

# Einfluss des Versetzungsgleitverhaltens und der Vorgeschichteabhängigkeit auf das Ermüdungsverhalten von Nickelbasis-Superlegierungen und Nickel im VHCF-Bereich

CHRISTIAN STÖCKER



SIEGENER WERKSTOFFKUNDLICHE BERICHTE | BAND 8/2013  
HERAUSGEBER: PROF. DR.-ING. HABIL. H.-J. CHRIST



**CHRISTIAN STÖCKER**

Einfluss des Versetzungsgleitverhaltens und der Vorgeschichte-  
abhängigkeit auf das Ermüdungsverhalten von Nickelbasis-  
Superlegierungen und Nickel im VHCF-Bereich

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

Zugl.: Siegen, Univ., Diss., 2013

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

© Copyright Christian Stöcker 2013  
© Copyright Lehrstuhl für Materialkunde und Werkstoffprüfung,  
Universität Siegen 2013  
Alle Rechte vorbehalten, auch das des auszugsweisen Nachdruckes,  
der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung  
in Datenverarbeitungsanlagen und das der Übersetzung.  
Als Manuskript gedruckt. Printed in Germany.

URN:nbn:de:hbz:467-7607  
ISSN 2193-5114

# Einfluss des Versetzungsgleitverhaltens und der Vorgeschichteabhängigkeit auf das Ermüdungsverhalten von Nickelbasis-Superlegierungen und Nickel im VHCF-Bereich

DISSERTATION

zur Erlangung des Grades eines Doktors  
der Ingenieurwissenschaften

vorgelegt von

Dipl.-Ing. Dipl.-Wirt.-Ing. (FH) Christian Stöcker

eingereicht bei der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät  
der Universität Siegen

September 2012

Referent: Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Hans-Jürgen Christ

Korreferent: Univ.-Prof. Dr.-Ing. Tillmann Beck

Tag der mündlichen Prüfung: 28.06.2013



## Danksagung

Die vorliegende Arbeit ist während meiner Zeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Materialkunde und Werkstoffprüfung des Instituts für Werkstofftechnik an der Universität Siegen entstanden.

Mein herzlichster Dank gilt meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Hans-Jürgen Christ für die Unterstützung und Förderung der Arbeit sowie der großen Gestaltungsfreiheit während der Projektlaufzeit an seinem Lehrstuhl. Seine zuverlässige Hilfsbereitschaft sowie die stets angenehme Zusammenarbeit führten zu optimalen Arbeits- und Forschungsbedingungen.

Mein ganz besonderer Dank gilt meiner Betreuerin Frau Prof. Dr.-Ing. Martina Zimmermann, seit 2012 Inhaberin der Professur für Werkstoffprüfung und -charakterisierung an der TU Dresden sowie Leiterin der Gruppe Werkstoffcharakterisierung am Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik in Dresden, die durch ihre ständige Hilfs- und Diskussionsbereitschaft sowie durch das mir entgegengebrachte Vertrauen einen wesentlichen Beitrag zum Gelingen dieser Arbeit geleistet hat.

Ebenfalls möchte ich mich bei dem Leiter der Abteilung Werkstoffmechanik vom Institut für Energie- und Klimaforschung am Forschungszentrum Jülich, Herrn Prof. Dr.-Ing. Tillmann Beck vom Institut für Allgemeine Mechanik von der Fakultät für Maschinenwesen der RWTH Aachen für sein Interesse an dieser Arbeit und der Übernahme des Korreferats bedanken.

Daneben gilt mein Dank allen Mitarbeitern und Kollegen des Instituts für Werkstofftechnik für die kollegiale und herzliche Zusammenarbeit. Ganz besonders danken möchte ich den Bürokollegen Dr.-Ing. Ingmar Roth, Prof. Dr.-Ing. Teodolito Guillén Girón aus Costa Rica, Dipl.-Ing. Ali El-Chaikh und Dipl.-Wirt.-Ing. Ken Wackermann sowie Dipl.-Ing. Helge Knobbe, Dr.-Ing. Carsten Müller-Bollenhagen und Dipl.-Ing. Martin Cremer für die Freundschaft, stete Diskussionsbereitschaft und die damit verbundene fruchtbare Zusammenarbeit. Den technischen Mitarbeitern sei an dieser Stelle nochmals für die Hilfsbereitschaft und organisatorische Unterstützung gedankt. Insbesondere Dipl.-Ing. Wolfgang Kramer ist in diesem Zusammenhang für die umfangreiche Unterstützung bei der Implementierung der Hochfrequenz-Induktionsheizungen an die Prüfmaschinen im VHCF-Prüflabor zu nennen.

Herzlich bedanken möchte ich mich auch bei den (ehemaligen) Studenten Dipl.-Wirt.-Ing. Markus Tomus, Dipl.-Wirt.-Ing. Sebastian Kulling, Dipl.-Ing. Jan Böcking, Sven Brück, Sebastian Schwarz und Christopher Müller, die einen Beitrag für diese Arbeit in Form von wissenschaftlichen Arbeiten oder als studentische Hilfskräfte geleistet haben.

Furthermore, I want to express my gratitude to Prof. Dr.-Ing. Srikanth Vadali (since 2009 University of Hyderabad, India) for kind introduction and support to TEM as well as fruitful scientific and intercultural discussions.

Persönlichen Dank möchte ich abschließend meiner Familie aussprechen. Meinen lieben Eltern – meine Mutter ist leider viel zu früh zu Beginn des Promotionsvorhabens verstorben – habe ich in vielerlei Hinsicht zu danken, insbesondere dafür, dass sie in ihrer immer unterstützenden Art und Weise meine Ausbildung ermöglicht haben. Ein ganz besonderer Dank gilt meiner großartigen Frau Eva und meinen beiden Kindern, die mir die Voraussetzung und die notwendige Unterstützung zur Erstellung dieser Arbeit gegeben haben.

Lennestadt, im Juli 2013

*Christian Stöcker*

## Inhaltsverzeichnis

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis	VI
Kurzfassung	XI
Abstract	XII
1 Einleitung	1
2 Aufgabenstellung und Zielsetzung	4
3 Grundlagen und Stand der Forschung	6
3.1 Nickelbasis-Superlegierungen	6
3.2 Ermüdungsverhalten im LCF- und HCF-Bereich	11
3.2.1 Versetzungsbewegung in der kfz-Struktur	14
3.2.2 Versetzungsgleichcharakter	16
3.2.3 Wechselwirkung zwischen Versetzungen und $\gamma'$ -Ausscheidungen	18
3.2.4 Verformung in Oberflächenkörnern	22
3.2.5 Risseinleitung und Risswachstum in Abhängigkeit von der Prüftemperatur	25
3.2.6 Einfluss der Vorgeschichte auf das Ermüdungsverhalten	29
3.3 Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich	36
3.3.1 Charakteristisches Werkstoffverhalten im VHCF-Bereich	36
3.3.2 Einflussgrößen der Versuchsführung	45
3.3.3 Untersuchungen an Nickelbasis-Superlegierungen im VHCF-Bereich	46
3.3.4 Lebensdauervorhersagekonzepte für den VHCF-Bereich	53
4 Experimentelle Untersuchungen	55
4.1 Versuchswerkstoffe	55
4.1.1 Nimonic 80A	55
4.1.2 Nimonic 75 und Nickel	56
4.2 Spannungs-Dehnungsverhalten unter monotoner, einsinniger Vorverformung (Zugversuch)	58

4.3	Versuchsapparaturen und Probenpräparation	62
4.3.1	Ultraschallprüfmaschine	64
4.3.2	Servohydraulische 1 kHz-Prüfmaschine	66
4.3.3	Resonanzpulsator	69
4.4	Versuchsparameter	69
4.5	Methoden zur Gefügecharakterisierung und Probenpräparation	70
4.5.1	Lichtmikroskopie	70
4.5.2	Rasterelektronenmikroskopie	71
4.5.3	Elektronen-Rückstreubeugung	71
4.5.4	Transmissionselektronenmikroskopie	72
5	Ergebnisse und Diskussion	74
5.1	Mikrostruktur der ausscheidungsgehärteten Zustände	75
5.1.1	Maximal ausscheidungsgehärteter Zustand	76
5.1.2	Überalterter Zustand	77
5.1.3	Volumenanteilsbestimmung der $\gamma'$ -Phase	79
5.2	Ermüdungsverhalten ohne Vorverformung	81
5.2.1	Einfluss des Ausscheidungszustands (LCF-VHCF)	81
5.2.2	Einfluss des Gleitcharakters (LCF-VHCF)	93
5.2.3	Einfluss der isothermen Umgebungstemperatur im VHCF-Bereich	99
5.2.4	Einfluss der Versuchsfrequenz im VHCF-Bereich	107
5.2.5	Einfluss des Oberflächenzustands	110
5.3	Ermüdungsverhalten nach einer Vorverformung	111
5.3.1	LCF-/HCF-Werkstoffverhalten bei RT nach einsinniger Vorbeanspruchung	111
5.3.2	Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich bei RT nach monotoner Vorverformung	119
5.3.3	Einfluss der isothermen Umgebungstemperatur auf die Vorgeschichteabhängigkeit im VHCF-Bereich	123
5.4	Mikrorissbildung im VHCF-Bereich	136
5.4.1	Einfluss der Temperatur und einer Vorverformung auf die Mikrorissbildung	137
5.4.2	Einfluss des Oberflächenzustands auf die Mikrorissbildung	143
5.5	Phänomenologische Beschreibung der Lebensdauer	144

---

6 Zusammenfassende Diskussion	147
6.1 Modellmäßige Beschreibung des Wechselverformungsverhaltens im VHCF-Bereich	147
6.1.1 Wechselverformungsverhalten im VHCF-Bereich bei RT ohne Vorverformung	147
6.1.2 Wechselverformungsverhalten im VHCF-Bereich bei RT-800°C ohne Vorverformung	158
6.1.3 Wechselverformungsverhalten im VHCF-Bereich bei RT-800°C nach einer Vorverformung	161
6.2 Lebensdauervorhersage im VHCF-Bereich	164
7 Zusammenfassung und Ausblick	172
A Anhang	177
A.1 Versuchszeiten in Abhängigkeit vom verwendeten Prüfsystem	177
A.2 Probengeometrie	178
A.3 Ergebnisse der durchgeführten Ermüdungsversuche	180
A.4 Leistungsspektrum und Einspannung der 1 kHz-Prüfmaschine	188
A.5 Einfluss der Versuchsfrequenz auf das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich	189
A.6 Beschreibung der Lebensdauer im Bereich HCF-VHCF mittels Basquin	191
A.7 Vergleich von Gesamtdehnungs- und Spannungswöhlerkurve	193
Literatur	194

## Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

### Abkürzungen

af	ausscheidungsfrei
ALZ	Anlieferungszustand
APG	Antiphasengrenze
BSE	Back-Scattered Electrons
DES	Druckeigenspannungen
DMS	Dehnungsmessstreifen
EBSD	Electron Back Scattering Diffraction
EDS	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
ep	elektrolytisch poliert
FGA	Fine Granular Area
$f_{\max}$	Maximale Frequenz
GBF	Granular Bright Facet
GE	Gleitebene
HCF	High Cycle Fatigue
HIP	Heißisostatisches Pressen
kfz	kubisch-flächenzentriert
krz	kubisch-raumzentriert
KSS	Kritische Schubspannung
LCF	Low Cycle Fatigue
ma	maximal ausscheidungsgehärtet
mp	mechanisch poliert
ODA	Optically Dark Area

ODS	Oxide Dispersion Strengthened
p	Grad der irreversiblen Dehnung
PGB	Persistente Gleitbänder
PGL	Persistente Gleitlinien
PM	Pulvermetallurgisch
Q	Versetzungsquelle
REM	Rasterelektronenmikroskop
RT	Raumtemperatur
SE	Secondary Electrons
STEM	Scanning Transmission Electron Microscopy
T	Temperatur
TBC	Thermal Barrier Coating
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
T <sub>S</sub>	Schmelztemperatur
üa	überaltert
VHCF	Very High Cycle Fatigue

### Griechische Symbole

$a_{\gamma}$	Gitterparameter des Grundgitters (Matrix)
$a_{\gamma'}$	Gitterparameter der $\gamma'$ -Teilchen
$\delta$	Gitterfehlpassung
$\epsilon_B$	Bruchdehnung [%]
$\epsilon_B'$	Ermüdungsduktilitätskoeffizient
$\epsilon_{el, v}$	Elastischer Dehnungsanteil bei der Vorverformung [%]
$\epsilon_{ges, v}$	Gesamtvorverformungsgrad [%]

$\varepsilon_{pl, v}$	Plastischer Dehnungsanteil bei der Vorverformung [%]
$\Delta K_{th}$	Schwellenwert [ $\text{MPa} \cdot (\text{m})^{1/2}$ ]
$\Delta \varepsilon_{ges}/2$	Gesamtdehnungsamplitude [%]
$\Delta \varepsilon_{ges, Schw}/2$	Schwellenwert der Gesamtdehnungsamplitude [%]
$\Delta \varepsilon_{pl}$	Plastische Dehnungsschwingbreite [%]
$\Delta \varepsilon_{pl}/2$	Plastische Dehnungsamplitude [%]
$\Delta \varepsilon_{pl, s}/2$	Resultierende plastische Dehnungsamplitude in der Sättigung [%]
$\Delta \varepsilon_{pl, kum}$	Kumulative plastische Dehnung [-]
$\Delta \sigma/2$	Spannungsamplitude [MPa]
$\Delta \sigma_s/2$	Resultierende Spannungsamplitude in der Sättigung [MPa]
$\Delta \sigma_{Schw}/2$	Schwellenwert der Spannungsamplitude [MPa]
$\gamma$	Matrixphase
$\gamma'$	Ausscheidungsphase
$\gamma_{SF}$	Stapelfehlerenergie [ $\text{J}/\text{m}^2$ ]
$\sigma$	Spannung [MPa]
$\sigma_{AD}$	Dauerfestigkeit
$\sigma_B'$	Ermüdungsfestigkeitskoeffizient
$\sigma_m$	Mittelspannung [MPa]
$\sigma_{max}$	Maximale Spannung [MPa]
$\sigma_{stat}$	Statische Beanspruchung [MPa]

**Lateinische Symbole**

b	Ermüdungsfestigkeitsexponent
b	Burgers-Vektor
c	Ermüdungsduktilitätsexponent
E	Elastizitätsmodul [GPa]
N	Lastspielzahl
$N_A$	Anrisslastspielzahl
$N_B$	Bruchlastspielzahl
$N_{DL}$	Durchgelaufene Lastspielzahl (Durchläufer)
$N_{\ddot{u}}$	Übergangslastspielzahl
$R_m$	Zugfestigkeit [MPa]
$R_{p0,2}$	0,2%-Dehngrenze [MPa]
$R_z$	Mittlere Oberflächenrautiefe [ $\mu\text{m}$ ]
U	Spannung [V]
Z	Brucheinschnürung [%]



## Kurzfassung

Die vorliegende Arbeit stellt einen Beitrag zum besseren Verständnis des Wechselverformungsverhaltens teilchengehärteter Nickelbasis-Superlegierungen (Nimonic 80A und Nimonic 75) und Nickel im Bereich sehr hoher Lastspielzahlen (VHCF-Bereich) dar. Die Anforderungen an die Lebensdauer komplexer, sicherheitsrelevanter Bauteile steigen stetig. Ziel war es daher, den Einfluss einer definierten Vorverformung von bis zu 8% (Vorgeschichteabhängigkeit) sowie des Ausscheidungszustands (maximal ausscheidungsgehärtet, überaltert und ausscheidungsfrei) und der Beanspruchungsbedingungen (Raumtemperatur und isothermer Beanspruchungstemperatur bis 800°C) auf das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich experimentell möglichst vollständig zu beschreiben. Auf der Basis einer umfassenden Charakterisierung der mikrostrukturellen Vorgänge mittels metallographischer Analytik (Licht-, Raster- und Transmissionselektronenmikroskopie) gelang es neue Erkenntnisse zu den Schädigungsmechanismen bei – VHCF bedingt – nur sehr lokal und im Gefüge inhomogen verteilt auftretender zyklischer plastischer Verformung unter komplexen Anwendungsbedingungen zu entwickeln. Durch die Auswahl der untersuchten Werkstoffe konnte darüber hinaus der Einfluss des Versetzungsgleichcharakters auf das VHCF-Verhalten gezielt untersucht werden. Zu den planar gleitenden teilchengehärteten Legierungen wurde zusätzlich das Ermüdungsverhalten von reinem Nickel (welliges Gleiten) untersucht. Für die Ermüdungsversuche standen drei hochmoderne Prüfmaschinen mit Frequenzen von ca. 130 Hz, 760 Hz und ca. 20 kHz zur Verfügung. Somit konnten in einem vertretbaren Zeitaufwand  $10^7$  bis  $10^{10}$  Lastwechsel erreicht werden.

Zu isothermen Wechselverformungsversuchen bei Raumtemperatur (RT), 400°C, 600°C und 800°C liegen umfangreiche Ergebnisse vor. Überraschenderweise kennzeichnet den überalterten Zustand bei den durchgeführten Versuchen bis 600°C eine leicht erhöhte Schwingfestigkeit gegenüber dem maximal ausscheidungsgehärteten Zustand im VHCF-Bereich. Zu einem signifikanten Abfall der VHCF-Lebensdauer kommt es unabhängig vom Ausscheidungszustand bei einer Prüftemperatur von 800°C. Die Rissinitiierung erfolgt je nach Oberflächenzustand ausnahmslos an der Oberfläche bzw. im oberflächennahen Bereich. Eine Vorverformung führt mit steigendem Ausscheidungsgrad bei anschließender Wechselverformung bei RT zu einer verringerten Schwingfestigkeit im Vergleich zum unvorverformten Zustand. Im Gegensatz dazu bewirkt eine Vorverformung bei Nickel eine Steigerung der Schwingfestigkeit im VHCF-Bereich. Mit steigender Versuchstemperatur reduziert sich der Vorverformungseinfluss auf die VHCF-Lebensdauer für die Nickelbasis-Superlegierungen. Dabei zeigt sich, dass sich in Abhängigkeit vom  $\gamma'$ -Ausscheidungs- und Vorverformungsgrad bei erhöhten Temperaturen aufgrund von Erholungsprozessen eine sehr stabile Versetzungsnetzwerk-anordnung einstellt, wodurch das Gleitverhalten insgesamt homogener wird und somit die VHCF-Ermüdungsfestigkeit ansteigt. Dabei wird bei 800°C ein Übergang von trans- zu interkristalliner Mikrorissbildung an der Oberfläche beobachtet.

Die umfassenden Schwingfestigkeitsuntersuchungen sowie die begleitenden metallographischen Untersuchungen (inklusive der Charakterisierung der Gleitbandbildung an Oberflächenkörnern, die Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und  $\gamma'$ -Ausscheidungen sowie der Einfluss der Oxidschicht) mündeten schließlich in der Entwicklung einer schematischen Beschreibung des Verformungsverhaltens. Die Untersuchungen verdeutlichen, dass für eine aussichere Lebensdauervorhersage von Nickelbasis-Superlegierungen die bisher beobachteten Phänomene zum VHCF-Verhalten noch keine ausreichende Basis darstellen, um eine physikalisch basierte Lebensdauervorhersage durchführen zu können. Gleichwohl konnten aber bereits Empfehlungen hinsichtlich herstellungs- und beanspruchungsbedingter Faktoren und deren Einfluss auf das VHCF-Verhalten für diese Legierungsgruppe formuliert werden.

## Abstract

In this work a contribution to the understanding of the cyclic deformation behaviour of precipitation-hardened nickel-based superalloys (Nimonic 80A and Nimonic 75) and pure Nickel was developed for the VHCF regime. Modern technical alloys often undergo a mechanical pre-treatment during the production process to optimize their mechanical properties. Therefore, the aim was a comprehensive characterization of the influence of a defined predeformation up to 8% total strain (pre-strain history dependence) and the precipitation condition (peak-aged, overaged and precipitation-free) on the fatigue behaviour in the VHCF range (at room temperature (RT) and isothermal loading temperature up to 800 °C). On the basis of microstructural analyses by means of light-, scanning and transmission electron microscopy new insights regarding damage mechanisms at very complex loading conditions (with a very localized and inhomogeneously distributed plastic deformation) could be generated for the VHCF regime. Due to the choice of materials tested, the dislocation slip character could be identified as crucial factor for the fatigue behaviour in the VHCF range. In addition to the planar gliding nickel-based superalloys, pure nickel (wavy slip behaviour) was investigated as reference material. The VHCF experiments were performed with three ultra-modern testing machines allowing test frequencies of around 130 Hz, 760 Hz and 20 kHz. Hence, within a reasonable test time  $10^7$  to  $10^{10}$  cycles could be achieved.

Surprisingly, the overaged condition of Nimonic 80A shows a slightly higher fatigue strength in the VHCF regime for temperatures up to 600°C as compared to the peak-aged condition. Accordingly, the VHCF-behaviour does neither correspond to the static strength nor to the fatigue behaviour in the conventional range. Isothermal cyclic deformation at 800 °C revealed a pronounced decrease in cyclic lifetime for all precipitation conditions. Irrespective of test conditions, crack initiation occurs at or close to the surface irrespective of the surface condition. An increasingly negative effect of the prior load history on the cyclic life was observed at RT with increasing  $\gamma'$  hardening and can be attributed to surface roughening in combination with higher notch sensitivities. Nickel shows a contrary behaviour due to a more homogeneous wavy slip behaviour in the VHCF range. According to the VHCF life time, the negative pre-strain dependence history decreases with increasing test temperature (up to 600 °C) for all precipitation conditions. This can be partially explained by the beginning of recovery. However, additional effects not related to the strain-hardened microstructure play a role, such as the formation of oxide layers and the decrease in notch sensitivity. For the overaged condition, 4% predeformation led to the highest VHCF fatigue resistance at 600 °C, due to the relatively stable recovered dislocation arrangement. Isothermal cyclic deformation at 800 °C revealed a pronounced decrease in cyclic lifetime for all precipitation conditions with or without a mechanical prehistory.

