

**Einfluss des mechanischen Kontrastes
sowie Größeneffekte auf das
Ermüdungsrisswachstum
von Ni- und Ni/Cu-Mikroproben**

Dissertation

zur Erlangung des Grades
des Doktors der Ingenieurwissenschaften
der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät
der Universität des Saarlandes

von

Jutta Luksch

Saarbrücken
2025

Tag des Kolloquiums: 27.11.2025

Dekan: Prof. Dr.-Ing. Dirk Bähre

Berichterstatter:
Prof. Dr. mont. Christian Motz
Prof. Dr.-Ing. Frank Mücklich
Prof. Dr. Gerhard Dehm

Vorsitz: Prof. Dr.-Ing. Paul Motzki

Akademischer Mitarbeiter: Dr. Michael Roland

Zusammenfassung

Das Versagen durch Ermüdungsrißwachstum ist eine häufige Ursache für die Begrenzung der Lebensdauer von Bauteilen. Für makroskopische Bauteile gibt es etablierte Methoden zur Kennwertermittlung, während die Prüfmethodik im mikroskopischen Bereich noch nicht so weit entwickelt ist. Mit der Miniaturisierung werden Prüfmethoden auf der Mikrometer-Ebene notwendig, da eine Übertragung der makroskopischen Kennwerte auf beliebig kleine Größen nicht immer möglich ist. Bei Werkstoffkennwerten wie zum Beispiel der Fließspannung hat sich dies bereits im sogenannten Größeneffekt („kleiner ist stärker“) gezeigt. In der vorliegenden Arbeit wird anhand von Mikrobiegalken die Prüfmethodik zur Untersuchung des Ermüdungsrißwachstums auf der Mikro- und Mesoskala etabliert und der dabei auftretende extrinsische Größeneffekt systematisch untersucht. Weiterhin wurden metallische Schichtsysteme mit „mechanischen Kontrasten“ hinsichtlich Härte und E-Modul hergestellt und das Ermüdungsrißwachstum senkrecht zu den Schichten auf intrinsische Größeneffekte untersucht. Hierbei konnte die entwickelte Prüfmethode erfolgreich auf inhomogene Werkstoffe angewendet und ein Einfluss der Schichten mit Härteunterschieden auf das Ermüdungsrißwachstum beobachtet werden.

Abstract

Failure due to fatigue crack growth is a common reason for limiting the service life of components. There are established methods for determining characteristic values for macroscopic components, while the testing methodology in the microscopic range is not yet as well developed. With miniaturisation, testing methods at the micrometre scale are becoming necessary, as it is not always possible to transfer macroscopic characteristic values to arbitrarily small sizes. In the case of material parameters such as yield stress, this has already been shown in the so-called size effect („smaller is stronger“). In the present work, the test methodology for investigating fatigue crack growth on the micro- and mesoscale is established using microbending beams and the extrinsic size effect that occurs is systematically investigated. Furthermore, metallic layer systems with „mechanical contrasts“ in terms of hardness and modulus of elasticity were produced and the fatigue crack growth perpendicular to the layers was analysed for intrinsic size effects. The developed test method was successfully applied to inhomogeneous materials and an influence of the layers with differences in hardness on the fatigue crack growth was observed.

Danksagung

An erster Stelle möchte ich mich bei meinem Doktorvater Prof. Christian Motz bedanken, für das in mich gesetzte Vertrauen, die stets offene Tür für fachliche Diskussionen, die Unterstützung bei Auslandsaufenthalten und nicht zuletzt für die Möglichkeit, meine Forschung auf vielfältigen Konferenzen zu präsentieren.

Außerdem danke ich Prof. Frank Mücklich für die Bereitschaft, das Zweitgutachten meiner Arbeit zu übernehmen. Unsere Wege kreuzten sich in den letzten Jahren immer wieder, sei es durch meine Messzeiten am FIB an seinem Lehrstuhl oder ein gemeinsames Projekt der Lehrstühle.

Mein großer Dank gilt Prof. Anne Jung, die nicht nur die wissenschaftliche Begleitung meiner Dissertation übernommen hat, sondern auch schon den Beginn meiner wissenschaftlichen Laufbahn durch die Betreuung meiner Bachelor- und Masterarbeit begleitet hat. Viele Jahre später möchte ich mich an dieser Stelle bei Dir bedanken, Deine Impulse und Dein „Handwerkszeug“ für wissenschaftliches Arbeiten haben den Grundstein für meinen weiteren Werdegang gelegt.

Vielen Dank Florian, du warst schon an Teilen meiner Bachelor- und Masterarbeit beteiligt und seit ich am MWW bin, unterstützt du mich. Schon beim Einstieg in die Dissertation, zunächst beim Schreiben des Antrags, habe ich viel gelernt und auch der Abstecher in ein anderes Projekt hat unsere Zeit geprägt. Vielen Dank für deine erfrischende und persönliche Art!

Bei Prof. Gaurav Mohanty bedanke ich mich für seine Gastfreundschaft an seinem Lehrstuhl in Tampere und die Messzeit am Nanoindenter, sowie zahlreiche fachliche Diskussionen. Weiter bin ich seinem gesamten Team für die tolle Zeit in Tampere dankbar und insbesondere für die Unterstützung am Nanoindenter durch Aloushios Lambai.

Michael, ich erinnere mich mit Freude an die gemeinsame Teilnahme beim Firmenlauf nur einige Monate nach meinem Beginn am Lehrstuhl. Auch du hast mich herzlich aufgenommen und mir den Einstieg erleichtert. Besonders danken möchte ich dir für dein zügiges Korrekturlesen und die hilfreichen Diskussionen zur Bruchmechanik.

Alice Goldschmidt danke ich für die organisatorische Unterstützung. Beim technischen Personal des Lehrstuhls möchte ich mich bei Stefan, Peter und Andreas bedanken, die mich immer unterstützt haben, sei es bei Sonderanfertigungen für Proben oder deren

Halterungen, auch wenn die Maße noch so klein waren, oder bei einigen Handgriffen im Labor. Eure aufbauenden Worte und unkomplizierte Art halfen mir in der Zeit sehr. Danken möchte ich allen Kollegen, die zur guten Stimmung am Lehrstuhl beigetragen haben. Besonders bedanken möchte ich mich bei Rita Maron für ihren Einsatz in der Metallographie und Elektrochemie, ihre positive neugierige Art und auf diesem Wege meine Trauer ausdrücken und sagen, dass sie viel zu früh von uns gegangen ist.

Ich bedanke mich bei Marion, Guillem und Maike für die experimentellen Arbeiten, die sie im Rahmen ihrer Abschlussarbeiten durchgeführt haben. Danke Johannes für deine HiWi-Tätigkeit, für dein Durchhaltevermögen bei der Programmierung ganz aktuell für die FIB-Automatisierung und das du auch bei eher trockenen Tätigkeiten nie geklagt hast.

Mein fachlicher und vor allem persönlicher Dank gilt Christoph. Du warst von Anfang an immer offen für fachliche Diskussionen, warst bei Fragen am FIB immer sofort zur Stelle und hast mich besonders im letzten Jahr durch Höhen und Tiefen begleitet. Dich an meiner Seite zu wissen, gibt mir viel Kraft und Sicherheit. Danke für Deine Geduld mit mir!

Für die Unterstützung in den letzten Jahren, auch schon zu Beginn meines Studiums, möchte ich mich besonders bei meinen Freunden und meiner Familie bedanken. Danke für eure offenen Ohren, Nadja und Selina; Danke für den Austausch, Tina; Danke für die langen Telefonate und die „Schreibwoche“ in Dresden, Svenja; Danke an die Laufgruppe vom LFT; Danke für das sprachliche Korrekturlesen, Christine!

Danke für den familiären Rückhalt, Kathrin, Christine und Peter!

Die Arbeit wurde mit Unterstützung eines Stipendiums des DAAD ermöglicht.

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis	iii
Abkürzungen	iii
Symbole	iv
1 Einleitung	1
2 Stand der Forschung und theoretische Grundlagen	5
2.1 Konzepte der Bruchmechanik	5
2.1.1 Grundlagen	5
2.1.2 Ermüdungsrisswachstum	9
2.1.2.1 Ermüdungsrisswachstum in nanokristallinen Metallen .	10
2.1.2.2 Ermüdungsrisswachstum in Gegenwart von mechanischen Kontrasten	11
2.1.3 Bruchmechanische Normen	13
2.2 Größeneffekte in Metallen	16
2.2.1 Intrinsischer vs. extrinsischer Größeneffekt	16
2.2.2 Ursachen, Mechanismen und Auswirkungen	17
2.2.3 Charakteristische Länge in der Bruchmechanik	19
2.3 Mikromechanik	20
2.3.1 Quasistatische Mikrobruchmechanik	20
2.3.2 Mikroermüdungsbruchmechanik	22
2.3.3 Herausforderungen der mikromechanischen Prüfung	25
2.4 Elektrodeposition	26
2.4.1 Grundlagen	26
2.4.2 Einfluss der Abscheidungsparameter auf die Mikrostruktur . .	29
2.4.3 Einfluss der Abscheidungsparameter auf die chemische Zusammensetzung	30
2.4.4 Herstellung von metallischen Schichtsystemen	31
2.5 Einordnung der Arbeit	33
3 Versuchsdurchführung und Ergebnisse	35
3.1 Materialauswahl	35

3.2 Herstellung der Schichtsysteme	41
3.2.1 Besonderheiten bei der Herstellung der Schichtsysteme	52
3.2.1.1 Ni/Cu Multischichten	52
3.2.1.2 nc/cg-Ni Multischichten	55
3.2.1.3 Quintessenz - Lessons learned	56
3.3 Methodenentwicklung Mesoermüdungsrißwachstum	57
3.3.1 Besonderheiten der Mesoermüdungsbruchmechanik	67
3.3.1.1 Quintessenz - Lessons learned	75
3.4 Extrinsischer Größeneffekt	77
3.5 Intrinsischer Größeneffekt	88
3.5.1 Versuchsdurchführung	88
3.5.2 FEM-Simulation	88
3.5.3 Ergebnisse und Diskussion	89
3.5.3.1 Ermüdungsrißwachstum in Ni/Cu-Multischichten . . .	89
3.5.3.2 Ermüdungsrißwachstum in nc/cg-Ni-Multischichten .	92
4 Diskussion und Einordnung der Ergebnisse	97
5 Zusammenfassung und Ausblick	105
Abbildungsverzeichnis	107
Tabellenverzeichnis	111
Literaturverzeichnis	111

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzungen

ARB Kumulatives Walzplattieren (*accumulative roll bonding*)

cg grobkristallin (*coarse grain*)

CT-Probe Kompaktzugprobe (*compact tension specimen*)

CTOD Riss spitzenaufweitung (*crack-tip-opening displacement*)

CV Cyclovoltammetrie

DIC digitale Bildkorrelation (*digital image correlation*)

ED Elektrodeposition (*electrodeposition*)

FEM Finite Elemente Methode

FIB Fokussierte Ionenstrahlmikroskop (*focussed ion beam*)

GND geometrisch notwendige Versetzung (*geometrically necessary dislocation*)

ISE Indentationsgrößeneffekt (*indentation size effect*)

LEFM linear-elastische Bruchmechanik (*linear elastic fracture mechanic*)

MEMS mikro-elektromechanische Systeme

nc nanokristallin (*nanocrystalline*)

PED gepulste Elektrodeposition (*pulsed electrodeposition*)

PVD physikalische Gasphasenabscheidung (*physical vapour desposition*)

SEM Rasterelektronenmikroskop (*scanning electron micrsosope*)

SENB einseitig gekerbte Dreipunktbiegung (*single-edge notched bend*)

TEM Transmissionselektronenmikroskop (*transmission electron microscope*)

Symbole

a Risslänge

a_{\max} Abstand zur neutralen Achse

B Probendicke

C Materialkonstante C des Paris-Gesetzes

c_{ox} Konzentration der oxidierten Spezies

c_{red} Konzentration der reduzierten Spezies

\mathcal{D} Tastgrad (*Duty Cycle*)

δ CTOD

da/dN Rissfortschrittsrate

ΔK zyklischer Spannungsintensitätsfaktor

ΔK_{eff} effektiver zyklischer Spannungsintensitätsfaktor

ΔK_{init} zyklischer Spannungsintensitätsfaktor bei Rissinitiierung

ΔK_{op} zyklischer Spannungsintensitätsfaktor bei beginnender Rissöffnung

ΔK_{th} Schwellwert des zyklischen Spannungsintensitätsfaktors

E E-Modul

\mathcal{E} Elektrodenpotential

\mathcal{E}^0 Standardelektrodenpotential

\mathcal{F} Faraday-Konstante

F Geometriefaktor

F Kraft

I Flächenträgheitsmoment

$\mathcal{I}_{\mathbf{m}}$ mittlere Stromdichte

\mathcal{I}_P Peak-Stromdichte

J J-Integral

K Spannungsintensitätsfaktor

K_{IC} kritische Bruchzähigkeit

K_{\max} maximaler Spannungsintensitätsfaktor

K_{\min} minimaler Spannungsintensitätsfaktor

L Hebelarm

M Molmasse

m Masse

m Materialkonstante m des Paris-Gesetzes (Kontext Ermüdungsbruchmechanik)

M_b Biegemoment

N Lastspielzahl

Q Ladung

R universelle Gaskonstante

R Spannungsverhältnis

r Abstand zur Rissspitze

$R_{p0.2}$ Dehngrenze mit 0.2% plastischer Verformung

r_{pl} Radius der plastischen Zone

r_y Abstand zur Rissspitze unterhalb dessen Fließen einsetzt

σ Spannung

σ_F Fließspannung

T Temperatur

t_{off} Pulspause

t_{on} Dauer des Pulses

W Probenbreite

W_{ax} axiales Widerstandsmoment

$w(x)$ Biegelinie

x Abstand von der Einspannung

z Anzahl elektrischer Ladung

1. Einleitung

Ermüdung und Korrosion sind Hauptversagensmechanismen in technischen Bauteilen und begrenzen die Nutzungsdauer vieler Gegenstände des täglichen Lebens. Der erste publizierte Ermüdungsversuch ist Herrn „Ober-Bergrath Albert zu Clausthal“ [1] im Jahre 1837 zuzuschreiben. Er hat sich mit dem unerklärlichen Versagen von Eisenketten im Bergbau beschäftigt und konnte dieses mit Hilfe eines eigens konstruierten Prüfstandes auf das zurückführen, was wir heute als Ermüdung kennen. Knapp 200 Jahre später im Jahr 2024 stellt der Übersichtsartikel von Salvati [2] dieses Schädigungsphänomen in einem modernen Kontext dar, getrieben durch neue Anwendungsfelder, Werkstoffe und Technologien wie die Miniaturisierung von Bauteilen. Materialkennwerte, die z.B. zur Bestimmung der Zuverlässigkeit benötigt werden, können nicht mehr zwangsläufig aus makroskopischen Standarduntersuchungen übertragen werden. Um eine bestmögliche Auslegung zu ermöglichen, sind Untersuchungen an Proben in Bauteilgröße erforderlich. Hier setzt die vorliegende Arbeit an.

Ein Beispiel für die Miniaturisierung ist das weite Feld der mikro-elektromechanischen Systeme (MEMS). Sie haben seit ihren Anfängen in den 1960/70er Jahren [3, 4] eine weite Verbreitung und Entwicklung erfahren und sind aufgrund des steigenden Bedarfs an Sensoren und Aktoren in der Technik fest etabliert im täglichen Leben. Ein Hauptbestandteil der meisten MEMS ist Silizium wobei zur Umsetzung der sehr breiten Anwendungsbereiche weitere Materialklassen verwendet und kombiniert werden. Mit der breiten Anwendung ist auch die Verlässlichkeit der Systeme in den Fokus gerückt. Als häufige Versagensarten sind beispielsweise neben mechanischem Bruch auch Verschleiß und Kriechen zu erwähnen [5]. Als mögliche Vorstufe des mechanischen Bruchs sei das Ermüdungsrisswachstum genannt, das z.B. durch bewegliche Teile eines MEMS sowie durch thermomechanische Belastungen und Vibrationen hervorgerufen werden kann [6, 7]. Die Übertragbarkeit von makroskopischen Materialkennwerten auf die Mikroskala ist nicht immer möglich. Herstellungsbedingt kann die Mikrostruktur bei kleinen Bauteilen abweichen und ein Größeneffekt auftreten. Zu beachten ist auch, dass Mikrostrukturen in kleinen Proben wie zu Beispiel Dünnschichten mit ultrafeinkörnigem kolumnarem Gefüge nicht immer in makroskopischen Proben nachgebildet werden können.

Zur Bestimmung von mikroskopischen Ermüdungsrisswachstumsmaterialkennwerten fehlen eine aus der Makro-Bruchmechanik adaptierte Mikro- und Meso-Prüfmethode

sowie systematische Untersuchungen zu Größeneffekten. Ein Größeneffekt kann durch kleine Proben- bzw. Bauteilvolumina, mikrostrukturell oder durch wechselnde Materialien z.B. in Schichtsystemen auftreten. Die Untersuchung des Ermüdungsrißwachstums im Mikrobereich stellt eine besondere Herausforderung dar, da sie sehr zeitaufwendig ist, die Prüfeinrichtungen nicht wie im Makrobereich auf die Bruchmechanik abgestimmt sind und Probenformen, -fertigung und -handhabung sowie Prüfmethoden nicht 1:1 aus dem Makrobereich übernommen werden können. Es gibt keine genormten Versuche und Prüfanlagen für diesen Größenbereich. Darüber hinaus ist es wichtig, einen für Mikroproben vergleichsweise großen Probengrößenbereich abdecken zu können, was ebenfalls besondere Herausforderungen an Herstellung und Prüfung stellt. Neben der reinen Untersuchung des Ermüdungsrißwachstums kann eine solche Methode auch für den Entwurf von Strukturen verwendet werden, die weniger anfällig für Risse sind.

Ziel dieser Arbeit ist es, einen Beitrag zur methodischen Etablierung der Ermüdungsbruchmechanik an Proben von einigen wenigen bis einigen zehn Mikrometern zu leisten. Mit Hilfe dieser Methode soll an einem Modellwerkstoff, nanokristallinem (*nanocrystalline*, nc) Nickel, systematisch untersucht werden, wie sich ein Größeneffekt ausbildet, der bei immer kleiner werdenden Probengrößen auftritt. Weiterführend wird diese Methode auf selbst hergestellte Modellschichtsysteme angewendet. Die Schichten dienen mit ihrem Unterschied in den mechanischen Eigenschaften, im Weiteren als mechanischer Kontrast bezeichnet, zur Untersuchung des Größeneffektes, der aufgrund von Mikrostruktureffekten auftritt. Dafür werden nickelreiche Schichten abwechselnd mit kupferreichen Schichten (Ni/Cu) zur E-Modul-Variation sowie reine Ni-Schichtsysteme mit alternierender Mikrostruktur von nc und grobkristallinem (*coarse grain*, cg) Nickel (nc/cg-Ni) zur Variation der Härte hergestellt. Die Risswachstumsrichtung ist hierbei senkrecht zu den Schichtgrenzen. Damit wird die Übertragbarkeit der Methode auf inhomogene Werkstoffe gezeigt und der Weg für eine gezielte Untersuchung an realen Werkstoffen/Bauteilen der Industrie geebnet.

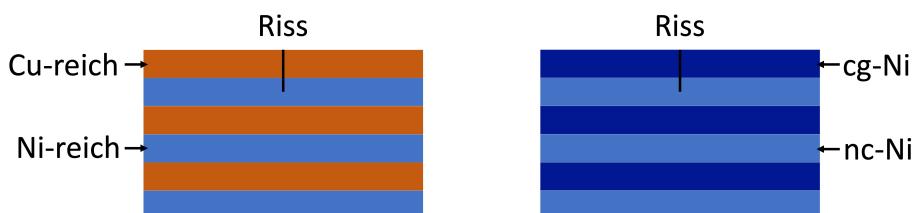


Abbildung 1.1: Schematische Darstellung der Modellschichtsysteme mit mechanischem Kontrast hinsichtlich E-Modul (Ni/Cu) und Härte (nc/cg-Ni).

Die vorliegende Arbeit ist wie folgt aufgebaut: Im zweiten Kapitel wird neben den theoretischen Grundlagen der Bruchmechanik und der Elektrodeposition der Begriff des Größeneffektes vertieft. Weiter wird ein Literaturüberblick zu den Themen Mikromechanik, insbesondere der Mikroermüdungsbruchmechanik, und Schichtherstellung gegeben. Eine Einordnung der Arbeit schließt das Kapitel ab. Im dritten Kapitel wird die Materialauswahl erläutert, worauf mit Publikation **Material**, Kapitel 3.2 die Herstellung der Schichtsysteme thematisiert und deren Besonderheiten beschrieben werden. In Publikation **Methode**, Kapitel 3.3 wird die Methode zur Untersuchung des Ermüdungsrisswachstums vorgestellt, gefolgt von Publikation **Größeneffekt**, Kapitel 3.4, der systematischen Untersuchung des extrinsischen Größeneffekts bei Balken der Geometrieverhältnisse Balkenbreite W : Balkendicke B : Hebelarm L mit 1:1:4 und W von von 5 bis 50 μm (Abb. 1.2). Auf Besonderheiten der Untersuchungsmethode wird im darauf folgenden Abschnitt eingegangen. Abschließend werden die in Publikation **Material**, Kapitel 3.2 gezeigten metallischen Schichtsysteme hinsichtlich des Ermüdungsrisswachstums senkrecht zu Schicht untersucht und so weiterführende Arbeiten zum Verständnis des intrinsischen Größeneffektes geleistet.

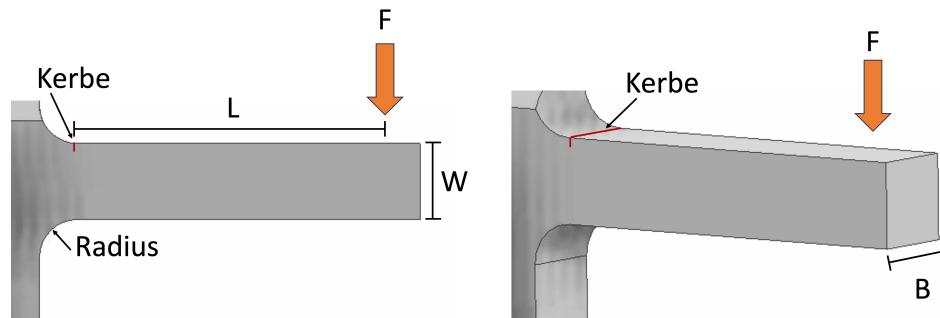


Abbildung 1.2: Schematische Darstellung der Mikro-Ermüdungsgeometrie, mit Kerbe und Belastung F .

2. Stand der Forschung und theoretische Grundlagen

2.1. Konzepte der Bruchmechanik

Die Bestimmung von Materialkennwerten wird in der Regel an riss- und porenenfreien Materialien durchgeführt, die dann für die Auslegung von Bauteilen verwendet werden. Da reale Bauteile jedoch durch Herstellung oder Betrieb oftmals mit Rissen oder Poren behaftet sind, werden auch für rissbehaftete Materialien eigene Kennwerte ermittelt. Das Gebiet der Bruchmechanik befasst sich mit der quasistatischen oder wechselnden Belastung von riss- oder defektbehafteten Materialien und der Beschreibung des lokalen Dehnungs-/Spannungszustandes vor der Riss spitze.

Im Folgenden wird ein kurzer Überblick über die Konzepte der Bruchzähigkeit und des Ermüdungsrißwachstums gegeben. Für eine vertiefende Betrachtung sei auf die Standardwerke von Anderson [8], Hahn [9] und Groß [10] verwiesen, die die Grundlage für die Darstellung in diesem Kapitel bilden. Das Ermüdungsrißwachstum wird für nanokristalline Metalle und in Gegenwart von mechanischen Kontrasten näher betrachtet. Im dritten Teil des Kapitels werden die Prüfnormen behandelt. Dabei wird insbesondere auf die Mindestprobengröße eingegangen. Dies ist für das Ziel dieser Arbeit von grundlegender Bedeutung.

2.1.1. Grundlagen

Ein Riss ist ein Bereich, in dem sich Material trennt. Ein Riss kann durch seine Rissfront, auch als Riss spitze bezeichnet, und die Rissflanken beschrieben werden (Abb. 2.1 (a)). Belastungen können unterschiedlich auf die Rissgeometrie im Material wirken. Diese Belastungsmodi, also die Richtung der Kraft relativ zur Rissflankennormalen, sind in Abbildung 2.1 gezeigt. Hier entspricht Mode I einer Zugbelastung normal zur Rissebene. Bei Mode II wird eine Schubbelastung auf den Riss ausgeübt, wohingegen Mode III Torsionsbelastungen auf den Riss beschreibt.

Eine erste theoretische Beschreibung zum Versagen eines Materials mit definiertem Riss, die große Beachtung fand, stellte Griffith [11] in den 1920er Jahren über eine Energieberechnung auf. Hier wird die für Rissverlängerung benötigte Oberflächenenergie der frei-

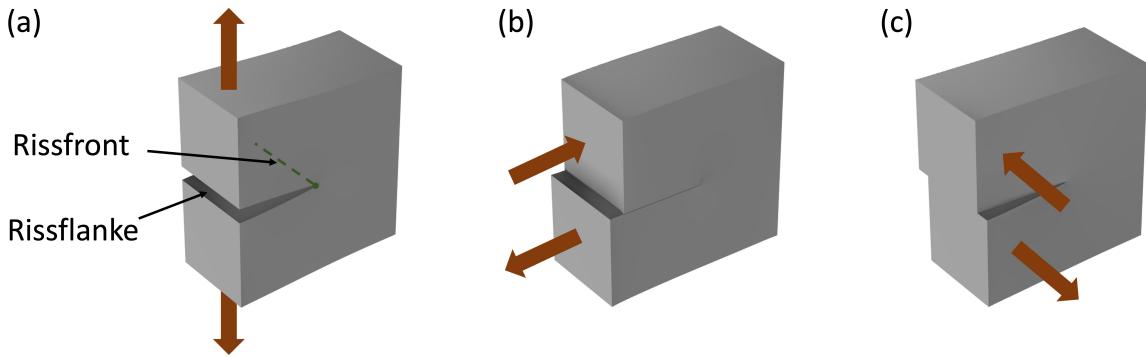


Abbildung 2.1: (a) 3D Modell von Belastungsmodus I mit gekennzeichneter Rissflanke und Rissfront in grün, (b) - (c) Belastungsmodi II - III. Belastungsrichtungen sind mittels dunkelroter Pfeile veranschaulicht.

werdenden elastischen Verzerrungsenergie durch Materialtrennung gegenübergestellt. Dies entspricht einer globalen Betrachtung. Irwin [12] führte 1957 auf Grundlage der Arbeit von Westergaard [13] den Spannungsintensitätsfaktor K ein, der es ermöglicht den Verschiebungs- und Spannungszustand in der Nähe der Riss spitze zu beschreiben. Damit ist dies eine lokale Betrachtung. Die Anwendbarkeit beschränkt sich auf Material, dessen Verhalten als linear elastisch angenähert werden kann. Daher wird dieser Ansatz als linear-elastische Bruchmechanik (*linear elastic fracture mechanic*, LEFM) bezeichnet.

1961 führte Wells [14] mit seiner Beobachtung des Zusammenhangs zwischen der plastischen Verformung vor der Riss spitze und der Rissflankenöffnung die Riss spitzenaufweitung (*crack-tip-opening displacement*, CTOD) ein. Mit Hilfe der Rissaufweitung und der zum Versagenszeitpunkt wirkenden Kraft kann das CTOD abgeschätzt werden. Mit dem J-Integral, das in den 1960er Jahren von Rice [15] entwickelt wurde, wurde das plastische Verhalten als nichtlinear elastisches Materialverhalten angenähert. Die beiden Modelle sind der elastisch-plastischen Bruchmechanik (*elastic-plastic fracture mechanic*, EPFM) zuzuordnen und können auch das Bruchverhalten von duktilen Materialien beschreiben.

Zur Formulierung der Zusammenhänge, gültig für die LEFM, sei in Abbildung 2.2 die Skizze eines Risses in einer unendlichen Platte mit der Risslänge $2a$ in Belastungsmodus I gegeben. Der Spannungsintensitätsfaktor sei nun, wie auch für alle weiteren Betrachtungen für die Belastungsart Mode I (im Index mit I gekennzeichnet) definiert, da lediglich dieser in vorliegender Arbeit relevant ist:

$$K_I = \sigma \cdot \sqrt{\pi \cdot a} \cdot F_I, \quad (2.1)$$

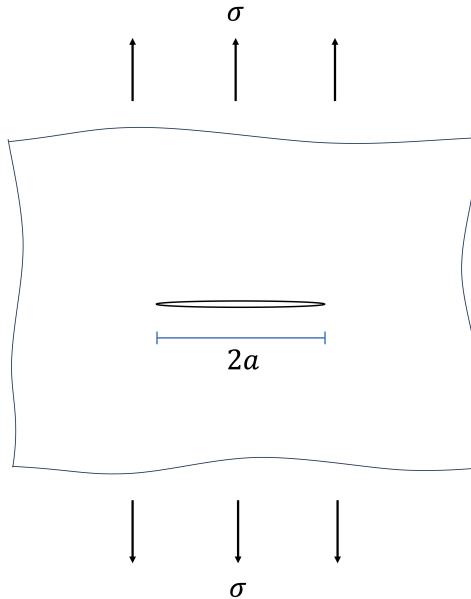


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung eines Risses in einer endlosen Platte mit der Risslänge $2a$ in Belastungsmodus I mit der Spannung σ .

mit der anliegenden Spannung σ , der Risslänge a und dem Geometriefaktor F_I für Modus I. Bedingung für die Anwendung dieses Konzeptes ist das sog. Kleinbereichsfließen (*small scale yielding, SSY*), d.h. dass die plastische Zone vor der Rissspitze klein im Vergleich zur Probengröße und zur Risslänge ist. Dies entspricht einer Einordnung in die LEFM.

Die Spannung vor der Rissspitze, entlang der Rissausbreitung, sofern der Riss senkrecht zur Last wächst, wird mit

$$\sigma(r) = \frac{K_I}{\sqrt{2 \cdot \pi \cdot r}} \quad (2.2)$$

beschrieben. Sie ist damit proportional zu $1/\sqrt{r}$ mit dem Abstand r zur Rissspitze, wie in Abbildung 2.3 als elastischer Spannungsverlauf dargestellt. Zur Bestimmung der Größe der plastischen Zone wird im Riss spitzen spannungsfeld (Gl. 2.2) die Spannung durch die Fließspannung ersetzt und nach r umgestellt. Dies ergibt den Abstand r_y , unterhalb dessen Fließen einsetzt. Um jedoch ein Spannungsgleichgewicht zu erhalten, wird der elastische Spannungsverlauf entsprechend verschoben, so dass Flächengleichheit besteht (Abb. 2.3). Damit ist die Größe der plastischen Zone r_{pl} nach Irwin [16]

bei elastisch-plastischem Materialverhalten ohne Verfestigung:

$$r_{pl} = \frac{1}{\pi} \cdot \left(\frac{K_I}{\sigma_F} \right)^2, \quad (2.3)$$

abhängig von der Fließspannung σ_F . Der Vorfaktor (hier $1/\pi$) hängt vom Verfestigungsverhalten des Materials ab und kann variieren [17].

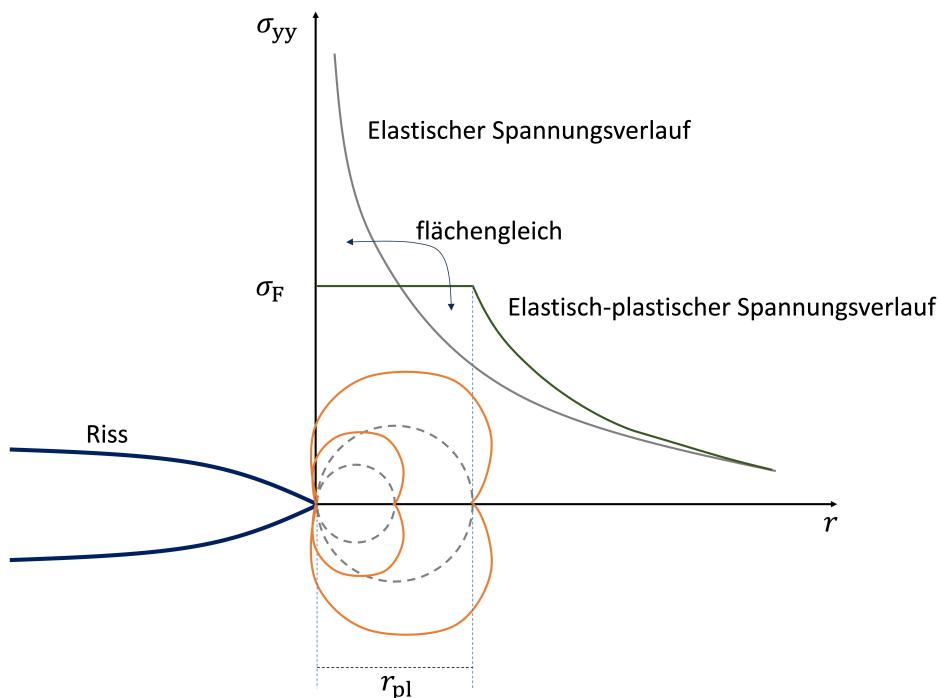


Abbildung 2.3: Darstellung einer Rissspitze mit elastischem und plastischem Spannungsverlauf im Material vor der Rissspitze und daraus resultierender Abschätzung der plastischen Zone nach Irwin. In orange ist eine typische Kontur der plastischen Zone dargestellt wobei oftmals vereinfacht eine runde Form, hier gestrichelt dargestellt, verwendet wird. Zeichnung in Anlehnung an Anderson [8].

Die bisherigen Betrachtungen sind im Kontext der quasistatischen Belastung eines vorhandenen Risses gemacht. Der Materialparameter Bruchzähigkeit K_{IC} kann bestimmt werden, indem bei Gleichung 2.1 die kritische Spannung bei Probenbruch eingesetzt wird und die Probengröße laut Normen (siehe Abschnitt 2.1.3) erfüllt ist. Im folgenden Abschnitt wird die Betrachtung um die zyklische Ermüdung erweitert.

2.1.2. Ermüdungsrisswachstum

Unter Ermüdung wird eine Wechselbelastung verstanden, die nicht direkt zum Versagen des Werkstoffes führt. Die Einzellasten befinden sich unterhalb der (quasistatischen) Festigkeit und Bruchzähigkeit. Hier ist eine Beschreibung des Rissfortschritts bei weiterer wechselnder Belastung von Interesse. Eine doppelt logarithmische Auftragung des Rissfortschritts pro Zyklus da/dN über dem zyklischen Spannungsintensitätsfaktor $\Delta K = K_{\max} - K_{\min}$ hat die allgemeine Form wie in Abbildung 2.4 dargestellt.

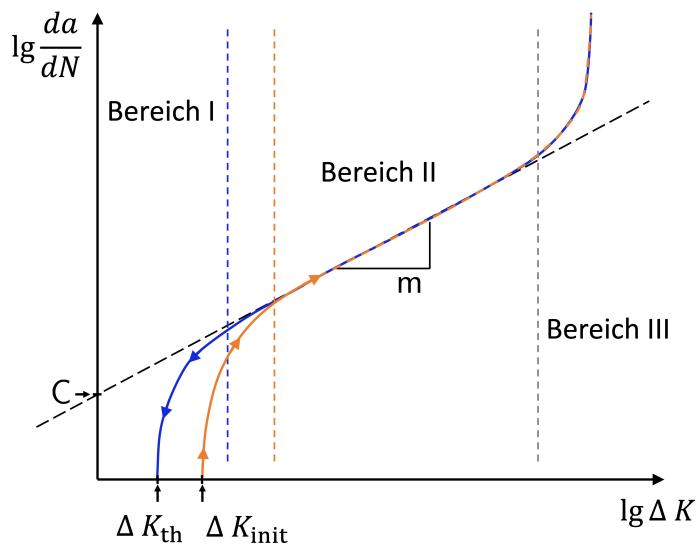


Abbildung 2.4: Schematische Ermüdungsrisswachstumskurve mit Einteilung der drei Bereiche von schwellwertnahem (blau) bzw. Iinitiiierungs- (orange) Bereich I über stabiles Risswachstum im Paris-Bereich (Bereich II) hin zum instabilen Risswachstum in Bereich III. Mit Pfeilen ist die Richtung der Versuchsführung gekennzeichnet, welche bei Schwellwertbestimmung in Lastabsenkung durchgeführt werden muss (Details zur Versuchsführung in Abschnitt 3.3.1).

Allgemein kann der Verlauf in drei Bereiche unterteilt werden. Der Anfangsbereich I kann den Bereich um den Schwellwert ΔK_{th} , oberhalb dessen Risswachstum stattfinden kann, oder den Bereich um die Rissinitiierung ΔK_{init} bei konstanter Last beschreiben. Dabei ist ΔK_{init} der zyklische Spannungsintensitätsfaktor, der bei einer Probe mit Kerbe benötigt wird, um einen Riss zu initiieren. Dieser Wert ist stark abhängig von der Kerbe und damit kein Materialparameter. ΔK_{th} hingegen wird bei Lastabsenkung aus einem Riss heraus gemessen (ASTM E647 [18]). Für den mittleren Bereich II des sog. stabilen Risswachstums haben Paris und Erdogan [19] 1963 folgende empirische

Beschreibung entwickelt:

$$\frac{da}{dN} = C \cdot \Delta K^m. \quad (2.4)$$

Dieser Zusammenhang wird als Paris-Gesetz bezeichnet und enthält folgende Größen: die Lastspielzahl N und damit das Risswachstum pro Zyklus da/dN sowie die Materialkonstanten C und der Paris-Exponent m . ΔK ist der zyklische Spannungsintensitätsfaktor. Dabei gibt m die Empfindlichkeit der Risswachstumsgeschwindigkeit auf eine Änderung von ΔK an. Im letzten Bereich III des sog. instabilen Risswachstums steigt die Risswachstumsgeschwindigkeit massiv bis zum Bruch der Probe an.

Besonderheiten ergeben sich, wenn Rissenschließeffekte durch Berührung der Rissflanken betrachtet werden, wodurch es zu einer verzögerten Öffnung des Risses unter Belastung kommt. Hierfür wird der effektive Spannungsintensitätsfaktor ΔK_{eff} verwendet, der sich aus dem maximalen Spannungsintensitätsfaktor K_{\max} und dem Spannungsintensitätsfaktor bei beginnender Rissöffnung K_{op} wie folgt ergibt: $\Delta K_{\text{eff}} = K_{\max} - K_{\text{op}}$. Eine Diskussion hierzu findet sich in Publikation **Methode**, Kapitel 3.3 und Details in Pippin et al. [20].

Bei zyklischer Belastung kann die Größe der plastischen Zone im belasteten Fall (K_{\max}) und im Falle von K_{\min} betrachtet werden. Erstere wird analog zur Größe der quasistatisch („monoton“) belasteten plastischen Zone berechnet, wobei auftretende Verfestigung der vorherigen Belastungen das Material vor der Rissspitze bereits beeinflusst haben kann und damit die Größe der plastischen Zone verringert. Letztere kann nach Rice [21] zu einem Viertel der monotonen plastischen Zone abgeschätzt werden und wird im Allgemeinen zyklische oder „reverse“ plastische Zone genannt. In der vorliegenden Arbeit dient die monotone plastische Zone zur Maximalabschätzung.

2.1.2.1. Ermüdungsrißwachstum in nanokristallinen Metallen

Ermüdungsrißwachstum in nc Materialien ist, wie die Reviews von Padilla et al. [22] und Pineau et al. [23] zeigen, bereits vielfach untersucht, wobei die Herstellungsverfahren zumeist die maximale Probengröße limitieren und so die normgerechte Prüfung teils unmöglich machen. Neben Oberflächendefekten können auch innenliegende Defekte sowie Spannungen an Korngrenzen zu Überspannungen und daraus folgender Rissinitierung führen. Hanlon et al. [24] fanden eine Verschiebung der da/dN über ΔK Kurve hin zu geringeren ΔK -Werten bei nc-Ni mit einer Korngröße von 30 nm im Vergleich zu ultrafeinkörnigem Ni. Cavaliere [25] fand bei Messungen von 20 und 40 nm nc-Ni und ultrafeinkörnigem Ni einen ähnlichen Zusammenhang. Bei einem Vergleich der Messer-

gebnisse der Studien liegen die Rissfortschrittsraten des 30 nm nc-Ni von Hanlon et al. im Bereich der Messwerte vom ultrafeinkörnigen Ni von Cavaliere. Die Tendenzen der Studien sind ähnlich, wobei die absoluten Messwerte trotz vergleichbarer Versuchsführung deutlich unterschiedlich sind. Eindeutige Aussagen zum Risswachstum und zum Einfluss der Korngröße können nur schwer getroffen werden, da die Literaturlage, wie das Review von Padilla und Boyce [22] zeigt, nicht eindeutig ist und davon ausgegangen wird, dass Herstellungsmethode sowie Versuchsdurchführung eine Rolle spielen.

Neben Risswachstum kann sich bei Ermüdungsbelastung die Mikrostruktur verändern. Dies ist insbesondere bei nc Materialien zu beachten, da hier die Stabilität der Mikrostruktur sehr verschieden sein und zu Kornwachstum neigen kann. Kornwachstum kann diffusionsbedingt über erhöhte Temperatur [26] stattfinden oder wie in [27] beschrieben spannungsgtrieben sein. Eine Gruppe um Boyce hat in jüngerer Vergangenheit Ermüdungsbelastung in Nickellegierungen untersucht [28, 29, 30, 31] und Kornwachstum vermehrt im Bereich der Rissinitiierung gefunden. Die Überlagerung der Prozesse des Risswachstums mit den Veränderungen in der Kornstruktur sind schwer zu trennen, weshalb sich Versuche wie von Kapp et al. [32] anbieten, um das Kornwachstum separat zu untersuchen. Hier wurden Mikro-Biegebalken ohne Riss beidseitig ermüdet und das Kornwachstum konnte mit der aufgebrachten akkumulierten plastischen Dehnung in Zusammenhang gebracht werden. In der Publikation **Größeneffekt**, Kapitel 3.4 sind Untersuchungen der Mikrostruktur nach den Versuchen erläutert und die Ergebnisse gezeigt.

2.1.2.2. Ermüdungsrisswachstum in Gegenwart von mechanischen Kontrasten

Die bereits dargestellten bruchmechanischen Betrachtungen wurden unter der Annahme homogenen Materialverhaltens getroffen. Sobald sich, wie zum Beispiel in Schichtsystemen, die plastischen, elastischen oder auch thermischen Eigenschaften aufgrund von Materialübergang verändern, kann sich das Spannungsfeld vor dem Riss verändern und damit auch der tatsächlich auftretende Spannungsintensitätsfaktor.

Das Konzept der hohen Materialkomplexität findet sich in der Natur in vielen Beispielen wieder. Sie bedient sich Kompositen aus harten mineralischen Plättchen, schichtweise in weicher proteinhaltiger Matrix angeordnet, zum Beispiel bei Perlmutter, um das Wachstum von Rissen zu verlangsamen oder gar zu verhindern. Bei diesen Naturmaterialien sind die Unterschiede in den mechanischen Eigenschaften der Schichten mit knapp drei Größenordnungen im E-Modul sehr hoch [33, 34]. Das Review von Li und Gau [35] über die mechanischen Grundlagen biologischer Nanokomposite fasst die Wirkme-

chanismen hinter den außergewöhnlichen mechanischen Eigenschaften zusammen. Die weichen Strukturen können durch Verformung viel Energie aufnehmen und das Aspektverhältnis der mineralischen Plättchen hat einen großen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften. Dies ist nur ein kleiner Ausschnitt aus der großen Anzahl von Studien in diesem Bereich, während nur wenige Studien über Metall-Metall-Multischichten unter Ermüdungsrißwachstum veröffentlicht wurden.

Dieser Materialwechsel wird in der vorliegenden Arbeit als mechanischer Kontrast bezeichnet. Neto et al. [36] haben mit zwei Al-Legierungen einen mechanischen Kontrast in Finite Elemente Methode (FEM)-Simulationen modelliert sowie in einem Experiment mittels Additiver Fertigung mit Laser-Pulverbettschweißung nachgebildet. Die Legierungen weisen unterschiedliche plastische Eigenschaften auf und verschiedene Risswachstumsgeschwindigkeiten, wohingegen der E-Modul sich kaum unterscheidet. Die Simulationen zeigen eine Veränderung der Risswachstumsgeschwindigkeit, wenn der Abstand der Rissspitze zum mechanischen Übergang der Größe der plastischen Zone entspricht. Weiter werden in der Simulation Rissenschließeffekte betrachtet, die sich beim Übergang vom härteren zum weicheren Material ebenfalls ändern und die Risswachstumsgeschwindigkeit beeinflussen. Es wurde über Simulationen gezeigt, dass ohne Rissenschließeffekte der Effekt der Schichtübergänge geringer ausfällt.

Eine weitere Möglichkeit der Betrachtung solcher Kontraste ist das Konzept der Configurational Forces [37], das ganz allgemein auf Materialien, die Inhomogenitäten aufweisen, anwendbar ist. Im Kontext der bruchmechanischen Betrachtung von mechanischen Kontrasten wird bei diesem Konzept die risstreibende Kraft, die in direkter Nähe der Rissspitze zu finden ist (Nahfeld), über die globale risstreibende Kraft (Fernfeld) und einen Term, der die Inhomogenitäten im Material beschreibt, betrachtet. Damit lässt sich mittels FEM Berechnungen die risstreibende Kraft über die Distanz zur Inhomogenität, also im vorliegenden Fall zur Materialgrenzfläche, bis in das zweite Material hinein bestimmen. Weiterführende Grundlagen zum Konzept der Configurational Forces finden sich in [38].

Mit diesem Ansatz gibt es neben rein simulativen Arbeiten [39, 40] eine vergleichende Arbeit mit experimentellen Versuchen auf der Makroskala [41]. Hierfür wurde technisch reines Eisen mit Stahl durch Diffusionsschweißen verbunden und damit ein Unterschied in der maximalen Zugfestigkeit und Verfestigungsverhalten als Materialkontrast hergestellt [42]. Hier wurden an Kompaktzugproben (*compact tension specimens*, CT-Proben) Risswachstumsversuche mit konstantem globalen ΔK durchgeführt. Beim Wechsel von niedriger zu hoher maximaler Zugfestigkeit verringert sich die Risswachstumsrate, während beim Wechsel von höherer zu niedriger maximaler Zugfestigkeit eine

Beschleunigung des Risswachstums zu beobachten ist. Korrespondierende Simulationen wurden von Kolednik et al. [41] durchgeführt und erklären die jeweils veränderten Risswachstumsgeschwindigkeiten zum Materialwechsel hin mit der entsprechend veränderten lokalen risstreibenden Kraft. Die Simulationen und Experimente wurden mit drei verschiedenen hohen ΔK durchgeführt, wobei der Einfluss des Materialwechsels auf die lokale risstreibende Kraft mit steigendem aufgegebenem ΔK steigt.

Kozic et al. [43] untersuchten dünne metallische Filme, hergestellt mittels physikalischer Dampfabscheidung, mit abwechselnden Kupfer- und Wolfram-Schichten auf Silizium-substrat. Hier wurde die risstreibende Kraft ebenfalls mittels Configurational Forces betrachtet, wobei ein besonderer Augenmerk auf Eigenspannungen im Schichtsystem gelegt wurde, die über Ion Beam Layer Removal Messungen am Material quantifiziert wurden. Auch hier wurde das Konzept der Configurational Forces angewendet. Dabei wurde deutlich, dass bei einer Betrachtung einer Grenzschicht mittels Configurational Forces auftretende Eigenspannungen berücksichtigt werden müssen und für das Design von rissresistenten Schichtsystemen die Kombination von Eigenspannungen und mechanischem Kontrast in Gänze betrachtet werden müssen.

2.1.3. Bruchmechanische Normen

Zur weiteren Betrachtung der praktischen Anwendbarkeit der Konzepte und der Methoden wird hier auf die Normen eingegangen, die dafür das Regelwerk liefern. Für die Bestimmung der Bruchzähigkeit werden die ASTM E399 [44] und für Ermüdungsrißwachstum die ASTM E647 [18] diskutiert.

Als Standardprobengeometrie für Belastung nach Mode I wird die CT-Probe (Abb. 2.5) verwendet, anhand derer weitere Betrachtungen durchgeführt werden. CT-Proben werden mit zwei zylindrischen Bolzen in die Probenhalterung eingespannt. Die Passung der Bolzen soll ein freies Rotieren zulassen. Dies führt dazu, dass sich auch bei Rissverlängerung die Rissspitze im Hauptspannungsfeld befindet und weiter senkrecht zur Richtung der Last wächst.

Zur Bestimmung der Bruchzähigkeit K_{IC} nach ASTM E399 [44] wird zuerst ein Anriss durch schwingende Beanspruchung der Kerbe erzeugt. Dies ist für eine zuverlässige und reproduzierbare Bestimmung des Materialkennwertes unabdingbar, da ein Kerbradius nicht vergleichbar mit dem Radius eines natürlichen Risses ist. Lediglich bei wenigen sehr spröden Werkstoffen ist dies nicht möglich. Sie können mit der Normvorschrift nicht geprüft werden. Der genaue Vorgang sowie die Anrisslänge sind in der Norm geregelt.

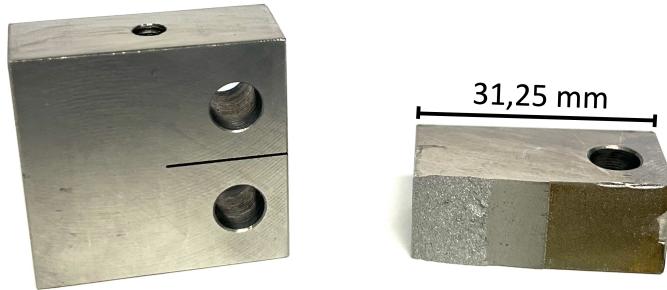


Abbildung 2.5: Foto einer CT-Probe mit einer Probenbreite W von 25 mm (links) sowie Bruchfläche einer geprüften CT-Probe (rechts).

Die minimale Probengröße ist in den Normen in Abhängigkeit von Spannungsintensitätsfaktor und Dehgrenze mit 0,2-% plastischer Verformung $R_{p0,2}$ des Werkstoffes bei Versuchstemperatur angegeben. Die Anwendbarkeit bruchmechanischer Konzepte unterhalb dieser Grenzen ist eine zentrale Frage der vorliegenden Arbeit.

Für die Bruchzähigkeit müssen folgende Mindestgrößen der Proben nach ASTM E399 [44] gelten:

$$a, B, (W - a) \geq 2,5 \cdot \left(\frac{K_{IC}}{R_{p0,2}} \right)^2, \quad (2.5)$$

wobei a die Risslänge, B die Probendicke (engl. *thickness*) und $(W - a)$ die Ligamentlänge mit der Probenbreite W (engl. *width*) ist. W ist definiert als das Maß von der gekerbten Seite bis zur gegenüberliegenden Seite. $R_{p0,2}$ wird hier statt σ_F aufgrund der universelleren Anwendbarkeit und reproduzierbaren Bestimmung aus der Spannungs-Dehnungs-Kurve verwendet (anwendungsnäher). Dabei wird eine Verfestigung des Materials nicht einbezogen, was die tatsächliche plastische Zone verringert, sodass in der Norm die Annahme des schlechtesten Falles getroffen wird. Zur Bestimmung von Ermüdungsrisswachstum und entsprechender Kennwerte gilt laut ASTM E647 [18] für die minimale Probengröße bei CT-Proben:

$$(W - a) \geq \frac{4}{\pi} \cdot \left(\frac{K_{IC}}{R_{p0,2}} \right)^2. \quad (2.6)$$

Diese minimalen Probengrößen werden in den Normen gefordert, um einen von der Probengröße unabhängigen bruchmechanischen Materialparameter zu bestimmen. Die Ähnlichkeit der Gleichungen mit der zur Bestimmung der Größe der plastischen Zone (Gl. 2.3) ist leicht zu erkennen, nur der Vorfaktor unterscheidet sich. Damit skaliert

die Probengröße mit der Größe der plastischen Zone. Ein Skalierungsfaktor von ca. 8 bei quasistatischer Beanspruchung und 4 bei Ermüdungsrißwachstum wird der kleineren zyklischen plastischen Zone gerecht. Der Zusammenhang der Gleichung 2.6 ist in Abbildung 2.6 dargestellt. Aus diesem Diagramm lässt sich das minimal erforderliche tragende Restligament und damit eine Untergrenze für die Probengröße in Abhängigkeit von $R_{p0,2}$ und K_{IC} abschätzen. Metallische Werkstoffe liegen typischerweise bei Bruchzähigkeiten zwischen 10 und 100 MPa \sqrt{m} und $R_{p0,2}$ von 100 bis 1000 MPa. Die daraus resultierenden Werte für $W - a$ liegen demnach rein rechnerisch bei 0,1 mm bis 1 m.

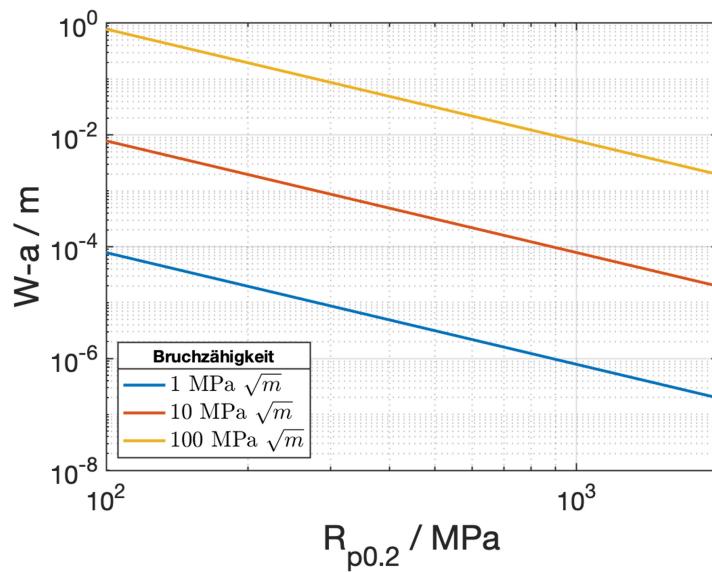


Abbildung 2.6: Abhängigkeit, in doppelt logarithmischer Darstellung, der geforderten Probengröße/ Ligamentlänge $W - a$ bei Ermüdungsrißwachstumsversuchen (nach Gl. 2.6 nach Norm ASTM E647) von den Materialparametern der Dehngrenze mit 0,2-% plastischer Verformung $R_{p0,2}$ und der Bruchzähigkeit K_{IC} .

Weiter ist die Bestimmung des Schwellwertes ΔK_{th} (Abb. 2.4) in der Norm ASTM E647 [18] vorgeschrieben. Ausgehend von einer gekerbten Probe wird ein Anriß mit möglichst geringem ΔK erzeugt und anschließend die Belastung bzw. ΔK solange verringert, bis kein Rissfortschritt mehr gemessen wird. Dieser Wert entspricht ΔK_{th} . Durch die Lastabsenkung kann der Riss aus der plastischen Zone der zuvor angelegten Kraft herauswachsen, sodass der Schwellwert nicht von der plastischen Zone und dadurch evtl. auftretenden Druckeigenspannungen beeinflusst wird. Zur Bestimmung von m hingen wird die Kraft konstant gehalten, sodass mit ansteigender Risslänge ΔK monoton steigt.

2.2. Größeneffekte in Metallen

Der Begriff Größeneffekt beschreibt ein Materialverhalten, bei dem sich die Eigenschaften aufgrund einer Änderung der Abmessungen, sei es in der Mikrostruktur oder der Probengröße, verändern. Im Folgenden wird der für diese Arbeit zentrale Größeneffekt in Bezug auf die veränderte plastische Verformung von kristallinen Metallen betrachtet. Zunächst wird die Unterteilung in intrinsischen und extrinsischen Größeneffekt anhand von Beispielen erläutert, um anschließend auf die Ursachen und Mechanismen einzugehen. Abschließend wird auf den in der vorliegenden Arbeit im Fokus stehenden Größeneffekt in der Bruchmechanik eingegangen.

2.2.1. Intrinsischer vs. extrinsischer Größeneffekt

Eine Unterteilung des Größeneffektes in extrinsisch und intrinsisch hat sich etabliert [45, 46]. Ersterer ist auf die Probengröße zurückzuführen. Ein Beispiel wurde bereits 1924 von Taylor [47] mit einer erhöhten Zugfestigkeit von metallischen Filamenten mit Durchmessern im Mikrometerbereich gefunden. Der intrinsische Größeneffekt wird auch als mikrostruktureller Größeneffekt bezeichnet und hängt von der Strukturlänge der Mikrostruktur ab. Der wohl bekannteste mechanische Größeneffekt dieser Zuordnung ist der von Hall [48] 1951 und von Petch [49] 1953 beschriebene inverse Zusammenhang von Korngröße und Fließspannung, der technologisch breite Anwendung findet [50]. Zur Beschreibung eines Größeneffektes wird die charakteristische Länge des zugrundeliegenden physikalischen Phänomens eingeführt. Diese wird in Relation zur Strukturlänge der Mikrostruktur (intrinsisch) oder zur Probengröße (extrinsisch) betrachtet [45].

