

Charakterisierung des Ermüdungsverhaltens von metallischen Strukturwerkstoffen unter Einbeziehung der energiedispersiven Laue-Beugung

CAROLIN LEIDIGKEIT



SIEGENER WERKSTOFFKUNDLICHE BERICHTE | BAND 37/2024
HERAUSGEBER: PROF. DR.-ING. HABIL. H.-J. CHRIST
PROF. DR.-ING. AXEL VON HEHL



Carolin Leidigkeit

Charakterisierung des Ermüdungsverhaltens
von metallischen Strukturwerkstoffen
unter Einbeziehung der energiedispersiven Laue-Beugung

SIEGENER WERKSTOFFKUNDLICHE BERICHTE 2024

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

Dissertation, Universität Siegen 2024

Herausgeber:
Prof. Dr.-Ing. habil. H.-J. Christ
Prof. Dr.-Ing Axel von Hehl
Lehrstuhl für Materialkunde und Werkstoffprüfung
Institut für Werkstofftechnik
Paul-Bonatz-Straße 9-11
Universität Siegen
D-57068 Siegen

© Copyright Carolin Leidigkeit 2024
© Copyright Lehrstuhl für Materialkunde und Werkstoffprüfung,
Universität Siegen 2024
Alle Rechte vorbehalten, auch das des auszugsweisen Nachdruckes,
der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung
in Datenverarbeitungsanlagen und das der Übersetzung.

Als Manuskript gedruckt. Printed in Germany.

urn:nbn:de:hbz:467-28374
<https://dspace.ub.uni-siegen.de/handle/ubsi/2837>
<https://doi.org/10.25819/ubsi/10614>
ISSN 2193-5114

**Charakterisierung des Ermüdungsverhaltens
von metallischen Strukturwerkstoffen
unter Einbeziehung der energiedispersiven Laue-Beugung**

DISSERTATION

zur Erlangung des Grades eines Doktors
der Ingenieurwissenschaften

vorgelegt von

M.Sc. Carolin Leidigkeit

eingereicht bei der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät
der Universität Siegen

Siegen 2024

Betreuer und erster Gutachter

Prof. Dr.-Ing. habil. Hans-Jürgen Christ

Universität Siegen

Zweiter Gutachter

Prof. Dr. rer. nat. habil. Ullrich Pietsch

Universität Siegen

Tag der mündlichen Prüfung

17. Oktober 2024

Vorwort

Die vorliegende Arbeit basiert auf meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin am Lehrstuhl für Materialkunde und Werkstoffprüfung der Universität Siegen im Rahmen der DFG-Projekte CH 92/55-1 und PI 217/42-1.

Zuerst möchte ich mich herzlichst bei meinem Doktorvater Prof. Dr.-Ing. habil. Hans-Jürgen Christ für die Möglichkeit zur Promotion und der Bereitstellung des Forschungsthemas bedanken. Die von ihm geschaffenen Arbeits- und Forschungsbedingungen sowie seine stets konstruktiven Ratschläge sind das Fundament dieser Arbeit. Ebenso gilt mein besonderer Dank Dr.rer.nat. habil. Ullrich Pietsch, dessen fachliche Unterstützung und sein Talent zur Organisation von Strahlungszeiten unverzichtbar waren.

Ich bedanke mich bei meinem Projektpartner Dr.rer.nat. Mohammad Shokr für seinen Beistand bei sämtlichen Messzeiten, in denen er mir mit Rat und Tat zur Seite stand. Genauso danke ich Dr.rer.nat. Amir Tosson für sein Engagement bei der Datenverarbeitung und -auswertung. Bei meiner studentischen Hilfskraft Artur Müller möchte ich mich zudem für die großartige Mitarbeit bedanken.

Ebenso gilt mein Dank meinen ehemaligen Arbeitskollegen, wobei ich besonders Sabrina Schumacher nennen möchte. Die allseits vorhandene Hilfsbereitschaft sowie die konstruktiven und weniger konstruktiven Gespräche haben mir nicht nur über eine frustrierende Phase hinweggeholfen. Dasselbe gilt für die fachlichen Anmerkungen von Dr.-Ing. Arne Ohrndorf, die stets nützlich und anregend waren.

Zu guter Letzt möchte ich mich bei meiner Familie bedanken. Meinen Eltern, die mich immer bestätigen, fördern und zu Leistung animieren. Meinem Bruder Burkhard, der immer ein offenes Ohr für mich hat und es stets schafft mich aufzumuntern. Meiner Schwägerin Maria, die sich immer die Zeit genommen hat, meine sprachlichen Aussetzer zu bereinigen. Meinem Partner Boris auf dessen Rückhalt, Unterstützung und Liebe ich immer vertrauen und bauen kann.

Attendorn, im Oktober 2024

Carolin Leidigkeit

Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis.....	III
Tabellenverzeichnis	X
Symbol- und Abkürzungsverzeichnis	XI
Kurzfassung.....	XVI
Abstract	XVII
1. Einleitung und Zielsetzung.....	1
2. Theoretische Grundlagen.....	5
2.1. Materialermüdung	5
2.1.1. Zyklische Verformung in Metallen	5
2.1.2. Welliges Gleitverhalten	9
2.1.3. Planares Gleitverhalten	16
2.1.4. Model zur Beschreibung der Mikrostruktur	18
2.2. Röntgenbeugung an defektbehafteten Materialien	22
2.2.1. Allgemeines zur Röntgenbeugung.....	22
2.2.2. Defekte 1. Art und 2. Art.....	25
2.2.3. Einzelne Versetzungen, Dipole und Multipole	27
2.2.4. GNDs und Versetzungswände (IDBs, GNBs)	27
2.2.5. Stapelfehler.....	29
3. Literaturkenntnisstand.....	30
3.1. Versetzungsgleitverhalten bei polykristallinen Metallen und Legierungen	30
3.1.1. Einphasige Werkstoffe	30
3.1.2. Zweiphasige Werkstoffe.....	37
3.2. Funktionsweise eines energiedispersiven pnCCD Detektors und erste Untersuchungen	40
4. Werkstoffe und experimentelle Vorgehensweise.....	46
4.1. Werkstoffe.....	46
4.1.1. Nickel 201	46
4.1.2. α -Messing.....	47
4.1.3. Nimonic Alloy 75	48

4.1.4.	Duplexstahl.....	49
4.2.	Servohydraulisches Materialermüdungsprüfsystem und Probengeometrie	50
4.3.	Experimentelle Untersuchungsmethoden	53
4.3.1.	Transmissionselektronenmikroskopie.....	54
4.3.2.	Rasterelektronenmikroskopie mit Rückstreuelektronen-Beugungsdetektor	56
4.3.3.	Laue-Röntgenbeugungsmessungen.....	57
5.	Ergebnisse und Diskussion.....	61
5.1.	Zusammenhang von Wechselverformungsverhalten und Mikrostrukturveränderung	61
5.1.1.	Nickel.....	61
5.1.2.	α -Messing.....	67
5.1.3.	Nimonic Alloy 75	72
5.1.4.	Duplexstahl.....	77
5.2.	Beschreibung der Mikrostruktur mithilfe der Streckgrenzenverteilungsfunktion.....	83
5.2.1.	Einphasige Metalle	84
5.2.2.	Duplexstahl.....	87
5.3.	Analyse der ermüdungsbedingten Änderungen mittels Laue-Beugung.....	90
5.3.1.	Nickel 201	90
5.3.2.	α -Messing.....	94
5.3.3.	Nimonic Alloy 75	95
5.3.4.	Duplexstahl.....	98
6.	Zusammenfassende Diskussion	104
7.	Zusammenfassung und Ausblick	114
8.	Literaturverzeichnis.....	117
	Anhang.....	127
	Publikationsliste	132
	Lebenslauf.....	Fehler! Textmarke nicht definiert.

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Schematische Darstellung der untersuchten Werkstoffe (innerer Kreis) mit ihrem Versetzungsgleitverhalten (mittlerer Kreis) und den an ihnen durchzuführende Teilaspekte mit deren Korrelation untereinander (äußerer Kreis).....	3
Abbildung 2:	Qualitative Spannungsverteilung der Volumenelemente um eine Stufenversetzung [11].	7
Abbildung 3:	In einkristallinen kfz Metallen gebildete Versetzungsanordnungen als schematische Darstellungen in Abhängigkeit von der Bruchzyklenzahl und dem Gleitverhalten [17, 26].	8
Abbildung 4:	Skizze des Prinzips a) der planaren Gleitung und b) der welligen Gleitung beim Umgehen eines Hindernisses X [30].	8
Abbildung 5:	Darstellungen von Partialversetzungen a) als Aufspaltung des Burgersvektors b in b_1 und b_2 und b) als eingeschobene Halbebenen, die einen SF aufspannen [14].	9
Abbildung 6:	Die Schubspannungsamplitude τ_s aufgetragen über der plastischen Scheramplitude γ_{ap} , die auf einen Kupfereinkristall wirkt [31].	10
Abbildung 7:	Schematischer Aufbau der a) Aderstruktur und b) PSBs [26]; c) TEM-Abbildung eines PSBs [32].	11
Abbildung 8:	a) TEM-Aufnahme einer Zellstruktur in einkristallinem Kupfer [43]; b) Schematische Abbildung der Zellstruktur mit den aktivierten Versetzungen mit b_1 und b_2 sowie den daraus resultierenden Versetzungen mit b_{res} [36].	13
Abbildung 9:	Energiedichte in Abhängigkeit von dem Volumenanteil der Versetzungswände. Hier ist $E^{disl} = E_{het}$ und $E^{el} = E_{cl}$ und E^{stor} entspricht der durch die heterogenen Versetzungsstrukturen insgesamt gespeicherten elastischen Energie [36].	14
Abbildung 10:	Prinzip der Verkippung der versetzungsarmen Bereiche zueinander durch die an den Grenzflächen Inneres/Wand befindlichen GNDs. β steht für den Missorientierungswinkel, W für die Wanddicke und D für den Wandabstand [21].	15
Abbildung 11:	Schematische Darstellung der Versetzungsanordnungen in einem PLB [38].	17
Abbildung 12:	a) Parallelschaltung von Volumenelementen mit unterschiedlichen Streckgrenzen nach Masing; b) daraus resultierende Rekonstruktion einer Hysteresekurve bei Betrachtung zweier Volumenelemente [17].	19
Abbildung 13:	Aus Hysteresekurven eines einkristallinen Kupferkristalls ermittelte SVF für drei Zyklenzahlen N [17]. Die Verschiebung des Maximums γ ist in blau dargestellt.....	20
Abbildung 14:	Hysteresekurven aus Versuchen mit konstanter plastischer Dehnungsamplitude an a) Ck10 nach geeigneter Verschiebung entlang des elastischen Anstiegs und b) an Messing nach Verschiebung in einen gemeinsamen Lastumkehrpunkt im Druck [17].	21

Abbildung 15: Darstellung der Reflexionsbedingungen von a) von Laue an einem primitiven Punktgitter und b) Bragg anhand von drei parallelen Netzebenen [60]. Der Gangunterschied ist pink gekennzeichnet.....	24
Abbildung 16: Prinzip der Ausbildung von Debye-Scherrer-Ringen durch den Einfall einer Strahlung mit der Intensität I_0 auf unterschiedlich orientierte Körner.....	24
Abbildung 17: Vereinfachtes Schaubild der Bezeichnungen zur Beschreibung der räumlichen Ausdehnung eines Beugungspunkts mit den zugehörigen Versetzungsanordnungen. .	26
Abbildung 18: Zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurven ((Schub-)Spannungsamplitude τ_{as}/σ_a über plastische Dehnungsamplitude $\varepsilon_{aps}/\varepsilon_{pa}$), durchgeführt an a) Nickel-Einkristallen in verschiedenen Orientierungen mit der dazugehörigen inversen Polfigur [90] und b) polykristallinem Nickel [76].	31
Abbildung 19: Anordnung der Kupfer- (rot) und Zinkatome (gelb) im $AuCu_3$ -Strukturtyp [99].	34
Abbildung 20: An $CuZn_{22}$ -Einkristallen aufgenommene Wechselverformungskurven bei verschiedenen zyklisch aufgebrachten plastischen Scherdehnungsamplituden (γ_{ap}) [100].	34
Abbildung 21: TEM-Abbildung der Versetzungsanordnungen in Nimonic Alloy 75 nach einer zyklischen Belastung mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,025\%$ [106].	36
Abbildung 22: Verteilung der GNDs innerhalb eines Ferrit-Korns eines Ferrit-Martensit-Gefüges [127].	38
Abbildung 23: SVF eines vorversprödeten Duplexstahls, der bei Raumtemperatur mit 1% Gesamtdehnungsamplitude belastet wurde [5].	39
Abbildung 24: Schematischer Aufbau eines pnCCD Detektors [130].....	41
Abbildung 25: Vollständig indiziertes Beugungsmuster eines GaAs-Kristalls [137].....	43
Abbildung 26: Gespaltener Austenit-Streak dargestellt mit der integrierten Intensität über dem Beugungswinkel [7].	44
Abbildung 27: Gefüge des verwendeten Nickelwerkstoffs als lichtmikroskopische Aufnahme nach einer Kornflächenätzung.....	47
Abbildung 28: Lichtmikroskopisches Gefügebild von Nimonic nach einer Kornflächenätzung.....	49
Abbildung 29: Zweiphasiges Gefüge des Duplexstahls, lichtmikroskopisch abgebildet nach einer Korngrenzenätzung; der Ferrit erscheint hell, der Austenit grau (mit Pfeilen exemplarisch gekennzeichnet).	49
Abbildung 30: a) Schematische Abbildung einer servohydraulischen Prüfmaschine mit eingezeichneten Regelkreisen [10]; b) Prüfmaschine des Typs MTS 810 mit Vakuumrezipient.	51
Abbildung 31: Für Ermüdungsversuche mit a) Nickel, Messing und Nimonic und b) Duplexstahl verwendete Rundprobengeometrie.....	52

Abbildung 32: Schematische Darstellung des Beugungsprinzips des Elektronenstrahls an einer Stufenversetzung [66].....	55
Abbildung 33: Stereographische Standardprojektion mit dem Farbschema, das für die Darstellung der EBSD-Bilder zur Anwendung kam.	56
Abbildung 34: Farblegende für die Kernel-Abbildungen.	57
Abbildung 35: Versuchsaufbau im Helmholtz-Zentrum Berlin. Rechts, grün markiert, ist die Röntgenquelle; im Goniometer ist die gelb markierte Probe platziert, und rot umrandet, ganz links, befindet sich der Detektor.	58
Abbildung 36: Energiespektrum der Röntgenquelle bei einer Beschleunigungsspannung von 70 kV, wobei die Counts über den Energiekanälen des Detektors aufgetragen sind. Die Peaks sind der charakteristischen Strahlung der Anoden-Werkstoffe zugeordnet mit Angabe der jeweiligen charakteristischen Emissionsenergie der K-Linie.	59
Abbildung 37: Wechselverformungskurven, in denen die Spannungsamplitude $\Delta\sigma/2$ über der kumulierten plastischen Dehnungsamplitude $\varepsilon_{pl,kum}$ aufgetragen ist, für die unterschiedlichen aufgebrauchten plastischen Dehnungsamplituden $\Delta\varepsilon_{pl}/2$	62
Abbildung 38: Versetzungsanordnungen in Nickel im Sättigungszustand bei einer plastischen Dehnungsamplitude von a) 0,1%, b) 0,2%, c) 0,3% und d) 0,4% dargestellt mit BF-STEM.	63
Abbildung 39: Zelldurchmesser d_{Zelle} der Zellstrukturen in Nickel aufgetragen über der plastischen Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon_{pl}/2$	64
Abbildung 40: EBSD-Aufnahmen (a)-b)) zweier Nickel-Proben kurz vor dem Versagen mit den zugehörigen Kernel-Darstellungen (c)-d)); Die Proben sind mit a),c) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$ und b),d) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ beansprucht worden.	65
Abbildung 41: BF-STEM-Abbildung der typischen Versetzungsanordnungen in mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ ermüdetem Nickel nach a) $N = 20$, b) $N = 100$ und c) $N = 1000$	66
Abbildung 42: Gemittelter Zelldurchmesser d_{Zelle} , der in Nickel vorhandenen Zellstruktur in Abhängigkeit von der kumulierten plastischen Dehnung $\varepsilon_{pl,kum}$	66
Abbildung 43: EBSD-Aufnahmen (a)-b)) zweier Nickel-Proben bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ ermüdet mit den zugehörigen Kernel-Darstellungen (c)-d)); Die Proben sind bis a),c) $N = 100$ und b),d) $N = 3000$ beansprucht worden.	67
Abbildung 44: Wechselverformungskurven der Ermüdungsversuche mit unterschiedlichen plastischen Dehnungsamplituden an Messing aufgetragen über der akkumulierten plastischen Dehnungsamplitude $\varepsilon_{pl,kum}$. Bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$ sind die Zyklenzahlen der abgebrochenen Ermüdungsversuche markiert.	68
Abbildung 45: Versetzungsanordnungen dargestellt mittels Hellfeld-(BF)STEM; a)-d) α -Messing ermüdet bei a) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$, b) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ und bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$ gestoppt nach c) $N = 30$ und d) $N = 300$	69

Abbildung 46: REM-Oberflächenaufnahmen von α -Messing-Proben, die mit a) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ und b) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ ermüdet worden sind.	70
Abbildung 47: Abstand zwischen aktivierten Gleitebenen d_a in α -Messing, aufgetragen über der angewandten plastischen Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon_{pl}/2$	70
Abbildung 48: Abstand zwischen aktivierten Gleitebenen d_a in α -Messing, aufgetragen gegen die durchlaufene Zyklenzahl N	71
Abbildung 49: EBSD-Aufnahmen von α -Messing nach einer zyklischen Belastung mit a) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ und b) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$	71
Abbildung 50: Wechselverformungskurven von Nimonic bei verschiedenen plastischen Dehnungsamplituden. Bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ sind die Zyklenzahlen eingezeichnet, bei denen die Versuche abgebrochen worden sind.....	72
Abbildung 51: STEM-Abbildungen, die zum einen a) das Gleiten mehrerer Versetzungen entlang einer Ausscheidung (rot markiert) ($\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$) und zum anderen b) die Beeinflussung der Versetzungsanordnungen durch die Ausscheidungen ($\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$) in Nimonic darstellen.	73
Abbildung 52: Beispielhafte STEM-Aufnahmen, die die Versetzungsanordnungen bei a) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$, b) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$, c) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ und d) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,6\%$ kurz vor dem Versagen repräsentieren.....	74
Abbildung 53: Auftragung der Fläche der zusammengelagerten Versetzungen im Verhältnis zur gesamten Bildfläche A_d/A_t und der Abstand der aktivierten Gleitebenen d_a über der aufgetragten plastischen Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon_{pl}/2$	75
Abbildung 54: Versetzungsanordnungen in Nimonic nach a) $N = 38$, b) $N = 125$ und c) $N = 4500$ bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$	76
Abbildung 55: Flächenanteil der zusammengelagerte Versetzungen A_d/A_t und Abstand aktivierter Gleitebenen d_a in Nimonic mit steigender kumulierter plastischer Dehnungsamplitude $\varepsilon_{pl,kum}$	76
Abbildung 56: a),b) EBSD- und c),d) Kernel-Aufnahmen von Nimonic nach einer Belastung mit a),c) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ und b),d) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,6\%$ kurz vor dem Versagen.	77
Abbildung 57: Wechselverformungskurven in der Darstellung über der kumulierten plastischen Dehnungsamplitude $\varepsilon_{pl,kum}$ eines Duplexstahls für unterschiedliche plastische Dehnungsamplituden. Die Versuche sind an den markierten Zyklenzahlen bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ und $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,20\%$ abgebrochen worden, um die Versetzungsanordnungen als Funktion der Lastspielzahl zu untersuchen.	78
Abbildung 58: Mit BF-STEM dargestellte Versetzungsanordnungen in der a),b) ferritischen und c),d) austenitischen Phase von ermüdetem Duplexstahl. Die aufgetragte Amplitude ist a),c) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ und b),d) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$	79

- Abbildung 59: Auftragung der Fläche der zusammengelagerten Versetzungen im Verhältnis zur gemessenen Fläche A_d/A_t im Ferrit und der Distanz zwischen den aktiven Gleitebenen d_a im Austenit gegen die aufgebrachte plastische Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon_{pl}/2$80
- Abbildung 60: Mit a),b),c) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ und d),e),f) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ ermüdeter Duplexstahl abgebildet mit a),d) REM-EBSD und b),e) Austenit und c),f) Ferrit in Kernel-Darstellung. Zwillingskorngrenzen sind mit einer roten gestrichelten Linie gekennzeichnet.....81
- Abbildung 61: Versetzungsanordnungen dargestellt mithilfe von BF-STEM in der a),b) ferritischen und c),d) austenitischen Phase eines Duplexstahls. Der Duplexstahl wurde mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ bis zu a),c) $N = 5$ und b),d) $N = 3000$ ermüdet.82
- Abbildung 62: Flächenanteil der zusammengelagerten Versetzungen A_d/A_t im Ferrit und die Distanz der aktiven Gleitebenen d_a im Austenit bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ aufgetragen gegen die Zyklenzahl N . Die Streubänder repräsentieren die Ergebnisse für eine Duplexprobe, die mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ zyklisch verformt wurde.83
- Abbildung 63: Nach einer zyklischen Beanspruchung von Nickel a) errechnete SVFs über der relativen Spannungsamplitude $\varepsilon_r E_Y/2$ bei verschiedenen Lastzyklen mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ und b) die Auftragung von γ als Punkte und FWHM als Balken in Werten der relativen Dehnung über der aufgebrachten $\Delta\varepsilon_{pl}/2$85
- Abbildung 64: Nach einer zyklischen Beanspruchung von Nimonic a) errechnete SVFs über der relativen Spannungsamplitude $\varepsilon_r E_Y/2$ bei verschiedenen Lastspielzyklen mit einer $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ und b) die Auftragung von γ als Punkte und FWHM als Balken in Werten der relativen Dehnung über der aufgebrachten $\Delta\varepsilon_{pl}/2$87
- Abbildung 65: Nach einer zyklischen Beanspruchung von Duplexstahl errechnete SVFs über der relativen Spannungsamplitude $\varepsilon_r E_Y/2$ bei verschiedenen Lastzyklen mit einer $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$89
- Abbildung 66: Auftragung von γ als Punkte und FWHM als Balken in Werten der relativen Dehnung über der aufgebrachten konstanten $\Delta\varepsilon_{pl}/2$ bei einem zyklisch beanspruchten Duplexstahl.....90
- Abbildung 67: An ermüdeten Nickelproben aufgenommene Beugungsbilder kurz vor dem Versagen durch eine Belastung mit a) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$, b) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ und c) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$. Zudem ist bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ der Versuch bei d) $N = 20$, e) $N = 3000$ und f) $N = 9339$ abgebrochen worden.....91
- Abbildung 68: Anzahl der Beugungspunkte n_s und ihrer Winkelausdehnung $\Delta\theta_s$ über der a) plastischen Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon_{pl}/2$ und der b) akkumulierten plastischen Dehnung $\varepsilon_{pl,kum}$ für Nickel.92
- Abbildung 69: Am Beispiel der Nickelprobe, welche mit 1000 Zyklen bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ zyklisch belastet wurde, wird die Auswertung eines einzelnen Streaks veranschaulicht. a) stellt das über den Streak aufgenommene Energiespektrum mit vier übereinanderliegenden

	Kurven dar, b) ist das indizierte Beugungsmuster und c) zeigt die gemessene und die berechnete Energie E / E_{fit} der gebeugten Strahlung über dem Beugungswinkel 2Θ ...	93
Abbildung 70:	Gitterdehnung $\Delta E/\Delta\theta$ in Nickel durch eine zyklische Belastung mit $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,3\%$ über der Zyklenzahl N aufgetragen. Zum Vergleich sind auch die Werte von $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,1\%$ und $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,2\%$ farblich abgebildet.	94
Abbildung 71:	Röntgenbeugungsbilder mit einem Energiebereich von a) 25,5 keV bis 43,5 keV und b),c) 34,0 keV bis 36,1 keV aufgenommen an α -Messing nach dem es mit a),b) $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,05\%$ und c) $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,4\%$ zyklisch bis zum Versagen belastet wurde.	95
Abbildung 72:	In einem Energiebereich von 34,0 keV bis 36,1 keV dargestellte Beugungsmuster von Messingproben, die a) $N = 30$ und b) $N = 30000$ Zyklen mit $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,1\%$ ermüdet worden sind.....	95
Abbildung 73:	Beugungsbilder von Nimonic-Proben, die mit a) $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,1\%$, b) $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,2\%$, c) $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,4\%$ und d) $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,6\%$ bis kurz vorm Versagen belastet wurden.....	96
Abbildung 74:	Gitterdehnung $\Delta E/\Delta\theta$ in Nimonic über der steigenden plastischen Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2$ aufgetragen.....	96
Abbildung 75:	Detektierte Beugungsmuster von Nimonic-Proben, die mit $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,4\%$ für a) $N = 38$, b) $N = 125$, c) $N = 1500$ und d) $N = 4500$ ermüdet wurden.	97
Abbildung 76:	Anzahl n_s und Winkelausdehnung $\Delta\theta_s$ der Streaks über der kumulierten plastischen Dehnung $\varepsilon_{\text{pl,kum}}$ bei $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,4\%$	97
Abbildung 77:	Gitterdehnung $\Delta E/\Delta\theta$ in Nimonic über der Zyklenzahl N mit den jeweiligen Ebenenscharen aufgetragen.	98
Abbildung 78:	Röntgenbeugungsmuster aufgenommen mit Duplexstahlproben, die einer plastischen Dehnungsamplitude von a) $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,05\%$, b) $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,1\%$, c) $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,2\%$ und d) $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,4\%$ bis zum Versagen ausgesetzt waren. Die Messzeit von d) war zudem stark verlängert.	99
Abbildung 79:	Auftragung der Anzahl der Streaks n_s und der Winkelausdehnung $\Delta\theta_s$ über der plastischen Dehnungsamplitude gemessen an einem Duplexstahl.....	99
Abbildung 80:	An Duplexstahl gemessene Röntgenbeugungsmuster bei a),b),c) $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,05\%$ und d),e),f) $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,02\%$ bis zu einer Zyklenzahl von a),d) $N = 5$, b),e) $N = 50$ und c),f) $N = 3000$	100
Abbildung 81:	Die a) Anzahl der Streaks n_s sowie die b) Winkelausdehnung $\Delta\theta_s$ in Bezug zur Zyklenzahl von Duplexstahl bei $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,05\%$ und $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,2\%$	101
Abbildung 82:	Die Counts aufgetragen über der Energie für zwei Streaks gemessenen an einer Duplexprobe, die mit a) $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,2\%$ und b) $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,05\%$ ermüdet wurde. Die Spektren gehören zu einer a) $\{200\}$ -Ebene in einem Austenitkorn und einer b) $\{110\}$ -	

Ebene in einem Ferritkorn. Die gestrichelten roten Linien entsprechen dem Gaußschen Fit der einzelnen Peaks.....	102
Abbildung 83: Abbildungen der Gitterdehnungen $\Delta E/\Delta\theta$ der einzelnen Phasen des Duplexstahls über der a) plastischen Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon_{pl}/2$ und der b) Zyklenzahl N.....	103
Abbildung 84: Zusammenfassende Darstellung der Ergebnisse aufgeteilt zu den einzelnen Werkstoffen. Im äußeren Ring sind schematisch die entstehenden Beugungsmuster dargestellt, wobei die Farben die Änderungen in der Energie der gebeugten Röntgenstrahlen darstellen. Der mittlere Ring zeigt symbolisch die gängigsten Versetzungsanordnungen in den Werkstoffen, welche diese Beugungsmuster erzeugen.	104

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:	Chemische Zusammensetzung des verwendeten Nickelwerkstoffs, gemessen mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie, und die in DIN 17740 [146] vorgegebenen Werte.	47
Tabelle 2:	Chemische Zusammensetzung des verwendeten Messings, gemessen mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie, und die in DIN CEN/TS 13388 [149] vorgegebenen Werte.	48
Tabelle 3:	Chemische Zusammensetzung der verwendeten Nickelbasislegierung Nimonic, gemessen mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie, und die in DIN 17742 [154] vorgegebenen Werte.	48
Tabelle 4:	Chemische Zusammensetzung des verwendeten Duplexstahls, gemessen mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie, und die in DIN EN 10088 [158] vorgegebenen Werte.	50
Tabelle 5:	Durchgeführte Ermüdungsversuche aufgeteilt nach dem untersuchten Werkstoff. Aufgelistet sind die aufgebrachten plastischen Dehnungsamplituden $\Delta\varepsilon_{pl}/2$ mit den dazugehörigen Frequenzen f , der plastischen Dehngeschwindigkeit ε_{pl} und entweder die jeweilige Bruchzyklenzahl N_{Versagen} , oder die Zyklenzahlen N bei denen die Versuche abgebrochen wurden.	53

Symbol- und Abkürzungsverzeichnis

Abkürzungen

BF	Hellfeld (<u>b</u> right <u>f</u> ield)
CCD	Ladungsgekoppeltes Bauteil (<u>c</u> harge- <u>c</u> oupled <u>d</u> evice)
CuZnX	Messing mit X m-% Zink
Duplexstahl	X2CrNiMoN22-5-3; SAF 2205; 1.4462
DWF	<u>D</u> ebye- <u>W</u> aller <u>F</u> aktor
EBSD	Elektronenrückstreubeugung (<u>e</u> lectron <u>b</u> ackscatter <u>d</u> iffraction)
FWHM	Halbwertsbreite (<u>f</u> ull <u>w</u> idth at <u>h</u> alf <u>m</u> aximum)
GNB	Geometrisch notwendige Versetzungswand (<u>g</u> eometrically <u>n</u> ecessary <u>b</u> oundary)
GND	Geometrisch notwendige Versetzung (<u>g</u> eometrically <u>n</u> ecessary <u>d</u> islocation)
HCF	Hochzyklische Ermüdung (<u>H</u> igh- <u>c</u> ycle <u>f</u> atigue)
IDB	Zufällige Versetzungswände (<u>i</u> ncidental <u>d</u> islocation <u>b</u> oundaries)
JFET	Sperrschicht-Feldeffekttransistor (<u>J</u> unction- <u>g</u> ate <u>F</u> ield- <u>E</u> ffect <u>T</u> ransistor)
KAM	Gemittelte Kernel Missorientierung (<u>K</u> ernel <u>A</u> verage <u>M</u> issorientation)
kfz	<u>K</u> ubisch- <u>f</u> lächen <u>z</u> entriert
krz	<u>K</u> ubisch- <u>r</u> aum <u>z</u> entriert
LCF	Niederzyklische Ermüdung (<u>L</u> ow- <u>c</u> ycle <u>f</u> atigue)
Messing	α -Messing; CuZn28; CW504L; 2.0261
Nickel	Nickel 201; LC-Ni99; 2.4068
Nimonic	Nimonic Alloy 75; N06075; 2.4951
PLB	<u>P</u> ersistentes <u>L</u> üders <u>b</u> and
PSB	Persistentes Gleitband (<u>p</u> ersistent <u>s</u> lip <u>b</u> and)
REM	<u>R</u> asterelektronen <u>m</u> ikroskopie
SF(E)	<u>S</u> tapel <u>f</u> ehler(- <u>e</u> nergie)
SSD	Statistisch gespeicherte Versetzung (<u>s</u> tatistically <u>s</u> tored <u>d</u> islocation)
(S)TEM	(<u>S</u> canning) <u>T</u> ransmission <u>e</u> lektronen <u>m</u> ikroskopie

SVF	<u>S</u> treck <u>g</u> renzen <u>v</u> erteilung <u>s</u> fun <u>k</u> tion
VHCF	Sehr hochzyklische Ermüdung (<u>V</u> ery <u>h</u> igh- <u>c</u> ycle <u>f</u> atigue)

Lateinische Symbole

A	Querschnittsfläche
a	Gitterkonstante
A_d/A_t	Flächenanteil der zusammengelagerten Versetzungen an der Bildfläche
b	Burgersvektor
c	Lichtgeschwindigkeit
D	Gemittelter Abstand zwischen Versetzungswänden
d	Dicke
d_a	Gemittelter Abstand der primären aktiven Gleitebenen
d_{hkl}	Netzebenenabstand
D_{SF}	Gemittelter Abstand zwischen Stapelfehlern
d_s	Berechneter Netzebenenabstand
d_{SF}	Möglicher Abstand der Stapelfehler senkrecht zueinander
d_{Zelle}	Zellgröße
E	Energie
e	Elementarladung
E_{el}	Elastische Energie durch innere Spannungen
E_{fit}	Berechnete Energie
E_{het}	Gespeicherte Energie in heterogenen Versetzungsanordnungen
E_Y	Elastizitätsmodul
e/a	„Freie Elektronen-zu-Atomen“-Verhältnis
$\Delta E/\Delta\theta$	Gitterdehnung
F	Kraft
$f_{K/PSB/W}$	Volumenanteil der Kanäle/PSBs/Wände
f_p	Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion

\mathbf{F}_S	Strukturfaktor
G	Schubmodul
\mathbf{g}	Positionsvektor Braggpunkt
h, k, l	Millersche Indizes
h_D	Höhe eines Dipols
h_p	Planckkonstante
h_w	Abstand Versetzungen innerhalb einer Versetzungswand
I_0	Intensität des Primärstrahls
I_{EZ}	Streuleistung einer Elementarzelle
L	Größe (semi-)kohärenter Bereich
L_{Korn}	Größe des bestrahlten (Sub-)Korns
L_p	Partialversetzungslänge
M	Schmidfaktor
N	Zyklenzahl
n	Gesamtzahl aller Elemente
N_B	Bruchzyklenzahl
n_i	Ganzzahliges Vielfaches
n_s	Anzahl der Streaks
n_{SF}	Anzahl der Stapelfehler
\mathbf{Q}	Beugungsvektor
R	Spannungsverhältnis
r	Entfernung von Versetzung
r_{lok}	Krümmungsradius
R_s	Position
T	Linienenergie einer Versetzung
T_{Dipol}	Linienenergie eines Dipols
$T_{K(1;2)}$	Korrelationsfunktion (1 = imaginärer Teil; 2 = realer Teil)
T_{Multipol}	Linienenergie eines Multipols

$T_{\text{Primär}}$	Linienenergie der primären Versetzungen
\mathbf{u}	Einfallsvektor Elektronenstrahl
W	Dicke einer Versetzungswand
x	Abstand der Partialversetzungen

Griechische und mathematische Symbole

α	Beliebiges Gleitsystem
β	Missorientierungswinkel
γ	Position des Maximums
$\gamma_{\text{ap(M/PSB)}}$	Plastische Scheramplitude (der Matrix/PSBs)
γ_{SF}	Stapelfehlerenergie pro Flächeneinheit
γ_{w}	Wanddickeneinflussfaktor
$\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2$	Plastische Dehnungsamplitude
$\Delta\theta_{\text{S}}$	Winkelausdehnung eines Streaks
$\Delta\rho$	Anzahl der Überschussversetzungen
$\Delta\sigma/2$	Spannungsamplitude
$\Delta\tau_{\text{k}}$	Interne Spannungsänderung in den Kanälen
$\Delta\tau_{\text{w}}$	Interne Spannungsänderung in den Wänden
ε	Gesamtdehnung
ε_{el}	Elastische Dehnung
ε_{pl}	Plastische Dehnung
$\varepsilon_{\text{pl,kum}}$	Kumulierte plastische Dehnungsamplitude
ε_{r}	Relative Dehnung
θ	Beugungs-/Braggwinkel
λ	Wellenlänge
ν	Poissonzahl
$\rho_{\text{(w/k)}}$	Versetzungsdichte (in den Versetzungswänden/Kanälen)
ρ_{p}	Dichte der primären Versetzungen

ρ^+	GND-Dichte
$\rho_{+/-}$	Versetzungsdichte mit positivem/negativem Burgersvektor
σ	Gesamtspannung
σ_f	Streckgrenze
σ_r	Relative mechanische Spannung
τ	Versetzungslinie
$\tau_{e/lok}$	Extern angelegte/lokale Schubspannung
τ_s	Gesättigte Schubspannungsamplitude
φ	Orientierungsfaktor
ω	Winkel
\parallel	Radial
\perp	Transversal

Kurzfassung

Die mikrostrukturellen Vorgänge innerhalb zyklisch belasteter metallischer Bauteile, die zur Schädigung und letztendlich zum plötzlichen Versagen führen, sind nach wie vor nicht vollständig verstanden. Um weitere Erkenntnisse zu erhalten, soll ein spezieller Detektor, der in der Lage ist, die Energie von Röntgenstrahlen ortsauflöst zu messen, eingesetzt werden.

Das Ziel der Arbeit ist es eine neuartige Messmethode, welche den energieauflösenden Detektor mit hochenergetischer weißer Röntgenstrahlung kombiniert, einzusetzen, um die Schädigungsmechanismen und Gitterdehnungen in zyklisch belasteten metallischen Strukturwerkstoffen zu ermitteln. Dazu sind in verschiedenen polykristallinen Werkstoffen mit unterschiedlichen Versetzungsgleitverhalten durch Variation der plastischen Dehnungsamplitude und der Zyklenzahl verschiedene Versetzungsanordnungen erzeugt und diese mit dem Beugungsverhalten korreliert worden. Dabei sind die gebildeten Beugungsmuster hinsichtlich der Geometrie und der gemessenen Energie abhängig von dem inneren Spannungszustand, wobei die radial ausgedehnten Beugungsreflexe Streaks genannt werden.

Beim Beispielwerkstoff für welliges Gleitverhalten, Nickel, ist eine eindeutige Abhängigkeit der Beugungsmuster von den Versetzungsanordnungen zu beobachten. Insbesondere bei Zellstrukturen aus größtenteils zufälligen Versetzungswänden sind einzelne Streaks zu erkennen, welche hinsichtlich der Gitterdehnungen ausgewertet werden können. Sobald sich infolge einer zunehmenden zyklischen Belastung immer mehr geometrisch notwendige Versetzungswände ausbilden, ist die Auswertung aufgrund der lateralen Verschiebung und der daraus resultierenden Überlappung der Streaks erschwert.

Dagegen wird beim Beispielwerkstoff für planares Gleitverhalten, Messing, die Strahlung diffus an der hohen Dichte an Stapelfehlern und statistisch gespeicherten Versetzungen gestreut, sodass keinerlei Streaks entstehen, die hinsichtlich der Gitterdehnungen ausgewertet werden können.

Bei einer Nickel-Chrom-Legierung mit einem gemischten Gleitverhalten aufgrund ihrer Ausscheidungen erfolgt eine eindeutige Ausbildung von Streaks, die einer Gitterdehnung zugeordnet werden können. Das bedeutet, dass wenige bis keine geometrisch notwendigen Versetzungen an den Versetzungswänden vorliegen, welche zusätzlich zu den parallelen Versetzungssegmenten gebildet werden. Des Weiteren führen die sich wiederholenden Gleitvorgänge der Versetzungen zur Überwindung der Chromkarbide zu einer Entfestigung des Werkstoffs sowie zu einer Reduzierung der Dehnungen im Gitter.

Der zweiphasige Beispielwerkstoff, Duplexstahl, zeigt einzelne deutliche Streaks, die der ferritischen oder der austenitischen Phase zugeordnet und indiziert werden können. Die Änderung des Beugungsmusters resultiert im Ferrit aus der Zusammenlagerung von Versetzungen, die zufälligen Versetzungswänden entsprechen, und im Austenit aus der Zunahme statistisch gespeicherter Versetzungen, Stapelfehlern und Zwillingskorngrenzen. Infolge der räumlichen Begrenzung der Versetzungsanordnungen auf die Umgebung der Phasengrenzen schwanken die Gitterdehnungen stark.

Abstract

The microstructural processes that occur within cyclically stressed metallic components, which result in damage and sudden failure, remain poorly understood. In order to gain further insights, it is planned to use a special detector that is capable of measuring the energy of hard X-ray radiation with a high spatial resolution.

The objective of this research is to determine the mechanisms of damage and lattice strains in metallic structural materials subjected to cyclic stress using a novel measurement technique that integrates an energy-resolving detector with high-energy white X-rays. In order to achieve this objective, a series of dislocation arrangements were set in a range of polycrystalline materials, each exhibiting distinct dislocation glide behaviours. This was achieved by varying two key parameters: the amplitude of plastic strain and the number of cycles. Subsequently, the diffraction behaviour was correlated with the aforementioned dislocation arrangements. The diffraction patterns that are formed are dependent on the state of the internal stresses with respect to the geometry and the energy that is measured. The radially extended diffraction reflections are referred to as streaks.

In the example material pertaining to wavy glide behaviour, nickel, a correlation between the diffraction patterns and the dislocation arrangements is evident. In particular, individual streaks are identified as long as cell structures are observed which consist largely of random dislocation walls. These streaks can be evaluated with regard to the lattice strains. As the number of geometrically necessary dislocation walls increases in response to elevated cyclic loading, the evaluation process becomes more challenging due to the lateral displacement and the resulting overlap of the streaks.

In contrast, in the example material for planar glide behaviour, brass, the radiation is diffusely scattered by the high density of stacking faults and statistically stored dislocations, resulting in the absence of streaks that can be evaluated with regard to the lattice strains.

In a nickel-chromium alloy exhibiting mixed glide behaviour due to the presence of precipitates, the formation of streaks can be observed and correlated to a lattice strain. This indicates that there are few to no geometrically necessary dislocations present on the dislocation walls, which are formed in addition to the parallel dislocation segments. Moreover, the repetitive sliding processes of the dislocations to overcome the chromium carbides result in a reduction of the material's strength and an overall decrease in the strains within the lattice.

The two-phase example material, duplex steel, exhibits individual clear streaks that can be attributed to the ferritic or austenitic phase and indexed accordingly. The alteration in the diffraction pattern observed in ferrite can be attributed to the clustering of dislocations, which correspond to random dislocation walls. In contrast, the change in the diffraction pattern in austenite is caused by an increase in statistically stored dislocations, stacking faults and twin grain boundaries. Due to the spatial restriction of dislocation arrangements to the vicinity of phase boundaries, lattice strains exhibit significant fluctuations.

1. Einleitung und Zielsetzung

In der heutigen technologiebasierten Zeit sind polykristalline Strukturwerkstoffe nicht mehr aus der Welt wegzudenken. Ihr Einsatz im Konstruktionsbereich ist mannigfaltig, ob im Maschinen- und Anlagenbau, als Träger oder als Spannstahl im Spannbeton bei Brücken und anderen Gebäuden. Ihre Gefüge sind aus einer Vielzahl an Körnern aufgebaut, wodurch unterschiedlichste Gitterorientierungen vorliegen, die wiederum durch Korn- oder Phasengrenzen voneinander abgetrennt sind. Die verschiedenen Kristallorientierungen verursachen eine starke Wechselwirkung der Körner untereinander und resultieren in schwer einschätzbaren Spannungskonzentrationen an den Korn- oder Phasengrenzen, welche durch den Aufstau von Versetzungen entstehen. Dies wirkt sich auf die Rissinitiierung und, im Fall einer zyklischen Belastung, auch auf das Ausbreitungsverhalten der mikrostrukturell kurzen Ermüdungsrisse aus, weswegen bestimmte Materialeigenschaften wie die quasistatische Festigkeit sowie die Ermüdungslebensdauer nur eingeschränkt vorhersagbar sind. Jedoch ist gerade die Ermüdungslebensdauer eine wichtige Größe, die bei Nichtbeachtung aufgrund des plötzlichen Eintritts des Versagens außer einem enormen wirtschaftlichen Schaden auch schwere Personenschäden verursachen kann. Auch wenn die Materialermüdung seit den ersten systematischen Arbeiten von August Wöhler vor mehr als 170 Jahren immer mehr berücksichtigt wird, so beeinflusst sie dennoch immer noch, nicht zuletzt wegen ihrer hohen Komplexität, unser heutiges Tagesgeschehen. Beispiele dafür sind das im Jahr 2022 geplatze Meerwasseraquarium in Berlin [1] oder diverse Schäden an Straßenbrücken, wie im Jahr 2023 an der Mosetalbrücke [2].

Diverse Versuchsdurchführungen und Messmethodiken sind entwickelt worden, um das Ermüdungsverhalten von metallischen Werkstoffen zu untersuchen, aber auch die gängigen elektronenmikroskopischen Verfahren sind nicht in der Lage die Mechanismen vollständig zu beschreiben oder den Ermüdungsgrad eines Bauteils zu charakterisieren. Zwar gelingt mit einem Transmissions-elektronenmikroskop (TEM) eine detaillierte Identifizierung des Schadensmechanismus und dies, im Gegensatz zum Rasterelektronenmikroskop (REM), welches auf die oberflächennahen Bereiche beschränkt ist, auch im Probeninneren, jedoch sind beide zerstörende Verfahren, die wegen der hohen Auflösung stark räumlich eingeschränkt sind und eine aufwändige Probenvorbereitung benötigen. Andere Untersuchungen mithilfe hochenergetischer weißer Röntgenstrahlung sind eine sinnvolle Ergänzung, um die durch zyklische plastische Verformung hervorgerufenen Schädigungen in einem größeren Volumen nachzuverfolgen. Die Auswertung räumlich ausgedehnter Beugungsreflexionen, den Streaks, die durch geschädigte Körner entstehen, ermöglicht es den Spannungszustand im Kornvolumen sowohl an der Probenoberfläche als auch im Inneren zu bestimmen. Allerdings unterliegt auch dieses Verfahren verschiedenen einschränkenden Bedingungen, da bisher nur die Position oder nur die Energie der Beugungsreflexion gemessen werden kann. Eine zeitgleiche Messung der Position und der Energie würde hingegen bedeuten, dass ein größeres Probenvolumen ohne aufwändige Vorbereitung und ohne eine Veränderung des geometrischen Aufbaus der Messung in kurzer Zeit untersucht werden könnte,

solange eine geeignete Strahlungsquelle vorhanden ist. Mithilfe einer neuen und vielversprechenden Methode, die hochenergetische weiße Synchrotronröntgenstrahlung mit einem 3D-energie dispersiven Detektor kombiniert, genannt μ Laue-Beugung, soll dieser Gedankengang zur Messung der Ermüdungsschädigungsentwicklung in metallischen Strukturwerkstoffen verwirklicht werden.

Die Kombination ist bereits in diversen Vorarbeiten beschrieben, die durch die Kooperation des Instituts für Werkstofftechnik mit der Festkörperphysikgruppe der Universität Siegen entstanden sind. So sind zunächst ausgewählte Strukturwerkstoffe, wie Duplexstähle oder Nickelbasislegierungen, in Arbeiten von Stöcker [3], Düber [4] und Wackermann [5] ausgiebig hinsichtlich ihrer Mikrostruktur und ihres Ermüdungsverhaltens charakterisiert worden. Diese Mikrostrukturanalysen wurden bereits in Vorversuchen mit dem energie dispersiven Detektor ergänzt, wobei unterschiedliche Strahlungseinrichtungen, wie die „European Synchrotron Radiation Facility“ [6] oder das „Deutsche Elektronen-Synchrotron“ [7], und Beugungsverfahren, wie das Durchstrahlverfahren bei Pashniak [8] und Shokr [9], getestet wurden. Es konnte in all diesen Arbeiten eine Energieabhängigkeit der gut indizierbaren Streaks von geschädigten Gitterstrukturen, beispielsweise im Bereich vor einer Rissspitze, identifiziert werden [6].

Daraus lässt sich ableiten, dass diese Untersuchungstechnik auf diverse Strukturwerkstoffe ausgeweitet werden kann, die aufgrund ihrer Versetzungsgleitverhalten das Gitter unterschiedlich stark verspannen. Dabei ist die Beeinflussung der Ermüdungslebensdauer durch das Gleitverhalten genauso wie die polykristalline Gefügestruktur in Verbindung mit Korn- und Phasengrenzen und vorhandenen Ausscheidungen zu beachten.

Dementsprechend soll das Ziel der Arbeit sein, eine Qualifikation der neuen und innovativen Technik, welche mit μ Laue-Beugung unter Nutzung eines 3D-energie dispersiven Detektors arbeitet, zur Charakterisierung der Ermüdungsschädigungsentwicklung durchzuführen. Dazu sollen Streaks indiziert, hinsichtlich ihrer Energieabhängigkeit ausgewertet und bestimmten Defektmustern zugeordnet werden, bei denen es sich um Versetzungsanordnungen mit den dazugehörigen Eigenspannungen aber auch Rissen handeln kann. Das Vorhaben soll einschätzen, inwieweit sich Versetzungsgleitverhalten und Gefügestrukturen auf das Beugungsverhalten von Röntgenstrahlung auswirken und somit die „Fingerabdrücke“ verschiedener Schadensmechanismen und -stadien identifizieren. Ergänzend erfolgt eine Bewertung der Untersuchung von Korn-Korn-Wechselwirkungen, die die Spannungszustände an Korngrenzen und Phasengrenzen beinhaltet.

Dieses Ziel soll erreicht werden, indem das Vorgehen, wie schematisch in Abbildung 1 dargestellt, an verschiedenen polykristallinen Strukturwerkstoffen mit unterschiedlichen Gleitverhalten und Gefügestrukturen ausgeführt wird. Dabei handelt es sich um Messing und Nimonic, welche beide in der Theorie einen ausscheidungsfreien Zustand mit planarem Versetzungsgleitverhalten repräsentieren, um Nickel als Beispiel eines Werkstoffs mit welligem Gleitverhalten und um einen Duplexstahl, der in seinen zwei

Phasen, Austenit und Ferrit, sowohl planares als auch welliges Gleitverhalten aufweist. In diesen Werkstoffen werden mit einer zyklischen, symmetrischen Belastung bestimmte Versetzungsanordnungen sowohl durch Variation der Belastung in Form der plastischen Dehnungsamplitude sowie durch Variation der Belastungszyklen eingestellt. Anschließend müssen diese Anordnungen und die vorhandenen Defektmuster analysiert werden, wozu elektronenmikroskopische Verfahren, hauptsächlich TEM, eingesetzt werden, um den Aufbau eines Mikrostrukturmodells zu ermöglichen. Um die Korrelation zwischen den Ergebnissen der elektronenmikroskopischen Untersuchung, des Mikrostrukturmodells und der μ Laue-Beugung zu erhalten, erfolgt noch die Messung und Auswertung der Proben mithilfe der neuen Versuchsmethodik.

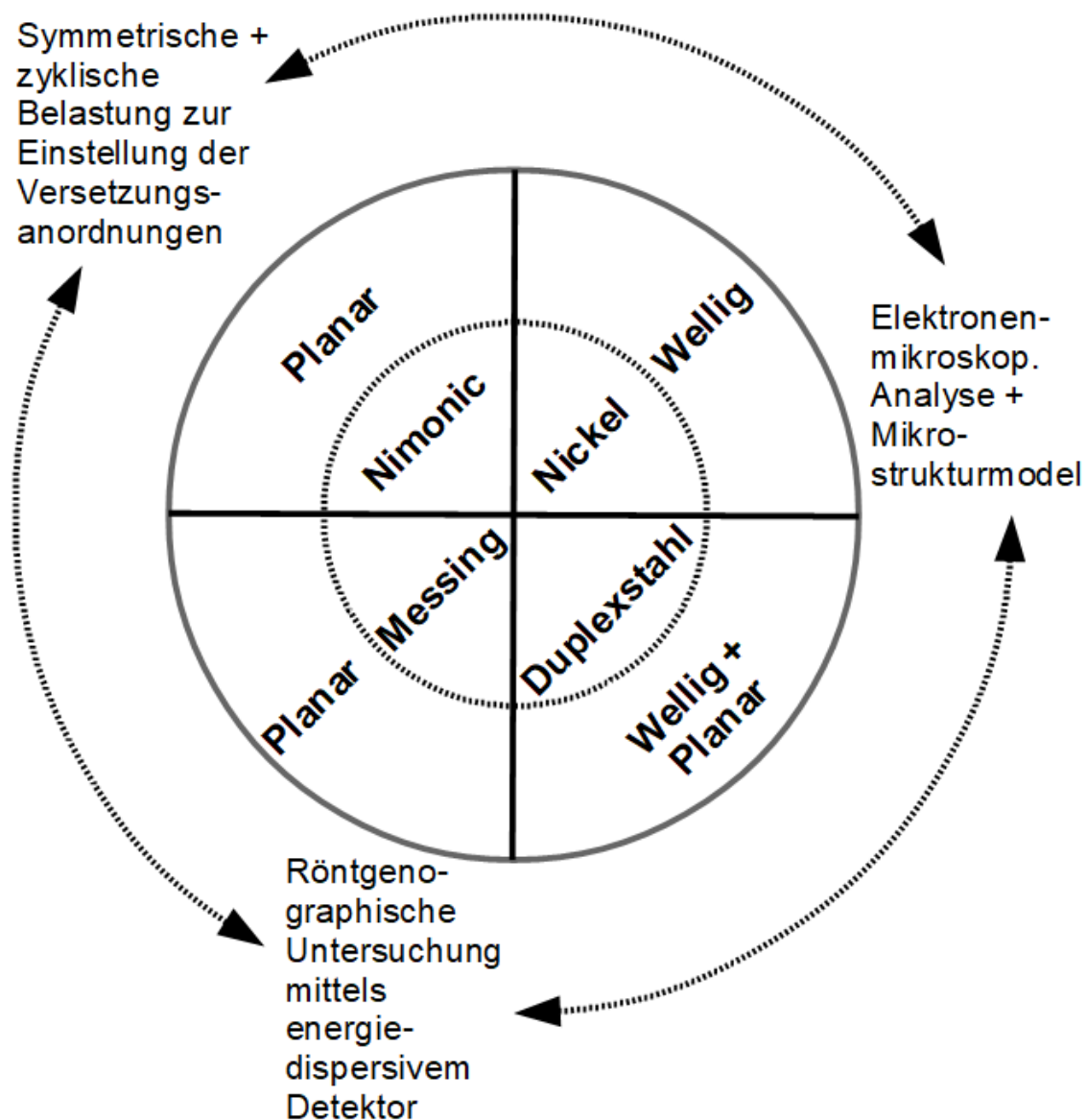


Abbildung 1: Schematische Darstellung der untersuchten Werkstoffe (innerer Kreis) mit ihrem Versetzungsgleitverhalten (mittlerer Kreis) und den an ihnen durchzuführende Teilaspekte mit deren Korrelation untereinander (äußerer Kreis).

An dieser Stelle soll kurz der Aufbau der hier vorliegenden Arbeit erläutert werden. Sämtliche Kapitel sind auf Basis des Schemas aus Abbildung 1 strukturiert und werden aufeinander aufbauend jeweils in die vier Werkstoffe unterteilt behandelt. Zunächst werden die theoretischen Grundlagen vorbereitet, die in einen werkstoffkundlichen Teil, der die Materialermüdung und das Mikrostrukturmodell erläutert, und einen Röntgenbeugungsteil gegliedert sind. Anschließend wird der Literaturkenntnisstand eingehender beleuchtet, in welchem zum einen die Strukturwerkstoffe und zum anderen der energiedispersive Detektor vorgestellt werden. Im Kapitel „4. Werkstoffe und experimentelle Vorgehensweise“ ist die Durchführung der Versuche und der Analyseverfahren beschrieben. Auf Basis der vorangegangenen Kapitel können im folgenden Ergebnisteil die Versuchsergebnisse der elektronenmikroskopischen und der röntgenographischen Untersuchungen präsentiert und auf das Kapitel bezogen diskutiert werden. Eine ausführlichere Diskussion, in welcher ein Vergleich der Werkstoffe untereinander, die Korrelation der Ergebnisse zueinander und eine Bewertung der Methode erfolgt, ist im Kapitel „6. Zusammenfassende Diskussion“ dargestellt. Die Arbeit endet mit einer Zusammenfassung der neuen Messmethode, der Versuche und der erhaltenen Ergebnisse inklusive einer Bewertung.

2. Theoretische Grundlagen

Die vorgestellte Methode der energiedispersiven Laue-Beugung zur Detektion des Ermüdungsgrads metallischer Werkstoffe basiert auf diversen theoretischen Grundlagen, welche im Folgenden näher betrachtet werden. Um ein tieferes Verständnis zu erreichen, wird das Verhalten von Werkstoffen bei einer zyklischen Belastung erläutert. Zudem wird das Prinzip der Röntgenbeugung beschrieben, wobei die Beugung an Kristallfehlern hervorgehoben wird.

2.1. Materialermüdung

In metallischen Werkstoffen, die einer zyklischen plastischen Dehnung ausgesetzt sind, gehen mikrostrukturelle Vorgänge vor, welche auf dem Gleiten von Versetzungen beruhen. Darauf wird im folgenden Unterkapitel „2.1.1 Zyklische Verformung von Metallen“ näher eingegangen, genauso wie die Wechselwirkungen zwischen den Versetzungen dargestellt werden. Da die Vorgänge werkstoffabhängig sind, werden die konkreten Mikrostrukturen in den Kapiteln in welliges und planares Gleitverhalten aufgeteilt und detaillierter betrachtet. Zudem wird erläutert, welche Eigenschaften planares Versetzungsgleitverhalten fördern. Ein besonderer Fokus wird auf die Verzerrung des Gitters aufgrund der Versetzungsanordnungen gelegt, um eine direkte Korrelation mit den Beugungseigenschaften der Gitterdefekte zu ermöglichen.

2.1.1. Zyklische Verformung in Metallen

Die Basis der Materialermüdung, welche letztendlich zu einem plötzlichen Versagen führen kann, sind lokale zyklische plastische Verformungen [10-12]. Die Betonung liegt dabei auf plastischer Verformung, da diese nicht elastisch und somit nicht reversibel ist. Um das dafür notwendige Gleiten von Versetzungen zu erreichen, muss lokal eine Schwellenspannung überschritten werden. Versetzungen sind eindimensionale Kristallfehler, die als Stufenversetzung, Schraubenversetzung und Mischversetzung vorliegen, und als solche die Träger der plastischen Verformung sind [13, 14]. In der Regel bewegen sich Versetzungen nur in ihrem Gleitsystem, das durch die Gleitrichtung und -ebene aufgespannt ist. Die notwendige, kritische Schubspannung kann mithilfe des Schmidfaktors M aus der anliegenden äußeren Normalspannung bestimmt werden, da er die geometrische Lage des Gleitsystems zu dieser beschreibt [11]. In einer Gleitebene mit einer 45° -Orientierung zu der Belastungsrichtung kann der höchstmögliche Schmidfaktor von 0,5 berechnet werden, wenn die Gleitrichtung, die in der Gleitebene liegt, ebenfalls zur Belastungsrichtung einen 45° -Winkel bildet. Dadurch wirkt dort die maximale Schubspannung und definiert das primär aktivierte Gleitsystem. Die bevorzugten Gleitsysteme sind kristallographisch betrachtet die dichtest gepackten Ebenen in Kombination mit den dichtest gepackten Richtungen. Im Fall von einem kubisch-flächenzentriertem (kfz) Kristallsystem ist dies die $\{111\}$ -Gleitebene und die $\langle 110 \rangle$ -Gleitrichtung [15]. Das primär aktivierte Gleitsystem wird erst durch andere ergänzt, wenn die Schubspannung nicht mehr ausschließlich durch dieses aufgenommen werden kann. Es erfolgt der Übergang von Einfachgleitung in Mehrfachgleitung.

Im Fall von Polykristallen muss wegen des Kornverbunds eine kompatible Verformung erfolgen [14, 16-18]. Dies bedeutet, dass ein günstig orientiertes Korn aufgrund seiner weniger günstig orientierten Nachbarkörner zunächst nur sehr begrenzt verformt werden kann. Es kommt zum Aufbau innerer elastischer Spannungen, welche zusätzlich zur äußeren Spannung auf die Nachbarkörner einwirken, bis auch in diesen der kritische Schubspannungswert überschritten ist. Aus diesem Grund neigen Polykristalle eher zur Mehrfachgleitung als es bei Einkristallen der Fall ist, wobei der erhöhte Spannungszustand auch nur in Teilbereichen des Kornes auftreten kann. Da die makroskopische Streckgrenze erst erreicht ist, sobald alle Körner des Gefüges plastisch verformen, und somit mikroskopisch gesehen in einzelnen Körnern schon vorher plastische Verformungen auftreten, kann es auch zu einem Versagen aufgrund von Materialermüdung bei einer Beanspruchung unterhalb der Streckgrenze kommen [12, 19].

Durch die zyklische äußere Last gleiten die Versetzungen vor- und zurück. Da der Hinweg die Mikrostruktur bereits ändert, erfolgt der Rückweg meist abgewandelt [20]. Diese irreversiblen mikrostrukturellen Vorgänge akkumulieren und führen letztendlich zum Versagen. Mithilfe der Bruchzyklenzahl, also die Anzahl der Lastspiele bis zum Versagen bei einer bestimmten Belastungsamplitude, können die durchgeführten Versuche in Gruppen eingeteilt werden [10, 11]. Der niederzyklische Ermüdungsbereich (low-cycle fatigue; LCF) steht für eine hohe Belastungsamplitude, bei der unterhalb einer Zyklenzahl von $5 \cdot 10^4$ das Versagen auftritt. Im hochzyklischen Ermüdungsbereich (high-cycle fatigue; HCF) befindet sich die Bruchzyklenzahl zwischen $5 \cdot 10^4$ und $2 \cdot 10^6$. Den sehr hochzyklischen Ermüdungsbereich (very high-cycle fatigue; VHCF) erreichen Proben erst oberhalb einer Bruchzyklenzahl von $2 \cdot 10^6$.

Bei den Gleitvorgängen werden zeitgleich neue Versetzungen in der primären Gleitebene gebildet, wie zum Beispiel durch Mechanismen wie die Versetzungsgenerierung durch Frank-Read-Quellen [11, 13, 21, 22]. Da Versetzungen eine Verzerrung des Kristallgitters hervorrufen, ist im Volumen um sie herum elastische Energie gespeichert. Diese Linienenergie T pro Längeneinheit der Versetzung kann mithilfe vom Schubmodul G und dem Burgersvektor \mathbf{b} abgeschätzt werden (siehe Gleichung 1) [11].

$$T = \frac{G\mathbf{b}^2}{2} \quad (1)$$

Die erzeugten elastischen Spannungsfelder sind in Abbildung 2 dargestellt [11]. Diese Druck- und Zugspannungen können eine anziehende Wirkung verursachen und zu einer Annihilation der Versetzungen führen, wenn zwei antiparallele Stufenversetzungen (d.h. $\mathbf{b}_1 = -\mathbf{b}_2$) auf derselben Gleitebene aufeinandertreffen [23]. Genauso erschweren Versetzungen den Gleitvorgang von anderen Versetzungen in derselben Gleitebene, wenn sie sich an Hindernissen im Kristallgitter wie Fremdatomen und Korngrenzen aufstauen [14]. Voraussetzung dafür ist, dass $\mathbf{b}_1 = \mathbf{b}_2$ gilt und die in Abbildung 2 dargestellten Spannungsfelder (I, IV, V oder VIII) zweier Stufenversetzungen aufeinandertreffen, wodurch sich die gespeicherte elastische Energie und die Verzerrung des Gitters steigern. Dies kann durch ein einfaches Gedankenexperiment bestätigt werden: Durch ihre räumliche Nähe lassen sich die

Burgersvektoren der beiden Versetzungen zu $2\mathbf{b}$ vereinen, womit die gespeicherte Linienenergie auf $T = G(2\mathbf{b})^2/2 = 2G\mathbf{b}^2$ erhöht wird [11]. Die derart aneinander aufgestauten Versetzungen behindern nun wiederum das Gleiten anderer Versetzungen. Daraus kann eine Verfestigung des gesamten Werkstoffs resultieren, wobei diese im Fall einer zyklischen Belastung als Wechselverfestigung bezeichnet wird [24]. Vor allem im Fall von Mehrfachgleitung sind die Gleitwege stark reduziert und es werden schnell innere Spannungen aufgebaut [24].

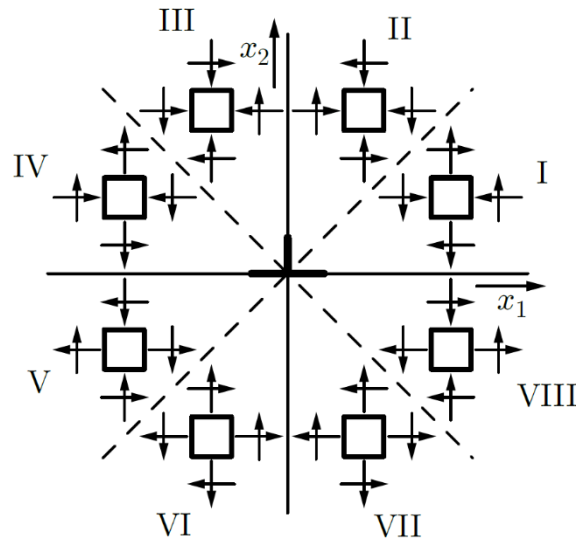


Abbildung 2: Qualitative Spannungsverteilung der Volumenelemente um eine Stufenversetzung [11].

Der Aufbau an inneren Spannungen aufgrund der zunehmenden Versetzungsdichte mit steigender Zyklenzahl hat zur Folge, dass die Versetzungen beginnen, sich in Anordnungen zu strukturieren, um einen geringeren energetischen Zustand einzunehmen [18]. So kann das Spannungsfeld zum Beispiel reduziert werden, indem sich zwei antiparallele Versetzungen mit $\mathbf{b}_1 = -\mathbf{b}_2$ in einer stabilen 45° -Position im sogenannten Dipol zueinander anordnen [11, 13]. Die Abhängigkeit der elastischen Energie pro Längeneinheit T_{Dipol} von der Höhe h_D eines Dipols ist in Gleichung 2 gezeigt, wobei ν die Poissonzahl ist [25].

$$T_{\text{Dipol}} = \frac{G\mathbf{b}^2}{2\pi(1-\nu)} \ln\left(\frac{h_D}{\mathbf{b}}\right) \quad (2)$$

Daraus lässt sich ableiten, dass, solange $h_D < 10\mathbf{b}$ ist, die elastische Energie eines Dipols geringer ist, als wenn zwei Versetzungen unabhängig in nächster Nähe voneinander vorliegen. Insbesondere die Reichweite des Spannungsfeldes ist drastisch reduziert, da dieses nicht nur reziprok zur Entfernung entsprechend $1/r$ von einer Versetzung abnimmt, sondern quadratisch gemäß $1/r^2$ [25].

Eine hohe akkumulierte plastische Dehnung durch eine zyklische Verformung ermöglicht es den Versetzungen, auch größere Anordnungen auszubilden. Diese unterscheiden sich nach Gleitverhalten des Materials und der Belastungsamplitude und können je nach Anordnung und Vorgeschichte zu einer Wechselverfestigung oder einem Sättigungszustand führen [17, 26, 27]. In Abbildung 3 sind die möglichen Versetzungsanordnungen in einkristallinen kfz Metallen schematisch dargestellt.

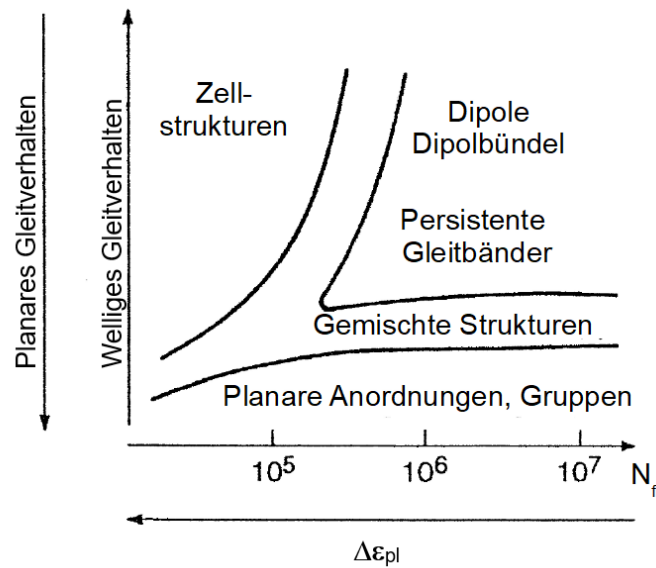


Abbildung 3: In einkristallinen kfz Metallen gebildete Versetzungsanordnungen als schematische Darstellungen in Abhängigkeit von der Bruchzyklenzahl und dem Gleitverhalten [17, 26].

