

Jens Sterthaus

**Parameteridentifikation  
an metallischen Werkstoffen  
basierend auf numerischen Simulationen  
und instrumentierter Eindringprüfung**

**Parameteridentifikation  
an metallischen Werkstoffen  
basierend auf numerischen Simulationen  
und instrumentierter Eindringprüfung**

von  
Dipl.-Ing. Jens Sterthaus

Von der Fakultät V,  
Verkehrs- und Maschinensysteme  
der Technischen Universität Berlin  
zur Verleihung des akademischen Grades  
*Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)*  
genehmigte Dissertation

PROMOTIONS-AUSSCHUSS

**Vorsitzender:** Prof. Dr. V. Popov  
**Gutachter:** Prof. Dr. rer. nat. W.H. Müller  
Prof. Dr.-Ing. R. Mahnken  
Prof. Dr.-Ing. J. Villain  
Dr.-Ing. habil. K. Weinberg

**Tag der Aussprache:** 08.02.2008

Berlin, 2008  
D83

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

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

1. Aufl. - Göttingen : Cuvillier, 2008

Zugl.: (TU) Berlin, Univ., Diss., 2008

978-3-86727-681-8

© CUVILLIER VERLAG, Göttingen 2008

Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen

Telefon: 0551-54724-0

Telefax: 0551-54724-21

[www.cuvillier.de](http://www.cuvillier.de)

Alle Rechte vorbehalten. Ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages ist es nicht gestattet, das Buch oder Teile daraus auf fotomechanischem Weg (Fotokopie, Mikrokopie) zu vervielfältigen.

1. Auflage, 2008

Gedruckt auf säurefreiem Papier

978-3-86727-681-8



Institut für Mechanik, Sekr. MS-2  
Lehrstuhl für Kontinuumsmechanik und Materialtheorie  
Einsteinufer 5  
10587 Berlin

## PROMOTIONS-AUSSCHUSS

**Vorsitzender:**

Prof. Dr. V. Popov,  
Institut für Mechanik, TU Berlin

**Gutachter:**

Prof. Dr. rer. nat. Wolfgang H. Müller,  
Lehrstuhl für Kontinuumsmechanik und  
Materialtheorie, Technische Universität Berlin

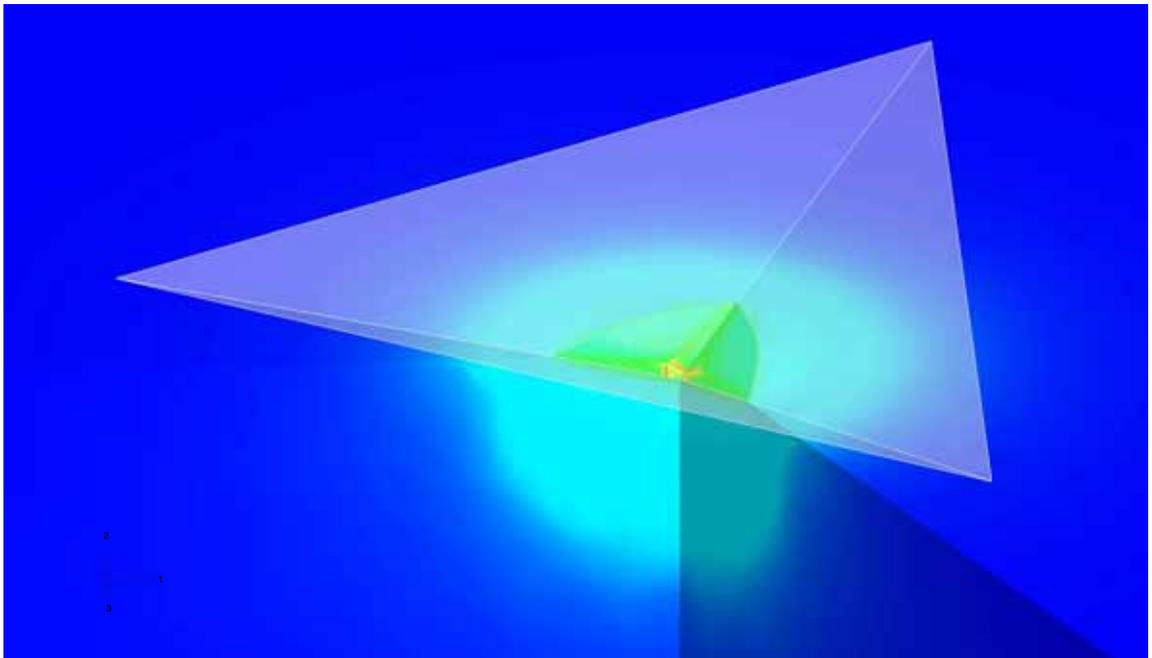
Prof. Dr.-Ing. R. Mahnken,  
Institut für Prozess- und Werkstofftechnik,  
Universität Paderborn

Prof. Dr.-Ing. J. Villain,  
Fachbereich Elektrotechnik,  
Fachhochschule Augsburg

Dr.-Ing. habil. K. Weinberg,  
Lehrstuhl für Kontinuumsmechanik und  
Materialtheorie, Technische Universität Berlin

Tag der Einreichung: 30.10.2007

Tag der Aussprache: 08.02.2008



**Kontakt**  
Jens.Sterthaus@web.de

# Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	v
Abbildungsverzeichnis	xv
Tabellenverzeichnis	xvii
Vorwort	xxiii
Kurzfassung	xxv
Abstract	xxvii
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2 Verifikation klassischer Auswertungsverfahren</b>	<b>5</b>
2.1 Prüfkörpergeometrie und Härte . . . . .	5
2.2 Zusammenhang zwischen Kraft-Weg-Kurve und E-Modul . . .	15
2.3 Dimensionsanalyse . . . . .	20
2.4 Kalibrierung . . . . .	28
2.4.1 Ermittlung der Flächenfunktion und Nachgiebigkeit als entkoppelte Größen . . . . .	29
2.4.2 Iterative Ermittlung der Flächenfunktion und der Nachgiebigkeit . . . . .	33
2.5 Nutzung der Dimensionsanalyse für Größen der Indentation .	38
2.5.1 Linear elastisch-ideal plastisches Material . . . . .	38
2.5.2 Linear verfestigendes Material . . . . .	47
2.5.3 Auswirkungen des Werkstoffmodells auf die zu ermit- telnden Kenngrößen . . . . .	50
2.5.4 Auswirkungen einer fehlerhaft bestimmten Rahmen- nachgiebigkeit . . . . .	51

## INHALTSVERZEICHNIS

<b>3</b>	<b>Parameteridentifikation mittels Nanoindentation</b>	<b>55</b>
3.1	Beschreibung des Indentermodells und der Vorgehensweise . . .	55
3.2	Materialeigenschaften und zu identifizierende Parameter . . .	74
3.2.1	Berücksichtigung der Materialdaten in der FE-Berechnung . . . . .	74
3.2.2	Elastisch-ideal plastisch . . . . .	76
3.2.3	Elastisch-plastisch, mit linearer Verfestigung . . . . .	76
3.2.4	Materialmodell nach RAMBERG-OSGOOD . . . . .	77
3.2.5	Modifiziertes RAMBERG-OSGOOD-Modell mit einem linear elastischen Bereich . . . . .	79
3.2.6	Modifiziertes LUDWIK-Modell mit einem linear elastischen Bereich . . . . .	81
3.3	Konstitutive Gleichungen . . . . .	83
3.3.1	Kinematische Beziehungen . . . . .	83
3.3.2	Additive Zerlegung der Dehnraten . . . . .	84
3.3.3	Gleichgewicht und virtuelle Arbeit . . . . .	84
3.3.4	Elastische Eigenschaften . . . . .	86
3.3.5	Plastische Eigenschaften . . . . .	86
3.3.6	Berücksichtigung zeitabhängigen Verhaltens durch Kriechen . . . . .	88
3.4	Ablaufschema des Programmes . . . . .	88
3.5	Konischer Indenter und synthetische Referenzdaten . . . . .	90
3.5.1	Konvergenz des Optimierungsproblems bei zutreffender Materialhypothese . . . . .	90
3.5.2	Identifikation mit nicht zutreffender Materialhypothese für ein bilineares Materialmodell . . . . .	94
3.5.3	Identifikation mit nicht zutreffender Materialhypothese für das elastisch-ideal plastische Modell . . . . .	100
3.6	Identifikationsprozess mit Kugelindenter und synthetischen Messkurven . . . . .	107
3.6.1	Parameterstudie hinsichtlich des Konvergenzverhaltens	107
3.6.2	Kugelindenter und nicht zutreffende Materialhypothese	121
3.7	Vergleich mit anderen Verfahren . . . . .	127
<b>4</b>	<b>Zugversuche</b>	<b>129</b>
4.1	Versuchsaufbau für Zugversuche . . . . .	129
4.2	Ablauf des Zugversuchs . . . . .	130
4.3	Auswerteverfahren . . . . .	132
4.4	Versuchsergebnisse . . . . .	137
4.5	Mögliche konstruktive Änderungen . . . . .	139

## INHALTSVERZEICHNIS

<b>5</b>	<b>Parameteridentifikation mit kalibrierter Geometrie</b>	<b>141</b>
5.1	Analyse des Eindringkörpers . . . . .	141
5.2	Aufbau eines angepassten Modells mit individuellem Prüf- körper . . . . .	146
5.3	Indentation einer Mikrozugprobe aus Aluminium ohne Be- rücksichtigung viskoser Effekte . . . . .	149
5.4	Indentation einer Mikrozugprobe aus Aluminium mit Berück- sichtigung viskoser Effekte . . . . .	153
5.5	Vergleich der Spannungs-Dehnungs-Linien aus Mikrozugver- such und Nanoindentation an Aluminium . . . . .	155
5.6	Vergleich der Spannungs-Dehnungs-Linien aus Mikrozugver- such und Nanoindentation an Stahl . . . . .	157
5.7	Bewertung identifizierter Spannungs-Dehnungs-Kurven . . . . .	163
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>167</b>
<b>A</b>	<b>3D-Modell des Indenters</b>	<b>171</b>
<b>B</b>	<b>Abhängigkeit der Härte und des E-Moduls von der Eindring- tiefe</b>	<b>175</b>
<b>C</b>	<b>Analytische Lösungen zum Kontaktproblem</b>	<b>179</b>
C.1	Elastischer Kontakt zweier Kugeln . . . . .	179
C.2	Elastisch-plastischer Fall . . . . .	185
C.3	Elastisch-plastischer Fall, starrer Indenter: <i>Expanding-cavity-</i> Modell nach HILL . . . . .	186
<b>D</b>	<b>Zugversuche an Sn-Loten</b>	<b>191</b>
D.1	Problembeschreibung . . . . .	191
D.2	Analysemethode . . . . .	195
D.3	Praktische Umsetzung . . . . .	204
D.4	Identifizierte Materialparameter und Referenzwerte . . . . .	206
D.5	Vergleich der Ergebnisse mit anderen Bewertungsverfahren an- hand derselben Proben . . . . .	210
D.6	Kritische Betrachtung des Vorgehens . . . . .	212
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>214</b>



# Abbildungsverzeichnis

1.1	In Epoxidharz eingebettete Platine mit Halter . . . . .	3
2.1	Schematische Darstellung des Halters für die Prüfspitze . . . . .	6
2.2	Gebräuchliche Indenterspitzen nach [74] . . . . .	7
2.3	BERKOVICH-Prüfkörper in Draufsicht und im Querschnitt entlang einer der drei Symmetrieachsen . . . . .	9
2.4	Ausgerundeter Kegel mit der Kontakttiefe $h_c$ im Querschnitt .	10
2.5	VON MISES-Spannungen während des Kontaktes mit dem Diamanten bei maximaler Last im Schnitt . . . . .	13
2.6	Verlauf der vertikalen Verschiebungen entlang der Kante und entlang der Mitte der Diamantenfläche bei maximaler Last . .	14
2.7	VON MISES-Spannungen während des Kontaktes mit dem Diamanten bei maximaler Last in der Draufsicht . . . . .	14
2.8	Schematische Darstellung der Oberflächenkontur . . . . .	16
2.9	Schematische Darstellung des Belastungs- und Entlastungsvorganges . . . . .	17
2.10	Geometrische Ähnlichkeit bzw. Selbstähnlichkeit . . . . .	21
2.11	Ermittlung der Rahmennachgiebigkeit $C_f$ , entkoppelt von der Flächenfunktion . . . . .	30
2.12	Ermittlung der Rahmennachgiebigkeit $C_f$ anhand von Kalibriermessungen an einem Quarz ( <i>fused silica</i> ) . . . . .	35
2.13	Ermittlung der Flächenfunktion $A(h_c)$ bei bekannter Rahmennachgiebigkeit $C_f$ mittels verschiedener Ansätze . . . . .	36
2.14	Ermittlung der Flächenfunktion $A(h_c)$ für mehrere Messreihen gleichzeitig . . . . .	37
2.15	Bestimmung der „wahren“ Kontakttiefe $h_c^{\text{FEM}}$ und des zugehörigen Kontaktradius $r_c$ aus den Kontaktdaten . . . . .	39
2.16	Linearer Zusammenhang zwischen der normierten Kontakttiefe und der normierten Eindringtiefe . . . . .	40
2.17	Vergleich der Kontaktiefen nach herkömmlichen Vorschriften und mittels Kontaktdaten aus der FEM . . . . .	41

ABBILDUNGSVERZEICHNIS

2.18 Vergleich der Härte nach herkömmlichen Vorschriften und mittels Kontakt Daten aus der FEM . . . . .	42
2.19 Relative Abweichung der traditionell bestimmten Härte gegenüber ihrer Definition . . . . .	43
2.20 Zusammenhang der unterschiedlich berechneten Härten mit der Fließspannung . . . . .	44
2.21 Relative Abweichung des E-Moduls bei Auswertung nach OLIVER und PHARR gegenüber der FEM . . . . .	45
2.22 Verlauf der mittleren Kontaktspannungen über den normierten Kontaktradius $r_c/r_{c,max}$ . . . . .	46
2.23 Bis $\varepsilon^{pl} = 10\%$ linear verfestigendes, elastisch-plastisches Materialmodell . . . . .	47
2.24 Vergleich der Kontakttiefen nach herkömmlichen Vorschriften und mittels Kontakt Daten aus der FE-Rechnung für ein linear verfestigendes Material . . . . .	48
2.25 Relative Abweichung der traditionell bestimmten Härte gegenüber ihrer Definition für ein linear verfestigendes Material . . . . .	48
2.26 Zusammenhang der unterschiedlich berechneten Härten mit der Fließspannung für ein linear verfestigendes Material . . . . .	49
2.27 Relative Abweichung des E-Moduls bei Auswertung nach Oliver-Pharr gegenüber der FEM für ein linear verfestigendes Material . . . . .	50
2.28 Einfluss des Fehlers der Rahmennachgiebigkeit auf die zu bestimmende Härte . . . . .	53
2.29 Einfluss des Fehlers der Rahmennachgiebigkeit auf den zu bestimmenden E-Modul . . . . .	54
3.1 Rotationssymmetrisches FE-Modell des konischen Indenters . . . . .	57
3.2 Detailansicht des FE-Modells des Indenters . . . . .	57
3.3 Verlauf der Kraft über die Zeit . . . . .	59
3.4 Ermittlung der tatsächlichen Lastraten mittels Ausgleichsgeraden . . . . .	60
3.5 Weg-Zeit-Diagramm mit Wegdaten der Referenz und der Simulation . . . . .	62
3.6 Detail des Weg-Zeit-Diagramms aus Abb. 3.5 während des Entlastungsvorganges . . . . .	62
3.7 Kraft-Weg-Diagramm, entstanden durch Elimination der Zeit aus dem Kraft-Zeit-Diagramm und dem Weg-Zeit-Diagramm . . . . .	63
3.8 Detail des Kraft-Weg-Diagramms aus Abb. 3.7 während des Beginns des Entlastungsvorganges . . . . .	64
3.9 Interpolation der Daten der Simulation und der Referenz . . . . .	67

## ABBILDUNGSVERZEICHNIS

3.10	Kontaktabstand und sich ausbreitende plastische Zone im Detail	68
3.11	Zusammenhang zwischen Kontaktabstand und Kraft im Detail	68
3.12	Elastisch-ideal plastisches Materialmodell . . . . .	76
3.13	Bilineares Materialmodell mit Verfestigung . . . . .	77
3.14	Materialmodell nach RAMBERG-OSGOOD . . . . .	77
3.15	Energiedifferenz zwischen linearer diskretisierter und analytischer Darstellung . . . . .	78
3.16	Modifiziertes RAMBERG-OSGOOD-Modell mit anfangs linear elastischem Bereich . . . . .	79
3.17	Energiedifferenz für das modifizierte RAMBERG-OSGOOD-Modell . . . . .	80
3.18	Modifiziertes LUDWIK-Modell mit linear elastischem Bereich .	82
3.19	Struktogramm des Optimierungsprozesses . . . . .	89
3.20	Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des bilinearen Materialmodells . . . . .	91
3.21	Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des bilinearen Materialmodells und einer Verschiebung des Nullpunktes . . . . .	92
3.22	Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des bilinearen Materialmodells und einer Verschiebung des Nullpunktes . . . . .	93
3.23	Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des bilinearen Materialmodells und einer Verschiebung des Nullpunktes . . . . .	94
3.24	Kraft-Zeit-Verlauf für die beiden synthetischen Referenzen und nachfolgender Simulationen während der Identifikation . . . .	95
3.25	Weg-Zeit-Verlauf zur Identifikation an Referenz A . . . . .	96
3.26	Verlauf der Wegdifferenz zwischen der Simulation und der Referenz A bei erreichtem Optimum . . . . .	97
3.27	Kraft-Eindringtiefe-Verlauf bei erreichtem Optimum für Referenz A . . . . .	97
3.28	Verlauf der Wegdifferenz zwischen der Simulation und der Referenz B bei erreichtem Optimum . . . . .	98
3.29	Kraft-Eindringtiefe-Verlauf bei erreichtem Optimum für Referenz B . . . . .	98
3.30	Beziehung zwischen den Spannungen und totalen Dehnungen für Referenzen und Optima . . . . .	100
3.31	Weg-Zeit-Verlauf des Referenzmodells . . . . .	102
3.32	Kraft-Weg-Verlauf der Referenz und der sechs gefundenen Optima . . . . .	102

ABBILDUNGSVERZEICHNIS

3.33	Differenzen im Weg-Zeit-Verlauf gegenüber dem Referenzmodell . . . . .	103
3.34	Repräsentative Verzerrungen für das bilineare Materialmodell	104
3.35	Verschiedene Formen des Aufwurfs bei identischem Kraft-Weg-Verlauf . . . . .	105
3.36	Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des modifizierten LUDWIK-Modells . . . . .	109
3.37	Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des modifizierten LUDWIK-Modells . . . . .	110
3.38	Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des modifizierten RAMBERG-OSGOOD-Modells . . . . .	111
3.39	Verlauf der Spannung über die totalen logarithmischen Verzerrungen für die Referenz und die identifizierten Materialparameter . . . . .	112
3.40	Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des modifizierten LUDWIK-Modells . . . . .	114
3.41	Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des modifizierten LUDWIK-Modells . . . . .	115
3.42	Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des modifizierten RAMBERG-OSGOOD-Modells . . . . .	117
3.43	Verlauf der Spannung über die totalen logarithmischen Verzerrungen für die Referenz und die identifizierten Materialparameter . . . . .	118
3.44	Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des modifizierten RAMBERG-OSGOOD-Modells . . . . .	119
3.45	Schematische Darstellung des Einflusses der Schrittweite auf das gefundene Optimum . . . . .	121
3.46	Ausschnitt des Modells und Belastungsverlauf für alle Modelle	122
3.47	Verschiebungsdifferenzen für $\sigma_{\max} = 400 \text{ N/mm}^2$ bei $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,1$ . .	122
3.48	Verschiebungsdifferenzen für $\sigma_{\max} = 400 \text{ N/mm}^2$ bei $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,15$ .	123
3.49	Verschiebungsdifferenzen für $\sigma_{\max} = 400 \text{ N/mm}^2$ bei $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,2$ . .	123
3.50	Verschiebungsdifferenzen für $\sigma_{\max} = 400 \text{ N/mm}^2$ bei $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,25$ .	124
3.51	Verschiebungsdifferenzen für $\sigma_{\max} = 400 \text{ N/mm}^2$ bei $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,3$ . .	124
3.52	Verschiebungsdifferenzen für $\sigma_{\max} = 300 \text{ N/mm}^2$ bei $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,1$ . .	125
3.53	Aktivierete maximale (totale) Hauptdehnung aufgetragen über die Verschiebung . . . . .	126
4.1	Neu konstruierte Halterung mit Gleitlagern und Detailansicht der Probe . . . . .	130
4.2	Geglättete Messkurven aus mehreren Versuchen gemittelt . . .	133

## ABBILDUNGSVERZEICHNIS

4.3	Schematische Darstellung der Identifikation der Sekantensteigerung . . . . .	134
4.4	Durch den beschriebenen Algorithmus erkannte Kurve der Wiederbelastung . . . . .	135
4.5	Fallender Modul bei wiederholten Hysteresen . . . . .	136
5.1	<i>Nano Vision</i> -Scan der Kontur eines tiefen Eindrucks in eine Kupferprobe im Vergleich zur berechneten Kontur . . . . .	142
5.2	Extrapolation für die restringierte Lösung der Flächenfunktion über den kalibrierten Bereich von 450 nm . . . . .	143
5.3	Interpolation der Flächenfunktion über den kalibrierten Bereich von 450 nm . . . . .	145
5.4	Krümmungsradius des Diamanten über den kalibrierten Bereich von 450 nm . . . . .	145
5.5	Indentermodell mit dem anhand von Kalibrierdaten nachgebildeten sphärischen Eindringkörper . . . . .	148
5.6	Endstück einer gerissenen Probe aus Aluminium AA6016T4 eingebettet in Epoxidharz . . . . .	149
5.7	Verläufe über die Zeit für eine Indentation an Aluminium AA6016T4 . . . . .	150
5.8	Verlauf der Wegdifferenz bei erreichtem Optimum; Probe aus Aluminium AA6016T4 . . . . .	150
5.9	Kraft-Eindringtiefe-Verlauf bei erreichtem Optimum; Probe aus Aluminium AA6016T4 . . . . .	151
5.10	Verlauf der Wegdifferenz zwischen der Simulation und der Referenz bei erreichtem Optimum; Probe aus Aluminium AA6016T4 . . . . .	152
5.11	Kraft-Eindringtiefe-Verlauf bei erreichtem Optimum; Probe aus Aluminium AA6016T4 . . . . .	152
5.12	Kraft-Zeit-Verlauf während der Nanoindentation an einer Probe aus Aluminium AA6016 . . . . .	153
5.13	Weg-Zeit-Verlauf an der Probe aus Aluminium AA6016T4 . . . . .	154
5.14	Verlauf der Wegdifferenz bei erreichtem Optimum; Probe aus Aluminium AA6016T4 . . . . .	154
5.15	Kraft-Eindringtiefe-Verlauf bei erreichtem Optimum; Probe aus Aluminium AA6016T4 . . . . .	155
5.16	Identifizierte Spannungs-Dehnungs-Kurven aus Mikrozugversuch und Nanoindentation für Aluminium AA6016 . . . . .	156
5.17	Indentation an einem Probenkopf aus Stahl DX 56 mit einer maximalen Last von 290 mN . . . . .	157

ABBILDUNGSVERZEICHNIS

5.18	Verlauf der Wegdifferenz bei erreichtem Optimum; Probe aus Stahl DX 56 . . . . .	158
5.19	Kraft-Eindringtiefe-Verlauf bei erreichtem Optimum; Probe aus Stahl DX 56 . . . . .	158
5.20	Verlauf der Eindringtiefe über der Zeit für eine Indentation an einem Probenkopf aus Stahl DX 56 . . . . .	159
5.21	Verlauf der Wegdifferenz bei gleichverteilter Gewichtung der Wegdifferenzen; Probe aus Stahl DX 56 . . . . .	159
5.22	Kraft-Eindringtiefe-Verlauf bei gleichverteilter Gewichtung der Wegdifferenzen; Probe aus Stahl DX 56 . . . . .	161
5.23	Verläufe über die Zeit für eine Indentation an Stahl DX 56 . .	161
5.24	Wegdifferenz bei erreichtem Optimum; Probe aus Stahl DX 56	162
5.25	Kraft-Eindringtiefe-Verlauf bei erreichtem Optimum; Probe aus Stahl DX 56 . . . . .	162
5.26	Identifizierte Spannungs-Dehnungs-Kurven aus Mikrozugversuch und Nanoindentation an Stahl DX56 . . . . .	163
5.27	Gefüge eines DC04-Stahles mit Kontaktdurchmesser zum Größenvergleich . . . . .	165
A.1	60°-Ausschnitt mit Randbedingungen entsprechend der Symmetrieeigenschaften . . . . .	172
A.2	Fein diskretisierte Kontaktzone mit einer Ebenen als analytischem Starrkörper . . . . .	172
A.3	60°-Ausschnitt des 250 $\mu\text{m}$ hoch modellierten Probenmaterials in der Ansicht . . . . .	173
A.4	Visualisierung der Höhen des bleibenden Eindrucks mit der Form des „ausgebeulten“ Randes . . . . .	174
A.5	Visualisierung der Höhen des bleibenden Eindrucks mit der Form des „eingebeulten“ Randes . . . . .	174
B.1	Mit der Eindringtiefe abnehmende Härte . . . . .	176
B.2	Ermittelter E-Modul bei einem beschichteten Material . . . .	177
C.1	Zwei Kugeln im Kontakt; Referenzlage und deformierte Lage .	179
C.2	Vergleich des HERTZschen Kontakts mit geometrisch linearer und nicht linearer FE-Lösung . . . . .	182
C.3	$z$ -Ordinate des Maximums der normierten Schubspannung in Abhängigkeit von der Querkontraktion . . . . .	184
C.4	Maxima der normierten Schubspannung in Abhängigkeit von der Querkontraktion . . . . .	184

## ABBILDUNGSVERZEICHNIS

C.5	Modell mit sich ausdehnendem Hohlraum und plastischer Zone ( <i>expanding-cavity</i> ) . . . . .	186
D.1	<i>MTS Tytron 250</i> . . . . .	192
D.2	Viskoelastisches Material bei unterschiedlichen Verzerrungsgeschwindigkeiten $\dot{\epsilon}$ . . . . .	193
D.3	Zusammensetzung der durchgeführten Zugversuche . . . . .	194
D.4	Verlauf der Spannung über die Zeit für die exemplarisch gewählten Materialparameter bei gegebener Dehnrate . . . . .	198
D.5	Verlauf der Kriechdehnung über die Zeit . . . . .	199
D.6	Anteil der Kriechdehnung an der Gesamtdehnung . . . . .	199
D.7	SnAg4,0Cu0,5-Probe mit befestigten Messmarken für das Extensometer . . . . .	200
D.8	Schematische Darstellung der Probe mit Abmessungen . . . . .	200
D.9	Fehler durch Schiefstellung der Messmarke . . . . .	200
D.10	Glättung der Rohdaten und verschobener Ursprung . . . . .	201
D.11	Spannungs-Dehnungs-Linien der ermittelten Materialkennwerte . . . . .	207
D.12	E-Moduln in Abhängigkeit der Beimengung . . . . .	207
D.13	Parameter $D$ in Abhängigkeit der Beimengung . . . . .	208
D.14	Parameter $m$ in Abhängigkeit der Beimengung . . . . .	208
D.15	0,1%-Dehngrenze in Abhängigkeit der Beimengung . . . . .	209
D.16	0,2%-Dehngrenze in Abhängigkeit der Beimengung . . . . .	209
D.17	Nicht gerissene Probe bei 120-prozentiger konventioneller Dehnung, in zwei um 90° verdrehten Ansichten . . . . .	210
D.18	Vergleichswerte nach [42] für den E-Modul $E$ in Abhängigkeit der Beimengung . . . . .	211
D.19	Vergleichswerte nach [42] für die 0,2%-Dehngrenze in Abhängigkeit der Beimengung . . . . .	212



# Tabellenverzeichnis

2.1	Dimensionstabelle für den Belastungsvorgang eines elastisch-ideal plastischen Materials. . . . .	23
2.2	Dimensionstabelle für den Belastungsvorgang eines elastisch-plastischen, verfestigenden Materials. . . . .	24
2.3	Dimensionstabelle für die Kontakttiefe während des Belastungsvorgang eines elastisch-ideal plastischen Materials. . . . .	24
2.4	Dimensionstabelle für den Belastungsvorgang eines viskosen, elastisch-linear verfestigenden Materials. . . . .	26
3.1	Der Optimierung zugrunde gelegte Intervalle der Materialparameter . . . . .	66
3.2	Tabelle der gefundenen Optima eines elastisch-ideal plastischen Materials für eine Referenz nach dem verfestigenden, bilinearen Materialmodell. . . . .	99
3.3	Tabelle der gefundenen Optima eines verfestigenden Materials mit abweichend von der Referenz festgelegten E-Modulen. . .	101
4.1	Hysteresen und ermittelte Moduln in Abhängigkeit vom Schnittpunkt mit der Achse der Dehnungen . . . . .	135
4.2	Ermittelte Materialparameter und Kennwerte für DX56 . . . .	138
4.3	Ermittelte Materialparameter und Kennwerte für AA6016 . .	138
4.4	Ermittelte Materialparameter und Kennwerte für ZnAl15 . . .	139
5.1	Tabelle der gefundenen Optima für Indentationen und Zugversuch für eine Probe aus Aluminium AA6016. . . . .	156
5.2	Tabelle der gefundenen Optima für Indentationen und Zugversuch für eine Probe aus Stahl DX56. . . . .	160
D.1	Eutektische Punkte ausgewählter bleifreier Lote . . . . .	194
D.2	Exemplarische Materialparameter . . . . .	197
D.3	Bereich der zu bestimmenden Parameter . . . . .	205
D.4	Ermittelte Materialparameter und Kennwerte . . . . .	206



# Symbolverzeichnis

$\alpha$	Fitparameter der Be- und Entlastungsfunktion, [ $\text{Nm}^{-m}$ ]
$\beta$	Korrekturfaktor der Prüfkörpergeometrie, [-]
$\dot{\epsilon}$	Deformationsrate, [ $\frac{1}{\text{s}}$ ]
$\epsilon$	geometrieabhängige Konstante von Eindringkörpern, [-]
$\varepsilon$	HENCKY-Dehnung, [-]
$\nu$	Querkontraktionszahl, [-]
$\phi$	Zielfunktion
$\rho$	Radius des Schmiegekreises (Krümmungsradius), [m]
$\sigma$	CAUCHY-Spannung, [ $\frac{\text{N}}{\text{m}^2}$ ]
$\sigma_y$	Fließspannung, [ $\frac{\text{N}}{\text{m}^2}$ ]
$\sigma_{\text{I}}, \sigma_{\text{II}}, \sigma_{\text{III}}$	Hauptspannung, [ $\frac{\text{N}}{\text{m}^2}$ ]
$\sigma_{ij}$	Spannungstensor, [ $\frac{\text{N}}{\text{m}^2}$ ]
$\varepsilon_{ij}$	Dehnungstensor, [-]
$\theta$	Öffnungswinkel eines Prüfkörpers, [ $^\circ$ ]
$\theta_{\text{K}}$	Öffnungswinkel eines konischen Prüfkörpers bzw. <i>equivalent cone angle</i> , [ $^\circ$ ]
$\xi$	generalisierter Materialparameter
$A$	Fläche, [ $\text{m}^2$ ]
$A_{\text{pro}}$	Projektion der Kontaktfläche, [ $\text{m}^2$ ]
$C_1, C_2, C_3, C_4$	Parameter des Kriechgesetzes, [ $\text{m}^2$ ]
$C$	<i>contact compliance</i> , [ $\frac{\text{m}}{\text{N}}$ ]
$C_{\text{f}}$	Rahmennachgiebigkeit, <i>frame compliance</i> , [ $\frac{\text{m}}{\text{N}}$ ]
$C_{\text{s}}$	<i>specimen compliance</i> , [ $\frac{\text{m}}{\text{N}}$ ]
$DAF$	<i>diamond area function</i>
$E$	E-Modul, [ $\frac{\text{N}}{\text{m}^2}$ ]

$E_{\text{eff}}, E_r$	effektiver E-Modul, $[\frac{\text{N}}{\text{m}^2}]$
$E_i$	E-Modul der Prüfkörpers, $[\frac{\text{N}}{\text{m}^2}]$
$E_T$	Tangentenmodul, $[\frac{\text{N}}{\text{m}^2}]$
$F$	Kraft, [N]
$F_{\text{Bel}}, F_{\text{Hal}}, F_{\text{Ent}}$	Kraftverlauf während Belastungs-, Halte- und Entlastungsphase, $[\frac{\text{N}}{\text{m}^2}]$
$F_{\text{max}}$	maximale Kraft, [N]
$\dot{F}$	Lastrate, $[\frac{\text{N}}{\text{s}}]$
$h$	(totale) Eindringtiefe, [m]
$h^*$	Messwert der (totalen) Eindringtiefe inkl. Rahmennachgiebigkeit [m]
$h_c$	Kontakttiefe, [m]
$h_f$	verbleibende Eindringtiefe nach dem Entlasten, [m]
$h_s$	Einsinktiefe gemessen vom Rand des Indenters bis zur Oberfläche, [m]
$H$	auf projizierte Kontaktfläche unter maximaler Last bezogene Härte, $[\frac{\text{N}}{\text{m}^2}]$
$K_i$	Fitparameter der Flächenfunktion, $[\text{m}^{2-1+i}]$
<b>J</b>	Jacobimatrix
$l$	Länge beim Zugversuch, [m]
$m$	Exponent der Entlastungsfunktion, [-]
$m, K$	Parameter für Materialvorschrift nach LUDWIK
$n, D$	Parameter für Materialvorschrift nach RAMBERG-OSGOOD
$p$	generalisierter Materialparameter
$R$	Radius des runden Prüfkörpers, [m] im Zusammenhang mit der ARRHENIUSgleichung: universelle Gaskonstante, $[\frac{\text{J}}{\text{mol}\cdot\text{K}}]$
$r$	radialer Abstand von der Achse der Rotationssymmetrie [m]
$S^*$	Steifigkeit von Material und Indenter, $[\frac{\text{N}}{\text{m}}]$
$T$	Temperatur, [K bzw. °C]
$t$	Zeit, [s]
$u$	Verschiebung bzw. Eindringtiefe des Prüfkörpers oder Oberfläche im Kontext numerischer Simulationen, $[\frac{\text{m}}{\text{s}}]$

$v$	Zuggeschwindigkeit beim einachsigen Zugversuch, [ $\frac{m}{s}$ ]
$W$	(mechanische) Arbeit, [J]
$w$	Gewichtung in der Zielfunktion
$()_c$	Index für <i>im Kontakt</i> , z. B. $h_c$ oder $r_c$
$()^{\text{FEM}}$	Index für Größen aus <i>FEM</i> -Simulationen, z. B. $H^{\text{FEM}}$ oder $h_c^{\text{FEM}}$
$()^{\text{Ref}}$	Index für <i>Referenz</i> -Daten, diese können experimentell ermittelte Werte sein oder synthetische, durch Simulation bestimmte, z. B. $H^{\text{Ref}}$ oder $h_c^{\text{Ref}}$
$()^{\text{tra}}$	Index für <i>traditionell</i> bestimmte Größen nach der Methode von OLIVER und PHARR, z.B. $E^{\text{tra}}$ oder $H^{\text{tra}}$



# Vorwort

Beim Erstellen dieser Arbeit wurde ich dankenswerter Weise von Prof. Wolfgang H. Müller vom Lehrstuhl für Kontinuumsmechanik und Materialtheorie, von Prof. Johannes Wilden vom Institut für Werkzeugmaschinen und Fabrikbetrieb, Fachgebiet Füge- und Beschichtungstechnik und Dr. Kerstin Weinberg vom Lehrstuhl für Kontinuumsmechanik und Materialtheorie der TU Berlin unterstützt.

Gespräche mit Dr. Michael Griepentrog von der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung steuerten interessante Aspekte zur Indentation bei. Ihm und Marko Szuggars verdanke ich die Messungen mit dem Kugelindenter, auf denen ein Teil dieser Arbeit basiert. Weitere Messungen kamen von meinem Kollegen Arion Juritza, der sich unermüdlich um die Versuchseinrichtungen kümmerte.

Dr. Jörg Hornig, Dr. Sven Kaßbohm und Dr. Klaus Neemann lasen Teile der Arbeit und machten Vorschläge zur Verbesserung.

Berrit Krahl korrigierte die Rechtschreibung und Christoph Laun half beim Textsatz und bei Fragen zu dem Satzprogramm L<sup>A</sup>T<sub>E</sub>X.

Mit Dr. Ralf Wille verbinden mich mehrere Jahre angenehmer und konstruktiver Zusammenarbeit bei Lehrveranstaltungen. Darüber hinaus möchte ich mich bei meinen Kollegen Gisela Glass, Erik Anders, Thomas Böhme, Taoufiq Hannach, Dr. Alexander Häse und Guido Harneit bedanken, die mit Rat und Tat zur Seite standen und halfen, die Zeit am Institut in guter Erinnerung zu behalten.

Meinen Eltern danke ich für die Unterstützung, die mir die Freiheit gab, mich auf meine Ziele konzentrieren zu können.



# Kurzfassung

Es wird gezeigt, wie die instrumentierte Eindringprüfung, auch als „Nanoindentation“ bezeichnet, genutzt werden kann, um Materialeigenschaften zu charakterisieren. Die instrumentierte Eindringprüfung stellt eine Erweiterung der klassischen Härteprüfung dar, da hier Kraft, Zeit und Tiefe kontinuierlich gemessen werden.

Es werden die wichtigsten klassischen Konzepte zur Auswertung der gemessenen Daten vorgestellt. Mit diesen können der E-Modul, Härte und in Näherung die Fließgrenze bestimmt werden.

Für eine Messung mit einem Indenter muss u.a. die Rahmennachgiebigkeit des Prüfgeräts bestimmt werden. Bei Geräten mit geringer Steifigkeit ergeben sich große absolute Fehler. Deswegen wird für ausgewählte Abweichungen der Rahmennachgiebigkeit mittels der durch die Dimensionsanalyse gefundenen Transformationsbeziehungen und einer aus einer FE-Rechnung gewonnenen, synthetischen Kraft-Eindringtiefe-Kurve die Auswirkung auf die Ermittlung von Härte und E-Modul untersucht.

Das am weitesten verbreitete Auswerteverfahren zur Bestimmung von Härte und E-Modul auf Grundlage der von OLIVER und PHARR publizierten Methode wird vorgestellt und die Abweichungen gegenüber FE-Simulationen für ein elastisch-ideal plastisches Material, und für ein stark verfestigendes Material untersucht.

Um darüber hinaus eine uniaxiale Spannungs-Dehnungs-Kennlinie und auch Parameter der Kriecheigenschaften aus den Daten der Indentation ableiten zu können, wird ein gradientenbasiertes Minimierungsverfahren mit einem kontinuumsmechanischen Modell gekoppelt, dessen Lösung mit dem FEM-Programm *ABAQUS* erfolgt. Es werden Parameterstudien durchgeführt und theoretische Überlegungen bestätigt, wonach sphärische Prüfkörper für die Lösung dieses inversen Problems besonders geeignet sind. Nähere experimentelle Untersuchungen zeigen, dass die Prüfkörpergeometrie wegen ihrer deutlichen Abweichung von der Sollform individuell in der Simulation nachgebildet werden muss.

Dieses Verfahren wird auf Stahl und Aluminiumproben angewandt, an

denen zuvor Mikrozugversuche durchgeführt wurden. Die Ergebnisse werden verglichen und mögliche Ursachen (wie Größeneffekte, Bestimmung lokaler anstelle makroskopischer Eigenschaften und vernachlässigte Eigenspannungen) für die signifikanten Unterschiede in den ermittelten Spannungs-Dehnungs-Kurven diskutiert.

# Abstract

## Parameter identification for metallic materials based on numerical simulations and instrumented indentation tests

In this work it is shown how instrumented indentation tests (often also referred to as “nanoindentation“) can be used for characterization of material properties. The instrumented indentation test extends the classical hardness test in such a way that depth, force and time are continuously monitored.

The classic methods for analysis of the measured data are presented. By means of these one is able to determine the elastic modulus and, in a first approximation, the yield-strength.

For an indenter measurement it is necessary to determine the frame-compliance of the testing apparatus. In case of a device with a low stiffness large absolute errors arise. For this reason the compliance is selectively varied to show its impact on hardness and elastic modulus by using transformation relations from dimensional analyses in combination with synthetic force-depth-data created by FE simulations.

The widely-spread method of OLIVER and PHARR used for determination of the hardness and the elastic modulus is discussed and deviations to FE analyses are investigated for an elastic, perfectly-plastic as well as a material capable of hardening.

Moreover, in order to determine an uniaxial stress-strain relationship as well as creep properties from the data measured by indentation a gradient-based minimization procedure is coupled with a continuum mechanics model and analyzed numerically using the FE code *ABAQUS*. Parametric studies are performed and theoretical considerations are verified according to which indenters with a spherical shape are particularly suitable to solve the inverse problem. Experiments show that the actual indenter geometry needs to be modeled due to its considerable deviation from the ideal shape.

The method is applied to specimens made of aluminum and steel which were initially examined in micro-uniaxial-tensile tests. The results are compared and possible reasons for significant differences (such as size-effects, de-

termination of local instead of macroscopic properties, as well as neglecting residual stresses) are discussed.

# Kapitel 1

## Einleitung

Diese Arbeit verifiziert numerisch konventionelle Methoden zur Bestimmung von Härte und E-Modul und stellt ein Verfahren zur Identifikation von Spannungs-Dehnungs-Beziehungen aus instrumentierter Eindringprüfung, auch als Indentation bezeichnet, an Miniaturproben vor.

Für die beanspruchungsgerechte Konstruktion und Bemessung eines Bauteiles gegen mechanische Einwirkungen ist es unerlässlich, seine mechanischen Eigenschaften zu beschreiben bzw. die angenommenen Eigenschaften nachweisen zu können. Ein Werkstoff wird im Allgemeinen charakterisiert durch seine elastischen Eigenschaften, sein Verhalten bei zeitunabhängigen, irreversiblen Verformungen und sein zeitabhängiges Verhalten.

Neben diesen Parametern dient auch der Widerstand gegen das Eindringen eines anderen (zumeist härteren) Körpers dazu, das Material zu beschreiben. Diese allgemein beschriebene Kennzahl, zu deren Ermittlung es verschiedene Ausführungen und Definitionen gibt, wird als *Härte* bezeichnet.

Andere, in dieser Arbeit aber nicht weiter thematisierte HärteKennwerte beschreiben das Verhalten beim Ritzen. Dieses kann qualitativ beschrieben werden, also welcher Stoff ritzt den anderen. Die resultierende Kennzahl solch einer qualitativen Beschreibung kann die Einordnung in eine Rangskala (z.B. von 1 bis 10 nach der Härteskala von MOHS, eingeführt in den 1820er) sein oder die quantitative Beschreibung des Widerstandes gegen Einritzen (*scratch hardness*).

Diese Verfahren kommen sowohl im makroskopischen als auch im mikroskopischen Bereich zur Anwendung. Makroskopisch dienen sie der zerstörungswarmen Prüfung. So kann z.B. an einem Stahlträger mit einer Kugel aus Hartmetall der Widerstand gegen das Eindringen bestimmt werden. Der Stahlträger wird danach eine kleine Delle aufweisen, die seine Tragfähigkeit aber nicht beeinflusst. Das quantitative Maß des Widerstandes, für dessen Bestimmung je nach dem Bedarf späterer Verwendung des Kennwer-

## 1 Einleitung

tes unterschiedliche Definitionen und Methoden existieren, korreliert dann mit Eigenschaften wie der Fließgrenze oder dem Verschleiß bei mechanischer Beanspruchung.

Um eine analoge Vorgehensweise auf der mikroskopischen Skala zu ermöglichen, muss eine Probe des Werkstoffes herausgetrennt und durch Einbetten in Trägermaterialien und Präparation der zu prüfenden Oberfläche aufgearbeitet werden. Dann wird ein kleiner Diamant, der in Form einer Pyramide zu den am weitesten verbreiteten Prüfkörpern gehört, in das zu prüfende Material gedrückt. Das Werkstück wird dabei im Allgemeinen unbrauchbar, weswegen die Prüfmethode nicht zu den zerstörungsfreien oder zerstörungsarmen Prüfverfahren zählt.

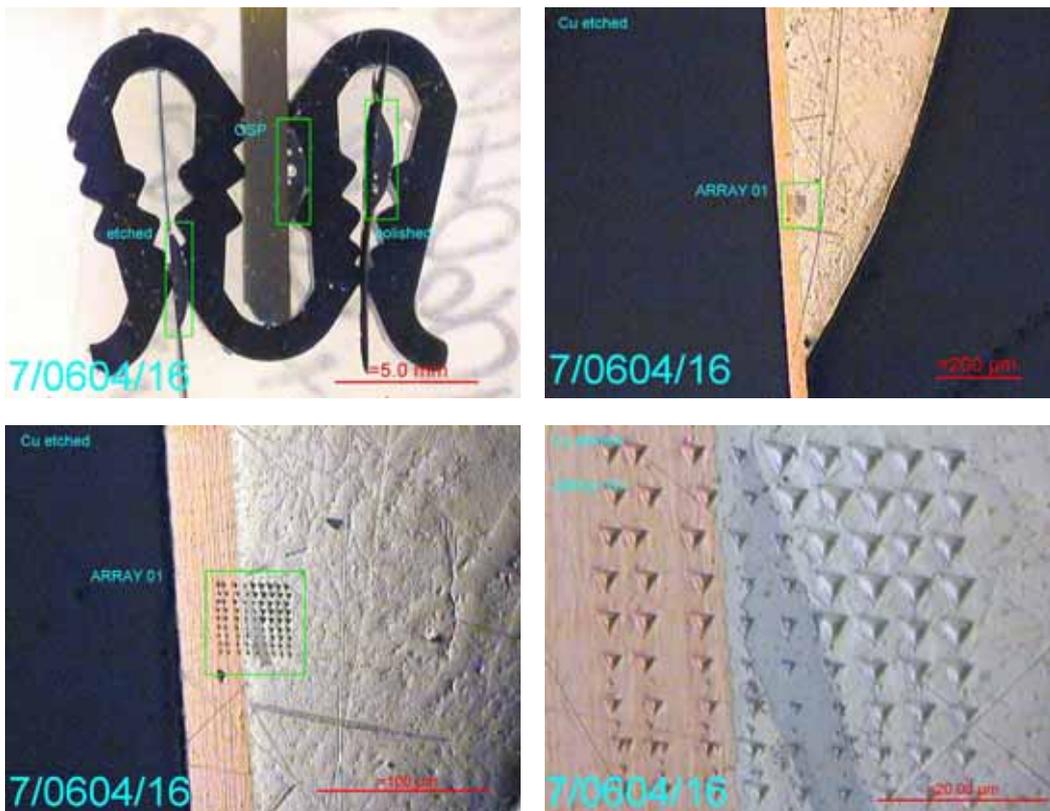
Obwohl es sich bei der Prüfung im Mikrobereich um eine zerstörende Prüfung handelt, kommt dem Verfahren besondere Bedeutung zu, da es mit kleinsten Probemengen und Abmessungen auskommt. Die Beschränkung auf kleine Mengen und Abmessungen und die Möglichkeit das Material *in situ*, also unter Einfluss seiner Umgebung zu testen, sind die wichtigsten Vorteile dieses Verfahrens.

So können Materialien, wie z.B. intermetallische Verbindungen (*IMC*) geprüft werden, die sich aus den zu verbindenden Grundstoffwerkstoffen an Lötstellen bilden und an dem Ort, an dem sie entstehen, lediglich in Dicken um ein bis zwei Mikrometer vorkommen. Die intermetallischen Verbindungen weisen oftmals mechanische Eigenschaften auf, deren Kennwerte wie Elastizitätsmodul und Härte weit über denjenigen der Grundstoffwerkstoffe liegen, aus denen sie hervorgegangen sind. Infolge dessen kommt es an den Grenzflächen dann zu Spannungsspitzen, deren Auftreten unter zyklischer Last die Lebensdauer herabsetzt.

Abb. 1.1 zeigt Aufnahmen, die im Rahmen des BMBF-Projektes *LIVE* am *LKM*<sup>1</sup> entstanden sind. Die optische Vergrößerung nimmt von links oben nach rechts unten von 16- bis 1000fach zu. Links oben ist ein Stück einer in Epoxidharz eingebetteten Platine in der Mitte einer Fixierung zu erkennen. Rechts unten in der höchsten Vergrößerungsstufe ist ein Raster von neun mal neun bleibenden Eindrücken aus Indentationen zu sehen. Die drei Spalten auf der linken Seite haben die Schicht der Leiterbahn aus Kupfer getroffen, während einige der Prüfungen der fünften Reihe eine Nadel aus  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  getroffen haben. Die Indente der Spalten sieben bis neun treffen ein bleifreies Lot aus  $\text{SnAg}_{5,5}\text{Cu}_{1,0}\text{In}_{1,0}$ . Die intermetallische Verbindung liegt zwischen den Spalten drei und vier.

---

<sup>1</sup>Lehrstuhl Kontinuumsmechanik und Materialtheorie (*LKM*) der *TU Berlin*



**Abbildung 1.1:** Links oben: In Epoxidharz eingebettete Platine mit Halter  
 Von links oben nach rechts unten: von 16- bis 1000fach zunehmende Vergrößerung

Weiterhin können mit diesen Prüfverfahren auf der Mikroebene auch dünne Schichten und Filme im Mikrometerbereich getestet werden, um so eine Größe zu erhalten, die mit der zu erwartenden Abriebfestigkeit korreliert.

Die Anwendung der makroskopischen Verfahren gehört zur klassischen Härteprüfung, wie sie Anfang des 20. Jahrhunderts von MEYER [51] und BRINELL<sup>2</sup> eingeführt wurde. In 1950er Jahren wurde sie von TABOR in [69] eingehend untersucht und weiter entwickelt. Den klassischen Verfahren ist gemeinsam, dass man als Ergebnis lediglich einen Quotient aus einer Prüfkraft und einer je nach Definition anders zu bestimmenden Kontaktfläche erhält, wodurch der Informationsgehalt eingeschränkt ist.

Im Gegensatz dazu werden bei den modernen Verfahren der instrumentierten Eindringprüfung Messwerte von Kraft, Eindringtiefe des Prüfkörpers und der Zeit über einen Versuchsverlauf, der sich aus dem Absenken und dem Anheben des Prüfkörpers zusammensetzt, protokolliert. Diese Messreihen weisen hinsichtlich der zu bestimmenden Werkstoffkennwerte, wie sie im

<sup>2</sup>BRINELL war der erste, der eine Kugel als Prüfkörper vorstellte, die zu geringeren Schädigungen der zu prüfenden Oberfläche führte.

konstruktiven Bereich relevant sind, einen sehr viel größeren Informationsgehalt auf. Dieser bleibt bei der Bestimmung der Härte ungenutzt, da sie sich im Wesentlichen nur auf den Punkt bei Erreichen der maximalen Last bezieht. Ein größerer Teil der Informationen, nämlich die Weg- und Kraft-Daten des Entlastungsvorganges werden für die Bestimmung des E-Moduls genutzt, der durch einfaches Auswerten von Beziehungen, die erstmalig von *Bulychev* et al. in [18] angegeben wurden, zugänglich ist. Während weitere Größen, deren Bestimmung mit hohem Rechenaufwand für numerische Simulationen verbunden ist, in den Messwerten verborgen bleiben.

Wie bereits von MEYER experimentell belegt, besteht ein Zusammenhang zwischen der im klassischen Zugversuch bestimmten Spannungs-Dehnungs-Beziehung und der Härte. Der Verlauf einer gemessenen Kraft-Weg-Kurve einer Indentation muss dann auch von diesen Materialeigenschaften abhängig sein. Die grundlegende Idee zur Aufdeckung weiterer, nicht direkt zugänglicher Informationen, die in den Messdaten einer Indentation enthalten sind, besteht darin, die Indentation mit einer geeignet zu bestimmenden Spannungs-Dehnungs-Beziehung numerisch zu simulieren. Sollte die Simulation mit diesen angenommenen Materialeigenschaften den Messwerten vergleichbare Ergebnisse liefern, so ist ein notwendiges Kriterium dafür erfüllt, dass es sich um die gesuchte Beschreibung des Materials aus dem Experiment handelt. Dieses Konzept, das als Ergebnis die vollständige Spannungs-Dehnungs-Beziehung liefert, wird in der vorliegenden Arbeit verfolgt.

Diese Arbeit behandelt vorrangig Versuche der instrumentierten Eindringprüfung auf der Mikroebene, die auch als „Nanoindentation“ bezeichnet werden. Nach Erläuterung der in der gängigen Literatur beschriebenen Auswertemethodik beschreibt die Arbeit die Verifikation der auf „Handrechnungen“ basierenden Auswertemethoden mit numerischen Simulationen. Anhand von gemessenen und simulierten Indentationen wird dann exemplarisch dargestellt, wie man eine Lösung, die das notwendige Kriterium befriedigt, mittels eines Optimierungsverfahrens auffindet. Es wird geprüft, inwieweit diese Forderung auch hinreichend ist. Weiter wird untersucht, ob die unter Berücksichtigung unvermeidbarer Messunsicherheiten gefundenen Materialeigenschaften durch den Versuch eindeutig beschrieben sind, also der Versuch für die zu bestimmenden Größen ausreichend sensitiv ist. Aufgrund der im Verlauf der Arbeit gefundenen größeren Sensitivität des kugelförmigen Indenters werden mit diesem abschließend Indentationen und Mikrozugversuche an denselben Proben durchgeführt und die identifizierten Parameter miteinander verglichen.

# Kapitel 2

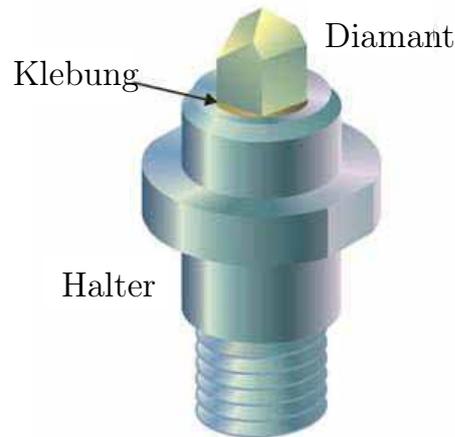
## Verifikation klassischer Auswertungsverfahren instrumentierter Eindringprüfungen mittels FEM

### 2.1 Prüfkörpergeometrie und der Begriff der Härte

Zur Beschreibung der Eigenschaften eines Materials kann seine Härte herangezogen werden. Die Härte bezeichnet den Widerstand des zu untersuchenden Stoffes gegenüber dem eindringenden Prüfkörper. Dazu wird ein Prüfkörper in eine Materialprobe gedrückt, und es werden Kraft und Eindringtiefe gemessen.

Der Prüfkörper, üblicherweise ein Diamant oder ein Saphir, ist wie in Abb. 2.1 schematisch dargestellt auf den Probenhalter montiert. Der Prüfkörper, dessen gebräuchlichste Formen in Abb. 2.2 dargestellt sind, sollte deutlich härter als das zu prüfende Material sein, so dass keine irreversiblen Deformationen am Prüfkörper auftreten. Der Begriff der Härte ist mit verschiedenen Definitionen besetzt, wobei den hier betrachteten Härteskalen gemeinsam ist, dass es sich immer um ein Verhältnis von aufgebrachter Prüfkraft zu einer Fläche handelt. Diese Härteskalen sind im Wesentlichen an der Quantität der Kraft, der Form des Prüfkörpers und der Fläche auf die die aufgebrachte Prüfkraft bezogen wird, ausgerichtet.

Für Kugelindenter gibt es Härte definitionen nach ROCKWELL, BRINELL



**Abbildung 2.1:** Schematische Darstellung des Halters für die Prüfspitze nach [74]

und MEYER<sup>1</sup>. Auch für die spitzen Indenter gibt es unterschiedliche Definitionen. Diese unterscheiden sich danach, ob die Prüfkraft auf eine Fläche bezogen wird, die aus dem bleibendem Eindruck gewonnen wird, ob es sich um die Fläche im Kontakt oder ob es sich um deren Projektion handelt.

Die Nanoindentation stellt eine Form der *instrumentierten Eindringprüfung* dar, d.h. im Gegensatz zu den meisten anderen Verfahren werden zu jedem Zeitpunkt während der Belastungs- und der Entlastungsphase Kraft und Weg gemessen, nicht nur am Ende der Belastung bzw. nach der Entlastung. Die Details der Vorgehensweise sind in DIN EN ISO 14577, [26], geregelt.

Die in dem hier behandelten Aspekt der Nanoindentation zugrunde gelegte Definition für die Härte lautet

$$H = \frac{F}{A}, \quad (2.1)$$

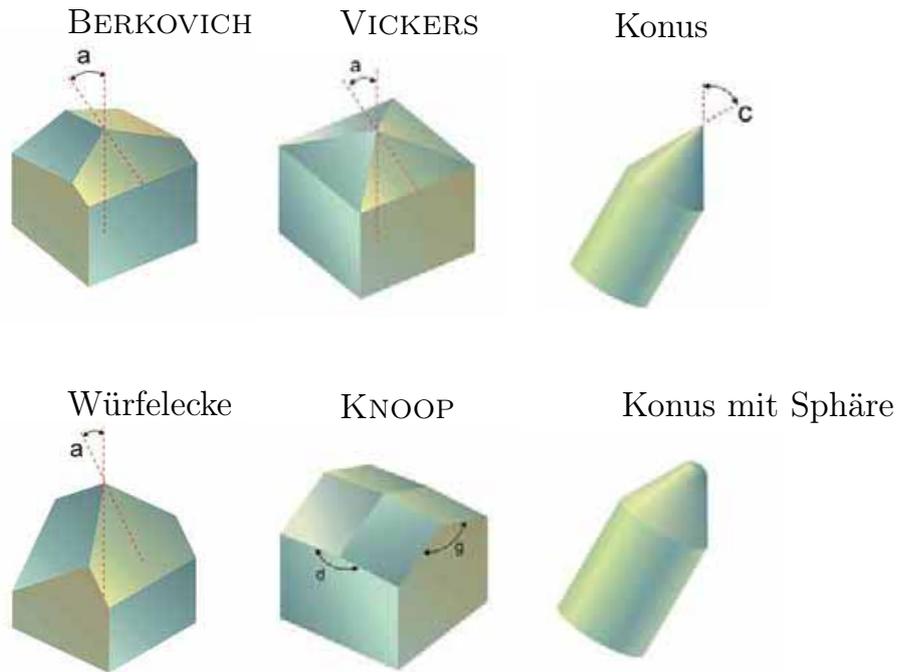
wobei  $A$  nicht die wirkliche Fläche, sondern die Projektion der im Kontakt befindlichen Fläche ist. Im Weiteren Verlauf dieser Arbeit ist, wenn nicht ausdrücklich kenntlich gemacht, mit  $A$  immer die projizierte Fläche bezeichnet. Die Definition geht auf [51] zurück und wird in [26] (Teil 1, Gl. A.5) als Eindringhärte  $H_{IT}$  bezeichnet.

Dieses Maß hat gegenüber den anderen Definitionen, bei denen die Bezugsfläche z.B. durch optisches Vermessen des bleibenden Eindruckes bestimmt wird, insbesondere den Vorzug, dass sie auch für Materialien bestimmbar ist, die keinen nennenswerten Eindruck hinterlassen, wie es bei

---

<sup>1</sup>Diese Prüfverfahren stellen keine instrumentierte Eindringprüfung dar.

## 2 Verifikation klassischer Auswertungsverfahren



**Abbildung 2.2:** Gebräuchliche Indenterspitzen nach [74]

manchen Kunststoffen auftreten kann. Außerdem vermeidet man die Schwierigkeit, die sehr kleinen Eindrücke, deren längste zu bestimmenden Abstände z.T. unter  $1\ \mu\text{m}$  betragen, auffinden und vermessen zu müssen.

Die weitere Betrachtung bezieht sich zunächst auf konische Indenter<sup>2</sup>. Der Zusammenhang mit anderen spitzen Indentern wird danach hergestellt.

Der Eindringkörper des Indenters kann nicht ideal spitz sein, unabhängig von der Ausprägung seiner Spitze. Ihre Ausrundung muss zumindest bei kleinen Eindringtiefen berücksichtigt werden, da dies eine Abweichung von der idealisierten Sollform darstellt. Die Ausrundung der Diamantspitze des hier verwendeten BERKOVICH-Indenters ist vom Hersteller nicht näher spezifiziert. Eine Vermessung des Diamanten unter einem Raster-Elektronen-Mikroskop kommt üblicherweise nicht in Frage, da die dafür nötige Beschichtung die Oberflächeneigenschaften des Diamanten verändern würde und dieser dann nicht mehr zur Indentation genutzt werden kann.

Übliche Radien der Ausrundung für den hier betrachteten Nanoindenter bewegen sich um  $R = 100\ \text{nm}$  [30]. Die Ausrundung kann nur indirekt über die Anpassung einer *Korrekturfunktion* ermittelt werden. Nach der Ermittlung der Rahmennachgiebigkeit (sog. *frame compliance*)  $C_f$  des Inden-

<sup>2</sup>Konische Prüfkörper sind in [26] allerdings nicht beschrieben, da es sich dabei um eine modelltechnische Idealisierung der (pyramidalen) Prüfkörper handelt, die praktisch nur mit größerer Ausrundung der Spitze bzw. mit einer Abplattung gefertigt werden können.

ters, die auch die Nachgiebigkeit des Indenterschafes und des Probenhalters beinhaltet, kann die Korrekturfunktion für die projizierte Kontaktfläche (sog. *diamond area function*)<sup>3</sup>, im folgenden mit *DAF* bezeichnet, ermittelt werden. Die Vorgehensweise zur Ermittlung dieser Größen wird im Abschnitt 2.4 dargestellt.

Zuerst einmal sollen die hier verwendeten Prüfkörper bzw. ihre Verbindung zu anderen, modelltechnisch leichter handhabbaren Formen dargestellt werden.

Der nach BERKOVICH benannte Prüfkörper hat die Form einer dreiseitigen Pyramide. Er hat einen Öffnungswinkel von  $\theta_{\text{Ber}} = 65,3^\circ$  (Abb. 2.3) [32]. Bei der Indentation duktiler Werkstoffe wird der Verlauf der Last-Eindringkurve im Wesentlichen von der Volumen-Eindringtiefe-Funktion des indentierenden Körpers bestimmt. Demnach kann ein pyramidaler Indenter mit drei oder vier Seiten oder ein Indenter mit der Form einer Würfecke (sog. *cube corner*) durch das Modell eines konischen Indenters ersetzt werden, der die gleiche Volumen-Eindringtiefe-Funktion hat.

Das durch eine Pyramide oder durch einen Konus mit beliebiger projizierter Grundfläche  $A_{\text{pro}}$  verdrängte Volumen ist  $V = \frac{1}{3}A_{\text{pro}}h_c$ , wobei  $h_c$  die Tiefe ist, über die der Prüfkörper mit dem Probenmaterial in Kontakt steht. Für die betrachteten Prüfkörper kann die Querschnittsfläche als Funktion der Tiefe  $h_c$  dargestellt werden, wobei sich für den BERKOVICH-Indenter

$$A_{\text{pro,Ber}} = 3\sqrt{3}h_c^2 \tan^2 \theta_{\text{Ber}} \quad (2.2)$$

und für den Konus

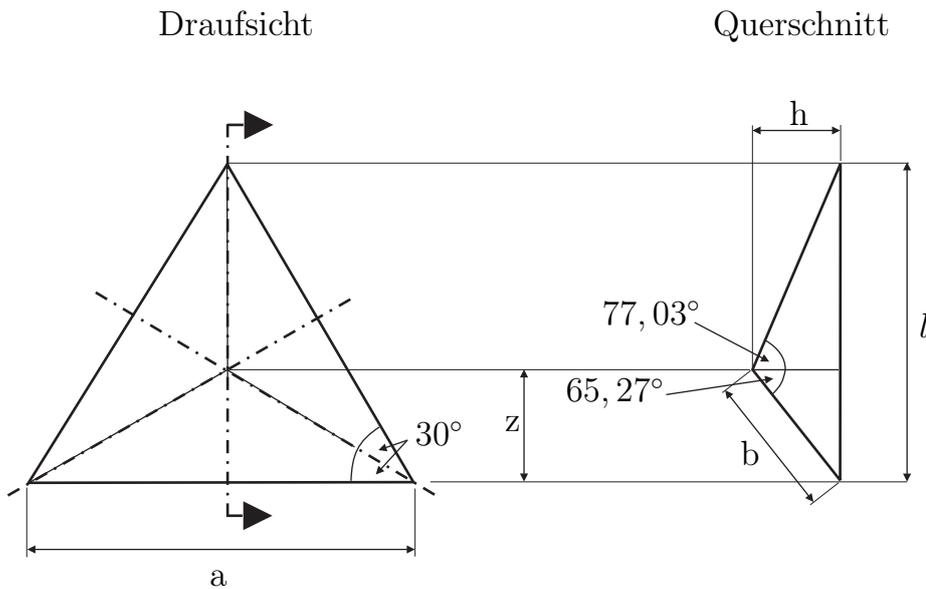
$$A_{\text{pro,K}} = \pi h_c^2 \tan^2 \theta_{\text{K}} \quad (2.3)$$

ergibt. Aus der Forderung gleicher verdrängter Volumina von BERKOVICH-Indenter und Konus  $V_{\text{Ber}}(h_c) = V_{\text{K}}(h_c)$  folgt  $A_{\text{pro,Ber}}(h_c) = A_{\text{pro,K}}(h_c)$ , so dass für den vorgegebenen Winkel  $\theta_{\text{Ber}}$  der Öffnungswinkel eines dem BERKOVICH-Indenter äquivalenten Kegels  $\theta_{\text{K}} = 70,32^\circ$  beträgt und sich  $A_{\text{pro}} = 24,56h_c^2$  ergibt.

Diese Eigenschaft eines Ersatzmodells mit äquivalentem Volumen wird später auch in dieser Arbeit genutzt, um den Rechenzeitbedarf bei einer numerischen Simulation so gering wie möglich zu halten. Außerdem liegt diese Eigenschaft implizit auch den üblichen unter Abschnitt 2.2 verwendeten Gleichungen zugrunde, da diese, bis auf einen Korrekturfaktor bei der Bestimmung des E-Moduls, lediglich auf die projizierte Kontaktfläche zurückzuführen sind.

---

<sup>3</sup>Diese Bezeichnung für die Flächenfunktion wird im weiteren verwendet, unabhängig davon, aus welchem Material der Prüfkörper tatsächlich gefertigt ist.

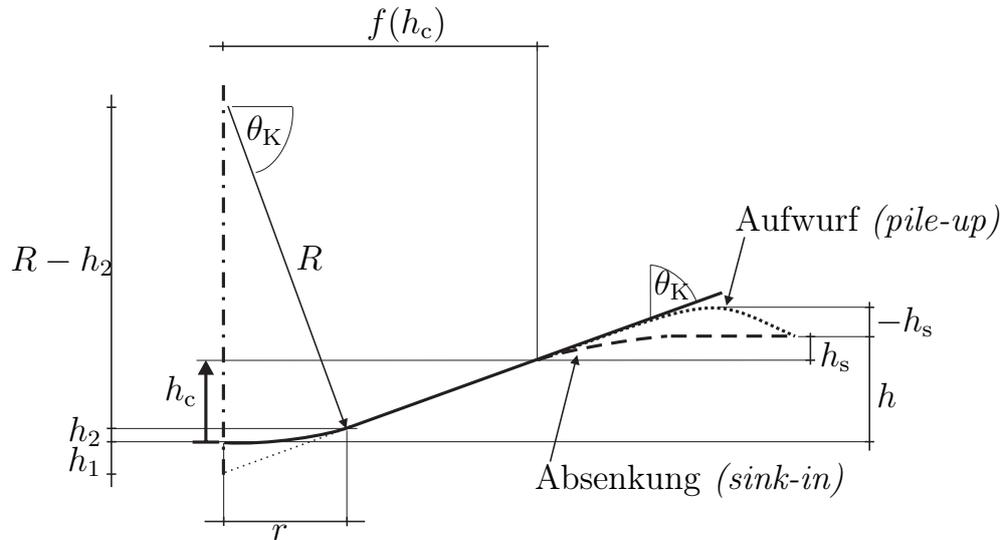


**Abbildung 2.3:** BERKOVICH-Prüfkörper in Draufsicht und im Querschnitt entlang einer der drei Symmetrieachsen

Für die Erfassung der Rundung der Diamantenspitze, also zur Bestimmung der Flächenfunktion wird die Eigenschaft genutzt, dass die Härte eines Materials für ausreichend große Eindringtiefen, genauso wie der E-Modul, eine charakteristische Größe für das Material darstellt. Die Ermittlung der Korrekturfunktion setzt die Bestimmung des E-Modul aus der initialen Steigung der Entlastungs-Kurve, wie im Abschnitt 2.2 erläutert, voraus. Die freien Parameter der Korrekturfunktion werden dann so bestimmt, dass entweder die nominellen Werte der Härte oder die des E-Moduls eines Referenzmaterials, dem Kalibrierquartz (*fused silica*), mit den gemessenen übereinstimmen.

Die korrigierte Flächenfunktion, die von der Kontakttiefe  $h_c$  abhängt, repräsentiert dann die „wahre“ projizierte Fläche, mit der die Bestimmung von Härte und E-Modul für andere zu untersuchende Materialien aus den gemessenen Kraft- und Wegdaten möglich wird. Die Flächenfunktion ist insbesondere für die Auswertung von Versuchen mit geringen Eindringtiefen bedeutend. Für große Eindringtiefen ist die Abplattung der Spitze nur von untergeordneter Bedeutung.

Nachfolgend werden zwei verschiedene Modellierungsmöglichkeiten zur Abbildung rotationssymmetrischer Eindringkörper vorgestellt, mit denen die Darstellung einer von der Sollform abweichenden Diamantengeometrie möglich ist.



**Abbildung 2.4:** Ausgerundeter Kegel mit der Kontakttiefe  $h_c$  im Querschnitt

Abb. 2.4 zeigt einen konischen, an der Spitze abgerundeten Indenter, an dessen Seite sich eine Absenkung (*sink-in*)  $h_s$  gebildet hat. Die Tiefe über die der Prüfkörper mit dem Probenmaterial in Kontakt steht, ist die *Kontakttiefe*  $h_c$ , die oft auch als *plastische Tiefe*<sup>4</sup> bezeichnet wird. Die totale Tiefe  $h = h_c + h_s$  setzt sich aus der Höhe der Absenkung bzw. des Aufwurfes (*pile-up*) und der plastischen Tiefe zusammen<sup>5</sup>. Weiter können der Abbildung folgende geometrischen Zusammenhänge entnommen werden:

$$h_1 = R \left( \frac{1}{\sin \theta_K} - 1 \right) \text{ und} \quad (2.4)$$

$$h_2 = R - \sqrt{R^2 - r^2} = R (1 - \sin \theta_K) . \quad (2.5)$$

Für die Kontaktfläche mit der Ausrundung ergibt sich für  $h_c < h_2$ :

$$A(h_c) = \pi (R^2 - (R - h_c)^2) = \pi (2Rh_c - h_c^2) . \quad (2.6)$$

Für den Fall  $h_c < h_2$  und  $h_c \ll R$  folgt aus Gl. (2.6):

$$A(h_c) \approx 2\pi R h_c . \quad (2.7)$$

<sup>4</sup>Die sog. *plastische Tiefe* (*plastic depth*), darf nicht mit dem irreversiblen Anteil der Verformung bzw. der bleibenden Tiefe nach der Entlastung  $h_f$  verwechselt werden.

<sup>5</sup>Die Größe  $h_s$  ist der Vollständigkeit halber für den Fall eines Aufwurfes mit dem in diesem Falle zu berücksichtigenden negativen Vorzeichen eingetragen. Es sei darauf hingewiesen, dass im Rahmen der später vorgestellten Berechnungsmöglichkeiten nach OLIVER und PHARR immer ein Einsinken der Oberfläche unterstellt wird.

Nach dem Übergang von der Ausrundung in die Flanke ist für  $h_c \geq h_2$ :

$$\begin{aligned}
 A(h_c) &= \pi (r + (h_c - h_2) \tan \theta_K)^2 \\
 &= \pi (R \cos \theta_K + (h_c - h_2) \tan \theta_K)^2 \\
 &= \pi \left[ R^2 \cos^2 \theta_K \right. \\
 &\quad \left. + (h_c - h_2) R \sin \theta_K + (h_c - h_2)^2 \tan^2 \theta_K \right]. \quad (2.8)
 \end{aligned}$$

Die beiden Gleichungen (2.6) und (2.8) hängen von  $R$  bzw. von  $R$  und  $\theta_K$  ab. Die Größe  $h_2$ , die den Übergang zwischen Ausrundung und gerader Flanke beschreibt, ist ebenfalls eine Funktion von  $R$  und  $\theta_K$ . Es kann also die für die Simulation zugrunde zu legende Geometrie eines abgerundeten Indenters ermittelt werden, wenn die beiden freien Parameter  $R$  und  $\theta_K$  aus den Kalibriermessungen bestimmt werden. Für große Eindringtiefen sollte  $\theta_K$  gleich dem nominellen Flankenwinkel sein und die verbleibende zu bestimmende Größe wäre dann  $R$ .

Für  $R$  bieten sich zwei Bestimmungsmöglichkeiten an:

- Zum einen durch Regression derart, dass die Differenz zwischen der Flächenfunktion des Modells und den Messpunkten der Kalibriermessung möglichst gering wird. Diese Vorgehensweise bietet sich an, um die Abweichungen des wirklichen Diamants von der idealen Form zu berücksichtigen.
- Zum anderen einfach durch die Forderung, dass die Nullpunktslage des Modells mit der der Kalibrierdaten übereinstimmt. D.h., die fehlende (ideale) Spitze wird mit  $h_1$  identifiziert, woraus dann  $R$  bestimmt werden kann. Durch Verfolgung dieses Weges ist sichergestellt, dass die Kontakttiefe  $h_c$  in der Simulation und in der Auswertung der experimentellen Daten sich auf dieselbe Nulllage beziehen.

Es sei darauf hingewiesen, dass diese Forderung keine direkte Konsequenz einer möglichst realitätsgetreuen Modellierung ist, sondern lediglich eine Konsistenz zweier (unabhängiger) Auswerteverfahren herstellt. Da die Flächenfunktion für geringe Eindringtiefen nicht zuverlässig ermittelt werden kann, muss sie durch Extrapolation der Kalibrierfunktion bis zur Eindringtiefe Null bestimmt werden. D.h., dass die Höhe der fehlenden Spitze von der Wahl der Kalibrierfunktion und der eingehenden Rohdaten abhängt; siehe dazu auch Absatz 2.4.

Abgesehen von der besseren Abbildung der Diamantengeometrie, liegt ein weiterer Vorteil darin, dass es, wie in [65] gezeigt wird, ausreichend ist, für

ein solches Modell Kalibrierungen an Belastungskurven durchzuführen. Darüber hinaus sind detailreichere Ansätze für die Imperfektion des Diamanten möglich. Wenn man in dem gerade beschriebenen Modell auf die Annahme verzichtet, dass die Rundung tangential in die Flanke übergeht, so ergäbe sich ein dritter zu bestimmender Freiwert. In dem weiter unten vorgestellten Vorschlag nach [56], [55] erhält man bis zu acht Parameter.

Prinzipiell kann die Form des axialsymmetrischen Indenters direkt aus der Flächenfunktion gewonnen und diskretisiert werden:

$$f(h_c) = \sqrt{\frac{A(h_c)}{\pi}}. \quad (2.9)$$

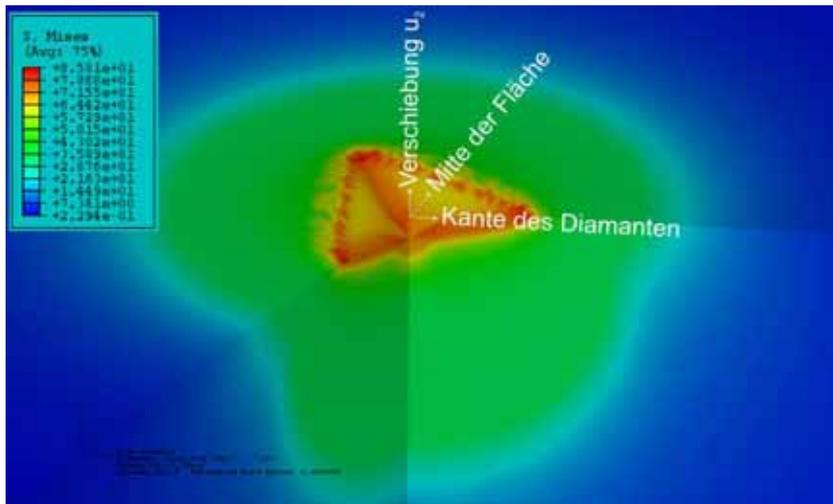
Wenn es aufgrund der geringen Eindringtiefe und fortgeschrittener Abnutzung notwendig wird, die Ausrundung mit im Modell zu berücksichtigen, so sprächen insbesondere praktische Überlegungen für die Wahl eines einfachen Modells: Die Kontaktzone des ersten Modells wäre frei von Ecken. Das zweite Modell hätte eine Ecke im Übergang zwischen Rundung und Flanke und die Diskretisierung der Flächenfunktion hätte viele Ecken im Kontaktbereich, die allerdings im Rahmen einer numerischen Simulation durch optionales Glätten beseitigt werden könnten. Für einen angenommenen Ausrundungsradius von ca.  $R = 100$  nm und Eindringtiefen  $h_c = 1000$  nm betrüge die Höhe der Ausrundung dann lediglich  $h_2 = 5,8$  nm.

Die Kontakttiefe kann aus der Last-Weg-Kurve unter Annahme eines ideal elastischen Entlastungsvorganges abgeschätzt werden. Die Kontakttiefe ist nur für den Fall rotationssymmetrischer Körper ortsunabhängig interpretierbar; im Falle des BERKOVICH-Indenters z.B. hat jeder Punkt, der an der Grenze zur Kontaktzone liegt, wenn man die drei Symmetrieebenen unberücksichtigt lässt, eine andere Kontakttiefe. Die für den BERKOVICH-Indenter angegebene Kontakttiefe  $h_c$  ist dann eine fiktive Größe und bezieht sich immer auf den konischen Prüfkörper mit der gleichen Volumen-Eindringtiefefunktion.

Um den Sachverhalt zu illustrieren, wird die FE-Berechnung eines BERKOVICH-Prüfkörpers, der in ein elastisch-ideal plastisches Material drückt, betrachtet; der Aufbau eines solchen Modells ist im Anhang A erläutert. Abb. 2.5 zeigt die Verteilung der VON MISES-Spannung an einem räumlichen FE-Modell, aus dem  $120^\circ$  herausgeschnitten sind<sup>6</sup>. An den Kanten tritt eine Spannungskonzentration auf. In dem Bereich, an dem die Kanten auslaufen, liegt eine geringere Kontakttiefe vor, da der Aufwurf dort niedriger ausfällt.

---

<sup>6</sup>Die Berechnung wurde an einem  $60^\circ$ -Modell durchgeführt, das die Symmetrien durch die entsprechenden Randbedingungen berücksichtigt. Die Darstellung erfolgt durch Spiegelung an den Symmetrieachsen.



**Abbildung 2.5:** VON MISES-Spannungen während des Kontaktes mit dem Diamanten bei maximaler Last im Schnitt

Abb. 2.6 zeigt den Verlauf der verformten Oberfläche aus Abb. 2.5 bei Erreichen der maximalen Last entlang der Kante des Diamanten und entlang der Mitte der Fläche. Die Öffnungswinkel der im Kontakt stehenden Flächen variieren gemäß Abb. 2.3 zwischen  $65,27^\circ$  und  $77,03^\circ$ , weswegen die wirkliche Kontakttiefe des BERKOVICH-Indenters eine Funktion des Ortes ist<sup>7</sup>. Bei dem hier betrachteten Fall eines elastisch-ideal plastischen Materials, das einen Aufwurf bildet, liegt die Summe aus Eindringtiefe und Höhe des Aufwurfes an der Mitte der Fläche 11% unter der der Kante<sup>8</sup>.

In der Abb. 2.5 ist zu erkennen, dass die Spannungsverteilung in der Tiefe nicht kugelförmig ist. Dieses steht im Widerspruch zu der Annahme, wie sie z.B. im *expanding-cavity*-Modell (siehe auch Abschnitt C.3) für die Grenze der plastischen Zone zugrunde gelegt wird. In der Draufsicht in Abb. 2.7<sup>9</sup> kann man sehen, dass die Isoflächen der Spannung auf der Oberfläche mit zunehmendem Abstand vom Eindruck ringförmig verlaufen.

<sup>7</sup>Diese Feststellung gilt sinngemäß für alle Indenter, die nicht rotationssymmetrisch sind.

<sup>8</sup>Bei den dargestellten Berechnungen wurden keine Kontaktinformationen ermittelt, weswegen zur Gegenüberstellung die Summen aus Eindringtiefe und Höhe des jeweiligen Aufwurfes herangezogen werden.

<sup>9</sup>Die Materialdaten der bilinearen Spannungs-Dehnungs-Beziehung, der den Konturplots zugrunde liegenden Simulationen sind  $E = 30000 \text{ N/mm}^2$ ,  $\nu = 0,3$ ,  $\sigma_y = 30 \text{ N/mm}^2$  und  $\sigma = 70 \text{ N/mm}^2$  bei  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,4$ .

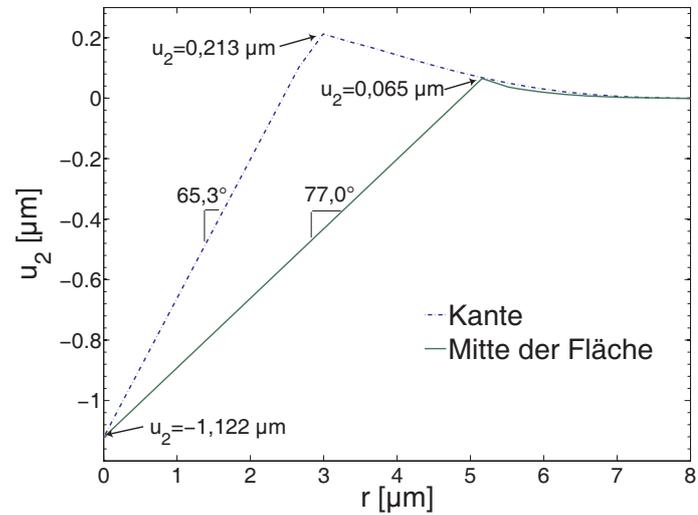


Abbildung 2.6: Verlauf der vertikalen Verschiebungen entlang der Kante und entlang der Mitte der Diamantenfläche bei maximaler Last

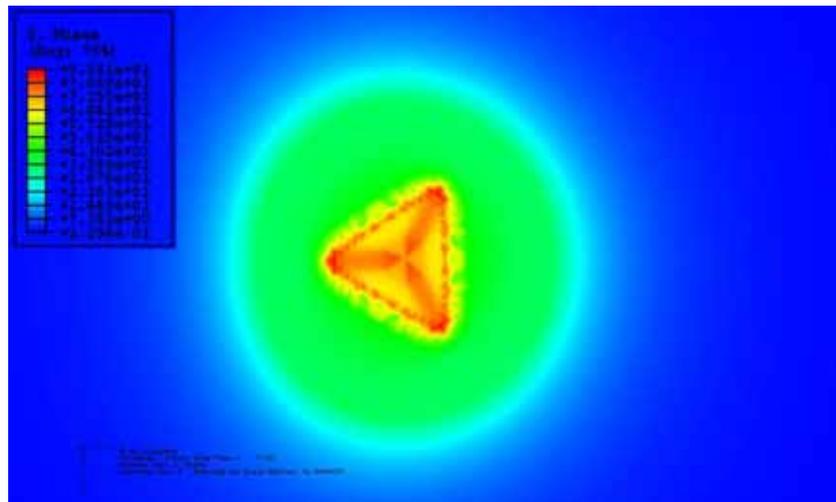


Abbildung 2.7: VON MISES-Spannungen während des Kontaktes mit dem Diamanten bei maximaler Last in der Draufsicht

## 2.2 Grundlegender Zusammenhang zwischen Kraft-Weg-Kurve und dem E-Modul

OLIVER und PHARR geben in [56] den auf SNEDDON [64] zurückzuführenden allgemeinen Zusammenhang zwischen der Kraft  $F$ , die auf einen Indenter wirkt und der Eindringtiefe  $h$  des in die ideal *elastische* Probe eindringenden Prüfkörpers mit

$$F_{\text{Bel}} = \alpha h^m \quad (2.10)$$

an, wobei  $m$  in Abhängigkeit von der Geometrie des Prüfkörpers bestimmte Werte annimmt. Es sind  $m = 1$  für den flachen Stempel,  $m = 2$  für Koni und  $m = 1,5$  für Paraboloid. Für geringe Eindringtiefen verhält sich ein sphärischer Prüfkörper mit dem Radius  $R$  wie ein Paraboloid, der im Berührungspunkt die Krümmung  $1/R$  aufweist.

Im Falle eines elastisch-plastischen Kontaktes muss zwischen den Belastungsphasen unterschieden werden, da es im Allgemeinen zu irreversiblen Verformungen kommt. Wie in den Abschnitten C.1 und C.2 über den HERTZschen Kontakt beschrieben, muss im Falle eines runden Prüfkörpers erst eine Grenzkraft erreicht werden, nach deren Überschreiten eine irreversible Verformung unterhalb der Kontaktstelle innerhalb des Kontinuums auftritt.

Neben den bereits erwähnten rotationssymmetrischen Körpern sind noch weitere Prüfkörper gebräuchlich. Die wichtigsten anderen Prüfkörper sind der nach BERKOVICH benannte Indenter in Form einer dreiseitigen Pyramide, die nach VICKERS benannte vierseitige Pyramide, der nach KNOOP benannte rhombische Indenter und die Würfecke (sog. *cube corner*). Von Zylinder, Paraboloid und Kugel abgesehen, sind alle anderen Typen spitz und selbstähnlich<sup>10</sup>. Allen spitzen Indentern gemeinsam ist die Eigenschaft, dass beim ersten Kontakt mit der Oberfläche des zu prüfenden Werkstoffes bereits plastische Verformung einsetzt. Es gibt keinen Bereich am Beginn der Belastung, in dem rein elastische Deformationen auftreten.

Im Falle der Indentation elastisch-plastischer, zeitunabhängiger Stoffe mit selbstähnlichen Prüfkörpern gilt nach [39]

$$F_{\text{Bel}} = kh^2. \quad (2.11)$$

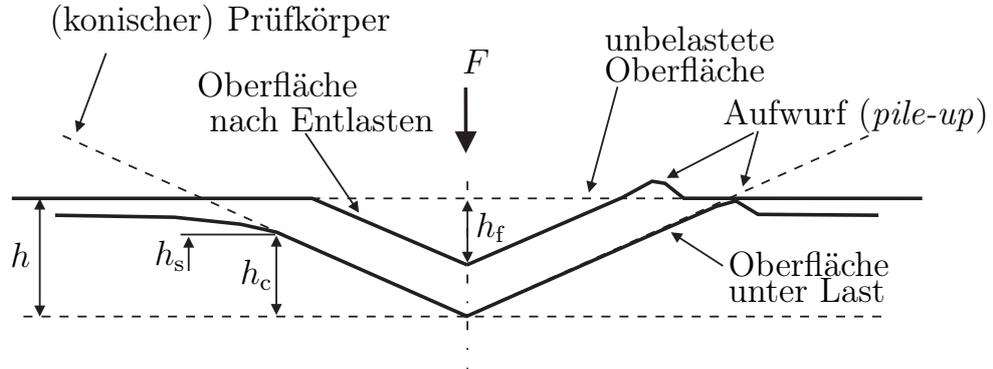
Wie Abb. 2.4 und 2.8 für den Fall eines Einsinkens (*sink-in*) entnommen werden kann, kann die Eindringtiefe des Indenters als Addition der Kontakttiefe  $h_c$ , über die der Prüfkörper sich im Kontakt mit der Materialprobe

---

<sup>10</sup>Der Begriff der *Selbstähnlichkeit* wird im folgenden Abschnitt 2.3 erläutert.

befindet, und  $h_s$ , dem Einsinken der Umgebung, gemessen gegenüber der unverformten Oberfläche, gemäß Gl. (2.12) beschrieben werden:

$$h = h_c + h_s. \quad (2.12)$$



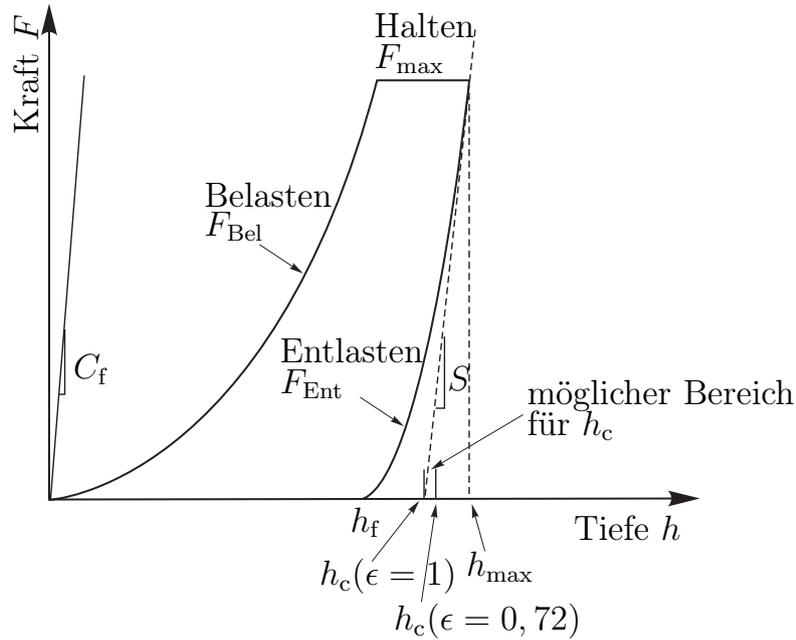
**Abbildung 2.8:** Schematische Darstellung der Oberflächenkontur während des Belastungs- und nach dem Entlastungsvorgang, links für ein Einsinken der Oberfläche, rechts für einen Aufwurf; modifiziert nach [56]

Nach [55] wird, wie beim HERTZschen Kontakt, ein effektiver E-Modul  $E_{\text{eff}}$  definiert, der die elastischen Eigenschaften  $E$  und  $\nu$  des zu prüfenden Materials und die des Prüfkörpers  $E_i$  und  $\nu_i$  berücksichtigt:

$$\frac{1}{E_{\text{eff}}} = \frac{(1 - \nu^2)}{E} + \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i}. \quad (2.13)$$

Bei allen hier durchgeführten Versuchen wurden ausschließlich Diamanten als Prüfkörper verwendet. Ihre Eigenschaften werden seitens des Herstellers mit  $E_i = 1,141 \frac{\text{MN}}{\text{mm}^2}$  und  $\nu_i = 0,07$  angegeben.

Abb. 2.9 stellt schematisch den Verlauf einer Indentation dar. Eine Indentation besteht typischerweise aus einer Belastungs-, einer Halte- und einer Entlastungsphase. Ggf. wird die Entlastungsphase noch einmal durch eine Haltephase unterbrochen, wenn ca. 10% der maximalen Last erreicht sind. Die Abbildung zeigt den Verlauf der Kraft über der direkt am Diamanten gemessenen Eindringtiefe  $h$ . Dieser, um die elastischen Verformungen der Messeinrichtung korrigierte Weg, wird dadurch erhalten, dass die gemessene fehlerbehaftete Eindringtiefe  $h^*$  um eine im Allgemeinen kraftproportionale Nachgiebigkeit  $C_f$  vermindert wird.



**Abbildung 2.9:** Schematische Darstellung des Belastungs- und Entlastungsvorganges; modifiziert nach [56]

Nachfolgend beziehen sich alle Angaben für  $h$  auf die um die kraftproportionale Nachgiebigkeit  $C_f$  korrigierte Größe

$$h = h^* - C_f F . \quad (2.14)$$

Lediglich die von der Eindringtiefe abhängige, weiter unten beschriebene Probensteifigkeit  $S^*$  bezieht sich auf die nicht korrigierten Größen. Der Weg  $C_f F$  aus Nachgeben der Messeinrichtung, der zu  $h$  addiert werden müsste, um  $h^*$  zu erhalten, ist durch die Gerade im Ursprung repräsentiert.

Am Beginn der *Entlastungskurve* kann die Ableitung bestimmt werden, für die in [55] und [57]

$$S = \left. \frac{dF_{\text{Ent}}}{dh} \right|_{h_{\text{max}}} = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_{\text{eff}} \sqrt{A} \quad (2.15)$$

angegeben ist. Dieser allgemeine Zusammenhang (ohne den Faktor  $\beta$ ) zwischen der Steigung und dem E-Modul ist das erste Mal in [64] angegeben worden.