The characterization of the cyclic strength together with the analysis of the influence of the microstructure (such as the corresponding dislocation slip behaviour and the relevant dislocation/particle interaction mechanisms, the micro crack formation in the emerging oxide layer etc.) resulted in the development of a schematic description of the deformation behaviour. The findings underline the complexity of damage behaviour due to the competing failure modes. Until now the investigations show, that for a fail-safe life time prediction model for nickel-based superalloys the observed phenomena in the VHCF regime still constitute an insufficient basis. However, the results allow preliminary recommendations as to the influence of production and loading conditions related factors on the VHCF behaviour of the alloys investigated.

# 1 Einleitung

Die Forschung auf dem Gebiet der Verformung und des Versagens von Werkstoffen durch Wechselbeanspruchung hat, trotz der bereits vor ca. 180 Jahren ersten durchgeführten systematischen Untersuchungen zum Versagen von Metall an biegebelasteten Eisenketten durch den deutschen Bergbauingenieur Albert (**ALBERT 1838**), nicht an Stellenwert und Faszination verloren. Seit dem Auftreten vieler katastrophaler Schäden infolge einer Wechselbeanspruchung in der Vergangenheit dient der Begriff „Materialermüdung“ zur Beschreibung einer langsam voranschreitenden Schädigungsentwicklung und kann aufgrund der langen Geschichte als Standardthema der Werkstoffwissenschaften bezeichnet werden. In den letzten Jahren hat sich in Erweiterung zu den etablierten Gebieten der Low Cycle Fatigue (LCF) und High Cycle Fatigue (HCF) Beanspruchung ein zunehmendes wissenschaftliches und technisches Interesse an dem Ermüdungsverhalten von Konstruktionswerkstoffen bei sehr hohen Lastspielzahlen ( $N > 10^7$  Zyklen, Very High Cycle Fatigue (VHCF), manchmal auch als Ultra High Cycle Fatigue (UHCF) oder Giga Cycle Fatigue (GCF) bezeichnet) herauskristallisiert. Die unterschiedlichen Begrifflichkeiten VHCF, UHCF und GCF für den Lastspielzahlbereich oberhalb  $10^7$  Zyklen wurden dabei in der Vergangenheit in der oben genannten Reihenfolge von S. Stanzl-Tschegg, H. Mughrabi und C. Bathias geprägt. Durch die Entwicklung hochfrequenter Prüfsysteme kann in akzeptablen Zeiträumen eine hohe Lastspielzahl erreicht werden, was die Untersuchung grundsätzlicher Fragestellungen, wie zum Beispiel nach der Existenz einer echten Dauerfestigkeit, ermöglicht. Die Aktualität des Themas VHCF drückt sich auch durch die Tatsache aus, dass innerhalb von nur 13 Jahren fünf internationale Tagungen diesem Problemkreis gewidmet wurden. Die Fatigue-Konferenz 1998 in Paris, welche von C. Bathias und S. Stanzl-Tschegg organisiert wurde, beinhaltete zum ersten Mal die Ermüdung bei sehr hohen Lastspielzahlen und führte maßgeblich zur Etablierung des Forschungsgebiets VHCF. Motiviert von fundamentalen und praktischen Fragestellungen zum Ermüdungsverhalten bei sehr hohen Lastspielzahlen fanden weitere Konferenzen in Wien (2001, VHCF-2), Kyoto/Kusatsu (Japan, 2004, VHCF-3), Ann Arbor (USA, 2007, VHCF-4) und in Berlin (2011, VHCF-5) statt. Aufgrund des weltweit steigenden Interesses an der VHCF-Thematik ist eine Fortsetzung dieser Konferenzreihe (VHCF-6) bereits geplant und soll 2014 in Chengdu in China stattfinden.

Eine Vielzahl an Bauteilen im Maschinen- und Anlagenbau unterliegen einer zyklischen mechanischen Beanspruchung, die zu dem bekannten und oftmals im Zusammenhang mit einem Bauteil- oder Systemversagen genannten Phänomen der Materialermüdung führt.

Technologisch hochwertige Produkte müssen eine hohe Ausfallsicherheit bei hohem Werkstoffausnutzungsgrad aufweisen. Gerade im klassischen Einsatzgebiet von Nickelbasis-Superlegierungen wie dem Turbinenbau oder aber auch bei vielen Motorkomponenten, lasttragenden Bauteilen der Automobilindustrie, Eisenbahnradern und -schienen, Brücken, speziellen medizinischen Geräten etc. ist von Lebensduranforderungen auszugehen, die oft bis weit in den sogenannten VHCF-Bereich hineinreichen. Der experimentelle Zugang zum VHCF-Bereich mit Bruchlastspielzahlen  $N_B$  oberhalb von  $10^7$  Zyklen steht und fällt mit der Verfügbarkeit von Prüfeinrichtungen, die eine ausreichend hohe Prüffrequenz ermöglichen, so dass in vertretbaren Zeiten die erforderlichen hohen Lastspielzahlen erreicht werden können. Die in den Werkstoffprüflaboren meist vorhandenen konventionellen servohydraulischen und elektromechanischen Prüfsysteme mit maximalen Prüffrequenzen von bis zu 50 Hz erweisen sich für Untersuchungen zum Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich als ungeeignet. Wesentlich höhere Versuchsfrequenzen bieten Resonanzsysteme, die einerseits als konventionelle elektromechanische Resonatoren maximale Versuchsfrequenzen von ca. 200 Hz erreichen und andererseits in Form von Ultraschallprüfsystemen Versuchsfrequenzen bis ca. 20 kHz zur Verfügung stellen. Konventionelle Resonatoren eignen sich daher für Versuche im VHCF-Bereich von  $10^7$ - $10^8$  Bruchlastspielzahlen. Mit der Ultraschallversuchstechnik hingegen lässt sich auch der Bereich der Bruchlastspielzahlen bis zu  $N_B = 10^{10}$  in vergleichsweise kurzer Zeit erschließen. Des Weiteren stellt in diesem Zusammenhang die erst vor einigen Jahren entwickelte servohydraulische Hochfrequenz-Ermüdungsprüfmaschine mit einer maximal realisierbaren Prüffrequenz von 1 kHz eine große Bereicherung für Untersuchungen im VHCF-Bereich dar.

In Deutschland starteten, im Gegensatz zum internationalen Vergleich, die ersten Forschungsaktivitäten auf breiter Basis zum Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich u.a. aufgrund der bis dato noch nicht verfügbaren Hochfrequenzprüfsysteme erst im Jahre 2005. Die oben genannten Hochfrequenzprüfsysteme, deren Anschaffung zum Teil durch eine Großgeräteinitiative der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) ermöglicht wurde, stehen mittlerweile an einigen Hochschulinstituten in Deutschland zur Verfügung. Im Rahmen einer Kooperation in Form eines durch die DFG geförderten Paketantrags begannen fünf geeignet ausgestattete Werkstoffkundeinstitute (Standorte: Erlangen-Nürnberg, Siegen, Kaiserslautern, Bremen und Darmstadt) im Jahre 2006 damit, in enger Verzahnung und synergetischer Weise die wissenschaftlichen Fragestellungen bei der Ermüdungsschädigung im Übergang zwischen LCF/HCF und VHCF anhand verschiedener Projekte umfassend zu erforschen. Die vorliegende Dissertation ist im Rahmen des Teilprojekts „Einfluss des Versetzungsgleitverhal-

tens und der Vorgeschichteabhängigkeit auf das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich“ innerhalb der Arbeiten des Paketantrags entstanden. Zusätzlich wurde im Jahre 2009 ein DFG-Schwerpunktprogramm zu der VHCF-Thematik (SPP 1466: Life<sup>∞</sup>: Unendliche Lebensdauer für zyklisch beanspruchte Hochleistungswerkstoffe) mit insgesamt 16 Forschungsprojekten neu eingerichtet. Die Erforschung des Ermüdungsverhaltens metallischer Werkstoffe im Bereich sehr hoher Lastspielzahlen wird somit in den nächsten Jahren noch weiter an Bedeutung zunehmen.

Der Schwerpunkt dieser Arbeit liegt darin, das Ermüdungsverhalten ausgewählter Nickelbasis-Superlegierungen im Übergangsbereich HCF/VHCF ( $10^6$ - $10^7$  Zyklen) sowie darüber hinaus ( $10^7$ - $10^{10}$  Zyklen) detailliert zu untersuchen, um durch systematische, mechanismenorientierte Studien eine Grundlage für Auslegungskriterien zur Lebensdauervorhersage bei sehr geringen Beanspruchungsamplituden zu schaffen. Durch gezielte Variation des Ausscheidungszustands und der Versuchstemperatur soll der Einfluss des Versetzungsgleichcharakters und der Vorgeschichteabhängigkeit in geschmiedeten Nickelbasis-Superlegierungen (Nimonic 75 und Nimonic 80A) erfasst werden. Als ein wichtiger Parameter zur Erarbeitung eines Grundverständnisses für die relevanten Verformungs- und Rissinitiierungsmechanismen im VHCF-Bereich wird zusätzlich reines Nickel als wellig gleitender Werkstofftyp bei RT charakterisiert und den resultierenden Schädigungsmechanismen der planar gleitenden Nimonic-Legierungen gegenübergestellt.