Die beiden Extremfälle des Gleitverhaltens sind wellige und planare Gleitung, welche durch die Fähigkeit der Versetzungen zum Quergleiten differenziert werden (siehe Abbildung 4). Werkstoffeigenschaften, die diese Fähigkeit beeinflussen, sind zum Beispiel die Stapelfehlerenergie (SFE), die Nahordnung (siehe Abbildung 4), die Reibungsspannung oder der Atomgrößenunterschied in einem Mischkristall [17, 27-29]. Nur wenn die Versetzungen leicht Quergleiten können, ist eine dreidimensionale Anordnung, wie im Fall des welligen Gleitverhaltens, möglich. Die konkreten Anordnungen und die Einflüsse der Eigenschaften werden in den folgenden Kapiteln beschrieben.

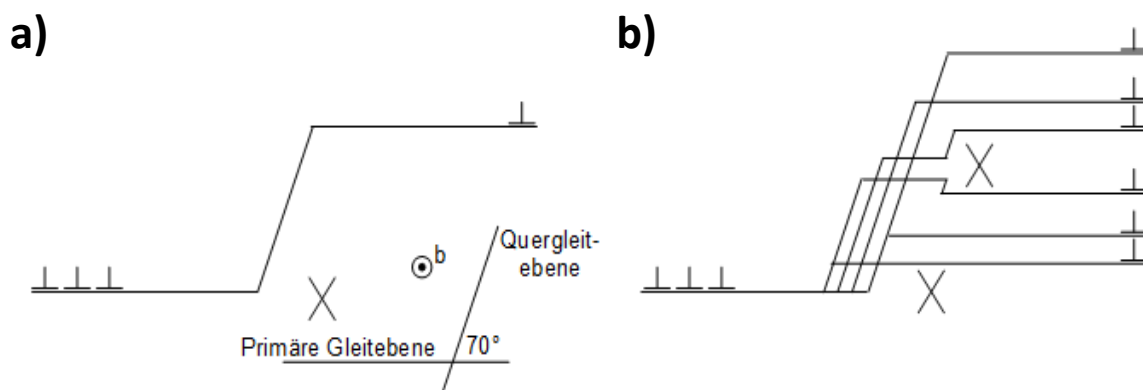


Abbildung 4: Skizze des Prinzips a) der planaren Gleitung und b) der welligen Gleitung beim Umgehen eines Hindernisses X [30].

An dieser Stelle soll kurz erläutert werden, warum die SFE die Fähigkeit zum Quergleiten beeinflusst. Generell ist es nur den Schraubenversetzungsanteilen durch das sogenannte Quergleiten oder Klettern möglich, ihre Gleitebene zu verlassen [14]. Des Weiteren sind nur vollständige Versetzungen in der Lage, quergleiten. Bei einer geringen SFE teilen sich Versetzungen aus energetischen Gründen häufig in Partialversetzungen auf. Ein Beispiel für diese Aufspaltung sind die Shockley-Versetzungen im kfz-

Gitter, in denen \mathbf{b} der vollständigen Versetzung, beschrieben durch die Gitterkonstante a , in zwei Partialversetzungen gespalten wird (siehe Gleichung 3; siehe Abbildung 5a) [14].

$$\mathbf{b} = \frac{a}{2}[1\bar{1}0] = \frac{a}{6}[2\bar{1}\bar{1}] + \frac{a}{6}[1\bar{2}1] \quad (3)$$

Bewegt sich nun die erste Partialversetzung, erzeugt diese einen Stapelfehler (SF), der, sobald die zweite Partialversetzung folgt, wieder aufgehoben wird. Solange der SF aufgespannt ist, ist das Gitter an dieser Stelle verschoben (siehe Abbildung 5b).

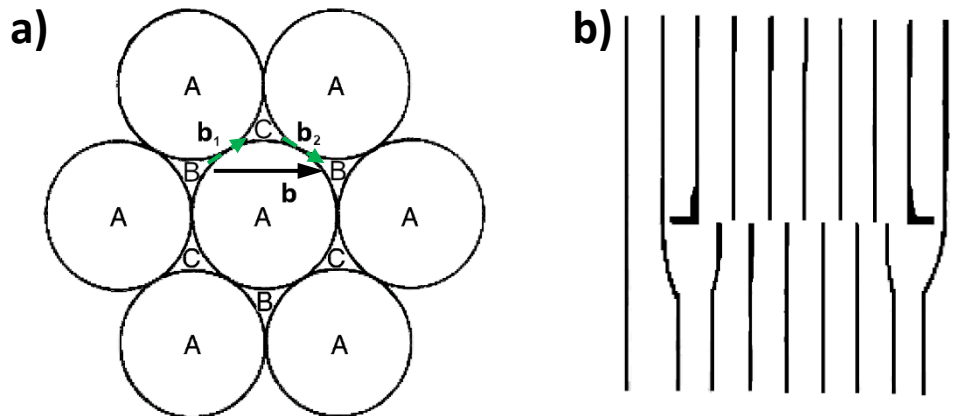


Abbildung 5: Darstellungen von Partialversetzungen a) als Aufspaltung des Burgersvektors \mathbf{b} in \mathbf{b}_1 und \mathbf{b}_2 und b) als eingeschobene Halbebenen, die einen SF aufspannen [14].

Damit die Versetzung nun ihre Gleitebene verlassen und zum Beispiel ein Hindernis überwinden kann, müssen sich die aufgespalteten Partialversetzungen wieder einschnüren. Anschließend ist eine Wiederaufspaltung möglich und die Partialversetzungen können auf einer alternativen Gleitebene weitergleiten. Der Abstand x der Partialversetzungen zueinander, die Länge der Partialversetzungen L_P und die SFE pro Flächeneinheit γ_{SF} bestimmen die notwendige Energie SFE zum Aufspalten (siehe Gleichung 4) [14].

$$SFE = \gamma_{SF} \cdot L_P \cdot x \quad (4)$$

Somit ist bei einer geringen SFE pro Flächeneinheit der Abstand der Partialversetzungen weiter, wodurch das Zusammenführen der Partialversetzungen zu einer vollständigen Versetzung (lokale Einschnürung der beiden Partialversetzungslinien zu einer Linie) als Voraussetzung für einen Quergleitprozess erschwert ist. Eine hohe SFE dagegen begünstigt die Quergleitung, da insgesamt seltener Partialversetzungen auftreten und sich diese weniger stark aufspalten [13].

2.1.2. Welliges Gleitverhalten

In diesem Kapitel werden die Versetzungsanordnungen, die sich in einem metallischen Werkstoff mit einem welligen Gleitverhalten ausbilden, im Detail erläutert. Da der Kupfereinkristall ein sehr gut untersuchtes kfz-Metall mit welligem Gleitverhalten ist, werden die verschiedenen Anordnungen anhand von diesem Beispiel beschrieben. Dafür ist die zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurve in

Abbildung 6, in welcher die gesättigte Schubspannungsamplitude τ_s gegen die aufgebrachte plastische Scheramplitude γ_{ap} aufgetragen ist, in drei Bereiche A, B und C eingeteilt.

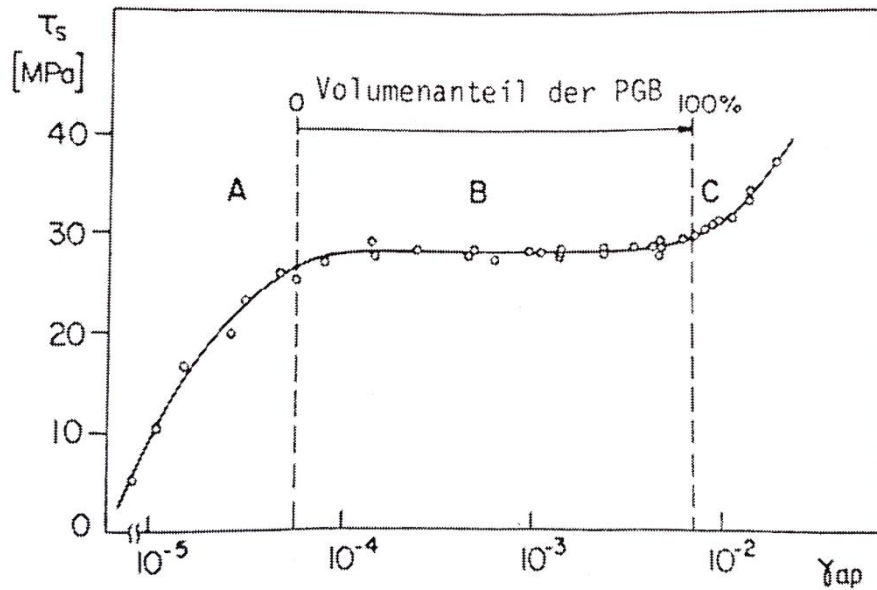


Abbildung 6: Die Schubspannungsamplitude τ_s aufgetragen über der plastischen Scheramplitude γ_{ap} , die auf einen Kupfereinkristall wirkt [31].

In Bereich A wird das Material mit einer kleinen, zyklischen Scheramplitude belastet, wodurch es langsam ermüdet und die Bruchzyklenzahl hoch ist. Außerdem benötigt es mehr Zeit, bis ein Sättigungszustand erreicht ist, da nur das primäre Gleitsystem aktiviert ist und somit Einfachgleitung stattfindet. Die Versetzungen liegen hauptsächlich als Stufenversetzungen vor, was eine Zusammenlagerung zu Dipolen begünstigt, welche sich dann zu länglichen Bündelstrukturen akkumulieren. Die zylinderförmigen Strukturen bilden sich senkrecht zum Burgersvektor aus. Im Sättigungszustand stellt sich ein Gleichgewicht zwischen den Versetzungsbündeln mit zumeist Stufenversetzungscharakter und der versetzungsarmen Umgebung ein [17, 26].

Sobald die Kurve in ein Plateau übergeht, beginnt Bereich B. Die Bündelstrukturen nehmen bis zu 50 Vol.-% des Kristalls ein und gehen in eine Aderstruktur über, wie sie in Abbildung 7a) schematisch abgebildet ist. Die plastische Dehnung erfolgt stark lokalisiert entlang der persistenten Gleitbänder (persistent slip band, PSB), die in eine Matrix aus Bündel- und Aderstrukturen eingebettet sind. Die Versetzungswände, welche die Sprossen der typischen Leiterstruktur bilden, bestehen aus primären Stufenversetzungsdipolen/-multipolen, wohingegen die Kanäle dazwischen eine geringe Versetzungsdichte aufweisen (siehe Abbildung 7b) [26, 32, 33]. Die Verformung dieser heterogen aufgebauten Struktur erfolgt sowohl in den Wänden als auch in den weicheren Kanälen, indem die Stufenversetzungen aus einer Wand bis hin zu der Nächsten auswölben, wodurch Schraubensegmente die Kanäle durchlaufen und den Stufenversetzungsteil verlängern [17, 26]. Sowohl die Schraubensegmente als auch Teile der Stufenversetzungen können dabei annihilieren, weswegen es sich um einen hoch dynamischen Prozess handelt, bei dem die Versetzungsdichte weitestgehend konstant bleibt [33]. In Abbildung 7c ist ein TEM-Bild eines PSBs in seiner umgebenden Matrix abgebildet. Bei

genauer Betrachtung lassen sich die einfassenden sekundären Versetzungen in der Grenzfläche zwischen der Matrix und den PSBs erkennen [32, 34].

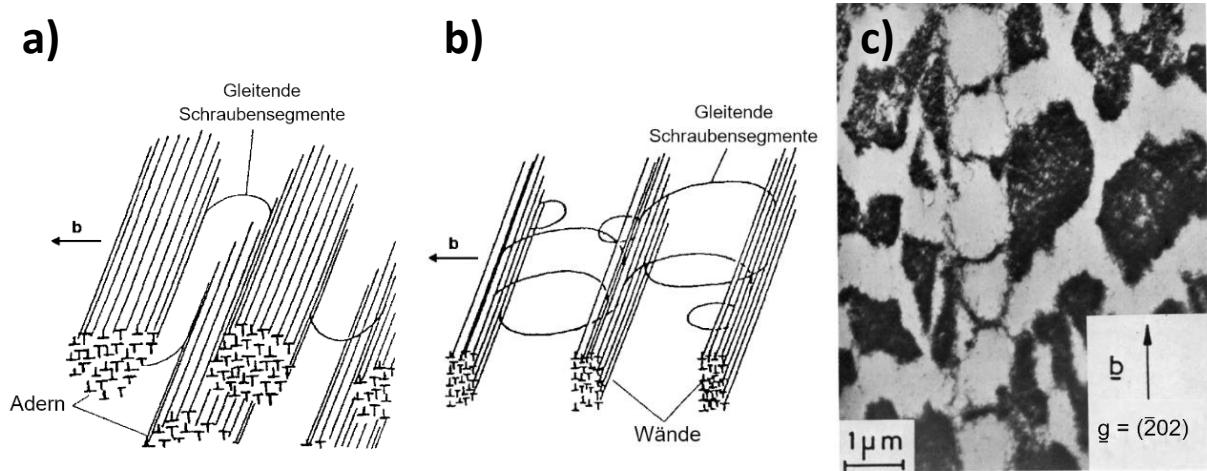


Abbildung 7: Schematischer Aufbau der a) Aderstruktur und b) PSBs [26]; c) TEM-Abbildung eines PSBs [32].

Der Krümmungsradius der auswölbenden Versetzungen r_{lok} mit T und \mathbf{b} ist ein Maß für die vorliegende lokale Schubspannung τ_{lok} an dieser Position innerhalb des Kanals, wie es in Gleichung 5 angegeben ist [17, 35].

$$\tau_{\text{lok}} = \frac{T}{\mathbf{b}r_{\text{lok}}} \quad (5)$$

Da r_{lok} an den Versetzungswänden niedriger als mittig im Kanal ist, ergibt sich ein parabelförmiger Spannungsverlauf, dessen Minimum in der Mitte des Kanals liegt. Dieser wird überlagert von zusätzlichen weitreichenden inneren Spannungen, welche aufgrund zurückbleibender Mikrospannungen $\Delta\tau_K$ und $\Delta\tau_w$ entstehen, die sich durch die heterogene Versetzungsanordnung in den versetzungsarmen und -dichten Bereichen ausbilden. Die Mikroschubspannungen treten wegen der notwendigen kompatiblen Verformung der Volumenanteile der Kanäle f_K und der Wände f_w trotz deren unterschiedlicher Festigkeiten auf, weswegen die in Mughrabi [35] hergeleitete Gleichung 6 für einen extern schubspannungsfreien Zustand $\tau_e = 0$ erfüllt sein muss:

$$f_K\Delta\tau_K + f_w\Delta\tau_w = 0 \quad (6)$$

Wie aus der Analyse von Röntgenbeugungsprofilen ermittelt, werden in diese Gleichgewichtsbedingung positive Werte für $\Delta\tau_w$ und negative für $\Delta\tau_K$ eingesetzt, wodurch τ_e in den Wänden verstärkt und in den Kanälen reduziert wird, was eine zeitgleiche Verformung der Bereiche ermöglicht [35, 36].

Nicht nur die PSBs sind heterogen angeordnet, sondern auch die generelle Anordnung aus PSBs und der umgebenden Matrix ist heterogen. Dadurch wird die konstante Schubspannung im Plateau erreicht, da sich die PSBs stärker plastisch verformen als die umgebende Matrix und zusätzlich der Volumenanteil an PSBs f_{PSB} von 0% bis 100% im Einkristall mit zunehmender plastischer Scheramplitude ansteigt. Unter der Annahme, dass die lokalen plastischen Scheramplituden in den PSBs $\gamma_{\text{ap,PSB}}$ und der Matrix

$\gamma_{ap,M}$ konstant sind, kann γ_{ap} im Bereich des Plateaus mithilfe von Gleichung 7 ausgedrückt werden [17, 26, 32].

$$\gamma_{ap} = f_{PSB}\gamma_{ap,PSB} + (1 - f_{PSB})\gamma_{ap,M} \quad (7)$$

Sobald die PSBs zunehmend eine Verfestigung erfahren, entstehen mehr PSBs, wobei diese immer stärker von den sekundären Versetzungen eingefasst werden. Zudem spalten sich die primären Versetzungswände zunehmend zur Einfassung hin auf, und erste Zellstrukturen werden aus den PSBs gebildet (siehe Abbildung 8a) [32]. Dieser Vorgang wird begünstigt durch die höheren Scheramplituden in Bereich C, in dem auch niedrigere Bruchzyklenzahlen vorliegen. Die Zellbildung bedeutet gleichzeitig, dass sowohl mehrere Gleitsysteme aktiviert sind und somit Mehrfachgleitung im Einkristall auftritt, als auch dass die plastische Verformung nicht mehr lokalisiert ist [26, 37]. Mit steigender plastischer Scheramplitude bleibt die Zellstruktur erhalten, es kann jedoch beobachtet werden, dass die Zellwände eine zunehmend kondensierte Form annehmen und sich der Durchmesser der Zellen verringert [10, 34, 38].

Eine sehr detaillierte Ausarbeitung des dreidimensionalen Aufbaus der Zellstrukturen lässt sich in Jackson [39] nachlesen. An dieser Stelle wird lediglich der zweidimensionale Aufbau und das Versetzungsgleiten anhand der Skizze eines Zellenquerschnitts in Abbildung 8b dargestellt. Auch im Fall der Zellstrukturen handelt es sich um eine heterogene Versetzungsanordnung mit versetzungsarmen und -dichten Bereichen, die unterschiedliche Festigkeiten aufweisen. Wird eine externe Schubspannung angelegt, so verformt sich zunächst das versetzungsarme Zellinnere. Der Einfachheit halber wird eine symmetrische Gleitung in zwei Systemen mit den Burgersvektoren \mathbf{b}_1 , \mathbf{b}_2 angenommen. Diese Versetzungen lagern sich aufgrund der Hinderniswirkung der Zellwände in der Grenzfläche Zellwand/-inneres an. Der resultierende Burgersvektor \mathbf{b}_{res} dieser Grenzflächenversetzungen wird aus $\mathbf{b}_{res} = \mathbf{b}_1 - \mathbf{b}_2$ bestimmt. Durch die Grenzflächenversetzungen wird in den Zellwänden eine Zugspannung ($\Delta\tau_w > 0$) erzeugt, wohingegen im Zellinneren eine Druckspannung ($\Delta\tau_k < 0$) aufgebaut wird. Dies ermöglicht eine kompatible Verformung des Komponentenverbundes, wie es auch im Fall der PSBs beobachtet werden kann. Gleichmaßen wird so zugelassen, dass die Wände von Versetzungen durchlaufen werden können [17, 36, 40]. Aufgrund der notwendigen Anwesenheit dieser Grenzflächenversetzungen werden diese auch geometrisch notwendige Versetzungen (geometrically necessary dislocation, GND) genannt [21, 37, 41]. Die Versetzungen innerhalb der Versetzungswände, welche als Dipole und Multipole vorliegen, haben keinen geometrischen Einfluss und können als statistisch gespeicherte Versetzungen (statistically stored dislocation, SSDs) bezeichnet werden [42].

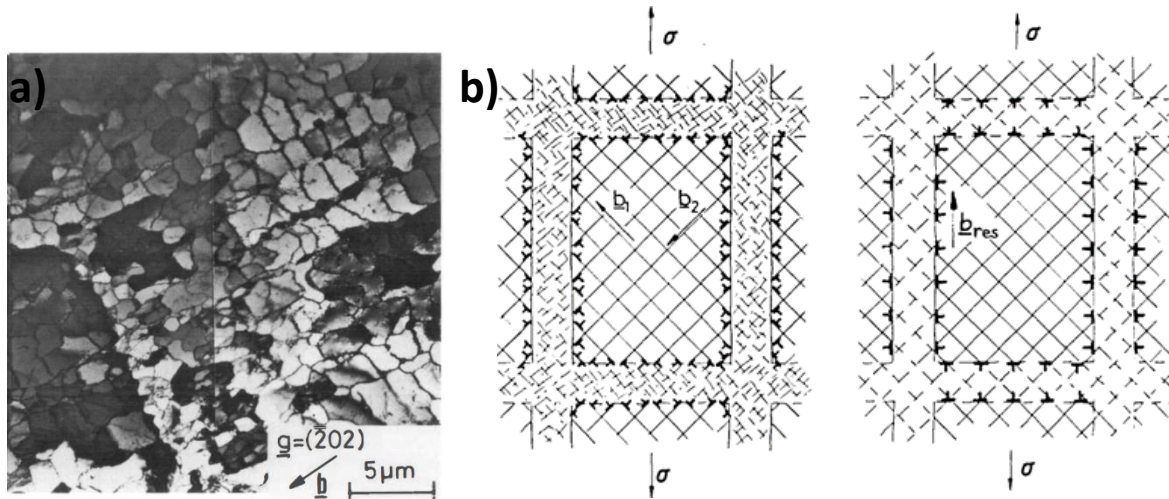


Abbildung 8: a) TEM-Aufnahme einer Zellstruktur in einkristallinem Kupfer [43]; b) Schematische Abbildung der Zellstruktur mit den aktivierten Versetzungen mit b_1 und b_2 sowie den daraus resultierenden Versetzungen mit b_{res} [36].

Da es sich sowohl bei den PSBs als auch bei den Zellstrukturen um heterogene Versetzungsanordnungen handelt, kann die elastische Energie im Werkstoff auf dieselbe Art berechnet werden. Die aus $\Delta\tau_K$ und $\Delta\tau_w$ entstehende weitreichende innere Spannung resultiert in einer wahren gespeicherten elastischen Energie E_{el} und ist im Werkstoff vorhanden, wenn keine äußere Spannung angelegt ist. Mithilfe von Gleichung 8, dem Elastizitätsmodul E_Y , M , f_K und f_w kann sie berechnet werden [36].

$$E_{el} = \frac{M^2}{2E_Y} (f_w \Delta\tau_w^2 + f_K \Delta\tau_K^2) \quad (8)$$

Ein weiterer Teil der gesamten elastischen Energie im Werkstoff ist die elastische Energie E_{het} , die durch die Versetzungen selbst erzeugt wird, und die sich ähnlich zu T_{Dipol} bestimmen lässt (siehe Gleichung 9) [34, 36]. Dies ist vor allem der Tatsache geschuldet, dass die Wände zumeist aus Dipolen und Multipolen bestehen. Wichtige Parameter, die nun zur Ermittlung der Energie ergänzt werden müssen, sind die Versetzungsdichten ρ_K und ρ_w .

$$E_{het} = \frac{Gb^2}{4\pi(1-\nu)} \left(f_w \rho_w \ln \left(\frac{\rho_w^{-1/2}}{b} \right) + f_K \rho_K \ln \left(\frac{\rho_K^{-1/2}}{b} \right) \right) \quad (9)$$

Im Vergleich zu einer homogenen Versetzungsanordnung mit $\rho = \rho_w + \rho_K$ wird eine geringere Verzerrungsenergie E_{het} mit der heterogenen Anordnung erzielt. Zwar ist lokal in den Wänden $\rho_w > \rho$, die Energie ist aber dennoch wegen des geringeren Volumenanteils im Vergleich zum versetzungsarmen Bereich reduziert, solange $0 < f_w < 0,5$ gilt. Außerdem nimmt mit zunehmender Heterogenisierung, also sinkendem f_w , E_{het} weiter ab (siehe Abbildung 9). E_{el} verhält sich gegenteilig und steigt mit f_w an. Dennoch sind auch diese Werte durchgängig unterhalb der Energie, die im Werkstoff bei einer homogenen Verteilung der Versetzungen gespeichert wäre. Aus einer additiven Überlagerung der beiden Energien resultiert eine Kurve wie sie in Abbildung 9 dargestellt ist [24, 36]. Trotz der zunächst ansteigenden gespeicherten Energie mit abnehmendem Volumenanteil der Versetzungswände, werden

die heterogenen Strukturen favorisiert, da sie zu einer Reduktion der totalen Energie führen, sobald Spannung von außen auf den Werkstoff wirkt. Da diese Kurve nebensächlich für die folgende Arbeit ist, wird sie an dieser Stelle nicht abgebildet. Die entsprechende Darstellung sowie eine detailliertere Ausarbeitung der Berechnungen kann in Mughrabi [36] nachgelesen werden.

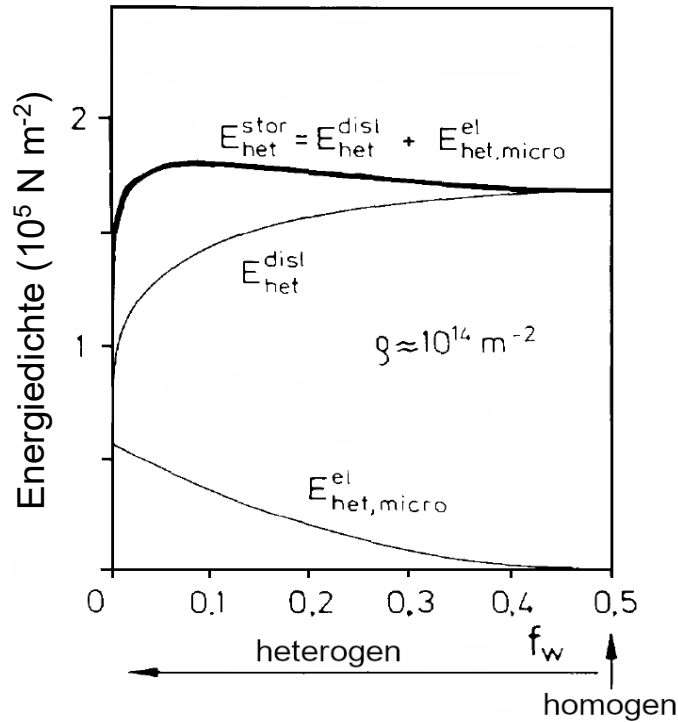


Abbildung 9: Energiedichte in Abhängigkeit von dem Volumenanteil der Versetzungswände. Hier ist $E^{disl} = E_{het}$ und $E^{el} = E_{el}$ und E^{stor} entspricht der durch die heterogenen Versetzungsstrukturen insgesamt gespeicherten elastischen Energie [36].

Wie zuvor beschrieben, sind die GNDs die Verursacher einer Zugspannung $\Delta\tau_w$ in den Wänden und einer Druckspannung $\Delta\tau_K$ im Zellinneren/Kanälen und als solche auch verantwortlich für die weitreichenden inneren Spannungen. Eine weitere mögliche Folge der GNDs, nämlich Missorientierungen, wurde bisher vernachlässigt, weswegen nun näher darauf eingegangen werden soll [36, 38]. Missorientierungen treten auf, sobald sich zusätzliche, überschüssige Versetzungen mit demselben Vorzeichen an einer Grenzfläche ansammeln [44, 45]. Dies kann nicht mithilfe der idealisierten symmetrischen Mehrfachgleitung beschrieben werden, da nur bei einer Abweichung davon die Anhäufung auftritt [21]. Vor allem für Polykristalle ist dies von Bedeutung und soll, wegen der Relevanz für die folgenden Kapitel, schon an dieser Stelle erläutert werden. Im Weiteren wird zwischen zwei Arten der Versetzungswände unterschieden: zufällige Versetzungswände (incidental dislocation boundaries; IDBs) und geometrisch notwendige Versetzungswände (geometrically necessary boundaries; GNBs) [42, 45-47]. Denn im Fall einer ungleichmäßigen Verformung, zum Beispiel durch Unterschiede in der Gleitung oder in der Belastung, sind kippende Versetzungswände, also GNBs, notwendig, um die Kontinuität des Gitters aufrecht zu erhalten (siehe Abbildung 10) [21, 42, 45]. Im

Gegensatz dazu entstehen IDBs sowohl bei einer gleichförmigen als auch einer ungleichmäßigen Verformung durch das zufällige gegenseitige Einfangen der Versetzungen [42, 47].

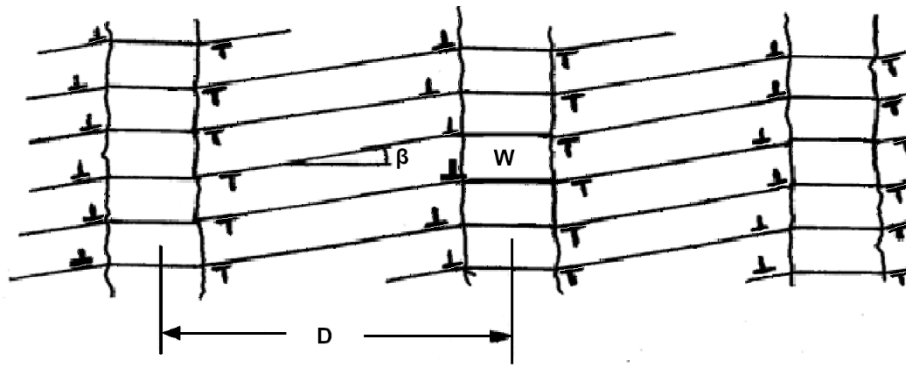


Abbildung 10: Prinzip der Verkipfung der versetzungsarmen Bereiche zueinander durch die an den Grenzflächen Inneres/Wand befindlichen GNDs. β steht für den Missorientierungswinkel, W für die Wanddicke und D für den Wandabstand [21].

Nicht nur bei Zellstrukturen, sondern auch bei PSBs sind GNDs in der Grenzfläche Wand/Kanal anwesend und die Begründung für die auftretenden Spannungen [21, 37]. Durch eine Berechnung der GND Dichte [21] kann gezeigt werden, dass diese nur 1% der gesamten Versetzungsdichte bei PSBs und ca. 2% bei Zellstrukturen beträgt, wobei dieses Verhältnis bei den Zellstrukturen unabhängig von der aufgetragenen Scherspannung zu sein scheint. Die Wahrscheinlichkeit jedoch, dass in PSBs GNBs auftreten, ist gering, da die umgebende Matrix aus Bündel- und Aderstrukturen die Verkipfung unterdrückt [21, 34]. In Zellstrukturen dagegen entstehen lokale Verkipfungen durch Versetzungswände, wobei durch eine alternierende Reihenfolge eine makroskopische Verformung ausgeglichen werden kann [41, 42]. Die Verkipfungen werden aber nicht notwendigerweise durch GNBs erzeugt, denn auch IDBs verursachen geringfügige Orientierungsänderungen. Eine eindeutige Definition zur Unterscheidung der Versetzungswände, ohne dass eine makroskopische plastische Verformung vorliegt, ist daher nicht gegeben. Auch eine optische Unterscheidung zwischen den Zellwänden ist kaum möglich, allerdings sind GNBs meist stärker kondensiert als IDBs [44].

In Zellstrukturen jedoch steigt der Missorientierungswinkel β und die Wahrscheinlichkeit von GNBs mit zunehmender Scheramplitude wegen der anwachsenden Abweichung von der symmetrischen Gleitung an [36]. Der Winkel kann mit Gleichung 10 berechnet werden, indem vorher die Anzahl der Überschussversetzungen $\Delta\rho = \rho_+ - \rho_-$ und der gemittelte Abstand zwischen den Versetzungswänden D bestimmt werden [44].

$$\beta = bD\Delta\rho \quad (10)$$

Häufig bilden sich sogenannte Zellblöcke aus, die durch GNBs umfasst werden, in denen mehrere Zellen, gebildet aus IDBs, mit derselben Orientierung oder nur geringen Abweichungen zueinander vorliegen. Die Zellblöcke dagegen sind verkippt zueinander [44, 46, 47].

Die zyklische Verformung von Metallen mit welligem Versetzungsgleichcharakter mit einer konstanten plastischen Dehnungsamplitude verursacht somit eindeutig zuordenbare Versetzungsanordnungen, die sich aus energetischen Gründen bevorzugt bilden. Zuletzt sei in diesem Kapitel noch das weitere typische Merkmal dieses Gleichcharaktertyps, der Sättigungszustand, kurz beschrieben. In diesem Zustand sind sowohl die Versetzungsanordnungen als auch die Spannungsamplitude mit steigender Zyklenzahl beständig [17, 26, 32]. Es handelt sich um einen hochdynamischen Vorgang, bei dem die Versetzungsdichte aufgrund von ständigen Annihilations- und Bildungsprozessen konstant bleibt [17, 36]. Nach Mughrabi [48] ist dieser Sättigungszustand jedoch zunächst nur im mechanischen Sinn vorhanden, und es kommt weiterhin, entgegengesetzt der zuvor genannten Annahme, zu einer weiteren geringfügigen Zunahme der Versetzungsdichte. Erst nach fünf- bis zehnmal so vielen Zyklen wie zum Erreichen des mechanischen Sättigungszustands ist dieser Vorgang abgeschlossen, und auch ein mikrostruktureller Sättigungszustand tritt ein. Die Folgen aus dem kontinuierlichen Wachstum der Versetzungsdichte sind:

- a) eine Abnahme der Zellgröße d_{Zelle}
- b) eine Zunahme der GNDs
- c) eine erhöhte Missorientierung zwischen den Zellen

2.1.3. Planares Gleitverhalten

An dieser Stelle soll nun auf den zweiten Extremfall des möglichen Gleitverhaltens von Versetzungen in metallischen Werkstoffen, das planare Versetzungsgleitverhalten, eingegangen werden. Beim planaren Gleitverhalten werden keine dreidimensionalen Anordnungen ausgebildet, da den Versetzungen erleichternde Umstände, um quergleiten zu können, fehlen und sie somit größtenteils an Gleitebenen gebunden sind [27, 49]. Dadurch entstehen Anordnungen, in denen Segmente von Stufenversetzungen in derselben Gleitebene parallel zueinander verlaufen, wobei sich die Versetzungen in einem Dipol ausrichten [17]. Ergänzend zu den elastischen Spannungen aufgrund der Dipole resultieren im Werkstoff auch Spannungen aus der primären Versetzungsdichte ρ_p , wie es in Gleichung 11 angegeben ist [50].

$$T_{\text{Primär}} = \frac{Gb\rho_p^{1/2}}{2\pi(1-\nu)} \quad (11)$$

Außer Dipolen sind bei steigenden Beanspruchungen auch vermehrt Multipole zu finden [28]. Die durch einen Multipol verursachten inneren Spannungen werden mithilfe von Gleichung 12 und dem mittleren Abstand der primären aktiven Gleitebenen d_a berechnet [50].

$$T_{\text{Multipol}} = \frac{Gb}{8\pi(1-\nu)d_a} \quad (12)$$

Generell ändern sich diese Art der Anordnungen mit steigender Beanspruchung nicht, außer einer Zunahme der Versetzungen innerhalb der Gleitebenen und einem verringerten Abstand zwischen den aktivierten Gleitebenen, die als persistentes Lüdersband (PLBs) bezeichnet werden (siehe Abbildung 11) [38]. Außerdem nimmt die Zahl der Versetzungsloops und -tangles zu [28]. Zellstrukturen oder PSBs werden nicht ausgebildet, allerdings tritt schon bei geringen Steigerungen der Beanspruchungsamplitude Mehrfachgleitung auf, wodurch sich Bänder schneiden können [10]. Begünstigt wird das durch die schnelle Verfestigung des primären Systems [28].

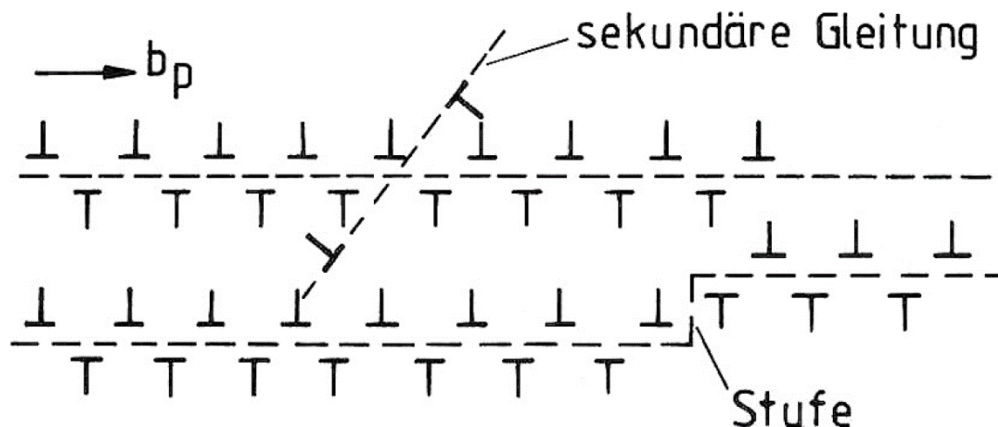


Abbildung 11: Schematische Darstellung der Versetzungsanordnungen in einem PLB [38].

Wie bereits in „2.1.1 Zyklische Verformung in Metallen“ erläutert, erschwert zum Beispiel eine geringe SFE es den Versetzungen querzugleiten und unterstützt dadurch dieses Verhalten. Dementsprechend häufig sind SFs in einem Werkstoff mit planarem Gleitverhalten vorhanden. Weitere Werkstoffeigenschaften, wie die Nahordnung und die Reibungskraft, beeinflussen die Neigung zur Ausbildung von planaren Versetzungsanordnungen, was nun beginnend mit Nahordnungs- beziehungsweise Nahentmischungsvorgängen genauer erläutert wird [27, 51].

Häufig wird planares Versetzungsgleitverhalten bei Legierungen mit einer hohen Konzentration an Fremdatomen nachgewiesen, insbesondere wenn eine teilchengehärtete Legierung mit einer geordneten Phase oder ein Mischkristall mit Nahordnung vorliegt [30]. Im Fall der teilchengehärteten Legierung werden die Versetzungen durch die Hinderniswirkung der Teilchen an diesen aufgestaut. Da durch die beeinträchtigte Fähigkeit zum Quergleiten die Versetzungen die Teilchen nicht umgehen können, muss nun genügend Energie aufgebracht werden, sodass die erste Versetzung das Teilchen schneiden kann. Dies führt zur Bildung einer Antiphasengrenze sowie einer zerstörten Nahordnung [17]. Dadurch tritt eine stark lokalisierte Entfestigung des Werkstoffs ein, was es einer zweiten Versetzung erleichtert, demselben Pfad zu folgen. Geschieht dies wiederholt, findet eine vollständige Abscherung des Teilchens statt, wodurch es aufgelöst wird und keine verfestigende Wirkung mehr aufweist [10, 30].

Ein zusätzlicher Effekt, der die Versetzungen am Quergleiten hindert und ein planares Versetzungsgleitverhalten in mischkristallgehärteten Legierungen unterstützt, ist eine hohe Versetzungsreibungsspannung, die es den Partialversetzungen erschwert, sich zu einer ganzen Versetzung einzuschnüren.

Die Reibspannung wird zum Beispiel durch einen großen Fehlpasungsparameter erhöht, wobei die hohe Differenz der Atomgrößen eine parestatische Verzerrung des Gitters bewirkt. Auch dielastische Wechselwirkungen aufgrund gelöster Fremdatome verursachen einen Anstieg der Reibspannung [17, 29]. Des Weiteren kann auch die SFE durch Mischkristallhärtung herabgesetzt werden, da die Fremdatome sich häufig an den SFs anlagern, was als Suzuki-Effekt bezeichnet wird [52].

Trotz all dieser Erkenntnisse kann kein festes Kriterium genannt werden, ab wann das Gleitverhalten vom welligen in das planare übergeht. Einen Versuch dahingehend hat Wang [28] mit dem „freie Elektronen-zu-Atomen“-Verhältnis (e/a) unternommen, welches für drei kupferbasierte Legierungssysteme gute Ergebnisse erzielt. Mit steigendem Legierungsanteil nimmt die SFE ab, wohingegen e/a ansteigt. Wird die SFE über e/a aufgetragen, so zeigen sich deutlich zwei Bereiche in dieser Auftragung. Die erste Kurve im Bereich geringer e/a -Werte kann dem welligen Gleitcharakter zugeordnet werden, wohingegen die zweite Kurve im Bereich der höheren e/a -Werte dem planaren Gleitcharakter zugeteilt wird. Der Bereich des Übergangs entspricht dem gemischten Gleitverhalten. Somit scheint e/a den Wechsel verlässlich zu beschreiben, ein festes Kriterium bietet es aber auch nicht.

Zuletzt ist es wichtig zu erwähnen, dass im Gegensatz zum welligen Gleitverhalten beim planaren zumeist kein Sättigungszustand der Spannungsamplitude erreicht wird. Dies kann durch das Ausbleiben von PSBs und einem mikrostrukturellen Sättigungszustand begründet werden. Mittels der Durchführung der Ermüdungsversuche im Vakuum kann die Lebensdauer soweit erhöht werden, dass von einem pseudo-Sättigungszustand gesprochen werden kann [17, 28, 32, 53]. Allerdings ist die Auswertung der vielen gemessenen zyklischen Spannungs-Dehnungs-Kurven wegen der Abwesenheit eines richtigen Sättigungsverhaltens und der hohen Varianz zwischen den Kurven eingeschränkt.

2.1.4. Model zur Beschreibung der Mikrostruktur

Im vorangegangenen Kapitel wurde ausführlich die Entstehung von Versetzungsanordnungen aufgrund von zyklischer Beanspruchung behandelt. Die Auswirkungen der Mikrostruktur auf die makroskopischen mechanischen Eigenschaften des Werkstoffs können aber nur rein qualitativ betrachtet werden, da sie aufgrund ihrer Komplexität nicht für ein quantitatives Modell geeignet sind. Um nun das Verformungsverhalten von Werkstoffen mathematisch zu beschreiben, kann das Vielkomponentenmodell von Masing [54] verwendet werden. Das Modell ermöglicht es, dass makroskopische Spannungs-Dehnungs-Verhalten wiederzugeben und es mithilfe der Mikrostruktur zu erläutern. Im Folgenden wird auf das Vielkomponentenmodell als Ursprung der Streckgrenzenverteilungsfunktion (SVF) und die Anwendbarkeit auf Werkstoffe mit verschiedenen Versetzungsgleitverhalten eingegangen. Eine detailliertere Ausarbeitung der Herleitung, der Vor- und Nachteile, sowie der Einschränkungen erfolgt in Christ [17].

Masing beschreibt ein Metall als eine Parallelschaltung von Volumenelementen, welche sich in ihrer Streckgrenze unterscheiden (siehe Abbildung 12a). Zur Vereinfachung sollen die einzelnen Elemente

denselben E-Modul und dieselbe Fläche aufweisen, sowie ideal-elastisch-plastisches Verformungsverhalten vorliegen [54]. Durch die Parallelschaltung erfährt die Gesamtzahl aller Elemente n dieselbe Dehnung $\varepsilon = \varepsilon_1 = \varepsilon_2 = \dots = \varepsilon_n$, wohingegen sich die Gesamtspannung σ aus den Streckgrenzen σ_f der einzelnen Elemente zusammensetzt (siehe Gleichung 13) [55]. Diese Betrachtungsweise ermöglicht eine anschauliche Rekonstruktion einer Hysteresekurve, wie sie in Abbildung 12b vereinfacht für einem Körper bestehend aus nur zwei Volumenelementen dargestellt ist [17].

$$\sigma = \frac{\sigma_{1f} + \sigma_{2f} + \dots + \sigma_{nf}}{n} \quad (13)$$

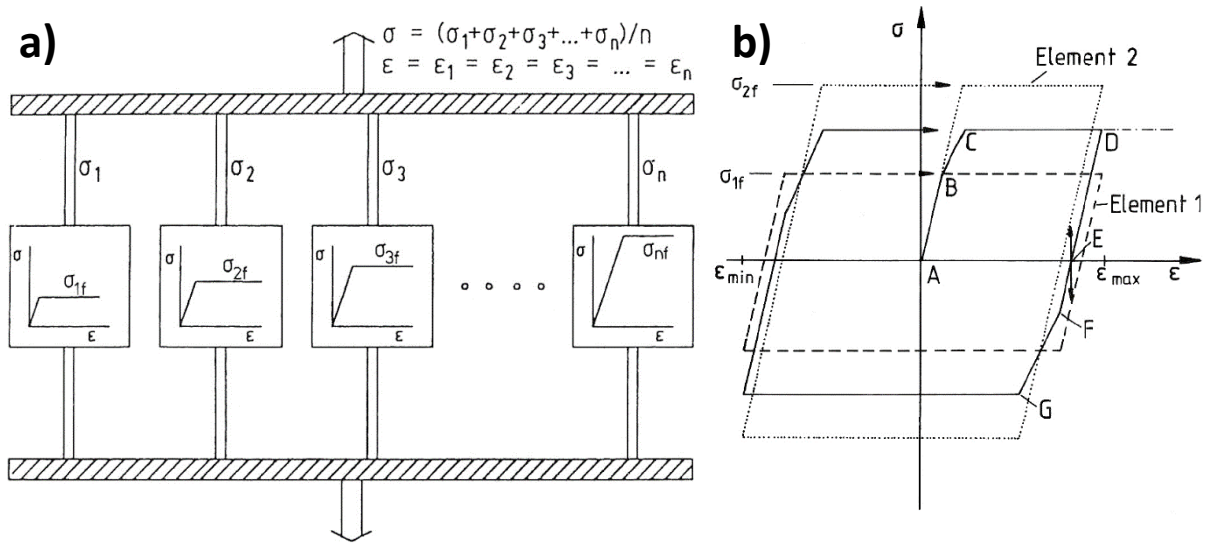


Abbildung 12: a) Parallelschaltung von Volumenelementen mit unterschiedlichen Streckgrenzen nach Masing; b) daraus resultierende Rekonstruktion einer Hysteresekurve bei Betrachtung zweier Volumenelemente [17].

Eine statistische Betrachtung der Elementverteilung mithilfe einer Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion erlaubt die Bestimmung der SVF (Herleitung in Christ [17]). Zunächst muss dafür der Lastumkehrpunkt eines Sättigungshysteresenasts in den Koordinatenursprung verschoben werden, wodurch dieser nun durch die relative Dehnung ε_r und relative Spannung σ_r beschrieben wird. Nach zweifacher Differenzierung ergibt sich Gleichung 14, in welcher die fließenden Volumenanteile in Abhängigkeit von der Streckgrenze dargestellt werden.

$$f_p \left(\frac{\varepsilon_r E_Y}{2} \right) = - \frac{2}{E_Y^2} \frac{d^2 \sigma_r}{d\varepsilon_r^2} \quad (14)$$

Dagegen ermöglicht Gleichung 15 die Betrachtung der fließenden Volumenanteile in Abhängigkeit von der aufgebrauchten Dehnung [5].

$$f_p(\varepsilon_r) = - \frac{1}{E_Y} \frac{d^2 \sigma_r}{d\varepsilon_r^2} \quad (15)$$

Mithilfe beider Darstellungen haben sich Parameter bewährt, die das Verformungsverhalten eines Werkstoffs charakterisieren. Zum einen beschreibt die veränderte Position des Maximums γ , ob eine zyklische Entfestigung oder Verfestigung stattfindet, zum anderen definiert die Halbwertsbreite (full

width at half maximum; FWHM) die Verteilung der Streckgrenzen innerhalb des Metalls und somit die Heterogenität bzw. Homogenität der ausgebildeten Strukturen [5, 36]. Dies wird beispielhaft an einem Kupfereinkristall mit welligem Gleitverhalten demonstriert. In Abbildung 13 ist die Auftragung über der relativen Spannungsamplitude zu sehen, gebildet aus Hysteresekurven bei drei verschiedenen Zyklen. Mit zunehmender Zyklenzahl verschiebt sich das Maximum zu höheren Spannungswerten hin, woraus eine Wechselverfestigung hergeleitet werden kann. Die Verbreiterung der Kurven hingegen resultiert aus einer zunehmend heterogenen Versetzungsanordnung, in der sich Bereiche mit hoher und geringer Versetzungsdichte ausgebildet haben [17, 37]. Dies ist in Übereinstimmung mit den Ergebnissen aus verschiedenen Untersuchungen an Kupfereinkristallen [16, 26, 32, 56], wie bereits in „2.1.2 Welliges Gleitverhalten“ erläutert. Die hohe Differenzierung in weiche und feste Bereiche kann theoretisch zu einer Bifurkation der Kurve führen. In der Realität ist dies nur der Fall, wenn durch eine spezielle Versuchsführung die Versetzungswände möglichst regelmäßig angeordnet sind [57], da ansonsten die Regellosigkeit der Anordnung und die Variation der Wanddicken diesen Effekt aufheben [17].

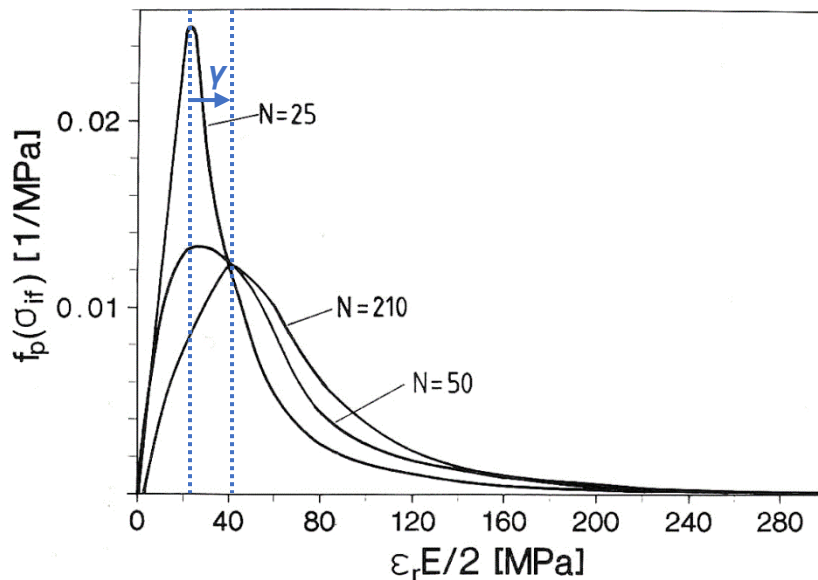


Abbildung 13: Aus Hysteresekurven eines einkristallinen Kupferkristalls ermittelte SVF für drei Zyklenzahlen N [17]. Die Verschiebung des Maximums γ ist in blau dargestellt.

Trotz dieser für welliges Gleitverhalten typischen Heterogenisierung werden die Bereiche mit unterschiedlicher Versetzungsdichte sowohl im Einkristall als auch im Polykristall in gleichem Maße verformt, um die Kompatibilität des Gefüges aufrecht zu erhalten. Demnach entsprechen die dreidimensionalen Versetzungsanordnungen auf ideale Art und Weise einer Parallelschaltung und ermöglichen eine Betrachtung mithilfe des Vielkomponentenmodells [17, 55].

Im Gegensatz dazu werden aufgrund der unterschiedlichen Abscherung der parallelen Versetzungsbänder und der geringen Verformung der dazwischenliegenden Bereiche planare Versetzungsanordnungen als Serienschaltung aufgefasst. Dies in Kombination mit der stark lokalisierten plastischen Dehnung führt häufig zur Aktivierung mehrerer Gleitbänder, um die Kompatibilität des Gefüges in

Polykristallen beizubehalten. Damit wird eine der wichtigsten Voraussetzungen des Vielkomponentenmodells verletzt, da sich die Volumenelemente vor allem durch das Kreuzen der Gleitebenen gegenseitig beeinflussen [17]. Da das Modell somit einer physikalischen Grundlage bei Metallen mit planarem Versetzungsleitverhalten entbehrt, wird im Ergebnisteil auf die Berechnung der SVF von α -Messing verzichtet.

Zusätzlich zu der Forderung der unabhängigen Verformung der Volumenelemente liegt eine physikalische Grundlage nur vor, solange der Werkstoff ideal zyklisches Verformungsverhalten aufweist und somit während einer zyklischen Beanspruchung sämtliche Hindernisse, welche einer plastischen Verformung entgegenwirken, konstant bleiben. Dies bezieht sich in einphasigen Metallen und Legierungen vor allem auf die Versetzungsanordnung, wohingegen in mehrphasigen Werkstoffen auch Ausscheidungen und Phasenübergänge eine Rolle spielen [17]. Eine Methode einen Werkstoff auf ein solches Verhalten hin zu überprüfen, ist das Übereinanderlegen von Sättigungshysteresen aus Ermüdungsversuchen bei einer konstanten Dehnungsamplitude [18, 58]. Liegen die Kurven übereinander, nachdem sie in den Drucklastumkehrpunkt und entlang der Hookeschen Gerade verschoben sind (siehe Abbildung 14a), so liegt ein ideal zyklisches Verhalten vor, wohingegen bei Abbildung 14b keines vorliegt.

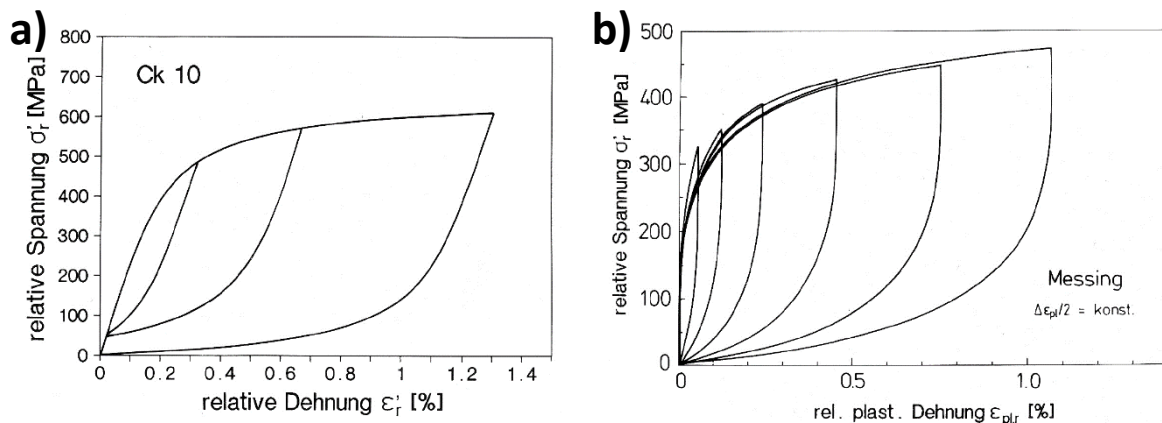


Abbildung 14: Hysteresekurven aus Versuchen mit konstanter plastischer Dehnungsamplitude an a) Ck10 nach geeigneter Verschiebung entlang des elastischen Anstiegs und b) an Messing nach Verschiebung in einen gemeinsamen Lastumkehrpunkt im Druck [17].

Auch wenn häufig die Vorgaben nicht vollständig erfüllt sind, so kann das Model doch auf viele Legierungen angewendet werden und in guter Näherung die Änderungen in der Mikrostruktur quantitativ erfassen [17]. Insbesondere bei mehrphasigen Legierungen kann es aufgrund einer ausgeprägten Bifurkation der SVF Aussagen über das Verformungsverhalten der einzelnen Phasen während der zyklischen Beanspruchung treffen [5].

Um die SVFs zu bestimmen, müssen die Hysteresekurven aufgezeichnet werden, indem die Spannung und die Dehnung in konstanten Zeitintervallen gemessen werden. Generell ermöglicht eine hohe Datendichte die Erzeugung einer statistisch gesicherten SVF, was mithilfe des Softwarepakets Matlab (Version: 2021a) erfolgen kann. Dazu wird der Beginn des betrachteten Zug- oder Druckastes der

Hysterese in den Koordinatenursprung verschoben, wodurch nun von relativer Dehnung und relativer Spannung gesprochen wird. Dabei ist zu beachten, dass sich die SVFs aus dem Zug- und Druckast unterscheiden, weswegen in dieser Arbeit nur die Zug-Halbzyklen ausgewertet werden. Anschließend wird eine Ausgleichsfunktion mithilfe der Fourierreihenentwicklung mit vier Gliedern durch die Summe der kleinsten Quadrate über den Hysteresenast gelegt und zweifach differenziert. Die resultierende Funktion kann über der relativen Dehnung oder der relativen Spannung aufgetragen werden, je nachdem ob die Funktion mit $-1/E_Y$ multipliziert wird oder nicht. E_Y kann zuvor aus der Berechnung der plastischen Dehnungsregelung bestimmt werden [5].

2.2. Röntgenbeugung an defektbehafteten Materialien

Die Röntgenbeugung ist ein Effekt, der aufgrund seines hohen Informationsgehalts in der Materialcharakterisierung vielfach Anwendung findet. In dieser Arbeit wird vor allem untersucht, inwieweit die gestörte Periodizität des Kristallgitters durch Versetzungsanordnungen diesen Effekt beeinflusst. Dafür soll im folgenden Kapitel die Röntgenbeugung generell beschrieben werden, um darauf aufbauend den Einfluss von Defekten im Gitter zu erläutern. Der Fokus wird dabei auf der Wirkung von verschiedenen Versetzungsanordnungen auf das Beugungsverhalten liegen.

2.2.1. Allgemeines zur Röntgenbeugung

Seit Max von Laue im Jahre 1912 die Beugung von Röntgenstrahlen am Kristallgitter entdeckte, ist die Röntgenkristallographie ein unerlässliches Werkzeug der Materialwissenschaft geworden. Insbesondere die Feinstrukturanalyse ist dabei von besonderem Wert, da sie die Bestimmung der Zusammensetzung, der Atomabstände, der Kristallstruktur und weitere Werkstoffcharakterisierungen ermöglicht [59]. In dieser Arbeit wird vor allem die Analyse der Kristallorientierung und der elastischen Spannungen benötigt.

Dafür soll zunächst der Vorgang der Beugung anhand der kinematischen Beugungstheorie erläutert werden. Einfallende Strahlung in einem Wellenlängenbereich von 1 nm bis 10 pm, die sogenannte Röntgenstrahlung, kann an Elektronen elastisch gestreut werden und diese dadurch zum Schwingen anregen, was als Thomson-Streuung bezeichnet wird [59, 60]. Durch die harmonische Schwingung eines Elektrons um seine Ruhelage wirkt es als Hertzscher Dipol und sendet eine zum Primärstrahl kohärente Strahlung aus. Sobald diese Streuung an einer periodischen Struktur stattfindet, kann es zur kohärenten Überlagerung der gestreuten Teilwellen kommen, wobei von Beugung gesprochen wird [60].

Die periodische Struktur, bei der es sich hier um ein Kristallgitter handelt, besteht aus einzelnen Elementarzellen, welche sich mithilfe des Strukturfaktor F_S beschreiben lassen [60, 61]. Dieser ist abhängig von der Lage und Art der Atome innerhalb der Elementarzelle und damit auch von der Elektronendichteverteilung. Die Elektronendichteverteilung muss berücksichtigt werden, weil sie eine Aussage über das Streuvermögen für Röntgenstrahlen pro Volumeneinheit ermöglicht [62]. Mit F_S kann nun die Streuleistung I_{EZ} einer Elementarzelle ermittelt werden (siehe Gleichung 16) [60]:

$$I_{\text{EZ}} = \left(\frac{e^2}{mc^2} \right)^2 \cdot \frac{1}{a^2} \cdot F_{\text{S,EZ}}^2 \cdot \left(\frac{1 + \cos^2(2\theta)}{2} \right) \cdot I_0 \quad (16)$$

Zusätzlich werden dafür die Elementarladung e , die Lichtgeschwindigkeit c , der Beugungswinkel oder später auch Braggwinkel θ und die Intensität des Primärstrahls I_0 benötigt. Um ein gesamtes Kristallgitter darzustellen, müssen die Strukturfaktoren F_{S} und somit auch die Streuleistungen der Elementarzellen I_{EZ} unter verschiedenen Beugungswinkeln gemessen werden [60]. Eine detailliertere Herleitung dieser Zusammenhänge kann in Spieß et al. [60] und Wölfel [61] nachgelesen werden.

Da in einem Gitter eine Vielzahl an Atomen als Streuzentrum wirken, werden dementsprechend viele radiale elektromagnetische Wellen erzeugt. Durch die Überlagerung der Wellen kommt es zu einer gegenseitigen Auslöschung oder Verstärkung. Dementsprechend ist im Fall der Verstärkung, also bei konstruktiver Interferenz, die Intensität maximal und kann als ein Signal detektiert werden [59, 62, 63]. Sowohl von Laue als auch Bragg postulierten Bedingungen, in denen es zu dieser positiven Überlagerung der Wellen kommt.

Von Laue betrachtet die Beugung einer ebenen Welle an einem primitiven Punktgitter, in welchem die Atome als streuende Punktzentren wirken (siehe Abbildung 15a). Wie aus dem Huygenschen Prinzip bekannt, entstehen so radiale Wellen an jedem der Punkte und es kommt zu der bereits beschriebenen Überlagerung [60]. Im Fall einer konstruktiven Überlagerung muss der Gangunterschied zwischen den kohärenten Wellen, welcher mithilfe von trigonometrischen Beziehungen berechenbar ist, ein ganzzahliges Vielfaches n_i der Wellenlänge λ sein (siehe Gleichung 17) [59].

$$a(\cos \omega - \cos \omega_0) = n_i \cdot \lambda \quad (17)$$

Diese Bedingung kann für ein dreidimensionales Gitter in sämtliche Koordinatenrichtungen über die Verwendung der Gitterkonstanten a_1 , a_2 und a_3 ausgedrückt werden [63, 64].

Auch Bragg bezieht sich auf eine geometrische Anordnung, allerdings unter Einbezug des Reflexionsgesetzes „Einfallswinkel gleich Ausfallswinkel“. Nun werden nicht einzelne Atome betrachtet, sondern die parallel zueinander angeordneten Netzebenen, und der Umstand, dass die hochenergetische Röntgenstrahlung fähig ist, in die tieferen Ebenen des Werkstoffs vorzudringen (siehe Abbildung 15b). Wie bei von Laue kann nur konstruktive Interferenz auftreten, wenn der Gangunterschied ein geradzahliges Vielfaches der Wellenlänge ist (siehe Gleichung 18) [62, 65]. Der Gangunterschied wird mithilfe des Netzebenenabstands d_{hkl} und dem Braggwinkel θ berechnet, was die Werkstoffcharakterisierung ermöglicht [59, 60].

$$n_i \lambda = 2d_{\text{hkl}} \sin(\theta) \quad (18)$$

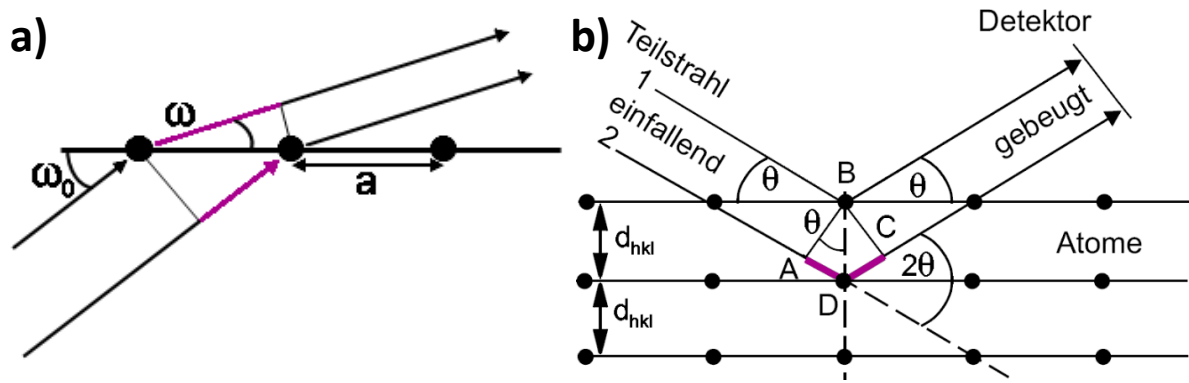


Abbildung 15: Darstellung der Reflexionsbedingungen von a) von Laue an einem primitiven Punktgitter und b) Bragg anhand von drei parallelen Netzebenen [60]. Der Gangunterschied ist pink gekennzeichnet.

Diese Gesetzmäßigkeiten ermöglichen eine Analyse des Intensitätsverlaufs, wodurch zum Beispiel die auftretenden Maxima, die Peaks genannt werden, von Interesse sind. So enthält die Position eines Peaks, welche dem Braggwinkel gleichzusetzen ist, Informationen über die Atomabstände, was auch die Änderungen in den Abständen umfasst, die zum Beispiel aus einer Mischkristallbildung resultieren. Eine weitere Größe aus dem Intensitätsverlauf, die Streubreite des Peaks, kann Aufschluss über die vorherrschende Defektart im Kristall geben, was in den folgenden Kapiteln erläutert wird [60, 62, 63].

Zumeist wird mithilfe von Bragg und von Laue die Bildung eines Beugungsreflexes erklärt. Handelt es sich bei der Probe allerdings um einen polykristallinen Werkstoff oder ein Pulver, ist eine hohe Zahl an Orientierungen vorhanden, welche beliebig im dreidimensionalen Raum angeordnet sind. Dadurch besteht eine große Wahrscheinlichkeit, dass die Bedingungen für konstruktive Interferenz erfüllt werden. Da die Beugung dreidimensional erfolgt, werden nicht nur einzelne Punkte ausgebildet, sondern sogenannte Debye-Scherrer-Ringe, wie in Abbildung 16 dargestellt. Für jeden Netzebenenabstand, der die Strahlung beugt, kann ein solcher Ring detektiert werden [62].

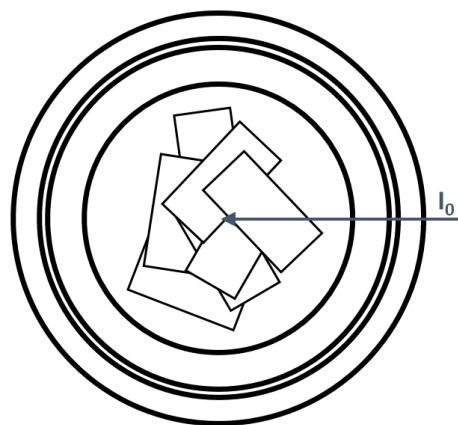


Abbildung 16: Prinzip der Ausbildung von Debye-Scherrer-Ringen durch den Einfall einer Strahlung mit der Intensität I_0 auf unterschiedlich orientierte Körner.

Aus den Radien der Ringe und geometrischen Beziehungen kann der Braggwinkel und somit bei gegebener Wellenlänge des Röntgenstrahls der Netzebenenabstand bestimmt werden, sowie die

Indizierung der Netzebenen mithilfe der Millerschen Indizes h, k, l erfolgen. Die Vorgehensweise wird im Detail in „4.3.3 Laue-Röntgenbeugungsmessungen“ beschrieben. An dieser Stelle sollen die Auslöschungsregeln erläutert werden, welche aus den drei gängigsten kubischen Kristallsymmetrien resultieren.

Ein Beispiel für einen Auslöschungsfall ist bei einem Vergleich zwischen der primitiven und der kfz-Einheitszelle gegeben. Im Fall der primitiven Zelle liegt keine Auslöschungsregel vor und somit beugen die $\{100\}$ -Ebenen die Wellen konstruktiv. Durch die mittig eingeschobenen $\{200\}$ -Netzebenen im Fall der kfz-Zelle, werden diese Reflektionen jedoch ausgelöscht. Da F_s die Lage der Atome und auch das Streuvermögen in den Netzebenen beschreibt, muss dieser ungleich Null sein, um konstruktive Interferenz zu ermöglichen. Eine Analyse des Strukturfaktors ergibt, dass dies erfüllt ist, solange $h + k = 2n_i$, $k + l = 2n_i$ und $h + l = 2n_i$. Auch bei einem kubisch-raumzentrierten (krz)-Gitter muss beachtet werden, dass nur Reflektionen der Netzebenen auftauchen, wenn diese $h + k + l = 2n_i$ einhalten. Die Herleitung von F_s für die verschiedenen Gitter ist in Spieß [60] und Thomas [66] zu finden.

