

Untersuchungen zum Einfluss innerer Grenzflächen auf das Ermüdungsverhalten metallischer Konstruktionswerkstoffe

HELGE KNOBBE



HELGE KNOBBE

Untersuchungen zum Einfluss innerer Grenzflächen auf das Ermüdungsverhalten metallischer Konstruktionswerkstoffe

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

Dissertation, Universität Siegen, 2016

Herausgeber:
Prof. Dr.-Ing. habil. H.-J. Christ
Lehrstuhl fuer Materialkunde und Werkstoffpruefung
Institut fuer Werkstofftechnik
Paul-Bonatz-Str. 9-11
Universitaet Siegen
D-57068 Siegen

© Copyright Helge Knobbe 2016
© Copyright Lehrstuhl fuer Materialkunde und Werkstoffpruefung,
Universitaet Siegen 2016
Alle Rechte vorbehalten, auch das des auszugsweisen Nachdruckes,
der auszugsweisen oder vollstaendigen Wiedergabe, der Speicherung
in Datenverarbeitungsanlagen und das der Uebersetzung.

urn:nbn:de:hbz:467-10810
ISSN 2193-5114

Untersuchungen zum Einfluss innerer Grenzflächen auf das Ermüdungsverhalten metallischer Konstruktionswerkstoffe

Dissertation
zur Erlangung des akademischen Grades
DOKTOR – INGENIEUR

vorgelegt von
Dipl.-Ing. Helge Knobbe
aus München

eingereicht dem
Department Maschinenbau
der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät
der Universität Siegen

Referent: Univ.-Prof. Dr.-Ing. Hans-Jürgen Christ
Koreferent: Univ.-Prof. Dr.-Ing. Ulrich Krupp

Tag der mündlichen Prüfung: 16.12.2016

Vorwort

Die vorliegende Arbeit ist während meiner Zeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Werkstofftechnik der Universität Siegen entstanden.

Mein besonders herzlicher Dank gilt Herrn Professor Dr.-Ing. habil. Hans-Jürgen Christ, der mir die Möglichkeit gab, diese Arbeit anzufertigen und auf dessen Unterstützung ich auch in schwierigen Phasen stets bauen durfte. Ebenso möchte ich Herrn Professor Dr.-Ing. habil. Ulrich Krupp danken, der die wissenschaftliche Leitung des Forschungsprojekts innehatte. Seine beständige Unterstützung hat maßgeblich zum Gelingen der hier vorliegenden Arbeit beigetragen.

Den technischen und (ehemaligen) wissenschaftlichen Mitarbeitern des Instituts für Werkstofftechnik danke ich für ihre stetige Unterstützung. Insbesondere möchte ich meinen Kollegen Dr.-Ing. Philipp Köster, Dr.-Ing. Ingmar Roth, Dipl.-Ing. Martin Kübbeler, Dr.-Ing. Thomas Heckel, Dr.-Ing. Christian Stöcker und Professorin Dr.-Ing. Martina Zimmermann für die zahlreichen Diskussionen und die angenehme Arbeitsatmosphäre danken. Herrn Dipl.-Ing. Wolfgang Kramer und den Mitarbeitern der Fachbereichswerkstatt danke ich für die technische Unterstützung zur Anpassung der Prüftechnologie sowie für die Probenfertigung. Ferner gebührt auch den (ehemaligen) studentischen Mitarbeitern Dipl.-Ing. Jens Kördel, Dipl.-Ing. Andrei Grigorescu, Dipl.-Ing. Bernd Schenkel, Dipl.-Ing. Stefan Löcherbach und Dipl.-Ing. Rebecca Buchen mein Dank für ihre umfangreiche Unterstützung.

Ganz besonders möchte ich mich bei meiner Familie bedanken. Die dauerhafte Unterstützung meiner Eltern Ingetraut und Rolf-Jürgen ermöglichten mir den Zugang zu höherer Bildung, welche den Grundstein der hier vorliegenden Arbeit bildete. Ihnen möchte ich die vorliegende Arbeit widmen. Meiner lieben Frau Ji-Hye danke ich insbesondere für ihre während der Fertigstellung dieser Arbeit erforderliche Geduld und ihr Verständnis. Trotz zahlreicher Entbehrungen in dieser Zeit hat sie mir immer zur Seite gestanden.

Inhalt

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis	III
Kurzfassung	VII
Abstract	VIII
1. Einleitung und Zielsetzung	1
2. Grundlagen	5
2.1. Verformung im Kristallgitter	6
2.1.1. <i>Elastische Verformung</i>	6
2.1.2. <i>Plastische Verformung</i>	10
2.2. Rissinitiierung	16
2.3. Rissausbreitung	18
2.4. Ermüdung bei sehr hohen Lastspielzahlen	23
2.5. Lebensdauervorhersage	27
2.5.1. <i>Phänomenologische Modelle</i>	27
2.5.2. <i>Mechanismenorientierte Modelle</i>	35
3. Verwendete Werkstoffe	43
3.1. Duplexstahl	43
3.1.1. <i>Historie und Anwendungsgebiete</i>	43
3.1.2. <i>Mechanisches Verhalten</i>	45
3.1.3. <i>Wärmebehandlung und Mikrostruktur</i>	46
3.2. Titan	49
3.2.1. <i>Historie und Anwendungsgebiete</i>	49
3.2.2. <i>Mechanisches Verhalten</i>	53
3.2.3. <i>Wärmebehandlung und Mikrostruktur</i>	54
4. Experimentelle Methoden	56
4.1. Material und Wärmebehandlung	56
4.2. Probengeometrie und -behandlung	58
4.3. Prüftechnik	61
4.4. Mikrostrukturelle Untersuchungen	65
4.4.1. <i>Rasterelektronenmikroskop</i>	65
4.4.2. <i>Rasterelektronenmikroskop kombiniert mit fokussiertem Ionenstrahl</i>	67
4.4.3. <i>Transmissionselektronenmikroskop</i>	68
4.4.4. <i>Ergänzende experimentelle Ausstattung</i>	69
5. Ergebnisse	70
5.1. Duplexstahl	70
5.1.1. <i>Materialcharakterisierung</i>	70
5.1.2. <i>Wöhlerkurve</i>	78
5.1.3. <i>Schädigungsinitiierung durch plastische Verformung</i>	82
5.1.4. <i>Rissinitiierung</i>	91
5.1.5. <i>Bedeutung spezieller Korngrenzen</i>	93
5.1.6. <i>Bedeutung der nicht speziellen Korngrenzen</i>	95
5.1.7. <i>Experimente zur Lebensdauervorhersage</i>	99
5.1.7.1. <i>Versuche für die Lebensdauerbeschreibung mit PHYBAL_{LSV}</i>	99
5.1.7.2. <i>Langrissmessungen</i>	105
5.2. Titanlegierung	108
5.2.1. <i>Materialcharakterisierung</i>	108

5.2.2.	<i>Wöhlerkurve</i>	122
5.2.3.	<i>Rissinitiierung</i>	124
5.2.4.	<i>Rissausbreitung</i>	126
5.2.5.	<i>Experimente zur Bestimmung von Modellparametern</i>	144
5.2.6.	<i>Experimentelle Bestimmung des Ausbreitungsverhaltens langer Ermüdungsrisse</i>	147
6.	Diskussion	150
6.1.	Materialcharakterisierung.....	150
6.2.	Wöhlerkurve.....	153
6.3.	Schädigung durch plastische Verformung.....	155
6.4.	Rissinitiierung	156
6.5.	Bedeutung spezieller Korngrenzen.....	157
6.6.	Bedeutung der nicht speziellen Korngrenzen.....	158
6.7.	Rissausbreitung	159
6.8.	Versuche zur Lebensdauerbeschreibung und zur Bestimmung von Modellparametern	161
6.9.	Langrissausbreitung.....	163
7.	Beschreibung und Modellierung der Lebensdauer	166
7.1.	Duplexstahl.....	166
7.2.	Titanlegierung	168
7.3.	Vergleich der Ansätze und Relevanz für die Gefügeoptimierung.....	178
8.	Zusammenfassung und Ausblick	181
	Literatur	184

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

Abkürzungen

A	Bruchdehnung
AFM	atomic force microscopy
BSE	back-scattered electrons
CCD	charge-coupled device
CSL	coincidence site lattice
CTOD	crack tip opening displacement
CTSD	crack tip sliding displacement
CVD	chemical vapor deposition
EBSD	electron back-scattered diffraction
ECC	electron channeling contrast
EDX	energiedispersive Röntgenspektroskopie
ESV	Einstufenversuch
FFC	Fray-Farthing-Chen
FGA	fine granular area
FIB	focussed ion beam
GBF	granular bright facet
hdp	hexagonal dichtest gepackt
HV	Härte nach Vickers
IST	incremental step test
kfz	kubisch flächenzentriert
krz	kubisch raumzentriert
LCB	low cost Beta
LMIS	liquid metal ion source
LSV	Laststeigerungsversuch
m.r.d.	multiple random distribution
ma	mill annealed
ODA	optically dark area
OIM	orientation imaging microscopy
PGB	persistente Gleitbänder
PHYBAL	physikalisch basierte Lebensdauervorhersage
PHYBAL _{LSV}	physikalisch basierte Lebensdauervorhersage mittels Laststeigerungsversuch
PRE _N	pitting resistance equivalent number
RA	Rissausbreitungsrichtung
REM	Rasterelektronenmikroskop
S	Schmelze
sht	solution heat treated
TEM	Transmissionselektronenmikroskop

VHCF very high cycle fatigue

Griechische Symbole

α	Drehwinkel
β	Kippwinkel
β_i	Gleitbandwinkel
β_j	Gleitbandwinkel
ε	Dehnung
ε'_b	Ermüdungsduktilitätskoeffizient
$\varepsilon_{a, ges}$	Gesamtdehnungsamplitude
$\varepsilon_{a, pl}$	plastische Dehnungsamplitude
ε_{kl}	Dehnungstensor
ε_{pl}	plastische Dehnung
$\Delta\varepsilon_{pl}$	plastische Dehnungsschwingbreite
φ	Winkel
λ	Winkel
σ	Spannung
$\Delta\sigma$	Spannungsschwingbreite
σ'_b	Ermüdungsfestigkeitskoeffizient
σ_a	Spannungsamplitude
σ_c	kritische Aktivierungsnormalspannung
σ_d	Dauerfestigkeit
σ_f	Fließspannung
$\sigma_{f, zykl}$	zyklische Fließspannung
σ_{ij}	Spannungstensor
σ_{max}	maximale Spannung
σ_{min}	minimale Spannung
σ_{vM}	von Mises Vergleichsspannung
τ	Schubspannung
τ_c	kritische Aktivierungsschubspannung
$\tau_{f, zykl}$	zyklische Fließschubspannung

Lateinische Symbole

a	Risslänge
A	Anisotropiefaktor
b_f	Ermüdungsfestigkeitsexponent
C_{11}	elastische Konstante
C_{12}	elastische Konstante
C_{13}	elastische Konstante
C_{33}	elastische Konstante

C_{44}	elastische Konstante
c_{CTOD}	werkstoffspezifische Konstante, Faktor im Risswachstumsgesetz (Rissspitzenöffnung)
c_{CTSD}	werkstoffspezifische Konstante, Faktor im Risswachstumsgesetz (Rissspitzenableitung)
c_d	Ermüdungsduktilitätsexponent
C_{ijkl}	Elastizitätstensor
C_p	werkstoffspezifische Konstante, Faktor im Risswachstumsgesetz nach Paris
D	mittlerer Korndurchmesser
E	Elastizitätsmodul
E_D	differenzieller Elastizitätsmodul
F	Kraft
f	Frequenz
G	Einflussmatrix
G	reziproker Gittervektor
i	Elementindex
j	Elementindex
k	Elastizitätskonstante
K	Spannungsintensitätsfaktor
K_c	kritischer Spannungsintensitätsfaktor
K_f	zyklischer Festigkeitskoeffizient
k_{hp}	Hall-Petch Konstante
K_{max}	maximaler Spannungsintensitätsfaktor
K_{min}	minimaler Spannungsintensitätsfaktor
ΔK	zyklischer Spannungsintensitätsfaktor
ΔK_0	Schwellenwert des zyklischen Spannungsintensitätsfaktors
M	allgemeine Messgröße
M	Index der allgemeinen Messgrößen
m_{CTOD}	werkstoffspezifische Konstante, Exponent im Risswachstumsgesetz (Rissspitzenöffnung)
m_{CTSD}	werkstoffspezifische Konstante, Exponent im Risswachstumsgesetz (Rissspitzenableitung)
m_p	werkstoffspezifische Konstante, Exponent im Risswachstumsgesetz nach Paris
\underline{n}	Normalenvektor
N	Zyklenzahl
n	zyklischer Festigkeitsexponent
N_b	Bruchzyklenzahl
r	Atomabstand
R	Spannungsverhältnis
ΔR	Widerstandsdifferenz
r_0	Abstand zwischen Versetzungsquelle und Korngrenze

R_m	Zugfestigkeit
R_p	Dehngrenze
S	Schmidfaktor
T	Temperatur
ΔT	Temperaturdifferenz
\underline{t}	Tangentialvektor
U	Atomabstandspotential
x	Ortskoordinate
Y	Korrekturfunktion
y	Ortskoordinate
Z	Zonenachse
$\Delta CTOD$	zyklische Risspitzenöffnung
$\Delta CTSD$	zyklische Risspitzenableitung

Kurzfassung

In dieser Arbeit wird das Ermüdungsverhalten bei hohen und sehr hohen Lastspielzahlen (bis 10^8 Lastwechsel) zweiphasiger Konstruktionswerkstoffe am Beispiel eines Duplexstahls und einer Titanlegierung untersucht. Ein besonderes Augenmerk liegt dabei auf der stark durch die Mikrostruktur beeinflussten Schädigungsinitiierung sowie dem Wachstum kurzer Ermüdungsrissse. Es zeigt sich, dass die in der Mikrostruktur enthaltenen Phasengrenzen für beide Werkstoffe den die Wechselfestigkeit bestimmenden Beitrag liefern.

Die Schädigung beginnt im Duplexstahl durch Abgleitung in der weicheren Austenitphase in Körnern mit hohem Schmidfaktor, während anschließend die überwiegende Anzahl der entstehenden Risse in Folge der elastischen und plastischen Inkompatibilität an den Phasengrenzen initiiert. Eine Definition der physikalischen Dauerfestigkeit des Werkstoffs ergibt sich aus der Barrierewirkung der Phasengrenzen, an denen Versetzungen und Risse bei kleinen Belastungsamplituden stoppen. Korngrenzen, und hier insbesondere die im Duplexstahl vorhandenen Zwillingsgrenzen, besitzen aufgrund des nicht vorhandenen Drehwinkels lediglich einen untergeordneten Einfluss auf die Ermüdungsfestigkeit. Aus der nur im Sonderfall beobachteten Rissinitiierung an herstellungsbedingten nichtmetallischen Einschlüssen wird zusätzlich eine technologische Dauerfestigkeit des Werkstoffs abgeleitet.

Im Falle der Titanlegierung, die in zwei Gefügeständen untersucht wurde, findet die Rissinitiierung vorwiegend in der sekundären Alphaphase statt. Als die die Rissausbreitung dominierenden Faktoren stellen sich die primären Gleitsysteme (basal und prismatisch) heraus, die mit einem hohen Schmidfaktor in Relation zur äußeren Belastung versehen sind. Darüber hinaus zeigt sich, dass Risse teilweise auch normalspannungskontrolliert und interkristallin in den lamellaren Gefügebestandteilen wachsen.

Die gewonnenen Ergebnisse fließen schließlich in zwei verschiedene Methoden zur Lebensdauervorhersage ein. Das für den Duplexstahl zur Anwendung gebrachte, phänomenologisch gestützte Konzept PHYBAL_{LSV} ist in der Lage, auf Basis von drei Ermüdungsversuchen eine zuverlässige und konservative Abschätzung der Ermüdungsfestigkeit zu liefern. Im Falle der Titanlegierung wird ein mechanismenorientierter Ansatz gewählt, der auf der Simulation der Kurzrisssausbreitung in zweidimensionalen virtuellen Gefügen beruht. Da in diesem Modell die identifizierten Charakteristika des mikrostrukturbestimmten Risswachstums berücksichtigt sind, lassen sich Lebensdauern auf Basis synthetischer Wöhlerkurven auch in virtuellen Mikrostrukturen berechnen. Am Ende der Arbeit wird eine technologisch und wirtschaftlich attraktive Kombination der beiden Konzepte vorgeschlagen, die eine virtuelle Gefügeoptimierung gefolgt von der experimentell abgesicherten Lebensdauerermittlung beinhaltet.

Abstract

This thesis covers the fatigue behaviour of two-phased construction materials at high and very high numbers of cycles (up to 10^8 load reversals) using the example of a duplex steel and a titanium alloy. Main emphases are put to the early stage of damage initiation and the growth of short fatigue cracks. Both phenomena are strongly dependant on the local microstructure. It becomes apparent that the phase boundaries present in both alloys determine the fatigue strength.

In case of the duplex steel fatigue damage starts by slip in the softer austenite predominantly in grains exhibiting a high Schmid factor, whereas most of the cracks developing afterwards initiate at phase boundaries due to the elastic and plastic incompatibility. A definition of the physical fatigue limit results from the barrier effect of phase boundaries, where dislocations and short cracks are stopped in case of low load amplitudes. Grain boundaries, in particular twin grain boundaries present in the duplex steel, exhibit only a minor influence on the fatigue strength due to the missing twist angle. The rarely observed exception of crack initiation at non-metallic inclusions, which result from production, is used to establish a technological fatigue limit in addition.

In case of the titanium alloy, which was investigated in two different microstructural modifications, crack initiation predominantly is observed in the secondary alpha phase. The crack propagation is mainly controlled by those primary slip systems (basal and prismatic), which exhibit a high Schmid factor with respect to the external load. Moreover, it can be shown that some cracks partially grow by an intercrystalline mechanism in the lamellar part of the microstructure controlled by the maximum normal stress.

Furthermore, the results are used to establish two different methods for predicting the fatigue lifetime. In case of the duplex steel, this is the phenomenologically based concept of PHYBAL_{LSV}, which uses three fatigue experiments in order to determine a reliable and conservative estimation of the fatigue strength. A mechanism-based approach is chosen in case of the titanium alloy, which relies on the simulation of short fatigue crack growth in two-dimensional virtual microstructures. Since this model takes into account the identified characteristics of the crack growth which is depending on the microstructure, lifetimes based on synthetic Wöhler curves can be calculated using also virtual microstructures. Finally, a technologically and economically attractive combination of both concepts is proposed by using the short crack model for the optimisation of virtual microstructures followed by the experimental verification of the calculated lifetimes.

1. Einleitung und Zielsetzung

Zu den wichtigsten Aufgaben des Konstrukteurs gehört nach wie vor die sichere Auslegung von Bauteilen und Komponenten. Motiviert wird diese Notwendigkeit in erster Linie durch die Tatsache, dass oftmals Menschenleben durch ein mögliches Versagen bedroht sind. Aus geschichtlicher Sicht gab und gibt es immer wieder mehr oder weniger dramatische Schadensfälle an technischen Anlagen aller Art. Vor allem im Verkehrswesen finden sich zahlreiche Unglücke, von denen einige hier Erwähnung finden sollen, um die Notwendigkeit zur Auseinandersetzung mit der Thematik besser zu verdeutlichen.

Das oftmals zitierte Eisenbahnunglück vom 8. Mai 1842 in Meudon gilt als eines der Initialereignisse für das Bauteilversagen unter schwingender Beanspruchung. Auf dem Weg von Versailles nach Paris brach die Achse der ersten Dampflokomotive, entgleiste und führte zu einem der schwersten Eisenbahnunglücke des 19. Jahrhunderts. Einen zeitgenössischen Ablauf der Ereignisse, in deren Folge nicht nur mehr als 50 Menschen starben, sondern auch der Bedarf erkannt wurde, systematische Ermüdungsversuche an Bauteilen durchzuführen, findet sich in ADAMS (1879). Besonders RANKINE (1843), der mit der Untersuchung des Unglücks beauftragt war, und WÖHLER (1860) haben sich darum verdient gemacht, mittels Laborversuch die Beanspruchungssituation zu simulieren und Aussagen über das Bauteilverhalten zu treffen. Diese Aussagen, im Wesentlichen die Vorhersage der Lebensdauer, sind die notwendige Datengrundlage des Konstrukteurs zur sicheren Auslegung.

Allerdings ist dies keineswegs hinreichend, denn zusätzlich wird die Frage zu beantworten sein, welchen Beanspruchungen die Konstruktion unterliegt. Die Belastungssituation kann höchst unterschiedlich und beliebig komplex sein; es kann zwischen mechanischer, thermischer und chemischer Beanspruchung unterschieden werden, wobei ein reales Bauteil fast immer durch die Überlagerung mehrerer Beanspruchungsarten belastet wird. Nicht immer ist genau zu klären, welche Lasten auftreten, auch wenn heutzutage zahlreiche computergestützte Rechenprogramme für derartige Analysen Verwendung finden. Darüber hinaus hängt das Bauteilverhalten von Werkstoff und Konstruktion ab, weshalb zwischen Bauteilversuchen und Versuchen am Grundwerkstoff unterschieden wird. Die Materialermüdung, welche zweifelsfrei zu dem Unglück von 1842 führte, stellt den Fall der mechanischen Belastung dar, bei dem das Bauteil einer (in diesem Fall hoch-) zyklischen Beanspruchung unterzogen wird und in Folge dieser Belastung irgendwann versagt.

Wie notwendig die Erforschung dieses Phänomens auch nach 150 Jahren noch ist dokumentiert das Beispiel des Zugunglücks von Eschede am 3. Juni 1998. Aufgrund eines gebrochenen

Radreifens bei einem Hochgeschwindigkeitszug kamen 101 Menschen beim bis jetzt schwersten Unfall im Schienenverkehr der Bundesrepublik Deutschland ums Leben. Als Ursache konnte unter anderem eine bei der Auslegung nicht berücksichtigte, hochfrequente Schwingungsbelastung identifiziert werden (EISENBAHNREVUE 2004). Noch aktueller ist der Fall vom 9. Juli 2008 in Köln. Hier brach, erneut bei einem Hochgeschwindigkeitszug, eine Achse infolge der aufgetretenen Materialermüdung. Glücklicherweise geschah dies bei geringer Geschwindigkeit, sodass es keine Verletzten gab.

Wie aber kommt es nun zu Versagensfällen, deren Hintergrund in einer Ermüdungsbelastung zu suchen ist? Aus materialwissenschaftlicher Sicht verursacht die zyklische mechanische Last Veränderungen im Gefüge des Werkstoffs, die zu einem sich ausbreitenden Riss führen, der schließlich den Bruch bewirkt. Um dennoch den sicheren Betrieb eines technischen Systems während seiner Lebensdauer zu gewährleisten, wird versucht, die Konstruktion entweder derart auszulegen, dass die auftretenden Belastungen nicht zum Ausfall der Komponenten führen (safe-life design), bzw. der Ausfall einer Komponente nicht zum katastrophalen Versagen des Gesamtsystems führen kann (fail-safe design). In letzter Zeit werden neben der Sicherheit weitere Ziele bei der Konstruktion technischer Anlagen immer wichtiger. Angesichts schwindender Rohstoffe und zunehmend komplexer ökonomischer Randbedingungen, beispielsweise durch Globalisierungsvorgänge, sind kostengünstige Herstellungsverfahren und eine optimierte Werkstoffausnutzung (z. B. bei modernen Leichtbaukonzepten) unabdingbare Garantien für zukunftsfähige Entwicklungen. Die Umsetzung dieser Ziele erfordert letztendlich die Anwendung neuer und innovativer Methoden zur Lebensdauervorhersage, insbesondere vor dem Hintergrund zunehmend komplex aufgebauter, mehrphasiger Werkstoffe.

Diese Arbeit, die am Institut für Werkstofftechnik der Universität Siegen innerhalb eines interdisziplinären Verbund-Forschungsvorhabens entstand, beschäftigt sich daher mit der experimentellen Charakterisierung des hochzyklischen Ermüdungsverhaltens zweier mehrphasiger technischer Legierungen. Es sind dies eine Duplexstahllegierung und eine Titanlegierung, die unter Berücksichtigung lokaler mikrostruktureller Eigenschaften (im Besonderen der inneren Grenzflächen) untersucht werden. Die gewonnenen Ergebnisse dienen im Gesamtvorhaben dazu, Modelle zur Lebensdauervorhersage, die auf den während der Ermüdung global und lokal stattfindenden physikalischen Vorgängen beruhen, weiterzuentwickeln und zu verifizieren. Die Arbeiten zur Modellierung wurden parallel am Institut für Mechanik und Regelungstechnik – Mechatronik der Universität Siegen durchgeführt, wobei über die Ergebnisse, die in

der vorliegenden Arbeit nur am Rande Erwähnung finden können, KÖSTER (2015) ausführlich berichtet. Eine derartige Kooperation zwischen beiden Instituten besteht bereits seit 1998. Die Arbeiten begannen mit der Untersuchung einer einphasigen Titanlegierung, an der FLOER (2003) die experimentellen Resultate erarbeitete und SCHICK (2004) die Modellentwicklung übernahm. Eine Erweiterung auf zweiphasige Legierungen am Beispiel des Duplexstahls lieferten DÜBER (2007) und KÜNKLER (2007). Den dort entwickelten Modellen ist gemein, dass sie die Ausbreitung kurzer Ermüdungsrisse zweidimensional in kubischen Gitterstrukturen betrachten. Eine solche Betrachtungsweise wird im Falle der zweiphasigen Titanlegierung auf die hexagonale Gitterstruktur erweitert. Dieser Teil des Forschungsvorhabens entstand unter Beteiligung der Industrie, namentlich der Böhler Schmiedetechnik GmbH & Co. KG. Hintergrund der unter dem Namen „VIRTOP“ (virtuelle Gefügeoptimierung) laufenden Untersuchungen war die Anpassung und Erweiterung des von KÜNKLER (2007) genutzten Modells, um Lebensdauerberechnungen für die Titanlegierung in unterschiedlichen Gefügeständen zu ermöglichen. Das Ziel bestand darin, durch Variation der Gefügeparameter Lebensdauern zu berechnen und so, zunächst ausschließlich virtuell, zu lebensdaueroptimierten Gefügeständen zu gelangen. Nachfolgend können diese Gefügestände durch Variation der Herstellungsprozesse (in diesem Fall der Schmiedeprozesse und der Wärmebehandlung) real eingestellt werden. Damit findet das auf zweidimensionaler Rissausbreitung basierte Modell erstmals praktische Anwendung. Voraussetzung hierfür waren die in dieser Arbeit dokumentierten experimentell gesammelten Daten.

Am Duplexstahl wird der experimentelle Schwerpunkt in Ergänzung zu der Arbeit von DÜBER (2007) auf den Bereich der Schädigungsinitiierung gelegt. Diese Versuche sind vor allem bei sehr hohen Lastspielzahlen durchgeführt worden, um gleichzeitig Aussagen über das Werkstoffverhalten im Bereich jenseits von 10^6 Lastwechseln zu erlangen. Zusätzlich wird auf diesen Werkstoff eine neue und effektive Möglichkeit zur phänomenologischen Beschreibung der Lebensdauer angewendet, die auf der Messung und Auswertung mehrerer physikalischer Größen beruht.

Vor diesem Hintergrund bietet es sich an, beide Werkstoffe in den folgenden Kapiteln mehr oder weniger ausgeprägt separat voneinander zu behandeln. Die in sieben weitere Kapitel gegliederte Arbeit beschäftigt sich zunächst mit den notwendigen Grundlagen der Ermüdung und Modellierung. Anschließend wird in einem eigenen Kapitel allgemein auf die Werkstoffgruppen der beiden zu untersuchenden Werkstoffe und speziell auf die Werkstoffe selbst mit ihren Besonderheiten eingegangen. Es folgt im vierten Kapitel die Beschreibung der verwen-

deten apparativen und analytischen Ausstattung. Danach werden die in den Versuchen ermittelten Ergebnisse ausführlich dargestellt und im sechsten Kapitel, sofern möglich auch vergleichend, separat von den Ergebnissen diskutiert. Das siebte Kapitel befasst sich dann mit den für beide Werkstoffe unterschiedlichen Methoden zur Lebensdauerbeschreibung und -vorhersage, bevor die Arbeit im letzten Kapitel ausblickend zusammengefasst wird.

2. Grundlagen

Im folgenden Kapitel werden die der Ermüdung zugrundeliegenden Prozesse, soweit sie für die untersuchten Werkstoffe von Bedeutung sind, erläutert. Zu Beginn stehen dabei die elastische und plastische Verformung im Kristallgitter, in deren Folge es zur Rissinitiierung und -ausbreitung kommt. Bild 2-1 gibt einen Überblick über die ablaufenden Prozesse und deren wichtigste Einflussparameter.

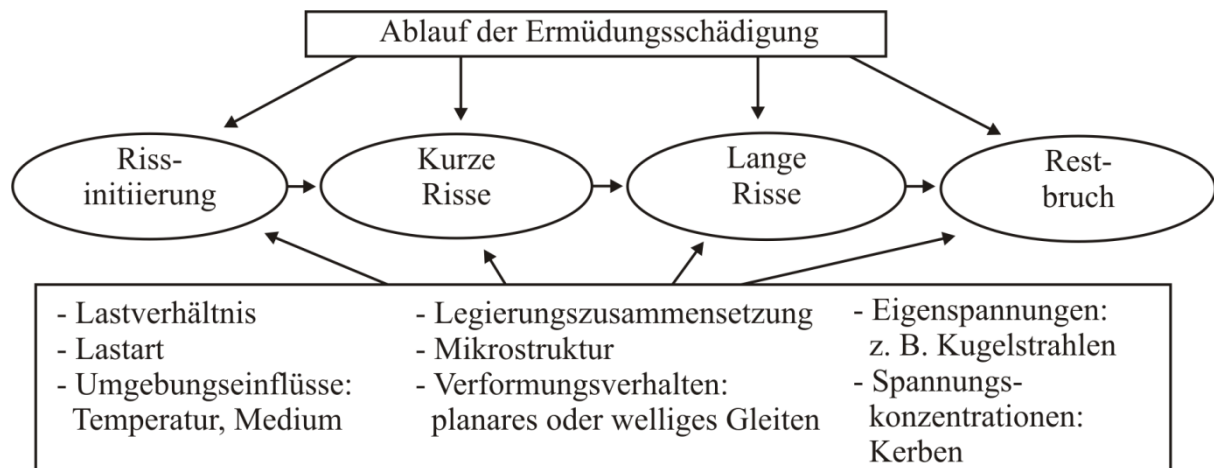


Bild 2-1: Ermüdungsschädigung und Einflussparameter

Inhalt dieser Arbeit sind vorwiegend die frühen Phasen der Ermüdungsschädigung. Rissinitiierung und Kurzrissausbreitung werden unter den Einflussfaktoren Mikrostruktur und Verformungsverhalten mit dem Ziel untersucht, eine Basis zur Modellentwicklung bereitzustellen. Die restlichen in Bild 2-1 genannten Einflüsse sind nicht Gegenstand der Untersuchungen, weshalb nicht näher auf sie eingegangen wird. Gerade bei hochzyklischer Beanspruchung, also bei geringen Belastungsamplituden, nehmen Rissinitiierung und Kurzrissausbreitung den bei weitem größten Anteil der Lebensdauer in Anspruch (nach VASUDEVAN ET AL. (2001) über 70%). Einer kurzen Beschreibung der allgemeinen Mechanismen zu Verformung und Rissausbreitung folgt eine Darstellung des speziellen Falles der Ermüdung bei sehr hohen Lastspielzahlen, der eng mit der Fragestellung der Existenz einer Dauerfestigkeit verknüpft ist. Schließlich werden die in der Arbeit verwendeten Möglichkeiten zur Beschreibung und Modellierung der Lebensdauer erläutert.

2.1. Verformung im Kristallgitter

Metallische Werkstoffe sind im Allgemeinen kristallin aufgebaut, d. h. ihre Atome besitzen eine periodisch wiederkehrende Anordnung. Viele ihrer Eigenschaften lassen sich auf die

verschiedenen Anordnungen der Atome zurückführen. Eine gängige Darstellung für Kristallstrukturen ist die Einheitszelle, sie repräsentiert die kleinste wiederkehrende Anordnung der atomaren Struktur. Die in dieser Arbeit verwendeten Werkstoffe enthalten mehrere Phasen, wobei diese unterschiedlichen Phasen kubisch flächenzentrierte, kubisch raumzentrierte und hexagonale Gitterstrukturen aufweisen. Die verschiedenen Atomanordnungen sind in Bild 2-2 dargestellt. Wichtige Parameter zur Charakterisierung von Gitterstrukturen sind die Abstände der Eckatome. Für kubische Kristalle reicht ein Gitterparameter a , für hexagonale werden zwei benötigt, a und c (Bild 2-2).

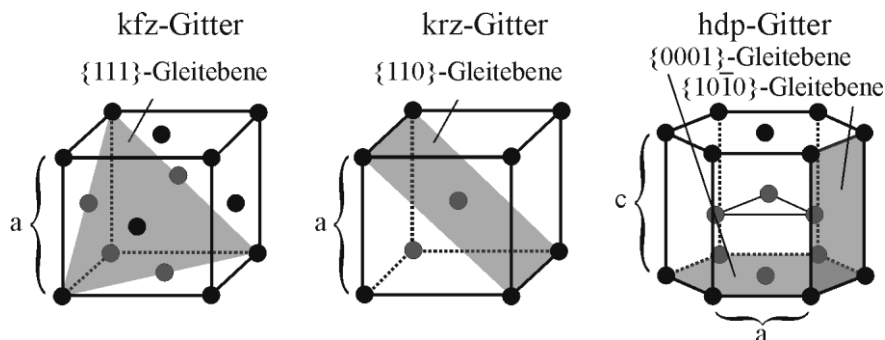


Bild 2-2: Atomanordnung verschiedener Kristallstrukturen mit wichtigen Gleitebenen

Die Beschreibung der Verformung im Kristallgitter wird durch die Einführung von Gitterebenen und Richtungen, von denen einige wichtige in Bild 2-2 eingezeichnet sind, erheblich erleichtert. Die mathematische Beschreibung in Form von Vektoren erfolgt anhand der von MILLER (1839) eingeführten Millerschen Indizes, die in den geschweiften Klammern angegeben sind. Für eine ausführliche Beschreibung dieser sowie weiterer Gittertypen sei auf die Literatur verwiesen, z. B. CALLISTER (2007) oder GOTTSTEIN (2007).

2.1.1. Elastische Verformung

Werden kristallin aufgebaute Werkstoffe mechanisch belastet, so erfolgt zunächst eine rein elastische Verformung, d. h. die Verformung ist reversibel und führt nicht zu Veränderungen in der Mikrostruktur. Dies entspricht einer Auslenkung der Atome aus ihrer Ruheposition, die sich aus dem Gleichgewicht zwischen anziehenden und abstoßenden Kräften ergibt. Aufgrund des komplexen Aufbaus realer Festkörper mit mehreren Atomsorten, Gitterdefekten und der dreidimensionalen geometrischen Anordnung der Atome ist eine exakte analytische Beschreibung dieses Zusammenhangs nicht möglich (CHRIST 1992). In mathematischer Näherung lässt sich das Atomabstandspotential U in Abhängigkeit vom Atomabstand r_0 für zwei benachbarte Atome aber durch eine Taylorreihenentwicklung charakterisieren:

$$U(r) = U(r_0) + \left(\frac{dU}{dr}\right)_{r=r_0} (r - r_0) + \frac{1}{2} \left(\frac{d^2U}{dr^2}\right)_{r=r_0} (r - r_0)^2 + \frac{1}{3!} \left(\frac{d^3U}{dr^3}\right)_{r=r_0} (r - r_0)^3 + \dots \quad (2-1)$$

Aus Gleichung (2-1) folgen wichtige Konsequenzen für das elastische Materialverhalten. Zunächst ist der Atomabstand r_0 zwischen zwei Atomen innerhalb einer Elementarzelle nicht zwangsläufig gleich. Diese Überlegung führt zur Annahme, dass die elastische Verformung nicht isotrop ist, sondern eine Richtungsabhängigkeit (Anisotropie) existiert, die für viele Metalle auch nachgewiesen werden kann. Weiterhin kann eine Verformung nur in bestimmten Grenzen linear mit der Beanspruchung steigen, da der Zusammenhang zwischen U und r nicht reinparabolisch ist. Ferner sei angemerkt, dass sich auch die Temperatur stark auf die elastische Verformung auswirkt, dieser Effekt hier jedoch nicht näher beleuchtet wird. Ebenfalls wird auf eine ausführliche mathematische Herleitung aller Formeln zugunsten einer kompakten Darstellung der wichtigsten Zusammenhänge verzichtet, siehe dafür z. B. HERTZBERG (1996) oder RÖSLER ET AL. (2006). Da das Atomabstandspotential in der Gleichgewichtslage der Bindungsenergie entspricht, kann durch Ableiten obiger Formel die zwischenatomare Kraft berechnet werden. Aus dieser folgt dann das von HOOKE (1678) bereits empirisch gefundene Hookesche Gesetz. Nur, wenn für die Herleitung Gleichung (2-1) nach dem quadratischen Term abgebrochen, isotropes Materialverhalten unterstellt wird und die Belastung einachsiger erfolgt, resultiert der bekannte Zusammenhang zwischen einer Spannung σ und einer Dehnung ε mit dem Elastizitätsmodul E als Proportionalitätskonstante:

$$\sigma = E\varepsilon \quad (2-2)$$

Für größere Verformungen ist die Berücksichtigung des kubischen Terms notwendig. Dies führt zur Einführung einer weiteren Elastizitätskonstante k zur Beschreibung der Nichtlinearität (k -Konzept):

$$\sigma = E_0\varepsilon + k\varepsilon^2 \quad (2-3)$$

Der Wert E_0 bezieht sich auf eine infinitesimal kleine Dehnung. Experimentell erkannt wurde die nichtlineare Veränderung der Dehnung mit der Spannung im elastischen Bereich bereits von GRÜNEISEN (1907), der unterschiedliche Werte für den E -Modul in Abhängigkeit von der Belastung finden konnte. Spätere Untersuchungen von SOMMER ET AL. (1991) an hochfesten Stählen haben gezeigt, dass der Effekt auch bei zyklischer Belastung von Bedeutung sein

kann. Zur Korrektur gemessener Spannungs-Dehnungs-Hysteresen führen die Autoren den differentiellen Elastizitätsmodul ein:

$$E_D(\sigma) = \sqrt{E_0^2 + 4k\sigma} \quad (2-4)$$

Aus experimentell zugänglichen Daten ist es möglich, geeignete Werte für k und E_0 zu bestimmen und so den Effekt der nichtlinearen Elastizität wenigstens im einachsigen Fall zu berücksichtigen.

Der allgemeine Fall eines dreidimensionalen Spannungszustandes erfordert die Formulierung des Hookeschen Gesetzes mittels Matrixschreibweise:

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl}\varepsilon_{kl} \quad (2-5)$$

Der Spannungstensor σ_{ij} ist dabei analog zu Gleichung (2-2) über den Elastizitätstensor C_{ijkl} mit dem Dehnungstensor ε_{kl} verknüpft. Die 81 Einträge im Elastizitätstensor lassen sich aus Symmetriegründen auf fünf unabhängige Konstanten im Falle hexagonaler Kristallstrukturen und sogar auf lediglich drei für kubische Gitter reduzieren.

Für Werkstoffe mit kubischem Gitter ist der Anisotropiefaktor A nach ZENER (1948) ein gängiges Maß dafür, inwieweit sich das mechanische Verhalten vom isotropen Fall, bei dem die Verformung richtungsunabhängig ist, abweicht:

$$A = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} \quad (2-6)$$

Eine Zusammenstellung der in Gleichung (2-6) verwendeten elastischen Konstanten für die in dieser Arbeit verwendeten Phasen findet sich in Tabelle 2-1.

Tabelle 2-1: Zusammenstellung elastischer Konstanten für Einkristalle (Angaben in GPa)

Material	$E_{isotrop}$	C_{11}	C_{12}	C_{13}	C_{33}	C_{44}	A	Quelle
α -Eisen	209	233	124	-	-	117	2,1	RÖSLER ET AL. (2006)
γ -Eisen	200	205	138	-	-	126	3,8	LEDBETTER (1984)
α -Titan	112	162	92	69	181	47	-	RÖSLER ET AL. (2006)
β -Titan*	58	98	83	-	-	38	5	LEDBETTER ET AL. (2004)

*bei 1000°C

Die experimentelle Bestimmung dieser elastischen Konstanten kann durch die Messung der Ausbreitungsgeschwindigkeit von Ultraschallwellen an Einkristallen erfolgen. Dabei wird eine Probe mittels gepulsten Ultraschallsignals angeregt und die Puls-Echo Zeit gemessen

(LEDBETTER ET AL. 1980). Der Einfluss der elastischen Anisotropie spiegelt sich naturgemäß vor allem bei einkristallinen Werkstoffen wider und wird dort gezielt ausgenutzt. An Triebwerksschaufeln können so die thermischen Spannungen verringert werden, wenn der E -Modul in Spannungsrichtung minimiert wird (RÖSLER ET AL. 2006). Polykristalline Mikrostrukturen, die aus vielen verschiedenen Körnern unterschiedlicher Orientierung bestehen, können makroskopisch als isotrop angesehen werden, es sei denn sie besitzen eine ausgeprägte Textur, d. h. bestimmte Orientierungen bilden sich im Material bevorzugt aus. Aber selbst bei makroskopisch isotropem Materialverhalten können innere Spannungen, die sich aus lokaler Anisotropie ergeben, zur Initiierung von Rissen an Korngrenzen beitragen. Entsprechende Untersuchungen von HEINZ & NEUMANN (1990) und BLOCHWITZ & TIRSCHLER (2003) an austenitischen Edeltählen zeigen, dass die Rissinitiierung in diesen Werkstoffen bevorzugt an Zwillingkorngrenzen stattfindet. Die Autoren konnten mittels analytischer Berechnung auch theoretisch eine erhöhte Spannung an den Zwillingsgrenzen nachweisen. Für interkristallin wachsende Risse auf beliebigen Korngrenzen nutzen BLOCHWITZ ET AL. (2008) die Berechnung des E -Moduls in Spannungsrichtung als Maß für die elastische Anisotropie:

$$\frac{1}{E} = \frac{C_{11} + C_{12}}{(C_{11} - C_{12})(C_{11} - 2C_{12})} - 2 \left(\frac{1}{(C_{11} - C_{12})} - \frac{1}{2C_{44}} \right) Y \quad (2-7)$$

mit $Y = (\cos\alpha_1)^2(\cos\alpha_2)^2 + (\cos\alpha_2)^2(\cos\alpha_3)^2 + (\cos\alpha_3)^2(\cos\alpha_1)^2$

Die Winkel α_i in Gleichung (2-7) beziehen sich dabei auf die Winkel zwischen Probenkoordinatensystem und Kristallgitterkoordinatensystem.

FLOER (2003) hat für die β -Titanlegierung Timetal[®]LCB ebenfalls Rissinitiierung an Korngrenzen festgestellt. Die Berechnung von Spannungen wurde in diesem Zusammenhang numerisch mittels Finite-Elemente-Methode von SCHICK ET AL. (2000) durchgeführt, die ebenfalls eine Erhöhung an den Korngrenzen aufzeigt.

2.5.1. Plastische Verformung

Bekanntermaßen besitzen metallische Werkstoffe die Fähigkeit zur plastischen Verformung. Diese setzt für gewöhnlich ein, sobald eine kritische Spannung überschritten wird. Im Gegensatz zur elastischen ist die plastische Verformung nicht reversibel, d. h. sie führt zu bleibenden Veränderungen der Mikrostruktur. Die theoretisch aus dem Atomabstandspotential resultierende kritische Spannung zum Verschieben zweier Atomebenen gegeneinander um einen Atomabstand ist allerdings um einige Größenordnungen höher als es Experimente zeigen (GOTTSTEIN 2007).

Etwa zeitgleich haben OROWAN (1934), POLANYI (1934) und TAYLOR (1934) unabhängig voneinander erkannt, dass die zuvor von VOLTERRA (1907) aufgestellte Versetzungstheorie die Erklärung für die geringere kritische Spannung liefert. Versetzungen sind Baufehler im Kristallgitter, die sich mittels Änderung der Bindungen bewegen können. Bild 2-3 veranschaulicht diese Scherbewegung, die in Analogie zur Fauna der einer Raupe ähnelt. Energetisch betrachtet ist diese Bewegung wesentlich günstiger als ein Abgleiten ganzer Atomebenen gegeneinander und begründet damit die entsprechend geringere kritische Spannung.

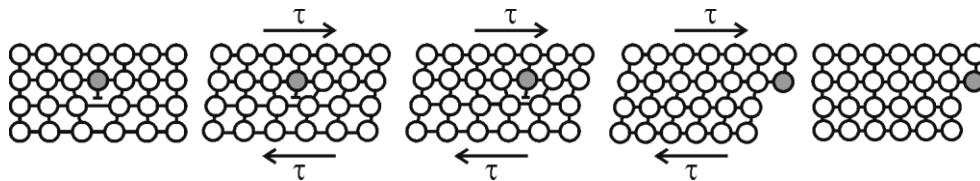


Bild 2-3: Versetzungsbewegung infolge von Schubspannungen

Um zu einer vereinfachten Vorstellung von Versetzungen zu gelangen, bietet es sich an, zwei verschiedene Extremformen zu unterscheiden, auch wenn im realen Kristall oft eine Mischform dieser vorliegt. Die erste Form, eine Stufenversetzung, ist durch eine eingeschobene Halbebene definiert (Bild 2-4a), aufgespannt durch ABCD, während sich die Schraubenversetzung aus der Verschiebung zweier Kristallhälften gegeneinander ausgehend von der Versetzungslinie ergibt (Bild 2-4b). Der allgemeinere Fall einer gemischten Versetzung ist aus Bild 2-4c ersichtlich. Den Zusammenhang mit den die Versetzung charakterisierenden Versetzungslinien und Burgersvektoren zeigen Bild 2-4b,c.

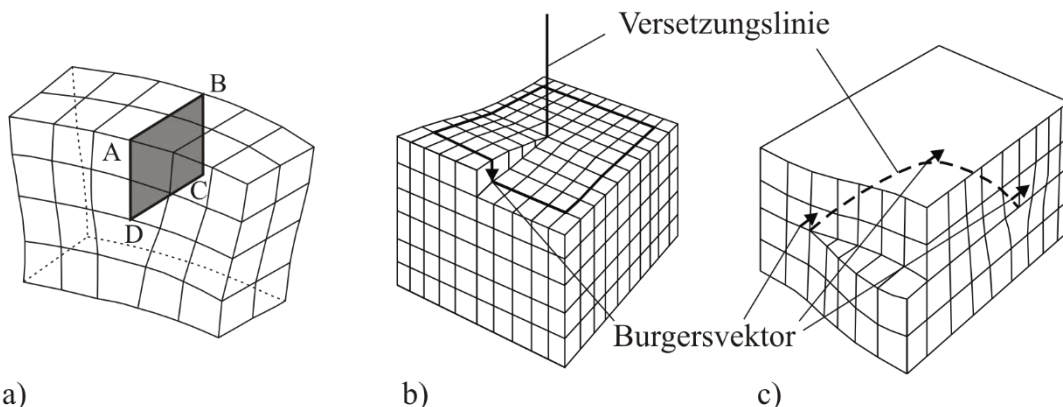


Bild 2-4: a) Stufen- und b) Schraubenversetzung mit Versetzungslinie und Burgersvektor, c) gemischte Versetzung

Der nach BURGERS (1940) benannte Burgersvektor bleibt längs der Versetzungslinie konstant und definiert die Verschiebung, die die Versetzung bei der Bewegung zwischen zwei Kristallteilen bewirkt. Der Linienvektor ist die Tangente an die Versetzungslinie, die im Allgemeinen gekrümmt verläuft. Daraus folgt für Stufenversetzungen, dass Burgersvektor und Linienvek-

tor senkrecht zueinander stehen, im Falle der Schraubenversetzung sind beide parallel zueinander. Versetzungen können sich in der Regel nicht beliebig im Kristallgitter bewegen, sondern sind an diskrete Gleitsysteme gebunden. Als Gleitsystem wird eine Gleitebene zusammen mit einer Gleitrichtung bezeichnet. Es ist leicht einzusehen, dass eine Versetzung in dichtest gepackten Ebenen entlang dichtest gepackter Richtungen am wenigsten Energie für ihre Bewegung benötigt und deshalb entsprechende Primärgleitsysteme bevorzugt. Im kubisch flächenzentrierten Gitter sind genügend solcher Systeme vorhanden, im hexagonalen Gitter stellt nur die Basalebene eine dichteste Packung dar, weshalb weitere Gleitsysteme, die einen Anteil des Burgersvektors enthalten, der nicht in der Basalebene liegt, für eine homogene plastische Verformung aktiviert werden müssen. Im Falle kubisch raumzentrierter Gitter gibt es nur dichtest gepackte Richtungen, aber keine entsprechenden Ebenen, was dazu führt, dass viele Gleitsysteme gleichberechtigt aktiviert werden können. Typ und Anzahl der am leichtesten aktivierbaren Gleitsysteme hängen also in hohem Maße vom Gittertyp ab.

Eine Besonderheit stellen Metalle mit hexagonaler Gitterstruktur dar. Hier beeinflussen das Achsenverhältnis c/a und vor allem die Elektronenkonfiguration die möglichen Gleitsysteme zusätzlich (SURESH 2006), weshalb im α -Titan neben Basal- auch Prismen- und Pyramidalgleitung beobachtet wird (HULL & BACON 2001). Eine Übersicht liefert Tabelle 2-2.

Tabelle 2-2: Übersicht über wichtige Gleitsysteme verschiedener Gittertypen

Kristallstruktur	Gleitebene	Gleitrichtung	Nicht parallele Ebenen	Gleitrichtungen pro Ebene	Gleitsysteme
kfz (γ -Eisen)	{111}	$\langle 1\bar{1}0 \rangle$	4	3	12
krz	{110}	$\langle \bar{1}11 \rangle$	6	2	12
$(\alpha$ -Eisen, β -Titan)	{112}	$\langle 11\bar{1} \rangle$	12	1	12
	{123}	$\langle 11\bar{1} \rangle$	24	1	24
hdp (α -Titan)	{0001}	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	1	3	3
	{10 $\bar{1}0$ }	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	3	1	3
	{10 $\bar{1}1$ }	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	6	1	6
	{11 $\bar{2}2$ }	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	6	1	6

Die Lage der einzelnen Ebenen und Richtungen sind in Bild 2-5 für die verschiedenen Gittertypen dargestellt, wobei natürlich nur jeweils eine Ebene für jede Ebenenschar eingezeichnet ist.

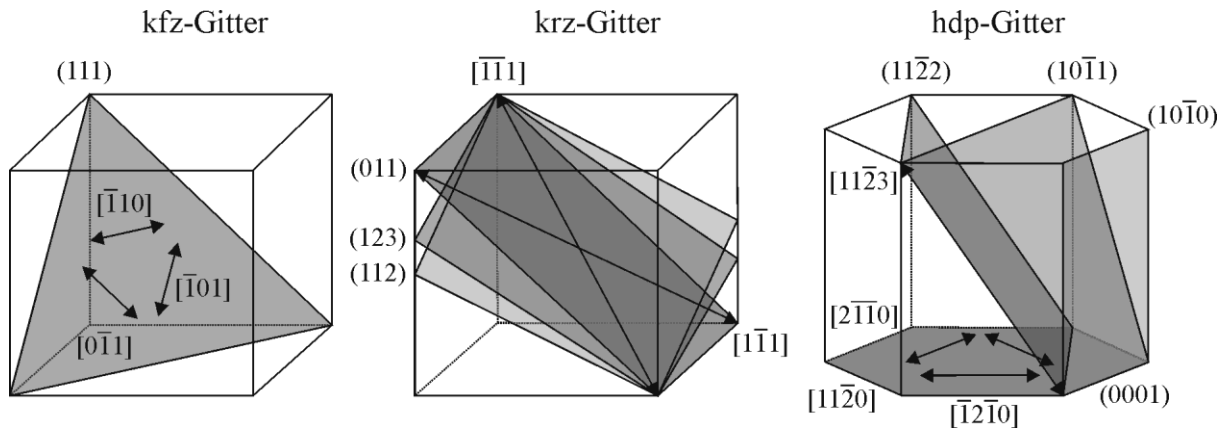


Bild 2-5: Lage der Gleitebenen und -richtungen in verschiedenen Gitterstrukturen

Aus Bild 2-3 geht hervor, dass eine Versetzungsbewegung grundsätzlich durch Schubspannungen hervorgerufen wird. Die Berechnung der Schubspannung in Folge einer einachsigen Beanspruchung erfordert die Kenntnis der geometrischen Lage der Gleitebene, für die die Schubspannung berechnet wird:

$$\tau = \sigma (\cos \varphi \cos \lambda) = \sigma S \quad (2-8)$$

Die Größen φ und λ beschreiben die Winkel zwischen Gleitebenennormale und Spannungsachse sowie Gleitrichtung und Spannungsachse, siehe Bild 2-6.

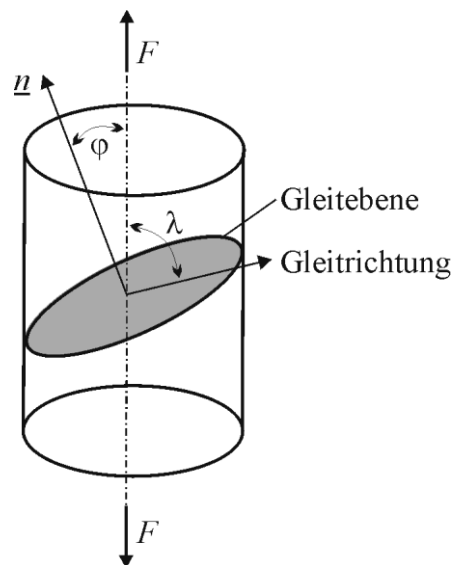


Bild 2-6: Veranschaulichung des Schmidfaktors

Zusammengefasst wird der Klammerterm in Gleichung (2-8) als Schmidfaktor S bezeichnet (SCHMID & BOAS 1935). Der Schmidfaktor nimmt Werte zwischen 0 und 0,5 an, es wird also das den höchsten Schmidfaktor aufweisende Gleitsystem zuerst aktiviert. Die Einhaltung geometrischer Kompatibilitätsbedingungen führt allerdings dazu, dass mit fortschreitender Verformung weitere Gleitsysteme aktiviert werden können (GOTTSTEIN 2007). Im Falle polykris-

talliner Werkstoffe gilt es zu beachten, dass Korn- und Phasengrenzen einen erheblichen Einfluss auf die Versetzungsbewegung haben, da die Gleitebenen im Allgemeinen in der Grenzfläche nur punktförmig aneinanderstoßen und eine Übertragung über die Grenzfläche deshalb nicht möglich ist (KRUPP 2004). Vielmehr werden die Versetzungen an den Grenzflächen aufgestaut, in dessen Folge Spannungen im Nachbarkorn induziert werden, die die Entstehung und Bewegung neuer Versetzungen unterstützen. Einen mathematischen Ausdruck dieser Tatsache liefert die Hall-Petch-Gleichung (nach HALL 1951 und PETCH 1953), die auf theoretischen Überlegungen von ESHELBY ET AL. (1951) basiert:

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k_{hp}}{\sqrt{D}} \quad (2-9)$$

Hierin bezeichnet σ_0 die kritische Schubspannung für den Einkristall, k_{hp} die Hall-Petch Konstante und D den mittleren Korndurchmesser. Die Konstante k_{hp} ist werkstoffabhängig und kann als mittlerer Widerstand der Grenzflächen gegen die Versetzungsbewegung interpretiert werden. Es folgt unmittelbar, dass mit kleiner werdender Korngröße auch die Festigkeit ansteigt. Dieser als Feinkornhärtung bezeichnete Mechanismus ist oft experimentell zu beobachten. Auf tiefergehende versetzungstheoretische Betrachtungen zu statischem und dynamischem Verhalten wird hier verzichtet, es sei auf entsprechende Literatur verwiesen (HULL & BACON 2001 oder GOTTSTEIN 2007).

Nicht unerwähnt bleiben soll jedoch der Mechanismus der mechanischen Zwillingsbildung als eine die Versetzungsbewegung ergänzende Möglichkeit zur plastischen Verformung. Die Formänderung wird in diesem Falle durch eine Scherverformung hervorgerufen, die ein spiegelsymmetrisches Umklappen eines Kristallbereiches zur Folge hat. Da die mechanische Zwillingsbildung in der Regel höhere Energien benötigt als die Abgleitung durch Versetzungsbewegung wird dieser Mechanismus nur bei so hohen Verformungen aktiviert, wie sie in dieser Arbeit nicht auftreten. Eine ausführlichere Darstellung der mechanischen Zwillingsbildung findet sich beispielsweise in RÖSLER ET AL. (2006).

Die bisherigen Ausführungen zur plastischen Verformung beziehen sich auf einachsige Verformungen. Prinzipiell gelten die gleichen Mechanismen auch bei zyklischer Belastung, jedoch sind die Spannungen geringer, weshalb meist nur primäre Gleitsysteme aktiviert werden müssen. Durch die wiederkehrende Be- und Entlastung kann es allerdings zur Ausbildung komplexer dreidimensionaler Versetzungsstrukturen kommen. Vor allem Temperatur und Belastungshöhe entscheiden neben der Kristallstruktur über die zu erwartende Versetzungsanordnung.

Für den Fall kubisch flächenzentrierter Einkristalle haben FELTNER & LAIRD (1968) erstmals eine kompakte Darstellung der Versetzungsanordnung in Abhängigkeit vom Gleitcharakter, der Belastungsamplitude und der Temperatur vorgestellt. Da der Temperatureinfluss nicht sehr ausgeprägt im dargestellten Bereich ist, wird hier eine vereinfachte Darstellung aus CHRIST (1991) verwendet (Bild 2-7):

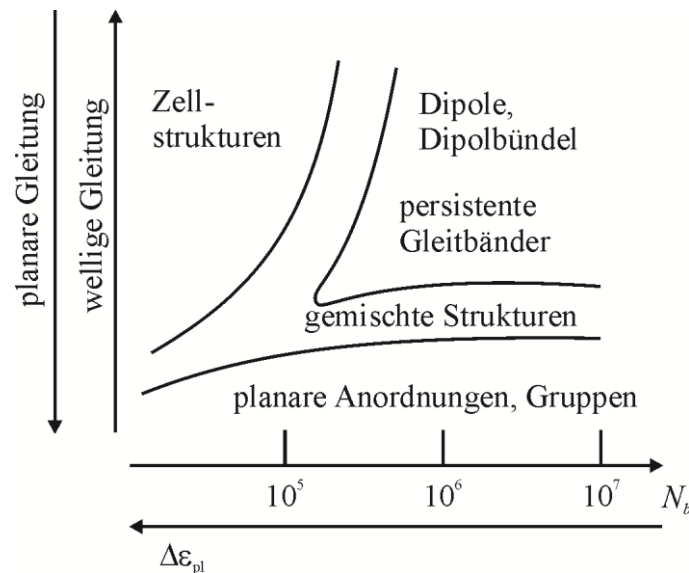


Bild 2-7: Versetzungsanordnung wechselverformter duktiler Metalle, aus CHRIST (1992)

Der Gleitcharakter gibt an, inwiefern die Versetzungen im Material die Fähigkeit aufweisen, eine dreidimensionale Struktur zu bilden. Wellige Gleitung beinhaltet dabei die Möglichkeit für Versetzungen von einer Gleitebene in eine beliebige parallel orientierte zu wechseln. Als Folge entstehen Zellstrukturen bei niedrigen, Bündel-Aderstrukturen oder sogenannte persistente Gleitbänder (PGB) bei hohen Lebensdauern. In den persistenten Gleitbändern, die zuerst von THOMPSON ET AL. (1956) als solche bezeichnet wurden, kommt es im Gegensatz zur umgebenden Matrix zu einer lokalisierten Gleitbewegung. Die plastische Verformung kann deshalb um einen Faktor 100 größer sein als in der Matrix (MUGHRABI 1978). Im Gegensatz dazu sind die Versetzungen bei planarem Gleitcharakter weitestgehend an ihre jeweilige Gleitebene gebunden. Findet doch sogenannte Quergleitung statt, so ist die Wahl der parallelen Gleitebene nicht beliebig, sondern festgelegt.

Die den Gleitcharakter bestimmenden Größen sind nach GEROLD & KARNTHALER (1989) die durch Legierungselemente beeinflussbare Nahordnung und die Stapelfehlerenergie. Letztergenannte bezeichnet die Energie eines Stapelfehlers, bzw. die zu seiner Erzeugung aufzubringende Energie bezogen auf die Fläche. Da Versetzungen unter Bildung eines Stapelfehlers zur Aufspaltung in Shockley-Partialversetzungen neigen (SHOCKLEY 1948), die nicht quergleiten können, kann durch eine geringe Stapelfehlerenergie planare Gleitung begünstigt werden.

Im kubisch raumzentrierten Gitter ist diese Aufspaltung nicht möglich, weshalb die Versetzungsstruktur der eines wellig gleitenden flächenzentrierten Materials ähnelt. Wesentliche Unterschiede sind die hohe Temperatur- und Dehnratenabhängigkeit der Versetzungsanordnung. Diese liegen darin begründet, dass die Beweglichkeit der Schraubenversetzungen das Verformungsverhalten bestimmt, und diese bei hohen Temperaturen, bzw. geringen Dehnraten mittels thermischer Aktivierung erhöht werden kann (MUGHRABI ET AL. 1981).

Die hexagonale Gitterstruktur ist der flächenzentrierten sehr ähnlich, weshalb auch hier planares und welliges Gleiten zu finden sind. Da die Versetzungen in der Basal- und den Prismenebenen ebenfalls aufspalten können, wird oftmals planares Verhalten beobachtet, wobei in Abhängigkeit von der Orientierung des Gitters zur äußeren Spannung auch Quergleitung auftreten kann (SURESH 2006).

Die Unterteilung in planares und welliges Gleitverhalten sollte nicht darüber hinwegtäuschen, dass im Falle technischer, vielkristalliner Legierungen die Spannungen selbst bei einachsiger äußerer Last im Werkstoff höchst heterogen verteilt sein können, was zu unterschiedlich starker Verformung der Körner führt. Es sind deshalb im Vielkristall je nach Orientierung und Lage (Oberfläche oder Probeninneres) in verschiedenen Körnern auch verschiedene Versetzungsstrukturen zu beobachten (CHRIST 1991). Wesentlich detailliertere Darstellungen zu Verformungsverhalten und Versetzungsstrukturen lassen sich in entsprechenden Monographien (CHRIST 1991, SURESH 2006, BÍLÝ 1993) finden.

2.2. Rissinitiierung

Die Definition der Rissinitiierung hängt sehr stark von der Betrachtungsweise ab und reicht vom Lösen erster Bindungen bis hin zur Detektierbarkeit mittels zerstörungsfreier Prüfung. In dieser Arbeit wird ein Kompromiss zwischen diesen beiden Extrempositionen verfolgt, der die Rissinitiierung mit der Detektierbarkeit eines Anrisses im Rasterelektronenmikroskop und so direkt mit der Mikrostruktur verknüpft. Ort und Mechanismus der Rissinitiierung hängen von sehr vielen unterschiedlichen Faktoren ab, weshalb hier nur die für die untersuchten Werkstoffe entscheidenden erläutert werden (eine ausführlichere Beschreibung liefert beispielsweise KRUPP 2004):

- Rissinitiierung an der Oberfläche innerhalb einzelner Körner
- Rissinitiierung an der Oberfläche an Korn- und Phasengrenzen
- Rissinitiierung im Werkstoffinneren (z. B. an Einschlüssen)

Infolge einer zyklischen Verformung kann eine lokale Aufrauung der Oberfläche beobachtet werden, die mit den bereits erwähnten persistenten Gleitbändern korreliert wird. Der Begriff Gleitband geht auf sehr frühe Arbeiten von EWING & ROSENHAIN (1899) zurück. Die Autoren beobachteten zunächst im Zusammenhang mit einachsiger Verformung schwarze Linien im Lichtmikroskop, welche sie Gleitbänder nannten. Später führten EWING & HUMFREY (1903) auch zyklische Versuche durch und waren in der Lage, die Gleitbänder als Orte der Rissinitiierung zu identifizieren. Um eine Differenzierung zwischen den üblicherweise mit einer speziellen Versetzungsstruktur in Verbindung gebrachten persistenten Gleitbändern mit jenen Gleitbändern auf der Oberfläche zu ermöglichen, wird in dieser Arbeit der Begriff Gleitspur verwendet. Sie ist dabei als Folge der an der Oberfläche ausgetretenen lokalen Versetzungsstruktur, die nicht zwangsläufig gleichbedeutend mit einem PGB ist, zu sehen. Der Begriff Gleitspur spiegelt den Hintergrund wider, dass es sich bei der Linie um eine Schnittgerade zwischen Gleitebene und Oberfläche handelt, die mathematisch allgemein auch als Spur bezeichnet wird.

An Gleitspuren entstehen durch die Irreversibilität der Abgleitung Ex- und Intrusionen. Die Irreversibilität der Gleitbewegung wird vor allem dem in die Gleitebene eindringenden Sauerstoff zugeschrieben. So konnten GOUGH & SOPWITH (1932) und später auch THOMPSON ET AL. (1956) zeigen, dass Versuche in definierter Atmosphäre ohne Sauerstoff zu einer erheblichen Verlängerung der Lebensdauer führen. Die Rissinitiierung setzt daher im Allgemeinen an stetig tiefer werdenden Intrusionen ein. Experimentell konnten HUNSCH & NEUMANN (1986) erstmals Risse an Intrusionen mittels Mikroschnitttechnik nachweisen.

Diese vorwiegend an Einkristallen gewonnen Ergebnisse lassen sich im Prinzip auch auf Polykristalle übertragen. Allerdings kann es aufgrund der Korn- und/oder Phasengrenzen zu interkristalliner Rissinitiierung kommen. Die Ursache hierfür ist zum einen in der bereits erläuterten elastischen Anisotropie zu sehen, andererseits aber auch in der plastischen Inkompatibilität. Sobald benachbarte Körner unterschiedlicher Orientierung auf ihren primären Gleitsystemen infolge einer äußeren Last abgleiten, kann es zu zusätzlichen Spannungen auf die Korngrenze kommen. Wie bereits erwähnt wurde, können sich die Versetzungen nicht einfach über die Korngrenze hinweg bewegen, sondern stauen sich zunächst an dieser auf. KIM & LAIRD (1978) sowie DÖRR & BLOCHWITZ (1987) konnten interkristalline Rissinitiierung beobachten und identifizierten den Misorientierungswinkel zwischen den betroffenen Körnern als entscheidenden Parameter für die Höhe der plastischen Inkompatibilität. Der Misorientierungswinkel ist der Winkel, der durch Rotation um die Misorientierungsachse die

Einheitszelle des einen Korns in die Einheitszelle des anderen Korns überführt. Winkel und Achse werden kurz als Misorientierung bezeichnet. Allerdings ist der Einfluss der plastischen Inkompatibilität besonders bei niederzyklischer Belastung von Bedeutung, während bei hochzyklischer Belastung vorwiegend die elastische Anisotropie bei der Rissinitiierung dominiert (KRUPP 2004).

Eine modellmäßige Beschreibung der Vorgänge, die zur Aufrauung und Rissinitiierung an der Oberfläche führen, kann auf verschiedenen Wegen erfolgen. Zum einen wird der reale Spannungszustand innerhalb der Versetzungsstruktur der persistenten Gleitbänder betrachtet, der zu Oberflächenspannungen und folglich zu Rissinitiierung führt. Zum anderen wird die Bildung von Leerstellen durch irreversible Versetzungsbewegung innerhalb der persistenten Gleitbänder betrachtet. Eine dritte Möglichkeit basiert rein auf mikromechanischen Ansätzen ohne Berücksichtigung der Versetzungsstruktur. Für eine ausführlichere Beschreibung der Modellansätze sei z. B. auf MAN ET AL. (2009) verwiesen.

Die Rissinitiierung im Probeninneren an Einschlüssen ist im Sinne dieser Arbeit eng mit der besonderen Situation der Ermüdung bei sehr hohen Lastspielzahlen verbunden. Da diesem Fall ein eigenes Kapitel gewidmet ist, finden sich die entsprechenden Erläuterungen dort.

2.3. Rissausbreitung

Das Ausbreitungsverhalten von Ermüdungsrissen lässt sich in verschiedene Phasen einteilen. Hierbei spielen vor allem die zu beobachtenden Charakteristika und die entsprechend dazu entwickelten Modelle zur Beschreibung der Rissausbreitung die entscheidende Rolle zur Differenzierung. Grundsätzlich können aus mechanischer Sicht drei verschiedene Beanspruchungsfälle (oder Moden) für einen Riss unterschieden werden, nämlich Normal- und Schubbeanspruchung in Rissrichtung und Schubbeanspruchung quer zur Rissrichtung. Bild 2-8 zeigt eine entsprechende grafische Übersicht.

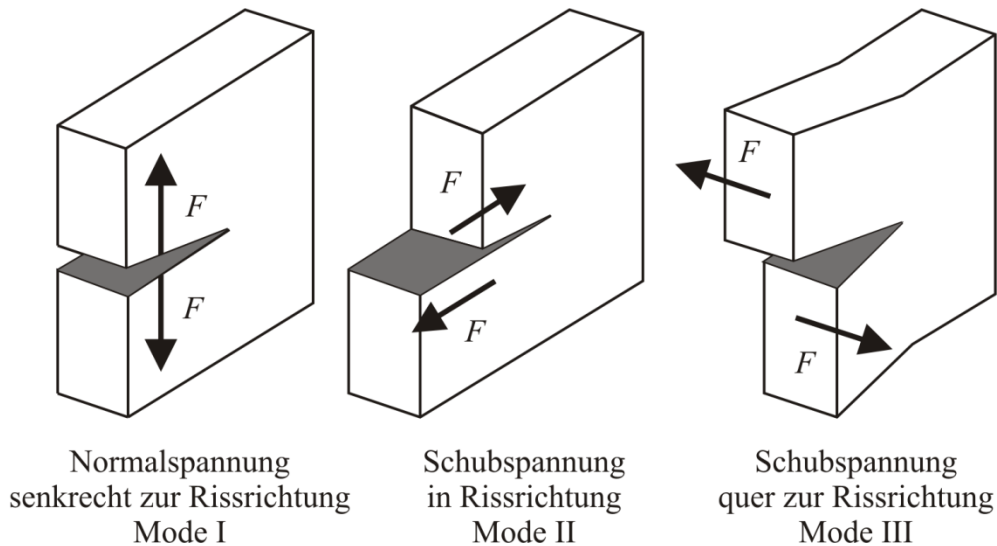


Bild 2-8: Rissöffnungsmoden

Ausgehend von einer transkristallinen Initiierung wachsen die sogenannten mikrostrukturell kurzen Risse zunächst durch Einfachgleitung (d. h. die Abgleitung bleibt auf ein Gleitsystem beschränkt) hauptsächlich schubspannungskontrolliert entsprechend Mode II. Dieses Verhalten wurde von FORSYTH (1962) als Stadium I Risswachstum bezeichnet und ist durch einen geraden Rissverlauf innerhalb der Körner entlang der höchst beanspruchten Gleitspur auf der Oberfläche gekennzeichnet, der allerdings aufgrund der Orientierungswechsel von Korn zu Korn an Korn- oder Phasengrenzen abknicken kann. Daraus resultiert der charakteristische Zick-Zack-Verlauf des Risspfades, wie er in Bild 2-9 dargestellt ist. Ist die äußere Last eine Zug-Druck Beanspruchung, so verlaufen Gleitspuren und Risspfad oft unter einem Winkel von 45° , weil der Schmidfaktor dann maximal ist. Das auch als kristallographische Rissausbreitung bezeichnete Stadium I Risswachstum erfolgt meist nur über wenige Korndurchmesser, dann beginnt der Übergang zum Stadium II Risswachstum, wie es in Bild 2-9 skizziert ist. Sind die Voraussetzungen zur Aktivierung mehrerer Gleitsysteme in einem Korn gegeben, dann bedient sich der Riss unter Umständen auch mehrerer Gleitsysteme zur weiteren Ausbreitung. Dies führt geometrisch betrachtet zu einem allmählichen Abknicken des Risspfades senkrecht zur äußeren Belastung. Die Folge besteht darin, dass das Risswachstum nun nicht mehr schub-, sondern zunehmend und schließlich gänzlich normalspannungskontrolliert abläuft. Damit ist gleichzeitig auch eine Abnahme des mikrostrukturellen Einflusses, wie er für kurze Risse typisch ist und bereits von vielen Autoren an verschiedenen Werkstoffen beobachtet wurde (z. B. BLOCHWITZ & RICHTER 1999, ZHAI ET AL. 2000, MARX ET AL. 2006), verbunden.

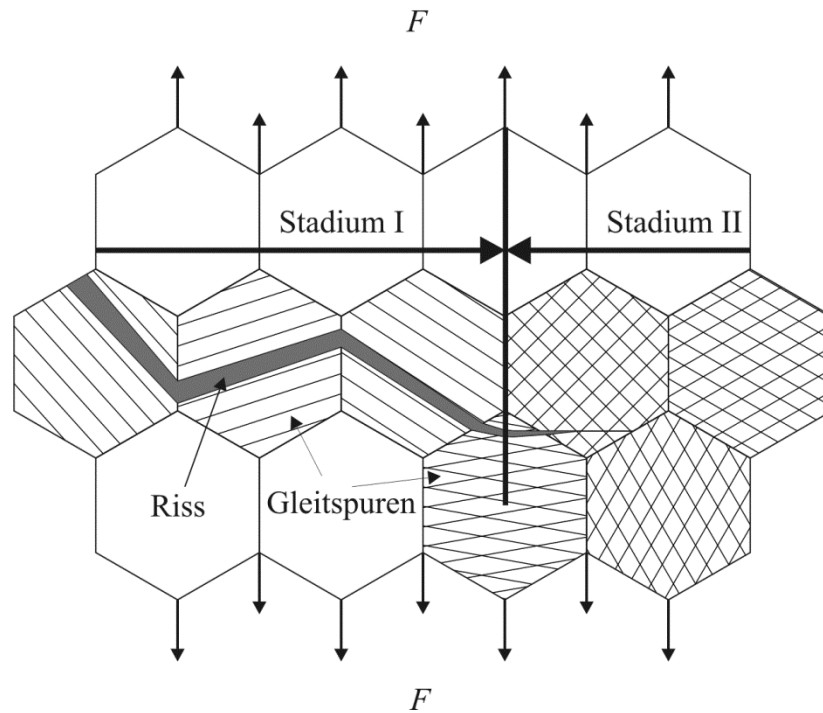


Bild 2-9: Rissausbreitungsstadien

Unter mikrostrukturellem Einfluss ist vor allem die Interaktion zwischen Riss und Korn- und Phasengrenzen, bzw. Ausscheidungen zu verstehen. Eine wichtige Konsequenz aus dieser Interaktion ist darin zu sehen, dass kurze Risse sehr stark bezüglich ihrer Ausbreitungsgeschwindigkeit variieren (Bild 2-18). Zunächst können sie sehr schnell wachsen, worüber PEARSON (1975) zuerst aufgrund seiner Beobachtungen an Aluminium berichtet hat. Laufen kurze Risse auf Grenzflächen zu, so können sie verlangsamen und aufgehalten oder ggf. auch gänzlich wachstumsunfähig werden (MARX ET AL. 2006). Ist jedoch die Grenze überwunden, steigt die Wachstumsgeschwindigkeit wieder an. Neben der bereits im Kapitel über plastische Verformung erwähnten Misorientierung sind aber vor allem die Grenzflächengeometrie sowie die geometrischen Verhältnisse zwischen den aktiven Gleitsystemen von entscheidender Bedeutung für die Hinderniswirkung. Bild 2-10 verdeutlicht diese Zusammenhänge nach ZHAI ET AL. (2000).

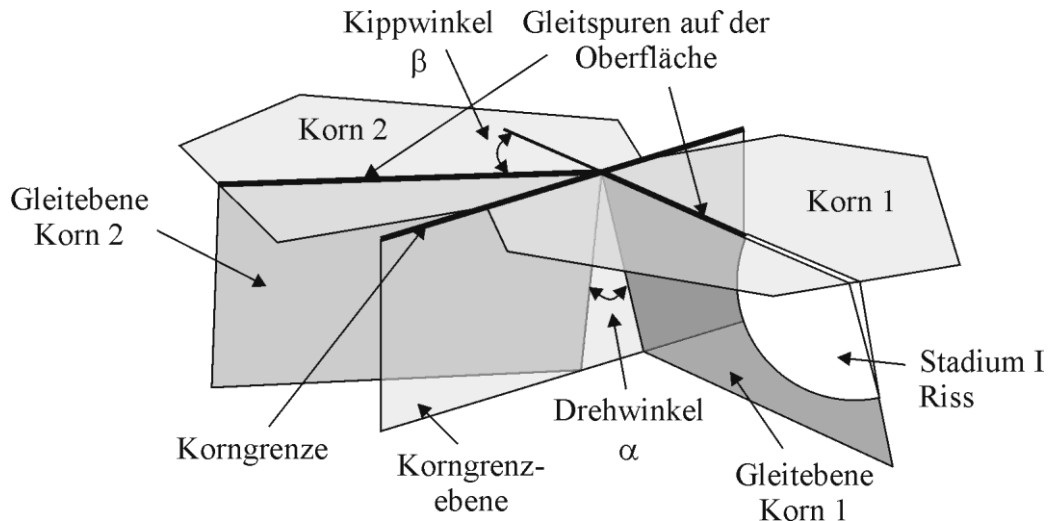


Bild 2-10: Geometrische Verhältnisse bei Stadium I Risswachstum, nach ZHAI ET AL. (2000)

Ein hoher Drehwinkel α bietet wesentlich mehr Widerstand als der Kippwinkel β . Dies ist leicht einzusehen, da der Kippwinkel lediglich eine Verkippung der Gleitebenen verursacht, sie aber in der Korngrenzebene eine Schnittgerade bilden, sodass Gleittransmission leicht möglich ist, und das Risswachstum nicht sehr stark abgebremst wird. Der Drehwinkel α hingegen bewirkt, dass sich die Gleitebenen lediglich in einem Punkt berühren, der im Falle von Oberflächenkörnern nicht zwangsläufig auch Teil der Probe sein muss. Der Riss muss sich in diesem Falle auffächern und kann nicht mehr in Einfachgleitung weiterwachsen. Dies bedeutet einen hohen Energieaufwand und begründet deshalb das Verlangsamen oder Stoppen des Risses an der Oberfläche. Das Auffächern wird nach ZHAI ET AL. (2000) schematisch in Bild 2-11 gezeigt und erfolgt treppenstufenartig.

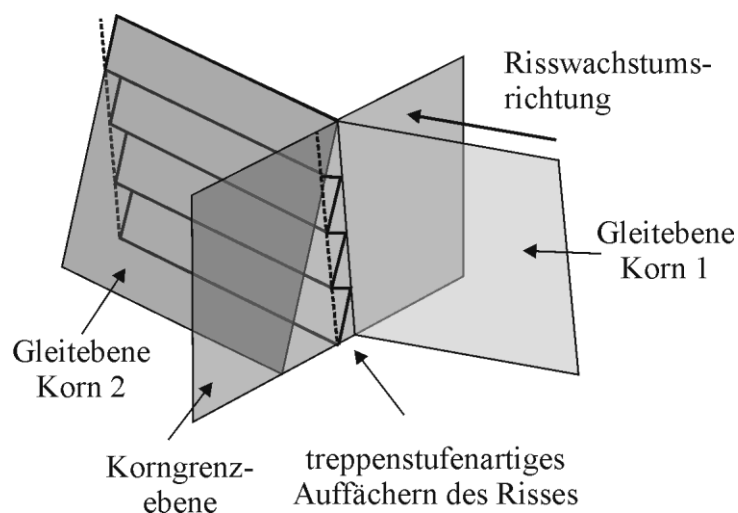


Bild 2-11: Auffächern eines Risses an der Grenzfläche, nach ZHAI ET AL. (2000)

Es sei angemerkt, dass diese Beobachtungen im Wesentlichen an einphasigen, ausscheidungsfreien Werkstoffen erfolgten. Prinzipiell können die Mechanismen zwar auf mehrphasige

Werkstoffe übertragen werden, jedoch nimmt die Komplexität der Barrierewirkung von Grenzflächen zu, da zwischen Korn- und Phasengrenzen zu unterscheiden ist. Besonders, wenn beide Phasen unterschiedliche Gitterstrukturen und Festigkeiten haben (dies ist sowohl bei Duplexstählen als auch bei Titanlegierungen der Fall), ist der Einfluss von Phasengrenzen sehr ausgeprägt (KRUPP ET AL. 2005).

Der Mechanismus der kristallographischen Rissausbreitung kann mit Hilfe einer auf der Wechselwirkung von Versetzungen und Rissspitze beruhenden Modellvorstellung erklärt werden, die auf WILKINSON ET AL. (1998) zurückgeht. Ähnlich wie Modelle zur Bildung der Oberflächenrauheit und Rissinitiierung an Gleitspuren (zum Beispiel das EGM-Modell nach ESSMANN ET AL. 1981), basiert der Rissausbreitungsmechanismus auf der Reaktion zweier Versetzungen unter Bildung einer Leerstelle im Kristallgitter. Vereinfacht verdeutlicht Bild 2-12 diesen Sachverhalt (WILKINSON ET AL. 1998).

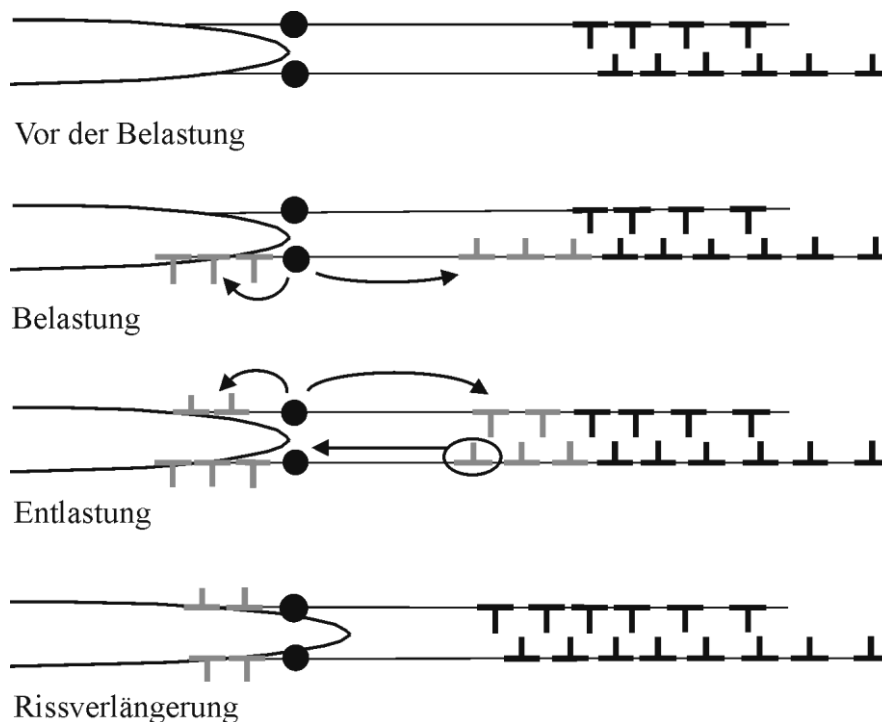
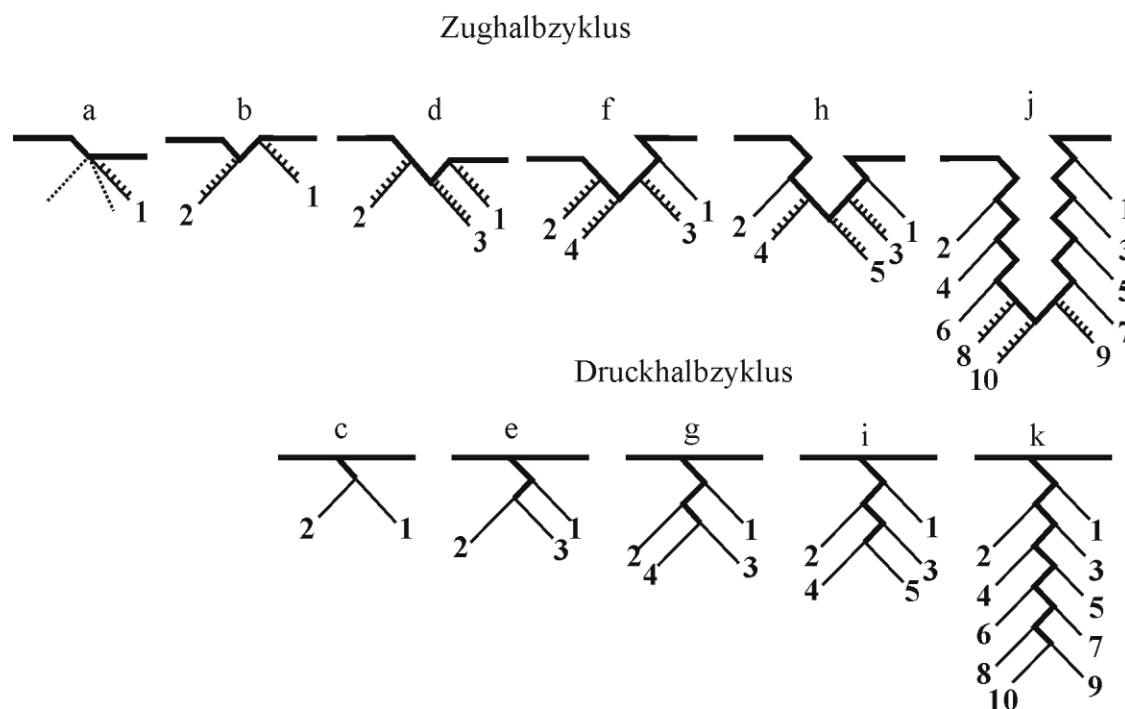


Bild 2-12: Rissausbreitungsmechanismus für Stadium I Risswachstum, nach WILKINSON ET AL. 1998

Zunächst ist davon auszugehen, dass die Hauptbelastung zwar Mode II, also Schubbeanspruchung, ist. Die Neigung des Risses zur äußeren Spannung (sofern es sich um eine Zug-Druck Belastung handelt) verursacht aber zwangsläufig auch einen Mode I Anteil. Dieser Mode I Anteil aktiviert Gleitsysteme, die nicht parallel zum Riss liegen, was zu einer Abstumpfung der Rissspitze führt. Aus der Rissspitzenabstumpfung folgt eine asymmetrische Spannungsverteilung an der Rissspitze, die wiederum dazu führt, dass während der Belastungsphase an-

dere Gleitebenen aktiviert werden als dies bei Entlastung der Fall ist. Bei Belastung wird z. B. die Gleitebene unterhalb der Rissmitte aktiviert, was zur Erzeugung und Bewegung von Versetzungen führt. Einerseits laufen Versetzungen in Richtung des Risses, entsprechend viele umgekehrten Vorzeichens laufen aber in die entgegengesetzte Richtung. Bei Entlastung findet dieser Prozess analog auf einem Gleitband oberhalb der Rissmitte statt, allerdings sind die Vorzeichen der Versetzungen genau umgekehrt. Gleichzeitig versuchen die Versetzungen auf der unteren Gleitebene in Richtung des Risses zurückzulaufen. Dies ist aber aufgrund der Gleitirreversibilität nur eingeschränkt möglich, sodass zwar (im Beispiel) ein Versetzungspaar annihilieren kann, aber trotzdem Leerstellen durch die Reaktion der Versetzungen auf der oberen mit jenen auf der unteren Gleitebene entstehen, die den Riss vorantreiben.