## 2 Aufgabenstellung und Zielsetzung

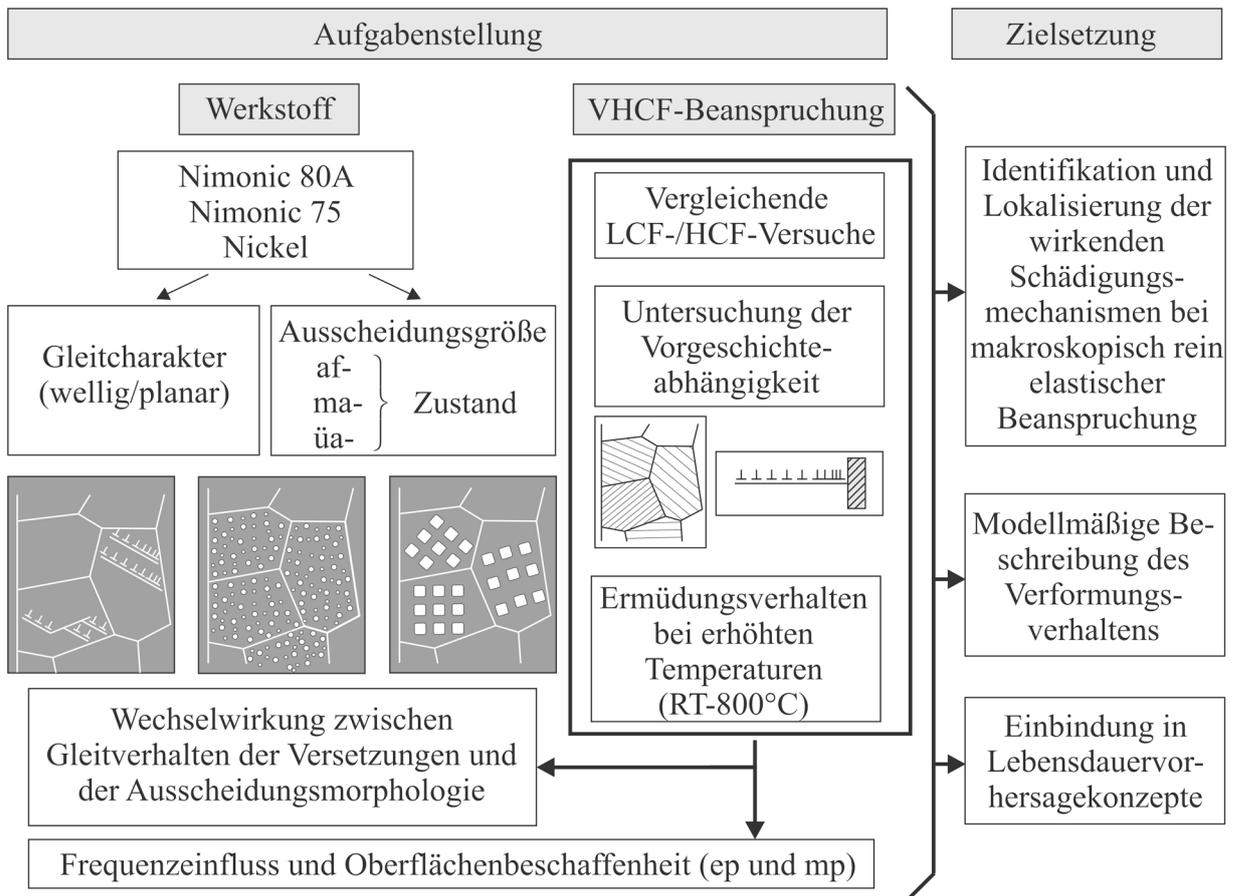
Kenntnisse über das Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe im Bereich sehr hoher Lastspielzahlen stellen für viele Beanspruchungssituationen einen Schlüsselfaktor zur Verbesserung der Ausfallsicherheit von Bauteilen dar. Da metallische Konstruktionswerkstoffe meist nach einer fertigungstechnisch bedingten mechanischen Vorbelastung eingesetzt werden, steht in dieser Arbeit die Vorgeschichteabhängigkeit auf das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich im Vordergrund.

Um den entscheidenden Einfluss des Versetzungsgleitcharakters systematisch zu untersuchen, kommen polykristallines Nickel (wellige Gleitung), das mischkristallgehärtete Nimonic 75 (planares Gleiten) und die  $\gamma'$ -teilchengehärtete Legierung Nimonic 80A (planares Gleiten), deren Gleitcharakter durch die Wechselwirkung der Versetzungen mit den Ausscheidungsteilchen und durch die Versuchstemperatur bestimmt wird, zum Einsatz. Insgesamt soll der Zusammenhang zwischen dem makroskopisch-mechanischen Verformungsverhalten und der Schädigungsentwicklung im VHCF-Bereich mit den mikrostrukturellen Vorgängen in Abhängigkeit vom Ausscheidungszustand (maximal ausscheidungsgehärteter (ma-), überalterter (üa-) sowie ausscheidungsfreier (af-)Zustand), von der Verformungstemperatur (RT, 400°C, 600°C und 800°C), von der Beanspruchungsamplitude und der mechanischen Vorgeschichte aufgezeigt werden. Den Einfluss der durch eine einsinnige Vorverformung auftretenden rissbegünstigenden Oberflächenaufrauung und durch die Vorverformung eingestellte Versetzungsdichte und -struktur gilt es ebenfalls zu charakterisieren. Die Untersuchungen in dieser Arbeit sollen somit zum Verständnis des Schädigungsverhaltens bei - makroskopisch betrachtet - rein elastischer Beanspruchung im VHCF-Bereich beitragen. Darüber hinaus sind kraftgeregelte Referenzversuche bei niedrigen Lastspielzahlen (LCF und Übergang zu HCF) einerseits zur Gegenüberstellung der VHCF-Versuche hinsichtlich der Schwingfestigkeit und der Schädigungsmechanismen (u.a. Gleitverhalten und Rissinitiierung) durchzuführen und andererseits ist somit gewährleistet, dass die phänomenologische Beschreibung des Ermüdungsverhaltens lastspielzahlübergreifend (vom LCF- bis in den VHCF-Bereich) erfolgen kann.

Der Einsatz hoher Prüffrequenzen ( $f_{\max}$  bis ca. 20 kHz) mittels moderner Hochfrequenz-Ermüdungsprüfmaschinen bedingt begleitende Untersuchungen zum Frequenzeinfluss auf die Lebensdauer im VHCF-Bereich und erfordert daher exemplarische Ermüdungsversuche bei niedriger Frequenz ( $f < 50$  Hz) an konventionellen (hier: servohydraulischen) Prüfmaschinen.

Neben den bereits genannten Einflüssen ist zusätzlich die Oberflächenbehandlung (mechanisch (mp) oder elektrolytisch polierte (ep) Oberfläche) aufgrund unterschiedlicher Eigenspannungszustände und Oberflächenrauigkeit für den VHCF-Bereich von Bedeutung und soll daher durch exemplarische Wechselverformungsversuche zur Charakterisierung des Oberflächeneinflusses untersucht werden.

Die Charakterisierung des Versetzungsgleitverhaltens und der Vorgeschichteabhängigkeit und der daraus resultierenden Plastizitätslokalisierungs- und Rissinitiierungsmechanismen dient der Aufklärung der im VHCF-Bereich wirkenden Schädigungsmechanismen. Eine modellmäßige Beschreibung des Wechselverformungsverhaltens sowie die phänomenologische Beschreibung der Lebensdauer sollen schließlich als Grundlage für eine verbesserte Lebensdauervorhersage im VHCF-Bereich dienen. In **Bild 2-1** ist zur Veranschaulichung eine schematische Übersicht zur Aufgabenstellung und Zielsetzung der vorliegenden Arbeit dargestellt.



**Bild 2-1:** Schematische Übersicht über die systematisch durchzuführenden Untersuchungen zur Ermüdungsschädigung im Übergang zwischen HCF/VHCF und im VHCF-Bereich.

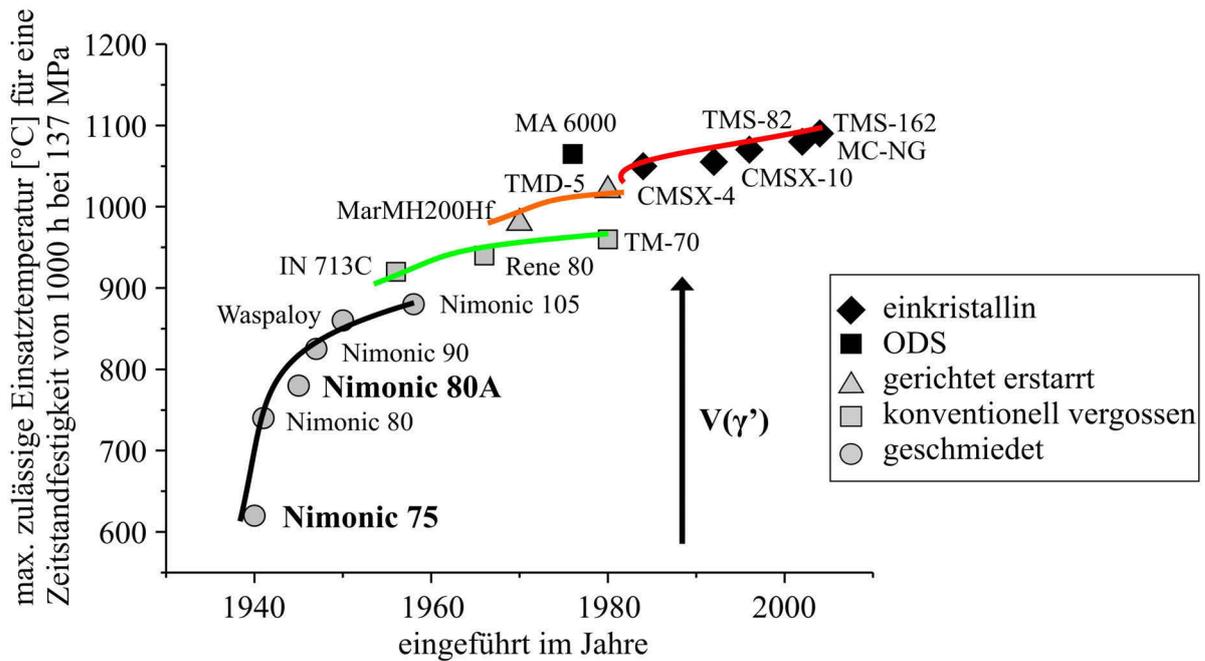
## 3 Grundlagen und Stand der Forschung

### 3.1 Nickelbasis-Superlegierungen

Nickelbasis-Superlegierungen werden zu den Hochtemperaturwerkstoffen gezählt, da sie oberhalb von rund 500°C Betriebstemperatur für Bauteile eingesetzt werden können bei „dauerhaft“ ausreichend mechanischen Eigenschaften und hinreichender Hochtemperatur-Korrosionsbeständigkeit (**BÜRCEL 2001**). Sie eignen sich in besonderer Weise zur Charakterisierung des Einflusses mikrostruktureller Vorgänge auf das Ermüdungsverhalten eines Werkstoffs, da sich bei ihnen eine gezielte Einstellung gewünschter Festigkeitszustände realisieren lässt, und stellen daher ein Musterbeispiel für werkstoffwissenschaftlich konstruierte Festigkeit dar. Bei ihnen kommen alle klassischen und modernen Varianten der Festigkeitssteigerung, wie z.B. die Mischkristallhärtung sowie die Ausscheidungs- und Dispersionshärtung, zum Zuge (**REPPICH 1989a**). Nickel eignet sich durch seinen hohen Schmelzpunkt von 1453°C und seiner kfz-Gitterstruktur als Basismetall für hochwarmfeste Werkstoffe. Ausscheidungshärtbare Nickelbasis-Superlegierungen bestehen im Wesentlichen aus den zwei kfz-Hauptphasen  $\gamma$  (Matrix) und  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ ), können aber je nach Zusammensetzung und Wärmebehandlung z.B. noch eine kohärente  $\gamma''$ -Phase ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) und verschiedene interstitielle Phasen (Karbide, Nitride, Boride) enthalten (**HORNBOGEN 1982**).