In der obigen Gleichung ist in [55] gegenüber [56] der Faktor  $\beta$ , der von der Geometrie des Prüfkörpers abhängt, aufgenommen worden. In [55] wird darauf hingewiesen, dass dieser Faktor, der ca. zwischen 1,02 und 1,08 liegt, wichtig für ein genaues Ergebnis sei. Es stehen allerdings nur wenige, relativ weit streuende Angaben zur Größe von  $\beta$  zur Verfügung. Die Angaben sind

zum Teil widersprüchlich und beziehen sich meist auf rechnerische Untersuchungen an rein elastischen Materialien.

In [58] und [17] wird ein Konzept namens „*effective shape*“ vorgestellt. Die Idee besteht darin, dass der Entlastungsvorgang rein elastisch ist, und die Verschiebungsänderung der vormals im Kontakt mit dem Prüfkörper stehenden Oberfläche eine Form des HERTZschen Kontaktes eines Paraboloiden<sup>11</sup> darstellt. Im Unterschied zu denen unter einem Prüfkörper stattfindenden Prozessen beinhaltet die Kontakttheorie nach HERTZ aber insbesondere die Annahmen, dass

- nur kleine Verzerrungen vorliegen,
- die „Eindringtiefe“ klein im Verhältnis zum Krümmungsradius des Prüfkörpers ist
- für den Kontakt mit einer Ebenen ein elastischer Halbraum vorliegt<sup>12</sup>
- und dass keine Radialverschiebungen auftreten.

Die Abweichung, die entsteht, wenn diese Bedingungen nicht berücksichtigt werden, hängt von der Geometrie des Prüfkörpers und den Materialeigenschaften ab.

Die hier im Folgenden verwendete Gl. (2.16) wurde von [40] angegeben und bezieht sich einen *starren Konus*, ein elastisches Material und Variationen des Halböffnungswinkel  $\theta_C$  und der Querkontraktionszahl  $\nu$ . Die Gleichung

$$\beta = \pi \frac{\frac{\pi}{4} + 0.1548 \cot \theta_C \frac{1-2\nu}{4(1-\nu)}}{\left[ \frac{\pi}{2} - 0.8312 \cot \theta_C \frac{1-2\nu}{4(1-\nu)} \right]^2} \quad (2.16)$$

wurde durch Untersuchung analytischer Ausdrücke und FE-Rechnungen bestimmt.

Wäre die in Gl. (2.15) benötigte Kontaktfläche  $A$  bekannt, so wäre es ausreichend, die Steigung  $S$  numerisch zu bestimmen. Da die Kontaktfläche nicht messbar ist, wird eine Abschätzung zu deren Bestimmung benötigt. Die für die Abschätzung benötigten Größen werden im Folgenden ermittelt. In [56] wird

$$F_{\text{Ent}} = \alpha(h - h_f)^m \quad (2.17)$$

---

<sup>11</sup>Die Theorie des HERTZschen Kontaktes wurde für Kugeln hergeleitet, kann aber wie z.B. in [44] gezeigt, für die Anwendung auf Paraboloiden und andere Konturen erweitert werden.

<sup>12</sup>Vgl. Erläuterung zu Abb. C.2 auf Seite 182 und der Spezialisierung für den Kontakt einer Kugel mit einer Ebenen.

als empirisch gefundener Zusammenhang für den Verlauf der Kraft über die Eindringtiefe *während der Entlastung* angegeben, während in der zwölf Jahre späteren Publikation [55] begründet wird, warum es sich dabei um einen allgemeingültigen Zusammenhang handelt. Nach Normieren der Eindringtiefe auf den Wert  $h_{\max} - h_f$  (vgl. Abb. 2.9) erhält man mittels Koeffizientenvergleich dann die Gleichung

$$F_{\text{Ent}} = F_{\max} \left( \frac{h - h_f}{h_{\max} - h_f} \right)^m. \quad (2.18)$$

Zum Ermitteln der Kontakttiefe ist Gl. (2.17) ausreichend, da die einzig benötigte Größe  $m$  ist. Gl. (2.17) kann durch Logarithmieren in

$$\log F_{\text{Ent}} = \log \alpha + m \log(h - h_f) \quad (2.19)$$

umgeschrieben werden. In dieser doppeltlogarithmischen Darstellung ist Gl. (2.19) eine Gerade mit der Steigung  $m$ , die jetzt als Lösung der linearen Regression gewonnen wird.

Mit dem jetzt bekannten Exponenten  $m$  kann die Entlastungssteigung zu

$$S = \left. \frac{dF_{\text{Ent}}}{dh} \right|_{h_{\max}} = \alpha m (h_{\max} - h_f)^{m-1} \quad (2.20)$$

berechnet werden, wie sie zur Auswertung der oben angegebenen Gl. (2.20) benötigt wird. Die Bestimmung der Entlastungssteigung mit diesem Ausdruck ist im Allgemeinen günstiger als durch Anpassung und nachträgliche Ableitung eines Polynoms, schon alleine aufgrund der Tatsache, dass dieser Potenzansatz nicht oszillieren kann. In der Praxis zeigt sich, dass weder der Ansatz nach Gl. (2.17) noch ein Polynom immer anpassbar sind, so dass die erhaltene Kurve deutliche Abweichungen zeigt. Um die Ableitung möglichst realitätsgetreu zu bestimmen, kann die Menge der Datenpunkte, die in der Regression berücksichtigt werden, reduziert werden. Für die Bestimmung der E-Moduln aus „Indentationsvorgängen“, die durch numerische Simulation generiert werden und eine hohe Aufzeichnungsdichte haben, finden im Rahmen dieser Arbeit nur die Daten Eingang in die Regression, deren Kraft größer als 70% der maximal erreichten Kraft sind.

OLIVER und PHARR geben in [56] folgende Beziehung an, die sie durch Rückgriff auf SNEDDON [64] abgeleitet haben:

$$\epsilon = m \left[ 1 - \frac{2\Gamma\left(\frac{m}{2(m-1)}\right)}{\sqrt{\pi}\Gamma\left(\frac{1}{2(m-1)}\right)} (m-1) \right], \quad (2.21)$$

$$h_s = \epsilon \frac{F_{\max}}{S}. \quad (2.22)$$

Durch Substitution von Gl. (2.21) und Gl. (2.22) in Gl. (2.12) kann

$$h_c = h_{\max} - h_s = h_{\max} - \epsilon \frac{F_{\max}}{S} \quad (2.23)$$

für die Kontakttiefe angegeben werden.

Unter Annahme einer bekannten Flächenfunktion  $A(h_c)$ , entweder durch Kalibrierung gewonnen oder als ideale Flächenfunktion angesetzt, ist die Kontaktfläche bei maximaler Belastung jetzt bekannt. Nach Gl. (2.1) kann dann mit  $A = A(h_c)$  und  $F = F_{\max}$  die Härte bestimmt werden. D.h., dass wegen des Auftretens der Entlastungssteigung  $S$ , bei der hier verwendeten Definition der Härte, im Gegensatz zu anderen Härte-Definitionen, wie z.B. derjenigen nach VICKERS, prinzipiell auch ein Entlastungsvorgang gemessen werden muss.

Für den praktischen Bedarf kann es unter Umständen auch ausreichend sein, für  $\epsilon$  einen festen Wert anzusetzen. In [55] wird  $\epsilon = 0,75$  vorgeschlagen, da die beobachteten Werte für  $m$  zwischen 1,2 und 1,6 variieren, wodurch sich Variationen von  $\epsilon$  zwischen 0,74 und 0,79 ergeben. Mit solch einem festen Wert für  $\epsilon$  ist die Messung der Entlastung nicht mehr notwendig, um die Härte näherungsweise zu bestimmen.

## 2.3 Dimensionsanalyse

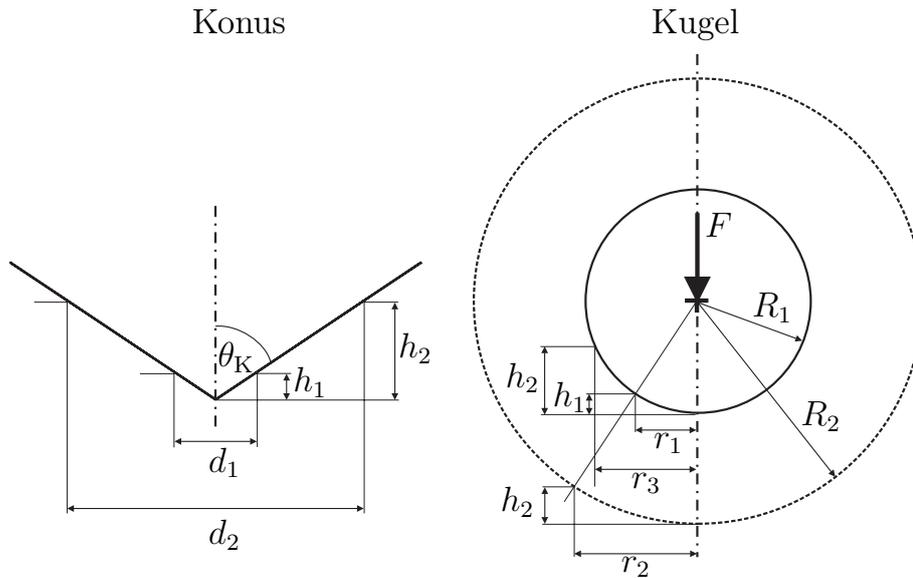
In diesem Abschnitt wird zuerst der Begriff der geometrischen Ähnlichkeit bzw. der Selbstähnlichkeit exemplarisch dargestellt. Nachfolgend wird dann eine Dimensionsanalyse des Indentationsvorganges, getrennt nach Belastungs- und Entlastungsvorgang, vorgenommen. Dabei wird die Eigenschaft der geometrischen Ähnlichkeit genutzt, die Voraussetzung für die Anwendung der Dimensionsanalyse ist.

Die Selbstähnlichkeit als Sonderfall der geometrischen Ähnlichkeit bedeutet, dass es nicht möglich ist, einen Maßstab ohne eine externe Referenz festzulegen. Infolge dessen sind die an einem normierten Ort des zu testenden Materials auftretenden Verzerrungen in jedem skalierten System gleich. Abb. 2.10 zeigt einen „unendlich“ großen Konus mit bekanntem Halböffnungswinkel  $\theta_K$  und eine Kugel mit bekanntem Radius  $R_1$  bzw.  $R_2$ .

Für den Konus bleibt das Verhältnis  $h/d$  von Tiefe  $h$  zum Durchmesser der Kontaktfläche  $d$  konstant. In einer maßstabsgerechten Darstellung ohne bekannten Maßstab ist es nicht möglich, die Tiefe  $h$  für den Konus aus der Zeichnung zu ermitteln. Es wird eine externe Referenz benötigt, um den Maßstab festzulegen. Im Gegensatz dazu ist es im Falle der Kugel möglich, die Tiefe aufgrund der Krümmung bzw. des Radius zu ermitteln. Für die

Kugel ändert sich das Verhältnis  $h/r$ , wenn sich die Tiefe  $h$  ändert. Für zwei Kugeln verschiedener Radi sind geometrisch ähnliche Indentationen möglich, wenn das Verhältnis  $r/R$  gleich bleibt.

Dieser Sachverhalt hat insbesondere zwei Konsequenzen: Zum einen reduziert die Selbstähnlichkeit die Zahl unabhängiger Parameter, zum anderen ist es die grundlegende Voraussetzung dafür, dass die Härte eines Materials als seine charakteristische Eigenschaft in Erscheinung tritt, unabhängig von der aufbrachten Kraft.



**Abbildung 2.10:** Geometrische Ähnlichkeit bei der Kugel bzw. Selbstähnlichkeit im Falle eines spitzen Eindringkörpers am Beispiel eines Konus nach [31]

Ohne auf die Methode als solche einzugehen, wird hier eine Dimensionsanalyse durchgeführt. Zur Darstellung der Methode der Dimensionsanalyse sei auf die einschlägige Literatur [10], [38], [59] und [54] verwiesen.

Eine Größe  $f$ , definiert als

$$f = f(x_1, x_2, \dots, x_n) \quad (2.24)$$

sei von  $n$  dimensionsbehafteten Größen  $x_i$  abhängig. Die Dimension von  $f$ , geschrieben als  $[f]$  kann als (eines von im Allgemeinen vielen möglichen) Potenzprodukten (*Monomen*) der Größen  $x_i$ ,  $i = 1, \dots, n$  dargestellt werden:

$$[f] = [x_1^{k_1} x_2^{k_2} \dots x_n^{k_n}] . \quad (2.25)$$

Die Größe  $f$  ist jetzt darstellbar als das Produkt des Potenzproduktes mit einer dimensionslosen Funktion  $\Pi$ . Die Beziehungen zwischen den der betrachteten Problemstellung zugrunde liegenden Größen und ihren Dimensionen

kann als Koeffizientenmatrix  $\mathbf{A}$  eines Gleichungssystems aufgefasst werden, dessen Rang  $r = \text{rg}(\mathbf{A})$  sei. Die Funktion  $\Pi$  hängt dann von  $p = n - r$  dimensionslosen Fundamentallösungen  $\pi$  des Gleichungssystems ab:

$$f = x_1^{k_1} x_2^{k_2} \dots x_n^{k_n} \Pi(\pi_1, \pi_2, \dots, \pi_p), \text{ mit } p = n - r. \quad (2.26)$$

Die Form der Abhängigkeit von  $\Pi$  von den Größen  $\pi$  kann durch Modellversuche oder z.B. durch numerische Lösungen bestimmt werden. In vielen Fällen ist unabhängig von dem genauen funktionalen Zusammenhang zwischen der Funktion  $\Pi$  und ihren Argumenten  $\pi$  bereits die Kenntnis der Skalierung  $x_1^{k_1} x_2^{k_2} \dots x_n^{k_n}$  zwischen  $f$  und  $\Pi$ , bzw. die Kenntnis der Monome, von denen  $\Pi$  überhaupt nur abhängen kann, aufschlussreich. Aus diesem Grunde werden im folgenden Absatz die wichtigsten durch Dimensionsanalyse erklärbaren Zusammenhänge zwischen geometrischen, materiellen und anderen Größen, die bei der Indentation von Interesse sind, betrachtet.

In [19] ist unter anderem der Zusammenhang zwischen der Kraft auf einen Indenter und einem Probekörper mit einer Materialvorschrift nach LUDWIK, wie sie in Abschnitt 3.2.6 erläutert ist, angegeben<sup>13</sup>. Analog dazu wird hier die Beziehung für ein elastisch-ideal plastisches Material unter einem starren<sup>14</sup>, spitzen Indenter betrachtet.

Die Kraft  $F$ , die auf den Diamanten ausgeübt wird, ist eine Funktion der Größen  $E$ ,  $\nu$ ,  $\sigma_y$ ,  $h$  und  $\theta$ :

$$F_{\text{Bel}} = f(E, \nu, \sigma_y, h, \theta). \quad (2.27)$$

In Tabelle 2.1 sind die Beziehungen zwischen den einzelnen Größen und ihren Dimensionen angegeben. Dabei wird als eine mögliche Basis von Dimensionen ein System bestehend aus Kraft  $\mathbf{F}$ , Länge  $\mathbf{L}$  und Zeit  $\mathbf{T}$  verwendet<sup>15</sup>. Die anzugebende Funktion hängt wegen  $p = n - r = 5 - 2 = 3$  von drei dimensionslosen Argumenten  $\pi$  ab. Als ein mögliches Monom zur betrachteten Größe Kraft  $F$  wird  $[F_{\text{Bel}}] = [E][h]^2$  gefunden.

---

<sup>13</sup>Siehe Abschnitt 3.2.6

<sup>14</sup>Die Gültigkeit der gefundenen Beziehungen ist *nicht* auf starre Indenter beschränkt; es müssten allerdings noch die elastischen Eigenschaften  $E_i$  und  $\nu_i$  des Indenters berücksichtigt bzw.  $E_{\text{eff}}$  verwendet werden.

<sup>15</sup>Das in den linken Tabellenspalten auftretenden Formelzeichen  $\mathbf{F}$  als Basisgröße der Kraft darf nicht mit der zu betrachtenden Größe der Kraft bei der Indentation verwechselt werden.

	$E$	$\nu$	$\sigma_y$	$\theta$	$h$	$F$
<b>F</b>	1	0	1	0	0	1
<b>L</b>	-2	0	-2	0	1	0
<b>T</b>	0	0	0	0	0	0

**Tabelle 2.1:** Dimensionstabelle für den Belastungsvorgang eines elastisch-ideal plastischen Materials.

Als mögliche dimensionslose Argumente ergeben sich dann  $\sigma_y/E$ ,  $\nu$  und  $\theta$ . Da die Querkontraktionszahl  $\nu$  bereits dimensionslos ist, darf sie deswegen bei Aufnahme in die  $\Pi$ -Funktion nicht mehr mit anderen Größen verknüpft werden. Man erhält:

$$F_{\text{Bel}} = Eh^2\Pi_1\left(\frac{\sigma_y}{E}, \nu, \theta\right). \quad (2.28)$$

An dieser Stelle ist, abgesehen von seinem Halböffnungswinkel  $\theta$ , noch keine Annahme über die Geometrie des Indenters eingegangen, weswegen die gefundene Beziehung für alle spitzen Indenter richtig ist. Die Funktion  $\Pi_1$  ist allerdings für jede Ausprägung der Geometrie eine andere. Für  $\sigma_y \rightarrow \infty$  beschreibt  $\Pi_1$  auch das Verhalten eines rein elastischen Materials.

Gl. (2.28) zeigt, dass zu einer gegebenen Indentergeometrie mit ihrem Halböffnungswinkel  $\theta$  auch noch zwei der drei Größen  $\nu$ ,  $\sigma_y$  oder  $E$  bekannt sein müssen, um die verbleibende dritte Größe experimentell bestimmen zu können.

Für ein Material nach RAMBERG-OSGOOD<sup>16</sup> ergibt sich mit dem bereits dimensionslosen Verfestigungsexponent  $n$  analog zu Gl. (2.28):

$$F_{\text{Bel}} = Eh^2\Pi_2\left(\frac{D}{E}, n, \nu, \theta\right). \quad (2.29)$$

Für ein elastisch-plastisches, linear verfestigendes Material ergibt sich entsprechend Tabelle 2.2:

$$F_{\text{Bel}} = Eh^2\Pi_3\left(\frac{\sigma_y}{E}, \frac{E_T}{E}, \nu, \theta\right). \quad (2.30)$$

---

<sup>16</sup>Siehe Abschnitt 3.2.4

	$E$	$\nu$	$\sigma_y$	$E_T$	$\theta$	$h$	$F$
<b>F</b>	1	0	1	1	0	0	1
<b>L</b>	-2	0	-2	-2	0	1	0
<b>T</b>	0	0	0	0	0	0	0

**Tabelle 2.2:** Dimensionstabelle für den Belastungsvorgang eines elastisch-plastischen, verfestigenden Materials.

Dieses Schema kann für eine beliebig polygonal diskretisierte Spannungs-Dehnungs-Beziehung mit anfangs elastischem Bereich erweitert werden, wobei jedes Segment des plastischen Bereiches durch  $\sigma_i$  und  $E_{T_i}$  repräsentiert wird:

$$F_{\text{Bel}} = Eh^2\Pi_4\left(\frac{\sigma_y}{E}, \frac{E_T}{E}, \frac{E_{T_1}}{E}, \frac{E_{T_2}}{E}, \dots, \nu, \theta\right). \quad (2.31)$$

Da die Diskretisierung beliebig fein sein könnte, ist die Proportionalität  $F_{\text{Bel}} \sim h^2$  also eine Eigenschaft aller elastisch-plastischen Materialien.

Auch die Kontakttiefe kann solch einer Betrachtung unterzogen werden. Die Kontakttiefe

$$h_c = f(\sigma_y, E, \nu, h, \theta)$$

hängt von den elastisch-plastischen Materialeigenschaften<sup>17</sup>, der Eindringtiefe und dem Halböffnungswinkel ab, so dass sich

$$h_c = h\Pi_5\left(\frac{\sigma_y}{E}, \nu, \theta\right) \quad (2.32)$$

ergibt. Demzufolge muss der Verlauf der Kontakttiefe  $h_c$ , aufgetragen über der Tiefe  $h$ , durch eine Gerade repräsentiert werden, deren Steigung durch  $\Pi_5$  angegeben wird.

	$E$	$\nu$	$\sigma_y$	$\theta$	$h$	$h_c$
<b>F</b>	1	0	1	0	0	0
<b>L</b>	-2	0	-2	0	1	1
<b>T</b>	0	0	0	0	0	0

**Tabelle 2.3:** Dimensionstabelle für die Kontakttiefe während des Belastungsvorgang eines elastisch-ideal plastischen Materials.

<sup>17</sup>Im Folgenden werden die Funktionale nur für ein elastisch-ideal plastisches Material angegeben, da sich die Beziehung für  $h_c$  wie gerade am Beispiel für  $F$  gezeigt, einfach für jedes elastisch-plastische Material erweitern lässt.

Für die Kontaktfläche eines ideal spitzen Indenters gilt  $A = Kh_c^2$ , wobei  $K$  ein die Geometrie des Indenters berücksichtigender Beiwert ist, der z.B. unter Verwendung von Gl. (2.2) bzw. Gl.(2.3) ermittelt werden kann:

$$H = \frac{F_{\text{Bel}}}{A} = \frac{E\Pi_1}{K\Pi_5} = E\Pi_6\left(\frac{\sigma_y}{E}, \nu, \theta\right). \quad (2.33)$$

Da  $\Pi_1$  und  $\Pi_4$  sowieso schon Funktionen der Indentergeometrie sind, ist  $K$  implizit in  $\Pi_6$  berücksichtigt. Gl. (2.33) zeigt, dass die Härte allein eine Funktion der Materialeigenschaften und der Indentergeometrie ist, insbesondere aber ist sie unabhängig von der Eindringtiefe, weswegen sie eine Materialeigenschaft ist.

Gemäß [19] kann für den Entlastungsvorgang mit Hilfe der Dimensionsanalyse auch gezeigt werden, dass sowohl das Verhältnis  $h_f/h_{\text{max}}$ , als auch der Exponent  $m$  aus Gl. 2.17 Eigenschaften der elastisch-plastischen Materialparameter sind, während der Koeffizient  $\alpha$  ein von der maximalen Eindringtiefe  $h_{\text{max}}$  abhängiger Fitparameter ist. Dass  $\alpha$  keine (tiefenunabhängige) Eigenschaft des Materials ist, kann aber auch sofort beim Überführen von Gl. (2.17) nach Gl. (2.18) erkannt werden, da  $\alpha = F_{\text{max}}(h_{\text{max}} - h_f)^{-m}$  ist und die Proportionalität  $F_{\text{max}} \sim h_{\text{max}}^2$  nach Gl. (2.31) bekannt ist.

Durch Anwendung der Dimensionsanalyse auf Gl. (2.18) erhält man

$$F_{\text{Ent}} = Eh_{\text{max}}^2 \Pi_7\left(\frac{\sigma_y}{E}, \nu, \frac{h_f}{h_{\text{max}}}, \frac{h}{h_{\text{max}}}, \theta\right), \quad (2.34)$$

wobei  $F_{\text{max}}$  wegen des in Gl. (2.28) bereits gefundenen und für  $h_{\text{max}}$  ausgewerteten Zusammenhangs durch  $Eh_{\text{max}}^2$  ersetzt ist. Mit den Gl. (2.28) und (2.18) steht jetzt also ein Formelwerk zur Verfügung, mit dem es möglich ist, eine Kraft-Weg-Kurve eines elastisch-plastischen Materials, bestehend aus Be- und Entlastungsvorgang, für jede gewünschte maximale Last oder Eindringtiefe zu skalieren. Die Funktion  $\Pi_7$  kann dabei das Resultat eines Experimentes oder einer numerischen Simulation sein. Der Eindringtiefe-Kraft-Verlauf der Indentation eines elastisch-plastischen Materials kann durch vier Größen charakterisiert werden (wenn man unterstellt, dass Gl. (2.18) den Entlastungsvorgang vollständig wiedergibt):  $F_{\text{max}}$ ,  $h_{\text{max}}$ ,  $h_f$  und  $m$ . Dieses Quadrupel ist durch die Entlastungskurve vollständig beschrieben, während die Belastungskurve lediglich die Größen  $F_{\text{max}}$  und  $h_{\text{max}}$  liefert.

Der wesentliche Unterschied der  $\Pi$ -Funktionen des Belastungsvorganges ( $\Pi_1$  bis  $\Pi_4$ ) und des Entlastungsvorganges ( $\Pi_7$ ) ist, dass die  $\Pi$ -Funktion des Belastungsvorganges wegen ihrer Unabhängigkeit von der Eindringtiefe  $h$  nur zur Bestimmung eines Materialparameters dient, während die  $\Pi$ -Funktion des Entlastungsvorganges von der Eindringtiefe  $h$  abhängt, d. h., dass mittels

der Entlastungskurve mehr als nur ein weiterer Materialparameter bestimmt werden könnte, wenn der Einfluss der Materialparameter auf den Verlauf der Kurve hinreichend groß im Vergleich zu möglichen Messfehlern wäre. Die Frage, inwiefern eine eindeutige Lösung des inversen Problems aus einem vollständigen Indentationvorgang bestimmt werden kann, wird im nächsten Kapitel untersucht.

Zusätzlich zu den bisher betrachteten zeitunabhängigen Materialvorschriften sollen jetzt auch zeitabhängige Effekte berücksichtigt werden. In [19] wird dies für eine zeitabhängige Materialvorschrift vom Typ  $\sigma = b\dot{\epsilon}^{cr n}$  betrachtet. Diese ist nach [63]<sup>18</sup> nach NORTON bzw. BAILEY benannt. In dieser Arbeit soll die Beziehung nach GAROFALO für das Kriechen ohne Einfluss der Temperatur betrachtet werden, weswegen dann ohne den ARRHENIUSanteil nur noch  $\dot{\epsilon}^{cr} = C_1 (\sinh(C_2\sigma))^{C_3}$  verbleibt. Der Kraftverlauf während des Belastens als Funktion aller Parameter, von der sie jetzt abhängt, lässt sich wie folgt darstellen:

$$F_{\text{Bel}} = f(E, \nu, \sigma_y, E_T, h, \dot{h}, C_1, C_2, C_3, \theta). \quad (2.35)$$

Unter Berücksichtigung der in Tabelle 2.4 aufgeführten Dimensionen der Größen ergibt sich:

$$F_{\text{Bel}} = Eh^2\Pi_8\left(\frac{\sigma_y}{E}, \nu, \frac{E_T}{E}, \frac{hC_1}{\dot{h}}, C_2E, C_3, \theta\right). \quad (2.36)$$

	$E$	$\nu$	$\sigma_y$	$E_T$	$C_1$	$C_2$	$C_3$	$\theta$	$h$	$\dot{h}$	$F$
<b>F</b>	1	0	1	1	0	-1	0	0	0	0	1
<b>L</b>	-2	0	-2	-2	0	2	0	0	1	1	0
<b>T</b>	0	0	0	0	-1	0	0	0	0	-1	0

**Tabelle 2.4:** Dimensionstabelle für den Belastungsvorgang eines viskosen, elastisch-linear verfestigenden Materials.

Die Kraft hängt jetzt nicht mehr a priori mit dem Quadrat der Eindringtiefe zusammen, da  $\Pi_8$  auch von dem Ausdruck  $hC_1/\dot{h}$  abhängt, wodurch  $F_{\text{Bel}}$  jetzt aufgrund der Beziehung  $t = \int_{h(0)}^{h(t)} 1/\dot{h} dh$  implizit eine Funktion der Zeit ist. Das heisst, im Falle einer Versuchsdurchführung, bei der  $h/\dot{h}$  keine Konstante ist, ist eine Abweichung vom quadratischen Zusammenhang möglich.

<sup>18</sup>Siehe dort S. 363.

Ob die Abweichung sichtbar wird, weil sie groß genug gegenüber den Messfehlern ist, kann an dieser Stelle nicht gesagt werden.

In [19] werden verschiedene Formen der Durchführung der Indentation betrachtet. Mögliche Formen der Steuerung des Belastungsvorganges sind die Konstanz der Vorschubgeschwindigkeit  $\dot{h}$ , der Laständerung  $\dot{F}$  oder der Verhältnisse  $h/\dot{h}$  oder  $F/\dot{F}$ . Für die Beschreibung des sekundären Kriechens wird dort die Beziehung  $\sigma = b\dot{\epsilon}^{cr n}$  nach NORTON verwendet. Für alle Versuchsdurchführungen außer der mit konstantem  $F/\dot{F}$ , kann eine Abweichung von der Proportionalität  $F_{\text{Bel}} \sim h^2$  mittels der Dimensionsanalyse quantifiziert werden. Außerdem kann ein Zusammenhang der Kriechparameter mit der gemessenen Härte hergestellt werden. Mit mehreren Messungen bei denen z.B. das Verhältnis  $h/\dot{h}$  variiert wird, können dann die Kriechparameter  $b$  und  $n$  bestimmt werden.

Umgekehrt kann man auch feststellen, dass es Versuchsanordnungen gibt, bei denen weiterhin ein quadratischer Zusammenhang bestehen muss. Wenn der Versuch so ausgeführt würde, dass  $F = F_0 e^{ct}$  gälte, so wäre  $F/\dot{F} = 1/c$  und deswegen konstant, was für die kontinuierliche Steifigkeitsmessung<sup>19</sup> (*continuous stiffness measurement*, Abk.: *CSM*) eine oft genutzte Eigenschaft ist.

Im Gegensatz zu dem in [19] verwendeten Kriechgesetz nach NORTON ist es bei dem hier verwendeten Kriechgesetz nach GAROFALO nicht möglich, weitere Erkenntnisse über Zusammenhänge der Größen aus der Dimensionsanalyse zu gewinnen.

Die Beziehung für das sekundäre Kriechen nach GAROFALO und die nach NORTON sind beide empirisch gefundene Beziehungen, wobei  $\sigma = b\dot{\epsilon}^{cr n}$  unter gewissen Umständen als Sonderfall von  $\dot{\epsilon}^{cr} = C_1 (\sinh(C_2\sigma))^{C_3}$  aufgefasst werden kann. Für die sinh-Funktion ist an der Stelle 0 die Taylorreihenentwicklung

$$\sinh(x) \approx x + \frac{1}{6}x^3 + \mathcal{O}(x^5) \quad (2.37)$$

möglich. D.h., wenn  $C_2\sigma$  ausreichend klein ist, kann die sinh-Funktion durch ihr Argument ersetzt werden. So ist z.B. für  $C_2\sigma < 0,8$  sichergestellt, dass der Fehler bei der Linearisierung der sinh-Funktion kleiner als 10% ist. Es muss allerdings darauf geachtet werden, dass auch  $C_3$  klein genug ist, da ggf. für große  $C_3$  kleinere Fehlergrenzen bei der Linearisierung verwendet werden müssen. Wenn für einen zu betrachtenden Fall diese Annahmen Gültigkeit besitzen, so ist es möglich, auch die in [19] gefundenen weiteren Ergebnisse zu nutzen.

---

<sup>19</sup>Bei dieser Technik wird die Prüfkraft mit einer sehr viel kleineren oszillierenden Kraft überlagert, so dass zusätzlich zu jedem Messpunkt auch die Steifigkeit  $S^*$  bestimmt werden kann.

Wenn man für den Term  $C_2\sigma$  den Vergleichswert  $C_2\sigma_y$  heranzieht, so sind für stark kriechende Metallverbindungen mit niedrigen Fließgrenzen bzw.  $R_{p0,2}$ -Werten (wie z.B. die in [42] angegebenen SnAgCu-Legierungen) die Ergebnisse aus [19] nicht nutzbar, da  $C_2\sigma_y$  Werte um 1 annimmt und  $C_3$  Werte um 6 erreicht.

## 2.4 Kalibrierung

Die oben aufgeführten Beziehungen sind zur Bestimmung der Härte und der Entlastungssteigung bzw. des E-Moduls notwendig. Neben der konstruktiven Bedeutung der Kenntnis des E-Moduls sind die beschriebenen Größen vor allem für die Kalibrierung des Indenters wichtig.

Bis jetzt ist vorausgesetzt worden, dass die Eindringtiefe  $h$  des Diamanten und die Flächenfunktion  $A(h_c)$  bekannt sind. Die vom Indenter gemessene Eindringtiefe  $h^*$  enthält auch Wegkomponenten, die dem Nachgeben des Gerätes zuzuordnen sind. Diese zusätzlichen Verformungen entstehen am Schaft und Halter des Indenters sowie insbesondere am Rahmen.

Dem System werden die gemäß Gl. (2.38) angegebenen Nachgiebigkeiten (*compliance*) bzw. die entsprechenden Steifigkeiten zugeordnet. Die Nachgiebigkeit  $C$  ist der Kehrwert der entsprechenden Steifigkeit  $S^*$  und wird üblicherweise in  $\frac{\text{mm}}{\text{mN}}$  angegeben

$$C = \frac{1}{S^*}, C_s = \frac{1}{S} \text{ und } C_f = \frac{1}{S_f}. \quad (2.38)$$

Die Gesamtnachgiebigkeit des Systems  $C$  kann als Summe der Nachgiebigkeiten von Rahmen und Halter bzw. Schaft  $C_f$  und der Nachgiebigkeit der Probe  $C_s$  aufgefasst werden:

$$C = C_f + C_s = \frac{1}{S^*}, \quad (2.39)$$

wenn man als Modell eine Hintereinanderreihung von Federn unterstellt. Die Formulierung mit Nachgiebigkeiten in Gl. (2.39) findet ihre Entsprechung in der Formulierung mit Steifigkeiten in

$$S^* = \frac{1}{C} = \frac{1}{\frac{1}{S} + \frac{1}{S_f}}. \quad (2.40)$$

Durch Einsetzen von Gl. (2.15) und Gl. (2.38) in Gl. (2.39) erhält man:

$$C = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta E_{\text{eff}} \sqrt{A}}, \text{ mit } \beta = 1. \quad (2.41)$$

Diese wurde bereits von [18] angegeben und auch in [56] verwendet. Allerdings wurde dabei der extra eingeführte Korrekturwert  $\beta$  in Gl. (2.41) implizit zu 1 angenommen. In [55], die eine nachfolgende Veröffentlichung der beiden Autoren von [56] ist, wird diese Gleichung auch wieder aufgegriffen. Diese Beziehung ist insofern inkonsistent bzgl. der anderen Gleichungen in [55], da diese mit  $\beta$  formuliert sind.

Gl. (2.41) kann jetzt nach  $C_f$  aufgelöst und  $A$  durch die Definition der Härte gemäß Gl. (2.1) substituiert werden, wodurch Gl. (2.42) folgt. Wenn für die materialabhängigen Größen  $H$  und  $E$  die bekannten Werte  $H^{\text{Ref}}$  und  $E_{\text{eff}}^{\text{Ref}}$  eines Referenzmaterials sind, so kann die Gleichung

$$C_f = C - \frac{\sqrt{\pi}\sqrt{H^{\text{Ref}}}}{2E_{\text{eff}}^{\text{Ref}}} \frac{1}{\sqrt{F_{\text{max}}}} \quad (2.42)$$

zur Kalibrierung herangezogen werden.

### 2.4.1 Ermittlung der Flächenfunktion und Nachgiebigkeit als entkoppelte Größen

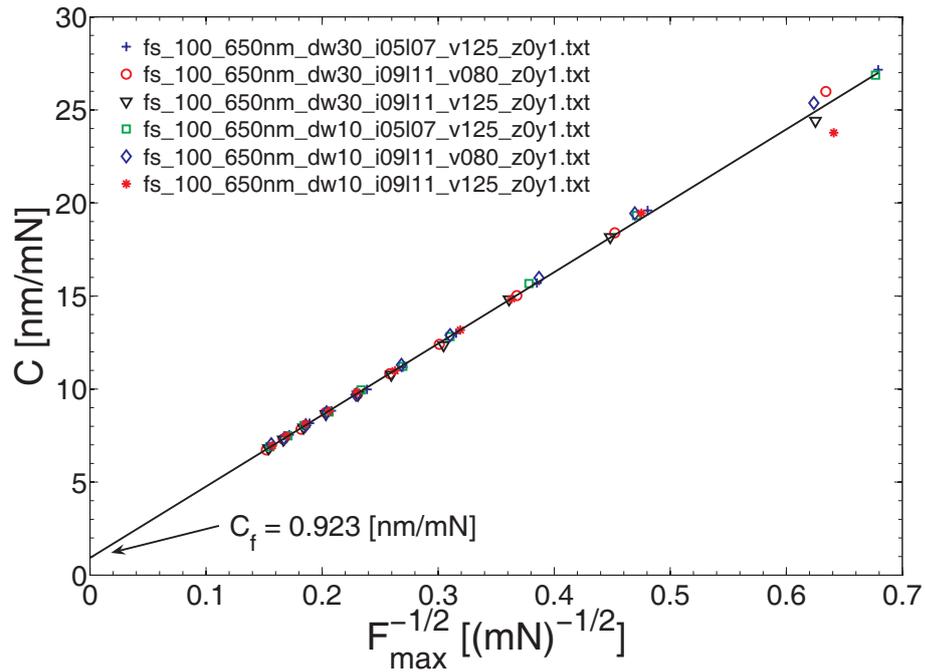
Gl. (2.42) nutzt die Eigenschaft der Konstanz von  $F/S^2$  bzw.  $H/E^2$ . Ihre Konstanz über die Eindringtiefe bzw. ihre Unabhängigkeit von der Flächenfunktion ist in [45] experimentell für spitze Prüfkörper bestätigt worden und wird formal durch Einsetzen von Gl. (2.1) in Gl. (2.15) und nachfolgendem Quadrieren erhalten, wodurch sich

$$\frac{F}{S^2} = \frac{\pi}{(2\beta)^2} \frac{H}{E_{\text{eff}}^2} \quad (2.43)$$

ergibt. Diese Gleichung kann in Verbindung mit Gl. (2.42) genutzt werden, um die Bestimmung der Nachgiebigkeit  $C_f$  von der Kenntnis der Flächenfunktion zu entkoppeln, die notwendig wäre, um eine Beziehung zur Härte herzustellen. Aus Gl. (2.42) und Gl. (2.43) folgt, dass  $C$  als Funktion von  $1/\sqrt{F_{\text{max}}}$  linear sein muss und deswegen  $C$  aufgetragen über  $1/\sqrt{F_{\text{max}}}$  eine Gerade ist, deren Versatz  $C_f$  auf der  $C$ -Achse man nach Regression erhält.

Es wurden drei Messserien mit Haltezeiten von 10 s und drei Messserien mit 30 s durchgeführt. In Abb. 2.11 ist die Auswertung nach dieser Methode dargestellt. Als Ergebnis für die Rahmennachgiebigkeit erhält man  $C_f = 0,92 \text{ nm/mN}$ .

## 2 Verifikation klassischer Auswertungsverfahren



**Abbildung 2.11:** Ermittlung der Rahmennachgiebigkeit  $C_f$ , entkoppelt von der Flächenfunktion, anhand von experimentellen Kalibriermessungen an einem Quarz (*fused silica*)

Mit der jetzt bekannten Nachgiebigkeit kann die gemessene, fehlerbehaftete Eindringtiefe  $h^*$  gemäß

$$h = h^* - FC_f \quad (2.44)$$

korrigiert werden.

Nachdem die Nachgiebigkeit bekannt ist und die korrigierte Eindringtiefe  $h$  aus den gemessenen Rohdaten  $h^*$  bestimmt ist, kann die Abweichung der Diamantengeometrie von der Sollform bestimmt werden. Die Korrektur ist insbesondere für geringe Eindringtiefen bedeutsam. Mit zunehmender Eindringtiefe nimmt der Einfluss der ausgerundeten Spitze immer weiter ab, so dass die Flächenfunktion  $A(h_c)$  mit zunehmendem  $h_c$  in die des Konus

übergeht. In [56]<sup>20</sup> ist

$$A = \sum_{n=0}^8 K_n (h_c)^{2^{1-n}} = K_0 h_c^2 + K_1 h_c + K_2 h_c^{\frac{1}{2}} + K_3 h_c^{\frac{1}{4}} + \dots + K_8 h_c^{\frac{1}{128}} \quad (2.45)$$

vorgeschlagen worden, um die Geometrie des Prüfkörpers zu beschreiben.

Gl. (2.45) kann aus Gründen, die in der nachfolgenden Analyse noch deutlich werden, als mathematisches Konstrukt aufgefasst werden, d.h., man muss sie nicht unbedingt als Beschreibung der Geometrie verstehen. Wenn phänomenologisch die Gleichung als Beschreibung der Geometrie aufgefasst wird, so kann zwei Termen eine Bedeutung zugewiesen werden. Gemäß Gl. (2.2) und Gl. (2.3) korreliert der Koeffizient  $K_0$  mit dem Öffnungswinkel eines spitzen Indenters, während der Koeffizient  $K_1$  gemäß Gl. (2.7) die Kontaktfläche einer Kugel beschreibt, falls der Radius der Kugel sehr viel kleiner als  $h_c$  ist.

Wie bereits eingangs in Abschnitt 2.1 erwähnt, gibt es auch andere Beschreibungsmöglichkeiten der Geometrie als Gl. (2.45). Da diese von OLIVER und PHARR vorgeschlagene Gleichung weder analytisch noch experimentell begründet ist, ist es auch nicht zwingend, genau diesen Ansatz zu nehmen, oder etwa alle neun freien Parameter  $K_i$ ,  $i = 0, \dots, 8$  zu bestimmen. Vielmehr ist das Vorgehen praktischen Erwägungen anzupassen. Das weitere Vorgehen ist unabhängig von der genauen Form des Ansatzes. Durch Auflösen von Gl. (2.15) nach  $A$  und Ersetzen von  $E_{\text{eff}}$  mit  $E_{\text{eff}}^{\text{Ref}}$  des Kalibriermaterials ergibt sich folgende Gleichung:

$$A = \frac{\pi}{4} \frac{S^2}{(\beta E_{\text{eff}}^{\text{Ref}})^2}. \quad (2.46)$$

Bei einem konventionellen Indenter existiert zu jedem kompletten Messvorgang, bestehend aus Be- und Entlastungsphase, eine maximale Kontakttiefe  $h_{c,\text{max}}$  und die Steigung am Beginn der Entlastungsphase  $S(h_{c,\text{max}})$ . Da alle Koeffizienten  $K_i$  lineare Faktoren in  $A$  sind, wird das Minimum der Fehlerquadrate als geeignete Zielfunktion gewählt. Dadurch reduziert sich die Suche nach optimalen Parametern  $K_i$ ,  $i = 0, \dots, 8$  auf eine lineare Regression wie folgt.

---

<sup>20</sup>In [56] ist der rechte Teil der Gl. (2.45) ohne die Summenformel angegeben, wobei  $K_0$  durch den Wert 24,5 für die ideale Form des Diamanten ersetzt ist. In [55] ist  $K_0$  als zusätzlicher Freiwert aufgenommen worden und die nicht konsistente Summenformel  $\sum_{n=0}^8 K_n (h_c)^{2^{1-n}}$  angegeben. Diese ist hier konsistent zum rechten Teil der Gleichung ersetzt worden.

Sei der rechte Teil von Gl. (2.46) für einen Messpunkt  $j$  aus  $m$  Messpunkten mit  $y_j$  bezeichnet und der Funktionswert der zugehörigen Flächenfunktion mit  $A_j$ . Der  $\bar{n}$ -zeilige Vektor der Koeffizienten  $K$  ist  $\mathbf{k}$  und der Vektor der Flächen  $A$  ist  $\mathbf{a}$ . Die Fläche  $A$  lässt sich dann als

$$A_j = \mathbf{f}_j^T \cdot \mathbf{k} \quad (2.47)$$

schreiben und der Vektor der Flächen als

$$\mathbf{a} = \begin{bmatrix} A_1 \\ A_2 \\ \dots \\ A_j \\ \dots \\ A_m \end{bmatrix} = \mathbf{F}\mathbf{k} = \begin{bmatrix} \mathbf{f}_1^T \\ \mathbf{f}_2^T \\ \dots \\ \mathbf{f}_j^T \\ \dots \\ \mathbf{f}_m^T \end{bmatrix} \begin{bmatrix} K_0 \\ K_1 \\ \dots \\ K_{\bar{n}-1} \end{bmatrix}. \quad (2.48)$$

Spezialisiert bzgl. Gl. (2.45) wäre  $\mathbf{f}$  ein  $\bar{n}$ -zeiliger Vektor mit  $f_{j,1}(h_{c,1}) = h_{c,1}^2$ ,  $f_{j,2}(h_{c,2}) = h_{c,2}$  usw.

Aus der Forderung nach dem Minimum des Fehlerquadrates resultiert die notwendige Bedingung für das Vorliegen eines Extremums, nämlich:

$$\frac{\partial}{\partial K_i} \sum_{j=1}^m (y_j - A_j(K_0, K_1, \dots, K_{\bar{n}-1}))^2 = 0, \quad (2.49)$$

mit  $i = 0, 1, \dots, \bar{n} - 1$ , und  $m \geq \bar{n}$ .

Gl. (2.49) wird in Matrix-Vektor-Notation überführt:

$$\nabla_{\mathbf{k}} ((\mathbf{y} - \mathbf{F}\mathbf{k})^T (\mathbf{y} - \mathbf{F}\mathbf{k})) = 2\mathbf{F}^T \mathbf{F}\mathbf{k} - 2\mathbf{F}^T \mathbf{y} = \mathbf{0}. \quad (2.50)$$

Die Lösung von Gl. (2.50) ergibt

$$\mathbf{F}^T \mathbf{F}\mathbf{k} = \mathbf{F}^T \mathbf{y}, \quad (2.51)$$

was nach  $\mathbf{k}$  aufgelöst wird:

$$\mathbf{k} = (\mathbf{F}^T \mathbf{F})^{-1} \mathbf{F}^T \mathbf{y}. \quad (2.52)$$

Die so erhaltene Lösung ist eindeutig, wenn  $\mathbf{F}^T \mathbf{F}$  regulär ist, andernfalls existiert keine Lösung. Für den Sonderfall  $m = \bar{n}$  gibt es so viele Bestimmungsgleichungen wie Unbekannte. Die Lösung der Gl. (2.49) ist für diesen Fall identisch mit der Lösung des Gleichungssystems  $y_j - A_j(K_0, K_1, \dots, K_{\bar{n}-1}) = 0$ , da  $\mathbf{F}$  dann quadratisch ist und Gl. (2.52) zu  $\mathbf{k} = \mathbf{F}^{-1} \mathbf{y}$  degeneriert.

Unabhängig davon, dass ggf. für schlecht konditionierte  $\mathbf{F}^T \mathbf{F}$  ein geeignetes Lösungsverfahren benötigt wird, kann es wegen der großen Spanne der

Eingangswerte und der großen Unterschiede bei den Potenzen des Ansatzes zu numerischen Problemen beim Invertieren kommen. Dieses Problem kann dadurch beseitigt werden, dass die Größe  $h_c$  verschoben und skaliert wird. Der Nachteil besteht darin, dass Werte für  $h_c$  erst in das normierte System (für das die Koeffizienten  $K$  bestimmt wurden) transformiert werden müssen, bevor die Flächenfunktion mit den gefundenen Lösungen für die Koeffizienten ausgewertet werden kann.

Der Vorteil der soeben beschriebenen Methode aus [55] gegenüber der im nächsten Abschnitt erläuterten Methode aus der ersten Veröffentlichung von OLIVER und PHARR [56] liegt in der Entkopplung der Bestimmung der Rahmennachgiebigkeit von der Bestimmung der Flächenfunktion. Diese Vorgehensweise entspricht Verfahren A3.1 in DIN EN ISO 14577 Teil 4, [26].

## 2.4.2 Iterative Ermittlung der Flächenfunktion und der Nachgiebigkeit

In [56] wurde ein iteratives Verfahren zur Bestimmung der Rahmennachgiebigkeit und der Flächenfunktion vorgeschlagen. Die Problemstellung resultiert aus der Kopplung zweier Gleichungen durch die unbekanntenen Koeffizienten  $K_i$  in  $A(h_c)$  nach Gl.(2.45). Ausgehend von Gl. (2.41) könnte die Nachgiebigkeit  $C_f$  bestimmt werden, wenn  $A(h_c)$  bekannt wäre, in dem  $C$  (also die unkorrigierte Größe  $1/s^*$ ) über  $A(h_c)^{-1/2}$  aufgetragen würde. Der Schnittpunkt mit der  $C$ -Achse wäre dann  $C_f$ . Wegen  $1/s = C - C_f$  könnte dann Gl. (2.46) verwendet werden, um mittels Regression die Koeffizienten für  $A(h_c)$  zu bestimmen.

Abgesehen davon, dass die Flächenfunktion nicht bekannt ist, kann auch formal die Kontakttiefe nicht bestimmt werden, da die Korrektur für die gemessene Eindringtiefe nicht bekannt ist. Vorgeschlagen wird in einem ersten Schritt die Nachgiebigkeit aus den unkorrigierten Wegdaten zu bestimmen und dann unter Annahme einer idealen Diamantengeometrie die Koeffizienten für  $A(h_c)$ . Dieser iterative Prozess wird solange wiederholt, bis sich die Koeffizienten nicht mehr ändern.

Das iterative Vorgehen ist prinzipiell mit dem Risiko behaftet, dass die gefundene Lösung vom Startwert abhängt, zum anderen ist die Konvergenz nicht sichergestellt. Diese Probleme umgeht man durch Verwendung des zuerst beschriebenen, neueren Verfahrens, wobei die Verwendung auf spitze bzw. im Verhältnis zur Eindringtiefe schwach verrundete Prüfkörper beschränkt ist.

Beiden Verfahren gemeinsam ist noch ein weiteres Problem, das durch den hohen Polynomansatz für die Flächenfunktion verursacht wird: nämlich das

Oszillieren der Flächenfunktion. Beide Ansätze können nicht sicherstellen, dass  $A(h_c)$  in dem Gebiet  $[h_{c,\min}, h_{c,\max}]$ , in dem die Daten für die Regression vorliegen, streng monoton verläuft. Vielmehr muss man damit rechnen, dass es bei einem erhöhten Grad an Ansatzfunktionen und wenigen Messpunkten, also einer verminderten Überbestimmtheit, zum Oszillieren kommt.

Rein formal betrachtet, muss die erhaltene Lösung für die Flächenfunktion dahingehend untersucht werden, ob sie im relevanten Bereich lokale Extrema enthält. Dazu bietet sich an, die ermittelten Koeffizienten in die Ableitung der Flächenfunktion nach der Kontakttiefe

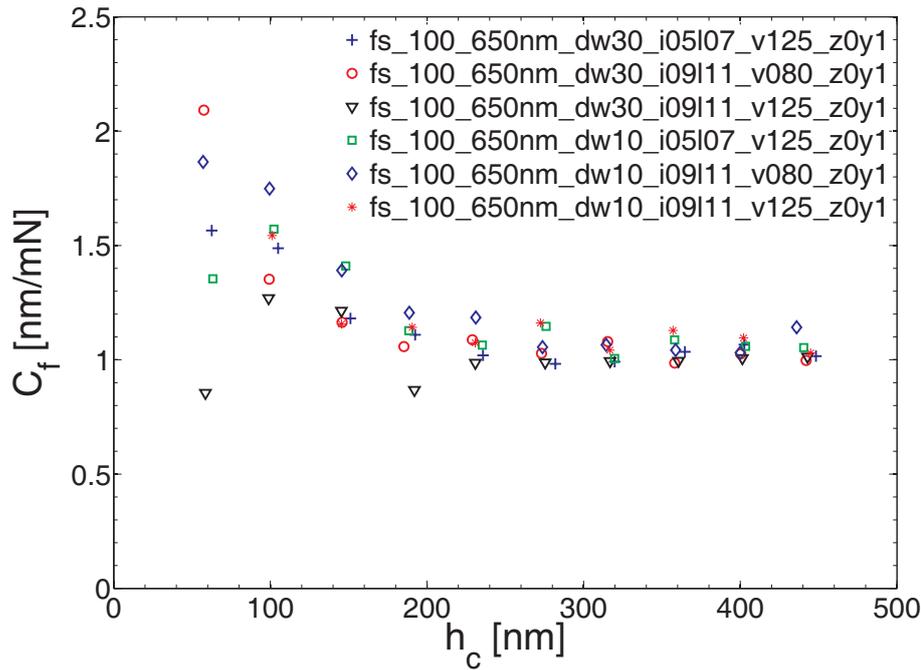
$$\frac{dA}{dh_c} = \sum_{n=0}^{\bar{n}-1} 2^{1-n} K_n(h_c)^{2^{1-n}-1} \quad (2.53)$$

einzusetzen und numerisch ihre Nullstellen zu bestimmen. Für den Fall eines lokalen Extremums innerhalb des relevanten Bereiches, muss entweder ein Ansatz geringeren Grades gewählt werden oder eine restringierte Lösung gesucht werden.

Restringierte Lösungen, die die Forderung  $K_i \geq 0$  erfüllen, oszillieren nicht, da  $dA/dh_c$  dann nur aus positiven Summanden besteht. Dieses restriktive Vorgehen hat allerdings den Nachteil, dass die Beschränkung strenger als notwendig ist und bessere Lösungen im Sinne des Minimalproblems nicht zur Konkurrenz zugelassen sind.

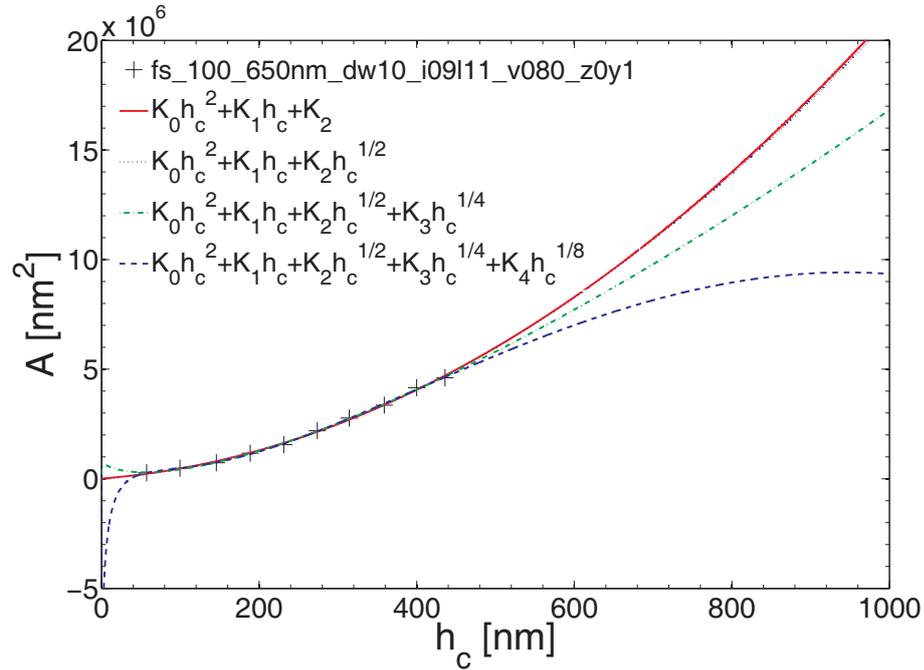
Abb. 2.12 zeigt die Ermittlung der Rahmennachgiebigkeit  $C_f$  nach Gl. (2.42) anhand von Kalibriermessungen an einem Quarz (*fused silica*). Die sechs Serien (wie zuvor für Abb. 2.11) von jeweils zehn Messungen haben alle dieselben nominellen Eindringtiefen und unterschiedliche Haltezeiten. Es ist zu erkennen, dass die Streuung mit zunehmender Kontakttiefe abnimmt und sich die Nachgiebigkeit bei ca. in  $1 \frac{\text{mm}}{\text{mN}}$  einpendelt. Offensichtlich wäre es im Falle der hier abgebildeten Messwerte günstiger gewesen, weitere Messungen mit größeren Eindringtiefen (und entsprechend größeren Kräften) vorzunehmen.

Im Gegensatz zu Abb. 2.11 kommen die Datenpunkte jetzt in umgekehrter Reihenfolge zu liegen: Sie sind in der Horizontalen von links nach rechts „vertauscht“. Die Streuung in Abb. 2.12 ist für kleine Kontakttiefen und somit kleine Kräfte groß. Zum einen ist der relative Fehler bei der Messung der Kraft größer, zum anderen ist für die Ermittlung der Nachgiebigkeit die ideale Prüfkörpergeometrie zugrunde gelegt worden, die bei kleinen Eindringtiefen deutlich von der realen abweicht.



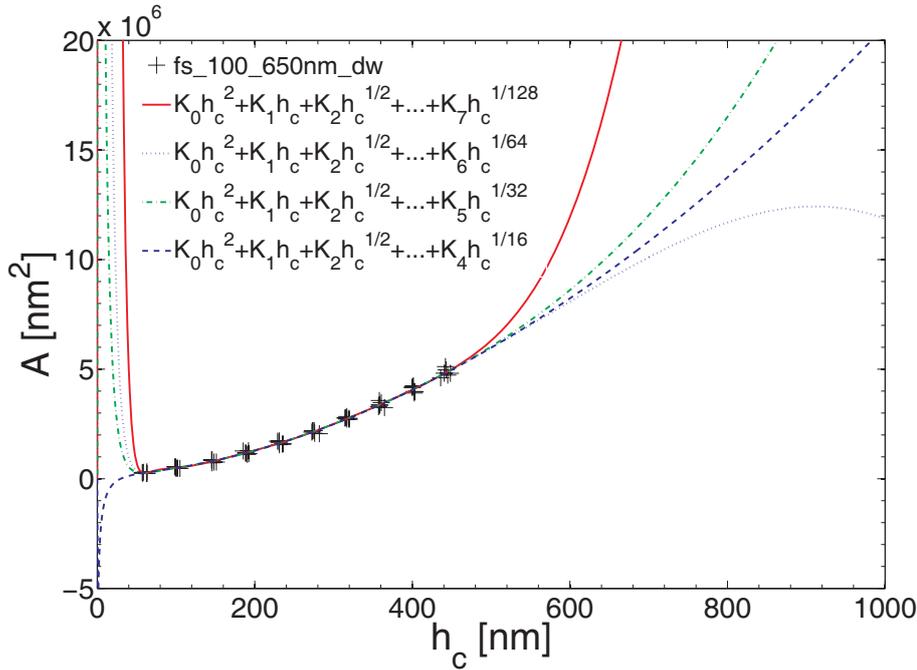
**Abbildung 2.12:** Ermittlung der Rahmennachgiebigkeit  $C_f$  anhand von Kalibriermessungen an einem Quarz (*fused silica*)

Nachfolgend wird die jetzt bekannte Rahmennachgiebigkeit dazu genutzt, die Diamantengeometrie nach Gl. (2.46) zu bestimmen. In Abb. 2.13 ist die Flächenfunktion über die Kontakttiefe aufgetragen. Für einen ideal spitzen Diamanten ergäbe sich eine durch den Ursprung verlaufende rein quadratische Funktion. Die ausgewählte Messreihe besteht aus zehn Einzelmessungen. Es sind Anpassungen von Flächenfunktionen unterschiedlicher Ordnungen vorgenommen worden. Neben einem Polynom zweiten Grades ist Gl. (2.45) mit  $m = 2$  bis  $m = 4$  angepasst worden. Alle Ansätze weisen innerhalb des Intervalls [60 nm; 450 nm] keine (erkennbaren) Extrema auf, allerdings dürfen die gefundenen Lösungen nicht zur Extrapolation herangezogen werden.



**Abbildung 2.13:** Ermittlung der Flächenfunktion  $A(h_c)$  bei bekannter Rahmen-  
nachgiebigkeit  $C_f$  mittels verschiedener Ansätze

Zusätzlich werden jetzt, wie in Abb. 2.14 dargestellt, versuchsweise auch noch weitere Messwerte mit aufgenommen und Ansätze höherer Ordnung verwendet. Es stehen jetzt insgesamt 60 Datenpunkte zur Verfügung, die aber zum großen Teil Redundanzen aufweisen, da alle Versuche mit denselben nominellen Solleindringtiefen durchgeführt wurden. Davon abgesehen, dass zwei der vier Lösungen schlecht konditioniert sind und deshalb wahrscheinlich nur eine geringe Genauigkeit aufweisen, treten auch hier keine lokalen Minima auf. Außerhalb des Intervalls der Messdaten darf auch hier nicht extrapoliert werden. Es ist offensichtlich, dass die Abweichungen von einem Polynom zweiten Grades für eine zunehmende Anzahl von Freiwerten nach dem letztem Messwert immer stärker werden.



**Abbildung 2.14:** Ermittlung der Flächenfunktion  $A(h_c)$  für mehrere Messreihen gleichzeitig unter Verwendung von Ansatzfunktionen mit sechs bis acht Koeffizienten

Die Kalibriermessung sollte, um die Flächenfunktion möglichst genau zu bestimmen, also so durchgeführt werden, dass die Kontakttiefe während der Kalibriermessung das gesamte Intervall abdeckt, das auch später zum Messen genutzt werden soll. Die Kalibrierung sollte mehr als die zehn hier verwendeten Punkte enthalten und die Punkte sollten möglichst gleichmäßig über das gesamte Intervall verteilt sein. Außerdem sollte die Messreihe auch noch einige Messungen bei deutlich größeren Kräften (bzw. Kontakttiefen) enthalten, um die Nachgiebigkeit sicher bestimmen zu können.

Zusätzlich muss die erhaltene Flächenfunktion dahingehend kontrolliert werden, dass sie auch in der Darstellung  $A(h_c)^{1/2}$  ohne Oszillieren verläuft. Die Darstellung  $A(h_c)^{1/2}$  reagiert deutlich empfindlicher auf Abweichungen gegenüber der idealerweise geltenden Proportionalität  $A \sim h_c^2$ . Die Kontrolle ist wichtig, da der Term  $A(h_c)^{1/2}$  bei einer späteren Bestimmung des E-Moduls an einer zu messenden Materialprobe in Gl. (2.15) verwendet wird und die Auswertung einer einwandfreien Messung durch die in der Wurzel Darstellung oszillierende Flächenfunktion verfälscht würde.

In der Praxis wird für den vorhandenen Indenter *NanoTest* der Firma *Micro Materials Ltd., UK* ein Polynom zweiten Grades verwendet, da dieses auch mit wenigen Messpunkten zuverlässig bestimmt werden kann.

Bereits in ihrer Veröffentlichung [56] aus dem Jahre 1992 verwendeten

OLIVER und PHARR einen Indenter, der die Möglichkeit der kontinuierlichen Steifigkeitsmessung (*CSM*) aufwies. Zusammen mit der sehr viel höheren Aufzeichnungsdichte moderner Geräte wie des *Nanoindenters XP* der Firma *MTS* besteht eine einzige Kalibrierung typischerweise aus mehr als 1000 Punkten. So ist es möglich, Ansätze hohen Grades zu verwenden, um die Flächenfunktion zu beschreiben, die wie oben bereits erläutert, wegen  $1/s = 1/s^* - 1/C_f$  nach Gl. (2.46) bestimmt werden kann. Prinzipiell eröffnet diese große Menge an Daten auch die Möglichkeit, ein kompliziertes Modell für die Nachgiebigkeit zu verwenden, das dann z.B.  $C_f(F) = \bar{C}_{f,1} + F\bar{C}_{f,2}$  lauten könnte.

## 2.5 Betrachtung wichtiger Größen der Indentation unter Nutzung der Ergebnisse der Dimensionsanalyse

### 2.5.1 Linear elastisch-ideal plastisches Material

Für die zuerst betrachteten Simulationen dieses Abschnitts gilt, da sie ein elastisch-ideal plastisches Material verwenden, dass sie wie im vorhergehenden Abschnitt erläutert bzgl. ihrer Materialeigenschaften allein über das Verhältnis  $\sigma_y/E$  und die Querkontraktionszahl charakterisiert werden können. Die Querkontraktionszahl wird mit  $\nu = 0,3$  für alle Simulationen dieses Abschnitts festgelegt.

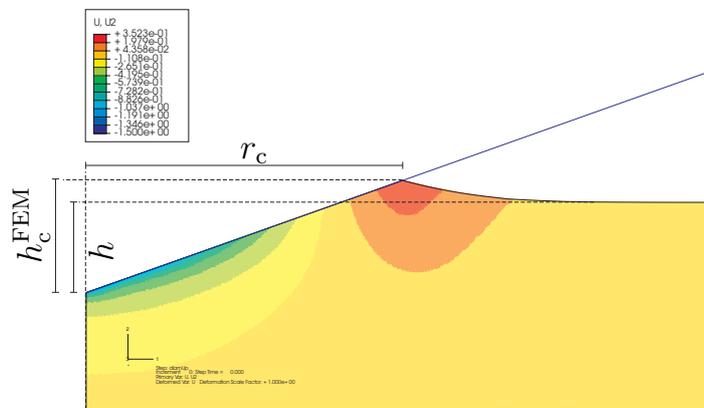
Allen Simulationen dieses Abschnitts 2.5 liegt ein Modell analog dem in Abb. 3.1 und 3.2 in Abschnitt 3.1 gezeigten und dort erläuterten zugrunde. Das hier für die Vergleichsrechnungen verwendete Modell des zu indentierenden Materials hat ebenfalls einen Radius und eine Höhe von  $250 \mu\text{m}$ . Die größte Elementkantenlänge beträgt ebenfalls  $31,25 \mu\text{m}$ . Allerdings ist die 380 Elemente enthaltende Oberfläche der Kontaktzone mit  $15,26 \text{ nm}$  Kantenlänge deutlich feiner vernetzt, so dass das gesamte Modell 11115 Knoten enthält. Alle Simulationen werden weggesteuert mit einer maximalen totalen Eindringtiefe von  $1,5 \mu\text{m}$  ausgeführt, so dass die fein diskretisierte Kontaktzone im Falle der „weichsten“ Parameterkombinationen infolge Bildung eines Aufwurfes gerade voll ausgeschöpft wird.

Das Verwenden einer extrem kurzen Kantenlänge in der Kontaktzone ist für die Bestimmung der Kontakttiefe aus den Kontaktdaten und der aus dieser bestimmten Kontaktfläche essentiell, da die Größe nur an den Stellen, die durch einen Knoten diskretisiert sind, bestimmt werden kann. D.h., wenn man das Einsinken bzw. Aufwerfen der Kontaktzone außer Betracht

## 2 Verifikation klassischer Auswertungsverfahren

lässt, kann die Änderung der Kontakttiefe nur in Abständen der totalen Tiefe von  $\Delta h_t = 15,26 \text{ nm} / \tan \theta_K = 5,5 \text{ nm}$  erfasst werden. Die Kantenlängen können allerdings nicht beliebig klein gewählt werden: Zum einen erhöht sich der Rechenzeitbedarf erheblich, zum anderen ist das Verhältnis zwischen größter und kleinster Kantenlänge, das hier immerhin 2000 beträgt, durch die Rechengenauigkeit begrenzt.

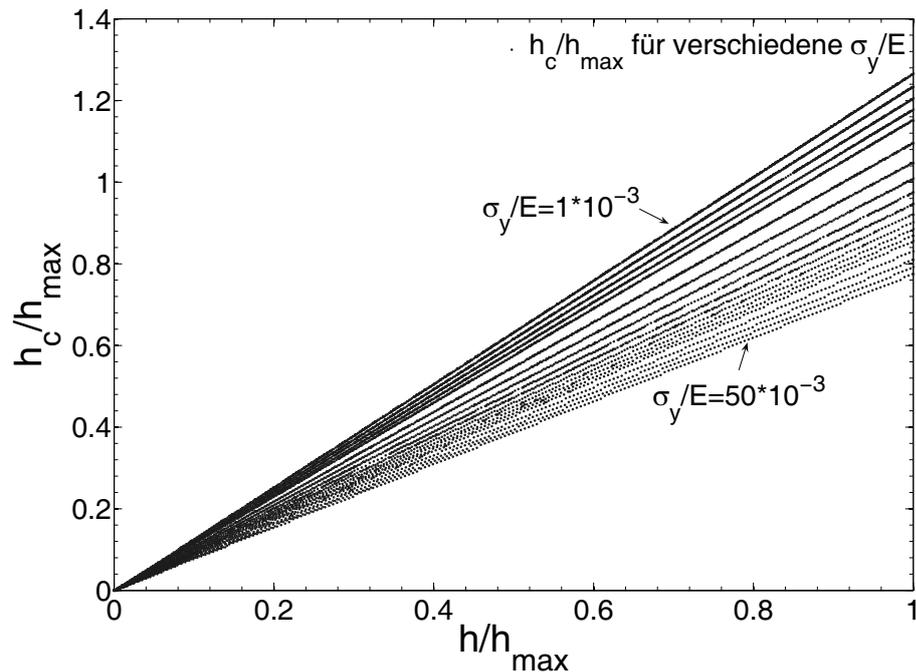
Abb. 2.15 zeigt die Bestimmung der „wahren“ Kontakttiefe<sup>21</sup>  $h_c^{\text{FEM}}$  aus den Kontaktdaten, die nur knotenweise ermittelt werden können, bei maximaler Last anhand eines elastisch-ideal plastischen Materials mit  $\sigma_y/E = 10^{-3}$ . Das Material bildet am Rand einen deutlich sichtbaren Aufwurf. Die Kontakttiefe beträgt  $h_c^{\text{FEM}} = 1,85 \mu\text{m}$ , während die totale Eindringtiefe  $h = 1,5 \mu\text{m}$  beträgt.



**Abbildung 2.15:** Bestimmung der „wahren“ Kontakttiefe  $h_c^{\text{FEM}}$  und des zugehörigen Kontaktradius  $r_c$  aus den Kontaktdaten

Nach Gl. (2.32) muss die normierte Kontakttiefe, aufgetragen über die normierte Eindringtiefe, eine Gerade sein, deren Steigung u. a. von dem Verhältnis  $\sigma_y/E$  abhängt. Aus FE-Analysen für elastisch-ideal plastisches Material sind für jedes Inkrement die Kontakttiefe  $h_c^{\text{FEM}}$  und die Eindringtiefe  $h$  extrahiert worden. Abb. 2.16 bestätigt das Resultat der Dimensionsanalyse und die zu erwartende Vermutung, dass die Steigung mit zunehmendem  $\sigma_y/E$  kleiner wird.

<sup>21</sup>In den nachfolgenden Ausführungen und Diagrammen (mit normierten Kontakttiefen) ist mit „wahrer“ Kontakttiefe oder Kontakttiefe aus FE-Rechnungen  $h_c^{\text{FEM}}$  gemeint. Diese ist dann gemeinsam mit der nach OLIVER und PHARR ermittelten Kontakttiefe auf jeweils einer Achse aufgetragen, die lediglich die Bezeichnung  $h_c$  trägt.



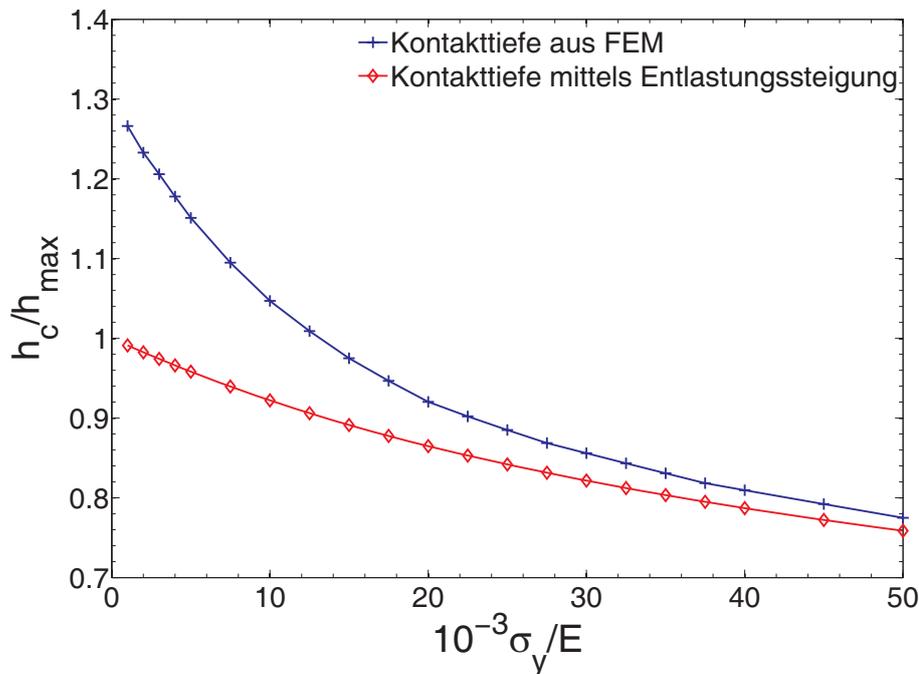
**Abbildung 2.16:** Linearer Zusammenhang zwischen der normierten Kontakttiefe und der normierten Eindringtiefe

Aus FE-Analysen ist es möglich, die Kontakttiefe auf zwei verschiedenen Wegen auszuwerten. Zum einen kann die „wahre“ Kontakttiefe eines jeden Inkrementes aus den Kontaktdaten ermittelt werden, indem aus der Menge aller aktuell am Diamanten anliegenden Knoten der höchste gesucht und seine Position bestimmt wird. Zum anderen können die Kraft-Weg-Daten nach Gl. (2.17) bis Gl. (2.23) ausgewertet werden, genauso, wie es beispielsweise von der Analysesoftware eines Indenters gemacht wird.

Abb. 2.17 zeigt für ein elastisch-ideal plastisches Material den Verlauf der normierten Kontaktiefen, aufgetragen über  $\sigma_y/E$ . Die normierte Kontakttiefe  $h_c/h_{\max}$  steigt für kleiner werdende  $\sigma_y/E$  immer weiter an, während die Differenz zwischen beiden Verläufen immer größer wird. Für Werte  $\sigma_y/E < 14 \cdot 10^{-3}$  kann man ablesen, dass für die aus den Kontaktdaten gewonnene normierte Kontakttiefe immer  $h_c/h_{\max} > 1$  gilt. Dieser Punkt ist insofern von Bedeutung, als dass  $h_c/h_{\max} = 1$  der größte Wert ist, der nach Gl. (2.23) überhaupt erreicht werden kann. Unterhalb  $\sigma_y/E = 14 \cdot 10^{-3}$  liegt (mit kleiner werdendem  $\sigma_y/E$ ) ein Aufwurf vor, während rechnerisch bei der Ermittlung aus der Entlastungssteigung immer das Vorliegen eines Einsinkens unterstellt wird.

## 2 Verifikation klassischer Auswertungsverfahren

Ein in großen Mengen umgesetzter Stahl wie der nach DIN EN 10025, [27], bezeichnete Baustahl S235JR+AR<sup>22</sup> kommt mit  $235 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2} / 210000 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2} = 1,1 \cdot 10^{-3}$  auf einen niedrigen Wert für  $\sigma_y/E$  und die zu erwartenden Abweichungen zu der aus einer Messung bestimmten Kontakttiefe ist dann groß. Umgekehrt erhält man für Quarz (*fused silica*) sehr hohe Werte  $\sigma_y/E$ . Um das Verhältnis zu bestimmen, muss die Fließgrenze abgeschätzt werden. Man erhält, wenn mit den Werten für Quarz aus [56] die Näherung  $\sigma_y \approx 3H$  nach [69]<sup>23</sup> angesetzt wird:  $8800 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2} / 3 / 72000 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2} = 40,7 \cdot 10^{-3}$ . Diese Abschätzung stimmt sehr gut mit dem weiter unten in Abb. (2.18) dargestellten Verlauf der berechneten Härte  $H(\sigma_y/E)$  überein, wo man  $H(\sigma_y/E = 40) \approx 8800 \text{ N/mm}^2$  ablesen kann. Aus Abb. 2.17 ist auch sofort ersichtlich, warum Quarz das zum Kalibrieren bevorzugte Material ist: Die beiden nach verschiedenen Verfahren ermittelten Kontaktiefen liegen dort sehr dicht beieinander, da das Material keinen Aufwurf bildet.



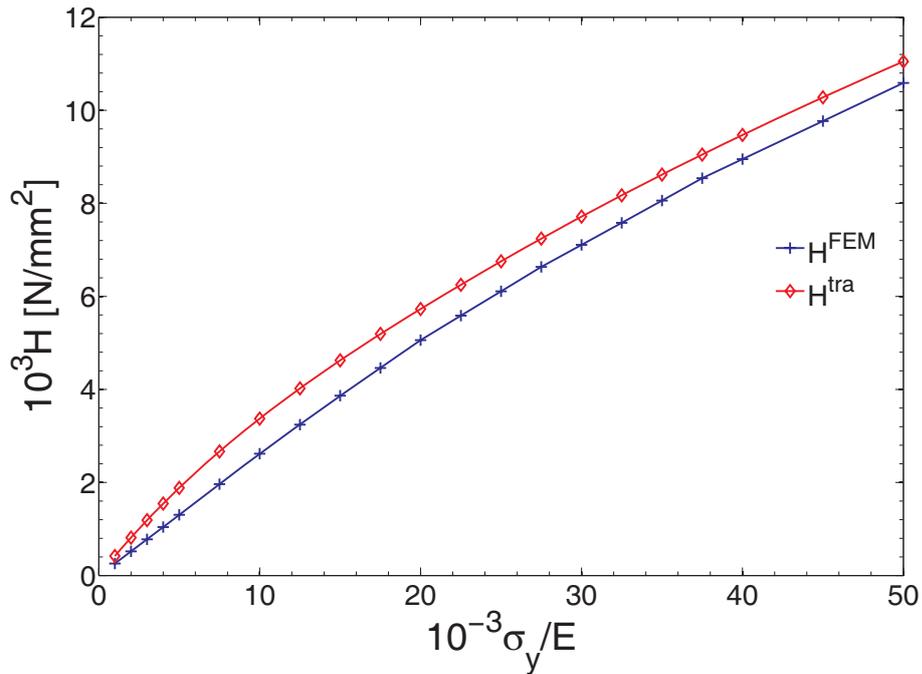
**Abbildung 2.17:** Vergleich der Kontaktiefen nach herkömmlichen Vorschriften und mittels Kontakt Daten aus der FEM

An dieser Stelle soll der Einfluss der fehlerhaft ermittelten Kontakttiefe, die die Grundlage weiterer auszuweisender Größen darstellt, auf Härte und

<sup>22</sup>Frühere Bezeichnung nach DIN 17100 ist St 37-2 wobei die Streckgrenze  $240 \text{ N/mm}^2$  beträgt.

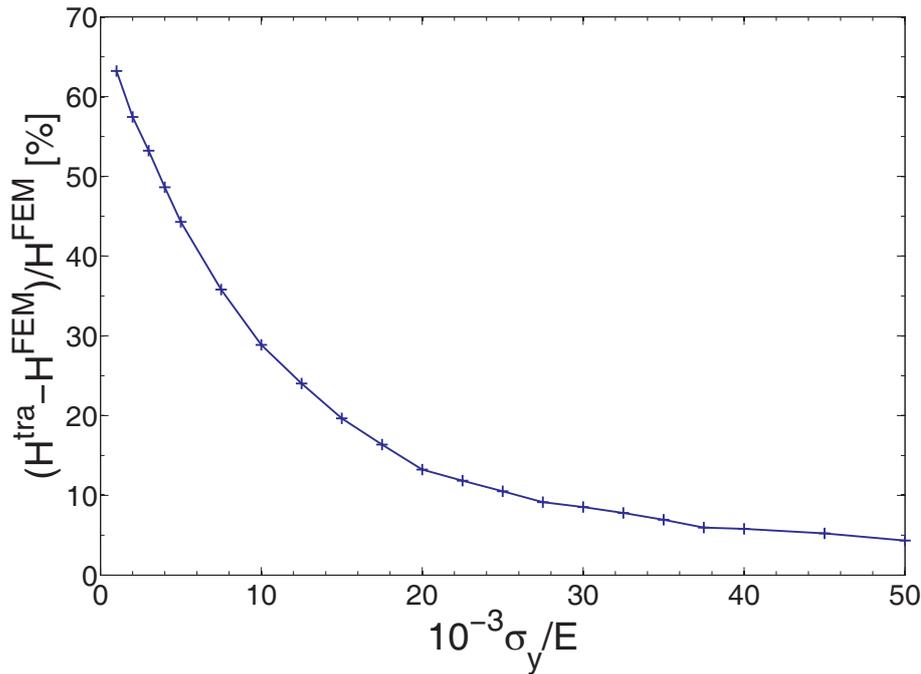
<sup>23</sup>Dieses Verhältnis ist dort allerdings für die Indentation von Metallen beobachtet worden.

nachfolgend auf den E-Modul analysiert werden. Dazu wird die Härte  $H^{\text{tra}}$ , analog zu der Vorgehensweise wie dieses die Analysesoftware eines Indenters tätete, nach Gl. (2.1) und Gl. (2.23) ermittelt und gegenüber der aus den Kontaktdaten der Simulation gewonnenen Härte  $H^{\text{FEM}}$  aufgetragen. Abb. 2.18 zeigt, dass (zumindest für das hier angenommene Materialmodell) die Härte generell überschätzt wird.



**Abbildung 2.18:** Vergleich der Härte nach herkömmlichen Vorschriften und mittels Kontaktdaten aus der FEM

In Abb. 2.19 sind die Daten aus Abb. 2.18 als prozentuale Abweichung von  $H^{\text{tra}}$  gegenüber  $H^{\text{FEM}}$  aufgetragen. Da die Härte quadratisch mit der (abweichend) ermittelten Kontakttiefe zusammenhängt, wirkt sich die in Abb. 2.17 dargestellte Diskrepanz hier besonders stark aus und kann bis zu über 60% betragen.



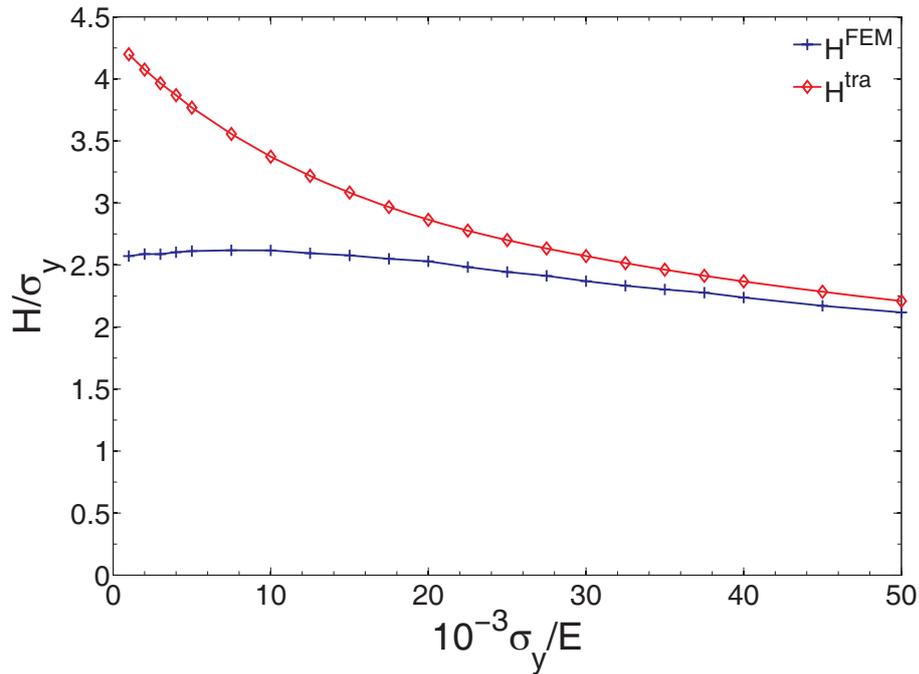
**Abbildung 2.19:** Relative Abweichung der traditionell bestimmten Härte gegenüber ihrer Definition

In [69] wird für Metalle das Verhältnis  $H/\sigma_y \approx 3$  angegeben, wobei die Kontaktfläche allerdings durch Vermessen des Eindrucks gewonnen wurde. Hier soll der Frage nachgegangen werden, ob das Verhältnis von Härte zu Fließspannung  $H/\sigma_y$  konstant ist. Wieder ergeben sich zwei Möglichkeiten der Auswertung.

Während das Verhältnis  $H^{\text{tra}}/\sigma_y$  für die traditionell ermittelte Härte mit zunehmenden  $\sigma_y/E$  von 4,2 bis auf 2,5 abfällt, bewegt sich der aus den Kontaktdaten ermittelte Wert  $H^{\text{FEM}}/\sigma_y$  nur in einem kleinen Intervall und fällt mit zunehmenden  $\sigma_y/E$  lediglich von 2,6 auf 2,2. In dem für Metalle relevanten Bereich von  $1 \cdot 10^{-3}$  ( $1,1 \cdot 10^{-3}$  für Baustahl S235JR+AR mit  $\sigma_y = 240 \text{ N/mm}^2$  bzw.  $1,7 \cdot 10^{-3}$  für S355J2+N<sup>24</sup> mit  $\sigma_y = 360 \text{ N/mm}^2$  nach [24], Teil 1) bis  $11 \cdot 10^{-3}$  (mit  $\sigma_y = 2400 \text{ N/mm}^2$  nach [9]) für Wälzlagerstähle liegt  $H^{\text{FEM}}/\sigma_y$  bei konstant 2,6.

D. h., falls die Kontakttiefe richtig bestimmt wird und man den E-Modul kennt, weist die Härte, hier repräsentiert durch  $H^{\text{FEM}}$ , für ein nicht verfestigendes Material eine sehr gute und einfach auszuwertende Korrelation mit der Fließspannung auf, weswegen sich die Härteprüfung gerade zur Qualitätssicherung in der Metallverarbeitung eignet.

<sup>24</sup>Frühere Bezeichnung nach DIN 17100 ist St 52-3 wobei die Streckgrenze  $360 \text{ N/mm}^2$  beträgt.



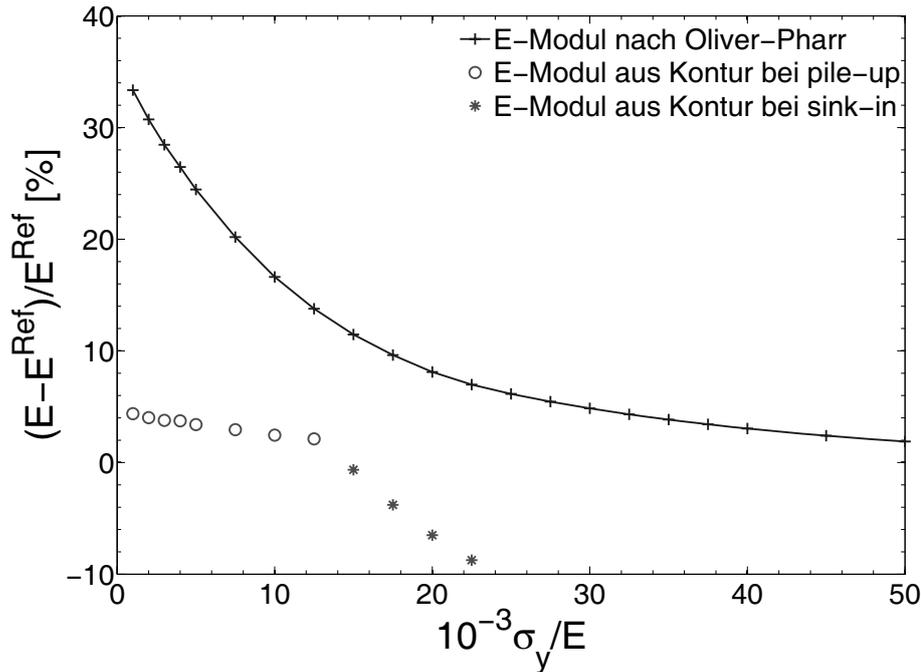
**Abbildung 2.20:** Zusammenhang der unterschiedlich berechneten Härten mit der Fließspannung

Gl. (2.15) wird, wenn sie nach  $E_{\text{eff}}$  umgestellt ist, verwendet, um mittels Gl. (2.13) den E-Modul zu bestimmen, wobei die in der ersten Gleichung benötigte, im Kontakt stehende Fläche aus der Kontakttiefe  $h_c$  ermittelt wird, so dass der Fehler aus der Kontakttiefe auch Einfluss auf den zu bestimmenden E-Modul hat.

In dem Diagramm in Abb. 2.21 sind die Abweichungen der E-Moduln gegenüber dem den FE-Simulationen zugrunde gelegten nach Gl. (2.15) und (2.13) angegeben. Zusätzlich werden E-Moduln ermittelt, indem anstelle der Kontakttiefe nach Gl. (2.23) die Höhe der höchsten Erhebung bei maximaler Last aus den Kontaktdaten der Simulation ermittelt werden. Aus der Summe aus  $h$  und der höchsten Erhebung über die Oberfläche unter maximaler Last wird eine Kontakttiefe  $h_c^{\text{FEM}}$  bestimmt, die anstelle von  $h_c$  Eingang in die Berechnung des E-Moduls findet, wenn unter Last ein Aufwurf vorliegt. Falls kein Aufwurf vorliegt, sondern ein Einsinken, so wird die Tiefe gegenüber der ungestörten Oberfläche gemessen, also  $h_c^{\text{FEM}} = h$ .

Es ist zu erkennen, dass diese Vorgehensweise bis  $\sigma_y/E = 20 \cdot 10^{-3}$  bessere Ergebnisse erzielt als die Bestimmung der Kontakttiefe aus der Entlastungssteigung. Obwohl der letzte Wert, bei dem ein Aufwurf auftritt, bei  $\sigma_y/E = 12,5 \cdot 10^{-3}$  liegt und ab  $\sigma_y/E = 15 \cdot 10^{-3}$  ein Einsinken eintritt, so wird man im Zweifelsfall einen Aufwurf unterstellen und dann immer noch ein besseres Ergebnis erhalten.

In [55] wird auch der Aspekt aufgegriffen, dass eine Indentation, die einen Aufwurf hervorruft, den ermittelten E-Modul verfälscht. Für den Fall, dass das Verhältnis  $h_t/h_{\max} > 0,7$  ist, wird eine Verfahrensweise vorgeschlagen, die auf der Auswertung der während der Indentation verrichteten elastischen Arbeit beruht. Vorschläge zur Verwendung von Energieformulierungen zur Bestimmung von E-Moduln aus Indentationen sind bereits 1981 in [61] und [62] veröffentlicht worden.



**Abbildung 2.21:** Relative Abweichung des E-Moduls bei Auswertung nach OLIVER und PHARR und mittels Konturdaten beim Auftreten eines Aufwurfes gegenüber der FEM

In dem in [16] veröffentlichten Beitrag wird die mittragende Wirkung des am Rande des Indents aufgeworfenen Materials in Frage gestellt<sup>25</sup>. Um dieser Frage nachzugehen, wird in Abb. 2.22 die auf die ermittelte Härte normierte Kontaktspannung unter dem Diamanten über dem normierten Radius  $r_c/r_{c,\max}$  des im Kontakt befindlichen Bereiches aufgetragen. Die Härte  $H^{\text{FEM}}$  ist mit der „wahren“ Kontaktfläche aus den Kontaktdaten der Simulation ermittelt worden und stellt deswegen die mittlere Kontaktspannung dar. Der Übersichtlichkeit halber sind nur ausgewählte Kennlinien aufgetragen.

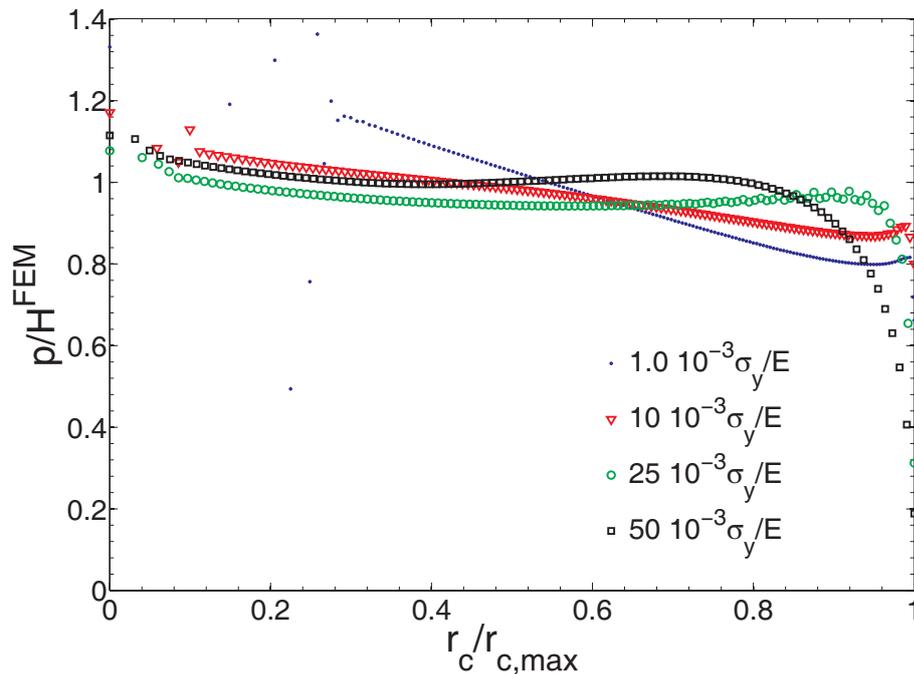
Für  $\sigma_y/E = 1 \cdot 10^{-3}$  und  $\sigma_y/E = 10 \cdot 10^{-3}$  liegt ein Aufwerfen vor, während für  $\sigma_y/E = 25 \cdot 10^{-3}$  und  $\sigma_y/E = 50 \cdot 10^{-3}$  ein Einsinken auftritt. Infolge der bei der Simulation in der Nähe der Spitze des Konus auftretenden stark

<sup>25</sup>Seite 95: „The importance of the piled up material around the indent is questionable.“

verzerrten Elemente, kommt es zu Unstetigkeiten im Spannungsverlauf. Der betroffene Bereich und die Höhe der Sprünge sind umso größer, je kleiner das Verhältnis  $\sigma_y/E$  wird, weswegen der Verlauf durch ein gleitendes arithmetisches Mittel über fünf Punkte geglättet wird. Man erkennt an den beiden Verläufen für den Fall eines Aufwerfens, dass bis an den Rand  $r_c/r_{c,\max} \approx 1$  eine deutliche mittragende Wirkung vorliegt. Die hier nicht dargestellten Verläufe für Verhältnisse  $\sigma_y/E$  zwischen  $1 \cdot 10^{-3}$  und  $10 \cdot 10^{-3}$  liegen innerhalb des Bereiches, der durch die beiden Kennlinien der extremalen Verhältnisse  $\sigma_y/E$  aufgespannt wird.