2.2.2. Defekte 1. Art und 2. Art

Aus der vorangegangenen Betrachtung der Beugung an einem perfekten Gitter geht hervor, dass sich bei einer Variation des Gitterabstands auch die gebeugte Energie und der Beugungswinkel ändern [67]. Diese Veränderung kann durch Gitterfehler hervorgerufen werden, und da das Gitter je nach Gitterfehler unterschiedlich beeinflusst wird, werden diese in Defekte 1. Art und 2. Art unterteilt [68]. Eine ausführliche Herleitung der Beugung von Röntgenstrahlen an mit Defekten behafteten Kristallen ist in Werken von Krivoglaz et al. [68] und Barabash und Ice [69] beschrieben.

Die Aufteilung der Defekte kann über den statischen Debye-Waller Faktor (DWF) erfolgen [60, 68, 69]. Nach Krivoglaz et al. [68] definiert der DWF den abschwächenden Einfluss des Verzerrungsfelds auf die Intensität eines Beugungspeaks. Da die Abschwächung von der mittleren Auslenkung der Atome um ihre Gitterposition abhängig ist, ähnelt die Wirkungsweise des statischen DWFs dem thermischen Debye-Waller Faktor, der die Intensitätsminderung aufgrund der mittleren thermischen Schwingungsamplitude darstellt. Defekte 1. Art erzeugen eine Gitterverzerrung, welche mit dem Abstand zum Defekt schnell abnimmt, wodurch der DWF in einem räumlich begrenzten Bereich vom Standard abweicht [68]. Dadurch resultieren diese Defekte in diffuser Streuung, sowie einer Reduzierung und Verschiebung der Beugungsreflektionen. Eine Verbreiterung erfolgt nicht. Typische Vertreter dieser Art sind Versetzungsschleifen mit einem geringen Radius oder Punktdefekte wie Leerstellen [69].

Dagegen verursachen Defekte 2. Art eine asymmetrische Verbreiterung der Beugungsreflektion durch ihre räumlich ausgedehntere Gitterverzerrung, die sich dementsprechend auf den DWF auswirkt. Bei diesen Defekten handelt es sich meist um Versetzungen, Zwillingsgrenzen oder SF [68, 69].

Somit enthält die Intensitätsverteilung, insbesondere in Form der Position und der Abmessung der Beugungsreflektion, Informationen über die Art und die Anzahl von bestimmten Defekten [60]. Der Einfluss eines Defektes auf den Kristall und die Intensitätsverteilung wird mithilfe der Korrelationsfunktion T_K charakterisiert, welche im Fall eines defektfreien Gitters $T_K = 0$ wird [69].

Sobald Versetzungen vorhanden sind, besteht T_K aus einem imaginären Teil T_{K1} und einem realen Teil T_{K2} ($T_K = T_{K1} + T_{K2}$) [68]. Durch diese Teile können die Auswirkungen von Gitterrotationen und von Verformungen getrennt auf die Intensitätsverteilung betrachtet werden und damit auch die Richtungen, in welche die Beugungsreflektionen verlängert werden. Es gibt zwei Richtungen, in die sich Gitterstörungen auf die Intensität auswirken können: radial (\parallel) und transversal (\perp) zum Beugungsvektor Q (siehe Abbildung 17). Mit T_{K1} werden die Auswirkungen von Gitterrotationen dargestellt, die zu einer Verbreiterung in transversaler Richtung führen. Wenn keine einzelnen Versetzungen im Gitter sind, ist dieses nicht rotiert und $T_{K1} = 0$. Dabei ist zu beachten, dass die transversale Ausdehnung in ebenen Beugungsexperimenten nicht identifiziert werden kann. Da jedoch auch gut beobachtbare laterale Verschiebungen aus Gitterrotationen entstehen, werden die Zusammenhänge im Weiteren ausgeführt. Eine Verbreiterung der Intensitätsverteilung entlang der radialen Richtung resultiert aus Variationen in den Gitterparametern wie zum Beispiel des Netzebenenabstands d_{hkl} und wird mit T_{K2} beschrieben. In Abbildung 17 sind die in dieser Arbeit behandelten Gitterdefekte und ihre Auswirkungen auf einen Beugungspunkt vereinfacht zusammengefasst.

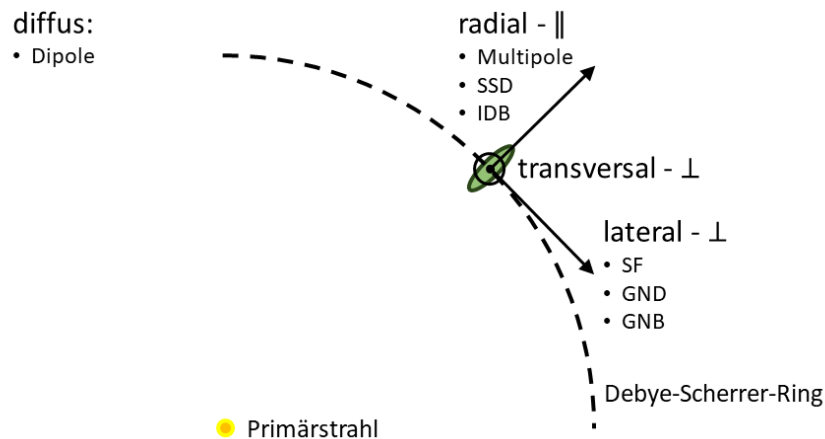


Abbildung 17: Vereinfachtes Schaubild der Bezeichnungen zur Beschreibung der räumlichen Ausdehnung eines Beugungspunktes mit den zugehörigen Versetzungsanordnungen.

Der oben beschriebene Sachverhalt wird mithilfe der sogenannten Rockingkurven ausgenutzt, um die Versetzungsdichte zu bestimmen [60]. Dafür wird der Detektor in dem doppelten Braggwinkel der vorliegenden Netzebenen zur Probe angeordnet und in einem Intervall um diesen Winkel bewegt, während er die gebeugte monochromatische Strahlung misst. Die detektierte Intensität enthält Informationen über die „kristalline Qualität“ eines Einkristalls, da die Intensität und die FWHM des Linienprofilpeaks ein Maß für die Gleichmäßigkeit des Netzebenenabstands ist. Die Flanken des Peaks resultieren aus Fehlorientierungen und ermöglichen so die Bestimmung der Versetzungsdichte, da diese

verantwortlich sind für die Verzerrung und Verkippung des Gitters, wie in den folgenden Kapiteln beschrieben [60, 70]. Es sei anzumerken, dass sämtliche Annahmen über die Ausdehnung der Beugungspunkte durch Versetzungen, die in dieser Arbeit beschrieben werden, auf diesen Kurven basieren.

2.2.3. Einzelne Versetzungen, Dipole und Multipole

Zunächst soll der Einfluss von einzelnen Versetzungen beziehungsweise von Anordnungen wie Dipolen und Multipolen aus einzelnen, wenigen Versetzungen auf das Beugungsverhalten erklärt werden. So wirken sich diese einzelnen statistisch verteilten Versetzungen (SSDs) im Werkstoff auf eine nahezu gleichmäßige Ausdehnung des Peaks in radialer und transversaler Richtung aus [42, 69, 71]. Durch die ausgeglichene Verteilung von Versetzungen mit positiven und negativen Burgersvektor \mathbf{b} tritt makroskopisch gesehen keine Verformung oder Rotation auf. Unterhalb des Nanometerbereichs kommt es aber durch die Versetzungen zu zufälligen Variationen der Einheitszellenorientierung und des Netzebenenabstands d_{hkl} [72]. Um die Auswirkung auf das Beugungsverhalten vereinfachend zu beschreiben, wird angenommen, dass lediglich gerade Stufenversetzungen vorliegen. Dadurch können die Gitterrotationen gänzlich vernachlässigt werden, und somit gilt $T_{K1} = 0$. Gleichzeitig bleibt der Realitätsbezug erhalten, wie in den Ergebnissen von Moussa et al. [45] nachgewiesen wird. Damit entspricht die Intensitätsverteilung einer Gaußschen Glockenverteilung, deren $FWHM_{SSD}$ proportional zu der Versetzungsdichte ρ und der Orientierung des Beugungsvektors zum Burgersvektors \mathbf{Qb} ist (siehe Gleichung 19) [68].

$$T_{K2} \sim \rho(\mathbf{Qb})^2 \quad (19)$$

Dipole dagegen bilden eine Ausnahme bei der Einordnung von Versetzungen in die Kategorie Defekt 2. Art. Durch die parallele Anordnung zweier gerader Versetzungen mit entgegengesetzten Burgersvektoren im Abstand r nehmen die Verzerrungen der betrachteten Einheitszelle kontinuierlich mit ihrer Position R_s ab und kompensieren sich vollständig bei $R_s \gg r$. Dies bedeutet, dass der Bereich, in welchem der DWF abweicht, endlich ist und Dipole dem Defekt 1. Art zugeordnet werden. Somit verursachen Dipole eine diffuse Streuung und eine Verringerung der Intensität ohne eine Verbreiterung der Braggreflektion [69].

Dies ändert sich, sobald die Dipole sich zu polarisierten Zellwänden oder Multipolen anordnen. Infolgedessen werden die Braggreflektionen entlang der radialen Richtung asymmetrisch verlängert [73, 74].

2.2.4. GNDs und Versetzungswände (IDBs, GNBs)

Sobald die Versetzungen sich zu Versetzungswänden zusammenlagern oder eine Verkippung des Gitters erzeugen, wird das Kristallgitter und somit das Beugungsverhalten stärker beeinflusst [68]. Eine weitreichende Verformung des Gitters wird zum Beispiel durch zufällige Versetzungswände (IDBs) verursacht. Durch die unregelmäßige Verteilung der Versetzungen in den Wänden, des Vorzeichens ihrer Burgersvektoren und der Abstände der dicken, lose angeordneten Versetzungswände zueinander müssen

sämtliche Verformungsbereiche der einzelnen Versetzungen addiert werden, was in einer Ausdehnung der gaußförmigen Intensitätsverteilung in beide Richtungen resultiert. Die Halbwertsbreite $FWHM_{IDB}$ kann durch die Gleichung 20 ausgedrückt werden [69].

$$FWHM_{IDB} \sim (\mathbf{Q}\mathbf{b})\gamma_w \sqrt{0.5\rho \cdot \ln(L)} \quad (20)$$

Somit ist die $FWHM_{IDB}$ erneut abhängig von der Orientierung des Beugungsvektors zum Burgersvektors \mathbf{bQ} , sowie der Versetzungsdichte ρ . Außerdem beeinflusst die Größe des versetzungsarmen (semi-) kohärenten Bereichs L und der Wanddickeneinflussfaktor γ_w die $FWHM_{IDB}$. Um das Verständnis an dieser Stelle zu erhöhen, wird angemerkt, dass hier von der werkstoffkundlichen Kohärenz von Gittern und nicht von der zuvor verwendeten physikalischen Kohärenz von Wellen gesprochen wird.

Der Wanddickeneinflussfaktor muss bei IDBs berücksichtigt werden, da das Gitter durch die Versetzungswände anders als innerhalb der (semi-) kohärenten Bereiche oder bei einzelnen vorliegenden Versetzungen (SSDs) verzerrt wird [69]. Daher umfasst dieser Faktor das Verhältnis des Abstands zwischen den Zellwänden D und der Versetzungen innerhalb der Wände h_w . Solange die Dicke der Wände $W > h_w$ ist, werden die Anordnungen als Versetzungswände bezeichnet und die Gleichung für $FWHM_{IDB}$ ist gültig. Die Dicke der Wände kann zu einer zusätzlichen Verbreiterung der Verteilungsenden des Peaks führen, wenn $D \approx W$ entspricht und $D/h_w \leq 5$ ist. Sobald $D \gg W$ und $D/h_w > 5$ ist, beeinflusst die Wanddicke die Verteilungsenden nicht mehr zusätzlich [69, 71].

Sobald geometrisch notwendige Versetzungen und Versetzungswände (GNDs und GNBs) auftreten, um die Kontinuität des Gitters zu erhalten, werden durch diese sowohl Gitterverformungen als auch weitreichende Rotationen verursacht, weswegen sie sich auf die Intensitätsverteilung in radialer Richtung und im Orientierungsraum auswirken [68, 75]. Generell können diese Defekte in drei Kategorien eingeteilt werden: einzelne, statistisch verstreute GNDs, einzelne GNBs und ungepaarte GNBs mit dazwischen verstreuten GNDs. Je nach Art wird das Gitter und somit die Intensität anders beeinflusst [71].

In radialer Richtung verursachen einzelne, statistisch verstreute GNDs eine gaußförmige Intensitätsverteilung und eine Abhängigkeit der $FWHM_{||}$ von ρ ($FWHM_{||} \sim \rho^{1/2}$). Sobald sich die Versetzungen zu GNBs anordnen, verändert sich die Form zu einer Lorentzfunktion und die $FWHM_{||}$ ist proportional zu D . Liegen beide Arten (GNDs und GNBs) simultan vor, sind die Effekte vermischt und es kommt zu einer Convolution der beiden Funktionen [68, 69].

Der durch T_{K1} beschriebene Rotationsanteil ist sowohl im Vergleich zur radialen Richtung als auch mit SSDs empfindlicher, aber auch anspruchsvoller gegenüber der Präsenz von GNDs. Bei Erfüllung der Bedingung in Gleichung 21 erfolgt eine deutliche Verbreiterung der Beugungsreflektion in transversaler Richtung aufgrund der Dichte an GNDs ρ^+ in dem bestrahlten (Sub-)Korn L_{Korn} [69].

$$\rho^+ L_{Korn} > 0,1\sqrt{\rho} \quad (21)$$

Dies bedeutet, dass auch schon ein Anteil von 0,1% an GNDs die $FWHM_{\perp}$ stark beeinflusst. Deswegen variiert die $FWHM_{\perp} \sim \rho^{+}L_{\text{Korn}}$. Im Fall von GNBs hängt die Verbreiterung der Intensität in transversaler Richtung vom Missorientierungswinkel β ab, welcher wiederum mithilfe von \mathbf{b} und h_w beschrieben werden kann [69].

2.2.5. Stapelfehler

Als letzter Defekt soll nun kurz die Auswirkung eines Stapelfehlers (SF) und somit auch von einem Partialversetzungspaar auf das Beugungsverhalten behandelt werden. SFs ändern die Ordnung der Ebenen und verursachen damit eine abrupte Rotation der Einheitszellen zueinander. Dies wirkt sich in einer stabförmigen Verbreiterung der Beugungsreflektionen aus, wobei die Intensitätsverteilung von der Orientierung abhängig ist [69]. Weiterhin wird die Intensitätsverteilung von dem gemittelten Abstand zwischen den SFs, der möglichen Distanz der SFs senkrecht zueinander und der Anzahl an SFs beeinflusst. Bei mehreren vorhandenen SFs in einem Kristall überlagern sich die stabförmigen Beugungsreflektionen in verschiedenen Winkeln [68].

3. Literaturkenntnisstand

3.1. Versetzungsgleitverhalten bei polykristallinen Metallen und Legierungen

In Kapitel 2.1 sind die sich bildenden Versetzungsanordnungen detailliert beschrieben, wobei jenes Kapitel auf reine einkristalline Metalle fokussiert ist. Da Korngrenzen und Legierungselemente die Gleitung der Versetzungen beeinflussen und somit auch die resultierenden Anordnungen, werden in den folgenden Kapiteln das Ermüdungsverhalten von polykristallinen Metallen und Legierungen beschrieben. Dabei wird zwischen einphasigen bzw. quasi-einphasigen und zweiphasigen Werkstoffen unterschieden.

3.1.1. Einphasige Werkstoffe

Auch in diesem Kapitel erfolgt eine Unterscheidung in die verschiedenen Versetzungsgleitcharaktere, wobei nun das Augenmerk auf die in dieser Arbeit untersuchten Werkstoffe liegt. So wird folgend Nickel als Beispiel für einen welligen und α -Messing für einen planaren Gleitcharakter verwendet. Zudem wird das zyklische Verformungsverhalten einer einphasigen Nimonic Alloy 75-Legierung näher beschrieben.

Nickel

Nickel ist, sowohl in einkristalliner als auch polykristalliner Form, ein gut untersuchter Werkstoff mit welligem Gleitcharakter und weist sehr ähnliches zyklisches Verformungsverhalten wie Kupfer auf [76-82]. Diverse Studien behandeln das Verformungsverhalten von Nickel [83-86], weswegen sich im Folgenden auf die Abhängigkeit der Versetzungsanordnungen von der Dehnungsamplitude und der Zyklenzahl beschränkt wird.

Zunächst soll der Unterschied zwischen der Verformung eines Einkristalls und eines Polykristalls erläutert werden. In polykristallinen Werkstoffen werden durch die notwendige kompatible Verformung des Gefüges schneller mehrere Gleitsysteme aktiviert, wodurch auch labyrinthartige Strukturen und schon bei geringen Belastungen Zellstrukturen entstehen können [77]. Zudem ist die Verteilung der Spannungen über ein Korn stellenweise ungleichmäßig, wodurch sich unterschiedliche Anordnungen innerhalb eines Kornes bilden können [26, 77]. Eine weitere Folge des mehrachsigen Spannungszustands innerhalb eines Kornes und der räumlichen Einschränkungen für die hohe lokale Verformung ist die sinkende Wahrscheinlichkeit von PSBs im Probeninneren, während diese häufiger in den Körnern am Rand der Probe auftreten [76, 87].

Diese Gründe führen zu einem weniger ausgeprägten Plateau in der zyklischen Spannungs-Dehnungs-Kurve, in welchem die Spannung weiterhin leicht ansteigt, weswegen in diesem Fall von einem Quasi-Plateau gesprochen wird [76, 77, 88, 89]. Der Anschaulichkeit halber sind in Abbildung 18 sowohl die Spannungs-Dehnungs-Kurve von vier Nickel-Einkristallen als auch eines Polykristalls dargestellt. In Abbildung 18a entsprechen die Kurven unterschiedlichen Orientierungen, wie sie in der inversen Pol-

figur eingezeichnet sind [90]. Bereits in diesen Kurven ist der Einfluss von mehreren aktivierten Gleit-systemen auf das Plateau zu erkennen, da die Proben 2 und 3 Mehrfachgleitung erfahren und dort keine konstante Schubspannungsamplitude mehr gemessen werden kann. Im Vergleich dazu zeigen die Proben mit den Nummern 1 und 5, welche in Einfachgleitung orientiert sind, ein ausgeprägtes Plateau. Die typische lokalisierte plastische Verformung durch die PSBs, die zum Plateau führt, scheint somit bevorzugt bei Einfachgleitung aufzutreten. Aufgrund der vielen Orientierungen und der notwendigen Kompatibilität der Verformung in einem Polykristall ist es nicht verwunderlich, dass auch in diesem Fall nur ein Quasi-Plateau vorhanden ist (siehe Abbildung 18b) [76, 87]. In verschiedenen Arbeiten über polykristallines Nickel ist der Bereich des Quasi-Plateaus beschrieben und auf verschiedene Bereiche festgelegt. So bestimmten Morrison und Chopra [76] einen Bereich für die Existenz des Quasi-Plateaus mit $2 \cdot 10^{-4} < \Delta \epsilon_{pl}/2 < 8 \cdot 10^{-4}$, Buque et al. [87] mit $1 \cdot 10^{-4} < \Delta \epsilon_{pl}/2 < 8 \cdot 10^{-4}$ und El-Madhoun et al [77] mit $1,22 \cdot 10^{-3} < \Delta \epsilon_{pl}/2 < 1,54 \cdot 10^{-3}$.

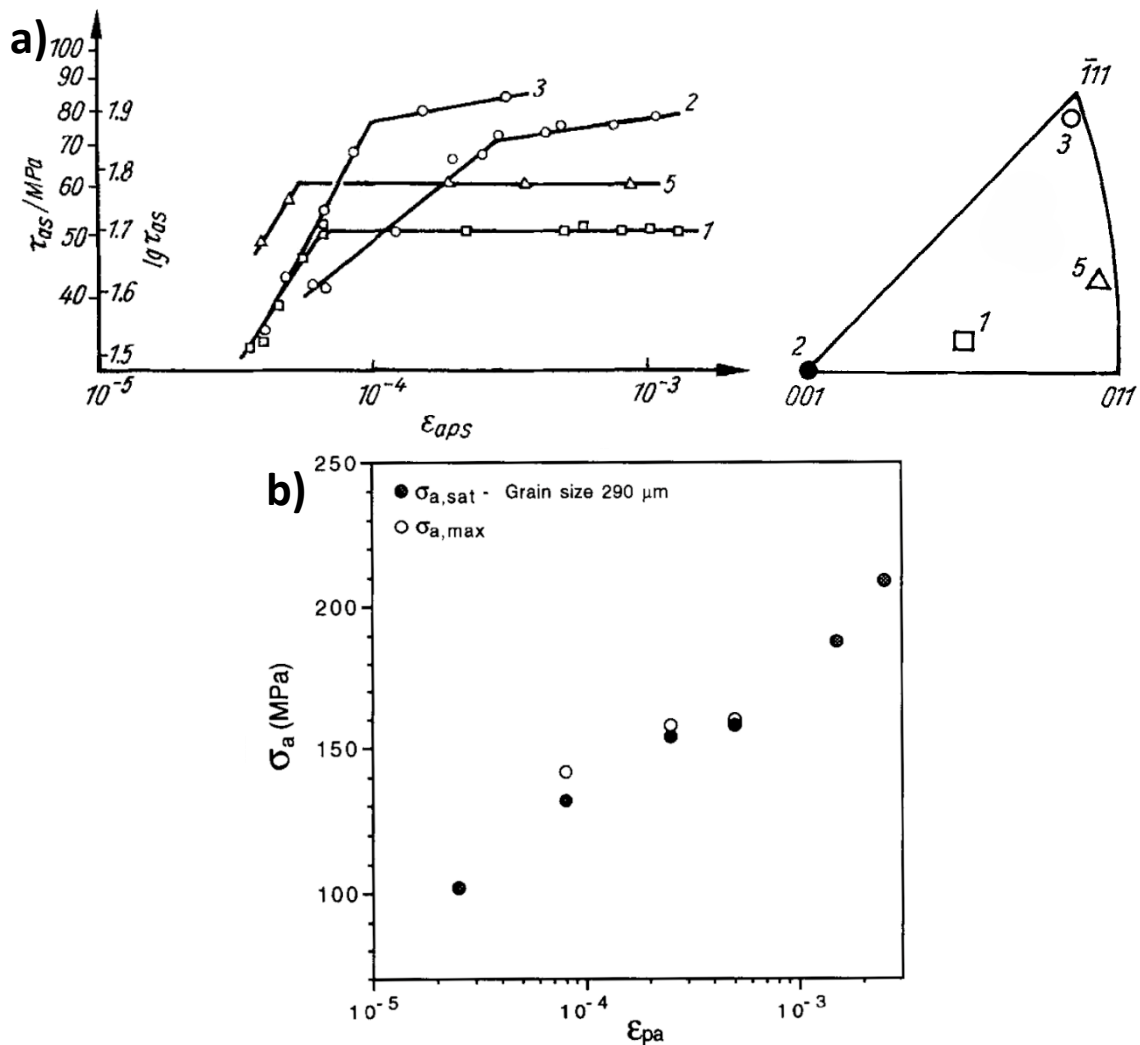


Abbildung 18: Zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurven ((Schub-)Spannungsamplitude τ_{as}/σ_a über plastische Dehnungsamplitude $\epsilon_{aps}/\epsilon_{pa}$), durchgeführt an a) Nickel-Einkristallen in verschiedenen Orientierungen mit der dazugehörigen inversen Polfigur [90] und b) polykristallinem Nickel [76].

Trotz der bevorzugten Mehrfachgleitung gleichen die im Polykristall gebildeten Versetzungsanordnungen denen im Einkristall. Bei geringen plastischen Dehnungsamplituden sind Bündel- und Aderstrukturen zu beobachten, im mittleren Beanspruchungsbereich in eine Matrix eingebettete persistente Gleitbänder (PSBs) und bei hohen Amplituden zumeist Zellstrukturen. Im Gegensatz zum Einkristall ist die umgebende Matrix der PSBs nicht ausschließlich eine Bündel- und Aderstruktur, sondern es lassen sich sämtliche andere Anordnungen als Matrix identifizieren [86, 90], wie die bereits erwähnten, im mittleren Bereich der zyklischen Spannungs-Dehnungskurve auftretenden labyrinthartigen Strukturen. Diese bestehen wie Zellstrukturen aus Versetzungswänden und versetzungsfreien Bereichen, allerdings sind die Wände gerade, rechtwinklig zueinander angeordnet und mindestens zu einer Richtung hin offen. Sie resultieren aus der Aktivität von zwei Gleitsystemen und entwickeln sich bei einer ansteigenden Beanspruchung weiter zu rechteckigen dreidimensionalen Zellstrukturen [37, 76, 77].

Eine eindeutige Abhängigkeit des Zelldurchmessers von der Dehnungsamplitude ist in Buque et al. [87] und El-Madhoun et al. [77] beschrieben. Beide Autorengruppen weisen eine umgekehrt proportionale Abhängigkeit des Wandabstands von der zyklischen gesättigten Spannungsamplitude auf, wie sie auch von Kuhlmann-Wilsdorf [91] für kaltverformte Metalle postuliert wurde. Somit ist die mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2$ ansteigende gesättigte Spannungsamplitude eine Folge aus dem verringerten Zelldurchmesser [87]. Des Weiteren nimmt die Zellwanddicke sämtlicher Anordnungen mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2$ ab, bis ein minimaler Wert von $W = 0,3 \mu\text{m}$ bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 5 \cdot 10^{-3}$ erreicht ist [87]. Dieser Wert ist begrenzt durch einen minimalen Abstand zwischen den Dipolen in den Wänden und einem minimalen Abstand der Versetzungen im Dipol selbst. Mit steigender Zyklenzahl ändert sich zudem die Form der Zellen, indem sie im Bereich der Wechselverfestigung zunehmend eine äquiaxiale Form annehmen [77]. Ergänzend wird die Verfestigungsrate aufgrund der Mehrfachgleitung im Polykristall verstärkt [76, 77].

Im kaltverformten polykristallinen Nickel kann eindeutig eine Versetzungsanordnung aus geometrisch notwendigen Versetzungswänden (GNBs) und statistisch verteilte Versetzungen (SSDs) identifiziert werden, wobei GNBs als Versetzungswände mit einer Verkipfung um mindestens 15° definiert sind [46]. In einer späteren Arbeit [42] wird diese Definition verworfen, und scharfe Versetzungswände mit einem höheren Anteil an geometrisch notwendigen Versetzungen (GNDs) als SSDs werden als GNBs bezeichnet. Eine zuverlässige Methode zur Bestimmung von GNBs und GNDs ist die Elektronenrückstreubeugung (electron backscatter diffraction; EBSD) in der Kernel-Darstellung, wie sie von Moussa et al. [45] und Zhu et al. [92] angewendet wird. Für eine Erläuterung der Kernel-Darstellung sei an dieser Stelle auf Kapitel 4.3.2 verwiesen.

Bei einer genaueren Betrachtung der Missorientierung bei einer zyklischen Torsionsbelastung zeigt sich durch eine ansteigende Scherbeanspruchung eine Verschiebung zu höheren Winkeln, wobei Werte von bis zu $\beta = 62^\circ$ erreicht werden können [93]. Für den Fall einer statischen Druckbelastung beschreibt Zhu et al. [92], dass zwar die GND-Dichte zunimmt, die SSD-Dichte aber eine stärkere Steigung aufweist

und ab $\varepsilon_{pl} = 0,09$ mehr SSDs als GNDs im Werkstoff vorhanden sind. Somit liegen Studien zu der Ausbildung von Missorientierungen und GNBs in Nickel vor, die aber in Bezug auf die Auswirkung einer zyklischen Belastung stark begrenzt sind. Zudem wird die von Mughrabi [48] aufgestellte These der weiteren Entstehung von GNDs und Missorientierungen und der Änderung des Zelldurchmessers im frühen Sättigungsbereich für Nickel nicht bestätigt. Da sich röntgenographische Experimente für Orientierungsuntersuchungen eignen, soll in der vorliegenden Arbeit besonders dieser Aspekt behandelt werden.

α -Messing

Bei einkristallinem α -Messing handelt es sich um einen der meistuntersuchten Werkstoffe mit planarem Versetzungsgleitverhalten. Als α -Messing werden Kupfer-Zink-Legierungen bezeichnet, die einen maximalen Massenprozentanteil von 37 m-% haben [94]. Mit dem zunehmenden Legierungsanteil Zink tritt ein Übergang vom welligen zum planaren Gleitverhalten auf, welcher in frühen Publikationen zum Vergleich der Gleitverhalten genutzt wird. So beurteilten Lukas und Klesnil [95] schon 1970 das wellige Gleitverhalten anhand von α -Messing mit 15 m-% Zink (weiterhin CuZnX) und das planare Verhalten an CuZn31. Aus dieser Gegenüberstellung wird ersichtlich, dass zum einen in beiden Werkstoffen die Versetzungsanordnungsarten hauptsächlich aus Stufenversetzungen bestehen und zum anderen planare Werkstoffe keine PSBs ausbilden. Ein weiteres Beispiel dieser Art sind die Untersuchungen von Ishii und Yukawa [96] an CuZn10 und CuZn30, in welchen explizit die Abnahme der SFE mit zunehmendem Legierungsgehalt herausgestellt wird. Außerdem werden trotz der fehlenden PSBs Gleitspuren auf der Probenoberfläche beobachtet, die durch die aktiven Gleitebenen, den Gleitbändern, erzeugt werden. Somit können Gleitspuren auch als ein Zeichen für ein sekundäres aktiviertes Gleitsystem sowie einer höheren aufgebrachtten plastischen Dehnungsamplitude wegen einer zunehmenden Verfeinerung der Gleitspuren verwendet werden [97, 98].

Nicht nur die abnehmende SFE unterstützt das planare Gleitverhalten in α -Messing mit einem hohen Zinkgehalt [38], sondern auch die vorliegende Nahordnung, die folgend exemplarisch anhand von CuZn30 beschrieben wird. Ein CuZn30-Kristall entspricht dem AuCu₃-Strukturtyp [Zn-Cu₁₂]Zn₁₋₆, welcher insbesondere bei einem Cu₃Zn-Verhältnis vorliegt [99]. Dabei wird ein zentrales Zink-Atom von Kupfer-Atomen als Nachbarn der ersten Ordnung umgeben, die in einem Kuboktaeder angeordnet sind (siehe Abbildung 19). Dagegen sind die weiteren Zink-Atome die Nachbarn zweiter Ordnung und als Oktaeder um das zentrale Zink-Atom strukturiert. Diese Struktur wird unterbrochen durch den höheren Zink-Masseanteil in der CuZn30-Legierung, wodurch auch ungeordnete Bereiche entstehen.

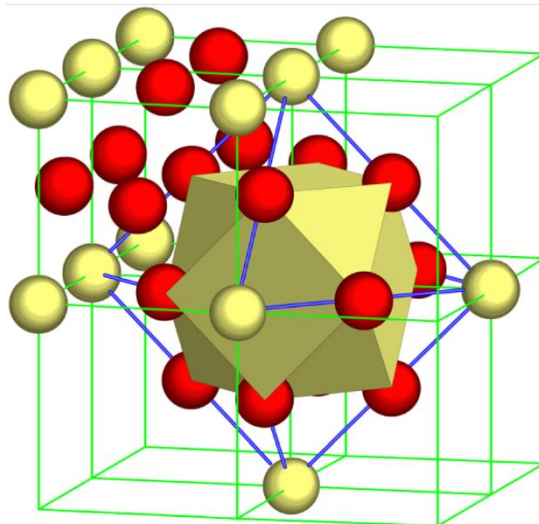


Abbildung 19: Anordnung der Kupfer- (rot) und Zinkatome (gelb) im $AuCu_3$ -Strukturtyp [99].

In manchen Studien wird aufgrund der positiven Erfahrungen bei Untersuchungen an Werkstoffen mit einem welligen Gleitverhalten das zyklische Verhalten von α -Messing durch eine zyklische Spannungs-Dehnungskurve beschrieben [97, 100, 101]. Bei planaren Werkstoffen lässt jedoch insbesondere die Inhomogenität der Ergebnisse in Bezug auf das Vorhandensein eines Plateaus und die schwierige Bestimmung einer Sättigungsspannung an der Aussagekraft dieser Kurve zweifeln. Die Festlegung einer Sättigungsspannung ist wegen der Auftretenden kontinuierlichen Verfestigung oder Entfestigung mit zunehmender Zyklenzahl von α -Messing erschwert [100, 102]. Die Ergebnisse von Lukas et al. [100] zeigen, dass dieser Vorgang in CuZn22-Einkristallen von der aufgetragenen plastischen Dehnungsamplitude abhängt, da es mit steigender Belastung nach vorangegangener rapider Verfestigung bei einer plastischen Scherdehnungsamplitude zwischen $1,05 \cdot 10^{-2}$ und $2,15 \cdot 10^{-2}$ zu einem Übergang von kontinuierlicher Verfestigung zu Entfestigung kommt (siehe Abbildung 20).

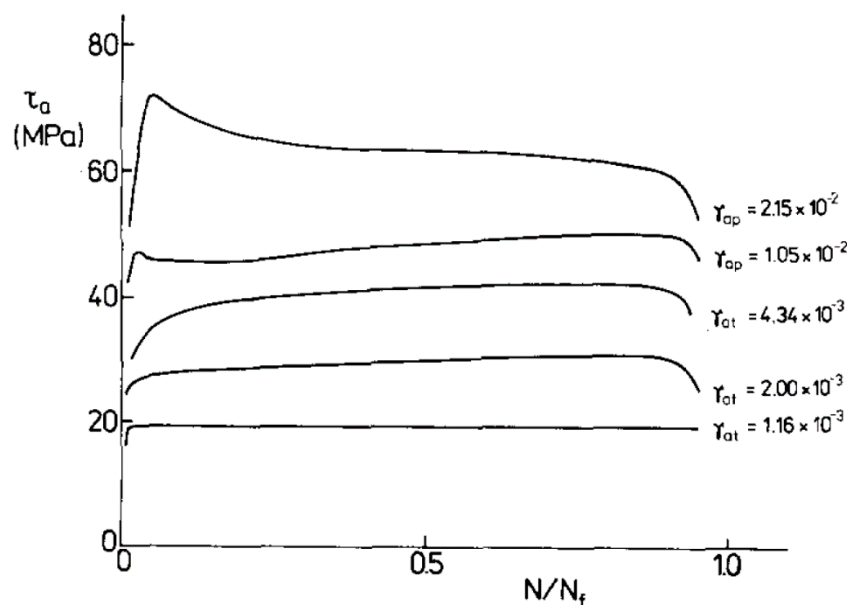


Abbildung 20: An CuZn22-Einkristallen aufgenommene Wechselverformungskurven bei verschiedenen zyklisch aufgetragenen plastischen Scherdehnungsamplituden (γ_{ap}) [100].

Auch Wang [101] beobachtet an CuZn30-Einkristallen eine Veränderung der zyklischen Verfestigung ab einer plastischen Dehnungsamplitude von $3 \cdot 10^{-4}$. Im Gegensatz zu den zuvor vorgestellten Ergebnissen stellt er keine Entfestigung fest, wohingegen er die kontinuierliche Verfestigung nach einer starken Verfestigung bei geringen Amplituden bestätigt [98]. Diese Abweichungen der Ergebnisse zueinander können durch den unterschiedlichen untersuchten Amplitudenbereich und die starke Vorgeschichtenabhängigkeit von Werkstoffen mit einem planaren Gleitcharakter, wie es in Christ [17] beschrieben ist, erklärt werden.

Die Versetzungsanordnungen zeigen, dass bei geringen Amplituden hauptsächlich parallele Versetzungssegmente und Multipole vorliegen, wie es bereits im Abschnitt „2.1.3 Planares Gleitverhalten“ erläutert wurde. Mit steigender plastischer Dehnungsamplitude werden diese zunehmend durch die zyklische Versetzungsbewegung aufgelöst, woraus häufig Versetzungsloops und -tangles entstehen [98]. Insbesondere die erzeugten Jogs erhöhen die Reibspannung und sorgen für eine Verfestigung des Werkstoffs. Zeitgleich kann die zunehmende Auflösung der Versetzungsdipole/-multipole, vor allem bei hohen plastischen Dehnungsamplituden, in einer Entfestigung resultieren [102]. Bei einem genaueren Blick in die Quergleitebenen erscheinen sogenannte Versetzungsnetzwerke, die mit einer steigenden Amplitude immer dichter belegt und stärker vernetzt sind [98, 102, 103]. Begründet wird dies mit den erschwerten Quergleitmöglichkeiten und der dadurch verringerten Menge an annihilierten Versetzungen. Weniger stark ausgeprägte Versetzungsnetzwerke werden nach frühzeitig gestoppten Ermüdungsversuchen beobachtet [98].

An dieser Stelle soll gesagt sein, dass die Aktivierung eines zweiten Gleitsystems nur einen geringen Teil der Verfestigung in planaren Werkstoffen ausmacht. Die Aktivierung des sekundären Systems ist vielfach einfacher, als die Versetzungen im ersten Gleitsystem gleiten zu lassen, sobald eine gewisse Anzahl gegeben ist. Deswegen tritt sekundäres Gleiten bereits ab einer plastischen Dehnungsamplitude von $3,8 \cdot 10^{-5}$ ein [98]. Studien zu dem mechanischen Ermüdungsverhalten von α -Messing-Polykristallen sind relativ selten [102, 104], weswegen die Untersuchungen dieser Arbeit diese karge Ergebnislage verbessern sollen.

Nimonic Alloy 75

Nimonic Alloy 75 ist eine für den Hochtemperaturbereich konzipierte Nickelbasislegierung, weswegen häufig ihre Kriecheigenschaften und ihr Ermüdungsverhalten bei hohen Temperaturen untersucht werden. Nichtsdestotrotz sind Studien an Nimonic Alloy 75 unter zyklischer Belastung auch bei Raumtemperatur durchgeführt worden, allerdings meist, um ein Referenzverhalten zum Hochtemperaturbereich zu erhalten.

Schoeler und Christ [105] stellen bei der zyklischen Verformung von einphasigem, polykristallinem Nimonic Alloy 75, welches eine einsinnige Vorverformung erfahren hat, fest, dass sich mit steigender Zyklenzahl eine eindeutige Sättigungsspannung ausbildet und somit keine Änderung der vorliegenden Versetzungsanordnung mehr erfolgt. Außer diesem eher für wellige Werkstoffe typischen Verhalten wird

ein fehlendes Masing-Verhalten sowie eine starke Vorgeschichteabhängigkeit beobachtet. Diese Eigenschaften werden durch eine Darstellung der Versetzungsanordnungen, wie in Abbildung 21, unterstützt, da dort eine eindeutig planare Versetzungsanordnung nachgewiesen wird.

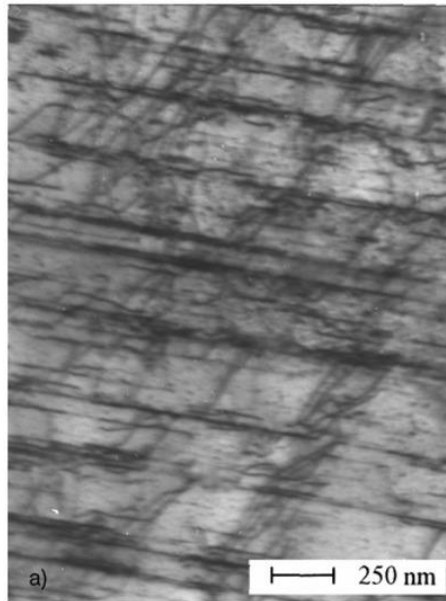


Abbildung 21: TEM-Abbildung der Versetzungsanordnungen in Nimonic Alloy 75 nach einer zyklischen Belastung mit $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,025\%$ [106].

Auch Stöcker et al. [3, 107, 108] erkennen ein planares Versetzungsgleitverhalten über sämtliche Beanspruchungsbereiche von LCF bis VHCF. Dabei ist wichtig zu erwähnen, dass auch in diesen Arbeiten der Werkstoff als ausscheidungsfreie Legierung klassifiziert wird, in der nur wenige Chromkarbide auf den Korngrenzen und im Korninneren ausgeschieden sind [109]. Eine genaue Analyse der vorliegenden Versetzungsanordnungen bei Raumtemperatur nach verschiedenen Zyklenzahlen und bei verschiedenen plastischen Dehnungsamplituden wird nicht durchgeführt.

Zwar wird in den vorliegenden Arbeiten deutlich auf einen einphasigen und somit ausscheidungsfreien Werkstoff hingewiesen, dennoch liegen Chromkarbide vor. Je nach Diffusionsglühzustand wird deren Ausprägung beeinflusst und kann demnach bei unterschiedlichen Chargen variieren. Deswegen soll an dieser Stelle kurz der Einfluss von Ausscheidungen auf die Versetzungsanordnungen betrachtet werden. Ausscheidungen behindern das Versetzungsgleiten, da sie umgangen oder geschnitten werden müssen. Zum Schneiden müssen sich die Versetzungen derart stark akkumulieren, dass die Kohärenzspannungen und Antiphasengrenzen der Ausscheidungen überwunden werden können [110, 111]. Bis dieser Punkt erreicht ist, verursacht dieser Versetzungsaufstau eine Verfestigung des Werkstoffs, was als Maximum in der Wechselverfestigungskurve erkennbar ist [17]. Auch wenn aufgrund des wiederholten zyklischen Schneidens eine Auflösung der Teilchen und eine Entfestigung des Werkstoffs erfolgt [110, 111], so erzeugt das Aufstauen der Versetzungen dennoch eine Beeinflussung in den Versetzungsanordnungen. Ungestörte Versetzungsanordnungen, die den Extremfällen wellig oder planar entsprechen, können nur in den Bereichen zwischen den Teilchen ausgebildet werden [10].

3.1.2. Zweiphasige Werkstoffe

Im Gegensatz zu den zuvor beschriebenen (quasi-)einphasigen Werkstoffen wird nun der Fokus auf einen Duplexstahl, also einen zweiphasigen Werkstoff, gelegt. Durch die unterschiedlichen Eigenschaften der Phasen beeinflussen sich diese gegenseitig in den ausgebildeten Versetzungsanordnungen.

Zum einen unterscheidet sich die ferritische kubisch-raumzentrierte Phase (krz) durch eine deutlich höhere Stapelfehlerenergie (SFE) von der austenitischen kubisch-flächenzentrierten Phase (kfz) [112]. Dementsprechend ergibt sich kein energetischer Vorteil durch Stapelfehler (SFs) innerhalb des krz Kristalls, weswegen nur selten welche im Ferrit vorhanden sind und somit die SFE auch nicht gemessen werden kann [113-116]. Im Austenit dagegen liegen aufgrund einer geringen SFE zahlreiche SFs und Zwillingskorngrenzen vor [117, 118]. Da in den vorherigen Kapiteln ausschließlich kfz Metalle beschrieben sind, wird an dieser Stelle kurz auf das Verhalten von krz Metallen eingegangen [119].

Generell verhalten sich insbesondere technisch angewandte krz Metalle und Legierungen ähnlich zu Werkstoffen mit welligem Gleitcharakter und bilden dreidimensionale Anordnungen aus [17, 38]. Allerdings ist die Peierlsspannung bei einer krz Atomanordnung deutlich höher, wodurch die Quergleitfähigkeit der Schraubenversetzungen eingeschränkt wird. Diese Einschränkung ist sowohl von der Temperatur als auch der plastischen Dehnrate abhängig. Hohe Verformungsgeschwindigkeiten hemmen die Quergleitfähigkeit, wohingegen sie bei langsamen Verformungen zunimmt [120]. Von der Dehnrate wird zudem die Übergangstemperatur beeinflusst, unterhalb welcher die thermische Energie nicht ausreicht, um den Quergleitvorgang zu erleichtern. Daraus folgt, dass bei einer ausreichend langsamen Verformung auch bei Raumtemperatur dreidimensionale Anordnungen in einem krz Metall entstehen können, insbesondere wenn dies durch interstitiell gelöste Fremdatome zusätzlich unterstützt wird [17, 121].

Des Weiteren unterscheidet sich der austenitisch-ferritische Duplexstahl von einphasigen Werkstoffen durch einen Übergang im zyklischen Verformungsverhalten [5, 119, 122]. So erfolgt im Fall des Duplexstahls 1.4460 bei geringen plastischen Dehnungsamplituden von $\Delta\varepsilon_{pl}/2 < 10^{-4}$ die Verformung hauptsächlich innerhalb der weicheren austenitischen Phase, wohingegen oberhalb von $\Delta\varepsilon_{pl}/2 < 6 \cdot 10^{-4}$ die plastische Verformung im festeren Ferrit dominiert. Dazwischen wird das Verhalten als „austenitisch-ferritisches“ bezeichnet. Der Fokus in dieser Arbeit wird auf dem ferritischen Verhalten liegen, wobei zum Vergleich eine plastische Dehnungsamplitude im Zwischenbereich untersucht wird. Das die Verformung in der austenitischen Phase beginnt, ist nicht bei sämtlichen Duplexstählen der Fall, da die Festigkeit der austenitischen Phase u.a. von der zulegierten Menge an Stickstoff abhängt [119].

In Mateo et al. [122] ist eine detaillierte Korrelation der Versetzungsanordnungen mit dem zyklischen Verformungsverhalten beschrieben. Bei kleinen plastischen Dehnungsamplituden werden in vereinzelten Austenit-Körnern an Korngrenzen aufgestaute Versetzungen mit einem planaren Gleitcharakter beobachtet, wohingegen im Ferrit keine Veränderungen auftreten [120, 123, 124]. Mit zunehmender plastischer Dehnungsamplitude verteilen sich die planaren Versetzungsanordnungen im

Austenit gleichmäßiger, sekundäre Gleitung beginnt und erste Versetzungstangles erscheinen [125]. Die schnelle Verfestigung im Austenit, die typisch für Werkstoffe mit planarem Gleitverhalten ist, verursacht, dass nun auch die ferritische Phase verformt wird und Versetzungsanordnungen in Form von Kanälen zu sehen sind. Sobald der Bereich des ferritischen Verformungsverhaltens erreicht ist, bilden sich im Ferrit ausgeprägte Adern aus, die mit ansteigender Amplitude zu Versetzungswänden zusammenwachsen [120]. Insbesondere im Korngrenzenbereich entstehen aufgrund der dort herrschenden hohen mehrachsigen Spannungen Zellen mit einer deutlichen Missorientierung zueinander. PSBs dagegen sind nur selten zu beobachten. Im Austenit verringert sich ausschließlich der Abstand zwischen den planaren Anordnungen, was typisch für Werkstoffe mit einem planaren Gleitverhalten bei einer höheren plastischen Dehnungsamplitude ist [126]. An dieser Stelle soll erwähnt sein, dass die Verformungsbereiche und die ausgebildeten Versetzungsanordnungen von der chemischen Zusammensetzung und den Volumenanteilen der Phasen beeinflusst werden.

Dass vorwiegend im Korngrenzenbereich Mehrfachgleitung und die Ausbildung von Missorientierungen und somit eine Ansammlung von GNDs erfolgen, wird auch in anderen Studien beobachtet [42, 92, 127]. Am Beispiel eines ferritisch-martensitischen Duplexstahls wird in Abbildung 22 anhand eines EBSD-Bilds in Kernel-Darstellung gezeigt, dass eine hohe Konzentration an GNDs wegen des mehrachsigen Spannungszustands vor allem im Korngrenzenbereich zu finden ist.

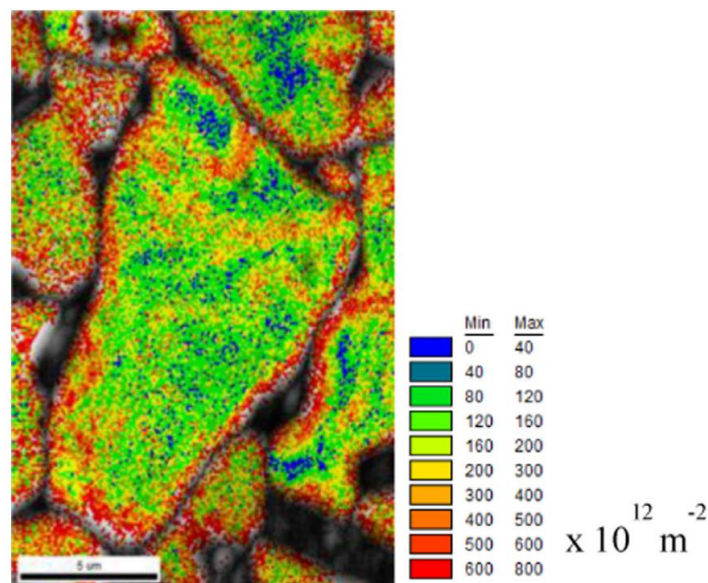


Abbildung 22: Verteilung der GNDs innerhalb eines Ferrit-Korns eines Ferrit-Martensit-Gefüges [127].

Um das Verformungsverhalten der einzelnen Phasen detaillierter zu untersuchen, wird in Wackermann [5] die SVF von einem ferritisch-austenitischen Duplexstahl bei Raumtemperatur berechnet. Entgegen dem theoretischen Ansatz werden allerdings keine zwei ausgeprägten Maxima gemessen (siehe Abbildung 23). Mithilfe von Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen können die Maxima modelliert und dennoch analysiert werden. Aus den Kurven zeigt sich, dass Ferrit nach anfänglicher starker Verfestigung kontinuierlich in der Geschwindigkeit abnehmend entfestigt. In der austenitischen Phase

findet ebenso eine kontinuierliche Entfestigung statt, jedoch ohne vorangegangene Verfestigung. Außerdem ist der Verlust der Festigkeit in den ersten Zyklen am höchsten.

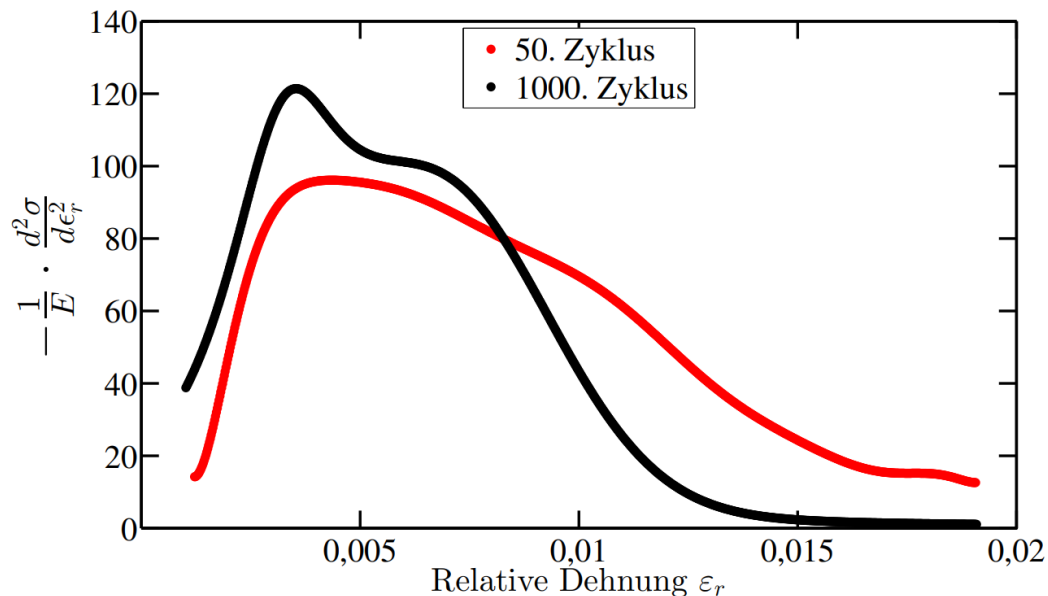


Abbildung 23: SVF eines vorversprödeten Duplexstahls, der bei Raumtemperatur mit 1% Gesamtdehnungsamplitude belastet wurde [5].

Eine Überlagerung dieser Wechselverformungsverhalten bei hohen plastischen Dehnungsamplituden, woraus eine Verfestigung bis zu einem Maximum mit anschließender kontinuierlicher Entfestigung resultiert, ist auch in anderen Untersuchungen zu finden [122, 126]. Dies wird beim ferritischen Verhalten mit der stetigen Umwandlung von Venen zu Wänden begründet, deren Volumenanteil mit der kumulativen plastischen Dehnungsamplitude zunimmt, wodurch der Werkstoff zunehmend entfestigt. Das Maximum zu Anfang der Verformung hingegen resultiert aus der schnell ansteigenden Zahl an Versetzungen, welche zunächst im ungeordneten Zustand vorliegen. Bei diesen hohen Amplituden wird die sonst zuerst auftretende Verfestigung des Austenits übersprungen und es erfolgt direkt die Entfestigung. Auch bei dem „austenitisch-ferritischen“ Verhalten wird kein Maximum gemessen und der Werkstoff entfestigt durchgängig, da durch die geringere Amplitude keine ungeordneten Versetzungszustände entstehen [122].

Alles in allem ist Duplexstahl ein gut untersuchter Werkstoff, sowohl was die Korrelation der Versetzungsanordnungen mit dem Ermüdungsverhalten angeht als auch hinsichtlich der Anwendung des erweiterten Masing-Modells basierend auf der SVF. In dieser Arbeit kann dementsprechend mit der Ergänzung durch Röntgenbeugungsuntersuchungen eine Ergänzung und Zusammenführung der Ergebnisse erarbeitet werden, was aufgrund des zweiphasigen Gefüges des Werkstoffs im Vergleich zu den einphasigen Versuchswerkstoffen von besonderem Interesse ist.

3.2. Funktionsweise eines energiedispersiven pnCCD Detektors und erste Untersuchungen

Alle vorangegangenen Untersuchungen der Versetzungsanordnungen basieren auf bildgebenden Methoden wie REM und TEM, und mit den bisher durchgeführten Beugungsuntersuchungen sind nur einzelne Anordnungen oder Teilbereiche analysiert worden. Im Folgenden soll nun gezeigt werden, dass mithilfe eines energiedispersiven Detektors die Möglichkeiten besteht, schnell komplette Strukturen der Versetzungsanordnungen mittels Beugung zu untersuchen.

Bei einem typischen Experiment nach dem Laue-Verfahren wird ein Einkristall in einem konstanten Winkel mit polychromatischer Röntgenstrahlung bestrahlt, wobei die Orientierung und Kristallsymmetrie des Kristalls bestimmt werden können. Das Verfahren kann als Laue-Rückstrahlverfahren oder als Laue-Durchstrahlverfahren durchgeführt werden, welches im ersten Fall die reflektierte oder im zweiten Fall die transmittierte Strahlung oftmals mithilfe eines Fotofilms detektiert [60]. Durch die verwendete polychromatische Strahlung sind zeitgleich mehrere Netzebenen für konstruktive Interferenz angeregt, wodurch auf dem Fotofilm mit einer Messung mehrere Beugungspunkte abgebildet werden. Einerseits ist diese Methode damit im Vergleich zur Drehkristallmethode, in welcher monochromatische Strahlung verwendet wird, deutlich schneller, andererseits bleibt die Wellenlänge der gebeugten Strahlung unbekannt und durch die erhöhte Anzahl an Beugungspunkten ist die Datenauswertung erschwert [128].

Um nun die Vorteile des Laue-Verfahrens ohne seine Nachteile nutzen zu können, wurde im Rahmen dieser Arbeit ein energiedispersiver Detektor eingesetzt. Diese Art von Detektor ist in der Lage, die Energie der gebeugten Strahlung in Kombination mit der Position der Beugungspunkte und somit der Beugungswinkel zu messen. Entwickelt wurde er bereits in den 90er Jahren im Halbleiterlabor des Max-Planck Instituts für die Satellitenmission XMM-Newton [129, 130]. Die gesamte Kamera besteht aus einem pn-ladungsgekoppelten Bauteil (charge-coupled device; CCD), also dem eigentlichen Detektor, Röntgenstrahlobjektivlinsen, beziehungsweise einer Mehrkapillaroptik, einem Gehäuse, einer Kühlung, Datenerfassung und einer Analysesoftware [131]. Im Folgenden wird nur auf den pnCCD-Detektor als Besonderheit eingegangen. Detailliertere Beschreibungen lassen sich bei Meidinger et al. [129], Ordavo et al. [130], Abboud [132] und Shokr [133] finden. Insbesondere die Datenverarbeitung wird in Tosson [134] ausführlich erläutert.

Wie der Name schon andeutet, ist ein pnCCD Detektor ein Halbleiterdetektor aus p- und n-dotiertem Silizium. Er besteht aus einer 450 μm dicken n-dotierten Schicht, welche von einer dünnen durchgehenden p-dotierten Schicht und 256 Reihen aus p-dotiertem Silizium auf der gegenüberliegenden Fläche eingefasst ist (siehe Abbildung 24). Die durchgängige p-Schicht auf der Rückwand des Detektors ist transparent für die einfallende Röntgenstrahlung und ist somit das Eingangsfenster [129]. Durch die Strahlung wird ein Elektron aus dem n-Volumen des Detektors geschlagen, welches wegen der angelegten Spannung in Richtung der p-Reihen fließt und kurz vor den Reihen auf eine 8 μm dünne

Schicht mit einem geringen Widerstand trifft. Da ein 3-phasiger pnCCD vorliegt, leitet jede dritte dieser Reihen dasselbe Signal [135]. Die Signale sind dafür verantwortlich, dass die Elektronen nicht mit den Löchern im p-Bereich rekombinieren und verloren gehen. Gleichzeitig werden die Elektronen weiter zur n^+ -Anode, der sogenannten Auslese-Anode, gezogen. Von diesen Anoden sind 256 Stück in einer Bahn senkrecht zu den Reihen angeordnet, wodurch jede für einen eigenen Kanal steht [129, 130]. Jedes ankommende Elektron vergrößert nun die Gate-Spannung im Verstärker, wobei es sich um einen selbstleitenden Sperrschicht-Feldeffekttransistoren (Junction-gate Field-Effect Transistor; JFET) handelt. Dadurch erhöht jedes eintreffende Elektron auch den Strom, der durch den JFET fließen kann, wodurch letztendlich das Messsignal entsteht. Anschließend erfolgt eine Verarbeitung des Signals mithilfe einer anwendungsspezifischen integrierten Schaltung, der DUO CAMEX ASIC, welche in der Lage ist, 128 Kanäle zu verstärken, zu filtern und zu einem komplexen Signal zusammenzufassen [130, 136].

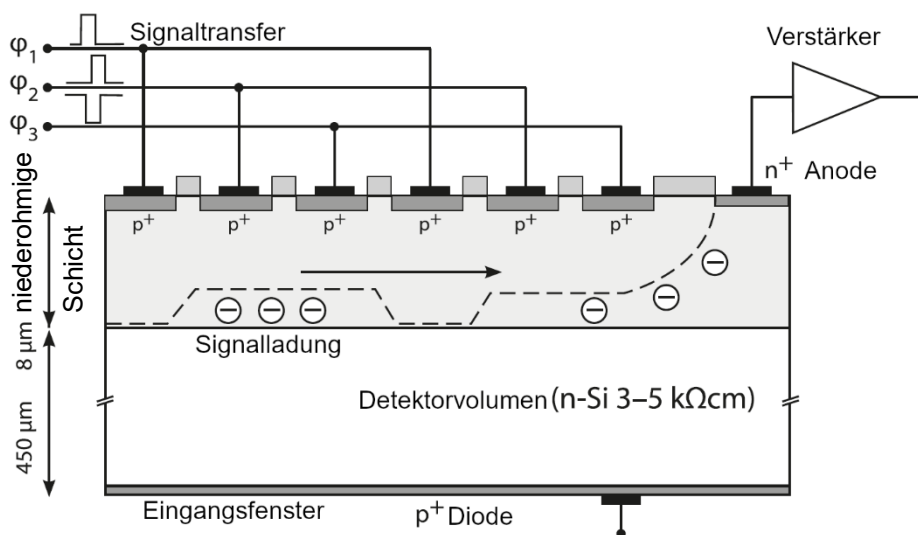


Abbildung 24: Schematischer Aufbau eines pnCCD Detektors [130].

Durch die Anordnung der p-Reihen und der Auslese-Anoden kann die genaue Zahl der Elektronen pro Pixel bestimmt werden und dies mit einer räumlichen Auflösung von kleiner $2\ \mu\text{m}$ [135]. Nicht nur die Position wird so detektiert, sondern auch die Energie der eintreffenden Strahlung und der Zeitpunkt des Events. Generell können mit dem Aufbau einfallende Photonen mit einer Energie von 3 keV bis 40 keV gemessen werden, wobei die Energieauflösung in einem Bereich zwischen 138 eV und 152 eV liegt [131]. Um die beste Quanteneffizienz, also die Zahl der detektierten Elektronen zu der Zahl der absorbierten Photonen, von 95% zu erzielen, sollte die Röntgenstrahlung in einem Energiebereich zwischen 3 keV bis 10 keV liegen [130]. Da aber der Einsatz von ultraharter Röntgenstrahlung Vorteile bietet, wie sie in Send et al. [137] beschrieben sind, muss mit einer Quanteneffizienz von kleiner 30% ab 20 keV vorliebgenommen werden [130, 138]. Generell ist der Einsatz ultraharter Röntgenstrahlung wegen der hohen Strahlungshärte des Detektors möglich. Durch das Eingangsfenster auf der Rückseite wird der empfindliche Ladungstransfer-Bereich geschützt, und es treten nur geringe Beschädigungen

durch die einfallende Strahlung auf. Außerdem werden Aufladungseffekte mithilfe des Verzichts auf oxidische Schichten vermieden [129].

Dennoch treten Fehler auf, ausgelöst durch sogenannte „split“- oder „pile up“-Ereignisse. Ein „split“ findet statt, sobald die durch ein eintreffendes Photon generierte Ladungswolke räumlich stark ausgedehnt ist, sodass sie zeitgleich auf mehrere Pixel trifft. Um dennoch die Energie der eintreffenden Strahlung zu bestimmen, müssen die Energien der betreffenden Pixel addiert werden. Bei einem „pile up“ kommt es zu einer Anhäufung der Events in einem Pixel. Durch die Reduzierung der Zählrate kann dieser Fehler vermieden werden [130, 136].

Erste Ergebnisse von Send et al. [139] zeigen, dass mithilfe des Detektors in Kombination mit weißer Röntgenstrahlung in einem Single-Shot-Experiment die Gitterkonstanten von polykristallinem Hühnereiweiß bestimmbar sind. In diesem Fall werden Photonen mit einer Energie von 9 keV bis 25 keV genutzt, um die Gitterkonstanten des Kristalls aus tetragonalen Einheitszellen zu messen, wobei keine zusätzliche Rotation der Probe oder eine Ausrichtung im Vorfeld notwendig sind. Zusätzlich wird in dem Versuch eine Doppelung der Laue-Punkte detektiert, die mit einer Verkippung von zwei kristallinen Bereichen zueinander interpretiert wird [139].

Send et al. [137] dagegen untersuchen in einem Laue-Beugungsexperiment mit ultraharter Röntgenstrahlung einen GaAs Kristall, um die Wirksamkeit bei Energien von 40 keV bis 140 keV zu demonstrieren. Von Vorteil daran ist, dass viele Werkstoffe nur einen geringen Absorptionskoeffizienten bei diesen Energien besitzen, wodurch die Experimente auch im Transmissionsmodus durchgeführt werden können. Mit einem Versuchsaufbau, welcher den geringen Beugungswinkel aufgrund der hohen Energien berücksichtigt, werden für den willkürlich orientierten Kristall circa 100 Beugungspunkte detektiert. Da von jedem dieser Punkte die Position und die Energie bekannt ist, ist eine komplette Indizierung des Beugungsmusters möglich (siehe Abbildung 25). Des Weiteren kann mit diesen Informationen auch der Strukturfaktor mit einer zehnprozentigen Abweichung zum theoretischen Wert ermittelt werden [137].

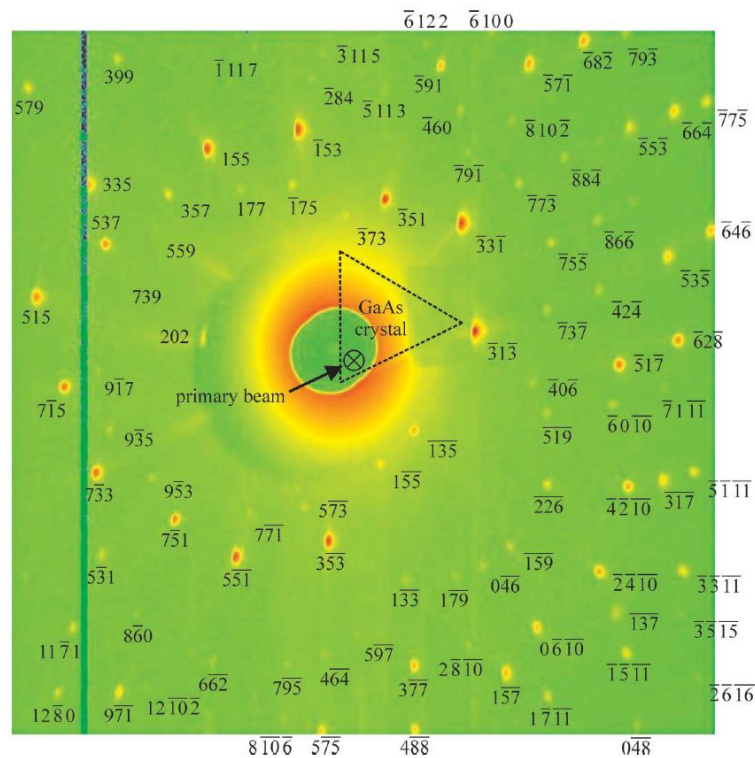


Abbildung 25: Vollständig indiziertes Beugungsmuster eines GaAs-Kristalls [137].

Da die beschriebenen Versuche an unverformten Proben erfolgreich waren, kann darüber hinausgehend der Einfluss einer plastischen Verformung betrachtet werden. In verschiedenen Studien ist der Einsatz des Detektors an plastisch verformten polykristallinen Werkstoffen mithilfe von Röntgenstrahlen im Energiebereich von 5 keV bis 25 keV getestet worden [140-142]. Dabei wird sowohl bei Gold als auch Kupfer beobachtet, dass in Zonen hoher plastischer Verformung eine Ausdehnung der Beugungspunkte zu Streaks erfolgt. Dies ist auch anhand eines *in situ*-Tests bestätigt, in welchem eine Nickel Probe in Intervallen zunehmend einer Zugspannung ausgesetzt wird [9]. Somit findet durch den Einsatz weißer Röntgenstrahlung, trotz des veränderten Netzebenenabstands und des daraus folgenden variierenden Beugungswinkels, weiterhin konstruktive Interferenz statt. Da, wie zuvor beschrieben, durch den Detektor auch die Energie der gebeugten Strahlung bekannt ist, enthalten die Streaks sämtliche Informationen über das Maß an Verformung und Verkipfung, die das Gitter aufgrund von Versetzungen erfährt. Somit ermöglicht der energiedispersive Detektor eine Analyse von plastisch verformten polykristallinen Werkstoffen, was ansonsten nur mittels der zeitaufwändigen und schwierigen Versuchsführung der Messung einer Rockingkurve realisierbar wäre, wie in Kapitel 2.2.2 erläutert [140].

