

Einfluss einer zyklischen Belastung auf die Versprödungskinetik von Legierungen am Beispiel der 475 °C – Versprödung von Duplexstahl und der dynamischen Versprödung einer Nickelbasislegierung

KEN WACKERMANN



KEN WACKERMANN

Einfluss einer zyklischen Belastung auf die Versprödungskinetik von Legierungen am Beispiel der 475 °C – Versprödung von Duplexstahl und der dynamischen Versprödung einer Nickelbasislegierung

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.

Zugl.: Siegen, Univ., Diss., 2015

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 Ken Wackermann 2015
© Copyright Lehrstuhl fuer Materialkunde und Werkstoffpruefung,
Universitaet Siegen 2015
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:467-9717
ISSN 2193-5114

**Einfluss einer zyklischen Belastung auf die
Versprödungskinetik von Legierungen am Beispiel
der 475°C-Versprödung von Duplexstahl und der
dynamischen Versprödung einer Nickelbasislegierung**

DISSERTATION
zur Erlangung des Grades eines Doktors
der Ingenieurwissenschaften

vorgelegt von
Dipl.-Wirt.-Ing. Ken Wackermann
aus Esslingen

eingereicht bei der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät
der Universität Siegen
Siegen 2014

Erster Gutachter: Prof. Dr.-Ing. habil. Hans-Jürgen Christ
Zweiter Gutachter: Prof. Dr.-Ing. habil. Ulrich Krupp
Tag der Prüfung: 07.07.2015

Danksagung

Die vorliegende Arbeit ist das Ergebnis meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Materialkunde und Werkstoffprüfung der Universität Siegen unter der Leitung von Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. H.-J. Christ. Die Danksagung ist der erfreulichste Teil einer langen Arbeit. Endlich darf ich allen Menschen danken, ohne die die Arbeit nicht möglich gewesen wäre und mir nur halb so viel Spaß bereitet hätte.

Mein ganz besonderer Dank gilt meinen Doktorvätern Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. H.-J. Christ und Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. U. Krupp für die Grundidee dieses spannenden und vielseitigen Projekts und dass Sie mir die Chance gegeben haben, mich fachlich und persönlich weiterzuentwickeln. Ich danke Herrn Bernauer und seinem Arbeitgeber MAN Turbo & Diesel SE für die Bereitstellung der Nickelbasislegierung, mit welcher das Projekt durchgeführt wurde. Mein Dank gilt auch Herrn Dr.-Ing. Müller von der staatlichen Materialprüfungsanstalt Darmstadt für seine Hilfe beim Aufbau der Prüftechnik. Weiterhin danke ich der Deutsche Forschungsgemeinschaft für die finanzielle Unterstützung. Ich danke ganz herzlich allen meinen Kolleginnen und Kollegen am Lehrstuhl für Materialkunde und Werkstoffprüfung der Universität Siegen für die tolle Zeit und gute Zusammenarbeit. Mein Dank gilt auch meinen studentischen Hilfskräften, die mir viel Laborarbeit abgenommen und mir so Zeit zum Denken geben haben. Abschließend möchte ich den Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern der mechanischen Werkstatt des Departments Maschinenbaus der Universität Siegen danken.

Mein persönlicher Dank gilt meinen Eltern, die mir diese Ausbildung erst ermöglicht haben. Abschließend danke ich meiner Freundin für ihre Unterstützung, ihr Vertrauen und natürlich für ihre Liebe.

Freiburg im Breisgau, Oktober 2015

Ken Wackermann

Kurzfassung in Englisch

The objective of this study was to investigate the dependence of high temperature embrittlement mechanisms on high temperature fatigue and vice versa. As model embrittlement mechanisms the 475°C Embrittlement of ferritic austenitic duplex stainless steel and the Dynamic Embrittlement of nickel-based superalloys were selected.

The 475°C Embrittlement is a thermally activated decomposition of the ferritic phase which hardens the material. In contrast to this a cyclic plastic deformation weakens the steel by a deformation-induced dissolution of the decomposition. Fatigue tests with different frequencies, loading amplitudes at room temperature and at 475°C with Duplex Stainless Steel in different states of embrittlement show that the ongoing 475°C Embrittlement and the deformation-induced dissolution are competing mechanisms. It depends on the frequency, the loading amplitude and the temperature which mechanism is dominant. Applying the model of the yield stress distribution function to the hysteresis branches of the fatigue tests allows an analysis of the fatigue behaviour of each phase individually. This analysis shows that the global fatigue behaviour for the test conditions applied in this study is mainly controlled by the ferritic phase.

According to the existing understanding of Dynamic Embrittlement it is an oxygen grain boundary diffusion arising by tensile stress at elevated temperatures with the result of a fast intercrystalline crack propagation. In reference tests under vacuum conditions without oxygen grain boundary diffusion, a slow transcrystalline fracture appears. To analyse the Dynamic Embrittlement, the crack propagation was tested at 650°C with different frequencies and superimposed hold times in the fatigue cycle at maximum stress. The results show that the existing model of Dynamic Embrittlement needs to be adapted to the effects of cyclic plastic deformation. In hold times, the oxygen grain boundary diffusion in front of the crack tip builds a damage zone which cracks because of the cyclic plastic deformation between two hold times. In a model presented in this study the quantities of inter- (damage by Dynamic Embrittlement) and transcrystalline (damage by fatigue) fracture can be related to their ratio on the fracture surfaces. Therefore, the influence of high temperature fatigue on high temperature embrittlement depends on the embrittlement mechanism itself.

Kurzfassung in Deutsch

Das Ziel der Arbeit war, den Einfluss einer Hochtemperaturermüdung auf Hochtemperaturversprödungen zu untersuchen. Dafür wurden die 475°C-Versprödung eines austenitisch-ferritischen Duplexstahls und die dynamische Versprödung einer Nickelbasislegierung als Mechanismen ausgewählt.

Die 475°C-Versprödung tritt durch eine thermisch aktivierte Entmischung der ferritischen Phase auf, wodurch der Werkstoff verfestigt. Hingegen führt eine zyklische plastische Verformung zur verformungsinduzierten Auflösung der Entmischung mit dem Ergebnis einer Entfestigung. Ermüdungsversuche mit verschiedenen Frequenzen und Beanspruchungsamplituden bei Raumtemperatur und 475°C an Duplexstahl in verschiedenen Vorversprödungszuständen zeigen, dass bei 475°C-Ermüdung die voranschreitende 475°C-Versprödung und die verformungsinduzierte Auflösung zwei entgegenwirkende aber eigenständige Mechanismen sind. Es hängt von der Versuchsfrequenz, -amplitude und der Temperatur ab, welcher Mechanismus stärker auftritt. Durch eine Auswertung der Ermüdungsversuche mit dem Modell der Streckgrenzenverteilungsfunktion konnte das Ermüdungsverhalten für beide Werkstoffphasen getrennt untersucht werden. Das globale Ermüdungsverhalten wird für die geprüften Versuchsbedingungen primär von der ferritischen Phase bestimmt.

Nach der Modellvorstellung der dynamischen Versprödung führt eine Zugspannung bei hoher Temperatur zu einer Sauerstoffkornzendiffusion, wodurch der Werkstoff schnell interkristallin versagt, während unter Vakuumbedingung ohne Sauerstoffdiffusion ein langsames transkristallines Versagen vorliegt. Zur Untersuchung der dynamischen Versprödung wurden Rissausbreitungsversuche bei 650°C mit verschiedenen Ermüdungsfrequenzen bzw. Haltezeiten bei maximaler Spannung durchgeführt. Aufbauend auf den Ergebnissen muss die Modellvorstellung der dynamischen Versprödung um den Einfluss der zyklischen plastischen Verformung erweitert werden. Durch eine Haltezeit bildet sich eine Schadzone vor der Risspitze, bestehend aus einer Sauerstoffdiffusionszone, aus, die durch die Ermüdung zwischen zwei Haltezeiten aufbricht. In einem Modell konnte der Anteil interkristallinen Versagens (durch die dynamische Versprödung) und der Anteil transkristallinen Versagens (Ermüdungschädigung) mit den jeweiligen Bruchflächenanteilen korreliert werden.

Abkürzungsverzeichnis

Lateinische Symbole

A	Fläche	$[\text{m}^2]$
a	Risslänge	$[\text{m}]$
b	Gewichtungsfaktor, Anteil oder Materialkonstante	
$B()$	Funktion von	
C	Materialkonstante des Paris-Gesetz bzw. Anpassungsparameter eines Modells	
c	Konzentration	$\left[\frac{\text{kg}}{\text{m}^3}\right]$
D	Diffusionskoeffizient	$\left[\frac{\text{m}^2}{\text{s}}\right]$
D_0	temperaturunabhängiger Vorfaktor zur Berechnung des Diffusionskoeffizienten	$\left[\frac{\text{m}^2}{\text{s}}\right]$
E	Elastizitätsmodul	$[\text{GPa}]$
F	Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion	
f	Frequenz	$\left[\frac{1}{\text{s}}\right]$
$F\left(\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2}\right)$	Schädigungsfunktion	
i	Laufvariable	
j	Teilchenstrom	$\left[\frac{\text{kg}}{\text{m}^2 \cdot \text{s}}\right]$
K	Spannungsintensität	$[\text{MPa}\sqrt{\text{m}}]$
k	Anzahl der Schadensmechanismen	
K_{Ic}	kritische Spannungsintensität Mode I	$[\text{MPa}\sqrt{\text{m}}]$
K_{max}	maximale Spannungsintensität im Lastwechsel	$[\text{MPa}\sqrt{\text{m}}]$
K_{min}	minimale Spannungsintensität im Lastwechsel	$[\text{MPa}\sqrt{\text{m}}]$
L	Gewichtungsfaktor für die Berechnung des interkristallinen Bruchflächenanteils	
M	Gewichtungsfaktor für den Belastungsverlauf	
m	Masse	$[\text{kg}]$

m_P	Exponent des Paris-Gesetzes	
N	Lastspiel	
n	Exponent in Modellen bzw. Anpassungsparameter	
N_B	Bruchlastspiel	
P	hydrostatischer Druck	[MPa]
Q	Aktivierungsenergie	$\left[\frac{\text{J}}{\text{mol}}\right]$
R	allgemeine Gaskonstante	$\left[\frac{\text{J}}{\text{mol}\cdot\text{K}}\right]$
R_D	Dehnungsverhältnis	
R_{DP}	Verhältnis der plastischen Dehnung	
R_S	Spannungsverhältnis	
T	Temperatur	[K]
t	Zeit	[s]
t_m	Zeit bis zum Versagen in einem Kriechversuch	[s]
W	Kantenlänge der Corner-Notch-Probengeometrie	[m]
x	Weg, Strecke	
Y	Geometriefaktor zur Berechnung des Spannungsintensitätsfaktors	

Griechische Buchstaben und Symbole

∇	Nabla-Operator	
γ	Lokalisationsparameter	
γ_m	Zentrum der Modell-Cauchy-Verteilung	
γ_{ma}	Zentrum der Modell-Cauchy-Verteilung der austenitischen Phase	
γ_{mf}	Erwartungswert der Modell-Normalverteilung der ferritischen Phase	
ΔK	Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors	$[\text{MPa}\sqrt{\text{m}}]$
ΔK_{th}	Schwellenwert der Rissausbreitung	$[\text{MPa}\sqrt{\text{m}}]$
$\frac{\Delta\epsilon}{2}$	Gesamtdehnungsamplitude	
$\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2}$	plastische Dehnungsamplitude	
$\Delta\sigma$	Schwingbreite der mechanischen Spannung	[MPa]
ϵ	gesamte Dehnung	
ϵ_0	Anfangsdehnung im Kriechversuch	

ε_{el}	elastische Dehnung	
ε_{pl}	plastische Dehnung	
ε_r	relative Dehnung	
ν	halbe Halbwertsbreite einer Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion	
ν_l	Linksseitige halbe Halbtwertsbreite einer Verteilung	
ν_m	Breite der Modell-Cauchy-Verteilung	
ν_{ma}	Breite der Modell-Cauchy-Verteilung der austenitischen Phase	
π	Kreiszahl	
ν_{mf}	Standardabweichung der Normalverteilung der ferritischen Phase	
ν_r	Rechtsseitige halbe Halbtwertsbreite einer Verteilung	
σ	mechanische Spannung	[MPa]
σ_r	relative Spannung	[MPa]
φ	Winkel	

Abkürzungen

ACPD	Wechselstrompotentialsonde (Alternating Current Potential Drop)
bal.	Ausgleich
bzw.	beziehungsweise
CSL	Coincident Site Lattice
DSS	Duplexstahl (Duplex Stainless Steel)
EDS	energiedispersive Röntgenspektroskopie
ESZ	ebener Spannungszustand
EVZ	ebener Verzerrzustand
k.A.	keine Angabe
kfz	kubisch flächenzentriert
LEBM	Linear elastische Bruchmechanik
REM	Rasterelektronenmikroskop
SAGBO	Stress Assisted Grain Boundary Oxidation
STEM	Rastermodus des Transmissionselektronenmikroskops
TEM	Transmissionselektronenmikroskop

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Grundlagen der Materialermüdung und thermischer Einflüsse auf metallische Werkstoffe	5
2.1	Ermüdung und Ermüdungsrisssausbreitung	5
2.2	Einflüsse hoher Temperatur auf metallische Werkstoffe	14
2.2.1	Diffusion	14
2.2.2	Kriechen	18
2.2.3	Dynamische Reckalterung	19
3	Literaturkenntnisstand	22
3.1	Literaturkenntnisstand zum Duplexstahl	22
3.1.1	Duplexstahl im Überblick	22
3.1.2	Die 475°C-Versprödung im Überblick	23
3.1.3	Einfluss der 475°C-Versprödung auf die Raumtemperaturkerbschlagarbeit und -zugfestigkeit	25
3.1.4	Einfluss von plastischer Verformung und Reckalterung auf die 475°C-Versprödung	27
3.1.5	Ermüdungsverhalten bei Raumtemperatur	29
3.1.6	Ermüdungsverhalten von Duplexstahl bei erhöhten Temperaturen bis 500°C	30
3.2	Literaturkenntnisstand zur Nickelbasislegierung IN718	33
3.2.1	Nickelbasislegierungen im Überblick	33
3.2.2	Der Mechanismus der dynamischen Versprödung	36
3.2.3	Einfluss spezieller Korngrenzen auf die dynamische Versprödung	39
3.2.4	Einfluss der Umgebungsatmosphäre auf die dynamische Versprödung	41
3.2.5	Haltezeit und Frequenzeinfluss	42
3.2.6	Einfluss von Spannungsintensität und Spannungszustand auf die dynamische Versprödung	44
3.2.7	Modellierungsansätze	46
4	Experimentelle Grundlagen	50

4.1	Besonderheiten der Versuchsführung	50
4.2	Mikrostruktur, Probengeometrie und Probenvorbereitung	51
4.2.1	Mikrostruktur, Probengeometrie und Probenvorbereitung des Duplexstahls 1.4462	51
4.2.2	Mikrostruktur, Probengeometrie und Probenvorbereitung der Nickelbasislegierung IN718	53
4.3	Versuchseinrichtung	57
4.3.1	Das servohydraulische Prüfsystem	57
4.3.2	Die Wechselstrompotentialsonde und die Risslängenmessung	57
4.3.3	Plastische Dehnungsregelung in Ermüdungsversuchen	60
4.3.4	Mikrostrukturelle Untersuchungen	63
5	Ergebnisse	64
5.1	Die 475°C-Versprödung	64
5.1.1	Ermüdungsverhalten des Duplexstahls bei 475°C unter Spannungs- kontrolle	64
5.1.2	Ermüdungsverhalten des Duplexstahls bei 475°C unter plastischer Dehnungsregelung	67
5.1.2.1	Einfluss von Versuchstemperatur und Haltezeiten auf das Ermüdungsverhalten	68
5.1.2.2	Einfluss der Ermüdungsfrequenz auf das Ermüdungsverhalten	69
5.1.2.3	Einfluss der plastischen Dehnungsamplitude auf das Er- müdungsverhalten	71
5.1.3	Raumtemperaturermüdungsverhalten bei hoher Gesamtdehnungs- amplitude	72
5.1.4	Zugfestigkeit des Duplexstahls nach erfolgter zyklischer Verformung	74
5.1.5	Transmissionselektronenmikroskopische Untersuchung des ermüde- ten Duplexstahls	76
5.2	Die dynamische Versprödung	79
5.2.1	Einfluss der Haltezeit auf die Rissausbreitungsrate und die Bruch- morphologie	79
5.2.2	Rissausbreitung im Haltezeitzyklus	81
5.2.3	Rissausbreitung bei wechselnder Ermüdungsfrequenz und Atmosphäre	85
6	Modellierung	90
6.1	Die Streckgrenzenverteilung im Duplexstahl	90
6.1.1	Berechnung der Streckgrenzenverteilungsfunktion	90

6.1.2	Modellergebnisse über den Einfluss der Ermüdungsfrequenz auf das Ermüdungsverhalten von DSS bei 475°C	91
6.1.3	Modellierung der Streckgrenzenverteilungsfunktion für die Raumtemperaturermüdungsversuche mit DSS	94
6.1.3.1	Die Modellierung der Streckgrenzenverteilungsfunktion für die Raumtemperaturermüdungsversuche mit DSS	94
6.1.3.2	Die Modellergebnisse der Streckgrenzenverteilungsfunktion für die Raumtemperaturermüdungsversuche mit DSS	96
6.2	Die dynamische Versprödung	100
6.2.1	Das Modell der Rissausbreitung	100
6.2.2	Die Modellergebnisse	106
7	Diskussion	109
7.1	Die 475°C-Versprödung	109
7.1.1	Einfluss plastischer Verformung auf den Versprödungszustand von DSS	109
7.1.2	Einfluss der 475°C-Versprödung auf das Ermüdungsverhalten in plastisch dehnungsgeregelten Ermüdungsversuchen bei 475°C	112
7.1.2.1	Verfestigungsmechanismen bei 475°C-Ermüdung	112
7.1.2.2	Einfluss von Dehnungsamplitude und Versuchsfrequenz	115
7.1.2.3	Möglicher Einfluss der Ermüdung auf die Zugfestigkeit	119
7.1.3	Einfluss der 475°C-Versprödung in kraftgeregelten Ermüdungsversuchen bei 475°C auf das Ermüdungsverhalten	120
7.1.3.1	Spannungsamplitude von 400 MPa	120
7.1.3.2	Spannungsamplitude von 375 MPa	122
7.1.4	Einfluss der plastischen Verformung und der 475°C-Versprödung auf die Zugfestigkeit	123
7.1.5	Modellierung der Streckgrenzenverteilungsfunktion	125
7.2	Die dynamische Versprödung	128
7.2.1	Interkristalline Rissausbreitung im Haltezeitzyklus	128
7.2.2	Interkristalline Rissausbreitung bei konstanter Last	130
7.2.3	Rissausbreitung im Übergang zwischen inter- und transkristalliner Rissausbreitung	132
7.2.4	Modell der Rissausbreitung	134
7.2.5	Mechanismenkarte der Rissausbreitung	142
7.3	Vergleich der beiden Versprödungsmechanismen	143

8 Zusammenfassung

145

Literaturverzeichnis

151

1 Einleitung

Werkstoffe unterliegen bei erhöhter Temperatur vielfältigen Veränderungen der Werkstoffeigenschaften. Nicht immer sind diese mit wünschenswerten Verbesserungen verbunden, wie beispielsweise bei einer Wärmebehandlung. Es kann auch zu einer Verschlechterung der Werkstoffeigenschaften kommen. Einige metallische Werkstoffe unterliegen bei hoher Temperatur Hochtemperaturversprödungsmechanismen, welche die Materiallebensdauer erheblich reduzieren können. Als Modellmechanismen der Versprödung sind für diese Arbeit die dynamische Versprödung von Nickelbasislegierungen und die 475°C-Versprödung von Duplexstahl bzw. chromhaltigen ferritischen Stählen ausgewählt worden.

Die dynamische Versprödung kann bei Nickelbasislegierungen im Temperaturbereich ab rund 500°C auftreten. Sauerstoff diffundiert thermisch aktiviert und unterstützt durch externe Zugspannungen in die Korngrenzen und führt zu einer Korngrenzendekohäsion. Das Resultat ist eine schnelle interkristalline Rissausbreitung und kurze Lebensdauer der betroffenen Bauteile. In Referenzversuchen im Vakuum ohne Sauerstoffkorngrenzendiffusion wird eine deutlich größere Lebensdauer, Faktor 10 bis 100, bei transkristallinem Versagen beobachtet. Der Schadensmechanismus beschränkt sich auf eine kleine Prozesszone, die von einer Sauerstoffdiffusion betroffen ist. Ein Standardwerkstoff zum Beispiel für Turbinen ist die Nickelbasislegierung IN718, welche ausgeprägt dem Schadensmechanismus der dynamischen Versprödung unterliegt. Deshalb wird IN718 in dieser Arbeit als Modelllegierung für die Versuche verwendet.

Die 475°C-Versprödung der Duplexstähle basiert auf einer Mischungslücke im Eisen-Chrom-Zustandsdiagramm. Im Temperaturbereich von rund 280°C bis 500°C tritt eine spinodale Entmischung der ferritischen Phase des Duplexstahls in eine eisenreiche α und eine chromreiche α' -Phase auf. Im Gegensatz zur dynamischen Versprödung ist die 475°C-Versprödung damit nicht auf eine kleine Diffusionszone beschränkt, sondern findet im ganzen Material statt. Es kommt zu einer Veränderung der mechanischen Eigenschaften, bestehend beispielsweise aus einer Zunahme der Zugfestigkeit und einer Abnahme der Kerbschlagarbeit. Die Abnahme der Kerbschlagarbeit ist derart gravierend, dass Duplexstahl im versprödeten Zustand nicht als Konstruktionswerkstoff eingesetzt wird. Im Gegensatz zur dynamischen Versprödung kann die 475°C-Versprödung auch ohne eine externe mechanische Beanspruchung, allein durch eine Glühung, auftreten. Jedoch sind in

Ermüdungsversuchen an versprödetem Duplexstahl Einflüsse plastischer Verformung auf den Versprödungszustand nachgewiesen. Zur Untersuchung der 475°C-Versprödung wird in dieser Arbeit der Duplexstahl 1.4462 bzw. SAE 2205 verwendet.

Gemeinsam ist beiden Versprödungsmechanismen, dass eine äußere mechanische Spannung und die damit verbundene plastische Verformung den Versprödungsmechanismus beeinflusst. Bei beiden Legierungen kann diese kombinierte Belastung aus hoher Temperatur und mechanischer Beanspruchung in der täglichen Praxis auftreten. Nickelbasislegierungen werden aufgrund ihrer hohen Festigkeit bei hoher Temperatur in Kombination mit ihrer guten Hochtemperaturkorrosionsbeständigkeit beispielsweise in Turbinen eingesetzt. Um die Betriebskosten weiter zu senken, werden die Betriebstemperaturen zur Wirkungsgradsteigerung immer weiter erhöht. Gleichzeitig wird bei Flugzeugturbinen Leichtbau angewendet, um die Nutzlast der Flugzeuge zu erhöhen. Duplexstahl wird beispielsweise in Rohrleitungen der chemischen Industrie oder in Kraftwerken bei moderaten Temperaturen verwendet. Der Grund ist die Kombination hoher Festigkeit durch die ferritische Phase mit gleichzeitig hoher chemischer Beständigkeit und Duktilität durch die austenitische Phase. Bisher wird der Duplexstahl dabei nur bei Temperaturen unterhalb der 475°C-Versprödung eingesetzt, weil die drastische Abnahme der Kerbschlagarbeit durch die Versprödung eine Verwendung unmöglich macht. Dennoch wäre eine Steigerung der Einsatztemperatur bis in den Temperaturbereich der 475°C-Versprödung wünschenswert. Weiterhin gibt es einige Anwendungen, in denen der Duplexstahl bei Raumtemperatur im versprödeten Zustand verwendet wird, da er dann sehr verschleißarm ist. Um dennoch einen sicheren und zuverlässigen Einsatz beider Werkstoffe zu ermöglichen, ist ein umfassendes Verständnis der Materialeigenschaften und Schadensmechanismen unerlässlich, da so Lebensdauer vorhersagemodelle abgeleitet werden können. Wie und in welchem Umfang die mechanische Beanspruchung die Versprödungskinetik, den Versprödungszustand, die Materialeigenschaften und die Lebensdauer beeinflussen, ist nicht abschließend geklärt. Daher ist das Ziel dieser Arbeit, den Einfluss einer plastischen Verformung, insbesondere auch in Kombination mit einer hohen Versuchstemperatur, auf die beiden Versprödungsmechanismen zu untersuchen.

Zur Untersuchung der dynamischen Versprödung wurden an IN718 Rissausbreitungsversuche bei 650°C in Luft und Vakuum bei verschiedenen Ermüdungsfrequenzen und im Haltezeitversuch durchgeführt. Ein Haltezeitversuch ist ein Versuch, bei welchem, zum Beispiel bei maximaler Kraft, die Kraft einige Zeit gehalten wird, bevor erneut ein Ermüdungszyklus mit einer Veränderung der aufgebrachten Kraft durchgeführt wird. Die unterschiedlichen Haltezeiten und Frequenzen ermöglichen so innerhalb eines Ermüdungs-

zyklus unterschiedliche Zeiten für die Sauerstoffdiffusion. Damit kann der jeweilige Einfluss der zeitabhängigen Diffusion und zyklenabhängigen plastischen Verformung auf die Rissausbreitung untersucht werden. Referenzversuche im Vakuum bilden den alleinigen Einfluss der Ermüdungsbelastung auf die Rissausbreitung ab. Aufbauend auf diesen Ergebnissen sollen die bekannten Modellvorstellungen der dynamischen Versprödung hinsichtlich der plastischen Verformung erweitert werden und mit Hilfe einer Modellierung diskutiert werden. Bisher baut der postulierte Mechanismus auf den Erkenntnissen statischer Biegeversuche auf. In diesen konnte der dynamische Einfluss einer veränderlichen mechanischen Beanspruchung nicht untersucht werden. Die Arbeitshypothese ist, dass durch die überlagerte Ermüdungsbeanspruchung die Rissausbreitungsgeschwindigkeit zunimmt und sich der Rissausbreitungsmechanismus ändert.

Zur Untersuchung der 475°C-Versprödung wurden Ermüdungsversuche an nicht versprödetem und vorversprödetem Duplexstahl durchgeführt. Die Wahl fiel, im Gegensatz zur Untersuchung der dynamischen Versprödung, auf Ermüdungsversuche an ungekerbten Proben, weil der Versprödungsmechanismus den ganzen Werkstoff betrifft. Isotherme Ermüdungsversuche bei 475°C berücksichtigen gleichzeitig die voranschreitende Versprödung und die plastische Verformung. Versuche bei Raumtemperatur klammern den Temperatureffekt aus und ermöglichen, den Einfluss der plastischen Verformung auf einen vorab eingebrachten Versprödungszustand zu untersuchen. Weiterhin wurde die Ermüdungsfrequenz variiert, da so in Versuchen bei 475°C unterschiedliche thermische Versprödungen innerhalb eines Lastwechsel erreicht werden können. Einige der Ermüdungsversuche wurden vor dem Versagen unterbrochen und die ermüdeten Proben in Raumtemperaturzugversuchen geprüft. Die Zugfestigkeit gibt neben der Wechselverformungskurve aus den Ermüdungsversuchen einen weiteren Anhaltspunkt über den Versprödungszustand.

Weiterhin wird für den Duplexstahl das Ermüdungsverhalten mittels der Streckgrenzenverteilungsfunktion untersucht. Mit der Streckgrenzenverteilungsfunktion kann unter gewissen Einschränkungen das Ermüdungsverhalten einer Legierung individuell für jede Werkstoffphase ermittelt werden. So kann gegenüber der Wechselverformungskurve, welche das globale Ermüdungsverhalten beschreibt, für den Duplexstahl das Ermüdungsverhalten der ferritischen und austenitischen Phase getrennt voneinander untersucht werden.

Die Arbeitshypothese ist, dass sich aufgrund der plastischen Verformung die Versprödungskinetik verändert. Diese kann abnehmen, wie es beispielsweise aus Raumtemperaturermüdungsversuchen an ferritischem Stahl bekannt ist. Es könnte aber auch eine Zunahme der Versprödungskinetik erfolgen, da entlang der sich bildenden Versetzungen eine beschleunigte Diffusion zu schnellerer Entmischung führen könnte.

Die beiden ausgewählten Versprödungsmechanismen decken stellvertretend eine große Vielzahl bekannter Versprödungsmechanismen ab. Die 475°C-Versprödung kann stellvertretend für viele Mechanismen gesehen werden, die auf eine temperaturaktivierte Ausscheidung zurückzuführen sind. Als Beispiele sind die δ -Phasen-Versprödung von Nickelbasislegierungen bei sehr hohen Temperaturen über 800°C und die σ -Phasen-Versprödung von Duplexstahl und austenitischen Stählen bei über 700°C zu nennen. Die dynamische Versprödung repräsentiert diffusionsabhängige Schädigungsmechanismen, die zu einem Versagen der Korngrenzen führen können. Als Beispiel ist die Wasserstoffversprödung zu nennen, die oftmals auch zu einem interkristallinem Versagen führt.

In Kapitel 2 werden die für das Verständnis der Arbeit relevanten Grundlagen der Werkstofftechnik für den fachfremden Ingenieur oder technisch versierten Leser beschrieben. Dadurch soll diesem Leserkreis ein Verständnis ohne weiterführende Lektüre ermöglicht werden. In Kapitel 3 wird der publizierte Stand der Forschung über die 475°C-Versprödung und die dynamische Versprödung zum Zeitpunkt des Verfassens der vorliegenden Arbeit beschrieben. Dabei wird insbesondere auch auf die bereits publizierten Arbeiten über den Einfluss externer mechanischer Beanspruchungen auf die Hochtemperaturversprödungsmechanismen eingegangen. Dies ermöglicht dem Leser, die späteren Ergebnisse und folgende Diskussion hinsichtlich dem Erkenntnisfortschritt zu bewerten und besser zu verstehen. In Kapitel 4 werden die experimentellen Grundlagen und das verwendete Material vorgestellt. Das Kapitel erlaubt, die Vorgehensweise in der Versuchsdurchführung nachzuvollziehen und mögliche Einflussfaktoren dieser auf die Versuchsergebnisse zu erkennen. Weiterhin kann der Leser so eventuell die Versuche eigenständig zur Kontrolle wiederholen. Die Ergebnisdarstellung in Kapitel 5 und die Beschreibung der Modellierung in Kapitel 6 sind strikt getrennt von der Diskussion in Kapitel 7. Die Ergebnisdarstellung ist ohne Ergebnisbewertung, um dem Leser eine unvoreingenommene Interpretation im Zusammenhang mit dem im Literaturkenntnisstand dargestellten Wissensstand zu ermöglichen. Gleiches gilt für das Kapitel über die Modellierung, welches keine Diskussion enthält, jedoch eine detaillierte Beschreibung der Modelle und deren Ergebnisse. Die Arbeit endet mit einer ausführlichen Zusammenfassung, die eine Kurzversion der Arbeit ist. Diese beschreibt für den eiligen Leser die grundlegenden durchgeführten Arbeiten, wichtigsten Aspekte des Forschungsstands und die Ergebnisse und Schlussfolgerungen dieser Arbeit.

2 Grundlagen der Materialermüdung und thermischer Einflüsse auf metallische Werkstoffe

2.1 Ermüdung und Ermüdungsrissausbreitung

Unter Ermüdung wird die Veränderung einer oder mehrerer Werkstoffeigenschaften, hervorgerufen durch einen zyklischen oder wiederkehrenden Umgebungseinfluss, wie mechanische Spannung, Temperatur, Strahlung oder auch Witterung, verstanden [1]. In der Praxis erfolgt eine Reduzierung auf Einflüsse, die zu einer Schädigung bzw. einem Bauteilversagen führen können und somit relevant für ein technisches Produkt sind. Dies ist in der Werkstoffwissenschaft hauptsächlich die mechanische Ermüdung von Werkstoffen. Bei der mechanischen Ermüdung wirkt auf den Werkstoff eine zyklisch wechselnde Belastung, die zu einem Bauteilversagen führen kann [2]. In metallischen Werkstoffen tritt ein Ermüdungsbruch bereits bei einer zyklischen Beanspruchung deutlich unterhalb der Streckgrenze im einsinnigen Zugversuch auf. Das Fatale ist, dass sich der Bruch nicht vorzeitig ankündigt. Daher ist eine Lebensdauerabschätzung ermüdungsbelasteter Bauteile für die sichere Verwendung notwendig. Diese ist beispielsweise über das Wöhlerdiagramm möglich, in welchem die Spannungsamplitude gegenüber der Bruchlastspielzahl aufgetragen ist, siehe Bild 2.1. Mit dem Wissen über die nötige Lebensdauer kann die zulässige Spannungsamplitude abgelesen und damit das Bauteil entsprechend ausgelegt werden. Im Wöhlerdiagramm wird unterschieden zwischen der Kurzzeitfestigkeit mit Bruchlastspielzahlen $N_B < 5 \cdot 10^4$ Zyklen, der Zeitfestigkeit mit Bruchlastspielzahlen im Bereich von $5 \cdot 10^4 < N_B < 2 \cdot 10^6$ Zyklen und der Dauerfestigkeit mit Bruchlastspielzahlen größer $2 \cdot 10^6$ Zyklen. Der Begriff „Dauerfestigkeit“ ist insofern irreführend, da historisch davon ausgegangen wurde, dass ein Werkstoff unterhalb einer bestimmten Beanspruchungsamplitude, der Dauerfestigkeit, nicht durch Ermüdung versagt, was jedoch durch Untersuchungen der letzten Jahre widerlegt wurde [3, 4].

In einem Ermüdungsversuch wird eine Probe mit einer definierten zyklischen Beanspruchung bis zum Versagen belastet. Als Ergebnis eines Ermüdungsversuchs ergeben sich die Bruchlastspielzahl und die Wechselverformungskurve. In einer Wechselverformungskurve ist für einen dehnungsgeregelten Versuch die resultierende Spannungsamplitude gegenüber dem Lastwechsel aufgetragen, siehe Bild 2.2. Die Wechselverformungskurve

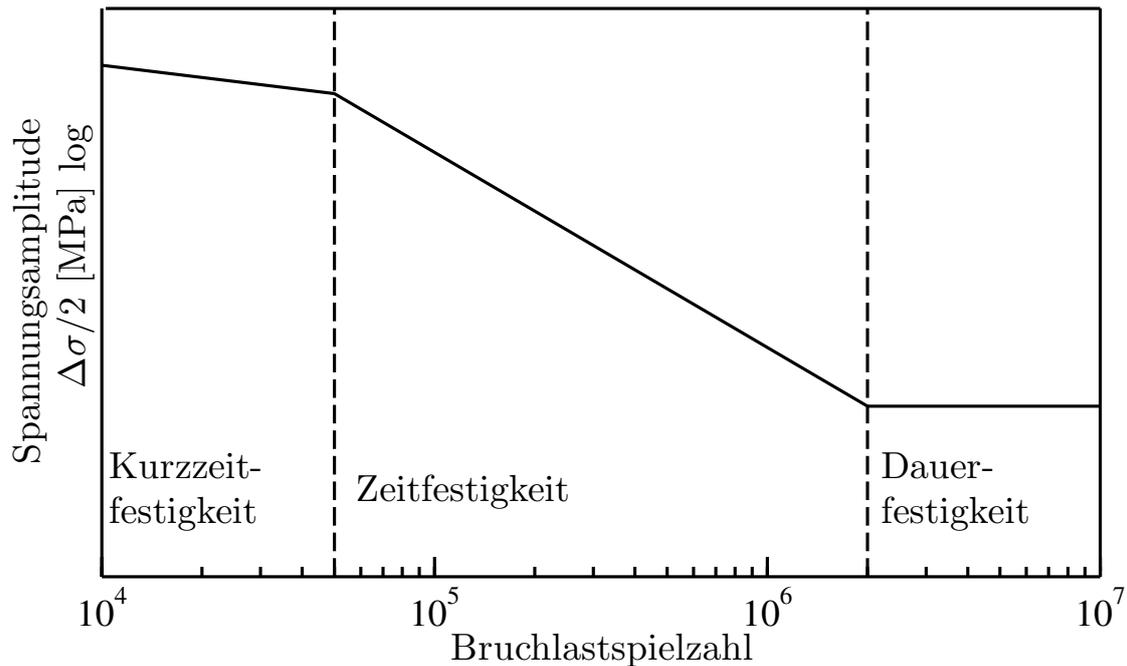


Bild 2.1: Das schematische Wöhlerdiagramm mit den drei Festigkeitsbereichen.

ermöglicht, das Ermüdungsverhalten eines Werkstoffes zu charakterisieren. Es kann in Abhängigkeit vom Werkstoffverhalten eine Verfestigung, eine Entfestigung und eine Sättigung (auch: Plateau) auftreten. Dieses Verhalten basiert auf physikalischen Mechanismen, wie Versetzungsentstehung und -umordnung, innerhalb des metallischen Gitters. Eine ausführliche Beschreibung der Wechselverformung und der Ermüdung von Werkstoffen kann den Arbeiten von Christ [5] und Suresh [6] entnommen werden. Der Vorteil der Wechselverformungskurve ist die leichte Anwendbarkeit und daher schnelle Auswertung von Ermüdungsversuchen an Werkstoffen. Jedoch kann mit der Wechselverformungskurve das Ermüdungsverhalten mehrphasiger Werkstoffe nicht nach der Phase getrennt analysiert werden, da nur ein gemeinsamer Wert für alle Phasen gemessen wird. Dafür besser geeignet ist die Streckgrenzenverteilungsfunktion aufbauend auf dem Masing-Modell [5, 7, 8].

Das Masing-Modell nimmt an, dass ein Werkstoff aus einer unendlichen Anzahl infinitesimal kleinen Volumenelementen besteht, die ein ideal-elastisch-plastisches Verformungsverhalten haben und parallel belastet werden. Die Streckgrenzenverteilungsfunktion kann aus einem Hysteresenast oder einem Spannungs-Dehnungsdiagramm mit folgender Formel durch zweifache Ableitung nach der Dehnung berechnet werden:

$$F = f\left(\frac{\varepsilon_r E}{2}\right) = -\frac{2}{E^2} \cdot \frac{d^2 \sigma_r}{d\varepsilon_r^2} \quad (2.1)$$

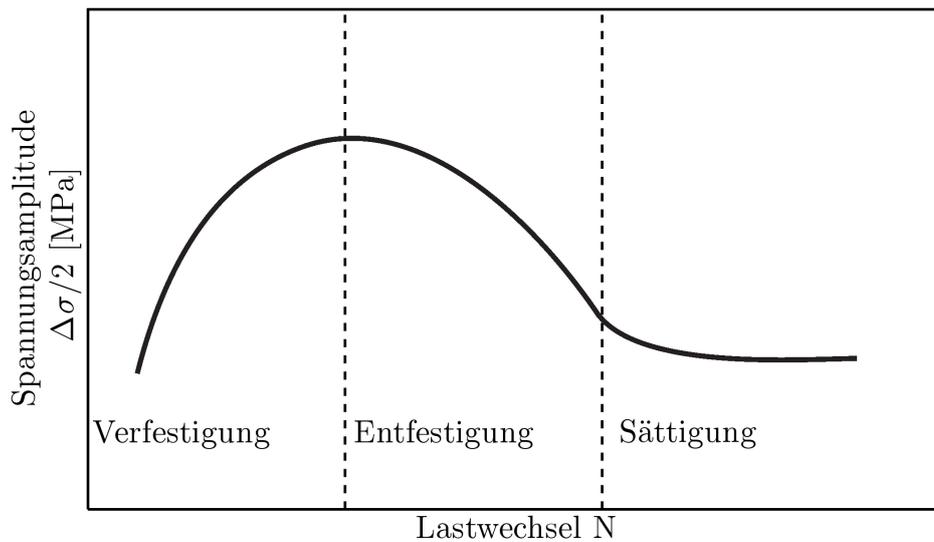


Bild 2.2: Beispiel einer Wechselverformungskurve für einen dehnungsgeregelten Ermüdungsversuch mit den drei möglichen Ausprägungen des Ermüdungsverhaltens: Zyklische Verfestigung, zyklische Entfestigung und Sättigung (Plateau).

Dabei sind:

- E der Elastizitätsmodul [GPa],
- ε_r die relative Dehnung und
- σ_r die relative mechanische Spannung [MPa].

Die Gleichung gilt, wenn die Streckgrenzenverteilungsfunktion für die Fließgrenze der Volumenelemente bestimmt wird. Wird die relative Dehnung zur Skalierung der Streckgrenzenverteilungsfunktion herangezogen, ergibt sich:

$$f(\varepsilon) = -\frac{1}{E} \cdot \frac{d^2\sigma_r}{d\varepsilon_r^2} \quad (2.2)$$

Dabei wird für jeden Hysteresenast eine eigene Streckgrenzenverteilungsfunktion gebildet. Es wird angenommen, dass der Beginn eines jeden Hysteresenastes der Ursprung der Auswertung in einem positiven Koordinatensystem ist. Es gilt also ein verschobenes Koordinatensystem, bei dem der Ursprung der Beginn des Hysteresenastes ist. Daher wird von relativen Koordinaten gesprochen. Für die folgende Auswertung wird dann unterschieden zwischen dem Zug- und dem Druckhalbzyklus. Die sich ergebende Streckgrenzenvertei-

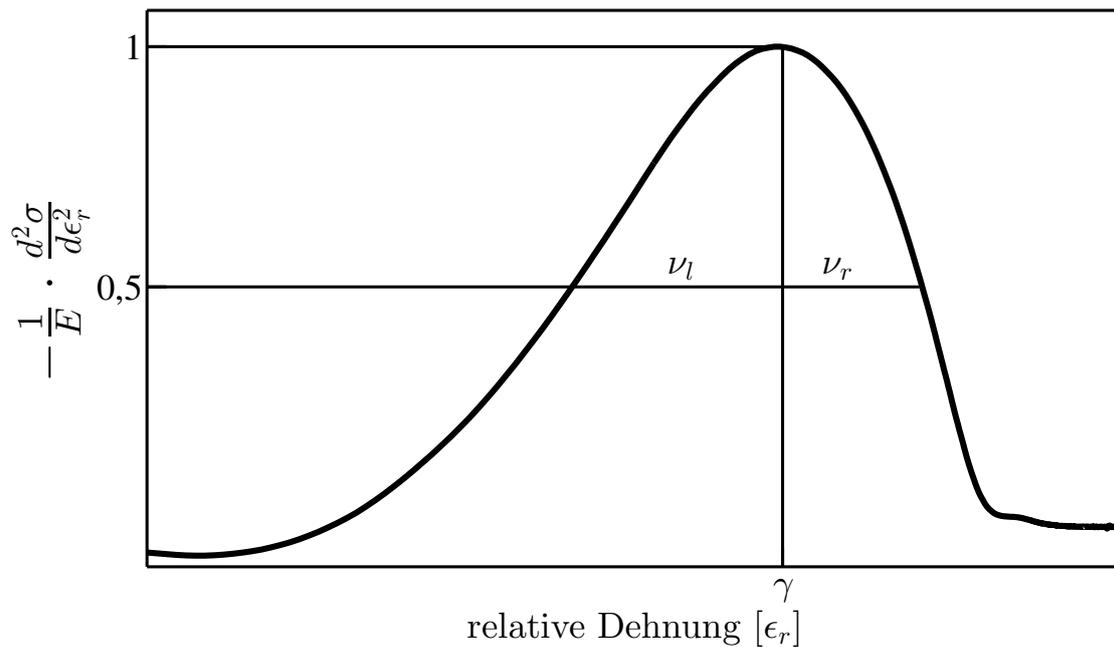


Bild 2.3: Schematische Streckgrenzenverteilungsfunktion für einen einphasigen Werkstoff mit Markierung der Verteilungsparameter.

lungsfunktion ist eine Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion und beschreibt, auf welchem Dehnungsintervall welcher Anteil der Volumenelemente anfängt plastisch zu fließen. Aus der Streckgrenzenverteilungsfunktion werden charakterisierende Parameter ermittelt, die das Materialverhalten beschreiben, ähnlich wie zum Beispiel die Zugfestigkeit im Zugversuch. Durch die Veränderung der Funktion und der charakterisierenden Parameter innerhalb eines Ermüdungsversuchs können Rückschlüsse auf das Materialverhalten gezogen werden. In Bild 2.3 ist beispielhaft eine Streckgrenzenverteilungsfunktion in der Darstellung für die relative Dehnung für einen einphasigen Werkstoff dargestellt .

Das Maximum der Funktion ist definiert durch den Lokalisationsparameter γ . In einem Ermüdungsversuch zeigt γ durch eine Zunahme (Abnahme) im Laufe des Versuchs eine Verfestigung (Entfestigung) des Werkstoffs an. ν_l und ν_r sind definiert als die Differenzen der Dehnung bei γ und der Dehnung bei der Hälfte des maximalen Funktionswertes, jeweils links- und rechtsseitig, und entsprechen damit der halben Halbwertsbreite einer Verteilungsfunktion. Je größer ν_l und ν_r , desto heterogener ist die Verteilung der Streckgrenzen der Volumenelemente. Für zweiphasige Werkstoffe ergibt sich idealerweise eine Bifurkation der Streckgrenzenverteilungsfunktion, wobei jedes Maxima dann einer der beiden Werkstoffphasen zuzuordnen ist, siehe Bild 2.4.

Die Streckgrenzenverteilungsfunktion ist mathematisch betrachtet eine Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion, wie zum Beispiel die Normalverteilung oder die Cauchy-Verteilung.

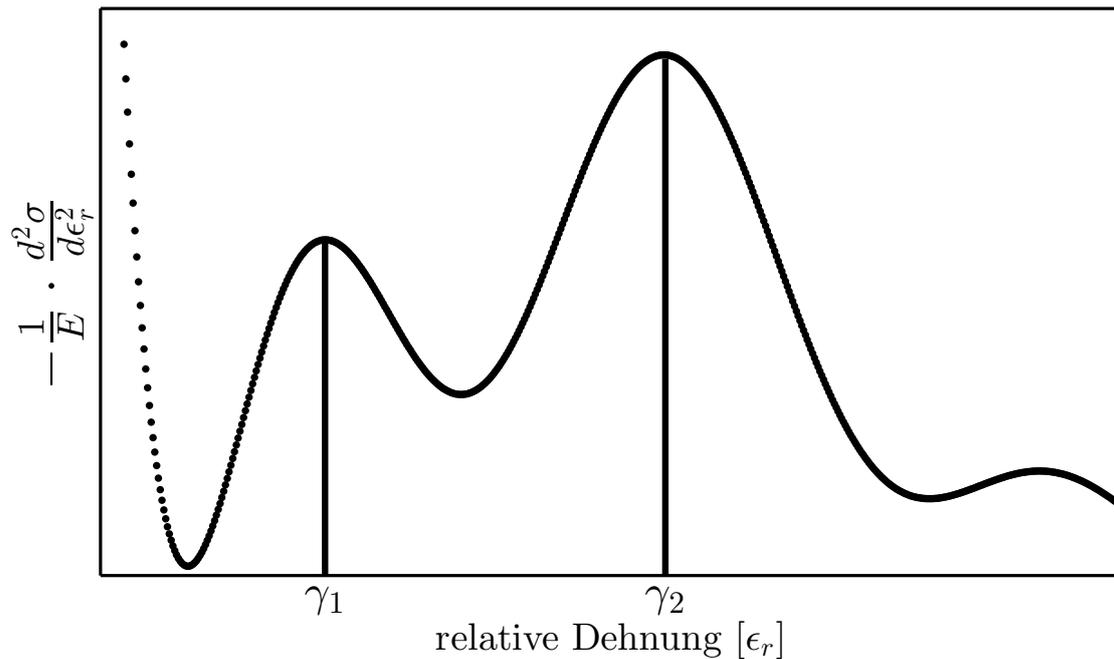


Bild 2.4: Schematische Streckgrenzenverteilungsfunktion für einen zweiphasigen Werkstoff und Markierung der beiden Verteilungsparameter für die beiden Werkstoffphasen.

Nach Mayer [9] kann daher die Streckgrenzenverteilungsfunktion für einphasige Werkstoffe gut durch die Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion der Cauchy-Verteilung modelliert werden:

$$f(\varepsilon) = \frac{1}{\pi} \frac{\nu_m}{\nu_m^2 + (\varepsilon - \gamma_m)} \quad (2.3)$$

Dabei sind:

- ε die Dehnung,
- ν_m die Breite der Modellfunktion und
- γ_m das Zentrum der Modellfunktion.

Das Zentrum γ_m entspricht dann dem Lokalisationsparameter γ und die Breite ν_m den Breitenparametern ν_l und ν_r , wobei nun aufgrund der Symmetrie der Cauchy-Verteilung keine Unterscheidung zwischen rechts- und linksseitig halber Halbwertsbreite mehr notwendig ist. Weiterhin sollte bei einer Auswertung mittels der Streckgrenzenverteilungsfunktion in Zug- und Druckhalbzyklus der Hysteresenkurve unterschieden werden. Für eine umfangreichere Beschreibung sei hier auf die Arbeiten von Christ [5] und Mayer [9] verwiesen.

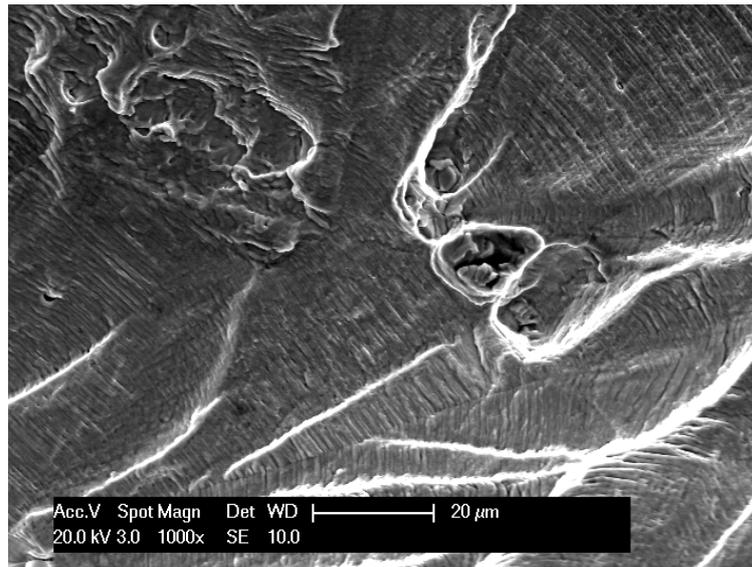


Bild 2.5: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme von Schwingstreifen auf der Bruchfläche der Nickelbasislegierung IN718 ermüdet bei 650°C mit einer Frequenz von $f = 1$ Hz im Vakuum. Die Schwingstreifen sind die parallelen Linien von links oben nach rechts unten über der gesamten Bruchfläche. Die Risswachstumsrichtung war von links unten nach rechts oben.

Die Lebensdauer von metallischen Werkstoffen unter Ermüdung setzt sich zusammen aus der Rissinitiierungs- und der Rissausbreitungsphase. Aufbauend auf dieser Eigenschaft gibt es zwei Möglichkeiten, die Lebensdauer eines Bauteils zu bestimmen. So kann von einem anfänglich defektfreien Bauteil ausgegangen werden, so dass Rissinitiierung und –ausbreitung bei der Lebensdauerbestimmung berücksichtigt werden müssen. Dafür wird das bereits beschriebene Wöhlerdiagramm verwendet. Die zweite Möglichkeit ist, von einem defektbehafteten Bauteil auszugehen, und die Rissausbreitung bestimmt die Lebensdauer. Dieses Konzept ermöglicht eine bessere Ausnutzung der Belastungsgrenzen eines Materials und so auch Leichtbau. Für eine Lebensdauervorhersage, aufbauend auf der Rissausbreitung, ist ein exaktes Wissen über den Mechanismus der Rissausbreitung und die Rissausbreitungsgeschwindigkeit notwendig. Eine von vielen Modellvorstellungen der Rissausbreitung in metallischen Werkstoffen ist das Modell von Neumann [10]. Dabei breitet sich der Riss durch alternierende Gleitung aus und es entstehen die für die Ermüdungsrissausbreitung charakteristischen Schwingstreifen, siehe Bild 2.5.

Für eine Lebensdauervorhersage ist ein Modell nötig, welches die Rissausbreitungsrate ($\frac{da}{dN}$; $a \hat{=}$ Risslänge, $N \hat{=}$ Lastwechsel) in Abhängigkeit von der Belastung an der Rissspitze beschreibt. Ein Modell ist die linear elastische Bruchmechanik (LEBM). Die LEBM gilt, sofern das Verformungsverhalten eines rissbehafteten Bauteils an der Rissspitze eine vernachlässigbare kleine plastische Zone innerhalb eines großen elastischen Spannungsfeldes

vorliegt. Weiterhin gilt die LEBM uneingeschränkt nur für Langrisswachstum und nur bedingt für Kurzrisswachstum. Kurze Risse unterliegen anderen Gesetzmäßigkeiten der Rissausbreitung und müssen daher gesondert behandelt werden. In den Versuchen dieser Arbeit werden nur lange Risse untersucht. Der Vollständigkeit halber hier nun die drei Definitionen für kurze Risse nach Suresh [6]:

- mikrostrukturell kurze Risse mit einer Risslänge kleiner als die Mikrostrukturbestandteile, wie der Korndurchmesser oder der Phasengröße,
- mechanisch kurze Risse bei denen die plastische Zone in der Größenordnung der Risslänge ist und daher die plastische Zone nicht vernachlässigt werden kann und
- physikalisch kurze Risse mit Risslängen kleiner 1 mm.

Entgegen der Definition von Suresh für kurze Risse kann die LEBM jedoch auch für physikalisch kurze Risse verwendet werden. Dabei ist zu berücksichtigen, dass physikalisch kurze Risse kein Riss schließen aufweisen, wie es bei langen Rissen vorkommen kann. Eine ausführlichere Beschreibung der LEBM findet sich zum Beispiel in Richard und Sander [11] und Gross [12]. In der LEBM wird zwischen drei Rissöffnungsarten, den Moden, unterschieden. Im weiteren Verlauf wird nur auf die Mode I mit einem Kraftangriff in Richtung der Flächennormalen der Rissufer eingegangen, weil dies die häufigste und für diese Arbeit relevante Mode ist. Zentraler Bestandteil der LEBM ist der statische Spannungsintensitätsfaktor K [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]. Er ist definiert für einen Innenriss der Länge $2a$ in einer unendlich große Platte und berechnet sich zu:

$$K = \sigma\sqrt{\pi \cdot a} \quad (2.4)$$

Soll der statische Spannungsintensitätsfaktor auf eine beliebige Bauteilgeometrie bzw. Riss übertragen werden, wird die Gleichung 2.4 um den Geometriefaktor Y ergänzt:

$$K = \sigma\sqrt{\pi \cdot a} \cdot Y \quad (2.5)$$

Der Geometriefaktor kann für einfache Riss- und Bauteilgeometrien entweder in Tabellen nachgeschlagen werden, siehe z.B. Gross [12], oder muss über die Finite-Elemente-Methode bestimmt werden. Die Spannungsintensität ist ein Vergleichswert, um aus statischer

Belastung, der Risslänge und der Bauteilgeometrie die Beanspruchung des Werkstoffs zu ermitteln. Vereinfacht kann gesagt werden, dass die Spannungsintensität für rissbehaftete Bauteile eine Belastungsgröße ist, wie die mechanische Spannung für rissfreie Bauteile. Für jeden Werkstoff gibt es einen kritischen Spannungsintensitätsfaktor K_{Ic} für Mode I bei statischer Belastung, in Analogie zur Zugfestigkeit in rissfreien Bauteilen, bei dessen Überschreiten das Bauteil schlagartig versagt.

Bei schwingender Beanspruchung ergibt sich aus der Schwingbreite der Spannung $\Delta\sigma$ die Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors ΔK :

$$\Delta K = \Delta\sigma\sqrt{\pi \cdot a} \cdot Y = K_{max} - K_{min} \quad (2.6)$$

Dabei sind K_{max} die maximale und K_{min} die minimale Spannungsintensität im Zyklus. Bei einer Schwingung mit einem maximalen Spannungsintensitätsfaktor K_{max} unterhalb des kritischen Spannungsintensitätsfaktors K_{Ic} bestimmt die Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors ΔK die Rissausbreitungsrate. Sollte die maximale Spannungsintensität K_{max} in einer wechselnden Belastung größer werden als die kritische Spannungsintensität K_{Ic} , versagt das Bauteil. Bei einer Rissausbreitung kann jedem ΔK eine spezifische, charakteristische Rissausbreitungsrate zugeordnet werden, so dass diese durch Gleichung 2.7 auf jede beliebige Bauteilgeometrien übertragen werden kann. Wird nun die Rissausbreitungsrate über ΔK aufgetragen, ergibt sich die Rissausbreitungskurve, siehe Bild 2.6. Die Rissausbreitungsrate teilt sich in drei Bereiche ein. Der Bereich I wird nach unten von dem Schwellenwert ΔK_{th} („th“ aus dem Englischen für „threshold“, im Deutschen: „Schwellenwert“) bei einer Rissausbreitungsrate $\frac{da}{dN} < 10^{-11} \frac{m}{\text{Zyklus}}$ begrenzt. Für kleinere ΔK ist die Rissausbreitungsrate so langsam, dass diese bei technischen Anwendungen meist vernachlässigt werden kann. Ausnahmen bilden hier zum Beispiel Turbinen, in denen aufgrund der sehr hohen Belastungsfrequenz auch diese sehr langsamen Rissausbreitungsrate unterhalb von ΔK_{th} die Lebensdauer entscheidend begrenzen. Im Bereich II liegt eine stabile Rissausbreitung vor, die bei einer doppelt logarithmischen Auftragung der Achsen einen linearen Zusammenhang zwischen ΔK und der Rissausbreitung pro Zyklus aufweist. Der Zusammenhang wird über die Paris-Erdogan-Gerade und dem Paris-Gesetz, einem Potenzgesetz, beschrieben:

$$\frac{da}{dN} = C \cdot (\Delta K)^{m_P} \quad (2.7)$$

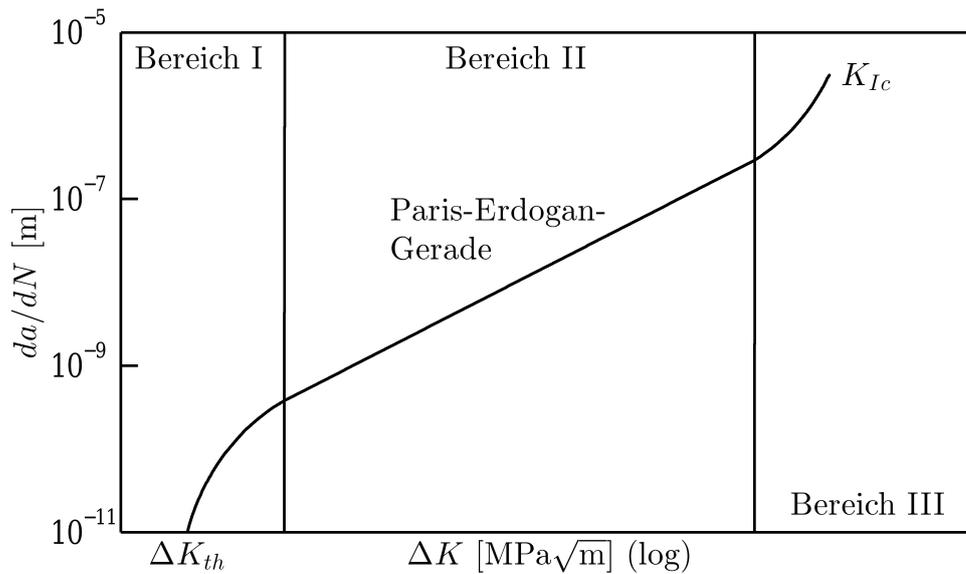


Bild 2.6: Die Rissausbreitungskurve in Abhängigkeit von ΔK und Kennzeichnung der drei Rissausbreitungsbereiche.

Dabei sind:

- C eine Materialkonstante und
- m_P der Exponent des Paris-Gesetzes.

Bei großem ΔK im Bereich III wird die Rissausbreitung instabil, bis bei einem Überschreiten des kritischen Spannungsintensitätsfaktors K_{Ic} bei maximaler Spannungsintensität im Lastwechsel das Bauteil versagt.

Es gibt einige Einschränkungen zur Gültigkeit der LEBM bzw. der eben genannten Abhängigkeit der Rissausbreitungsrate von ΔK , die kurz genannt werden müssen. Die Modellvorstellung geht von Versuchen bei Raumtemperatur aus. Bei erhöhten Temperaturen können zum Beispiel Kriech- oder Diffusionseffekte die Rissausbreitungsrate beeinflussen. Weiterhin können aggressive Umgebungsatmosphären, z.B. eine wasserdampfhaltige Atmosphäre, die Rissausbreitungsrate ebenfalls verändern. Ergebnisse aus Rissausbreitungsversuchen unter einer bestimmten Umgebungsbedingung können daher nicht auf beliebige Umgebungsbedingungen übertragen werden. Weiterhin kann das Spannungsverhältnis R_S auch bei konstantem ΔK die Rissausbreitungsrate beeinflussen. Ein Beispiel ist der Einfluss der dynamischen Versprödung in Nickelbasislegierungen auf die Rissausbreitungsrate. Bei einem Spannungsverhältnis von $R_S = -1$ liegt bei gleichem ΔK ein kleinerer maximaler Spannungsintensitätsfaktor im Lastwechsel vor als bei einem Spannungsverhältnis von

$R_S = 0, 1$. Dies führt dazu, dass in einem Lastwechsel weniger des schädigenden Sauerstoffs eindiffundiert und so die Rissausbreitungsrate langsamer ist, obwohl die LEBM erst einmal davon ausgeht, dass nur ΔK die Rissausbreitungsrate bestimmt. Ein weiteres Beispiel sind Rissschließeffekte. Bei einem großem Spannungsverhältnis über $R_S > 0,6$ tritt kaum Riss schließen auf, während bei einem Spannungsverhältnis von z.B. $R_S = -1$ ausgeprägtes Riss schließen auftritt. Die Rissausbreitungsrate mit Rissschließen ist meist langsamer als ohne Rissschließen trotz gleichem ΔK .

2.2 Einflüsse hoher Temperatur auf metallische Werkstoffe

Eine hohe Temperatur muss nicht notwendigerweise eine Materialschädigung hervorrufen. Bei Wärmebehandlungen kann beispielsweise die mikrostrukturelle Veränderung ein gewünschter Effekt sein. Dennoch gibt es zahlreiche Hochtemperaturmechanismen, die zu einer ungewollten und lebensdauerverkürzenden Veränderung der Materialeigenschaften führen können. Dies können zum Beispiel das Kriechen oder auch die Hochtemperaturoxidation sein. Eine Grenztemperatur, um Hochtemperaturmechanismen von Raumtemperaturmechanismen abzugrenzen, ist kaum zu bestimmen, da der Übergang meist fließend ist und die Grenztemperatur sehr vom Mechanismus abhängt. So wird beim Kriechen als Grenztemperatur das 0,4-fache der homologen Schmelztemperatur (in Kelvin) als kritische Grenze betrachtet [13]. Im Zugversuch ist mit zunehmender Temperatur eine Abnahme der Zugfestigkeit zu beobachten [14].

2.2.1 Diffusion

Die Festkörperdiffusion ist ein Prozess, der bei hohen Temperaturen beispielsweise in metallischen Werkstoffen als Basismechanismus für andere Mechanismen wie das Kriechen oder auch die Reckalterung fungiert. Diffusion bedeutet allgemein ein thermisch aktivierter Transportvorgang von Teilchen durch einen Körper, der meist ohne eine Krafteinwirkung hervorgerufen wird. Eine Materialbeanspruchung kann aber die Diffusion beeinflussen oder auch erst hervorrufen, wie es zum Beispiel bei der dynamischen Versprödung, welche in Kapitel 3.2.2 (S. 36ff.) genauer erklärt wird, der Fall ist. Bei einer Diffusion bewegen sich die diffundierenden Teilchen zufällig und regellos durch den Körper. In Metallen kann die Diffusion über die interstitielle Diffusion durch Wanderung interstitiell gelöster Atome oder durch die reguläre Gitterdiffusion durch Platzwechselforgänge erfolgen [13, 15, 16].

Der Teilchenstrom j durch eine Fläche A in einem Körper einer meist festen Materie pro

Zeit t ist folgend definiert [13, 15]:

$$j = -\frac{dm}{dt} \cdot \frac{1}{A} \quad (2.8)$$

Dabei sind:

- m die Masse [kg],
- t die Zeit [s] und
- A die Fläche [m²].