Die Entwicklung der ersten Nickellegierungen liegt mittlerweile über 100 Jahre zurück. Im Jahre 1906 wurde das von A. Monell eingeführte Herstellungsverfahren zur Erzeugung einer Nickel-Kupfer-Legierung (Monel<sup>®</sup> Alloy 400), bestehend aus 70% Nickel und 30% Kupfer, patentiert (U.S. Patent 811,239). Diese neue Legierung war damals fester als Stahl und gegenüber Bronze korrosionsbeständiger in Salzwasser und Schwefelsäure. Mit diesem neuen Werkstofftyp begann eine starke Expansion der Nickelindustrie und führte bis heute zur Entwicklung von zahlreichen neuen Nickellegierungen mit zahlreichen Anwendungen in der chemischen Industrie (**PATEL 2006**). Zur gleichen Zeit wie die erste Nickel-Kupfer-Legierung wurden Nickel-Chrom-Legierungen mit unterschiedlichen Chromgehalten von dem Forscher A. Marsh entwickelt und durch ein Patent geschützt. Dabei stellte sich die Zusammensetzung 80% Nickel und 20% Chrom aufgrund einer außergewöhnlich hohen Oxidationsbeständigkeit u.a. als besonders brauchbar für Thermolemente, elektrische Widerstände und Heizelemente dar (**BETTERIDGE&MORGAN 1974**). Den Effekt der Ausscheidungshärtung in Nickellegierungen mittels Hinzulegieren von geringen Mengen an Aluminium und Titan wurde erstmals von N.B. Pilling, E. Merica und P.D. Merica während des 1. Weltkrieges

untersucht und führte schließlich Anfang der 1920er Jahre zur Entwicklung der ersten ausscheidungshärtbaren Nickel-Kupfer-Legierung (Monel<sup>®</sup> Alloy K-500) mit einer 3-fach höheren Festigkeit im Vergleich zur ausscheidungsfreien, mischkristallgehärteten Nickel-Kupfer-Legierung Monel<sup>®</sup> Alloy 400 bei gleicher Korrosionsbeständigkeit (SHOEMAKER&SMITH 2006). Das Prinzip der Festigkeitssteigerung durch Ausscheidungshärtung wurde daraufhin in den folgenden Jahren auf Nickel-Chrom-Legierungen übertragen. Die Ursache für die günstigen Hochtemperatureigenschaften dieser Werkstoffe ist einerseits auf die Hochtemperaturfestigkeit durch die Ausscheidung der geordneten  $\gamma'$ -Phase  $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$  mit der damit verbundenen Behinderung der Versetzungsbewegung sowie andererseits durch die gute Korrosionsbeständigkeit durch den in der Regel 10-20%igen Gehalt an Chrom zurückzuführen. Neben dem Beitrag zur Mischkristallhärtung bildet Chrom zusammen mit anderen Legierungselementen (z.B. Titan) (VOICE&FAULKNER 1985) eine Vielzahl von Karbiden (z.B.  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ,  $\text{Cr}_7\text{C}_3$ ,  $\text{Ti}(\text{C}, \text{N})$ ), die zwar nur einen geringen Volumenanteil ausmachen, aber, da sie meist an den Korngrenzen konzentriert sind, die Werkstoffeigenschaften maßgebend beeinflussen können (LINK&ÖSTERLE 1991). Der Einsatz der ersten Militärflugzeuge mit Strahltriebwerk während des 2. Weltkrieges war verbunden mit der Entwicklung neuartiger Hochtemperaturwerkstoffe auf Nickel-Chrom-Basis für die Turbinenschaufeln. Der Name „Nimonic“ wurde zur Beschreibung der entwickelten Nickel-Chrom-Legierungen von Henry Wiggin ins Leben gerufen und handelsrechtlich geschützt (BETTERIDGE&MORGAN 1974). Die Warmfestigkeit der Nimonic-Werkstoffe beruhen alle mit Ausnahme der mischkristallgehärteten Legierung Nimonic 75 auf einer Ausscheidungshärtung durch die geordnete, kubisch-flächenzentrierte  $\gamma'$ -Phase. Die Warmfestigkeit der entwickelten Nimonic-Werkstoffe konnte durch einen höheren  $\gamma'$ -Volumenanteil aufgrund steigender Titan- und Aluminiumgehalte und durch Hinzulegieren von Kobalt und Molybdän weiter erhöht werden (HESLOP 1964). Der Begriff Superlegierung wurde Ende 1950 eingeführt und diente zur Beschreibung der eingesetzten Ni-Cr-Werkstoffe in Flugzeugstrahltriebwerken aufgrund ihrer hohen Festigkeit bei hohen Temperaturen (BETTERIDGE&SHAW 1987). Vier weitere wesentliche Schritte kennzeichnen den Aufstieg der Nickelbasis-Superlegierungen zur heutigen maßgebenden Klasse warmfester Werkstoffe (Bild 3-1):



**Bild 3-1:** Historische Entwicklung der Warmfestigkeit von Nickelbasis-Superlegierungen (entnommen aus REED 2006, ergänzt mit Daten aus BETTERIDGE&SHAW 1987).

1. Durch die Einführung des Vakuum-Feingussverfahrens in den 1950er Jahren war es gegenüber den vorhandenen vielkristallinen (Nimonic-)Schmiedelegerungen möglich, den vorher aus fertigungstechnischen Gründen begrenzten maximalen Gehalt der  $\gamma'$ -Phase weiter zu erhöhen und somit einen weiteren Festigkeitsanstieg durch eine noch wirkungsvollere Behinderung der Versetzungsbewegung herbeizuführen. Da ein Gussgefüge fertigungsbedingt normalerweise Mikroporositäten enthält, die eine Rissinitiierung im Probeninneren begünstigen, werden in dynamisch bewegten Bauteilen (z.B. Turbinenschaufeln) in der Regel die Mikroporositäten von gegossenen Nickelbasis-Superlegierungen durch eine Wärmebehandlung mit überlagertem Druck (HIP, heißisostatisches Pressen) eliminiert (LAMM 2007).

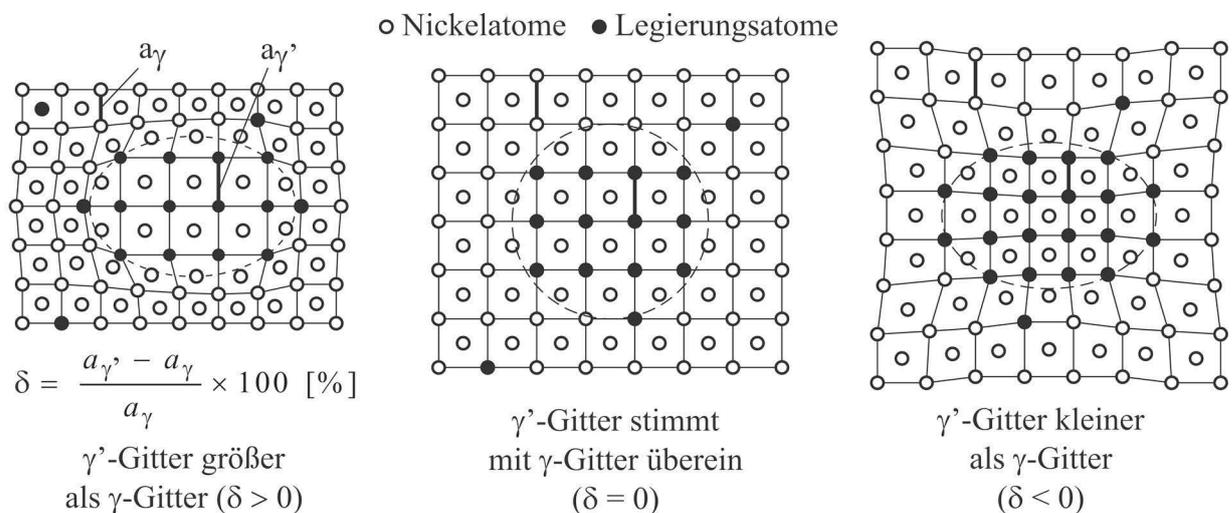
2. Des Weiteren gelang es in den folgenden Jahrzehnten durch die Einführung der gerichteten bzw. der einkristallinen Erstarrung die Hochtemperaturbeständigkeit von Turbinenschaufeln weiter bis auf ca. 1100°C zu erhöhen. Gerichtet erstarrte Turbinenschaufeln werden in der Praxis so eingesetzt, dass der Anteil an Korngrenzen quer zur Belastungsrichtung minimiert ist und somit die Porenbildung und das Porenwachstum an den transversalen Korngrenzen bei hohen Temperaturen reduziert wird. Bei den einkristallinen Nickelbasis-Superlegierungen, die heutzutage vorwiegend in den Schaufeln der ersten und zweiten Laufreihe von Turbinen zum Einsatz kommen, kann das Korngrenzgleiten prinzipiell ausgeschlossen werden. Allerdings müssen die anisotropen Eigenschaften eines Einkristalls berücksichtigt werden. In der Regel werden diese thermisch hochbelasteten einkristallinen Turbinenschaufeln zusätzlich mit einer plasmagespritzten  $ZrO_2$ -Wärmedämmschicht (thermal barrier

coating = TBC) beschichtet, um die Turbineneintrittstemperatur und damit den Wirkungsgrad zu erhöhen bzw. um in Verbindung mit der gezielten Innenkühlung der Beschaukelung eine deutliche Reduzierung der Metalltemperatur und damit eine Verlängerung der Lebensdauer der Strukturbauteile zu erreichen (**BECK et al. 2008**). Insgesamt besitzen einkristallin erstarrte Nickelbasis-Superlegierungen neben einer ausgezeichneten Kriechfestigkeit eine hohe thermomechanische Ermüdungsfestigkeit und Oxidationsbeständigkeit. Während in den geschmiedeten Nickelbasis-Superlegierungen maximal ca. 50% der  $\gamma'$ -Phase enthalten ist, beträgt in den Nickel-Einkristalllegierungen der  $\gamma'$ -Anteil oft mehr als 70 Volumen-% (**PENG et al. 1996**).