Das Verfahren ist ebenso bereits an bis in den VHCF-Bereich hinein ermüdeten Proben getestet worden, wobei auch in diesem Fall Streaks detektiert wurden. Es ist deutlich zu sehen, dass die erhaltenen Beugungsmuster stark abhängig von der Phase und dem Grad der lokalen Beanspruchung sind. Im Fall von Duplexstahl ist durch die gleichzeitige Messung der Energie und der Position der gebeugten Strahlung eine direkte Indizierung der Beugungspunkte und dadurch eine Zuteilung zu den Phasen möglich. Istomin et al. [7] veranschaulicht damit, dass bei manchen Streaks, die der Austenitphase

zugeordnet sind, eine Aufteilung des Energiemaximums erfolgt (siehe Abbildung 26). Mit Zunahme der lokalen Spannung tritt dieses Phänomen häufiger auf. Ähnliches kann bei ferritischen Streaks nicht beobachtet werden. In diesen Sachverhalten sind gleichzeitig mehrere Informationen enthalten: Zum einen erfolgt die plastische Verformung in der austenitischen Phase und dort nur in bestimmten Körnern, deren Zahl mit steigender Belastung zunimmt. Zum anderen scheint es in diesen Körnern zu einer Verkipfung der kristallinen Bereiche zueinander zu kommen, was zum Beispiel aus der Ausbildung von Gleitbändern resultiert. All das entspricht bereits bekannten Eigenschaften eines Duplexstahls (siehe Kapitel 3.1.2), die nun auch mit dem hier vorgestellten Verfahren gemessen werden können.

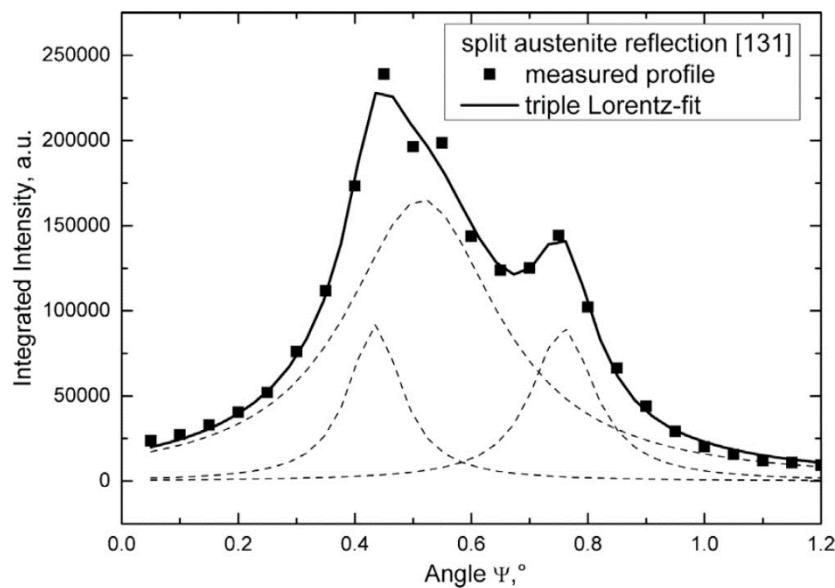


Abbildung 26: Gespaltenen Austenit-Streak dargestellt mit der integrierten Intensität über dem Beugungswinkel [7].

Auch beim Betrachten des Bereichs der höchsten plastischen Verformung, nämlich der Risspitze, werden gute Ergebnisse erzielt. In Abboud et al. [6] sind nicht nur eindeutig gesplante Austenitmaxima zu erkennen, sondern ebenso im Ferrit eine Ausdehnung der Beugungspunkte und gelegentlich die Ausbildung vieler kleinerer Maxima. Demnach wird an dieser Position im Ferrit eine Verformung des Gitters oder eine Verkipfung detektiert, aber auch die Ausbildung einer Subkornstruktur. Ergänzend dazu erweitert Pashniak et al. [8] das Verfahren, indem er die über einen Streak gemessene Energie und die mithilfe der Bragg-Gleichung und einem konstanten Netzebenenabstand berechnete Energie miteinander vergleicht. Die dabei resultierenden Abweichungen, welche aus einem variablen Netzebenenabstand folgen, führt er auf ein hochverspanntes Gitter oder große Orientierungsunterschiede zurück. Infolgedessen ist die Differenz dieser Kurven ein Maß für die Änderung des Netzebenenabstands.

Letztendlich bestätigen die vorangegangenen Untersuchungen die Eignung des pnCCDs in Kombination mit weißer Röntgenstrahlung als eine einfache Methode, um viele Informationen über die Mikrostruktur eines Werkstoffs insbesondere in Bezug auf die Art, Dichte und Anordnung von Versetzungen zu

erhalten. Da nach wie vor die Materialermüdung ein großer Kostenfaktor in der Industrie ist, liegt der Wunsch nahe, die Anwendung der Methode auf den LCF- und HCF-Bereich, auf Strukturwerkstoffe und die Abhängigkeiten von der Zyklenzahl und der Belastungsamplitude auszudehnen. Wie die Ergebnisse an Duplexstahl zeigen, sollte eine Unterscheidung der verschiedenen Versetzungsanordnungen durch unterschiedliche Gleitverhalten und Belastungen möglich sein. Damit könnte die zerstörungsfreie Werkstoffprüfung mit Röntgenstrahlung unter Anwendung des pnCCD Detektors in Zukunft ein mächtiges Werkzeug sein, um, ohne das Risiko eines Ausfalls zu erhöhen, Bauteile bis zu ihrer maximalen Lebensdauer zu nutzen.

4. Werkstoffe und experimentelle Vorgehensweise

In diesem Kapitel werden die Werkstoffe, die experimentelle Durchführung der Ermüdungsversuche und die anschließenden analytischen Untersuchungen behandelt und diese im Detail vorgestellt. Dies umfasst die Eigenschaften und Besonderheiten der verwendeten Werkstoffe und des genutzten servo-hydraulischen Materialermüdungsprüfsystems, die notwendige Probenvorbereitung, die Proben-geometrien sowie eine Zusammenstellung aller durchgeführten Ermüdungsversuche. Bei der Vorstellung der eingesetzten Analysemethoden erfolgt die Angabe der erforderlichen Probenpräparation und eine Begründung für die Wahl des eingesetzten Verfahrens.

4.1. Werkstoffe

Nachfolgend werden die untersuchten Werkstoffe detaillierter beschrieben. Dies umfasst die Zusammensetzung, Eigenschaften und den Einsatzbereich. Um ein möglichst breites Spektrum der Versetzungsanordnungen abzubilden, erfolgte die Vorauswahl der Werkstoffe nach dem Versetzungsgleitverhalten. Deswegen wird in den folgenden Unterkapiteln dargestellt, welches Gleitverhalten die für die Untersuchungen beschafften Werkstoffe in der Realität aufwiesen und wodurch dieses beeinflusst wird. Bei allen Werkstoffen war eine einheitliche Korngröße von ca. 40 μm angestrebt, um den Einfluss der Korngröße zu minimieren und die Vergleichbarkeit der Werkstoffe untereinander zu erhöhen.

4.1.1. Nickel 201

Nickel 201 (LC-Ni99; 2.4068; weiterhin Nickel genannt), welches wie Kupfer ein ausgeprägtes welliges Gleitverhalten und eine kfz-Struktur aufweist [26, 27, 81, 87, 107], lag bereits im Ausgangszustand mit einer Korngröße von $27,3 \mu\text{m} \pm 16,5 \mu\text{m}$ vor. Der Werkstoff wurde keiner Wärmebehandlung unterzogen, da die Korngröße ungefähr der Vorgabe von 40 μm entsprach. Im Ausgangszustand sind bereits deutlich Zwillingskorngrenzen zu erkennen (siehe Abbildung 27). Der wellige Gleitcharakter von Nickel wird begünstigt durch eine hohe SFE von $120 - 130 \text{ mJ m}^{-2}$ [143, 144]. Zusätzlich wird das Quergleiten der Versetzungen durch das Vorliegen eines nahezu reinen Nickelgitters erleichtert.

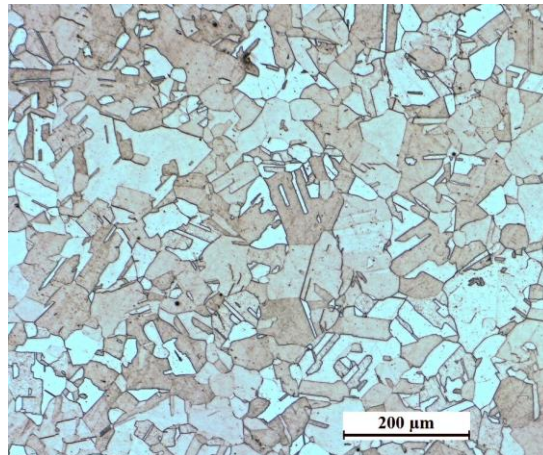


Abbildung 27: Gefüge des verwendeten Nickelwerkstoffs als lichtmikroskopische Aufnahme nach einer Kornflächenätzung.

Der untersuchte Nickelwerkstoff wird als unlegiertes Nickel bezeichnet und unterscheidet sich von Nickel 200 durch einen geringeren Kohlenstoffgehalt, wodurch Graphitausscheidungen an den Korngrenzen vermieden werden, was die Festigkeit verringert und die Duktilität erhöht. Generell besitzt Nickel gute mechanische Eigenschaften, vor allem eine hohe Duktilität, sowie eine gute Korrosionsbeständigkeit. Aufgrund dieser Eigenschaften findet es häufig Anwendung in der Chemie, Petrochemie und Lebensmittelherstellung [3, 145]. Die chemische Zusammensetzung ist in Tabelle 1 aufgeführt.

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung des verwendeten Nickelwerkstoffs, gemessen mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie, und die in DIN 17740 [146] vorgegebenen Werte.

Nickel	Ni	C	Cu	Fe	Mn	Si	Ti
Nominal	> 99,0	< 0,02	< 0,25	< 0,40	< 0,35	< 0,25	< 0,10
Gemessen	99,49	0,01	0,02	0,01	0,24	0,15	0,08

4.1.2. α -Messing

Um das planare Versetzungsgleitverhalten darzustellen, wurde CuZn28 (CW504L; 2.0261; weiterhin Messing genannt) verwendet. Da es sich um eine binäre Kupfer-Zink-Legierung mit einem Zink-Gehalt von weniger als 37 m-% handelt, liegt ein reiner α -Mischkristall und ein kfz-Gitter vor [94]. Die Korngröße beträgt $15,3 \mu\text{m} \pm 10,5 \mu\text{m}$, weswegen keine Wärmebehandlung notwendig ist. Die chemische Zusammensetzung ist in Tabelle 2 aufgelistet. Durch den relativ hohen Zink-Gehalt wird die Ausbildung planarer Versetzungsanordnungen in diesem Werkstoff begünstigt. Zum einen wird die SFE mit zunehmendem Zink-Gehalt auf 12 mJ m^{-2} bis $13,1 \text{ mJ m}^{-2}$ gesenkt [147, 148], zum anderen wird durch Zink im Mischkristall eine Nahordnung gebildet [99].

Tabelle 2: Chemische Zusammensetzung des verwendeten Messings, gemessen mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie, und die in DIN CEN/TS 13388 [149] vorgegebenen Werte.

Messing	Cu	Zn	Al	Fe	Ni	Sn
Nominal	71-73	Rest	< 0,02	< 0,05	< 0,3	< 0,1
Gemessen	72,06	26,77	0,02	0,06	0,15	0,09

Das verwendete Messing wird aufgrund seiner sehr guten Kaltumformbarkeit und guten Tiefzieheigenschaften vornehmlich für Tiefziehteile und Hülsen aller Art eingesetzt. Weitere Anwendung findet es im Automobilbereich als Kühler oder in der Uhrenindustrie als Federelement und Ziffernblatt [94, 150].

4.1.3. Nimonic Alloy 75

Der dritte untersuchte Werkstoff ist eine polykristalline 80/20-Nickel-Chrom-Legierung, welche als Nickelbasis-Superlegierung Nimonic Alloy 75 (N06075; 2.4951; weiterhin Nimonic genannt) bezeichnet wird. In Tabelle 3 ist die chemische Zusammensetzung aufgelistet. Es handelt sich bei Nimonic um einen einphasigen kfz-Mischkristall, bestehend aus Nickel und Chrom, mit Chromkarbiden, die hauptsächlich an den Korngrenzen gebildet werden (siehe Abbildung A. 1) [151, 152]. Sowohl der Mischkristall als auch die Karbide behindern die Versetzungsbewegung und verbessern somit die Kriecheigenschaften, weswegen der Werkstoff ein Hochtemperaturwerkstoff der ersten Generation ist und bis zu Temperaturen von 1100°C eingesetzt werden kann [109, 153]. Seine hohe Oxidations- und Zunderbeständigkeit in Kombination mit einer mittleren Festigkeit bei hohen Temperaturen ermöglicht einen Einsatz in Gasturbinen und Wärmebehandlungsanlagen [108, 151].

Tabelle 3: Chemische Zusammensetzung der verwendeten Nickelbasislegierung Nimonic, gemessen mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie, und die in DIN 17742 [154] vorgegebenen Werte.

Nimonic	Ni	Cr	C	Fe	Mn	Si	Ti
Nominal	Rest	18,0-21,0	0,08-0,15	≤ 5,0	≤ 1,00	≤ 1,00	0,20-0,60
Gemessen	75,4	19,9	0,09	3,7	0,4	0,03	0,45

Auch Nimonic wurde im Vorfeld keiner Wärmebehandlung unterzogen, da eine Korngröße von $60,19 \mu\text{m} \pm 26,73 \mu\text{m}$ vorliegt [151]. Im Ausgangszustand sind deutlich Zwillingskorngrenzen zu erkennen (siehe Abbildung 28). Begünstigt durch einen hohen Anteil an Nahordnungsstrukturen werden in vorangegangenen Studien planare Versetzungsanordnungen im VHCF-Bereich beschrieben, welche sich trotz einer mittleren SFE von ca. 77 mJ m^{-2} und einem geringen Atomgrößenunterschied von 3,3% ausbilden [107, 108, 117, 144].

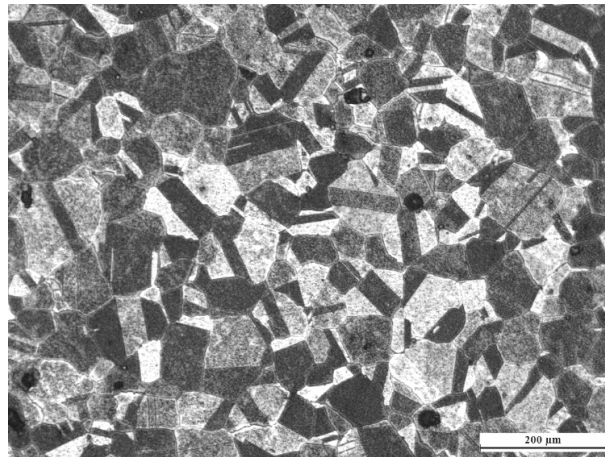


Abbildung 28: Lichtmikroskopisches Gefügebild von Nimonic nach einer Kornflächenätzung.

4.1.4. Duplexstahl

Im Gegensatz zu den zuvor vorgestellten Werkstoffen besteht X2CrNiMoN22-5-3 (SAF 2205, 1.4462; weiterhin Duplexstahl genannt) aus einem zweiphasigen Gefüge. Die gebildeten Phasen Ferrit und Austenit liegen in einem Verhältnis von 1:1 (d.h. mit je ca. 50% Volumenanteil) und einer Korngröße von $40 \mu\text{m} \pm 16 \mu\text{m}$ vor. Dies wurde durch eine vorangegangene Wärmebehandlung erreicht, welche detailliert in Düber [4] beschrieben ist. Kurzgefasst wurde der Werkstoff 4 h lang bei 1250°C gegläht, anschließend kontinuierlich über 3 h lang auf 1050°C im Ofen abgekühlt und abschließend mit Wasser abgeschreckt. Im Ausgangszustand sind eindeutig Zwillingskorngrenzen in der austenitischen Phase zu erkennen (siehe Abbildung 29).

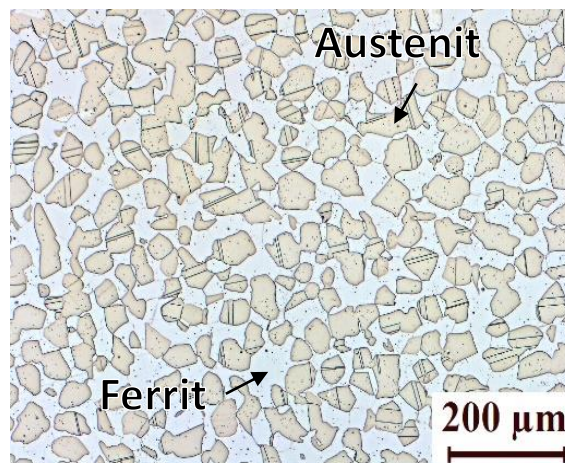


Abbildung 29: Zweiphasiges Gefüge des Duplexstahls, lichtmikroskopisch abgebildet nach einer Korngrenzenätzung; der Ferrit erscheint hell, der Austenit grau (mit Pfeilen exemplarisch gekennzeichnet).

Duplexstahl stellt eine besondere Herausforderung dar, da die austenitische kfz-Phase ein planares Gleitverhalten aufweist, wohingegen die ferritische kfz-Phase bei höheren Belastungen wellige Versetzungsanordnungen ausbildet [119, 122, 125]. Dieses Verhalten wird unterstützt durch die geringe SFE von 14 mJ m^{-2} - 25 mJ m^{-2} in Austenit [112, 155] und die für kfz Kristalle typische hohe SFE mit

180 mJ m^{-2} – 617 mJ m^{-2} in Ferrit [115, 116]. Die chemische Zusammensetzung ist in Tabelle 4 aufgelistet.

Die guten mechanischen Eigenschaften des Duplexstahls, sowohl in der Festigkeit als auch in der Duktilität, in Kombination mit einer hohen Korrosionsbeständigkeit auch gegen Lochfraß und Spannungsrisskorrosion ermöglichen einen Einsatz in der chemischen und petrochemischen Industrie und in salzhaltiger Atmosphäre [118, 119, 156, 157].

Tabelle 4: Chemische Zusammensetzung des verwendeten Duplexstahls, gemessen mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie, und die in DIN EN 10088 [158] vorgegebenen Werte.

Duplexstahl	Fe	Cr	C	N	Ni	Mn	Mo
Nominal	Rest	21,0-23,0	$\leq 0,03$	0,10-0,22	4,5-6,5	$\leq 2,0$	2,5-3,5
Gemessen	67,7	22,5	0,02	0,14	5,1	1,9	2,6

4.2. Servohydraulisches Materialermüdungsprüfsystem und Probengeometrie

Die Ermüdungsversuche wurden mit einer servohydraulischen Prüfmaschine des Typs MTS 810 (MTS Systems Corporation, Eden Prairie, MN, USA) und einem Stabdehnungsaufnehmer des Typs MTS 632.51F durchgeführt (siehe Abbildung 30). Die Anlage ist mit hydraulischen Spannbacken ausgestattet und kann eine maximale Kraft von 100 kN aufbringen. Der eingebaute Vakuumrezipient ermöglicht die Versuchsführung bei einem Vakuum von 10^{-5} mbar. Die Funktionsweise ist in Christ [10] beschrieben.

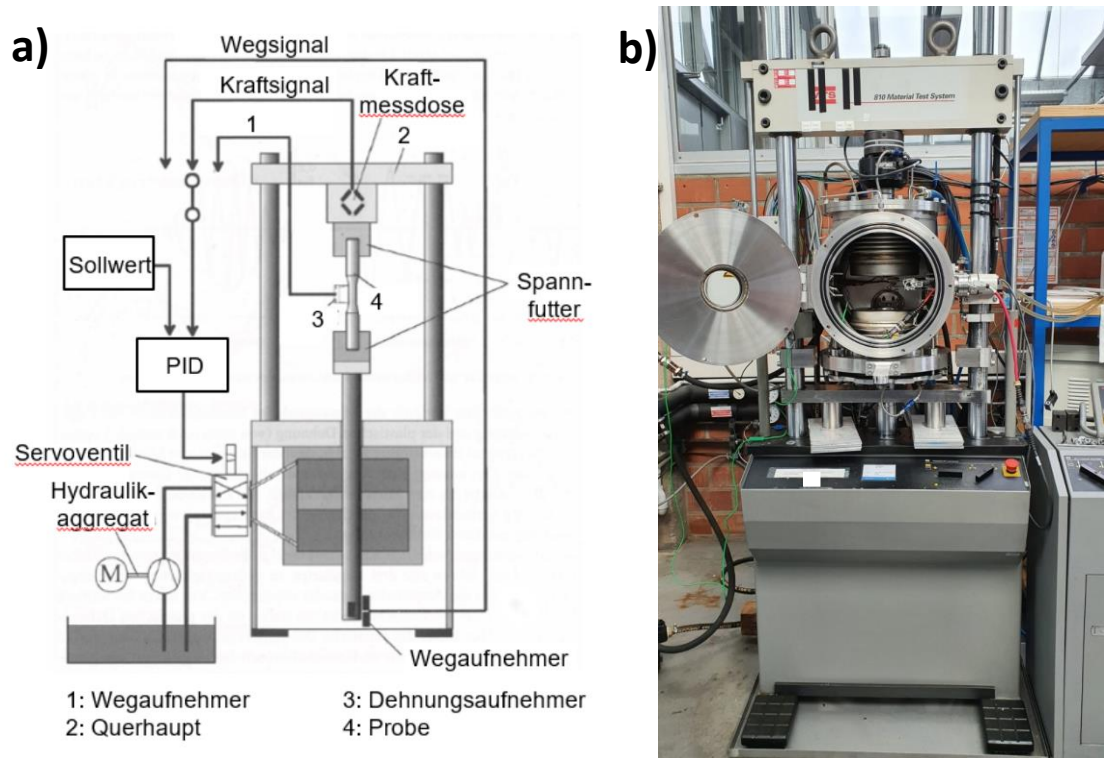


Abbildung 30: a) Schematische Abbildung einer servohydraulischen Prüfmaschine mit eingezeichneten Regelkreisen [10]; b) Prüfmaschine des Typs MTS 810 mit Vakuumrezipient.

Um die Ermüdungsversuche durchzuführen, wurden zylindrische Proben aus den verschiedenen Halbzeugen gedreht. Die mögliche Messlänge war 20 mm mit einem Durchmesser von 8 mm bei Proben aus Nickel, Messing und Nimonic (siehe Abbildung 31a). Bei den Duplexstahlproben wurde der Durchmesser auf 5 mm und die mögliche Messlänge auf 15 mm verringert, um die Kraft zu reduzieren, welche nötig ist, um die gewünschte plastische Dehnung zu erreichen (siehe Abbildung 31b). Die benötigte Oberflächengüte wurde durch mechanisches Schleifen der Proben mit Schleifpapier bis hin zu einer Körnung von P4000 mit anschließendem elektrolytischen Polieren (Parameter in Tabelle A. 2) eingestellt.

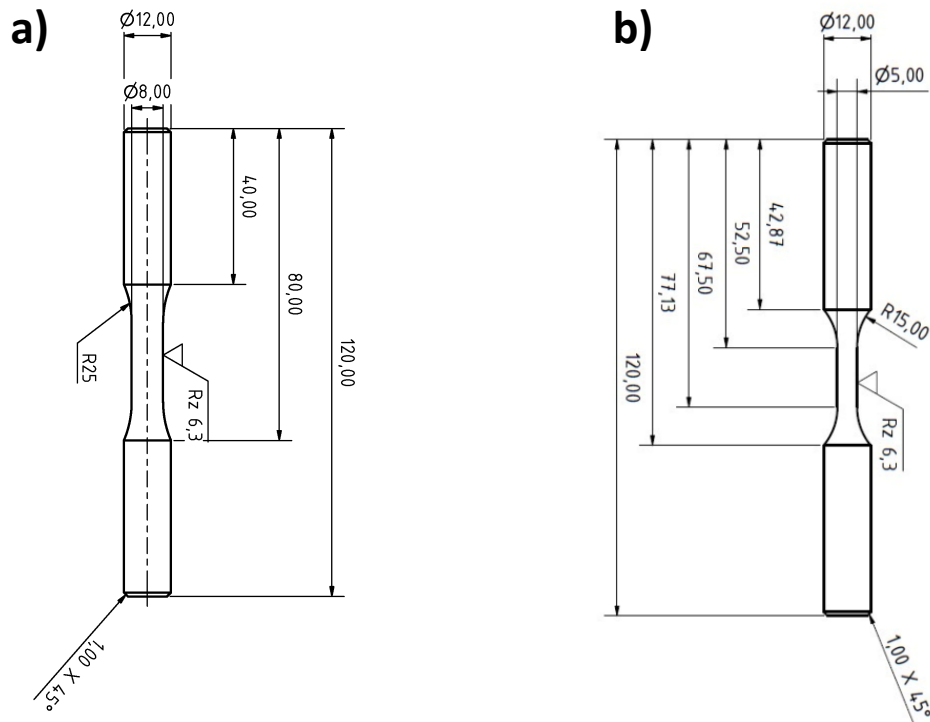


Abbildung 31: Für Ermüdungsversuche mit a) Nickel, Messing und Nimonic und b) Duplexstahl verwendete Rundprobengeometrie.

Alle Versuche wurden mit einem plastischen Dehnungsverhältnis von $R = -1$ plastisch dehnungsgeregelt und im Vakuum ($< 10^{-4}$ mbar) durchgeführt, da durch die vakuumbedingte Lebensdauererlängerung eine bessere Vergleichbarkeit zwischen den verschiedenen Werkstoffen möglich ist. Für die plastische Dehnungsregelung ist es erforderlich, dass jede Probe zunächst kraftgeregelt im elastischen Bereich belastet wird, womit die Nachgiebigkeit $1/E_Y A$ (E_Y : E-Modul; A : Querschnittsfläche) der einzelnen Proben mithilfe des Hookeschen Gesetzes $\varepsilon = \varepsilon_{el} = F/E_Y A$ bestimmt wird. Dadurch können durch kontinuierliches Subtrahieren der elastischen Dehnung ε_{el} von der gesamten Dehnung ε die Versuche mit der wahren plastischen Dehnung ε_{pl} ($\varepsilon_{pl} = \varepsilon - \varepsilon_{el} = \varepsilon - F/E_Y A$) als Regelgröße durchgeführt werden [159, 160]. Dies hat bei der Verwendung eines dreiecksförmigen Regelsignals den Vorteil, dass innerhalb eines Versuchs der Betrag der plastischen Dehngeschwindigkeit konstant gehalten werden kann. Durch geeignete Wahl der Versuchsfrequenz kann in jeder Versuchsserie ein konstanter Wert der absoluten plastischen Dehngeschwindigkeit $|\dot{\varepsilon}_{pl}|$ verwendet werden, was die Vergleichbarkeit der Versuchsergebnisse signifikant verbessert.

Die Versuchsparameter aller durchgeführten Ermüdungsversuche sind in Tabelle 5 zusammengestellt. Um den Einfluss der plastischen Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon_{pl}/2$ sowie der Zyklenzahl N beurteilen zu können, wurden diese Parameter bei allen Werkstoffen variiert. Bei Duplexstahl wurde aufgrund des Wechsels des Verformungsverhaltens vom austenitisch-ferritischen zum ferritischen Verhalten (siehe

Kapitel 3.1.2) die Zyklenzahl bei zwei verschiedenen Dehnungsamplituden variiert. Die Hysteresekurven wurden, wie in Wackermann [5] beschrieben, hinsichtlich der Streckgrenzenverteilungsfunktion und somit der jeweils vorliegenden Mikrostruktur untersucht.

Tabelle 5: Durchgeführte Ermüdungsversuche aufgeteilt nach dem untersuchten Werkstoff. Aufgelistet sind die aufgebrachten plastischen Dehnungsamplituden $\Delta\varepsilon_{pl}/2$ mit den dazugehörigen Frequenzen f , der plastischen Dehngeschwindigkeit $|\dot{\varepsilon}_{pl}|$ und entweder die jeweilige Bruchzyklenzahl $N_{Versagen}$, oder die Zyklenzahlen N bei denen die Versuche abgebrochen wurden.

$\Delta\varepsilon_{pl}/2$ [%]	f [Hz]	$ \dot{\varepsilon}_{pl} $ [%/s]	N					
Nickel			20	100	1000	3000	4500	Versagen
0,10	1,00	0,4	-	-	-	-	-	224148
0,20	0,50	0,4	-	-	-	-	-	60575
0,30	0,33	0,4	X	X	X	X	X	9339
0,40	0,25	0,4	-	-	-	-	-	5517
Messing			30	300	3000	30000	Versagen	
0,05	2,00	0,4	-	-	-	-	-	169828
0,10	1,00	0,4	X	X	X	X	X	139917
0,20	0,50	0,4	-	-	-	-	-	43934
0,40	0,25	0,4	-	-	-	-	-	5901
Nimonic			38	125	1500	3000	4500	Versagen
0,10	2,00	0,8	-	-	-	-	-	300250
0,20	1,00	0,8	-	-	-	-	-	32918
0,40	0,50	0,8	X	X	X	X	X	7302
0,60	0,33	0,8	-	-	-	-	-	2773
Duplexstahl			5	50	100	3000	Versagen	
0,05	2,00	0,4	X	X	X	X	X	481372
0,10	1,00	0,4	-	-	-	-	-	65847
0,20	0,50	0,4	X	X	X	X	X	8072
0,40	0,25	0,4	-	-	-	-	-	2751

4.3. Experimentelle Untersuchungsmethoden

In den folgenden Kapiteln werden die eingesetzten Analysemethoden TEM, REM in Verbindung mit EBSD und Laue-Beugung mit einem pnCCD Detektor beschrieben. Da es sich bei den abbildenden Verfahren TEM und REM um geläufige Methoden handelt, werden diese nur in Kürze vorgestellt und auf die Besonderheiten in dem hier vorgestellten Anwendungsfall eingegangen. Detaillierter wird die

Laue-Beugung erläutert, wobei der Fokus auf den technischen Spezifikationen bei den Messungen und der darauffolgenden Berechnungen liegt.

4.3.1. Transmissionselektronenmikroskopie

Für die Untersuchungen der Versetzungsanordnungen im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) wurden dünne Scheiben ($d = 100 \mu\text{m}$) aus dem mittleren Bereich der Proben parallel zur Belastungsrichtung präpariert. Die finale Dicke von circa 100 nm, ab welcher Elektronentransparenz vorliegt, wurde durch elektrolytisches Polieren mit dem Zweistrahl-Dünnungssystem Struers TenuPol 5 (Struers GmbH, Willich, DEU) erreicht. Die Parameter sind in Tabelle A. 2 aufgelistet. Eine ausführliche Beschreibung des elektrolytischen Zweistrahl-Dünnungsverfahrens wird in Holschbach [161] und Ayache et al. [162] erörtert.

Die Proben wurden mit einem TEM des Typs FEI Talos F200X (Thermo Fisher Scientific Inc., Waltham, MA, USA) im Scanning-Mode (STEM) untersucht, wobei ein Elektronenstrahl den Abbildungsbereich mit 200 keV abstrahlt. Die Bildgebung erfolgt dabei nicht mithilfe einer Kamera unterhalb der Probe wie im gängigen TEM-Modus, sondern kann mit verschiedenen Detektoren durchgeführt werden. Hierzu wurde ein Hellfeld-(Bright Field; BF)Detektor in einem Abstand von 205 mm eingesetzt, auf welchen nur die ungebeugten Elektronen treffen und dadurch Bereiche, in denen Elektronen gebeugt werden, dunkel erscheinen. Die Funktionsweisen der verschiedenen Modi und Detektoren ist im Detail in Williams und Carter [163] und Michler [164] beschrieben. Ein wichtiger Vorteil von STEM ist in diesem Fall, dass keine Biege- oder Dickenkonturen in der Abbildung auftreten und somit die Versetzungsanordnungen deutlicher zu erkennen sind [66, 165].

Generell werden Versetzungen im TEM abgebildet, da sie eine lokale Verzerrung des Gitters hervorrufen. Normalerweise können Elektronen Netzebenen, insbesondere diejenigen die parallel zu dem Elektronenstrahl verlaufen, ungehindert passieren. Durch die Gitterverzerrung um die Versetzung liegt allerdings ein Bereich der Netzebene in einem geeigneten Beugungswinkel vor, wodurch die Elektronen gebeugt werden und dieser Bereich im Bild, sowohl im TEM als auch BF-STEM-Modus, dunkel erscheint. Dieses Prinzip des Beugungscontrasts für Stufenversetzungen ist in Abbildung 32 für eine Stufenversetzung dargestellt [165].

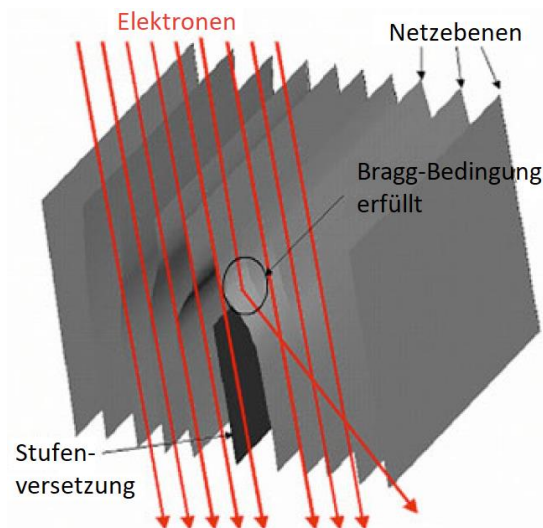


Abbildung 32: Schematische Darstellung des Beugungsprinzips des Elektronenstrahls an einer Stufenversetzung [66].

Nach der hier durchgeführten Probenpräparation liegen die Gleitebenen der Versetzungen willkürlich orientiert zum Elektronenstrahl und der Probenoberfläche vor, wobei die Orientierungsbeziehung entscheidet, ob der Strahl gebeugt wird und es aufgrund dessen zu einer Abbildung der Versetzungslinie kommt. Solange die Unsichtbarkeitskriterien nicht erfüllt sind, die sich aus der Anordnung des Positionsvektors des Braggpunkts \mathbf{g} , von \mathbf{b} und dem Einfallsvektors des Elektronenstrahls \mathbf{u} ergeben, sind die Versetzungen generell sichtbar. Besagte Unsichtbarkeitskriterien sind für Schraubenversetzungen $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ und für Stufenversetzungen $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \times \mathbf{u} = 0$ [163]. Ergänzend soll an dieser Stelle erwähnt sein, dass, sobald die Gleitebene parallel zur Probenoberfläche orientiert ist, die Versetzung nur aus einer Einfallrichtung erkannt werden kann. Dabei handelt es sich jedoch um eine Ausnahme, und häufiger auftretende schräge Versetzungen krümmen mehrere Netzebenen auf einmal, wodurch sie aus mehreren Elektroneneinfallrichtungen sichtbar sind [66].

Zudem werden aufgrund der geringen Dicke des elektronentransparenten Probenbereichs fast ausschließlich Versetzungssegmente dargestellt, welche sich zwischen den Probenoberflächen aufspannen. Desto schräger die Gleitebene im Probenvolumen liegt, desto kürzer ist das abgebildete Segment [17]. Außerdem muss beachtet werden, dass Versetzungen linienartige Gitterfehler sind und die Abbildung als zweidimensionale Projektion erfolgt. Treten die Versetzungen übereinander im Volumen auf, scheint es in der Abbildung so, als würden sie sich schneiden.

Bei den einzelnen Körnern ist die jeweilige Orientierung von Bedeutung. Wie schon häufig erwähnt, kommen durch den polykristallinen Kornverbund die Körner in unterschiedlichen Orientierungen vor. Da bei Elektronenbeugung zudem ein Anregungsfehler besteht, werden Elektronen an Netzebenen gebeugt, auch wenn diese nur annähernd die Bragg-Bedingung erfüllen. Dadurch sind nicht nur die Versetzungen und andere Gitterfehler in einer TEM-Abbildung eindeutig zu identifizieren, sondern die einzelnen Körner weisen auch einen deutlichen Beugungscontrast in Abhängigkeit von ihrer

Orientierung auf [66, 163]. Dasselbe gilt für eine durch Versetzungen erzeugte Zellstruktur, in welcher Verkipungen der Zellen gegeneinander durch die Versetzungswände entstanden sind [38].

4.3.2. Rasterelektronenmikroskopie mit Rückstreuelektronen-Beugungsdetektor

Für eine detailliertere Analyse der Missorientierungen innerhalb einzelner Körner wurde ein Rasterelektronenmikroskop (REM) mit einem Rückstreuelektronen-Beugungsdetektor (EBSD) eingesetzt. Das REM ist vom Typ FEI Helios Nanolab 600 (FEI Company, Hillsboro, OR, USA) und mit einem Pegasus XM 4 EBSD-Detektor (AMETEK EDAX, Pleasanton, CA, USA) ausgestattet. Die Messungen wurden mit einer Beschleunigungsspannung von 20 kV und einer Stromstärke von 2,7 nA durchgeführt. Da für den EBSD-Kontrast eine Probenoberfläche mit geringer Rauigkeit benötigt wird [166], wurden die bereits gefertigten TEM-Proben auch an dieser Stelle verwendet.

Die EBSD-Abbildungen basieren auf Elektronenbeugung und bilden die Gitterorientierung durch eine Farbcodierung ab. Dazu wird jede Orientierung eines zuvor gewählten Referenzgitters einer bestimmten Farbe zugeordnet, wodurch eine inverse Polfigurauftragung entsteht [166]. Die in dieser Arbeit verwendete Farbcodierung für inverse Polfiguren, auf der alle folgenden EBSD-Ergebnisdarstellungen basieren, ist in Abbildung 33 in der stereographischen Standardprojektion dargestellt. Die Korngrenzen werden als Verkipungen zu den benachbarten Körnern mit mehr als 15° definiert und sind im EBSD-Bild als schwarze Linien eingezeichnet.

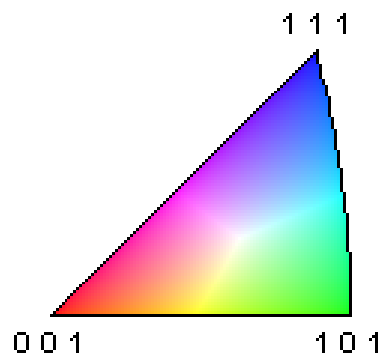


Abbildung 33: Stereographische Standardprojektion mit dem Farbschema, das für die Darstellung der EBSD-Bilder zur Anwendung kam.

Generell wird bei EBSD die Beugung der Elektronen in Form von Kikuchi-Bändern genutzt, die die Schnittstellen von Kosselkegeln mit der Registrierebene sind [167]. Die höchste Intensität wird durch Kippung der Probe zum Elektronenstrahl aus der horizontalen Position um einen Winkel von $60-70^\circ$ erreicht. Das entstehende Kikuchi-Bild wird auf einem seitlich angebrachten fluoreszierenden Bildschirm projiziert und dort von einer lichtempfindlichen Videokamera erfasst [166, 168]. Die Kikuchi-Bänder erscheinen für jede durch den fokussierten Elektronenstrahl angeregte Netzebene mit einer Breite, die dem doppelten Braggwinkel entspricht, und schneiden sich in ihrer Gesamtheit sternförmig in einer Zonenachse. Dieses charakteristische Muster kann mit theoretisch berechneten

Mustern ausgewählter Referenzmetalle verglichen werden. Als Ergebnis kann punktweise im Rastermodus die Phase und die Kristallorientierung ermittelt werden. Das genaue Vorgehen ist in Schwartz et al. [166] und Williams und Carter [163] ausgearbeitet.

Mit der EDAX OIM Analysis Software können die Daten zu einer Kernel-Abbildung weiterverarbeitet werden. Um den gemittelten Kernel-Missorientierungswert, den sogenannten KAM-(Kernel Average Missorientation)Wert, an jedem Messpunkt zu bestimmen, wird die lokale Missorientierung über die benachbarten Punkte gemittelt, die in einem definierten Abstand vom interessierenden Pixel gemessen wurden. Diese lokale durchschnittliche Missorientierung ist der KAM-Wert, vorausgesetzt, dass der Wert nur anhand der peripheren Pixel und nicht anhand aller im Kernel enthaltenen Pixel berechnet wird [45]. Der KAM-Wert ist deswegen von Vorteil, weil er eine farbcodierte Darstellung der lokalen Missorientierungen ermöglicht. In dem hier vorgestellten Fall reicht das Farbschema von blau für 0° bis hin zu Rot für 5° (siehe Abbildung 34).



Abbildung 34: Farblegende für die Kernel-Abbildungen.

Treten nun konkret farbliche Linien im blauen Untergrund auf, können diese mit Versetzungswänden, die eine eindeutige Verkipfung der Kornbereiche zueinander verursachen und somit GNDs beinhalten, korreliert werden [45, 92].

4.3.3. Laue-Röntgenbeugungsmessungen

Die Laue-Röntgenbeugungsmessungen mit dem energiedispersiven pnCCD-Detektor konnten mit einer einfachen Probenpräparation und einem aufwändigen Versuchsaufbau realisiert werden. Die ermüdeten Proben wurden scheibenförmig mit einer Dicke von 1 mm und senkrecht zur Belastungsrichtung entnommen. Um die Anzahl der durchstrahlten Körner und damit die zu verarbeitende Datenmenge zu reduzieren, wurden die Scheiben mechanisch auf eine Dicke von circa $350\ \mu\text{m}$ abgeschliffen.

Die Laue-Messungen wurden am Helmholtz-Zentrum für Materialien und Energie in Berlin mit einem pnCCD-Detektor (Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin) mit einer Fläche von 256×256 Pixeln und einer Pixelgröße von $48 \times 48\ \mu\text{m}$ im Transmissionsaufbau durchgeführt. Der Abstand zwischen der Probe und dem Detektor betrug $3,8\ \text{cm}$ (siehe Abbildung 35), damit der Detektor trotz seiner geringen Fläche genügend Streaks messen kann. Eine Messung dauerte ca. 15 Minuten. Ein ähnlicher Aufbau wurde in Shokr et al. [9] eingesetzt.

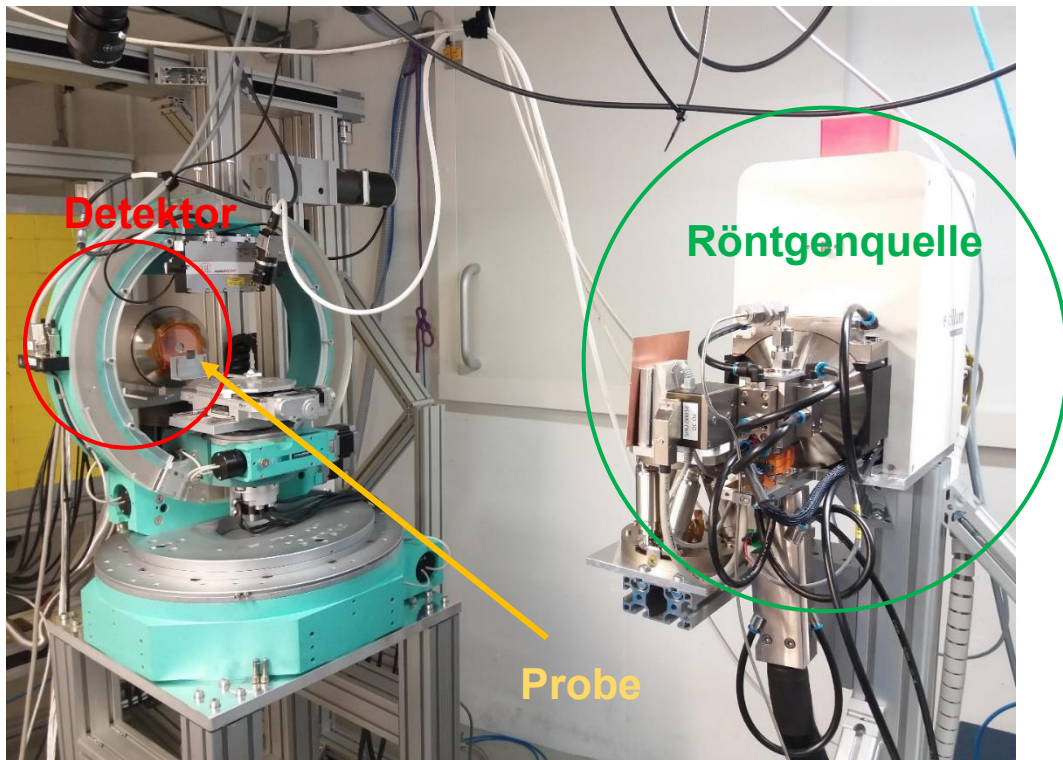


Abbildung 35: Versuchsaufbau im Helmholtz-Zentrum Berlin. Rechts, grün markiert, ist die Röntgenquelle; im Goniometer ist die gelb markierte Probe platziert, und rot umrandet, ganz links, befindet sich der Detektor.

Als quasi weiße Röntgenstrahlenquelle wurde eine Flüssig-Metall-Röntgenquelle (MetalJet D2, Excillum AB, Kista, SWE) des Helmholtz-Zentrums Berlin für Materialien und Energie mit einer Beschleunigungsspannung von 70 kV und einer Indium-Gallium-Zinn-Anode verwendet (siehe Abbildung 36). Der erzeugte Röntgenstrahl besaß einen Durchmesser von 200 μm . Der Vorteil einer Flüssig-Metall-Quelle ist die direkte Regenerierung der durch den Elektronenstrahl erzeugten Schäden an der flüssigen Anode, wodurch die Elektronen wiederum einer höheren Beschleunigungsspannung ausgesetzt werden können.

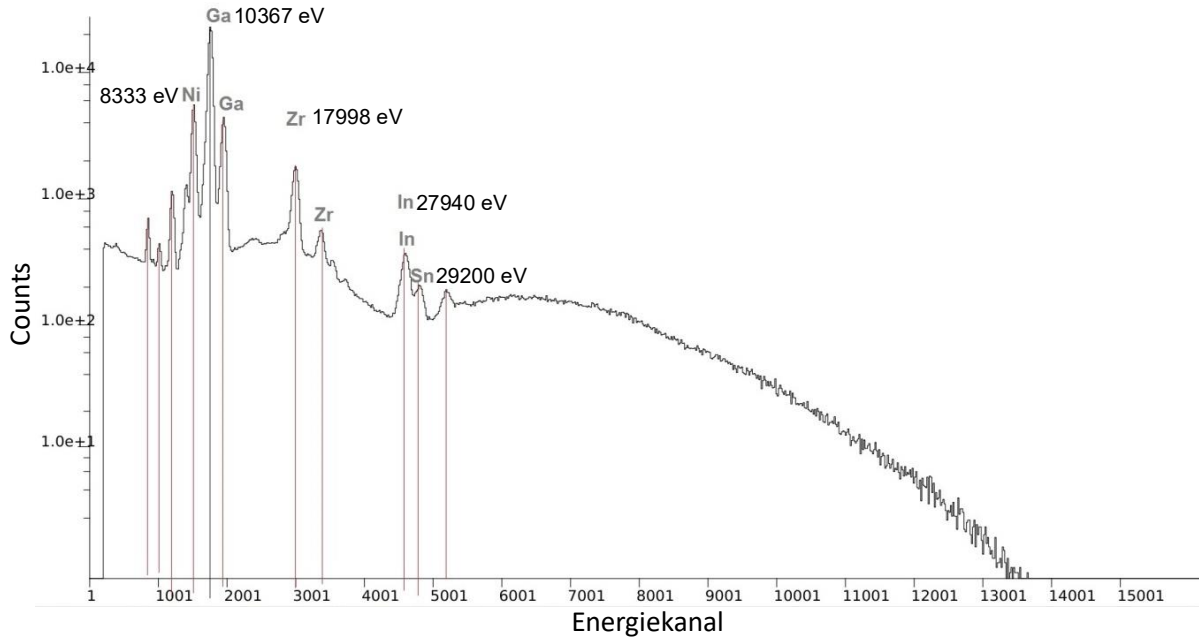


Abbildung 36: Energiespektrum der Röntgenquelle bei einer Beschleunigungsspannung von 70 kV, wobei die Counts über den Energiekanälen des Detektors aufgetragen sind. Die Peaks sind der charakteristischen Strahlung der Anoden-Werkstoffe zugeordnet mit Angabe der jeweiligen charakteristischen Emissionsenergie der K-Linie.

Da der Detektor nicht automatisch die Strahlungsenergie detektiert, sondern diese Information in Kanäle einordnet, muss im Nachgang der Messungen die Energie den einzelnen Messkanälen zugeordnet werden. Der dafür nötige Kalibrierungsfaktor kann anhand der Fluoreszenzpeaks, der in der Probe und dem Versuchsaufbau vorhandenen Metalle, bestimmt werden. Anschließend wird bei der Auswertung der Energiebereiche des Detektors auf 25,5 keV bis 43,5 keV begrenzt, um die Fluoreszenzlinien der Proben und des Versuchsaufbaus vernachlässigen zu können.

Für die weitere Auswertung muss zunächst die Energie dem zugehörigen Braggwinkel zugeordnet werden. Dafür wird aus dem Beugungsbild für einen einzelnen Streak das Energiespektrum dargestellt und je nach Möglichkeit in Bereiche unterteilt, wobei diese Bereiche einzelnen Peaks entsprechen und ihren Positionen im Streak zugeteilt werden können. Über die Peaks kann eine Gaußsche Funktion gelegt und so die räumliche Position des Peaks als Mittelwert der Energie E und die Standardabweichung als die $FWHM$ festgelegt werden (siehe Gleichung 22) [60].

$$f(x, E, FWHM^2) = \frac{1}{FWHM\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{x - E}{FWHM}\right)^2\right) \quad (22)$$

Aus den Peakpositionen und einfachen trigonometrischen Gleichungen kann der Braggwinkel bestimmt werden. Mit E und θ und einer Abwandlung der Bragg-Gleichung, bei der die Wellenlänge λ durch E mithilfe der Planckkonstanten h_p und der Lichtgeschwindigkeit c ersetzt wird, kann ein Netzebenenabstand d_s berechnet werden (siehe Gleichung 23) [8, 142].

$$d_s = \frac{h_p c}{2E \sin(\theta)} \quad (23)$$

Der berechnete Netzebenenabstand d_s erlaubt mit Gleichung 24 eine Indizierung der Streaks, wobei die Auslöschungsregeln für die kfz und krz Gitter beachtet werden müssen, wie sie in Kapitel 2.2.1 beschrieben sind. Der theoretische (ideale) Netzebenenabstand d_{hkl} der beugenden Gitterebene mit kubischer Symmetrie der Einheitszelle ($a = b = c$; $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$) kann dazu bei bekannter Gitterkonstanten a mittels Gleichung 24 [66] bestimmt werden, wobei h, k, l die Millerschen Indizes sind.

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (24)$$

Die Dehnung des Gitters wird durch die Differenz zwischen der gemessenen und der theoretischen Energie $\Delta E / \Delta \theta$ charakterisiert (siehe Gleichung 25) [140].

$$\frac{\Delta E}{\Delta \theta} = \frac{-h_p c \cos(\theta)}{2d_{hkl} \sin^2(\theta)} \quad (25)$$

5. Ergebnisse und Diskussion

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse gegliedert aufgeführt und in ihrem Teilbereich diskutiert. Eine übergreifende Diskussion wird erst im nächsten Kapitel erfolgen. Die Ergebnisse beinhalten die experimentell erzielten Versetzungsanordnungen in den verschiedenen Werkstoffen und im Anschluss das mathematische Modell in Form der Streckgrenzenverteilungsfunktion, um die Mikrostruktur zu beschreiben. Abschließend werden die Resultate aus den Beugungsexperimenten vorgestellt.

5.1. Zusammenhang von Wechselverformungsverhalten und Mikrostrukturveränderung

Nachfolgend werden die vorgefundenen Mikrostrukturen dargestellt, beschrieben und mithilfe der Daten aus den Ermüdungsversuchen analysiert. Die vorgestellten Ergebnisse sind zumeist bereits durch verschiedene Studien bestätigt worden und dienen an dieser Stelle der eindeutigen Charakterisierung des Ist-Zustandes für die Interpretation der darauffolgenden Ergebnisse. Außerdem soll überprüft werden, ob erfolgreich eine Variation an Versetzungsanordnungen in den Werkstoffen eingestellt wurde, um diese mit den Beugungspattern korrelieren zu können.

5.1.1. Nickel

Bei den an Nickel durchgeführten Ermüdungsversuchen mit konstanter plastischer Dehnungsamplitude bis hin zum Versagen ist in den Wechselverformungskurven ein eindeutiger Verlauf erkennbar (siehe Abbildung 37). Zunächst steigt mit zunehmender kumulierter plastischer Dehnungsamplitude $\varepsilon_{pl,kum} = \sum_1^N 4(\Delta\varepsilon_{pl}/2)$ die Spannungsamplitude an, bis ein Sättigungswert erreicht ist, welcher sich erst kurz vor dem Versagen der Probe als Folge einer Makrorissausbreitung erneut ändert. Dass die Spannungsamplitude sich nach einer Wechselverfestigung sättigt, ist ein typisches Kennzeichen eines Werkstoffs mit welligem Gleitverhalten wie zuvor in „2.1.2 Welliges Gleitverhalten“ beschrieben und ist in einem dynamischen Gleichgewicht aus neu gebildeten und annihilierten Versetzungen begründet [17, 26, 32, 36, 48, 169].

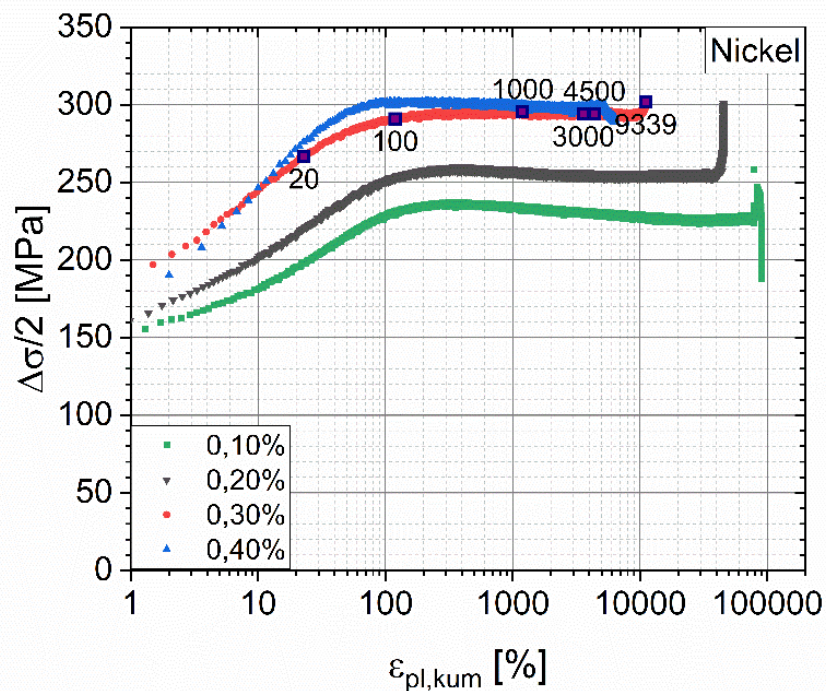


Abbildung 37: Wechselverformungskurven, in denen die Spannungsamplitude $\Delta\sigma/2$ über der kumulierten plastischen Dehnungsamplitude $\varepsilon_{pl,kum}$ aufgetragen ist, für die unterschiedlichen aufgebrauchten plastischen Dehnungsamplituden $\Delta\varepsilon_{pl}/2$.

Genauso wie die mit steigender plastischer Dehnungsamplitude zunehmenden Sättigungsspannungsamplituden zeigen die Mikrostrukturen in Bezug auf die Versetzungsanordnungen eine eindeutige Abhängigkeit von der Amplitude. Es wird sich im Folgenden auf die Versetzungsanordnungen bezogen, die kurz vor dem Versagen der Proben mithilfe von STEM charakterisiert werden können. Bei einer geringen Amplitude von $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$, welche im HCF-Bereich bei einer Schwingspielzahl von $N_B = 224148$ versagt, herrschen verschiedene Versetzungsanordnungen in den einzelnen Körnern vor. Vorzufinden sind PSBs, die in Bündel-/Aderstrukturen eingebettet sind, lose verteilte Versetzungen, als auch Zellstrukturen (siehe Abbildung 38a; siehe Abbildung A. 3). Teilweise unterscheiden sich die Anordnungen in den einzelnen Körnern wie es auch in Christ [26] und El-Madhoun et al. [77] beschrieben ist.

Bei einer plastischen Dehnungsamplitude von $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$, die nach 60575 Zyklen zu einem Versagen führt, entstehen zunehmend Versetzungswände. Zumeist sind die Versetzungen nun als Labyrinthstrukturen und längliche Zellen angeordnet (siehe Abbildung 38b; siehe Abbildung A. 4). Nachdem der LCF-Bereich bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ erreicht ist, sind ausschließlich Zellstrukturen vorhanden (siehe Abbildung 38c; siehe Abbildung A. 5). Durch die Erhöhung der plastischen Dehnungsamplitude auf 0,4% sind die Zellwände kondensierter und der Zelldurchmesser ist verringert (siehe Abbildung 38d; siehe Abbildung A. 6). Wie in Kapitel 3.1.1 erläutert, wird aufgrund der erhöhten plastische Dehnungsamplitude eine steigende Zahl an Zellstrukturen mit zunehmend kondensierten Zellwänden beobachtet [87]. Ergänzend dazu ist im Vergleich zu den restlichen Belastungen in Abbildung 38d ein eindeutiger

Helligkeitsunterschied zwischen den Zellen zu erkennen, der auch eine Aufteilung in Zellblöcke mit verschiedenen Orientierungen vermuten lässt.

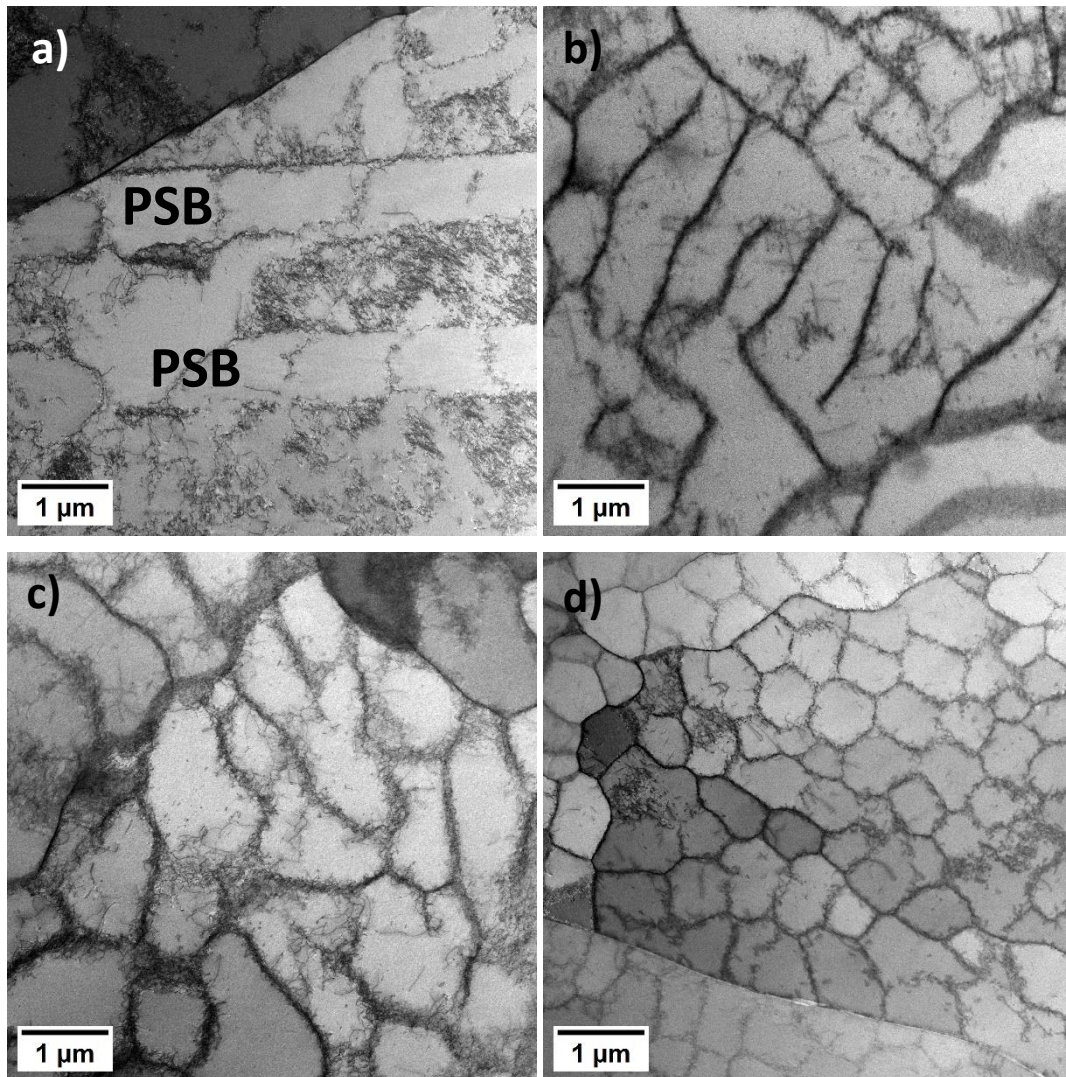


Abbildung 38: Versetzungsanordnungen in Nickel im Sättigungszustand bei einer plastischen Dehnungsamplitude von a) 0,1%, b) 0,2%, c) 0,3% und d) 0,4% dargestellt mit BF-STEM.

Dadurch, dass bei allen plastischen Dehnungsamplituden Zellstrukturen ausgebildet werden, ist für jeden Zustand der Zelldurchmesser bestimmbar. Dieser verringert sich kontinuierlich von $d_{\text{Zelle}} = 1,2 \mu\text{m} \pm 0,2 \mu\text{m}$ bei $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,1\%$ zu $d_{\text{Zelle}} = 0,82 \mu\text{m} \pm 0,16 \mu\text{m}$ bei $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 0,4\%$, wie es auch bei Buque et al. [87] und El-Madhoun et al. [77] beschrieben ist (siehe Abbildung 39).

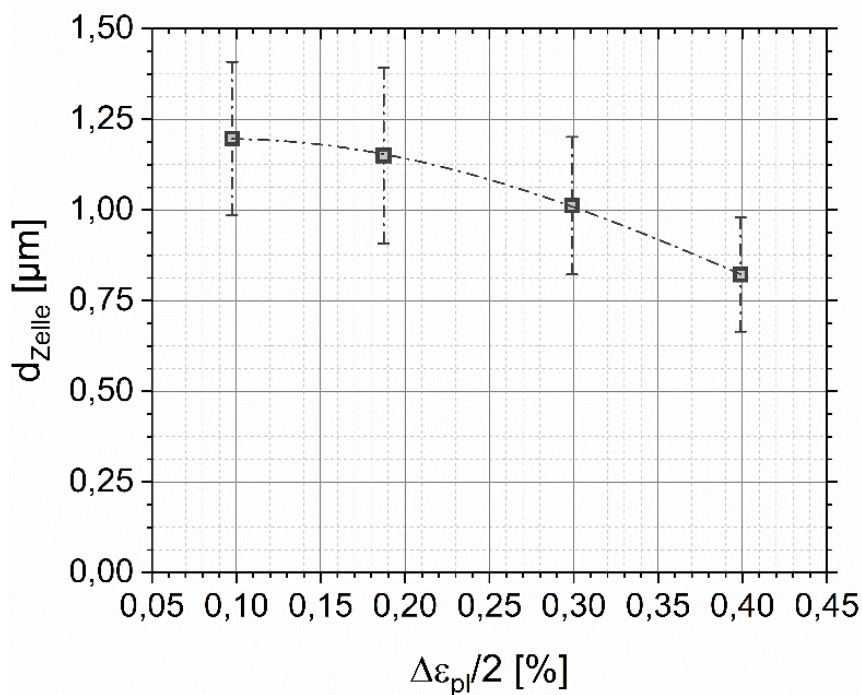


Abbildung 39: Zeldurchmesser d_{Zelle} der Zellstrukturen in Nickel aufgetragen über der plastischen Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon_p/2$.

Die Darstellung der Kristallorientierung mithilfe von EBSD-Aufnahmen zeigt bereits bei $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,1\%$ leichte Variationen innerhalb der Körner (siehe Abbildung 40a). In der Kernel-Darstellung sind allerdings nur in der unteren linken Ecke deutliche Verkippungen des Kristallgitters erkennbar, was die Anwesenheit von geometrisch notwendigen Versetzungswänden (GNBs) vermuten lässt (siehe Abbildung 40c). Es kann die Annahme getroffen werden, dass durch die Position im Randbereich zu zwei weiteren Körnern eine ungleichmäßige Verformung stattgefunden hat und sich die Bereiche unterschiedlicher Orientierung ausbilden mussten, um die Kontinuität des Gitters zu gewährleisten [21, 42, 45]. Die mit EBSD veranschaulichten Missorientierungen sowie die vermutete Anzahl an GNBs nehmen mit ansteigender plastischer Dehnungsamplitude zu (siehe Abbildung 40b,d). Somit scheint es, als wirkten sich die schärfer kondensierten Versetzungswände in einer stärkeren Verkippung des Gitters aus [170].

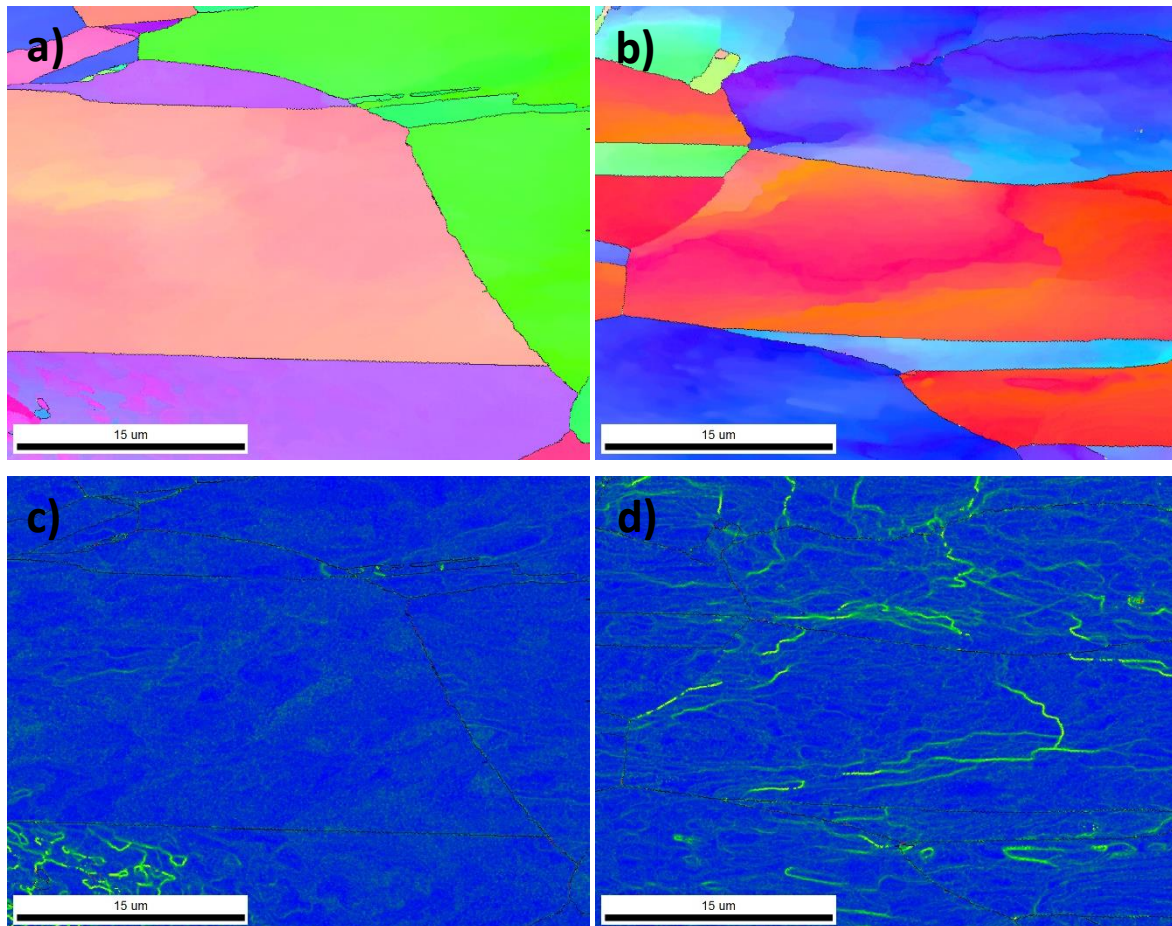


Abbildung 40: EBSD-Aufnahmen (a-b)) zweier Nickel-Proben kurz vor dem Versagen mit den zugehörigen Kernel-Darstellungen (c-d)); Die Proben sind mit a),c) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$ und b),d) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ beansprucht worden.