Eine Vorstellung zur Rissausbreitung im von FORSYTH (1962) so genannten Stadium II basiert ebenfalls auf der Gleitirreversibilität und ist in Bild 2-13 verdeutlicht. Der Unterschied besteht darin, dass nun Gleitebenen, die nicht parallel zum Riss orientiert sind, in viel stärkerem Maße durch den Normalspannungsanteil aktiviert werden, als es im Stadium I Risswachstum der Fall ist. Da jedoch eine Gleitebene infolge der Gleitaktivität eine hohe Verfestigung erfahren kann (das heißt Versetzungen können sich nicht mehr frei bewegen), kommt es umso leichter zur Aktivierung anderer Gleitebenen, die ebenfalls günstig orientiert sind (gestrichelte Linien in Bild 2-13a). Erfolgt dieser Vorgang für jeden Zyklus alternierend (Bild 2-13b-k), dann resultiert daraus ein Risswachstum, wie es in Bild 2-13 für fünf Ermüdungszyklen gezeigt ist.



Dieses Modell zur Beschreibung der von FORSYTH (1962) gewonnenen experimentellen Ergebnisse wurde von NEUMANN (1969) entwickelt und trägt auch den für das Stadium II typischen Schwingstreifen auf der Bruchfläche Rechnung, da aus dem Modell eine Rauigkeit der Bruchfläche sowie eine Rissverlängerung pro Schwingenspiel resultiert.

Einen etwas anderen Ansatz verfolgen LAIRD & SMITH (1962). Die Autoren gehen davon aus, dass bei hohen Beanspruchungen die Rissspitze durch Betätigung vieler Gleitsysteme plastisch verformt, das heißt abgestumpft wird. Nach Entlastung kann ein erneutes Anspitzen nur durch die Verlängerung des Risses stattfinden. Für Versuche mit konstanter äußerer Lastamplitude steigt die Amplitude der Spannungsintensität mit dem sich ausbreitenden Riss, sodass sich der Riss beiden hier vorgestellten Mechanismen bedienen kann, zunächst durch Doppelgleitung nach NEUMANN (1969), anschließend durch Vielfachgleitung entsprechend LAIRD & SMITH (1962).

2.4. Ermüdung bei sehr hohen Lastspielzahlen

Die Ermüdung bei sehr hohen Lastspielzahlen (engl. very high cycle fatigue, VHCF) ist eine relativ neue Forschungsrichtung innerhalb der Materialermüdung und beinhaltet üblicherweise Untersuchungen im Bereich zwischen 2×10^6 bis hin zu 10^{10} oder 10^{12} Lastspielen. Die Definition der klassischen Dauerfestigkeit, d. h. der Spannung, unterhalb derer eine unendliche Lebensdauer bei zyklischer Belastung erwartet wurde, erfolgte bislang nur bis etwa 10^7 Zyklen (MUGHRABI 2002). Diese Beschränkung begründete sich vor allem in den begrenzten experimentellen Möglichkeiten, die zu sehr langen Versuchszeiten führte. Erst durch die Entwicklung und Einführung innovativer neuer Prüftechniken (z. B. Ultraschall-Prüfsysteme, STANZL ET AL. 1970) konnte der Lastspielzahlbereich erheblich erweitert werden. Inzwischen haben viele Untersuchungen gezeigt, dass die Annahme einer Dauerfestigkeit ab 10^7 Zyklen nicht für alle Werkstoffe, für die diese Annahme bisher getroffen wurde, aufrechterhalten werden kann, sondern dass mit einem weiteren Abfall der Wöhlerkurve zu rechnen ist (NAITO ET AL. 1984, BATHIAS 1999). Mit einem Versagen im Bereich der sehr hohen Lastspielzahlen kann die Aktivierung anderer als der bisher erwähnten Rissinitiierungs- und Ausbreitungsmechanismen, die von der Oberfläche ausgehen, verbunden sein. Gerade für einschussbehaftete oder inhomogene Werkstoffe wird oft ein Wechsel des Rissinitiierungsortes von der Oberfläche in das Probeninnere, an einem Einschluss oder einer Gefügeinhomogenität, beobachtet (NISHIJIMA & KANAZAWA 1999). Die im Falle von Einschlüssen in der Nähe des Einschlusses entstehende Bruchfläche wird üblicherweise aufgrund ihres charakteristi-

schen Aussehens als Fischauge bezeichnet. Bild 2-14a zeigt eine solche Bruchfläche (MURAKAMI ET AL. 1999) mit schematischer Darstellung in 2-14b.

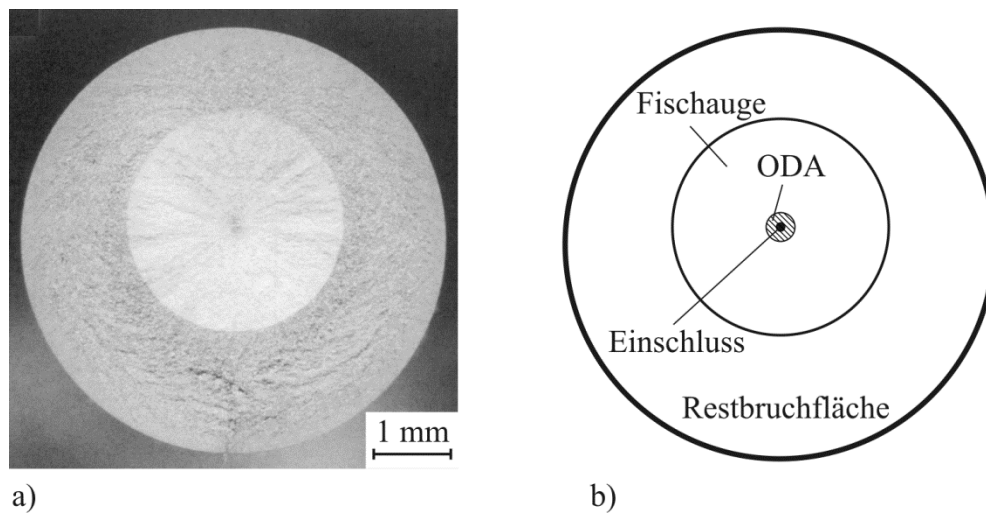


Bild 2-14: a) Bruchfläche mit Fischauge und b) schematische Darstellung, nach MURAKAMI ET AL. 1999

Die Abkürzung ODA bedeutet optisch dunkle Fläche (engl. optically dark area) und wird für den Bereich nahe des Einschlusses aufgrund seiner im Lichtmikroskop oft dunklen Erscheinungsform verwendet. Offensichtlich kann in diesem Bereich auch eine erhöhte Rauigkeit festgestellt werden (MURAKAMI ET AL. 1999). Allerdings wird dieser Begriff keineswegs einheitlich verwendet, sodass andere Autoren GBF (engl. granular bright facet) oder FGA (engl. fine granular area) verwenden.

Eine experimentelle Beobachtung der Rissinitiierung und -ausbreitung ist im Falle der Anrissbildung im Inneren im Allgemeinen nicht möglich, wodurch die Interpretation der Vorgänge erheblich erschwert wird. Trotzdem gibt es einige Theorien, die die Entstehung und Ausbreitung von Rissen an Einschlüssen bis zum Verlassen der ODA (ab hier wächst der Riss im Stadium II, d. h. der Mechanismus ist mit an der Oberfläche initiierten Rissen vergleichbar, auch wenn diese zumindest an Luft schneller wachsen) erklären. Ausgangspunkt für die Modelle ist, dass an Einschlüssen Zugeigenspannungen in der umgebenden Matrix vorliegen, die sich mit der äußeren Last überlagern (BROOKSBANK & ANDREWS 1972). Unter der Voraussetzung, dass nicht die Rissinitiierung im engeren Sinne lebensdauerentscheidend ist, sondern die Rissausbreitung innerhalb der ODA, folgt ein Risswachstum, welches bezogen auf jeden Zyklus sehr viel kleiner als der Gitterabstand ist. Deshalb sind die Modelle von TANAKA & MURA (1982), die prinzipiell auf der Versetzungsannihilation von Dipolen beruhen (ähnlich dem Stadium I Risswachstum an der Oberfläche) nicht ausreichend, um die lange Lebensdauer zu begründen.

MURAKAMI ET AL. (1999) erklären diesen Sachverhalt durch den Umgebungseinfluss von Wasserstoff, der sich nahe nichtmetallischer Einschlüsse befindet. Wasserstoff kann die Beweglichkeit von Schraubenversetzungen erhöhen und die innere Reibung vermindern, so wird die Rissausbreitung unterstützt (MURAKAMI ET AL. 2000). Es wird angenommen, dass die Interaktion zwischen Versetzungsbewegung, Rissausbreitung und Wasserstoff ein transientes Verhalten aufweist, welches partiell nach einer bestimmten Zykluszahl zum Rissstopp führen kann. Startet der Riss seine Ausbreitung dann in einer anderen Richtung, so kommt es zur Ausbildung der charakteristischen Oberflächenrauigkeit innerhalb der ODA.

Eine andere Vorstellung wird von SHIOZAWA ET AL. (2006) vertreten. Die Autoren gehen davon aus, dass sich zunächst viele Mikrorisse durch Dekohäsion der Matrix von Karbiden in der Umgebung des Einschlusses bilden. Durch Koaleszenz der Mikrorisse entsteht schließlich ein dominanter Riss, der sich weiter ausbreiten kann. Der interkristalline Charakter der Rissausbreitung im frühen Stadium, sowie die Entstehung von vielen unterschiedlich orientierten Riskeimen, die allmählich zusammenwachsen, dienen für die Begründung der Rauheit in der ODA und der langen Lebensdauer.

Eine ähnliche Ansicht vertritt SAKAI (2006), mit dem Unterschied, dass er die Bildung vieler kleiner Mikrorisse nicht mit Karbiden in Verbindung bringt. Er geht davon aus, dass die Rissinitiierung lebensdauerentscheidend ist und begründet dies mit der Ausbildung einer Submikrostruktur infolge Polygonisation durch Versetzungsbildung und -umlagerung. Viele Mikrorisse entstehen dann nach und nach, ähnlich dem vorher beschriebenen Modell, quasi interkristallin an den Subkorn Grenzen. Die Koaleszenz dieser Mikrorisse führt dann wiederum zur Ausbildung der ODA mit der charakteristischen Rauheit.

Es sollte angemerkt werden, dass fast ausschließlich hochfeste Stähle im Zusammenhang mit Fischaugen untersucht wurden und die erwähnten Mechanismen deshalb keine allgemeingültige Aussage besitzen. Vielmehr sollten obige Ausführungen nicht zur Annahme führen, dass die Rissinitiierung unterhalb der Oberfläche an die Existenz nichtmetallischer Einschlüsse gebunden sei. Es berichten einige Autoren von Rissinitiierungsorten innerhalb der Probe ohne das Auftreten von Einschlüssen (z. B. HÖPPEL ET AL. 2011, SCHWERDT ET AL. 2011) in Aluminiumlegierungen. Über die Mechanismen ist bislang wenig bekannt, jedoch werden von den Autoren vor allem lokale Gefügeheterogenitäten als Begründung angeführt.

Die Rissinitiierung kann allerdings auch im Bereich der sehr hohen Lastspielzahlen an der Probenoberfläche stattfinden. Besonders für einphasige duktile Materialien, wie z. B. Kupfer, können prinzipiell ähnliche Mechanismen beobachtet werden wie bei der Ermüdung im konventionellen Bereich, d. h. Oberflächenaufrauung durch Dehnungslokalisierung in Oberflä-

chenkörnern und dann die anschließende Rissinitiierung infolge des Oberflächenprofils (LUKÁŠ & KUNZ 2002, WEIDNER ET AL. 2010). Dabei scheint das Versagen nicht an die Existenz persistenter Gleitbänder gebunden zu sein, da die Spannungen, unter denen bereits Versagen beobachtet wird, unterhalb des Schwellenwertes für die Bildung von PGB liegen. Eine Dehnungslokalisierung im Bereich sehr hoher Lastspielzahlen wird von DAVIDSON (2007) mit Gefügeinhomogenitäten in Form sogenannter Superkörner in Verbindung gebracht. Als Superkörner werden dabei benachbarte Körner gleicher oder ähnlicher Orientierung verstanden, die lokal eine Verlängerung der effektiven Gleitlänge verursachen.

MUGHRABI (2002) schlägt eine Einteilung der Legierungen in Typ I und Typ II Materialien vor. Dabei werden duktile einphasige und homogene Legierungen, deren Versagen im VHCF-Bereich in der Regel von der Oberfläche ausgeht, als Typ I bezeichnet, während mehrphasige und inhomogene Materialien, die zudem einschlussbehaftet sein können und deshalb ein Versagen ausgehend vom Probeninneren aufweisen, als Typ II bezeichnet werden. Entsprechend dieser Einteilung lassen sich schematisch die in Bild 2-15 gezeigten Lebensdauerkurven erstellen. Im Bereich I gelten für beide Werkstofftypen die klassischen Versagensmechanismen mit Rissinitiierung an der Oberfläche und der plastischen Dehnung als lebensdauerbestimmender Größe. Es folgt der Bereich II, der der klassischen Dauerfestigkeit entspricht. Dieser Bereich ist durch ein Plateau gekennzeichnet, welches als Schwellenwert für die Dehnungslokalisierung, bzw. der Entstehung persistenter Gleitbänder, zu definieren ist. Der Bereich III entspricht für Typ I Werkstoffe einem Übergangsbereich zwischen PGB-Schwellenwert und Irreversibilitätsschwellenwert der plastischen Verformung. Dieser ist entsprechend im Plateau von Bereich IV erreicht. Unterhalb dieses Wertes ist die Irreversibilität der Verformung, sofern sie überhaupt noch vorhanden ist, nicht in der Lage, ein Probenversagen zu generieren. Für Typ II Werkstoffe erfolgt im Bereich III der Übergang zwischen Oberflächenrissen und Rissinitiierung im Werkstoffinneren, ebenfalls verbunden mit einem Abfall der ertragbaren Belastung. Der Bereich IV beschreibt wiederum den Irreversibilitätsschwellenwert, unterhalb dessen keine relevante Schädigung mehr erfolgen kann.

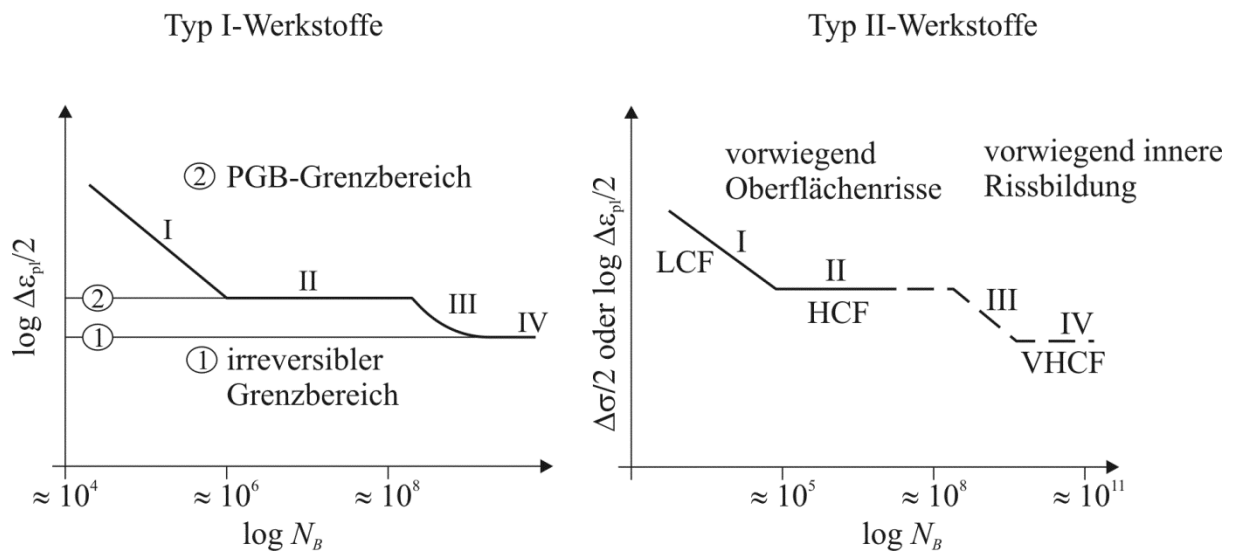


Bild 2-15: Einteilung der Werkstoffe in Typ I und Typ II (nach MUGHRABI 2002)

Eine treffende Zusammenfassung der Problematik aus mikrostruktureller Sicht, die sich bei der Ermüdung mit sehr hohen Lastspielzahlen ergibt, liefern MILLER & O'DONNELL (1999). Die Autoren beschreiben die Dauerfestigkeit eines Materials klassischerweise mit der Wirksamkeit mikrostruktureller Barrieren, die jedoch im Bereich hoher Lastspielzahlen durch die Überlagerung der mechanischen Belastung mit transienten Effekten reduziert werden kann. Diese Effekte können dabei ex- oder intrinsischer Natur sein und ihre vollständige Identifizierung ist gegenwärtig noch Aufgabe der Forschung.

2.5. Lebensdauervorhersage

Seit die Phänomene der Materialermüdung untersucht werden, ist es von größtem Interesse, die auf experimentellem Wege gewonnenen Ergebnisse als Grundlage für die Entwicklung von Modellen zu benutzen, die eine Lebensdauervorhersage für Bauteile zulassen. Üblicherweise werden hierbei phänomenologische, bruchmechanische und physikalische Verfahren unterschieden. In dieser Arbeit wird zwischen phänomenologisch basierten und mechanismentorientierten Verfahren unterschieden, da Vertreter dieser beiden Methoden angewendet und verglichen werden.

2.5.1. Phänomenologische Modelle

Die phänomenologischen Ansätze benutzen oftmals integrale Messgrößen, wie Dehnung, Kraft, Temperatur oder elektrischen Widerstand, als Modellparameter. Ausgehend von Lebensdauerdaten, wie sie bereits WÖHLER (1860) generiert hat, werden die Lebensdauerkonzepte zur Vorhersage der Zeit- bzw. Dauerfestigkeit abgeleitet. Ein weit verbreiteter klassi-

scher Ansatz beruht auf den Arbeiten von BASQUIN (1910), der erstmals eine doppeltlogarithmische Auftragung (Spannungsamplitude über der Bruchzyklenzahl) der Lebensdauerdaten vorschlug. Diese Darstellung erlaubt eine Beschreibung im Sinne eines Potenzgesetzes entsprechend Gleichung (2-10).

$$\frac{\Delta\sigma}{2} = \sigma_a = \sigma'_b (N_b)^{b_f} \quad (2-10)$$

Darin bezeichnet σ_a die Spannungsamplitude, σ'_b den Ermüdungsfestigkeitskoeffizienten (der in guter Näherung der Bruchspannung bei einachsiger Zugbelastung entspricht), N_b die Zyklenzahl bis zum Bruch und b_f den Ermüdungsfestigkeitsexponenten.

Später konnten MANSON (1953) und COFFIN (1954) unabhängig voneinander, ausgehend von zyklischen thermischen Ermüdungsversuchen, ein ähnliches Potenzgesetz für die plastische Dehnungsamplitude angeben.

$$\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = \varepsilon_{p,a} = \varepsilon'_b (N_b)^{c_d} \quad (2-11)$$

$\varepsilon_{p,a}$ bezeichnet die plastische Dehnungsamplitude, ε'_b den Ermüdungsduktilitätskoeffizienten (der in guter Näherung der Bruchdehnung bei einachsiger Zugbelastung entspricht) und c_d den Ermüdungsduktilitätsexponenten.

Gerade für niederzyklische Belastungen hat sich die plastische Dehnungsamplitude als bestimmender Schädigungsparameter zur Beschreibung der Lebensdauer herausgestellt, während bei hoher Lebensdauer unter Umständen nur lokal plastische Dehnung auftritt und deshalb die Spannung oder die Gesamtdehnung als globale Parameter verwendet werden. Bezogen auf die Gesamtdehnung lässt sich Gleichung (2-11) unter Einbeziehung von Gleichung (2-10) entsprechend umformen und resultiert in einen gesamtdehnungsbasierten Ansatz zur Berechnung der Lebensdauer, der auch für hochzyklische Belastungen anwendbar ist, Gleichung (2-12).

$$\frac{\Delta\varepsilon}{2} = \varepsilon_a = \frac{\sigma'_b}{E} (N_b)^{b_f} + \varepsilon'_b (N_b)^{c_d} \quad (2-12)$$

Für eine zuverlässige Lebensdauervorhersage mit statistischer Absicherung sind viele Einstufenversuche bei verschiedenen Lasthorizonten erforderlich. Deshalb wurden und werden stetig Verfahren entwickelt, die das Ziel einer kosten- und zeitsparenden Ermittlung von Lebensdauerdaten verfolgen. Mit Hilfe des von MORROW (1964) erkannten Zusammenhangs zwischen Spannungsamplitude und plastischer Dehnungsamplitude kann auch die zyklische

Spannungs-Dehnungskurve für eine Lebensdauervorhersage genutzt werden. Gleichung (2-13) zeigt, dass hier ebenfalls ein Potenzgesetz zur Beschreibung verwendet werden kann.

$$\frac{\Delta\sigma}{2} = \sigma_a = K_f \left(\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} \right)^n \quad (2-13)$$

Darin beschreibt K_f den zyklischen Festigkeitskoeffizienten und n den zyklischen Festigkeits-exponenten. MORROW (1964) konnte auf Basis der plastischen Verformungsenergie eine Beziehung zwischen den verschiedenen Exponenten der Gleichungen (2-10)-(2-13) nachweisen. Diese Beziehungen sind in den Gleichungen (2-14) und (2-15) angegeben.

$$b_f = -\frac{n}{1+5n} \quad (2-14)$$

$$c_d = -\frac{1}{1+5n} \quad (2-15)$$

Ein effektives Konzept zur Bestimmung der zyklischen Spannungs-Dehnungskurve stellt der von LANDGRAF ET AL. (1969) vorgeschlagene sogenannte IST (engl. incremental step test), dar. Hierbei kann durch kontinuierliches Erhöhen und Erniedrigen der Belastungsamplitude die zyklische Spannungs-Dehnungskurve aus einem Versuch ermittelt werden kann. Mithilfe der näherungsweise aus statischen Versuchen bestimmten Koeffizienten lässt sich dann prinzipiell aus zwei Versuchen (Zugversuch und IST) eine Lebensdauervorhersage ableiten. Allerdings führt die Anwendung des IST nicht immer zu einer zyklischen Spannungs-Dehnungskurve, die identisch mit jener ist, die aus Einzelversuchen gebildet würde. Besonders bei Legierungen mit welligem Gleitcharakter und metastabilen Legierungen ist nach CHRIST (1991) die Anwendbarkeit eingeschränkt.

Eine Alternative, die ebenfalls auf den obigen Gleichungen basiert und nur drei Ermüdungsversuche für eine Lebensdauervorhersage inklusive einer Abschätzung der klassischen Dauerfestigkeit benötigt, besteht in der von STARKE ET AL. (2006) entwickelten PHYBAL-Methode (physikalisch basierte Lebensdauervorhersage). Der Begriff physikalisch bezieht sich dabei auf die verwendeten Messgrößen und nicht auf physikalische Mechanismen, sodass dieses Verfahren auch zu den phänomenologischen Ansätzen zu zählen ist. Grundlage dieser Methode ist eine Verallgemeinerung der Beziehungen nach MORROW (1964), BASQUIN (1910), MANSON (1953) und COFFIN (1954) derart, dass nicht nur Dehnungen oder Spannungen, sondern beliebige integrale Messgrößen, wie zum Beispiel die Temperatur oder der elektrische Widerstand, als Werkstoffantwort auf eine Belastung ausgenutzt werden. Dazu wird in den Formeln die Messgröße allgemein als M bezeichnet und den Koeffizienten und Exponenten

der Index M angefügt. Hier soll nur eine Variante des Verfahrens genauer erläutert werden, eine ausführliche Beschreibung aller Varianten (unter anderem für die Berücksichtigung von Mittelspannungen oder Betriebslasten) findet sich in STARKE (2007).

Die in dieser Arbeit zur Anwendung gebrachte Variante ist das PHYBAL_{LSV} Verfahren. LSV steht für Laststeigerungsversuch, einer speziellen Versuchsart, die zur Abschätzung der Dauerfestigkeit verwendet werden kann. Dabei wird die zyklische Last einer Probe stetig (mit jedem Lastspiel) oder in Blöcken (Laststeigerung nur nach bestimmten Zyklenzahlen) bis zum Versagen erhöht. Sobald die Messgrößen größer als Null sind, bzw. der Anstieg der Messgrößen nichtlinear mit dem Anstieg der Spannung erfolgt, gilt die Dauerfestigkeit als überschritten (DENGEL & HARIG 1980). Schematisch ist dies in Bild 2-16a dargestellt. Gleichzeitig kann der Mittelwert der Messgröße jeden Blocks mit der entsprechenden Spannungsamplitude zur Konstruktion einer zyklischen Spannungs-Messgrößenkurve benutzt werden (Bild 2-16b).

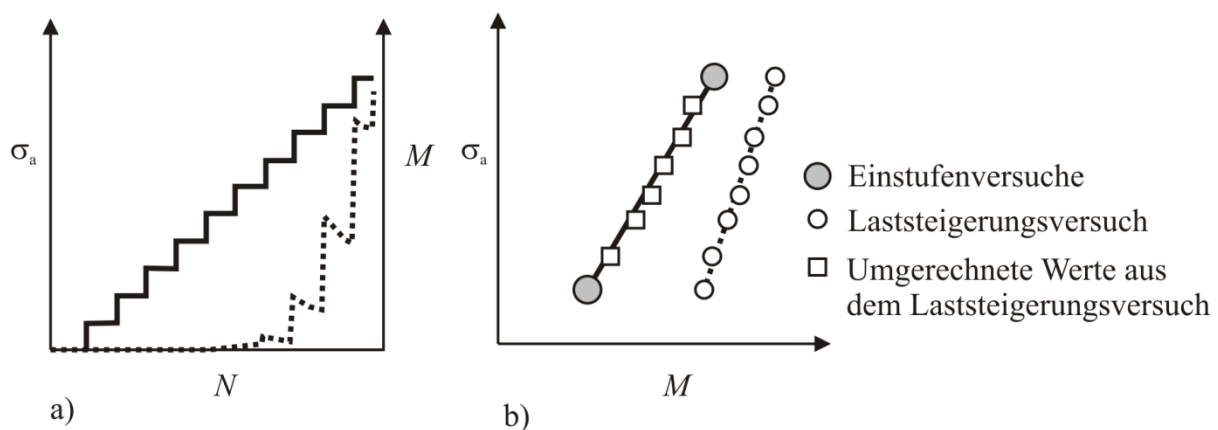


Bild 2-16: Schematische Darstellung a) des LSV und b) der zyklischen Spannungs-Messgrößenkurven (nach STARKE 2007)

Zwei Einstufenversuche im oberen und unteren Bereich der zyklischen Spannungs-Messgrößenkurve dienen dann der Umrechnung der Daten aus dem LSV auf Einstufenversuche. Dies geschieht mit Hilfe einer Quotientenfunktion, die sich durch lineare Interpolation zwischen den Quotientenwerten der Messgrößen der Einstufenversuche mit jenen der entsprechenden Laststufe des LSV ergibt (Bild 2-16b). Eine zusammenfassende Übersicht mit Ablaufplan und Angabe der verwendeten Formeln findet sich in Bild 2-17.

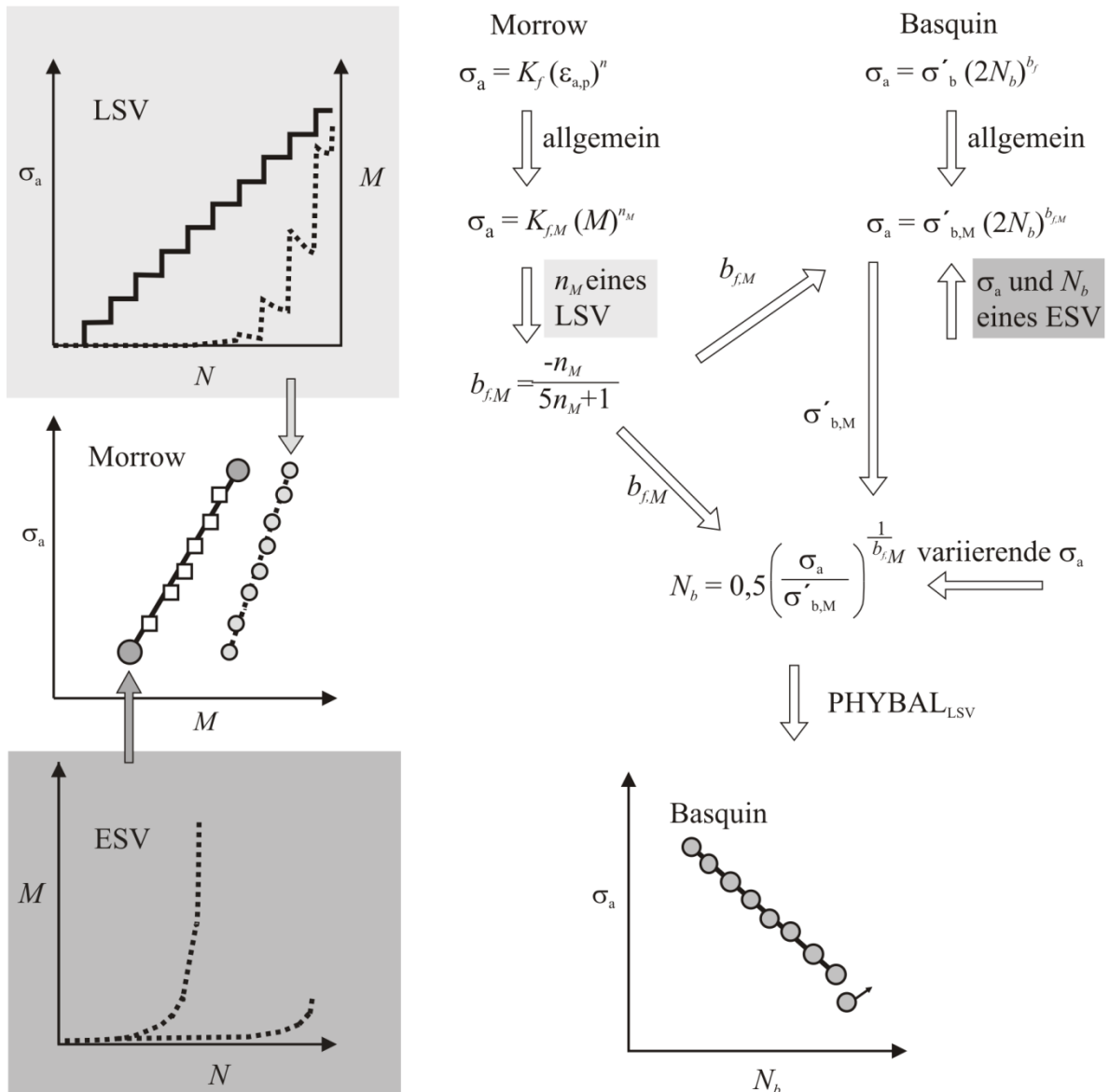


Bild 2-17: Ablaufschema mit Angabe der Formeln für PHYBAL_{LSV} (nach STARKE 2007)

Allen bisher beschriebenen Verfahren ist gemein, dass sie die gesamte Lebensdauer der Probe ohne Differenzierung der einzelnen Ermüdungsstadien beschreiben.

Eine auf bruchmechanischen Ansätzen beruhende Alternative besteht in der sogenannten schadenstoleranten Auslegungsphilosophie. Für eine umfassende Darstellung der zu diesem Thema vorhandenen Modelle und Ansätze sei auf entsprechende Literatur verwiesen, zum Beispiel SCHWALBE (1980). Hier soll sich auf die linear-elastische Bruchmechanik, die sich gerade zur Charakterisierung des Ausbreitungsverhaltens langer Risse als hilfreich herausgestellt hat, und einen Ansatz der elastisch-plastischen Bruchmechanik beschränkt werden.

Ausgangspunkt dieser Betrachtungsweise ist die Annahme, dass jedes Bauteil bereits vor einer Ermüdungsbelastung fehlerbehaftet im Sinne von Rissen ist. Deshalb ist es für eine Lebensdauervorhersage in diesem Fall zweckmäßig, die Restlebensdauer auf Basis des Rissausbreitungsverhaltens zu berechnen. Die von IRWIN (1957) zunächst für statische Belastungen

eingeführte Größe des Spannungsintensitätsfaktors gilt dabei als das Risswachstum bestimmende Maß. PARIS ET AL. (1961) benutzten den Spannungsintensitätsfaktor erstmals für eine periodische Belastung und führten den zyklischen Spannungsintensitätsfaktor ein, der sich unter der Voraussetzung einer Mode I Belastung im Sinne von Bild 2-8 wie folgt berechnet.

$$\Delta K = K_{max} - K_{min} = (\sigma_{max} - \sigma_{min}) \sqrt{\pi a} Y \quad (2-16)$$

In dieser Gleichung bezeichnet a die Risslänge und Y eine von der verwendeten Probengeometrie abhängige Korrekturfunktion. Ist der Riss im Vergleich zur Proben- oder Bauteilgeometrie sehr klein, so kann näherungsweise für Y der Wert Eins eingesetzt werden. In dieser Form stellt die Gleichung dann die analytische Lösung für einen Riss dar, der sich in einer unendlich ausgedehnten Scheibe befindet. Später korrelierten PARIS & ERDOGAN (1963) den zyklischen Spannungsintensitätsfaktor mit der Rissausbreitungsgeschwindigkeit und konnten einen potentiellen Zusammenhang zwischen diesen Größen feststellen. Auf Basis der experimentellen Daten konnten die Autoren ein Potenzgesetz formulieren, welches inzwischen eine breite Verwendung zur Lebensdauerberechnung gefunden hat.

$$\frac{da}{dN} = C_P \Delta K^{m_P} \quad (2-17)$$

C_P und m_P sind werkstoffspezifische Konstanten, die den Achsenabschnitt und die Steigung der Geraden, die sich bei doppeltlogarithmischer Darstellung ergibt, bestimmen. Eine schematische Darstellung der Zusammenhänge zeigt Bild 2-18, wobei hier auch das abweichende Verhalten kurzer Risse dargestellt ist, die nicht mit diesem Ansatz beschrieben werden können.

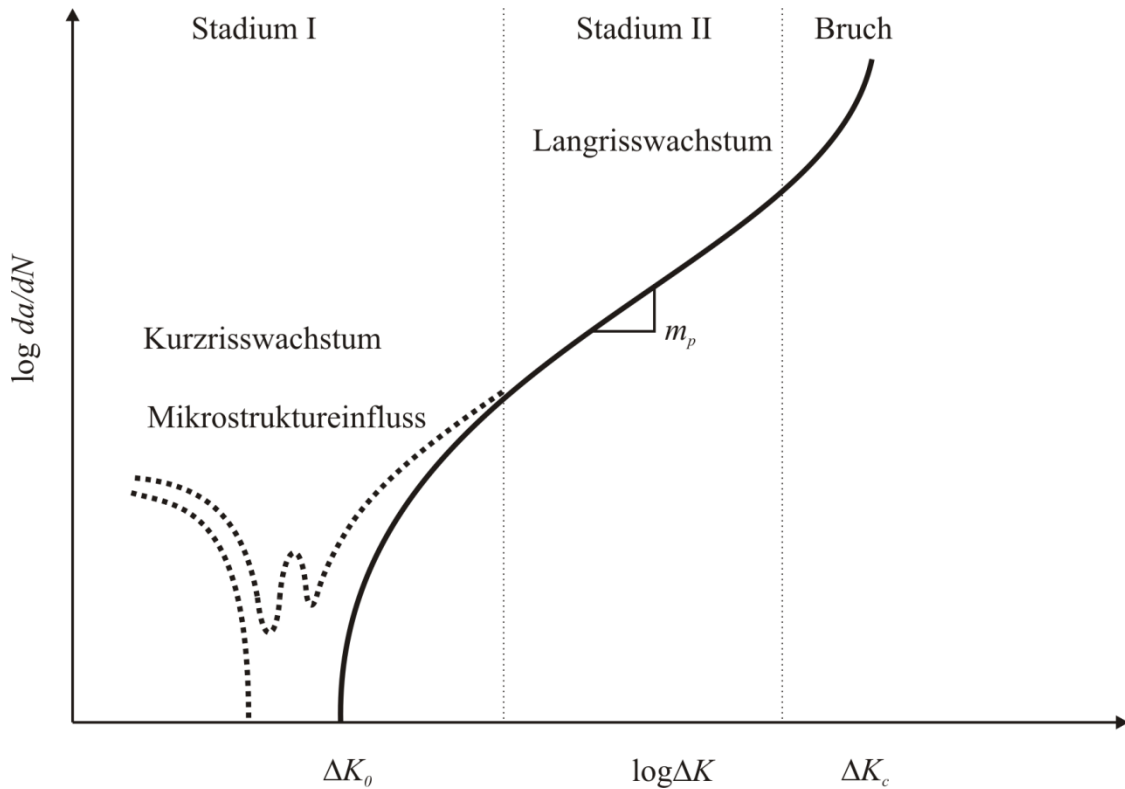


Bild 2-18: Schematische Darstellung des Ausbreitungsverhaltens von Ermüdungsrissen

Die Rissausbreitungskurve kann in drei Bereiche unterteilt werden. Im ersten Bereich findet unterhalb des Schwellenwertes ΔK_0 kein Risswachstum langer Risse statt. Ein sich oberhalb des Schwellenwertes ausbreitender Riss ändert seine Ausbreitungsgeschwindigkeit irgendwann derart, dass sie exponentiell mit dem zyklischen Spannungsintensitätsfaktor zunimmt. In diesem Bereich gilt Gleichung (2-17), die Rissausbreitung erfolgt typischerweise im Stadium II. Schließlich erfolgt die instabile Rissausbreitung, sobald K_{max} die Bruchzähigkeit K_c erreicht.

Eine Erweiterung des K -Konzepts im Sinne einer einfachen phänomenologischen Abschätzung des Schwellenwertes ΔK_0 und der Dauerfestigkeit für kurze Risse bzw. defektbehaftete Werkstoffe haben MURAKAMI ET AL. (1990) basierend auf den Vorarbeiten zum sogenannten Wurzel-Flächen-Modell (MURAKAMI & ENDO 1983 und MURAKAMI & ENDO 1986) vorgeschlagen. Unter defektbehaftet verstehen die Autoren entweder bereits vorhandene Risse, Einschlüsse und Poren oder andere Gefügeinhomogenitäten, deren charakteristische Größe durch den Wurzel-Flächen Parameter entsprechend Bild 2-19 berücksichtigt werden kann.

$$\Delta K_0 = 3,3 \times 10^{-3} (HV + 120) (\sqrt{area})^{1/3} \quad (2-18)$$

$$\sigma_D = \frac{1,43 (HV + 120)}{(\sqrt{area})^{1/6}} \times \left(\frac{1-R}{2} \right)^\alpha \quad (\text{für Oberflächendefekte}) \quad (2-19)$$

$$\sigma_D = \frac{1,56(HV + 120)}{(\sqrt{area})^{1/6}} \times \left(\frac{1-R}{2}\right)^\alpha \quad (\text{für innere Defekte}) \quad (2-20)$$

$$\alpha = 0,226 + HV \times 10^{-4} \quad (2-21)$$

HV bezeichnet die Härte nach Vickers des Materials, R das Spannungsverhältnis und $area$ die projizierte Fläche des Defekts in Richtung der Spannungsachse (siehe Bild 2-19). Die additive Konstante von 120 in den Gleichungen (2-19) und (2-20) spiegelt die Tendenz wider, dass in duktilen Werkstoffen nicht ausbreitungsfähige Risse länger sein können als dies in spröderen der Fall ist.

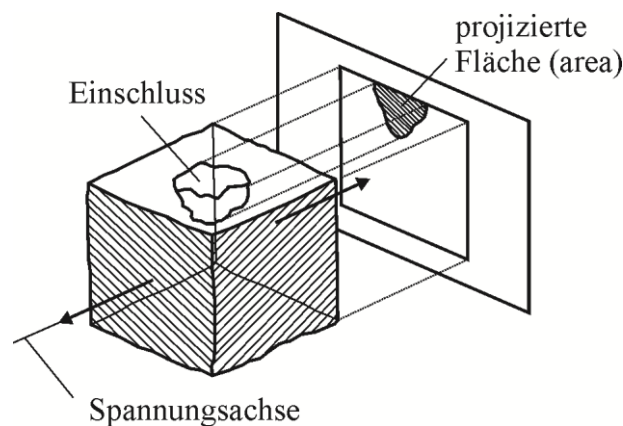


Bild 2-19: Definition des Wurzel-Flächen Parameters

Allerdings ist dieses Modell limitiert und kann nur in einem beschränkten Defektgrößenbereich angewendet werden, wobei dessen unterer Wert als längster, nicht wachstumsfähiger Riss definiert werden kann und dessen oberer Wert von MURAKAMI & ENDO (1986) mit 1000µm für den Wurzel-Flächen Parameter angegeben wird. Es sei angemerkt, dass es sich bei dem Wurzel-Flächen-Modell nur um eines unter vielen Modellen handelt, die zur Bewertung von Einschlüssen und Defekten auf die Dauerfestigkeit herangezogen werden können. Ein ausführlicher Überblick auch über andere Ansätze findet sich zum Beispiel in MURAKAMI & ENDO (1994).

Obwohl eine Lebensdauerabschätzung nach dem K -Konzept bestechend einfach durchgeführt werden kann, verdeutlicht Bild 2-18 allerdings auch die Problematik der kurzen Risse, die sich einer so einfachen Beschreibung aufgrund ihres komplexen Verhaltens entziehen. Für die Anwendung des K -Konzepts müssen zwei wichtige Voraussetzungen erfüllt sein. Zum einen ist dies die Annahme, dass das Risswachstum durch ein elastisches Spannungsfeld bestimmt wird, oder anders ausgedrückt, dass die plastische Zone klein ist im Vergleich zur Risslänge.

Zum anderen wird der Werkstoff als Kontinuum angesehen. Beide Voraussetzungen gelten aber für kurze Risse nicht.

Ohne im Einzelnen auf diese einzugehen soll nicht verschwiegen werden, dass die elastisch-plastische Bruchmechanik über Ansätze verfügt, die zumindest der Rissspitzenplastizität Rechnung tragen können. Einer dieser Ansätze ist das CTOD-Konzept (engl. crack tip opening displacement) nach WELLS (1963). Es folgt aus den Überlegungen von DUGDALE (1960), der die plastische Zone vor der Rissspitze im Falle einachsiger Belastung als eindimensionalen Fließstreifen betrachtet. Durch die Möglichkeit einer plastischen Verformung vor der Rissspitze ist diese nicht mehr atomar scharf, sondern die Rissufer können sich senkrecht zur Ausbreitungsrichtung gegeneinander verschieben. Da die Rissspitzenöffnungsverschiebung entlang des Rissufers variiert, ist für experimentelle Messungen eine geeignete Definition erforderlich, die nach SURESH (2006) in Bild 2-20 dargestellt ist.

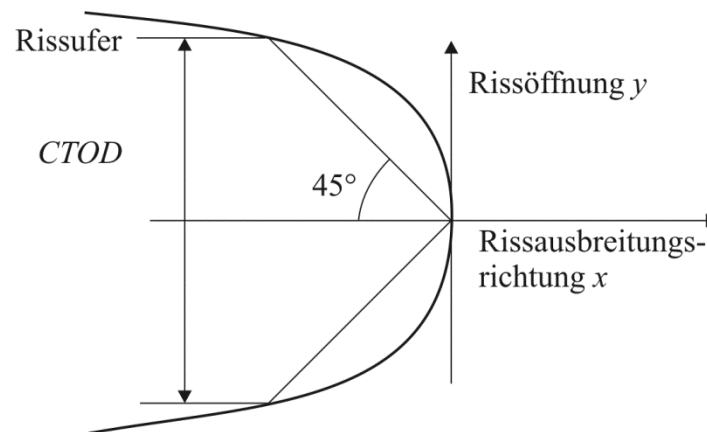


Bild 2-20: Definition von CTOD

Das CTOD-Konzept berücksichtigt zwar die plastische Zone vor der Rissspitze, betrachtet den Werkstoff aber weiterhin als Kontinuum und ist deshalb nicht in der Lage den Einfluss von Korn- und Phasengrenzen zu berücksichtigen.

2.5.2. Mechanismenorientierte Modelle

Die Notwendigkeit zur Entwicklung mechanismenorientierter Modelle begründet sich vor allem darin, dass bei geringen und sehr geringen Beanspruchungsamplituden davon ausgegangen werden kann, dass das Ausbreitungsverhalten mikrostrukturell kurzer Risse zwar den Großteil der Lebensdauer ausmacht, aber mit den Methoden der linear-elastischen oder elastisch-plastischen Bruchmechanik, wenn überhaupt, nur sehr eingeschränkt beschreibbar ist. Eine Weiterentwicklung der elastisch-plastischen Bruchmechanik führt zur mikrostrukturellen Bruchmechanik. Im Folgenden wird sich lediglich auf einen Ansatz der mikrostrukturellen

Bruchmechanik beschränkt, eine Zusammenfassung einiger anderer Ansätze findet sich in KRUPP (2004).

Der häufig verwendete und inzwischen vielfach erweiterte Modellansatz geht auf eine frühe Arbeit von BILBY ET AL. (1963) zurück. Die Autoren betrachten einen Stadium I Riss unter Mode II Belastung mit plastischer Zone an beiden Rissspitzen, die sie im Sinne von DUGDALE (1960) als eindimensionalen Fließstreifen betrachten. Das Modell beschreibt den Riss und die plastische Zone mittels einer Versetzungsdichteverteilungsfunktion, die unter Annahme folgender Randbedingungen analytisch bestimmt werden kann. Der Riss ist spannungsfrei, die Spannung auf jede einzelne Versetzung im Fließstreifen entspricht der kritischen Reibspannung, die zur Versetzungsbewegung erforderlich ist, und die Versetzungsdichte ist außerhalb des Fließstreifens gleich Null, das heißt hier findet nur elastische Verformung statt. Sobald die äußere Last allerdings die kritische Reibspannung übersteigt, laufen die Versetzungen ins Unendliche, der Ansatz ist nicht in der Lage die Hinderniswirkung von Korn- oder Phasengrenzen zu berücksichtigen.

Eine entsprechende Erweiterung wurde von TAIRA ET AL. (1978) vorgestellt. Der ursprünglich für einachsige Belastung formulierte Ansatz berücksichtigt die Mikrostruktur derart, dass die Ausdehnung der plastischen Zone durch die Korngrenzen mittels eines zusätzlichen Terms in der Versetzungsdichteverteilungsfunktion blockiert wird. Das Überschreiten der plastischen Zone über die Korngrenze ist durch eine Erweiterung von TANAKA ET AL. (1986) berücksichtigt. Die Autoren gehen zunächst von drei Körnern aus, von denen das mittlere den Riss enthält und eine geringere kritische Reibspannung besitzt als die beiden äußeren Körner. Bild 2-21 zeigt den Verlauf der Funktion im Vergleich zur Lösung nach BILBY ET AL. (1963).

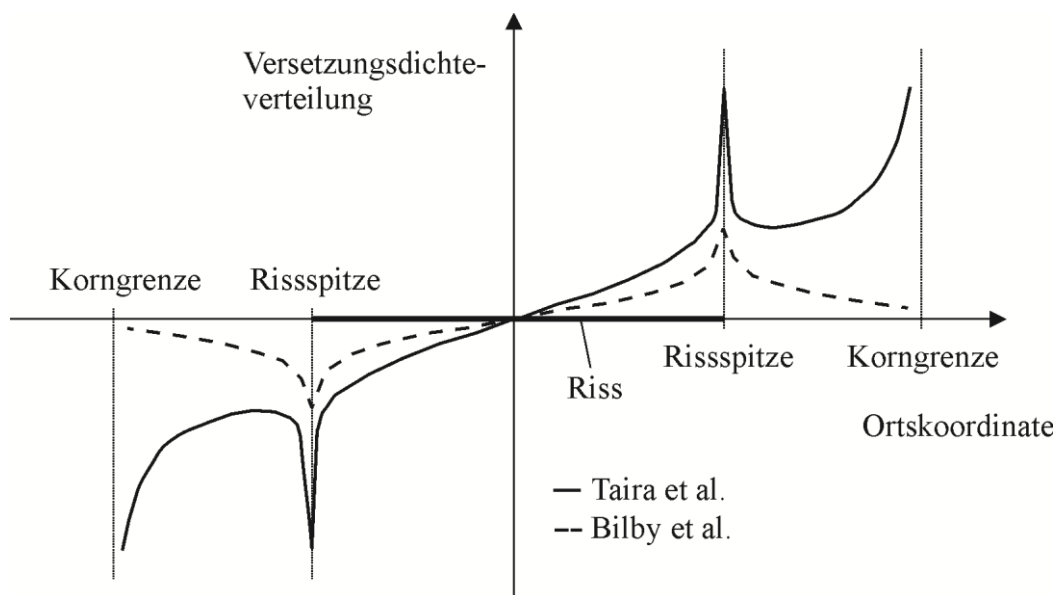


Bild 2-21: Verlauf der Versetzungsdichteverteilungsfunktion

Sowohl an der Rissspitze (identisch zum Ansatz nach BILBY ET AL. 1963) als auch an der Korngrenze weist die Versetzungsdichteverteilungsfunktion Singularitäten infolge der Spannungssprünge auf. Mit wachsendem Riss wird die plastische Zone kleiner, da die erste Versetzung durch die Korngrenze geblockt wird. Durch Integration der Versetzungsdichteverteilungsfunktion kann die im nachfolgenden Rissausbreitungsgesetz, welches in Analogie zu Gleichung (2-17) formuliert ist, verwendete Rissspitzenabgleitung $\Delta CTSD$ (engl. crack tip slide displacement) berechnet werden, die als relevanter Schädigungsparameter angesehen wird.

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta CTSD)^m \quad (2-22)$$

C und m sind werkstoffspezifische Parameter und müssen den experimentellen Daten angepasst werden. Die Verwendung der zyklischen Rissspitzenabgleitung steht dabei in Übereinstimmung mit den Vorstellungen von WILKINSON ET AL. (1998), die bereits erläutert wurden. Zusätzlich kann mit diesem Ansatz auch das Wachstum kurzer Risse im Stadium II unter Mode I Belastung modelliert werden, indem die Rissöffnung entsprechend des $CTOD$ -Konzepts berechnet und im Risswachstumsgesetz analog zu Gleichung (2-22) eingesetzt wird.

Schließlich haben NAVARRO & DE LOS RIOS (1988a) einen weiteren Beitrag zur Erweiterung des Modells geliefert, der gleichzeitig die Grundlage der von SCHICK (2004), KÜNKLER (2007) und KÖSTER (2015) entwickelten numerischen Methode bildet. Die Erweiterung bezieht sich vor allem auf den Mechanismus zur Beschreibung des Risswachstums über eine Korngrenze. Aufgrund des Versetzungsaufstaus vor der Korngrenze gehen die Autoren davon aus, dass auch im Nachbarkorn Spannungen auftreten. Übersteigen diese infolge der vor der Grenze zunehmend aufgestauten Versetzungen im Nachbarkorn induzierten Spannungen einen kritischen Wert (Aktivierungsspannung, nicht zu verwechseln mit der kritischen Reibspannung) auf einem Gleitsystem, so wird der Fließstreifen auf das gesamte Nachbarkorn ausgedehnt und die Korngrenze gilt als überwunden. Die Aktivierungsspannung wird im Originalmodell als konstant angenommen, ebenso wie der Abstand zwischen Korngrenze und Aktivierungsort. Die Möglichkeit einer variablen Aktivierungsspannung mittels eines Orientierungsfaktors haben NAVARRO & DE LOS RIOS (1988b) in einer Weiterentwicklung vorgeschlagen. Diese Vorgehensweise ist deshalb sinnvoll, weil eine variierende Aktivierungsspannung aufgrund der Orientierungsunterschiede von Korn zu Korn im Werkstoff auch zu erwarten ist. Entsprechend des Modells wird die höchste Spannung im Nachbarkorn genau dann erreicht, wenn der Riss die erste Korngrenze erreicht hat. Ist dieser Wert dann kleiner als die Aktivierungsspan-

nung, so ist der Werkstoff für die entsprechende Belastung dauerfest. Wird die Aktivierungsspannung jedoch erreicht, so breitet sich der Riss weiter aus. Wie bereits vorher gezeigt wurde, nimmt der Einfluss der Mikrostruktur mit wachsender Risslänge ab. Dieser Tatsache tragen NAVARRO & DE LOS RIOS (1988a) Rechnung, indem sie die Anzahl der plastisch verformten Körner berücksichtigen. Steigt die Anzahl, so steigt auch die Spannung. Dies führt dazu, dass nur für die ersten zwei oder drei Korngrenzen eine effektive Hinderniswirkung auftritt und danach automatisch der Wechsel zur Rissausbreitung im Stadium II erfolgt.

Obwohl wichtige Besonderheiten des Kurzrischwachstums mit dem oben beschriebenen eindimensionalen Ansatz wiedergegeben werden (vor allem die Verlangsamung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit vor und die Beschleunigung derselben nach dem Überwinden von Korngrenzen), können andere Merkmale wie z. B. das Abknicken des Risses an der Korngrenze nicht quantitativ erfasst werden. Das von SCHICK (2003) entwickelte Modell erweitert den Ansatz von NAVARRO & DE LOS RIOS (1988a) im Sinne einer zweidimensionalen Betrachtung des Rissproblems, wodurch Effekte wie das Abknicken des Risses und Riss schließen berücksichtigt werden. Ausgangspunkt ist eine zweidimensionale Mikrostruktur mit Körnern, die jeweils eine definierte Orientierung besitzen. Mittels der gegebenen Orientierung und des bekannten Kristalltyps können alle für Risswachstum in Frage kommenden Gleitsysteme bestimmt werden. Sobald die Spannung die kritische Reibspannung auf einem Gleitsystem erreicht, kommt es zur Abgleitung und anschließenden Rissausbreitung. Allerdings kann sich der Riss jetzt auch, im Gegensatz zum Modell von NAVARRO & DE LOS RIOS (1988a), öffnen. Dies führt zu folgenden Randbedingungen:

- Bei geöffnetem Riss muss die Normalspannung an den Rissufern verschwinden
- Die Rissufer werden reibungsfrei angenommen, so dass auch bei geschlossenem Riss die Schubspannungen an den Rissufern verschwinden
- In der plastischen Zone darf die mikrostrukturelle Reibspannung nicht überschritten werden
- Die Rissufer dürfen sich nicht durchdringen

Um eine Korngrenze zu überwinden, muss zunächst die Aktivierungsspannung der Versetzungsquelle eines Gleitsystems im Nachbarkorn erreicht werden. Aufgrund der bekannten Orientierung des Gleitsystems ergibt sich der geometrische Verlauf des Risses automatisch entlang der Gleitspuren der aktivierten Gleitsysteme. Das Modell ist in Bild 2-22 graphisch verdeutlicht. Das Rissausbreitungsgesetz entspricht wieder Gleichung (2-22).

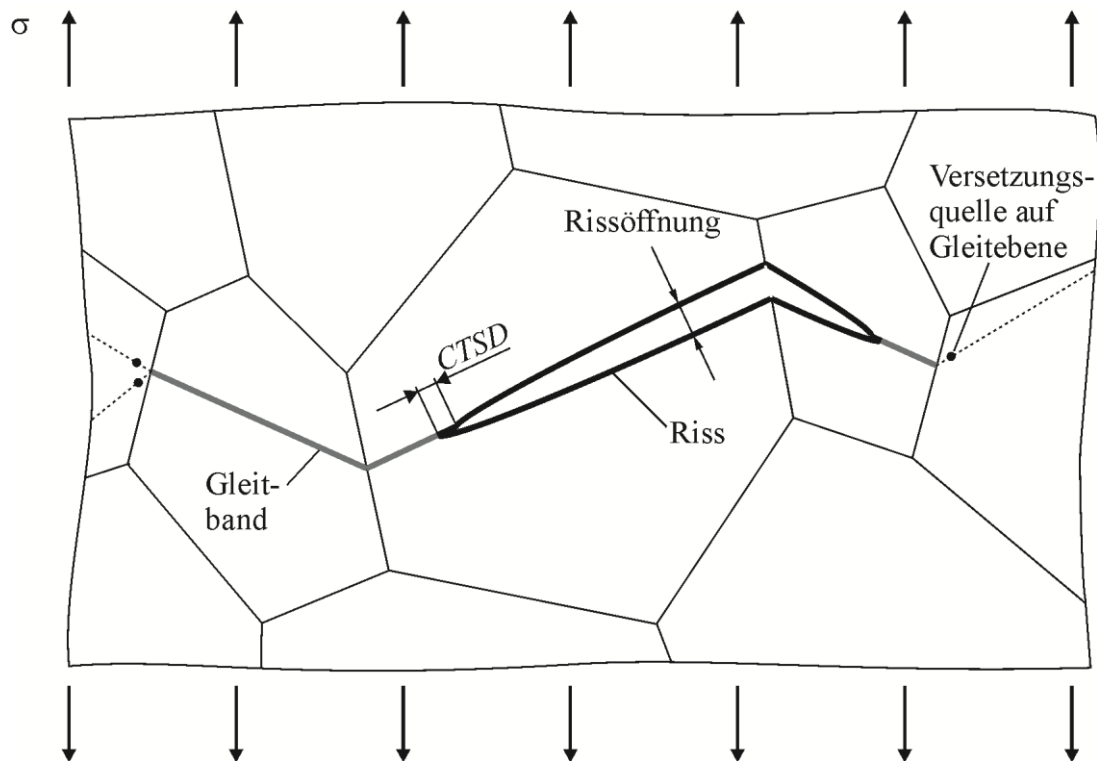


Bild 2-22: Kurzrisssmodell nach SCHICK (2003)

Die Erweiterung von KÜNKLER (2007) bezieht sich vor allem auf zweiphasige Werkstoffe, das heißt in seinem Modell gehören die Körner verschiedenen Phasen an. Dies hat zur Folge, dass Aktivierungsspannung und Reibspannung für jede Phase unterschiedlich sind. Zusätzlich ist der Mechanismus des Wechselgleitens berücksichtigt. Durch Aktivierung sekundärer Gleitsysteme innerhalb eines Kornes ergibt sich der Risspfad nun nicht mehr als Verlängerung des Gleitbandes, sondern als vektorielle Addition der Rissspitzenabgleitungen beider Gleitsysteme, die alternierend aktiviert werden. Werden die jeweiligen Anteile der Rissspitzenabgleitungen nicht konstant gehalten, knickt der Riss ab und es stellt sich allmählich automatisch das Risswachstum im Stadium II nach NEUMANN (1969) ein.

Während das eindimensionale Modell von NAVARRO & DE LOS RIOS (1988a) analytisch lösbar ist, erfordert die zweidimensionale Betrachtung eine numerische Behandlung, die sinnvollerweise mit Hilfe der Randelementemethode erfolgt. Der große Vorteil gegenüber der Finiten-Elemente-Methode liegt darin, dass lediglich Ränder und keine Flächen diskretisiert werden müssen, was die Anzahl der unbekanntenen Größen verringert. Für die Lösung des Rissproblems werden Versetzungsdipol-Randelemente verwendet, da die Berechnung der Rissöffnung und der Tangentialverschiebung der Rissufer gegeneinander erforderlich ist. Diese Randelemente können eine konstante Relativverschiebung durch einen Verschiebungssprung am Anfang und am Ende darstellen. Die Verschiebungssprünge können dabei als mathematische Stufenversetzungen aufgefasst werden, sodass entsprechend Bild 2-23 durch eine

Kombination von jeweils zwei unterschiedlich orientierten Versetzungsdipolen eine beliebige Normal- und Tangentialverschiebung über dem Element ermöglicht wird.

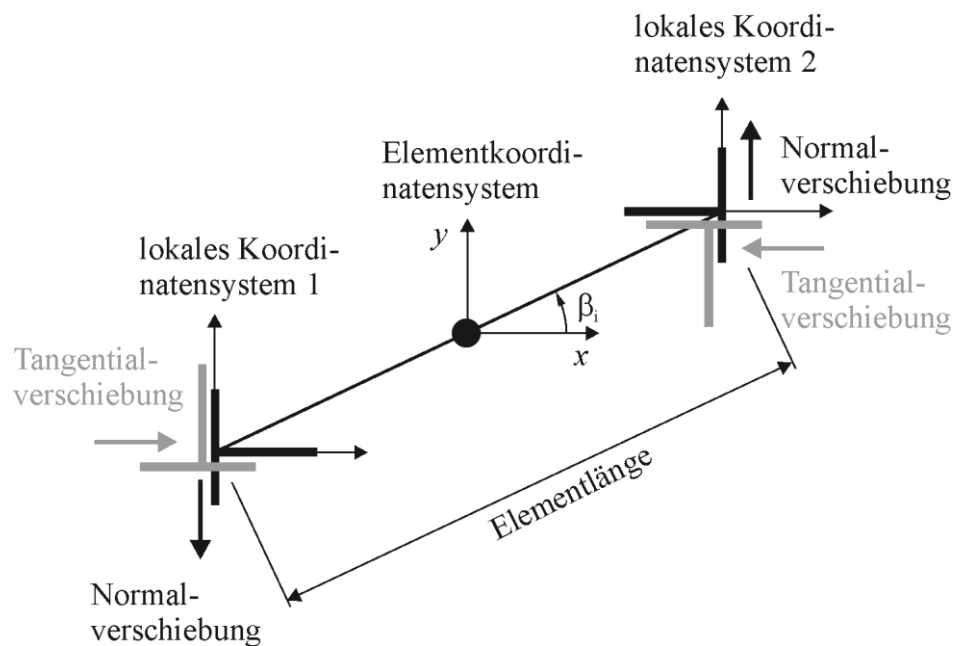


Bild 2-23: Versetzungsdipolrandelement

Aus den Verschiebungen wird dann das Spannungsfeld um ein beliebig orientiertes Versetzungsdipol-Randelement berechnet. Werden mit diesen Elementen Riss (Normal- und Tangentialverschiebung) und plastische Zone (nur Tangentialverschiebung) vernetzt, wie in Bild 2-24 gezeigt, so lassen sich mit Hilfe einer Einflussmatrix G (die die Elemente miteinander koppelt und die Spannung im Element i aufgrund einer Verschiebung im Element j beschreibt) die entsprechenden Spannungen berechnen. Zu beachten ist der Wechsel der lokalen Koordinatensysteme beim Abknicken an der Korngrenze, der durch entsprechende Koordinatentransformationen um die Gleitbandwinkel β_i und β_j zu berücksichtigen ist.

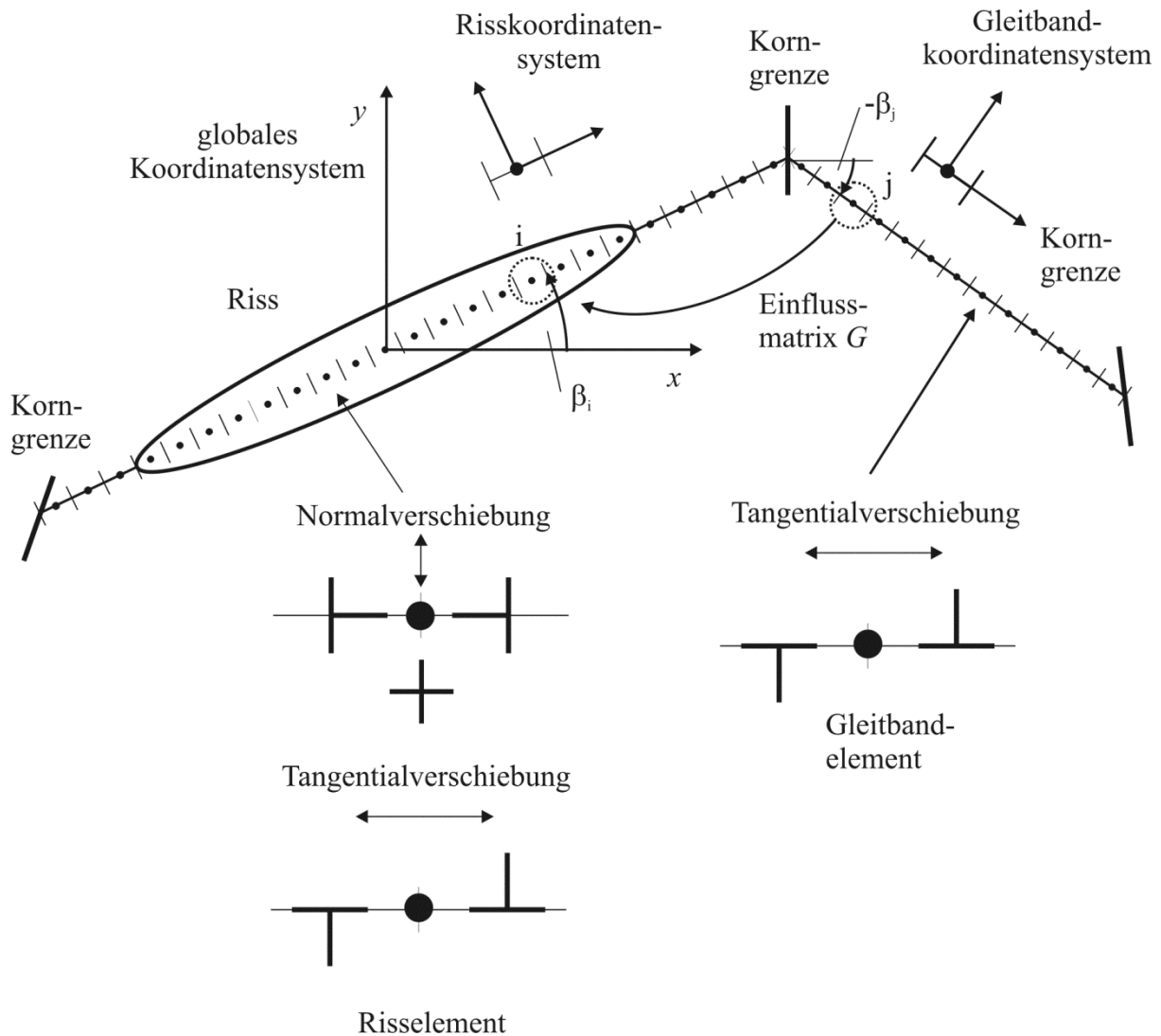


Bild 2-24: Vernetzter Riss mit Gleitband

Die Bestimmung der Aktivierungsspannung im nächsten Korn geschieht mit sogenannten Sensorelementen, die keine Relativverschiebungen zulassen, aber die Spannung auf den in Frage kommenden Gleitsystemen im Nachbarkorn messen können. Sobald die kritische Aktivierungsspannung auf einem dieser Gleitsysteme erreicht wird, erfolgt die Ausbreitung der plastischen Zone durch Vernetzung der gesamten Gleitspur.

Für eine ausführlichere Darstellung mit Angabe des iterativen Lösungsverfahrens sei auf SCHICK (2003) verwiesen.

Abschließend muss noch erwähnt werden, dass es für die Erreichung des Ziels einer virtuellen Gefügeoptimierung nicht nur erforderlich ist, das Modell anhand realer Risse zu verifizieren, sondern anschließend für Lebensdauerberechnungen in virtuellen Gefügen anzuwenden. Die Erstellung der virtuellen Gefüge basiert auf dem von VORONOI (1908) entwickelten Algorithmus und erlaubt die gezielte Einstellung des gewünschten Gefüges anhand der Vorgabe von Phasenanteil, Phasenmorphologie, Korngrößen und weiterer stereologischer Parameter.

Ist ein Gefügetyp erstellt, führen viele verschiedene Einzelrechnungen (unter variierender Belastung) zu einer statistisch abgesicherten synthetischen Wöhlerkurve.

3. Verwendete Werkstoffe

Dieses Kapitel gibt einen Überblick über die untersuchten Werkstoffe. Für beide Legierungen wird zunächst der Literaturkenntnisstand bezüglich Entwicklung, Anwendungen und Eigenschaften kurz zusammengefasst, bevor auf Mikrostruktur und Wärmebehandlung eingegangen wird.

3.1. Duplexstahl

3.1.1. *Historie und Anwendungsgebiete*

Als Duplexstahl bezeichnete Legierungen gehören zur Familie der rostfreien Stähle und besitzen ein zweiphasiges Gefüge bestehend aus Gamma-Austenit (γ) und Alpha-Ferrit (α). Der Ferritgehalt kann je nach Legierungszusammensetzung zwischen 30 und 70 Volumenprozent betragen. Die Existenz beider Phasen im Bereich der Raumtemperatur wird durch die wichtigen Legierungselemente Chrom und Nickel erreicht. Erste Arbeiten über das für Duplexstähle grundlegende System Eisen/Chrom/Nickel lieferten BAIN & GRIFFITH (1927). In den 1930er Jahren wurden erste Gusslegierungen in Frankreich, Deutschland, Schweden und den USA für den kommerziellen Einsatz entwickelt. Der Vorteil gegenüber den damals kohlenstoffreichen austenitischen Stählen ist vor allem in der höheren Korrosionsbeständigkeit zu sehen. Während der 50er und frühen 70er Jahre des letzten Jahrhunderts führte die Knappheit von Nickel zu weiteren Forschungsanstrengungen im Bereich der Duplexstähle. Verglichen mit austenitischen Chrom-Nickel-Stählen haben Duplexstähle geringere Nickelgehalte, was sie vor allem in Zeiten hoher Nickelpreise ökonomisch attraktiv macht. Das Hauptproblem dieser als zweite Generation zu bezeichnenden Legierungen war immer noch die Korrosionsanfälligkeit an Schweißverbindungen (GUNN 1997). Durch Gefügeumwandlungen entsteht nahe der Wärmeeinflusszone eine fast ausschließlich ferritische Mikrostruktur.

Die in dieser Arbeit verwendete Legierung (EN 1.4462) wurde in den 1970er Jahren auf dem Markt eingeführt und entwickelte sich zum bis heute meistverwendeten Duplexstahl. Den kommerziellen Erfolg verdankt diese Legierung vor allem dem hohen Stickstoffanteil, der durch seine austenitstabilisierende Wirkung die Schweißbarkeit des Werkstoffs deutlich verbessert (ALVAREZ 2008).

Spätere Entwicklungen sind einerseits die sogenannten Super-Duplexstähle, die dank höherer Nickel- und Stickstoffgehalte verbesserte Festigkeits- und Lochkorrosionseigenschaften besitzen. Neueste Hyper-Duplexstähle sind noch stabiler gegen Lochkorrosion. Andererseits

werden aber auch niedriglegierte Duplexstähle mit geringen Molybdängehalten als Ersatz für austenitische Stähle eingesetzt. Für eine Übersicht bietet es sich an, die Legierungen nach ihrer Beständigkeit gegen Lochkorrosion einzuteilen. Ein entsprechender Parameter wird üblicherweise aus den Gehalten der Legierungselemente berechnet, die einen Einfluss auf die Korrosionsbeständigkeit haben (engl. pitting resistance equivalent number, PRE_N):

$$PRE_N = \%Cr + 3,3 \times (\%Mo) + 16 \times (\%N) \quad (3-1)$$

Eine tabellarische Übersicht über die wichtigsten Duplexstähle unter Angabe der Zusammensetzung gibt Tabelle 3-1:

Tabelle 3-1: wichtige Duplexlegierungen mit ihrer Zusammensetzung in Gew. %

Typ	Legierung	UNS	EN	Cr	Ni	Mo	Cu	N	PRE_N
niedrig legiert	2101	S32101	1.4162	21,5	1,5	0,3	-	0,22	26
	2304	S32304	1.4362	23	4	0,3	0,3	0,1	27
Standard	329	S32900	1.4460	25	5	1,5	-	0,1	32
	2205	S32205	1.4462	22	5	3	-	0,17	35
Super-Duplex	2507	S32750	1.4410	25	7	4	-	0,28	43
	Zeron 100	S32760	1.4501	25	7	3,5	0,7	0,24	42
Hyper-Duplex	2707	S32707	-	27	6,5	4,8	-	0,4	48
	3207	S33207	-	32	7	3,5	-	0,5	50

Neben dieser Einteilung können die Duplexstähle alternativ nach ihrem Kohlenstoffgehalt unterteilt werden. Es lassen sich zwei Gruppen definieren, die kohlenstoffarmen Knetlegierungen mit 0,01-0,08 Gew. % Kohlenstoff und die kohlenstoffreichen Gusslegierungen mit 0,3-0,5 Gew. % Kohlenstoff. Obwohl der aktuelle Anteil der Duplexstähle an der Gesamtproduktion rostfreier Stähle weniger als 1% beträgt, wächst dieses Marktsegment durch die Erschließung neuer Anwendungsbereiche recht schnell (CHATER 2010).

Die klassischen Anwendungsgebiete der Duplexstähle finden sich vor allem dort, wo die hohe Korrosionsbeständigkeit in Kombination mit hohen Festigkeitseigenschaften ihren Einsatz attraktiv macht. Dies ist zum Beispiel im Rohrleitungs- und Behälterbau der chemischen und petrochemischen Industrie der Fall. Pumpen, Ventilatoren und Zentrifugen sind weitere Einsatzgebiete dieses Industriezweigs. Ebenfalls seit vielen Jahren finden Duplexstähle in der Faser- und Papierindustrie als Werkstoff für Digestoren und Druckbehälter Verwendung. In der Öl- und Gasindustrie werden aus Duplexstählen hergestellte Wärmetauscher, Pipelines und Pumpen, bzw. Ventile eingesetzt. Vor allem der aggressiven Umgebung des Meerwassers verdankt diese Werkstoffgruppe ein weitreichendes Anwendungsfeld auch im Bereich von Offshore- und Meerwasserentsalzungsanlagen. Aufgrund mikrostruktureller Instabilitäten

bleibt die erlaubte Einsatztemperatur auf ca. 300°C beschränkt. Trotzdem finden Duplexstähle auch im Kraftwerksbau Gebrauch. Ebenfalls ein recht weitreichender Absatzmarkt ist das Transportwesen. Ganze Cargo Container und Behälter für Tanklastzüge werden aus Duplex-Standardlegierungen hergestellt.

Neuere Anwendungsgebiete für die niedrig legierten Werkstoffe stellen das Bauwesen und die Automotive-Industrie dar. So werden nicht nur Brücken aus Duplexstahl gebaut, sondern sie werden auch im Stahlbetonbau zunehmend eingesetzt. Im Bereich Automotive ist im Zuge der Leichtbaumaßnahmen die hohe Festigkeit bei gleichzeitig guten Umformeigenschaften von Interesse (ALVAREZ 2008). Auf Ölbohrplattformen, die mittlerweile in Tiefen von bis zu 2500m bohren, sollen Rohre für die Versorgungsleitungen zwischen Plattform und Bohrkopf zukünftig aus der neuesten Generation, den Hyperduplexstählen, eingesetzt werden (CHAI ET AL. 2009).

Die Anwendungsbereiche haben bereits wichtige Eigenschaften der Duplexstähle erkennen lassen, auf die im Folgenden etwas genauer eingegangen werden soll. Exakte Aussagen sind allerdings schwierig zu treffen, da das Materialverhalten sehr stark vom Phasengehalt, den Legierungselementen und -anteilen, sowie vom Herstellungsprozess abhängt. Trotzdem sollen einige generell gültige Besonderheiten dieser Werkstoffgruppe herausgestellt werden.

3.1.2. *Mechanisches Verhalten*

Die sich aus den zwei Phasen Ferrit und Austenit zusammensetzende Mikrostruktur ist das wesentliche Merkmal der Duplexstähle, welche sie von anderen Stählen abgrenzt und Hintergrund vieler ihrer Eigenschaften ist. Die ungleiche Kristallstruktur von kubisch flächenzentriertem Austenit und kubisch raumzentriertem Ferrit ist der wichtigste Unterschied zwischen beiden Phasen und resultiert in einem unterschiedlichen mechanischen Verhalten. Bei gleichem Gehalt an Zwischengitteratomen ist dabei Ferrit die härtere Phase mit höherer Steifigkeit und Festigkeit, Austenit besitzt eine größere Duktilität (NILSSON 1992). Dieser Umstand bewirkt ein sehr günstiges Verhältnis zwischen Festigkeit und Duktilität. Die mit dem Auftreten beider Phasen zusammenhängende Gefügestabilität erstreckt sich über einen großen Temperaturbereich und begrenzt deshalb andererseits das Prozessfenster bei der Warmumformung erheblich (IZA-MENDIA & GUTIERREZ 2007). Zu beachten ist in diesem Zusammenhang auch die höhere Abhängigkeit der Festigkeit von der Temperatur des Ferrits. Entsprechende Untersuchungen von HASHIMOTO ET AL. (1994) an Bi-Kristallen haben gezeigt, dass mit steigender Temperatur der Härteabfall beim Ferrit wesentlich stärker ausgeprägt ist als beim Austenit.

In den 1960er Jahren wurden einige Untersuchungen zum Einfluss der Phasenverteilung auf die Festigkeit durchgeführt. FLOREEN & HAYDEN (1968) haben festgestellt, dass die Streckgrenze mit steigendem Ferritgehalt zwar steigt, die Zugfestigkeit jedoch abnimmt. Die höhere Zugfestigkeit der austenitreichen Legierungen kann mit einer erhöhten Verfestigungsneigung erklärt werden, die im Austenit der von den Autoren verwendeten Legierungen sogar zur verformungsinduzierten martensitischen Phasenumwandlung führen kann. Basierend auf diesen grundlegenden Untersuchungen besitzen die meisten der heutzutage verwendeten Duplexstähle gleiche Anteile an Austenit und Ferrit (ALVAREZ 2008). Im Vergleich zu einphasigen Legierungen aus Ferrit, bzw. Austenit mit etwa gleicher chemischer Zusammensetzung besitzen Duplexstähle eine höhere Festigkeit. FLOREEN & HAYDEN (1968) begründen dies mit einer geringeren Korngröße der Duplexlegierungen im Sinne des Härtungsmechanismus nach HALL (1951) und PETCH (1953). Die kleinere Korngröße lässt sich aufgrund der Duplexstruktur, die das Kornwachstum während der Wärmebehandlung begrenzt, einstellen.

Neben den Festigkeitseigenschaften spielen auch die Zähigkeitseigenschaften eine wichtige Rolle. Sie werden vorwiegend durch den duktileren Austenit bestimmt, hängen allerdings sehr stark vom mikrostrukturellen Gefügestand ab. Nichtmetallische Ausscheidungen können dabei einen rapiden Abfall der Zähigkeit hervorrufen. Die Einsatztemperaturen für Duplexstähle sind deshalb im Vergleich zu austenitischen Edeltählen begrenzt (GUNN 1997).

Allerdings besitzen Duplexstähle gegenüber austenitischen Edeltählen im Allgemeinen verbesserte Ermüdungseigenschaften (NILSSON 1992). Diese können im Wesentlichen den im Gefüge vorhandenen Phasengrenzen zugeordnet werden, wie die Ergebnisse dieser Arbeit unter anderem zeigen werden.

Wie bereits die Anwendungsbeispiele verdeutlicht haben, sind die Korrosionseigenschaften einer der Hauptgründe für die Anwendung von Duplexstählen. Zur Einordnung der Korrosionseigenschaften (vor allem Lochkorrosion und Spannungsrisskorrosion) wird allgemein die bereits erläuterte Formel aus Gleichung (3-1) verwendet. Daraus lässt sich ableiten, dass der Korrosionswiderstand wesentlich von den chemischen Elementen abhängt. Da Korrosion nicht in dieser Arbeit untersucht wurde, sei für ausführliche Informationen an dieser Stelle auf die Literatur verwiesen (z. B. CHARLES 2009).

3.1.3. Wärmebehandlung und Mikrostruktur

Die wichtigsten Legierungselemente der Duplexstahllegierungen sind Chrom, Molybdän und Nickel. Chrom und Molybdän sind Ferritbildner und bewirken die guten Korrosionseigenschaften. Nickel dient als Austenitbildner vorwiegend der Einstellung des gewünschten Pha-

senanteils. Ein sehr wichtiges leichtes Legierungselement ist Stickstoff. Er löst sich in beiden Phasen als Zwischengitteratom, hat aber vor allem eine stabilisierende und härtende Wirkung im Austenit und stabilisiert den Werkstoff gegen Lochkorrosion (GUNN 1997). Weitere Legierungselemente sind Mangan, Kupfer und Wolfram, wobei Mangan vor allem die Verschleiß-eigenschaften, Kupfer und Wolfram ebenfalls Korrosionseigenschaften positiv beeinflussen. Silizium, Kohlenstoff, Schwefel und Phosphor sind Legierungselemente deren Gehalte eher gering gehalten werden.

Die Grundlage zur Legierungsherstellung bildet entsprechend der wichtigsten Legierungsbestandteile das Dreistoffsystem Eisen-Chrom-Nickel, welches von BAIN & GRIFFITH (1927) erstmals systematisch erforscht wurde. Eine dreidimensionale Ansicht des Systems nach POHL (2007) ist in Bild 3-1 dargestellt.

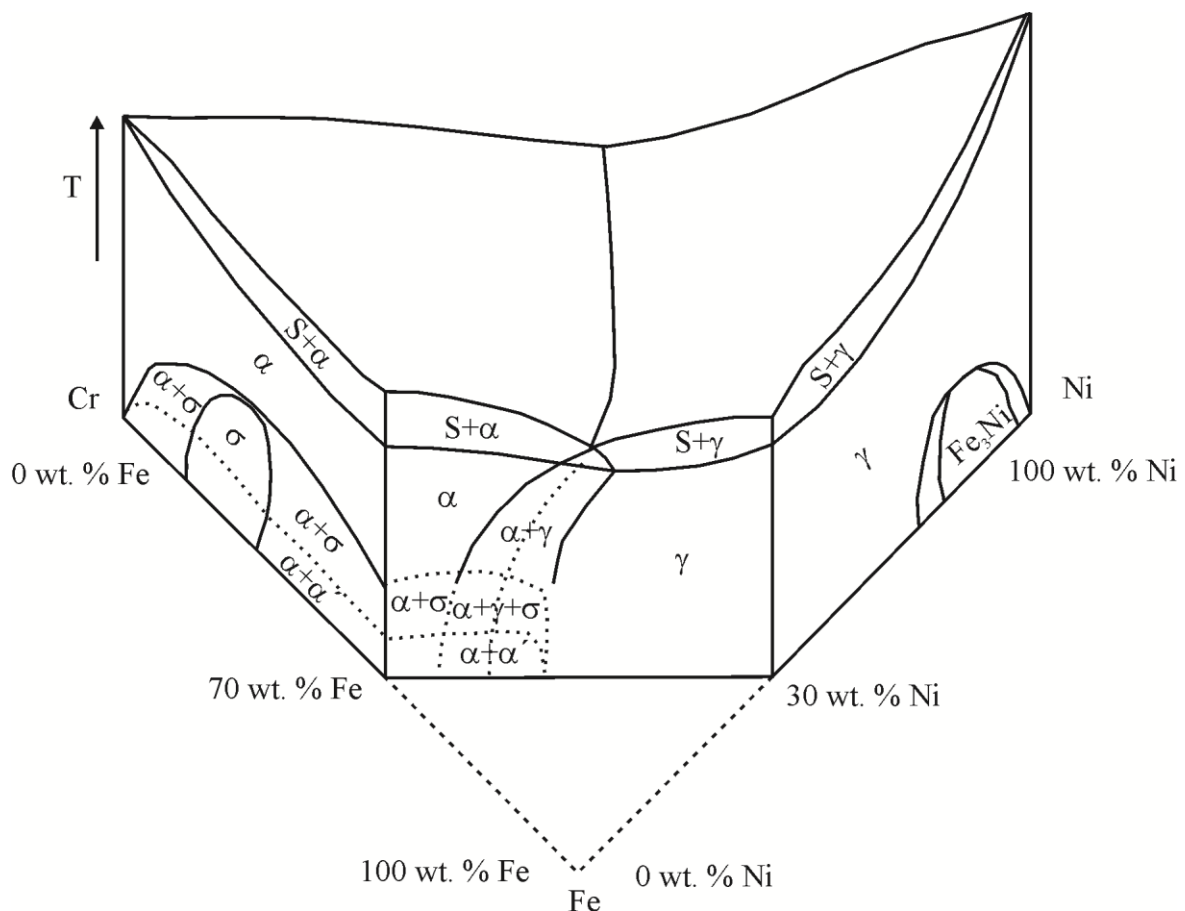


Bild 3-1: Eisen-Chrom-Nickel Zustandsdiagramm, schematisch nach POHL (2007)

Der Schnitt im Frontbereich lässt das im Falle der Duplexstähle wichtige Zweiphasengebiet von Austenit und Ferrit erkennen, an dessen Verlauf klar wird, dass die Duplexstähle primär über die ferritische Phase erstarren. Bei ca. 1400°C beginnt die Festkörperreaktion, bei der sich Ferrit in Austenit umwandelt. Neben primärem Ferrit kann sich auch primärer Austenit bereits während der Erstarrung nahe dem Dreiphasenraum $S+\alpha+\gamma$ bilden, wobei S für

Schmelze steht. Dies geschieht bei höheren Nickel- und geringeren Chromgehalten und wird nach FOLKHARD (1984) als Flip-Flop-Erstarrung bezeichnet, weil Ferrit- und Austenitkeime alternierend wachsen. Da allerdings der Austenitanteil klein bleibt, erfolgt die Umwandlung von Ferrit nach Austenit nach der vollständigen Erstarrung trotzdem. Der Prozess beginnt an den α/α Korngrenzen, in dessen Verlauf Austenitnadeln oder -platten in die Ferritkörner wachsen. Dabei befolgt der Ausscheidungsprozess die Orientierungsbeziehung nach KURDJUMOW & SACHS (1930b):

$$\{111\}_\gamma \parallel \{110\}_\alpha \text{ und} \quad (3-2)$$

$$\langle 110 \rangle_\gamma \parallel \langle 111 \rangle_\alpha$$

Ab einer Temperatur von ca. 1000°C ändert sich das Phasenverhältnis kaum noch. Im Falle der Knetlegierungen folgt der Erstarrung die Warmumformung, die zur Ausbildung von in Walzrichtung langgestreckten alternierenden Austenit/Ferrit-Lamellen führt (siehe Bild 3-2).

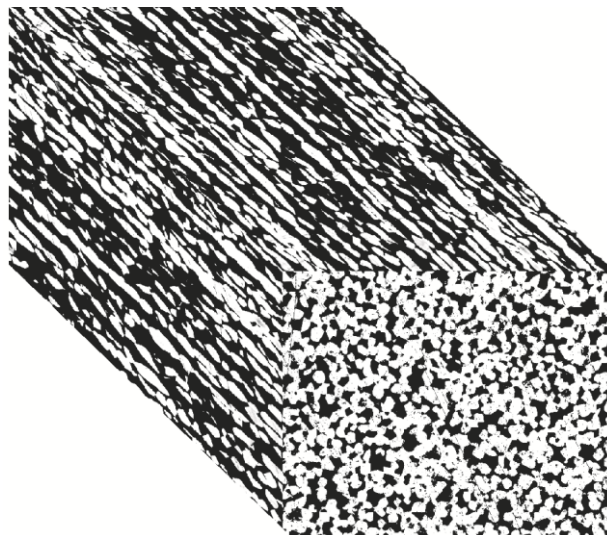


Bild 3-2: Typische Walzmikrostruktur im Duplexstahl

Die thermomechanische Umformung hat im Allgemeinen die Ausprägung einer kristallographischen Textur zur Folge. Die Orientierung der Körner entlang bestimmter Vorzugsrichtungen bewirkt ein anisotropes mechanisches Verhalten. RAABE (2003) gibt einen guten Überblick über grundlegende Texturen. Eine durch die thermomechanische Umformung eingebrachte Textur lässt sich durch die üblicherweise folgende Wärmebehandlung, die bei einer Temperatur oberhalb von 1000°C stattfindet (Lösungsglühen), im Allgemeinen nicht mehr wesentlich beeinflussen.

