

Indenterexperimente an metallischen Gläsern

Holger Meinhard und Peter Grau

Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, FB Physik, AG Festkörpermechanik, Friedemann-Bach-Platz 6, D-06108 Halle

Gläser gelten bei Raumtemperatur (RT) als Beispiel für ideal spröde Materialien. Diese Sprödigkeit führt bei konventionellen Eindruckexperimenten ($F_{\max} \geq 2\text{N}$) mit pyramidenförmigen Indentern zur Rissbildung an den Eindruckecken. Durch Temperaturerhöhung nimmt eine derartige Deformation immer mehr viskoelastischen bzw. viskosen Charakter an, weswegen Rissbildung vermindert und schließlich nicht mehr beobachtet wird. 1933 nutzte Tammann¹ diese Tatsache, um experimentell die Glastemperatur T_g zu bestimmen. Für Eindruckexperimente mit Vickers-Pyramiden bei steigender Temperatur galt die Temperatur als T_g , bei der die Eindrücke erstmals rissfrei waren. Die Glasviskosität ist bei T_g definitionsgemäß $\eta(T=T_g)=10^{12.3}\text{Pas}$, was für ein viskoelastisches Maxwell-Verhalten des Glases zu verträglichen Relaxationszeiten $\tau=\eta/G$ (G ... Schubmodul) von 100s für Verformungsexperimente führt.

Für Eindruckexperimente an Gläsern mit sehr kleinen Belastungskräften ($F_{\max} \leq 100\text{mN}$), wie sie mit einem Nanoindenter möglich sind, wird durchaus auch bei RT Rissfreiheit an den Eindrücken festgestellt. Im Sinne von Tammann müsste auch dieses Deformationsverhalten als viskoelastisch bzw. als viskos bezeichnet werden. Abschätzungen der Glasviskosität bei RT von 10^{20}Pas^2 bis 10^{40}Pas^3 bei RT führen zu Relaxationszeiten von über 100 Jahren, was für die Realisierbarkeit Eindruckexperimente offensichtlich zu lang ist. Ein weiterer experimenteller Befund ist die pile-up-Bildung bei Nanoindenterereindruck- als auch bei Nanoscratchexperimenten bei RT (siehe Abb. 1). Dies weist auf einen Materialtransport während der Deformation hin, was mit dem Verständnis für Glas als ideal sprödem Werkstoff nicht vereinbar ist. Zwei mögliche Ursachen sind denkbar. Eine Viskositätserniedrigung unter den Bedingungen des Eindruckexperimentes (sehr hohe Kontaktdrücke, Umwandlung eines Teils der eingebrachten mechanischen Energie in thermische) oder eine Fließförderung durch strukturelle Änderungen während des Deformationsvorgangs. Diese Fragestellung motiviert einen Teil des Untersuchungsprogramms.

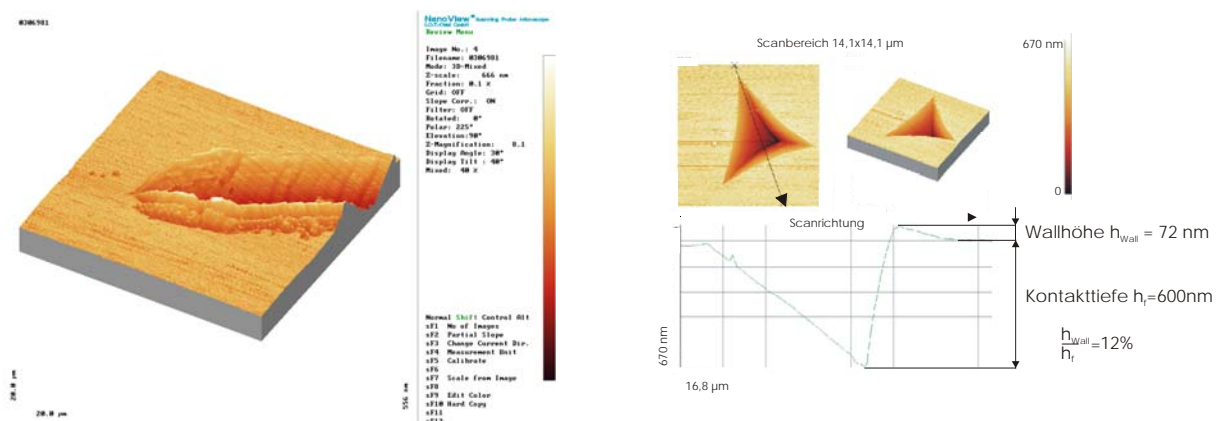


Abbildung 1: AFM-Bilder eines Nanoscratch-Testes (links) und eines Nanoindereindruckexperimentes (rechts) mit deutlich sichtbarer pile-up-Bildung.⁴