Um die Entwicklung der Versetzungsanordnungen bei Nickel in Abhängigkeit von der Zyklenzahl nachvollziehen zu können, sind mehrere Versuche mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ bei bestimmten Zyklenzahlen abgebrochen worden. Dies ist möglich, da die Versuche gut reproduzierbar sind und die Wechselverformungskurven deckungsgleich sind. Die Zyklenzahlen der Abbrüche und ihre Position in der Wechselverformungskurve sind in Abbildung 37 aufgezeigt. Dabei ist der Bereich der Wechselverfestigung ($N = 20$ und $N = 100$) und der Bereich der zyklischen Sättigung ($N = 1000$, $N = 3000$ und $N = 4500$) von besonderem Interesse.

Die sich mit steigender Zyklenzahl bildenden Versetzungsanordnungen in Nickel sind in Abbildung 41 dargestellt. Zu Beginn der zyklischen Belastung bei $N = 20$ sind lose Versetzungen erkennbar, welche sich bereits zu zellähnlichen Wänden zusammenlagern. Im weiteren Verlauf der Wechselverfestigung nach 100 Zyklen haben sich deutliche Zellwände geformt, die in einer labyrinthartigen Struktur angeordnet sind (siehe Abbildung 41b). Dennoch sind nach wie vor lose und ungeordnete Versetzungen vertreten. Der Anstieg der Versetzungsdichte erklärt die Wechselverfestigung in den ersten 100 Zyklen [13, 22]. Die Verfestigungsrate nimmt mit erhöhter Zusammenlagerung der Versetzungen ab, bis der Sättigungszustand erreicht ist. Nach 1000 Zyklen bis hin zum Versagen sind sämtliche Versetzungen in einer Zellstruktur mit nicht vollständig kondensierten Zellwänden angeordnet (siehe Abbildung 41c,

siehe Abbildung A. 7). Diese gleichbleibende Anordnung kann eine Begründung für den Sättigungszustand sein [18, 48].

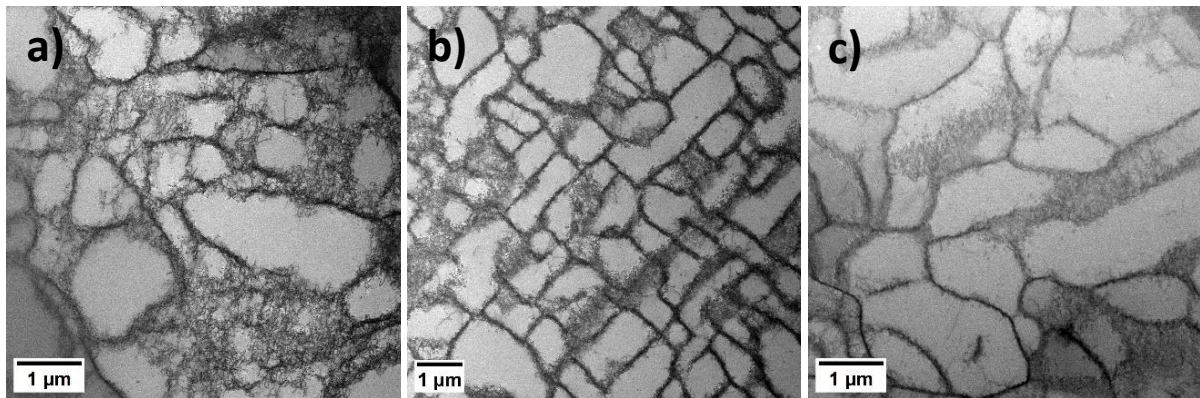


Abbildung 41: BF-STEM-Abbildung der typischen Versetzungsanordnungen in mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ ermüdetem Nickel nach a) $N = 20$, b) $N = 100$ und c) $N = 1000$.

Der Zelldurchmesser dagegen ist erst nach $N = 4500$ mit einem Wert von $d_{Zelle} = 1,01 \mu\text{m} \pm 0,19 \mu\text{m}$ konstant (siehe Abbildung 42). Somit ist trotz der konstanten Spannungsamplitude und Versetzungsanordnung im Sättigungszustand noch kein mikrostruktureller Sättigungszustand erreicht wie in Mughrabi [48] beschrieben. Dies legt nahe, dass sich die Anzahl der vorhandenen Versetzungen zunächst weiterhin erhöht, woraus nicht nur die Abnahme der Zellgröße, sondern auch eine Zunahme der geometrisch notwendigen Versetzungen (GNDs) und eine erhöhte Missorientierung zwischen den einzelnen Zellen resultieren.

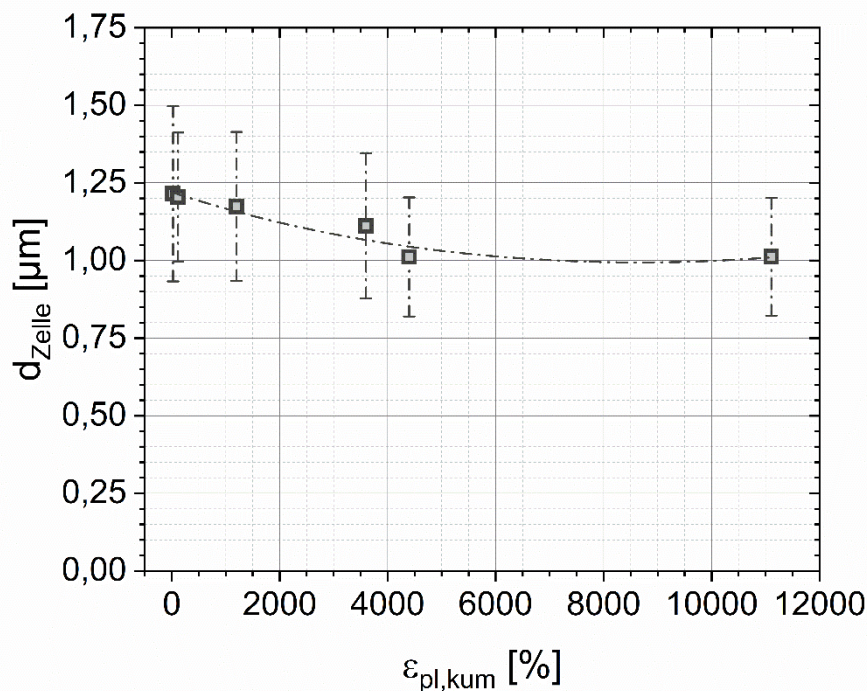


Abbildung 42: Gemittelter Zelldurchmesser d_{Zelle} , der in Nickel vorhandenen Zellstruktur in Abhängigkeit von der kumulierten plastischen Dehnung $\varepsilon_{pl,kum}$.

Die Zunahme der Missorientierung und der GNBs zwischen dem Wechselverfestigungsbereich und dem Sättigungszustand kann eindeutig durch Abbildung 43 bewiesen werden [45, 92]. Im Gegensatz dazu lässt sich die Variation innerhalb des Sättigungszustands aufgrund der zu geringen Unterschiede nicht veranschaulichen.

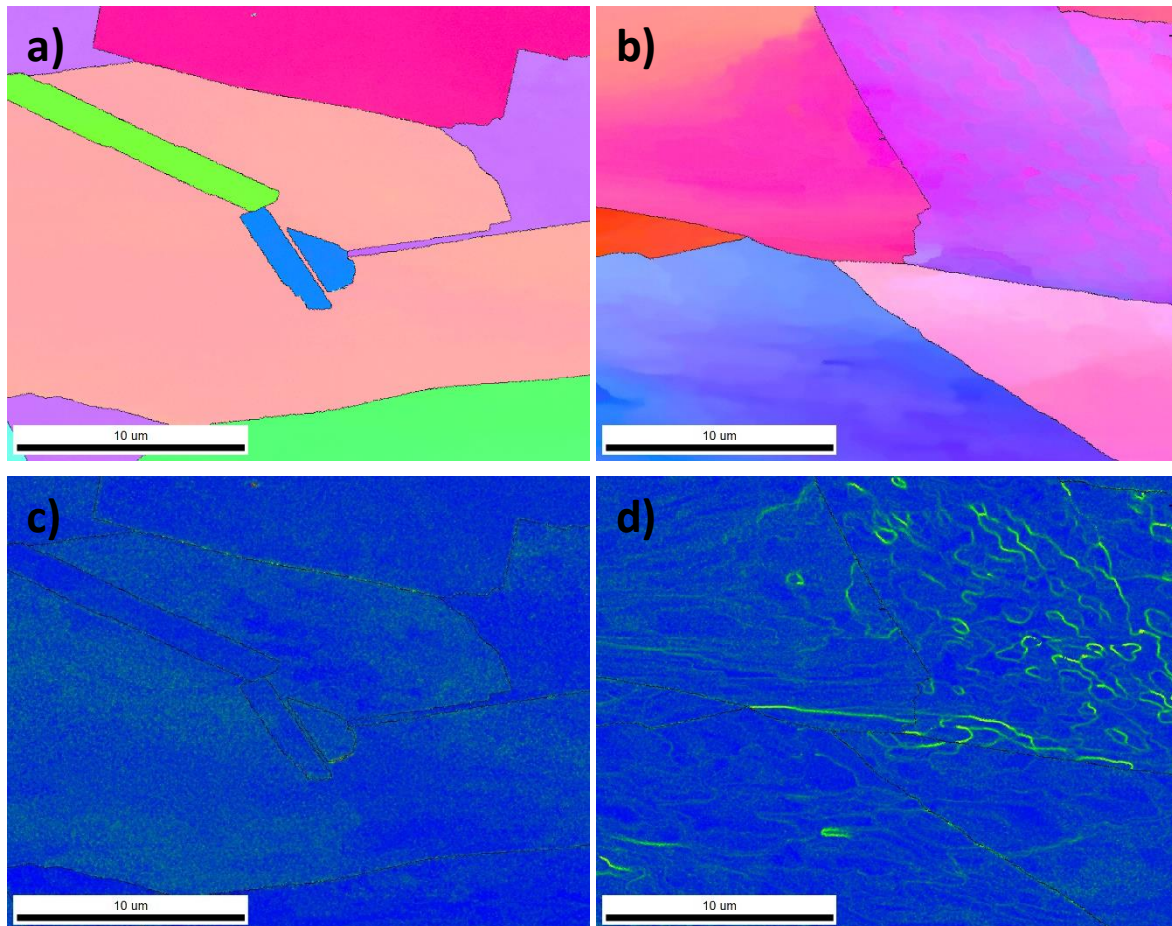


Abbildung 43: EBSD-Aufnahmen (a-b)) zweier Nickel-Proben bei $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,3\%$ ermüdet mit den zugehörigen Kernel-Darstellungen (c-d)); Die Proben sind bis a),c) $N = 100$ und b),d) $N = 3000$ beansprucht worden.

Zusammenfassend verhält sich Nickel bei der Variation der plastischen Dehnungsamplitude wie ein typischer Werkstoff mit welligem Gleitcharakter. Es werden zunächst PSBs gebildet, welche dann in eine Zellstruktur übergehen. Mit steigender Belastung werden die Zellen kleiner und die Zellwände dichter, was eine deutliche Missorientierung des Gitters hervorrufen kann. Es ist zu vermuten, dass es sich bei diesen Zellwänden um GNBs handelt. Zudem kann eine Abnahme des Zelldurchmessers mit der Zyklenzahl noch bis in den Sättigungsbereich hinein gemessen werden.

5.1.2. α -Messing

Im Gegensatz zu Nickel verfestigt Messing durch das Aufbringen einer zyklischen Last nicht, sondern entfestigt kontinuierlich bis zum Versagen (siehe Abbildung 44). Dabei wird kein Sättigungszustand erreicht, wobei es sich um ein typisches Verhalten von Messing bei höheren Dehnungsamplituden handelt, wie zuvor in Kapitel 3.1.1 beschrieben [18, 53, 100]. Die Wechselverformungskurven verlaufen

bei α -Messing insbesondere im Anfangsbereich aufgrund der Vorgeschichteabhängigkeit von Werkstoffen mit einem planaren Gleitcharakter trotz derselben aufgetragenen plastischen Dehnungsamplitude nicht identisch [17]. Dennoch sind die Zyklenzahlen der abgebrochenen Ermüdungsversuche in der Kurve bis zum Versagen mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$ der Übersichtlichkeit halber eingezeichnet.

Der stufenartige Anstieg in der Spannungsamplitude bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ resultiert aus der Anpassung der Regelparameter zu Versuchsbeginn, die erforderlich war, um die gewünschte plastische Dehnungsamplitude einzustellen. Der rapide Anstieg in der Spannungsamplitude bei dieser Amplitude kann mit einer Makrorissbildung außerhalb des Messlängenbereichs zwischen den Messschneiden des Dehnungsaufnehmers begründet werden. Diese Lage des fatalen Ermüdungsrisses hat aufgrund der fehlenden Rissöffnung im Messbereich des Dehnungsaufnehmers zur Folge, dass die Spannungsamplitude ansteigen muss, um die vorgegebene plastische Dehnungsamplitude zu erzeugen. Zeitgleich wirkt sich die höhere Belastung im verringerten Querschnitt durch den Riss in einem früheren Versagen aus. Aus einem Mangel an Probenmaterial konnte der Versuch nicht mit optimierten Regelparametern wiederholt werden.

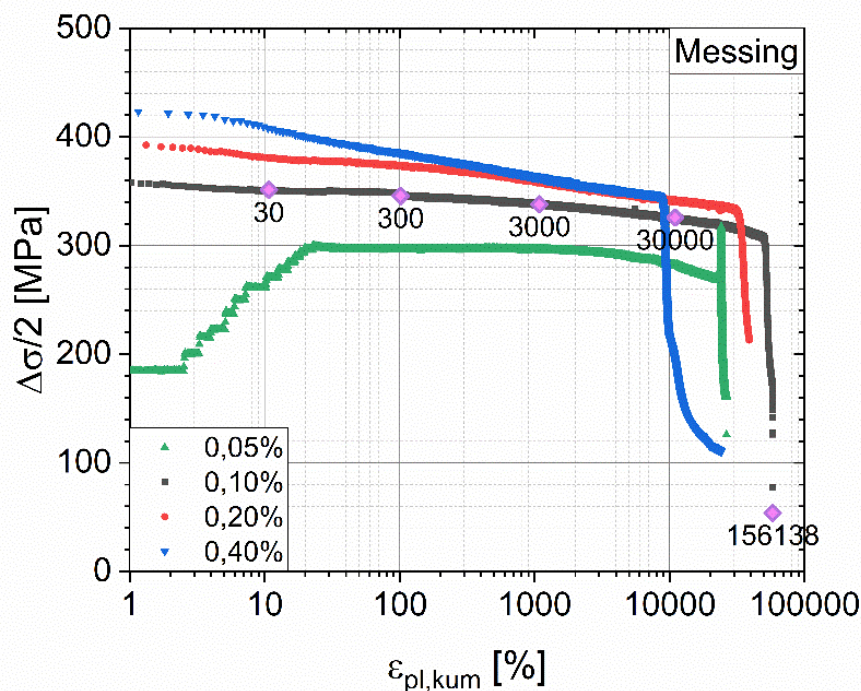


Abbildung 44: Wechselverformungskurven der Ermüdungsversuche mit unterschiedlichen plastischen Dehnungsamplituden an Messing aufgetragen über der akkumulierten plastischen Dehnungsamplitude $\varepsilon_{pl,kum}$. Bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$ sind die Zyklenzahlen der abgebrochenen Ermüdungsversuche markiert.

In α -Messing ist die Veränderung der Mikrostruktur wegen der hohen Versetzungsdichte ρ nicht gut ersichtlich (siehe Abbildung 45). In der Probe, die mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ ermüdet wurde, beträgt $\rho = 5,99 \cdot 10^{14} \text{ 1/m}^2$ und steigt auf $\rho = 1,040 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$ bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,40\%$ an. Dennoch lassen sich eindeutig parallele Anordnungen, SFs, PLBs und Dipole erkennen (siehe Abbildung 45a-c), wie zuvor in den Untersuchungen von Pedersen und Carstensen [102] und Wang et al. [103] beschrieben. Infolge

der hohen Versetzungsdichte und der hohen Belastungsamplitude ist zu vermuten, dass Mehrfachgleitung vorliegt [103]; diese ist allerdings kaum wahrzunehmen.

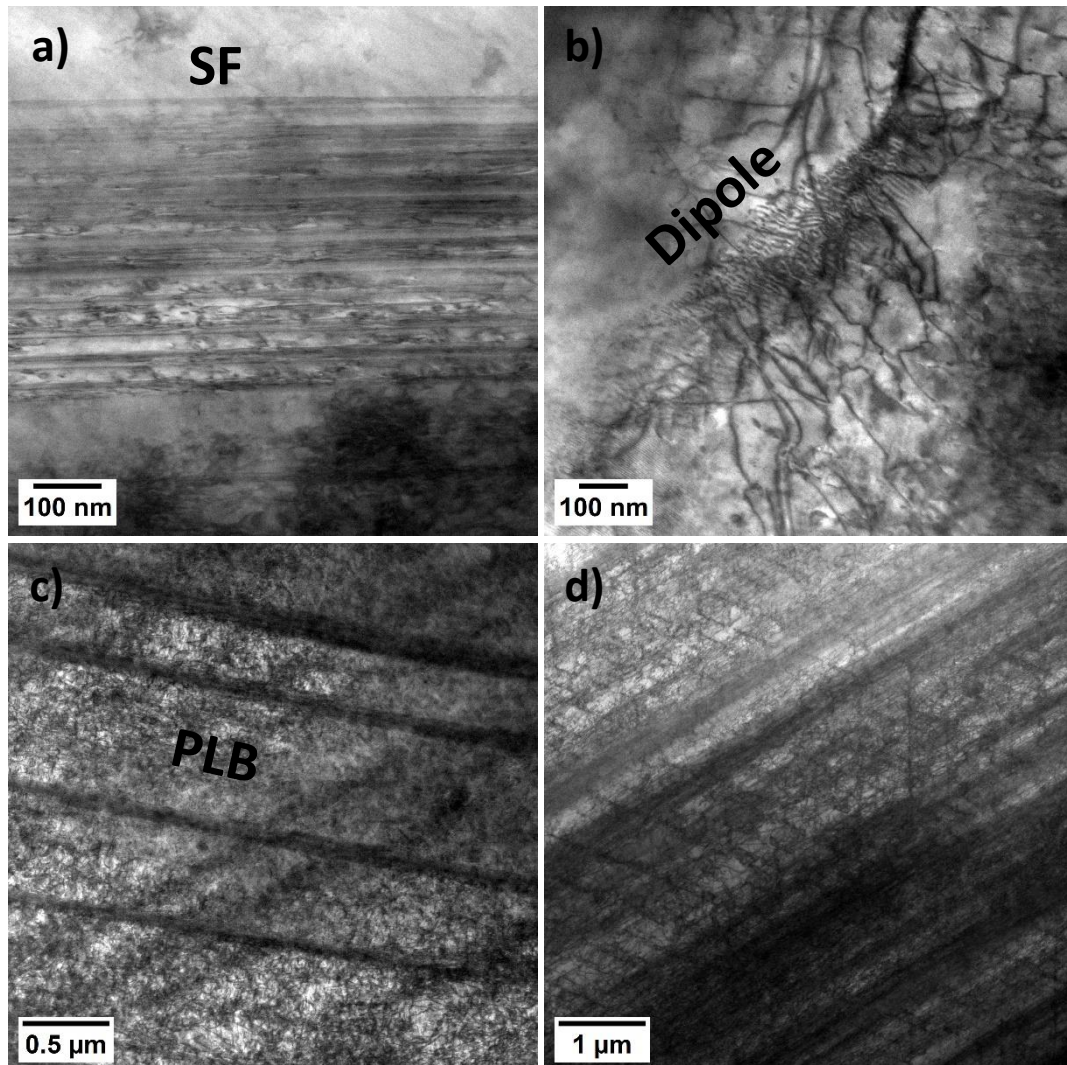


Abbildung 45: Versetzungsanordnungen dargestellt mittels Hellfeld-(BF)STEM; a)-d) α -Messing ermüdet bei a) $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,05\%$, b) $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,2\%$ und bei $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,1\%$ gestoppt nach c) $N = 30$ und d) $N = 300$.

Dass ein sekundäres Gleitsystem aktiv ist, ist eindeutig anhand von Oberflächenaufnahmen mithilfe des REM festzustellen (siehe Abbildung 46). In Abbildung 46 sind die Oberflächen der α -Messing-Proben dargestellt, die mit $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,2\%$ und $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,4\%$ belastet worden sind. Die Gleitspuren erzeugen ein Dreiecksmuster, welches aus zwei aktivierten Gleitsystemen entsteht. Zudem ist zu beobachten, dass der Abstand der Gleitspuren mit der plastischen Dehnungsamplitude abnimmt.

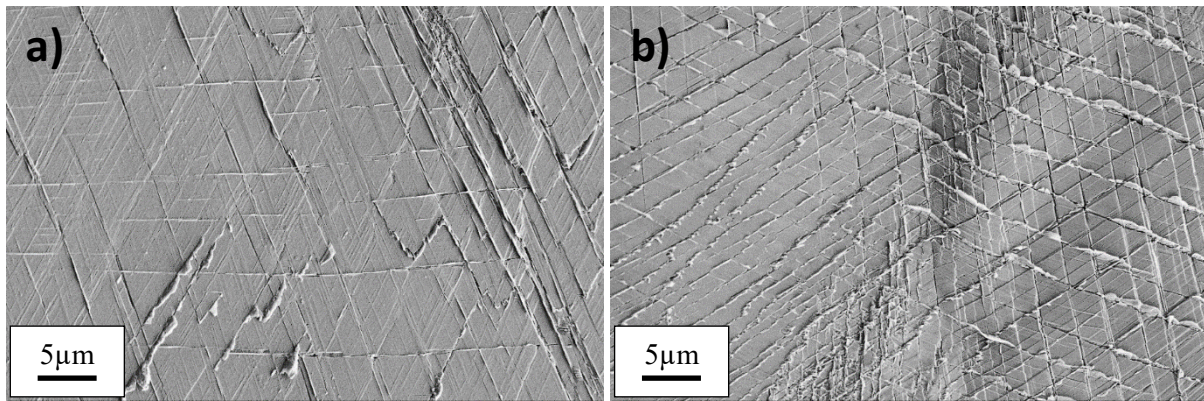


Abbildung 46: REM-Oberflächenaufnahmen von α -Messing-Proben, die mit a) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ und b) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ ermüdet worden sind.

Die Eigenschaft der Werkstoffe mit einem planaren Versetzungscharakter, den Abstand zwischen den aktivierten Gleitebenen d_a zu verringern [38], kann bei α -Messing auch aus Abbildung 47 entnommen werden. Mit steigender Amplitude nimmt d_a von $0,038 \mu\text{m} \pm 0,005 \mu\text{m}$ auf $0,022 \mu\text{m} \pm 0,002 \mu\text{m}$ ab, was zu einer Festigkeitssteigerung des Werkstoffs führt.

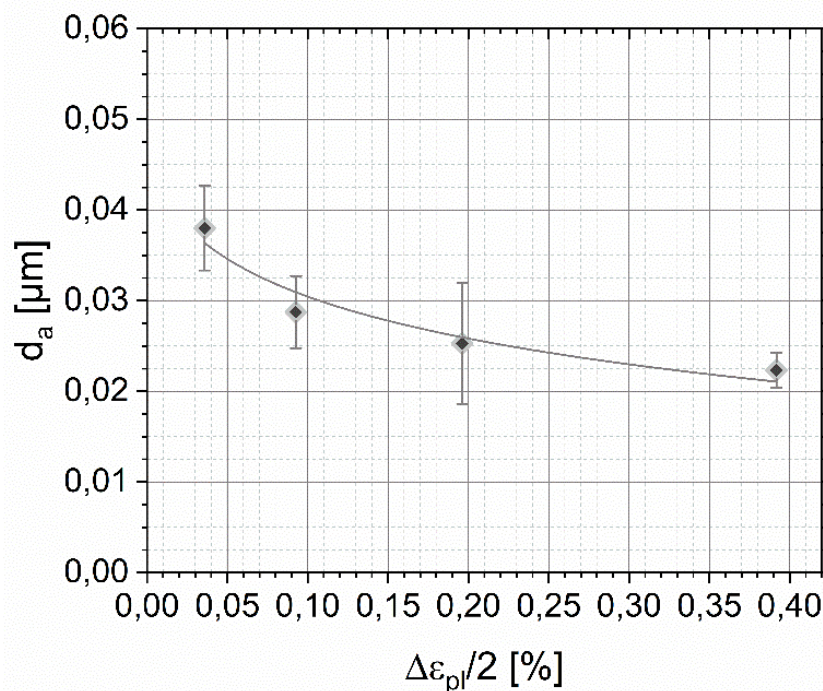


Abbildung 47: Abstand zwischen aktivierten Gleitebenen d_a in α -Messing, aufgetragen über der angewandten plastischen Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon_{pl}/2$.

Trotz der kontinuierlichen Entfestigung während der zyklischen Belastung, verringert sich ebenso der Abstand zwischen aktivierten Gleitebenen mit der Zyklenzahl (siehe Abbildung 48). In diesem Fall tritt offensichtlich keine Verfestigung mit dem verringerten Abstand ein, wie zuvor beschrieben, sondern durch die Zerstörung der Versetzungsdipole und -multipole eine reduzierte Hinderniswirkung und somit eine Entfestigung [102].

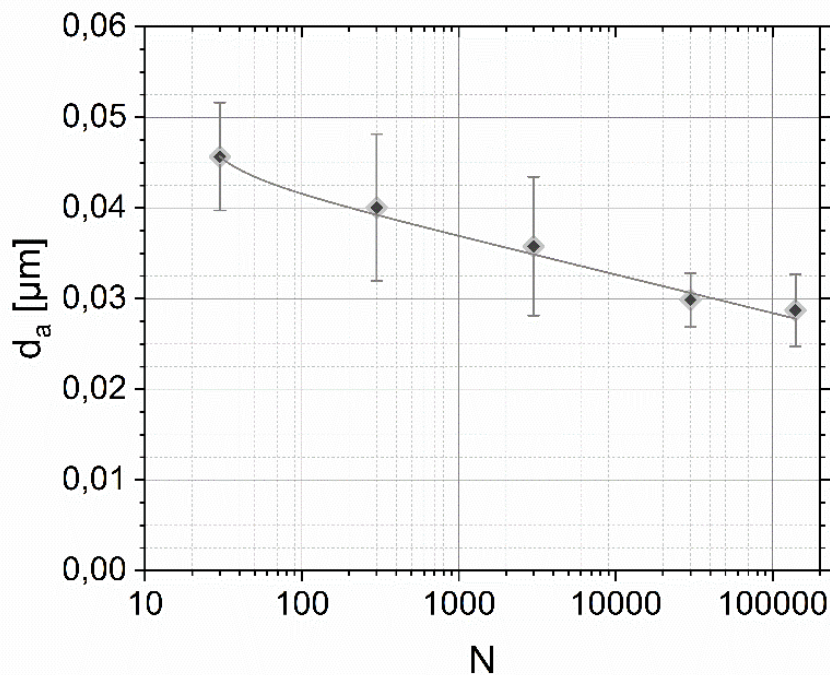


Abbildung 48: Abstand zwischen aktivierten Gleitebenen d_a in α -Messing, aufgetragen gegen die durchlaufene Zyklenzahl N .

Um eine Vorstellung der vorliegenden Orientierungen in den Körnern zu erhalten, sind EBSD-Aufnahmen durchgeführt worden (siehe Abbildung 49). Die farbige Vielfalt in diesen Aufnahmen resultiert aus einer hohen Zahl an verschiedensten Orientierungen auch innerhalb einzelner Körner. Aufgrund der starken lokalen Unterschiede sind diese Aufnahmen nur eingeschränkt aussagekräftig, denn diese führen zu einem Vertrauensindex von nur 25,0-30,0%. Dennoch lässt sich der Eindruck eines großen Ausmaßes von Missorientierung und dessen Betrag vermitteln, was eine Folge hoher Versetzungsdichte und zahlreicher SFs sein dürfte [45].

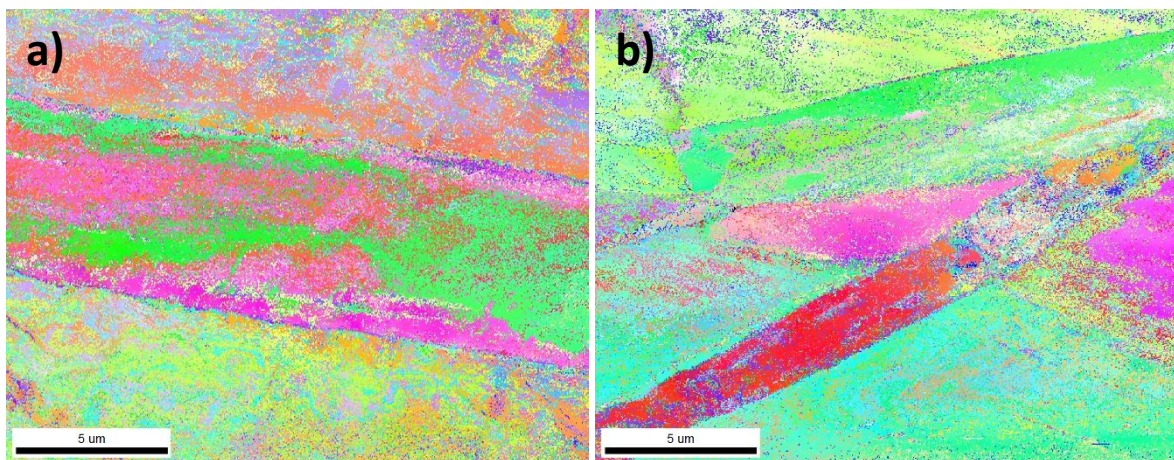


Abbildung 49: EBSD-Aufnahmen von α -Messing nach einer zyklischen Belastung mit a) $\Delta\epsilon_p/2 = 0,05\%$ und b) $\Delta\epsilon_p/2 = 0,4\%$.

5.1.3. Nimonic Alloy 75

Nimonic verfestigt zunächst mit steigender Zyklenzahl bis hin zu einem Maximum, wonach eine Entfestigung erfolgt (siehe Abbildung 50). Mit zunehmender plastischen Dehnungsamplitude nimmt die Ausprägung des Maximums zu. Nach der Entfestigung geht der Werkstoff bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ und $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,6\%$ in eine zyklische Sättigung über, wohingegen bei den niedrigeren Amplituden von $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$ und $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ eine kontinuierliche Entfestigung auftritt. Auf die Darstellung der einzelnen Verläufe der Spannungsamplitude bei einer Unterbrechung des Versuchs wird verzichtet, da die Kurven nahezu deckungsgleich sind. Stattdessen sind nur die Zyklenzahlen des Versuchsabbruchs an der jeweiligen Stelle der Referenzkurve für $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ markiert. Diese hohe Reproduzierbarkeit der Kurven widerspricht der in Schoeler [105] festgestellten Vorgeschichteabhängigkeit.

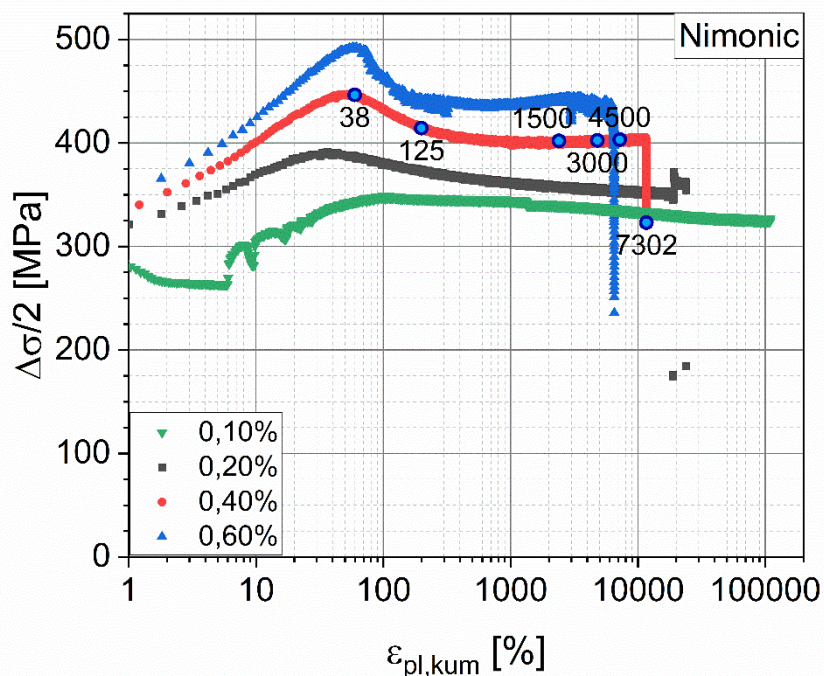


Abbildung 50: Wechselverformungskurven von Nimonic bei verschiedenen plastischen Dehnungsamplituden. Bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ sind die Zyklenzahlen eingezeichnet, bei denen die Versuche abgebrochen worden sind.

Die Ausbildung eines Maximums in der Wechselverformungskurve ist typisch für einen Versetzungsaufstau von Versetzungen an Ausscheidungen [17]. Erst wenn das Maximum überschritten ist, werden die Ausscheidungen geschnitten, und insbesondere durch das wiederholte Schneiden kommt es zu einer Wechselentfestigung [110, 111]. Dies widerspricht der eigentlichen Erwartung einer ausscheidungsfreien Legierung [151, 152].

Im TEM kann allerdings nicht beobachtet werden, wie die Versetzungen die Ausscheidungen schneiden, was am Beispiel der rot markierten Ausscheidung in Abbildung 51a präsentiert ist. Bei genauerer Betrachtung scheint die Ausscheidung von den Versetzungen eher umgangen zu werden, was atypisch für einen Werkstoff mit vornehmlich planarem Gleitverhalten ist. Da es sich jedoch um Karbide handelt,

welche zumeist inkohärent im Matrixgitter vorliegen, ist Schneiden generell nicht möglich und die Versetzungen müssen zum Quergleiten angeregt werden. Durch das Aufstauen der Versetzungen an den Karbiden werden die Versetzungsanordnungen derartig beeinflusst, dass die Versetzungen nach dem Passieren der Karbide als akkumuliertes Bündel vorliegen (siehe Abbildung 51b). Nur in ausscheidungsfreien Bereichen zwischen den Karbiden können sich die eigentlich erwarteten parallelen Versetzungen ausbilden [3, 107, 108].

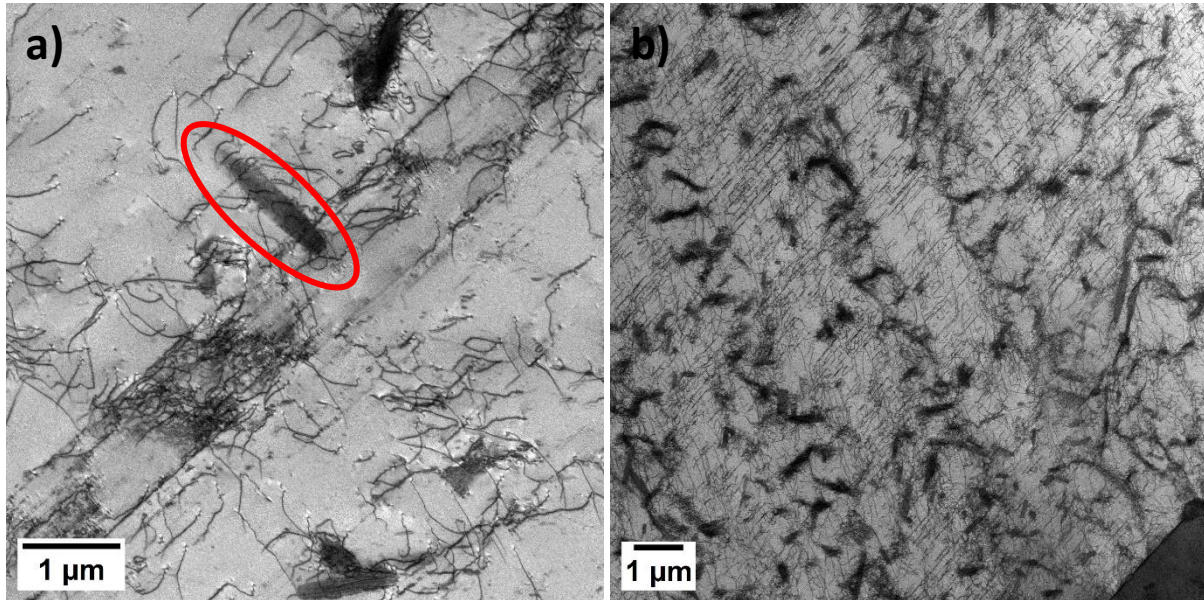


Abbildung 51: STEM-Abbildungen, die zum einen a) das Gleiten mehrerer Versetzungen entlang einer Ausscheidung (rot markiert) ($\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$) und zum anderen b) die Beeinflussung der Versetzungsanordnungen durch die Ausscheidungen ($\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$) in Nimonic darstellen.

Diese Beobachtungen lassen sich bei allen plastischen Dehnungsamplituden machen, wie es in Abbildung 52 zu sehen ist. Die exemplarischen Versetzungsanordnungen der niedrigen plastischen Dehnungsamplituden $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$ und $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ zeigen weniger Versetzungen und weniger zusammengelagerte Versetzungen aufgrund der Karbide (siehe Abbildung 52a,b; siehe Abbildung A. 8). Insbesondere bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$ können parallele Versetzungsanordnungen identifiziert werden. Durch die höhere Belastung bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ und $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,6\%$ nehmen die zusammengelagerten Versetzungen immer mehr Fläche ein und es entstehen wandähnliche Gebilde in Zellgeometrie (siehe Abbildung 52c,d; siehe Abbildung A. 9). Gerade bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,6\%$ sind diese Zellen über einen Großteil der Probenfläche gegenwärtig, vermutlich wegen eines vermehrten Auftretens von sekundärer Gleitung [103].

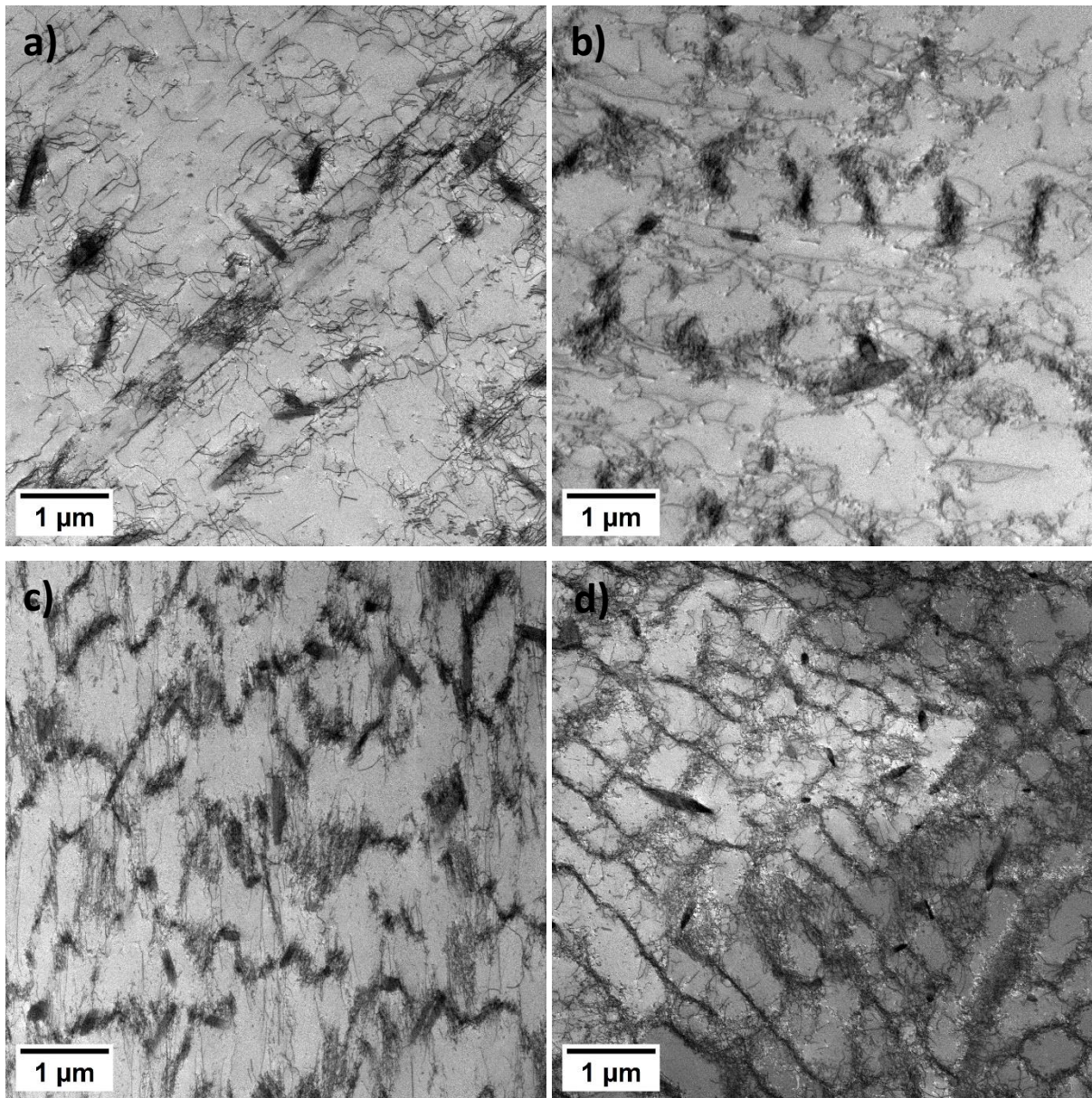


Abbildung 52: Beispielhafte STEM-Aufnahmen, die die Versetzungsanordnungen bei a) $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,1\%$, b) $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,2\%$, c) $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,4\%$ und d) $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,6\%$ kurz vor dem Versagen repräsentieren.

Die Zunahme dieser Versetzungsbündel mit der plastischen Dehnungsamplitude kann mithilfe des Flächenanteils der zusammengelagerten Versetzungen an der gesamten Bildfläche A_d/A_t dargestellt werden (siehe Abbildung 53) [123]. Es wird vermutet, dass der Zuwachs an Versetzungsbündeln mit der vermehrten Bildung von Versetzungen zusammenhängt [11, 13, 21, 22]. Durch eine höhere Versetzungsdichte stauen sich mehr Versetzungen an den Karbiden auf und es akkumulieren mehr miteinander. Zudem wird durch die höhere Belastung die Wegstrecke der einzelnen Versetzungen vergrößert, die diese gleitend zurücklegen, wodurch die Wahrscheinlichkeit, auf Ausscheidungen zu treffen, steigt. Dagegen bleiben bei niedrigen Amplituden die Versetzungen im Bereich zwischen den Karbiden, sodass dort planare Anordnungen entstehen können [10]. Wenn diese Anordnungen betrachtet werden, wird die erwartete Abnahme des Abstands zwischen den aktivierten Gleitebenen mit zunehmender plastischer Dehnungsamplitude festgestellt (siehe Abbildung 53) [38].

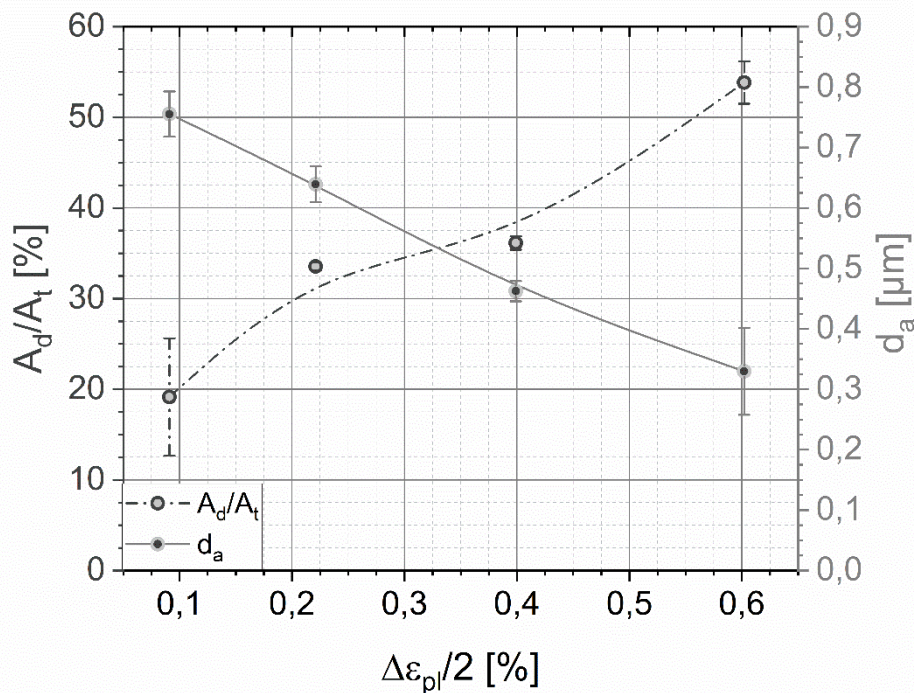


Abbildung 53: Auftragung der Fläche der zusammengelagerten Versetzungen im Verhältnis zur gesamten Bildfläche A_d/A_t und der Abstand der aktivierten Gleitebenen d_a über der aufgetragenen plastischen Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon_{pl}/2$.

Gerade das Maximum in der Wechselverformungskurve mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ lässt eine Änderung der Mikrostruktur mit voranschreitender Zyklenzahl vermuten. Tatsächlich ist dies die einzige Zyklenzahl, $N = 38$, bei der sich die Versetzungsanordnungen merklich von denen bei den weiteren Abbruchzyklen unterscheiden (siehe Abbildung 54). Zu beobachten sind eine hohe Versetzungsdichte und nur wenige Versetzungsbündel, wodurch die Theorie bestätigt wird, dass der Aufstau der Versetzungen an den Karbiden das Maximum erzeugt und die Bündel erst durch den stattgefundenen Umgehungsprozess gebildet werden [10, 17]. Zwar zeigen die STEM-Bilder bei den restlichen Zyklenzahlen im Sättigungszustand nicht dieselben Anordnungen, allerdings sind diese ähnlich aufgebaut und weisen keine wesentlichen Änderungen mehr auf (siehe Abbildung 54b,c). Häufig anzufinden sind regelmäßig angeordnete Versetzungsbündel, die parallele Versetzungen unterbrechen (siehe Abbildung 54b,c). Ein aktiviertes sekundäres Gleitsystem ist selten identifizierbar.

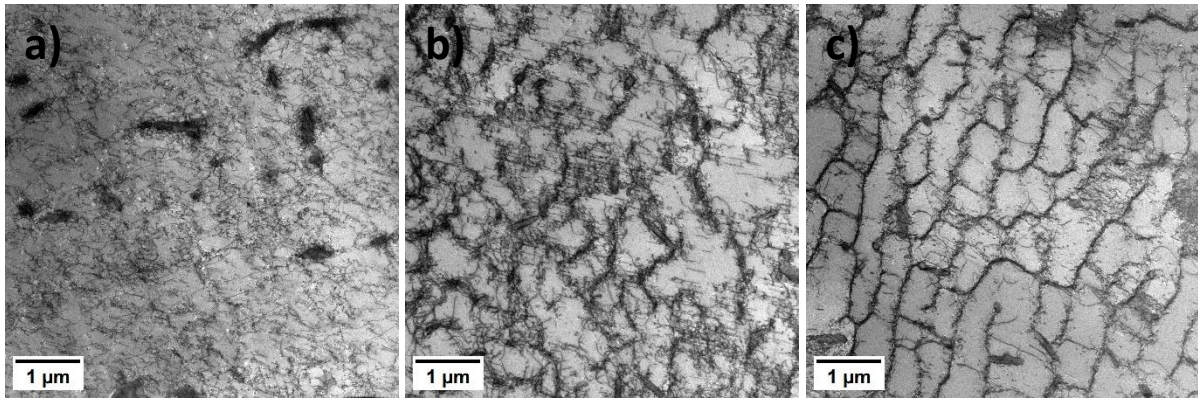


Abbildung 54: Versetzungsanordnungen in Nimonic nach a) $N = 38$, b) $N = 125$ und c) $N = 4500$ bei $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,4\%$.

Auch bei der Betrachtung von A_d/A_t und d_a ist der Unterschied zwischen $N = 38$ und den restlichen Zyklenzahlen erkennbar (siehe Abbildung 55). Die Fläche der zusammengelagerten Versetzungen ist mit einem Anteil von circa 0,05 μm das sechsfache kleiner als der Mittelwert bei den anderen Zyklenzahlen und der Abstand zwischen den aktivierten Gleitebenen kann aufgrund mangelnder Bilder nicht bestimmt werden. Bei den restlichen Zyklenzahlen ergeben sich zwar Schwankungen bei beiden Werten, dennoch lassen sie sich als näherungsweise konstant beschreiben.

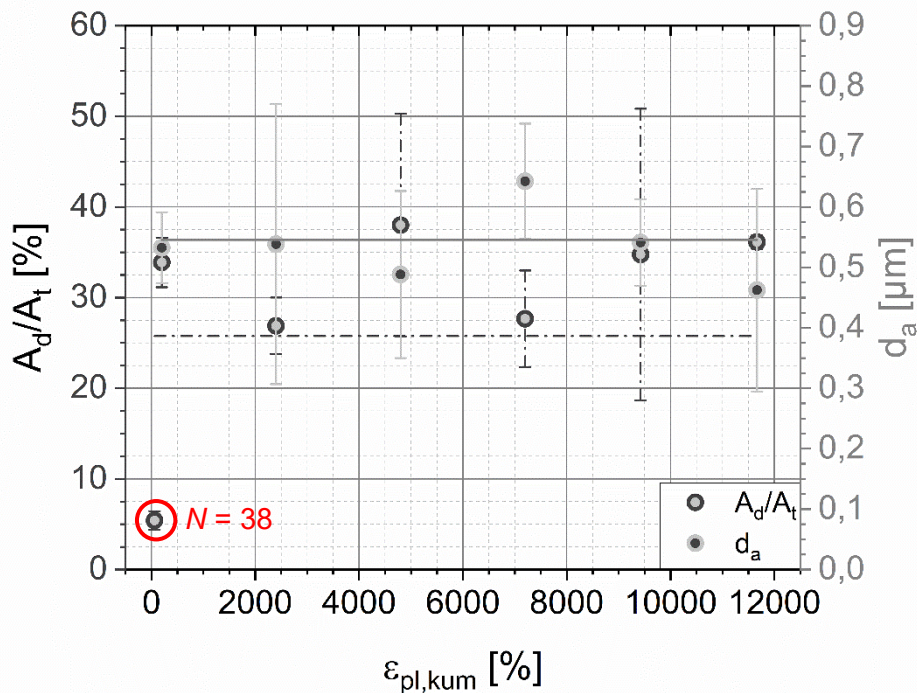


Abbildung 55: Flächenanteil der zusammengelagerte Versetzungen A_d/A_t und Abstand aktivierter Gleitebenen d_a in Nimonic mit steigender kumulierter plastischer Dehnungsamplitude $\varepsilon_{pl,kum}$.

Die Orientierungsverteilungen der Körner bestimmt mithilfe von EBSD zeigen erst bei $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,6\%$ bereichsweise Orientierungsunterschiede innerhalb eines Korns (siehe Abbildung 56a,b). Wird dies genauer betrachtet, so zeigen sich schwach ausgeprägte GNBS sowie eher GND-Wolken, welche auch bei $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,2\%$ zu erkennen sind (siehe Abbildung 56c,d).

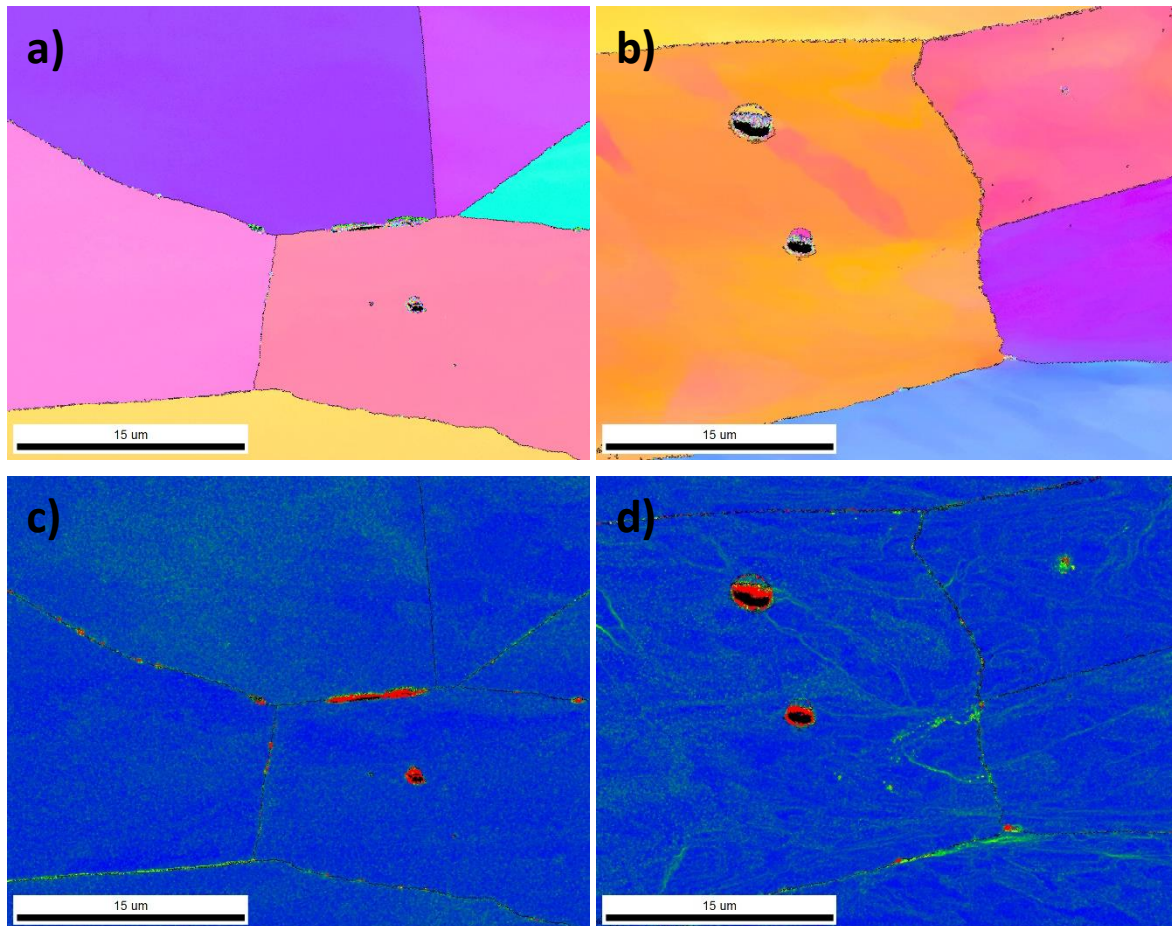


Abbildung 56: a), b) EBSD- und c), d) Kernel-Aufnahmen von Nimonic nach einer Belastung mit a), c) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ und b), d) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,6\%$ kurz vor dem Versagen.

Alles in allem weist Nimonic unerwarteterweise kein reines planares Gleitverhalten auf, da eine gewisse Vorgeschichteunabhängigkeit existiert und Versetzungszellen gebildet werden. Es scheint ein gemischtes Versetzungsgleitverhalten vorzuliegen, welches aus der Behinderung des Gleitvorgangs der Versetzungen aufgrund der Chromcarbide entsteht. Diese Aussage wird unterstützt durch den geringen Einfluss der Versetzungsbündel auf die Gitterorientierung im Vergleich zu normalen Versetzungswänden. Außerdem ist anzumerken, dass ab Eintritt des Sättigungszustands keine starke Änderung der Mikrostruktur mehr erfolgt.

5.1.4. Duplexstahl

Der Duplexstahl zeigt in der Wechselverformungskurve, in welcher die Spannungsamplitude über der kumulativen plastischen Dehnungsamplitude aufgetragen ist, eine sichtbare Differenz zwischen $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ und $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,10\%$ (siehe Abbildung 57). Wie in der Literatur beschrieben, tritt bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ eine kontinuierliche Entfestigung ohne Maximum auf, was ein typisches Merkmal für den „austenitisch-ferritischen“ Bereich ist [5, 122]. Sobald $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,10\%$ überschritten wird, befindet sich das Verformungsverhalten im ferritischen Bereich und die Spannungsamplitude durchläuft ein

Maximum, bevor sie stetig entfestigt. Der Kurvenverlauf ist sehr gut reproduzierbar, weswegen jeweils nur eine Kurve pro plastischer Dehnungsamplitude in Abbildung 57 dargestellt ist.

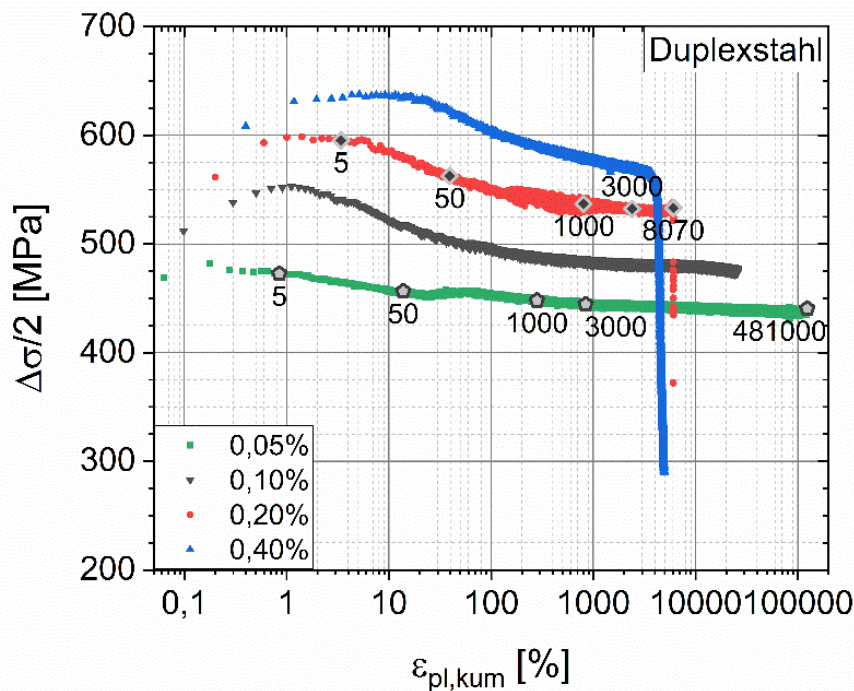


Abbildung 57: Wechselverformungskurven in der Darstellung über der kumulierten plastischen Dehnungsamplitude $\varepsilon_{pl,kum}$ eines Duplexstahls für unterschiedliche plastische Dehnungsamplituden. Die Versuche sind an den markierten Zyklenzahlen bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ und $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,20\%$ abgebrochen worden, um die Versetzungsanordnungen als Funktion der Lastspielzahl zu untersuchen.

Die ausgebildeten Versetzungsanordnungen sind in Abbildung 58 mithilfe von STEM-Aufnahmen zu sehen. In der ferritischen Phase ist bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ eine Mischung aus planaren und eher welligen Anordnungen zu erkennen. Es sind zum einen gebogene und sich kreuzende Zusammenlagerungen von Versetzungen und zum anderen parallel angeordnete Versetzungen vorhanden. Die Zusammenlagerungen von Versetzungen werden voraussichtlich durch Ausscheidungen, die aufgrund ihrer geringen Größe nicht eindeutig identifiziert werden können, verursacht, wodurch diese als Keim wirken. Diese gemischten Anordnungen sind bei allen plastischen Dehnungsamplituden zu finden und die am häufigsten vorkommende Anordnung im Ferrit (siehe Abbildung A. 10). Erst bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ werden die für ein welliges Gleitverhalten typischen Zellanordnungen im Randbereich beobachtet, wie sie bei Mateo [122] beschrieben werden (siehe Abbildung 58b). Dass bei diesem Duplexstahl nur bei einer hohen Amplitude dreidimensionale Anordnungen im Ferrit ausgebildet werden, kann verschiedene Gründe haben. Eine Annahme ist, dass wegen unterschiedlicher Legierungszusammensetzungen eine reduzierte Anzahl an Fremdatomen wie Stickstoff oder Kohlenstoff interstitiell gelöst sind, welche die Quergleitfähigkeit verbessern [17, 121]. Eine andere Möglichkeit ist eine zu hoch gewählte plastische Dehnrage, wodurch die Übergangstemperatur oberhalb der Raumtemperatur liegt [120].

Die austenitische Phase dagegen entspricht den Erwartungen, da sie viele SFs und typische planare Versetzungsanordnungen aufweist, die sich häufig an Korngrenzen aufstauen (siehe Abbildung 58c,d; siehe Abbildung A. 10) [123, 124]. Mit zunehmender plastischer Dehnungsamplitude nimmt die Zahl der Versetzungen deutlich zu und die Versetzungen ordnen sich in parallelen Bändern, den PLBs, zueinander an.

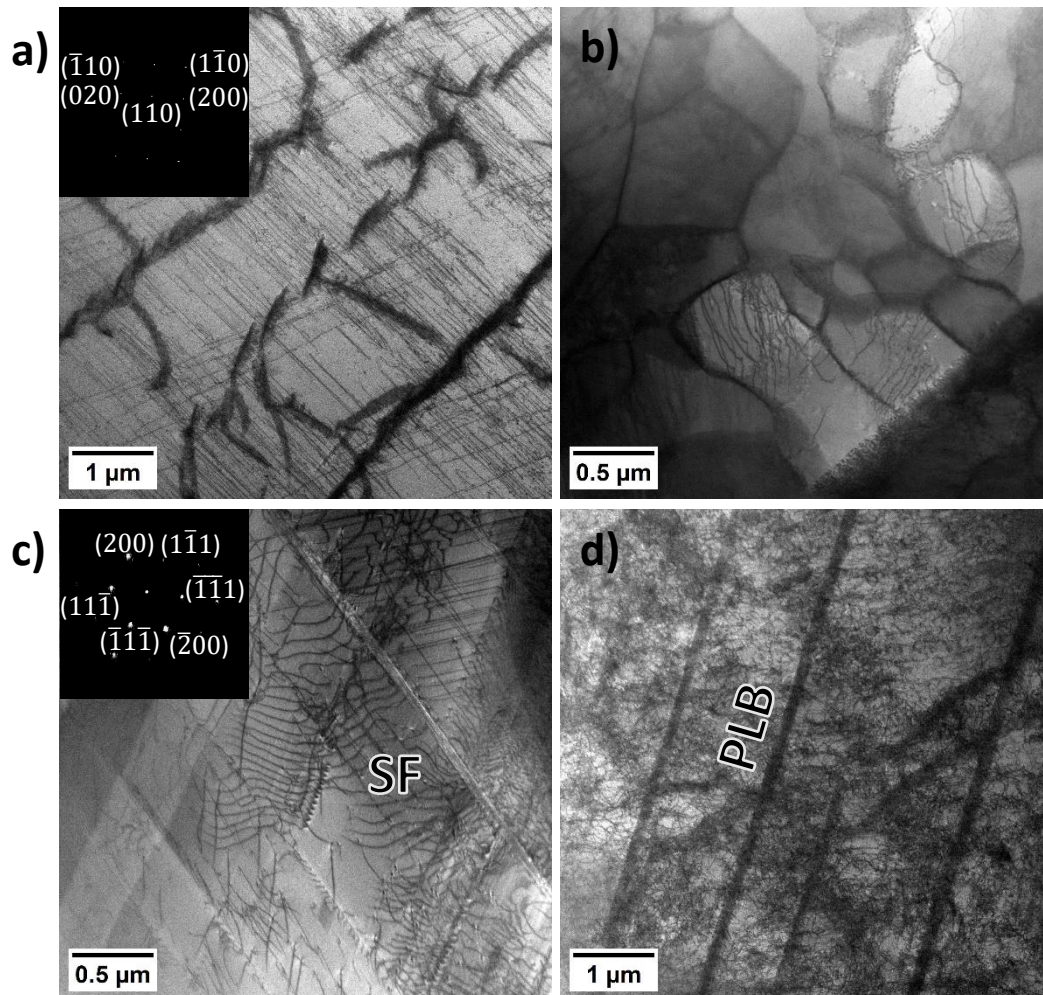


Abbildung 58: Mit BF-STEM dargestellte Versetzungsanordnungen in der a),b) ferritischen und c),d) austenitischen Phase von ermüdetem Duplexstahl. Die aufgebrachte Amplitude ist a),c) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ und b),d) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$.

Nach der qualitativen Beurteilung der Versetzungsanordnungen werden diese in Abbildung 59 zusätzlich quantitativ betrachtet. Es ist deutlich zu erkennen, dass sich die Distanz der aktivierten Gleitebenen d_a im Austenit mit steigender plastischer Dehnungsamplitude reduziert, bis d_a ab $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ einen konstanten Wert erreicht. Es scheint, als wäre die austenitische Phase ab diesem Punkt maximal verfestigt, weswegen nun die plastische Verformung im Ferrit erfolgt und somit die Distanz zwischen den Gleitebenen nicht weiter abnimmt [122]. Die Fläche der zusammengelagerten Versetzungen in Relation zu der Bildfläche A_d/A_t ist ein Maß für die Bildung solcher Strukturen und dadurch auch für den Grad der plastischen Dehnung in der ferritischen Phase [48]. Dieses Verhältnis steigt von ungefähr 15% auf ca. 35% an, sobald die Verfestigung im Austenit stagniert, was die zuvor aufgestellte These

bestätigt. Dass das Verhältnis im Ferrit ebenso ab $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ konstant bleibt, kann dem abgebildetem Kornbereich geschuldet sein. Da die meisten Versetzungsanordnungen im Bereich der Korngrenzen gebildet werden, sind dort auch die meisten TEM-Aufnahmen erfolgt. Die zunehmende plastische Dehnung kann zunächst die Anzahl der zusammengelagerten Versetzungen so weit erhöhen, dass diese auch im Korninneren zu finden sind. Erst im nächsten Schritt würde eine Zunahme der Amplitude eine Verringerung des Abstands zwischen den Zusammenlagerungen hervorrufen und A_d/A_t erhöhen [120, 122].