Die Lösungsglühung, gefolgt von einer schnellen Abkühlung auf Raumtemperatur, ist trotzdem notwendig, um die gewünschten mechanischen Eigenschaften zu erhalten und wird für

Knet- und Gusslegierungen gleichermaßen durchgeführt. Das Abschrecken ist zwingend erforderlich, weil die Mikrostruktur bei Temperaturen zwischen 300 und 1000°C nicht stabil ist, sondern zahlreiche Gefügeveränderungen auftreten können. Im Wesentlichen handelt es sich um die Ausscheidung intermetallischer Phasen, Karbide und Nitride, die entsprechend der Legierungselemente auftreten. Da viele dieser Phasen die mechanischen Eigenschaften negativ beeinflussen, indem sie eine versprödende Wirkung auf die Mikrostruktur erzielen, sind sie im Allgemeinen unerwünscht. Die von JETT & FOOTE (1936) so genannte Sigma-Phase, die zwischen 650 und 1000°C entsteht, ist die bekannteste der intermetallischen Phasen.

Ein weiteres Merkmal der Mikrostruktur ist der weitläufig als 475°C-Versprödung bezeichnete Zerfall (Entmischung) des Ferrits in einem Temperaturbereich zwischen 300 und 550°C (BANDEL & TOFAUTE 1942). Bei 475°C ist die Zerfallsrate maximal, woher der Name rührt. Die Phasenumwandlung entsteht aufgrund einer Mischungslücke im Eisen-Chrom-Zustandsdiagramm und führt zu einer eisenreichen α - und einer chromreichen α' -Phase (jeweils krz-Gitterstruktur). Die Kenntnis dieses Effektes ist in der Praxis von Bedeutung, weil die Versprödung zu einer erheblichen Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften wie Kerbschlagzähigkeit und Bruchzähigkeit der Duplexstähle führen kann (ALVAREZ 2008). Lediglich Härte und Zugfestigkeit können durch diese Art der Versprödung gesteigert werden.

3.2. Titan

3.2.1. *Historie und Anwendungsgebiete*

Titan als metallisches Element steht mit einem Anteil von 0,6% der Erdkruste an vierter Stelle nach Aluminium, Eisen und Magnesium bezüglich des Vorkommens. Sehr attraktiv sind die hohe Korrosionsbeständigkeit sowie die hohe spezifische Festigkeit von Titan und seinen Legierungen. Bemerkenswert ist auch die geringe Steifigkeit mit einem E -Modul von nur 115 GPa. Jedoch ist die Gewinnung des reinen Metalls recht aufwändig, weil das Element in der Natur nur als Rutil (TiO_2) und Ilmenit (FeTiO_3) vorkommt. Obwohl GREGOR (1795) erstmals über Titanverbindungen berichtete, wurde die Herstellung des reinen Metalls erst durch die Entwicklung des von KROLL (1940) erfundenen und nach ihm benannten Verfahrens möglich. Bei diesem Verfahren entsteht als Zwischenprodukt Titan-tetrachlorid, welches als Basis für weiße Farbstoffe fungiert. Nur etwa 5% des weltweit hergestellten Titan-tetrachlorids wird zu sogenanntem Titanschwamm weiterverarbeitet, woraus dann durch Umschmelzen Reintitan, bzw. Titanlegierungen, gewonnen werden (PETERS & LEYENS 2002). Auf Grund der hohen Oxidationsneigung des Titans geschieht das Umschmelzen in einem Vakuumlichtbogen-

ofen. Die beim Umschmelzen entstehenden Blöcke werden durch Schmieden und Walzen, bzw. Strangpressen weiterverarbeitet. Die kostspielige und zum Teil ökologisch belastende Herstellung bedingt den vergleichsweise hohen Preis für Titan und führte zur Entwicklung alternativer Herstellungsmethoden.

Neuere Entwicklungen sind zum einen das in Cambridge von CHEN ET AL. (2000) erfundene FFC-Verfahren (nach den Autoren benannt: Fray-Farthing-Chen), bei dem das Titanoxid elektrolytisch durch Elektrodessoxidation in einem Schmelzbad aus Kalziumchlorid direkt zu Titan reduziert wird. Problematisch bei der Anwendung des FFC-Prozesses ist jedoch die Tatsache, dass sich im gewonnenen Rohtitan ein hoher Anteil an Verunreinigungen, wie zum Beispiel Kalzium, Eisen und andere Begleitelemente findet. Zudem nimmt die Reaktionsgeschwindigkeit bei großen Elektroden aus Titanoxid stetig ab, weshalb größere Mengen Titan bisher nicht mit diesem Verfahren hergestellt werden.

Ein weiteres Herstellungsverfahren auf Basis der Schmelzflusselektrolyse wird zurzeit in Deutschland entwickelt (MÖLLER & FRIEDRICH 2008). Dabei wird das Titanoxid durch in-situ-Chlorierung gespalten. Da letztendlich im Vergleich zum Krollprozess nur ein Verfahrensschritt wegfällt, wird sich erst zukünftig zeigen, ob mit Hilfe des Verfahrens eine signifikante Reduktion des Titanpreises erzielt werden kann und er sich etablieren kann.

Kommerziell wird Titan erst seit den 1950er Jahren eingesetzt. Die bis heute erfolgreichste Legierung Ti6Al4V wurde als eine der ersten bereits 1954 in den USA eingeführt. Obwohl diese Legierung schon eine gute Kombination aus Festigkeit und Duktilität besitzt, werden stetig optimierte Legierungen entwickelt, so erst kürzlich eine Modifikation (Ti5Al4V) der Ti6Al4V-Legierung (KEARNS 2005). Da Titan bei 882°C von der kubisch raumzentrierten β -Hochtemperaturphase zur hexagonal dichtest gepackten α -Phase umwandelt, erfolgt die Einteilung der Legierungen üblicherweise anhand des Anteils der Phasen. Da dieser Anteil stark von der Legierungszusammensetzung abhängt, werden entsprechend ihrer Wirkung α -stabilisierende (Aluminium, Sauerstoff), β -stabilisierende (Vanadium, Molybdän, Niob, Eisen, Chrom) und neutrale Elemente (Selen, Zirkon) unterschieden. Dieser Zusammenhang ist schematisch in Bild 3-3 dargestellt.

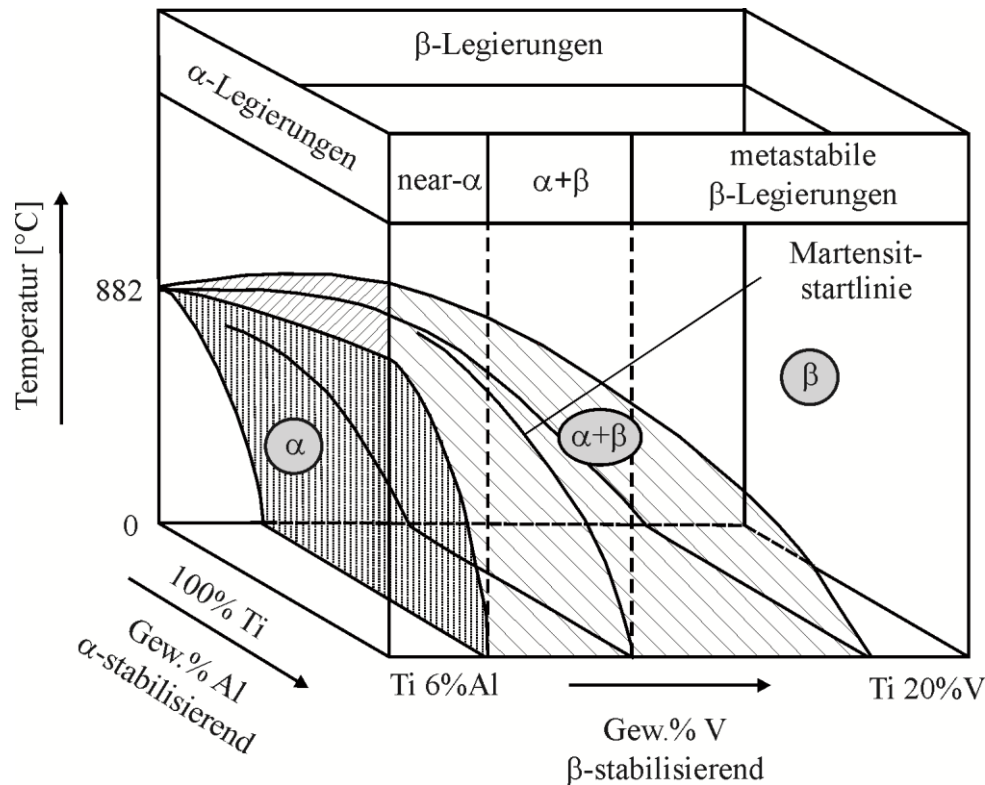


Bild 3-3: Dreidimensionales Zustandsschaubild zur Klassifizierung der Titanlegierungen, nach PETERS & LEYENS (2002)

Reintitan und Legierungen mit α -stabilisierenden und neutralen Elementen werden in die Gruppe der α -Legierungen eingeteilt. Near- α -Legierungen enthalten bereits geringe Mengen an β -stabilisierenden Elementen und folglich auch geringe Anteile der β -Phase. Steigt der Anteil weiter an, so wird die Gruppe der $\alpha+\beta$ -Legierungen erreicht. Auch wenn Reintitan in der Anwendung den mit Abstand größten Anteil der Titanwerkstoffe einnimmt, ist diese Gruppe die technisch wichtigste Legierungsgruppe. Sie weist gewöhnlich einen Volumenanteil zwischen 5 und 40% der β -Phase auf und stellt damit einen weiten Gestaltungsrahmen für eine sehr variable Einstellung von Mikrostruktur und Eigenschaften dar. Legierungen, welche keine martensitische Gefügeumwandlung von β nach α mehr aufweisen, werden als metastabile β -Titanlegierungen definiert. Technisch weniger bedeutend sind einphasige Betatitanlegierungen (auch wenn es inzwischen Nischenanwendungen, z. B. im Flugzeugbau gibt), weshalb die metastabilen auch als β -Legierungen bezeichnet werden. Eine Übersicht mit den wichtigsten Vertretern jeder Gruppe ist in Tabelle 3-2 dargestellt.

Tabelle 3-2: wichtige Titanlegierungen mit ihrer Zusammensetzung in Gew. %

Typ	Legierung	EN	Al	V	Mo	Sn	Zr	Cr	Si	Fe	Nb
α	Reinsttitan	3.7025	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Grade 6	3.7154	5	-	-	2,5	-	-	-	-	-
near- α	Ti6242	3.7144	6	-	2	2	4	-	-	-	-
	IMI 834	-	5,8	-	0,5	4	3,5	-	0,35	-	0,7
$\alpha+\beta$	Ti64	3.7164	6	4	-	-	-	-	-	-	-
	Ti67	-	6	-	-	-	-	-	-	-	7
$\alpha+\beta$	Ti662	3.7174	6	6	-	2	-	-	-	-	-
	Ti54	-	5	4	0,6	-	-	-	-	0,4	-
β	Ti6246	-	6	-	6	2	4	-	-	-	-
	Ti1023	-	3	10	-	-	-	-	-	2	-
	Beta C	-	3	8	4	-	4	6	-	-	-

Nicht unerwähnt bleiben sollen andere Werkstoffgruppen auf Basis von Titan, auch wenn hier nicht näher auf sie eingegangen werden kann. Es sind dies zum einen die Titanaluminide, die aufgrund ihrer geringen Dichte und hohen Kriechbeständigkeit das Potenzial als Turbinenschaufelwerkstoff haben (RUGG 2003), und zum anderen die Kompositwerkstoffe mit Titanmatrix, die allerdings bislang keine Anwendung gefunden haben.

Jede der in Tabelle 3-2 dargestellten Gruppen hat verschiedene Eigenschaften, sodass die Anwendungsgebiete sehr weitläufig sind und hier nur die wichtigsten genannt werden können. Das am häufigsten eingesetzte Reintitan und die α -Legierungen finden z. B. in Kondensatoren und Wärmetauschern von Kraftwerken aufgrund ihrer guten Korrosionseigenschaften Verwendung. Der Widerstand gegen Korrosion spielt auch beim Einsatz in der Papierindustrie zum Bleichen des Papiers eine wichtige Rolle. In der Automobilindustrie werden Auspuffsysteme aus Reintitan hergestellt (WAGNER & SCHAUERTE 2007), aber auch in der Architektur wird Titan als Fassadenverkleidung und Konstruktionsmaterial verwendet (ODA 2007). Beliebte ist Titan mittlerweile auch als Werkstoff zur Herstellung von Schmuck, vor allem wegen seiner guten Biokompatibilität und der attraktiven Möglichkeit, die Oberflächen mittels Anodisierens farblich zu gestalten (BARTLETT 2007).

Near- α -Legierungen werden vorwiegend in der Luft- und Raumfahrttechnik eingesetzt. Wegen ihres hohen Gehaltes an Alphaphase sind sie kriechbeständig, besitzen aber gleichzeitig eine ausreichende Duktilität aufgrund der vorhandenen Betaphase. Hauptanwendung sind Turbinenschaufeln und -scheiben, bzw. die Kombination aus beidem in einem Teil, die sogenannten Blisks, im Hochdruckkompressor von Flugzeugtriebwerken (PETERS ET AL. 2003).

Die Gruppe der $\alpha+\beta$ -Legierungen bilden den größten Anteil der weltweiten Legierungsherstellung, wodurch ihre Vielseitigkeit widerspiegelt wird. Neben der Luft- und Raumfahrtin-

dustrie (Turbinenschaufeln und -scheiben im Niederdruckkompressor, Strukturbauteile) werden diese Legierungen sowohl im Automobilbau als Werkstoff für Ventilschäfte und Pleuelstangen (WAGNER & SCHAUERTE 2007), der Medizintechnik für Implantate (NIINOMI 2007), als auch in Offshore-Anlagen, z. B. zum Bau von U-Boot-Außenhüllen oder Steigrohren in Ölplattformen eingesetzt (GORYNIN ET AL. 2007).

Sobald sehr hohe Festigkeiten bei vergleichsweise geringem Gewicht nötig sind, werden die β -Titanlegierungen verwendet. Ein typisches Beispiel aus dem Bereich Flugzeugbau sind Fahrwerkskomponenten (PETERS & LEYENS 2002).

3.2.2. *Mechanisches Verhalten*

Außer den α -Legierungen sind praktisch alle Titanwerkstoffe mindestens zweiphasig aufgebaut. Durch Anteil und Morphologie der Phasen lassen sich die Eigenschaften in sehr hohem Maße variieren, weshalb ein kompletter Überblick über alle Legierungsgruppen hier nicht erfolgen kann. Es sei auf die einschlägige Literatur verwiesen, z. B. PETERS & LEYENS (2002) oder LÜTJERING & WILLIAMS (2003).

Zumindest für die in dieser Arbeit verwendete Legierung, die den $\alpha+\beta$ -Legierungen zuzuordnen ist, werden einige wichtige Eigenschaften zusammengestellt. Ti6Al4V ist mit einem Anteil von über 50% die am häufigsten verwendete Titanlegierung (PETERS & LEYENS 2002). Je nach Wärmebehandlung, auf die im nächsten Abschnitt näher eingegangen wird, können drei Gefügeausprägungen erzielt werden. Dies sind vollständig lamellare, bi-modale und vollständig globulare Mikrostrukturen. Die Angaben beziehen sich vorwiegend auf die α -Phase, die aufgrund der Legierungszusammensetzung mindestens einen Anteil von 75% des Gefüges ausmacht.

Im Falle des lamellaren Gefüges ist die Koloniegröße der einzelnen Lamellenpakete der die mechanischen Eigenschaften bestimmende Parameter. Pauschal lässt sich feststellen, dass die Festigkeit im Sinne des Mechanismus nach HALL (1951) und PETCH (1953) mit sinkendem Kolonieabstand steigt. Gleiches gilt für die Lebensdauer unter zyklischer Belastung. Der Widerstand gegen die Ausbreitung langer Ermüdungsrissse sinkt allerdings ab, da größere Lamellenpakete lange Risse stärker ablenken können. Ähnliches gilt für die Zähigkeitseigenschaften. Bi-modale Gefüge besitzen üblicherweise kleinere Korngrößen als die vollständig lamellaren Gefüge und bieten deshalb höhere Festigkeitswerte. Für sie gilt der festigkeitssteigernde Zusammenhang nach HALL (1951) und PETCH (1953) für die Größe der transformierten Betakörner, in denen sich während der Abkühlung die Alphalamellen ausscheiden, allerdings nur, solange die Alphaskörner nicht kettenartig miteinander verbunden sind. Neben der Korngröße

beeinflusst jedoch ein weiterer Effekt die mechanischen Eigenschaften. Durch die Art der Wärmebehandlung kann es zur Separation der Legierungselemente kommen, wodurch die transformierten Betakörner im Vergleich zum vollständig lamellaren Gefüge geschwächt werden und so die hochzyklischen Ermüdungseigenschaften schlechter sein können (LÜTJERING 1999). Die statischen Festigkeits- sowie die niederzyklischen Ermüdungseigenschaften sind weitestgehend unabhängig vom Effekt der Elementseparation und können mit kleiner werdender Betakorngröße gesteigert werden, während die Bruchzähigkeit abnimmt.

Vollständig globulare Mikrostrukturen zeichnen sich durch einen sehr hohen Anteil an Alphakörnern aus, die zum Teil zusammenhängend sind. Ihr mechanisches Verhalten ähnelt daher dem der α -Legierungen. Die statischen und dynamischen Festigkeitswerte sind im Vergleich zu den anderen erwähnten Mikrostrukturen höher und lassen sich mit kleiner werdender Alphakorngröße steigern. Demgegenüber steigt der Widerstand gegen die Ausbreitung langer Ermüdungsrisse, ebenso wie die Zähigkeit, mit steigender Korngröße.

3.2.3. Wärmebehandlung und Mikrostruktur

Das wichtigste Legierungselement für die Titanlegierungen ist das Aluminium. Frühe Untersuchungen über das Legierungssystem Titan-Aluminium wurden beispielsweise von BUMPS ET AL. (1952) durchgeführt. Aluminium verbessert als α -stabilisierendes Element die Kriech- und Oxidationseigenschaften, während die Duktilität herabgesetzt wird. Deshalb enthalten $\alpha+\beta$ -Legierungen immer auch ein die β -Phase stabilisierendes Element, mit dem Ziel, die Verformbarkeit zu steigern. Neben Molybdän ist vor allem Vanadium ein wichtiger β -Stabilisator. Erste Beiträge zum Phasendiagramm des Dreistoffsystems Ti-Al-V wurden von RAUSCH ET AL. (1956) geleistet. Ausnahmen von diesem Dreistoffsystem bilden die neueren biokompatiblen Legierungen (z. B. Ti6Al7Nb), die oft mit Niob legiert sind. Hintergrund ist ihr Einsatz für Implantate, bei denen Niob, dem eine höhere Biokompatibilität zugeschrieben wird, das normalerweise verwendete Vanadium ersetzt (NINOMI 1998).

Die Wärmebehandlung der $\alpha+\beta$ -Legierungen ist entsprechend der unterschiedlichen Gefügestrukturen ebenfalls sehr unterschiedlich. Grundsätzlich erfolgt nach dem Umschmelzen und Homogenisieren eine thermomechanische Wärmebehandlung, deren Parameter über die am Ende erhaltene Mikrostruktur entscheiden. Wichtig sind in diesem Zusammenhang Temperaturen und Abkühlgeschwindigkeiten. Entsprechend ihrer Entstehungsgeschichte können primäre Alphakörner (entstehen bereits bei der Umformung), sekundäre Alphakörner (entstehen beim Abkühlen, meist nadel- oder lamellenförmig) und Restbetakörner (verbleiben als Korngrenzensaum zwischen den Lamellen oder an Tripelpunkten der Alphakörner) unter-

schieden werden. Als alternativer Name für die sekundären Alphalamellen findet auch der Begriff transformiertes Beta Verwendung.

Vollständig lamellare Mikrostrukturen werden im β -Phasengebiet bei hohen Temperaturen umgeformt. Beim Abkühlen transformieren die Betakörner zu Alpha. Dies geschieht, in Abhängigkeit von der Abkühlgeschwindigkeit, in Form kleiner martensitischer Nadeln oder grober Lamellen, die ihrerseits Kolonien (Lamellen gleicher Orientierung) bilden.

Im Falle von bi-modalen und vollständig globularen Mikrostrukturen erfolgt die Umformung im Zweiphasengebiet. Die anschließende Rekristallisation bestimmt den Phasenanteil an primärer globularer Alphaphase. Über die Abkühlrate wird die Lamellen- bzw. Koloniegröße bestimmt. Bei sehr langsamer Abkühlrate entstehen nur globulare Körner. Dabei erfolgt die Umwandlung von Beta nach Alpha stets entsprechend der auch als Burgers-Beziehung bekannten Orientierungsbeziehung:

$$\begin{aligned} \{0001\}_{\alpha} \parallel \{110\}_{\beta} \text{ und} \\ \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha} \parallel \langle 111 \rangle_{\beta} \end{aligned} \quad (3-3)$$

In der Regel folgt als letzter Schritt für alle Mikrostrukturen ein Lösungsglügen bei geringerer Temperatur, bei dem die Alphaphase durch die Ausscheidung von Ti_3Al -Teilchen (im Bereich zwischen 400 und 600°C) ausgehärtet werden kann. Diese Ausscheidungen sind auch unter der Bezeichnung α_2 bekannt. Oftmals wird in der industriellen Produktion der Rekristallisationsschritt weggelassen, sodass das Gefüge lediglich mittels Umformparameter und Abkühlrate eingestellt wird. Dieses als mill-glügen bezeichnete Verfahren resultiert oft in einer nicht vollständig rekristallisierten Mikrostruktur und entspricht einem der beiden in dieser Arbeit zu untersuchenden Zustände.

4. Experimentelle Methoden

In diesem Kapitel werden die zur Erzielung der Ergebnisse verwendeten experimentellen Methoden beschrieben. Das Kapitel beginnt mit einer kurzen Darstellung der Wärmebehandlungen und Probengeometrien, bevor im Hauptteil die zur Ermüdungsbelastung genutzten Maschinen, sowie die zur anschließenden Analyse verwandte elektronenmikroskopische Ausstattung genauer beleuchtet werden. Weniger intensiv genutzte Geräte und Methoden werden am Ende erklärt.

4.1 Material und Wärmebehandlung

Bei den in dieser Arbeit untersuchten Werkstoffen handelt es sich um den Duplexstahl 1.4462 und die Titanlegierung Ti6Al4V. Der Duplexstahl wurde vom Hersteller in Form rundgewalzter Stangen mit einem Durchmesser von 25mm angeliefert. Die resultierende Walzmikrostruktur ist stark anisotrop mit langgestreckten Körnern in Walzrichtung (vgl. Bild 3-2). Der entsprechende Gefügestand wurde bereits von DÜBER (2006) charakterisiert und als zu feinkörnig für Untersuchungen zum Schädigungsverhalten befunden, da die mittleren Korndurchmesser nur $7\mu\text{m}$ für die α -, bzw. $10\mu\text{m}$ im Fall der γ -Phase betragen.

Die von DÜBER (2006) durchgeführte Wärmebehandlung zur Gefügevergrößerung ist deshalb auch in dieser Arbeit beibehalten worden. Sie besteht aus einer Lösungsglühung bei 1250°C für 4 Stunden mit anschließender kontrollierter Abkühlung im Ofen auf 1050°C innerhalb von 3 Stunden. Abschließend erfolgt das Abschrecken in Wasser. Das Glühen bei 1250°C führt zur Reduzierung der Austenitphase und zum Wachstum der Ferritkörner. Während der langsamen Abkühlung stellt sich dann das ursprüngliche Phasenverhältnis von 1:1 wieder ein. Die Neubildung von Austenit wird von der für kubisch flächenzentrierte Werkstoffe mit niedriger Stapelfehlerenergie häufig beobachteten Entstehung von Zwillingskorngrenzen begleitet. Diese typischerweise sehr geradlinig verlaufenden Korngrenzen entstehen beim Kornwachstum, wenn sich eine Korngrenze in $\langle 111 \rangle$ - Richtung bewegt und dabei auf einen Stapelfehler trifft (ROOS & MAILE 2008). Werden bei der weiteren Bewegung die Atome in veränderter Stapelfolge in das Gitter eingebaut, so resultiert eine spiegelbildliche Anordnung der Atome unter Bildung der Zwillingsgrenze.

Das Abschrecken in Wasser verhindert die Bildung spröder Phasen (vgl. Kap. 3). Die Wärmebehandlung konnte an Luft erfolgen, da die entstehende Oxidschicht während der Probefertigung ohnehin entfernt wurde.

Im Falle der Titanlegierung wurden vom Hersteller Schmiederohteile geliefert, die durch unterschiedliche Wärmebehandlung zwei verschiedene Mikrostrukturen aufweisen. Dabei handelt es sich einerseits um den bereits beschriebenen mill-geglühten Zustand (engl. mill annealed, ma), zum anderen um einen lösungsgeglühten Zustand (engl. solution heat treated, sht). Tabelle 4-1 zeigt eine Übersicht über die Wärmebehandlungen.

Tabelle 4-1: Übersicht über die Wärmebehandlungen

Werkstoff	Duplexstahl	Titanlegierung	
Anlieferungszustand	rundgewalzt, lösungsgeglüht*	geschmiedet*	
durchgeführte WB	grobkorngeglüht	mill-geglüht*	lösungsgeglüht*
<u>1. Schritt:</u>			
Zeit [min]	240	Umformzeit	Umformzeit
Temperatur [°C]	1250	930	950
Zwischenabkühlung	keine	Luft	keine
<u>2. Schritt:</u>			
Zeit [min]	180	120	70
Temperatur [°C]	1250 → 1050 (kontrolliertes Abkühlen im Ofen)	720	970
(Zwischen-) abkühlung	Wasser	Luft	Luft
<u>3. Schritt:</u>			
Zeit [min]	-	-	120
Temperatur [°C]	-	-	720
Abkühlung	-	-	Luft

*vom Hersteller durchgeführt

Die chemische Zusammensetzung der Werkstoffe wurde mittels optischen Emissionsspektrometers (Funkenspektrometer, Modell Spectromaxx der Firma Spectro Analytical Instruments GmbH) bestimmt und in Tabelle 4-2 dargestellt.

Tabelle 4-2: chemische Zusammensetzung der Werkstoffe [Gew. %]

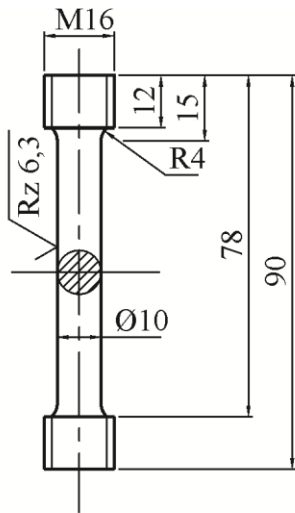
Element	Duplexstahl	Titanlegierung
Al	-	6,50
C	0,031	0,023
Co	0,074	-
Cr	22,12	0,030
Cu	0,126	0,0051
Fe	Rest	0,133
Mn	1,91	<0,0045
Mo	3,17	<0,015
N	0,278	-
Ni	5,80	0,016
Si	0,56	0,013
Ti	0,035	Rest
V	0,121	3,52
W	0,023	-

Die Werte repräsentieren jeweils den Mittelwert aus drei Einzelmessungen und liegen innerhalb der Toleranz nach DIN EN 10088-2 (Duplexstahl) und DIN 17851 (Titanlegierung).

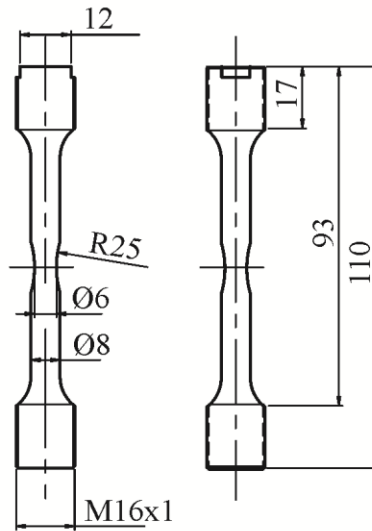
4.2. Probengeometrie und -behandlung

Aus den wärmebehandelten Rohlingen erfolgte die Herstellung unterschiedlicher Probengeometrien, die die verschiedenen Versuche erforderten. Zugversuche wurden an Proportionalstäben nach DIN EN 10002, die Dauerfestigkeitsuntersuchungen an ähnlichen zylindrischen Rundproben durchgeführt, die jedoch der jeweiligen Einspannungen der Prüfmaschinen (Resonanzpulsator und Servohydraulik) angepasst wurden.

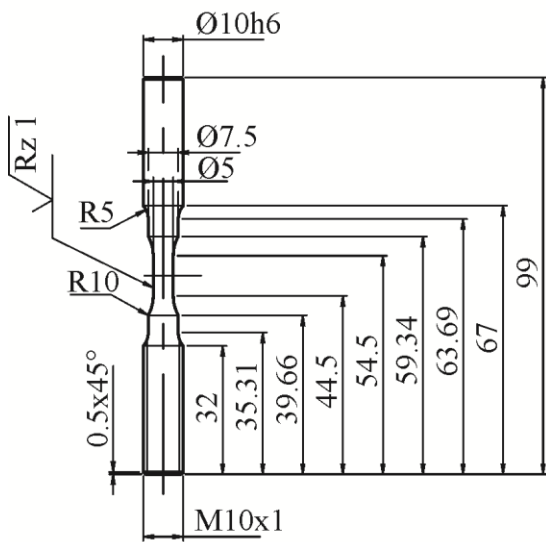
Für Rissinitiierungs- und -ausbreitungsversuche wurden ebenfalls zylindrische Rundproben verwendet, allerdings waren diese mit einem beidseitig vorhandenen Flachkerb versehen, um den Bereich der maximalen Belastung und damit der Schädigungsinitiierung einzugrenzen. Diese Proben erhielten außerdem an einem Ende eine gefräste Schlüsselweite, um eine reproduzierbare Ausrichtung im Rasterelektronenmikroskop (REM) zu gewährleisten. Schließlich erfolgten die Messungen zur Langrissausbreitung an Vier-Punkt-Biegeproben mit rechteckigem Querschnitt und mittels Funkenerosion eingebrachtem Kerb (Duplexstahl), bzw. an Kompaktzugproben nach ASTM E 647-05 (Titanlegierung). Entsprechende Zeichnungen sind in Bild 4-1 für den Duplexstahl und Bild 4-2 für die Titanlegierung dargestellt.



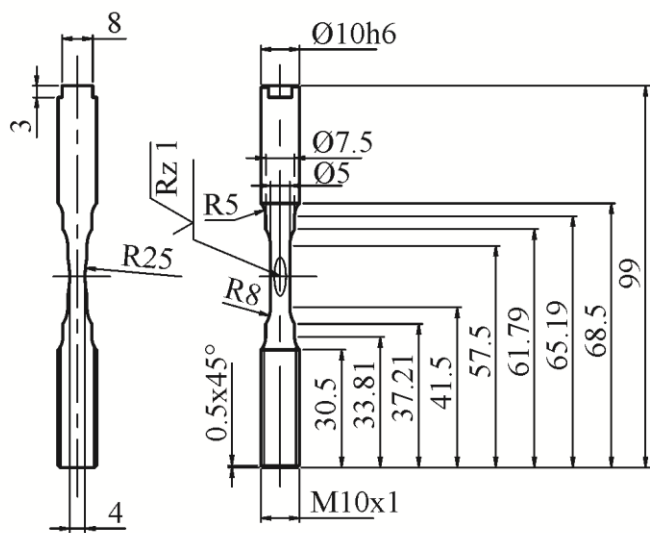
a) Zugprobe



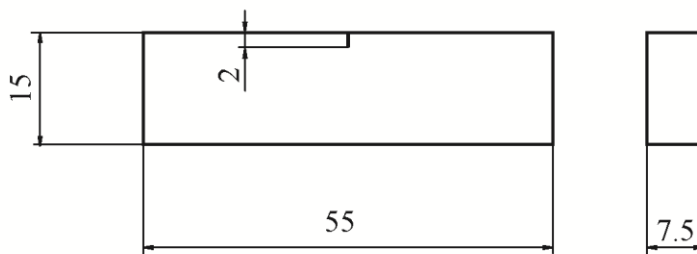
b) Ermüdungsprobe Resonanzpulsator



c) Ermüdungsprobe Servohydraulik



d) Rissausbreitungsprobe Servohydraulik



e) Langrissausbreitungsprobe

Bild 4-1: Probengeometrien Duplexstahl

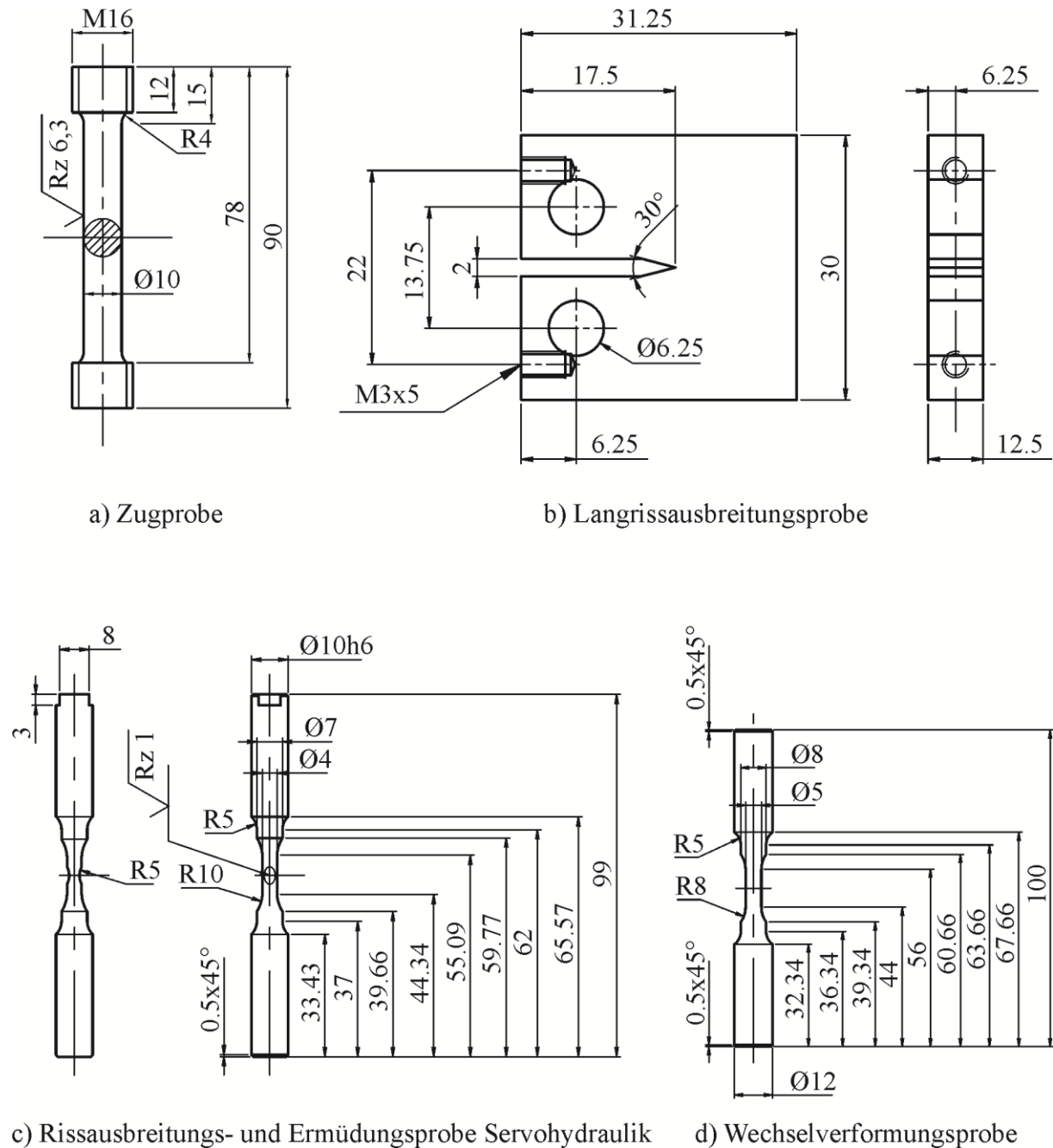


Bild 4-2: Probengeometrien Titanlegierung

Da die Oberflächengüte bekanntermaßen einen großen Einfluss auf die Rissinitiierung haben kann und darüber hinaus eine lokale Orientierungsbestimmung mittels EBSD-Technik (engl. electron back-scattered diffraction) nur an nahezu eigenspannungsfreien Oberflächen geschehen kann, wurden die Proben zunächst mechanisch mit SiC-Papier bis 1200er Körnung geschliffen und anschließend in einer eigens konstruierten Vorrichtung (KÖRDEL 2008) elektrochemisch poliert, in der die Proben während des Polierens rotierten. Die Kühlung erfolgte mit Hilfe eines Kryostaten. Tabelle 4-3 zeigt eine Übersicht über die Elektrolytzusammensetzung und die Polierparameter.

Tabelle 4-3: Elektrolytzusammensetzung und Polierparameter

Werkstoff	Duplexstahl	Titanlegierung
Elektrolytzusammensetzung (Angaben in Vol.-%)	70% Ethanol	53% Methanol
	12% dest. Wasser	40% 1-Butanol
	10% Diethylenglykolmonobutylether	7%
	8% Perchlorsäure (60%)	Perchlorsäure (60%)
Temperatur [°C]	-15	-5
Zeit [min]	30-40	10-15
Spannung [V]	16	12

Als besonders wichtig für einen erfolgreichen Poliervorgang erwies es sich, die Proben vor Beginn des Poliervorgangs für einige Zeit im Elektrolyten zur Angleichung der Temperatur zu belassen. Durch das elektrolytische Polieren ergab sich ein Materialabtrag von 80-100µm. Die Präparation von Schliffproben und Proben für die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) für Untersuchungen der Mikrostruktur erfolgte ebenfalls mittels elektrolytischer Politur, nachdem in üblicher Weise getrennt und geschliffen wurde. Dabei kamen kommerzielle Geräte der Fa. Struers zum Einsatz (LectroPol für Schliffe, TenuPol für TEM-Proben) mit der Elektrolytzusammensetzung 10 Vol.-% Perchlorsäure und 90 Vol.-% Ethanol bei Raumtemperatur.

4.3. Prüftechnik

Die für die Ermüdungsversuche zur Anwendung gebrachten Prüfmaschinen waren zum einen servohydraulische Prüfstände der Fa. MTS mit TestStar IIs Regler, zum anderen Resonanzprüfstände der Fa. Rumul. Für konventionelle Ermüdungsversuche mit geringen Frequenzen bis 20Hz kamen zwei Prüfmaschinen MTS 810 (Kraftmessdose bis 50kN, bzw. 100kN) zur Anwendung. Für hochfrequente Ermüdungsversuche kam neben dem Resonanzprüfstand Testtronic der Fa. Rumul (Kraftmessdose bis 250kN) ein relativ neu entwickelter Prüfstand MTS 810 zum Einsatz (MORGAN & MILLIGAN 1997). Diese servohydraulische Prüfmaschine kann mittels einer schwingenden Membran (engl. voice coil) Frequenzen bis zu 1000Hz bei bis zu 25kN realisieren. Die vom Hersteller gelieferten Einspannungen in Form von Halbschalen erfordern Proben mit Schulterköpfen. Da diese für die verwendeten Werkstoffe eine zu hohe Kerbwirkung aufwiesen und zu Brüchen im Bereich des Schulterkopfes führten, wurde eine eigens entwickelte Einspannung an die Maschine adaptiert (KÖRDEL 2007).

Diese besteht aus einer hydraulischen Seite am Querhaupt und einer Gewindeinspannung mit Gegenmutter am Kolben. Die Gewindeinspannung ist hier erforderlich, da eine hydraulische Einspannung am Kolben zu hohe Trägheitskräfte verursachte. Trotzdem ist durch die obere

Hydraulikeinspannung ein relativ schneller Probenwechsel zu realisieren. Eine Zusammenbauzeichnung der hydraulischen Einspannung zeigt Bild 4-3.

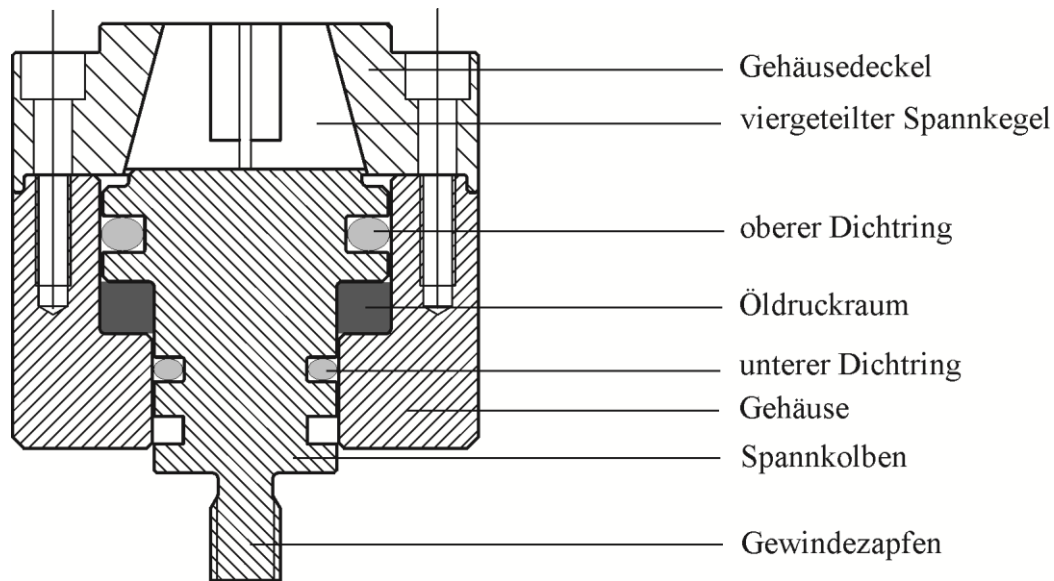


Bild 4-3: Zusammenbauzeichnung der hydraulischen Einspannung

Der Kolben wird in die vorhandenen Gewindeanschlüsse der Maschine fest eingeschraubt. Durch die Beaufschlagung mit Öldruck wird das frei bewegliche Gehäuse nach unten gedrückt und verspannt über den Deckel die Spannkegel mit der Probe. Das Hydrauliksystem ist für Drücke bis zu 400 bar ausgelegt. Dies ermöglicht Spannkräfte von bis zu 25kN (maximale Kraft der Maschine). Zusätzlich zur Einspannung ist ebenfalls eine Druckluftkühlung installiert worden, um eine möglichst konstante Temperatur der Probe, vor allem auch bei länger dauernden Versuchen (etwa bei Zyklenzahlen bis $N=10^8$), zu gewährleisten. Bild 4-4 zeigt den gesamten Versuchsstand.

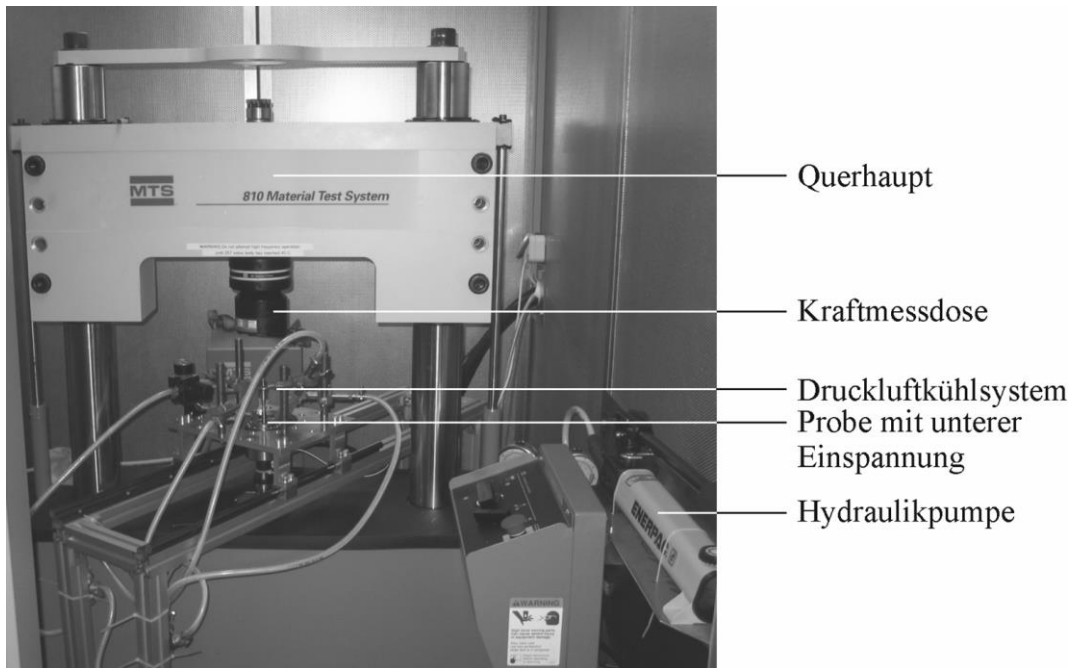


Bild 4-4: Prüfstand 1 kHz mit Spannsystem und Druckluftkühlung

Obwohl das Leistungsspektrum der Maschine von KARLE (2006) mit dem Ergebnis untersucht wurde, dass eine optimale Regelung der Maschine bei 760Hz erreicht wird, konnte diese Frequenz lediglich für den Titanwerkstoff realisiert werden, da der Duplexstahl zu sehr starker Erwärmung neigt. Umfangreiche Versuche zur Probenerwärmung wurden von KÖRDEL (2008) mit dem Ergebnis durchgeführt, dass 300Hz die maximal einstellbare Frequenz für Untersuchungen im Dauerfestigkeitsbereich darstellt. Deshalb wurde für diese Frequenz eine erneute Überprüfung der Regelgüte notwendig, deren Ergebnis in Bild 4-5 dargestellt ist. Als Datengrundlage dienten 3200 Kraftmaxima, dies entspricht bei 300Hz etwa einer Messzeit von 11 Sekunden. Der Anteil derjenigen Messwerte, deren Abweichung größer als $\pm 1,5\%$ ist, liegt unterhalb von 5%. Deshalb kann von einer ausreichend hohen Regelgüte ausgegangen werden.

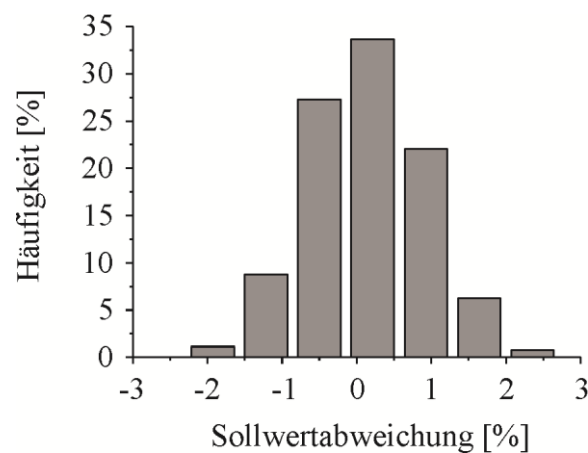


Bild 4-5: Darstellung der Regelgüte bei 300Hz

Die Zugversuche erfolgten an einer elektromechanischen Prüfmaschine der Fa. Zwick (Kraftmessdose bis 200kN). Die Versuche zur Langrissausbreitung wurden im Falle des Duplexstahls an einer Resonanzprüfmaschine der Fa. Rumul (Cracktronic 8204) durchgeführt. Die Messung der Risslänge an den Vier-Punkt-Biegeproben (siehe Bild 4-1e) erfolgte dabei nach der Methode der indirekten Potentialsonde mittels Rissmessfolie. Eine sehr ausführliche Beschreibung des Systems inklusive Messmethode und Probenvorbereitung zum Aufkleben der Folien findet sich in der Arbeit von SCHENKEL (2010).

Für entsprechende Versuche an der Titanlegierung kam eine servohydraulische Prüfmaschine zum Einsatz. Hier erfolgte die Bestimmung der Risslänge an den Kompaktzugproben (siehe Bild 4-2b) nach der Compliance-Methode. Diese beruht auf der Zunahme der Nachgiebigkeit der Probe mit wachsendem Riss, die mittels Extensometer gemessen werden kann. Eine ausführliche Beschreibung inklusive der notwendig gewordenen Programmierarbeit zur Umsetzung einer K -kontrollierten Regelung an der Maschine liefert GRIGORESCU (2010). Die Versuchsführung der Langrissmessungen entsprach der in ASTM E 647-05 und ASTM E 399-05 vorgeschlagenen. Die Proben wurden zunächst bei konstantem ΔK angeschwungen (Risslänge ca. 1mm), um anschließend bei fallendem ΔK entsprechend der load-shedding Methode nach SAXENA ET AL. (1978) den Schwellenwertbereich zu erfassen. Die abschließende Versuchsführung bei konstanter Belastung bis zum Versagen diente der Bestimmung des kritischen Schwellenwertes ΔK_c .

Eine Übersicht über die verwendeten Parameter aller durchgeführten Ermüdungsversuche gibt Tabelle 4-4.

Tabelle 4-4: Parameterübersicht der durchgeführten Versuche

Werkstoff	Maschine	Versuchsart	Regelart	Signal	Frequenz [Hz]	R
Duplexstahl	MTS 810	Ermüdungsversuche, Schädigungsentwicklung	Kraft	Sinus	300	-1
	1kHz					0
	MTS 810	Ermüdungsversuche	Kraft	Sinus	300	0
	1kHz					
	Rumul	Ermüdungsversuche	Kraft	Sinus	ca. 130	-1
	Testtronic					
	Rumul	Laststeigerungsversuche	Kraft	Sinus	ca. 130	-1
	Testtronic					
Rumul	Langrissausbreitungsversuche	K, bzw. Moment	Sinus	ca. 120	0,1	
Cracktronic						
Rumul	Langrissausbreitungsversuche	K, bzw. Moment	Sinus	ca. 120	0,3	
Cracktronic						

Titan- legierung	MTS 810 1kHz	Ermüdungsversuche	Kraft	Sinus	760	-1
	MTS 810	Ermüdungsversuche, Schädigungsentwicklung	Kraft	Sinus	20	-1
	MTS 810	Wechselverformungs- versuche	Dehnung	Drei- eck	1	-1
	MTS 810	Langrissausbreitungs- versuche	K, bzw. Kraft	Sinus	8	0,3
	MTS 810	Langrissausbreitungs- versuche	K, bzw. Kraft	Sinus	8	0,7

Im Falle der Laststeigerungsversuche erfolgte die Messung der Temperatur mittels Ni/CrNi-Thermoelementen im Mittelpunkt der Probe sowie ober- und unterhalb an den Absätzen (Bild 4-1c, \varnothing 7,5) der Proben. Mit Hilfe der jeweils drei Messwerte lassen sich Umgebungseffekte entsprechend Gleichung (4-1) kompensieren.

$$\Delta T = T_2 - \frac{1}{2}(T_1 + T_3) \quad (4-1)$$

4.4. Mikrostrukturelle Untersuchungen

Für mikrostrukturelle Untersuchungen wurden neben lichtoptischen Systemen (Lichtmikroskop Fa. Zeiss, Axioskop 2) vor allem elektronenmikroskopische Verfahren verwendet. Dies waren zum einen rasterelektronenmikroskopische Geräte mit entsprechenden Analyseverfahren zur Bestimmung der lokalen chemischen Zusammensetzung (energiedispersive Röntgenspektroskopie, EDX) und der lokalen Kornorientierung (Rückstreuungselektronenbeugung, EBSD), sowie transmissionselektronenmikroskopische Geräte zur Analyse der Versetzungs- und Ausscheidungsstrukturen. Ferner wurde ein DualBeam System mit fokussiertem Ionenstrahl für dreidimensionale Untersuchungen angewendet. Im Folgenden werden diese Geräte genauer erläutert.

4.4.1. Rasterelektronenmikroskop

Das hauptsächlich verwendete Rasterelektronenmikroskop (REM) ist ein von der Fa. Phillips hergestelltes Gerät mit der Bezeichnung XL 30. Als Elektronenquelle dient ein Kristall aus Lanthan-Hexaborid (LaB_6), der mit 1,5 - 1,7A Heizstrom geheizt wird. Das System ist außerdem mit Detektoren zur Erfassung von Sekundärelektronen (engl. secondary electrons, SE) und Rückstreuungselektronen (engl. back-scattered electrons, BSE) bestückt. Der SE-Detektor besteht aus einem Szintillator, der bei Kontakt mit Elektronen Photonen aussendet, die wiederum mit einem nachgeschalteten Photomultiplier in ein elektrisches Signal gewandelt werden.

Dieser Detektor geht auf die Entwicklungen von EVERHART & THORNLEY (1960) zurück und wird deshalb oft als E-T-Detektor bezeichnet. Er ist üblicherweise seitlich neben dem Polschuh angebracht.

Der BSE-Detektor besteht aus einer ringförmig ausgeprägten Halbleiterdiode (Silizium) mit einem in der Mitte vorhandenen Loch und befindet sich unterhalb des Polschuhs. Durch das Loch tritt der Elektronenstrahl aus der Säule und regt die Probe an. Die auf den Detektor treffenden, rückgestreuten Elektronen erzeugen Elektronen-Loch-Paare, die durch Anlegen einer Spannung getrennt werden können (GEDCKE ET AL. 1978). Das Bildsignal wird aus der Verstärkung des Stromes, der sich aus den getrennten Elektronen ergibt, gewonnen.

Es werden also zwei physikalische Effekte zur Bilderzeugung genutzt. Die energiearmen Sekundärelektronen (bis 50 eV) entstehen, wenn durch inelastische Streuung Elektronen aus oberflächennahen Bereichen (bis 5 nm) der Probe durch Kollision mit den primären Strahl-elektronen emittiert werden. Sekundärelektronen eignen sich besonders zur Abbildung der Probentopographie. Hervorstehende Bereiche erscheinen dabei heller, weil aus diesen mehr Elektronen emittiert werden können. Außerdem erhöht eine Verkipfung zwischen Probenoberfläche und Primärstrahl das angeregte Probenvolumen und damit das Signal.

Die energiereichen rückgestreuten Elektronen (Energie bis 90% der Primärelektronen) entstammen dem Primärstrahl und werden durch eine elastische Streuung an den Atomkernen (Coulombsche Wechselwirkung) derart mehrfach abgelenkt, dass sie die Probe durch die Probenoberfläche wieder verlassen. Sie eignen sich daher vor allem zur Darstellung unterschiedlicher Phasen (Phasenkontrast), weil Art und Intensität der Rückstreuung von der Masse der angeregten Atome abhängen.

Darüber hinaus kann im Falle polykristalliner Proben der sogenannte electron channeling contrast (ECC) ausgenutzt werden. Je nach Ausrichtung des Kristallgitters zum Primärstrahl können mehr oder weniger Elektronen zurückgestreut werden, in dessen Folge Körner unterschiedlich hell erscheinen. Bei paralleler Ausrichtung der Netzebenen dringen die Elektronen tiefer in das Material ein und der Kontrast erscheint dunkler. Umfassendere Darstellungen zur Rasterelektronenmikroskopie und deren Anwendung lassen sich in entsprechender Literatur finden, z. B. GOLDSTEIN ET AL. (2003) oder REIMER (1998).

Weiterhin wurde in dieser Arbeit intensiv die Rückstreuelektronenbeugung (engl. electron backscatter diffraction, EBSD) zur Bestimmung kristallographischer Orientierungen und Phasenzugehörigkeiten angewendet. Das erstmals von VENABLES & HARLAND (1973) im Rasterelektronenmikroskop angewendete Verfahren beruht auf der Beugung der Primärelektronen an den Gitterebenen. Die notwendige Voraussetzung für ein Intensitätsmaximum ist die Erfül-

lung der aus der Röntgenbeugung bekannten Bragg-Bedingung. Auslöschungseffekte durch Zwischenebenen verhindern jedoch das Auftreten von Intensitätsmaxima an allen Gitterebenen, an denen die Bragg-Bedingung erfüllt ist. Nur wenn der Gangunterschied der Elektronenwelle der reflektierenden Gitterebenen ein ganzzahliges Vielfaches der Wellenlänge ergibt, kommt es zu einer verstärkten Reflexion. Die Reflexe entstehen in Form vieler Beugungskegel zu beiden Seiten jeder Ebenenschar, weil die Elektronen aus allen Raumrichtungen auf die Netzebenen treffen. Da zur Visualisierung der Beugungserscheinung ebene Detektoren verwendet werden (meist Phosphorschirme mit CCD-Kamera), erscheint diese in Form von Linienpaaren als Schnitt durch die Kegel. Erstmals berichtete KIKUCHI (1928) über diese Linien, weshalb sie allgemein als Kikuchi-Linien bekannt sind. Kikuchi-Linienmuster lassen sich mathematisch für gegebene Gitterabstände, -orientierungen und -strukturen berechnen, der damit mögliche Vergleich zwischen gemessenem und berechnetem Muster wird als Indizierung bezeichnet. So lassen sich Phasenzugehörigkeit und Orientierung des angeregten Volumens bestimmen.

Bei neueren Systemen erfolgt dies automatisiert mittels Software (engl. orientation imaging microscopy, OIMTM) und ermöglicht die schnelle und, bei Bedarf auch hochaufgelöste, Erfassung mikrostruktureller Parameter. Ein guter Überblick über die EBSD-Technologie findet sich bei SCHWARTZ ET AL. (2009).

4.4.2. *Rasterelektronenmikroskop kombiniert mit fokussiertem Ionenstrahl*

An ausgewählten Rissen konnten exemplarisch dreidimensionale Untersuchungen mit Hilfe des seit 2010 am Lehrstuhl befindlichen DualBeam-Systems Helios NanoLab 600 der Fa. FEI durchgeführt werden. Im Prinzip handelt es sich hierbei um ein Rasterelektronenmikroskop, welches unter einem Winkel von 52° zum Elektronenstrahl eine Ionenquelle besitzt. Die Elektronenoptik ist mit einer Feldemissionskathode ausgestattet und liefert, ebenso wie die Ionenoptik, Ströme von 1,5pA bis 20nA. Im euzentrischen Punkt des Geräts können dann entsprechend beide Strahlen zur Analyse und Bearbeitung der Probe genutzt werden.

War die Halbleiterindustrie der Ursprung für die Entwicklung fokussierter Ionenquellen, so hat sich diese Technologie, gerade in Verbindung mit einer leistungsstarken Elektronenoptik, inzwischen weit in den Bereichen der Materialwissenschaften und Biotechnologie verbreitet. Die in der Ionensäule extrahierten und fokussierten Galliumionen können neben der Kontrasterzeugung auch aufgrund ihrer größeren Masse und Energie im Vergleich zu den Elektronen zum Abtragen von Material genutzt werden. Sie entstammen einer sogenannten flüssigen me-

tallischen Ionenquelle (engl. liquid metal ion source, LMIS), die von SELIGER ET AL. (1979) entwickelt wurde.

Zusätzlich zum Abtragen kann der Ionenstrahl auch zum Deponieren von Material auf der Probe benutzt werden. Alternativ kann dies ebenso mittels Elektronenstrahl geschehen, jedoch sind die Schichtwachstumsraten dabei viel geringer. In beiden Fällen sind die physikalischen Grundlagen aber identisch. Sogenannte Precursorgase, deren Verbindung unter der Einwirkung des Ionen- oder Elektronenstrahls in flüchtige und nicht-flüchtige Bestandteile zerfallen, werden eingeleitet. Die nicht-flüchtigen Bestandteile verbleiben infolge einer chemischen Gasphasenabscheidung (engl. chemical vapor deposition, CVD) auf der Oberfläche.

Im vorliegenden Fall wurde Trimethyl(methylcyclopentadienyl)platinum (IV) verwendet, um eine Schutzschicht aus Platin auf der Probenoberfläche abzuscheiden. Diese Beschichtung ist immer notwendig, wenn die Probe mit hohen Ionenströmen beaufschlagt wird, die ohne Schutz eventuell Strahlungsschäden in Form mikrostruktureller Veränderungen verursachen würden. Zusätzlich unterstützt die Platinschicht die Bildung einer sauberen Schnittkante. Werden große Volumina (einige Korndurchmesser) bearbeitet, so kann die Redeposition abgetragenen Materials an den Kanten hinderlich sein, weshalb zunächst ein genügend großer Graben mit hohen Strömen treppenstufenartig in das Material geschnitten wird. Anschließend wird die Schnittkante mit geringer Ionenstromstärke poliert, woraus eine glatte Oberfläche für hochaufgelöste elektronenmikroskopische Bilder resultiert. Die Anwendungsmöglichkeiten eines DualBeam-Systems sind allerdings wesentlich weitreichender als die Präparation von Querschnitten. Für eine umfangreiche Darstellung sei an dieser Stelle auf die Literatur verwiesen (YAO 2007, GIANNUZZI & STEVIE, 2005).

4.4.3. *Transmissionselektronenmikroskop*

Bei dem für die durchgeführten transmissionselektronischen Untersuchungen zum Versetzungsgleitverhalten und zur Mikrostruktur eingesetzten Transmissionselektronenmikroskops (TEM) handelt es sich um ein Gerät der Fa. Hitachi vom Typ H-8100. Bei dieser Technik wird die Probe vom Elektronenstrahl durchstrahlt, wobei sich üblicherweise unter der Probe ein Phosphorschirm zur Sichtbarmachung des Signals befindet. Auf diese Art können sowohl Beugungsbilder wie auch Hell- oder Dunkelfeldbilder der Proben aufgenommen werden. Die Beschleunigungsspannung beträgt bis zu 200kV, somit lassen sich hochaufgelöste Aufnahmen erzielen. Da die transmissionselektronischen Untersuchungen eher begleitenden Charakter für diese Arbeit besitzen, wird an dieser Stelle nicht ausführlicher auf die Technik einge-

gangen, sondern auf entsprechende Literatur verwiesen, z. B. FULTZ & HOWE (2008) oder HORNBOGEN & SKROTZKI (2009).

4.4.4. *Ergänzende experimentelle Ausstattung*

Über die bereits beschriebenen Geräte hinaus wurden zur Oberflächenanalyse und zur Härtemessung ein Rastersondenmikroskop, ein Nanoindenter und ein Mikrohärtprüfgerät genutzt. Das Rastersondenmikroskop der Fa. PSIA, Modell XE-100, diente der Erfassung der Oberflächentopographie und der Gleitbandentwicklung in einzelnen Körnern. Es wurde entsprechend ausschließlich der non-contact AFM-Modus (engl. atomic force microscopy) verwendet, bei dem eine in Resonanz schwingende Tastspitze berührungslos in geringem Abstand über die Probe geführt wird. Ändert sich die Topographie der Oberfläche, ändern sich auch die auftretenden Kräfte zwischen Sonde und Probe und verbiegen somit die Tastspitze elastisch. Diese Wegänderungen werden mittels Laser hochaufgelöst gemessen und ermöglichen so Rückschlüsse über die Topographie der Probe.

Zur Messung der Härte in einzelnen Körnern kam zum einen der Vickers-Kleinlasthärteprüfer Duramin der Fa. Struers (Messbereich HV0,5-HV2), zum anderen der TriboIndenter der Fa. Hysitron zum Einsatz. Der TriboIndenter besitzt ein ähnliches Prinzip wie das Rastersondenmikroskop, allerdings können zusätzlich ausreichend hohe Kontaktkräfte realisiert werden, die eine Aufzeichnung von Kraft-Weg-Kurven ermöglichen. Als Eindringkörper wurde eine dreiseitige Diamantpyramide nach BERKOVICH (1951) verwendet.

5. Ergebnisse

Dieses Kapitel stellt die erzielten experimentellen Ergebnisse dar. Entsprechend der beiden verwendeten Werkstoffe werden die Resultate zunächst für den Duplexstahl und anschließend für die Titanlegierung gezeigt, um im darauf folgenden Kapitel dann vergleichend diskutiert zu werden.

5.1. Duplexstahl

5.1.1. Materialcharakterisierung

Die Charakterisierung des Materials geschieht zunächst anhand der Mikrostruktur in Form lichtmikroskopischer Schliffe, EBSD-Daten und transmissionselektronenmikroskopischer Aufnahmen. Der Mikrostruktur kommt eine besondere Bedeutung bei der Bewertung des Schädigungsverhaltens zu, weshalb deren genaue Kenntnis eine wichtige Grundlage darstellt. Bild 5-1 zeigt Aufnahmen der Mikrostruktur in Längs- und Querrichtung zur Stabachse.

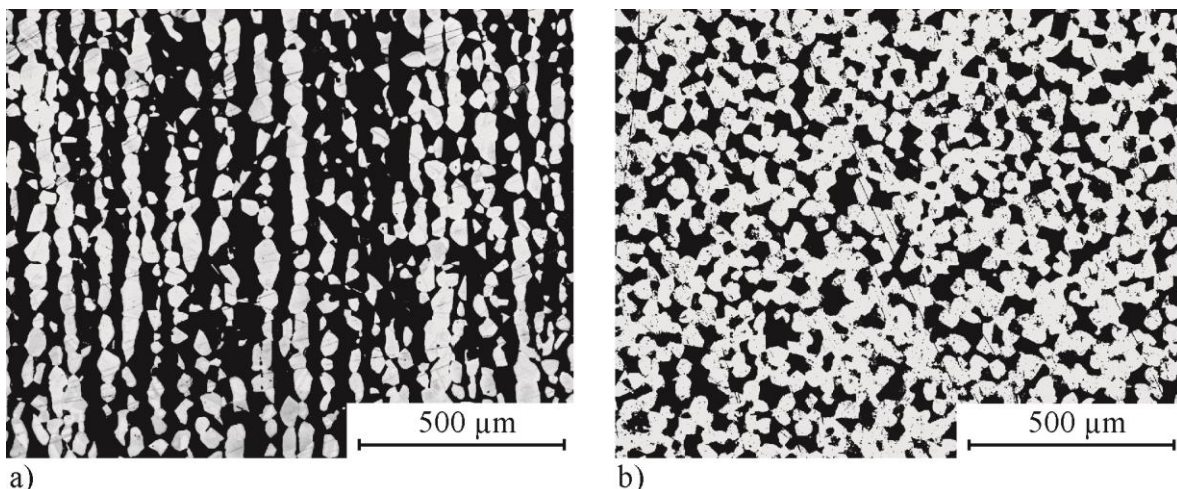
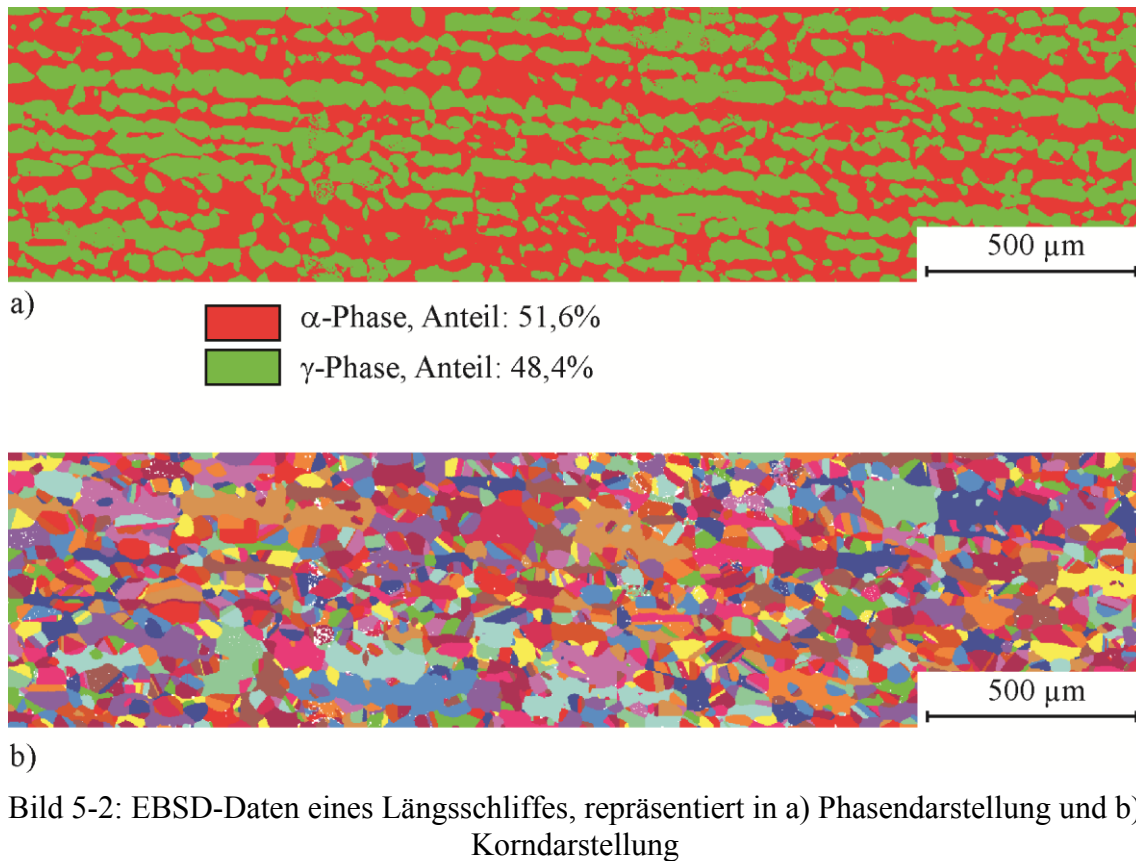


Bild 5-1: Mikrostruktur des Duplexstahls im Lichtmikroskop in a) Längsrichtung und b) Querrichtung; jeweils hell erscheint der Austenit, dementsprechend dunkel der Ferrit

Deutlich zu erkennen ist die jeweils längsgestreckte und zusammenhängende Kornmorphologie, wobei beide Phasen zeilenförmig angeordnet sind, Bild 5-1a. Der Querschliff b zeigt, dass der Austenit grundsätzlich Einschlusscharakter in der Matrix aus Ferrit besitzt, obwohl viele Austenitkörner zusammenhängen. Eine genauere Betrachtung dieser Verhältnisse liefert die Auswertung der mittels EBSD-Technik gewonnenen Daten. Bild 5-2 zeigt entsprechende Darstellungen für einen Längsschliff im Phasenkontrast 5-2a, aus der neben der Morphologie auch deutlich wird, dass beide Phasen etwa zu gleichen Anteilen vorhanden sind, und im

Kornkontrast 5-2b, welcher gerade im Austenit sehr viele Körner mit Zwillingsgrenzen, die an ihrem geradlinigen Verlauf zu erkennen sind, zeigt. Bei der Korndarstellung wird jedem Korn (welches als Bereich von einzelnen Punkten mit ähnlicher Orientierung interpretiert wird) eine Farbe zugeordnet. Bild 5-3 zeigt ebenfalls Phasen- (a) und Korndarstellung (b), allerdings für einen Querschliff. Der Phasenanteil weicht statistisch bedingt leicht vom Längsschliff ab. Die Matrix-Einschlussstruktur lässt sich in Teilbild a besonders gut erkennen, wobei die Kornmorphologie, gerade für den Austenit, hier keine Streckung zeigt.



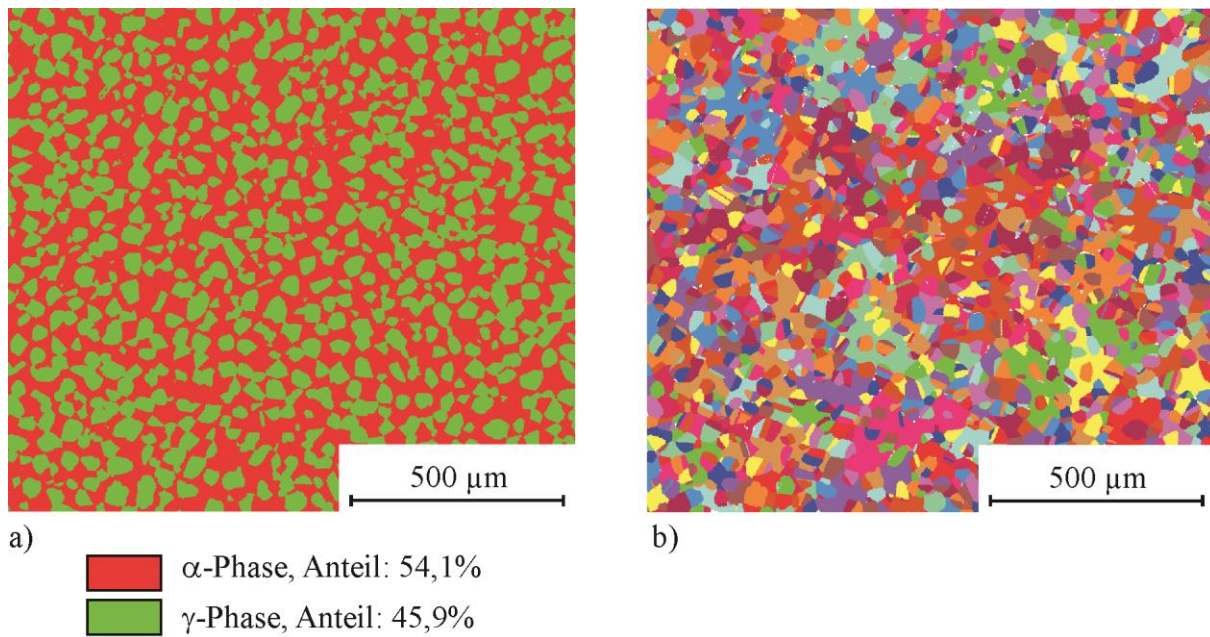


Bild 5-3: EBSD-Daten eines Querschliffes, repräsentiert in a) Phasendarstellung und b) Korn-darstellung

Die EBSD-Daten liefern neben der qualitativen Kornmorphologie auch die auf Basis der Kornflächen berechneten Korngrößenverteilungen und die mittleren Korngrößen, jeweils nach Phase getrennt. Die Histogramme der Korngrößenverteilungen sind in Bild 5-4 dargestellt. Für beide Schliffpositionen ergeben sich ähnliche Verteilungen, wobei die α -Phase in beiden Fällen wesentlich größere Körner aufweist. Die aus diesen Daten berechneten mittleren Korndurchmesser sind in Tabelle 5-1 zusammengestellt.

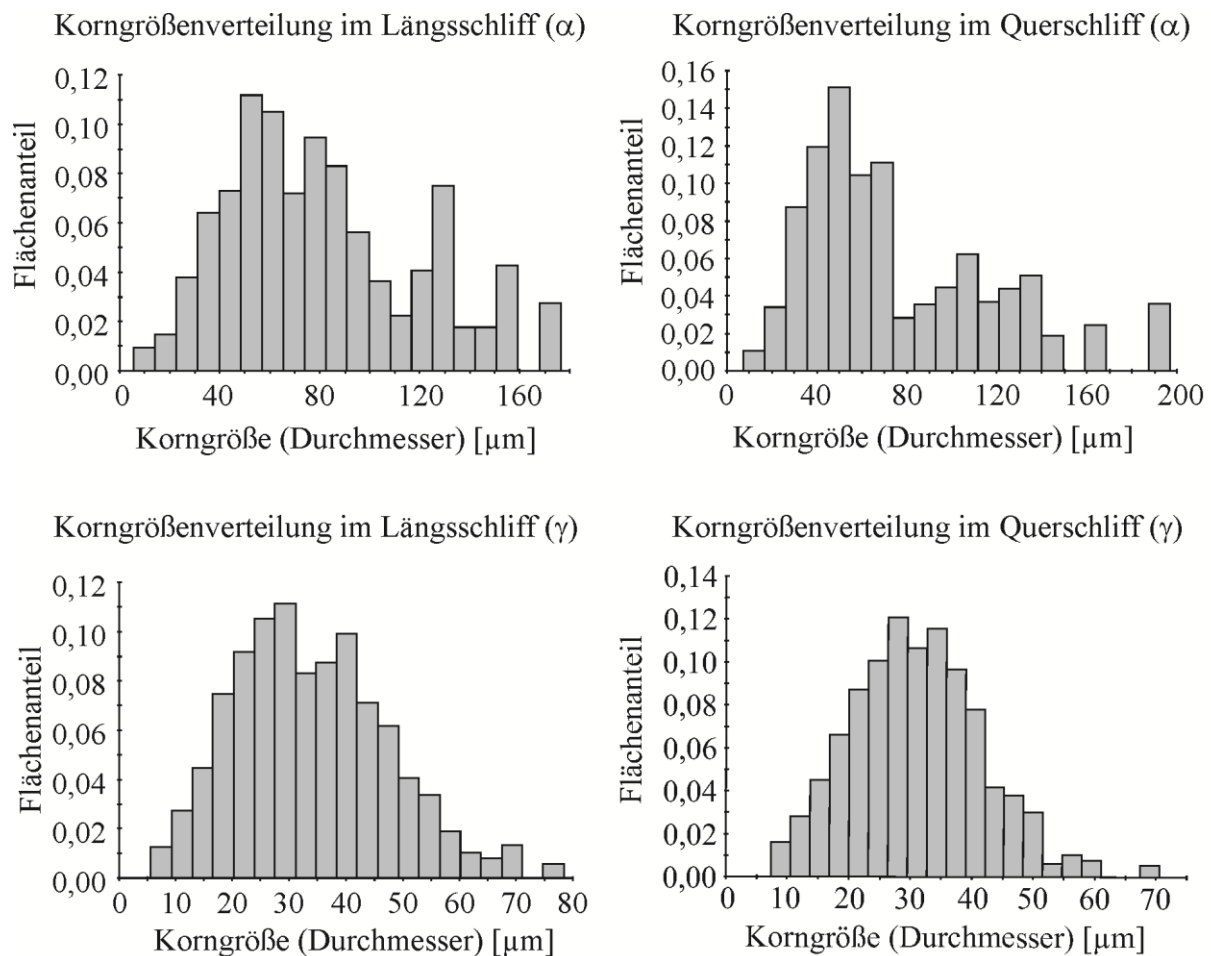


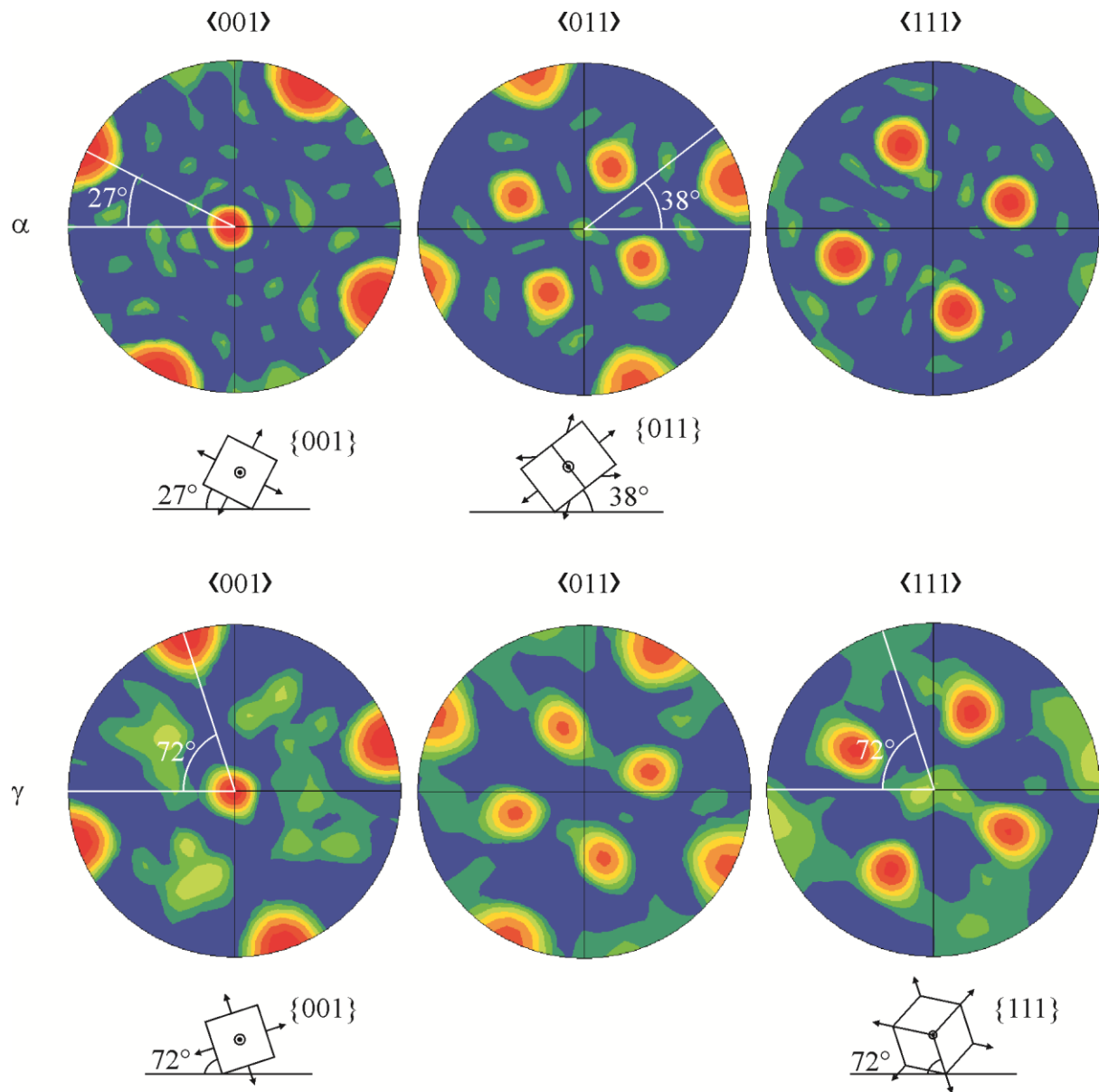
Bild 5-4: Korngrößenverteilungen im Duplexstahl, getrennt nach Phase und Probenlage

Tabelle 5-1: mittlere Korndurchmesser [μm]

$\alpha_{\text{längs}}$	α_{quer}	$\gamma_{\text{längs}}$	γ_{quer}
82	77	34	31

Ein weiteres wichtiges Merkmal der Mikrostruktur ist das Auftreten von Texturen. Die EBSD-Daten können dazu verwendet werden, Polfiguren zu berechnen und auf diese Art und Weise Aussagen über Texturen zu erhalten. Im vorliegenden Fall wurde die einer Texturanalyse immer zugrundeliegende Orientierungsdichteverteilungsfunktion in Form einer harmonischen Reihenentwicklung (BUNGE 1982) berechnet. Das Ergebnis sind Polfiguren, also Schnittebenen des dreidimensionalen Orientierungsraumes entlang bestimmter kristallographischer Richtungen. Bild 5-5 enthält solche Polfiguren, die aus den Daten des Querschliffs gewonnen wurden. Jeweils unterhalb derjenigen Polfiguren, die die verschiedenen Texturen am besten erkennen lassen, sind schematisch Elementarzellen mit den Normalenvektoren der entsprechenden Ebenen eingezeichnet. Der Ferrit lässt eine starke Textur in $\langle 001 \rangle$ -Richtung erkennen, wobei die Körner entsprechend der gezeigten Elementarzelle gedreht sind. Wesentlich schwächer ausgeprägt ist hingegen eine Textur in $\langle 011 \rangle$ -Richtung.

Im Austenit herrscht ebenfalls die Textur in $\langle 001 \rangle$ -Richtung vor, jedoch ist die Poldichte, die als Vielfaches einer regellosen Verteilung angegeben wird (engl. multiple random distribution, m.r.d.), nur etwa ein Drittel so hoch wie im Ferrit. Ebenfalls relativ schwach ist eine Textur in $\langle 111 \rangle$ -Richtung vorhanden.



Poldichte [m.r.d.]

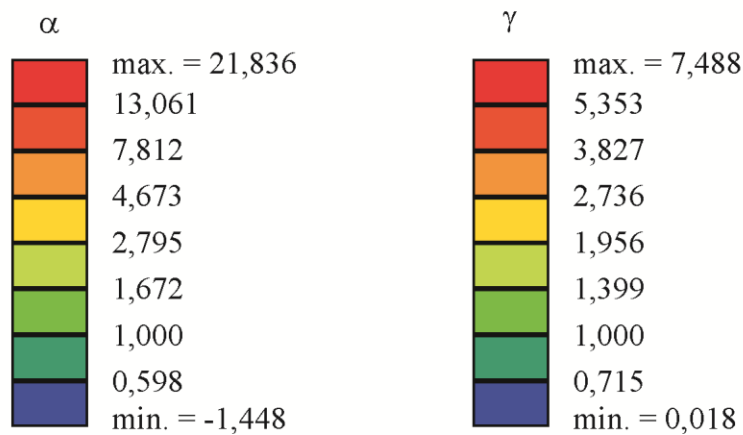


Bild 5-5: Texturen im Duplexstahl

Die bereits erwähnte Phasenbeziehung nach KURDJUMOW & SACHS (1930) kann anhand der gleichen Lage der Pole in $\langle 011 \rangle_\alpha$ -Richtung und $\langle 111 \rangle_\gamma$ -Richtung nachvollzogen werden.

Die folgend gezeigten transmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen des Zustandes vor der Ermüdung ergänzen die mikrostrukturelle Analyse. Bild 5-6 enthält die Hell- und Dunkelfeldaufnahme eines Ferritkornes mit zugehörigem Beugungsmuster. Im Hellfeldbild a sind vereinzelt Versetzungen erkennbar. Darüber hinaus zeigt das Beugungsbild klare Überstrukturreflexe (wie zum Beispiel den durch den weißen Kreis markierten), die auf die Anwesenheit einer zweiten Phase schließen lassen, welche im Dunkelfeldkontrast deutlich zu erkennen ist (Bild 5-6b). Diese Ausscheidungen sind vornehmlich entlang niedrigindizierter Richtungen im Ferrit orientiert und besitzen einen nadelförmigen Charakter.