Die Kennlinie für  $\sigma_y/E = 50 \cdot 10^{-3}$  weist qualitativ für  $r_c/r_{c,\max} \approx 1$  bereits den für rein elastisches Verhalten typischen arccosh-Verlauf der Näherung nach [44]<sup>26</sup> auf <sup>27</sup>.

Dieser bereits geglättete Verlauf der Kontaktspannungen mit seinen Sprüngen im Bereich der Spitze skizziert eines der wesentlichen Probleme der FE-Simulationen für spitze Indenter, nämlich die unzureichende Abbildung der Knotenverschiebungen, Elementverzerrungen und auch der Kontaktspannungen für nicht verfestigende Materialien.



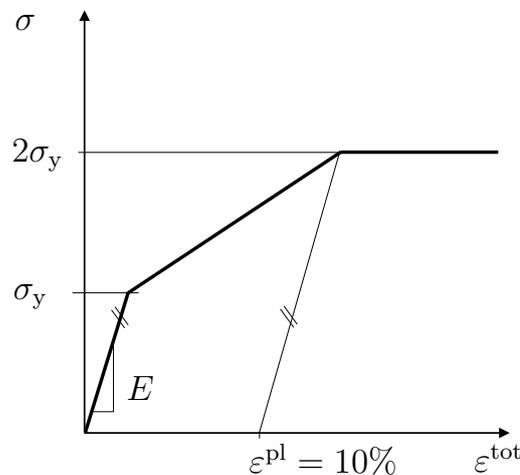
**Abbildung 2.22:** Verlauf der mittleren Kontaktspannungen über den normierten Kontaktradius  $r_c/r_{c,\max}$

<sup>26</sup>Gl. (5.11) auf Seite 113 bzw. Diagramm 5.2a auf Seite 112

<sup>27</sup>Die Spannungssingularität bei  $r_c/r_{c,\max} = 0$  tritt bei der FE-Lösung für das elastisch-plastische Problem natürlich nicht auf.

## 2.5.2 Linear verfestigendes Material

Das zuvor beschriebene linear elastisch-ideal plastische Materialverhalten ist zwar als Werkstoffmodell im konstruktiven Bereich weit verbreitet (z.B. [24]), da es eine Annahme darstellt, die für viele Fälle eine konservative Bemessung sicherstellt. Dieses Materialverhalten unterschätzt aber die Belastbarkeit vieler wirklicher Werkstoffe im Bereich moderater Dehnungen erheblich. Deshalb wird hier ein weiteres Werkstoffmodell betrachtet, bei dem unterstellt wird, dass, wie in Abb. 2.23 dargestellt, die Spannung im Werkstoff nach einsetzendem Fließen bis zum Erreichen einer plastischen Dehnung von  $\varepsilon^{\text{pl}} = 10\%$  auf das doppelte der initialen Fließspannung ansteigt.



**Abbildung 2.23:** Linear verfestigendes, elastisch-plastisches Materialmodell, das bis  $\varepsilon^{\text{pl}} = 10\%$  auf das doppelte der initialen Fließspannung ansteigt.

Gemäß Gl. (2.31) kann auch hier eine Verallgemeinerung der Darstellung durch Normierung auf  $\sigma_y/E$  erreicht werden.

Während nach Abb. 2.17 für kleine  $\sigma_y/E$  Abweichungen bis 28% der Kontakttiefe entstehen, gibt es nach dem entsprechenden Diagramm in Abb. 2.24 nur noch Fehler von höchstens 12%, wodurch die Abweichungen aller von der Kontakttiefe abhängenden Werte jetzt auch wesentlich geringer ausfallen sollten. Die beiden Graphen laufen schon für vergleichsweise kleine  $\sigma_y/E$  auf einander zu, und ihre Abweichung voneinander ist bereits bei  $\sigma_y/E = 10 \cdot 10^{-3}$  kleiner als sie für das nicht verfestigende Material im gesamten Intervall von  $\sigma_y/E = 1 \cdot 10^{-3}$  bis  $50 \cdot 10^{-3}$  wird.

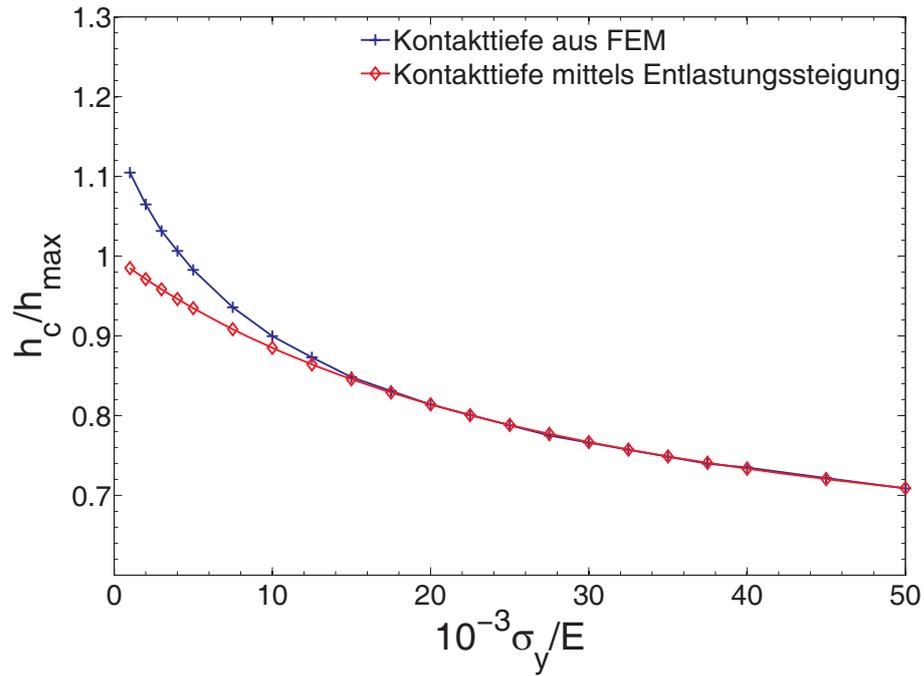


Abbildung 2.24: Vergleich der Kontaktiefen nach herkömmlichen Vorschriften und mittels Kontaktdaten aus der FE-Rechnung für ein linear verfestigendes Material

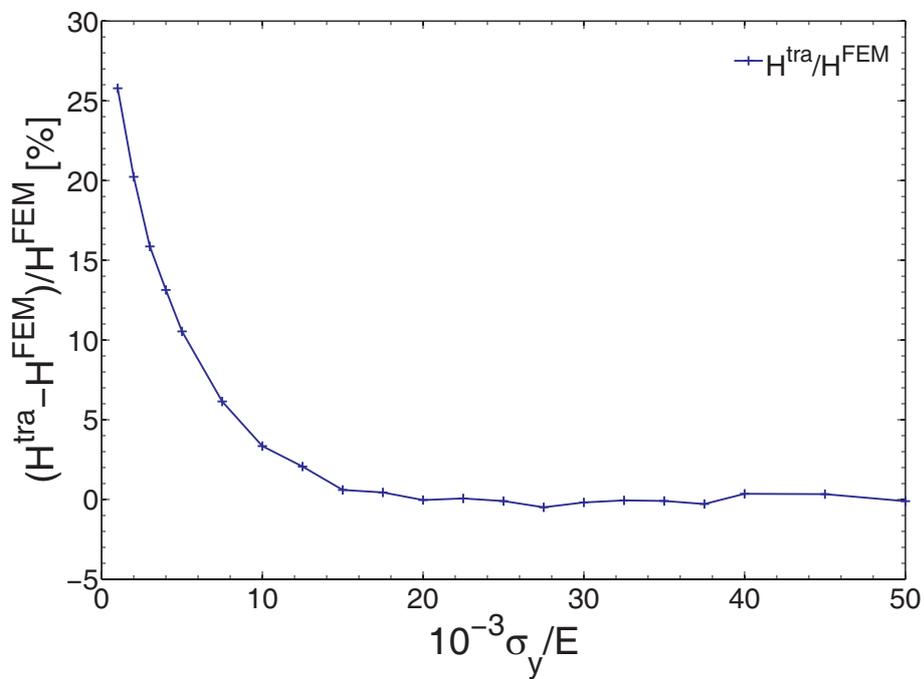
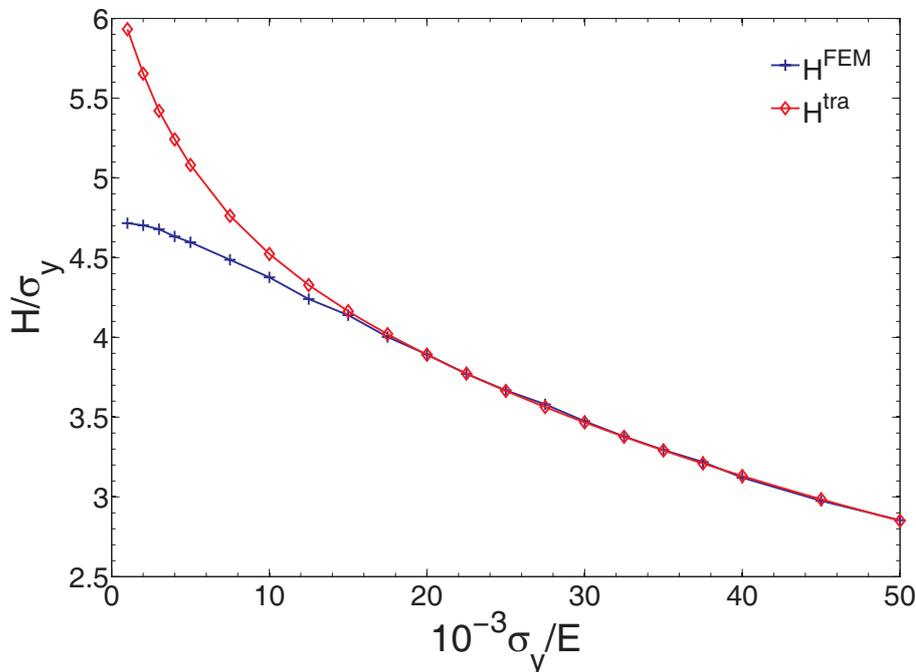


Abbildung 2.25: Relative Abweichung der traditionell bestimmten Härte gegenüber ihrer Definition für ein linear verfestigendes Material

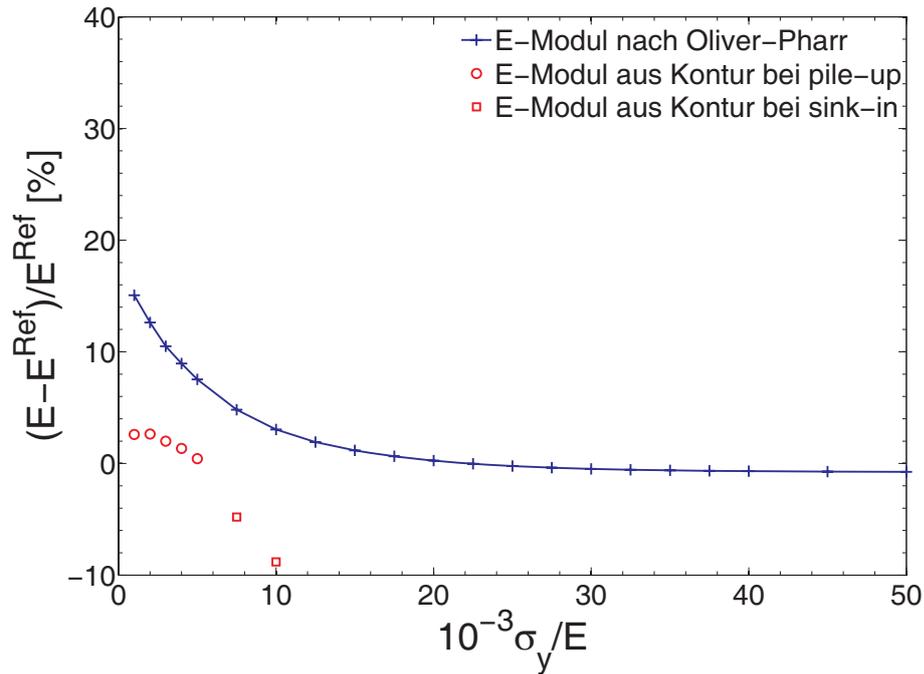
Wie in Abb. 2.25 dargestellt, beträgt die Abweichung der Härte für kleine  $\sigma_y/E$  nur noch 26% statt 63%.

Abb. 2.26 zeigt den Quotienten  $H^{\text{FEM}}/\sigma_y$  von Härte zur (initialen) Fließspannung als Funktion der normierten Fließspannung  $\sigma_y/E$ . Die Verläufe der Härten  $H^{\text{tra}}$  und  $H^{\text{FEM}}$  konvergieren für zunehmende  $\sigma_y/E$  gegeneinander und sind ab  $\sigma_y/E \geq 15 \cdot 10^{-3}$  deckungsgleich. Auffällig ist, dass das Verhältnis  $H^{\text{FEM}}/\sigma_y$  jetzt deutlich mit zunehmendem  $\sigma_y/E$  abfällt. D.h., selbst wenn es einem gelänge, bei einer Indentation die wirkliche Kontaktfläche zu bestimmen und mittels derer die „wahre“ Härte  $H^{\text{FEM}}$ , so wäre ein Rückschluss auf die Fließspannung nur möglich, wenn zusätzlich auch eine Aussage über die Verfestigungsfunktion gemacht werden könnte.



**Abbildung 2.26:** Zusammenhang der unterschiedlich berechneten Härten mit der Fließspannung für ein linear verfestigendes Material

Abb. 2.27 zeigt die relative Abweichung beim E-Modul als Funktion der normierten Fließspannung. Diese beträgt für das vorliegende Materialmodell im Vergleich mit Abb. 2.21 nunmehr 16%. Auch ist der Bereich, innerhalb dessen ein Aufwerfen auftritt, von  $\sigma_y/E \leq 12,5 \cdot 10^{-3}$  auf  $\sigma_y/E \leq 5 \cdot 10^{-3}$  geschrumpft. Weiterhin ist es aber günstiger, bei auftretendem Aufwurf dessen Höhe zur Berechnung der Kontakttiefe heranzuziehen, als das Verfahren nach OLIVER und PHARR zu verwenden.



**Abbildung 2.27:** Relative Abweichung des E-Moduls bei Auswertung nach OLIVER und PHARR und mittels Konturdaten beim Auftreten eines Aufwurfs (*pile-up*) gegenüber der FE-Rechnung für ein linear verfestigendes Material

### 2.5.3 Auswirkungen des Werkstoffmodells auf die zu ermittelnden Kenngrößen

Aus den betrachteten Simulationen kann geschlossen werden, dass die Verfestigungseigenschaften des zu charakterisierenden Materials einen großen Einfluss auf die Genauigkeit des ermittelten E-Moduls und die Härte haben. Das angenommene Werkstoffmodell ohne Verfestigung stellt einen Extremfall dar und ist angesichts der großen Verformungen, zu denen es im Allgemeinen bei der Indentation kommt, wenig realistisch. Die festgestellten Abweichungen für das elastisch-ideal plastische Modell stellen den ungünstigsten Fall dar, da die meisten wirklichen Stoffe eine für die üblichen Indentationsverfahren günstigere Verfestigung aufweisen. Trotzdem ist dieses Modell in der Literatur recht weit verbreitet und findet beispielsweise Eingang in das *expanding-cavity*-Modell (siehe auch [41] bzw. [44] und Erläuterung im Abschnitt C.3).

Falls dieses Materialmodell unzureichend sein sollte, stellt sich allerdings die Frage, ob die für ein erweitertes Materialmodell benötigten Materialparameter bestimmt werden können. Die in dieser Arbeit für die Identifikation verwendeten Modelle werden in den Abschnitten 3.2.2 bis 3.2.6 dargestellt. Der Frage nach der Bestimmbarkeit weiterer Parameter wird dann in Abschnitt

3.5.2 nachgegangen. Auf der anderen Seite stellt die starke Verfestigung des zweiten, bilinearen Materialmodells das entgegengesetzte Extrem dar: Die meisten Materialien werden weniger stark verfestigen. Insofern repräsentieren die beiden Modelle die Grenzfälle der zu erwartenden Abweichungen.

## 2.5.4 Auswirkungen einer fehlerhaft bestimmten Rahmennachgiebigkeit

Für die Bestimmung des Einflusses einer fehlerhaft bestimmten Rahmennachgiebigkeit wird eine synthetische Last-Weg-Kurve ermittelt und dafür ein elastisch-ideal plastisches Materialverhalten angenommen. Als Kenndaten, die ein Quarz (*fused silica*) charakterisieren sollen, werden  $E = 72000 \text{ N/mm}^2$ ,  $\sigma_y = 3000 \text{ N/mm}^2$  und  $\nu = 0,17$  verwendet, wobei die Fließgrenze wie bereits erläutert aus der Härte abgeschätzt wurde.

Wie zuvor durch den Vergleich mit den Simulationen festgestellt, hat Quarz die Eigenschaft, dass es einen einsinkenden Rand ausbildet und die Auswertung nach OLIVER und PHARR liefert für die Härte  $H^{\text{tra}}$  und den E-Modul eine sehr gute Übereinstimmung. Da dieses Material für die Auswertemethode besonders geeignet ist, wird es zur näheren Betrachtung herangezogen.

Der Entlastungsvorgang einer für eine vorgegebene maximale Eindringtiefe ermittelten synthetischen Last-Weg-Kurve kann unter Verwendung einer Modifikation von Gl. (2.34) für jede maximale Eindringtiefe  $h_{\text{max}}$  bzw. maximale Kraft  $F_{\text{max}}$  skaliert werden. Da die beiden Größen gemäß Gl. (2.28)<sup>28</sup> quadratisch zusammenhängen, darf für jeden Berechnungsschritt nur eine frei gewählt werden, hier ist das  $F_{\text{max}}$ .

Die numerische Simulation liefert eine Folge von  $n$  Paaren  $(h^{\text{Ref}}; F_{\text{Ent}}^{\text{Ref}})_i$  mit  $i = 1, \dots, n$ , wobei hier nur der Entlastungsvorgang beinhaltet sein soll. Diese Folge enthält charakteristische Werte, die extra bezeichnet werden: Die maximale Eindringtiefe  $h_{\text{max}}^{\text{Ref}}$  und die verbleibende Tiefe  $h_f^{\text{Ref}}$ . Es wird eine neue normierte Folge  $(\frac{h^{\text{Ref}}}{h_{\text{max}}^{\text{Ref}}}; \frac{F_{\text{Ent}}^{\text{Ref}}}{F_{\text{max}}^{\text{Ref}}})_i$  erzeugt und die  $\Pi$ -Funktion

$$F_{\text{Ent}}^{\text{Ref}} = F_{\text{max}}^{\text{Ref}} \Pi\left(\frac{\sigma_y^{\text{Ref}}}{E^{\text{Ref}}}, \nu^{\text{Ref}}, \frac{h_f^{\text{Ref}}}{h_{\text{max}}^{\text{Ref}}}, \frac{h^{\text{Ref}}}{h_{\text{max}}^{\text{Ref}}}, \theta^{\text{Ref}}\right) \quad (2.54)$$

bestimmt. Diese kann jetzt für beliebige Kräfte  $F_{\text{max}}$  nach

$$F_{\text{Ent}} = F_{\text{max}} \Pi\left(\frac{\sigma_y^{\text{Ref}}}{E^{\text{Ref}}}, \nu^{\text{Ref}}, \frac{h_f^{\text{Ref}}}{h_{\text{max}}^{\text{Ref}}}, \frac{h^{\text{Ref}}}{h_{\text{max}}^{\text{Ref}}}, \theta^{\text{Ref}}\right) \quad (2.55)$$

---

<sup>28</sup>Diese Gleichung beschreibt zwar den Belastungsvorgang, liefert damit aber auch den hier allein benötigten Zusammenhang  $F_{\text{max}} \sim h_{\text{max}}^2$ .

ausgewertet werden. Weiterhin kann mit

$$h = h^{\text{Ref}} \sqrt{\frac{F_{\text{max}}}{F_{\text{max}}^{\text{Ref}}}} \quad (2.56)$$

die Eindringtiefe skaliert werden. Wenn für  $h^{\text{Ref}}$  die ausgezeichneten Werte  $h_{\text{max}}^{\text{Ref}}$  oder  $h_{\text{f}}^{\text{Ref}}$  eingesetzt werden, so erhält man  $h_{\text{max}}$  oder  $h_{\text{f}}$ . Mit Bezug auf die normierten Eindringtiefen kann mit dem berechneten  $h_{\text{max}}$  alternativ auch

$$h = \frac{h^{\text{Ref}}}{h_{\text{max}}^{\text{Ref}}} h_{\text{max}} \quad (2.57)$$

berechnet werden, so dass man die zugehörige Folge  $(h; F_{\text{Ent}})_i$  erhält. Mit der Beaufschlagung des zusätzlichen Weges durch das Nachgeben von Schaft und Rahmen ergibt sich in Anlehnung an Gl. (2.14)

$$h^* = h + \Delta C_{\text{f}} F_{\text{Ent}}, \quad (2.58)$$

womit jetzt die Information über die durch die Nachgiebigkeit „gestörten“ Rohdaten  $(h^*; F_{\text{Ent}})_i$  vorliegt. Da hier nur die aus einer fehlerhaft ermittelten Nachgiebigkeit entstehenden Wegdifferenzen betrachtet werden, wird hier die Abweichung der Nachgiebigkeit  $\Delta C_{\text{f}}$  und nicht die Nachgiebigkeit  $C_{\text{f}}$  selber eingesetzt.

Aus solch einem synthetischen Datensatz von Rohdaten kann nach Gl. (2.16), (2.17), (2.21), und (2.23) die Kontakttiefe bestimmt werden und dann nach Gl. (2.15) und (2.13) der E-Modul bzw. nach Gl. (2.1) die Härte. Für die Berechnung der Entlastungssteigung und des Exponenten  $m$  in Gl. (2.17) werden nur die oberen 30% der Kraftwerte für die Regression verwendet<sup>29</sup>.

Die Abweichung der Ergebnisse der Analyse der nach Gl. (2.44) „gestörten“ Kurve gegenüber der unbeeinflussten sind in Abb. 2.28 und Abb. 2.29 aufgetragen. Die dem fehlerfreien Verlauf additiv zu überlagernde, kraftproportionale Abweichung ist in der schematischen Darstellung Abb. 2.9 der Indentation durch den Verlauf der Geraden durch den Ursprung skizziert, demzufolge der Nullpunkt und die Tiefe des verbleibenden Eindruckes  $h_{\text{f}}$  unverändert bleiben.

Nach Abb. 2.12 wird der größte Fehler bei der Ermittlung der Nachgiebigkeit auf  $\Delta C_{\text{f}} = \pm 0,1 \frac{\text{mN}}{\text{mN}}$  geschätzt. Für das Intervall der Kraft wird die maximal vom Indenter *NanoTest* der Firma *Micro Materials Ltd.*, UK erreichbare Kraft von 500 mN zugrundegelegt.

---

<sup>29</sup>Siehe dazu auch die Erklärung zu Gl. (2.20) in Abschnitt 2.2.

Wenn die Rahmennachgiebigkeit  $C_f$  überschätzt wird, also  $\Delta C_f$  positiv ist, so werden auch Härte und E-Modul überschätzt. Die Fehler in der Härte und dem E-Modul steigen mit zunehmender Kraft an. Für die Härte beträgt der größte Fehler für die maximale Prüfkraft dem Betrag nach 5% und für den E-Modul ungefähr 9%. Die Verläufe der Fehler sind dem Vorzeichen nach nicht symmetrisch, z.B. beträgt der größte Fehler des E-Moduls bei einer Kraft von 500 mN für  $\Delta C_f = +0,2 \frac{\text{nm}}{\text{mN}}$  15%, während er für  $\Delta C_f = -0,2 \frac{\text{nm}}{\text{mN}}$  -20% beträgt.

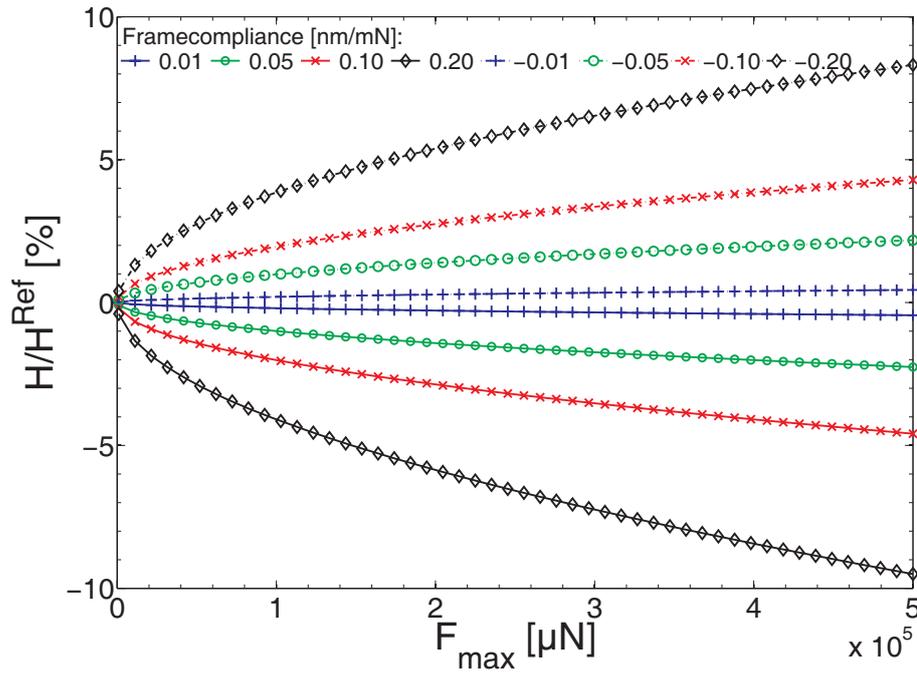


Abbildung 2.28: Einfluss des Fehlers der Rahmennachgiebigkeit auf die zu bestimmende Härte

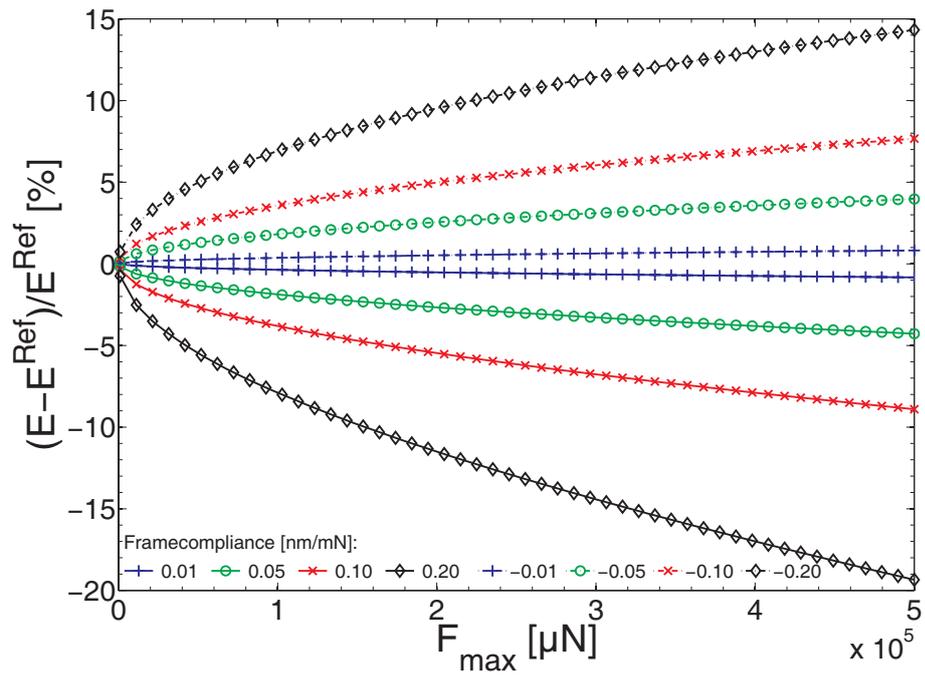


Abbildung 2.29: Einfluss des Fehlers der Rahmennachgiebigkeit auf den zu bestimmenden E-Modul

# Kapitel 3

## Identifikation elastischer, plastischer und viskoser Materialparameter mittels Nanoindentation

### 3.1 Beschreibung des Indentermodells und der Vorgehensweise

In diesem Kapitel wird dargestellt, wie die Identifikation elastischer, plastischer und viskoser Materialparameter durch Abgleich von experimentellen Daten und numerischer Simulation abläuft. Anhand von Daten, die bei der Indentation einer ausgeprägtes Kriechverhalten zeigenden SnAgCu-Legierung gemessen wurden, wird exemplarisch dargestellt, welche Effekte auftreten und wie diese bei der Parameteridentifikation berücksichtigt werden. Die Messdaten müssen in geeigneter Weise aufbereitet werden, um als Vergleichswerte einer numerischen Simulation dienen zu können, die alle maßgebenden Effekte des Indentationsvorganges abbildet. Die elastischen, plastischen und viskosen Materialparameter sind die in einer Berechnung zu variierenden Eingangsgrößen, die solange angepasst werden, bis eine gute Übereinstimmung der Messdaten und der Simulation erreicht ist.

In der nachfolgenden Beschreibung der Simulation, der Referenzdaten sowie der daraus abgeleiteten Zielfunktion wird die Verschiebung gegenüber der undeformierten Referenzkonfiguration gemessen und mit  $u$  bezeichnet. Somit beschreibt  $u$  die Eindringtiefe analog zu der Größe  $h$ , die in den zuvor dargestellten Gleichungen zur Auswertung von Indentationen verwendet wurde. Die als reales oder numerisches Experiment mittels FE-Rechnungen gewon-

nen Daten, an die danach durch den Identifikationsprozess eine möglichst gute Näherung ermittelt werden sollen, werden durch einen hochgestellten Index <sup>Ref</sup> gekennzeichnet, also z.B.  $u^{\text{Ref}}$ .

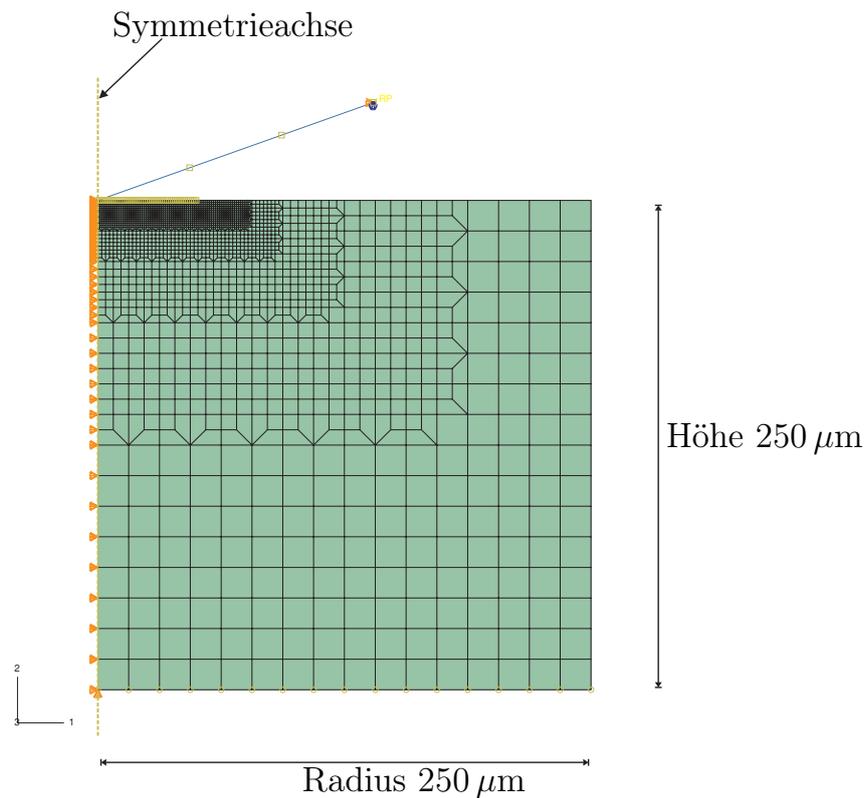
Neben der Weggröße  $u(t)$  wird die aufgebrachte Kraft  $F(t)$  zu jedem Zeitpunkt  $t$  benötigt. Die Bedeutung der Rahmennachgiebigkeit für die einwandfreie Ermittlung der Eindringtiefe nimmt mit größer werdenden Kräften zu. Modelltechnisch wird  $C_f$  als kraftproportionale Größe berücksichtigt und liegt für die hier verwendete Versuchseinrichtung zwischen  $0,9 \frac{\text{nm}}{\text{mN}}$  und  $1,1 \frac{\text{nm}}{\text{mN}}$ <sup>1</sup>.

Die Weggröße  $u^{\text{Ref}}(t)$  kann dann aus den Rohdaten als  $u^{\text{Ref}}(t) = h^*(t) - F(t)C_f$  gewonnen werden. Die genaue Bestimmung dieser Korrekturgröße ist entscheidend für die Verwertbarkeit der ermittelten Weggrößen. In der Implementierung des Identifikationsprogrammes ist es möglich, unkorrigierte Rohdaten  $h^*$  einzulesen und die Identifikation ggf. mit unterschiedlichen Rahmensteifigkeiten durchzuführen, wenn man über geschätzte Toleranzen der ermittelten Rahmensteifigkeiten verfügt. D.h. die zur Identifikation benötigten Daten sind nach der Korrektur der Rahmennachgiebigkeit die Tripel Kraft, Verschiebung und Zeit. Zu jedem solchem Tripel eines Experiments wird zu dem vorgegebenen Zeitpunkt und der dann anliegenden Kraft per Simulation die zugehörige Weggröße bestimmt.

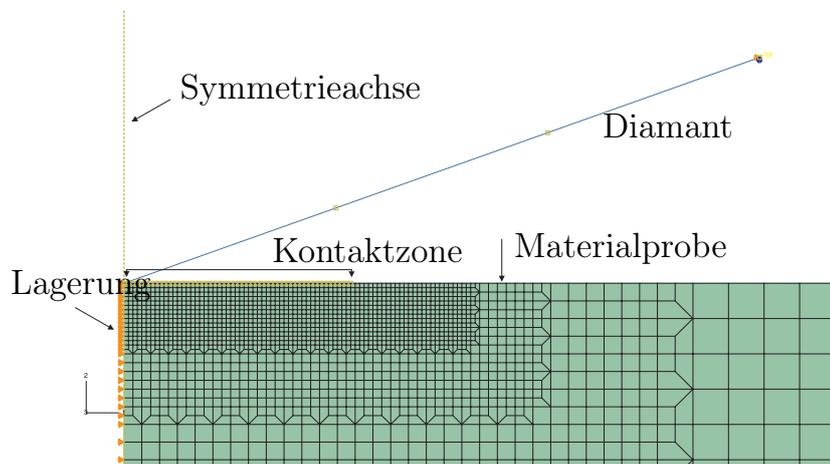
---

<sup>1</sup>Der an der *Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, (BAM)* verwendete Indenter, dessen Messwerte einer Kugelindentation später in dieser Arbeit verwendet werden, weist lediglich eine Nachgiebigkeit von  $C_f \approx 0,1 \frac{\text{nm}}{\text{mN}}$ , ist also ungefähr zehnmal steifer.

### 3 Parameteridentifikation mittels Nanoindentation



**Abbildung 3.1:** Rotationssymmetrisches FE-Modell des konischen Indenters



**Abbildung 3.2:** Detailansicht des FE-Modells des Indenters aus Abb. 3.1

Abb. 3.1 zeigt das rotationssymmetrische Modell mit einem Radius und einer Höhe von  $250\ \mu\text{m}$ . Die für die Simulationen verwendeten Modelle werden später entsprechend den experimentellen Gegebenheiten, also vor allem der Eindringtiefe nach angepasst. Alle Modelle verwenden vollintegrierte, axial-symmetrische Vierknoten-Kontinuumselemente und bestehen aus ca. 1200

Knoten. Die größte Elementkantenlänge beträgt  $31,25 \mu\text{m}$ . Abb. 3.2 zeigt die Detaildarstellung der feiner diskretisierten Kontaktzone, wobei die kleinste Elementkantenlänge  $15 \text{ nm}$  beträgt.

Für den Kontakt zwischen dem als analytischen Starrkörper modellierten Diamanten und dem deformierbaren Material wird ein *master-slave*-Algorithmus verwendet, der die Kontaktbedingung mittels Lagrange-Multiplikatoren gewährleistet [4]. Es wird unterstellt, dass die Materialien widerstandslos gegeneinander gleiten können und Kontaktkräfte somit nur normal zur Kontaktfläche wirken. Die Knoten auf der Rotationsachse können sich nur vertikal bewegen, während die Knoten am Boden sich nur horizontal frei bewegen können.

Ob diese Annahme für mikroskopische Indentationsvorgänge richtig ist, kann nicht geprüft werden, da die benötigte Größe ein für die Mikroskala gültiger Haft- oder Gleitbeiwert wäre, der nicht bekannt ist und auch nicht ohne Weiteres ermittelt werden kann.

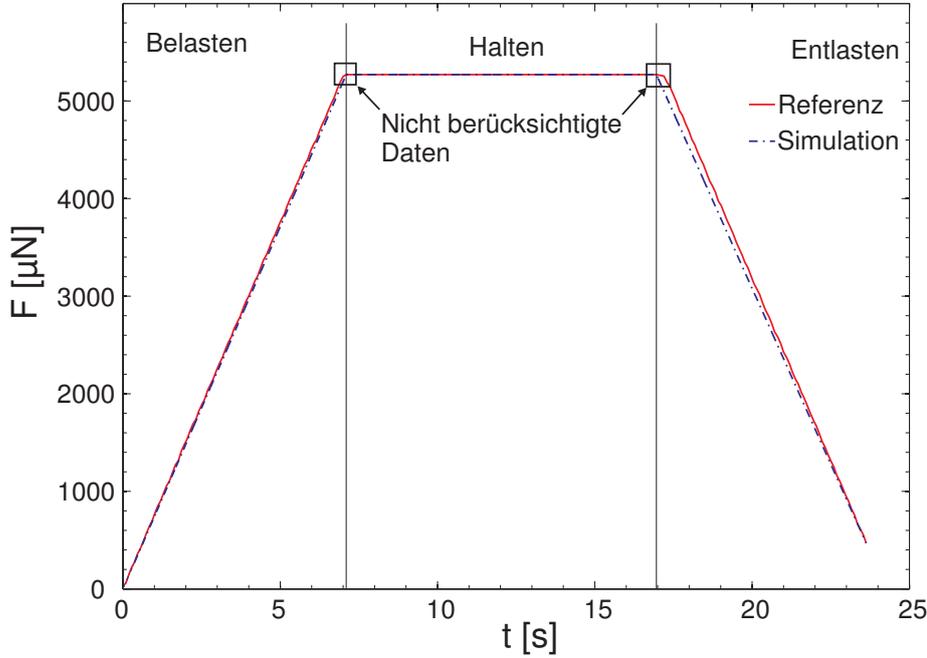
Der Verfeinerungsgrad der Kontaktzone stellt einen Kompromiss aus Rechenzeitbedarf und Genauigkeitsanforderung dar. Obwohl bei weiterer Verfeinerung der Kontaktzone mit Elementen der halben Kantenlänge nur relativ wenige Elemente hinzukommen, nimmt der Rechenzeitbedarf stark zu. Jeder neue in Kontakt geratende Knoten stellt einen Sprung in der effektiven Steifigkeit des Systems dar, so dass sich die Feinheit der Diskretisierung in der Glattheit der zu bestimmenden Last-Verformungs-Kurve widerspiegelt.

Für die Simulation eines Indentationsvorganges gibt es praktisch zwei Möglichkeiten: Vorgabe eines Verschiebungs-Zeit-Profiles mit konstanter Geschwindigkeit oder Vorgabe eines Kraft-Zeit-Profiles mit konstanter Belastungsrate. Das Verfolgen eines festgelegten, linearen Kraft-Zeit-Profiles ist mit den meisten Indentern möglich, außerdem ist die Kraft die genauer bestimmbare Größe, weswegen für die Simulation ein abschnittsweise linearer Kraft-Zeit-Verlauf implementiert wurde.

Der reale Versuch wird kraftgesteuert durchgeführt: Die Kraft steigt mit der Zeit linear an, wird auf einem Niveau gehalten und fällt dann linear mit derselben Geschwindigkeit wie in der Belastungsphase bis auf 10% des Maximalwertes wieder ab. Bei Erreichen der Stelle, an der 10% des Maximalwertes der Kraft vorliegen verweilt die Messung bei diesem Kraftwert und misst den Einfluss der Temperaturänderung. Dieser Effekt wird als *thermische Drift* bezeichnet. Danach wird vollständig entlastet.

Die Messdaten, die während der Bestimmung der thermischen Drift anfallen und die nachfolgend beim restlichen Entlasten bestimmten Daten werden nicht zum Abgleich mit der Simulation herangezogen. Die Simulation soll den in der Zeit linearen Verlauf der Kraft nachbilden. Beim simulierten Entlasten wird die für die oberen 90% des Kraftbereiches des Experimentes, also

bis zur Bestimmung der thermischen Drift, maßgebende Lastrate verwendet und danach mit derselben Lastrate weiter bis zum vollständigen Entlastung gerechnet. Beispielhaft ist solch ein Verlauf in Abb. 3.3 dargestellt.



**Abbildung 3.3:** Verlauf der Kraft über die Zeit; die vertikalen Linien bezeichnen die Lastwechsel. Die Phasenwechsel wurden hier durch Inspektion der protokollierten Messdaten getrennt.

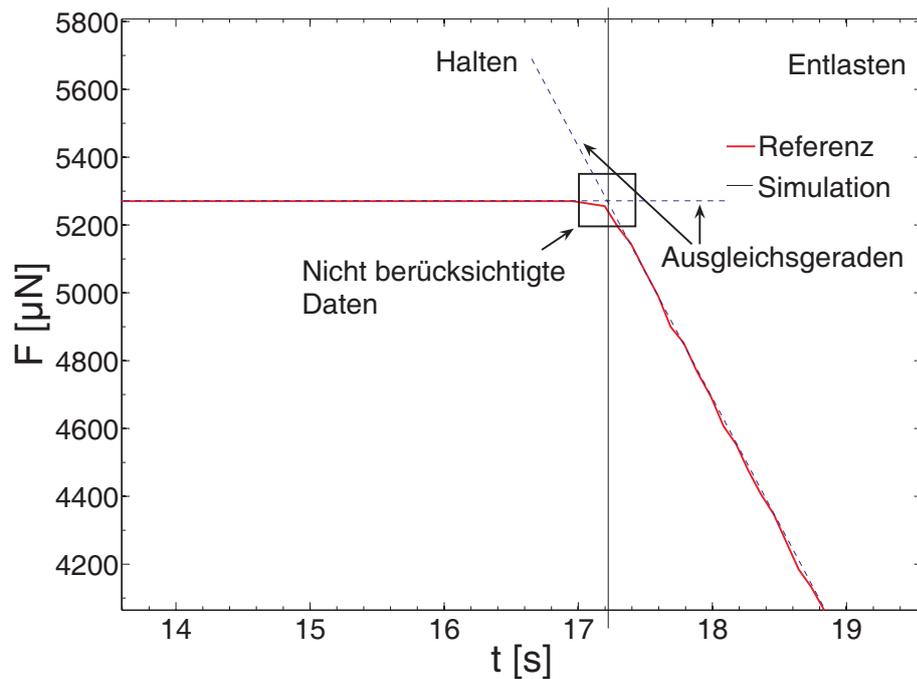
Das Profil, dem die Simulation folgt, lässt sich mit Wertepaaren bestehend aus Zeit und zugehörige Kraft zum Beginn der Phase wie folgt beschreiben:

- Beginn:  $\{0; 0\}$ ,
- Belasten:  $\{t_1; \dot{F}_{\text{Bel}}t_1\}$
- Halten:  $\{t_2; \dot{F}_{\text{Bel}}t_1\}$  und
- Entlasten:  $\{t_3; 0\}$ , mit der Lastrate  $\dot{F}_{\text{Ent}} = -\frac{\dot{F}_{\text{Bel}}t_1}{t_3-t_2}$ .

Das Kraft-Zeit-Profil wird also durch die Kenngrößen  $t_1$ ,  $t_2$ ,  $\dot{F}_{\text{Bel}}$  und  $\dot{F}_{\text{Ent}}$  vollständig beschrieben. Wie in Abb. 3.3 zu sehen, werden die nominellen, mittels der Steuerungssoftware des Indenters vorgegebenen, Laststeigerungsraten im Versuch nicht zu allen Zeitpunkten exakt eingehalten, insbesondere nicht an den Stellen des Lastwechsels. Das implementierte Schema für die Simulation des Indentationsvorganges unterstellt, dass ein vorgegebenes

ideales Kraft-Zeit-Profil eingehalten wird. Neben der Tatsache, dass der Versuch die Vorgaben nur in einem gewissen Rahmen erfüllt, kommt als weiteres Problem hinzu, dass beim Wechsel der Lastphase kein neuer Messpunkt eingefügt wird, weswegen ein Messpunkt auch nicht unbedingt den Übergang von einer Lastphase zur nächsten darstellt, also z.B. von „Belasten“ nach „Halten“. Das Zeitintervall, mit dem die Daten Kraft und Weg aufgezeichnet werden, kann nicht geändert werden, so dass es nicht möglich ist, eine höhere Aufzeichnungsdichte zu erhalten.

Um seitens der Simulation trotzdem mit konstanten Belastungsgeschwindigkeiten rechnen zu können, werden ohne Berücksichtigung der Punkte im Bereich der Lastwechsel Geraden mittels linearer Regression bestimmt. Die Schnittpunkte der drei Ausgleichsgeraden werden wie in Abb. 3.4 dargestellt bestimmt, indem der gesamte Datensatz unter Ausblendung der „unsicheren“ Datenbereiche in drei Segmente zerlegt wird und für jedes Segment eine Gerade bestimmt wird.



**Abbildung 3.4:** Ermittlung der tatsächlichen Lastraten mittels Ausgleichsgeraden

Minimiert wird für jedes einzelne Segment der Ausdruck

$$\phi = \sum_{i=1}^n [F_i^{\text{Ref}}(t) - F_i(t)]^2, \quad (3.1)$$

wobei für die einzelnen  $F(t)$  (formal) die folgenden Ansätze gewählt werden:

$$F(t) = \dot{F}_{\text{Bel}}t, t \in [0; t_1] \quad (\text{Belasten}), \quad (3.2)$$

$$F(t) = F_{\text{Hal}}, t \in [t_1; t_2] \quad (\text{Halten}) \quad \text{und} \quad (3.3)$$

$$F(t) = \dot{F}_{\text{Ent}}t + F_0, t \in [t_2; t_3] \quad (\text{Entlasten}). \quad (3.4)$$

Die Lösung für die Bestimmung von  $F_{\text{Hal}}$  ist das arithmetische Mittel der dem Intervall zugehörigen Daten.  $\dot{F}_{\text{Bel}}$  und  $\dot{F}_{\text{Ent}}$  ergeben sich aus der Lösung des Minimums von Gl. 3.1. Aus den Schnittpunkten der Geraden erhält man  $t_1$  und  $t_2$  bzw. aus dem der Entlastungsgeraden mit der Zeitachse  $t_3$ . Somit konnte das Kraft-Zeit-Profil durch lineare Regression der Teilprobleme gelöst werden. Alternativ hätte man die gekoppelten Gleichungen Gl. (3.2), (3.3) und (3.4) durch ein nichtlineares, iteratives Verfahren zu lösen.

Die so bestimmten Zeitpunkte und Laststeigerungsraten werden der Simulation zugrunde gelegt. Außerdem wird der Datensatz mit den experimentellen Rohdaten anhand der ermittelten Zeitpunkte in drei Dateien zerlegt. Für jeden Abschnitt steht ein getrennter Datensatz Tripel Kraft, Verschiebung und Zeit  $\{F^{\text{Ref}}; u^{\text{Ref}}; t^{\text{Ref}}\}$  zur Verfügung.

Mit der beschriebenen Vorgehensweise können voneinander abweichende Kraft-Zeit-Verläufe in Referenz und Simulation vermieden werden. Der Fehler, der auftritt, wenn die einzelnen Phasen einfach durch Inspektion der Datei der Messdaten „von Hand“ getrennt werden, ist insbesondere in der Entlastungsphase der Abb. 3.3 zu erkennen.

Abb. 3.5 zeigt das Weg-Zeit-Diagramm mit Wegdaten der Referenz und der Simulation zu einem frühen Iterationsschritt im Identifikationsprozess aufgetragen über die Zeit. Der Abschnitt mit dem Entlastungsvorgang ist im Detail in Abb. 3.6 dargestellt. Weiterhin kann der Abbildung entnommen werden, dass die elastische Rückstellung (im Falle des hier betrachteten Lotes) lediglich  $\sim 2\%$  des gesamten Weges ausmacht. Diese Tatsache, die auf die nur schwach ausgeprägte Verfestigung und das geringe Verhältnis von  $\sigma_y/E$  zurückzuführen ist, wird bei der späteren Formulierung der Zielfunktion gesondert berücksichtigt.

Bei Betrachtung der beiden Abbildungen fällt auf, dass beim Belastungsvorgang die Simulation mit einem „Rauschen“ überlagert ist, während im Detail des Entlastungsvorganges deutlich wird, dass auch die Messwerte mit einem (kleinen) oszillierenden Messfehler beaufschlagt sind, die Simulation aber sehr glatt verläuft. Dieser Effekt wird weiter unten noch näher betrachtet.

### 3 Parameteridentifikation mittels Nanoindentation

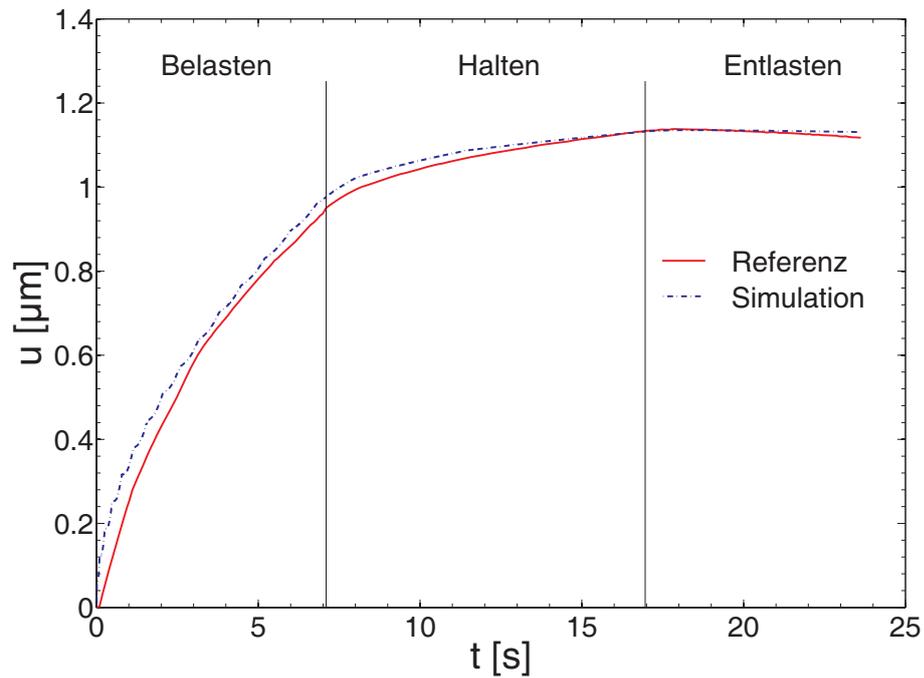


Abbildung 3.5: Weg-Zeit-Diagramm mit Wegdaten der Referenz und der Simulation zu einem frühen Iterationsschritt im Identifikationsprozess

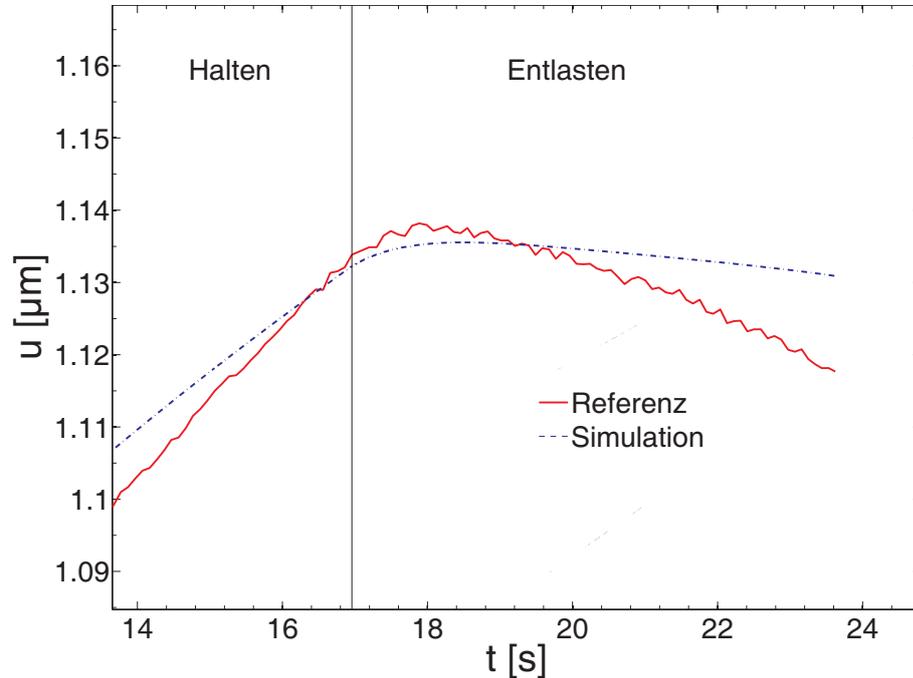
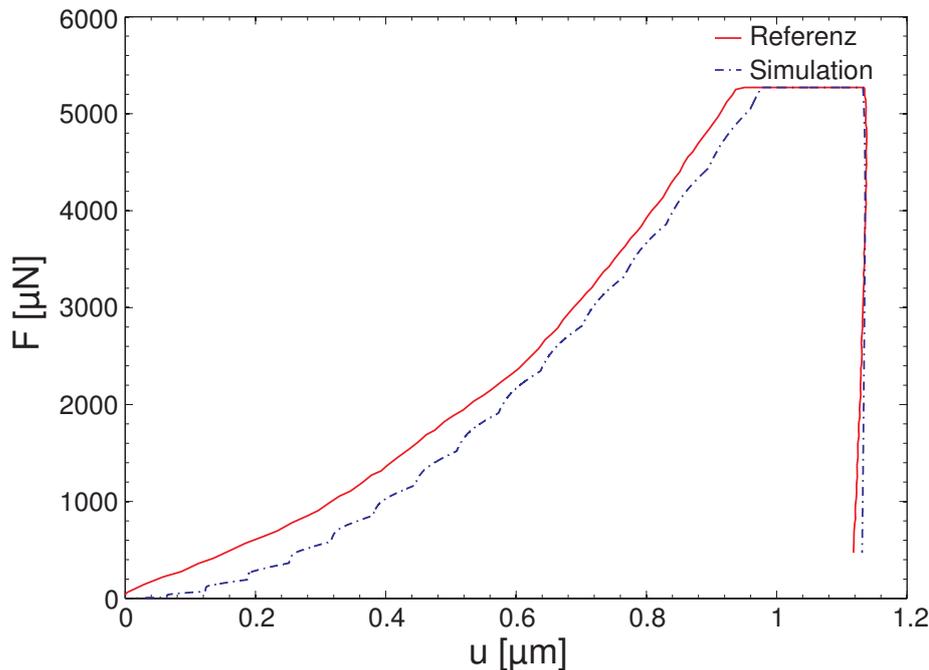


Abbildung 3.6: Detail des Weg-Zeit-Diagramms aus Abb. 3.5 während des Entlastungsvorganges

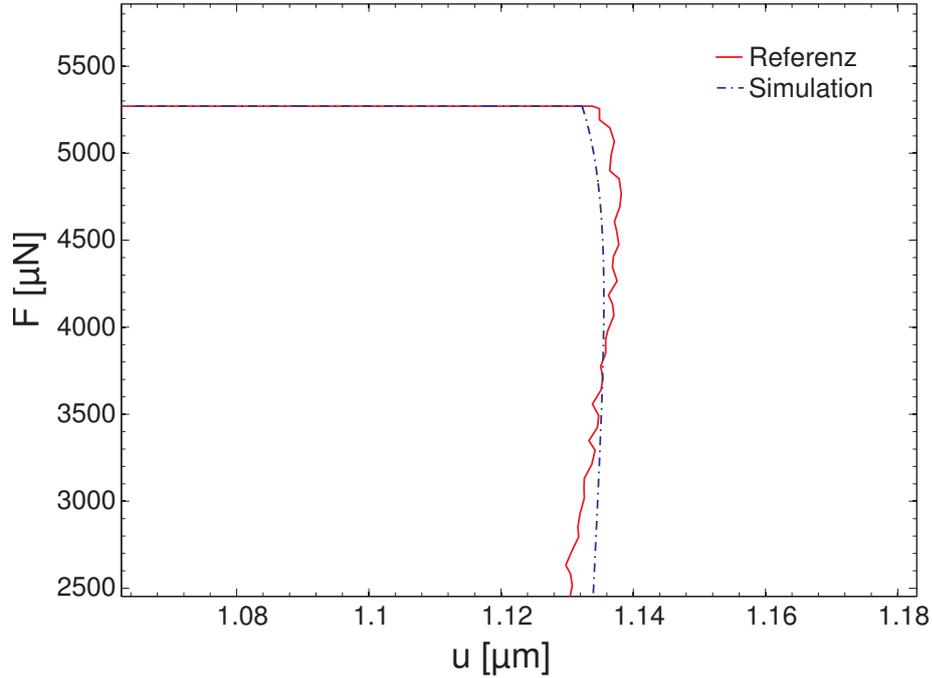
Der Kraft-Weg-Verlauf, wie in Abb. 3.7 dargestellt, entsteht durch Eli-

mination der Zeit aus dem Kraft-Zeit-Diagramm Abb. 3.3 und dem Weg-Zeit-Diagramm Abb. 3.5. Diese Form der Darstellung ist die gebräuchlichste. Der Abbildung ist zu entnehmen, dass bei konstanter Last der Weg weiter zunimmt. Dieser zeitabhängige Effekt macht das Kriechen des indentierten Materials deutlich. Die zusätzliche Eindringtiefe während der Haltephase macht ca. 20% der gesamten Eindringtiefe aus. Bei der hier verwendeten Legierung, deren Hauptbestandteil Sn ist, ist das Kriechen besonders stark ausgeprägt. Praktisch tritt es jedoch bei allen Nanoindentationen auf: Während der Haltephase nimmt die Eindringtiefe zu.



**Abbildung 3.7:** Kraft-Weg-Diagramm, entstanden durch Elimination der Zeit aus dem Kraft-Zeit-Diagramm Abb. 3.3 und dem Weg-Zeit-Diagramm Abb. 3.5.

Abb. 3.8 zeigt das Detail des Kraft-Weg-Diagramms aus Abb. 3.7 während des Beginns des Entlastungsvorganges. In dieser Darstellung wird zum einen deutlich, dass nicht sichergestellt ist, dass die Messdaten als Funktion der Verschiebungswerte  $F^{\text{Ref}}(u^{\text{Ref}})$  dargestellt werden können. Zum anderen weist der Vorzeichenwechsel der Steigung darauf hin, dass auch hier ein zeitabhängiger Effekt vorliegt: Zu Beginn der Entlastungsphase ist der effektive Anteil aus den Dehnraten des Kriechens  $\dot{\epsilon}^{\text{cr}}$  an der Gesamtverformung dem Betrag nach immer noch größer als die Dehnraten des elastischen Anteils  $\dot{\epsilon}^{\text{el}}$ , so dass bei fallender Last noch zunehmende Wege zu beobachten sind.



**Abbildung 3.8:** Detail des Kraft-Weg-Diagramms aus Abb. 3.7 während des Beginns des Entlastungsvorganges

Dieses Verhalten schränkt die klassischen Analysemöglichkeiten z.B. nach DÖRNER und NIX[28] bzw. nach OLIVER und PHARR [56, 55] für die Bestimmung des E-Moduls ein, wenn die Haltephase im Versuch nicht so lange aufrecht gehalten werden kann bis der Einfluss des Kriechens vernachlässigbar ist. Denn die Verfahren basieren auf der Annahme, dass die Entlastung rein elastisch erfolgt. Diese Annahme kann wegen der Dominanz der zeitabhängigen Eigenschaften (verursacht durch die zu kurze Haltephase) nicht gerechtfertigt werden. Das Verfahren nach OLIVER und PHARR benötigt, wie in Abschnitt 2.2 erläutert, zusätzlich noch die Entlastungssteigung  $S = \left. \frac{dF_{\text{Ent}}}{dh} \right|_{h_{\text{max}}}$  gemäß Gl. (2.15). Dem Ansatz dieser klassischen Auswerteverfahren läuft zuwider, dass die Entlastungskurve  $F(u)$  wie in Abb. 3.8 dargestellt, nicht einmal eine Funktion im mathematischen Sinn ist. Der Abbildung ist zu entnehmen, dass die Ableitung, wenn sie denn mittels einer mathematischen Vorschrift numerisch gebildet würde, das falsche Vorzeichen hätte. Der Einfluss der viskosen Effekte auf den Verlauf des Entlastungsvorganges kann vermindert werden, indem längere Haltezeiten verwendet werden. Ggf. muss der Versuch wiederholt werden, und es muss eine ausreichend lange Haltezeit aufgebracht werden, wenn dies versuchstechnisch möglich ist.

Bei der Bestimmung der Materialparameter durch Lösen des inversen Problems ist es nicht notwendig, besondere Bedingungen an die Dauer der Haltephase bzw. an die Form des Kurvenverlaufs beim Entlasten zu stellen.

Um den oben beschriebenen Effekten gerecht zu werden, wird zum einen eine elastisch-plastische und zum anderen eine zeitabhängige Materialvorschrift zugrunde gelegt. Hier wird beispielsweise für das elastisch-plastische Verhalten die empirische Materialvorschrift nach RAMBERG-OSGOOD verwendet:

$$\varepsilon = \varepsilon^{\text{el}} + \varepsilon^{\text{pl}} \text{ mit } \varepsilon^{\text{el}} = \frac{\sigma}{E} \text{ und } \varepsilon^{\text{pl}} = \left( \frac{\sigma}{D} \right)^m. \quad (3.5)$$

Zusätzlich zu den zeitunabhängigen Beziehungen wird ein empirisch begründeter Zusammenhang für die Beschreibung des sekundären Kriechens, also eines zeitabhängigen Verhaltens gewählt:

$$\dot{\varepsilon}^{\text{cr}} = C_1 (\sinh(C_2\sigma))^{C_3} e^{-\frac{C_4}{T}}. \quad (3.6)$$

Ansatz (3.6) enthält die multiplikativ verknüpften Anteile  $\hat{C}_1 (\sinh(C_2\sigma))^{C_3}$  nach GAROFALO und den ARRHENIUS-Term  $\check{C}_1 e^{-\frac{C_4}{T}}$  nach [63] mit der Konstanten  $C_1 = \hat{C}_1 \check{C}_1$ . Die Größen  $C_1$  und  $C_4$  können nicht unabhängig von einander ohne Variation der Temperatur bestimmt werden. Da Messungen einer Probe bei jeweils nur einer Temperatur vorliegen, kann nur das Produkt  $C_1 e^{-\frac{C_4}{T}}$  bestimmt werden. Da dieses aber über viele Größenordnungen variieren kann, wird  $C_1$  festgelegt und nur der Parameter  $C_4$  bestimmt.

Im Rahmen der Identifikationen ist dem Algorithmus die Wahl der Parameter nur in einem physikalisch sinnvollen Rahmen erlaubt, z. B: sind negative E-Module physikalisch nicht zulässig. Weiterhin ist es sinnvoll, die Grenzen noch genauer zu beschreiben, wozu beispielsweise Vergleichswerte aus der Literatur oder sinnvolle Abschätzungen aus anderen Versuchen herangezogen werden können. Tabelle 3.1 gibt obere und untere Grenzen für die verwendeten Parameter für die Identifikation an einer SnAgCu-Legierung an. Die Parameter, die das zeitabhängige Verhalten beschreiben, sind [42] entnommen.

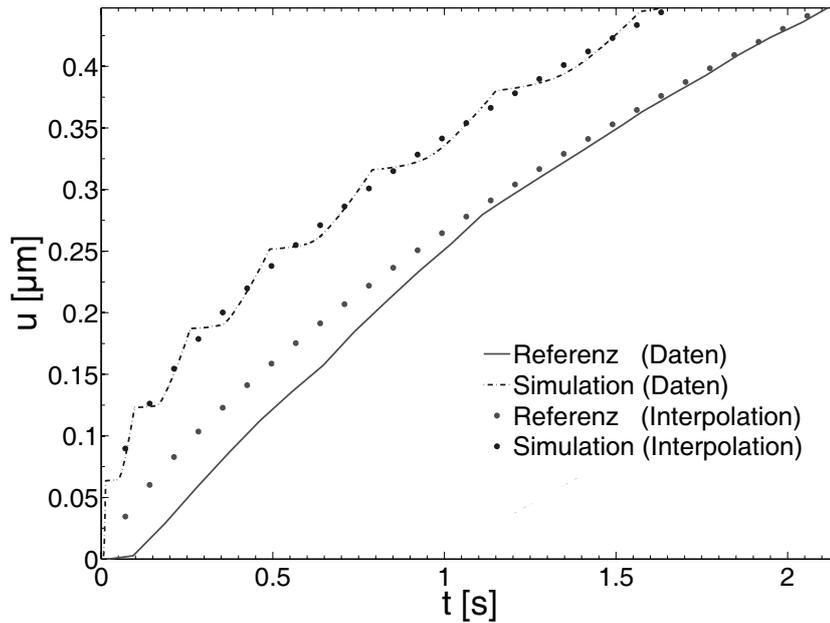
Parameter	Dimension	Minimum	Maximum
$E$	N/mm <sup>2</sup>	10000	100000
$D$	N/mm <sup>2</sup>	20	150
$m$	1	3	8,0
$C_1$	1/s	$3,0 \cdot 10^4$	$8,0 \cdot 10^5$
$C_2$	1/s	0,001	0,1
$C_3$	1	3,5	6,5
$C_4$	K	8000	6500

**Tabelle 3.1:** Der Optimierung zugrunde gelegte Intervalle der Materialparameter nach [42]. Der dem Betrag nach größtmögliche Wert des Parameters  $C_4$  ist als Minimum eingetragen, da er zur minimalen Kriechrate  $\dot{\epsilon}^{cr}$  gehört.

Die sechs Materialparameter  $E$ ,  $D$ ,  $m$ ,  $C_2$ ,  $C_3$  und  $C_4$  werden später durch sechs normierte Parameter dargestellt. Zu Beginn der Identifikation werden die drei Datensätze mit den experimentellen Rohdaten eingelesen. Der zuerst verfolgte Ansatz, die Rohdaten durch einen Funktionsansatz zu interpolieren, war nicht erfolgreich da entweder die Differenz zwischen Interpolation und Rohdaten zu groß war oder die interpolierte Funktion zum Oszillieren neigte. Stattdessen werden die sehr dicht liegenden Daten der Simulation interpoliert und an den Stellen, an denen Rohdaten vorhanden sind, ausgewertet. Die hier betrachtete Kurve mit einer Eindringtiefe von ca.  $1,1 \mu\text{m}$  und einer Belastungsgeschwindigkeit von ca.  $750 \frac{\mu\text{N}}{\text{s}}$  weist pro Phase durchschnittlich 81 Punkte auf.

Die in Abb. 3.9 dargestellte Kurve der Belastungsphase illustrieren das Problem: Aufgrund der geringen Datendichte an gemessenen Verschiebungen pro Zeiteinheit kann durch eine Interpolation der Rohdaten keine Verringerung möglicher Messfehler erfolgen. Gleichzeitig entsteht aber eine deutliche Abweichung zu den interpolierten Daten. Im Gegensatz dazu sind die Daten der simulierten Kurve mit deutlichen numerischen Artefakten versehen. Jedes Mal wenn einer der Knoten, der die Oberfläche des zu verprobenden Materials diskretisiert, in Kontakt mit dem Diamanten gerät, steigt die effektive Steifigkeit an. Dieses schlägt sich in einer „girlandenförmigen“ Kurve nieder. Dieser Effekt soll hier noch einmal genauer betrachtet werden.

In Abb. 3.10 sind die in die Betrachtung involvierten Knoten unter der Spitze des Diamanten kenntlich gemacht und außerdem die akkumulierte plastische Verzerrung als Konturplot aufgebracht, um die Ausbreitung der Fließzone zu veranschaulichen. Wie an den noch offenen Kontakten der Knoten **3** und **4** symbolisiert, wird der Kontaktabstand senkrecht zur Oberfläche



**Abbildung 3.9:** Interpolation der Daten der Simulation und der Referenz

des Diamanten, die hier die sog. *master-surface* (nach [4]) darstellt, gemessen.

In Abb. 3.11 ist in der linken Darstellung der Verlauf der Kraft am Diamanten über die Kontaktabstände der einzelnen Knoten aufgetragen. Knoten **1** ist von Beginn der Simulation an in Kontakt. In der linken Darstellung wäre der Verlauf für Knoten **1** eine Vertikale aus dem Ursprung. In der rechten Darstellung ist der Verlauf der Kraft über die totale Tiefe dargestellt, wobei jeweils der Punkt markiert ist, an dem ein Knoten in Kontakt gerät. Jedes Mal wenn sich (in der linken Darstellung) ein Kontakt schließt, das heißt, sein Kontaktabstand 0 wird und die Kraft als Funktion der Eindringtiefe vertikal weiter verläuft, so kommt es (in der rechten Darstellung) zu einem sprunghaften Anstieg der Kraft. In der rechten Darstellung bezeichnet beispielsweise **2** die Stelle, an der der Knoten gerade in Kontakt gegangen ist und **2a** das Ende der Kontaktiteration. Nach diesem Sprung fällt die effektive Steifigkeit auf dem Verlauf von **2a** nach **3** wieder ab, da das an dem in Kontakt gekommenen Knoten hängende Element sich zunehmend plastisch verformt. In Abb. 3.10 ist gerade Knoten **2** in Kontakt gegangen, wonach sich die Fließzone in dem Element zwischen Knoten **2** und **3** ausbreitet. Außerdem ist dem rechten Teil der Abb. 3.11 zu entnehmen, dass die Kraftdifferenz zwischen den bezeichneten Punkten immer weiter ansteigt, was damit zusammenhängt, dass die im axialsymmetrischen Modell berücksichtigte Kontaktfläche mit dem Abstand zum Zentrum quadratisch zunimmt.

### 3 Parameteridentifikation mittels Nanoindentation

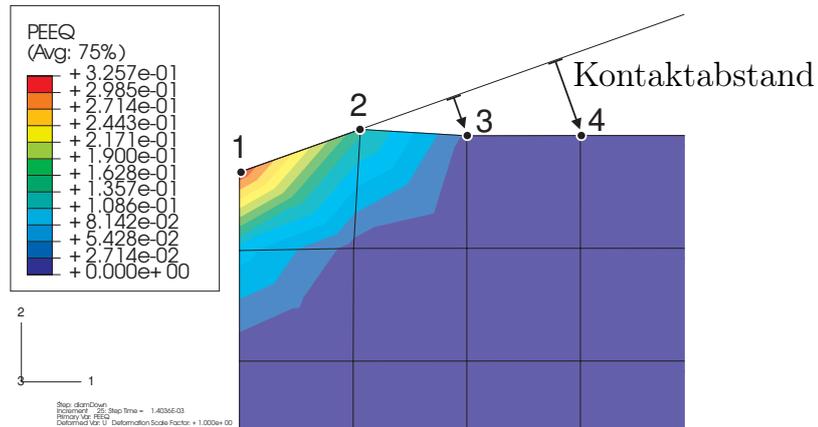


Abbildung 3.10: Kontaktabstand und sich ausbreitende plastische Zone im Detail

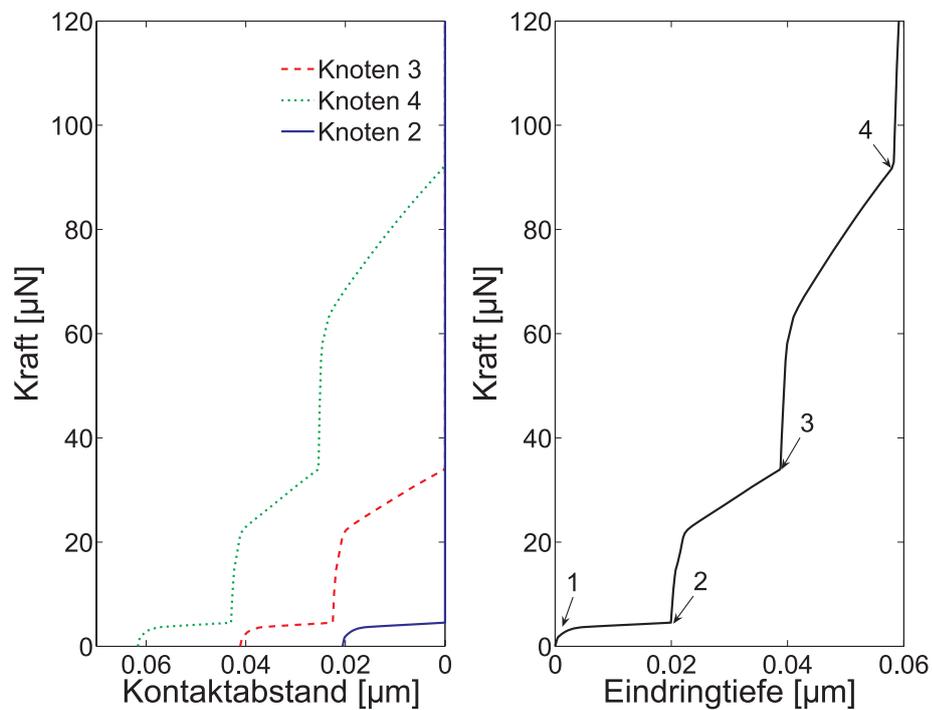


Abbildung 3.11: Zusammenhang zwischen Kontaktabstand und Kraft im Detail

Diese Fehler, die durch feinere Diskretisierung vermindert werden können, lassen sich auch ohne erhöhten Rechenaufwand durch Verwendung eines geeigneten Interpolationsansatzes vermindern. Folgender Interpolationsansatz aus Wurzelfunktionen wurde gewählt:

$$\bar{u}(\bar{t}) = \bar{t} + \sum_{i=1}^9 a_i \left( \bar{t}^{\frac{i}{10}} - \bar{t} \right), \quad (3.7)$$

wobei  $\bar{u}(\bar{t})$  die von 0 bis 1 normierte Verschiebung ist und  $\bar{t}$  die von 0 bis 1 normierte Zeit während der Belastungsphase ist. Ungeachtet der noch zu bestimmenden Parameter  $a_i$  geht dieser Ansatz durch die Punkte  $\bar{u}(\bar{t} = 0) = 0$  und  $\bar{u}(\bar{t} = 1) = 1$ . Außer direkt am Beginn der Simulation tritt praktisch wegen der hohen Datendichte von über 1000 Punkten kein Oszillieren auf. Um dieses aber sicher auszuschließen, wird für die durch Minimierung des Fehlerquadrates zu findenden Parameter  $a_i \geq 0$  gefordert. Mit den bekannten Parametern  $a_i$  werden dann die Daten zu den Zeitpunkten ausgewertet, zu denen auch die experimentellen Daten vorliegen und die so ermittelten normierten Verschiebungswerte zurücktransformiert.

Für ideal spitze Indenter und zeitunabhängige Materialien ist wegen des quadratischen Zusammenhanges zwischen Kraft und Eindringtiefe und der im Modell konstanten Belastungsgeschwindigkeit gemäß Gl. (2.31) praktisch nur der zu  $\bar{t}^{\frac{1}{2}}$  gehörige Koeffizient verschieden von Null. Der Ansatz nach Gl. (3.7) ist mit von  $\bar{t}^{\frac{1}{2}}$  verschiedenen Gliedern gewählt worden, damit es möglich ist, auch die Belastungsvorgänge viskoser Materialien abzubilden, deren Last-Weg-Funktion wie in Abschnitt 2.3 erläutert und in [19] dargestellt vom rein quadratischen Zusammenhang elastisch-plastischer Stoffe abweicht.

Für die Haltephase und die Entlastungsphase, in denen der Kontaktalgorithmus solche Phänomene nicht aufweist, werden jeweils kubische Splineinterpolationen gewählt. In einem verbesserten Modell, wie es später in dieser Arbeit beschrieben und eingesetzt wird, sind lediglich die Elemente in der Nähe der Kontaktzone verfeinert, so dass bei vertretbarem Rechenaufwand eine nahezu glatte Kurve entsteht, die auch in der Belastungsphase mittels einer Splineinterpolationen ausgewertet wird.

Die Messwerte werden, wie zuvor erläutert, in drei Datensätze unterteilt, die mit  $j$  indiziert sind und die Abschnitte Belasten, Halten und Entlasten repräsentieren. Jeder Datensatz einer Messung besteht aus  $n_j$  Messwerten  $\{F_i^{\text{Ref}}; u_i^{\text{Ref}}; t_i^{\text{Ref}}\}$ . An jedem Datenpunkt einer der drei Belastungsphase kann dann die Differenz  $\Delta u_i = u_i(E, D, m, C_2, C_3, C_4) - u_i^{\text{Ref}}$  zwischen diesen Punkten gebildet werden.

Die Aufgabe „Finde einen Parametersatz, der geeignet ist, eine Folge von Daten  $u_i$  so zu bestimmen, dass sie möglichst gut mit der vorgegebenen Folge von Daten  $u_i^{\text{Ref}}$  übereinstimmen“, muss jetzt in geeigneter Weise formuliert werden. Dazu bietet es sich an eine Funktion, genannt Zielfunktion  $\phi$  zu definieren, die die Eigenschaft haben muss, ein globales Minimum aufzuweisen, wenn für alle  $\Delta u_i = 0$  gilt, und dann ihr Minimum zu bestimmen. In vielen Fällen besteht solch eine Zielfunktion aus Summen der Terme  $|\Delta u_i|$  oder  $\Delta u_i^2$ . Die Verwendung von  $\Delta u_i^2$  führt dazu, dass vereinzelte größere Abweichungen  $\Delta u_i$  zu überproportionalen Beiträgen führen, wodurch diese

Abweichungen besonders berücksichtigt und vermindert werden. Außerdem existiert für diese spezielle Problemstellung eine große Auswahl an effizienten Lösungsalgorithmen.

Mit den Differenzen  $\Delta u_i$  wird unter Berücksichtigung einer zu wählenden Gewichtung die Zielfunktion formuliert:

$$\begin{aligned}
 & \phi(E, D, m, C_2, C_3, C_4) \\
 &= \sum_{j=1}^3 \frac{1}{n_j} \sum_{i=1}^{n_j} w_{i,j}^2 [u_i(E, D, m, C_2, C_3, C_4) - u_i^{\text{Ref}}]^2 \\
 &= \sum_{j=1}^3 \frac{1}{n_j} \sum_{i=1}^{n_j} w_{i,j}^2 \Delta u_i^2. \tag{3.8}
 \end{aligned}$$

Die Gewichtungsfunktionen  $w_{i,j}$  sollen die Bedeutung der einzelnen Differenzen für die Zielfunktion beschreiben. Eine solche Gewichtung ist besonders dann naheliegend, wenn der Fehler an einzelnen Punkten quantifiziert werden kann. Die Fehler an den einzelnen Punkten sind nicht bekannt. Wie weiter oben beschrieben, erzeugt der Kontaktalgorithmus während der Phase zunehmender Belastung deutliche Fehler. Weiterhin konnte Abb. 3.5 entnommen werden, dass die elastischen Rückstellung bei schwach verfestigenden Materialien (wie z. B. der betrachteten Sn-Verbindung) nur wenige Prozent des gesamten Weges ausmachen. Damit diese kleinen Änderungen trotzdem angemessen berücksichtigt werden können, wird die Gewichtungsfunktion als abschnittsweise konstant angesetzt:

$$\begin{aligned}
 & \phi(E, D, m, C_2, C_3, C_4) \\
 &= \sum_{j=1}^3 \frac{w_j^2}{n_j} \sum_{i=1}^{n_j} [u_i(E, D, m, C_2, C_3, C_4) - u_i^{\text{Ref}}]^2 \\
 &= \sum_{j=1}^3 \frac{w_j^2}{n_j} \sum_{i=1}^{n_j} \Delta u_i^2. \tag{3.9}
 \end{aligned}$$

Bei den zu wählenden Werten  $w_1$ ,  $w_2$  und  $w_3$  kommt es nur auf das relative Verhältnis zueinander an. Die Wahl der Gewichte kann nicht in richtig und falsch eingestuft werden. Ähnlich wie bei einer Mehrkriterienoptimierung muss man der Frage nachgehen, welche Abweichung man am ehesten eliminieren möchte. Wäre die physikalische Beschreibungsfähigkeit des Modells (hier insbesondere die zugrunde gelegte Materialvorschrift) ausreichend,

eine Übereinstimmung der simulierten  $u(t)$ -Kurve mit der Referenzkurve zu erreichen (und beide Kurven fehlerfrei), so wäre die Wahl der Gewichte unerheblich, da mit zunehmender Zahl der Iterationen Konvergenz gegen das gleiche Parametertupel einträte. (Der Fall, dass ein anderes lokales Minimum, als das globale erreicht wird, sei an dieser Stelle nicht betrachtet.) An der Stelle des Optimums hätte  $\phi$  dann den Wert 0. Dieser Zustand ist praktisch nicht erreichbar.

Die Notwendigkeit Gewichte einzuführen, resultiert nicht aus der gewählten Darstellung der Funktion  $\phi$  als diskretisierte Funktion über  $u(t) - u_i^{\text{Ref}}(t)$ . Diese Darstellung ist aus zwei Gründen gewählt worden. Zum einen hat die Darstellung  $u(t)$  bzw.  $u(F(t))$  den Vorteil, dass bei einer kraftgesteuerten Versuchsdurchführung die Wegdifferenz immer bestimmbar ist, während die Ausdrücke  $F(u)$  und  $F^{\text{Ref}}(u)$  in  $F(u) - F^{\text{Ref}}(u)$  in jeweils unterschiedlichen Intervallen für  $u$  definiert sind. Der entsprechend umgekehrte Zusammenhang gilt für weggesteuerte Versuche. Zum anderen hat die hier gewählte Wegdifferenz die Eigenschaft, dass sie auch für zeitabhängige Materialien immerhin eine Funktion im mathematischen Sinne darstellt, also jedem Funktionsargument höchstens einen Funktionswert zugeordnet wird. Man kann z.B. Abb. 3.8 entnehmen, dass  $F^{\text{Ref}}(u)$  und  $F(u)$  in diesem Sinne keine Funktionen darstellen.

Wenn es gelänge, den Versuch in der Simulation mit einer vorgeschriebenen Verschiebung, die dem Verlauf von  $u^{\text{Ref}}(t)$  entspricht, nachzufahren, so könnte unabhängig von der Durchführung des realen Experimentes die Formulierung über die Differenz der Kräfte vorgenommen werden. Bei Durchführung mit einer vorgeschriebenen Verschiebung könnte die Differenz der Kräfte  $F(u(t)) - F^{\text{Ref}}(u(t))$  besser in eine Formulierung in Abhängigkeit von der Zeit  $F(t) - F^{\text{Ref}}(t)$  überführt werden und dann auch für Prozesse mit zeitabhängigem Materialverhalten genutzt werden.

Für elastisch-plastische Materialien ist die Differenz  $F(u) - F^{\text{Ref}}(u)$  jedoch ein geeigneter Ausdruck (und  $F^{(\text{Ref})}(u)$  nach Elimination von  $t$  aus  $F^{\text{Ref}}(t)$  und  $u^{\text{Ref}}(t)$  die aussagekräftigere Darstellung der Ergebnisse). Wenn  $F^{\text{Ref}}(u)$  und  $F(u)$  frei von Fehlern wären, könnte man

$$\begin{aligned} \phi &= \int_{u=0}^{u=u_{\max}} (F_{\text{Bel}}(u) - F_{\text{Bel}}^{\text{Ref}}(u))^2 du \\ &+ \int_{u=u_{\min}}^{u=u_{\max}} (F_{\text{Ent}}(u) - F_{\text{Ent}}^{\text{Ref}}(u))^2 du \end{aligned} \quad (3.10)$$

als Fehlerfunktional wählen, wobei das erste Integral die Belastungsphase darstellt und das zweite die Entlastungsphase. Da das Integrationsgebiet  $[u_{\min}, u_{\max}]$  des zweiten Integrals, also der Entlastungsphase, für (nicht verfestigende) Metalle typischerweise nur wenige Prozent von  $u_{\max}$  ist, hätten

verbleibende Differenzen  $F(u) - F^{\text{Ref}}(u)$  im zweiten Integral nur einen vernachlässigbaren Anteil in  $\phi$ .

Hielte man den Fehler in der Be- und Entlastungsphase für gleich bedeutend, so könnten die Integrale auf das Integrationsgebiet normiert werden:

$$\begin{aligned} \phi &= \frac{1}{u_{\max}} \int_{u=0}^{u=u_{\max}} (F(u) - F^{\text{Ref}}(u))^2 du \\ &\quad + \frac{1}{u_{\max} - u_{\min}} \int_{u=u_{\min}}^{u=u_{\max}} (F(u) - F^{\text{Ref}}(u))^2 du. \end{aligned} \quad (3.11)$$

Diese Zielfunktion ist analog zu einem Vorgehen, bei dem bei jeder der beiden Lastphasen bei einer gleichgroßen Anzahl von Stützstellen über die Gebiete  $[0, u_{\max}]$  und  $[u_{\min}, u_{\max}]$  die Kraftdifferenzen ermittelt werden und dann die Summe der Fehlerquadrate bestimmt wird. Abstrakter kann man dann analog zu Gl. (3.9) für mehrere Lastphasen über die Zeit

$$\begin{aligned} \phi(E, D, m, C_2, C_3, C_4) &= \sum_{j=1}^3 \frac{w_j^2}{n_j} \sum_{i=1}^{n_j} [F_i(E, D, m, C_2, C_3, C_4) - F_i^{\text{Ref}}]^2 \\ &= \sum_{j=1}^3 \frac{w_j^2}{n_j} \sum_{i=1}^{n_j} \Delta F_i^2 \end{aligned} \quad (3.12)$$

formulieren.

Prinzipiell funktioniert das hier beschriebene Verfahren unabhängig vom gewählten Fehlerfunktional, wenn man von der Schwierigkeit absieht, im Falle der weggesteuerten Simulation eines kraftgesteuerten Experimentes eine interpolierende Beschreibung  $u^{\text{Ref}}(t)$  zu generieren, um die gemessenen Verschiebungen vorzugeben<sup>2</sup>. Exemplarisch wird hier der Prozess mit der auch implementierten Fehlerfunktion Gl. (3.9) erläutert. Verfahrensbedingt wird ein normierter Vektor der zu bestimmenden Größen benötigt, weshalb für die weitere Beschreibung der Vektor der Parameter  $\mathbf{p} = [E, D, m, C_2, C_3, C_4]$  in der Funktion  $u_i(\mathbf{p})$  eingeführt wird, der mittels linearer Transformation normiert und mit

$$p_i = \frac{1}{2}(p_{i,\max} - p_{i,\min})\xi_i + \frac{1}{2}(p_{i,\max} + p_{i,\min}) \quad (3.13)$$

---

<sup>2</sup>Bei der weggesteuerten Simulation wird zwischen vorgegebenen Stützwerten der Verschiebung linear in der Zeit interpoliert. D. h., wenn zu wenige Messwerte pro Zeiteinheit vorliegen, müssten zusätzliche Stützwerte für die Simulation generiert werden, um die Abweichungen zwischen linearem und wirklichem Verlauf zu reduzieren.

auf den Bereich  $\xi_i \in (-1, 1)$  abgebildet wird. Die Verschiebung kann jetzt in der Form  $u_{i,j}(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi}))$  als Funktion der normierten Parameter  $\boldsymbol{\xi}$  angegeben werden.

Die Zielfunktion kann dann in generalisierter Form als

$$\begin{aligned}\phi(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi})) &= \sum_{j=1}^3 \frac{w_j^2}{n_j} \sum_{i=1}^{n_j} (u_{i,j}(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi})) - u_{i,j}^{\text{Ref}})^2 \\ &= \sum_{j=1}^3 \frac{w_j^2}{n_j} (\Delta \mathbf{u}_j^{\text{T}}(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi})) \Delta \mathbf{u}_j(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi})))\end{aligned}\quad (3.14)$$

geschrieben werden. Das in dieser Arbeit verwendete Optimierungsverfahren nach [21, 22] ist ein gradientenbasiertes Verfahren, weswegen zusätzlich noch die partiellen Ableitungen in alle Parameterrichtungen an jedem Stützpunkt benötigt werden. Die sich dabei ergebende Matrix  $\mathbf{J} = \frac{\partial u_i(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi}))}{\partial \boldsymbol{\xi}}$  wird in diesem Kontext als Jacobimatrix bezeichnet. Für eine Iteration des Optimierers wird der Vektor der Differenzen  $u_i(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi})) - u_i^{\text{Ref}}$  und die Jacobimatrix  $\mathbf{J}(\boldsymbol{\xi})$  benötigt. Da die Ableitungen nicht bekannt sind, werden sie durch die entsprechenden Sekanten approximiert:

$$\begin{aligned}\mathbf{J} &= \left[ \frac{\partial u_i(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi}))}{\partial \boldsymbol{\xi}} \right] \\ &\simeq \left[ \frac{u_i(\mathbf{p}(\xi_1, \xi_2, \dots, \xi_j + \Delta \xi_j, \dots, \xi_n)) - u_i(\mathbf{p}(\xi_1, \xi_2, \dots, \xi_j, \dots, \xi_n))}{\Delta \xi_j} \right].\end{aligned}\quad (3.15)$$

Eine Iteration des Optimierers für  $n$  Materialparameter benötigt also  $n + 1$  Evaluationen des FE-Modells, wobei zuerst  $u_i(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi}))$  ermittelt wird und dann der Reihe nach die normierten Parameter um  $\Delta \xi$  variiert werden. Aufgrund dieser Verfahrensweise könnte im Gegensatz zu anderen Verfahren (z.B. dem Nelder-Mead-Simplex-Verfahren, bei dem sich im Allg. bei jeder Evaluation alle Parameter ändern) hier mit geringen zusätzlichen Rechenaufwand ein Kalibrierfehler  $u_0$  als unbekannte Größe mit aufgenommen werden. Die Unteroutine, die die FE-Rechnungen kontrolliert, kann dann zusätzlich noch eine Variation  $u_0(\xi_{u_0} + \Delta \xi_{u_0})$  generieren, indem auf die schon existierende Auswertung von  $u_i(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi}))$  zugegriffen wird und  $u_i(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi})) + u_0(\xi_{u_0} + \Delta \xi_{u_0})$  als Ergebnis zurückgegeben wird. Obwohl an dieser Stelle keine neue Auswertung des FE-Modells notwendig ist, führt die Aufnahme eines weiteren zu optimierenden Parameters im Allgemeinen zu einer Steigerung der Anzahl benötigter Iterationen und somit indirekt zu höherem Rechenbedarf.