Die Auswirkungen des intrinsischen Größeneffektes können meist wie im Fall von Hall-Petch an makroskopischen Proben experimentell untersucht werden, wohingegen beim extrinsischen Größeneffekt das Experiment über das Design der Probe, d.h. die Verringerung der Probendimensionen, angepasst werden muss. Zunächst konnte nur Material untersucht werden, welches mithilfe des Herstellungsverfahrens auf kleine Dimensionen gebracht werden konnte. Hierfür ist die Fertigung von Whiskern [51], Mikrodrähten [47] und Dünnschichten [52, 53, 54] zu nennen, die jedoch nicht aus beliebigen Materialien gefertigt werden können. Alternativ dazu kann durch Verwendung der Nanoindentation der extrinsische Größeneffekt durch geringe Eindringtiefen eines Prüfkörpers herbeigeführt und untersucht werden (*Indentationsgrößeneffekt (indentation size effect, ISE)*). Solche Messungen sind weitgehend unabhängig von der Probengröße und -form, wobei jedoch auf eine hohe Oberflächenqualität geachtet werden muss [55, 56, 57, 58, 59]. Um

materialherstellungsunabhängig den extrinsischen Größeneffekt systematisch zu untersuchen, werden entsprechende Probenfertigungs- und Prüfmethoden benötigt. Mit der Verbreitung des aus der Halbleiterindustrie stammenden Fokussierten Ionenstrahlmikroskops (*focussed ion beam*, FIB) [60] in der Materialwissenschaft ab der Jahrtausendwende wurde die gezielte Fertigung mikromechanischer Prüfgeometrien möglich. Damit wurde in jüngerer Vergangenheit in der Mikromechanik ein massiver methodischer Fortschritt erzielt [61, 62, 63, 64, 65, 66, 67, 68, 69, 70, 71]. Die Probengeometrien haben sich wie in Abbildung 2.7 gezeigt den bekannten Makroversuchen angenähert.

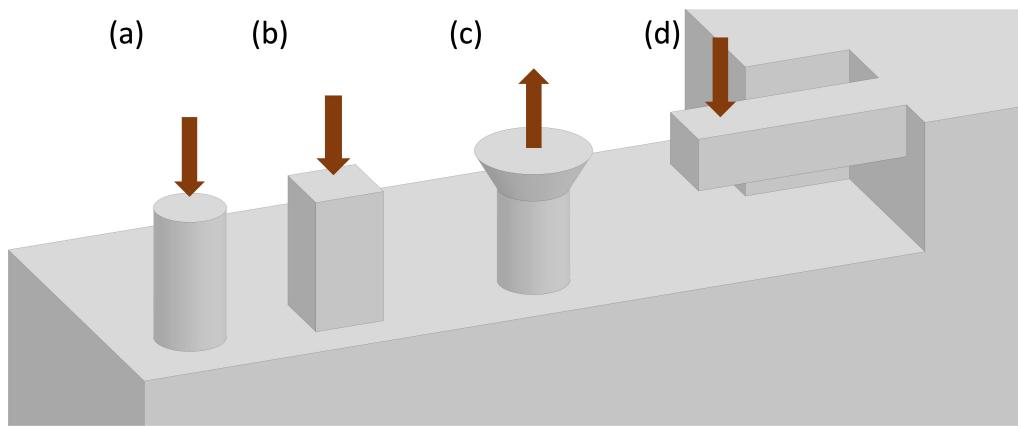


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung in der Literatur verbreiteter FIB-geschnittener Probengeometrien für mikromechanische Experimente aus Vollmaterial mit Belastungsposition und -richtung mittels dunkelroter Pfeile dargestellt. (a) und (b) Druckgeometrien mit rundem bzw. rechteckigen Querschnitt, (c) Zuggeometrie mit rundem Querschnitt sowie (d) Biegebalkengeometrie.

2.2.2. Ursachen, Mechanismen und Auswirkungen

Die veränderten mechanischen Eigenschaften sind auf veränderte Verformungsprozesse und somit auf Versetzungsnukleation, -interaktion oder -bewegung zurückzuführen, die durch Variation der Mikrostruktur- oder Probengröße verursacht werden. Hierbei können zum Beispiel die freie Weglänge der Versetzungen, der mittlere Abstand zur freien Oberfläche, bzw. Verhältnis von Volumen zu Oberfläche, die Anzahl der notwendigen Versetzungen sowie der Spannungsgradient [56, 72] eine Rolle spielen. Hierzu ausgewählte Beispiele sind schematisch in Abbildung 2.8 dargestellt.

Der Hall-Petch-Effekt, auch Feinkornhärtung genannt, hat seine Ursache in der Verkürzung der freien Weglänge von Versetzungen durch kleinere Körner, die zu einem Versetzungsaufstau an den Korngrenzen (pile-up) und damit einer Rückspannung auf

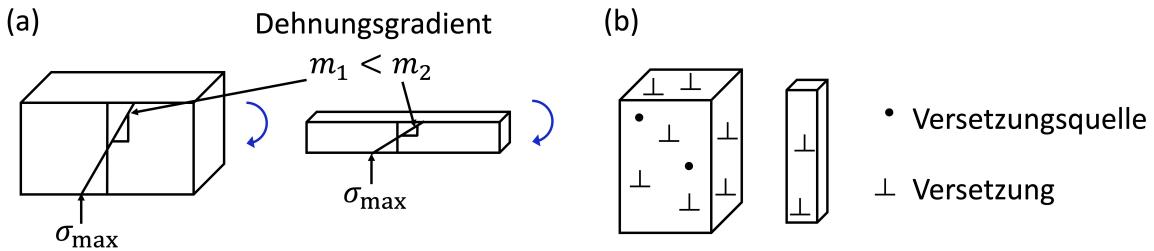


Abbildung 2.8: Schematische Darstellung zweier Ursachen für Größeneffekte bei Metallen (a) größerer Spannungsgradient bei dünneren Balken, (b) fehlende Versetzungsquellen in kleinen Volumina.

Versetzungsquellen führen. Daraus resultiert eine makroskopische Steigerung der Fließspannung [73]. Weiter können Versetzungen an freien Oberflächen durch Stufenbildung aus dem Material austreten. Wenn die Anzahl der austretenden Versetzungen höher ist als die, die aus Versetzungsquellen neu gebildet werden, sinkt die Versetzungsichte im Material. Die Verarmung an Versetzungen wird dislocation starvation genannt [62, 74, 75]. Dies ist insbesondere relevant bei Mikroproben, die typischerweise ein großes Oberfläche-Volumen-Verhältnis aufweisen [63, 76, 77].

Darüber hinaus wird mehr Spannung benötigt, wenn Versetzungen erst gebildet werden müssen (Quellaktivierungsspannung), um Plastizität im Material zu erzeugen. Bei kleiner werdenden Volumina nimmt bei konstanter Dichte der Versetzungsquellen zuerst ihre Anzahl in der Probe und dann ihre mittlere Länge ab. Setzt dies ein, so steigt die Quellaktivierungsspannung, die dann die Fließspannung bestimmt [78, 79]. In diskreten Versetzungs dynamik (*Discrete Dislocation Dynamics*, DDD) Simulationen konnte gezeigt werden, dass die Ausgangssituation, ob, wie viele und welche Versetzungsquellen im Volumen vorhanden sind, bei kleineren Probengrößen eine größere Rolle für die Versetzungs bildung spielt, was auch eine höhere Streuung der Ergebnisse erklärt [80]. Weiter spielt bei kleinen Probengeometrien der Dehnungsgradient und nicht nur die absolute Dehnung eine Rolle, wie Fleck et al. [56, 72] mit einem kontinuumsmechanischen Ansatz darlegen. Experimentell wurde dieses Phänomen zum Beispiel bei der Messung von Härte für geringere Eindringtiefen (ISE) [81] oder für die Torsion von Kupferdrähten [56] festgestellt. Bei letzterem wird eine Zunahme des normierten Torsionsmoments mit abnehmendem Drahtdurchmesser festgestellt, während im einachsigen Zugversuch die Spannungs-Dehnungs-Kurve davon unabhängig ist. Erklärung hierfür ist die Bildung von geometrisch notwendigen Versetzungen (*geometrically necessary dislocations*, GNDs), um die Kontinuität des Kristallgitters bei plastischer Verformung aufrecht zu erhalten. Hiermit werden Dehnungsgradienten im Kristallgitter ausgeglichen und so-

mit sind Lastszenarien wie die Torsion von Drähten, Balken unter Biegebelastung oder komplexe Spannungszustände unter Härtindrücken unter diesem Gesichtspunkt zu betrachten [82, 83]. Bei kleinerem Balkenquerschnitt liegt ein größerer Dehnungsgradient vor und somit ist die erforderliche Versetzungsdichte der GNDs in der Randfaser des Balkens bei gleicher Randfaserdehnung höher als in großen Balken. Diese höhere Versetzungsdichte kann jedoch nicht alleine die gemessene Festigkeitssteigerung in Cu-Balken in der Studie von Motz et al. [64] erklären. Für die Interpretation der Ergebnisse wurde zusätzlich ein Versetzungsaufstau an der neutralen Faser des Balkens betrachtet. Unter der Annahme einer geringen Anzahl von Versetzungsquellen im begrenzten Volumen sowie einer begrenzten Anzahl von Gleitsystemen stauen sich Versetzungen an der neutralen Faser des Balkens auf und erzeugen eine zusätzliche Rückspannung auf die Versetzungsquellen. Dies führt zu einer Festigkeitssteigerung.

2.2.3. Charakteristische Länge in der Bruchmechanik

In der Bruchmechanik sind die Verformungsmechanismen in der Prozesszone vor der Rissspitze ausschlaggebend für die Rissausbreitung. Zur Abschätzung der Ausdehnung wird die plastische Zone herangezogen (Kapitel 2.1.1 Gleichung 2.3). Damit kann die Größe der plastischen Zone als charakteristische Länge angesehen werden, welche in Relation zur Probengröße bzw. Ligamentlänge $W - a$ (Abbildung 2.9) zur Beschreibung des extrinsischen Größeneffektes gesehen wird. Im Falle einer geringen Ligamentlänge $W_3 - a$ liegt diese vollständig im Bereich der plastischen Zone. Beim intrinsischen Größeneffekt wird hingegen die Größe der plastischen Zone in Relation zum Abstand zu einer Mikrostrukturänderung, z.B. Korn- oder Phasengrenze, betrachtet [84, 85].

Es sei an dieser Stelle darauf hingewiesen, dass die Norm ASTM E647 [18] die Rissausbreitung entlang der Balkenbreite W festlegt. Je nach Probengeometrie ist diese Bezeichnung jedoch nicht intuitiv und in der Literatur wird dieses Maß auch als Balkendicke bezeichnet. In der vorliegenden Arbeit wird in Anlehnung an die Norm die Bezeichnung der Balkenbreite verwendet (Abb. 1.2). Eine eindeutige Trennung von intrinsischem und extrinsischem Größeneffekt und damit auch deren Auswirkung ist nicht immer möglich. Dies ist ein Punkt, der bereits bei der Versuchsplanung beachtet werden sollte, um möglichst eindeutig zu interpretierende Ergebnisse erlangen zu können. Darüber hinaus ist nach dem getrennten Verständnis der beiden Größeneffekte die Untersuchung einer gezielten Überlagerung oder eines Übergangs der Größeneffekte interessant. Untersuchungen hierzu sind in der Literatur zur Bruchmechanik noch nicht zu finden, wobei das Thema zum Beispiel durch Kornwachstum bei nc-Metallen (Kapi-

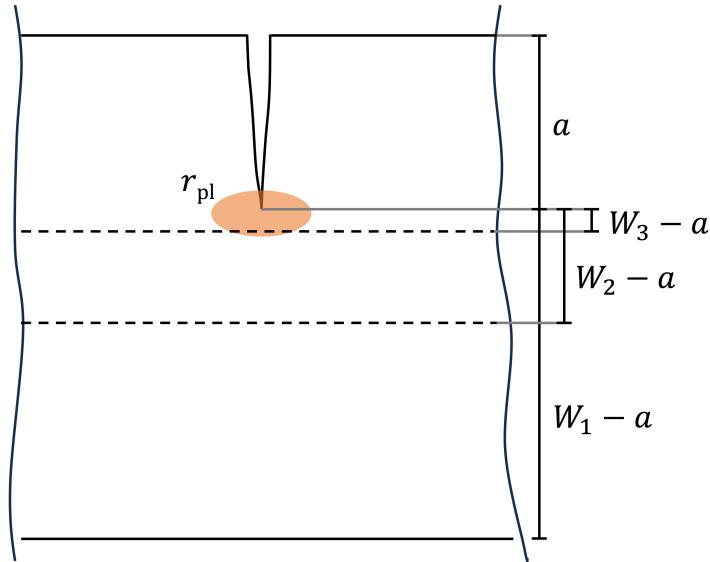


Abbildung 2.9: Schematische Darstellung einer Probe mit Riss a , plastischer Zone r_{pl} sowie Größenlimitation über die Probengröße und damit Ligamentlänge $W_i - a$.

tel 2.1.2.1) und einer damit einhergehenden Veränderung der Mikrostruktur und somit des auftretenden intrinsischen Größeneffektes relevant ist. Neben der plastischen Zone spielen in der Bruchmechanik beispielsweise die Risslänge, das Verhältnis von Risslänge zu Mikrostrukturgröße [86, 87] und Rissenschließeffekte [20] eine Rolle, auf die hier nicht näher eingegangen wird, da dies den Rahmen dieser Arbeit sprengen würde.

2.3. Mikromechanik

Wie beschrieben wird die Bruchmechanik unter Betrachtung der Belastungsart in zwei Bereiche unterteilt: in die quasistatische Bruchmechanik und in die Ermüdungsbruchmechanik. Zunächst werden hier kurz verschiedene Methoden zur Bestimmung der Bruchfestigkeit, also unter quasistatischer Belastung, angerissen, worauf ein detaillierter Literaturüberblick zur Mikroermüdungsbruchmechanik folgt.

2.3.1. Quasistatische Mikrobruchmechanik

Eine vergleichsweise einfach herunterskalierbare Methode ist der Indentation Fracture Test [88]. Hier werden Risse ausgehend von einem Härteeindruck bewertet und, zusammen mit Härte, maximaler Kraft und E-Modul, die kritische Bruchzähigkeit K_{IC} bestimmt. Um eine geeignete Auswertung durchzuführen, ist die Rissausbreitung in Kombination mit der Indentergeometrie zu bewerten. Mit dem Aufkommen der Na-

noindentationsgeräte konnte die Methode von Makro-Härtemessungen entsprechend auf Nanoindentationsmessungen überführt werden [89, 90]. Schwachstelle ist die Interpretation der Rissform, da diese für die Auswertung eine entscheidende Rolle spielt und nicht immer eindeutig kategorisierbar ist [84, 91]. Ausgehend von dieser Methode hat sich das Mikropillar Splitting entwickelt [92]. Hierbei wird das Volumen durch den Mikropillar begrenzt, mit spitzer Nanoindentergeometrie geprüft und die Risse sowie die Kraft ähnlich wie beim Indentation Fracture Test bewertet. Vorteil ist eine höhere laterale Auflösung kombiniert mit der Einfachheit des Tests [93, 94].

Die ersten, an makroskopischen 3-Punkt-Biegeversuche angelehnten Experimente, an mit dem FIB geschnittenen Mikrobiegebalken zur Bestimmung der Bruchzähigkeit wurden von Maio et al. [95] sowie Halford et al. [96] 2005 publiziert. Als Anriss wurde auf eine mit dem FIB geschnittene Kerbe zurückgegriffen. Der Kerbradius und FIB-Einfluss stand im Weiteren im Fokus. Kerben wurden mit einem Radius von 15 bis 50 nm [97, 98, 99] gefertigt und ein Einfluss der FIB Ionen Art auf die Bruchzähigkeit konnte nicht ausgeschlossen werden [97].

In Anlehnung an Normen der makroskopischen Bruchmechanik wurde die unterschiedliche Wirkung von Kerben und Anrisse auf die Prüfung untersucht. Wurster et al. [100] fanden keinen Unterschied in Wolfram, wohingegen Grünwald et al. [101] in einkristallinem CMSX-4 und Takashima et al. [102] in amorphem Ni-P einen Unterschied im Verformungs- und Bruchverhalten feststellen konnten. Grünwald et al. konnten für einen gekerbten Balken ein Aufbiegen mit starker Abstumpfung beobachten, wohingegen beim Balken mit Ermüdungsanriss echtes Risswachstum bei quasistatischer Belastung festgestellt wurde. Takashima et al. stellten für einen gekerbten Biegebalken eine um ca. 50 % höhere Bruchlast im Vergleich zu einem Balken mit Anriss fest. Hieraus wird deutlich, dass immer das untersuchte Material, die Probengröße sowie der Kerbradius eine Rolle spielen. Seit der Einführung der Methode wurden zahlreiche Versuche an verschiedenen Materialien (TiAl [96], Si [103], W [104]), unter verschiedenen Einflüssen wie Temperatur [105, 106], Wasserstoff [107, 108, 109] und Größen von einigen 100 nm im Transmissionselektronenmikroskop (*transmission electron microscope*, TEM) [110] über einige Mikrometer bis zu 35 µm [111, 112] durchgeführt. Am Beispiel von einkristallinem Silizium seien exemplarisch relevante Arbeiten zu Größen- und Temperatureffekten kurz vorgestellt. Issa et al. [110] untersuchten den Übergang von sprödem zu duktilem Materialverhalten in Si, der aufgrund der Probengröße auftritt und fanden eine steigende Bruchzähigkeit für Proben unter 250 nm hin zu 90 nm auf bis zu $3,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Für Si-Proben im unteren Mikrometerbereich fanden Jaya et al. [103] konsistente Bruchzähigkeiten für verschiedene Prüfgeometrien in Höhe von

$0,8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, was in guter Übereinstimmung mit makroskopischen Messungen liegt. In einer weiteren Untersuchung bei Temperaturen von bis zu 600°C konnten Jaya et al. [105] eine Veränderung des spröd-duktil Übergangs auf der Mikroskala bei Balken mit einem Querschnitt von 2 mal $2 \mu\text{m}$ feststellen. Der Anstieg der Bruchzähigkeit erfolgt dabei kontinuierlich bereits ab 300°C und nicht so scharf wie im makroskopischen Regime. Einen Vorschlag eines Größenkriteriums für eine valide Bestimmung der Bruchzähigkeit geben Rajpoot et al. [113] in ihrer Publikation mithilfe von Simulationen und zugehörigen experimentellen Daten. Bei der 3-Punkt-Biegung bildet sich ein Mode I dominiertes Spannungsfeld vor der Riss spitze aus. Neben dieser Mode I Belastung wurden auch Probengeometrien geprüft, in denen die Mode II und III Spannungsfelder dominieren [114].

2.3.2. Mikroermüdungsbruchmechanik

Zur Durchführung von Ermüdungsversuchen muss eine zyklische Beanspruchung kontinuierlich, in der Regel über einen längeren Zeitraum, auf eine Probe aufgebracht werden. Die Dauer variiert mit der Ermüdungsfrequenz und benötigten Zyklengesamtzahl, welche bei einigen 10 000 bis hin zu 10^8 bis 10^9 liegen kann. Dies stellt die Prüftechnik vor zusätzliche Herausforderungen im Vergleich zu einer quasistatischen Belastung der Probe innerhalb weniger Sekunden bis Minuten. Ermüdungsrisswachstumsversuche auf der Mikroskala werden selten durchgeführt, während Ermüdungsversuche an Proben ohne Risse, die klassischerweise durchgeführt werden, um die Schwingfestigkeit zu bestimmen, etabliert sind. Da die Prüftechnik für beide Versuchsarten ähnlich ist, wird zunächst ein kurzer Überblick über Ermüdungsversuche an Proben ohne Riss gegeben. Bei der Ermüdung kommen verschiedene Probengeometrien in Betracht, von Zugproben [115, 116], über Biegeproben [117, 118] zu Mikropillarproben [119, 120], welche sich wiederum in dem ausgebildeten Spannungsfeld unterscheiden und je nach Anwendungsfall gewählt werden. Der einfache Mikropillarversuch kann bei zyklischer Belastung lediglich in Druckbelastung durchgeführt werden und liefert ein homogenes uniaxiales Druckspannungsfeld. Dies ist geeignet, um mit möglichst definierten Randbedingungen Mikrostrukturveränderungen unter zyklischer Druckbelastung zu untersuchen [119, 120]. Für den umgekehrten Fall, zyklische Zugbelastung mit möglichst uniaxalem Spannungszustand, kommen Zuggeometrien mit Greifer in Frage. Hier können wie bei Szczeplanski et al. [115] gezeigt Mikrostrukturveränderungen sowie die Zyklenzahl bis zur Rissinitiierung und Versagen getestet werden. Für komplexere Spannungsbedingungen (sowie Risswachstumsuntersuchungen) kommen Mikrobiegeproben (wie schon bei der

quasistatischen Bruchmechanik) in Frage. Hier können Zug-Druckwechselbelastungen mit einem Spannungsverhältnis $R < 0$ aufgebracht werden.

Bei ungekerbten Balken kann, wie bei Zugproben, die Mikrostrukturveränderung oder auch Zyklenzahl bis zur Rissinitiierung (Schwingfestigkeit, nach Wöhler [121, 122]) untersucht werden. Hier seien beispielhaft drei Untersuchungen herausgegriffen. Kapp et al. [32] haben feinkörnige Cu-Balken im Bereich der Kurzzeitschwingfestigkeit (*low cycle fatigue*, LCF) zyklisch belastet und konnten Entfestigung mit Kornwachstum in Verbindung bringen. Die Mikroprobe ermöglicht hier eine genaue Analyse, welche Körner wachsen oder kleiner werden. Eine weitere Studie wurde von Lavenstein et al. [123] publiziert. In dieser wurden Balken aus Nickelbasissuperlegierung zyklisch in Zug-Druck mithilfe einer mit elektronenstrahlhärtendem Klebstoff befestigten Indenterspitze belastet und die Steifigkeit ausgewertet. Neben Mikrostrukturveränderungen konnte die Zyklenzahl bis zum Versagen durch Rissbildung und -wachstum untersucht werden. Gabel et al. [124] haben feinkörnige Cu-Balken einseitig belastet und die Dehnungssamplitude bei konstanter Spannungsamplitude als Kriterium für Versagen herangezogen, um Wöhler-Kurven zu erstellen. In diesen Versuchen wurden, angelehnt an makroskopische Untersuchungen, keine Ermüdungsrißwachstumsparameter untersucht.

Ermüdungsrißwachstumsuntersuchungen an kleinen Proben mit Bestimmung der Risswachstumsgeschwindigkeit da/dN sowie des zyklischen Spannungsintensitätsfaktors ΔK gibt es nur wenige. Die älteste der Autorin bekannte Arbeit haben Maekawa et al. [125] 2000 veröffentlicht, welche von Takashima et al. [126] 2001 am gleichen Institut verfeinert und 2005 von Takashima et al. [102] mit erweiterten Bruchzähigkeitsuntersuchungen zusammengeführt wurde. In diesen Arbeiten wurde ein 12 µm dicker Dünnfilm aus amorpher Ni-P-Legierung untersucht. Es wurde eine selbst entwickelte Testmaschine verwendet und die Proben wurden mit einem FIB aus dem Dünnfilm geschnitten und gekerbt mit den folgenden Dimensionen: die Probenbreite W entspricht der Foliendicke von 12 µm, der Hebelarm L ist 30 µm und die Dicke B in den meisten Versuchen 10 µm wobei einmalig zu 30 µm variiert wurde. Es wurde mit einer Frequenz von 10 Hz mit Spannungsverhältnissen R von 0,1, 0,3 und 0,5 ermüdet. Ein Steifigkeitsabfall durch Rissentstehung am Kerb wurde nach ca. 10 000 Zyklen gemessen, das folgende Risswachstum (innerhalb 1 000 Zyklen) bis zum Versagen hingegen erfolgte wesentlich schneller. Die hohe Zyklenzahl bis Rissinitiierung wird von den Autoren auf die im Vergleich zu einem natürlichen Riss relativ stumpfe FIB Kerbe mit 0,25 µm Radius zurückgeführt. Um den Einfluss des Kerbradius zu untersuchen stellen sie eine von ihnen nur bei Bruchzähigkeitsmessungen angewandte Methode zur Anriss-Induzierung vor, Cyclic Compression, welche im Makroskopischen gut untersucht ist [127, 128]. Die Rissfort-

schrittsrate wurde am Abstand von Schwingstreifen (Striations) auf der Bruchfläche und der Spannungsintensitätsfaktor mithilfe des Makro-Geometriefaktors für einseitig gekerbte Dreipunktbiegung (*single-edge notched bend*, SENB)-Proben gemessen. Der Rissfortschritt wurde über den Spannungsintensitätsfaktor aufgetragen und es konnte eine höhere Risswachstumsgeschwindigkeit mit steigendem R festgestellt werden. Die Datenlage ist sehr dünn, pro Belastungsverhältnis wurde nur eine Probe gezeigt.

Diese von Takashima eingeführte Methode wurde zunächst nicht aufgegriffen oder fortgeführt. Eisenhut et al. [129] publizierten 2017 eine Arbeit zu Ermüdungsrißwachstum in Mikrobiegebalken, um das Zusammenspiel mit dem Versetzungsauftau an der neutralen Achse des Biegebalkens zu untersuchen. Ausgehend von einem FIB-gekerbten Balken aus der Nickelbasislegierung CMSX-4, dem Querschnitt 10 µm mal 10 µm und Hebelarm 42,5 µm, wurde die Probe im Rasterelektronenmikroskop (*scanning electron microscope*, SEM) mit einem Greifer beidseitig bei $R=-0,8$ verschiebungskontrolliert ermüdet. Es konnte bereits nach 1 800 Zyklen ein Risswachstum visuell und über eine fallende Steifigkeit identifiziert werden. Die gleiche Methode nutzten Grünewald et al. [130, 131] zur Rissinitiierung in CMSX-4 Mikrobiegebalken. Nach dem Anriss wurde einseitig mit einem R von 0,1 kraftkontrolliert fortgefahrene und eine Risswachstumskurve aufgenommen. In dieser Arbeit wurde die Wechselwirkung von Risswachstum mit einer Korngrenze untersucht. Dabei konnte eine Abnahme der Risswachstumsgeschwindigkeit festgestellt werden. Es wurden wie im makroskopischen Fall nach Paris-Erdogan m sowie C ausgewertet, was diese Arbeit im Vergleich zu Takashima noch erweitert.

Eine limitierende Randbedingung der Prüfmethode von Eisenhut et al. [129] und Grünewald et al. [130, 131] zu größer angelegten Testreihen ist die Prüffrequenz im Bereich von 0,5 Hz, was die Rissinitiierung als Ausgangspunkt zum eigentlichen Versuch je nach Material und Gefüge sehr zeitaufwendig machen kann. Gabel et al. [132] stellten 2022 einen neuen Ansatz vor, in der eine Methode zur kontinuierlichen Steifigkeitsmessung (*continuous stiffness measurement*, CSM)[133] des Nanoindenters zur Ermüdung genutzt wird. Dies ermöglicht in den publizierten Versuchen eine Ermüdungsfrequenz von 400 Hz. Es wurden ein metallisches Glas sowie Wolfram, d.h. spröde Werkstoffe mit hoher Fließspannung, untersucht. Eine vorgelagerte Rissinitiierung wird nicht durchgeführt, sodass eine Beeinflussung der Ergebnisse durch die FIB-Kerbe nicht ausgeschlossen werden kann. Hier ist vor allem für duktile Materialien die Methode nach Grünewald et al. [130, 131] im Vorteil. Eine Rissinitiierung mit negativem R ermöglicht das Einbringen eines Risses mit geringerer Spannung und somit beeinflusst eine aufgrund der Kerbe zu Beginn größere plastische Zone nicht das folgende Risswachstum. Neben den Werten von m und C der Paris-Gleichung wurde von Gabel et al. [132] der

Schwellwert ΔK_{th} bestimmt. Es wurde nur der Anfangswert der jeweiligen Messungen bestimmt, bei dem das Risswachstum beginnt. Dies entspricht dem ΔK , bei dem das Risswachstum aus den FIB-Kerben beginnt. Wie im Theorieteil zur Bruchmechanik in Kapitel 2.1.3 beschrieben, wird in der Norm zur Bestimmung von ΔK_{th} ein Rissstoppen aus der Lastabsenkung, ausgehend aus einem bereits wachsenden Ermüdungsriß, gefordert. Nur so ist eine normgerechte Bestimmung von ΔK_{th} möglich.

2.3.3. Herausforderungen der mikromechanischen Prüfung

Zusammenfassend seien folgende Herausforderungen hervorgehoben:

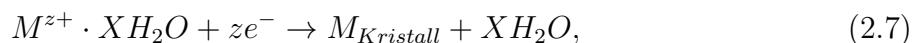
- Probenherstellung
 - Einige Probengeometrien der Normen (ASTM E399 [44], ASTM E647 [18]) sind fertigungstechnisch nicht möglich, wie CT-Probe und SENB-Proben.
 - Methoden zur Herstellung von Proben unterschiedlicher Größe müssen zur Verfügung stehen.
- Prüfequipment
 - Der Kraft- und Wegbereich sowie deren Auflösung müssen zu Probenabmessungen und -material passen.
 - Eine integrierte Risslängenmessung oder -berechnung während des Versuchs als Regelparameter ist nicht implementiert, wäre aber aufgrund der Prüfanforderungen für bspw. ΔK_{th} Messungen für weitergehende Untersuchungen dringend erforderlich.
- Normen, Ermüdungsriß
 - Abweichungen von den Normen bzgl. Probengeometrie und Versuchsführung sind unvermeidbar.
 - Ermüdungsrisse sind je nach Material notwendig und hinsichtlich der Versuchsführung (Zug- und Druckbelastungen) und Größeneffekten anspruchsvoll zu erzeugen.

2.4. Elektrodeposition

Nach einer Einführung in die allgemeinen Grundlagen der Elektrodeposition (*electrodeposition*, ED) werden die für die vorliegende Arbeit besonders relevanten Aspekte, die Grenzflächenprozesse an der Kathode sowie die Einflussfaktoren auf die chemische Zusammensetzung und die Mikrostruktur der Abscheidung näher betrachtet.

2.4.1. Grundlagen

Die folgende Übersicht basiert auf der Standardliteratur [134, 135, 136]. Bei der ED werden in einem Elektrolyten befindliche Metallionen durch Aufnahme von Elektronen an der Substratoberfläche reduziert. Dabei ist das Substrat (Kathode) mit einer Anode über eine Strom- oder Spannungsquelle für galvanostatische bzw. potentiostatische Abscheidung verbunden. Kathode und Anode sind mit einer Ionenbrücke verbunden oder befinden sich im gleichen Elektrolyten. Der Prozess der Metallabscheidung kann wie folgt formuliert werden:



mit den hydratisierten Metallionen $M^{z+} \cdot XH_2O$ und der elektrischen Ladung z . Für den Zusammenhang zwischen geflossener Ladung \mathcal{Q} und Masse m des abgeschiedenen Metalls hat Faraday [137] zwei Gesetze aufgestellt, die sich zusammengeführt als Faraday-Gesetz etabliert haben:

$$m = \frac{\mathcal{Q} \cdot M}{z \cdot \mathcal{F}}, \quad (2.8)$$

mit der Molmasse M , der Faraday-Konstante $\mathcal{F} = 96\,485 \text{ C/mol}$ und der Ladung $\mathcal{Q} = \mathcal{I}_m \cdot t$ mit der mittleren Stromdichte \mathcal{I}_m und der Abscheidedauer t . Die Faraday-Konstante entspricht der benötigten Ladungsmenge für die Abscheidung von einem Mol einwertiger Ionen. Über die Multiplikation mit z werden entsprechend mehrwertige Ionen berücksichtigt. Wie viel in der Realität abgeschieden wird, hängt von der Effizienz und damit möglichen Nebenreaktionen im System ab.

Mit einem angelegten Strom stellt sich eine Spannung ein und anders herum. Ob eine Anlagerung der Metallionen aus einem Elektrolyten an ein Substrat stattfindet, Elektrokristallisation genannt, hängt davon ab, ob die notwendige Überspannung erreicht ist. Die Überspannung ist die tatsächlich erforderliche Spannung, die die Redoxspannung und die Spannung für alle weiteren während des Prozesses auftretenden Reaktionen und

Vorgänge umfasst. Darunter fällt die Adsorption des Metallions sowie das Abstreifen der Solvathülle bis zur Anlagerung des Metallions an einem energetisch günstigen Platz. Die theoretisch notwendige Redoxspannung ist abhängig von der Konzentration der Ionen bzw. ihrer Mobilität und der Temperatur des Elektrolyten. Der Zusammenhang wird mit der Nernst-Gleichung mathematisch wie folgt beschrieben:

$$\mathcal{E} = \mathcal{E}^0 + \frac{\mathcal{R} \cdot T}{\mathcal{F}} \cdot \ln \frac{c_{\text{Ox}}}{c_{\text{Red}}} \quad (2.9)$$

Hier ist \mathcal{E} das Elektrodenpotential, \mathcal{E}^0 das Standardelektrodenpotential, das die Redoxspannung bezogen auf die Standardwasserstoffelektrode angibt, \mathcal{R} die universelle Gaskonstante, T die absolute Temperatur in Kelvin und \mathcal{F} die Faraday-Konstante. Um das Elektrodenpotential zu beeinflussen, können die Konzentrationen c_{Ox} der oxidierten Spezies und c_{Red} der reduzierten Spezies bzw. das Verhältnis der Konzentrationen verändert werden. Bei der elektrochemischen Abscheidung aus einem Elektrolyten auf ein Substrat kann die Konzentration des Substrates, c_{Ox} , mit 1 angenommen werden. Damit kann über die Konzentrationsänderung im Elektrolyten das Elektrodenpotential beeinflusst werden. Dies ist relevant, wenn aus einem Elektrolyten gezielt verschiedene Ionenarten reduziert werden sollen, wie bei der in Abschnitt 2.4.3 diskutierten Schichtherstellung zur Materialvariation.

Bereits 1837 beschrieb De la Rive [138] einen Einfluss des Strom-Zeit-Verlaufes auf elektrochemische Abscheidungen. Für die gepulste Elektrodeposition (*pulsed electrodeposition*, PED) können neben Rechteckfunktionen auch komplizierte Strom-Zeit-Verläufe verwendet werden, wobei sich die vorliegende Arbeit auf erstere beschränkt. Hier wird die mittlere Stromdichte \mathcal{I}_m aus der Dauer des Pulses t_{on} sowie der Pulspause t_{off} und der Peak-Stromdichte \mathcal{I}_P bestimmt:

$$\mathcal{I}_m = \frac{t_{\text{on}}}{t_{\text{on}} + t_{\text{off}}} \cdot \mathcal{I}_P. \quad (2.10)$$

Der Tastgrad (*Duty Cycle*) \mathcal{D} ergibt sich aus obigen Parametern als weiterer Kennwert der Abscheideparameter wie folgt:

$$\mathcal{D} = \frac{t_{\text{on}}}{t_{\text{on}} + t_{\text{off}}}. \quad (2.11)$$

Neben diesen theoretischen Beschreibungen der ED spielt der Elektrolyt, dessen Zusammensetzung, und in Kombination mit dem Strom-Zeit-Verlauf die damit verbundene Ionenbewegung eine große Rollen für ein homogenes, kompaktes Deposit und dessen

Mikrostruktur. Da dies insbesondere bei der Parametervariation für die Ni/Cu sowie nc/cg-Ni Schichten von Bedeutung ist, werden hier kurz verschiedene Einflussfaktoren auf die Ionenbewegung sowie die elektrochemische Doppelschicht beschrieben.

In den vergangenen zwei Jahrhunderten gab es verschiedene Ansätze, die Anordnung der Ionen in einer Lösung an der Grenzfläche zu einer metallischen Elektrode zu erklären. Aus den verschiedenen Ansätzen hat sich über Helmholtz, Gouy-Chapman und Stern, um nur einige zu nennen, die heutige Vorstellung der elektrochemischen Doppelschicht, nach dem Stern-Graham-Modell, entwickelt. Eine solche Anordnung stellt sich ein wenn zwischen zwei Elektroden in einer Lösung eine Potentialdifferenz besteht (Abb. 2.10). Dadurch sind entweder mehr oder weniger Elektronen im Metall vorhanden als im ladungsneutralen Zustand und ziehen damit gegensätzliche Ladungsträger in der Lösung an. Die erste Schicht direkt an der Metallgrenzschicht sind die adsorbierten Ionen, welche mit dem Abstand ihres Schwerpunktes die innere Helmholtzebene bilden. Diese erste Schicht wird auch als starre Schicht bezeichnet. Als Helmholtz Doppelschicht werden die oberflächennahen Ladungen des Metalls zusammen mit den entsprechend gegensätzlichen Ladungen der Lösung bezeichnet. Das elektrische Potential nimmt in dieser Schicht linear ab. Diesen spezifisch adsorbierten Ionen folgen hydratisierte, nicht spezifisch adsorbierte Ionen, welche ebenfalls durch ihre Schwerpunkte eine Helmholtzebene aufspannen, die äußere Helmholtzebene. Mit diesen Ionen beginnt die diffuse Schicht, wobei das elektrische Potential bis in die Lösung hinein abnimmt und deren Dicke mit der Ionenkonzentration in der Lösung zusammenhängt.

Die Nernst-Schicht beschreibt den Bereich vor der elektrochemischen Doppelschicht, in der es aufgrund der Anlagerung von Ionen an die Elektrodenoberfläche im Elektrolyten zu einer Verarmung an Ionen kommt. In diesem Bereich führt lediglich die Diffusion aufgrund des Konzentrationsgradienten zu Nachschub von Ionen. Wenn die Anlagerung der Ionen schneller ist, als die Diffusion hin zur Elektrode, kommt es zu einer Verarmung und damit zu verlangsamtem Schichtwachstum. Ein solches Schichtwachstum wird massetransportkontrolliert genannt.

Weitere Ursachen der Ionenbewegung sind die Migration und Konvektion, neben der bereits genannten Diffusion. Das elektrische Feld zwischen Kathode und Anode führt zur Migration von Ionen, welche jedoch eine Bewegung sehr geringer Geschwindigkeit darstellt und vernachlässigt werden kann. Die Konvektion dagegen kann durch mechanisches Rühren oder auch Lufteinblasen beeinflusst werden, neben der durch thermische Gradienten bestehenden Konvektion. Die Konvektion kann die Dicke der Nernst-Schicht beeinflussen.

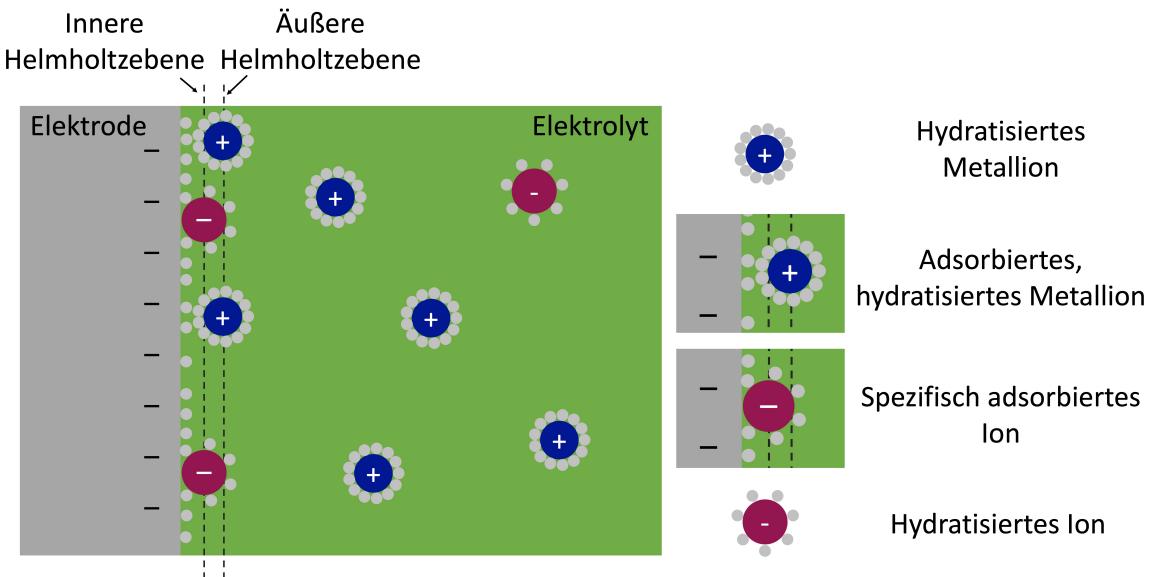


Abbildung 2.10: Schematische Darstellung des Aufbaus der elektrochemischen Doppelschicht nach dem Stern-Graham-Modell. Zeichnung in Anlehnung an Wittstock [136].

2.4.2. Einfluss der Abscheidungsparameter auf die Mikrostruktur

In der vorliegenden Arbeit war ein Ziel, die Korngröße zu variieren, um Schichtsysteme aus cg- und nc-Ni abzuscheiden. Für die Entwicklung der Korngröße sind bei der Anlagerung von Atomen an das Deposit die Mechanismen Keimbildung und Kornwachstum zu betrachten. Im Allgemeinen lagert sich ein Atom am ehesten dort an, wo die geringste Energie benötigt wird, also zum Beispiel wenig oder keine neue Oberfläche gebildet werden muss. Dies ist an Wachstumskanten der Fall im Vergleich zu einer freien Fläche. Um zu solchen, energetisch guten Positionen zu gelangen, diffundieren die bereits als Adatome angelagerten Atome auf der Oberfläche. Die Beeinflussung von Oberflächen-diffusion und Keimbildungsrate ist eine Möglichkeit, die Korngröße gezielt zu verändern. Dies kann durch zwei Ansätze erfolgen, der Veränderung des Strom-Zeit-Verlaufs und/oder durch die Zugabe von Additiven. Hinsichtlich des Strom-Zeit-Verlaufs besteht die Möglichkeit, mit höherer Stromdichte die Keimbildungsrate zu erhöhen und damit die Korngröße zu reduzieren. Um dabei nicht durch fehlenden Ionennachschnitt in ein massetransportkontrolliertes Limit zu gelangen, wird sich der PED bedient. Durch die Strompausen wird der Nachtransport der Ionen auch bei hohen Peak-Stromdichten gewährleistet. Das organische Additiv Saccharin wirkt nach El-Sherik und Erb [139], auf drei Arten auf die Korngröße. (1) Saccharin reduziert die Überspannung für die Ni-Reduktion, was die Keimbildungsrate erhöht. (2) Eine Adsorption des Saccharins an

Wachstumskanten bestehender Kristallite verhindert deren Wachstum und führt zur neuer Keimbildung. (3) Saccharin verringert durch Adsorption auf der Oberfläche die Oberflächendiffusion der Adatome, was ebenfalls die Keimbildung fördert.

Für das Ziel, aus einem Elektrolyten ohne Veränderung der Zusammensetzung nc- und cg-Ni abzuscheiden, müssen die Additive also so knapp bemessen werden, dass alleine mit Änderung der Stromparameter das Verhältnis von Kornbildung zu Kornwachstum genügend beeinflusst werden kann. Hierbei können in der PED neben der Peak-Stromdichte die Puls-on-Zeit sowie die off-Zeit variiert werden.

2.4.3. Einfluss der Abscheidungsparameter auf die chemische Zusammensetzung

Mit einer Änderung des Potentials bzw. Stroms bei einer Abscheidung aus einem Elektrolyten mit verschiedenen Ionen lassen sich Deposite mit verschiedenen Zusammensetzungen herstellen. Das hierfür mitentscheidende Redoxpotential, oder auch Elektrodenpotential, ist über die Nernstgleichung 2.9 beschrieben. Dabei spielen die Konzentrationen der jeweiligen Ionen und das Verhältnis der Konzentrationen neben dem angelegten Potential bzw. Strom eine Rolle. Weiter haben die Abläufe direkt vor der Kathodenoberfläche, also in der elektrochemischen Doppelschicht und Diffusionsschicht Einfluss auf das Deposit. Wie Miyake et al. [140] schreiben ist für möglichst reine Abscheidung zweier Elemente aus einem Elektrolyten ein Verhältnis von 1:100 von edlerem Element zu unedlerem Element vielversprechend.

Mit Betrachtung des Strom-Potentialverlaufs, ermittelt aus einer Cyclovoltammetrie (CV)-Messung, können Prozesse, die vor der Kathode ablaufen, charakterisiert werden [141, 142]. Der CV-Verlauf gibt an, welcher Strom sich bei gegebenem Potential einstellt, wobei die Versuchsführung und Parameter hier die absoluten Werte beeinflussen. Für eine gezielte Abscheidung verschiedener chemischer Zusammensetzungen aus einem Elektrolyten sind getrennt einstellbare Strom-Potentialbedingungen notwendig. In Abbildung 2.11 ist ein schematischer CV-Verlauf für einen Elektrolyten mit einer Ionensorte sowie vergleichend mit zwei Ionensorten dargestellt. Idealerweise weist bei Zugabe der zweiten Ionensorte der Verlauf einen Bereich einer zusätzlichen Reaktion auf, der dann für die Abscheidung genutzt werden kann. Ein direktes Übertragen der CV-Messung auf eine Abscheidung ist jedoch aufgrund der unterschiedlichen Versuchsbedingungen nicht möglich.

Eine potentiostatische Abscheidung bringt den Vorteil, dass die verschiedenen Potentiale gezielt eingestellt und gehalten werden können. Dieser Abscheidemodus ist jedoch

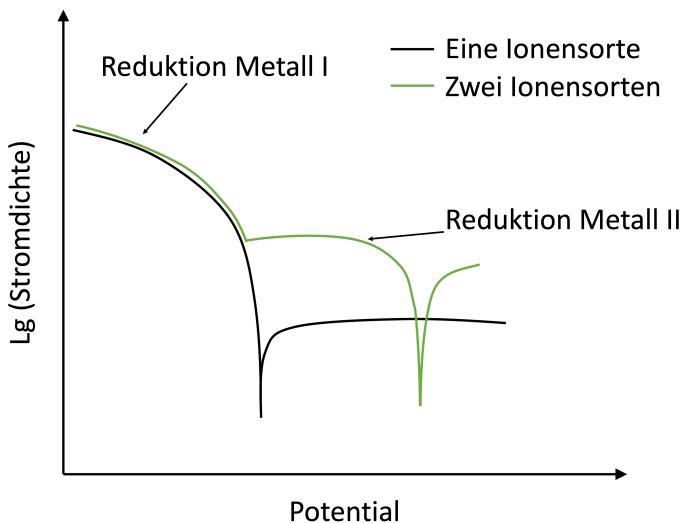


Abbildung 2.11: Schematische CV-Kurve eines Elektrolyten mit einer (schwarze Kurve) und mit zwei Metallionensorten (grüne Kurve).

aufgrund der benötigten Referenzelektrode zur genauen Bestimmung des Potentials fehleranfälliger und komplizierter. Zudem muss für eine gezielte Einstellung der Abschiededicken der Strom gemessen und in die Steuerung einbezogen werden, da kein direkter Zusammenhang zwischen Potential und Schichtdicke besteht.

2.4.4. Herstellung von metallischen Schichtsystemen

Der Modellwerkstoff zur Untersuchung des extrinsischen Größeneffektes, nc-Ni, wird mittels PED aus einem Nickelsulfamat-Elektrolyten hergestellt. Hierfür wurden Parameter aus vorherigen Arbeiten der Gruppe [143, 144, 145] verwendet. Die Details sind den genannten Arbeiten zu entnehmen. Die Schichtherstellung zur Untersuchung des intrinsischen Größeneffektes, Ni/Cu sowie nc/cg-Ni, wurde in der vorliegenden Arbeit entwickelt. Zur Einordnung wird hierzu ein kurzer Literaturüberblick gegeben.

Aliofkhazraei et al. [146] haben in einem Review sehr umfangreich Publikationen und Entwicklungen von über ED hergestellten Multischichtsystemen zusammengefasst. Beginnend bei der Variation des Materials, Ni und Cu, seien folgende Publikationen erwähnt: Lamovec et al. [147] haben Ni/Cu Schichten aus zwei getrennten Elektrolyten (Zweibadsynthese) hergestellt (Zweibadsynthese), wobei die mechanische Stabilität der Grenzschicht hier nicht überprüft wurde. Agarwal et al. [148] haben aus einem Elektrolyten (Einbadsynthese) Schichten mit unterschiedlichen Ni- bzw. Cu-Gehalten hergestellt. Jedoch ist die Mikrostruktur der Schichten über die Dicke nicht gleichmäßig.

Schichtherstellung von einigen zehn bis 100 µm wurde in der Literatur zu diesen Systemen nicht gefunden. Xue et al. [149] und Zhang et al. [150] haben Schichtsysteme mit Einzelschichtdicke von 8-300 nm hergestellt. Miyake et al. [140] haben den Zusammenhang von Spannung und Strom über Messungen für einen reinen Ni-P-Elektrolyt und einen Ni-P/Cu-Elektrolyt mit einem Konzentrationsverhältnis von 100:1 dargestellt. Hierbei wurden für den Ni-P/Cu-Elektrolyten zwei Bereiche gefunden, die über verschiedene Potentiale oder auch Spannungen zur Abscheidung genutzt werden können. Mit Abscheidungen verschiedener Ströme konnten Cu-Gehalte von 73% erzielt werden aber auch nahezu reine Ni-P Schichten hergestellt werden. Es wurden Schichtsysteme mit Einzelschichten von 50 nm hergestellt. Über die Gesamtdepositdicke und die Möglichkeit die Einzelschichtdicke zu erhöhen ist nichts bekannt.

Über die mikrostrukturelle Variation der Korngröße in Nickel wurde von Chen et al. [151] berichtet. Hier wurden Einzelschichtdicken von 88 nm bis 1 µm erreicht. Genaue Angaben zu den Abscheidebedingungen und der Elektrolytzusammensetzung werden jedoch nicht beschrieben. Weiterhin berichten Daly et al. [152, 153] von NiCo-Multilayern mit Korngrößenvariation, die sie mechanisch charakterisieren. Nähere Angaben zur Materialherstellung wurden nicht gemacht. Die Einzelschichtdicken wurden von 1 µm bis 333 µm variiert. Für Ni/Cu-Schichtsysteme sind die Angaben zur Herstellung detaillierter, jedoch ist die Homogenität der Schichten nicht immer gegeben und die Schichtdicken erreichen nicht die in der vorliegenden Arbeit geforderten Dicken. Daher wurde in der vorliegenden Arbeit die Herstellung für beide Schichtsysteme erarbeitet.

2.5. Einordnung der Arbeit

Abschließend wird die vorliegende Arbeit vor dem Hintergrund des zuvor diskutierten Standes der Forschung eingeordnet. Der Literaturüberblick zur Mikroermüdungsbruchmechanik hat gezeigt, dass es keine etablierte bzw. normierte Methode sowie systematische Untersuchungen des Ermüdungsrisswachstums auf der Mikroskala gibt. Darüber hinaus gibt es nur wenige Untersuchungen an metallischen Mehrschichtsystemen hinsichtlich des Ermüdungsrisswachstums sowohl auf der Mikro- als auch auf der Makroskala. Damit ist das Ziel der Arbeit neben der Etablierung einer Methode zur Untersuchung des Ermüdungsrisswachstums auf der Mikro- und Mesoskala die Untersuchung eines extrinsischen Größeneffektes in der Ermüdungsbruchmechanik. Hierfür wird eine systematische Studie an verschiedenen großen Balken der Geometrieverhältnissen Balkenbreite W : Balkendicke B : Hebelarm L mit $1 : 1 : 4$ und W von von 5 bis $50\mu\text{m}$, durchgeführt. Die Untersuchungsmethode soll auf Proben in einem weiten Größenbereich anwendbar und auf andere Werkstoffe übertragbar sein. Die Probenherstellung erfolgt mit der FIB-Technik an freien Kanten zuvor mechanisch getrennter und polierter Abscheidungen auf Kupfersubstraten. Die für bruchmechanische Untersuchungen wesentliche Rissinitiierung wird unter einer Zug-Druck-Belastung durchgeführt. Zusätzlich soll eine Herstellungsmethode von maßgeschneiderten metallischen Multischichten mit mechanischen Kontrasten in Härte und E-Modul erarbeitet werden. Als Ausblick wird die Untersuchungsmethode auf diese übertragen, sodass die Grundlage für eine systematische Untersuchung auch an inhomogenen Materialien und damit hinsichtlich des intrinsischen Größeneffektes gelegt wird. In Kombination von Werkstoffherstellung und Methodik können so gezielt mechanische Beschränkungen für das Ermüdungsrisswachstum gesetzt und untersucht werden. Dies wird im folgenden Kapitel anhand von drei Veröffentlichungen, Erläuterungen zu den Besonderheiten der Materialherstellung und der Prüfmethodik sowie ergänzenden Versuchen dargestellt. Ein Überblick hierzu ist in Abbildung 2.12 dargestellt.

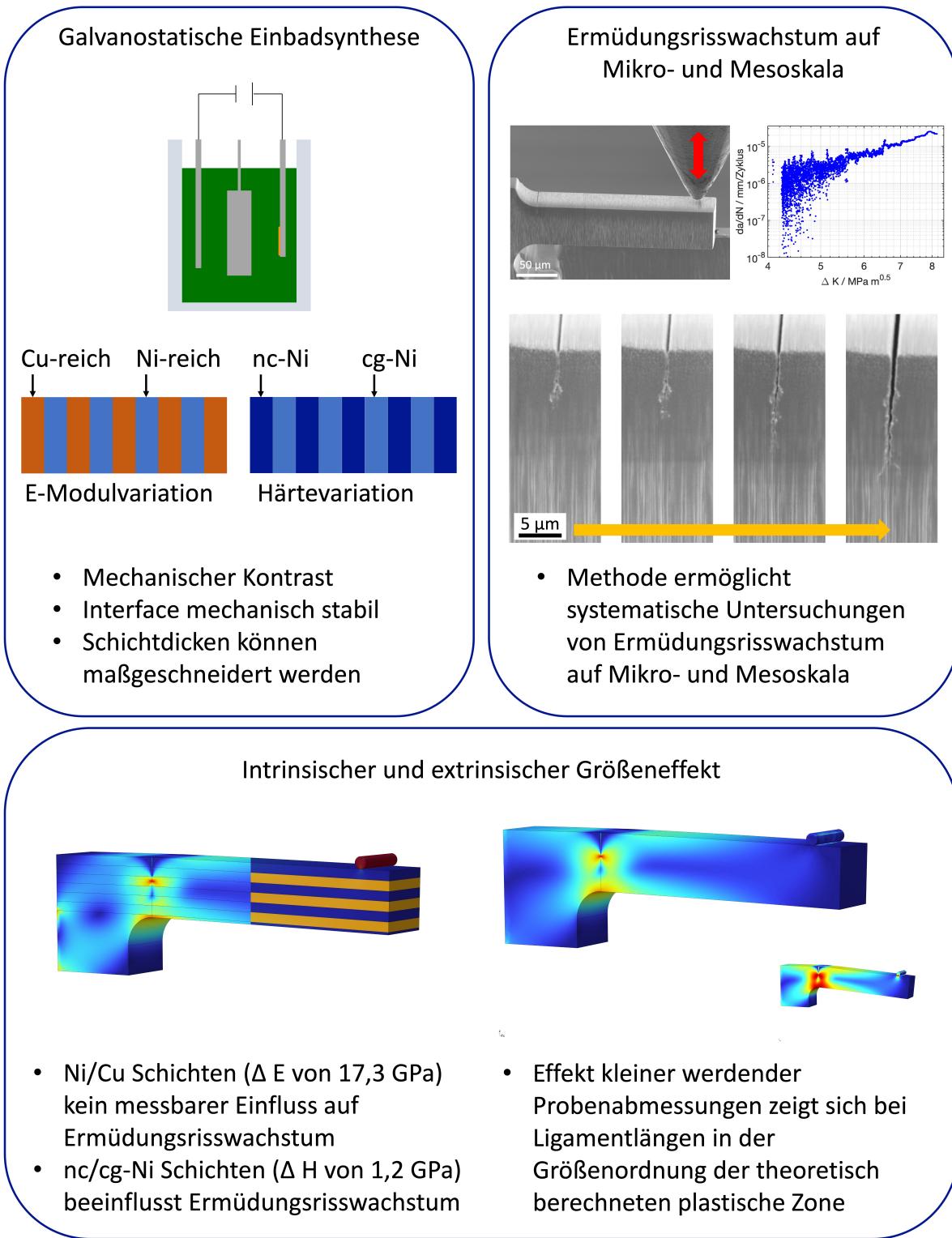


Abbildung 2.12: Übersicht des Forschungsprojektes mit Unterteilung in die Bereiche der Materialherstellung, Methodenentwicklung und Untersuchung des intrinsischen und extrinsischen Größeneffektes in der Ermüdungsbruchmechanik.

3. Versuchsdurchführung und Ergebnisse

In diesem Kapitel wird zunächst auf die Materialauswahl eingegangen, anschließend werden die im Rahmen der Arbeit veröffentlichten Publikationen erläutert und auf Besonderheiten der Arbeit explizit Bezug genommen. Abschließend werden noch nicht publizierte Versuche zum intrinsischen Größeneffekt vorgestellt.