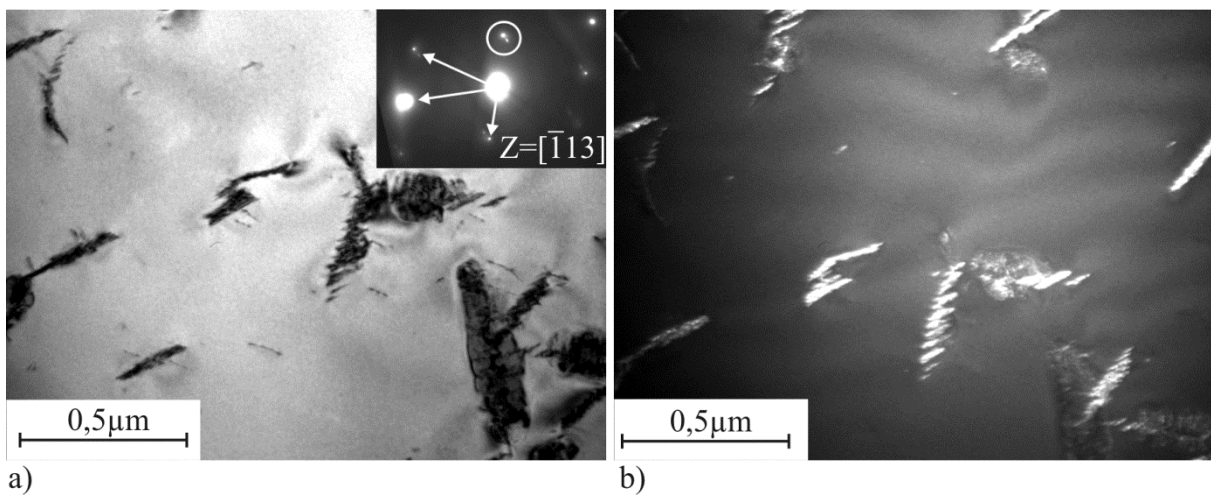
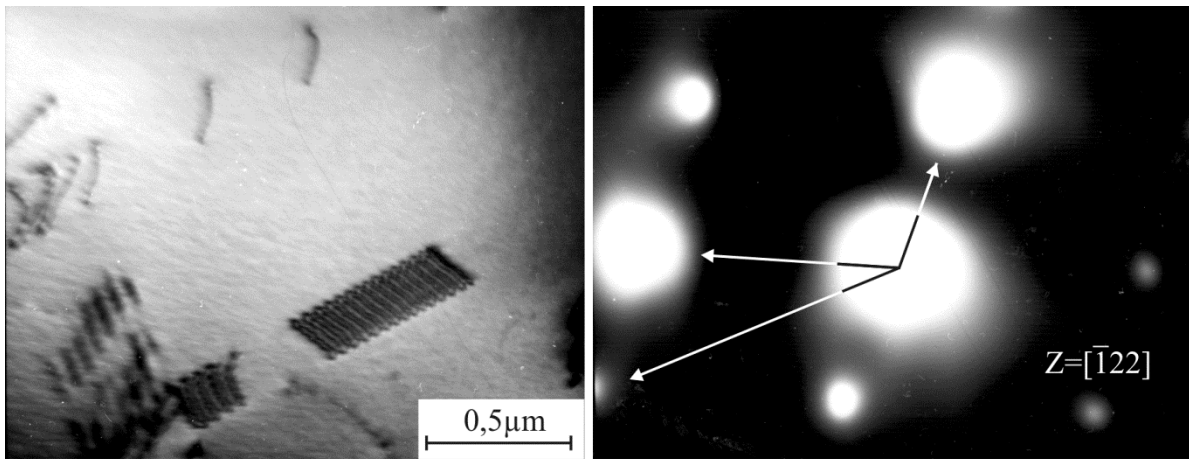


Bild 5-6: Mikrostruktur im Ferrit mit Ausscheidungen und Versetzungen im a) Hell- und b) Dunkelfeldkontrast

Bild 5-7 zeigt nun ein Austenitkorn zum Vergleich. Zu erkennen sind planare Versetzungsanordnungen geringer Dichte und Stapelfehler. Ausscheidungen wie im Ferrit konnten im Austenit nicht nachgewiesen werden.



a) b)
Bild 5-7: Mikrostruktur im Austenit mit geringer Versetzungsdichte im a) Hellfeldkontrast mit b) entsprechend indiziertem Beugungsbild

Neben der Mikrostruktur wurden auch die mechanischen Eigenschaften des Duplexstahls untersucht. Die Ergebnisse von Härtemessungen, die für beide Phasen getrennt durchgeführt wurden, sind in Tabelle 5-2 zusammengestellt.

Tabelle 5-2: Härtewerte der Phasen im Duplexstahl

Messung	Austenit (HV0,1)	Ferrit (HV0,1)
1	213	279
2	234	261
3	220	250
Mittelwert	222	263

Offensichtlich besitzt der Ferrit einen größeren Widerstand gegen plastische Verformung, welches während der Ermüdung zu entsprechenden Folgen führt. Die Ergebnisse des einachsigen mechanischen Verhaltens im Sinne eines Zugversuches sind in Bild 5-8 wiedergegeben, die aus diesem Diagramm sowie zwei weiteren Versuchen stammenden Kennwerte sind in Tabelle 5-3 eingetragen.

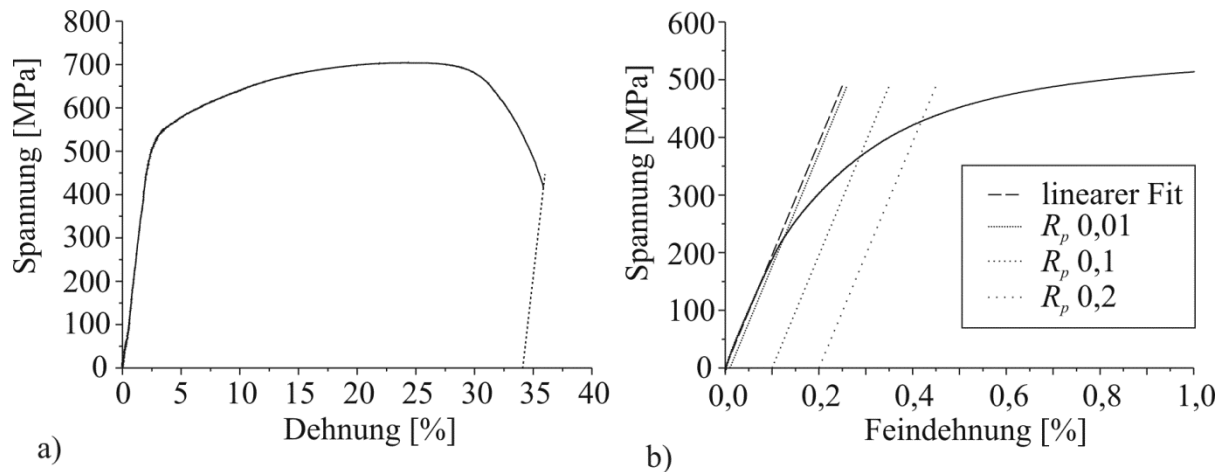


Bild 5-8: Spannungs-Dehnungsdiagramm des Duplexstahls mit a) Gesamtversuch und b) Feindehnung mit berechneten Kennwerten

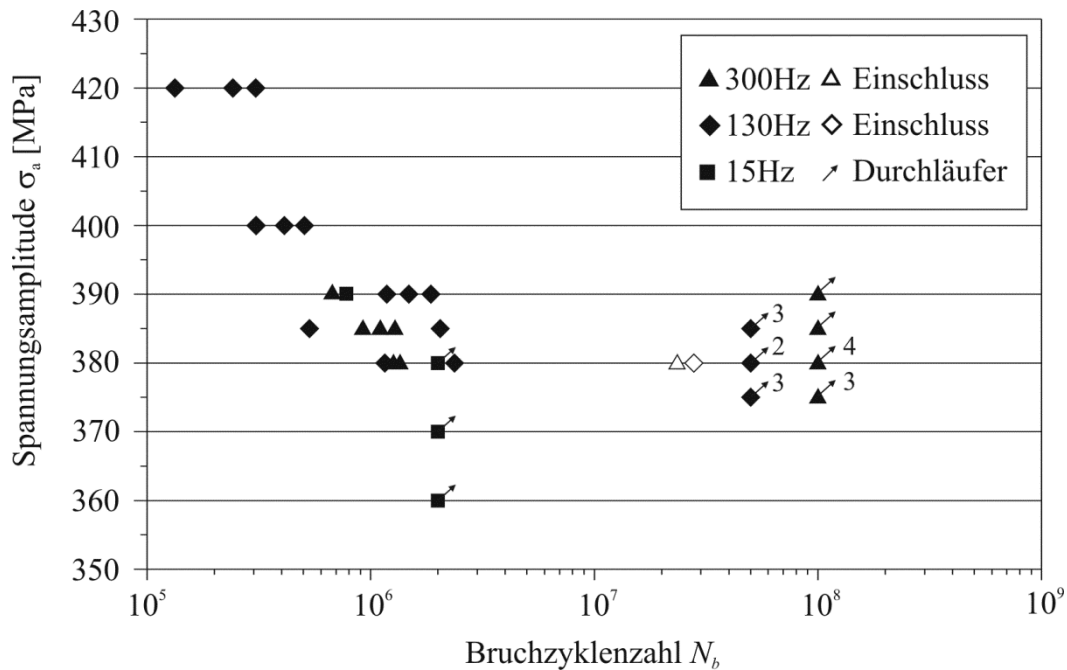
Tabelle 5-3: einachsige mechanische Kennwerte des Duplexstahls

Messung	E -Modul [GPa]	R_m [MPa]	R_p 0,01 [MPa]	R_p 0,1 [MPa]	R_p 0,2 [MPa]	A [%]
1	196	704	237	378	439	34
2	194	710	260	398	455	38
3	210	708	230	368	440	36
Mittelwert	200	707	242	381	445	36

Bemerkenswert an den Daten ist vor allem die sehr frühe, lokal auftretende plastische Verformung im Feindehnungsdiagramm und der damit verbundene geringe Wert für $R_p=0,01$.

5.1.2. Wöhlerkurve

Ausgehend von den einachsigen mechanischen Kennwerten wurden Ermüdungsversuche mit Lasthorizonten im Bereich der einsetzenden plastischen Verformung ($R_{p0,1}$) durchgeführt. Es wurden verschiedene Frequenzen eingestellt, um den Einfluss der Dehnrates zu untersuchen. Bei dieser Versuchsreihe ist das Spannungsverhältnis bei $R=-1$ konstant gehalten worden. Die Grenzlastspielzahlen, nach deren Erreichen der Versuch beendet und die Probe als Durchläufer eingestuft wurde, betragen 2×10^6 Zyklen für die Versuche mit 15Hz, 5×10^7 Zyklen im Falle der 130Hz Versuche und 1×10^8 Zyklen bei 300Hz. Obwohl die apparative Ausstattung Frequenzen bis 1000Hz zugelassen hätte, konnten diese Frequenzen wegen der starken Dämpfung und der damit verbundenen Probenerwärmung nicht benutzt werden. Umfangreiche Versuchsreihen hierzu wurden von KÖRDEL (2008) durchgeführt, die, wie bereits im vorigen Kapitel erwähnt, eine Grenzfrequenz von 300Hz ergaben.

Bild 5-9: Ermüdungsdaten des Duplexstahls bei $R=-1$

Die Ergebnisse lassen keinen Einfluss der Ermüdungsfrequenz erkennen. Desweiteren lassen sich drei Bereiche bezüglich der Lebensdauer unterscheiden. Entweder die Proben versagten im Bereich bis 2×10^6 Zyklen, wobei sich bei höheren Spannungen in diesem Bereich der Zusammenhang zwischen Spannung und Lebensdauer näherungsweise durch ein Potenzgesetz beschreiben ließe, oder erreichten die Grenzlastspielzahl. Einen dritten Bereich bilden zwei Proben, die im Bereich zwischen 2×10^7 und 3×10^7 versagten. Die Rissinitiierung erfolgte an diesen Proben im Inneren des Werkstoffs an Einschlüssen. Nach Versuchsende wurden die Proben rasterelektronen-mikroskopisch untersucht.

In Bild 5-10 sind für jede der drei definierten Gruppen charakteristische Aufnahmen abgebildet. Bruchflächen der Proben, welche im ersten Bereich mit Rissinitiierung an der Oberfläche versagt haben, zeigen die Aufnahmen der Teilbilder a und b, in denen der Rissinitiierungsort mit Pfeilen gekennzeichnet ist. Die Aufnahmen c und d zeigen die Bruchfläche einer der Proben mit Rissinitiierung im Inneren. Deutlich sind der Einschluss (Pfeilmarkierung) und der fischaugenförmige Bruchflächenanteil (eingezeichnete Kreise) zu erkennen. In direkter Umgebung vom Einschluss erscheint die Bruchfläche optisch dunkler (ODA, eingezeichneter kleiner Kreis). Die chemische Zusammensetzung im Bereich des Einschlusses, welche mittels energiedispersiver Röntgenspektralanalyse bestimmt wurde, ist im Diagramm in Teilbild e dargestellt. Neben Aluminium zeigt sich eine erhöhte Konzentration von Sauerstoff, Magnesium und Kalzium. Schließlich repräsentiert Teilbild f die Probenoberfläche eines Durchläufers, die in diesem Ausschnitt eine Ermüdungsschädigung in Form von Gleitspuren aufweist.

Diese Tatsache dient als Grundlage für weitere Untersuchungen im Bereich hoher Lastspielzahlen.

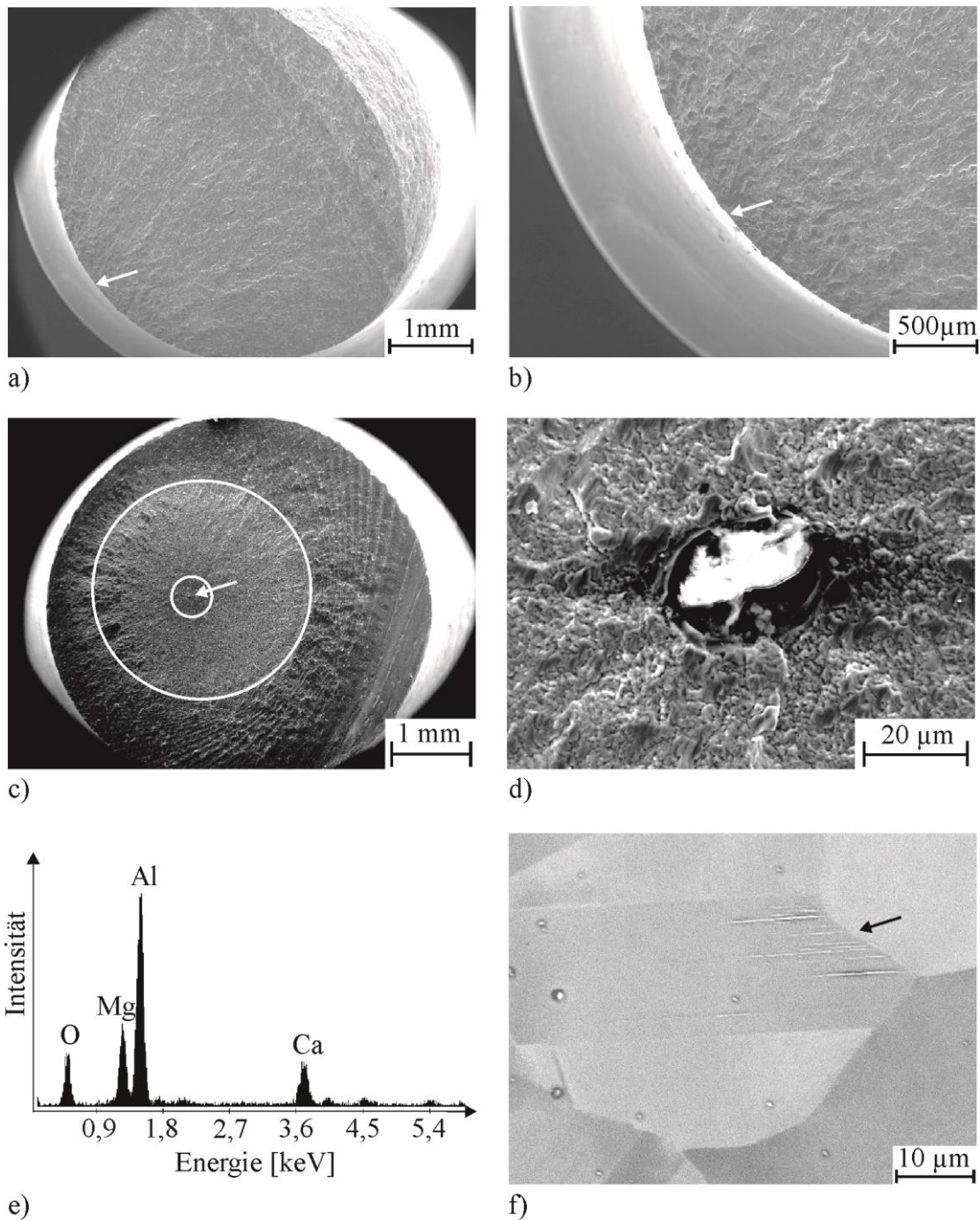


Bild 5-10: Charakteristische elektronenmikroskopische Aufnahmen von Proben mit a), b) Oberflächenversagen und c), d) Einschlussversagen mit e) EDX-Analyse des Einschlusses und f) Oberfläche nach erreichter Grenzlastspielzahl

Die Ermüdungsdaten zwischen 375 MPa und 390 MPa wurden entsprechend des Treppenstufenverfahrens zur Berechnung einer statistischen Zeitfestigkeit bis zur Grenzlastspielzahl (1×10^8 Zyklen) nach dem Verfahren von DIXON & MOOD (1948) gewonnen und entsprechend ausgewertet. Die Ergebnisse dieser Auswertung sind in Tabelle 5-4 zusammengefasst. Be-

merkenswert hierbei ist der im Vergleich zur einachsigen Belastung relativ hohe Mittelwert, der praktisch identisch mit $R_p 0,1$ ist.

Tabelle 5-4: Kennwerte des Treppenstufenverfahrens

Kennwert	Spannungsamplitude [MPa]
Mittelwert	382
Standardabweichung	6
Überlebenswahrscheinlichkeit 10%	389
Überlebenswahrscheinlichkeit 90%	375

Eine weitere Versuchsreihe mit einem Spannungsverhältnis von $R=0$ wurde mit dem Ziel durchgeführt, eine mögliche Abhängigkeit des Rissinitiierungsortes von der Maximalspannung, wie sie beispielsweise für Titanlegierungen von NOTKINA ET AL. (2001) beobachtet wurde, zu untersuchen. Die Ergebnisse sind in Bild 5-11 dargestellt. Die Versuchsfrequenz betrug hier ausschließlich 300 Hz. Bis auf zwei Proben, deren Versagen wiederum von einem Einschluss im Inneren der Probe ausging, versagten alle Proben an der Oberfläche oder erreichten die Grenzlastspielzahl von 1×10^8 Zyklen. Es kann daher nicht von einer deutlichen Maximalspannungsabhängigkeit des Rissinitiierungsortes im Duplexstahl gesprochen werden.

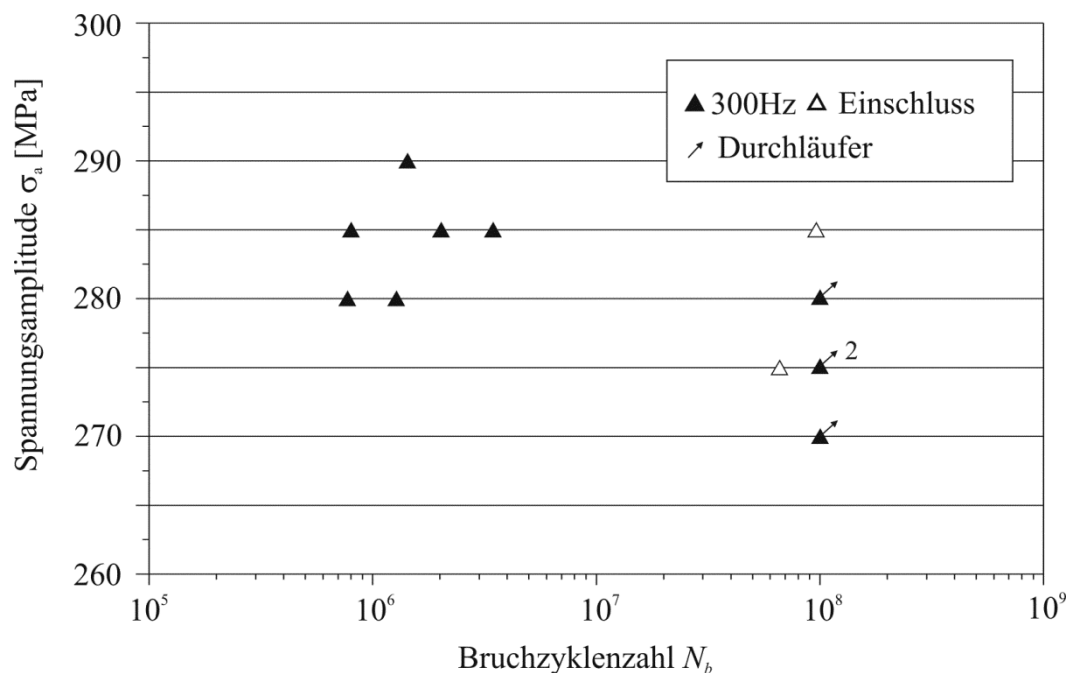


Bild 5-11: Ermüdungsdaten des Duplexstahls bei $R=0$

Vor dem Hintergrund der Ermüdungsdaten aus Bild 5-9 und der Oberflächenaufnahme aus Bild 5-10f widmen sich die weiteren Untersuchungen am Duplexstahl vor allem der Frage der Schädigungsinitiierung und des Schädigungsverlaufes im Sinne der einsetzenden plastischen Verformung und der Rissinitiierung. Rissausbreitung, wie sie von DÜBER (2007) sehr einge-

hend untersucht wurde, wird in der vorliegenden Arbeit nur am Rande betrachtet, zumal für das gewählte Lebensdauervorhersagekonzept keine Rissausbreitungsdaten benötigt werden.

5.1.3. *Schädigungsinitiierung durch plastische Verformung*

Die Untersuchungen zur Schädigungsinitiierung und zum Schädigungsverlauf erfolgten an flachgekerbten Proben, wobei der Ermüdungsprozess nach definierten Lastspielzahlen zur elektronenmikroskopischen und rasterkraftmikroskopischen Oberflächenanalyse unterbrochen wurde. Die verwendeten Spannungsamplituden lagen mit 380 MPa im Bereich der bestimmten Dauerfestigkeit. Die ersten Ermüdungserscheinungen an der Probenoberfläche zeigten sich anhand von Gleitspuren, die ausschließlich in der austenitischen Phase gefunden wurden. Bild 5-12 zeigt eine Serie von rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen eines Gefügeausschnittes nach verschiedenen Lastspielzahlen im Bereich zwischen 5×10^4 und 2×10^7 Zyklen. Die Belastungsachse weist dabei in horizontale Richtung. Das näher betrachtete Korn in der Mitte der Bilder wird in Teilbild a anhand der Pfeile in zwei Bereiche a und b unterteilt. Der Kontrast in Teilbild c lässt erkennen, dass es sich um ein Zwillingskorn der austenitischen Phase handelt, bei dem die geradlinigen Korngrenzen senkrecht zur äußeren Belastung verlaufen. Das Austenitkorn ist bis auf eine Ausnahme im unteren rechten Bereich ausschließlich von Alphakörnern umgeben. Die hellen Linien im Korn weisen auf Gleitspuren hin, die sich während des fortschreitenden Ermüdungsprozesses ausbreiten. Dies geschieht im Falle von Bereich a ausgehend von den Phasengrenzen zunächst im oberen Bereich, Teilbild a, schwarzer Pfeil, dann auch vom unteren Bereich, Teilbild b, schwarzer Pfeil, aus. Die Gleitspuren in Bereich b entwickeln sich vom unteren Teil des Korns, ausgehend von der γ -Korngrenze. Sobald die Gleitspuren die gegenüberliegende Grenzfläche erreicht haben, stoppen sie an dieser. Eine Ausbreitung in die angrenzenden Körner findet offensichtlich nicht statt. Stattdessen nehmen Anzahl und Breite der Gleitspuren im Korn und damit der plastisch verformte Bereich zunächst stetig zu, bis zwischen den Teilbildern g und h kaum noch ein Unterschied zu erkennen ist.

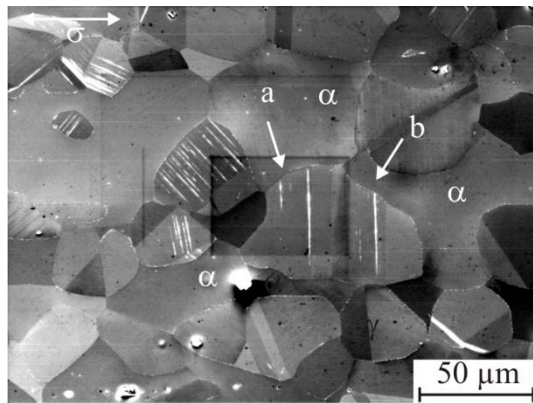
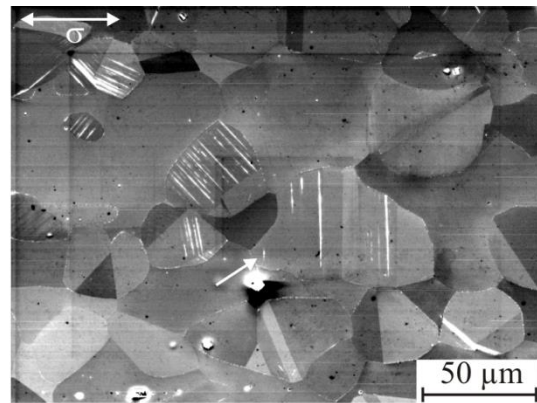
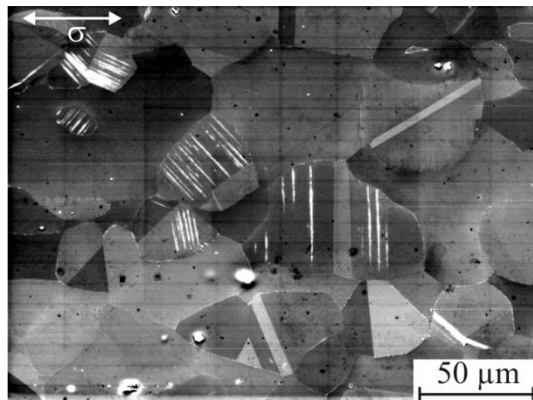
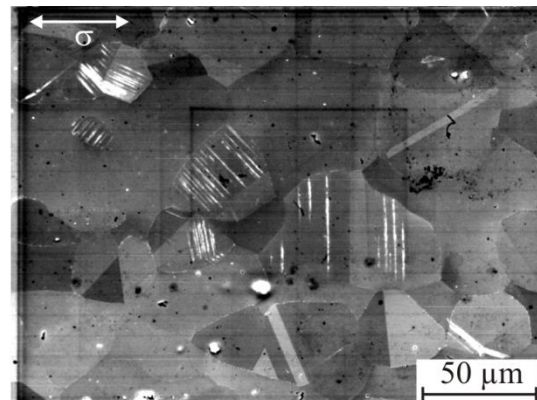
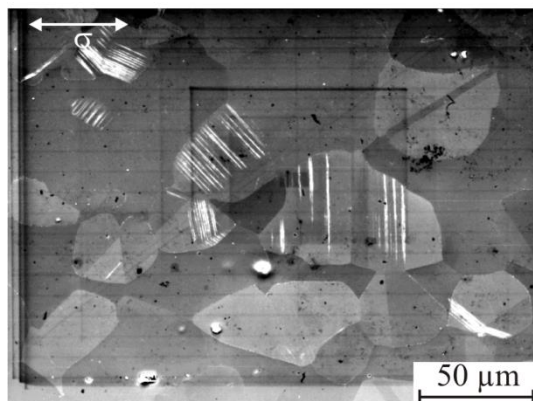
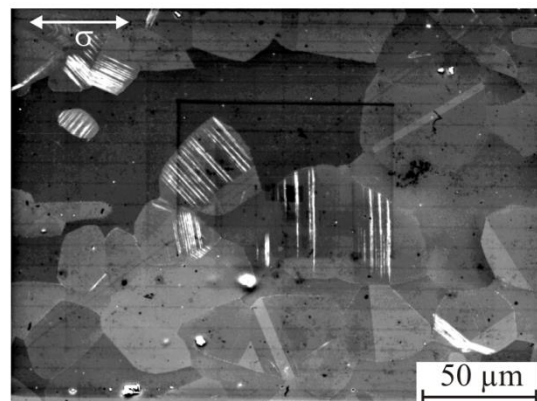
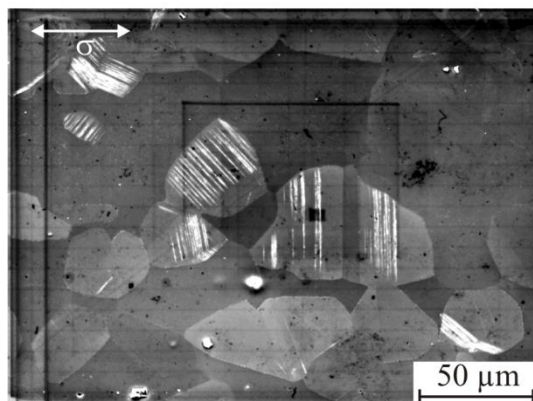
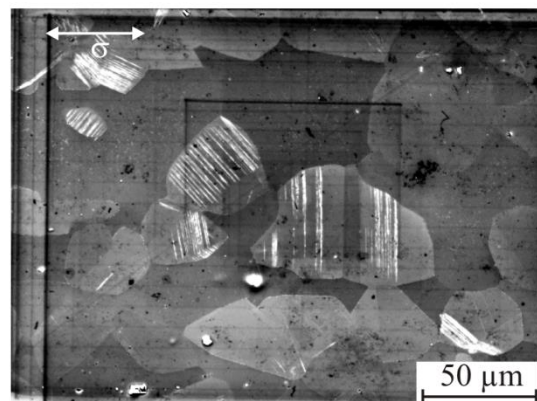
a) 5×10^4 Zyklenb) 10^5 Zyklenc) 5×10^5 Zyklend) 10^6 Zyklene) 2×10^6 Zyklenf) 5×10^6 Zykleng) 10^7 Zyklenh) 2×10^7 Zyklen

Bild 5-12: Entwicklung der Ermüdungsschädigung im Duplexstahl 1

Ein weiteres Beispiel für die Gleitspurenentwicklung zeigt das in Bild 5-13 dargestellte austenitische Zwillingskorn. Die Schädigung entwickelt sich wiederum ausgehend von einer Phasengrenze, Teilbild a, weißer Pfeil. Allerdings wird an diesem Beispiel deutlich, dass Gleitspuren über die Zwillingskorngrenzen hinaus wachsen können. Mit zunehmender Zyklenzahl nimmt auch die Anzahl der Gleitspuren im Korn zu, und mehrere Gleitspuren überschreiten nach und nach die insgesamt drei dargestellten Zwillingsgrenzen, z. B. in Teilbild b durch den weißen Pfeil gekennzeichnet. Weitere Korn- oder Phasengrenzen werden jedoch nicht überschritten. Ab einer Lastspielzahl von 10^7 Zyklen konnte in diesem Korn, ähnlich dem ersten Beispiel, keine weitere Veränderung mehr festgestellt werden, obwohl der Versuch bis $7,5 \times 10^8$ Zyklen fortgesetzt wurde.

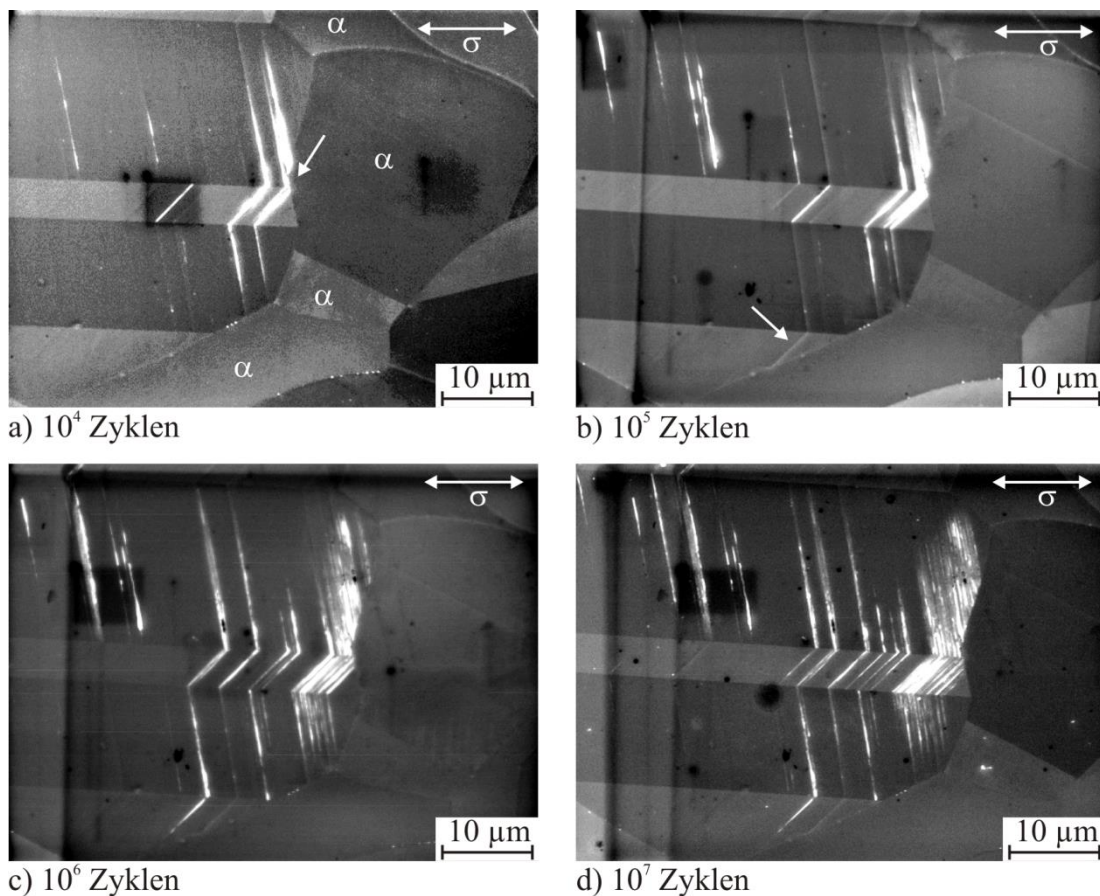


Bild 5-13: Entwicklung der Ermüdungsschädigung im Duplexstahl 2

Auch wenn die Zwillingsgrenzen oftmals von den Gleitspuren überschritten werden, so wurden auch einige Fälle beobachtet, bei denen dies nicht der Fall war. In Bild 5-14 ist ein solches Beispiel dargestellt, welches zeigt, dass in manchen Fällen auch die Korngrenze selbst plastisch verformt und sich Gleitspuren auf der Korngrenze bilden. In Teilbild a, welches nach 5×10^4 Zyklen aufgenommen wurde, ist die betreffende Korngrenze mit einem weißen Pfeil gekennzeichnet. Bis zur Zyklenzahl von 2×10^7 nehmen die Gleitspuren im oberen Teil

des Korns zwar zu, überschreiten die Zwillingsgrenze jedoch nicht, wie aus Teilbild b ersichtlich wird.

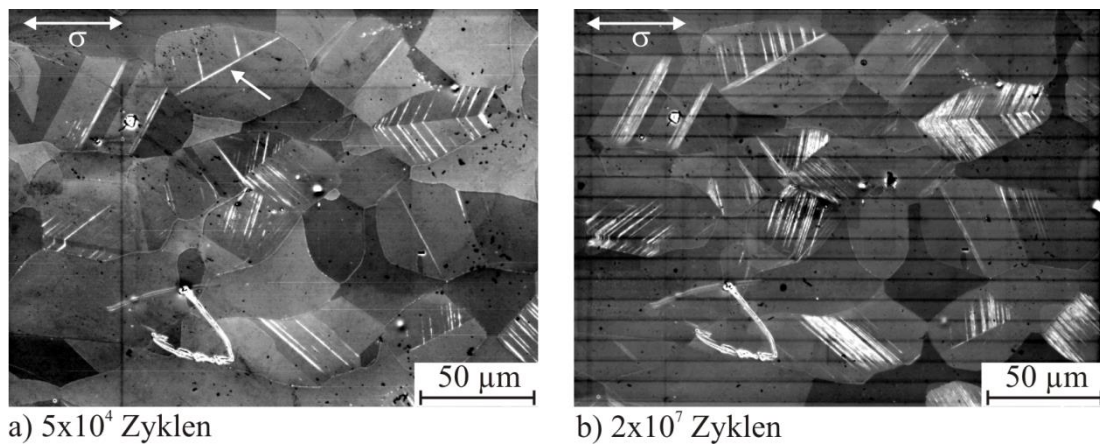


Bild 5-14: Entwicklung der Ermüdungsschädigung im Duplexstahl 3

Um eine quantitative Aussage über die bisher exemplarisch anhand von Bildern dargestellten Sachverhalte zu generieren sind insgesamt 8 Körner graphisch derart ausgewertet worden, dass für jede Zyklenzahl die verformte, also mit Gleitspuren versehene Oberfläche ins Verhältnis zur Oberfläche des gesamten Korns gesetzt wurde. Bild 5-15 zeigt die auf diese Weise erhaltenen Kurven.

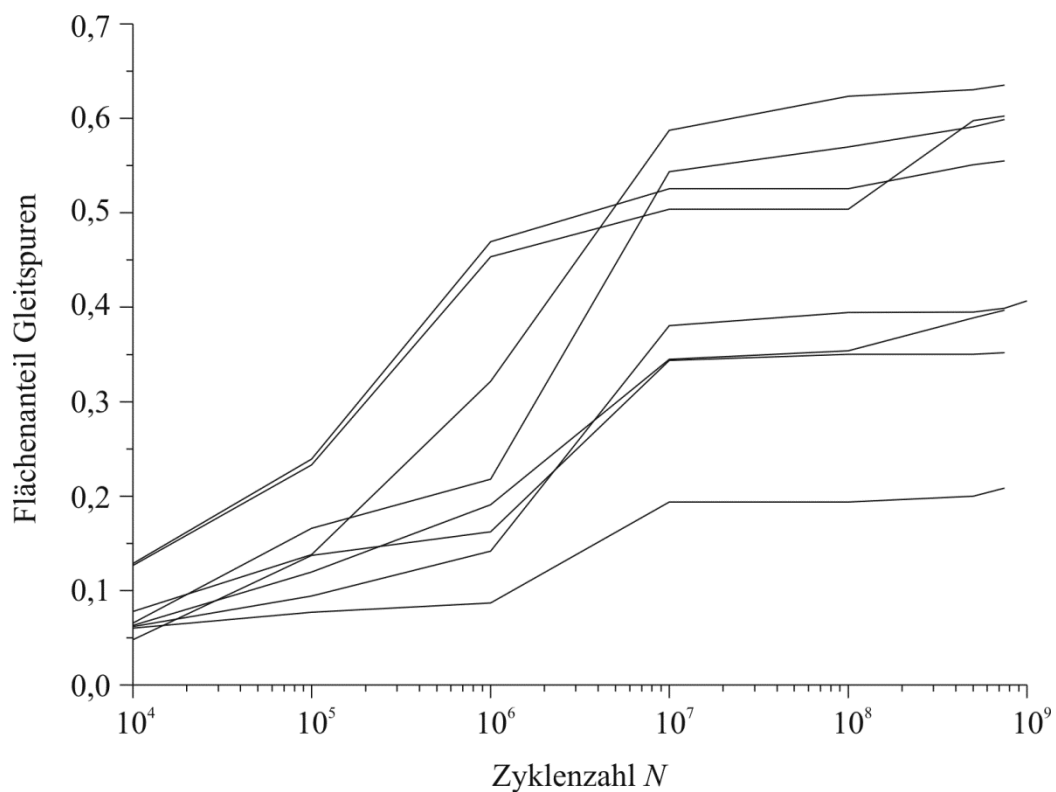


Bild 5-15: Anteil der verformten Fläche am Gesamtkorn mit steigender Zyklenzahl

In guter Näherung können anhand der verschiedenen Kurven drei Bereiche unterschieden werden. Es ist deutlich zu erkennen, dass zu Beginn des Ermüdungsprozesses relativ wenig Gleitspuren auftreten (im Bereich bis 10^5 Zyklen). Zwischen 10^5 und 10^7 Zyklen gibt es einen erheblichen Anstieg der mit Gleitspuren belegten Fläche innerhalb der Körner. Ab 10^7 Zyklen nimmt die Fläche der Gleitspuren nur noch wenig zu.

Detailliertere Informationen über einzelne Gleitspuren liefern rasterkraftmikroskopische Methoden, die exemplarisch an verschiedenen Körnern angewandt wurden. In Bild 5-16 sind zwei dieser Körner, die jeweils Zwillingskorngrenzen beinhalten, nach 10^6 Zyklen dargestellt. Die Spannungsachse verläuft horizontal. Die dreidimensionale Darstellung in den Teilbildern 5-16a und b zeigt, dass die Höhe der Extrusionen nicht konstant über der Gleitspur verläuft, sondern eine Gebirgsstruktur vorliegt, die Spitzen unterschiedlicher Höhe entlang der Gleitspur aufweist.

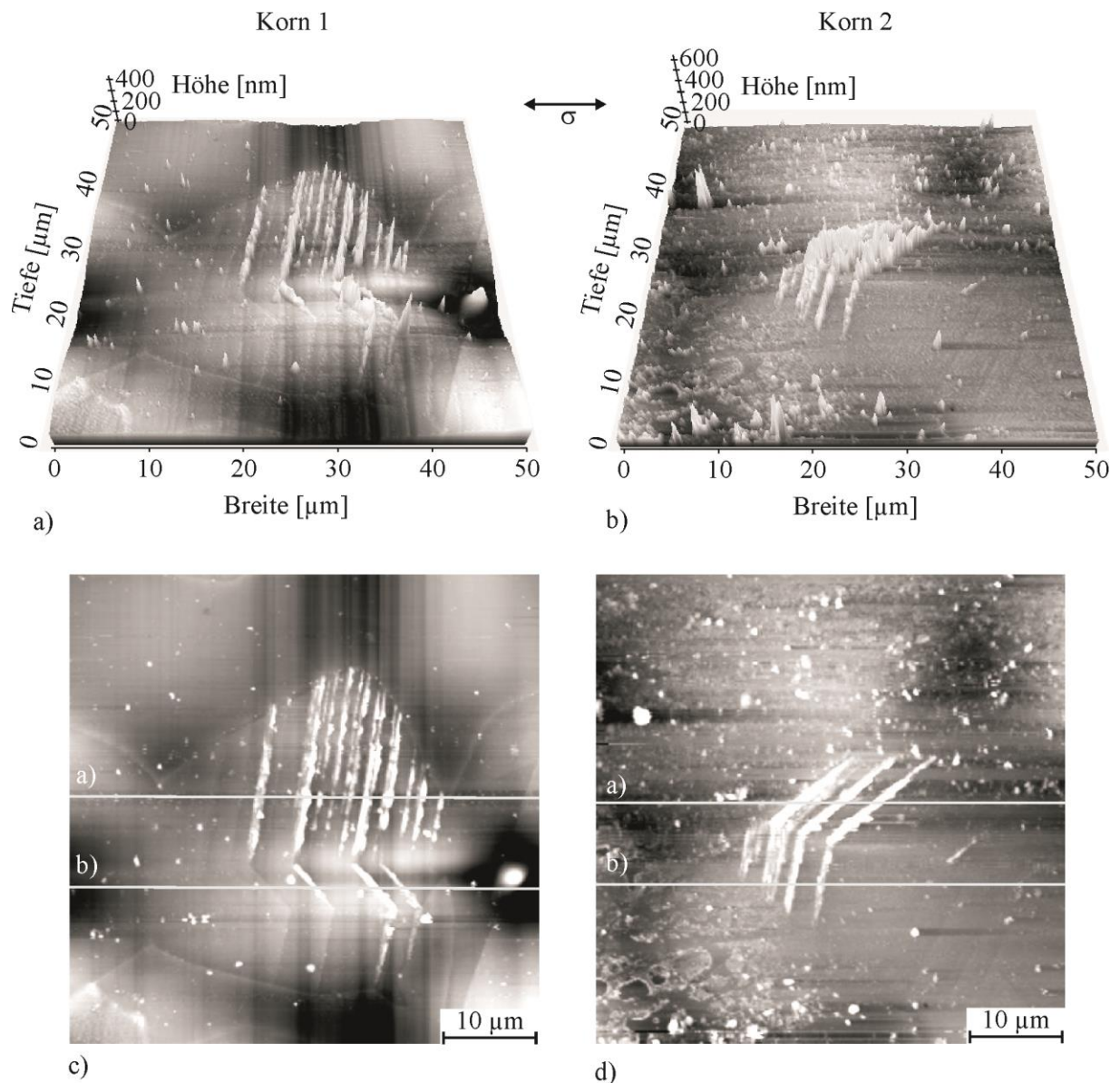
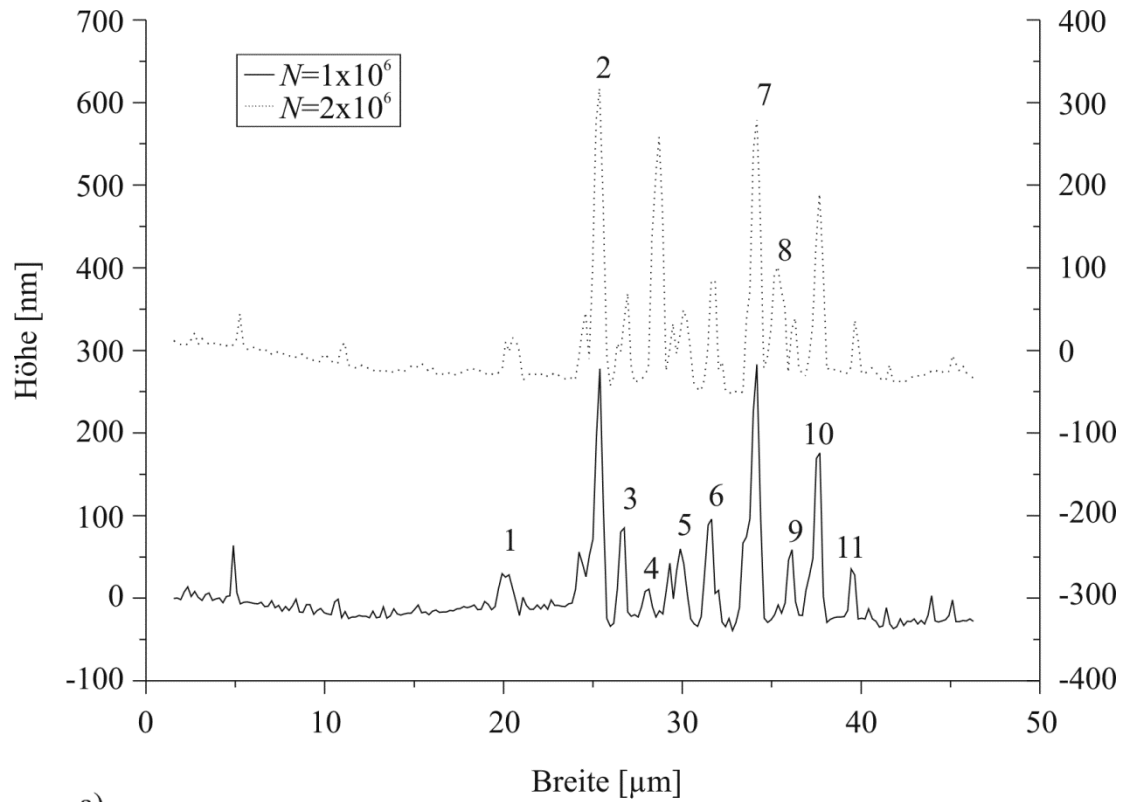
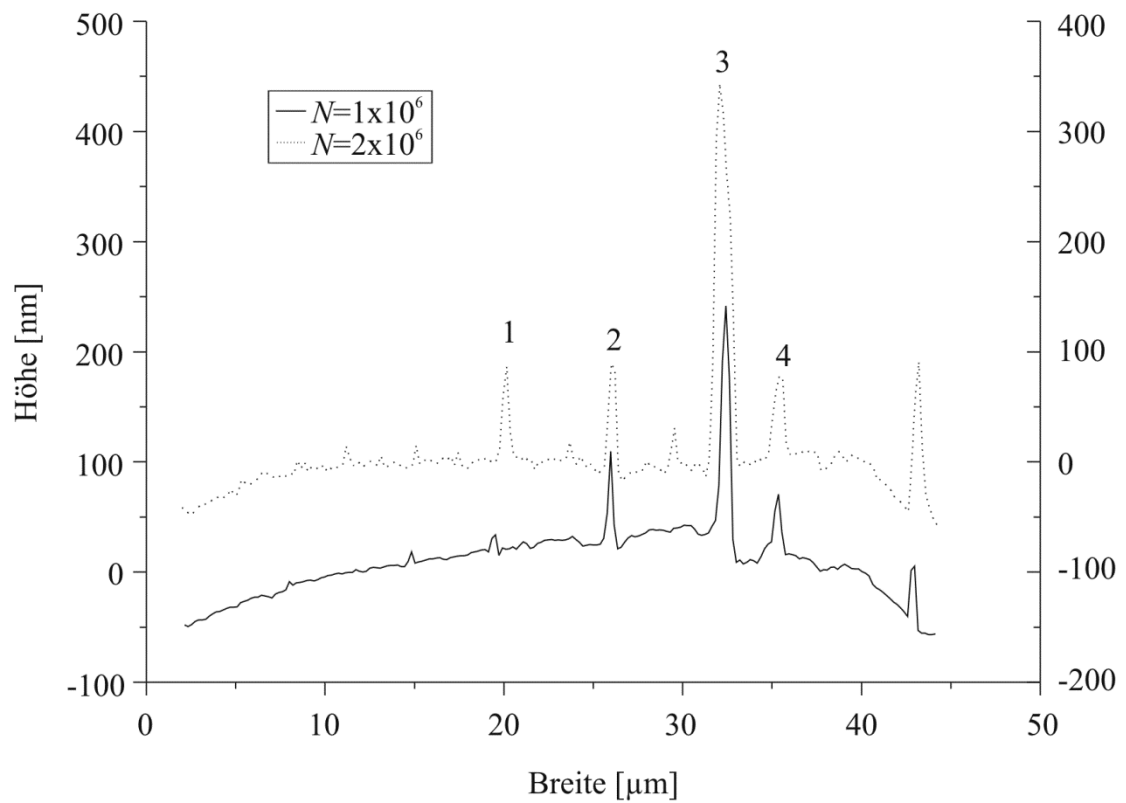


Bild 5-16: Darstellung der mittels Rasterkraftmikroskopie vermessenen Körner

Eine quantitative Analyse der Daten bietet die Auftragung eines Höhenprofils entlang der mit a und b bezeichneten Linien, welches entsprechend nach 1×10^6 und 2×10^6 Zyklen erzeugt wurde und in Bild 5-17a und b für das erste und in Bild 5-18a und b für das zweite Korn gezeigt wird. Zur besseren Vergleichbarkeit sind die zum Zustand nach 2×10^6 Zyklen gehörenden Kurven nach oben verschoben dargestellt. Die mit Nummern versehenen Maxima repräsentieren in diesen Diagrammen jeweils eine Gleitspur. Es ist deutlich zu erkennen, dass nur manche der Maxima wachsen, während andere nahezu unverändert bleiben. Weiterhin wird deutlich, dass während des Ermüdungsprozesses offenbar vor allem vorher weniger stark (hoch) ausgeprägte Maxima erheblich wachsen können, während bereits vorher stark ausgeprägte Peaks sich nur wenig verändern. Auch kann es zur Teilung eines Maximums in zwei Hälften kommen, wie Bild 5-18a anhand von Peak 4 zeigt.

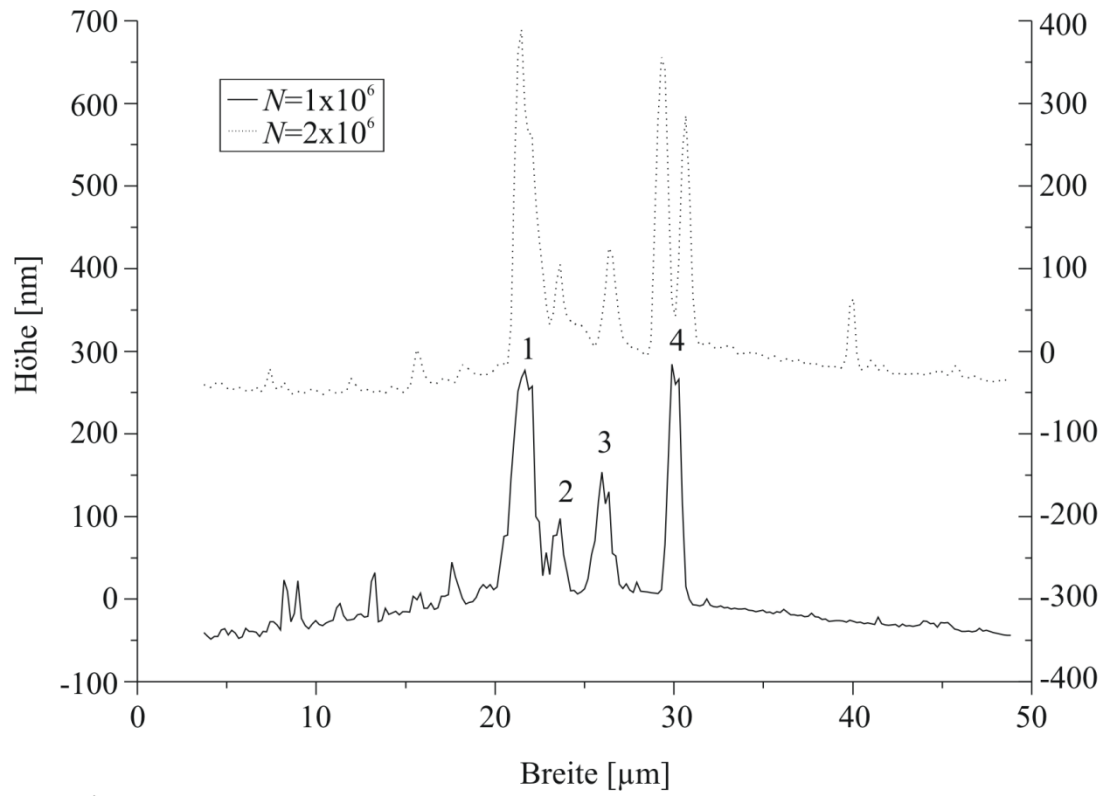


a)

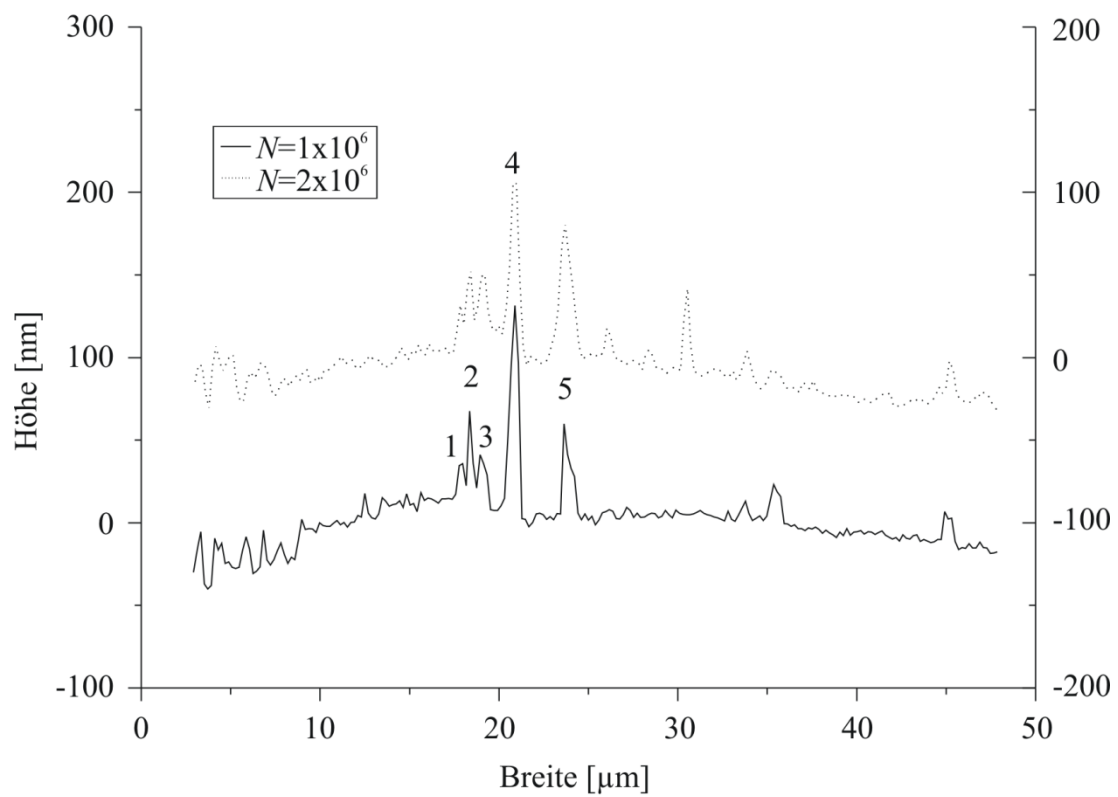


b)

Bild 5-17: Höhenprofile entlang der Linien a und b von Korn 1



a)



b)

Bild 5-18: Höhenprofile entlang der Linien a und b von Korn 2

Tabelle 5-5 verdeutlicht die Aussagen der Messungen anhand von relativen Peakhöhen, wobei der Zuwachs prozentual auf die Anfangshöhe der Peaks bei 1×10^6 Zyklen bezogen wurde.

Tabelle 5-5: prozentuale Zuwächse der Peakhöhen

Peak	Korn 1 a	Korn 1 b	Korn 2 a	Korn 2 b
		Zuwachs [%]		
1	2	493	53	32
2	24	18	7	-29
3	-6	70	-11	35
4	771	22	30	-12
5	4			53
6	3			
7	3			
8	481			
9	-11			
10	10			
11	12			

Bei Betrachtung der Zahlenwerte wird deutlich, dass innerhalb von Korn 1 wesentlich stärkere Zuwächse beobachtet werden können als dies bei Korn 2 der Fall ist. Für beide Körner gilt jedoch, dass einige Peaks auch schrumpfen und damit ein negatives Vorzeichen aufweisen.

Insgesamt zeigen die beobachteten Gleitspuren der vorhergehenden Untersuchungen oftmals eine Neigung gegenüber der äußeren Last, wie zum Beispiel das Austenitkorn links oberhalb des betrachteten Korns in Bild 5-12 oder die Zwillingskörner in den Bildern 5-13 und 5-16 im Mittelteil. Eine Untersuchung, inwieweit die Bildung der Gleitspuren durch Abgleitung in Folge von Schubspannungen verursacht wird, erfordert eine quantitative Auswertung der Schmidfaktoren für verschiedene Körner, wie sie in Form einer Häufigkeitsverteilung in Bild 5-19 dargestellt ist. Der Häufigkeitsverteilung liegen insgesamt 167 Körner zu Grunde. Die Bestimmung der Gleitebenen mit entsprechenden Schmidfaktoren wurde durch den Vergleich zwischen beobachteten Gleitspuren in rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen, wie in Bild 5-12 gezeigt, mit berechneten Gleitspuren der $\{111\}$ -Ebenen umgesetzt. Für die Berechnung der Gleitspuren wurde die mittels Elektronenrückstreubeugung bestimmte kristallographische Orientierung jedes Korns benutzt. Die Verteilung zeigt eindeutig, dass mehr als 70% der aktivierten Gleitebenen über einen Schmidfaktor $S > 0,4$ verfügen. Einen Schmidfaktor $S < 0,3$ besitzen nur 3% der ausgewerteten Gleitebenen.

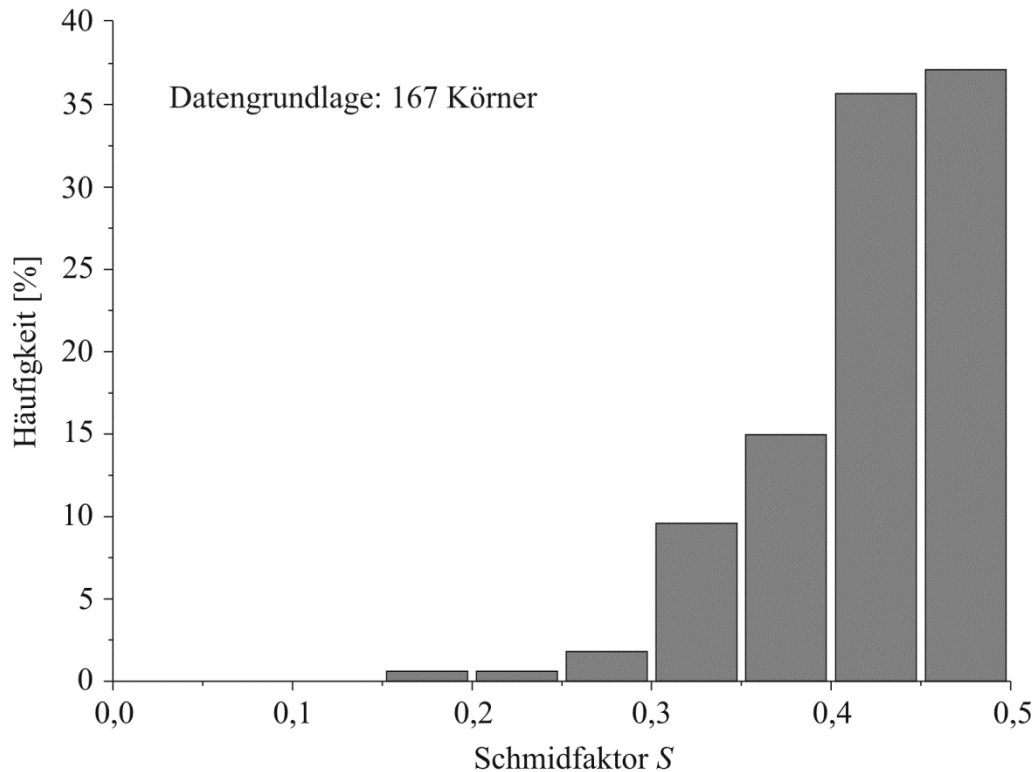


Bild 5-19: Schmidfaktorverteilung der zu den Gleitspuren gehörigen Gleitebenen

5.1.4. Rissinitiierung

Neben der plastischen Verformung in Form von Gleitspuren konnten auf den Oberflächen der Ermüdungsproben auch Risse beobachtet werden, die sich während der Ermüdung gebildet haben. Dabei stellen sich drei verschiedene Rissinitiierungsorte ein. Exemplarisch sind in Bild 5-20 Risse gezeigt, wie sie nach 2×10^7 Zyklen in der Probe vorlagen. Die Risse wurden zwischen 10^6 und 5×10^6 Zyklen entdeckt und wuchsen bis zum Erreichen von 2×10^7 Zyklen nicht oder nur noch anfänglich weiter und führten deshalb nicht zum Versagen der Probe. Teilbild a zeigt einen Riss, der entlang einer $\alpha\gamma$ -Phasengrenze initiierte, anschließend entlang dieser Grenzfläche weitergewachsen ist und dann innerhalb des α -Korns nach kurzem transkristallinem Wachstum stoppte. Sobald sich die Rissspitzen in genügender Entfernung von der Phasengrenze befinden, in diesem Falle innerhalb des ferritischen Korns, stellt der Riss sein Wachstum ein. Bemerkenswert ist das Abknicken der unteren Risspitze in eine Richtung etwa unter 45° zur äußeren Belastung.

Ein sehr ähnliches Beispiel zeigt Bild 5-20b. Hier ist der Riss ebenfalls an einer $\alpha\gamma$ -Phasengrenze entstanden, allerdings folgt er dieser nur sehr kurz, um dann im Ferrit fast normal zur äußeren Belastung weiterzuwachsen. Nach 10^7 Zyklen war auch in diesem Falle kein weiteres Wachstum mehr feststellbar.

Teilbild c hingegen zeigt den wesentlich seltener beobachteten Fall der Rissinitiierung an einem Gleitband im Austenit. Dieser Riss folgt zunächst dem Gleitband und stoppt in der Nähe der benachbarten Phasengrenzen. Ein dritter Rissinitiierungsort, der hier nicht explizit dargestellt ist, stellt einen Spezialfall des gezeigten Gleitbandrisses dar. Neben Gleitbandrissen innerhalb der austenitischen Phase kann es auch zur Rissinitiierung an Zwillingskorngrenzen kommen, sofern diese günstig in Bezug auf die äußere Last orientiert sind. Allerdings ist dieser Spezialfall nur selten aufgetreten.

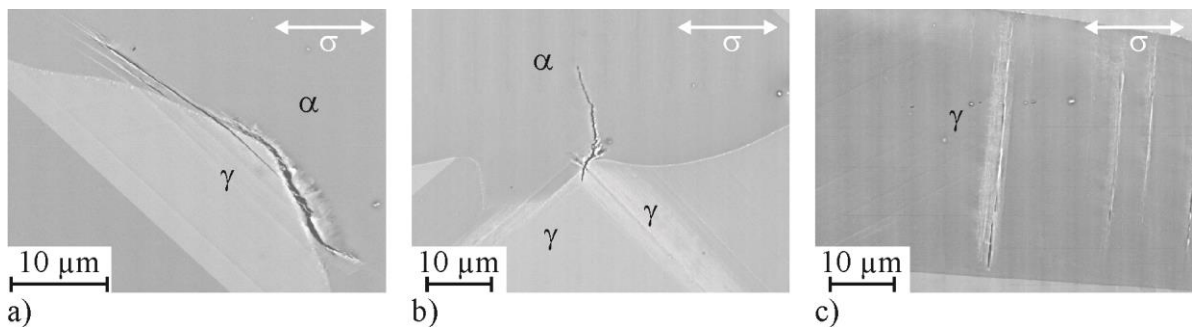


Bild 5-20: Typische Rissinitiierungsorte im Duplexstahl a), b) $\alpha\gamma$ -Phasengrenze und c) aufgerissenes Gleitband in der γ -Phase

Eine statistische Betrachtung des Rissinitiierungsortes liefert Bild 5-21. Insgesamt wurden 41 Risse betrachtet. Es zeigt sich eindeutig die Dominanz der Phasengrenzen als Rissinitiierungsort mit ca. 90%. Rissinitiierung innerhalb eines γ -Kornes wird nur in 10% der Fälle beobachtet, während ein im Ferrit initiiertes Riss nicht gefunden wurde.

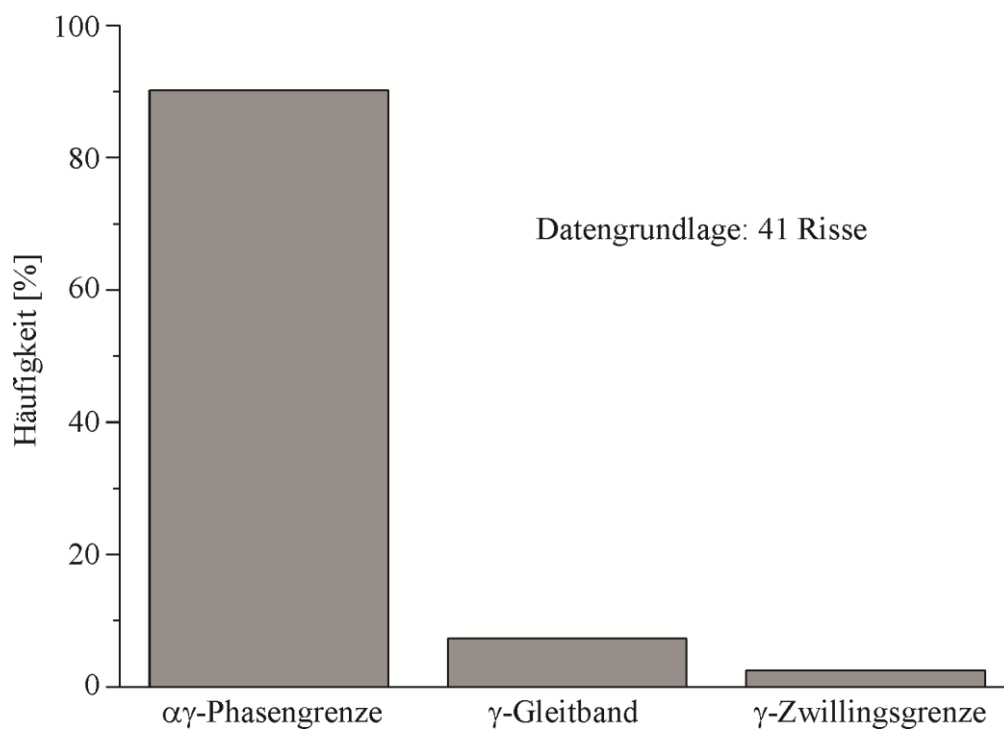


Bild 5-21: Statistik über den Rissinitiierungsort im Duplexstahl

5.1.5. Bedeutung spezieller Korngrenzen

Die Mikrostruktur des Duplexstahls weist vor allem in der austenitischen Phase in fast jedem Korn Zwillingsgrenzflächen auf. Dies wird nicht nur bei Betrachtung der elektronenmikroskopischen Mikrostrukturaufnahmen deutlich, sondern lässt sich auch quantitativ zeigen. 157 der 167 Körner, die die Grundlage für die in Bild 5-19 gezeigte Statistik bildeten, beinhalteten mindestens eine Zwillingskorngrenze. Damit wird natürlich nicht ausgeschlossen, dass die restlichen 10 Körner nicht auch Bestandteil von Zwillingen sind, deren Grenzflächen nicht an der Oberfläche sichtbar sind.

Deshalb und vor allem auf Grund der Beobachtungen zur Gleitbandbildung und -ausbreitung wurden einige Zwillingsgrenzen transmissionselektronenmikroskopisch untersucht. Bild 5-22 zeigt eine Zwillingskorngrenze mit Versetzungen zu beiden Seiten der Grenzfläche. Durch Kippung der Probe im TEM sind in Teilbild a die Versetzungen im oberen Korn γ_1 gut sichtbar und in Teilbild b im unteren Korn γ_2 . Obwohl sich in Teilbild a ein leichter Versetzungsaufstau zeigt, haben die Versetzungen offensichtlich die Grenzfläche überwunden und sind in das untere Korn vorgedrungen, wie in b sichtbar.

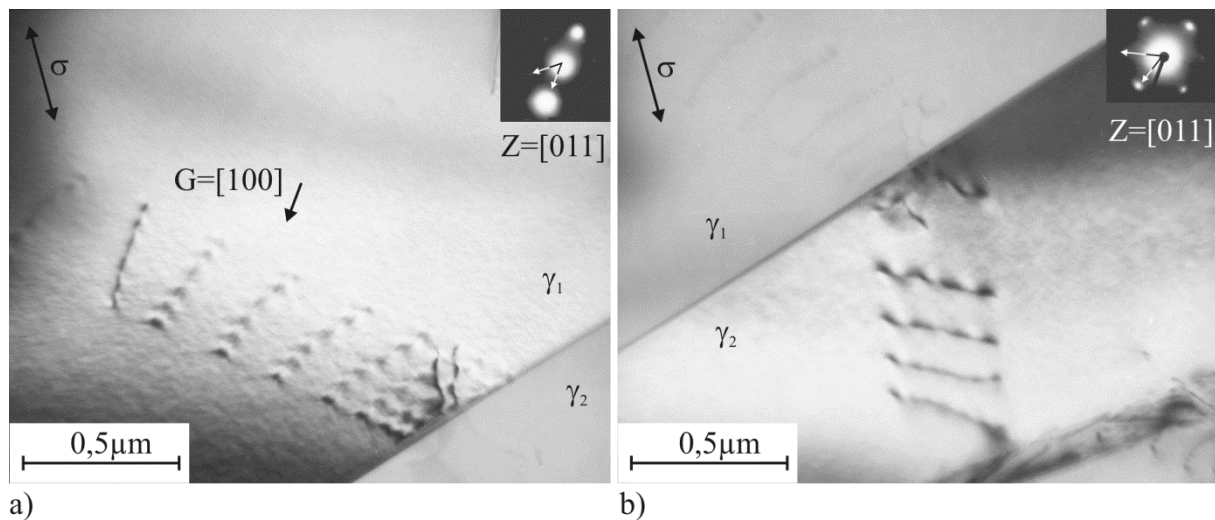


Bild 5-22: Zwillingskorngrenze mit Versetzungen a) im oberen Korn γ_1 und b) im unteren Korn γ_2

Weitere Beispiele für Versetzungsstrukturen in Zwillingskörnern zeigt Bild 5-23. In Teilbild a sind in beiden Körnern γ_1 und γ_2 , die durch eine Zwillingskorngrenze getrennt sind, planare Versetzungsanordnungen sichtbar, die an verschiedenen Stellen die Korngrenze durchdringen und dabei ihre Richtung ändern. Es gibt aber auch ein weiteres aktiviertes Gleitsystem, welches parallel zur Korngrenze verläuft. Vereinzelt sind auch Versetzungen innerhalb der Grenzfläche auf jener Gleitebene sichtbar. Besonders im unteren Teil von Korn γ_2

gibt es Versetzungsaufstauungen, an denen die Versetzungen die Korngrenze offensichtlich nicht überwunden haben.

Teilbild b zeigt diese Situation anhand eines weiteren Kornes deutlicher. Hier ist ausschließlich dasjenige Gleitsystem aktiv, welches parallel zur Korngrenze verläuft. Die Versetzungen innerhalb der Korngrenze sind deutlich zu erkennen.

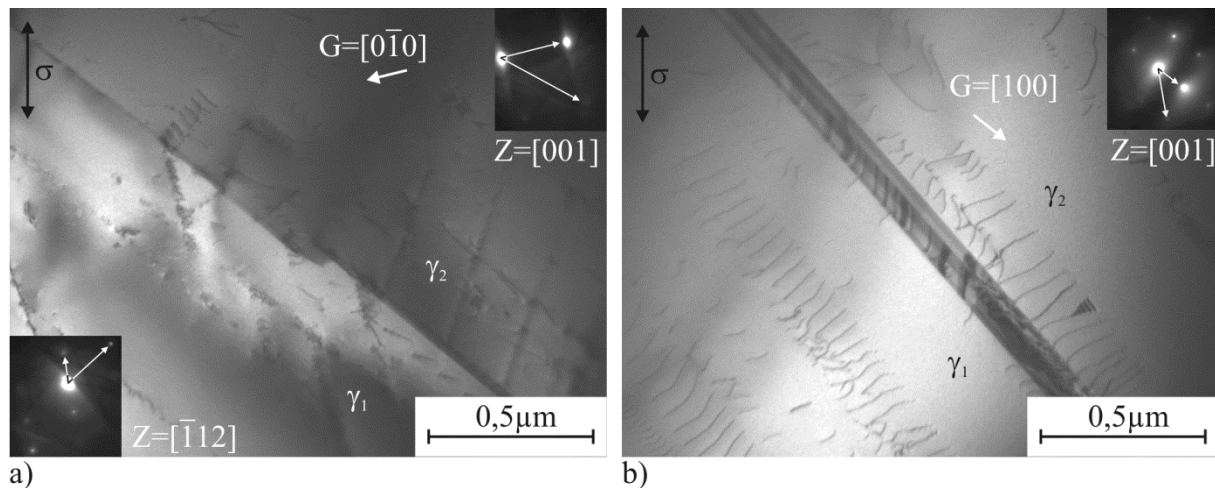


Bild 5-23: Zwillingsgrenzen mit Versetzungen a) grenzflächenüberschreitend und b) parallel zur und in der Korngrenze

Neben der Gleittransmission konnte in einigen wenigen Fällen auch Rissinitiierung auf der Zwillingskorngrenze vorgefunden werden. Ein Beispiel zeigt der in Bild 5-24 dargestellte Riss, dessen Tiefenverlauf mit Hilfe der fokussierten Ionenstrahltechnik präpariert wurde. Teilbild a zeigt eine Aufnahme der Probenoberfläche mit Kennzeichnung der in Teilbild b offengelegten Schnittebene sowie der berechneten Gleitspur derjenigen $\{111\}$ -Gleitebene, die den höchsten Schmidfaktor aller $\{111\}$ -Gleitebenen aufweist ($S=0,46$).

Es ist eine sehr gute Übereinstimmung zwischen Risspfad und berechneter Gleitspur erkennbar. Eine detailliertere Darstellung bietet in Teilbild b der Vergleich zwischen der berechneten Lage der Gleitebene mit den drei Gleitrichtungen in die Tiefe und der Schnittebene. Es zeigt sich, dass diejenige Gleitrichtung, welche parallel zur Gleitspur verläuft, dem Gleitsystem mit höchstem Schmidfaktor zugeordnet werden kann. Außerdem ergibt sich auch eine sehr gute Übereinstimmung des berechneten Winkels zwischen Gleitebene und Oberfläche (91°) und des zu beobachtenden fast senkrecht in die Tiefe verlaufenden Risses. Die Rissspitze wird durch den präparationsbedingt auftretenden Vorhang (engl. curtaining-effect, ungleichmäßiger Abtrag bei Benutzung des Ionenstrahls durch Dichteunterschiede im Material, zum Beispiel im Bereich der Rissflanke) zwar etwas verschleiert, jedoch liegt sie eindeutig innerhalb des betrachteten Zwillingskorns. Die nächste Grenzfläche beginnt erst weiter im Probeninneren, wie der dunklere Kontrast des neuen Kornes vermuten lässt.

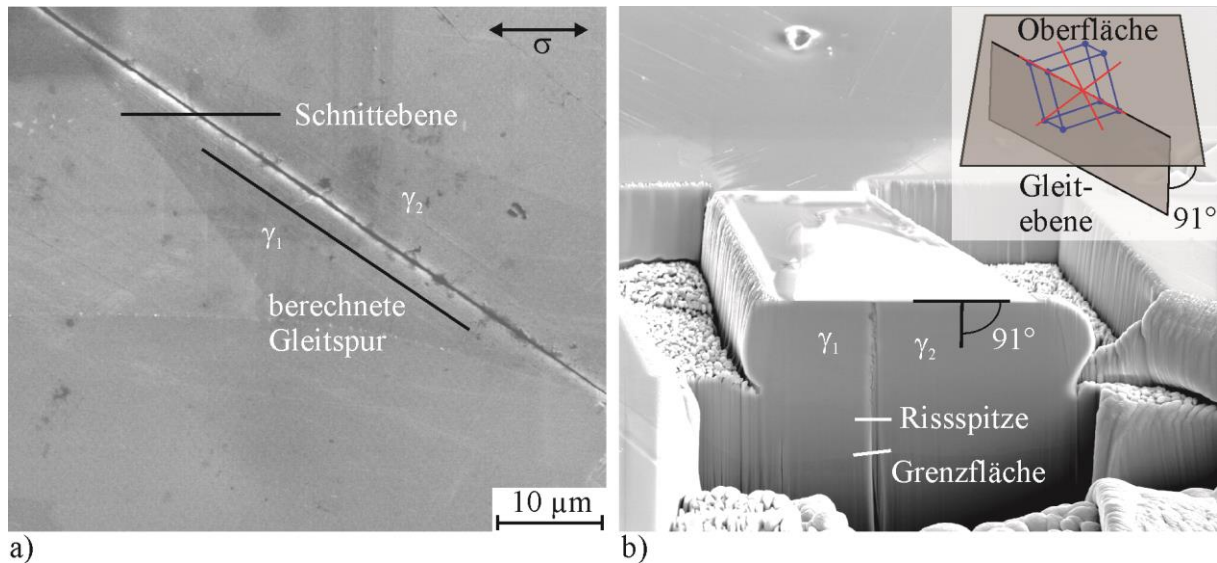


Bild 5-24: Rissinitiierung auf der Zwillingskornengrenze a) auf der Oberfläche und b) mittels fokussierten Ionenstrahls präparierter Tiefenverlauf im Probeninneren

5.1.6. Bedeutung der nicht speziellen Korn- und Phasengrenzen

Wie bereits die Ergebnisse zur Rissinitiierung gezeigt haben, spielen neben den speziellen Korngrenzen auch vor allem die Phasengrenzen in der Mikrostruktur des Duplexstahls eine wichtige Rolle. Entsprechende TEM-Untersuchungen sind deshalb ebenfalls für einige Phasengrenzen durchgeführt worden. Bild 5-25 enthält zwei verschiedene Phasengrenzen. In Teilbild a sind im Austenit zwei aktive Gleitsysteme zu erkennen. Im danebenliegenden Ferrit sind keine Versetzungen zu erkennen, das Korn enthält lediglich die bereits oben beschriebenen Ausscheidungen. An der Phasengrenze stauen sich die Versetzungen im Austenit auf und durchdringen die Phasengrenze offensichtlich nicht.

Ein weiteres Beispiel für einen Versetzungsaufstau zeigt Bild 5-25b in höherer Vergrößerung. Hier werden die Versetzungen ebenfalls an der Phasengrenze aufgestaut, darüber hinaus sind anhand der dickeren kurzen Linien Stapelfehler zu erkennen.

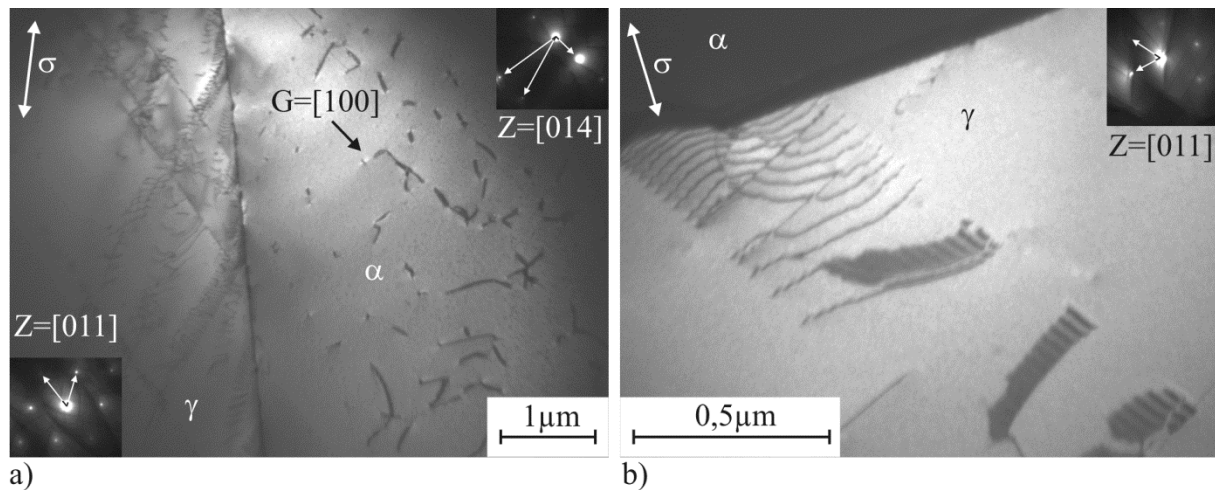


Bild 5-25: Phasengrenzen mit Versetzungsaufstau im Duplexstahl a) mit mehreren im Austenit aktivierten Gleitsystemen und b) hoch aufgelöste Darstellung mit Stapelfehlern

Ein Beispiel, bei dem es zu Rissinitiierung und Risswachstum über eine Phasengrenze hinweg gekommen ist, zeigt das folgende Bild 5-26. Hier wurde die Oberfläche mittels FIB in Tiefenrichtung kontinuierlich in Rissausbreitungsrichtung abgetragen. Damit werden Aussagen über die Rissausbreitung in die Tiefe ermöglicht. Bild 5-26a zeigt den Riss, der offensichtlich an der $\alpha\gamma_2$ -Phasengrenze initiiert ist und sich dann in beide Körner, sowie das γ_1 -Korn ausgebreitet hat. Dies wird mit Hilfe der anhand kristallographischer Daten ermittelten Kornstruktur (Teilbild b) deutlich, worin ersichtlich ist, dass insgesamt zwei γ -Körner und ein α -Korn riss-tragend sind.

Die folgenden Teilbilder c-f zeigen vier Querschnitte des Risses zusammen mit den jeweiligen, soweit möglich, identifizierten aktivierten Gleitsystemen. Im γ_1 -Korn folgt der Riss in Einfachgleitung in geringer Tiefe einem $\{111\}$ -Gleitsystem (Bild 5-26c). Dieses weist mit einem Schmidfaktor von $S=0,38$ zwar nicht den höchsten des Kornes auf (dieser beträgt $S=0,44$), repräsentiert allerdings das zum γ_2 -Korn deutlich am günstigsten orientierte. Die berechneten Gleitspuren in Teilbild a zeigen, dass es praktisch keine Verkippung der Gleitebenen aller beteiligten Körner gibt. Diese Aussage trifft allerdings nicht für eine mögliche Verdrehung zu, wie Teilbild d zeigt. Hier kommt es beim Korngrenzenübergang vom γ_1 zum γ_2 -Korn zur Aktivierung mehrerer Gleitsysteme, um die Verdrehung der zuerst aktivierten Gleitsysteme auszugleichen. Diese Verdrehung wird beim Vergleich der dreidimensionalen Darstellungen in den Teilbildern c und e deutlich.

Bild 5-26e zeigt den Rissverlauf im γ_2 -Korn. Hier folgt der Riss einer fast senkrecht in die Tiefe orientierten (111) -Gleitebene mit einem Schmidfaktor von $S=0,38$, welcher für dieses Korn der höchste Wert ist. Schließlich zeigt Teilbild f den Riss im α -Korn. Es fällt auf, dass bereits wenige Mikrometer unterhalb der Oberfläche eine Korn- oder Phasengrenze verläuft

(weiße Markierung). Der Riss folgt zwar nahe unter der Oberfläche der berechneten (110)-Gleitebene mit $S=0,41$, knickt aber unmittelbar an der Grenzfläche ab und bedient sich im neuen Korn offensichtlich mehrerer Gleitsysteme. In diesem neuen Korn knickt der Riss in einem zackenförmigen Verlauf langsam in eine Richtung senkrecht zur Oberfläche hin ab.

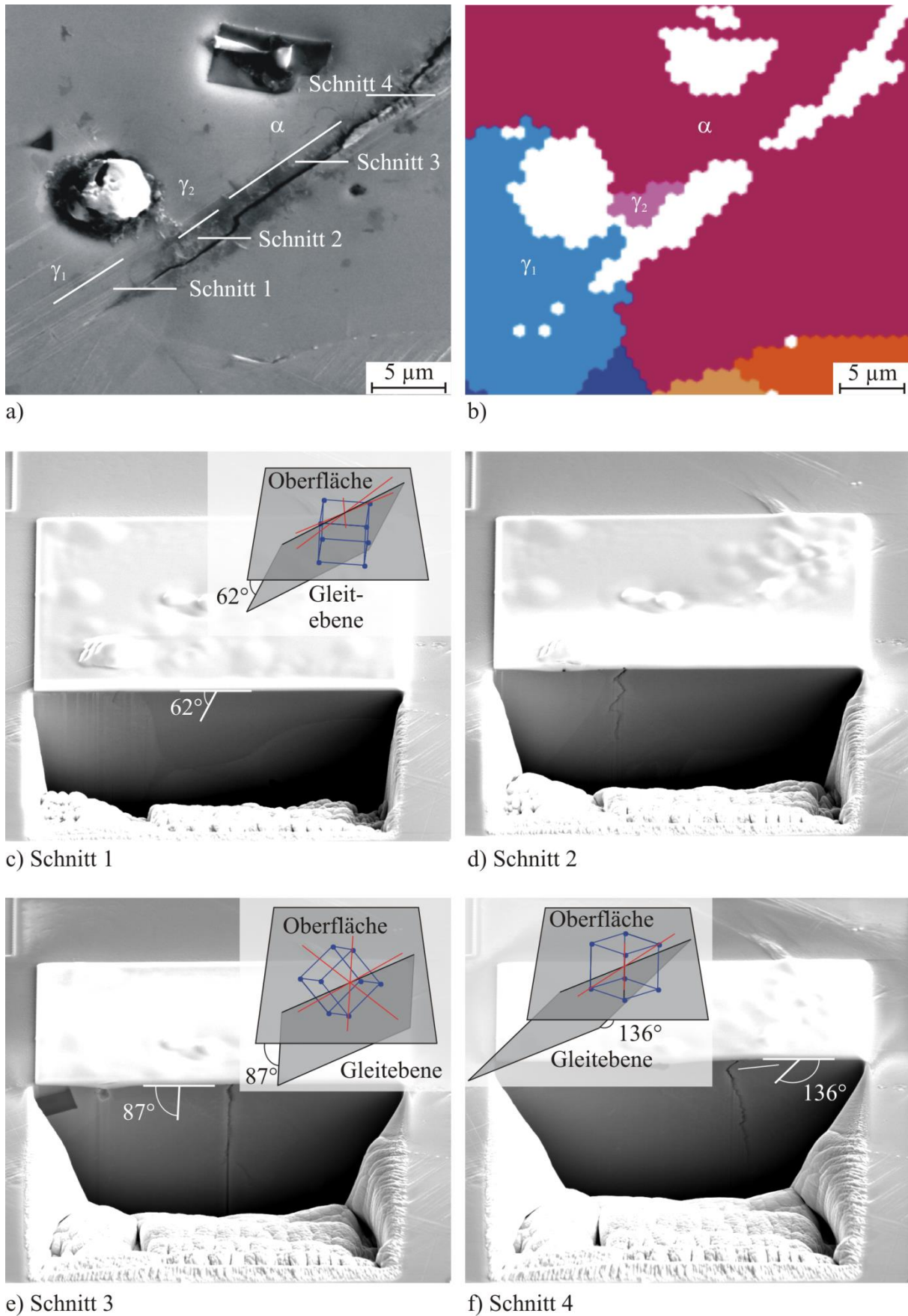


Bild 5-26: Rissausbreitung im Duplexstahl mit a) Riss an der Oberfläche, b) zugehörige Korndarstellung aus EBSD-Daten, c-f) mittels FIB präparierte Querschnitte des Risses an verschiedenen Stellen und zugehörige Gleitsysteme der Oberflächenkörner

5.1.7. Experimente zur Lebensdauerbeschreibung

Im Folgenden werden die Ergebnisse der durchgeführten Versuche, die später für die Beschreibung der Lebensdauer benötigt werden, dargestellt. Im Wesentlichen sind zur Anwendung der PHYBAL_{LSV} entsprechende Laststeigerungsversuche und Einstufenversuche notwendig. Zur Anwendung der linear elastischen Bruchmechanik sind Versuchsdaten zum Ausbreitungsverhalten langer Risse erforderlich.