Das Minus in Gleichung 2.8 bezieht sich darauf, dass der Diffusionsstrom immer von den Bereichen hoher Konzentration zu Bereichen niedriger Konzentration erfolgt und somit die Diffusion gegen den Konzentrationsgradienten erfolgt, vergleiche auch Gleichungen 2.9 und 2.10. Die Konzentration c von Teilchen in einem abgeschlossenem Volumen der Länge dx und der Querschnittsfläche A ist definiert als:

$$c = \frac{dm}{dx} \cdot \frac{1}{A} \quad (2.9)$$

Sind an beiden Enden eines Körpers zwei verschiedene und konstante Konzentrationen eines Elements gegeben, ist das Konzentrationsgefälle definiert als:

$$\frac{dc}{dx} = \frac{d^2m}{dx^2} \cdot \frac{1}{A} \quad (2.10)$$

Das erste Fick'sche Gesetz beschreibt unter der Annahme einer äußeren konstanten mechanischen Spannung (bzw. Druck) den Zusammenhang zwischen dem Teilchenstrom (Gleichung 2.8) und einem konstantem Konzentrationsgefälle (Gleichung 2.10):

$$j = -\frac{dm}{dt} \cdot \frac{1}{A} = -D \frac{dc}{dx} \quad (2.11)$$

Dabei ist D [$\frac{\text{m}^2}{\text{s}}$] der temperaturabhängige und konzentrationsunabhängige Diffusionskoeffi-

zient. Der Diffusionskoeffizient ist ein Maß für die Diffusionsfähigkeit des Teilchentransports in Abhängigkeit vom Konzentrationsgefälle. Es erfolgt mit dem Konzentrationsgefälle $\frac{dc}{dx}$ die Betrachtung für eine eindimensionale Diffusion. Um die meist dreidimensionalen Diffusionsprobleme lösen zu können, ist auch eine dreidimensionale Betrachtung nötig. Der dreidimensionale Fall von Gleichung 2.11 ist:

$$j = -\frac{dm}{dt} \cdot \frac{1}{A} = -D\nabla c \quad (2.12)$$

Das zweite Fick'sche Gesetz, beschreibt den Zusammenhang zwischen der zeitlichen Konzentrationsveränderung und dem Teilchenstrom:

$$\frac{dc}{dt} = D \frac{d^2c}{dx^2} = -\frac{dj}{dx} \quad (2.13)$$

Für dreidimensionale Fälle gilt analog zum ersten Fick'schen Gesetz:

$$\frac{dc}{dt} = \nabla \cdot (D\nabla c) \quad (2.14)$$

Die Temperaturabhängigkeit des Diffusionskoeffizienten, kann wie folgt beschrieben werden:

$$D = D_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.15)$$

Dabei sind:

- Q die Aktivierungsenergie $[\frac{\text{J}}{\text{mol}}]$,
- R die allgemeine Gaskonstante $[\frac{\text{J}}{\text{mol}\cdot\text{K}}]$ und
- D_0 ein temperaturunabhängiger materialspezifischer Vorfaktor.

Jedoch sind die Aktivierungsenergie und der Vorfaktor in Metallen abhängig von der Materialmikrostruktur und gelten nur in bestimmten Temperaturbereichen, so dass diese

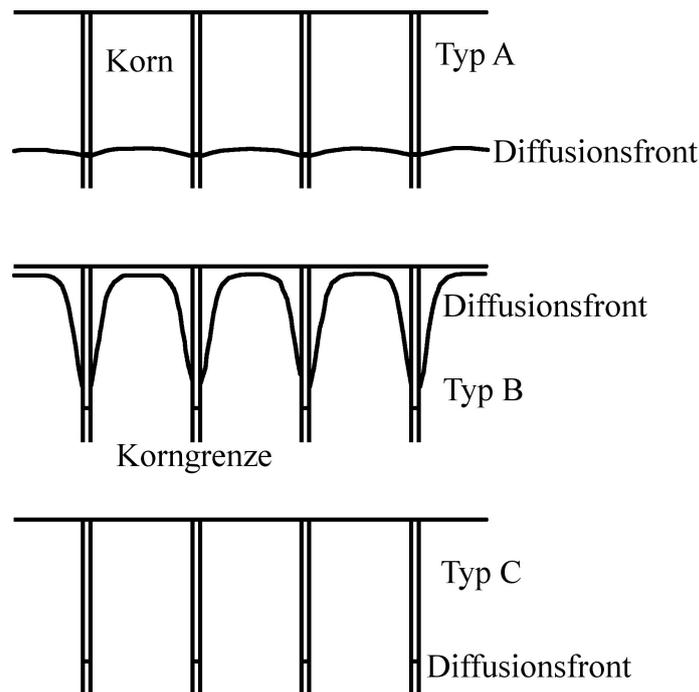


Bild 2.7: Die drei Typen der Diffusion in polykristallinen Werkstoffen (Typ A $\hat{=}$ Volumendiffusion, Typ C $\hat{=}$ Korngrenzendiffusion, Typ B $\hat{=}$ Eine Mischung aus Korngrenzen- und Volumendiffusion).

meist für jedes Diffusionsproblem einzeln bestimmt werden müssen. Bisher wurde angenommen, dass es eine konstante äußere Spannung gibt. Der Diffusionskoeffizient ist jedoch spannungsabhängig [17–19]. Um dies zu berücksichtigen, muss Gleichung 2.14 um einen Spannungsterm erweitert werden:

$$\frac{dc}{dt} = \nabla \left(D \nabla c - c \frac{Q}{RT} \nabla P \right) \quad (2.16)$$

P beschreibt in dieser Gleichung den hydrostatischen Druck in Pascal, der für Festkörper entsprechend der anliegenden Spannung berechnet werden muss.

Weiterhin haben Fehler im Kristallaufbau, wie Korngrenzen und Versetzungen, einen Einfluss auf die Diffusion. In Polykristallen ist beispielsweise zu beobachten, dass die Diffusion bevorzugt entlang der Korngrenzen erfolgt [15]. Daher wird die Diffusion in drei Typen eingeteilt [20, 21], siehe Bild 2.7. Bei Typ A sind die Diffusionskoeffizienten von Korngrenze und Kristallgitter fast gleich, so dass die Diffusionstiefe in beiden gleich groß ist. Es wird von der Volumendiffusion gesprochen. Bei Typ C ist die Diffusion in

den Korngrenzen sehr viel schneller und die Diffusion im Korn vernachlässigbar gering. Weiterhin findet kaum eine Diffusion aus der Korngrenze in das umliegende Material statt. Es wird von der Korngrenzendiffusion gesprochen. Typ B ist eine Kombination der Typen A und C. Die Diffusion erfolgt bevorzugt entlang der Korngrenze, aber die Diffusion aus der Korngrenze in das umliegende Korn ist so groß, dass auch in den Körnern die Konzentration des diffundierenden Stoffes zunimmt. Durch die Diffusion aus der Korngrenze in das Korn nimmt für Typ B die Diffusionstiefe im Vergleich zu Diffusionstyp C ab.

2.2.2 Kriechen

Kriechen ist eine zeitabhängige irreversible plastische Verformung, die bei hoher Temperatur unter einer äußerlich aufgetragenen mechanischen Spannung auftritt. Kriechen wird durch eine beliebig kleine Spannung $\sigma \neq 0$ MPa hervorgerufen und tritt ab dem 0,3- bis 0,4-fachen der Schmelztemperatur T in Kelvin auf [13, 22]. Damit führt Kriechen bereits bei kleinsten mechanischen Spannungen zu einem Versagen von Bauteilen. Kriechen erfolgt durch drei verschiedene Mechanismen:

- **Versetzungskriechen:** Versetzungen sind die Träger der plastischen Verformung. Die extern aufgebrachte Spannung steht im Gleichgewicht zu den inneren Spannungen. Die inneren Spannungen in einem einphasigen metallischen Werkstoff resultieren dabei aus den schnellen normalen Gleitschritten und dem langsameren Versetzungsklettern der Versetzungsbewegung.
- **Diffusionskriechen:** Metallische Werkstoffe haben Leerstellen innerhalb ihres Gitters. Die Leerstellenkonzentration nimmt mit steigender Temperatur zu. Weiterhin führen Zugspannungen zu einer erhöhten Leerstellenbildung, während Druckspannungen der Leerstellenbildung entgegen stehen. In einem Polykristall bedeutet dies, dass Korngrenzen mit einem Normalenvektor in Richtung einer anliegenden Zugspannung eine erhöhte Leerstellenkonzentration haben, während Korngrenzen mit einem großen Winkel zwischen dem Normalenvektor und der anliegenden Zugspannung eine geringere Leerstellenkonzentration aufweisen. Der entstehende Leerstellenkonzentrationsgradient führt zu einer Selbstdiffusion in Richtung der Korngrenzen mit hoher Leerstellendichte. Einkristalle können als ein Korn betrachtet werden, so dass die Diffusion von den unbelasteten Seiten des Kristalls zu den belasteten Stirnflächen stattfindet.
- **Korngrenzengleiten:** Die Korngrenzen gleiten aufgrund der Schubspannungen entlang der Korngrenzen zueinander ab.

- Die drei Kriechmechanismen hängen voneinander ab. In Polykristallen führen die drei Kriechmechanismen zu einer Veränderung der Kornformen. Damit die Kornflächen innerhalb eines Kornverbundes bei Verformung zusammenpassen, müssen die drei Kriechmechanismen die Konsistenz des Gefüges gewährleisten.

Eine gängige Darstellung des Kriechverhaltens von Werkstoffen ist die Kriechkurve, in welcher die Kriechdehnung gegenüber der Zeit aufgetragen ist, siehe Bild 2.8. Die Kurve gilt in Versuchen mit konstanter Temperatur und mechanischer Spannung. Die Anfangsdehnung ε_0 ergibt sich aus der elastischen Dehnung und ist für praktische Anwendungen vernachlässigbar klein gegenüber der Kriechdehnung bis zum Versagen. Das Kriechverhalten wird in drei Bereiche eingeteilt. Das primäre Kriechen ist gekennzeichnet aus einer abnehmenden Kriechrate. Der sekundäre Kriechbereich zeichnet sich durch eine konstante Kriechrate aus, die über das Norton'sche Kriechgesetz beschrieben werden kann. Beim tertiären Kriechen nimmt die Kriechrate zu, bis nach einer Zeit t_m die Probe versagt.

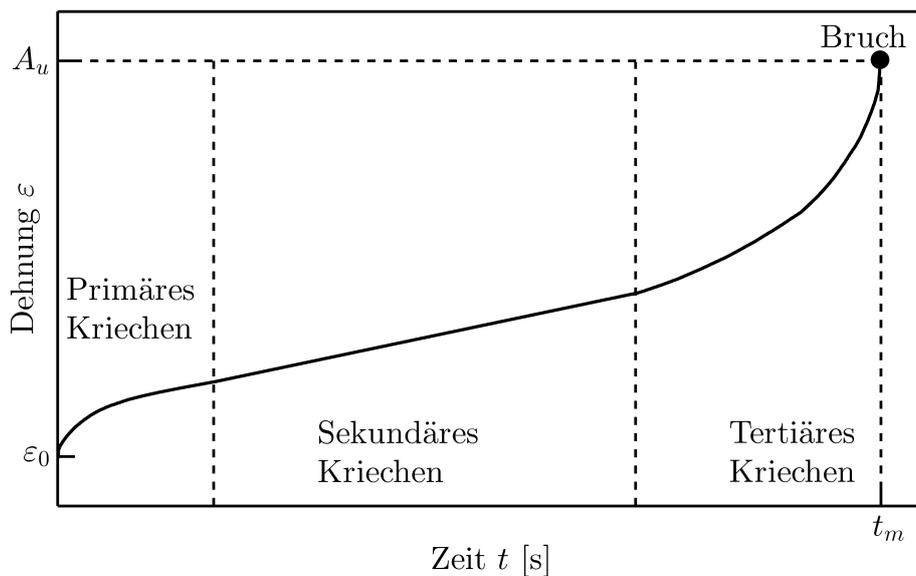


Bild 2.8: Die Kriechkurve mit den drei Kriechbereichen bei einem Versuch mit konstanter Temperatur und mechanischen Spannung [13].

2.2.3 Dynamische Rekalterung

In Mischkristallen sind in einer metallischen Matrix (Fremd-)Atome gelöst. Diese behindern die Versetzungsbewegung, indem sie die Versetzungen in ihrem Spannungsfeld verankern und so zur Mischkristallhärtung führen. Dies kann zu der statischen und der dynamischen Rekalterung führen. Interessant für Ermüdungsversuche bei erhöhter Temperatur, wie sie

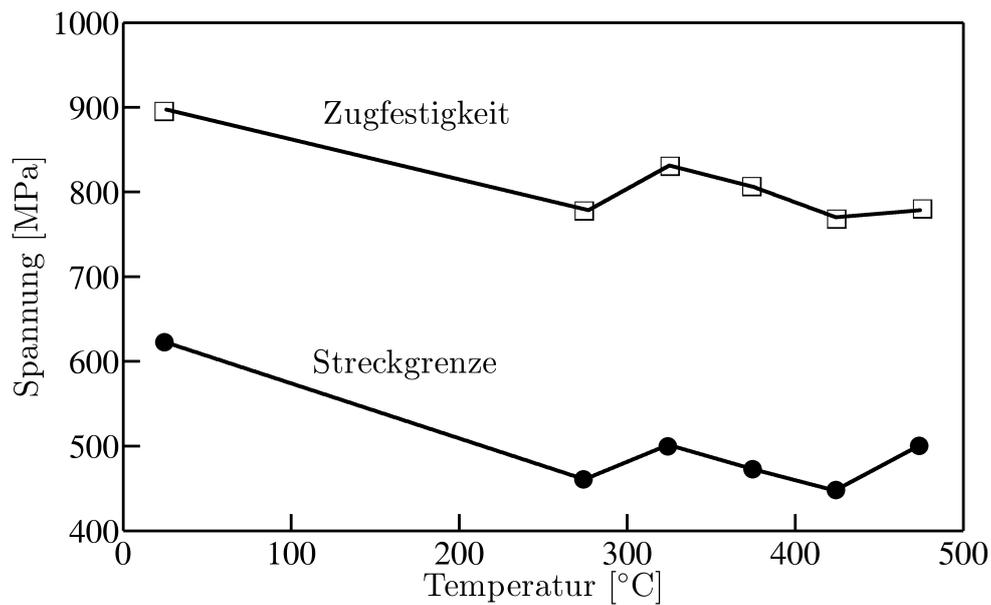


Bild 2.9: Veränderung der Streckgrenze und der Zugfestigkeit in Super-Duplexstahl durch die Temperatur unter dem Einfluss der Reckalterung [23].

in dieser Arbeit durchgeführt werden, ist die dynamische Reckalterung, weshalb in dieser Arbeit nur diese besprochen wird.

Bei erhöhter Temperatur sind die Atome nicht an ihre Position im Kristallgitter gebunden, sondern können sich zusätzlich durch die Diffusion in der Matrix bewegen und so mehrfach Versetzungen verankern [22]. Am Anfang der Versetzungsbewegung werden die Versetzungen durch die gelösten Fremdatome festgehalten, wodurch die Spannung steigt. Mit steigender Spannung lösen sich die Versetzungen aus der Verankerung und wandern, wodurch es zu einem Spannungsabfall kommt. Durch die Diffusivität bei hoher Temperatur können die gelösten Atome immer wieder in den Pfad der laufenden Versetzung diffundieren und diese erneut verankern [22]. Damit ist die Reckalterung abhängig von der Temperatur, und die Auswirkungen sind nur in einem bestimmten Temperaturbereich zu beobachten. Der maximale Einfluss der Reckalterung tritt auf, wenn die durchschnittliche Diffusionsgeschwindigkeit mit der Geschwindigkeit der Versetzungsbewegung (aus der externen Dehnrate) übereinstimmt [23]. Eine Auswirkung der Reckalterung ist beispielsweise die Zunahme der Zugfestigkeit und der Streckgrenze eines Super-Duplexstahls in einem Temperaturbereich zwischen 300°C und 400°C, siehe Bild 2.9.

Weiterhin erklärt sich das Sägezahnprofil, welches in Spannungsdehnungskurven beobachtet werden kann, durch die Reckalterung [23, 24]. Auch die negative Dehnratenabhängigkeit bei erhöhter Temperatur bei manchen Werkstoffen geht auf die Reckalterung zurück.

Der Grund ist, dass die gelösten Atome erst an die Stelle einer Versetzung diffundieren müssen, um diese zu verankern. Je schneller die Dehnrage ist, desto kürzer ist die Rastzeit einer Versetzung zwischen zwei Gleitvorgängen. Daher nimmt die mögliche Zeit für eine Verankerung der Versetzung ab, und die Verfestigung durch die gelösten Fremdatome nimmt auch ab [22, 23].

3 Literaturkenntnisstand

3.1 Literaturkenntnisstand zum Duplexstahl

3.1.1 Duplexstahl im Überblick

Duplexstahl (DSS, Abkürzung aus dem Englischen: **D**uplex **S**tainless **S**teel) ist ein zweiphasiger Werkstoff mit einer ferritischen α und einer austenitischen γ Phase. Die ferritische Phase führt zu einer hohen mechanischen Festigkeit, während die austenitische Phase eine gute Duktilität einbringt. DSS hat eine gute chemische Beständigkeit, was aufgrund des hohen Chromanteils beiden Phasen zugeordnet werden kann. Damit vereint DSS die Eigenschaften austenitischer und ferritischer Stähle und wird beispielsweise in der Offshore-industrie oder auch in Rohrleitungen in der chemischen Industrie verwendet. Duplexstähle werden grob in zwei Klassen, die Duplexstähle und die Super-Duplexstähle, eingeteilt, wobei sich die Super-Duplexstähle durch einen höheren Chrom- und Molybdänanteil mit höherer Korrosionsbeständigkeit abgrenzen [25, 26]. DSS unterliegt bei erhöhten Temperaturen der 475°C-Versprödung, siehe Bild 3.1 [25, 26].

Die 475°C-Versprödung tritt im Temperaturbereich zwischen 300°C und 500°C durch eine spinodale Entmischung auf und führt zu einer Veränderung der mechanischen Eigenschaften, wie die Zunahme der Zugfestigkeit, der Abnahme der Kerbschlagarbeit und Zunahme der Härte [27–30]. Aufgrund der großen Abnahme der Kerbschlagarbeit durch die 475°C-Versprödung ist DSS im versprödetem Zustand kaum einsetzbar. Die 475°C-Versprödung ist nicht auf DSS beschränkt, sondern wird auch in nahezu nickelfreien Chromstählen [31, 32] beobachtet. Ein ähnlicher Versprödungsmechanismus wird ebenfalls in Kupferlegierungen beobachtet [33, 34]. Die Namensgebung der 475°C-Versprödung resultiert aus der Tatsache, dass die Versprödungskinetik bei 475°C maximal ist und bei vollständig versprödetem DSS eine verformungslose spröde Bruchmorphologie im Kerbschlagversuch vorliegt. Eine vollständige Versprödung wird nach 100 h Glühung bei 475°C angenommen, da dann keine weitere Veränderung der mechanischen Eigenschaften festzustellen ist [30, 35].

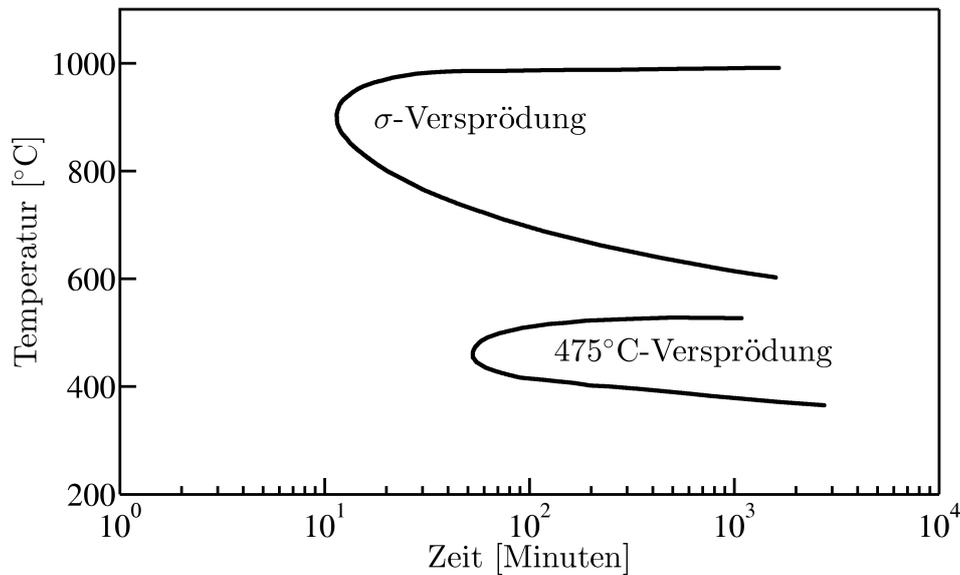


Bild 3.1: Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm für den DSS 1.4462 mit eingezeichneter σ -Versprödung und 475°C-Versprödung [26].

3.1.2 Die 475°C-Versprödung im Überblick

Die 475°C-Versprödung entsteht aus einer Mischungslücke im Fe-Cr-Ni Legierungssystem im Temperaturbereich von ungefähr 300°C bis 500°C, siehe Bild 3.2. Die ferritische Phase entmischt sich durch die 475°C-Versprödung in eine eisenreiche α Phase und eine chromreiche α' Phase [25]. Der Mechanismus der Teilchenbildung ist entweder die Keimbildung oder die spinodale Entmischung. Bei der Keimbildung muss eine kritische Keimgröße für einen stabilen „überlebensfähigen“ Keim überschritten werden [37]. Der Vorgang der Entmischung ist ähnlich wie bei der Abkühlung aus der Schmelze. Die frei werdende Gibbs'sche Energie hängt von der Keimgröße ab und berechnet sich aus der frei werdenden Volumenenergie und der nötigen aufzubringenden Oberflächenenergie. Ist der Keim ausreichend groß, übersteigt die gewonnene Volumenenergie die aufzubringende Oberflächenenergie, die freie Enthalpie nimmt ab und es entsteht ein stabiler Keim.

Bei der spinodalen Entmischung muss keine kritische Keimgröße überschritten werden. Bei jeder Entmischung wird Enthalpie frei, da die Entmischung in Richtung einer Konzentrationserhöhung, bzw. durch eine Bergaufdiffusion, verläuft. Die Diffusionszone kann daher theoretisch beliebig klein sein, wodurch kleine Entmischungsbereiche möglich sind. Mit der Zeit wachsen die entmischten Bereiche, bis eine Gleichgewichtskonzentration vorliegt.

Die Keimbildung wird stark von der Grenzflächenenergie bestimmt, weshalb bei der

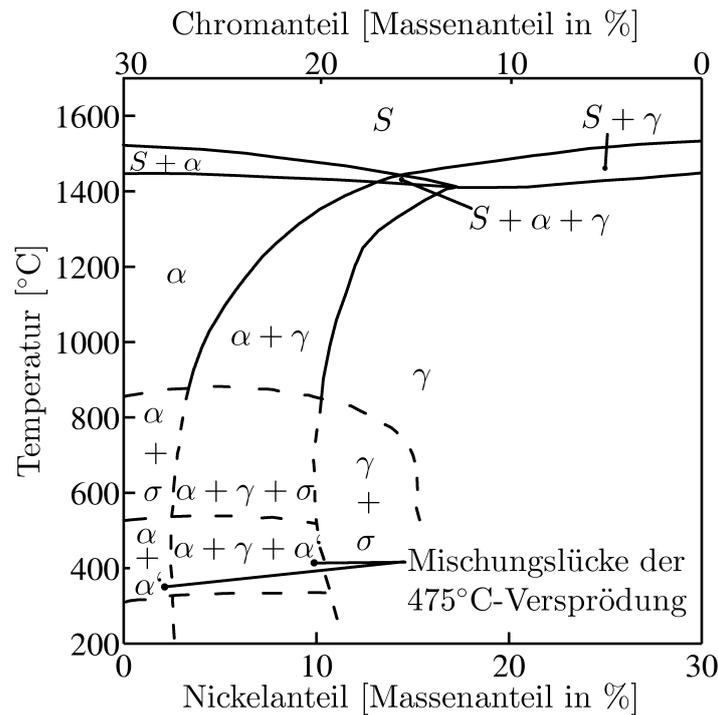


Bild 3.2: Quasibinäarer Schnitt durch das Dreistoffsystem Fe-Cr-Ni bei einem Massenanteil von 70% Eisen mit gekennzeichneter Mischungslücke der 475°C-Versprödung [36, S.32].

Keimbildung die Verteilung und die Größe der Keime nicht unbedingt homogen sein müssen. Weiterhin muss eine kritische Keimgröße überschritten werden, damit der Keim lebensfähig ist. Daher kann eine Entmischungszone nicht beliebig klein sein. Bei der spinodalen Entmischung passiert die Entmischung spontan überall, weshalb eine periodische Verteilung der Teilchen zu beobachten ist [37].

Es besteht der Konsens, dass der zugrunde liegende Mechanismus der 475°C-Versprödung die spinodale Entmischung ist [27, 38], weil die Entmischungszonen der 475°C-Versprödung feindispersiv mit periodischer Anordnung sind [25, 27, 35, 38, 39], wie es bei einer spinodalen Entmischung stattfindet, siehe Bild 4.4 (S. 53). Die Größe der Ausscheidungen hängt von der Auslagerungszeit im Temperaturbereich der 475°C-Versprödung ab. Im DSS 1.4462 sind nach 2 h bei 475°C Entmischungszonen von rund 1 nm Größe zu beobachten. Diese wachsen nach 64 h auf eine Größe von 5 nm an [27]. Insgesamt ist die beobachtete maximale Größe der entmischten Bereiche mit 5 nm [25, 27], 40 nm [35] bzw. 20 nm [40] eher klein. Der sichere Nachweis der 475°C-Versprödung kann entweder indirekt über die Veränderung der mechanischen Eigenschaften oder direkt über die Beobachtung der Entmischungszonen im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) erfolgen.

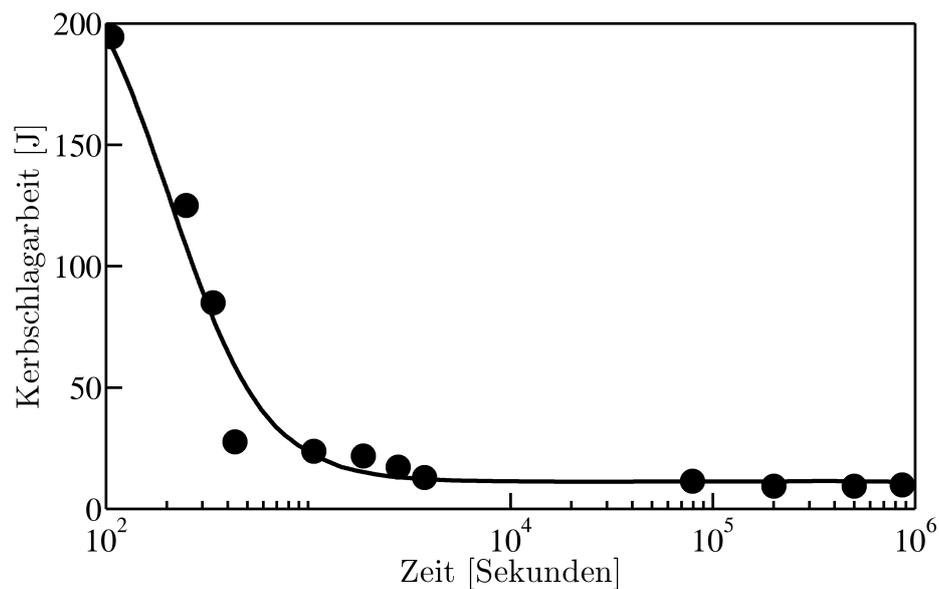


Bild 3.3: Raumtemperaturkerbschlagarbeit des DSS 1.4462, aufgetragen über die Glühdauer einer Versprödungsglühung bei 475°C [30].

3.1.3 Einfluss der 475°C-Versprödung auf die Raumtemperaturkerbschlagarbeit und -zugfestigkeit

Die Zugfestigkeit und die Kerbschlagarbeit unterliegen einer Veränderung durch die 475°C-Versprödung [25, 27, 30, 41]. Dabei kann die Zugfestigkeit um rund 60% zunehmen, während die Kerbschlagarbeit auf einen Bruchteil des Ausgangswerts fällt, siehe Bild 3.3 [30].

Im Zugversuch wird im nicht versprödeten Ausgangszustand als Bruchfläche eine duktile Wabenstruktur und im vollständig versprödeten DSS eine Wabenstruktur mit sekundären Spaltrissen beobachtet. Im Kerbschlagversuch ist der Unterschied in der Bruchmorphologie für die beiden Materialzustände deutlicher. Im nicht versprödeten Ausgangszustand ist eine duktile Wabenstruktur und im vollständig versprödeten Zustand eine ebene Spaltbruchfläche mit vielen einzelnen Facetten zu beobachten [27, 30]. Für den DSS 1.4462 wurde in Kerbschlagversuchen ein Übergang von einer duktilen in eine spröde Bruchfläche nach 4 h bis 6 h [27] und im Zugversuch für andere Duplexstähle nach rund 5 h [25] Versprödung bei 475°C beobachtet.

Sowohl die zeitliche Veränderung der Zugfestigkeit als auch der Kerbschlagarbeit ist temperaturabhängig. Bei einer Abweichung von $\pm 25^\circ\text{C}$ von 475°C ist kein signifikanter Unterschied zur maximalen Umwandlungskinetik zu erkennen. Erst bei Temperaturen

unterhalb von 400°C wird eine deutlich langsamere zeitliche Veränderung der mechanischen Eigenschaften beobachtet [27, 41]. Es besteht Uneinigkeit, wie der genaue zeitliche Verlauf der Veränderung der mechanischen Raumtemperatureigenschaften bei einer zeitlich begrenzten Versprödungsglühung bei 475°C ist [25, 27, 30, 32, 41]. Einige Autoren sehen am Anfang eine sehr plötzliche Veränderung innerhalb der ersten Stunde [27, 30, 32, 41], während auch eine gemäßigte Veränderung beobachtet wird [25]. Einigkeit besteht jedoch darin, dass die Veränderung der Eigenschaften anfänglich schneller ist und mit zunehmender Versprödung langsamer wird. Der Grund ist möglicherweise in der spinodalen Entmischung zu sehen. Am Anfang der spinodalen Entmischung ist die Bildung entmischter Bereiche schnell, während das folgende Wachstum der Entmischungszonen langsamer ist [37].

Dennoch ist die Veränderung der verschiedenen Werkstoffeigenschaften mit zunehmender Versprödung unterschiedlich. So ist die Veränderung der Kerbschlagarbeit über der Zeit schneller als die Veränderung der Zugfestigkeit [25, 30, 32]. Es gibt zwar Anhaltspunkte, warum die Veränderung der Kerbschlagarbeit über der Zeit schneller ist, aber es fehlt eine abschließende, mechanismenorientierte Begründung. Ein Grund für die eher langsame Veränderung der Zugfestigkeit ist die Mikrorissbildung nach dem Rissbildungsmodell von Cottrell. Danach bilden sich bereits nach einer Glühzeit von 1 h bei 475°C in der ferritischen Phase Mikrorisse aus, welche der weiteren Zunahme der Zugfestigkeit entgegen stehen [25]. Für die sehr schnelle Veränderung der Kerbschlagarbeit durch die Versprödung [30, 32] werden zwei Gründe angeführt. Zum einen wird vermutet, dass die Ausscheidungen der 475°C-Versprödung bei schneller plastischer Verformung die Versetzungen verankern und so keine Energie durch eine Versetzungsbewegung abgebaut werden kann. Im schnellen Kerbschlagversuch wird daher kaum Energie aufgenommen. Im Zugversuch mit vergleichsweise langsamer Versetzungsbewegung tritt diese Verankerung nicht auf, weil sich die Versetzungen langsam lösen können [27]. Zum anderen wird die Bildung von Verformungszwillingen angeführt [30]. In transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen an kerbschlaggetestetem DSS 1.4462 im nicht versprödeten Zustand wird Zwillingsbildung beobachtet, welche im vollständig versprödeten Zustand nicht beobachtet wird [30]. Als Grund werden feinste Ausscheidungen in dem versprödetem DSS genannt, welche die Zwillingsbildung unterdrücken. Dadurch fehlt im versprödetem DSS der Energieabbau durch Zwillingsbildung [30].

3.1.4 Einfluss von plastischer Verformung und Reckalterung auf die 475°C-Versprödung

Eine plastische Verformung kann einen Einfluss auf die spinodale Entmischung haben. Erste Arbeiten in den 1980er Jahren zu diesem Thema untersuchen die spinodale Entmischung nach erfolgter Raumtemperaturermüdung im Cu-Ni-Sn-Legierungssystem [42, 43]. Bei einer Ermüdung von vollständig versprödetem Werkstoff mit hoher plastischer Dehnungsamplitude (Kurzzeitfestigkeit) nahm die gemessene Intensität der spinodalen Entmischung gegenüber dem nicht ermüdeten Ausgangszustand ab, während dies bei einer Ermüdung mit kleiner plastischer Dehnungsamplitude (Dauerfestigkeit) nicht feststellbar war [42, 43]. Gleiches konnte in transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen an ermüdetem und nicht ermüdetem spinodal entmischttem ferritischem Stahl (Fe-26Cr-1Mo) nachgewiesen werden [44]. Der Mechanismus ist, dass die plastische Verformung durch das Hin- und Hergleiten der Versetzungen die periodische Elementverteilung der spinodalen Entmischung auflöst und sich eine homogenere Elementverteilung bildet, wodurch die Versetzungen nicht mehr durch die Ausscheidungen verankert werden und so eine leichtere plastische Verformung ermöglicht wird. Anschließend konzentriert sich die Verformung in den bereits verformten und entmischten Bereichen, wodurch dort eine hohe Versetzungsdichte entsteht [42, 44].

Die Auswirkung der plastischen Verformung auf die spinodale Entmischung in vollständig versprödetem DSS haben Hereñu et al. [35] genauer untersucht. Die Elementverteilung in vollständig versprödetem DSS im nicht ermüdeten Ausgangszustand und nach isothermer Ermüdung bei Raumtemperatur oder 475°C wurde mittels der energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDS) im Rastermodus (STEM) des Transmissionselektronenmikroskops (TEM) gemessen. Im nicht ermüdeten Ausgangszustand ist eine periodische Verteilung der Elemente entlang einer Messgeraden ermittelt worden, siehe Bild 3.4. Im Gegensatz dazu wird im ermüdeten DSS in Versetzungsbändern und in Bereichen mit hoher Versetzungsdichte eine homogene Verteilung der Elemente in der ferritischen Phase festgestellt, siehe Bild 3.5. Aus den Messungen ziehen die Autoren die Schlussfolgerung, dass die plastische Verformung die spinodale Entmischung aufhebt und die Elemente wieder homogen im Gefüge verteilt sind.

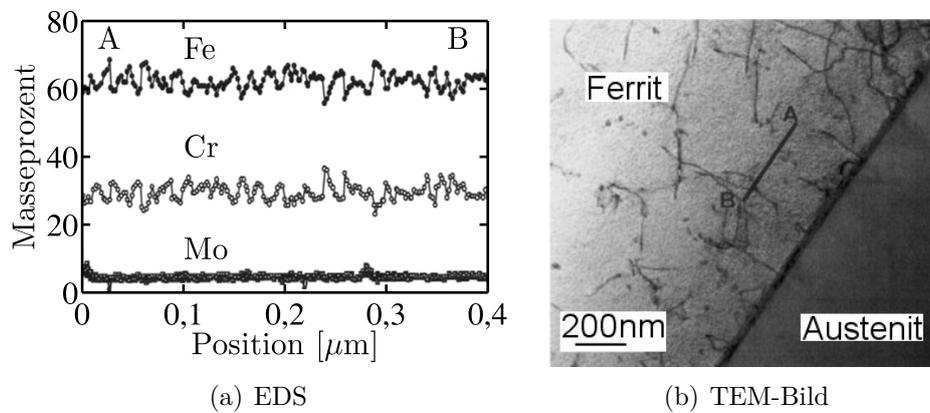


Bild 3.4: Elementverteilung, gemessen mit der energiedispersiven Röntgenspektroskopie im Rastertransmissionselektronenmikroskop im vollständig versprödeten und nicht ermüdeten DSS (a) entlang einer Messgeraden AB im Ferrit (b) [35].

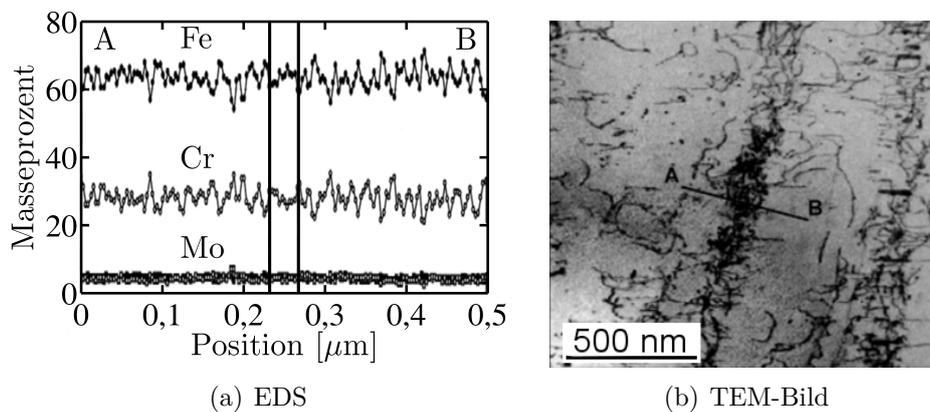


Bild 3.5: Elementverteilung in der ferritischen Phase eines DSS, gemessen mit der energiedispersiven Röntgenspektroskopie im Rastertransmissionselektronenmikroskop im vollständig versprödeten DSS nach Ermüdungsbruch bei einer Ermüdung bei 475°C und einer plastischen Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,15\%$ (a) entlang einer Messgeraden AB im Ferrit (b) [35].

3.1.5 Ermüdungsverhalten bei Raumtemperatur

Der normale Verlauf einer Wechselverformungskurve von DSS im nicht versprödeten und im vollständig versprödeten Zustand, getestet bei Raumtemperatur, besteht aus einer anfänglichen zyklischen Verfestigung in den ersten zehn Ermüdungszyklen. Im Anschluss folgt eine zyklische Entfestigung [30, 45–48]. Im nicht versprödeten DSS dauert die Entfestigung für höhere Beanspruchungsamplituden bis zum Versagen, während für kleinere Beanspruchungsamplituden die Entfestigung in einer Sättigung auslaufen kann, die dann bis zum Versagen anhält. Im vollständig versprödeten DSS wird im Gegensatz dazu keine Sättigung, sondern nur eine anhaltende Entfestigung beobachtet [30, 46, 48]. Weiterhin ist festzustellen, dass die resultierenden Spannungsamplituden in dehnungsgeregelten Versuchen bei gleicher Dehnungsamplitude für vollständig versprödeten DSS höher sind als für nicht versprödeten DSS, da die ferritische Phase im vollständig versprödetem DSS eine höhere Festigkeit hat. Bei der Ermüdung von DSS kommt immer die Frage auf, in welchem Maße die beiden Phasen plastisch verformt werden und ob die festere ferritische Phase überhaupt plastisch verformt wird. Nach Llanes et al. [45] und Mateo et al. [49] kann das Ermüdungsverhalten für den DSS AISI-329 mit einem Stickstoffanteil von 0,07 Masseprozent im nicht versprödeten Zustand, aufbauend auf den Versetzungsanordnungen in den beiden Phasen, in drei Bereiche eingeteilt werden. Bei plastischen Dehnungsamplituden von $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} < 10^{-4}$ wird von einem „austenitischen“ Werkstoffverhalten gesprochen, da eine Veränderung der Versetzungsanordnung gegenüber dem nicht ermüdeten Ausgangszustand überwiegend in der austenitischen Phase beobachtet wird. In der ferritischen Phase gibt es keine nennenswerte Versetzungsentstehung bzw. Veränderung der Versetzungsanordnung. Für plastische Dehnungsamplituden von $10^{-4} < \frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} < 10^{-3}$ werden Veränderungen der Versetzungsanordnungen in beiden Werkstoffphasen beobachtet, wobei die Veränderung in der ferritischen Phase ausgeprägter ist, so dass von einem „austenitisch-ferritischen“ Verhalten gesprochen wird. Bei Dehnungsamplituden von $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} > 10^{-3}$ liegt ein rein „ferritisches“ Werkstoffverhalten vor.

Für vollständig versprödeten DSS wird im mittleren Bereich für plastische Dehnungsamplituden von $10^{-4} < \frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} < 10^{-3}$ das Werkstoffverhalten aufgrund der festeren ferritischen Phase mehr vom Austenit dominiert, so dass von einem austenitischen Werkstoffverhalten gesprochen wird. Für den Bereich der größten plastischen Dehnungsamplituden wird auch für den vollständig versprödeten DSS ein „ferritisches“ Materialverhalten festgestellt. Für eine bessere Einordnung der drei Bereiche des Ermüdungsverhaltens von DSS nach Llanes et al. [45] muss auf den relativ geringen Stickstoffanteil von 0,07 Masseprozent hingewiesen werden. Stickstoff löst sich in Duplexstahl vermehrt im Austenit und führt dort zu einer

Festigkeitssteigerung durch Mischkristallhärtung [46, 50–52]. Bei einem Duplexstahl mit höherem Stickstoffanteil tritt daher bei gleicher plastischer Dehnungsamplitude mehr plastische Verformung im Ferrit auf als bei einem DSS mit niedrigem Stickstoffanteil [46].

3.1.6 Ermüdungsverhalten von Duplexstahl bei erhöhten Temperaturen bis 500°C

Das grundlegende Verformungsverhalten von DSS bei erhöhter Temperatur ähnelt dem der Raumtemperaturversuche. Jedoch nimmt, wie mit steigender Temperatur zu erwarten, in dehnungsgeregelten Versuchen die resultierende Spannungsamplitude ab. Auch bei erhöhter Temperatur hat versprödeter DSS aufgrund seiner höheren Festigkeit einen höheren Widerstand gegen Verformung, weshalb höhere Spannungsamplituden bei Ermüdung mit gleicher Dehnungsamplitude auftreten. Weiterhin ist das Verformungsverhalten in den ersten Lastwechseln durch die Verformungsverfestigung mit einer Zunahme der Versetzungsdichte dominiert. Im Anschluss an die Verformungsverfestigung schließt sich eine Entfestigung an. Die Entfestigung ist jedoch für Temperaturen bis 500°C für vorab vollständig versprödeten DSS größer als für nicht vorab versprödeten DSS [30, 39, 53, 54]. In der Wechselverformungskurve drückt sich dies dadurch aus, dass für vorab versprödeten DSS die Entfestigung wesentlich größer ist als die anfängliche Kaltverfestigung, was für vorab nicht versprödeten DSS nicht gilt. Hereñu et al. [53] sehen als Ursache den bereits in Kapitel 3.1.4 (S. 27) ausführlich beschriebenen Mechanismus der verformungsinduzierte Auflösung der spindoladen Entmischung durch die Versetzungsbewegung. Auch in Raumtemperaturermüdungsversuchen wird die höhere Entfestigung von vorab vollständig versprödetem DSS beobachtet, aber nicht erklärt [30].

Der Unterschied im Ermüdungsverhalten bei erhöhter Temperatur im Vergleich zu dem Raumtemperaturermüdungsverhalten ist der weitere Verlauf nach Einsetzen der Entfestigung. Bei den Raumtemperaturermüdungsversuchen ist eine Systematik zu erkennen. Kleine Beanspruchungen gehen nach einer Entfestigung in eine Sättigung vor dem Versagen über, während große Beanspruchungen eher zu einer anhaltenden Entfestigung bis zum Versagen führen, siehe Kapitel 3.1.5. Bei erhöhter Temperatur wird das Ermüdungsverhalten nicht nur von den bei Raumtemperatur vorliegenden Mechanismen, der Beanspruchungsamplitude und Prüffrequenz beeinflusst, sondern auch von diffusionsabhängigen Mechanismen wie der 475°C-Versprödung und der dynamischen Reckalterung. Daher gibt es viele verschiedene Ausprägungen des Ermüdungsverhaltens auch in Abhängigkeit von der Versprödung vor Versuchsbeginn. Eine Übersicht über das bereits beobachtete Ermüdungsverhalten nach der anfänglichen Verfestigung ist für die verschiedenen isothermen Versuchstemperaturen in Tabelle 3.1 gegeben. Die in der Tabelle zitierten Ergebnisse stammen alle aus

Ermüdungsversuchen in der Kurzzeitfestigkeit.

Tabelle 3.1: Ermüdungsverhalten von Duplexstahl im Anschluss an die anfängliche Verformungsverfestigung im Temperaturbereich von 200°C bis 500°C.

Materialzustand	Ermüdungsverhalten	Versuchstemperatur und Quelle
Vorab versprödet	Entfestigung	300°C, 500°C [53] 200°C, 300°C, 400°C, 500°C [39] 200°C, 300°C, 400°C, 500°C [54]
Vorab versprödet	Sekundäre Verfestigung	475°C [39] 475°C [54]
Vorab nicht versprödet	Entfestigung	500°C [55] 500°C [39] 400°C, 500°C [56]
Vorab nicht versprödet	Sättigung	500°C [53] 200°C, 400°C [55] 300°C, 350°C [56]
Vorab nicht versprödet	Sekundäre Verfestigung	300°C [53] 200°C, 300°C, 400, 475°C [39] 475°C [35] 200°C, 300°C, 400°C, 475°C [54]

Es ist zu erkennen, dass bei erhöhter Temperatur eine große Bandbreite des Ermüdungsverhaltens vorliegt. Jedoch wird im Gegensatz zu den Raumtemperaturermüdungsversuchen im Anschluss an die anfängliche Verformungsverfestigung neben einer Sättigung und einer Entfestigung auch eine sekundäre Verfestigung beobachtet. Die sekundäre Verfestigung wird bei nicht versprödetem DSS im gesamten Temperaturbereich von 200°C bis 500°C beobachtet [35, 39, 53, 54], während für vorab versprödeten DSS diese nur bei genau 475°C auftritt [39, 54].

Eine abschließende Erklärung für diese sehr unterschiedlichen Ausprägungen des Verformungsverhalten bei erhöhter Temperatur geben die zitierten Literaturquellen nicht. Jedoch tritt bei Ermüdung bei erhöhter Temperatur eine Überlagerung der dynamischen Rekalterung und der 475°C-Versprödung auf. Fest steht, dass im Temperaturbereich von 300°C bis 500°C eine Verfestigung von DSS durch dynamischer Rekalterung in Ermüdungsversuchen nachgewiesen werden konnte [56–58]. Die Verfestigung durch die dynamische Rekalterung ist bei 350°C bis 400°C maximal und bei 475°C bereits deutlich kleiner als bei 400°C [56–58]. Weiterhin konnte in Zugversuchen der typische Anstieg der Zugfestigkeit durch die Rekalterung zwischen knapp 370°C und 450°C nachgewiesen werden [23], siehe auch Kapitel 2.2.3. Da sich der Temperaturbereich der dynamischen Rekalterung im DSS (300 – 500°C) besser mit dem Temperaturbereich der dynamischen Rekalterung in einphasigen ferritischen Stählen (130 – 430°C) als mit dem Temperaturbereich der

dynamischen Reckalterung in einphasigen austenitischen Stählen (400 – 600°C) deckt, wird davon ausgegangen, dass die dynamische Reckalterung überwiegend in der ferritischen Phase auftritt [56, 59–62].

Die allgemeine Schlussfolgerung aus dem massiven Einfluss der Reckalterung in der ferritischen Phase ist, dass die ferritische Phase das Verformungsverhalten stark beeinflusst. Daher wird davon ausgegangen, dass ein Mechanismus für die beobachtete sekundäre Verfestigung die Reckalterung ist, wobei natürlich auch die voranschreitende 475°C-Versprödung einen Einfluss hat und daher als Mechanismus nicht ausgeschlossen werden kann [35, 56, 58]. Weiterhin wird eine Verformungsverfestigung als ein weiterer möglicher Mechanismus angegeben [55, 56]. In DSS wird in der ferritischen Phase im Temperaturbereich der Reckalterung eine sehr hohe Versetzungsdichte beobachtet, die über die Versetzungsentstehung, die Versetzungsbewegung und die Behinderung der Versetzungen untereinander zu einer Art Kaltverfestigung führen [55, 56].

Auch für Hochtemperaturermüdungsversuche besteht die Frage, wie groß die plastischen Verformungen in der ferritischen und der austenitischen Phase sind und in welchem Maße beide Phasen das Ermüdungsverhalten bestimmen. Wie in Kapitel 3.1.5 (S. 29) bereits beschrieben, ist für die Raumtemperaturermüdung von DSS in Abhängigkeit von der plastischen Dehnungsamplitude eine Einteilung in drei Bereiche möglich [45]. Eine solche Einteilung ist für Ermüdungsversuche mit DSS bei erhöhter Temperatur nicht bekannt. Insgesamt ist die Datenlage in der Literatur über die Hochtemperaturermüdung und insbesondere die entstehenden Versetzungsanordnungen sehr begrenzt und beschränkt sich auf vier Veröffentlichungen [39, 54–56]. Nach einer Ermüdung bei 475°C von vorab nicht versprödetem DSS wird eine homogene Versetzungsanordnung in der ferritischen Phase beobachtet. Bei 500°C treten homogen verteilte Versetzungsbündel oder eine homogene Verteilung von einzelnen Versetzungen auf. Bei niedrigeren Temperaturen unter 350°C treten Versetzungsbündel- und Aderstrukturen auf. Damit zeigen sich für verschiedene Temperaturen sehr unterschiedliche Versetzungsanordnungen.

Über die Versetzungsanordnungen in der vollständig versprödeten ferritischen Phase wird nicht berichtet. In der austenitischen Phase treten unabhängig von der Temperatur für den vorab nicht versprödeten DSS immer planare Versetzungsanordnungen auf. Weiterhin wird in der austenitischen Phase unabhängig davon, ob der Werkstoff versprödet ist oder nicht, immer eine planare Versetzungsanordnung beobachtet. Damit scheint die Versetzungsanordnung in der austenitischen Phase unabhängig von der Temperatur und dem Materialzustand zu sein. Es wird angenommen, dass sich die Versetzungsanordnung in der austenitischen Phase in den ersten Ermüdungszyklen während der initialen Kaltverfesti-

gung ausbildet und dann bis zum Versagen konstant bleibt. Die Schlussfolgerung ist, dass die Veränderungen im Ermüdungsverhalten im DSS durch Veränderungen im Verhalten der ferritischen Phase hervorgerufen werden [39, 54–56].

3.2 Literaturkenntnisstand zur Nickelbasislegierung IN718

3.2.1 Nickelbasislegierungen im Überblick

Nickelbasislegierungen eignen sich aufgrund ihrer Eigenschaften zum Einsatz bei hoher Temperatur, in korrosiver Atmosphäre und bei hohen mechanischen Beanspruchungen, z.B. als Werkstoff für Turbinen. Diesen guten Eigenschaften steht eine hohe Dichte und ein hoher Marktpreis gegenüber. Neben Nickel als Hauptlegierungsbestandteil können Nickelbasislegierungen Zulegerungen von Fe, Cr, Co, Mo, Al, Ti, Nb, Si, C und B haben [63–65].

Die in dieser Arbeit untersuchte Nickelbasislegierung IN718 wird, aufgrund ihres hohen Eisenanteils von bis zu 18 Masseprozent, oftmals auch als Nickel-Eisen-Basislegierung bezeichnet. Wie alle Nickelbasislegierungen hat IN718 eine kubischflächenzentrierte (kfz) γ -Matrix. Die härtenden Bestandteile in Nickelbasislegierungen sind zum einen die γ' -Phase und zum anderen die γ'' -Phase. In den meisten Nickelbasislegierungen ist die γ' -Phase mit der chemischen Zusammensetzung Ni_3Al , Ni_3Ti oder Ni_3Ta die härtende Phase, jedoch nicht in IN718, in welcher die γ' -Phase nur in kleiner Konzentration auftritt. Vielmehr ist in IN718 die hexagonal-raumzentrierte γ'' -Phase der chemischen Zusammensetzung Ni_3Nb die härtende Phase. Der Grund ist der hohe Anteil von über 5 Massenprozent Niob in IN718. Die γ'' -Phase ist scheibenförmig mit einer Dicke von rund 10 nm und einem Durchmesser von rund 50 nm. Weitere Bestandteile sind die Metallkarbide MC , M_{23}C_6 und M_6C , welche in IN718 aufgrund des hohen Niobgehalts oftmals als Niobkarbide auftreten [63–65]. Die letzte bedeutende Phase für die Materialeigenschaften ist die δ -Phase, welche sich mit der γ'' -Phase die chemische Zusammensetzung Ni_3Nb teilt und bei Temperaturen über 700°C auf Kosten der γ'' -Phase wächst. Meist wird von einem nachteiligen Einfluss der δ -Phase auf die mechanischen Eigenschaften ausgegangen [66, 67], wobei auch von positiven Einflüssen bei sehr geringem Phasenanteil berichtet wird [68]. Die δ -Phase ist nadelförmig und daher in Transmissionselektronenmikroskopbildern gut von der γ'' -Phase zu unterscheiden [63–65].

Eine typische Wärmebehandlung von Nickelbasislegierungen besteht im ersten Schritt

aus einem Lösungsglühen bei einer Temperatur deutlich über der Auflösungstemperatur von 1000°C der δ -Phase mit anschließendem Wasserabschrecken, um ein einphasiges und δ -Phasen freies Gefüge zu erreichen. Im zweiten Schritt wird im Temperaturbereich von 620°C bis 720°C , der Ausscheidungstemperatur der γ' - und der γ'' -Phase, geglüht, um ein ausscheidungsgehärtetes Gefüge zu erhalten.

Gegensätzlich zu den insgesamt guten mechanischen Eigenschaften von Nickelbasislegierungen ist die Anfälligkeit einiger Nickelbasislegierungen für die dynamische Versprödung. Die dynamische Versprödung zeichnet sich durch ein schnelles interkristallines Versagen in sauerstoffhaltiger Atmosphäre aus [69, 70]. In Vergleichsversuchen in Schutzgasatmosphäre oder im Vakuum wird eine deutlich höhere Lebensdauer bei gleichzeitig transkristalliner Bruchmorphologie beobachtet. Auch die Nickelbasislegierung IN718 unterliegt diesem Schadensbild, weshalb sie in dieser Arbeit als Werkstoff ausgewählt wurde. Deutlich wird die Auswirkung des Mechanismus beispielsweise in isothermen dehnungsgeregelten Ermüdungsversuchen bei 650°C mit Haltezeitzyklus, siehe Bild 3.6 [69]. Ein Haltezeitzyklus ist ein Belastungsverlauf, bei welchem zum Beispiel die maximale Kraft für eine gewisse Zeit gehalten wird, siehe auch Bild 4.1 auf Seite 51.

Obwohl die Beobachtung des schnellen interkristallinen Versagens bereits in den 1970er [71] und 1980er [72] Jahren beobachtet wurde, konnte bisher kein Modell aufgestellt werden, welches umfassend durch experimentelle Beobachtungen verifiziert ist und gleichzeitig alle Beobachtungen erklärt. Einigkeit besteht seit den 1970er Jahren, dass die Ursache ein atmosphärenabhängiger Mechanismus ist, der auf den Luftsauerstoff zurückzuführen ist [71, 72].

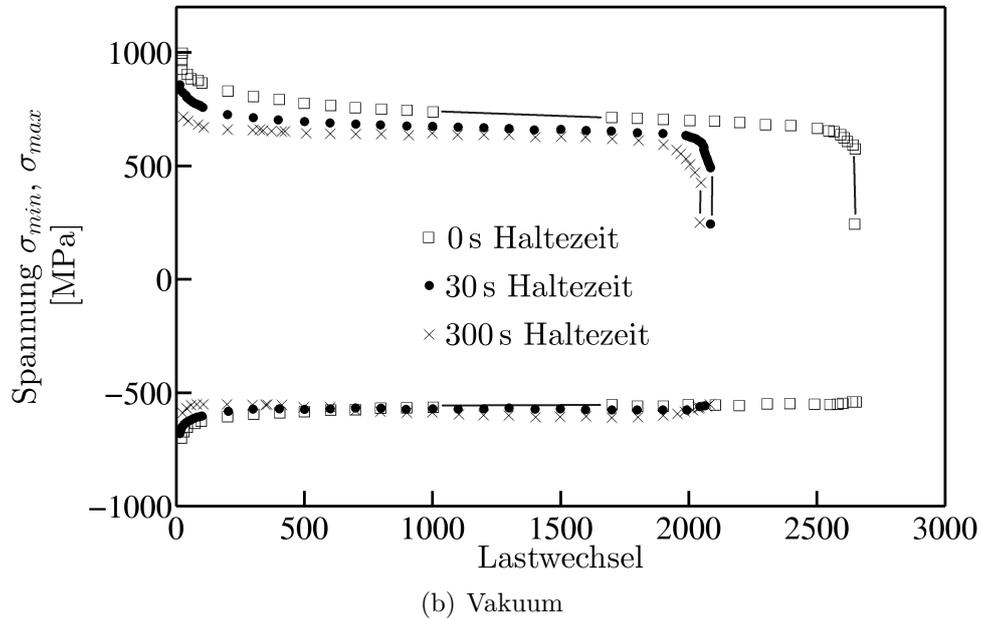
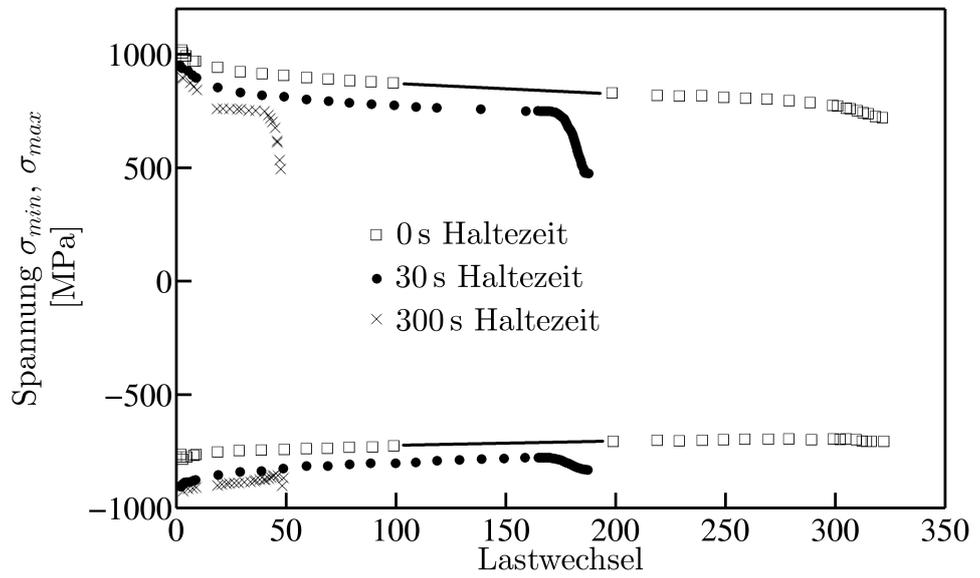


Bild 3.6: Wechselverformungskurve für Haltezeitversuche in Luft und Vakuum in Dehnungsregelung bei 650°C mit 0 s, 30 s, und 300 s Haltezeit [69].

3.2.2 Der Mechanismus der dynamischen Versprödung

In der Literatur gibt es mehrere Modellvorstellungen, welche das schnelle interkristalline Versagen von Nickelbasislegierungen beschreiben. Ein akzeptiertes Modell beschreiben Pfaendter und McMahon [70] erstmalig für Nickelbasislegierungen. Sie führten bei isothermer Temperatur und bei unterschiedlichen Sauerstoffpartialdrücken Vierpunktbiegeversuche rissbehafteter Proben durch. In den Versuchen wurden die Proben einer konstanten Biegung ausgesetzt und der Kraftabfall über die Zeit gemessen. Einen Versuch starteten sie unter reiner Sauerstoffatmosphäre bei einem Druck von 1 bar und maßen einen Abfall der Kraft. Nach der Evakuierung der den Versuchsaufbau umgebenden Vakuumkammer stellten sie keinen weiteren Kraftabfall fest. Sobald die Kammer wieder mit Sauerstoff befüllt wurde, war wieder ein deutlicher Kraftabfall zu verzeichnen, Bild 3.7.

Der Mechanismus wird als dreistufig postuliert [70]. Im ersten Schritt diffundiert Sauerstoff, aktiviert durch die hohe Temperatur und hervorgerufen durch die Zugspannung in die Korngrenzen vor der Risspitze. Der Sauerstoff versprödet im zweiten Schritt die Korngrenzen, was zu einer Korngrenzende Kohäsion führt, und so drittens in einem Aufbrechen der Korngrenzen durch die äußere Spannung endet. Es wird vermutet, dass der Rissfortschritt kontinuierlich mit der Sauerstoffdiffusion stattfindet und die Diffusionszone an der Risspitze nur sehr klein ist. Die Vermutung begründen Pfaendter und McMahon [70] mit der Beobachtung ähnlicher Schädigungsmechanismen, auch mit anderen versprödeten Elementen, in anderen Legierungen. So wurde ein sehr ähnlicher Schädigungsmechanismus durch Schwefelversprödung in Eisen [18] oder Zinnversprödung in einer Cu-Sn-Legierung [73] beobachtet. Weiterhin konnte ein ähnliches Versagensverhalten an berylliumgehärtetem Kupfer in sauerstoffhaltiger Atmosphäre [74, 75] und in Nickel-Aluminiden [76] beobachtet werden. Eine umfassendere Betrachtung der dynamischen Versprödung, insbesondere für die auch in dieser Arbeit untersuchte Legierung IN718, erfolgte in den Arbeiten von Krupp [77, 78] und Krupp et al. [79–83].

Neben der dynamischen Versprödung ist der SAGBO-Mechanismus (engl.: **S**tress **A**ssisted **G**rain **B**oundary **O**xidation), welchen Kang et al. [84] aufgestellt haben, eine weitere Modellvorstellung, um die schnelle interkristalline Rissausbreitung in Nickelbasislegierungen zu erklären. Ihr Modell entwickelten sie aus Rissausbreitungsversuchen bei konstanter Last bei 650°C mit IN718 in Laborluft. Sie schließen aus ihren Beobachtungen, dass Umgebungs-sauerstoff aktiviert durch die hohe Temperatur und die Zugspannung in die Korngrenzen vor der Risspitze diffundiert und dort mit dem Legierungselement Niob zu einem Oxid reagiert, welches die Korngrenzen aufbricht. Dieses Modell griffen Ma und Chang [85] auf

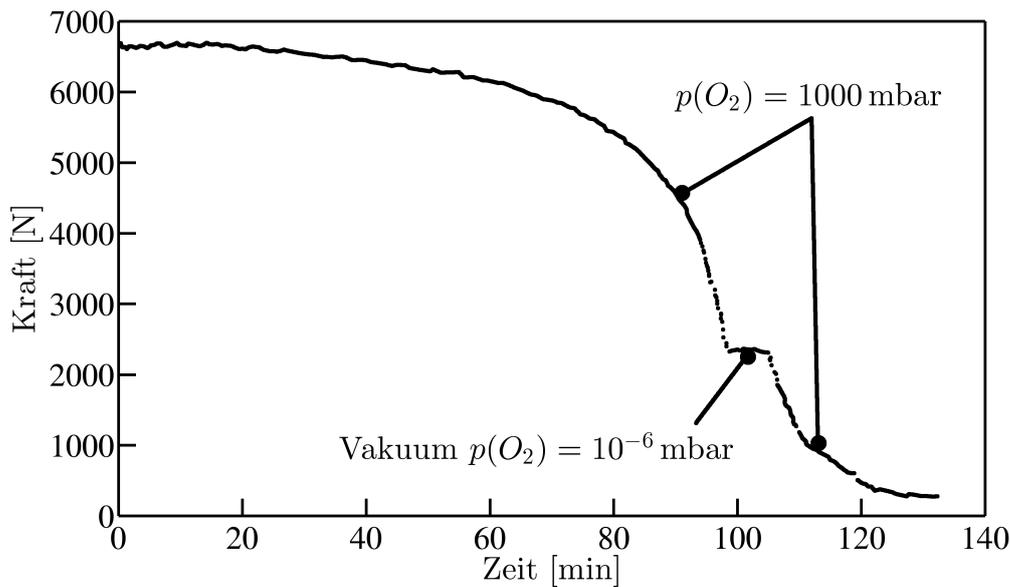


Bild 3.7: Kraftabfall im Vierpunktbiegeversuch mit konstanter Biegung bei 650°C an einer Probe mit eingebrachten Ermüdungsriss und wechselnder Atmosphäre [70].

und führten eigene Rissausbreitungsversuche mit konstantem ΔK an IN783 durch. Nach Einbringen eines Startrisses setzten sie die rissbehaftete Probe anfänglich einer konstanten Last bei maximaler Kraft bei 650°C an Luft aus. Im Anschluss kühlten sie die Probe auf Raumtemperatur ab und erfassten die Raumtemperaturermüdungsrissausbreitungsrate bei konstantem ΔK , wobei im ersten Ermüdungszyklus die maximale Kraft bzw. die maximale Spannungsintensität mit der Vorbeanspruchung bei 650°C übereinstimmte. Sie beobachteten am Anfang eine sehr schnelle Rissausbreitung, die sich asymptotisch einer langsameren konstanten Rissausbreitungsrate annäherte, obwohl mit konstantem ΔK geprüft wurde. Daraus zogen sie die Schlussfolgerung, dass sich während der Vorbeanspruchung mit konstanter Kraft durch eine Diffusion des Luftsauerstoffs in die Korngrenzen vor der Risspitze eine Schadzone ausbildet. Diese Schadzone bricht nicht bereits während der Vorbeanspruchung bei 650°C auf, sondern erst durch die folgende Raumtemperaturermüdung. Die Schadzone entspricht in ihrer Ausdehnung dem Bereich der erhöhten Ermüdungsrissausbreitungsgeschwindigkeit. In einer weiteren Veröffentlichung stellten Ma et al. [86] fest, dass die Schädigung vor der Risspitze nicht durch eine Reaktion des Korngrenzensauerstoffs zu einem Oxid (wie beim SAGBO-Mechanismus) hervorgerufen werden muss. Sie sehen auch die Möglichkeit, dass der atomare Sauerstoff die Schädigung der Korngrenzen hervorrufen kann.