Eine erste Annäherung an diese Fragestellung waren verschiedene Deformationsexperimente zwischen RT und T_g (Zylinderstauchung, makroskopische Eindruckexperimente ($F_{\max} \geq 100N$) mit Kugel-, Vickers- und Zylinderindentern und Nanoindentation). Die Daten wurden, wenn möglich, sowohl nach den Prinzipien der klassischen Viskosimetrie als auch nach rheologischen Prinzipien (hier mit dem Maxwell-Modell) ausgewertet. Beide Methoden liefern einen Viskositätsparameter (Abb. 2). Diese Ergebnisse zeigen eine Abweichung der Viskositätswerte schon weit oberhalb der Vogel-Temperatur T_0 . Wenn bei einer rheologischen Auswertung ein einfaches Maxwell-Modell zugrunde gelegt wird, ergeben sich für RT Viskositätswerte von $\eta \approx 10^{15} \text{Pas}$.

Weitere Untersuchungen zum besseren Verständnis dieses abweichenden Verhaltens wurden an metallischen Gläsern durchgeführt. Metallische Gläser sind amorph abgekühlte Metallschmelzen, die seit den 1990er Jahren auch als massive Proben (BMG's: bulk metallic glasses) mit relativ geringen Abkühlraten (1-100K/s) hergestellt werden können. Der Nachweis der amorphen Natur der Gläser erfolgt in der Regel durch Beugungsexperimente (Röntgen- oder Elektronenbeugung). Für die vorgestellte Untersuchung wurde ein metallisches Glas der folgenden Zusammensetzung verwendet: $Zr_{52.5}Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}Ti_5$ (Atom-%). Elektronenmikroskopische Untersuchung der Proben und der Bruchflächen zeigen in Abhängigkeit von den Spannungen und Deformationsgeschwindigkeiten prinzipiell zwei Fließmechanismen. Beim homogenem Fließen trägt jedes Volumenelement zur Dehnung bei und beim inhomogenen Fließen ist die Dehnung in sehr dünnen Scherbändern lokalisiert. Die Scherbänder, die durch SEM nachgewiesen werden können, bilden mit der Belastungsachse einen Winkel von ca. 45° . Verschieden Abschätzungen führen zu einer möglichen Temperaturerhöhung innerhalb der Scherbänder von $\Delta T \approx 0.05-120K$ ⁵.