5.1.7.1. Versuche für die Lebensdauerbeschreibung mit PHYBAL_{LSV}

Wie bereits erwähnt wurde, sind für die Anwendung der Lebensdauerbeschreibung mittels PHYBAL_{LSV} Laststeigerungsversuche durchzuführen. Die Ergebnisse sind in den folgenden Bildern 5-27 und 5-28 zu sehen. Der in Bild 5-27 dargestellte Versuch wurde mit einem Resonanzpulsator bei einer Frequenz von 120 Hz und unter stufenweiser Erhöhung der Spannungsamplitude durchgeführt. Im Sinne einer besseren Übersichtlichkeit ist nur ein Teil des Versuchs gezeigt. Dieser schließt den Lastspielzahlbereich mit ein, ab dem die Messgrößen Temperatur und Resonanzfrequenz einen nichtlinearen Verlauf nehmen.

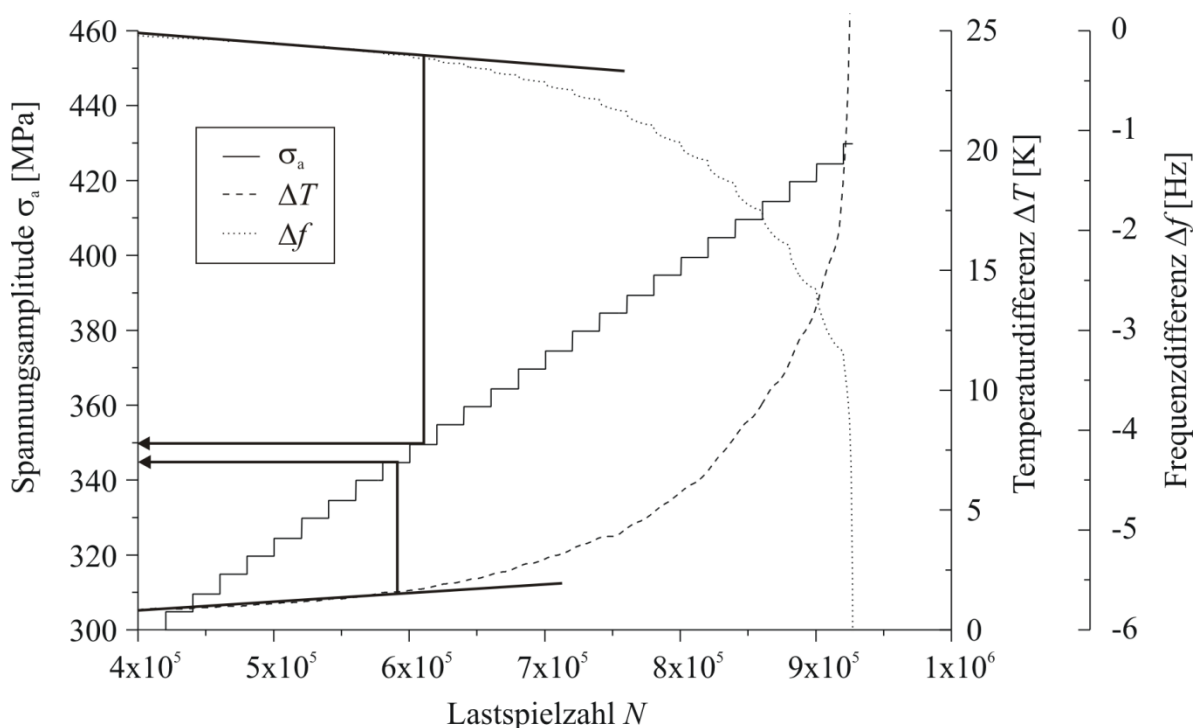


Bild 5-27: Laststeigerungsversuch mit diskreter Erhöhung der Last um jeweils 5 MPa

Der Beginn des nichtlinearen Verlaufes ist mit Hilfe angelegter Geraden bestimmt worden und wird für die spätere Interpretation der Ergebnisse von Bedeutung sein.

Zum Vergleich wurde an der TU Kaiserslautern ein ähnlicher Laststeigerungsversuch bei einer Versuchsfrequenz von 5 Hz mit einer servohydraulischen Prüfmaschine und unter kontinuierlicher Erhöhung der Spannungsamplitude ($10,7 \times 10^{-3}$ MPa/s) durchgeführt. Die Verläufe der Messgrößen (hier neben der Temperaturerhöhung auch die plastische Dehnungsamplitude und die Änderung des elektrischen Widerstands) sind in Bild 5-28 dargestellt.

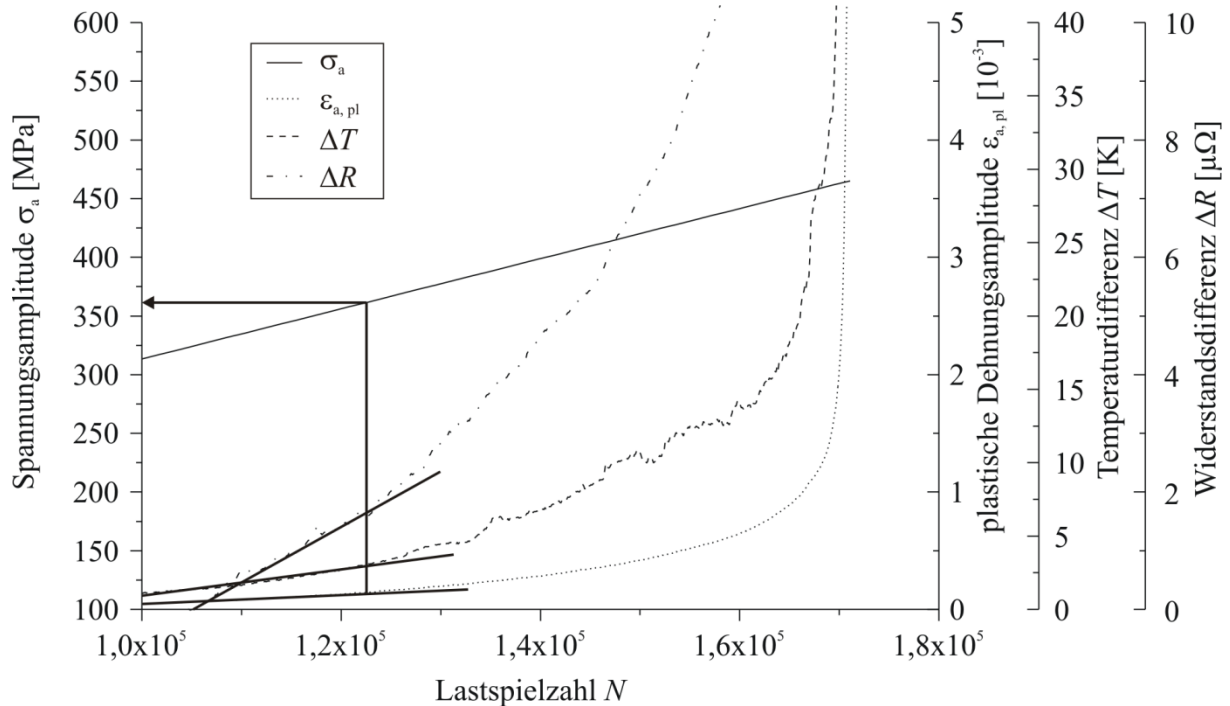


Bild 5-28: Laststeigerungsversuch mit kontinuierlicher Erhöhung der Last

Auch hier ist nur der letzte Teil des Versuchs vor dem Probenversagen gezeigt. Die Spannung, ab der eine Abweichung der Messgrößen vom linearen Verlauf einsetzt, ist ebenfalls markiert. Basierend auf den Ergebnissen der Laststeigerungsversuche wurden entsprechende Einstufenversuche bei unterschiedlichen Spannungsamplituden an der TU Kaiserslautern durchgeführt, um die erforderlichen Daten für die Lebensdauerbeschreibung entsprechend $PHYBAL_{LSV}$ zu komplettieren. Die Ergebnisse sind in Bild 5-29 dargestellt und zeigen, dass es zu einer Zunahme der Messgrößen kommt, die sich bei der höheren Spannungsamplitude (420 MPa) bis zum Versagen fortsetzt. Im Falle der geringeren Spannungsamplitude (400 MPa) stellt sich nach anfänglicher Zunahme ein Plateau mit anschließendem leichtem Abfall der Temperaturzunahme ein. Die Widerstandskurven weisen hingegen für beide Spannungen eine kontinuierliche Zunahme bis zum Versagen auf. Die komplette Auswertung der Versuchsdaten mit anschließender Lebensdauerbeschreibung findet sich im siebten Kapitel.

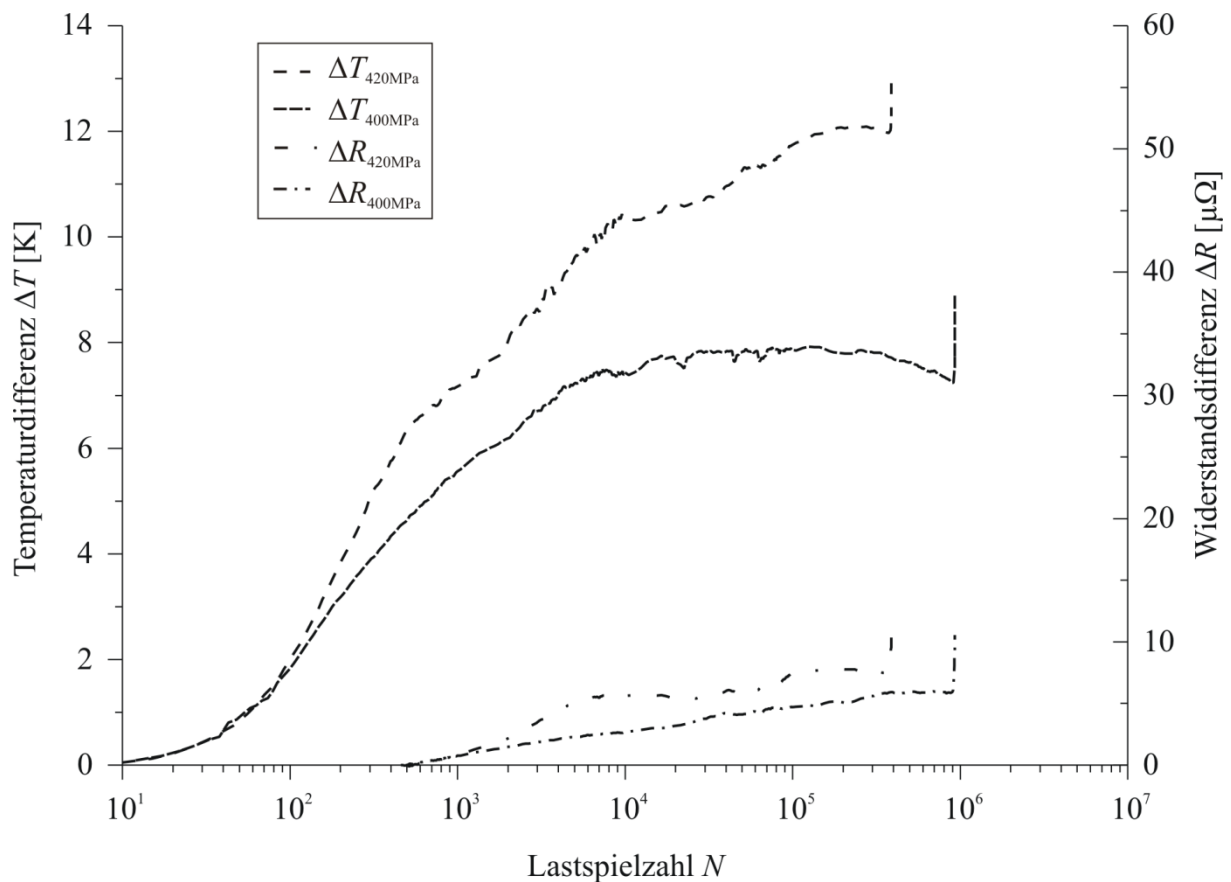


Bild 5-29: Einstufenversuche bei $\sigma_a=400$ und $\sigma_a=420$ MPa

In Bild 5-30 sind nochmals Daten des in Bild 5-28 gezeigten Laststeigerungsversuchs gezeigt. Es ist der relative Zuwachs der plastischen Dehnung über der Lastspielzahl aufgetragen. Dazu wurde für Intervalle von 9×10^3 Zyklen der Mittelwert der plastischen Dehnungsamplitude bestimmt. Der Relativwert ergibt sich aus dem Verhältnis der Mittelwerte zweier aufeinanderfolgender Intervalle. Einer stetigen Zunahme folgt mit Erreichen einer kritischen Spannungsamplitude (ca. 360 MPa) ein Plateau mit leichter Abnahme der plastischen Dehnungszunahme. Am Ende der Lebensdauer nimmt die relative plastische Dehnung wieder stark zu.

Mit dem Ziel, dieses Verhalten mit der Mikrostruktur des Duplexstahls zu korrelieren, wurden zwei weitere Laststeigerungsversuche durchgeführt, die jedoch mit Erreichen bestimmter, vorher festgelegter Spannungsamplituden (LSV1: 300 MPa und LSV2: 380 MPa) abgebrochen wurden, um an diesen Proben TEM Untersuchungen durchführen zu können.

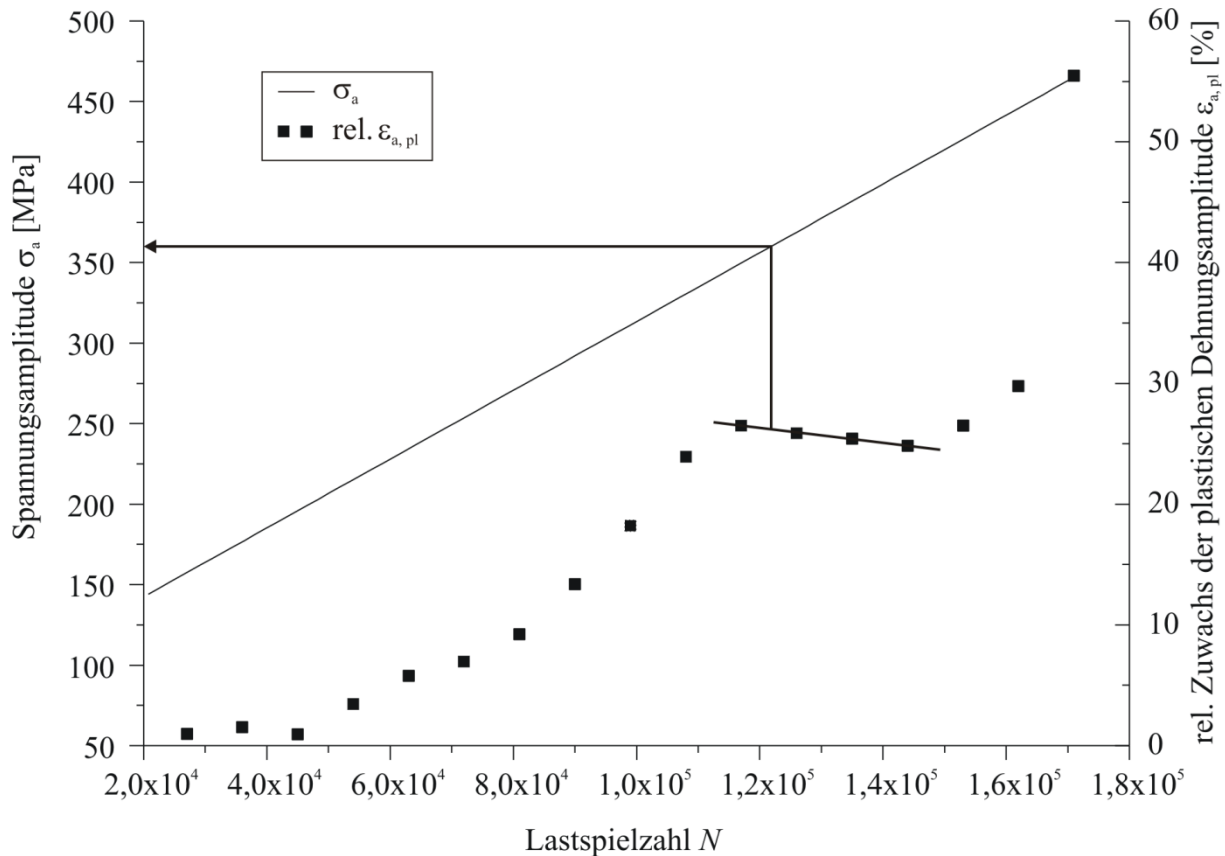


Bild 5-30: Relativer Zuwachs der plastischen Dehnungsamplitude aus dem Laststeigerungsversuch

Die folgenden Bilder zeigen repräsentative Aufnahmen der Mikrostruktur. Es wurde jeweils für beide Phasen die resultierende Versetzungsstruktur charakterisiert. Bei LSV1 ergibt sich im Fall von Ferrit eine sehr geringe Versetzungsdichte in planarer Anordnung, Bild 5-31. In beiden Teilbildern a und b sind die bereits beschriebenen nadelförmigen Ausscheidungen zu erkennen.

Bild 5-32 zeigt für LSV1 die austenitische Phase. Hier ist eine ebenfalls planare Versetzungsanordnung zu sehen, deren Dichte höher ist, als im Ferrit. Offenbar sind mindestens zwei Gleitsysteme aktiv, wobei sich die Versetzungen an der Phasengrenze aufstauen, Teilbild b. Im dort angrenzenden Ferritkorn sind keine ausgeprägten Versetzungsstrukturen sichtbar.

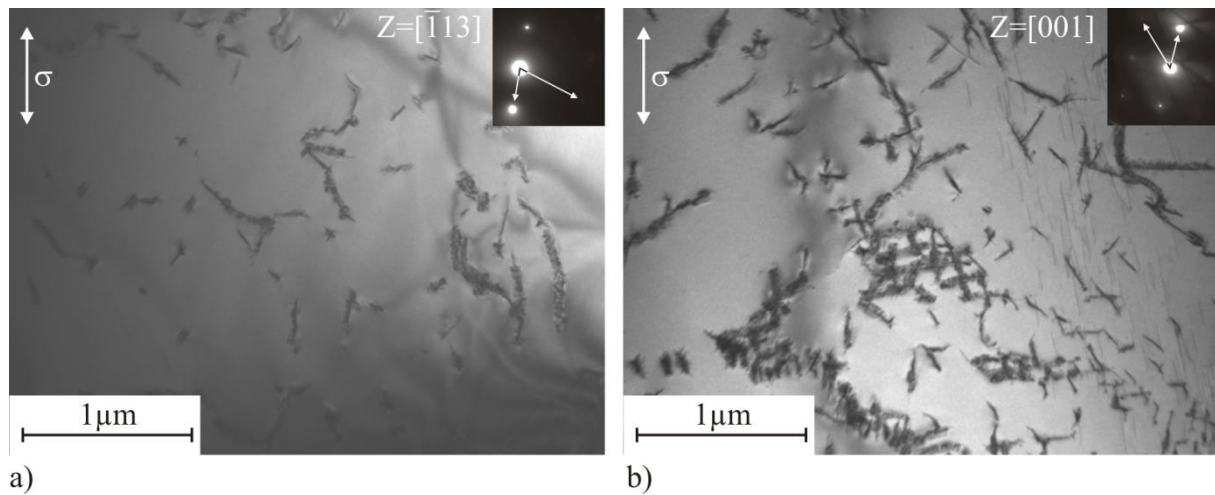


Bild 5-31: LSV1 im TEM: a) und b) Ferrit

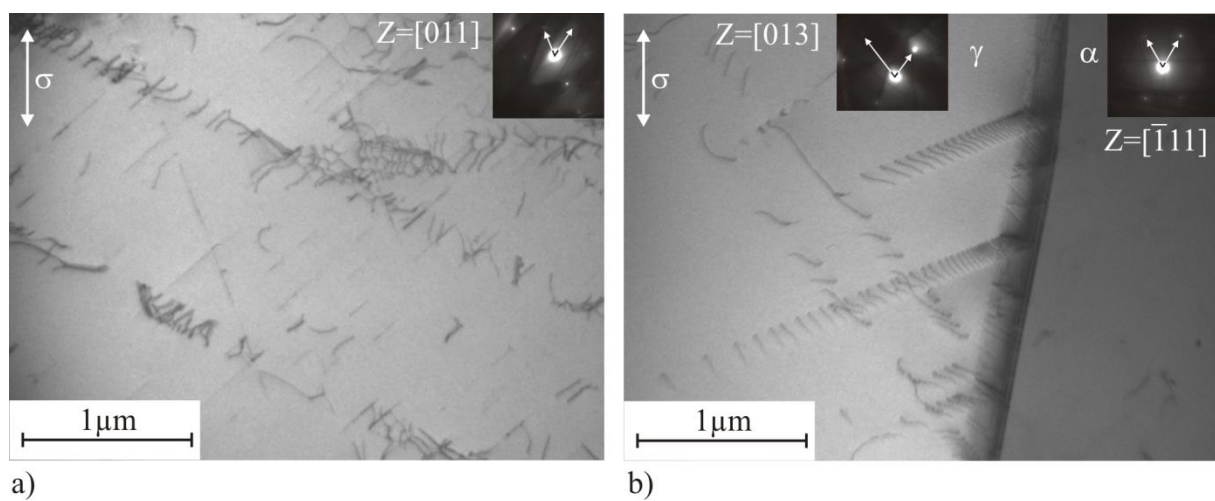


Bild 5-32: LSV1 im TEM: a) Austenit und b) Phasengrenze

Die Mikrostruktur der ferritischen Phase nach der höheren Belastung (LSV2) ist in Bild 5-33 gezeigt. Es ist eine hohe Versetzungsdichte erkennbar, wobei die Struktur nun zum Teil wellig erscheint. In Teilbild b sind Wechselwirkungen mit den Ausscheidungen anhand gebogener Versetzungslinien zu beobachten.

Aufnahmen der austenitischen Phase aus derselben Probe sind in Bild 5-34 gezeigt. Die Versetzungsdichte ist im Vergleich zu Bild 5-32a und b höher, der planare Gleichcharakter ist aber dennoch vor allem in Teilbild a gut zu erkennen. Die in Teilbild b gezeigte Phasengrenze hat ebenfalls zu einem Aufstau der in der austenitischen Phase befindlichen Versetzungen geführt, im ferritischen Korn sind allerdings ebenfalls viele Versetzungen vorhanden.

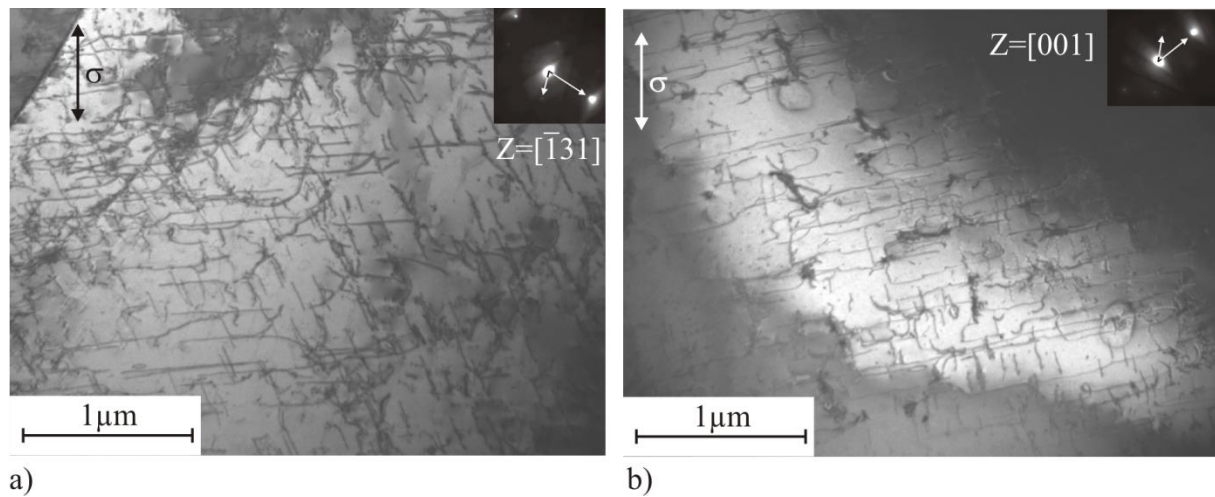


Bild 5-33: LSV2 TEM: a) und b) Ferrit

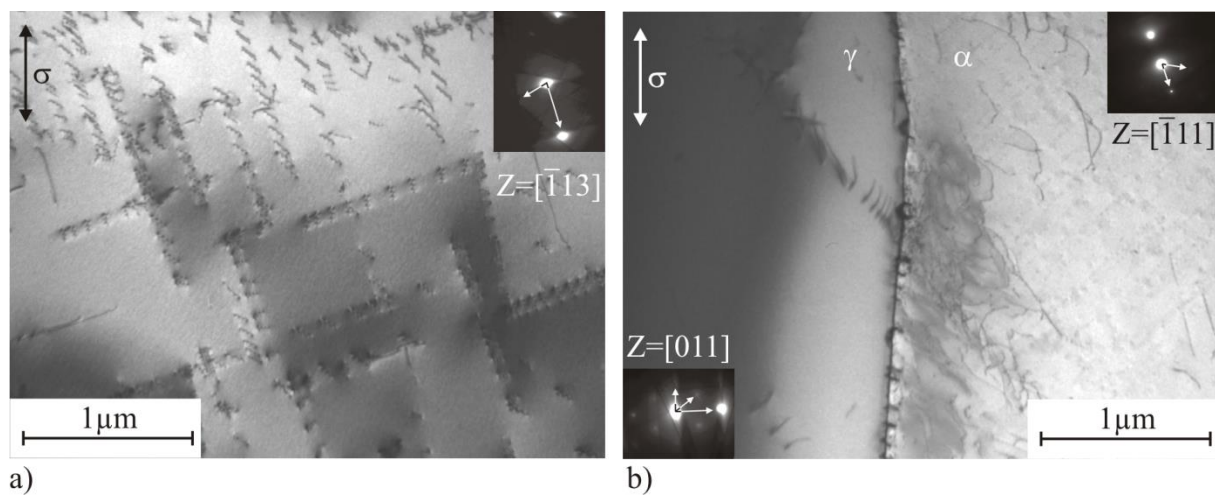


Bild 5-34: LSV2 TEM: a) Austenit und b) Phasengrenze

5.1.7.2. Langrissmessungen

Im letzten Teil der Ergebnisdarstellung zum Duplexstahl werden die Langrissdaten gezeigt. Dazu wurden nach der in Kapitel 4 beschriebenen Methode entsprechende Versuche durchgeführt. Bild 5-35 zeigt die Ergebnisse in doppeltlogarithmisch aufgetragener Form. Der Vergleich der load-shedding Versuche in Teilbild a und b zeigt, dass die Kurven bei höheren Spannungsverhältnissen (R -Werten) zu geringeren Spannungsintensitätsfaktoren hin verschoben werden. Dies führt entsprechend zu geringeren Schwellenwerten ΔK_0 .

Im Fall der stabilen Rissausbreitung zeigt sich der für den Paris-Bereich typische Zusammenhang zwischen Rissausbreitungsgeschwindigkeit da/dN und der Spannungsintensität ΔK , Teilbilder c und d.

Zur Bestimmung der in Tabelle 5-6 gezeigten Werte wurden die experimentell ermittelten Daten einer nichtlinearen mathematischen Anpassung (Fit) unterzogen. Im Falle von Versuchsnummer 1 konnten keine Werte ermittelt werden. Beim geringeren R -Wert ist die Stei-

gung m_p der Geraden offenbar etwas größer und der Achsenabschnittspunkt C_p entsprechend kleiner.

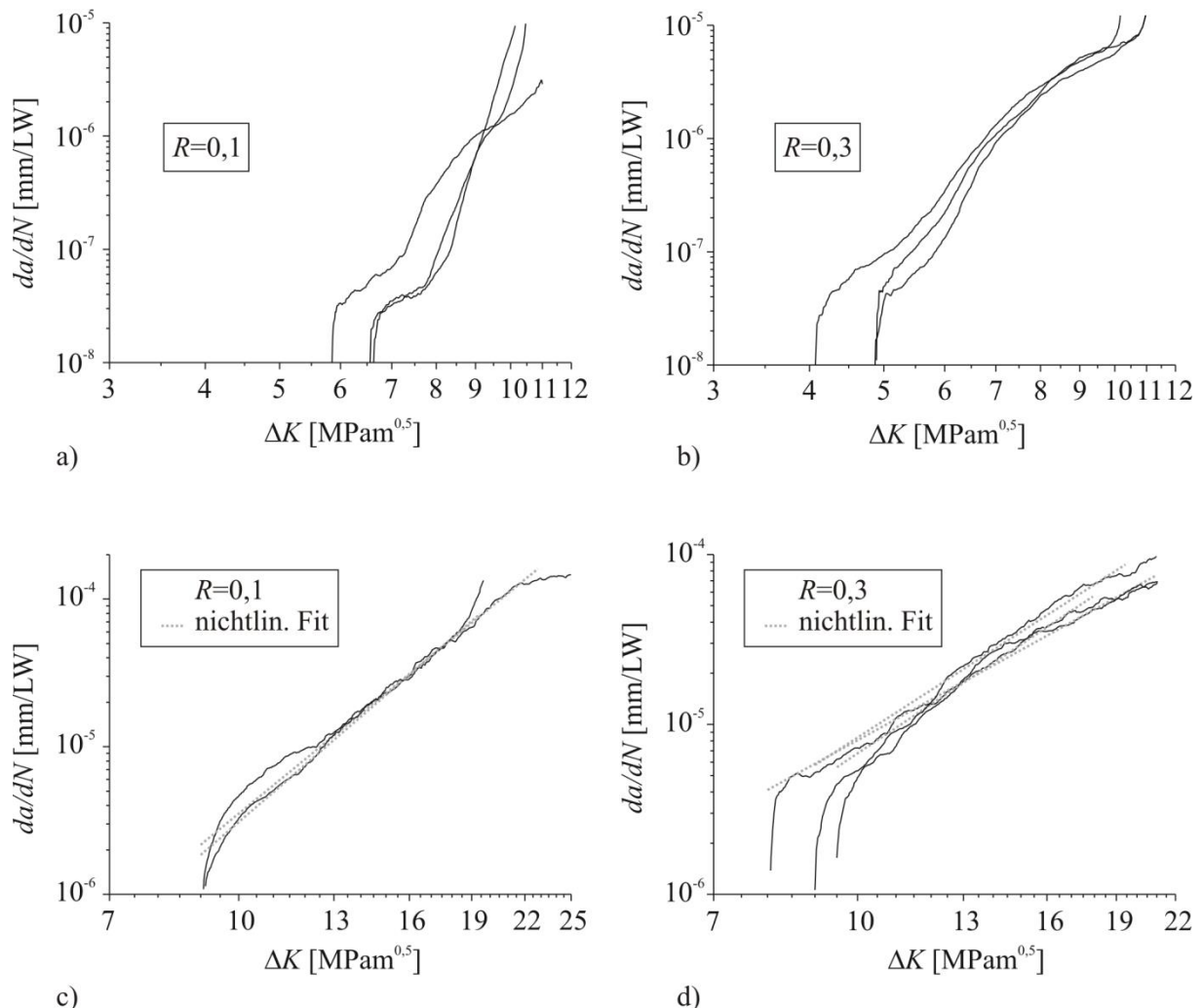


Bild 5-35: Langrissmessungen am Duplexstahl bei verschiedenen R -Werten: a) und b) Bestimmung des Schwellenwertes und c) und d) der Paris-Geraden.

Tabelle 5-6: Ergebnisse der Langrissmessungen

Versuch	R -Wert	ΔK_{th} [MPam ^{0,5}]	C_p [mm/LW]	m_p
1	0,1	5,85	-	-
2	0,1	6,63	$8,28 \times 10^{-11}$	4,63
3	0,1	6,56	$4,06 \times 10^{-11}$	4,88
4	0,3	4,87	$7,74 \times 10^{-9}$	3,01
5	0,3	4,07	$1,54 \times 10^{-9}$	3,64
6	0,3	4,89	$2,47 \times 10^{-9}$	3,53

Die bei der Versuchsdurchführung entstandenen Bruchflächen wurden im Falle einer mit $R=0,1$ belasteten Probe rasterelektronenmikroskopisch untersucht. Vorher wurde die Probe mittels Flüssigstickstoff unterkühlt und die Bruchfläche im Restgewaltbruch freigelegt.

Bild 5-36 zeigt die Ergebnisse, wobei die Rissausbreitungsrichtung RA mittels Pfeil markiert ist. Der Paris-Bereich der stabilen Rissausbreitung ist durch eine heterogene Bruchflächenausprägung gekennzeichnet, Teilbild a und b. Neben sehr ebenen Anteilen in unterschiedlicher Raumrichtung sind auch rau erscheinende Anteile zu erkennen. Teilbild b zeigt einen Bereich mit Schwingstreifen.

Nach Einsetzen der instabilen Rissausbreitung erscheint die Bruchfläche insgesamt von gröberer Struktur, durchsetzt mit Sekundärrissen (Teilbild c, Pfeilmarkierungen). Die Restgewaltbruchfläche in Teilbild d lässt sehr gut die beiden unterschiedlichen Phasen im Werkstoff erkennen. Während die ebenen, wenig verformten Flächen zur α -Phase gehören, ist es im Austenit zur Ausbildung einer wabenförmigen Struktur gekommen.

Die Phasenbestimmung der α -Phase wurde im REM mittels EBSD durchgeführt.

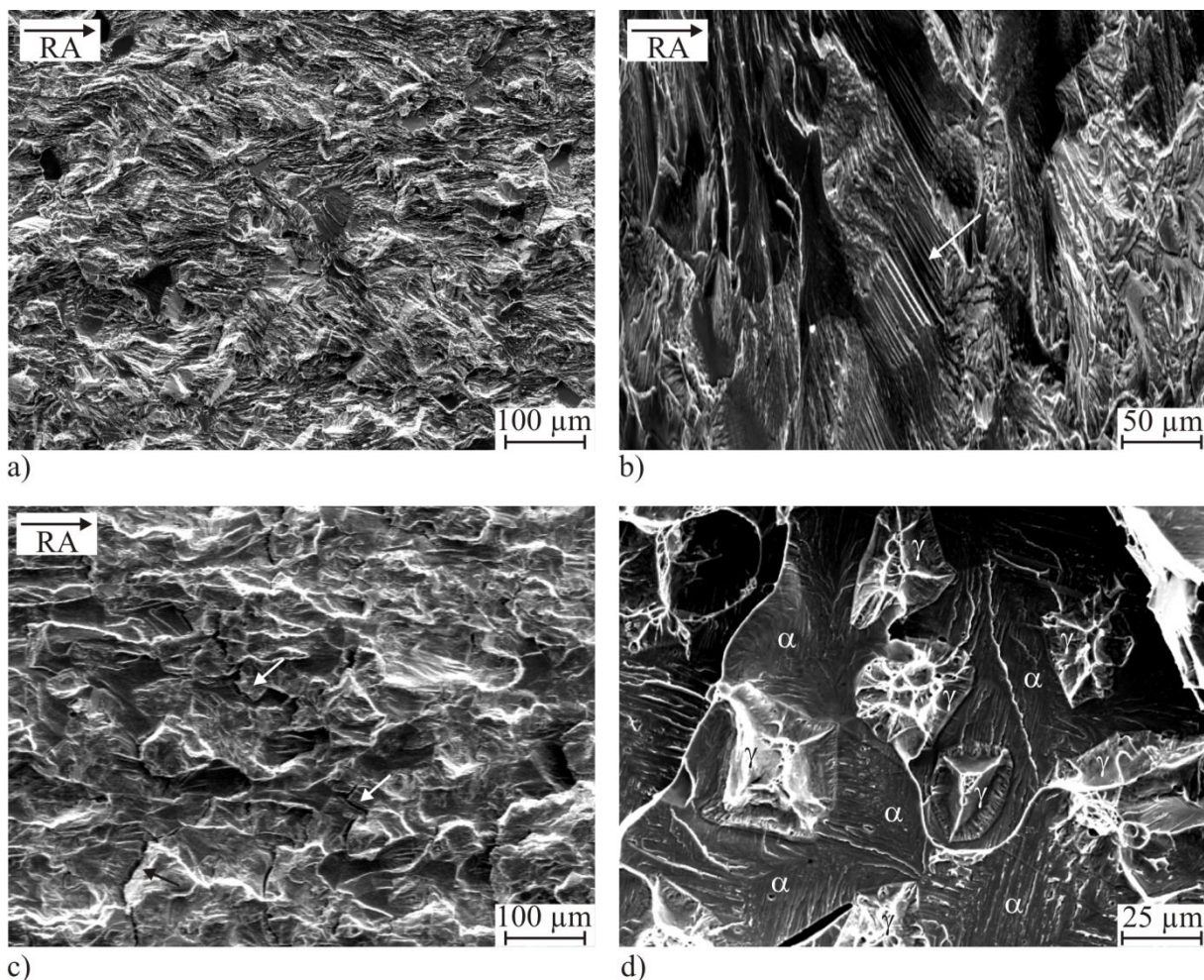


Bild 5-36: Bruchfläche des Duplexstahls nach Langrissmessungen bei $R=0,1$, a) und b) im Paris-Gebiet, c) im Gebiet instabiler Rissausbreitung und d) im unterkühlten Zustand erzeugter Restgewaltbruch

5.2. Titanlegierung

5.2.1. Materialcharakterisierung

Im Gegensatz zum Duplexstahl, an dem lediglich ein mikrostruktureller Zustand untersucht wurde, stehen im Fall der Titanlegierung zwei verschiedene Mikrostrukturen zur Verfügung. Zum einen handelt es sich um einen mill-geglühten Zustand, zum anderen um einen lösungsgeglühten. Beide Zustände resultieren aus einer Schmiedenumformung unterhalb der β -Transustemperatur. Während der mill-geglühte Zustand (im Folgenden ma: mill-annealed) nach dem Schmieden und Abkühlung an Luft nur weit unterhalb der Schmiedetemperatur noch spannungsarm gegläht wurde, erfolgte für den lösungsgeglühten Zustand (im Folgenden sht: solution heat treated) eine längere Haltezeit leicht oberhalb der Umformtemperatur. Die Spannungsarmglühung folgte auch hier nach der langsamen Abkühlung an Luft. Die genauen Parameter der Wärmebehandlung sind in Kapitel 4 angegeben.

Bild 5-37 zeigt rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der beiden Mikrostrukturen, ma im Teilbild a und sht entsprechend in b senkrecht zur Schmiederichtung. Dabei erscheinen die Betaphase in hell-weißlichem Kontrast, grau die globular angeordnete primäre Alphaphase (α_p) und die lamellar angeordnete sekundäre Alphaphase (α_s). Die Lamellen gleicher Orientierung (Lamellenpakete) werden auch als Kolonien bezeichnet.

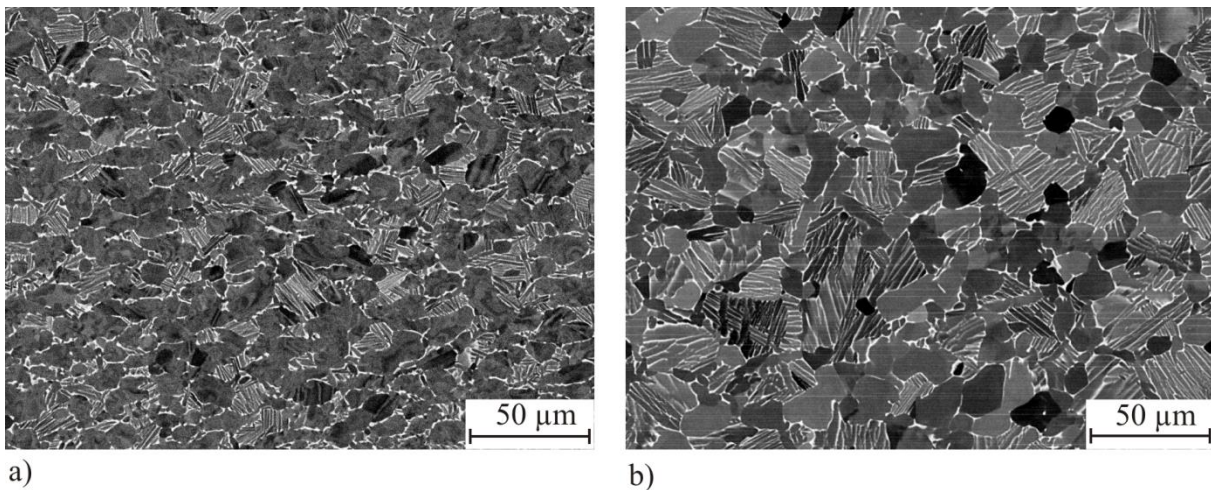


Bild 5-37: Mikrostruktur der Titanlegierung im REM: a) ma- und b) sht-Zustand; jeweils weiß erscheint die Betaphase, grau die primäre und sekundäre Alphaphase

Insgesamt sind die Körner und Lamellen, beziehungsweise Lamellenpakete, im sht-Zustand größer und gröber. Die Morphologie der einzelnen Phasen ist hingegen bei beiden Mikrostrukturzuständen nahezu identisch (viele α_p -Körner sind zusammenhängend). Eine zeilen-

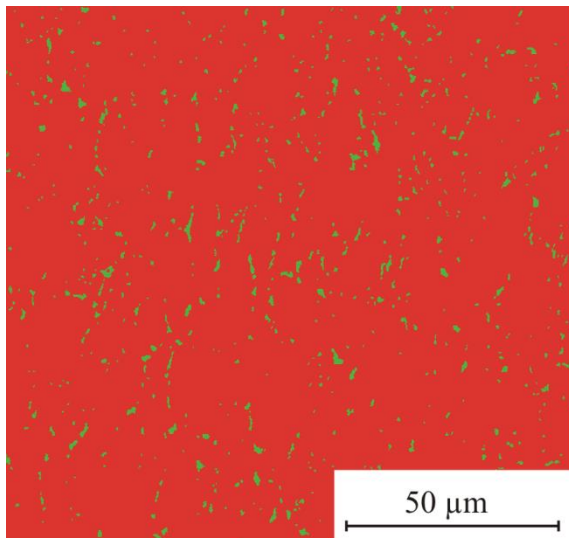
förmige Kornstreckung, etwa als Folge des Umformprozesses, ist hier nicht zu beobachten. Ebenso wenig lässt sich ein Einschluss-Matrix-Charakter der Phasen erschließen.

Analog zu den mikrostrukturellen Ergebnissen am Duplexstahl stützt sich die genauere Charakterisierung der Titanlegierung ebenfalls auf die Auswertung von EBSD-Daten. Da die Mikrostrukturen keine deutliche Richtungsmorphologie aufweisen (so wie beim Duplexstahl), beschränkt sich die Auswertung der mikrostrukturellen Parameter auf die Richtung senkrecht zur Umformachse.

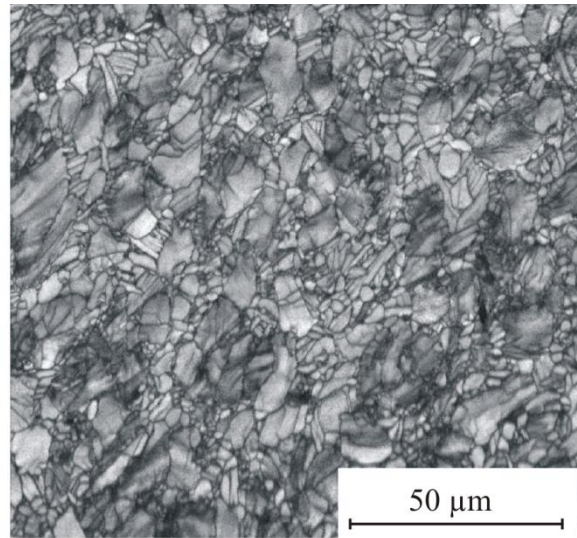
In Bild 5-38 sind zunächst die Daten für den ma-Zustand gezeigt. Die Phasendarstellung in Bild 5-38a mit Angabe der Phasenanteile zeigt, dass fast keine β -Phase gemessen wurde. Es muss allerdings darauf hingewiesen werden, dass die Methode in der zur Verfügung stehenden Auflösung nur die Zwickel an den α -Korngrenzpunkten (vorzugsweise Tripelpunkte) nachweisen kann.

Da die dünnen Säume zwischen den Lamellen nicht als Betaphase erkannt werden, dürfte der Anteil der α -Phase real etwas geringer sein. Für die zur Simulation des Ausbreitungsverhaltens kurzer Ermüdungsrisse erforderliche virtuelle Mikrostruktur ist diese Tatsache jedoch von untergeordneter Bedeutung, da die Betaphase keine Berücksichtigung im Modell findet, wie im entsprechenden Kapitel 7 noch ausführlich gezeigt wird. Vielmehr ist die Differenzierung zwischen α_p und α_s unumgänglich, die im vorliegenden Fall halbautomatisch zu erfolgen hat. Die Darstellung der Signalgüte in Teilbild b lässt die Korngrenzen erkennen, sofern vorausgesetzt wird, dass die Signalgüte und damit die Wahrscheinlichkeit zur korrekten Erkennung der Orientierungen in Korngrenznähe abnehmen. Beim Vergleich zwischen Bild 5-37a und 5-38b wird sofort klar, dass viele kleine zusammenhängende Körner ähnlicher Orientierung vorliegen, die im reinen Rückstreuелеktronenkontrast nicht differenziert werden können.

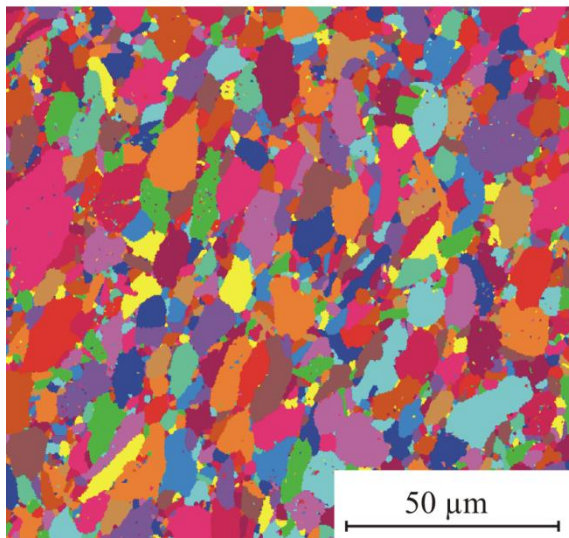
Ausgehend von der Korndarstellung von Bild 5-38c aller Daten werden zunächst die β -Phase und α -Körner mit einem Durchmesser $<1\mu\text{m}$ entfernt. Dies führt zu der in Teilbild d gezeigten Anordnung. Die Korngrößenverteilung (bezogen auf den Durchmesser) dieser Daten ist im Teilbild e enthalten. Es ist ersichtlich, dass die Mikrostruktur sehr fein ist (größte Häufigkeit bei $2\mu\text{m}$). Die Differenzierung von globularer und lamellarer Alphaphase erfolgt dann manuell durch den Vergleich der Teilbilder b und d.



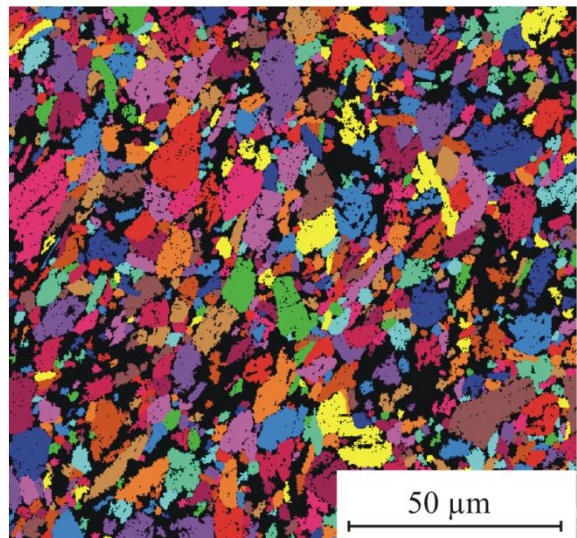
a) ■ α -Phase, Anteil: 97,1%
■ β -Phase, Anteil: 2,9%



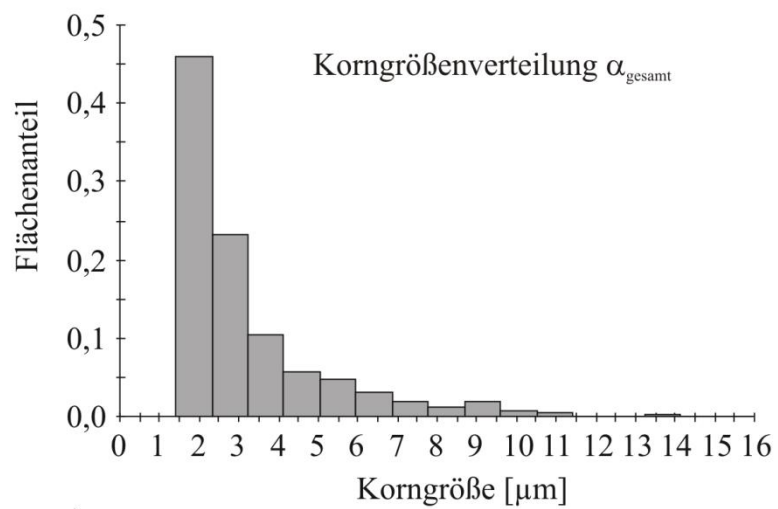
b)



c)



d)



e)

Bild 5-38: EBSD-Daten der mill-geglühten Mikrostruktur

Eine Darstellung der beiden separierten α -Phasen mit anschließender Auswertung der Korngrößenverteilung bezogen auf den Korndurchmesser liefern die Bilder 5-39 und 5-40.

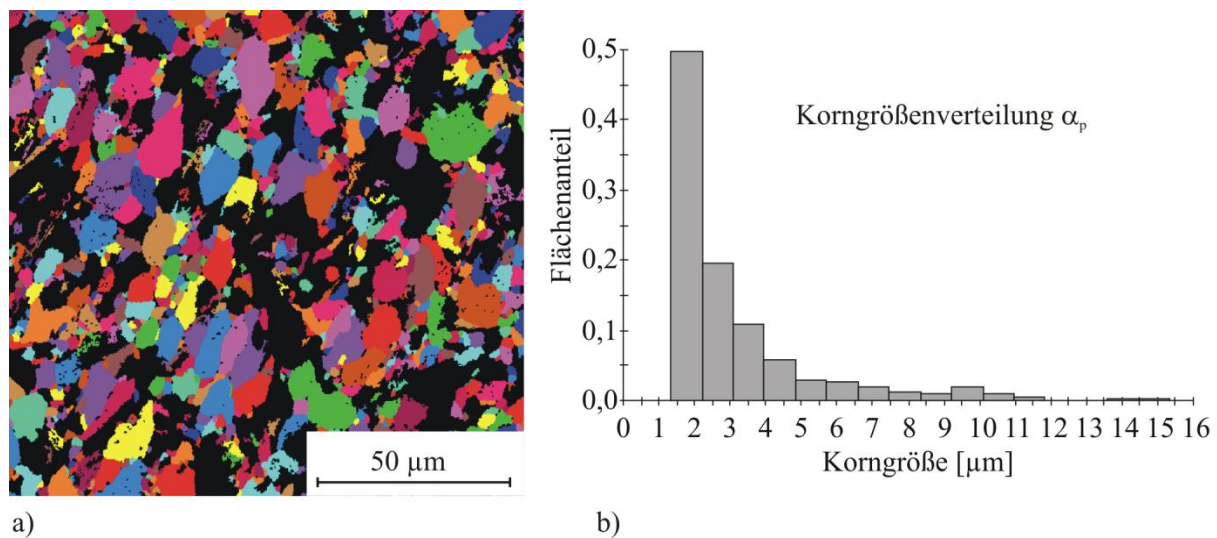


Bild 5-39: Auswertung der Korngröße für die primäre α -Phase (ma)

Während Bild 5-39a jeweils die für die Auswertung herangezogenen Körner zeigt, ist in Teilbild b wieder die Häufigkeitsverteilung des Korndurchmessers angegeben. Die Hälfte der globularen Körner besitzt einen Durchmesser im Bereich von 1,25 - 2,25 μm und nur sehr wenige Körner weisen einen Durchmesser $>5\mu\text{m}$ auf. Damit zeigt sich praktisch kaum ein Unterschied zur Auswertung der gesamten α -Phase in Bild 5-38e. Offensichtlich ist der Anteil von α_p -Körnern in der Mikrostruktur größer als der der α_s -Lamellen.

Die entsprechende Auswertung für die α_s -Lamellen zeigt Bild 5-40 mit Darstellung der ausgewählten Lamellen bzw. -pakete in Teilbild a und der Häufigkeitsverteilung in Teilbild b. Aufgrund der zwangsläufigen Zusammenfassung von gleich orientierten Einzellamellen zu Lamellenpaketen enthält die Häufigkeitsverteilung tendenziell höhere Anteile größerer Körner, obwohl dies bei Berücksichtigung einzelner Lamellen nicht der Fall wäre.

Die gemessenen Häufigkeitsverteilungen könnten grob mittels exponentiellen Abfalls mit steigender Korngröße charakterisiert werden.

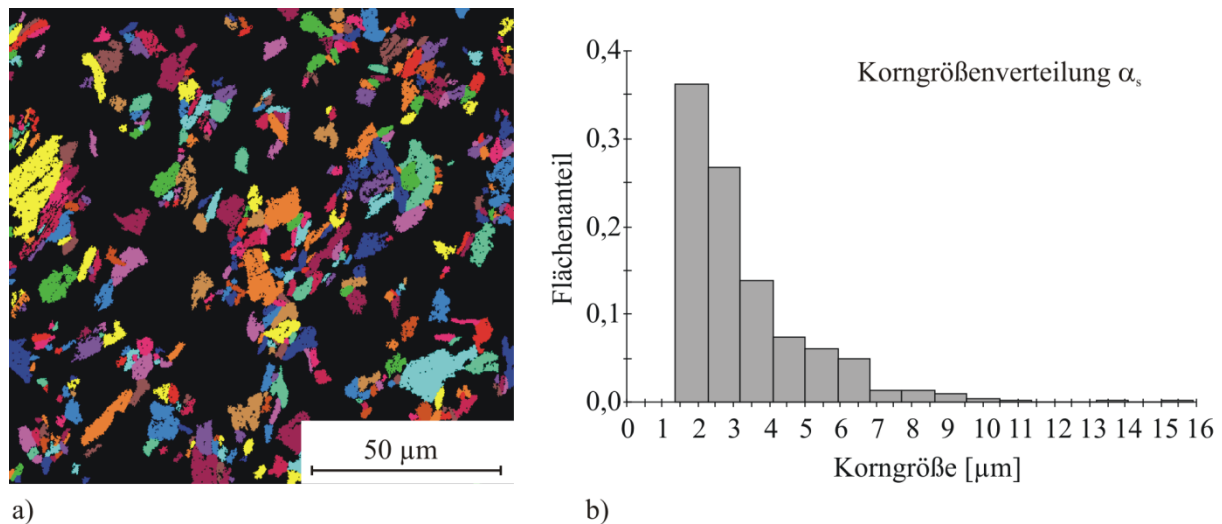
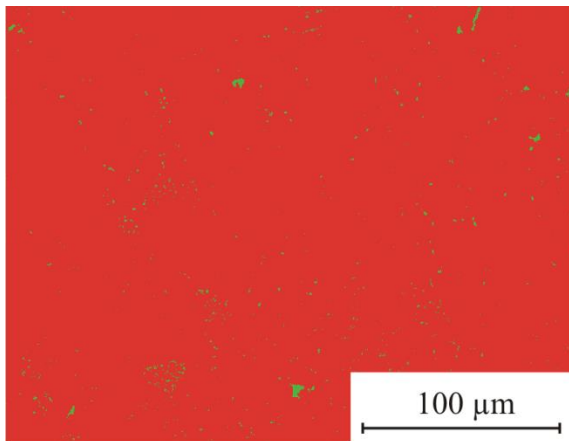


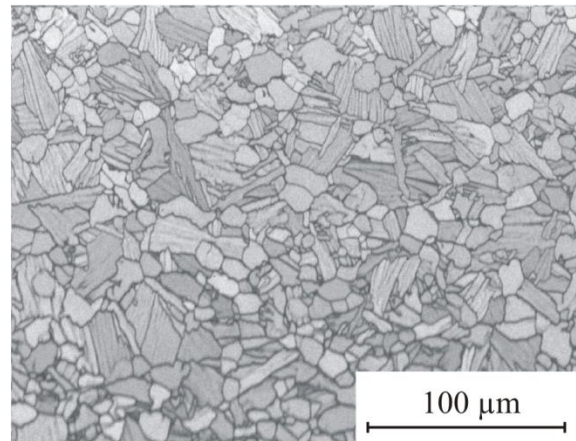
Bild 5-40: Auswertung der Korngröße für die sekundäre α -Phase (ma)

Im Falle der lösungsgeglühten Mikrostruktur sind analoge Messungen durchgeführt worden. Die Ergebnisse zur Separation der Phasen sind in Bild 5-41 gezeigt. Auch hier werden in der Phasendarstellung, Teilbild a, nur sehr geringe Anteile der β -Phase erkannt, ebenfalls können die Säume zwischen den Lamellen nicht detektiert werden. Da der Mikrostruktur mehr Zeit bei hoher Temperatur zur Umwandlung $\beta \rightarrow \alpha$ gegeben wurde, findet sich weniger β -Phase. Im Gegensatz zur ma-Mikrostruktur zeigt der Vergleich zwischen Bild 5-37b und Bild 5-41b, dass die Kornmorphologie im Rückstreuелеktronenkontrast vollständig erkennbar ist.

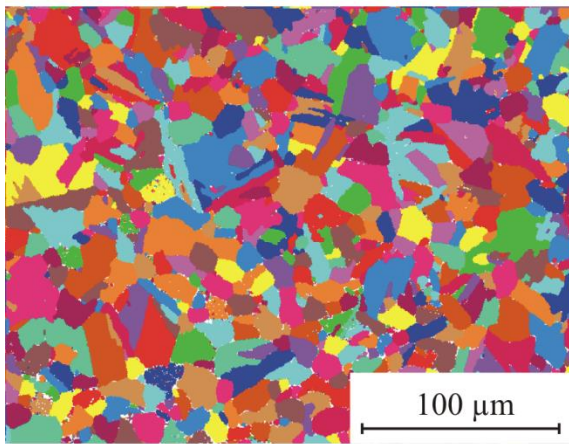
Wiederum ausgehend von der Korndarstellung aller Daten in Teilbild c werden die β -Phase und α -Körner mit einem Durchmesser $< 1 \mu\text{m}$ entfernt. Das Ergebnis dieses Schrittes zeigt Teilbild d. Die Korngrößenverteilung (bezogen auf den Durchmesser) der gesamten hexagonalen Phase ist im Teilbild e enthalten. Es ist deutlich eine gröbere und homogener verteilte Mikrostruktur ersichtlich. Der größte Anteil der Körner weist zwar mit $3 \mu\text{m}$ einen nur geringfügig größeren Korndurchmesser als der ma-Zustand auf, allerdings ist dieser Anteil sehr viel geringer (46% bei ma, 23% bei sht).



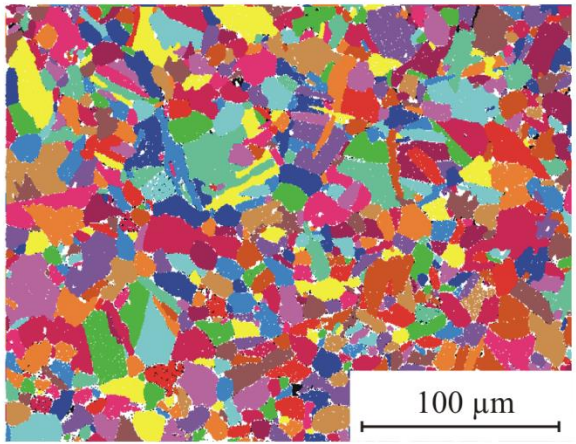
a)
■ α -Phase, Anteil: 98,7%
■ β -Phase, Anteil: 1,3%



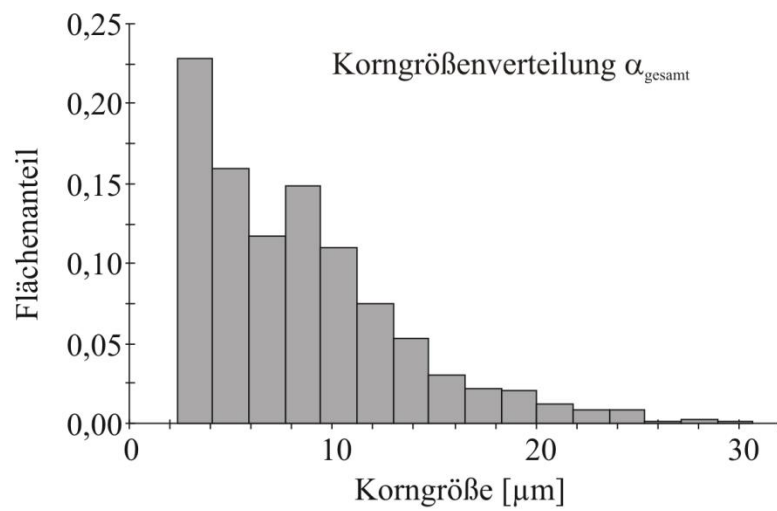
b)



c)



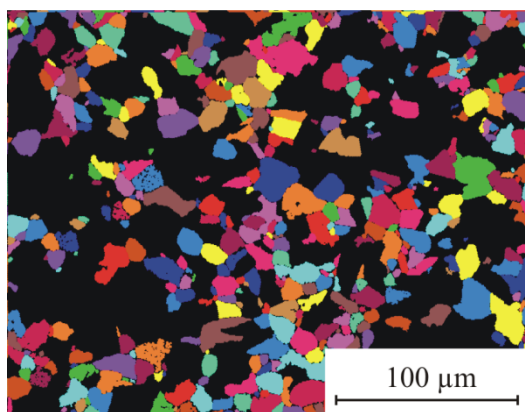
d)



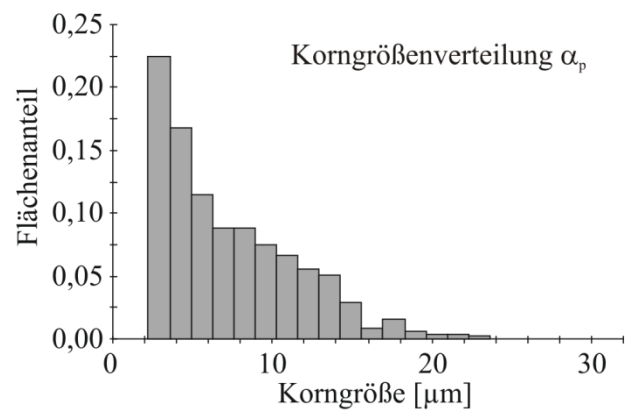
e)

Bild 5-41: EBSD-Daten der lösungsgeglühten Mikrostruktur

Die manuelle Separation der hexagonalen Phasen erfolgt analog zum ma-Zustand und ist in den Bildern 5-42 und 5-43 gezeigt. Der Vergleich zwischen den beiden Korndarstellungen in Bild 5-42a und Bild 5-43a verdeutlicht, dass beide Gefügebestandteile zu etwa gleichen Flächenanteilen vorliegen. Die Korngrößenverteilung der α_p -Körner (Bild 5-42b) ähnelt, wie bereits für den ma-Zustand festgestellt, einer Funktion mit exponentiell fallendem Verlauf. Die Anteile sind hier etwas homogener verteilt, aber die einzelnen Balken des Diagramms fallen ebenfalls mit steigender Korngröße ab.



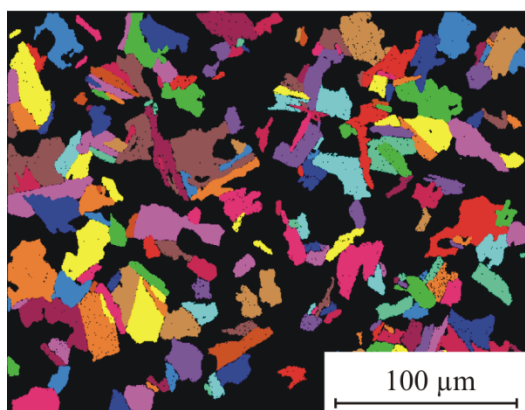
a)



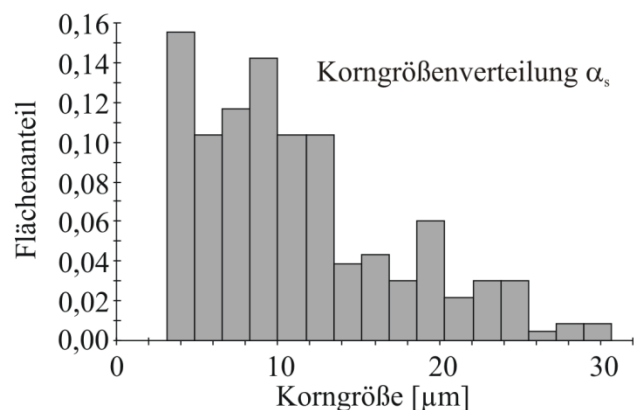
b)

Bild 5-42: Auswertung der Korngröße für die primäre α -Phase (sh)

Ein anderes Ergebnis zeigt sich im Fall der die in Bild 5-43a ausgewählten Lamellenpakete. Die Häufigkeitsverteilung in Teilbild b fällt nicht monoton, sondern gleicht eher einer Sprungfunktion mit zunächst fast gleichbleibend hohem Anteil und einem Sprung bei einem Korndurchmesser von ca. $14\mu\text{m}$ auf einen geringeren, aber wiederum annähernd konstanten Wert.



a)



b)

Bild 5-43: Auswertung der Korngröße für die sekundäre α -Phase (sh)

Zusammenfassend sind die gemittelten Korngrößen in Tabelle 5-7 zusammengestellt. Die Zahlenwerte dokumentieren nochmals, dass die Mikrostruktur im sht-Zustand wesentlich gröber als im ma-Zustand ist.

Tabelle 5-7: mittlere Korndurchmesser [μm]

	α_{gesamt}	α_{p}	α_{s}
ma	3,2	3,1	3,3
sht	8,4	7,3	11,3

Wie bereits anhand der am Duplexstahl gewonnenen Ergebnisse gezeigt, dienen die mittels EBSD gewonnenen Daten auch zur Charakterisierung von Texturen. Analog zum Duplexstahl ist diese Analyse auch für die beiden Mikrostrukturen der Titanlegierung durchgeführt worden. Allerdings beschränkt sich die Auswertung lediglich auf die α -Phase. Bild 5-44 zeigt die wesentlichen Polfiguren für den ma-Zustand. Unter Berücksichtigung der angegebenen Poldichten (max. 2,3) ist lediglich eine sehr schwache Vorzugsausrichtung entlang der $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ -Richtung zu erkennen.

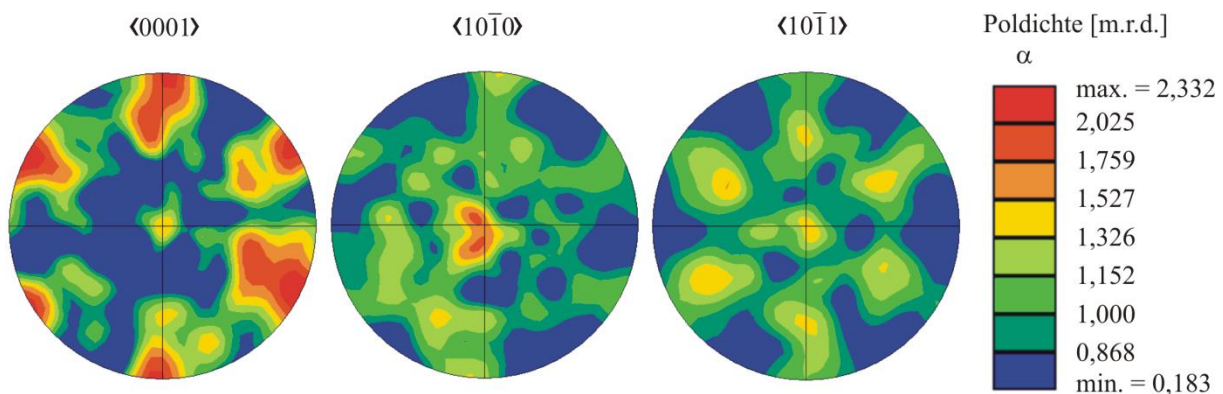


Bild 5-44: Textur im ma-Zustand, bezogen auf die α -Phase

Im Fall der sht-Mikrostruktur sind sehr ähnliche Verhältnisse zu beobachten, wie Bild 5-45 zeigt. Es ist wiederum eine schwache Vorzugsorientierung der prismatischen Richtungen ersichtlich. Dabei sind die Poldichten mit maximalen Werten von 2,4 ebenfalls sehr gering.

Zusammenfassend konnten mittels Auswertung der EBSD-Daten keine starken Texturen in der Titanlegierung bezüglich der α -Phase nachgewiesen werden.

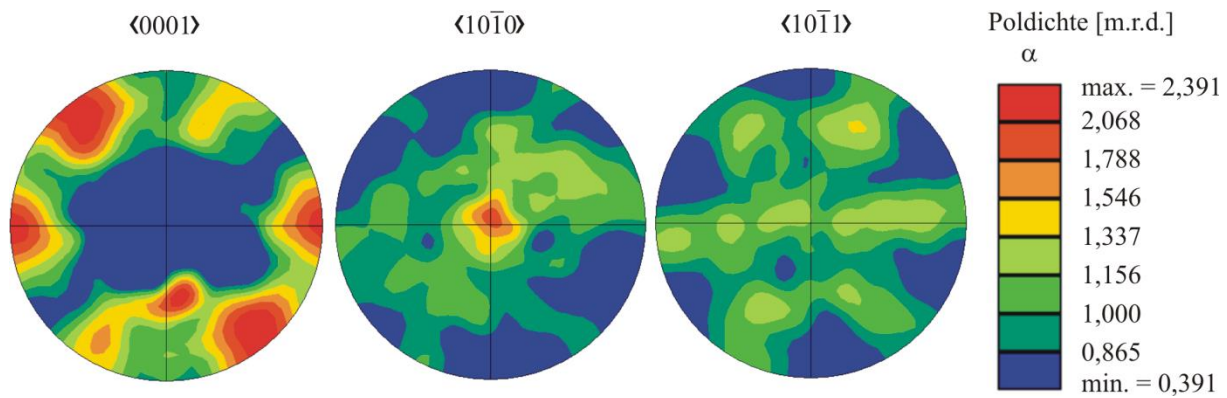
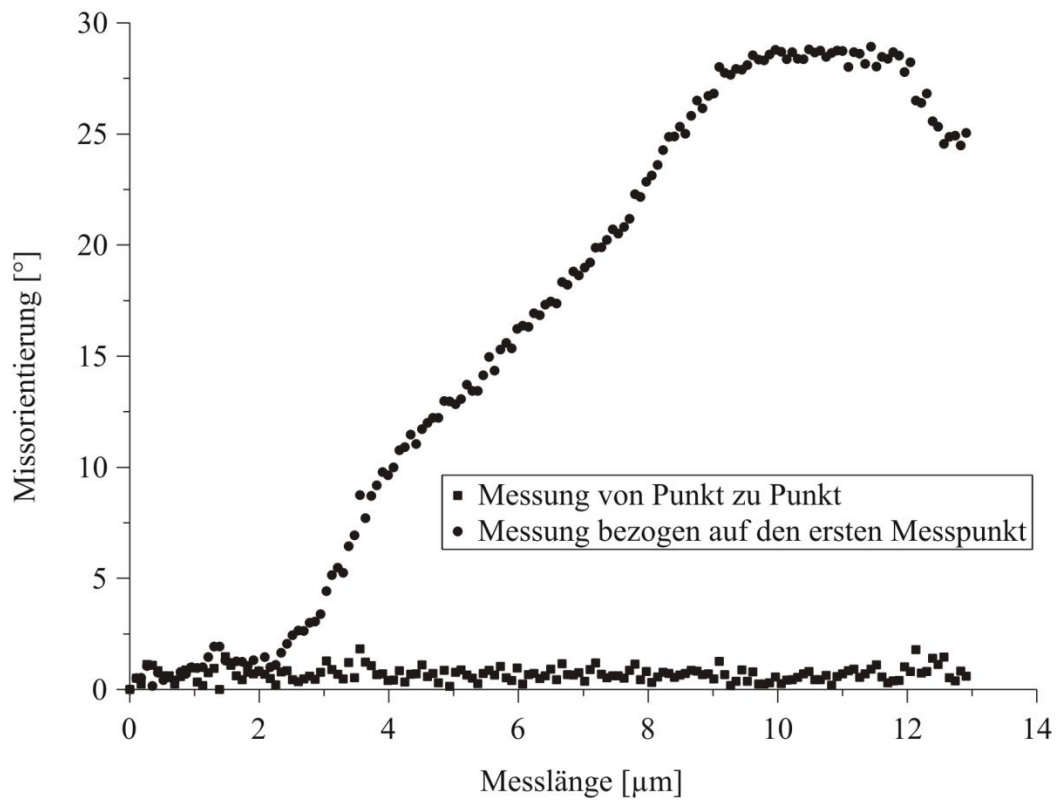
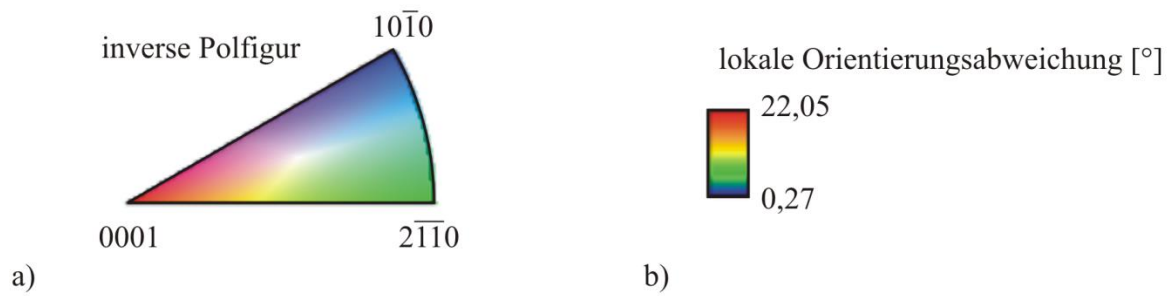
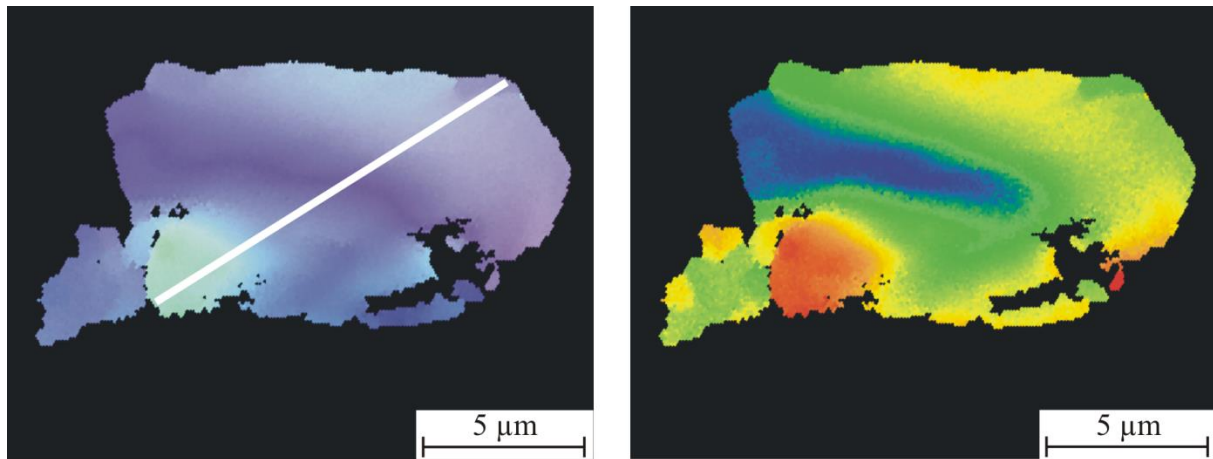


Bild 5-45: Textur im sht-Zustand (bezogen auf die α -Phase)

Ein wesentlicher Unterschied zwischen den beiden Mikrostrukturen der Titanlegierung besteht darin, dass die Signalqualität der EBSD-Messungen innerhalb eines Kornes beim sht-Zustand fast gleichmäßig hoch ist, während im Falle des ma-Zustands starke Schwankungen bei insgesamt geringer Qualität zu verzeichnen sind (vgl. Bild 5-38b mit Bild 5-41b). Diese Schwankungen beziehen sich allerdings nicht nur auf die Signalgüte, sondern haben ihren Ursprung tatsächlich in der Mikrostruktur. Dies lässt sich anhand eines aus den Messdaten separierten α_p -Korns zeigen, welches in Bild 5-46 dargestellt ist.

Die Falschfarbendarstellung in Teilbild a repräsentiert die Orientierung in Form der inversen Polfigur. Offensichtlich handelt es sich um eine vorwiegend prismatische Orientierung des Kornes. Allerdings lässt der Farbverlauf erkennen, dass es innerhalb des Kornes zu starken Abweichungen kommt. Die in Teilbild b gezeigte Falschfarbendarstellung zeigt diesen Sachverhalt deutlicher. Hier ist die Orientierungsabweichung jedes Messpunktes zur berechneten mittleren Kornorientierung dargestellt. Es sind zwei rote Bereiche mit besonders hohen Abweichungen (bis 22°) zu erkennen.

Die graphische Darstellung in Teilbild c vergleicht die Orientierungen entlang der in Bild 5-46a eingezeichneten weißen Linie. Wird die Orientierungsabweichung (Misorientierung) zwischen jeweils aufeinanderfolgenden Punkten gebildet, so ergibt sich fast ein horizontaler Verlauf. Bezogen auf den ersten Messpunkt ergibt sich jedoch ein kontinuierlicher Anstieg bis fast 30° .



c)

Bild 5-46: Orientierungsunterschiede innerhalb eines primären α -Korns im ma-Zustand

Ebenso wie die Charakterisierung der Mikrostrukturen spielt die Kenntnis der mechanischen Eigenschaften der Titanlegierung eine wichtige Rolle zur erfolgreichen Simulation des Ermüdungsverhaltens. Die Ergebnisse von Härtemessungen, die mittels Kleinlastprüfgerät durchgeführt wurden, sind in Tabelle 5-8 zusammengestellt.

Tabelle 5-8: Härtewerte der Titanlegierung

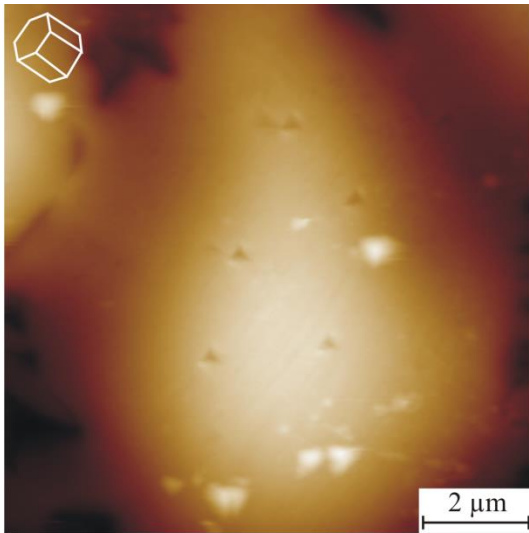
Messung	ma (HV0,5)	sht (HV0,5)
1	319	330
2	317	316
3	324	327
Mittelwert	320	324

Offensichtlich befindet sich die Härte beider Mikrostrukturen in derselben Größenordnung. Trotz Kleinlastgerät repräsentieren die Messungen allerdings einen integralen Wert über alle drei Gefügebestandteile (β -, α_p - und α_s -Phase).

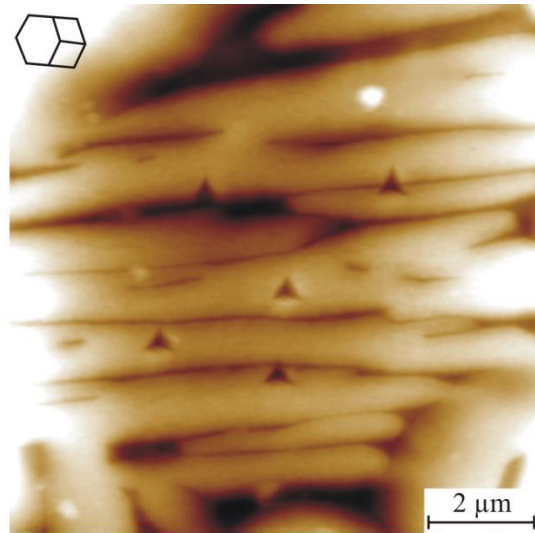
Um eine höher aufgelöste Aussage über die mechanischen Eigenschaften zumindest beider Alphaphasen treffen zu können, wurden hoch aufgelöste Messungen mittels Triboindenter durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Messungen, die alle kraftgesteuert erfolgten, sind in Bild 5-47 zusammengefasst. An jeweils drei primären und sekundären Körnern, bzw. Kolonien, wurden fünf Eindrücke eingebracht.

Exemplarisch ist diese Vorgehensweise für ein Korn und eine Kolonie des ma-Zustands in Teilbild a und b und analog dazu des sht-Zustands in Teilbild c und d graphisch wiedergegeben. Die mittels EBSD nachträglich ermittelte Korn- bzw. Lamellenorientierung ist anhand der eingezeichneten Einheitszellen nachvollziehbar.

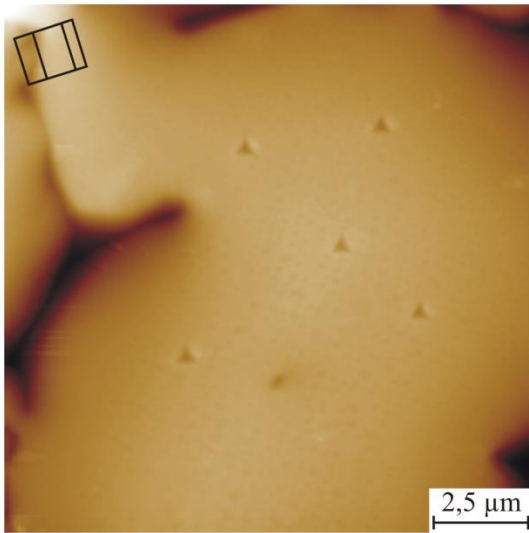
Die in Teilbild e gezeigte Kurve repräsentiert eine Einzelmessung in Form einer Kraft-Weg-Kurve. Neben der Härte lässt sich aus dem linearen Teil der Entlastungskurve auch der E -Modul bestimmen. Die Werte sind schließlich gemittelt und für beide Phasen und Mikrostrukturen getrennt in Form des Balkendiagramms in Teilbild f aufgetragen. Im Wesentlichen werden die mittels konventioneller Prüftechnik ermittelten Ergebnisse bestätigt. Es ist quantitativ weder ein Unterschied zwischen den verschiedenen Mikrostrukturen noch zwischen beiden Phasen ersichtlich. Allerdings ist die Orientierung der gemessenen Bereiche zufällig. Um diesen Einfluss zu untersuchen wurden zusätzlich am sht-Zustand α_p -Körner mit bestimmter Orientierung für weitere Messungen ausgewählt.



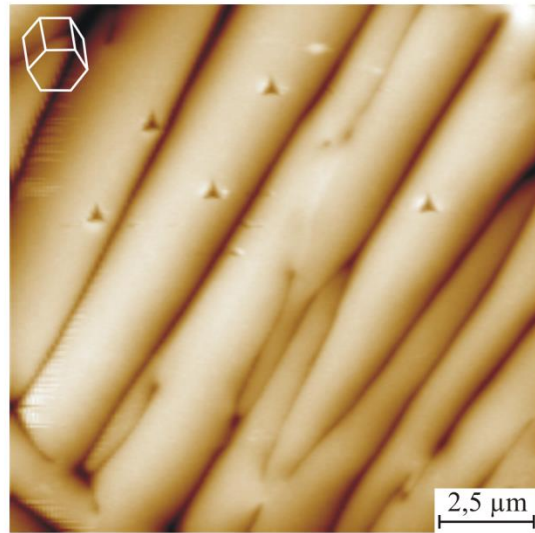
a)



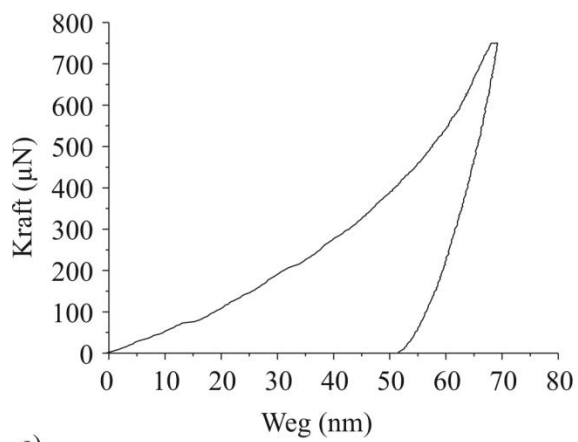
b)



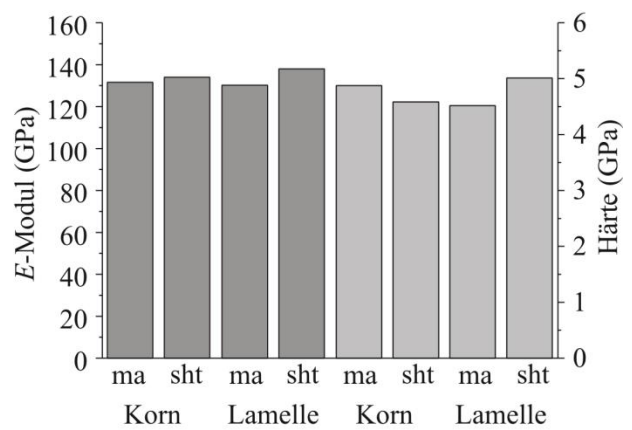
c)



d)



e)



f)

Bild 5-47: Triboindentermessungen verschiedener Phasen in beiden Mikrostrukturen der Titanlegierung

Die Indentierungen erfolgten an jeweils drei Körnern, die entweder nahezu basal oder prismatisch zur Oberfläche orientiert sind. Eine dritte Gruppe bilden Körner, welche in $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ -Richtung orientiert sind, d. h. deren Kante zwischen zwei Prismenebenen parallel zur Oberfläche orientiert ist. Diese drei Orientierungen entsprechen den drei Ecken der inversen Polfigur des hexagonalen Gitters. Es handelt sich hierbei also um die auftretenden Sonderfälle.