In neueren Veröffentlichungen, zum Beispiel Hayes [87] und insbesondere in den Arbeiten

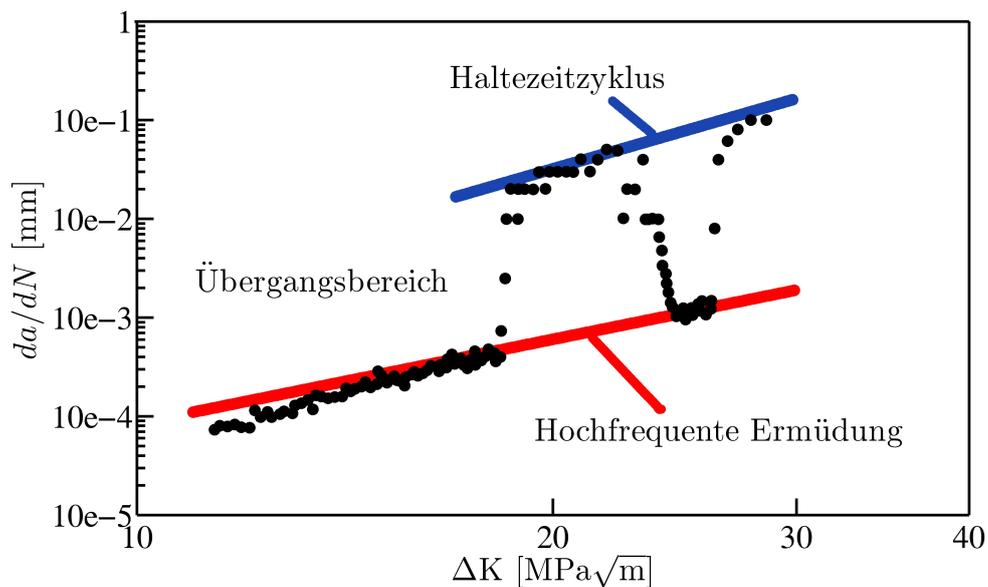


Bild 3.8: Rissausbreitungsgeschwindigkeit bei 650 °C für IN718 bei einem Versuch mit Wechsel zwischen dem Haltezeitzyklus mit 90 s Haltezeit und einer höherfrequenten Ermüdung mit 0,5 Hz [90].

zweier schwedischer Forschergruppen [88–91], finden sich vermehrt Hinweise auf eine Schadzone vor der Rissspitze. Die Autoren führten Versuche mit einem Wechsel des Belastungszyklus zwischen einer Haltezeitermüdung mit 90 bis 100 Sekunden Haltezeit und einer höherfrequenten Ermüdung bei 0,5 Hz bis 10 Hz an Allvac718Plus [88, 89] und IN718 [90, 91] durch. Dabei war zu beobachten, dass die Rissausbreitungsgeschwindigkeit pro Zyklus in der Haltezeit schneller ist, als bei einer höherfrequenten Ermüdung. Der Grund ist die vermehrte Sauerstoffkornzendiffusion in einem Haltezeitzyklus.

Weiterhin konnte bei einem Wechsel zwischen den beiden Belastungszyklen ein Übergangsbereich beobachtet werden, vergleiche Bild 3.8. Bei einem Wechsel vom Haltezeitzyklus zur einer höherfrequenten Belastung nimmt die Rissausbreitung langsam ab und umgekehrt. Die Größenordnung des Übergangsbereichs wird mit 1 mm [89] oder 0,5 bis 1 mm [88] angegeben.

Eine detailliertere Untersuchung des Übergangsbereichs nehmen Gustaffson et al. [90, 91] vor. Der Übergangsbereich wächst mit steigender Temperatur und Haltezeit, wobei bei den gegebenen Versuchsbedingungen bis maximal 650°C und einer maximalen geprüften Haltezeit von 21600 s eine maximale Größe von rund 0,4 mm beobachtet wird. Der Zusammenhang zwischen Haltezeit und Größe der Schadzone ist parabolisch. Ähnlich wie Ma und Chang [85] beim SAGBO-Mechanismus, geht die schwedischen Forschergruppen auch davon aus, dass sich während der Haltezeit vor der Rissspitze eine Schadzone ausbildet. Bei einem

Wechsel vom Haltezeitzyklus zu einer Ermüdung mit hoher Frequenz wächst der Riss schnell durch diese Schadzone, bis sich die Rissausbreitungsgeschwindigkeit nach Erreichen des Endes der Schadzone auf dem normalen Niveau der Rissausbreitung bei hoher Frequenz stabilisiert.

Neben den bereits erwähnten Modellvorstellungen gibt es viele ältere Arbeiten [92–97], die eine Oxidschichtbildung an bzw. in den Korngrenzen vor der Risspitze als Grund für das schnelle interkristalline Versagen angeben. Molins et al. [98, 99] schlugen ein Modell vor, wonach sich an der Risspitze eine Nickeloxidschicht bildet. Dadurch kommt es durch eine Nickel-Kationen-Diffusion aus den Bereichen vor der Risspitze zur Risspitze zu einer Leerstellenbildung vor der Risspitze. Die Leerstellen reichern sich an der Korngrenze vor der Risspitze an. Der Riss wächst entlang dieser Leerstellen in den Korngrenzen vor der Risspitze. Die Rissausbreitung ist schneller, als die Bildung einer schützenden Chromoxidschicht, wodurch der Riss kontinuierlich wächst. Allerdings gilt dieser Mechanismus laut Molins et al. nur für hohe Sauerstoffpartialdrücke. Bei niedrigen Sauerstoffpartialdrücken sehen sie durch die Bildung einer schützenden Chromoxidschicht ohne Ausbildung einer Nickeloxidschicht eine deutlich reduzierte Rissausbreitungsgeschwindigkeit, da durch die Chromoxidschicht die Diffusion unterbunden wird.

Im weiteren Verlauf wird der Begriff der dynamischen Versprödung für die Beobachtung der schnellen interkristallinen Rissausbreitung genutzt. Nachdem nun der grundlegende Mechanismus vorgestellt worden ist, werden in den folgenden Kapiteln die weiteren Einflussfaktoren und detailliertere Modellvorstellung dargestellt.

3.2.3 Einfluss spezieller Korngrenzen auf die dynamische Versprödung

Die dynamische Versprödung fußt auf dem Korngrenzenversagen. Nun haben Korngrenzen in Abhängigkeit von ihrem Aufbau unterschiedliche Eigenschaften. Eine bekannte und gebräuchliche Unterscheidung sind zum Beispiel Klein-, Groß- und Zwillingskorngrenzen. Die ersten Überlegungen zur genauen Beschreibung dieser Klassifizierungen der Korngrenzen gehen auf die Arbeiten von Friedel [100] und Kronberg [101] zurück. Weiterentwickelte Modelle findet sich in den Arbeiten von Brandon [102], Randle [103] und Blochwitz et al. [104]. Die Charakterisierung der Korngrenzen erfolgt über den Missorientierungsfaktor zweier aneinandergrenzender Korngrenzen [104]. Fünf Freiheitsgrade beschreiben die Missorientierung der Korngrenzen zueinander. Zum einen die drei Rotationen um die drei Raumachsen der Gitter zueinander und zum anderen die zwei Freiheitsgrade, die über den Normalenvektor die räumliche Lage der verbindenden Korngrenze definieren.

Für bestimmte Missorientierungen passen Korngrenzenatome gleichzeitig in die Gitterstrukturen der beiden angrenzenden Körner. In Anhängigkeit davon, wie viele Atome der Korngrenze sich in die Gitter beider Körner einfügen, wird der Σ -Wert vergeben, welcher das Reziprok des Anteils der gemeinsamen Korngrenzenatome in den Korngrenzen ist. Im Englischen wird für diese speziellen Korngrenzen auch der Begriff „coincident site lattice (CSL)“-Korngrenze verwendet. CSL-Korngrenzen können besondere Eigenschaften zugeordnet werden [105–107]. So haben CSL-Korngrenzen einen erhöhten Widerstand gegen eine Sauerstoffkorngrenzendiffusion. Für Nickelbasislegierungen, die der dynamischen Versprödung unterliegen, bedeutet dies, dass bei einem hohen Anteil von CSL-Korngrenzen im Material der Widerstand gegen die Rissausbreitung erhöht wird und so die Lebensdauer zunimmt. So wurde die Rissausbreitungsgeschwindigkeit für IN718 an Luft bei 650°C in Vierpunktbiegeversuchen mit konstanter Biegung gemessen. Dabei wird für einen IN718 mit einem hohen Anteil von CSL-Korngrenzen eine langsamere Rissausbreitungsgeschwindigkeit beobachtet, als für IN718 mit einem kleinen Anteil bei sonst gleichem Gefüge, siehe Bild 3.9 [79].

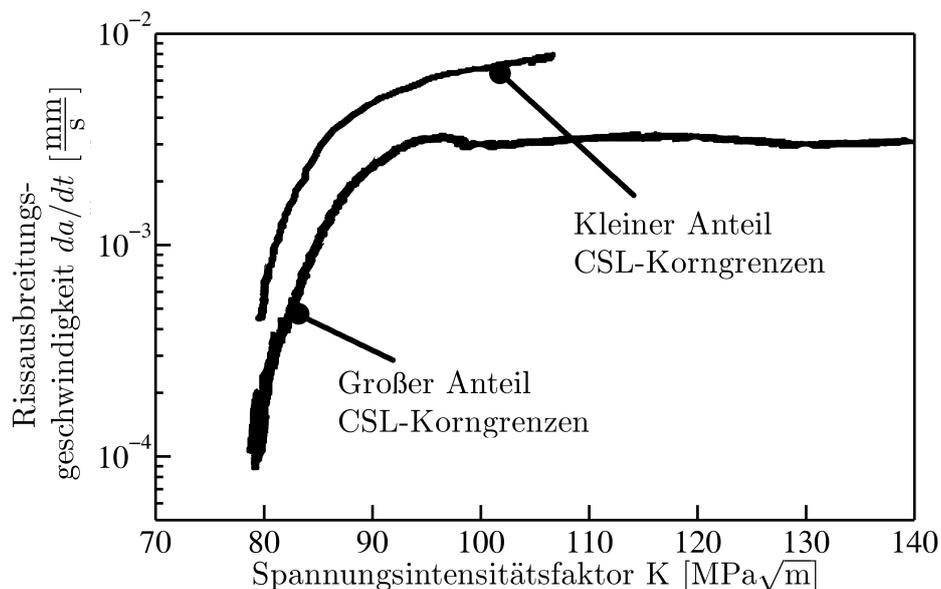


Bild 3.9: Rissausbreitungsgeschwindigkeit bei 650°C an Luft im Vierpunktbiegeversuch mit konstanter Biegung für IN718 mit unterschiedlichem Anteil von CSL-Korngrenzen bei sonst gleichem Gefüge [79].

Das Ergebnis bestätigt sich auch in Rissausbreitungsversuchen an Bikristallen mit gezielt präparierten CSL-Korngrenzen. Bei kleinem Σ -Wert ist die Rissausbreitungsgeschwindigkeit bei gleicher Spannungsintensität im Biegeversuch langsamer als für einen großen Σ -Wert [78]. In der Bruchfläche eines polykristallinen IN718 mit dem größerem Anteil an

CSL-Korngrenzen (Bild 3.9) können nebeneinander liegende Bereiche interkristallin und transkristallin gebrochener Körner beobachtet werden [79], siehe Bild 3.10.

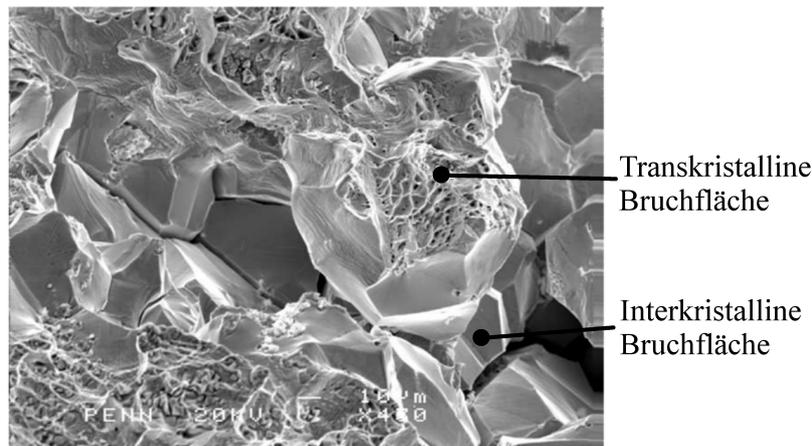


Bild 3.10: Nebeneinander liegende interkristallin und transkristallin gebrochene Körner der Legierung IN718 aufgebrochen bei 650°C an Luft im Vierpunktbiegeversuch [79].

3.2.4 Einfluss der Umgebungsatmosphäre auf die dynamische Versprödung

Der Einfluss der dynamischen Versprödung auf die Bauteillebensdauer hängt maßgeblich von der Korngrenzendiffusion des versprödenden Elements ab. In Versuchen an Laborluft liegt ein hohes Sauerstoffkonzentrationsgefälle zwischen Umgebung und Metall vor. Es kommt zu einem hohen Sauerstoffkorngrenzenfluss, was zu einer kurzen Lebensdauer führt. In Versuchen in einem technischen Vakuum, z.B. einem Vakuumdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar, liegt eine lange Lebensdauer aufgrund des geringen Sauerstoffflusses vor. Dies wirkt sich in Ermüdungsversuchen, Bild 3.6 (S. 35) [69], und in Rissausbreitungsversuchen auf die Lebensdauer aus [72, 94, 108–110]. Dabei wird in Vakuumversuchen eine transkristalline Bruchmorphologie beobachtet, während an Laborluft eine interkristalline Bruchmorphologie auftritt.

Der Bereich des Sauerstoffpartialdrucks zwischen den beiden Extrema, Vakuum und normale Umgebungsatmosphäre, wurde von Molins et al. [98, 99] untersucht. Es wurden an der Nickelbasislegierung IN718 isotherme Rissausbreitungsversuche bei 650°C mit konstantem ΔK bei einem Spannungsverhältnis von $R_S = 0,1$ durchgeführt. Die Versuche wurden dabei zum einen mit einem Haltezeitzyklus (10 s Anfahren zu maximaler Kraft, 300 s Haltezeit bei maximaler Kraft, 10 s Abfahren zur minimalen Kraft) und zum anderen ohne Haltezeit (10 s An- und Abfahren zur maximalen/minimalen Kraft)

durchgeführt. Unterhalb eines Sauerstoffpartialdrucks von 10^{-3} mbar wurde immer die gleiche Rissausbreitungsrate gemessen. Bei einem höheren Sauerstoffpartialdruck nimmt die Rissausbreitungsrate bis zu einem oberen Grenzwert schnell zu. Der obere Grenzwert ist bei rund $2 \cdot 10^{-1}$ mbar, und über diesem Grenzwert nimmt die Rissausbreitungsrate nur langsam weiter zu, siehe Bild 3.11. Molins et al. [98, 99] geben als Grund für den drastischen

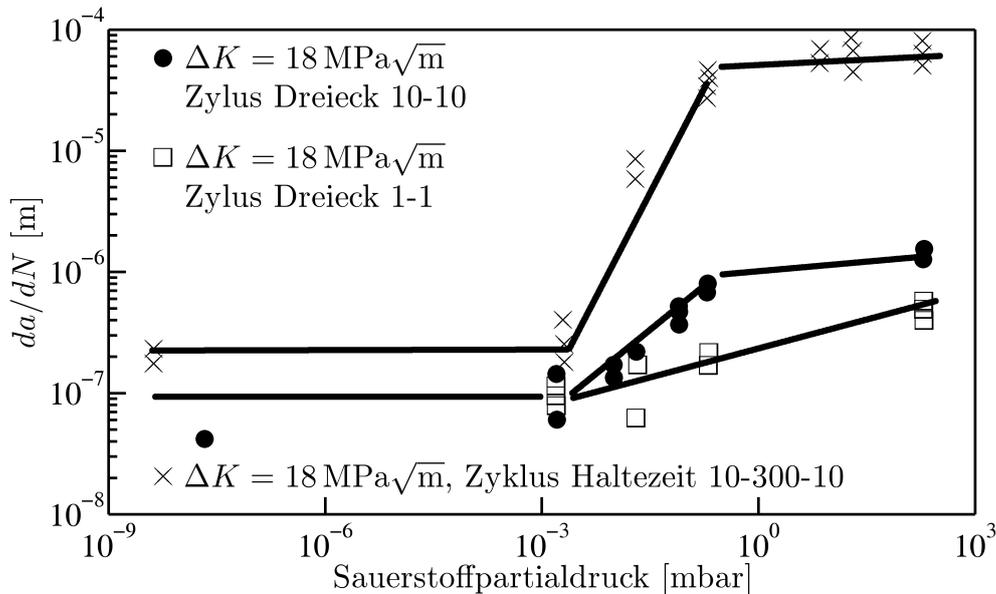


Bild 3.11: Abhängigkeit der Rissausbreitungsrate in IN718 bei 650°C für verschiedene Sauerstoffpartialdrücke für das Spannungsverhältnis $R_S = 0,1$ und verschiedene ΔK . Der Belastungszyklus ist entweder ein Haltezeitzyklus (10s An- und Abfahren zu maximaler/minimaler Kraft mit 300s Haltezeit bei maximaler Kraft) oder ein Dreieckzyklus (10s oder 1s An- und Abfahren zu maximaler/minimaler Kraft) [98, 99].

Anstieg der Rissausbreitungsgeschwindigkeit zwischen den beiden Grenzpartialdrücken ein unterschiedliches Oxidationsverhalten der Legierung für die verschiedene Drücke an. Bei einem hohen Sauerstoffpartialdruck bildet sich erst eine Nickeloxidschicht, bevor sich eine schützende Chromoxidschicht bildet. Bei niedrigem Sauerstoffpartialdruck bildet sich keine Nickeloxidschicht, sondern nur eine Chromoxidschicht aus. Damit beeinflusst nicht nur die Triebkraft aufgrund des Konzentrationsgefälles die Rissausbreitung, sondern auch das unterschiedliche Oxidationsverhalten in Abhängigkeit vom Sauerstoffpartialdruck.

3.2.5 Haltezeit und Frequenzeinfluss

Die Haltezeitdauer bzw. die Versuchsfrequenz haben einen erheblichen Einfluss auf die Rissausbreitungsrate. Die Rissausbreitungsrate nimmt mit sinkender Frequenz oder steigender

Haltezeit zu, da mehr Sauerstoff innerhalb eines Zyklus diffundiert [71, 72, 108, 109, 111–114]. In Haltezeitversuchen mit Überlasten vor der Haltezeit ist die Rissausbreitungsgeschwindigkeit langsamer als ohne Überlast [111, 115, 116]. Ein angenommener Grund ist, dass sich durch die Überlast die plastische Zone für die hohe Spannungsintensität ausbildet und damit die Rissausbreitung beeinflusst wird [111]. Ein weiterer denkbarer Grund ist, dass durch die Überlasten eine Mode II Beanspruchung auftritt und die Rissausbreitungsgeschwindigkeit dadurch kurzfristig herabgesenkt wird [115]. Eine andere mögliche Erklärung ist, dass durch die Überlast bei der niedrigen Spannung in der Haltezeit Rissschließen auftritt und so Druckspannungen entstehen, was die Rissausbreitung bremst [116].

Die Rissausbreitungsgeschwindigkeit kann in Abhängigkeit von der Frequenz in drei Bereiche eingeteilt werden [112, 113]:

- den Bereich zyklenabhängiger Rissausbreitung bei hoher Frequenz,
- den Bereich zeitabhängiger Rissausbreitung bei niedriger Frequenz und
- den Bereich zeit- und zyklenabhängiger Rissausbreitung bei mittleren Frequenzen, siehe Bild 3.12.

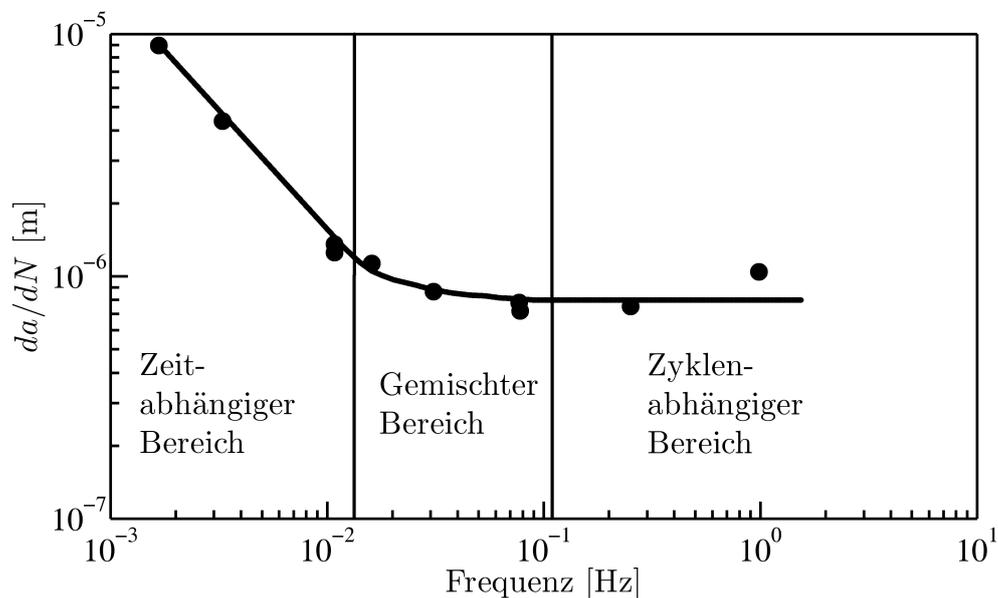


Bild 3.12: Die drei Frequenzbereiche der Rissausbreitung unter dem Einfluss der dynamischen Versprödung für IN718 im Haltezeitversuch bei 650°C und einer Rissausbreitung bei konstantem ΔK von $40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ bei einem Spannungsverhältnis von $R_S = 0,05$ [112, 113].

Im Bereich der zeitabhängigen Rissausbreitung besteht ein linearer Zusammenhang zwischen dem Logarithmus der Rissausbreitungsrate $\log\left(\frac{da}{dN}\right)$ und dem logarithmischen

Reziprok der Frequenz $\log\left(\frac{1}{f}\right)$ [113]. Dabei wird eine interkristalline Bruchmorphologie beobachtet. Bei einer zyklenabhängigen Rissausbreitung ist die Bruchmorphologie transkristallin und unabhängig von der Frequenz. Die Rissausbreitungsrate wird von ΔK und nicht von der Ermüdungsfrequenz bestimmt. Die Sauerstoffdiffusion hat keinen Einfluss auf die transkristalline Rissausbreitung. Für mittlere Frequenzen wird die Rissausbreitungsrate von beiden Versagensmechanismen beeinflusst [113]. Der Frequenzbereich für mittlere Rissausbreitungsgeschwindigkeiten hängt weiterhin vom Belastungszyklus ab. So wird für den Haltezeitzyklus ein kleinerer zeit- und zyklenabhängiger Bereich beobachtet [113] als für einen sinusförmigen Belastungsverlauf [72], weil die mittlere Zugspannung größer ist. Die Bruchfläche im Bereich der zyklen- und zeitabhängigen Rissausbreitung weist nebeneinander liegende Bereiche inter- und transkristalliner Bruchmorphologie auf [71, 72, 113]. Weiterhin nimmt der Anteil interkristalliner Bruchmorphologie mit abnehmender Frequenz zu [71]. Eine detaillierte Untersuchung zur Abhängigkeit der Bruchmorphologie von der Frequenz ist nicht bekannt.

3.2.6 Einfluss von Spannungsintensität und Spannungszustand auf die dynamische Versprödung

Wie bei steigenden Kräften zu erwarten, nimmt die Rissausbreitungsgeschwindigkeit mit steigendem ΔK zu. Bei Verwendung der Corner-Notch-Probengeometrie (auch Corner-Crack-Probengeometrie genannt) kann die Ermüdungsbruchfläche verschiedene Formen annehmen [112]. Die Corner-Notch-Probengeometrie ist in Kapitel 4.2.2 über die Versuchsführung in Bild 4.6 (S. 54) genauer beschrieben. Bei Versuchsbedingungen mit einem geringen Einfluss der dynamischen Versprödung wird eine transkristalline Ermüdungsrissausbreitung beobachtet, die sich viertelkreisförmig um den Startkerb anordnet. Hingegen wird bei einem ausgeprägtem Einfluss der dynamischen Versprödung eine interkristalline Rissausbreitung mit einer ellipsenförmigen Rissausbreitung beobachtet, wobei der Riss in Probenmitte länger als am Probenrand ist. Im Englischen wird aufgrund des tunnelförmigen Aussehens der Ermüdungsbruchfläche dieser Effekt „tunneling effect“, [112] genannt. In dieser Arbeit wird in Anlehnung an diesen Begriff im Folgendem vom Tunneleffekt gesprochen. Eine schematische Darstellung des Tunneleffekts ist in Bild 3.13 dargestellt.

Abweichend von der zu erwartenden interkristallinen Bruchmorphologie bei dynamischer Versprödung wird beim Vorliegen des Tunneleffekts am Probenrand eine transkristalline Bruchmorphologie beobachtet. In der Probenmitte tritt eine interkristalline Bruchmorphologie auf. Probenmitte und -rand unterscheiden sich durch den Spannungszustand und die Spannungsintensität. Am Proberand liegt ein ebener Spannungszustand (ESZ) und

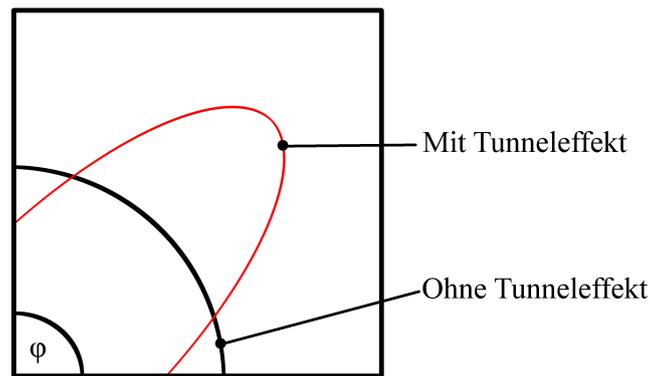


Bild 3.13: Schema der Ermüdungsrissfront einer Corner-Notch-Probe mit und ohne Tunneleffekt mit eingezeichneter Winkelkoordinate φ .

in der Probemitte ein ebener Verzerrzustand (EVZ) vor [112]. Weiterhin ist der Spannungsintensitätsfaktor am Probenrand größer als in der Probenmitte [117], siehe Bild 3.14. Abschließend werden am Probenrand und Mitte unterschiedliche T-Spannungen festgestellt [118]. Die T-Spannung ist die Spannung längs zum Riss bei einer Mode I Belastung [12].

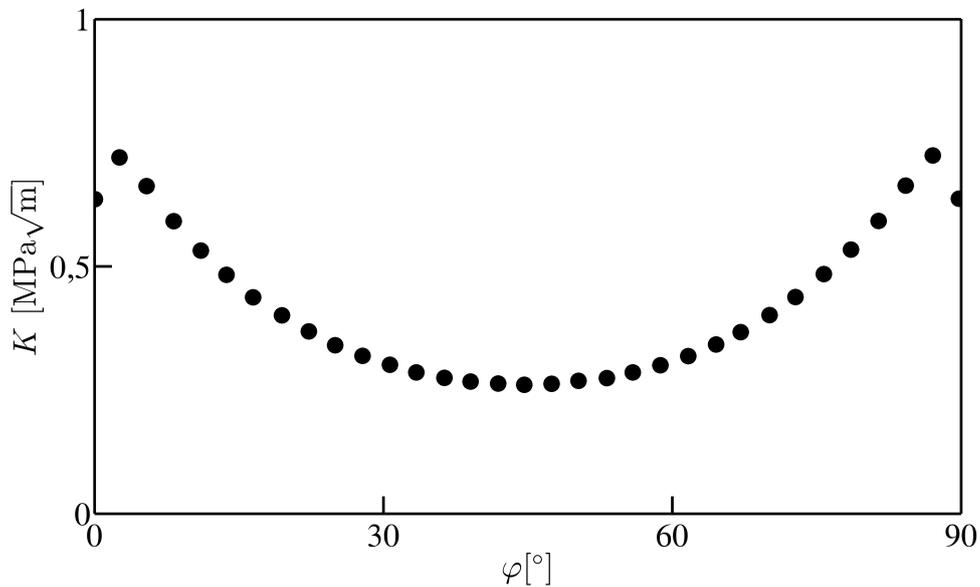


Bild 3.14: Veranschaulichung der Verteilung des Spannungsintensitätsfaktors über der Winkelkoordinate φ in der Corner-Crack-Probengeometrie [117], vergleiche Bild 3.13.

Laut Antunes et al. [112] können der Tunneleffekt und die verschiedenen Bruchmorphologien auf den Spannungszustand zurückgeführt werden. Der Nachweis konnte in statischen Rissausbreitungsversuchen unter dem Einfluss der dynamische Versprödung erbracht werden, da in diesen auch der Tunneleffekt auftritt. Wäre der Grund ein bruchmechanischer

Einfluss, also ΔK oder Riss schließen, sollte in einem statischen Versuch eine andere Form der Bruchfläche vorliegen. Es sollte eine Form der Bruchfläche ohne Tunneleffekt auftreten, was aber nicht zu beobachten war. Daher wird angenommen, dass durch den ESZ am Probenrand der Einfluss der Diffusion behindert und so die Rissausbreitungsgeschwindigkeit reduziert wird [112]. Hingegen sieht Tong [118] als Ursache die T-Spannung.

3.2.7 Modellierungsansätze

Um die Ermüdungslebensdauer bei Raumtemperatur berechnen zu können kann das Wöhlerdiagramm herangezogen werden, vergleiche Bild 2.1 (S. 6). In realen Anwendungsfällen mit unterschiedlichen Beanspruchungsamplituden kann die Schadensakkumulationsregel oder Miner-Regel verwendet werden, welche unterschiedlich große Beanspruchungsamplituden berücksichtigt. Eine genaue Beschreibung nehmen Rößler et al. [22] vor.

Bei erhöhter Temperatur muss der Einfluss der Temperatur auf das Materialverhalten und damit die Lebensdauer berücksichtigt werden, siehe auch Kapitel 2.2. Um zeitabhängige, durch Diffusion hervorgerufene Mechanismen, wie die dynamische Versprödung oder Kriechen, in die Lebensdauervorhersage einzubeziehen, haben Woodford und Coffin [119] einen einfachen Zusammenhang zwischen der Ermüdungsfrequenz f und der plastischen Dehnungsamplitude $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2}$ auf der einen und der abhängigen Bruchlastspielzahl N_B auf der anderen Seite aufgestellt:

$$N_B = \frac{F\left(\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2}\right)}{f^{b-1}} \quad (3.1)$$

Dabei ist b eine Materialkonstante, welche den Einfluss der Ermüdungsfrequenz einbezieht. $F\left(\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2}\right)$ ist eine Schädigungsfunktion, welche die plastische Verformungsenergie berücksichtigt [120]. Für die Modellierung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit müssen die verschiedenen Einflussfaktoren, die zur Rissausbreitung beitragen, berücksichtigt werden. Dabei können die Einflussfaktoren zum einen über den physikalischen Mechanismus aufbauend auf der Materialmikrostruktur berücksichtigt werden. Zum anderen können aufbauend auf den Beobachtungen phänomenologische Modelle abgeleitet werden.

Zuerst sollen die physikalischen Modelle vorgestellt werden. Da der Mechanismus der dynamischen Versprödung auf einer Sauerstoffkornzendiffusion aufbaut, ist es sinnvoll, die Diffusion mittels der Diffusionsgesetze zu berechnen und so die Rissausbreitung zu

bestimmen. Da die Sauerstoffkornzendiffusion bei der dynamischen Versprödung neben der thermischen Aktivierung eine Zugspannung benötigt, muss der Spannungsterm in den Diffusionsgleichungen berücksichtigt werden. Es gibt bereits Arbeiten, die diesen Ansatz zur Modellierung der Kornzendiffusion der dynamischen Versprödung verwenden [17–19]. An dieser Stelle wird der Ansatz von Zhao et al. [19] dargestellt, siehe Gleichung 3.2. Dabei ist P der hydrostatische Druck.

$$\frac{dc}{dt} = \nabla \left(D \nabla c - c \frac{Q}{RT} \nabla P \right) \quad (3.2)$$

Zur Modellierung der Sauerstoffkornzendiffusion muss auch das Spannungsfeld vor der Rissspitze und die sich ergebenden Verformungen vor der Rissspitze berücksichtigt und modellmäßig umgesetzt werden [19, 121]. In der Arbeit von Xu [121] wurde eine vollständige Modellumsetzung erreicht, wobei die Modellergebnisse nicht durch Versuchsergebnisse verifiziert, sondern nur eine Parameterstudie der Modellierung durchgeführt wurde. Zhao et al. [19] konnten ihren Modellierungsansatz auf vorhandene Versuchsdaten anwenden und nach einer Modellanpassung eine gute Übereinstimmung erreichen. Sie verwendeten jedoch für die Beschreibung des Fließverhaltens des Werkstoffs ein viskoplastisches Materialmodell. Inwieweit dies Materialmodell das wirkliche Fließverhalten abzubilden vermag, kann nicht beurteilt werden.

In den meisten phänomenologischen Modellen wird jeder Schadensmechanismus einzeln durch einen Term berücksichtigt und die einzelnen Mechanismen werden superpositioniert. Diese Ansätze gehen auf die Arbeiten von Wei und Landes [122], Wei und Gao [123] und Solomon und Coffin [124] zurück. Die Idee, diesen Ansatz auch für Rissausbreitungsversuche anzuwenden, wurde von Chen und Wei [125] vorgeschlagen. Jeder Schadensmechanismus wird durch eine eigene Modellgleichung beschrieben. Zum Beispiel kann die Rissausbreitung bei Raumtemperaturermüdung durch das Paris-Gesetz erfasst werden, was damit ein sehr einfaches phänomenologisches Modell ist. Tragen mehrere Mechanismen zur Rissausbreitung bei, werden die entsprechenden Rissausbreitungsgeschwindigkeiten addiert:

$$\left(\frac{da}{dN} \right)_{ges} = \sum_{i=1}^k \left(\frac{da}{dN} \right)_i \quad (3.3)$$

Mit:

- i als Laufvariable und
- k als Anzahl der Schadensmechanismen.

Bei einer Rissausbreitung unter dem Einfluss der dynamischen Versprödung wird oft von zwei Schädigungsmechanismen ausgegangen, die die Rissausbreitung bestimmen. Dies sind zum einen die zyklische plastische Verformung und die zeitabhängige Schädigungen, wie zum Beispiel das Kriechen oder die Sauerstoffdiffusion [72, 110, 114, 126, 127]. Als Beispiel sei hier der Ansatz von Gustafsson [127] vorgestellt, da in diesen eine gute Übereinstimmung von Modell und Versuchsergebnis erreicht wurde:

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_{gesamt} = \left(\frac{da}{dN}\right)_{Zyklus} + \left(\frac{da}{dN}\right)_{Zeit} \quad (3.4)$$

Die beiden Schädigungsmechanismen werden in dem Modell wie folgt beschrieben:

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_{Zyklus} = B_{Zyklus}(D) \cdot C_{Zyklus} \cdot (\Delta K)^{n_{Zyklus}} \quad (3.5)$$

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_{Zeit} = \int_{Haltezeit} B_{Zeit}(D) \cdot C_{Zeit} \cdot (\Delta K)^{n_{Zeit}} \cdot dt \quad (3.6)$$

$B()$ ist eine Funktion, C und n sind Anpassungsparameter und D der Diffusionskoeffizient. Solch ein Ansatz ist gerechtfertigt, wenn die Schädigung nur auf diese beiden Schädigungsmechanismen zurückgeführt werden kann und die beiden Schädigungsmechanismen sich nicht gegenseitig beeinflussen. Sollten sie sich gegenseitig beeinflussen, müsste dies mit einem weiteren Term berücksichtigt werden, wie es zum Beispiel Antunes et al. [113] machen:

$$\left(\frac{da}{dN}\right) = \max \left[\left(\frac{da}{dN}\right)_{Zyklus}, \left(\frac{da}{dN}\right)_{Zeit}, \left(\frac{da}{dN}\right)_{Zeit+Zyklus} \right] \quad (3.7)$$

Dabei wird jeweils der Term berücksichtigt, der die schnellste Rissausbreitung aufweist. Dies

bedeutet, dass bei diesem Modell zwar alle drei Schädigungsmechanismen berücksichtigt werden, aber es wird angenommen, dass jeweils nur einer aktiv die Schädigung hervorruft.

Eine weitere Möglichkeit, besteht darin die Schädigungsmechanismen mit ihrem Anteil an der Gesamtschädigung zu gewichten [110, 114, 122–126]. Dafür muss die Gleichung 3.3 um einen Gewichtungsfaktor erweitert werden:

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_{gesamt} = \sum_{i=1}^k \left[\left(\frac{da}{dN}_i \cdot b_i\right) \right] \quad (3.8)$$

Dabei ist b der Gewichtungsfaktor. Die Summe der Gewichtungsfaktoren ist eins. Damit ist die Rissausbreitungsgeschwindigkeit der gewichtete Mittelwert aller Schädigungsmechanismen, und die einzelnen Schädigungsmechanismen sind unabhängig voneinander [114].

4 Experimentelle Grundlagen

4.1 Besonderheiten der Versuchsführung

Ein Ziel der Arbeit ist, den Einfluss der plastischen Verformung auf die 475°C-Versprödung zu untersuchen. Dafür wurden insgesamt vier verschiedene Versuchsreihen mit Unterschieden in der Regelart (Kraftregelung, plastische Dehnungsregelung und Gesamtdehnungsregelung), in der Beanspruchungsamplitude, der Versuchstemperatur (Raumtemperatur und isotherm bei 475°C), der Ermüdungsfrequenz und dem Versprödungszustand durchgeführt. Unterschiede in der Ermüdungsfrequenz erlauben bei isothermen Versuchen bei 475°C die verschiedenen Einflüsse der 475°C-Versprödung und der zyklischen plastischen Verformung auf das Ermüdungsverhalten unterschiedlich stark zu berücksichtigen. Während Versuche mit langsamer Frequenz sowohl den Einfluss der 475°C-Versprödung und der zyklischen plastischen Verformung auf das Ermüdungsverhalten abbilden, ermöglichen Versuche bei schneller Frequenz, den Einfluss der 475°C-Versprödung zu minimieren und fast ausschließlich die zyklische plastische Verformung zu berücksichtigen. Versuche bei Raumtemperatur prüfen nur den Einfluss der zyklischen plastischen Verformung auf die Materialeigenschaften und sind somit eine Art Referenzversuch. Weiterhin wurden Ermüdungsversuche vorzeitig abgebrochen und die so vorermüdeten Proben in Raumtemperaturzugversuchen geprüft. Die Zugfestigkeit gibt dann einen weiteren Hinweis auf den Versprödungszustand. Zugversuche ermöglichen die Untersuchung großvolumiger plastischer Verformung, während in Ermüdungsversuchen die (zyklische) plastische Verformung auf die Versetzungsbänder und -bündel beschränkt ist. Weiterhin ist die Verformung in Zugversuchen einsinnig, die Verformung findet in eine Richtung in einem Ereignis statt. Hingegen ist in Ermüdungsversuchen die Versetzungsbewegung durch ein Hin- und Hergleiten gekennzeichnet.

Ein weiteres Ziel ist, den Einfluss einer zyklischen Belastungsamplitude auf die dynamische Versprödung zu untersuchen. Dafür wurden Rissausbreitungsversuche an IN718 durchgeführt. In den Rissausbreitungsversuchen wurden, neben Versuchen mit einem sinusförmigen Belastungsverlauf, auch Haltezeitversuche durchgeführt. Haltezeitversuche sind Versuche, bei welchen zum Beispiel bei maximaler Kraft die Kraft für einige Zeit gehalten wird. Ein Verlauf solch einer Belastung, auch Haltezeitzyklus genannt, ist in Bild 4.1 zu sehen. Der Grund für die Wahl von Haltezeitversuchen ist, dass durch die Variation der Haltezeit unterschiedlich definierte spannungsabhängige und thermische aktivierte

Diffusionsschädigungen eingebracht werden können, während die Verformungsschädigung in einem Zyklus nur einmal auftritt. Die Haltezeit bestimmt damit das Verhältnis von Diffusions- und Verformungsschädigung.

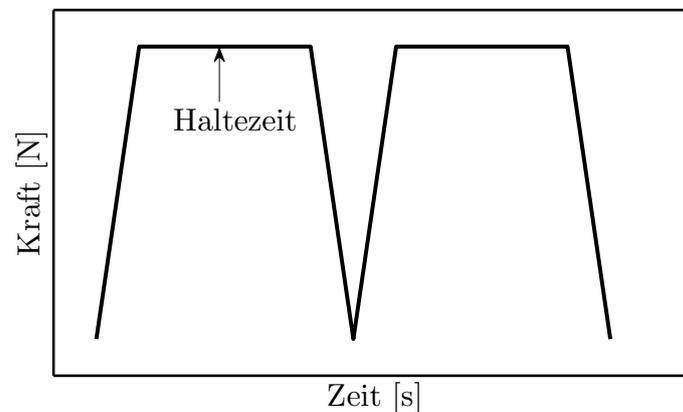


Bild 4.1: Haltezeitzyklus.

4.2 Mikrostruktur, Probengeometrie und Probenvorbereitung

4.2.1 Mikrostruktur, Probengeometrie und Probenvorbereitung des Duplexstahls 1.4462

Als Probenmaterial wurde Stangenmaterial des Durchmessers 16 mm des DSS 1.4462 verwendet. Die chemische Zusammensetzung, gemessen mit einem Spektrometer des Typs Spectromaxx der Firma Spectro, ist in Tabelle 4.1 zu finden.

Tabelle 4.1: Chemische Zusammensetzung des verwendeten DSS 1.4462 in Masseprozent, geordnet nach den Anteilen.

Element	Fe(bal.)	Cr	Ni	Mo	Mn	Si
Massenanteil in %	65,3	23,3	5,8	2,7	1,67	0,4
Element	N	Cu	Nb	C	P	S
Massenanteil in %	0,23	0,22	0,042	0,03	0,008	0,002

Der Werkstoff wurde einer Standardwärmebehandlung bestehend aus:

- vier Stunden glühen bei 1250°C gefolgt von einer
- kontinuierlichen Ofenabkühlung über drei Stunden auf 1050°C und

- abschließendem Wasserabschrecken

unterzogen. DSS mit dieser Wärmebehandlung wird als nicht vorversprödet definiert. Die Mikrostruktur ist gekennzeichnet durch eine Walztextur, siehe Bild 4.2.

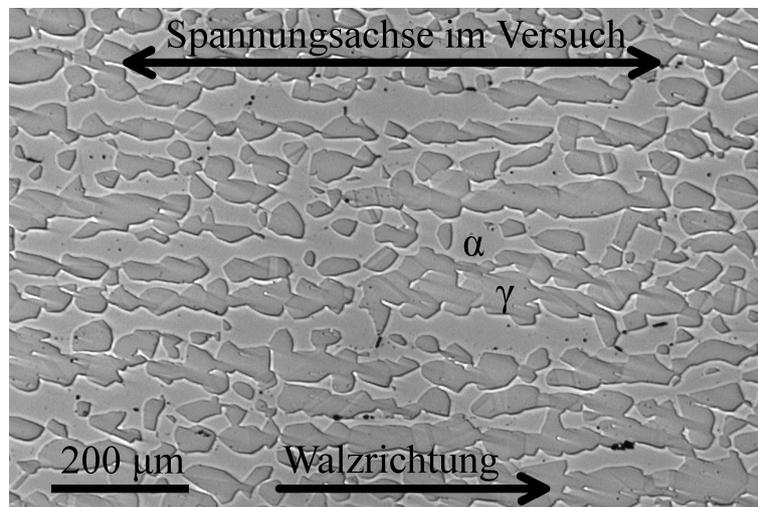


Bild 4.2: Auflichtmikroskopbild der Mikrostruktur des verwendeten Duplexstahls mit heller ferritischer (α) und dunkler austenitischer (γ) Phase nach erfolgter Wärmebehandlung mit Kennzeichnung der Walzrichtung und der Spannungsachse im Versuch.

Mit der Elektronenrückstreubeugung wurden die Phasenanteile zu 52% Austenit und 48% Ferrit bei einem durchschnittlichen Korndurchmesser des Austenits von $28\ \mu\text{m}$ und des Ferrits von $5\ \mu\text{m}$ bestimmt.

Für den vorab vollständig versprödeten DSS folgte im Anschluss an die Standardwärmebehandlung eine Glühung von 100 Stunden bei 475°C mit anschließender Luftabkühlung. Für die Versuche wurde die Probengeometrie in Bild 4.3 verwendet. Die Probenentnahme erfolgt in Walzrichtung, so dass die Längsachse der Proben in Walzrichtung liegt, siehe Bild 4.2.

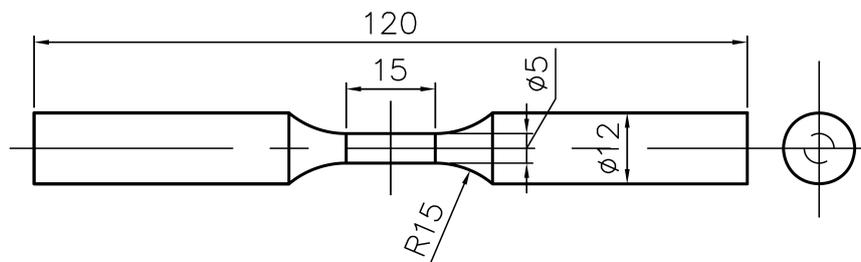


Bild 4.3: Probengeometrie für die Versuche mit Duplexstahl.

Vor den Versuchen wurde die Messlänge der Proben bis zu Körnung von von 1 μm mechanisch poliert. Eine TEM-Untersuchung der Mikrostruktur zeigte im nicht ermüdeten Ausgangszustand für den vorab nicht versprödeten DSS eine insgesamt sehr geringe Versetzungsdichte und für den vorab vollständig versprödeten DSS zusätzlich die periodische Anordnung der spinodal entmischten Gebiete, siehe Bild 4.4. Für den vollständig versprödeten DSS wird eine maximale Größe der spinodal entmischen Bereich von 10 bis 25 nm gemessen.

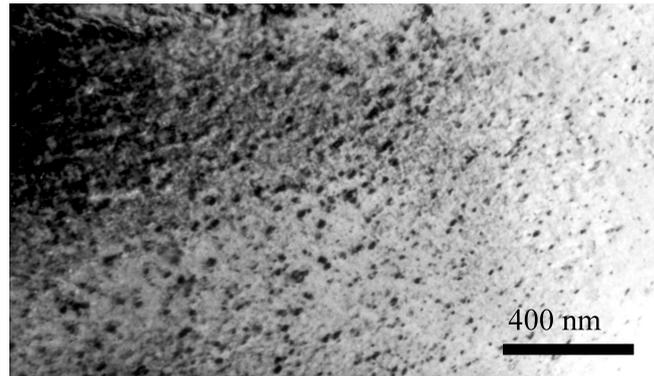


Bild 4.4: TEM-Mikrostrukturbild der ferritischen Phase des DSS im vollständig versprödeten Zustand nach erfolgter Wärmebehandlung im Ausgangszustand vor den mechanischen Versuchen.

4.2.2 Mikrostruktur, Probengeometrie und Probenvorbereitung der Nickelbasislegierung IN718

Als Ausgangsmaterial wurde von der Firma MAN Turbo & Diesel SE geschmiedetes Ringmaterial mit einem Durchmesser von 810 mm, aus welchem die Probenrohlinge radial erodiert wurden, zur Verfügung gestellt. Anschließend erfolgt eine Wärmebehandlung aus:

- 20 Minuten glühen bei 1080°C,
- Wasserabschrecken,
- 12 Stunden glühen bei 718°C,
- 12 Stunden Ofenabkühlung auf 620°C und abschließender
- Luftabkühlung.

Die Mikrostruktur nach der Wärmebehandlung ist δ -Phasen frei und gekennzeichnet durch γ'' -Ausscheidungen, siehe Bild 4.5. Die chemische Zusammensetzung, gemessen mit einem Spektrometer des Typs Spectromaxx, ist in Tabelle 4.2 zu finden.

Tabelle 4.2: Chemische Zusammensetzung des verwendeten IN718 in Masseprozent geordnet nach dem Anteil.

Element	Ni(bal.)	Cr	Fe	Nb	Mo
Massenanteil in %	56,3	17,0	15,1	5,6	3,0
Element	Ti	Al	Cu	C	
Massenanteil in %	1,0	0,6	0,07	0,04	

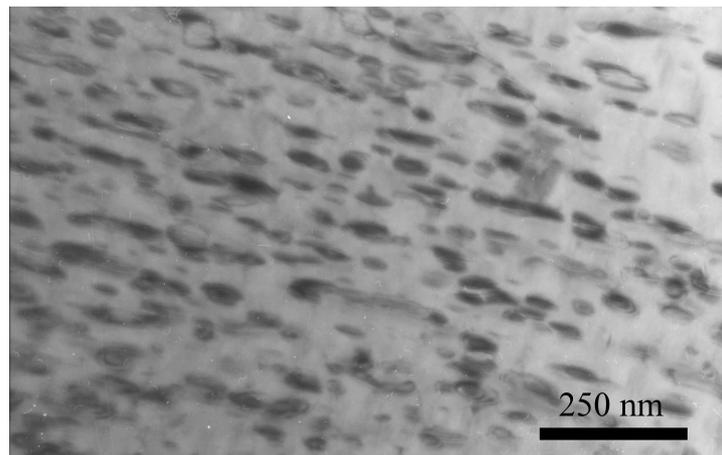


Bild 4.5: TEM-Mikrostrukturbild des IN718 mit den sich dunkel abzeichnenden γ'' -Ausscheidungen.

Als Probengeometrie wurde die Corner-Notch-Probengeometrie nach ASTM E 647 [128] mit einer quadratischen Querschnittsfläche der Kantenlänge 7 mm verwendet, siehe Bild 4.6.

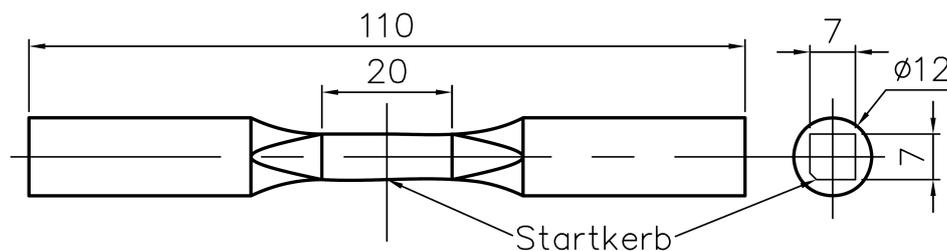


Bild 4.6: Corner-Notch-Probengeometrie der Rissausbreitungsversuche mit IN718.

Die vier Oberflächen der Messlänge der Probe wurden mechanisch mit Tonerde bis zu einer Körnung von $1\ \mu\text{m}$ poliert. Die Proben wurden mit dem gleichen Spannungsverhältnis von $R_S = 0,1$ angeschwungen, mit welchem die späteren Rissausbreitungsversuche durchgeführt wurden. Das Anschwingen erfolgte bis zu einer Anfangsrissslänge von $1,6\ \text{mm}$ bis $1,7\ \text{mm}$, mit einer stufenweise sinkenden Schwingbreite, startend bei einer maximalen Kraft von $25\ \text{kN}$. Die minimale Schwingbreite beim Anschwingen entsprach der Schwingbreite zu

Beginn des jeweiligen Versuchs, um das Spannungsfeld den späteren Versuchsbedingungen anzupassen. Für die Messung der Risslänge in den Rissausbreitungsversuchen mit der Wechselstrompotentialsonde, siehe Kapitel 4.3.2 (S. 57), muss die Anfangsrisslänge und die Endrisslänge auf der Bruchfläche der Rissausbreitungsproben nach Versuchsende bekannt sein. Dafür wurde die Risslänge als Mittelwert aus fünf Messstrecken auf der Bruchoberfläche gemessen, um so den Tunneleffekt in der Berechnung zu berücksichtigen. Die fünf Messstrecken sind die fünf roten Strahlen in Bild 4.7, welche äquidistante Winkel einschließen. Als Geometriefunktion zur Berechnung des Spannungsintensitätsfaktors wurde

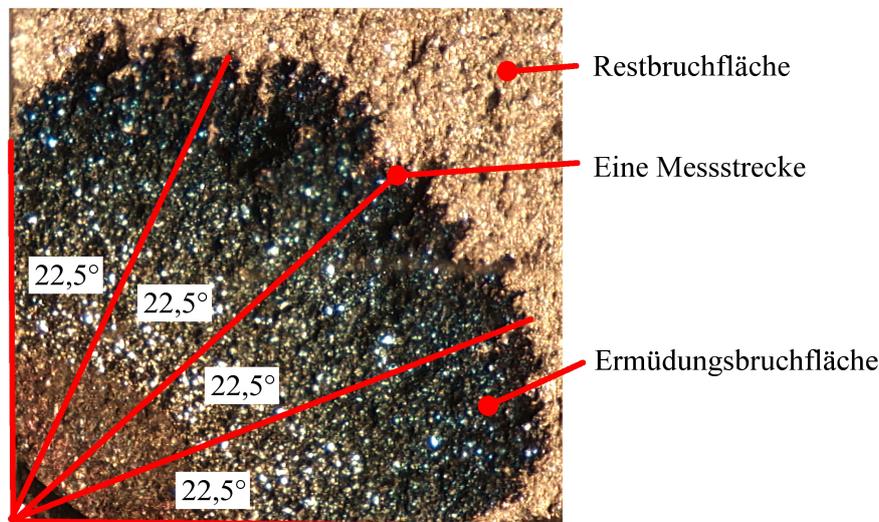


Bild 4.7: Ermüdungsbruchfläche mit Tunneleffekt einer Probe aus IN718 mit Restbruchfläche. Die fünf roten Strahlen kennzeichnen die Messstrecken zur Bestimmung der Endrisslänge des Rissausbreitungsversuchs.

der vorläufige Standard prEN 3873 [129] verwendet. Bei der Berechnung unterscheidet der Standard zwischen dem Geometriefaktor Y_{0° für die Ränder der Ermüdungsbruchfläche, die beiden äußeren roten Strahlen in Bild 4.7, und dem Geometriefaktor Y_{45° für die Mitte der Probe. Der Geometriefaktor Y_{45° berechnet sich durch die Gleichung:

$$Y_{45^\circ} = 0,574 + 1,199 \cdot \left(1 - \frac{a}{W}\right) - 1,324 \cdot \left(1 - \frac{a}{W}\right)^2 + 0,4845 \cdot \left(1 - \frac{a}{W}\right)^3 \quad (4.1)$$

Dabei sind:

- a die Risslänge [m] und
- W die Seitenlänge der Corner-Notch-Probengeometrie [m].

Zur Berechnung des Geometriefaktors Y_{0° wird unterschieden wie lang die Risslänge ist. Für $\frac{a}{W} < 0,2$ wird folgende Gleichung verwendet:

$$Y_{0^\circ} = 1,143 \cdot \left(1 + 0,6 \cdot \frac{a}{W}\right) \cdot \left(1 + 0,7 \cdot \frac{a}{W}\right)^2 + \left(\frac{2}{\pi}\right) \cdot Y_{45^\circ} \quad (4.2)$$

Ist $\frac{a}{W} > 0,2$ wird Y_{0° wie folgt berechnet:

$$Y_{0^\circ} = M_a \cdot M_b \cdot M_c \cdot \frac{2}{\pi} \cdot Y_{45^\circ} \quad (4.3)$$

Mit:

$$M_a = 0,1 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^2 + 0,29 \cdot \frac{a}{W} + 1,081, \quad (4.4)$$

$$M_b = 0,75 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^2 - 0,185 \cdot \frac{a}{W} + 1,019 \quad \text{und} \quad (4.5)$$

$$M_c = 0,9 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^2 - 0,21 \cdot \frac{a}{W} + 1,02. \quad (4.6)$$

Für die Berechnung der Spannungsintensität K wurde der Mittelwert aus Y_{0° und Y_{45° zugrunde gelegt:

$$Y = \frac{Y_{0^\circ} + Y_{45^\circ}}{2} \quad (4.7)$$

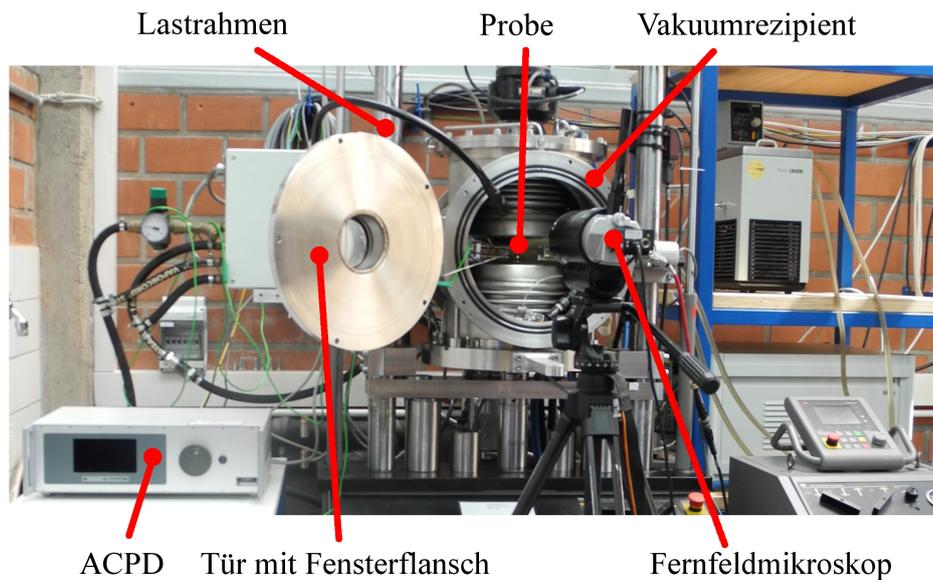


Bild 4.8: Prüfsystem bestehend aus Lastrahmen, Wechselstrompotentialsonde (ACPD), und Fernfeldmikroskop.

4.3 Versuchseinrichtung

4.3.1 Das servohydraulische Prüfsystem

Für die Versuche wurde eine servohydraulische Prüfmaschine des Typs MTS 810 mit einer maximalen Kraft von 100 kN mit hydraulischen Spannbacken und mit einem Regler des Typs MTS TestStar IIs genutzt. Ein applizierter Vakuumrezipient ermöglicht Versuche bis zu einem minimalen Vakuumdruck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar, siehe Bild 4.8 und 4.9. Als Heizung für Hochtemperaturversuche wurde eine Induktionsheizung des Typs Hüttinger TIG5/300 mit einem Eurothermregler des Typs 2704 und selbstgebaute Induktionsspule verwendet. Die Dehnungsmessung erfolgte mit einem vakuumfesten Hochtemperaturstabextensometer des Typs MTS 632.51F-74. Die Risslängenmessung erfolgt zweigleisig über resistometrische und optische Messungen.

4.3.2 Die Wechselstrompotentialsonde und die Risslängenmessung

Die Risslängenmessung erfolgte optisch mit einem Fernfeldmikroskop des Typs Questar QM 1 und resistometrisch mit einer Wechselstrompotentialsonde (ACPD, engl.: **A**lternating **C**urrent **P**otential **D**rop) des Typs Matelect CGM7. Neben den im Folgenden für diese Arbeit relevanten Informationen bezüglich der Rissausbreitungsmessung finden sich aus-

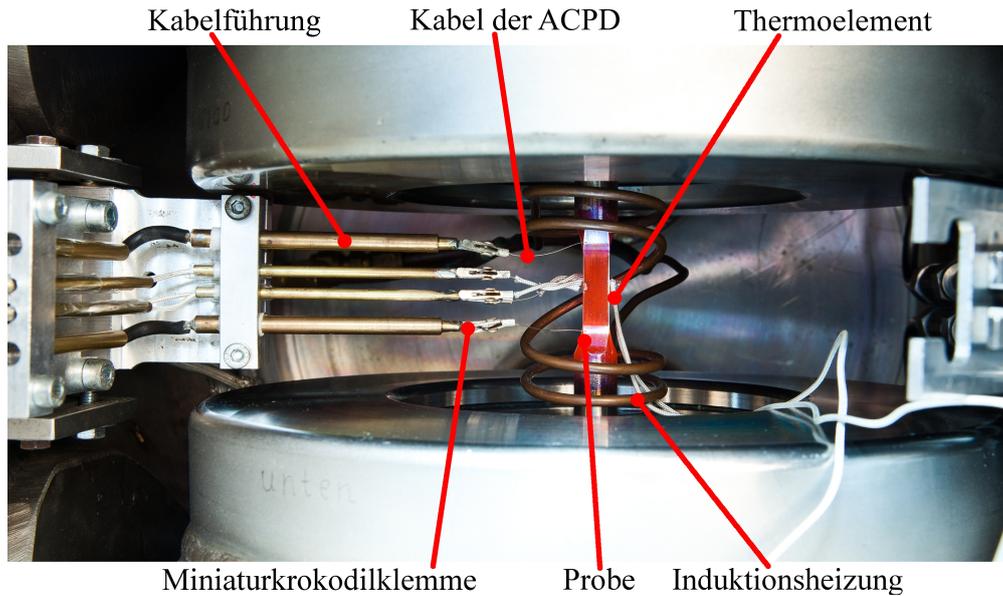


Bild 4.9: Innenansicht der Vakuumkammer mit Kabelführung und eingebauter und erwärmter Probe.

fürlichere Beschreibungen des verwendeten Versuchsaufbaus mit Begründungen für die einzelnen technischen Umsetzungen in den Arbeiten von Wackermann et al. [130, 131]. Weiterhin seien zur Vertiefung folgende Publikationen empfohlen: [129, 132–135]. Die optische Risslängenmessung ermöglicht die Bestimmung der Oberflächenrisslänge auf einer Seite der Probe auch im Vakuum durch einen Fensterflansch auf rund 0,2 mm genau. Für die resistometrische Messung wurde die Wechselstromtechnik verwendet, weil diese kompatibel zur Induktionsheizung ist und so eine kontinuierliche Risslängenmessung möglich ist. Um den Nachteil der Wechselstromtechnik, eine Veränderung des Messwerts durch eine Kabelbewegung, zu umgehen, wurde eine vakuum- und geometriefeste Kabelführung für die sechs Messkabel (2x Stromzuführung, 2x Messkabel der Rissmessung, 2x Messkabel der Referenzstelle) verwendet, siehe Bild 4.9. Die Kabelführung besteht aus Messingrohren, in welchen die Kabel der ACPD verlegt sind, und an deren einem Ende Miniaturkrokodilklemmen verbaut sind. Am anderen Ende verlaufen die Kabel durch die Stromdurchführung der Vakuumkammer. Außerhalb der Vakuumkammer werden geschirmte Kabel bis zur ACPD verwendet.

Der Weg von rund 15 mm zwischen den Miniaturkrokodilklemmen der Kabelführung und der Probenoberfläche wurde durch auf der Probenoberfläche punktgeschweißte Thermoelementnickeldrähte überbrückt. Die Punktschweißung erfolgte mit einem Punktschweißgerät des Typs Resistronic SA 64Ws in Kombination mit einer selbstgebauten Schweißapparatur zur Verwendung unter einem Stereomikroskop zur reproduzierbaren Positionierung der

Schweißpunkte mit 0,1 mm Genauigkeit. Die Stromzuführung der ACPD wurde mit 12 mm und die Messstelle der Rissmessung mit 1 mm Abstand zum Startkerb angeschweißt. Der Referenzkanal wurde auf der ungekerbten Rückseite der Probe gegenüber der Messung des Risses am Startkerb angebracht, siehe Bild 4.10. Die Drähte sind dabei auf den Pro-

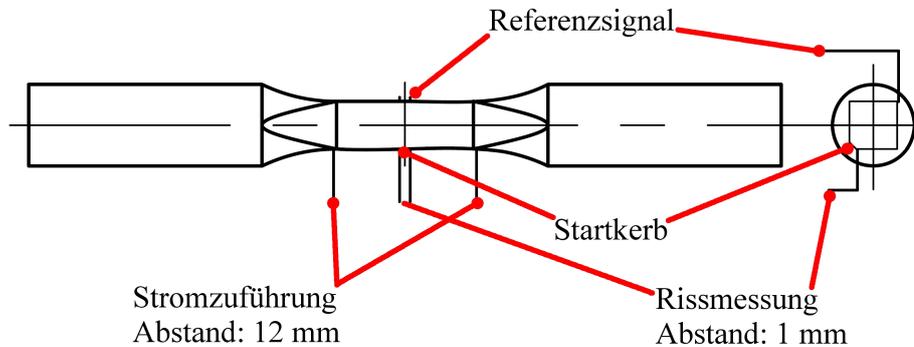


Bild 4.10: Probengeometrie der Rissausbreitungsversuche an IN718 mit eingezeichneten Schweißpunkten für die Kabel der ACPD.

benkanten angeschweißt. Das Referenzsignal wurde zur Rauschunterdrückung verwendet. Das Messrauschen entsteht durch Temperaturschwankungen und der Veränderung der mechanischen Spannung. Dafür wurde das Rissignal durch das Referenzsignal dividiert. Das Ergebnis ist ein einheitenloses Signal, welches eine Information über die Risslänge liefert.

Je nach Kombination aus Betriebsfrequenz der ACPD und dem geprüften Werkstoff kann durch den Skineneffekt eine Tiefen- oder Oberflächeninformation der Risslänge gemessen werden [132]. In diesem Versuchsaufbau sollte mit der ACPD eine Tiefeninformation des Risses ermittelt werden. Daher wurde eine Wechselstromfrequenz von 3974 Hz verwendet, wodurch sich bei IN718 eine effektive Skintiefe von rund 8 mm ergibt, was größer ist als die Probendicke.

Das Fernfeldmikroskop diente neben der Messung der Oberflächenrisslänge auch zur Kalibrierung der ACPD-Rissmessung. Dafür wurde in einem Raumtemperaturversuch und in einem Versuch bei 650°C bei einer Ermüdungsfrequenz von 4 Hz das Signal der ACPD mit steigendem Riss aufgezeichnet und mit der Oberflächenrisslänge verglichen. Es konnte festgestellt werden, dass sich das Signal bis zu einer Risslänge von 5,6 mm linear mit der Oberflächenrisslänge verändert, siehe Bild 4.11. Die Oberflächenrisslänge entspricht auch der Tiefenrisslänge, da bei dieser Versuchsfrequenz kein Tunneleffekt auftritt.