3.1. Materialauswahl

Ziel der Arbeit ist die Untersuchung des extrinsischen und intrinsischen Größeneffektes bei Ermüdungsrißwachstum. Wie in Kapitel 2.2 herausgearbeitet ist die charakteristische Länge die Größe der plastischen Zone r_{pl} . Im Falle des extrinsischen Größeneffektes ist diese in Konkurrenz zur Ligamentlänge $W - a$ zu betrachten. Dem gegenüber steht der intrinsische Größeneffekt, bei dem der Abstand der Riss spitze zu Mikrostrukturänderungen bzw. mechanischen Kontrasten relevant ist. Die Größe der plastischen Zone ist wie in Formel 2.3 beschrieben von der Fließspannung σ_F , der aufgebrachten Kraft sowie der Risslänge, zusammengefasst im Spannungsintensitätsfaktor K , abhängig. Die Fließspannung kann durch die Dehngrenze mit 0,2-% plastischer Verformung $R_{p0,2}$ ersetzt werden, was analog der Normen anwendungs näher ist. Im Folgenden wird für K der maximale Spannungsintensitätsfaktor K_{max} zur Maximalabschätzung bei zyklischer Belastung verwendet. Diese Abhängigkeit ist für den Bereich von 100 bis 1500 MPa in Abbildung 3.1 dargestellt. Bei geringerer Fließspannung ist die plastische Zone bereits bei niedrigeren K_{max} größer. Zur Bestimmung der Ermüdungsrißwachstumsgeschwindigkeit wird bei steigender Risslänge die Kraftamplitude konstant gehalten. Damit steigt K_{max} während des Versuchs und die Größe der plastischen Zone nimmt zu, wobei der Gradient, wie in Abbildung 3.1 zu sehen, bei hoher Fließspannung geringer ist. Daher ist ein Modellmaterial mit hoher Fließspannung zu bevorzugen. Weiter sollte schon bei geringen K_{max} Ermüdungsrißwachstum stattfinden und ein ausgeprägter Paris-Bereich, also Bereich stabilen Risswachstums, vorhanden sein. Damit wird sicher gestellt, dass die plastische Zone klein bleibt und ein genügend großer Bereich stabilen Risswachstums vorhanden ist.

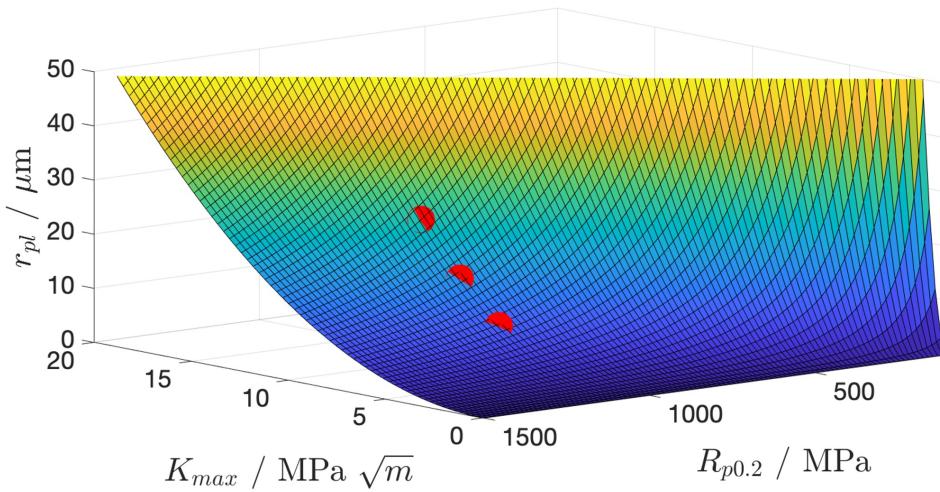


Abbildung 3.1: Abhängigkeit der Größe der plastischen Zone r_{pl} von den Parametern maximaler Spannungsintensitätsfaktor K_{max} und Fließspannung bzw. Dehngrenze mit 0,2-% plastischer Verformung $R_{p0,2}$ im Bereich von 100 bis 1500 MPa. Rote Punkte markieren r_{pl} im Bereich der in vorliegender Arbeit relevanten $R_{p0,2}$, für nc-Ni mit etwa 1100 MPa, und K_{max} von 6 bis 10 $\text{MPa} \sqrt{\text{m}}$ der Mikroproben. r_{pl} ergibt sich hieraus zu 9,5 bis 26,3 μm .

Neben den mechanischen Kennwerten sind die Herstellung des Materials und die Mikrostruktur in die Materialauswahl einzubeziehen. Die Mikrostruktur muss je nach untersuchtem Größeneffekt, extrinsisch oder intrinsisch, verändert werden können. Für den extrinsischen Größeneffekt muss die Mikrostruktur unabhängig von der Probengröße gleich bleiben. Dafür bieten sich nc oder einkristalline Metalle sowie metallische Massivgläser (*bulk metallic glasses*, BMGs) an. Bei letzterem sind die metalltypischen Verformungsmechanismen (Versetzungen, Korngrenzengleiten) nicht vorhanden und damit wären die Ergebnisse nicht allgemein auf kristalline Metalle übertragbar. Bei einkristallinen Materialien kann eine Anisotropie in elastischen und plastischen Eigenschaften die Interpretation und die Übertragbarkeit erschweren.

Nanokristalline Metalle hingegen erfüllen beide Voraussetzungen. Das Verhältnis von einigen Mikrometern Balkenbreite zu einer Korngröße von weniger als 100 nm ergibt ein homogenes Material mit statistischer Verteilung der Körner im Prüfvolumen und damit beeinflussen einzelne Körner nicht maßgeblich das Verhalten. Zuletzt wird im Kontext der Mikrostruktur die mögliche Rissinitiierung betrachtet. Hierbei spielen Spannungskonzentrationen sowie Versetzungsbewegungen eine Rolle. Geometrisch dient zur Spannungskonzentration eine FIB Kerbe. Liegen in diesem Bereich Korngrenzen oder Inhomogenitäten, interagieren die von der Kerbe unter Last emittierten Versetzungen mit diesen und können zur Rissinitiierung führen. Wenn jedoch in diesem Bereich oder

wie bei Mikroproben oftmals die gesamte Probe einkristallin ist, kann es insbesondere bei duktilen Materialien durch die Plastizität am Kerbgrund zwar zu vielen Versetzungen kommen, welche aber ohne Hindernis aus der Probe austreten. Zur Rissinitiierung wird hier in der Regel eine viel höhere Anzahl an Lastwechseln benötigt. Damit eignet sich eine nanokristalline Mikrostruktur auch unter diesem Gesichtspunkt besser als ein Einkristall und ermöglicht zudem eine Variation der Korngröße.

Neben den Randbedingungen für die Mikrostruktur soll die Schichtdicke in ähnlicher Größenordnung wie die Probengröße variiert werden können, also von einigen Mikrometern bis zu einigen zehn Mikrometern. Die Herstellung des Materials über das Verfahren der ED, welches in der Arbeitsgruppe etabliert ist [143, 154, 155], erlaubt es, maßgeschneiderte Multischichten herzustellen. Mögliche weitere Verfahren und Vorteile der ED für die Multischichtherstellung werden in der Einleitung der Publikation **Material**, Kapitel 3.2 diskutiert. Nickel-basierte Beschichtungen sind in der Industrie weit verbreitet [156, 157] und können gut über ED hergestellt sowie mittels PED und Additiven in ihrer Mikrostruktur variiert werden [139, 158]. Neben der Mikrostrukturvariation bietet sich als Materialkombination Kupfer-Nickel aufgrund ähnlicher Gitterparameter, gleicher Kristallstruktur und praktisch vollständiger Mischbarkeit an. Damit ist ein intragranularer Schichtübergang mit geringen Kohärenzspannungen prinzipiell möglich. Darüber hinaus kann es aus wässrigen Elektrolyten abgeschieden werden und ist prozesskompatibel zu Nickel. Bei einem E-Modul von 205,2 GPa für Ni und 123,9 GPa für Cu beträgt der Unterschied zwischen den Schichten je nach Legierungszusammensetzung bis zu 81,3 GPa. Bei einem Cu-Anteil von 48,48 Atom-% wird laut Literatur ein E-Modul von 154,3 GPa erwartet [159].

Die Größe der plastischen Zone kann wie in Abschnitt 2.1.1 erläutert nach Irwin abgeschätzt werden, wobei der Vorfaktor mit $1/\pi$ angenommen wird. Kujawski und Ellyin [160] geben eine Zusammenfassung zur Abschätzung des Vorfaktors für unterschiedliches Verfestigungsverhalten vor der Rissspitze, wobei $1/\pi$ für elastisch-ideal plastisches Materialverhalten und $1/2 \cdot \pi$ für linear elastisches Materialverhalten angenommen wird. Bei letzterer Annahme wird die Größe der plastischen Zone durch den Abstand zur Rissspitze definiert, bei dem die Fließspannung überschritten wird. Ni sowie Cu zeigen bekanntmaßen signifikante Verfestigung und sind damit weder der einen noch der anderen Annahme vollständig zuzuordnen. Damit wird für die Diskussion und den Vergleich der Ligamentlänge mit der plastischen Zone für diese ein Bereich und kein konkreter Wert verwendet. Für einen K_{\max} Bereich von $6\text{--}10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (ΔK_{th} von $3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) und einem $R_{p0,2}$ von 1100 MPa abgeschätzt für nc-Ni liegt die Größe der plastischen Zone zwischen 4,7 und $9,5 \mu\text{m}$, bzw. zwischen 13,2 und $26,3 \mu\text{m}$. Die Probengrößen sollten diesen Be-

reich abdecken können. Die Fließspannung von cg-Ni kann mit 500 MPa abgeschätzt werden [161], wodurch sich die plastische Zone in etwa vervierfachen wird. Damit befindet sich der angenommene intrinsische Größeneffekt bei cg-Ni Schichten bei dickeren Schichten als bei den nc-Ni Schichten, womit diese für die Untersuchung im Fokus liegen. Die Präparation von Biegebalken in dieser Größe kann durch die Kombination von Ga- und Xe-FIB erzielt werden. Die für den Materialabtrag bei der Balkenpräparation nötige Zeit wird wesentlich von den zur Verfügung stehenden Abtragsraten des FIB bestimmt. Abbildung 3.2 (a) zeigt unter Annahme eines typischen Sputterabtrags die in 1 h und 5 h abtragbaren Volumina. Daraus ergeben sich mögliche Balkenbreiten W mit einem Verhältnis $W : B : L$ von 1:1:4 bis zu etwa 50 µm unter Verwendung eines Xe-Plasma-FIB. Abbildung 3.2 (b) zeigt exemplarisch das abgetragene Volumen im Fall von $W = 20 zur Verdeutlichung.$

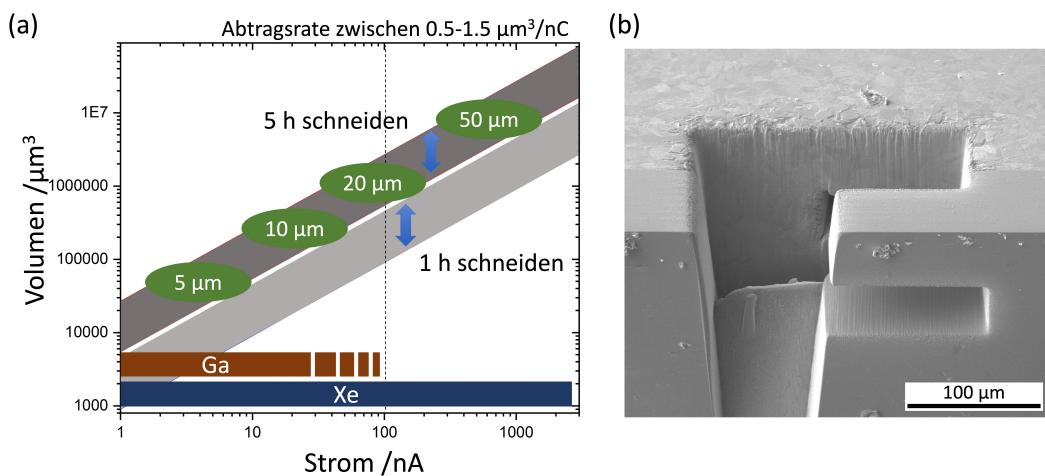


Abbildung 3.2: (a) Abtragsvolumen für 5 bzw. 1 Stunde Strahlzeit als Funktion des Strahlstroms bei typischer Materialabtragsrate und korrespondierender Balkenbreiten W von Mikrobiegebalken für Ga- und Xe-FIB, (b) exemplarischer Grobschnitt für einen 20 µm Balken zur Verdeutlichung des Abtragsvolumens.

Zuletzt muss das Prüfequipment hinsichtlich Kraftmessung und maximaler Verschiebung für die Probengrößen geeignet sein. Damit ist zum einen eine hohe Genauigkeit im niedrigen Kraft- und Verschiebungsbereich für kleine Proben notwendig aber zum anderen auch eine hohe maximale Kraft sowie Verschiebung für große Proben. Zur späteren Interpretation der Ergebnisse ist es hilfreich, den kompletten Bereich mit einem Gerät abdecken zu können. In der Mikromechanik werden meist Nanoindenter zur Belastung der Mikroproben verwendet. Für die Mesomechanik können diese an ihre Grenzen kommen, da der Messbereich des Kraftsensors oder die erreichbare Verschiebung zu gering

sind. Außerdem sind Nanoindenter oft nur für den Druckbereich ausgelegt, sodass die Rissinitiierung mit beidseitiger Belastung nicht durchgeführt werden kann.

Die *in-situ* Prüfung ist essentiell für die Positionierung bei Rissinitiierung. Am Lehrstuhl war ein ASMEC *in-situ* Nanoindenter vorhanden. Hier ist die Kraft im Zug stark begrenzt, auf -30 mN und im Druck können 300 mN aufgebracht werden. Im Rahmen einer UdS Mobil- und DAAD-geförderten Kooperation mit der Universität Tampere, Finnland, konnte eine begrenzte Anzahl von Versuchen mit einem Alemnis *in-situ* Nanoindenter durchgeführt werden. Damit stand eine Kraft von -4 bis 4 N sowie eine Verschiebung von 40 µm zur Verfügung. Über eine mechanische Betrachtung können die benötigten Kräfte und Verschiebungen der oben geforderten Balkengrößen abgeschätzt werden. Dafür werden mit der Balkentheorie Randfaser Spannung und Biegelinie herangezogen. Folgende Betrachtungen sind sehr kompakt dargestellt und können in Lehrbüchern zur Festigkeitslehre der technischen Mechanik vertieft werden [162]. Die Biegespannung σ_b wird über den folgenden Zusammenhang beschrieben:

$$\sigma_b = \frac{M_b}{W_{ax}}, \quad (3.1)$$

mit Biegemoment M_b und dem axialen Widerstandsmoment W_{ax} , wobei sich das Biegemoment durch das Produkt von Kraft F und Hebelarm L , also Abstand zur Kraftaufbringung, ergibt. In das axiale Widerstandsmoment fließt die Querschnittsgeometrie über das Flächenträgheitsmoment I , hier der rechteckige Querschnitt des Balkens, ein:

$$W_{ax} = \frac{I}{a_{max}} \quad \text{mit} \quad I = \frac{B \cdot W_{ax}^3}{12}, \quad (3.2)$$

wobei a_{max} der Abstand zur neutralen Achse ist und damit bei $W/2$ der Randfaser entspricht. Neben der Biegespannung ist die Biegelinie $w(x)$ für eine Abschätzung der benötigten Verschiebung wichtig:

$$w(x) = \frac{M_b(x)}{E \cdot I}, \quad (3.3)$$

wobei x der Abstand von der Einspannung zu Krafteinleitung als Variable einfließt und zur Bestimmung der Verschiebung an der Kraftaufbringung gleich dem Hebelarm L wird und E den E-Modul des Materials darstellt. In Abbildung 3.3 sind die Zusammenhänge zwischen benötigter Kraft und Verschiebung zum quadratischen Querschnitt $B = W$ und Hebelarm $L = 4 \cdot W$ aufgetragen. Stellschrauben bei gegebenem Material sind damit die Geometriegrößen W , B , L . Durch eine Verlängerung des Hebelarms

kann die gleiche Spannung mit geringerer Kraft erzeugt werden, wobei ein längerer Hebelarm gleichzeitig zu einer größeren erforderlichen Verschiebung führt, die durch den verwendeten Indenter begrenzt wird. Bei einer Reduzierung des Hebelarms sind die dadurch erhöhten Querkräfte und damit die gemischten Beanspruchungsmoden I und II zu beachten.

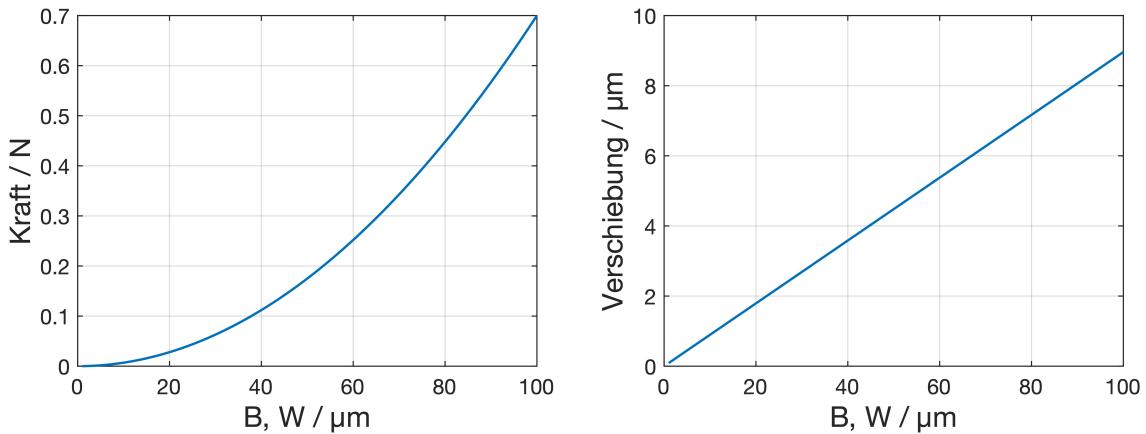


Abbildung 3.3: Abschätzung der benötigten Kraft sowie Verschiebung zur Prüfung von nc-Ni Balken mit quadratischen Querschnitten der Breite bis 100 μm

Damit ist eine Herstellung sowie Prüfung von bis zu 50 μm großen Balken mit vorhandenen Mitteln möglich. Die Limitation besteht hier in der Herstellung der großen Balken. Mit einer Erweiterung der Präparation um einen Vorschnitt der Balkenkontur mit einem Laser [163] können auch größere Balken hergestellt und geprüft werden, da die maximale Kraft sowie Verschiebung des Indenters noch nicht erreicht sind.

3.2. Herstellung der Schichtsysteme

Folgende Publikation **Material** hatte zum Ziel, zwei Multilayersysteme mit mechanischem Kontrast hinsichtlich Härte bzw. E-Modul mit der Möglichkeit herzustellen, die Einzelschichtdicken von wenigen Mikrometern bis zu zehn Mikrometern variieren zu können. Über den Inhalt der Publikation hinaus werden im Kapitel 3.2.1 experimentelle Besonderheiten bei der Herstellung der Schichten und Details dargestellt, um Erkenntnisse aus dem Entwicklungsprozess weiterzugeben.

Es wurden Multischichten mit Einzelschichtdicke von $4\text{ }\mu\text{m}$ hergestellt und charakterisiert. Es konnte eine nc Mikrostruktur und Cu-Anteile von knapp 50 % mit einem reduzierten E-Modul von 169,8 GPa und 15 % Cu-Anteil mit einem E-Modul von 187,2 GPa erzielt werden. Die chemische Zusammensetzung zeigt einen scharfen aber stetigen Übergang, während sich die Kornstruktur kontinuierlich über die Grenze fortsetzt. Mit dem nc/cg-Ni Schichtsystem konnte ein Härteunterschied von 1,2 GPa mit 6,1 GPa in der nc-Ni Schicht erzielt werden. Die nc-Ni Schichten weisen eine Korngröße mit mittlerem Durchmesser von $0,263\text{ }\mu\text{m}$ auf. Die cg-Schichten weisen ein stark säulenförmiges Korngefüge auf, dessen Querrichtung von $0,263\text{ }\mu\text{m}$ bis $0,819\text{ }\mu\text{m}$ und dessen Längsrichtung von $0,334\text{ }\mu\text{m}$ bis $6,455\text{ }\mu\text{m}$ variiert, wobei die Orientierung längs zur Wachstumsrichtung verläuft. Die Grenzen der Schichten sind beim Übergang von nc zu cg gerade und beim Übergang von cg zu nc aufgrund der großen Körner und ungleichen Wachstumsfront uneben. Die Grenzfläche wurde bei beiden Schichtsystemen mittels Mikrobiegung parallel zur Grenzfläche geprüft und ist mechanisch stabil. Damit ist eine Herstellungsmethode für Schichtsysteme etabliert, um gezielt mechanische Kontraste für die Untersuchung des intrinsischen Größeneffektes bei Ermüdungsrisswachstum zu untersuchen.

Tailored nickel base multilayer systems with adjusted grain size and chemical composition

Jutta Luksch¹, Johannes Niegisch¹, Maike Jordt¹, Marion Weissenberger¹, Christoph Pauly^{2,3}, Florian Schaefer¹ und Christian Motz¹

¹ Materials Science and Methods, Saarland University, 66123 Saarbruecken, Germany

² Chair of Functional Materials, Saarland University, 66123 Saarbruecken, Germany

³ CoMiTo, Saarland University, 66123 Saarbruecken, Germany

Publiziert in „Advanced Engineering Materials“, (2025)

DOI: 10.1002/adem.202402331

<https://doi.org/10.1002/adem.202402331>

Lizenz: CC BY 4.0

Eigener Beitrag: conceptualization (equal); data curation (lead); formal analysis (lead); investigation (lead); methodology (equal); project administration (lead); supervision (supporting); visualization (lead); writing—original draft (lead).

Tailored Nickel Base Multilayer Systems with Adjusted Grain Size and Chemical Composition

Jutta Luksch,* Johannes Niegisch, Maike Jordt, Marion Weissenberger, Christoph Pauly, Florian Schaefer, and Christian Motz

Metal multilayers exhibit improved material properties in a wide range of applications. Used as coatings, they can make a component more resistant to wear or corrosion in particular environments. Multilayer coatings can also be used to add additional properties to a component and make it multifunctional. The fabrication and characterization of multilayers are therefore an important issue. Herein, both the fabrication and characterization of Ni/Cu and nanocrystalline/coarse-grained Ni (nc/cg-Ni) multilayers are presented. The production by means of electrodeposition also allows a variation of layer thicknesses from a few nanometers up to a few hundred micrometers and is easily scalable to industrial application. This article describes the single-bath deposition and analyzes the microstructure and composition of the homogeneously deposited Ni/Cu and nc/cg-Ni multilayers. A modulation of hardness in nc/cg-Ni varying from 4.9 to 6.1 GPa is achieved while the elastic modulus is nearly constant. In Ni/Cu multilayers, hardness varies from 6.4 to 6.1 GPa in the Ni- and Cu-rich layers, respectively. Additionally, the reduced Young's modulus ranges from 187.2 (Ni-rich) to 169.8 GPa (Cu-rich). The layer interfaces in both sample types are tested using microbending cantilevers and are found to be pore-free, mechanically stable and show crack-free plastic deformation.

1. Introduction

Multilayers of different materials or different microstructures of one material have enhanced material properties due to the synergies of material properties and can lead to new properties, e.g., giant magnetoresistance. Improved hardness,^[1] toughness,^[2] and reduced wear^[3,4] or improved corrosion resistance^[5] are reported in the literature. As a result, multilayers are used in many products, including roller and ball bearings, cutting tools, and car wheels.^[6] One reason for the improved mechanical properties is a potentially evolving size effect as layer thicknesses decrease. A size effect on yield stress and tensile strength in multilayers with grain size modulation in a NiCo alloy is described. Many thin coarse grain interlayers lead to a deviation from the mixing law above a certain interfacial density.^[7] A size effect in the hardness of multilayers of two different materials has been found in the way that lower layer thicknesses resulted in higher hardness, for instance.^[8–10]

Furthermore, an intrinsic size effect arises from the effect of grain size on plastic deformation behavior. Down to a grain size of about 1 μm, this is described as the well-known Hall-Petch effect where yield strength and hardness increase with $1/d^{(1/2)}$ and is caused by dislocation pile-up at grain boundaries causing a backstress on dislocation sources inside the grain. In the sub-micrometer regime, this trend is still observed, but the exponent can deviate from $-1/2$ due to an increasing role of the grain boundaries (GBs). As grain size decreases, innergranular dislocation sources become scarce and GBs can act as dislocation sinks or even transmit dislocations. Plastic deformation can become dominated by GB sliding, rotation, or migration rather than dislocation movement as grain sizes decrease to 10–20 nm. Hardness decreases due to the so-called inverse Hall-Petch effect. For a comprehensive treatment, the reader is referred to the review by Pineau et al.^[11] As multilayers are composites, the interfacial cohesion is crucial for mechanical behavior.^[12–14]

There are several top-down and bottom-up processes for producing multilayers. The most important of these is briefly described here. Top-down processes include accumulated roll bonding with achievable individual layer thicknesses of a few micrometers and below, where the challenge is to achieve consistent, homogeneous multilayer structures.^[13,15,16] There are

J. Luksch, J. Niegisch, M. Jordt, M. Weissenberger, F. Schaefer, C. Motz
 Materials Science and Methods
 Saarland University
 66123 Saarbruecken, Germany
 E-mail: j.luksch@matsci.uni-saarland.de

C. Pauly
 Chair of Functional Materials
 Saarland University
 66123 Saarbruecken, Germany

C. Pauly
 CoMiTo
 Saarland University
 66123 Saarbruecken, Germany

 The ORCID identification number(s) for the author(s) of this article can be found under <https://doi.org/10.1002/adem.202402331>.

© 2025 The Author(s). Advanced Engineering Materials published by Wiley-VCH GmbH. This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution License, which permits use, distribution and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

DOI: [10.1002/adem.202402331](https://doi.org/10.1002/adem.202402331)

also bottom-up processes such as physical vapor deposition (PVD)^[17] and chemical vapor deposition (CVD).^[17,18] These vacuum processes can achieve total layer thicknesses of up to several 100 µm (CVD) and nanoscale individual layer thicknesses (PVD preferred). A special CVD process is atomic layer deposition, which offers high thickness control but can only produce layers of a few 100 nm.^[19,20] An industrially established and cost-effective process is electrochemical deposition (ED).^[6,21] Ions dissolved in an electrolytic bath are deposited at the cathode by the flow of electric current. In ED, the microstructure can be specifically adjusted by using additives and tuning the current parameters, e.g., from direct current to pulsed current (PC) and reverse PC (RPC).^[22] The grain size of the deposit is determined by the concurrent processes of nucleation and growth. These, in turn, can be influenced by the overvoltage. At high overvoltage, nucleation is favored due to a rapid accumulation of atoms, but the starvation of ions in front of the cathode can lead to the outgrowth of individual grains, which in turn favors grain growth. This phenomenon is known as mass transport-controlled growth. At very low overpotentials the adatoms have enough time to assume a favorable energetic position at a growth edge through surface diffusion instead of contributing to the formation of new grains, so that larger grains are favored here.^[23] In the present study, pulsed electrodeposition (PED), ED with PC, is used.

With ED, multilayers can, in principle, be produced by two different methods,^[24] either by changing the electrolyte (two-bath synthesis)^[25] or by changing the deposition parameters such as current, stirring,^[26] temperature, and so on (single-bath synthesis)^[27] to change composition and structure. In two-bath synthesis, the variety of electrolytes available^[28] and the robustness of the deposition parameters are an advantage, while the interface between the layers can be a weak point (e.g., due to oxide formation during sample transfer from bath 1 to bath 2 and vice versa^[24]), which can affect the desired multilayer properties. In industrial large-scale applications, a change of electrolyte is hard to achieve because of large volume, causing cross-contamination, and so on. One disadvantage of single-bath synthesis is the limited choice of electrolytes available for the different combinations of metal ions. Examples of possible combinations are Co/Cu,^[29] Sn/Cu,^[30] and NiFe/Cu^[31] as well as Ni/Cu.^[32,33] Deeper insight is given in ref. [6]. In addition to the two-bath synthesis of Ni/Cu by Lamovc et al.^[34] Agarwal et al.^[35] produced Ni/Cu alloy layers by single-bath synthesis with different compositions but inhomogeneous microstructures. Xue and Zhang report on the microstructure and tribological properties of Ni/Cu multilayers from single-bath synthesis with a maximum individual layer thickness of 300 nm and a total layer thickness of 8 µm.^[32,33]

As described above, to the best of the authors' knowledge, there is little literature on the production of Ni/Cu or nanocrystalline/coarse-grained (nc/cg) multilayers with PED. In addition, the interface of the coatings has rarely been explicitly investigated mechanically. In this work, the production of Ni/Cu, i.e., material variation, and nc/cg-Ni, i.e., microstructure variation, by means of PED is presented. The microstructure of the produced multilayer systems is characterized by scanning electron microscope (SEM) backscatter electron (BSE) images and energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) as well as transmission

electron microscope (TEM). Furthermore, the mechanical properties of the individual layers are measured by nanoindentation. The mechanical properties of the interfaces are analyzed using microcantilever samples *in situ* SEM.

2. Experimental Section

2.1. Material Manufacturing

2.1.1. Electrodeposition Setup

All electrodepositions were carried out in a double-walled glass vessel of 1.5 L. The glass vessel was constantly supplied with 50 °C hot water via a circulation thermostat (Julabo ED-5, JULABO GmbH, Seelbach, Germany). For continuous filtration of the electrolyte, a filter (KL 13 OF, Mahle Aftermarket GmbH, Stuttgart, Germany) was used via a pump (NF 100 KT.18s, KNF DAC GmbH, Hamburg, Germany) with a downstream pulsation damper. The electrodes and the stirring unit (DSMP320-12-51-BF, MSW Motion Control GmbH, Werther (Westf.), Germany) were attached to an adapted lid of the container to ensure the reproducibility by a constant setup and resulted in a vertical deposition geometry. Deposition was galvanostatic, with a function generator (WW 5061, Taboer Electronics Ltd., Nesher, Israel) defining the pulse shape, which was then amplified by a galvanostat (Wenking HP 96, Bank Elektronik—Intelligent Controls GmbH, Pohlheim, Germany). The variation of the pulse parameters for multilayer deposition was carried out via a MATLAB (The MathWorks Inc., Natick, United States) control of the function generator.

For all depositions, a cathode with an area of 30 mm by 30 mm made of 2 mm thick copper sheet was used, which was rounded at the edges and ground to a grain size of 4000 SiC grinding paper. Cleaning was carried out with isopropanol. For nc/cg-Ni deposition, the anode, referred to as Ni pellets (Ampere GmbH, Schönebeck, Germany) in the table below, consisted of a basket made of expanded Ti metal in which the pellets were held and contacted with the galvanostat. A semipermeable dialysis tube (VISKING-Membra-Cell, RCT Reichelt Chemietechnik GmbH + Co., Heidelberg, Germany) was placed around the basket to keep particles that were produced when the pellets were dissolved away from the electrolyte. Pt-coated expanded metal was used as an insoluble anode for the Cu-containing deposits.

2.1.2. Electrolyte

A nickel sulfamate electrolyte^[36] was used as the basis. The exact compositions for the Ni/Cu and nc/cg-Ni electrolytes can be found in **Table 1**.

Nickel sulfamate (Enthon, 185 g L⁻¹ Ni) served as ion source. Boric acid (CHEMSOLUTE, ≥99.8%, 10043-35-3) was used as a pH buffer; sodium dodecyl sulfate (SDS, AppliChem GmbH, ≥99.5%, 151-21-3) as a surfactant and saccharin sodium salt dihydrate (Merck KGaA, ≥99.0%, for synthesis, 6155-57-3) and 2-butyne-1,4-diol (Merck Schuchardt OHG, ≥99.0%, (not stabilized) for synthesis, 110-65-6) were additives for grain refinement and brightening. For the nc/cg-Ni deposition, nickel chloride hexahydrate (VWR, ≥98%, 7791-20-0) promoted the

Table 1. Composition of the two different electrolytes used.

Component	Concentration	
	nc/cg-Ni	Ni/Cu
Nickel sulfamate [mL L^{-1}]	595	595
Boric acid [g L^{-1}]	35	35
Nickel chloride [g L^{-1}]	5	–
SDS [g L^{-1}]	0.2	0.2
Copper sulfate [g L^{-1}]	–	4
Sodium saccharin [g L^{-1}]	0.18	1
Butyndiol [g L^{-1}]	0.02	–

dissolution of the Ni pellets. Copper sulfate pentahydrate (Grüssing GmbH, ≥99.0%, 7758-99-8) served as copper ion source for the Ni/Cu deposition. The ingredients were completely dissolved in distilled water at 50 °C before the electrolyte was filled into the deposition vessel via filtration. The pH value for the deposition of pure Ni layers was kept in the range of 2.9–3.2 by adding amidosulfuric acid (Merck KGaA, ≥99.0%, for synthesis, 5329-14-6). For the Cu-containing deposits, an initial pH value of 3.8 was used and the electrolyte was discarded when the pH value fell below 2.9.

2.1.3. Deposition Parameter

An overview of the deposition parameters for the various material compositions and microstructures is given in **Table 2**. The temperature of the electrolyte during all depositions was held at 50 °C and the bath was stirred. Growth rates of 2.03 nm min⁻¹ for nc-Ni, 18.52 nm min⁻¹ for cg-Ni, 2.67 nm min⁻¹ for Ni-rich, and 0.49 nm min⁻¹ for Cu-rich layers were achieved based on the deposition parameters. For the nc/cg-Ni multilayers, a high overpotential was chosen in order to achieve a cg structure via mass transport-controlled growth. As nc parameter set, the current-time curve from previous work^[36,37] was optimized with regard to the lower saccharin content (from 45 to 40 mA cm⁻²). The off time prevented excessive starvation of the ions in front of the cathode and thus mass transport-controlled growth.

To modulate the composition of the Ni/Cu multilayers, the current density was varied, with Ni-rich deposits forming at a higher current density and a Cu-rich deposit at a lower current density, as shown in the literature.^[38] The lower current density corresponded to a lower potential at which the reduction of the nobler copper ions was increased relative to nickel ions. In a

current–potential curve, the deposition reactions of the different compositions were assigned to different potential ranges. These ranges were influenced by the ion concentrations and their ratios. For galvanostatic deposition, these potential ranges must also be assigned to different current ranges, which can be set using the parameters mentioned above. In preliminary work for this article, the relevant current density range was narrowed down to 5–45 mA cm⁻² using a parameter study, for the Cu-rich and Ni-rich, respectively.

2.2. Material Characterization

The characterization of the layer systems was carried out in the central area of the cathodes during the parameter study to identify the effective parameters in **Table 2**. This guarantees that edge effects during deposition were excluded. An edge region of about 2 mm formed a slightly thicker deposit due to a higher current density at the edges. Thus, all investigations were carried out with a distance of at least 5 mm to the edge.

2.2.1. Composition and Microstructure

The composition, microstructure, and layer thickness distribution were characterized along the horizontal central axis of the substrate at intervals of 5 mm over a distance of 20 mm. The cross sections were metallographically prepared by grinding with SiC paper, polishing with diamond suspensions of grain sizes 3 and 1 μm, and finally polishing with colloidal oxide suspension. For final polishing, OP-S NonDry 0.25 μm (Struers GmbH, Willich, Germany) was used for the nc/cg-Ni layers and OP-U NonDry 0.04 μm (Struers GmbH, Willich, Germany) for the Ni/Cu layers both using a fine polishing cloth ChemoMet (Buehler, ITW Test & Measurement GmbH European Headquarters, Leinfelden-Echterdingen, Germany) for 4 min.

The microstructure of all samples was examined using BSE images in the SEM (Sigma VP, Carl Zeiss IQS Deutschland GmbH, Oberkochen, Germany). BSE images were used to exclude possible defects and to ensure preparation artefacts from the focused ion beam (FIB) liftout in the TEM. The compositions of the Cu-containing deposits were measured by EDS (Oxford Instruments, Abingdon, UK) at 20 kV using a line profile along the direction of growth. For high-resolution inspection in the nanocrystalline layers, TEM lamellas were prepared using Xe-PFIB (Xe PFIB, Helios PFIB G4 CXe, Thermo Fisher Scientific Inc., Waltham, United States), for Ni/Cu multilayer or Gallium FIB (Ga FIB, Helios NanoLab600, FEI, Hillsborow, United States), for nc/cg-Ni multilayer liftout, which are, however, limited to a few individual layers. Quantitative grain size determination of nc/cg samples was done using electron back-scatter diffraction (Velocity Plus, EDAX LLC, Pleasanton, CA, United States) in the Xe-PFIB at 20 kV on a Xe-PFIB-polished cross section. Patterns were recorded and postprocessed in OIM Analysis 9 using the NPAR (Neighboring Pattern Averaging and Reindexing) algorithm followed by spherical indexing to account for the low pattern quality in the nc layers. In the Ni/Cu samples, the grains were even smaller so that a transmission Kikuchi diffraction (TKD) measurement with 10 nm step size was performed on the TEM lamella at 30 kV high

Table 2. Deposition parameters for nc/cg-Ni and Ni/Cu multilayers.

Electrolyte [-]	Layer [-]	Anode material [-]	Stirring [rounds min ⁻¹]	Current density I_{on} [mA cm ⁻²]	t_{on} [ms]	t_{off} [ms]
nc/cg-Ni	nc-Ni	Ni pellets	32	40	5	10
nc/cg-Ni	cg-Ni	Ni pellets	32	120	1	–
Ni/Cu	Ni-rich	Pt	20	45	5	10
Ni/Cu	Cu-rich	Pt	20	5	5	10

voltage and 45° sample tilt as a compromise between detector signal and lateral resolution. Again, postprocessing via NPAR and spherical indexing was applied to improve indexing rate. The Ni/Cu lamella was placed on an Mo liftout grid to improve the validity of EDS measurements. Particular attention was paid to the layer transitions. TEM investigations were performed in a thermal field emission microscope (JEM-F200, JEOL (Germany) GmbH, Freising, Germany) at 200 kV equipped with a dual EDS detector system (JEOL (Germany) GmbH, Freising, Germany) used for compositional line scans and element mappings in scanning TEM (STEM) mode. Microstructure imaging in TEM was done using an STEM bright-field (BF) detector.

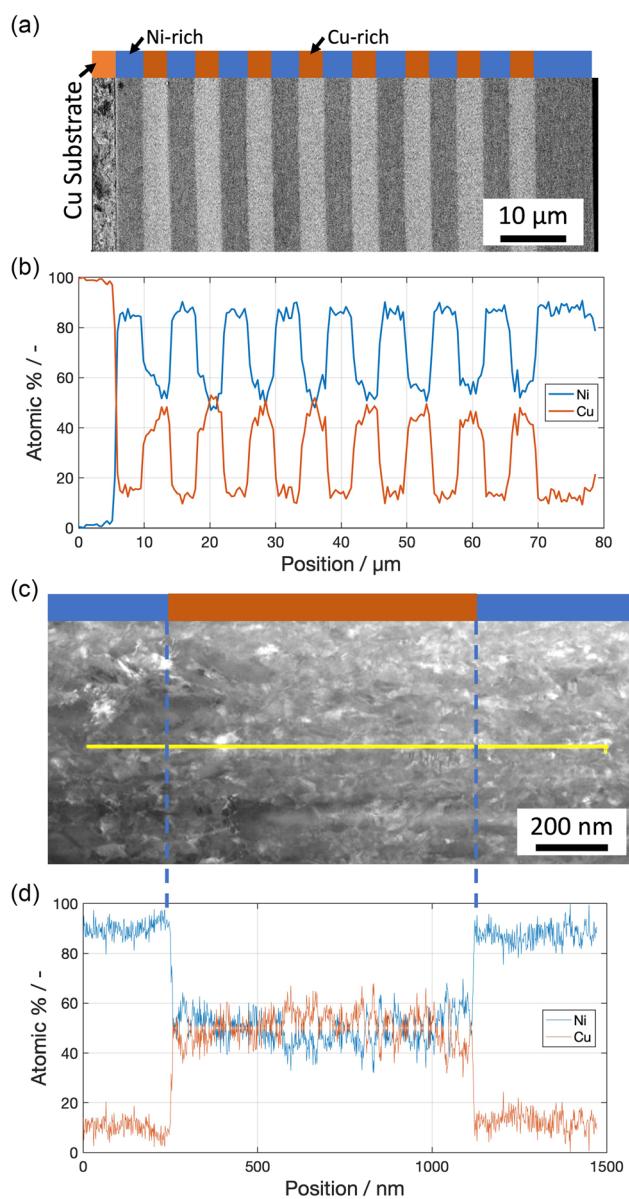


Figure 1. Result of a 4 μm Ni/Cu layer system. a) SEM BSE image with recognizable fine-grained microstructure, b) corresponding EDS line data, c) STEM BF image of a layer transition to characterize the interface, and d) EDS line data of the TEM sample from (c) showing the sharp transition within the layers.

2.2.2. Hardness and Young's Modulus

The hardness and the reduced modulus of elasticity were determined using nanoindentation (TI 980, Bruker Corporation, Billerica, United States) with a diamond Berkovich tip (Syntex-MDP AG, Nidau, Switzerland). A grid of 6×25 indentations was measured over a range of $9 \mu\text{m} \times 37.5 \mu\text{m}$. The load was applied in force open loop control up to about 2 mN maximum force. This means that the deformation zone for expected indents in a metal with 200 GPa modulus of elasticity and 6 GPa hardness is small enough compared to the grid spacing of 2 μm , so that no influence of the indents on each other is expected. The indentation grid was rotated by $5\text{--}10^\circ$ relative to the multilayers to ensure a uniform distribution of indents in the layers of about 4 μm single layer thickness.

2.2.3. Mechanical Properties of Interface

As described in the introduction, special attention must be paid to the layer interfaces. The mechanical properties were tested in this work by means of quasistatic bending of microcantilevers with a cross-sectional $B \times W$, of about $12 \mu\text{m} \times 12 \mu\text{m}$ and lever arm of 40 μm . The microcantilevers were produced using FIB on sample edges that had been ground and polished finally with 1 μm diamond polishing suspension. The interface to be tested was placed in the area of the highest stress and was localized and increased by a notching. The cantilevers were tested in situ in the SEM using a nanoindenter (Alemnis, Thun, Switzerland) and a wedge tip for uniform force application. The indenter performed displacement-controlled at a speed of 50 nm s^{-1} , so that a

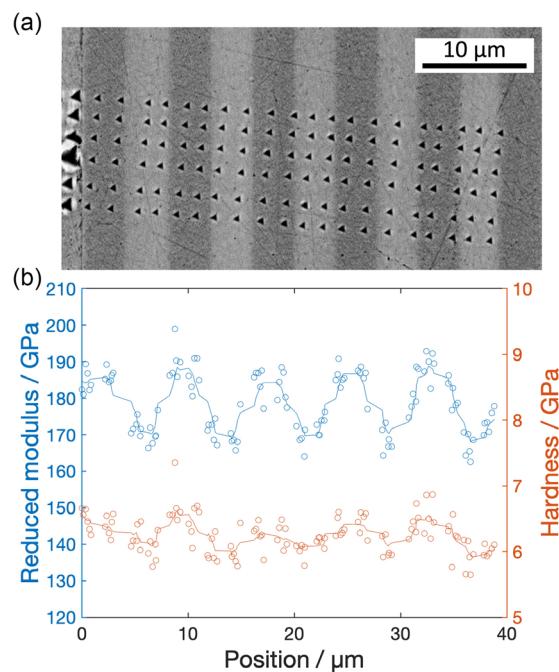


Figure 2. Results of the nanoindentation measurements for Ni/Cu multilayer a) SEM BSE image of the test position and b) hardness and Young's modulus along the layer system. A moving average filter is added as a guide to the eye.

quasistatic test of the interface was performed. Unloading segments made it possible to determine the stiffness, which could be used to detect possible crack growth. To analyze the local deformation, the interface was imaged in the SEM and examined using FIB cross sections.

3. Results and Discussion

The microstructure of the layers across the width of the substrate is qualitatively homogeneous, whereby the absolute layer thicknesses at a distance of 10 mm from the center are $\approx 28\%$ higher (Ni/Cu) and 37% higher (nc/cg-Ni) due to the electric field elevation toward the edge. The higher current applied to the cg layers tends to enhance this effect. Due to the comparable microstructure, only the results from the center area of the substrate are shown below.

3.1. Ni/Cu Multilayer

3.1.1. Composition and Microstructure

A layer system with $4\text{ }\mu\text{m}$ single layer thickness is shown in Figure 1a. Here, deposition was carried out alternately with a

current density of 45 and 5 mA cm^{-2} (see Table 2). According to an EDS line scan, the composition varies between 10 and 15 and just under 50 at% Cu content in the layers, respectively (Figure 1b). The microstructure is shown in higher resolution in Figure 1c, where no clear layer interface can be seen. Note the absence of growth defects at the interface, e.g., pores or oxide layers. Due to the small difference in average atomic number, compositional contrast in STEM imaging is essentially absent. High-resolution TEM imaging was affected by a large amount of lattice defects, grain boundaries and diffraction contrast, which obstruct possible compositional contrast. Nevertheless, an STEM EDS line scan shows a sharp transition between the layers within 7 nm (Figure 1d). The grain size in the TEM lamella was measured with TKD with a maximum of the grain size distribution between 60 and 100 nm. This is in the range of grain size-induced hardening rather than softening (inverse Hall–Petch effect), due to GB moderated flow as known for very small grain-sized nanocrystalline materials. In nickel, the transition from Hall–Petch effect to inverse Hall–Petch effect occurs around 15 nm grain size.^[39]

3.1.2. Hardness and Reduced Modulus

Figure 2a shows an SEM BSE image of the nanoindentation measurement of the Ni/Cu layer sample starting at the substrate.

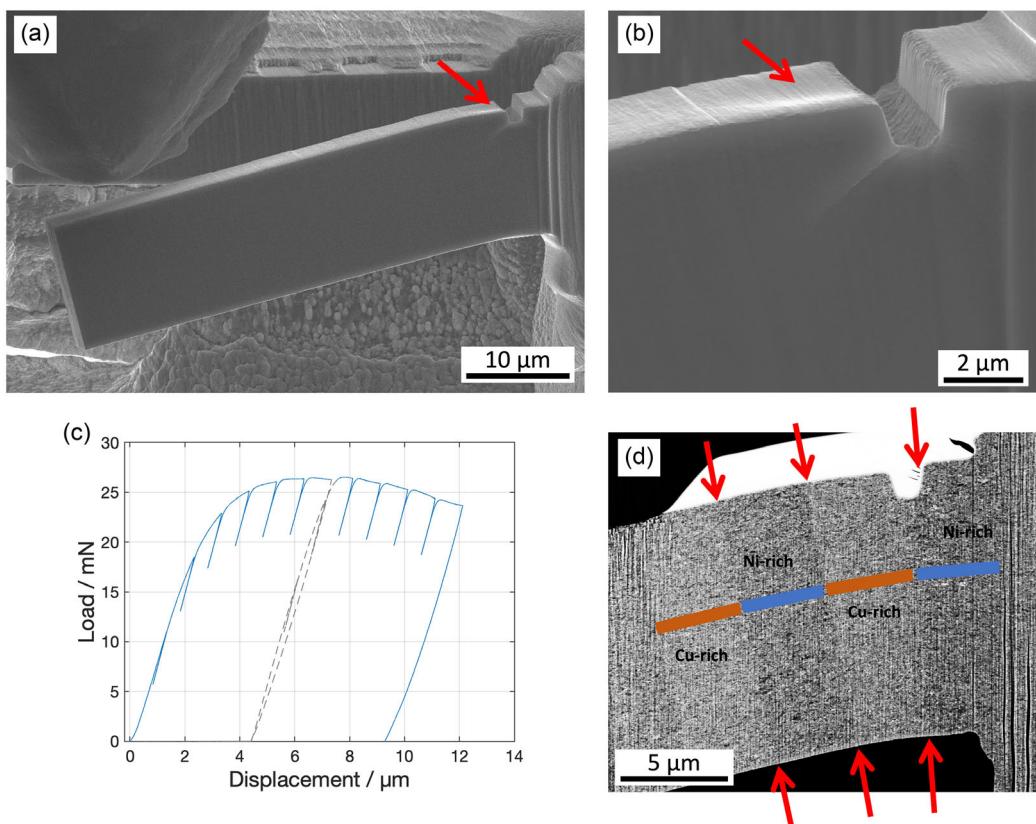


Figure 3. a) Ni/Cu cantilever and wedge tip illustrating the geometry of the quasistatic bending experiment. b) Detail of the cantilever after bending showing the transition from FIB-cut notch to actual deformation and plastic deformation on the front face. Red arrows in (a,b) indicate the area of local deformation which takes place mainly in the Cu-rich layer. c) Corresponding load–displacement curve including unloading segments shows pronounced plastic deformation and constant stiffness. d) SEM BSE image of a FIB cross section showing the position of the notch and pronounced deformation of the first Cu-rich layer. No layer delamination can be seen. Red arrows indicate the position of the interfaces.

The corresponding values of hardness and reduced modulus are shown in Figure 2b. The reduced modulus shows a clear variation across the layers in a range of 169.8 GPa (Cu-rich layer) and 187.2 GPa (Ni-rich layer). In contrast, the hardness varies much less between 6.1 and 6.4 GPa. Based on the Young's modulus of the pure metals nickel (205 GPa) and copper (130 GPa) and layer composition of Ni₉₀Cu₁₀ and Ni₅₀Cu₅₀, the measured values are in good agreement with the rule of mixtures. The high hardness values are caused by the Hall–Petch effect due to small grain sizes.

3.1.3. Mechanical Properties of Interface

The mechanical strength of the interface between the Ni-rich and Cu-rich layers was tested quasistatically along the layers as shown in Figure 3. Figure 3a shows the cantilever tested with a wedge indenter with a notch at the transition from a Ni-rich to a Cu-rich layer. Local deformation and necking can be seen in the Cu-rich layer to the left-hand side of the notch (Figure 3b red arrow). The force–displacement curve with unloading segments is shown in Figure 3a and shows elastic–plastic behavior without spontaneous force drops that would indicate brittle failure. A postmortem FIB cross section indicates that the plastic deformation was mainly carried by the Cu-rich layer (Figure 3d) which is in good

agreement with the lower hardness measured in Cu-rich layer. No interface failure can be detected.

3.2. nc/cg-Ni Multilayer

3.2.1. Microstructure

The microstructure of the pure Ni coating was characterized using BSE in the SEM, as shown in Figure 4a,b. A uniform and homogeneous thickness of the layers is observed without larger defects such as pores. The layer transitions from nc to cg appears smoother than the transitions from cg to nc, although the resolution in the SEM is not sufficient to resolve the grain structure. Therefore, a TEM lamella was examined in the STEM for a closer look at the layer transitions (Figure 4c,d). The STEM BF images confirm the impressions from the SEM images. In addition, the difference in grain size between the layers becomes quantifiable. The observations suggest that the uneven transitions are a consequence of the direction of growth. The cg layer forms a rougher surface, which is levelled by a subsequent nc layer. Furthermore, a clear difference in grain size can be observed in the layers. The grains in the cg layers are columnar in the growth direction with a mean minimum Feret diameter of 0.819 µm and a small spread and a wide spread

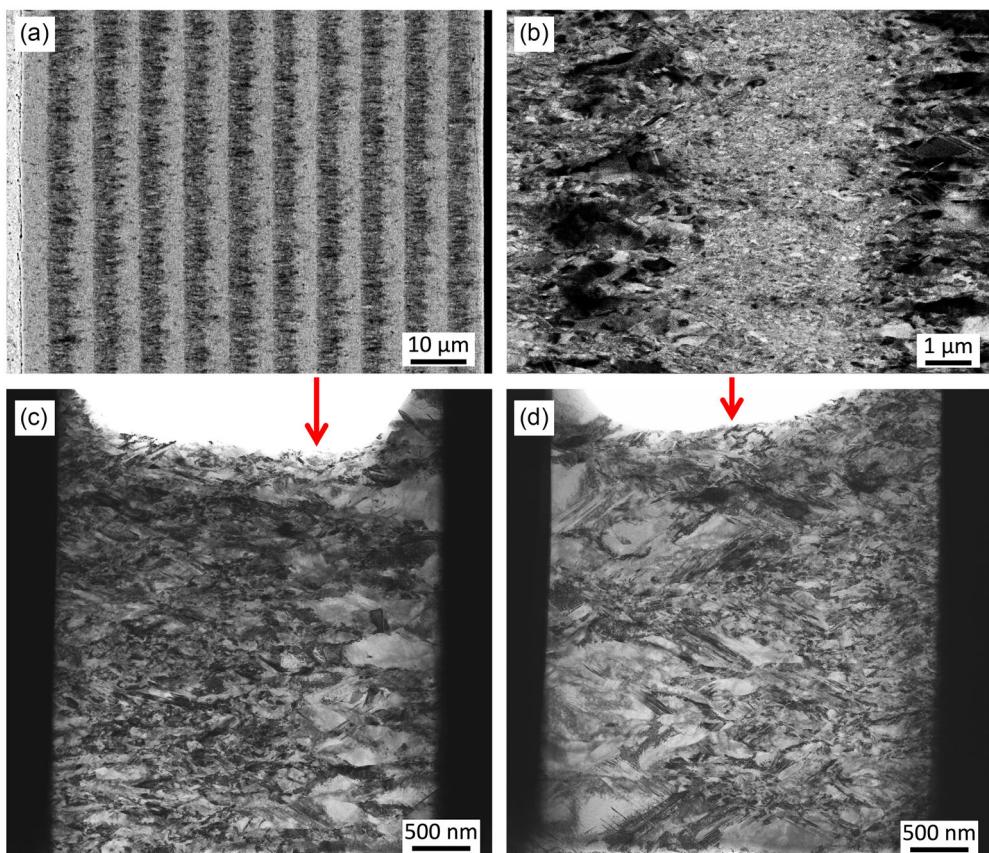


Figure 4. a) SEM BSE overview of the nc/cg-Ni multilayer showing homogeneous thickness distribution and a total thickness of about 80 µm. nc-Ni layers are the light gray and the cg-Ni layers are the dark gray layers. b) Detail of the layer interfaces in SEM BSE mode shows rougher transition from cg to nc. STEM BF images showing c) a smooth nc to cg transition and d) a rough cg to nc transition. Red arrows indicate the approximate location of the interfaces. Both types of interface are free from growth defects. Growth direction from left to right.

maximum Feret diameter without a clear maximum from 0.334 to 6.455 μm whereas the finer grained layer has grains with mean diameter of 0.263 μm .

3.2.2. Hardness and Young's Modulus

Figure 5a shows an SEM BSE image of the nanoindentation measurement of the nc/cg-Ni layer sample starting at the substrate. The corresponding values of hardness and reduced modulus are shown in **Figure 5b**. The reduced modulus varies between 190 and 210 GPa with an average value of 202.9 GPa. A slight variation with grain size can be recognized. Possible causes are different texture states in connection with the elastic anisotropy of nickel and the higher volume fraction of grain boundaries in the nc layers. Furthermore, a difference in grain-size-dependent deformation mechanisms could lead to a different height of material pile-up around the indents in the two layers. In general, a difference in H/E ratio as observed here is a hint for that. A larger pile-up results in a larger contact area which affects the calculation of the reduced modulus that could be origin of the observed small oscillations. The hardness, on the other hand, varies significantly across the layers with values of 4.9 GPa in the cg layers and 6.1 GPa in the nc layers. This variation is in good qualitative agreement with the Hall-Petch law. The absolute values are fully consistent with published data for nc-Ni by Maier et al.^[40] and Yang and Vehoff.^[41]

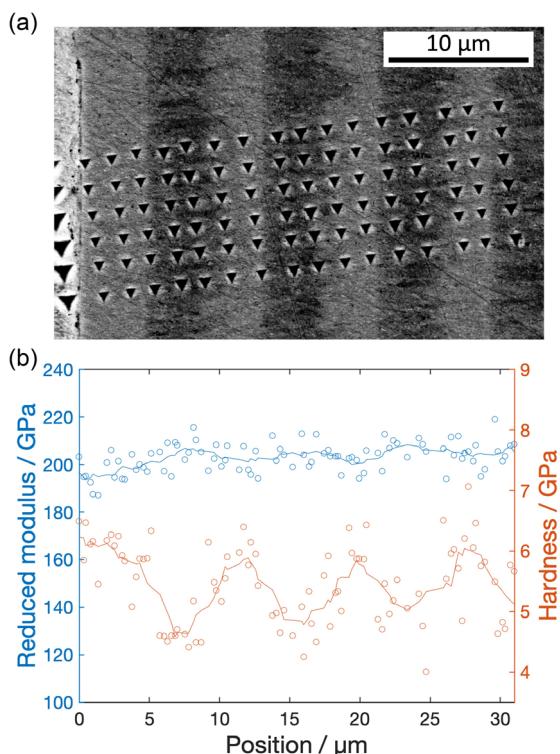


Figure 5. Results of the nanoindentation measurements for nc/cg-Ni multilayer. a) SEM image of the test position and b) hardness map Young's modulus map line diagram. A moving average filter is added as a guide to the eye.

3.2.3. Mechanical Properties of Interface

Here, the mechanical stability of the nc/cg-Ni layer system was tested quasistatically. **Figure 6a,b** shows a cantilever with notch at the transition from cg to nc layer before the test. **Figure 6c** shows the force–displacement curve of the quasistatic bending with unloading segments. The curve shows a pronounced elastic-plastic deformation of the cantilever without a load drop that would indicate brittle failure; the unloading segments show no change in the cross section and thus no crack growth. To confirm this, the cantilever was polished after the test using FIB and imaged in BSE contrast (**Figure 6d**). The plastic opening of the notch without cracking is clearly visible which is typical for microbending experiments due to size effect. Furthermore, the cg layer to the left-hand side of the notch shows necking, which means that the yield stress was exceeded at this point, reflecting the lower hardness in cg. The deformation in the cg layer takes place via dislocation nucleation, dislocation movement in the grains, dislocation interactions with the GBs, and GB movement, for example, whereas in the nc layer the volume fraction of GBs is higher and the movement of the dislocations is more limited, for example, due to backstress from the boundaries. The result shows that the interface from cg-Ni to nc-Ni does not represent a mechanical weak point.