Die Ergebnisse dieser Messreihe sind in Bild 5-48 zusammengestellt. Die im Teilbild a gezeigten Kraft-Weg-Kurven zeigen, dass deutliche Unterschiede in den Härtewerten zwischen den Orientierungen auftreten. Das Balkendiagramm in Teilbild b weist die basal orientierten Körner als diejenigen mit der größten Härte aus. Gleichzeitig ist bei diesen in den Kraft-Weg-Kurven deutlich eine Unstetigkeit im Bereich von 10nm Eindringtiefe zu verzeichnen. Die Härte der prismatisch orientierten Körner ist am geringsten, jene der in $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ -Richtung orientierten liegt etwas höher. Zu bemerken ist, dass die Streuung der Kraft-Weg-Kurven der letztgenannten Gruppe am größten ist.

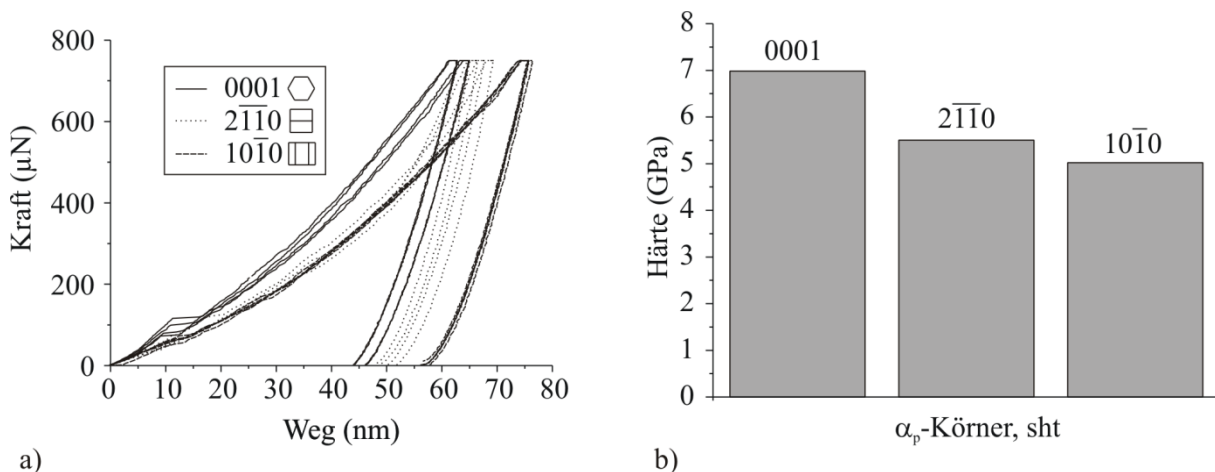
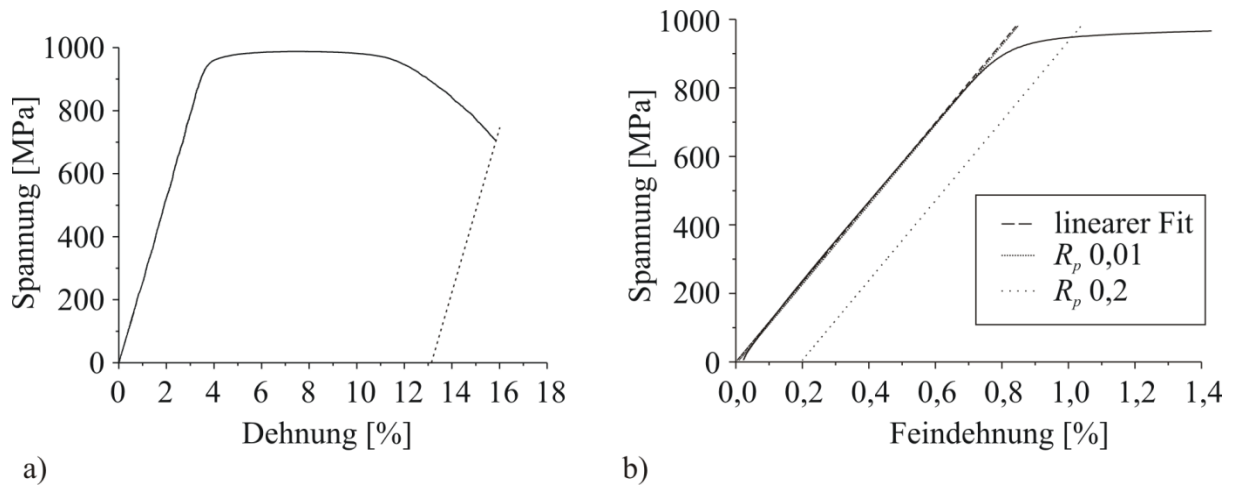


Bild 5-48: Triboindentermessungen verschieden orientierter α_p -Körner des sht-Zustands

Zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften gehören neben der Härte auch die einachsigen mechanischen Eigenschaften. Entsprechende Zugversuchskurven wurden für beide Mikrostrukturen ermittelt. Bild 5-49 enthält die entsprechenden Daten für den ma-Zustand. Während Bild 5-49a die gesamte Spannungs-Dehnungs-Kurve bis zum Bruch zeigt, ist in Teilbild b das Feindehnungsdiagramm, welches zur Ermittlung der Dehngrenzen herangezogen wurde, dargestellt. Die Kurven dokumentieren die im Vergleich zum Duplexstahl höheren Festigkeiten sowie die geringere Plastizität.

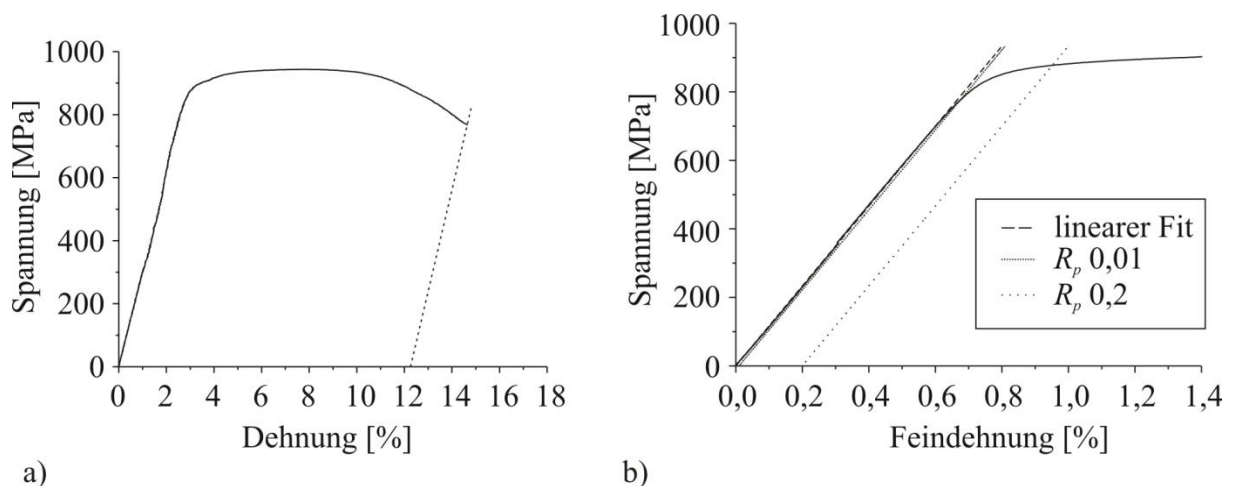


a)

b)

Bild 5-49: Spannungs-Dehnungsdiagramm der Titanlegierung im ma-Zustand mit a) Gesamtversuch und b) Feindehnung mit berechneten Kennwerten

Analog zu ma-Zustand sind in Bild 5-50a die Spannungs-Dehnungs-Kurve und die Spannungs-Feindehnungskurve, Teilbild b, für den sht-Zustand gezeigt. Offensichtlich liegen Dehngrenze und Festigkeit bei etwas niedrigeren Werten als beim ma-Zustand.



a)

b)

Bild 5-50: Spannungs-Dehnungsdiagramm der Titanlegierung im sht-Zustand mit a) Gesamtversuch und b) Feindehnung mit berechneten Kennwerten

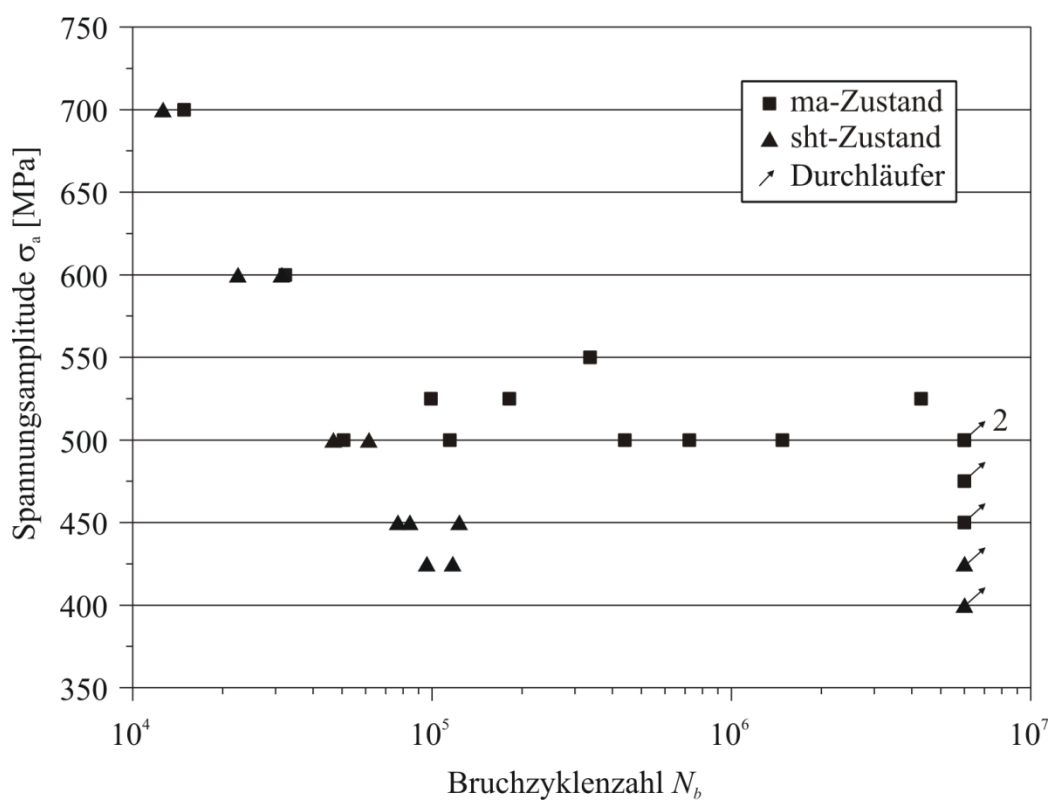
Die ermittelten Kennwerte aus insgesamt jeweils drei Einzelversuchen sind in Tabelle 5-9 zusammengefasst und verdeutlichen die Unterschiede im Festigkeitsverhalten beider mikrostruktureller Zustände. Während E -Modul und Bruchdehnung im Rahmen der Streuung gleich sind, weist der ma-Zustand bezüglich Dehngrenze und Zugfestigkeit im Mittel um etwa 5% höhere Werte auf.

Tabelle 5-9: einachsige mechanische Kennwerte der Titanlegierung

Messung	E -Modul [GPa]	R_m [MPa]	R_p 0,01 [MPa]	R_p 0,2 [MPa]	A [%]
ma 1	116	988	820	948	13
ma 2	115	986	850	952	13
ma 3	116	988	810	951	14
Mittelwert	116	987	827	951	13
sht 1	117	943	778	878	12
sht 2	119	936	785	875	14
sht 3	115	944	768	881	15
Mittelwert	117	942	777	878	14

5.2.2. Wöhlerkurve

Die Ergebnisse der zur Ermittlung der Schwingfestigkeit unter einer symmetrischen Zug-Druck-Belastung ($R=-1$) und einer Frequenz von 50Hz durchgeführten Versuche sind in Form einer Wöhlerkurve für beide Mikrostrukturen in Bild 5-51 dargestellt. Die Grenzlastspielzahl, nach deren Erreichen der Versuch beendet und die Probe als Durchläufer eingestuft wurde, betrug 6×10^6 Zyklen.

Bild 5-51: Ermüdungsdaten der Titanlegierung bei $R=-1$

Die Betrachtung der Ergebnisse legt den Schluss nahe, dass zwei Bereiche unterschieden werden können. Die Daten zeigen, dass im ersten Bereich höherer Spannungen (>500 MPa),

und damit im Zeitfestigkeitsbereich, fast kein Unterschied bezüglich der erreichten Lebensdauern (bei gleicher Spannung) beider Mikrostrukturen festgestellt werden kann. Die Lebensdauer sinkt dabei mit steigender Spannungsamplitude.

Im zweiten Bereich lassen sich die Ermüdungsdaten durch eine horizontale Gerade beschreiben. Diese verläuft im Falle des ma-Zustands bei etwa 500 MPa. Im Vergleich dazu erreicht die sht-Mikrostruktur nur 425 MPa. Die Wechselfestigkeit im Bereich der klassischen Dauerfestigkeit ist damit signifikant unterschiedlich. Ein weiteres Merkmal besteht in der deutlich höheren Streuung der Daten in diesem Bereich im Fall des ma-Zustands. Späte Brüche treten hier fast bis zur festgelegten Grenzlastspielzahl von 6×10^6 Zyklen auf, während die Proben der sht-Mikrostruktur entweder früh, d. h. im Bereich von 10^5 Zyklen, versagen, oder Durchläufer vorliegen.

Im Gegensatz zum Duplexstahl traten keine Brüche auf, deren Rissinitiierungsort im Probeninneren zu finden gewesen wäre. Daher erfolgt die rasterelektronenmikroskopische Charakterisierung der Versagensoberfläche exemplarisch an der Bruchfläche einer im ma-Zustand vorliegenden Probe, welche mit einer Belastungsamplitude von 500 MPa ermüdet wurde. In Bild 5-52 sind einige der Aufnahmen gezeigt. Die Übersicht in Teilbild a offenbart den relativ großen Anteil der Ermüdungsbruchfläche im Verhältnis zur Gewaltbruchfläche. Der weiße Pfeil dokumentiert den Rissausgangsort, der in Teilbild b vergrößert dargestellt ist. Die Rückverfolgung der Bruchbahnen führt auf den in Teilbild c senkrecht und d seitlich aufgenommenen Rissinitiierungsort. Auffällig ist hier die im Verhältnis zur restlichen Bruchfläche sehr glatte Topographie, die sich nur über einen kleinen Bereich erstreckt. Die Seitenaufnahme in Teilbild d lässt erkennen, dass die Flächen zudem im Verhältnis zur in diesem Bild vertikal verlaufenden Normalspannungsrichtung deutlich gekippt sind.

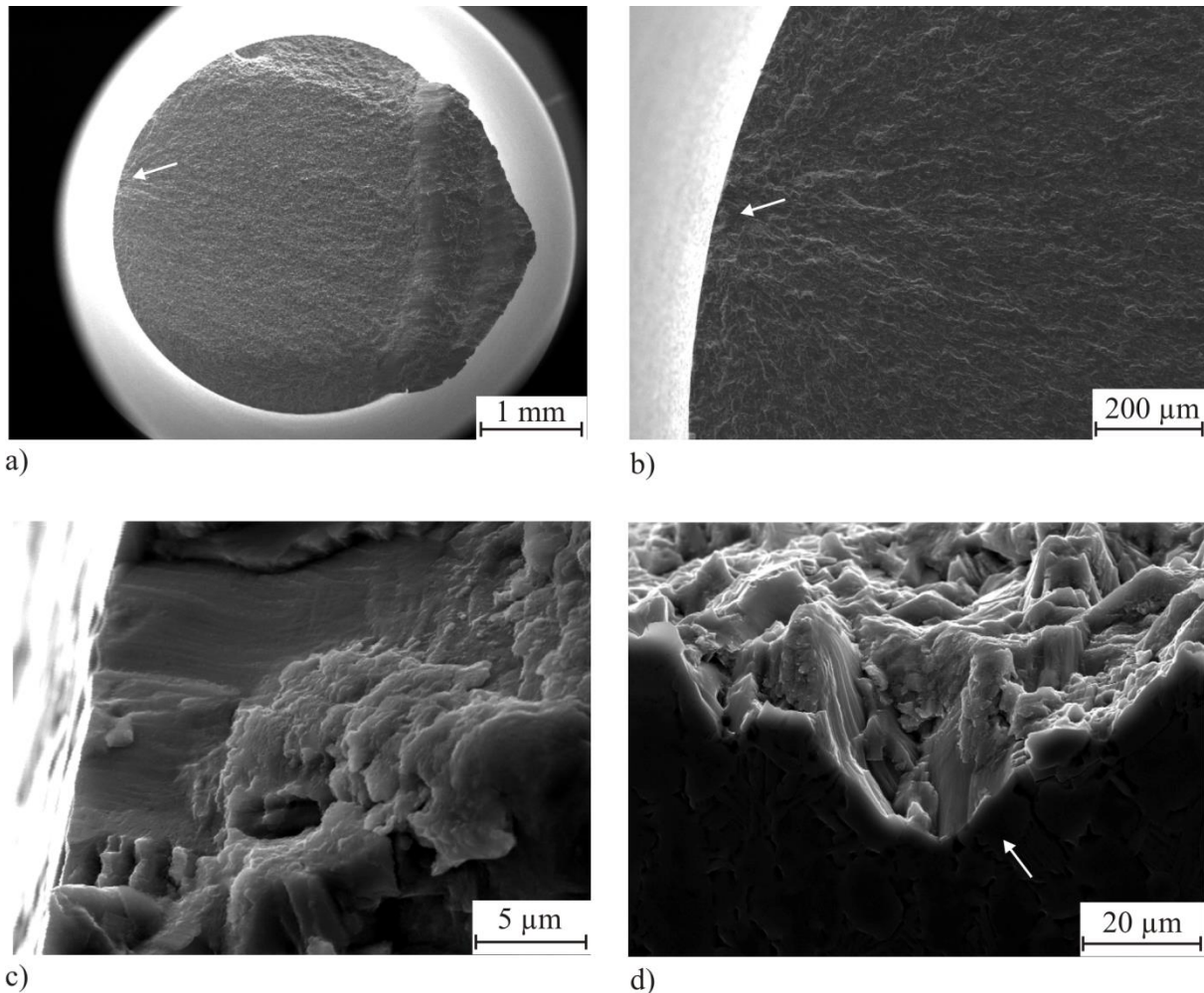


Bild 5-52: Elektronenmikroskopische Bruchflächenaufnahmen einer Ermüdungsprobe im ma-Zustand in a)-c) Draufsicht und d) seitlich gekippter Ansicht

Die Durchführung von Ermüdungsversuchen entsprechend des Treppenstufenverfahrens wurde für die Titanlegierung nicht verfolgt, daher werden die Dauerfestigkeiten bis zur untersuchten Lastspielzahl von 6×10^6 Zyklen an Stelle einer statistischen Berechnung abgeschätzt. Es ergibt sich für den ma-Zustand ein Wert von 500 MPa, während der sht-Zustand 425 MPa erreicht.

Auf Basis der Ermüdungsdaten wurden anschließend Versuche zum Kurzrissswachstum mit dem Ziel durchgeführt, die Rissinitiierungs- und -ausbreitungsmechanismen zu identifizieren und einer Umsetzung im Modell zugänglich zu machen. Darüber hinaus liefern die Rissausbreitungsdaten die notwendige Grundlage zur Modellverifikation.

5.2.3. Rissinitiierung

Zur Beobachtung der Rissinitiierung und Kurzrisssausbreitung wurden die Proben relativ hohen Belastungen unterzogen ($\sigma_a=600$ MPa), um die Risse in vertretbaren Zeithorizonten beobachten zu können und die Streuung möglichst gering zu halten. Die auf den Oberflächen

der Ermüdungsproben gefundenen Risse, die sich während der Belastung gebildet haben, wurden rasterelektronenmikroskopisch untersucht und vermessen. Dabei stellten sich zwei verschiedene Rissinitiierungsorte als relevant heraus. Exemplarisch sind in Bild 5-53 und 5-54 Risse gezeigt, wie sie in Proben beider Mikrostrukturen vorlagen.

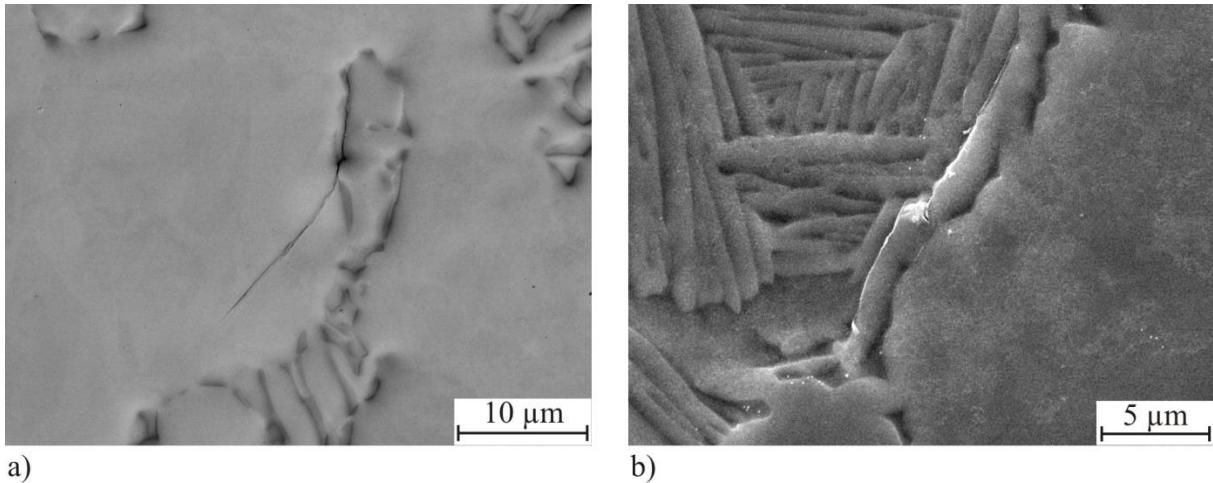


Bild 5-53: Rissinitiierung im ma-Zustand, a) transkristallin in α_p und b) interkristallin in α_s

Der in Bild 5-53a gezeigte Riss initiierte in einem primären Alphakorn. Im Gegensatz dazu ist der in Teilbild b zu erkennende Riss transkristallin zwischen den Lamellen der sekundären Alphaphase, bzw. zwischen Lamellen und globularer primärer Alphaphase gewachsen. Im Prinzip lassen sich diese beiden Rissinitiierungsorte ebenso im sht-Zustand wiederfinden. Analog ist in Bild 5-54a ein Beispiel für transkristalline Rissinitiierung im α_p -Korn dargestellt, während in Bild 5-54b ein interlamellarer Riss in einer α_s -Kolonie zu erkennen ist.

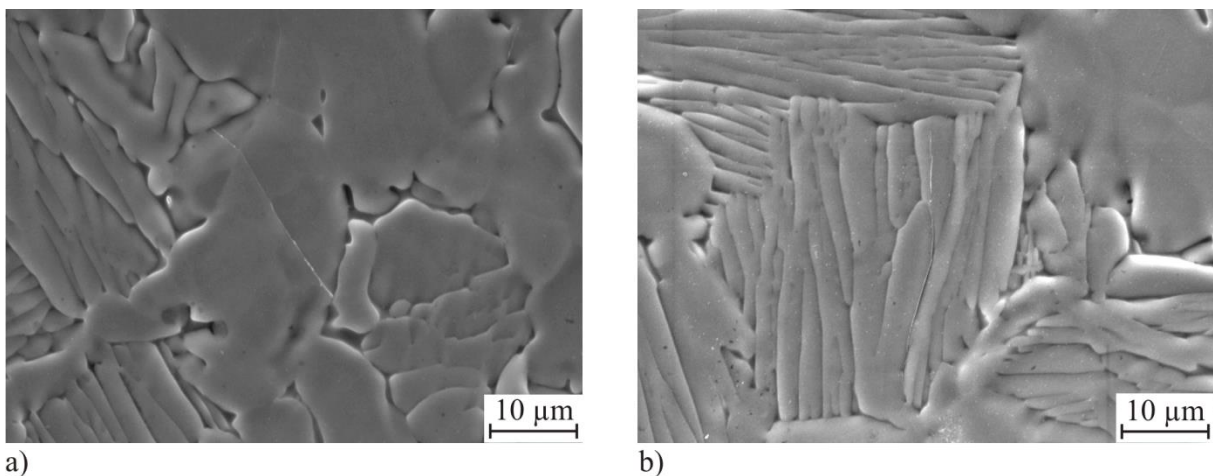


Bild 5-54: Rissinitiierung im sht-Zustand, a) transkristallin in α_p und b) interkristallin in α_s

Alle zu Beginn auf den Probenoberflächen gefundenen Risse wurden entsprechend einer der beiden Kategorien zugeordnet und statistisch ausgewertet. Es ergibt sich daraus das in Bild 5-55 dargestellte Balkendiagramm. In dieser Darstellung sind die Daten für beide Mikrostrukturen vergleichbar gezeigt. Die Betrachtung der Resultate zeigt, dass es grundsätzlich keine Unterschiede bezüglich der Häufigkeiten zwischen beiden Mikrostrukturzuständen gibt. Der mit ca. 75-80% weitaus überwiegende Anteil der Risse initiiert offenbar interkristallin innerhalb der Lamellenpakete. Dagegen konnten nur 20-30% der Risse im Primäralpha gefunden werden.

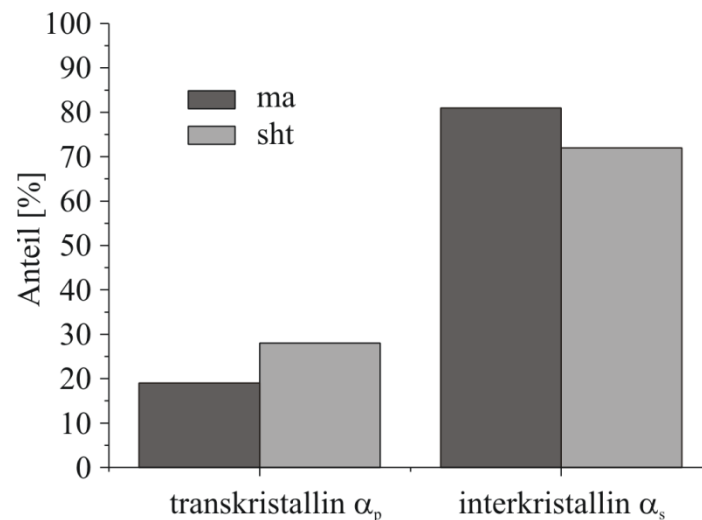


Bild 5-55: Statistik über den Rissinitiierungsort im Titan

5.2.4. Rissausbreitung

Im Verlauf des in intermittierender Weise durchgeführten Ermüdungsprozesses sind die Proben nach definierten Lastspielzahlen (jeweils 500 Zyklen) einer Untersuchung im Rasterelektronenmikroskop zugeführt worden. Auf diese Art und Weise lassen sich Rissausbreitungsdaten gewinnen, die in Verbindung mit den Orientierungsdaten eine Charakterisierung des Ausbreitungsverhaltens kurzer Risse ermöglichen. Im Folgenden sollen die Ausbreitungscharakteristika einiger dieser Risse vorgestellt und beschrieben werden.

Das Bild 5-56a zeigt einen Riss im ma-Gefügestand nach 18000 Zyklen. Neben der horizontal verlaufenden Spannungsachse sind eine farbige Darstellung der lokalen Orientierungen (mit schematischem Rissverlauf in weiß) und die Lage von Gleitspuren der berechneten aktivierbaren Gleitsysteme angegeben. Den drei möglichen prismatischen Gleitspuren wurde blau zugeordnet, der Basalebene entsprechend rot. Die mittels Vergleich zwischen berechneter Gleitspur und tatsächlichem Rissverlauf bestimmte aktivierte Gleitspur ist verlängert dargestellt. Der zugehörige Schmidfaktor ist ebenfalls angegeben.

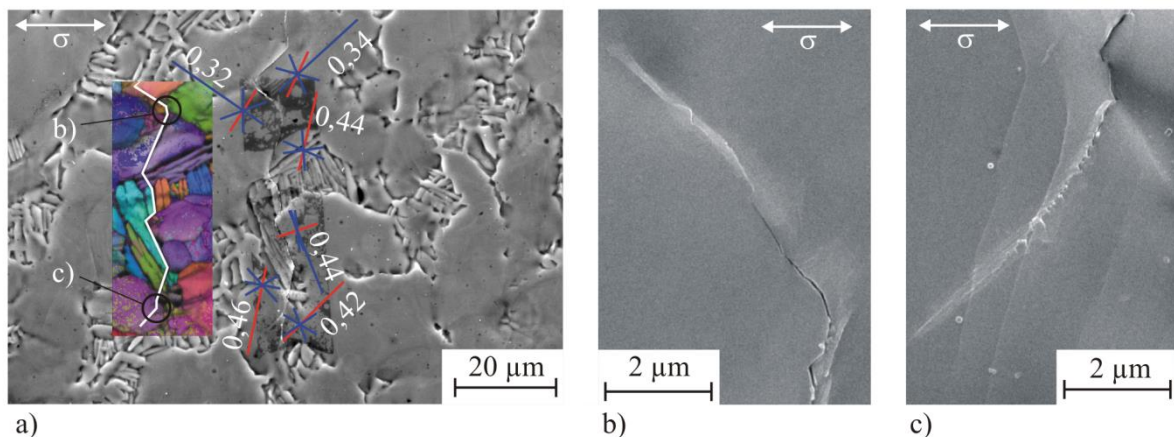


Bild 5-56: Riss im ma-Zustand nach a) 18000 Zyklen und b), c) Detaildarstellungen nach 9000 Zyklen

Der Rissinitiierungsort liegt in der Mitte im Bereich der senkrecht verlaufenden Lamellen. Es handelt sich um eine interkristalline Rissinitiierung. Dem Rissverlauf konnte hier kein passendes Gleitsystem zugeordnet werden. Dies gelingt erst im weiteren Verlauf oberhalb der Rissinitiierungsstelle, indem der Riss in einen transkristallinen Modus wechselt und auf einer mit hohem Schmidfaktor von $S=0,44$ versehenen Basalebene eines α_p -Korns wächst. An der darauffolgenden Korngrenze knickt der Riss deutlich ab und wählt ein prismatisches Gleitsystem ($S=0,32$). Der Knickpunkt ist nach 9000 Zyklen bei hoher Vergrößerung in Teilbild b) abgebildet. Hier lassen sich das allmähliche Abknicken und der damit verbundene gezackte Verlauf der Rissflanken erkennen. Schließlich knickt der Riss erneut um fast 90° ab und folgt dabei einer prismatischen Ebene im neuen Korn mit $S=0,34$.

Im Bereich unterhalb der Rissinitiierungsstelle folgt der Riss der Grenze zwischen einem Lamellenpaket und den angrenzenden Primär α_p körnern. Auf der Grenzfläche lässt sich eine prismatische Ebene mit hohem Schmidfaktor ($S=0,44$) zuordnen, bevor der Riss dann in einen transkristallinen Modus wechselt und nach leichtem Abknicken durch das Lamellenpaket auf der Basalebene ($S=0,46$) weiterwächst. Die nächste Grenze, die das Verlassen der Lamellen und das Eintreten in ein globulares α_p -Korn erzwingt, ist in Bild 5-56c) unter hoher Vergrößerung gezeigt. Der zickzackförmige Rissverlauf ist gut zu erkennen, ebenso einige Gleitspuren und das allmähliche Abknicken des Risses auf die Basalebene des neuen Korns ($S=0,42$). Die Richtungsänderung wird hier offenbar durch alternierende Aktivierung mehrerer Gleitsysteme bewerkstelligt.

Die Berechnung von Rissausbreitungsdaten setzt die Risslängenbestimmung nach definierten Zyklenzahlen voraus. Um diese auszumessen, gibt es grundsätzlich zwei Vorgehensweisen,

da zum einen der reale Risspfad ausgemessen werden kann und zum anderen lediglich der senkrecht zur Spannungsachse projizierte Anteil als Risslänge angenommen wird. Für den oben gezeigten Riss sind beide Methoden zum Vergleich angewendet worden. Das Ergebnis ist in Bild 5-57 dargestellt.

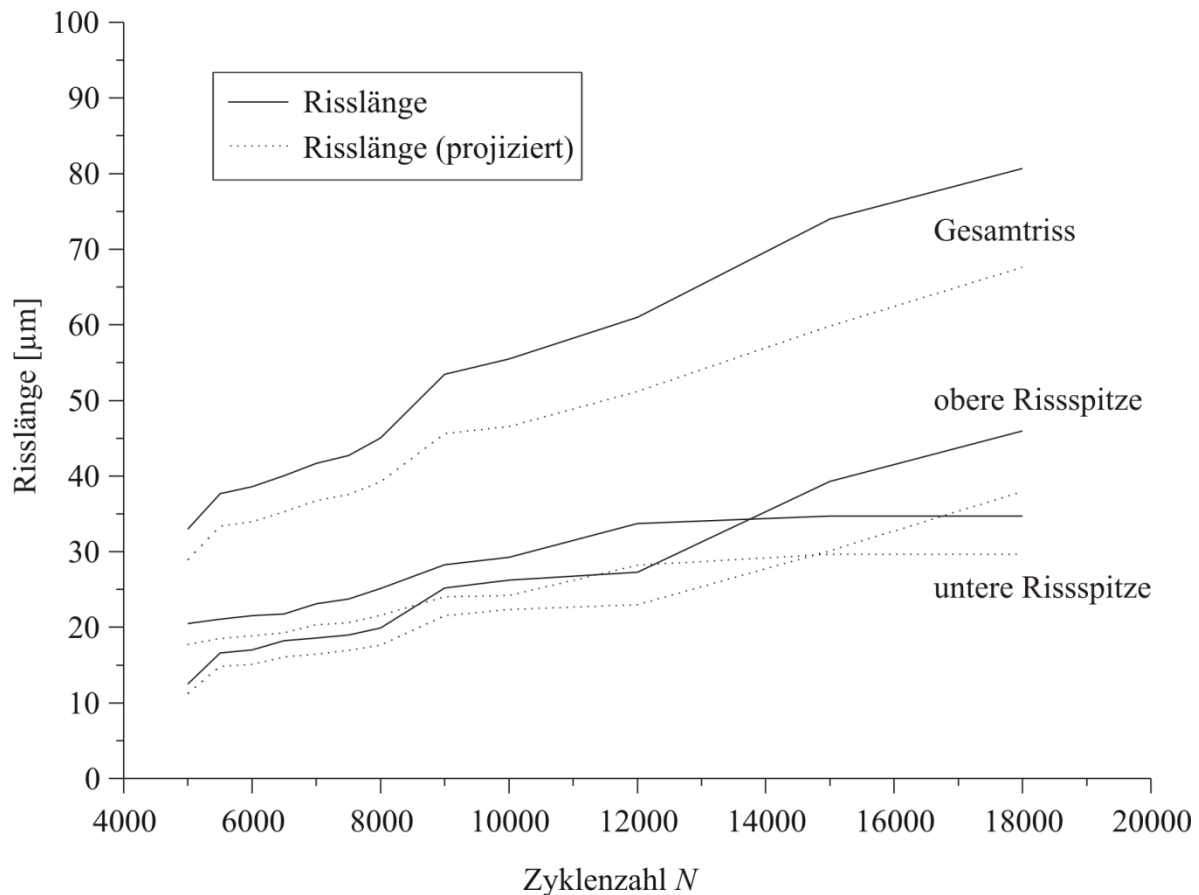


Bild 5-57: Vergleich zwischen projizierter und wahrer Risslänge

Es sind jeweils die Risslängen des Gesamtrisses, der oberen und der unteren Riss Spitze, ermittelt entsprechend der zwei beschriebenen Methoden, über der Zyklenzahl aufgetragen. Beim Vergleich der durchgezogenen (reale Risslänge) mit den gepunktet gezeichneten Linien (projizierte Risslänge) zeigt sich, dass die Kurven qualitativ nahezu identisch sind. Es ist lediglich eine kleine Verschiebung der realen Risslängen hin zu größeren Werten vorhanden.

Es wird deshalb im Folgenden (und auch für die Simulation) immer die projizierte Risslänge als Datenbasis verwendet. Somit lässt sich nun die lokale Rissausbreitungsgeschwindigkeit berechnen und, wie in Bild 5-58 gezeigt, auch graphisch darstellen. In diesem Diagramm, welches die Rissausbreitungsgeschwindigkeit über der Risslänge zeigt, ist der Einfluss der Mikrostruktur deutlich zu erkennen. Jeweils gestrichelt sind die lokalen Minima in der Rissgeschwindigkeit kenntlich gemacht. Der Vergleich mit der im oberen Teil von Bild 5-58 zu sehenden Mikrostruktur zeigt, dass der Ort des Auftretens dieser Minima mit entsprechenden

Korn- oder Phasengrenzen zusammenfällt. Die zum Zeitpunkt der Messung erreichte Zyklenzahl ist an der jeweiligen gestrichelten Linie abzulesen.

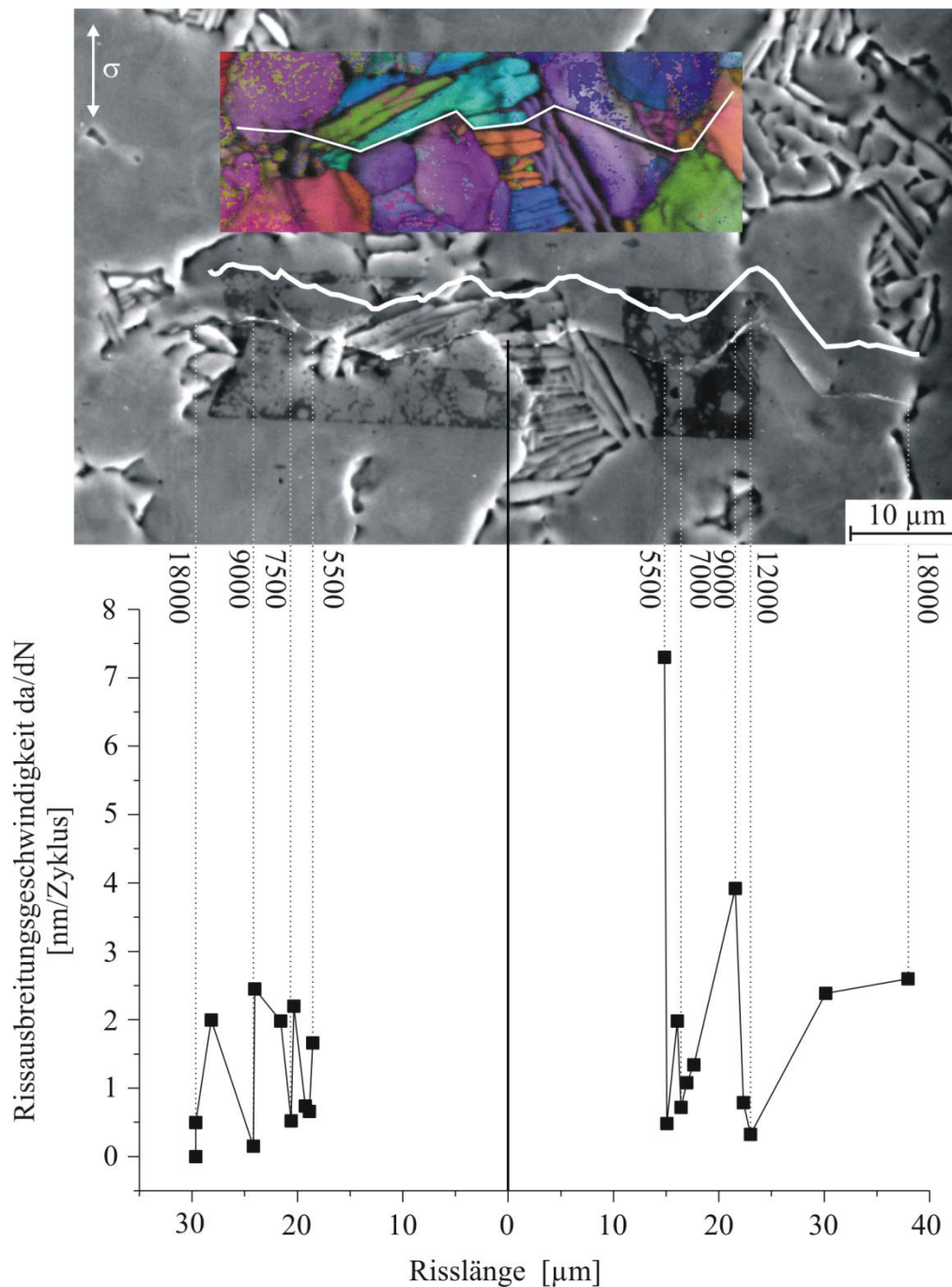


Bild 5-58: Darstellung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit

Die obere (in Bild 5-58 rechte) Risspitze bleibt vor beiden Knickpunkten bei 5500 und 7000 Zyklen praktisch stehen. Offenbar wird hier sehr viel Energie für das weitere Risswachstum aufgrund der zu überwindenden Grenzflächen benötigt. Wie oben beschrieben ist dies auch in Bild 5-56b anhand der gezackten Rissflanken zu erkennen. Sehr ähnlich verhält sich die untere Risspitze (in Bild 5-58 links). Hier stoppt der Riss ebenfalls immer wieder beim Eintritt in

das globulare Alpha-Korn. Da hier nach der (nur an der Oberfläche sichtbaren) Überwindung der Phasengrenze zunächst eine Richtungsänderung mit Wechsel auf ein günstiges Gleitsystem erforderlich ist, wächst der Riss auch im Korn entsprechend langsam weiter.

Ein zweites Beispiel eines im ma-Gefüge gewachsenen Risses dokumentiert Bild 5-59. In Teilbild a) ist der zwischen den Lamellen einer α_s -Kolonie initiierte und hauptsächlich auch dort gewachsene Riss nach 10000 Zyklen dargestellt.

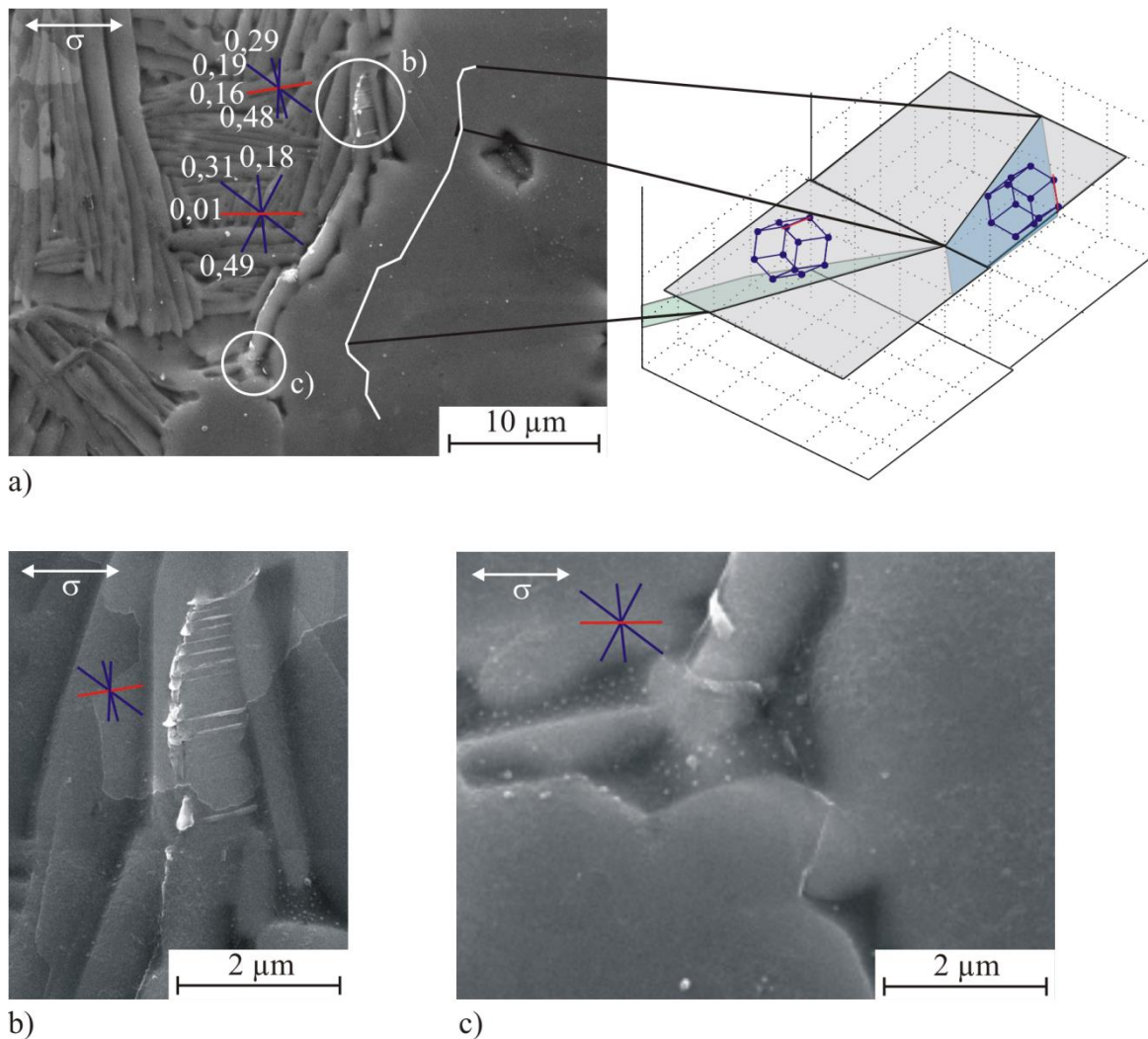


Bild 5-59: Riss im ma-Zustand nach a) 10000 Zyklen mit dreidimensionaler Darstellung der Gleitebenen und b), c) Detaildarstellungen nach 12000, bzw. 7000 Zyklen

Dabei bedient er sich im Wesentlichen eines prismatischen Gleitsystems mit sehr hohem Schmidfaktor von $S=0,49$. Im Bereich der oberen Risspitze folgt der Riss dann nicht weiter der Lamellengrenze, sondern wächst innerhalb einer Lamelle weiter. Wie die Detaildarstellung in Bild 5-59b wiedergibt, konkurriert hier die prismatische Ebene mit hohem Schmidfaktor mit der Basalebene, in die die Gleitspuren und schließlich auch der Riss, immer wieder abknicken. Dies ist zunächst nicht direkt nachvollziehbar, da die Basalebene mit $S=0,16$ einen

wesentlich geringeren Schmidfaktor aufweist. Die Betrachtung einer dreidimensionalen Darstellung der prismatischen Gleitebenen, wie sie im rechten Teil von Bild 5-59a zu sehen ist, führt zu dem Schluss, dass die prismatische Ebene im oberen Lamellenkorn zwar einen hohen Schmidfaktor besitzt, aber die Gleitrichtung sehr ungünstig für Abgleitung orientiert ist. Sie liegt fast senkrecht zur Spannungsachse. Außerdem existiert ein hoher Drehwinkel zwischen beiden prismatischen Ebenen. Dies erschwert ebenfalls die Aktivierung der Prismenebene im oberen Korn.

Die untere Rissspitze folgt zunächst der anfänglich aktivierten prismatischen Ebene bis zum Erreichen einer Phasengrenze. Von da an lässt sich im weiteren Verlauf des Risses kein Gleitsystem dem oft abknickenden Risspfad zuordnen, siehe Teilbild c.

Die Auswertung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit für den entsprechenden Riss zeigt Bild 5-60. Hier ist, analog zu Bild 5-58, die Rissgeschwindigkeit über der Risslänge aufgetragen. Es zeigt sich die mit Phasen- und Korngrenzen stark alternierende Rissausbreitungsgeschwindigkeit der oberen, bzw. rechten Rissspitze. Innerhalb des Lamellenkorns, in dem die Basalebene zusätzlich zur prismatischen Ebene aktiviert werden muss, sinkt die Ausbreitungsgeschwindigkeit fast auf null ab. Erst nachdem das Lamellenkorn durchquert worden ist und der Riss eher interkristallin weiterwächst, steigt die Geschwindigkeit wieder an.

Die untere, bzw. linke Rissspitze in Bild 5-60 wächst zunächst sehr langsam, um dann bei 10000 Zyklen ein Maximum zu erreichen und anschließend wieder fast zu stoppen. Die aus den Orientierungsdaten gewonnene Abbildung der Mikrostruktur in Bild 5-60 zeigt, ebenso wie in der Detaildarstellung von Bild 5-59c zu erkennen, dass der Riss in diesem Bereich ausschließlich interkristallin verläuft. Damit einher geht eine häufige Richtungsänderung der Rissflanken, die erforderlich ist, um den vorhandenen Korngrenzen zu folgen.

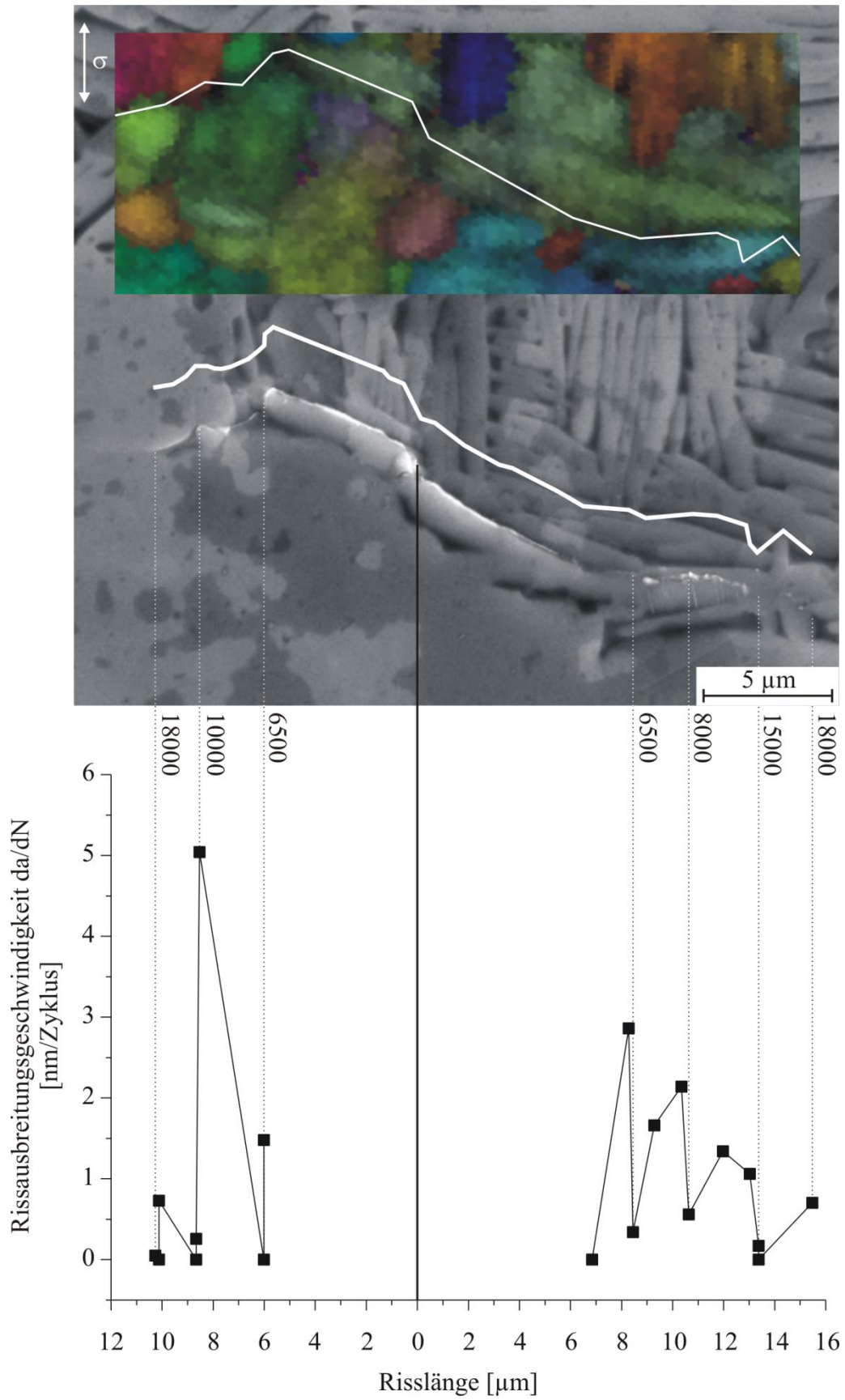


Bild 5-60: Darstellung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit

Ein drittes und letztes Beispiel eines Ermüdungsrisses, der im ma-Gefüge beobachtet wurde, ist in Bild 5-61 gezeigt. Der Riss ist an der Korngrenze in einem α_p -Korn initiiert und hat sich dort auf der Basalebene mit recht hohem Schmidfaktor ($S=0,43$) ausgebreitet. Die obere Risspitze knickt an der ersten Korngrenze in eine Richtung fast senkrecht zur äußeren Spannung ab. In diesem Bereich wächst der Riss zunächst interkristallin weiter. Es lässt sich hier kein Gleitsystem eindeutig zuordnen. Im weiteren Verlauf ist die Mikrostruktur von α_p -Körnern mit hoher lokaler Missorientierung gekennzeichnet. Der Riss folgt offenbar seiner vorher eingeschlagenen Richtung, knickt dabei aber öfters leicht ab. Eindeutige Gleitsysteme, denen sich der Riss bedient, konnten auch hier nicht identifiziert werden.

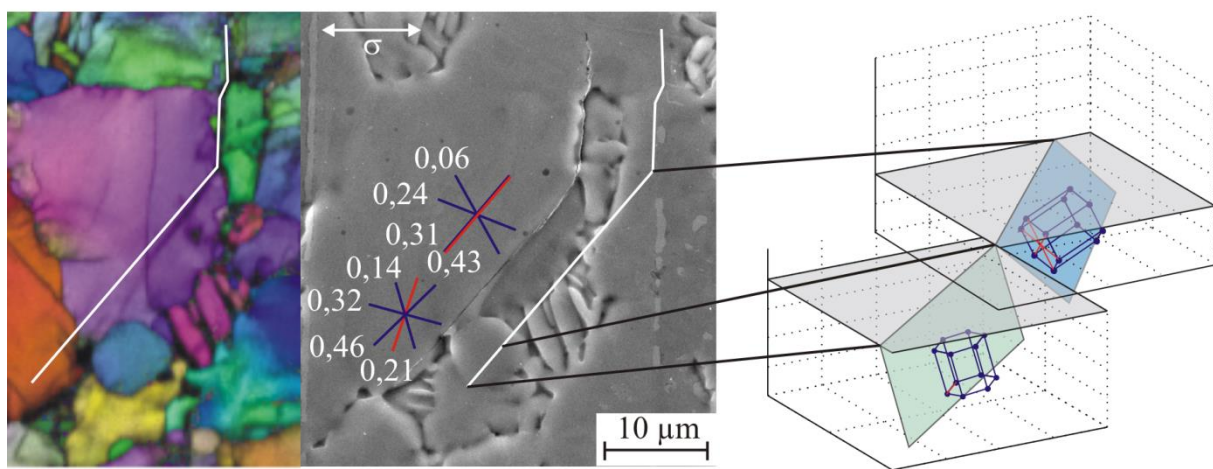


Bild 5-61: Riss im ma-Zustand nach 10000 Zyklen

Die untere Rissflanke wächst nach Erreichen der Korngrenze nahezu ohne Richtungswechsel weiter. Im neuen Korn wird das Risswachstum allerdings nicht von der Basalebene getragen, sondern eine prismatische Ebene mit einem ebenfalls hohen Schmidfaktor von $S=0,46$ wird aktiviert. Die dreidimensionale Darstellung der Gleitebenen zeigt, dass zwischen diesen Ebenen beider Körner fast kein Kippwinkel und nur ein geringer Drehwinkel vorliegt.

Die in Bild 5-62 gezeigte Auswertung der Rissgeschwindigkeit bis 21000 Zyklen untermauert die oben getroffenen Beobachtungen. Die linke, bzw. untere, Rissflanke wächst zunächst sehr schnell und kann die Korngrenze dabei zügig überwinden, sie kommt dann aber nahe der Phasengrenze annähernd zum Stehen. Die rechte, bzw. obere Risspitze wächst generell sehr langsam und kommt sogar mehrfach zum Stehen. Zugleich ist auf einer kurzen Strecke ein Abknicken der Rissflanken zu verzeichnen. Nach etwa $6\mu\text{m}$ Wachstum knickt der Riss aber wieder in seine vorherige Richtung senkrecht zur äußeren Spannung ab, in der er bis zum Erreichen der nächsten Phasengrenze und damit bis zum Ende des Beobachtungszeitraumes nach 21000 Zyklen weiterwächst.

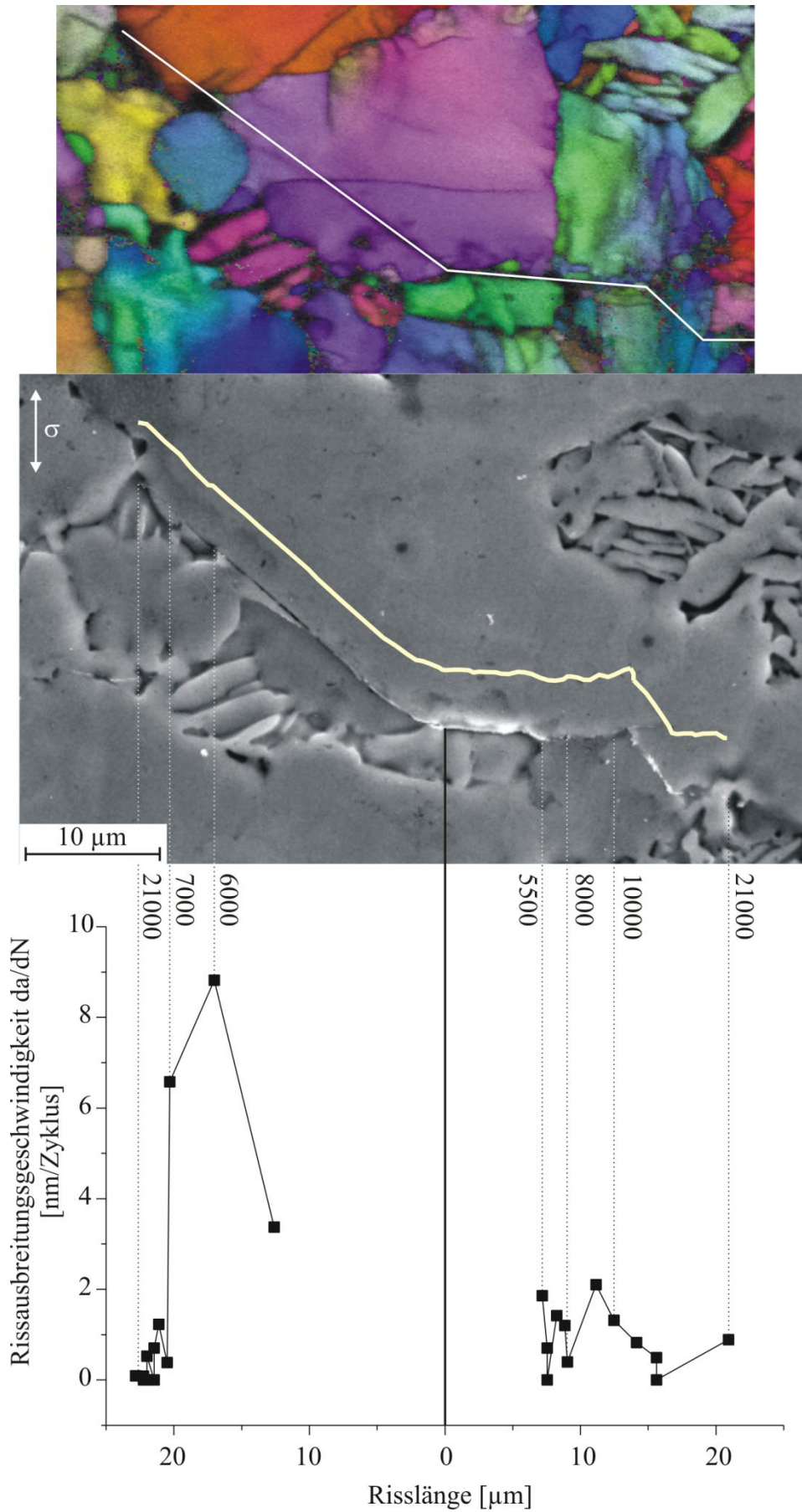


Bild 5-62: Darstellung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit

Nach der ausführlichen Untersuchung und Beschreibung der Ausbreitungscharakteristika mehrerer im ma-Zustand des Gefüges initiiert und gewachsener Risse werden im Folgenden analog dazu mehrere Risse im sht-Zustand analysiert.

Bild 5-63 zeigt ein erstes Beispiel. Teilbild a dokumentiert, dass der Riss zunächst an der Korngrenze zwischen Lamellenpaket und Primäralkohorn initiiert und gewachsen ist. Dabei bedient er sich zur Ausbreitung möglicherweise der beiden prismatischen Gleitsysteme mit Schmidfaktoren von $S=0,32$, bzw. $S=0,42$. Da die Gleitspuren an der Oberfläche jedoch nur teilweise den realen, mehrfach leicht abknickenden Risspfad wiedergeben, ist von einem interkristallinen Anteil der Rissausbildung ohne klare Zuweisung des Gleitsystems auszugehen. Im oberen Teil des Risses lässt sich am ehesten die prismatische Ebene mit einem Schmidfaktor von $S=0,42$ zuordnen, bevor die Risspitze dann mehrfach abknickt und eine Zuordnung von Gleitsystemen nicht mehr möglich ist, wie in Teilbild b nach 8000 Zyklen zu erkennen.

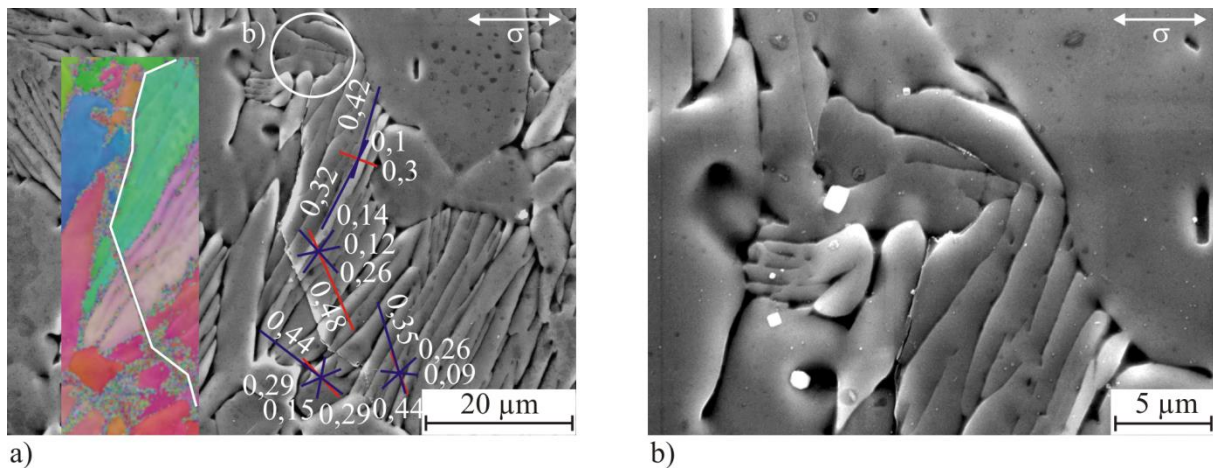


Bild 5-63: Riss im sht-Zustand nach a) 10500 Zyklen und b) Detaildarstellung nach 8000 Zyklen

Die untere Rissflanke in Teilbild a knickt in der Mitte des Bildes deutlich ab und wechselt in einen transkristallinen Rissausbreitungsmodus auf der Basalebene mit sehr hohem Schmidfaktor von $S=0,48$. Erst nach Überschreitung der Korngrenze zum nächsten Lamellenpaket mit geringfügig abweichender Orientierung knickt der Riss erneut ab und bedient sich dann eines prismatischen Gleitsystems ($S=0,44$). Bevor die Risspitze am Ende im unteren Bereich von Bild 5-63a an der Phasengrenze zu einem α_p -Korn stehen bleibt, ändert die Rissflanke nochmals die Richtung. In diesem letzten Bereich wächst der Riss vermutlich auf einem prismatischen Gleitsystem mit $S=0,35$, obwohl die entsprechende Gleitspur der Basalebene ($S=0,44$) nur unwesentlich verdreht dazu orientiert ist.

Es ist in diesem Zusammenhang allerdings zu bemerken, dass die Messung der lokalen Orientierung mittels EBSD gezeigt hat, dass dieser Bereich der Mikrostruktur starke Orientierungs-

gradienten aufweist und somit eine Korrelation zwischen Gleitspur und Rissverlauf nur eingeschränkt zulässig ist.

Bild 5-64 zeigt die Auswertung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit im beobachteten Zyklbereich. Es ist zu erkennen, dass beide Risspitzen sehr langsam wachsen. Das Abknicken und Verlassen der Basalebene im Fall der linken (Bild 5-64), bzw. unteren (Bild 5-63a) Rissflanke hat offensichtlich viel Energie erfordert, da der Riss von seiner vorherigen Geschwindigkeit stark abgebremst wurde und schließlich ganz stehenbleibt. Nach Überwindung der Lamellengrenze wird wieder eine größere Ausbreitungsgeschwindigkeit erreicht.

Im Falle der oberen, bzw. rechten Risspitze ergibt sich ein fast inverser Verlauf. Zu Beginn der Beobachtung steht der Riss, kann dann innerhalb vieler Zyklen nur sehr langsam wachsen und bleibt anschließend wieder stehen. Offenbar wird auch hier viel Energie für das häufig zu beobachtende Abknicken (Bild 6-63b) benötigt.

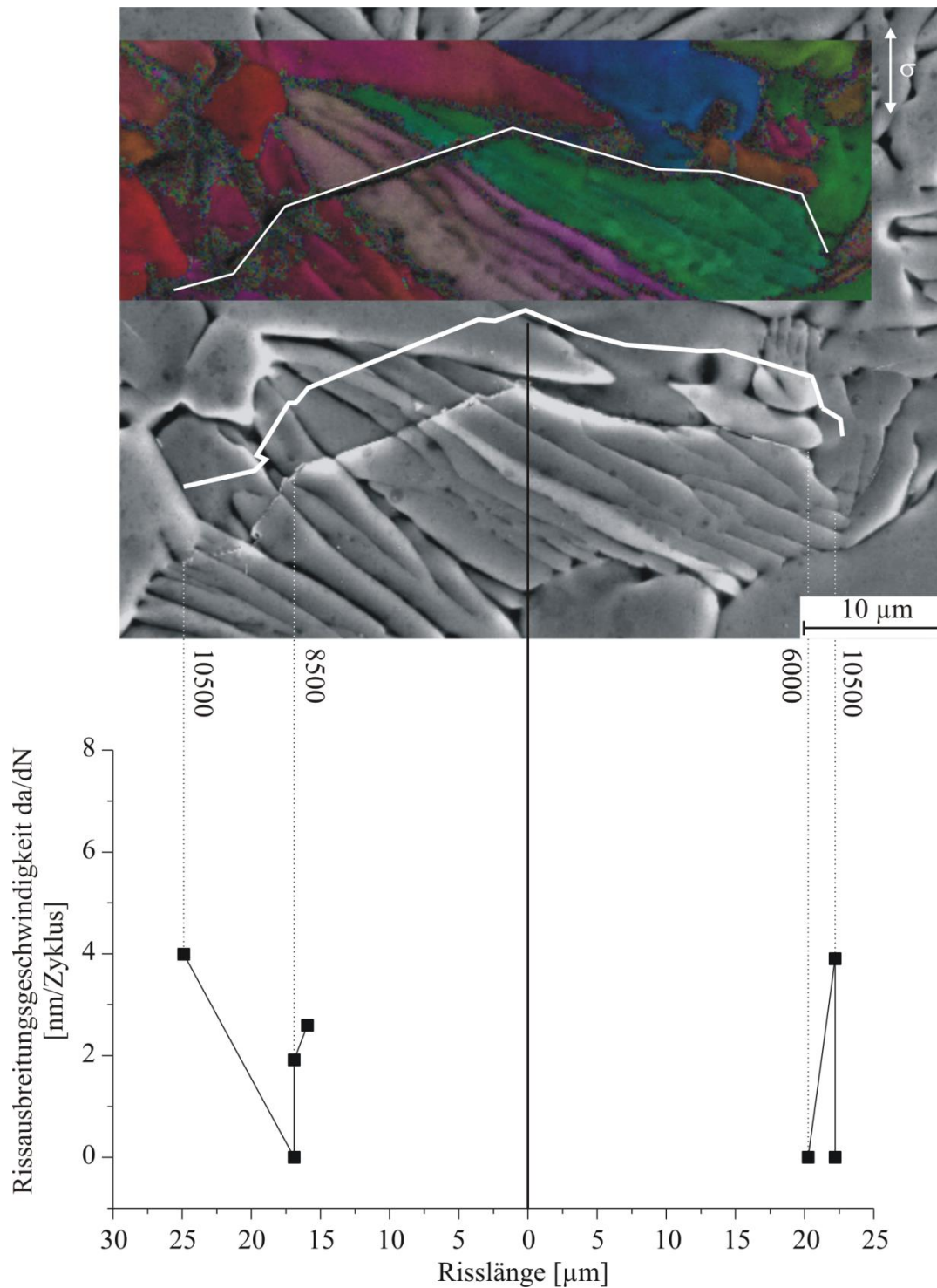


Bild 5-64: Darstellung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit

Ein zweites Beispiel für einen Riss im Gefüge des sht-Zustands zeigt Bild 5-65. Die Rissinitiation fand im interkristallinen Modus zwischen Primäralpha und einer Lamellenkolonie statt. Die Rissausbreitungsrichtung steht dabei annähernd im rechten Winkel zur äußeren Last. In diesem Bereich lassen sich prinzipiell zwei prismatische Gleitsysteme von beiden Seiten mit jeweils hohen Schmidfaktoren (globulares Korn mit $S=0,43$ und Lamellenkolonie mit $S=0,47$)

zuordnen. Der Riss verläuft dann im oberen Bereich zunächst transkristallin auf einer prismatischen Ebene mit sehr hohem Schmidfaktor ($S=0,48$) in einem globularen Primäralkorn.

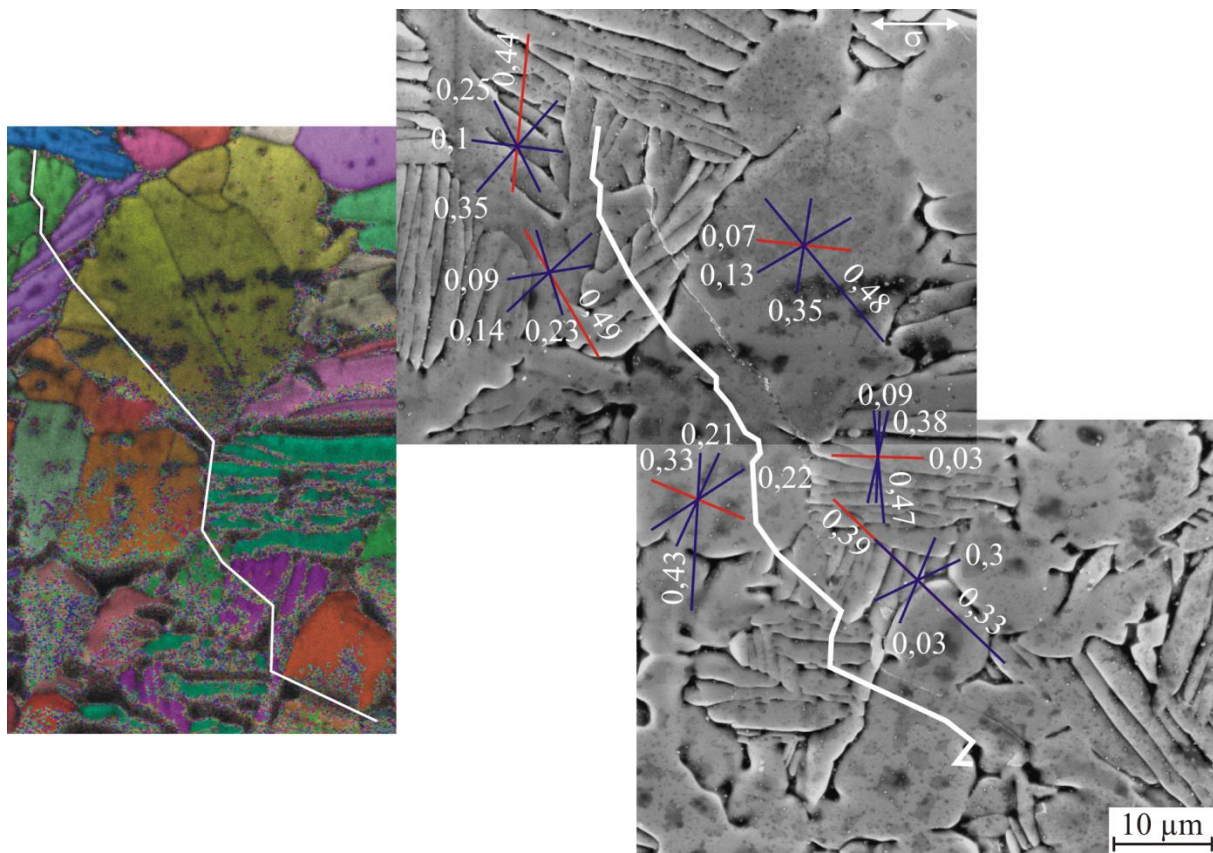


Bild 5-65: Riss im sht-Gefüge nach 14000 Zyklen

Die Rissflanken bilden hier einen Winkel von ca. 45° mit der äußeren Spannungsachse. Nach Überwindung der Phasengrenze zur darüber liegenden α_s -Kolonie ändert der Riss seine Richtung praktisch nicht, sondern setzt seinen Weg vermutlich transkristallin auf der sehr günstig orientierten Basalebene mit hohem Schmidfaktor von $S=0,49$ fort.

Im Bereich der oberen Risspitze ist der Riss in eine zweite Kolonie mit abweichender Orientierung gewachsen. Hier ist ein Richtungswechsel (wieder ca. 90° zur äußeren Last) zum Wachstum auf der zugehörigen Basalebene notwendig gewesen. Der Riss wächst zwischen den Lamellen dieser Kolonie mit kleineren Richtungsänderungen, trotzdem folgt er hauptsächlich der Gleitspur der Basalebene, die darüber hinaus den höchsten Schmidfaktor der verfügbaren Gleitsysteme mit $S=0,44$ aufweist. Die Risspitze befindet sich am Ende der Kolonie an der Korngrenze zur nächsten, wiederum anders orientierten Lamelle.

Im unteren Bereich der Rissinitiierungsstelle wächst der Riss ebenfalls unter ca. 45° zur äußeren Last transkristallin durch zwei angrenzende Kolonien. Offenbar geschieht dies auch durch Aktivierung von Gleitsystemen, wobei in diesem Fall eine prismatische Ebene und die Basal-

ebene eine identische Gleitspur erzeugen. Da beide Systeme vergleichbar hohe Schmidfaktoren aufweisen, lässt sich das aktive Gleitsystem nicht eindeutig identifizieren. Es folgen mehrere Richtungsänderungen an den jeweiligen Phasen- oder Korngrenzen. Offenbar ist der Riss dann durch ein globulares Korn gewachsen, an dessen Phasengrenze zur nächsten Kolonie die untere Rissspitze zu finden ist. Aufgrund großer Streuung der Messdaten lässt die Auswertung der Orientierungen im gesamten unteren Bereich keine Zuordnung entsprechender Gleitsysteme zur Rissausbreitung zu.

Die Rissausbreitungsgeschwindigkeit des oben beschriebenen Risses ist in Bild 5-66 dargestellt. Die linke, bzw. untere Rissflanke wächst zunächst sehr langsam bis zum Erreichen des globularen Korns, welches anschließend sehr schnell innerhalb von 500 Zyklen durchquert werden kann. Anschließend sinkt die Rissausbreitungsgeschwindigkeit fast wieder auf null ab, d. h. der Riss wird durch die vorhandenen Grenzflächen aufgehalten.

Die obere (rechte) Rissflanke bleibt ebenfalls nach Durchquerung des globularen Korn nahezu stehen. Nach Überwindung der Phasengrenze steigt die Rissgeschwindigkeit zunächst sukzessive wieder an, um dann vor Erreichen der an der Rissspitze liegenden Lamelle am Ende der beobachteten Zyklenzahl wieder deutlich abzunehmen.

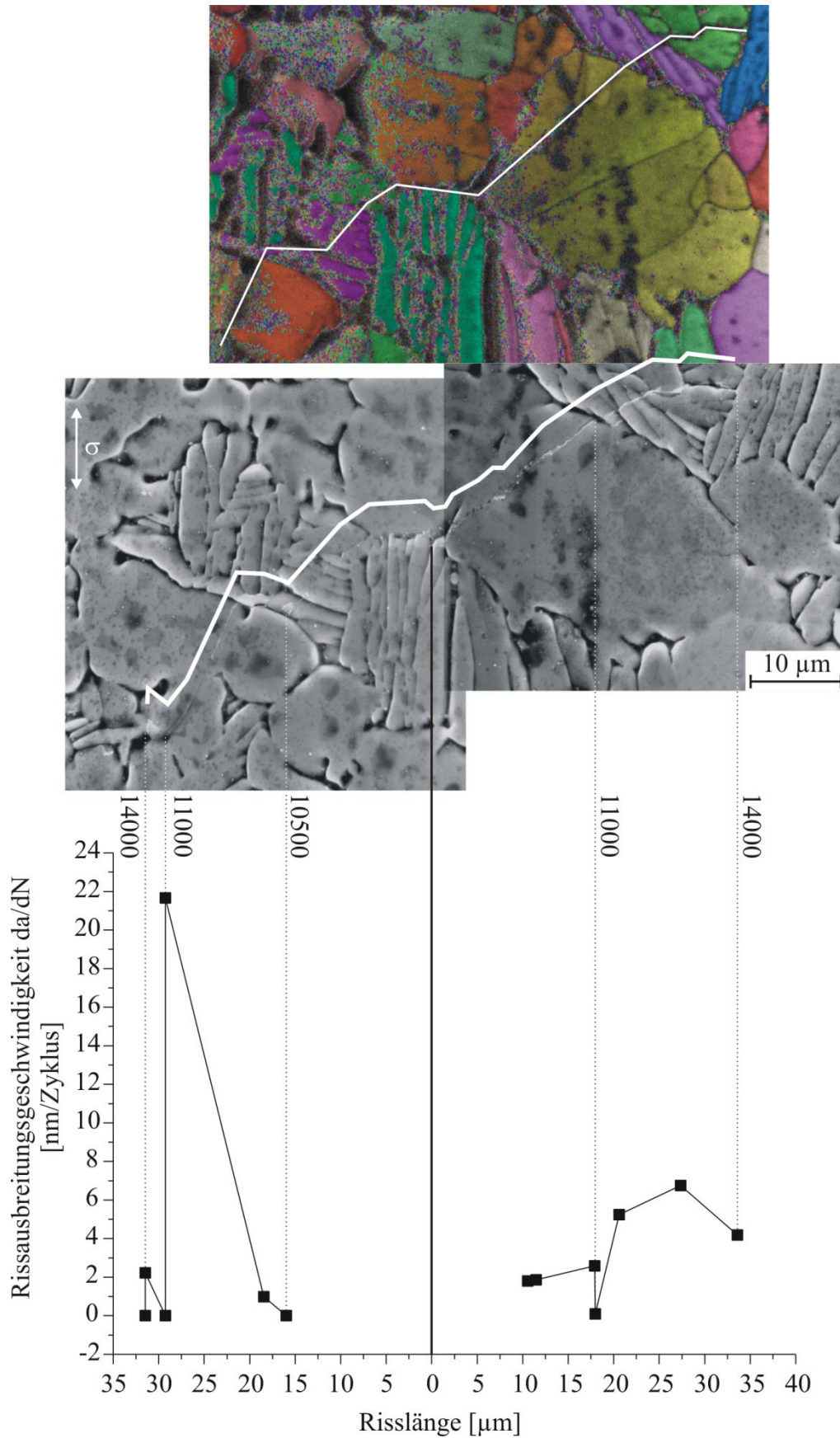


Bild 5-66: Darstellung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit

Analog zu den Untersuchungen am Duplexstahl sind einige Risse mittels fokussierten Ionenstrahls in Kombination mit einer Elektronenquelle unterhalb der Oberfläche analysiert worden. Die Ergebnisse sind ausschließlich an Rissen gewonnen worden, welche in der Mikrostruktur des sht-Zustands gewachsen sind.

In Bild 5-67 ist einer der untersuchten Risse dokumentiert. Vor der Zerstörung der Oberfläche durch das sukzessive Abtragen wurde die lokale kristallographische Orientierung bestimmt. Teilbild a zeigt den Rissverlauf an der Oberfläche sowie die zugehörigen Gleitsysteme. Offenbar verläuft der Riss zunächst transkristallin auf der Basalebene (Schnittebene 1), anschließend dann interlamellar zwischen zwei Lamellen einer Kolonie mit identischer Orientierung (Schnittebene 2). Die Rissausbreitung im letzteren Fall findet dabei ebenfalls auf der Basalebene statt. In Bild 5-67b ist die bereits bis zur Schnittebene 1 abgetragene Oberfläche im Ionenkontrast dargestellt, wobei der stufenförmige Abtrag am Beginn gut zu erkennen ist. Die im Elektronenkontrast abgebildete Schnittebene 1 ist in Teilbild c wiedergegeben. Der Riss verläuft sehr geradlinig unter einem Winkel von 118° zur Oberfläche in das primäre α -Korn hinein. Der Vergleich mit der berechneten, dreidimensionalen Darstellung der Basalebene (112° zwischen Oberfläche und Gleitebene) ergibt lediglich eine Abweichung von 6° . Mit Erreichen der ersten Grenzfläche knickt der Riss um fast 90° ab und wächst leicht gezackt in einem zweiten α_p -Korn weiter. Nach Überschreitung der zweiten Grenzfläche knickt der Riss dann in eine Richtung senkrecht zur Oberfläche ab. Vermutlich handelt es sich hier ebenfalls um ein primäres α -Korn. Zur besseren Darstellung der Mikrostruktur wurden chemische Flächenanalysen für die Legierungselemente Vanadium (Betastabilisator) und Aluminium (Alphastabilisator) der Schnittebene angefertigt. Diese sind in Teilbild d angegeben. Vanadium konzentriert sich jeweils in Bereichen der Betaphase, welche als dünner Saum an den α -Korngrenzen vorhanden ist. Ein inverses Bild wird für Aluminium erhalten.

Die entsprechende Darstellung für die Schnittebene 2 zeigen die beiden Teilbilder e und f. Der Riss befindet sich hier innerhalb eines Lamellenpakets und läuft unter einem Winkel von etwa 38° zur Oberfläche sehr geradlinig. Der berechnete Winkel zwischen Basalebene und Oberfläche beträgt 32° , womit sich dieselbe Differenz von 6° ergibt. Die Korn- bzw. Phasengrenzen lassen sich anhand der EDX-Analysen in Teilbild f nur indirekt erkennen. Offenbar kann der Riss die erste Grenzfläche ohne Abknicken passieren und im anschließenden α_p -Korn weiterwachsen. Die Risspitze teilt sich, bevor die nächste Korngrenze erreicht wird.

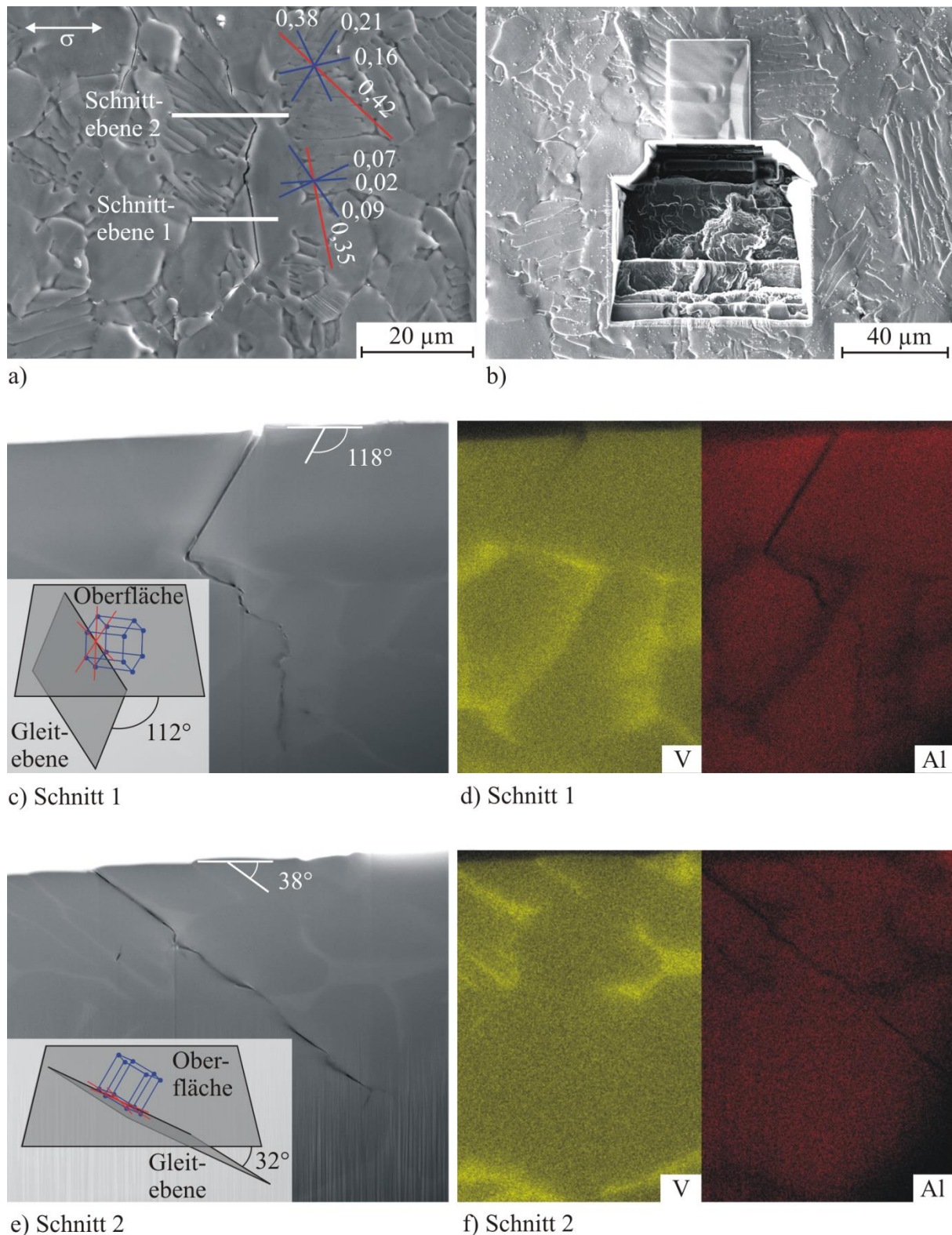


Bild 5-67: Dreidimensionale Rissausbreitungsanalyse mittels FIB: a) unzerstörte Oberflächendarstellung des Risses, b) Oberfläche mit FIB-Graben, c, d) Schnittebene 1 in SE- und EDX Kontrast, e, f) Schnittebene 2 in SE- und EDX Kontrast

Das Ausbreitungsverhalten eines weiteren Risses in das Probenvolumen zeigt Bild 5-68. Die risstragende Oberfläche im Ausgangszustand ist in Bild 5-68a gezeigt. Die Schnittebene befindet sich im Bereich eines Lamellenpakets innerhalb dessen der Riss auf der Basalebene

gewachsen ist. Für den entsprechenden Schmidfaktor errechnet sich zwar nur ein geringer Wert von $S=0,32$, aber die Darstellung der Schnittebene in Teilbild b zeigt, dass die Winkel von realer Rissflanke und berechneter Gleitebene nur um 4° voneinander abweichen.