Aufbauend auf dieser Beobachtung wurde ein Rissausbreitungsversuch bei 650°C mit

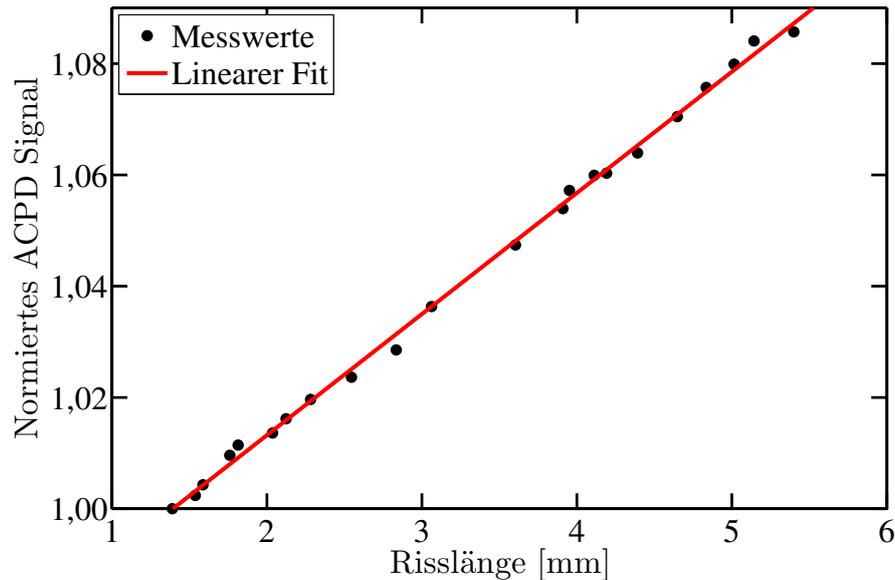


Bild 4.11: Vergleich der optisch gemessenen Oberflächenrisslänge mit dem normierten und damit einheitenlosem Signal der ACPD in einem Rissausbreitungsversuch bei 650°C.

mehrfachem Wechsel des Belastungsverlaufs zwischen 1 Hz und einem Haltezeitzyklus mit 296 s Haltezeit durchgeführt. Auf der Bruchfläche wechseln sich inter- und transkristall gebrochene Bereiche kreisförmig ab, Bild 4.12. An den Übergangstellen kann so die Risslänge auf der Bruchfläche ausgemessen werden. Für die Kalibrierung der ACPD wird angenommen, dass das ACPD-Signal linear mit der Risslänge ansteigt. Werden die gemessene Risslänge auf der Bruchfläche mit der mittels der Wechselstompotentialsonde gemessenen Risslängen verglichen, bestätigt sich der lineare Zusammenhang zwischen dem Signal der ACPD und der Risslänge, siehe Bild 4.13. Dieses Ergebnis deckt sich mit den aus der Literatur bekannten Kalibrierung für Potentialsonden [129, 132–135].

4.3.3 Plastische Dehnungsregelung in Ermüdungsversuchen

Einige der Ermüdungsversuche mit DSS sind in plastischer Dehnungsregelung durchgeführt worden, so dass diese nun vorgestellt wird. Die Gesamtdehnung ε ist die Summe aus der elastischen Dehnung ε_{el} und der plastischen Dehnung ε_{pl} :

$$\varepsilon = \varepsilon_{el} + \varepsilon_{pl} \quad (4.8)$$

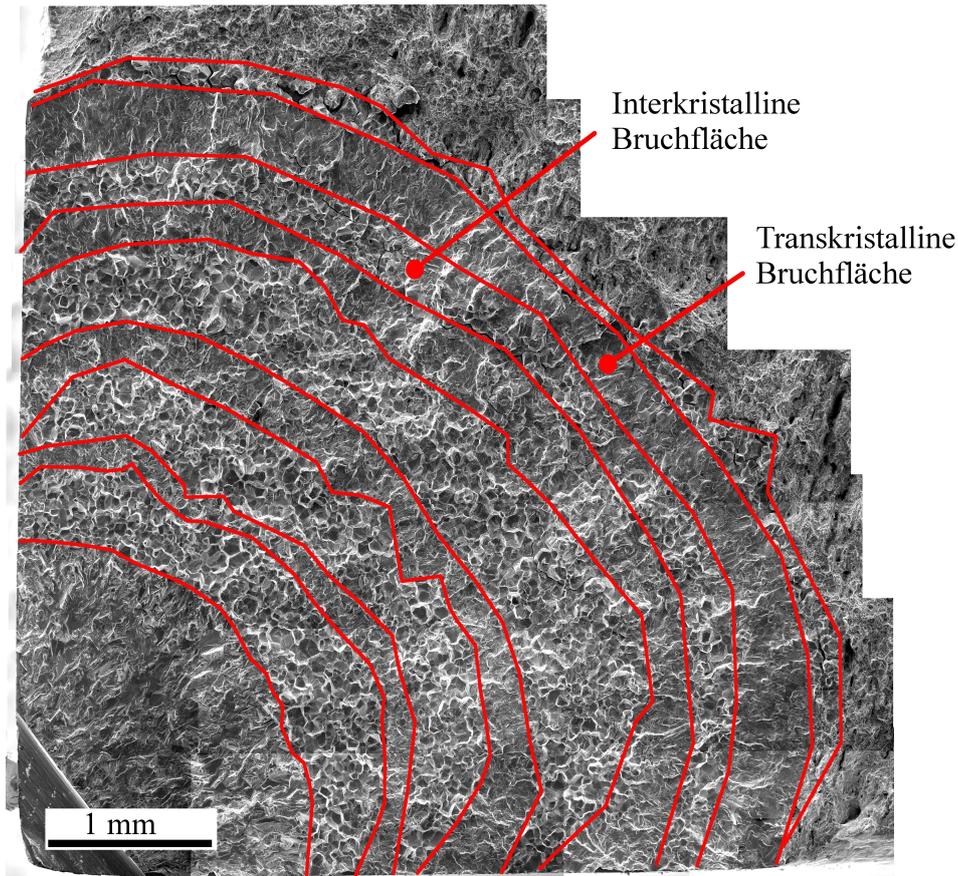


Bild 4.12: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der Bruchfläche eines Ermüdungsrissausbreitungsversuchs mit IN718 bei 650°C mit abwechselnder inter- und transkristalliner Bruchmorphologie durch einen Wechsel der Belastungsverläufe zwischen dem Haltezeitzyklus mit 296 s Haltezeit und einer Ermüdung mit 1 Hz.

Um mit der plastischen Dehnung ε_{pl} regeln zu können, muss diese online aus den vorhandenen Messgrößen Dehnung und Kraft berechnet werden. Aus Gleichung 4.8 ergibt sich:

$$\varepsilon_{pl} = \varepsilon - \varepsilon_{el} \quad (4.9)$$

Einsetzen des Hook'schen Gesetzes und Berechnung der mechanischen Spannung aus Kraft F und Fläche A gibt:

$$\varepsilon_{pl} = \varepsilon - \frac{\sigma}{E} = \varepsilon - \frac{F}{A \cdot E} \quad (4.10)$$

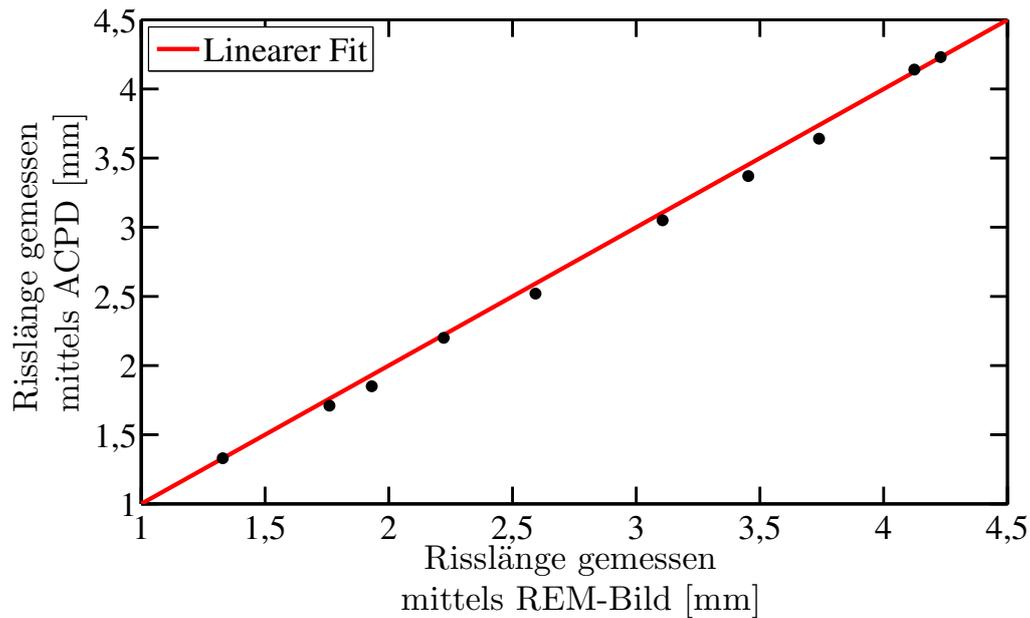


Bild 4.13: Vergleich der mittels eines REM-Bildes auf der Bruchfläche gemessenen Risslänge mit der Risslänge, welche mit der Annahme eines linearen Zusammenhangs zwischen dem ACPD-Signal und der Risslänge berechnet wurde.

Das Produkt aus Elastizitätsmodul E und Fläche A wird als Steifigkeit bezeichnet, so dass Gleichung 4.10 umgeschrieben werden kann:

$$\varepsilon_{pl} = \varepsilon - \frac{F}{A \cdot E} = \varepsilon - \frac{F}{\text{Steifigkeit}} \quad (4.11)$$

Die Steifigkeit wird in der Regelungssoftware als eigener Wert zur Berechnung der plastischen Dehnung integriert. Mit einem Vorversuch wird die Steifigkeit für die Kombination aus Werkstoff, Wärmebehandlung, Versuchstemperatur und Probengeometrie bestimmt. Dies erfolgt in einem Ermüdungsversuch. In diesem wird die Hysteresekurve der Kraft über der plastischen Dehnung beobachtet. Nach den Umkehrpunkten müssen die Hysteresen während der elastischen Verformung einen vertikalen Verlauf aufweisen. Um dies zu erreichen wird die Steifigkeit entsprechend eingestellt. Dieser Wert wird später als konstante Größe für die folgenden Ermüdungsversuche verwendet. In der praktischen Ausführung wird bei der Bestimmung des Werts jedoch eine minimale Abweichung von der Vertikalen eingestellt, damit ein geschlossener Regelkreis auch während der elastischen Dehnung vorliegt.

4.3.4 Mikrostrukturelle Untersuchungen

Für einfache lichtmikroskopische Untersuchungen kam ein Zeiss Axiskop 2 zum Einsatz. Für eine hohe Tiefenschärfe in lichtmikroskopischen Aufnahmen wurde ein konfokales Lasermikroskop des Typs Olympus Lext OLS 4000 genutzt. Für die rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen stand ein Rasterelektronenmikroskop (REM) des Typs Philips XL 30 mit LaB6-Kathode, ausgestattet mit Detektoren für die Elektronenrückstreubeugung, die energiedispersive Röntgenspektroskopie und den Rückstreuelektronenkontrast, zur Verfügung. Transmissionselektronenmikroskopische Aufnahmen wurden mit einem TEM des Typs Hitachi H 8100 mit einer Beschleunigungsspannung von 200 kV gemacht. Sowohl für den DSS als auch den IN718 bestand die Probenpräparation für TEM-Untersuchungen aus folgenden Schritten:

- Heraustrennen einer 500 μm dicken Probenscheibe mit einer Low-Speed-Säge,
- beidseitiges Schleifen und Polieren der Scheibe auf eine Dicke von 80 μm bis 90 μm ,
- Reinigen mit Ethanol,
- Ausstanzen einer Scheibe des Durchmessers 3 mm,
- elektrolytisches Dünnen mit einem Elektrolyten, bestehend aus 90 Vol-% Perchlorsäure und 10 Vol-% Essigsäure, mit einem Tenupol 5 der Firma Struers und
- abschließendes Reinigen in Ethanol und destilliertem Wasser.

Die verwendeten Einstellungen für das Dünnen finden sich in Tabelle 4.3. Das Dünnen dauerte zwei bis drei Minuten bei einem resultierendem Stromfluss von 0,1 A.

Tabelle 4.3: Einstellungen für das Dünnen der TEM-Proben am Tenupol 5 der Firma Struers.

Werkstoff	DSS	IN718
Spannung	20V	40V
Elektrolyttemperatur	14°C	40°C
Flussgeschwindigkeit Tenupol	5,5	5,5
Photosensitivität Tenupol	10 (Maximum)	10 (Maximum)

5 Ergebnisse

5.1 Die 475°C-Versprödung

5.1.1 Ermüdungsverhalten des Duplexstahls bei 475°C unter Spannungskontrolle

Es wurden Ermüdungsversuche in Kraftregelung mit Spannungsamplituden von 375 MPa und 400 MPa isotherm bei 475°C mit einem Spannungsverhältnis von $R_S = -1$ durchgeführt. Zunächst werden die Ergebnisse der Versuche mit einer Spannungsamplitude von 375 MPa beschrieben. Dabei wurden vier verschiedenen Paarungen von Frequenz und Versprödungszustand geprüft:

- nicht vorversprödet, $f = 2,2$ Hz,
- nicht vorversprödet, $f = 0,1$ Hz,
- nicht vorversprödet, $f = 22$ Hz und
- vollständig vorversprödet, $f = 2,2$ Hz,

Das Ziel dieser Versuchsreihe ist es, mit kleinen Beanspruchungsamplituden Bruchlastspielzahlen in der Zeitfestigkeit bzw. sogar Beanspruchungen in der Dauerfestigkeit zu erreichen, um den technischen Einsatzbereich von DSS abzubilden. Dadurch soll geklärt werden, ob auch bei diesen kleinen Beanspruchungen ein Einfluss der zyklischen plastischen Verformung auf die Versprödung bzw. die Materialeigenschaften auftritt. Unterschiedliche Versuchsfrequenzen erlauben, den Einfluss der plastischen Versprödung auf die 475°C-Versprödung unterschiedlich stark zu berücksichtigen. Genauer ist bereits in Kapitel 4.1 (S. 50ff.) beschrieben. Die Versuche wurden kraftgeregelt durchgeführt, da mit den so möglichen hohen Versuchsfrequenzen hohe Lastspielzahlen innerhalb weniger Stunden erreicht werden konnten. Dies ist wichtig, da in den ersten drei Stunden einer Versprödung bei 475°C die schnellste Veränderung der Materialeigenschaften zu beobachten ist, vgl. Kapitel 3.1.3.

Die Wechselverformungskurve des Versuchs mit 22 Hz konnte aufgrund fehlender Hochtemperaturdehnungsmesser für diese hohe Ermüdungsfrequenz nicht gemessen werden. Die Wechselverformungskurven der anderen Versuche zeigen trotz unterschiedlicher Versprö-

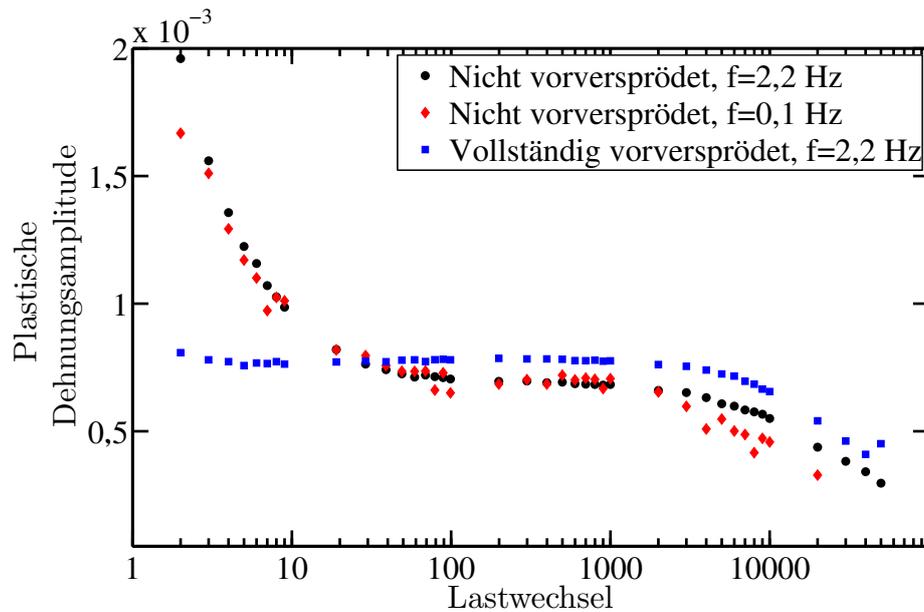


Bild 5.1: Wechselverformungskurven von DSS-Proben geprüft in Kraftregelung mit einer Spannungsamplitude von 375 MPa bei 475°C und einem Spannungsverhältnis von $R_S = -1$.

dungszustände des DSS und unterschiedlicher Ermüdungsfrequenz alle in den ersten zehn bis zwanzig Zyklen eine Verfestigung, welche immer in eine Sättigung bis zum 2000. Zyklus übergeht, siehe Bild 5.1. Im Anschluss folgt für alle Versuche eine weitere Verfestigung bis zum Versuchsabbruch. Die anfängliche Verfestigung ist deutlich größer bei vorab nicht versprödetem als bei vollständig vorversprödetem DSS. Weiterhin ist der Verlauf der Kurven für die beiden nicht vorversprödeten Proben trotz unterschiedlicher Versuchsfrequenz für die ersten 3000 Zyklen identisch, während bei größeren Zyklenzahlen die Verfestigung für den Versuch mit langsamerer Frequenz ($f = 1$ Hz) sichtbar größer ist. Die 3000 Zyklen bis zur Abweichung entsprechen für den Versuch mit einer Frequenz von $f = 2,2$ Hz einer Versuchszeit von 0,3 h und für den Versuch mit einer Frequenz von $f = 0,1$ Hz einer Versuchszeit von 8,5 h. Der Sättigungsbereich tritt für den vollständig vorversprödeten DSS im Vergleich zum nicht vorversprödeten DSS bei einer unwesentlich höherem plastischen Dehnungsamplitude auf.

Einige der Ermüdungsversuche wurden wiederholt und für folgende Raumtemperaturzugversuche und TEM-Untersuchungen abgebrochen. Die Ergebnisse der Zugversuche sind neben der Wechselverformungskurve ein weiterer Indikator für den Versprödungszustand des DSS. Die Paarung aus Versuchsfrequenz und Abbruchlastspielzahl wurde so gewählt, dass die Versuchsdauern im Zeitfenster bis zu drei Stunden liegen, da in diesem Zeitraum große Veränderungen der mechanischen Eigenschaften durch die 475°C-Versprödung auf-

treten; vergleiche dazu das Grundlagenkapitel 3.1.3 und die folgenden Ergebnisse dieser Arbeit. Die Vorstellung der Ergebnisse der Zugversuche erfolgt in Kapitel 5.1.4 (S. 74ff.) und die der TEM-Untersuchungen in Kapitel 5.1.5 (S. 76ff.).

In Anlehnung an die Ermüdungsversuche mit einer Spannungsamplitude von 375 MPa wurde eine Reihe von Ermüdungsversuchen in Kraftregelung mit einer Spannungsamplitude von 400 MPa durchgeführt. Es wurde ebenso ein Spannungsverhältnis von $R_S = -1$ und eine Temperatur von 475°C gewählt. Jedoch wird mit der höheren Spannungsamplitude eine Bruchlastspielzahl in der Kurzzeitfestigkeit bzw. im Beginn der Zeitfestigkeit erreicht, so dass eine größere plastische Verformung in beiden Werkstoffphasen als in der Versuchsreihe mit der kleineren Spannungsamplitude von 375 MPa zu erwarten ist. Um trotz der kürzeren Bruchlastspielzahl eine ausreichende Versuchszeit für die 475°C-Versprödung zu erreichen, wurde die Ermüdungsfrequenz reduziert. Drei verschiedene Versuchsparameter fanden Anwendung:

- nicht vorversprödet, $f = 0,2$ Hz,
- nicht vorversprödet, $f = 2,2$ Hz und
- vollständig vorversprödet, $f = 0,2$ Hz.

Wie bereits bei der Versuchsreihe mit einer Spannungsamplitude von 375 MPa ist in den ersten zehn bis zwanzig Zyklen eine Verfestigung zu beobachten, die auch diesmal für den nicht vorversprödeten DSS größer ist als für den vollständig vorversprödeten DSS, siehe Bild 5.2. Im Anschluss folgt in allen Versuchen eine Entfestigung bis zum 2000. Zyklus. Dann verfestigt der Werkstoff entweder bis zum Bruch für die Versuche an nicht vorversprödeten DSS oder bis zum Versuchsabbruch beim vollständig vorversprödeten DSS. Die plastische Dehnungsamplitude ist für die nicht vorversprödeten Proben höher als für den vollständig vorversprödeten DSS, was auf eine unterschiedliche zyklische Werkstoffantwort bei gleicher Beanspruchung hindeutet. Weiterhin ist für den nicht vorversprödeten DSS, geprüft mit der schnelleren Ermüdungsfrequenz, eine höhere plastische Dehnungsamplitude zu erkennen als für die Proben geprüft mit langsamerer Frequenz. Die Entfestigung für den vorab vollständig versprödeten DSS ist in Relation zur anfänglichen Verfestigung größer als für den nicht vorversprödeten DSS. Ebenso wie in den Versuchen mit einer Spannungsamplitude von 375 MPa sind ausgewählte Versuche für spätere Raumtemperaturzugversuche und TEM-Untersuchungen abgebrochen worden, siehe Kapitel 5.1.4 (S. 74ff.) und Kapitel 5.1.5 (S. 76ff.). Dabei sind die Zeiten bis zum Versuchsabbruch gleich wie in der Versuchsreihe mit einer Spannungsamplitude von 375 MPa, um eine gute Vergleichbarkeit zu erreichen.

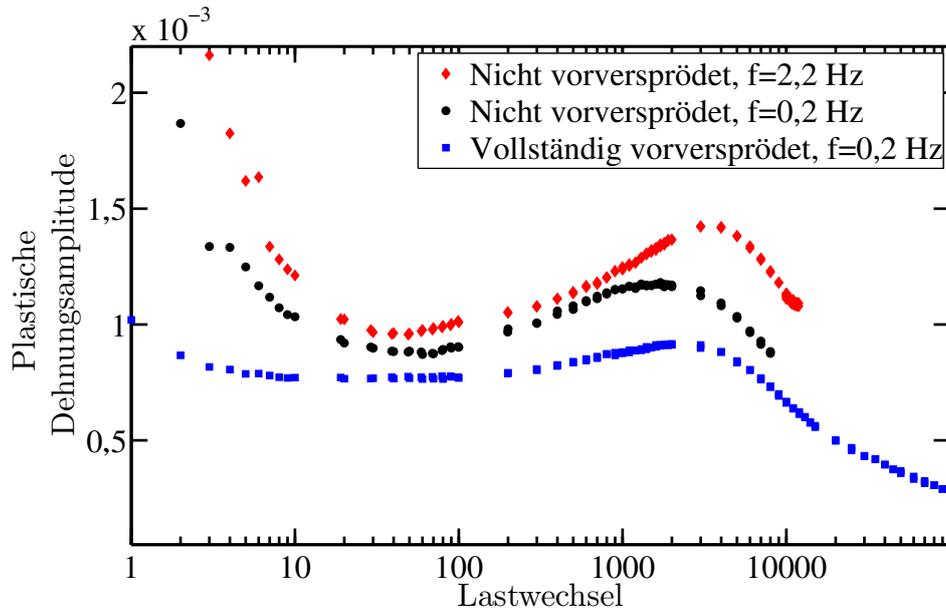


Bild 5.2: Wechselverformungskurven von DSS-Proben ermüdet in Kraftregelung mit einer Spannungsamplitude von 400 MPa bei 475°C und einem Spannungsverhältnis von $R_S = -1$.

5.1.2 Ermüdungsverhalten des Duplexstahls bei 475°C unter plastischer Dehnungsregelung

Nachdem in den Versuchsreihen mit Spannungsamplituden von 375 MPa und 400 MPa der Einfluss moderater bis mittlerer plastischer Verformungen auf die 475°C-Versprödung untersucht wurde, sollte auch der Einfluss großer zyklischer plastischer Verformungen untersucht werden. Der Grund ist, dass mit steigender plastischer Verformung in Relation zur thermisch aktivierten 475°C-Versprödung ein anderer Einfluss der Verformung auf die 475°C-Versprödung vorliegen sollte. Die Entscheidung fiel auf dehnungsgeregelte Versuche, weil Kriecheffekt so nicht zu einer zyklischen Probenverlängerung führen und die Probe nicht bereits nach wenigen Zyklen versagt. Die Frequenz ist wieder so gewählt, dass die Proben in einem Zeitfenster versagen, in welchem ein deutlicher Einfluss der 475°C-Versprödung auf das Gefüge und die Eigenschaften des Werkstoffs vorliegt. Es wurden plastisch dehnungsgeregelte Versuche bei einem plastischen Dehnungsverhältnis von $R_{DP} = -1$ durchgeführt. Durch die in der plastischen Dehnungsregelung mögliche hohe Materialbeanspruchung wurden Bruchlastspielzahlen in der Kurzzeitfestigkeit erreicht. Insgesamt wurden dabei drei Versuchsreihen mit unterschiedlichen Variationen aus Ermüdungsfrequenz, Versuchstemperatur, Versprödungszustand und plastischer Dehnungsamplitude durchgeführt. Die Ziele, die einzelnen Versuchsparameter und Ergebnisse der verschiedenen Versuchsreihen sind in den folgenden Unterkapiteln beschrieben.

5.1.2.1 Einfluss von Versuchstemperatur und Haltezeiten auf das Ermüdungsverhalten

Es wurden Ermüdungsversuche mit einer plastischen Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,25\%$, einem plastischen Dehnungsverhältnis von $R_{DP} = -1$, einem sinusförmigen Dehnungsverlauf und einer Frequenz von $f = 0,1$ Hz mit folgenden Bedingungen durchgeführt:

- nicht vorversprödet, $T = 475^\circ\text{C}$,
- nicht vorversprödet, $T = 20^\circ\text{C}$, Abbruch nach 1000 Lastwechseln und
- vollständig vorversprödet, $T=475^\circ\text{C}$.

Die Wechselverformungskurven der bei 475°C durchgeführten Versuche zeigen, wie in den kraftgeregelten Versuchen, in den ersten 20 Lastwechseln eine Verfestigung, siehe Bild 5.3. Im Anschluss folgt für den vollständig vorversprödeten DSS eine Entfestigung bis zum Versagen. Für den nicht vorversprödeten DSS folgt im Gegensatz dazu nur eine moderate Entfestigung, bevor nach dem 500. Zyklus oder rund 1,5 h eine weitere sekundäre Verfestigung beginnt, welche bis kurz vor dem Versagen anhält. Der Versuch bei Raumtemperatur ($T=20^\circ\text{C}$) zeigt eine konstante Entfestigung bis zum Versuchsabbruch nach 1000 Lastwechseln. Die Bruchlastspielzahlen liegen am unterem Ende der Kurzzeitfestigkeit. Auch in dieser Versuchsreihe wurden Versuche für nachfolgende Zugversuche abgebrochen, siehe Kapitel 5.1.4 (S. 74ff.). Weiterhin wurde diesmal nur die längste Versuchszeit von knapp 3 h oder 2000 Zyklen als Abbruchkriterium für folgende Zugversuche verwendet. Wenn bei längster Versuchszeit keine Effekt feststellbar ist, sollte dieser auch bei kürzerer Versuchszeit nicht vorliegen.

Zusätzlich ist ein weiterer Versuch an nicht vorversprödetem DSS bei 475°C mit einer plastischen Dehnungsamplitude von $0,25\%$, einer Frequenz von $0,1$ Hz und einem Dehnungsverhältnis von $R_{DP} = -1$ durchgeführt worden, in welchem zu zwei Zeitpunkten Haltezeiten ohne mechanische Belastung ($F = 0$ kN) eingebracht wurden. Der genaue Versuchablauf besteht aus:

1. 60 Zyklen bei einer Frequenz von $f = 0,1$ Hz und einer plastischen Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,25\%$,
2. Haltezeit von 1 h 50 min bei einer Kraft von 0 kN,
3. 940 Zyklen bei einer Frequenz von $f = 0,1$ Hz bei einer plastischen Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,25\%$,

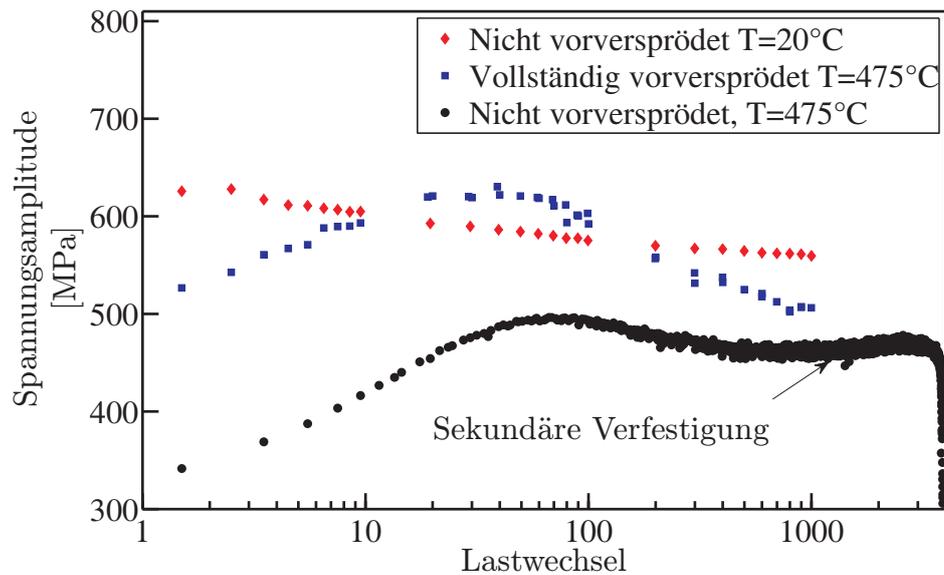


Bild 5.3: Wechselverformungskurven von Duplexstahlproben geprüft in plastischer Dehnungsregelung ($R_{DP} = -1$) mit einer Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,25\%$.

4. Haltezeit von 10 h bei einer Kraft von 0 kN und einer
5. Ermüdung bis zum Bruch ($f = 0,1$ Hz, $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,25\%$).

Die gemessene Wechselverformungskurve (unterbrochene grüne Linie) ist im Vergleich zu den Versuchen ohne Haltezeiten an vollständig und nicht vorversprödetem DSS in Bild 5.4 zu sehen. Die beiden Haltezeiten sind im Bild 5.4 mit Pfeilen markiert. Es ist zu erkennen, dass nach den beiden Haltezeiten jeweils ein festeres Material vorliegt, da eine höhere Spannungsamplitude auftritt (grüne Kurve in Bild 5.4). Jedoch ist die Festigkeitszunahme nur von kurzer Dauer. Bereits in wenigen Zyklen nimmt die Festigkeit stark ab. Die Spannungsamplitude stabilisiert sich anschließend auf einem Niveau knapp oberhalb des Vergleichsversuchs ohne Haltezeit (magenta-farbene Kurve in Bild 5.4). Nur ein minimaler Anteil der Festigkeitssteigerung ist also dauerhaft, während ein Großteil der Festigkeitssteigerung bereits in wenigen Zyklen abgebaut wird.

5.1.2.2 Einfluss der Ermüdungsfrequenz auf das Ermüdungsverhalten

Das primäre Ziel dieser Versuchsreihe ist, das Ermüdungsverhalten und den Einfluss der Ermüdung auf die 475°C-Versprödung mittels der Streckgrenzenverteilungsfunktion zu untersuchen. Da das Modell der Streckgrenzenverteilung nur bei Auswertung von Spannungs-Dehnungshysteresen mit nahezu horizontalem Verlauf vor den Lastumkehr-

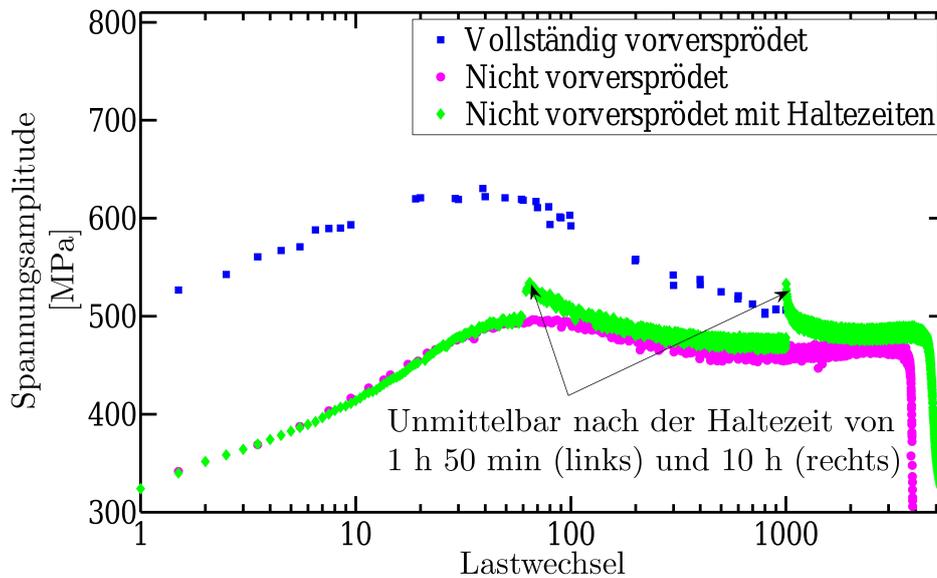


Bild 5.4: Wechselverformungskurve von Duplexstahl geprüft in plastischer Dehnungsregelung ($R_{DP} = -1$) mit einer Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,25\%$ bei 475°C mit zwei eingebrachten Haltezeiten bei 0 N im Vergleich zu Versuchen ohne Haltezeiten, vergleiche Bild 5.3.

punkten zu aussagekräftigen Ergebnissen führt, wurde eine Versuchsreihe mit entsprechend großer plastischer Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,8\%$ durchgeführt. Die Versuche wurden mit einem sinusförmigen Beanspruchungsverlauf mit einem plastischen Dehnungsverhältnis von $R_{DP} = -1$ durchgeführt. Zur Berücksichtigung des Zeiteffekts wurden die Versuche bei unterschiedlichen Frequenzen durchgeführt. Die gesamte Versuchsreihe besteht aus drei Versuchen:

- nicht vorversprödet, $f = 0,1$ Hz,
- nicht vorversprödet, $f = 0,005$ Hz und
- vollständig vorversprödet, $f = 0,1$ Hz.

Die Ermüdungslebensdauer lag mit Bruchlastspielen von unter 1000 Zyklen im Bereich der Kurzzeitfestigkeit, siehe Bild 5.5. Für alle Versuche ist die bereits bekannte anfängliche zyklische Verfestigung in den ersten 30 Lastwechseln zu beobachten. Im Anschluss folgt eine Entfestigung. Ein Vergleich der Wechselverformungskurven der beiden Versuche mit nicht vorversprödetem DSS zeigt einen gleichen Verlauf in den ersten 200 Zyklen bzw. 0,5 h für den Versuch mit hoher Frequenz und 11 h für den Versuch mit kleiner Frequenz. Im Anschluss entfestigt der DSS geprüft mit hoher Frequenz weiter, während der DSS geprüft mit niedriger Frequenz in eine Sättigung übergeht. Werden die Wechselverformungskurven

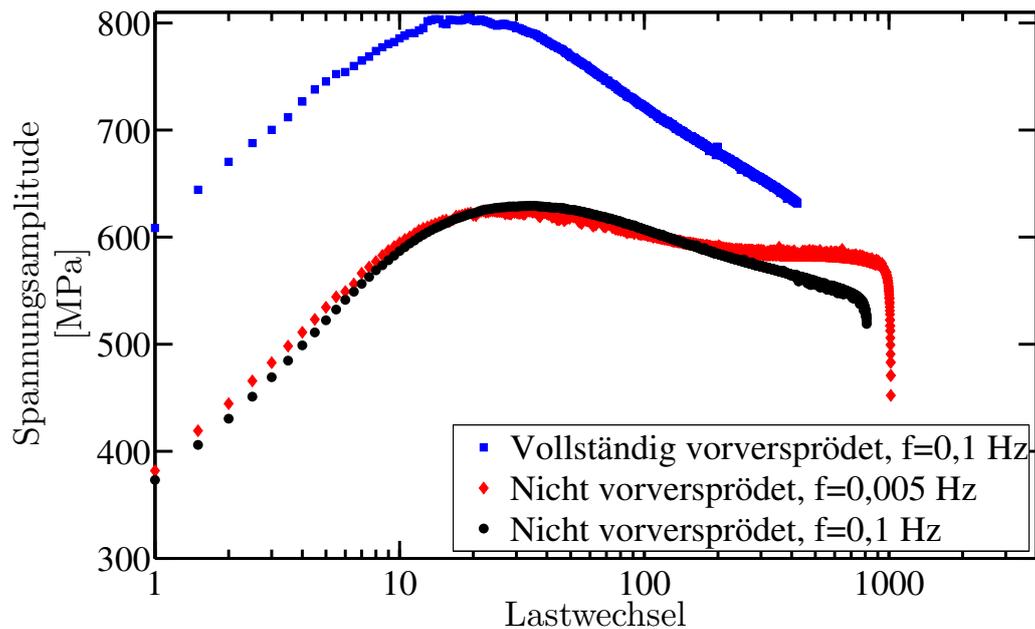


Bild 5.5: Wechselverformungskurven von Duplexstahl geprüft in plastischer Dehnungsregelung ($R_{DP} = -1$) mit einer Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,8\%$ bei 475°C.

der beiden bei einer Frequenz von 0,1 Hz durchgeführten Versuche an vollständig und nicht vorversprödetem DSS verglichen, fällt auf, dass der vorversprödete DSS eine höhere Festigkeit aufweist. Weiterhin ist die anfängliche zyklische Verfestigung mit rund 200 MPa in allen drei Versuchen in gleicher Größenordnung; jedoch ist die folgende Entfestigung für den vollständig vorversprödeten DSS (rund 200 MPa) größer als für den nicht vorversprödeten DSS (rund 100 MPa). Die Versuche an nicht vorversprödetem DSS wurden auch hinsichtlich der Streckgrenzenverteilungsfunktion ausgewertet. Die Ergebnisse sind, da für diese Auswertung eine modellmäßige Betrachtung der Ergebnisse notwendig ist, in dem Kapitel 6.1.2 (S. 91ff.) über die Modellierungsergebnisse dargestellt.

5.1.2.3 Einfluss der plastischen Dehnungsamplitude auf das Ermüdungsverhalten

Es wurden isotherme Ermüdungsversuche bei 475°C mit sinusförmigem Beanspruchungsverlauf bei einer Ermüdungsfrequenz von $f = 0,1$ Hz an vorab nicht versprödetem DSS bei einem Verhältnis der plastischen Dehnung von $R_{DP} = -1$ mit verschiedenen plastischen Dehnungsamplituden durchgeführt. Durch die Variation der Dehnungsamplitude bei Beibehaltung der Frequenz ergibt sich für die gleiche thermische Aktivierung eine unterschiedliche zyklische plastische Verformung. Dies ermöglicht das Verhältnis der beiden Einflüsse auf das Wechselverformungsverhalten zu untersuchen. Die Wechselverformungskurven sind in

Bild 5.6 abgebildet.

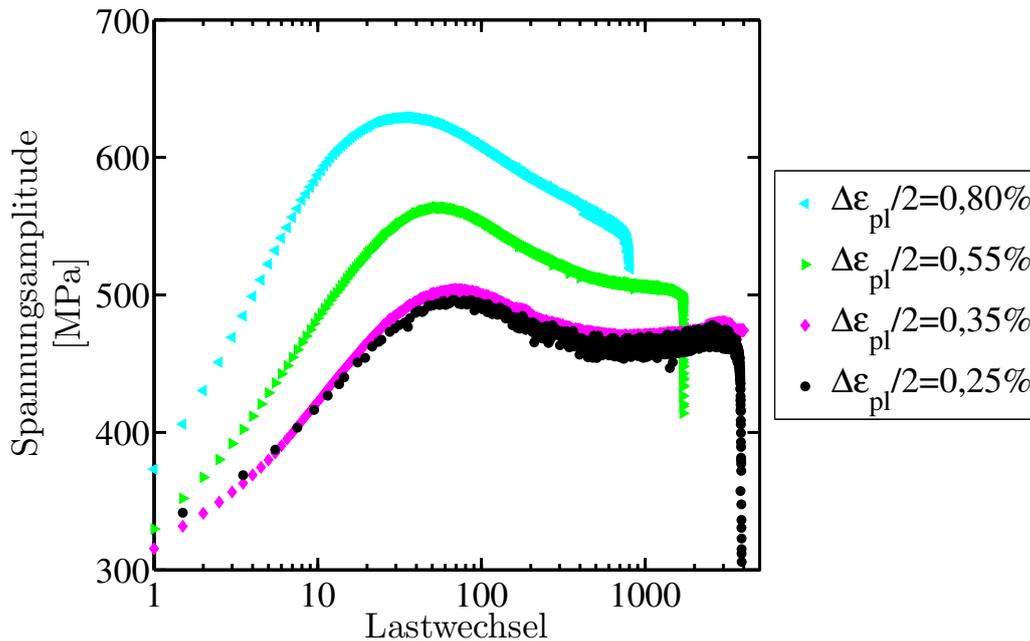


Bild 5.6: Wechselverformungskurven von vorab nicht versprödetem Duplexstahl geprüft in plastischer Dehnungsregelung ($R_{DP} = -1$) bei 475°C und einer Ermüdungsfrequenz von $f = 0,1$ Hz mit verschiedenen Dehnungsamplituden.

Am Anfang ist die bereits bekannte Verfestigung zu beobachten. Im Anschluss folgt eine Entfestigung. Für die höchste plastische Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,80\%$ hält die Entfestigung bis zum Versagen an. In den Versuchen mit sehr kleiner plastischer Dehnungsamplitude ($\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,35\%$ und $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,25\%$) ist hingegen eine Verfestigung ab dem 200sten Zyklus zu erkennen. Bei der mittleren plastischen Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,55\%$ tritt zwar keine Verfestigung auf, aber die Entfestigung ist zum Ende des Versuchs deutlich abgeschwächt gegenüber derjenigen des Versuchs mit der größten geprüften Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,80\%$.

5.1.3 Raumtemperaturermüdungsverhalten bei hoher Gesamtdehnungsamplitude

Das Ziel dieser Versuche war, das Ermüdungsverhalten des DSS ohne und mit teilweiser Vorversprödung zu untersuchen. Daher wurden die Versuche an DSS bei einem Dehnungsverhältnis von $R_D = -1$ und einer Gesamtdehnungsamplitude von 1% durchgeführt, der vorab 0 h, 1 h, 5 h oder 100 h vorversprödet wurde. Die Versuche wurden bei Raumtemperatur durchgeführt, um den durch die Versprödung eingebrachten Materialzustand zu charakterisieren, ohne weitere Effekte einer voranschreitenden 475°C -Versprödung zu haben. Für die Versuche wurde zu Gunsten einer Gesamtdehnungsregelung mit langsamer

Frequenz von $f = 0,05$ Hz und hoher Beanspruchung entschieden, weil so eine sehr genaue Regelung erreicht wird, die eine gute Auswertung mittels der Streckgrenzenverteilungsfunktion ermöglicht.

Bei Betrachtung der Wechselverformungskurven in Bild 5.7 und Bild 5.8 ist zu erkennen, dass die Größe der plastischen Dehnungsamplitude mit der Vorversprödung des DSS zunimmt. Jedoch ist der qualitative Verlauf aus anfänglicher Verfestigung in den ersten 20 Zyklen mit anschließender Entfestigung bis zum Versagen und die Bruchlastspielzahl gleich.

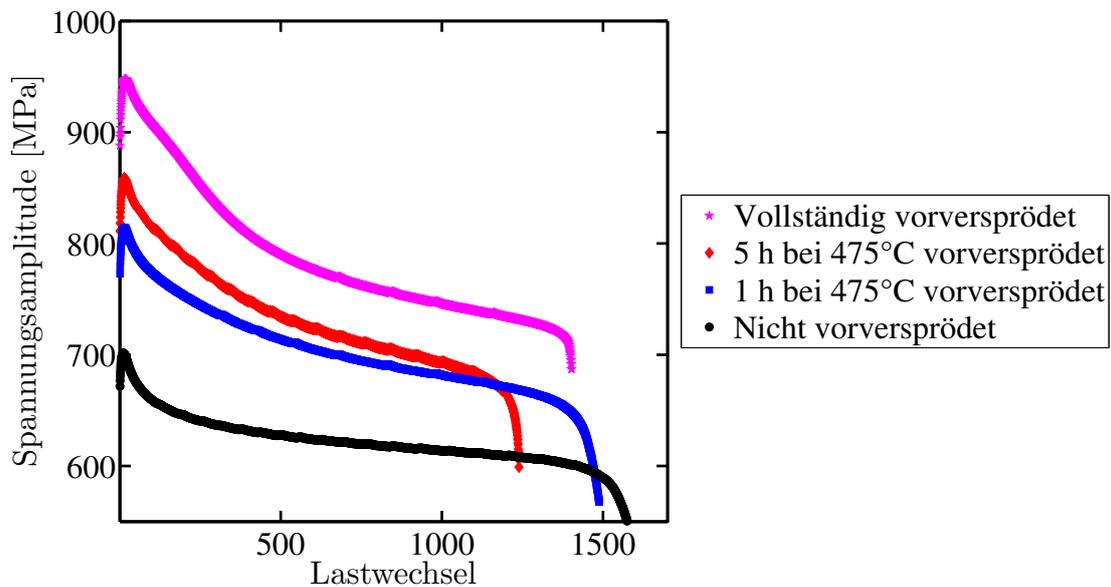


Bild 5.7: Wechselverformungskurven in der Darstellung der Spannungsamplitude über der Zyklenzahl in linearer Auftragung für Versuche in Gesamtdehnungsregelung mit einer Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta\epsilon}{2} = 1\%$, einem Dehnungsverhältnis von $R_D = -1$ und einer Frequenz von $f = 0,05$ Hz bei Raumtemperatur mit unterschiedlicher Vorversprödung bei 475°C.

Werden die maximalen Spannungen im ersten Ermüdungszyklus der Versuche miteinander verglichen, fällt auf, dass vom nicht vorversprödeter zum 1 h vorversprödeter DSS die Hälfte der Gesamtdifferenz vom nicht vorversprödeter zum vollständig vorversprödeter DSS erreicht wird. Die erste Hälfte der Spannungszunahme wird also nach einer Stunde Versprödung erreicht, während die zweite Hälfte fast weitere 100 h braucht. Wie bei den Ermüdungsversuchen bei 475°C ist auch in dieser Versuchsreihe die Entfestigung für vorversprödeter DSS größer als für nicht vorversprödeter DSS. Die Entfestigung ist in den Versuchen in der ersten Hälfte der Lebensdauer schneller als in der zweiten Hälfte der Lebensdauer. Die Ergebnisse der Auswertung mit der Streckgrenzenverteilungsfunktion sind in Kapitel 6.1 (S. 94ff.) dargestellt, weil die Ergebnisse auf einer Modellierung beruhen

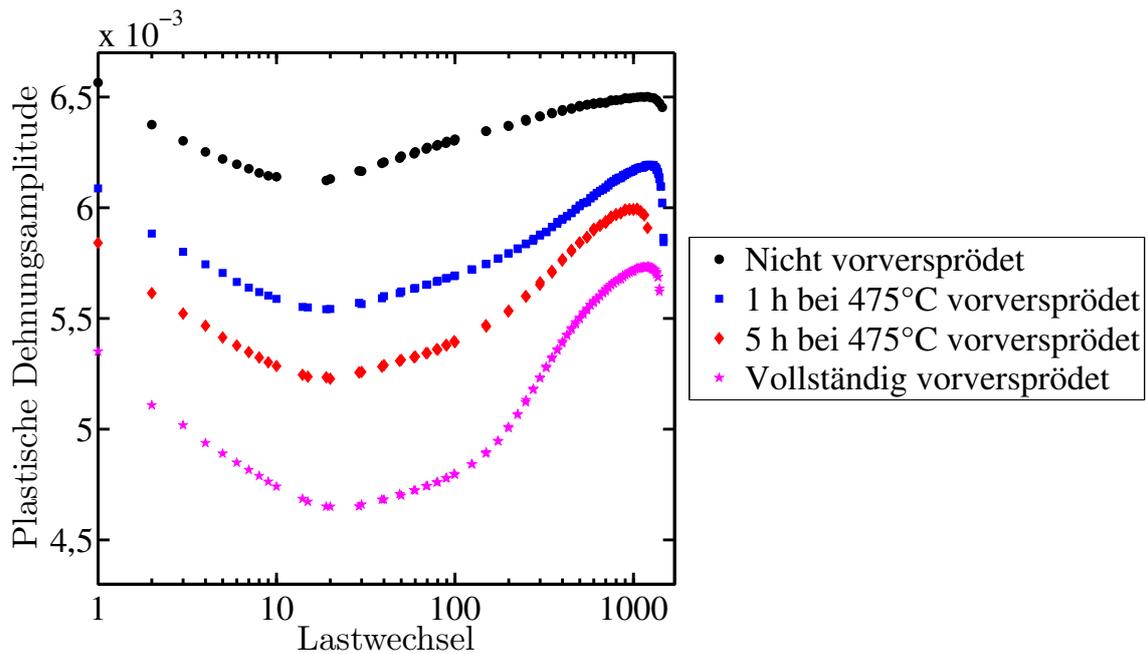


Bild 5.8: Wechselverformungskurven in der Auftragung der plastischen Dehnungsamplitude über der logarithmischen Zyklenzahl für DSS-Proben ermüdet in Gesamtdehnungsregelung mit einer Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta\epsilon}{2} = 1\%$, einem Dehnungsverhältnis von $R_D = 1$ und einer Frequenz von $f = 0,005$ Hz bei Raumtemperatur mit unterschiedlicher Vorversprödung bei 475°C .

und von direkten mechanischen Messergebnissen abzugrenzen sind.

5.1.4 Zugfestigkeit des Duplexstahls nach erfolgter zyklischer Verformung

Um die Beanspruchung der Ermüdungsversuche besser einschätzen zu können, wurden Zugversuche bei 475°C an nicht und vollständig vorversprödetem DSS durchgeführt, siehe Tabelle 5.1.

Tabelle 5.1: Zugfestigkeit und Streckgrenze bei 475°C des untersuchten DSSs.

	Nicht vorversprödet	Vollständig vorversprödet
Zugfestigkeit	631 MPa	768 MPa
Streckgrenze $R_{p0,2}$	301 MPa	459 MPa

Ausgewählte Ermüdungsversuche der kraftgeregelten Versuche mit Spannungsamplituden von 375 MPa und 400 MPa und der Versuche mit einer plastischen Dehnungsamplitude von 0,25% wurden für spätere Raumtemperaturzugversuche abgebrochen. Die Kombination der Versuchsfrequenzen und der Abbruchlastspielzahlen wurde so gewählt, dass in allen Versuchsreihen die gleichen Zeiträume bis zum Abbruch der Ermüdungsversuche vorliegen,

damit eine gute Vergleichbarkeit der Zugversuche untereinander entsteht, siehe Tabelle 5.2. Dabei wurden die Zeiträume bis zum Versuchsabbruch auf maximal drei Stunden

Tabelle 5.2: Abbruchlastspielzahl und Dauer der Ermüdungsversuche für nachfolgende Raumtemperaturzugversuche mit Kennzeichnung bei welchen Versuchsbedingungen auch TEM-Untersuchungen durchgeführt wurden.

Amplitude	Temperatur	Frequenz	Zyklen	Zeit	TEM
$\frac{\Delta\sigma}{2} = 375 \text{ MPa}$	475°C	2 Hz	100	50 s	nein
			1000	500 s	nein
			20000	10000 s	ja
$\frac{\Delta\sigma}{2} = 375 \text{ MPa}$	475°C	22 Hz	100	3 s	nein
			1000	45 s	nein
			20000	909 s	ja
$\frac{\Delta\sigma}{2} = 400 \text{ MPa}$	475°C	0,2 Hz	100	500 s	nein
			2000	10000 s	ja
$\frac{\Delta\sigma}{2} = 400 \text{ MPa}$	475°C	2,2 Hz	100	45 s	nein
			2000	909 s	ja
$\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,25\%$	475°C	0,1 Hz	1000	10000 s	nein
$\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,25\%$	20°C	0,1 Hz	1000	10000 s	nein

gewählt, da in diesem Zeitraum die schnellste Veränderung der mechanischen Eigenschaften durch die 475°C-Versprödung auftritt. Die Versuche wurden an nicht vorversprödeten und vollständig vorversprödeten DSS durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Bild 5.9 dargestellt. Als Referenz wurden Ermüdungsproben in der servohydraulischen Prüfmaschine für die gleichen Zeiträume der Ermüdungsversuche versprödet, jedoch ohne eine mechanische Belastung.

Die Zugfestigkeit von vollständig versprödetem DSS liegt unabhängig von der erfahrenen Beanspruchung immer in der Größenordnung von 1050 MPa. Die Zugfestigkeit der nicht vorversprödeten Proben steigt von rund 760 MPa im nicht ermüdeten Ausgangszustand bis rund 940 MPa nach rund drei Stunden Glühung bei 475°C an. Der Verlauf des Anstiegs ist in der zeitlichen Auftragung für alle Beanspruchungen und Lastspielzahlen gleich und deckt sich mit den Ergebnissen der ohne mechanische Belastung versprödeten Proben. Um zu untersuchen, ob eine Veränderung der Zugfestigkeit durch eine Verformungsverfestigung auftritt, wurde nicht versprödetes DSS für 1000 Zyklen bei Raumtemperatur ($T = 20^\circ\text{C}$) mit einer plastischen Dehnungsamplitude von 0,25% ermüdet und anschließend im Zugversuch getestet. Die Zugfestigkeit ist in der gleichen Größenordnung wie für den nicht ermüdeten Ausgangszustand.

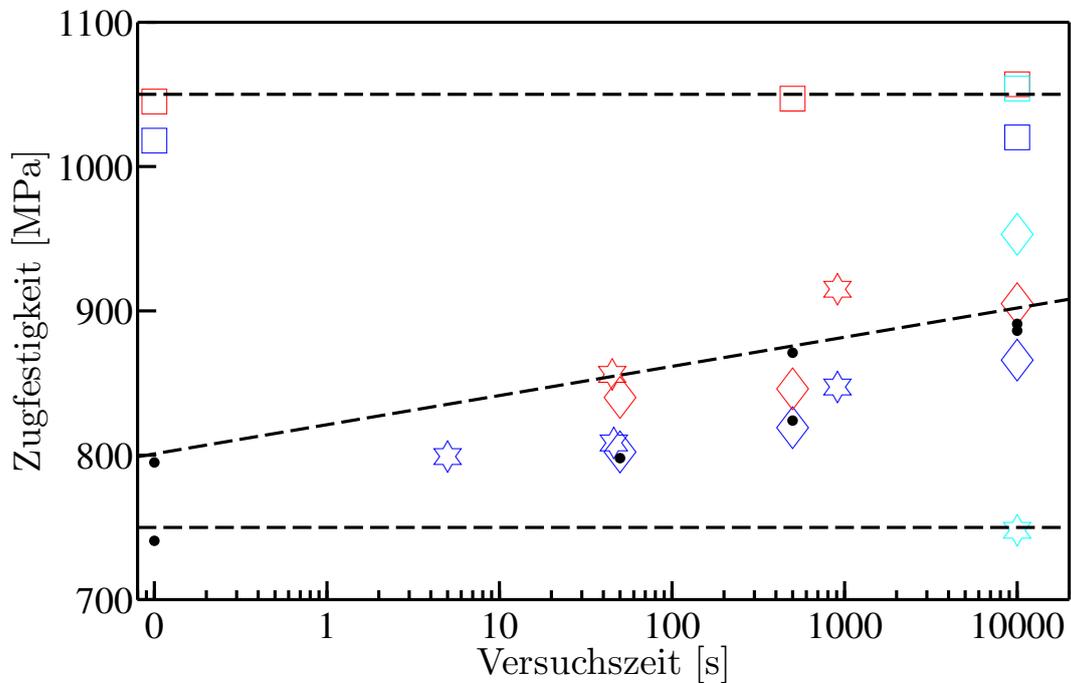
Für Zugversuche an Proben, welche vor den Ermüdungsversuchen nicht vorversprödet

wurden, ist immer eine duktile Bruchmorphologie ohne einen sichtbaren Versprödungseffekt zu beobachten. Für Zugversuche an Proben, welche vor der Ermüdung vollständig versprödet worden sind, ist immer eine spröde Bruchmorphologie zu erkennen.

5.1.5 Transmissionselektronenmikroskopische Untersuchung des ermüdeten Duplexstahls

Einige der kraftgeregelten Ermüdungsversuche wurden für nachfolgende TEM-Untersuchungen wiederholt und abgebrochen. Dabei wurde als Abbruchlastspielzahl immer die höchste Abbruchlastspielzahl aus den für die Zugversuche ermüdeten Proben verwendet, siehe auch Tabelle 5.2 (S. 75). Im nicht ermüdeten und nicht versprödeten Ausgangszustand sind nur vereinzelt Versetzungen vorhanden und im nicht ermüdeten vollständig vorversprödeten DSS zusätzlich Entmischungszonen der 475°C-Versprödung, siehe Bild 4.4 (S. 53). Der Durchmesser der Entmischungszonen beträgt 10 nm bis 20 nm.

Unabhängig von der Spannungsamplitude ist eine Systematik in den Versetzungsanordnungen zu erkennen. Bei langsamer Ermüdungsfrequenz - dies sind die Versuche bei einer Spannungsamplitude von $\frac{\Delta\sigma}{2} = 375$ MPa bei $f = 2$ Hz und bei einer Spannungsamplitude von $\frac{\Delta\sigma}{2} = 400$ MPa bei $f = 0,2$ Hz - sind in der ferritischen Phase Versetzungskanäle mit sehr hoher Versetzungsdichte und zwischenliegende Bereiche mit insgesamt kleiner Versetzungsdichte zu beobachten, siehe Bild 5.10a. In dem nicht vorversprödeten DSS ist nach einer Ermüdung bei hoher Frequenz ($\frac{\Delta\sigma}{2} = 375$ MPa bei $f = 22$ Hz und $\frac{\Delta\sigma}{2} = 400$ MPa bei $f = 2,2$ Hz) eine Vielfachgleitung zu beobachten, die überall homogen verteilt ist. Damit sind die Versetzungen weniger konzentriert als bei langsamer Frequenz, nehmen aber insgesamt ein größeres Volumen ein, siehe Bild 5.10b. Für den vollständig vorversprödeten DSS sind in der ferritischen Phase bei langsamer Frequenz ($\frac{\Delta\sigma}{2} = 375$ MPa bei $f = 2$ Hz und $\frac{\Delta\sigma}{2} = 400$ MPa bei $f = 0,2$ Hz) Versetzungen mit Einfachgleitung mit einer sichtbar geringeren Versetzungsdichte als für den nicht vorversprödeten DSS zu erkennen, siehe Bild 5.10c. In der austenitischen Phase ist unabhängig von der Spannungsamplitude, dem Versprödungszustand und der Ermüdungsfrequenz immer eine planare Versetzungsanordnung mit einer insgesamt sehr hohen Versetzungsdichte zu beobachten, siehe Bild 5.10d.



- Nur ersprödet bei 475°C
- ◇ Nicht vorversprödet, $\Delta\sigma/2=400\text{MPa}$, $f=0,2\text{Hz}$, $T=475^\circ\text{C}$
- Vollständig vorversprödet, $\Delta\sigma/2=400\text{MPa}$, $f=0,2\text{Hz}$, $T=475^\circ\text{C}$
- ☆ Nicht vorversprödet, $\Delta\sigma/2=400\text{MPa}$, $f=2,2\text{Hz}$, $T=475^\circ\text{C}$
- ◇ Nicht vorversprödet, $\Delta\sigma/2=375\text{MPa}$, $f=2\text{Hz}$, $T=475^\circ\text{C}$
- Vollständig vorversprödet, $\Delta\sigma=375\text{MPa}/2$, $f=2\text{Hz}$, $T=475^\circ\text{C}$
- ☆ Nicht vorversprödet, $\Delta\sigma=375\text{MPa}/2$, $f=22\text{Hz}$, $T=475^\circ\text{C}$
- ◇ Nicht vorversprödet, $\Delta\varepsilon_{pl}/2=0,25\%$, $f=0,1\text{Hz}$, $T=475^\circ\text{C}$
- Vollständig vorversprödet, $\Delta\varepsilon_{pl}/2=0,25\%$, $f=0,1\text{Hz}$, $T=475^\circ\text{C}$
- ☆ Nicht vorversprödet, $\Delta\varepsilon_{pl}/2=0,25\%$, $f=0,1\text{Hz}$, $T=20^\circ\text{C}$

Bild 5.9: Raumtemperaturzugfestigkeit nach abgebrochenen Ermüdungsversuchen bei verschiedenen Belastungsamplituden und Ermüdungsfrequenzen im Vergleich zur Zugfestigkeit von rein thermisch versprödetem Duplexstahl.

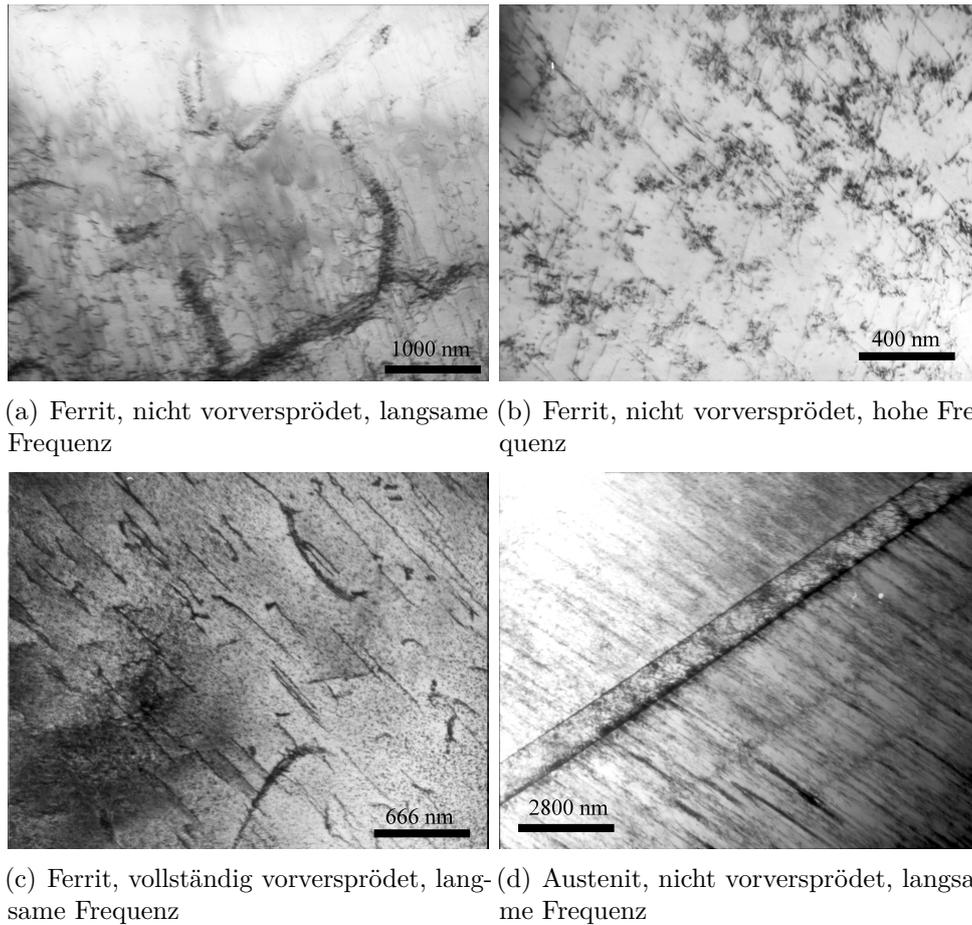


Bild 5.10: Versetzungsanordnungen der Ermüdungsversuche mit Spannungsamplituden von 375 MPa und 400 MPa nach 2000 Lastwechseln.

5.2 Die dynamische Versprödung

5.2.1 Einfluss der Haltezeit auf die Rissausbreitungsrate und die Bruchmorphologie

Es wurde eine Reihe von Versuchen zur Messung der Rissausbreitungsrate durchgeführt. Das Ziel der Versuche war es, den Einfluss der Ermüdungsfrequenz auf die Rissausbreitungsrate zu untersuchen und mit der Bruchmorphologie zu korrelieren, um so Rückschlüsse auf den Schädigungsmechanismus ziehen zu können. Daher wurde die Bandbreite der Versuchsfrequenz so gewählt, dass sowohl eine rein interkristalline, eine rein transkristalline als auch eine gemischte Bruchmorphologie auf der Bruchfläche zu erwarten ist. Die Versuche wurden bei einem Spannungsverhältnis von $R_S = 0,1$ isotherm bei 650°C durchgeführt, da bei dieser Temperatur ein ausgeprägter Einfluss der Sauerstoffkorngrenzendiffusion auftritt, ohne dass der Werkstoff aufgrund der hohen Temperatur zum Kriechbruch oder sofortigem Gewaltbruch durch eine anliegende Kraft neigt.

Bei langsamer Frequenz wurden Haltezeitversuche mit Zykluszeiten von 7 s, 30 s, 100 s, 300 s an Laborluft durchgeführt. Die Zykluszeit für den Versuch mit 300 s teilt sich dabei in eine Lastrampe von 2 s zu maximaler Kraft, eine Haltezeit von 296 s und eine Rampe von 2 s zu minimaler Kraft auf, vergleiche auch Bild 4.1 (S. 51). Daher wird dieser Versuch in Anlehnung an die Zeiten und die Versuchsatmosphäre 2-296-2 Luft genannt. Entsprechend werden die anderen Versuche bezeichnet.

Weiterhin wurden Versuche mit einem sinusförmigen Spannungsverlauf bei den Frequenzen von 1 Hz und 4 Hz an Laborluft durchgeführt. Die Versuche sind daher 1 Hz Luft und 4 Hz Luft benannt. Der Grund für den Wechsel zu einem sinusförmigen Belastungsverlauf bei hoher Frequenz ist die höhere Regelgenauigkeit bei diesen Frequenzen.