3.3. Comparison of Multilayer Systems

An alternation in hardness and Young's modulus could be achieved. The Ni-rich layer of the Ni/Cu system is similar to the nc layer of the nc/cg-Ni system in terms of microstructure, hardness, and Young's modulus. The higher saccharin content leads to smaller grains which fits well to the measured grain sizes in the different layers and possible texture effects can explain the slight difference.

A difference can be seen in the transition of the layers. The material variation shows no microstructural jump or effect at the transition from Cu- to Ni-rich and from Ni- to Cu-rich layer, whereas the transition from nc to cg layer is very planar and from cg to nc layer follows the contour of the large grains. For the Ni/Cu multilayers, the clear interface can be explained by the similarity of the lattice parameters of Cu and Ni, with a change of layers within the grains. On the other hand, the rough interface in nc/cg-Ni multilayer of cg to nc layer is related to the growth front of the ED, because the cg layer has a rough growth front with a matt surface, while the nc layer has a smooth growth front and therefore a shiny/reflective surface. This behavior could possibly be adjusted with RPC technology and thus a pulsed partial dissolution, especially of the protruding roughness of the uppermost layer.^[22] For the global mechanical properties, there are initially no signs of major effects of the uneven layer transitions.

A limiting factor for the achievable total layer thickness on a laboratory scale results from the small cathode surface area of $30 \times 30 \text{ mm}^2$, which leads to electric field peaks at the edges and therefore uneven thickness distribution over longer deposition times. In addition, the limited electrolyte volume of 1.5 L and the lack of conditioning on a laboratory scale are critical for depositing thicker layers. However, both limitations can be easily overcome on an industrial scale, enabling deposition of total layer

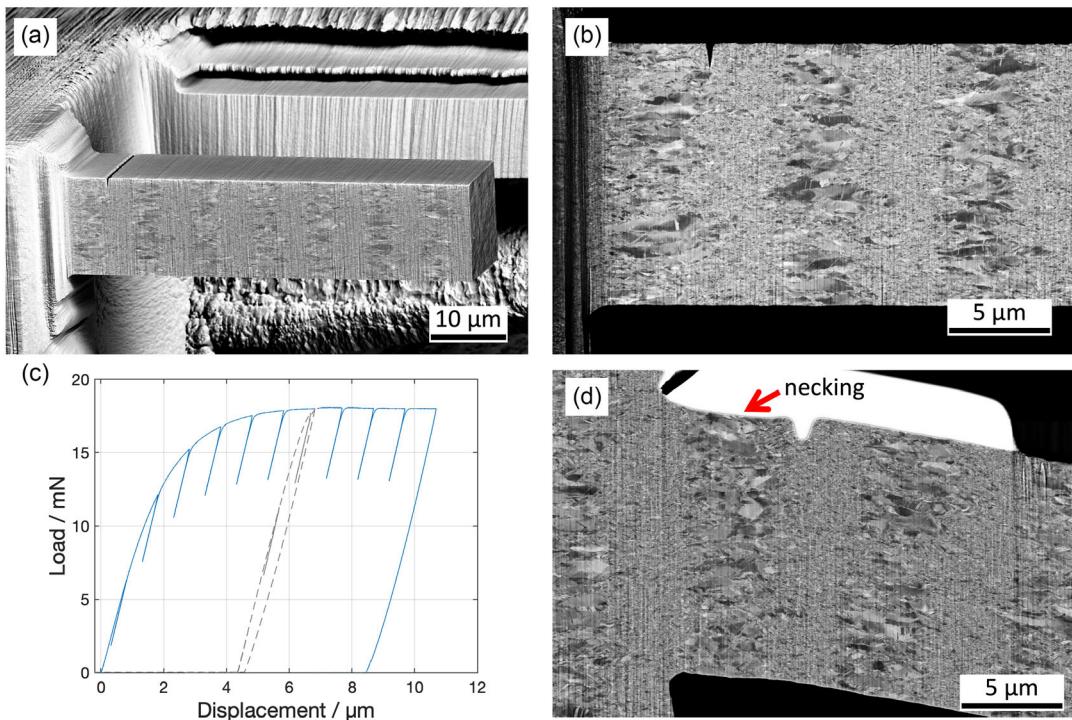


Figure 6. a) SEM BSE image of a nc/cg-Ni cantilever after FIB milling. b) Detail of the cantilever from (a) in notch region. c) Corresponding load–displacement curve including unloading segments shows pronounced plastic deformation and constant stiffness. d) SEM BSE image FIB cross section showing the position of the notch and pronounced deformation of the cg-Ni layer. No layer delamination can be seen.

thicknesses in the order of millimeters with individual layer thicknesses from a less than a micrometer up to several hundred micrometers. A limitation could be the presence of residual growth stresses, although nc-Ni single layers of 2 mm thickness could already be produced on a laboratory scale without any problems. No unusually high residual stress (bending of the lamella) was observed in the TEM sample preparation by FIB liftout in this study, indicating that the deposition parameters chosen here could be suitable for thicker layers.

4. Conclusion

Single-bath PED was used to produce multilayer systems with compositional variation (Ni/Cu) and with microstructure variation (nc/cg-Ni): 1) Ni/Cu multilayers show a sharp transition from 10 to 15 at% Cu to \approx 50 at% Cu content. nc/cg-Ni multilayers make the transition from cg to nc more complex due to large grains. 2) Ni/Cu multilayers show a reduced modulus ranging from 169.8 GPa for Cu-rich layers to 187.2 GPa for Ni-rich layers. nc/cg-Ni multilayers exhibit hardness from 4.9 GPa for cg layers to 6.1 GPa for nc layers. 3) The interfaces in both multilayer systems are pore-free, mechanically stable, and show ductile and crack-free behavior in microbending.

This confirmed the positive effects of deposition from single-bath synthesis on the interface cohesion and successfully established the deposition method. Further variation of the current parameters and deposition conditions of the Ni/Cu system could produce an even greater difference in Young's modulus and thus

further overall property variation. Furthermore, it is conceivable to vary both hardness and Young's modulus in a layer system through a combined material and microstructure variation, which would further extend the possible property variations of the layer systems.

From another point of view, this fabrication route allows the intrinsic size effect to be studied in fatigue tests using the methods described in refs. [42,43].

Acknowledgements

The TEM was funded by “Europäischer Fonds für regionale Entwicklung” (EFRE) as part of the operational program EFRE Saarland 2014–2020 under the objective “Investitionen in Wachstum und Beschäftigung.” This work made use of the resources of the Correlative Microscopy and Tomography (CoMiTo) core facility at Saarland University. Funding by Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) for project funding 521371248, the Plasma-FIB/SEM (415217285), and the Nanoindenter (497801977) is greatly acknowledged. Funding for the in situ Nanoindenter from federal state Saarland is greatly acknowledged.

Open Access funding enabled and organized by Projekt DEAL.

Conflict of Interest

The authors declare no conflict of interest.

Author Contributions

Jutta Luksch: conceptualization (equal); data curation (lead); formal analysis (lead); investigation (lead); methodology (equal); project

administration (lead); supervision (supporting); visualization (lead); writing—original draft (lead). **Johannes Niegisch**: investigation (supporting); writing—review and editing (supporting). **Maile Jordt**: investigation (supporting); writing—review and editing (supporting). **Marion Weissenberger**: investigation (supporting); writing—review and editing (supporting). **Christoph Pauly**: conceptualization (supporting); investigation (supporting); methodology (supporting); writing—review and editing (equal). **Florian Schaefer**: funding acquisition (lead); investigation (equal); methodology (supporting); project administration (supporting); supervision (equal); writing—review and editing (equal). **Christian Motz**: conceptualization (equal); project administration (lead); resources (lead); supervision (equal); writing—review and editing (equal).

Data Availability Statement

The data that support the findings of this study are available from the corresponding author upon reasonable request.

Keywords

interface mechanical properties, multilayer fabrication, nanoindentation, pulsed electrodeposition

Received: October 4, 2024

Revised: January 7, 2025

Published online:

- [1] B. Postolnyi, V. Beresnev, G. Abadias, O. Bondar, L. Rebouta, J. Araujo, A. Pogrebniak, *J. Alloys Compd.* **2017**, 725, 1188.
- [2] T. Koseki, J. Inoue, S. Nambu, *Mater. Trans.* **2014**, 55, 227.
- [3] M. Allahyazadeh, M. Aliofkhazraei, A. S. Rouhaghdam, H. Alimadadi, V. Torabinejad, *Surf. Coat. Technol.* **2020**, 386, 125472.
- [4] C. S. K. Ghosh, P. K. Limaye, R. Tewari, *Trans. IMF* **2010**, 88, 158.
- [5] M. Allahyazadeh, M. Aliofkhazraei, A. S. Rouhaghdam, V. Torabinejad, H. Alimadadi, A. Ashrafi, *Electrochim. Acta* **2017**, 258, 883.
- [6] M. Aliofkhazraei, F. C. Walsh, G. Zangari, H. Köçkar, M. Alper, C. Rizal, L. Magagnin, V. Protsenko, R. Arunachalam, A. Rezvanian, A. Moein, S. Assareh, M. H. Allahyazadeh, *Appl. Surf. Sci. Adv.* **2021**, 6, 100141.
- [7] M. Daly, S. Haldar, V. K. Rajendran, J. McCrea, G. D. Hibbard, C. V. Singh, *Mater. Sci. Eng., A* **2020**, 771, 138581.
- [8] M. Wang, D. Wang, T. Kups, P. Schaaf, *Mater. Sci. Eng., A* **2015**, 644, 275.
- [9] J. P. H. A. Misra, H. Kung, *Philos. Mag. A* **2002**, 82, 2935.
- [10] R. Hoagland, R. Kurtz, C. Henager, *Scr. Mater.* **2004**, 50, 775.
- [11] A. Pineau, D. L. McDowell, E. P. Busso, S. D. Antolovich, *Acta Mater.* **2016**, 107, 484.
- [12] F. Liang, H.-F. Tan, B. Zhang, G.-P. Zhang, *Scr. Mater.* **2017**, 134, 28.
- [13] X. Ma, C. Huang, J. Moering, M. Ruppert, H. W. Höppel, M. Göken, J. Narayan, Y. Zhu, *Acta Mater.* **2016**, 116, 43.
- [14] H. Liu, B. Zhang, G. Zhang, *Scr. Mater.* **2011**, 64, 13.
- [15] P. M. Pohl, M. Kuglstatter, M. Göken, H. W. Höppel, *Metals* **2023**, 13, 1049.
- [16] Y. Sun, Y. Chen, N. Tsuji, S. Guan, *J. Alloys Compd.* **2020**, 819, 152956.
- [17] I. Shishkovsky, P. Lebedev, *Nanocoatings and Ultra-Thin Films*, Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering (Eds: A. S. H. Makhlof, I. Tiginyanu), Woodhead Publishing **2011**, pp. 57–77, <https://doi.org/10.1533/9780857094902.1.57>.
- [18] K. Choy, *Prog. Mater Sci.* **2003**, 48, 57.
- [19] J. Zhang, Y. Li, K. Cao, R. Chen, *Nanomanuf. Metrol.* **2022**, 5, 191.
- [20] C. W. Wiegand, R. Faust, A. Meinhardt, R. H. Blick, R. Zierold, K. Nielsch, *Chem. Mater.* **2018**, 30, 1971.
- [21] I. Gurrappa, L. Binder, *Sci. Technol. Adv. Mater.* **2008**, 9, 043001.
- [22] M. Chandrasekar, M. Pushpavanam, *Electrochim. Acta* **2008**, 53, 3313.
- [23] A. J. Brad, L. R. Faulkner, H. S. White, *Electrochemical Methods*, John Wiley and Sons Ltd., Hoboken, NJ, USA **2022**.
- [24] C. A. Ross, *Annu. Rev. Mater. Res.* **1994**, 24, 159.
- [25] A. Haseeb, J. Celis, J. Roos, *J. Electrochem. Soc.* **1994**, 141, 230.
- [26] R. Engelken, H. McCloud, *J. Electrochem. Soc.* **1985**, 132, 567.
- [27] B. Bahadormanesh, M. Ghorbani, N. L. Kordkolaei, *Appl. Surf. Sci.* **2017**, 404, 101.
- [28] F. C. Walsh, *Trans. IMF* **2022**, 100, 233.
- [29] B. Tóth, L. Péter, I. Bakonyi, *J. Electrochem. Soc.* **2011**, 158, D671.
- [30] F. C. Walsh, C. Low, *Trans. IMF* **2016**, 94, 152.
- [31] S. Esmaili, M. E. Bahrololoom, C. Zamani, *Surf. Eng. Appl. Electrochem.* **2011**, 47, 107.
- [32] W. Zhang, Q. Xue, *Thin Solid Films* **1997**, 305, 292.
- [33] Q. Xue, W. Zhang, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **1997**, 30, 3301.
- [34] J. Lamovec, V. Jović, I. Mladenović, M. Sarajlić, V. Radivojević, in *2014 29th Int. Conf. on Microelectronics Proc. - MIEL 2014*, Belgrade, Serbia **2014**, pp. 183–186, <https://doi.org/10.1109/MIEL.2014.6842116>.
- [35] M. Agarwal, V. Kumar, S. Malladi, R. Balasubramaniam, K. Balani, *JOM* **2010**, 62, 88.
- [36] K. Schueler, B. Philipp, M. Weinmann, V. M. Marx, H. Vehoff, *Acta Mater.* **2013**, 61, 3945.
- [37] D. Rathmann, M. Marx, C. Motz, *J. Mater. Res.* **2017**, 32, 4573.
- [38] T. Miyake, M. Kume, K. Yamaguchi, D. P. Amalnerkar, H. Minoura, *Thin Solid Films* **2001**, 397, 83.
- [39] Y.-R. Jeng, P.-C. Tsai, S.-H. Chiang, *Wear* **2013**, 303, 262.
- [40] V. Maier, K. Durst, J. Mueller, B. Backes, H. W. Höppel, M. Göken, *J. Mater. Res.* **2011**, 26, 1421.
- [41] B. Yang, H. Vehoff, *Acta Mater.* **2007**, 55, 849.
- [42] J. Luksch, A. Lambai, G. Mohanty, F. Schaefer, C. Motz, *Mater. Sci. Eng., A* **2023**, 884, 145452.
- [43] J. Luksch, A. Lambai, G. Mohanty, C. Pauly, F. Schaefer, C. Motz, *Mater. Des.* **2024**, 241, 112880.

3.2.1. Besonderheiten bei der Herstellung der Schichtsysteme

Der Aufbau der in dieser Arbeit verwendeten Elektrodepositionsanlage ist in den folgenden Arbeiten beschrieben [143, 144, 164]. Ein doppelwandiges Glas wird als Elektrozelle verwendet mit einem Deckel, durch den Anode, Kathode, Rührung sowie Pumpe geführt werden. Der Strom wird mit einem Galvanostaten aufgebracht, der über einen Wellenformgenerator mit variablem Strom-Zeit-Verlauf angesteuert wird. Die Zusammensetzung und Funktionen der Bestandteile des Elektrolyten sind sowohl in obiger Literatur zu finden als auch für die Schichtsysteme in Publikation **Material**, Kapitel 3.2. Im Folgenden wird auf einzelne Punkte eingegangen, die im Laufe der Arbeit geändert und optimiert wurden, insbesondere auf die Anpassung der Parameter für die Schichtherstellung.

3.2.1.1. Ni/Cu Multischichten

Bei den Schichtsystemen ist die mechanische Stabilität der Grenzschicht für die nachfolgenden Untersuchungen wesentlich, so dass eine Einbadsynthese verfolgt wurde. Hierbei erfolgt keine Stromunterbrechung oder Herausnehmen der Kathode aus dem Elektrolyten beim Wechsel des Bades, was Verunreinigungen sowie Oxidbildung auf der Grenzschicht begünstigen würde.

Elektrolyt Ein Elektrolyt besteht typischerweise aus einer Ionenquelle, einem pH-Puffer, bei löslicher Anode meist einem Anodenlöser, einem Tensid zur verbesserten Kathodenbenetzung sowie Additiven, die die Mikrostruktur des Deposits beeinflussen. Für die Materialvariation wurde der in der Arbeitsgruppe etablierte Ni-Sulfamatelektrolyt hinsichtlich Ionenquelle sowie Anodenlöser verändert. Neben dem Nickelsulfamat als Ni-Ionenquelle wurde $CuSO_4$ als Cu-Ionenquelle hinzugefügt. Für das Konzentrationsverhältnis der Ni zu Cu Ionen wurde sich an der Literatur orientiert und CV-Messungen um das Verhältnis 100:1 (weniger edel:edel) [140] durchgeführt. Bei einem Verhältnis von Ni 180 g/L : Cu 1,018 g/L können die zwei Abscheidebereiche am besten getrennt werden. Um das Konzentrationsverhältnis so wenig wie möglich zu verändern, lediglich durch Abscheiden im Deposit, wurde eine nichtlösliche/inerte Anode verwendet, sodass der Anodenlöser im Elektrolyt hinfällig ist. Damit hat sich eine Elektrolytzusammensetzung wie in Publikation **Material**, Kapitel 3.2 gelistet ergeben.

Anode und Kathode Die zuvor aus Ni-Pellets bestehende Anode wurde durch eine inerte Pt-Anoden ersetzt. Die Kathode konnte unverändert aus 2 mm dickem Cu-Blech

hergestellt werden. Der Halter der Kathode wurde hinsichtlich Strömungsverhalten und für Abscheidedicken von wenigen 10 bis 100 µm optimiert.

Rührung Die Rührung erfolgt in dem Aufbau durch einen Motor, der ein Kunststoffblatt durch den Deckel in der Mitte der Zelle um die vertikale Achse dreht. Hier können zwei Parameter verändert werden, die Geometrie des Rührblatts und die Drehgeschwindigkeit des Motors. Das Rührblatt wurde bereits in einer Arbeit von Bastian Phillipi [145] optimiert, sodass hier keine weiteren Anpassungen vorgenommen wurden. Eine ungleichmäßige Rührgeschwindigkeit hingegen hat bei ersten Ni/Cu Abscheidungen zu unregelmäßigen Schichtqualitäten geführt. Weiter wurde ein Zusammenhang der Rührgeschwindigkeit mit der Zusammensetzung, gemessen mittels Energiedispersive Röntgenspektroskopie (*energy dispersive X-ray spectroscopy*, EDX), des Deposits sichtbar, je nach Position auf der Kathode, der Cu-haltigen Schicht wie in Abbildung 3.4 dargestellt. Hier ist über die Abscheidedauer von 15 Stunden die Röhreschwindigkeit von 18,5 U/min auf 16,7 U/min gesunken, ein darauf folgendes Anheben der Rührgeschwindigkeit auf 19,5 U/min hebt den Cu Anteil in der letzten Cu-haltigen Schicht wieder auf den Ausgangswert (rote Pfeile in Abbildung 3.4). Der Einfluss der Rührung hängt von der Position auf der Kathode ab. Zur besseren Kontrolle der Rührung wurde deren Steuerung mittels Pulsweitenmodulator optimiert.

Filterung und Pumpe Die Pumpe sorgt für die kontinuierliche Filterung, um Verunreinigungen durch Nebenreaktionen zu reduzieren, indem der Elektrolyt von der Pumpe durch einen Filter gepumpt wird. Dabei wurde die Wiedereinleitung in den Elektrolyten bisher nicht genauer betrachtet. Bei der Ni/Cu Abscheidung sind Verwirbelungen deutlich geworden, die mit Hilfe eines Pulsationsdämpfers, der hinter die Pumpe geschaltet wurde, deutlich verringert werden konnten. Die Verwirbelungen kommen vom stoßweisen Austreten des Elektrolyten aus der Membranpumpe und sind dem Pumpmechanismus geschuldet. Für weitere Optimierungen müsste auf einen anderen Pumpentyp, wie zum Beispiel Zahnrädpumpe, zurückgegriffen werden. Für vorliegende Abscheidungen funktioniert das System mit Pulsationsdämpfer.

Stromparameter Wie durch CV-Messungen ermittelt und in der Literatur beschrieben [140] kann bei geeignetem Ni:Cu Verhältnis mittels der Stromdichtevariation die Zusammensetzung des Deposits verändert werden. Für vorliegende Arbeit wurden Zielzusammensetzungen mit möglichst hohem Cu-Gehalt sowie mit möglichst hohem Ni-Gehalt angestrebt. Zu diesem Ziel wurde die Peak-Stromdichte variiert, während die

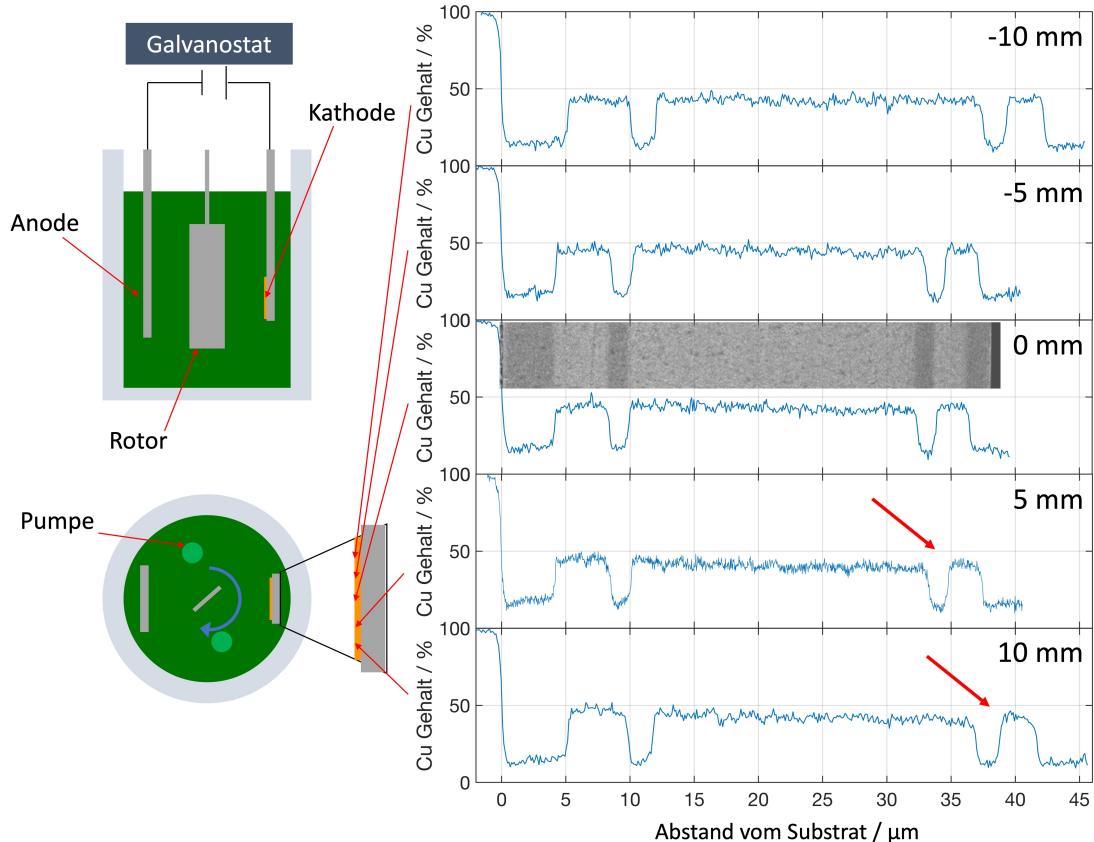


Abbildung 3.4: EDX Messungen einer Abscheidung an verschiedenen horizontalen Positionen der Kathode, -10, -5, 0, 5, 10 mm, bei veränderten Rührung.

Pulsparameter (on- und off-Zeit), die in erster Linie für die Mikrostruktur verantwortlich sind (siehe Abschnitt 2.4.2), unverändert blieben, da für beide Schichten eine nc Mikrostruktur gewünscht war. Die für reines nc-Ni etablierte Peak-Stromdichte von 45 mA/cm^2 erzeugt Ni-reiche (ca. 85%) Deposite. Eine Peak-Stromdichte von 5 mA/cm^2 hingegen ergibt ein Deposit mit knapp 50% Cu. Bei noch geringeren Peak-Stromdichten wird die Abscheidung instabil und Cu-Oxid scheidet sich mit ab, verifiziert mittels Rastertransmissionselektronenmikroskop (*scanning transmission electron microscope*, STEM) und Elektronenenergieverlustspektroskopie (*electron energy loss spectroscopy*, EELS) Messungen (Abb. 3.5), was dann zu spröden Zwischenschichten führt. Dies wurde sowohl bei quasistatischer Belastung als auch unter Ermüdungsbelastung an Balken beobachtet (Abb. 3.5). Es konnte post mortem festgestellt werden, dass der Bruch nicht an der Grenzschicht zwischen Cu-reicher und Ni-reicher Schicht auftritt, sondern in der Cu-reichen Schicht entlang einer Abscheideebene.

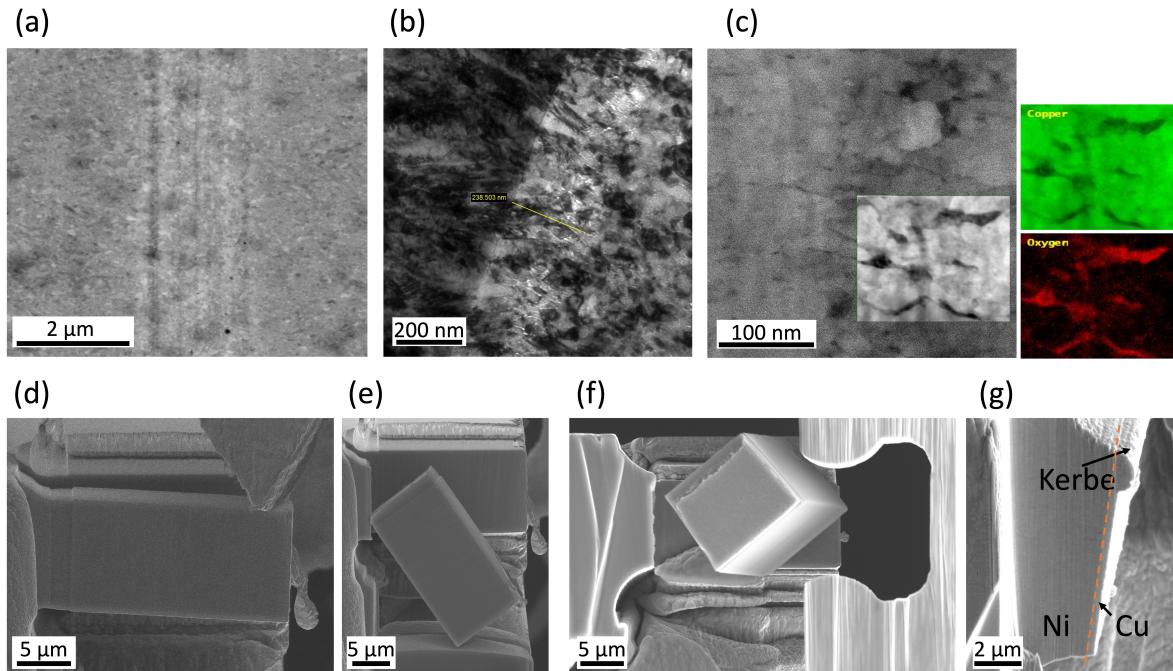


Abbildung 3.5: (a) SEM Aufnahme einer Probenstelle mit Cu-Oxid auf den Korngrenzen, zeigt sich durch dunkle Streifen, (b) TEM Bild mit Cu-Oxid (weiß) auf Korngrenzen, (c) Übersichtsaufnahme im TEM-Dunkelfeld mit EELS-Messbereich (Inset im Dunkelfeld (*dark-field, DF*)-Kontrast) und CuL- und OK-Maps, (d) - (g) SEM Aufnahmen zweier Balken, (d) und (e) quasistatisch belastet und (f) und (g) nach Ermüdungsversuch.

3.2.1.2. nc/cg-Ni Multischichten

Bei der Herstellung der nc/cg-Ni Multischichten gibt es zwei Stellschrauben, den Kornfeiner im Elektrolyten sowie die Stromdichte bzw. die Pulsfunktion.

Elektrolyt Im Standardelektrolyten für die nc-Proben wird mit 1 g/L Saccharin gearbeitet, um ein nc-Gefüge auch über lange Abscheidedauren sicher zu stellen. Ansatz der nc/cg Abscheidung war es, den Saccharingehalt so zu minimieren, dass ein höherer Strom zu cg-Mikrostruktur führt. Dies wurde bei 0,15 g/L Saccharin erreicht, wodurch die nc-Struktur jedoch instabil abgeschieden wurde und grobe Körner aufwies. 0,2 g/L Saccharin hingegen ermöglichte noch kein konsequentes cg-Abscheiden, sodass sich 0,18 g/L als gutes Mittel zwischen der stabilen nc und cg Abscheidung gezeigt hat. Bei diesem Ansatz ist zu beachten, dass Saccharin während der Abscheidung verbraucht wird und der Gehalt sich somit verändert. Bei Abscheidungen von einigen 100 μm auf einer relativ kleinen Kathode ist die Veränderung gering, aber der Elektrolyt sollte nur begrenzt wiederverwendet werden.

Stromparameter Nach der Theorie von Keimbildung und Kornwachstum durch Ionentransport und Oberflächendiffusion sollte bei höheren Stromdichten und Gleichstrom (*direct current, DC*) Modus das Gefüge zu größeren Körnern tendieren. Dies konnte auch für oben genannte Saccharingehalte festgestellt und ausgenutzt werden. Für nc-Ni wurde die Peak-Stromdichte geringfügig auf 40 mA/cm^2 reduziert, um auch bei Verbrauch von Saccharin noch nc-Strukturen zu erhalten. cg-Ni wurde mit 120 mA/cm^2 und einem durchgängigen Strom, also mit Gleichstrom hergestellt.

3.2.1.3. Quintessenz - Lessons learned

- Das Rühren hat einen starken Einfluss auf Wachstumsdefekte und die Zusammensetzung der Cu-haltigen Abscheidung.
- Ein Pulsationsdämpfer ist für die Cu-Abscheidung mit Membranpumpe erforderlich, da sonst Verwirbelungen vor der Kathode zu scheinbar zufälligen Störungen der Abscheidung führen.
- Die Cu-reiche Abscheidung ist empfindlich gegenüber Oxidbildung während des Wachstums. Eine Inertgasspülung des Elektrolyten könnte bei einer weiteren Optimierung in Richtung höherer Cu-Gehalte helfen, die Oxidbildung zu verhindern.
- Bei beiden Schichtsystemen ist für längere Abscheidungszeiten eine größere Elektrolytmenge erforderlich, um pH-, Saccharin- und Cu-Konzentrationsänderungen zu minimieren.

3.3. Methodenentwicklung

Mesoermüdungsrißwachstum

In dieser Publikation **Methode** wird die verfeinerte Methode zur Ermüdungsrißwachstumsmessung an Balken mit einer Breite W von $50 \mu\text{m}$ vorgestellt. Als Modellmaterial wird nc-Ni verwendet. Es konnten reproduzierbare Messungen des Paris-Exponenten beschrieben und mit makroskopischen Messungen verglichen werden. Der Paris-Exponent liegt bei den mesoskopischen Messungen bei 4,88 mit einer Standardabweichung von 0,1266 und bei zwei makroskopischen Messungen bei 3,01 mit einer Standardabweichung von 0,2475. Damit liegt der Paris-Exponent bei den mesoskopischen Proben über dem der makroskopischen Proben. Der Riß der mesoskopischen Proben kann als physikalisch kurz betrachtet werden, wohingegen der der makroskopischen physikalisch lang ist. Damit können insbesondere nahe am Schwellwertbereich, wo die mesoskopische Probe gemessen wurde, unterschiedlich stark ausgeprägte Riessschließeffekte auftreten und das Risswachstum beeinflussen. Darüber hinaus ist die Probengröße der Balken deutlich kleiner als bei Standardversuchen, so dass der höhere Paris-Exponent auch darauf zurückgeführt werden kann.

Außerdem wurde erstmals eine Messung des Schwellwertes ΔK_{th} mittels Lastabsenkung an einer Probe mit W von $50 \mu\text{m}$ erfolgreich durchgeführt. Der gemessene Wert liegt zwischen $2,8$ und $3,4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Dies liegt im Bereich des intrinsischen Schwellwertes für nc-Ni, d.h. dem Schwellwert, der ohne Riessschließeffekte gemessen wird. Aufgrund des physikalisch als kurz zu betrachtenden Risses bei der $50 \mu\text{m}$ breiten Probe treten Riessschließeffekte nur in geringem Maße auf. Es ist daher naheliegend, dass mit dieser Methode nach weiterer Validierung eine Möglichkeit zur Verfügung steht, den teilweise schwer zugänglichen intrinsischen Schwellwert zu bestimmen. Insbesondere für die Bestimmung des Schwellwertes hat sich der Ermüdungsanriß bewährt, da hiermit ausgehend aus einem natürlichen Riß mit scharfer Riessspitze im Vergleich zu einer FIB Kerbe gemessen wird.

Zusammenfassend wurde hier ein Beitrag geleistet, die Methode des Ermüdungsrißwachstums möglichst nahe an der makroskopischen Norm auf die Meso- und Mikroskala zu überführen. Damit ist eine systematische Untersuchung von Größeneffekten auf kleiner Skala möglich. Im folgenden Kapitel 3.3.1 werden Besonderheiten der Messmethode erläutert, die über die Publikation hinaus gehen. Hiermit werden Hintergründe der Messungen und der Herangehensweise deutlich, um eine Anpassung und Fortführung der Messmethode auf weitere Materialien und Messziele zu ermöglichen.

Bridging macro to micro-scale fatigue crack growth by advanced fracture mechanical testing on the meso-scale

Jutta Luksch¹, Aloshtous Lambai², Gaurav Mohanty², Florian Schaefer¹ und Christian Motz¹

¹ Materials Science and Methods, Saarland University, 66123 Saarbruecken, Germany

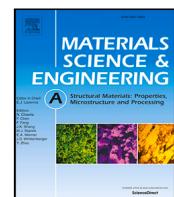
² Materials Science and Environmental Engineering, Tampere University, Tampere, 33014, Finland

Publiziert in „Materials Science and Engineering: A“, (2023)

DOI: 10.1016/j.msea.2023.145452

<https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145452>

Eigener Beitrag: Writing – original draft, Visualization, Validation, Methodology, Investigation, Formal analysis



Bridging macro to micro-scale fatigue crack growth by advanced fracture mechanical testing on the meso-scale

Jutta Luksch ^{a,*}, Alosious Lambai ^b, Gaurav Mohanty ^b, Florian Schaefer ^a, Christian Motz ^a

^a Materials Science and Methods, Saarland University, Saarbruecken, 66123, Germany

^b Materials Science and Environmental Engineering, Tampere University, Tampere, 33014, Finland

ARTICLE INFO

Keywords:

Fatigue crack growth
Fatigue threshold
Micro-mechanic
FIB

ABSTRACT

Fatigue and fracture mechanics testing is strictly regulated by standards that specify a minimum specimen size. However, when component sizes or material volume decrease below this limit, test methods need to be adapted for small scales. In fatigue crack growth studies, experiments become complex and challenging. Thus, there is lack of systematic scale-bridging studies from meso- to micro-scales on ductile materials. This study outlines a method to bridge this scale gap by performing meso-scale studies. Cantilever bending specimens with a cross section of $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ and a lever arm length of $200 \mu\text{m}$ of nanocrystalline nickel, as a model material, are milled by Xe plasma focused ion beam technique and tested following ASTM E647 standard. The gathered da/dN -curves are highly reproducible. The threshold stress intensity factor ΔK_{th} is obtained by step-wise load reduction and discussed in context of crack closure. So, not only the gap between macro and micro-scaled testing was bridged, but also a pre-cracking step was shown to be essential for obtaining reliable data, and a new method to determine the intrinsic threshold stress intensity factor was introduced.

1. Introduction

For macro-scale testing, there have been numerous standards for the characterisation of fatigue crack growth for more than a century. In the last decades, driven by ongoing miniaturisation and through further development of testing techniques, new size scales have opened up for materials testing at smaller scales. Meanwhile, size effects in the mechanical behaviour of materials have been determined through the transition from the macro-scale, that can be described in terms of continuum mechanics, to the nano-scale, with its atomistically determined effects [1–3].

While size effects in quasi-static testing have been the focus of numerous works, fatigue and fracture-mechanical size effects have only been scarcely investigated over the length scales from the nano- via micro- to the meso- and macro-scales [4]. There is a lot of work on fracture strength determination, but mostly on brittle metals and starting with a FIB notch [5–9]. Fatigue mechanics is mostly applied to thin films [10,11] and is, therefore, experimentally difficult to adapt to bulk materials. Eisenhut et al. [12] implemented fatigue crack growth studies by monitoring the crack length using a compliance technique. Gabel et al. [13] tested cantilevers in fatigue resulting in failure by grain growth. Fatigue crack growth is even more challenging because the crack has to grow in a defined geometry and the crack length has

to be monitored every cycle. Grünwald et al. [14] described a method for fatigue crack growth in micro-specimens with focus on analysing the interaction of cracks with microstructural aspects of a material. Gabel et al. [15] studied fatigue crack growth in tungsten and metallic glass, both brittle materials, with micro-cantilever testing for single cantilever size. However, with regard to extending testing standards, it is important to establish a method to characterise the fatigue crack growth across length scales. Because the size limits of the standards are usually conservatively set, it is difficult to determine reliable material parameters for small specimens or small material volumes.

However, these size effects do not occur in every material at the same critical size, but depend strongly on the material properties and the kind of test. In this context, ductile materials proved to be particularly critical for fracture mechanics [16,17].

In the literature cited above, the size of the cantilevers ranged from a few microns to tens of microns in cross sectional height. Wurmshuber et al. [18] recently tested cantilevers from $2.5 \mu\text{m}$ up to almost $30 \mu\text{m}$ in cross sectional height in quasi static fracture test. Since this is the only work with larger cantilevers for fracture test, to the best knowledge of the authors, there are no fatigue experiments on that length scale. To extend the specimen dimensions towards the macro-scale a method applied on specimens of $50 \mu\text{m}$ in cantilever height will be introduced in the following sections.

* Corresponding author.

E-mail addresses: j.luksch@matsci.uni-saarland.de (J. Luksch), aloshious.lambai@tuni.fi (A. Lambai), gaurav.mohanty@tuni.fi (G. Mohanty), f.schaefer@matsci.uni-sb.de (F. Schaefer), motz@matsci.uni-sb.de (C. Motz).

While enormous progress has been made in testing equipment for nano-scale and micro-scale specimens in the last ten years, the testing of meso-scale specimens continues to pose great challenges in terms of both fabrication and testing. On one hand, until now, the specimen fabrication at the meso-scale e.g. bending cantilevers of $50 \times 50 \times 200 \mu\text{m}^3$ and even larger, was critical due to limitations in milling volume of Ga focused ion beam technique (FIB). The Xe plasma FIB can reach beam currents of more than 2000 nA compared to the typical limit of 100 nA in a Ga FIB. In addition, the damage, the amorphous layer, is smaller with the Xe PFIB than with the Ga FIB [19]. Furthermore, due to its noble nature, the Xe ion beam does not cause any damage due to chemical interactions [20]. On the other hand, testing devices are usually nanoindenters that have been limited to smaller displacements and testing forces. However, testing the evolution of size effects in ductile metals can be expected to be in that meso-scale size regime, because the size of the plastic zone in front of crack tip is of the same order of magnitude as the specimen's ligaments itself [21]. Thus it is hard to avoid that the crack process zone is affected by the free surface. Therefore, it is mandatory to examine all scales from micro over meso- to macro-specimens, especially with the aim to expand the lower limit of applicability of the testing standards.

In this study, fatigue crack growth on the meso-scale is considered, because it links the state of the art micromechanical testing and standard macroscopic testing. Therefore, cantilevers of $50 \times 50 \times 200 \mu\text{m}^3$ are chosen for the meso-scale fatigue crack growth, described by the characteristic values ΔK_{th} and the Paris exponent m and coefficient C . These data, from stable crack growth, are gathered from a constant load test (CLT) starting from a pre-crack whereas the ΔK_{th} determination test is done in load decrease test (LDT). Cantilevers with geometry ratio of thickness B :width W :lever arm L of 1:1:4 and a height 50 μm were fabricated from nanocrystalline nickel (nc-Ni) which shows ductile behaviour.

2. Fundamentals of fracture

In this section some theoretical aspects of fracture mechanics are introduced as a foundation for the experimental approach.

2.1. Theoretical background

In macroscopic testing of fracture-mechanical parameters, the test is usually carried out in two steps, as specified in the respective standards (i.a. ASTM E399, ASTM E1820, ISO 12737 [22,23]). In the first step, a crack is initiated, starting from a notch, through fatigue loading and subsequently this pre-crack is tested in a quasi-static tensile test in the second step. A pre-crack with a small plastic zone is absolutely essential for reliable fracture toughness determination. The same holds true for the evaluation of crack growth curves and the threshold for fatigue crack growth, ΔK_{th} , in ASTM E647 [24]. For the determination of ΔK_{th} , it is mandatory to do a LDT instead of a CLT as for the crack growth curves. In a LDT, the crack tip can grow sufficiently out of its prior plastic zone. This is important because, otherwise, the residual stresses in the plastic zone would close the crack and affect the fatigue crack growth threshold value. Thus, determination of ΔK_{th} , starting from a pre-crack with constant or increasing load amplitude, or even from a notch without natural crack tip, is invalid.

For the calculation of ΔK one needs the applied stress amplitude $\Delta\sigma$ for each cycle and the geometry function $f(a/W)$ as follows:

$$\Delta K = \Delta\sigma \cdot \sqrt{\pi \cdot a} \cdot f(a/W). \quad (1)$$

W is the cantilever width and a is the crack length in each cycle. This can be measured using different methods. In this work the stiffness drop method is used, see the Methods section for more details. For the crack growth per cycle da/dN , the crack length over cycle data is evaluated according to the slope in each cycle. The geometry function takes the geometrical change due to crack growth for the calculation of ΔK into

account. In macro-scale it is normally part of a testing standard, in the case of micromechanical testing individual co-simulations are needed for the relation of crack length, stress amplitude and stress intensity factor.

2.2. Consideration of macro test standards

Fatigue crack growth testing is standardised, especially in ASTM E 647 [24]. For a later classification of the results in relation to the conditions of the macro standards and for a possible proposal of a meso standard, important quantities are presented in the following.

The minimum specimen size W and the ligament length $W - a$ are defined for a crack of length a as:

$$W - a = \frac{4}{\pi} \cdot \left(\frac{K_I}{\sigma_Y} \right)^2, \quad (2)$$

where K_I is the stress intensity factor and σ_Y is the yield stress of the material. The pre-factor $4/\pi$ leads to a conservative estimation of the minimum specimen size. For a sensible estimation of the minimum specimen size, it is necessary to look at the size of the plastic zone r_{pl} , which also depends on K_I and σ_Y . According to Irwin [25], r_{pl} can be theoretically estimated by:

$$r_{pl} = \frac{1}{2\pi} \cdot \left(\frac{K_I}{\sigma_Y} \right)^2. \quad (3)$$

Using these estimates, the minimum specimen size is eight times the size of the plastic zone and the question arises if this factor is valid over all size regimes. Especially for the J-integral estimation, Paris suggested to use the expansion of the zone in which separation of material takes place [26]. Starting from these estimates, the range between micro- and meso-scaled specimens offers the opportunity to identify the cut-off of standards which has hardly been investigated so far.

2.3. Adoptions of macroscopic test to the micro and meso-scale

The adaptation of macroscopic experiments and procedures to the meso-scale requires some adjustments to specimen preparation and the limited possibilities of the experimental set-up at small scales. Starting with the specimen preparation, a FIB is used in most cases when the specimens are milled from solid material. The taper angle from FIB milling is challenging, which makes correct alignment and, thus, force application hard to reach. Testing with the classical compact-tension (CT) specimen geometry or, although frequently used, 3- as well as 4-point-bending is extremely time consuming. Here again, the force application and handling of the specimen must be considered. Supporting the specimen on loose bearings and placing the specimen on the fixture is currently not feasible at small length scales. From these considerations, the bending of a cantilever mounted on one side, which is a half 3-point-bend test, is found to be feasible as well as suitable for fracture mechanics investigations [17,27].

2.4. Theory of crack closure

Crack closure in general occurs when the crack flanks touch each other during the unloading of the specimen before the applied tensile stress is zero and thus the load at the crack tip decreases prematurely, although an external stress is still applied [28]. With this in mind, the effective stress intensity factor ΔK_{eff} , measured just when the crack is really open, is derived from the applied stress intensity factor ΔK_{apl} and the crack closure stress intensity factor ΔK_{cl} .

$$\Delta K_{\text{eff}} = \Delta K_{\text{apl}} - \Delta K_{\text{cl}} \quad (4)$$

The following crack closure effects are usually distinguished:

Oxide-induced. Oxide formation builds an additional layer on the crack flanks. Premature crack closure leads to relief of the crack tip during the unloading step.

Roughness-induced. Even small displacements of the crack flanks relative to each other cause the topography to mismatch. This results in premature contact of the crack flanks.

Plasticity-induced. Plasticity at the crack tip leads to material transport from the crack tip and the plastic zone towards the crack flanks. This leads to an increase in volume at the crack flanks, resulting in premature contact of the crack flanks.

Crack closure retards the crack growth with multiple effects. The amount of retardation differs between the region/stages of the crack growth. For instance, plasticity-induced crack closure affects especially the crack tip region and thus the effects degrade with increasing crack length, whereas oxide — such as roughness-induced crack closure dominates the ΔK_{th} behaviour. Thus plasticity-induced crack closure changes the Paris exponent m when the crack length increases; oxide- and roughness-induced crack closure usually do not [29].

3. Method

nc-Ni with an average grain size of about 30 nm, produced by pulsed electro-deposition (PED) on a copper substrate, was chosen as a model material which is isotropic and homogeneous. To obtain a desired 30 nm mean grain size, 1 g/L saccharin and 0.02 g/L butynediol were used as additives [30]. nc-Ni has been previously used to validate and benchmark micrometre scale test methods because due to small grain size, hundreds-to-thousands of grains are typically investigated providing “bulk” results [31–33]. The material exhibits ductile behaviour in addition to a high tensile strength of almost 1700 MPa [34]. Firstly an edge with an opening angle of 45° was prepared metallographically until the final oxide polishing (see Fig. 1(a)). The cantilever preparation was performed with a FIB/SEM Xenon Plasma Focused Ion Beam (PFIB, Thermo Fisher Helios PFIB G4 CXe). For all milling steps a acceleration voltage of 30 kV was used. The first milling step at 2500 nA beam current defines the location of the beam and clears the space for nanoindenter positioning and movement. The contours of the cantilever were cut in several steps with gradually decreasing beam current until final dimensions of $50 \times 50 \times 225 \mu\text{m}^3$ were reached. The indenter was positioned 25 μm away from the free end to obtain a lever arm of 200 μm. The final polishing was done with 60 nA beam current to produce a sufficiently smooth surface quality in an acceptable time. The cantilevers were manufactured with small radii at the transition to the solid material to minimise stress concentrations.

In the final step, a notch was made to act as a stress concentrator and as the initiation point for the crack. The notch was cut with a current of 300 pA and to a depth of about 2.2 μm (see Fig. 1(b)). Due to high reproducibility four specimens were fabricated, three to determine the crack growth rate in the Paris regime and one to determine ΔK_{th} .

As in macroscopic tests a lower stress ratio promotes crack initiation by a combination of tensile and compressive stresses. Thus, cantilevers were loaded in compression and tension with a stress ratio of $R < 0$. This is challenging in meso- and micro-scale testing because most testing systems are nanoindentation devices and are designed for loading in just one prominent direction. For this purpose, a gripper was made from a tungsten carbide needle (Fine Science Tools GmbH) also using the PFIB. For the LDT and CLT, after crack initiation, a cono-spherical tip with a nominal diameter of 10 μm was used with $R = 0.1$ loading.

The micromechanical experiments were carried out with an *in-situ* nanoindenter from Alemanni in a W-filament SEM (LEO, Zeiss). Cyclic loading for pre-cracking was performed with a R ratio of -0.2 to -0.3, maximum force of 130 mN and a frequency of 25 Hz using displacement control (see Fig. 2(a)–(c)). Sine-shaped displacement profiles were used. After measuring the crack length on the front and back side of the cantilever, the recording of the crack growth rate data or the load reduction for ΔK_{th} determination, described in Fig. 2(d)–(f), was performed.

The crack growth measurement was done with a R ratio of 0.1 and a frequency of approx. 1 Hz (displacement controlled with force

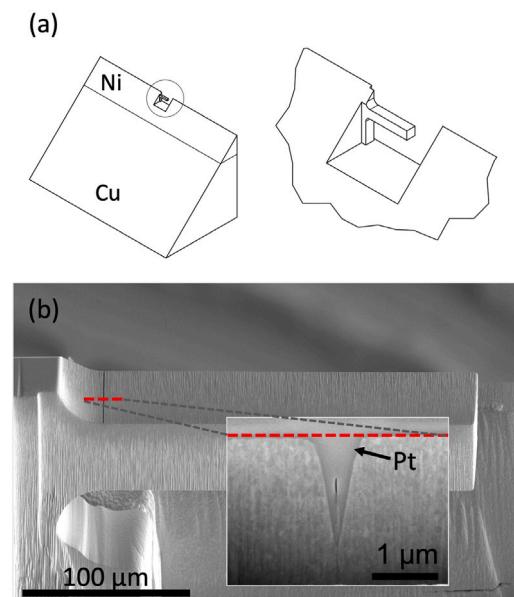


Fig. 1. (a) Sketch of the macro-specimen, PED Nickel on Copper substrate, shape of the 45° wedge with detail of the cantilever, (b) SEM image of a cantilever with a cross section of $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ and a length of 225 μm to guarantee a lever arm of 200 μm. The inset shows an exemplary FIB cross section of a comparable reference notch away from the beam, covered with Pt for good polishing quality in the cross-sectioning process with a depth of 2.2 μm.

limit). Here, the force amplitude was slowly increased step-wise until a growth of the crack due to a drop of the stiffness could be detected. For da/dN measurements the maximum force was then kept constant until the beginning of unstable crack growth and thereafter, the test was stopped manually. Unstable crack growth was inferred from rapid increase in displacement amplitude. In contrast, for the determination of ΔK_{th} , the load amplitude was gradually, but slowly, reduced until the crack shows a crack growth rate below $10^{-8} \text{ mm per cycle}$ for 10 000 cycles. This limit is in the order of magnitude of one lattice plane per cycle.

For post-examination, the crack length was again measured on the front and the back side of the specimens in the FIB/SEM. To analyse the crack path through the specimen, individual specimens were examined using FIB/SEM serial sectioning tomography. A beam current of 60 nA and a step size of 200 nm as well as rocking polishing [35] with half angle of 10° were used to minimise curtaining at the crack tip. In addition to SEM images, EBSD maps were collected from the ΔK_{th} specimen every 5 μm.

The evaluation of the data, outlined in Fig. 3, was done with MATLAB® (The MathWorks Inc.). First, the stiffness of each unloading cycle was calculated. As Alfreider et al. [36] have shown, by means of experiment and simulation, for an a/W ratio between 0.2 and 0.8, a linear relationship of stiffness and a/W ratio can be assumed. Accordingly, the averaged crack lengths on the front and back sides of the cantilevers, and at the beginning and end of the da/dN measurements, were taken and the calculated stiffness was used to determine the crack length in each cycle. The derivative of the crack length gives the crack growth rate da/dN . For this purpose, as recommended in ASTM E 647, a polynomial fit was made over a span of 40 values. The ΔK is calculated using the geometry function for cantilevers derived by Wurster et al. [37] with the force amplitude of each cycle. From these calculations, the crack growth curves plotted in Fig. 3(b) are obtained. The slope m in the Paris regime is calculated via a linear (power-law) fit after a logarithmic weighting of the data to ensure a good fit quality.

The same procedure is used to evaluate the load reduction experiment, except that the final crack length is determined by FIB

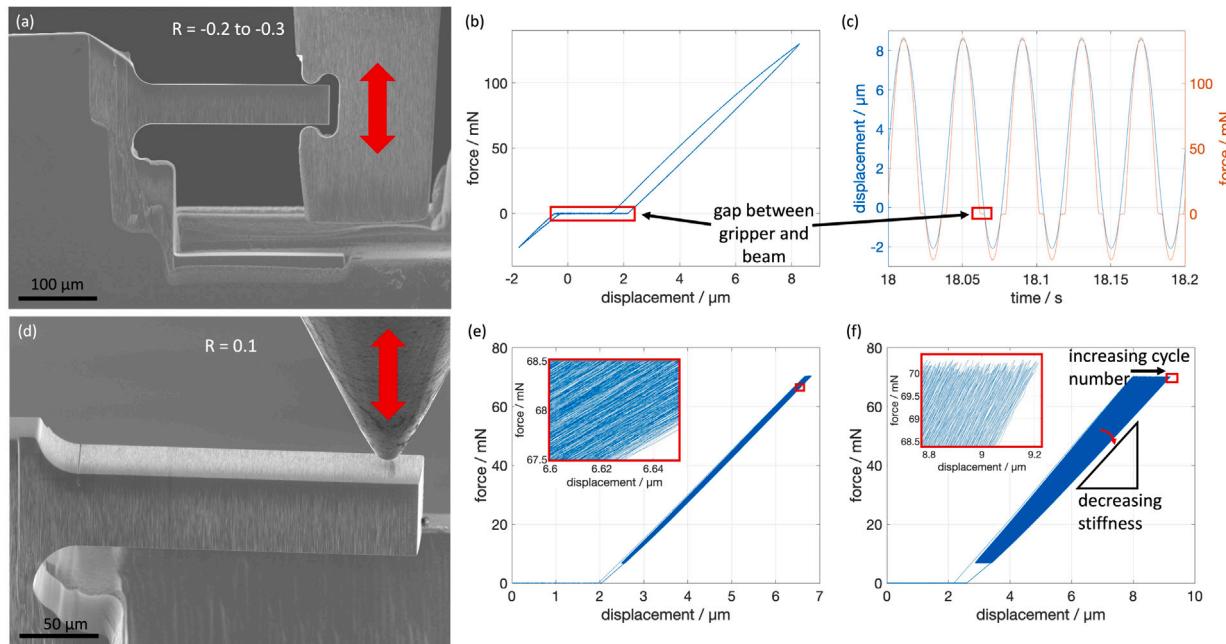


Fig. 2. The experiment is divided in two parts, pre-cracking (a) - (c): pre-cracking with a double-sided loading with a gripper ($R < 0$) (a), quasi-static force versus displacement data with artefact from the gap (b) and pre-cracking with 25 Hz (c), da/dN measurement: (d) - (f): crack growth with a single-sided loading ($R = 0.1$) with a cono-spherical tip (d), the related force versus displacement data at the beginning of crack growth (e) and at the stable crack growth where stiffness changes over cycles (f).

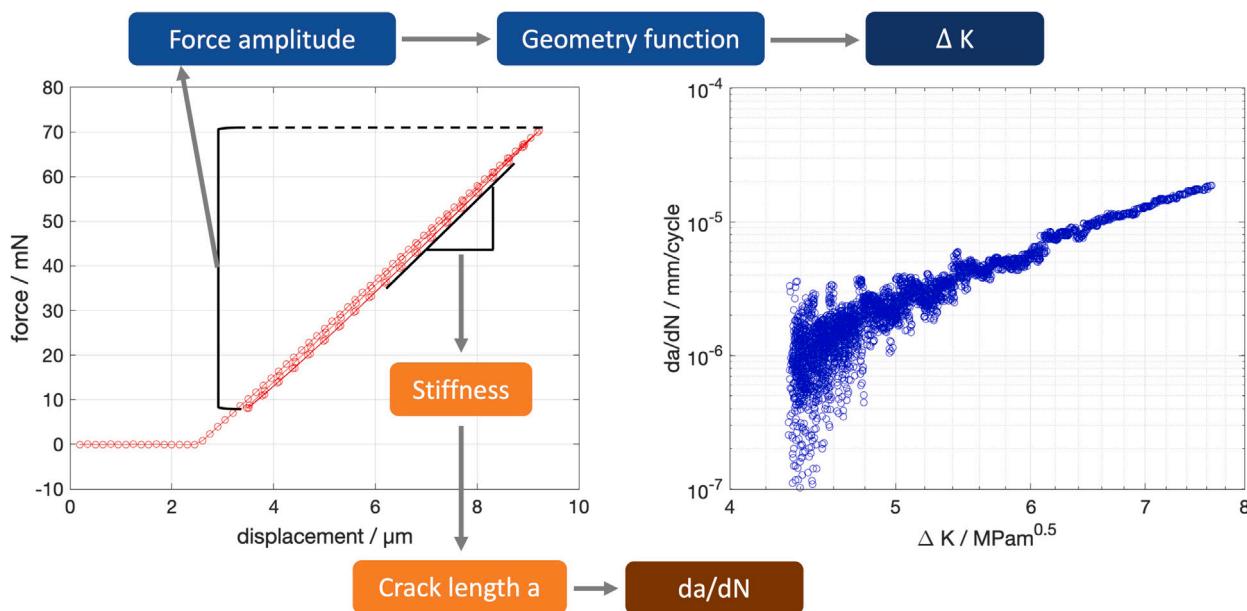


Fig. 3. Evaluation scheme of da/dN and ΔK data.

tomography due to its massive influence on ΔK_{th} as well as its more difficult determination by SEM due to a more closed crack.