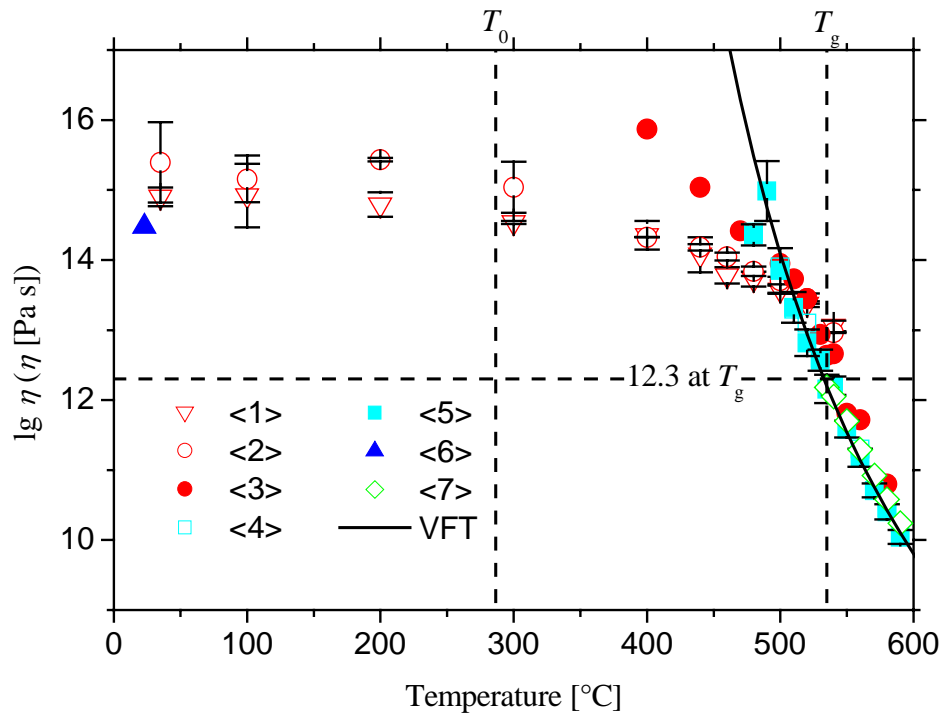


Abbildung 2⁶: Viskositätsparameter von <1> Vickers- (Rheologie) und <2> Kugeleindruckexperimenten (Rheologie), <3> Kugelpenetrationsviskosimetrie, <4> Zylinderkompression (Rheologie), <5> Parallelplattenviskosimetrie, <6> Nanoindentation (Rheologie) und <7> Balkenbiegung⁷. Die VFT-Parameter wurden aus den Zylinderstauchversuchen gewonnen.

Charakteristisch für das inhomogene fließen bei einachsigen Deformationen an metallischen Gläsern sind sägezahnartige Sprünge (serrated flow) in den Spannungs-Dehnungs-Kurven nach dem Erreichen einer entsprechenden Spannung σ_F (Abb. 3). Bei Eindruckexperimenten mit einem Nanoindenter äußert sich das serrated flow durch eine Serie sogenannter pop-in Sprünge (Abb. 4).

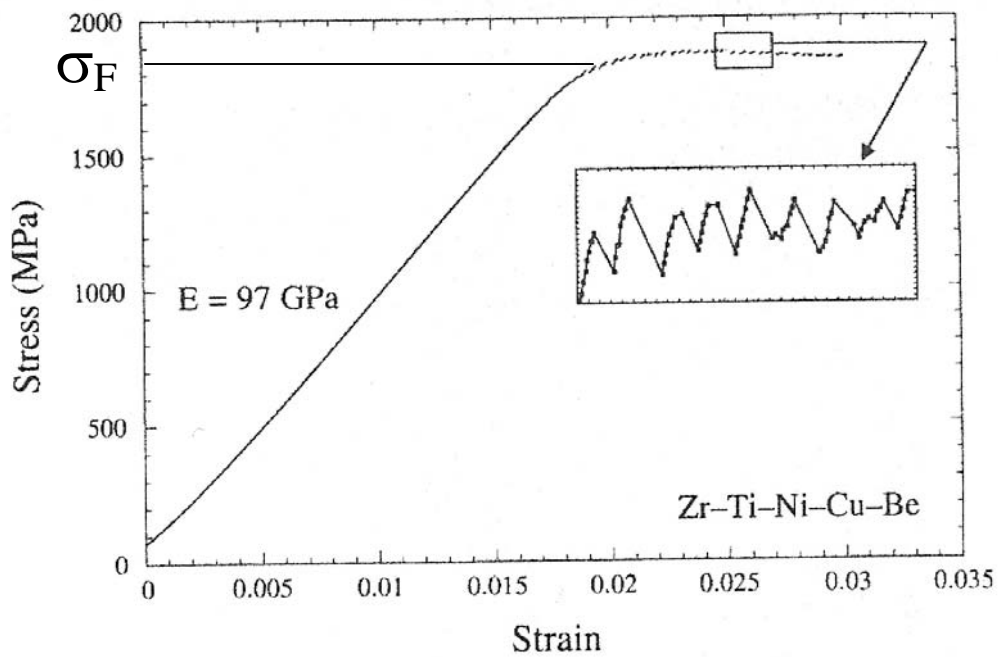


Abbildung 3⁵: Serrated flow bei einachsigen Druckversuchen an metallischen Gläsern.