Als Referenz wurden zwei Rissausbreitungsversuche im Vakuum durchgeführt, um den Einfluss der Umgebungsatmosphäre zu untersuchen. Ein Versuch wurde mit sinusförmigem Kraftverlauf bei einer Frequenz von $f = 1 \text{ Hz}$ (1 Hz Vakuum) durchgeführt, um das Rissausbreitungsverhalten ohne Haltezeit und ausgeprägte Kriecheffekte zu untersuchen. Der andere Versuch, folgend 2-296-2 Vakuum genannt, wurde mit dem Haltezeitverlauf 2-296-2 durchgeführt, um Haltezeiten und die damit einhergehenden Kriecheffekt zu berücksichtigen.

Alle Versuche wurden in Kraftregelung bei einer minimalen Kraft von 2,22 kN und einer maximalen Kraft von 22,22 kN durchgeführt. Die Kräfte entsprechen bei der Probengeometrie Spannungen von 44,9 MPa bzw. 453,5 MPa. Die Versuchsergebnisse belegen eine

zunehmende Rissausbreitungsrate mit abnehmender Versuchsfrequenz und zunehmender Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors ΔK , siehe Bild 5.11. Hingegen wurde der Versuch 2-296-2 Vakuum nach 12-stündiger Belastung im Haltezeitzyklus bei einem ΔK von $35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ohne Risswachstum abgebrochen. Im weiteren Verlauf des Versuchs 2-296-2 Vakuum wurde die Temperatur von 650°C auf 800°C erhöht, und bereits bei einem ΔK von $20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ im Haltezeitzyklus wurde eine schnelle transkristalline Rissausbreitung festgestellt.

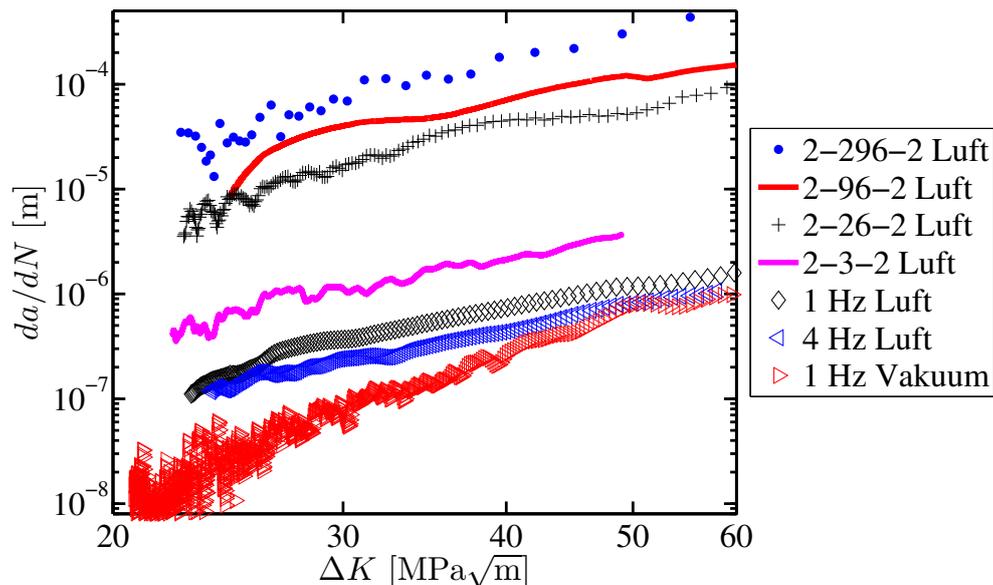


Bild 5.11: Rissausbreitungsrate in IN718 bei 650°C in Luft und Vakuum für die Haltezeitversuche (2-296-2 Luft, 2-96-2 Luft, 2-26-2 Luft, 2-3-2 Luft) und Versuche mit sinsförmigen Spannungsverlauf für Versuchsfrequenzen von $f = 1 \text{ Hz}$ und $f = 4 \text{ Hz}$ bei einem Spannungsverhältnis von $R_S = 0,1$.

Bei einem Vergleich der Zunahme der Rissausbreitungsrate mit zunehmendem ΔK fällt auf, dass für den Versuch 1 Hz Vakuum die Rissausbreitungsgeschwindigkeit mit ΔK stärker ansteigt, als für die anderen Versuche; die Steigung der Paris-Erdogan-Geraden ist größer.

Die Bruchmorphologie hängt von der Frequenz, ΔK und der Atmosphäre ab. Für lange Haltezeiten an Luft (2-26-2 Luft, 2-96-2 Luft und 2-296-2 Luft) ist eine reine interkristalline Bruchmorphologie zu beobachten. Für den Versuch 1 Hz Vakuum ist die Bruchmorphologie vollständig transkristallin. Auf den Bruchflächen der Proben der Versuche 2-3-2 Luft, 1 Hz Luft und 4 Hz Luft treten sowohl inter- als auch transkristallin gebrochene Bereiche auf. Dabei nimmt der Anteil transkristalliner Bruchmorphologie mit der Frequenz und ΔK zu. In Tabelle 5.3 sind die interkristallin gebrochenen Bereiche rot markiert, und

in Bild 5.12 ist eine Vergrößerung der Bruchfläche des Versuchs 1 Hz Luft bei einem ΔK von $37,3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ abgebildet. Es sind inter- und transkristallin gebrochene Bereiche zu erkennen. Die transkristallin gebrochenen Bereiche weisen Schwingstreifen auf. Die Probenoberflächen der beiden Versuche 2-296-2 Luft und 4 Hz Luft wurden hinsichtlich der Gleitspuren am Rissrand im Lichtmikroskop untersucht. Dies war möglich, da die Oberflächen der Proben vor den Versuchen poliert wurden. Im Versuch 2-296-2 sind mehr Gleitspuren und in weiterem Abstand zum Riss entstanden als für den Versuch 4 Hz Luft, siehe Bild 5.13.

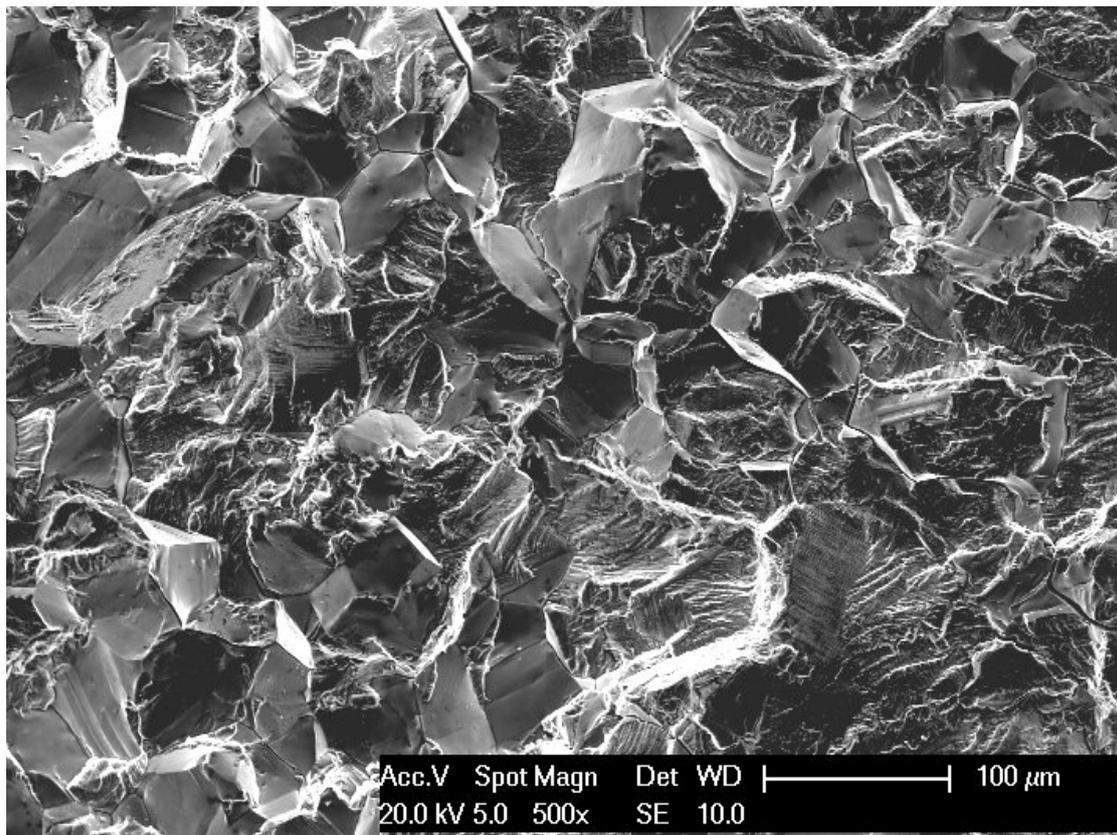
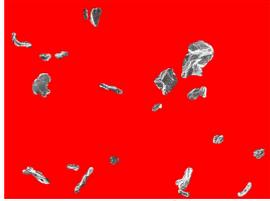
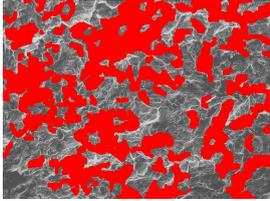
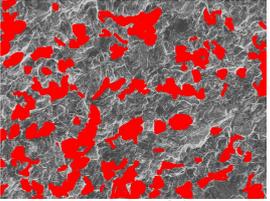
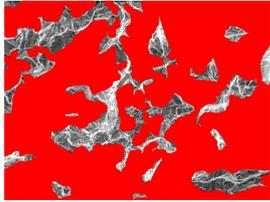
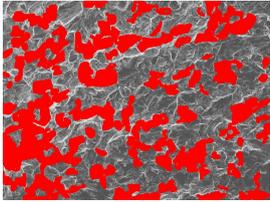
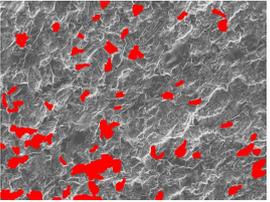
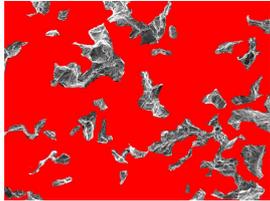
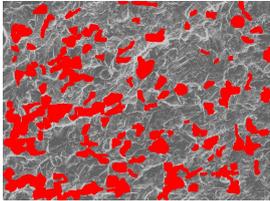
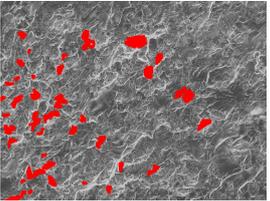
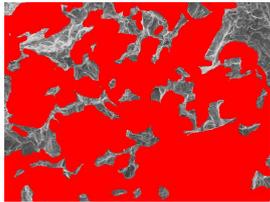
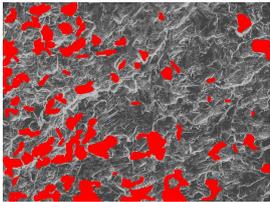
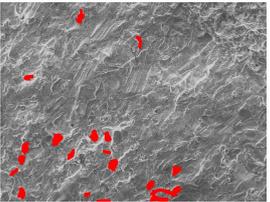


Bild 5.12: Bruchfläche des Versuches 1 Hz Luft bei einem ΔK von $37,3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ mit gleichzeitiger inter- und transkristalliner Bruchmorphologie.

5.2.2 Rissausbreitung im Haltezeitzyklus

Die Rissausbreitung innerhalb eines Haltezeitzyklus wurde für den Versuch 2-296-2 Luft mittels der Wechselstrompotentialsonde und eines Fernfeldmikroskops, welches die Oberflächenrisslänge auf einer Probenseite beobachtet, untersucht. Dabei werden drei Bereiche der Rissausbreitung beobachtet.

Tabelle 5.3: Anteile inter- und transkristalliner Bruchfläche in den Rissausbreitungsversuchen mit gemischter Bruchmorphologie für ausgewählte ΔK . Die Rissausbreitungsrichtung ist von links unten nach rechts oben genau im 45° Winkel. Die interkristalline Bruchmorphologie ist rot markiert. Der Flächenanteil b entspricht dem Anteil der interkristallinen Bruchmorphologie.

ΔK [MPa \sqrt{m}]	Versuch 2-3-2 Luft	Versuch 1 Hz Luft	Versuch 4 Hz Luft
28,5	 $b = 93\%$	 $b = 43\%$	 $b = 25\%$
37,3	 $b = 74\%$	 $b = 30\%$	 $b = 9\%$
44,0	 $b = 75\%$	 $b = 24\%$	 $b = 5\%$
51,8	 $b = 72\%$	 $b = 14\%$	 $b = 2\%$

In Bereich 1 für ΔK kleiner $28 \text{ MPa}\sqrt{m}$ wird ein kontinuierlicher Anstieg der Risslänge beobachtet, siehe Bild 5.14. Im zweiten Bereich bei einem ΔK von $28 \text{ MPa}\sqrt{m}$ bis $43 \text{ MPa}\sqrt{m}$ wird ein „treppenförmiger“ Anstieg der Risslänge beobachtet. Dabei ist die Risslänge während der Haltezeit konstant. In dem Ermüdungszyklus zwischen zwei Haltezeiten wächst der Riss, so dass am Beginn der nächsten Haltezeit der Riss länger ist. Im dritten Bereich für ΔK größer $43 \text{ MPa}\sqrt{m}$ wächst der Riss in der Ermüdung zwischen zwei Haltezeiten und nach einer Art „Inkubationszeit“ auch während der Haltezeit. Diese Beobachtung wird

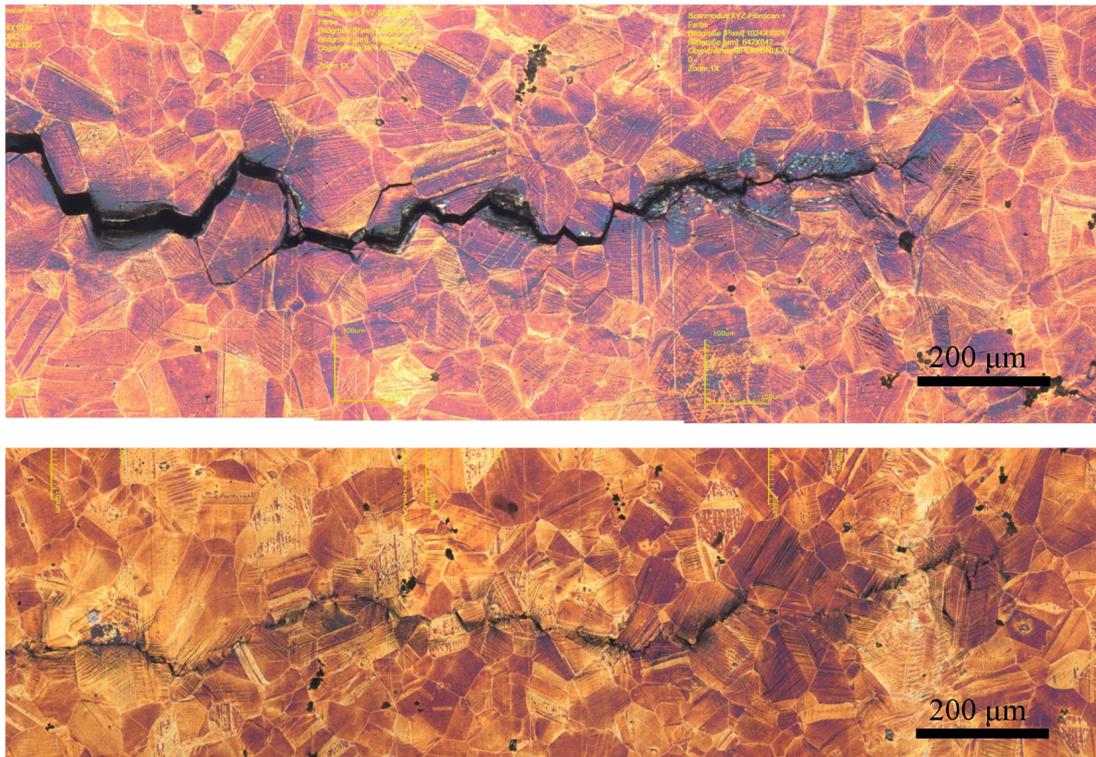


Bild 5.13: Gleitspuren auf der Probenoberfläche für den Versuch 2-296-2 Luft mit Gleitspuren in weitem Abstand zum Riss (oben) und den Versuch 4 Hz Luft mit Gleitspuren nur unmittelbar am Rissrand (unten) bei gleichem ΔK .

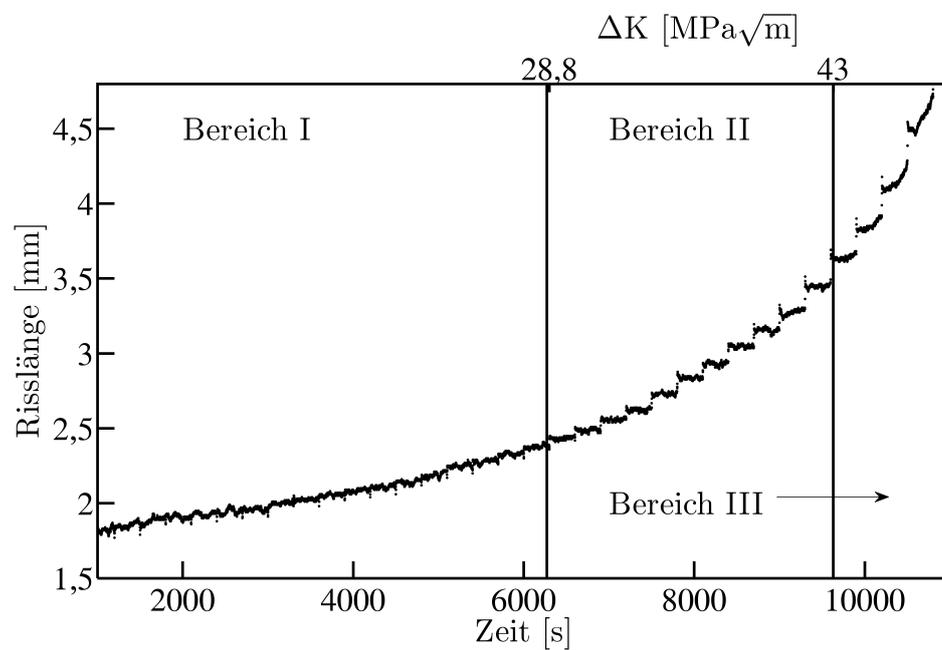


Bild 5.14: Risslänge über der Zeit für den Versuch 2-296-2 Luft mit Kennzeichnung der drei Rissausbreitungsbereiche.

durch die Verfolgung der Oberflächenrisslänge mittels des Fernfeldmikroskops bestätigt. Weiterhin wurde die treppenförmige Rissausbreitung auch in den Versuchen 2-96-2 Luft und 2-26-2 Luft beobachtet.

Aufgrund der Beobachtung, dass es zu einer Rissausbreitung innerhalb der Haltezeit bei hohem ΔK kommen kann, wurde dieser Effekt genauer untersucht. Ziel war es herauszufinden, wann und warum eine Rissausbreitung während der Haltezeit auftritt. Es wurde ein zweigeteilter Versuch durchgeführt. In Teil 1 wurde der Haltezeitzyklus 2-296-2 an Luft geprüft, siehe Bild 5.15. Bei Erreichen einer Spannungsintensität von $38 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ durch die zunehmende Risslänge wurde der Haltezeitzyklus unterbrochen und die maximale Kraft bis zum Versuchsende gehalten. Es wurde also eine konstante Zugkraft wie beispielsweise im Kriechversuch gehalten. Dadurch sollte der Einfluss der statischen Zugkraft auf die Rissausbreitung untersucht werden. Es war zu beobachten, dass anfänglich die Rissausbreitungsgeschwindigkeit $\frac{da}{dt}$ auf null abfällt, was daran zu erkennen ist, dass die Risslänge unmittelbar nach Anlegen der konstanten Last stagniert. Erst nach einer Art „Inkubationszeit“ wächst der Riss wieder. Die dann vorliegende Rissausbreitungsgeschwindigkeit ist ähnlich schnell wie die Rissausbreitungsgeschwindigkeit des Versuchs 2-296-2 Luft.

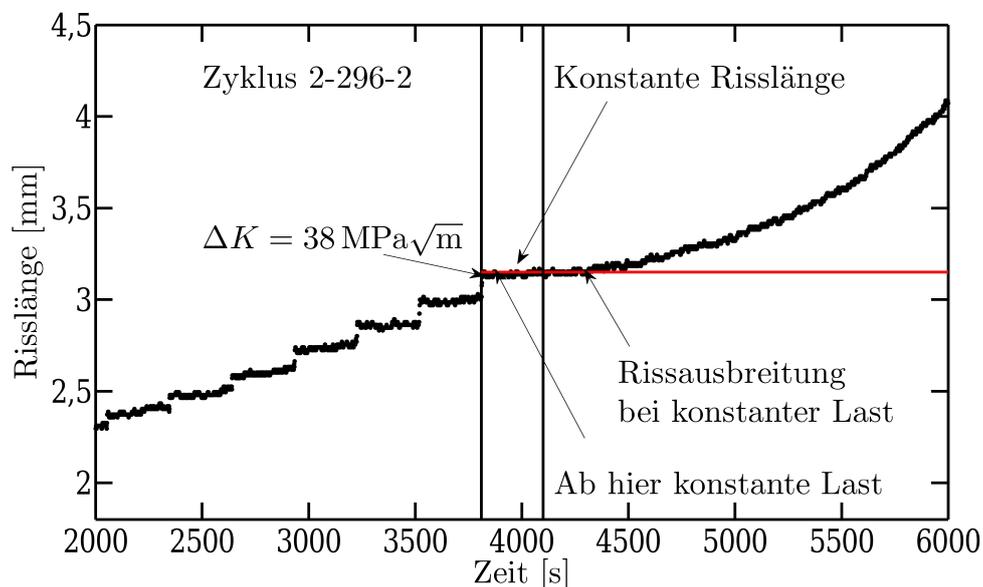


Bild 5.15: Risslänge in Luft bei 650°C über der Zeit für einen Versuch mit einem Haltezeitzyklus im ersten Versuchsteil (2-296-2 Luft) und einer statischen Zugkraft im zweiten Versuchsteil.

Um die Abhängigkeit der interkristallinen Rissausbreitung während einer Haltezeit und die damit verbundene Inkubationszeit besser zu verstehen, wurde ein entsprechender Versuch

durchgeführt. In diesem wurde ein Anfangsriss im Haltezeitzyklus 2-296-2 Luft eingebracht. Anschließend wurde die maximale Kraft so lange gehalten, bis optisch ein Risswachstum festgestellt werden konnte. Dann wurde manuell auf den Haltezeitzyklus 2-296-2 umgestellt und zwei Zyklen durchgeführt, um wieder ein entsprechendes Spannungsfeld vor der Rissspitze auszubilden. Dann wurde erneut die maximale Kraft bis zur Rissausbreitung gehalten. Aus den Versuchsdaten wurde anschließend der Zeitpunkt bis zur Rissausbreitung während der Haltezeit bestimmt. Als Entscheidungskriterium wurde ein Anstieg der Risslänge gerade größer als das Messrauschen herangezogen. Die nötige Zeit bis zur Rissausbreitung in der Haltezeit nimmt mit zunehmendem ΔK ab, siehe Bild 5.16.

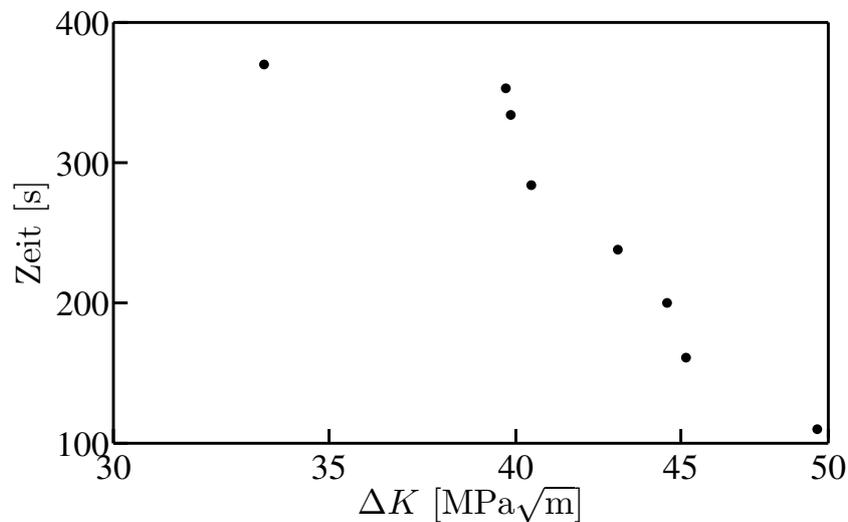


Bild 5.16: Zeit bis zur Rissausbreitung während einer Haltezeit bei verschiedenen ΔK .

5.2.3 Rissausbreitung bei wechselnder Ermüdungsfrequenz und Atmosphäre

Aufbauend auf dem Rissausbreitungsverhalten im Haltezeitzyklus, mit konstanter Risslänge während der Haltezeit, einer Rissausbreitung zwischen zwei Haltezeiten und einer Art Inkubationszeit bis zur Rissausbreitung im Haltezeitzyklus, wurde für das weitere Vorgehen die Arbeitshypothese aufgestellt, dass sich während der Haltezeit eine Art Schadzone vor der Rissspitze ausbildet, welche durch die Ermüdung zwischen zwei Haltezeiten aufbricht. Dieses Verhalten wurde mit einem Versuch mit einem achtfachem Wechsel des Belastungszyklus zwischen der Haltezeitermüdung 2-296-2 Luft und einer Ermüdung mit sinusförmigen Kraftverlauf bei 1 Hz Luft an einer Probe weiter untersucht, Bild 5.17. Sollte sich während der Haltezeit eine Schadzone ausbilden, so müsste im Anschluss an diese die Rissausbreitungsrate bei einer sinusförmigen Beanspruchung anders sein als ohne vorherige Haltezeit.

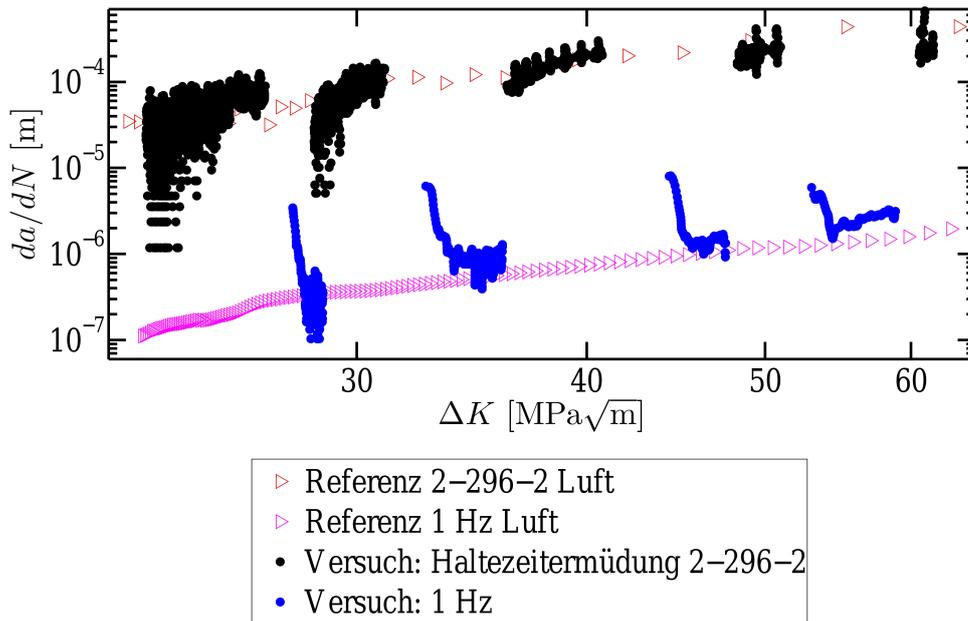


Bild 5.17: Rissausbreitungsrate für einen Versuch mit achtfachem Wechsel des Belastungszyklus vom Haltezeitversuch 2-296-2 an Luft zu einer sinusförmigen Ermüdung bei 1 Hz an Luft und wieder zurück im Vergleich zu den entsprechenden Vergleichsversuchen ohne Wechsel des Belastungszyklus.

Die Ergebnisse zeigen, dass die Rissausbreitungsrate der im Haltezeitzyklus (schwarze Punkte) geprüften Bereiche gleich groß ist, wie im Vergleichsversuch 2-296-2 Luft ohne Wechsel des Belastungszyklus (rote Vierecke). Für die Bereiche, die mit 1 Hz an Luft geprüft wurden (blaue Punkte), schließt sich nach dem Wechsel vom Haltezeitzyklus zur Ermüdung mit 1 Hz ein Übergangsbereich an. In diesem ist die Rissausbreitung erst schneller als im Vergleichsversuch 1 Hz Luft ohne Belastungswechsel (magentafarbene Vierecke). In dem Übergangsbereich nimmt die Rissausbreitungsgeschwindigkeit dann ab und stabilisiert sich abschließend auf dem Niveau des Vergleichsversuchs. Bild 5.18 zeigt die Risslänge über der Zeit im Übergangsbereich. Eine Haltezeit beeinflusst also die Rissausbreitung bei einer nachfolgenden sinusförmigen Beanspruchung.

Eine Untersuchung der Bruchfläche ergibt, dass diese für den Haltezeitzyklus und den Übergangsbereich interkristallin ist, während für den mit 1 Hz eingebrachten Rissfortschritt eine transkristalline Bruchmorphologie beobachtet wird. Weiterhin zeigt die Rissausbreitungsmessung mit der ACPD, dass der Übergangsbereich eine Größe von rund 0,1 mm hat.

Aufbauend auf diesen Beobachtungen wurde der Versuch mit zusätzlichem Wechsel der

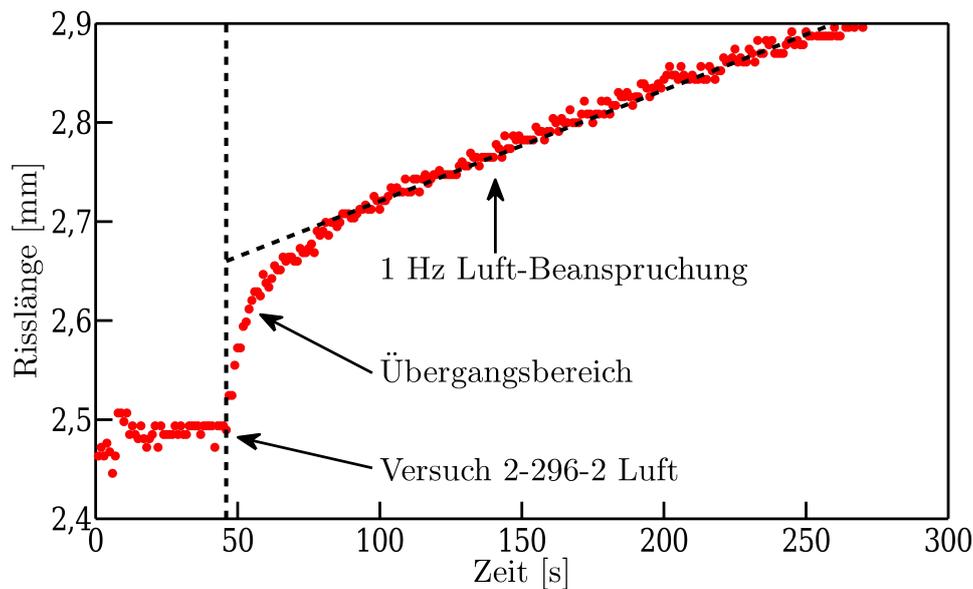


Bild 5.18: Risslänge im Übergang vom Haltezeitzyklus 2-296-2 Luft zur Ermüdung mit 1 Hz.

Atmosphäre wiederholt. Damit soll neben dem Frequenz- bzw. Haltezeiteffekt zusätzlich der Einfluss der Atmosphäre untersucht werden. Der Versuch wurde folgend durchgeführt:

1. Rissausbreitungsmessung an Laborluft im Haltezeitzyklus 2-296-2,
2. Versuchsunterbrechung und Evakuieren des Rezipienten bis zu einem Druck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar,
3. Rissausbreitungsmessung mit sinusförmiger Beanspruchung bei einer Frequenz von 1 Hz im Vakuum,
4. Versuchsunterbrechung und Belüften des Vakuumrezipienten,
5. Rissausbreitungsmessung an Laborluft im Haltezeitzyklus 2-296-2.

Die Messung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit bestätigt die Ergebnisse des vorhergehend beschriebenen Versuchs, der mit einem Wechsel der Ermüdungsfrequenz an Luft durchgeführt wurde, siehe Bild 5.19. Bei der Beobachtung der Rissausbreitung im Vakuum fällt auf, dass die anfängliche Rissausbreitungsgeschwindigkeit nach dem Wechsel schneller ist als im Vergleichsversuch, der vollständig im Vakuum durchgeführt wurde. Mit zunehmender Zyklenzahl nimmt die Rissausbreitungsgeschwindigkeit bis auf das Niveau des Vergleichsversuchs ab und bleibt anschließend auf diesem Niveau. Bei einem erneuten Wechsel zur Rissausbreitung an Luft ist kein Übergangsbereich festzustellen, stattdessen

entspricht die Rissausbreitungsgeschwindigkeit nahezu wieder der des Vergleichsversuchs.

Auf der Bruchfläche wäre eine reine interkristalline Bruchfläche für den Teil in Luft und eine reine transkristalline Bruchfläche für den Teil in Vakuum zu erwarten. Für den in Luft eingebrachten Rissfortschritt ergibt sich auch eine interkristalline Bruchmorphologie, siehe Bild 5.20. Jedoch ist für den in Vakuum erzeugten Rissfortschritt entgegen der Erwartung keine reine transkristalline Bruchmorphologie zu erkennen. Die überwiegend transkristalline Bruchmorphologie ist von interkristallinen Bereichen bzw. Brücken unterbrochen, die von der in Luft eingebrachten interkristallinen Bruchfläche ausgehen.

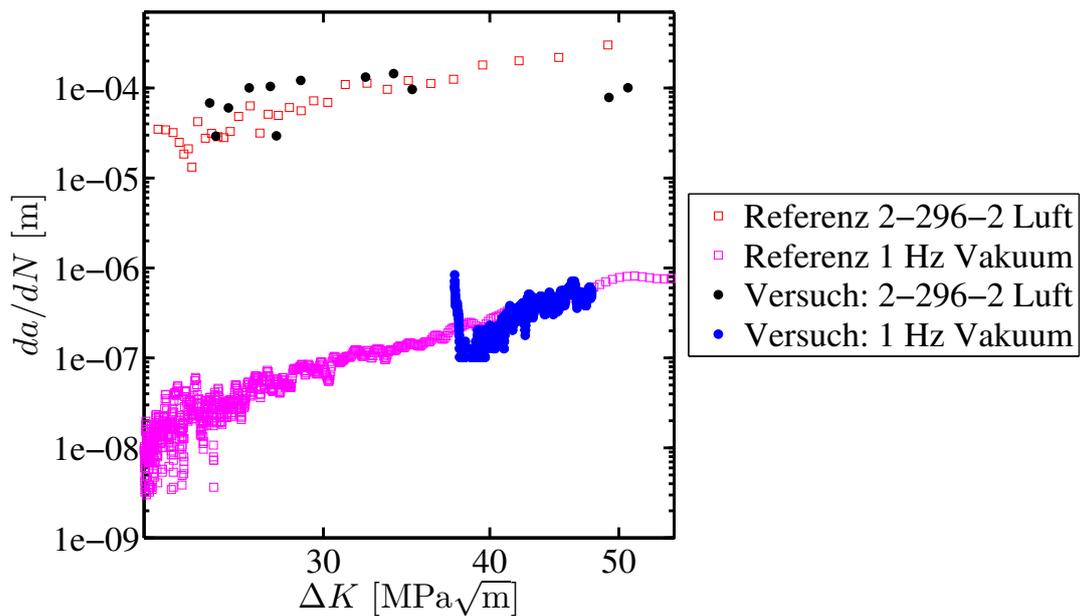


Bild 5.19: Rissausbreitungsrate für einen Versuch mit einem zweifachen Wechsel des Belastungszyklus zwischen dem Haltezeitzyklus 2-296-2 an Luft und einem sinusförmigen Beanspruchung mit 1 Hz im Vakuum im Vergleich zu den entsprechenden Referenzversuchen in Luft und Vakuum.

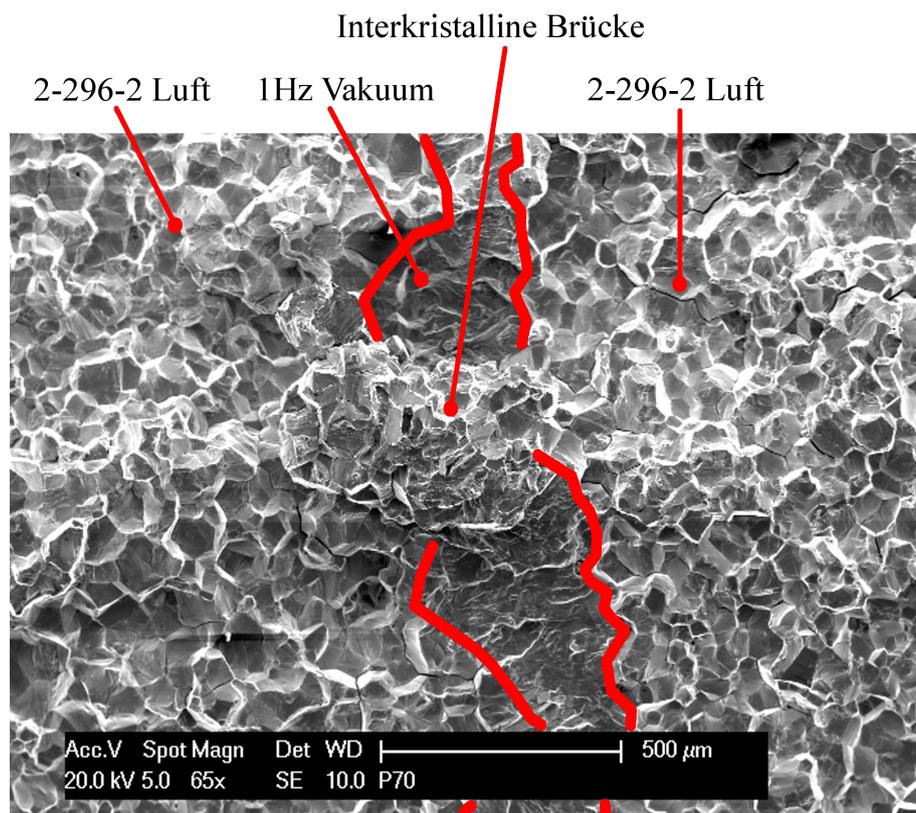


Bild 5.20: Bruchfläche im Übergangsbereich beim Wechsel vom Haltezeitzyklus (links) über die Rissausbreitung im Vakuum mit transkristalliner Bruchmorphologie und einer Art Brücke mit interkristallin aufgebrochenen Körner (Mitte) zum Haltezeitzyklus mit wieder rein interkristalliner Rissausbreitung (rechts).

6 Modellierung

6.1 Die Streckgrenzenverteilung im Duplexstahl

In einem Ermüdungsversuch können für jeden Zyklus zwei Streckgrenzenverteilungsfunktion ermittelt werden: eine für den Zug- und eine für den Druckhalbzyklus. Eine Auswertung der Streckgrenzenverteilungsfunktion für einphasige Werkstoffe erfolgt über den Lokalisationsparameter γ und die halbe Halbwertsbreite ν . Durch die Entwicklung von γ und ν in einem Ermüdungsversuch kann das Ermüdungsverhalten beschrieben werden. In zweiphasigen Werkstoffen ergibt sich idealerweise eine Bifurkation der Streckgrenzenverteilungsfunktion, so dass das Werkstoffverhalten für beide Phasen unabhängig untersucht werden kann, siehe auch Kapitel 2.1 (S. 5ff.).

6.1.1 Berechnung der Streckgrenzenverteilungsfunktion

Um die Auswertung hinsichtlich der Streckgrenzenverteilungsfunktion vornehmen zu können ist eine sehr genaue Datenaufzeichnen mit Minimierung des Messrauschens nötig. Dafür wurden in den Versuchen die Hysteresen mit 10.000 Datenpunkten aufgenommen. Damit die so entstehende Datenmenge besser verarbeitet werden kann, wurden nicht alle Hysteresen jedes Ermüdungszyklus aufgezeichnet, sondern nur die ersten 10 Zyklen, dann jeder 10. Zyklus bis zum 100. Zyklen und dann jeder 50. Zyklus bis zum Versagen. Die Berechnung der Streckgrenzenverteilungsfunktion erfolgte automatisiert für jede Hysterese. Zur Berechnung wurde das Softwarepaket Matlab der Version R2012a verwendet. Für die Berechnung wurde zwischen dem Zug- und dem Druckhalbzyklus unterschieden. Als erstes wurde der jeweilige Hysteresenast bestehend aus Gesamtdehnung und mechanischer Spannung aus den aufgezeichneten Versuchsdaten ausgelesen. Dann wurde der Hysteresenast in den ersten Quadranten transformiert, wobei Ursprung des Koordinatensystems und Beginn des Hysteresensasts zusammenfallen. So wird aufgrund der Koordinatenverschiebung von relativen Koordinaten gesprochen. Da einige der Ermüdungsversuche an DSS bei 475°C erfolgten, tritt die dynamische Reckalterung auf, welche zu einer gezackten Spannungs-Dehnungskurve führt, im Englischen „Serrations“ genannt. Dabei handelt es sich um ein ungleichförmiges Verformungsverhalten, welches in der Spannungs-Dehnungskurve zu negativen Ausschlägen in der gemessenen Spannung führt. Diese Ausschläge wurden

automatisch herausgefiltert und aus dem Datensatz des Hysteresenastes gelöscht. Als Filter wurde angenommen, dass mit zunehmender Laufnummer des Datenpunktes - bestehend aus Dehnung und Spannung - die gemessene Dehnung zunehmen muss. Fiel die Dehnung auf einen Wert ab, der kleiner ist als die maximal bis zu diesem Datenpunkt gemessene Dehnung, wurde der Datenpunkt für die Modellierung nicht beachtet. Diese so bereinigten Daten wurden mittels einer Fourierreihenentwicklung mit sieben Gliedern mit Hilfe der Summe der kleinsten Quadrate gefittet, um eine vom Messrauschen bereinigte Hysteresenkurve zu erhalten. Diese wurden anschließend zweifach differenziert. Der so erhaltene Funktionsverlauf wurde mit $-\frac{1}{E}$ multipliziert, um die Streckgrenzenverteilungsfunktion für die relative Dehnung zu erhalten. Der Elastizitätsmodul wurde dafür aus einem der Hysteresenäste abgelesen.

6.1.2 Modellergebnisse über den Einfluss der Ermüdungsfrequenz auf das Ermüdungsverhalten von DSS bei 475°C

Die 475°C-Ermüdungsversuche an nicht vorversprödeten DSS mit einer plastischen Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,8\%$ wurden hinsichtlich der Streckgrenzenverteilungsfunktion ausgewertet, siehe Kapitel 5.1.2.2 (S. 69ff.) und Bild 5.5 (S. 71). Dadurch soll das Wechselverformungsverhalten aufgelöst nach der Phase untersucht werden. Als Grundlage für die Auswertung wurde die Streckgrenzenverteilungsfunktion verwendet. Die Berechnung der Streckgrenzenverteilungsfunktion ist im vorherigen Kapitel 6.1.1 beschrieben.

Als Beispiel für die ermittelten Streckgrenzenverteilungsfunktionen sind diese für den 5., 30., 400., und 700. Lastwechsel dargestellt, siehe Bild 6.1. Die Verteilungen haben je zwei Maxima. Das linke Maximum entspricht dabei der weicheren austenitischen und das rechte Maximum der härteren ferritischen Phase. Eine Diskussion dieser Annahme erfolgt in Kapitel 7.1.5 (S. 125ff.)

Die Maxima werden über den Lokalisationsparameter definiert, das heißt in diesem Fall der Dehnung, bei welcher das Maximum auftritt, vgl. Grundlagenkapitel 2.1 (S. 5ff.). Aus den Streckgrenzenverteilungsfunktionen wurden die beiden Maxima mit einer Kurvendiskussion bestimmt und die entsprechenden Lokalisationsparameter ausgelesen. Die Veränderung der Lokalisationsparameter für die beiden Versuche an nicht vorversprödetem DSS sind für den Zughalbzyklus für beide Werkstoffphasen in Bild 6.2 zu finden.

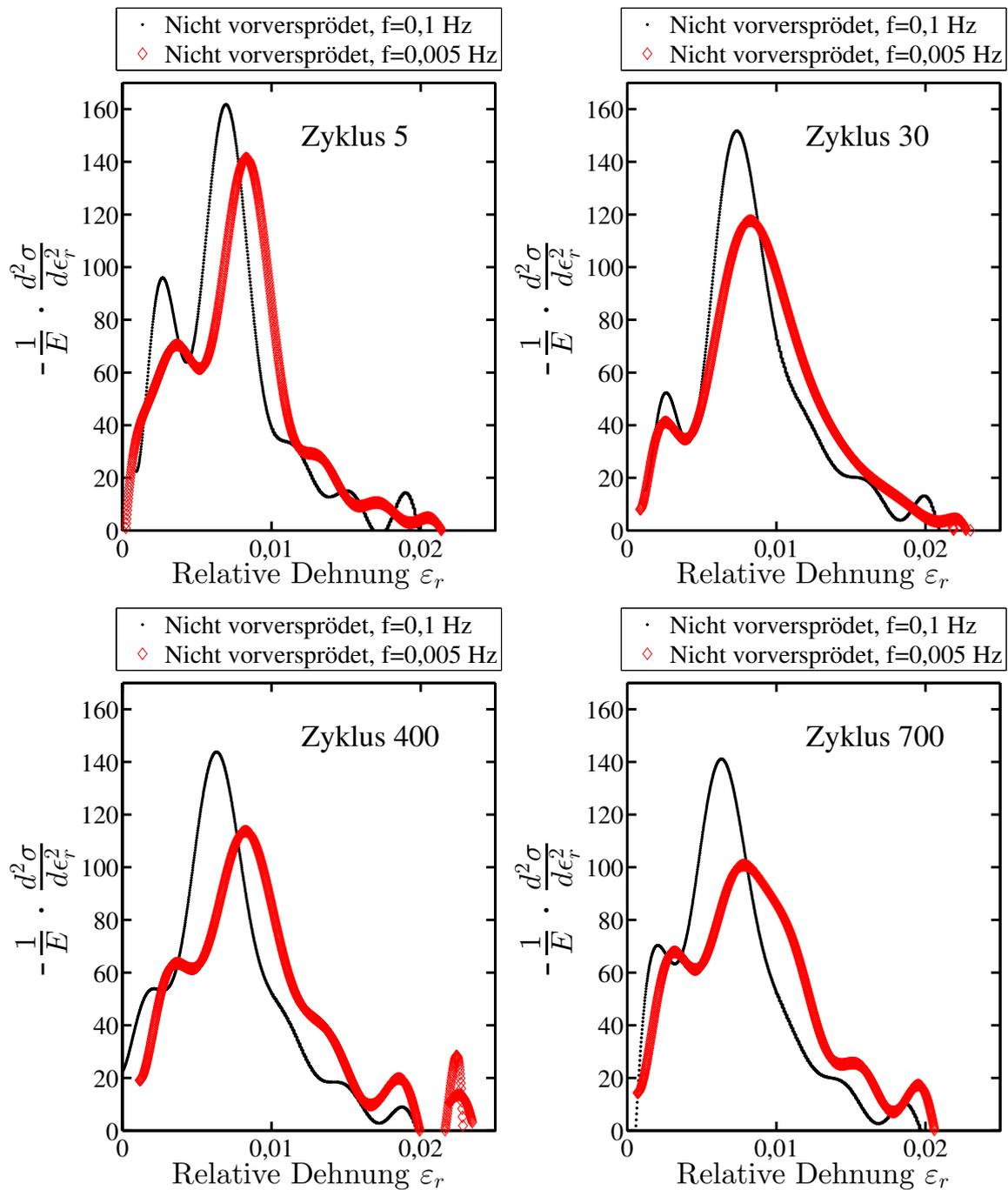


Bild 6.1: Streckgrenzenverteilungsfunktionen für den Zughalbzyklus von Duplexstahl geprüft bei 475°C bei einer plastischen Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta \epsilon_{pl}}{2} = 0,8\%$ bei 475°C in einer Auftragung die relative Dehnung auf der Abszisse.

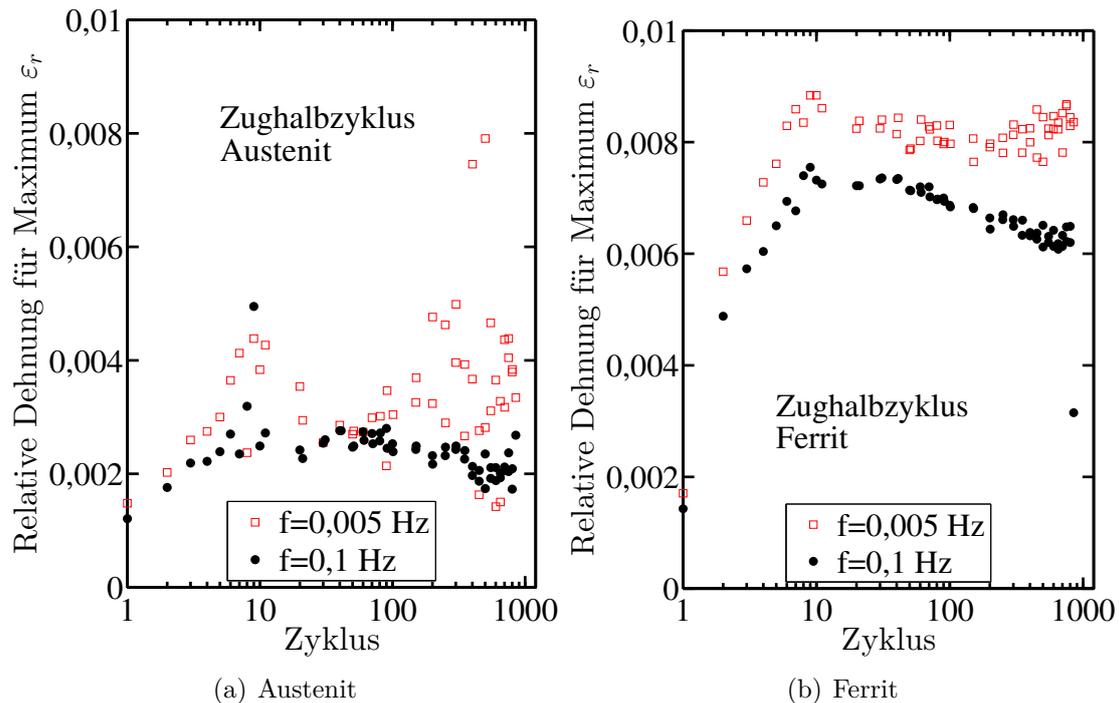


Bild 6.2: Verlauf der Lokalisationsparameter für den Zughalbzyklus für den nicht vorverprädeten Duplexstahl geprüft bei 475°C mit einer plastischen Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = 0,8\%$ ($R_{DP} = -1$) bei 475°C und Ermüdungsfrequenzen von $f = 0,1$ Hz und $f = 0,005$ Hz.

Es ist zu erkennen, dass für die ferritische Phase in beiden Versuchen in den ersten Zyklen die bereits aus den Wechselverformungskurven bekannte Verfestigung auftritt. Im Anschluss tritt in der ferritischen Phase in dem Versuch mit niedriger Ermüdungsfrequenz von $f = 0,005$ Hz eine Entfestigung auf, während im Versuch mit hoher Frequenz von $f = 0,1$ Hz eine Sättigung zu verzeichnen ist. Das Verformungsverhalten der ferritischen Phase ist daher frequenzabhängig. Das Verformungsverhalten der austenitischen Phase ist mit den gemessenen Daten nur schwierig zu bewerten, weil die Streuung der Lage der Maxima in der Streckgrenzenverteilungsfunktion, insbesondere für den Versuche mit langsamer Frequenz, sehr groß ist. Jedoch ist für den Versuch mit schneller Frequenz keine nennenswerte Ver- oder Entfestigung der austenitischen Phase zu erkennen.

6.1.3 Modellierung der Streckgrenzenverteilungsfunktion für die Raumtemperaturermüdungsversuche mit DSS

6.1.3.1 Die Modellierung der Streckgrenzenverteilungsfunktion für die Raumtemperaturermüdungsversuche mit DSS

Bei zweiphasigen Werkstoffen weist die Streckgrenzenverteilungsfunktion idealerweise zwei gut erkennbare Maxima auf, wie beispielsweise in dieser Arbeit für die Hochtemperaturermüdungsversuche mit DSS in plastischer Dehnungsregelung, siehe Bild 6.1 (S. 92). In diesem Fall kann durch die Entwicklung der Lokalisationsparameter und der halben Halbwertsbreite das Ermüdungsverhalten nach der Phase getrennt beschrieben werden. Hingegen zeigen die Streckgrenzenverteilungsfunktionen der Raumtemperaturermüdungsversuche (Kapitel 5.1.3, S. 72ff.) keine solch ausgeprägten Maxima. Die Streckgrenzenverteilungsfunktionen zeigen entweder eine Art Buckel mit nur einem identifizierbarem Maximum (blaue Kurve in Bild 6.3) oder eine Funktion mit einem deutlich indentifizierbarem Maximum aber keinem zweiten erkennbaren (Neben-) Maximum (schwarze Kurve in Bild 6.3).

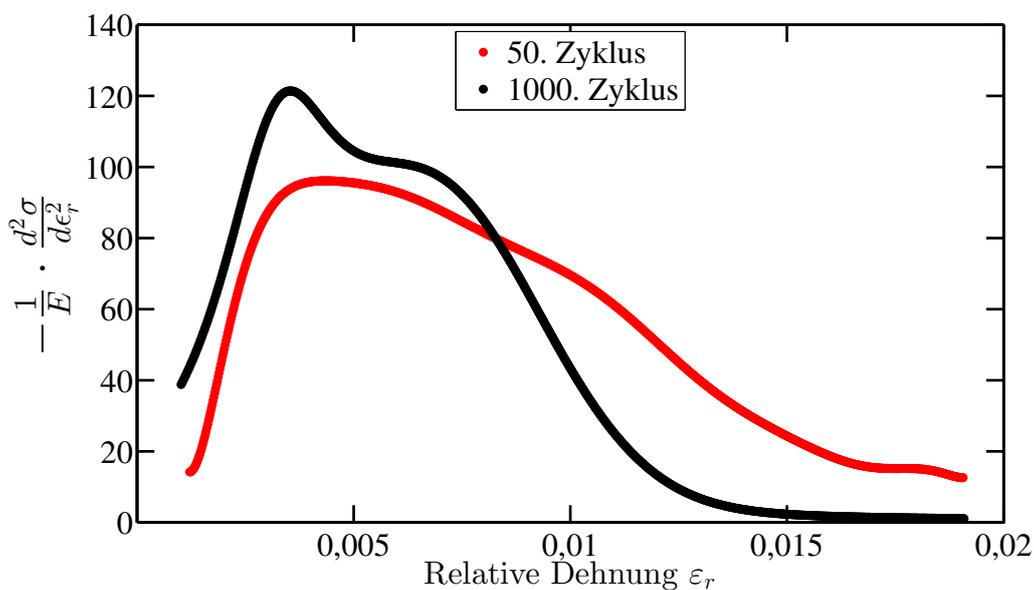


Bild 6.3: Streckgrenzenverteilungsfunktion für den 50. und 1000. Zyklus des 5 Stunden bei 475°C vorversprödeten Duplexstahl ermüdet bei Raumtemperatur mit einer Gesamtdehnungsamplitude von 1% und einer Frequenz von 0,1 Hz.

Um auch bei diesen Verläufen der Streckgrenzenverteilungsfunktionen eine automatisierte Auswertung der Lokalisations- und Breitenparameter für jeden Zyklus zu erreichen, wurde die Idee von Mayer [9] aufgegriffen, die Streckgrenzenverteilungsfunktion mit einer mathematischen Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion zu modellieren und die so modellierten

Funktionsparameter zur Untersuchung des Ermüdungsverhaltens in den beiden Werkstoffphasen zu nutzen. Es wird angenommen, dass sich der DSS wie ein Faserverbundwerkstoff mit parallel zur Kraftangriffsrichtung ausgerichteten Matrix und Fasern verhält und sich so die globale Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion aus der Addition der individuellen Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen der beiden Phasen zusammensetzt. Bei einer Addition von Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen muss eine Gewichtung derart erfolgen, dass die Summe der Integrale der beiden Funktionen wieder eins ergibt [136]. Daher werden bei der Addition der beiden Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen die Gewichtungen zu 1 und $1 - b$ gewählt:

$$F(\varepsilon) = b \cdot F_1(\varepsilon) + (1 - b) \cdot F_2(\varepsilon) \quad (6.1)$$

Dabei sind:

- b der Anteil einer Funktion und
- F eine Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion.

Der Anteil b wurde zu 0,5 gewählt, da beide Werkstoffphasen zu gleichem Anteil im verwendeten DSS vorliegen. Als Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen wurden verschiedenste Verteilungen, unter anderem die Cauchy-, die Normal-, die Gumbel-, die Laplace-, die Crystal-Ball- und die Rayleighverteilung, ausprobiert. Die beste Übereinstimmung der modellierten Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion und der aus den Versuchen ermittelten Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion wurde erreicht, wenn für die austenitische Phase eine Cauchy-Verteilung und für die ferritische Phase eine Normalverteilung die Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion beschreiben. Daher ergibt sich mit Formel 6.1 als Modellfunktion für die globale Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion:

$$F(\varepsilon) = -\frac{1}{E} \cdot \frac{d^2\sigma}{d\varepsilon^2} = \underbrace{\frac{1}{2} \cdot \left(\frac{1}{\pi} \cdot \frac{\nu_{ma}}{\nu_{ma}^2 + (\varepsilon - \gamma_{ma})^2} \right)}_{\text{Austenit}} + \underbrace{\frac{1}{2} \cdot \left(\frac{1}{\nu_{mf}\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{\varepsilon - \gamma_{mf}}{\nu_{mf}} \right)^2} \right)}_{\text{Ferrit}} \quad (6.2)$$

Hierbei bedeuten:

- ν_{ma} die Breite der Modell-Cauchy-Verteilung der austenitischen Phase,

- ν_{mf} die Standardabweichung der Modell-Normalverteilung der ferritischen Phase,
- γ_{ma} das Zentrum der Modell-Cauchy-Verteilung der austenitischen Phase und
- γ_{mf} der Erwartungswert der Modell-Normalverteilung der ferritischen Phase.

Wird die globale Modellfunktion mittels der Summe der kleinsten Quadrate an die gemessenen Streckgrenzenverteilungsfunktionen für jeden Hysteresenast eines Ermüdungsversuchs angepasst, können die Modellparameter γ_{ma} und γ_{mf} bestimmt werden. Der Zusammenhang zwischen den Modellparametern und den manuell an den Funktionen abzulesenden Lokalisationsparametern ist für die Cauchy-Verteilung bereits im Grundlagenkapitel 2.1 erläutert. Für die Normalverteilung entspricht der manuell abzulesende Lokalisationsparameter γ dem Erwartungswert γ_{mf} und die halbe Halbwertsbreite ist über:

$$\frac{\text{Halbwertsbreite}}{2} = 1,1774 \cdot \nu_m \quad (6.3)$$

mit der Standardabweichung verknüpft.

6.1.3.2 Die Modellergebnisse der Streckgrenzenverteilungsfunktion für die Raumtemperaturermüdungsversuche mit DSS

Wird die im vorherigem Kapitel 6.1.3.1 vorgestellte Modellierung mit der globalen Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion (Gleichung 6.2) auf die Ergebnisse der Raumtemperaturermüdungsversuche an DSS angewendet, ergeben sich die in Bild 6.4 dargestellten modellierten Verteilungsfunktionen im Vergleich zu den aus der Datenaufzeichnung berechneten Verteilungsfunktionen, hier im Beispiel für den 50. und 1000. Zughalbzyklus für den Ermüdungsversuch bei Raumtemperatur in Gesamtdehnungsregelung mit DSS, welcher 5 Stunden bei 475°C vorversprödet wurde. Die blauen Kurven entsprechen dabei den aus den Messdaten berechneten Streckgrenzenverteilungsfunktionen, wie in Kapitel 6.1.1 (S. 90ff.) vorgestellt. Die roten Kurven entsprechen dabei den modellierten Streckgrenzenverteilungsfunktionen.

Aufgrund der deutlichen Abweichungen zwischen den Modellfunktionen und den berechneten Funktionen ist eine Analyse hinsichtlich der Übereinstimmung der Modellparameter und der manuell aus den Streckgrenzenverteilungsfunktionen abzulesenden Lokalisations- und Breitenparameter notwendig. Dafür sind die Modellparameter im Vergleich zu den im Zughalbzyklus manuell aus den berechneten Streckgrenzenverteilungsfunktionen abgelese-

nen Lokalisationsparametern (dargestellt durch Rauten) für die Zyklen 5, 10, 100, 500 und 1000 dargestellt, siehe Bild 6.5 und Bild 6.6. Ein Vergleich der Parameter für die beiden Phasen zueinander ist in Bild 6.7 dargestellt.

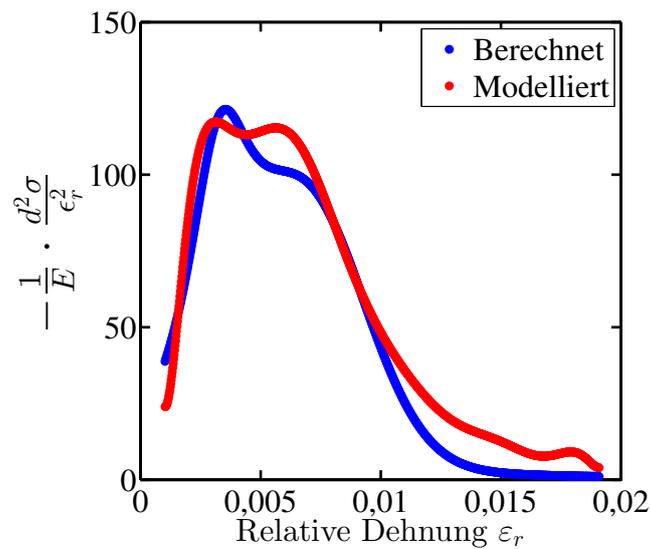
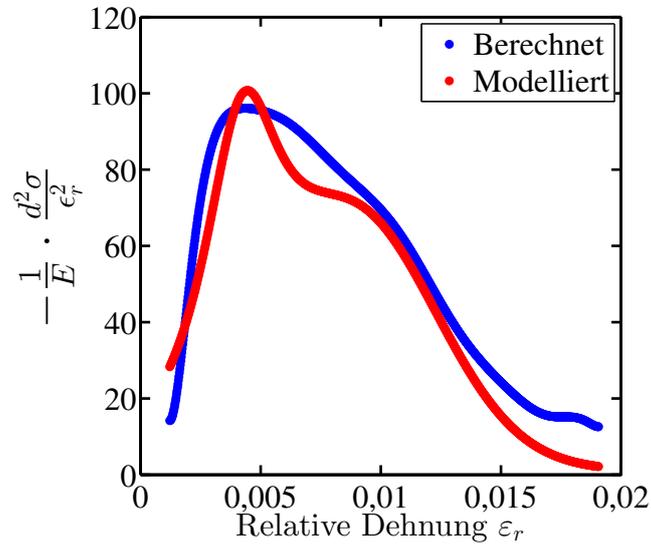


Bild 6.4: Vergleich der gemessenen und modellierten Streckgrenzenverteilungsfunktionen für den 50. und 1000. Zyklus des 5 Stunden bei 475°C vorversprödeten DSS ermüdet bei Raumtemperatur mit einer Gesamtdehnungsamplitude von 1% und einer Frequenz von 0,1 Hz.