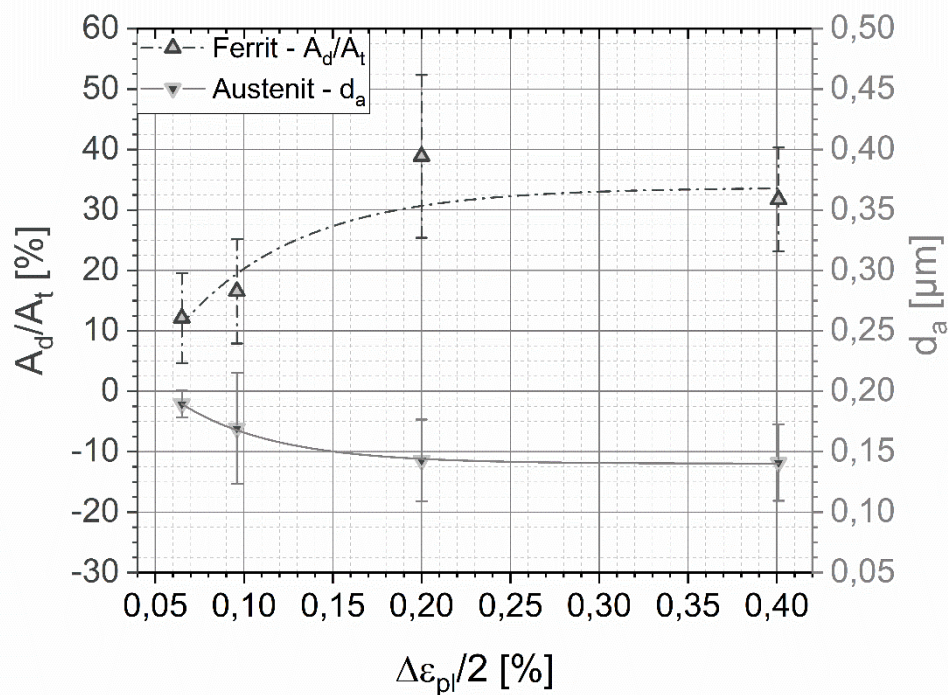


Abbildung 59: Auftragung der Fläche der zusammengelagerten Versetzungen im Verhältnis zur gemessenen Fläche A_d/A_t im Ferrit und der Distanz zwischen den aktiven Gleitebenen d_a im Austenit gegen die aufgetragene plastische Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon_{pl}/2$.

In EBSD und Kernel Aufnahmen ist ein deutlicher Unterschied zwischen $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ und $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ zu erkennen (siehe Abbildung 60). Bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ sind nur im Austenit Orientierungsunterschiede zu finden, die als Verkippungen interpretiert werden können, wohingegen im Ferrit Missorientierungen als wolkenartige Bereiche vorliegen [45, 92]. Das spricht für eine zunehmende Bildung an Versetzungen im Ferrit, die das Gitter biegen und dadurch Missorientierungen erzeugen. Allerdings ist die plastische Verformung im Ferrit so gering, dass keine Versetzungswände mit GNDs entstehen, welche das Gitter entlang einer Linie verkippen würden [42]. Auch im Austenit sind diese Missorientierungswolken vorhanden. Zudem sind nahe der Korngrenzen in der Kernel Darstellung gerade Linien zu beobachten. Aufgrund ihrer Geradlinigkeit und ihres Auftretens in der planaren Phase resultieren diese Verkippungen wahrscheinlich aus SFs. Außer Acht werden die rot markierten Zwillingkorngrenzen gelassen, da diese typisch für die austenitische Phase sind. Durch die Erhöhung der Amplitude auf $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ nimmt die Zahl der Gitterverkippungen deutlich zu, die nun sowohl im

Austenit als auch im Ferrit wahrgenommen werden können. Im Austenit besitzen sie weiterhin eine gerade und parallele Anordnung, wohingegen sie im Ferrit gekrümmt verlaufen und hauptsächlich an der Korngrenze lokalisiert sind, wie es in „3.1.2 Zweiphasige Werkstoffe“ wegen des mehrachsigen Spannungszustands erläutert wird [42, 92, 127].

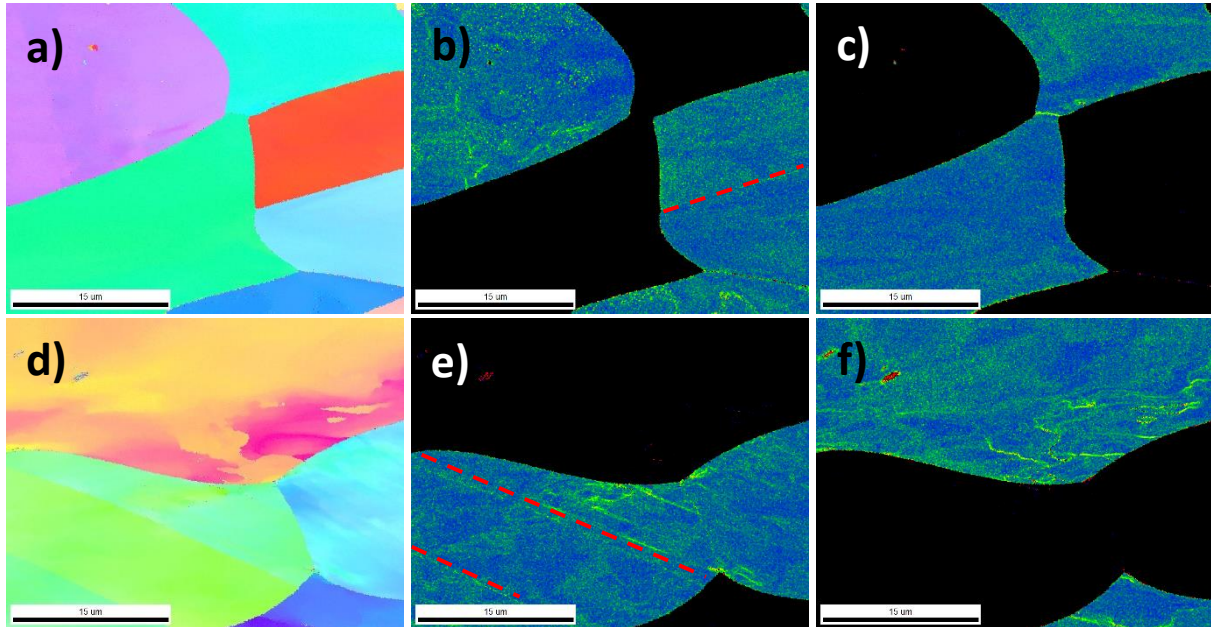


Abbildung 60: Mit a), b), c) $\Delta\epsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ und d), e), f) $\Delta\epsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ ermüdeter Duplexstahl abgebildet mit a), d) REM-EBSD und b), e) Austenit und c), f) Ferrit in Kernel-Darstellung. Zwillingskorngrenzen sind mit einer gestrichelten Linie gekennzeichnet.

Die Veränderungen der Versetzungsanordnungen im Duplexstahl mit der Zyklenzahl sind in Abbildung 61 für $\Delta\epsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ sowie in Abbildung A. 11 für $\Delta\epsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ dargestellt. Auch hier lassen sich die Versetzungszusammenlagerungen im Ferrit und die parallelen Anordnungen der Versetzungen im Austenit erkennen. Bei diesen Untersuchungen lässt sich kaum ein optischer Unterschied mit der Zyklenzahl identifizieren, mit Ausnahme von der ferritischen Phase bei $\Delta\epsilon_{pl}/2 = 0,2\%$. Während bei $N = 5$ die Versetzungen weniger zusammengelagert sind, nehmen sie bei $N = 3000$ fast das gesamte Bild ein. Ob dieser geringe Anteil an Versetzungszusammenlagerungen für das Maximum der Spannungsamplitude in der Wechselverformungskurve verantwortlich ist, kann aufgrund der örtlichen Variation der TEM-Wahrnehmung und der geringen Probenzahl nicht beantwortet werden.

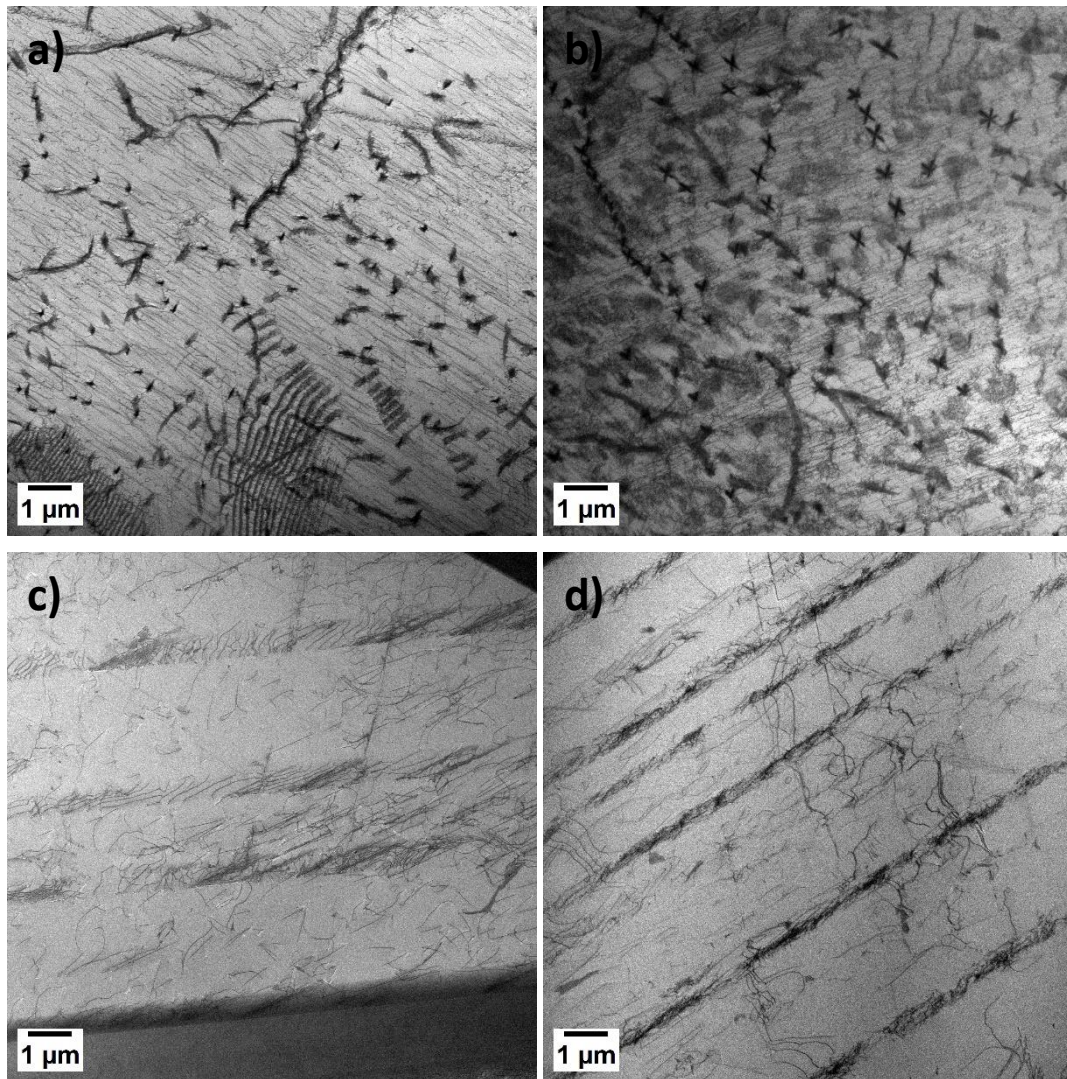


Abbildung 61: Versetzungsanordnungen dargestellt mithilfe von BF-STEM in der a), b) ferritischen und c), d) austenitischen Phase eines Duplexstahls. Der Duplexstahl wurde mit $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,2\%$ bis zu a), c) $N = 5$ und b), d) $N = 3000$ ermüdet.

Der optische Eindruck, der durch die STEM-Abbildungen gewonnen wird, wird mit dem folgenden Diagramm bestätigt (siehe Abbildung 62). Bei $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,05\%$ lässt sich kein Trend in der Distanz d_a und in dem Verhältnis A_d/A_t ermitteln, weswegen diese Größen nur als Streubalken eingezeichnet sind. Dieses Ergebnis lässt sich mit dem „austenitisch-ferritischen“ Verformungsverhalten vereinbaren, da somit die 10%ige Wechselentfestigung durch beide Phasen getragen wird, wie es auch in Mateo et al. [122] beschrieben wird. Dagegen ist der Austenit bei $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,2\%$ schon nach $N = 50$ so weit verfestigt, dass der Ferrit zunehmend plastisch verformt. In diesem werden wegen der zyklischen Beanspruchung kontinuierlich mehr Zusammenlagerungen gebildet, welche die Entfestigung in der Wechselverformungskurve begründen [126].

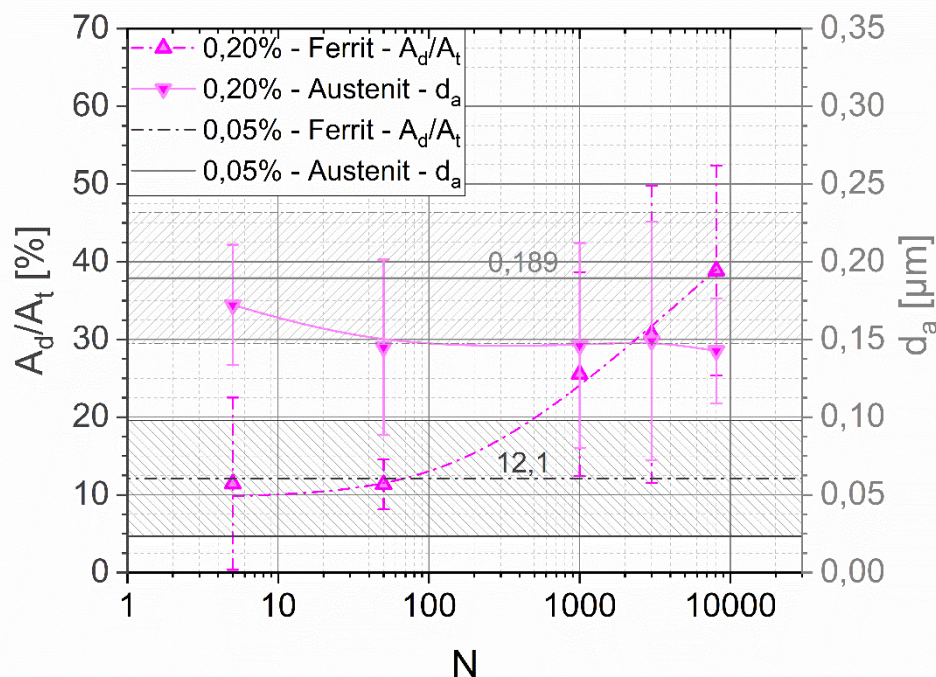


Abbildung 62: Flächenanteil der zusammengelagerten Versetzungen A_d/A_t im Ferrit und die Distanz der aktiven Gleitebenen d_a im Austenit bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ aufgetragen gegen die Zyklenzahl N . Die Streubänder repräsentieren die Ergebnisse für eine Duplexprobe, die mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ zyklisch verformt wurde.

Zusammenfassend sind wie erwartet zwei unterschiedliche Anordnungstypen in den Phasen zu erkennen, die sich allerdings nur eingeschränkt mit der Zyklenzahl und der plastischen Dehnungsamplitude verändern. Lediglich im Ferrit wird gelegentlich eine Änderung des Anordnungstyps bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ zur Zellstruktur beobachtet, sowie eine Zunahme der zusammengelagerten Versetzungen mit der Zyklenzahl bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$. Ebenso kann in den Untersuchungen der Wandel von einem „austenitisch-ferritischen“ Verformungsverhalten zum ferritischen Verhalten bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 > 0,05\%$ festgestellt werden.

5.2. Beschreibung der Mikrostruktur mithilfe der Streckgrenzenverteilungsfunktion

Im Folgenden werden sowohl die Streckgrenzenverteilungsfunktionen (SVFs) der verschiedenen Werkstoffe als auch die Verschiebung der Maximumsposition γ und die Änderung der Halbwertsbreite (FWHM) vorgestellt. Um zwischen einphasigen und mehrphasigen Werkstoffen zu unterscheiden, erfolgte die Aufteilung in zwei Kapitel. Bei den einphasigen Werkstoffen zeigen Nickel und Nimonic kein vollständig ideales zyklisches Verformungsverhalten (siehe Kapitel 2.1.4): dennoch werden sie aufgrund ihres wellig geprägten Gleichcharakters betrachtet. Da Messing kein ideales zyklisches Verhalten aufweist sowie ausschließlich planare Versetzungsanordnungen ausbildet, wird es für die Erstellung der SVF nicht berücksichtigt. Als mehrphasiger Werkstoff wird Duplexstahl behandelt. Das Vielkomponentenmodell ist zwar wegen der planaren Anordnungen vor allem im Austenit strenggenommen nur eingeschränkt anwendbar, vorangegangene Untersuchungen von Wackermann [5]

belegen jedoch die Auswertbarkeit der ermittelten SVFs für einen Duplexstahl. Eine detailliertere Korrelation der Ergebnisse mit den Wechselverformungskurven und den Versetzungsanordnungen wird in Kapitel „6. Zusammenfassende Diskussion“ erfolgen.

5.2.1. Einphasige Metalle

Zunächst werden die SVFs von Nickel bei verschiedenen Zyklen mit einer konstanten plastischen Dehnungsamplitude von $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,04\%$ betrachtet (siehe Abbildung 63a). Dabei ist eindeutig zu erkennen, dass sich wie im Fall von Kupfer (siehe Kapitel 2.1.4) jeweils nur ein Maximum ausbildet und dieses sich mit steigender Zyklenzahl hin zu höheren Spannungsamplituden verschiebt. Somit erhöht sich die Streckgrenze der meisten Volumenelemente mit der Zyklenzahl und eine Wechselverfestigung liegt vor. Eine Begründung für die Verfestigung ist die Bildung von Versetzungen aufgrund plastischer Verformung [13, 22]. Gleichzeitig flachen die SVFs ab, wodurch sich die Verteilung der vorhandenen Streckgrenzen der einzelnen Volumenelemente verbreitert. Dies entspricht einer zunehmenden Heterogenisierung des Werkstoffs durch versetzungsreiche und -arme Bereiche, da sich die gebildeten Versetzungen anfangen in dreidimensionalen Anordnungen zu strukturieren [36, 37]. Ab $N = 3000$ ändern sich die Kurven nicht mehr und ein Sättigungszustand ist erreicht, welcher durch ein Gleichgewicht zwischen der Bildung und der Annihilation von Versetzungen definiert ist [23, 48].

Wenn die über alle Zyklen gemittelten Positionen des Maximums γ und die gemittelten FWHMs über der aufgetragenen plastischen Dehnungsamplitude aufgetragen werden, zeigt sich ein Anstieg in γ (siehe Abbildung 63b), da mehr Versetzungen mit einer höheren plastischen Verformung gebildet werden und diese sich somit auch zunehmend im Gleiten behindern [14, 22]. FWHM dagegen ist maximal bei $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,3\%$. Durch hohe Instabilitäten nahe der Lastumkehrpunkte aufgrund der plastischen Dehnungsregelung, insbesondere bei niedrigen Amplituden, können die Parameter für $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,1\%$ nicht bestimmt werden. Dadurch ist eine Aussage über die Tendenz der FWHM ohne zusätzliche Informationen nicht möglich.

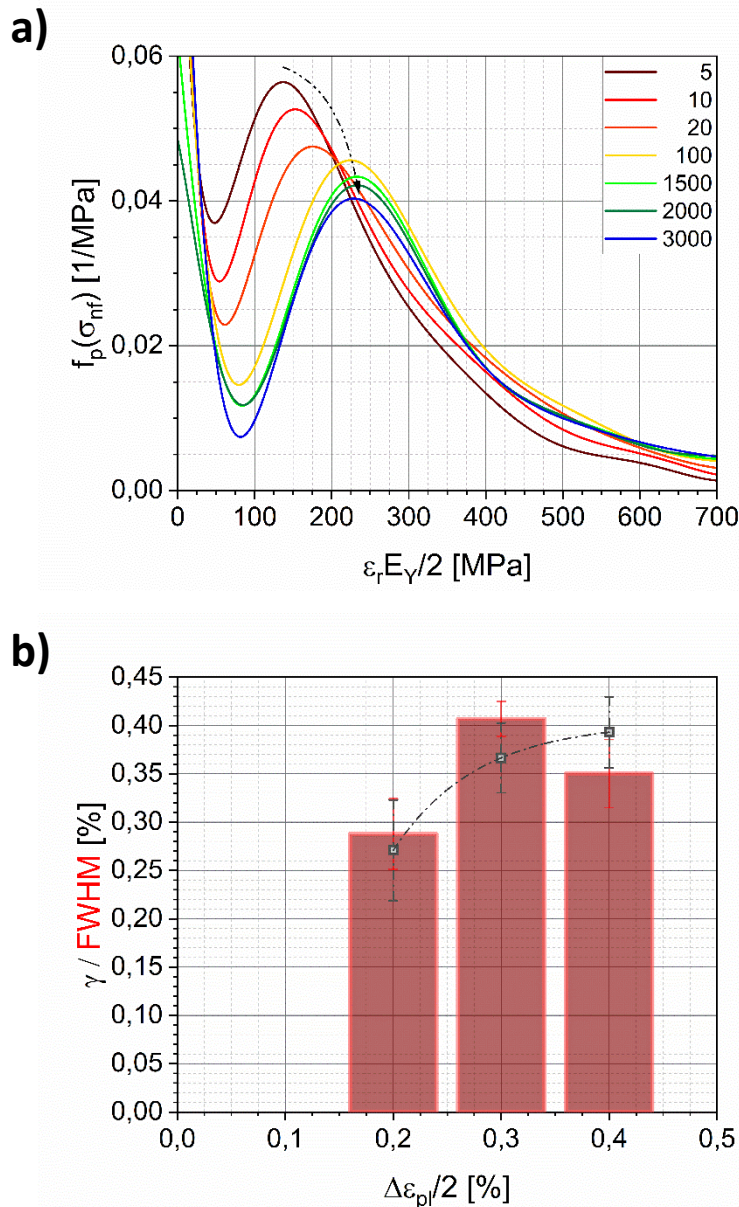


Abbildung 63: Nach einer zyklischen Beanspruchung von Nickel a) errechnete SVFs über der relativen Spannungsamplitude $\varepsilon_r E_\gamma/2$ bei verschiedenen Lastzyklen mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ und b) die Auftragung von γ als Punkte und FWHM als Balken in Werten der relativen Dehnung über der aufgetragenen $\Delta\varepsilon_{pl}/2$.

Im Gegensatz zu Kupfer und Nickel weisen die SVFs von Nimonic bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ zwei Maxima auf (siehe Abbildung 64a). Daraus kann gefolgert werden, dass innerhalb des Werkstoffs zwei Bereiche mit unterschiedlichen Streckgrenzenverteilungen vorhanden sind. Höchstwahrscheinlich resultiert aus der Behinderung der Versetzungen beim Gleiten durch die Chromkarbide und deren beträchtlichen festigkeitssteigernden Effekt [14] das zweite Maximum. Dadurch wirken sie sich entgegen der Bezeichnung als einphasiger Werkstoff doch maßgeblich auf das Verformungsverhalten aus, weswegen eher von einem quasi-einphasigen Werkstoff gesprochen werden sollte. Beide Maxima zeigen mit steigender Zyklenzahl zunächst dasselbe Verhalten wie im Fall von Nickel: Die Position der Maxima verschiebt sich nach rechts und der Kurvenverlauf um das Maximum herum wird breiter. Demnach liegt auch in diesem Fall eine Wechselverfestigung und eine zunehmende Heterogenisierung vor [17]. Ab

$N = 20$ bleiben die Positionen und die Breiten der Maxima konstant, wohingegen die Höhe des ersten Peaks ansteigt und die des zweiten Peaks reduziert wird. Somit verringert sich der Volumenanteil der Volumenelemente mit hoher Streckgrenze und diese fließen in das erste Maximum mit ein. Dies spricht für einen Vorgang, der die festigkeitssteigernde Wirkung der Ausscheidungen reduziert. Dabei kann es sich um Prozesse handeln, welche zu einer Auflösung oder Vergrößerung des Karbids führen [110], oder um Umgehungsprozesse, wobei die erste quergleitende Versetzung die Nahordnung des Gitters zerstört und dadurch folgende Versetzungen die Ausscheidung erleichtert umgehen können [14]. Sobald $N = 500$ ist, bleiben die Kurven konstant und eine erneute Änderung der Mikrostruktur erfolgt erst zum Bruch hin.

Bei genauerer Betrachtung der abgebildeten Kurven ist zu erkennen, dass diese zu Beginn unterschiedliche Verläufe aufweisen. Manche der Kurven durchlaufen zunächst ein Minimum, wohingegen die anderen mehr oder minder im Ursprung beginnen. Dieses Verhalten kann durch die numerische Generierung der Funktion mithilfe der Fourierreihentransformation mit vier Gliedern erklärt werden. Insbesondere der Bereich in der Hysteresekurve nach dem Lastumkehrpunkt, an welchem der rein elastische Bereich der Werkstoffverformung anschließt, definiert den Anfang der SVF. Eben dieser Bereich wird bei plastischer Dehnungsregelung quasi unendlich schnell durchlaufen, da die Regelung des Prüfsystems eine konstante plastische Dehnungsgeschwindigkeit einstellen möchte. Da die Taktung der Messdatenerfassung aber mit einem konstanten Zeitintervall zwischen den Messungen erfolgt, ist die Zahl der Messpunkte zu Beginn der SVF im Vergleich zu dem Bereich mit dominanter plastischer Verformung gering, wodurch eine Unsicherheit resultiert und sich in unterschiedlichen Kurvenverläufen widerspiegelt. Ein zusätzlicher Effekt besteht am Umkehrpunkt dadurch, dass bei der Umkehr der Belastungsrichtung durch Rückspannungen im Werkstoff Versetzungen teilweise zurücklaufen können, was zu einer Abweichung von der elastischen Geraden führt.

Für Nimonic sind in Abbildung 64b die beschreibenden gemittelten Parameter γ und FWHM über der plastischen Dehnungsamplitude aufgetragen. Ebenso wie bei Nickel konnte die SVF für $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,1\%$ nicht bestimmt werden. Die Position γ kann für beide Maxima ermittelt werden, woraus zu erkennen ist, dass beide mit der plastischen Dehnungsamplitude exponentiell zunehmen. Die Steigung des zweiten Maximums, welches auf die Chromkarbide zurückzuführen ist, ist dabei deutlich höher als die des ersten Maximums. Eine genauere Betrachtung des Fehlerbalkens lässt erkennen, dass dieser bei $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,6\%$ im Vergleich zu den anderen Amplituden vergrößert ist. Beide Effekte lassen sich wie folgt erklären: Die aufstauende Wirkung der Karbide wird vermutlich bei einer höheren plastischen Verformung gesteigert, da durch diese mehr Versetzungen an den Karbiden akkumulieren können und sich somit das Gitter stärker verzerrt, während zugleich die höhere aufgebrachte Spannung den Versetzungen ermöglicht, die Karbide häufiger zu umgehen oder zu schneiden [17, 110]. Ebenso nimmt die FWHM beider Maxima mit $\Delta\varepsilon_p/2$ zu, wobei der Wert von FWHM des ersten Maximums generell oberhalb des

Wertes des zweiten Maximums liegt. Dies resultiert aus dem geringeren Volumenanteil, den die Chromkarbide im Vergleich zum restlichen Mischkristall einnehmen. Die Zunahme der FWHM kann wie zuvor beschrieben auf eine vermehrte Ausbildung von versetzungsarmen und -reichen Bereichen zurückgeführt werden. Dies wird erleichtert durch einen höheren Ausscheidungsabstand, was die aufgestellte These der erhöhten Zahl überwundener Karbide bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,6\%$ unterstützen würde [17, 111].

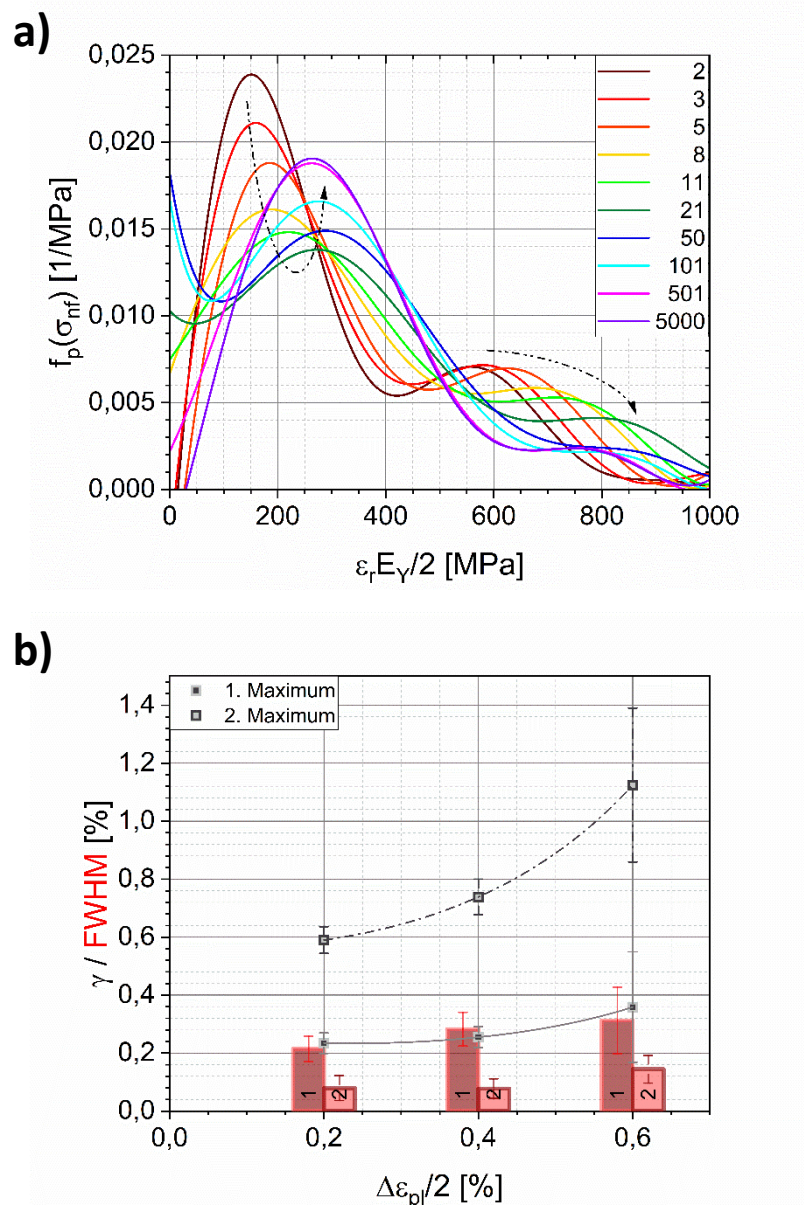


Abbildung 64: Nach einer zyklischen Beanspruchung von Nimonic a) errechnete SVFs über der relativen Spannungsamplitude $\varepsilon_r E_\gamma/2$ bei verschiedenen Lastspielzyklen mit einer $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ und b) die Auftragung von γ als Punkte und FWHM als Balken in Werten der relativen Dehnung über der aufgetragenen $\Delta\varepsilon_{pl}/2$.

5.2.2. Duplexstahl

Trotz der zwei Phasen im Duplexstahl ist in den SVFs während der ersten neun Zyklen bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ zunächst nur ein Maximum zu erkennen (siehe Abbildung 65). Dieses Maximum verschiebt sich nach

rechts und wird flacher, woraus eine Wechselverfestigung durch eine ansteigende Versetzungsdichte und eine Heterogenisierung geschlossen werden kann [14, 17]. In diesem Fall findet die Heterogenisierung allerdings in den zwei Phasen statt, da nach $N = 11$ zwei Maxima ausgebildet sind. Bis hin zu einer Zyklenzahl von $N = 51$ verformt sich hauptsächlich die weichere Phase, der Austenit, welche eine Tendenz zur Wechselentfestigung zeigt. Das zweite Maximum, welches Ferrit repräsentiert, bleibt dagegen stationär. Nach $N = 300$ kommt es zu einem Wechsel und der Austenit verfestigt, während sich zeitgleich beide Phasenmaxima verbreitern. Nun ist das Ferritmaximum eine Schulter des Austenitmaximums, welche beide im weiteren Verlauf der Beanspruchung eine Tendenz zu Wechselentfestigung haben. Vermutlich führt die zunehmende Heterogenisierung aufgrund der Ausbildung von Versetzungsanordnungen in den Phasen zu diesem Verhalten [13, 122]. Über den gesamten Verlauf ist das Austenitmaximum das höhere und veranschaulicht somit, dass im Austenit mehr Volumenelemente als im Ferrit fließen und zu der Verformung beitragen.

Der Verlauf der ferritischen Phase ist in einer guten Übereinstimmung mit den modellierten und experimentellen Parametern von Wackermann [5] und Mateo et al. [122]. Dagegen weichen die Ergebnisse der austenitischen Phase deutlich von dem Modell ab, in welchem die Phase kontinuierlich entfestigt, wohingegen sie den experimentell bestimmten Parametern ähneln. Jedoch wird in anderen Studien, die auf einer Auswertung der Mikrostruktur basieren, auch von einer kontinuierlichen Entfestigung des Austenits berichtet [122]. Die Abweichung des Modells an dieser Stelle kann auf die fehlende physikalische Grundlage der beschriebenen planaren Anordnungen zurückgeführt werden.

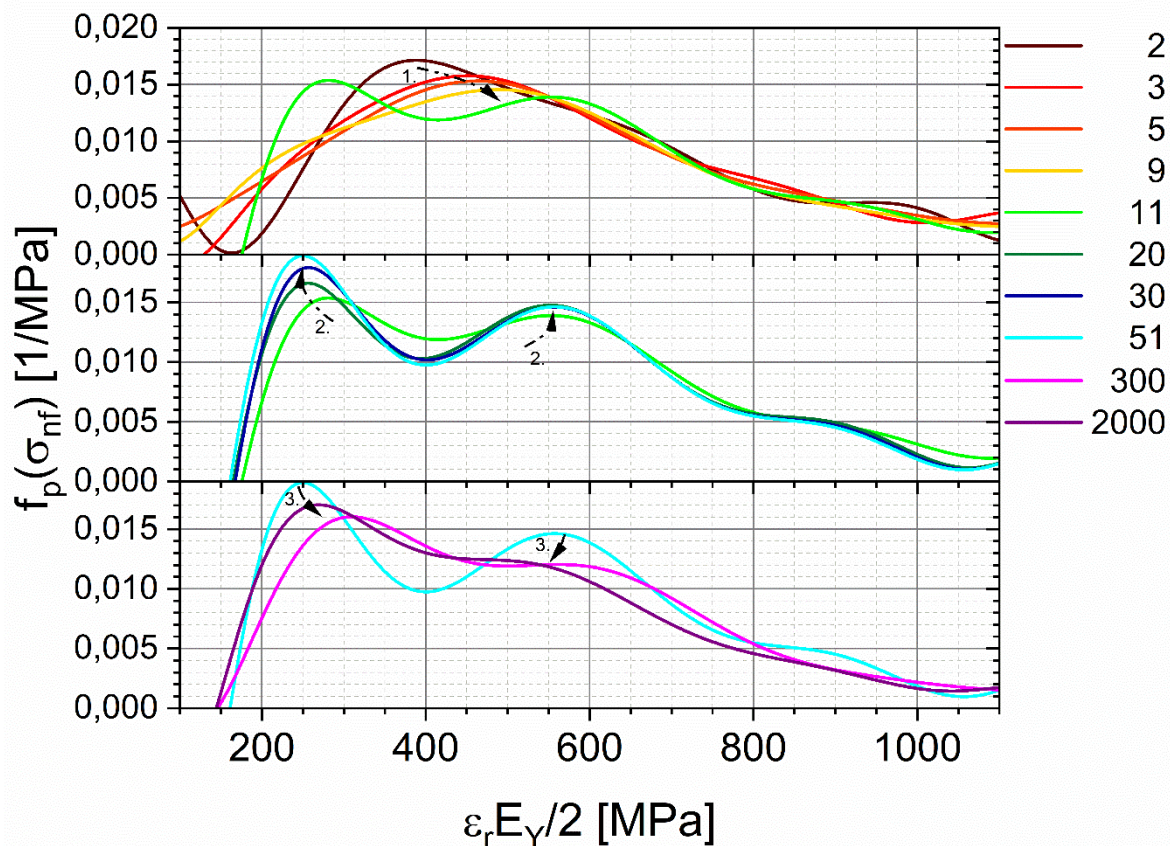


Abbildung 65: Nach einer zyklischen Beanspruchung von Duplexstahl errechnete SVFs über der relativen Spannungsamplitude $\varepsilon_r E_\gamma / 2$ bei verschiedenen Lastzyklen mit einer $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$.

Die über alle Zyklen gemittelten Positionen der Maxima γ und die gemittelten FWHMs sind für Austenit und Ferrit bestimmt worden (siehe Abbildung 66). Die Positionen γ steigen zunächst an und gehen dann in einen konstanten Wert über. Austenit ist bereits ab $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$ konstant, wohingegen Ferrit nach $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ konstant zu sein scheint. Generell liegt das Maximum von Ferrit bei Werten oberhalb von Austenit, da es sich im Fall der in dieser Studie verwendeten Legierung um die festere Phase handelt [119]. Die Sättigung kann aus einer maximalen Verfestigung resultieren, an welcher Stelle alle zusätzlichen Versetzungen annihiliert werden [23]. Zudem scheinen sich in Austenit zunehmend Bereiche unterschiedlicher Streckgrenzen auszubilden, was durch die ansteigende FWHM dargestellt wird. Dies ist allerdings kein eindeutiges Ergebnis, da die parallelen Anordnungen in Austenit eigentlich nicht die in „2.1.4 Model zur Beschreibung der Mikrostruktur“ beschriebene Heterogenisierung verursachen. Die FWHM-Werte von Ferrit schwanken stark, weswegen auch an dieser Stelle auf eine Interpretation der Ergebnisse verzichtet wird.

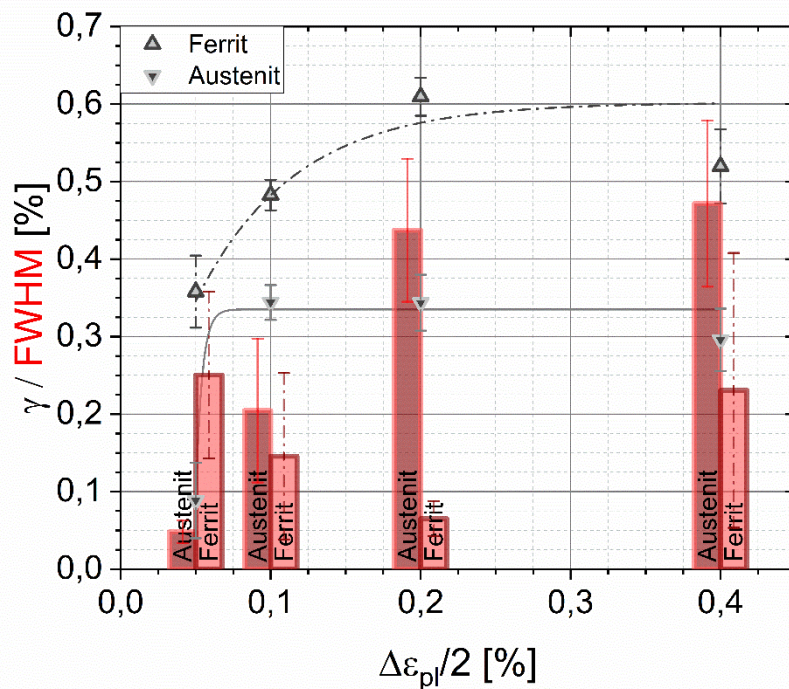


Abbildung 66: Auftragung von γ als Punkte und FWHM als Balken in Werten der relativen Dehnung über der aufgetragenen konstanten $\Delta\varepsilon_{pl}/2$ bei einem zyklisch beanspruchten Duplexstahl.

5.3. Analyse der ermüdungsbedingten Änderungen mittels Laue-Beugung

Nachdem in den vorangegangenen Kapiteln ausführlich die Korrelation des Ermüdungsverhaltens der Versuchswerkstoffe mit deren Mikrostruktur beschrieben wurde, werden nun die Ergebnisse der Laue-Beugungsexperimente, bei denen ein energiedispersiver Detektor zu Anwendung kam, vorgestellt. Dazu wird vor allem auf die Änderung der Beugungsbilder und der energetischen Informationen hervorgerufen durch die Variation der plastischen Dehnungsamplitude und der Zyklenzahl eingegangen.

5.3.1. Nickel 201

Wie bereits in Shokr et al. [9] beschrieben, sind eindeutige Streaks bei Messungen an Nickel zu erkennen (siehe Abbildung 67). Bei einer geringen plastischen Dehnungsamplitude oder einer geringen Zyklenzahl sind viele kurze Beugungspunkte sichtbar (siehe Abbildung 67a,d). Mit ansteigender plastischer Dehnungsamplitude oder Zyklenzahl wird eine Ausdehnung der Beugungspunkte in radialer Richtung zu Streaks beobachtet (siehe Abbildung 67b,e) [9]. Diese Ergebnisse sind vergleichbar mit denen, die in vorangegangenen Studien an Kupfer mit Röntgenstrahlen im Energiebereich von 5-25 keV erfolgt sind [140-142]. In Abbildung 67c,f sind die Streaks optisch nicht mehr voneinander trennbar, was vermuten lässt, dass benachbarte Streaks durch die Zunahme der Streakdichte überlappen. Dieser Zustand wird auch bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ nach 4500 Zyklen (nicht gezeigt) erreicht.

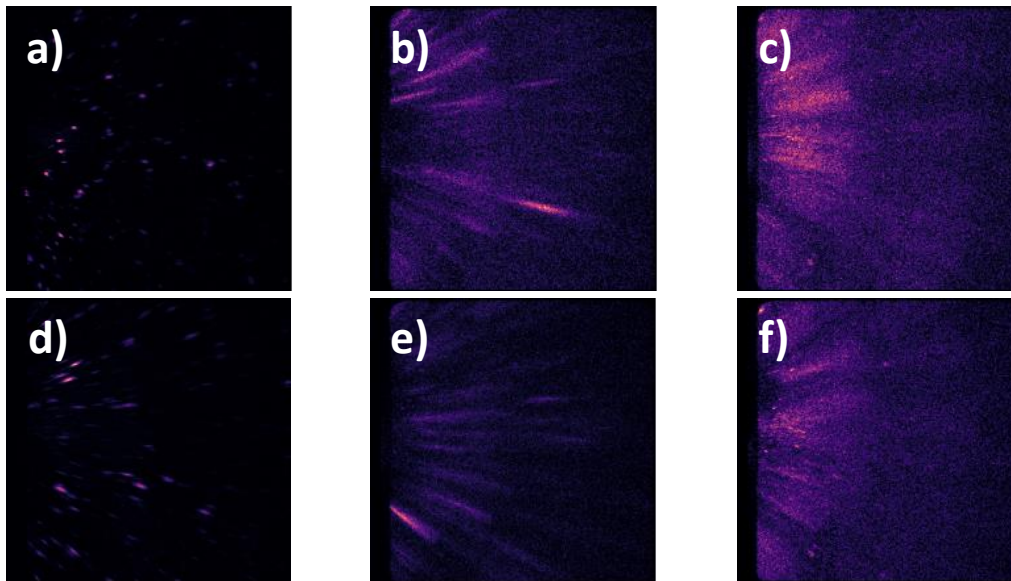


Abbildung 67: An ermüdeten Nickelproben aufgenommene Beugungsbilder kurz vor dem Versagen durch eine Belastung mit a) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$, b) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ und c) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$. Zudem ist bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ der Versuch bei d) $N = 20$, e) $N = 3000$ und f) $N = 9339$ abgebrochen worden.

Die Anzahl und Ausdehnung der Streaks in Grad sind in Abbildung 68 über der plastischen Dehnungsamplitude und der Zyklenzahl aufgetragen. Sowohl mit steigender plastischer Dehnungsamplitude als auch mit zunehmender Zyklenzahl sinkt die Anzahl der Streaks. Da sowohl bei der Variation der plastischen Dehnungsamplitude als auch der Zyklenzahl irgendwann eine Überlappung der Streaks auftritt, kann für diese Fälle die Anzahl nicht ermittelt werden. Die Anzahl scheint sich aber für beide Situationen einem Wert von ungefähr $n_s = 25$ anzunähern.

Durch die in Kapitel 4.3.3 angegebenen Gleichungen kann mithilfe der Position und geometrischer Beziehungen der Beugungswinkel berechnet, die Ausdehnung der Streaks $\Delta\theta_s$ in Grad angegeben und der Verkippungswinkel bestimmt werden (siehe Abbildung 68). Da der Beugungswinkel einer konstruktiven Interferenz entspricht, kann eine veränderliche Position in radialer Richtung nur durch eine gebogene Netzebene hervorgerufen werden. Die Zunahme der Streakausdehnung mit der plastischen Dehnungsamplitude und der kumulierten plastischen Dehnungsamplitude muss demnach aus einer verstärkten Krümmung der Ebene resultieren. Das ab $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ eine Sättigung einzutreten scheint, lässt vermuten, dass die Versetzungsanordnungen bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ und $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ in dieser Hinsicht keine nennenswerten Unterschiede aufweisen und das Gitter im selben Maß krümmen. Auch mit voranschreitender Zyklenzahl wird eine Sättigung der Streakausdehnung nach $N = 4500$ durch die Auftragung über der kumulierten plastischen Dehnungsamplitude beobachtet, was mit derselben Begründung erklärt werden kann.

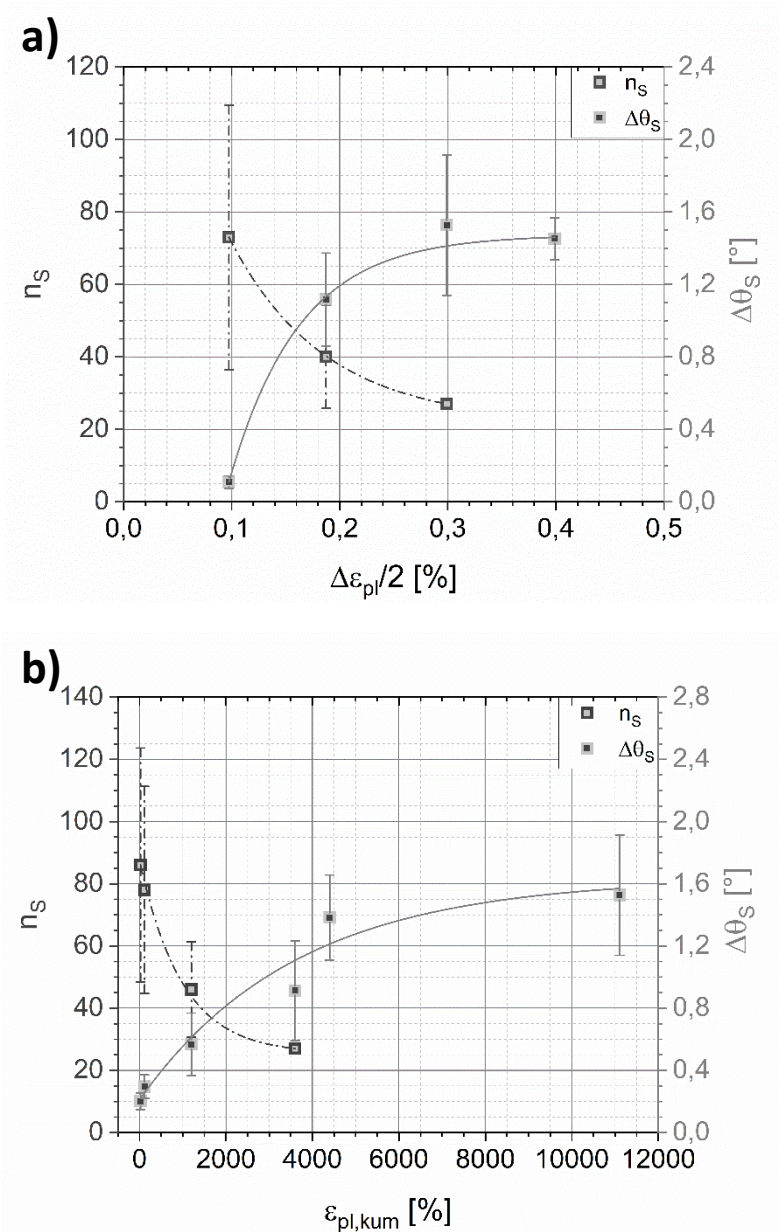


Abbildung 68: Anzahl der Beugungspunkte n_s und ihrer Winkelausdehnung $\Delta\theta_s$ über der a) plastischen Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon_{pl}/2$ und der b) akkumulierten plastischen Dehnung $\varepsilon_{pl,kum}$ für Nickel.

Mit der Position der gebeugten Strahlung in der Detektorebene und der Energie kann der Netzebenenabstand berechnet werden. Wird dieser als konstant angesehen und daraus die Energie E_{fit} für jeden der vorliegenden Winkel bestimmt, kann diese mit der gemessenen Energie E verglichen werden, wie es beispielhaft in Abbildung 69 dargestellt ist. Die Abweichung der beiden Kurven voneinander ist ein Maß für die Gitterdehnung und somit auch für den Spannungszustand des Gitters, wie in Pashniak et al. [8] beschrieben wird. Dies kann für jeden der detektierten und indizierten Streaks durchgeführt und dementsprechend einer Kornorientierung zugeordnet werden.

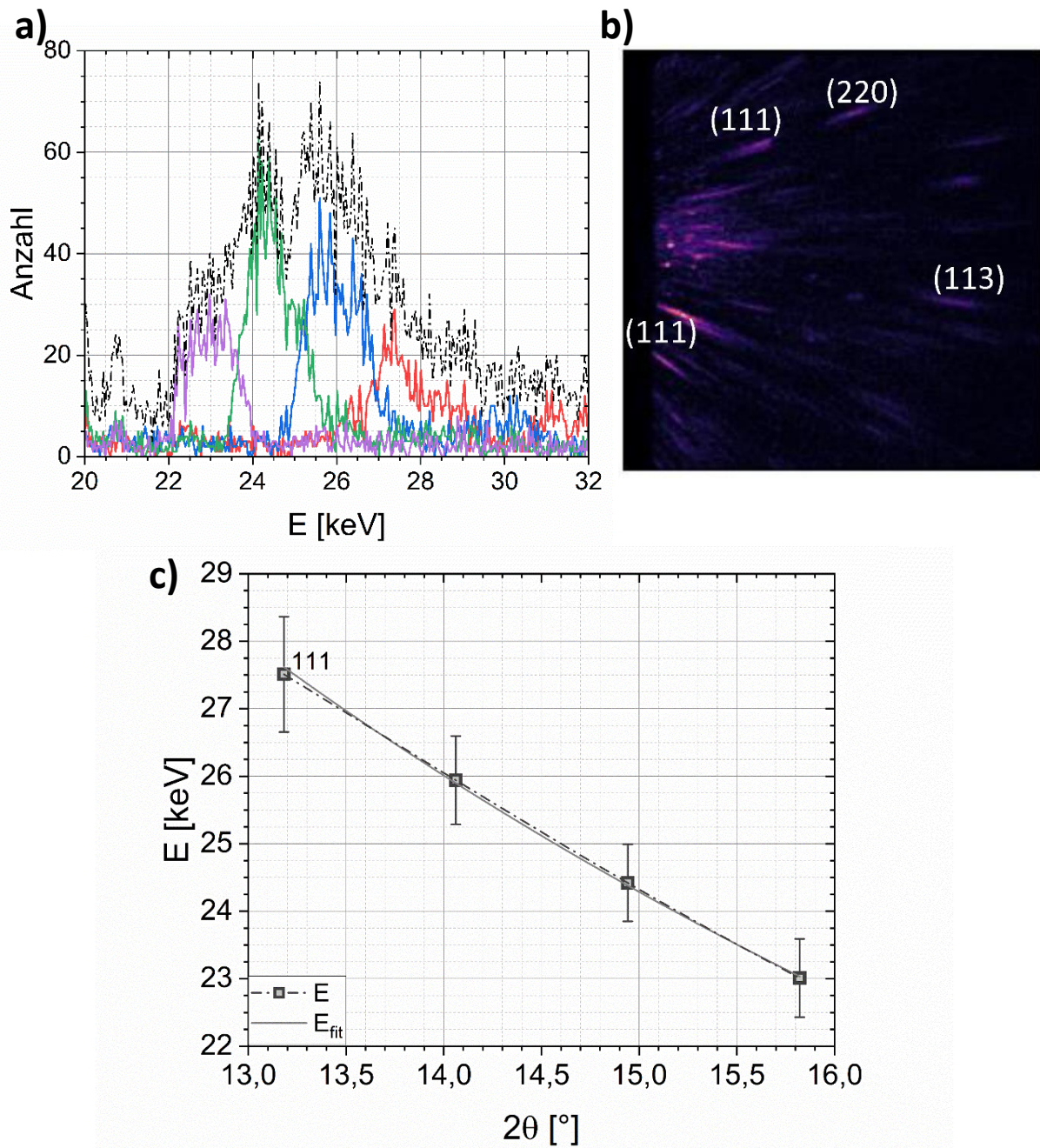


Abbildung 69: Am Beispiel der Nickelprobe, welche mit 1000 Zyklen bei $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,3\%$ zyklisch belastet wurde, wird die Auswertung eines einzelnen Streaks veranschaulicht. a) stellt das über den Streak aufgenommene Energiespektrum mit vier übereinanderliegenden Kurven dar, b) ist das indizierte Beugungsmuster und c) zeigt die gemessene und die berechnete Energie E / E_{fi} der gebeugten Strahlung über dem Beugungswinkel 2θ .

Die Auftragung der Gitterdehnung $\Delta E/\Delta\theta$ für $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,3\%$ zeigt, dass das Gitter nach 20 Zyklen maximal verspannt ist (siehe Abbildung 70). Im fortlaufenden Prozess der mikrostrukturellen Änderungen während einer zyklischen Belastung bauen sich die Spannungen ab und nähern sich bereits ab 100 Zyklen einem konstanten Wert von $\Delta E/\Delta\theta = 0,0054 \text{ keV}/^\circ \pm 0,0015 \text{ keV}/^\circ$ an. Im Vergleich dazu liegt bei $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,1\%$ mit nur $\Delta E/\Delta\theta = 0,0022 \text{ keV}/^\circ \pm 0,0009 \text{ keV}/^\circ$ ein weniger verspanntes Gitter vor, wohingegen bei $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,2\%$ der Wert mit $\Delta E/\Delta\theta = 0,0475 \text{ keV}/^\circ \pm 0,0191 \text{ keV}/^\circ$ deutlich erhöht

ist. Alle diese Ergebnisse deuten darauf hin, dass mit zunehmender wiederholter plastischer Verformung der Werkstoff einen Zustand mit einem weniger verspannten Gitter anstrebt.

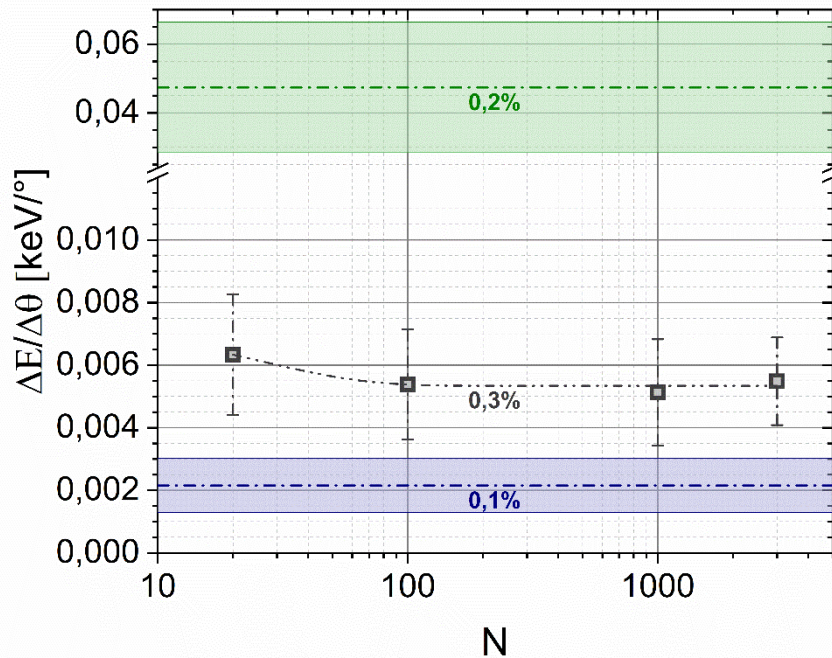


Abbildung 70: Gitterdehnung $\Delta E/\Delta\theta$ in Nickel durch eine zyklische Belastung mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ über der Zyklenzahl N aufgetragen. Zum Vergleich sind auch die Werte von $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$ und $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ farblich abgebildet.

5.3.2. α -Messing

Bei den Messungen an α -Messing ergibt sich ein von der Theorie abweichendes Bild [137, 139]. In den Beugungsbildern sind keine einzelnen Beugungspunkte zu erkennen, sondern eine über den gesamten Detektorbereich diffus gebeugte Strahlung (siehe Abbildung 71a). Wird die dargestellte Strahlungsenergie nicht nur um die elementspezifische Fluoreszenzstrahlung reduziert, sondern auch noch auf einen Bereich von 34,0 keV bis 36,1 keV begrenzt, so sind ringförmige Beugungsmuster zu beobachten, welche an Debye-Scherrer-Ringe aus der Pulverdiffraktometrie erinnern (siehe Abbildung 71b,c) [62]. Dies bedeutet, dass eine hohe Anzahl an verschiedenen Orientierungen in dem vom Röntgenstrahl getroffenen Bereich vorliegen, woraus der Eindruck entsteht, die Strahlung wird an einem Pulver gebeugt [67]. Dementsprechend kann die Auswertung wie in der Pulverdiffraktometrie erfolgen, weswegen mit dem Ringradius der jeweilige Netzebenenabstand ermittelt und damit die Indizierung durchgeführt wird. Für die identifizierten Ebenen in Abbildung 71b,c sind das 1,889 Å (200), 1,732 Å (201), 1,306 Å (202) und 1,144 Å (212). Zusätzlich werden die Ringe auffallend schärfer und intensiver mit steigender plastischer Dehnungsamplitude, was auf eine Zunahme der streuenden Bereiche hindeutet [62].

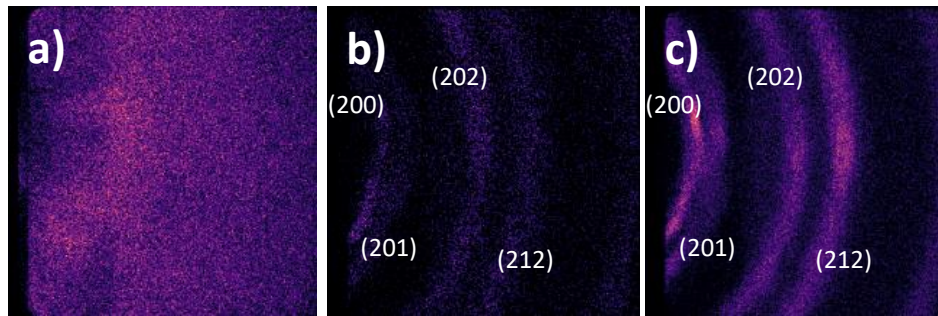


Abbildung 71: Röntgenbeugungsbilder mit einem Energiebereich von a) 25,5 keV bis 43,5 keV und b),c) 34,0 keV bis 36,1 keV aufgenommen an α -Messing nach dem es mit a),b) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ und c) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ zyklisch bis zum Versagen belastet wurde.

Derselbe Effekt lässt sich auch mit zunehmender Zyklenzahl wahrnehmen (siehe Abbildung 72). Des Weiteren sind Ringe den Ebenen (201) und (212) zugeordnet, die der Auslöschungsregel von Beugungsreflektionen bei kfz-Werkstoffen widersprechen [60, 66]. Da in allen Abbildungen zugehörig zu α -Messing derselbe Energiebereich dargestellt ist, sind auch die Netzebenen dieselben.

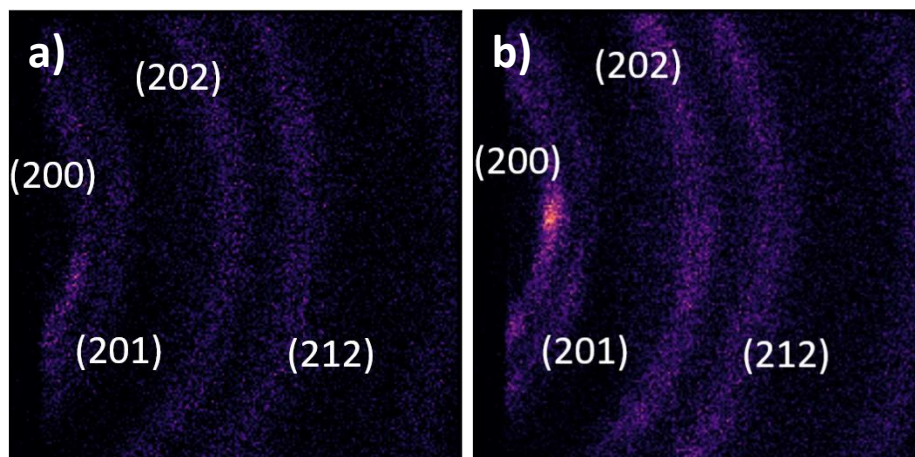


Abbildung 72: In einem Energiebereich von 34,0 keV bis 36,1 keV dargestellte Beugungsmuster von Messingproben, die a) $N = 30$ und b) $N = 30000$ Zyklen mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$ ermüdet worden sind.

5.3.3. Nimonic Alloy 75

In den aufgenommenen Beugungsbildern von Nimonic sind bei allen plastischen Dehnungsamplituden klare Streaks erkennbar. Diese sind vergleichbar mit den in Studien von AlHassan et al. [142], Abboud et al. [140] und Kirchlechner et al. [141] nachgewiesenen Streaks. Dennoch kann kein Trend bezüglich der Anzahl oder der Winkelausdehnung mit der Amplitude festgestellt werden (siehe Abbildung 73). An dieser Stelle soll erwähnt werden, dass das Beugungsmuster von $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ aufgrund zweier Streaks mit einer höheren Intensität heraussteicht. Das hat eine Anpassung der Farbskala zur Folge, weswegen es optisch von den restlichen Bildern abweicht, aber nicht was die Anzahl und Winkelausdehnung der Streaks angeht.

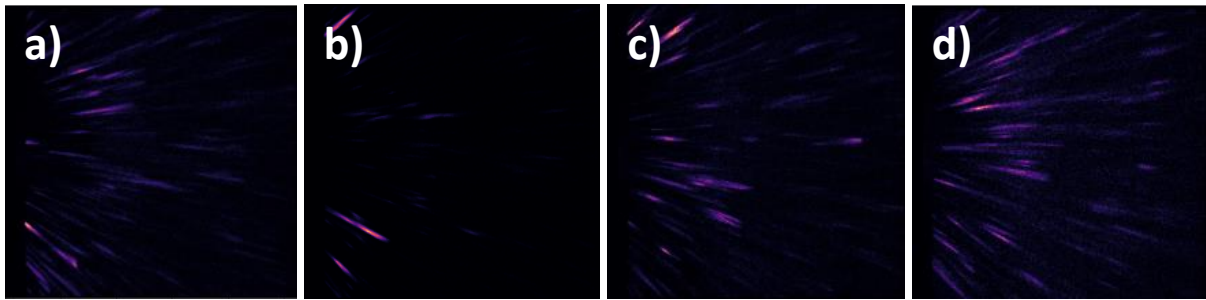


Abbildung 73: Beugungsbilder von Nimonic-Proben, die mit a) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$, b) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$, c) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ und d) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,6\%$ bis kurz vorm Versagen belastet wurden.

Trotz des ähnlichen Aufbaus der Beugungsmuster zeigt die Auswertung der Streaks hinsichtlich der Differenz zwischen gemessener und theoretischer Energie $\Delta E/\Delta\theta$ einen abnehmenden Trend mit der plastischen Dehnungsamplitude, wie es in Abbildung 74 dargestellt ist. Des Weiteren ist ein kurzer Bereich unveränderter Gitterdehnungen zwischen $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ und $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ in der Kurve angedeutet.

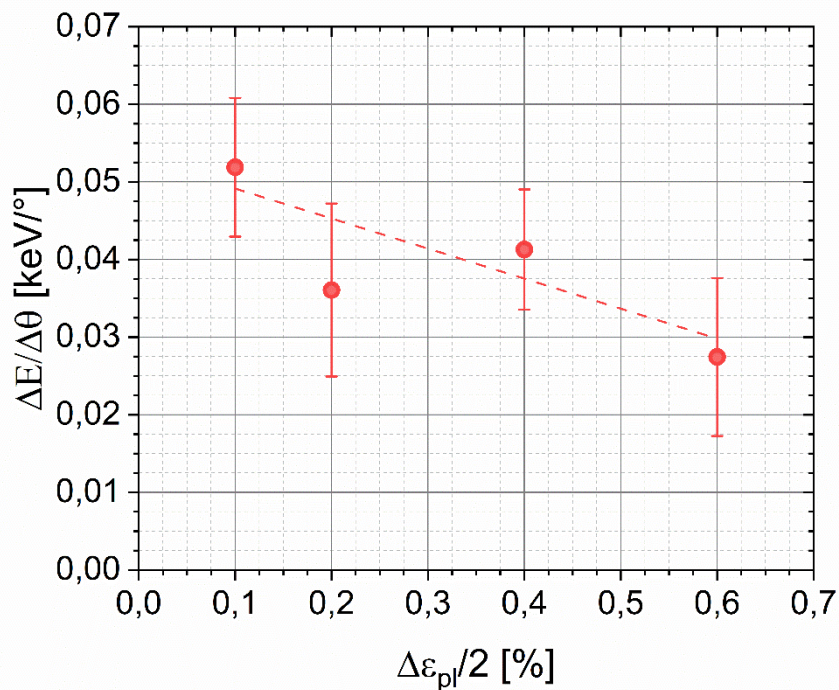


Abbildung 74: Gitterdehnung $\Delta E/\Delta\theta$ in Nimonic über der steigenden plastischen Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon_{pl}/2$ aufgetragen.

Die Änderungen im Röntgenbeugungsmuster durch die Variation der Zyklenzahl sind stärker ausgeprägt, verglichen mit der Variation der plastischen Dehnungsamplitude. Die Bilder lassen eine Tendenz erkennen, in welcher die Streaks zunächst Beugungspunkten gleichen, woraufhin bei höheren Zyklenzahlen in radialer Richtung verlängerte Streaks vorliegen (siehe Abbildung 75).

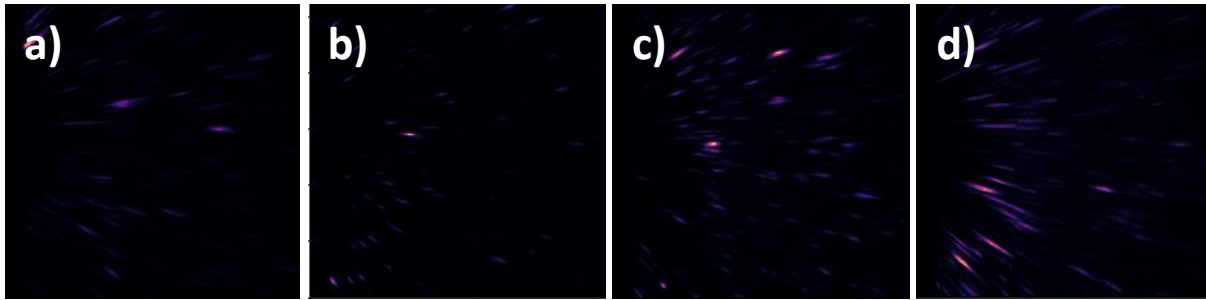


Abbildung 75: Detektierte Beugungsmuster von Nimonic-Proben, die mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ für a) $N = 38$, b) $N = 125$, c) $N = 1500$ und d) $N = 4500$ ermüdet wurden.

Eine genauere Betrachtung der Anzahl lässt weiterhin keine Tendenz erkennen (siehe Abbildung 76). Bei der Winkelausdehnung könnte der ansteigende Trend auf den höheren Zyklenzahlen oder auf einer statistischen Schwankung beruhen (siehe Abbildung 76). Um welchen Fall es sich handelt, muss aus einem Vergleich mit der Mikrostruktur geschlossen werden.