To assess the results of the crack growth investigation on 50 μm beams, single edge notched tension (SENT) macro fatigue specimens with W of 4 mm and B of 1.5 mm were made from the material and also tested with $R = 0.1$. The tests were carried out on a resonance pulsator (Rumul Mikrotron from Russenberger Pruefmaschinen, Neuhausen a.R. (CH)) and the crack length was determined using the direct current (DC) potential-drop method. Due to the different environment compared to vacuum, a macro test was also carried out in an argon inert environment. For this purpose, the specimen holder was encased in a

box that was flushed with argon gas during the experiment under slight over-pressure.

4. Special considerations for meso-scale testing

The comparison of meso-scale testing to the macro-scale testing is challenging several aspects, as discussed in details below:

In-situ SEM testing. In the order of a few tens of microns, an examination in a microscope for positioning and observation is essential. Usually, SEM devices are used due to their high depth of focus and resolution down to the nanometre range. In comparison to macro

testing in fracture mechanics, testing is thus carried out in a vacuum. This has to be taken into account when considering crack closure effects due to oxidation and will be discussed later in detail.

In-situ indenter. At the micro- and nano-scale, *in-situ* nanoindenters from different companies are available. With the up-scaling of the specimens to the range of a few 10 μm , a higher maximum load is required in addition to a good force resolution. The development of the *in-situ* nanoindenter goes hand in hand with the development of being able to produce larger specimens. A special requirement exists in the fatigue tests due to the bi-directional loading and thus the use of tensile and compressive forces. In addition, due to the large number of cycles to be applied during fatigue, a device that can reach high testing speed or frequency is required. This not only reduces the duration of the test, but also minimises the influence of thermal drift [38]. A low stiffness of the cantilever results in a larger displacement at the same force. When increasing the test frequency, large displacement amplitudes are critical for testing devices. Thus, a device with a very stiff frame is advantageous.

Specimen manufacturing. When scaling up the specimens, it should be noted that the surface of the specimen has a certain roughness, especially in the case of nc material, due to strong curtaining at high FIB currents. Because of the large surface area of the specimen, this cannot be further reduced with less beam current when considering efficient fabrication time. However, the total specimen volume is also larger, so that a slightly higher roughness, which occurs in particular in the lower half of the cantilever, is not expected to affect strongly the crack growth in the upper half of the cantilever.

The $R = -1$ challenge. Applying tensile and compressive loads requires either a force- or form-locking connection from indenter tip to the specimen. A force-fitting connection can be realised by SEM-glue as Lavenstein et al. [39] reported for cyclic loading of cantilevers. Disadvantages are the limitation by the strength of the SEM-glue and the bad reproducibility. For a form-fitting connection specially manufactured grippers are required that deform the cantilever. In this case, it is necessary to produce the grippers with the FIB, as well, since such individual grippers are not commercially available. When controlling the nanoindenter, it must be taken into account that the gap required for threading and loosely deforming the cantilever leads to a wide zero transition (see Fig. 2(a)–(c)), which is challenging for the test protocols available for or implementable to the indentation device. To apply different forces the design of the gripper can be adapted and the reproducibility of the load application is given.

Crack length determination. The determination of crack length is already a challenge in macro fracture mechanics testing. According to the standards, the initial crack length and the final crack length are required for most testing procedures, especially when using the potential-drop method, to calibrate the *in-situ* crack length determination. Here, in addition to measuring on the surface with replica technique or optical microscopy, the fracture surface is often examined after the failure of the specimen. With the latter method, a clear difference in the fracture surface between the initial crack and crack growth must be recognisable; this is not the case with the fracture surfaces examined here at meso-length scales. Therefore, the initial crack length must be determined non-destructively. The only way to do this is to extract this from SEM images of the specimens on the front and back side (see Fig. 4). To check the crack contour across the specimen, a FIB serial sectioning tomography of the specimen was made. As shown in Fig. 5(a), the average of front and back side crack length slightly underestimates the actual crack length as in macro-testing due to a change in the stress condition on the specimen surfaces. However, since the initial crack length can only be determined from the mean value of the front and back side, the same method is chosen for the final crack length as proposed by the standards, too.

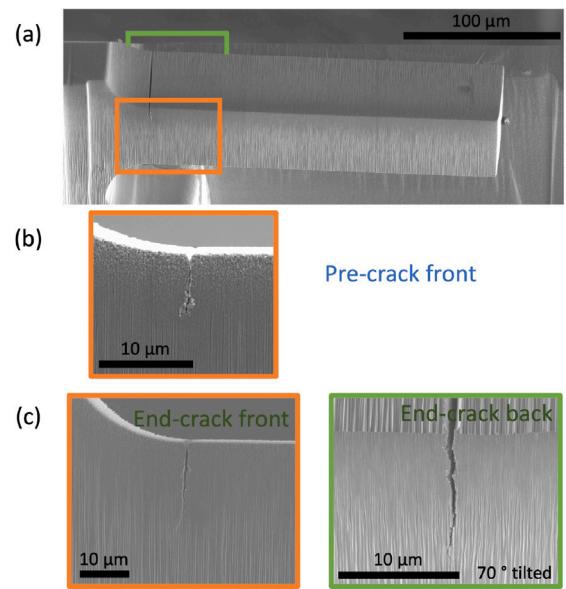


Fig. 4. Procedure of crack length determination (a) SEM image of the whole cantilever after testing, (b) SEM image of the initial crack on the front side of the cantilever, (c) SEM images of the final crack on front and back side of the cantilever.

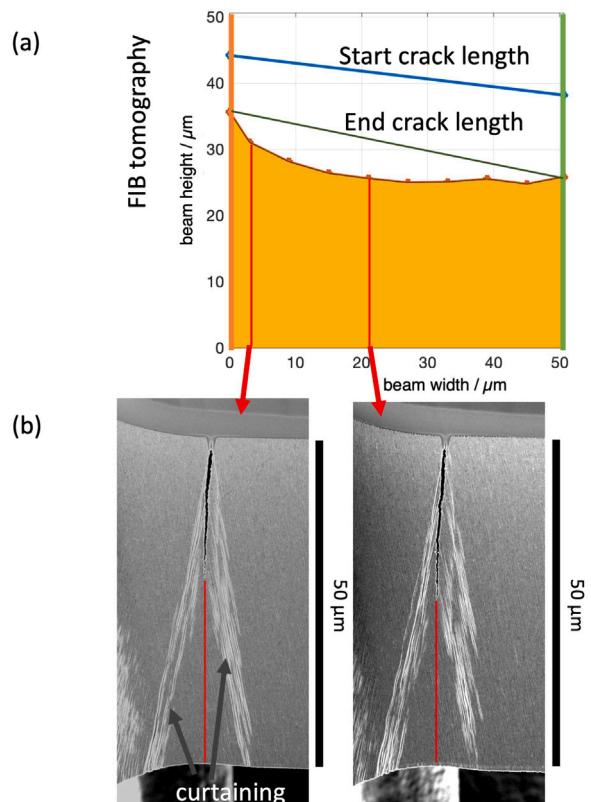


Fig. 5. (a) Diagram of the crack length measured in FIB serial sectioning tomography and (b) SEM images from FIB tomography in (a). Rocking polish was applied in the FIB serial sectioning to avoid curtaining artefacts in the direction of the crack for accurate crack length measurement. However, this resulted in strong curtaining on both crack flanks.

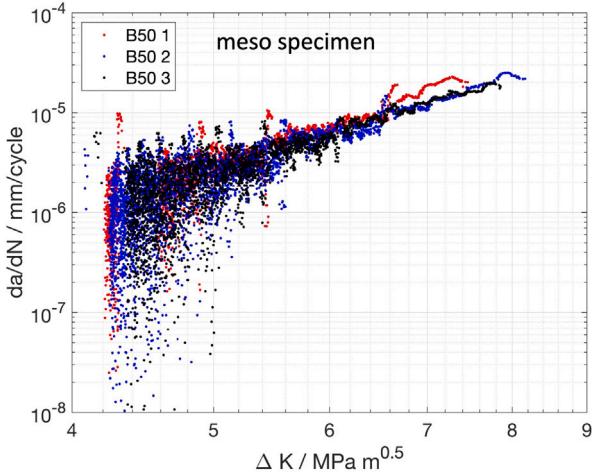


Fig. 6. Plotted da/dN over ΔK values for the three tested specimens.

ΔK_{th} measurement with force amplitude reduction. In macroscopic testing of ΔK_{th} , after creating a pre-crack in the specimen, the load is continuously reduced until the crack stops growing. Such a test procedure is hard to implement in most meso-scale testing devices and was not done yet, to the best knowledge of the authors, especially since there are not a large number of specimens available to find the optimal test parameters. Thus, for a first-time, implementation of a protocol for the determination of ΔK_{th} starting from a pre-crack, with iterative (step-wise) load reduction was performed. In addition to an accurate load selection, a large number of cycles must be applied per load step in order to be able to exclude further crack growth reliably.

5. Results and discussion

5.1. Experimental results

The da/dN versus ΔK curves from all three meso-scale specimens tested are shown in Fig. 6. The crack growth changed to unstable behaviour at ΔK of 7 and 8, respectively. The slope in the linear range for all specimens, m , is 4.88 with a standard deviation of 0.1266. The meso-cantilever measurements are reproducible. The slope is higher than the value for the material in macroscopic crack propagation measurements in air with a Paris exponent m of 3.01 with a standard deviation of 0.2475. The specimen tested in Argon environment shows no deviation from the other macro-specimens tested in air.

With a fourth meso-scale specimen, a load reduction was performed after the pre-crack to determine ΔK_{th} . The result is shown in Fig. 7 along with one of the constant load experiments for comparison. With the load reduction at an R of 0.1, a ΔK_{th} between 2.8 and 3.4 $\text{MPa}\sqrt{m}$ is obtained.

5.2. Comparison to macroscopic

In the following, the results of the presented method for crack growth investigation are classified as meso-scale with regard to the macro results (see Fig. 8). For this purpose, the results are divided into the stress intensity threshold, the near-threshold regime and the Paris regime. First, however, the stress state and crack closure effects are discussed.

Due to the small size of the specimen, the assumption of a plane stress state is quickly made, but it should be noted that all dimensions, including the height of the specimen, are small. This leads to a plane strain state inside the specimen and a plane stress state on the surface comparable to macro-specimens. Obviously, the thickness of the surface

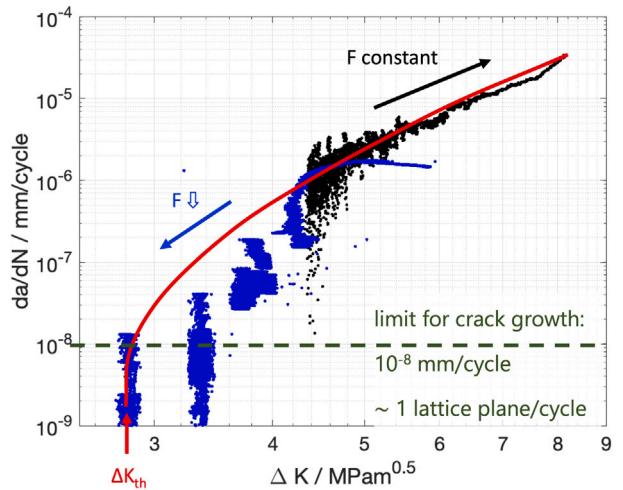


Fig. 7. Result of the ΔK_{th} , load reduction, measurement combined in a diagram with a constant load measurement to classify the measurement. Due to the discrete steps in the load reduction the curve is not continuous like the black one from the constant load test. The red line shows an interpolation between the loading steps.

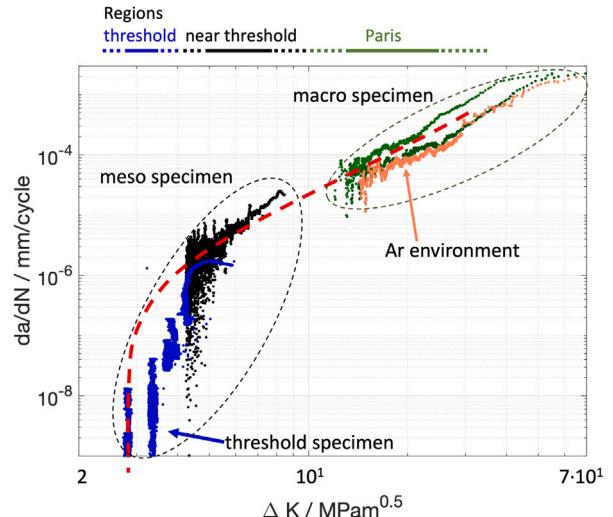


Fig. 8. Comparison of the macro- and meso-specimens crack growth data.

layer of the specimen affected by the image forces on the dislocations at meso-scale increases relatively as the specimen width dimension decreases, but for a nc grain structure, the influence of the image forces can still be considered to be negligible for a cantilever size of 50 μm . This consideration is important with regard to plasticity-induced crack closure [29].

5.2.1. Stress intensity threshold

For the investigated material nc-Ni, an intrinsic threshold $\Delta K_{th,eff}$ between 2.5 and 3 $\text{MPa}\sqrt{m}$ based on the Young's modulus of 200 GPa is derivable from the relevant literature [40], or as experimentally determined for a nickel alloy [41] to 3.2 $\text{MPa}\sqrt{m}$. The intrinsic threshold is defined as the stress intensity threshold without the influence of crack closure effects [42]. Hence, the one measured here is below the usual ΔK_{th} and thus in the range of the intrinsic threshold for nickel alloys. Due to the load reduction during ΔK_{th} measurement the plastic zone size decreases which leads also to a reduction in plasticity-induced crack closure. Furthermore, the crack can be considered mechanically short, 25 μm long, which means that the influence of further crack closure effects is less pronounced.

5.2.2. Near threshold regime

As shown in Fig. 8, the crack propagation measurement of the meso-specimens is still in the near threshold regime. Pippan et al. [43] described a particularly large influence of an increasingly forming plastic crack closure which leads to a steeper da/dN over ΔK curve. Due to the plane strain state within the specimen, the plastic zone in the area of the crack tip is clearly formed and thus strongly influences the crack closure directly behind the crack tip.

5.2.3. Paris regime

The comparative macro measurements were made from a notched macro-SENT-specimen. The cracks initiated relatively late, which made it impossible to start crack growth below ΔK of $12 \text{ MPa}\sqrt{m}$. Thus, only the Paris regime is represented here. The slopes of the curves are lower compared to the meso-specimens, which can be explained by the long crack in the macro-specimens. Here, the plastic crack closure remains unchanged because the plastic zone is much smaller than the crack length of a few millimetres.

5.2.4. Further considerations

In addition, the crack length determination before and after the da/dN measurement must be considered. As written before, a small error is made in the determination on the front and back side, but the crack curvature, and thus the error, before and after the da/dN measurement will be in a similar range, so that the error in the determination will only have a small effect on the crack length change that is included in the calculation.

As a final point, the crack growth curve of the meso-specimen should be considered as a whole. As already mentioned, the measurement is in the near threshold region below a ΔK of $10 \text{ MPa}\sqrt{m}$. This indicates that the linear Paris regime where m is calculated is not yet fully developed (see Fig. 8) and thus a higher slope is determined.

5.3. Crack tip process zone

The applicability of fatigue fracture mechanics requires consideration of the size of the plastic zone according to Irwin's equation (3) and the calculation of size limits using the standard fatigue fracture mechanics equation (2) introduced in Section 2.2. To calculate r_{pl} and $W - a$, the values for K_I and σ_Y must be assumed. In the case of investigated material, due to continuous transition from linear elastic to plastic regime instead of σ_Y the offset yield stress $R_{p0.2}$ from macroscopic experiment was taken. Due to the small microstructure compared to the meso-specimen size of $50 \mu\text{m}$, no size effect in $R_{p0.2}$ is expected. In the following, a value of $9 \text{ MPa}\sqrt{m}$ is assumed for K_I and for $R_{p0.2}$ 1070 MPa . Since the investigations of the present work do not exceed a ΔK of $9 \text{ MPa}\sqrt{m}$ for the meso-specimens the following considerations apply only to this range.

With the values above, $W - a$ is $90 \mu\text{m}$ where r_{pl} is $11 \mu\text{m}$. In the investigated meso-scale specimens $W - a$ is at least $25 \mu\text{m}$ long and thus two times as long as the calculated r_{pl} . For the rather conservatively considered minimum specimen size $W - a$ according to the standard, the specimens lie outside of that. Based on the above discussion and the reliability of the results, a factor of two times the plastic zone size is suggested as a minimum size limit for meso-scale standards.

5.4. Limits of the study

It is known that in nc material grain growth can occur during crack initiation and growth [44,45]. In order not to disregard that, the microstructure of a specimen was examined in a FIB cross section in this study. A slight grain coarsening was observed during the crack growth tests where the Paris exponent m was extracted. During that fast crack growing only minor grain growth was observed and with that the influence on m should be negligible. Compared to that, the grain growth during crack initiation and for the ΔK_{th} test is pronounced. The data of

crack initiation is not further used. However, for the ΔK_{th} specimen it is not known how the grain growth influences ΔK_{th} measurement and it is not clear how the mechanical behaviour in that case is influenced. For a detailed answer on that question more examinations should be done in this field.

FIB cutting can also induce grain growth. This is not a major issue with the material being analysed, particularly as the large volume compared to the surface area reduces this problem.

Another point for discussion is the specimen geometry when comparing the meso- with the macro-tests, i.e. comparing bending with tension loading geometry. Bending in front of the crack tip creates a stress gradient which, depending on how steep it is, can influence the shape of the plastic zone in front of the crack tip. This is different from the macro-tension tests and to evaluate the meso results it would be desirable to test meso-tension specimens, which is not feasible due to the challenges of adaptation to the meso scale. This work has introduced a methodology to further analyse these issues.

6. Conclusion

Method. The fatigue crack growth rate method presented here is very close to the test protocol of the macro standard. The crack growth rate obtained is higher than that obtained from macro-tests on the material in this study, but it should be noted that due to the short crack in the meso-specimen, the crack closure mechanisms are not as pronounced as in the macro-specimen or change, as the measurement is obtained in the near threshold regime. A formula for the size of the meso-specimen is proposed as a factor of two times the size of the plastic zone. This makes the method a tool to fill the scale gap in fatigue crack growth measurement.

Intrinsic ΔK_{th} . The measured ΔK_{th} value corresponds to the intrinsic ΔK_{th} of the material. This method is a good alternative to macro-specimens where it is difficult to measure the fatigue crack growth threshold without crack closure effects due to long cracks.

Pre-cracking. Due to the poor reproducibility of FIB notches, especially when considering different notch depths and therefore notch radii due to different specimen sizes, a pre-crack is essential for a valid fatigue crack growth measurement. In this study a method to induce a pre-crack even in small specimens and ductile metals was introduced. By varying the load ratio and stress, this method can be adapted to different metals.

Outlook. In order to test to what extent the factor between the size of the plastic zone and the minimum required specimen size depends on the latter, it would be feasible in future to vary the material itself or to test an even larger cantilever, say $100 \mu\text{m}$ in height, using a femtosecond laser for pre-cutting and then PFIB polishing for good surface quality.

Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Acknowledgements

We are indebted to Christoph Pauly (Saarland University) for his indispensable assistance during FIB specimen preparation and serial sectioning. We thank Kai Dominic Rathmann for providing the macroscopic da/dN data. Funding by Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) for the Plasma-FIB/SEM (INST 256/510-1 FUGG) is greatly acknowledged. GM and AL acknowledge partial funding from Academy of Finland grant number 341050. This work made use of Tampere Microscopy Center facilities at Tampere University.

References

- [1] E. Arzt, Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints: a comparative review, *Process Saf. Environ. Prot.* 77 (6) (1998) 371–372.
- [2] M.D. Uthic, D.M. Dimiduk, A methodology to investigate size scale effects in crystalline plasticity using uniaxial compression testing, *Mater. Sci. Eng. A* 400–401 (2005) 268–278.
- [3] J.R. Greer, J.T.M.D. Hossen, Plasticity in small-sized metallic systems: Intrinsic versus extrinsic size effect, *Prog. Mater. Sci.* 56 (2011) 654–724.
- [4] J. Ast, M. Ghidelli, K. Durst, M. Göken, M. Sebastiani, A.M. Korsunsky, A review of experimental approaches to fracture toughness evaluation at the micro-scale, *Mater. Des.* 173 (2019) 107762.
- [5] J. Luksch, A. Jung, C. Pauly, R. Derr, P. Gruenewald, M. Laub, M. Klaus, C. Genzel, C. Motz, F. Mücklich, F. Schaefer, Ni/al-hybrid cellular foams: An interface study by combination of 3d-phase morphology imaging, microbeam fracture mechanics and in situ synchrotron stress analysis, *Materials* 14 (2021).
- [6] J. Ast, J.J. Schwedrzik, N. Rohbeck, X. Maeder, J. Michler, Novel micro-scale specimens for mode-dependent fracture testing of brittle materials: A case study on GaAs single crystals, *Mater. Des.* 193 (2020) 108765.
- [7] S. Wurster, C. Motz, R. Pippan, Characterization of the fracture toughness of micro-sized tungsten single crystal notched specimens, *Phil. Mag.* 92 (14) (2012) 1803–1825.
- [8] N. Jaya, B. V. Jayaram, S.K. Biswas, A new method for fracture toughness determination of graded (Pt, Ni) Al bond coats by microbeam bend tests, *Phil. Mag.* 92 (25–27) (2012) 3326–3345.
- [9] W.W. Gerberich, J. Michler, W.M. Mook, R. Ghisleni, F. Östlund, D.D. Stauffer, R. Ballarini, Scale effects for strength, ductility, and toughness in “brittle” materials, *J. Mater. Res.* 24 (2009) 898–906.
- [10] C.L. Muhlstein, S.B. Brown, R.O. Ritchie, High-cycle fatigue of single-crystal silicon thin films, *J. Microelectromech. Syst.* 10 (4) (2001) 593–600.
- [11] C. Eberl, R. Spolenak, E. Arzt, F. Kubat, A. Leidl, W. Ruile, O. Kraft, Ultra high-cycle fatigue in pure Al thin films and line structures, *Mater. Sci. Eng. A* 421 (1–2) (2006) 68–76.
- [12] L. Eisenhut, F. Schaefer, P. Gruenewald, L. Weiter, M. Marx, C. Motz, Effect of a dislocation pile-up at the neutral axis on trans-crystalline crack growth for micro-bending fatigue, *Int. J. Fatigue* 94 (2017) 131–139.
- [13] S. Gabel, B. Merle, Small-scale high-cycle fatigue testing by dynamic microcantilever bending, *MRS Commun.* 10 (2020) 332–337.
- [14] P. Gruenewald, J. Rauber, M. Marx, C. Motz, F. Schaefer, Fatigue crack growth in micro specimens as a tool to measure crack – microstructure interactions, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 43 (2020) 3037–3049.
- [15] S. Gabel, B. Merle, E. Bitzek, M. Göken, A new method for microscale cyclic crack growth characterization from notched microcantilevers and application to single crystalline tungsten and a metallic glass, *J. Mater. Res.* 37 (12) (2022) 2061–2072.
- [16] P. Gruenewald, F. Schaefer, M. Thielen, M. Marx, C. Motz, Small scale fracture mechanics of ductile materials: Advantage of fatigue precracks and comparison of J-integral evaluations, *Materialia* 4 (2018) 104–108.
- [17] J. Ast, M. Göken, K. Durst, Size-dependent fracture toughness of tungsten, *Acta Mater.* 138 (2017) 198–211.
- [18] M. Wurmshuber, M. Alfreider, S. Wurster, M. Burtscher, R. Pippan, D. Kiener, Small-scale fracture mechanical investigations on grain boundary doped ultrafine-grained tungsten, *Acta Mater.* 250 (2023) 118878.
- [19] R. Kelley, K. Song, B. Van Leer, D. Wall, L. Kwakman, Xe FIB milling and measurement of amorphous silicon damage, *Microsc. Microanal.* 19 (S2) (2013) 862–863.
- [20] T. Burnett, R. Kelley, B. Winiarski, L. Contreras, M. Daly, A. Gholinia, M. Burke, P. Withers, Large volume serial section tomography by Xe plasma FIB dual beam microscopy, *Ultramicroscopy* 161 (2016) 119–129.
- [21] S. Kalácska, J. Ast, P.D. Ispánovity, J. Michler, X. Maeder, 3D HR-EBSD Characterization of the plastic zone around crack tips in tungsten single crystals at the micron scale, *Acta Mater.* 200 (2020) 211–222.
- [22] ASTM E1820-11, Standard test method for measurement of fracture toughness. URL www.astm.org.
- [23] ISO 12737, metallic materials-determination of plane-strain fracture toughness, 2010, URL www.din.de.
- [24] ASTM E647-13, standard test method for measurement of fatigue crack growth rates, 2013, pp. 1–50.
- [25] G. Irwin, Linear fracture mechanics, fracture transition, and fracture control, *Eng. Fract. Mech.* 1 (2) (1968) 241–257.
- [26] P. Paris, The J Integral as a Fracture Criterion by J a Begley and J D Landes, *ASTM STP 514*, 1971, pp. 21–23.
- [27] B.N. Jaya, V. Jayaram, Fracture testing at small-length scales: From plasticity in Si to brittleness in Pt, *JOM* 68 (2016) 94–108.
- [28] E. Wolf, Fatigue crack closure under cyclic tension, *Eng. Fract. Mech.* 2 (1) (1970) 37–45.
- [29] R. Pippan, A. Hohenwarter, Fatigue crack closure: a review of the physical phenomena, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 40 (4) (2017) 471–495.
- [30] K. Schueler, B. Philippi, M. Weinmann, V.M. Marx, H. Vehoff, Effects of processing on texture, internal stresses and mechanical properties during the pulsed electrodeposition of nanocrystalline and ultrafine-grained nickel, *Acta Mater.* 61 (2013) 3945–3955.
- [31] J. Wehrs, G. Mohanty, G. Guillonneau, A.A. Taylor, X. Maeder, D. Frey, L. Philippe, S. Mischor, J.M. Wheeler, J. Michler, Comparison of in situ micromechanical strain-rate sensitivity measurement techniques, *JOM* 67 (2015) 1684–1693.
- [32] V. Maier, K. Durst, J. Mueller, B. Backes, H.W. Höppel, M. Göken, Nanoindentation strain-rate jump tests for determining the local strain-rate sensitivity in nanocrystalline Ni and ultrafine-grained Al, *J. Mater. Res.* 26 (11) (2011) 1421–1430.
- [33] G. Mohanty, J. Wehrs, B.L. Boyce, A. Taylor, M. Hasegawa, L. Philippe, J. Michler, Room temperature stress relaxation in nanocrystalline Ni measured by micropillar compression and miniature tension, *J. Mater. Res.* 31 (8) (2016) 1085–1095.
- [34] D. Rathmann, M. Marx, C. Motz, Crack propagation and mechanical properties of electrodeposited nickel with bimodal microstructures in the nanocrystalline and ultrafine grained regime, *J. Mater. Res.* 32 (2017) 4573–4582.
- [35] L. Kwakman, G. Franz, M.M.V. Taklo, A. Klumpp, P. Ramm, Characterization and failure analysis of 3D integrated systems using a novel plasma-FIB system, *AIP Conf. Proc.* 1395 (1) (2011) 269–273.
- [36] M. Alfreider, D. Kozic, O. Kolednik, D. Kiener, In-situ elastic-plastic fracture mechanics on the microscale by means of continuous dynamical testing, *Mater. Des.* 148 (2018) 177–187.
- [37] S. Wurster, C. Motz, R. Pippan, Notched-cantilever testing on the micrometer scale - effects of constraints on plasticity and fracture behaviour, 2010.
- [38] M. Conte, G. Mohanty, J.J. Schwedrzik, J.M. Wheeler, B. Bellaton, J. Michler, N.X. Randall, Novel high temperature vacuum nanoindentation system with active surface referencing and non-contact heating for measurements up to 800 °C, *Rev. Sci. Instrum.* 90 (4) (2019) 045105.
- [39] S. Lavenstein, B. Crawford, G.D. Sim, P.A. Shade, C. Woodward, J.A. El-Awady, High frequency in situ fatigue response of Ni-base superalloy René-N5 microcrystals, *Acta Mater.* 144 (2018).
- [40] U. Zerbst, M. Vormwald, R. Pippan, H.-P. Gänsler, C. Sarrazin-Baudoux, M. Madia, About the fatigue crack propagation threshold of metals as a design criterion—a review, *Eng. Fract. Mech.* 153 (2016) 190–243.
- [41] R.W. Hertzberg, On the calculation of closure-free fatigue crack propagation data in monolithic metal alloys, *Mater. Sci. Eng. A* 190 (1–2) (1995) 25–32.
- [42] B. Li, L. Rosa, Prediction models of intrinsic fatigue threshold in metal alloys examined by experimental data, *Int. J. Fatigue* 82 (2016) 616–623.
- [43] R. Pippan, F. Riemelmoser, H. Weinhandl, H. Kreuzer, Plasticity-induced crack closure under plane-strain conditions in the near-threshold regime, *Phil. Mag. A* 82 (17–18) (2002) 3299–3309.
- [44] T.A. Furnish, A. Mehta, D. Van Campen, D.C. Bufford, K. Hattar, B.L. Boyce, The onset and evolution of fatigue-induced abnormal grain growth in nanocrystalline Ni–Fe, *J. Mater. Sci.* 52 (2017) 46–59.
- [45] T.A. Furnish, D.C. Bufford, F. Ren, A. Mehta, K. Hattar, B.L. Boyce, Evidence that abnormal grain growth precedes fatigue crack initiation in nanocrystalline Ni–Fe, *Scr. Mater.* 143 (2018) 15–19.

3.3.1. Besonderheiten der Mesoermüdungsbruchmechanik

Im Folgenden wird auf experimentelle Details der mikromechanischen Versuche eingegangen, die im Zuge der vorliegenden Arbeit weiterentwickelt wurden und nicht im Detail in den Veröffentlichungen dargestellt sind. Dabei sei zunächst auf die Proben- und Mikrotoolpräparation sowie Geometrie eingegangen. Im Anschluss werden der Rissinitiierungs- und wachstumsversuch betrachtet mit Schwerpunkt auf der Methodenoptimierung.

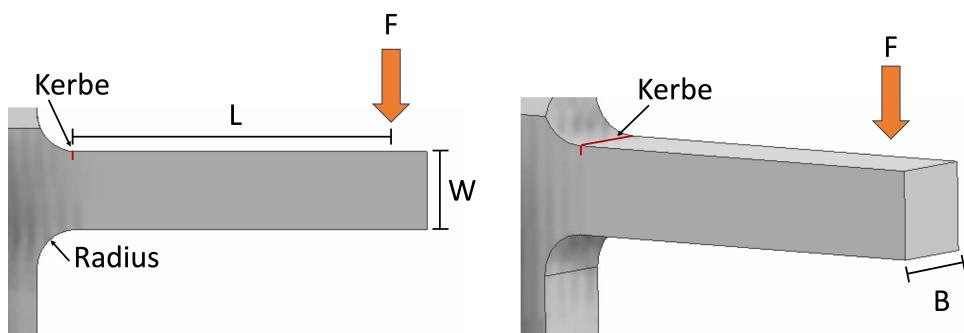


Abbildung 3.6: Schematische Darstellung der Mikro-Ermüdungsgeometrie, mit Kerbe und Belastung.

Probengeometrie Die Probengeometrie wurde für alle Balken mit festem $W : B : L$ Verhältnis von $1 : 1 : 4$ wie in Abbildung 3.6 dargestellt gewählt. In Anlehnung an die Norm ASTM E647 [18] erfolgt die Benennung der Balkenmaße W (Breite, engl. *width*) und B (Dicke, engl. *thickness*), wobei W definiert wird als das Maß von der gekerbten Seite bis zur gegenüberliegenden Seite. Bei bruchmechanischen Proben wird meist ein $W : B$ Verhältnis von $2 : 1$ gewählt. In vorliegender Arbeit wurde jedoch ein quadratischer Querschnitt verwendet, da dieser weniger anfällig für Torsion ist. Bei der Wahl der Hebelarmlänge spielen mehrere Faktoren eine Rolle. Bei Krafteinleitung nahe der Kerbe treten Scherspannungen auf, wohingegen ein zu lang gewählter Hebelarm zu einer starken Biegung des Balkens führen kann, die sowohl für das Spannungsfeld nicht erwünscht ist, als auch geometrisch bedingt zu Reibung mit der Indenterspitze führen kann. Für die vorliegende Arbeit hat sich ein Verhältnis von $W : L$ von $1 : 4$ bewährt.

FIB Präparation Bei der Präparation mit dem FIB muss insbesondere der finale Strom neben der erzielten Oberflächenqualität auch hinsichtlich des Flankenwinkels (engl. *taper angle*) bewertet, auf das Material angepasst und entsprechend ausgewählt

werden. Als Flankenwinkel wird die Abweichung, die bei FIB-polierten Flächen relativ zur Strahlachse auftritt, bezeichnet (Abb. 3.7).

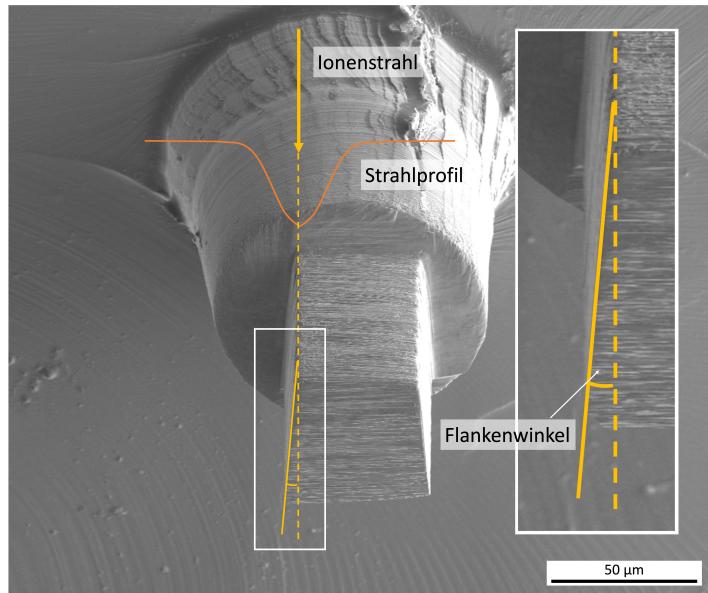


Abbildung 3.7: SEM Bild eines Grobschnittes eines Balkens, gezeigt ist die Stirnseite, mit skizzierterem Ionenstrahl der senkrechten Seitenflächen. Vergrößerung der Definition des Flankenwinkels.

Die Ursache dieser Abweichung liegt im Strahlprofil des FIB, welches in erster Näherung als gaußförmig betrachtet werden kann [165]. Die Flanke des Gaußprofils führt zum Flankenwinkel. Die Breite des Gaußprofils ist stromabhängig, sodass auch der Flankenwinkel bei kleineren Strömen schwächer ausgeprägt ist. Daher ist eine Abweichung für eine quadratische Querschnittsfläche der Biegebalken zu berücksichtigen. Für das Xe-FIB wurden dazu an einer cg-Ni-Probe an einer Probenkante mit verschiedenen Strahlströmen zwei Flächen, nominell rechtwinklig zueinander, poliert. Der reale Winkel wurde anschließend mit einem Laser Scanning Mikroskop (*laser scanning microscope*, LSM) (Olympus LEXT OLS 4100) vermessen und es wurden stromabhängig die in Tabelle 3.1 dargestellten Flankenwinkel erhalten. Der Strom wurde von maximal möglichen 2500 nA bis zu 0,3 nA variiert. Somit konnten mit einer Überkippung der Proben die Seitenflächen der Balken entsprechend rechtwinklig zueinander präpariert werden.

Tabelle 3.1: Flankenwinkel bei verschiedenen Strömen des Xe-FIB.

Strom /nA	2500	1000	500	200	60	15	4	1	0,3
Flankenwinkel /°	4,38	3,70	4,07	4,32	2,07	2,31	2,30	2,09	1,15

Mikromanipulator Als Mikrotool zur Lastaufbringung wurden für die Versuche zwei Geometrien benötigt, für reine einseitige und für zweiseitige Belastung. Für beide wurde als Ausgangsmaterial eine Wolframcarbid-Spitze (Fine Science Tools GmbH, Deutschland) verwendet und in einen Adapter für die Indenter mit Leitsilber G3692 (Plano GmbH, Deutschland) eingeklebt. Für die einseitige Belastung wurde ein Keil (engl. *Wedge*) wie in Abbildung 3.8 (a) dargestellt geschnitten. So kann eine gleichmäßige Last aufgebracht werden. Zur zweiseitigen Belastung wurde ein Greifer verwendet. Die Grundgeometrie war bereits etabliert, in vorliegender Arbeit wurde die Form der Greiferöffnung hinsichtlich möglicher mechanischer Schwachstellen sowie definierter Kraftaufbringung auf die Probe optimiert. Diese ist in Abbildung 3.8 (c) dargestellt. Für jede Balkengröße wurde der Greifer entsprechend der Dimensionen angepasst, wobei, neben der Greiferöffnung, insbesondere auf die Breite horizontal sowie vertikal (Abb. 3.8 (b) mit Y und X markiert) hinsichtlich Steifigkeit geachtet wurde.

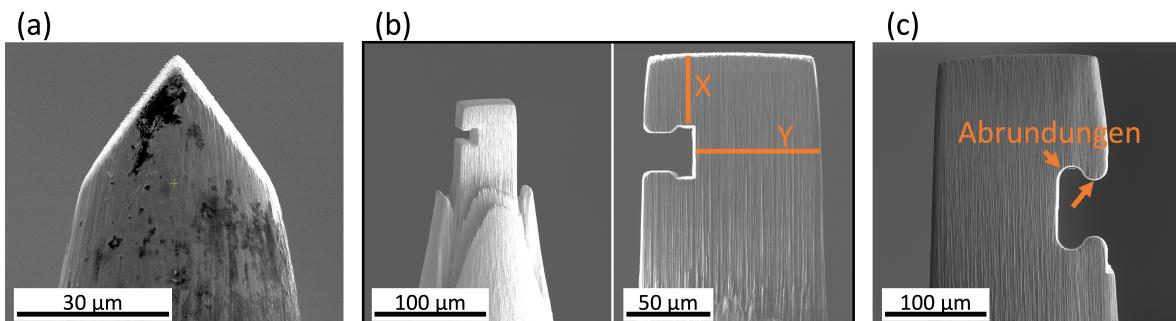


Abbildung 3.8: Darstellung der Mikrotools, (a) Wedge, (b) Greifer für 20 µm Balken in alter und (c) 50 µm Balken in neuer Geometrie.

Kerbe und Anriss In der Bruchmechanik werden in den Normen verschiedene Kerbformen vorgegeben [18, 44]. Auch auf der Mikroskala wurde hier schon variiert [166, 167] und drei Kerbformen haben sich als praktikabel und vorteilhaft herausgestellt: parallele Kerbe über die komplette Probendicke, parallele Kerbe mit Brücken am Rand und Chevron Kerbe, welche ein Dreiecksprofil aufweist zur Spannungsüberhöhung in der Probenmitte. Bei der Fertigung der Kerbe mit dem FIB kann es bei der parallel durchgängigen Kerbe zu Curtaining an den Balkenseiten kommen. Vorteil der parallel nicht durchgängigen Kerbe ist eine erhöhte Spannungsüberhöhung an den Brücken und damit theoretisch ein leichteres Initiieren des Risses. Außerdem sind hier die Balkenflächen unberührt und der Rissverlauf kann optisch gut nachvollzogen werden. Die Herstellung der Chevron-Kerbe ist fehleranfällig, da die Spitze des Dreiecks genau in der Mitte des Bal-

kens liegen muss. In Abbildung 3.9 sind vergleichend die parallelen Kerben dargestellt. Für vorliegende Arbeit wurde die parallele Kerbe mit Brücken gewählt.

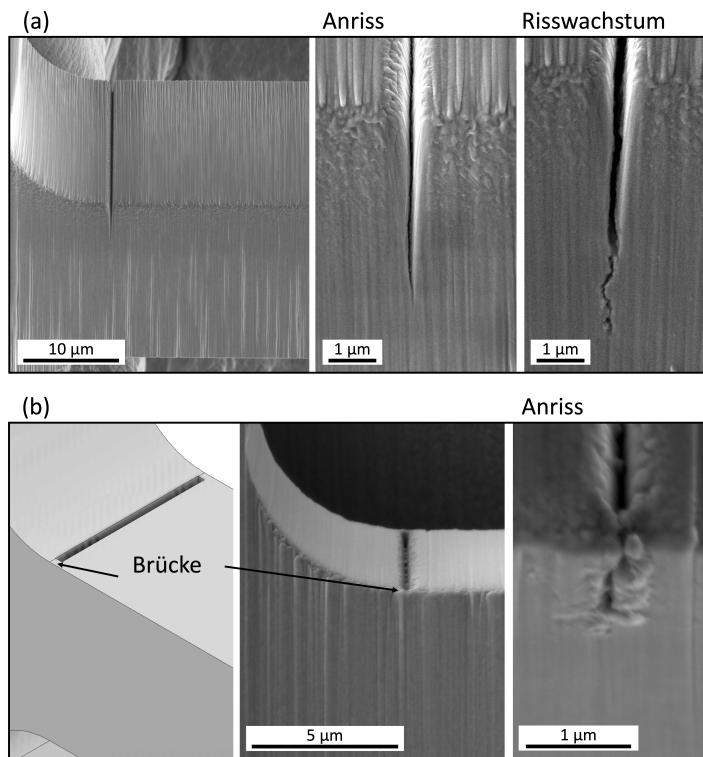


Abbildung 3.9: (a) 20 µm Balken mit durchgängiger Kerbe sowie Anriß, schwer sichtbar, und nach Risswachstum in vergrößerter Darstellung und (b) Skizzierter Balken mit Kerbe mit Brücken, SEM Bild 10 µm Balken mit Kerbe mit Brücke sowie gut sichtbarem Anriß vergrößert dargestellt.

Prüfgeschwindigkeit Zum Anschwingen wird eine Zug-Druck Wechselbelastung mit einem Spannungsverhältnis R von -0,3 bis -0,4 in der für die Rissinitiierung verwendeten Größenordnung mit einem Greifer aufgebracht. Die Lücke zwischen Greifer und Balken erzeugt dabei einen Nulldurchgang in der Kraft, der von der Verschiebung her so breit ist wie die Lücke zwischen Greifer und Balken (Abb. 3.10). Eine kraftgesteuerte Versuchsführung ist somit durch den Kontaktverlust je nach Indenter nicht möglich oder instabil. Hier kommt eine weggesteuerte Versuchsführung mit Kraftlimits in Frage, wenn auf eine konstante Kraft auch bei Rissverlängerung geregelt werden soll. Bei Rissinitiierung hingegen soll die Verschiebung konstant bleiben, da so der Riss nicht unkontrolliert an Geschwindigkeit gewinnt, sondern die Kraft und damit auch ΔK sinkt und sich damit die plastische Zone verkleinert. Wie bereits im Literaturüberblick zu Ermüdungsbruchmechanik beschrieben, ist die Spanne der Ermüdungsfrequenz (0,5-400 Hz) recht groß

und wurde in vorliegender Arbeit am *in-situ* Nanoindenter von Alemnis für die Versuchsdurchführung zur Rissinitiierung entsprechend getestet.

Hierzu wurde der Aufbau zur Rissinitiierung, Greifer und 20 µm Balken, verwendet. Mit der HSR (engl. *high strain rate*) Applikation wurde eine feste Verschiebung mit verschiedenen Geschwindigkeiten im Sinus-Profil aufgebracht. Die Daten sind in Abbildung 3.10 für jeweils zwei Zyklen dargestellt. Es wurde der Bereich von 10 bis 100 Hz Ermüdungsfrequenz abgedeckt, da die Rissinitiierung innerhalb einiger 10 000 Zyklen erfolgen sollte, um Veränderungen der Mikrostruktur zu verringern (Abs. 2.1.2.1). Bei 100 Hz Ermüdungsfrequenz sind beispielhaft 100 000 Zyklen in 16 min aufgebracht. Die Versuchszeit gering zu halten, begründet sich neben dem eigenen Zeitaufwand vielmehr in möglicher Indenterdrift, die bei längerer Versuchszeit stärker ins Gewicht fällt. Die Rohdaten, Abbildung 3.10 linke Spalte, zeigen bei allen Frequenzen eine unveränderte Verschiebungskurve, was so sein sollte, aber je nach Steuerung des Indenters nicht selbstverständlich ist. Die Kraftdaten hingegen zeigen Schwingungen, die zu höheren Frequenzen hin stärker werden. Hierfür kann es zwei Ursachen geben, die Resonanzfrequenz des Systems oder das schnelle Auftreffen des Greifers auf die Probe, das bei höheren Frequenzen immer abrupter wird (hammerartig). Die Resonanzfrequenz des Aufbaus mit Standard-Kraftzelle liegt bei etwa 750 Hz, sodass für die Schwingungen im Kraftsignal das Greifer-Balken-Setup infrage kommt.

Eine schnelle Fourier-Transformation (*fast Fourier transform*, FFT) Filterung, hier mit 500 Hz Tiefpass, erlaubt auch noch bei 100 Hz Ermüdungsfrequenz ein Abschätzen der maximalen und minimalen Kraft, wobei die Filterung durch den Nulldurchgang an ihre Grenzen gerät. Für die Wahl des Ermüdungsparameters zur Rissinitiierung wurde die notwendige Genauigkeit und Stabilität gegen die länger benötigte Versuchsdauer abgewogen, wobei für weitere Versuche 25 Hz gewählt wurden. Damit ist die reine Versuchsdauer bei im Schnitt 50 000 Zyklen (meist jedoch weniger) mit einer halben Stunde überschaubar und bei beginnender Rissinitiierung kann die Rissinitiierungsprozedur gezielt manuell abgebrochen werden.

Rissinitiierung Die Rissinitiierung sollte mit möglichst geringer Zyklenzahl und geringer Kraft und damit Spannungen vor der Rissspitze erfolgen, um die Mikrostruktur durch die zyklische Spannungsaufbringung nicht zu verändern und das verbleibende Spannungsfeld vor der Anrissspitze möglichst gering zu halten. Zum Verständnis des Einflusses der Randfaserspannung und des Spannungsverhältnisses auf die Rissinitiierung wurden daher von einer Balkenbreite W von 10 µm 18 Proben systematisch mit unterschiedlichen Anfangskräften und damit Randfaserspannungen belastet und aus-

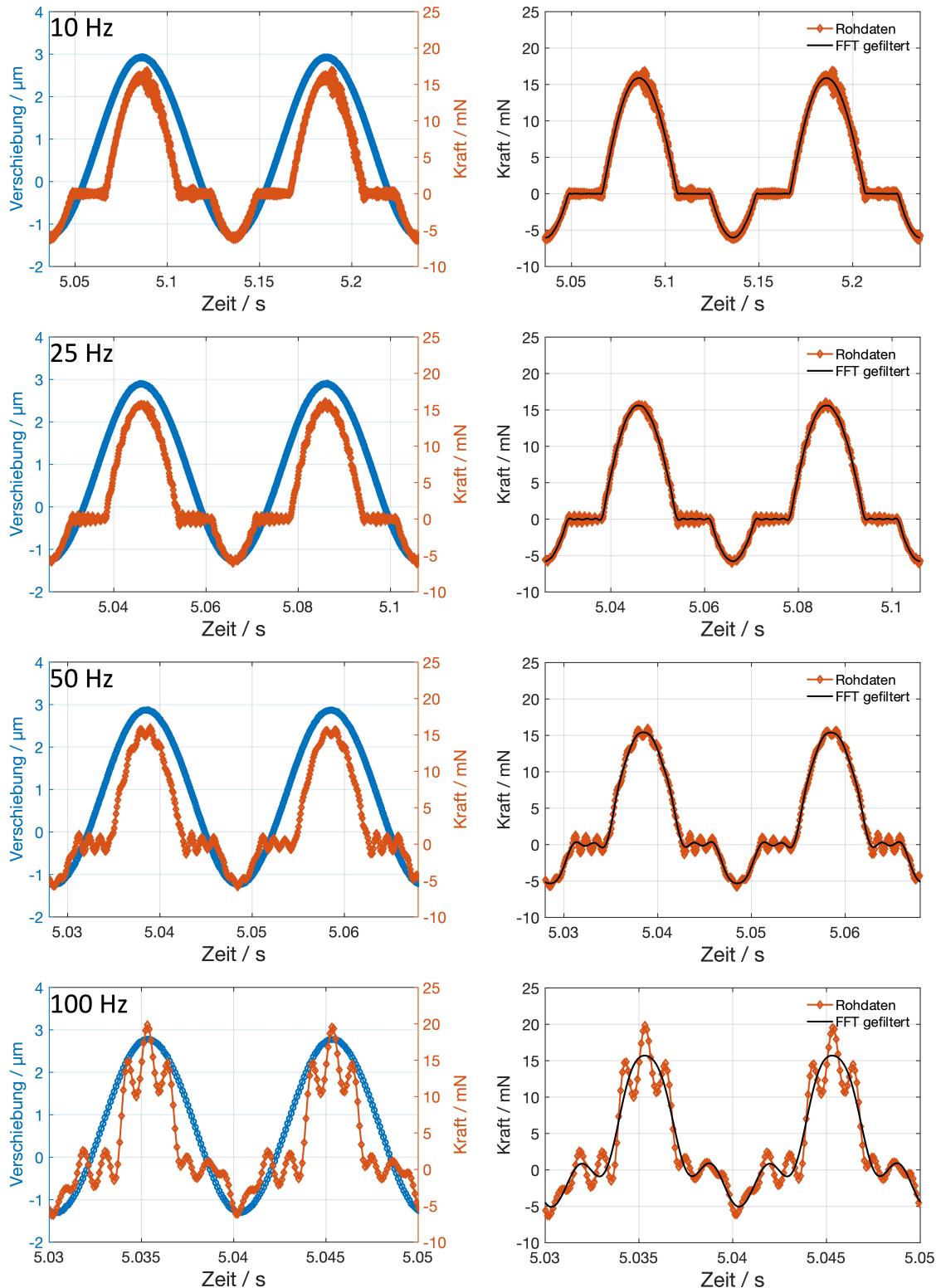


Abbildung 3.10: Kraft- und Verschiebungsdaten aufgetragen gegen die Zeit bei Greifer-Balken-Setup, mit 20 μm Balken und Alemnis-Indenter bei Ermüdungsfrequenzen zwischen 10 und 100 Hz mit Datenaufnahmerate von 10 000 Hz und 500 Hz, rechte Spalte schnelle Fourier-Transformation (*fast Fourier transform*, FFT) Tiefpass Filterung der Kraft.

gewertet. Ein Abfall der Steifigkeit um 5 Prozent wurde als Kriterium für erfolgte Rissinitiierung gewählt. Einige Proben wurden aufgrund hoher Drift während des Versuchs aus der Auswertung ausgeschlossen, sodass Ergebnisse von 11 Proben vorliegen. Eine Auftragung der theoretischen Randfaserspannung gegen die benötigten Zyklen zur Rissinitiierung ist in Abbildung 3.11 gezeigt.

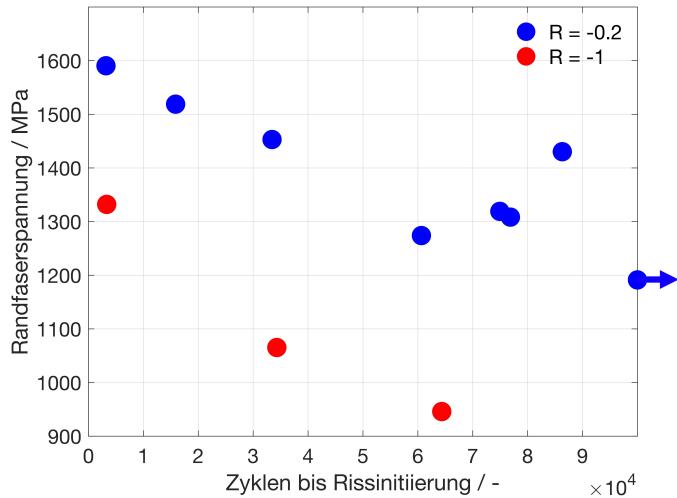


Abbildung 3.11: Auftragung der theoretischen Randfaserspannung an gekerbten Balken aus nc-Ni über die benötigten Zyklen zur Rissinitiierung, definiert über 5 Prozent Steifigkeitsabfall, für zwei verschiedene Spannungsverhältnisse R .

Ein $R=-1$ führt im Vergleich zu $-0,2$ bereits bei geringerer Randfaserspannung und gleicher Zyklenzahl zu einem Riss. Weiter ist ein Trend zu höheren Zyklenzahlen bei kleineren Randfaserspannungen klar zu sehen. Ein Ausreißer liegt bei 1400 MPa und $R=-0,2$. Dies kann durch eine Abweichung in der Kerbe kommen, wobei hier streng auf gleiche Konditionen beim Schneiden geachtet wurde, indem alle Proben der Studie an einem Tag und damit unter möglichst gleichen Ionenstrahlkonditionen gekerbt wurden. Darüber hinaus ist eine Streuung bei der Rissinitiierung nicht ungewöhnlich, da die Mikrostruktur am Kerbgrund, der ein sehr begrenzter Bereich ist, einen großen Einfluss hat und somit bereits kleine Inhomogenitäten, seien es Defekte oder Kornorientierungen, die Rissinitiierung beeinflussen können. Es ist zu beachten, dass trotz der Abrundung zur Einspannung an der Balkenunterseite (Abb. 3.6) bei einem $R=-1$ bei weiterer zyklischer Belastung nach Rissinitiierung ein Riss an der Balkenunterseite entstehen kann. Hier muss beachtet werden, dass durch das Risswachstum an der Oberseite des Balkens und der verschiebungsgesteuerten Versuchsführung das Spannungsverhältnis zunehmend negativer und damit die Probenunterseite mehr belastet

wird als zu Beginn bei $R=-1$. Mit diesen Ergebnissen zur Rissinitiierung bei beidseitiger Belastung wurde die Rissinitiierung für weitere Versuche bei einem R von $-0,2$ bis $-0,3$, zum Verhindern von Rissentstehung an der Balkenunterseite, und 1600 MPa , zur schnellen Rissinitiierung, bei $10\text{ }\mu\text{m}$ Balken durchgeführt. Für die weiteren Balkengrößen wurde die Randfaserspannung angepasst, sodass die erforderliche Zyklenzahl bis zur Rissinitiierung niedrig gehalten wurde.

Risswachstum Bei dem Versuch zur Bestimmung der Risswachstumsgeschwindigkeit in Abhängigkeit vom zyklischen Spannungsintensitätsfaktor sei hier kurz auf die Versuchsführung eingegangen. Die Versuche wurden mit einem Spannungsverhältnis R von $0,1$ durchgeführt. Bei der ermüdungsbruchmechanischen Prüfung auf Makroskala kann auf dafür abgestimmtes Prüfequipment zurückgegriffen werden. Hier lässt sich ein Geometriefaktor angeben und die Risslänge mit ausgewählter Messmethode berechnen und zurück in die Steuerungssoftware einspeisen. Damit wird der Spannungsintensitätsfaktor bestimmt und liegt als möglicher Regelparameter vor. Außerdem können Parameter wie die Risslänge als Abbruchkriterium verwendet werden. Dies führt zu einer sehr elaborierten und automatisierbaren Versuchsführung. Die auf der Mikroskala zur Verfügung stehende Prüftechnik hingegen ist meist auf die Nanoindentation spezialisiert. Für die Risswachstumsversuchsführung wurde daher auf eine vergleichsweise niedrige Ermüdungsfrequenz von 1 Hz zurückgegriffen, um ein manuelles Stoppen des Versuchs zu ermöglichen bevor der Balken bricht. Weiter wurde mit einer Zielkraft bzw. einem Kraftlimit gearbeitet, da somit ein monoton steigendes K garantiert wird wie in der Norm gefordert und ein in diesem Punkt nach makroskopischer Norm gültiger Ermüdungsrisswachstumsversuch durchgeführt werden kann. Ein manuelles Stoppen bevor der Balken bricht ist notwendig, um die Endrisslänge nach dem Versuch auf Balkenvorder und -rückseite ausmessen zu können. Damit wurden die Risslängen vor und nach den da/dN -Versuchen mit vergleichbarer Methodik bestimmt.

Bestimmung des Schwellwertes des Spannungsintensitätsfaktors Wie im Literaturüberblick aufgezeigt, wurde noch keine Bestimmung von ΔK_{th} ausgehend aus einem Riss in Lastabsenkung, wie in der Norm gefordert, auf die Mikroskala übertragen. Details zum Versuch und Ergebnisse sind in Publikation **Method**, Kapitel 3.3 beschrieben, daher sei hier lediglich kurz die Versuchsführung betrachtet. In der Norm ASTM E647 [18] wird die Steigung von ΔK über die Risslänge bestimmt und mit K normalisiert (normalisierter K -Gradient). Ein Wert über $-0,08/\text{mm}$ des K -Gradienten stellt bei Lastabsenkung ein langsames Herauswachsen der Rissspitze aus der davor erzeugten

plastischen Zone sicher. Dazu muss wahlweise die Kraft bzw. ΔK abgesenkt werden, wobei bei konstanter Kraft und wachsendem Riss das ΔK wieder steigt. Somit wäre hierfür eine Regelung auf ein konstantes ΔK von Vorteil. Da dies mit dem Nanoindenter nicht möglich ist, wurde stufenweise mit jeweils konstanter Kraft, bei $R=0,1$, so lange abgesenkt bis der Riss nicht mehr gewachsen ist. Das Ergebnis eines solchen Tests an einem 50 μm Balken ist in Publikation **Methode**, Kapitel 3.3 gezeigt. Die Versuchsführung ist angelehnt an die Norm, ein genaues Einhalten hätte eine Vielzahl an Versuchen benötigt, welche aufgrund des hohen zeitlichen Umfangs nicht möglich waren.