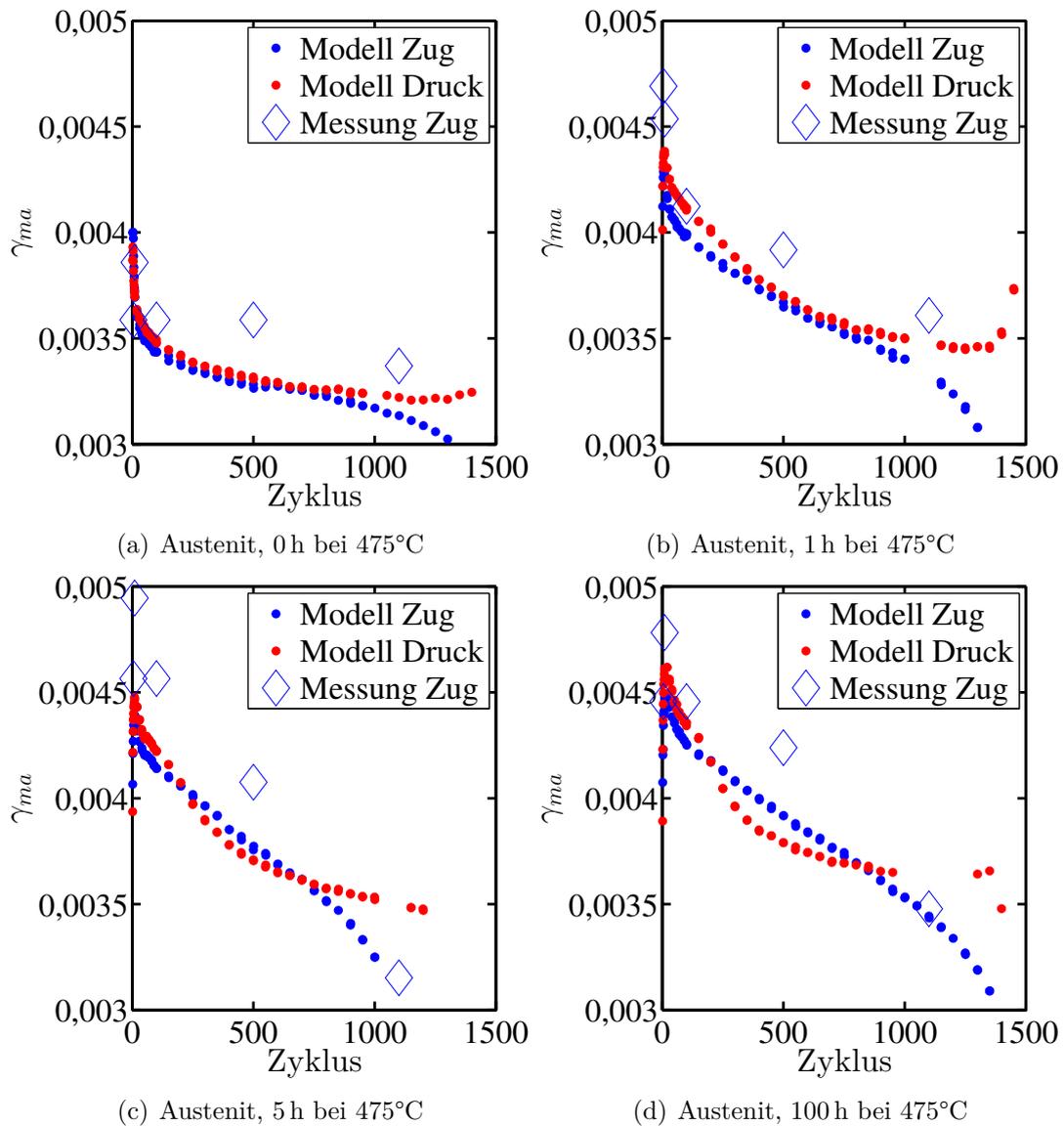


Bild 6.5: Modellparameter der Streckgrenzenverteilungsfunktion (Zug- und Druckhalbzyklus) der austenitischen Phase im Vergleich zu den manuell abgelesenen Parameterwerten für den 5., 10., 100., 500., und 1000. Zyklus (nur Zughalbzyklus) für die dehnungsgeregelten ($\frac{\Delta \epsilon}{2} = 1\%$, $R = -1$) Raumtemperaturermüdungsversuche an Duplexstahl, welcher zuvor nicht oder 1, 5 und 100 Stunden bei 475°C versprödet wurde.

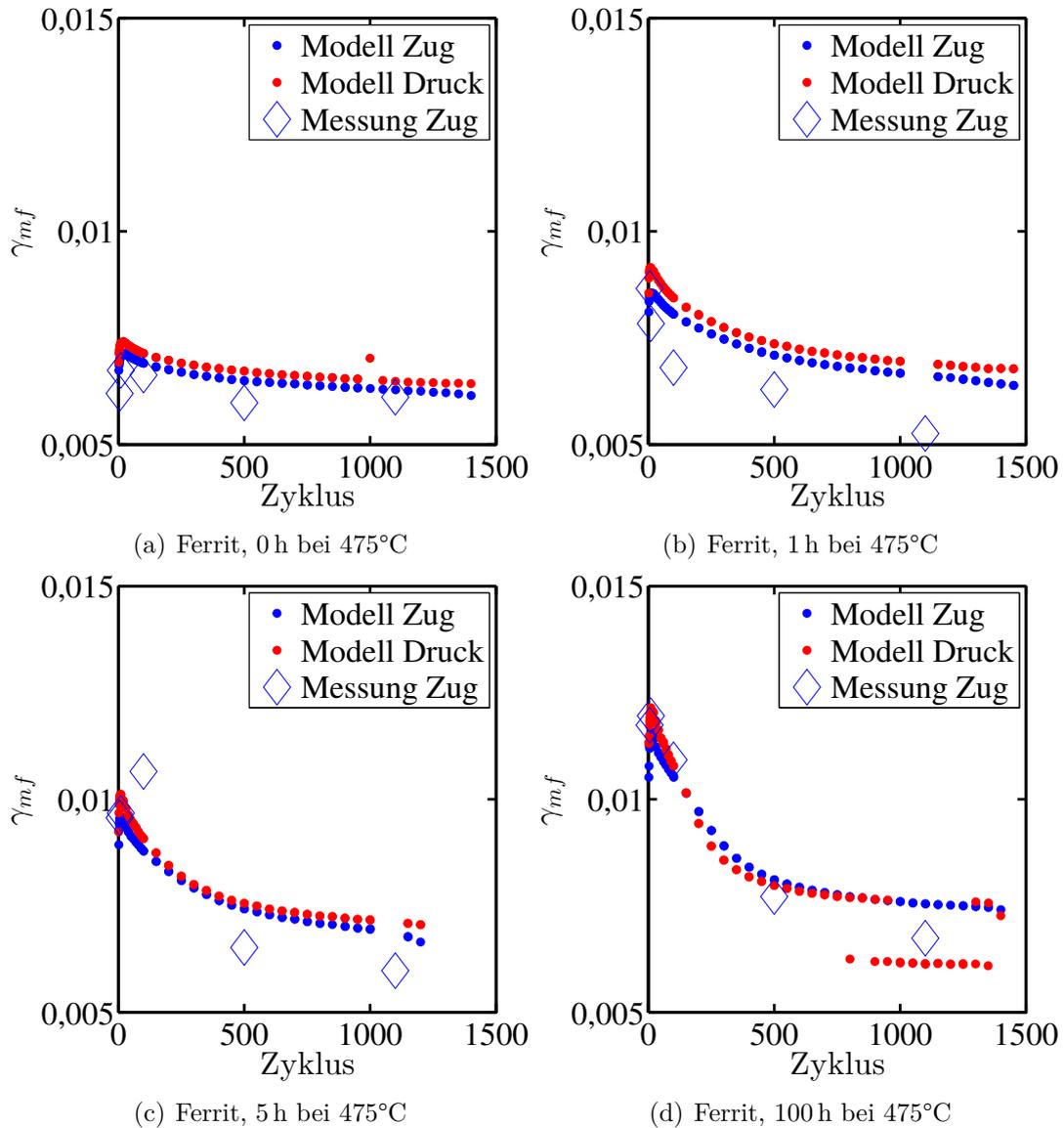


Bild 6.6: Modellparameter der Streckgrenzenverteilungsfunktion (Zug- und Druckhalbzyklus) der ferritischen Phase im Vergleich zu den manuell abgelesenen Parameterwerten beim 5., 10., 100., 500., und 1000. Zyklus (nur Zughalbzyklus) für die dehnungsgeregelten ($\frac{\Delta\varepsilon}{2} = 1\%$, $R = -1$) Raumtemperaturermüdungsversuche an Duplexstahl, welcher zuvor nicht oder 1, 5 und 100 Stunden bei 475°C versprödet wurde.

Die Verläufe zeigen für die ferritische Phase mit zunehmender Vorversprödung eine Zunahme des Startwerts des Modellparameters. Außerdem ist der absolute Abfall des Modellparameters vom Maximum bis zum Ende des Versuchs mit zunehmender Vorversprödung größer. Weiterhin ist der Abfall in der ersten Hälfte des Ermüdungsversuchs schneller als in der zweiten Hälfte.

Für die austenitische Phase ist der Abfall des Modellparameters für die drei Versuche mit vorversprödetem DSS auf ähnlichem Niveau und größer als für den nicht vorversprödeten DSS. Weiterhin ist zu erkennen, dass für die ferritische Phase des DSS, welcher 100 h bei 475°C vorversprödet wurde, eine Fehlanpassung der Modellparameter im Bereich von rund 800 bis 1400 Zyklen vorliegt.

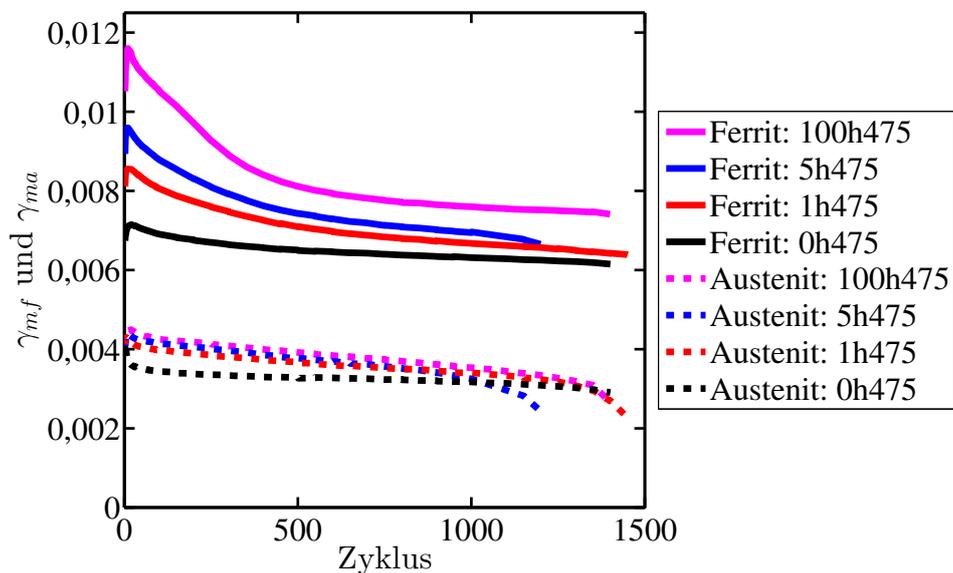


Bild 6.7: Modellparameter für den Zughalbzyklus für die ferritische und die austenitische Phase für die Raumtemperaturermüdungsversuche.

6.2 Die dynamische Versprödung

6.2.1 Das Modell der Rissausbreitung

Das Ziel der Modellierung der Rissausbreitung über einen großen Ermüdungsfrequenzbereich unter dem Einfluss der dynamischen Versprödung ist, den Schädigungsmechanismus zu verifizieren. In den mechanischen Versuchen wurde deutlich, dass es je nach Haltezeit in den Rissausbreitungsversuchen zu einem unterschiedlichen Anteil von inter- und transkristallinem Versagen kommen kann. Die Modellierung der Rissausbreitung allein über die

Sauerstoffkorn grenzendiffusion, wie es im Grundlagenkapitel 3.2.7 in den physikalischen Modellen der Autoren Van Leeuwen [17], Bika et al. [18] and Zhao et al. [19] beschrieben ist, ist daher nicht zielführend, weil so die transkristalline Rissausbreitung im Modell nicht mit berücksichtigt wird. Daher wird ein phänomenologisches Modell gewählt, bei welchem sich die gesamte Rissausbreitungsgeschwindigkeit durch die Summe der einzelnen Schädigungsbeiträge berechnet, vergleiche dazu auch das Grundlagenkapitel 3.2.7 und [72, 122–125, 127].

Denkbare Schädigungsmechanismen, welche zu einer Rissausbreitung in IN718 beitragen können sind:

- eine Rissausbreitung durch Kriecheffekte,
- die Hochtemperaturkorrosion,
- die dynamische Versprödung mit interkristalliner Bruchmorphologie,
- die Ermüdungsrissausbreitung durch die zyklische plastische Verformung und
- mögliche Synergieeffekte der obigen Schädigungsmechanismen, wodurch die Rissausbreitungsgeschwindigkeit weiter steigt.

In Vakuumversuchen konnte gezielt der alleinige Einfluss von Kriechen auf die Rissausbreitung untersucht und für die betrachtete Temperatur von 650°C konnte kein signifikanter Beitrag festgestellt werden, vergleiche Kapitel 5.2.1 (S. 79ff.). Deshalb werden Kriecheffekte bei der Modellierung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit nicht einbezogen.

In den Rissausbreitungsversuchen bei 650°C bekommen die Proben aus IN718 nur eine sehr dünne Anlaufschicht. Weiterhin konnte in Oxidationsversuchen in dem Temperaturbereich um 650°C nur ein sehr geringe Massenzunahme gemessen werden [69, 83]. Daher wird angenommen, dass der Beitrag der Hochtemperaturkorrosion zur Rissausbreitung vernachlässigbar klein ist. Weiterhin wird aufbauend auf der Beobachtung, dass sich das Verhältnis von inter- zu transkristalliner Bruchmorphologie mit der Ermüdungsfrequenz verändert, angenommen, dass sich die Beiträge der dynamischen Versprödung und der Ermüdungsrissausbreitung zur gesamten Rissausbreitung aus den jeweiligen Anteilen der Bruchmorphologie bestimmen. Die dynamische Versprödung führt zu inter- und die Ermüdung zu transkristalliner Rissausbreitung. Es wird ausgeschlossen, dass sich die beiden Effekt gegenseitig verstärken und es so zu einer symbiotischen Beschleunigung der Rissausbreitung kommt. Daher kann die Rissausbreitungsrate als Summe zweier Terme beschrieben werden:

$$\frac{da}{dN}(t, \Delta K)_{ges} = b \cdot \frac{da}{dN}(t, \Delta K)_{int} + (1 - b) \cdot \frac{da}{dN}(\Delta K)_{trans} \quad (6.4)$$

Mit:

- Index *ges* für gesamte,
- Index *int* für interkristallin,
- Index *trans* für transkristallin.

Der transkristallinen Rissausbreitung liegt als Ursache die Ermüdungsrissausbreitung zugrunde. Als modellmäßige Beschreibung wird die LEBM verwendet. Die Beschreibung erfolgt über das Paris-Gesetz:

$$\frac{da}{dN}(\Delta K)_{trans} = C_{trans} \cdot \Delta K^{m_{P_{trans}}} \quad (6.5)$$

Zur Bestimmung der Pariskoeffizienten C_{trans} und $m_{P_{trans}}$ wird das Ergebnis des Rissausbreitungsversuchs 1 Hz Vakuum verwendet, weil in diesem Versuch jeglicher Einfluss einer Sauerstoffdiffusion auf die Rissausbreitung ausgeschlossen werden kann, vergleiche auch Kapitel 5.2.1 (S. 79ff.). Es ist einzuwenden, dass auch bei einer transkristallinen Rissausbreitung in Luft die Sauerstoffdiffusion die Rissausbreitung beschleunigen könnte. Auf diesen Einwand wird in der Diskussion über das Modell eingegangen, siehe Kapitel 7.2.4 (S. 134ff.).

Für die interkristalline Rissausbreitung unter dem Einfluss der dynamischen Versprödung gibt es bislang kein umfassendes und allgemein akzeptiertes Modell des Schädigungsmechanismus. Daher wurde passend zu den Ergebnissen ein dreistufiger Modellmechanismus entwickelt. Im ersten Schritt liegt keine äußere Spannung an der Probe an und der Riss endet an einer Korngrenze (rot im Bild) ohne Sauerstoffbelegung (blaue Punkte im Bild), siehe Bild 6.8. Um die Probe herum befindet sich der Umgebungssauerstoff. Nun wird die maximale Zugkraft des Haltezeitzyklus angefahren. In den Rissausbreitungsversuchen 2-296-2 Luft, 2-96-2 Luft und 2-26-2 Luft wurde eine „treppenförmige“ Rissausbreitung beobachtet, Kapitel 5.2.2 (S. 81ff.). Weiterhin wurde in den Versuchen mit wechselnder Ermüdungsfrequenz und/oder Umgebungsatmosphäre ein Übergangsbereich von der schnellen inter- zu der langsamen transkristallinen Rissausbreitung beobachtet, siehe Kapitel

5.2.3 (S. 85ff.). Daraus wird abgeleitet, dass sich während der Haltezeit eine Schadzone vor der Rissspitze ausbildet. Ohne Schadzone wäre ein transienter Bereich schwer vorstellbar, da sonst ein abrupter Wechsel von schneller interkristalliner zu langsamer transkristalliner Rissausbreitungsrate vorliegen müsste. Daher diffundiert während der Haltezeit im zweiten Schritt der Umgebungssauerstoff, aktiviert durch die Zugspannung und die hohe Temperatur, in die Korngrenze vor der Rissspitze, und es bildet sich so eine diffusionsabhängige Schadzone vor der Rissspitze aus. Im dritten Schritt wird wieder die minimale Kraft des Haltezeitzyklus angefahren. Anschließend wird im vierten Schritt die Probe wieder mit maximaler Kraft belastet. Durch die plastische Verformung in den Schritten drei und vier bricht die Schadzone vor der Rissspitze auf. Nun beginnt der Rissausbreitungszyklus wieder bei Schritt zwei mit der Sauerstoffkorngrenzendiffusion.

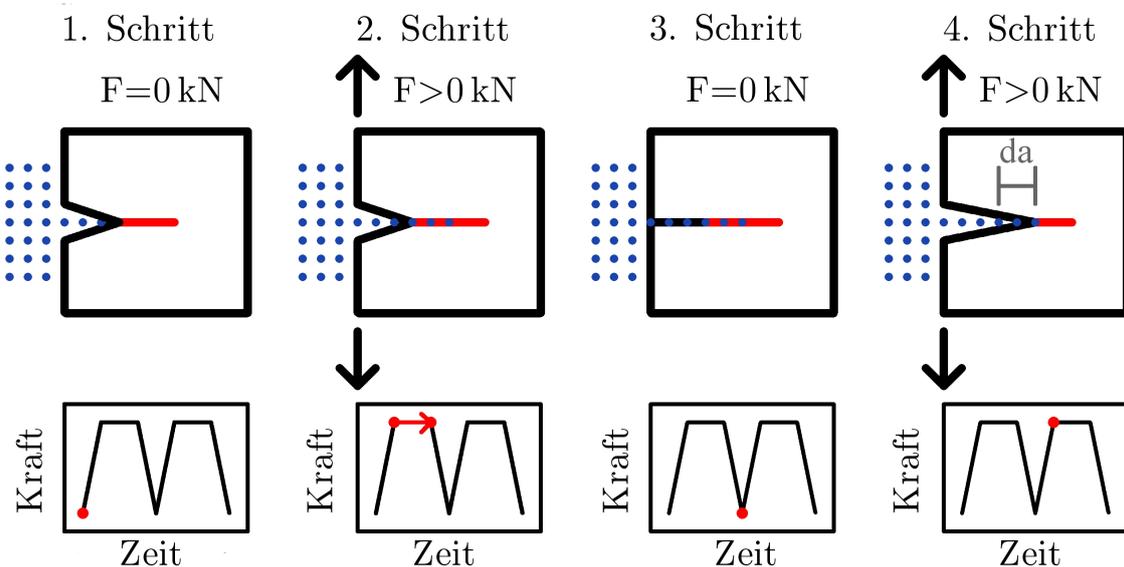


Bild 6.8: Modell der interkristallinen Rissausbreitung durch Diffusion von Sauerstoff (blau) entlang der Korngrenze (rot) unter dem Einfluss der dynamischen Versprödung.

Es wird also angenommen, dass die Größe der Schadzone der Größe der Diffusionszone, eingebracht durch die Haltezeit, entspricht. Weiterhin wird angenommen, dass es eine Korngrenzendiffusion (vgl. Typ C in Bild 2.7, S. 17) ist. In diesem Fall darf die durchschnittliche Diffusionstiefe in den Korngrenzen mit derselben Gleichung berechnet werden wie für die Volumendiffusion [15, 20]. Es gilt mit t als Haltezeit:

$$\text{Diffusionstiefe} = \frac{da}{dN}(t, K_{max})_{int} \sim \sqrt{D_{int}(K_{max}) \cdot t} \quad (6.6)$$

Weiterhin wird angenommen, dass die Schadzone durch die Ermüdungsbelastung in Schritt drei und vier immer bis zu einer bestimmten Sauerstoffkonzentration aufbricht. Dann gilt für die Rissausbreitungsgeschwindigkeit:

$$\frac{da}{dN}(t, K_{max})_{int} = \sqrt{D_{int}(K_{max}) \cdot t} \quad (6.7)$$

Die Haltezeit t wird vom zu modellierenden Versuch bestimmt. t entspricht in den Haltezeitversuchen der Zykluszeit, zum Beispiel 100 Sekunden für den Versuch 2-96-2 Luft. Für die Versuche mit sinusförmigen Kraftverlauf ist t ebenfalls die Zykluszeit, zum Beispiel 0,25 Sekunden für den Versuch 4 Hz Luft.

Mit zunehmendem K_{max} muss der Diffusionskoeffizient D_{int} zunehmen, weil die Rissausbreitungsgeschwindigkeit zunimmt. In Anlehnung an das Paris-Gesetz wird der Zusammenhang durch eine Potenzfunktion beschrieben:

$$D_{int} = C_{int} \cdot (K_{max})^{m_{P_{int}}} \quad (6.8)$$

Bei dieser Herangehensweise ist D_{int} jedoch kein Diffusionskoeffizient im bekannten Sinne, sondern berücksichtigt beispielweise auch den Spannungseinfluss auf die Diffusion. D_{int} ist somit eine effektive Diffusionskonstante. Wird Gleichung 6.8 in Gleichung 6.7 eingesetzt, ergibt sich die Modellfunktion zur Beschreibung der interkristallinen Rissausbreitung durch die dynamische Versprödung:

$$\frac{da}{dN}(t, K_{max})_{int} = \sqrt{C_{int} \cdot K_{max}^{m_{P_{int}}} \cdot t} \quad (6.9)$$

Zur Ermittlung der beiden Modellkonstanten der interkristallinen Rissausbreitung C_{int} und $m_{P_{int}}$ eignet sich der Versuch 2-296-2 Luft, weil bei diesem eine Rissausbreitung auftritt, die nur durch die dynamische Versprödung hervorgerufen wird. Dafür wird die Gleichung 6.9 durch die Methode der kleinsten Fehlerquadrate an die gemessene Rissausbreitungsgeschwindigkeit des Versuchs 2-296-2- Luft angepasst. Einsetzen der Gleichungen 6.5 und 6.9 in 6.4 liefert die Modellgleichung zur Modellierung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit:

$$\frac{da}{dN}(\Delta K, K_{max}, t) = b \cdot \sqrt{C_{int} \cdot K_{max}^{m_{P_{int}}} \cdot t} + (1 - b) \cdot C_{trans} \cdot \Delta K^{m_{P_{trans}}} \quad (6.10)$$

In den Haltezeitversuchen 2-296-2 Luft, 2-96-2 Luft und 2-26-2 Luft nimmt die Haltezeit einen Großteil der Zykluszeit ein. Für den Versuche 2-296-2 Luft sind dies 296s. In den Versuchen 1 Hz Luft und 4 Hz Luft ist die Last in ständigem Wechsel und ohne Haltezeit. Um diesen verschiedenen Belastungsverläufen Rechnung zu tragen, wird ein Korrekturfaktor M eingeführt. Daraus ergibt sich mit Gleichung 6.10:

$$\frac{da}{dN}(\Delta K, K_{max}, t) = b \cdot \sqrt{C_{int} \cdot K_{max}^{m_{P_{int}}} \cdot t \cdot M} + (1 - b) \cdot C_{trans} \cdot \Delta K^{m_{P_{trans}}} \quad (6.11)$$

Zur Anwendung des Modells muss der interkristalline Flächenanteil b bekannt sein. Zwei Wege sind im Rahmen dieser Arbeit zur Bestimmung genutzt worden. Zum einen kann der Anteil direkt auf der Bruchfläche ausgemessen werden, siehe Tabelle 5.3 (S. 82). Zum anderen kann das Verhältnis aus der langsamen Zunahme der interkristallinen Rissausbreitungsrate mit $\Delta K \left(\frac{da}{dN}\right)_{int}$ mit der schnellen Zunahme für die transkristalline Rissausbreitungsrate $\left(\frac{da}{dN}\right)_{trans}$ verwendet werden. Die interkristalline Schädigung nimmt also in Relation zur transkristallinen Schädigung mit ΔK langsamer zu. Nun kann der Anteil der interkristallinen Schädigung bestimmt werden:

$$b = \frac{\frac{da}{dN}(K_{max}, t)_{int}}{\frac{da}{dN}(\Delta K, K_{max}, t)_{ges} \cdot \frac{1}{L}} = \frac{\frac{da}{dN}(K_{max}, t)_{int}}{\frac{da}{dN}(\Delta K, t)_{trans} + \frac{da}{dN}(K_{max}, t)_{int} \cdot \frac{1}{L}} \quad (6.12)$$

Dabei ist L ein Anpassungsparameter. Werden die Gleichungen 6.5 und 6.9 in Gleichung 6.12 eingesetzt, dann ergibt sich die Modellgleichung zur Berechnung des interkristallinen Bruchflächenanteils.

$$b = \frac{\sqrt{C_{int} \cdot K_{max}^{m_{P_{int}}} \cdot t}}{\sqrt{C_{int} \cdot K_{max}^{m_{P_{int}}} \cdot t} + C_{trans} \cdot \Delta K^{m_{P_{trans}}} \cdot \frac{1}{L}} \quad (6.13)$$

Gleichung 6.13 ist nur gültig im Bereich einer Ermüdungsfrequenz, bei der eine gemischte

Bruchmorphologie auftritt. Deshalb müssen die Übergangsfrequenzen zu einer rein inter- oder einer rein transkristallinen Rissausbreitung vorab bestimmt werden. Durch eine Auswertung der Bruchflächen der mechanischen Versuche konnte die Übergangsfrequenz für eine interkristalline Rissausbreitung auf eine Haltezeit von rund 10 Sekunden und für eine transkristalline Rissausbreitung für Frequenzen ab circa 10 Hz abgeschätzt werden. Für eine Diskussion des Modellierungsansatzes ist auf Kapitel 7.2.4 (S. 134ff.) verwiesen.

6.2.2 Die Modellergebnisse

Der Modellparameter M kann zwei Werte annehmen. Für die Versuche 2-96-2 Luft und 2-26-2 Luft, in welchen die Lastrampen nur einen minimalen zeitlichen Anteil an einem Ermüdungszyklus haben ist $M = 1$. Für die Versuche 1 Hz Luft und 4 Hz Luft wurde M zu 0,2564 gewählt, um den anderen Belastungsverlauf zu berücksichtigen. Weiterhin ist für den Versuch 2-3-2 Luft das Verhältnis von Lastrampen zu Haltezeit näher am sinusförmigen Kraftverlauf als an den Haltezeitversuchen 2-26-2 Luft und 2-96-2 Luft, so dass auch für diesen $M = 0,2564$ verwendet wurde. Insgesamt sind die Modellparameter bestimmt worden zu:

- $C_{int} = 1,0023 \cdot 10^{19}$,
- $m_{P_{int}} = 5,4739$,
- $M = 1$ für die Versuche 2-96-2 Luft und 2-26-2 Luft oder $M = 0,2564$ für die Versuche 1 Hz Luft, 4 Hz und 2-3-2 Luft,
- $C_{trans} = 2,3074 \cdot 10^{14}$,
- $m_{P_{trans}} = 4,4215$ und
- $L = 0,0133$.

Die Modellierung erfolgt auf zwei Wegen. Zum einen wurden zur Modellierung die auf den Bruchflächen gemessenen interkristallinen Bruchflächenanteile herangezogen, siehe Tabelle 5.3, S. 82. Dadurch ergibt sich die in Bild 6.9 dargestellte vorhergesagte Rissausbreitungsrate im Vergleich zu den im Versuch gemessenen Werten. Zum anderen wurde die Rissausbreitungsgeschwindigkeit mit den mittels Gleichung 6.13 berechneten interkristallinen Flächenanteilen modelliert, siehe Bild 6.10. Eine Gegenüberstellung der berechneten interkristallinen Bruchflächenanteilen im Vergleich zu den auf der Bruchfläche gemessenen Werten ist in Tabelle 6.1 dargestellt.

Tabelle 6.1: Gegenüberstellung der auf den Bruchflächen manuell gemessenen Anteile interkristalliner Bruchmorphologie im Vergleich zu den berechneten Anteilen.

	Versuch 4 Hz Luft			
ΔK [MPa $\sqrt{\text{m}}$]	28,5	37,3	44,4	51,8
Gemessener Flächenanteil	0,25	0,09	0,05	0,02
Berechneter Flächentanteil	0,24	0,17	0,13	0,11
	Versuch 1 Hz Luft			
ΔK [MPa $\sqrt{\text{m}}$]	28,5	37,3	44,4	51,8
Gemessener Flächenanteil	0,43	0,30	0,24	0,14
Berechneter Flächentanteil	0,39	0,30	0,23	0,19
	Versuch 2-3-2 Luft			
ΔK [MPa $\sqrt{\text{m}}$]	28,5	37,3	44,4	51,8
Gemessener Flächenanteil	0,93	0,74	0,75	0,72
Berechneter Flächentanteil	0,63	0,53	0,47	0,41

Es ist zu erkennen, dass bei beiden Modellierungswegen mit gemessenen oder berechneten interkristallinen Bruchflächenanteil ähnliche Rissausbreitungsraten berechnet werden. Beide liegen in einem Fehlerband kleiner als zwei zu den gemessenen Rissausbreitungsgeschwindigkeiten.

Aufbauend auf diesen Ergebnissen wurde ein Rissausbreitungsversuch mit einer Frequenz von $f = 0,003$ Hz mit sinusförmigem Kraftverlauf unter sonst gleichen Bedingungen zu den anderen Rissausbreitungsversuchen an Luft durchgeführt. Werden die Ergebnisse des Versuchs als Eingangsgröße für die Modellierung der durch die dynamische Versprödung hervorgerufenen, interkristallinen Rissausbreitung herangezogen, kann für die Versuche 1 Hz Luft, 4 Hz Luft und 2-3-2 Luft auf den Korrekturfaktor M bei einer ähnlich guten Übereinstimmung von Modellergebnis zu Messergebnis verzichtet werden. M wird dann eins ($M = 1$) gesetzt.

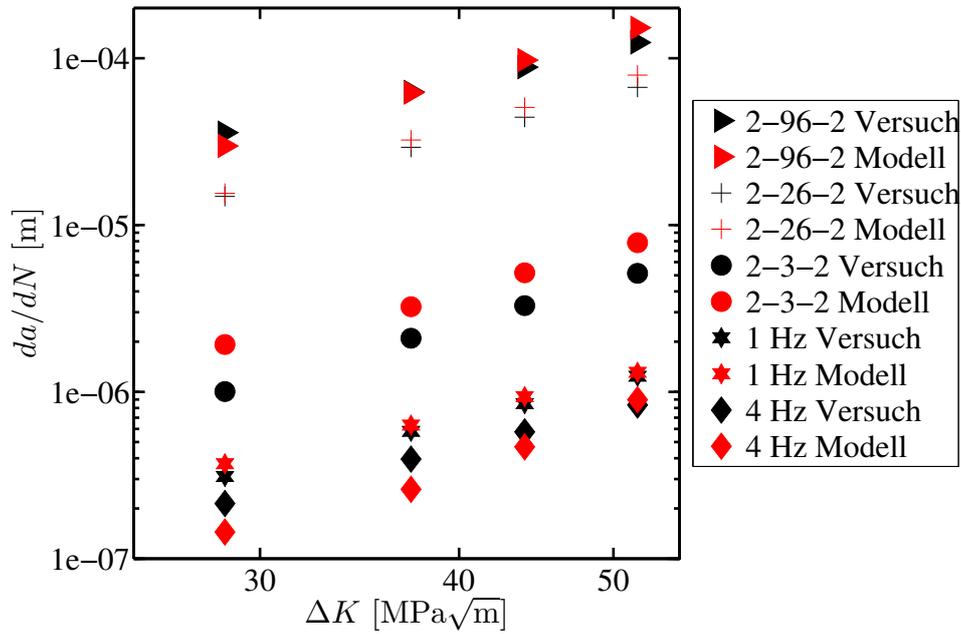


Bild 6.9: Vergleich der gemessenen Rissausbreitungsrate (schwarz) mit der berechneten Rissausbreitungsrate (rot) in IN718. Die Berechnung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit baut auf den experimentell ermittelten interkristallinen Flächenanteilen auf (siehe auch Tabelle 6.1).

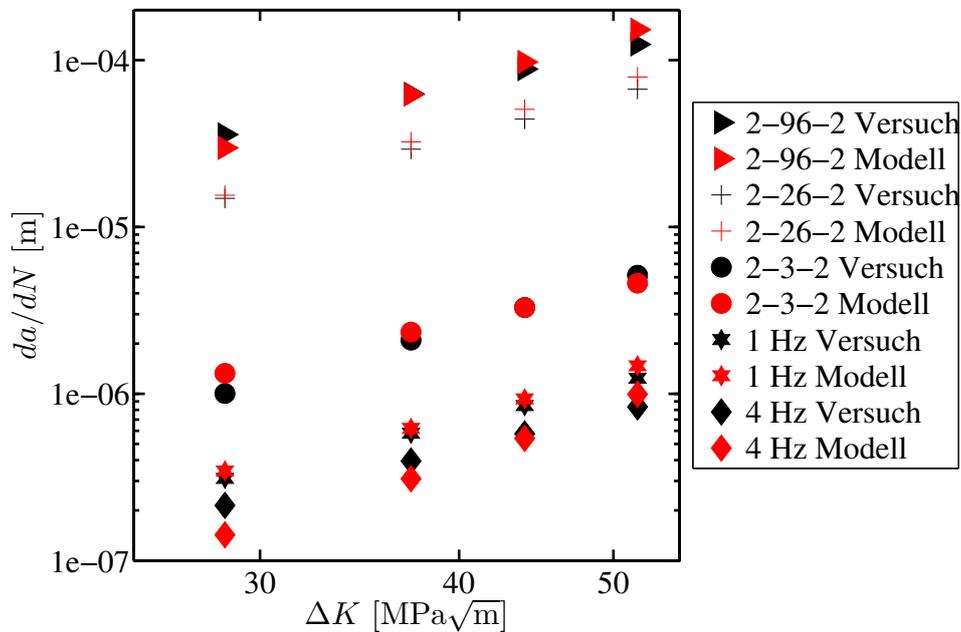


Bild 6.10: Vergleich der gemessenen Rissausbreitungsrate (schwarz) mit der berechneten Rissausbreitungsrate (rot) in IN718 aufbauend auf den durch Gleichung 6.13 berechneten interkristallinen Flächenanteilen.

7 Diskussion

7.1 Die 475°C-Versprödung

7.1.1 Einfluss plastischer Verformung auf den Versprödungszustand von DSS

Es wurden Raumtemperaturermüdungsversuche bei einer Ermüdungsfrequenz von $f = 0,005$ Hz, einer Gesamtdehnungsamplitude von $\frac{\Delta\varepsilon}{2} = 1\%$ und einem Dehnungsverhältnis von $R_D = -1$ bei verschiedenen Vorversprödungen durchgeführt, siehe Kapitel 5.1.3 (S. 72ff.). Bei einer Beschreibung des Ermüdungsverhaltens von DSS stellt sich die Frage, welche der beiden Phasen sich plastisch verformen und das Ermüdungsverhalten mitbestimmen und zu welchem Anteil die beiden Phasen das Ermüdungsverhalten bestimmen bzw. wie die Wechselwirkung der beiden Phasen untereinander ist.

In den ersten 10 bis 20 Zyklen ist eine Verfestigung zu erkennen, siehe Bild 5.7 (S. 73). In beiden Werkstoffzuständen, vorab nicht versprödet und vollständig vorversprödet, konnten im nicht ermüdeten Ausgangszustand nur vereinzelte Versetzungen nachgewiesen werden. Damit kann eine Versetzungsentstehung hervorgerufen durch die 475°C-Versprödung, wie von Weng et al. [27] beobachtet, für die vorliegende Mikrostruktur des Werkstoffs ausgeschlossen werden. Nach erfolgter Hochtemperaturermüdung bei Spannungsamplituden von 375 MPa und 400 MPa sind jedoch in beiden Werkstoffzuständen ermüdungsbedingte Versetzungen zu erkennen, siehe Kapitel 5.1.5 (S. 76) und Bild 5.10 (S. 78). Da die plastische Dehnungsamplitude in den kraftgeregelten Versuchen deutlich kleiner ist als in den gesamtdehnungsgeregelten Raumtemperaturversuchen, ist davon auszugehen, dass auch in den dehnungsgeregelten Versuchen eine Versetzungsentstehung in beiden Phasen auftritt und so eine Kaltverfestigung als Erklärung für die anfängliche Verfestigung in Übereinstimmung mit Hereñú et al. [53] und Armas et al. [54] plausibel ist.

In den Raumtemperaturermüdungsversuchen nimmt mit zunehmender Vorversprödung bei 475°C die maximale Spannung im ersten Hysteresenast zu. Ohne Vorversprödung wird eine maximale Spannung von 647 MPa im ersten Hysteresenast und bei vollständiger Versprödung eine von 846 MPa gemessen. Bereits nach einer Stunde Vorversprödung wird mit einer Spannung von 743 MPa im ersten Hysteresenast die Hälfte der maximalen Zunahme erreicht. Die relative Zunahme der Zugfestigkeit bei Raumtemperatur durch die

Versprödung (siehe Bild 5.9, S. 77) und die relative Zunahme der maximalen Spannung in den Raumtemperaturermüdungsversuchen im ersten Hysteresenast decken sich. Es wird in beiden Versuchen nach einer Stunde Versprödung die Hälfte der maximalen Spannungszunahme einer vollständigen Versprödung erreicht. Der Grund ist, dass vor dem ersten Ermüdungszyklus im Ermüdungsversuch das Material verformungsfrei ist und so der erste Hysteresenast einsinnig ist. In Zugversuchen wird der Anstieg der Zugfestigkeit von DSS mit zunehmender Vorversprödung der festeren ferritischen Phase zugeschrieben [25]. Es ist daher anzunehmen, dass das Startniveau der Spannungsamplitude in den Raumtemperaturermüdungsversuchen überwiegend vom Versprödungszustand bestimmt wird. Dies ist plausibel, weil in der austenitischen Phase bei einer Glühung bei 475°C keine Phasenumwandlung auftritt.

Im Anschluss an die anfängliche Verformungsverfestigung wird in allen Versuchen eine Entfestigung bis zum Versagen beobachtet. Zwar ist in den Versuchen mit zunehmender Vorversprödung auch eine absolute Zunahme der anfänglichen Verfestigung zu beobachten, aber die nachfolgende Entfestigung nimmt mit zunehmender Vorversprödung deutlich stärker zu als die anfängliche Verfestigung. Die Beobachtung einer größeren Entfestigung für vollständig vorversprödeten DSS im Vergleich zu nicht vorversprödetem DSS deckt sich mit den Arbeiten von Sahu [30], Hereñú et al. [53] und Armas et al. [39, 54]. Die Frage ist, ob dieser Mechanismus eher durch eine Veränderungen der ferritischen oder austenitischen Phase hervorgerufen wird. In beiden Phasen wird eine Versetzungsentstehung beobachtet, wie bereits weiter oben beschrieben und diskutiert wurde. Weiterhin ist die Größenordnung der aufgebrachten plastischen Dehnungsamplitude in dem von Llanes et al. [45] beschriebenen Bereich des ferritsch geprägten Verformungsverhaltens, vergleiche auch das entsprechende Grundlagenkapitel 3.1.5 (S. 29ff.). Damit verformen sich beide Phasen plastisch und könnten das stärkere Entfestigungsverhalten von vorversprödetem DSS hervorrufen.

Ein möglicher ursächlicher Entfestigungsmechanismus ist die bereits beschriebene verformungsinduzierte Auflösung spinodal entmischer Bereiche [35, 42–44, 53], siehe auch Kapitel 3.1.4 (S. 27). Durch eine plastische Verformung der ferritischen Phase löst sich die spinodale Entmischung in den Bereichen der Versetzungsentstehung und Versetzungsbewegung auf. In den so von der spinodalen Entmischung befreiten Bereichen nimmt mit der Streckgrenze der Widerstand gegen plastisches Fließen ab. Daher konzentriert sich die weitere plastische Verformung in diesen Bereichen und der Werkstoff entfestigt. Deshalb scheint es als ob das unterschiedliche Entfestigungsverhalten eher von der ferritischen Phase hervorgerufen wird. Bisher konnte dieser Mechanismus zweifelsfrei für einphasige ferritsche Stähle als

Entfestigungsmechanismus nachgewiesen werden [44]. Es fehlt jedoch ein zweifelsfreier Nachweis für DSS, da bei diesem auch die austenitische Phase zur Entfestigung beitragen könnte.

Einen ersten Anhaltspunkt geben ex-situ Messungen mittels der energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDS) im TEM der spinodal entmischten Bereiche in versprödetem DSS vor und nach einer Ermüdung [35]. Die Ergebnisse dieser Messung sind bereits in Kapitel 3.1.4 (S. 27) beschrieben. Die stärkere Entfestigung wird damit nur indirekt der ferritischen Phase zugeordnet, da es keine in-site Messung ist. Interessant wäre eine kontinuierliche Untersuchung innerhalb eines Ermüdungsversuchs. Daher wurde für die Raumtemperaturermüdungsversuche das Ermüdungsverhalten mit der Streckgrenzenverteilungsfunktion untersucht, da mit dieser das Ermüdungsverhalten phasenspezifisch und zyklenabhängig beschrieben werden kann. Es wurde ein Modell aufgestellt (Kapitel 6.1.3, S. 94ff.), mit welchem die Auswertung automatisiert erfolgen kann. An dieser Stelle sollen nur die Modellergebnisse hinsichtlich des Einflusses der plastischen Verformung auf die 475°C-Versprödung diskutiert werden, die Diskussion des Modells erfolgt gesondert, siehe Kapitel 7.1.5 (S. 125ff.).

In den Modellergebnissen in den Bildern 6.6 (S. 99) und 6.7 (S. 100) ist in der ferritischen Phase mit zunehmender Vorversprödung eine stetige Zunahme der Entfestigung zu beobachten, wie die immer größere Differenz zwischen dem Maximalwert und dem Minimalwert am Versuchsende für den Modellparameter γ_{mf} mit zunehmender Versprödung zeigt. Weiterhin ist die durch γ_{mf} gemessene Entfestigung gerade in den ersten Zyklen sehr groß. So ist für den vollständig vorversprödeten DSS in der ferritischen Phase in den ersten 500 Zyklen eine schnelle Entfestigung festzustellen, welche dann in eine folgende moderate Entfestigung übergeht. Die Anzahl der Zyklen schneller Entfestigung nimmt mit abnehmender Vorversprödung ab. So ist beispielsweise für den nicht vorversprödeten DSS die schnelle Entfestigung auf die ersten rund 200 Zyklen beschränkt, bevor eine folgende moderate Entfestigung oder nahezu eine Sättigung zu beobachten ist. Dieses für die ferritische Phase durch γ_{mf} beschriebene Entfestigungsverhalten deckt sich mit dem globalen Entfestigungsverhalten sichtbar in der Wechselverformungskurve der plastischen Dehnung, siehe Bild 5.7 (S. 73) und Bild 5.8 (S. 74).

Hingegen deckt sich das Ermüdungsverhalten der austenitischen Phase, beschrieben durch den Modellparameter γ_{ma} , nicht mit dem globalen Ermüdungsverhalten, siehe Bilder 6.5 (S. 98), 5.7 (S. 73) und 5.8 (S. 74). Für die Versuche mit DSS, welcher für 1 h, 5 h und 100 h vorversprödet wurde, zeigt γ_{ma} immer das gleiche Entfestigungsverhalten im Austenit, so dass keine Unterscheidung zwischen den verschiedenen Versprödungszuständen möglich ist,

siehe Bild 6.5 (S. 98). Lediglich vom nicht vorversprödeten zum 1 h vorversprödeten DSS ist eine Zunahme der anfänglichen Verfestigung und der folgenden Entfestigung zu erkennen. Allerdings ist die Veränderung prozentual betrachtet mit rund 10% bis 15% vernachlässigbar klein gegenüber den Veränderungen der Ver- und Entfestigungen der ferritischen Phase mit über 100% vom nicht vorversprödeten zum vollständig vorversprödeten DSS. Die Auswertung über die Streckgrenzenverteilungsfunktion erlaubt daher nun direkt, die Entfestigung hauptsächlich der ferritischen Phase zuzuordnen.

Der Vollständigkeit halber muss noch diskutiert werden, ob die plastische Dehnungsamplitude in der Versuchsreihe ausreichend ist, den Mechanismus der verformungsinduzierten Auflösung der Entmischung hervorzurufen. In den kraftgergelten Ermüdungsversuchen mit Spannungsamplituden von 375 MPa und 400 MPa wird eine Versetzungsentstehung in der ferritischen Phase beobachtet, die ausreichend für diesen Mechanismus ist, siehe Kapitel 5.1.5 (S. 76). Weiterhin ist die verformungsinduzierte Auflösung der spinodal entmischten Bereiche eine plausible Erklärung für eine zunehmende Entfestigung mit steigender Vorversprödung, siehe Bild 5.7 (S. 73). Außerdem ist die resultierende plastische Dehnungsamplitude dieser Raumtemperaturermüdungsversuche mit rund $\frac{\Delta\varepsilon_{pl}}{2} = 4,5 \cdot 10^{-3}$ groß im Vergleich zu den Werten in anderen Veröffentlichungen [35, 39, 53, 54], die diesen Mechanismus in DSS nachweisen. Es ist daher davon auszugehen, dass auch in dieser Versuchsreihe die verformungsinduzierte Auflösung der spinodalen Entmischung auftritt. Weiterhin ist die plastische Dehnungsamplitude in dem von Llanes et al. [45] beschriebenen Bereich des ferritischen Materialverhaltens, vergleiche auch Kapitel 3.1.5 (S. 29ff.).

7.1.2 Einfluss der 475°C-Versprödung auf das Ermüdungsverhalten in plastisch dehnungsgeregelten Ermüdungsversuchen bei 475°C

7.1.2.1 Verfestigungsmechanismen bei 475°C-Ermüdung

In Kapitel 7.1.1 wurde diskutiert, welchen Einfluss eine Raumtemperaturermüdung auf einen vorab eingestellten Versprödungszustand hat bzw. welchen Einfluss verschiedene Vorversprödungen auf die Ermüdung haben. In Ermüdungsversuchen bei 475°C steht der verformungsinduzierten Auflösung der spinodalen Entmischung die thermisch aktivierte 475°C-Versprödung entgegen, so dass ein anderes Ermüdungsverhalten zu erwarten ist. Das Ermüdungsverhalten in plastischer Dehnungsregelung bei 475°C wurde in drei Versuchsreihen mit Dehnungsamplituden von 0,25% bis 0,80% untersucht, siehe Ergebniskapitel 5.1.2.1 (S. 68), 5.1.2.2 (S. 69) und 5.1.2.3 (S. 71).

Wie in den Raumtemperaturermüdungsversuchen ist auch in diesen Versuchsreihen von einer plastischen Verformung der beiden Werkstoffphasen auszugehen, da bereits bei den kraftgeregelten Versuchen mit einer Spannungsamplitude von 400 MPa, in welchen eine kleine resultierende plastische Dehnungsamplitude auftritt, eine Versetzungsentstehung in beiden Werkstoffphasen zu beobachten ist. Dennoch stellt sich auch hier die Frage, zu welchem Anteil die beiden Phasen das beobachtete Wechselverformungsverhalten hervorrufen. Das beobachtete Ermüdungsverhalten der plastisch dehnungsgeregelten Hochtemperaturermüdungsversuche (z.B. Bild 5.6, S. 72) deckt sich teilweise mit den Beobachtungen aus den Raumtemperaturermüdungsversuchen (Bild 5.8, S. 74). Gemeinsam sind die anfängliche Verformungsverfestigung beider Phasen und die folgende Entfestigung. In den Hochtemperaturermüdungsversuchen hält die Entfestigung jedoch nicht, wie in den Raumtemperaturermüdungsversuchen, immer bis zum Versagen an.

Zwei Versuchsreihen mit Ermüdungsversuchen bei 475°C zeigen dies. Zum einen zeigen die Ermüdungsversuche mit einer plastischen Dehnungsamplitude von 0,8% an nicht versprödetem DSS für die beiden untersuchten Frequenzen unterschiedliche Verläufe der Wechselverformungskurven, siehe Bild 5.5 (S. 71). So fallen in den ersten 200 Ermüdungszyklen die resultierenden Wechselverformungskurven zusammen. Dies entspricht einer Zeit von 0,5 h bei der schnellen Frequenz von $f = 0,1$ Hz oder 11 h bei der langsamen Frequenz von $f = 0,005$ Hz. Ab diesem Zeitpunkt ist für den Versuch mit hoher Frequenz eine weitere Entfestigung zu beobachten, während für den Versuch mit niedriger Frequenz eine Sättigung einsetzt, die bis zum Versagen anhält, siehe Bild 5.5 (S. 71). Da der einzige Unterschied zwischen den beiden Versuchen die Frequenz und damit die Versuchszeit ist, könnte ein zeitabhängiger Verfestigungsmechanismus zum Unterschied führen. Zum anderen zeigt die Versuchsreihe mit einer Frequenz von $f = 0,1$ Hz für verschiedenen plastischen Dehnungsamplituden $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2}$ von 0,8%, 0,55%, 0,35% und 0,25% mit sinkender plastischer Dehnungsamplitude eine zunehmende sekundäre Verfestigung zum Versuchsende, siehe Bild 5.6 (S. 72).

Damit zeigen die beiden Versuchsreihen, dass ein Verfestigungsmechanismus vorliegen muss, der von der Versuchszeit und der Größe der plastischen Verformung beeinflusst wird. Eine sekundäre Verfestigung wurde bereits in früheren Arbeiten in isothermen Ermüdungsversuchen bei 475°C [35, 39, 54] und 400°C [56] beobachtet. Für höhere oder niedrigere Temperaturen [35, 39, 53–56] war nach anfänglicher Verformungsverfestigung nur eine Sättigung oder eine Entfestigung zu beobachten. Zum Nachlesen sei auf die Beschreibung des Ermüdungsverhalten im Literaturkenntnisstand in Kapitel 3.1.6 (S. 30ff.) verweisen. In Raumtemperaturermüdungsversuchen liegt entweder eine Entfestigung oder

eine Sättigung vor, jedoch für unterschiedlichste Beanspruchungen niemals eine sekundäre Verfestigung [30, 48], wie auch die Ergebnisse dieser Arbeit in Bild 5.7 (S. 73) zeigen. Daher deuten die Ergebnisse darauf hin, dass die sekundäre Verfestigung durch thermische Effekte hervorgerufen wird.

In einigen Veröffentlichungen [54, 58] wird diese Verfestigung des DSS der voranschreitenden 475°C-Versprödung und der dynamischen Reckalterung zugeschrieben. Beide Mechanismen treten im Temperaturbereich der 475°C-Versprödung auf. In Versuchen außerhalb des Temperaturbereichs der 475°C-Versprödung fehle diese zusätzliche Verfestigung durch die beiden Mechanismen, so dass eine Entfestigung zu beobachten sei. Eine andere Erklärung ist die massive Versetzungsentstehung durch Ermüdungsbeanspruchung im Temperaturbereich der dynamischen Reckalterung [56], wodurch es zu einer Art Kaltverfestigung kommt. Hereñú et al. [35] sehen die 475°C-Versprödung als alleinige Ursache und gehen aber in ihrer Arbeit nicht auf einen möglichen Einfluss der dynamischen Reckalterung ein. Zusätzlich geben Hereñú et al. keine Versuchszeit bzw. Ermüdungsfrequenz an, so dass der Einfluss der 475°C-Versprödung nicht abgeschätzt werden kann.

In den Ermüdungsversuchen bei 475°C dieser Arbeit mit einer plastischen Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta\varepsilon_{pl}}{2} = 0,8\%$ an nicht vorversprödetem DSS mit den Versuchsfrequenzen von $f = 0,005$ Hz und $f = 0,1$ Hz (Bild 5.5, S. 71) ist zu erkennen, dass ein Einfluss der Reckalterung nahezu ausgeschlossen werden kann. In beiden Versuchen ist in den ersten 200 Zyklen ein identischer Verlauf der Wechselverformungskurven zu beobachten, wobei sehr unterschiedliche Dehnraten vorliegen. Normalerweise wären aufgrund der negativen Dehnratenabhängigkeit der dynamischen Reckalterung [23] für die beiden Verformungsgeschwindigkeiten unterschiedliche Spannungsreaktionen zu erwarten. Damit scheint die Reckalterung als Ursache unwahrscheinlich. Weiterhin weichen die beiden Kurven erst nach 200 Zyklen, wobei dies einer Zeit von 0,5 Stunden für die schnellere Frequenz und 11 Stunden für die langsame Frequenz entspricht, voneinander ab. Die Reckalterung sollte aber in allen Zyklen sichtbar werden. Die 475°C-Versprödung hingegen ist ein zeitabhängiger Effekt, so dass mit zunehmender Versuchszeit und Verfestigung eine Abweichung auftreten sollte, was auch beobachtet wird.

Das Argument, dass die sekundäre Verfestigung aus einer massiven Versetzungsentstehung resultieren mag [56], scheint auch eher unwahrscheinlich, da durch die Versetzungsbewegung eine verformungsinduzierte Auflösung der spinodalen Entmischung auftritt und so keine Verfestigung entstehen sollte, siehe vorhergehende Diskussion. Ein Blick in das Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm zeigt, dass als einzige Phasenumwandlung bei 475°C die 475°C-Versprödung auftritt, siehe Bild 3.1 (S. 23). Damit können thermisch

aktivierte Effekte in der austenitischen Phase als Ursache ausgeschlossen werden. Weiterhin sind die Auswirkungen der Verfestigung durch Versetzungsentstehung in der Verformungsverfestigung am Anfang der Ermüdungsversuche zu beobachten. Daher deutet erneut alles darauf hin, dass die Unterschiede im Ermüdungsverhalten und insbesondere auch für die sekundäre Verfestigung durch die 475°C-Versprödung und damit durch Vorgänge in der ferritischen Phase hervorgerufen werden. Weitere Unterstützung findet diese Aussage durch die Auswertung mittels der Streckgrenzenverteilungsfunktionen.

Ebenso wie in den Raumtemperaturermüdungsversuchen ermöglicht die Auswertung über die Streckgrenzenverteilung für die Versuche mit einer plastischen Dehnungsamplitude von 0,8% den starken Einfluss der ferritischen Phase auf das Ermüdungsverhalten des DSS zu belegen, siehe Bild 6.2 (S. 93). Das Festigkeitsniveau der austenitischen Phase ist für beide geprüften Frequenzen gleich groß. Hingegen ist für die ferritische Phase nach der anfänglichen Kaltverfestigung eine Abweichung der Festigkeitsniveaus für die beiden Versuche mit unterschiedlicher Ermüdungsfrequenz zu sehen. Nach rund 200 Zyklen entfestigt die ferritische Phase des DSS, geprüft mit $f = 0,1$ Hz, während bei einer Frequenz $f = 0,005$ Hz eine Sättigung auftritt. Damit stimmt die Zyklenzahl dieser Abweichung mit dem in der Wechselverformungskurve ersichtlichen globalen Ermüdungsverhalten überein, siehe Bilder 6.2 (S. 93) und 5.5 (S. 71).

Die gesamt Ergebnislage legt den Schluss nahe, dass die sekundäre Verfestigung aus der 475°C-Versprödung entsteht, und dass das unterschiedliche Verformungsverhalten in den verschiedenen Versuchen überwiegend durch die ferritische Phase hervorgerufen wird und dass die austenitische Phase eher einen geringen Anteil an dem unterschiedlichen Ermüdungsverhalten hat.

7.1.2.2 Einfluss von Dehnungsamplitude und Versuchsfrequenz

In den Raumtemperaturermüdungsversuchen ist eine starke Zunahme der anfänglichen Spannungsamplitude bereits nach einer einstündigen Vorversprödung bei 475°C zu beobachten, siehe Bild 5.7 (S. 73). Weiterhin ist auch in den Zugversuchen bereits nach 1 h Vorversprödung eine deutliche Zunahme der Zugfestigkeit zu erkennen, siehe Bild 5.9 (S. 77). Hingegen tritt in den beiden Hochtemperaturermüdungsversuchen mit einer plastischen Dehnungsamplitude von 0,8% an nicht vorversprödetem DSS erst nach 11 h respektive bereits nach einer kurzen Dauer von 0,5 h eine Abweichung auf, siehe Bild 5.5 (S. 71). Alle anderen Ergebnisse zeigen einen schnellen Einfluss der 475°C-Versprödung auf die Materialeigenschaften auf (z.B.: [25, 27, 137]) und die spinodale Entmischung er-

folgt entgegen der Keimbildung spontan ohne vorhergehende Inkubationszeit [37]. Daher sollte bereits nach kurzen Zeiträumen eine Abweichung in den Wechselverformungskurven auftreten. Die Arbeitshypothese ist, dass das Verhältnis aus Versuchszeit und plastischer Dehnungsamplitude bestimmt, zu welchem Maße die 475°C-Versprödung zu einer Verfestigung führt oder die verformungsinduzierte Auflösung frische Ausscheidungen sofort auflöst und somit eine Verfestigung unterbindet.

Um diesen Sachverhalt genauer zu untersuchen, eignen sich zum einen die isothermen Ermüdungsversuche an nicht vorversprödeten DSS bei 475°C mit unterschiedlichen plastischen Dehnungsamplituden (Bild 5.6, S. 72) und zum anderen ein Ermüdungsversuch mit Haltezeiten bei 0 kN während des Versuchs (Bild 5.4, S. 70). In den Wechselverformungskurven der isothermen Ermüdungsversuche bei 475°C mit unterschiedlicher plastischer Dehnungsamplitude (Bild 5.6, S. 72) und sonst gleichen Versuchsbedingungen ist eine gleiche thermische Versprödung im Ferrit durch die 475°C-Versprödung zu erwarten. Dennoch sind für die verschiedenen geprüften plastischen Dehnungsamplituden unterschiedliche Verläufe zu beobachten. Größere Dehnungsamplituden behindern die spinodale Entmischung stärker, weshalb eine Entfestigung bzw. Sättigung auftritt. Kleinere Dehnungen rufen eine geringere Auflösungstendenz hervor und es kommt zur Verfestigung. Es wird also deutlich, dass das Verhältnis von verformungsinduzierter Auflösung und gegenläufiger 475°-Versprödung die Wechselverformung bestimmt.

Die Wechselverformungskurven des Ermüdungsversuchs mit Haltezeiten zeigten einen weiteren Aspekt, siehe Bild 5.4 (S. 70). Im Anschluss an eine Haltezeit ist eine höhere resultierende Spannungsamplitude zu erkennen. In der Haltezeit verfestigt die 475°C-Versprödung die ferritische Phase. Allerdings ist die Verfestigung nur von kurzer Dauer. Bereits nach wenigen Zyklen entfestigt der DSS nahezu auf das Festigkeitsniveau vor der Haltezeit. Es bleibt nur eine minimale Festigkeitssteigerung zurück. Weiterhin ist diese anfängliche Entfestigung wesentlich schneller als die weitere anschließende Entfestigung. Dies könnte mit der bereits genannten Lokalisierung der Versetzungsbewegung zusammenhängen, die auch in dieser Arbeit in den Versetzungsanordnungen in Bündeln zu erkennen ist, siehe Bild 7.3 (S. 125). Die 475°C-Versprödung bildet in den Haltezeiten in den Bereichen hoher Versetzungsdichte, z.B. den Versetzungsbündel, spinodal entmischte Bereiche, die im Anschluss der Haltezeit das Festigkeitsniveau steigern. Bei Wiedereinsetzen einer Ermüdung könnte unmittelbar wieder plastisches Fließen konzentriert in den Versetzungsbändern auftreten. Dadurch lösen sich die spinodal entmischten Bereiche innerhalb weniger Zyklen auf, so dass kaum eine bleibende Festigkeitssteigerung zurückbleibt. Die Bereiche hoher Versetzungsdichte sind nach der Haltezeit die bevorzugten Bereiche

plastischer Verformung, weil in den umgebenden versetzungsfreien Bereichen erst energieintensiv Versetzungen gebildet werden müssen. Zudem konnten dort auch die entmischten Bereiche seit Versuchsbeginn ungehindert wachsen und zu einer höheren lokalen Festigkeit führen.

Ein ähnlicher Mechanismus könnte auch das gleiche Ermüdungsverhalten in den ersten 200 Zyklen der Ermüdungsversuche mit einer plastischen Dehnungsamplitude von 0,8% an nicht vorversprödeten DSS bei unterschiedlichen Versuchsfrequenzen erklären (Bild 5.5, S. 71). Die beiden Wechselverformungskurven der DSS-Proben weichen trotz unterschiedlicher Ermüdungsfrequenz erst nach 200 Zyklen voneinander ab. Am Anfang der Ermüdungsversuche liegt keine ausgebildete Versetzungsanordnung vor. In wenigen Zyklen bilden sich Bereiche mit erhöhter Versetzugsdichte aus, in denen sich die plastische Verformung konzentriert. In diesen Bereichen werden kleinste Entmischungszonen der 475°C-Versprödung immer wieder durch die plastische Verformung aufgelöst. Die 475°C-Versprödung kann daher den Werkstoff nur langsam verfestigen. Dadurch könnte eine ausreichende und damit messbare Abweichung der Verfestigung bei den verschiedenen Frequenzen eben erst nach 11 h bzw. 0,5 h erreicht sein. Der schnelle Anstieg der Zugfestigkeit und die schnelle Zunahme der maximalen Spannung im ersten Ermüdungszyklus der Raumtemperaturermüdungsversuche resultiert aus der ungehinderten 475°C-Versprödung bei reiner thermischer Versprödung ohne überlagerte Ermüdungsbeanspruchung.

Werden die Wechselverformungskurven der Raumtemperaturermüdungsversuche (Bild 5.8, S. 74) mit den Wechselverformungskurven der plastisch dehnungsgeregelten Hochtemperaturermüdungsversuche (Bild 5.3 S. 69, Bild 5.5 S. 71 und Bild 5.6 S. 72) verglichen, fällt auf, dass in den Raumtemperaturermüdungsversuchen die Entfestigung betragsmäßig immer größer ist als die anfängliche Verfestigung, während in den plastisch dehnungsgeregelten Hochtemperaturermüdungsversuchen die Entfestigung vom Betrag nur gleich groß oder kleiner ist als die anfängliche Verfestigung. Dies gilt für vorab versprödeten und nicht versprödeten DSS. Der Grund sind hierfür auch die gegenläufigen Mechanismen der Verfestigung durch die 475°C-Versprödung und die Entfestigung durch verformungsinduzierte Auflösung der spinodal entmischten Bereiche in Ermüdungsversuchen bei 475°C. In den Raumtemperaturversuchen fehlt die überlagerte 475°C-Verfestigung, so dass die Entfestigung größer ist.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die verformungsinduzierte Entfestigung und die Verfestigung durch die 475°C-Versprödung zwei gleichzeitig auftretende Mechanismen im DSS sind. Das Verhältnis von Versuchsfrequenz bzw. Versuchszeit und der Dehnungsamplitude bestimmt, wie stark welcher Mechanismus in den Ermüdungsversuchen bei 475°C

vorliegt. Auf dieser Erkenntnis und den vorliegenden Versuchsergebnissen aus den plastisch dehnungsgeregelten Versuchen (Bild 5.6, S. 72) mit unterschiedlicher Amplitude kann nun das grundsätzliche Ermüdungsverhalten abgeleitet werden, welches sich aus dem primären und dem sekundären Ermüdungsverhalten zusammensetzt, siehe Bild 7.1.

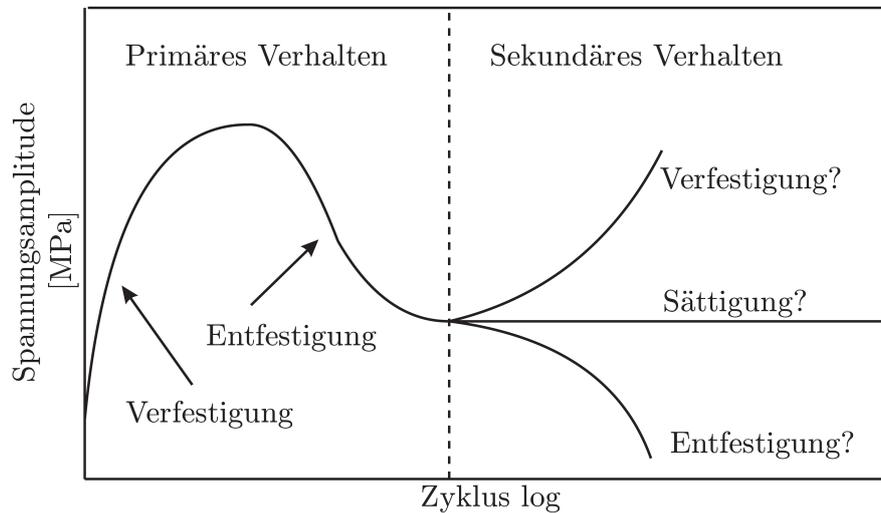


Bild 7.1: Schematische Wechselverformungskurve von DSS bei isothermer plastisch dehnungskontrollierter Ermüdung bei 475°C in der Kurzzeitfestigkeit mit Kennzeichnung der verschiedenen Stadien des Ermüdungsverhaltens.

Das primäre Ermüdungsverhalten für isotherme Ermüdungsversuche in der Kurzzeitfestigkeit besteht aus einer anfänglichen Verformungsverfestigung gefolgt von einer Entfestigung und tritt in allen durchgeführten Ermüdungsversuchen in der Kurzzeitfestigkeit auf. Das primäre Ermüdungsverhalten ist daher ein Basisverhalten von DSS. Das nachfolgende sekundäre Ermüdungsverhalten ist je nach Beanspruchungsamplitude und Ermüdungsfrequenz unterschiedlich. Aus den Ermüdungsversuchen mit unterschiedlicher plastischer Dehnungsamplitude (Bild 5.6, S. 72) wurde das sekundäre Ermüdungsverhalten abgeleitet und ein schematischer Zusammenhang zwischen den Versuchsbedingungen und dem sekundären Ermüdungsverhalten entwickelt, siehe Bild 7.2. Die farbigen Punkte in Bild 7.2 repräsentieren das sekundäre Ermüdungsverhalten für die plastisch dehnungsgeregelten Ermüdungsversuche (Bild 5.6, S. 72) für die entsprechenden Versuchsbedingungen bestehend aus Versuchsfrequenz und plastischer Dehnungsamplitude. Die drei verschiedenen Bereiche Sättigung, Verfestigung und Entfestigung sind nicht absolut zu sehen. Vielmehr sind diese von der Materialmikrostruktur und den weiteren Versuchsbedingungen abhängig. Sollte ein anderer DSS, eine andere Versuchstemperatur, ein anderes Dehnungsverhältnis oder auch nur ein anderes Phasenverhältnis von Ferrit zu Austenit in Ermüdungsversuchen verwendet werden, ist zu erwarten, dass es zwar auch diese drei Bereiche gibt, diese aber bei anderen Frequenzen und Beanspruchungsamplituden auftreten.