Um den Zeitbedarf zu mindern, wurde versucht, das FE-Modell mit einem Computer, der mit zwei CPUs auf einem Mainboard ausgestattet war,

zu berechnen. Es zeigte sich, dass das Modell für die parallele Ausführung einer Evaluation zu klein ist. Es ergaben sich keine Performancegewinne, da die Gewinne durch verteilte Rechenlast durch Verwaltungsarbeit und Wartezeiten bei der Kommunikation zwischen den Prozessen überkompensiert wurden. Die Effizienz einer über mehrere CPUs (bzw. Kernen) verteilten Lösung ist von der Problemstellung, der Zahl verfügbarer CPUs und im wesentlichen von der Zahl der Freiheitsgrade abhängig und wird als Skalierbarkeit bezeichnet. Das hier verwendete FE-Modell ist aufgrund der geringen Anzahl von Unbekannten in dieser Form nur schlecht skalierbar. Da der Rechenzeitbedarf überproportional mit der Zahl der Unbekannten zunimmt, nimmt im Allgemeinen auch die Skalierbarkeit mit steigender Zahl der Unbekannten zu.

Die für dieses gradientenbasierte Verfahren benötigten Ableitungen müssen wie gesagt mit hohem Aufwand bestimmt werden. Dafür ergibt sich durch diese Vorgehensweise gegenüber anderen ein weiterer Vorteil: Der Lösungsprozess kann über mehrere (vorzugsweise baugleiche) Computer verteilt werden. Im günstigsten Fall stünden  $n + 1$  Knoten eines Clusters zur Verfügung, so dass alle benötigten Evaluationen innerhalb einer Iteration parallel ausgeführt werden könnten. Ein Knoten erstellt dann die Lösung  $\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi})$  und die anderen  $n$  Knoten die für die Gradienten an der Stelle benötigten Variationen. Falls ein Rechner mit mehreren Prozessoren bzw. Kernen oder ein Cluster zur Verfügung steht, besteht der effizienteste Einsatz also in der parallelen Abarbeitung der unterschiedlichen Evaluationen und nicht in der über mehrere Prozessoren verteilten Lösung eines einzelnen Problems.

Bei dieser einfachen Strategie „eine Evaluation pro CPU“ kommt es aber in anderer Hinsicht zu Effizienzverlusten. Bei einem Problem, das beispielsweise fünf Evaluationen auf einem Computer mit vier CPUs erfordert, verblieben bei der Strategie „eine Evaluation pro CPU“ bei der fünften Evaluation drei CPUs ohne Tätigkeit, so dass das Verhältnis von genutzter zur verfügbarer Rechenleistung  $5/8 = 62,5\%$  betrüge.

## 3.2 Materialeigenschaften und zu identifizierende Parameter

### 3.2.1 Berücksichtigung der Materialdaten in der FE-Berechnung

Es wurde ein Programm entwickelt, das FE-Berechnungen mit *ABAQUS* steuert. Das Programm startet mit einem vom Nutzer vorgegeben Parametertupel, wertet die Simulation aus, berechnet die Zielfunktion und generiert

ein neues Parametertupel. Es wurden verschiedene, weiter unten noch erläuterte Materialvorschriften<sup>3</sup> implementiert. Weitere Materialmodelle könnten recht einfach mit aufgenommen werden. Für alle Modelle gilt, dass die Querkontraktionszahl  $\nu$  aus programmtechnischer Sicht zwar problemlos mit in die Liste zu identifizierender Parameter aufgenommen werden könnte, dieses aber aus Zweifeln an der Sensitivität der Kraft-Weg-Daten gegenüber Veränderungen von  $\nu$  erst einmal nicht implementiert wurde. Die Querkontraktionszahl muss also aus anderen geeigneten Versuchen gewonnen werden und ist hier vom Nutzer vorzugeben.

Die unterschiedlichen Materialbeschreibungen können hinsichtlich des Aufbaus der in die FE-Rechnung eingehenden Daten unterteilt werden und zwar nach ihrem zeitabhängigen Verhalten und der Form der zeitunabhängigen Materialbeschreibung. Für die Berücksichtigung elastischer, plastischer und viskoser Effekte muss in dem FE-Modell eine geeignete Berechnungsart gewählt werden. *ABAQUS* benötigt für die elastisch-plastischen Materialmodelle eine Diskretisierung der Spannungs-Dehnungs-Kurve, dabei sind für den plastischen Anteil die auf die aktuelle Fläche bezogenen Spannungen und die zugehörigen logarithmischen Verzerrungen anzugeben. Von der Form des zeitunabhängigen Anteils der Materialbeschreibung hängt die zu wählende Diskretisierung ab.

Die Materialvorschriften werden durch eine diskretisierte Kennlinie der plastischen Dehnungen und Spannungen berücksichtigt, die seitens des FE-Programmes linear interpoliert wird. Nach dem letzten Datum der diskretisierten Kennlinie setzt das FE-Programm die Beschreibung intern ideal plastisch fort. Eine Materialbeschreibung, die sich als eine Aneinanderreihung mehrerer linearer Abschnitte auffassen lässt, wird also durch Angabe der „Eckpunkte“ der Abschnitte fehlerfrei berücksichtigt. Bei der Diskretisierung einer nichtlinearen Beziehung entsteht dahingegen eine Abweichung zu der analytischen Repräsentation. Um diesen Fehler zu begrenzen bzw. zu vereinfachen, wird geeignet vorgegangen, wie in dem nachfolgenden Abschnitt für die einzelnen Modelle erklärt.

Die Einheiten der anzugebenden Materialparameter müssen konsistent mit den im Modell zugrunde gelegten Einheiten gewählt werden. Das Modell

---

<sup>3</sup>Unter *Materialmodell* wird im Allgemeinen der thermodynamisch begründete Zusammenhang zwischen Dehnung und Spannung verstanden, wie z.B. das nach LE-MAITRE-CHABOCHE benannte Modell. Im Gegensatz dazu geben *Materialvorschriften* den empirisch gefundenen Zusammenhang wieder, wie z.B. die Vorschriften nach RAMBERG-OSGOOD oder die das sekundäre Kriechverhalten beschreibende Vorschrift vom Sinus-Hyperbolicus-Typ. Da in dieser Arbeit lediglich empirisch gefundene Beziehungen verwendet werden, also Materialvorschriften, wird zwischen den beiden Begriffen nicht weiter unterschieden.

ist in *Mikrometern* elementiert und die über der in *Sekunden* gemessenen Zeit auf den Indenter aufgebrachten Kräfte werden in *Mikronewton* erwartet. Daraus folgt, dass die Größen  $E$ ,  $D$  und  $\sigma$  in  $\mu\text{N}/\mu\text{m}^2$  anzugeben sind, womit die Angaben denselben Zahlenwert besitzen, als wären sie in  $\text{N}/\text{mm}^2$  angegeben. Werden die zeitunabhängigen Materialeigenschaften mit dem Kriechgesetz kombiniert, so ist der Kriechparameter  $C_2$  in  $\mu\text{m}^2/\mu\text{N}$  bzw.  $\text{mm}^2/\text{N}$  anzugeben. Der Kriechparameter  $C_4$  ist in  $1/\text{K}$  anzugeben. Eine der in *ABAQUS* vorgesehene(n) Vorschrift zur Beschreibung des Kriechens lautet:

$$\dot{\varepsilon}^{\text{cr}} = C_1 (\sinh(C_2\sigma))^{C_3} e^{-\frac{C_4}{R(T-T_0)}}. \quad (3.16)$$

Um diese auf die Form

$$\dot{\varepsilon}^{\text{cr}} = C_1 (\sinh(C_2\sigma))^{C_3} e^{-\frac{C_4}{T}} \quad (3.17)$$

zu bringen, wird  $T_0 = 0 \text{ K}$  und  $R = 1$  festgelegt. Für alle unter den einzelnen Materialmodellen aufgeführten Parametern müssen zutreffende Angaben über ihre zulässigen Intervalle gemacht werden, innerhalb derer sie gesucht werden sollen.

### 3.2.2 Elastisch-ideal plastisch

Das in Abb. 3.12 dargestellte Modell ist das einfachste und verwendet als Materialparameter den E-Modul  $E$  und die Fließgrenze  $\sigma_y$ .

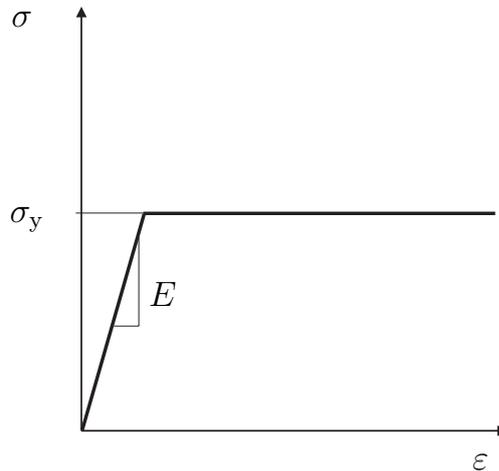


Abbildung 3.12: Elastisch-ideal plastisches Materialmodell

### 3.2.3 Elastisch-plastisch, mit linearer Verfestigung

Dieses bilineare Modell nach Abb. 3.13 berücksichtigt verfestigendes, plastisches Verhalten. Die zu bestimmenden Parameter sind der E-Modul  $E$ , die

Fließgrenze  $\sigma_y$ , das Ende des Verfestigungsbereiches  $\Delta\varepsilon^{\text{pl}}$  und die Spannungsdifferenz  $\Delta\sigma = \sigma_{\text{max}} - \sigma_y$  zwischen der höchsten, während der Verfestigung erreichbaren Spannung  $\sigma_{\text{max}}$  und der Fließgrenze, also indirekt der Tangentenmodul. Die Formulierung der Verfestigung über den Spannungszuwachs  $\Delta\sigma$  gewährleistet die Monotonie der Spannungs-Dehnungs-Funktion durch Berücksichtigung der unteren Intervallgrenze  $\Delta\sigma \geq 0$ .

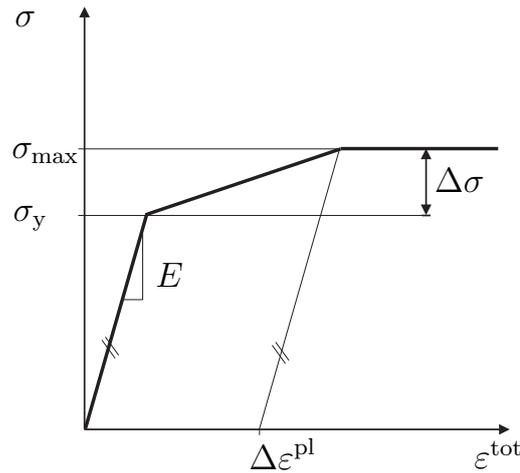


Abbildung 3.13: Bilineares Materialmodell mit Verfestigung

### 3.2.4 Materialmodell nach RAMBERG-OSGOOD

Abb. 3.14 beschreibt das Verhalten eines verfestigenden Materials nach dem RAMBERG-OSGOOD-Modell, das keine ausgezeichnete Fließgrenze besitzt und keinen Bereich in dem lediglich reversible Deformationen auftreten.

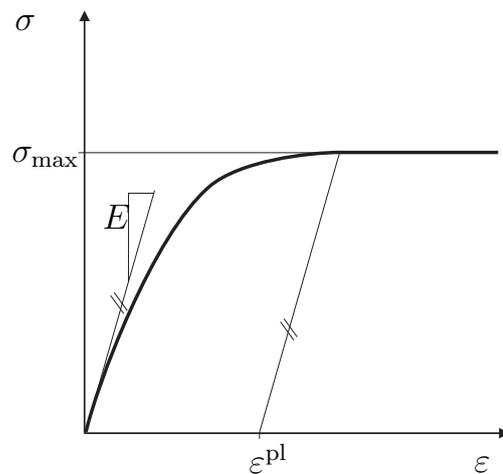


Abbildung 3.14: Materialmodell nach RAMBERG-OSGOOD

Wie schon zuvor exemplarisch mit Gl. (3.5) dargestellt, wird die totale Dehnung additiv zerlegt

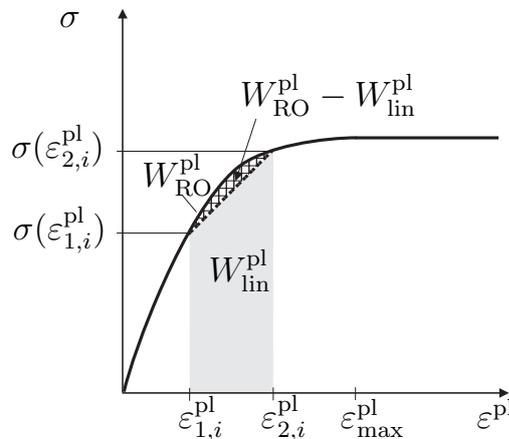
$$\varepsilon = \varepsilon^{\text{el}} + \varepsilon^{\text{pl}} \text{ mit } \varepsilon^{\text{el}} = \frac{\sigma}{E} \text{ und } \varepsilon^{\text{pl}} = \left(\frac{\sigma}{D}\right)^m \quad (3.18)$$

und der plastische Anteil der Dehnung nach  $\sigma$  umgestellt:

$$\sigma = D (\varepsilon^{\text{pl}})^{\frac{1}{m}}. \quad (3.19)$$

Der Gl. (3.19) kann entnommen werden, dass die Spannung mit steigender plastischer Dehnung unbegrenzt steigt. Die Spannung als Funktion der plastischen Dehnung weist keine Asymptote oder obere Grenze auf. Aus Gründen der Umsetzbarkeit muss die Diskretisierung nach Erreichen einer Grenze abgebrochen werden. *ABAQUS* setzt die Spannungs-Dehnungs-Linie dann ideal plastisch fort. Diese empirische Materialvorschrift, die ursprünglich zur Beschreibung zeitunabhängigen elastisch-plastischen Verhaltens vorgesehen war, ist in einer etwas anderen Notation auch in *ABAQUS* implementiert, kann aber nicht mit anderen Effekten kombiniert werden, wie z.B. einem rein elastischen Bereich oder zeitabhängigen Verhalten.

Um wahlweise ein Materialverhalten nach RAMBERG-OSGOOD beschreiben zu können bzw. das eines Materials, dessen anfängliches Verhalten RAMBERG-OSGOOD um einen linear elastischen Teil erweitert, ist eine Routine implementiert worden, die solch eine Spannungs-Dehnungs-Linie mit einer definierten Genauigkeit als *Polygonzug* diskretisiert. Dadurch ist sichergestellt, dass die für das Finite-Differenzen-Schema benötigten Parametervariationen mit ausreichender Genauigkeit in das FE-Modell Eingang finden. Wie in Abb. 3.15 veranschaulicht, wird als Maß für die Genauigkeit die dis-



**Abbildung 3.15:** Energiedifferenz zwischen linearer diskretisierter und analytischer Darstellung

sipierte plastische Energie herangezogen und ihre intervallweisen Werte für die diskretisierte Form mit der analytischen Lösung verglichen. Die Wahl die Dichte der Diskretisierung über die Energie zu definieren ist insofern willkürlich, als dass auch jedes andere Kriterium denkbar ist, das geeignet ist, die „Eckpunkte“ des Polygonzuges so zu verteilen, dass die Abweichung gegenüber der originären Kurve klein ist.

Da die Materialvorschrift nach RAMBERG-OSGOOD ein Sonderfall der modifizierten, um einen linear elastischen Teil erweiterten Vorschrift ist, wird nur ein Algorithmus für das allgemeinere Problem benötigt, der im nächsten Abschnitt beschrieben ist.

### 3.2.5 Modifiziertes RAMBERG-OSGOOD-Modell mit einem linear elastischen Bereich

Hierbei wird die in Abb. 3.16 dargestellte Beziehung angenommen:

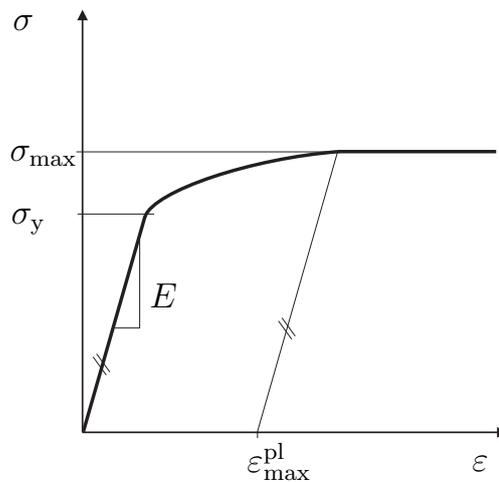
$$\varepsilon^{\text{tot}} = \begin{cases} \frac{\sigma}{E}, & \text{für } \sigma \leq \sigma_y \text{ und} \\ \frac{\sigma}{E} + \left(\frac{\sigma - \sigma_y}{D}\right)^m, & \text{für } \sigma > \sigma_y. \end{cases} \quad (3.20)$$

Nach Überschreiten der Fließspannung ist dann

$$\varepsilon^{\text{pl}} = \left(\frac{\sigma - \sigma_y}{D}\right)^m \quad \text{für } \sigma > \sigma_y. \quad (3.21)$$

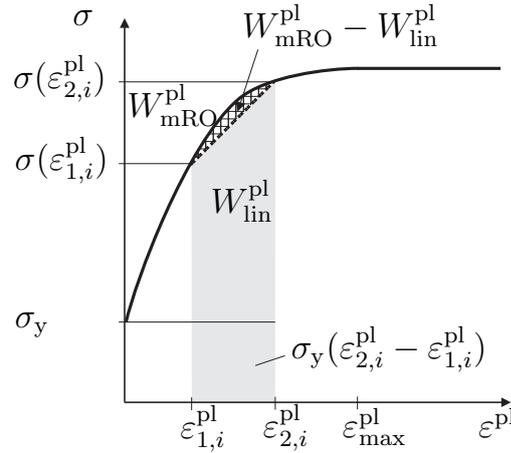
Gl. (3.21) kann nach  $\sigma$  umgestellt werden:

$$\sigma = D (\varepsilon^{\text{pl}})^{\frac{1}{m}} + \sigma_y \quad \text{für } \sigma > \sigma_y. \quad (3.22)$$



**Abbildung 3.16:** Modifiziertes RAMBERG-OSGOOD-Modell mit anfangs linear elastischem Bereich

### 3 Parameteridentifikation mittels Nanoindentation



**Abbildung 3.17:** Energiedifferenz für das modifizierte RAMBERG-OSGOOD-Modell

Der Ausdruck (3.22) für das modifizierte RAMBERG-OSGOOD (<sub>mRO</sub>) kann dann zur Berechnung in die Gleichung für die dissipierte plastische Energie eingesetzt werden:

$$W_{\text{ges}}^{\text{pl}} = \int_0^{\varepsilon_{\text{max}}^{\text{pl}}} \sigma d\varepsilon^{\text{pl}} = \frac{D}{1 + \frac{1}{m}} (\varepsilon_{\text{max}}^{\text{pl}})^{1 + \frac{1}{m}} + \sigma_y \varepsilon_{\text{max}}^{\text{pl}}, \quad (3.23)$$

Für die plastische Energie eines Bereiches der plastischen Dehnungen  $[\varepsilon_1^{\text{pl}}; \varepsilon_2^{\text{pl}}]$  ergibt sich

$$\begin{aligned} W_{\text{mRO}}^{\text{pl}} &= \int_{\varepsilon_1^{\text{pl}}}^{\varepsilon_2^{\text{pl}}} \sigma d\varepsilon^{\text{pl}} = \int_{\varepsilon_1^{\text{pl}}}^{\varepsilon_2^{\text{pl}}} D (\varepsilon^{\text{pl}})^{\frac{1}{m}} d\varepsilon^{\text{pl}} + \sigma_y \varepsilon^{\text{pl}} \\ &= \left[ \frac{D}{1 + \frac{1}{m}} (\varepsilon^{\text{pl}})^{1 + \frac{1}{m}} + \sigma_y \varepsilon^{\text{pl}} \right]_{\varepsilon_1^{\text{pl}}}^{\varepsilon_2^{\text{pl}}} \end{aligned} \quad (3.24)$$

und für die trapezförmig begrenzte Approximation des Abschnittes erhält man nach Abb. 3.17

$$\begin{aligned} W_{\text{lin}}^{\text{pl}} &= \int_{\varepsilon_1^{\text{pl}}}^{\varepsilon_2^{\text{pl}}} \sigma d\varepsilon^{\text{pl}} \\ &= \left( \frac{1}{2} D \left( (\varepsilon_1^{\text{pl}})^{\frac{1}{m}} + (\varepsilon_2^{\text{pl}})^{\frac{1}{m}} \right) + \sigma_y \right) (\varepsilon_2^{\text{pl}} - \varepsilon_1^{\text{pl}}). \end{aligned} \quad (3.25)$$

Die Intervalllänge eines jeden Abschnittes der Diskretisierung wird so bestimmt, dass sein Fehler gerade dem  $\alpha$ -fachen (mit  $0 < \alpha \ll 1$ ) der gesamten

plastischen Energie entspricht. In einer Schleife beginnend mit  $\varepsilon_1^{\text{pl}} = 0$  wird die Gleichung

$$\alpha W_{\text{ges}}^{\text{pl}} = W_{\text{mRO}}^{\text{pl}}(\varepsilon_1^{\text{pl}}, \varepsilon_2^{\text{pl}}) - W_{\text{lin}}^{\text{pl}}(\varepsilon_1^{\text{pl}}, \varepsilon_2^{\text{pl}}) \quad (3.26)$$

numerisch für  $\varepsilon_2^{\text{pl}}$  gelöst. Die erhaltene Lösung des  $i$ -ten Schleifendurchlaufes wird als  $\varepsilon_{2,i}^{\text{pl}}$  abgespeichert und wird mit  $\varepsilon_{1,i+1}^{\text{pl}} := \varepsilon_{2,i}^{\text{pl}}$  als neue untere Grenze für den nächsten Durchlauf zugewiesen, bis  $\varepsilon_{2,i}^{\text{pl}}$  den Wert  $\varepsilon_{\text{max}}^{\text{pl}}$  erreicht. In der Implementierung wurde  $\alpha = 10^{-6}$  verwendet. Nach Beendigung der Berechnung der Verzerrungen  $\varepsilon_2^{\text{pl}}$  wird nach Gl. (3.22) die zugehörige Spannung ermittelt. Die Zahl der ermittelten Intervalle  $n$  nimmt mit kleiner werdendem  $\alpha$  zu, wobei  $n$  langsamer wächst als  $\alpha$  abnimmt, so dass für den im Nachhinein ermittelbaren Diskretisierungsfehler  $\Delta W$   $(n-1)\alpha W_{\text{ges}}^{\text{pl}} \leq \Delta W \leq n\alpha W_{\text{ges}}^{\text{pl}}$  gilt. Für den Grenzwert  $\alpha \rightarrow 0$  würde die Materialvorschrift fehlerfrei abgebildet.

Aus der Differenz des modifizierten Ansatzes  $W_{\text{mRO}}^{\text{pl}} - W_{\text{lin}}^{\text{pl}}$  fällt der Term  $\sigma_y(\varepsilon_2^{\text{pl}} - \varepsilon_1^{\text{pl}})$  heraus, so dass sie von der Fließgrenze  $\sigma_y$  unabhängig ist. Lediglich in  $W_{\text{ges}}^{\text{pl}}$  des modifizierten Ansatzes ist noch ein mit  $\sigma_y$  verknüpfter Term  $\sigma_y \varepsilon_{\text{max}}^{\text{pl}}$  vorhanden. Die Beschreibung für das „pure“ RAMBERG-OSGOOD-Material ergibt sich dann als Sonderfall dieser Beschreibung mit  $\sigma_y = 0$ .

### 3.2.6 Modifiziertes LUDWIK-Modell mit einem linear elastischen Bereich

Bei diesem Materialmodell werden folgende Gleichungen angesetzt:

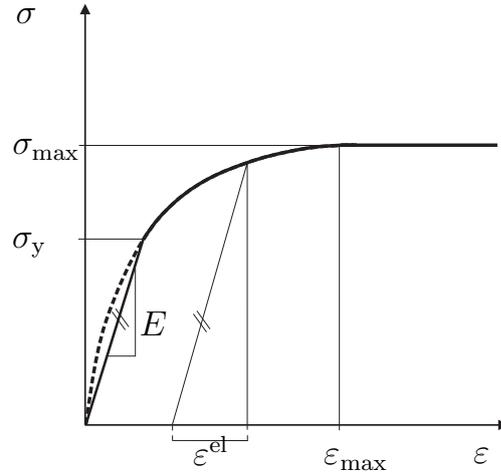
$$\sigma = \begin{cases} E\varepsilon, & \text{für } \sigma \leq \sigma_y \text{ und} \\ K\varepsilon^n, & \text{für } \sigma > \sigma_y. \end{cases} \quad (3.27)$$

Diese Materialvorschrift, die für den Sonderfall  $\sigma_y = 0$  ursprünglich auf LUDWIK<sup>4</sup> zurückgeht und ein Potenzgesetz darstellt, ist in einer modifizierten Form, in der die von LUDWIK um einen linear elastischen Bereich erweitert wird, zumindest in der Literatur zur Nanoindentation recht weit verbreitet [19]. Wenn man von  $\nu$  absieht, wird das Verhalten durch drei unabhängige Parameter beschrieben, nämlich  $E$ ,  $\sigma_y$  und  $n$ .  $K$  ist dann eine abhängige Größe. Diese muss so bestimmt werden, dass die Dehnungen am Übergang vom elastischen zum plastischen Bereich bei  $\sigma = \sigma_y$  gleich sind, um eine kontinuierliche Spannungs-Dehnungs-Linie zu erhalten. Hier gilt  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0$ ,  $\varepsilon^{\text{el}} = \frac{\sigma_y}{E}$

---

<sup>4</sup>Die ursprüngliche Vorschrift (und so auch die mit  $\sigma_y = 0$ ) macht keine Aussage über das Verhalten bei einer Entlastung, so dass es auch nicht möglich ist eine dem E-Modul vergleichbare Größe zu ermitteln.

### 3 Parameteridentifikation mittels Nanoindentation



**Abbildung 3.18:** Modifiziertes LUDWIK-Modell mit linear elastischem Bereich

und deswegen  $\varepsilon = \varepsilon^{\text{el}} + \varepsilon^{\text{pl}} = \frac{\sigma_y}{E}$ . Aus der zweiten Zeile der Gleichung (3.27) ergibt sich dann

$$\sigma_y = K \left( \frac{\sigma_y}{E} \right)^n$$

und somit

$$K = \sigma_y \left( \frac{E}{\sigma_y} \right)^n. \quad (3.28)$$

Der einfacheren Formulierbarkeit wegen wird in diesem Fall nicht die plastische, sondern die gesamte Energie als Maß für die Diskretisierung herangezogen ( $_{\text{mLu}}$ ):

$$\begin{aligned} W_{\text{ges}} &= \int_0^{\varepsilon_{\text{max}}} \sigma d\varepsilon = \int_0^{\varepsilon = \frac{\sigma_y}{E}} \sigma d\varepsilon + \int_{\varepsilon = \frac{\sigma_y}{E}}^{\varepsilon^{\text{pl}}} \sigma d\varepsilon \\ &= \frac{1}{2} E \left( \frac{\sigma_y}{E} \right)^2 + K \left[ \frac{1}{n+1} \varepsilon^{n+1} \right]_{\varepsilon = \frac{\sigma_y}{E}}^{\varepsilon_{\text{max}}} \end{aligned} \quad (3.29)$$

$$W_{\text{mLu}} = \int_{\varepsilon_1}^{\varepsilon_2} \sigma d\varepsilon = K \left[ \frac{1}{n+1} \varepsilon^{n+1} \right]_{\varepsilon_1}^{\varepsilon_2} \quad \text{mit } \varepsilon_1, \varepsilon_2 > \frac{\sigma_y}{E} \quad \text{und} \quad (3.30)$$

$$W_{\text{lin}} = \int_{\varepsilon_1}^{\varepsilon_2} \sigma d\varepsilon = \frac{1}{2} K (\varepsilon_2^n + \varepsilon_1^n) (\varepsilon_2 - \varepsilon_1) \quad (3.31)$$

Mit demselben Algorithmus wie zuvor in Abschnitt 3.2.4 werden jetzt die totalen Dehnungen anstelle der plastischen ermittelt. Danach werden nach Gl. (3.27) die Spannungen und die zugehörigen plastischen Dehnungen ermittelt:

$$\varepsilon^{\text{pl}} = \varepsilon - \frac{K\varepsilon^n}{E}. \quad (3.32)$$

Der im Nachhinein zu  $n\alpha W_{\text{ges}}$  ermittelte Diskretisierungsfehler bezieht sich hier auf die *gesamte* Energie aus elastischen und plastischen Deformationen.

## 3.3 Konstitutive Gleichungen

### 3.3.1 Kinematische Beziehungen

Um das Verhalten eines Metalles während der Indentation realitätsnah abbilden zu können, wird die Berücksichtigung elastischer, plastischer und zeitabhängiger Effekte benötigt. Die nichtlinearen Zusammenhänge zwischen Spannung und Dehnung werden wie zuvor beschrieben diskretisiert und das noch zu beschreibende Randwertproblem mit *ABAQUS* gelöst. Zur Beschreibung müssen einige Größen und Beziehungen eingeführt werden [4]. Sei

$$\mathbf{x} = \mathbf{x}(\mathbf{X}, t) \quad (3.33)$$

die aktuelle Lage eines Partikels, der zu einem Zeitpunkt  $t_0$  in der Referenzkonfiguration die Position  $\mathbf{X}$  habe. Der Deformationsgradient wird dann als

$$\mathbf{F} = \frac{\partial \mathbf{x}}{\partial \mathbf{X}} \quad (3.34)$$

definiert. Weiter sind die Geschwindigkeit eines Partikels als

$$\mathbf{v} = \frac{\partial \mathbf{x}}{\partial t} \quad (3.35)$$

und der räumliche Geschwindigkeitsgradient als

$$\mathbf{L} = \frac{\partial \mathbf{v}}{\partial \mathbf{x}} \quad (3.36)$$

gegeben. Zwischen dem Geschwindigkeitsgradienten und dem zuvor definierten Deformationsgradienten besteht der Zusammenhang:

$$\mathbf{L} \cdot \mathbf{F} = \dot{\mathbf{F}} \quad (3.37)$$

bzw.

$$\mathbf{L} = \dot{\mathbf{F}} \cdot \mathbf{F}^{-1}. \quad (3.38)$$

Der symmetrische Anteil des Geschwindigkeitsgradienten ergibt den Deformationsratentensor

$$\mathbf{D} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial \mathbf{v}}{\partial \mathbf{x}} + \left[ \frac{\partial \mathbf{v}}{\partial \mathbf{x}} \right]^T \right) = \text{sym}(\mathbf{L}) \quad (3.39)$$

und der antimetrische Anteil den Wirbeltensor

$$\mathbf{W} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial \mathbf{v}}{\partial \mathbf{x}} - \left[ \frac{\partial \mathbf{v}}{\partial \mathbf{x}} \right]^T \right). \quad (3.40)$$

### 3.3.2 Additive Zerlegung der Dehnraten

Der Deformationsgradient  $\mathbf{F}$  wird multiplikativ in einen elastischen Anteil  $\mathbf{F}^{\text{el}}$  und einen irreversiblen Anteil  $\mathbf{F}^{\text{irr}}$  zerlegt:

$$\mathbf{F} = \mathbf{F}^{\text{el}} \cdot \mathbf{F}^{\text{irr}} \quad (3.41)$$

und  $\mathbf{F}^{\text{irr}}$  gemäß

$$\mathbf{F}^{\text{irr}} = \mathbf{F}^{\text{cr}} \cdot \mathbf{F}^{\text{pl}} \quad (3.42)$$

dargestellt. Daraus folgt die additive Zerlegung der Dehnraten  $\mathbf{D}$ <sup>5</sup>:

$$\mathbf{D} = \mathbf{D}^{\text{el}} + \mathbf{D}^{\text{pl}} + \mathbf{D}^{\text{cr}}. \quad (3.43)$$

Im Folgenden wird dafür

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}} = \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\text{el}} + \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\text{pl}} + \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\text{cr}} \quad (3.44)$$

als Notation gewählt, was für kleine Dehnraten (und moderate Dehnungen) auch konsistent ist.

### 3.3.3 Gleichgewicht und virtuelle Arbeit

Die Gleichgewichtsbedingungen sind durch

$$\mathbf{t} = \mathbf{n} \cdot \boldsymbol{\sigma} \text{ und } \left( \frac{\partial}{\partial \mathbf{x}} \right) \cdot \boldsymbol{\sigma} + \mathbf{f} = 0 \quad (3.45)$$

---

<sup>5</sup>Die Gl. 3.42 ist in [4] analog zu Gl. 3.41 nur für den elastischen und plastischen Anteil angegeben und ist dann sinngemäß um den Kriechanteil erweitert worden.

gegeben, wobei  $\mathbf{n}$  ein Einheitsvektor normal zur Schnittebene ist,  $\mathbf{t}$  der Spannungsvektor auf der aktuellen Fläche und  $\mathbf{f}$  der Vektor der Volumenkräfte. Ferner gelte

$$\boldsymbol{\sigma} = \boldsymbol{\sigma}^T. \quad (3.46)$$

Die Variation der Arbeit ist

$$\int_S \mathbf{t} \cdot \delta \mathbf{v} dS + \int_V \mathbf{f} \cdot \delta \mathbf{v} dV = \int_V \boldsymbol{\sigma} : \left( \frac{\partial \delta \mathbf{v}}{\partial \mathbf{x}} \right) dV. \quad (3.47)$$

Unter Berücksichtigung, dass für die virtuelle Arbeit, die am Wirbeltensor verrichtet wird,  $\boldsymbol{\sigma} : \delta \mathbf{W} = 0$  gilt, kann Gl.(3.47) auch als

$$\int_S \mathbf{t} \cdot \delta \mathbf{v} dS + \int_V \mathbf{f} \cdot \delta \mathbf{v} dV = \int_V \boldsymbol{\sigma} : \delta \mathbf{D} dV. \quad (3.48)$$

geschrieben werden. Aus der Variation von Gl.(3.39) folgt, dass  $\delta \mathbf{D}$  und  $\delta \mathbf{v}$  kompatibel sind:

$$\delta \mathbf{D} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial \delta \mathbf{v}}{\partial \mathbf{x}} + \left[ \frac{\partial \delta \mathbf{v}}{\partial \mathbf{x}} \right]^T \right) \quad (3.49)$$

und  $\delta \mathbf{v}$  bei gegebenen geometrischen Randbedingungen Null ist. Die Rate der (virtuellen) inneren Arbeit aus Gl.(3.48) kann (mit der Cauchy-Spannung) als Integral über das Referenzvolumen formuliert werden

$$\int_V \boldsymbol{\sigma} : \mathbf{D} dV = \int_{V^0} J \boldsymbol{\sigma} : \delta \mathbf{D} dV^0, \quad (3.50)$$

wobei  $J = dV/dV^0$  das Verhältnis zwischen dem Volumen in der Momentan-konfiguration und dem der Referenzkonfiguration ist. Die Kirchhoff-Spannung

$$\boldsymbol{\tau} = J \boldsymbol{\sigma} \quad (3.51)$$

ist dann die arbeitskonjugierte Größe zur Verzerrungsrate  $\mathbf{D}$ . Zu dem Green-schen Verzerrungsmaß

$$\boldsymbol{\epsilon}^G = \frac{1}{2} (\mathbf{F}^T \cdot \mathbf{F} - \mathbf{I}) \quad (3.52)$$

ist

$$\dot{\boldsymbol{\epsilon}}^G = \frac{1}{2} (\dot{\mathbf{F}}^T \cdot \mathbf{F} + \mathbf{F}^T \cdot \dot{\mathbf{F}}) \quad (3.53)$$

die zugehörige Verzerrungsrate und der zweite Piola-Kirchhoff-Spannungstensor

$$\mathbf{S} = J\mathbf{F}^{-1} \cdot \boldsymbol{\sigma} \cdot \mathbf{F}^{-T} \quad (3.54)$$

die arbeitskonjugierte Spannung. Für einen beliebigen Tensor  $\mathbf{T}$  wird  $\mathbf{T}^{\nabla J}$  als die Jaumann-Rate definiert:

$$\mathbf{T}^{\nabla J} = \dot{\mathbf{T}} - \mathbf{W} \cdot \mathbf{T} + \mathbf{T} \cdot \mathbf{W}. \quad (3.55)$$

Die Jaumann-Rate der Änderung der Kirchhoff-Spannung ist dann nach Anwendung auf Gl. (3.51):

$$\frac{d^{\nabla J}}{dt}(J\boldsymbol{\sigma}) = J(\mathbf{W} \cdot \boldsymbol{\sigma} - \boldsymbol{\sigma} \cdot \mathbf{W}). \quad (3.56)$$

Die konstitutiven Gleichungen werden als Spannungsraten pro Referenzvolumen  $\frac{d^{\nabla J}}{dt}(J\boldsymbol{\sigma})$  definiert.

### 3.3.4 Elastische Eigenschaften

Der Zusammenhang zwischen dem Spannungstensor  $\boldsymbol{\sigma}$  und den elastischen Verzerrungen  $\boldsymbol{\varepsilon}^{\text{el}} = \boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^{\text{pl}} - \boldsymbol{\varepsilon}^{\text{cr}}$  wird mittels des vierstufigen Elastizitätstensors  $\mathbf{C}$  hergestellt:

$$\boldsymbol{\sigma} = \overset{\langle 4 \rangle}{\mathbf{C}} : \boldsymbol{\varepsilon}^{\text{el}}. \quad (3.57)$$

Der Elastizitätstensor hat die Symmetrieeigenschaften  $C_{ijkl} = C_{jikl}$  und  $C_{ijkl} = C_{ijlk}$ . Im isotropen (und orthotropen) Fall sind lediglich  $C_{1111}$ ,  $C_{2222}$ ,  $C_{3333}$ ,  $C_{1122}$ ,  $C_{1133}$ ,  $C_{2233}$ ,  $C_{1212}$ ,  $C_{1313}$ ,  $C_{2323}$  und die zugehörigen symmetrischen Einträge von Null verschieden. In dem in dieser Arbeit betrachteten isotropen Fall kann der Elastizitätstensors  $\mathbf{C}$  aus den Größen  $E$  und  $\nu$  bestimmt werden.

### 3.3.5 Plastische Eigenschaften

Der Spannungstensor als zweistufiger Tensor kann additiv zerlegt werden und ein spurfreier (deviatorischer) Anteil abgespalten werden. Über die Spur des Spannungstensors wird der hydrostatische Druck  $p$  als der sphärische Anteil

$$p = -\frac{1}{3}\boldsymbol{\sigma} : \mathbf{I} = -\frac{1}{3}\text{tr}(\boldsymbol{\sigma}) \quad (3.58)$$

und der Spannungsdeviator  $\mathbf{S}$  durch

$$\mathbf{S} = p\mathbf{I} + \boldsymbol{\sigma} \quad (3.59)$$

als der deviatorische Anteil definiert. Weiter wird eine Vergleichsspannung  $q$  nach VON MISES definiert:

$$q = \sqrt{\frac{3}{2} \mathbf{S} : \mathbf{S}}. \quad (3.60)$$

Da  $q$  nur über den deviatorischen Anteil definiert ist, wirkt sich eine Erhöhung des hydrostatischen Drucks auf dieses Maß nicht aus.

Mit dem Spannungsdeviator und der Vergleichsspannung wird ein Richtungstensor  $\mathbf{n}$  definiert<sup>6</sup>:

$$\mathbf{n} = \frac{3 \mathbf{S}}{2 q} = \sqrt{\frac{3}{2}} \frac{\mathbf{S}}{\|\mathbf{S}\|}. \quad (3.61)$$

Analog kann eine deviatorische Verzerrung  $\mathbf{e}$  definiert werden:

$$\mathbf{e} = \boldsymbol{\varepsilon} - \frac{1}{3} \text{tr}(\boldsymbol{\varepsilon}) \mathbf{I}. \quad (3.62)$$

Auch für die Dehnrate kann eine skalare Vergleichsgröße definiert werden:

$$\dot{\bar{\varepsilon}}^{\text{pl}} = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\text{pl}} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\text{pl}}}, \quad (3.63)$$

bzw. für die Dehnung:

$$\bar{\varepsilon}^{\text{pl}} = \int_0^t \dot{\bar{\varepsilon}}^{\text{pl}} d\tilde{t}. \quad (3.64)$$

Die Fließregel ist

$$d\mathbf{e}^{\text{pl}} = d\bar{\varepsilon}^{\text{pl}} \mathbf{n} \quad (3.65)$$

und beschreibt quasi-statische Inkremente der Dehnungen, was gleichbedeutend mit

$$d\boldsymbol{\varepsilon}^{\text{pl}} = d\bar{\varepsilon}^{\text{pl}} \mathbf{n} \quad (3.66)$$

ist, da die Volumendehnung im plastischen Zustand Null ist und deswegen  $d\boldsymbol{\varepsilon}^{\text{pl}} = d\mathbf{e}^{\text{pl}}$  gilt. Im Falle der hier verwendeten ratenunabhängigen Plastizität ist das Fließen nicht abhängig von der plastischen Dehnrate  $\dot{\bar{\varepsilon}}^{\text{pl}}$  und die Fließbedingung lautet

$$q = \bar{\sigma}(\bar{\varepsilon}^{\text{pl}}). \quad (3.67)$$

---

<sup>6</sup>Dieser Tensor darf nicht mit dem Vektor aus Gl.(3.45) verwechselt werden.

### 3.3.6 Berücksichtigung zeitabhängigen Verhaltens durch Kriechen

Über die Vergleichsspannung  $q$  wird Bezug auf die eindimensionale Kriechvorschrift

$$\dot{\bar{\epsilon}}^{\text{cr}} = C_1 (\sinh(C_2 q))^{C_3} e^{-\frac{C_4}{R(T-T_0)}} \quad (3.68)$$

genommen. Dieser Ansatz beschreibt die äquivalente Kriechdehnrate  $\dot{\bar{\epsilon}}_{\text{cr}}$  und kann als Mischform anderer bekannter Ansätze aufgefasst werden: Für kleine  $q$  entspricht er einer Potenzfunktion und geht für große  $q$  in eine Exponentialfunktion als Kriechvorschrift über. Die Konstanten  $C_1$ ,  $C_2$ ,  $C_3$  und  $C_4$  beschreiben die Kriecheigenschaften des Materials.  $R$  ist die universelle Gaskonstante und  $T$  die Temperatur des Materials.  $T_0$  ist die Bezugstemperatur, die hier als der absolute Nullpunkt mit 0 K gewählt wird. Der Zusammenhang zwischen der skalaren Vergleichskriechdehnrate und der zugehörigen tensoriellen Größe  $\dot{\epsilon}_{\text{cr}}$  ist durch

$$\dot{\epsilon}^{\text{cr}} = \dot{\bar{\epsilon}}^{\text{cr}} \mathbf{n} \quad (3.69)$$

gegeben. Umgekehrt besteht zwischen der tensoriellen und der skalaren Größe die Beziehung:

$$\dot{\bar{\epsilon}}^{\text{cr}} = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\epsilon}^{\text{cr}} : \dot{\epsilon}^{\text{cr}}} . \quad (3.70)$$

Durch Integration über die Rate erhält man die Kriechdehnung:

$$\bar{\epsilon}^{\text{cr}} = \int_0^t \dot{\bar{\epsilon}}^{\text{cr}} d\tilde{t} . \quad (3.71)$$

## 3.4 Ablaufschema des Programmes

In diesem Abschnitt wird das in Abb. 3.19 dargestellte Schema beschrieben. Es werden die einzelnen bis jetzt erläuterten Teilschritte in den gesamten Programmablauf eingeordnet.

**Lesen der Referenzdaten:** Die in die einzelnen Belastungsphasen (Belasten, ggf. Halten und Last absenken) aufgesplitteten Daten des Nanoindenters Zeit [s], Verschiebung [nm] und Kraft [mN] werden in die Einheiten [ $\mu\text{m}$ ] und Kraft [ $\mu\text{N}$ ] konvertiert und in geeigneten Datenstrukturen abgelegt. Aus den eingelesenen Daten wird eine vom Nutzer zuvor ausgewählte Anzahl von Zeit-Verschiebung-Kraft-Tupeln gespeichert. D.h., es werden nicht zwangsläufig alle Referenzdaten verwendet.

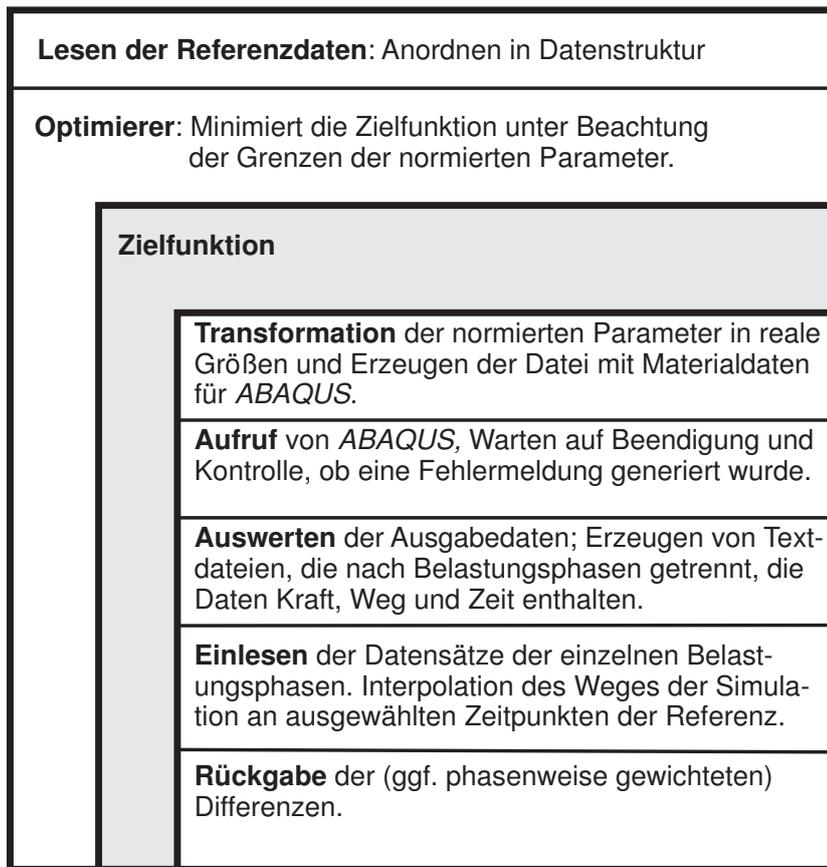


Abbildung 3.19: Struktogramm des Optimierungsprozesses

**Optimierer:** Der Optimierer verwaltet das Aufrufen der zu minimierenden Zielfunktion. Er übergibt die normierten Materialparameter als Vektor und erwartet die (gewichteten) Differenzen der Simulation gegenüber den Referenzwerten als vektorwertigen Rückgabewert. Diese Form der Schnittstelle ermöglicht es, den Optimierungsalgorithmus problemlos ggf. gegen eine andere Implementierung des selben bzw. eines anderen Verfahrens zu tauschen.

**Zielfunktion:** Der Begriff Zielfunktion ist streng genommen in diesem Zusammenhang nur bedingt richtig. Die zu minimierende Zielfunktion  $\phi(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi}))$ , wie in Gl. (3.14) dargestellt, ist die Summe der gewichteten Fehlerquadrate. In der hier verwendeten Implementierung werden die zur Minimierung der Summe der Fehlerquadrate benötigten Ausdrücke vom Optimierer intern gebildet, weswegen  $w_j \mathbf{u}_j(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi}))$  übergeben werden muss. Bei der Verwendung anderer Optimierungsverfahren muss man in den meisten Fällen stattdessen die skalarwertige Summe der Fehlerquadrate  $\phi$  übergeben.

Das Bilden der Zielfunktion ist in die folgenden Funktionen untergliedert: Für jede Evaluation wird ein eigenes Verzeichnis angelegt. In diesem Verzeichnis werden die zum Aufruf des FEM-Programmes benötigten Eingabedateien

und die Ausgaben mit den später weiter zu verarbeitenden Ergebnissen abgelegt.

**Transformation** der normierten Größen in reale Materialwerte und Aufbau einer Eingabedatei für das FEM-Programm, wobei im Falle der nicht-linear verfestigenden Materialien die Stützstellen der Kennlinie, bestehend aus den Wertepaaren plastische Verzerrung und Spannung, in einer Unterfunktion wie oben beschrieben ermittelt werden.

**Aufruf von ABAQUS:** Die Kontrolle über den Programmablauf wird an ein in  $C$  geschriebenes Programm übergeben. Dieses verwaltet den Aufruf von *ABAQUS*. Nach dem Ende der Berechnung durch *ABAQUS* wird aus der Protokolldatei der Fehlerstatus ermittelt. Für den Fall, dass die Berechnung selber Fehler aufweist, wird der gesamte Identifikationsprozess abgebrochen. Sollte der Fehler durch ein externes Ereignis ausgelöst worden sein, so wird die Berechnung mit *ABAQUS* erneut angestoßen.

**Auswerten** der Ausgabedaten: Aus der binären Ausgabedatei werden nach Belastungsphasen getrennt die Daten der Simulation Zeit [s], Verschiebung [ $\mu\text{m}$ ] und Kraft [ $\mu\text{N}$ ] extrahiert. Außerdem wird die Kontur des verbleibenden Eindrucks ermittelt und als Datei abgelegt.

**Einlesen** der Datensätze aus der Simulation: Die Datensätze mit Zeit, Verschiebung und Kraft werden eingelesen und die benötigten Zwischenwerte zu den ausgewählten Zeitpunkten der Referenzdaten per Interpolation ermittelt.

Die **Rückgabe** der (gewichteten) Differenzen beendet die Auswertung der Zielfunktion.

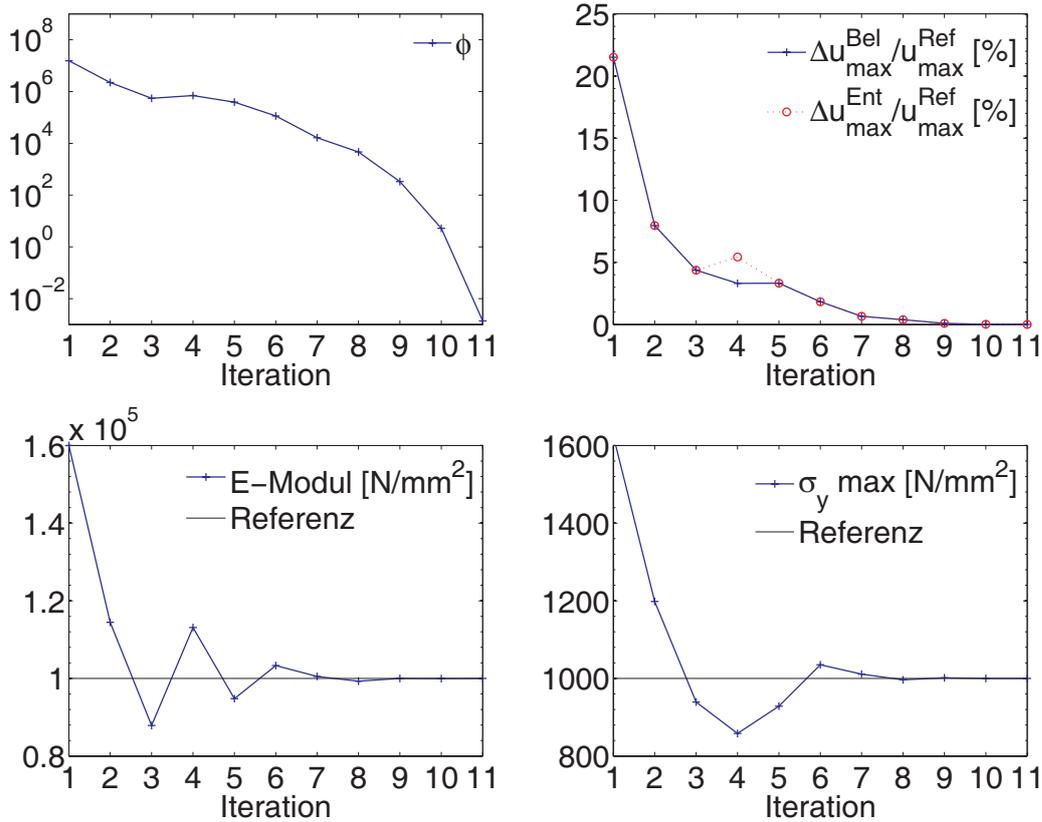
## 3.5 Parameteridentifikation mit konischem Indenter und synthetischen Referenzdaten

### 3.5.1 Konvergenz des Optimierungsproblems bei zutreffender Materialhypothese

Nachfolgend dargestellt ist die Identifikation von zwei Materialparametern anhand synthetischer Last-Zeit-Weg-Kurven.

Es wird für das elastisch-ideal plastische Materialmodell mit den Kennwerten  $E = 100000 \text{ N/mm}^2$ ,  $\nu = 0,3$  und  $\sigma_y = 1000 \text{ N/mm}^2$  eine Referenzkurve berechnet. Die so errechneten Rohdaten der Belastungsphase werden gemäß Gl. (3.7) geglättet, genauso wie die Belastungskurven während des Identifikationsprozesses. Die für die Identifikation festzulegenden „Stellgrößen“ sind neben den Intervallen der zu suchenden Parameter  $E$  und  $\sigma_y$  die Gewichtung

### 3 Parameteridentifikation mittels Nanoindentation

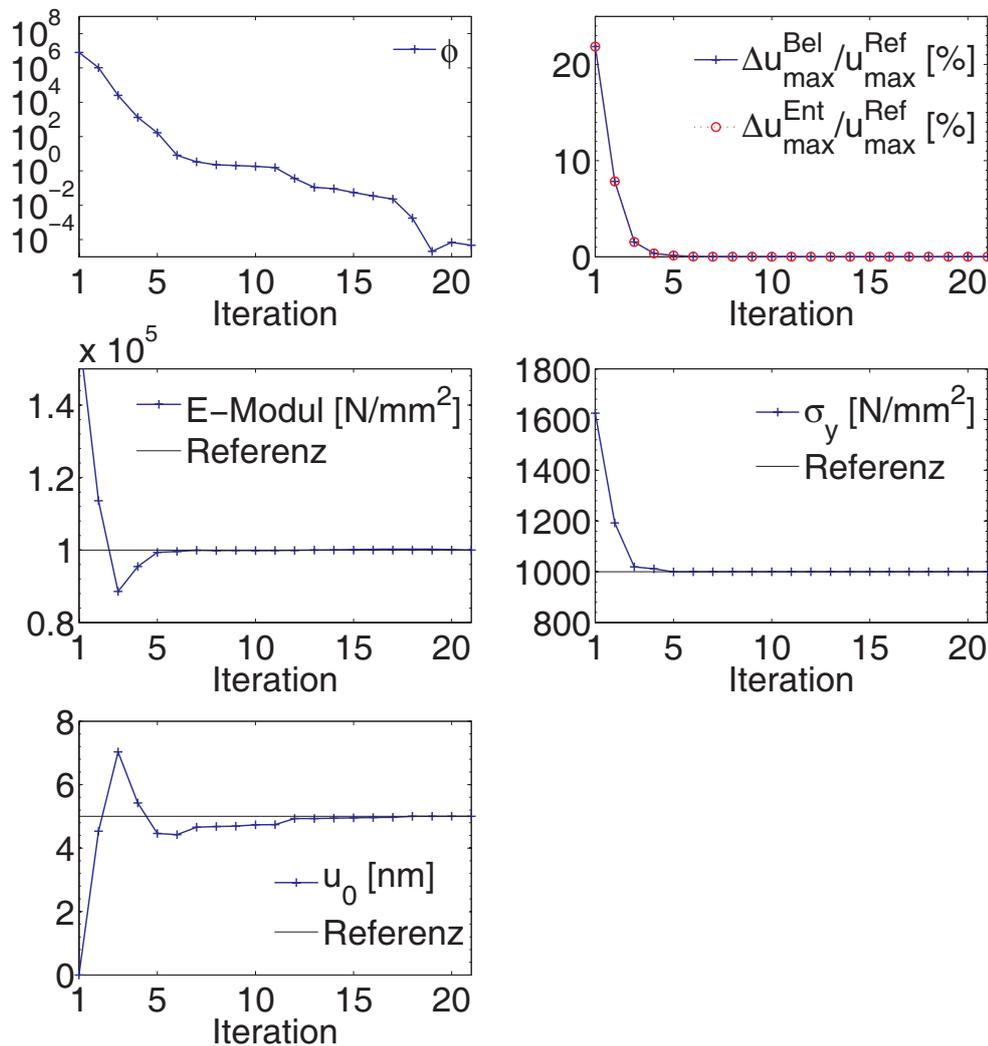


**Abbildung 3.20:** Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des bilinearen Materialmodells; Gewichtung: 1 : 5, normierte Schrittweite der finiten Differenzen:  $10^{-3}$

der Wegdifferenzen und die normierte Schrittweite für die finiten Differenzen. Der Parameter  $\nu$  wird im Identifikationsprozess als fehlerfrei bekannt vorausgesetzt. Für ausgewählte Gewichtungen und Schrittweiten wird bestimmt, ob die für die Referenzkurve benutzten Materialparameter „wiederentdeckt“ werden können. Dargestellt werden die Verläufe der gewichteten Zielfunktion, der Betrag der prozentualen Abweichung gegenüber der maximalen Eindringtiefe, sowie der Verlauf der Parameter  $E$  und  $\sigma_y$ .

Zusätzlich wird jetzt noch eine konstante Verschiebung der Eindringtiefe von  $u_0 = 5 \text{ nm}$  als durch die Optimierung zu bestimmende Größe mit aufgenommen, wie sie durch das fehlerhafte Bestimmen der Nullpunktlage hervorgerufen wird. Alle drei in den Abb. 3.21, 3.22 und 3.23 dargestellten Varianten des Identifikationsprozesses erreichen mit derselben Anzahl von Iterationen vergleichbare Fehlermaße. Der Verlauf der gewählten Parameter ist dabei aber unterschiedlich. Die Wahl der Gewichtung und der Schrittweite ist in den hier untersuchten Fällen von geringer Bedeutung. Die Größe der Schrittweite gewinnt erst bei Erreichen der Referenzwerte an Bedeutung,

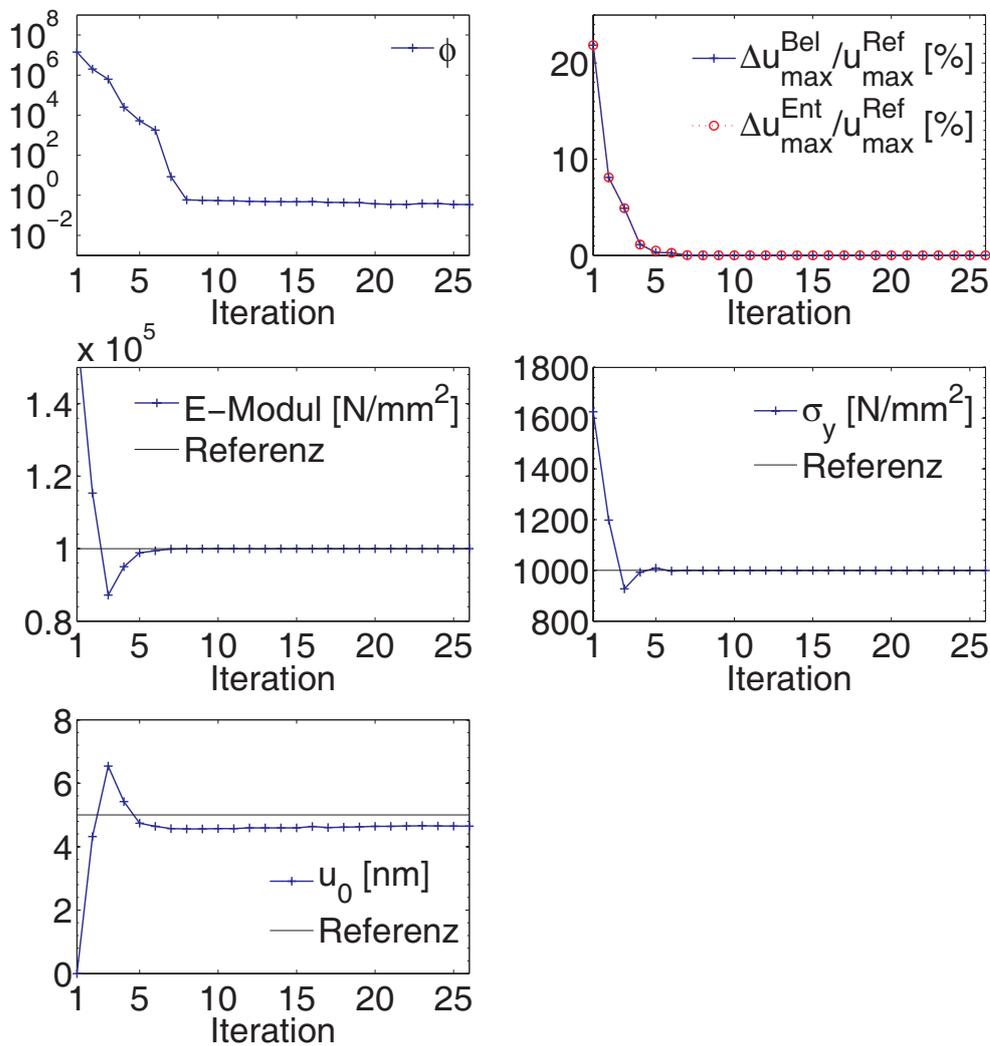
also in der Nähe des Minimums, da sich bei kleinerer Schrittweite auch die erzielbare Differenz verringert. Die höchste Konvergenzgeschwindigkeit ist für eine Schrittweite von  $10^{-4}$  erreicht worden. Abb. 3.22 stellt eine Erweiterung des Versuches aus Abb. 3.20 dar, bei dem die Referenz um 5 nm verschoben wurde. Abb. 3.20 dient zum Vergleich. Die erweiterte Version verbessert die Zielfunktion bis zur siebenten Iteration schneller, danach findet keine Verbesserung mehr statt, da sie an einem lokalen Minimum „hängen“ geblieben ist.



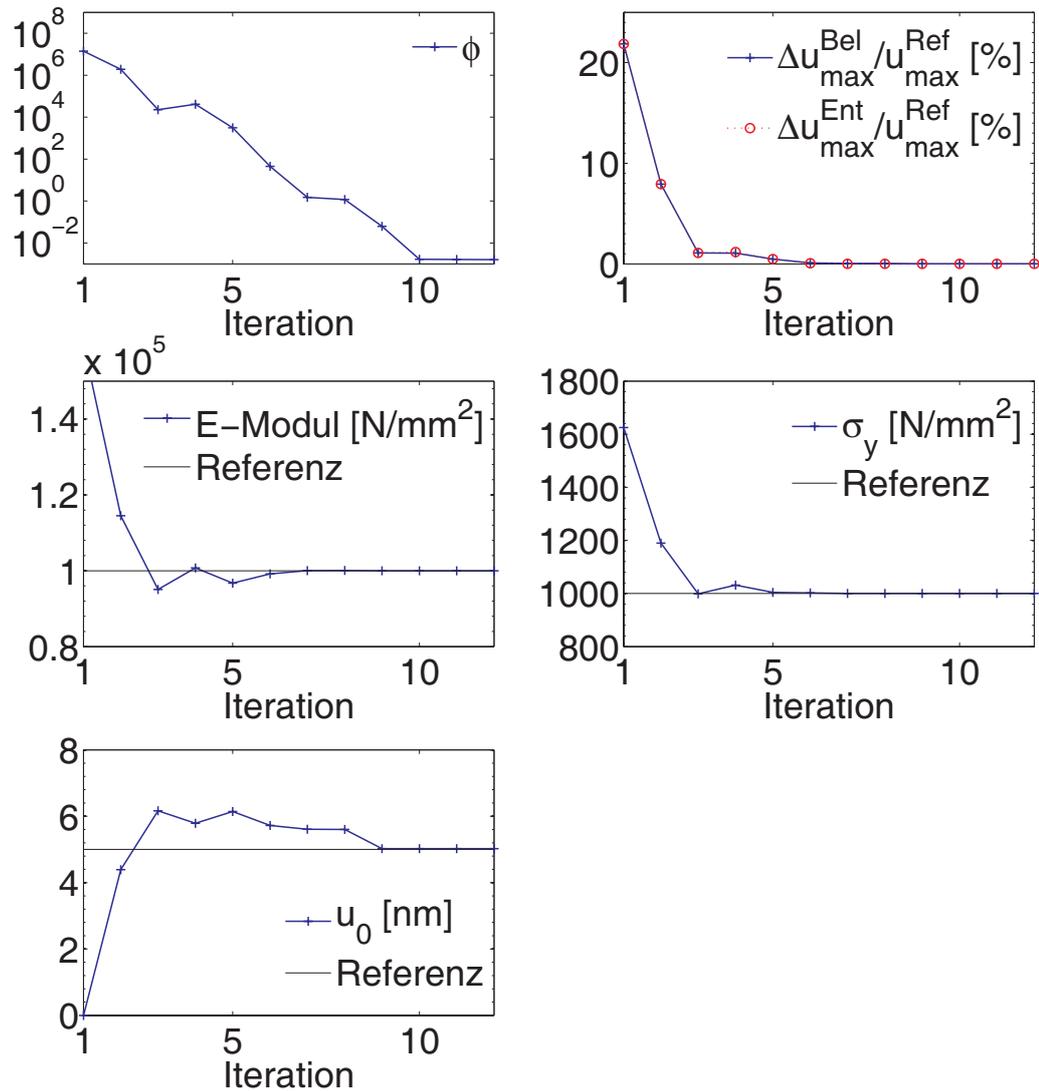
**Abbildung 3.21:** Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des bilinearen Materialmodells und einer Verschiebung des Nullpunktes des Weges; Gewichtung: 1 : 1, normierte Schrittweite der finiten Differenzen:  $10^{-3}$

Der geringe Einfluss der Gewichtung auf die zu identifizierenden Wer-

te begründet sich dadurch, dass während der Identifikation dasselbe numerische Modell verwendet wird und deswegen sowohl die Referenz als auch die Simulationen während der Identifikation die gleichen numerischen Fehler enthalten. Die Schrittweite für die Bildung der Differenzen ist in größerer Entfernung vom Minimum von geringer Bedeutung, da die durch die Simulation errechneten Zeit-Weg-Kurven durch den Interpolationsansatz während der Belastungsphase „entstört“ wurden und sich das durch den Kontaktalgorithmus hervorgerufene Rauschen deswegen nicht gravierend auf die zu minimierende Zielfunktion  $\phi$  auswirkt.



**Abbildung 3.22:** Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des bilinearen Materialmodells und einer Verschiebung des Nullpunktes des Weges; Gewichtung: 1 : 5, normierte Schrittweite der finiten Differenzen:  $10^{-3}$



**Abbildung 3.23:** Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des bilinearen Materialmodells und einer Verschiebung des Nullpunktes des Weges; Gewichtung: 1 : 5, normierte Schrittweite der finiten Differenzen:  $10^{-4}$

### 3.5.2 Identifikation mit nicht zutreffender Materialhypothese für eine Referenzkurve mit bilinearem Materialmodell

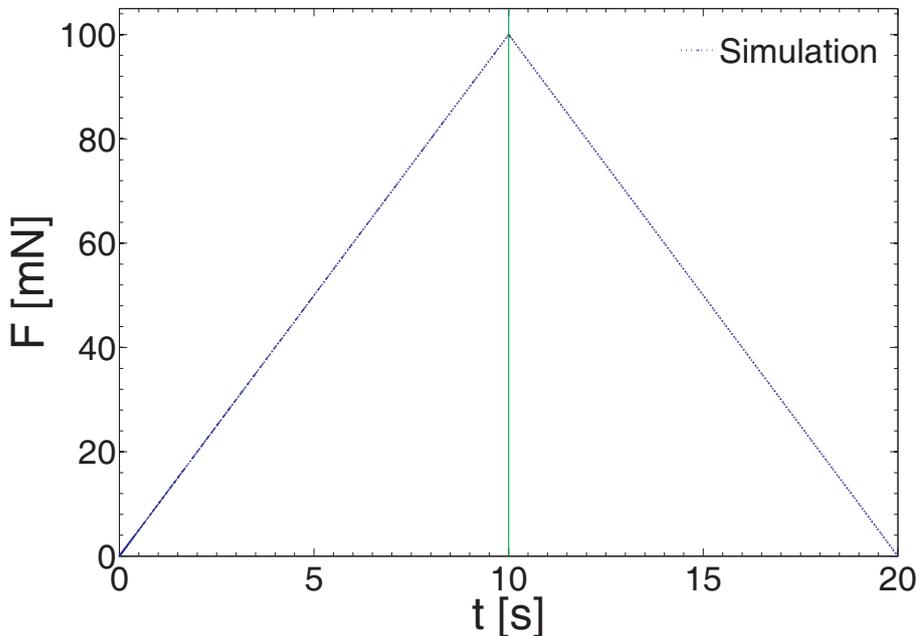
Das Modell und der Ablauf des Programmes sollen an synthetischen Referenzdaten unter der Annahme getestet werden, dass die dem zu untersuchenden Material zugrunde liegende Materialvorschrift nicht bekannt ist.

Die wesentliche Fragestellung ist, ob das Vorliegen einer nicht zutreffenden

Annahme über die Materialeigenschaften bei der Verwendung eines BERKOVICH-Indenters bzw. eines rotationssymmetrischen Ersatzmodelles bemerkt werden kann. Um diesen Sachverhalt zu prüfen, werden hier synthetische Referenzen betrachtet, die auf Grundlage *bilinearen* Materialverhaltens nach Abb. 3.13 in Kapitel 3.2.3 berechnet werden. Die errechneten Zeit-Weg-Verläufe für vorgegebene Zeit-Kraft-Verläufe sollen per Identifikationsprozess für ein *elastisch-ideal plastisches* Materialverhalten nach Abb. 3.12 in Kapitel 3.2.2 so gut wie möglich abgebildet werden, wobei eine zehnfach höhere Gewichtung der Entlastungskurve gegenüber dem Belastungskurve vorgenommen wird.

Die beiden für die Betrachtung herangezogenen synthetische Referenzen haben die gemeinsamen Materialkennwerte  $E = 200000 \text{ N/mm}^2$ ,  $\nu = 0,3$  und  $\sigma_y = 400 \text{ N/mm}^2$ . Sie unterscheiden sich in dem Wert, der die Verfestigung beschreibt: Das eine Material Referenz A weist einen Wert von  $\sigma_{1,A} = 600 \text{ N/mm}^2$  bei einer Dehnung von  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,1$  auf, während das Material Referenz B einen Wert von  $\sigma_{1,B} = 800 \text{ N/mm}^2$  hat. Die Spannungs-Dehnungs-Kurven der Referenzmaterialien sind auch in der weiter unten erläuterten Abb. 3.30 der Optimierungsergebnisse dargestellt.

Abb. 3.24 zeigt den für die synthetischen Referenzen und den für den Identifikationsprozess vorgegebenen Kraft-Zeit-Verlauf.



**Abbildung 3.24:** Kraft-Zeit-Verlauf für die beiden synthetischen Referenzen und nachfolgender Simulationen während der Identifikation; maximale Last: 100 mN

Abb. 3.25 zeigt den Weg-Zeit-Verlauf für das gefundene Optimum zur Referenz A. Abb. 3.26 zeigt den Wegdifferenz-Zeit-Verlauf und Abb. 3.27 den Kraft-Weg-Verlauf für das gefundene Optimum zur Referenz A.

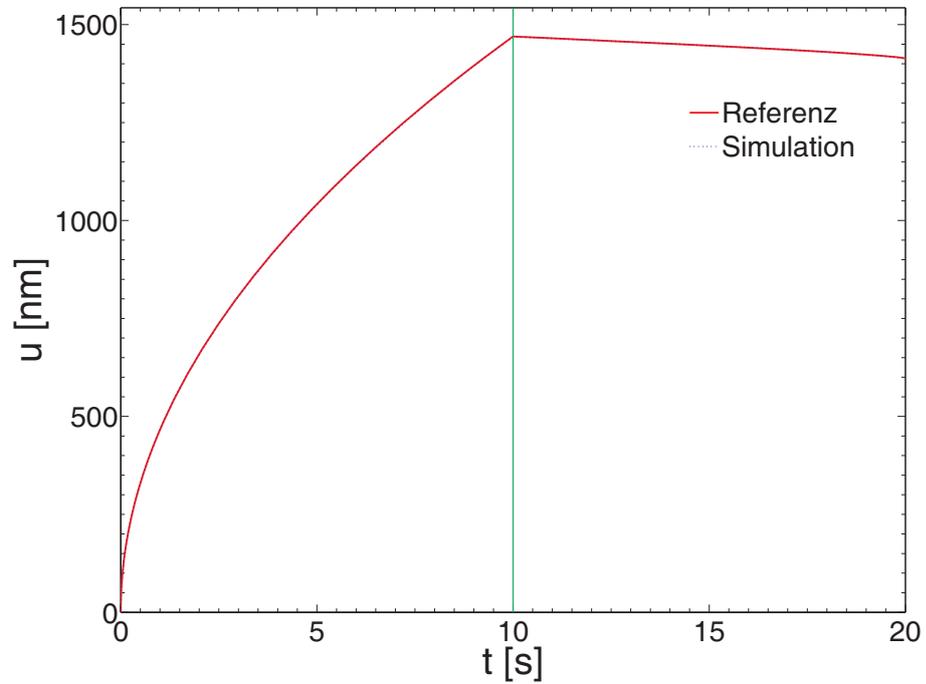


Abbildung 3.25: Weg-Zeit-Verlauf zur Identifikation an Referenz A

3 Parameteridentifikation mittels Nanoindentation

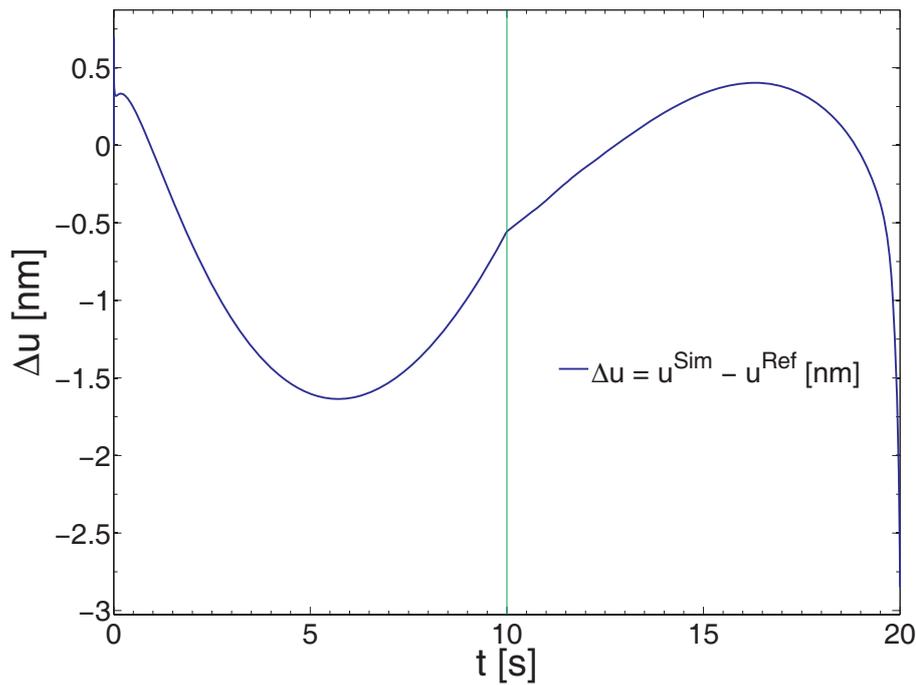


Abbildung 3.26: Verlauf der Wegdifferenz zwischen der Simulation und der Referenz A bei erreichtem Optimum

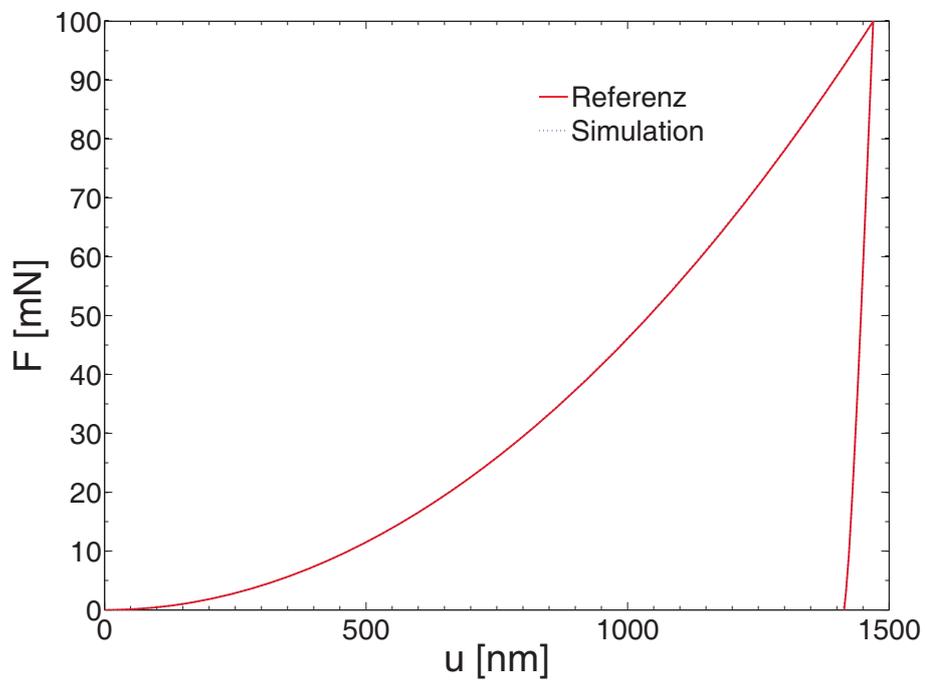


Abbildung 3.27: Kraft-Eindringtiefe-Verlauf bei erreichtem Optimum für Referenz A

Abb. 3.28 zeigt den Wegdifferenz-Zeit-Verlauf und Abb. 3.29 den Kraft-

Weg-Verlauf für das gefundene Optimum zur Referenz B.

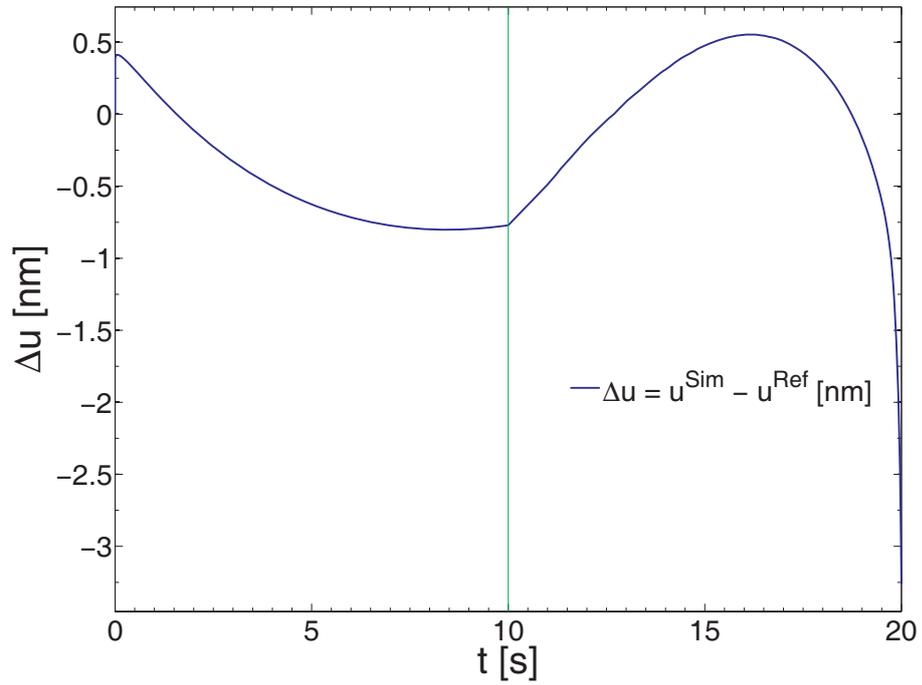


Abbildung 3.28: Verlauf der Wegdifferenz zwischen der Simulation und der Referenz B bei erreichtem Optimum

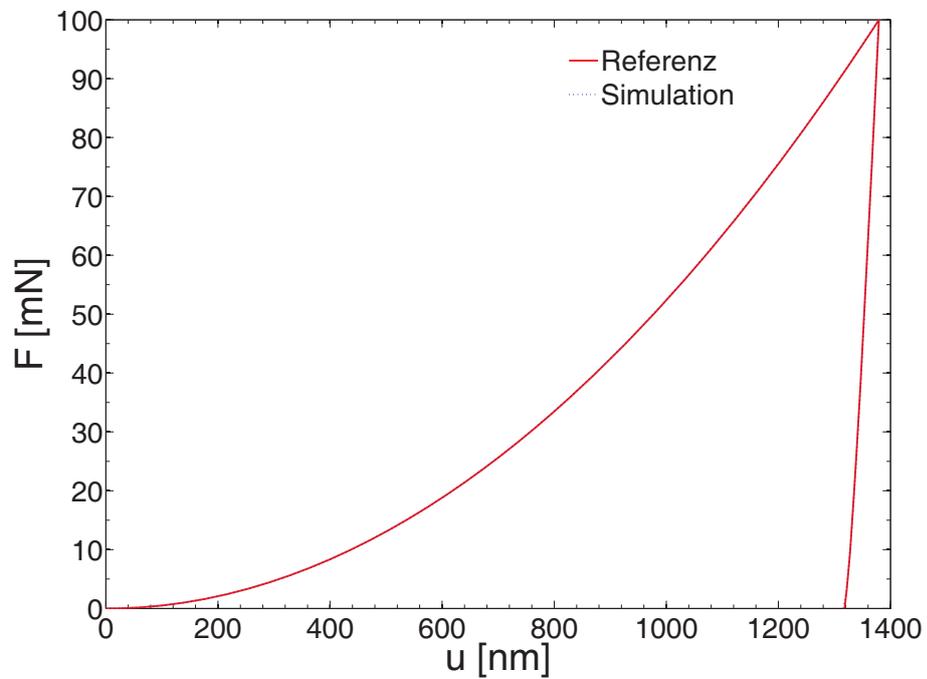


Abbildung 3.29: Kraft-Eindringtiefe-Verlauf bei erreichtem Optimum für Referenz B

In Tabelle 3.2 sind die Ergebnisse der beiden Identifikationsprozesse gegenübergestellt. Aufgrund der starken Betonung der Entlastungskurve durch die Gewichtung stimmen die E-Moduln der beiden Optima mit ihren Referenzen recht gut überein, während die Abweichungen in den Fließspannungen deutlich sind. Die größte prozentuale Abweichung der Verschiebungen beträgt 0,2%. Die Bestimmung der E-Moduln nach der Methode von OLIVER und PHARR liefert große Abweichungen gegenüber dem E-Modul, der in die Simulation einging. Die Abweichung ist wie auch bereits in Abschnitt 2.5 festgestellt für das nicht verfestigende Material größer als für das verfestigende, während die Abweichung des mit der Höhe des Aufwurfes bestimmten E-Moduls  $E^{\text{FEM}}$  für alle vier Versuche gering ist. Die nach OLIVER und PHARR bestimmte Härte  $H^{\text{tra}}$  ist für alle Versuche praktisch gleich, während die aus den Kontaktdaten errechnete  $H^{\text{FEM}}$  nur zwischen der jeweiligen Referenz und dem zugehörigen Optimum eine sehr gute Übereinstimmung liefert.

Abb. 3.30 zeigt den Spannungs-Dehnungs-Verlauf der beiden Referenzen und ihrer zugehörigen Optima, außerdem sind die Schnittpunkte zwischen Referenz und Optimum eingezeichnet. Die Schnittpunkte liegen bei einer totalen Dehnung von ungefähr 0,04.

MESSGRÖSSE	Optimum A	REFERENZ A	Optimum B	REFERENZ B
$E$ [N/mm <sup>2</sup> ]	194112	200000	187954,3	200000
$\sigma_y$ [N/mm <sup>2</sup> ]	490,4	400	568,6	400
$\sigma_{\text{max}}$ [N/mm <sup>2</sup> ]		600		800
$\Delta h_{\text{min}}^{\text{Bel}}$ [nm]	1,6		0,8	
$\Delta h_{\text{max}}^{\text{Bel}}$ [nm]	0,7		0,4	
$\Delta h_{\text{min}}^{\text{Ent}}$ [nm]	2,8		3,3	
$\Delta h_{\text{max}}^{\text{Ent}}$ [nm]	0,4		0,6	
$\Delta h/h_{\text{max}}$ [%]	0,2		0,2	
$E^{\text{tra}}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	251886	238187	241733	225450
$E^{\text{FEM}}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	202940	206247	196078	205312
$H^{\text{tra}}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	2833.6	2838.1	3032.3	3039.4
$H^{\text{FEM}}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1280.1	1483.3	1485.8	1881.6

**Tabelle 3.2:** Tabelle der gefundenen Optima eines elastisch-ideal plastischen Materials für eine Referenz nach dem verfestigenden, bilinearen Materialmodell.

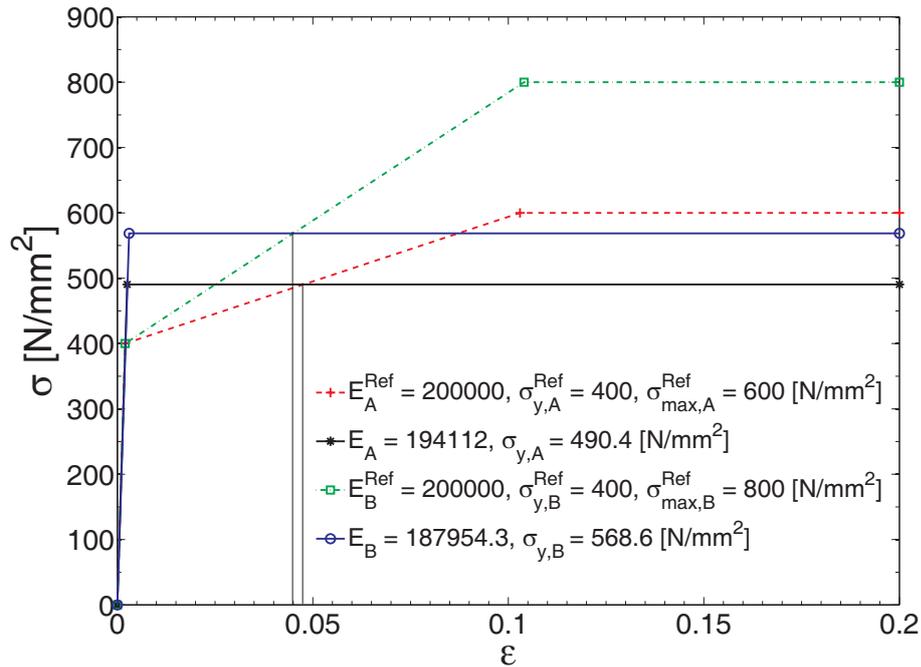


Abbildung 3.30: Beziehung zwischen den Spannungen und totalen Dehnungen für Referenzen und Optima

### 3.5.3 Identifikation mit nicht zutreffender Materialhypothese für das elastisch-ideal plastische Modell

Es wird hier auch der umgekehrte Fall betrachtet, wobei ein elastisch-ideal plastisches Material als synthetische Referenz herangezogen wird. Für dieses Material mit den Kennwerten  $E = 200000 \text{ N/mm}^2$ ,  $\nu = 0,3$  und  $\sigma_y = 400 \text{ N/mm}^2$  wird die Last-Weg-Kurve bestimmt.

Danach wird für das bilineare Materialmodell eine Optimierung mit zehnfacher Gewichtung des Entlastungsvorganges durchgeführt: Dabei wird die gleiche Querkontraktion wie für die Referenz verwandt,  $\Delta\epsilon^{\text{pl}} = 0,1$  festgelegt und der E-Modul wird abweichend von der Referenz gewählt. Es verbleiben die zwei zu optimierenden Parameter  $\sigma_y$  und  $\Delta\sigma$ . Die Spannung  $\sigma_{\text{max}}$  bei der Verzerrung  $\Delta\epsilon^{\text{pl}} = 0,1$  beträgt dann  $\sigma_{\text{max}} = \sigma_y + \Delta\sigma$ .

Dieser Prozess wird für verschiedene Varianten des innerhalb einer Optimierung abweichend festgelegten E-Moduls wiederholt. Dabei betragen die Moduln von  $E = 150000 \text{ N/mm}^2$  bis  $E = 250000 \text{ N/mm}^2$ . Für jede Variation werden die Parameter  $\sigma_y$  und  $\Delta\sigma$  so bestimmt, dass eine möglichst gute Übereinstimmung der Last-Weg-Kurven vorliegt. Da die Last vorgegeben ist, ist sie die fehlerfreie Größe. Die größte Abweichung der gefundenen Optima beträgt 0,8% der maximalen Eindringtiefe, die für die Referenz 1135,2 nm ist. Diese Abweichung kann unabhängig von etwaigen experimentellen Feh-

3 Parameteridentifikation mittels Nanoindentation

MESSGRÖSSE	1	2	3	4	5	6	REFERENZ
$E$ [N/mm <sup>2</sup> ]	150000	175000	190000	210000	225000	250000	200000
$\sigma_y$ [N/mm <sup>2</sup> ]	295,3	274,7	196,9	201,8	285,3	200,7	400
$\sigma_{\max}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	570,7	590,2	731,8	717,9	552,9	702,9	0
$\Delta h_{\min}^{\text{Bel}}$ [nm]	0,4	0,8	1,1	2,3	3,8	3,5	
$\Delta h_{\max}^{\text{Bel}}$ [nm]	7,1	4,0	3,6	1,8	0,0	0,0	
$\Delta h_{\min}^{\text{Ent}}$ [nm]	6,8	3,4	2,6	1,0	0,5	1,0	
$\Delta h_{\max}^{\text{Ent}}$ [nm]	7,1	4,0	3,6	1,8	3,2	4,3	
$\Delta h/h_{\max}$ [%]	0,6	0,4	0,3	0,2	0,3	0,4	
$E^{\text{tra}}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	170161	196197	199462	221281	257645	265018	261687
$E^{\text{FEM}}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	154621	179047	195583	216473	229565	254565	208438
$H^{\text{tra}}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1833,3	1831,4	1831,6	1830,1	1827,8	1828,1	1825,3
$H^{\text{FEM}}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1363,1	1372,1	1584,5	1574,5	1302,9	1514,6	1038,3

**Tabelle 3.3:** Tabelle der gefundenen Optima eines verfestigenden Materials mit abweichend von der Referenz festgelegten E-Modulen.

lern toleriert werden, da die Kontaktiteration (wie zuvor in Abb. 3.9 und 3.11 erläutert) bereits Schwankungen in ähnlicher Größe verursacht. Die in Tabelle 3.3 gemachten Angaben zu den Wegabweichungen beziehen sich auf die nach Gl. 3.7 vorgenommene Interpolation und Glättung der Rohdaten aus der FE-Berechnung.

In Abb. 3.31 ist der Weg-Zeit-Verlauf des Referenzmodells aufgetragen und in Abb. 3.32 sind die Referenz und die sechs gefundenen Optima mit den abweichend vorgewählten E-Moduln dargestellt.