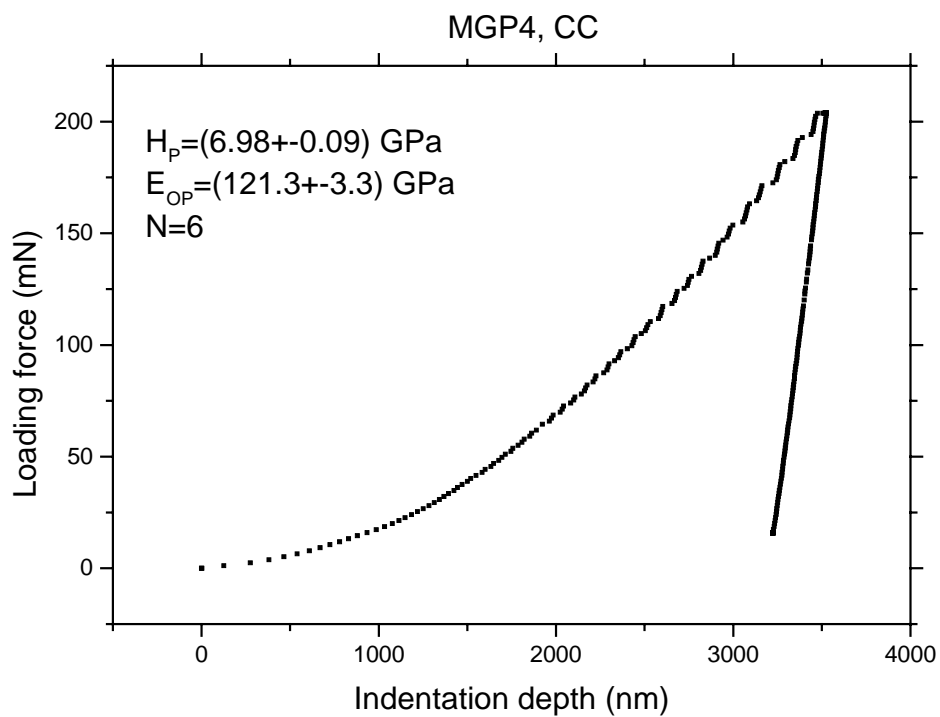


Abbildung 4⁸: Kraft-Eindringtiefe-Kurve mit pop-in-Sprüngen.

Die pile-up-Bildung bei Eindrücken in metallisches Glas erfolgt stufenweise (Abb. 5). Wie die in-situ-Beobachtungen von Nanoindruckversuchen im SEM zeigen, entstehen während des Eindringvorgangs die neuen Stufen am äußeren Rand des pile-up-Gebietes. Dies ist mit den Vorstellungen einer kritischen Spannung für das serrated flow und der Kenntnisse über das Spannungsfeld unter einem Indenter nicht vereinbar.

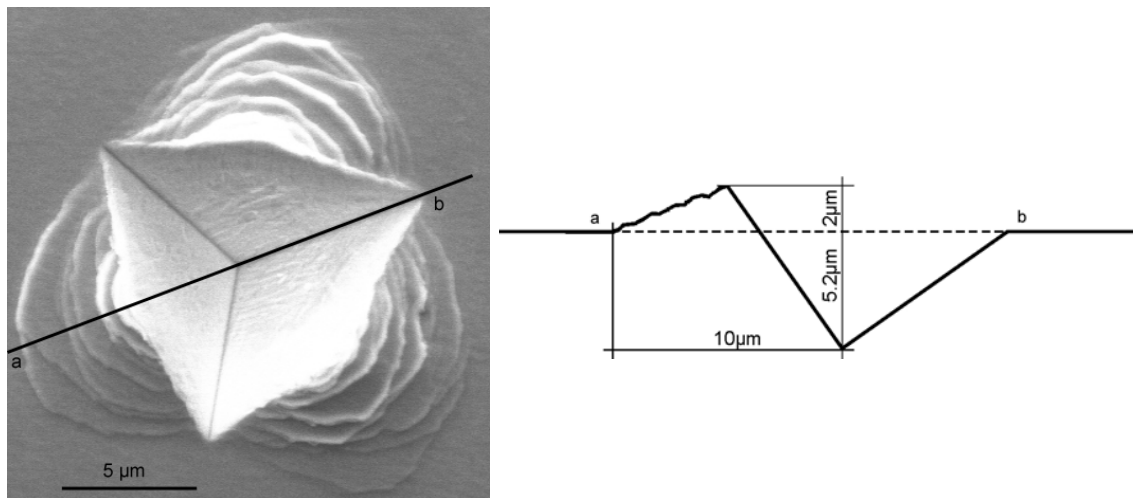


Abbildung 5⁸: AFM-Bilder eines Nanoscratch-Testes (links) und eines Nanoindereindruckexperimentes (rechts) mit deutlich sichtbarer pile-up-Bildung.