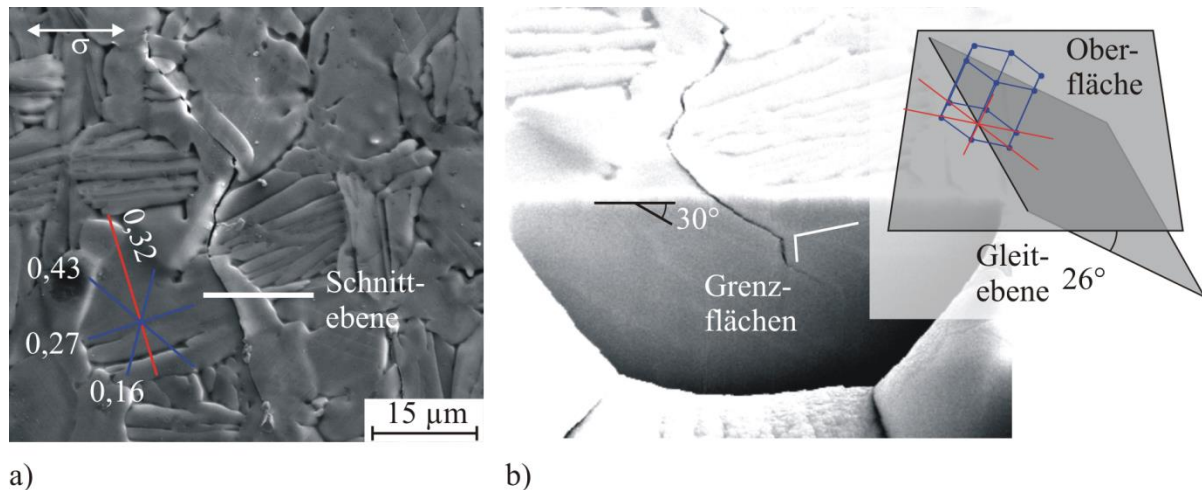


Bild 5-68: Dreidimensionale Analyse der Rissausbreitung mittels FIB: a) Oberfläche, b) Schnittebene mit berechneter Darstellung der Gleitebene

Darüber hinaus ist zu erkennen, dass der Riss knapp unterhalb der Oberfläche auf einer sehr kurzen Länge an einer Phasengrenze in eine Richtung von etwa 90° zur Oberfläche abgelenkt wird. Der ursprüngliche Winkel, und damit wahrscheinlich auch das ursprünglich Gleitsystem, werden anschließend wieder aufgenommen. Der Kontrast der Phasengrenzen konnte in diesem Fall aufgrund der Tatsache, dass es sich um automatisiert erzeugte Schnitte (sog. slice & view Technik) handelt, nicht mittels chemischer Analyse herausgearbeitet werden. Trotzdem lassen sich die Grenzflächen der Lamellen erkennen und wurden mit weißen Linien leicht versetzt in Bild 5-68b eingezeichnet.

Der letzte mittels FIB-Technik untersuchte Riss ist in Bild 5-69 dargestellt. Die untere Risspitze hat transkristallin ein α_p -Korn durchquert und sich dabei wiederum der Basalebene mit einem Schmidfaktor von $S=0,34$ bedient, Teilbild a).

Die in Bild 5-69b gezeigte zugehörige Schnittebene dokumentiert, dass sowohl Rissflanke als auch berechnete Gleitebene fast senkrecht in die Probe hinein verlaufen (ca. 94°). Das Korn ist allerdings recht flach, sodass der Riss bereits sehr nahe der Oberfläche an der ersten Phasengrenze (der besseren Darstellbarkeit halber als weißer Strich nachgezeichnet) leicht abknickt.

Die zusätzlich in Teilbild a gezeigte Schnittebene 2 befindet sich wiederum in einem Lamellenpaket. Die Zuordnung des entsprechenden Gleitsystems war hier nicht möglich, da auf-

grund starker Verformung der Mikrostruktur die Qualität der Orientierungsmessung nicht ausreicht, um zuverlässige Daten zu ermitteln.

Trotzdem zeigt die Aufnahme der Schnittebene, dass der Riss unter einem Winkel nahe 45° sehr geradlinig und parallel zu den Lamellengrenzen in den Werkstoff gewachsen ist. Mit Erreichen der ersten Phasengrenze ändert der Riss im folgenden α_p -Korn seine Richtung um ca. 90° und wächst eher gezackt weiter.

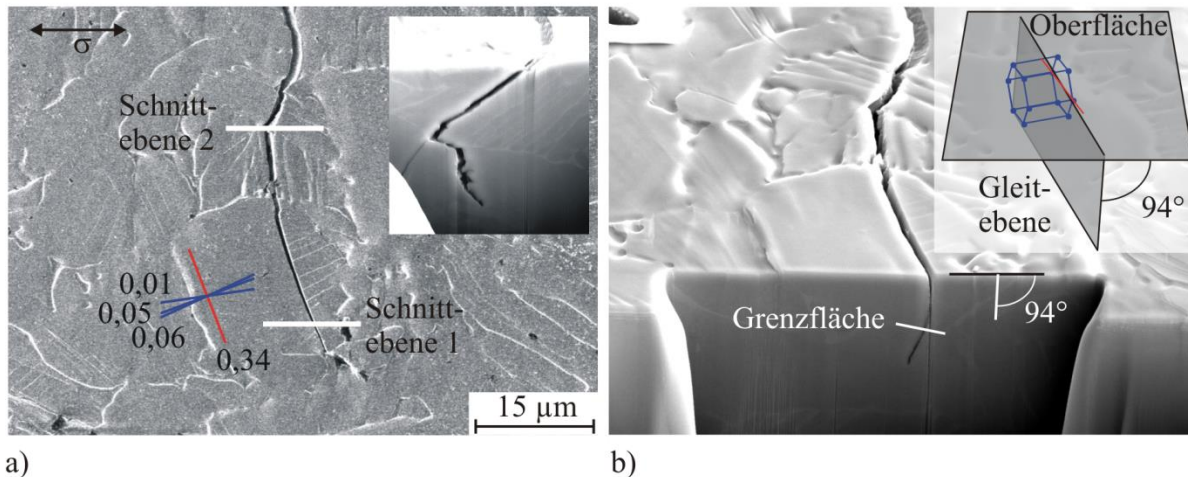


Bild 5-69: Dreidimensionale Analyse der Rissausbreitung mittels FIB: a) Oberfläche mit Schnittebene 2, b) Schnittebene 1 mit berechneter Darstellung der Gleitebene

5.2.5. Experimente zur Bestimmung von Modellparametern

Für die Modellierung der mikrostrukturbasierten Rissausbreitung ist neben den charakteristischen Rissausbreitungsmechanismen auch die Kenntnis verschiedener Werkstoffparameter erforderlich. Diese beinhalten neben der Dauerfestigkeit auch die zyklischen Fließspannungen $\sigma_{f,zyk}$, welche hier anhand zyklischer Spannungs-Dehnungs-Hysteresen bestimmt werden müssen. Die von DÜBER (2006) am Duplexstahl angewendete Vorgehensweise zur separaten Bestimmung der Parameter für jede Phase mittels Hall-Petch Analyse an einphasigen Modellwerkstoffen (Austenit und Ferrit) kann im Fall der Titanlegierung nicht analog angewendet werden.

Daher sind zur Bestimmung der Fließspannungen verschiedene gesamtdehnungsgeregelte Versuche mit unterschiedlicher Gesamtdehnungsamplitude und konstanter Frequenz ($f=1$ Hz) durchgeführt worden. Bild 5-70 enthält die entsprechenden Wechselverformungskurven für den mill-geglühten, Teilbild a, und den lösungsgeglühten Zustand, Teilbild b. Für beide Mikrostrukturen steigt mit sinkender Belastung die Lebensdauer. Weiterhin zeigen alle Kurven eine stetige zyklische Entfestigung ohne ausgeprägten Sättigungsbereich.

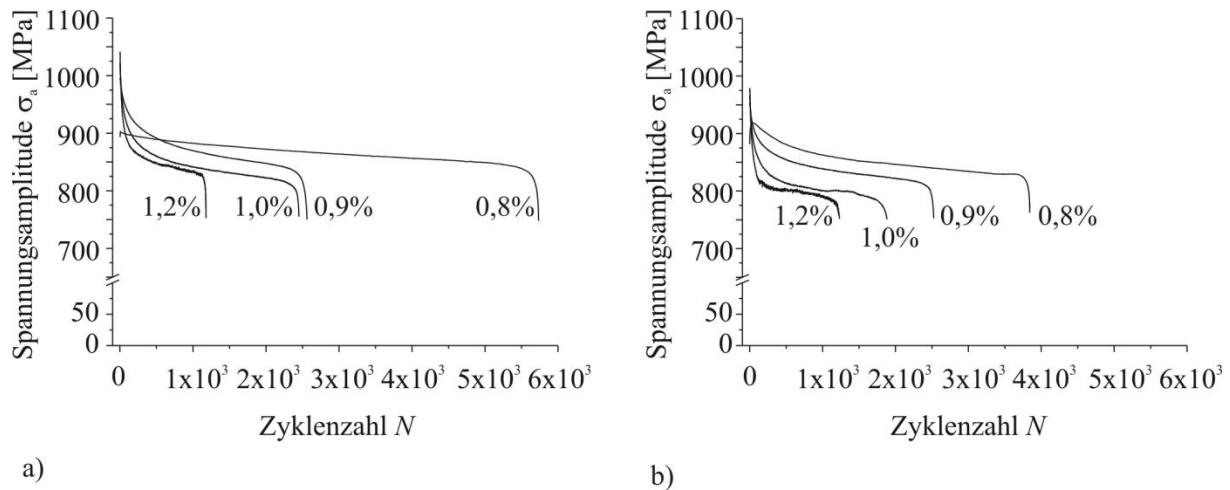


Bild 5-70: Wechselverformungskurven in Gesamtdehnungsregelung für a) mill-geglühten Zustand und b) sht-Zustand

Zur Bestimmung der zyklischen Spannungs-Dehnungskurven wurden daher die jeweiligen Spannungs-Dehnungshysteresen nach der halben Lebensdauer ausgewertet. Dazu ist es zunächst erforderlich, die Nichtlinearität im elastischen Verhalten rechnerisch zu kompensieren, um den plastischen Anteil zu separieren. Im vorliegenden Fall ist dies anhand des in Kapitel 2 beschriebenen k -Konzepts geschehen.

Anschließend wurden die Halbäste aus dem Zugbereich mittels $\frac{1}{2}$ -Faktor normalisiert. Bild 5-71 zeigt die auf diese Art und Weise erhaltenen Kurven für die mill-geglühte, Teilbild a, und die lösungsgeglühte Mikrostruktur, Teilbild b. Es ist sofort ersichtlich, dass kein Masing-Verhalten vorliegt, welches das Aufeinanderliegen aller Kurven bewirkt.

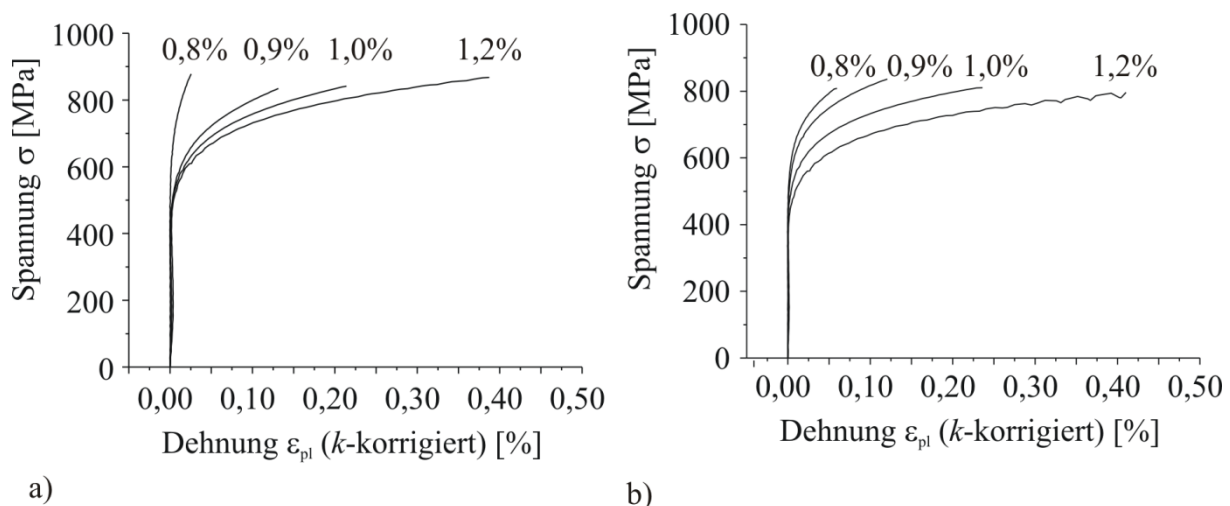


Bild 5-71: zyklische Spannungs-Dehnungskurven nach k -Korrektur für a) mill-geglühten Zustand und b) sht-Zustand

Zur Bestimmung der zyklischen Fließspannung wird die der bei den Rissausbreitungsexperimenten verwendeten Belastungssituation am nächsten liegende Dehnungsamplitude von

$\varepsilon_{a,ges}=0,8\%$ gewählt. Anschließend wird die nach der halben Lebensdauer gemessene Spannungs-Dehnungs-Hysterese direkt ausgewertet. Bild 5-72 zeigt die entsprechende Hysterese nach der halben Lebensdauer.

In Teilbild a repräsentieren die offenen Kästchen die Kurve der Rohdaten nach Abzug des linear-elastischen Anteils. Die geschlossenen Kästchen zeigen die Hysterese nach Durchführung der k -Korrektur mit den angegebenen Werten. Dem unterschiedlichen Verhalten in Zug- und Druckphase ist mit Verwendung zweier k -Werte Rechnung getragen worden. Diese Hysterese ist in Teilbild b nochmals dargestellt (jetzt offene Kästchen), wobei der Zughalbst mittels $\frac{1}{2}$ -Gesetz normalisiert wurde (geschlossene Kästchen). Die zyklische Fließspannung wurde an dieser Kurve bei 0,01% plastischer Dehnung ermittelt. Es ergibt sich ein Wert von $\sigma_{f,zyk}=740$ MPa. Der Vergleich mit denen in Bild 5-71a dargestellten Kurven zeigt, dass sich bei höheren Gesamtdehnungsamplituden entsprechend niedrigere Werte für $\sigma_{f,zyk}$ bei 0,01% plastischer Dehnung ergeben würden.

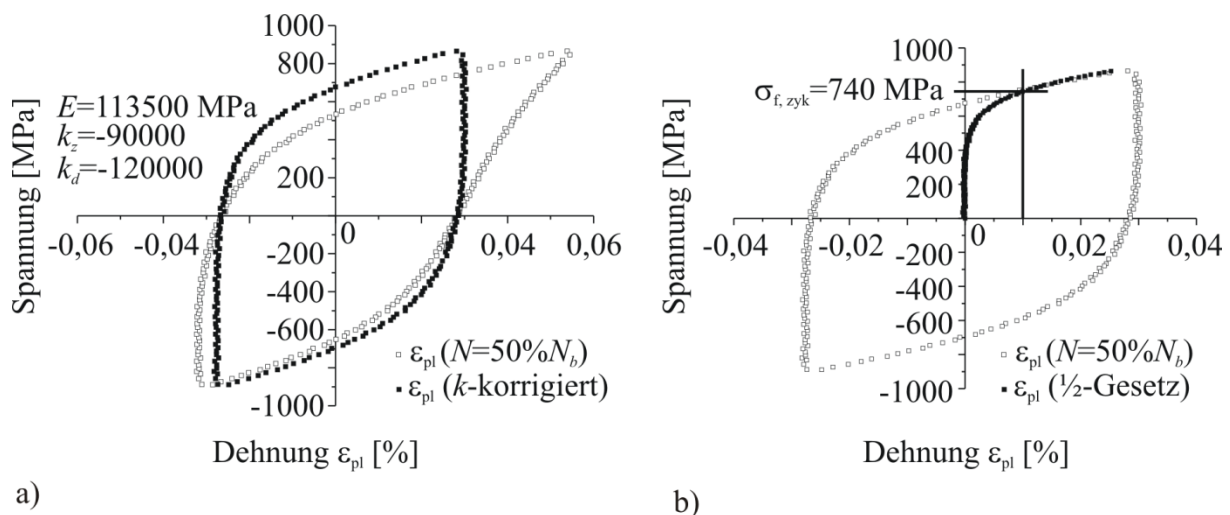


Bild 5-72: Spannungs-Dehnungs-Hysterese des ma-Zustands bei $\varepsilon_{ges}=0,8$ nach $N=50\%N_b$,
a) k -Korrektur und b) Bestimmung der zyklischen Fließspannung

Analog zum mill-geglühten Zustand sind die Daten der sht-Mikrostruktur ebenfalls ausgewertet worden. Die Ergebnisse sind in identischer Weise in Bild 5-73 gezeigt. Es ergibt sich hier ein etwas niedrigerer Wert für $\sigma_{f,zyk}$ von 656 MPa. Darüber hinaus ist das deutlich duktilere Verhalten dieses Mikrostrukturzustands unter identischen Beanspruchungsbedingungen zu erkennen.

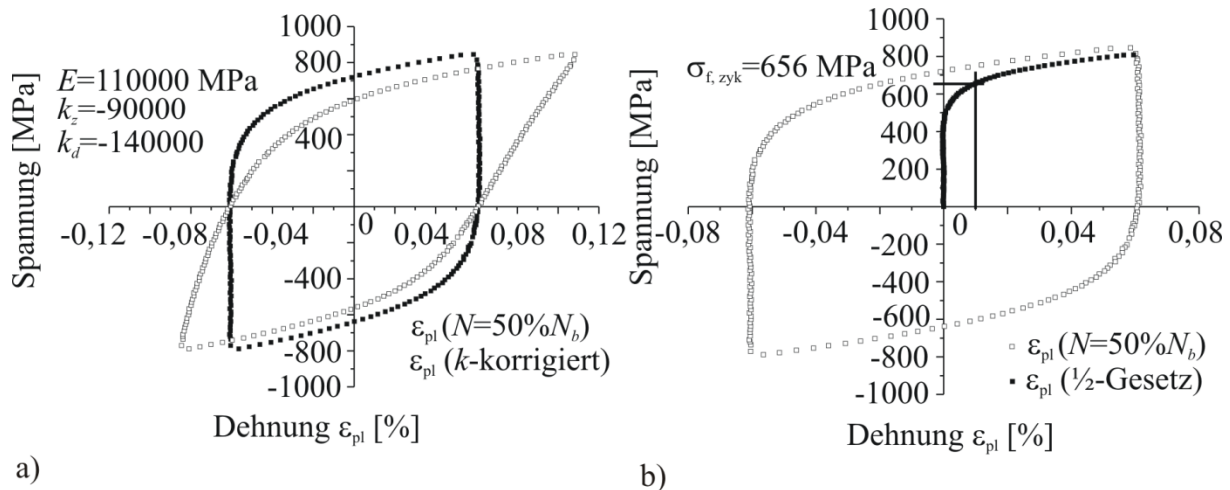


Bild 5-73: Spannungs-Dehnungs-Hysteresen des sht-Zustands bei $\varepsilon_{ges}=0,8$ nach $N=50\%N_b$, a) k -Korrektur und b) Bestimmung der zyklischen Fließspannung

5.2.6. Experimentelle Bestimmung des Ausbreitungsverhaltens langer Ermüdungsrisse

Zur Abschätzung der Restlebensdauer, bzw. der Definition des Abbruchkriteriums im Modell, werden abschließend für beide mikrostrukturelle Zustände die an CT-Proben (engl. compact tension) ermittelten Rissausbreitungsdaten gezeigt. Es wurden jeweils zwei verschiedene Spannungsverhältnisse mit drei Versuchen untersucht ($R=0,3$ und $R=0,7$). Versuchsbedingt wurde die Bestimmung der Schwellenwerte ΔK_0 und der Paris-Geraden getrennt durchgeführt. Alle Ergebnisse sind in Bild 5-74a-f) dargestellt, wobei die Paris-Geraden mittels nichtlinearer Ausgleichskurve interpoliert wurden. In Teilbild a) sind die Kurven für den ma Zustand bei $R=0,3$ gezeigt. Im Falle aller drei Versuche kommt es zum Abknicken der Kurven im Paris-Bereich bei einer Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors ΔK von ca. $10 \text{ MPam}^{0,5}$. Die Kurven verlaufen anschließend wieder linear und gehen in die hellgrau dargestellten Versuchsdaten zur Ermittlung des Schwellenwertes über. Dieser wird ca. bei $3,5 \text{ MPam}^{0,5}$ erreicht. Im Falle des im Teilbild b) gezeigten höheren Spannungsverhältnisses von $R=0,7$ kann kein Abknicken im Paris-Bereich beobachtet werden. Die Kurven verlaufen geradlinig, bis der versuchstechnisch definierte Schwellenwert erreicht wurde. Dieser stellt sich etwa bei $\Delta K_0=2,5$ ein.

Ein sehr ähnliches Bild ergibt sich für den sht-Zustand, dessen Ergebnisse in den Teilbildern c) und d) wiedergegeben sind. Die bei niedrigem Spannungsverhältnis ermittelten Kurven weisen im Paris-Gebiet einen deutlichen Knickpunkt auf, während dieser bei höherem R -Wert nicht mehr auftritt. Die ausgewerteten Schwellenwerte liegen in derselben Größenordnung wie im Fall der ma-Mikrostruktur. Der direkte Vergleich zwischen den Paris-Kurven der beiden mikrostrukturellen Zustände ist in Teilbild e) für den niedrigen R -Wert und in Teilbild f) für den

höheren R -Wert gegeben. Der Knickpunkt bei $R=0,3$ wurde jeweils durch den Schnittpunkt der mittels nichtlinearer Interpolation bestimmten Geradenstücke definiert. Es ist ersichtlich, dass dieser beim ma-Zustand bei geringeren Werten von ΔK einsetzt.

Bei geringen Schwingbreiten sind die Kurven daher leicht parallel zueinander verschoben, während sie im klassischen Paris-Gebiet aufeinander zu liegen kommen. Der sht-Zustand führt schließlich zu höheren Werten bezüglich der kritischen Schwingbreite des Spannungsfaktors ΔK_c . Bei $R=0,7$ (Teilbild f) liegen die Paris-Geraden nahezu aufeinander. Wiederum werden lediglich höhere Werte für ΔK_c beim sht-Zustand erreicht. Eine zusammenfassende Übersichtsdarstellung der auch für die Simulation relevanten Werte ist in Tabelle 5-10 angegeben.

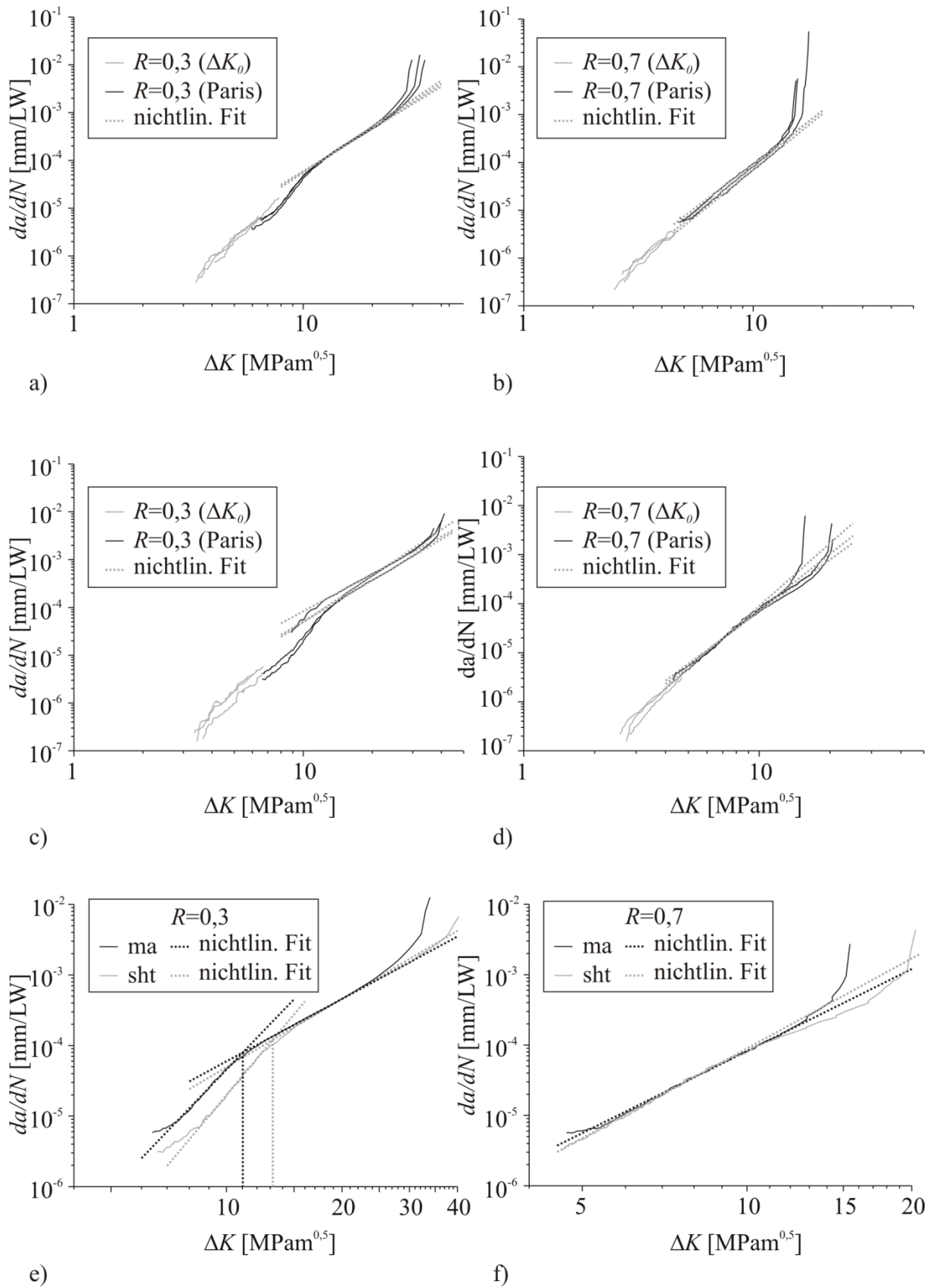


Bild 5-74: Rissausbreitungskurven der Titanlegierung für lange Risse a), b) für den ma Zustand, c), d) für den sht Zustand und e), f) Vergleich beider Mikrostrukturen

Tabelle 5-10: Zusammenstellung der ermittelten Parameter der Langrissmessungen

Mikrostruktur	R	Probe	ΔK_0 [MPam ^{0,5}]	C_p [mm/LW]	m_p	ΔK_c [MPam ^{0,5}]	K_{max} [MPam ^{0,5}]
ma	0,3	1	3,8	$4,5 \times 10^{-8}$	3,1	37	52
		2	3,4	$6,9 \times 10^{-8}$	2,9	38	54
		3	3,6	$3,7 \times 10^{-8}$	3,2	30	42
	0,7	4	2,6	$9,2 \times 10^{-9}$	3,9	18	60
		5	2,5	$1,1 \times 10^{-8}$	3,9	16	54
		6	2,6	$2,1 \times 10^{-8}$	3,7	17	57
sht	0,3	7	3,4	$2,1 \times 10^{-7}$	2,6	38	54
		8	3,5	$3,0 \times 10^{-8}$	3,2	41	58
		9	3,4	$7,0 \times 10^{-8}$	2,9	51	79
	0,7	10	2,6	$2,0 \times 10^{-8}$	3,5	22	72
		11	2,8	$5,1 \times 10^{-9}$	4,2	21	70
		12	2,6	$1,2 \times 10^{-8}$	3,8	16	55

6. Diskussion

In diesem Kapitel werden die vorher dargestellten experimentellen Ergebnisse diskutiert. Um Unterschiede und Gemeinsamkeiten beider Werkstoffe und der verwendeten Methoden herauszustellen, erfolgt die Diskussion, sofern dies möglich ist, vergleichend und bezieht sich dabei auf die jeweiligen Abschnitte des Ergebniskapitels.

6.1. Materialcharakterisierung

Die Mikrostrukturen der beiden Legierungen stehen jeweils in engem Zusammenhang zur jeweiligen vorangegangenen thermomechanischen Wärmebehandlung. Beim Duplexstahl ergibt sich die Längsstreckung des Gefüges während des Gießens (Strangguss mit dendritischer Erstarrung) und des anschließenden Walzens der Stäbe. Dabei richten sich auch die Kornorientierungen in Abhängigkeit von der Umformrichtung aus. Die anschließend durchgeführte Wärmebehandlung hat auf die Textur im Ferrit nur wenig Einfluss, die Körner wachsen lediglich, ändern aber nicht mehr ihre Orientierung. Die Tatsache, dass die mittleren Korndurchmesser der α -Körner mehr als doppelt so groß ausfallen wie die der γ -Körner ist Folge der starken Zwillingsbildung des Austenits während der Rekristallisation, da die Zwillingskorn Grenzen bei der Auswertung berücksichtigt wurden.

Die langsame Abkühlung bedingt dann die Ausscheidung der Austenitphase, bis das Phasengleichgewicht bei etwa 1:1 wieder hergestellt ist. Die Kornorientierung der γ -Phase ergibt sich im Sinne der bekannten Beziehung nach KURDJUMOW & SACHS (1930b), weshalb sich gehäuft die parallele Beziehung zwischen $\langle 011 \rangle_{\alpha}$ -Richtung und $\langle 111 \rangle_{\gamma}$ -Richtung einstellt. Eine von MARINELLI (2011) durchgeführte Analyse der im untersuchten Gefügebrauch (Querschliff) vorhandenen Phasengrenzen hat ergeben, dass von lediglich 10% der gefundenen Phasengrenzen die Orientierungsbeziehung erfüllt wird. Dies kann daran liegen, dass die wachsenden Austenitkörner auf viele Ferritkörner anderer Orientierung treffen und sich so vornehmlich beliebig orientierte Phasengrenzen ausbilden. Dieser Zusammenhang spielt zur Bewertung des Ermüdungsverhaltens und vor allem der Barrierewirkung von Phasengrenzen eine wichtige Rolle.

Bei den mittels TEM-Analysen der Mikrostruktur im Ausgangszustand nachgewiesenen nadel-förmigen Ausscheidungen im Ferrit handelt es sich mit an Sicherheit grenzender Wahrscheinlichkeit um Chromnitride mit hexagonaler Struktur vom Typ Cr_2N . Auch wenn hier keine explizite Indizierung der Überstruktureffekte vorgenommen werden konnte, so ist die Orientierungsbeziehung $\langle 001 \rangle_{\alpha} \parallel \langle 0001 \rangle_{\text{Cr}_2\text{N}}$ in Übereinstimmung mit Aussagen der Literatur

(NILSSON 1992). Üblicherweise entstehen diese Ausscheidungen entweder beim Auslagern des Werkstoffs im Bereich von 700-900°C an den Ferritkorngrenzen, bzw. an den Phasengrenzen, oder während des raschen Abkühlprozesses innerhalb größerer Ferritkörner (HERTZMAN & CHARLES 2011). Letzteres ist im vorliegenden Fall plausibel, da die Löslichkeit von Stickstoff in Ferrit wesentlich geringer ist als in Austenit. Bei der Wärmebehandlung kommt es zur Übersättigung des Ferrits und bedingt durch die rasche Abkühlung aufgrund der verlängerten Diffusionswege zur Ausscheidung vor allem in größeren Ferritkörnern. Die Auswirkungen der Chromnitride auf die globalen Ermüdungseigenschaften des Werkstoffs dürften nach Ansicht des Autors im vorliegenden Fall allerdings eher gering ausfallen, da sie nicht flächendeckend in allen Ferritkörnern beobachtet werden konnten. Diese Thematik wird jedoch im entsprechenden Unterkapitel zur Lebensdauerbeschreibung nochmals aufgegriffen. Im Austenit sind hingegen keine Ausscheidungen vorhanden. Vielmehr lassen sich hier lediglich planare Versetzungsstrukturen und Stapelfehler in geringer Dichte finden. Dies ist im Wesentlichen dem Stickstoff zuzuschreiben, der als Legierungselement im Austenit die Stapelfehlerenergie senkt und aufgrund von Nahordnungseffekten planares Gleiten begünstigt (HERZMANN & CHARLES 2011). Obwohl Stickstoff die Festigkeit von Austenit steigert, ist dieser Effekt hier nicht so stark ausgeprägt, dass die γ -Phase fester als die α -Phase wäre, wie die Härtemessungen an den einzelnen Phasen dokumentiert.

Dieser Sachverhalt lässt sich anhand der im Zugversuch ermittelten mechanischen Kennwerte wiedererkennen, da bereits bei kleinen Spannungen plastische Verformung einsetzt. Diese ist auf die weichere Austenitphase zurückzuführen. Tendenziell sind die Werte in guter Übereinstimmung mit denen von DÜBER (2007).

Die in zwei Wärmebehandlungszuständen untersuchte Titanlegierung weist grundsätzlich andere mikrostrukturelle Eigenschaften auf. Es handelt sich hierbei zwar auch um ein Gefüge, welches aus zwei Phasen besteht, allerdings ist die Morphologie gänzlich anders als im Duplexstahl. Die Alphaphase ist in globulare Körner und Lamellen zu unterteilen. Erstere entstehen bereits bei erhöhter Temperatur und werden beim Schmiedeprozess (der unterhalb der Transustemperatur stattfand) mit umgeformt, während sich letztere erst aus der globularen Betaphase während der Abkühlung nach der Umformung bilden. Zwischen den α_s -Lamellen verbleiben daher sehr schmale Betasäume. Im Prinzip gelten diese Aussagen für beide Zustände (ma und sht), die längere Haltezeit oberhalb der Schmiedetemperatur führt im sht-Zustand allerdings zu einem insgesamt gröberen und homogeneren Gefüge, welches in der Auswertung der Korngrößen und der Misorientierung wiedergespiegelt wird. Während beim sht-Zustand die globularen α -Körner homogen sind, zeigt sich beim ma-Zustand, dass viele

Körner eine intragranulare Misorientierung aufweisen. Sie ist Folge einer unvollständigen Rekristallisierung nach der Umformung. Dass solche Misorientierungsverläufe Folge von plastischer Verformung sind und die EBSD-Technik dazu genutzt werden kann, diese zu bestimmen, haben KAMAYA ET AL. (2006) gezeigt. Prinzipiell ist es sogar möglich, die geometrisch notwendige Versetzungsdichte durch mathematische Manipulation aus diesen Daten zu bestimmen, welches BRITTON ET AL. (2010) an der identischen Titanlegierung durchgeführt haben, wie sie hier untersucht wird.

Die vorhandenen Eigenspannungen und mögliche Substrukturen (Subkörner) sind also ein wesentlicher Unterschied zwischen ma- und sht-Zustand, während die Texturanalyse der α -Phase keine großen Unterschiede aufweist. Es ist vielmehr aufgrund der hohen Schmiedetemperatur und der Art der Umformung keine Textur ersichtlich. Allerdings ist die untersuchte Fläche recht klein, sodass texturierte Makrozonen im Schmiedeteil durchaus vorkommen aber unentdeckt bleiben könnten. OBERWINKLER (2010) hat an gleichen Bauteilen mittels Röntgenfeinstrukturanalyse größere Bereiche untersucht und ebenfalls keine Textur feststellen können, sodass die hier gewonnenen Daten als repräsentativ angesehen werden können.

Die integral gemessenen Härtewerte lassen keinen Unterschied zwischen beiden Wärmebehandlungszuständen erkennen, weshalb die örtlich besser auflösenden Triboindentermessungen durchgeführt wurden. Da es sich bei beiden Werkstoffzuständen um identische Legierungszusammensetzungen handelt, wird auch im Falle der separaten Phasenmessung kein Unterschied zwischen α_p und α_s für ma und sht festgestellt. Diese Beobachtung ist wichtig, da sie die Zuweisung identischer Materialkonstanten für globulare Körner und Lamellen im Rissausbreitungsmodell in Kapitel 7 rechtfertigt.

Von größerer Bedeutung ist hingegen die Orientierung der einzelnen Körner in Relation zum Eindringkörper. Die gezielte Indentierung der Extremorientierungen zeigt klare Unterschiede und weist auf die hohe plastische Anisotropie der hexagonalen Phase hin. MERSON ET AL. (2008) und VISWANATHAN ET AL. (2005) kommen in ihren Arbeiten zu sehr ähnlichen Aussagen wie in der vorliegenden Untersuchung gezeigt. Letztgenannte Autoren konnten zeigen, dass im Falle von basal orientierten Körnern vor allem Stufenversetzungen mit dem Burgersvektor $\langle c + a \rangle$ generiert werden, während in den weicheren Körnern vorwiegend Schraubenversetzungen mit Burgersvektor $\langle a \rangle$ zu finden sind. Der höhere Widerstand gegen die Verformung ergibt sich direkt aus der höheren Aktivierungsspannung, die für $\langle c + a \rangle$ Versetzungen aufzubringen ist. Die beobachtete Unstetigkeit im Verlauf der Kraft-Weg-Kurven im Falle der basal orientierten Körner spiegelt diesen Effekt ebenfalls wider. Nach Ansicht des Autors handelt es sich hierbei um den sogenannten Pop-in Effekt, der bei

der Versetzungsemission zu beobachten ist. Für harte Materialien ist dieser einmalig und ausgeprägt, während bei weicheren das Einsetzen der plastischen Verformung offenbar sukzessive erfolgt (GRAU ET AL. 2002).

Dass der Zusammenhang zwischen Härte und kritischer Schubspannung nicht exakt durch die Experimente wiedergegeben werden kann, ist mit der erforderlichen beliebigen, dreidimensionalen Verformung zu erklären, die der Indenter erzwingt. Wichtig in diesem Zusammenhang ist allerdings die Beobachtung von VISWANATHAN ET AL. (2005), dass die bevorzugt aktivierten Gleitsysteme von einem relativ hohen Schmidfaktor gekennzeichnet sind. Für die Modellierung bedeutet dies, dass die Berücksichtigung der Orientierung allein ausreichend erscheint, vor allem vor dem Hintergrund, dass bei der betrachteten Kurzrissausbreitung keine geometrisch beliebige plastische Verformung notwendig ist.

Die höheren Festigkeitswerte des ma-Zustands unter monotoner Verformung sind mit Hilfe der feineren Mikrostruktur und damit erhöhter Dichte von Phasen- und Korngrenzen im Sinne der bekannten Hall-Petch-Beziehung (Gleichung 2-8) zu erklären. Hinzu kommen die oben besprochenen Eigenspannungen im unvollständig rekristallisierten Gefüge des ma-Zustands.

6.2. Wöhlerkurve

Die am Duplexstahl gewonnenen Ermüdungsdaten lassen den Schluss zu, dass es, abgesehen von den Durchläufern, unabhängig vom Spannungsverhältnis entweder zu Rissinitiierung an der Oberfläche mit Versagen im konventionellen Zeitfestigkeitsbereich oder zum Versagen an inneren Einschlüssen bei höheren Lastspielzahlen, bzw. längerer Lebensdauer kommt. Die Mechanismen an der Oberfläche werden im Kapitel zur Schädigungs- und Rissinitiierung diskutiert, folgend wird zunächst auf den eher selten beobachteten Effekt der Rissinitiierung an inneren Einschlüssen eingegangen.

Die chemischen Analysen auf der Bruchfläche identifizieren die Einschlüsse als nichtmetallische Schlackeeinschlüsse. Es handelt sich also nicht um wünschenswerte festigkeitssteigernde Ausscheidungen oder um legierungsbedingt unvermeidbare Ausscheidungen zur Bindung von Verunreinigungen, wie es z. B. Titancarbonitride wären. Trotzdem kann die typischerweise in Verbindung mit Fischaugen auftretende ODA um den Einschluss herum beobachtet werden. Die Ausbildung selbiger ist am ehesten mit der Theorie von SAKAI (2006) zu erklären, da der Duplexstahl im Vergleich zu den hochfesten Stählen als duktil angesehen werden kann.

Der Ansatz von MURAKAMI & ENDO (1986) zur Abschätzung der Dauerfestigkeit nach Gleichung (2-20) führt im vorliegenden Fall zu Werten zwischen 324 und 385 MPa für $R=-1$. Damit fügen sich diese Werte sehr gut in die ermittelte Dauerfestigkeit nach dem Treppenstu-

fenverfahren entsprechend Tabelle 5-4 ein. Kritisch zu bewerten ist allerdings die Bestimmung der Einschlussgröße, die im vorliegenden Fall nur an der Bruchfläche erfolgen konnte und somit nicht zwangsläufig der Definition nach Bild 2-19 genügt. Ebenfalls ist die Anzahl der gefundenen Einschlüsse sehr klein.

Es stellt sich nun die Frage, ob es sich beim Duplexstahl um einen Typ I oder Typ II Werkstoff entsprechend der Einteilung nach MUGHRABI (2002) handelt. CHAI (2006), der auch einen Duplexstahl untersuchte, konnte zwar ebenfalls einige wenige Fälle von Versagen an inneren Einschlüssen beobachten, trifft allerdings keine Aussage zum Typ der Ausscheidungen. Der spezielle Fall von fertigungsbedingt vorhandenen Einschlüssen aus der Schlacke ist nach Meinung des Autors dieser Arbeit als extrinsisch und daher als technologische, nicht als physikalische Definition der Dauerfestigkeit zu bewerten, woraus sich grundsätzlich ein Verhalten nach Typ I ableiten lässt.

Die Wöhlerdaten der Titanlegierung zeigen, dass es im Bereich höherer Spannungsamplituden im klassischen Zeitfestigkeitsbereich, d. h. wenn die Rissausbreitung lebensdauerbestimmend wird, keine Unterschiede im Ermüdungsverhalten gibt. Im Bereich der Dauerfestigkeit stellt sich heraus, dass zum einen die Wechselfestigkeit im Falle vom lösungsgeglühten Zustand geringer ausfällt als beim ma-Zustand, bei diesem aber dafür die Streuung sehr viel größer ist und sich über fast zwei Dekaden erstreckt. Dies lässt sich unter anderem durch die Größenunterschiede der mikrostrukturellen Barrieren erklären.

Es werden hier die bereits im Zugversuch festgestellten Tendenzen im Sinne der Hall-Petch Beziehung bestätigt. Andererseits bedingt die inhomogene, nicht vollständig rekristallisierte Mikrostruktur des ma-Zustands die größere Streuung im durch die Rissinitiierung bestimmten Bereich der Dauerfestigkeit. Zu sehr ähnlichen Ergebnissen gelangt OBERWINKLER (2010), der das Ermüdungsverhalten der Titanlegierung anhand von Umlaufbiegeversuchen charakterisiert hat. Rissinitiierung im Inneren der Proben, wie beim Duplexstahl, konnte nicht festgestellt werden. Dies hängt zum einen mit der größeren Reinheit der Titanlegierung zusammen, die das Auftreten von Einschlüssen offenbar verhindert, zum anderen aber auch mit den gewählten Versuchsparametern, da bei Umlaufbiegung die höchste Belastung automatisch an der Probenoberfläche vorliegt. Mit steigenden positiven R -Werten und bei hohen Temperaturen haben NOTKINA ET AL. (2001) eine Tendenz zur Rissinitiierung im Probeninneren bei höheren Lastspielzahlen festgestellt. Die Autoren begründen dieses Ergebnis mit der Ausbildung von Druckeigenspannungen in oberflächennahen Bereichen, die durch Zugeigenspannungen im Probeninneren ausgeglichen werden müssen. Bei $R=-1$ findet dagegen die Rissinitiierung ausschließlich an der Oberfläche statt.

Die Analyse der Bruchflächen liefert einen Hinweis darauf, dass diese in der primären Alpha-phase durch Stadium I Risswachstum einsetzen kann. Dies zeigt die flache, für Stadium I Risswachstum typisch orientierte Rissausgangsstelle. GOLDEN ET AL. (2009) haben ebenfalls solche Rissinitiierungsorte in ihrer Untersuchung gefunden.

6.3. Schädigungsinitiierung durch plastische Verformung

Wie die Ergebnisse zeigen, findet die Schädigungsinitiierung beim Duplexstahl in der weiche- ren Austenitphase statt. Dies steht allerdings im Gegensatz zu den Untersuchungen von CHAI (2006), der vorwiegend in der α -Phase Gleitspuren gefunden hat. In diesem Zusammen- hang ist zu beachten, dass sich die in seiner Untersuchung verwendete Legierung im lö- sungsgeglühten Gusszustand befand und daher den Ergebnissen eine andere Gefügemorpho- logie zugrunde liegt. Die Festigkeiten der beiden Phasen sind hingegen vergleichbar mit de- nen der vorliegenden geschmiedeten Legierung. CHAI (2006) argumentiert in seiner Arbeit mit den Verfestigungseigenschaften der austenitischen Phase, weshalb sie im Verlauf der fort- schreitenden Ermüdungsbelastung zur stärkeren Phase wird und die plastische Verformung daher im Ferrit lokalisiert wird. Die Tatsache, dass eine Verfestigung in diesem Fall lediglich durch akkumulierte plastische Verformung eintreten kann, stützt allerdings die Beobachtun- gen dieser Untersuchung, dass plastische Verformung zunächst im Austenit stattfinden muss. Dies wurde von MATEO ET AL. (2003) für Belastungen im Bereich der Dauerfestigkeit und von JOHANSSON & ODÉN (2000) bei deutlich höheren Spannungen bestätigt.

Die Auswertung der verformten Flächenanteile in Abhängigkeit von der Zyklenzahl zeigt, dass es tendenziell zunächst, ausgehend von den Phasengrenzen, zur Ausbildung von Gleit- spuren kommt, die anschließend in die Körner der γ -Phase, oft bis zur nächsten Phasengrenze, wachsen. Durch die planare Versetzungsanordnung, die sich im Austenit einstellt, kann sich die Abgleitung stark auf das primäre Gleitsystem lokalisieren. Dabei ist die Ausbildung des Höhenprofils innerhalb eines Gleitbandes ebenfalls äußerst heterogen, wie die mittels Raster- kraftmikroskopie durchgeführten Analysen belegen. Diese sind grundsätzlich in guter Über- einstimmung mit den an einphasigem Austenit gewonnenen Ergebnissen von MAN ET AL. (2009). Die Autoren beobachteten ebenfalls graduell wachsende Gleitbänder.

Im Gegensatz zum von den Autoren untersuchten einphasigen Austenit kommt es beim Duplexstahl allerdings offenbar zu einem Sättigungsverhalten ab etwa 10^7 Zyklen. Dies kann mit der von CHAI (2006) erwähnten Kaltverfestigung erklärt werden. Andererseits kann auch nicht ausgeschlossen werden, dass im Verlauf der Belastung andere, vorher nicht betrachtete

Körner beginnen, plastische Verformung aufzunehmen. Die definierende Größe für Schädigungsinitiierung im Sinne von Ableitungsprozessen ist ohne Zweifel der Schmidfaktor, der hohe bis sehr hohe Werte für zwei Drittel der untersuchten Gleitsysteme annimmt. Ebenfalls kommt den Grenzflächen im Duplexstahl eine große Bedeutung zu, die im Folgenden gesondert diskutiert wird.

Eine allmähliche Schädigungsinitiierung ohne Rissbildung wie im Duplexstahl kann aufgrund der höheren Festigkeit und der geringeren Duktilität für die Titanlegierung bei den angewendeten Belastungen nicht beobachtet werden.

6.4. Rissinitiierung

Die Risse im Duplexstahl initiieren bei geringer Belastung überwiegend an den Phasengrenzen. Diese Tatsache ist durch die elastische und plastische Inkompatibilität, die besonders an den Phasengrenzen zu zusätzlichen Spannungen führt, erklärbar. Grundsätzlich hat auch DÜBER (2007) vornehmlich Rissinitiierung an den Phasengrenzen festgestellt. Die selbst bei einphasigen polykristallinen Werkstoffen auftretenden elastischen Anisotropiespannungen werden bei mehrphasigen Werkstoffen mit unterschiedlicher Kristallstruktur noch verstärkt. Eine relativ einfache Möglichkeit, den Einfluss der elastischen Anisotropie analytisch zu quantifizieren, stellt die Berechnung des E -Moduls in Zugrichtung nach Gleichung (2-7) dar. Die Anwendung für den in Bild 5-20a dargestellten Riss ergibt beispielsweise einen E -Modul von 219 GPa für das ferritische und 107 GPa für das austenitische Korn in Zugrichtung. Im Falle des in Bild 5-20b gezeigten Risses führt diese Berechnung zu einer ähnlichen Tendenz (Ferrit: 222 GPa, Austenit: 115 GPa).

Wie sich zeigt, ist dieses ursprünglich für einphasige Werkstoffe herangezogene Vorgehen durchaus auch auf zweiphasige Werkstoffe anwendbar und kann Rissinitiierung an Phasengrenzen im Duplexstahl erklären. Eine numerische Erweiterung in Form eines kristallplastischen Modells, die neben der elastischen auch die plastische Anisotropie berücksichtigt, die sich aus der unterschiedlichen Orientierung der Gitterebenen benachbarter Körner ergibt, wurde von DÖNGES ET AL. (2012) am Beispiel des in Bild 5-20b gezeigten Risses durchgeführt. Die gewonnenen Ergebnisse zeigen, dass die plastische Verformung im Bereich der Phasengrenze besonders hoch ist und deshalb die Rissinitiierung hier sehr wahrscheinlich ist. Von wesentlich geringerer Häufigkeit ist im Duplexstahl die Rissinitiierung innerhalb der Austenitphase. Die Mechanismen sind hier vergleichbar mit jenen in einphasigem Austenit und die Folge der auf den durch plastische Verformung aktivierten $\{111\}$ -Gleitebenen statt-

findenden Oberflächenaufrauung. Der spezielle Fall der Zwillingskorngrenzen wird gesondert im nächsten Unterkapitel diskutiert.

Die Rissinitiierung im Titan findet in beiden Gefügemodifikationen vorwiegend interkristallin zwischen den α_s -Lamellen statt. Generell sind die bevorzugten Rissinitiierungsorte im Falle bimodaler Gefügestände stark von der (Mikro-) Textur der primären Alpha-Phase abhängig. Zu entsprechenden Ergebnissen kommen BANTOUNAS ET AL. (2009) in ihrer Untersuchung verschieden stark texturierter Gefügestände der Titanlegierung Ti6Al4V. Im vorliegenden Fall ist allerdings keine starke Textur zu beobachten, d. h. nur einzelne (nicht zusammenhängende) Körner der primären Alpha-Phase sind günstig für die bevorzugte basale Abgleitung orientiert. Dies hat zur Folge, dass die Grenzflächen zwischen den sekundären Alpha-Lamellen zum dominierenden Rissinitiierungsort werden. Im Falle hochzyklischer Ermüdungsbedingungen bei Raumtemperatur kommen BENSON ET AL. (1972) zu ähnlichen Beobachtungen. Die Autoren beschreiben die Rissinitiierung als Versagen der Phasengrenzen, ohne dass es einer zusätzlichen Spannungserhöhung auf diese durch plastische Verformung, also Abgleitung, innerhalb der benachbarten Beta-Körner bedarf. Allerdings ist die zweiphasige Mikrostruktur des in diesem Fall untersuchten Werkstoffs vollständig globular.

Aufgrund der Burgers-Beziehung ist es innerhalb der α_s -Kolonien zwischen den einzelnen Lamellen auch denkbar, dass die Rissinitiierung durch Abgleitung auf den prismatischen Ebenen stattfindet. Die in der Mehrzahl der beobachteten interkristallinen Risse vorliegende senkrechte Orientierung zur äußeren Belastung lässt allerdings den Schluss zu, dass es auch im Falle von α_s -Lamellen zum durch Normalspannungen kontrollierten Versagen der Grenzebene kommt.

6.5. Bedeutung spezieller Korngrenzen

Wie die Ergebnisse zeigen, kommt den in der Austenitphase des Duplexstahls vorhandenen Rekristallisationszwillingsgrenzen eine besondere Rolle bei der Schädigungsinitiierung zu. Diese Beobachtung ist in Übereinstimmung mit der Beobachtung der speziellen Korngrenzen, d. h. solcher Korngrenzen, die sich in ihrem Verhalten merklich von durchschnittlichen Korngrenzen unterscheiden (RANDLE 2006). Entsprechend dem sogenannten CSL-Konzept (engl. coincidence site lattice) kann gezeigt werden, dass jede dritte Atomposition der jeweiligen Gitter beider angrenzender Körner bei Zwillingsgrenzen identisch ist. Im Falle flächenzentrierter Metalle handelt es sich daher um sogenannte $\Sigma 3$ -Korngrenzen. Diese sind im vorliegenden Fall außerdem als kohärent zu bezeichnen und besitzen eine geringe Grenzflächen-

energie. Die Ergebnisse dokumentieren, dass die Zwillingsgrenzen keinen, oder nur einen sehr geringen Widerstand gegen Versetzungstransmission aufweisen, obwohl der Kippwinkel zwischen dem primären Gleitsystem mit 60° relativ groß ist. Dies führt direkt zur Annahme, dass der Kippwinkel nicht dominierend für die Barrierewirkung einer Korngrenze gegen Versetzungsbewegung sein kann.

Vielmehr lässt sich der Schluss ableiten, dass dem Drehwinkel eine entscheidende Bedeutung zukommt. Diese Ergebnisse stehen im Einklang zu den Rissausbreitungsmessungen von DÜBER (2007). Eine sehr ähnliche Charakteristik der Gleittransmission konnte zudem von GEMPERLOVA ET AL. (2002) anhand von Bikristallexperimenten nachgewiesen werden. Auch wenn die Autoren hier keinen flächenzentrierten Werkstoff benutzten, haben sie ebenfalls Gleittransmission (unter Aufspaltung der Versetzungen) über die Grenze ins Nachbarkorn, oder Versetzungsbewegung in der Korngrenze beobachten können. Die in wenigen Fällen eintretende, den Abgleitvorgängen folgende Rissinitiierung auf der Zwillingsgrenze ist von BLOCHWITZ & TIRSCHLER (2005) an austenitischem Stahl häufig beobachtet worden. Die Autoren konnten zeigen, dass es an der Oberfläche der Zwillingsgrenzen zu zusätzlichen, der äußeren Belastung überlagerten Anisotropiespannungen kommt. Aufgrund der Zweiphasigkeit im Duplexstahl ist dieser Effekt offenbar nicht in dominierender Form ausgeprägt. Außerdem verlässt der Riss nicht innerhalb des Zwillingskorns die Korngrenze, um in einem der beiden Körner weiter zu wachsen, wie es BLOCHWITZ & TIRSCHLER (2005) beobachten konnten.

Zumindest im mittels fokussierter Ionenstrahltechnik im Rasterelektronenmikroskop untersuchten Querschnitt ist der Riss der Zwillingsgrenze bis zur nächsten Korngrenze vollständig gefolgt. Dies kann damit zusammenhängen, dass die nach BLOCHWITZ & TIRSCHLER (2005) zur Ablenkung notwendige Risstiefe im vorliegenden Fall nicht erreicht wurde. Im Prinzip gelten für die Zwillingsgrenzen im Duplexstahl aber offenbar dieselben Charakteristiken wie in einphasigem Austenit.

6.6. Bedeutung der nicht speziellen Korn- und Phasengrenzen

Im Gegensatz zu den Zwillingsgrenzen, die aufgrund ihrer besonderen Struktur keinen nennenswerten Widerstand gegen Versetzungstransmission aufweisen, stellen die Phasengrenzen die entscheidende Hinderniswirkung dar, die nach Meinung des Autors die intrinsische Dauerfestigkeit des Duplexstahls bestimmt. Die entscheidenden Hinweise darauf liefern vor allem die anhand von TEM-Untersuchungen gewonnenen Ergebnisse, die zeigen, dass die Phasengrenzen wirksame Hindernisse darstellen, an denen sich Versetzungen aus der weicheren

Austenitphase aufstauen. Wie bereits weiter oben diskutiert wurde, gibt es in der Mikrostruktur nur wenige Phasengrenzen, deren angrenzende Körner der Orientierungsbeziehung nach KURDJUMOW & SACHS (1930b) genügen. Diese Beobachtung unterstreicht die Wirksamkeit der Phasengrenzen gegen plastische Verformung. Es ist zunächst zu erwarten, dass Phasengrenzen, die die Beziehung erfüllen, in Folge der speziellen Orientierung weniger effektiv bezüglich der Barrierewirkung sind. Zu beachten ist dabei aber, dass das Vorhandensein dieser Beziehung allein nicht zwangsläufig in geringer Barrierewirkung resultiert. Die Orientierung der primären Gleitsysteme in Bezug auf die äußere Spannung muss gleichzeitig günstig für Abgleitung sein. Daher wird die plastische Verformung bei hinreichend kleinen Belastungsamplituden nicht in die festere Ferritphase übertragen. Diese Ergebnisse werden auch von der von DÜBER (2006) durchgeführten experimentellen Hall-Petch-Analyse bestätigt, die die Phasengrenzen als deutlich stärkere Barrieren identifiziert als es die Korngrenzen sind. Prinzipiell stellen γ -Korngrenzen, in denen eine hinreichend große Verdrehung der aktiven Gleitebenen auftritt, aber ebenfalls einen gewissen Widerstand gegen Rissausbreitung dar. Der mittels FIB-Technik in verschiedenen Schnittebenen beobachtete Riss in Bild 5-26 weist auf diesen Zusammenhang hin. Während an der Oberfläche die Gleitspuren entlang einer Gerade verlaufen, also der Kippwinkel offenbar annähernd verschwindet, zeigt sich unterhalb der Oberfläche, dass der Drehwinkel zwischen den Gleitebenen der beiden Austenitkörner hinreichend groß ist, dass der Riss zum Auffächern und damit zur Nutzung sekundärer Gleitsysteme zur Überwindung der Korngrenze gezwungen wird. Zu ähnlichen Ergebnissen gelangen ZHAI ET AL. (2000) im Fall einer Aluminiumlegierung und HOLZAPFEL ET AL. (2007) an einer Nickelbasislegierung. HERBIG ET AL. (2011) konnten mittels hochaufgelöster Synchrotrontomographie ebenfalls die Bedeutung des Verdrehwinkels als die Höhe der Hinderwirkung bestimmende Größe an Korngrenzen einer einphasigen Beta-Titanlegierung nachweisen.

Die nachfolgende Phasengrenze hat in dem Beispiel von Bild 5-26 nicht so deutliche Konsequenzen bezüglich des Risspfades in Tiefenrichtung. Dies ist dadurch zu begründen, dass das α -Korn nur bis zu einer geringen Tiefe knapp unterhalb der Oberfläche verläuft. Es folgt dann eine weitere Korn- oder Phasengrenze, an der zumindest ein erneutes Abknicken erkennbar ist. Hier sind die weiter oben bereits diskutierten Anisotropiespannungen vermutlich erheblich an der Rissinitiierung und -ausbreitung beteiligt, da der Riss sich als nicht weiter wachstumsfähig bis zum Erreichen der Grenzlastspielzahl von 10^8 Zyklen erwiesen hat. Für die Titanlegierung werden die Grenzflächen im nachfolgenden Kapitel zur Rissausbreitung diskutiert.

6.7. Rissausbreitung

Die Rissausbreitung ist in dieser Arbeit ausführlich nur an der Titanlegierung studiert worden. Im Fall des Duplexstahls sei in diesem Zusammenhang auf die umfangreichen Untersuchungen von DÜBER (2007) verwiesen.

Die Ergebnisse für beide mikrostrukturellen Zustände von Ti6Al4V zeigen an den untersuchten Rissen identische charakteristische Merkmale. Grundsätzlich erfolgt die Ausbreitung kurzer Ermüdungsriss durch Abgleitung auf Gleitsystemen mit hohem Schmidfaktor. Innerhalb der primären Alphakörner ist häufig die Basalebene diejenige, die deutlich bevorzugt aktiviert wird. Innerhalb der Lamellen werden bevorzugt die prismatischen Ebenen aktiviert, vor allem sobald die Risse zwischen den Lamellen verlaufen. BRIDIER ET AL. (2005) haben an einem sehr ähnlichen Gefügestand der vorliegenden Legierung anhand von einsinniger in-situ Verformung ebenfalls Abgleitung auf den basalen und prismatischen Ebenen feststellen können. Nur bei höheren Dehnungen kommen noch die pyramidalen Ebenen erster Ordnung hinzu. Allen in dieser Veröffentlichung untersuchten Gleitsystemen gemein sind die relativ hohen Schmidfaktoren. Die Autoren nennen einen Grenzwert von $S=0,35$, unterhalb dessen keine Abgleitung stattfindet. Bei Betrachtung der entsprechend der Rissverläufe zugeordneten Schmidfaktoren scheint sich dieser Wert auch im Fall zyklischer Belastung annähernd zu bestätigen. Der geringste gefundene Schmidfaktor beträgt hier $S=0,32$.

In den interkristallinen Rissausbreitungsbereichen zwischen den α_s -Lamellen lassen sich jedoch nicht immer zum Rissverlauf passende Gleitsysteme zuordnen. Da in solchen Bereichen die Risse nahezu senkrecht zur äußeren Last verlaufen, ist nach Ansicht des Autors davon auszugehen, dass das Risswachstum durch Versagen der Grenzflächen infolge von Normalspannungen erfolgt, wie im Kapitel zur Rissinitiierung erwähnt und von BENSON ET AL. (1972) beobachtet.

Analog zu den im Duplexstahl gefundenen Einflüssen der Korn- und vor allem Phasengrenzen führen diese auch in der Titanlegierung zu stark alternierenden Rissausbreitungsgeschwindigkeiten, wie es die einzelnen, den Rissen zugeordneten Kurven, zeigen. Dies trifft vor allem im Bereich der Lamellen zu, an denen es häufiger sogar zu zeitweisem Rissstopp kommt. Diese Beobachtung deckt sich mit Ergebnissen von BRIDIER ET AL. (2008). Die Autoren haben in dieser Untersuchung die Ausbreitung von Ermüdungsrissen untersucht und kommen zu dem Schluss, dass sich auf Basalebene gewachsene Risse im primären Alpha deutlich schneller ausbreiten. In dieser Untersuchung sind allerdings nur solche Risse untersucht worden, die auch in α_p -Körnern initiiert sind. Offenbar war dies in diesem Fall die

Mehrzahl, was einerseits mit der vergleichsweise hohen Belastung und zum anderen mit der im Material vorhandenen z. T. stark ausgeprägten Mikrostruktur in Zusammenhang steht.

Die hier untersuchten Mikrostrukturen weisen keine besonders ausgeprägte Textur auf. Dies könnte eine Erklärung sein, weshalb hier die Mehrzahl der gefundenen Risse nicht innerhalb der α_p -Körner wächst, da es keine bevorzugte Textur der Basalebene gibt. Trotzdem ist die Basalebene die bevorzugte Gleitebene in den primären Alphakörnern. Diese Dominanz lässt sich auf die hohe Anisotropie der hexagonalen Phase bezüglich der c-Achse der Elementarzelle zurückführen. So konnten BRIDIER ET AL. (2008) zeigen, dass die Risse in primären Alphakörnern vor allem in sehr steifen Körnern in Bezug auf die Spannungsachse (c-Achse parallel zur Spannungsachse) initiiert sind.

Tritt diese Bedingung zusammen mit einem hohen Schmidfaktor auf der Basalebene mit entsprechender Richtung ein, wird die bevorzugte Rissbildung durch zusätzliche Zugkräfte (aufgrund der hohen Steifigkeit) auf die Basalebene unterstützt. Die dreidimensionale Analyse mittels FIB einiger der im größeren sht-Gefüge gewachsenen Risse bestätigt diese Tendenz ebenfalls. Allgemein erweist sich die Übereinstimmung zwischen berechneter Gleitebene und experimentell beobachteter Rissgeometrie in Tiefenrichtung hier als sehr hoch. Die c-Achse im ersten und dritten rissbehafteten untersuchten Primäralphakorn ist tatsächlich fast parallel zur Spannungsachse orientiert (Bild 5-67 und 5-69).

In allen Fällen folgt der Riss in Tiefenrichtung der Basalebene in Einfachgleitung bis zum Erreichen der nächsten Korn- oder Phasengrenze. An diesen kommt es dann in Abhängigkeit von der Grenzflächenmorphologie zum Abknicken und teilweise auch zum Verzweigen der Risse. Damit stehen die Rissuntersuchungen in Tiefenrichtung in guter Übereinstimmung mit jenen an der Oberfläche. Weiterhin zeigen die Ergebnisse, dass das Stadium I Risswachstum oft nur für ein oder zwei Körner in Tiefenrichtung gilt. Nach Überwindung der ersten, bzw. zweiten Korn- oder Phasengrenze werden bereits mehrere Gleitsysteme aktiviert, oder der Riss wächst möglicherweise sogar normalspannungskontrolliert weiter. Die große Abhängigkeit der Rissausbreitung von lokaler kristallographischer Orientierung sowie von der Grenzflächenmorphologie haben BIROSCA ET AL. (2011) anhand der Titanlegierung Ti6242 mittels Synchrotron-Tomographie bestätigt. Die Tatsache, dass die Autoren in der primären Alpha-phase bevorzugt Risswachstum auf prismatischen Ebenen und in Lamellen bevorzugt auf Basalebene gefunden haben, könnte dem Umstand geschuldet sein, dass die Mikrostrukturen nur bedingt vergleichbar sind. Die Lamellenbereiche sind beispielsweise in der untersuchten Ti6242-Legierung wesentlich feiner.

Wie die Ergebnisse am Duplexstahl und der Titanlegierung zeigen, besitzen die Phasengrenzen in mehrphasigen Werkstoffen offensichtlich die dominierende Bedeutung bei der Widerstandsfähigkeit des Materials gegen Rissausbreitung.

6.8. Versuche zur Lebensdauerbeschreibung und zur Bestimmung von Modellparametern

Die zur Lebensdauerbeschreibung mittels PHYBAL_{LSV} notwendigen Versuche wurden mit verschiedenen Prüfmaschinen und -parametern durchgeführt. Zunächst ist ersichtlich, dass diese Unterschiede lediglich einen sehr kleinen Einfluss auf die Ergebnisse haben. Die aus den Parametern Temperatur, Dehnung und elektrischer Widerstand abgeschätzte Dauerfestigkeit liegt im Bereich zwischen 345 und 360 MPa. Diese Werte sind vor dem Hintergrund der experimentell bestimmten Dauerfestigkeit in Tabelle 5-4 als konservativ zu bezeichnen. Weiterhin lässt sich anhand der Laststeigerungsversuche auch das zyklische Verformungsverhalten des Duplexstahls charakterisieren. Dies wird mit Hilfe der relativen plastischen Dehnung dokumentiert (Bild 5-30) und lässt sich wie folgt beschreiben. Bei niedrigen Spannungen wird die Verformung ausschließlich vom Austenit getragen. Dieser verfestigt bei zunehmender Spannung fortlaufend, wobei der relative Zuwachs der plastischen Dehnung annähernd linear zunimmt. Leicht oberhalb der Spannung, die als Dauerfestigkeit abgeschätzt wurde (ca. bei 360 MPa), bleibt die Zuwachsrate der plastischen Dehnung bei weiterhin linear steigender Spannung fast konstant und fällt sogar leicht ab. Es kann daher davon ausgegangen werden, dass in diesem Bereich auch die ferritische Phase damit beginnt, Verformung aufzunehmen und zunächst verfestigt. Bei hohen Spannungen erfolgen dann Entfestigung und schließlich Rissausbreitung. Grundsätzlich ist dieses Verhalten in ähnlicher Weise anhand von Einstufenversuchen bei hoher und niedriger Belastung von VOGT ET AL. (1999) beobachtet worden.

Eine Korrelation zwischen Mikrostruktur und zyklischem Verhalten im Laststeigerungsversuch zeigt, dass der Ferrit bei Belastungen unterhalb der experimentell bestimmten Dauerfestigkeit keine nennenswerte Versetzungsstruktur besitzt, während im Austenit vorzugsweise planares Gleiten vorliegt. Die vorliegenden Spannungen reichen in diesem Fall nicht aus, um die Phasengrenzen zu überwinden. Bei hohen Spannungen ergibt sich ein anderes Bild. Jetzt ist im Ferrit ebenfalls eine hohe Versetzungsdichte zu beobachten. Die Versetzungen treten dabei teilweise mit den bereits beschriebenen Chromnitriden in Wechselwirkung. Weiterhin sind nun Phasengrenzen vorhanden, die von den Versetzungen überschritten wurden.

VOGT ET AL. (1999) haben das zyklische Verhalten ebenfalls mit der Versetzungsstruktur innerhalb der beiden Phasen korreliert. Während die Autoren im Austenit unabhängig von der Belastungshöhe ebenfalls lediglich planare Versetzungsstrukturen gefunden haben, treten im Ferrit bei hohen Belastungen Labyrinth- und Zellstrukturen auf. Es muss allerdings darauf hingewiesen werden, dass die planare Versetzungsanordnung im Austenit, wie bereits beschrieben, sehr stark vom Stickstoffgehalt abhängt.

Im Fall der Titanlegierung konnten die für die Simulation des Ausbreitungsverhaltens kurzer Ermüdungsrisse erforderlichen zyklischen Fließspannungen nicht in Analogie der Vorgehensweise von DÜBER (2007) mittels Hall-Petch Analyse ermittelt werden. Daher wurden diese Parameter aus Spannungs-Dehnungs-Hysteresen ermittelt. Das zyklische Spannungs-Dehnungsverhalten der Titanlegierung ist für alle ermittelten Dehnungshorizonte von einer kontinuierlichen zyklischen Entfestigung gekennzeichnet. Diese Beobachtung steht grundsätzlich im Einklang mit den Ergebnissen von OBERWINKLER (2010). Für beide mikrostrukturellen Zustände liegt nach k -Korrektur der Hysteresen nach halber Lebensdauer kein Masing-Verhalten vor.

Zur Ableitung der zyklischen Fließspannung wurde das Experiment mit der niedrigsten Dehnungsamplitude gewählt, da diese der bei den Rissausbreitungsexperimenten vorliegenden äußeren Spannung am ehesten entspricht. Die Auswertungen der Hysteresen nach jeweils der halben Lebensdauer führen bei einer plastischen Dehnung von 0,01% auf 740 MPa für das ma-Gefüge und 656 MPa für das sht-Gefüge.

6.9. Langrissausbreitung

Zur Komplettierung der Rissausbreitungsuntersuchungen wurden abschließend Langrissmessungen sowohl am Duplexstahl als auch an den beiden Wärmebehandlungszuständen der Titanlegierung durchgeführt. Im Fall des Duplexstahls zeigt sich eine deutliche Abhängigkeit des Schwellenwertes ΔK_0 vom Spannungsverhältnis R . Diese Abhängigkeit lässt sich auf den von ELBER (1970) erstmals dokumentierten Effekt des Risssschließens zurückführen. Der Autor konnte zeigen, dass selbst unter globalen Zugspannungen Teile der Rissufer geschlossen sein können und so die Rissausbreitung verlangsamen und zu höheren ΔK_0 -Werten führen.

Es ist einsichtig, dass dieser Effekt bei kleineren R -Werten stärker ausgeprägt ist. Diese Tendenz konnten ITURGOY & ANGLADA (1997) ebenfalls im Falle von Duplexstahl nachweisen. Die Autoren kommen in ihren Experimenten insgesamt zu höheren Schwellenwerten (zwischen 10 und 14 MPam^{0,5}) und leicht anderen Steigungen der Paris-Geraden. Diese Unter-

schiede sind zum einen in der Mikrostruktur begründet, da die Korngröße der von den Autoren untersuchten Legierung sehr inhomogen ist und zum Teil Korndurchmesser im Bereich von 100-500 μm vorliegen. Zum anderen können auch die unterschiedlichen Versuchsbedingungen einen Einfluss haben.

Es ist ersichtlich, dass sich das Langrisswachstum mittels empirischer Formel nach PARIS ET AL. (1961) beschreiben lässt. Nicht unerwähnt bleiben soll allerdings, dass sich kurze Risse in der Regel nur eingeschränkt mit diesem Ansatz beschreiben lassen und diese auch unterhalb des Schwellenwertes für lange Risse ausbreitungsfähig sein können, wie in DÜBER (2006) gezeigt werden konnte. Die Bruchflächenanalyse lässt darauf schließen, dass es während der Langrissausbildung auch zu Risswachstum im Stadium I kommen kann. Dies belegen die wenigen glatten Bruchflächenanteile ohne Schwingstreifen auf der Bruchfläche, die dem Bereich der stabilen Rissausbildung zugeordnet werden kann. Dominant ist aber das zu erwartende Risswachstum im Stadium II. Sobald sich der Riss instabil ausbreitet, ist genug Energie vorhanden, um Nebenrisse auf der Bruchfläche zu bilden. Schließlich wurde der Gewaltbruch im unterkühlten Zustand der Probe erzeugt. Dies führt im Ferrit zu sprödem Versagen mit Bildung von Spaltflächen, während der Austenit auch bei tiefen Temperaturen duktil bleibt und sich daher in der Austenitphase ein Verformungsbruch ausbilden konnte.

Die Langrissdaten für die Titanlegierung zeigen bezüglich des Riss-schließeffektes ähnliche Ergebnisse. Die bei höherem R -Wert ermittelten Schwellenwerte sind kleiner als jene bei geringerem R -Wert. Zwischen den mikrostrukturellen Zuständen m_a und s_{ht} lassen sich allerdings keine Unterschiede feststellen. Dies liegt vermutlich daran, dass die Gefügemorphologie sehr ähnlich ist. OBERWINKLER (2010) ermittelte ebenfalls Langrissausbildungsdaten für die Titanlegierung in verschiedenen Gefügestufen. Die Ergebnisse des Schwellenwertes sind annähernd identisch zu denen in dieser Arbeit. Insgesamt sind die Schwellenwerte aber geringer als im Duplexstahl. Dies ist der geringeren Duktilität der Titanlegierung zuzuschreiben.

Im Paris-Gebiet fällt die bei geringerem R -Wert auftretende Steigungsänderung auf. Ein sehr ähnliches Ergebnis wurde von YODER ET AL. (1979) an mehreren vollständig lamellaren Titanlegierungen dokumentiert. Im Falle kleiner R - und ΔK -Werte hat die Mikrostruktur offenbar einen großen Einfluss auf das Risswachstum. Die Autoren konnten dabei den Knickpunkt mit der Koloniegröße der Lamellen korrelieren und zeigen, dass der Knickpunkt mit steigender Koloniegröße hin zu größeren ΔK -Werten verschoben wird. Diese Beobachtung wird durch den direkten Vergleich zwischen m_a - und s_{ht} -Zustand bestätigt. Gleichzeitig konnten YODER ET AL. (1979) zeigen, dass im Knickpunkt die Größe der plastischen Zone vor der

Risspitze in etwa der der Koloniegröße entspricht. Dies bedeutet, dass sich der Riss im ersten Bereich, also dem mikrostrukturell sensitiven mit kleiner plastischer Zone, kristallographisch ausbreitet. Diese Überlegung erklärt die damit verbundene höhere Steigung der Paris-Geraden in diesem ersten Bereich. Übersteigt die plastische Zone die Koloniegröße, erfolgt das Risswachstum im Stadium II. Nun verformt sich die Mikrostruktur über mehrere Kolonien homogen. Da dieses mehr Energie erfordert, ist die Steigung in diesem Bereich entsprechend geringer.

Das Phänomen der bilinearen Rissausbreitungskurve kann offensichtlich auch im Falle bimodaler Gefügestrukturen unter geeigneten Versuchsparametern beobachtet werden. Diese Beobachtung ist letztendlich konform mit den in dieser Arbeit durchgeführten Kurzrissuntersuchungen. Die beobachteten kurzen Risse haben sich vorwiegend in den α_s -Lamellen ausgebreitet, welches die Abhängigkeit der frühen Langrissausbreitung von der α_s -Koloniegröße erklärt.

7. Beschreibung und Modellierung der Lebensdauer

In diesem Kapitel werden die Modellierungsansätze zur Lebensdauervorhersage und -beschreibung vorgestellt. Dabei dienen die zuvor gewonnenen und diskutierten experimentellen Ergebnisse als Basis, einen phänomenologischen (Duplexstahl) und einen numerischen (Titanlegierung) Ansatz zur Anwendung zu bringen.

7.1. Duplexstahl

Zur phänomenologischen Lebensdauerbeschreibung wurde die im Grundlagenkapitel beschriebene Vorgehensweise nach PHYBAL_{LSV} verfolgt. Die Anwendbarkeit dieses Konzepts, welches auf der Auswertung nur eines Laststeigerungsversuchs und zweier Einstufenversuche beruht, lässt sich vom persistenten Verhalten des Werkstoffs unter steigender zyklischer Belastung und der vorhandenen (zumindest bis zur in dieser Arbeit untersuchten Lastspielzahl von 10^8 Zyklen) intrinsischen Dauerfestigkeit ableiten. Die Ergebnisse der mikrostrukturellen Analysen, besonders die der TEM-Untersuchungen, zeigen, dass die aufgebrauchte plastische Verformung mit steigenden Werten zwar zu unterschiedlichen Anteilen von den beiden Phasen aufgenommen wird, die Mikrostruktur als solches aber stabil bleibt. Das bedeutet, dass keine stark amplitudenabhängigen Vorgänge, wie zum Beispiel Phasenumwandlungen, ablaufen.

In Bild 7-1 ist die Auswertung eines Laststeigerungsversuchs (LSV) und der beiden Einstufenversuche (ESV) am Beispiel der plastischen Dehnungsamplitude, Teilbild a und des elektrischen Widerstands, Teilbild b, dokumentiert. Anschließend erfolgte die Umrechnung der LSV-Daten auf diejenigen der ESV. Angegeben sind auch die Gleichungen mit berechneten Konstanten nach der verallgemeinerten Morrow-Beziehung.

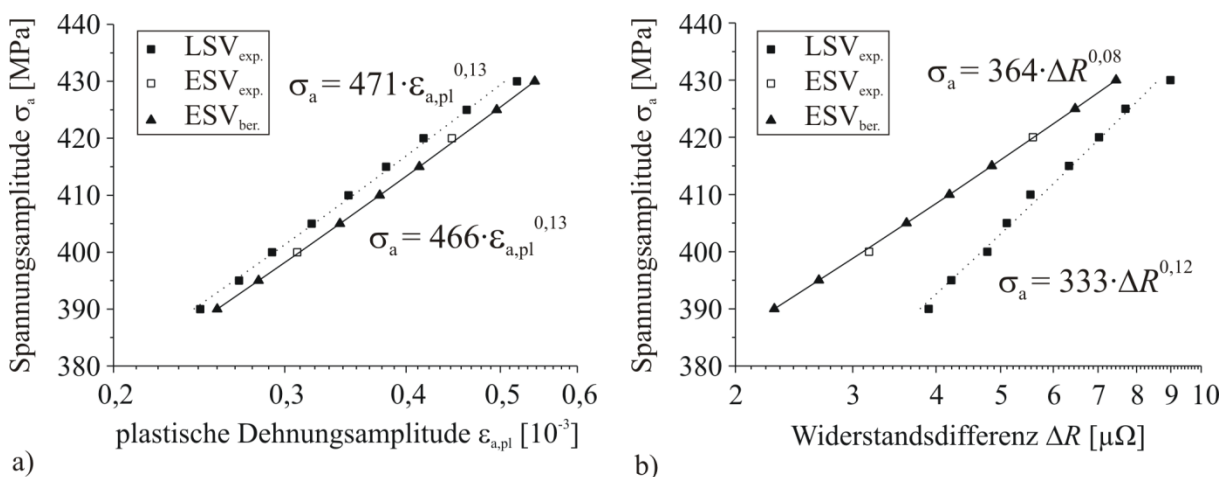


Bild 7-1: Umrechnung eines Laststeigerungsversuchs auf Einstufenversuche am Beispiel der Messgrößen a) plastische Dehnungsamplitude und b) elektrischer Widerstand

Entsprechend der in Kapitel 2 angegebenen Vorgehensweise wird nun aus dem ermittelten zyklischen Verfestigungsexponenten und den bekannten Lastamplituden mit zugehörigen Bruchzyklenzahlen der Einstufenversuche die Bruchzyklenzahl für beliebige Spannungen berechnet. Bild 7-2a zeigt diese berechneten Werte für die gemessenen Größen plastische Dehnung, Temperatur und elektrischen Widerstand. Es ist festzustellen, dass die Vorhersage im Fall der plastischen Dehnung und des elektrischen Widerstands exakt identische Werte liefert. Dagegen ergeben sich bei Auswertung der Temperatur etwas konservativere Werte. Dies ist auf die bereits erwähnte hohe Energiedissipation des Duplexstahls zurückzuführen.

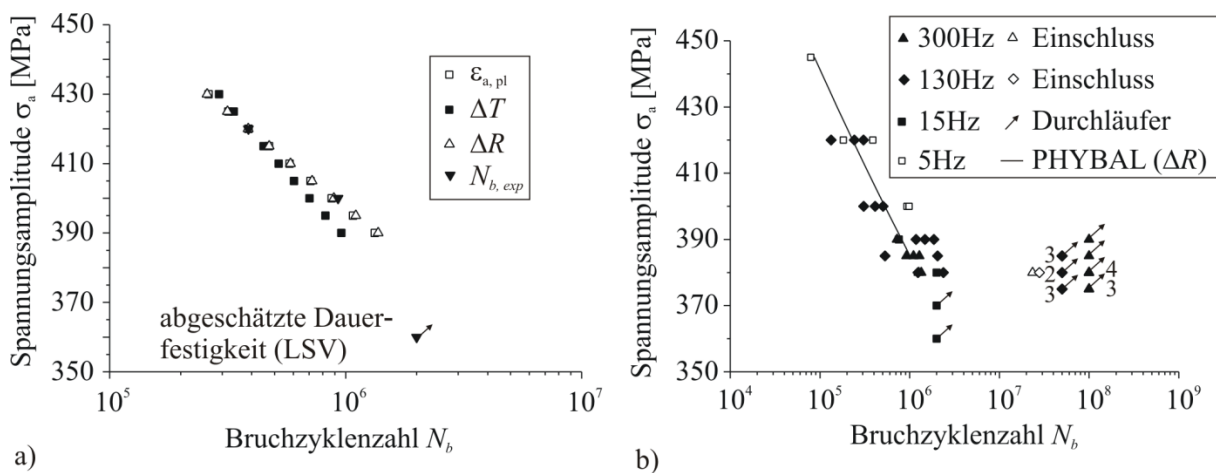


Bild 7-2: Gegenüberstellung der berechneten mit den experimentell ermittelten Lebensdauern für a) die einzelnen Messgrößen mit den ESV und b) der berechneten Wöhlerkurve auf Basis des elektrischen Widerstands mit allen ermittelten Ermüdungsdaten

Für die Lebensdauervorhersage ist in Teilbild b die Wöhlerkurve auf Basis des elektrischen Widerstands allen ermittelten Einstufenversuchen gegenübergestellt. Es ergibt sich eine sehr gute Vorhersage der Lebensdauer unter Vernachlässigung der durch extrinsische Faktoren hervorgerufenen Brüche an Einschlüssen.

Schließlich zeigt Bild 7-3 die direkte Gegenüberstellung zwischen berechneter und der experimentell ermittelten Lebensdauer. Das Streuband, welches sich aus der Abweichung zwischen Experiment und Vorhersage ergibt, lässt sich im vorliegenden Fall mit einem Faktor von zwei angeben.

PHYBAL_{LSV} ist in der Lage, mit deutlich begrenztem experimentellem Aufwand eine zuverlässige und sehr ökonomische Lebensdauervorhersage zu liefern. Dabei lassen sich die zur Auswertung vorliegenden Messgrößen in äquivalenter Art und Weise für die Berechnung einsetzen. Die aus den unterschiedlichen Laststeigerungsversuchen abgeleiteten Abschätzungen für die klassische Dauerfestigkeit liegen im Bereich von 345-360 MPa. Ebenfalls in diesem Bereich liegt die experimentell ermittelte Dauerfestigkeit. Somit liefert PHYBAL_{LSV} auch

bezüglich der Dauerfestigkeit zuverlässige Ergebnisse. Dieser Ansatz ist jedoch nur dann zulässig, wenn die Dauerfestigkeit entsprechend der klassischen Definition betrachtet wird. Diese Voraussetzung ist, wie oben beschrieben, zumindest im untersuchten Lastspielzahlbereich erfüllt.

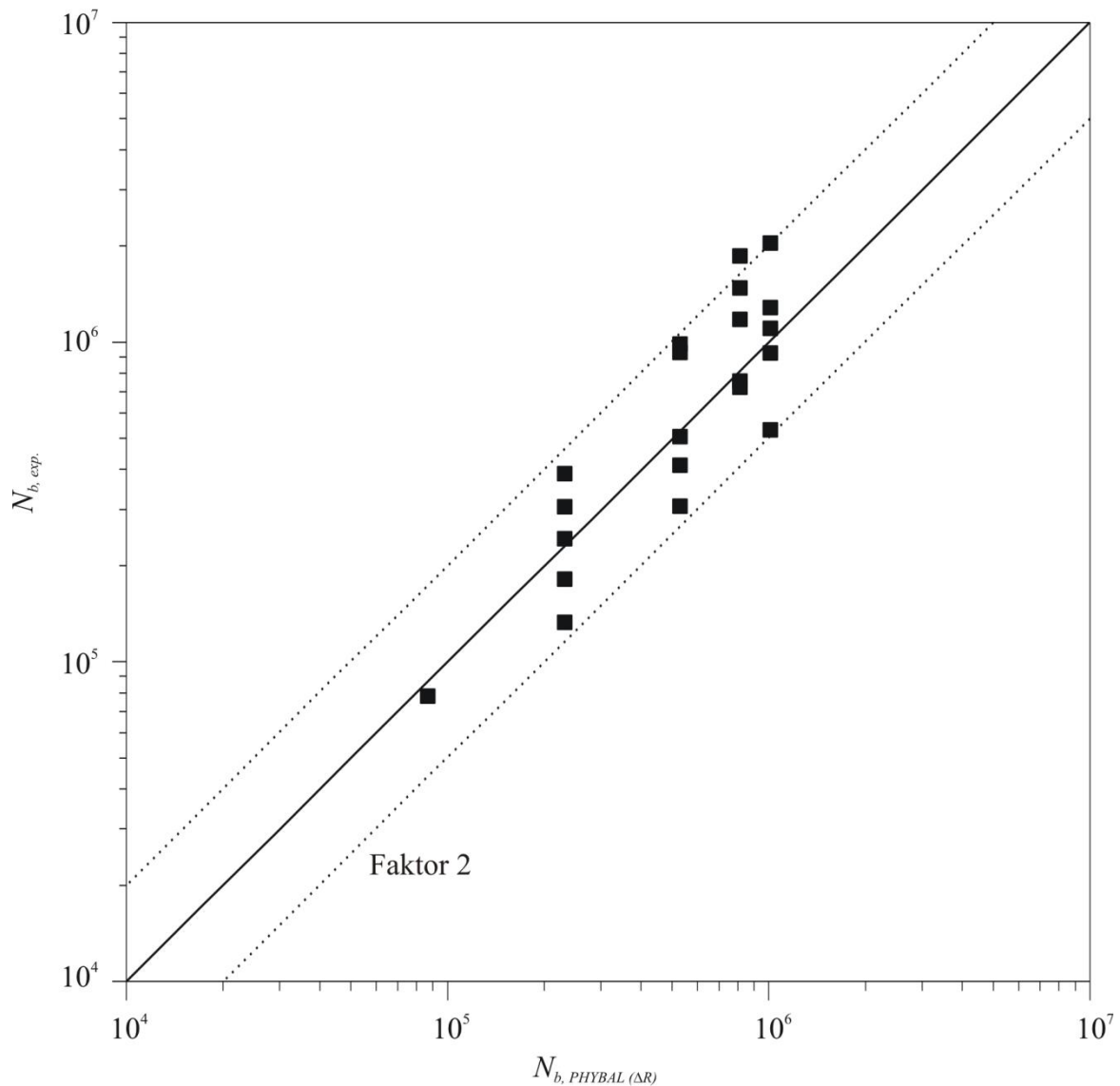


Bild 7-3: Korrelation zwischen berechneter und experimentell ermittelter Lebensdauer

7.2. Titanlegierung

Die Lebensdauervorhersage für das Ermüdungsverhalten der Titanlegierung erfolgt mit Hilfe des im zweiten Kapitel beschriebenen mechanismenorientierten Rissausbreitungsmodells auf Basis zweidimensionaler virtueller Mikrostrukturen. Eine sehr ausführliche Beschreibung des Modells findet sich in KÖSTER (2015). Hier wird daher nur auf die wichtigsten Modellände-

rungen des im 2. Kapitel beschriebenen Ansatzes eingegangen, die notwendig sind, um die in der Titanlegierung beobachteten Rissausbreitungsmechanismen richtig zu erfassen.