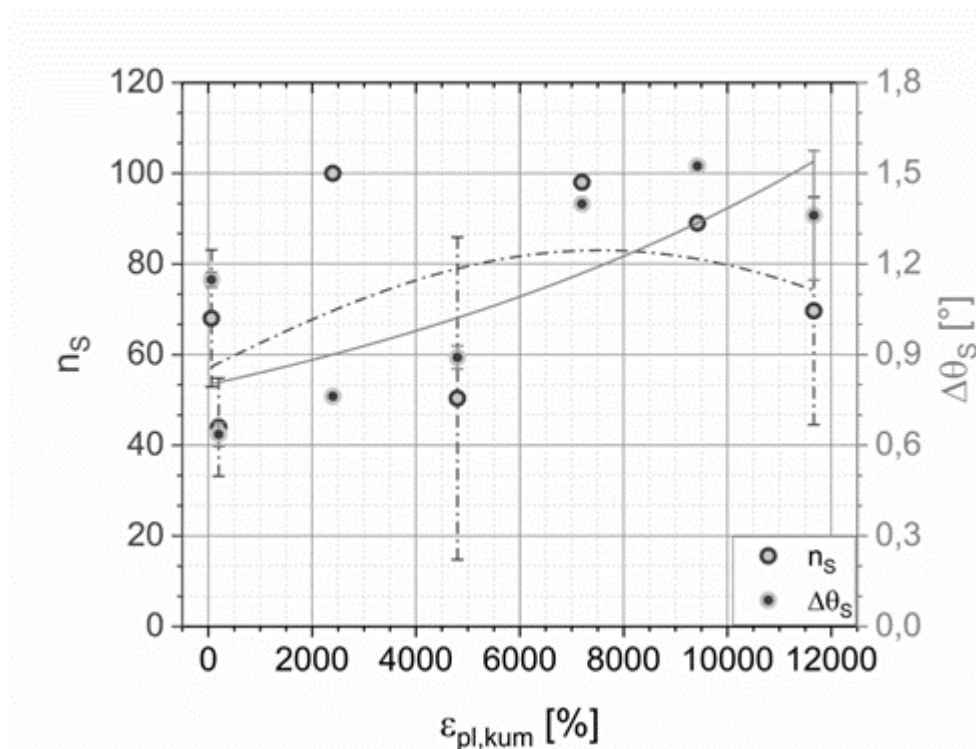


Abbildung 76: Anzahl n_s und Winkelausdehnung $\Delta\theta_s$ der Streaks über der kumulierten plastischen Dehnung $\varepsilon_{pl,kum}$ bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$.

Bei den detektierten Gitterdehnungen schwanken die Werte bei den einzelnen Zyklenzahlen um $0,039 \text{ keV}^\circ \pm 0,019 \text{ keV}^\circ$. Weiterhin ist auch in diesem Fall kein Trend mit steigenden Zyklenzahlen nachzuweisen. Allerdings muss der rot dargestellte Ausreißer in Abbildung 77 erwähnt werden. Alle Streaks von Nimonic, die gemessen und ausgewertet sind, gehören der $\{111\}$ - oder $\{200\}$ -Ebenenschar an. Somit werden die Röntgenstrahlen an diesen Ebenen gebeugt, wobei es sich um die meistverformten Ebenen handeln muss, da ansonsten keine Streaks entstehen würden. Dadurch, dass die $\{111\}$ -Ebenen ebenso die bevorzugte Gleitebenen sind, entspricht dies den Erwartungen. Anscheinend führt die Verspannung der Netzebenen aufgrund der Versetzungen ebenso häufig zu einer Verformung der Ebenen

der $\{200\}$ -Schar wie der $\{111\}$ -Schar. Der rote Punkt ist deswegen eine Ausnahme, da er als einziger aus der $\{222\}$ -Schar stammt, in welcher eine 5-fach so hohe Gitterdehnung wie in den anderen Fällen vorliegt.

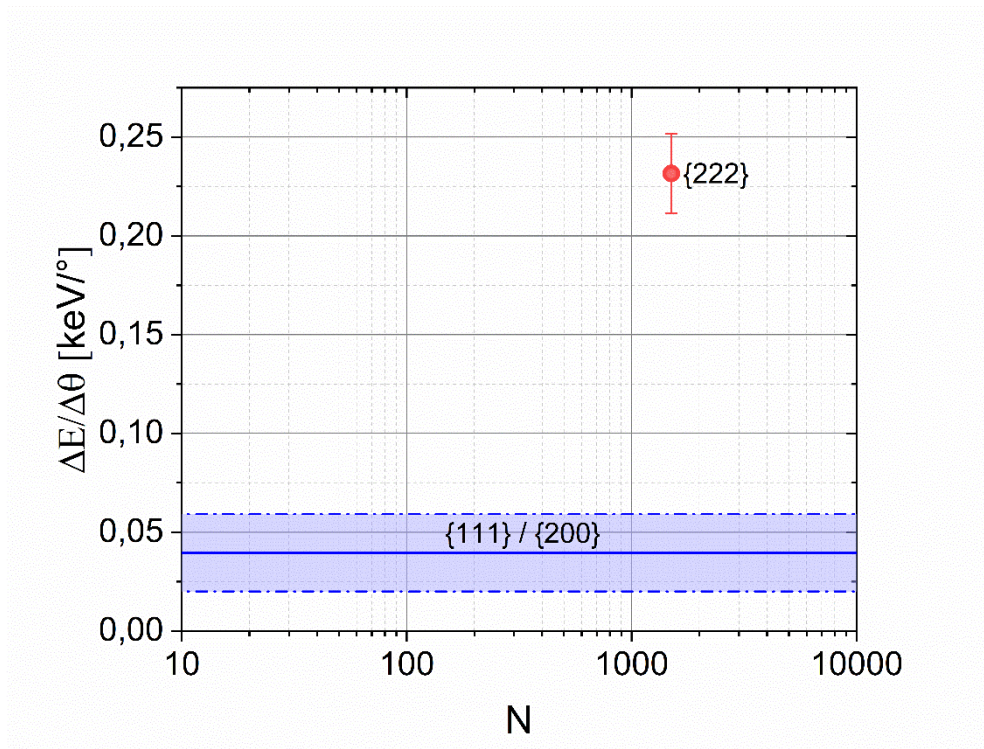


Abbildung 77: Gitterdehnung $\Delta E/\Delta\theta$ in Nimonic über der Zyklenzahl N mit den jeweiligen Ebenenscharen aufgetragen.

Insgesamt sind bei Nimonic in den Röntgenbeugungsuntersuchungen hinsichtlich Anzahl und Winkelausdehnung kaum Änderungen zu beobachten, die mit der plastischen Dehnungsamplitude oder der Zyklenzahl korreliert werden können. Die Gitterdehnung dagegen, welche sich für jeden Streak ermitteln und einer Ebenenschar zuordnen lässt, zeigt im Fall der Variation der plastischen Dehnungsamplitude eine abfallende Tendenz.

5.3.4. Duplexstahl

Die durch Messungen an Duplexstahlproben erzeugten Röntgenbeugungsmuster zeigen viele Streaks (siehe Abbildung 78), die mit dem Anstieg der plastischen Dehnungsamplitude eine Verlängerung von bis zu $1,75^\circ$ erfahren. Dies entspricht den Ergebnissen anderer Werkstoffe mit welligem Gleitverhalten, die in Kapitel 3.2 beschrieben sind. In der Abbildung 78 ist außerdem der Effekt einer längeren Messdauer visualisiert. Das Röntgenbeugungsmuster für die Probe mit $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,4\%$ ist mit einer stark verlängerten Messdauer aufgenommen, was zu einer drastischen Reduzierung des Rauschens und einer schärferen Darstellung der Streaks führt. Aufgrund des hohen Messaufwands und der eingeschränkten zeitlichen Messmöglichkeiten konnten nicht alle Versuche derartig durchgeführt werden.

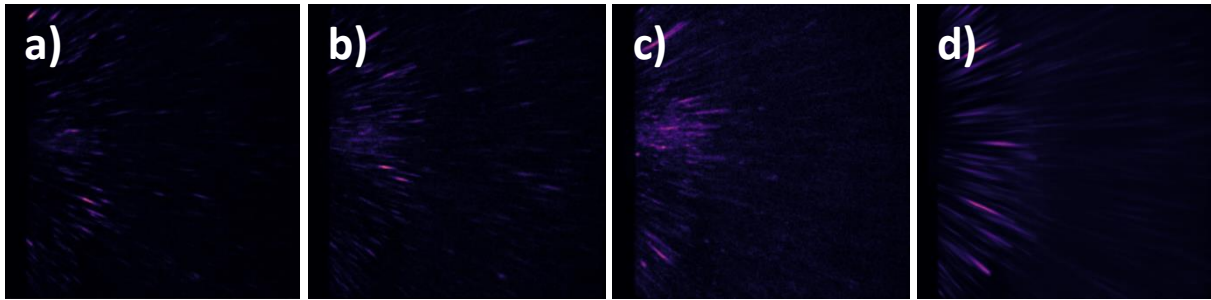


Abbildung 78: Röntgenbeugungsmuster aufgenommen mit Duplexstahlproben, die einer plastischen Dehnungsamplitude von a) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$, b) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$, c) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ und d) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ bis zum Versagen ausgesetzt waren. Die Messzeit von d) war zudem stark verlängert.

Die radiale Verlängerung der Streaks mit der plastischen Dehnungsamplitude ist auch im folgenden Diagramm zu sehen (siehe Abbildung 79). Darin erhöht sich die durchschnittliche Ausdehnung des Streaks von $0,75^\circ$ auf über $1,5^\circ$. Hierzu muss erwähnt werden, dass die Werte einer hohen Schwankung unterliegen und somit nur eine Tendenz zu erkennen ist. Die angedeutete Sättigung ab $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ ist daher als Vermutung zu verstehen. Ebenso schwankt die Anzahl der Streaks bei den jeweiligen Amplituden stark, und im Vergleich zu der Winkelausdehnung lässt sich keine Tendenz aus den durchschnittlichen Werten ermitteln.

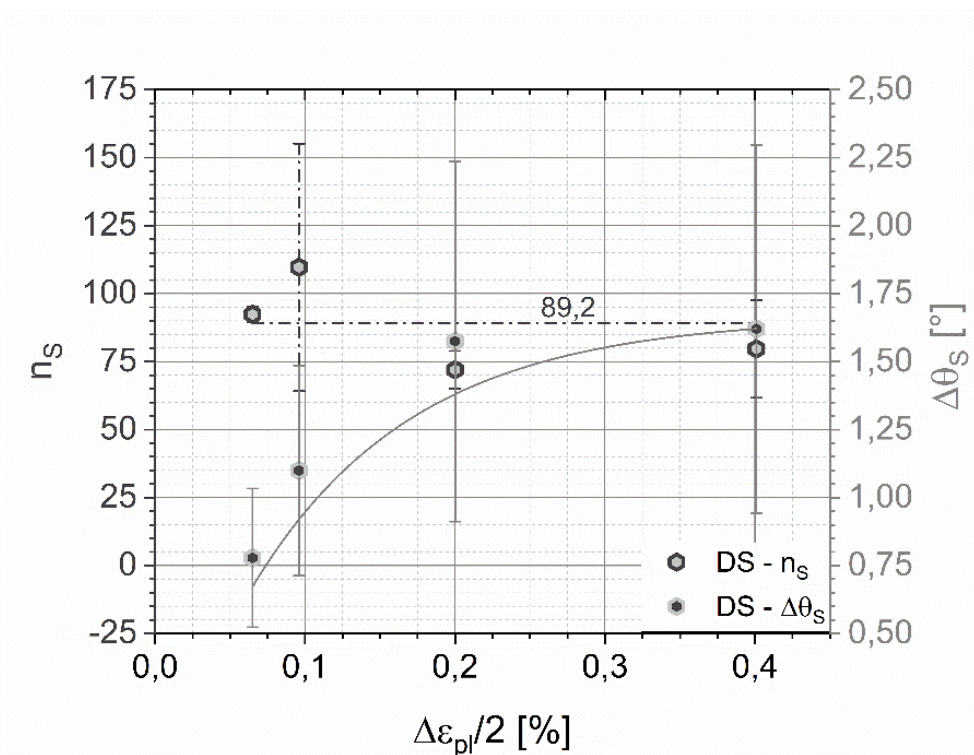


Abbildung 79: Auftragung der Anzahl der Streaks n_s und der Winkelausdehnung $\Delta\theta_s$ über der plastischen Dehnungsamplitude gemessen an einem Duplexstahl.

Im Gegensatz zu den Streaks in den Beugungsmustern, die durch die Anhebung der plastischen Dehnungsamplitude entstehen, nehmen die Streaks optisch nicht in der Winkelausdehnung mit der Zyklenzahl zu (siehe Abbildung 80). Allerdings ist eine Reduzierung der Anzahl der Streaks mit dem Auge wahrnehmbar, sowohl bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ als auch bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$.

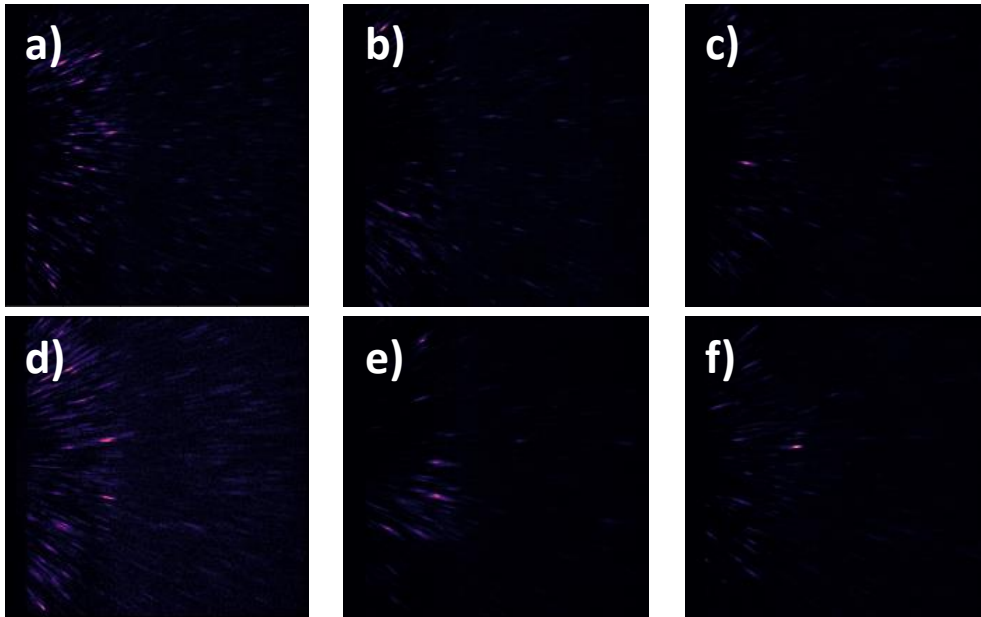


Abbildung 80: An Duplexstahl gemessene Röntgenbeugungsmuster bei a),b),c) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ und d),e),f) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,02\%$ bis zu einer Zyklenzahl von a),d) $N = 5$, b),e) $N = 50$ und c),f) $N = 3000$.

Der optische Eindruck aus den Bildern wird durch die Diagramme in Abbildung 81 bestätigt. Mit der Zyklenzahl sinkt die Anzahl der Streaks bei beiden plastischen Dehnungsamplituden und insbesondere bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ nimmt die Winkelausdehnung der Streaks leicht zu. Entgegen der ersten Vermutung scheint die Ausdehnung der Streaks bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ anzusteigen, zumindest solange die durchschnittlichen Werte verfolgt werden. Erneut muss diese Aussage jedoch aufgrund der hohen Streubreite der Werte mit Vorsicht betrachtet werden.

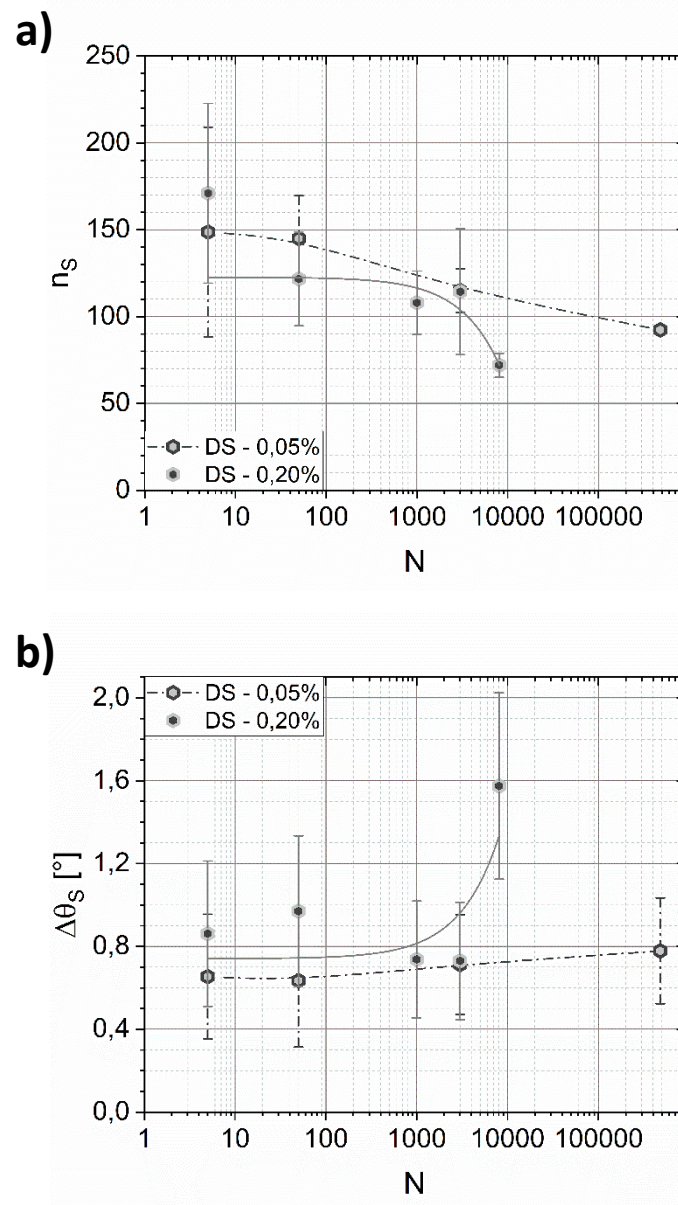


Abbildung 81: Die a) Anzahl der Streaks n_s sowie die b) Winkelabweichung $\Delta\theta_s$ in Bezug zur Zyklenzahl von Duplexstahl bei $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,05\%$ und $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,2\%$.

Durch die Indizierung und Bestimmung des Netzebenenabstands werden die Streaks den einzelnen Phasen zugeordnet, was bei allen Proben ergibt, dass beide Phasen in guter Näherung die gleiche Anzahl von Streaks zeigen. Zudem ist das Energiespektrum, welches durch die Auftragung der Counts über der Energie entsteht, häufig in mehrere gut definierte Peaks unterteilt (siehe Abbildung 82). Diese Ausbildung von mehreren Peaks wurde ebenso im VHCF-Bereich in der austenitischen und der ferritischen Phase von Istomin et al. [7] und Abboud et al. [6] nachgewiesen und resultiert aus einem hochverspannten Gitter im Bereich der Risspitze oder lokalen Orientierungsunterschieden zwischen mehreren ausgeprägten Bereichen im Korn [8].

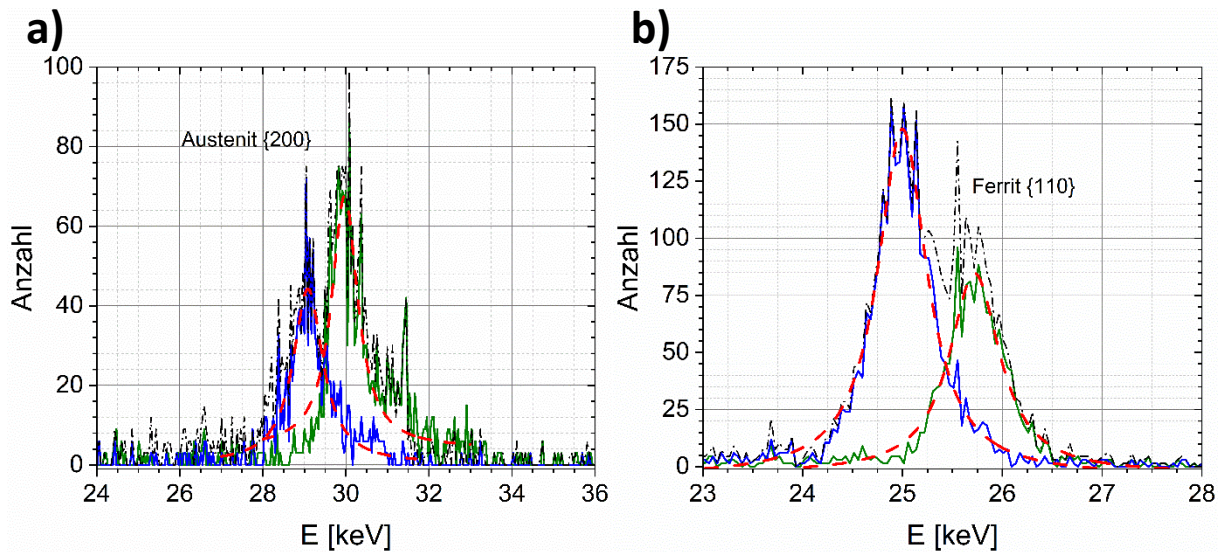


Abbildung 82: Die Counts aufgetragen über der Energie für zwei Streaks gemessen an einer Duplexprobe, die mit a) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ und b) $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ ermüdet wurde. Die Spektren gehören zu einer a) $\{200\}$ -Ebene in einem Austenitkorn und einer b) $\{110\}$ -Ebene in einem Ferritkorn. Die gestrichelten roten Linien entsprechen dem Gaußschen Fit der einzelnen Peaks.

Die Gitterdehnungen in Austenit sowie in Ferrit weisen eine steigende Tendenz in Abhängigkeit von der plastischen Dehnungsamplitude auf (siehe Abbildung 83), wobei darauf hingewiesen werden muss, dass die Werte mit einem hohen Fehler behaftet sind. Mit zunehmender Zyklenzahl dagegen schwanken die Werte stark, weswegen an dieser Stelle keine Abhängigkeit bestimmt werden kann. Erkennen lässt sich jedoch, dass die Gitterdehnungen in der ferritischen Phase zumeist höher sind als in der austenitischen Phase, insbesondere bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$. Bei der geringeren plastischen Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ verlaufen die Ausgleichskurven nahezu gleich.

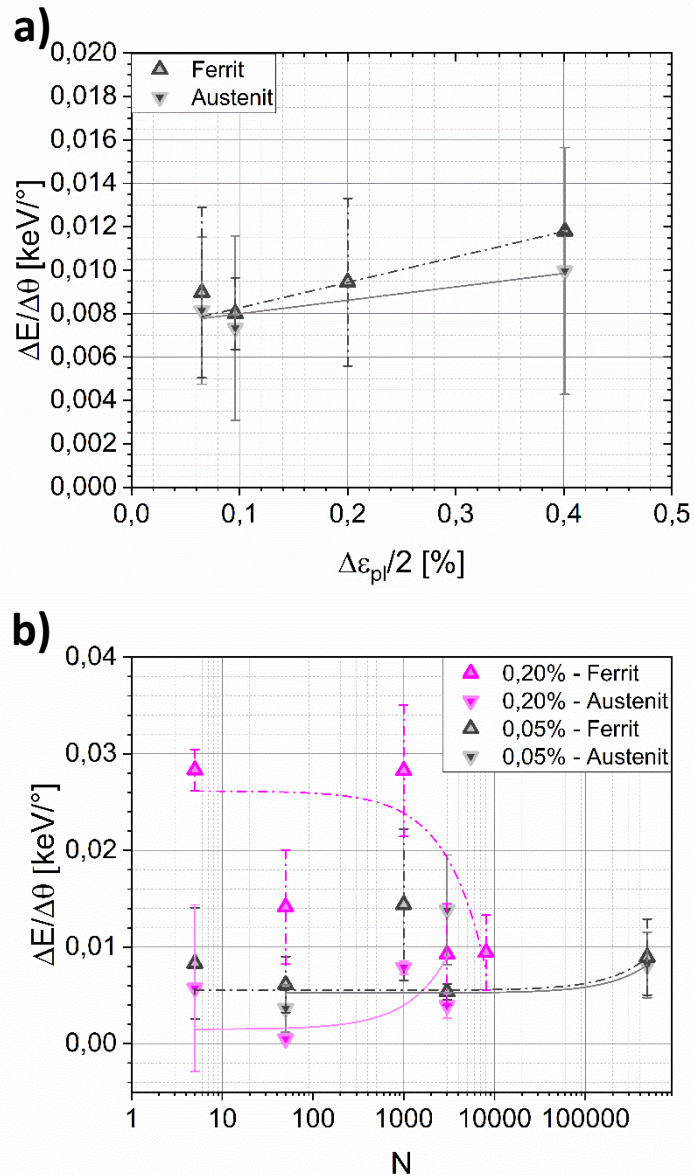


Abbildung 83: Abbildungen der Gitterdehnungen $\Delta E/\Delta\theta$ der einzelnen Phasen des Duplexstahls über der a) plastischen Dehnungsamplitude $\Delta\varepsilon_p/2$ und der b) Zyklenzahl N .

Mit Duplexstahl wird die Komplexität der Laue-Beugungsmessungen mit einem pnCCD verdeutlicht, da sich zum einen gut erkennbare Streaks ausbilden, zum anderen diese jedoch kaum in eine Abhängigkeit zueinander gebracht werden können. Auch die Messungen der Verspannungen innerhalb der Netzebenen sind korn- und kornverbundabhängig und ohne die Kenntnis der genauen Position des Korns schwierig einzuordnen.

6. Zusammenfassende Diskussion

Im folgenden Kapitel werden die einzelnen Teilergebnisse der einzelnen Werkstoffe zueinander in Verbindung gebracht, die Werkstoffe miteinander verglichen und anschließend der Einsatz der Laue-Beugung mit energiedispersivem Detektor zur Einschätzung des Ermüdungsgrads bewertet. Die folgende Abbildung 84, auf welche in der folgenden Diskussion häufiger verwiesen wird, ist eine kurze Zusammenfassung der erhaltenen Versetzungsanordnungen in den untersuchten Strukturwerkstoffen sowie der Streakgeometrien mit einer farbigen Darstellung des Energiespektrums.

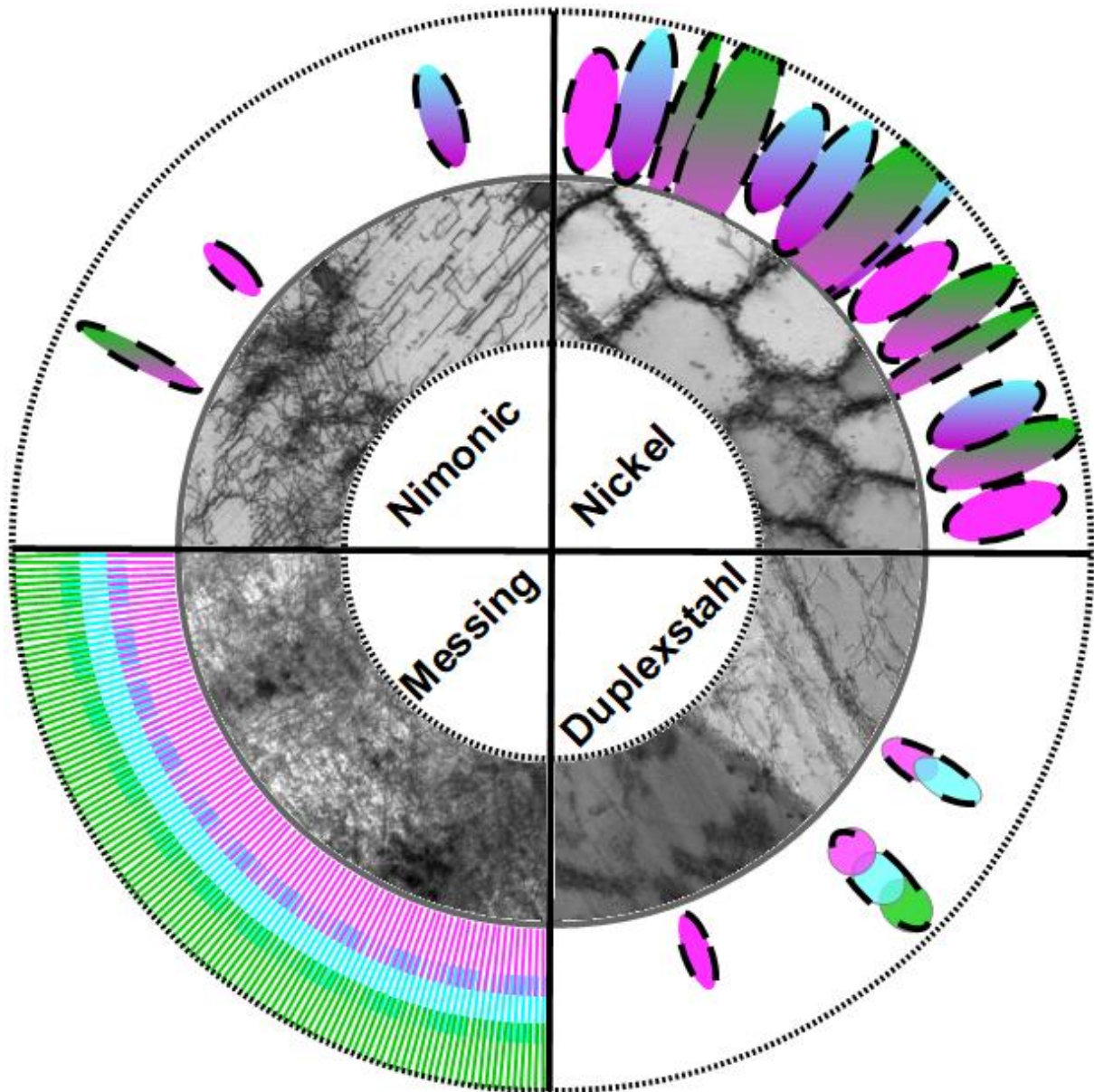


Abbildung 84: Zusammenfassende Darstellung der Ergebnisse aufgeteilt zu den einzelnen Werkstoffen. Im äußeren Ring sind schematisch die entstehenden Beugungsmuster dargestellt, wobei die Farben die Änderungen in der Energie der gebeugten Röntgenstrahlen darstellen. Der mittlere Ring zeigt symbolisch die gängigsten Versetzungsanordnungen in den Werkstoffen, welche diese Beugungsmuster erzeugen.

Nickel

Zunächst wird Nickel eingehender betrachtet, welches wie erwartet welliges Gleitverhalten zeigt, aber nur bei plastischen Dehnungsamplituden von $\Delta\varepsilon_{pl}/2 < 0,3\%$ einzelne Streaks ausbildet. Es ist deutlich zu erkennen, dass bei Nickel sowohl die Spannungsamplitude im Sättigungsbereich, die Position des Maximums in der Streckgrenzenverteilungsfunktion (SVF) als auch die radiale Winkelausdehnung der Streaks kontinuierlich mit der plastischen Dehnungsamplitude zunehmen. Im Gegensatz dazu nehmen der Zelldurchmesser und die Anzahl an Streaks stetig ab. Die Zunahme in der Spannungsamplitude sowie in der Maximumsposition in der SVF sind direkt mit der höheren plastischen Dehnungsamplitude korreliert, was bereits in Wackermann [5] und Christ [17] näher ausgeführt ist. Dass die höhere Belastung zu einer stärkeren Verfestigung führt [14, 22], kann in allen der vorgestellten Werkstoffe beobachtet werden. Dasselbe ist mit voranschreitender Zyklenzahl zu sehen, wobei die Verfestigung in der Wechselverformungskurve durch die ansteigende Position des Maximums der SVF widerspiegelt wird.

Bei erneuter Betrachtung der durch Variation der plastischen Dehnung eingestellten Mikrostruktur lässt sich trotz des verringerten Zelldurchmessers keine Tendenz in der Halbwertsbreite (FWHM) der SVF erkennen, obwohl die abnehmende Tendenz des Zelldurchmessers als Anstieg der Heterogenisierung gesehen werden kann. Es ist zu vermuten, dass nicht nur die Zellgröße, sondern auch die Wanddicke die FWHM als beschreibenden Wert für die Heterogenisierung eines Materials beeinflusst, wodurch sich das Maximum dieses Wertes bei den nicht vollständig kondensierten Zellwänden durch $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ befindet [36].

Die FWHM und somit die zunehmende Aufteilung des Werkstoffs in Bereiche mit unterschiedlichen lokalen Streckgrenzen scheint einen Einfluss auf das Beugungsverhalten zu haben, da die radiale Winkelausdehnung einen ähnlichen Verlauf zeigt, welcher jedoch einer starken Schwankung unterliegt. Zudem kann von $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$ nicht die FWHM ermittelt werden, weswegen die Korrelation nur vermutet werden kann. Das würde bedeuten, dass aufgrund der Heterogenisierung des Werkstoffs die Krümmung der Netzebenen verstärkt wird, wodurch wiederum die Streakausmaße vergrößert werden, wie es in Shokr et al. [9] beschrieben ist. Im Vergleich mit den STEM-Abbildungen und Vorkenntnissen zu den ausgebildeten Strukturen in Werkstoffen mit welligem Gleitverhalten sind die Dipole in hoher Konzentration sowie das Vorhandensein zufälliger Versetzungswände (IDBs) dafür verantwortlich [68, 69]. Solange hauptsächlich IDBs im Werkstoff vorliegen, welche keine Missorientierungen der Bereiche zueinander verursachen, ist die radiale Ausdehnung der Streaks der auftretende Mechanismus.

Sobald die Zellwände soweit kondensiert sind, dass sich geometrisch notwendige Versetzungen (GNDs) anlagern und sich Orientierungsunterschiede zwischen den Zellen ausbilden, erfolgt eine laterale Verschiebung der Streaks, die zu Überlappungen führt und eine Auswertung erschwert. Daraus kann ein GND-Anteil von mehr als 0,1% an der Versetzungsdichte gefolgert werden, wodurch auch geometrisch notwendige Versetzungswände (GNBs) vorliegen können. Diese können anhand des Kernel-Bilds

bestätigt werden, und somit erfolgt die laterale Überlagerung der Streaks aufgrund der GNDs und der GNBs im Werkstoff [69]. Da die zyklische Verformung ab $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ mehr zu einer Verkippung des Gitters und weniger zu einer Krümmung führt, stagniert die radiale Verlängerung der Beugungspunkte und die Winkelausdehnung der Streaks bleibt nahezu konstant.

Auch die Gitterdehnungen zeigen einen Wechsel zwischen $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ und $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ durch einen starken Abfall von $\Delta E/\Delta\theta = 48 \text{ eV}/^\circ$ auf $\Delta E/\Delta\theta = 5,4 \text{ eV}/^\circ$ [140]. In den Mikrostrukturuntersuchungen ist dies der Übergang von durchmischten Versetzungsanordnungen wie Labyrinthstrukturen und Zellen zu ausschließlich Zellstrukturen, in denen bereits Verkippungen der Zellen zueinander zu finden sind. Dies scheint zu einer deutlichen Reduktion der Gitterdehnungen zu führen und somit ab dieser plastischen Dehnungsamplitude bevorzugt aufzutreten. Ergänzend dazu verursachen die nicht einheitlichen Versetzungsanordnungen voraussichtlich eine weitere Verspannung des Gitters.

Markant beim Vergleichen der durch die Variation der Zyklenzahl bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ erzeugten Ergebnisse sind die nach verschiedensten Zyklenzahlen auftretenden Sättigungszustände. Die Gitterdehnung ist bereits nach $N = 100$ konstant, eine Sättigung der Spannungsamplitude tritt bei $N = 125$ auf, nach $N = 1500$ werden nur noch Zellen beobachtet, ab $N = 3000$ ist die SVF konstant und nach $N = 4500$ ist der Zelldurchmesser im Sättigungszustand angelangt und die Streaks überlappen sich. In den folgenden Abschnitten werden diese Sättigungszustände der Reihe nach betrachtet.

Sobald Versetzungswände ausgebildet sind, ist die Gitterdehnung gering und konstant. Somit kann angenommen werden, dass die Ausbildung von Versetzungswänden in denen ein Gleichgewicht zwischen der Bildung und der Annihilation von Versetzungen besteht ausreicht, um die Gitterdehnungen zu minimieren [26, 32, 169]. Interessanterweise liegen nach $N = 100$ noch keine GNBs in der Kernel-Darstellung vor, was der zuvor aufgestellten These bezüglich der Gitterdehnungen bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ und $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ widerspricht. Die ungleichmäßige Ausbildung von Versetzungsanordnungen scheint einen größeren Einfluss zu haben, als zuvor vermutet.

Der Sättigungszustand der Spannung ab $N = 125$ kann durch eine einheitlich vorliegende Zellstruktur erreicht werden, auch wenn diese hinsichtlich ihrer Zellwanddicke und -durchmesser noch nicht vollständig fertiggestellt ist [32, 77, 87]. Dies kann nicht mithilfe von STEM-Aufnahmen bestätigt werden, da keine Probe bei dieser Zyklenzahl untersucht wurde. Die noch nicht fertige Zellstruktur kann ab $N = 1500$ identifiziert werden und spiegelt sich in der bis $N = 3000$ steigenden FWHM wider. An dieser Stelle ist eine Konstanz im Verhältnis der versetzungsarmen und -reichen Bereiche erreicht, was zu einer konstanten SVF führt, wobei der sich bis $N = 4500$ reduzierende Zelldurchmesser durch die weiterhin stattfindende Zusammenlagerung der Versetzungen ausgeglichen wird. Dabei nimmt nicht nur die Kondensation der Zellwände zu, sondern es entstehen auch immer mehr GNBs, was in einer erhöhten Missorientierung zwischen den Zellen resultiert [69]. Letztendlich können in den Beugungsmustern die Streaks nicht mehr voneinander getrennt werden, da sie sich durch die laterale Verschiebung überlappen. Die Gesamtbetrachtung der Ergebnisse mit steigender Zyklenzahl deckt sich mit der von Mughrabi [48]

vorgestellten These, dass der Sättigungszustand von Werkstoffen mit einem welligen Gleitcharakter in einen mechanischen Sättigungszustand und einen mikrostrukturellen Sättigungszustand unterteilt werden kann, wovon der mechanische zuerst eintritt.

Zusammenfassend kann für Werkstoffe mit einem welligen Gleitcharakter, in diesem Fall Nickel, gezeigt werden, dass die Beugungsmuster und die Energieverteilung stark von den gebildeten Versetzungsanordnungen abhängen. Mit voranschreitender Ausbildung von Versetzungswänden in Form von IDBs erfolgt eine zunehmende Krümmung der Netzebenen, wodurch die Streaks radial verlängert werden. Diese Streaks werden über die einander überlappenden Energie-Peaks innerhalb der Streaks ausgewertet (siehe Abbildung 84). Sobald sich GNDs an den Zellwänden anlagern und eine Gitterverkipfung verursachen, verschieben sich die Streaks auch in lateraler Richtung und eine Auswertung einzelner Streaks kann nur noch bedingt durchgeführt werden. Dementsprechend ist die hier vorgestellte Methode auf den HCF- und VHCF-Bereich beschränkt, um die Gitterdehnungen in einem Werkstoff mit welligem Gleitcharakter zu erfassen. Die Veränderung der Beugungsmuster mit zunehmender kumulierter plastischer Verformung kann in diesen Bereichen eindeutig identifiziert werden, was es nach einer ausgiebigen phänomenologischen Studie an dem gewünschten Werkstoff ermöglicht, den Grad der Ermüdungsschädigung *in situ* zu erfassen.

Messing

Messing, welches als Beispiel eines Werkstoffs mit planarem Versetzungsgleitverhalten dient, hat eine sehr hohe Versetzungs-, Dipol- und Stapelfehlerdichte bei sämtlichen plastischen Dehnungsamplituden und Zyklenzahlen, wodurch sich verschiedene Beugungseffekte überlagern. Zum einen beugt die hohe Zahl an statistisch verteilten Versetzungen (SSDs) die Strahlung in radialer Richtung, wohingegen die Stapelfehler (SFs) eine stabförmige transversale Beugung erzeugen [68, 69]. Zeitgleich ist die Fläche der kohärenten Bereiche, wie die Kernel-Bilder zeigen, sehr gering, wodurch das Gitter einen stark diskontinuierlichen Charakter hat. Die so entstandene Vielzahl an Verkipfungen des Gitters wirkt sich in einer diffusen Beugung der Röntgenstrahlung aus. Alle Effekte zusammen führen auch insgesamt zu einer diffusen Beugung ohne die Ausbildung von einzelnen Streaks, was an Pulver-diffraktometrische Aufnahmen erinnert [67].

Deswegen können im Fall von Messing keine einzelnen Streaks ausgewertet werden und der dargestellte Energiebereich muss weiter eingeschränkt werden, damit die dadurch sichtbaren Debye-Scherrer-Ringe analysiert werden können. Mithilfe der gewählten Energie und des Radius des auftretenden Rings kann dieser der beugenden Ebene zugeordnet werden [62, 67]. Normalerweise unterliegt die Indizierung der Ebenen den Auslöschungsregeln, wie sie zum Beispiel von Spieß et al. [60] hergeleitet werden. Dementsprechend dürften keine Debye-Scherrer-Ringe den Ebenen (201) und (212) zugeordnet werden können. Da diese Ebenen dennoch nachgewiesen werden können, müssen Superstruktureffekte vorliegen, welche die vorliegende Nahordnung in Messing bestätigen [99].

Diese Beugungseigenschaften lassen sich bei allen Proben identifizieren, dennoch lässt bei einem genaueren Blick auf die Mikrostruktur eine Abnahme des Abstands zwischen den aktivierten Gleitebenen mit der plastischen Dehnungsamplitude und der Zyklenzahl feststellen [38, 102]. Außerdem nehmen mit Zunahme der aufgebrachten Amplitude und der Zyklenzahl die Missorientierungen und die SSD- und SF-Dichte noch weiter zu, wodurch die diffuse Streuung weiter intensiviert wird und die Debye-Scherrer-Ringe schärfer auftreten.

Im Vergleich mit Nickel ist somit nicht nur die erzeugte Mikrostruktur hinsichtlich der Versetzungsanordnung in Messing, sondern auch das Beugungsverhalten komplett verschieden von Nickel. Die planaren Versetzungsanordnungen spalten in der hier vorliegenden Dichte die Körner in Bereiche unterschiedlicher Orientierung, die eine enorme diffuse Streuung verursachen, ohne dass einzelne Streaks ausgebildet werden (siehe Abbildung 84). Eine Auswertung muss deswegen über die Debye-Scherrer-Ringe erfolgen, was eine Identifizierung der beugenden Ebenen ermöglicht, ohne eine Aussage über die vorliegenden Gitterdehnungen im Werkstoff treffen zu können. Aus diesem Grund ist der vorgestellte energiedispersive Detektor nur bedingt geeignet, um eine Einschätzung des Ermüdungsgrads an Messing durchzuführen. Weitere Perspektiven, die zunächst weiterer Untersuchungen bedürfen, sind eine mögliche Korrelation zwischen der Intensität und dem Ermüdungsgrad sowie dem Beugungsverhalten bei einer geringeren Versetzungsdichte.

Nimonic

Entgegen den Ergebnissen der Studien an Nimonic von Christ und Schöler [106] und Stöcker et al. [107], die ein planares Versetzungsgleitverhalten nachgewiesen haben, ist in dieser Arbeit das Gleitverhalten eher gemischter Natur, da sowohl parallele Versetzungssegmente, welche SSDs entsprechen, als auch Versetzungsbündel, die als IDBs bezeichnet werden können, vorliegen. Begründet werden kann dies durch die Anwesenheit der Chromkarbide, die in der Zahl in den vorherigen Studien nicht beobachtet worden sind. Die Einflüsse der Karbide auf die Versetzungsanordnungen und die SVFs sind im vorherigen Kapitel beschrieben, wobei die entstehenden Versetzungsbündel eine flächige Zunahme mit steigender plastischer Dehnungsamplitude erfahren und somit einen Anstieg in der heterogenen Struktur des Werkstoffs genauso wie die zunehmende FWHM bewirken [17].

Bei einer Betrachtung der Beugungsmuster von Nimonic sind in radialer Richtung gelangte Beugungsreflexe zu erkennen, welche dem Idealbild eines Streaks entsprechen [140-142]. Diese entstehen vermutlich aufgrund der SSDs [42, 69, 71] und der gebildeten IDBs [68, 69], die eine Krümmung der Netzebenen verursachen. Dennoch kann trotz der vermehrten Zusammenlagerung von Versetzungen und der Heterogenisierung des Werkstoffs keine Zunahme der Winkelausdehnung mit der plastischen Dehnungsamplitude gemessen werden. Wahrscheinlich werden die Spannungen im Gitter durch die teilweise regelmäßige Anordnung der Strukturen, wie es bei Dipolen in geringer Zahl der Fall ist, aufgehoben [71]. Eine andere mögliche Erklärung liefert der Wanddickeneinflussfaktor [69]. Bleibt das Verhältnis zwischen dem gemittelten Abstand der Versetzungswände und dem Abstand der

Versetzungen innerhalb der Wand D/h_w aufgrund der erhöhten Anzahl an Versetzungen in den Versetzungsbündeln mit gleichzeitig steigender Anzahl an Bündeln konstant, so wird auch die Winkelausdehnung nicht beeinflusst.

Die zellähnlichen Gebilde, die insbesondere bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,6\%$ entstehen, sowie die gelegentlich auftretenden GNBs haben keine laterale Verschiebung der Beugungsreflektionen zur Folge. Damit erfolgt im Vergleich zu Nickel hier keine oder nur selten eine Rotation des Gitters, auch wenn ähnliche Versetzungsanordnungen vorliegen [68, 69]. Daraus lässt sich schließen, dass die GNBs maßgeblich die Rotation hervorrufen und somit die GNB-Dichte, wie bereits in Barabash und Ice [69] beschrieben, die transversale Ausdehnung beziehungsweise die laterale Verschiebung beeinflusst. Zeitgleich bedeutet die fehlende laterale Verschiebung der Streaks einen Anteil von weniger als 0,1% GNBs an der gesamten Versetzungsdichte in Nimonic [71].

Dennoch wird eine Reduzierung der Gitterdehnungen mit ansteigender plastischer Dehnungsamplitude wahrgenommen, die somit nicht auf Gitterrotationen basieren kann, wie es von Mughrabi [36, 38] und Laird et al. [38] erläutert ist. Vermutlich resultiert der Abbau der Gitterdehnungen deswegen aus einem Zusammenspiel der Zunahme der Versetzungsbündel, der abnehmenden Distanz zwischen den aktivierten Gleitebenen und der verringerten Festigkeitssteigerung durch die Chromkarbide wegen der Umgehungs- oder Schneidprozesse. An dieser Stelle sei allerdings anzumerken, dass Nimonic eine beträchtlich höhere Gitterdehnung mit $40 \pm 15 \text{ eV}^\circ$ als die übrigen Werkstoffe aufweist. Da es sich bei Nimonic um den einzigen Werkstoff mit Ausscheidungen in dieser Versuchsreihe handelt, ist dies wahrscheinlich darin begründet.

Im Verlauf der Wechselbelastung mit einer konstanten plastischen Dehnungsamplitude von $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ treten wenige Änderungen der Mikrostruktur in Bezug auf die Versetzungsanordnungen auf. Beim Durchlaufen des Maximums in der Wechselverformungskurve sind eine hohe Versetzungsdichte und nur wenige Versetzungsbündel vorhanden, wohingegen bei nachfolgenden Zyklenzahlen weniger einzelne Versetzungen und mehr Versetzungsbündel zu beobachten sind. Der Übergang zu diesen nahezu konstanten Versetzungsanordnungen wird im Detail durch die SVFs in Bezug auf die Wechselverformungskurve dargestellt. In diesen wird gezeigt, wie sich das zweite Maximum mit der Zyklenzahl zunächst zu höheren Positionen verschiebt, sich dann, nachdem das Maximum in der Wechselverformungskurve bei $N = 38$ durchlaufen ist, abflacht und die Volumenelemente in das erste Maximum übergehen. Dieser Ablauf bestätigt die zuvor aufgestellte These, dass die Karbide ab der maximalen Spannungsamplitude ihre festigkeitssteigernde Wirkung verlieren. Da in den Mikrostrukturuntersuchungen die Versetzungen die Ausscheidungen umgehen, wird vermutlich beim ersten Quergleitvorgang die Nahordnung zerstört, wodurch die folgenden Versetzungen das Karbid leichter umgehen können [14].

Eine Andeutung auf die maximale Verfestigung von Nimonic bei $N = 38$ ist nicht in den Röntgenbeugungsbildern zu erkennen, da weder die Winkelausdehnung, die Anzahl der Streaks, noch die

Gitterdehnungen eine Tendenz aufweisen. Sämtliche Schwankungen in diesen Werten scheinen aus der statistischen Anordnung der gebildeten IDBs und SSDs sowie den Wanddicken der Versetzungsbündel und des Abstands der Versetzungen innerhalb der Bündel zu resultieren [68, 69].

Alles in allem ist Nimonic ein Beispiel eines Strukturwerkstoffs, dessen Versetzungsanordnungen durch Chromkarbide stark beeinflusst werden. Ob wegen der gemischten Versetzungsanordnungen oder der geringeren Versetzungsdichte im Vergleich zu Messing einzelne erkennbare Streaks vorliegen, kann an dieser Stelle nicht beantwortet werden. Die Streaks können wie bei Nickel über die Energie-Peaks hinsichtlich der Netzebenenkrümmung und Gitterdehnung ausgewertet werden (siehe Abbildung 84). Dennoch sind Unterschiede im Vergleich zu Nickel vorhanden, wie zum Beispiel kein Trend in der radialen Winkelausdehnung der Streaks und eine Abnahme der Gitterdehnung mit zunehmender Anzahl von IDBs. Dementsprechend lässt sich mit dem Einsatz des energiedispersiven pnCCD Detektors der Ermüdungsgrad von Nimonic anhand der Spannungen im Gitter einschätzen. Von besonderem Interesse ist in diesem Zusammenhang die Bestimmung der Spannungen mithilfe eines Röntgenstrahls mit einem geringen Durchmesser, um einzelne Körner und spezifische Stellen wie Rissspitzen oder Korngrenzen ortsaufgelöst untersuchen zu können.

Duplexstahl

Im folgenden Abschnitt erfolgt die Diskussion der für Duplexstahl erhaltenen Ergebnisse. Bei dem Vergleich der Spannungsamplitude in der Wechselverformungskurve mit der Position des Maximums in der SVF zeigt sich hier ein atypisches Verhalten. Wie in den anderen Werkstoffen steigt die Spannungsamplitude generell mit der plastischen Dehnungsamplitude an. Die Positionen der Maxima des Austenit- und Ferritpeaks nehmen aber beim Anstieg von $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ auf $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ ab, was auf eine Entfestigung vieler Volumenelemente hindeutet [17]. Eine Möglichkeit, wie der Duplexstahl dennoch makroskopisch eine höhere Spannungsamplitude zur Verformung benötigt, ist der Anstieg der FWHM beider Peaks in der SVF und somit die Zunahme der Streubreite der auftretenden Streckgrenzen. Aufgrund der Beobachtung, dass bei Duplexstahl in diesem Belastungsbereich vermehrt Bereiche an Phasengrenzen eine zyklische plastische Dehnung erfahren [5, 122], kann die Verbreiterung der FWHM auch ein Indiz für eine Zunahme des Volumenanteils dieser Bereiche sein. Das Verteilen der Deformation auf ein größeres Volumen würde auch die aufgestellte These unterstützen, dass eine Sättigung in der Fläche der zusammengelagerten Versetzungen und des Abstands der aktivierten Gleitebenen ab $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ erfolgt.

Auch wenn gemäß der Wechselverformungskurve der Übergang vom „austenitisch-ferritischen“ zum „ferritischen“ Verformungsverhalten zwischen $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ und $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$ zu erwarten ist [122], so findet der zuvor beschriebene Wechsel des Werkstoffverhaltens zwischen $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$ und $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ statt. Deswegen sollte der Übergangsbereich auf ein Intervall der plastischen Dehnungsamplitude von $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ bis $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ erweitert werden.

Wie bei Nimonic und Nickel sind auch bei diesem Duplexstahl einzelne Streaks erkennbar, deren radiale Ausdehnung mit der plastischen Dehnungsamplitude zunimmt. Diese tendenzielle Zunahme kann aus den vorliegenden SSDs und IDBs resultieren [69], wobei letztere insbesondere im Ferrit als zusammengelagerte Versetzungen erscheinen. Ab $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ ist eine Sättigung der Durchschnittswerte in der Winkelausdehnung erkennbar, die allerdings einem hohen Fehler unterliegen. Das Sättigungsverhalten könnte sowohl aus der ferritischen als auch der austenitischen Phase des Werkstoffs resultieren. Wahrscheinlicher ist jedoch, dass die Anzahl sowie die radiale Winkelausdehnung der Streaks keine direkte Abhängigkeit von der Mikrostruktur zeigen, da vor allem im Ferrit die Versetzungszusammenlagerungen vermehrt im Randbereich des Kornes an Phasengrenzen entstehen [122] und somit das Volumen, welches die Netzebenenkrümmungen und -verkippungen enthält, im Vergleich zum restlichen Korn sehr gering ist.

Eine diffuse Streuung wie im Fall von Messing aufgrund der austenitischen Phase ist bei dem hier getesteten Duplexstahl nicht zu erkennen, was in der deutlich geringeren Versetzungsdichte und der niedrigeren Zahl an SFs begründet sein kann. Ebenso sind beim Duplexstahl keine lateral verschobenen Streaks zu finden, wie es bei Nickel der Fall ist, weswegen in der Mikrostruktur nur wenige GNBs erwartet werden. Dies ist in den Kernel-Bildern nachgewiesen [45, 92], in welchen nur im Fall von $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ GNBs räumlich begrenzt an der Phasengrenze zu sehen sind. Im Gegensatz zu den Nickel-Streaks, deren erkennbare Maxima sich energetisch überschneiden, beinhalten die meisten Duplexstahl-Streaks deutlich abgetrennte Maxima. Dies impliziert, dass mehrere eindeutig voneinander abgegrenzte Bereiche in einem Korn vorliegen, ähnlich zu der Doppelung von Streaks in Send et al. [139] oder der Streak-Spaltung bei Abboud et al. [6]. Die Bereiche weisen einen leichten Unterschied in ihrem Netzebenenabstand auf, der, ergänzt mit ihrer geringen Verkippung zueinander und ihren größeren räumlichen Ausdehnungen, zwei oder mehr Maxima ohne hohen energetischen Abstand erzeugt, welche zusammengefasst als ein Streak identifiziert werden. Diese Art von Streaks wird sowohl in Austenit als auch Ferrit festgestellt und kann bei Ferrit wegen der unterschiedlich stark verspannten Kornbereiche nahe der Phasengrenzen und im Korninneren auftreten; wohingegen beim Austenit innerhalb eines Kornes diese Bereiche durch SFs entstehen können [112, 155].

Aufgrund der deutlichen Ausprägung der einzelnen Streaks können diese eindeutig indiziert und den Phasen zugeordnet werden. Die Bestimmung der Gitterdehnungen zeigt, dass diese im Ferrit durchgängig höher als im Austenit ausfallen. Dies deutet auf einen Unterschied in den durch die Versetzungsanordnungen induzierten Auswirkungen auf das Gitter hin, genauso wie auf die augenscheinliche vergrößerte Verspannung des Gitters im Fall welligen Gleitverhaltens im Vergleich zum planaren. Das kann mit den typischen Versetzungsanhäufungen, den IDBs, in welligen Werkstoffen begründet werden, die eine starke Krümmung und Verspannung der Netzebenen verursachen [24, 36]. Ein Abbau dieser Spannungen wird erst erfolgen, sobald bei höheren plastischen Dehnungsamplitude GNDs an den IDBs anlagern und GNBs entstehen [21, 37], wodurch die Streaks auch transversal

ausgedehnt werden würden [69]. Konträr dazu könnte bei einer sehr hohen Versetzungs- und SF-Dichte im Austenit diffuse Beugung auftreten.

Werden die Gitterdehnungen betrachtet, so ist ein ansteigender Trend mit der plastischen Dehnungsamplitude zu erkennen. Eine Begründung dafür kann die ebenfalls zunehmende Versetzungsdichte, insbesondere im Austenit sein, da SSDs vor allem bei einer eher regellosen Anordnung das Gitter und das Beugungsverhalten beeinflussen, wie es in Krivoglaz et al. [68] beschrieben ist. Des Weiteren kann auch an dieser Stelle der wachsende Bereich in der Nähe von Phasengrenzen, in welchen IDBs im Ferrit vorliegen, sowie dessen steigende Verformung verantwortlich sein. Gerade in dieser Korngegend wird das Gitter verstärkt verspannt, wodurch zeitgleich eine größere Spannung zum nahezu unverformten Korninneren im Korn aufgebaut wird [6, 92, 122, 127]. Werden die Gitterdehnungen miteinander verglichen, so liegen die von Duplexstahl nur knapp oberhalb der Dehnungen von Nickel, solange dort keine starke Durchmischung der Versetzungsanordnungen wie im Fall von $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ vorliegt. Somit scheint es, als würde sich der Zwang zur kompatiblen Verformung der zwei Phasen nur geringfügig auf die Spannungen im Gitter auswirken. Wahrscheinlicher ist jedoch, dass aufgrund der lokalen Beschränkung der Versetzungsanordnungen auf den Bereich nahe der Phasengrenzen ein Einfluss auf die Messergebnisse besteht, welcher sowohl durch den stark verformten Bereich als auch durch das wenig deformierte Korninnere bestimmt wird.

Bei einem Vergleich der Positionen der Maxima in der SVF bei einer konstanten zyklischen Belastung mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ mit dem Spannungsamplitudenverlauf in der Wechselverformungskurve kann ein eindeutiger Zusammenhang beobachtet werden. Zunächst verschiebt sich ein einzelnes Maximum in der SVF zu höheren Spannungen hin, in direkter Korrelation zu dem Maximum in der Wechselverformungskurve, da beides auf eine Verfestigung hindeutet. Sobald $N = 10$ überschritten ist und die Entfestigung des Duplexstahls beginnt, bilden sich in der SVF zwei Maxima aus dem ersten aus, wobei das weichere Austenitmaximum mit der höheren Zahl an Volumenelementen schrittweise weiter anwächst. Ab $N = 300$ erfolgt ein Zusammenwachsen der beiden Maxima, indem beide Maxima abflachen und insbesondere das Ferritmaximum nach links verschoben wird, wodurch nun die Wechselentfestigung in beiden Phasen stattfindet.

Die mit ansteigender Zyklenzahl gemessene FWHM in der SVF kann im Fall von Duplexstahl lediglich mit dem Abstand der aktivierten Gleitebenen und der Fläche der zusammengelagerten Versetzungen bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ verglichen werden, da bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$ die Versetzungsanordnungen nicht mit der Zyklenzahl untersucht worden sind und eine Belastung im Bereich des „ferritischen“ Verformungsverhaltens benötigt wird. Die FWHM macht einen Sprung zu deutlich höheren Werten zwischen $N = 50$ und $N = 300$, was an den abflachenden Maxima zu sehen ist. In Korrelation dazu steigt die Fläche der zusammengelagerten Versetzungen ab $N = 50$ an, was zu einer zunehmenden Entfestigung und Heterogenisierung führt und die Zunahme der FWHM erklärt [17]. Ab $N = 2000$ ist die FWHM konstant, wohingegen die Fläche der zusammengelagerten Versetzungen bis zum Versagen ansteigt. Anscheinend

bleibt ab diesem Punkt die Streubreite der Streckgrenzen unverändert, wodurch die kontinuierliche Zusammenlagerung der Versetzungen sich nun in der Verschiebung des Ferritmaximums nach links und der voranschreitenden Entfestigung widerspiegelt.

Das erste Maximum der SVF ist bedingt in Beziehung mit dem Abstand der aktivierten Gleitebenen zu bringen, da generell das Mikrostrukturmodell der SVF nur eingeschränkt für Phasen mit einem planaren Versetzungsgleitverhalten verwendbar ist [5, 17]. Dennoch ist der Abstand der aktivierten Gleitebenen ab $N = 50$ konstant und die Position des ersten Maximums nahezu unverändert. Andererseits nimmt der Abstand der Gleitebenen zuvor ab, was eine Verfestigung zur Folge haben müsste [103], die weder in der Position des Austenitmaximums noch in der FWHM zu erkennen ist.

Diese Zusammenhänge zwischen der Mikrostruktur, der Wechselverformungskurve und der SVF sind bei den Röntgenbeugungsergebnissen kaum vorhanden. Bei beiden plastischen Dehnungsamplituden, die mit abgebrochenen Versuchen untersucht wurden, nimmt die Anzahl der gemessenen Streaks mit zunehmender Zyklenzahl ab, obwohl keine Überlagerung der Streaks mit zunehmender Zyklenzahl wie bei Nickel erfolgt. Die radiale Winkelausdehnung steigt bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,05\%$ leicht an, wohingegen bei $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,2\%$ die Ausgleichskurve einen Anstieg zeigt, dieser allerdings mit einem hohen Fehler behaftet ist. Beide tendenziellen Anstiege können der kontinuierlichen Zunahme der zusammen-gelagerten Versetzungen zugeordnet werden.

Die Herausforderung des Duplexstahls, zwei Phasen mit einerseits welligem andererseits planarem Gleitverhalten gleichzeitig zu betrachten, hat zu einem unerwarteten Ergebnis geführt. Entgegen der theoretischen Annahme, dass sich die Versetzungsanordnungen in Austenit und Ferrit deutlich in ihrer Auswirkung auf das Gitter unterscheiden, entstehen sehr ähnliche Streaks in den Beugungs-experimenten. Die Streaks beider Phasen weisen mehrere eindeutig erkennbare einzelne Peaks auf (siehe Abbildung 84), die für unterschiedlich stark verzerrte Bereiche innerhalb eines Kornes sprechen. Gerade die Abhängigkeit der Ergebnisse vom Volumen dieser Bereiche erschwert aufgrund einer hohen Streu-breite die Auswertung der Gitterdehnungen. Wie zuvor bei Nimonic beschrieben, ist auch in diesem Fall die Durchführung der Messmethodik mit einem schmalen Röntgenstrahl, wie er in Abboud et al. [6] verwendet wird, sinnvoll, insbesondere, da beim Strukturwerkstoff Duplexstahl vor allem die Phasen-grenzen von Interesse sind.

7. Zusammenfassung und Ausblick

Das Ziel der Arbeit ist die Qualifikation einer neuartigen Messmethode auf Basis eines energieauflösenden Detektors in Kombination mit hochenergetischer weißer Röntgenstrahlung zur Ermittlung des Ermüdungsgrads in Strukturwerkstoffen mit verschiedenen Schädigungsmechanismen. Um den Einfluss der Mikrostruktur und des Versetzungsgleichcharakters auf das Beugungsverhalten bewerten und korrelieren zu können, wurden Werkstoffe mit bekanntermaßen sehr unterschiedlichem Versetzungsgleichcharakter untersucht und in diesen Werkstoffen unterschiedliche Versetzungsanordnungen durch Variation der plastischen Dehnungsamplitude und der Zyklenzahl erzeugt. Die dadurch erzeugten inneren Spannungszustände werden in Form einer geometrischen und energetischen Abhängigkeit der gebildeten Beugungsmuster sicht- und auswertbar, wobei bei radial ausgedehnten Beugungsreflexen von Streaks gesprochen wird.

Nickel, welches der Beispielwerkstoff für welliges Gleitverhalten ist, zeigt eine eindeutige Abhängigkeit der Beugungsmuster hinsichtlich der radialen Streakausdehnung und -zahl von den ausgebildeten Versetzungsanordnungen, bei denen es sich hauptsächlich um persistente Gleitbänder eingebettet in Bündel-/Ader-Strukturen und Zellstrukturen handelt. Solange die Zellstrukturen größtenteils aus zufälligen Versetzungswänden bestehen, entstehen gut erkennbare einzelne Streaks, die eine Auswertung hinsichtlich der Gitterdehnungen und einen Vergleich der Spannungszustände ermöglichen. Bilden sich wegen einer zunehmenden zyklischen Belastung immer mehr geometrisch notwendige Versetzungswände aus, erfolgt eine laterale Verschiebung der Streaks, wodurch sich diese zunehmend überlagern und die Auswertung der Beugungsmuster erschwert wird. Somit ist eine Korrelation des Beugungsmusters mit den gebildeten Versetzungsanordnungen zu erkennen, welche eine ortsauflösende *in situ* Messung der Ermüdungsschädigung ermöglicht. Allerdings ist dafür eine ausführliche phänomenologische Studie notwendig, welche nur für einen Werkstoff mit einem Gefüge gültig ist. Die bisher problematische Auswertung der lateral verschobenen Streaks kann mithilfe einer automatischen Bild- oder Energieauswertung vereinfacht werden. Bisher basiert die Auswertung auf einer optischen Erkennung der Streaks und sollte auf einen computerbasierten Auswertungsansatz der Daten gegebenenfalls mit Unterstützung durch künstliche Intelligenz umgestellt werden, um das volle Potential der Methode zu nutzen.

Im Vergleich dazu entstehen bei Messing, dem Werkstoff mit einem planarem Gleitverhalten, keinerlei Streaks. Die Strahlung wird diffus an der hohen Dichte an statistisch gespeicherten Versetzungen und Stapelfehlern gestreut, sodass keine einzelnen Beugungspunkte eintreten, welche ausgewertet werden können. Generell erinnert das Beugungsverhalten an Pulverdiffraktometrie, wobei tatsächlich durch die Einengung des auszuwertenden Energiebereichs typische Debye-Scherrer-Ringe auftauchen. An diesen kann jedoch keine Auswertung hinsichtlich der Gitterdehnungen und der Spannungszustände erfolgen. Es sei anzumerken, dass auch für kubisch flächenzentrierte Gitterstrukturen verbotene Beugungsebenen den Debye-Scherrer-Ringen zugeordnet werden können, was die Vermutung einer vorliegenden

Nahordnung, die das planare Gleitverhalten unterstützt, bestätigt. Um den Spannungszustand dennoch mit dem energiedispersiven Detektor abbilden zu können, muss zunächst der Einfluss der Versetzungsdichte überprüft und anschließend die Dichte möglicherweise reduziert werden. Andernfalls zeigt sich eine ansteigende Anzahl der gemessenen Photonen mit zunehmender zyklischer Belastung von Messing, was in weiteren Untersuchungen mit den Versetzungsanordnungen korreliert werden kann.