Scherbänder wurden in den pile-up-Wällen bisher noch nicht direkt beobachtet. TEM-Aufnahmen von Querschnittspräparaten der pile-up-Wälle zeigen jedoch die für das inhomogene Fließen in metallischen Gläsern typischen Winkel von ca. 45° zwischen Scherbändern und Belastungsachse (Abb. 6).

Verschiedene Interpretationen der Bildung der pile-up-Wälle und der Scherbandbildung in metallischen Gläsern, wie auch mögliche Gemeinsamkeiten der Verformungsmechanismen für Silikatgläser werden zur Diskussion gestellt.

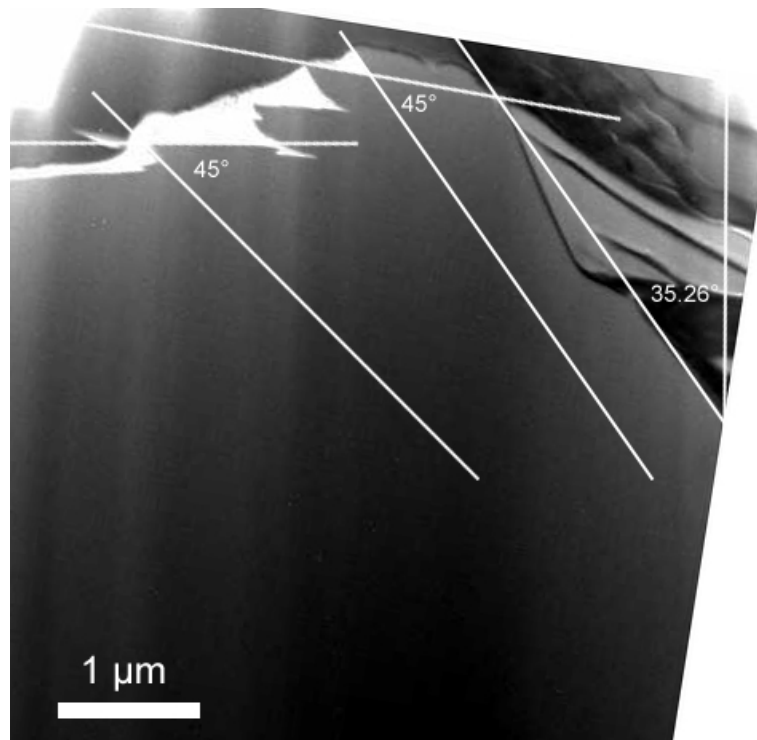


Abbildung 6⁸: AFM-Bilder eines Nanoscratch-Testes (links) und eines Nanoindenterdruckexperimentes (rechts) mit deutlich sichtbarer pile-up-Bildung.

¹ G. Tammann: Der Glaszustand. Leipzig: Voss, 1933.

² G.H. Frischat: Glas – Struktur und Eigenschaften. In: Lohmeyer et al. (eds.): Werkstoff Glas I. Ehningen: expert, 1987.

³ C.W. Macosco: Rheology – principles, measurements and applications. New York et al.: VCH, 1994.

⁴ S. Enders: Untersuchungen der mechanischen Eigenschaften von spröden Schicht- und Kompaktsystemen durch Deformation kleiner Volumina. Univ. Halle, Diss. 2000.

⁵ W.J. Wright, R. Saha, W.D. Nix: Mater. Trans. Jpn. Inst. Mater. **42** (2001), 642.

⁶ H. Meinhard, W. Fränzel, P. Grau: Glastechn. Ber. Glass Sci. Technol. **74** (2001) 11/12, 333.

⁷ H. Meinhard, W. Fränzel, P. Grau: Glastechn. Ber. Glass Sci. Technol. **74** (2001) 1, 6.

⁸ H. Meinhard, J. Zenke, J. Eckert, A. Sill, P. Grau, J. Michler, in prep.