3. Neben den Schmiede- und Gusslegierungen wurden in den 1970er Jahren erste pulvermetallurgisch hergestellte Nickelbasis-Superlegierungen entwickelt. Diese können entweder konventionell  $\gamma'$ -ausscheidungsgehärtet (PM-Legierungen) oder zusätzlich oxid-dispersionsgehärtet (ODS-Legierungen) sein. Die PM-Legierungen zeichnen sich durch ein sehr feinkörniges, homogenes Gefüge mit hoher Festigkeit und hervorragender Zähigkeit aus und besitzen daher gute Ermüdungseigenschaften (**STÖCKER et al. 2009**). Die oxid-dispersionsgehärteten Superlegierungen besitzen aufgrund der feinen Dispersion von nichtschneidbaren Yttriumoxid-Teilchen ( $Y_2O_3$ -Teilchen) eine hohe Kriechfestigkeit bis zu Temperaturen von über 1000°C, da sie thermisch stabile Hindernisse für die Versetzungsbewegung darstellen. Die Dispersoide erzeugen einen deutlichen Kriechwiderstand selbst bei homologen Temperaturen von  $T_B/T_S = 0,9$ , bei denen andere Verfestigungsmechanismen, wie Mischkristall- und Ausscheidungshärtung, nur noch schwach wirksam sind. Die hohe Festigkeit der ODS-Legierungen lässt sich aber nur dann ausnutzen, wenn der schädliche Einfluss der Korngrenzen durch Einstellen eines langgestreckten Korngefüges (wie bei gerichtet erstarrten Gusslegierungen) unterdrückt wird (**SCHRÖDER&ARZT 1988**). Des Weiteren ist die Herstellungsmethode für großvolumige Bauteile technologisch nicht anwendbar. Daher sind ODS-Legierungen nur für kleinere und komplexe Bauteile geeignet.

4. Eine weitere wichtige Erkenntnis, die ebenfalls Ende der 70er Jahre zur Weiterentwicklung der Nickelbasis-Superlegierungen führte, lag darin begründet, dass die  $\gamma'$ -Morphologie ( $\gamma'$ -Größe, -Anordnung, -Form und -Größenverteilung) durch vollständiges Lösungsglühen und definiertes Wiederausscheiden hinsichtlich des Beanspruchungszustands optimiert werden kann (**GOLDSCHMIDT 1994**). Ein wichtiger Faktor beim Wachstum (Ostwald-Reifung) der kohärenten  $\gamma'$ -Teilchen ist die Verspannung zwischen Grundgitter und Teilchen (**Bild 3-2**), ausgedrückt durch den relativen Unterschied der Gitterparameter mit Hilfe der Gitter-

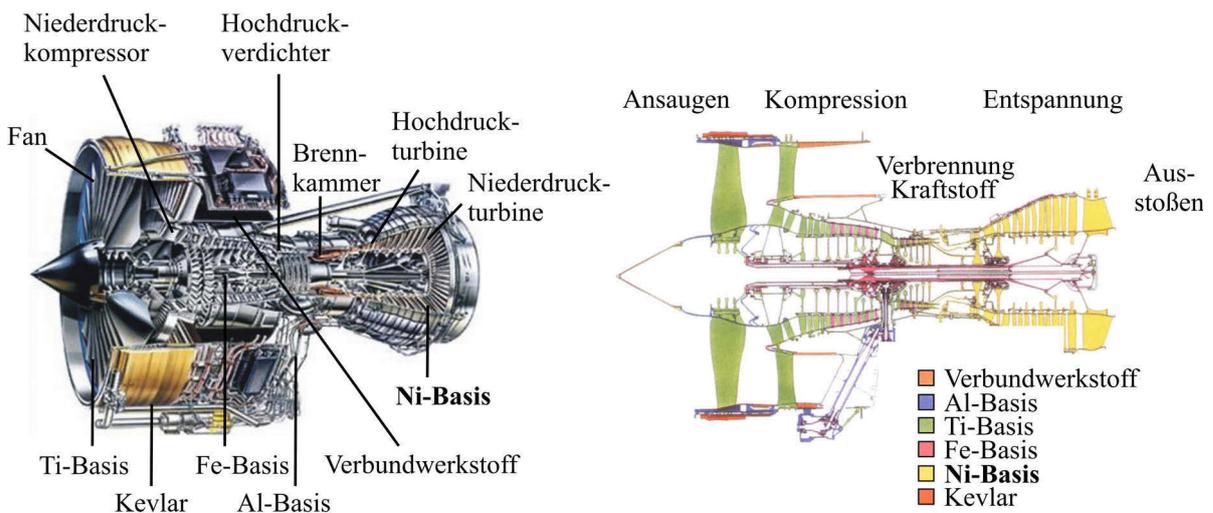
fehlpassung  $\delta$  (**HORNBOGEN&ROTH 1967**). Mit zunehmender Verspannung ändert sich die Form der  $\gamma'$ -Teilchen in der Reihenfolge: Kugel  $\Rightarrow$  Würfel  $\Rightarrow$  Dendriten. Dies führt zu einer Verringerung der Gesamtenergie, da die Verspannungsenergie durch die Formänderung stärker erniedrigt wird als die Grenzflächenenergie zunimmt. Für Unterschiede in den Gitterkonstanten zwischen  $\gamma$  und  $\gamma'$  bis ca. 0,5% ergibt sich für die  $\gamma'$ -Phase ein kohärenter Zustand zur Matrix (**MERKEL 1999**). Die  $\gamma'$ -Vergrößerung wird z.B. sehr wirksam durch das stark mischkristallhärtende Legierungselement Rhenium (Gehalt bis 6%) bei einkristallinen Nickelbasis-Superlegierungen (z.B. CMSX-4) aufgrund einer damit verbundenen Reduzierung der  $\gamma/\gamma'$ -Fehlpassung verzögert (**BÜRCEL 2001**).



**Bild 3-2:** Schematische Darstellung geordneter, kohärenter  $\gamma'$ -Teilchen mit unterschiedlicher Gitterdehnung im ungeordneten  $\gamma$ -Grundgitter (beide kubisch-flächenzentriert) (nach **HORNBOGEN&ROTH 1967**).

Hauptanwendungsgebiete der hochwarmfesten Nickelbasis-Superlegierungen sind z.B. in stationären Gasturbinen (**MERKEL 1999**) oder in modernen Strahltriebwerken (siehe **Bild 3-3**) in der Turbine (Schaufeln, Scheiben, Ringe etc.) und in den letzten Verdichterstufen zu finden. Die höchste Temperatur in einem Strahltriebwerk wird am Ende der Brennkammer am Turbineneintritt erzielt. Daher werden in diesem Bereich ausschließlich gekühlte, einkristalline und mit einer Wärmedämmschicht versehene Turbinenschaufeln verwendet.

Im Gegensatz zu den im Feinguss hergestellten einkristallinen Nickelbasis-Superlegierungen sind die Einsatzgebiete der geschmiedeten vielkristallinen Nickelbasis-Superlegierungen in den hinteren und damit „kälteren“ Turbinenstufen (Niederdruckturbine) zu finden (**MERKEL 1999**). So werden beispielsweise ungekühlte Vollschaufeln (u.a. die schmiedbare Schaufellegierung Nimonic 101) in den hinteren Laufreihen von Gasturbinen in einem Temperaturbereich von 600°C bis 700°C eingesetzt (**KLOOS et al. 1994**).



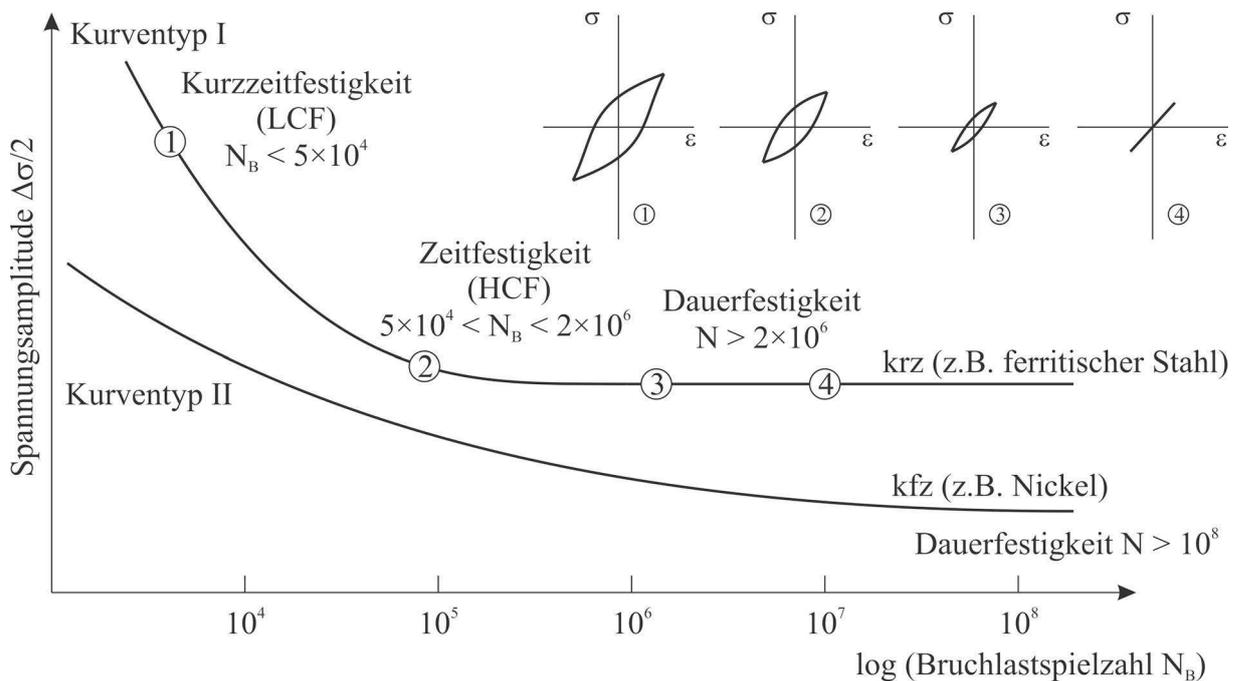
**Bild 3-3:** Schnittdarstellung eines modernen Strahltriebwerkes (Rolls-Royce Trent 800) (entnommen aus REED 2006).

### 3.2 Ermüdungsverhalten im LCF- und HCF-Bereich

Mit Ermüdung bezeichnet man das Materialversagen, das durch eine sich periodisch wiederholende Beanspruchung (z.B. Zug-Druck-, Biege- oder Torsionsbelastung) hervorgerufen wird. Bei Bauteilen, die in Hochtemperaturanlagen zyklisch belastet werden, spricht man von Hochtemperaturermüdung (Betriebstemperatur  $> 0,4 \times T_S$ ), was in der Regel, auch aufgrund des Einflusses zusätzlicher Faktoren (Dehngeschwindigkeit, Frequenz, Haltezeit, Oxidation etc.) zu einem veränderten Ermüdungsverhalten im Vergleich zu Raumtemperaturbedingungen führt. Grundsätzlich lässt sich der Verlauf der Materialermüdung in die einzelnen Stadien mikrostrukturelle Veränderung bei der Ermüdung (Bildung einer permanenten Schädigung z.B. durch Erhöhung der Versetzungsdichte und ausgeprägte Versetzungsanordnungen), Risseinleitung und -wachstum sowie das Versagen des Bauteils unterteilen.