Um die Abweichungen der verschiedenen Kurven deutlicher hervorzuheben, werden die Differenzen gegenüber der Referenzlösung aufgetragen. Der Darstellung in Abb. 3.33 kann entnommen werden, dass die Kurven während der Entlastung in ihrer Abweichung gegenüber der Referenz einer deutlichen Tendenz folgen. Sie haben in ihrem gesamten Verlauf entweder eine größere oder eine kleinere Steigung. Obwohl die Kurven nur um einige Nanometer von der Referenz abweichen, liegt deutlich sichtbar ein systematischer Fehler vor, der dem gefundenen Optimum anhaftet. Deswegen wird das Verfahren von OLIVER und PHARR (s.a. Teil 1) auf die erhaltenen Lösungen angewendet, um eine Aussage darüber machen zu können, was man mit konventionellen Auswertemethoden als Ergebnis für solch ein Material erhalten hätte. Die Gültigkeit der Aussagen, die erhalten werden können, ist allerdings dadurch

### 3 Parameteridentifikation mittels Nanoindentation

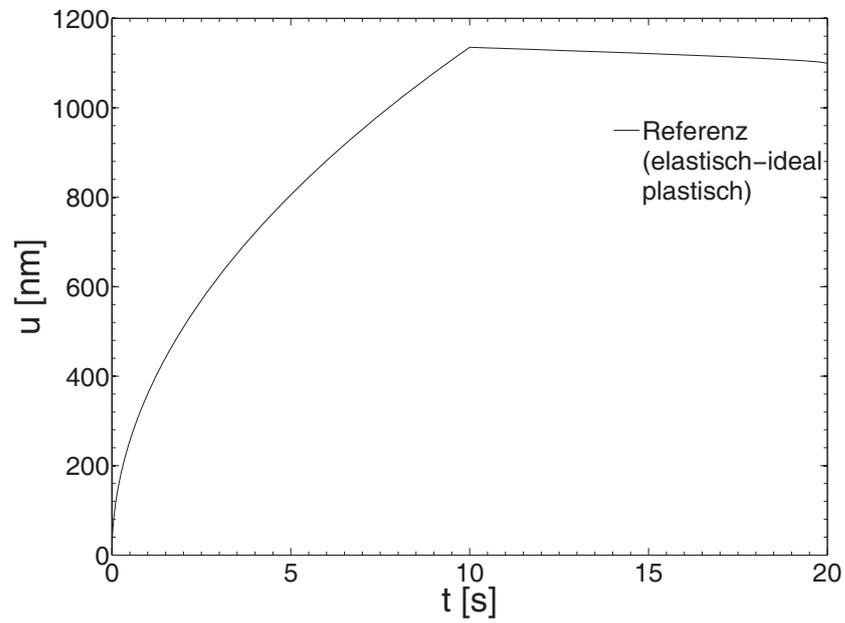


Abbildung 3.31: Weg-Zeit-Verlauf des Referenzmodells

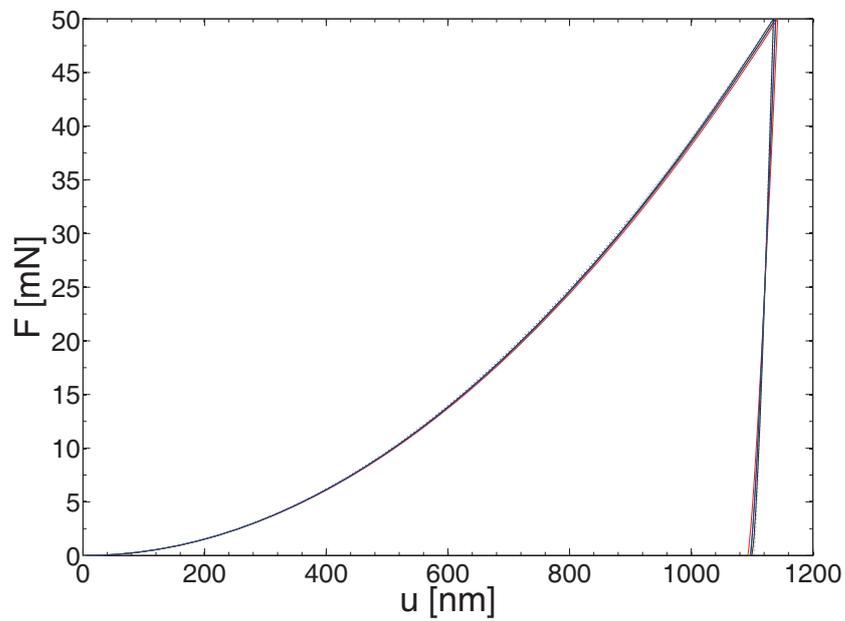
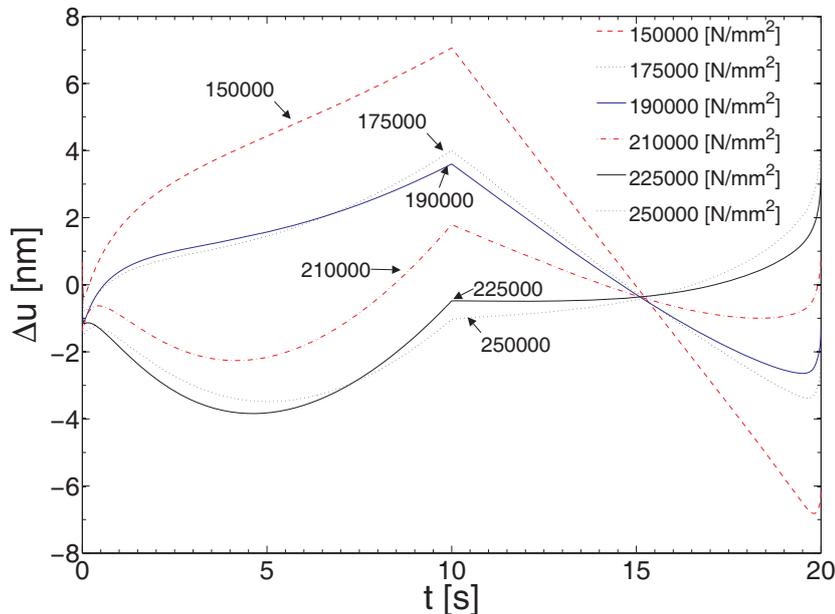


Abbildung 3.32: Kraft-Weg-Verlauf der Referenz und der sechs gefundenen Optima

eingeschränkt, dass der Ansatz ein Einsinken des umgebenden Materials vorsieht, was hier in keinem Fall gegeben ist. Trotzdem ist die Anwendung nicht praxisfremd, da zumindest die Materialdaten der Referenz einem idealisierten handelsüblichen, warm gewalzten Stahl entsprechen. Selbst die Spannungsmaxima der verfestigenden Stähle erreichen lediglich ca. 50% der Höchstwerte von Wälzlagerstählen, deren Fließgrenzen z.T. mit mehr als  $2400 \text{ N/mm}^2$  (nach [9]) angegeben werden. Der Tabelle 3.3 kann entnommen werden, dass für die einzelnen Größen der Tendenz nach dieselben Aussagen wie zuvor in 3.5.2 gelten. Insbesondere ist hervorzuheben, dass obwohl alle Kraft-Weg-Verläufe nahezu gleich aussehen, die Differenzen in den Steigungen doch immer noch über die Größenverhältnisse der E-Moduln untereinander Auskunft geben, da die Sortierung der E-Moduln für die Referenz und die Optima dieselbe aufsteigende Reihenfolge haben.

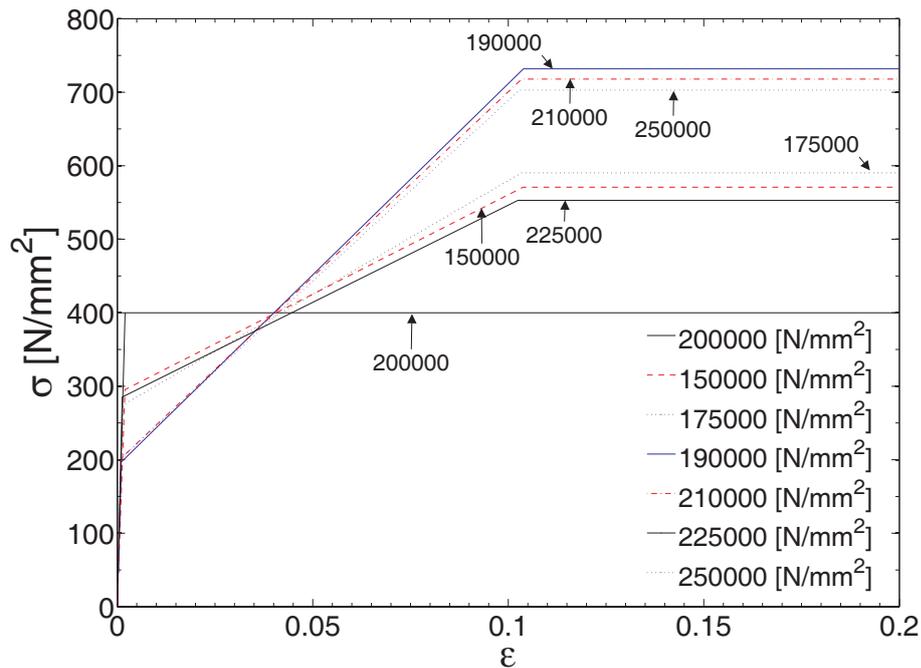


**Abbildung 3.33:** Differenzen im Weg-Zeit-Verlauf gegenüber dem Referenzmodell

Abb. 3.34 zeigt wie schon zuvor, dass sich alle Spannungs-Dehnungs-Kurven ungefähr in einem Punkt kreuzen, der wieder bei einer totalen Dehnung von ungefähr 0,04 liegt. Diese Tatsache ist bereits 1948 von TABOR in analoger Form in [68] und später in [8] beschrieben worden. TABOR stellte fest, dass einem Indenter und Materialien, die alle derselben Materialvorschrift genügen, eine „repräsentative Verzerrung“ („representative strain“)  $\epsilon_R$  zugeordnet werden kann, bei der sich alle Spannungs-Dehnungs-Kurven kreuzen müssen, wenn sie dieselbe Härte haben. Diese Feststellung gilt in ähnlicher Form auch für die durch Optimierung gefundenen Kurven, wobei

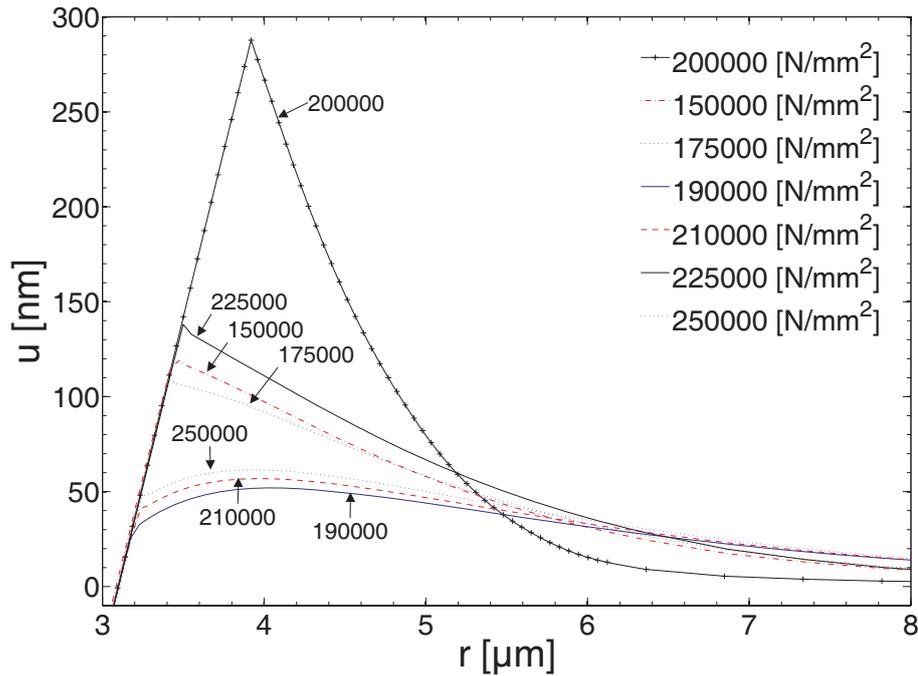
sich allerdings andere Kreuzungspunkte ergeben, da TABOR eine andere Materialvorschrift<sup>7</sup> verwendete und seinen Vergleich nur auf die Härte bezog.

Diese Eigenschaft einem Prüfkörper (und einer Materialvorschrift) eine spezifische Größe  $\varepsilon_R$  zuordnen zu können, ist in [20] genutzt worden, um mit dualen Versuchen mit spitzen Indentern verschiedener Öffnungswinkel doch noch elastisch-plastische Materialparameter bestimmen zu können. Dabei werden Versuche mit verschiedenen Formen von Prüfkörpern an der selben Probe durchgeführt. Zusätzlich zu den zwei Parametern, die aus einer Indentation bestimmt werden können, muss für jeden Parameter darüber hinaus ein weiterer Versuch durchgeführt werden. Der Vorteil, somit auch an kleinen Probenkörpern, die aufgrund ihrer Abmessung einer Kugelindentation nicht mehr zugänglich sind, doch noch mehrere Materialparameter bestimmen zu können, wird allerdings mit dem Nachteil erwirkt, die „Individualität“ der Messung aufgeben zu müssen, da nicht am gleichen Ort zweimal gemessen werden kann. An dem Ort der zweiten Messung könnten ja prinzipiell andere physikalische Eigenschaften vorliegen.



**Abbildung 3.34:** Repräsentative Verzerrungen für das bilineare Materialmodell

<sup>7</sup>TABOR verwendete „MEYER’s law“, ein Potenzgesetz, das heute im deutschsprachigen Raum meistens nach LUDWIK benannt ist. Die Materialvorschrift ergibt sich als Sonderfall der im Abschnitt 3.2.6 erklärten modifizierten Materialvorschrift mit  $\sigma_y = 0$ .



**Abbildung 3.35:** Verschiedene Formen des Aufwurfs bei identischem Kraft-Weg-Verlauf

Für alle Variationen sind die Konturen des verbleibenden Eindrucks in Abb. 3.35 dargestellt. In der Abbildung ist nicht der gesamte Eindruck dargestellt, sondern lediglich der Rand des Aufwurfes, der das Niveau der Ausgangskonfiguration überschreitet. Allen Parameterkombinationen ist gemeinsam, dass es kein Einsinken gibt, sondern alle einen Aufwurf aufweisen. Der größte Aufwurf gehört zur nicht verfestigenden Referenz. Innerhalb der recht dicht bei einander liegenden Graphen der Gruppe der verfestigenden Werkstoffe beträgt der Unterschied der Maxima der bleibenden Oberflächenverschiebungen weniger als 50 nm. Die Abweichung des größten Maximums der verfestigenden Materialien zur Referenz beträgt ca. 200 nm. Die Kurven mit den festgelegten E-Moduln  $E = 190000 \text{ N/mm}^2$  und  $E = 210000 \text{ N/mm}^2$  unterscheiden sich lediglich um 5% von der Referenz. Es ist erkennbar, dass für Materialien mit vergleichbaren Last-Weg-Verläufen die Verfestigungseigenschaften einen deutlichen Einfluss auf die Ausbildung des bleibenden Eindrucks ausüben.

Die Konsequenz ist, dass mittels des konischen Indenters und unter alleiniger Verwendung von Kraft-Weg-Daten nur eine eingeschränkte Möglichkeit zur Identifizierung der Materialparameter besteht. Die Identifizierung wäre vollständig möglich, wenn sichergestellt wäre, dass ein nicht verfestigendes Material vorliegt. Des Weiteren wäre die Identifizierung möglich, wenn die der Referenz zugrunde liegende Werkstoffhypothese und alle bis auf zwei zu

findende Parameter bekannt wären.

Der erfolgversprechendste Ansatz zur Ermittlung von mehr als zwei Parameter ist allerdings die Berücksichtigung weiterer Informationen, die dann mit in die zu minimierende Funktion aufgenommen werden. Prinzipiell besteht die Möglichkeit, Informationen über die Beschaffenheit der Oberfläche zu gewinnen. Zum einen kann die Oberfläche mit einem Kraftmikroskop (*atomic force microscope*, Abk.: *AFM*) abgetastet werden, wobei die praktische Schwierigkeit darin besteht, überhaupt einen der Eindrücke mit der Prüfspitze zu treffen und diesem dann die zugehörige gemessene Kurve zu zuordnen. Die andere Möglichkeit der Vermessung der Oberfläche ist durch optionale Aufrüstung einiger Indentermodellen möglich, z.B. dem *Nanoindenter XP* des Herstellers *MTS*, der mit der Option *NanoVision* ausgestattet werden kann. Dabei legt der Indenter ein Prüffeld von 64 mal 256 Punkten an und tastet nach dem Eindringversuch mit einer Kraft von  $10 \mu\text{N}$  die Umgebung des Eindruckes ab und protokolliert zu jedem Abtastpunkt seine Koordinaten. Das mit den neuen Informationen zu formulierende Problem wird als Mehrkriterienoptimierung bezeichnet. In Anlehnung an [13] (S. 86) kann eine geeignete Zielfunktion wie folgt formuliert werden:

$$\begin{aligned} \phi(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi})) &= \sum_{j=1}^3 \frac{w_j^2}{n_j} \sum_{i=1}^n (u_{i,j}(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi})) - u_{i,j}^{\text{Ref}})^2 + \sum_{k=1}^m (\bar{u}_k(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi})) - \bar{u}_k^{\text{Ref}})^2 \\ &= \sum_{j=1}^3 \frac{w_j^2}{n_j} (\Delta \mathbf{u}_j^{\text{T}}(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi})) \Delta \mathbf{u}_j(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi}))) \\ &\quad + \frac{1}{m} (\Delta \bar{\mathbf{u}}^{\text{T}}(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi})) \Delta \bar{\mathbf{u}}(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi}))) . \end{aligned} \quad (3.72)$$

Dabei ist  $\bar{u}_i$  die in der Simulation errechnete Höhe eines Punktes der Oberfläche der Kontur des Eindruckes bzw. seiner Umgebung und  $\bar{u}_i^{\text{Ref}}$  ist die Höhe der entsprechenden abgetasteten Position der Referenz, wodurch sich die Differenz  $\Delta \bar{u} = \bar{u} - \bar{u}^{\text{Ref}}$  ergibt. Prinzipiell werden an dieser Stelle verschiedene Größen (nämlich die Verschiebung des Diamanten und die Höhe der Oberfläche) zu einer Zielfunktion zusammengeführt, die zufällig die gleiche Einheit haben. Daraus ergibt sich das Problem eine geeignete Gewichtung anzugeben, die die beiden Fehlerterme verknüpft und zu einer Formulierung der Zielfunktion führt, die eine möglichst hohe Sensitivität für alle zu identifizierenden Materialparameter hat. Da für den zweiten Summanden kein eigenes Gewicht  $\bar{w}^2$  eingeführt wurde, wäre jetzt nicht nur das Verhältnis  $w_1 : w_2 : w_3$  von Bedeutung, sondern es käme auch noch auf den absoluten Wert an, da implizit  $\bar{w}^2 = 1$  gälte.

## 3.6 Identifikationsprozess mit Kugelindenter unter Verwendung von synthetischen Messkurven

### 3.6.1 Parameterstudie hinsichtlich des Konvergenzverhaltens

Wie im Abschnitt 2.3 über die Dimensionsanalyse erläutert, wäre für die Identifikation von elastischen und plastischen Materialparametern bei spitzen Diamanten die alleinige Kenntnis der Entlastungskurve ausreichend, wenn das untersuchte Material sich auch tatsächlich, der zugrunde gelegten Materialhypothese entsprechend, zeitunabhängig verhielte. Wie in [43] und [19] mittels Dimensionsanalyse gezeigt, enthält bei runden Indentern auch die Belastungskurve ein Informationspotenzial, das über das der spitzen Indenter hinausgeht, da keine Selbstähnlichkeit vorliegt. Die Verwendung des runden, nicht selbstähnlichen Indenters ist mit dem Nachteil verbunden, dass die in Kapitel 2.3 angesprochene Eigenschaft der Härte, ein tiefenunabhängiger Kennwert und deswegen eine Materialeigenschaft zu sein, nicht mehr gegeben ist. Vielmehr ist bei der Verwendung runder Indenter die Prüfkraft vorgeschrieben, um einen einheitlichen, reproduzierbaren Wert für die Härte gemäß DIN 14577 [26] nach z.B. ROCKWELL zu erhalten. Zur Identifikation über die Härte und den E-Modul hinausgehender Kennwerte bietet sich aber die Verwendung eines runden Indenters an, da die Belastungskurve hier zusätzlich auch verwendet werden kann.

Die Frage nach der sinnvollen Wahl der Gewichtung der Fehlerterme der einzelnen Belastungsphasen und der Größe der normalisierten Schrittweite für die finiten Differenzen muss auch hier gestellt werden. Zwar besitzt die Belastungskurve jetzt auch einen verwertbaren Informationsgehalt, doch auch bei der Simulation der Indentation mit einem runden Indenter ist das „numerische Rauschen“ des Kontaktalgorithmus wie in Abb. 3.11 dargestellt und in Kapitel 3.1 erläutert, in der Belastungsphase immer noch deutlich größer als in der Halte- oder in der Entlastungsphase.

Für den Konus war mit Gl. (3.7) ein Ansatz gefunden, der zur Glättung und Interpolation geeignet war. Im Gegensatz zu den spitzen Indentern ist für den kugelförmigen Indenter keine solche zwischen den Ergebnissen der FE-Berechnung interpolierenden Funktion bekannt, die zum Glätten des Oszillierens des Kontaktalgorithmus geeignet ist. Während für den Konus also der Verlauf  $u(t)$  in der Belastungsphase nach Gl. (3.7) geglättet und interpoliert wurde und für die Halte- und Entlastungsphase eine Splineinterpolation verwendet wurde, wird hier für den runden Indenter für alle drei Phasen eine

Splineinterpolation verwendet.

Für das modifizierte LUDWIK- und das modifizierte RAMBERG-OSGOOD-Modell sind jeweils zwei synthetische Referenzkurven für eine Indentation ohne Haltephase erstellt worden. Es handelt sich dabei um eine Indentation mit einer Kugel mit einem Radius von  $68\ \mu\text{m}$ , bei der eine maximale Eindringtiefe von  $2,4\%$  des Kugelradius erreicht wird und eine maximale plastische Dehnung von ungefähr  $5\%$ . Bei der zweiten Indentation wird eine maximale Eindringtiefe von  $7,4\%$  des Kugelradius erreicht und eine maximale plastische Hauptdehnung von  $10\%$ <sup>8</sup> Nachfolgend sind für den Identifikationsprozess verschiedene Schrittweiten und Gewichtungen  $w$  zwischen Be- und Entlastungskurve untersucht worden. Die Gewichtungen betragen 1:1 oder 1:5.

Jede der folgenden Abbildungen zeigt die gleiche Anordnung von Diagrammen, wobei auf der Abszisse immer der Iterationsschritt abgetragen ist: der Verlauf der gewichteten Zielfunktion  $\phi$ , der dem Betrage nach maximalen prozentualen Abweichung relativ zur maximalen Eindringtiefe und die zu identifizierenden Materialparameter. Im Falle des modifizierten LUDWIK-Modells sind dies  $E$ ,  $\sigma_y$  und  $n$  für das modifizierte RAMBERG-OSGOOD-Modell  $E$ ,  $\sigma_y$ ,  $D$  und  $m$ . Für die Berechnung der Referenz als auch der Simulationen während der Identifikation wird eine Querkontraktionszahl von  $\nu = 0,3$  verwendet. Die Referenzwerte für das modifizierte LUDWIK-Modell betragen  $E = 100000\ \text{N/mm}^2$ ,  $\sigma_y = 280\ \text{N/mm}^2$  und  $n = 0,11$  und die für das modifizierte RAMBERG-OSGOOD-Modell  $E = 100000\ \text{N/mm}^2$ ,  $\sigma_y = 280\ \text{N/mm}^2$ ,  $D = 300\ \text{N/mm}^2$  und  $m = 2,9$ . Die Materialparameter der Referenz sind so gewählt, dass beide Modelle zumindest für Verzerrungen unterhalb  $\varepsilon_{\text{pl}} = 0,1$  praktisch den gleichen Verlauf von (wahren) Spannungen aufgetragen über die logarithmischen plastischen Verzerrungen haben. Da das RAMBERG-OSGOOD-Modell eine größere Bandbreite an denkbaren Spannungs-Dehnungs-Verläufen darstellen kann, ist erst ein Materialparametertupel für das LUDWIK-Modell gewählt worden und dann sind die Parameter für das RAMBERG-OSGOOD-Modell so gewählt worden, dass sich ein entsprechender Verlauf ergibt.

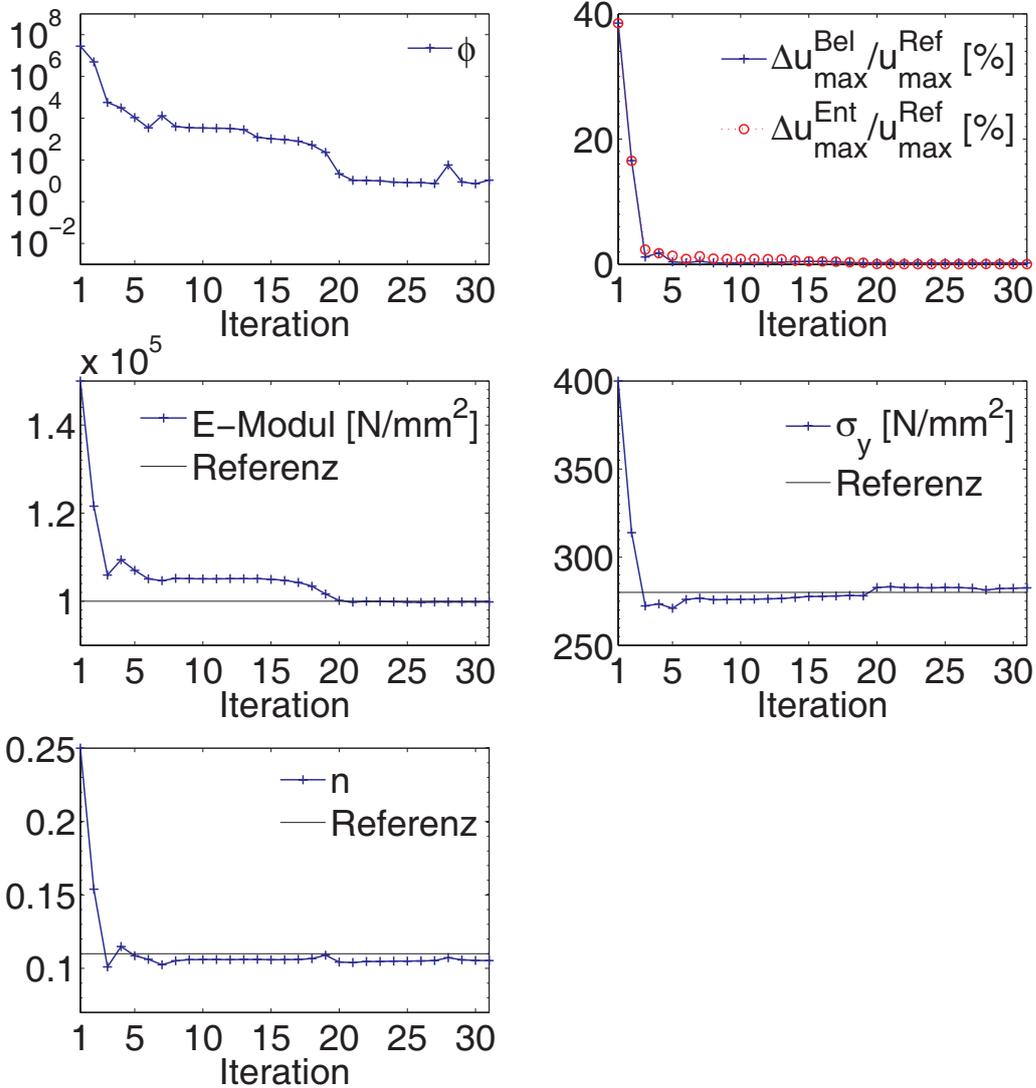
Abb. 3.36 zeigt den Verlauf der Identifikation bei einer maximalen Eindringtiefen von  $2,4\%$  des Kugelradius für das modifizierte LUDWIK-Modell und eine normierte Schrittweite der finiten Differenzen von  $10^{-3}$ . Wie in der Abbildung zu sehen, werden die Referenzwerte bis auf geringe Abweichung hin erreicht. Im Verlauf der gewichteten Zielfunktion  $\phi$  ist zu erkennen, dass der Optimierungsprozess nicht streng monoton ist. Nach einem „Ausreißer

---

<sup>8</sup>Das an vereinzelt Integrationen Auftreten höherer Werte wird hier, wie auch zuvor, nicht berücksichtigt.

### 3 Parameteridentifikation mittels Nanoindentation

nach oben" wird aber das vorhergehende Niveau wieder erreicht.

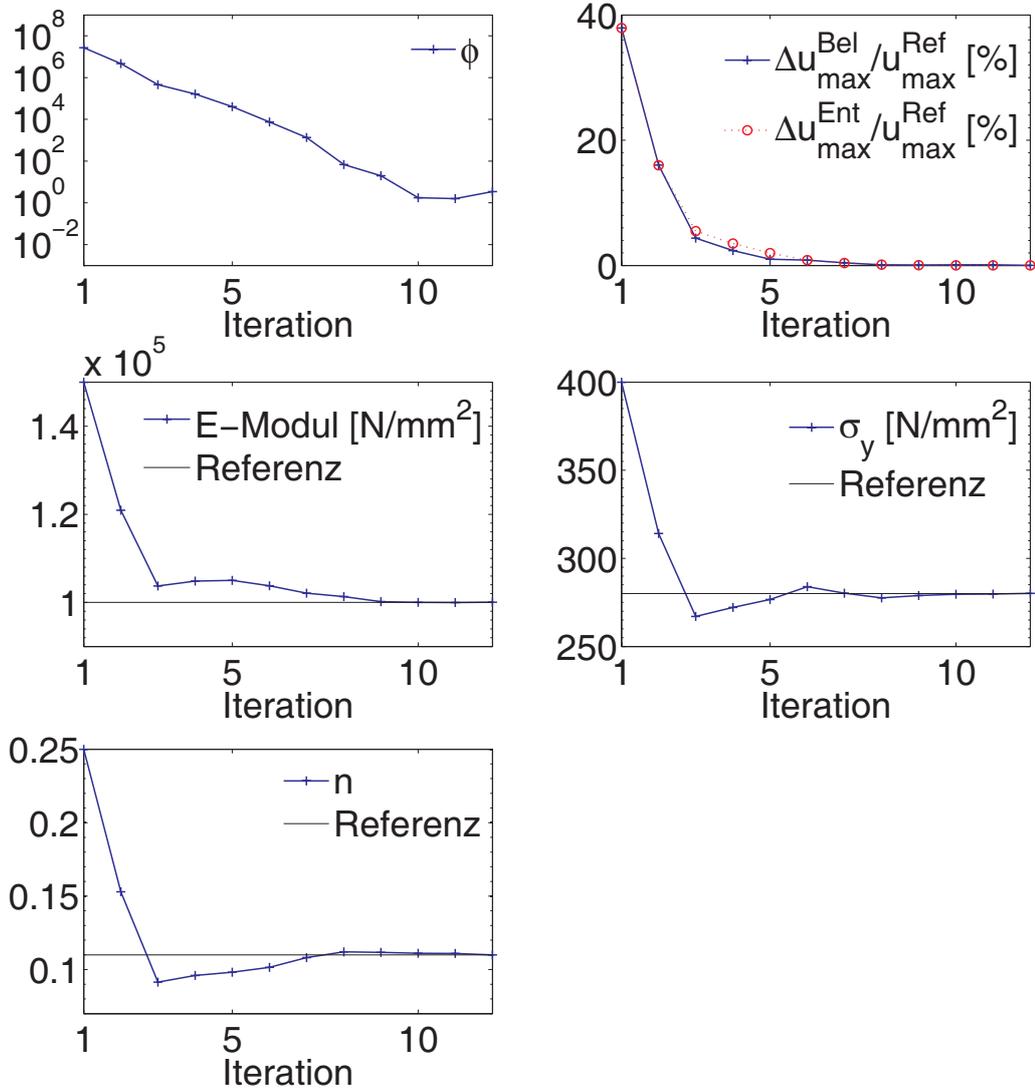


**Abbildung 3.36:** Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des modifizierten LUDWIK-Modells und einer Eindringtiefe von 2,4% des Kugelradius; Gewichtung: 1 : 5, normierte Schrittweite der finiten Differenzen:  $10^{-3}$

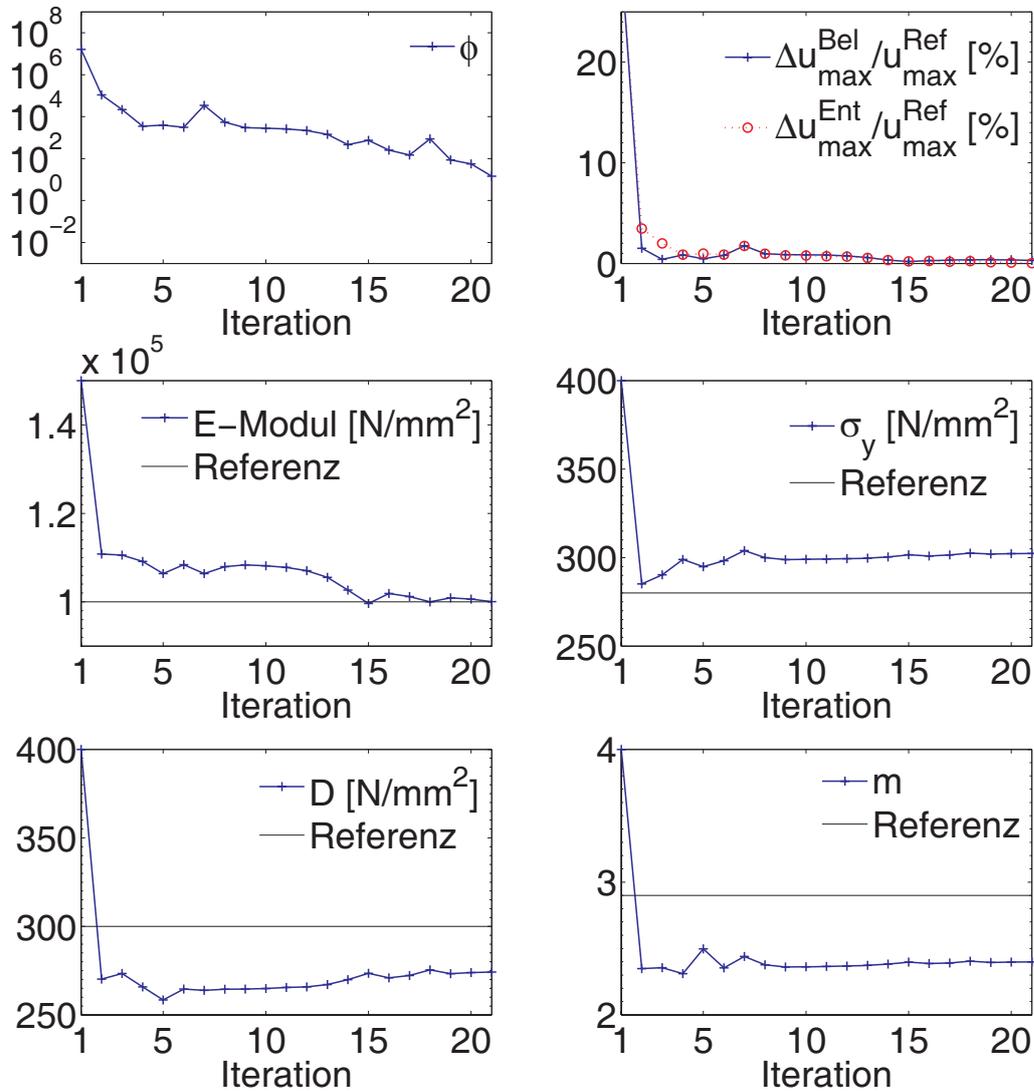
Abb. 3.37 zeigt denselben Versuch wie zuvor Abb. 3.36, allerdings mit einer kleineren normierten Schrittweite für die finiten Differenzen von  $10^{-4}$ . Nach zehn Iterationen ist bereits ein Wert für die Zielfunktion erreicht, die der vorhergehende Versuch nicht einmal nach 20 Iterationen aufweist. Damit geht hier auch ein verbessertes Erreichen der Referenzwerte einher.

Abb. 3.38 zeigt den Verlauf der Identifikation bei einer maximalen Eindringtiefen von 2,4% des Kugelradius für das modifizierte RAMBERG-OS-

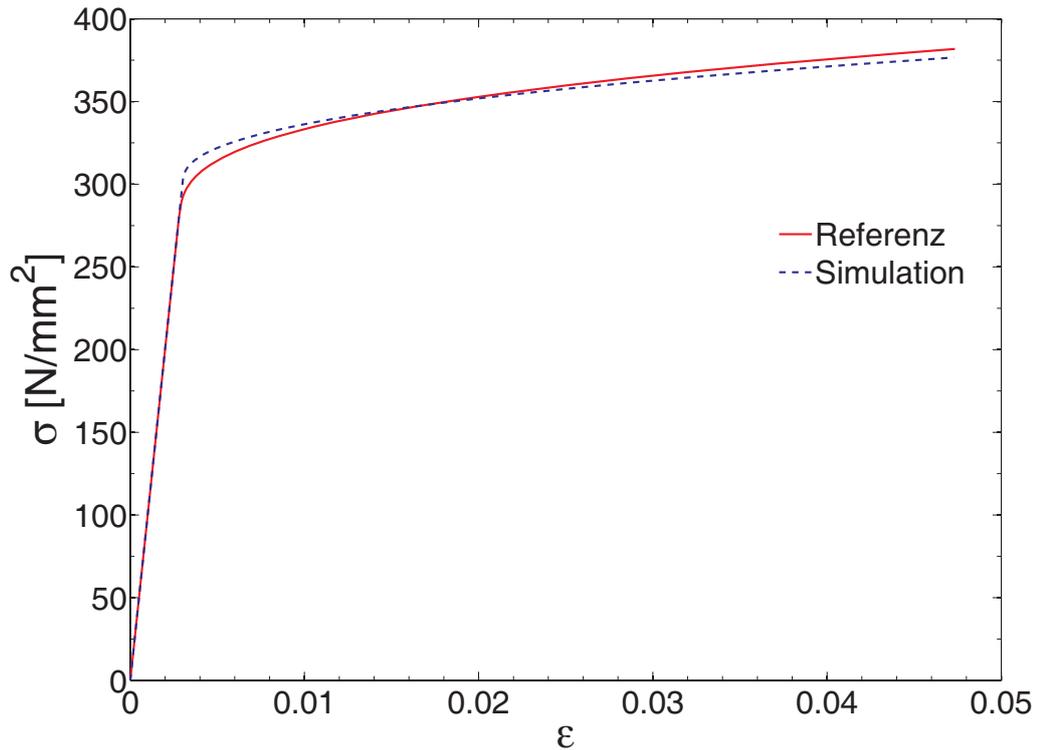
### 3 Parameteridentifikation mittels Nanoindentation



**Abbildung 3.37:** Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des modifizierten LUDWIK-Modells und einer Eindringtiefe von 2,4% des Kugelradius; Gewichtung: 1 : 5, normierte Schrittweite der finiten Differenzen:  $10^{-4}$



**Abbildung 3.38:** Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des modifizierten RAMBERG-OSGOOD-Modells und einer Eindringtiefe von 2,4% des Kugelradius; normierte Schrittweite der finiten Differenzen:  $10^{-3}$



**Abbildung 3.39:** Verlauf der Spannung über die totalen logarithmischen Verzerrungen für die Referenz und die identifizierten Materialparameter in der 21-ten Iteration des in Abb. 3.38 dargestellten Identifikationsprozesses (modifiziertes RAMBERG-OSGOOD-Modell; max. Eindringtiefe 2,4% des Kugelradius)

GOOD-Modell und eine normierte Schrittweite der finiten Differenzen von  $10^{-3}$ . Die Zielfunktion  $\phi$  erreicht ein den vorhergehenden Minimierungen ähnlich gutes Ergebnis, weswegen auch die damit korrelierten Wegdifferenzen  $\Delta u$  gering sind. Der E-Modul trifft den Referenzwert, während  $\sigma_y$ ,  $D$  und  $m$  deutlich abweichen.

Um zu ergründen, warum Identifikation und synthetische Referenz zwar im Eindringtiefe-Kraft-Verlauf gut übereinstimmen, aber von einander abweichende Kennwerte  $\sigma_y$ ,  $D$  und  $m$  haben, werden die Spannungs-Dehnungs-Verläufe über den Bereich dargestellt, der während der Indentation aktiviert wird. Abb. 3.39 stellt den Verlauf der auf die aktuelle Fläche bezogenen Spannung über die totalen logarithmischen Verzerrungen für die Referenz und die identifizierten Materialparameter in der 21-ten, also der letzten Iteration des zuvor gezeigten Identifikationsprozesses dar. Der Spannungsverlauf ist nahezu deckungsgleich. Demzufolge ist die richtige Spannungs-Dehnungs-Kurve identifiziert worden. Offensichtlich ist die Darstellung von Materialeigenschaften mittels des modifizierten RAMBERG-OSGOOD-Modells, wenn

nur kleine Dehnungsbereiche betrachtet werden und kleine Abweichungen gegenüber der Referenz akzeptiert werden, mit unterschiedlichen Materialparametertupeln möglich.

Die Mehrdeutigkeit (bei Vorliegen kleiner Abweichungen) ist eine Eigenschaft, die daraus resultiert, mit diesem Modell ein größeres Spektrum an Spannungs-Dehnungs-Verläufen darstellen zu können, als dies z. B. mit dem modifizierten LUDWIK-Modell möglich ist<sup>9</sup>.

Abb. 3.40 zeigt den Verlauf der Identifikation bei einer maximalen Eindringtiefe von 7,4% des Kugelradius für das modifizierte LUDWIK-Modell und eine normierte Schrittweite der finiten Differenzen von  $10^{-3}$ . Da in die Zielfunktion  $\phi$  die absoluten Wegdifferenzen  $\Delta u$  einfließen, fällt der Wert von  $\phi$  größer aus, wenn dieselben relativen Wegdifferenzen vorliegen. Demzufolge sind die Werte der gewichteten Zielfunktion nur für gleiche Gewichtungen und gleiche maximale Eindringtiefen vergleichbar.

Im Verlauf der Optimierung werden geringe Wegdifferenzen  $\Delta u$  und geringe Abweichungen von den Referenzwerten erreicht. Lediglich für den E-Modul wird ein leicht abweichender Wert von  $E = 106000 \text{ N/mm}^2$  ermittelt.

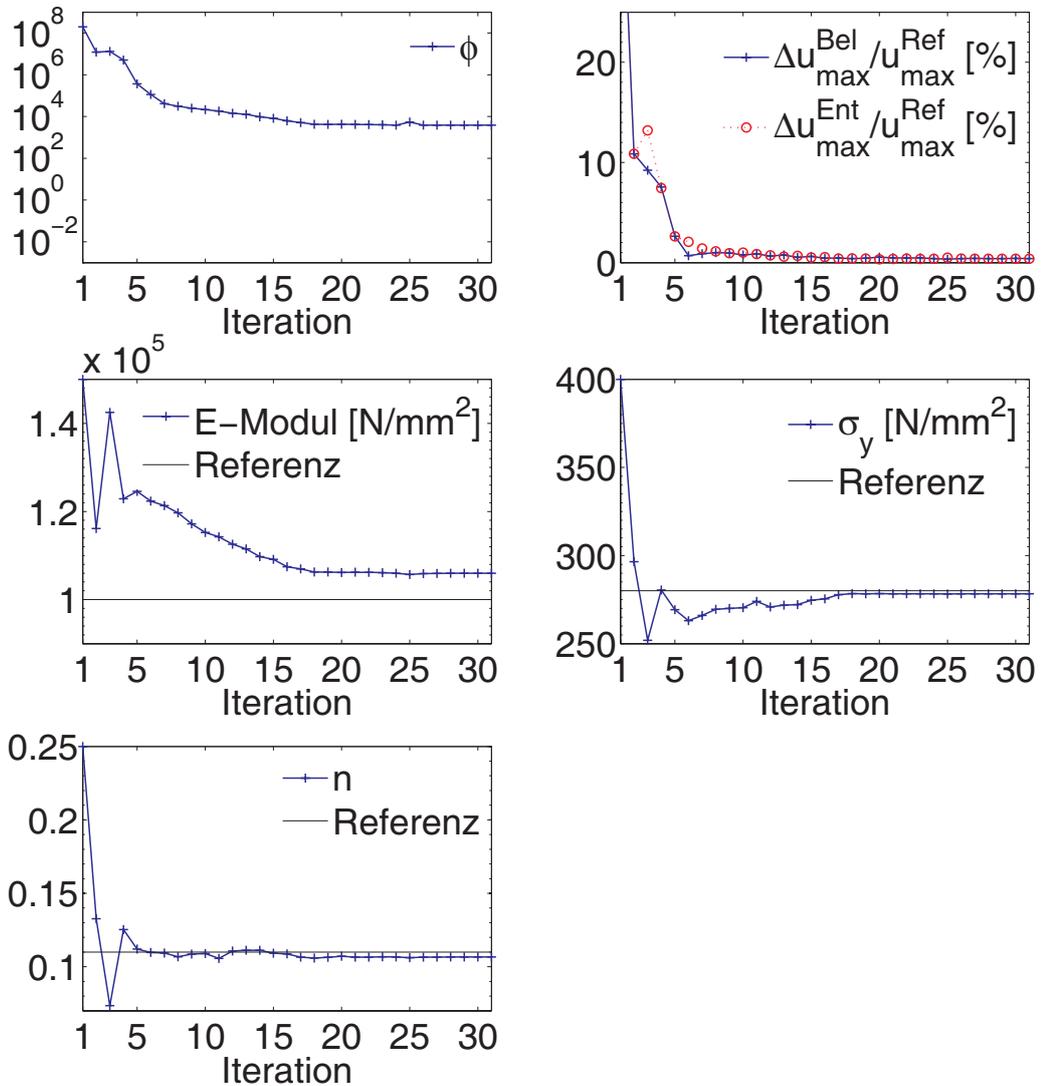
Abb. 3.41 zeigt den gleichen Versuch wie zuvor schon Abb. 3.40, wobei jetzt die normierte Schrittweite der finiten Differenzen  $10^{-4}$  beträgt.

Es wird ein (lokales) Minimum ermittelt, das ein schlechteres Ergebnis darstellt als das mit der größeren Schrittweite: Es werden größere relative Wegdifferenzen  $\Delta u$  erhalten und somit auch ein höherer Wert für die Zielfunktion  $\phi$ . Im Sinne einer praktischen Anwendung werden die Referenzwerte nicht für alle Parameter hinreichend genau ermittelt, insbesondere aber der E-Modul wurde mit  $E = 115100 \text{ N/mm}^2$  mit deutlicher Abweichung bestimmt. Da die Referenzdaten nicht mit einer Störung beaufschlagt wurden, stellt dieses Experiment die untere Schranke einer Fehlerabschätzung dar und die Abweichungen müssen als nicht mehr akzeptabel eingestuft werden.

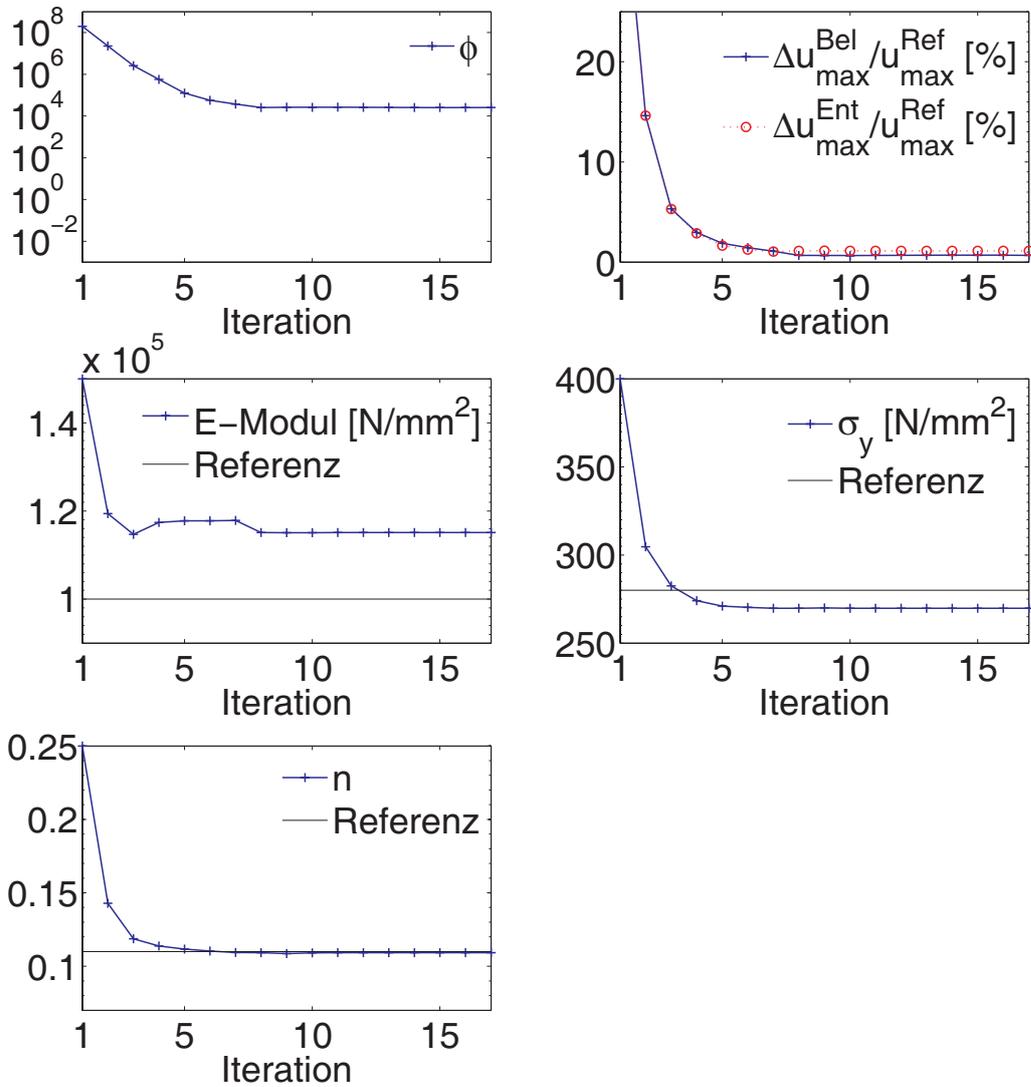
Das Ereignis ist trotz des Nichterreichens der Referenzwerte als „günstig“ einzustufen, da ohne Kenntnis der Referenzwerte deutlich erkennbar ist, dass lediglich ein lokales Optimum erreicht wurde. Der große Fehler der Zielfunktion  $\phi$ , insbesondere aber der der großen relativen Wegdifferenzen während des Entlastungsvorganges  $\Delta u_{\max}^{\text{Ent}}$  ist ein Indikator: Trotz der fünffachen Gewichtung liegt der relative Fehler bei fast 1%. Als „ungünstig“ wäre hier der Fall einzustufen, bei falschen Materialparametern einen kleinen Wert der Zielfunktion  $\phi$  mit entsprechend kleinen relativen Wegdifferenzen  $\Delta u_{\max}^{\text{Ent}}$  auffinden zu können, da dann das Vorliegen eines lokalen Minimums mit kleinem

---

<sup>9</sup>Bei dem modifizierten LUDWIK-Modell wird der plastische Bereich durch einen Parameter beschrieben, während bei dem modifizierten RAMBERG-OSGOOD-Modells zwei Parameter zur Verfügung stehen.



**Abbildung 3.40:** Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des modifizierten LUDWIK-Modells und einer Eindringtiefe von 7,4% des Kugelradius; normierte Schrittweite der finiten Differenzen:  $10^{-3}$



**Abbildung 3.41:** Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des modifizierten LUDWIK-Modells und einer Eindringtiefe von 7,4% des Kugelradius; normierte Schrittweite der finiten Differenzen:  $10^{-4}$

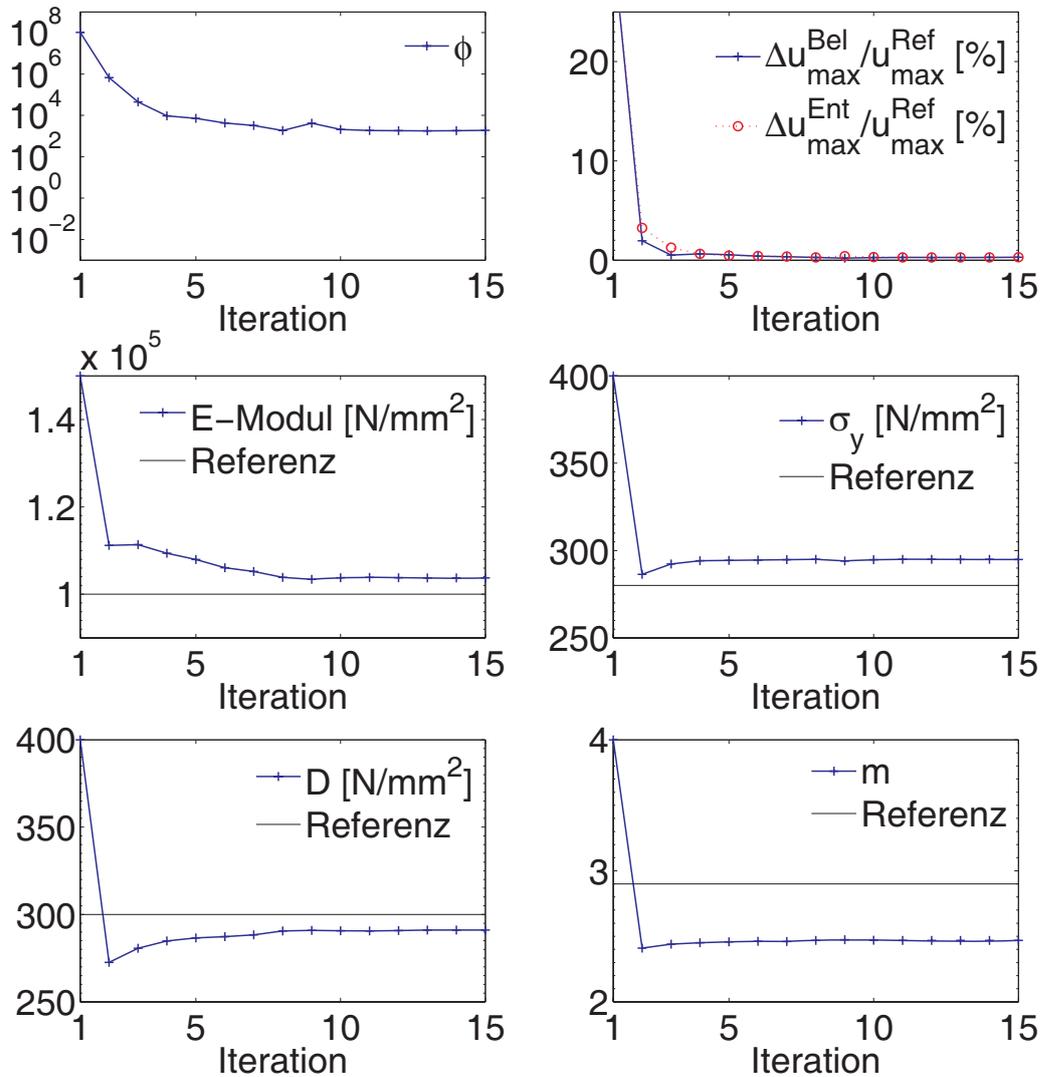
Wert  $\phi$  mit großen Differenzen bei den ermittelten Parametern einherginge und der Fehler nicht durch Kontrolle des Ergebnisses erkannt werden könnte.

Abb. 3.42 zeigt den Verlauf der Identifikation bei einer maximalen Eindringtiefe von 7,4% des Kugelradius für das modifizierte RAMBERG-OSGOOD-Modell und eine normierte Schrittweite der finiten Differenzen von  $10^{-3}$ . Die Zielfunktion  $\phi$  erreicht ein der in Abb. 3.40 dargestellten Identifikation ähnlich gutes Minimum. Auch hier sind die Wegdifferenzen  $\Delta u$  gering. Der erhaltene E-Modul liegt mit  $E = 103700 \text{ N/mm}^2$  etwas zu hoch. Auch die Werte für  $\sigma_y$ ,  $D$  und  $m$  haben erkennbare Abweichungen.

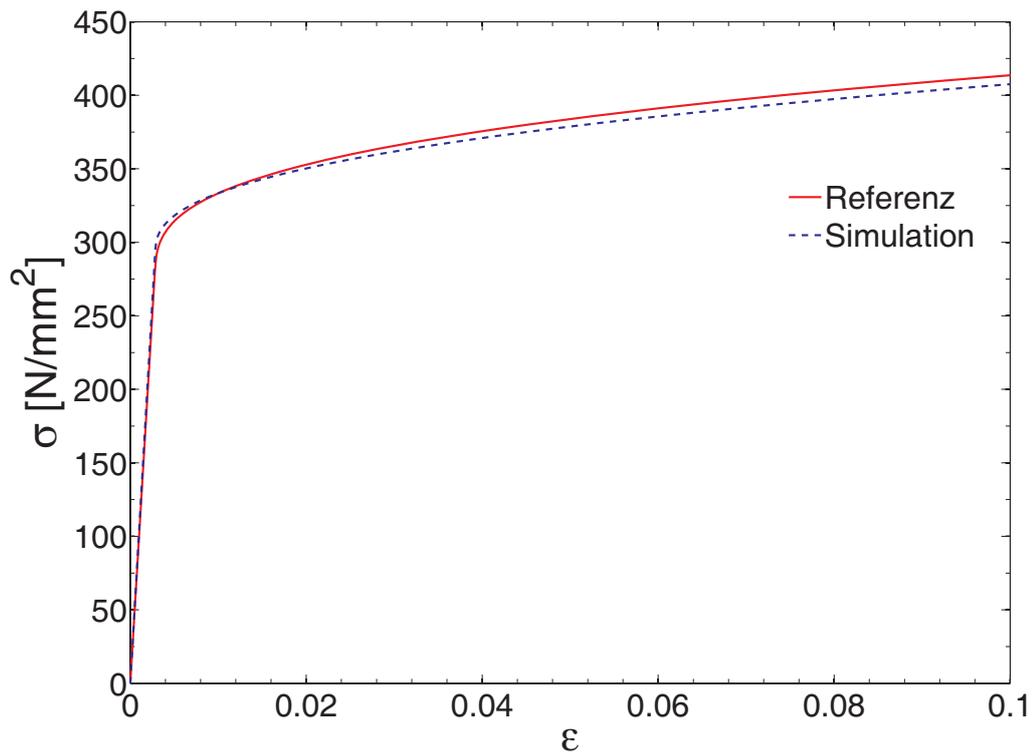
Wie bereits zuvor, als die Referenzwerte nur annähernd erreicht wurden, soll auch hier die Spannungs-Dehnungs-Kurve betrachtet werden. Abb. 3.43 zeigt den Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve für die 13-te Iteration aus dem in Abb. 3.42 dargestellten Identifikationsvorgang. Von den 15 berechneten Iterationen weist Nummer 13 den geringsten Wert für die Zielfunktion  $\phi$  auf, weswegen die zugehörige Spannungs-Dehnungs-Kurve dieser Iterationsstufe ausgewertet wird. Innerhalb des maximalen in der Referenz aktivierten Bereiches der totalen, logarithmischen Dehnungen liegt auch hier eine sehr gute Übereinstimmung vor.

Der in Abb. 3.42 dargestellte Identifikationsvorgang wird mit einer normierten Schrittweite der finiten Differenzen von  $10^{-4}$  wiederholt und ist in Abb. 3.44 zu sehen. Die Zielfunktion  $\phi$  nimmt am Optimum jetzt einen tausendfach größeren Wert an. Die maximale relative Wegdifferenz  $\Delta u$  beträgt 9% und der E-Modul  $E = 128900 \text{ N/mm}^2$ . Beide Abweichungen sind nicht akzeptabel. Es ist kein lokales Minimum in der Nähe des globalen, also der Referenz, erreicht worden.

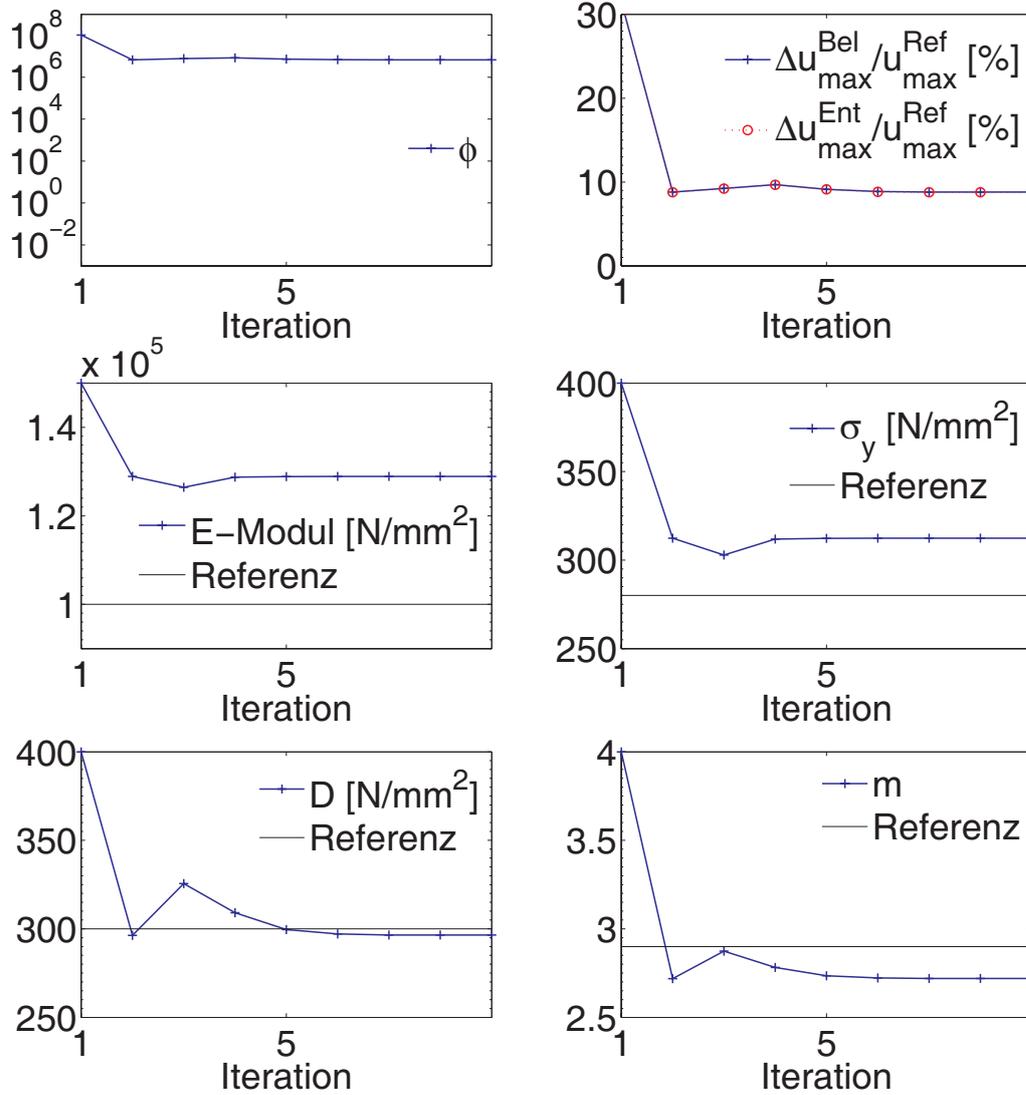
Das Problem, kein globales Optimum zu finden, kann unter Umständen dadurch umgangen werden, in dem ein Raster von Startwerten verwendet wird, wie es auch bei der Identifikation der Materialparameter aus den Zugversuchen implementiert und in Abschnitt D.2 auf Seite 195 erläutert wird. Der bis jetzt dargestellte Identifikationsprozess wird nur als Teilprozess aufgefasst. Der Gesamtprozess besteht dann in dem Abarbeiten einer Menge von Materialparametertupeln. Jeweils ein Parametertupel geht dann als Startwert in den Teilprozess ein. Danach werden die Zielfunktionswerte an den lokalen Optima ausgewertet. Die Bandbreite der Materialparameter, die zur Gruppe der kleinsten Zielfunktionswerte gehören, stellt dann das Intervall dar, innerhalb dessen praktisch gleichwertige Lösungen des globalen Optimierungsproblems vorliegen. Die Realisierung ist durch Einsatz von Clustern oder Netzen von Computern möglich, ohne dass bedeutende Änderungen am Programm vorgenommen werden müssten. Vielmehr erhielte jeder Computer oder Knoten eine Installation des Programmes und die Verteilung der Start-



**Abbildung 3.42:** Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des modifizierten RAMBERG-OSGOOD-Modells und einer Eindringtiefe von 7,4% des Kugelradius; normierte Schrittweite der finiten Differenzen:  $10^{-3}$



**Abbildung 3.43:** Verlauf der Spannung über die totalen logarithmischen Verzerrungen für die Referenz und die identifizierten Materialparameter in der 13-ten Iteration des in Abb. 3.42 dargestellten Identifikationsprozesses (modifiziertes RAMBERG-OSGOOD-Modell; max. Eindringtiefe 7,4% des Kugelradius)



**Abbildung 3.44:** Identifikation der synthetischen Referenzdaten anhand des modifizierten RAMBERG-OSGOOD-Modells und einer Eindringtiefe von 7,4% des Kugelradius; Gewichtung: 1 : 5, normierte Schrittweite der finiten Differenzen:  $10^{-4}$

werte, der Aufruf und die Auswertung der in den Teilprozessen gefundenen Optima würden durch einen weiteren kontrollierenden Prozess gesteuert.

Die Ergebnisse der Parameterstudie hinsichtlich der Schrittweite für das Finite-Differenzen-Schema sollen hier noch einmal betrachtet werden. Abb. 3.45 ist eine schematische Darstellung zweier Zielfunktionen, von denen  $\phi^{\text{Phy}}$  das physikalische Problem und  $\phi^{\text{Num}}$  eine „verrauschte“ numerische Repräsentation von  $\phi^{\text{Phy}}$  sei. Das Rauschen wird im Falle des hier betrachteten Modells u.a., wie bereits in 2.2 beschrieben, durch den Kontaktalgorithmus ausgelöst. Die Zielfunktionen  $\phi$  sind über eine ausgewählte Richtung im Raum der normierten Parameter  $\xi$  aufgetragen. Das Rauschen führt, wenn die Zielfunktion flach verläuft, zu einer Verschiebung des globalen Optimums  $\xi_{\text{opt, Phy}}$  nach  $\xi_{\text{opt, Num}}$ . Abgesehen von dem Problem, dass das globale Optimum verschoben ist, besteht die Schwierigkeit darin, überhaupt das globale Optimum  $\xi_{\text{opt, Num}}$  zu erreichen.

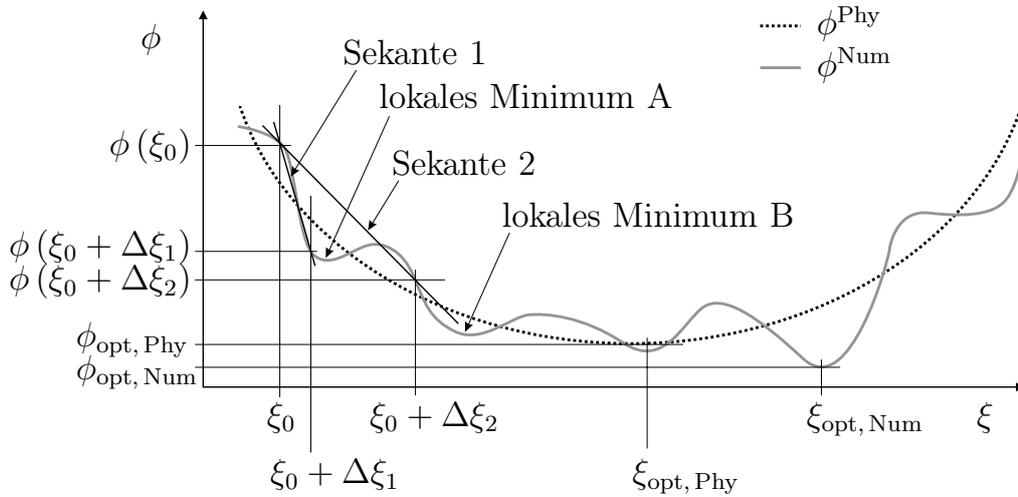
Das verwendete Optimierungsverfahren muss die benötigten partiellen Ableitungen der Zielfunktion nach allen Parametern durch die Bildung von Sekantensteigungen ersetzen, da der Lösungsprozess eines FE-Programmes im Allgemeinen<sup>10</sup> diese Größen nicht bestimmt. Wenn das Minimum einer Funktion mit streng monotoner Krümmung bestimmt werden soll, so sollten möglichst kurze Abstände  $\Delta\xi$  für die Bestimmung der Sekante genutzt werden, um eine möglichst hohe Konvergenzgeschwindigkeit zu erreichen und um dem Optimum möglichst nahe zu kommen. Für große  $\Delta\xi$  und „glatte“ Funktionen wird der Abstand des auffindbaren Optimums zur eigentlich Lösung immer größer wird. Der Einfluss zweier Schrittweiten auf die bestimmte Sekantensteigung an der Stelle  $\xi_0$  ist in der Grafik dargestellt. Die ermittelte Steigung wirkt sich darauf aus, welches „Tal“ angesteuert wird. Ob diese Senke in einer nächsten Iteration als ein lokales Minimum wahrgenommen oder durchlaufen wird, hängt wiederum von der Schrittweite ab.

Um die Gefahr zu mindern, in zu großem Abstand vom globalen Minimum an einem lokalen Minimum „hängen zu bleiben“, ist es sinnvoll, einen Identifikationsprozess zuerst mit einer großen Schrittweite durchzuführen und das dann gefundene Optimum als Startwert eines weiteren Identifikationsprozesses mit einer kleineren Schrittweite zu verwenden.

Nicht weiter betrachtet wird hier die Form der Zielfunktion. In Abb. 3.45 wird unterstellt, dass die dem physikalischen Problem zugehörige Zielfunktion links und rechts des ausgezeichneten Minimums streng monoton ist. Wie bereits festgestellt, gibt es mehrere Parameterkombinationen, die nahe-

---

<sup>10</sup>Wie z.B. in [49] gezeigt, ist es prinzipiell möglich, die für die Lösung eines Optimierungsproblems benötigten partiellen Ableitungen innerhalb des Prozesses einer FE-Berechnung zu bestimmen.



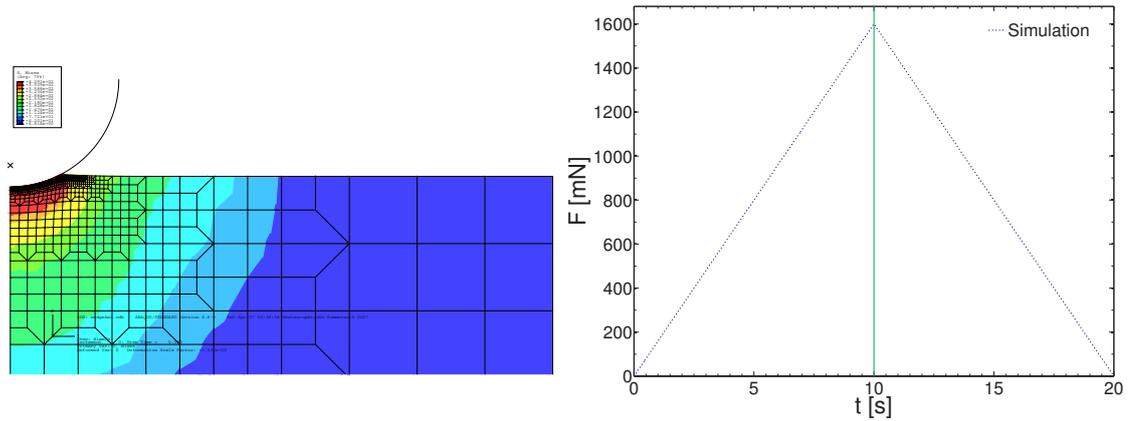
**Abbildung 3.45:** Schematische Darstellung des Einflusses der Schrittweite auf das gefundene Optimum

zu dieselbe Spannungs-Dehnungs-Kurve besitzen. Dadurch kann eine Form von lang gestreckten „Tälern“ entstehen, die nur ein gering ausgeprägtes Minimum besitzen, wodurch schon ein kleines numerisches „Rauschen“ lokale Minima mit großer Abweichung in den Parametern entstehen lässt.

### 3.6.2 Identifikation mit Kugelindenter und nicht zutreffender Materialhypothese

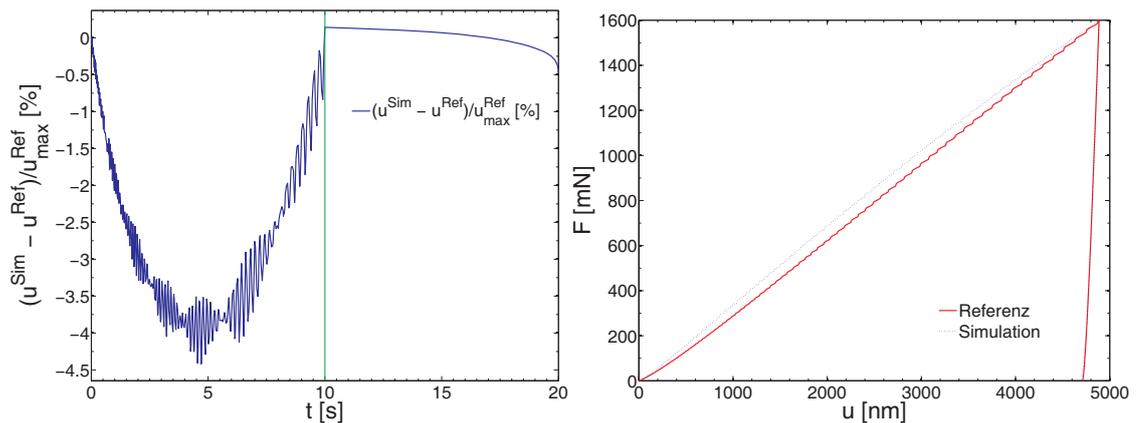
Analog zu dem vorherigen Vorgehen wird auch für den kugelförmigen Prüfkörper der Versuch der Identifikation mit einer nicht zutreffenden Materialhypothese unternommen. Abb. 3.46 zeigt das Modell, das insgesamt 1300 Knoten aufweist und den Belastungsverlauf, der für alle Referenzen und Identifikationen verwendet wurde. Der Kugelradius beträgt  $50 \mu\text{m}$  und die Eindringtiefe erreicht bei einer maximalen Kraft von  $1600 \text{ mN}$  ca.  $10\%$  des Kugelradius. Die Kontaktzone, in der die kürzeste Kantenlänge  $0,24 \mu\text{m}$  beträgt, ist über  $32 \mu\text{m}$  fein diskretisiert.

### 3 Parameteridentifikation mittels Nanoindentation



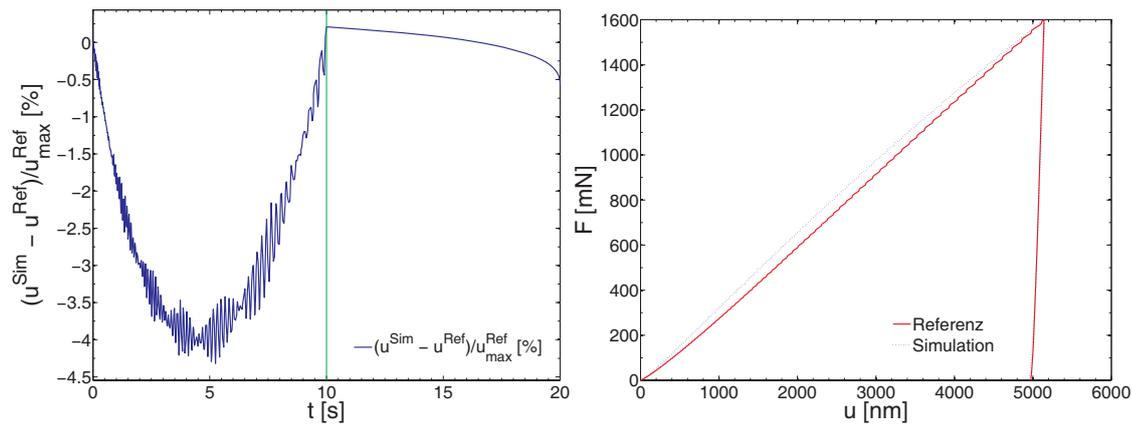
**Abbildung 3.46:** Links: Ausschnitt des Modells (der Referenz) für den in Abb. 3.47 dargestellten Versuch unter maximaler Last; Rechts: Belastungsverlauf für alle Modelle

Es wird jeweils eine synthetische Referenz mit einem verfestigenden, bilinearen Ansatz berechnet. Die Gewichtung der Belastungsphase zur Entlastungsphase beträgt 1 : 5 und die normierte Schrittweite der finiten Differenzen  $10^{-3}$ . Alle Referenzmodelle haben einen E-Modul von  $E = 200000 \text{ N/mm}^2$ ,  $\nu = 0,3$  und eine Fließgrenze von  $\sigma_y = 200 \text{ N/mm}^2$ . Die in Abb. 3.47 bis 3.51 dargestellten Identifikationen erreichen eine maximale Spannung  $\sigma_{\max} = 400 \text{ N/mm}^2$  bei variierenden Dehnungen zwischen  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,1$  und  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,3$ . Die in Abb. 3.52 dargestellte Identifikation erreicht die maximale Spannung  $\sigma_{\max} = 300 \text{ N/mm}^2$  bei der Dehnung  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,1$ .

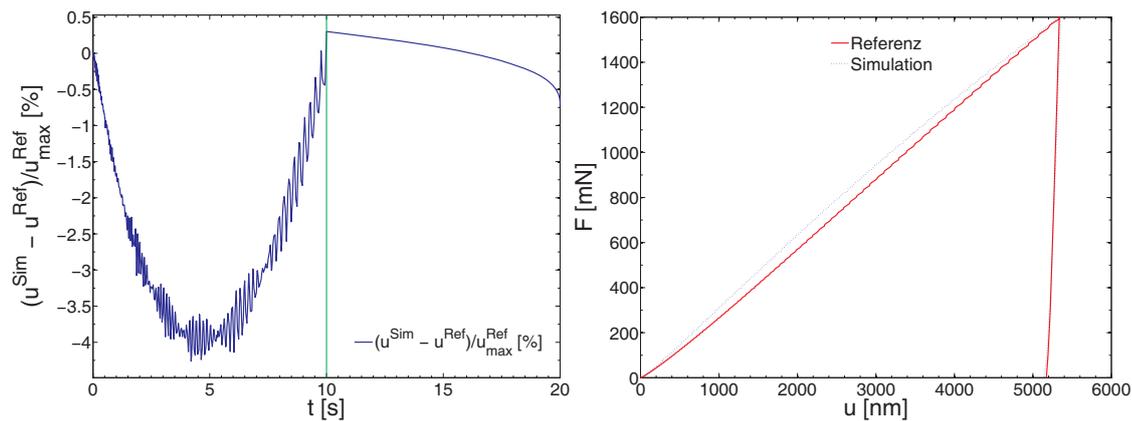


**Abbildung 3.47:** Prozentuale Verschiebungsdifferenzen und Last-Weg-Verlauf am Optimum; elastisch-ideal plastisches Optimum:  $E = 174471 \text{ N/mm}^2$ ,  $\sigma_y = 310 \text{ N/mm}^2$ ; bilineare Referenz:  $\sigma_{\max} = 400 \text{ N/mm}^2$  bei  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,1$

### 3 Parameteridentifikation mittels Nanoindentation

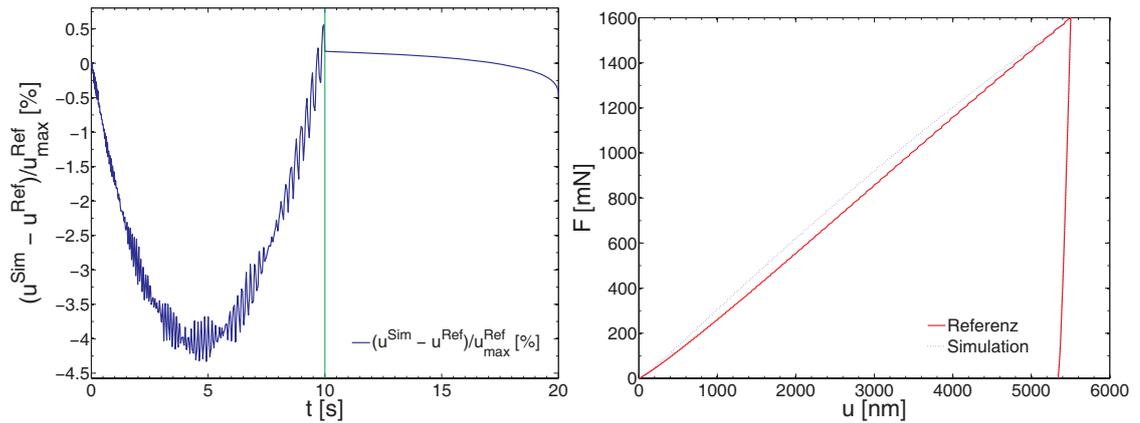


**Abbildung 3.48:** Prozentuale Verschiebungsdifferenzen und Last-Weg-Verlauf am Optimum; elastisch-ideal plastisches Optimum:  $E = 166227 \text{ N/mm}^2$ ,  $\sigma_y = 296 \text{ N/mm}^2$ ; bilineare Referenz:  $\sigma_{\max} = 400 \text{ N/mm}^2$  bei  $\varepsilon^{\text{Pl}} = 0,15$

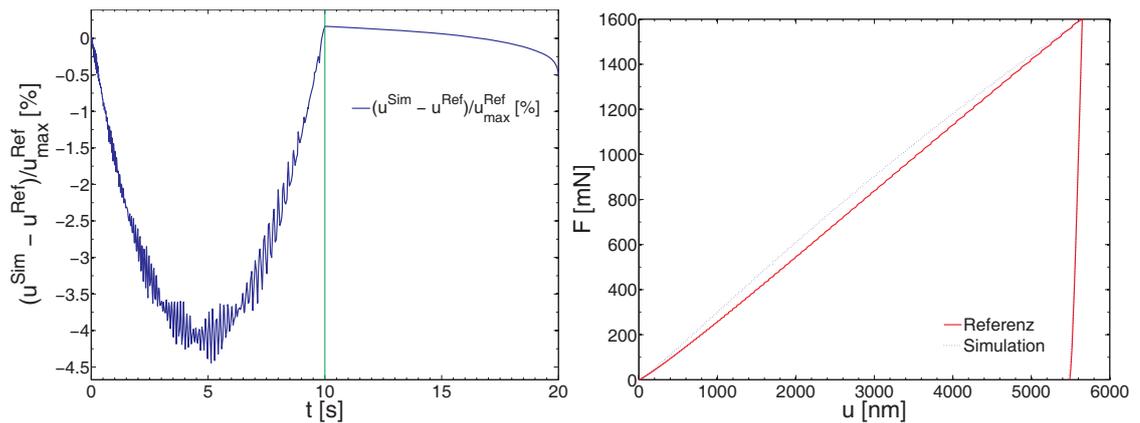


**Abbildung 3.49:** Prozentuale Verschiebungsdifferenzen und Last-Weg-Verlauf am Optimum; elastisch-ideal plastisches Optimum:  $E = 156553 \text{ N/mm}^2$ ,  $\sigma_y = 287 \text{ N/mm}^2$ ; bilineare Referenz:  $\sigma_{\max} = 400 \text{ N/mm}^2$  bei  $\varepsilon^{\text{Pl}} = 0,2$

### 3 Parameteridentifikation mittels Nanoindentation

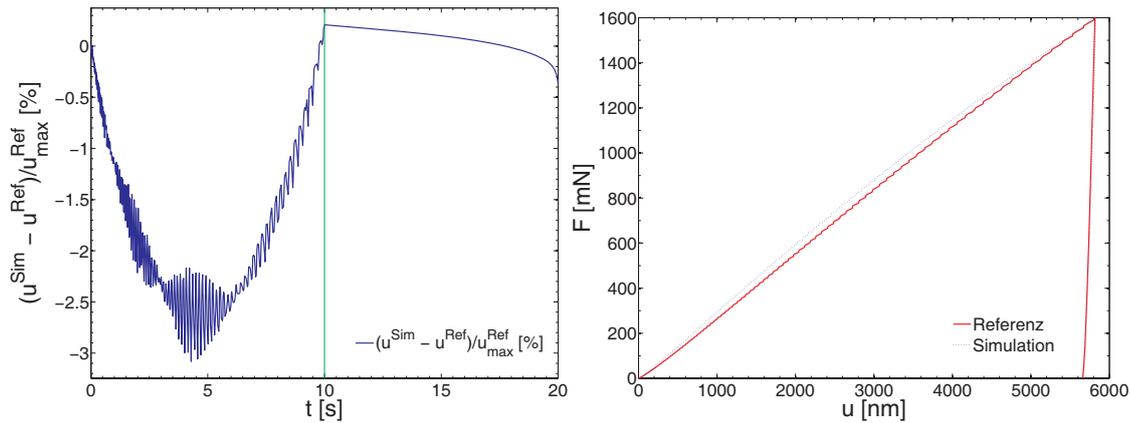


**Abbildung 3.50:** Prozentuale Verschiebungsdifferenzen und Last-Weg-Verlauf am Optimum; elastisch-ideal plastisches Optimum:  $E = 171396 \text{ N/mm}^2$ ,  $\sigma_Y = 278 \text{ N/mm}^2$ ; bilineare Referenz:  $\sigma_{\max} = 400 \text{ N/mm}^2$  bei  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,25$



**Abbildung 3.51:** Prozentuale Verschiebungsdifferenzen und Last-Weg-Verlauf am Optimum; elastisch-ideal plastisches Optimum:  $E = 169667 \text{ N/mm}^2$ ,  $\sigma_Y = 272 \text{ N/mm}^2$ ; bilineare Referenz:  $\sigma_{\max} = 400 \text{ N/mm}^2$  bei  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,3$

### 3 Parameteridentifikation mittels Nanoindentation



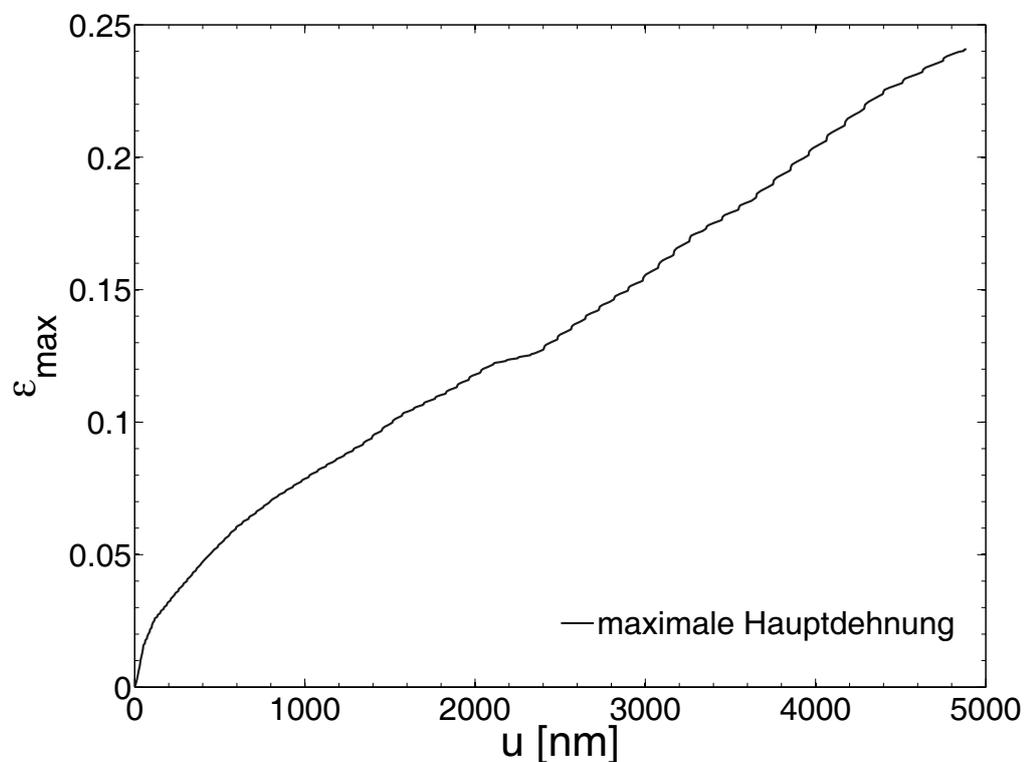
**Abbildung 3.52:** Prozentuale Verschiebungsdifferenzen und Last-Weg-Verlauf am Optimum; elastisch-ideal plastisches Optimum:  $E = 172542 \text{ N/mm}^2$ ,  $\sigma_y = 264 \text{ N/mm}^2$ ; bilineare Referenz:  $\sigma_{\max} = 300 \text{ N/mm}^2$  bei  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,1$

Bei den Simulationen der Referenzen werden Dehnungen bis ca.  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,2$  aktiviert, während die gefundenen Optima der elastisch-ideal plastischen Materialien Dehnungen bis ca.  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,4$  aufweisen. Während für die Materialkombinationen in 3.6.1 lediglich Dehnungen bis 0,1 aktiviert wurden, ist durch den Vergleich von dem in Abb. 3.49 dargestellten Versuch mit dem in Abb. 3.52 offensichtlich, dass auch die Dehnungen zwischen 0,1 und 0,2 den Last-Weg-Verlauf merklich beeinflussen, da sich lediglich dieser Bereich zwischen den beiden Referenzen unterscheidet. Der Abb. 3.52 kann man entnehmen, dass größere maximale Verschiebungen erreicht werden, obwohl die gleiche maximale Kraft anliegt. Von dem Versuch in Abb. 3.52 abgesehen, der nur eine prozentuale Abweichung von 3% aufweist, weisen die anderen jeweils eine Abweichung von ca. 4% auf. Für die hier betrachtete Auswahl von Radius, Eindringtiefe und Materialparametern muss also eine relative Abweichung von 3% bereits als das Vorliegen einer unzutreffenden Materialhypothese betrachtet werden.

Da für den Verlauf der Kraft bei dem Modell des runden Prüfkörpers keine geeignete Glättungsfunktion zur Verfügung steht, kommt stellenweise zu einem Verstärken des Rauschens bei der Bildung der Differenz der Verschiebungen. Dieser Effekt ist in allen Bildern in den Belastungsphasen zu erkennen. Der Vorteil des runden Prüfkörpers liegt in dem hier betrachteten Fällen darin, dass die falsche Werkstoffhypothese besser erkannt werden kann. Wie in Abschnitt 3.5.2 betrachtet, betrug beim konischen Indenter, die Abweichung gegenüber der verfestigenden Referenz lediglich 0,2%, während sie für den runden Indenter mindestens 3% betrug. Allerdings ist zu beachten, dass beim Konus, bedingt durch seine Selbstähnlichkeit, die aktivier-

ten Dehnungen nur von den Materialeigenschaften und vom Öffnungswinkel abhängen, nicht aber von der Eindringtiefe. Bei einem runden Prüfkörper nimmt die aktivierte Dehnung mit der Eindringtiefe zu. Abb. 3.53 zeigt für das Referenzmaterial aus Abb. 3.47 den Verlauf der maximalen aktivierten (totalen) Hauptdehnung<sup>11</sup>. Ab  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,1$  verfestigt das Material nicht mehr, was eine Ursache für die in der Abbildung bei einer maximalen, plastischen Hauptdehnung von 0,12 auftretenden „Beule“ sein könnte.

Der Verlauf ergibt eine obere Schranke für die identifizierbare Spannungs-Dehnungs-Beziehung. Ob die Volumina, die diesen Verzerrungen unterworfen sind, ausreichend groß sind, um die zugehörige Spannungs-Dehnungs-Beziehung sicher identifizieren zu können, kann daraus aber nicht abgeleitet werden.



**Abbildung 3.53:** Aktivierte maximale (totale) Hauptdehnung aufgetragen über die Verschiebung für das bilineare Material  $E = 200000 \text{ N/mm}^2$ ,  $\nu = 0,3$ ,  $\sigma_y = 200 \text{ N/mm}^2$ ,  $\sigma_{\text{max}} = 400 \text{ N/mm}^2$  bei  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,1$ ; siehe dazu auch Referenzmaterial in Abb. 3.47

<sup>11</sup>Der hier ausgewiesene Wert ist ein Maximum, das lediglich lokal eng begrenzt auftritt.

### 3.7 Vergleich mit anderen Verfahren

In dieser Arbeit wird als Strategie die schrittweise Minimierung einer Zielfunktion verwendet. Diese Strategie kann mit unterschiedlichen Verfahrensweisen der Minimierung verfolgt werden, z.B. mit einem Simplex-Verfahren, das keine Gradienten benötigt oder wie hier mit einem gradientenbasierten Verfahren. Das Auffinden einer Näherung an das globale Minimum ist nur durch Variation der Startwerte und die Bestimmung lokaler Minima möglich.

Prinzipiell könnten stochastische Verfahren wie *genetische Algorithmen* [36] oder *simulated annealing* [47] verwendet werden, um nach einem globalen Optimum zu suchen. Diese Verfahren sind eher in der Lage, ein globales Minimum zu finden. Ihr Nachteil besteht darin, dass sie zum Auffinden sehr viele Modellbewertungen benötigen und sich deshalb nur für Probleme mit geringem Rechenaufwand pro Iteration anbieten. Aus diesen Gründe finden diese Verfahren im Zusammenhang mit der Parameteridentifikation auf Basis der Simulation von Indentationen keine Anwendung.

Eine andere Strategie besteht in der Verwendung von Antwortflächenverfahren (*response surface methodology, RSM*) wie sie allgemein z.B. in [11] vorgestellt werden. Die Antwortflächenverfahren liefern eine (mehrdimensionale) Interpolationsfunktion, deren Stützpunkte durch Auswertung von FE-Simulationen bestimmt werden. Die ermittelten Antwortflächen, die nun mit geringem Rechenaufwand ausgewertet werden, können dann mit (nicht-deterministischen) Minimierungsverfahren kombiniert werden. Das Nutzbarmachen der Antwortflächenverfahren hängt davon ab, ob es gelingt, eine geeignete Art der Interpolation zu finden sowie davon, wie die Simulationen im Parameterraum angeordnet werden. In [72] werden u.a. solche unterschiedlichen Designkonzepte vorgestellt. In [73] wird ein globales Optimierungsverfahren vorgestellt, das die Antwortflächen mit *genetischen Algorithmen* verbindet. Darin wird für einen Satz von FE-Simulationen eine Antwortflächenfunktion bestimmt und (in dieser noch groben Approximation) nach dem globalen Minimum gesucht. Um das gefundene Minimum wird dann mit sukzessive eingeengtem Parameterraum eine neuer Satz von FE-Simulationen für die Interpolation bestimmt. Der Nachteil dieses Verfahren liegt im exponentiellen Wachstum der benötigten FE-Simulationen in Abhängigkeit von den der Anzahl zu bestimmender Parameter.