3.3.1.1. Quintessenz - Lessons learned

- Die Prüfgeschwindigkeit kann weiter erhöht werden, jedoch mit Verlust der Genauigkeit der Messdaten durch Schwingungen, je nach Versuchsziel können diese in Kauf genommen werden (Versuchszeit und damit Drift gering).
- Bei der Rissinitiierung sind mögliche Gefügeveränderungen, wie hier das Kornwachstum, zu berücksichtigen und durch eine möglichst geringe Zyklenzahl zu minimieren.
- Bestimmung von ΔK_{th} mit Lastabsenkung auch auf mesoskopischer Skala möglich, Optimierung der Versuchsführung hinsichtlich konstant gehaltenem ΔK interessant und bietet die Möglichkeit Rissenschließen an kurzen Rissen zu untersuchen.

3.4. Extrinsischer Größeneffekt

Das Ziel der Publikation **Größeneffekt** war eine systematische Untersuchung des Ermüdungsrißwachstums für Biegebalken mit Breiten W von 5 bis 50 μm aus nc-Ni um einen evtl. auftretenden extrinsischen Größeneffekt zu charakterisieren. Es konnte bei allen Balkengrößen Ermüdungsrißwachstum ausgehend von einem Anriss erzielt werden. Beim Vergleich der $da/dN-\Delta K$ -Kurven fällt schnell die höhere Streuung bei kleineren Proben auf. Es wurden Paris-Exponenten für alle Proben bestimmt und eine Verschiebung zu höheren Werten bei gleichzeitig höherer Streuung mit abnehmender Balkenbreite gefunden. Die Risskonturen über die Balkendicke wurden über die Probengrößen hinweg verglichen und es konnte eine leicht kürzere Risslänge zur Oberfläche hin, wie dies auch bei makroskopischen Rissen auftritt, gefunden werden.

Die mit abnehmender Balkenbreite zunehmende Streuung der Messwerte wird teilweise auf einen nicht genügend ausgeprägten Paris-Bereich, d.h. einen direkten Übergang in plastisches Aufbiegen des Risses zurück geführt. Weiterführende Mikrostrukturuntersuchungen zeigen Kornwachstum entlang der Rissflanke mit transgranularem Risswachstum. Das Kornwachstum tritt vermehrt bei Rissinitiierung auf und ist im eigentlichen Messbereich für den Paris-Exponenten nicht so stark ausgeprägt. In Relation zur Balkenbreite fällt das Kornwachstum bei den kleinen Balken stärker ins Gewicht und kann auch ein Grund für die große Streuung sein. An dieser Stelle soll noch einmal betont werden, dass es wichtig ist, eine konsistente Versuchsführung zu verwenden, da eine durch Ermüdung veränderte Mikrostruktur das Ergebnis beeinflussen kann.

Außerdem werden die Ergebnisse im Kontext der Bruchmechanik diskutiert. Für die Größe der plastischen Zone wurde aufgrund der starken Verfestigung in Anlehnung an die Arbeit von Rice et al. [15] der elastische Grenzfall angenommen. Eine differenziertere Diskussion findet in Kapitel 4 statt. In der Publikation wurde die Größe der plastischen Zone für die jeweils maximal anliegenden Spannungsintensitätsfaktoren jeder Balkengröße bestimmt und mit der Ligamentlänge verglichen. Während für die 50 μm breiten Balken die berechnete Größe der plastischen Zone nur ca. der Hälfte der Ligamentlänge entspricht, ist bei den kleinsten 5 μm breiten Balken die Ligamentlänge etwas kleiner als die berechnete Größe der plastischen Zone. Damit sind die Balkendimensionen im Bereich, in dem ein Größeneffekt erwartet wird. Auch dies kann eine Erklärung für die höhere Streuung bei kleinen Balken sein. Weiter ist der Spannungsgradient unter Biegebelastung bei den kleinen Balken wesentlich flacher und kann damit die plastische Zone und das Risswachstum beeinflussen.

Size effects in fatigue crack growth in confined volumes: A microbending case study on nanocrystalline nickel

Jutta Luksch¹, Aloshtous Lambai², Gaurav Mohanty², Christoph Pauly³, Florian Schaefer¹ und Christian Motz¹

¹ Materials Science and Methods, Saarland University, 66123 Saarbruecken, Germany

² Materials Science and Environmental Engineering, Tampere University, Tampere, 33014, Finland

³ Chair of Functional Materials, Saarland University, 66123 Saarbruecken, Germany

Publiziert in „Materials & Design“, (2024)

DOI: 10.1016/j.matdes.2024.112880

<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2024.112880>

Lizenz: CC BY 4.0

Eigener Beitrag: Writing – original draft, Visualization, Validation, Methodology, Investigation, Formal analysis



Size effects in fatigue crack growth in confined volumes: A microbending case study on nanocrystalline nickel

Jutta Luksch ^{a,*}, Aloshtious Lambai ^b, Gaurav Mohanty ^b, Christoph Pauly ^c, Florian Schaefer ^a, Christian Motz ^a

^a Materials Science and Methods, Saarland University, Saarbruecken, 66123, Germany

^b Materials Science and Environmental Engineering, Tampere University, Tampere, 33014, Finland

^c Chair of Functional Materials, Saarland University, Saarbruecken, 66123, Germany

ARTICLE INFO

Keywords:

Fatigue crack growth
Micro cantilever
In-situ testing
Focused ion beam

ABSTRACT

Mechanical size effects are a well known phenomenon when the sample volume is reduced or the characteristic length of the microstructure is changed. While size effects in micropillar compression (smaller is stronger) or due to grain refinement (Hall-Petch) are well understood, this is less so in fracture mechanics. Given this lack of knowledge, the main question addressed in this work is: What happens to the fatigue crack growth properties when extrinsic size effects play a role? To answer this question, nanocrystalline nickel cantilevers, ranging in width from 5 to 50 μm , were subjected to fatigue crack growth. The crack growth rates and stress intensity factors were calculated and the Paris exponent in the stable crack growth regime was determined. It was found that the results scatter more strongly for the smaller cantilevers compared to the larger cantilevers. Results are interpreted in terms of plastic zone size and ligament size which are found to be critical for small cantilevers.

1. Introduction

Materials testing of micro- and nano-scaled specimens has found its way into materials characterisation, especially into fracture mechanics, in recent years [1,2]. These testing techniques, first established for thin film testing [3–6] and later extended to cantilevers, provide defined stress states, especially in target-prepared specimens [7–12]. Actually, the evolution of crack closure effects in the field of micro- and nano-fracture mechanics has not been investigated in detail up to now which is within the scope of the current study.

The effect of smaller volumes tested is not just a interesting question in fundamental science itself but becomes also important when components are getting smaller, as in electronics [13], micro-electro-mechanical systems (MEMS) or medical devices as stents [14,15] and implantable pressure sensors [16]. Size effects that strengthen materials and components can be considered as extrinsic (smaller is stronger, geometric) [17–19] and intrinsic size effects (material effects, microstructure) [20,21]. In fracture mechanics, size effects can emerge due to both intrinsic and extrinsic reasons. External constraints like the sample geometry or complex loading conditions are crucial and may limit the

size and influence the shape of an evolving plastic zone at the crack tip (extrinsic effect) [22,23]. This is especially true for micron-sized specimens where the notch geometry and sharpness varies for different focused ion beam (FIB) operators and notch depths, in contrast to a fatigue pre-cracked specimen.

For example, a change in the density of internal interfaces such as grain boundaries (intrinsic effect) may cause an increase in strength and a transition in deformation mechanisms and, therefore, the fracture behaviour and toughness. Whenever the critical length scale of the material or sample, whether grain size or sample dimensions reaches the order of magnitude of dislocation networks and structures, a size effect inevitably forms [24,25]. This results in a deformation dependent change in fracture behaviour, from plastic in Si to brittle failure in Pt cantilevers, when the sample size is reduced [26,27].

Size effects in quasi-static material behaviour have been studied and modelled extensively in the past decades [28–30]; size effects in fracture mechanics and material fatigue, on the other hand, have been studied significantly less. This is due to the complex test procedure, but also due to the fact that test standards and their limits do not easily permit the transfer of established testing techniques to the micro-scale.

* Corresponding author.

E-mail addresses: j.luksch@matsci.uni-saarland.de (J. Luksch), aloshious.lambai@tuni.fi (A. Lambai), gaurav.mohanty@tuni.fi (G. Mohanty), c.pauly@mx.uni-saarland.de (C. Pauly), f.schaefer@matsci.uni-sb.de (F. Schaefer), motz@matsci.uni-sb.de (C. Motz).

Size effects are an intrinsic problem in fracture mechanics, even at the macroscopic scale, leading to specimen size requirements defined in various test-standards (ASTM E647 [31], ASTM E 1820 [32]). This even applies to linear elastic fracture mechanics (LEFM) and brittle materials (ASTM E 399 [33]), where in the case of a crack in a thin plate, the crack driving force does not depend on the crack length anymore but on the specimen thickness.

In 2004, Takashima and Higo [34] were the first to determine crack growth rates on FIB-prepared notched microbending cantilevers using a compliance method. They also carried out fracture mechanics experiments on cracked specimens. This method has been refined over the last years [11,35–37]. Eisenhut et al. showed that steep stress gradients caused dislocation pile-up at the neutral axis [29] and this in turn retarded fatigue crack growth [35]. Gruenewald et al. were able to show that in ductile materials, reliable fracture mechanical parameters can only be obtained in pre-cracked fatigue specimens and that J_{1C} for micro specimens is orders of magnitude lower than that for macro specimens, since a fully developed plastic zone can no longer be formed [23].

For defined stress conditions, specimens fabricated by FIB with a defined cross section and focusing on a crack growing are required. However, previous experiments have all been in the range of ligament lengths $< 10 \mu\text{m}$ due to limitations in specimen fabrication in Ga FIB [11,38]. Luksch et al. successfully demonstrated fatigue crack growth in meso-scaled specimens with ligament lengths up to $50 \mu\text{m}$ by using Xe-Plasma-FIB and compared the results with those from macro specimens [39].

The aim of the present study is to investigate the fatigue crack growth in specimens of different sizes between 5 and $50 \mu\text{m}$ cantilever width made from nanocrystalline nickel (nc Ni). The optimised test protocol from [39] is again used here. Compared to most micro fracture and fatigue tests where the crack growth is analysed from a FIB milled notch, the present method applies a two-step process inspired by macro fatigue test standards. The first step is to induce a pre-crack from the FIB milled notch, and the second step is to analyse the crack growth behaviour.

The focus of this work is on the stable crack growth (Paris behaviour) obtained from the second part of the crack growth experiment. Furthermore, the crack contour and the microstructure at the crack flanks were investigated and compared for the different cantilever sizes. Finally, the underlying size effect is discussed.

2. Method

Pulsed electrodeposition (PED) was used to produce nc Ni as described in [40]. 1 g/L saccharin and 0.02 g/L 1,4-butynediol were used as additives for grain refinement. The material exhibits a mean grain size of about 30 nm (measured by X-ray diffraction (XRD)). Thus, the specimen volumes investigated here are always significantly larger than the mean grain size, so that the material can be considered homogeneous [41–43].

Wedges were made from the deposited material by standard metallographic techniques with polishing down to $1 \mu\text{m}$ (Fig. 1). All cantilever specimens have dimensions of thickness B: width W: lever arm L of 1:1:4 (Fig. 1), the crack growth in the direction of the width and in the following the cantilevers are named according to their width. For each cantilever size a minimum of three specimens were tested. Cantilever specimens of $20 \mu\text{m}$ and $50 \mu\text{m}$ width were produced using a Xenon Plasma FIB (Xe PFIB, Thermo Fisher Helios G4 CXe). Smaller cantilevers of $5 \mu\text{m}$ and $10 \mu\text{m}$ width were produced using a combination of Gallium FIB (Ga FIB, FEI Helios NanoLab600) and Xe PFIB to ensure high surface quality of the cantilevers of different sizes. Detailed parameters for FIB milling are given in Table 1.

All notches were made with Xe PFIB to keep the notch root and the crack initiation similar for all cantilever sizes investigated here. This avoids unnecessary Ga contamination of the notch root. An AS-

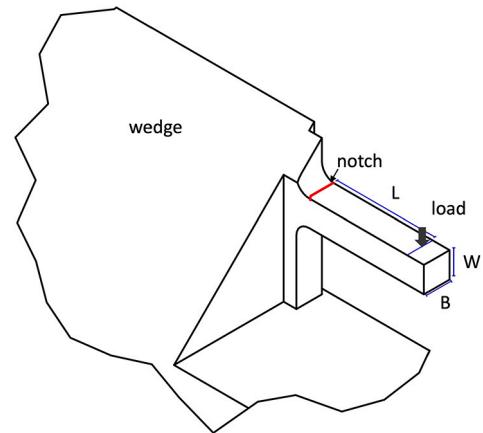


Fig. 1. Sketch of wedge with cantilever with variables of geometrical dimensions, width W, thickness B, lever arm L with ratio of B:W:L of 1:1:4.

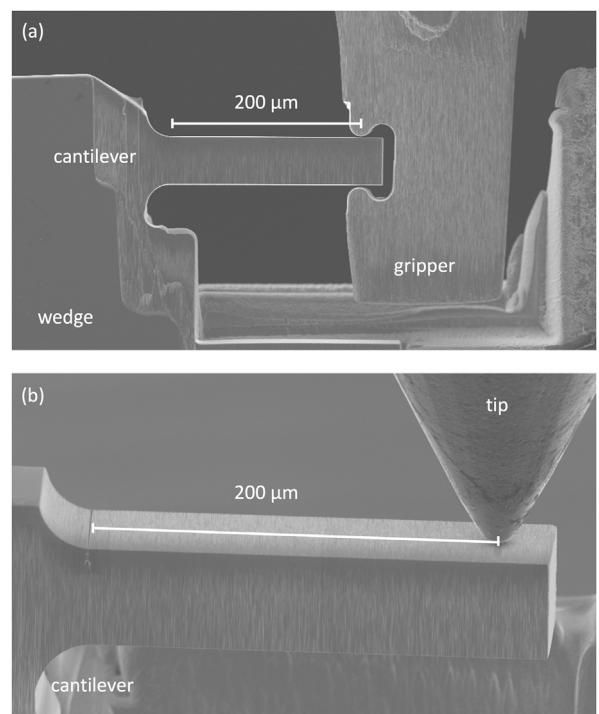


Fig. 2. SEM images from (a) crack initiation with gripper and (b) crack growth with conospherical tip.

MEC UNAT-2 with a force range from -30 to 200 mN and an ALEMNIS nanoindenter (Alemnis Standard Assembly) with a load cell from -2000 to 2000 mN be used for the *in-situ* micromechanical test in scanning electron microscopes (SEMs) (LEO and Sigma, Zeiss).

For the crack initiation that is necessary as described in [39], the theoretical flexural stress was adjusted for the cantilevers of different sizes so that a crack occurred within a few ten thousand cycles. The R ratio, $\sigma_{min}/\sigma_{max}$, was chosen between -0.2 and -0.3 for all cantilevers. To apply the negative R, as nanoindentation tip a FIB manufactured microgripper was used (Fig. 2 (a)). Crack growth is typically identified by decreasing stiffness as the stiffness can be assumed as proportional to the remaining cross section of the cantilever [44]. Since the present experiments were displacement controlled with fixed displacement amplitude, the incipient crack was identified from decreasing force amplitude.

Table 1
FIB milling and tomography parameters for the different cantilever sizes.

Cantilever width / μm	Cantilever milling parameters			Tomography milling parameters		
	fine milling current / nA		notch milling current / pA Xe	milling current / nA		slice thickness / nm
	FIB			FIB		
5	0.46	Ga	10	0.3	Ga	25
10	0.92	Ga	30	1	Xe	50
20	15	Xe	30	6.5	Ga	50
50	60	Xe	300	15	Xe	200

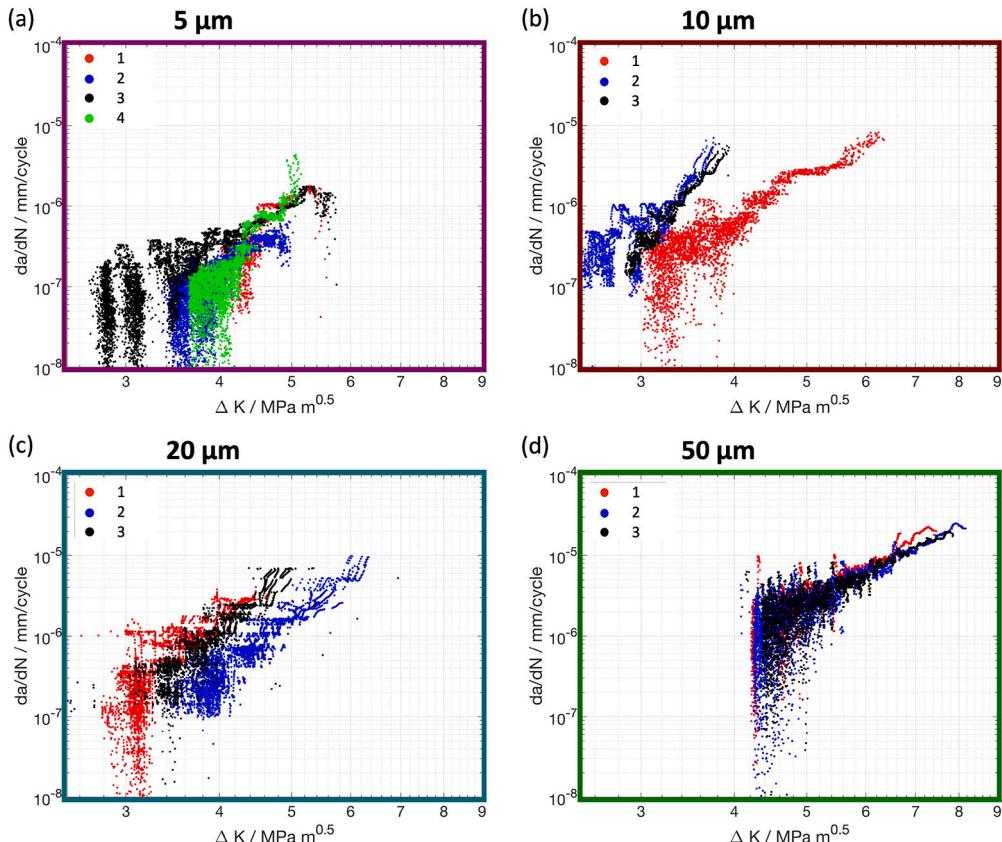


Fig. 3. Crack growth rate da/dN vs. the range of the stress intensity factor ΔK , filtered data, for the different cantilever sizes from (a) 5 μm to (d) 50 μm . All cantilevers form a linear Paris regime after the crack initiation phase.

After the crack initiation, the pre-crack length was measured in the SEM on the front and back side of the cantilevers. This was followed by the fatigue crack growth tests, which were performed with a stress ratio R of 0.1 under displacement control with force targets. Either a conospherical or a wedge tip was used in this stage (Fig. 2 (b)). The force targets were chosen with respect to the displacement applied in the crack initiation process. The loading and unloading speeds were chosen to obtain fatigue frequency of ~ 1 Hz.

After the da/dN test, the crack length was measured again from the front and back side on the cantilevers using SEM. The data evaluation, performed with a MATLAB® (The MathWorks Inc.) script, is described in more detail in [39]. The unloading stiffness and force amplitude for each cycle were extracted from the recorded data first. The stiffness is used to calculate the corresponding crack length under consideration of pre-crack and final crack length. Derivation yields the growth rate in each cycle. The stress intensity factor ΔK is calculated from the force amplitude per cycle, the corresponding crack length obtained from the unloading stiffness and a geometry function [45]. A moving mean filter for noise reduction was applied to the data where the frame length was

adapted with respect to the number of data points. The exponent m , from the Paris-Erdogan equation, was taken from a power law fit in the Paris regime. The fit range was divided into 100 equidistant sections and the average of each section was used in the power law fit for m .

For the post-mortem analysis of the shape of a crack contour, one characteristic specimen out of each specimen size class was selected and 3D FIB serial sectioning was performed, partly with rocking polishing [46] in order to reduce curtaining at the crack tip. The parameters used are shown in Table 1. One of the 5 μm cantilevers was investigated using 3D EBSD to study microstructural changes on the crack flanks. The 3D EBSD measurement was performed using the Xe PFIB equipped with a fast CMOS EBSD camera (EDAX Velocity Plus) at 20 kV acceleration voltage and 26 nA beam current. Camera binning was set to 4x4 at exposure time of 1.7 ms, resulting in 588 fps. A step size of 25 nm on a square grid was set to match the FIB slice-to-slice thickness of the serial sectioning process. The latter was performed at 30 kV acceleration voltage and beam current of 0.3 nA. The 3D microstructure was reconstructed using the software Dream3D [47] and visualised in ParaView [48]. A data cleanup using confidence index thresholding

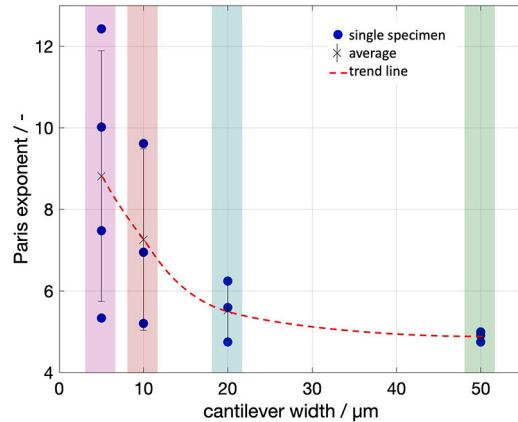


Fig. 4. Diagram of the evaluated Paris exponents with mean and error bar for each cantilever size.

(CI > 0.1) and grain dilation was part of the Dream3D reconstruction pipeline. The full reconstruction pipeline is available as supplementary material.

3. Experimental results

3.1. Crack growth rate

The crack growth rate da/dN vs. the stress intensity factor ΔK for different cantilever sizes is shown in Fig. 3. All specimens show the transition to a linear regime after the crack initiation phase. It can be clearly seen that the da/dN curves of the smaller specimens show higher scatter compared to the larger ones. This is a strong indication of an evolving extrinsic size effect.

The Paris exponent m is plotted for all tests in Fig. 4. The higher scatter of the smaller specimens is clearly reflected, too. For the larger specimens, the data collection range for crack length is significantly larger. Thus, the determined values of m are more stable and the scatter is smaller.

3.2. Crack contour

The crack contour, defined as the crack length over the cantilever thickness according [39], of one cantilever of each size was additionally investigated using 3D FIB tomography and is presented in Fig. 5.

To evaluate and compare the crack contours of the different cantilever sizes, two characteristics are considered: the curvature across the beam thickness and the scatter in the middle region of the crack contour. The crack contour for all sizes is slightly curved towards shorter crack lengths at the cantilever surface. Only the first 5 μm cantilever (Fig. 5 (a)) shows an inhomogeneity overlapping the curvature on the right side of the crack contour. The scatter of crack lengths in the middle region (insets in the diagrams of Fig. 5) is similar for all cantilevers.

3.3. Microstructure

Since extrusions were observed on the crack flanks at $R < 0$ during the crack initiation phase, a 5 μm cantilever was subjected to 3D EBSD, see Fig. 6. The EBSD analysis revealed grain coarsening in the vicinity of the crack. During the crack initiation phase, the load was applied from both sides with an R of -0.2 to -0.3, so the material was subjected to alternating tensile and compressive stress. A larger number of cycles were also applied during this $R < 0$ phase because crack initiation was not immediate and crack growth was even slower after initiation. In the crack initiation regime, grains reach a size of up to 500 nm equivalent diameter, whereas in the crack growth region, grains of up to 200 nm diameter were found. Grain orientations on both sides of the crack were

observed to be identical for a number of large grains which indicates transgranular crack growth (see Fig. 6 (b) inset second row, second column).

In order to get a clear view of the interplay between crack growth rate (e.g. load history) and grain-coarsening, a cantilever with 50 μm width from previous own work [39] was analysed, too. This cantilever was subjected to a step-wise load decrease to measure ΔK_{th} according to ASTM E647 [31]. Here, each load step was applied for a few 10 000 cycles to check if the crack is still growing. The test was finished when da/dN was below 10^{-8} mm/cycle . That leads to ten times more cycles applied during a small crack elongation compared to the constant load phase during the crack growth rate measurement.

The cantilever was subjected to serial sectioning tomography in Xenon FIB and eight equidistant EBSD maps were recorded during sectioning. The grain size along the crack path was determined by averaging over the eight maps. Fig. 7 shows one EBSD image as example together with the depth-averaged grain size and overview of applied cycles.

It is obvious that grain growth is more pronounced in the phase of slower crack growth towards the end of the crack. This is in good agreement with the EBSD results obtained from the 5 μm cantilever mentioned above.

4. Discussion

4.1. Crack growth rate

The Paris exponent was determined for cantilevers from 5 to 50 μm using a method based on macroscopic fatigue fracture mechanics, respectively ASTM E 647 [31]. The scatter increases with decreasing cantilever width.

First a short classification of Paris exponent in macro-scale bulk metal samples is discussed. For metals, the Paris exponent in general is in the range between 2 and 5 (Al, Ni Alloys or Steel [49–51]). The here analysed nc Ni has a Paris exponent of 3 in macro-scale tests [39], so less than the in micro specimens determined Paris exponent, which was attributed to crack closure effects and the size effect.

In the current study attention should be paid to the possible sources of scattering and their different effect, depending on the specimen size. This includes the testing equipment (force resolution and control accuracy), data evaluation (crack length calculation) and the experimental procedure (indenter positioning accuracy, i.e. lever arm length). The accuracy of the force measurement (load resolution) is in the range of 4 μN , which is well below the force values applied during the test. The testing protocol requires crack length determination before and after the da/dN measurement. The crack length inside the cantilever, as obtained from the tomographies, is consistently longer than what is measured on the front and back surface. This is a well-known behaviour during fracture mechanical testing arising from a difference in the stress state between cantilever bulk and surface. There is no significant difference in the average crack lengths measured from the surface and those measured from the contour analysis after they are normalised to the cantilever widths. This suggests that the Paris exponents determined from different cantilever sizes are not systematically affected by our crack length measurements. Special attention was paid to accurately position the indenter tip to minimise the error in the lever arm length and, thus, in the stiffness calculation.

In addition to the crack contour, evaluation of the SEM images from tomographies has revealed a different appearance of the crack tip shape and flanks for the different cantilever widths, as can be seen from the SEM images in Fig. 5. The crack tip of the 5 μm specimen is more open and the crack tip is blunter. This is an indication of a higher amount of plasticity in front of the crack tip and, hence, blunting of the crack tip. The smallest specimens are at or below the lower limit of the testing standards for obtaining a valid fatigue crack growth analysis for the specific material parameters. The roughness of the crack tip contour

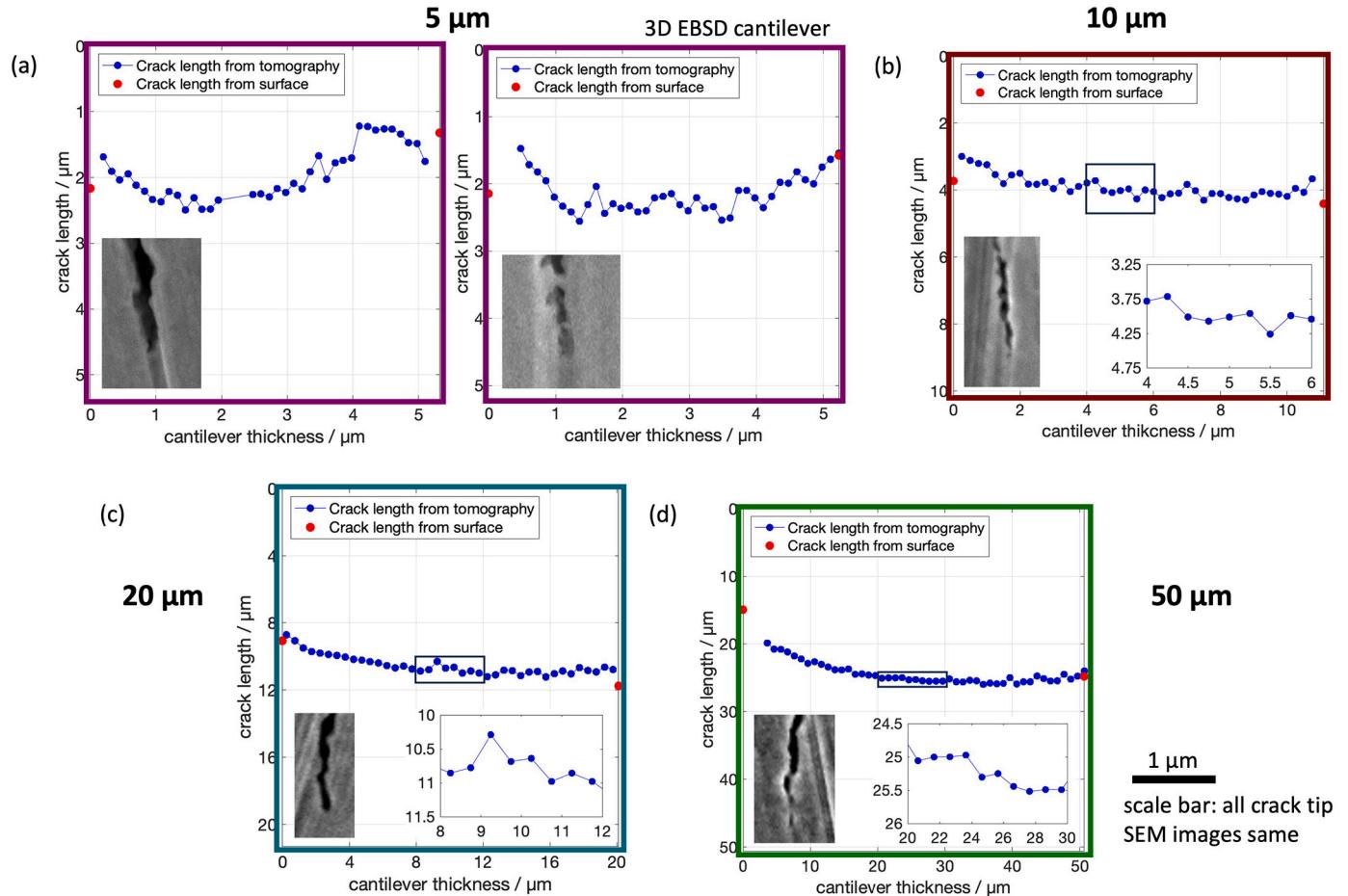


Fig. 5. Diagrams of the crack contour, assessed by 3D FIB tomography, for the different cantilever sizes from (a) 5 μm to (d) 50 μm . The inset in the diagrams of the larger cantilevers is the same scale as the 5 μm cantilever in vertical direction for better comparison of the roughness between the sizes. Additionally see the SEM images, slice from tomography in side view, from crack tip for the different cantilevers.

appears comparable for all sizes (see insets in Fig. 5 (b)-(d)). For pixel heights of 12 to 60 nm, and an approximate accuracy for manual crack length measurement of 3 pixels, the error is less than the variation in crack length.

It is obvious that the Paris regime of stable crack growth, i.e. the transition from the crack growth threshold to critical crack growth is smaller or might even vanish in the small specimens. This raises the question of whether the smaller specimens have a pronounced region of stable crack growth, and, thus, whether the determination of the Paris exponent is valid or not. In the case of a direct transition from the crack growth threshold to critical crack growth, the Paris exponent is overestimated, which is the direction of deviation in this study compared to the large cantilevers. Fig. 4 reveals that m not only scatters but its average also shifts to larger values with decreasing specimen size. This appears to be related to a larger scattering in da/dN determination when specimen size decreases as discussed above. Hence, it can be concluded that m increases when the specimen size decreases.

4.2. Microstructure

It is known that fatigue can induce grain growth especially in nc materials [52]. This adiffusional, mechanically-driven process depends on the stability of the microstructure. Kapp et al. revealed grain growth in ultra-fine grained copper to be driven by accumulated plastic strain, rather than by stress, using cyclic micro-fatigue experiments [53].

In the special case of fatigue crack growth, grain growth can take place during crack initiation and crack growth phase [54] or even before that [55]. Due to the high stress and strain, grain growth in most

cases takes place in front of the crack in its plastic zone. Boyce et al. [56] found that grain growth is more pronounced in the crack initiation region than in the later crack growth in bending fatigue of nc Ni and nc Ni alloys. This may be due to larger number of cycles and, thus, a large accumulated plastic strain in the initiation region than in the later crack growth region, with a higher crack growth rate. Therefore, grain growth in the crack vicinity must be taken into account for every crack growth investigation in materials that are susceptible to microstructural instability. It is important to be aware of microstructural changes and always to characterise grain growth in addition to crack growth.

The 3D EBSD tomography of the 5 μm specimen in Fig. 6, demonstrates that large number of cycles to initiate a crack from a notch must be avoided as this can cause grains to grow, while the coarsening in the Paris exponent extraction regime is less pronounced. The transgranular nature of the crack growth in the initiation region reveals a crack growth in front of the notch.

As grain size affects the crack growth rate, larger grains from prior grain growth have a stronger impact for smaller ligament lengths in the smaller specimens, especially in the 5 μm cantilevers. This might be the origin of scatter there, as discussed above in Sec. 4.1.

Furthermore, when determining crack growth thresholds, special attention must be paid to grain growth as several 10 000 cycles are applied in a very small crack length range. The same holds true when the crack stops and thus the grains grow very large (see Fig. 7). All these effects can also appear in macro testing, but the change in microstructure relative to the specimen size is less compared to the micro specimens.

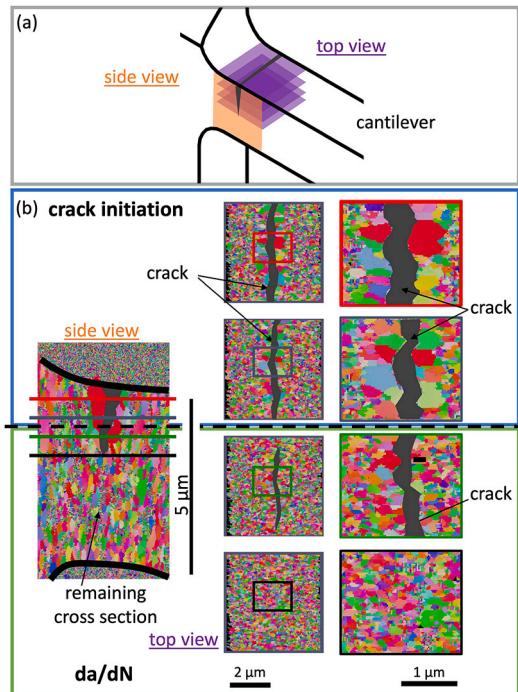


Fig. 6. (a) Sketch of a cantilever with the top and side view marked, (b) EBSD image of the tomography of 5 μm width cantilever, showing different grain sizes in the crack initiation part (blue box) and the part where the crack growth rate, da/dN , (green box) was measured for Paris exponent calculation.

4.3. Fracture mechanics

Testing protocol

Experimental challenges in meso- and microscale testing arise from the fact that it is not possible to simply shrink macro-scale specimens and testing equipment. With decreasing dimensions, the accuracy of force and displacement measurement decreases, the challenge of exact sample alignment and indenter positioning increases, giving rise to systematic errors. For a more detailed consideration, the reader is referred to our previous study [39].

Size effects

As described in Section 1, size effects are typically separated into intrinsic and extrinsic. Intrinsic size effects originate from material characteristics such as defects or grain boundaries, e.g. the Hall-Petch effect. In the present study, an intrinsic size effect due to the nc microstructure is present but identical for all cantilevers and, therefore, is not considered further. Extrinsic size effects originate from the fact that the specimen size decreases independent of the aforementioned characteristic length scales of the material itself. In our case, sources for an extrinsic size effect are the plastic zone size and the ligament size. Using Irwin's model (Eq. (1)), the size of the plastic zone can be estimated from the yield stress σ_y and the stress intensity factor K_I

$$r_{pl} = \frac{1}{2\pi} \times \left(\frac{K_I}{\sigma_y} \right)^2 \quad (1)$$

σ_y can be taken from macroscopic tensile tests. Here, the offset yield stress $R_{p0.2}$ instead of σ_y was used because of the continuous transition from elastic to plastic deformation. Using an $R_{p0.2}$ of 1070 MPa and the maximum applied K_{max} values for the respective cantilevers, a range of plastic zone sizes was calculated. For the largest cantilever, a maximum K_{max} of 10 MPa $\sqrt{\text{m}}$ results in an estimated plastic zone size of 13.9 μm while in case of the smallest cantilever, a maximum K_{max} of 5.5 MPa $\sqrt{\text{m}}$ gives an estimated plastic zone size of 4.2 μm. Comparing these values with the ligament sizes, it is clear that for the largest cantilever the ligament size is about twice the size of the plastic

zone, whereas for the smallest cantilever the ligament size is about the same size or even smaller than the plastic zone, raising the question of whether LEFM is still applicable for the smallest cantilevers. This can lead to a rapid transition from crack initiation to unstable crack growth in small cantilevers or an arising plastic collapse during fracture caused by a cross-talk of blunting and back-face plasticity. This coincides with a severe reduction in the fracture toughness parameters like J_{IC} , as already discussed in the introduction.

Stress distribution

Regarding the stress distribution in cantilever bending, there exists a well-known linear stress distribution across the cantilever width with a transition from tensile to compressive stresses and the presence of a neutral axis in the centre of an unnotched cantilever (Fig. 8 (a)). Keeping the surface stress constant while reducing the cantilever width results in a steeper gradient. A more detailed evaluation of the evolution of the plastic zone in micro-bending is given in [57]. As the crack propagates, the ligament size determines the position of the neutral axis (Fig. 8 (b)). A crack growth of Δa results in a shift of the neutral axis by $0.5 \cdot \Delta a$, i.e. the crack tip and therefore the plastic zone moves closer to the neutral axis during the experiment. This has two consequences. Firstly, the stress gradient due to bending becomes steeper over time as the maximum force during crack growth is fixed but the ligament shrinks. Secondly, the interaction of the plastic zone stress field and the bending stress gradient close to the neutral axis becomes more pronounced over time. It should be noted that the cyclic plastic zone is smaller than the quasi-static one so that the onset of an extrinsic size effect is likely to be shifted to smaller specimen dimensions. Nevertheless, an interplay of plastic zone and neutral axis can be expected in small cantilevers and is likely to affect crack propagation. For large cantilevers, it can be concluded that a crack growth experiment below the limits of established standards still provides valid da/dN curves and that a strong extrinsic size effect start to occur at a smaller cantilever size as expected from standards and Eq. (1).

5. Conclusion

A detailed investigation of fatigue crack growth size effect in cantilevers with a width from 5 μm to 50 μm has been carried out, always using the identical testing and analysis protocol. The resulting da/dN curves have been compared and the Paris exponents m reveal an onset of a size effect in fatigue crack growth below 50 μm cantilever width. FIB tomography revealed severe grain growth at the crack flanks by strain accumulation, especially in the crack initiation regime and during ΔK_{th} testing. The main outcomes of this investigation are:

- Fatigue pre-crack ensures consistent da/dN curves in the investigated cantilevers from 5 μm to 50 μm.
- For sample sizes smaller than 10 μm, reproducible and valid crack growth curves can be determined using the method presented here. This is possible as long as intrinsic size effects from the material itself can be neglected, even if the scatter increases significantly towards smaller cantilevers.
- The scatter in the Paris exponent m and its average value increase with decreasing specimen size, indicating an extrinsic size effect in fatigue fracture. This extrinsic size effect was attributed to a progressively vanishing Paris regime for smaller specimens and the free surface that interacts mechanically with the plastic zone. The onset of this size effect is expected to be further shifted to smaller specimen sizes when larger stress gradients are applied in bending, compared to uniaxial testing.
- Fatigue cracks in nanocrystalline material lead to grain growth in their vicinity. In the case of slow crack growth or crack arrest as well as during the crack initiation period, very strong grain growth occurs in the vicinity of the crack tip, depending on the accumulated strain. This causes inhomogeneities in the material and,

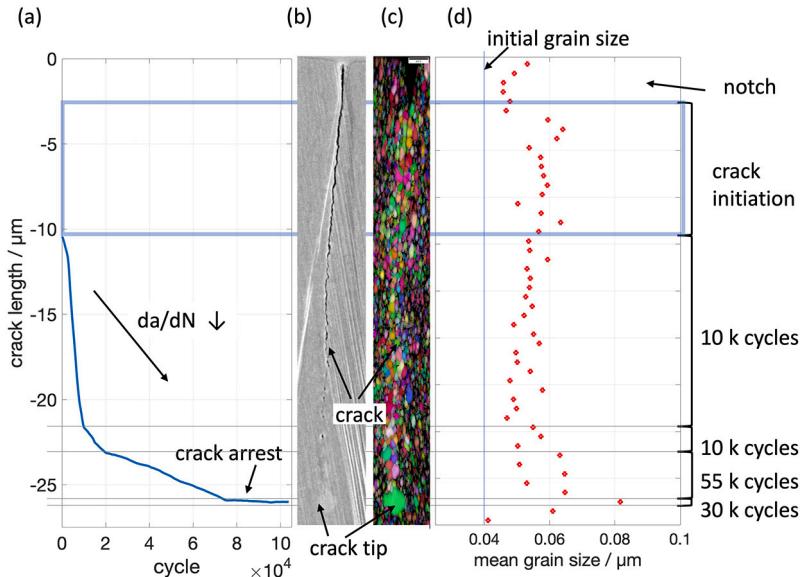


Fig. 7. Summarised data from ΔK_{th} specimen, 50 μm width. (a) crack length over applied cycles, (b) SEM image of slice 1 taken from tomography, (c) EBSD inverse pole figure and image quality map of the same slice and (d) grain size analysis along the crack. Largest grains are found where most cycles were applied.

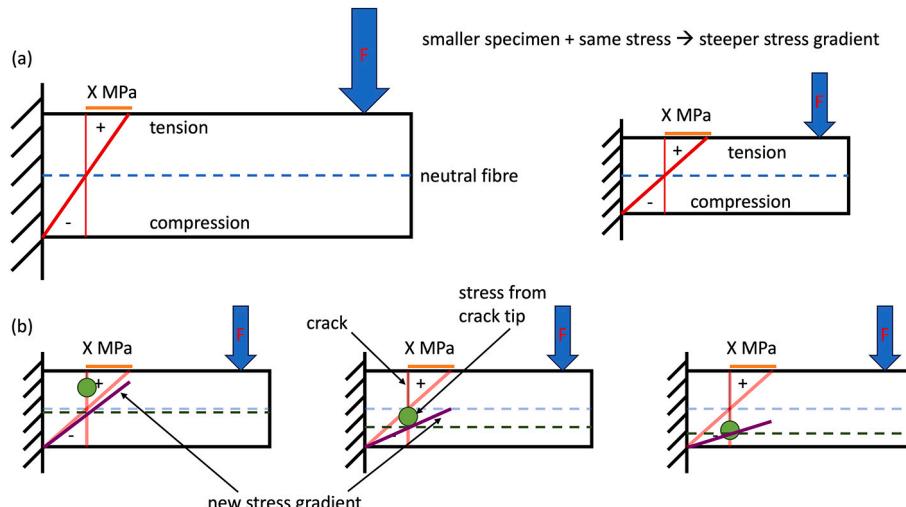


Fig. 8. (a) 2D schematic distribution of stress in cantilever bending, comparison of cantilever sizes with same maximal stress (X MPa) and influence on stress gradient in red. (b) Influence of crack length on stress gradient (new stress gradient in purple) and overlaying with stress from crack tip, schematically shown as a green circle.

depending on their extent, must be taken into account for further evaluations.

The last point of the main outcomes can be used to investigate cyclic grain growth in more detail in future studies. Overall, the interaction between microstructure, boundary conditions and experimental testing is very complex and further specific investigations are required to fully understand the influence of grain growth on crack growth and vice versa.

CRediT authorship contribution statement

Jutta Luksch: Writing – original draft, Visualization, Validation, Methodology, Investigation, Formal analysis. **Aloshious Lambai:** Writing – review & editing, Investigation. **Gaurav Mohanty:** Writing – review & editing, Supervision, Resources, Funding acquisition. **Christoph Pauly:** Writing – review & editing, Resources, Investigation, Formal analysis. **Florian Schaefer:** Writing – review & editing, Funding ac-

quisition, Formal analysis. **Christian Motz:** Writing – review & editing, Supervision, Resources, Funding acquisition, Conceptualization.

Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Data availability

Data will be made available on request.

Acknowledgements

Funding by Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) for project funding 521371248 and the Plasma-FIB/SEM (INST 256/510-1 FUGG) is greatly acknowledged. GM and AL acknowledge partial funding from

Academy of Finland grant number 341050. This work made use of Tampere Microscopy Center facilities at Tampere University.

Appendix A. Supplementary material

Supplementary material related to this article can be found online at <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2024.112880>.

References

- [1] R. Pippan, S. Wurster, D. Kiener, Fracture mechanics of micro samples: fundamental considerations, *Mater. Des.* 159 (2018) 252–267.
- [2] D. Kiener, A. Misra, Nanomechanical characterization, *Mater. Res. Soc. Bull.* (2023), <https://doi.org/10.1557/s43577-023-00643-z>.
- [3] R. Schwaiger, G. Dehm, O. Kraft, Cyclic deformation of polycrystalline Cu films, *Philos. Mag.* 83 (6) (2003) 693–710, <https://doi.org/10.1080/014186102100056690>.
- [4] X.J. Sun, C.C. Wang, J. Zhang, G. Liu, G.J. Zhang, X.D. Ding, G.P. Zhang, J. Sun, Thickness dependent fatigue life at microcrack nucleation for metal thin films on flexible substrates, *J. Phys. D, Appl. Phys.* 41 (19) (2008) 195404, <https://doi.org/10.1088/0022-3727/41/19/195404>.
- [5] G.-D. Sim, Y. Hwangbo, H.-H. Kim, S.-B. Lee, J.J. Vlassak, Fatigue of polymer-supported Ag thin films, *Scr. Mater.* 66 (11) (2012) 915–918, <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.02.030>, Viewpoint set no. 49: Strengthening effect of nanoscale twins.
- [6] B.-J. Kim, H.-A.-S. Shin, S.-Y. Jung, Y. Cho, O. Kraft, I.-S. Choi, Y.-C. Joo, Crack nucleation during mechanical fatigue in thin metal films on flexible substrates, *Acta Mater.* 61 (9) (2013) 3473–3481, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.02.041>.
- [7] D. Kupka, E.T. Lilleodden, Mechanical testing of solid–solid interfaces at the microscale, *Exp. Mech.* 52 (6) (2012) 649–658, <https://doi.org/10.1007/s11340-011-9530-z>.
- [8] J. Luksch, A. Jung, C. Pauly, R. Derr, P. Gruenewald, M. Laub, M. Klaus, C. Genzel, C. Motz, F. Mücklich, F. Schaefer, Ni/al-hybrid cellular foams: an interface study by combination of 3d-phase morphology imaging, microbeam fracture mechanics and in situ synchrotron stress analysis, *Materials* 14 (2021), <https://doi.org/10.3390/ma14133473>.
- [9] W. Zhang, Z. Ma, D. Liu, S. Wang, H. Zhao, L. Ren, Synergetic strengthening of coherent and incoherent interface on a mixed-phase high-entropy alloy revealed by micro-pillar compression, *J. Mater. Res. Technol.* 18 (2022) 3777–3784, <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.04.064>.
- [10] S. Lavenstein, J.A. El-Awady, Micro-scale fatigue mechanisms in metals: insights gained from small-scale experiments and discrete dislocation dynamics simulations, <https://doi.org/10.1016/j.cossms.2019.07.004>, 2019.
- [11] S. Gabel, B. Merle, E. Bitzek, M. Göken, A new method for microscale cyclic crack growth characterization from notched microcantilevers and application to single crystalline tungsten and a metallic glass, *J. Mater. Res.* 37 (12) (2022) 2061–2072, <https://doi.org/10.1557/s43578-022-00618-x>.
- [12] M. Wurmshuber, M. Alfreider, S. Wurster, M. Burtscher, R. Pippan, D. Kiener, Small-scale fracture mechanical investigations on grain boundary doped ultrafine-grained tungsten, *Acta Mater.* 250 (2023) 118878, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2023.118878>.
- [13] I. Stachiv, E. Alarcon, M. Lamac, Shape memory alloys and polymers for MEMS/nEMS applications: review on recent findings and challenges in design, preparation, and characterization, *Metals* 11 (3) (2021), <https://doi.org/10.3390/met11030415>.
- [14] A.R. Pelton, B.T. Berg, P. Saffari, A.P. Stebner, A.N. Bucsek, Pre-strain and mean strain effects on the fatigue behavior of superelastic nitinol medical devices, *Shape Mem. Superelast.* 8 (2) (2022) 64–84, <https://doi.org/10.1007/s40830-022-00377-y>.
- [15] J.L. Gugat, C. Bechtold, C. Chluba, E. Quandt, R.L. de Miranda, High-cycle mechanical fatigue performance of sputtered nitinol, *J. Mater. Eng. Perform.* 29 (3) (2020) 1892–1900, <https://doi.org/10.1007/s11665-020-04668-2>.
- [16] N.K. Sodavaram, D. McCormick, F. Alam, J. Potgieter, D.M. Budgett, K.M. Arif, Modeling, simulation and experimental validation of fatigue behavior of thin-film titanium membranes, *Microsyst. Technol.* 25 (9) (2019) 3489–3501, <https://doi.org/10.1007/s00542-018-4230-6>.
- [17] E. Arzt, Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints: a comparative review, *Process Saf. Environ. Prot.* 77 (6) (1998) 371–372, [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00231-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00231-6).
- [18] M.D. Uchic, D.M. Dimiduk, A methodology to investigate size scale effects in crystalline plasticity using uniaxial compression testing, *Mater. Sci. Eng. A* 400–401 (2005) 268–278, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.03.082>.
- [19] J.R. Greer, J.T.M. De Hosson, Plasticity in small-sized metallic systems: intrinsic versus extrinsic size effect, *Prog. Mater. Sci.* 56 (6) (2011) 654–724, <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2011.01.005>.
- [20] B.N. Jaya, C. Kirchlechner, G. Dehm, Can microscale fracture tests provide reliable fracture toughness values? A case study in silicon, *J. Mater. Res.* 30 (5) (2015) 686–698, <https://doi.org/10.1557/jmr.2015.2>.
- [21] J.P. Wharry, K.H. Yano, P.V. Patki, Intrinsic-extrinsic size effect relationship for micromechanical tests, *Ser. Mater.* 162 (2019) 63–67, <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.10.045>.
- [22] S. Wurster, C. Motz, R. Pippan, Characterization of the fracture toughness of micro-sized tungsten single crystal notched specimens, *Philos. Mag.* 92 (14) (2012) 1803–1825, <https://doi.org/10.1080/14786435.2012.658449>.
- [23] P. Gruenewald, F. Schaefer, M. Thielen, M. Marx, C. Motz, Small scale fracture mechanics of ductile materials: advantage of fatigue precracks and comparison of J-integral evaluations, *Materialia* 4 (2018) 104–108, <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2018.09.011>.
- [24] C. Trinks, C.A. Volkert, Transition from dislocation glide to creep controlled damage in fatigued thin Cu films, *J. Appl. Phys.* 114 (9) (2013) 093510, <https://doi.org/10.1063/1.4819760>, https://pubs.aip.org/aip/jap/article-pdf/doi/10.1063/1.4819760/13466634/093510_1_online.pdf.
- [25] J. Rafael Velayarce, C. Motz, Effect of sample size and crystal orientation on the fatigue behaviour of single crystalline microbeams, *Materials* 13 (3) (2020) 741, <https://doi.org/10.3390/ma13030741>.
- [26] B.N. Jaya, V. Jayaram, Fracture testing at small-length scales: from plasticity in si to brittleness in pt, *JOM* 68 (2016) 94–108, <https://doi.org/10.1007/s11837-015-1489-2>.
- [27] I. Issa, C. Gammer, S. Kolitsch, A. Hohenwarter, P.J. Imrich, R. Pippan, D. Kiener, In-situ tem investigation of toughening in silicon at small scales, *Mater. Today* 48 (2021) 29–37, <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2021.03.009>.
- [28] N. Fleck, G. Müller, M.F. Ashby, J.W. Hutchinson, Strain gradient plasticity: theory and experiment, *Acta Metall. Mater.* 42 (2) (1994) 475–487, [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(94\)90502-9](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)90502-9).
- [29] C. Motz, T. Schöberl, R. Pippan, Mechanical properties of micro-sized copper bending beams machined by the focused ion beam technique, *Acta Mater.* 53 (15) (2005) 4269–4279, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.05.036>.
- [30] F. Iqbal, J. Ast, M. Göken, K. Durst, In situ micro-cantilever tests to study fracture properties of nial single crystals, *Acta Mater.* 60 (3) (2012) 1193–1200, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.10.060>.
- [31] ASTM E647-13: Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates, Standard, American Society for Testing and Materials, 2013.
- [32] ASTM-E1820-11: Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness, Standard, American Society for Testing and Materials, 2011.
- [33] ASTM-E399-123: Standard Test Method for plane-strain fracture toughness of metallic materials, in: Annual book of ASTM Standards, Standard, American Society for Testing and Materials, 2012.
- [34] K. Takashima, Y. Higo, Fatigue and fracture of a Ni-P amorphous alloy thin film on the micrometer scale, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 28 (8) (2005) 703–710, <https://doi.org/10.1111/j.1460-2695.2005.00923.x>.
- [35] L. Eisenhut, F. Schaefer, P. Gruenewald, L. Weiter, M. Marx, C. Motz, Effect of a dislocation pile-up at the neutral axis on trans-crystalline crack growth for micro-bending fatigue, *Int. J. Fatigue* 94 (2017) 131–139, <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.09.015>.
- [36] P. Gruenewald, J. Rauber, M. Marx, C. Motz, F. Schaefer, Acquiring in situ fatigue crack growth curves by a compliance method for micro bending beams to reveal the interaction of fatigue cracks with grain boundaries, *Proc. Struct. Int.* 17 (2019) 13–20, <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2019.08.003>.
- [37] P. Gruenewald, J. Rauber, M. Marx, C. Motz, F. Schaefer, Fatigue crack growth in micro specimens as a tool to measure crack – microstructure interactions, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 43 (2020) 3037–3049, <https://doi.org/10.1111/ffe.13354>.
- [38] J. Ast, M. Ghidelli, K. Durst, M. Göken, M. Sebastiani, A.M. Korsunsky, A review of experimental approaches to fracture toughness evaluation at the micro-scale, *Mater. Des.* 173 (2019) 107762, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.107762>.
- [39] J. Luksch, A. Lambai, G. Mohanty, F. Schaefer, C. Motz, Bridging macro to micro-scale fatigue crack growth by advanced fracture mechanical testing on the meso-scale, *Mater. Sci. Eng. A* (2023) 145452, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145452>.
- [40] K. Schueler, B. Philippi, M. Weinmann, V.M. Marx, H. Vehoff, Effects of processing on texture, internal stresses and mechanical properties during the pulsed electrodeposition of nanocrystalline and ultrafine-grained nickel, *Acta Mater.* 61 (2013) 3945–3955, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.03.008>.
- [41] J. Wehrs, G. Mohanty, G. Guillonneau, A.A. Taylor, X. Maeder, D. Frey, L. Philippe, S. Mischler, J.M. Wheeler, J. Michler, Comparison of in situ micromechanical strain-rate sensitivity measurement techniques, *JOM* 67 (2015) 1684–1693, <https://doi.org/10.1007/s11837-015-1447-z>.
- [42] V. Maier, K. Durst, J. Mueller, B. Backes, H.W. Höppel, M. Göken, Nanoindentation strain-rate jump tests for determining the local strain-rate sensitivity in nanocrystalline ni and ultrafine-grained al, *J. Mater. Res.* 26 (11) (2011) 1421–1430, <https://doi.org/10.1557/jmr.2011.156>.
- [43] G. Mohanty, J. Wehrs, B.L. Boyce, A. Taylor, M. Hasegawa, L. Philippe, J. Michler, Room temperature stress relaxation in nanocrystalline ni measured by micropillar compression and miniature tension, *J. Mater. Res.* 31 (8) (2016) 1085–1095, <https://doi.org/10.1557/jmr.2016.101>.
- [44] M. Alfreider, D. Kozic, O. Kolednik, D. Kiener, In-situ elastic-plastic fracture mechanics on the microscale by means of continuous dynamical testing, *Mater. Des.* 148 (2018) 177–187, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.03.051>.
- [45] S. Wurster, C. Motz, R. Pippan, Notched-cantilever testing on the micrometer scale - effects of constraints on plasticity and fracture behaviour, 2010.
- [46] L. Kwakman, G. Franz, M.M.V. Taklo, A. Klumpp, P. Ramm, Characterization and failure analysis of 3d integrated systems using a novel plasma-fib system, *AIP Conf. Proc.* 1395 (1) (2011) 269–273, <https://doi.org/10.1063/1.3657902>.