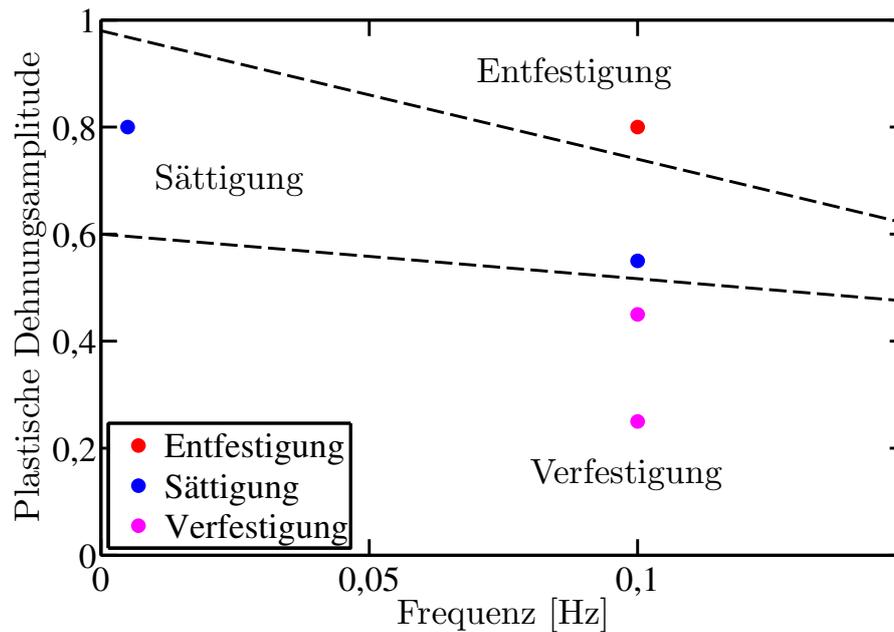


Bild 7.2: Schematische Darstellung der Abhängigkeit des sekundären Ermüdungsverhaltens (vgl. Bild 7.1) des Duplexstahls bei 475°C von der Ermüdungsfrequenz und der plastischen Dehnungsamplitude. Die farbigen Messpunkte entsprechen dem sekundären Ermüdungsverhalten der isothermen Ermüdungsversuche bei 475°C in plastischer Dehnungsregelung (Bild 5.6, S. 72).

7.1.2.3 Möglicher Einfluss der Ermüdung auf die Zugfestigkeit

Einige der Ermüdungsversuche mit einer plastischen Dehnungsamplitude von $\frac{\Delta\varepsilon_{pl}}{2} = 0,25\%$ wurden für spätere Zugversuche abgebrochen, siehe Kapitel 5.1.2.1 (S. 68). Die Idee ist, dass durch die plastische Verformung in den Ermüdungsversuchen eine verformungsinduzierte Auflösung der spinodal entmischten Bereiche der 475°C-Versprödung auftreten sollte und dies in den Zugversuchen messbar sei. Zugproben, die nicht ermüdet wurden, sollten daher eine entsprechend höhere Festigkeit besitzen. Es stellt sich die Frage, ob die plastische Verformung in der vorgelagerten Ermüdung ausreichend ist, um die verformungsinduzierte Auflösung der Ausscheidungen in der ferritischen Phase zu erreichen. Nur dann ist von einem Einfluss der Ermüdung auf die Zugfestigkeit auszugehen. Bereits in den Versuchen mit einer Spannungsamplitude von 400 MPa ist eine Versetzungsentstehung in der ferritischen Phase zu beobachten, so dass in den plastisch dehnungsgeregelten Versuchen mit entsprechend größerer plastischer Dehnungsamplitude auch von einer plastischen Verformung auszugehen ist. Weiterhin zeigt die größere Entfestigung des vorab versprödeten DSS in den Ermüdungsversuchen im Vergleich zum vorab nicht versprödeten DSS, dass auch für den festeren vollständig versprödeten Materialzustand eine verformungsinduzierte Auflösung der spinodalen Entmischung erreicht wird (Bild 5.3, S. 69) und damit

eine plastische Verformung der ferritischen Phase vorliegt. Zusätzlich ist die plastische Dehnungsamplitude mit 0,25% in der Größenordnung der Dehnungsamplituden von früher durchgeführten Hochtemperaturermüdungsversuchen an DSS, in welchen eine ausgeprägte Versetzungsentstehung durch TEM-Untersuchungen nachgewiesen wurde [35, 39, 53–56]. Ein Einfluss der Verformung auf den Versprödungszustand ist somit gewährleistet und es könnte sich daher auch in den Zugversuchen bemerkbar machen. Die Ergebnisse der Zugversuche werden in Kapitel 7.1.4 (S. 123) diskutiert.

7.1.3 Einfluss der 475°C-Versprödung in kraftgeregelten Ermüdungsversuchen bei 475°C auf das Ermüdungsverhalten

Die kraftgeregelten Ermüdungsversuche bei 475°C sind durchgeführt worden, um über abgebrochene Ermüdungsversuche mit anschließenden Raumtemperaturzugversuch den Einfluss zyklischer plastischer Verformung und der 475°C-Versprödung auf die Versprödung des Werkstoffs nicht nur über die Wechselverformungskurven untersuchen zu können, sondern auch über die Zugfestigkeit als wichtigen mechanischen Kennwert. Daher stehen die Ergebnisse der Zugversuche aus diesen Versuchsreihen im Vordergrund.

7.1.3.1 Spannungsamplitude von 400 MPa

Für die Versuchsreihe mit der Spannungsamplitude von 400 MPa werden die aus den Raumtemperaturermüdungsversuchen und den plastisch dehnungsgeregelten Versuchen bei 475°C bekannten Mechanismen weitestgehend bestätigt. Die Wechselverformungskurven sind in Bild 5.2 (S. 67) abgebildet. Auf die anfängliche Verformungsverfestigung folgt eine Entfestigung. Für den nicht vorversprödeten DSS ist die Entfestigung bei hoher Versuchsfrequenz ($f = 2,2 \text{ Hz}$) größer als bei langsamer Frequenz ($f = 0,2 \text{ Hz}$), siehe Bild 5.2 (S. 67). Erneut führt die größere spinodale Entmischung bei langsamer Frequenz dazu, dass eine höhere Verfestigung auftritt. Der Mechanismus wurde in den vorherigen Kapiteln ausführlich diskutiert. Bei einer Betrachtung der Wechselverformungskurve des vollständig vorversprödeten DSS (Bild 5.2, S. 67) fällt auf, dass erneut die Entfestigung in Relation zur anfänglichen Kaltverfestigung größer ist als für den nicht vorversprödeten DSS. Auch diesmal ist als Grund die verformungsinduzierte Auflösung der spinodalen Entmischung zu sehen und zeigt so neben den in den TEM-Untersuchungen beobachteten Versetzungsanordnungen die Verformung der ferritischen Phase.

Für die Versuchsreihe mit einer Spannungsamplitude von 400 MPa ist von einer plasti-

schen Verformung der ferritischen Phase in jedem Ermüdungszyklus auszugehen, weil eine deutliche Abweichung der Wechselverformungskurven des nicht vorversprödeten und des vollständig vorversprödeten Zustands auftritt. Weiterhin liegt die resultierende minimal gemessene plastische Dehnungsamplitude mit 0,1% im von Llanes et al. [45] nachgewiesenen Bereich des ferritisch geprägten Materialverhaltens für Raumtemperaturermüdungsversuche, vergleiche Kapitel 3.1.5 (S. 29). Da mit zunehmender Temperatur die Streckgrenzen trotz Reckalterung eher kleiner sind als bei Raumtemperatur, sollte diese Grenze mit steigender Temperatur nicht größer werden. Durch den höheren Stickstoffanteil des in dieser Arbeit verwendeten DSS, im Gegensatz zu dem von Llanes et al. verwendeten DSS bei sonst gleicher chemischer Zusammensetzung (Tabelle 7.1), ist eine höhere plastische Verformung der ferritischen Phase gegenüber der austenitischen Phase zu erwarten [46]. Daher sollte der Bereich des ferritisch geprägten Materialverhaltens sogar bei kleineren plastischen Dehnungsamplituden beginnen. Weiterhin müssen auch die Streckgrenzen beachtet werden. Während Llanes et al. eine Streckgrenze von 494 MPa (nicht versprödet) und 833 MPa (vollständig versprödet) bei Raumtemperatur messen, ist für den hier untersuchten DSS die Streckgrenze bei 475°C bei 301 MPa (nicht versprödet) bzw. 459 MPa (vollständig versprödet). Llanes et al. haben den nicht versprödeten DSS mit Spannungsamplituden unterhalb der Streckgrenze belastet und beobachten ein ferritisch geprägtes Verformungsverhalten mit entsprechender Versetzungsentstehung. In dieser Versuchsreihe wurde mit einer Spannungsamplitude von 400 MPa über der Streckgrenze des nicht vorversprödeten DSS getestet. Abschließend lässt sich so feststellen, dass alles auf eine große plastische Verformung der ferritischen Phase des nicht vorversprödeten DSS hindeutet. Den endgültigen Beweis geben die TEM-Untersuchungen.

Tabelle 7.1: Gemessene chemische Zusammensetzung in Gewichtsprozent des verwendeten DSS 1.4462 im Vergleich zur Zusammensetzung des von Llanes et al. [45] verwendeten DSS in Masseprozent (k.A. $\hat{=}$ keine Angabe)

Element	Fe (bal.)	Cr	Ni	Mo	Mn	Si
Eigener DSS	65,3	23,3	5,8	2,7	1,7	0,4
Llanes et al. [45]	bal.	24,6	5,4	k.A.	1,72	0,43
Element	N	Cu	Nb	C	P	S
Eigener DSS	0,23	0,22	0,04	0,03	0,008	0,002
Llanes et al. [45]	0,07	0,21	k.A.	0,05	k.A.	k.A.

Leider ist eine umfassende Diskussion der Versetzungsanordnungen schwierig, da nur wenige Arbeiten von einer argentinischen Forschergruppe zur Ermüdung von DSS bei Temperaturen oberhalb der Raumtemperatur veröffentlicht sind [35, 39, 53–56]. In diesen Veröffentlichungen werden sehr unterschiedliche Versetzungsanordnungen beobachtet, was

daran liegen mag, dass verschiedenste Duplexstähle bei unterschiedlichen Temperaturen untersucht wurden. Gemeinsam ist, dass die Beanspruchungen so gewählt sind, dass die Bruchlastspielzahl bei Temperaturen von 400°C bis 500°C im Bereich der Kurzzeitfestigkeit entweder um 1.000 [55, 56] oder um 10.000 [35, 39, 53, 54] Zyklen liegen, ähnlich wie in den Versuchsreihen dieser Arbeit. Dabei fällt auf, dass in der ferritischen Phase des nicht versprödeten DSS nach erfolgter Ermüdung entweder unregelmäßig angeordnete Versetzungsbindel für die Versuche mit einer Bruchlastspielzahl um 1000 Zyklen [55, 56] oder großflächig eher homogen verteilte Versetzungen für eine Bruchlastspielzahl von 10.000 [54] vorliegen. Die Anordnung in Versetzungsbindeln stimmt mit den in dieser Arbeit beobachteten Versetzungsanordnungen in der ferritischen Phase für den nicht vorversprödeten DSS überein, siehe die Versetzungsanordnungen in Bild 5.10 (S. 78). Die Annahme einer Lokalisierung der Versetzungsbewegung, wie in den vorherigen Abschnitten der Diskussion dargestellt, deckt sich mit der Literatur. Eine immer gleiche Versetzungsanordnung in der austenitischen Phase, unabhängig von Frequenz und Versprödungszustand, deutet daraufhin, dass die austenitische Phase eher immer den gleichen Einfluss auf das Verformungsverhalten hat. Die Unterschiede im Ermüdungsverhalten in den verschiedenen Versuchen resultieren daher eher aus der ferritischen Phase, wie bereits auch die bisherige Diskussion zeigt.

7.1.3.2 Spannungsamplitude von 375 MPa

In der Versuchsreihe mit einer Spannungsamplitude von 375 MPa sind nur minimale Unterschiede in den Wechselverformungskurven zu erkennen, siehe Bild 5.1 (S. 65). Werden die beiden Versuche mit nicht vorversprödetem DSS verglichen, so zeigt sich, dass die Spannungsamplituden in den ersten 2.000 Zyklen, entspricht 15 Minuten bei einer Frequenz von $f = 2,2$ Hz oder 5,5 h bei einer Frequenz von $f = 0,1$ Hz, identisch sind. Im Anschluss ist eine durch die größere spindodale Entmischung hervorgerufene Verfestigung für den DSS mit langsamer Frequenz zu beobachten. Zusätzlich ist für den vorab vollständig versprödeten DSS nach der anfänglichen Verfestigung eine größere Dehnungsamplitude zu erkennen, als für den nicht vorversprödeten DSS. Möglicherweise ist dies auf die verformungsinduzierte Entfestigung zurückzuführen. Dennoch zeigt die Überlagerung der Kurven, dass die ferritische Phase insgesamt nur einen sehr geringen Einfluss auf die Wechselverformung hat, weil sonst größere Unterschiede in der Dehnungsamplitude auftreten sollten. Weiterhin liegt die Beanspruchung zumindest im Bereich der Zeitfestigkeit oder sogar in der Dauerfestigkeit, da bei den durchgeführten Versuchen keine Ermüdungsbrüche auftraten. Damit eignet sich die Versuchsreihe besser, den technischen Einsatzbereich des

Werkstoffs zu untersuchen. Die Ergebnisse der Zugversuche im Anschluss an abgebrochene Ermüdungsversuche erlauben daher eine Aussage über die mechanischen Eigenschaften im technischen Einsatz. Folglich kann abgeleitet werden, ob der Werkstoff weiter eingesetzt werden darf.

7.1.4 Einfluss der plastischen Verformung und der 475°C-Versprödung auf die Zugfestigkeit

Eine Ausgangsfrage der Dissertation war, ob eine überlagerte plastische Verformung die Kinetik der 475°C-Versprödung beeinflusst. In der vorhergehenden Diskussion über das Ermüdungsverhalten von DSS wurde dargelegt, dass durch die plastische Verformung lokal die spinodale Entmischung aufgehoben bzw. die Entstehung spinodal entmischter Bereiche verhindert wird, siehe Kapitel 7.1.1 bis 7.1.3.

Es wurden Raumtemperaturzugversuche an nicht ermüdetem, aber thermisch bei 475°C versprödetem DSS und an in Ermüdungsversuchen bei 475°C mit Spannungsamplituden von 375 MPa (Bild 5.1, S. 65) und 400 MPa (Bild 5.2, S. 67) und einer plastischen Dehnungsamplitude $\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2}$ von 0,25% (Bild 5.3, S. 69) vorermüdetem DSS durchgeführt. Über die Zugfestigkeit können dann Rückschlüsse auf den Versprödungszustand gezogen werden. Zum einen könnte durch die lokale Auflösung der spinodalen Entmischung aufgrund der plastischen Verformung die Zugfestigkeit der ermüdeten Proben gegenüber den nur thermisch versprödeten Proben kleiner sein. Zum anderen ist die Diffusionsrate entlang von Versetzungen gegenüber dem ungestörtem Kristallgitter beschleunigt, so dass die spinodale Entmischung beschleunigt wäre und die Zugfestigkeit schneller zunehmen könnte.

Wie den vorhergehenden Kapiteln über die Diskussion des Ermüdungsverhaltens des DSS zu entnehmen ist, tritt in den dehnungsgeregelten und den kraftgeregelten Versuchen mit einer Spannungsamplitude von 400 MPa eine plastische Verformung der ferritischen Phase auf. Für Kupfervielkristalle ist bekannt, dass die Zugfestigkeit aufgrund der Kaltverfestigung durch einen vorherigen vor dem Versagen abgebrochenen Ermüdungsversuch zunehmen kann [138]. Daher musste für den DSS ermittelt werden, ob mit der Verformung in den Ermüdungsversuchen eine messbare Zunahme durch Kaltverfestigung in den Zugversuchen feststellbar ist und bei der Beurteilung der Ergebnisse berücksichtigt werden muss. Es wurde eine DSS-Probe aus nicht vorversprödetem DSS einer Raumtemperaturermüdung von 2000 Lastwechseln bei einer plastischen Dehnungsamplitude von 0,25% unterzogen, siehe Bild 5.3 (S. 69). Die anschließend gemessene Zugfestigkeit ist identisch mit der Zugfestigkeit des nicht ermüdeten Ausgangszustands, siehe Bild 5.9 (S. 77). Die Kaltverfestigung in den

Ermüdungsversuchen wirkt sich also nicht auf die Zugfestigkeit aus.

Für alle Proben, die vor den Ermüdungsversuchen vollständig vorversprödet wurden, wird unabhängig von der erfolgten Ermüdungsbeanspruchung anschließend immer eine vergleichbare Zugfestigkeit wie vor der Ermüdung gemessen, siehe Bild 5.9 (S. 77). Für alle vorab nicht versprödeten Proben wird unabhängig von der Ermüdungsbeanspruchung nach erfolgter Ermüdung bei 475°C immer eine ähnlich große Zugfestigkeit gemessen wie in Vergleichsproben, die für den gleichen Zeitraum nur thermisch versprödet wurden. Ein messbarer Einfluss der 475°C Ermüdung auf die Zugfestigkeit ist daher auszuschließen. Nach einer einstündigen Glühung bei 475°C wird rund die Hälfte der maximalen Zunahme der Zugfestigkeit von nicht versprödetem zum vollständig versprödeten DSS überschritten. Dieser Anstieg der Zugfestigkeit stimmt mit den bekannten Literaturwerten überein [25] und deckt sich mit der Zunahme der maximalen Spannung im ersten Ermüdungszyklus der Raumtemperaturermüdungsversuche, siehe Kapitel 7.1.1 (S. 109).

Eine Antwort, warum eine Hochtemperaturermüdung gegenüber einer reinen Versprödungsglühung keinen messbaren Effekt auf den Zugversuch hat, obwohl in Ermüdungsversuchen ein Einfluss deutlich sichtbar ist, gibt eine genaue Betrachtung des Versprödungsmechanismus und der Eigenarten des Zugversuchs. Die spinodal entmischten Bereiche der 475°C-Versprödung haben laut Literatur im Anfangsstadium nur wenige Nanometer und bei maximaler Größe 40 nm Durchmesser [25, 27, 35, 40]. Eigene Messungen liefern einen Durchmesser von 10 bis 25 nm bei vollständiger Versprödung. Versetzungen können aber nur Bereiche beeinflussen, mit welchen sie in Wechselwirkung treten. Da die spinodal entmischten Bereiche klein sind, ist der Volumeneffekt der Versetzungen lokal sehr auf die Versetzungsbündel begrenzt. So wäre zum Beispiel anzunehmen, dass im nicht vorversprödeten DSS nach Ermüdung für 2.000 Zyklen mit einer Spannungsamplitude von 375 MPa bei 475°C nur die in Bild 7.3 rot markierten Bereiche eine ausreichende Versetzungsdichte aufweisen. Zu Vergleichszwecken für eine bessere Bewertung dieser Aussage ist an dieser Stelle auf das Bild 5.10a (S. 78) verwiesen, in welchem keine Markierung vorgenommen worden ist. Damit ist das Gesamtvolumen, das von einer verformungsinduzierten Auflösung der spinodal entmischten Bereiche betroffen, ist eher gering.

In einem Zugversuch hingegen wird das gesamte Material plastisch verformt. Der Volumenanteil der von verformungsinduzierter Auflösung betroffener Bereiche könnte damit zu klein sein für einen messbaren Einfluss auf die Zugfestigkeit. In diesem Zusammenhang muss auch das bereits im Literaturkenntnisstand, siehe Kapitel 3.1.4 (S. 27ff.), zitierte Gleitverhalten von DSS hingewiesen werden. Nach einer Versetzungsentstehung konzentriert sich die plastische Verformung in diesen Bereichen [42, 44]. Der Mechanismus ist möglicherweise

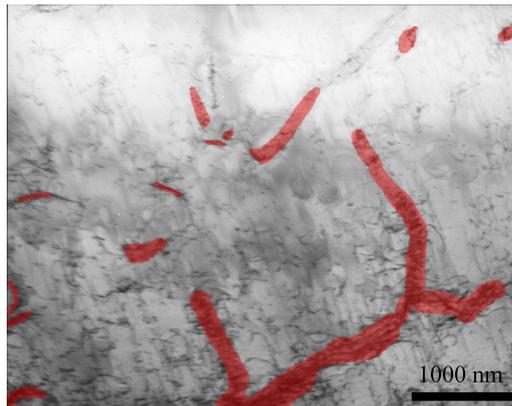


Bild 7.3: Versetzungsanordnungen der ferritischen Phase des nicht vorversprödeten und bei einer Spannungsamplitude von 375 MPa für 2000 Zyklen bei 475°C ermüdeten DSS mit roter Markierung der Versetzungsbündel.

ähnlich zu jenen, welchen Suresh [6, S. 53ff.] zusammenfassend beschreibt. Dabei kommt es zur Aufteilung der plastischen Verformung zwischen den persistenten Gleitbändern und der Matrix (Mughrabi et al. [139], Feltner [140], Finney und Lard [141] und Grosskreutz und Mughrabi [142]). In persistenten Gleitbändern und den Bündelstrukturen findet ein Hin- und Hergleiten statt. Dadurch könnten die spinodal entmischten Bereiche in den Versetzungsbündeln immer wieder aufgelöst werden. Überlagert wird dies in diesem Fall davon, dass außerhalb der Versetzungsbündel durch die spinodale Entmischung das Material verfestigt. Diese Verfestigung wirkt dann der plastischen Verformung im Zugversuch entgegen und die Zugfestigkeit wird kaum beeinflusst. So kann in den Ermüdungsversuchen eine Entfestigung beobachtet werden, während in den Zugversuchen kein Einfluss feststellbar ist.

Die Bruchmorphologie der Zugversuche erlaubt keine Rückschlüsse auf die Entwicklung der 475°C-Versprödung, da entweder eine spröde Bruchmorphologie für alle Versuche an vollständig versprödetem DSS oder eine duktile Bruchmorphologie für alle anderen Versuche beobachtet wird. Der Grund ist, dass die Zeitdauer der abgebrochenen Ermüdungsversuche mit maximal drei Stunden zu kurz ist für einen Wechsel der Bruchmorphologie [25], vergleiche auch Literaturkenntnisstand in Kapitel 3.1.3 (S. 25).

7.1.5 Modellierung der Streckgrenzenverteilungsfunktion

In einphasigen Werkstoffen ist der Verlauf der Streckgrenzenverteilung geprägt von einem gut identifizierbaren Maximum [9]. Dann kann das Verformungsverhalten leicht analysiert werden. In zweiphasigen Werkstoffen kann eine Bifurkation der Streckgrenzenfunktion

auftreten. Dann kann angenommen werden, dass die beiden Maximalwerte jeweils einer der beiden Phasen zugeordnet werden können. Jedoch kann laut Polák et al. [51] auch in einphasigen ferritischen Werkstoffen eine Bifurkation auftreten. Dies könne entweder auf einen geringen Anteil Restaustenit oder auf eine unterschiedliche Mobilität der Versetzungen im Gefüge zurückgeführt werden. In einer anderen Arbeit über die Streckgrenzenverteilungsfunktion von DSS kommen Polák et al. [52] zu dem Schluss, dass die beiden Maximalwerte den beiden Phasen zuzuordnen sind. Die Bifurkation der Streckgrenzenverteilungsfunktion tritt in den Versuchen dieser Arbeit bereits in der ersten Viertelhysterese auf. Dies ist laut Polák et al. [51] ein Hinweis, dass die Bifurkation eher auf das unterschiedliche Verhalten zweiter Werkstoffphasen zurückzuführen ist. Daher wird in Anlehnung an Polák et al. in dieser Arbeit angenommen, dass das linke Maximum der weicheren austenitischen Phase und das rechte Maximum der festeren ferritischen Phase entspricht, vgl. Bilder 6.1 (S. 92) und 6.2 (S. 93).

Tritt eine deutliche Bifurkation der Streckgrenzenverteilungsfunktion auf, können die Maximalwerte gut abgelesen und das Verformungsverhalten untersucht werden. Dieses Vorgehen wurde in dieser Arbeit für die Ermüdungsversuche mit DSS bei 475°C angewendet, vergleiche Kapitel 6.1.2 (S. 91). Für den bei Raumtemperatur ermüdeten DSS ist jedoch keine Streckgrenzenverteilungsfunktion mit deutlicher Bifurkation zu verzeichnen, siehe Bild 6.3 (S. 94). Vielmehr sind Funktionen mit einem breiten Maximum, einer Art Sattel, zu beobachten. Ein ähnliche Funktion kann sich ergeben, wenn sich zwei Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen mit unterschiedlichen Lokalisationsparametern überlagern. Daher wird angenommen, dass dieser Funktionsverlauf aus der Überlagerung der Streckgrenzenverteilungsfunktionen der beiden Phasen entsteht.

Eine Auswertung solch einer Streckgrenzenverteilungsfunktion für beide Phasen ist manuell möglich, kann aber einen erheblichen Zeitaufwand bedeuten. Daher wurde die Idee von Mayer [9] aufgegriffen, die Streckgrenzenverteilungsfunktion mittels einer bekannten, vorher definierten Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion zu modellieren und die Modellparameter, wie zum Beispiel Breite und Zentrum im Falle der Cauchy-Funktion, zur Beschreibung des Ermüdungsverhaltens heranzuziehen.

Das Modell ist in Kapitel 6.1.3 (S. 94ff.) vorgestellt. Die Annahme, beide Funktionen in der Summe je mit 0,5 zu gewichten, ist richtig, weil das Phasenverhältnis 50 zu 50 ist. Werden die gemessenen Streckgrenzenverteilungsfunktionen mit den angepassten verglichen, ist nicht immer eine vollständige Übereinstimmung zu erkennen, siehe Bild 6.4 (S. 97). Die Frage ist, ob mit der erreichten Übereinstimmung eine Beschreibung des Ermüdungsverhaltens mit den Modellparametern sinnvoll und möglich ist. Wird die ein-

zige Vergleichsquelle von Mayer [9, S. 190] herangezogen, ist festzustellen, dass dort bei einem direkten Vergleich der Kurven kaum eine bessere Überlagerung von Modell und gemessener Funktion erreicht wird. Dennoch wird mit der verwendeten Modellierung die bestmögliche Übereinstimmung erreicht, weil in Modellansätzen mit anderen Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen, z.B. Gumbel-, Laplace-, Crystall- und Rayleighverteilung, immer nur wesentlich schlechtere oder gar keine Übereinstimmungen von Modellfunktionen und berechneter Streckgrenzenverteilungsfunktion vorliegen. Eine Modellierung über Polynome oder andere mathematische Funktionstypen ist nicht zielführend, da dies keine Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen sind und somit das Ermüdungsverhalten mittels der Parameter auch nicht beschrieben werden kann. Weiterhin erfolgt die Anpassung der Modellfunktion der Streckgrenzenverteilung an die gemessene Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion immer mit der gleichen mathematischen Umsetzung, so dass ein systematischer Anpassungsfehler zwischen den verschiedenen Zyklen und Versuchen vorliegt. Daher sind, auch wenn der absolute Wert nicht genau stimmen sollte, die relativen Unterschiede vergleichbar.

Ein Vergleich der modellierten zu den gemessenen Lokalisationsparameters ist in den Bildern 6.5 (S. 98) und 6.6 (S. 99) für den Zughalbzyklus abgebildet. Es ist eine parallele Entwicklung der Modellparameter mit den entsprechenden manuell ermittelten Parametern für beide Phasen für alle vier Versprödungszustände zu beobachten. Weiterhin werden die Unterschiede des Ver- und Entfestigungsverhaltens zwischen den vier Versprödungszuständen von den Modellparametern gleichermaßen erfasst, wie von den manuell ermittelten Parametern.

Für den Druckhalbzyklus führt der Modellierungsansatz häufig zu Fehlanpassungen der Modellfunktionen an die wahren gemessenen Streckgrenzenverteilungsfunktionen. Damit entstehen auch fehlerhafte modellierte Lokalisationsparameter, wie für den Lokalisationsparameter der ferritischen Phase für den DSS, welcher 100 h bei 475°C vorversprödet wurde, zu erkennen ist, siehe Bild 6.6d (S. 99). Dennoch wird der grundsätzliche Verlauf erfasst, so dass eine qualitative Aussage über das Ermüdungsverhalten möglich ist.

Insgesamt ist dennoch eine brauchbare Übereinstimmung der Modellparameter mit den manuell ermittelten Parametern erreicht. Eine Beschreibung des Ermüdungsverhaltens und des Einflusses der 475°C-Versprödung auf das Ermüdungsverhalten ist somit mit dem Modell möglich.

7.2 Die dynamische Versprödung

7.2.1 Interkristalline Rissausbreitung im Haltezeitzyklus

In dieser Arbeit wurden im Haltezeitzyklus drei Bereiche der Rissausbreitung beobachtet, siehe Bild 5.14 (S. 83). Im ersten Bereich wird eine kontinuierliche Rissausbreitung beobachtet. Hingegen tritt im zweiten Bereich ein treppenförmiges Risswachstum auf. Die Rissausbreitungsrate im ersten Bereich ist so klein, dass die Rissausbreitung in einem Lastwechsel im Messrauschen der Wechselstrompotentialsonde untergeht. Daher ist davon auszugehen, dass auch im ersten Bereich ein treppenförmiger Anstieg der Rissausbreitung vorliegt. Im dritten Bereich bei sehr hohen Spannungsintensitäten ist auch eine Rissausbreitung während der Haltezeit festzustellen.

Die gleiche Beobachtung einer treppenförmigen Rissausbreitung haben Gustafsson [127] und Gustafsson und Lundstrom [115] gemacht. Aus dieser Beobachtung wird die Ausbildung einer Schadzone abgeleitet, die dann in der Ermüdungsbelastung aufbricht. Eine Schadzone sehen auch Ma und Chang [85, 86]. Sie brachten in einer Probe aus einer Nickelbasislegierung im Haltezeitzyklus bei 650°C einen Riss ein. Anschließend ließen sie die Probe abkühlen und erfassten die Raumtemperaturrissausbreitungsgeschwindigkeit. Sie beobachteten zuerst eine schnelle Rissausbreitung, die mit zunehmender Risslänge abnahm. Daraus schlussfolgerten sie, dass sich während der Hochtemperaturermüdungsrissausbreitung eine Schadzone vor der Risspitze ausbildet. Bei der zyklischen Beanspruchung bei Raumtemperatur wächst der Riss dann schnell durch die Schadzone. Wenn der Riss das Ende der Schadzone erreicht, nimmt die Rissausbreitungsrate schnell ab. In der von Ma und Chang beobachteten Schadzone liegt eine interkristalline Bruchmorphologie vor, während am Ende der Schadzone eine transkristalline Bruchmorphologie beobachtet wurde.

Ein ähnliches Ergebnis wird von Gustafsson et al. [90] bei einem isothermen Rissausbreitungsversuch bei 650°C bei einem Wechsel zwischen einem Haltezeitzyklus mit 90 s Haltezeit und einer Ermüdungsbelastung bei einer Frequenz von 0,5 Hz mit sinusförmigem Belastungsverlauf beobachtet, siehe Bild 3.8 (S. 38) [90]. Dieser Versuch wurde in der vorliegenden Arbeit mit einer wechselnden Beanspruchung zwischen dem Haltezeitzyklus von 300 s und einer sinusförmigen Beanspruchung mit 1 Hz wiederholt, siehe Bild 5.17 (S. 86). Auch dabei konnte der Übergangsbereich vom Haltezeitzyklus zur Ermüdungsrissausbreitung mit 1 Hz beobachtet werden. Ein Übergangsbereich bei einem Wechsel zum Haltezeitzyklus kann nicht festgestellt werden. Auch in einem Versuch mit wechselnder Atmosphäre konnte die Schadzone nachgewiesen werden. Dabei wurde in Luft der Halte-

zeitzyklus geprüft, während die höherfrequente Ermüdung mit 1 Hz im Vakuum getestet wurde, siehe Bild 5.19 (S. 88).

Es gibt somit viele Messergebnisse, die auf die Existenz einer Schadzone hindeuten. Gemeinsam haben alle diese Nachweise, dass die Schadzone in einem Haltezeitzyklus eingebracht und durch eine Ermüdungsbelastung aufgebrochen wird. Entgegen diesem Modell steht die Modellvorstellung von Pfaendtner und McMahan [70]. Sie sehen als Ursache ein kontinuierliches Risswachstum mit der voranschreitenden Sauerstoffdiffusion. McMahan [143] geht weiterhin davon aus, dass Sauerstoff nicht über weite Strecken in den Werkstoff diffundieren kann, ohne dass eine Korngrenze aufbricht. Es sei an dieser Stelle angemerkt, dass die Rissausbreitungsrate im Versuch 2-296-2 Luft bis zu 200 μm pro Zyklus betragen kann und damit auch die Schadzone in dieser Größenordnung sein muss, vergleiche Bild 5.11 (S. 80). Jedoch haben Pfaendtner und McMahan Biegeversuche mit konstanter Biegung und keine Versuche mit einer dynamischen Last durchgeführt. Sie hatten somit nicht die Möglichkeit, die Auswirkungen einer Ermüdungsbelastung auf die Rissausbreitung zu untersuchen. Eventuell hätten Sie ähnliche Effekte beobachtet, wenn Sie die Versuchsführung entsprechend gewählt hätten.

Leider ist es nicht gelungen, Sauerstoff an den Korngrenzen vor der Rissspitze durch Messverfahren, wie zum Beispiel die energiedispersive Röntgenspektroskopie, nachzuweisen. In dem Modell von Pfaendtner und McMahan ist ebenfalls von einer geringen Schadzone auszugehen, aber auch diese konnte nicht nachgewiesen werden. Es ist anzunehmen, dass die Sauerstoffkonzentration in Korngrenzen zu klein für einen Nachweis mit aktuell verfügbaren Messinstrumenten ist. Daher konnte bisher keines der beiden Modelle aufbauend auf einer Sauerstoffkonzentrationsmessung bewiesen bzw. widerlegt werden. Allerdings haben Zhao et al. [19] die Diffusionszone vor einer Rissspitze für die Nickelbasislegierung RR1000 in einem Rissausbreitungsversuch mit Haltezeit bei 650°C modelliert. Sie errechnen bei einem ΔK von 30 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, einem Haltezeitzyklus mit 10 s Haltezeit und einem Spannungsverhältnis von $R_S = 0$ nach 10 Zyklen bereits eine Diffusionszone von rund 20 μm . Da sie die Diffusionszone über mehrere Zyklen modellieren, muss die Diffusionstiefe durch die Anzahl der Lastwechsel geteilt werden. So ergibt sich eine Diffusionszone von rund 2 μm pro Lastwechsel. Der Wert ist doppelt so groß, wie die Rissausbreitungsrate im Versuch 2-3-2 Luft bei einem ΔK von 30 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. Die Tiefe der Diffusionszone stimmt also ungefähr mit der nötigen Schadzone für eine Rissausbreitung nach dem Modell dieser Arbeit überein. Damit ist die Rissausbreitung mit Ausbildung und Aufbrechen der Schadzone möglich.

Zhao et al. [19] haben weiterhin aufbauend auf diesem Modell die Rissausbreitungsrate auch für sehr lange Haltezeiten vorhergesagt. Sie modellieren dann entsprechend größere

Sauerstoffkonzentrationen vor der Riss Spitze als für kurze Haltezeiten. Die aufbauend auf dieser Diffusionszone simulierte Rissausbreitungsrate stimmt gut mit den gemessenen Rissausbreitungsdaten überein. Damit zeigen die Modellergebnisse von Zhao et al., dass theoretisch eine große Diffusionszone vor der Riss Spitze vorliegen könnte.

Die Ergebnisse dieser Arbeit, als auch einige Ergebnisse anderer Autoren (z.B. Gustafsson [127], vgl. Literaturkenntnisstand in Kapitel 3.2.2, S. 36ff.) unterstützten somit die Theorie einer Schadzone vor der Riss Spitze. Dies zeigt auch eine Analyse der Bruchmorphologie im Übergangsbereich vom Haltezeitzyklus zur Rissausbreitung im Vakuum für den Versuch mit wechselnder Versuchsatmosphäre, siehe Bild 5.20 (S. 89). In dem Versuch mit Atmosphärenwechsel sollte der im Vakuum eingebrachte Riss theoretisch vollständig transkristallin gewachsen sein. Allerdings sind interkristallin gebrochene Bereiche in dieser als vollständig transkristallin verhergesagten Bruchfläche zu erkennen, vgl. Bild 5.20 (S. 89). Eine ähnliche Beobachtung macht Gustafsson [127]. Er konnte vor der Riss Spitze nach Versuchsende in der transkristallinen Gewaltbruchfläche interkristallin gebrochene Korngrenzen erkennen. Deshalb nahm er an, dass dort bereits die Ausläufer des interkristallinen Risses sind. Also liefert auch die Bruchmorphologie Anzeichen dafür, dass die Theorie über die Existenz der Schadzone möglich ist. Die Schlussfolgerung ist, dass viele Ergebnisse aus den Ermüdungsrissausbreitungsversuchen mit Einfluss der dynamischen Versprödung auf die Existenz der Schadzone hindeuten.

Welche Beschaffenheit kann nun die Schadzone vor der Riss Spitze haben? Da die beobachtete Bruchfläche interkristallin ist, besteht diese aus einer Sauerstoffdiffusionszone. Anzunehmen ist, dass in die Korngrenzen vor der Riss Spitze der Sauerstoff eindiffundiert, aber die erreichte Korngrenzende Kohäsion nicht ausreicht, um ein Versagen der Korngrenzen hervorzurufen. Erst die Energieeinbringung durch die plastische Verformung führt zum Versagen. Dass Pfaendtner und McMahon [70] ein Versagen bei konstanter Last sehen, ist womöglich auf eine große Sauerstoffdiffusion und entsprechend große Schädigung aufgrund sehr langer Zeiten bei konstanter Last zu erklären. Auch in dieser Arbeit ist bei großem ΔK eine Rissausbreitung auch in der Haltezeit zu beobachten, siehe Bereich 3 der Rissausbreitung in Bild 5.14 (S. 83). Daher ist es sinnvoll diese Beobachtung weiter zu diskutieren, was im anschließenden Kapitel 7.2.2 erfolgt.

7.2.2 Interkristalline Rissausbreitung bei konstanter Last

Um das von Pfaendtner und McMahon vorgeschlagene Modell genauer zu untersuchen, wurde die Rissausbreitungsgeschwindigkeit $\left(\frac{da}{dt}\right)$ in einem Versuch gemessen, in welchem

zuerst der Haltezeitzyklus geprüft und anschließend die maximale Kraft konstant gehalten wurde, siehe Bild 5.15 (S. 84). Dabei fällt auf, dass die Rissausbreitungsgeschwindigkeit bei konstanter Last vergleichbar schnell ist, wie bei einer Belastung im Haltezeitzyklus. Interessant ist, dass nach einem Wechsel zur konstanten Last die Rissausbreitungsgeschwindigkeit erst auf Null abfällt, bevor eine weitere Rissausbreitung zu verzeichnen ist. Diese Inkubationszeit nimmt mit steigendem ΔK ab, siehe Bild 5.16 (S. 85).

Diese Beobachtung ist mit zwei unterschiedlichen Schädigungsmechanismen aufbauend auf der dynamischen Versprödung zu erklären. Im Haltezeitzyklus bildet sich eine Schadzone vor der Risspitze aus, die aus geschädigten Korngrenzen besteht, die in Abhängigkeit von ihrem Σ -Wert mal mehr mal weniger von der Sauerstoffkorngrenzendiffusion vorgeschädigt sind. Diese Schadzone kann durch den Energieeintrag durch die Ermüdung aufgebrochen werden. Die Materialtrennung durch eine konstante Last benötigt eine deutlich größere Schädigung durch die Sauerstoffkorngrenzendiffusion. Daher gibt es eine Inkubationszeit bis eine ausreichende Sauerstoffkorngrenzenkonzentration erreicht wird. Die nötige Sauerstoffkorngrenzenkonzentration wird mit höherer Spannungsintensität früher erreicht, weil die Diffusionsrate und die Spannungsintensität größer sind. Das erklärt die abnehmende Inkubationszeit mit steigender Spannungsintensität, siehe Bild 5.16 (S. 85). Auch Kane [106] konnte eine Inkubationszeit für ein interkristallines Versagen beobachten. In Biegeversuchen an Bikristallen stellte er unterschiedliche Inkubationszeiten für die Kurzrissausbreitung für Korngrenzen verschiedener Σ -Werte fest, wobei eine lange Zeit bis zum Risswachstum bei kleinem Σ beobachtet wird und umgekehrt. Auch wenn die Kurzrissausbreitung anderen Gesetzmäßigkeiten unterliegt, kann in diesem Fall von der dynamischen Versprödung als Ursache für das interkristalline Versagen ausgegangen werden. Damit muss für die Rissausbreitung durch die dynamische Versprödung auch in diesem Fall eine kritische Sauerstoffkonzentration erreicht werden, was mit einer Inkubationszeit verbunden ist.

Die Schadzonenbildung kann in erster Näherung durch ein parabolisches Gesetz beschrieben werden, siehe Gleichung 6.6 (S. 103). In Bild 7.4 ist dies schematisch verdeutlicht. Im Bild wird die Schädigung über der Zeit eines Ermüdungszyklus aufgetragen. Die Schädigung durch den Haltezeitzyklus folgt dabei dem bereits genannten parabolischen Zeitgesetz (blaue Kurve im Bild). Ab einer bestimmten Haltezeit tritt aufgrund einer ausreichenden Sauerstoffkonzentration auch eine Rissausbreitung in der Haltezeit auf. Ab diesem Zeitpunkt wächst der Riss mit fortschreitender Sauerstoffdiffusion und ist unabhängig von einer Ermüdungsbelastung. Die Schädigung bei konstanter Last nimmt vereinfacht gesagt linear mit der Zeit zu (schwarze Kurve im Bild). Die Rissausbreitung folgt dabei immer dem schädlicherem der beiden Mechanismen, dargestellt durch die roten Punkte in Bild 7.4.

Für die Rissausbreitung kann also eine Einteilung in zwei verschiedene Mechanismen vorgenommen werden. Zum einen für sehr lange Haltezeiten, in welchen die Rissausbreitung zeitabhängig ist, wie von Antunes et al. [112] und Weerasooriya [72] vorgeschlagen. Zum anderen in einen Bereich, bei dem die zyklisch plastische Verformung zur Rissausbreitung beiträgt.

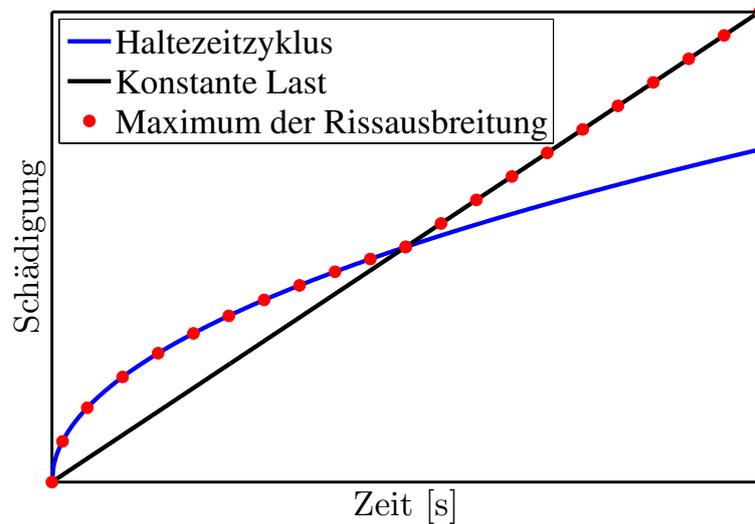


Bild 7.4: Modellvorstellungen der Rissausbreitungen im Haltezeitzyklus und bei konstanter Last.

7.2.3 Rissausbreitung im Übergang zwischen inter- und transkristalliner Rissausbreitung

In einem bestimmten Frequenzband wird von einer kombiniert zeit- und zyklenabhängigen Rissausbreitung gesprochen. Es liegen auf der Bruchfläche inter- und transkristalline gebrochene Bereiche nebeneinander [71, 72, 113]. Dabei nimmt der Anteil der transkristallin gebrochenen Körner mit der Ermüdungsfrequenz zu [71]. Der Grund ist die abnehmende Zeit pro Zyklus, wodurch weniger Sauerstoff im Zyklus eindiffundiert. Die Defekteinbringung durch die plastische Verformung tritt aber unabhängig von der Zykluszeit immer einmal im Zyklus auf. Es kommt zu einer kontinuierlichen Veränderung von inter- zu transkristalliner Bruchmorphologie, weil Korngrenzen mit unterschiedlichem Σ -Wert eine unterschiedliche Anfälligkeit für die dynamische Versprödung haben [105, 106]. Sie brauchen daher unterschiedliche Zeiträume für eine ausreichende Schädigung der Korngrenzen durch eine Sauerstoffdiffusion für ein interkristallines Versagen.

Über die bisher bekannten Ergebnisse hinaus konnte beobachtet werden, dass der Anteil

der transkristallin gebrochenen Körner auch mit ΔK zunimmt, siehe Tabelle 5.3 (S. 82). Dieses Ergebnis wird auch durch die Rissausbreitungsraten der Versuche mit rein inter- oder rein transkristalliner Rissausbreitung bestätigt, siehe Bild 5.11 (S. 80). Bei rein interkristalliner Rissausbreitung (Versuch 2-296-2 Luft) nimmt die Rissausbreitungsrate prozentual langsamer zu als die rein transkristalline Rissausbreitung (Versuch 1 Hz Vakuum) mit ΔK , vergleiche die Steigungen der Rissausbreitungskurven in Bild 5.11 (S. 80). Die transkristalline Schädigung durch die Ermüdung ist damit stärker von ΔK abhängig. Der Einwand, dass für den Versuch 1 Hz Vakuum eine mögliche Beschleunigung der Rissausbreitung durch Luftsauerstoff vernachlässigt wird, ist berechtigt. So könnte theoretisch bei sehr hohen Ermüdungsfrequenzen von über 10 Hz, bei welchen auch an Luftatmosphäre eine reine transkristalline Rissausbreitung auftritt [113], eine schnellere Rissausbreitungsgeschwindigkeit als im Vakuum auftreten, da Sauerstoff durch die Wechselverformung auf die Gleitebenen kommen kann. Jedoch lässt die Ergebnislage einen möglichen Einfluss von Sauerstoff auf die transkristalline Ermüdungsrissausbreitung unwahrscheinlich erscheinen. Die Rissausbreitungsraten der Versuche 1 Hz Luft, 4 Hz Luft und 1 Hz Vakuum überlagern sich bei einer reinen transkristallinen Rissausbreitung bei hohem ΔK . Wäre ein deutlicher Einfluss des Luftsauerstoffs auf die transkristalline Rissausbreitung vorhanden, sollten die Rissausbreitungsrate auch bei hohem ΔK voneinander abweichen.

Dieses Ergebnis ist interessant, da mit ΔK grundsätzlich sowohl die Schädigung durch die dynamische Versprödung, als auch die Schädigung durch die Ermüdung zunimmt, weil ΔK und K_{max} mit der Risslänge gleichmaßen zunehmen. Wenn jetzt angenommen wird, dass die dynamische Versprödung nur von der maximalen Spannungsintensität K_{max} und die Ermüdungsrissausbreitung nur von ΔK abhängig sind, dann sollte sich, insbesondere vor dem Hintergrund, dass die anderen Versuchsparameter in den Versuchen konstant sind, das Verhältnis der Bruchmorphologien nicht verändern.

Es fehlt eine abschließende Begründung, warum mit steigendem ΔK die Schädigung durch die Ermüdung stärker zunimmt. Ein erstes Indiz dafür gibt die Rissausbreitung in Corner-Crack Proben. In diesen wird in Haltezeitversuchen bei Auftreten des Tunneleffekts, wie zum Beispiel im Versuch 2-26-2 Luft dieser Arbeit, in der Probenmitte eine inter- und am Probenrand eine transkristalline Bruchmorphologie beobachtet, vergleiche die Arbeiten von Antunes et al. [112] und Zhao et al. [117]. Für diese Beobachtung gibt es mehrere Erklärungen:

- die unterschiedlichen T-Spannungen am Rand und in der Mitte der Probe [118],
- den Wechsel vom ESZ zum EVZ von Probenrand zu Probenmitte. Dabei wird der

Tunneleffekt durch den ESZ am Probenrand erklärt, weil der ESZ einen höheren Widerstand gegen eine Oxidation hat [112, 117] und

- die höhere Spannungsintensität am Proberand.

Die Veränderung vom EVZ zum ESZ kann als Erklärung ausgeschlossen werden, weil in dieser Arbeit die Veränderung der Bruchmorphologie in der Probenmitte mit steigendem ΔK immer bei einem EVZ beobachtet wird. Eine Begründung über die T-Spannung ist ebenso unbefriedigend, wie die Erklärung über K_{max} oder ΔK , da alle drei Größen von der Risslänge abhängen.

Möglicherweise spielt, wie beim Tunneleffekt, dennoch das Oxidationsverhalten von Nickelbasislegierungen in Kombination mit der Spannungsintensität eine Rolle. Zum einen könnte sich in Haltezeitversuchen am Anfang eine minimale Anlaufschicht ausbilden, welche die Diffusion bremst. Dabei ist dieser Mechanismus unabhängig von der Risslänge bzw. ΔK und K_{max} . Hingegen nimmt mit der Risslänge die Verformungsschädigung mit ΔK zu. Weiterhin gibt es interessanterweise neuere Arbeiten, die ein unterschiedliches Oxidationsverhalten von Allvac718Plus in Abhängigkeit vom Ermüdungszyklus beobachten [88]. Im Haltezeitzyklus wird eine Nickeloxidschicht mit innerer Aluminiumoxidschicht beobachtet. Für Ermüdungsversuche mit hoher Frequenz wird eine Nickeloxidschicht in Kombination mit einer Chromoxidschicht beobachtet. Die Frequenz hat somit einen Einfluss auf die Oxidationskinetik und so eventuell auch auf den Sauerstoffkorngrenzentransport. Möglicherweise spielt auch der von Ghonem et al. [94] beobachtete Unterschied der plastischen Zone eine Rolle, welche auch in dieser Arbeit beobachtet werden konnte, siehe Bild 5.13 (S. 83). Für die interkristalline Rissausbreitung konnte eine große und für die transkristalline Rissausbreitung eine kleine plastische Zone beobachtet werden. Möglicherweise führt die große plastische Zone zu einer höheren Volumendiffusion des Chroms zur Probenoberfläche bzw. der Rissspitze, so dass die Ausbildung einer Oxidschicht beschleunigt wird. Dieser Mechanismus ist beispielsweise bei chromoxidschichtbildenden Stählen bekannt [144]. Sie bilden bei einer plastischen Verformung der Oberfläche durch Kugelstrahlen schneller eine schützende Oxidschicht aus, wodurch insgesamt die Oxidation abnimmt.

7.2.4 Modell der Rissausbreitung

Das Ziel war es, ein Modell des Rissausbreitungsmechanismus für IN718 unter dem Einfluss der dynamischen Versprödung bei 650°C bei zyklischer plastischer Verformung zu erstellen.

Das Modell, welches im Kapitel 6.2.1 beschrieben ist, baut auf den Versuchsergebnissen auf

und dient primär dem Ziel, den Rissausbreitungsmechanismus zu verifizieren. Wenn eine gute Übereinstimmung der modellierten und gemessenen Rissausbreitungsgeschwindigkeit vorliegt, ist anzunehmen, dass die Modellvorstellung die relevanten Mechanismen richtig abbildet. Es ist jedoch kein physikalisch gesichertes Modell.

In der Literatur gibt es sowohl phänomenologische Modellierungsansätze [72, 112, 113, 127], als auch physikalische Modellierungsansätze [19]. Die bestehenden phänomenologischen Modellierungsansätze zur Vorhersage der Rissausbreitung unter dem Einfluss der dynamischen Versprödung bauen auf der Annahme auf, dass es eine zeitabhängige und eine zyklenabhängige Schädigung gibt [72, 112, 113, 127]. Für die zeitabhängige Schädigung wird angenommen, dass diese auf eine Diffusion zurückzuführen ist und die Rissausbreitung in einem Zyklus durch ein Integral über die Zeit eines Zyklus berechnet werden kann [113, 127]. Für die zyklenabhängige Schädigung werden überwiegend die Gesetze der Bruchmechanik zur Beschreibung verwendet [72, 113, 127].

Weiterhin besteht Einigkeit, dass die Rissausbreitung in Abhängigkeit von der Ermüdungsfrequenz in drei Bereiche eingeteilt werden kann. Die zeitabhängige Rissausbreitung für sehr langsame Frequenzen, die zyklenabhängige Rissausbreitung für sehr schnelle Frequenzen und einen transienten Bereich dazwischen, in welchem eine kombiniert zeit- und zyklenabhängige Rissausbreitung auftritt. Dabei wird für Bereiche mit rein zeit- oder zyklenabhängiger Rissausbreitung eine sehr gute Übereinstimmung von modellierter und gemessener Rissausbreitungsgeschwindigkeit festgestellt [113, 127]. Die gute Übereinstimmung in diesen beiden Extremfällen ist zu erwarten, da die Abhängigkeiten gut zu extrapolieren sind. Der große Unterschied zwischen den verschiedenen Modellansätzen ist, wie im transienten Bereich die Überlagerung von zeit- und zyklenabhängiger Rissausbreitung erreicht wird. Dabei gibt es aber nur wenige Modellumsetzungen, die erfolgreich auf bestehende Versuchsdaten angewendet wurden, wie zum Beispiel die von Antunes et al. [113] und Gustafsson [127]. Grundsätzlich erfolgt die Berechnung des transienten Bereichs über die Summe der extrapolierten Rissausbreitungsraten bzw. -geschwindigkeiten gemessen im rein zyklenabhängigen Bereich und im rein zeitabhängigen Bereich. Die Addition erfolgt dabei entweder ohne Gewichtung [113] oder mit frequenzabhängiger Gewichtung [113, 145]. Gustafsson [127] hat ein anderes Modellierungsziel. Er möchte nicht die Rissausbreitung bei einer konstanten Versuchsfrequenz vorherzusagen, sondern die Rissausbreitungsgeschwindigkeit im Übergang zwischen verschiedenen Ermüdungsfrequenzen beschreiben.

Die physikalisch basierten Modelle berücksichtigen die plastische Verformung über viskoplastische Materialmodelle [19] - sofern bei viskoplastischen Materialmodellen noch von

physikalisch basierten Modellen gesprochen werden kann - oder über Kriechgesetze, wie das Nortonsche Kriechgesetz [121]. Dabei beeinflusst die plastische Verformung dann die spannungsabhängige Diffusion, wodurch wiederum die Rissausbreitungsgeschwindigkeit beeinflusst wird. Es ist also keine Addition zweier individueller Schädigungsmechanismen, sondern die synergetische Schädigung beider Mechanismen wird in der Modellierung berücksichtigt.

Gemeinsam ist den phänomenologischen und den physikalisch-basierten Modellen daher, dass die unterschiedliche Bruchmorphologie in dem transientem Übergangsbereich keinen Eingang in die Modellierung findet. In den Ergebnissen dieser Arbeit ist jedoch eine direkte Verbindung zwischen der Bruchmorphologie und der Rissausbreitungsgeschwindigkeit festzustellen. Daraus resultierte die Idee, die Addition der beiden Rissausbreitungsmechanismen im transienten Bereich mit Hilfe des Verhältnisses der Bruchmorphologien zu gewichten. Dies erscheint gegenüber den bisherigen phänomenologischen Modellen ein besseres Kriterium, da es auf messbare Größen zurückzuführen ist.

Für eine erfolgreiche Modellierung müssen alle Schädigungsmechanismen, die zur Rissausbreitung beitragen, berücksichtigt werden. Denkbare Schädigungsmechanismen die zur Rissausbreitung beitragen sind:

- die Kriechschädigung,
- die Hochtemperaturkorrosion,
- die dynamische Versprödung mit interkristalliner Rissausbreitung,
- die Ermüdungsrissausbreitung und
- mögliche Synergieeffekte der obigen Schädigungsmechanismen.

Kriechen kann als Ursache für die Rissausbreitung ausgeschlossen werden, wie Versuche im Vakuum (Kapitel 5.2.1, S. 79ff.) zeigen. Im Haltezeitversuch 2-296-2 Vakuum bei 650°C wurde keine Rissausbreitung festgestellt. Erst an Sauerstoffatmosphäre konnte eine interkristalline Rissausbreitung beobachtet werden. Weiterhin konnte die bei Kriechschädigung bekannte Porenbildung vor der Risspitze nicht beobachtet werden.

In Oxidationsversuchen konnte insgesamt nur eine sehr kleine Massenzunahme beobachtet werden [69]. Daher kann eine massive Korngrenzenoxidation in Anlehnung an den SAGBO-Mechanismus ausgeschlossen werden. Die Oxidation trägt damit nicht beschleunigend zur Rissausbreitung bei.

Es verbleiben also die dynamische Versprödung, die Ermüdung und mögliche Synergieeffekt beider als Mechanismen für die Rissausbreitung. Im Gegensatz zu den weiter oben beschriebenen phänomenologischen und physikalischen Modellen wird in dem Modell dieser Arbeit nicht von einem Synergieeffekt ausgegangen, weil auf der Bruchfläche inter- und transkristallin gebrochene Bereiche beobachtet werden, die deutlich einem Schädigungsmechanismus zugeordnet werden können. Der Bruch erfolgt entweder trans- oder interkristallin, also entweder durch die dynamische Versprödung oder durch die Ermüdung. Daher kann der jeweilige Einfluss der beiden Mechanismen durch das Verhältnis der Flächen unterschiedlicher Bruchmorphologie gewichtet werden.

Das Modell wird eingeschränkt auf eine maximale Zykluszeit bzw. Haltezeit, in welcher noch keine Rissausbreitung während der Haltezeit auftritt. Sobald eine Rissausbreitung bei konstanter Last einsetzt, folgt die Rissausbreitung anderen Gesetzmäßigkeiten. Diese maximale Zykluszeit muss also bei Verwendung des Modells bekannt sein. Für längere Haltezeiten können dann die Modelle von Antunes et al. [113] und Gustafsson [127] verwendet werden. Diese kritische Haltezeit, ab der eine Rissausbreitung in der Haltezeit einsetzt ist zum einen abhängig von der Spannungsintensität, siehe Ergebnisse in Bild 5.16 (S. 85), und zum anderen von der Werkstoffmikrostruktur.

Für die Modellierung der interkristallinen Rissausbreitung durch die dynamischen Versprödung wurde als Datenbasis der Versuch 2-296-2 Luft herangezogen, weil bei diesem reiner interkristalliner Rissfortschritt und nur bei sehr hohem ΔK eine Rissausbreitung bei konstanter Last in der Haltezeit auftritt und die vernachlässigbar klein ist. Damit liegt in dem Versuch die maximale Schädigung im Haltezeitzyklus durch dynamische Versprödung vor, so dass er als Referenzversuch zur Modellierung geeignet ist. Für die transkristalline Rissausbreitung wird der 1 Hz Versuch im Vakuum verwendet, weil in diesem reine transkristalline Schädigung vorliegt. Ein möglicher Einfluss des Sauerstoffs auf die transkristalline Rissausbreitung ist nicht zu erwarten, siehe auch Diskussion weiter oben in Kapitel 7.2.3 (S. 132ff.).

Wie bereits den vorhergehenden Kapiteln der Diskussion zu entnehmen ist, gibt es zwei gegensätzliche Meinungen über den Mechanismus der Rissausbreitung. Zum einen existiert der von Pfaendtner und McMahan [70] vorgeschlagene Mechanismus der dynamischen Versprödung. Zum anderen gibt es die Mechanismen mit Schadzone (z.B. Gustafsson [127] und Ma und Chang [85]). Aufgrund der vielen Versuchsergebnisse, die für eine Schadzone sprechen, wie die treppenförmige Rissausbreitung und die langsame Abnahme der Rissausbreitungsgeschwindigkeit bei einem Wechsel vom Haltezeitzyklus mit interkristalliner Rissausbreitung zu einer sinsförmigen Ermüdung mit hoher Ermüdungsfrequenz und

transkristallinem Versagen, wird diese als Modellierungsgrundlage angenommen. Unter dieser Annahme ist für die interkristalline Rissausbreitung im Haltezeitzyklus der dreistufige Schädigungsmechanismus in Kapitel 6.2.1 (S. 100) aufgestellt worden.

Es wird angenommen, dass die Schadzone durch die Größe der Sauerstoffdiffusionszone bestimmt wird und die Diffusion vom Typ C nach Harrison [21] und Kaur et al. [20] ist (vgl. Bild 2.7, S. 17). Es liegt eine reine Korngrenzendiffusion vor, der Stofftransport aus der Korngrenze in das umliegende Korn ist vernachlässigbar. Unter dieser Annahme kann die Korngrenzendiffusion mit den Gleichungen der Volumendiffusion beschrieben werden [15, 20], siehe Gleichung 6.6 (S. 104). Es ist zu klären, ob die Annahme einer Diffusion nach Typ C stimmt. Dafür muss die für die Rissausbreitung nötige Sauerstoffkorngrenzendiffusion deutlich größer sein als die Sauerstoffvolumendiffusion für IN718 bei 650°C. Krupp [146] berechnet den Sauerstoffkorngrenzendiffusionskoeffizienten für IN718 für 650°C auf $10^{-15} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}$. Neben diesen Angaben liegen nur noch Daten für die Volumendiffusion von Sauerstoff in reinem Nickel bei einer unteren Temperaturgrenze von rund 850°C vor [147, 148]. Wird der Diffusionskoeffizient mit den Angaben auf eine Temperatur von 650°C extrapoliert, ergibt sich ein Diffusionskoeffizient für die Volumendiffusion zwischen $2 \cdot 10^{-17} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}$ und $2 \cdot 10^{-15} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}$.

Der aus dem Versuch 2-296-2 Luft abgeschätzte Sauerstoffkorngrenzendiffusionskoeffizient liegt in der Größenordnung von $1 \cdot 10^{-12} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}$ für ein $\Delta K = 30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ bis $5,4 \cdot 10^{-10} \frac{\text{m}^2}{\text{s}}$ für ein $\Delta K = 60 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Damit ist die nötige Korngrenzendiffusion um drei bis fünf Potenzen größer als die Volumendiffusion, so dass von dieser Seite eine Typ C Diffusion mit reiner Korngrenzendiffusion vorliegen kann.

Die Modellierung der Schadzone erfolgt damit über ein parabolisches Gesetz, Gleichung 6.6 (S. 104). Der Diffusionskoeffizient ist so ein Effektivwert, der verschiedene Σ -Werte, Missorientierungsfaktoren der Korngrenzen und den Einfluss der mechanischen Spannung auf die Diffusion berücksichtigt. Es wird daher von einer effektiven Diffusionskonstante gesprochen. An dieser Stelle unterscheidet sich das hier verwendete Modell auch von anderen Ansätzen in der Literatur. Viele Autoren [113, 127] verwenden wie in dieser Arbeit ein Potenzgesetz in Anlehnung an das Paris-Gesetz und dessen Integration über die Zeit, um die diffusionsabhängige Schädigung zu beschreiben, vgl. Gleichung 6.8 (S. 104). In dieser Arbeit wird jedoch kein weiterer Korrekturfaktor zur Beschreibung der interkristallinen Schädigung benötigt, siehe Gleichung 6.7 (S. 104). Die entsprechende Gewichtung der interkristallinen Schädigung erfolgt direkt auf dem Flächenverhältnis der beiden Bruchmorphologien. Dies ist gleichzeitig die Neuerung dieser Arbeit.

Das Modell baut auf der Idee von Wei und Huang [114] auf, die Summe aller Schädigungsan-

teile „Eins“ werden zu lassen, weil so die jeweiligen Anteile der inter- und transkristallinen Bruchmorphologie als Gewichtung genutzt werden können. Für die Gewichtung der Flächenanteile wurden in dem Modell zwei Ansätze verfolgt. Dies sind die auf den Bruchflächen gemessenen Flächenanteile und eine einfache Gleichung zur Berechnung der Flächenanteile.

Eine weiteres Unterscheidungsmerkmal zu den anderen Modellierungsansätzen ist, dass die interkristalline Rissausbreitung, hervorgerufen durch die Haltezeit, mittels einer Schadzone bestimmt wird. Andere Arbeiten nehmen eine kontinuierliche Rissausbreitung an und interpolieren daher die Rissausbreitung unter Berücksichtigung der Spannungsintensität K über die Zeit, siehe die Arbeiten von Antunes et al. [113] und Gustafsson [127]. Damit wird in dieser Arbeit die sukzessive Rissausbreitung aus Ausbildung auf Aufbrechen einer Schadzone durch die Ermüdungsbelastung besser abgebildet. Nur das physikalische Modell von Zhao et al. [19] berücksichtigt in der Modellierung direkt die Sauerstoffdiffusionszone. Es wird die Diffusionszone über mehrere Haltezeitzyklen hinweg modelliert und anschließend diese Zone durch die Anzahl der Lastwechsel geteilt, um die Rissausbreitung pro Zyklus zu erhalten. Es ist somit fraglich, wie gut die Modellierung die Diffusionszone beschreiben kann, da die Risspitze als primärer Sauerstofflieferant für die Diffusion über mehrere Zyklen nicht mitwächst. In dem Modell dieser Arbeit hingegen ist die Rissausbreitung unmittelbar zyklenbasiert, so dass von dieser Seite keine Fehler entstehen.