Eine vielversprechende Strategie liegt in der Verwendung künstlicher neuronaler Netze (*artificial neural network, ANN*). Dabei werden aufbauend auf einer Datenbasis von FE-Simulationen Gewichtungsfunktionen derart bestimmt, dass alle eingegangenen Daten exakt repräsentiert werden und dazwischen interpoliert wird. *ANN* eignen sich (je nach Auslegung) entweder zur Interpolation von Last-Weg-Verläufen oder um das inverse Problem direkt zu

lösen. In [43] und [70] wurden *ANN* erfolgreich zur Identifikation elastischer, plastischer und viskoser Materialparameter im Zusammenhang mit runden Prüfkörpern eingesetzt. Auch hier ergibt sich das Problem, dass die Zahl der benötigten FE-Simulationen exponentiell mit der Anzahl zu variierender Parameter ansteigt. Der praktische Einsatz solcher Verfahren erfordert die Nutzbarmachung von Ähnlichkeitsbeziehungen und Dimensionsanalyse. Das heißt, dass das neuronale Netz wie in [43] für eine dimensionslos gemachte Beziehung angelernt wird, was mit der Eigenschaft verbunden ist, dass der Prüfkörper nicht nennenswert von der Form einer Kugel abweichen darf<sup>12</sup>.

In [53] wurde ein neuronales Netz und Last-Eindring-Kurven eines als Referenz modellierten konischen Indenters zur Identifikation der Parameter des modifizierten RAMBERG-OSGOOD-Materials nach Angaben des Autors erfolgreich verwendet. Wie die Untersuchung in Abschnitt 3.5.2 und 3.5.3 zeigen, wäre der praktische Einsatz allerdings durch unvermeidliche experimentelle Messunsicherheiten problematisch.

---

<sup>12</sup>In [43] wurden makroskopische Kugelindente vorgenommen, wobei die Maßhaltigkeit des Prüfkörpers besser sichergestellt werden kann, als bei der Verwendung von Nanoindentern.

# Kapitel 4

## Zugversuche

### 4.1 Versuchsaufbau zur Untersuchung der Grundwerkstoffe von Hartlotverbindungen bei Schweißnähten

Aufbauend auf der im Anhang D erläuterten Verfahrensweise zur Parameteridentifikation an Sn-Loten mittels Mikrozugversuchen wird in diesem Abschnitt das Vorgehen dargestellt, wie die Parameter von Aluminium AA6016-T4 und Stahl DX56 und dem Hartlot ZnAl15 bestimmt werden können. Die Endstücke der verwendeten Aluminium- und Stahlproben werden im Kapitel 5 zusätzlich mit dem Indenter untersucht und die nach dem Lösen des inversen Problems bekannten Spannungs-Dehnungs-Beziehungen miteinander verglichen.

Die Analyse von Verbesserungspotenzialen führte zu Modifikation der für die Sn-Lote verwendeten Versuchseinrichtung, so dass die Durchführung und Implementierung des Auswerteverfahrens weitgehend konform mit der einschlägigen Norm [25] ist.

Ein weiteres Ziel, das aber nicht in dieser Arbeit verfolgt wird, wird es sein, den Einfluss von unterschiedlichen Schweißverfahren und somit von unterschiedlichen eingebrachten Wärmemengen zu untersuchen. In dieser Arbeit<sup>1</sup> wird ausschließlich die Methodik vorgestellt, die zum Ermitteln von Parametern geeignet ist, die für einen Vergleich mit der Indentation herangezogen werden können.

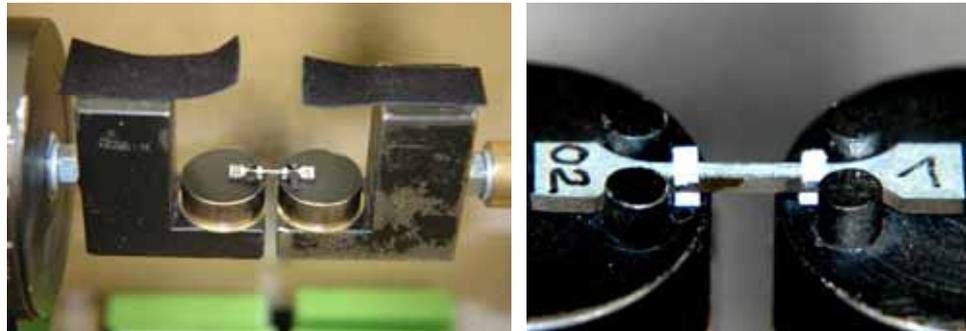
Um den Einfluss der eingebrachten Wärmemenge auf das Werkstoffver-

---

<sup>1</sup>Die Untersuchungen sind Teil des AiF-Projektes 09382/06DVS-Nr. 3.081 „Steigerung der Prozesssicherheit bei gleichzeitiger Verringerung der Produktionskosten durch den Einsatz gasförmiger Flussmittel beim Lichtbogenlöten“.

halten zu beschreiben, ist das Erodieren kleiner Probenkörper notwendig, um den „lokalen Charakter“ der Materialeigenschaften zugänglich zu machen. Da jede so gefertigte Mikrozugprobe ein Unikat darstellt, ist es gerade nicht möglich, mehrere Proben des vermeintlich „gleichartigen“ Materials mit unterschiedlichen Verfahren zu prüfen. Deshalb ist es notwendig, alle Materialparameter innerhalb eines einzigen Versuchs möglichst fehlerfrei zu bestimmen. Die Proben können auch nicht größer erodiert werden, da sonst der lokale Charakter der Materialeigenschaften verloren geht. Der E-Modul kann auch nicht gesondert mittels Ultraschall bestimmt werden, da die Proben mit Abmessungen von ca. 17 mm Gesamtlänge dafür deutlich zu klein sind.

Die Bestimmung des E-Moduls als eine der wichtigsten von mehreren Größen ist durch besondere Sensitivität gegenüber Messfehlern und Einflüssen des Kraftschlusses am Beginn der Messung geprägt. Abb. 4.1 zeigt die Probenhalterung mit Gleitlagern, die eine Verbiegung der Probe auf Grund unvermeidbarer Maßtoleranzen verhindern. Der Versuch soll weggesteuert, mit konstanter, vorgegebener Verzerrungsgeschwindigkeit ausgeführt werden. Nach ersten Versuchen ist die Verwendung einer Klemmvorrichtung als Probenhalterung wegen der hohen Belastung der filigranen Probe beim Einbau nicht mehr in Betracht gezogen worden. Da die Steuerung der *MTS* während des Versuchs nicht von kraft- auf weggesteuert geändert werden kann, ohne, dass es zu unkontrollierbaren Bewegungen der Halterung kommt, die die Probe beschädigen würden, wird beim Einbau wie folgt vorgegangen.



**Abbildung 4.1:** Links: Neu konstruierte Halterung mit Gleitlagern; Rechts: Detailansicht der Probe mit Marken und den Bolzen auf den Lagern

## 4.2 Ablauf des Zugversuchs

Für den Einbau der Probe verfährt die Probenhalterung zu einer vorgegeben Position und verharrt dort, so dass die Probe eingelegt werden kann. Nach dem Einlegen besteht kein Kraftschluss zwischen Probe und Bolzen.

Danach wird die Halterung verfahren, bis ein Schwellwert für die zu messende Kraft detektiert wird. Nach kurzem Verweilen wird dieser Vorgang noch zweimal wiederholt. Danach erfolgt eine Pause von definierter Dauer, hier 10 s. Danach beschleunigt die Zugmaschine auf die vorgegebene Geschwindigkeit. Die Länge der für die Versuchsdurchführung programmierten Haltezeit und ihr Startzeitpunkt werden in der neuen Auswerteprozedur auch in dem Programm hinterlegt, so dass die Referenzlänge  $l_0$  der Probe und auch eine näherungsweise korrigierte Nulllage für die Längenänderung im Gegensatz zu dem in Anhang D dargestellten Verfahren direkt aus den Messdaten bestimmt werden können.

Die Geschwindigkeit kann aufrecht erhalten werden, bis eine Verformung entstanden ist, die den Bruch der Probe sicherstellt. Mit dieser Vorgehensweise wurden deutlich geringere „Ausreißer“ in Form von Messfehlern der Dehnung erzielt als mit der Vorgehensweise, die in D dargestellt ist. Allerdings kommt es immer noch zu nennenswerten „Ausreißern“ bei geringen Verzerrungen, wodurch die Bestimmung des E-Moduls erschwert wird. Ein Teil der Messunsicherheiten wird durch das Extensometer selbst verursacht, da es für einen Messbereich von 50 mm, [29], ausgelegt ist, von dem lediglich 5 mm genutzt werden. Im ungünstigsten Fall müsste davon ausgegangen werden, dass sich die angegebene Messunsicherheit für die Längenänderung proportional von 0,2% auf 2% erhöht.

Die zu messenden Wegdaten werden durch eine geeignete Kalibrierung rauschärmer und mit höherer Auflösung gemessen. Dazu erfolgen die Messungen mit vier Kanälen, wobei man je zwei Kanäle pro Messmarke verwendet. Die Kanäle werden so kalibriert, dass je ein Kanal pro Marke konventionelle Dehnungen bis 60% mit seinem gesamten Auflösungsvermögen abbildet und je ein Kanal Dehnungen bis 6%. So ist es möglich, einen hoch aufgelösten Datensatz für die Ermittlung der Materialparameter und des  $R_{p0,2}$ -Wertes zu erhalten und einen weiteren, niedrig aufgelösten, der zur Bestimmung der Bruchspannung und Bruchdehnung geeignet ist.

Der bedeutend größere Fehler, der aber gemindert werden kann, rührt aus dem Bewegungsvorgang während des Kraftschlusses zu Beginn der Messung: Anfänglich hat die Probe mit drei Bolzen der Halterung Kontakt und mit steigender Last richten sich die Gleitlager aus, so dass Kraftschluss an allen vier Bolzen vorliegt. Bei weiter ansteigender Last vergrößern die stählernen Bolzen, die wesentlich härter als das zu charakterisierende Material sind, ihre Kontaktfläche und „graben“ sich tiefer in die Probe ein.

Um die beschriebenen Fehler am Beginn des Belastungsvorganges zu vermindern, wird die Entlastungssteigung bestimmt, um daraus den E-Modul zu ermitteln. Bei einer nominellen Dehnung von 0,5% wird die Last auf 10% der erwarteten maximalen Last gesenkt. Beide Größen, sowohl die vorge-

gebene Last als auch der programmierte Beginn des Entlastungsprozesses, werden allerdings nur mit geringer Genauigkeit eingehalten. Nach dem Absenken der Last beschleunigt die Vorrichtung wieder auf Sollgeschwindigkeit und verfährt dann mit konstanter Geschwindigkeit bis zum Erreichen der maximalen Längenänderung.

### 4.3 Auswerteverfahren

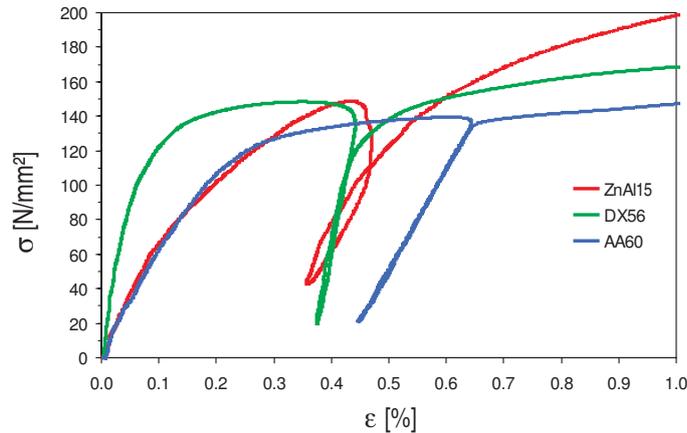
Ziel der im folgenden anhand der Abb. 4.3 und 4.4 erläuterten Verfahrensweise soll es sein, den E-Modul als eine von mehreren Größen aus einem Versuch so fehlerarm wie möglich bestimmen zu können. Die sichere Bestimmung aus der Tangentensteigung erweist sich als schwierig, falls kein ausgeprägter linear elastischer Bereich am Beginn der Messung vorliegt oder die Fehler in den Messdaten bei erstmaliger Belastung und geringen Kräften groß sind. In Anlehnung an einen Hinweis in [25] wird die im folgenden erläuterte Verfahrensweise implementiert.

Abb. 4.2 zeigt aus mehreren Versuchen gemittelte und geglättete Messkurven. Für alle gemittelten Messungen wurde die gleiche Verfahrgeschwindigkeit als Funktion der Zeit verwendet. Bei Stahl und Aluminium ist die Öffnung der Hysterese von der selben Größenordnung wie die Messunsicherheit während bei ZnAl15 die Hysterese deutlich zu erkennen ist. Abb. 4.3 zeigt die schematische Darstellung eines Wiederbelastungsvorganges an einer metallischen Zugprobe. Die Probe weist der Hysterese zufolge (leicht) viskose Eigenschaften auf. Nach [25] wäre hier sinngemäß die Sekantensteigung  $E$  bei  $\mathbf{E}$  zu ermitteln. Die Bestimmung der Geraden durch die Punkte  $\mathbf{B}$  und  $\mathbf{C}$  ist in der Praxis so nicht möglich, wenn die Weite der Öffnung der Hysterese gering ist bzw. klein gegenüber dem Messfehler. In dem Fall führt auch ein Glätten der Kurve zu keinem akzeptablen Ergebnis. Das zu implementierende Verfahren darf also nicht davon abhängen, dass die Messkurve auch tatsächlich der schematischen Darstellung folgt.

Aus den gemessenen chronologisch sortierten Tripeln Länge, Kraft und Zeit werden die Spannungen bezogen auf die Referenzfläche und Dehnungen ermittelt und der Datensatz sukzessive aufgetrennt, um die Tupel, die zur Hysterese gehören, zu bestimmen. In einem ausreichenden Abstand vom Nullpunkt wird das Minimum der Spannung  $\mathbf{B}$  bestimmt. In dem zeitlich vor  $\mathbf{B}$  liegenden Segment wird das Maximum  $\mathbf{A}$  ermittelt. Die Daten in dem zwischen den Punkten  $\mathbf{A}$  und  $\mathbf{B}$  liegenden Segment gehören zum Entlastungsvorgang. Aus den Daten des Entlastungsvorganges wird die maximale Dehnung am Punkt  $\mathbf{F}$  ermittelt<sup>2</sup>. Aus den Daten des Wiederbelastungsvor-

<sup>2</sup>Ob  $\mathbf{F}$  wie in Abb. 4.2 oberhalb von  $\mathbf{C}$  liegt oder wie in der schematischen Darstellung

## 4 Zugversuche



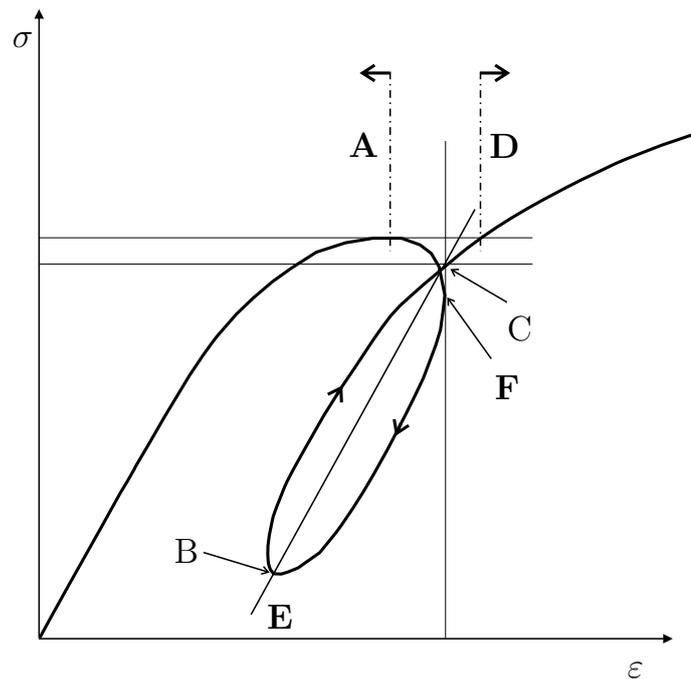
**Abbildung 4.2:** Geglättete Messkurven aus mehreren Versuchen gemittelt; technische Spannungen aufgetragen über konventionelle Dehnungen

ganges werden diejenigen ausgewählt, deren maximale Dehnung kleiner als am Punkt **F** ist, wodurch der Punkt **C** bestimmt ist. Die Daten des zwischen **A** und **B** liegenden Segmentes werden reduziert auf die Daten, deren Spannung unterhalb der bei **C** liegt.

Nach dem Abarbeiten dieses Algorithmus existieren die Datenbereiche vom Anfangspunkt bis **A**, was den anfänglichen Belastungsvorgang wiedergibt, von **C** bis **B**, was den Prozess der Entlastung während der Hysterese beschreibt und von Daten **B** bis **C**, was den Prozess der Wiederbelastung während der Hysterese darstellt. Außerdem existiert noch ein Datensatz von **D** bis zum Versuchsende. Die zu den Bereichen **C** bis **B** und **B** bis **C** gehörenden Daten werden zur linearen Regression einer Geradengleichung herangezogen. Den E-Modul erhält man dann als den Koeffizienten des linearen Anteils der Gradengleichung. Abb. 4.4 zeigt die Anwendung des Algorithmus auf die gemessene Spannungs-Dehnungs-Kurve an einer Probe aus Aluminium AA6016T4. Die Daten des Bereiches vom Beginn bis **A** und von **D** bis zum Versuchsende sind mit grünen Punkten gekennzeichnet, der Bereich von **A** bis **B** in blau und der von **B** bis **D** in rot. Die in der Abbildung dargestellte Messung stellt hinsichtlich der Messfehler bei den Miniaturproben eine „fehlerarme“ Messung dar. Eine Gerade parallel zur ermittelten Regressionsgerade ist in den Ursprung eingezeichnet. Die Messung weist einen ausgeprägten linearen Bereich aus, aber keine Hysterese. Die in die Regression einzubeziehenden Punkte sind sicher erkannt worden. Auf dieser Grundlage wird der E-Modul festgelegt, und es können nachfolgend die Korrektur der Nulllage der Verzerrungen und die Parameter von Materialvorschriften identifiziert

---

Abb. 4.3 unterhalb, hat für den beschriebenen Algorithmus keine Bedeutung.



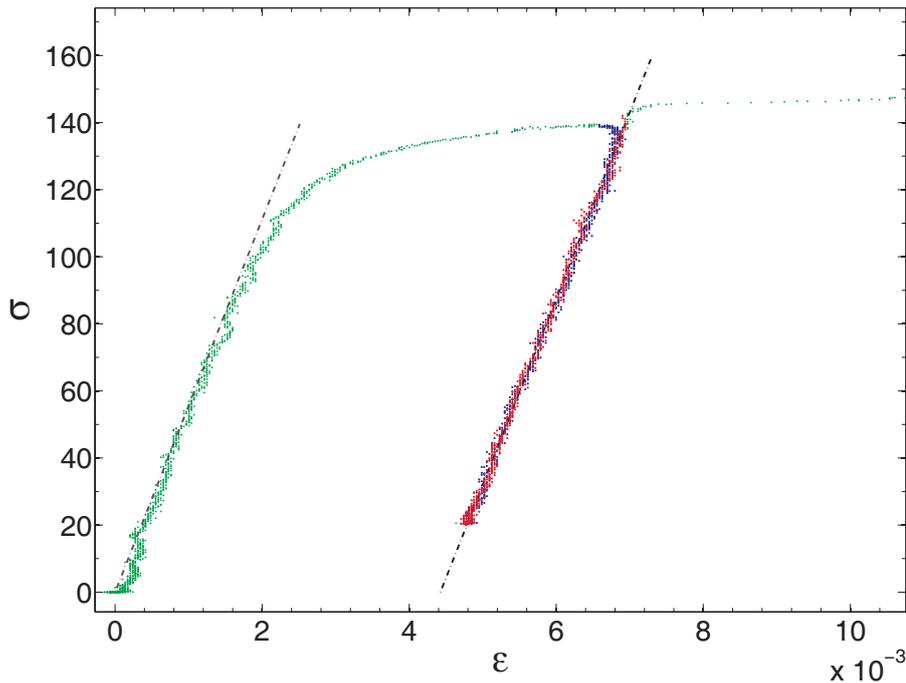
**Abbildung 4.3:** Schematische Darstellung der Identifikation der Sekantensteigung

werden, wodurch die Anzahl der durch eine nachfolgende Optimierung zu findenden Parameter um eins reduziert wird.

Die nominelle Verzerrungsgeschwindigkeit betrug  $\dot{\epsilon}^{\text{nom}} = 0,1 \frac{\text{mm}}{\text{s}}/8,0\text{mm} = 0,0125\text{s}^{-1}$  und war ca. halb so groß wie die in [42] benutzte. Die Abtastrate beträgt 50Hz, wodurch zusammen mit der halbierten Verzerrungsgeschwindigkeit sichergestellt ist, dass der Versuch durch eine ausreichende Datendichte beschrieben wird. Da anfangs die nominelle Geschwindigkeit nicht erreicht wird, nimmt die Datendichte, wenn sie nicht als Abtastungen pro Zeit sondern als Abtastungen im Verhältnis zur Verzerrung gemessen wird, ab. Dieser Effekt ist in Abb. 4.4 deutlich zu erkennen.

Die Messung des E-Moduls darf nicht durch mehrere versetzte Hysteresen erfolgen, da ZnAl15 bei einer Messung mit neun Hysteresen einen abfallenden Modul aufweist. Abb. 4.5 zeigt solch eine Messprozedur mit neun versetzten Hysteresen. Die Module wurden in Tabelle 4.1 über den Schnittpunkt der Ausgleichsgeraden mit der Dehnungsachse aufgetragen und fielen dabei monoton von  $64000\text{N/mm}^2$  bei 0,23% auf  $37000\text{N/mm}^2$  bei 8,88%. Ein Vergleich von E-Moduln unter Berücksichtigung der Schnittpunkte der Ausgleichsgeraden mit der Dehnungsachse an einfach wiederbelasteten Aluminiumproben ergab keine signifikante Abhängigkeit. Allerdings bewegten sich die Schnittpunkte lediglich in einem Intervall von 0,32% bis 0,52%. Da die Messungen der späteren Bestimmung von Eigenschaften eines Verbundes, der auch

#### 4 Zugversuche



**Abbildung 4.4:** Durch den beschriebenen Algorithmus erkannte Kurve der Wiederbelastung

$\varepsilon$ [%]	0,23	0,93	1,85	2,85	4,08	5,26	6,45	7,65	8,88
$E$ [N/mm <sup>2</sup> ]	64090	49520	45320	41710	42050	39260	38810	38520	37190

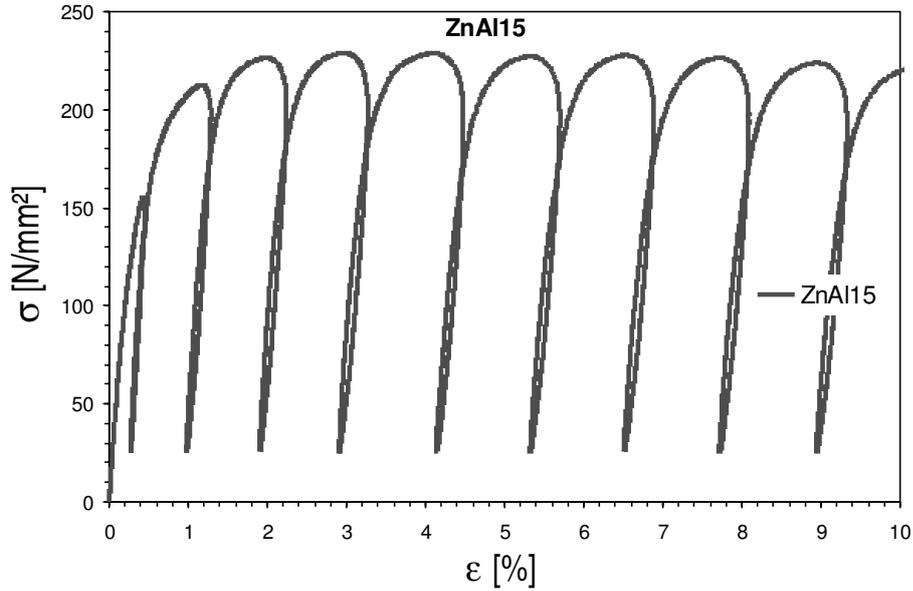
**Tabelle 4.1:** Hysteresen und ermittelte Moduln in Abhängigkeit vom Schnittpunkt mit der Achse der Dehnungen

ZnAl15 enthält, dienen soll, wird die Hysterese bei allen Messungen nur einmal durchfahren werden und soll möglichst dicht am Ursprung liegen und bei allen Messungen eines Werkstoffes bei der gleichen Dehnung<sup>3</sup> stattfinden.

Auf das intervallweise Bilden von Mittelwerten für Dehnung und Spannung wie bei der im Anhang D dargestellten Methode, wird verzichtet. Stattdessen werden alle wie in Anhang D beschrieben vorbereiteten Messwerte, die zu dem auszuwertenden Datenbereich gehören, als Eingangsdaten für die Optimierung verwendet, wobei die mit zunehmender Dehnung sinkende Informationsdichte in noch zu erklärender Weise Berücksichtigung finden muss.

Es sind die modifizierte Materialvorschrift nach LUDWIK gemäß Gl. (3.27)

<sup>3</sup>Das angeführte Intervall der Dehnungen von 0,32% bis 0,52% entstand durch die Abweichungen der Steuerung der Versuchseinrichtung bei Verwendung des selben programmierten zeit- und weggesteuerten Versuchsablaufs.



**Abbildung 4.5:** Fallender Modul bei wiederholten Hysteresen; technische Spannungen aufgetragen über konventionelle Dehnungen

und die modifizierte Vorschrift nach RAMBERG-OSGOOD gemäß Gl. (3.20) implementiert worden. Auf die Bildung der analytischen Ableitungen analog zu Gl. (D.19) bzw. Gl. (D.22) wird zugunsten einer größeren Flexibilität bei neu zu implementierenden Vorschriften verzichtet. Stattdessen sind finite Differenzen analog zu Gl. (3.15) verwendet worden. In beiden Fällen wird der E-Modul aus der Wiederbelastung ermittelt und in die Materialvorschrift eingesetzt. Der Optimierer bestimmt unter Verwendung eines Rasters von Startwerten die verbleibenden Materialparameter und zusätzlich die Korrektur der Nulllage iterativ durch eine Prozedur analog zu der im Anhang am Ende von D.2 erläuterten.

Die Zielfunktion für die modifizierte Materialvorschrift nach RAMBERG-OSGOOD lautet:

$$\phi(D, m, \sigma_y, \varepsilon_0) = \sum_{i=1}^n w_i (\tilde{\varepsilon}_i(E, D, m, \sigma_y, \varepsilon_0) - \varepsilon_i^{\text{Ref}})^2 = \sum_{i=1}^n w_i \Delta \varepsilon_i^2. \quad (4.1)$$

Wie erläutert ist der E-Modul aus dem Wiederbelastungsvorgang dabei bereits bekannt und ist deswegen keine mehr durch die Optimierung zu bestimmende Größe. Die formulierte Zielfunktion enthält zusätzlich die Gewichtung  $w_i$ . Die Gewichtung berücksichtigt die abnehmende Informationsdichte von Messpunkten pro Dehnungseinheit, da andernfalls das Ergebnis der Optimierung von dem mit hoher Informationsdichte beschriebenen Belastungsvorgang dominiert würde und insbesondere die Fließspannung und die

Spannungen bei 0,1% bzw. 0,2% Dehnung stark verfälscht wären. Aus dem zu betrachtenden Datensegment wird der größte Abstand  $\max(\varepsilon_{i+1}^{\text{Ref}} - \varepsilon_i^{\text{Ref}})$  einer steigenden Folge von  $\varepsilon_i^{\text{Ref}}$  ermittelt. Danach wird mit dem ermittelten Abstand intervallweise die Anzahl von Messpunkten  $\bar{n}$  von der kleinsten Dehnung beginnend bis zum Maximum bestimmt. Für alle zu einem Intervall gehörenden Messpunkte  $\varepsilon_i^{\text{Ref}}$  wird die Gewichtung  $w_i = \max(\varepsilon_{i+1}^{\text{Ref}} - \varepsilon_i^{\text{Ref}}) / \bar{n}$  bestimmt. Das größte mögliche Gewicht beträgt also 1 in dem Intervall mit dem größten Abstand und ist in allen anderen kleiner.

## 4.4 Versuchsergebnisse

Die Parameter der ca. 1 mm dicken Proben der Grundwerkstoffe Stahl DX56 (Werkstoffnr. 1.0322), Aluminium AA6016T4 und dem Lot ZnAl15 sind in den Tabellen 4.2, 4.3 und 4.4 angegeben. Die in den Tabellen aufgeführten Werte sind alle in  $\text{N/mm}^2$  angegeben, bis auf  $m$ , welches einheitenlos ist. Die Tabellen weisen die Werte für jeden Versuch und das arithmetische Mittel, die maximale Abweichung vom Mittel nach unten und nach oben und die Standardabweichung aus.

Beim Stahl ist der E-Modul mit einem Mittel von  $161000 \text{ N/mm}^2$  ungewöhnlich niedrig. Für dieses Material konnte in [48] ein Vergleichswert von  $162200 \text{ N/mm}^2$  bis  $165300 \text{ N/mm}^2$  gefunden werden. Die Streuung um das Mittel mit bis zu  $37800 \text{ N/mm}^2$  entsprechend 23,4% des Mittels und die Standardabweichung zu  $21600 \text{ N/mm}^2$  entsprechend 13% des Mittels sind allerdings unbefriedigend. Auch die Fließgrenze weist große relative Schwankungen um das Mittel auf, während die Spannungen  $R_{p0,1}$  und  $R_{p0,2}$  nur geringe Streuungen aufweisen. Im Falle von  $R_{p0,2}$  beträgt die relative Abweichung der Standardabweichung 4,8% bezogen auf das arithmetische Mittel. Im Vergleich mit [48], wo für  $R_{p0,1}$  im Mittel  $158,6 - 158,7 \text{ N/mm}^2$  statt  $142 \text{ N/mm}^2$ , für  $R_{p0,2}$   $163,9 - 164,0 \text{ N/mm}^2$  statt  $150 \text{ N/mm}^2$  und für  $R_m$   $303,9 \text{ N/mm}^2$  anstelle von  $284 \text{ N/mm}^2$  angegeben werden, fallen die hier ermittelten Größen im Mittel alle niedriger aus.

Für Aluminium AA6016T4 und ZnAl15 sind keine Vergleichswerte verfügbar. Beide Materialien weisen E-Moduln um  $60000 \text{ N/mm}^2$  und Standardabweichungen von ca.  $7000 \text{ N/mm}^2$  auf, was 12% des Mittels entspricht. Analog wie schon zuvor beim Stahl gilt, dass neben der Ermittlung des E-Moduls, die Ermittlung der Fließgrenze mit größeren Unsicherheiten behaftet ist, während die Spannungen  $R_{p0,1}$  und  $R_{p0,2}$  lediglich geringen Streuungen unterliegen.

Im Falle einer späteren Untersuchung eines gefügten Werkstückes wird man deswegen die Auswirkungen des Fügeprozesses eher auf den Vergleich von  $R_{p0,1}$  und  $R_{p0,2}$  eingrenzen, um überhaupt ein deutbares Ergebnis zu erhalten.

#### 4 Zugversuche

Probe	$E$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$D$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$m$	$\sigma_y$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$R_{p0,1}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]
001	152535	434	3.7	69	135	149	283
002	141934	212	4.0	100	138	145	283
003	138607	543	2.0	127	143	150	287
004	130993	255	4.4	76	129	139	277
005	190520	234	4.0	103	144	152	283
006	166032	169	3.7	114	139	145	278
007	165368	556	2.0	121	139	146	278
011	165222	215	4.1	109	148	155	293
012	198971	353	2.4	1389	158	165	298
$\emptyset$	161131	330	3.4	106	142	150	284
$\Delta_{unten}$	-30139	-161	-1.4	-36	-12	-11	-7
$\Delta_{oben}$	37840	226	1.0	31	17	16	14
Std.-abweich	21634	139	0.9	21	8	7	7

**Tabelle 4.2:** Ermittelte Materialparameter und Kennwerte für DX56

Probe	$E$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$D$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$m$	$\sigma_y$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$R_{p0,1}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]
002	55546	271	3.0	102	128	136	256
003	60025	217	3.3	99	125	132	251
004	52373	472	1.9	126	137	143	264
009	60467	276	3.0	99	125	133	253
010	70472	246	3.7	87	126	134	256
011	66936	223	3.8	99	134	142	267
012	49188	278	4.1	71	122	132	255
$\emptyset$	59287	283	3.2	98	129	136	257
$\Delta_{unten}$	-10099	-66	-1.4	-26	-7	-4	-6
$\Delta_{oben}$	11185	189	0.8	28	9	7	9
Std.-abweich	7064	80	0.7	15	5	4.3	5

**Tabelle 4.3:** Ermittelte Materialparameter und Kennwerte für AA6016

## 4 Zugversuche

Probe	$E$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$D$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$m$	$\sigma_y$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$R_{p\ 0,1}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$R_{p\ 0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]
001	59329	659	3.3	54	136	155	226
002	56100	763	3.0	71	145	165	230
003	73458	785	3.0	72	150	170	239
004	55678	767	3.0	64	141	161	242
009	49591	737	3.0	74	145	164	229
010	58509	755	2.9	70	142	161	231
011	63579	786	3.0	65	143	163	230
$\emptyset$	59463	750.2	3.0	68	144	163	232
$\Delta_{unten}$	-9873	-91	-0.1	-14	-7	-8	-6
$\Delta_{oben}$	13994	36	0.3	7	7	8	10
Std.-abweich	6937	40	0.1	7	4	4	5

**Tabelle 4.4:** Ermittelte Materialparameter und Kennwerte für ZnAl15

## 4.5 Mögliche konstruktive Änderungen

Die als nächstes umzusetzende Maßnahme zur Verminderung der Messfehler sollte das Einrichten einer Klemmvorrichtung hinter den in Abb. 4.1 gezeigten Bolzen der Halterung in Längsrichtung der Probe sein, falls dieses mit den Umständen des Probeneinbaus durch eine Modifikation des programmierten Messvorganges zu vereinbaren wäre. Diese Klemmvorrichtung soll im vorgespannten Zustand den Probenkopf gegen die Bolzen pressen, um das später während der Belastung eintretende Ausrichten der Lager und das Einpressen der Bolzen in den Probenkopf zu vermindern. Das noch nicht gelöste Problem besteht darin, dass während des Klemmvorganges der taillierte Bereich der Probe kraftfrei bleiben und danach auf eine weggesteuerte Versuchsdurchführung umgeschaltet werden muss, ohne dass es dabei zu einem unkontrollierten Verhalten der Zugmaschine kommt.



# Kapitel 5

## Parameteridentifikation mit modellseitiger Berücksichtigung der kalibrierten Geometrie des sphärischen Prüfkörpers und Vergleich mit Mikrozugproben

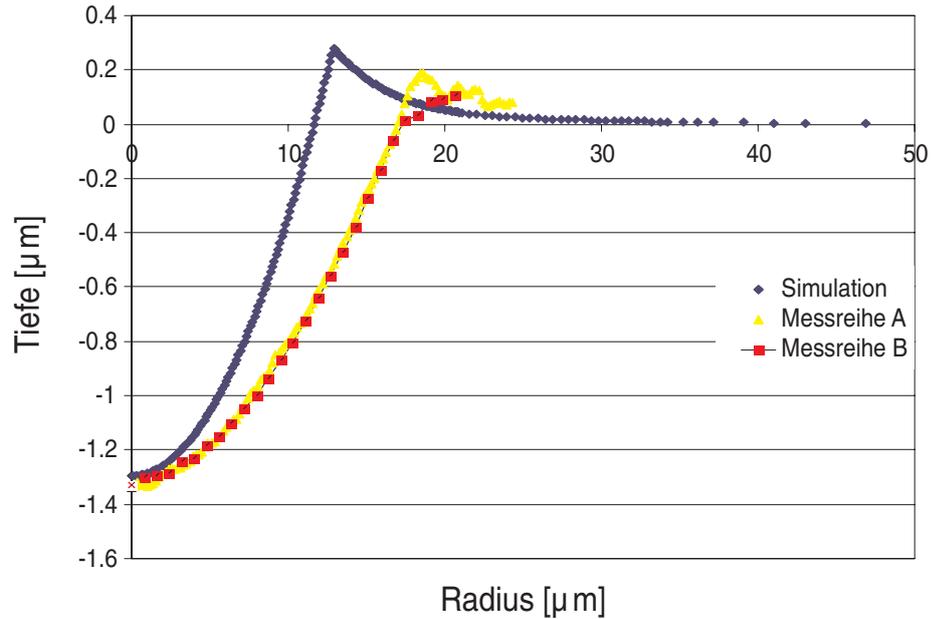
### 5.1 Analyse des Eindringkörpers

Um ein möglichst weites Spektrum der Spannungs-Dehnungs-Kurven identifizieren zu können, sind anfangs besonders tiefe Indents mit totalen Tiefen von ca. 1600 nm gemacht worden. Die Parameteridentifikation wurde mit einem Modell einer idealen Kugel mit anfangs  $55\ \mu\text{m}$  Radius durchgeführt. Die *rechnerisch* für das gefundene Optimum ermittelte Kontur wird mit einer Abtastung der Oberfläche des Probenkörpers mittels *NanoVision*<sup>1</sup> verglichen. Bei der Abtastung des Indents mittels *NanoVision* wird eine Serie von Messreihen angelegt, die durch den verbleibenden Abdruck gehen. Abb. 5.1 zeigt die berechnete Kontur und zwei abgetastete Reihen von Messwerten aus einer Serie von Messreihen. Die beiden dargestellten Reihen sind diejenigen, die nahe des Zentrums des Abdrucks zu liegen kamen. Offensichtlich liegen große Abweichungen in den Konturen vor. Wenn zum Vergleich die Schnittpunkte des aufgetragenen Radius mit der Nulllinie der Tiefe betrachtet werden, so

---

<sup>1</sup>Alle in diesem Kapitel im Zusammenhang mit der Indentation aufgeführten Messungen und Kurven, die als Referenzdaten verwendet werden, sind Messung von Dipl.-Ing. M. Szuggars und Dr. M. Griepentrog an der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, (BAM).

erhält man für die Simulation des Prüfkörpers mit einem Kugelradius von  $55\ \mu\text{m}$  einen Schnittpunkt bei  $12\ \mu\text{m}$  und für die Messung bei  $17\ \mu\text{m}$ . An dieser Stelle weist die Simulation also einen Radius von ca. 70% der Messung auf, demzufolge betrüge die projizierte Fläche der Simulation an dieser Stelle lediglich  $\sim 50\%$  der gemessenen. Nachfolgend wurden Identifikationen unter Annahme eines Kugelradius von  $68\ \mu\text{m}$  gemacht. Auch hier kam es zu vergleichbaren Abweichungen gegenüber den *NanoVision*-Abtastungen.



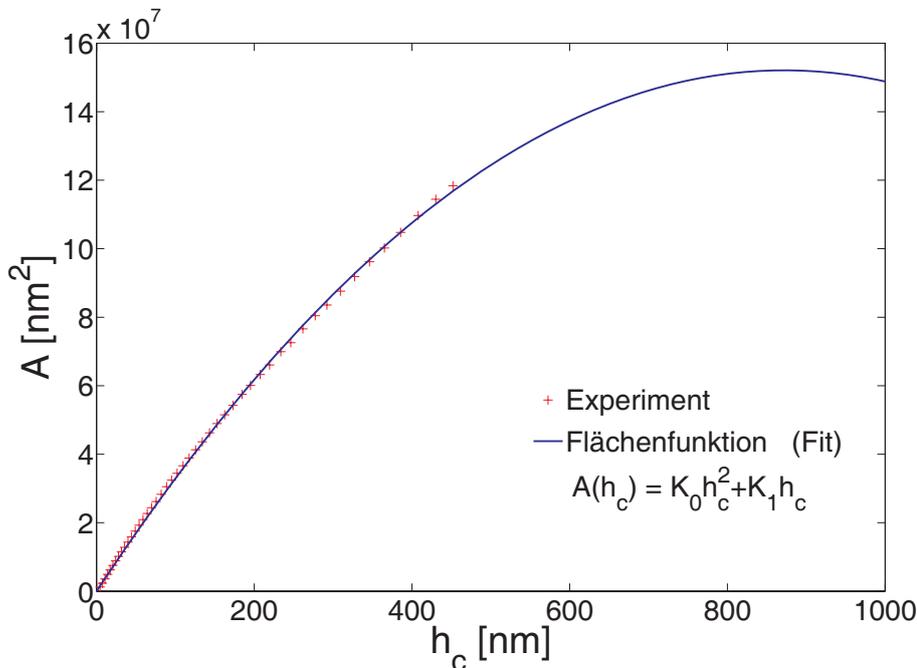
**Abbildung 5.1:** *NanoVision*-Scan der Kontur eines tiefen Eindrucks in eine Kupferprobe im Vergleich zur berechneten Kontur bei Eindrücken mit einer Kugel von  $55\ \mu\text{m}$  Radius am Optimum der Zeit-Kraft-Weg-Daten

Da Zweifel an der Maßhaltigkeit des Eindringkörpers bestehen, soll dessen Form überprüft werden. Die durch die Kalibrierung an einem Quarz an diskreten Stellen bekannte Funktion  $A(h_c)$  kann nicht mittels dem von OLIVER und PHARR vorgestellten Ansatz nach Gl. (2.45) angepasst werden, da das Resultat der Anpassung oszilliert.

Die Terme im Ansatz der Flächenfunktion einer idealen Kugel sollen näher betrachtet werden. Die Flächenfunktion  $A(h_c) = \pi(2Rh_c - h_c^2)$  für den kugelförmigen Abschnitt eines spitzen Indenters nach Gl. (2.6) muss im Falle einer idealen Kugel für den gesamten Eindringkörper gelten. Der Vergleich der Flächenfunktion mit dem Ansatz nach Gl. (2.45) zeigt, dass der Ansatz geeignet ist, die Funktion exakt abzubilden. Mit der auch anwendungstechnisch sinnvollen Einschränkung, dass die Eindringtiefe  $h_c$  kleiner als der Radius  $R$  ist, gilt  $\frac{dA}{dh_c} = \pi(2R - 2h_c) > 0$  und  $\frac{d^2A}{dh_c^2} = -2\pi < 0$ .

Die hinreichenden (aber nicht notwendigen) Bedingungen an die Koeffizienten  $K_n$  in Gl. (2.45), um die geforderten Eigenschaften der Ableitungen befriedigen zu können, lauten dann:  $K_0 < 0$ ,  $K_1 > 0$  und  $K_n < 0$ , mit  $n \in \{2; 3; \dots; 7\}$ . Für das Anpassen der in der Funktion  $A(h_c)$  linearen Koeffizienten  $K_n$  an die Messwerte ergibt sich also ein restringiertes Optimierungsproblem. Als Lösung erhält man  $K_0 = -200$  und  $K_1 = 349000$  nm und alle anderen  $K_n = 0$ . Aufgrund der Restriktionen, die auch ein Oszillieren ausschließen, ergeben sich alle höheren Koeffizienten zu 0. Der Form der Lösung nach zu urteilen, liegt dann eine ideale Kugel vor.

Der Abb. 5.2 ist allerdings zu entnehmen, dass die angepasste Funktion zum Teil auch sichtbare Abweichungen von den Messwerten aufweist. Die Betrachtung des Koeffizienten in der Gleichung der idealen Flächenfunktion liefert  $R = K_1/2\pi = 55513$  nm, womit der nominelle Radius von  $50 \mu\text{m}$  mit einer Abweichung von 11% eingehalten wäre. Der Abb. 5.2 kann weiterhin entnommen werden, dass die Bedingung  $\frac{dA}{dh_c} > 0$  im extrapolierten Bereich ab  $h_c \gtrsim 800$  nm verletzt ist, was als schwerwiegend zu beurteilen ist, da die Bedingung idealerweise für den gesamten Bereich  $h_c < R$  hätte erfüllt sein sollen. Aufschluss liefert der Wert  $K_0$ : Dieser hätte im Idealfall lediglich den Wert  $-\pi$  anstelle von  $K_0 = -200$  aufweisen dürfen, wodurch die angepasste Funktion  $A(h_c)$  für ein zunehmendes Argument  $h_c$  zu geringere Werte im extrapolierten Bereich aufweist.



**Abbildung 5.2:** Extrapolation für die restringierte Lösung der Flächenfunktion über den kalibrierten Bereich von 450 nm

Die Koeffizienten  $K_0$  und  $K_1$  für die Anpassung der Flächenfunktion  $A(h_c)$  an die Form einer Kugel haben gezeigt, dass die angenommene Form keine ausreichende Erklärung für die Messwerte  $A(h_c)$  liefert. Um die Form des Diamanten beurteilen zu können, soll an dieser Stelle seine Krümmung betrachtet werden.

Das zuvor angesprochene Oszillieren des Ansatzes für die Flächenfunktion nach OLIVER und PHARR ist erst im Nachhinein beim Auswerten der Krümmung deutlich geworden, was prinzipiell unabhängig von der Form der Flächenfunktion  $A(h_c)$  möglich ist. Der Krümmungsradius kann nach

$$\rho(h_c) = -\frac{(1+r'^2)^{\frac{3}{2}}}{r''} \text{ mit } ( )' = \frac{d( )}{dh_c} \quad (5.1)$$

aus der Radiusfunktion  $r(h_c)$  gemäß Gl. (2.9) berechnet werden:

$$r(h_c) = \sqrt{\frac{A}{\pi}} \text{ mit } A(h_c) ,$$

woraus sich die Ableitungen

$$r'(h_c) = \frac{1}{2}\pi^{-\frac{1}{2}}A^{-\frac{1}{2}}A' \text{ und} \quad (5.2)$$

$$r''(h_c) = -\frac{1}{4}\pi^{-\frac{1}{2}}A^{-\frac{3}{2}}A'^2 + \frac{1}{2}\pi^{-\frac{1}{2}}A^{-\frac{1}{2}}A'' \quad (5.3)$$

berechnen lassen. Jeder Krümmungswechsel in  $A(h_c)$ , auch wenn er bei der Auswertung von  $A(h_c)$  nicht zu wesentlichen Störungen führte, liefert bei der Bestimmung des Krümmungsradius  $\rho(h_c)$  eine Singularität und führt in ihrer Umgebung zu nicht verwertbaren Ergebnissen.

Ein deutlich besseres Ergebnis kann mit dem Ansatz

$$h_c(r) = p_4r^4 + p_3r^3 + p_2r^2 + p_1r \quad (5.4)$$

erzielt werden. Dazu wird jedes Paar  $(h_c; A)$  der Kalibriermessung mittels Gl. (2.9) in  $(h_c; r)$  überführt. Danach können die Koeffizienten  $p_1$  bis  $p_4$  der Funktion  $h_c(r)$  mittels Regression ermittelt werden. Abb. 5.3 stellt die mit diesem Ansatz repräsentierbare Flächenfunktion als in  $r$  parametrisierte Funktion  $[h_c(r); A(r)]^T$  dar.

Die Krümmung kann dann durch

$$\rho(r) = \frac{(1+h_c'^2)^{\frac{3}{2}}}{h_c''} \text{ mit } ( )' = \frac{d( )}{dr} \quad (5.5)$$

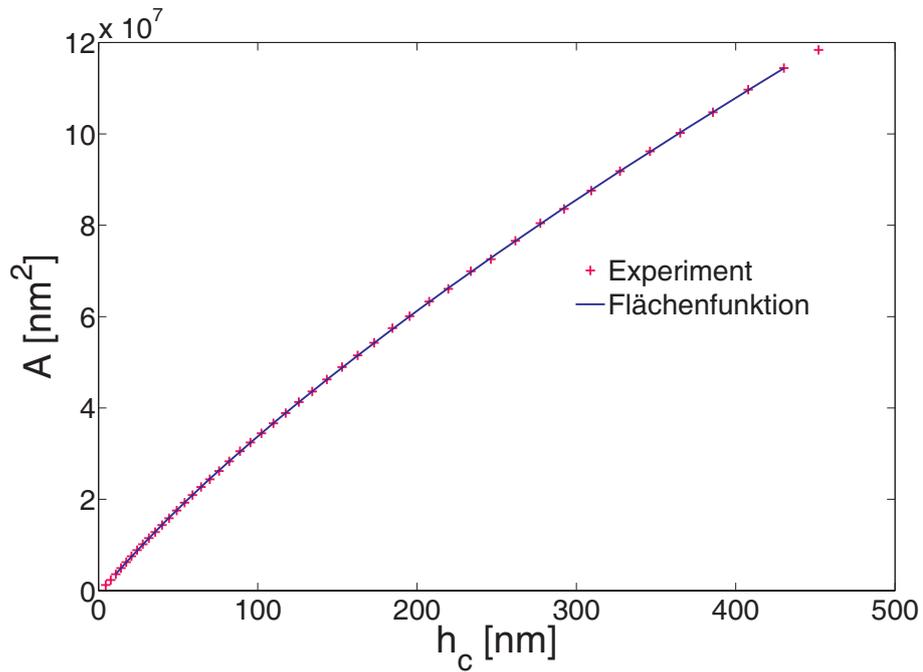


Abbildung 5.3: Interpolation der Flächenfunktion über den kalibrierten Bereich von 450 nm

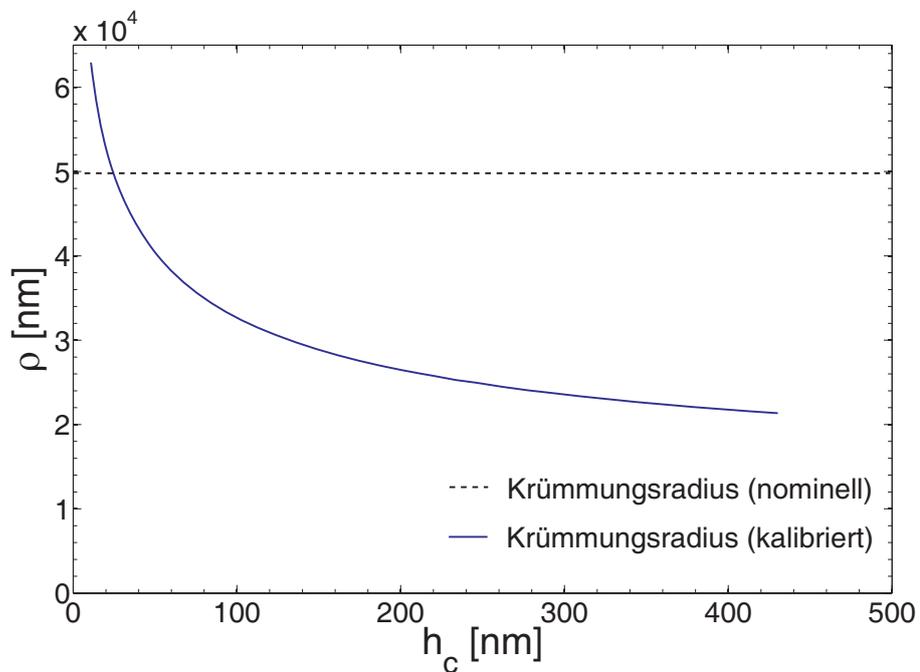


Abbildung 5.4: Krümmungsradius des Diamanten über den kalibrierten Bereich von 450 nm im Vergleich zur Herstellerangabe von  $50 \mu\text{m}$

ermittelt werden und als in  $r$  parametrisierte Funktion  $[h_c(r); \rho(r)]^T$ , wie in Abbildung 5.4 gezeigt, dargestellt werden.

Die Abbildung zeigt deutliche Abweichungen gegenüber dem vom Hersteller angegebenen Sollradius. Einschränkend muss allerdings erwähnt werden, dass für geringer werdende Eindringtiefen zu erwarten ist, dass der relative Fehler in  $A(h_c)$  größer wird und somit die Bestimmung des Krümmungsradius für kleine Werte  $h_c$  mit größeren Unsicherheiten behaftet ist. Das in der Abbildung erkennbare Ansteigen der Funktion  $h_c(r)$  für kleiner werdende  $r$  ist keine Singularität, die der Form des Ansatzes für  $h_c(r)$  nach Gl. (5.4) geschuldet ist, da  $h_c''(r=0)$  auch Werte verschieden von 0 annehmen kann.

## 5.2 Aufbau eines angepassten Modells mit individuellem Prüfkörper

Der an der *Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)* stehende Nanoindenter verfügt über den zuvor beschriebenen verrundeten Eindringkörper mit einem nominellen Radius von  $50 \mu\text{m}$ . Unter der maximalen Last von  $500 \text{ mN}$  konnte bei Kalibriermessungen zur Bestimmung der Flächenfunktion mittels *CSM* eine Kontakttiefe von  $450 \text{ nm}$  erreicht werden. Auf Grund der großen Abweichungen von der Kugelform ist auch die Möglichkeit der Extrapolation der Funktion  $A(h_c)$  über den kalibrierten Bereich  $[0 \text{ nm}; 450 \text{ nm}]$  hinausgehend ausgeschlossen. Gemäß der im Abschnitt 2.1 unter Nutzung der Radiusfunktion nach Gl. (2.9) erläuterten Vorgehensweise wird die Geometrie des Diamanten aus den Kalibrierdaten bestimmt. Die an diskreten Stellen bekannte Funktion  $A(h_c)$  wird weder mittels des von OLIVER und PHARR vorgestellten Ansatzes nach Gl. (2.45) interpoliert noch auf Grundlage des zuvor erläuterten Ansatzes nach Gl. (5.4), da dieser für die Analyse des Krümmungsradius eingeführte Ansatz erst nachträglich ermittelt wurde. Stattdessen werden die „Definitionslücken“ in  $A(h_c)$  nach einem in [33] vorgestellten Interpolationsverfahren geschlossen. Dieses Verfahren erzeugt keine oszillierenden Ergebnisse, da die Forderung  $\frac{d^2 A(h_c)}{dh_c^2} \neq 0$  implizit durch das gewählte Interpolationsverfahren berücksichtigt wird, weswegen die Funktion  $A(h_c)$  im gesamten Gebiet keine Änderung des Vorzeichens der Krümmung haben kann. Die Forderung, dass die zweite Ableitung keine Nullstelle aufweisen darf, führt im Allgemeinen zu einer größeren Abweichung gegenüber den Stützwerten als die Verwendung einer Splinefunktion. Eine Splineinterpolation mit kubischen *Hermit*ansätzen hätte die Eigenschaft, stetig durch alle vorgegebenen Stützpunkte zu verlaufen und außerdem die Stetigkeit der ersten und zweiten Ableitungen im gesamten Interpolationsge-

biet zu gewährleisten. Daraus resultiert bei der Anwendung auf „verrauschte“ Messwerte im Allgemeinen ein „Überschwingen“ im Bereich der Stützpunkte.

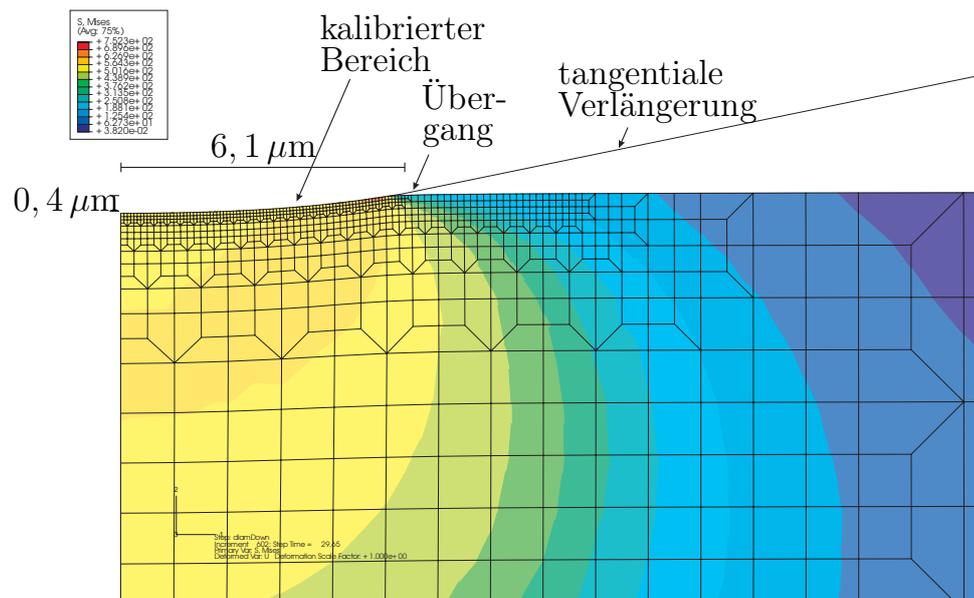
In *ABAQUS* kann die Geometrie eines *analytischen Starrkörpers* auch als Aneinanderreihung von geradlinigen Segmenten beschrieben werden, also als Polygonzug. Um die numerische Stabilität des Modells zu gewährleisten, soll das Abbild des Starrkörpers aber keine Ecken haben, anderenfalls könnten im Kontakt stehende Knoten sich daran „verhaken“. *ABAQUS* stellt optional die Möglichkeit zur Verfügung die Ecken auszurunden, wobei der größtmögliche Ausrundungsradius durch die kleinste Segmentlänge beschränkt wird. Um wie gewünscht einen möglichst großen Ausrundungsradius und trotzdem tolerierbare Abweichungen von  $A(h_c)$  zu erhalten, ist es also notwendig, die Radiusfunktion so auszuwerten, dass möglichst gleichlange Segmente entstehen. Es ist ein Algorithmus erstellt worden, der diese Forderung erfüllt und dann den bekannten, kalibrierten Bereich der Diamantenabbildung tangential verlängert. Der erweiterte Kontaktbereich des Diamanten gewährleistet die numerische Stabilität des Berechnungsverlaufes auch dann, wenn bei einer Berechnung während der Optimierung der Prüfkörper tiefer als der kalibrierte Bereich in das Probenmaterial eindringt<sup>2</sup>.

Abb. 5.5 zeigt einen Ausschnitt des aus 1299 Knoten bestehenden Netzes bei nahezu voller Ausschöpfung der kalibrierten Diamantengeometrie. Die kleinsten Kantenlängen von 69,7 nm befinden sich in der 6,1  $\mu\text{m}$  großen Kontaktzone. Mit zunehmendem Abstand erreicht die maximale Kantenlänge 35,7  $\mu\text{m}$ . Diese Elemente sind in dem ca. 20  $\mu\text{m}$  breitem Ausschnitt aber nicht mehr abgebildet. Das Modell und die verfeinerte Kontaktzone ist für die Messreihen mit geringen Kontakttiefen bis 450 nm erstellt worden. Der fein vernetzte Bereich und die kalibrierte Diamantengeometrie werden, wie hier dargestellt, unter maximaler Last nahezu voll genutzt. Der nicht im Kontakt befindliche Teil des Starrkörpers stellt die tangentiale Verlängerung dar. Die darunter liegenden Knoten des Probenmaterials gehören auch noch zu dem vom definierten Kontaktpaar berücksichtigten Bereich.

---

<sup>2</sup>Das zu tiefe Eindringen infolge „zu weich“ gewählter Parameter bei vorgegebener Belastung führt zu einem hohen Wert der Zielfunktion, weswegen der erweiterte Kontaktbereich das Ergebnis der Minimierung der Zielfunktion nicht verfälscht.

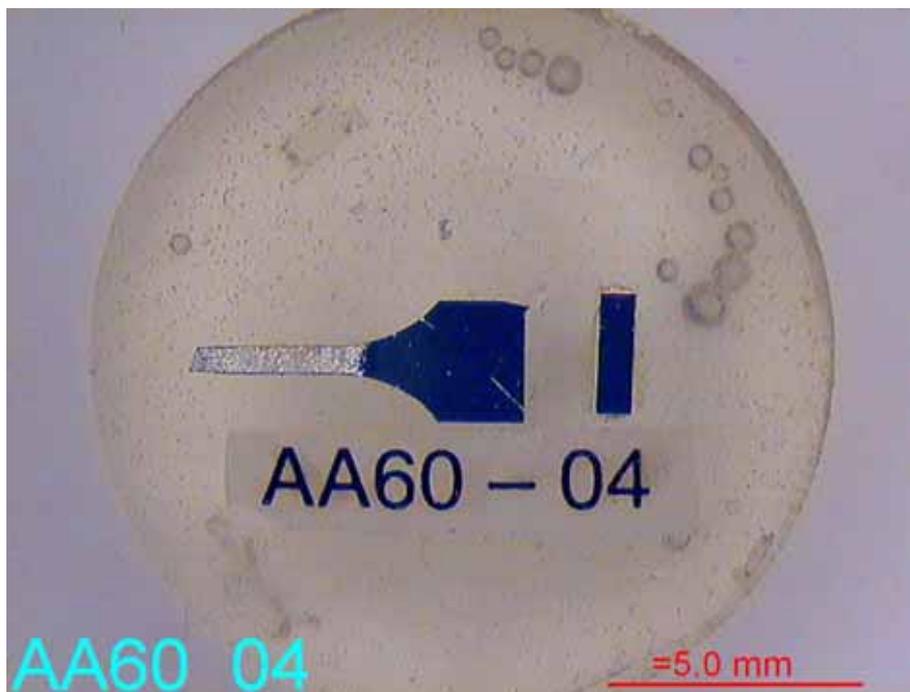
## 5 Parameteridentifikation mit kalibrierter Geometrie



**Abbildung 5.5:** Ausschnitt der Kontaktzone des Indentermodells mit dem anhand von Kalibrierdaten nachgebildeten sphärischen Eindringkörper bei maximaler Last von 140 mN an einer Probe aus Aluminium AA6016T4.

### 5.3 Indentation einer Mikrozugprobe aus Aluminium ohne Berücksichtigung viskoser Effekte

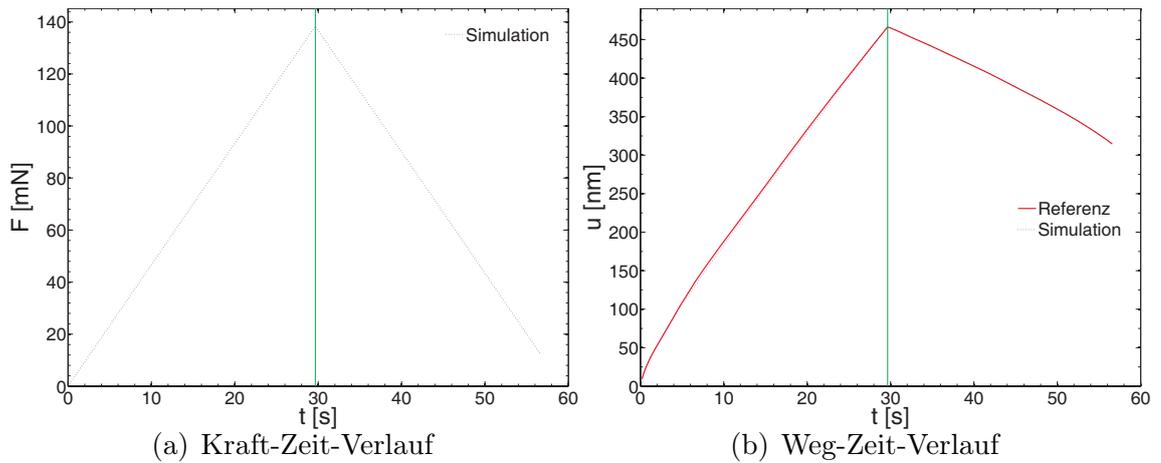
Nach der Durchführung eines Zugversuches an einer Probe aus Aluminium AA6016T4, wie in 4.2 beschrieben, wird das Endstück der gerissenen Probe wie in Abb. 5.6 dargestellt in Epoxidharz eingebettet. Die im Zugversuch unbelastete und nicht geschädigte Rückseite liegt frei und wurde präpariert.



**Abbildung 5.6:** Endstück einer gerissenen Probe aus Aluminium AA6016T4, in Epoxidharz eingebettet. Eine unbelastete, nicht geschädigte Stelle liegt frei und wurde präpariert.

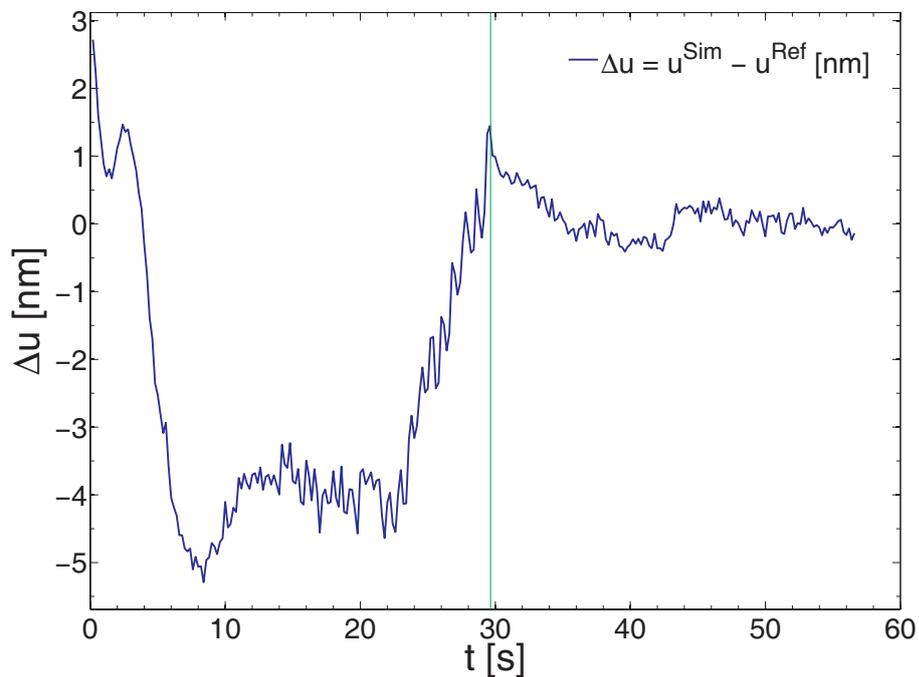
Nach Vorversuchen werden Nanoindentationen so ausgeführt, dass nur der kalibrierte Bereich des Prüfkörpers bei der Indentation in Kontakt tritt. Der Versuch erreicht eine maximale Last von 140 mN und hat eine Haltezeit von 30 s. Da die viskosen Eigenschaften nur gering ausgeprägt sind, werden zuerst lediglich die zeitunabhängigen, elastischen und plastischen Parameter des modifizierten RAMBERG-OSGOOD-Materials bestimmt und dazu die Querkontraktionszahl zu  $\nu = 0,35$  festgelegt. Die Daten der Haltephase werden aus dem Datensatz der Messdaten entfernt. Abb. 5.7 zeigt den Verlauf der Kraft und den des Weges aufgetragen über der Zeit.

## 5 Parameteridentifikation mit kalibrierter Geometrie



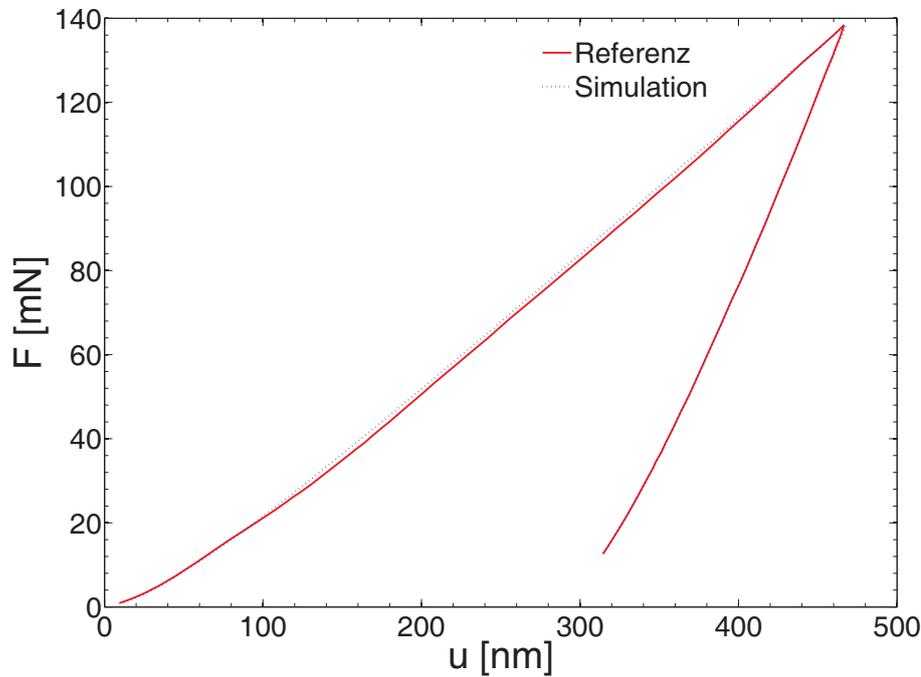
**Abbildung 5.7:** Verläufe über die Zeit bei herausgetrennter Haltephase für eine Indentation an einem Probenkopf aus Aluminium AA6016T4 mit einer maximalen Last von 140 mN

Abb. 5.8 zeigt den Verlauf der Differenzen  $\Delta u$  über der Zeit. Die größte Abweichung beträgt 5 nm, was etwas mehr als 1% des maximalen Weges entspricht.



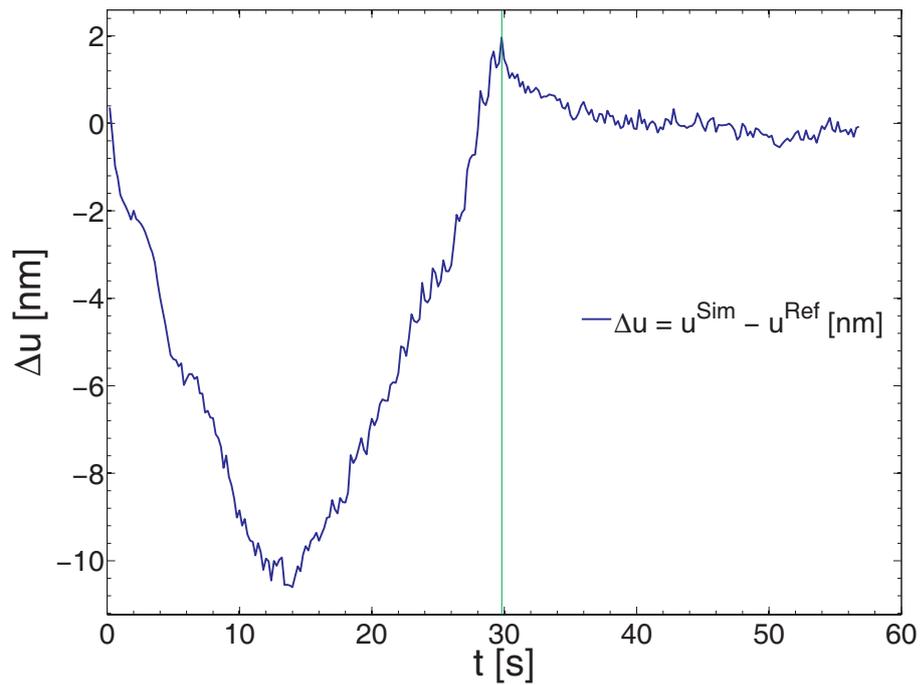
**Abbildung 5.8:** Verlauf der Wegdifferenz zwischen der Simulation und der Referenz bei erreichtem Optimum; Probe aus Aluminium AA6016 T4, maximale Last 140 mN

Abb. 5.9 zeigt den Verlauf der Kraft über die Eindringtiefe für Simulation und Referenz.

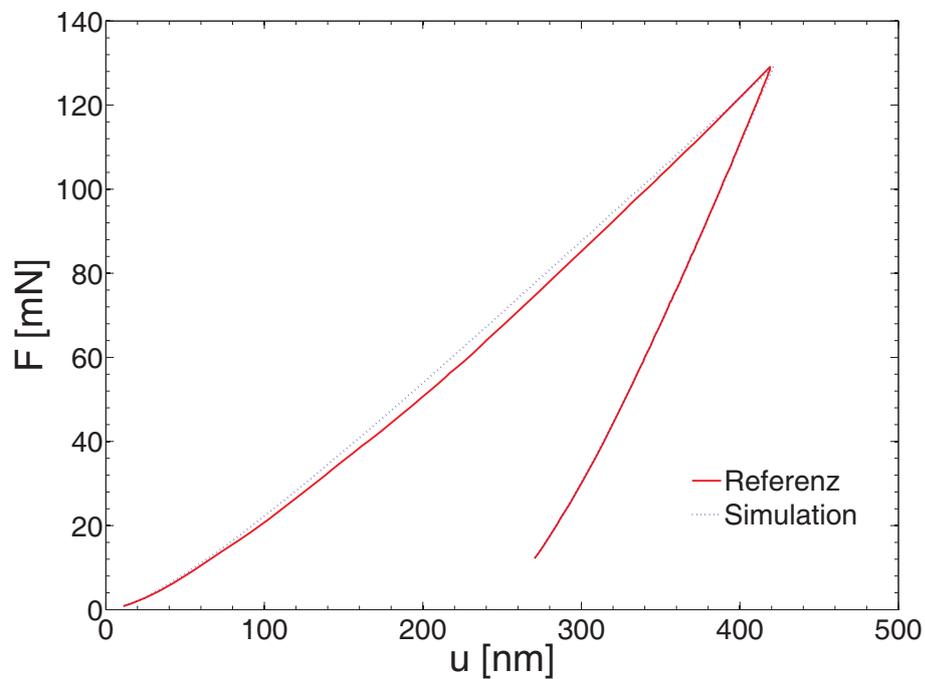


**Abbildung 5.9:** Kraft-Eindringtiefe-Verlauf bei erreichtem Optimum; Probe aus Aluminium AA6016T4, maximale Last 140 mN

Analog wird eine weitere Indentation mit einer maximalen Last von 130 mN ausgewertet. Abb. 5.10 zeigt den Verlauf der Differenzen  $\Delta u$  über der Zeit. Die größte Abweichung beträgt mit 11 nm mehr als 2% des maximalen Weges. Abb. 5.11 zeigt den Verlauf der Kraft über dem Weg für Simulation und Referenz.



**Abbildung 5.10:** Verlauf der Wegdifferenz zwischen der Simulation und der Referenz bei erreichtem Optimum; Probe aus Aluminium AA6016 T4, maximale Last 130 mN



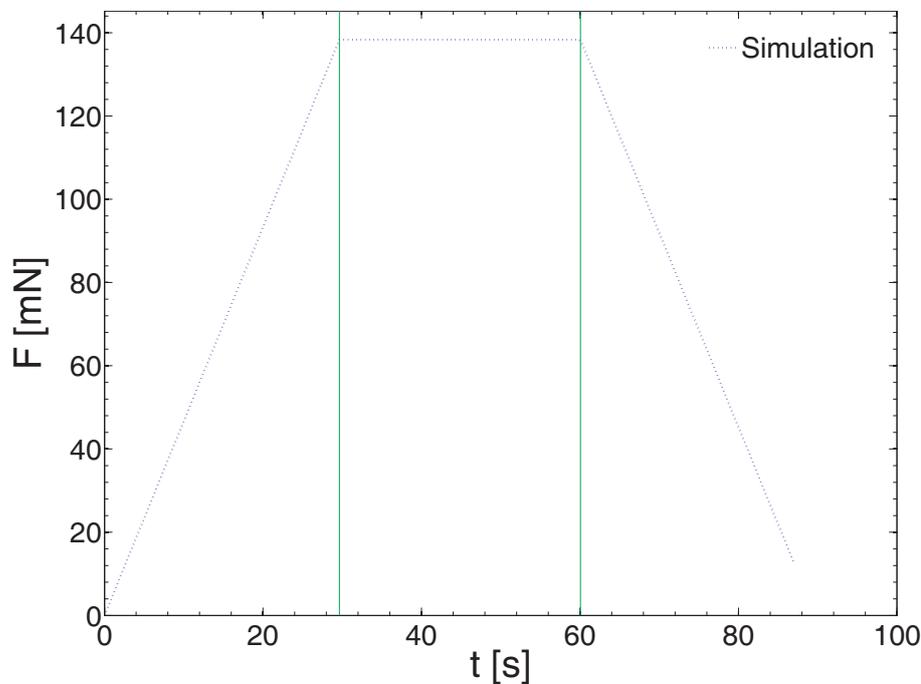
**Abbildung 5.11:** Kraft-Eindringtiefe-Verlauf bei erreichtem Optimum; Probe aus Aluminium AA6016T4, maximale Last 130 mN

## 5.4 Indentation einer Mikrozugprobe aus Aluminium mit Berücksichtigung viskoser Effekte

Von den beiden zuvor betrachteten Identifikationen wird der Versuch mit einer maximalen Last von 140 mN, der die bessere Übereinstimmung mit den experimentellen Werten zeigt, nun unter Hinzunahme der viskosen Materialeigenschaften noch einmal untersucht. Dabei werden für die elastischen und plastischen Parameter die Werte für  $E$ ,  $\sigma_y$ ,  $D$  und  $m$ , die zuvor unter Vernachlässigung der Daten aus der Haltephase identifiziert wurden, als Startwerte verwendet.

Abb. 5.12 zeigt den Verlauf der verwendeten Kraft-Zeit-Kurve, und Abb. 5.13 zeigt den Verlauf des Weges über die Zeit für Simulation und experimentelle Referenz.

Abb. 5.14 zeigt den Verlauf der Differenzen  $\Delta u$  über die Zeit. Die größte Abweichung beträgt 8 nm und erreicht damit fast 2% des maximalen Weges. Abb. 5.15 zeigt den Verlauf der Kraft über den Weg für Simulation und Referenz.



**Abbildung 5.12:** Kraft-Zeit-Verlauf während der Nanoindentation an einer Probe aus Aluminium AA6016 mit einer maximalen Last von 140 mN

5 Parameteridentifikation mit kalibrierter Geometrie

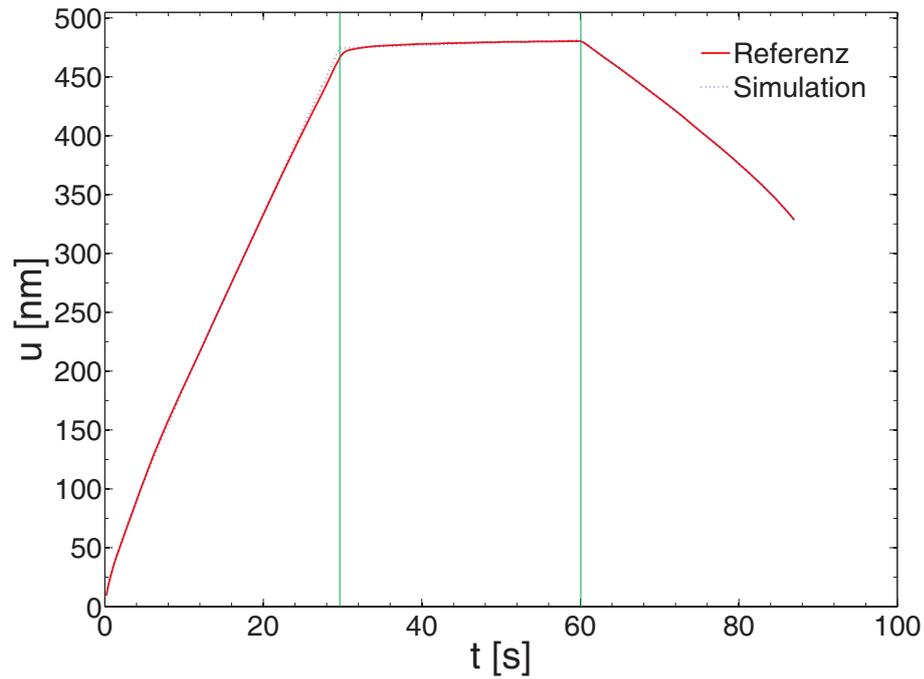


Abbildung 5.13: Weg-Zeit-Verlauf an der Probe aus Aluminium AA6016T4, maximale Last 140 mN

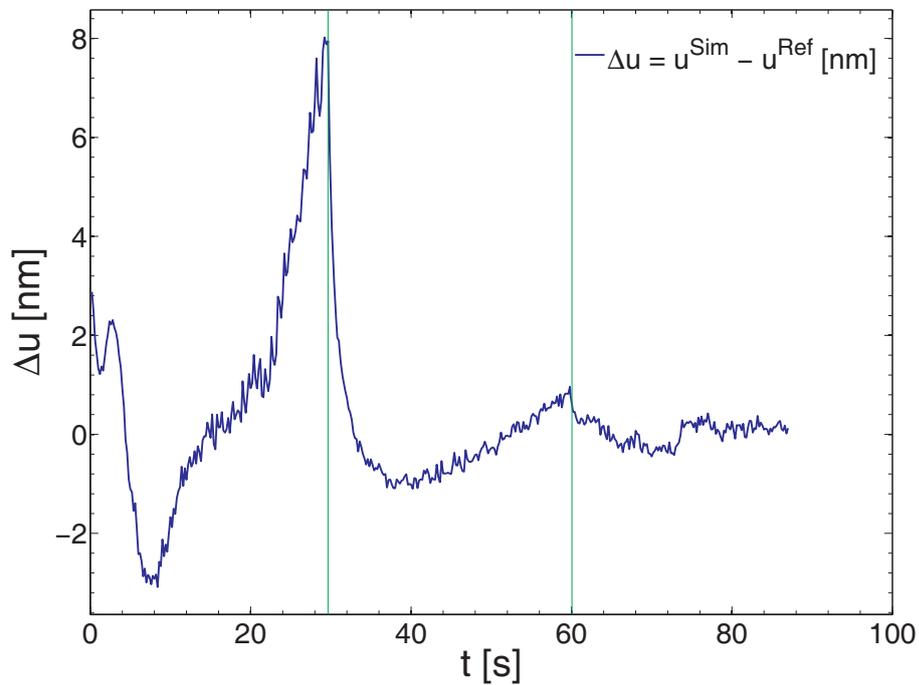


Abbildung 5.14: Verlauf der Wegdifferenz zwischen der Simulation und der Referenz bei erreichtem Optimum; Probe aus Aluminium AA6016T4, maximale Last 140 mN

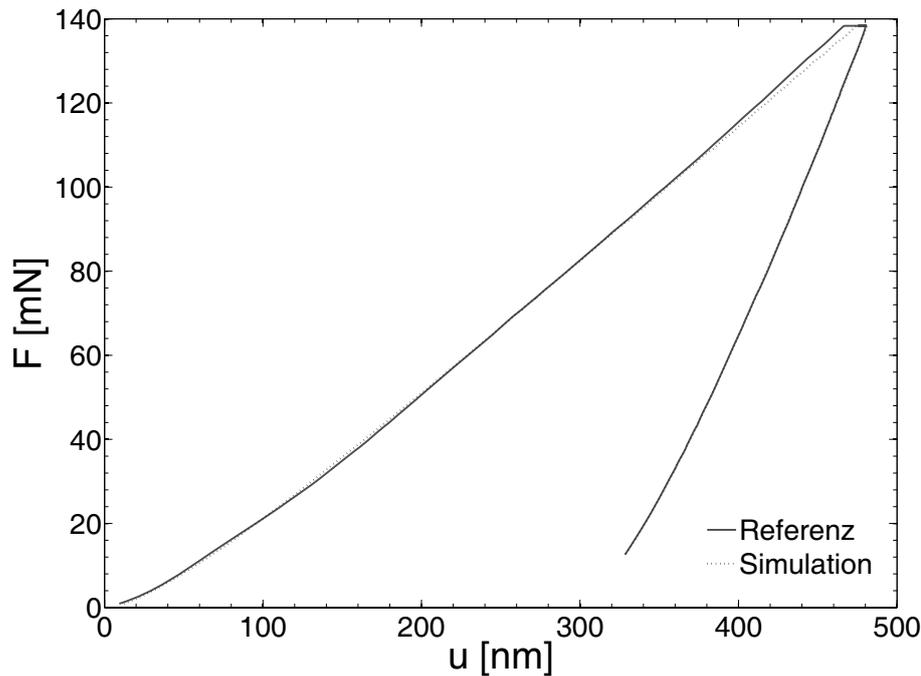
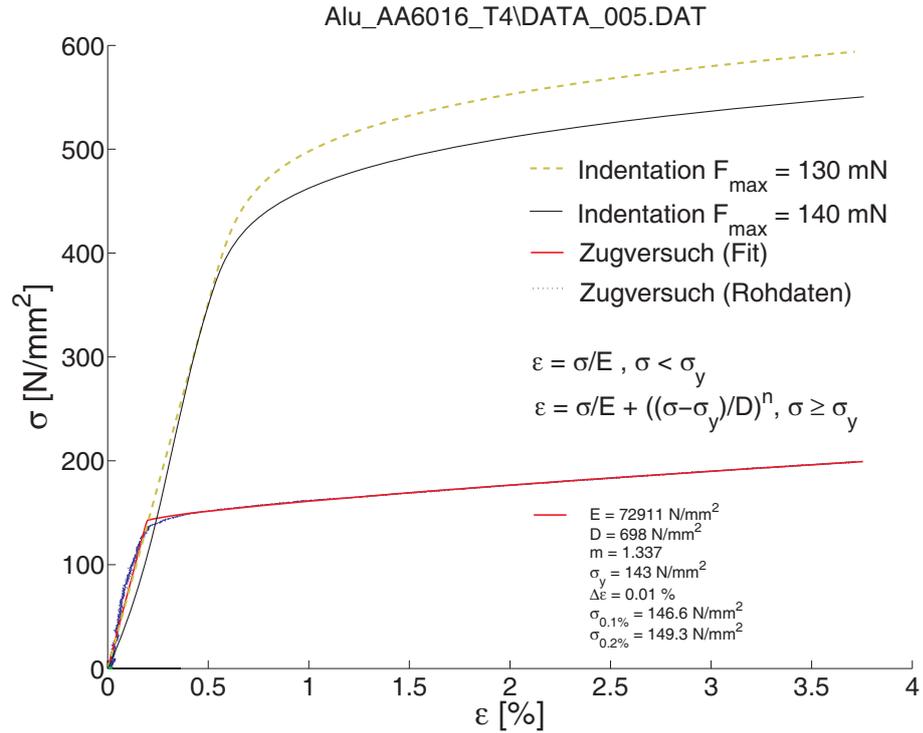


Abbildung 5.15: Kraft-Eindringtiefe-Verlauf bei erreichtem Optimum; Probe aus Aluminium AA6016T4, maximale Last 140 mN

## 5.5 Vergleich der Spannungs-Dehnungs-Linien und zugehöriger Materialkennwerte von Mikrozugversuch und Nanoindentation an Aluminium AA6016T4

Abb. 5.16 zeigt den Verlauf der beiden durch die Indentation ermittelten Spannungs-Dehnungs-Kurven und die aus dem Zugversuch ermittelten. Da in den Indentationen, von punktuellen Ausreißern abgesehen, nur plastische Dehnungen bis 3,8% aktiviert wurden, wurde auch der für die Bestimmung aus dem Zugversuch zu berücksichtigende Bereich so gewählt, dass er damit übereinstimmt. Die Daten oberhalb wurden nicht zur Bestimmung der Materialkennwerte herangezogen. Vom E-Modul abgesehen, weichen die Spannungs-Dehnungs-Kurven der beiden Indentationen erheblich von der des Zugversuches ab. Die identifizierten zeitunabhängigen Kennwerte sind in Tab. 5.1 angegeben.



**Abbildung 5.16:** Identifizierte Spannungs-Dehnungs-Kurven eines modifizierten RAMBERG- OSGOOD-Modells aus Mikrozugversuch und Nanoindentation an einer Probe aus Aluminium AA6016

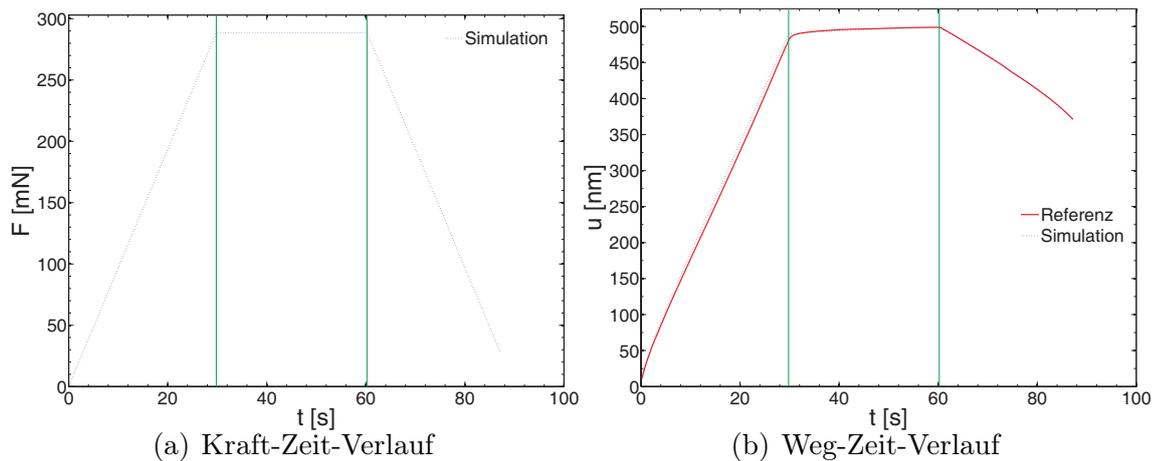
MESSGRÖSSE	130 mN	140 mN	Zugversuch
$E$ [N/mm <sup>2</sup> ]	70448	70012	72911
$\sigma_y$ [N/mm <sup>2</sup> ]	316	298	143

**Tabelle 5.1:** Tabelle der gefundenen Optima für Indentationen und Zugversuch für eine Probe aus Aluminium AA6016.

Bei den gezeigten Ergebnissen handelt es sich um die besten gefundenen Optima. Es kann allerdings nicht ausgeschlossen werden, dass es noch bessere Optima gibt, in dem Sinne, dass die Zielfunktion einen kleineren Wert annimmt, da insbesondere die erzielten Verschiebungsdifferenzen  $\Delta u$  maximale relative Abweichungen gegenüber der maximalen Eindringtiefe von 2% aufweisen.

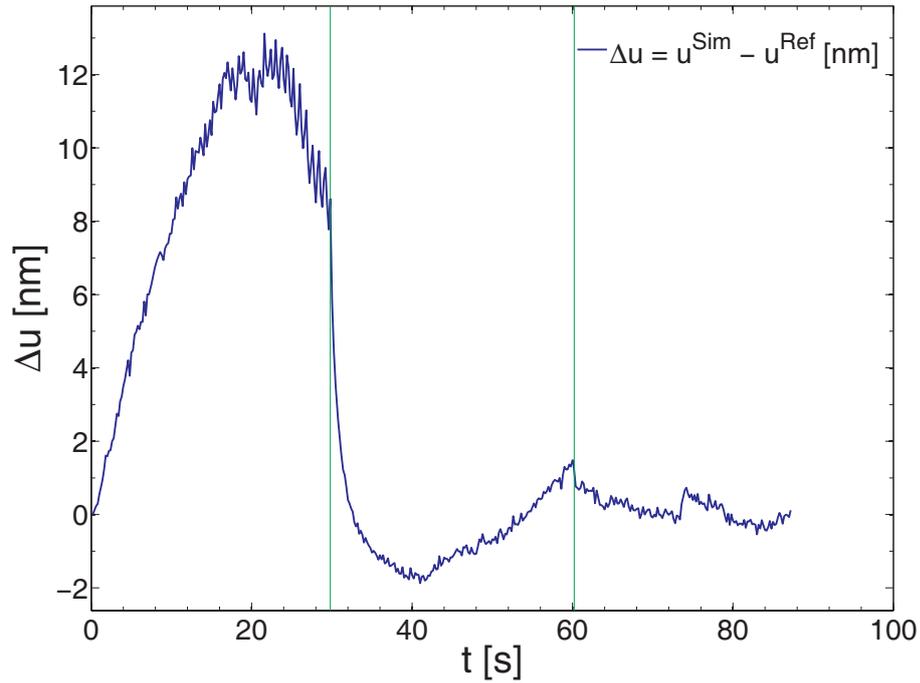
## 5.6 Vergleich der Spannungs-Dehnungs-Linien und zugehöriger Materialkennwerte aus Mikrozugversuch und Nanoindentation an Stahl DX56

Dieselbe Vorgehensweise wie schon zuvor für die Aluminiumprobe wird hier für eine Probe eines Stahls DX56 wiederholt. Für den Stahl sind größere Kräfte notwendig, um eine möglichst große Ausnutzung des kalibrierten Bereiches des Prüfkörpers zu erzielen. Die verwendeten maximalen Prüfkraft betragen 290 mN und 300 mN. Die Querkontraktionszahl wird auf  $\nu = 0,30$  festgelegt. Nach der Bestimmung der (hier nicht gezeigten) zeitunabhängigen Größen werden diese wieder als Startwerte zur Bestimmung der Größen  $E$ ,  $\sigma_y$ ,  $D$ ,  $m$ ,  $C_2$ ,  $C_3$ , und  $C_4$  herangezogen. Abb. 5.17 zeigt den Verlauf der Kraft und den des Weges aufgetragen über der Zeit.