- [47] M.A. Groeber, M.A. Jackson, Dream. 3d: a digital representation environment for the analysis of microstructure in 3d, *Integr. Mater. Manuf. Innov.* 3 (2014) 56–72.
- [48] J. Ahrens, B. Geveci, C. Law, C. Hansen, C. Johnson, ParaView: an end-user tool for large-data visualization, in: *The Visualization Handbook*, 2005, pp. 717–731.
- [49] S. Klysz, G. Gmureczyk, J. Lisiecki, Investigations of some properties of material samples taken from the aircraft withdrawn from service, *Fatigue Aircr. Struct.* 2010 (2) (2010) 52–58, <https://doi.org/10.2478/v10164-010-0025-7>.
- [50] R. Branco, F. Antunes, J. Martins Ferreira, J. Silva, Determination of Paris law constants with a reverse engineering technique, *Eng. Fail. Anal.* 16 (2) (March 2009) 631–638, Papers presented at the 24th meeting of the Spanish Fracture Group (Burgos, Spain, March 2007), <https://doi.org/10.1016/j.englfailanal.2008.02.004>.
- [51] S. Chauhan, A.K. Pawar, J. Chattopadhyay, B.K. Dutta, Determination of fatigue properties using miniaturized specimens, *Trans. Indian Inst. Met.* 69 (2) (2016) 609–615, <https://doi.org/10.1007/s12666-015-0796-1>.
- [52] H.A. Padilla, B.L. Boyce, A review of fatigue behavior in nanocrystalline metals, *Exp. Mech.* 50 (1) (2010) 5–23, <https://doi.org/10.1007/s11340-009-9301-2>.
- [53] M.W. Kapp, T. Kremmer, C. Motz, B. Yang, R. Pippan, Structural instabilities during cyclic loading of ultrafine-grained copper studied with micro bending experiments, *Acta Mater.* 125 (2017) 351–358, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.11.040>.
- [54] T.A. Furnish, A. Mehta, D. Van Campen, D.C. Bufford, K. Hattar, B.L. Boyce, The onset and evolution of fatigue-induced abnormal grain growth in nanocrystalline Ni–Fe, *J. Mater. Sci.* 52 (2017) 46–59, <https://doi.org/10.1007/s10853-016-0437-z>.
- [55] T.A. Furnish, D.C. Bufford, F. Ren, A. Mehta, K. Hattar, B.L. Boyce, Evidence that abnormal grain growth precedes fatigue crack initiation in nanocrystalline Ni–Fe, *Scri. Mater.* 143 (2018) 15–19, <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.08.047>.
- [56] B.L. Boyce, H.A. Padilla, Anomalous fatigue behavior and fatigue-induced grain growth in nanocrystalline nickel alloys, *Metall. Mater. Trans. A* 42 (2011) 1793–1804, <https://doi.org/10.1007/s11661-011-0708-x>.
- [57] D. Rajpoot, P. Tandaiya, R.L. Narayan, U. Ramamurty, Size effects and failure regimes in notched micro-cantilever beam fracture, *Acta Mater.* 234 (2022) 118041, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2022.118041>.

3.5. Intrinsischer Größeneffekt

Zur Untersuchung des intrinsischen Größeneffektes aufgrund eines Material- oder Mikrostrukturkontrastes auf das Ermüdungsrißwachstum wurden die in Publikation **Material**, Kapitel 3.2 dargestellten Schichtsysteme untersucht. Zur Abschätzung eines potentiellen Größeneffekts ist erneut die Größe der plastischen Zone zu betrachten, welche nun in Relation zur Schichtdicke gesetzt wird. Die Probengröße hingegen sollte so gewählt werden, dass diese keinen Einfluss auf die Messungen hat. Für nc-Ni kann dies aus der Studie der Publikation **Größeneffekt**, Kapitel 3.4 für Balken von 20 µm Balkenbreite und größer angenommen werden. Der extrinsische Größeneffekt wurde bei Balkenbreiten von 5 µm und damit noch geringerem Restligament beobachtet, sodass sich die gewählten Schichtdicken von nc-Ni in diesem Bereich befinden. Zum Vermeiden des extrinsischen Größeneffektes durch das weichere cg-Ni wurden auch Balken von 50 µm Balkenbreite getestet.

3.5.1. Versuchsdurchführung

Die Versuche wurden wie in Publikation **Methode**, Kapitel 3.3 erläutert mit Nanoindentern von Asmec (Vorversuche) und von Alemnisi durchgeführt. Es wurden Ni/Cu Schichten sowie nc/cg-Ni Schichten mit 4 µm Einzelschichtdicke bei 20 µm Balkenbreite und nc/cg-Ni Schichten mit 2, 4 und 8 µm Einzelschichtdicke bei 50 µm Balkenbreite geprüft. Zur Minimierung des Einflusses einer geringfügig schrägen Rissfront wurde die Balkendicke bei den 20 µm breiten Balken auf 10 bis 12 µm und bei den 50 µm breiten Balken auf 35 bis 40 µm verringert.

3.5.2. FEM-Simulation

Co-Simulationen sind bei den Schichtsystemen sowohl für die Auswertung als auch für die Interpretation der Risswachstumsverläufe erforderlich. Bei homogenen Balken kann der Zusammenhang zwischen Risslänge und Steifigkeit als linear angenommen werden, wohingegen ein alternierender E-Modul, wie bei den Ni/Cu Schichten, einen Einfluss auf die Steifigkeit hat und damit für jeden Balken individuell simuliert werden muss. Für die Interpretation der nc/cg-Ni Ergebnisse hat sich eine Simulation der Eigenspannungen nach Entlastung der Balken als interessant erwiesen. Hierzu wurden Simulationen mit zwei verschiedenen Materialmodellen durchgeführt, eine rein linear-elastische Berechnung zur Bestimmung der Steifigkeit bei verschiedenen Risslängen sowie eine elastisch-plastische zur Bestimmung der Eigenspannungen im entlasteten Zustand.

Die Grundstruktur der Simulationen, durchgeführt in Comsol Multiphysics 6.3, ist identisch und kann wie folgt kurz zusammengefasst werden. Ein 2D-Modell unter Annahme ebener Dehnung wurde mit der Balkendicke versehen, der Balken wurde mit entsprechenden Schichtsystemen angelegt und mit einer Wolframscheibe, welche die Wedge im Versuch darstellt, verformt. Es wurde eine stationäre Studie mit zusätzlichem Sweep zur Aufbringung der Verschiebung mittels Dreiecksfunktion und einem Parameter-Sweep zur Risslängenvariation durchgeführt. Für das Netz wurden freie Dreieckselemente gewählt und eine benutzerkontrollierte Elementgröße eingestellt. Die maximale Elementgröße wurde auf die halbe Schichtdicke eingestellt, wobei die Ränder, die den Riss definieren, separat mit kleinerer maximaler Elementgröße von $0,2\text{ }\mu\text{m}$ gewählt wurden. Die maximale Elementwachstumsrate wurde mit 1,05 begrenzt. Bei einer weiteren Verringerung der Elementgröße auf $0,1\text{ }\mu\text{m}$ konnte keine wesentliche Veränderung des Spannungsverlaufs entlang der Rissausbreitungsrichtung festgestellt werden. An der Wolframscheibe werden in Analogie zum realen Versuch die Reaktionskraft und die Verschiebung ausgegeben, womit nachfolgend die Steifigkeit während der Entlastung bestimmt wird. Für die nc/cg-Ni Schichtsysteme werden die Eigenspannungen senkrecht zur Rissflanke vor der Riss spitze im entlasteten Zustand bei verschiedenen Risslängen ausgewertet.

Für das elastische Materialmodell des Ni/Cu-Balkens wurden folgende Materialdaten verwendet: $E_{\text{Ni}} = 197\text{ GPa}$ [168], $\rho_{\text{Ni}} = 8,902\text{ g/cm}^3$ [168], $\nu_{\text{Ni}} = 0,296$ [169] und $E_{\text{Cu}} = 123,5\text{ GPa}$ [170], $\rho_{\text{Cu}} = 8,960\text{ g/cm}^3$ [169], $\nu_{\text{Cu}} = 0,350$ [170]. Die Ni Daten fließen ebenfalls in das elastisch-plastische Materialmodell ein. Weiter wurde eine Verfestigung mit der Funktion $\sigma = \sigma_y + \sigma_h(\varepsilon_p)$ angenommen. Hierfür wurde eine Spannungs-Dehnungs-Kurve einer makroskopischen Flachzugprobe aus nc-Ni im plastischen Bereich für $\sigma_h(\varepsilon_p)$ mittels Stützstellen abgebildet und σ mit 600 GPa bei nc-Ni abgelesen. Da für das cg-Ni keine makroskopischen Versuchsdaten vorlagen, wurde hier die halbe Fließspannung von nc-Ni angenommen und das Verfestigungsverhalten entsprechend skaliert. Die Werte sind in Tabelle 3.2 zusammengefasst.

3.5.3. Ergebnisse und Diskussion

3.5.3.1. Ermüdungsrisswachstum in Ni/Cu-Multischichten

Wie in Publikation **Material**, Kapitel 3.2 beschrieben, konnte im Schichtsystem Ni-/Cu mit einer Differenz von 17,4 GPa bei einem Absolutwert von 187,2 GPa (Ni-reich) nur ein relativ geringer Unterschied im E-Modul bei ähnlichen Härten erzielt werden. Zur Einschätzung eines möglichen Effektes der Schichtübergänge auf das Ermüdungs-

Tabelle 3.2: Stützstellen des angenommenen Verfestigungsverhaltens von nc-Ni und cg-Ni für die Simulationen mit elastisch-plastischem Materialverhalten.

ε_p / -	$\sigma_h(\varepsilon_p)$ nc-Ni / MPa	$\sigma_h(\varepsilon_p)$ cg-Ni / MPa
0,0014	200	100
0,003	400	200
0,0053	600	300
0,0086	800	400
0,01108	900	450
0,01444	1000	500
0,01726	1050	525
0,0232	1100	550
0,02816	1116	558
0,03179	1119	558,5
0,05	1120	560

risswachstumsverhalten wurde zunächst eine homogene Cu-reiche Probe anhand eines 20 µm breiten Balkens untersucht. Die da/dN -Kurve ist in Abbildung 3.12 (a) gezeigt und vergleichend in Abbildung 3.12 (b) die nc-Ni Kurven aus der Publikation **Größen-effekt**, Kapitel 3.4. Hier ist im Rahmen der Streuung der Versuche kein Unterschied im Risswachstumsverhalten erkennbar. Zusammen mit dem geringen Unterschied im E-Modul wird somit kein ausgeprägter Effekt auf das Risswachstumsverhalten erwartet. Da jedoch wie in Abschnitt 3.5.2 über Simulation geschrieben die Prüfmethode hinsichtlich Auswertung (Steifigkeit abhängig von E-Modul) an ihre Grenzen gerät, wird hier der Ansatz über die FEM-Simulation im Fokus liegen.

Ein 20 µm breiter Balken mit 4 µm Schichtsystem wurde experimentell untersucht und mit genauer Schichtposition elastisch simuliert. Dabei wurde zunächst der mittels Nanoindentation gemessene E-Modul verwendet, wobei sich der Einfluss des Schichtübergangs als gering erwies, jedoch in einer zweiten Simulation mit reinen Cu- und Ni-Werten aus der Literatur der Effekt deutlicher wurde. Zur exemplarischen Anwendung der Auswertung wurde mit den Simulationsdaten aus den Literaturwerten fortgefahren. Der Zusammenhang zwischen Steifigkeit und Risslänge ist in Abbildung 3.13 (a) gezeigt. Um diesen Zusammenhang für die Auswertung des Experimentes zu verwenden, wurde ein Korrekturfaktor auf die Steifigkeit angewandt, um die Steifigkeit aus der Simulation an die des Experimentes anzupassen. Weiter wurden die Bereiche der Schichten mittels Polynom ersten Grades angepasst. Hier sei angemerkt, dass die Abflachung im Anfangsbereich der dargestellten Kurve leicht abweicht, da das a/W Verhältnis

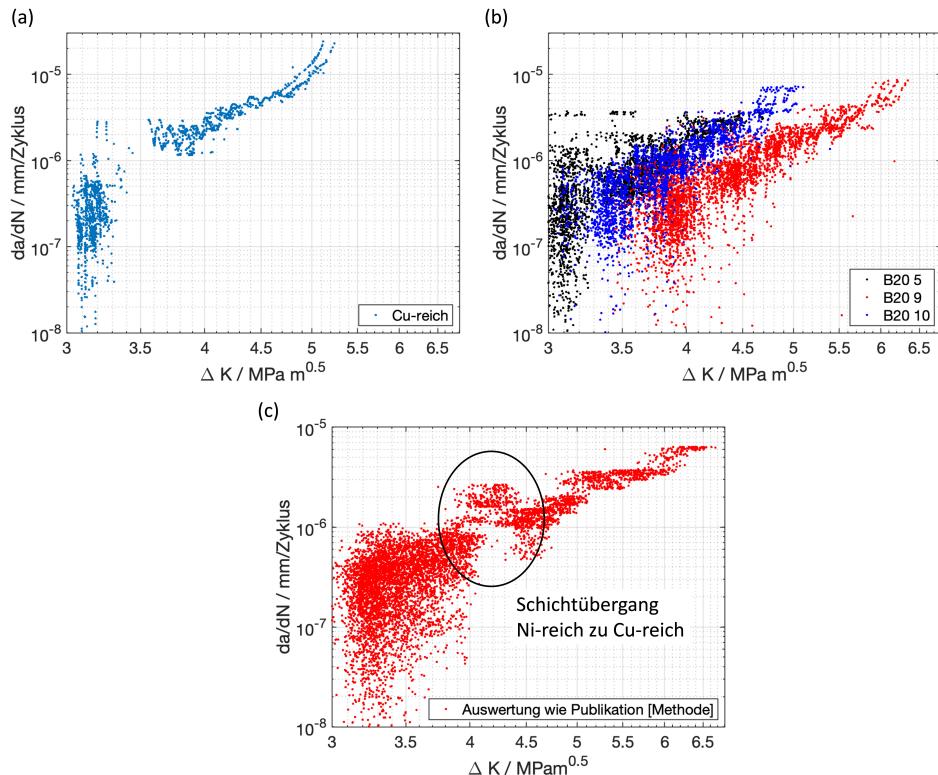


Abbildung 3.12: da/dN -Kurven (a) eines Cu-reichen $20\text{ }\mu\text{m}$ breiten Balkens, (b) der nc-Ni $20\text{ }\mu\text{m}$ breiten Balken aus Publikation **Größeneffekt**, Kapitel 3.4 und (c) eines Ni/Cu Balkens mit Auswertung wie Publikation **Methode**, Kapitel 3.3. (Unterschiedliche Qualität der da/dN -Kurven hängt mit Nanoindenter zusammen, (a) und (b) mit Asmec und (c) mit Alemnis geprüft)

nis gering ist und hier allgemein vom linearen Zusammenhang leicht abweicht. Diese Zusammenhänge von Risslänge und Steifigkeit wurden für die Risslängenbestimmung in den jeweiligen Bereichen verwendet. In Abbildung 3.13 (b) ist die Risslänge, bestimmt über einen rein linearen Zusammenhang sowie über den aus der Simulation bestimmten Zusammenhang gezeigt. Bei ersterem fällt eine Unregelmäßigkeit im Bereich zwischen 5 und $6,5\text{ }\mu\text{m}$ Risslänge auf. Der Schichtübergang befindet sich bei $5,7\text{ }\mu\text{m}$ Risslänge. Durch die leicht gekrümmte und schräg verlaufende Rissfront ($1\text{ }\mu\text{m}$) ist ein Effekt des Schichtübergangs im Allgemeinen nicht punktuell zu erwarten. In diesem Bereich wirkt sich die Stufe im Verlauf der Steifigkeit in der Simulation auf die berechnete Risslänge aus und der Riss verkürzt sich scheinbar sprunghaft, was physikalisch nicht möglich ist. Gründe hierfür sind der niedrigere E-Modul der Cu-reichen Schicht sowie der schon genannte kontinuierliche Schichtübergang. Zu erkennen ist das die Auswertung über die Co-Simulation die Interpretation des Anstieges der Risswachstumsgeschwindigkeit erleichtert und auf den Effekt auf die Auswertungsmethode zurückführen lässt.

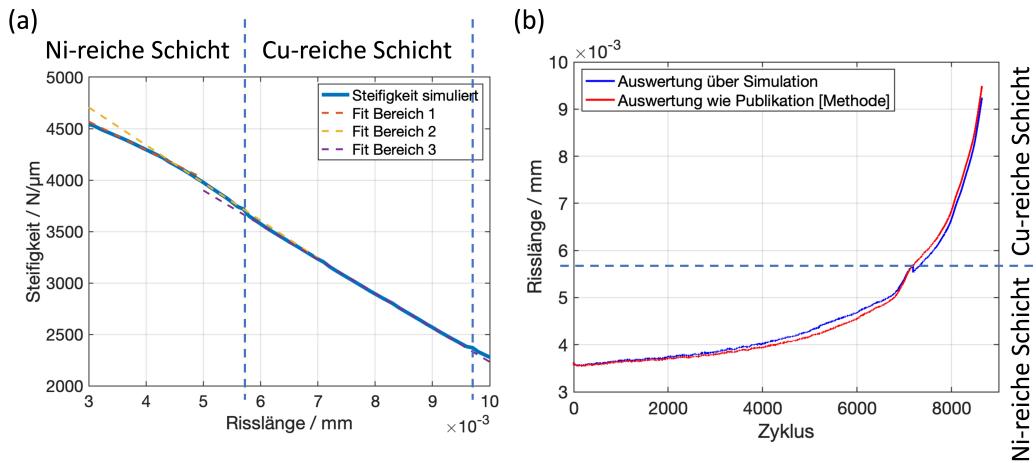


Abbildung 3.13: (a) Simulierte und angefittete Steifigkeit in Abhängigkeit von der Risslänge der Ni/Cu Probe aus Abbildung 3.12 (b), (b) Risslänge bestimmt mit Steifigkeit nach Simulation (blau) und nach Methode in Publikation **Methode**, Kapitel 3.3 (rot).

3.5.3.2. Ermüdungsrisswachstum in nc/cg-Ni-Multischichten

Zum Vergleich der Schichtsysteme mit den homogenen nc-Ni-Proben sind in Abbildung 3.14 (a) die da/dN -Kurven der 50 µm breiten Balken aus der Publikation **Methode**, Kapitel 3.3 dargestellt. Hier ist eine größere Streuung der Messpunkte zu Beginn und ein stabiles Risswachstum mit Paris-Verhalten über fast den gesamten Messbereich zu erkennen. Die Kurven liegen eng beieinander, was auf eine gute Reproduzierbarkeit der Messungen an 50 µm breiten Balken schließen lässt.

Es wurden Balken der Breite 50 bis 58 µm geprüft mit Schichtdicken von 2, 4 und 8 µm, wobei die Balkendicke auf 30-40 µm verringert wurde. In Abbildung 3.14 (b)-(d) sind die da/dN -Kurven, in blau nc-Ni und rot cg-Ni gezeigt. Die Schräglage der Rissfronten, bestimmt aus der Risslänge auf Vorder- und Rückseite nach Anpolitur mit dem FIB, liegt bei 1 bis 2 µm was über die Balkendicke von 30-40 µm gering ist, jedoch im Verhältnis zu den 2 µm dicken Schichten groß. Die da/dN -Kurven liegen alle in einem ähnlichen ΔK - und da/dN -Bereich und zeigen zu Beginn der Kurven eine höhere Streuung der Daten. Auffällig sind die im Vergleich zum reinen nc-Ni auftretenden Veränderungen der Steigung über die Messung hinweg. Die höhere Anzahl der Knicke in der Kurve zum 2 µm Schichtsystem (Abb. 3.14 (d)) spricht für einen Zusammenhang mit den Schichtübergängen, wobei hier der Anfangsbereich bis zu einem ΔK von 6 MPa \sqrt{m} sehr ausgeprägt ist.

Zunächst wird ein Vergleich der Größe der plastischen Zone mit dem Abstand zur nächsten Schicht durchgeführt, wie es Neto et al. [36] in Simulationen gemacht

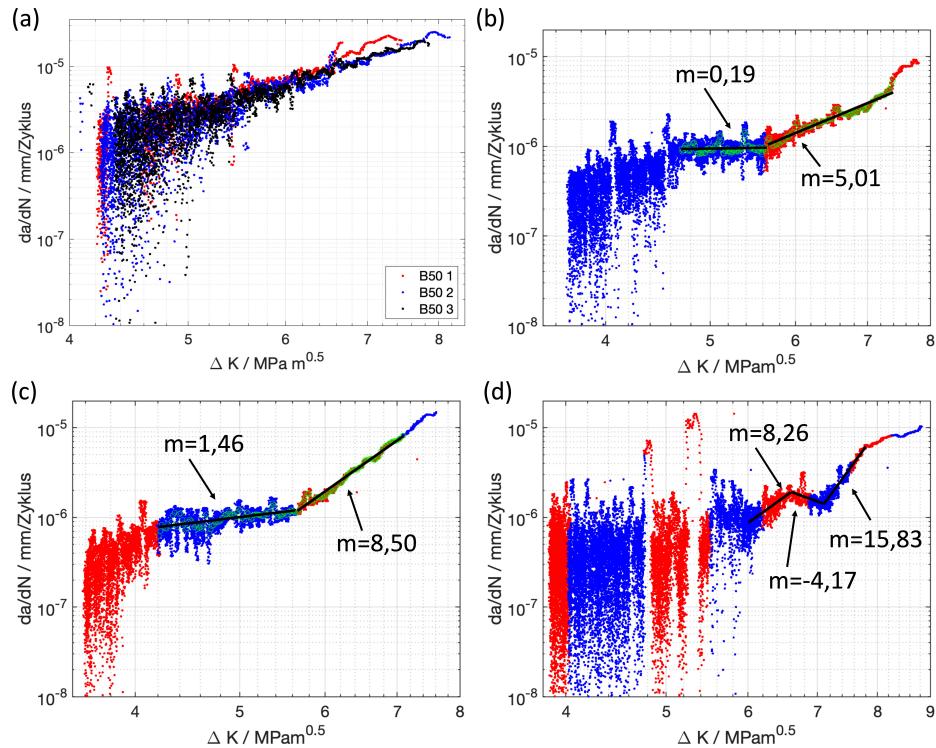


Abbildung 3.14: da/dN über ΔK der 50 μm breiten Balken (a) reine nc-Ni-Balken aus Publikation **Methode**, Kapitel 3.3, (b) - (d) 8, 4 und 2 μm Schichtsystem. In (b) - (d) entsprechen die blauen Datenpunkte Risswachstum in den nc-Ni Schichten und rote Datenpunkte in den cg-Ni Schichten.

haben. Die plastische Zone ist bereits bei einem K_{\max} von $4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ im nc-Ni über 2 μm groß, sodass die Schwankungen in der 2 μm Schichtsystem-Kurve für einen überlagerten Effekt der Einzelschichten sprechen (Abb. 3.14 (d)). Wird hierzu noch beachtet, dass die Rissfront 2 μm schräg ist und damit nie nur eine Schichtsorte an der Rissspitze ist, sind die Auswirkungen der Schichten interessant, jedoch ohne weitere Versuche schwer zu interpretieren. Die beiden weiteren Balken zeigen jeweils einen Knick bei ca. $4,7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (8 μm Einzelschichtdicke (Abb. 3.14 (b))) und $4,35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (Abb. 3.14 (c)), wobei der Riss jeweils in einer nc-Ni Schicht liegt. Der Abstand zur nächsten cg-Ni Schicht beträgt beide Male 3,7 μm , wobei die plastische Zone zwischen 3,58 und 7,17 bzw. 3,07 und 6,14 μm groß ist, wenn man den jeweils anliegenden Spannungsintensitätfaktor zugrunde legt. Ein zweiter Wechsel zurück zur größeren Steigung findet bei Übertreten der Grenze zu cg-Ni statt. Hier ist aufgrund des geringeren $R_{p0,2}$ von cg-Ni die theoretische Größe der plastischen Zone bereits größer als die Schichtdicken, sodass hier schon ein Einfluss der darauf folgenden nc-Ni Schicht zu erwarten ist.

Bei Betrachtung der RückstreuElektronen (*backscattered electrons*, BSE) Bilder in Abbildung 3.15 ist eine Gefügeveränderung in Form von Kornwachstum entlang der Rissflanken, wie auch in Publikation **Größeneffekt**, Kapitel 3.4 festgestellt, zu erkennen. Dieses Kornwachstum dehnt sich bei den cg-Ni Schichten weiter aus als bei den nc-Schichten. Die Ursache hierfür kann in der geringeren Fließspannung der cg-Ni Schicht und damit größeren plastischen Zone liegen.

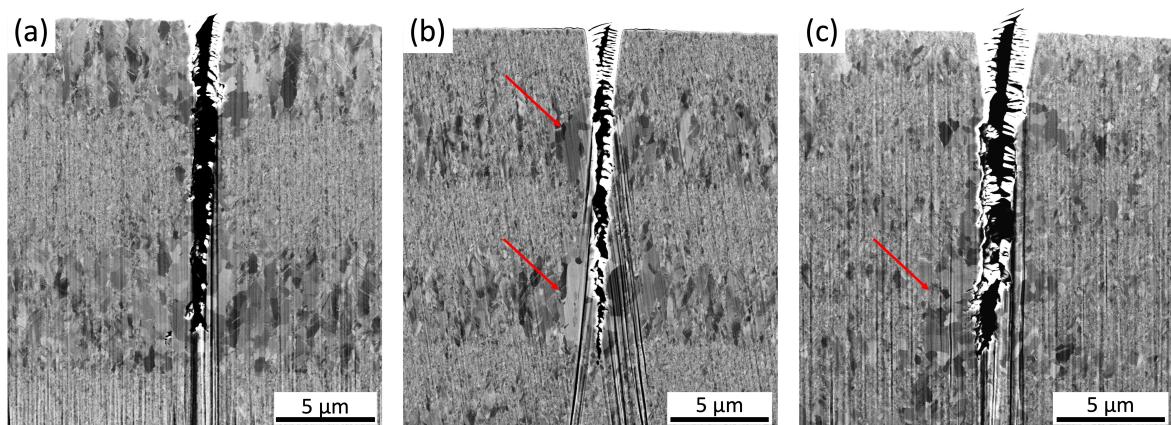


Abbildung 3.15: FIB-anpolierter Querschnitt nahe der Oberfläche im BSE Kontrast aufgenommen, (a) - (c) 8, 4 und 2 µm Schichtsystem. Rote Pfeile markieren Veränderungen in der Mikrostruktur. (a) und (c) mit 52 Grad Kippung aufgenommen.

Wie von Kozic et al. [43] gezeigt, haben in Schichten bereits durch die Herstellung vorhandene Eigenspannungen eine Auswirkung auf das Risswachstum, was im vorliegenden Fall ebenfalls nicht ausgeschlossen werden kann. Es ist jedoch festzuhalten, dass sich starke Eigenspannungen bei der Liftout-Präparation der TEM-Lamellen in Publikation **Material**, Kapitel 3.2 durch Verzug während des Liftouts bemerkbar gemacht hätten, was jedoch nicht beobachtet wurde. Eigenspannungen können aber auch durch die zyklische Belastung entstehen, wenn plastisches Fließen stattgefunden hat. Um diese Eigenspannungen abzuschätzen, sind die simulierten Spannungen senkrecht zur Rissflanke im entlasteten Zustand für verschiedene Schichtabstände und Risslängen in Abbildung 3.16 gezeigt.

Hier sei auf den Wechsel von Zug- zu Druckeigenspannungen an den Schichtübergängen hingewiesen, wobei bei abnehmendem Abstand der Rissspitze zum Schichtübergang das Spannungsfeld vor der Rissspitze früher abgeschnitten wird und sich damit nicht so stark ausprägt. Der Einfluss des wechselnden Spannungsfeldes könnte für die Verlangsamung des Risses vor der cg-Ni Schicht mitverantwortlich sein. Die Druckeigenspannungen der cg-Ni Schicht steigen mit geringerem Abstand des Risses, schwarze Pfeile

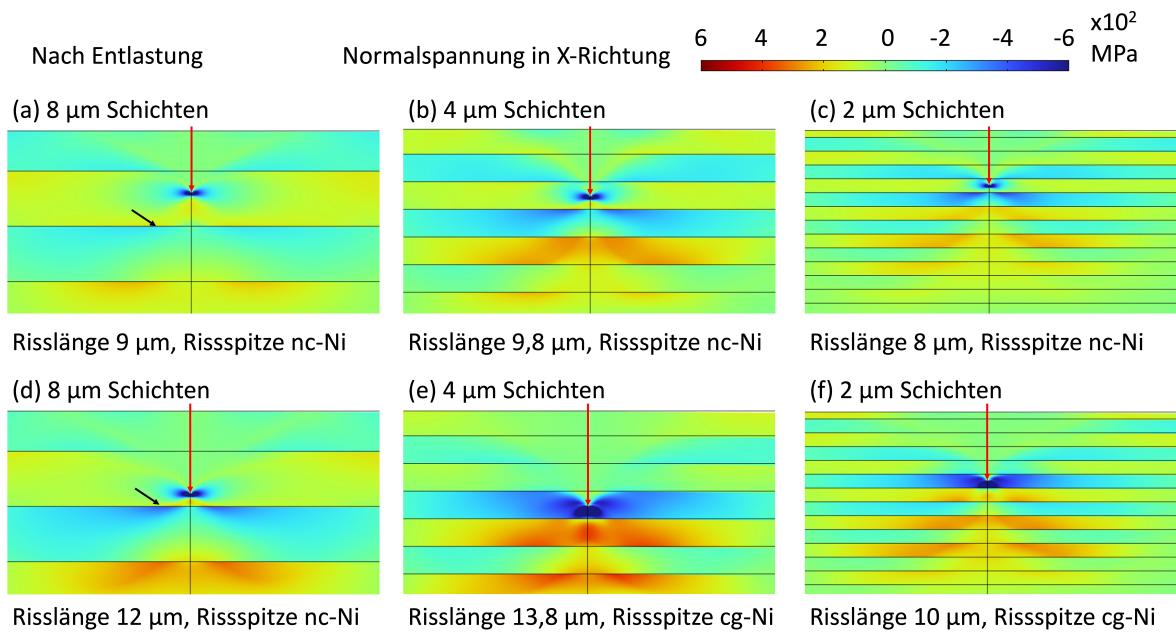


Abbildung 3.16: Simulierte Eigenspannungen nach Entlastung in verschiedenen 50 µm breiten Balken mit 8, 4 und 2 µm nc/cg-Ni Schichten. Risse mit roten Pfeilen markiert. Schwarze Pfeile in (a) und (d) weisen auf steigende Druckeigenspannungen mit Verringerung des Abstandes der Rissspitze zum Schichtwechsel hin.

in Abbildung 3.16 (a) und (d). Die Zugeigenspannungen der nc-Ni Schichten wenn die Rissspitze im cg-Ni steht könnten mit für das schnellere Risswachstum in der cg-Ni Schicht verantwortlich sein (Abb. 3.16 (e)).

Weiterführende Simulationen, wie es Kolednik et al. [41] über die Einbeziehung von sog. Configurational Forces gemacht haben, wären an dieser Stelle interessant, übersteigen jedoch den Rahmen der vorliegenden Arbeit. Ferner können die Ergebnisse von Kolednik et al. nicht 1:1 übertragen werden, da nur eine Grenzschicht betrachtet wurde und nicht wie hier ein Schichtsystem. Der dort gemessene Effekt von hart zu weich mit einem Beschleunigen der Risswachstumsgeschwindigkeit bei konstantem ΔK konnte bei den Proben dieser Arbeit nicht festgestellt werden.

Neben größeren Balken sind Versuche mit konstantem ΔK interessant, da die Größe der plastischen Zone pro materialgleicher Schicht gleich bleibt und die Ergebnisse besser vergleichbar sind. Im Makrobereich ist diese Versuchsführung üblich, wie sie auch bei Kolednik et al. verwendet wird. Im Mikrobereich ist eine solche Versuchsführung aufgrund der zur Verfügung stehenden Prüfgeräte derzeit nicht möglich, da die erforderliche Rückkopplung der Risslänge in die Last- bzw. Verschiebungssteuerung noch nicht verfügbar ist.

4. Diskussion und Einordnung der Ergebnisse

Zunächst wird der Aspekt der Schichtherstellung diskutiert und in den Kontext der relevanten Literatur gesetzt. Darauf folgt eine Auseinandersetzung mit dem intrinsischen und extrinsischen Größeneffekt unter besonderer Berücksichtigung der Größe der plastischen Zone in Wechselwirkung mit Probenabmessung und mechanischen Kontrasten der hergestellten Multischichten. Abschließend wird eine Einordnung von Effekt und Umfang des erreichten mechanischen Kontrastes unter Beachtung theoretisch-simulativer Arbeiten vorgenommen.

Verglichen mit der im Stand der Forschung vorgestellten Literatur heben sich die in der vorliegenden Arbeit hergestellten Schichten in Sachen Homogenität, Ebenheit und erreichbaren Einzelschichtdicken ab. Die Einbadsynthese stellt wie in Publikation **Material**, Kapitel 3.2 gezeigt eine mechanisch stabile Grenzschicht sicher. Für die Herstellung der nc/cg-Ni Schichten konnten die Abscheideparameter erfolgreich angepasst werden und wurden im Vergleich zur vorgestellten Literatur im Sinne von *Open Methodology* vollständig beschrieben. Schichtsysteme mit Material- und Mikrostrukturkontrast wurden erfolgreich hergestellt. Das Verhältnis der E-Module bei der Materialvariation mit 1,1 fällt relativ gering aus. Mit den gewählten Materialien Nickel und Kupfer ist ein Verhältnis der E-Module von 1,6 für reine Schichten möglich. Über den Mikrostrukturkontrast wurde ein Härteunterschied von 1,2 GPa erreicht. Für erstere konnte kein eindeutig auf den Materialunterschied zurückzuführender Effekt auf das Ermüdungsrißwachstum gemessen werden, während für letztere ein Einfluss auf die Risswachstumsgeschwindigkeiten der nc- und cg-Ni-Schichten gemessen wurde. Ein Effekt der Schichtdicken und damit ein intrinsischer Größeneffekt wird nach folgender Diskussion des Materials zusammen mit dem extrinsischen Größeneffekt diskutiert.

Der geringe Unterschied im E-Modul kann erklären, warum kein Effekt des Materialkontrastes gemessen wurde. Eine Möglichkeit um einen Einfluss auf das Ermüdungsrißwachstum und eines intrinsischen Größeneffektes zu untersuchen wäre zum einen reinere Ni- und Cu-reiche Schichten herzustellen, wobei hier der Unterschied weiter begrenzt bliebe. Als mögliche Metallkombinationen mit höherem Unterschied im E-Modul kommen beispielsweise Al mit 70 GPa und Ni mit 197 GPa oder W mit 405 GPa

in Frage. Die Herstellung über Elektrodeposition ist jedoch nicht für alle Materialkombinationen über die Einbad-Synthese einfach möglich. Al zum Beispiel kann nicht aus wässriger Lösung wie Ni und Cu abgeschieden werden. Eine weitere Möglichkeit ist es, auf andere Herstellungsmethoden zurückzugreifen. Hier sei auf eine Publikation von Tremel et al. [171] verwiesen. Es wurden Schichtsysteme mit physikalischer Gasphasenabscheidung (*physical vapour desposition*, PVD) hergestellt und auf die Bruchzähigkeit senkrecht zu den Schichten untersucht. Als Materialkombination wurde W und Cu auf Si-Substrat mit Einzelschichtdicken von 500 nm gewählt. Die Cu- und W-Schichten weisen herstellungsbedingte Eigenspannungen auf. Mit einem E-Modul von 405 GPa von W ist der Unterschied zu Cu mit 123,5 GPa vergleichsweise groß und es konnte ein positiver Einfluss der Cu-Schicht auf die Bruchzähigkeit festgestellt werden. Übertragen auf die Zielsetzung der vorliegenden Arbeit wären Cu/W-Schichten interessant, jedoch erschwert eine Überlagerung mit herstellungsbedingten Eigenspannungseffekten die Interpretation. Wie das Review von Abadias et al. [172] darlegt, haben zahlreiche direkte und indirekte Parameter wie Abscheiderate, Substrattemperatur, Arbeitsdruck und Ionenbombardement, aber auch die Schichtdicke Einfluss auf die Eigenspannungen in PVD-Schichten. Das gezielte Wachstum spannungsarmer Multischichten ist sehr anspruchsvoll und mit hohem Optimierungsaufwand verbunden. Darüber hinaus liegen typische Schichtdicken für PVD-Schichten im Bereich von Nanometern bis Mikrometern, in Einzelfällen bis zu einigen zehn Mikrometern. Die Abscheideraten erlauben dicke Schichten, jedoch können sich mit zunehmender Dicke, insbesondere zunehmender Einzelschichtdicke, Eigenspannungen aufbauen [173].

Weiterhin ist das Verfahren des Kumulativen Walzplattierens (*accumulative roll bonding*, ARBs) [174, 175] zu erwähnen, bei dem Bleche durch die Verformung beim Walzen verbunden werden. Eine gute Verbindung der Bleche wird durch das Reinigen und Bürsten zwischen jedem Walzschnitt sichergestellt [176]. Die Schichtdicken können sehr flexibel über die Anzahl der Walzdurchgänge von Millimetern bis Nanometern eingestellt werden [177], jedoch verändert sich die Morphologie mit zunehmender Anzahl der Walzdurchgänge [178]. Die Einzelschichten werden wellig oder bilden eine Inselstruktur aus. Die erreichbare Korngröße ist eng verknüpft mit dem Umformgrad und der Anzahl der Walzdurchgänge, wobei Korngrößen unterhalb des ultrafeinkörnigen Regimes selten erreicht werden können [179]. Erprobt wurden bisher einige wenige Kombinationen reiner Metalle wie z.B. Al/Ti [180], Al/Ni [181], Cu/Ni [182], Cu/Zr [183] sowie daraus abgeleitete Legierungskombinationen, wobei die Kombination Al/Ni mit einem E-Modulverhältnis von etwa 3 hier den größten Materialkontrast aufweist.

Mit der vorliegenden Arbeit wurde die Methodik zur Untersuchung des Ermüdungsrißwachstums auf der Mikro- bis Mesoskala, bei Balkenbreiten von 5 bis 50 µm, etabliert und systematische Untersuchungen zum Größeneffekt durchgeführt. Weiter wurde erstmals der Schwellwert ΔK_{th} aus einem Anriss in Lastabsenkung bei einem 50 µm breiten Balken gemessen. Wie in Abschnitt 2.2 beschrieben, ist für einen Größeneffekt in der Bruchmechanik die Betrachtung der plastischen Zone als charakteristische Länge im Verhältnis zur Ligamentlänge oder zum Abstand einer Mikrostrukturveränderung zu berücksichtigen. Die Ligamentlänge oder der Abstand zu einer Mikrostrukturveränderung sind direkt über entsprechende Abbildungsmethoden, wie beispielsweise SEM, zugänglich. Die Größe der plastischen Zone vor einer Rissspitze hingegen ist nicht direkt zugänglich. Über zwei Herangehensweisen kann sie abgeschätzt werden. Eine Möglichkeit ist eine rechnerische Abschätzung über den Spannungsintensitätsfaktor in Zusammenhang mit der Fließspannung und einer Annahme zum Materialverhalten von linear elastisch bis ideal-plastisch bzw. mit Verfestigung. Hierfür steht die Abschätzung nach Irwin (Gl. 2.3) mit verschiedenen Vorfaktoren zur Verfügung und dient durch Ersetzen von K mit K_{max} als Maximalabschätzung der Größe plastischen Zone im belasteten Zustand bei zyklischer Belastung.

Weiter kann die Größe der plastischen Zone über z.B. Dehnungs- bzw. Spannungsmessungen abgeschätzt werden. Die Messungen müssen meist im belasteten Zustand durchgeführt werden, sodass Spannungsmessungen zum Beispiel in einem weiteren Gerät, wie Synchrotron, *in-situ* durchgeführt werden [184], wobei in Schichten hier auch durch Fabrikation entstandene Eigenspannungen zugänglich sind und in die Interpretation der Ergebnisse einbezogen werden können [185]. Dehnungen können über digitale Bildkorrelation (*digital image correlation*, DIC) gemessen werden, jedoch wird hier die Information lediglich aus der Oberfläche der Probe gewonnen [186, 187, 188]. Die Größe der plastischen Zone ist aufgrund des ebenen Spannungszustandes in der Regel an der Oberfläche einer Probe größer als im Inneren einer Probe, sodass eine Bestimmung über DIC lediglich eine obere Grenze liefert. Außerdem kann über die Dichte der GNDs nach einem Versuch über hoch aufgelöstes Elektronenrückstreuung (*electron backscatter diffraction*, EBSD) auf die Größe und Form der plastischen Zone geschlossen werden [189]. Gammer und An [190] geben einen Überblick über Arbeiten zu lokalen Spannungsmessungen an Riss spitzen.

Ein Vergleich der Größe der plastischen Zone mit der Ligamentlänge unter elastischer Annahme wurde in Publikation **Größeneffekt**, Kapitel 3.4 gemacht, nun soll die Diskussion auf die Schichtsysteme erweitert werden und wie in Kapitel 3.1 beschrieben, wird die Abschätzung der plastischen Zone als Bereich zwischen der elastischen und

der ideal-plastischen Annahme ohne Verfestigung getroffen. Zum Vergleich der Proben untereinander ist in Abbildung 4.1 das Verhältnis der Ligamentlänge nach dem Versuch zur Größe der plastischen Zone für die verschiedenen Balkengrößen aufgetragen. Der Übergang von relativ kleiner bis relativ großer plastischer Zone im Verhältnis zur Ligamentlänge wurde abgedeckt. Die Werte der Einzelproben unterliegen bei den 10 und 20 μm Balken einer vergleichsweise hohen Streuung. Hierbei ist zu beachten, dass der Alemnis Nanoindenter erst im fortgeschrittenen Stadium des Projekts begrenzt zur Verfügung stand. Die 20 μm Balken und zwei der drei 10 μm Balken wurden mit dem Asmech Indenter geprüft, der über eine geringere Datenaufnahmerate sowie schlechtere Kraftregelung verfügt. Dies führt zu einer größeren Streuung und schlechteren Datenqualität.

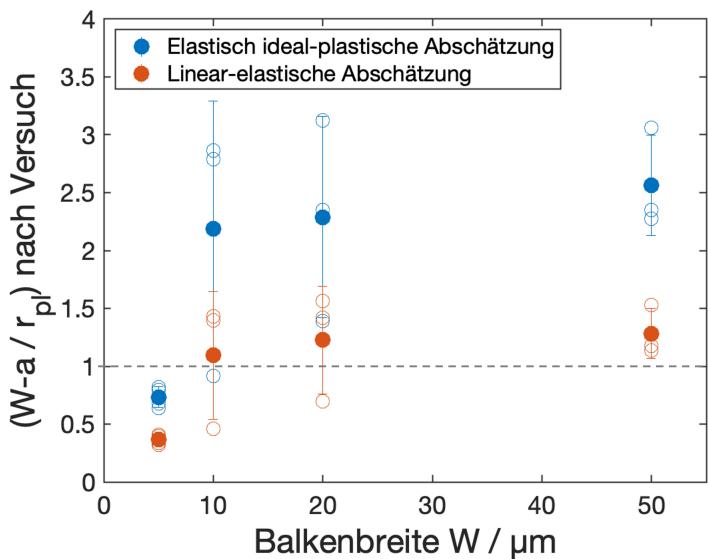


Abbildung 4.1: Verhältnis der Ligamentlänge zur Größe der plastischen Zone nach Versuch für linear elastisches (rot) sowie elastisch ideal-plastisches (blau) Materialverhalten aufgetragen gegen die Balkenbreite. Offene Symbole sind Werte von Einzelmessungen und geschlossene Symbole Mittelwerte mit Fehlerbalken.

Die Balken mit einer Breite von 50 μm liegen bei einem Verhältnis von Ligamentlänge zur Größe der plastischen Zone zwischen 1 und 2 und weisen reproduzierbare Paris-Exponenten auf. Die Messmethode wurde im Weiteren erfolgreich auf die Schichtsysteme übertragen und eine Anpassung der Auswertung für Schichten mit unterschiedlichem E-Modul vorgeschlagen. In Schichten mit Mikrostrukturkontrast konnte ein Einfluss auf das Ermüdungsrisswachstum gezeigt werden. Bei den Schichtsystemen ist außer der Balkenbreite auch die Schichtdicke im Verhältnis zur Größe der plastischen Zone zu sehen. Die 4 μm Schichtsysteme der nc-Ni Schicht befinden sich bereits ab einem K_{\max} von

$5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ vollständig in der plastischen Zone, wohingegen beim $8 \mu\text{m}$ Schichtsystem je nach Annahme anfangs der Schicht die plastische Zone noch nicht mit der folgenden Schicht überlagert. Ein Effekt des mechanischen Kontrastes von nc- zu cg-Ni Schicht wird mit einem niedrigeren Paris-Exponenten gefunden. Dies ist umgekehrt zum extrinsischen Größeneffekt, wo der Paris-Exponent bei kleinen Proben größer wird. Der Übergang, bei dem die plastische Zone in Kontakt mit dem mechanischen Kontrast kommt, ist bei der Probe mit $8 \mu\text{m}$ Schichten aufgrund des Anfangsbereichs der Messung schwer zu beurteilen. Sowohl der intrinsische als auch der extrinsische Größeneffekt treten bei vergleichbaren Dimensionen (Ligamentlänge bzw. Schichtdicke) auf.

Diese ersten Ergebnisse zum intrinsischen Größeneffekt auf das Ermüdungsrißwachstum in metallischen Schichtsystemen zeigen die Eignung der Messmethode zur Auflösung lokaler Einflüsse sowie die Möglichkeit, mikrostrukturelle Veränderungen wie Kornwachstum zu bewerten. Zur Einordnung und Abschätzung eines intrinsischen Größeneffektes werden im Folgenden drei Arbeiten vorgestellt. Hier werden Schichten und Schichtsysteme hinsichtlich der risstreibenden Kraft unter quasistatischer Belastung untersucht. Fratzl et al. [191] geben eine Abschätzung des Einflusses der Änderung des E-Moduls und Sistaninia und Koldenik [192] der Änderung der Fließspannung. Im ersten Fall wird die risstreibende Kraft unter dem Einfluss der Änderung des E-Moduls berechnet. Ein Verhältnis der E-Module von mindestens 1:5 führt zu einem wirksamen Rissstopp, wobei die Schichtdicke des Materials mit niedrigerem E-Modul keine besondere Rolle spielt.

Sistaninia und Koldenik [192] haben mit Hilfe von Simulationen der risstreibenden Kraft Bedingungen zur Minimierung derselben durch weiche Zwischenschichten erarbeitet. Deren Dicke sollte der Größe der plastischen Zone des Zwischenschichtmaterials entsprechen und das Verhältnis der Fließspannungen der Zwischenschicht zur Matrix sollte 0,2 oder weniger betragen.

Neben diesen rein simulativen Arbeiten ist eine Publikation von Wiener et al. [193] zu erwähnen, in der Polymermultilayer auf ihre Bruchzähigkeit untersucht werden. Hier werden zwei Materialkombinationen gewählt, wobei sich die eine nur im E-Modul und die andere zusätzlich in der Fließspannung unterscheiden. Die Dicke der Zwischenschichten werden, wie von Sistaninia und Kolednik empfohlen, mit Hilfe der Größe der plastischen Zone ausgelegt und zwei verschiedene Dicken werden getestet. Die Probe nur mit E-Modul-Kontrast zeigt für ein Design mit zwei Zwischenschichten und der dickeren Zwischenschicht eine hohe Zunahme der Bruchzähigkeit bei nahezu gleichbleibender Steifigkeit, während die Proben mit E-Modul- und Fließspannungs-Kontrast nur eine geringere Zunahme der Bruchzähigkeit bei gleichzeitigem Verlust der Steifigkeit aufwei-

sen. Der Effekt unterschiedlicher E-Module und Fließspannungen in Schichtsystemen wirkt also jeweils am Übergang von der weicheren zur härteren Schicht risshemmend. Bei den obigen Untersuchungen wurden jedoch keine zyklischen Belastungen aufgebracht, so dass Eigenspannungseffekte durch Belastung und anschließende Entlastung nicht berücksichtigt wurden. Eine Übertragung ist daher nur eingeschränkt möglich. Wie in den Simulationsergebnissen der vorliegenden Arbeit zu erkennen ist, bilden sich vor dem Übergang des Risses von der harten in die weiche Schicht Druckeigenspannungen in der weichen Schicht und beim Übergang von der weichen in die harte Schicht Zugeigenspannungen in der harten Schicht aus (Abb. 3.16). Die Zugeigenspannungen in der harten Schicht könnten die risstreibende Kraft beeinflussen, wenn sich die Rissspitze in der weichen Schicht befindet. Eine theoretische Untersuchung, die sowohl den Effekt von Eigenspannungen der zyklischen Entlastung als auch den mechanischen Kontrast der Schichten berücksichtigt, wäre interessant.

Neben diesen Effekten aufgrund des Materialwechsels soll noch kurz der Einfluss des Verhältnisses von Schichtdicke zur Größe der plastischen Zone diskutiert werden. Für den Fall, dass die plastische Zone kleiner als die Schichtdicke ist, sollte der soeben beschriebene Effekt der Rissverlangsamung bei Annäherung an den Schichtübergang auftreten und messbar sein, während bei einer Schichtdicke kleiner als die Größe der plastischen Zone die Effekte der nachfolgenden Schichten überlagert werden und eine Trennung und Zuordnung einer Verlangsamung zu einer Schicht schwieriger wird. Dies könnte bei der da/dN -Kurve des Balkens mit 2 µm Schichten die Knicke in der Kurve erklären. In Abbildung 4.2 ist die Position der Rissspitze in Relation zu den Schichten in hellblau für cg-Ni und dunkelblau für nc-Ni gekennzeichnet. Der Kurvenverlauf zeigt deutliche Knicke die mit der Schichtfolge korrelieren jedoch nicht mit den Schichtübergängen zusammenfallen. Trotz einer anzunehmenden Schiefe der Rissfront in der Größenordnung der Einzelschichtdicke lässt sich daraus ein deutlicher Effekt des mechanischen Kontrastes ableiten. Zusammenfassend ist die Verfolgung eines metallischen Schichtsystems mit E-Modul-Kontrast sowohl für die Untersuchung eines intrinsischen Größeneffekts als auch als Rissstoppstruktur vielversprechend, wobei das Verhältnis der weicheren Zwischenschicht zur Matrix nach Fratzl et al. [191] bei 0,2 liegen und eine Anpassung der Schichtdicken im Bereich der Größe der plastischen Zone nach Sistaninia und Kolednik [192] erfolgen sollte. Die Kombination von Ni und Cu ist dafür, wie bereits erwähnt, nicht optimal.

Eine sehr aktuelle Arbeit von Pohl et al. [194] aus dem Jahr 2025 untersucht Ermüdungsrißwachstum senkrecht zu Multischichten. Hier wurden an ARB Lamine mit Schichtdicken von 625 µm bis 75 µm aus Aluminiumlegierungen mit unterschiedlichen

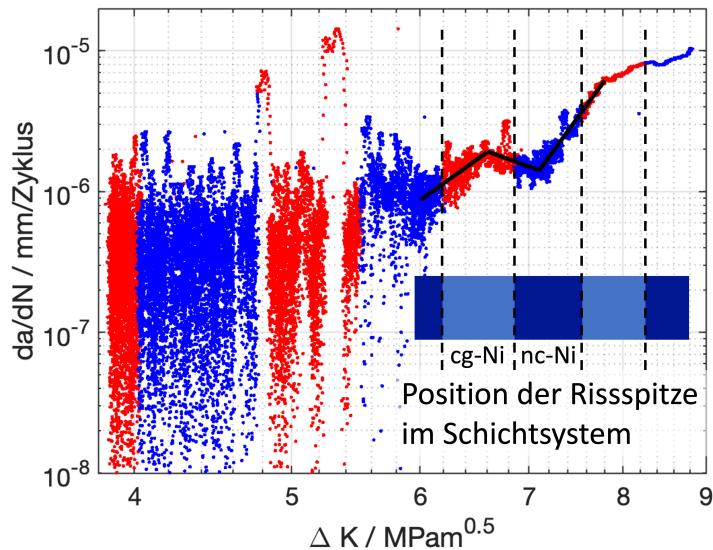


Abbildung 4.2: da/dN -Kurve des $50\text{ }\mu\text{m}$ breiten Balkens mit $2\text{ }\mu\text{m}$ nc/cg-Ni Schichten. Das Abknicken im hinteren Bereich der Kurve zeigt deutlich den Einfluss der Schichten, wobei der Effekt keiner Schicht eindeutig zuzuordnen ist. Im Bereich der plastischen Zone befindet sich nicht nur eine Schicht.

Fließspannungen (AA1050 mit $\sigma_Y = 63\text{ MPa}$, AA5005 mit $\sigma_Y = 110\text{ MPa}$, AA5754 mit $\sigma_Y = 147\text{ MPa}$) hergestellt und das Ermüdungsrißwachstum untersucht. Zu beachten ist, dass die Autoren eine „Mikrofließspannung“ σ_Y verwenden anstelle der makroskopischen Fließspannung bei 0,2% plastischer Dehnung. Es wurden Versuche mit konstantem ΔK durchgeführt und eine Verlangsamung der Risswachstumsgeschwindigkeit durch die Mehrfachlagen gemessen. In Abhängigkeit von ΔK wurden Mechanismen der Rissverlangsamung diskutiert, wobei bei hohen ΔK auffällig ist, dass der Riss entlang der Grenzfläche auswandert. Was jedoch nicht gezeigt wurde, ist das Verhalten des Risswachstums, wenn sich die Rissspitze einer Schichtgrenze nähert. Dieses ist aber wichtig, um Größeneffekte zu verstehen. Genau hier setzt die in dieser Arbeit vorgestellte Methode an, die die Grundlage für systematische Untersuchungen bilden kann. Eine Veränderung der Risswachstumsgeschwindigkeit beim Annähern des Risses an die Schichtgrenze kann mit hoher örtlicher Auflösung gemessen werden und so ein Verlauf der Risswachstumsgeschwindigkeit mit dem Abstand zur Schicht abgebildet werden. Wie in Kapitel 2.1.2.1 beschrieben kann bei Ermüdung insbesondere bei nanokristallinen Metallen neben Risswachstum auch Kornwachstum auftreten. Daher wurden in der vorliegenden Arbeit Mikrostrukturuntersuchungen an ausgewählten repräsentativen Proben durchgeführt und in Publikation **Größeneffekt**, Kapitel 3.4 dargestellt. Zusätzlich wurde eine Studie zur Rissinitiierung durchgeführt, wobei die Rissinitiierungsparameter mit Hinblick auf ein möglichst geringes Kornwachstum gewählt wurden,

d.h. es wurde eine Anfangsspannung gewählt, bei der nach wenigen 10 000 Zyklen ein Riss initiiert wurde. Das Kornwachstum wurde so gering wie möglich gehalten und auf eine vergleichbare Versuchsdurchführung für die verschiedenen Balkengrößen geachtet. Darüber hinaus ermöglicht die Messmethode eine gezielte Untersuchung des Kornwachstums sowie der Wechselwirkung eines Risses mit einer vergrößerten Zone um die Riss spitze. Durch die Vergrößerung sinkt die Fließspannung in diesem Bereich und es wäre möglich, dass dadurch, wie oben in der Literatur beschrieben, die risstreibende Kraft sinkt und eine solche Vergrößerung als natürlicher Rissstopfmechanismus in nanokristallinen Metallen wirken könnte. Voraussetzung hierfür wäre zunächst ein sehr langsames Risswachstum, d.h. eine hohe Zyklenzahl an einer Stelle, um die Vergrößerung hervorzurufen. Eine gegensätzliche Beobachtung wurde von Kapp et al. [32] gemacht, wo die Ermüdung einer nanokristallinen Probe ohne Kerbe zunächst zu Kornwachstum und anschließender Rissinitierung geführt hat. Für die genauen Randbedingungen sind weitere Untersuchungen erforderlich.

5. Zusammenfassung und Ausblick

Es wurden Schichtsysteme mit mechanischem Kontrast mittels ED hergestellt und charakterisiert. Mit einer Variation der Mikrostruktur konnte ein Kontrast in der Härte erzeugt werden, und eine Variation der chemischen Zusammensetzung ergibt einen Kontrast im E-Modul. Parallel wurde die Methode zur Charakterisierung des Ermüdungsrißwachstums in Mikrobiegebalken von 5 bis 50 µm Balkenbreite auf der Mikro- und Mesoskala weiterentwickelt, indem die Versuchsführung von ehemals 1 Hz Ermüdungsfrequenz auf bis zu 100 Hz erhöht wurde. Weiter wurden die Rissfront sowie Mikrostrukturveränderungen charakterisiert und die Erzeugung von Ermüdungsanris sen systematisch untersucht. Die Methode wurde erstmals zur Bestimmung von ΔK_{th} in Lastabsenkung auf der Mesoskala verwendet. Damit steht eine Methode zur Verfügung, das Ermüdungsrißwachstum systematisch an Proben verschiedener Materialien und Größen zu untersuchen.