Bei einer Betrachtung der berechneten Rissausbreitungsrate muss unterschieden werden zwischen der Rissausbreitungsrate, basierend auf den gemessenen und den berechneten Flächenanteilen. Zuerst wird das Modell aufbauend auf den gemessenen Flächenanteilen eingegangen. Insgesamt wird eine sehr gute Übereinstimmung von gemessenen und berechneten Rissausbreitungsrate erreicht, siehe Bild 6.9 (S. 108). Das Fehlerband ist immer kleiner als 100%. Für alle Versuche außer dem Versuch 2-3-2 Luft ist das Fehlerband sogar kleiner als 35%. Für die Berechnung der Rissausbreitungsrate der Versuche 1 Hz Luft, 4 Hz Luft und 2-3-2 Luft wurde der Anpassungsparameter M verwendet. Wird jedoch stattdessen für die Berechnung der interkristallinen Schädigung ein Versuch mit einer Frequenz von $f = 0,003$ Hz und rein interkristalliner Rissausbreitung bei sinusförmigen Beanspruchung herangezogen, kann auf den Anpassungsparameter M (bzw. $M = 1$) verzichtet werden. M ist also ein Anpassungsparameter für die verschiedenen Beanspruchungsverläufe. Er kompensiert nicht andere unbekannte oder nicht berücksichtigte Effekte bzw. Mechanismen, die ebenfalls zu einer Rissausbreitung beitragen. Die Schlussfolgerung ist daher, dass die Modellierung die relevanten in dieser Arbeit beobachteten Schädigungsmechanismen widerspiegelt. Damit ist das entwickelte Modell ein beschreibendes Modell, welches die postulierte Vorstellung des Schädigungsmechanismus verifiziert.

Nun folgt die Betrachtung der berechneten Rissausbreitungsraten, aufbauend auf den berechneten Anteilen inter- und transkristalliner Rissausbreitung. Die Vorhersage des Verhältnisses von inter- und transkristalliner Bruchfläche erfolgt über die unterschiedliche Zunahme der Rissausbreitungsgeschwindigkeit mit ΔK bei rein inter- oder rein transkristalliner Rissausbreitung, siehe Gleichung 6.13 (S. 105). Dafür wird ein Korrekturfaktor L verwendet, um die sehr unterschiedliche inter- und transkristalline Rissausbreitungsrate zu berücksichtigen. Der Korrekturfaktor ist werkstoff- und mikrostrukturspezifisch und berücksichtigt die unterschiedlichen Widerstände von Korngrenze und Matrix gegen Versagen. Dies bedeutet auch, dass er für alle Versuche dieser Arbeit gleich ist und kein variabler Anpassungsparameter ist, um andere physikalische Einflüsse zu berücksichtigen. Auch bei diesem Weg der Modellierung wird eine gute Übereinstimmung mit einem Fehler kleiner 35% von gemessenen und berechneten Rissausbreitungsraten erreicht, siehe Bild 6.10 (S. 108).

Fraglich ist, inwieweit mit der Berechnung der Flächenverhältnisse das Modell als Vorhersagemodell taugt. Damit das Modell als Vorhersagemodell genutzt werden kann, muss der Flächenanteil interkristalliner Bruchmorphologie in Abhängigkeit von der Haltezeit bzw. der Ermüdungsfrequenz und von ΔK vorhergesagt werden. Dafür müssen zum einen die Übergangsfrequenzen für rein inter- oder rein transkristalline Rissausbreitung ermittelt werden. Zum anderen muss für den Bereich inter- und transkristalliner Rissausbreitung der Flächenanteil interkristalliner Rissausbreitung bestimmt werden, siehe Gleichung 6.13 (S. 105). Der Versuchsumfang ist also relativ umfangreich und muss für jeden neuen Werkstoffzustand, zum Beispiel infolge einer anderen Wärmebehandlung, neu durchgeführt werden. Das Modell eignet sich deswegen nur eingeschränkt als Vorhersagemodell. Besser und ein möglicher nächster Schritt wäre es, das Flächenverhältnis über physikalische Modelle, z.B. die nötige Energie zur Materialtrennung der Korngrenzen oder der Atome im Korn, vorherzusagen.

Nun folgt ein Vergleich zwischen der berechneten Rissausbreitungsraten, aufbauend auf den gemessenen (Bild 6.9, S. 108) und den berechneten (Bild 6.10, S. 108) interkristallinen Bruchflächenanteilen. Die Ergebnisse stimmen gut überein, obwohl teilweise größere Unterschiede zwischen den modellierten und den gemessenen interkristallinen Bruchflächenanteilen vorliegen, siehe Tabelle 6.1 (S. 107). Insbesondere an den Grenzen zu einer rein inter- oder einer rein transkristallinen Rissausbreitung ist eine erhöhte Abweichung feststellbar. Das bedeutet, dass der Modellansatz zur Vorhersage/Berechnung des interkristallinen Bruchflächenanteils an diesen Grenzen noch verbesserungswürdig ist und, wie bereits genannt, eine physikalisch basierte Modellierung ein nächster sinnvoller Schritt ist.

Das trotz dieser Unterschiede im interkristallinen Bruchflächenanteil eine gute Übereinstimmung mit den vorhergesagten Rissausbreitungsgeschwindigkeiten vorliegt, hat zwei Gründe. Erstens dominiert an der Grenze zur rein interkristallinen (transkristallinen) Rissausbreitung der interkristalline (transkristalline) Schädigungsmechanismus die Rissausbreitung. Die transkristalline (interkristalline) Schädigung hat daher nur einen sekundären Einfluss auf das Ergebnis, weil sie nur in geringem Umfang auftritt. Zweitens wird die interkristalline Rissausbreitung nicht nur über den Flächenanteil modelliert, sondern auch die Haltezeit findet über das parabolische Zeitgesetz Niederschlag, siehe Gleichung 6.7 (S. 103). Damit wird an dieser Stelle bereits den sehr unterschiedlichen Haltezeiten und deren Einfluss auf die interkristalline Rissausbreitung Rechnung getragen. Die spätere Gewichtung über den Flächenanteil baut darauf auf und führt nur zu einer weiteren Verfeinerung der Modellergebnisse.

Aufbauend auf den Ergebnissen des Modells kann die Rissausbreitungsgeschwindigkeit in drei Bereiche eingeteilt werden. Für sehr schnelle Ermüdungsfrequenzen von über 10 Hz wird von einer rein transkristallinen Rissausbreitung mit einer Modellierung durch die LEBM ausgegangen. Für einen Frequenzbereich kleiner 10 Hz bis zu einer Haltezeit von ungefähr 5 s (also $f = 0,2$ Hz) liegt der transiente Bereich mit inter- und transkristalliner Schädigung vor, in welchem beide Schadensmechanismen zur Rissausbreitung beitragen. Ab einer Haltezeit von 5 s liegt der Mechanismus mit sukzessiver Ausbildung und Versagen der Schadzone vor. Im Vergleich zu den aus der Literatur [72, 112, 113] bekannten Bereichen sind deutliche Abweichungen zu erkennen. Gemeinsam ist der Bereich der rein transkristallinen Rissausbreitung bis zu einer minimalen Frequenz von rund 10 Hz mit Beschreibung durch die LEBM. Jedoch sehen einige Arbeiten [72, 112, 113] den transienten Bereich mit einem synergetischem Effekt von dynamischer Versprödung und Ermüdung bis zu langen Haltezeiten von 100 s, während in dieser Arbeit bereits ab einer Haltezeit von rund 5 s die Rissausbreitung allein durch den Haltezeitmechanismus aus Ausbildung und Aufbrechen der Schadzone beschrieben und erfolgreich modelliert wird. In dieser Arbeit kann also durch die Modellierung der Schadzone, welche durch die plastische Verformung während der Ermüdung zwischen zwei Haltezeiten aufgebrochen wird, der Einfluss der plastischen Verformung auf die Rissausbreitung ausreichend gut abgebildet werden. Daher ist für den transienten Übergangsbereich keine weitere Berücksichtigung eines Synergieeffekts nötig. Umgekehrt eignet sich dieses Modell im Gegensatz zu den Modellen von Antunes et al. [113] und Gustafsson [127] nicht, um eine mögliche Rissausbreitung während einer Haltezeit zu berücksichtigen. Sobald also die rein zeitabhängige Rissausbreitung ohne einen Einfluss einer überlagerten Ermüdungsbelastung auftritt, was ab rund 100 s Haltezeit der Fall ist [72, 112, 113], vermag dieses Modell die Rissausbreitung nicht mehr zu beschreiben.

Der Grund ist, dass bei einer Rissausbreitung in der Haltezeit die Rissausbreitung nur durch die reine Sauerstoffdiffusion entsteht, was in diesem Modell nicht berücksichtigt wird.

7.2.5 Mechanismenkarte der Rissausbreitung

Im vorletzten Kapitel (Kapitel 7.2.3, S. 132ff.) wurde diskutiert, dass die Rissausbreitung in Abhängigkeit von der Ermüdungsfrequenz grob in drei Bereiche, die zeit-, die zyklen- und die zeit- und zyklenabhängige Rissausbreitung eingeteilt werden kann. Aufbauend auf den vorliegenden Ergebnissen dieser Arbeit kann dieses Modell zu einer schematischen Mechanismenkarte der Rissausbreitung in IN718 bei 650°C erweitert werden, siehe Bild 7.5.

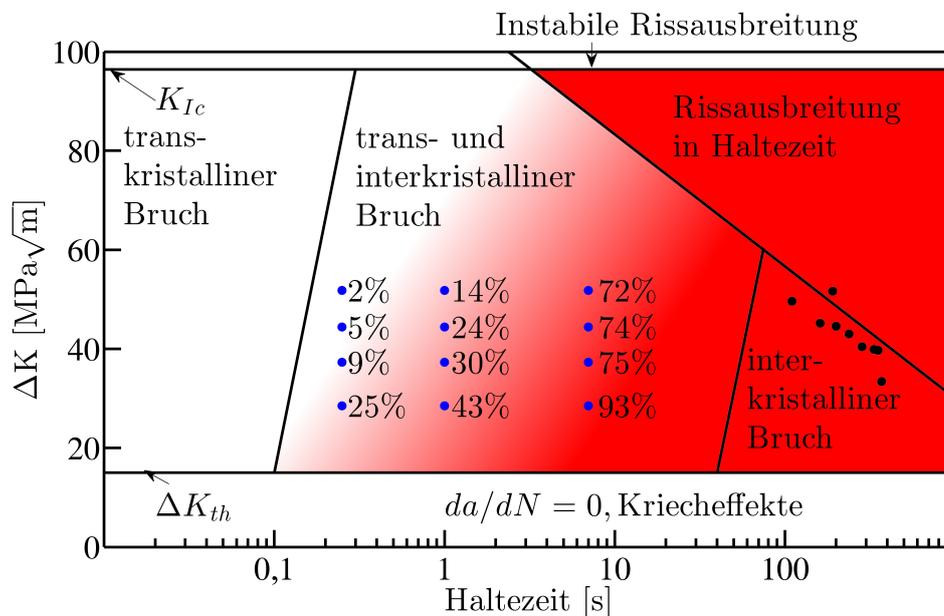


Bild 7.5: Schematische Mechanismenkarte der Rissausbreitung in IN718 bei 650°C. Die blauen Punkte stellen die Messpunkte des prozentualen Anteils der interkristallinen Bruchfläche für die Versuche 4 Hz Luft, 1 Hz Luft und 2-3-2 Luft für die entsprechenden ΔK und Frequenzen dar (Tabelle 6.1, S. 107). Die schwarzen Punkte stehen für die Inkubationszeiten bis es zu einer interkristallinen Rissausbreitung während einer Haltezeit für eine bestimmte Spannungsintensität kommt (vgl. Bild 5.16, S. 85). Die rote Farbe repräsentiert schematisch den Anteil interkristalliner Bruchfläche. Der Schwellenwert ΔK_{th} und der kritische Spannungsintensitätsfaktor K_{Ic} für IN718 bei 650°C sind Kang et al. [84] entnommen.

In diesem Bild sind der Schwellenwert ΔK_{th} und der kritische Spannungsintensitätsfaktor K_{Ic} für IN718 bei 650°C aus Kang et al. [84] entnommen. Unterhalb des Schwellenwertes

ΔK_{th} sollte keine technisch relevante Rissausbreitung mehr auftreten, wobei weiterhin aufgrund der hohen Temperatur mit Krieeffekten zu rechnen ist. Nach oben wird die stabile Rissausbreitung durch den kritischen Spannungsintensitätsfaktor begrenzt. Weiterhin sind in dem Bild mit den blauen Punkten die auf den Bruchflächen der Versuche 4 Hz Luft, 1 Hz Luft und 2-3-2 Luft gemessenen prozentualen Anteile interkristalliner Bruchfläche (Zahlenwerte im Bild) dargestellt, vgl. Tabelle 6.1 (S. 107). Aus den Daten dieser Messpunkte wurde schematisch der Verlauf des Anteils interkristalliner Bruchfläche in Abhängigkeit vor der Haltezeit und von ΔK abgeleitet. Der Anteil ist rot dargestellt. Je intensiver der rote Farbton, desto größer ist der Anteil der interkristallinen Bruchfläche. Oberhalb des kritischen Spannungsintensitätsfaktors sollte der Bruch transkristallin durch Gewaltbruch erfolgen, weil die Sauerstofffluss in die Korngrenzen zu klein ist, um die Korngrenzen ausreichend schnell zu schädigen.

Die schwarzen Punkte repräsentieren die Inkubationszeit bei einem bestimmten ΔK bzw. dem umgerechneten K_{max} in der Haltezeit bei den vorliegenden Versuchsbedingungen, ab welcher eine Rissausbreitung während der Haltezeit auftritt, vgl. Bild 5.16 (S. 85). Diese Messpunkte wurden als Grundlage für den linearen Fit genommen, welcher die rein interkristalline Rissausbreitung in der Haltezeit von den anderen Rissausbreitungsarten abgrenzt. Die so erhaltene, schematische Mechanismenkarte der Rissausbreitung gibt Aufschluss darüber, welche Bedingungen zu welchem Schädigungsverhalten führen.

Es sei darauf hingewiesen, dass das Bild 7.5 eine schematische Darstellung für die in dieser Arbeit verwendeten Versuchsbedingungen ist. Ein anderes Spannungsverhältnis bei gleichem ΔK hätte sicherlich eine erhebliche Verschiebung der Bereiche zur Folge.

7.3 Vergleich der beiden Versprödungsmechanismen

Die dynamische Versprödung und die 475°C-Versprödung führen beide zu einem spröden Werkstoffversagen, zeigen aber unterschiedliche Abhängigkeiten von externen Spannungen und/oder zyklischen plastischen Verformungen. Dabei wird deutlich, dass die Eigenschaften des entsprechenden Versprödungsmechanismus maßgeblich die Abhängigkeit von externen Beanspruchungen bestimmen. Die dynamische Versprödung würde ohne eine externe mechanische Zugbeanspruchung nicht auftreten, weil sonst keine Diffusion eines von außen angreifenden versprödenden Elements auftritt. Bei der 475°C-Versprödung reicht eine thermische Aktivierung, weil die Versprödung durch eine intrinsische Diffusion hervorgerufen wird und so eine externe mechanische Beanspruchung nicht notwendig ist. Bei der dynami-

schen Versprödung verändert die plastische Verformung nicht den Versprödungszustand, sondern bricht nur die Schadzone auf. Hingegen verändert die plastische Verformung den Versprödungszustand bei der 475°C-Versprödung direkt, indem die spinodal entmischten Bereiche durch die Versetzungsbewegung lokal aufgelöst werden. Auch andere Versprödungen zeigen je nach Mechanismus sehr unterschiedliche Veränderungen durch eine plastische Verformung. Bei der Schwefelversprödung von Stählen ist Schwefel das Schadelement. Eine Auswirkung einer plastischen Verformung auf die Schwefelversprödung ist nicht zu erwarten, da der Schwefel weiterhin im Material vorliegt. Es lässt sich abschließend sagen, dass der Einfluss einer plastischen Verformung auf Versprödungen sehr vom jeweiligen relevanten Versprödungsmechanismus abhängt.

8 Zusammenfassung

Das Ziel dieser Arbeit war es, den Einfluss einer Hochtemperaturermüdungsbeanspruchung auf bekannte Hochtemperaturversprödungsmechanismen zu untersuchen. Als Versprödungsprozesse wurden die 475°C-Versprödung von Duplexstahl und die dynamische Versprödung von Nickelbasislegierungen untersucht.

Um den Einfluss einer (Hochtemperatur-)Ermüdung auf die 475°C-Versprödung zu analysieren, wurden Raumtemperaturermüdungsversuche und isotherme Ermüdungsversuche bei 475°C bei verschiedenen Beanspruchungsamplituden, Versuchsfrequenzen und in verschiedenen vor dem Versuch erzeugten Versprödungszuständen des Duplexstahls durchgeführt. Raumtemperaturermüdungsversuche ermöglichen, den alleinigen Einfluss einer zyklischen Verformung zu untersuchen.

Das Ermüdungsverhalten in der Kurzzeitfestigkeit ist geprägt von einer anfänglichen Verformungsverfestigung in den ersten ca. 20 Ermüdungszyklen. Im Anschluss folgt eine Entfestigung bis zum Versagen nach rund 1000 Zyklen. Dabei ist erstens festzustellen, dass für nicht vorversprödeten Duplexstahl die anfängliche Verformungsverfestigung in der Größenordnung der folgenden Entfestigung ist. Mit zunehmender Vorversprödung nimmt die Entfestigung in Relation zur Verfestigung zu. Zweitens ist die Entfestigung in der ersten Hälfte der Lebensdauer schneller als in der zweiten Hälfte. Grundsätzlich verformen sich beide Phasen des Duplexstahl (α und γ) plastisch und beide Phasen beeinflussen so das Ermüdungsverhalten. Um herauszufinden, in welchem Maße das unterschiedliche Ermüdungsverhalten von den beiden Phasen hervorgerufen wird, wurde eine Auswertung mittels der Streckgrenzenverteilung vorgenommen. Dabei korreliert das globale Ermüdungsverhalten mit dem der ferritischen Phase, jedoch liegt keine Übereinstimmung mit dem Ermüdungsverhalten der austenitischen Phase vor. Weiterhin erweist sich das Ermüdungsverhalten für die austenitische Phase unabhängig vom Versprödungszustand. Die Unterschiede im Ermüdungsverhalten sind daher maßgeblich von der ferritischen Phase bestimmt. Damit ist die stärkere Entfestigung von versprödetem Duplexstahl auf das Verhalten der ferritischen Phase zurückzuführen. Der Mechanismus ist die aus der Literatur bekannte verformungsinduzierte Auflösung der spinodal entmischten Bereiche der 475°C-Versprödung. Das Hin- und Hergleiten von Versetzungen löst die Ausscheidungen der 475°C-Versprödung auf und senkt somit die Festigkeitssteigerung. Dieser Entfesti-

gungsmechanismus fehlt in nicht vorversprödetem Duplexstahl, weshalb die Entfestigung geringer ist.

Isotherme Ermüdungsversuche mit Duplexstahl bei 475°C bestätigen die bisher genannten Erkenntnisse aus den Raumtemperaturermüdungsversuchen und erlauben außerdem, durch den kombinierten Effekt von verformungsinduzierter Auflösung der spinodalen Entmischung und der voranschreitenden thermisch aktivierten spinodalen Entmischung weitergehende Rückschlüsse auf den Einfluss der plastischen Verformung auf die 475°C-Versprödung zu ziehen. Die Untersuchung der Versetzungsanordnungen deutet darauf hin, dass die Unterschiede im Ermüdungsverhalten in der Kurzzeitfestigkeit von der ferritischen Phase hervorgerufen werden. So werden in Übereinstimmung mit dem Literaturkenntnisstand unabhängig vom Versprödungszustand und der Versuchsführung immer die gleichen Versetzungsanordnungen in der austenitischen Phase aber unterschiedliche Versetzungsanordnung in der ferritischen Phase beobachtet. Auch die stärkere Entfestigung von vorversprödetem Duplexstahl im Vergleich zu nicht vorversprödetem Duplexstahl wird beobachtet. Im Unterschied zu den Raumtemperaturermüdungsversuchen folgt aber im Anschluss an die anfängliche Verfestigung für nicht vorversprödeten Duplexstahl in isothermen Versuchen bei 475°C nicht immer eine Entfestigung bis zum Versagen. Für plastisch-dehnungsgeregelte Versuche bei 475°C läuft die Verfestigung beispielsweise entweder in einer Sättigung ($\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2}=0,8\%$) aus oder es kommt sogar zu einer Verfestigung ($\frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2}=0,25\%$). Eine Verfestigung wird in Raumtemperaturermüdungsversuchen grundsätzlich nicht beobachtet, so dass diese thermisch aktiviert sein muss. Eine Sättigung ist auch in Raumtemperaturermüdungsversuchen zu beobachten und muss daher nicht notwendigerweise aus der Verfestigung durch die spinodale Entmischung entstehen. Daher wurde ein Versuch bei 475°C mit zwei Versuchsfrequenzen durchgeführt. Bei schneller Frequenz sollte aufgrund der geringeren Versuchzeit weniger Verfestigung durch die 475°C-Versprödung auftreten als in dem Versuch mit langsamer Frequenz. Dies bestätigt sich in dem Versuch mit schneller Frequenz durch eine Entfestigung aufgrund der fehlenden 475°C-Versprödung, während sich im Versuch mit langsamer Frequenz eine Sättigung einstellt.

Eine Auswertung für diese beiden Versuche mit der Streckgrenzenverteilungsfunktion zeigt, dass erneut das globale Ermüdungsverhalten dem der ferritischen Phase entspricht und das Ermüdungsverhalten der austenitischen stark davon abweicht. Daher muss die Sättigung respektive die Verfestigung aus einer Hochtemperaturverfestigung der ferritischen Phase hervorgerufen werden. Da diese Verfestigung bei Raumtemperaturermüdungsversuchen fehlt, kommt es zu einer globalen Entfestigung.

Ein möglicher Einfluss der dynamischen Reckalterung kann zwar nicht vollständig ausge-

geschlossen werden, jedoch zeigen die Ergebnisse, dass die 475°C-Versprödung der hauptursächliche Mechanismus ist. Die plastische Verformung hat nicht direkt einen Effekt auf die 475°C-Versprödung, welche nach wie vor durch eine spinodale Entmischung hervorgerufen wird, aber sie steht der Versprödung entgegen. Die 475°C-Versprödung und die verformungsinduzierte Auflösung der spinodal entmischten Bereiche sind gleichzeitig auftretende, unabhängige Mechanismen, die jedoch gegeneinander arbeiten. Das Verhältnis aus verformungsinduzierter plastischer Dehnungsamplitude und Versuchszeit entscheidet über das Ermüdungsverhalten (Verfestigung, Sättigung oder Entfestigung).

Die in den Ermüdungsversuchen beobachtete Wechselwirkung muss nicht notwendigerweise auch andere Materialeigenschaften beeinflussen. Einige der Ermüdungsversuche wurden vor dem Ermüdungsbruch für nachfolgende Raumtemperaturzugversuche abgebrochen. Dabei konnte kein Einfluss der Ermüdung auf die Zugfestigkeit festgestellt werden. Die Zugfestigkeit von bei 475°C ermüdetem Duplexstahl entsprach immer der von Referenzversuchen an rein thermisch versprödetem Duplexstahl. Der Grund für die unterschiedlichen Auswirkungen auf den beobachteten Versprödungszustand in Ermüdungs- und Zugversuchen sind die unterschiedlichen versuchsspezifischen Eigenschaften. In Ermüdungsversuchen wird nur ein geringer Volumenanteil plastisch verformt und in diesen Bereichen lokalisiert sich die plastische Verformung. Die verformungsinduzierte Auflösung der Ausscheidungen in diesen Bereichen führt dann zu der beobachteten Entfestigung. In Zugversuchen wird das gesamte Material plastisch verformt. Der in den Ermüdungsversuchen von der verformungsinduzierten Auflösung betroffene Volumenanteil ist klein und damit nicht ausreichend groß, um die Zugfestigkeit messbar zu verändern.

Der Effekt der plastischen Verformung auf die dynamische Versprödung in IN718 lässt sich nicht wie für die 475°C-Versprödung aus gegenläufigen Mechanismen aus Ver- und Entfestigung beschreiben. Vielmehr verändert sich der Schädigungsmechanismus. Das bisherige Verständnis der dynamischen Versprödung basiert auf Rissausbreitungsversuchen in Vierpunktbiegung mit statischer Durchbiegung. Der Riss wächst kontinuierlich mit der Sauerstoffdiffusion entlang der Korngrenzen. Um den Einfluss einer Ermüdung auf die Rissausbreitung zu untersuchen, wurden Rissausbreitungsversuche im Haltezeitzyklus und unter sinusförmiger Beanspruchung mit unterschiedlicher Haltezeit bzw. Ermüdungsfrequenz unter Luftatmosphäre und im Vakuum durchgeführt. Die Variation der Ermüdungsfrequenz bzw. der Haltezeit erlaubt die zeitabhängige Diffusionsschädigung durch den Sauerstoff unterschiedlich stark zu berücksichtigen. Je nach Haltezeit/Versuchsfrequenz und Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors sind unterschiedliche Schädigungs- und Rissausbreitungsmechanismen zu beobachten.

In Versuchen im Haltezeitzyklus ist für kleine Schwingbreiten des Spannungsintensitätsfaktors eine konstante Risslänge während der Haltezeit zu beobachten. Erst mit der Ermüdungsbelastung zwischen zwei Haltezeiten wächst der Riss. Der Grund ist, dass während der Haltezeit Umgebungssauerstoff in die der Risspitze vorgelagerten Korngrenzen diffundiert. Es deutet daraufhin, dass der Korngrenzensauerstoff während der Haltezeit eine Schadzone ausbildet, die sich durch eine geringere Korngrenzenkohäsion auszeichnet. Diese Schadzone bricht durch die plastische Verformung in dem Ermüdungszyklus auf und der Riss wächst. Nimmt mit wachsender Risslänge die Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors zu, nimmt auch die maximale Spannungsintensität während der Haltezeit zu. Es ist dann eine Veränderung des Rissausbreitungsmechanismus zu beobachten. Es kommt auch zu einer Rissausbreitung während der Haltezeit. Die Zeit bis zur Rissausbreitung in der Haltezeit nimmt mit zunehmender Spannungsintensität ab. Es besteht also eine kritische Sauerstoffkorngrenzenkonzentration, ab welcher eine Rissausbreitung in der Haltezeit auftritt. Ab diesem Zeitpunkt basiert die Rissausbreitung allein auf der schädigenden Sauerstoffdiffusion, analog zur statischen Rissausbreitungversuchen in Vierpunktbiegung.

Wird der Einfluss der Ermüdungsfrequenz bzw. der Haltezeit bei einer konstanten Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors auf die Rissausbreitung untersucht, fällt auf, dass sich je nach Frequenz / Haltezeit die Bruchmorphologie verändert. Für lange Haltezeiten (langsame Frequenzen) ist eine rein interkristalline Rissausbreitung zu beobachten, weil die Schädigung durch den Korngrenzensauerstoff ausreichend groß ist. Mit abnehmender Haltezeit (zunehmender Frequenz) ist ein zunehmender Anteil transkristallin gebrochener Körner zu beobachten, bis bei sehr kurzer Haltezeit (sehr schnelle Frequenz) eine rein transkristalline Rissausbreitung auftritt, weil die Sauerstoffdiffusion in einem Zyklus zu klein ist, um alle Korngrenzen ausreichend zu schädigen. Weiterhin ist zu beobachten, dass bei gleicher Haltezeit und gleichem Spannungsverhältnis aber zunehmender Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors der Anteil transkristalliner Bruchmorphologie ansteigt.

Die Ergebnisse dieser Arbeit zeigen, dass bei einer Ermüdungsrissausbreitung der Schädigungsmechanismus der dynamischen Versprödung um den Einfluss der zyklischen mechanischen Belastung erweitert werden muss. Aufbauend auf den Ergebnissen wurden daher für die verschiedenen Variationen aus Frequenz und Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors entsprechende Modellrissausbreitungsmechanismen, aufbauend auf dem Grundmodell der dynamischen Versprödung, entwickelt, welche anschließend in ein Simulationsmodell zusammengefasst wurden. Die transkristalline Rissausbreitung wurde über die linear elastische Bruchmechanik mit dem Paris-Gesetz modelliert. Für die interkristalline Rissausbreitung wurde die Ausbildung einer Schadzone während der Haltezeit und deren

Aufbrechen durch die zyklische Belastung zugrunde gelegt. Die interkristalline Rissausbreitung in einem Zyklus wurde so über die mittlere Diffusionstiefe in der Haltezeit, welche sich aus der Zykluszeit und der Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors berechnet, modelliert. Das Gesamtmodell ist die Addition beider Rissausbreitungsmechanismen und deren Gewichtung mit den Flächenanteilen inter- oder transkristalliner Bruchmorphologie.

Das Modell ist beschränkt auf Haltezeiten ohne Rissausbreitung in der Haltezeit. Es wird eine hohe Übereinstimmung aus gemessener und simulierter Rissausbreitungsgeschwindigkeit mit einem Fehlerband kleiner als zwei erreicht. Die Simulationsergebnisse bestätigen daher die aus den Versuchsergebnissen abgeleitete Modellvorstellung des Schädigungsmechanismus. Der Einfluss der zyklischen mechanischen Belastung auf die dynamische Versprödung untergliedert sich also in zwei Aspekte. Zum einen bricht die Verformung die Schadzone auf und trägt so zur Rissausbreitung bei. Zum anderen zeigt das gleichzeitige Auftreten inter- und transkristalliner Bruchmorphologie, dass bei hoher Ermüdungsfrequenz (kurzer Haltezeit), also geringer Sauerstoffkorngrenzendiffusion, die Rissausbreitung stark von der zyklischen mechanischen Belastung bestimmt wird. Die schnelle zyklische Beanspruchung steht dann der Schädigung durch die dynamische Versprödung entgegen. Die zyklische mechanische Belastung verändert nicht die dynamische Versprödung als Mechanismus, aber erreicht, dass einige Bereiche eher durch die Ermüdungsrissausbreitung versagen als durch die dynamische Versprödung.

Ein Vergleich der beiden Hochtemperaturversprödungsprozesse zeigt, dass bei beiden, in Abhängigkeit von den Besonderheiten des jeweiligen Versprödungsmechanismus, eine andere Abhängigkeit von der zyklischen plastischen Verformung bzw. zyklischen mechanischen Belastung vorliegt. Die 475°C-Versprödung würde auch ohne externe Spannungen auftreten, aber eine zyklische plastische Verformung steht der 475°C-Versprödung entgegen. Der Einfluss kann kurz als gleichzeitige Verfestigung durch spinodale Entmischung und verformungsinduzierte Auflösungen von spinodal entmischten Bereichen beschrieben werden. Der Einfluss der plastischen Verformung auf die verformungsinduzierte Auflösung spinodal entmischter Bereiche der 475°C-Versprödung ist lokal sehr begrenzt auf die Bereiche plastischer Verformung. Die dynamische Versprödung tritt nur bei externer Zugspannung und nur unmittelbar an der Rissspitze auf. Eine globale zyklische plastische Verformung verändert an der diffusionsabhängigen dynamischen Versprödung nichts. Jedoch verändert es den Mechanismus der Rissausbreitung.

Die Arbeit konnte zeigen, dass beide Versprödungsmechanismen dem Einfluss einer zyklischen plastischen Verformung bzw. einer zyklischen mechanischen Belastung unterliegen. Für die 475°C-Versprödung sollte aufbauend auf den Ergebnissen dieser Arbeit in einem

nächsten Schritt der Mechanismus aus verformungsinduzierter Auflösung der spinodal entmischten Bereiche und der spinodalen Entmischung in einem Modell umgesetzt werden. Zur Vertiefung des Verständnisses der dynamischen Versprödung wäre ein physikalisches Modell erstrebenswert, welches das phänomenologische Modell dieser Arbeit weiter verfeinern würde. Des Weiteren könnten thermomechanische Rissausbreitungsversuche interessante und weiterführende Erkenntnisse über den Einfluss der dynamischen Versprödung auf den Schädigungsmechanismus bei wechselnder thermischer und mechanischer Beanspruchung liefern.

Literaturverzeichnis

- [1] *General Principles for Fatigue Testing of Metals*, International Organization for Standardization, ISO/R 373:1964, ISO/NP TR 12105, 1964.
- [2] CHRIST, H.-J. (Herausgeber): *Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe*. Wiley-VCH, Weinheim, 2. Auflage, 2009.
- [3] MURAKAMI, Y., M. TAKADA und T. TORIYAMA: *Super-Long Life Tension-Compression Fatigue Properties of Quenched and Tempered 0.46% Carbon Steel*. International Journal of Fatigue, 16:661–667, 1998.
- [4] BATHIAS, C.: *There is no Infinite Fatigue Life in Metallic Materials*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 22:559–565, 1999.
- [5] CHRIST, H.-J.: *Wechselverformung von Metallen*. Springer, Berlin, 1991.
- [6] SURESH, S.: *Fatigue of Materials*. Cambridge University Press, Cambridge, 2. Auflage, 2008.
- [7] MASING, G.: *Zur Heyn'schen Theorie der Verfestigung der Metalle durch verborgene elastische Spannungen*. Wissenschaftliche Veröffentlichung aus dem Siemens-Konzern, 3:231–239, 1923.
- [8] MASING, G.: *Eigenspannungen in kaltgereckten Metallen*. Zeitschrift technische Physik, 5:569–573, 1925.
- [9] MAYER, T.: *Characterisation and Modelling of the Microstructural and Mechanical Evolution of a Steam Turbine Rotor Steel*. Doktorarbeit, ETH Zürich, 2012.
- [10] NEUMANN, P.: *Grundlagen zum Verhalten bei schwingender Beanspruchung – Ribildung und Ribausbreitung*. In: DAHL, W. (Herausgeber): *Verhalten von Stahl bei schwingender Beanspruchung*. Verlag Stahleisen, Düsseldorf, 1978.
- [11] RICHARD, H.A. und M. SANDER: *Ermüdungsrisse*. Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 2. Auflage, 2012.
- [12] GROSS, D.: *Fracture Mechanics*. Springer, Berlin, 2. Auflage, 2011.

- [13] BÜRCEL, R., H. J. MAIER und T. NIENDORF: *Handbuch Hochtemperaturwerkstofftechnik*. Vieweg+Teuber, Wiesbaden, 4. Auflage, 2011.
- [14] HOSFORD, F. W.: *Mechanical Behavior of Materials*. Cambridge University Press, Cambridge, 2005.
- [15] MEHRER, H.: *Diffusion in Solids*. Springer, Berlin, 3. Auflage, 2007.
- [16] HORNOGEN, E. und H. WARLIMONT: *Metalle*. Springer, Berlin, 5. Auflage, 2006.
- [17] VAN LEEUWEN, H.P.: *The Kinetics of Hydrogen Embrittlement: A Quantitative Diffusion Model*. Engineering Fracture Mechanics, 6:141–161, 1974.
- [18] BIKA, D., J.A. PFAENDTNER, M. MENHYHARD und C.J. MCMAHON: *Sulfur-Induced Dynamic Embrittlement in a Low-Alloy Steel*. Acta Metallurgica et Materialia, 43:1895–1908, 1995.
- [19] ZHAO, L.G., J. TONG und M.C. HARDY: *Predication of Crack Growth in a Nickel-Based Superalloy under Fatigue-Oxidation Conditions*. Engineering Fracture Mechanics, 77:925–938, 2010.
- [20] KAUR, I., Y. MISHIN und W. GUST: *Fundamentals of Grain and Interphase Boundary Diffusion*. Wiley, Hoboken, 1995.
- [21] HARRISON, L.G.: *Influence of Dislocations on Diffusion Kinetics in Solids with Particular Reference to the Alkali Halides*. Transactions of the Faraday Society, 57:1191–1199, 1961.
- [22] RÖSLER, J., H. HARDERS und M. BÄKER: *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*. Teubner, Stuttgart, 2008.
- [23] GIRONÈS, A., L. LLANES, M. ANGLADA und A. MATEO: *Dynamic Strain Ageing Effects on Superduplex Stainless Steels at Intermediate Temperatures*. Materials Science & Engineering A, 367:322–328, 2004.
- [24] PHAM, M.S. und S.R. HOLDSWORTH: *Dynamic Strain Ageing of AISI316L during Cyclic Loading at 300°C: Mechanism, Evolution, and its Effects*. Materials Science & Engineering A, 556:122–133, 2012.
- [25] POHL, M., A. IBACH und K.-H. LANGE: *Microstructure and Properties of Super-Duplex Stainless Steels*. Practical Metallography, Special Issue 22:333–349, 1991.

- [26] ASSOCIATION, INTERNATIONAL MOLYBDENUM: *Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steel*. Technical Marketing Resources of IMOA, Abteilung: Technical Marketing Resources of IMOA 2001. USA.
- [27] WENG, K.L., H.R. CHEN und J.R. YAN: *The Low-Temperature Aging Embrittlement in a 2205 Duplex Stainless Steel*. Materials Sciences & Engineering A, 379:119–132, 2004.
- [28] POHL, M.: *Versprödungsmechanismen in Bauteilen aus Duplex-Stählen*. In: GRELLMANN (Herausgeber): *Herausforderungen neuer Werkstoffe an die Forschung und Werkstoffprüfung, Tagungsband Werkstoffprüfung*, Seiten 429–436. Deutscher Verband für Materialforschung und Prüfung e.V., Berlin, 1.-2. Dezember 2005.
- [29] POHL, M., O. STORZ und T. GLOGOWSKI: *Effect of Sigma-Phase Morphology on the Properties of Duplex Stainless Steels*. Microscopy and Microanalysis, 11:230–231, 2005.
- [30] SAHU, J.K.: *Effect of 475°C Embrittlement on the Fatigue Behaviour of a Duplex Stainless Steel*. Doktorarbeit, Universität Siegen, 2008.
- [31] GROBNER, P.J.: *The 885°F (475°) Embrittlement of Ferritic Stainless Steels*. Metallurgical Transactions, 4:251–260, 1973.
- [32] CORTIE, M.B. und H. POLLAK: *Embrittlement and Aging at 475°C in an Experimental Ferritic Stainless Steel Containing 38Wt.-Percent Chromium*. Materials Sciences & Engineering A, 199:153–163, 1995.
- [33] CAHN, J.W.: *Hardening by Spinodal Decomposition*. Acta Metallurgica, 11:1275–1286, 1963.
- [34] KATO, M., T. MORI und L.H. SCHWARTZ: *Hardening by Spinodal Modulated Structure*. Acta Metallurgica, 28:285–290, 1980.
- [35] HEREÑÚ, S, M. SENNOUR, M. BALBI, I. ALVAREZ-ARMAS, A. THOREL und A.F. ARMAS: *Influence of Dislocation Glide on the Spinodal Decomposition of Fatigued Duplex Stainless Steels*. Materials Sciences & Engineering A, 528:7636–7640, 2011.
- [36] POHL, M.: *Einsatzprofil und Versagensmechanismus nichtrostender ferritischer-austenitischer Duplex-Stähle*. VDI-Bericht 1150: Nichtrostende Stähle im Kraftwerks- und Anlagenbau. VDI, 1994.

- [37] GOTTSTEIN, G.: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Springer-Verlag, Berlin, 2007.
- [38] ECKSTEIN, H.-J. und R. SERCHEN: *Ausscheidungsverhalten des korrosionsbeständigen ferritischen-austenitischen Stahls X5CrNiTi36.6*. Neue Hütte, 32:293–296, 1987.
- [39] ARMAS, A.F., S. HEREÑÚ, I. ALVAREZ-ARMAS, S. DEGALLAIX, A. CONDÓ und F. LOVEY: *The Influence of Temperature on the Cyclic Behaviour of Aged and Unaged Super Duplex Stainless Steels*. Materials Sciences & Engineering A, 491:434–439, 2008.
- [40] FISHER, R.M., M. DULIS, R. und K.G. CARROL: *Identification of the Precipitates Accompanying 885°F Embrittlement of Chromium Steels*. Journal of Metals, 197:690–695, 1953.
- [41] ITURGOYEN, L. und M. ANGLADA: *The Influence of Ageing at Intermediate Temperatures on the Monotonic Stress-Strain Behaviour and Fracture Toughness of a Duplex Stainless Steel*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 20:645–657, 1997.
- [42] QUIN, M.P. und L.H. SCHWARTZ: *Low Cycle Fatigue in Spinodal Cu-10WT-Percent-Ni-6WT-Percent-Sn*. Materials Sciences & Engineering, 46:249–259, 1980.
- [43] QUIN, M.P. und L.H. SCHWARTZ: *High Cycle Fatigue Behavior of Spinodal Cu-10WT-Percent-Ni-6WT-Percent-Sn*. Materials Sciences & Engineering, 54:121–126, 1982.
- [44] PARK, K.-H., J.C. LASALLE und L.H. SCHWARTZ: *The Low Cycle Fatigue Behaviour of Spinodally Decomposed Fe26-Cr-1Mo Alloys*. Acta Metallurgica, 33:205–211, 1985.
- [45] LLANES, L., A. MATEO, L. ITURGOYEN und M. ANGLADA: *Aging Effects on the Cyclic Deformation Mechanisms of a Duplex Stainless Steel*. Acta Materialia, 44:3967–3978, 1996.
- [46] DEGALLAIX, S., A. SEDDOUKI, G. DEGALLAIX, T. KRUML und POLÁK J.: *Fatigue Damage in Austenitic-Ferritic Duplex Stainless Steels*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 18:65–77, 1995.
- [47] VOGT, J.-B., K. MASSOL und J. FOCT: *Role of the Microstructure on Fatigue Properties of 475°C Aged Duplex Stainless Steels*. International Journal of Fatigue, 24:627–633, 2002.

- [48] ALVAREZ-ARMAS, I., M-C.; MARINELLI, S. HEREÑÚ, S. DEGALLAIX und A.F. ARAMS: *On the Cyclic Softening Behaviour of SAF 2507 Duplex Stainless Steel*. Acta Materialia, 54:5041–5049, 2006.
- [49] MATEO, A., L. LLANES, L. ITURGOYEN und M. ANGLADA: *Cyclic Stress-Strain Response and Dislocations Substructure Evolution of a Ferrite-Austenite Stainless Steel*. Acta Meterialia, 3:1143–1153, 1996.
- [50] AKDUT, N.; FOCT, J.: *Microstructure and Deformation Behaviour of High Nitrogen Duplex Stainless Steels*. The Iron & Steel Institute of Japan International, 36:883–892, 1996.
- [51] POLÁK, J., F. FARDOUN und S. DEGALLAIX: *Analysis of the Hysteresis Loop in Stainless Steels I. Austenitic and Ferritic Steels*. Materials Sciences & Engineering A, 297:144–153, 2001.
- [52] POLÁK, J., F. FARDOUN und S. DEGALLAIX: *Analysis of the Hysteresis Loop in Stainless Steels II. Austenitic-Ferritic Duplex Steel and the Effect of Nitrogen*. Materials Sciences & Engineering A, 297:154–161, 2001.
- [53] HEREÑÚ, S., I. ALVAREZ-ARMAS, A. ARMAS, S. DEGALLAIX, A. CONDÓ und F. LOVEY: *Microstructural Changes in a Duplex Stainless Steel During Low Cycle Fatigue*. MP Testing Materials, 51:359–364, 2009.
- [54] ARMAS, A. F., S. HEREÑÚ, S. DEGALLAIX, A. CONDÓ und F. LOVEY: *Temperature Influence on the Cyclic Behaviour of Aged and Unaged Super Duplex Stainless Steels*. In: *Duplex Stainless Steels World Conference*, Seiten 1–12, Grado, 18.-20. Juni 2007.
- [55] HEREÑÚ, S., I. ALVAREZ-ARMAS und A.F. ARMAS: *Role of the Ferritic Phase During Cyclic-Loading in a Duplex-Stainless Steel*. In: ITALIA, ASSOCIAZIONE (Herausgeber): *Proceedings of the 6th World Duplex Conference*, Seiten 681–689, Venezia, 17.-20. Oktober 2000. Associazione Italia.
- [56] HEREÑÚ, S, I. ALVAREZ-ARMAS und A.F. ARMAS: *The Influence of Dynamic Strain Aging on the Low Cycle Fatigue of Duplex Stainless Steel*. Scripta Materialia, 45:739–745, 2001.
- [57] ALVAREZ-ARMAS, I., A.F. ARMAS, S. HEREÑU, S. DEGALLAIX und G. DEGALLAIX: *Correlation between Deformation Behaviour and Microstructure in a Duplex Steel between 300 and 773K*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 26:27–35, 2003.

- [58] GIRONÈS, A., L. LLANES, M. ANGLADA und A. MATEO: *Cyclic Deformation of Superduplex Stainless Steels at Intermediate Temperatures*. Metallurgical & Materials Transactions A, 37:3519–3530, 2006.
- [59] TSUZAKI, K., Y. MATSUZAKI, T. MAKI und I. TAMURA: *Dynamic Strain Aging During Fatigue Deformation in Type-304 Austenitic Stainless Steel*. Materials Science & Engineering, 61:247–260, 1983.
- [60] GHONEIM, M.M.: *Effect of Strain Rate and Temperature on the Tensile Properties of MANET II Steel*. Journal of Materials Sciences & Engineering & Performance, 6:511–516, 1997.
- [61] TSUZAKI, K., Y. MATSUZAKI, T. MAKI und I. TAMURA: *Fatigue Deformation Accompanying Dynamic Strain Aging in Pearlitic Eutectoid Steel*. Materials Sciences & Engineering A, 142:63–70, 1991.
- [62] SRINIVASAN, V.S., R. SANDHYA, M. VALSAN, K.B.S. RAO, S.L. MANNAN und D.H. SASTRY: *The Influence of Dynamic Strain Ageing on Stress Response and Strain-Life Relationship in Low Cycle Fatigue of 316(N) Stainless Steel*. Scripta Materialia, 37:1593–1598, 1997.
- [63] DURAND-CHARRE: *The Microstructure of Superalloys*. CRC Press, Boca Raton, 1997.
- [64] DONACHIE, M.J. und S.J. DONACHIE: *Superalloys*. ASM International, Materials Park, 2. Auflage, 2003.
- [65] REED, R.C.: *The Superalloys*. Cambridge University Press, Cambridge, 2006.
- [66] GUOGE, Z., R.S. CHANDEL, S.H. PHEOW und H.H. HOON: *Effect of Bonding Temperature on the Precipitation of Delta Phase in Diffusion Bonded Inconel 718 Joints*. Materials and Manufacturing Processes, 21:452–456, 2006.
- [67] DESVALLÉES, Y., M. BOUZIDI, F. BOIS und N. BEAUDE: *Delta Phase in Inconel 718: Mechanical Properties and Forging Process Requirements*. In: LORIA, E.A. (Herausgeber): *Superalloys 718, 625, and Various Derivatives*, Seiten 281–291, Pittsburgh, 27.-29. Juni 1994 1994. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [68] LI, S., J. ZHUANG, J. YANG, Q. DENG und J. DU: *The Effect of Delta-Phase on Crack Propagation under Creep and Fatigue Conditions in Alloy 718*. In: LORIA,

- E.A. (Herausgeber): *Superalloys 718, 625, and Various Derivatives*, Seiten 544–555, Pittsburgh, 27.-29. Juni 1994 1994. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society).
- [69] WAGENHUBER, P., V.B. TRINIDADE und U. KRUPP: *The Role of Oxygen-Grain Boundary Diffusion During Intercrystalline Oxidation and Intergranular Fatigue Crack Propagation in Alloy 718*. In: LORIA, E.A. (Herausgeber): *Proceedings of the Sixth International Superalloys Symposium*, Seite 591–600, Pittsburgh, 3.-5. Oktober 2005. (TMS) The Minerals, Metals & Materials Society.
- [70] PFAENDTNER, J. UND MCMAHON C.J.: *Oxygen-Induces Intergranular Cracking of Ni-Base Alloy at Elevated Temperatures – An Example of Dynamic Embrittlement*. *Acta Materialia*, 49:3369–3377, 2001.
- [71] CLAVEL, M. und A. PINEAU: *Frequency and Wave-Form Effects on the Fatigue Crack Growth Behaviour of Alloy 718 at 298 K and 823 K*. *Metallurgical Transactions*, 9A:471–480, 1978.
- [72] WEERASOORIYA, T.: *Effect of Frequency on Fatigue Crack Growth of Inconel 718 at High Temperature*. In: CRUSE, T.A. (Herausgeber): *Nineteenth Symposium on Fracture Mechanics*, ASTM STP 969, Seiten 907–923, San Antonio, 1988. American Society for Testing and Materials.
- [73] BERRERA, E.V., M. MENYHARD, D. BIKA, B. ROTHMAN und C.J. MCMAHON: *Quasi-Static Intergranular Cracking in a Cu-Sn Alloy – An Analog of Stress Relief Cracking of Steels*. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 27:205–210, 1992.
- [74] PFEANDTNER, J.: *Oxygen-Induced Diffusion-Controlled Cracking of Structural Alloys*. Doktorarbeit, University of Pennsylvania, 1998.
- [75] MUTHIAH, R.C., C.J. MCMAHON und A. GUHA: *An Example of Dynamic Embrittlement: Oxygen-Induced Cracking of a Cu-Be Alloy at 200 degrees C*. In: FERRO, A.C., J.P. CONDE und M.A. FORTES (Herausgeber): *Intergranular and Interphase Boundaries in Materials, PT2*, Band 207 der Reihe *Materials Science Forum*, Seiten 585–588. Transtec Publications LTD, Dürnten, 1996.
- [76] LIU, C.T. und C.L. WHITE: *Dynamic Embrittlement of Boron-Doped Ni₃Al Alloys at 600°C*. *Acta Metallurgica*, 35:643–649, 1987.

- [77] KRUPP, U.: *Improving the Resistance to Intergranular Cracking and Corrosion at Elevated Temperatures by Grain-Boundary-Engineering-Type Processing*. Journal of Materials Sciences, 43:3908–3916, 2008.
- [78] KRUPP, U.: *Dynamic Embrittlement – Time-Dependent Quasi-Brittle Intergranular Fracture at High Temperatures*. International Materials Reviews, 50:83–97, 2005.
- [79] KRUPP, U., W.M. KANE, X. LIU, O. DUEBER, C. LAIRD und C.J. MCMAHON: *The Effect of Grain-Boundary-Engineering-Type Processing on Oxygen-Induced Cracking of IN718*. Materials Sciences & Engineering A, 349:212–217, 2003.
- [80] KRUPP, U., W. K. KANE, J.A. PFAENDTNER, X. LIU, C. LAIRD und C.J. MCMAHON: *Oxygen-Induces Intergranular Fracture of the Nickel-Base Alloy IN718 during Mechanical Loading at High Temperatures*. Materials Research, 7:35–41, 2004.
- [81] KRUPP, U., W.M. KANE, C. LAIRD und C.J. MCMAHON: *Brittle Intergranular Fracture of a Ni-Base Superalloy at High Temperatures by Dynamic Embrittlement*. Materials Sciences & Engineering A, 387:409–413, 2004.
- [82] KRUPP, U. und C.J. MCMAHON: *Dynamic Embrittlement-Time-Dependent Brittle Fracture*. Journal of Alloys & Compounds, 378:79–84, 2004.
- [83] KRUPP, U., P. E.-G. WAGENHUBER, W.M. KANE und C.J. MCMAHON: *Improving Resistance to Dynamic Embrittlement and Intergranular Oxidation of Nickel Based Superalloys by Grain Boundary Engineering Type Processing*. Materials Sciences & Technology, 21:1247–1254, 2005.
- [84] KANG, B.S.-J., P.L. ZHANG und M. ELLATHUR: *Stress Accelerated Grain Boundary Oxygen Embrittlement on Creep Crack Growth of Nickel-Base Superalloys*. In: *Fatigue and Fracture at Elevated Temperatures*, Band AD 50, Seiten 225–254. American Society of Mechanical Engineers, 1995.
- [85] MA, L. und K.-M. CHANG: *Indentification of SAGBO-Induced Damage Zone Ahead of Crack Tip to Characterize Sustained Loading Crack Growth in Alloy 783*. Scripta Materialia, 48:1271–1276, 2003.
- [86] MA, L., X. LIU und K.-M. CHANG: *Reply to Comment on „Identification of SAGBO-Induces Damage Zone Ahead of Crack Tip to Characterize Sustained Loading Crack Growth in Alloy 783“*. Scripta Materialia, 54:309–311, 2006.

- [87] HAYES, R.W.: *Oxygen Embrittlement and Time-Dependent Grain-Boundary Cracking of ALLVAC 718PLUS*. Metallurgical & Materials Transactions A, 39:2596–2606, 2008.
- [88] VISKARI, L., Y. CAO, M. NORELL, G. SJÖBERG und K. STILLER: *Grain Boundary Microstructure and Fatigue Crack Growth in Allvac 718Plus Superalloy*. Materials Sciences & Engineering A, 528:2570–2580, 2011.
- [89] HÖRNQVIST, M., L. VISKARI, K. STILLER und G. SJÖBERG: *Hold-Time Fatigue Crack Growth of Allvac 718Plus*. In: TMS (THE MINERALS, METALS & MATERIALS SOCIETY (Herausgeber): *7th International Symposium on Superalloys and Derivatives*, Seiten 705–717, Pittsburgh, 10.-13. Oktober 2010.
- [90] GUSTAFSSON, D., J.J. MOVERARE, S. JOHANSSON, K. SIMONSSON, M. HÖRNQVIST, T. MÅNSSON und S. SJÖSTRÖM: *Influence of High Temperature Hold Times on the Fatigue Crack Propagation in Inconel 718*. International Journal of Fatigue, 33:1461–1469, 2011.
- [91] GUSTAFSSON, D., J.J. MOVERARE, K. SIMONSSON, S. JOHANSSON, M. HÖRNQVIST, T. MÅNSSON und S. SJÖSTRÖM: *Fatigue Crack Growth Behaviour of Inconel 718 – The Concept of a Damaged Zone Caused by High Temperature Hold Times*. Procedia Engineering, 10:2821–2826, 2011.
- [92] ANDRIEU, E. und R. MOLINS: *Intergranular Crack Tip Oxidation Mechanism in a Nickel-Based Superalloy*. Materials Science & Engineering A, 154:21–28, 1992.
- [93] ZHENG, D. und H. GHONEM: *Oxidations-Assisted Fatigue Crack Growth Behavior in Alloy 718-Part II. Applications*. Fatigue of Engineering Materials & Structures, 14:761–768, 1991.
- [94] GHONEM, H., T. NICHOLAS und A. PINEAU: *Elevated Temperature Fatigue Crack Growth in Alloy 718-Part II: Effects of Environmental and Material Variables*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 16:577–590, 1993.
- [95] GHONEM, H., T. NICHOLAS und A. PINEAU: *Elevated Temperature Fatigue Crack Growth in Alloy 718-Part I: Effects of Mechanical Variables*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 16:565–576, 1993.
- [96] LYNCH, S.P., T.C. RADTKE, B.J. WICKS und R.T. BYRNES: *Fatigue Crack Growth in Nickel-Based Superalloys at 500-700°C. I: Waspaloy*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 17:297–311, 1994.

- [97] LYNCH, S.P., T.C. RADTKE, B.J. WICKS und R.T. BYRNES: *Fatigue Crack Growth in Nickel-Based Superalloys at 500-700°C. II: Direct-Aged Alloy 718*. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 17:313–325, 1994.
- [98] MOLINS, R., G. HOCHSTETTER, J.C. CHASSAIGNE und E. ANDRIEU: *Oxidations Effects on the Fatigue Crack Growth Behaviour of Alloy 718 at High Temperature*. *Acta Materialia*, 45:663–674, 1997.
- [99] MOLINS, R., J.C. CHASSAIGNE und E. ANDRIEU: *Nickel Based Alloy Intergranular Embrittlement in Relation with Oxidation Mechanisms*. *Materials Sciences Forum*, 251-254:445–452, 1997.
- [100] FRIEDEL, G.: *Leçons de Cristallographie*. A. Blanchard, University of California, 2. Auflage, 1964.
- [101] KRONBERG, M.L. und F.H. WILSON: *Secondary Recrystallization in Copper*. *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, 185:501–514, 1949.
- [102] BRANDON, D.G.: *The Structure of High-Angle Grain Boundaries*. *Acta Metallurgica*, 14:1479–1484, 1966.
- [103] RANDLE, V.: *The Measurement of Grain Boundary Geometry*. Institute of Physics Publishing, Bristol, 1993.
- [104] BLOCHWITZ, C., R. RICHTER, W. TIRSCHLER und K. OBRTLİK: *Effect of Local Textures on Microcrack Propagation in Fatigued FCC Metals*. *Material Sciences & Engineering A*, 234:563–566, 1997.
- [105] RANDLE, V.: *Grain Boundary Engineering: An Overview after 25 Years*. *Materials Science and Technology*, 26:253–261, 2010.
- [106] KANE, W.M.: *Dynamic Embrittlement of Nickel-Bases-Alloys*. Doktorarbeit, University of Pennsylvania, 2005.
- [107] WATANABE, T.: *An Approach to Grain-Boundary Design for Strong and Ductile Polycrystals*. *Res Mechanica*, 11:47–84, 1984.
- [108] BACHE, M.R., W.J. EVANS und M.C. HARDY: *The Effects of Environment and Loading Waveform on Fatigue Crack Growth in Inconel 718*. *International Journal of Fatigue*, 21:69–77, 1999.

- [109] WOODFORD, D.A.: *Gas Phase Embrittlement and Time Dependent Cracking of Nickel Based Superalloys*. Energy Materials, 1:59–79, 2006.
- [110] WEI, P.W., C. MILLER, Z. HUANG, G.W. SIMMONS und D.G. HARLOW: *Oxygen Enhanced Crack Growth in Nickel-Based Superalloys and Materials Damage Prognosis*. Engineering Fracture Mechanics, 76:715–727, 2009.
- [111] HEULER, P., E. AFFELDT und R.J.H. WANHILL: *Effects of Loading Waveform and Stress Field on High Temperature Fatigue Crack Growth of Alloy 718*. Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, 34:790–796, 2003.
- [112] ANTUNES, F.V., J.M. FERREIRA, C.M. BRANCO und J. BYRNE: *Influence of Stress State on High Temperature Fatigue Crack Growth in Inconel 718*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 24:127–135, 2001.
- [113] ANTUNES, F.V., J.M. FERREIRA, C.M. BRANCO und J. BYRNE: *High Temperature Fatigue Crack Growth in Inconel 718*. Materials at High Temperatures, 17:439–448, 2000.
- [114] WEI, R.P. und Z. HUANG: *Influence of Dwell Time on Fatigue Crack Growth in Nickel-Base Superalloys*. Materials Science & Engineering A, 336:209–214, 2002.
- [115] GUSTAFSSON, D. und E. LUNDSTROM: *High Temperature Fatigue Crack Growth Behaviour of Inconel 718 under Hold Time and Overload Conditions*. International Journal of Fatigue, 48:178–186, 2013.
- [116] WANHILL, R.J.H.: *Significance of Dwell Cracking for IN718 Turbine Discs*. International Journal of Fatigue, 24:545–555, 2002.
- [117] ZHAO, L.G., J. TONG und J. BYRNE: *Stress Intensity Factor K and the Elastic T -Stress for Corner Cracks*. International Journal of Fracture, 109:209–225, 2001.
- [118] TONG, J.: *T -Stress and its Implications for Crack Growth*. Engineering Fracture Mechanics, 69:1325–1337, 2002.
- [119] WOODFORD, D.A. und L.F. COFFIN JR.: *The Role of Grain Boundaries in High-Temperature Fatigue*. In: WALTER, J.L., J.H. WESTBROOK und D.A. WOODFORD (Herausgeber): *Grain Boundaries in Engineering Materials: 4th Bolton Landing Conference*, Seiten 421–434, Lake George, New York, 1974. Claitor's Publications Division (Baton Rouge).

- [120] OSTERGREEN, W.J.: *Damage Function and Associated Failure Equations for Predicting Hold Time and Frequency Effects in Elevated Temperature Low Cycle Fatigue*. Journal of Testing and Evaluation, 4:327–339, 1976.
- [121] XU, Y.: *Crack Propagation Associated with Stress-Assisted Diffusion of Impurities under Creep Conditions*. Doktorarbeit, University of Pennsylvania, 1999.
- [122] WEI, R.P. und J.D. LANDES: *Correlation between Sustained-Load and Fatigue Crack Growth in High Strength Steels*. Materials Research & Standards, 9:25–46, 1969.
- [123] WEI, R.P. und M. GAO: *Reconsideration of the Superposition Model for Environmentally Assisted Fatigue Crack-Growth*. Scripta Metallurgica, 17:959–962, 1983.
- [124] SOLOMON, H.D. und L.F. COFFIN: *Effects of Frequency and Environment on Fatigue Crack Growth in A286 at 1100F*. In: MCEVILY, W. (Herausgeber): *Fatigue at Elevated Temperature*, STP38833S, Seiten 112–124, 1973.
- [125] CHEN, S.-F. und R.P. WEI: *Environmentally Assisted Crack Growth in a Ni-18Cr-18Fe Ternary Alloy at Elevated Temperatures*. Material Sciences & Engineering A, 256:197–207, 1998.
- [126] WEI, R.P.: *Environmental Considerations for Fatigue Cracking*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 25:845–854, 2002.
- [127] GUSTAFSSON, D.: *High Temperature Fatigue Propagation Behaviour of Inconel 718*. Doktorarbeit, Linköping University, 2012.
- [128] *ASTM E647 - 13e1 Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates E08.06*, 2013.
- [129] *prEN 3873, BS 01/705746 DC Aerospace Series, Test Methods for Metallic Materials Determination of Fatigue Crack Growth Rates Using Corner-Cracked (CC) Test Pieces*, 2001.
- [130] WACKERMANN, K., U. KRUPP und H.-J. CHRIST: *Charakterisierung der Hochtemperaturermüdungsrissausbreitung in Luft und Vakuum durch kombinierte optische und resistrometrische Risslängenmessung*. In: POHL, M. (Herausgeber): *Tagungsband DGM-Tagung Werkstoffprüfung*, Seiten 119–124. Deutsche Gesellschaft Materialkunde, Neu-Ulm, 2.-3. Dezember 2010.

- [131] WACKERMANN, K., R. TROSSEN und H.-J. CHRIST: *Charakterisierung der thermomechanischen Ermüdungsrissausbreitung mittels der resistrometrische Risslängenmessung durch die Wechselstrompotentialsonde*. In: CHRIST, H.-J. (Herausgeber): *Tagungsband DGM-Tagung Werkstoffprüfung*, Seiten 187–192. Deutsche Gesellschaft Materialkunde, Neu-Ulm, 28.-29. November 2013.
- [132] HORSTMANN, M., J.K. GREGORY und SCHWALBE K.-H.: *The AC Potential Drop Method*. *Materialprüfung*, 25:212–216, 1993.
- [133] LU, Z.-J., P.J. NICHOLAS und W.J. EVANS: *Calibration of an ACPD Monitoring System for Small Crack Growth in Corner Crack Specimen*. *Engineering Fracture Mechanics*, 50:443–456, 1995.
- [134] MARSH, K.J., R.A. SMITH und R.O. RITCHIE: *Fatigue Crack Measurement: Techniques and Applications*. Engineering Materials Advisory Services, Cradley Heath, 1991.
- [135] ZHOU, S. und A TURNBULL: *Development of ACPD Technique for Short and Long Crack Measurement*, Band 254 der Reihe *NPL Report CMMT*. Crown Copyright, 2000. National Physical Laboratory.
- [136] MCLACHLAN, G. und D. PEEL: *Finite Mixture Models*. Wiley, Weinheim, 2000.
- [137] WENG, K.L., T.H. CHEN und J.R. YANG: *The High-Temperature and Low-Temperature Aging Embrittlement in a 2205 Duplex Stainless Steel*. *Bulletin of the College of Engineering*, 89:45–61, 2003.
- [138] MUNZ, D., K. SCHWALBE und P. MAYR: *Dauerschwingverhalten metallischer Werkstoffe*. Vieweg-Verlag, Wiesbaden, 1971.
- [139] MUGHRABI, H., ACKERMANN. F. und K. HERZ: *Persistent Slip Bands in Fatigued Face-Centered and Body-Centered Cubic Metals*. *Fatigue Mechanisms*, Special Technical Publication 675:69–105, 1979.
- [140] FELTNER, C.E.: *A debris Mechanism of Cyclic Strain Hardening for F.C.C. Metals*. *Philosophical Magazine*, A 12:1229–1248, 1965.
- [141] FINNEY, J.M. und C. LAIRD: *Strain Localization in Cyclic Deformation of Copper Single Crystals*. *Philosophical Magazine*, A 15:1633–53, 1975.
- [142] GROSSKREUTZ, J.C. und H. MUGHRABI: *Description of the Work-Hardened Structures at Low Temperature in Cyclic Deformation*. In: ARGON, A.S. (Herausgeber): *Constitutive Equations in Plasticity*, Seiten 251–326. MIT Press, Cambridge, 1975.

- [143] MCMAHON, C.J.: *Comments on „Identification of SAGBO-Induced Damage Zone Ahead of Crack Tip to Characterize Sustained Loading Crack Growth in Alloy 783“*. Scripta Materialia, 54:305–307, 2006.
- [144] TRINDADE, V.: *Hochtemperaturoxidation chromlegierter Stähle und von Nickel-Basislegierungen: Experimentelle Untersuchung und Computersimulation*. Doktorarbeit, Universität Siegen, 2005.
- [145] SAXENA, A.: *A Model for Predicting the Effect of Frequency on Fatigue Crack Growth-Behavior at Elevated-Temperature*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 3:247–255, 1980.
- [146] KRUPP, U.: *Fatigue Crack Propagation in Metals and Alloys*. Wiley-VCH, Weinheim, 2007.
- [147] FROMM, E.; und E. GEBHARDT: *Gase und Kohlenstoff in Metall*. Springer, Berlin, 1976.
- [148] PARK, J.-W. und C. J. ALTSTETER: *The Diffusion and Solubility of Oxygen in Solid Nickel*. Metallurgical Transactions A, 18:43–50, 1987.