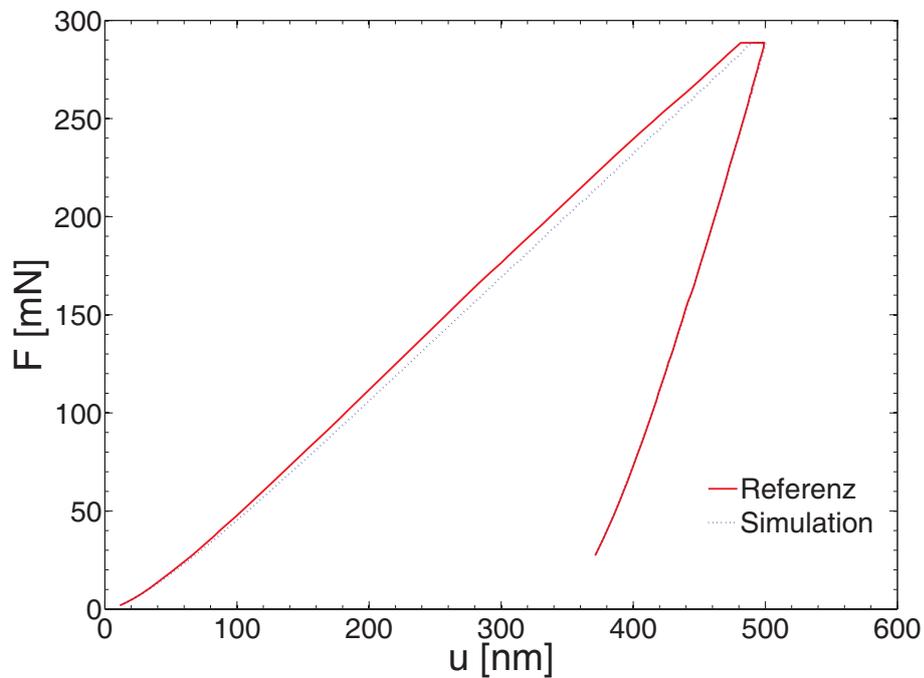


**Abbildung 5.17:** Indentation an einem Probenkopf aus Stahl DX 56 mit einer maximalen Last von 290 mN

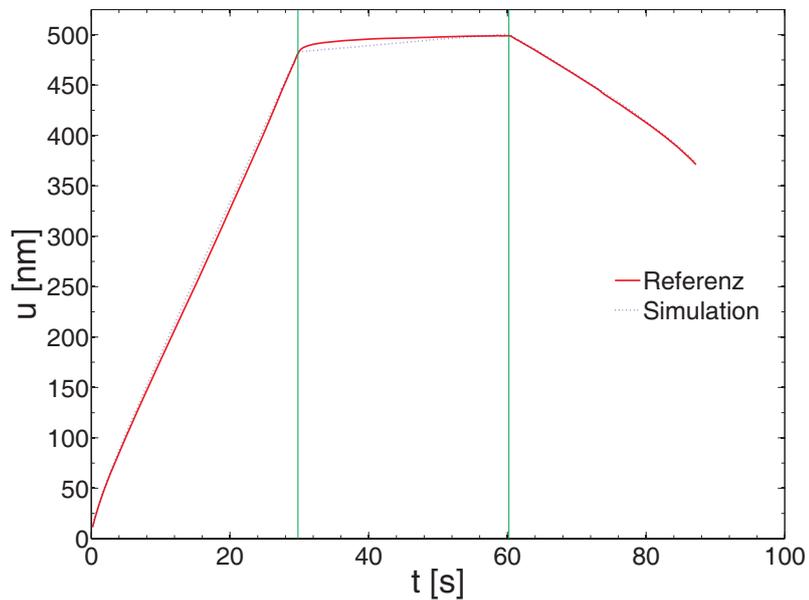
Abb. 5.18 zeigt den Verlauf der Differenzen  $\Delta u$  über die Zeit. Die größte Abweichung beträgt 13 nm, was 2,5% des maximalen Weges entspricht. Abb. 5.19 zeigt den Verlauf der Kraft über dem Weg. Die Abweichungen zwischen Referenz und Simulation sind auch in dieser Darstellung deutlich zu erkennen.



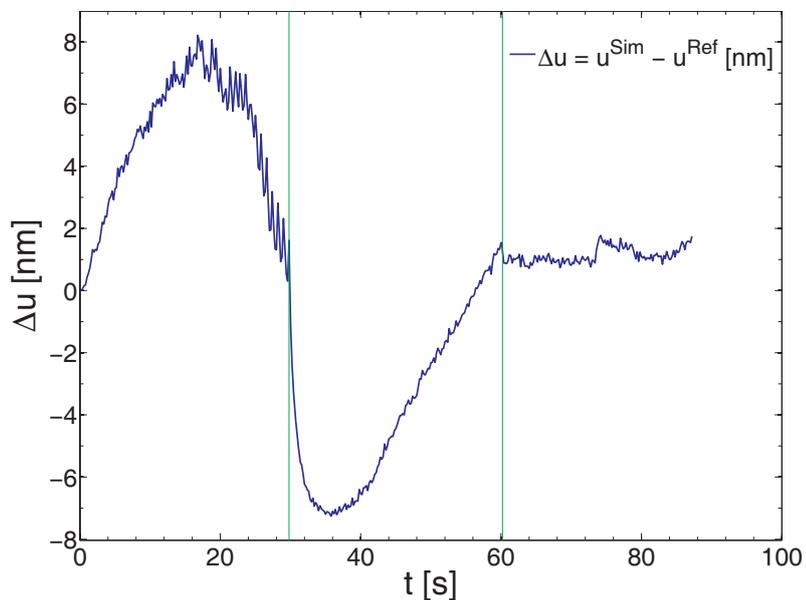
**Abbildung 5.18:** Verlauf der Wegdifferenz zwischen der Simulation und der Referenz bei erreichtem Optimum; Probe aus Stahl DX 56, maximale Last 290 mN



**Abbildung 5.19:** Kraft-Eindringtiefe-Verlauf bei erreichtem Optimum; Probe aus Stahl DX 56, maximale Last 290 mN



**Abbildung 5.20:** Verlauf der Eindringtiefe über der Zeit für eine Indentation an einem Probenkopf aus Stahl DX 56 mit einer maximalen Last von 290 mN bei einer gleichverteilten Gewichtung der Wegdifferenzen



**Abbildung 5.21:** Verlauf der Wegdifferenz zwischen der Simulation und der Referenz bei erreichtem Optimum und einer gleichverteilten Gewichtung der Wegdifferenzen; Probe aus Stahl DX 56, maximale Last 290 mN

Mit den soeben gefundenen Materialparametern als Startwerten wird die Identifikation noch einmal wiederholt, wobei die Gewichtung der Belastungs-, Halte- und Entlastungsphase gleich ist. Man erkennt jetzt in Abb. 5.20 eine deutlich größere Abweichung von der Referenz während der Haltephase. Abb. 5.21 kann man jetzt entnehmen, dass die Abweichungen über Belastungs- und Haltephase gleichmäßiger verteilt sind und die Abweichungen während des Entlastens immer noch gering bleiben. Die Ungleichverteilung der Abweichungen, bedingt durch die geringe Abweichung während der Entlastungsphase, mag damit zusammenhängen, dass die Optimierung sich in einem lokalen Minimum in der Nähe des Startwertes „verhakt“ hat. In der Darstellung 5.22 sind lediglich geringe Abweichungen zwischen den beiden Verläufen zu erkennen.

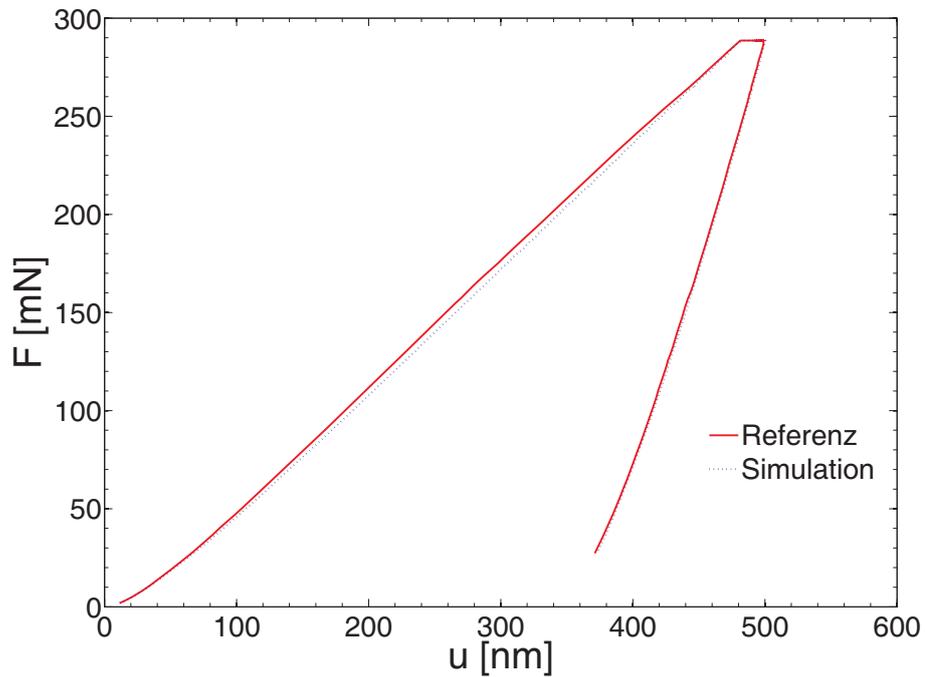
Wie schon zuvor, jetzt aber bei einer Indentation mit einer maximalen Last von 300 mN und nach Heraustrennen der Haltephase, wird noch einmal eine Identifikation der zeitunabhängigen Parameter vorgenommen. Die Ergebnisse sind in den Abb. 5.23 bis 5.25 dargestellt.

Nachfolgend sind die Ergebnisse der Identifikation der elastisch-plastischen Materialparameter beider Indentationen und des dazugehörigen Zugversuches abgebildet.

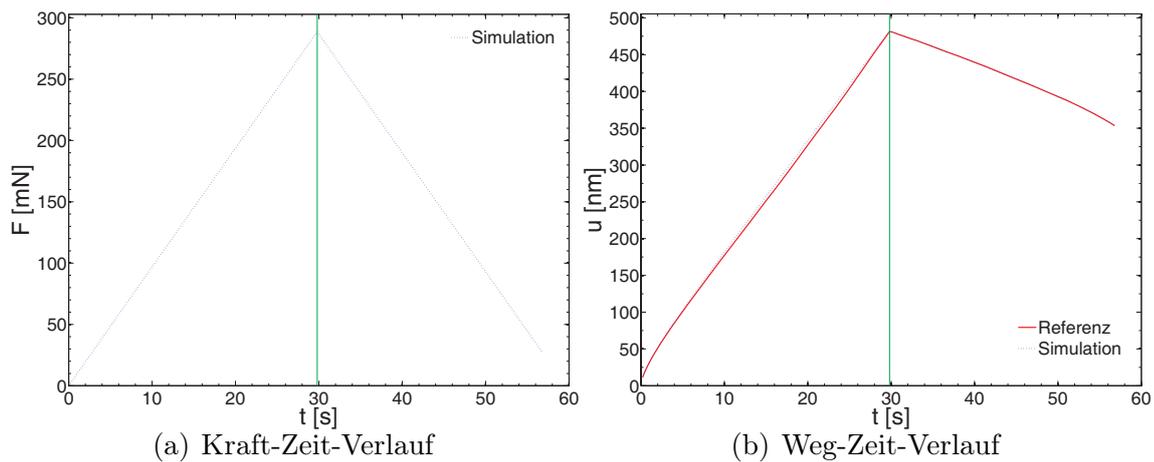
Auch hier ergibt sich ein Bild vergleichbar den Ergebnissen der Identifikation an der Aluminiumproben: Die Resultate der unterschiedlichen Versuchsformen zur Bestimmung der Materialeigenschaften sind nur schwer miteinander vereinbar. Die identifizierten zeitunabhängigen Kennwerte sind in Tab. 5.2 angegeben.

MESSGRÖSSE	290 mN	300 mN	Zugversuch
$E$ [N/mm <sup>2</sup> ]	171840	171212	166032
$\sigma_y$ [N/mm <sup>2</sup> ]	494	431	135

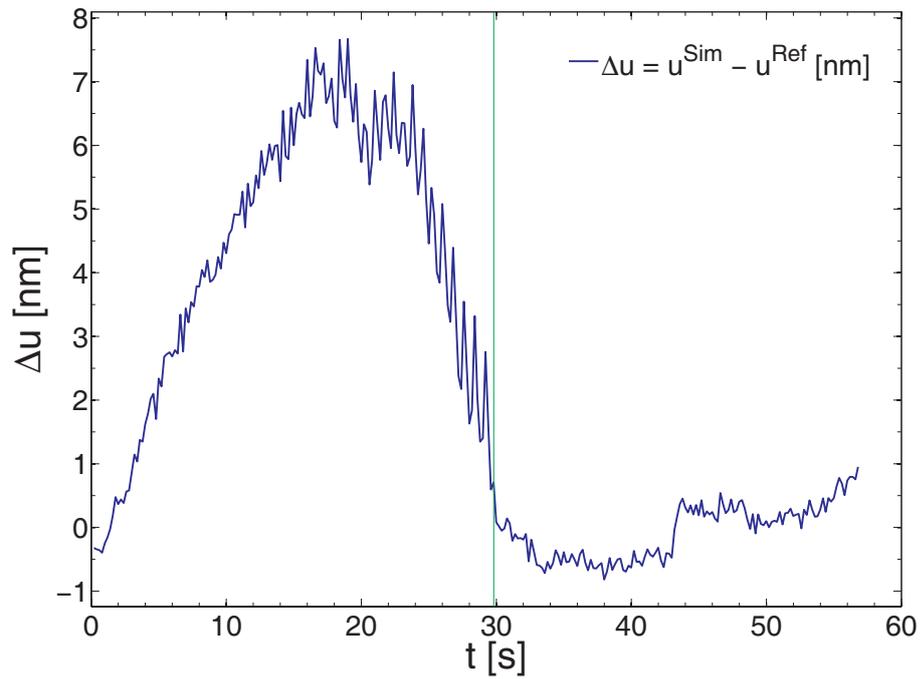
**Tabelle 5.2:** Tabelle der gefundenen Optima für Indentationen und Zugversuch für eine Probe aus Stahl DX56.



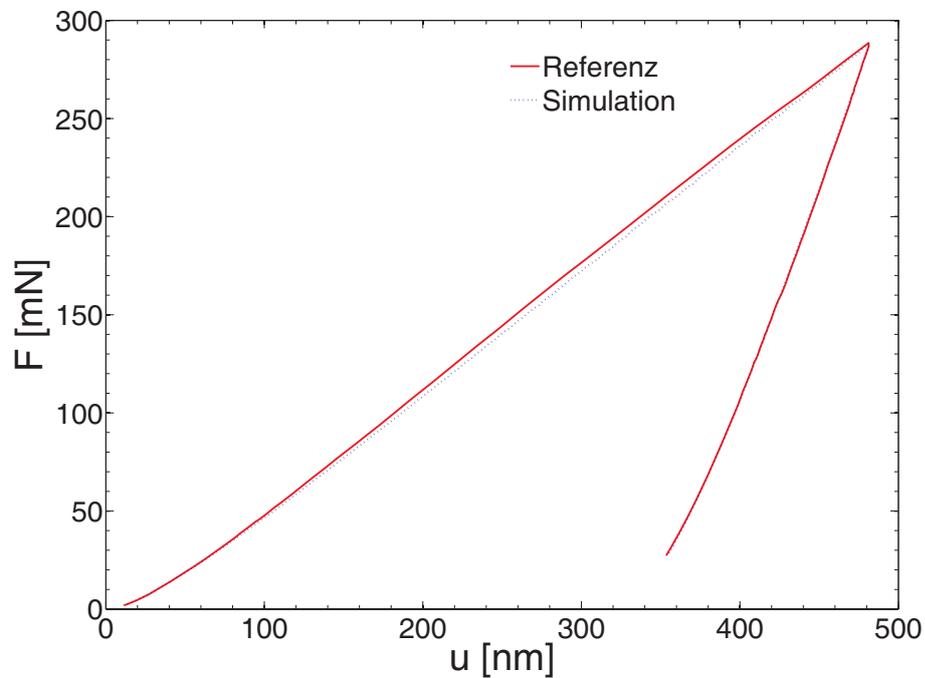
**Abbildung 5.22:** Kraft-Eindringtiefe-Verlauf bei erreichtem Optimum und einer gleichverteilten Gewichtung der Wegdifferenzen; Probe aus Stahl DX 56, maximale Last 290 mN



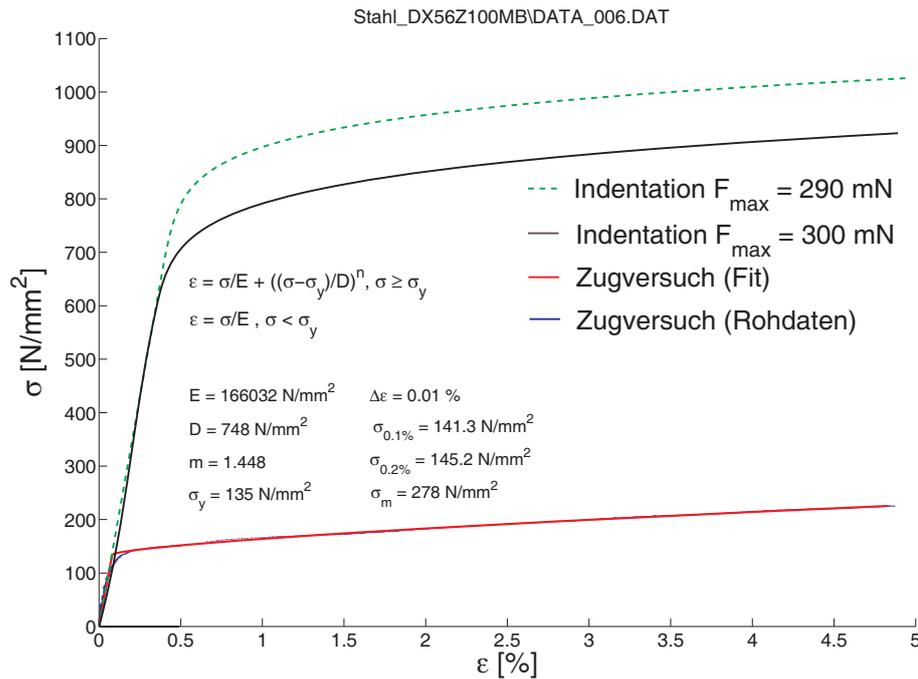
**Abbildung 5.23:** Verläufe über die Zeit bei herausgetrennter Haltephase für eine Indentation an einem Probenkopf aus Stahl DX 56 mit einer maximalen Last von 300 mN



**Abbildung 5.24:** Verlauf der Wegdifferenz zwischen der Simulation und der Referenz bei erreichtem Optimum; Probe aus Stahl DX 56, maximale Last 300 mN



**Abbildung 5.25:** Kraft-Eindringtiefe-Verlauf bei erreichtem Optimum; Probe aus Stahl DX 56, maximale Last 300 mN



**Abbildung 5.26:** Identifizierte Spannungs-Dehnungs-Kurven eines modifizierten Ramberg-Osgood-Modells aus Mikrozugversuch und Nanoindentation an einem Probenkopf aus Stahl DX56

## 5.7 Bewertung der identifizierten, stark differenzierenden Spannungs-Dehnungs-Linien für Aluminium- und Stahlprobe

Die Spannungs-Dehnungs-Kennlinien aus Zugversuch und Indentation für die Stahl- und die Aluminiumproben unterscheiden sich, wenn man vom E-Modul absieht, erheblich. Folgende Ursachen kommen als Erklärung für die Diskrepanz in Betracht:

- Das gefundene Optimum hat in der Zeit-Weg-Darstellung noch eine maximale Abweichung bis zu 2% der maximalen Eindringtiefe, was hinsichtlich der Untersuchung in Abschnitt 3.6.2 bereits als grenzwertig einzustufen ist.
- Die maximale Eindringtiefe ist zu gering, da die Geometrie des Prüfkörpers relativ zum Krümmungsradius nicht weiter kalibriert werden konnte.
- Die Bestimmung der Form des Prüfkörpers aus den Kalibrierdaten weist für geringe Tiefen große relative Unsicherheiten auf.

- Der Gleitwiderstand zwischen Prüfkörper und Oberfläche ist nicht bekannt<sup>3</sup>.
- Es werden keine Schädigungsmechanismen im Modell berücksichtigt<sup>4</sup>.
- Insbesondere kann keine Aussage über den Eigenspannungszustand gemacht werden<sup>5</sup>.

Eine weitere Ursache kann in der Mikrostruktur des zu prüfenden Materials vermutet werden. Die Abb. 5.27 zeigt links das Schliffbild eines dem DX56 ähnlichen Tiefziehstahles DC04 aus [46]. Zum Größenvergleich ist der maximale Kontaktdurchmesser des kalibrierten Bereiches eingezeichnet. Die Abbildung rechts (mit einem anderen Maßstab) lässt erkennen, dass die Körner bei der Aluminiumlegierung noch deutlich größer sind. Das Gefüge ist allerdings wie [5] zu entnehmen ist wärmebehandelt und gealtert, weswegen die Körner größer als in der indentierten Probe sein dürften.

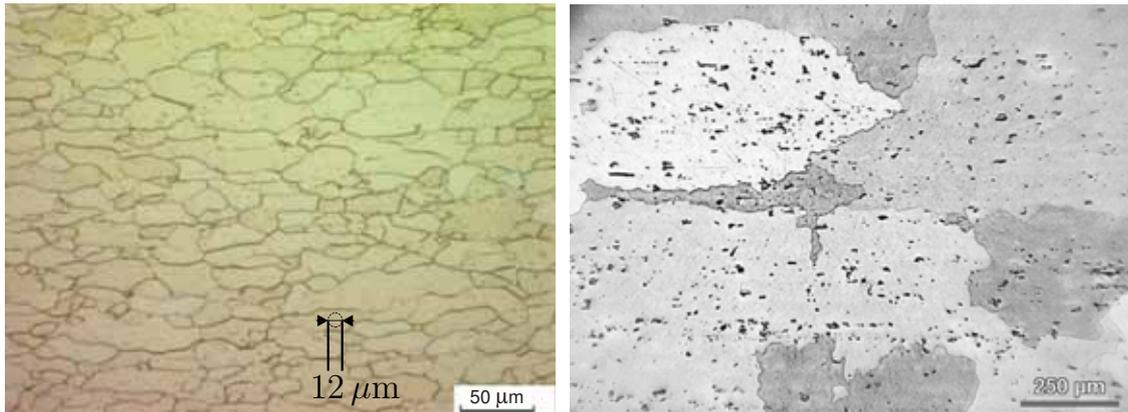
Auffällig ist, dass für beide untersuchten Materialien die E-Moduln sehr gut übereinstimmen, während die Fließspannungen oder der Verlauf der Spannungen mit zunehmenden Dehnungen stark unterschiedlich ist. Die Betrachtung der Tiefenabhängigkeit für die ermittelten Werte eines beschichteten Systems in Anhang B legt nahe, dass mit dem E-Modul eher eine „weitere Umgebung“ bzw. größere Tiefe mitgemessen wird, während die Härte, die wie in Abschnitt 2.5 gezeigt mit der Fließspannung korreliert, stärker vom „nahen Umfeld“ abhängt, also eine oberflächennahe Eigenschaft misst.

---

<sup>3</sup>In [12] wird der Einfluss des Gleitwiderstandes auf die gemessene Härte (*scratch hardness*) in Abhängigkeit von den elastischen und plastischen Materialparameter bestimmt. Inwieweit die bei einer Indentation gemessene Härte davon betroffen ist, kann daraus allerdings nicht abgeleitet werden.

<sup>4</sup>Bei kleinen Eindringtiefen ist das Auftreten von Schädigungen selten. In den hier gemachten Experimenten ist die Oberfläche des verbleibenden Eindrucks allerdings nicht darauf hin untersucht worden.

<sup>5</sup>In [66] wird ein Verfahren vorgestellt, mit dem experimentell die Eigenspannung abgeschätzt werden kann. Allerdings ist die ermittelte Eigenspannung, die als lokale und volumenbezogene Größe unterschieden wird, nicht unbedingt mit der am Ort des Indents vorherrschenden identisch.



**Abbildung 5.27:** Links: Gefüge eines DC04-Stahles [5] mit zum Größenvergleich eingetragenen Kontaktdurchmesser von  $12\ \mu\text{m}$ , wie er von dem hier verwendeten Kugelprüfkörper erzeugt würde. Rechts: Aluminium AA6013 (wärmebehandelt und gealtert), Abbildung aus [46]

Ungeachtet dessen kann man zu dem Schluss kommen, dass in den meisten Fällen lediglich ein Korn im Kontakt mit dem Indenter stehen wird. Selbst wenn es gelungen wäre, einen ideal runden Prüfkopf mit  $50\ \mu\text{m}$  Radius ca.  $5\ \mu\text{m}$  in die Probe zu drücken, wie es für die Versuche anfangs geplant war, so wären selbst im günstigeren Falle des Stahles trotzdem nur wenige Körner in Kontakt getreten. Die gemessenen Last-Weg-Kurven sollten von der Ausrichtung des einzelnen Korns abhängen und stellen somit Unikate und keine repräsentativen Ergebnisse dar, weswegen die Annahme eines isotropen Werkstoffes im Nachhinein ungeeignet erscheint. Letztendlich muss festgestellt werden, dass mit solch einem kleinen Prüfkörper nur Einkristalle oder sehr viel feinkörnigere oder amorphe Materialien untersucht werden sollten. Zusätzlich sollte in Betracht gezogen werden, das klassische kontinuumsmechanische Modell aufzugeben und stattdessen nicht-lokale Materialmodelle zu verwenden. Ein geeignetes mikromechanisches Modell muss in der Lage sein, die bei der Mikro- bzw. Nanoindentation auftretenden Größeneffekte, also das Ansteigen der Härte bei kleiner werdender maximaler Eindringtiefe, abbilden zu können<sup>6</sup>. In [34] wird ein Modell, das einen Größeneffekt berücksichtigt, vorgestellt. Auch in neueren Arbeiten wie [6] und [7] wird ein mikromechanisches Modell zugrunde gelegt und gezeigt, dass der experimentell ermittelte Größeneffekt abgebildet werden kann.

<sup>6</sup>In Abschnitt 2.3 ist durch Dimensionsanalyse gezeigt worden, dass die Härte eines *homogenen* und *isotropen* Materials, ermittelt mit einem selbstähnlichen Prüfkörper, eine (tiefenunabhängige) Materialeigenschaft sein muss.

Diese Feststellung schränkt aber nicht die Verwendbarkeit des entwickelten Programmes als solches ein: Nach dem Skalieren des FE-Modells stünde dem Einsatz des Programmes zur Identifikation von Materialparametern mit einem größeren Prüfkörper nichts entgegen.

# Kapitel 6

## Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurde erläutert, wie die *instrumentierte Eindringprüfung*, die eine Erweiterung der klassischen Härteprüfung darstellt, genutzt werden kann, um Materialeigenschaften zu charakterisieren. Während der Begriff der *instrumentierten Eindringprüfung* unabhängig von der Eindringtiefe bzw. der aufbrachten Last ist, wurde in dieser Arbeit die Parameteridentifikation anhand von Messwerten durchgeführt, die Eindringtiefen um  $0,4 \mu\text{m}$  hatten. Diese Versuche werden in der Literatur oft als „Nanoindentation“ bezeichnet, obwohl es sich im Sinne der einschlägigen Norm [26], Teil 1, um den Mikrobereich handelt.

Es wurden die wichtigsten Konzepte zur Auswertung der gemessenen Daten Kraft, Eindringtiefe und Zeit vorgestellt. Neben dem E-Modul können für Sonderfälle auch noch einige viskose Eigenschaften bestimmt werden, wenn die Kriecheigenschaften durch ein Potenzgesetz beschrieben werden.

Die spitzen Prüfkörper wurden einer Dimensionsanalyse unterzogen. Die Erkenntnisse über die geometrische Ähnlichkeit und die selbstähnlichen Formen der Prüfkörper ermöglichten die Interpretation der Härte als (von der Eindringtiefe unabhängige) Materialeigenschaft. Die Ähnlichkeitsbeziehungen könnten unter anderem dazu genutzt werden, um die normierten Modelle, die einem Antwortflächenverfahren (*response surface methodology, RSM*) oder dem Training eines künstlichen neuronalen Netzes (*artificial neural network, ANN*) zu Grunde lagen, mit den Daten eines Experimentes zu verknüpfen.

Um die gemessenen Daten von Fehlern durch ein Nachgeben des Prüfgerätes und durch Abweichungen des Prüfkörpers von der Sollform zu bereinigen, ist ein Kalibrieren der Prüfeinrichtung und das Bestimmen der Rahmennachgiebigkeit und der Flächenfunktion unumgänglich. Dazu sind in der Praxis zwei Verfahren weit verbreitet, von denen das einfachere nur für spitze Prüfkörper angewendet werden darf und das kompli-

ziertere, aber nicht eindeutige Lösungen garantierende Verfahren, für runde und spitze Prüfkörper bzw. für spitze Prüfkörper bei geringen Eindringtiefen verwendet wird. Beide wurden vorgestellt und auf Kalibriermessungen des am *LKM*<sup>1</sup> vorhandenen Indenters angewandt. Für ausgewählte Abweichungen der Rahmennachgiebigkeit wurde mittels der durch die Dimensionsanalyse gefundenen Transformationsbeziehungen und einer synthetischen Kraft-Eindringtiefe-Kurve die Auswirkung auf die Ermittlung von Härte und E-Modul bestimmt.

Das am weitesten verbreitete Auswerteverfahren zur Bestimmung von Härte und E-Modul auf Grundlage der von OLIVER und PHARR in [56] und [55] publizierten Methode, wurde vorgestellt und die Abweichungen gegenüber FE-Simulationen für ein elastisch-ideal plastisches Material und für ein stark verfestigendes Material untersucht. Dabei wurde festgestellt, dass sich für weit verbreitete Stähle unter der Annahme, dass sie sich elastisch-ideal plastisch verhalten, deutliche Abweichungen ergeben, wohingegen für das entgegengesetzte Extrem, nämlich einem stark verfestigenden Material, gute Übereinstimmungen erzielt wurden. Es konnte gezeigt werden, dass das Maß der Übereinstimmung davon abhängt, dass ein Einsinken des Randes auftritt und kein Aufwerfen.

Nach der Betrachtung der konventionellen Gleichungen wurde eine Verfahrensweise vorgestellt, die ein gradientenbasiertes Minimierungsverfahren mit FE-Simulationen koppelt. Zu diesem Zweck wurde eine geeignete Zielfunktion gewählt, und es wurden Parameterstudien zum Konvergenzverhalten erstellt. Die gefundenen, das Konvergenzverhalten günstig steuernden Parameter, wurden für die nachfolgenden Identifikationsprozesse verwendet. Für kugelförmige und spitze Indenter wurden synthetische Referenzkurven für Kraft und Eindringtiefe ermittelt. Diese Kurven wurden dann den verschiedenen Identifikationsprozessen mit *nicht zutreffenden* Materialvorschriften zugrunde gelegt. Die an den gefundenen Optima ermittelten Verläufe von Eindringtiefe über Zeit wiesen für den kugelförmigen Indenter die größeren Residuen auf. Für die untersuchten Kombinationen von Materialparametern für spitze Indenter bzw. Materialparametern und Eindringtiefe für kugelförmige Indenter, zeigte Letzterer die höhere Sensitivität. Im Falle des konischen Indenters können bei Verwendung der *zutreffenden* Materialhypothese praktisch lediglich zwei Materialkennwerte, z.B. Fließgrenze und E-Modul sicher ermittelt werden.

Dieses Verhalten ist in der Selbstähnlichkeit aller spitzen Indenter begründet. Für ein elastisch-plastisches Material zeigte die Dimensionsanalyse des selbstähnlichen Prüfkörpers, dass die ermittelte  $\Pi$ -Funktion für die

---

<sup>1</sup>Lehrstuhl Kontinuumsmechanik und Materialtheorie (*LKM*) der *TU Berlin*

Kraft des Belastungsvorganges nicht von der Eindringtiefe abhängt. Durch die Selbstähnlichkeit reduziert sich für ein elastisch-plastisches Material der Informationsgehalt der parabelförmigen Belastungsfunktion auf einen Punkt der Kurve<sup>2</sup>, während die Entlastungskurve solchen Beschränkungen nicht unterliegt. Folglich enthält die Entlastungsfunktion des spitzen Indenters den gesamten Informationsgehalt einer Indentation. Im Gegensatz dazu sind beim runden Indenter die  $\Pi$ -Funktion der Kraft sowohl für den Belastungsvorgang als auch für den Entlastungsvorgang Funktionen der Eindringtiefe.

Nach Zugversuchen an Stahl und Aluminiumproben wurden an unbelasteten Querschnittsteilen der Proben Indentationen mit runden Prüfkörpern durchgeführt. Unter besonderer Berücksichtigung der Form des Prüfkörpers, die durch Kalibriermessungen mit ihrer ermittelten Geometrie in das FE-Modell aufgenommen wurden, zeigten die identifizierten Spannungs-Dehnungs-Kurven große Abweichungen gegenüber den einachsigen Mikrozugversuchen. Der wesentliche Ursprung der Abweichung dürfte den Größenverhältnissen von Indent und Korngröße geschuldet sein. Der Kontaktdurchmesser betrug nur einen Bruchteil des Durchmesser des Kornes, weswegen die Verwendung eines homogenen, isotropen Materialansatzes ungeeignet war.

Folglich sollten zur Indentation in der Mikroskala nur Einkristalle bekannter Ausrichtung oder amorphe Materialien herangezogen werden. Andernfalls müsste das Vorliegen gegenüber dem Indent ausreichend großer Körner sichergestellt sein, deren Orientierung ermittelt, und dann zur Identifikation anisotrope Materialmodelle und dreidimensionale FE-Modelle verwendet werden. Dabei entfällt im Allgemeinen die Nutzbarkeit von Symmetrien, was einen zur Zeit praktisch noch nicht beherrschbaren Rechenaufwand zur Folge hätte.

Das vorgestellte Verfahren ist prinzipiell unabhängig von der Größe der Indentation. Die Berücksichtigung der Abweichung von der Sollform des runden Eindringkörpers ist aber nur für kleine Eindringkörper relevant.

Selbst wenn das vorgestellte Konzept mit ausreichend großen Prüfkörpern und Eindringtiefen verwendet wird, so müssten z.B. folgende Gebiete noch untersucht werden:

- Der Einfluss schwer erfassbarer Eigenschaften wie Eigenspannungen
- Reibung zwischen Prüfkörper und Materialprobe
- Den abschätzbaren, aber hier nicht betrachteten Unsicherheiten bei der Bestimmung von Kraft und Eindringtiefe auf die zu identifizierenden Materialparameter.

---

<sup>2</sup>Die Belastungsfunktion enthält auch Informationen zu viskosen Eigenschaften, da sie in Abhängigkeit von der Viskosität von der Parabelform abweicht, [19].

Für eine breit gefächerte Untersuchung der Sensitivität ist das vorgestellte Verfahren weniger geeignet. Für eine Sensitivitätsuntersuchung bieten sich vielmehr die Verwendung von Antwortflächenverfahren oder neuronalen Netzen an: Nach der Ermittlung einer synthetischen Referenzkurve kann diese gezielt „gestört“ werden und der Einfluss der Störung auf die zu ermittelnden Materialparameter untersucht werden.

Das hier vorgestellte Verfahren benötigt in der Anwendung sehr viel mehr Rechenleistung als das in [43] vorgestellte, auf neuronalen Netzen basierende Verfahren, das in seiner Anwendung, also nachdem es mit Simulationsergebnissen trainiert wurde, keine FE-Simulationen mehr verwendet. Der Vorteil des hier vorgestellten Verfahrens liegt in der Flexibilität, die dem Versuch zugrunde liegende reale Form des Indenters oder ein anderes Materialmodell einfach implementieren zu können, so dass keine Einschränkung auf die Verwendung antrainierten Wissens und die Annahme idealer Geometrien notwendig ist.

# Anhang A

## 3D-Modell des Indenters

Im Folgenden wird der Aufbau des 3D-Modells erläutert. Dieses Modell könnte im Austausch mit dem Modell des konischen Indenters, wie er in Abschnitt 3.1 vorgestellt wurde, und einer Zielfunktion gemäß Gl. (3.72), die die Kontur des bleibenden Eindrucks berücksichtigt, verwendet werden, um Materialparameter mit dem BERKOVICH-Prüfkörper zu bestimmen, wenn genügend Rechenleistung vorhanden wäre.

Wie in Abb. 2.3 auf Seite 9 gezeigt, verfügt der BERKOVICH-Prüfkörper über drei Symmetrieachsen, so dass es ausreichend ist, einen  $60^\circ$ -Ausschnitt zu modellieren. Um die Symmetrieeigenschaften nutzen zu können, müssen die entsprechenden Randbedingungen gemäß Abb. A.1, die die 1-3-Ebene darstellt, verwendet werden. Die geschnittenen Seiten sind durch radial verschiebliche Lager gestützt, während im Zentrum die Verschiebung der Knoten in der 1-3-Ebene verhindert ist. Alle Randknoten der Materialprobe sind, abgesehen von denen am (nicht dargestellten) Boden, in der 2-Richtung frei verschiebbar. Der eingezeichnete Diamant ist im Modell durch eine (blau gezeichnete) Ebene als Starrkörper (*analytic rigid*) modelliert. Das Modell besteht aus 38125 Hexaedern und 1150 Pentaedern entlang der Achse im Zentrum, insgesamt aus 39275 Elemente und 42999 Knoten. Es wurden ausschließlich vollintegrierte Elemente mit linearen Ansätzen verwendet. Das Netz wird von außen mit Kantenlängen von  $31,25 \mu\text{m}$  beginnend nach innen hin immer engmaschiger. Die kleinsten in der Kontaktzone befindlichen Elemente haben in Radialrichtung eine Kantenlänge von  $61,0 \text{ nm}$ . Abb. A.2 zeigt die fein diskretisierte Kontaktzone der Ebenen als analytischem Starrkörper und Abb. A.3 den  $60^\circ$ -Ausschnitt in der Ansicht auf das Zentrum und die entsprechend den Symmetriebedingungen gelagerten Seiten des  $250 \mu\text{m}$  hoch modellierten Probenmaterials.

Für die Visualisierung wird das Modell gespiegelt und gedreht, um die Darstellung des gesamten Kontinuums zu erhalten. Abb. A.4 visualisiert die

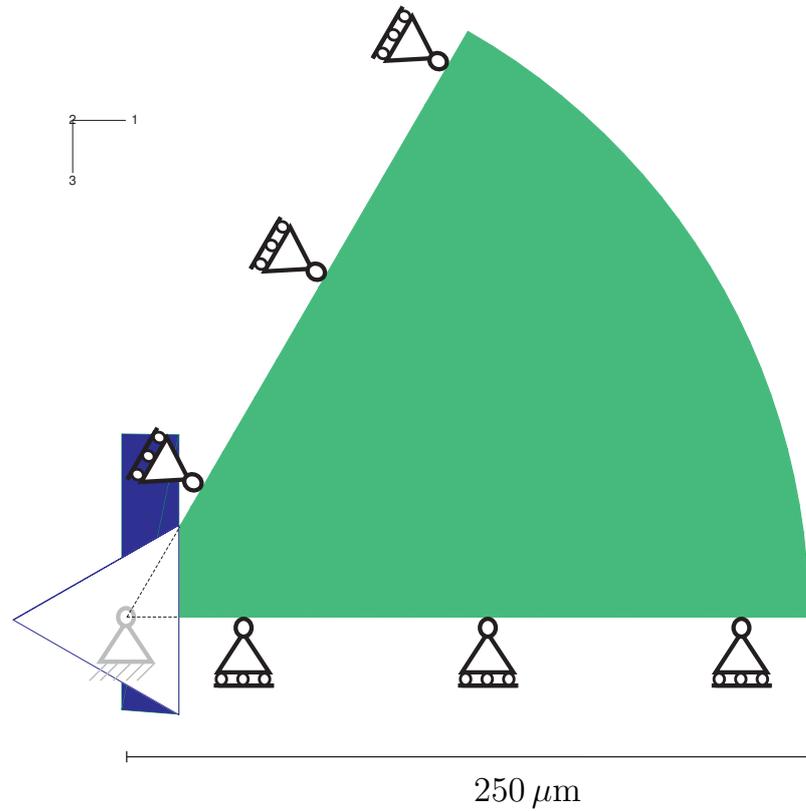


Abbildung A.1: 60°-Ausschnitt mit Randbedingungen entsprechend der Symmetrieeigenschaften und Repräsentation des Diamanten durch die blau eingezeichnete starre Ebene (*analytic rigid*)

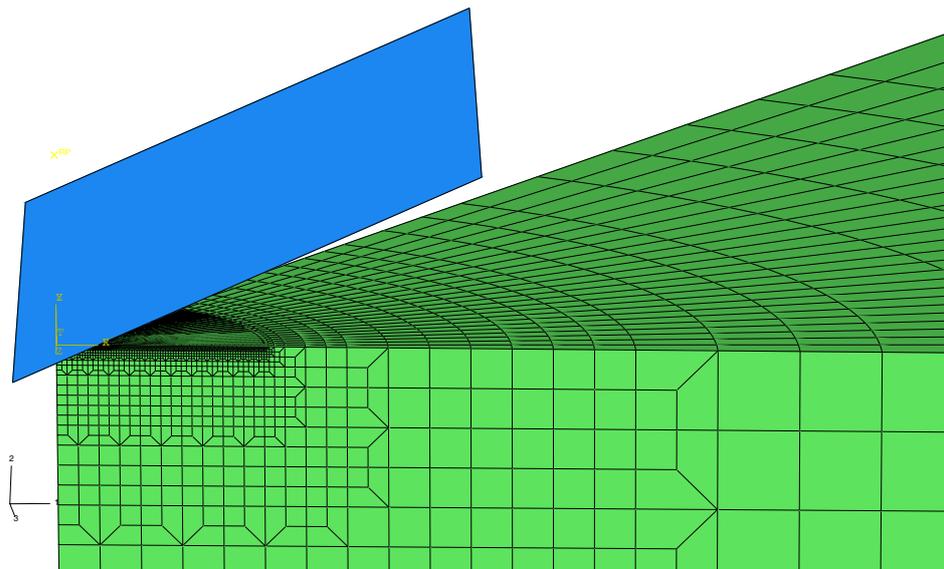
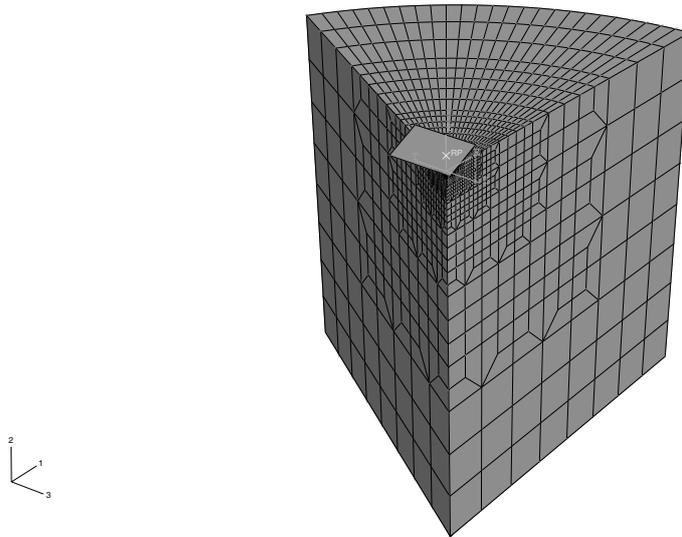


Abbildung A.2: Fein diskretisierte Kontaktzone mit einer Ebenen als analytischem Starrkörper



**Abbildung A.3:** 60°-Ausschnitt des 250 µm hoch modellierten Probenmaterials in der Ansicht; der Übersicht halber ohne sichtbargemachte Randbedingungen

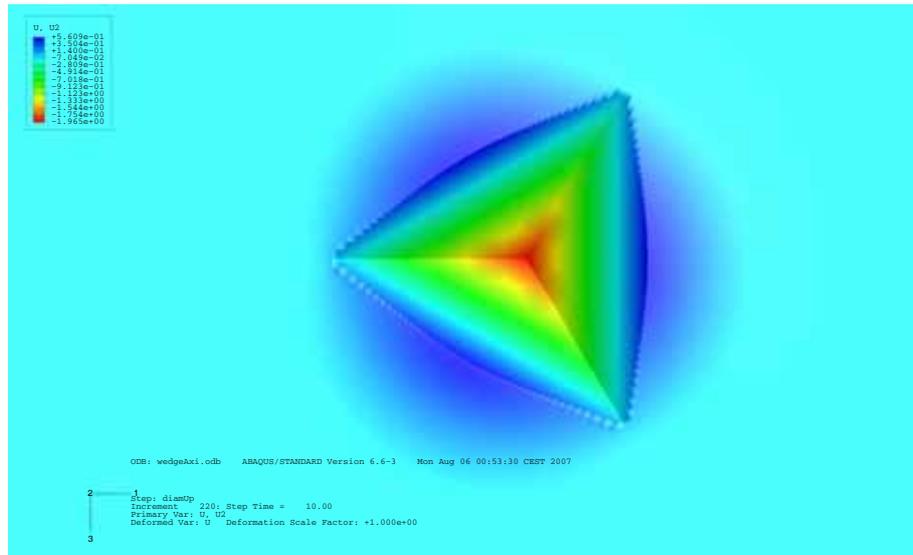
Kontur des Höhenverlaufs des bleibenden Eindrucks mit der Form des „ausgebeulten“ Randes wie sie für Materialien, die einen Aufwurf bilden, typisch sind. Hier dargestellt am Beispiel eines schwach verfestigenden Materials. In Abb. A.5 ist die typische Form des bleibenden Eindrucks mit „eingebeultem“ Rand zu erkennen, wie sie bei stark verfestigenden Materialien<sup>1</sup>, die eine einsinkende Oberfläche ausbilden, auftreten.

Diese Konturdaten könnten zum Abgleich mit denen aus einer *AFM*-Abtastung erhaltenen Daten herangezogen werden und in eine analog zu Gl. (3.72) formulierte Zielfunktion einfließen.

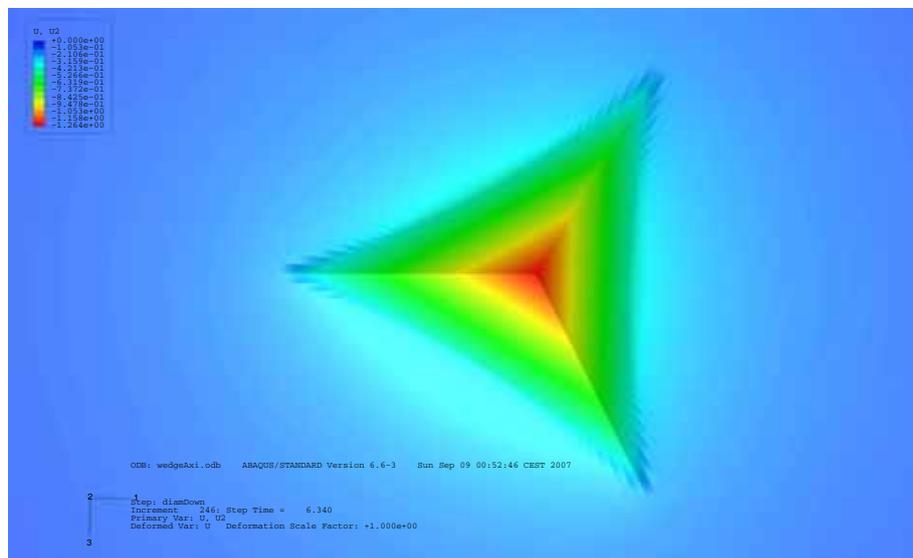
---

<sup>1</sup>Die formal bis  $\varepsilon^{pl} = 1$  definierte Spannungs-Dehnungs-Kurve wird lediglich direkt unter der Spitze ausgeschöpft, was ein Artefakt darstellt, das durch die ideal spitze Modellierung hervorgerufen wird.

## A 3D-Modell des Indenters



**Abbildung A.4:** Visualisierung der Höhen des bleibenden Eindrucks mit der Form des „ausgebeulten“ Randes, wie sie für Materialien, die einen Aufwurf bilden, typisch sind. Hier am Beispiel eines schwach verfestigenden bilinearen Materials dargestellt ( $E = 100000 \text{ N/mm}^2$ ,  $\nu = 0,3$ ,  $\sigma_y = 100 \text{ N/mm}^2$  und  $\sigma = 200 \text{ N/mm}^2$  bei  $\varepsilon^{Pl} = 1$ ).



**Abbildung A.5:** Visualisierung der Höhen des bleibenden Eindrucks mit der Form des „eingebeulten“ Randes wie sie für Materialien, die eine einsinkende Oberfläche bilden, typisch sind. Um die Tendenz zu veranschaulichen, ist hier das Beispiel eines hypothetischen, stark verfestigenden Materials ( $E = 100000 \text{ N/mm}^2$ ,  $\nu = 0,3$ ,  $\sigma_y = 3000 \text{ N/mm}^2$  und  $\sigma = 30000 \text{ N/mm}^2$  bei  $\varepsilon^{Pl} = 1$ ) dargestellt.

## Anhang B

# Abhängigkeit der Härte und des E-Moduls von der Eindringtiefe bei geschichteten Materialien

Um die Tiefenabhängigkeit der aus den Messdaten ermittelbaren Werte für die Härte und den E-Modul bei geschichteten Materialien exemplarisch betrachten zu können, wird ein geeignetes Modell erstellt. Das Modell soll ein Material mit einer harten, dünnen Deckschicht repräsentieren. Das Modell, das analog dem in Abb. 3.1 und 3.2 in Abschnitt 3.1 gezeigten ist, hat aber mit einem Radius und einer Tiefe von  $500\ \mu\text{m}$  eine doppelt so große modellierte Umgebung.

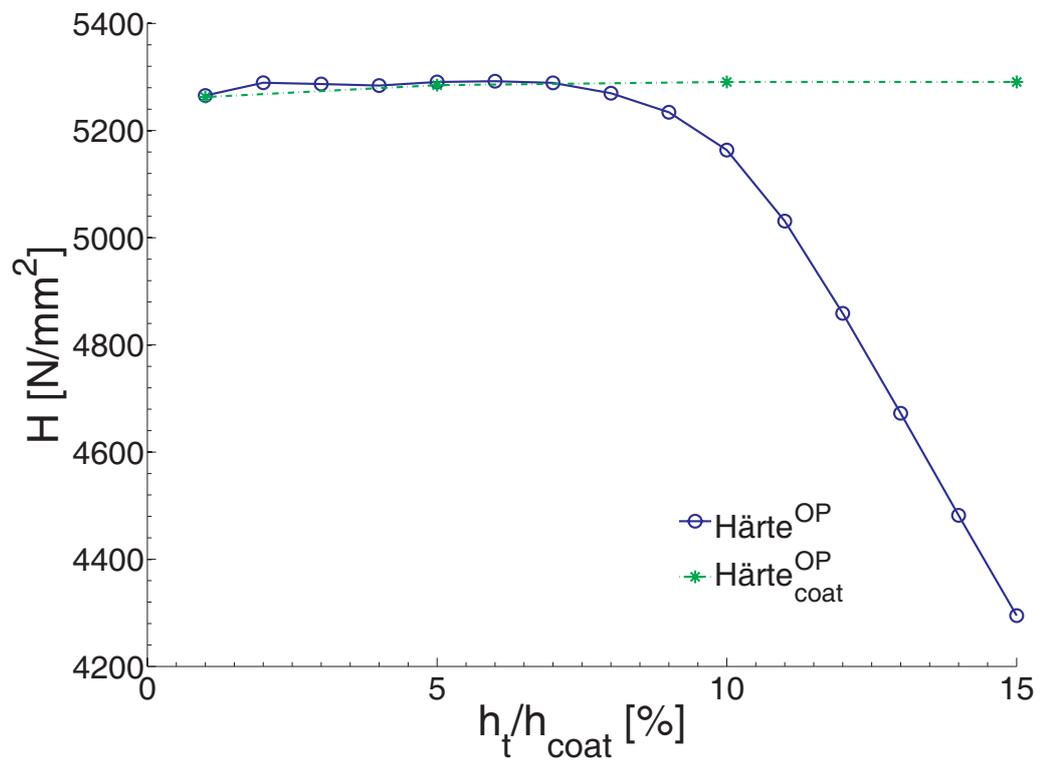
Die größte Elementkantenlänge beträgt  $31,25\ \mu\text{m}$  und die kleinste Elementkantenlänge der Kontaktzone  $15,26\ \text{nm}$ . Das gesamte Modell enthält 11386 Knoten. Die harte Schicht hat eine Dicke von  $15,63\ \mu\text{m}$  entsprechend 3,1% der Modellhöhe. Es werden weggesteuerte Indentationen der Beschichtung simuliert, wobei die maximalen, totalen Eindringtiefen zwischen 1% und 15% der Dicke der Beschichtung variiert werden.

Für die harte Beschichtung wird ein stark verfestigendes Material mit  $E = 200000\ \text{N/mm}^2$ ,  $\nu = 0,3$ ,  $\sigma_y = 1000\ \text{N/mm}^2$ , und  $\sigma = 2000\ \text{N/mm}^2$  bei  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,1$  und  $\sigma = 3000\ \text{N/mm}^2$  bei  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,3$  angenommen, während das Substrat die Werte  $E = 100000\ \text{N/mm}^2$ ,  $\nu = 0,3$ ,  $\sigma_y = 100\ \text{N/mm}^2$ , und  $\sigma = 200\ \text{N/mm}^2$  bei  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,1$  und  $\sigma = 300\ \text{N/mm}^2$  bei  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,3$  aufweist.

Abb. B.1 zeigt den Verlauf der Härte aufgetragen über die Eindringtiefe relativ zur Schichtdicke der Beschichtung. Der Verlauf zeigt anfangs kleine Schwankungen, die eine Folge der Diskretisierung sind. Bei einer relativen Tiefe von 13% ist die zu messende Härte bereits um mehr als 10% abgefallen. Die Härte für das nicht beschichtete Material allein beträgt  $629\ \text{N/mm}^2$ .

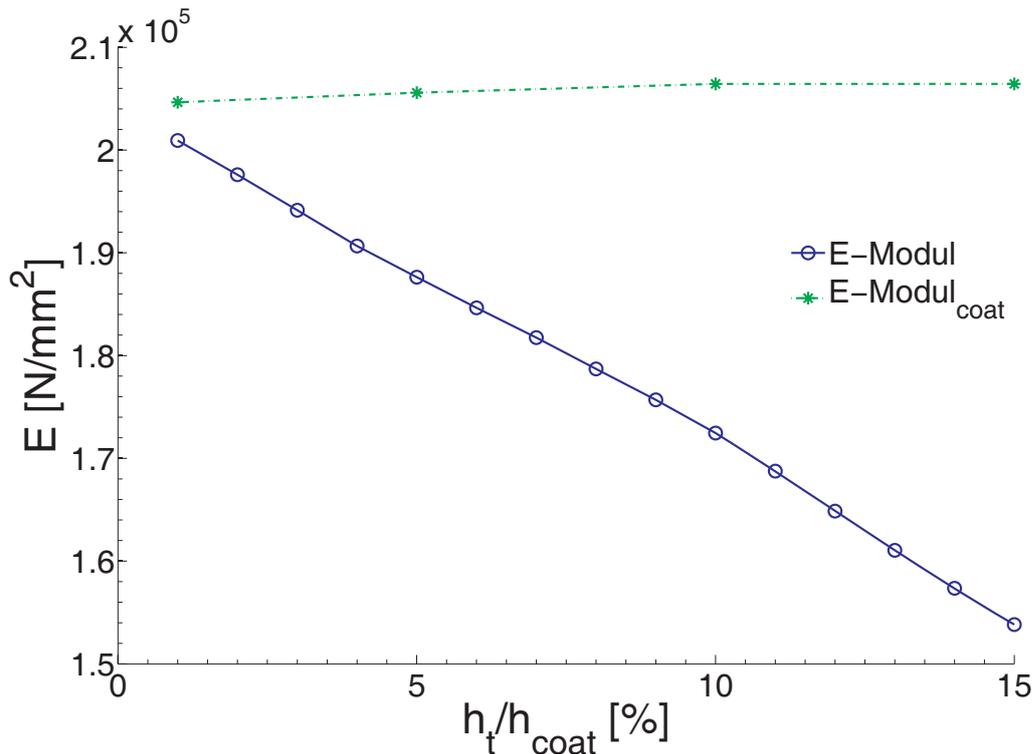
In Abb. B.2 ist der Verlauf des nach OLIVER und PHARR bestimm-

B Abhängigkeit der Härte und des E-Moduls von der Eindringtiefe



**Abbildung B.1:** Mit der Eindringtiefe (relativ zur Schichtdicke der Beschichtung) abnehmende Härte; die Härte des Substrats ohne Beschichtung beträgt  $629 \text{ N/mm}^2$ .

B Abhängigkeit der Härte und des E-Moduls von der Eindringtiefe



**Abbildung B.2:** Durch Auswerten der errechneten Kraft-Weg-Daten ermittelter E-Modul bei einem beschichteten Material, relativ zur Dicke der Beschichtung aufgetragen. Das Material der Beschichtung hat einen E-Modul von  $200000 \text{ N/mm}^2$ , während das Substrat einen Modul von  $E = 100000 \text{ N/mm}^2$  aufweist.

ten E-Moduls aufgetragen. Der Modul der reinen Beschichtung würde so zu  $E = 206000 \text{ N/mm}^2$  bestimmt und der des reinen Substrats zu  $109000 \text{ N/mm}^2$ . Der E-Modul fällt mit zunehmender Eindringtiefe  $h_t/h_{\text{coat}}$  kontinuierlich ab. Bei einer Eindringtiefe von 15% ist der E-Modul bereits um  $\sim 50000 \text{ N/mm}^2$  abgefallen, was bereits der Hälfte der Differenz der E-Moduln der beiden Materialien entspricht.

Die gemessene Härte einer harten Beschichtung verläuft anfangs nahezu unabhängig von der Tiefe, um dann einzubrechen. Bei der Bestimmung des E-Moduls eines beschichteten Material misst man schon bei kleinen Eindringtiefen die Eigenschaften des Substrats, also der Umgebung mit, während die Härte anfangs von den „lokalen“ Eigenschaften dominiert wird.



# Anhang C

## Analytische Lösungen zum Kontaktproblem

### C.1 Elastischer Kontakt zweier Kugeln

Der Kontakt zweier Kugeln kann wie in [44] dargestellt, nach HERTZ untersucht werden. Darin sind  $R_1, R_2$  die Radien,  $E_1, E_2$  die E-Moduln und  $\nu_1, \nu_2$  die Querkontraktionszahlen der Kugeln 1 bzw. 2. In der deformierten Lage ist die Fläche im Kontakt ein Kreis mit dem Radius  $a$ . Mit den Annahmen

- die Kontaktflächen seien stetig und haben in der unbelasteten Referenzkonfiguration nur einen gemeinsamen Berührungspunkt,
- kleiner Verzerrungen,
- beide Kugeln seien elastische Halbräume,

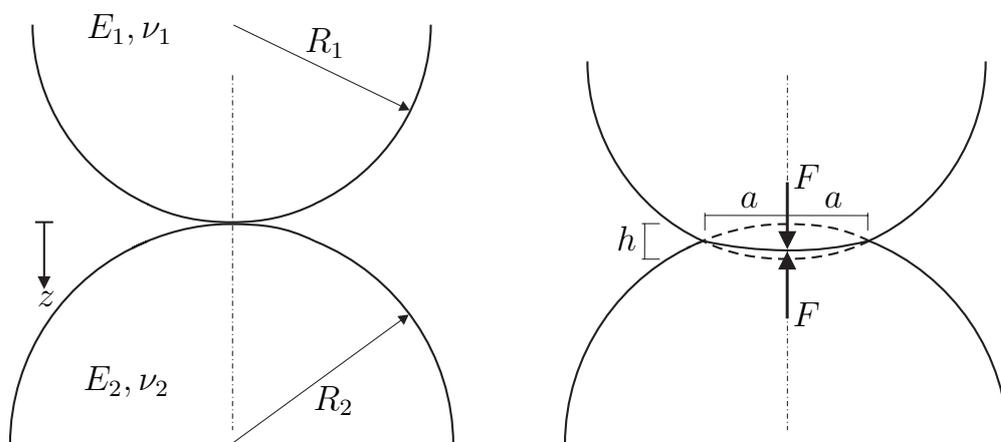


Abbildung C.1: Zwei Kugeln im Kontakt; Referenzlage und deformierte Lage

- die resultierende Kontaktspannung wirke parallel zur Berührungsnormalen, also vertikal in Abb. C.1, und
- die Kontaktflächen seien reibungslos,

können folgende Gleichungen für die zu den Kugeln 1 und 2 zugehörige mittlere Krümmung  $1/R$  und dem effektiven E-Modul  $E_{\text{eff}}$ , der die homogenen, isotropen Materialeigenschaften repräsentiert, abgeleitet werden:

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \quad (\text{C.1})$$

$$\frac{1}{E_{\text{eff}}} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2}. \quad (\text{C.2})$$

Die Gleichung (C.2) setzt einen elastischen Halbraum voraus und die Annahme, dass die Kontaktspannung identisch mit dem (vertikalen) Druck  $p$  ist<sup>1</sup>, was zu der Einschränkung<sup>2</sup>  $a \ll R$  führt. Durch Integration der Druckverteilung  $p$  über die Kontaktfläche kann eine resultierende Kraft  $F$  und eine mittlere Spannung  $p_m$  in Abhängigkeit von der Relativverschiebung  $h$  der beiden Kugeln gegeneinander bestimmt werden.

$$p = p_0 \left( 1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{\frac{1}{2}}, \quad (\text{C.3})$$

$$p_0 = \frac{3}{2} p_m, \quad (\text{C.4})$$

$$p_m = \frac{3F}{2\pi a^2} = \left( \frac{6FE_{\text{eff}}^2}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3}. \quad (\text{C.5})$$

In der belastungsfreien Referenzkonfiguration, in der die Verschiebung  $h = 0$  beträgt, haben die beiden Körper nur einen gemeinsamen Berührungspunkt. Die mit zunehmender Kraft  $F$  und Verschiebung  $h$  der beiden Körper aufeinander zu entstehende Kontaktfläche ist ein Kreis mit dem Radius  $a$ , wie folgt:

$$a = \left( \frac{3FR}{4E_{\text{eff}}} \right)^{1/3}, \quad (\text{C.6})$$

---

<sup>1</sup>Dieses ist Voraussetzung für die in [67], Seite 170, angegebene Gleichung (11.53). Zu deren Ermittlung wurde die auf BOUSSINESQ zurückgehende Lösung, Seite 168, Gleichung (11.47) für das *Problem des durch eine (vertikale) Einzelkraft belasteten Halbraumes* verwendet.

<sup>2</sup>Zusätzlich wird die Einschränkung durch eine geometrische Näherung notwendig: In [67], Seite 169, wird ausgehend von Abbildung 11.5 die Beziehung  $\frac{r}{2R_1 - z_1} = \frac{z_1}{r}$  gefunden und daraus die Näherung  $z_1 = \frac{r^2}{2R_1}$  abgeleitet, die nur für  $z_1 \ll R_1$  gültig ist.

$$h = \frac{a^2}{R} = \left( \frac{9F^2}{16RE_{\text{eff}}^2} \right)^{1/3}, \quad (\text{C.7})$$

$$F = \frac{4}{3}E_{\text{eff}}R^{1/2}h^{3/2}. \quad (\text{C.8})$$

Aus Symmetriegründen sind entlang der Rotationsachse  $z$   $\sigma_r, \sigma_\theta$  und  $\sigma_z$  Hauptspannungen, und es ist  $\sigma_r = \sigma_\theta$ . Es lässt sich zeigen, dass:

$$\sigma_r = \sigma_\theta = -p_0(1 + \nu) \left( \left( 1 - \frac{z}{a} \arctan\left(\frac{a}{z}\right) \right) + \frac{1}{2} \left( 1 + \frac{z^2}{a^2} \right)^{-1} \right) \quad (\text{C.9})$$

$$\sigma_z = -p_0 \left( 1 + \frac{z^2}{a^2} \right)^{-1}. \quad (\text{C.10})$$

Für den kugelförmigen Indenter, der auf eine ebene Probe trifft, ergibt sich für die Spezialisierung  $R_2 \rightarrow \infty \Rightarrow R = R_1$ . Die in Abb. C.1 dargestellte Hinterschneidung  $h$  ist dann die Eindringtiefe des Indenters in die Materialprobe.

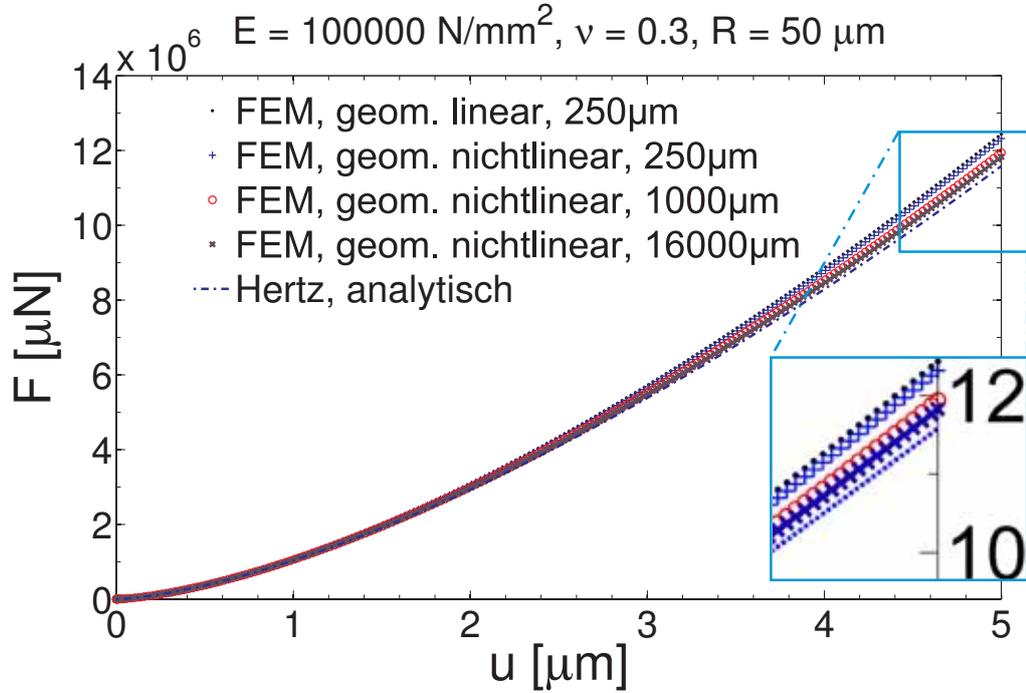
Der Vergleich einer geometrisch linearen und einer geometrisch nicht linearen FE-Lösung mit der Lösung nach Gl. (C.8) für  $E = 100000 \text{ N/mm}^2$ ,  $\nu = 0,3$  und  $R = 50 \mu\text{m}$  in Abb. C.2 zeigt den Einfluss der Nichtlinearität und verschieden großer modellierter Proben. Die Graphen sind mit einem rotationssymmetrischen Modell ähnlich dem in Abb. 3.1 auf Seite 57 berechnet worden, wobei hier eine starre Kugel mit einem Radius von  $50 \mu\text{m}$  als Prüfkörper verwendet wird. Die Probenkörper haben einen Radius und eine Höhe von  $250, 1000$  bzw.  $16000 \mu\text{m}$ . Bei  $5 \mu\text{m}$  Verschiebung liegt die Kraft der nichtlinearen Lösung für ein Modell mit  $250 \mu\text{m}$  Radius  $1\%$  unter der des linearen Modells. Weiterhin ist zu erkennen, dass alle FE-Lösungen oberhalb der Lösung nach HERTZ verlaufen, die den geometrisch linearen Fall darstellt<sup>3</sup>. Die FE-Lösungen nähern sich für große modellierte Probenkörper der Lösung nach HERTZ<sup>4</sup>. Der Darstellung zu Folge ist es bei der praktischen Anwendung der für ein ebenes, unendliches Kontinuum spezialisierten Lösung wesentlich, dass die eingangs gemachte Annahme, die Eindringtiefe sei klein im Vergleich zum (starr gelagerten) Probenkörper, eingehalten ist, während der Einfluss der Nichtlinearität dagegen gering ist. Für das rein elastische Problem muss der modellierte Bereich des Probenmaterials sehr viel größer

---

<sup>3</sup>Der Übersichtlichkeit wegen ist auf die Darstellung weiterer Simulationen für den geometrisch linearen Fall verzichtet worden

<sup>4</sup>Für das alleinige Betrachten der Spezialisierung des Kontaktes einer Kugel mit dem ebenen Halbraum wäre die Verwendung von infiniten Elementen möglich.

sein, als für ein elastisch-ideal plastisches oder schwach verfestigendes Material. Für die elastisch-plastischen Materialien ist ein Modell mit  $250\ \mu\text{m}$  Radius und Höhe ausreichend.



**Abbildung C.2:** Vergleich der Lösung für den HERTZschen Kontakt mit der geometrisch linearen und der geometrisch nicht linearen FE-Lösung

Die analytische Lösung unterliegt desweiteren noch der Annahme der linearen Elastizität. Die Grenze der Gültigkeit für die Lösung des elastischen Problems ist erreicht, wenn irgendwo im Körper Fließen auftritt. Aus der Differenz der Hauptspannungen ergibt sich die Schubspannung  $\tau_1$ , die für Versagen nach dem Schubspannungskriterium von TRESCA maßgeblich ist. Deren Ableitung nach der Ordinate in Tiefenrichtung  $z$  kann analytisch bestimmt werden:

$$\tau_1 = \frac{1}{2} |\sigma_z - \sigma_\theta|, \quad (\text{C.11})$$

$$\frac{\partial \tau_1}{\partial z} = \frac{1}{2} \left| -\frac{3a^3 z}{(a^2 + z^2)^2} + (1 + \nu) \left( -\frac{a^3 z + az^3}{(a^2 + z^2)^2} + \arctan\left(\frac{a}{z}\right) \right) \right| \quad (\text{C.12})$$

Die Lösung des zugehörigen Nullstellenproblems ist nur numerisch für diskrete  $\nu$  möglich, z.B. für  $\nu = 0,3$  ergibt sich:

$$\frac{\partial \tau}{\partial z} \Big|_{\nu=0,3} = 0 \Rightarrow z_{\max} = 0,48a, \quad (\text{C.13})$$

$$\tau_1(z_{\max}) = 0,31p_0 = 0,47\frac{F}{\pi a^2} = 0,47p_m. \quad (\text{C.14})$$

Die numerische Auswertung von  $\tau_1(z)$  für  $\nu = 0,3$  ergibt mit  $\tau_1(0) = 0,1p_0$  ein relatives Minimum an der Oberfläche und mit  $\tau_1(0,48a) = 0,31p_0$  ein absolutes Maximum im Körper. Am Ort der maximalen Hauptschubspannung, die somit im Kontinuum 3,1 mal größer als an der Oberfläche ist, tritt bei Überschreiten der elastischen Grenzlast die erste plastische Verformung ein.

Mit den Hauptspannungen  $\sigma_I, \sigma_{II}$  und  $\sigma_{III}$  lässt sich die Fließspannung  $\sigma_y$  für die meisten duktilen Materialien nach VON MISES über die zweite Invariante des Spannungs-Deviators

$$J_2 \equiv \frac{1}{6} \{ (\sigma_I - \sigma_{II})^2 + (\sigma_{II} - \sigma_{III})^2 + (\sigma_{III} - \sigma_I)^2 \} = k^2 = \frac{\sigma_y^2}{3} \quad (\text{C.15})$$

oder nach TRESCAS Schubspannungskriterium

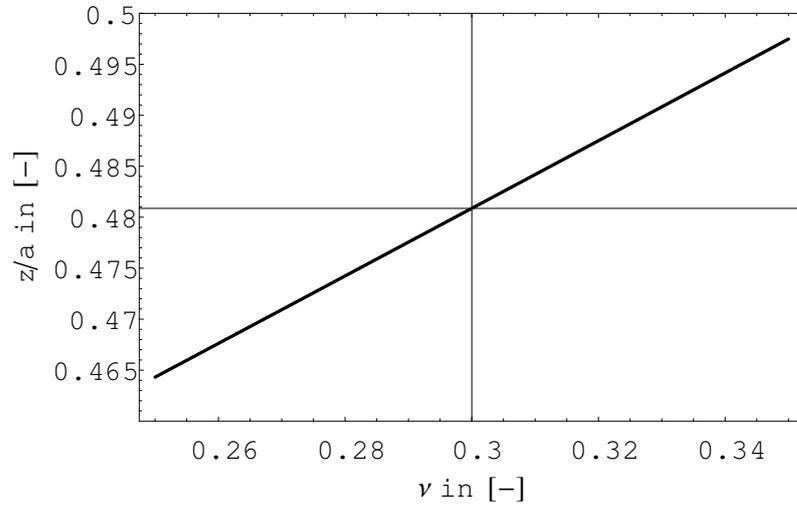
$$\max \{ |\sigma_I - \sigma_{II}|, |(\sigma_{II} - \sigma_{III})|, |(\sigma_{III} - \sigma_I)| \} = 2k = \sigma_y \quad (\text{C.16})$$

ermitteln.

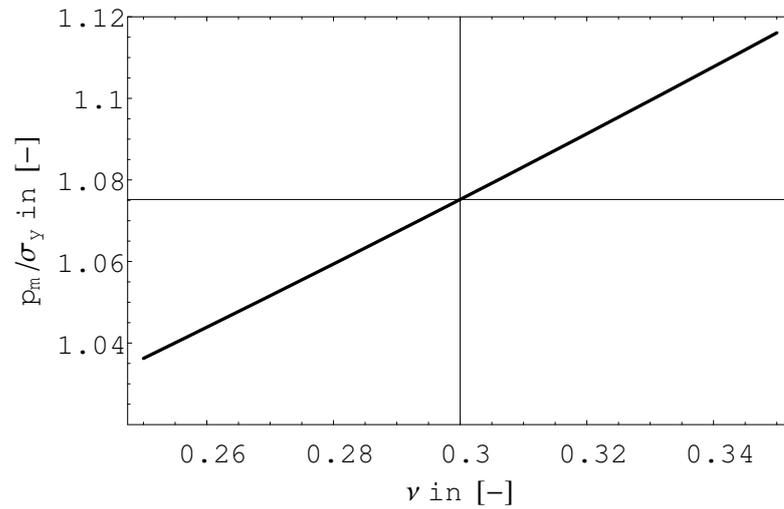
In Abhängigkeit vom Spannungszustand unterscheiden sich die Fließspannungen VON MISES bzw. TRESCA bis zu einem Verhältnis von  $\frac{\sigma_y/\sqrt{3}}{\sigma_y/2} = 1,15$ . Im Falle des einachsigen Spannungszustandes liefern beide Kriterien dieselbe Fließspannung. Auf der  $z$ -Achse sind die Spannungen  $(\sigma_r, \sigma_\theta, \sigma_z)$  eine Superposition der hydrostatischen Druckspannung  $\sigma_r$  und des einachsigen Spannungszustandes  $(0, 0, \sigma_z - \sigma_r)$ , so dass für einen Werkstoff mit  $\nu = 0,3$  wegen  $0,47p_m = \tau_1(z_{\max}) = \frac{1}{2}\sigma_y$  die mittlere Druckspannung  $p_m$ , unter der erstmalig Fließen eintritt,  $p_m = 1,1\sigma_y$  beträgt.

Wie in Abb. C.3 und C.4 für das bei metallischen Werkstoffen interessante Intervall  $0,25 < \nu < 0,35$  dargestellt, variiert sowohl die Ordinate des Maximums als auch das Maximum selber nur gering mit der Querkontraktionszahl, weshalb i. A.  $p_m \approx 1,1\sigma_y$  angegeben wird.

Der Indenterversuch kann als Sonderfall des HERTZschen Kontaktes aufgefasst werden. Der aus einem Diamanten gefertigte Prüfkörper weist die Materialwerte  $E = 1,14\text{MN}/\text{mm}^2$ ,  $\nu = 0,07$  und eine Fließgrenze von ca.  $\sigma_y = 1000\text{N}/\text{mm}^2$  auf. Ein typisches Lot weist einen E-Modul um  $E = 30000\text{N}/\text{mm}^2$ ,  $\nu = 0,35$  und eine Fließgrenze von ca.  $\sigma_y = 35\text{N}/\text{mm}^2$  auf. Der Indenter erfährt entsprechend nur rein elastische Deformationen. Bei der Indentation weicher Werkstoffe darf die elastische Kompression am Indenter gegenüber der Gesamtverschiebung vernachlässigt werden, so dass der Prüfkörper als starr betrachtet werden kann. Daraus resultiert die weitere Spezialisierung  $E_1 \rightarrow \infty \Rightarrow E_{\text{eff}} = \frac{E_2}{1-\nu_2^2}$ . Von den in den Gleichungen auftretenden Größen sind lediglich die Kraft  $\bar{F}$  und die Tiefe  $h$  kontinuierlich messbar. Der



**Abbildung C.3:**  $z$ -Ordinate des Maximums der normierten Schubspannung in Abhängigkeit von der Querkontraktion



**Abbildung C.4:** Maxima der normierten Schubspannung in Abhängigkeit von der Querkontraktion

Kontaktradius  $a$  kann lediglich im Nachhinein auf polierten Metallschichten als sichtbarer Abdruck erkannt werden. Diese Messgröße war in der früher verbreiteten dynamischen Härteprüfung neben der vorgegeben Fallhöhe und dem bekannten Eigengewicht des Prüfkörpers von Bedeutung [69].

Entsprechend der in 2.3 beschriebenen Vorgehensweise kann in einer Dimensionsanalyse die Zahl der Parameter reduziert werden. Mit den neu eingeführten dimensionslosen Größen ergibt sich  $F^* = \frac{F}{E_{\text{eff}} R^2}$ ,  $h^* = \frac{h}{R}$ ,  $\nu$  bzw.  $F^*(h^*, E, \nu)$ . Versuchsanordnungen mit geometrisch ähnlichen Parametern, also identischem normierten  $h^*$ , müssen im Falle eines isotropen, homogenen Werkstoffes die selben Kurven für die normierte Last liefern.

## C.2 Elastisch-plastischer Fall

Zuvor wurde der Fall zweier (unbegrenzt) elastischer Körper betrachtet. Nun soll der Fall behandelt werden, dass die Fließgrenze eines Körpers überschritten wird. Der Beginn einer plastisch werdenden Zone kann prinzipiell an der Kraft-Weg-Kurve erkannt werden. Dazu wird Gl. (C.8) mittels Transformation als lineare Funktion dargestellt. Die doppeltlogarithmische Darstellung

$$\ln F = \ln \left( \frac{4}{3} E_{\text{eff}} R^{1/2} \right) + \frac{3}{2} \ln h \quad (\text{C.17})$$

ist, da der Nullpunkt  $(h, F) = (0, 0)$  nicht abbildbar ist, unpraktisch. Die Darstellung  $(h^{3/2}, F)$  bzw.  $(h, F^{3/2})$  mit gebrochenen Exponenten vermeidet diesen Nachteil. Wenn die elastische Grenze unterhalb der Oberfläche überschritten wird, führt dies, da der Tangentenmodul  $E_T$  nach dem ersten Auftreten plastischer Verformungen kleiner ist als der initiale Modul  $E$ , zu einem Steifigkeitsabfall. Für den Fall eines durch ein Experiment gewonnenen Graphen  $(h^{3/2}, F)$  könnte der Punkt der elastischen Grenzlast, prinzipiell durch Augenschein, als derjenige identifiziert werden, an dem der Graph aus der Geraden abweicht. Aus der Grenzlast und der zugehörigen Eindringtiefe könnte die Fließspannung ermittelt werden. Praktisch wird diese Vorgehensweise dadurch erschwert, dass der Graph der elastisch-plastischen Funktion sich im Punkte der Grenzlast an den linearen Graph der elastischen Funktion anschmiegt und dieser Punkt daher nur schwer mit hoher Genauigkeit identifiziert werden kann.

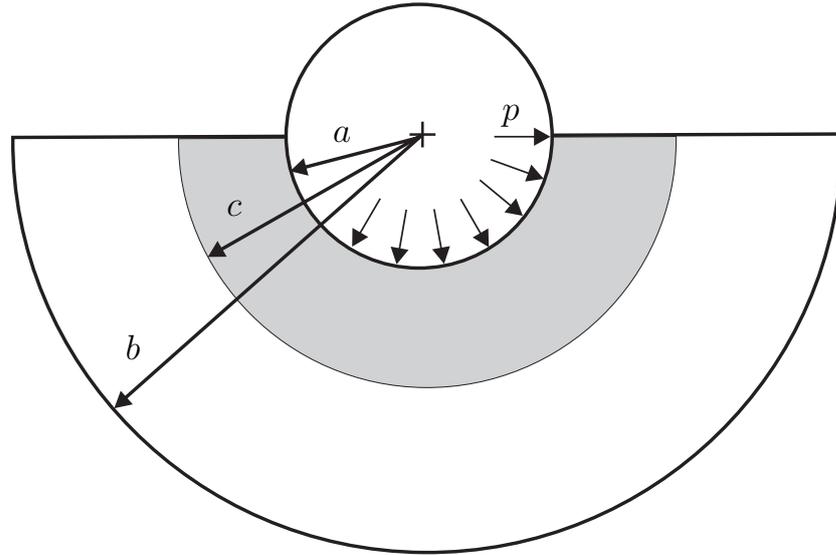


Abbildung C.5: Modell mit sich ausdehnendem Hohlraum und plastischer Zone (*expanding-cavity*)

### C.3 Elastisch-plastischer Fall, starrer Indenter: *Expanding-cavity*-Modell nach HILL

Um eine Näherungslösung für den Kontakt eines starren Indenters mit einem elastisch-plastischen Material zu erhalten, wird zuerst die benötigte Lösung für den deformierbaren Körper hergeleitet und die weitere Ergänzung kurz erläutert.

In der auf HILL zurückgehenden Lösung, [41], des elastisch-ideal plastischen Problems wird, basierend auf der Lösungen von Lamé, das Modell einer Sphäre mit dem Innendruck  $p$  betrachtet. Dieses in Abb. C.5 dargestellte Modell eines sich ausdehnenden Hohlraums (*expanding-cavity*) habe den Innenradius  $a$  und den Außenradius  $b$  bzw. die anfänglichen Radien  $a_0$  und  $b_0$ . Der Radius  $c$ , mit  $a < c < b$ , gibt die Größe der plastischen Zone an, die ab dem Erreichen eines Druckes  $\bar{p}$  von  $a$  bis  $c$  reicht. Das Modell wird für den Sonderfall  $a_0 = 0$  und  $b_0 \rightarrow \infty$  spezialisiert:

$$u(r) = \frac{2(1-2\nu)\sigma_y}{3E} \left[ \frac{3(1-\nu)}{2(1-2\nu)\nu} \left(\frac{c}{r}\right)^3 - \left(1 - \left(\frac{c}{b}\right)^3\right) + \ln\left(\frac{r}{c}\right)^3 \right] r$$

für  $a \leq r \leq c$ . (C.18)

Das Modell geht von einer sich ausdehnenden ideal plastischen Zone aus, die durch das im Intervall  $[c, b]$  liegende elastische Material gestützt wird. Die

elastischen Anteile der Deformation in der plastischen Zone werden nicht vernachlässigt.

### Voraussetzungen

- Seien die Verschiebungen und Spannungen im elastischen  $u^{\text{el}}$  und  $\sigma^{\text{el}}$  bzw. im plastischen Teil  $u^{\text{pl}}$  und  $\sigma^{\text{pl}}$ .
- Es herrsche elastisch-ideal plastisches Materialverhalten.
- Kugelsymmetrie sei gegeben:  $\sigma_{rr}^{\text{pl}}(r), \sigma_{\varphi\varphi}^{\text{pl}}(r) = \sigma_{\vartheta\vartheta}^{\text{pl}}(r), \mathbf{u}^{\text{pl}} = (u(r), 0, 0)$ , alle anderen  $\sigma_{ij} = 0$ .
- Linear elastische Lösung für den an die plastische Zone angrenzenden Außenbereich:

$$\sigma_{rr}^{\text{el}} = -p \frac{\frac{b^3}{a} - 1}{\frac{b^3}{a} - 1}$$

$$\sigma_{\varphi\varphi}^{\text{el}} = \sigma_{\vartheta\vartheta}^{\text{el}}(r) = p \frac{\frac{b^3}{a} - 1}{\frac{b^3}{a} - 1}, \text{ alle anderen } \sigma_{ij} = 0 \quad (\text{C.19})$$

$$u^{\text{el}}(r) = \frac{p}{E} \left[ (1 - 2\nu)r + \frac{(1 + \nu)b^3}{2r^2} \right] \frac{1}{\frac{b^3}{a} - 1}, c \leq r \leq b \text{ und} \quad (\text{C.20})$$

$$p = \frac{2\sigma_y}{3} \left( 1 - \frac{a_0^3}{b_0^3} \right). \quad (\text{C.21})$$

- Übergangsbedingung:

$$\text{Gleichgewicht : } \sigma_{ij}^{\text{el}}|_{r=c} = \sigma_{ij}^{\text{pl}}|_{r=c} \quad (\text{C.22})$$

$$\text{Kompatibilität: } u_{ij}^{\text{el}}|_{r=c} = u_{ij}^{\text{pl}}|_{r=c} \quad (\text{C.23})$$

- VON MISES Fließkriterium  $\sigma_y^2 = \frac{3}{2} S_{ij} S_{ij}$  mit  $S_{ij} = \sigma_{ij} - \frac{1}{3} \sigma_{kk} \delta_{ij}$
- Impulsbilanz:  $\text{div } \sigma_{ij}^{\text{pl}} = 0_i$

Mit der Randbedingung  $u(r = a) = a$  kann

$$\frac{du(r)}{dc} = \frac{3(1 - \nu)\sigma_y c^2}{Er^2} - \frac{2(1 - 2\nu)\sigma_y}{E} \left( 1 - \frac{c^3}{b_0^3} \right) \frac{r}{c} \quad (\text{C.24})$$

zu

$$\frac{du(a)}{dc} = \frac{3(1-\nu)\sigma_y c^2}{Ea^2} - \frac{2(1-2\nu)\sigma_y}{E} \left(1 - \frac{c^3}{b_0^3}\right) \frac{a}{c} \quad (\text{C.25})$$

spezialisiert werden. Als Näherungslösung der Differentialgleichung wird

$$\frac{a^3}{a_0^3} = 1 + \frac{3(1-\nu)\sigma_y c^3}{Ea_0^3} - \frac{2(1-2\nu)\sigma_y}{E} \left(3 \ln \frac{c}{a_0} + 1 - \frac{c^3}{b_0^3}\right) \quad (\text{C.26})$$

angegeben. Die Ableitung der angegebenen Lösung ist:

$$\begin{aligned} \frac{da}{dc} &= \frac{a_0^3}{3a^2} \frac{d}{dc} \left(1 + \frac{3(1-\nu)\sigma_y c^3}{Ea_0^3} - \frac{2(1-2\nu)\sigma_y}{E} \left(3 \ln \frac{c}{a_0} + 1 - \frac{c^3}{b_0^3}\right)\right) \\ &= \frac{3(1-\nu)\sigma_y c^2}{Ea^2} - \frac{2(1-2\nu)\sigma_y}{E} \left(1 - \frac{c^3}{b_0^3}\right) \frac{a}{c} \frac{a_0^3}{a^3}. \end{aligned} \quad (\text{C.27})$$

Gl. (C.26) enthält Terme  $\frac{\sigma_y}{E}$  von erster Ordnung. Für den in der Ableitung am Ende stehenden Term ergibt sich  $\frac{a_0^3}{a^3} = \frac{1}{1+O(\frac{\sigma_y}{E})} \approx 1 - O(\frac{\sigma_y}{E})$ , so dass sich unter Vernachlässigung kleiner Glieder  $\frac{\sigma_y}{E}$  von quadratischer Ordnung Gl. (C.25) ergibt.

Die Lösung wird jetzt mit  $b_0 \rightarrow \infty$  für den später für das Modell von JOHNSON benötigten Fall des Halbraumes spezialisiert:

$$\begin{aligned} a^3 &= a_0^3 + \frac{3(1-\nu)\sigma_y c^3}{E} \\ &\quad - \frac{2(1-2\nu)\sigma_y}{E} (3a_0^3 \ln c - 3a_0^3 \ln a_0 + a_0^3) \end{aligned} \quad (\text{C.28})$$

Weiter wird mit  $a_0 \rightarrow 0$  vorausgesetzt, dass der Hohlraum anfangs noch nicht vorhanden ist. Mit

$$\lim_{a_0 \rightarrow 0} a_0^3 \ln a_0 = \lim_{a_0 \rightarrow 0} \frac{\ln a_0}{a_0^{-3}} = \lim_{a_0 \rightarrow 0} \frac{a_0^{-1}}{-3a_0^{-4}} = \lim_{a_0 \rightarrow 0} \frac{-a_0^3}{3} = 0 \quad (\text{C.29})$$

ergibt sich

$$\frac{c}{a} = \left( \frac{E}{3(1-\nu)\sigma_y} \right)^{\frac{1}{3}}. \quad (\text{C.30})$$

Setzt man dieses in Gl. (C.25) unter Beachtung von  $b_0 \rightarrow \infty$  ein, so erhält man

$$\frac{du(a)}{dc} = \frac{a}{c} - \frac{2(1-2\nu)\sigma_y a}{E c}. \quad (\text{C.31})$$

Für Metalle ist  $\frac{\sigma_y}{E} \approx 10^{-3}$ , und der zweite Term kann vernachlässigt werden, wodurch sich der materialabhängige konstante Ausdruck  $\frac{da}{dc} = \frac{a}{c}$  ergibt. Für Metalle ist  $\frac{c}{a} \approx 5 \dots 6$ , und  $p \approx 4\sigma_y$ . Setzt man Gl. (C.30) in

$$p = 2\sigma_y \ln\left(\frac{c}{a}\right) + \frac{2\sigma_y}{3} \left(1 - \frac{c^3}{b_0^3}\right) \quad (\text{C.32})$$

unter Beachtung von  $b_0 \rightarrow \infty$  ein, so erhält man

$$p = \frac{2\sigma_y}{3} \left(1 + \ln\left(\frac{E}{3(1-\nu)\sigma_y}\right)\right). \quad (\text{C.33})$$

Auch in der in [15] angegebenen Lösung des elastisch-plastischen Problems für das mit  $H'$  linear verfestigende Material in der Form

$$\sigma = \sigma_y + \varepsilon H', \quad \varepsilon > \varepsilon_0 \quad (\text{C.34})$$

$$\sigma = E\varepsilon, \quad \varepsilon \leq \varepsilon_0 \quad (\text{C.35})$$

werden sich ausbreitende Sphären zugrunde gelegt. Im Unterschied zu der zuvor dargestellten Lösung wird hier unterstellt, dass der elastische Anteil in der plastisch verformten Zone vernachlässigbar ist und deshalb dort keine Volumenänderung erfolgt. Es ergibt sich

$$\frac{c}{a} = \left(\frac{E}{(1+\nu)\sigma_y}\right)^{\frac{1}{3}} \quad (\text{C.36})$$

und somit ein Innendruck von

$$p = \frac{2\sigma_y}{3} \left(1 + \ln\left(\frac{E}{(1+\nu)\sigma_y}\right)\right) + \frac{2\pi^2}{27} H'. \quad (\text{C.37})$$

Die Lösung für  $\frac{c}{a}$  weicht für nicht verfestigendes, inkompressibles Material um 12% von Gl. (C.33) ab. Beiden Modellen ist gemeinsam, dass die nicht belastete Oberfläche keine vertikalen Verschiebungen erfährt und so weder ein Einsinken noch ein Aufwurf der Materialprobe an der Oberfläche zulässt.