Der grundlegende technische Ermüdungsfestigkeitsversuch ist der auf **WÖHLER 1860** zurückgehende und nach ihm benannte einstufige Schwingfestigkeitsversuch, auf dessen Basis in einem Wöhlerdiagramm der Zusammenhang zwischen erreichbarer Lebensdauer (Bruch- oder Anrisslastspielzahl bzw.  $N_B$  oder  $N_A$ ) und Beanspruchungsamplitude an ungekerbten, polierten Probestäben als Grundlage zur Bauteilbemessung aufgetragen ist. Bei der Beanspruchung kann es sich um eine Spannung, eine Dehnung oder einen äquivalenten Schädigungsparameter handeln. Der Verlauf der Wöhlerkurve kann sich bei den verschiedenen Werkstoffen in charakteristischer Weise unterscheiden. Mit abnehmender Belastung wird, abhängig vom Werkstofftyp und dem Zustand, in vielen Regelwerken und Fachbüchern (siehe u.a. **SONSINO 2005**) nach dem klassischen Verständnis einer existierenden Dauerfestigkeit all-

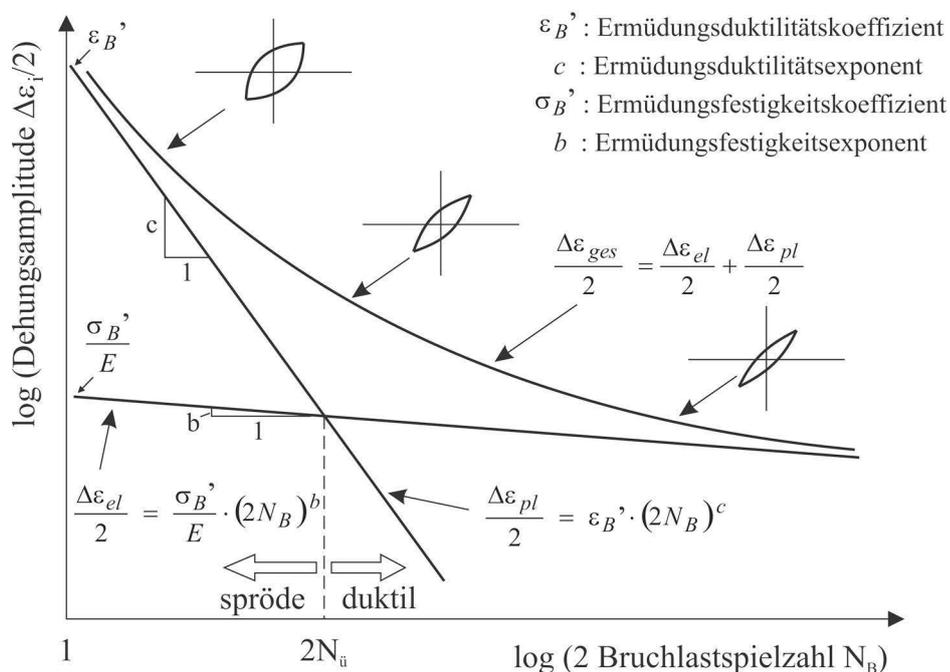
gemein zwischen zwei Kurvenverläufen unterschieden (**Bild 3-4**). Bei krz-Werkstoffen (Kurvtyp I, z.B. Baustähle und Titanlegierungen) geht unterhalb einer bestimmten Spannungsamplitude  $\Delta\sigma/2$  die Wöhlerkurve bei ca.  $2 \times 10^6$  Lastspielzahlen annähernd in eine Parallele zur Abszisse über, d.h. die Wöhlerkurve hat das Gebiet der Dauerfestigkeit  $\sigma_{AD}$  erreicht. Spannungsamplituden kleiner als  $\sigma_{AD}$  können demnach beliebig oft ertragen werden, ohne dass ein Versagen eintritt. Im Gegensatz dazu fällt bei kfz-Werkstoffen, wie z.B. Nickelbasis-Superlegierungen, austenitischen Stählen, Aluminium, Kupfer etc. die Wöhlerkurve auch bei niedrigen Belastungsamplituden stetig ab. Die Dauerfestigkeit  $\sigma_{AD}$  wird gemäß FKM-Richtlinie (**HÄNEL et al. 2003**) – ein weit verbreitetes Standardwerk zum rechnerischen Festigkeitsnachweis – durch einen theoretisch angenommenen Abknickpunkt der Wöhlerlinie bei z.B.  $10^8$  Lastzyklen festgesetzt. Allerdings ist es inzwischen durch den seit einigen Jahren vorhandenen experimentellen Zugang zum VHCF-Lastzyklen-Bereich bekannt, dass die Schwingfestigkeit auch nach der theoretisch festgelegten Grenzwahlschwingungszahl von  $N = 10^8$  für eine Vielzahl von Werkstoffen (krz und kfz) weiterhin abfällt und dadurch Schäden auch im Bereich sehr hoher Lastspielzahlen ( $N_B > 10^7$  bzw.  $> 10^8$ ) auftreten.



**Bild 3-4:** Klassische Einteilung der Wöhler-Kurventypen I (krz-Werkstoffe) und II (kfz-Werkstoffe) hinsichtlich der Dauerfestigkeit sowie Zusammenhang zwischen Wöhler-Kurventyp I und Hystereseschleife (**CHRIST 2009**).

Ermüdungsversuche erfolgen entweder spannungs- oder dehnungsgeregelt, wobei im letzteren Fall noch zwischen gesamtdehnungs- oder plastisch dehnungsgeregelt unterschieden wird. Zur Beschreibung von Ver- und Entfestigungsvorgängen (transientes Werkstoffverhalten) während des Ermüdungsversuchs wird die Werkstoffantwort in Form der jeweils anderen

Beanspruchungsamplitude in einer Wechselverformungskurve aufgezeichnet. Versuche im Zeitfestigkeitsbereich (HCF) werden üblicherweise spannungskontrolliert durchgeführt, da sich in der Regel bei doppeltlogarithmischer Auftragung ein linearer Zusammenhang zwischen Spannungsamplitude und Bruchlastspielzahl in einem Wöhlerdiagramm durch den von **BASQUIN 1910** formulierten Ansatz ergibt, welcher allerdings rein empirischer Natur und ohne physikalischen Hintergrund ist, da die Schädigung in der Mikrostruktur des Werkstoffs durch die plastische Dehnungsamplitude hervorgerufen wird. Allerdings sind im Zeitfestigkeitsbereich (HCF) die plastischen Dehnungsamplituden schon so gering, dass sie messtechnisch nur sehr schwierig zu erfassen sind. Den Zusammenhang zwischen der plastischen Dehnungsamplitude und der ertragbaren Bruchlastspielzahl erkannten **COFFIN JR. 1954** und **MANSON 1953** unabhängig voneinander. Da im Gegensatz zum HCF-Bereich im Kurzzeitfestigkeitsbereich (LCF-Bereich) ein höherer plastischer Dehnungsanteil gegeben ist und dieser somit lebensdauerbestimmend ist, erfolgt die Regelung hier meist dehnungskontrolliert. Den Ansatz von Basquin sowie von Coffin und Manson führten u.a. **MORROW 1964** und **LANDGRAF 1970** schließlich zu einer gemeinsamen Darstellung des elastischen ( $\Delta\varepsilon_{el}/2$ ) und des plastischen Dehnungsanteils ( $\Delta\varepsilon_{pl}/2$ ) in Form einer Gesamtdehnungswöhlerkurve zusammen (**Bild 3-5**).



**Bild 3-5:** Schematische Darstellung des Coffin-Manson-Gesetzes, des Basquin-Gesetzes und der Gesamtdehnung-Wöhlerkurve (**CHRIST 2009**).

Der Schnittpunkt der bei doppeltlogarithmischer Auftragung vorhandenen Geraden des elastischen und plastischen Dehnungsanteils kennzeichnet den Übergang vom LCF- zum HCF-Bereich (Übergangslastspielzahl  $N_u$ ). Aufgrund des mit üblichen Dehnungsaufnehmern

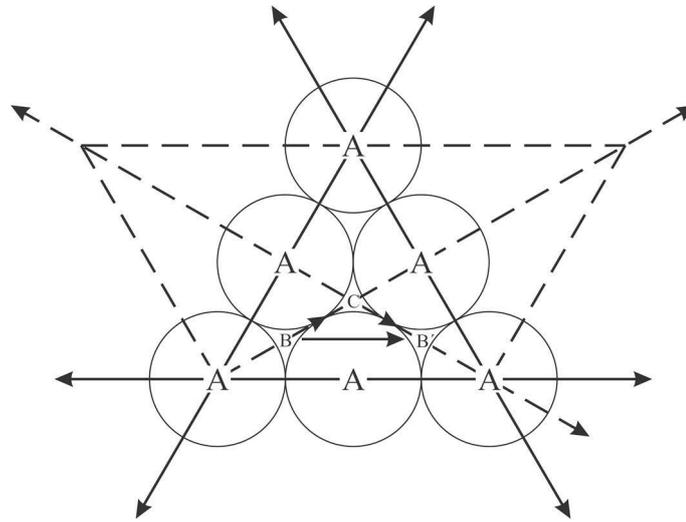
nicht mehr erfassbaren plastischen Dehnungsanteils geht die Gesamtdehnungswöhlerkurve im VHCF-Bereich in die elastische Asymptote über. Bei der Beschreibung der Kurzzeitfestigkeitsbereichs wird ein Ermüdungsduktilitätskoeffizient  $\varepsilon_B'$  und -exponent  $c$  in der Coffin-Manson-Formel verwendet. Analog dazu wird bei der Basquin-Formel ein Ermüdungsfestigkeitskoeffizient  $\sigma_B'$  und -exponent  $b$  zur Darstellung des Zeitfestigkeitsbereichs (HCF) benutzt. Anhand der Geradensteigungen lassen sich die Exponenten  $b$  und  $c$  ermitteln, die entsprechenden Koeffizienten  $\sigma_B'$  bzw.  $\varepsilon_B'$  sind durch die Schnittpunkte mit der Ordinate gegeben. Die Überganglastspielzahl  $N_{\bar{u}}$  ist durch gleich große Anteile an plastischer und elastischer Dehnung gekennzeichnet und ist abhängig vom Werkstoffzustand. Je höher die Festigkeit des Werkstoffs, desto mehr verschiebt sich die Überganglastspielzahl  $N_{\bar{u}}$  zu kleineren Bruchlastspielzahlen, da mit einer höheren Festigkeit meist auch eine geringere Duktilität verbunden ist.

Im Folgenden werden einige ausgewählte Aspekte zu den Mechanismen der Ermüdungsschädigung im nieder- (LCF-) und hochzyklischen (HCF-) Bereich von vielkristallinen ausscheidungsgehärteten Nickelbasis-Superlegierungen behandelt. Weitere Literatur zum LCF- und HCF-Hochtemperaturermüdungsverhalten verschiedener Nickelbasis-Superlegierungen (u.a. vielkristalline Schmiedelegerungen, konventionelle und einkristalline Gusslegierungen sowie PM-Legierungen) ist in dem Übersichtsartikel von **PINEAU&ANTOLOVICH 2009** zu finden.