Der erwartete planare Gleitcharakter von Nimonic konnte bedingt durch die vorliegenden Chromkarbide im Untersuchungswerkstoff in dieser Arbeit nicht nachgewiesen werden. Das resultierende gemischte Gleitverhalten zeigt im Gegensatz zu Messing ein eindeutiges Streakingverhalten, wodurch die einzelnen Streaks indiziert und einem Gitterdehnungszustand zugeordnet werden können. Eine Ausdehnung der Streaks erfolgt ausschließlich in radialer Richtung, womit der mikrostrukturelle Eindruck von vorliegenden zufälligen Versetzungswänden zusätzlich zu parallelen Versetzungssegmenten unterstützt wird. Des Weiteren kann daraus geschlossen werden, dass nur wenige oder keine Versetzungswände mit Anlagerungen von geometrisch notwendigen Versetzungen vorhanden sind. Zwar ist im Beugungsmuster keine systematische Abhängigkeit von der plastischen Dehnungsamplitude festzustellen, mit zunehmender Zyklenzahl scheinen aber die Anzahl und die Ausdehnung der Streaks zuzunehmen. Eindeutiger dagegen ist mit steigender plastischer Dehnungsamplitude eine Abnahme der Gitterdehnungen zu erkennen. Die sich wiederholenden Gleitvorgänge der Versetzungen zur Überwindung der Chromkarbide führen nicht nur zu einer Entfestigung des Werkstoffs, sondern auch zu einer Reduzierung der Spannungen im Gitter. Dennoch sind die Gitterdehnungen in Nimonic im Vergleich zu den restlichen Werkstoffen deutlich höher. Außerdem ist eine gesteigerte Verspannung des Gitters zu beobachten, sobald ein Gleitvorgang in einer anderen Netzebene als den Gleitebenen stattfindet. Generell erwies sich Nimonic als geeignet, um die Auswirkung von Ausscheidungen auf das Beugungsverhalten sowie den Einfluss auf den Schädigungsmechanismus zu analysieren, auch wenn es sich nominell um eine ausscheidungsfreie Legierung handelt. Weitere Untersuchungen könnten an wärmebehandelten Zuständen durchgeführt werden, wodurch ein Vergleich zum überalterten und ausscheidungsfreien Zustand ermöglicht werden würde. Außerdem könnten mit einer stärker lokal auflösenden Charakterisierung, wofür ein Röntgenstrahl mit einem geringeren Durchmesser im Rückstrahlverfahren verwendet werden sollte, Spannungen an den Ausscheidungen, Korngrenzen oder Rissspitzen bestimmt werden.

Duplexstahl stellt aufgrund seines zweiphasigen Gefüges eine große Herausforderung für die Anwendung des energiedispersiven Detektor dar. Nichtsdestotrotz können bei der Variation der plastischen Dehnungsamplitude und der Zyklenzahl immer einzelne deutliche Streaks gemessen und mit einer eindeutigen Zuordnung zu der zugehörigen Phase indiziert werden. Die geometrische Änderung der Beugungsmuster resultiert dabei im Ferrit aus der Entwicklung zusammengelagerter Versetzungen, die zufälligen Versetzungswänden entsprechen, und im Austenit aus der Zunahme statistisch gespeicherter Versetzungen, Stapelfehlern und Zwillingskorngrenzen. Wegen einer hohen Streuung der Werte lässt sich nur unter Vorbehalt mit steigender plastischer Dehnungsamplitude und zunehmender

Zyklenzahl ein Anstieg der Streakanzahl und -ausdehnung feststellen, wobei ebenfalls eine Abhängigkeit des Verlaufs der Ausgleichskurven von dem auftretenden Verformungsverhalten und somit von der Höhe der plastischen Dehnungsamplitude vorzuliegen scheint. Auf Basis dieser Daten, die infolge der räumlichen Begrenzung der Versetzungsanordnungen auf die Umgebung der Phasengrenzen stark schwanken, ist eine Aussage über den Ermüdungsgrad schwierig und eine treffsichere Verwendung der Laue-Beugung bedarf einer statistischen Absicherung. Dementsprechend kann, wie bei Nickel vorgeschlagen, eine phänomenologische Studie und die Zuhilfenahme von künstlicher Intelligenz bei der Auswertung den Einsatz eines energieauflösenden Detektors bei der Laue-Beugung als *in situ* Messung qualifizieren. Im Fall von Duplexstahl liegt der Anstieg der Gitterdehnungen in einzelnen Körnern mit steigender plastischer Dehnungsamplitude, der in dieser Arbeit nachgewiesen worden ist, vermutlich an der Zunahme der Spannungen im Bereich der Korn- und Phasengrenzen. Daher sind die aufgebauten Spannungen im Bereich der Phasengrenzen von besonderem Interesse, die örtlich aufgelöst analysiert werden sollten.

Zusammenfassend ist die Methode der röntgenographischen Laue-Beugung unter Verwendung eines energieauflösenden Flächendetektors geeignet, um den Ermüdungsgrad von Strukturwerkstoffen einzuschätzen. Dazu müssen weitere Studien durchgeführt werden, die ein tieferes Verständnis der Zusammenhänge erzeugen, um Vorhersagen auch für bisher nicht untersuchte Werkstoffe zu erlauben. Zusätzlich muss dafür die Auswertung der generierten Daten verbessert und automatisiert werden, wozu eine physikalisch-basierte Modellbildung und darauf aufbauende Simulationsrechnungen erforderlich sind, damit eine direkte und quantitative Korrelation der durch Materialermüdung in der Mikrostruktur erzeugten Veränderungen mit den daraus resultierenden Veränderungen im energieaufgelösten Laue-Beugungsmuster möglich wird.

8. Literaturverzeichnis

- [1] tagesschau, Warum platzte das Aquarium?, 4.4.2024, <https://www.tagesschau.de/inland/aquadom-berlin-ursachensuche-101.html>, 2022.
- [2] dpa Rheinland-Pfalz/Saarland, Schäden an zweithöchster Autobahnbrücke Deutschlands, 4.4.2024, <https://www.zeit.de/news/2023-02/12/schaeden-an-zweithoehster-autobahnbruecke-deutschlands>, 2023.
- [3] Stöcker, C., Einfluss des Versetzungsgleitverhaltens und der Vorgeschichteabhängigkeit auf das Ermüdungsverhalten von Nickelbasis-Superlegierungen und Nickel im VHCF-Bereich, Christ, H.-J. (Hrsg.), Siegener werkstoffkundliche Berichte, Band 8, Dissertation, Universität Siegen, 2013.
- [4] Düber, O., Untersuchungen zum Ausbreitungsverhalten mikrostrukturell kurzer Ermüdungsrisse in zweiphasigen metallischen Werkstoffen am Beispiel eines austenitisch-ferritischen Duplexstahls, Dissertation, Universität Siegen, Siegen, 2007.
- [5] Wackermann, K., Einfluss einer zyklischen Belastung auf die Versprödungskinetik von Legierungen am Beispiel der 475°C-Versprödung von Duplexstahl und der dynamischen Versprödung einer Nickelbasislegierung, Christ, H.-J. (Hrsg.), Siegener werkstoffkundliche Berichte, Band 11, Dissertation, Universität Siegen, 2014.
- [6] Abboud, A., AlHassan, A., Dönges, B., Micha, J. S., Hartmann, R., Strüder, L., Christ, H.-J., Pietsch, U., VHCF damage in duplex stainless steel revealed by microbeam energy-dispersive X-ray Laue diffraction, *International Journal of Fatigue*, 151, 2021, S. 106358.
- [7] Istomin, K., Dönges, B., Schell, N., Christ, H.-J., Pietsch, U., Analysis of VHCF damage in a duplex stainless steel using hard X-ray diffraction techniques, *International Journal of Fatigue*, 66, 2014, S. 177–182.
- [8] Pashniak, N., Abboud, A., Send, S., Dönges, B., Hüsecken, A. K., Christ, H.-J., Pietsch, U., Application of energy dispersive PNCCD detector in material science using hard X-rays, In: TMS 2015 144th Annual Meeting & Exhibition, Springer International Publishing, Cham, 2016, S. 1339–1344.
- [9] Shokr, M., Abboud, A., Kirchlechner, C., Malyar, N. V., Ariunbold, U., Hartmann, R., Strüder, L., Genzel, C., Klaus, M., Pietsch, U., In situ observations of single grain behavior during plastic deformation in polycrystalline Ni using energy dispersive Laue diffraction, *Materials Science and Engineering: A*, 772, 2020, S. 138778.
- [10] Christ, H.-J. (Hrsg.), Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe, Wiley-VCH, Weinheim, 2. Aufl., 2009.
- [11] Rösler, J., Harders, H., Bäker, M., Mechanisches Verhalten der Werkstoffe, Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 2012.
- [12] Suresh, S., Fatigue of Materials, Cambridge University Press, Cambridge, New York, 2. Aufl., 1998.
- [13] Anderson, P. M., Hirth, J. P., Lothe, J., Theory of Dislocations, Cambridge University Press, New York, 2017.
- [14] Gottstein, G., Physikalische Grundlagen der Materialkunde, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2007.
- [15] Auerswald, J., Portmann, P., Grundlagen der Funktionswerkstoffe für Studium und Praxis, Wiley-VCH, Weinheim, 2022.

- [16] Figueroa, J., Bhat, S. P., La Veaux, R. de, Murzenski, S., Laird, C., The cyclic stress-strain response of copper at low strains—I. Constant amplitude testing, *Acta Metallurgica*, 29 (10), 1981, S. 1667–1678.
- [17] Christ, H.-J., *Wechselverformung von Metallen*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1991.
- [18] Plumtree, A., Correlation between microstructure and cyclic behaviour, In: Rie, K.-T. (Hrsg.), *Low Cycle Fatigue and Elasto-Plastic Behaviour of Materials*, Springer Netherlands, Dordrecht, 1987, S. 19–30.
- [19] Christ, H.-J. (Hrsg.), *Fatigue of Materials at Very High Numbers of Loading Cycles, Experimental Techniques, Mechanisms, Modeling and Fatigue Life Assessment*, Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 2018.
- [20] Mughrabi, H., Cyclic slip irreversibility and fatigue life: A microstructure-based analysis, *Acta Materialia*, 61 (4), 2013, S. 1197–1203.
- [21] Mughrabi, H., Deformation-induced long-range internal stresses and lattice plane misorientations and the role of geometrically necessary dislocations, *Philosophical Magazine*, 86 (25-26), 2006, S. 4037–4054.
- [22] Fischer, P., Kochendörfer, A., Über die Entstehung von Versetzungen, *Zeitschrift für Naturforschung A*, 7 (11), 1952, S. 735–741.
- [23] Essmann, U., Mughrabi, H., Annihilation of dislocations during tensile and cyclic deformation and limits of dislocation densities, *Philosophical Magazine A*, 40 (6), 1979, S. 731–756.
- [24] Mughrabi, H., Ungár, T., Chapter 60 Long-range internal stresses in deformed single-phase materials: The composite model and its consequences, In: Nabarro, F., Duesbery, M. (Hrsg.), *Dislocations in Solids*, Elsevier, 11, 2002, S. 343–411.
- [25] Kroupa, F., Dislocation dipoles and dislocation loops, *Le Journal de Physique Colloques*, 27 (C3), 1966, C3-154-C3-167.
- [26] Christ, H.-J., Cyclic stress-strain response and microstructure, In: Mankins W. L., Gauthier M. M. (Hrsg.), *ASM Handbook 19: Fatigue and Fracture*, Materials Park, Ohio, S. 73–95.
- [27] Mughrabi, H., Fatigue, an everlasting materials problem - still en vogue, *Procedia Engineering*, 2 (1), 2010, S. 3–26.
- [28] Wang, Z., Cyclic deformation response of planar-slip materials and a new criterion for the wavy-to-planar-slip transition, *Philosophical Magazine*, 84 (3-5), 2004, S. 351–379.
- [29] Hong, S. I., Laird, C., Mechanisms of slip mode modification in F.C.C. solid solutions, *Acta Metallurgica et Materialia*, 38 (8), 1990, S. 1581–1594.
- [30] Gerold, V., Karnthaler, H. P., On the origin of planar slip in f.c.c. alloys, *Acta Metallurgica*, 37 (8), 1989, S. 2177–2183.
- [31] Mughrabi, H., The cyclic hardening and saturation behaviour of copper single crystals, *Materials Science and Engineering*, 33 (2), 1978, S. 207–223.
- [32] Wang, R., Mughrabi, H., McGovern, S., Rapp, M., Fatigue of copper single crystals in vacuum and in air I: Persistent slip bands and dislocation microstructures, *Materials Science and Engineering*, 65 (2), 1984, S. 219–233.
- [33] Essmann, U., Gösele, U., Mughrabi, H., A model of extrusions and intrusions in fatigued metals I. Point-defect production and the growth of extrusions, *Philosophical Magazine A*, 44 (2), 1981, S. 405–426.
- [34] Kuhlmann-Wilsdorf, D., Laird, C., Dislocation behavior in fatigue, *Materials Science and Engineering*, 27 (2), 1977, S. 137–156.

- [35] Mughrabi, H., The long-range internal stress field in the dislocation wall structure of persistent slip bands, *Physica Status Solidi (a)*, 104 (1), 1987, S. 107–120.
- [36] Mughrabi, H., A two-parameter description of heterogeneous dislocation distributions in deformed metal crystals, *Materials Science and Engineering*, 85, 1987, S. 15–31.
- [37] Mughrabi, H., Dislocation wall and cell structures and long-range internal stresses in deformed metal crystals, *Acta Metallurgica*, 31 (9), 1983, S. 1367–1379.
- [38] Laird, C., Charsley, P., Mughrabi, H., Low energy dislocation structures produced by cyclic deformation, *Materials Science and Engineering*, 81, 1986, S. 433–450.
- [39] Jackson, P. J., Dislocation modelling of shear in f.c.c. crystals, *Progress in Materials Science*, 29 (1-2), 1985, S. 139–175.
- [40] Kassner, M. E., Geantil, P., Levine, L. E., Long range internal stresses in single-phase crystalline materials, *International Journal of Plasticity*, 45, 2013, S. 44–60.
- [41] Arsenlis, A., Parks, D., Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically-stored dislocation density, *Acta Materialia*, 47 (5), 1999, S. 1597–1611.
- [42] Hughes, D., Hansen, N., Bammann, D., Geometrically necessary boundaries, incidental dislocation boundaries and geometrically necessary dislocations, *Scripta Materialia*, 48 (2), 2003, S. 147–153.
- [43] Wang, R., Mughrabi, H., Secondary cyclic hardening in fatigued copper monocrystals and polycrystals, *Materials Science and Engineering*, 63 (2), 1984, S. 147–163.
- [44] Pantleon, W., Disorientations in dislocation structures: Formation and spatial correlation, *Journal of Materials Research*, 17 (9), 2002, S. 2433–2441.
- [45] Moussa, C., Bernacki, M., Besnard, R., Bozzolo, N., Statistical analysis of dislocations and dislocation boundaries from EBSD data, *Ultramicroscopy*, 179, 2017, S. 63–72.
- [46] Hughes, D. A., Hansen, N., High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms, *Acta Materialia*, 45 (9), 1997, S. 3871–3886.
- [47] Huang, X., Winther, G., Dislocation structures. Part I. Grain orientation dependence, *Philosophical Magazine*, 87 (33), 2007, S. 5189–5214.
- [48] Mughrabi, H., Revisiting “Steady-State” monotonic and cyclic deformation: Emphasizing the quasi-stationary state of deformation, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 51 (4), 2020, S. 1441–1456.
- [49] Lukáš, P., Klesnil, M., Cyclic stress-strain response and fatigue life of metals in low amplitude region, *Materials Science and Engineering*, 11 (6), 1973, S. 345–356.
- [50] Gong, B., Wang, Z., Wang, Z., Cyclic deformation behavior and dislocation structures of [001] copper single crystals—I Cyclic stress-strain response and surface feature, *Acta Materialia*, 45 (4), 1997, S. 1365–1377.
- [51] McLean, D., *Mechanical properties of metals*, Krieger, Huntington, N.Y., 1977.
- [52] Wen, D., Titus, M. S., First-principles study of Suzuki segregation at stacking faults in disordered face-centered cubic Co-Ni alloys, *Acta Materialia*, 221, 2021, S. 117358.
- [53] Feltner, C., Laird, C., Cyclic stress-strain response of F.C.C. metals and alloys—II Dislocation structures and mechanisms, *Acta Metallurgica*, 15 (10), 1967, S. 1633–1653.
- [54] Masing, G., Zur Heyn’schen Theorie der Verfestigung der Metalle durch verborgen elastische Spannungen, In: Harries, C. D. (Hrsg.), *Wissenschaftliche Veröffentlichungen aus dem Siemens-Konzern*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1923, S. 231–239.

- [55] Skelton, R. P., Maier, H. J., Christ, H.-J., The Bauschinger effect, Masing model and the Ramberg–Osgood relation for cyclic deformation in metals, *Materials Science and Engineering: A*, 238 (2), 1997, S. 377–390.
- [56] Li, X. W., Wang, Z. G., Li, S. X., Survey of plateau behaviour in the cyclic stress-strain curve of copper single crystals, *Philosophical Magazine Letters*, 79 (9), 1999, S. 715–719.
- [57] Mughrabi, H., Dislocation clustering and long-range internal stresses in monotonically and cyclically deformed metal crystals, *Revue de Physique Appliquée*, 23 (4), 1988, S. 367–379.
- [58] Abdel-Raouf, H., Topper, T. H., Plumtree, A., The influence of interparticle spacing on cyclic deformation and fatigue crack propagation in an aluminum-4 Pct copper alloy, *Metallurgical Transactions A*, 10 (4), 1979, S. 449–456.
- [59] Stegemann, D., *Zerstörungsfreie Prüfverfahren, Radiografie und Radioskopie*, Teubner, Stuttgart, 1995.
- [60] Spieß, L., Teichert, G., Schwarzer, R., Behnken, H., Genzel, C., *Moderne Röntgenbeugung*, Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 2009.
- [61] Wölfel, E. R., *Theorie und Praxis der Röntgenstrukturanalyse*, Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 1987.
- [62] Bish, D. L., Post, J. E. (Hrsg.), *Modern Powder Diffraction*, De Gruyter, Berlin, Boston, 1989.
- [63] Hammond, C., *The Basics of Crystallography and Diffraction*, Oxford University Press, Oxford, New York, 2016.
- [64] Bunge, H.-J., *Texture Analysis in Materials Science*, Butterworths & Co, London, 1982.
- [65] Pope, C. G., X-ray diffraction and the Bragg equation, *Journal of Chemical Education*, 74 (1), 1997, S. 129.
- [66] Thomas, J., Gemming, T., *Analytische Transmissionselektronenmikroskopie, Eine Einführung für den Praktiker*, Springer Spektrum, Berlin, 2013.
- [67] van Berkum, J. G. M., Delhez, R., Keijsers, T. H. de, Mittemeijer, E. J., Diffraction-line broadening due to strain fields in materials; Fundamental aspects and methods of analysis, *Acta Crystallographica Section A Foundations of Crystallography*, 52 (5), 1996, S. 730–747.
- [68] Krivoglaz, M. A., Baryakhtar, V. G., Ivanov, M. A., Moss, S. C., Peisl, J., *X-Ray and Neutron Diffraction in Nonideal Crystals*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1996.
- [69] Barabash, R., Ice, G., *Strain and Dislocation Gradients from Diffraction: Spatially-Resolved Local Structure and Defects*, ICP Imperial College Press, London, 2014.
- [70] Wilkens, M., Eckert, K., Röntgenographische Untersuchungen über die Versetzungsanordnung in plastisch verformten Kupfer-Einkristallen, *Zeitschrift für Naturforschung A*, 19 (4), 1964, S. 459–470.
- [71] Barabash, R. I., Ice, G. E., Walker, F. J., Quantitative microdiffraction from deformed crystals with unpaired dislocations and dislocation walls, *Journal of Applied Physics*, 93 (3), 2003, S. 1457–1464.
- [72] Barabash, R., Ice, G. E., Larson, B. C., Pharr, G. M., Chung, K.-S., Yang, W., White microbeam diffraction from distorted crystals, *Applied Physics Letters*, 79 (6), 2001, S. 749–751.
- [73] Groma, I., Ungár, T., Wilkens, M., Asymmetric X-ray line broadening of plastically deformed crystals. I. Theory, *Journal of Applied Crystallography*, 21 (1), 1988, S. 47–54.
- [74] Ungár, T., Groma, I., Wilkens, M., Asymmetric X-ray line broadening of plastically deformed crystals. II. Evaluation procedure and application to [001]-Cu crystals, *Journal of Applied Crystallography*, 22 (1), 1989, S. 26–34.

- [75] Wilkens, M., Ungár, T., Mughrabi, H., X-ray rocking-curve broadening of tensile-deformed [001]-orientated copper single crystals, *Physica Status Solidi (a)*, 104 (1), 1987, S. 157–170.
- [76] Morrison, D., Chopra, V., Cyclic stress-strain response of polycrystalline nickel, *Materials Science and Engineering: A*, 177 (1-2), 1994, S. 29–42.
- [77] El-Madhoun, Y., Mohamed, A., Bassim, M. N., Cyclic stress–strain behavior of polycrystalline nickel, *Materials Science and Engineering: A*, 385 (1-2), 2004, S. 140–147.
- [78] Mecke, K., Blochwitz, C., Kremling, V., The development of the dislocation structures during the fatigue process of F.C.C. single crystals, *Crystal Research and Technology*, 17 (12), 1982, S. 1557–1570.
- [79] Mecke, K., TEM investigations of the cyclic-stress-strain behaviour and the formation of persistent slip bands in fatigued single crystals of nickel using changing amplitude tests, *Physica Status Solidi (a)*, 25 (2), 1974, K93-K96.
- [80] Blochwitz, C., Veit, U., Plateau behaviour of fatigued FCC single crystals, *Crystal Research and Technology*, 17 (5), 1982, S. 529–551.
- [81] Weidner, A., Blochwitz, C., Skrotzki, W., Tirschler, W., Formation of slip steps and growth of extrusions within persistent slip bands in cyclically deformed polycrystals, *Materials Science and Engineering: A*, 479 (1-2), 2008, S. 181–190.
- [82] Weidner, A., Man, J., Tirschler, W., Klapetek, P., Blochwitz, C., Polák, J., Skrotzki, W., Half-cycle slip activity of persistent slip bands at different stages of fatigue life of polycrystalline nickel, *Materials Science and Engineering: A*, 492 (1-2), 2008, S. 118–127.
- [83] Grummon, D. S., Jones, J. W., Was, G. S., Fatigue damage accumulation in nickel modified by ion beam surface microalloying, *Metallurgical Transactions A*, 19 (11), 1988, S. 2775–2788.
- [84] Hussein, A. M., El-Awady, J. A., Quantifying dislocation microstructure evolution and cyclic hardening in fatigued face-centered cubic single crystals, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 91, 2016, S. 126–144.
- [85] Laird, C., Smith, G. C., Initial stages of damage in high stress fatigue in some pure metals, *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 8 (95), 1963, S. 1945–1963.
- [86] Weidner, A., Sauzay, M., Skrotzki, W., Experimental evaluation of the cyclic slip irreversibility factor, *Key Engineering Materials*, 465, 2011, S. 223–226.
- [87] Buque, C., Bretschneider, J., Schwab, A., Holste, C., Dislocation structures in cyclically deformed nickel polycrystals, *Materials Science and Engineering: A*, 300 (1-2), 2001, S. 254–262.
- [88] Holste, C., Kleinert, W., Fischer, W., Deformation stages in a stabilized loading cycle of fatigued FCC metals (I) experimental results, *Crystal Research and Technology*, 22 (3), 1987, S. 419–427.
- [89] Holste, C., Kleinert, W., Fischer, W., Deformation stages in a stabilized loading cycle of fatigued FCC metals (II). Discussion and conclusions, *Crystal Research and Technology*, 22 (4), 1987, S. 553–558.
- [90] Mecke, K., Blochwitz, C., Saturation dislocation structures in cyclically deformed nickel single crystals of different orientations, *Crystal Research and Technology*, 17 (6), 1982, S. 743–758.
- [91] Buque, C., Persistent slip bands in cyclically deformed nickel polycrystals, *International Journal of Fatigue*, 23 (6), 2001, S. 459–466.
- [92] Kuhlmann-Wilsdorf, D., A critical test on theories of work-hardening for the case of drawn iron wire, *Metallurgical Transactions*, 1 (11), 1970, S. 3173–3179.

- [93] Zhu, C., Harrington, T., Gray, G. T., Vecchio, K. S., Dislocation-type evolution in quasi-statically compressed polycrystalline nickel, *Acta Materialia*, 155, 2018, S. 104–116.
- [94] Wetscher, F., Pippin, R., Structural evolution during cyclic severe plastic deformation, In: Wahab, M. A. (Hrsg.), *Proceedings of the 9th International Fatigue Congress*, Springer, Atlanta, 2006.
- [95] Deutsches Kupferinstitut, *Kupfer-Zink-Legierungen, (Messing und Sondermessing)*. Informationsdruck i.5, Düsseldorf, 03. Aufl., 2007.
- [96] Lukáš, P., Klesnil, M., Dislocation structures in fatigued Cu-Zn single crystals, *physica status solidi (b)*, 37 (2), 1970, S. 833–842.
- [97] Ishii, H., Yukawa, K., The role of dislocation substructures in fatigue crack propagation in copper and alpha brass, *Metallurgical Transactions A*, 10 (12), 1979, S. 1881–1887.
- [98] Lukáš, P., Kunz, L., Krejčí, J., Fatigue behaviour of single crystals of a Cu-22%Zn alloy, *Materials Science and Engineering A*, 158 (2), 1992, S. 177–183.
- [99] Gong, B., Wang, Z., Wang, Z. G., Cyclic deformation behavior of Cu–30% Zn single crystals oriented for single slip—II. Dislocation structures, *Acta Materialia*, 47 (1), 1998, S. 317–324.
- [100] Hong, H. L., Wang, Q., Dong, C., Liaw, P. K., Understanding the Cu-Zn brass alloys using a short-range-order cluster model: Significance of specific compositions of industrial alloys, *Scientific reports*, 4, 2014, S. 7065.
- [101] Lukáš, P., Kunz, L., Čochňář, Z., Bartoš, J., Cyclic stress-strain curve of single crystals of a Cu-22%Zn alloy, *Materials Science and Engineering: A*, 145 (2), 1991, L19-L21.
- [102] Wang, Z., Cyclic stress-strain response of alpha brass single crystals oriented for easy glide, *Materials Science and Engineering: A*, 183 (1-2), 1994, L13-L17.
- [103] Pedersen, O., Carstensen, J., Internal stresses and dislocation dynamics in cyclic plasticity and fatigue of metals, *Materials Science and Engineering: A*, 285 (1-2), 2000, S. 253–264.
- [104] Wang, Z., Gong, B., Wang, Z. G., Cyclic deformation behavior of Cu–30wt% Zn single crystals oriented for single slip—I. Cyclic deformation response and slip band behavior, *Acta Materialia*, 47 (1), 1998, S. 307–315.
- [105] Marchand, N., Bailon, J.-P., Dickson, J. I., The cyclic response and strain life behaviour of polycrystalline copper and α -brass, In: Sih, G. C., Provan, J. W. (Hrsg.), *Defects, Fracture and Fatigue*, Springer Netherlands, Dordrecht, 1983, S. 195–208.
- [106] Schöler, K., Christ, H.-J., Influence of prestraining on cyclic deformation behaviour and microstructure of a single-phase Ni-base superalloy, *International Journal of Fatigue*, 23 (9), 2001, S. 767–775.
- [107] Christ, H.-J., Schöler, K., Effect of prestraining on high-temperature fatigue behaviour of two Ni-base superalloys, *International Journal of Materials Research*, 95 (6), 2004, S. 542–550.
- [108] Stöcker, C., Zimmermann, M., Christ, H.-J., Localized cyclic deformation and corresponding dislocation arrangements of polycrystalline Ni-base superalloys and pure Nickel in the VHCF regime, *International Journal of Fatigue*, 33 (1), 2011, S. 2–9.
- [109] Stöcker, C., Zimmermann, M., Christ, H.-J., Effect of precipitation condition, prestrain and temperature on the fatigue behaviour of wrought nickel-based superalloys in the VHCF range, *Acta Materialia*, 59 (13), 2011, S. 5288–5304.
- [110] Betteridge, W., Shaw, S. W. K., Development of superalloys, *Materials Science and Technology*, 3 (9), 1987, S. 682–694.

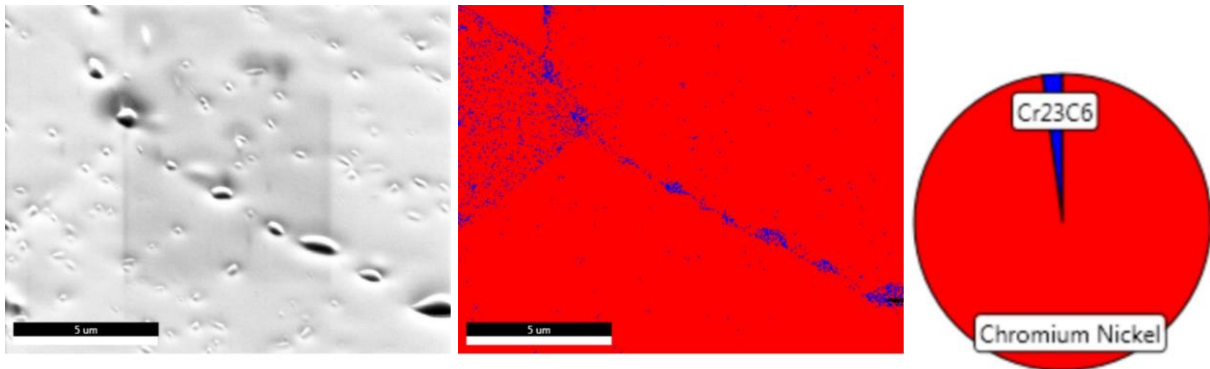
- [111] Calabrese, C., Laird, C., Cyclic stress—strain response of two-phase alloys Part I. Microstructures containing particles penetrable by dislocations, *Materials Science and Engineering*, 13 (2), 1974, S. 141–157.
- [112] Calabrese, C., Laird, C., Cyclic stress—strain response of two-phase alloys Part II. Particles not penetrated by dislocations, *Materials Science and Engineering*, 13 (2), 1974, S. 159–174.
- [113] Das, A., Revisiting Stacking Fault Energy of Steels, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 47 (2), 2016, S. 748–768.
- [114] Vitek, V., On the stability of stacking faults in B.C.C. crystals, *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 21 (174), 1970, S. 1275–1278.
- [115] Vitek, V., Intrinsic stacking faults in body-centred cubic crystals, *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 18 (154), 1968, S. 773–786.
- [116] Ojha, A., Sehitoglu, H., Patriarca, L., Maier, H. J., Twin nucleation in Fe-based bcc alloys—modeling and experiments, *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 22 (7), 2014, S. 75010.
- [117] Edalati, K., Hashiguchi, Y., Iwaoka, H., Matsunaga, H., Valiev, R. Z., Horita, Z., Long-time stability of metals after severe plastic deformation: Softening and hardening by self-annealing versus thermal stability, *Materials Science and Engineering: A*, 729, 2018, S. 340–348.
- [118] Zhang, Y. J., Han, D., Li, X. W., Impact of short range ordering on the anomalous four-stage strain hardening behavior of low solid-solution hardening Ni–Cr alloys, *Materials Science and Engineering: A*, 814, 2021, S. 141193.
- [119] Zdunek, J., Maj, P., Kulczyk, M., Mizera, J., Texture, residual stresses and mechanical properties analysis in the commercial 1.4462 duplex stainless steel subjected to hydrostatic extrusion, *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 19 (2), 2019, S. 525–534.
- [120] Chail, G., Kangas, P., Super and hyper duplex stainless steels: structures, properties and applications, *Procedia Structural Integrity*, 2, 2016, S. 1755–1762.
- [121] Mughrabi, H., Herz, K., Stark, X., Cyclic deformation and fatigue behaviour of α -iron mono- and polycrystals, *International Journal of Fracture*, 17 (2), 1981, S. 193–220.
- [122] Mughrabi, H., Ackermann, F., Herz, K., Persistent slipbands in fatigued face-centered and body-centered cubic metals, In: Fong, J. T. (Hrsg.), *Fatigue Mechanisms*, ASTM International, West Conshohocken, USA, 1979, 69-105.
- [123] Mateo, A., Llanes, L., Iturgoyen, L., Anglada, M., Cyclic stress-strain response and dislocation substructure evolution of a ferrite-austenite stainless steel, *Acta Materialia*, 44 (3), 1996, S. 1143–1153.
- [124] Mughrabi, H., Christ, H.-J., Cyclic deformation and fatigue of selected ferritic and austenitic steels: Specific aspects, *ISIJ International*, 37 (12), 1997, S. 1154–1169.
- [125] Kruml, T., Polák, J., Obrtlík, K., Degallaix, S., Dislocation structures in the bands of localised cyclic plastic strain in austenitic 316L and austenitic-ferritic duplex stainless steels, *Acta Materialia*, 45 (12), 1997, S. 5145–5151.
- [126] Polák, J., Kruml, T., Degallaix, S., Dislocation substructure in fatigued duplex stainless steel, *Scripta Metallurgica et Materialia*, 29 (12), 1993, S. 1553–1558.
- [127] Degallam, S., Sedwuki, A., Degallaix, G., Kruml, T., Polák, J., Fatigue damage in austenitic - ferritic duplex stainless steels, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 18 (1), 1995, S. 65–77.

- [128] Kundu, A., Field, D. P., Influence of plastic deformation heterogeneity on development of geometrically necessary dislocation density in dual phase steel, *Materials Science and Engineering: A*, 667, 2016, S. 435–443.
- [129] Friedrich, W., Knipping, P., Laue, M., Interferenzerscheinungen bei Röntgenstrahlen, *Annalen der Physik*, 346 (10), 1913, S. 971–988.
- [130] Meidinger, N., Andritschke, R., Hartmann, R., Herrmann, S., Holl, P., Lutz, G., Strüder, L., pnCCD for photon detection from near-infrared to X-rays, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 565 (1), 2006, S. 251–257.
- [131] Ordavo, I., Ihle, S., Arkadiev, V., Scharf, O., Soltau, H., Bjeoumikhov, A., Bjeoumikhova, S., Buzanich, G., Gubzhokov, R., Günther, A., Hartmann, R., Holl, P., Kimmel, N., Kühbacher, M., Lang, M., Langhoff, N., Liebel, A., Radtke, M., Reinholz, U., Riesemeier, H., Schaller, G., Schopper, F., Strüder, L., Thamm, C., Wedell, R., A new pnCCD-based color X-ray camera for fast spatial and energy-resolved measurements, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 654 (1), 2011, S. 250–257.
- [132] Scharf, O., Ihle, S., Ordavo, I., Arkadiev, V., Bjeoumikhov, A., Bjeoumikhova, S., Buzanich, G., Gubzhokov, R., Günther, A., Hartmann, R., Kühbacher, M., Lang, M., Langhoff, N., Liebel, A., Radtke, M., Reinholz, U., Riesemeier, H., Soltau, H., Strüder, L., Thünemann, A. F., Wedell, R., Compact pnCCD-based X-ray camera with high spatial and energy resolution: a color X-ray camera, *Analytical chemistry*, 83 (7), 2011, S. 2532–2538.
- [133] Abboud, A., Polychromatic X-ray diffraction using a pnCCD, Dissertation, Universität Siegen, Siegen, 2015.
- [134] Shokr, M., From pnCCD to pnCCD + CsI(Tl) scintillator: characterizations and applications, Dissertation, Universität Siegen, Siegen, 2019.
- [135] Tosson, A., Exploring and exploiting data modeling, big data analytics, high-performance computing and artificial intelligence techniques for applications of 2D energy-dispersive detectors in the crystallography community, Dissertation, Universität Siegen, Siegen, 2020.
- [136] Abboud, A., Send, S., Pashniak, N., Leitenberger, W., Ihle, S., Huth, M., Hartmann, R., Strüder, L., Pietsch, U., Sub-pixel resolution of a pnCCD for X-ray white beam applications, *Journal of Instrumentation*, 8 (05), 2013, S. P05005.
- [137] Send, S., Abboud, A., Hartmann, R., Huth, M., Leitenberger, W., Pashniak, N., Schmidt, J., Strüder, L., Pietsch, U., Characterization of a pnCCD for applications with synchrotron radiation, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 711, 2013, S. 132–142.
- [138] Send, S., Abboud, A., Wiesner, N., Shokr, M., Klaus, M., Genzel, C., Conka-Nurdan, T., Schlosser, D., Huth, M., Hartmann, R., Strüder, L., Pietsch, U., Application of a pnCCD for energy-dispersive Laue diffraction with ultra-hard X-rays, *Journal of Applied Crystallography*, 49 (1), 2016, S. 222–233.
- [139] Ihle, S., Ryll, H., Soltau, H., Liebel, A., Scharf, O., Bjeoumikhov, A., Schmidt, M., Strüder, L., High spatial resolution, energy resolved imaging with the pnCCD color X-ray camera, *Microscopy and Microanalysis*, 19 (S2), 2013, S. 1318–1319.

- [140] Send, S., Abboud, A., Leitenberger, W., Weiss, M. S., Hartmann, R., Strüder, L., Pietsch, U., Analysis of polycrystallinity in hen egg-white lysozyme using a pnCCD, *Journal of Applied Crystallography*, 45 (3), 2012, S. 517–522.
- [141] Abboud, A., Kirchlechner, C., Send, S., Micha, J. S., Ulrich, O., Pashniak, N., Strüder, L., Keckes, J., Pietsch, U., A new method for polychromatic X-ray μ Laue diffraction on a Cu pillar using an energy-dispersive pn-junction charge-coupled device, *The Review of Scientific Instruments*, 85 (11), 2014, S. 113901.
- [142] Kirchlechner, C., Grosinger, W., Kapp, M. W., Imrich, P. J., Micha, J.-S., Ulrich, O., Keckes, J., Dehm, G., Motz, C., Investigation of reversible plasticity in a micron-sized, single crystalline copper bending beam by X-ray μ Laue diffraction, *Philosophical Magazine*, 92 (25-27), 2012, S. 3231–3242.
- [143] AlHassan, A., Abboud, A., Cornelius, T. W., Ren, Z., Thomas, O., Richter, G., Micha, J.-S., Send, S., Hartmann, R., Strüder, L., Pietsch, U., Energy-dispersive X-ray micro Laue diffraction on a bent gold nanowire, *Journal of Applied Crystallography*, 54, 2021, S. 80–86.
- [144] Carter, C. B., Holmes, S. M., The stacking-fault energy of nickel, *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 35 (5), 1977, S. 1161–1172.
- [145] Fleischmann, E., Miller, M. K., Affeldt, E., Glatzel, U., Quantitative experimental determination of the solid solution hardening potential of rhenium, tungsten and molybdenum in single-crystal nickel-based superalloys, *Acta Materialia*, 87, 2015, S. 350–356.
- [146] VDM Metals GmbH, VDM® Nickel 201 (2.4068/N02201), 25.11.2023, <https://www.vdm-metals.com/de/nickel201>.
- [147] DIN 17740:2002-09, Nickel in Halbzeug - Zusammensetzung, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2002.
- [148] Liu, Z., Messer-Hannemann, P., Laube, S., Greiner, C., Tribological performance and microstructural evolution of α -brass alloys as a function of zinc concentration, *Friction*, 8 (6), 2020, S. 1117–1136.
- [149] Gallagher, P. C. J., The influence of alloying, temperature, and related effects on the stacking fault energy, *Metallurgical Transactions*, 1 (9), 1970, S. 2429–2461.
- [150] DIN CEN/TS 13388:2020-09, Kupfer und Kupferlegierungen - Übersicht über Zusammensetzungen und Produkte; Deutsche Fassung CEN/TS_13388:2020_+ AC:2020, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2020.
- [151] Beineke, J. A., Untersuchung der Versetzungsanordnungen in ermüdetem α -Messing mithilfe von Transmissionselektronenmikroskopie, Bachelorarbeit, Universität Siegen, Siegen, 2023.
- [152] Nickel, T., Schädigungsentwicklung von Nimonic 75 unter Ermüdungsbeanspruchung im VHCF Bereich, Bachelorarbeit, Universität Siegen, Siegen, 2022.
- [153] Betteridge, W., Nickel and its Alloys, Ellis Horwood, Chichester, 1984.
- [154] VDM Metals International GmbH, VDM Alloy 75, Nicrofer 7520, Material Data Sheet No. 4035, Werdohl, 2021.
- [155] DIN 17742:2020-12, Nickel-Knetlegierungen mit Chrom - Zusammensetzung, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2020.
- [156] Schramm, R. E., Reed, R. P., Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels, *Metallurgical Transactions A*, 6 (7), 1975, S. 1345–1351.
- [157] International Molybdenum Association, Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steels, London, 3. Aufl., 2014.

- [158] Dreisbach, M., Untersuchung der Gefügestruktur und Werkstoffeigenschaften von Strukturwerkstoffen nach der Wärmebehandlung, Bachelorarbeit, Universität Siegen, Siegen, 2022.
- [159] DIN EN 10088-1:2014-12, Nichtrostende Stähle_- Teil_1: Verzeichnis der nichtrostenden Stähle; Deutsche Fassung EN_10088-1:2014, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2014.
- [160] Schellert, S., Müller, J., Ohrndorf, A., Gorr, B., Butz, B., Christ, H.-J., Characterization of the isothermal and thermomechanical fatigue behavior of a Duplex Steel considering the alloy microstructure, *Metals*, 12 (7), 2022, S. 1161.
- [161] Schöler, K., Christ, H.-J., Servohydraulische Prüfsysteme vergleichen, *Materials Testing*, 38 (11-12), 1996, S. 488–493.
- [162] Holschbach, M., Optimierung des elektrochemischen Düsenstrahlverfahrens zur Herstellung von TEM-Proben aus Nickel 201 und Nimonic 75, Bachelorarbeit, Universität Siegen, Siegen, 2020.
- [163] Ayache, J., Beaunier, L., Boumendil, J., Ehret, G., Laub, D., *Sample Preparation Handbook for Transmission Electron Microscopy*, Springer New York, New York, NY, 2010.
- [164] Williams, D. B., Carter, C. B., *Transmission Electron Microscopy*, Springer US, Boston, MA, 2009.
- [165] Michler, G. H., *Kompakte Einführung in die Elektronenmikroskopie, Techniken, Stand, Anwendungen, Perspektiven*, Springer Spektrum, Wiesbaden, 2019.
- [166] von Heimendahl, M., *Einführung in die Elektronenmikroskopie, Verfahren zur Untersuchung von Werkstoffen und anderen Festkörpern*, Vieweg (+ Sohn), Braunschweig, 1970.
- [167] Schwartz, A. J., Kumar, M., Adams, B. L., Field, D. P., *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, Springer US; Imprint: Springer, New York, NY, 2. Aufl., 2009.
- [168] Venables, J. A., Harland, C. J., Electron back-scattering patterns—A new technique for obtaining crystallographic information in the scanning electron microscope, *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 27 (5), 1973, S. 1193–1200.
- [169] Wilkinson, A. J., Britton, T. B., Strains, planes, and EBSD in materials science, *Materials Today*, 15 (9), 2012, S. 366–376.
- [170] Schott, G., *Werkstoffermüdung - Ermüdungsfestigkeit*, Wiley, Weinheim, 4. Aufl., 1997.
- [171] Mughrabi, H., The α -factor in the Taylor flow-stress law in monotonic, cyclic and quasi-stationary deformations: Dependence on slip mode, dislocation arrangement and density, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 20 (6), 2016, S. 411–420

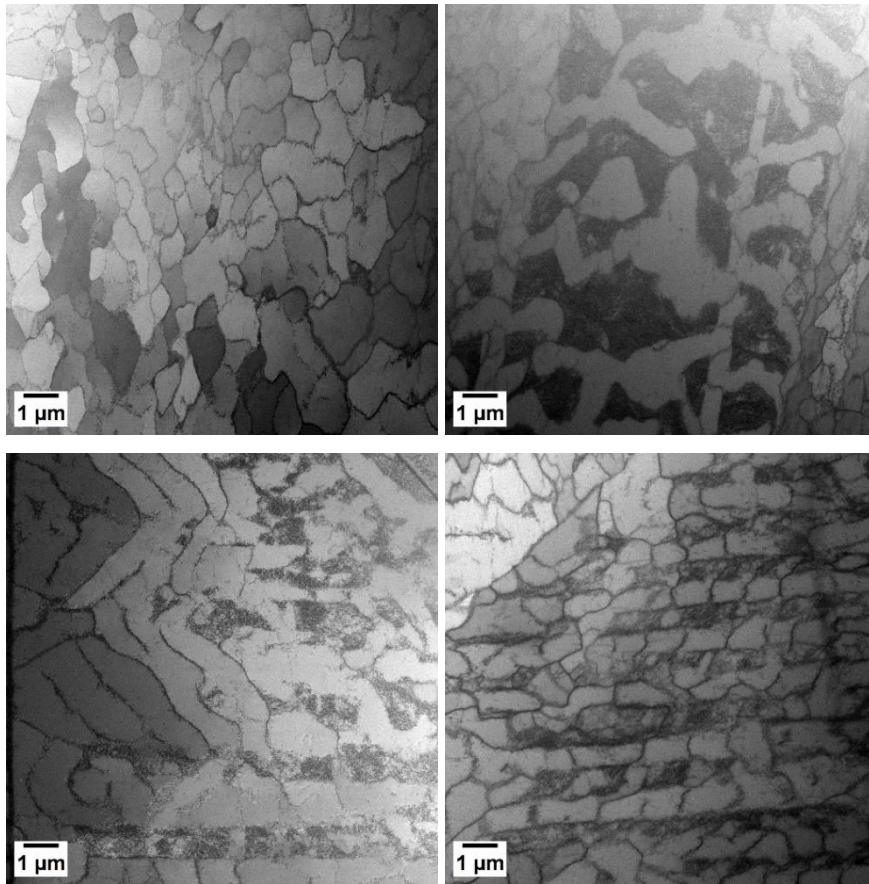
Anhang



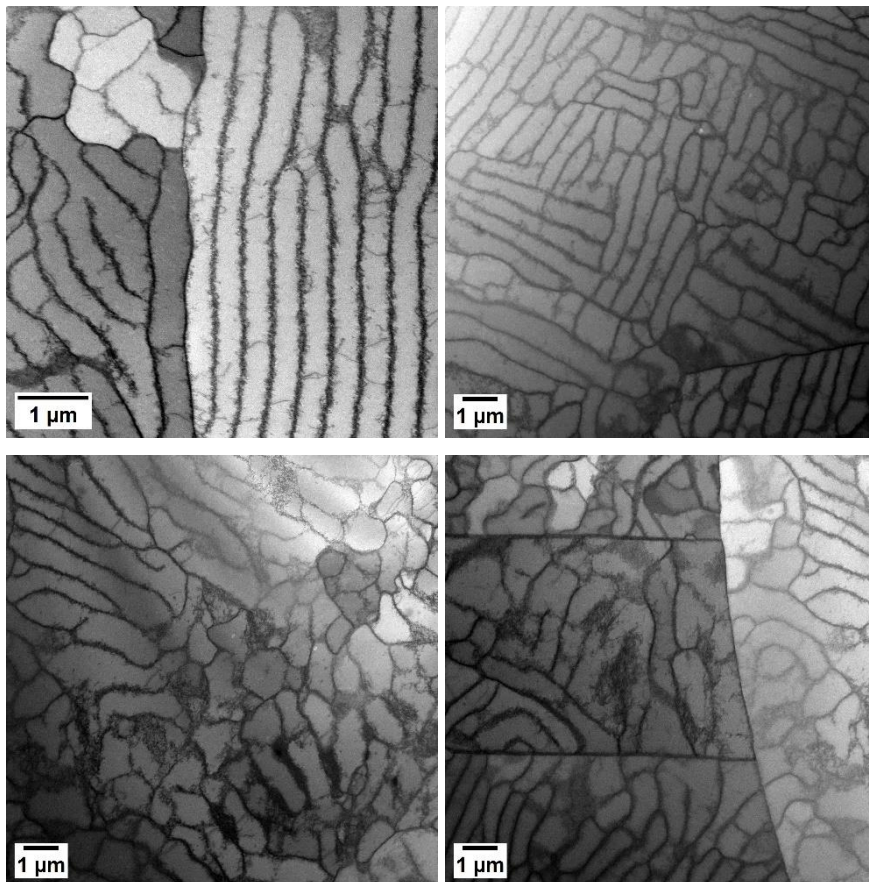
A. 1: Energiedispersive Röntgenspektroskopiemessung einer mit Ausscheidungen belegten Korngrenze in Nimonic.

A. 2: Elektrische Spannung U , Temperatur T und Elektrolyt für die elektrolytische Politur von Ermüdungs- und TEM-Proben.

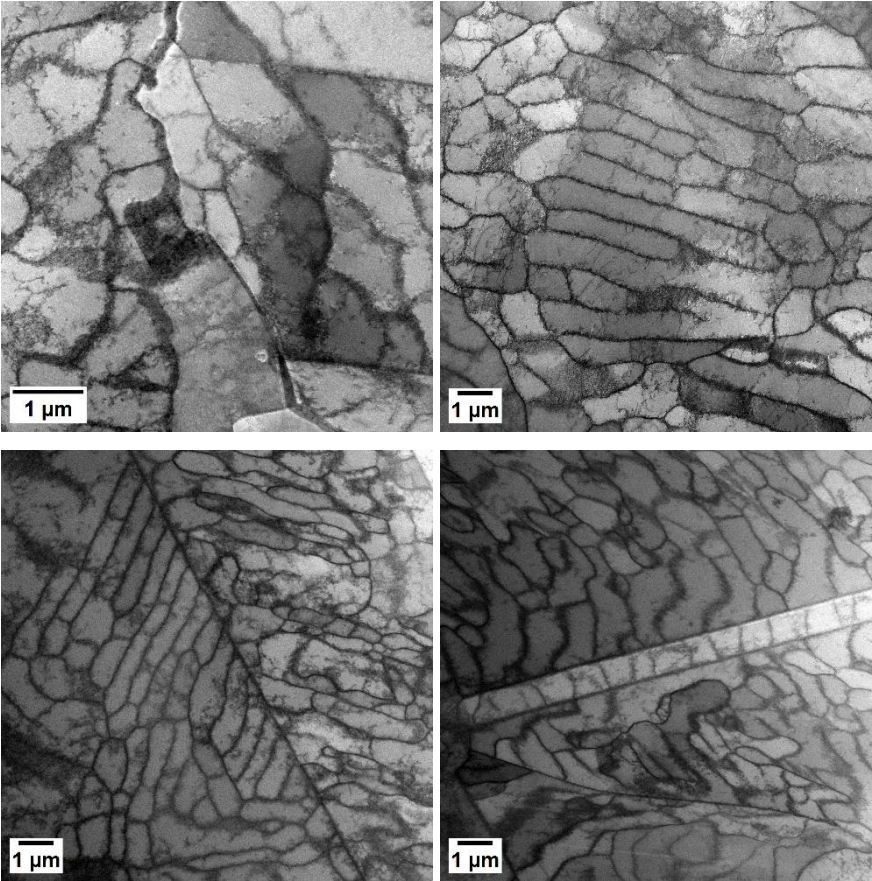
Material	Probe	Elektrolyt	U [V]	T [°C]
Nickel	Ermüdung	900 ml Essigsäure 100 ml Perchlorsäure	20,5	15
	TEM	730 ml Ethanol 100 ml Diethylenglycolmonobutylether 90 ml dest. Wasser 78 ml Perchlorsäure	22,5	5
Messing	Ermüdung	500 ml dest. Wasser 250 ml Phosphorsäure 250 ml Ethanol 50 ml 2-Propanol 5 g Harnstoff	6,0	5
	TEM	Siehe Messing-Ermüdung	6,5	0
Nimonic	Ermüdung	Siehe Nickel-Ermüdung	2x26,5	15
	TEM	Siehe Nickel-TEM	26,0	-5
Duplexstahl	Ermüdung	Siehe Nickel-Ermüdung	20,0	14
	TEM	Siehe Nickel-Ermüdung	20,0	14



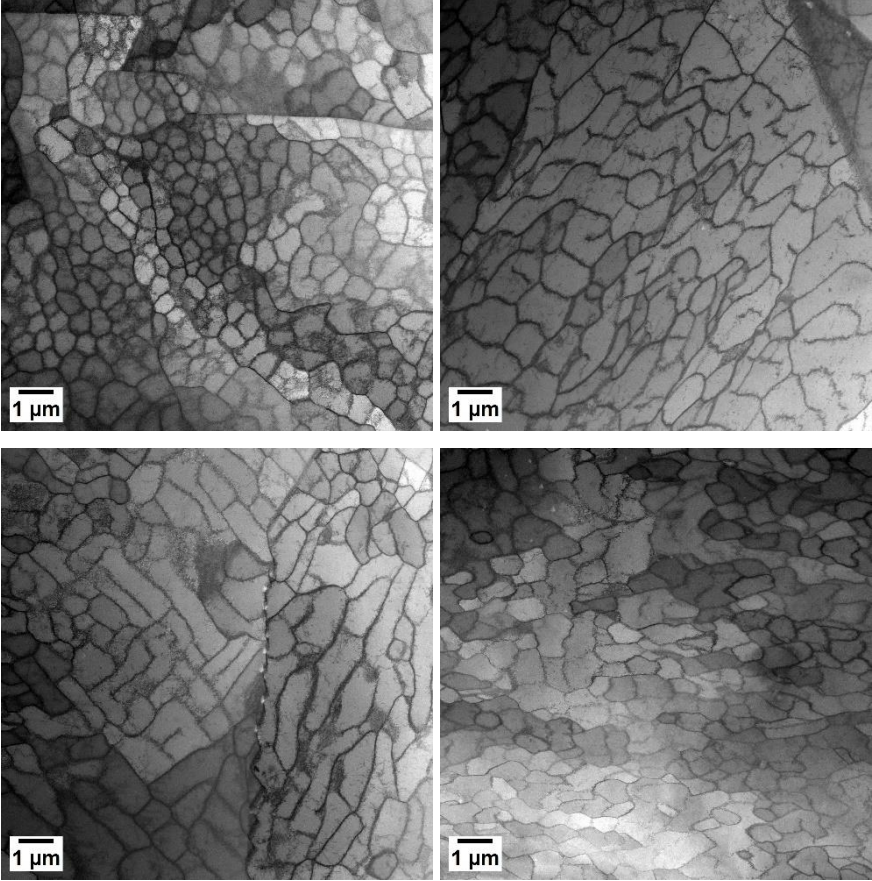
A. 3: Versetzungsanordnungen in Nickel nach einer Belastung mit $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,1\%$.



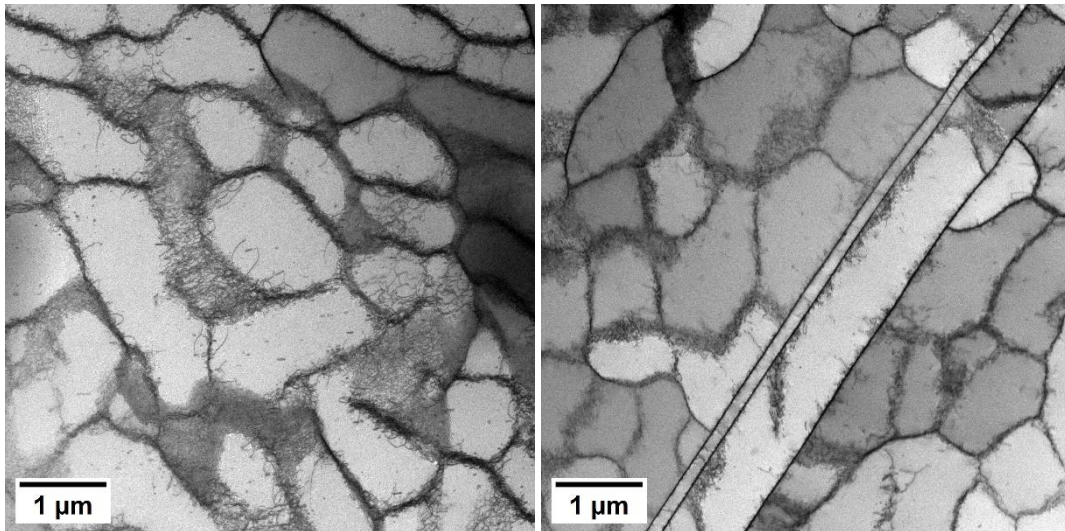
A. 4: Versetzungsanordnungen in Nickel nach einer Belastung mit $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,2\%$.



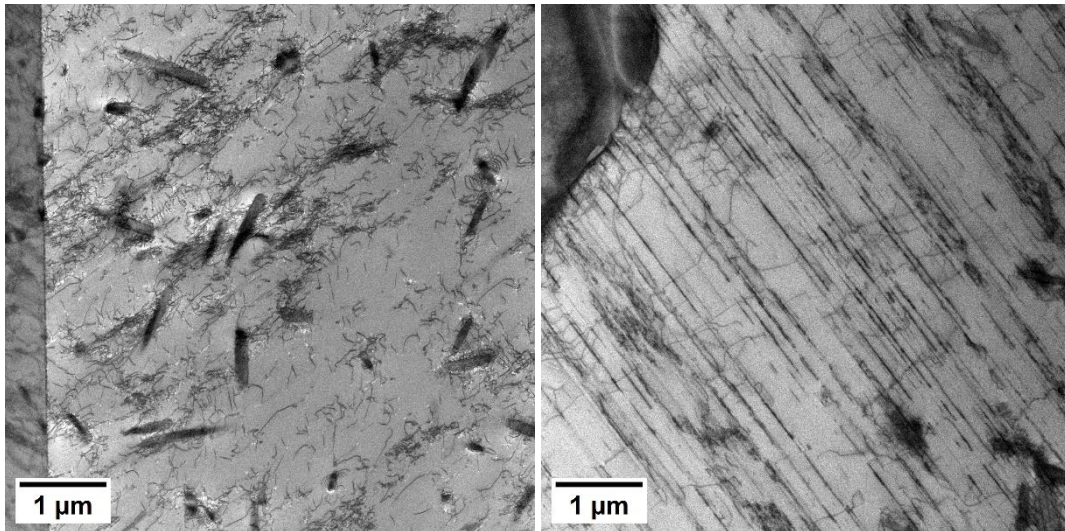
A. 5: Versetzungsanordnungen in Nickel nach einer Belastung mit $\Delta\epsilon_p/2 = 0,3\%$.



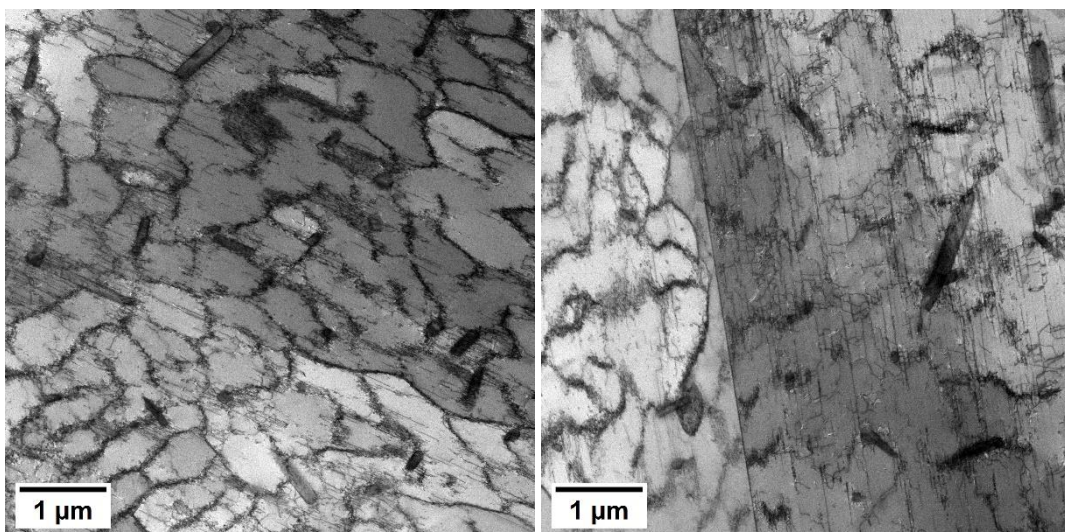
A. 6: Versetzungsanordnungen in Nickel nach einer Belastung mit $\Delta\epsilon_p/2 = 0,4\%$.



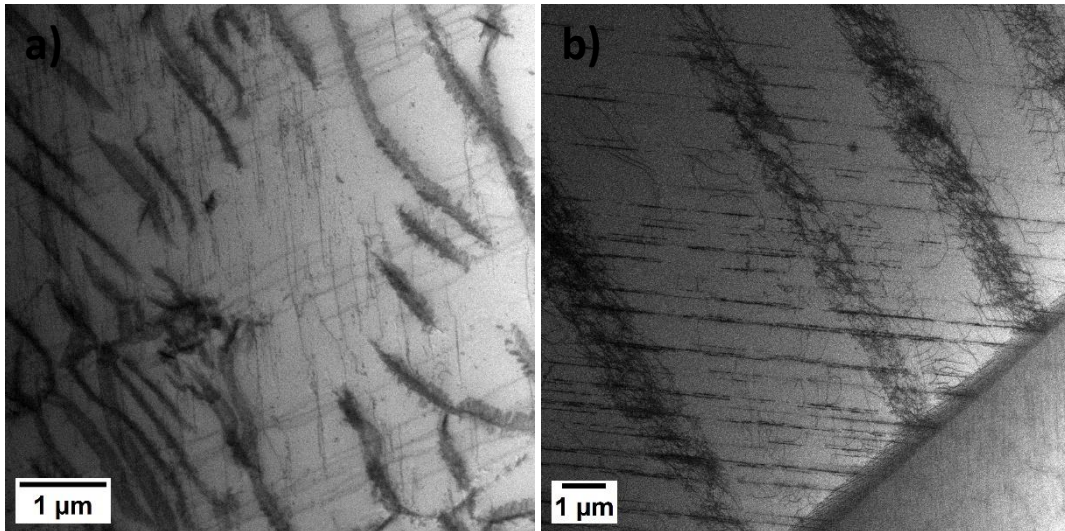
A. 7: Versetzungsanordnungen in Nickel nach einer Belastung mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,3\%$ nach $N = 3000$.



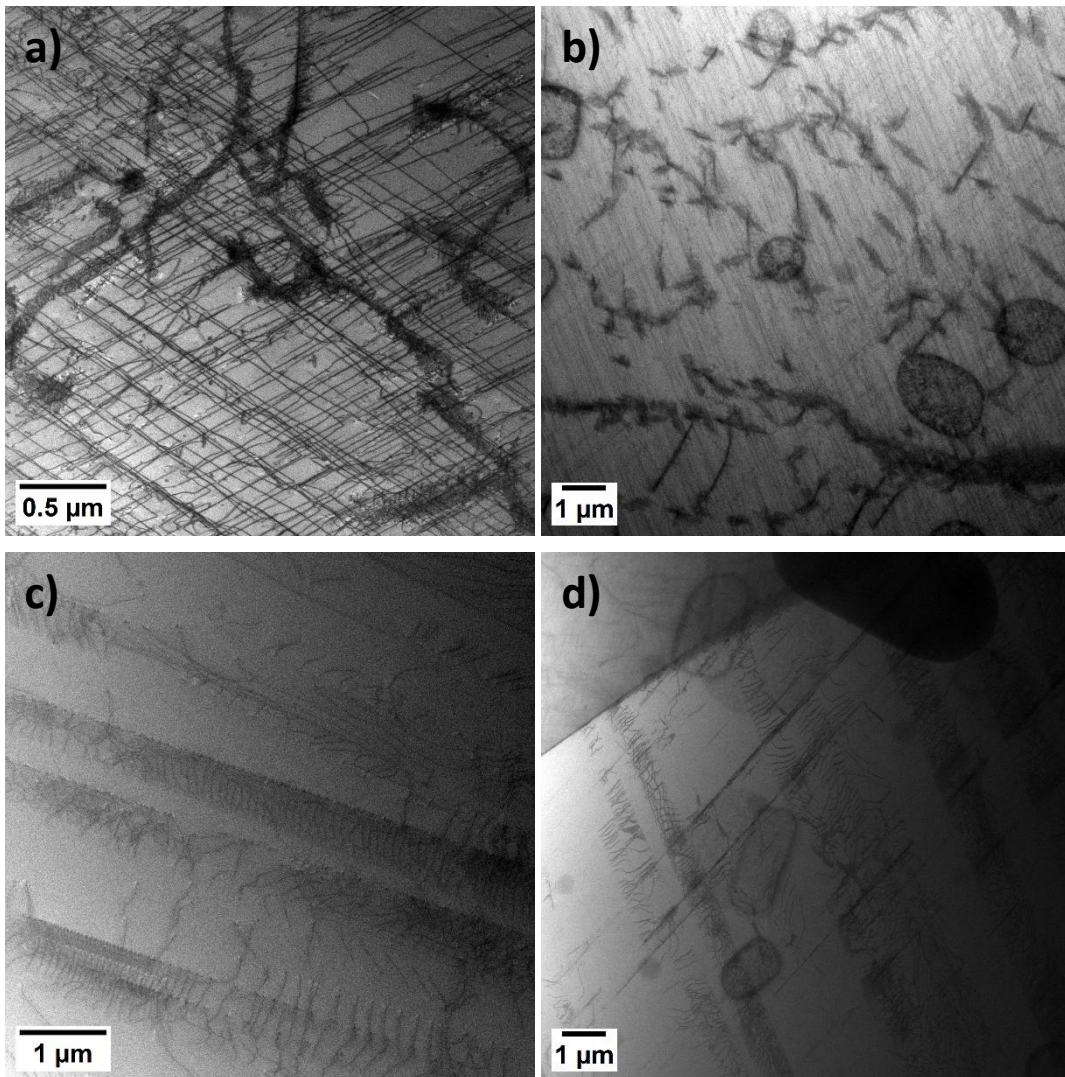
A. 8: Versetzungsanordnungen in Nimonic nach einer Belastung mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,1\%$.



A. 9: Versetzungsanordnungen in Nimonic nach einer Belastung mit $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,4\%$.



A. 10: Versetzungsanordnungen in Duplexstahl in a) Ferrit und b) Austenit nach einer Belastung mit $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,1\%$.



A. 11: Versetzungsanordnungen in Duplexstahl in a),b) Ferrit und c),d) Austenit nach einer Belastung mit $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,05\%$ und a),c) $N = 5$ und b),d) $N = 3000$.

Publikationsliste

Leidigkeit, C., Abboud, A., Shokr, M., Pietsch, U., Christ, H.-J., Untersuchungen der Ermüdungsschädigungsentwicklung in metallischen Strukturwerkstoffen mittels μ Laue-Beugung unter Nutzung eines 3D-energie dispersiven Detektors, In: Christ, H.-J. (Hrsg.), Werkstoffe und Bauteile auf dem Prüfstand – Prüftechnik – Kennwertermittlung – Schadensvermeidung, Tagung Werkstoffprüfung 2019, INVENTUM GmbH, Sankt Augustin, 2019, S. 75-80.

Leidigkeit, C., Christ, H.-J., Shokr, M., Pietsch, U., Untersuchungen der Ermüdungsschädigung in Nickel mittels μ Laue-Beugung unter Nutzung eines 3D-energie dispersiven Detektors, In: Langer, J. B., Wächter, M. (Hrsg.), Werkstoffe und Bauteile auf dem Prüfstand – Prüftechnik – Kennwertermittlung – Schadensvermeidung, Tagung Werkstoffprüfung 2020, DVM e.V., Berlin, 2020, S. 117-122.

Leidigkeit, C., Christ, H.-J., Shokr, M., Pietsch, U., Untersuchungen der Ermüdungsschädigung in Nimonic 75 mithilfe der μ Laue-Röntgenbeugung unter Verwendung eines energie dispersiven Detektors, In: Brockmann, S., Krupp, U. (Hrsg.), Werkstoffe und Bauteile auf dem Prüfstand, Tagung Werkstoffprüfung 2021, Stahlinstitut VDEh, Düsseldorf, 2021, S. 259-264.

Leidigkeit, C., Shokr, M., Tosson, A., Cakir, C. T., Radtke, M., Pietsch, U., Christ, H.-J., Using 3D energy-dispersive Laue diffraction to study fatigue damage evolution in materials showing wavy and planar slip behaviour, eingereicht bei: Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, FFEMS-12825, 2024.

Leidigkeit, C., Tosson, A., Klaus, M., Genzel, C., Pietsch, U., Christ, H.-J., Fatigue damage evolution in duplex steel investigated by Laue diffraction using a 3D energy-dispersive detector, geplante Einreichung bei: International Journal of Fatigue, 2024.