Nachdem das Verhalten des deformierbaren Materials bekannt ist, kann das Modell des sich ausbreitenden Hohlraumes um einen *hydrostatischen Kern*, [44], erweitert werden, der die von einem *starr*en Prüfkörper überbrachte Kraft als Druck  $p$  überträgt. Es wird unterstellt, dass das kugelförmige Ausbreiten der plastischen Zone für alle Formen von Prüfkörpern gültig ist, so dass  $p$  als die Arbeit an einem Einheitsvolumen aufgefasst werden kann und die Kraft  $F$  am Indenter nur vom Volumen des erzeugten Hohlraumes abhängt.

Das um den hydrostatischen Kern erweiterte Modell kann wegen der zuvor ausgeführten Unverschieblichkeit der Oberfläche praktisch nicht zur Parameteridentifikation genutzt werden, da die unterstellte Kontaktfläche deutlich von der Realität abweicht. Für spitze Indenter und elastisch-plastisches Material ist die auf die totale Eindringtiefe normierte Kontur der Oberfläche eine Funktion, die nur noch von den Materialeigenschaften abhängt. Somit ist mit diesem Modell selbst das Bestimmen einer einzigen Größe aus gemessenen Kraft-Weg-Kurven, beispielsweise der Fließgrenze bei bekanntem E-Modul, höchstens mit großen Fehlern möglich.

Moderne Formulierungen des *expanding-cavity*-Modells sehen z.B. die Berücksichtigung von Gradientenplastizität [34] und zusätzlichen Größeneffekten (*indentation size effects*) [35] vor. Die Voraussetzung, um diese Modelle anwenden zu können, ist allerdings die zuverlässige Bestimmung der Kontaktfläche. Die Abweichungen, die sich durch eine fehlerhaft ermittelte Kontakttiefe bzw. Kontaktfläche für Härte und E-Modul ergeben, sind in den Abschnitten 2.5.1 und 2.5.2 dargestellt worden.

# Anhang D

## Zugversuche an Sn-Loten

### D.1 Problembeschreibung

Um den neueren Anforderungen im Hinblick auf die Entsorgung und Wiederverwendung von Elektronikschrott [2][1][3] gerecht zu werden, müssen in elektronischen Bauteilen die Lotverbindungen bleifrei ausgeführt werden.

Um mit diesen zukünftigen Materialien bedarfsgerecht konstruieren zu können, werden ihre mechanischen Kenndaten benötigt. Diese Kenngrößen können in elastische bzw. plastische sowie zeitabhängige bzw. zeitunabhängige Größen unterteilt werden. Ein Ziel der im Rahmen des *BMBF*-Projektes *LIVE* an der *FH Augsburg* und am *LKM*<sup>1</sup> vom Autor von [42] durchgeführten Zugversuche war die Ermittlung zeitunabhängiger elastischer und plastischer Materialparameter bleifreier Lote unterschiedlicher Zusammensetzung. Die in dem Projekt ermittelten Messwerte sind zum Teil bereits in [42] ausgewertet worden. Dort finden sich auch weitere Angaben zu den mechanischen Eigenschaften bzw. dem Herstellungsprozess der Proben. In dieser Arbeit werden die Messdaten noch einmal kritisch betrachtet und mit einer alternativen Vorgehensweise ausgewertet.

Die Rohdaten solcher Versuche umfassen die einander zugeordneten Größen Zeit, Kraft und ein kalibriertes Spannungssignal, das proportional zur Wegänderung bzw. zur Dehnung ist. All diese Größen sind am Beginn des eigentlichen Versuches nicht unbedingt gleich Null. So beginnt der Zugversuch mit einer Ruhephase, danach beschleunigt der pneumatische Antrieb auf Sollgeschwindigkeit. In der Ruhephase wird im Allgemeinen bereits eine elektrische Spannung gemessen, die auf eine Dehnung ungleich Null hinweist. Entsprechendes gilt für die Kraft. Beide Größen beinhalten Fehler, die zum einen von der Messeinrichtung und zum anderen durch Abweichungen und

---

<sup>1</sup>Lehrstuhl Kontinuumsmechanik und Materialtheorie (*LKM*) der *TU Berlin*

## D Zugversuche an Sn-Loten

Deformationen während des Einbaus der Probe verursacht werden und aus denen deswegen eine korrekturbedürftige Nullpunktverschiebung herrührt. Die zu ermittelnden Parameter würden verfälscht, da die anzupassende Materialvorschrift zwangsläufig für die Verzerrung Null auch die Spannung Null aufweist.

Aus den gemessenen Rohdaten können durch geeignete, weiter unten noch zu beschreibende Verfahren, Spannungs-Dehnungs-Verläufe abgeleitet werden. Diese müssen, um aus ihnen Kennwerte zu gewinnen, mit einem geeigneten Materialmodell bzw. einer geeigneten Materialvorschrift assoziiert werden.

Zwischen der gemessenen Referenzfunktion und der mittels der Materialvorschrift gebildeten Funktion ergibt sich eine Differenz. Aus dieser Differenz wird die Zielfunktion gebildet. Das durch ein Optimierungsverfahren gefundene (lokale) Minimum der Zielfunktion, das Optimum, stellt ein Materialparametertupel dar, das eine mögliche Lösung des noch zu erläuternden Identifikationsprozesses ist. Das gefundene Tupel und die sich damit ergebende Differenz zur Referenzfunktion müssen bewertet und mit möglicherweise weiteren auffindbaren (lokalen) Minima verglichen werden.

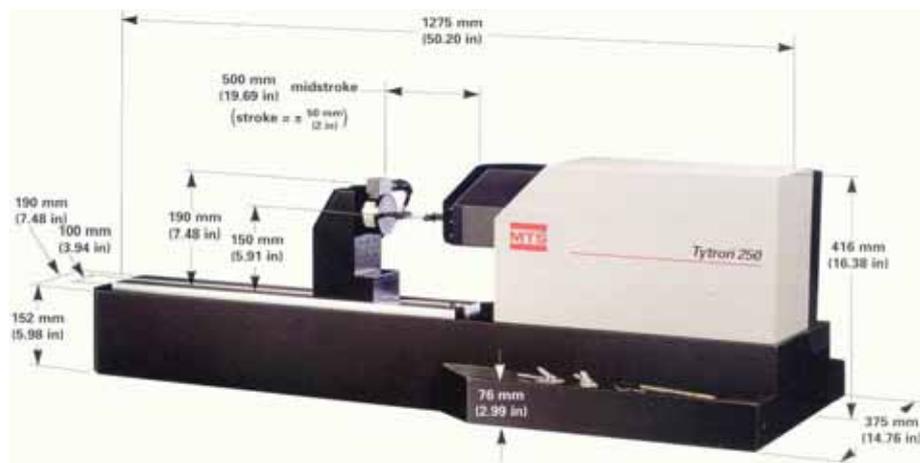
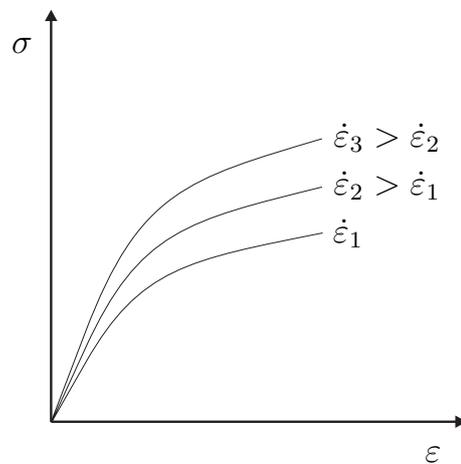


Abbildung D.1: MTS Tytron 250

Die MTS-Zugmaschine (vgl. Abb. D.1) ermöglicht weg- bzw. geschwindigkeitsgesteuerte Zugversuche an Miniaturproben. Die größte von der Messdose aufnehmbare Kraft beträgt 250 N, [52]. Der Fehler wird seitens des Herstellers zu 0,05% angegeben. Diese Angabe ist auf die höchste messbare Kraft von 250 N zu beziehen:  $250 \text{ N} \cdot 0,05\% = 0,125 \text{ N}$ . Die Geschwindigkeit kann zwischen  $0,3 \cdot 10^{-6} \frac{\text{mm}}{\text{s}}$  und  $5,0 \cdot 10^2 \frac{\text{mm}}{\text{s}}$  variiert werden. Um auszuschlie-

ßen, dass Krieeffekte einen Einfluss auf das Messergebnis haben, muss die Verformungsgeschwindigkeit hinreichend hoch gewählt werden. Die Verformungsgeschwindigkeit muss nach oben hin allerdings auch begrenzt werden, da der Einfluss viskoelastischer Effekte prinzipiell mit zunehmender Verformungsgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}$  zunimmt. Abb. D.2 illustriert den Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Linie für das viskoelastische Materialgesetz  $\sigma = E(\epsilon + \tau\dot{\epsilon})$ . Identifizierte man die Materialparameter eines solchen viskoelastischen Materials mit einem zeitunabhängigen Gesetz, so beschrieben die gefundenen Parameter mit steigender Verformungsgeschwindigkeit nicht mehr die Situation des Versuchs.



**Abbildung D.2:** Viskoelastisches Material bei unterschiedlichen Verzerrungsgeschwindigkeiten  $\dot{\epsilon}$

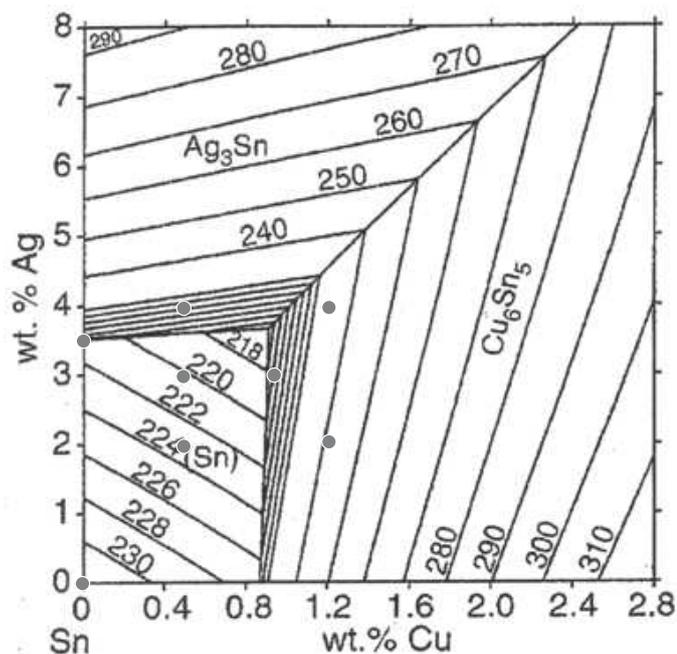
Voraussetzung zur Bestimmung der viskosen Materialeigenschaften wären Versuche mit verschiedenen Geschwindigkeiten. Diese Eigenschaften konnten im Rahmen der Versuchsreihen, insbesondere wegen der begrenzten Anzahl verfügbarer Proben nicht bestimmt werden. Es wurden Miniaturzugversuche und Kriechversuche unter konstanter Last durchgeführt. Durch die geeignete Wahl der Verformungsgeschwindigkeit lassen sich aus dem Zugversuch die zeitunabhängigen und aus dem Kriechversuch die zeitabhängigen Größen ermitteln, ohne dass eine wechselseitige Beeinflussung vorliegt. Neben den Zugversuchen mit relativ hohen Verformungsgeschwindigkeiten wurden Versuche mit langen Belastungsphasen unter konstanter Spannung durchgeführt, um die Materialparameter des Sekundärkriechens zu ermitteln.

Im Rahmen des *LIVE*-Projektes<sup>2</sup> sind sechs bleifreie Zinn-Silber-Kupfer-Legierungen, eine Zinn-Silber-Legierung und eine Zinn-Probe vom Fachbereich Elektrotechnik der *FH Augsburg* gegossen worden. Diese Legierungen

<sup>2</sup>Siehe dazu auch [42]

## D Zugversuche an Sn-Loten

wurden bei 170° C 110 Minuten getempert. Die Proben bestehen im Wesentlichen aus Zinn mit kleinen Beimengungen von Silber oder Kupfer. Es wird die [23] folgende Nomenklatur zugrunde gelegt: Die Komponenten werden ihrem Anteil nach abfallend geordnet, wobei hinter den Beimengungen eine Zahl angegeben wird, die den Anteil der Komponente in Massenprozenten repräsentiert.



**Abbildung D.3:** Zusammensetzung der durchgeführten Zugversuche; nach [42] mit modifizierten ausgewerteten Zusammensetzungen

Abb. D.3 zeigt ein Phasendiagramm, in dem zu jeder Zusammensetzung der ternären Mischung der Erstarrungspunkt angegeben ist. Die Zusammensetzung bei minimaler Schmelztemperatur wird als Eutektikum bezeichnet. Die untersuchten Mischungen, deren Lage im Diagramm jeweils durch einen Punkt repräsentiert wird, haben eine Zusammensetzung nahe am eutektischen Punkt. Zum Vergleich sind die eutektischen Punkte einiger bleifreier Lote nachfolgend tabelliert, [14].

Material	SnAg3,5	SnAg3,8Cu0,7	SnCu0,9
Schmelzpunkt [°C]	220,3	216,9	226,8

**Tabelle D.1:** Eutektische Punkte ausgewählter bleifreier Lote

Die Proben tragen entsprechend der oben erläuterten Nomenklatur die folgenden Bezeichnungen: SnAg4Cu1,2, SnAg4Cu0,5, SnAg3Cu0,9, SnAg3,5,

SnAg<sub>2</sub>Cu<sub>1,2</sub>, SnAg<sub>2</sub>Cu<sub>0,5</sub>, Sn und SnAg<sub>3</sub>Cu<sub>0,5</sub> und sind in Abb. D.3 eingetragen. Ein Ziel der Versuche war die Gewinnung der zu den Proben zugehörigen mechanischen Materialparameter.

## D.2 Analysemethode

Zuerst soll der Einfluss des Kriechens auf die aus den Messgrößen Kraft und Verschiebung abgeleiteten Größen bestimmt werden. Dazu werden die auftretenden Verzerrungen betrachtet. Die Gesamtverzerrung  $\varepsilon$  lässt sich wie folgt darstellen:

$$\varepsilon = \varepsilon^{\text{el}} + \varepsilon^{\text{pl}} + \varepsilon^{\text{cr}}. \quad (\text{D.1})$$

Die konventionelle (oder infinitesimale) Dehnung  $\tilde{\varepsilon}$  ist mit den im Versuch gemessenen Größen  $l_0$  für die Ausgangslänge und  $l$  bzw.  $\Delta l$  für die aktuelle Länge verknüpft:

$$\tilde{\varepsilon} = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l - l_0}{l_0}. \quad (\text{D.2})$$

Die Längenänderung kann auch auf die aktuelle Länge anstelle der Ausgangslänge bezogen werden. Zwischen dieser Größe  $\varepsilon$ , die als natürliche oder logarithmische Dehnung bezeichnet wird, und der auf die Ausgangslänge bezogenen konventionellen Verzerrungsgröße  $\tilde{\varepsilon}$  besteht die Beziehung, [37],

$$\varepsilon = \int_{l_0}^l \frac{d\bar{l}}{\bar{l}} = \ln \frac{l}{l_0} = \ln(1 + \tilde{\varepsilon}), \text{ bzw.} \quad (\text{D.3})$$

$$\tilde{\varepsilon} = \exp(\varepsilon) - 1. \quad (\text{D.4})$$

Der Beziehung (D.3) kann entnommen werden, dass  $\varepsilon \simeq \tilde{\varepsilon}$  ist, falls  $\|\tilde{\varepsilon}\| \ll 1$  ist. Diese Voraussetzung der kleinen Verzerrungen ist hier gegeben, da der später für die Bestimmung der Materialparameter betrachtete Bereich auf Dehnungen  $\tilde{\varepsilon} \leq 0,5\%$  beschränkt wird. Die Beschränkung des für die Identifikation zu berücksichtigenden Bereiches ergibt sich aus konkurrierenden Zielen wie folgt:

Die zu ermittelnden Parameter müssen mindestens für die im späteren Gebrauch auftretenden Beanspruchungen gültig sein. Für die betrachteten Legierungen wird keine ausgeprägte Fließgrenze erwartet. Deshalb wird die übliche 0,2%-Dehngrenze [60] verwendet. Bei plastischen Dehnungen  $\varepsilon^{\text{pl}}$ , die

größer als 0,2% sind, wird in der Spannungs-Dehnungs-Linie erfahrungsgemäß eine deutliche Verringerung der Steigung beobachtet, was einem Steifigkeitsverlust entspricht. Im Gebrauchsfall sollten so große Verzerrungen nicht auftreten. Um möglichst viele Messpunkte mit geringem relativen Fehler mit in die Beobachtung aufzunehmen, muss der Bereich der berücksichtigten Dehnung ausreichend groß gewählt werden.

Zur Erzielung einer möglichst guten Abbildung der gemessenen (fehlerbehafteten) Daten durch die Parameter der Materialvorschrift sollte der berücksichtigte Bereich lediglich den technisch relevanten abdecken. Die Beschränkung auf  $\tilde{\varepsilon} \leq 0,5\%$  stellt also einen Kompromiss dar, um die widersprüchlichen Forderungen zu befriedigen. Infolge dieser Einschränkung wäre es nicht mehr nötig, zwischen den beiden Größen  $\tilde{\varepsilon}$  und  $\varepsilon$  zu unterscheiden. Für die Untersuchung des Einflusses des Kriechens auf die Verzerrungen wird die Unterscheidung zwischen den beiden Verzerrungsmaßen und den unterschiedlichen Spannungen aufgegeben. In den Gleichungen für den weiter unten beschriebenen Algorithmus zur Identifikation der zeitunabhängigen Materialeigenschaften jedoch wird der Unterschied berücksichtigt, um einen späteren universellen Einsatz zu ermöglichen.

Für die elastisch-plastischen Eigenschaften wird eine Materialvorschrift benötigt, die das Verhalten eines Materials ohne ausgeprägte Fließgrenze möglichst gut abbilden kann. Es wird der nach RAMBERG-OSGOOD benannte Ansatz verwendet. Dieser Ansatz ist eine empirische Beziehung zwischen der Größe  $\varepsilon$  und der auf den aktuellen Querschnitt bezogenen (wahren) Spannung  $\sigma$ . Diese Spannung  $\sigma$  hängt mit der auf die Referenzfläche bezogenen Spannung  $\bar{\sigma}$  gemäß  $\sigma = \bar{\sigma}(1 + \tilde{\varepsilon})$  zusammen. Analog gilt hier  $\sigma \simeq \tilde{\sigma}$ , falls  $\|\tilde{\varepsilon}\| \ll 1$  ist. Es wird ein wie in Abschnitt 3.2.4 beschriebener Ansatz nach RAMBERG-OSGOOD verwendet, da die zu betrachtenden Legierungen erfahrungsgemäß keine ausgezeichnete Fließgrenze aufweisen:

$$\varepsilon = \varepsilon^{\text{el}} + \varepsilon^{\text{pl}} \text{ mit } \varepsilon^{\text{el}} = \frac{\sigma}{E} \text{ und } \varepsilon^{\text{pl}} = \left(\frac{\sigma}{D}\right)^m. \quad (\text{D.5})$$

Zusätzlich zu den zeitunabhängigen Beziehungen wird auch noch ein empirisch begründeter Zusammenhang für die Beschreibung des Kriechens, also eines zeitabhängigen Verhaltens gewählt, [63]:

$$\dot{\varepsilon}^{\text{cr}} = C_1 (\sinh(C_2\sigma))^{C_3} e^{-\frac{C_4}{T}} \quad (\text{D.6})$$

Dieser Ansatz enthält die multiplikativ verknüpften Anteile  $\hat{C}_1 (\sinh(C_2\sigma))^{C_3}$  nach GAROFALO und den temperaturabhängigen Term  $\check{C}_1 e^{\frac{C_4}{T}}$  nach ARRHENIUS mit der Konstanten  $C_1 = \hat{C}_1 \check{C}_1$ . Nach Ableiten der Gleichung (D.5)

nach der Zeit können die Dehnungsinkremente

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}^{\text{el}} + \dot{\varepsilon}^{\text{pl}} + \dot{\varepsilon}^{\text{cr}}, \quad (\text{D.7})$$

$$\dot{\varepsilon}^{\text{el}} = \frac{\dot{\sigma}}{E}, \quad (\text{D.8})$$

$$\dot{\varepsilon}^{\text{pl}} = m\sigma^{m-1}D^{-m}\dot{\sigma}, \quad (\text{D.9})$$

substituiert und die sich ergebende Gleichung nach  $\dot{\sigma}$  aufgelöst werden:

$$\dot{\sigma} = \frac{\dot{\varepsilon} - C_1 (\sinh(C_2\sigma))^{C_3} e^{\frac{C_4}{T}}}{\left(\frac{1}{E} + n\sigma^{n-1}D^{-n}\right)}. \quad (\text{D.10})$$

Für eine gegebene Dehnrate kann die resultierende Differentialgleichung numerisch z.B. mit dem RUNGE-KUTTA-Verfahren gelöst werden. Mit dem dann bekannten Verlauf der Spannung über die Zeit  $\sigma(t)$ , lässt sich die Kriechdehnung  $\varepsilon^{\text{cr}}$  bestimmen:

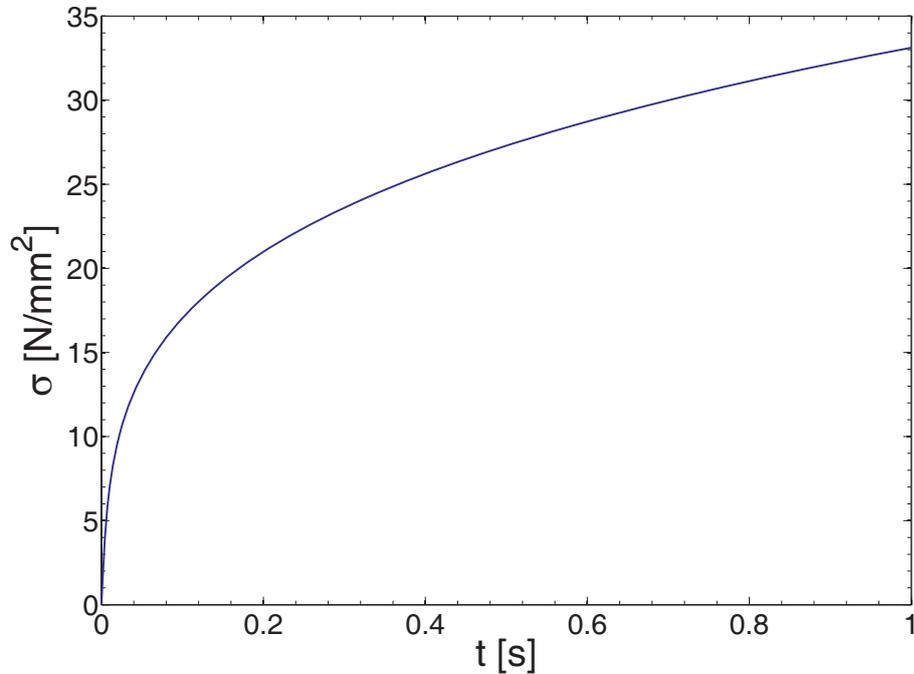
$$\varepsilon^{\text{cr}} = \dot{\varepsilon}t - \frac{\sigma}{E} - \left(\frac{\sigma}{D}\right)^m. \quad (\text{D.11})$$

Zur Abschätzung des Einflusses der Zeit auf die Messdaten, werden die zu erwartenden Materialparameter exemplarisch gewählt und mit den in Tabelle D.2 angegebenen Werten der Anteil der Kriechdehnung an der Gesamtdehnung ermittelt. Die Vorschätzung der Parameter  $E$ ,  $D$  und  $m$  erfolgt so, dass für eine vorgeschriebene Verzerrung eine größere Spannung als im Versuch erwartet wird. Dadurch ergibt sich eine Überschätzung der Kriechdehnung. Die Parameter der viskosen Eigenschaften sind für SnAg-Cu nach [50] gewählt worden. Die nominelle Geschwindigkeit beträgt in allen Versuchen  $10,0 \frac{\text{mm}}{\text{min}} = 0,167 \frac{\text{mm}}{\text{s}}$ . Bezogen auf eine Probenlänge von 7,5mm ergibt sich die vorgesehene nominelle Verzerrungsgeschwindigkeit von  $\dot{\varepsilon} = 10 \frac{\text{mm}}{\text{min}} / 7,5\text{mm} = 0,022\text{s}^{-1}$ . Da sich die Zugprüfanlage bei kleinen Verzerrungen noch in der Beschleunigungsphase befindet, ist die wirkliche Verzerrungsgeschwindigkeit deutlich geringer. In exemplarisch betrachteten Messkurven betrug sie im Mittel  $\dot{\varepsilon} \cong \frac{\Delta\varepsilon}{\Delta t} = \frac{1,32 \cdot 10^{-2}}{1,08\text{s}} = 0,0122\text{s}^{-1}$ . Diese niedrigere Verzerrungsgeschwindigkeit wird als vorgegebene Größe für die Lösung von

$$\begin{aligned} E &= 80000 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2} & C_1 &= 8,0 \cdot 10^5 \text{s}^{-1} \\ D &= 110 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2}, & C_2 &= 0,035 \frac{\text{mm}^2}{\text{N}} \\ m &= 3,7 & C_3 &= 6,0 \\ T &= 293 \text{K} & C_4 &= 8000 \text{K} \end{aligned}$$

**Tabelle D.2:** Exemplarische Materialparameter

Gl. (D.10) verwendet. Abb. D.4 beschreibt den Spannungsverlauf über die Zeit bei vorgegebener konstanter Verzerrungsgeschwindigkeit. Der Verlauf der Kriechdehnung ist in Abb. D.5 dargestellt und der prozentuale Anteil der Kriechdehnung an der Gesamtdehnung ist in Abb. D.6 dargestellt.



**Abbildung D.4:** Verlauf der Spannung über die Zeit für die exemplarisch gewählten Materialparameter bei gegebener Dehnrage

Das hier betrachtete Intervall erreicht eine maximale Dehnung  $\varepsilon = 1,22\%$ , wobei der Anteil der Kriechdehnung an der Gesamtdehnung  $\frac{\varepsilon^{cr}}{\varepsilon}$  weniger als  $0,025\%$  beträgt. Die zu erwartenden Kriecheigenschaften sind von vernachlässigbarem Einfluss auf die Messgrößen und liegen weit unterhalb der Messfehler der Kraftmessdose und des Extensometers. Entsprechend wird lediglich der Anteil aus Gl. (D.5) des Ansatzes mit in die Parameteridentifikation aufgenommen, um nur zeitunabhängige Effekte zu berücksichtigen.

Abb. D.7 zeigt die Probe, deren Abmessungen Abb. D.8 zu entnehmen sind, mit befestigten Messmarken. Diese „Fähnchen“ werden angebracht, um den Strahl des Lasers zu reflektieren und darüber die Längenänderung zu ermitteln. Da der Laserstrahl mit ca. 2 mm breiter als die Probe mit 1 mm Durchmesser ist, trifft wie in Abb. D.9 dargestellt, ein Teil des Laserstrahls auch die Verlängerung der Messmarke. Wenn bei Beginn des Messvorganges die Kraft aufgebracht wird, scheint dieses zu einer kurzzeitigen Schiefstellung der Marke zu führen, wobei die Auswirkung auf das Messergebnis durch den längeren Hebel des „Fähnchens“, wie in Abb. D.9 dargestellt, verstärkt würde.

D Zugversuche an Sn-Loten

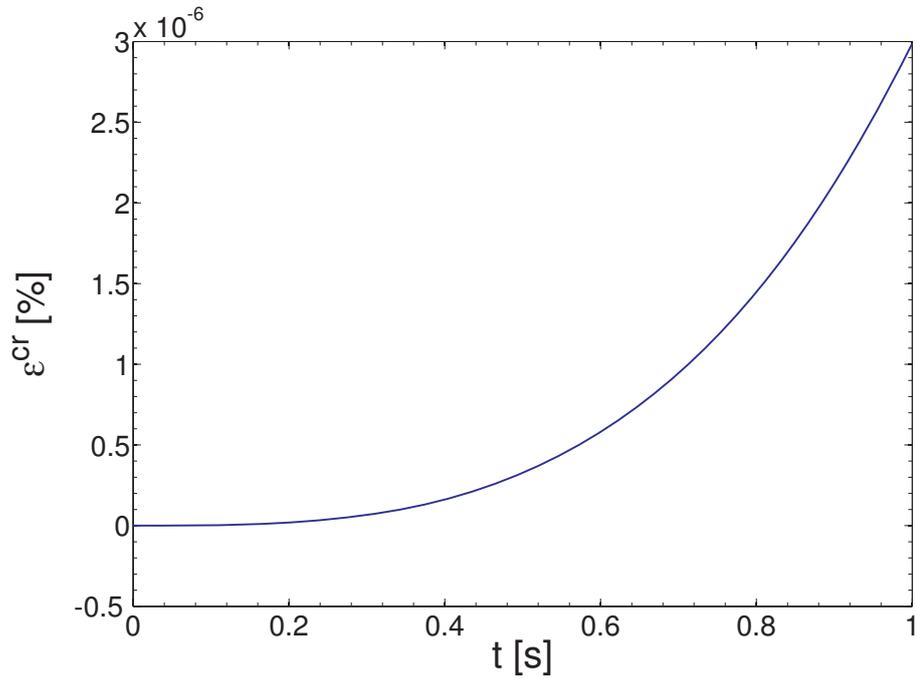


Abbildung D.5: Verlauf der Kriechdehnung über die Zeit

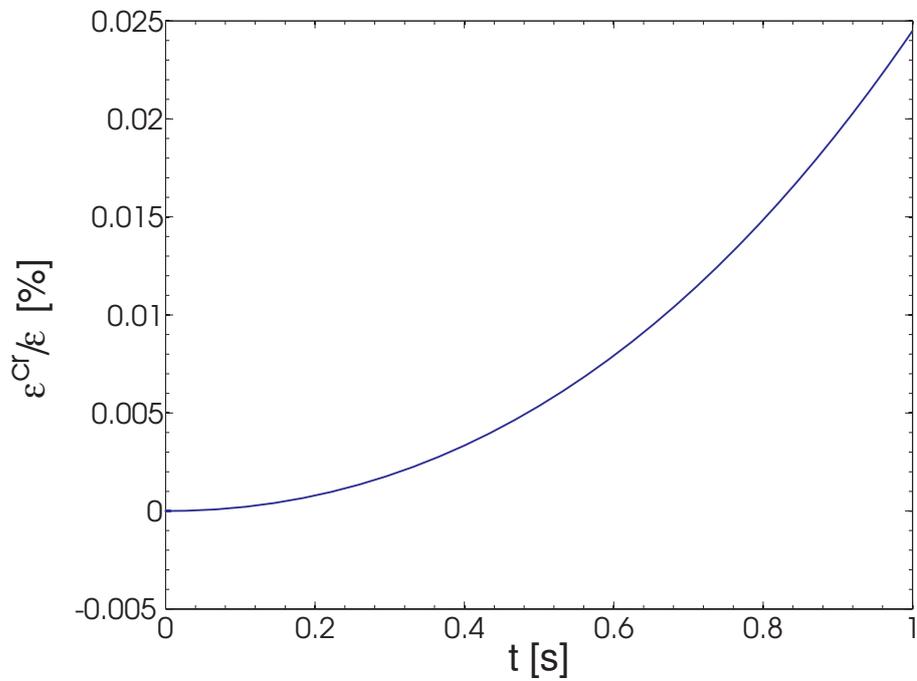


Abbildung D.6: Anteil der Kriechdehnung an der Gesamtdehnung über die Zeit

D Zugversuche an Sn-Loten

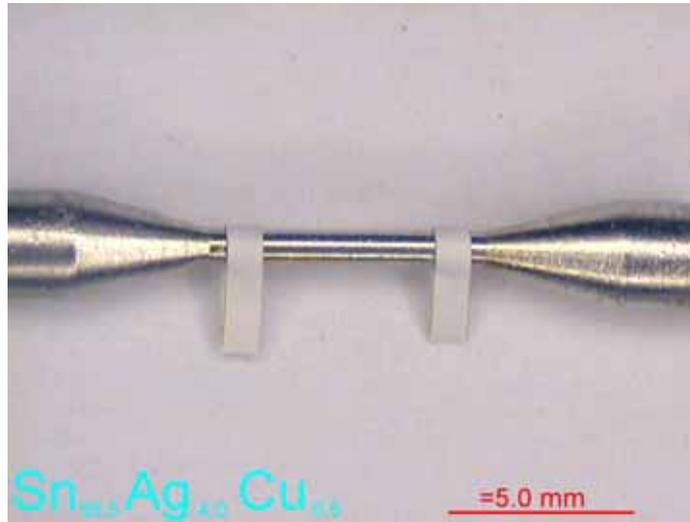


Abbildung D.7: SnAg<sub>4,0</sub>Cu<sub>0,5</sub>-Probe mit befestigten Messmarken für das Extensometer

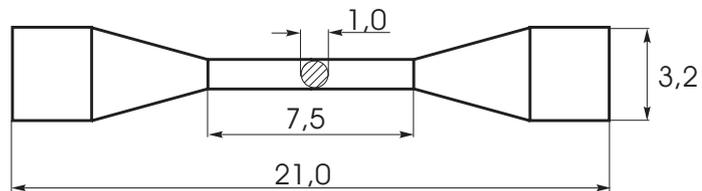


Abbildung D.8: Schematische Darstellung der Probe mit Abmessungen

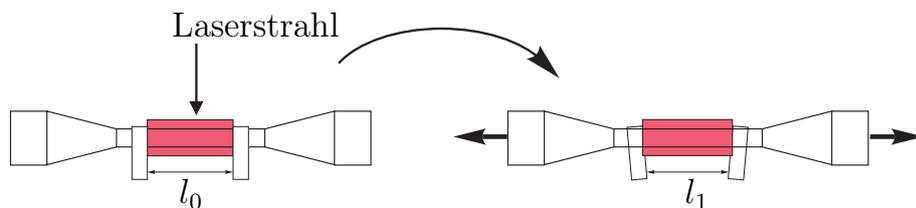
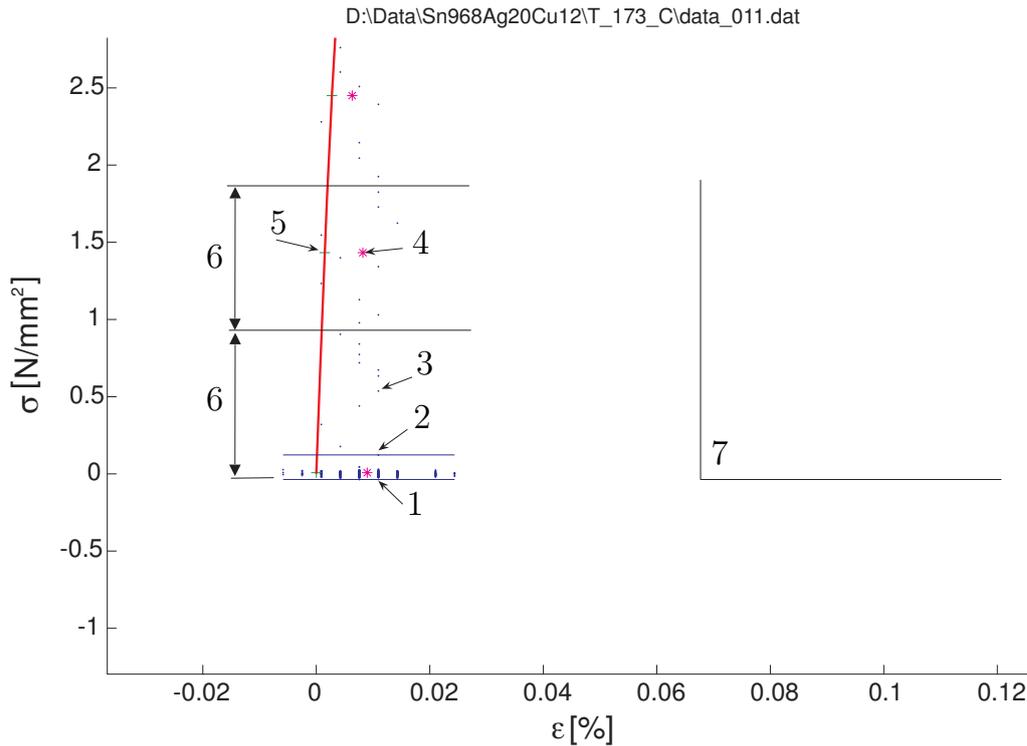


Abbildung D.9: Fehler durch Schiefstellung der Messmarke

## D Zugversuche an Sn-Loten



**Abbildung D.10:** Glättung der Rohdaten und verschobener Ursprung

Anhand Abb. D.10 können nun wie nachfolgend beschrieben aus den gemessenen Rohdaten  $l_0$  und  $l_i$  die Materialparameter ermittelt werden. Nach Gl. (D.2) ergeben sich aus den gemessenen Längen<sup>3</sup> die nicht korrigierten, konventionellen Dehnungen. Diese Daten können in Intervallen, deren Größe in Spannungsrichtung definiert ist, gefiltert werden, indem jedem solchem Intervall ein arithmetisches Mittel der Spannungs- und Dehnungswerte zugeordnet wird. Diesen Daten kann a priori kein Nullpunkt zugeordnet werden. Punkt **7** bezeichnet die Lage des Ursprungs, auf den sich die die originären Messwerte beziehen. Von dem kleinsten zugeordneten Spannungswert beginnend mit **1** wird in jedem Intervall der Spannung mit der festen Intervallbreite **6**, das Zentrum der Spannungs- und Dehnungsmesswerte **4** bestimmt<sup>4</sup>. Wenn in kleinen Intervallen genügend Messpunkte **3** mit gleichverteilten Feh-

<sup>3</sup>Die wirklichen protokollierten Rohdaten sind ein Spannungspegel pro Messmarke, denen mittels einer Kalibriergrößen enthaltenden Rechenvorschrift Positionsdaten zugeordnet werden können. Aus diesen Positionsdaten werden schließlich die Längenänderungen ermittelt.

<sup>4</sup>Diese Vorgehensweise entspricht der in [42] und ist aus Gründen der Kontinuität übernommen worden. Bei näherer Betrachtung ist dieses Vorgehen nicht notwendig. Es ist zweckmäßiger die Rohdaten direkt, ohne Mittelung, für die Ermittlung der Zielfunktion zu verwenden.

lerwahrscheinlichkeiten zusammenkommen, verringert sich der Einfluss der Fehler.

In dem Intervall zwischen **1** und **2** wird durch Mittelwertbildung die Nulllage für die Spannungsskala bestimmt. Der dort gefundene Mittelwert für Spannung und Dehnung wird als Fehlerkorrektur von allen gemittelten Messwerten abgezogen. Die so korrigierten Zentren (gekennzeichnet durch **4**) stellen die Referenzwerte der konventionellen Dehnung  $\varepsilon_i^{\text{Ref}}$  sowie die Referenzwerte der konventionellen Spannung für die Optimierung dar. Die Korrektur der Nulllage der Spannungsskala ist hiermit abgeschlossen. Für die Nulllage der Dehnung wird unterstellt, dass sie um den Betrag (der konventionellen Dehnung)  $\varepsilon_0$  verschoben ist. Punkt **5** bezeichnet die Projektion von **4** auf die Spannungs-Dehnungs-Linie. Die Spannungen werden gemäß  $\sigma = \tilde{\sigma} (1 + \ln(1 + \varepsilon_i^{\text{Ref}}))$  auf die momentane Bezugsfläche umgerechnet, wobei die Verschiebung der Skala der Dehnung um  $\varepsilon_0$ , ihres geringen Einflusses wegen, unberücksichtigt bleibt. Punkt **5** bezeichnet die Projektion von **4** auf die Spannungs-Dehnungs-Linie. Der horizontale Abstand  $\Delta\varepsilon$  zwischen diesen beiden Punkten ist  $\tilde{\varepsilon}_i(E, D, m, \varepsilon_0) - \varepsilon_i^{\text{Ref}}$ . Mit ihnen wird die Zielfunktion formuliert:

$$\phi(E, D, m, \varepsilon_0) = \sum_{i=1}^n (\tilde{\varepsilon}_i(E, D, m, \varepsilon_0) - \varepsilon_i^{\text{Ref}})^2 = \sum_{i=1}^n \Delta\varepsilon_i^2. \quad (\text{D.12})$$

Wenn man die zu optimierenden Größen als Vektor in der Form  $\mathbf{p} = [E, D, m, \varepsilon_0]$  darstellt, dann ist  $\frac{d\phi}{dp_j} = 0$  das hinreichende Kriterium für das Vorliegen eines lokalen Extremums. Dieses vom Startwert abhängige lokale Extremum wird mit einem Verfahren nach [21] und [22] iterativ bestimmt. Verfahrensbedingt muss auf normierte Parameter zurückgegriffen werden. Die Normierung ist eine lineare Transformation, welche den normierten Parameter  $\bar{E}$  (bzw.  $\bar{D}$ ,  $\bar{m}$  und  $\bar{\varepsilon}_0$ ) auf den wirklichen Parameter abbildet, so dass dann beispielsweise  $E(\bar{E} = -1) = E_{\min}$  und  $E(\bar{E} = 1) = E_{\max}$  gilt. Der Vektor der normierten Größen wird im Folgenden mit  $\boldsymbol{\xi}$  bezeichnet. Die Parameter  $\mathbf{p}$  in der Funktion  $\tilde{\varepsilon}_i(\mathbf{p})$  werden mittels der linearen Transformation

$$p_j = \frac{1}{2}(p_{j,\max} - p_{j,\min})\xi_j + \frac{1}{2}(p_{j,\max} + p_{j,\min}) \quad (\text{D.13})$$

normiert auf den Bereich  $\xi_i \in (-1, 1)$  dargestellt. Die Funktion der konventionellen Dehnungen  $\tilde{\varepsilon}_i$  kann dann als

$$\tilde{\varepsilon}_i = \tilde{\varepsilon}_i(E(\bar{E}), D(\bar{D}), m(\bar{m}), \varepsilon_0(\bar{\varepsilon}_0)) \quad (\text{D.14})$$

geschrieben werden. Der Optimierer startet an einer vorgegebenen Stelle mit den normierten Parametern  $\xi_0 = (\bar{E}_0, \bar{D}_0, \bar{m}_0, \bar{\varepsilon}_{0,0})$  und benötigt für jeden

Iterationsschritt die vektorwertige Differenz

$$\Delta\varepsilon = \tilde{\varepsilon}_i(E(\bar{E}), D(\bar{D}), m(\bar{m}), \varepsilon_0(\bar{\varepsilon}_0)) - \varepsilon_i^{\text{Ref}} = \tilde{\varepsilon}_i(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi})) - \varepsilon_i^{\text{Ref}}. \quad (\text{D.15})$$

Zusätzlich wird die Jacobimatrix  $\mathbf{J} = \frac{\partial \varepsilon_i(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi}))}{\partial \boldsymbol{\xi}}$  berechnet, welche die partiellen Ableitungen der Differenz in Richtung aller gesuchten Parameter an jedem Stützpunkt enthält. Da  $\varepsilon_i^{\text{Ref}}$  in dem abzuleitenden Ausdruck  $\tilde{\varepsilon}_i - \varepsilon_i^{\text{Ref}}$  konstant ist, reicht es die Ableitungen von  $\tilde{\varepsilon}_i$  zu betrachten. Die infolge einer konstant angesetzten Verschiebung der Nulllage der Wegmesswerte um  $\varepsilon_0$  korrigierte konventionelle Verzerrung  $\tilde{\varepsilon}_i$  erhält man nach Einsetzen von Gl. (D.5) in Gl. (D.4). Somit ergeben sich

$$\tilde{\varepsilon}_i - \varepsilon_0 = \exp(\varepsilon_i) - 1, \quad (\text{D.16})$$

und nach Einsetzen von Gl. (D.5)

$$\tilde{\varepsilon}_i = \exp\left(\left(\frac{\sigma_i}{D}\right)^m + \frac{\sigma_i}{E}\right) + \varepsilon_0 - 1. \quad (\text{D.17})$$

Dann erhält man die partiellen Ableitungen

$$\frac{\partial \tilde{\varepsilon}_i}{\partial \bar{E}} = \frac{d\tilde{\varepsilon}_i}{dE} \frac{dE}{d\bar{E}} = -\frac{\sigma_i}{E^2} \exp\left(\left(\frac{\sigma_i}{D}\right)^m + \frac{\sigma_i}{E}\right) \frac{E_{\max} - E_{\min}}{2}, \quad (\text{D.18})$$

$$\frac{\partial \tilde{\varepsilon}_i}{\partial \bar{D}} = \frac{d\tilde{\varepsilon}_i}{dD} \frac{dD}{d\bar{D}} = -\frac{m}{D} \exp\left(\left(\frac{\sigma_i}{D}\right)^m + \frac{\sigma_i}{E}\right) \left(\frac{\sigma_i}{D}\right)^m \frac{D_{\max} - D_{\min}}{2}, \quad (\text{D.19})$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial \tilde{\varepsilon}_i}{\partial \bar{m}} &= \frac{d\tilde{\varepsilon}_i}{dm} \frac{dm}{d\bar{m}} \\ &= \exp\left(\left(\frac{\sigma_i}{D}\right)^m + \frac{\sigma_i}{E}\right) \left(\frac{\sigma_i}{D}\right)^m \ln\left(\frac{\sigma_i}{D}\right) \frac{m_{\max} - m_{\min}}{2}, \end{aligned} \quad (\text{D.20})$$

$$\frac{\partial \tilde{\varepsilon}_i}{\partial \bar{\varepsilon}_0} = \frac{d\tilde{\varepsilon}_i}{d\varepsilon_0} \frac{d\varepsilon_0}{d\bar{\varepsilon}_0} = \frac{\varepsilon_{0,\max} - \varepsilon_{0,\min}}{2}, \quad (\text{D.21})$$

bzw. in der generalisierten Darstellung:

$$\frac{\partial \tilde{\varepsilon}_i(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi}))}{\partial \boldsymbol{\xi}} = \frac{\partial \tilde{\varepsilon}_i(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi}))}{\partial \mathbf{p}} \frac{\partial \mathbf{p}(\boldsymbol{\xi})}{\partial \boldsymbol{\xi}} = \frac{\partial \tilde{\varepsilon}_i(\mathbf{p}(\boldsymbol{\xi}))}{\partial \mathbf{p}} \frac{\mathbf{p}_{\max} - \mathbf{p}_{\min}}{2}. \quad (\text{D.22})$$

Alternativ zu der hier gewählten Vorgehensweise, die analytisch bestimmbarre Jacobimatrix an den Optimierer zu übergeben, besteht die Möglichkeit, lediglich die Differenz  $\Delta\varepsilon$  zu übergeben. Wird die Jacobimatrix nicht übergeben, so werden die benötigten Ableitungen intern mittels finiter Differenzen errechnet. Um die Jacobimatrix durch finite Differenzen zu ermitteln, ist bei jeder Iteration eine zusätzliche Funktionsauswertung pro gesuchter Variable notwendig, hier also vier zusätzliche. Insgesamt sind dann also fünfmal so

viele Funktionen für das Verfahren mit finiten Differenzen auszuwerten. Die Zahl der benötigten Iterationen um ein qualitativ vergleichbares Ergebnis zu erhalten, z.B. gemessen am Residuum, bleibt gleich<sup>5</sup>.

Prinzipiell sind alle gradientenbasierten Optimierer lediglich in der Lage, ein lokales Minimum zu finden, wobei das auffindbare lokale Minimum der Zielfunktion vom gewählten Startpunkt der Optimierung abhängen kann. Da für die zu identifizierenden Parameter das globale und nicht irgendein lokales Minimum gesucht wird, sind zusätzliche Betrachtungen notwendig. Wären die partiellen Ableitungen der Zielfunktion  $\phi$  in alle Parameterrichtungen streng monoton, so wäre ein gefundenes Minimum auch gleichzeitig das globale. Dieser Nachweis der strengen Monotonie konnte in dem hier vorliegendem Fall nicht erbracht werden.

Daher wird ein Raster von Startwerten erzeugt, mit diesen jeweils der Optimierer aufgerufen, und die gefundenen lokalen Minima werden nach ihren Residuen  $\phi$  aufsteigend sortiert. Es werden nur die Minima betrachtet, deren Residuen unterhalb einer Grenze  $\phi_{\text{Limit}}$  liegen. Aus den gefundenen relevanten Tupel  $(\bar{E}, \bar{D}, \bar{m}, \bar{\varepsilon}_0)$  der Minima werden die extremalen Werte ermittelt, so dass danach Intervalle

$$\begin{aligned} & [E(\bar{E}_{\min}), E(\bar{E}_{\max})], \\ & [D(\bar{D}_{\min}), D(\bar{D}_{\max})], \\ & [m(\bar{m}_{\min}), m(\bar{m}_{\max})] \quad \text{und} \\ & [\varepsilon_0(\bar{\varepsilon}_{\min}), \varepsilon_0(\bar{\varepsilon}_{\max})] \end{aligned}$$

angegeben werden können, die lokale Minima vergleichbarer Güte enthalten. Eine große Spannbreite einzelner oder mehrerer Intervalle erschwert die Interpretation und schränkt die Brauchbarkeit des Ergebnisses ein.

### D.3 Praktische Umsetzung

Da für  $D_{\min}$  und  $D_{\max}$  keine Anhaltspunkte bekannt sind, werden diese aus anderen vorgeschätzten Größen wie folgt ermittelt: Der Term für die plastischen Verzerrungen aus Gl. (D.5) wird nach  $D$  umgestellt

$$D = \sigma(\varepsilon^{\text{pl}})^{-\frac{1}{m}}. \tag{D.23}$$

Unter der Annahme, dass  $m$  zwischen 3 und 8 liegt und die Spannungen zwischen  $\sigma = 5 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$  und  $\sigma = 50 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$  bei  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,1\%$  bzw.  $\varepsilon^{\text{pl}} = 0,2\%$

---

<sup>5</sup>Vorausgesetzt die ermittelten finiten Differenzen stimmen ausreichend gut mit den ausgewerteten analytischen Ableitungen überein.

## D Zugversuche an Sn-Loten

vorgeschätzt werden, kann Gl. (D.23) jetzt bei extremalen Werten für  $m$  ausgewertet werden. Für  $\sigma = 5 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$ ,  $m = 8$  und  $\varepsilon^{\text{Pl}} = 0,2\%$  ergibt sich  $D = 10,87 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$  und für  $\sigma = 50 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$ ,  $m = 3$  und  $\varepsilon^{\text{Pl}} = 0,1\%$  wiederum  $D = 500,0 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$ . Die Grenzen für  $\varepsilon_0$  werden so angesetzt, dass der neu zu bestimmende Nullpunkt des Koordinatensystems in dem in Abb. D.10 dargestellten Intervall zwischen den Punkten (1) und (2) zu liegen kommt, welches die Schwankungsbreite des Weges um den Kraftnullpunkt darstellt. Die Grenzen für die zu bestimmenden Parameter sind in Tab. D.3 dargestellt.

	Minimaler Wert	Maximaler Wert
$E$	$10000 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$	$10000 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$
$D$	$10 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$	$500 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$
$m$	3	8
$\varepsilon_0$	$\min \left( \varepsilon_{\text{Kraftnullpunkt}}^{\text{Ref}} \right)$	$\max \left( \varepsilon_{\text{Kraftnullpunkt}}^{\text{Ref}} \right)$

**Tabelle D.3:** Bereich der zu bestimmenden Parameter

Im Raum der normierten Parameter wird ein äquidistantes Raster mit drei Gitterpunkten pro Parameterrichtung erzeugt, so dass jeder Parameter  $\xi_i$  die Werte  $-1$ ,  $0$  und  $1$  annehmen kann. Mit den so entstehenden  $3^4 = 81$  Startwerten erfolgt dann jeweils ein Aufruf des Optimierers. Falls einem Startwert kein Optimum innerhalb der Grenzen zuzuordnen ist, werden die Versuchsergebnisse als nicht verwertbar verworfen. Da der Verlauf der Zielfunktion nicht bekannt ist, stellt die Wahl des Abstandes der Gitterpunkte einen Unsicherheitsfaktor dar. Sollten die Abstände zu groß gewählt sein, wird möglicherweise ein lokales Minimum, das im ungünstigsten Fall auch das globale ist, übersprungen. Aus Gründen der Effizienz können die Abstände nicht beliebig klein gewählt werden, denn die Zahl der zu betrachtenden Startpunkte nimmt exponentiell mit der Zahl der Gitterpunkte pro Parameterrichtung zu. Für den halben Gitterabstand entstünden bereits  $5^4 = 625$  Startwerte.

Bei den hier betrachteten 62 Versuchen konnten für 12 Versuche Materialparameter innerhalb der vorgegebenen Grenzen ermittelt werden. Für diese sind die arithmetischen Mittel und die Standardabweichungen in der nachfolgenden Tabelle angegeben. Für die verbleibenden 50 Versuche konnten Optima innerhalb vorgegebener Grenzen nur gefunden werden, falls man die Grenze für den E-Modul auf unrealistisch hohe Werte erhöhte. Dieser Ansatz ist nicht weiter verfolgt worden, da die nicht auswertbaren Versuche sichtbare

## D Zugversuche an Sn-Loten

Material	Anzahl	$E$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$D$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$m$ [1]	$R_{p0,1}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]
SnAg40Cu12	2/5	33720 ± 9968	128,5 ± 42,0	5,7 ± 1,0	35,1 ± 3,9	39,9 ± 5,3
SnAg40Cu05	2/12	60460 ± 16744	99,3 ± 11,4	4,4 ± 1,0	19,1 ± 5,1	22,4 ± 5,1
SnAg35	2/6	40116 ± 6929	125,9 ± 32,2	4,6 ± 1,2	25,3 ± 6,9	29,5 ± 6,9
SnAg30Cu09	0/8	–	–	–	–	–
SnAg30Cu05	3/11	48956 ± 16682	56,7 ± 12,4	6,7 ± 1,0	19,4 ± 2,0	21,6 ± 2,3
SnAg20Cu12	2/8	59950 ± 31320	101,0 ± 15,1	4,4 ± 0,5	20,8 ± 0,3	24,3 ± 0,0
SnAg20Cu05	1/8	21292	62,6	6,5	21,8	24,2
Sn999	0/4	–	–	–	–	–

**Tabelle D.4:** Ermittelte Materialparameter und Kennwerte

Anomalien in den gemessenen Spannungs-Dehnungs-Linien aufweisen. Diese Messungen wurden deshalb als zu stark fehlerbehaftet verworfen.

### D.4 Identifizierte Materialparameter und Referenzwerte

Tab. D.4 zeigt in der zweiten Spalte die Anzahl der verwertbaren Versuche und die gesamte Anzahl von Proben pro Legierung. In den nachfolgenden Spalten sind die mit der zuvor beschriebenen Vorgehensweise ermittelten Materialparameter  $E$ ,  $D$  und  $m$  sowie die Spannungswerte für die 0,1%- und 0,2%-Dehngrenze angegeben. Für die identifizierten Parameter sind die zugehörigen Spannungs-Dehnungs-Linien in Abb. D.11 dargestellt. Alle Versuche verwenden dieselbe nominelle Verzerrungsgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon} = 0.022\text{s}^{-1}$ . Diese stimmt nicht mit dem in [42] angegebenen Wert überein. Dort wurde die Verzerrungsgeschwindigkeit ermittelt, in dem die Verschiebungsgeschwindigkeit an der Gesamtprobe auf die Grundlänge zwischen den Messmarken bezogen wurde, während sie sich hier, gemäß EN 10002, [25], auf die gesamte taillierte Länge bezieht, wie in Abb. D.8 dargestellt. Deswegen kommt [42] zu Verzerrungsgeschwindigkeiten, die um ca. um den Faktor  $\frac{7.5\text{mm}}{\sim 5,0\text{mm}} \simeq 1,5$  größer sind als die hier richtig ausgewiesenen.

Nachfolgend sind die tabellierten Materialparameter und die Dehngrenzen in Abhängigkeit von dem massenprozentualen Gehalt an Beimengungen aufgetragen. Wie Tab. D.4 zu entnehmen, konnte für die Proben SnAg30Cu09 und Sn kein verwertbares Parametertupel gefunden werden. In den nachfolgenden Balkendiagrammen Abb. D.12 bis D.16 sind diese Werte durch einen Balken mit weißer Spitze repräsentiert. In Abb. D.12 sind die E-Moduln aufgetragen.

D Zugversuche an Sn-Loten

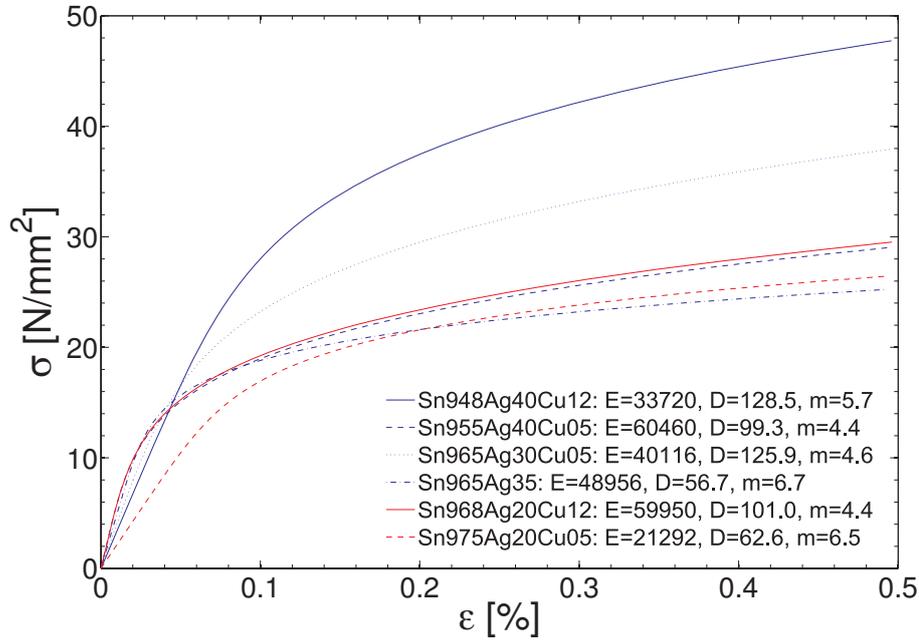


Abbildung D.11: Spannungs-Dehnungs-Linien der ermittelten Materialkennwerte

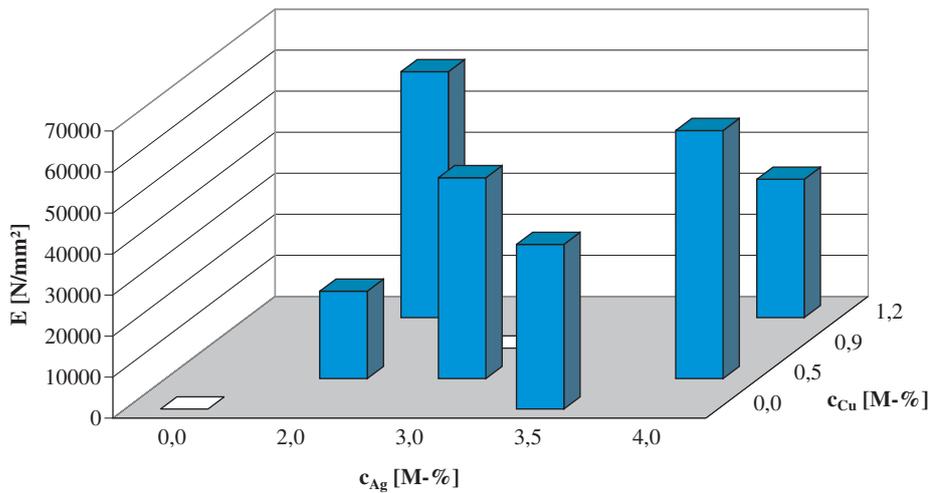
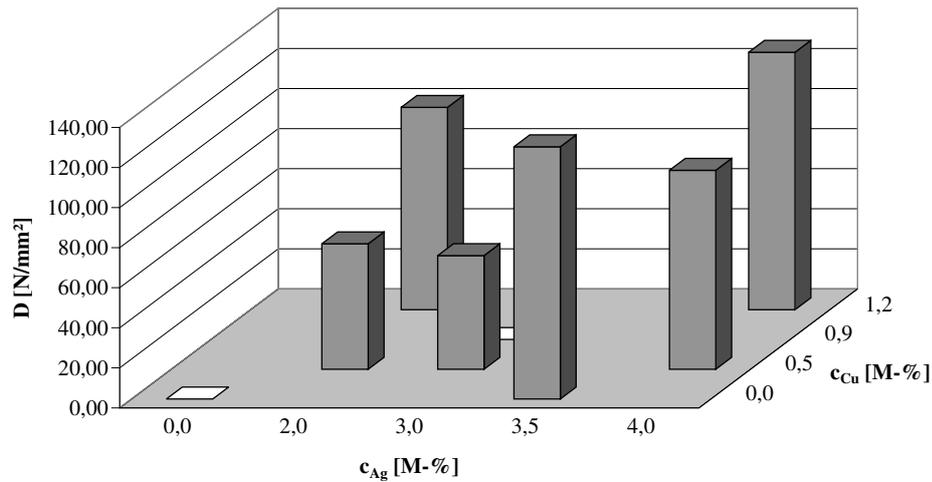
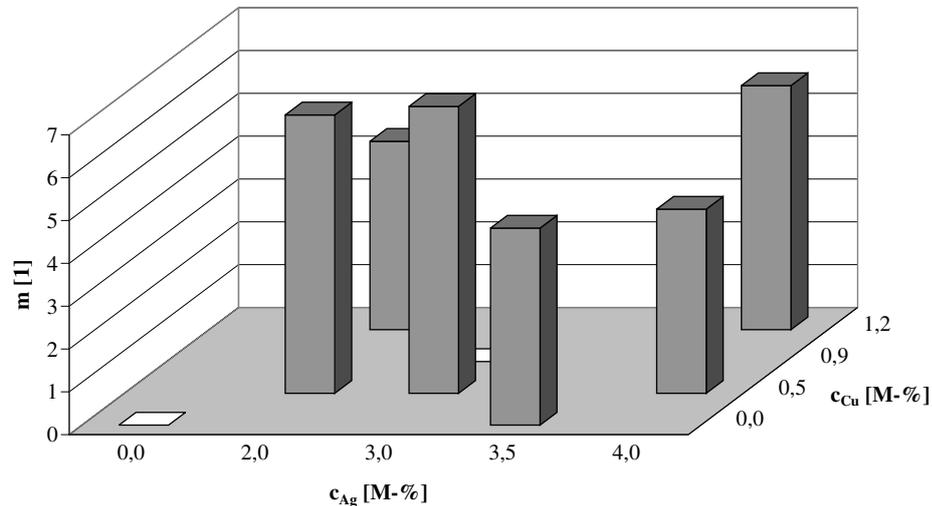


Abbildung D.12: E-Moduln in Abhängigkeit der Beimengung

## D Zugversuche an Sn-Loten



**Abbildung D.13:** Parameter  $D$  in Abhängigkeit der Beimengung



**Abbildung D.14:** Parameter  $m$  in Abhängigkeit der Beimengung

Für die Parameter  $D$  und  $m$  laut Abb. D.13 bzw. D.14 kann kein Zusammenhang mit der Beimengung hergestellt werden.

Abb. D.15 und D.16 zeigen die Werte der 0,1%-Dehngrenze bzw. 0,2%-Dehngrenze. Diese liegen erwartungsgemäß dicht beieinander. Die Werte für reines Zinn liegen mit  $11,5$  bzw.  $12,5 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$  offenbar zu niedrig, hier ist zu beachten, dass nur ein verwertbares Resultat vorliegt. Als Anhaltspunkt kann hier nur die von [71] für Zinn angegebene Fließgrenze von  $30 \frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$  herangezogen werden. Dies legt nahe, dass die ermittelten Werte für die Dehngrenze fehlerhaft sind.

Abb. D.11 zeigt die Spannungs-Dehnungs-Kurven der Proben, bei denen eine Identifikation innerhalb der angesetzten Grenzen der Parameter erfolg-

D Zugversuche an Sn-Loten

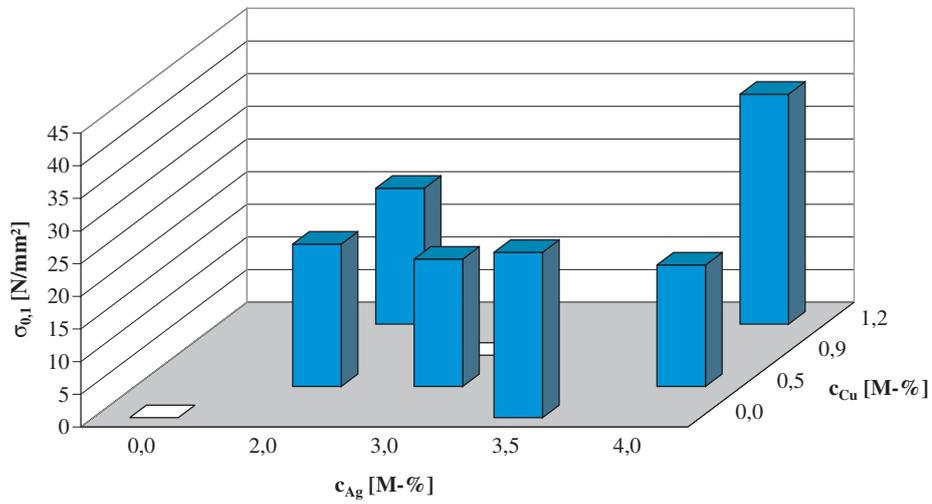


Abbildung D.15: 0,1%-Dehngrenze in Abhängigkeit der Beimengung

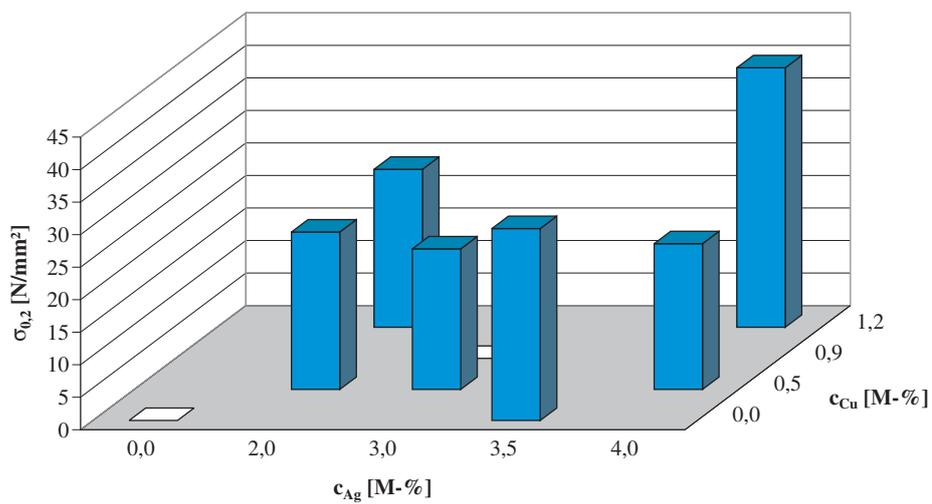
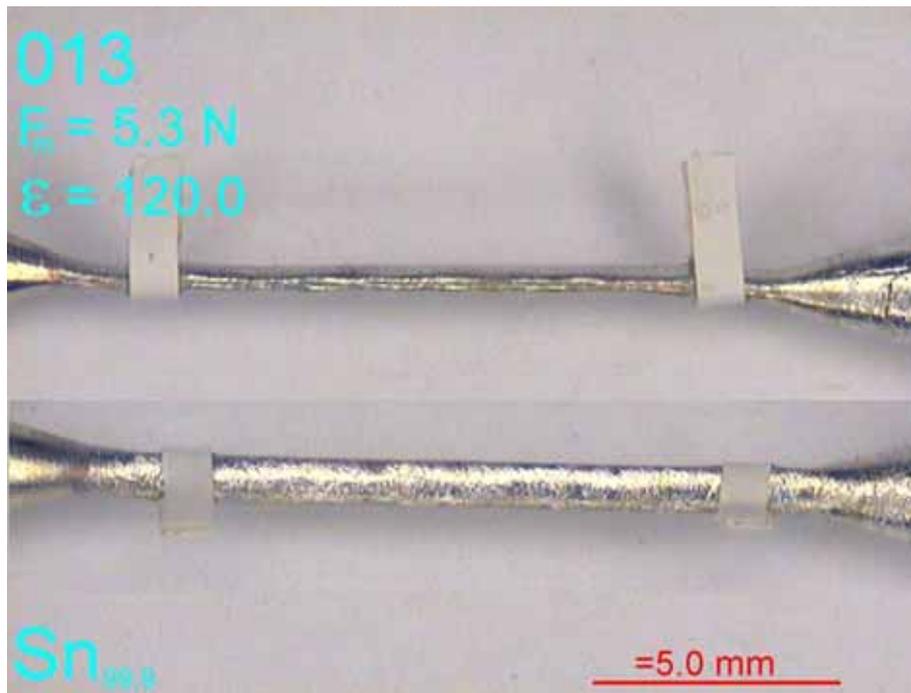


Abbildung D.16: 0,2%-Dehngrenze in Abhängigkeit der Beimengung



**Abbildung D.17:** Nicht gerissene Probe bei 120-prozentiger konventioneller Dehnung, in zwei um 90° verdrehten Ansichten

reich war. Die Proben, die lediglich kleine Änderungen der Komposition aufweisen, zeigen ein stark unterschiedliches Verhalten. Der weit differierende Verlauf ist nicht zwangsläufig der Materialkomposition zuzuordnen, sondern eher der Eigenschaft, dass es sich wahrscheinlich um einen Einkristall (oder wenige ähnlich ausgerichtete Kristalle) handelt. Dieses wird zumindest durch ein typisches Verformungsverhalten der Zugproben nahegelegt, wie es in Abb. D.17 dargestellt ist. Die Proben mit originär rundem Querschnitt verformen sich deutlich richtungsabhängig.

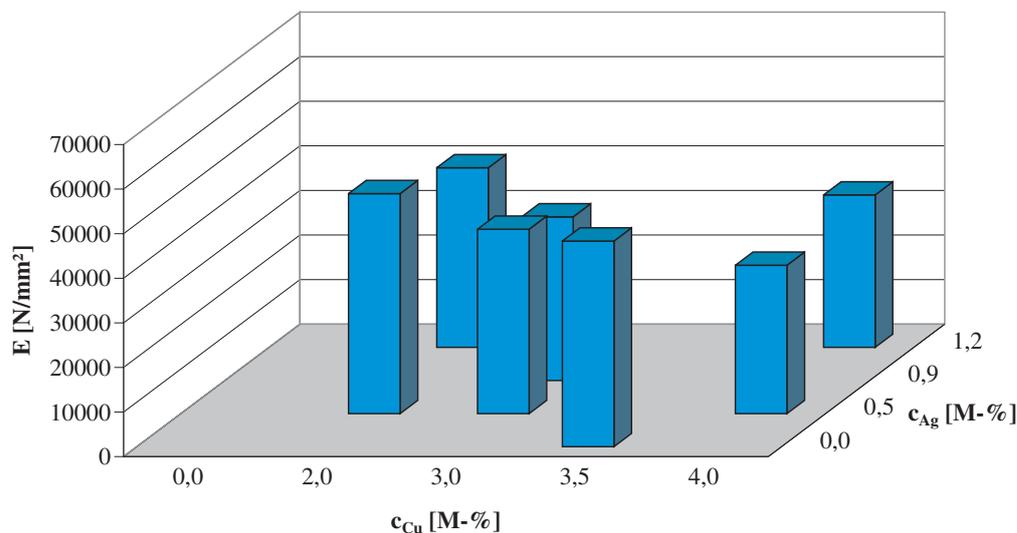
## D.5 Vergleich der Ergebnisse mit anderen Bewertungsverfahren anhand derselben Proben

Die gewonnenen Daten aus den hier untersuchten Proben sollen den in [42] ermittelten gegenüber gestellt werden. In [42] wurden der E-Modul und die 0,2%-Dehngrenze ermittelt, indem ein Polynomansatz geeigneten Grades  $n$  durch die intervallweise gemittelten Messdaten  $\sigma$  gelegt wurde. Für den Ansatz

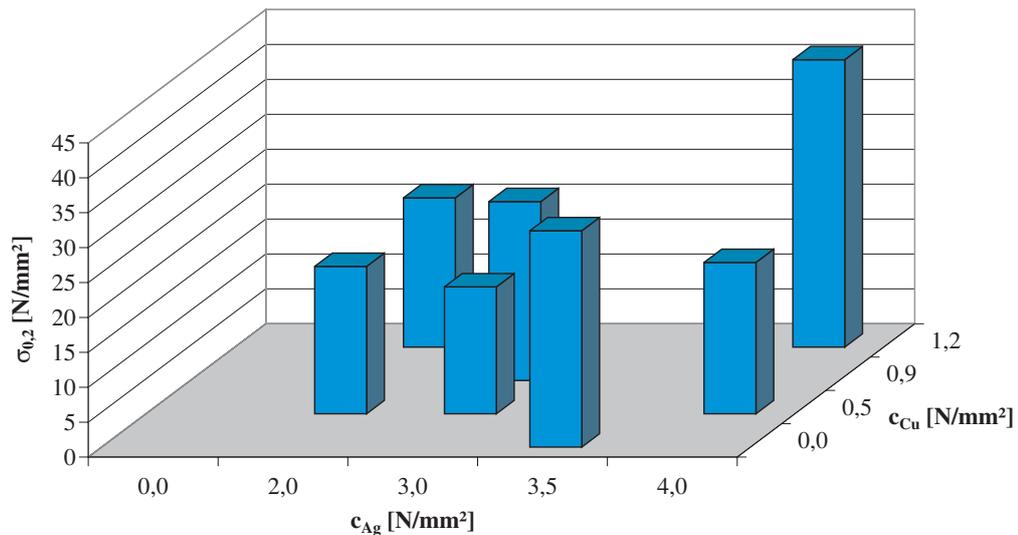
$$\sigma(\epsilon) = \sum_{i=0}^n a_i \epsilon^i \quad (\text{D.24})$$

ist dann das Minimum der Fehlerquadrate bestimmt worden. In der Arbeit wurde der Grad des Polynoms so variiert, dass der Kurvenverlauf den gemittelten Rohdaten möglichst gut folgt, aber noch nicht oszilliert. Mit den angepassten Parametern des Polynomansatzes wurden dann der E-Modul als die Steigung im Ursprung und die 0,2%-Dehngrenze durch numerische Lösung des Nullstellenproblems gelöst. Bei solch einer Vorgehensweise werden Materialkennwerte ermittelt, die stark mit dem jeweils (unterschiedlich) gewählten Grad des Polynomansatzes variieren. Die so ermittelten Werte beinhalten einerseits eine durch das interpretationsbedürftige Vorgehen große Unsicherheit, andererseits aber eine größere Datenbasis „verwertbarer“ Ergebnisse, da nicht so viele Ergebnisse zurückgewiesen werden müssen bzw. nicht zurückgewiesen werden können. Abb. D.18 zeigt keine erkennbare Abhängigkeit des E-Moduls von den Beimengungen. Die Werte liegen im Wesentlichen in derselben Größenordnung wie in Abb. D.12. Die in Abb. D.19 angegebenen Dehngrenzen weisen keine Tendenz auf und liegen etwas niedriger als die Werte in Abb. D.16. Insgesamt betrachtet streuen die Werte in Abb. D.19 weniger. Beiden gemeinsam ist, dass die Zusammensetzung SnAg4,0Cu1,2 den maximalen Wert aufweist.

Die eingehende Analyse aller 62 verfügbaren Messprotokolle der Versuche legt nahe, dass Probleme sowohl mit der Probenhalterung als auch mit



**Abbildung D.18:** Vergleichswerte nach [42] für den E-Modul  $E$  in Abhängigkeit der Beimengung



**Abbildung D.19:** Vergleichswerte nach [42] für die 0,2%-Dehngrenze in Abhängigkeit der Beimengung

dem Laserextensometer vorlagen. Das schlagartige Auftreten negativer Dehnungen bei Zugspannungen, die ca. die Hälfte der Spannungen an der 0,2%-Dehngrenze betragen, weisen auf mangelhafte Fixierung durch den Probenhalter hin. Die großen Schwankungen in der Lage des Nullpunkts für den Weg als auch die „Breite“ des Rauschens legen eine nicht ausreichende Kalibrierung des Extensometers nahe. Analoges gilt für die Kraftmesseinrichtung bzw. für die Steuerung. Weitergehende Betrachtungen bzw. Vergleiche erübrigen sich auf Grund dieser großen Messfehler.

## D.6 Kritische Betrachtung des Vorgehens

Motivation der Miniaturversuche war das Auffinden makroskopischer Materialparameter. Die erheblichen Schwierigkeiten bei der Versuchsdurchführung an den kleinen Proben und die damit einhergehenden Messfehler wurden in Kauf genommen, um effektive Materialparameter an Proben mit kleinen Querschnitten zu gewinnen. Da das Gefüge in der Probe von dem Temperaturverlauf während der Abkühlphase abhängt, müssen alle Proben bei der Herstellung denselben Temperaturverlauf aufweisen. Dieses ist bei der Herstellung berücksichtigt worden. In der Nachbetrachtung verdichten sich die Anhaltspunkte<sup>6</sup> für eine zu grobe Kornstruktur der Probekörper, so dass die ermittelten Kennwerte sich nur auf wenige Körner oder gar nur auf ein Korn beziehen, deren Ausrichtung aber nicht ermittelt wurde.

<sup>6</sup>Den verfügbaren Unterlagen nach existieren keine Schlibfbilder.

Die hier erhaltenen Ergebnisse sind „homogenisierte“ Materialkennwerte von nicht näher untersuchten Anordnungen unterschiedlicher Phasen. Aus der nachträglichen Betrachtung heraus wäre es zusätzlich wünschenswert gewesen, die Eigenschaft der am häufigsten vertretenden Phasen zu ermitteln und zusätzlich zu beschreiben, welche Phasen sich in Abhängigkeit vom Temperaturverlauf im Abkühlungsprozess bilden. Mit diesen Daten wäre die Berechnung effektiver Materialwerte beliebiger Probengrößen möglich, da der Temperaturverlauf während der Abkühlung durch Simulation dargestellt werden könnte. Zur Bestimmung der effektiven Parameter eines beliebigen Gefüges hätte dann die Belegung der Proben mit den einzelnen Phasen dienen können.

Kritisch anzumerken ist, dass die verwertbaren Versuche nicht mit Mitteln der Statistik untersucht werden können, da in den meisten Fällen nur zwei und bei einigen Serien sogar nur ein verwertbares Ergebnis zur Verfügung stand. Die mangelnde Anzahl schränkt die Verwertbarkeit der Resultate stark ein, da die den Ergebnissen anhaftenden Unsicherheiten nicht quantifiziert werden können.

Im Nachhinein müsste insbesondere die Auflösung der protokollierten Werte erhöht werden. In dem für die Auswertung relevanten Bereich bis 0,5% Dehnung<sup>7</sup> werden die Abstände der Messpunkte auf der Dehnungsachse immer größer, da sich die Messeinrichtung noch in der Beschleunigungsphase befindet und die Sollgeschwindigkeit der Verzerrung noch nicht erreicht ist. Die geringe Auflösung steht der bereichsweisen Mittelwertbildung der Messwerte entgegen, da bei zunehmender Verzerrung nicht genügend Werte zur Verfügung stehen, um eventuelle Fehler so wirkungsvoll zu minimieren. Aufgrund der geringen Auflösung ist es auch nicht möglich, eine modifizierte RAMBERG-OSGOOD-Materialvorschrift zu verwenden, da die ermittelte Fließgrenze besonders stark von Messfehlern und einer zu geringen Aufzeichnungsdichte beeinflusst wird.

---

<sup>7</sup>Unabhängig davon, dass der hinsichtlich der konstruktiven Bemessung relevante Bereich deutlich früher endet, muss der berücksichtigte Bereich groß genug sein, um wenigstens die Umgebung der zur 0,2%-Dehnungsgrenze gehörenden Messwerte zu erfassen.



# Literaturverzeichnis

- [1] *Richtlinie 2002/95/EG des Europäischen Parlaments und des Rates vom 27. Januar 2003 zur Beschränkung der Verwendung bestimmter gefährlicher Stoffe in Elektro- und Elektronikgeräten (RoHS)*. 2003.
- [2] *Richtlinie 2002/96/EG des Europäischen Parlaments und des Rates vom 27. Januar 2003 über Elektro- und Elektronik-Altgeräte (WEEE)*. 2003.
- [3] *Gesetz über das Inverkehrbringen, die Rücknahme und die umweltverträgliche Entsorgung von Elektro- und Elektronikgeräten (Elektro- und Elektronikgerätegesetz - ElektroG)*. 2005.
- [4] *ABAQUS Version 6.6 Documentation*. ABAQUS Inc, 2006.
- [5] ADAMOWSKI, J.: *Technique: Optical microscope, reflected light; Aluminium AA6013-T6*. Department of Production Engineering, Thermoenenergetics and Mathematical Models, University of Genoa, Italy, zuletzt geprüeft am 01.10.2007.
- [6] AL-RUB, R. K. A.: *Prediction of micro and nanoindentation size effect from conical or pyramidal indentation*. *Mechanics of Materials*, 39:787–802, 2007.
- [7] AL-RUB, R. K. A. und G. Z. VOYIADJIS: *Analytical and experimental determination of the material intrinsic length scale of strain gradient plasticity theory from micro- and nano-indentation experiments*. *International Journal of Plasticity*, 20:1139–1182, 2004.
- [8] ATKINS, A. und D. TABOR: *Plastic indentation in metals with cones*. 13:149–164, 1965.
- [9] BADER, M.: *Beitrag zur Charakterisierung der Wälzbeanspruchung von Gradientenschichten - Am Beispiel von Nitrierschichten*. Dissertation. TU Bergakademie Freiberg, 2002.

## LITERATURVERZEICHNIS

- [10] BARENBLATT, G. I.: *Scaling, self similarity, and intermediate asymptotics*. Cambridge Univ. Press, 1996.
- [11] BECK, J. V. und J. K. J. ARNOLD: *Parameter Estimation in engineering and science*. Wiley, 1977.
- [12] BELLEMARE, S., M. DAO und S. SURESH: *Effects of mechanical properties and surface friction on elasto-plastic sliding contact*. 2007.
- [13] BESTLE, D.: *Analyse und Optimierung von Mehrkörpersystemen*. Springer-Verlag, 1994.
- [14] BIEDORF, R. und R. SCHMIDT: *Herstellung und Untersuchung von eutektischen SnAg- und SnAgCu-Lotbumps auf modifizierten Unterbumpmetallisierungen*.
- [15] BISHOP, R. F., R. HILL und N. F. MOTT: *The Theory of Indentation and Hardness Tests*. The Proceedings of the Physical Society, 57(321):147–159, 1945.
- [16] BLAU, P. J. und B. R. LAWN: *Microindentation Techniques in Materials Science*. American Society for Testing and Materials, 1985.
- [17] BOLSHAKOV, A., W. C. OLIVER und G. M. PHARR: *Thin Films: Stresses and Mechanical Properties V, edited by S. P. Baker*. Mater. Res. Soc. Proc. 356, Pittsburgh, PA, S. 675–680, 1995.
- [18] BULYCHEV, S., V. ALEKHIN, M. SHORSHOROV, A. TERNOVSKII und G. SHNYREV: *Determination of Young's modulus according to the indentation diagram*. Industrial Lab, 41:1409–1412, 1975.
- [19] CHENG, Y.-T. und C.-M. CHENG: *Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements*. Materials Science and Engineering Reports, 44(4-5):91–149, Aug 2004.
- [20] CHOLLACOP, N., M. DAO und S. SURESH: *Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters*. Acta Materialia, 51:3713–3729, 2003.
- [21] COLEMAN, T. und Y. LI: *On the Convergence of Reflective Newton Methods for Large-Scale Nonlinear Minimization Subject to Bounds*. Mathematical Programming, 67(2):189–224, 1994.

## LITERATURVERZEICHNIS

- [22] COLEMAN, T. und Y. LI: *An Interior Trust Region Approach for Non-linear Minimization Subject to Bounds*. SIAM Journal on Optimization, 6:418–445, 1996.
- [23] DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG: *DIN 1310, Zusammensetzung von Mischphasen (Gasgemisch, Lösungen, Mischkristall); Begriffe, Formelzeichen*. 1984-02.
- [24] DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG: *DIN 18800 Stahlbauten, 11.90, korrigierte Fassung*. 1990.
- [25] DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG: *Deutsche Fassung EN 10002-1, Metallische Werkstoffe - Zugversuch*. 2001.
- [26] DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG: *DIN EN ISO 14577, Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter, Teil 1 bis 4*. 2002.
- [27] DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG: *DIN EN 10025, Warmgewalzte Erzeugnisse aus Baustählen, 02.2005 bzw. 04.2005*. 2005.
- [28] DOERNER, M. und W. NIX: *A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments*. Journal of Materials Research, 1(4):601–609, Jul-Aug 1986.
- [29] FIEDLER OPTOELEKTRONIK GMBH: *Laser Extensometer - Technical Documentation*. Produktinformation von MTS, 2002.
- [30] FIELD, J. S.: *Understanding the penetration resistance of modified surface layers*. Surface and Coatings Technology, 36(3-4):817–827, Dec 1988.
- [31] FISCHER-CRIPPS, A.: *Introduction to contact mechanics*. Mechanical Engineering Series. Springer-Verlag New York, 2000.
- [32] FISCHER-CRIPPS, A.: *Nanoindentation*. Mechanical Engineering Series. Springer-Verlag New York, 2002.
- [33] FRITSCH, F. N. und R. E. CARLSON: *Monotone Piecewise Cubic Interpolation*. SIAM J. Numerical Analysis, 17:238–246, 1980.
- [34] GAO, H., Y. HUANG, W. D. NIX und J. W. HUTCHINSON: *Mechanism-based strain gradient plasticity*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 47:1239–1263, 1999.

## LITERATURVERZEICHNIS

- [35] GAO, X.-L.: *New expanding cavity model for indentation hardness including strain-hardening and indentation size effects*. Journal of Materials Research, 21(5):1317–1326, May 2006.
- [36] GOLDBERG, D.: *Genetic Algorithms in Search, Optimization and Machine Learning*. Addison-Wesley Professional, Jan 1989.
- [37] GROSS, D., W. HAUGER und P. WRIGGERS: *Hydromechanik, Elemente der Höheren Mechanik, Numerische Methoden*. Springer-Lehrbuch, 2002, 4. Aufl.
- [38] GÖRTLER, H.: *Dimensionsanalyse: Theorie der physikalischen Dimensionen mit Anwendungen*. Ingenieurwissenschaftliche Bibliothek. Springer Verlag, 1975.
- [39] HAINSWORTH, S. V., H. W. CHANDLER und T. F. PAGE: *Analyses of nanoindentation load-displacement loading curves*. Journal of Materials Research, 11(8):1987–1995, Aug 1996.
- [40] HAY, J., A. BOLSHAKOV und G. PHARR: *A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data*. Journal of Materials Research, 14(6):2296–2305, Jun 1999.
- [41] HILL, R.: *The mathematical theory of plasticity*. Nachdruck 1986. Oxford University Press, 1950.
- [42] HÄSE, A.: *Miniaturmessverfahren zur Bestimmung mechanischer Kennwerte von Lotwerkstoffen aus der Mikroelektronik*. Dissertation. TU Berlin, D 83, 2006.
- [43] HUBER, N.: *Anwendung Neuronaler Netze bei nichtlinearen Problemen der Mechanik*. Habilitation. Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, 2000.
- [44] JOHNSON, K. L.: *Contact mechanics*. Korrigierter Nachdruck der 1. Auflage. Cambridge University Press, 1985.
- [45] JOSLIN, D. L. und W. C. OLIVER: *A new method for analyzing data from continuous depth-sensing microindentation tests*. Journal of Materials Research, 5(1):123–126, 1990.
- [46] KANNENGIESSER, T. und P. XU: *Abschlußbericht: Parameterstudie zur Prozesssicherheit beim Laser-, MAG und Widerstandspunktschweißen von galvanisch mit reinem Aluminium beschichteten Stahlfeinblechen*. Aktenzeichen VH5613. Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), 2006.

## LITERATURVERZEICHNIS

- [47] KIRKPATRICK, S., C. D. GELATT und M. P. VECCHI: *Optimization by Simulated Annealing*. Science, 220(4598):671–680, 1983.
- [48] LORD, J., M. LOVEDAY, M. RIDES und I. MCENTEGGART: *Computer Controlled Tensile Testing Machines: Validation of European Standard EN 10002-1; WP2 Final Report: Digital Tensile Software Evaluation*. 2005.
- [49] MAHNKEN, R.: *Theoretische und numerische Aspekte zur Parameteridentifikation und Modellierung bei metallischen Werkstoffen*. Habilitation. Universität Hannover, 1996.
- [50] MEUWISSEN, M., E. VENINGA, M. TIJDINK und M. MEIJERINK: *Computer Assisted Design Study of a Low-Cost Pressure Sensor*. S. 516–523, 2005.
- [51] MEYER, E.: *Untersuchungen über Härteprüfung und Härte*. Z. Ver. Deutsche Ing., 52:645–654, 1908.
- [52] MTS SYSTEMS CORPORATION: *Tytron 250 Microforce Testing System*. Produktinformation von MTS, 1998.
- [53] MULIANA, A., R. STEWARD, R. M. HAJ-ALI und A. SAXENA: *Artificial Neural Network and Finite Element Modeling of Nanoindentation Tests*. Metallurgical and Materials, 33a(9):1939–1947, Jul 2002.
- [54] PAWLOWSKI, J.: *Die Ähnlichkeitstheorie in der physikalisch-technischen Forschung; Grundlagen und Anwendung*. Springer Verlag Berlin, 1971.
- [55] PHARR, G. und W. OLIVER: *Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinement to methodology*. Journal of Materials Research, 19(1):3–20, Jan 2004.
- [56] PHARR, G. und W. OLIVER: *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*. Journal of Materials Research, 7(6):1564–1583, June 1992.
- [57] PHARR, G., W. OLIVER und F. BROTZEN: *On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation*. Journal of Materials Research, 7(3):613–617, Mar 1992.

## LITERATURVERZEICHNIS

- [58] PHARR, G. M. und A. BOLSHAKOV: *Understanding nanoindentation unloading curves*. Journal of Materials Research, 17(10):2660–2671, Oct 2002.
- [59] SEDOV, L. I.: *Similarity and Dimensional Methods in Mechanics*. 2. Auflage. Academic Press Inc., 1961.
- [60] SHACKELFORD, J. F.: *Werkstofftechnologie für Ingenieure; Grundlagen - Prozesse - Anwendungen*. 6., überarbeitete Auflage. Pearson Studium, 2005.
- [61] SHORSHOROV, M. K., S. I. BULYCHEV und V. P. ALEKHIN: *Work of plastic and elastic deformation during indenter indentation*. Soviet Physika Doklady, 26:769–771, 1981.
- [62] SHORSHOROV, M. K., A. TERNOVSKII und G. SHNYREV: *Work of plastic and elastic strains during indenter impression*. Doklady Akademia Nauk SSSR, 259(4):839–842, 1981.
- [63] SKRZYPEK, J. J.: *Plasticity and Creep*. CRC Press, Inc., 2000. (übersetzt von Richard B. Hetnarski).
- [64] SNEDDON, I. N.: *The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile*. International Journal of Engineering Science, 3(1):47–57, May 1965.
- [65] SUN, Y., S. ZHENG, T. BELL und J. SMITH: *Indenter Tip Radius and Load Frame Compliance Calibration using Nanoindentation Load Curves*. Philosophica Magazine Letter, 79(9):649–658, Jan 1999.
- [66] SURESH, S. und A. GIANNAKOPOULOS: *A new method for estimating residual stresses by instrumented sharp indentation*. Acta Materialia, 46(13):5755–5767, 9 October 1998.
- [67] SZABÓ, I.: *Höhere Technische Mechanik*. Springer-Verlag, 1964, 4. Aufl.
- [68] TABOR, D.: *A simple theory of static and dynamic hardness*. 192:247–252, 1948.
- [69] TABOR, D.: *The Hardness of Metals*. Oxford At The Clarendon Press, 1951.
- [70] TYULYUKOVSKIY, E.: *Identifikation von mechanischen Eigenschaften metallischer Werkstoffe mit dem Eindringversuch*. Dissertation. Institut für Materialforschung, Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, 2005.

## LITERATURVERZEICHNIS

- [71] UBACHS, R., P. SCHREURS und M. GEERS: *Microstructural behaviour of solder joints*. XXI ICTAM, 15-21 August 2004, Warsaw. Poland.
- [72] WANG, G. und Z. DONG: *An Extension to Design of Experiment for Design Optimization with Implicit Parametric Models and Virtual Prototypes*. IEEE International Conference on Systems, Man, and Cybernetics, 1998., 4:3977–3982, Oct 1998.
- [73] WANG, L., S. SHAN und G. WANG: *Mode-pursuing sampling method for global optimization on expensive black-box functions*. Engineering Optimization, 36(4):419–438, Aug 2004.
- [74] <http://www.microstartech.com/nanoindenters.pdf>, zuletzt geprüft am: 27.04.2007.