Wie im fünften Kapitel ausführlich gezeigt, können die Risse in der Mikrostruktur sowohl trans- als auch interkristallin auf Gleitbändern und Korngrenzen wachsen. Dabei gliedern sich die Gleitbandrisse in solche, die in der primären Alphaphase wachsen und solche, die sich zwischen zwei Lamellen gleicher Orientierung ausbreiten. Ferner ist auch transkristalline Rissausbreitung in den Lamellen beobachtet worden. Als bestimmenden Faktor für die kristallographische Rissausbreitung hat sich dabei der Schmidfaktor auf der Basal- und den prismatischen Ebenen erwiesen. Die interkristallinen Risse sind fast ausschließlich auf solchen Korngrenzen gewachsen, die nahezu senkrecht zur äußeren Spannung orientiert sind. Daher kann die Normalspannung hier als risstreibende Kraft angenommen werden.

Neben der Implementierung des hexagonalen Gitters, auf die hier nicht weiter eingegangen wird, ist es erforderlich, die interkristalline Rissausbreitung in das Modell einzufügen. Da der schubspannungskontrollierte Ansatz hier aufgrund des vorliegenden normalspannungskontrollierten Mechanismus nicht verwendet werden kann, wird für kurze Risse die zyklische Risspitzenöffnung $\Delta CTOD$ für die Beschreibung der Rissausbreitung zur Anwendung gebracht (Bild 7-4). Im Allgemeinen setzt dieser Ansatz eine plastische Verformung in den benachbarten Körnern voraus und ist darüber hinaus nicht in der Lage, den Einfluss der Mikrostruktur zu berücksichtigen. Dieser Sachverhalt ist in Bild 7-4a dargestellt. Experimentell zeigt sich allerdings, dass keine nennenswerte plastische Verformung in den Nachbarkörnern auftritt.

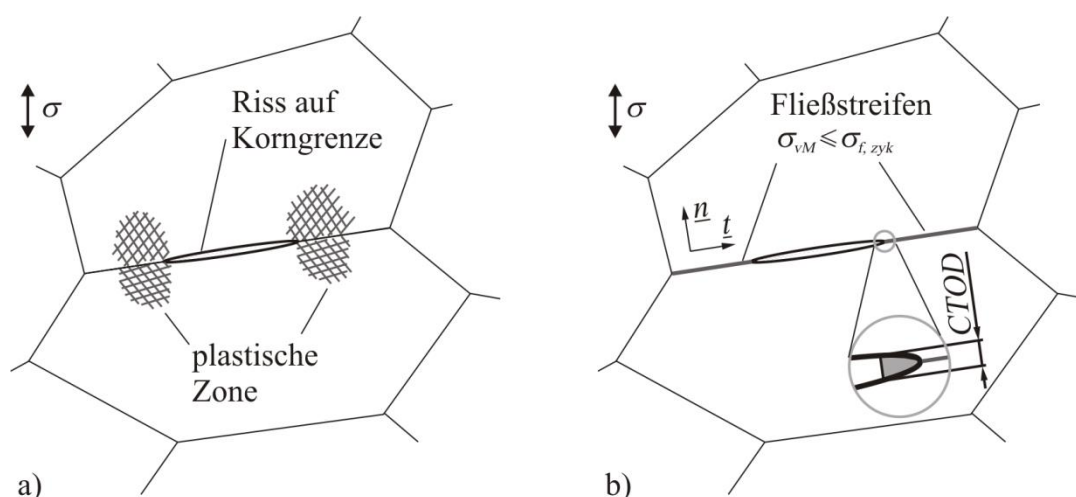


Bild 7-4: Beschreibung der interkristallinen Rissausbreitung: a) allgemeiner Ansatz und b) Umsetzung durch einen Fließstreifen auf der Korngrenze

Um diesen Umstand und den Einfluss der Mikrostruktur zu berücksichtigen, wird die Ausdehnung der plastischen Zone auf den Fließstreifen vor den beiden Risspitzen beschränkt. In

diesem Bereich wird ein linear-elastisch ideal-plastisches Materialverhalten angenommen. Das plastische Fließen setzt nun ein, sobald die von Mises-Vergleichsspannung σ_{vM} , für die im Modell der Fall des ebenen Verzerrungszustands angenommen wird, die zyklische Fließspannung $\sigma_{j,zyk}$ erreicht. Daraus ergibt sich in Analogie zu Bild 2-24 das in Bild 7-5 gezeigte Modell für die Rissausbreitung. Wie aus Bild 7-5 ersichtlich ist, kann ein Riss im Modell grundsätzlich sowohl inter- als auch transkristalline Anteile besitzen, wobei für die transkristalline Rissausbreitung weiterhin das bekannte schubspannungskontrollierte Risswachstumsgesetz entsprechend Gleichung (2-22) verwendet wird. Es ergeben sich somit zwei Gleichungen für das Risswachstum pro Zyklus.

$$\frac{da}{dN} = C_{CTSD}(\Delta CTSD)^{m_{CTSD}} \quad (7-1)$$

$$\frac{da}{dN} = C_{CTOD}(\Delta CTOD)^{m_{CTOD}} \quad (7-2)$$

Gleichung (7-1) gilt dabei für das Risswachstum innerhalb der Körner, während Gleichung (7-2) für das Risswachstum auf den Korngrenzen angewendet wird. Die Konstanten C_{CTSD} , C_{CTOD} und m_{CTSD} , m_{CTOD} sind materialspezifische Parameter, deren Werte aus den Experimenten abgeleitet werden.

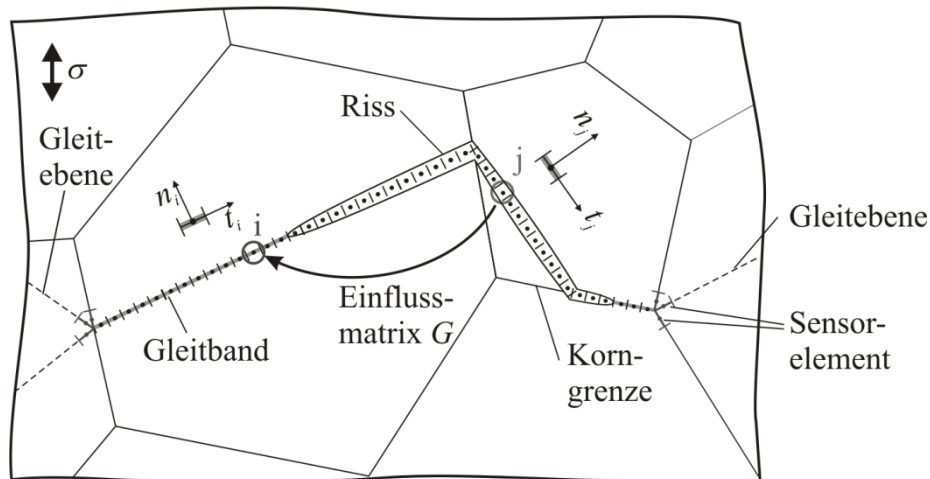


Bild 7-5: Vernetzter Riss mit Gleitband mit inter- und transkristallinem Wachstum

Aus dieser Erweiterung ergibt sich beim Risswachstum über mehrere Körner ebenfalls eine notwendige Differenzierung. Grundsätzlich wird zwar der Ansatz der Aktivierungsspannung auch hier angewendet, da Risse aber auch normalspannungskontrolliert wachsen können, ist es erforderlich, neben der kritischen Schubspannung auch die kritische Normalspannung zu berücksichtigen. Daher werden die Sensorelemente nicht ausschließlich auf den Gleitsyste-

men des benachbarten Korn positioniert, sondern auch auf den Korngrenzen, wie in Bild 7-5 gezeigt.

Für die zur numerischen Lösung des Rissproblems notwendigen Schritte sei ebenso auf KÖSTER (2015) verwiesen wie für die Herleitung der folgend aufgeführten Gleichungen.

Aus den im fünften Kapitel gezeigten experimentellen Ergebnissen können die für das Modell notwendigen Parameter abgeleitet werden. Dies geschieht auf Basis der Dauerfestigkeit σ_d und der zyklischen Fließspannung $\sigma_{f,zyk}$, auf deren Bestimmung für beide Mikrostrukturen bereits im Ergebniskapitel eingegangen wurde. Aus diesen Werten kann unter Berücksichtigung des maximalen Schmidfaktors S_{max} die zyklische Fließschubspannung $\tau_{f,zyk}$ nach Gleichung (7-3) ermittelt werden.

$$\tau_{f,zyk} = (\sigma_{f,zyk} - \sigma_d) S_{max} \quad (7-3)$$

Die kritische Aktivierungsschubspannung τ_c ergibt sich aus der Fließschubspannung nach Gleichung (7-4).

$$\tau_c = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{D}{r_0}} \sigma_d S_{max} + \tau_{f,zyk} \quad (7-4)$$

D bezeichnet dabei den vorher bestimmten mittleren Korndurchmesser der jeweiligen Mikrostruktur (hierbei wurden die gleichorientierten Lamellenpakete als ein Korn interpretiert) und r_0 den Abstand zwischen Versetzungsquelle und Korngrenze, für den im vorliegenden Fall ein Wert von $0,1\mu\text{m}$ gewählt wurde. Es muss an dieser Stelle erwähnt werden, dass die auf diese Art und Weise ermittelten Werte keine Differenzierung der einzelnen Phasen vorsehen. Dieser Ansatz ist allerdings vor dem Hintergrund der im fünften Kapitel gezeigten Nanoindentermessungen gerechtfertigt, da die Festigkeit der Körner viel mehr durch ihre jeweilige kristallographische Orientierung bestimmt wird als durch ihre Phasenzugehörigkeit. Dies ist plausibel, da sowohl α_p -Körner als auch α_s -Lamellen eine hexagonale Gitterstruktur besitzen.

Letztendlich fehlt noch die kritische Aktivierungsnormalspannung für interkristallines Risswachstum, die nach Gl. 7-5 berechnet wird.

$$\sigma_c = \frac{\tau_c}{S_{max}} = 2\tau_c \quad (7-5)$$

Werden die bekannten Werte in die obigen Gleichungen eingesetzt, ergeben sich nun die in Tabelle 7-1 zusammengefasst dargestellten Materialdaten für die Modellierung.

Tabelle 7-1: Materialparameter zur Modellierung

	ma-Zustand	sht-Zustand
$\tau_{f,zyk}$ [MPa]	120	116
τ_c [MPa]	827	1089

Nachdem das Modell um die interkristalline Rissausbreitung erweitert und die zur Modellierung erforderlichen Materialparameter bekannt sind, werden die Rissausbreitungskonstanten anhand der Nachrechnung realer Risse bestimmt. Dies dient gleichzeitig der Modellverifikation. Es werden einige der bereits im Ergebniskapitel ausführlich beschriebenen Risse für die Modellverifikation verwendet.

Für die Exponenten m wird in beiden Rissausbreitungsgesetzen ein Wert von eins eingesetzt, da das Stadium I Risswachstum entsprechend WILKINSON ET AL. (1998) proportional zur Risspitzenabgleitung erfolgt. Selbiges wird für die Risspitzenöffnung angenommen. Bild 7-6 zeigt den bereits aus Bild 5-56 bis 5-58 bekannten Riss, welcher in der ma-Mikrostruktur gewachsen ist. Auf eine detaillierte Beschreibung der Rissausbreitungscharakteristik wird im Folgenden an dieser Stelle verzichtet, siehe dazu Kapitel 5. Aus Teilbild a sind die Definition des Anfangsrisses sowie der simulierte Anteil der Rissausbreitung in beide Richtungen ersichtlich. Der Vergleich zwischen gemessener und berechneter Risslänge ist in Bild 7-6b gezeigt. Für die Rissausbreitungskonstanten wurde für C_{CTSD} ein Wert von 0,026 und für C_{CTOD} entsprechend 0,012 ermittelt. Diese Werte sind für alle folgenden Verifikationsberechnungen beibehalten worden und sind deshalb vom mikrostrukturellen Zustand (ma oder sht) unabhängig. Es zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung zwischen Experiment und Simulation.

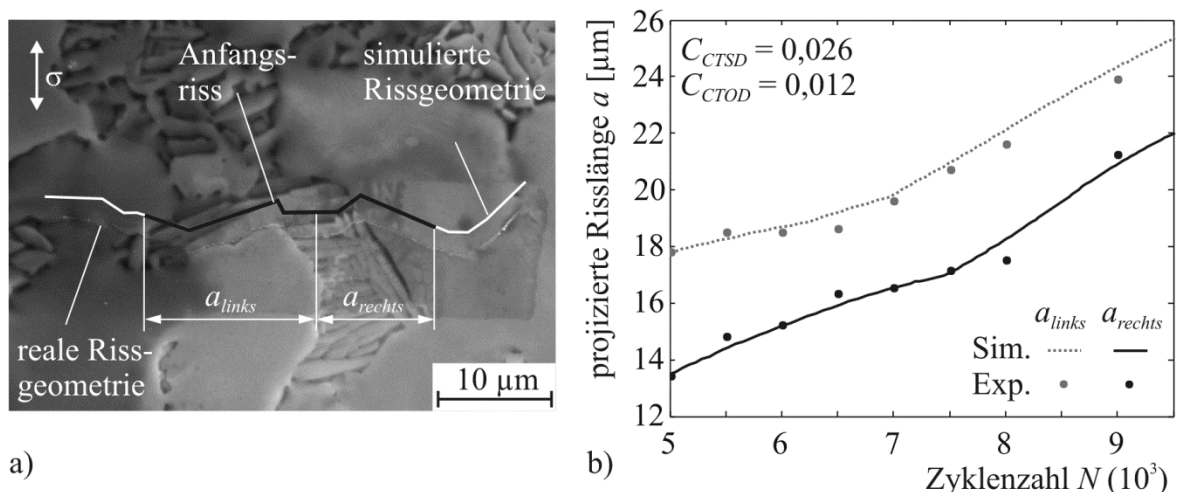


Bild 7-6: Verifikation des Modells: a) realer Ermüdungsriss im ma-Gefüge und b) entsprechende Simulation der Rissausbreitung

Einen zweiten Riss zeigt Bild 7-7, der bereits in den Bildern 5-61 und 5-62 gezeigt wurde. Auch hier ist anhand des Vergleichs zwischen Experiment und Simulation (Teilbild b) eine sehr gute Übereinstimmung beim Risswachstum zu verzeichnen.

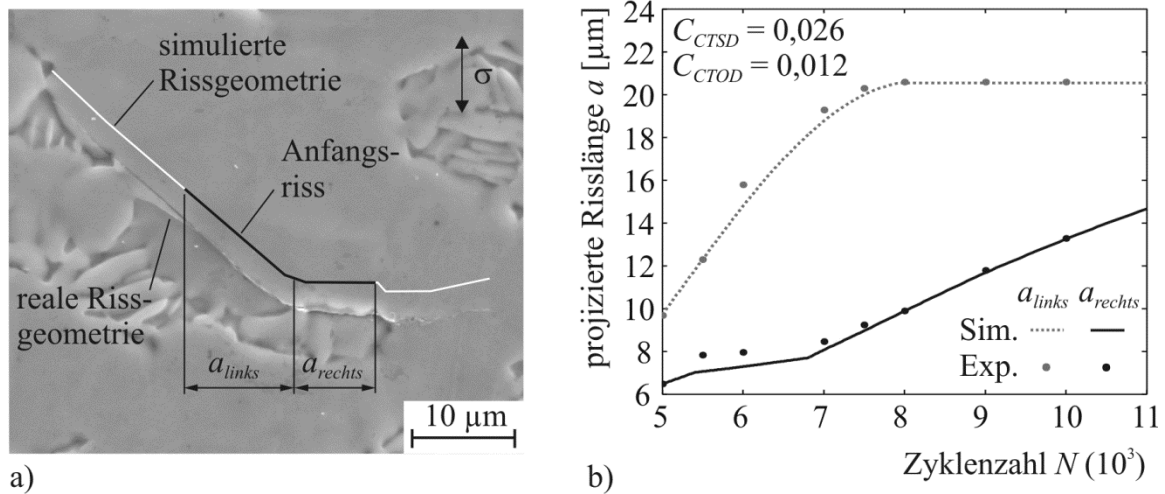


Bild 7-7: Verifikation des Modells: a) realer Ermüdungsriss im ma-Gefüge und b) entsprechende Simulation der Rissausbreitung

Schließlich ist in Bild 7-8 ein dritter Riss gezeigt, der im sht-Gefüge gewachsen ist. Dieser Riss wurde anhand von Bild 5-63 und 5-64 ausführlich beschrieben. Die projizierten berechneten und gemessenen Risslängen befinden sich wiederum in sehr guter Übereinstimmung, sodass das Modell bei unveränderten Rissausbreitungskonstanten auch für den sht-Zustand zuverlässige Ergebnisse liefert.

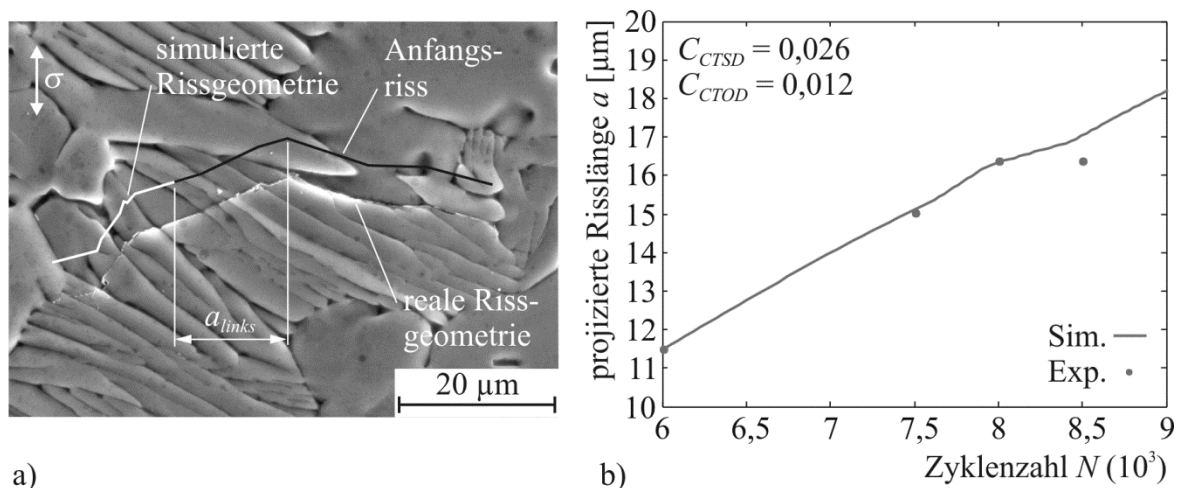


Bild 7-8: Verifikation des Modells: a) realer Ermüdungsriss im sht-Gefüge und b) entsprechende Simulation der Rissausbreitung

Zusammengefasst kann festgehalten werden, dass das erweiterte Modell zur Simulation der Kurzrisssausbreitung in der Lage ist, die die Rissausbreitung bestimmenden Faktoren, vor al-

lem den starken Einfluss der Mikrostruktur mit der Barrierewirkung von Korn- und Phasengrenzen, sowohl qualitativ als auch quantitativ richtig wiederzugeben.

Nicht unerwähnt bleiben sollen aber auch die Grenzen der Anwendbarkeit des Modells. Ein entsprechendes Beispiel ist in Bild 7-9 dokumentiert. Es handelt sich hier um den in Bild 5-65 und 5-66 gezeigten Riss. Die rechte Rissflanke ist transkristallin auf einem prismatischen Gleitsystem mit hohem Schmidfaktor durch ein großes Primäralkohorn gewachsen (Bild 7-9a). Trotzdem wächst der reale Riss wesentlich langsamer, als es das Modell unter der Bedingung konstanter C -Werte berechnet. Erst mit Hilfe einer Anpassung der Konstante C_{CTSD} gelingt es, die Rissausbreitungsgeschwindigkeit korrekt wiederzugeben, wie in Bild 7-9b gezeigt.

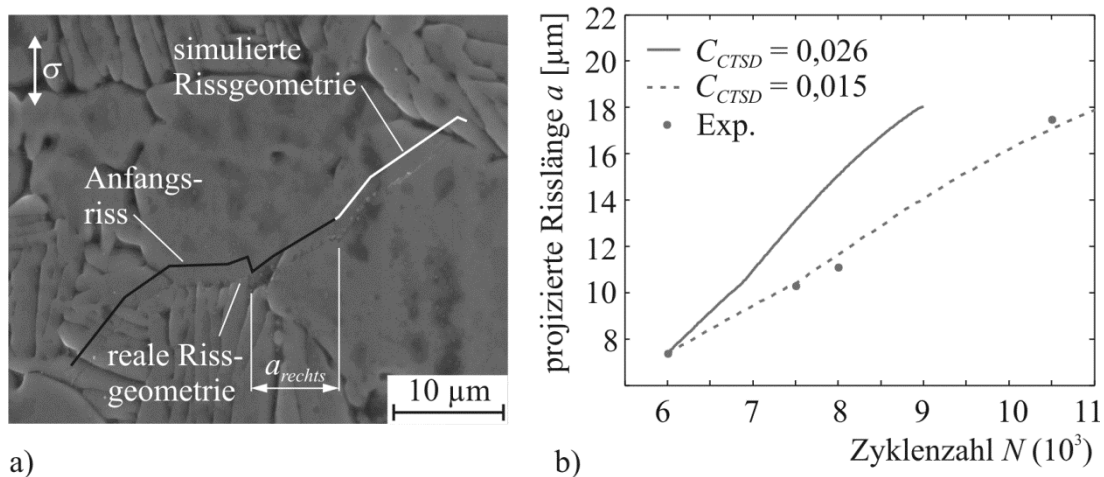


Bild 7-9: Beispiel für die Anwendungsgrenzen des Modells: a) realer Ermüdungsriss im sht-Gefüge und b) Simulationen der Rissausbreitung mit unterschiedlichen Konstanten

Die Rissausbreitungscharakteristik des realen Risses ist nur aufgrund zusätzlicher dreidimensionaler Effekte zu erklären, weshalb der Riss auch innerhalb des Alkohorns mehrfach abknickt und seine Ausbreitungsgeschwindigkeit möglicherweise als Folge innenliegender Grenzflächen und damit verbundener Rissauffächerung hinter der berechneten zurückbleibt. Solche Effekte können durch das Modell nicht berücksichtigt werden.

Dieses Beispiel verdeutlicht, dass das zweidimensionale Modell nur begrenzt in der Lage ist, dreidimensionale Effekte zu berücksichtigen. Bemerkenswert ist jedoch, dass trotzdem die qualitative Aussage selbst bei Verwendung des ursprünglich festgelegten C -Wertes richtig berechnet wird, d. h. der Riss zunächst langsam wächst, dann beschleunigt und am Ende wieder etwas verzögert wird.

Nachdem die Verifikation des Modells hinreichend durchgeführt wurde, sind für die Erstellung einer Lebensdauervorhersage auf Basis synthetischer Wöhlerkurven statistisch abgesicherte Rissausbreitungsberechnungen in Modellgefügen notwendig. Für eine detaillierte Beschreibung der dazu erforderlichen Erstellung virtueller Gefüge sei auf die Arbeit von KÖSTER (2015) verwiesen. Im Prinzip ist es möglich, unter Verwendung der real gemessenen Gefügekenngößen (Phasenanteil und Korngrößenverteilung von α_p -Körnern und α_s -Kolonien) und durch eine Weiterentwicklung des von VORONOI (1908) entwickelten Algorithmus virtuelle Gefüge zu berechnen, die den real vorliegenden sehr ähnlich sind.

Es ist aber auch hier unumgänglich, einige Vereinfachungen vorzunehmen, auf die kurz hingewiesen wird. Die restliche im Gefüge vorhandene Betaphase wird vernachlässigt. Ein wesentlicher Einfluss auf das Rissausbreitungsverhalten konnte nicht nachgewiesen werden, was bei den geringen Phasenanteilen im Gefüge auch nicht zu erwarten ist. Eine zweite Vereinfachung ergibt sich aus der Zusammenfassung der Lamellen zu Lamellenpaketen gleicher Orientierung. Allerdings stellen die Lamellengrenzflächen zwischen zwei benachbarten Lamellen einer Kolonie, wie auch in der Realität, jeweils prismatische Gleitebenen dar, auf denen der Riss wachsen kann.

Zur der Berechnung der Rissausbreitung in virtuellen Gefügen sind noch einige Ergänzungen in das Modell implementiert worden, mit dem Ziel, einige der oben erwähnten und auch experimentell beobachteten dreidimensionalen Effekte ansatzweise zu erfassen. Hierbei ist zunächst die Misorientierung zweier Gleitsysteme angrenzender Körner zu nennen, aus der sich die Hinderniswirkung der Grenze ergibt. Die experimentellen Ergebnisse zeigen, dass dem Verdrehwinkel, der im Modell nicht abgebildet werden kann, die größere Bedeutung zukommt, als dem Kippwinkel. Im Modell wird diesem Umstand nun dadurch Rechnung getragen, dass die kritische Aktivierungsspannung τ_c nicht als konstant angenommen wird, sondern sich in Abhängigkeit vom Verdrehwinkel, der aus der Geometrie der virtuellen Gleitsysteme berechnet wird, ändern kann. Zugrunde liegt hier ein energiebasiertes Kriterium nach MA ET AL. (2006), welches die Energie für eine Versetzungsbewegung über eine Korngrenze bestimmt. Die Anwendung dieses Kriteriums hat zur Folge, dass zur Aktivierung einer Gleitebene mit kleinem Drehwinkel auch nur eine geringe Spannungsintensität benötigt wird, während Gleitebenen mit großem Drehwinkel eine sehr hohe Spannungsintensität erfordern und daher ein weiteres Risswachstum fast nicht stattfindet.

Einen weiteren wichtigen Aspekt stellt die Gleitrichtung dar. Während im Falle der Abgleitung auf einem basalen Gleitsystem der Winkel zwischen Gleitspur und Gleitrichtung nicht sehr groß werden kann, da eine der drei verfügbaren Gleitrichtungen immer günstig orientiert

sein wird, kann dieser Effekt bei prismatischer Abgleitung eine große Rolle spielen. Hier steht lediglich eine Gleitrichtung zur Verfügung, die im Extremfall um 90° gegenüber der Gleitspur versetzt liegen kann, sodass Abgleitung hier unmöglich ist. Daher wird die kritische Aktivierungsspannung τ_c zusätzlich noch mit einer Winkelfunktion des Winkels zwischen Gleitspur und Gleitrichtung multipliziert, sodass sich für den Fall von 90° gerade ein Wert von Null ergibt.

Schließlich wird noch der Kippwinkel der Korngrenzflächen berücksichtigt, da er einen Einfluss auf die Höhe der Normalspannung eines Sensorelements auf der Korngrenze hat. Während im ursprünglichen Modell die Korngrenzflächen senkrecht zur Oberfläche in die Tiefe verlaufen, wird ihnen nun ein zufälliger Winkel zugewiesen. Die berechneten Normalspannungen werden dann mit einer entsprechenden Winkelfunktion multipliziert, woraus sich dann effektive Spannungswerte ergeben.

Mit diesen Erweiterungen wurden dann statistisch abgesicherte Lebensdauerberechnungen durchgeführt. Dazu muss zunächst ein Anfangsriss definiert werden, da die Rissinitiierung im Modell nicht implementiert ist. Die Risslänge beträgt dabei $0,2 \mu\text{m}$, während das risstragende Korn zufällig aus einer bestimmten Gruppe von Körnern ausgewählt wird. Gemein ist diesen Körnern, dass sie über Gleitsysteme mit hohen Schmidfaktoren und einer großen Gleitlänge (d. h. großen Korndurchmesser) verfügen. Das Abbruchkriterium wird über einen kritischen Spannungsintensitätsfaktor von $\Delta K = 8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ definiert. Dieser Wert liegt weit oberhalb der im fünften Kapitel ermittelten Schwellenwerte und ist als Kriterium für die Lebensdauer zulässig, da der Anteil der im Experiment noch folgenden Langrissausbreitung im Vergleich zur Gesamtlebensdauer als recht gering einzustufen ist.

In Bild 7-10 sind zusammengefasst die synthetischen Wöhlerkurven für beide Mikrostrukturen den experimentellen Ergebnissen gegenübergestellt. Für jeden Lasthorizont sind zunächst 100 Risse pro Mikrostruktur simuliert worden. Ein Datenpunkt der Simulation ergibt sich im Diagramm durch zufällige Zusammenfassung von 20 Rissen, wobei der schnellste dieser Risse die Lebensdauer bestimmt. Falls keiner der Risse das Abbruchkriterium erreicht hat, ergibt sich daraus ein Datenpunkt im Bereich der Durchläufer.

Diese Vorgehensweise liegt darin begründet, dass in jeder realen Ermüdungsprobe ebenfalls mehrere Risse entstehen. Der sich am schnellsten ausbreitende Riss bestimmt dabei im Allgemeinen die Lebensdauer, sofern die Rissdichte nicht so hoch wird, dass das Zusammenwachsen von Rissen eine signifikante Rolle spielt. Dies ist allerdings bei den verwendeten Belastungsamplituden nicht zu beobachten gewesen. Die angegebenen Streubänder ergeben sich nun aus den jeweils fünf bestimmten Werten pro Lasthorizont.

Insgesamt lässt sich eine sehr gute Übereinstimmung zwischen Experiment und Simulation feststellen. Sowohl die Steigungen der Kurven in Zeitfestigkeitsbereich, als auch die Höhe der nach 6×10^6 Zyklen bestimmten Dauerfestigkeit wird richtig wiedergegeben. Sogar die experimentell beobachtete erhebliche Zunahme der Streubreite im Bereich niedriger Spannungsamplituden wird vom Modell berücksichtigt. Offensichtlich ist das Modell also in der Lage, nicht nur die relevanten Mechanismen der Kurzrisssausbreitung richtig zu beschreiben, sondern auch die die Lebensdauer beeinflussenden, mikrostrukturellen Unterschiede zu berücksichtigen.

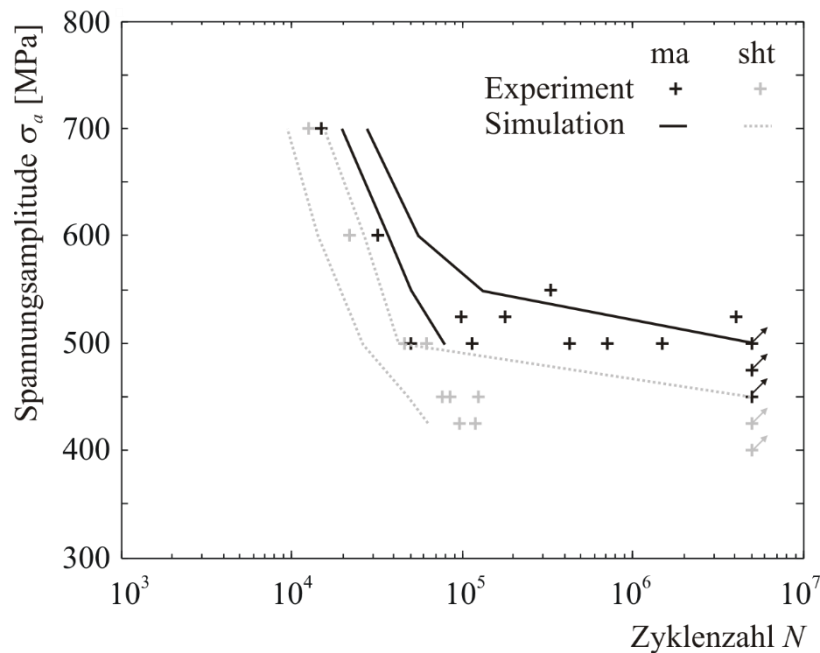


Bild 7-10: Vergleich zwischen den experimentellen Ergebnissen mit den synthetischen Wöhlerkurven beider Mikrostrukturen

Einige Abweichungen zwischen Experiment und Modell sind dennoch zu verzeichnen. Im Bereich hoher Spannungsamplituden wird die Lebensdauer des ma-Zustands überschätzt, während im Bereich kleiner Spannungsamplituden die des sht-Zustands unterschätzt wird. Diese Differenzen können mehrere Ursachen haben. Zunächst ist anzumerken, dass es sich bei den experimentellen Daten um einzelne Proben handelt und damit gerade im Bereich der hohen Spannungsamplituden nicht der Anspruch auf eine statistisch gesicherte Datenbasis erhoben werden kann. Damit ist eine Aussage über die Überlebenswahrscheinlichkeit nicht zulässig.

Weiterhin wurde experimentell gezeigt, dass die ma-Mikrostruktur nur teilweise rekristallisiert ist und deshalb Eigenspannungen und Subkorn Grenzen enthält, die das Risswachstum beeinflussen können. Im Modell werden diese Eigenschaften nicht berücksichtigt. Schließlich muss beachtet werden, dass es sich trotz der vorgenommenen Ergänzungen immer noch um

ein zweidimensionales Modell handelt, welches nicht die volle Realität widerspiegeln kann. Hierzu gibt es bereits erste Ansätze, die ein Risswachstum über eine Korngrenze in einem dreidimensionalen Gefüge beschreiben können (KÖSTER ET AL. 2010). Bislang erlaubt der für dreidimensionale Berechnungen erforderliche numerische Aufwand allerdings keine Simulation der Rissausbreitung in komplexen Gefügen, die für die Lebensdauervorhersage Voraussetzung ist (CHRIST 2014).

7.3. Vergleich der Ansätze und Relevanz für die Gefügeoptimierung

Die beiden zuvor gezeigten Methoden unterscheiden sich grundlegend hinsichtlich Ansatz und Komplexität. Bei PHYBAL_{LSV} handelt es sich um eine Lebensdauerbeschreibung, die direkt aus experimentellen Daten abgeleitet wird und deshalb als phänomenologischer Ansatz zu bezeichnen ist. Der Vorteil dieser Methode ergibt sich aus der Beschränkung auf lediglich drei Versuche, die zur Berechnung einer Wöhlerkurve und Abschätzung der Dauerfestigkeit benötigt werden. Insofern lassen sich die benötigten experimentellen Daten relativ einfach und effizient generieren. Die zugrundeliegenden Mechanismen finden in diesem Ansatz allerdings keine Berücksichtigung. Dies hat zur Folge, dass im Allgemeinen für jede Werkstoffvariante (also auch für verschiedene Gefügemodifikationen eines Werkstoffs) neue Versuche durchgeführt werden müssen.

Das mechanismenorientierte Modell zur Kurzrisssausbreitung verfolgt eine gänzlich andere Strategie. Die Voraussetzung zur Implementierung der dominierenden Rissausbreitungsmechanismen in der virtuellen Mikrostruktur erfordert zunächst umfangreiche Versuche zur Charakterisierung der Mikrostruktur, Identifizierung der relevanten Kurzrisssausbreitungsmechanismen, sowie die Generierung der zur Modellverifikation notwendigen Datenbasis. Weiterhin müssen die Materialparameter bestimmt werden. Die sehr aufwändige Umsetzung in ein computergestütztes Programm erfordert zudem umfangreiche und tiefgreifende Kenntnisse auf den Gebieten Numerik und Programmierung. Der in Relation zu PHYBAL_{LSV} hohe Aufwand rechtfertigt sich vor allem dadurch, dass das mechanismenorientierte Modell, einmal sorgfältig aufgesetzt, den Anwender in die Lage versetzt, verschiedene Gefügemodifikationen eines Werkstoffs virtuell hinsichtlich der Lebensdauer zu evaluieren. Dies gelingt durch Variation der Parameter, die der Algorithmus zur Erstellung von virtuellen Gefügen benutzt. Das Programm, welches die Kurzrisssausbreitungsberechnung enthält, bleibt unverändert bestehen. Insofern können also mit begrenztem Aufwand viele verschiedene Gefügemodifikationen, die nicht zwangsläufig real als Werkstoff vorliegen müssen, vor dem Hintergrund einer Optimierung der Lebensdauereigenschaften ausgewertet werden.

Mit Hinblick auf die untersuchte Titanlegierung muss allerdings auch darauf hingewiesen werden, dass dieses Vorgehen sicherlich nur unter der Voraussetzung zulässig ist, dass sich die Mechanismen nicht grundsätzlich ändern. Eine solche Änderung wäre im Falle der Titanlegierung dann vorstellbar, wenn ein einphasiges, aus der β -Phase bestehendes Gefüge betrachtet würde. Hier ist aufgrund des kubisch-raumzentrierten Gitters der β -Phase mit anderen Gleitsystemen und Materialparametern (z. B. kritische Aktivierungsspannung) zu rechnen. In jedem Fall ist auf eine ausreichende experimentelle Überprüfung der optimierten Lebensdauer nicht zu verzichten.

Vor dem Hintergrund der oben ausgeführten Überlegungen erscheint es also sinnvoll, beide Methoden miteinander zu kombinieren. Bild 7-11 zeigt den beispielhaften Ablauf einer gefügeoptimierten Lebensdauervorhersage in Form eines Flussdiagramms. Zunächst wird, ausgehend von einer gewünschten Lebensdauer, ein virtuelles Gefüge erstellt. Darin kann dann mit Hilfe des mechanismenbasierten Simulationsmodells zur Kurzrisssausbreitung eine Lebensdauervorhersage durchgeführt werden. Wird die definierte Lebensdauer nicht erreicht, finden durch Variation der virtuellen Mikrostruktur neue Versuche statt, bis ein Optimum erreicht wird. Der folgende Schritt, in dem der Werkstoff tatsächlich mit dem berechneten Gefüge hergestellt wird, setzt natürlich voraus, dass die virtuell optimierte Mikrostruktur auch technisch eingestellt werden kann. Es folgt die mit kleinen Probenmengen auskommende Überprüfung der Lebensdauervorhersage mittels des PHYBAL_{LSV}-Konzepts. Ist die Überprüfung erfolgreich, endet das Flussdiagramm und der Werkstoff kann mit der optimierten Mikrostruktur in größeren Mengen produziert und vor dem Einsatz in Bauteilen je nach Anwendung weiteren Qualifizierungsuntersuchungen zugeführt werden. Falls die Überprüfung nicht erfolgreich ist, sollte zunächst die Anwendbarkeit der Modelle in Frage gestellt werden. Diese ist für beide Ansätze nicht universell gegeben, mögliche Einschränkungen wurden bereits oben diskutiert. In gewissen Grenzen ist allerdings durch neue Bestimmung der Modellparameter und damit verbundener Verifikation vor allem im Fall des Kurzrisssmodells eine Anpassung und Erweiterung möglich.

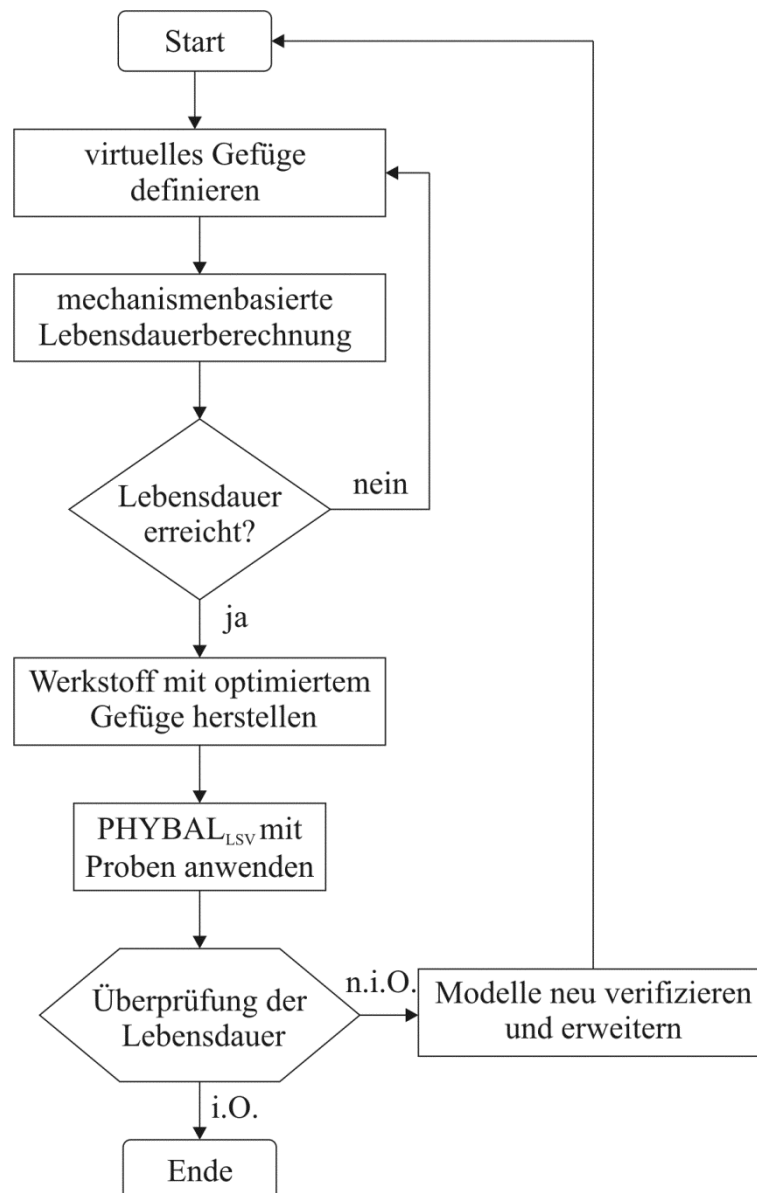


Bild 7-11: Ablaufdiagramm für eine gefügeoptimierte Lebensdauervorhersage

8. Zusammenfassung und Ausblick

Die Notwendigkeit einer zuverlässigen Bestimmung und Vorhersage der Lebensdauer zyklisch belasteter Bauteile ergibt sich nicht nur aus dem Wunsch, viele technische Systeme und Anlagen, vor allem solche mit denen Menschen in Kontakt treten, mit einer hohen Sicherheit zu betreiben. Ressourcenknappheit, sich verändernde ökologische Randbedingungen und wirtschaftliche Interessen sind weitere Faktoren, die eine immer engere Toleranz bei der Ausnutzung von Konstruktionswerkstoffen erfordern. Zusätzlich gilt es, die immer noch vorhandenen Lücken im Wissen um das Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe, hier insbesondere bei der sehr hochzyklischen Belastung mit Zyklenzahlen von deutlich mehr als 10^6 Zyklen, zu erweitern.

Vor diesem Hintergrund beschäftigt sich die vorliegende Arbeit mit der Charakterisierung und Beschreibung des Ermüdungsverhaltens zweiphasiger Konstruktionswerkstoffe. Diese sind ein Duplexstahl und eine Titanlegierung. Letztere wird in zwei verschiedenen Gefügemodifikationen (mill annealed: ma und lösungsgeglüht: sht) untersucht. Die Ergebnisse fließen in Modellansätze ein, die eine verbesserte phänomenologische und mechanismenbasierte Lebensdauervorhersage erlauben. Dabei setzt die Entwicklung und Anwendung der Modelle detaillierte Kenntnisse der mikrostrukturellen Einflüsse und Veränderungen während der Ermüdung voraus. Daraus ergibt sich zwangsläufig die Fokussierung der Untersuchungen auf die Analyse der Dauerfestigkeit, der Schädigungsinitiierung und der Kurzrissausbreitung. Besonderes Augenmerk wird dabei auf die jeweiligen, das Materialverhalten bestimmenden Gefügebestandteile, wie Korn- und Phasengrenzen, gelegt.

Zusammenfassend zeigen die Ergebnisse im Fall vom Duplexstahl in einzelnen Fällen ein Materialversagen oberhalb der klassischen Dauerfestigkeit von 2×10^6 Zyklen. Die Rissinitiierung findet an inneren Einschlüssen statt, welche zur Definition einer extrinsisch beeinflussten und technologisch bedingten Lebensdauer führen. Die überwiegende Mehrzahl der Versuche hat allerdings im Gegensatz dazu bis zu einer Zyklenzahl von 10^8 Lastwechseln nicht zum Versagen des Werkstoffs geführt. Die Analyse der Proben zeigt, dass es zu einer graduell ansteigenden Schädigungsinitiierung im Sinne von Gleitspuren vorwiegend in Körnern mit hohem Schmidfaktor auf den primären Gleitsystemen der weicheren Austeniphase kommt, die im Verlauf eine Sättigung erfährt. Eine Rissinitiierung wurde in diesen Körnern nur selten beobachtet, während sich der überwiegende Anteil der gefundenen Risse aufgrund der elastischen und plastischen Anisotropie an Phasengrenzen findet. Allen Rissen gemein ist, dass sie bei niedrigen Belastungsamplituden nicht wachstumsfähig sind.

Insbesondere die Phasengrenzen haben sich sowohl bei der Versetzungsbewegung als auch bei der Rissinitiierung als effektive mikrostrukturelle Barriere erwiesen und definieren die physikalische Dauerfestigkeit des Werkstoffs im klassischen Bereich von 2×10^6 Zyklen. Im Gegensatz dazu ergibt sich für die in der austenitischen Phase vorhandenen Zwillingskorn- grenzen eine wesentlich schwächere Barrierewirkung. Daraus leitet sich eine geringere Bedeutung des Kippwinkels im Vergleich zum Drehwinkel zwischen den Körnern ab.

Das Fehlen eines stark amplitudenabhängigen, transienten Materialverhaltes, sowie die vorhandene klassische Dauerfestigkeit des Werkstoffs rechtfertigen die Anwendung der Lebensdauerbeschreibung auf Basis von Laststeigerungsversuchen. Es zeigt sich eine gute Übereinstimmung zwischen den experimentell bestimmten und der aus insgesamt nur drei Versuchen abgeleiteten Beschreibung der Lebensdauer.

Im Falle der Titanlegierung hat sich gezeigt, dass die Lebensdauer für beide Mikrostrukturen im Zeitfestigkeitsbereich nahezu identisch ist. Im Bereich der Dauerfestigkeit stellt sich aufgrund der inhomogenen Mikrostruktur eine große Streuung bei der ma-Mikrostruktur, allerdings auf etwas höherem Niveau als beim sht-Zustand ein. Die gefundenen Mechanismen der Kurzrissausbreitung unterscheiden für beide Gefügevarianten nicht. Die Rissinitiierung findet vor allem zwischen den Lamellen der sekundären Alphaphase statt. Seltener konnten auch transkristalline Risse in der primären Alphaphase nachgewiesen werden. Die anschließende Rissausbreitung wird vornehmlich durch hohe Schmidfaktoren auf dem Basal- und den prismatischen Gleitsystemen begünstigt. Neben der schubspannungskontrollierten Rissausbreitung im Stadium I stellt sich heraus, dass die interkristallin gewachsenen Risspfade zwischen den Lamellen gleicher Orientierung normalspannungskontrolliert wachsen. Den Phasengrenzen lässt sich, wie beim Duplexstahl, ebenfalls die höchste Hinderniswirkung gegen Rissausbreitung im Gefüge zuschreiben.

Die wesentlichen Ergebnisse wurden einem mechanismenorientierten Modell zur Kurzrissausbreitung zugeführt, welches die Lebensdauer mittels Simulation der Rissausbreitung in virtuellen Gefügen berechnet. Auch hier ergeben sich sowohl bei der Verifikation des Modells als auch bei der Berechnung synthetischer Wöhlerkurven gute Übereinstimmungen zwischen den experimentellen und den berechneten Daten.

Im letzten Teil der Arbeit wird eine zielorientierte und effiziente Vorgehensweise zur Entwicklung lebensdaueroptimierter Mikrostrukturen vorgeschlagen, die das mechanismenorientierte Modell mit dem phänomenologischen Ansatz sinnvoll kombiniert.

Sowohl die experimentelle Untersuchungen als auch das mechanismenorientierte Modell lassen weiten Spielraum für zukünftige Untersuchungen offen. Wünschenswert wäre eine Erweiterung des Ermüdungsbereichs über 10^8 Zyklen hinaus, da die in dieser Arbeit getroffenen Aussagen nur bis zur dieser Grenze gelten. Das größte experimentelle Potential liegt dabei sicherlich in der Erforschung der Rissausbreitung unter Berücksichtigung der Risstiefe. Moderne Analysemethoden zur dreidimensionalen Gefüge- und Rissanalyse wie Synchrotrontomographie, FIB kombiniert mit EBSD, sowie die Zielpräparation von TEM-Proben können dabei die Basis für ein noch detaillierteres Verständnis der Rissinitiierung und -ausbreitung bereitstellen. Im Modell könnten diese Informationen nicht nur zur Implementierung der Rissinitiierung, sondern auch zur dreidimensionalen Beschreibung der Kurzrissausbreitung über mehrere Körner hinweg genutzt werden.

Literatur

- Adams, C. F. Jr. (1879):
Notes on Railroad Accidents, G. P. Putnam's Sons, New York.
- Alvarez-Armas, I. (2008):
Duplex Stainless Steels: Brief History and Some Recent Alloys, *Recent Patents on Mechanical Engineering*, 1, 51-57.
- Bain, E. C.; Griffiths, W. E. (1927):
An Introduction to the Iron-Chromium-Nickel Alloys, *Transactions of the American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers*, 75, 166-213.
- Bandel, G.; Tofaute, W. (1942):
Die Versprödung von hochlegierten Chromstählen im Temperaturgebiet um 500°, *Archiv für das Eisenhüttenwesen*, 14, 307-319.
- Bantounas, I.; Dye, D.; Lindley, T. C. (2009):
The Effect of Grain Orientation on Fracture Morphology during High-Cycle Fatigue of Ti-6Al-4V, *Acta Materialia*, 57, 3584-3595.
- Bartlett, L. (2007):
The Art of Refraction and Reflection – A History of the Early Evolution of the Use of Titanium in Jewellery Dedicated to the Memory of Professor Harvey Flower, in: *Ti-2007 Science and Technology*, herausgegeben von Niinomi, M.; Akiyama, S.; Hagiwara, M.; Ikeda, M.; Maruyama, K., The Japan Institute of Metals, 1611-1614.
- Basquin, O. H. (1910):
The Exponential Law on Endurance Tests, *Proceedings of the American Society for Testing and Materials, Annual Meeting*, 10, 625-630.
- Bathias, C. (1999):
There is no Infinite Fatigue Life in Metallic Materials, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 22, 559-565.
- Benson, D. K.; Grosskreutz, J. C.; Shaw, G. G. (1972):
Mechanisms of Fatigue in Mill-Annealed Ti-6Al-4V at Room Temperature and 600°F, *Metallurgical Transactions*, 3, 1239-1248.
- Berkovich, E.S. (1951):
Three-Faceted Diamond Pyramid for Micro-Hardness Testing, *Industrial Diamond Review*, 127, 129-133.
- Bilby, B. A.; Cottrell, A. H.; Swinden, K. H. (1963):
The Spread of Plastic Yield from a Notch, *Proceedings of the Royal Society of London*, Series A, 272, 304-314.

- Bilý, M. (1993):
Cyclic Deformation and Fatigue of Metals, Elsevier Science Publishers, Amsterdam.
- Birosca, S.; Buffière, J.-Y.; Karadge, M.; Preuss, M. (2011):
3-D Observations of Short Fatigue Crack Interaction with Lamellar and Duplex Microstructures in a Two-Phase Titanium Alloy, *Acta Materialia*, 59, 1510-1522.
- Blochwitz, C.; Jacob, S.; Tirschler, W. (2008):
Grain Orientation Effects on the Growth of Short Fatigue Cracks in Austenitic Stainless Steel, *Materials Science and Engineering A*, 496, 59-66.
- Blochwitz, C.; Richter, R. (1999):
Plastic Strain Amplitude Dependent Surface Path of Microstructurally Short Fatigue Cracks in Face-Centered Cubic Metals, *Materials Science and Engineering A*, 267, 120-129.
- Blochwitz, C.; Tirschler, W. (2003):
Influence of Texture on Twin Boundary Cracks in Fatigued Austenitic Stainless Steel, *Materials Science and Engineering A*, 339, 318-327.
- Blochwitz, C.; Tirschler, W. (2005):
Twin Boundaries as Crack Nucleation Sites, *Crystal Research and Technology*, 40, 32-41.
- Bridier, F.; Villechaise, P.; Mendez, J. (2005):
Analysis of the Different Slip Systems Activated by Tension in a α/β Titanium Alloy in Relation with local Crystallographic Orientation, *Acta Materialia*, 53, 555-567.
- Bridier, F.; Villechaise, P.; Mendez, J. (2008):
Slip and Fatigue Crack Formation Processes in an α/β Titanium Alloy in Relation to Crystallographic Texture on different Scales, *Acta Materialia*, 56, 3951-3962.
- Britton, T. B.; Biroasca, S.; Preuss, M.; Wilkinson, A. J. (2010):
Electron Backscatter Diffraction Study of Dislocation Content of a Macrozone in Hot-Rolled Ti-6Al-4V alloy, *Scripta Materialia*, 62, 5, 635-642.
- Brooksbank, D.; Andrews, K. W. (1972):
Stress Fields Around Inclusions and their Relation to Mechanical Properties, *Journal of the Iron and Steel Institute*, 21, 246-255.
- Bumps, E. S.; Kessler, H. D.; Hansen, M. (1952):
Titanium Aluminum System, *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, 194, 609-614.
- Bunge, H. J. (1982):
Texture Analysis in Materials Science: Mathematical Methods, Butterworths, London.
- Burgers, J. M. (1940):
Geometrical Considerations Concerning The Structural Irregularities to be Assumed in a Crystal, *Proceedings of the Physical Society*, 52, 23-33.

- Callister Jr., W. D. (2007):
Materials Science and Engineering: An Introduction, John Wiley & Sons, New York.
- Chai, G. (2006):
Fatigue Behavior of Duplex Stainless Steels in the Very High Cycle Regime,
International Journal of Fatigue, 28, 1611-1617.
- Chai, G.; Kivisäkk, U.; Tokaruk, J.; Eidhagen, J. (2009):
Hyper Duplex Stainless Steel for Deep Subsea Applications, Stainless Steel World, 3,
27-33.
- Charles, J. (2009):
Corrosion Resistance Properties, in: Duplex Stainless Steels, herausgegeben von
Alvarez-Armas, I.; Degallaix-Moreuil, S., ISTE Ltd., London, 47-114.
- Chater, J. (2010):
The European Market for Duplex Stainless Steels: Rapid Growth Expected, Duplex
Steel World, 3, 1-4.
- Chen, G. Z.; Fray, D. J.; Farthing, T. W. (2000):
*Direct Electrochemical Reduction of Titanium Dioxide to Titanium in Molten Calcium
Chloride*, Nature, 407, 361-364.
- Christ, H.-J. (1991):
*Wechselverformung von Metallen – Zyklisches Spannungs-Dehnungs-Verhalten und
Mikrostruktur*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg.
- Christ H.-J.; Fritzen C.-P.; Köster, P. (2014):
Micromechanical Modeling of Short Fatigue Cracks, Current Opinion in Solid State
and Materials Science, 18, 205-211.
- Coffin Jr., L. F. (1954):
A Study of the Effects of Cyclic Thermal Stresses on a Ductile Metal, Transactions of
the American Society of Mechanical Engineers, 76, 931-950.
- Davidson, D. L. (2007):
*The Effect of a Cluster of Similar Oriented Grains (A Supergrain) on Fatigue Crack
Initiation Characteristics of Clean Materials*, in: Proceedings of the 4th International
Conference on Very High Cycle Fatigue, herausgegeben von: Allison, J. E.; Jones, J.
W.; Larsen, J. M.; Ritchie, R. O., TMS, 23-28.
- Dengel, D.; Harig, H. (1980):
Estimation of the Fatigue Limit by Progressively-Increased Load Tests, Fatigue of
Engineering Materials and Structures, 3, 113-128.
- Dixon, W. J.; Mood, A. M. (1948):
A Method for Obtaining and Analyzing Sensitivity Data, Journal of the American
Statistical Association, 43, 109-126.

- Doenges, B.; Knobbe, H.; Koester, P.; Fritzen, C.-P.; Christ, H.-J.; Krupp, U. (2012): *Localization of Crack Initiation Sites During Fatigue of an Austenitic-Ferritic Duplex Steel in the High and Very High Cycle Fatigue (HCF/VHCF) Regime*, in: Materials Science & Technology Conference and Exhibition 2011, Proceedings of a Meeting held 16-20 October 2011, herausgegeben von: Curran Associates, Inc., Red Hook, 817-823.
- Dörr, G.; Blochwitz, C. (1987): *Microcracks in Fatigued FCC Polycrystals by Interaction Between Persistent Slip Bands and Grain Boundaries*, Crystal Research and Technology, 22, 113-121.
- Düber, O. (2007): *Untersuchungen zum Ausbreitungsverhalten mikrostrukturell kurzer Ermüdungsrisse in zweiphasigen metallischen Werkstoffen am Beispiel eines austenitisch-ferritischen Duplexstahls*, Dissertation, Universität Siegen, VDI Verlag, Düsseldorf.
- Dugdale, D. S. (1960): *Yielding of Steel Sheets Containing Slits*, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 8, 100-104.
- Eisenbahnrevue (2004): *Gutachten zum Unfall von Eschede*, Eisenbahn-Revue International, 4, 171.
- Elber, W. (1970): *Fatigue Crack Closure Under Cyclic Tension*, Engineering Fracture Mechanics, 2, 37-44.
- Eshelby, J. D.; Frank, F. C., Nabarro, F. R. N. (1951): *The Equilibrium of Linear Arrays of Dislocations*, Philosophical Magazine, 42, 351-364.
- Essmann, U.; Gösele, U.; Mughrabi, H. (1981): *A Model of Extrusions and Intrusions in Fatigued Metals I. Point-Defect Production and the Growth of Extrusions*, Philosophical Magazine, 44, 405-426.
- Everhart, T. E.; Thornley, R. F. M. (1960): *Wide-Band Detector for Micro-Microampere Low-Energy Electron Currents*, Journal of Scientific Instruments, 37, 246-248.
- Ewing, J. A.; Humfrey, J. C. W. (1903): *The Fracture of Metals under Repeated Alternations of Stress*, Philosophical Transactions of the Royal Society of London, Series A, 200, 241-250.
- Ewing, J. A.; Rosenhain, W. (1899): *Experiments in Micro-Metallurgy: – Effects of Strain. Preliminary Notice*, Proceedings of the Royal Society of London, 65, 85-90.
- Feltner, C. E.; Laird, C. (1968): *Factors Influencing the Dislocation Structures in Fatigued Metals*, The Metallurgical Society of the American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 242, 1253-1257.

- Floer, W. (2003):
Untersuchungen zur mechanismenorientierten Lebensdauervorhersage an einer β -Titanlegierung, Dissertation, Universität Siegen, VDI Verlag, Düsseldorf.
- Floreen, S.; Hayden, H. W. (1968):
The Influence of Austenite and Ferrite on the Mechanical Properties of Two-Phase Stainless Steels having Microduplex Structures, Transactions of the American Society of Metals Quarterly, 61, 85-93.
- Folkhard, E. (1984):
Metallurgie der Schweißung nichtrostender Stähle, Springer-Verlag, Wien/New York.
- Forsyth, P. J. E. (1962):
A Two Stage Process of Fatigue Crack Growth, in: Proceedings of the Crack Propagation Symposium, The College of Aeronautics, Cranfield, 76-94.
- Fultz, B.; Howe, J. (2008):
Transmission Electron Microscopy and Diffractometry of Materials, Springer, Berlin, Heidelberg, New York.
- Gedcke, D. A.; Ayers, J. B.; DeNee, P. B. (1978):
A Solid State Backscattered Electron Detector Capable of Operating at T. V. Scan Rates, Scanning Electron Microscopy, 1, 581-594.
- Gemperlová, J.; Jacques, A.; Gemperle, A.; Zárubová, N. (2002):
Transformation of Slip Dislocations in $\Sigma 3$ Grain Boundary, Interface Science, 10, 51-57.
- Gerold, V.; Karnthaler, H. P. (1989):
On the Origin of Planar Slip in FCC Alloys, Acta Metallurgica, 37, 2177-2183.
- Giannuzzi, L. A.; Stevie, F. A. (2005):
Introduction to Focused Ion Beams: Instrumentation, Theory, Techniques, and Practice, Springer, New York.
- Golden, P. J.; John, R.; Porter III, W. J. (2009):
Variability in Room Temperature Fatigue Life of Alpha + Beta Processed Ti-6Al-4V, International Journal of Fatigue, 31, 1764-1770.
- Goldstein, J. I.; Newbury, D. E.; Echlin, P.; Joy, D. C.; Lyman, C. E.; Lifshin, E.; Sawyer, L.; Michael, J. R. (2003):
Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, Springer, New York.
- Gorynin, I. V.; Ushkov, S. S.; Mikhaylov, V. I. (2007):
Titanium – The Key to Ocean Depth, in: Ti-2007 Science and Technology, herausgegeben von Niinomi, M.; Akiyama, S.; Hagiwara, M.; Ikeda, M.; Maruyama, K., The Japan Institute of Metals, 1617-1624.
- Gottstein, G. (2007):
Physikalische Grundlagen der Materialkunde, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg.

- Gough, H. J.; Sopwith, D. G. (1932):
Atmospheric Action as a Factor in the Fatigue of Metals, Journal of the Institute of Metals, 49, 93-122.
- Grau, P.; Lorenz, D.; Zeckzer, A. (2002):
Fundamentals of Dislocation Nucleation at Nanoindentation, Radiation Effects & Defects in Solids, 157, 863-869.
- Gregor, W. (1791):
Beobachtungen und Versuche über den Menakanite, einen in Cornwall gefundenen magnetischen Sand, Chemische Annalen für die Freunde der Naturlehre, Arzneigelahrtheit, Haushaltskunst und Manufakturen, 1, 40-54 und 103-119.
- Grigorescu, A. (2010):
Untersuchung des Ermüdungsverhaltens einer ($\alpha+\beta$)-Titanlegierung, Studienarbeit, Universität Siegen.
- Grüneisen, E. (1907):
Die elastischen Konstanten der Metalle bei kleinen Deformationen. I. Der dynamisch und statisch gemessene Elastizitätsmodul, Annalen der Physik, 327, 801-851.
- Gunn, R. N. (1997):
Duplex Stainless Steels – Microstructure, Properties and Applications, Woodhead Publishing Ltd, Cambridge.
- Hall, E. O. (1951):
The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results, Proceedings of the Physical Society, 64b, 747-753.
- Hashimoto, S.; Miyamoto, H.; Mirua, S. (1994):
Role of Interphase-Boundary Sliding in a Superplastic Flow of Duplex Materials Consisting of a Soft and Hard Phase, in: 7th JIM International Symposium on Aspects of High Temperature Deformation, Fracture in Crystalline Materials, herausgegeben von Hosoi, Y.; Yoshinaha, H.; Oikawa, H.; Maruyama, K., The Japan Institute of Metals, 115-122.
- Heinz, A.; Neumann, P. (1990):
Crack Initiation during High Cycle Fatigue of an Austenitic Steel, Acta Metallurgica et Materialia, 38, 1933-1940.
- Herbig, M.; King, A.; Reischig, P.; Proudhon, H.; Lauridsen, E. M.; Marrow, J.; Buffière, J.-Y.; Ludwig, W. (2011):
3-D Growth of a Short Fatigue Crack within a Polycrystalline Microstructure studied using Combined Diffraction and Phase-Contrast X-ray Tomography, Acta Materialia, 59, 590-601.
- Hertzberg, R. W. (1995):
Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials, John Wiley & Sons, New York.

- Hertzman, S.; Charles, J. (2011):
On the Effect of Nitrogen on Duplex Stainless Steels, *Revue de Métallurgie*, 108, 413-425.
- Holzapfel, C.; Schäf, W.; Marx, M.; Vehoff, H.; Mücklich, F. (2007):
Interaction of Cracks with Precipitates and Grain Boundaries: Understanding Crack Growth Mechanisms through Focused Ion Beam Tomography, *Scripta Materialia*, 56, 697-700.
- Hooke, R. (1678):
Lectures De Potentia Restitutiva, J. Martyn, London.
- Höppel, H. W.; May, L.; Prell, M.; Göken, M. (2011):
Influence of Grain Size and Precipitation State on the Fatigue Lives and Deformation Mechanisms of CP Aluminium and AA6082 in the VHCF-Regime, *International Journal of Fatigue*, 33, 10-18.
- Hornbogen, E.; Skrotzki, B. (2009):
Mikro- und Nanoskopie der Werkstoffe, Springer, Heidelberg, London, New York.
- Hull, D.; Bacon, D. J. (2001):
Introduction to Dislocations, Butterworth-Heinemann, Oxford.
- Hunsche, A.; Neumann, P. (1986):
Quantitative Measurement of Persistent Slip Band Profiles and Crack Initiation, *Acta Metallurgica*, 34, 207-217.
- Irwin, G. R. (1957):
Analysis of Stresses and Strains Near the End of a Crack Transversing a Plate, *Journal of Applied Mechanics*, 24, 361-364.
- Iturgoy, L.; Anglad, M. (1997):
The Influence of Ageing at Intermediate Temperatures on the Mechanical Behaviour of a Duplex Stainless Steel: Part II. Fatigue Life and Fatigue Crack Growth, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 20, 917-928.
- Iza-Mendia, A.; Gutierrez, I. (2007):
Factors Affecting the Hot Workability of Duplex Stainless Steel, in: *Duplex 2007 International Conference and Expo*, auf CD-ROM.
- Jett, E. R.; Foote, F. (1936):
The Fe-Cr Alloy System, *Metals and Alloys*, 7, 207-210.
- Johansson, J.; Odén, M. (2000):
Load Sharing between Austenite and Ferrite in a Duplex Stainless Steel During Cyclic Loading, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31A, 1557-1570.
- Kamaya, M.; Wilkinson, A. J.; Titchmarsh, J. M. (2006):
Quantification of Plastic Strain of Stainless Steel and Nickel Alloy by Electron Backscatter Diffraction, *Acta Materialia*, 54, 539-548.

- Karle, M. (2006):
Analyse des Leistungsspektrums eines Hochfrequenzpulsationsprüfstandes unter Berücksichtigung der Probensteifigkeit, Studienarbeit, Universität Siegen.
- Kearns, M. (2005):
Titanium: Alive, Well, and Booming!, *Advanced Materials & Processes*, 9, 63-64.
- Kikuchi, S. (1928):
Further Study on the Diffraction of Cathode Rays by Mica, *Proceedings of the Imperial Academy*, 6, 275-278.
- Kim, W. H.; Laird, C. (1978):
Crack Nucleation and Stage I Propagation in High Strain Fatigue – II. Mechanism, *Acta Metallurgica*, 26, 789-799.
- Kördel, J. (2007):
Konzeptionierung einer Spannvorrichtung für einen Hochfrequenz-Pulsationsprüfstand und Optimierung der Probengeometrie mittels FEM, Studienarbeit, Universität Siegen.
- Kördel, J. (2008):
Ermüdungsverhalten von Duplexstahl im Bereich der klassischen Dauerfestigkeit, Diplomarbeit Universität Siegen.
- Köster, P. (2015):
Mechanismenorientierte Modellierung und Simulation der mikrostrukturbestimmten Kurzrisssausbreitung unter Berücksichtigung ebener und räumlicher Aspekte, Dissertation, Universität Siegen, 2015
- Köster, P.; Knobbe, H.; Fritzen, C.-P.; Christ, H.-J.; Krupp, U. (2010):
A three-dimensional Model for Stage I-Crack Propagation, *Technische Mechanik*, 30, 185-94.
- Kroll, W. J. (1940):
The Production of Ductile Titanium, *Transactions of the Electrochemical Society*, 78, 35-47.
- Krupp, U. (2004):
Mikrostrukturelle Aspekte der Rissinitiierung und -ausbreitung in metallischen Werkstoffen, Habilitationsschrift, Universität Siegen.
- Krupp, U.; Düber, O.; Christ, H.-J.; Künkler, B.; Fritzen, C.-P. (2005):
Significance of Grain and Phase Boundaries as Microstructural Barriers to Fatigue Microcrack Propagation in a Duplex Steel, in: *Proceedings of the 5th International Conference on Low Cycle Fatigue*, herausgegeben von: Portella, P. D.; Sehitoglu, H.; Hatanaka, H., Deutscher Verband für Materialforschung und Prüfung e.V., Berlin, 33-38.

- Künkler, B. (2007):
Mechanismenorientierte Lebensdauervorhersage unter Berücksichtigung der Mikrostruktur – Modellentwicklung, Verifikation und Anwendung, Dissertation, Universität Siegen, VDI Verlag, Düsseldorf.
- Kurdjumow, G.; Sachs, G. (1930a):
Über den Mechanismus der Stahlhärtung, Zeitschrift für Physik A, 64, 5-6, 325-343.
- Kurdjumow, G.; Sachs, G. (1930b):
Walz- und Rekristallisationstextur von Eisenblech, Zeitschrift für Physik A, 62, 9-10, 592-599.
- Laird, C.; Smith, G. C. (1962):
Crack Propagation in High Stress Fatigue, Philosophical Magazine, 7, 847-857.
- Landgraf, R. W.; Morrow, J.; Endo, T. (1969):
Determination of the Cyclic Stress-Strain Curve, Journal of Metals, 4, 176-188.
- Ledbetter, H. M. (1984):
Monocrystal-Polycrystal Elastic Constants of a Stainless Steel, Physica Status Solidi, 85, 89-96.
- Ledbetter, H. M.; Frederick, N. V.; Austin, M. W. (1980):
Elastic-Constant Variability in Stainless-Steel 304, Journal of Applied Physics, 51, 305-309.
- Ledbetter, H. M.; Ogi, H.; Kai, S.; Kim, S.; Hirao, M. (2004):
Elastic Constants of Body-Centered-Cubic Titanium Monocrystals, Journal of Applied Physics, 95, 4642-4644.
- Lukáš, P.; Kunz, L. (2002):
Specific Features of High-Cycle and Ultra-High-Cycle Fatigue, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 25, 747-753.
- Lütjering, G. (1999):
Property Optimization Through Microstructural Control in Titanium and Aluminum Alloys, Materials Science and Engineering A, 263, 117-126.
- Lütjering, G.; Williams, J. C. (2003):
Titanium, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg.
- Ma, A.; Roters, F.; Raabe, D. (2006):
On the Consideration of Interactions between Dislocations and Grain Boundaries in Crystal Plasticity Finite Element Modeling - Theory, Experiments and Simulations, Acta Materialia, 54, 2181-2194.
- Man, J.; Obrtlík, K.; Polák, J. (2009):
Extrusions and Intrusions in Fatigued Metals. Part 1. State of the Art and History, Philosophical Magazine, 89, 1295-1336.

- Manson, S. S. (1953):
Behavior of Materials under Conditions of Thermal Stress, National Advisory Committee for Aeronautics, Technical Note 2933.
- Marinelli, C. (2011):
Private Kommunikation.
- Marx, M.; Schäfer, W.; Vehoff, H.; Holzapfel, C. (2006):
Interaction of Microcracks with Selected Interfaces: Focused Ion Beam for a Systematic Crack Initiation, Materials Science and Engineering A, 435, 595-601.
- Mateo, A.; Llanes, L.; Akdut, N.; Stolarz, J.; Anglada, M. (2003):
Anisotropy Effects on the Fatigue Behavior of Rolled Duplex Stainless Steels, International Journal of Fatigue, 25, 481-488.
- Merson, E.; Brydson, R.; Brown, A. (2008):
The Effect of Crystallographic Orientation on the Mechanical Properties of Titanium, Journal of Physics: Conference Series, 126.
- Miller, K. J.; O'Donnell, W. J. (1999):
The Fatigue Limit and its Elimination, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 22, 545-557.
- Miller, W. H. (1839):
A Treatise on Crystallography, John W. Parker, London.
- Möller, C. A.; Friedrich, B. (2008):
Combined TiO₂-Chlorination and Electrolytic TiCl_x-Reduction – Progress Report, International Round Table on Titanium Production in Molten Salts, 2.-4. März 2008, Köln, 79-82.
- Morgan, J. M.; Milligan, W. W. (1997):
A 1 kHz Servohydraulic Fatigue Testing System, in: High Cycle Fatigue of Structural Materials, herausgegeben von Soboyejo, W. O., Paris, P. C., The Minerals, Metals & Materials Society, Warrendale, 305-312.
- Morrow, J. (1964):
Cyclic Plastic Strain Energy and Fatigue of Metals, American Society of Testing and Materials, Special Technical Publication 378, 45-87.
- Mughrabi, H. (1978):
The Cyclic Hardening and Saturation Behaviour of Copper Single Crystals, Materials Science and Engineering, 33, 207-223.
- Mughrabi, H. (2002):
On "Multi-Stage" Fatigue Life Diagrams and the Relevant Life-Controlling Mechanisms, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 25, 755-764.

- Mughrabi, H.; Herz, K.; Stark, X. (1981):
Cyclic Deformation and Fatigue Behaviour of α -Iron Mono- and Polycrystals, International Journal of Fracture, 17, 193-220.
- Murakami, Y.; Endo, M. (1983):
Quantitative Evaluation of Fatigue Strength of Metals Containing Various Small Defects or Cracks, Engineering Fracture Mechanics, 17, 1-15.
- Murakami, Y.; Endo, M. (1986):
Effects of Hardness and Crack Geometries on ΔK_{th} of Small Cracks Emanating from Small Defects, in: The Behaviour of Short Fatigue Cracks, herausgegeben von Miller, K. J.; De Los Rios, E. R., Mechanical Engineering Publications, London, 275-293.
- Murakami, Y.; Endo, M. (1994):
Effects of Defects, Inclusions and Inhomogeneities on Fatigue Strength, International Journal of Fatigue, 16, 163-182.
- Murakami, Y.; Nomoto, T.; Ueda, T. (1999):
Factors Influencing the Mechanism of Superlong Fatigue Failure in Steels, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 22, 581-950.
- Murakami, Y.; Nomoto, T.; Ueda, T.; Murakami, Y. (2000):
On the Mechanism of Fatigue Failure in the Superlong Life Regime ($N > 10^7$ Cycles). Part I: Influence of Hydrogen Trapped by Inclusions, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 23, 893-902.
- Murakami, Y.; Uemura, Y.; Natsume, Y.; Miyakawa, S. (1990):
Effect of Mean Stress on the Fatigue Strength of High-Strength Steels Containing Small Defects or Nonmetallic Inclusions, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers A, 56, 1074-1081.
- Naito, T.; Ueda, H.; Kikuchi, M. (1984):
Fatigue Behavior of Carburized Steel with Internal Oxides and Nonmartensitic Microstructure Near the Surface, Metallurgical Transactions A, 15, 1431-1436.
- Navarro, A.; Rios, E. R. de los (1988a):
Short and Long Crack Growth: A Unified Model, Philosophical Magazine A, 57, 15-36.
- Navarro, A.; Rios, E. R. de los (1988b):
An Alternative Model of the Blocking of Dislocations at Grain Boundaries, Philosophical Magazine A, 57, 37-42.
- Neumann, P. (1969):
Coarse Slip Model of Fatigue, Acta Metallurgica, 17, 1219-1225.
- Niinomi, M. (1998):
Mechanical Properties of Biomedical Titanium Alloys, Materials Science and Engineering A, 243, 231-236.

- Niinomi, M. (2007):
Titanium Alloys for Biomedical, Dental and Healthcare Applications, in: Ti-2007 Science and Technology, herausgegeben von Niinomi, M.; Akiyama, S.; Hagiwara, M.; Ikeda, M.; Maruyama, K., The Japan Institute of Metals, 1417-1424.
- Nilsson, J.-O. (1992):
Super Duplex Stainless Steel, Materials Science and Technology, 8, 685-700.
- Nishijima, S.; Kanazawa, K. (1999):
Stepwise S-N Curve and Fish-Eye Failure in Gigacycle Fatigue, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 22, 601-607.
- Notkina, E.; Lütjering, G.; Gysler, A.; Stanzl-Tschegg, S.; Mayer, H. (2001):
Surface vs. Subsurface Crack Nucleation in the HCF Regime of Titanium Alloys, In: Proceedings of the International Conference on Fatigue in the Very High Cycle Regime, herausgegeben von Stanzl-Tschegg, S.; Mayer, H., Institut für Meteorologie und Physik, Wien, 149-156.
- Oberwinkler, B. (2010):
Damage Tolerant Lightweight Design of Ti-6Al-4V Forgings, Dissertation, Montanuniversität Leoben.
- Oda, T. (2007):
Recent Civil Applications and Supporting Technologies, in: Ti-2007 Science and Technology, herausgegeben von Niinomi, M.; Akiyama, S.; Hagiwara, M.; Ikeda, M.; Maruyama, K., The Japan Institute of Metals, 1581-1587.
- Orowan, E. (1934):
Zur Kristallplastizität. III. Über den Mechanismus des Gleitvorganges, Zeitschrift für Physik, 89, 634-659.
- Paris, P. C.; Erdogan, F. (1963):
A Critical Analysis of Crack Propagation Laws, Journal of Basic Engineering, 85, 528-534.
- Paris, P. C.; Gomez, M. P.; Anderson, W. P. (1961):
A Rational Analytic Theory of Fatigue, The Trend in Engineering, 13, 9-14.
- Pearson, S. (1975):
Initiation of Fatigue Cracks in Commercial Aluminum Alloys and the Subsequent Propagation of Very Short Cracks, Engineering Fracture Mechanics, 7, 235-247.
- Petch, N. J. (1953):
The Cleavage Strength of Polycrystals, Journal of the Iron and Steel Institute, 174, 25-28.
- Peters, M.; Kumpfert, J.; Ward, C. H.; Leyens, C. (2003):
Titanium Alloys for Aerospace Applications, Advanced Engineering Materials, 5, 419-427.

- Peters, M.; Leyens, C. (2002):
Titan und Titanlegierungen, Wiley-VCH, Weinheim.
- Pohl, M.; Storz, O.; Glogowski, T. (2007):
Effect of Intermetallic Precipitations on the Properties of Duplex Stainless Steel,
Materials Characterization, 58, 65-71.
- Polanyi, M. (1934):
Über eine Art Gitterstörung, die einen Kristall plastisch machen könnte, *Zeitschrift für Physik*, 89, 660-664.
- Raabe, D. (2003):
Overview on Basic Types of Hot Rolling Textures of Steels, *Steel Research International*, 75, 5, 327-337.
- Randle, V. (2006):
'Special' Boundaries and Grain Boundary Plane Engineering, *Scripta Materialia*, 54, 1011-1015.
- Rankine, W. J. M. (1843):
On the Causes of Unexpected Breakage of the Journals of Railroad Axles; and on the Means of Preventing such Accidents by Observing the Law of Continuity in their Construction, *Proceedings of the Institute of Civil Engineers*, 2, 105-108.
- Rausch, J. J.; Crossley, F. A.; Kessler, H. D. (1956):
Titanium-Rich Corner of theta-Al-V System, *Transactions of the American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers*, 206, 211-214.
- Reimer, L. (1998):
Scanning Electron Microscopy – Physics of Image Formation and Microanalysis, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg.
- Roos, E.; Maile, K. (2008):
Werkstoffkunde für Ingenieure, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg.
- Rösler, J.; Harders, H.; Bäker, M. (2006):
Mechanisches Verhalten der Werkstoffe, Teubner Verlag, Wiesbaden.
- Rugg, D. (2003):
The Current Status of Titanium Alloys Use in Aero-Engines, *Ti-2003 Science and Technology*, herausgegeben von Lütjering, G.; Albrecht, J., Wiley-VCH, 2727-2735.
- Sakai, T. (2006):
Crack Initiation Mechanisms of Bearing Steel in the Very High Cycle Fatigue, in: *Fracture of Nano and Engineering Materials and Structures*, *Proceedings of the 16th European Conference of Fracture*, herausgegeben von: Gdoutos, E. E., Alexandropolis, auf CD-ROM.
- Saxena, A.; Hudak, S. J.; Donald, J. K.; Schmidt, D. W. (1978):
Computer-Controlled Decreasing Stress Intensity Technique for Low Rate Fatigue Crack Growth Testing, *Journal of Testing and Evaluation*, 6, 167-174.

- Schenkel, B. (2010):
Untersuchungen zum Langrisswachstum einer Beta-Titanlegierung und eines Duplexstahls, Studienarbeit, Universität Siegen.
- Schick, A. (2004):
Ein neues Modell zur mechanismenorientierten Simulation der mikrostrukturbestimmten Kurzrissausbreitung, Dissertation, Universität Siegen, VDI Verlag, Düsseldorf.
- Schick, A.; Fritzen, C. P.; Floer, W.; Hu, Y. M.; Krupp, U.; Christ, H.-J. (2000):
Stress Concentrations at Grain Boundaries Due to Anisotropic Elastic Material Behaviour, in: *Damage and Fracture Mechanics VI*, Proceedings of the 6th Conference on Computer Aided Assessment and Control, herausgegeben von: Selvadurai, A. P. S.; Brebbia, C. A., WIT Press, Montreal, 393-402.
- Schmid, E.; Boas, W. (1935):
Kristallplastizität mit besonderer Berücksichtigung der Metalle, Julius Springer, Berlin.
- Schwalbe, K.-H. (1980):
Bruchmechanik metallischer Werkstoffe, Carl Hanser Verlag, München.
- Schwartz, A. J.; Kumar, M.; Adams, B. L.; Field, D. P. (2009):
Electron Backscatter Diffraction in Materials Science, Springer, New York.
- Schwerdt, D.; Pyttel, B.; Berger, C. (2011):
Fatigue Strength and Failure Mechanisms of Wrought Aluminium Alloys in the VHCF-Region Considering Material and Component Relevant Influencing Factors, *International Journal of Fatigue*, 33, 33-41.
- Seliger, R. L.; Ward, J. W.; Wang, V.; Kubena, R. L. (1979):
A High-Intensity Scanning Ion Probe with Submicrometer Spot Size, *Applied Physics Letters*, 34, 310-312.
- Shiozawa, K.; Morii, Y.; Nishino, S.; Lu, L. (2006):
Subsurface Crack Initiation and Propagation Mechanism in High-Strength Steel in a Very High Cycle Fatigue Regime, *International Journal of Fatigue*, 28, 1521-1532.
- Shockley, W. B. (1948):
Half Dislocations, *Physical Review*, 73, 1232.
- Sommer, C.; Christ, H.-J.; Mughrabi, H. (1991):
Non-Linear Elastic Behaviour of the Roller Bearing Steel SAE 52100 During Cyclic Loading, *Acta Metallurgica et Materialia*, 39, 1177-1178.
- Stanzl, S.; Mitsche, R.; Weiss, B. (1970):
Investigations Into Effect of Alternating Stressing by Ultrasonic Waves on Deformation Behaviour of Soft Iron, *Archiv für das Eisenhüttenwesen*, 41, 867-874.

- Starke, P. (2007):
Lebensdauerberechnung bei ein- und mehrstufig beanspruchten Proben aus vergütetem 42CrMo4, Dissertation, Technische Universität Kaiserslautern, Verlag: Technische Universität Kaiserslautern, Kaiserslautern.
- Starke, P.; Walther, F.; Eifler, D. (2006):
PHYBAL – A New Method for Lifetime Prediction Based on Strain, Temperature and Electrical Measurements, International Journal of Fatigue, 28, 1028-1036.
- Suresh, S. (2006):
Fatigue of Materials, Cambridge University Press, New York.
- Taira, S.; Tanaka, K.; Nakai, Y. (1978):
A Model of Crack-Tip Slip Band Blocked by Grain Boundary, Mechanics Research Communications, 5, 375-381.
- Tanaka, K.; Akiniwa, Y.; Nakai, Y.; Wie, R. P. (1986):
Modelling of Small Fatigue Crack Growth Interacting with Grain Boundary, Engineering Fracture Mechanics, 24, 803-819.
- Tanaka, K.; Mura, T. (1982):
A Theory of Fatigue Crack Initiation at Inclusions, Metallurgical Transactions A, 13, 117-123.
- Taylor, G. I. (1934):
The Mechanism of Plastic Deformation of Crystals. Part I. Theoretical, Proceedings of the Royal Society of London. Series A, 145, 362-387.
- Thompson, N.; Wadsworth, N.; Louat, N. (1956):
The Origin of Fatigue Fracture in Copper, Philosophical Magazine, 1, 113-126.
- Vasudevan, A. K.; Sadananda, K.; Glinka, G. (2001):
Critical Parameters for Fatigue Damage, International Journal of Fatigue, 23, S39-S53.
- Venables, J. A.; Harland, C. J. (1973):
Electron back-scattering patterns – A new technique for obtaining crystallographic information in the scanning electron microscope, Philosophical Magazine, 27, 1193-1200.
- Viswanathan, G. B.; Lee, E.; Maher, D. M.; Banerjee, S.; Fraser, H. L. (2005):
Direct Observations and Analysis of Dislocations Substructures in the α -Phase of an α/β Ti-Alloy Formed by Nanoindentation, Acta Materialia, 53, 5101-5115.
- Vogt, J.-B.; Saadi, B. A.; Foct, J. (1999):
Analysis of the Fatigue Dislocation Structures in a Duplex Stainless Steel Alloyed with Nitrogen, Zeitschrift für Metallkunde, 90, 323-328.
- Volterra, V. (1907):
Sur l'Équilibre des Corps Élastiques Multiplement Connexes, Annales Scientifiques de l'École Normale Supérieure, 24, 401-517.

Voronoi, G. (1908):

Nouvelles Applications des Paramètres Continus à la Théorie des Forms Quadratiques. Deuxième Mémoire. Recherches sur les Paralléloèdres Primitifs, Journal für die reine und angewandte Mathematik, 134, 198-287.

Wagner, L.; Schauerte, O. (2007):

Status of Titanium and Titanium Alloys in Automotive Applications, in: Ti-2007 Science and Technology, herausgegeben von Niinomi, M.; Akiyama, S.; Hagiwara, M.; Ikeda, M.; Maruyama, K., The Japan Institute of Metals, 1371-1378.

Weidner, A.; Amberger, D.; Pyczak, F.; Schönbauer, B.; Stanzl-Tschegg, S.; Mughrabi, H. (2010):

Fatigue Damage in Copper Polycrystals Subjected to Ultrahigh-Cycle Fatigue Below the PSB Threshold, International Journal of Fatigue, 32, 872-878.

Wells, A. A. (1963):

Application of Fracture Mechanics at and Beyond General Yielding, British Welding Journal, 10, 563-570.

Wilkinson, A. J.; Roberts, S. G.; Hirsch, P. B. (1998):

Modelling the Threshold Conditions for Propagation of Stage I Fatigue Cracks, Acta Materialia, 46, 379-390.

Wöhler, A. (1860):

Versuche über die Festigkeit der Eisenbahnwagenachsen, Zeitschrift für Bauwesen, 10, 583-616.

Yao, N. (2007):

Focused Ion Beam Systems: Basics and Applications, Cambridge University Press, Cambridge.

Yoder, G. R.; Cooley, L. A.; Crooker, T. W. (1979):

Quantitative Analysis of Microstructural Effects on Fatigue Crack Growth in Widmanstätten Ti-6Al-4V and Ti-18Al-1Mo-1V, Engineering Fracture Mechanics, 11, 805-816.

Zener, C. M. (1948):

Elasticity and Anelasticity of Metals, University of Chicago Press, Chicago.

Zhai, T.; Wilkinson, A. J.; Martin, J. W. (2000):

A Crystallographic Mechanism for Fatigue Crack Propagation through Grain Boundaries, Acta Materialia, 48, 4917-4927.