Der extrinsische Größeneffekt wurde im erwarteten Bereich, wo die Größe der plastischen Zone im Bereich der Ligamentlänge liegt, gefunden und zeigt sich beim Paris-Exponenten in einer höheren Streuung und einer Verschiebung zu höheren Werten. Es ist schwierig, eine allgemeine Aussage über den Zusammenhang zwischen der Größe der plastischen Zone und der Ligamentlänge zu treffen. Gründe hierfür sind die fehlende Möglichkeit, die Größe der plastischen Zone direkt zu messen und die stark annahmen behaftete rechnerische Abschätzung. Insbesondere die Berücksichtigung des Materialverhaltens ist hier schwierig und beeinflusst die Übertragbarkeit auf andere Materialien. Außerdem konnte ein Einfluss der Härtevariation der nc/cg-Ni Schichtsysteme auf das Ermüdungsrißwachstum gefunden werden. Dieser intrinsische Größeneffekt wirkt sich beim Übergang von nc-Ni zu cg-Ni in einem niedrigeren Paris-Exponenten als bei reinen nc-Ni Proben aus.

Die Herstellung der Schichtsysteme würde hinsichtlich der Gesamtdicke der Abscheidungen und der Prozessstabilität stark vom größeren Verhältnis von Elektrolytmenge zu Kathodenfläche profitieren, da die Elektrolytmenge im Labormaßstab empfindlich auf den Verbrauch von Saccharin reagiert. Außerdem könnte eine Entgasung des Elektrolyten z.B. über das Einströmen von Argon die Anreicherung von Sauerstoff durch den Abscheideprozess und damit das Risiko verringern, den Sauerstoff in das Deposit einzubauen. Weiter könnte der Übergang von cg zu nc-Ni durch beispielsweise Puls Reverse Plating glatter werden, sodass auch Schichten im Bereich unterhalb von einem

Mikrometer deutlich verschiedene Mikrostrukturen aufweisen.

Mit der etablierten Methodik zur Untersuchung des Ermüdungsrisswachstums auf der Mikro- und Mesoskala wird in Kombination des Alemlis *in-situ* Indenters mit großer Kraftzelle mit 4 N in Zug und Druck mit der Herstellung der Proben mit Ultrakurzpulsar die Prüfung von Balken der Breite 100 µm vorstellbar. Die Versuchsdurchführung würde von einer integrierten Risslängen- und ΔK -Berechnung deutlich profitieren. Hier wäre eine Erweiterung der Prüftechnik durch den Hersteller erforderlich. Damit könnte die plastische Zone konstant gehalten und der Einfluss von Materialinhomogenitäten differenzierter betrachtet werden. Die in der Diskussion deutlich gewordene Unsicherheit bei der Bestimmung der Größe der plastischen Zone könnte durch die Bestimmung der Dehnungen vor der Rissspitze mittels digitaler Bildkorrelation besser eingeordnet werden und damit über das Verhältnis der Größe der plastischen Zone zur Ligamentlänge die Aussage über einen Größeneffekt verlässlicher gestalten.

Ein weiterer Ansatz, um den Einfluss von Schichten mit mechanischem Kontrast zu untersuchen, ist das Ermüdungsrisswachstum parallel zu Schichtgrenzen, sodass die plastische Zone nicht vor der Rissspitze, sondern seitlich dem mechanischen Kontrast ausgesetzt ist. Damit kann das Verständnis der Interaktion zwischen mechanischem Kontrast und plastischer Zone erweitert werden.

Abbildungsverzeichnis

1.1	Schematische Darstellung der Modellschichtsysteme mit mechanischem Kontrast hinsichtlich E-Modul (Ni/Cu) und Härte (nc/cg-Ni).	2
1.2	Schematische Darstellung der Mikro-Ermüdungsgeometrie, mit Kerbe und Belastung F	3
2.1	(a) 3D Modell von Belastungsmodus I mit gekennzeichneter Rissflanke und Rissfront in grün, (b) - (c) Belastungsmodi II - III. Belastungsrichtungen sind mittels dunkelroter Pfeile veranschaulicht.	6
2.2	Schematische Darstellung eines Risses in einer endlosen Platte mit der Risslänge $2a$ in Belastungsmodus I mit der Spannung σ	7
2.3	Darstellung einer Rissspitze mit elastischem und plastischem Spannungsverlauf im Material vor der Rissspitze und daraus resultierender Abschätzung der plastischen Zone nach Irwin. In orange ist eine typische Kontur der plastischen Zone dargestellt wobei oftmals vereinfacht eine runde Form, hier gestrichelt dargestellt, verwendet wird. Zeichnung in Anlehnung an Anderson [8].	8
2.4	Schematische Ermüdungsrißwachstumskurve mit Einteilung der drei Bereiche von schwellwertnahem (blau) bzw. Initiierungs- (orange) Bereich I über stabiles Risswachstum im Paris-Bereich (Bereich II) hin zum instabilen Risswachstum in Bereich III. Mit Pfeilen ist die Richtung der Versuchsführung gekennzeichnet, welche bei Schwellwertbestimmung in Lastabsenkung durchgeführt werden muss (Details zur Versuchsführung in Abschnitte 3.3.1).	9
2.5	Foto einer CT-Probe mit einer Probenbreite W von 25 mm (links) sowie Bruchfläche einer geprüften CT-Probe (rechts).	14
2.6	Abhängigkeit, in doppelt logarithmischer Darstellung, der geforderten Probengröße/ Ligamentlänge $W - a$ bei Ermüdungsrißwachstumsversuchen (nach Gl. 2.6 nach Norm ASTM E647) von den Materialparametern der Dehgrenze mit 0,2-% plastischer Verformung $R_{p0,2}$ und der Bruchzähigkeit K_{IC}	15

2.7 Schematische Darstellung in der Literatur verbreiteter FIB-geschnittener Probengeometrien für mikromechanische Experimente aus Vollmaterial mit Belastungsposition und -richtung mittels dunkelroter Pfeile dargestellt. (a) und (b) Druckgeometrien mit rundem bzw. rechteckigen Querschnitt, (c) Zuggeometrie mit rundem Querschnitt sowie (d) Biegebalgkengeometrie.	17
2.8 Schematische Darstellung zweier Ursachen für Größeneffekte bei Metallen (a) größerer Spannungsgradient bei dünneren Balken, (b) fehlende Versetzungsquellen in kleinen Volumina.	18
2.9 Schematische Darstellung einer Probe mit Riss a , plastischer Zone r_{pl} sowie Größenlimitation über die Probengröße und damit Ligamentlänge $W_i - a$	20
2.10 Schematische Darstellung des Aufbaus der elektrochemischen Doppelschicht nach dem Stern-Graham-Modell. Zeichnung in Anlehnung an Wittstock [136].	29
2.11 Schematische CV-Kurve eines Elektrolyten mit einer (schwarze Kurve) und mit zwei Metallionensorten (grüne Kurve).	31
2.12 Übersicht des Forschungsprojektes mit Unterteilung in die Bereiche der Materialherstellung, Methodenentwicklung und Untersuchung des intrinsischen und extrinsischen Größeneffektes in der Ermüdungsbruchmechanik.	34
 3.1 Abhängigkeit der Größe der plastischen Zone r_{pl} von den Parametern maximaler Spannungsintensitätsfaktor K_{max} und Fließspannung bzw. Dehngrenze mit 0,2-% plastischer Verformung $R_{p0,2}$ im Bereich von 100 bis 1500 MPa. Rote Punkte markieren r_{pl} im Bereich der in vorliegender Arbeit relevanten $R_{p0,2}$, für nc-Ni mit etwa 1100 MPa, und K_{max} von 6 bis 10 MPa \sqrt{m} der Mikroproben. r_{pl} ergibt sich hieraus zu 9,5 bis 26,3 μm	36
3.2 (a) Abtragsvolumen für 5 bzw. 1 Stunde Strahlzeit als Funktion des Strahlstroms bei typischer Materialabtragsrate und korrespondierender Balkenbreiten W von Mikrobiegebalken für Ga- und Xe-FIB, (b) exemplarischer Grobschnitt für einen 20 μm Balken zur Verdeutlichung des Abtragsvolumens.	38
3.3 Abschätzung der benötigten Kraft sowie Verschiebung zur Prüfung von nc-Ni Balken mit quadratischen Querschnitten der Breite bis 100 μm	40
3.4 EDX Messungen einer Abscheidung an verschiedenen horizontalen Positionen der Kathode, -10, -5, 0, 5, 10 mm, bei veränderten Rührung.	54

3.5 (a) SEM Aufnahme einer Probenstelle mit Cu-Oxid auf den Korngrenzen, zeigt sich durch dunkle Streifen, (b) TEM Bild mit Cu-Oxid (weiß) auf Korngrenzen, (c) Übersichtsaufnahme im TEM-Dunkelfeld mit EELS-Messbereich (Inset im Dunkelfeld (<i>dark-field</i> , DF)-Kontrast) und CuL- und OK-Maps, (d) - (g) SEM Aufnahmen zweier Balken, (d) und (e) quasistatisch belastet und (f) und (g) nach Ermüdungsversuch.	55
3.6 Schematische Darstellung der Mikro-Ermüdungsgeometrie, mit Kerbe und Belastung.	67
3.7 SEM Bild eines Grobschnittes eines Balkens, gezeigt ist die Stirnseite, mit skizzierterem Ionenstrahl der senkrechten Seitenflächen. Vergrößerung der Definition des Flankenwinkels.	68
3.8 Darstellung der Mikrotools, (a) Wedge, (b) Greifer für 20 µm Balken in alter und (c) 50 µm Balken in neuer Geometrie.	69
3.9 (a) 20 µm Balken mit durchgängiger Kerbe sowie Anriss, schwer sichtbar, und nach Risswachstum in vergrößerter Darstellung und (b) Skizzierter Balken mit Kerbe mit Brücken, SEM Bild 10 µm Balken mit Kerbe mit Brücke sowie gut sichtbarem Anriss vergrößert dargestellt.	70
3.10 Kraft- und Verschiebungsdaten aufgetragen gegen die Zeit bei Greifer-Balken-Setup, mit 20 µm Balken und Alemnis-Indenter bei Ermüdungsfrequenzen zwischen 10 und 100 Hz mit Datenaufnahmerate von 10 000 Hz und 500 Hz, rechte Spalte FFT Tiefpass Filterung der Kraft. .	72
3.11 Auftragung der theoretischen Randfaserspannung an gekerbten Balken aus nc-Ni über die benötigten Zyklen zur Rissinitiierung, definiert über 5 Prozent Steifigkeitsabfall, für zwei verschiedene Spannungsverhältnisse R	73
3.12 da/dN -Kurven (a) eines Cu-reichen 20 µm breiten Balkens, (b) der nc-Ni 20 µm breiten Balken aus Publikation Größeeffekt , Kapitel 3.4 und (c) eines Ni/Cu Balkens mit Auswertung wie Publikation Methode , Kapitel 3.3. (Unterschiedliche Qualität der da/dN -Kurven hängt mit Nanoindenter zusammen, (a) und (b) mit Asmec und (c) mit Alemnis geprüft)	91
3.13 (a) Simulierte und angefittete Steifigkeit in Abhängigkeit von der Risslänge der Ni/Cu Probe aus Abbildung 3.12 (b), (b) Risslänge bestimmt mit Steifigkeit nach Simulation (blau) und nach Methode in Publikation Methode , Kapitel 3.3 (rot).	92

3.14 da/dN über ΔK der 50 μm breiten Balken (a) reine nc-Ni-Balken aus Publikation Methode , Kapitel 3.3, (b) - (d) 8, 4 und 2 μm Schichtsystem. In (b) - (d) entsprechen die blauen Datenpunkte Risswachstum in den nc-Ni Schichten und rote Datenpunkte in den cg-Ni Schichten.	93
3.15 FIB-anpolierter Querschnitt nahe der Oberfläche im BSE Kontrast aufgenommen, (a) - (c) 8, 4 und 2 μm Schichtsystem. Rote Pfeile markieren Veränderungen in der Mikrostruktur. (a) und (c) mit 52 Grad Kippung aufgenommen.	94
3.16 Simulierte Eigenspannungen nach Entlastung in verschiedenen 50 μm breiten Balken mit 8, 4 und 2 μm nc/cg-Ni Schichten. Risse mit roten Pfeilen markiert. Schwarze Pfeile in (a) und (d) weisen auf steigende Druckeigenspannungen mit Verringerung des Abstandes der Riss spitze zum Schichtwechsel hin.	95
4.1 Verhältnis der Ligamentlänge zur Größe der plastischen Zone nach Versuch für linear elastisches (rot) sowie elastisch ideal-plastisches (blau) Materialverhalten aufgetragen gegen die Balkenbreite. Offene Symbole sind Werte von Einzelmessungen und geschlossene Symbole Mittelwerte mit Fehlerbalken.	100
4.2 da/dN -Kurve des 50 μm breiten Balkens mit 2 μm nc/cg-Ni Schichten. Das Abknicken im hinteren Bereich der Kurve zeigt deutlich den Einfluss der Schichten, wobei der Effekt keiner Schicht eindeutig zuzuordnen ist. Im Bereich der plastischen Zone befindet sich nicht nur eine Schicht.	103

Tabellenverzeichnis

3.1	Flankenwinkel bei verschiedenen Strömen des Xe-FIB.	68
3.2	Stützstellen des angenommenen Verfestigungsverhaltens von nc-Ni und cg-Ni für die Simulationen mit elastisch-plastischem Materialverhalten.	90

Literaturverzeichnis

- [1] ALBERT, W. A. J.: *Über Treibseile am Harz*. Bergbau und Huttenkunde, 10:215–234, 1837.
- [2] SALVATI, E.: *Evaluating fatigue onset in metallic materials: Problem, current focus and future perspectives*. International Journal of Fatigue, 188:108487, 2024.
- [3] NATHANSON, H. C., W. E. NEWELL, R. A. WICKSTROM und J. R. DAVIS: *The resonant gate transistor*. IEEE Transactions on Electron Devices, 14(3):117–133, 1967.
- [4] WILFINGER, R. J., P. H. BARDELL und D. S. CHHABRA: *The Resonistor: A Frequency Selective Device Utilizing the Mechanical Resonance of a Silicon Substrate*. IBM Journal of Research and Development, 12(1):113–118, 1968.
- [5] LI, J., T. MATTILA und V. VUORINEN: *Chapter 41 - MEMS Reliability*. In: TILLI, MARKKU, TERUAKI MOTOOKA, VELI-MATTI AIRAKSINEN, SAMI FRANSSILA, MERVI PAULASTO-KRÖCKEL und VEIKKO LINDROOS (Herausgeber): *Handbook of Silicon Based MEMS Materials and Technologies (Second Edition)*, Micro and Nano Technologies, Seiten 744–763. William Andrew Publishing, Boston, Second Edition Auflage, 2015.
- [6] TARIQ JAN, M., N. HISHAM BIN HAMID, M. H. MD KHIR, K. ASHRAF und M. SHOAIB: *Reliability and Fatigue Analysis in Cantilever-Based MEMS Devices Operating in Harsh Environments*. Journal of Quality and Reliability Engineering, 2014(1):987847, 2014.
- [7] XU, Y., S. LIU, C. HE, H. WU, L. CHENG, G. YAN und Q. HUANG: *Reliability of MEMS inertial devices in mechanical and thermal environments: A review*. Heliyon, 10(5), 2024.
- [8] ANDERSON, T. L.: *Fracture Mechanics*. Taylor & Francis Group, 2005.
- [9] HAHN, H. G.: *Bruchmechanik*. B.G. Teubner Stuttgart, 1976.
- [10] GROSS, D. und T. SEELIG: *Bruchmechanik*. Springer, 2007.

- [11] GRIFFITH, A. A. und G. I. TAYLOR: *VI. The phenomena of rupture and flow in solids.* Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character, 221(582-593):163–198, 1920.
- [12] IRWIN, G. R.: *Analysis of Stresses and Strains Near the End of a Crack Traversing a Plate.* Journal of Applied Mechanics, 24(3):361–364, 1957.
- [13] WESTERGAARD, H. M.: *Bearing pressures and cracks.* Journal of Applied Mechanics, 6:49–53, 1939.
- [14] WELLS, A. A.: *Unstable crack propagation in metals: cleavage and fast fracture.* In: *Proceedings of the crack propagation symposium*, Band 1, Seiten 210–230, 1961.
- [15] RICE, J. R.: *A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks.* Journal of Applied Mechanics, 35(2):379–386, 1968.
- [16] IRWIN, G. R.: *Linear fracture mechanics, fracture transition, and fracture control.* Engineering Fracture Mechanics, 1(2):241–257, 1968.
- [17] RICE, J. R. und G. F. ROSENGREN: *Plane strain deformation near a crack tip in a power-law hardening material.* Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 16(1):1–12, 1968.
- [18] ASTM E647, *Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates.*
- [19] PARIS, P. und F. ERDOGAN: *A Critical Analysis of Crack Propagation Laws.* Journal of Basic Engineering, 85(4):528–533, 1963.
- [20] PIPPAN, R. und A. HOHENWARTER: *Fatigue crack closure: a review of the physical phenomena.* Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 40(4):471–495, 2017.
- [21] RICE, J. R.: *Mechanics of Crack Tip Deformation and Extension by Fatigue.* In: *Fatigue Crack Propagation.* ASTM International, 1967.
- [22] PADILLA, H. A. und B. L. BOYCE: *A Review of Fatigue Behavior in Nanocrystalline Metals.* Experimental Mechanics, 50(1):5–23, 2010.

- [23] PINEAU, A., D. L. McDOWELL, E. P. BUSSO und S. D. ANTOLOVICH: *Failure of metals II: Fatigue*. Acta Materialia, 107:484–507, 2016.
- [24] HANLON, T., E. D. TABACHNIKOVA und S. SURESH: *Fatigue behavior of nanocrystalline metals and alloys*. International Journal of Fatigue, 27(10):1147–1158, 2005.
- [25] CAVALIERE, P.: *Low Cycle Fatigue of Electrodeposited Pure Nanocrystalline Metals*. In: *PRICM 6*, Band 561 der Reihe *Materials Science Forum*, Seiten 1299–1302. Trans Tech Publications Ltd, 2007.
- [26] PORTER, D. A. und K. E. EASTERLING: *Phase transformations in metals and alloys*. Stanley Thomas (Publishers) Ltd, 2000.
- [27] ZHANG, K., J. R. WEERTMAN und J. A. EASTMAN: *Rapid stress-driven grain coarsening in nanocrystalline Cu at ambient and cryogenic temperatures*. Applied Physics Letters, 87(6):061921, 2005.
- [28] BOYCE, B. L. und H. A. PADILLA: *Anomalous Fatigue Behavior and Fatigue-Induced Grain Growth in Nanocrystalline Nickel Alloys*. Metallurgical and Materials Transactions A, 42(7):1793–1804, 2011.
- [29] BUFFORD, D. C., D. STAUFFER, W. M. MOOK, S. A. SYED ASIF, B. L. BOYCE und K. HATTAR: *High Cycle Fatigue in the Transmission Electron Microscope*. Nano Letters, 16(8):4946–4953, 2016.
- [30] FURNISH, T. A., A. MEHTA, D. VAN CAMPEN, D. C. BUFFORD, K. HATTAR und B. L. BOYCE: *The onset and evolution of fatigue-induced abnormal grain growth in nanocrystalline Ni–Fe*. Journal of Materials Science, 52(1):46–59, 2017.
- [31] FURNISH, T. A., D. C. BUFFORD, F. REN, A. MEHTA, K. HATTAR und B. L. BOYCE: *Evidence that abnormal grain growth precedes fatigue crack initiation in nanocrystalline Ni–Fe*. Scripta Materialia, 143:15–19, 2018.
- [32] KAPP, M. W., T. KREMMER, C. MOTZ, B. YANG und R. PIPPAN: *Structural instabilities during cyclic loading of ultrafine-grained copper studied with micro bending experiments*. Acta Materialia, 125:351–358, 2017.
- [33] WEGST, U. G. K., H. BAI, E. SAIZ, A. P. TOMSIA und R. O. RITCHIE: *Bioinspired structural materials*. Nature Materials, 14(1):23–36, 2015.

- [34] ASKARINEJAD, S. und N. RAHBAR: *Toughening mechanisms in bioinspired multilayered materials.* Journal of The Royal Society Interface, 12(102):20140855, 2015.
- [35] JI, B. und H. GAO: *Mechanical Principles of Biological Nanocomposites.* Annual Review of Materials Research, 40:77–100, 2010.
- [36] NETO, D. M., S. HAJLI, E. R. SÉRGIO, L. BORREGO, J. JESUS, F. V. ANTUNES und G. GLINKA: *Fatigue crack growth in AA6082-T6/AA7050-T6 bimaterials: Effect of plastic zone ahead of crack tip.* International Journal of Fatigue, 186:108423, 2024.
- [37] ESHELBY, J. D.: *Energy Relations and the Energy-Momentum Tensor in Continuum Mechanics*, Seiten 82–119. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1999.
- [38] GURTIN, M. E.: *Configurational forces as basic concepts of continuum physics*, Band 137. Springer Science & Business Media, 1999.
- [39] PREDAN, J., N. GUBELJAK und O. KOLEDNIK: *On the local variation of the crack driving force in a double mismatched weld.* Engineering Fracture Mechanics, 74(11):1739–1757, 2007.
- [40] SIMHA, N. K., F. D. FISCHER, O. KOLEDNIK, J. PREDAN und G. X. SHAN: *Crack Tip Shielding or Anti-shielding due to Smooth and Discontinuous Material Inhomogeneities.* International Journal of Fracture, 135(1):73–93, 2005.
- [41] KOLEDNIK, O., J. PREDAN, N. GUBELJAK und D. F. FISCHER: *Modeling fatigue crack growth in a bimaterial specimen with the configurational forces concept.* Materials Science and Engineering: A, 519(1):172–183, 2009.
- [42] PIPPAN, R., K. FLECHSIG und F. O. RIEMELMOSER: *Fatigue crack propagation behavior in the vicinity of an interface between materials with different yield stresses.* Materials Science and Engineering: A, 283(1):225–233, 2000.
- [43] KOZIC, D., H.-P. GÄNSER, R. BRUNNER, D. KIENER, T. ANTRETTER und O. KOLEDNIK: *Crack arrest in thin metallic film stacks due to material- and residual stress inhomogeneities.* Thin Solid Films, 668:14–22, 2018.
- [44] ASTM E399, *Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials.*

- [45] ARZT, E.: *Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints: a comparative review.* Process Safety and Environmental Protection, 77(6):371–372, 1998.
- [46] GREER, J. R. und J. TH. M. DE HOSSON: *Plasticity in small-sized metallic systems: Intrinsic versus extrinsic size effect.* Progress in Materials Science, 56(6):654–724, 2011.
- [47] TAYLOR, G. F.: *A method of drawing metallic filaments and a discussion of their properties and uses.* Physical Review, 23(5):655, 1924.
- [48] HALL, E. O.: *The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results.* Proceedings of the Physical Society. Section B, 64(9):747, 1951.
- [49] PETCH, N. J.: *The cleavage strength of polycrystals.* The Journal of the Iron and Steel Institute, 174:25–28, 1953.
- [50] ARMSTRONG, R. W.: *60 years of Hall-Petch: past to present nano-scale connections.* Materials Transactions, 55(1):2–12, 2014.
- [51] BRENNER, S. S.: *Tensile Strength of Whiskers.* Journal of Applied Physics, 27(12):1484–1491, 1956.
- [52] NIX, W. D.: *Mechanical properties of thin films.* Metallurgical Transactions A, 20(11):2217–2245, 1989.
- [53] ESPINOSA, H. D. und B. C. PROROK: *Size effects on the mechanical behavior of gold thin films.* Journal of Materials Science, 38(20):4125–4128, 2003.
- [54] NICOLA, L., Y. XIANG, J. J. VLASSAK, E. VAN DER GIJSEN und A. NEEDLEMAN: *Plastic deformation of freestanding thin films: Experiments and modeling.* Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 54(10):2089–2110, 2006.
- [55] PHARR, G. M., E. G. HERBERT und Y. GAO: *The Indentation Size Effect: A Critical Examination of Experimental Observations and Mechanistic Interpretations.* Annual Review of Materials Research, 40(Volume 40, 2010):271–292, 2010.
- [56] FLECK, N. A., G. M. MULLER, M. F. ASHBY und J. W. HUTCHINSON: *Strain gradient plasticity: Theory and experiment.* Acta Metallurgica et Materialia, 42(2):475–487, 1994.

- [57] SHELL DE GUZMAN, M., G. NEUBAUER, P. FLINN und W. D. NIX: *The Role of Indentation Depth on the Measured Hardness of Materials*. MRS Proceedings, 308:613, 1993.
- [58] MA, Q. und D. R. CLARKE: *Size dependent hardness of silver single crystals*. Journal of Materials Research, 10(4):853–863, 1995.
- [59] NIX, W. D. und H. GAO: *Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 46(3):411–425, 1998.
- [60] MELNGAILIS, J.: *Focused ion beam technology and applications*. Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics Processing and Phenomena, 5(2):469–495, 1987.
- [61] DEHM, G., B. N. JAYA, R. RAGHAVAN und C. KIRCHLECHNER: *Overview on micro-and nanomechanical testing: New insights in interface plasticity and fracture at small length scales*. Acta Materialia, 142:248–282, 2018.
- [62] DEHM, G.: *Miniaturized single-crystalline fcc metals deformed in tension: New insights in size-dependent plasticity*. Progress in Materials Science, 54(6):664–688, 2009.
- [63] GREER, J. R., W. C. OLIVER und W. D. NIX: *Size dependence of mechanical properties of gold at the micron scale in the absence of strain gradients*. Acta Materialia, 53(6):1821–1830, 2005.
- [64] MOTZ, C., T. SCHÖBERL und R. PIPPAN: *Mechanical properties of micro-sized copper bending beams machined by the focused ion beam technique*. Acta Materialia, 53(15):4269–4279, 2005.
- [65] UCHIC, M. D., D. M. DIMIDUK, J. N. FLORANDO und W. D. NIX: *Sample dimensions influence strength and crystal plasticity*. Science, 305(5686):986–989, 2004.
- [66] UCHIC, M. D. und D. M. DIMIDUK: *A methodology to investigate size scale effects in crystalline plasticity using uniaxial compression testing*. Materials Science and Engineering: A, 400-401:268–278, 2005.

- [67] UCHIC, M. D., D. M. DIMIDUK, J. N. FLORANDO und W. D. NIX: *Exploring specimen size effects in plastic deformation of Ni₃(Al, Ta)*. MRS Proceedings, 753:BB1.4, 2002.
- [68] TORRENTS ABAD, O., J. M. WHEELER, J. MICHLER, A. S. SCHNEIDER und E. ARZT: *Temperature-dependent size effects on the strength of Ta and W micro-pillars*. Acta Materialia, 103:483–494, 2016.
- [69] ZHANG, H., B. E. SCHUSTER, Q. WEI und K. T. RAMESH: *The design of accurate micro-compression experiments*. Scripta Materialia, 54(2):181–186, 2006.
- [70] KIENER, D., W. GROSINGER, G. DEHM und R. PIPPAN: *A further step towards an understanding of size-dependent crystal plasticity: In situ tension experiments of miniaturized single-crystal copper samples*. Acta Materialia, 56(3):580–592, 2008.
- [71] KIENER, D., C. MOTZ und G. DEHM: *Micro-compression testing: A critical discussion of experimental constraints*. Materials Science and Engineering: A, 505(1):79–87, 2009.
- [72] FLECK, N. und J. HUTCHINSON: *Strain gradient plasticity*. Advances in Applied Mechanics, 33:295–361, 1997.
- [73] KATO, M.: *Hall-Petch relationship and dislocation model for deformation of ultrafine-grained and nanocrystalline metals*. Materials Transactions, 55(1):19–24, 2014.
- [74] UCHIC, M. D., P. A. SHADE und D. M. DIMIDUK: *Plasticity of Micrometer-Scale Single Crystals in Compression*. Annual Review of Materials Research, 39:361–386, 2009.
- [75] GREER, J. R. und W. D. NIX: *Nanoscale gold pillars strengthened through dislocation starvation*. Phys. Rev. B, 73:245410, 2006.
- [76] VOLKERT, C. A. und E. T. LILLEODDEN: *Size effects in the deformation of sub-micron Au columns*. Philosophical Magazine, 86(33-35):5567–5579, 2006.
- [77] NIX, W. D., J. R. GREER, G. FENG und E. T. LILLEODDEN: *Deformation at the nanometer and micrometer length scales: Effects of strain gradients and dislocation starvation*. Thin Solid Films, 515(6):3152–3157, 2007.

- [78] SHAN, Z. W., R. K. MISHRA, S. A. SYED ASIF, O. L. WARREN und A. M. MINOR: *Mechanical annealing and source-limited deformation in submicrometre-diameter Ni crystals*. Nature Materials, 7(2):115–119, 2008.
- [79] PARTHASARATHY, T. A., S. I. RAO, D. M. DIMIDUK, M. D. UCHIC und D. R. TRINKLE: *Contribution to size effect of yield strength from the stochastics of dislocation source lengths in finite samples*. Scripta Materialia, 56(4):313–316, 2007.
- [80] SENGER, J., D. WEYGAND, P. GUMBSCH und O. KRAFT: *Discrete dislocation simulations of the plasticity of micro-pillars under uniaxial loading*. Scripta Materialia, 58(7):587–590, 2008.
- [81] STELMASHENKO, N. A., M. G. WALLS, L. M. BROWN und YU. V. MILMAN: *Microindentations on W and Mo oriented single crystals: An STM study*. Acta Metallurgica et Materialia, 41(10):2855–2865, 1993.
- [82] RESTER, M., C. MOTZ und R. PIPPAN: *Where are the geometrically necessary dislocations accommodating small imprints?* Journal of Materials Research, 24(3):647–651, 2009.
- [83] GAO, H. und Y. HUANG: *Geometrically necessary dislocation and size-dependent plasticity*. Scripta Materialia, 48(2):113–118, 2003.
- [84] AST, J., M. GHIDELLI, K. DURST, M. GÖKEN, M. SEBASTIANI und A. M. KORSUNSKY: *A review of experimental approaches to fracture toughness evaluation at the micro-scale*. Materials & Design, 173:107762, 2019.
- [85] PIPPAN, R., S. WURSTER und D. KIENER: *Fracture mechanics of micro samples: Fundamental considerations*. Materials & Design, 159:252–267, 2018.
- [86] SURESH, S. und R. O. RITCHIE: *Propagation of short fatigue cracks*. International Metals Reviews, 29(1):445–475, 1984.
- [87] TAYLOR, D. und J. F. KNOTT: *Fatigue Crack Propagation Behaviour of Short Cracks; the Effect of Microstructure*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 4(2):147–155, 1981.
- [88] LAWN, B. und R. WILSHAW: *Indentation fracture: principles and applications*. Journal of Materials Science, 10(6):1049–1081, 1975.

- [89] SCHARF, T. W., H. DENG und J. A. BARNARD: *Mechanical and fracture toughness studies of amorphous SiC–N hard coatings using nanoindentation*. Journal of Vacuum Science & Technology A, 15(3):963–967, 1997.
- [90] JANG, JAE IL und G. M. PHARR: *Influence of indenter angle on cracking in Si and Ge during nanoindentation*. Acta Materialia, 56(16):4458–4469, 2008.
- [91] COOK, R. F. und G. M. PHARR: *Direct Observation and Analysis of Indentation Cracking in Glasses and Ceramics*. Journal of the American Ceramic Society, 73(4):787–817, 1990.
- [92] SEBASTIANI, M., K. E. JOHANNS, E. G. HERBERT, F. CARASSITI und G. M. PHARR: *A novel pillar indentation splitting test for measuring fracture toughness of thin ceramic coatings*. Philosophical Magazine, 95(16-18):1928–1944, 2015.
- [93] LUNT, A. J. G., G. MOHANTY, T. K. NEO, J. MICHLER und A. M. KORSUNSKY: *Microscale resolution fracture toughness profiling at the zirconia-porcelain interface in dental prostheses*. In: EGGLETON, BENJAMIN J. und STEFANO PALOMBA (Herausgeber): *Micro+Nano Materials, Devices, and Systems*, Band 9668, Seite 96685S. International Society for Optics and Photonics, SPIE, 2015.
- [94] LAUENER, C. M., L. PETHO, M. CHEN, Y. XIAO, J. MICHLER und J. M. WHEELER: *Fracture of Silicon: Influence of rate, positioning accuracy, FIB machining, and elevated temperatures on toughness measured by pillar indentation splitting*. Materials & Design, 142:340–349, 2018.
- [95] DI MAIO, D. und S. G. ROBERTS: *Measuring fracture toughness of coatings using focused-ion-beam-machined microbeams*. Journal of Materials Research, 20(2):299–302, 2005.
- [96] HALFORD, T. P., K. TAKASHIMA, Y. HIGO und PAUL BOWEN: *Fracture tests of microsized TiAl specimens*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 28(8):695–701, 2005.
- [97] BEST, J. P., J. ZECHNER, I. SHORUBALKO, J. V. OBOŇA, J. WEHRS, M. MORSTEIN und J. MICHLER: *A comparison of three different notching ions for small-scale fracture toughness measurement*. Scripta Materialia, 112:71–74, 2016.
- [98] AST, J., T. PRZYBILLA, V. MAIER, K. DURST und M. GÖKEN: *Microcantilever bending experiments in NiAl – Evaluation, size effects, and crack tip plasticity*. Journal of Materials Research, 29(18):2129–2140, 2014.

- [99] TATAMI, J., M. KATAYAMA, M. OHNISHI, T. YAHAGI, T. TAKAHASHI, T. HORIUCHI, M. YOKOUCHI, K. YASUDA, D. K. KIM, T. WAKIHARA und K. KOMEYA: *Local Fracture Toughness of Si₃N₄ Ceramics Measured using Single-Edge Notched Microcantilever Beam Specimens*. Journal of the American Ceramic Society, 98(3):965–971, 2015.
- [100] WURSTER, S., C. MOTZ und R. PIPPAN: *Characterization of the fracture toughness of micro-sized tungsten single crystal notched specimens*. Philosophical Magazine, 92(14):1803–1825, 2012.
- [101] GRUENEWALD, P., F. SCHAEFER, M. THIELEN, M. MARX und C. MOTZ: *Small scale fracture mechanics of ductile materials: Advantage of fatigue precracks and comparison of J-integral evaluations*. Materialia, 4:104–108, 2018.
- [102] TAKASHIMA, K. und Y. HIGO: *Fatigue and fracture of a Ni-P amorphous alloy thin film on the micrometer scale*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 28(8):703–710, 2005.
- [103] JAYA, B. N., C. KIRCHLECHNER und G. DEHM: *Can microscale fracture tests provide reliable fracture toughness values? A case study in silicon*. Journal of Materials Research, 30(5):686–698, 2015.
- [104] BOHNERT, C., N. J. SCHMITT, S. M. WEYGAND, O. KRAFT und R. SCHWAIKER: *Fracture toughness characterization of single-crystalline tungsten using notched micro-cantilever specimens*. International Journal of Plasticity, 81:1–17, 2016.
- [105] JAYA, B. N., J. M. WHEELER, J. WEHRS, J. P. BEST, R. SOLER, J. MICHLER, C. KIRCHLECHNER und G. DEHM: *Micromechanical Fracture Behavior of Single Crystal Silicon Beams at Elevated Temperatures*. Nano Letters, 16(12):7597–7603, 2016.
- [106] SNARTLAND, B. D., A. B. HAGEN und C. THAULOW: *Fracture mechanical testing of single crystal notched α-iron micro-cantilevers*. Engineering Fracture Mechanics, 175:312–323, 2017.
- [107] COSTIN, W. L., O. LAVIGNE, A. KOTOUSOV, R. GHOMASHCHI und V. LINTON: *Investigation of hydrogen assisted cracking in acicular ferrite using site-specific micro-fracture tests*. Materials Science and Engineering: A, 651:859–868, 2016.

- [108] TAKAHASHI, Y., H. KONDO, R. ASANO, S. ARAI, K. HIGUCHI, Y. YAMAMOTO, S. MUTO und N. TANAKA: *Direct evaluation of grain boundary hydrogen embrittlement: A micro-mechanical approach.* Materials Science and Engineering: A, 661:211–216, 2016.
- [109] DENG, Y. und A. BARNOUSH: *Hydrogen embrittlement revealed via novel in situ fracture experiments using notched micro-cantilever specimens.* Acta Materialia, 142:236–247, 2018.
- [110] ISSA, I., C. GAMMER, S. KOLITSCH, A. HOHENWARTER, P. J. IMRICH, R. PIPPAN und D. KIENER: *In-situ TEM investigation of toughening in Silicon at small scales.* Materials Today, 48:29–37, 2021.
- [111] WURMSHUBER, M., M. ALFREIDER, S. WURSTER, M. BURTSCHER, R. PIPPAN und D. KIENER: *Small-scale fracture mechanical investigations on grain boundary doped ultrafine-grained tungsten.* Acta Materialia, 250:118878, 2023.
- [112] SCHMUCK, K., M. BURTSCHER, M. ALFREIDER, M. WURMSHUBER und D. KIENER: *Micro-Mechanical Fracture Investigations on Grain Size Tailored Tungsten-Copper Nanocomposites.* JOM, 76(5):2302–2314, 2024.
- [113] RAJPOOT, D., P. TANDAIYA, R. L. NARAYAN und U. RAMAMURTY: *Size effects and failure regimes in notched micro-cantilever beam fracture.* Acta Materialia, 234:118041, 2022.
- [114] AST, J., J. J. SCHWIEDRZIK, N. ROHBECK, X. MAEDER und J. MICHLER: *Novel micro-scale specimens for mode-dependent fracture testing of brittle materials: A case study on GaAs single crystals.* Materials & Design, 193:108765, 2020.
- [115] SZCZEPANSKI, C. J., S. K. JHA, P. A. SHADE, R. WHEELER und J. M. LARSEN: *Demonstration of an in situ microscale fatigue testing technique on a titanium alloy.* International Journal of Fatigue, 57:131–139, 2013.
- [116] WANG, Z.-J., Q.-J. LI, Y.-N. CUI, Z.-L. LIU, E. MA, J. LI, J. SUN, Z. ZHUANG, M. DAO, Z.-W. SHAN und S. SURESH: *Cyclic deformation leads to defect healing and strengthening of small-volume metal crystals.* Proceedings of the National Academy of Sciences, 112(44):13502–13507, 2015.
- [117] KIENER, D., C. MOTZ, W. GROSINGER, D. WEYGAND und R. PIPPAN: *Cyclic response of copper single crystal micro-beams.* Scripta Materialia, 63(5):500–503, 2010.

- [118] YANG, Y., H. H. RUAN, J. LU, N. YAO, W. L. SHAN und W. O. SOBOYEJO: *Development of a Micro-beam Method to Investigate the Fatigue Crack Growth Mechanisms of Submicron-scale Cracks.* Experimental Mechanics, 49(5):731–742, 2009.
- [119] SCHAMEL, M., J. M. WHEELER, C. NIEDERBERGER, J. MICHLER, A. SOLOGUBENKO und R. SPOLENAK: *Cyclic loading for the characterisation of strain hardening during in situ microcompression experiments.* Philosophical Magazine, 96(32-34):3479–3501, 2016.
- [120] MERLE, B. und H. W. HÖPPEL: *Microscale High-Cycle Fatigue Testing by Dynamic Micropillar Compression Using Continuous Stiffness Measurement.* Experimental Mechanics, 58(3):465–474, 2018.
- [121] WÖHLER, A.: *Versuche zur Ermittlung der auf die Eisenbahnwagenachsen einwirkenden Kräfte und die Widerstandsfähigkeit der Wagen-Achsen.* Zeitschrift für Bauwesen, 10(1860):583–614, 1860.
- [122] ZENNER, H. und K. HINKELMANN: *August Wöhler (1819 –1914).* Stahlbau, 88(6):594–601, 2019.
- [123] LAVENSTEIN, S., B. CRAWFORD, G.-D. SIM, P. A. SHADE, C. WOODWARD und J. A. EL-AWADY: *High frequency in situ fatigue response of Ni-base superalloy René-N5 microcrystals.* Acta Materialia, 144:154–163, 2018.
- [124] GABEL, S. und B. MERLE: *Small-scale high-cycle fatigue testing by dynamic microcantilever bending.* MRS Communications, 10:332–337, 2020.
- [125] MAEKAWA, S., K. TAKASHIMA, M. SHIMOJO, Y. HIGO und M. V. SWAIN: *Fatigue Properties for Micro-Sized Ni- P Amorphous Alloy Specimens.* MRS Online Proceedings Library, 605:247–252, 1999.
- [126] TAKASHIMA, K., Y. HIGO, S. SUGIURA und M. SHIMOJO: *Fatigue crack growth behavior of micro-sized specimens prepared from an electroless plated Ni-P amorphous alloy thin film.* Materials Transactions, 42(1):68–73, 2001.
- [127] SURESH, S.: *The failure of hard materials in cyclic compression: Theory, experiments and applications.* Materials Science and Engineering: A, 105-106:323–329, 1988.

- [128] SURESH, S. und J. R. BROCKENBROUGH: *Theory and experiments of fracture in cyclic compression: Single phase ceramics, transforming ceramics and ceramic composites.* Acta Metallurgica, 36(6):1455–1470, 1988.
- [129] EISENHUT, L., F. SCHAEFER, P. GRUENEWALD, L. WEITER, M. MARX und C. MOTZ: *Effect of a dislocation pile-up at the neutral axis on trans-crystalline crack growth for micro-bending fatigue.* International Journal of Fatigue, 94:131–139, 2017.
- [130] GRUENEWALD, P., J. RAUBER, M. MARX, C. MOTZ und F. SCHAEFER: *Acquiring in situ Fatigue Crack Growth Curves by a Compliance Method for Micro Bending Beams to Reveal the Interaction of Fatigue Cracks with Grain Boundaries.* Procedia Structural Integrity, 17:13–20, 2019.
- [131] GRÜNEWALD, P., J. RAUBER, M. MARX, C. MOTZ und F. SCHAEFER: *Fatigue crack growth in micro specimens as a tool to measure crack–microstructure interactions.* Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 43(12):3037–3049, 2020.
- [132] GABEL, S., B. MERLE, E. BITZEK und M. GÖKEN: *A new method for microscale cyclic crack growth characterization from notched microcantilevers and application to single crystalline tungsten and a metallic glass.* Journal of Materials Research, 37(12):2061–2072, 2022.
- [133] OLIVER, W. C. und J. B. PETHICA: *Method for continuous determination of the elastic stiffness of contact between two bodies,* 1989. US Patent 4,848,141.
- [134] HAMANN, C. H. und W. VIELSTICH: *Elektrochemie.* Wiley-VCH Verlag GmbH, 2005.
- [135] SCHLESINGER, M. und M. PAUNOVIC: *Modern electroplating.* John Wiley & Sons, 2000.
- [136] WITTSTOCK, G.: *Lehrbuch der Elektrochemie: Grundlagen, Methoden, Materialien, Anwendungen.* John Wiley & Sons, 2023.
- [137] FARADAY, M.: *VI. Experimental researches in electricity.-Seventh Series.* Philosophical Transactions of the Royal Society of London, 124:77–122, 1834.
- [138] RIVE, M. A. DE LA: *Recherches sur les proprietes des courants magneto-electriques.* T.C.R. Hebd. Seances Acad. Sci., 4:835–840, 1837.

- [139] EL-SHERIK, A. M. und U. ERB: *Synthesis of bulk nanocrystalline nickel by pulsed electrodeposition*. Journal of Materials Science, 30(22):5743–5749, 1995.
- [140] MIYAKE, T., M. KUME, K. YAMAGUCHI, D. P. AMALNERKAR und H. MINOURA: *Electrodeposition of Cu/Ni-P multilayers by a single bath technique*. Thin Solid Films, 397(1):83–89, 2001.
- [141] ELGRISHI, N., K. J. ROUNTREE, B. D. McCARTHY, E. S. ROUNTREE, T. T. EISENHART und J. L. DEMPSEY: *A Practical Beginner's Guide to Cyclic Voltammetry*. Journal of Chemical Education, 95(2):197–206, 2018.
- [142] KISSINGER, P. T. und W. R. HEINEMAN: *Cyclic voltammetry*. Journal of Chemical Education, 60(9):702, 1983.
- [143] RATHMANN, D.: *Nanokristallines, bimodales und ultrafeinkörniges Nickel – Optimierung der Herstellung, der Stabilität sowie der Charakterisierung von Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften*. 2020.
- [144] SCHÜLER, K., B. PHILIPPI, M. WEINMANN, V. M. MARX und H. VEHOFF: *Effects of processing on texture, internal stresses and mechanical properties during the pulsed electrodeposition of nanocrystalline and ultrafine-grained nickel*. Acta Materialia, 61(11):3945–3955, 2013.
- [145] PHILIPPI, B.: *Gezielte Variation der Mikrostruktur bei der gepulsten Elektrodeposition von nanokristallinem und ultrafeinkörnigen Nickel*, 2011.
- [146] ALIOFKHAZRAEI, M., F. C. WALSH, G. ZANGARI, H. KÖÇKAR, M. ALPER, C. RIZAL, L. MAGAGNIN, V. PROTSENKO, R. ARUNACHALAM, A. REZVANIAN, A. MOEIN, S. ASSAREH und M. H. ALLAHYARZADEH: *Development of electro-deposited multilayer coatings: A review of fabrication, microstructure, properties and applications*. Applied Surface Science Advances, 6:100141, 2021.
- [147] LAMOVEC, J., V. JOVIĆ, I. MLADENOVIĆ, M. SARAJLIĆ und V. RADOJEVIĆ: *Assessment of the composite behavior of different Ni/Cu multilayer composite systems*. In: *2014 29th International Conference on Microelectronics Proceedings - MIEL 2014*, Seiten 183–186, 2014.
- [148] AGARWAL, M., V. KUMAR, S. R. K. MALLADI, R. BALASUBRAMANIAM und K. BALANI: *Effect of current density on the pulsed co-electrodeposition of nanocrystalline nickel-copper alloys*. JOM, 62:88–92, 2010.

- [149] XUE, Q. und W. ZHANG: *The electrodeposition of a copper/nickel multilayer alloy on beryllium bronze substrate.* Journal of Physics D: Applied Physics, 30(24):3301, 1997.
- [150] ZHANG, W. und Q. XUE: *Tribological properties of nickel-copper multilayer film on beryllium bronze substrate.* Thin Solid Films, 305(1):292–296, 1997.
- [151] CHEN, J., X. SHEN, Y. ZHU und Q. XU: *Effect of the monolayer thickness on the mechanical behavior of layered nanostructure Ni fabricated by electrodeposition.* Materials Science and Engineering: A, 848:143498, 2022.
- [152] DALY, M., J. L. MCCREA, B. A. BOUWHUIS, C. V. SINGH und G. D. HIBBARD: *Deformation behavior of a NiCo multilayer with a modulated grain size distribution.* Materials Science and Engineering: A, 641:305–314, 2015.
- [153] DALY, M., S. HALDAR, V. K. RAJENDRAN, J. MCCREA, G. D. HIBBARD und C. V. SINGH: *Size effects in strengthening of NiCo multilayers with modulated microstructures.* Materials Science and Engineering: A, 771:138581, 2020.
- [154] SCHULER, J. D., C. M. BARR, N. M. HECKMAN, G. COPELAND, B. L. BOYCE, K. HATTAR und T. J. RUPERT: *In Situ High-Cycle Fatigue Reveals Importance of Grain Boundary Structure in Nanocrystalline Cu-Zr.* JOM, 71(4):1221–1232, 2019.
- [155] RATHMANN, D., M. MARX und C. MOTZ: *Crack propagation and mechanical properties of electrodeposited nickel with bimodal microstructures in the nanocrystalline and ultrafine grained regime.* Journal of Materials Research, 32(24):4573–4582, 2017.
- [156] MAHIDASHTI, Z., M. ALIOFKHAZRAEI und N. LOTFI: *Review of Nickel-Based Electrodeposited Triboro-Coatings.* Transactions of the Indian Institute of Metals, 71(2):257–295, 2018.
- [157] UDHAYAKUMAR, M., N. RADHIKA und K. L. ARUN: *A Comprehensive Review on Nanocrystalline Coatings: Properties, Challenges and Applications.* Journal of Bio- and Triboro-Corrosion, 8(3):83, 2022.
- [158] BHARDWAJ, M., K. BALANI, R. BALASUBRAMANIAM, S. PANDEY und A. AGARWAL: *Effect of current density and grain refining agents on pulsed electrodeposition of nanocrystalline nickel.* Surface Engineering, 27(9):642–648, 2011.

- [159] IGUCHI, E. und K. UDAGAWA: *Analysis of Young's modulus in the polycrystalline Cu-Ni alloy with the theory for Nordheim's rule.* Journal of Physics F: Metal Physics, 5(2):214, 1975.
- [160] KUJAWSKI, D. und F. ELLYIN: *On the size of plastic zone ahead of crack tip.* Engineering Fracture Mechanics, 25(2):229–236, 1986.
- [161] SIOW, K. S., A. A. O. TAY und P. ORUGANTI: *Mechanical properties of nanocrystalline copper and nickel.* Materials science and technology, 20(3):285–294, 2004.
- [162] BALKE, H.: *Einführung in die Technische Mechanik - Festigkeitslehre.* Springer, 2014.
- [163] PFEIFENBERGER, M. J., M. MANGANG, S. WURSTER, J. REISER, A. HOHENWARTER, W. PFLEGING, D. KIENER und R. PIPPAN: *The use of femtosecond laser ablation as a novel tool for rapid micro-mechanical sample preparation.* Materials & Design, 121:109–118, 2017.
- [164] NATTER, H., M. SCHMELZER und R. HEMPELMANN: *Nanocrystalline nickel and nickel-copper alloys: Synthesis, characterization, and thermal stability.* Journal of Materials Research, 13(5):1186–1197, 1998.
- [165] HAJAR, N. und Y. A. MOHAMMAD: *Investigation of Microholes Produced by Focused Ion Beam Micromachining.* In: *Advances in Materials and Processing Technologies II*, Band 264 der Reihe *Advanced Materials Research*, Seiten 1346–1351. Trans Tech Publications Ltd, 2011.
- [166] BRINCKMANN, S., K. MATOY, C. KIRCHLECHNER und G. DEHM: *On the influence of microcantilever pre-crack geometries on the apparent fracture toughness of brittle materials.* Acta Materialia, 136:281–287, 2017.
- [167] MUELLER, M. G., V. PEJCHAL, G. ŽAGAR, A. SINGH, M. CANTONI und A. MORTENSEN: *Fracture toughness testing of nanocrystalline alumina and fused quartz using chevron-notched microbeams.* Acta Materialia, 86:385–395, 2015.
- [168] LEDBETTER, H. M. und R. P. REED: *Elastic Properties of Metals and Alloys, I. Iron, Nickel, and Iron-Nickel Alloys.* Journal of Physical and Chemical Reference Data, 2(3):531–618, 1973.

- [169] LIDE, D. R. (Herausgeber): *CRC Handbook of Chemistry and Physics*. CRC Press/Taylor ad Francis, 90 Auflage, 2010.
- [170] LEDBETTER, H. M. und E. R. NAIMON: *Elastic Properties of Metals and Alloys. II. Copper*. Journal of Physical and Chemical Reference Data, 3(4):897–935, 1974.
- [171] TREML, R., D. KOZIC, R. SCHÖNGRUNDNER, O. KOLEDNIK, H.-P. GÄNSER, R. BRUNNER und D. KIENER: *Miniaturized fracture experiments to determine the toughness of individual films in a multilayer system*. Extreme Mechanics Letters, 8:235–244, 2016.
- [172] ABADIAS, G., E. CHASON, J. KECKES, M. SEBASTIANI, G. B. THOMPSON, E. BARTHEL, G. L. DOLL, C. E. MURRAY, C. H. STOESSEL und L. MARTINU: *Review Article: Stress in thin films and coatings: Current status, challenges, and prospects*. Journal of Vacuum Science & Technology A, 36(2):020801, 2018.
- [173] MATTOX, D. M. (Herausgeber): *Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing*. Noyes Publication, 1998.
- [174] KHAN, H. A., K. ASIM, F. AKRAM, A. HAMEED, A. KHAN und B. MANSOOR: *Roll Bonding Processes: State-of-the-Art and Future Perspectives*. Metals, 11(9), 2021.
- [175] GHALEHBANDI, S. M., M. MALAKI und M. GUPTA: *Accumulative Roll Bonding—A Review*. Applied Sciences, 9(17), 2019.
- [176] JAMAATI, R. und M. R. TOROGHINEJAD: *The Role of Surface Preparation Parameters on Cold Roll Bonding of Aluminum Strips*. Journal of Materials Engineering and Performance, 20(2):191–197, 2011.
- [177] KUGLSTATTER, M., M. NITSCHKY, A. HARTMANN, F. KÜMMEL, J. FECHER, P. FELFER, H. W. HÖPPEL und M. GÖKEN: *Adapting Conductivity and Mechanical Properties through Layer Thickness Variation in Copper Niobium Laminated Metallic Composites*. Advanced Engineering Materials, 26(19):2400266, 2024.
- [178] POHL, P. M., M. KUGLSTATTER, M. GÖKEN und H. W. HÖPPEL: *Quantifying Co-Deformation Effects in Metallic Laminates by Loading–Unloading–Reloading Tensile Tests*. Metals, 13(6), 2023.
- [179] SCHARNWEBER, J., P. CHEKHONIN, C.-G. OERTEL, J. ROMBERG, J. FREUDENBERGER, J. JASCHINSKI und W. SKROTZKI: *Microstructure, Texture, and*

- Mechanical Properties of Laminar Metal Composites Produced by Accumulative Roll Bonding.* Advanced Engineering Materials, 21(1):1800210, 2019.
- [180] NG, H. P., T. PRZYBILLA, C. SCHMIDT, R. LAPOVOK, D. ORLOV, H.-W. HÖPPEL und M. GÖKEN: *Asymmetric accumulative roll bonding of aluminum–titanium composite sheets.* Materials Science and Engineering: A, 576:306–315, 2013.
- [181] MOZAFFARI, A., H. DANESH MANESH und K. JANGHORBAN: *Evaluation of mechanical properties and structure of multilayered Al/Ni composites produced by accumulative roll bonding (ARB) process.* Journal of Alloys and Compounds, 489(1):103–109, 2010.
- [182] TAYYEBI, M. und B. EGHBALI: *Study on the microstructure and mechanical properties of multilayer Cu/Ni composite processed by accumulative roll bonding.* Materials Science and Engineering: A, 559:759–764, 2013.
- [183] SUN, Y. F., N. TSUJI, H. FUJII und F. S. LI: *Cu/Zr nanoscaled multi-stacks fabricated by accumulative roll bonding.* Journal of Alloys and Compounds, 504:S443–S447, 2010.
- [184] THIELEN, M., F. SCHAEFER, P. GRUENEWALD, M. LAUB, M. MARX, M. MEIXNER, M. KLAUS und C. MOTZ: *In situ synchrotron stress mappings to characterize overload effects in fatigue crack growth.* International Journal of Fatigue, 121:155–162, 2019.
- [185] MEINDLHUMER, M., L. R. BRANDT, J. ZALESAK, M. ROSENTHAL, H. HRUBY, J. KOPECEK, E. SALVATI, C. MITTERER, R. DANIEL, J. TODT, J. KECKES und A. M. KORSUNSKY: *Evolution of stress fields during crack growth and arrest in a brittle-ductile CrN-Cr clamped-cantilever analysed by X-ray nanodiffraction and modelling.* Materials & Design, 198:109365, 2021.
- [186] SCHÄFER, F., P. GRÜNEWALD, L. WEITER, M. THIELEN, M. MARX und C. MOTZ: *Analysis of stage-I-crack tip strain fields by high resolution strain measurement in the SEM.* In: *Fortschritte in der Metallographie*, Seiten 335–340, Bonn, 2014. INVENTUM;.
- [187] THIELEN, M., M. MARX, M. SHEIKH-AMIRI, C. BOLLER und C. MOTZ: *How microscopic stress and strain analysis can improve the understanding of the inter-*

- play between material properties and variable amplitude fatigue.* Procedia Structural Integrity, 2:3194–3201, 2016.
- [188] THIELEN, M., M. MARX, M. SHEIKH-AMIRI, C. BOLLER und C. MOTZ: *Using Barkhausen Noise and Digital Image Correlation to Investigate the Influence of Local Residual Stresses on Fatigue-Crack Propagation.* Materials Performance and Characterization, 5(3):319–337, 2016.
- [189] KALÁCSKA, S., J. AST, P. D. ISPÁNOVITY, J. MICHLER und X. MAEDER: *3D HR-EBSD Characterization of the plastic zone around crack tips in tungsten single crystals at the micron scale.* Acta Materialia, 200:211–222, 2020.
- [190] GAMMER, C. und D. AN: *Conditions near a crack tip: Advanced experiments for dislocation analysis and local strain measurement.* MRS Bulletin, 47(8):808–815, 2022.
- [191] FRATZL, P., H. S. GUPTA, F. D. FISCHER und O. KOLEDNIK: *Hindered Crack Propagation in Materials with Periodically Varying Young's Modulus - Lessons from Biological Materials.* Advanced Materials, 19(18):2657–2661, 2007.
- [192] SISTANINIA, M. und O. KOLEDNIK: *Effect of a single soft interlayer on the crack driving force.* Engineering Fracture Mechanics, 130:21–41, 2014.
- [193] WIENER, J., F. ARBEITER, O. KOLEDNIK und G. PINTER: *Influence of layer architecture on fracture toughness and specimen stiffness in polymer multilayer composites.* Materials & Design, 219:110828, 2022.
- [194] POHL, P. M., R. BRODWOLF, D. MA, M. GÖKEN und H. W. HÖPPEL: *Damage tolerant fatigue behavior of laminated metallic composites with dissimilar yield strength.* Journal of Materials Science, 60(2):939–963, 2025.