### 3.2.1 Versetzungsbewegung in der kfz-Struktur

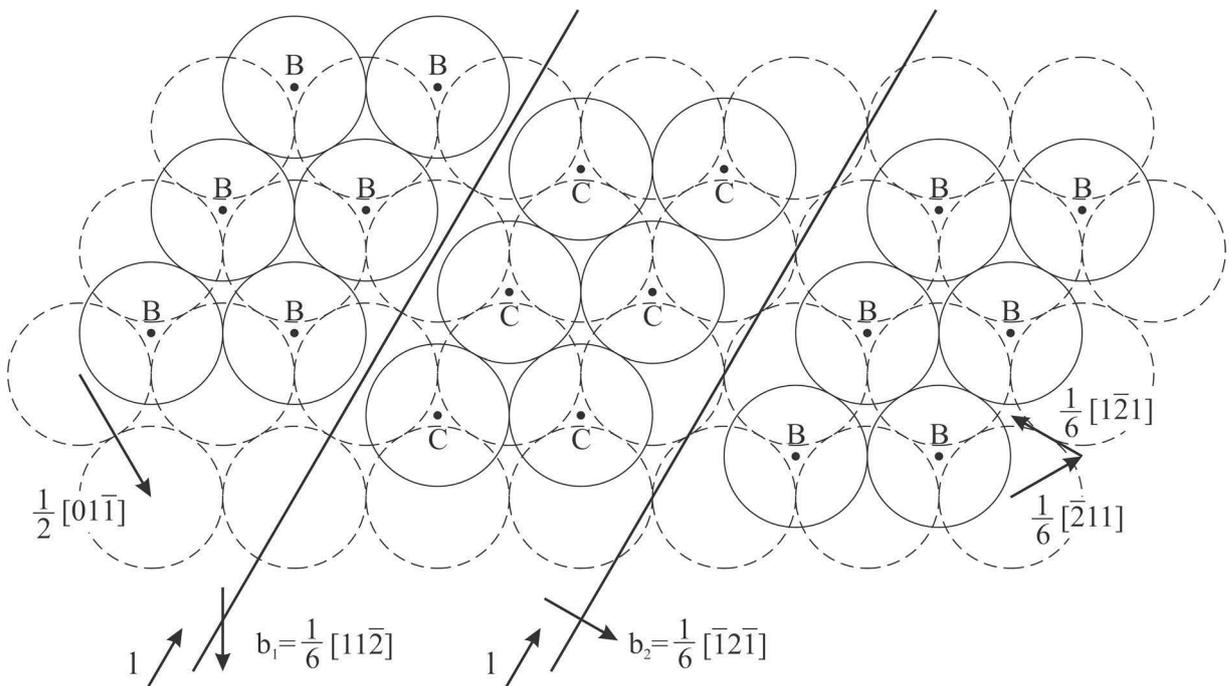
Die irreversible Verformung erfolgt in metallischen Werkstoffen durch das Abgleiten von Versetzungen (1-dimensionale Kristallfehler) auf bevorzugten Gleitebenen. In Nickelbasis-Superlegierungen sind die  $\{111\}$ -Ebenen aufgrund der kfz-Struktur der Matrix  $\gamma$  die am dichtest gepackten und damit die Gleitebenen. Die Abgleitung zweier  $\{111\}$ -Atomlagen erfolgt dabei in  $\langle 110 \rangle$ -Richtung. In **Bild 3-6** ist die Anordnung der aufeinandergestapelten Atome mit der Stapelfolge ABC in der dichtest gepackten  $\{111\}$ -Ebene gezeigt. Dabei ist leicht ersichtlich, dass die Abgleitung der B-Atome auf direktem Wege eine höhere Schubspannung benötigt, als wenn die B-Atome entlang der Täler zwischen den A-Atomen über die C-Position in die endgültige B-Position bewegt werden. Durch Aufspalten einer „vollständigen“ Versetzung ( $1/2\langle 110 \rangle$ ) in zwei Partialversetzungen ( $1/6\langle 211 \rangle$  und  $1/6\langle 12\bar{1} \rangle$ ) wird der Weg zwar länger, aber die Abgleitung erfolgt leichter (**CHRIST 1991**). Ein sogenannter Stapelfehler

entsteht, wenn zwischen zwei Halbebenen die Stapelfolge ABCABC... der  $\{110\}$ -Ebenen unterhalb und oberhalb der Gleitebene nicht übereinstimmt.



**Bild 3-6:** Ausschnitt aus einer  $\{111\}$ -Ebene der kfz-Struktur mit den ABC-Positionen der Atome (REED 2006).

Der zwischen zwei Partialversetzungen aufgespannte Streifen in der  $\{111\}$ -Gleitebene (Bild 3-7) zeigt, dass sich die Atome der ursprünglichen B-Ebene in C-Positionen befinden und somit ein Stapelfehler vorliegt (ABCAC... statt ABCABC..).



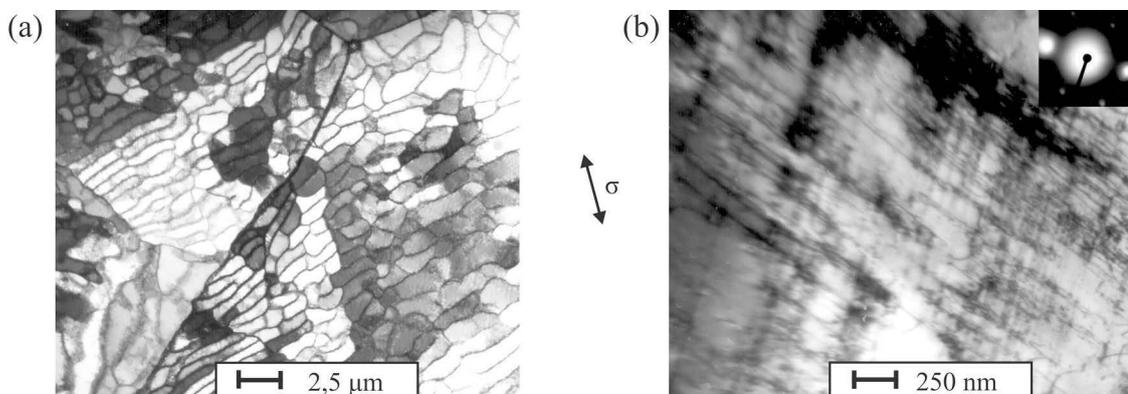
**Bild 3-7:** Begrenzung des erzeugten Stapelfehlers in der  $\{111\}$ -Ebene der kfz-Struktur durch zwei Partialversetzungen (KELLY 2000).

Das Stapelfehler-Band zwischen zwei Partialversetzungen entspricht daher einem schmalen zweidimensionalen hexagonalen Streifen in einem kfz-Gitter. Da der energetisch tiefste Zustand das Grundgitter ist, erfordert der Einbau des Stapelfehlers einen Energiebeitrag, die

Stapelfehlerenergie  $\gamma_{SF}$ . Die Höhe der Stapelfehlerenergie bestimmt den Abstand (die Aufspaltungsweite) zwischen den Partialversetzungen. Der durch die erste Partialversetzung an einer Stelle gebildete Stapelfehler verschwindet beim Vorbeilaufen der zweiten Partialversetzung wieder.

### 3.2.2 Versetzungsgleichcharakter

Bei der Wechselverformung metallischer Werkstoffe ist das Gleitverhalten ein Maß für die Ausprägung der Versetzungen in einer dreidimensionalen, räumlichen Anordnung. Die beiden Extremfälle werden einerseits mit planarer und andererseits mit welliger Versetzungsanordnung bezeichnet. Bei der Wechselverformung metallischer Werkstoffe treten häufig auch beide Gleichcharakter auf, wobei der Anteil an planarer und welliger Gleitung zumeist durch die Höhe der Spannungs- bzw. Dehnungsamplitude (oder Bruchlastspielzahl) und der Verformungstemperatur bestimmt wird (KLESNIL&LUKÁŠ 1980). In Abhängigkeit von der Bruchlastspielzahl (LCF/HCF) und des Versetzungsgleichcharakters können sich bei wellig gleitenden Werkstoffen Zellstrukturen (LCF-Bereich, **Bild 3-8a**) oder Versetzungsdipole (HCF-Bereich) und bei planarem Gleichcharakter planare Versetzungsanordnungen (**Bild 3-8b**) und Gruppen bilden (LCF-HCF).



**Bild 3-8:** TEM-Hellfeldaufnahmen der Versetzungsanordnungen nach LCF-Versuchen in:  
**a)** Nickel ( $\Delta\sigma/2 = 280$  MPa,  $N_B = 2,5 \times 10^4$ ,  $f = 1$  Hz) und  
**b)** Nimonic 75 (af-Zustand) ( $\Delta\sigma/2 = 420$  MPa,  $N_B = 4,6 \times 10^3$ ,  $f = 1$  Hz), ( $\bar{g} = \{111\}$ ,  $\bar{Z}A = \langle 011 \rangle$ ).

Genauso können sich auch gemischte Strukturen (LCF-HCF) sowie persistente Gleitbänder (PGB) (im englischen Sprachgebrauch: persistent slip bands (PSB)) bei Werkstoffen mit ausgeprägtem welligen Gleichcharakter einstellen. Die Bildung von Zellstrukturen und PGB erfolgt dabei durch die Ausbildung 3-dimensionaler Versetzungsstrukturen. Am stärksten sind die charakteristischen Versetzungsanordnungen an Körnern im oberflächennahen Bereich zu beobachten, da sie aufgrund ihrer freien Oberfläche stärker verformt werden und

daher die Versetzungen leichter abgleiten können. Der Zusammenhang zwischen Bruchlastspielzahl, Gleitverhalten und den daraus resultierenden Versetzungsanordnungen wurde erstmals von **FELTNER&LAIRD 1968** vorgeschlagen und später von **LUKÁŠ&KLESNIL 1973** experimentell bestätigt.

Bei planarer Gleitung sind im Gegensatz zur welligen Gleitung, bei der sich eine räumliche Versetzungsanordnung ergibt, die Versetzungen nicht in der Lage, ihre Gleitebene zu verlassen. Während der plastischen Verformung kommt es, wie bereits beschrieben, zu einer Dissoziation einer Versetzung in zwei Partialversetzungen mit einem Stapelfehler dazwischen. Aus der Literatur ist seit langem bekannt (**FELTNER&LAIRD 1967b**), dass es einen Zusammenhang zwischen dem Gleitverhalten und der Stapelfehlerenergie  $\gamma_{SF}$  gibt. Ein hoher Wert der Stapelfehlerenergie und somit eine geringe Aufspaltungsweite zwischen zwei Partialversetzungen begünstigt welliges Gleiten. Schraubenversetzungen können ihre Gleitebene durch Quergleitung verlassen, während hingegen Stufenversetzungen in ihrer Gleitebene gebunden sind (**CHRIST 2009**). Im Gegensatz zu den wellig gleitenden kfz-Metallen (Nickel, Kupfer, etc.) werden in Nickelbasis-Superlegierungen durch die Legierungselemente die Quergleitprozesse und die Auffächerung von Versetzungsgleitpfaden so stark eingeschränkt, dass nahezu unabhängig vom Ausscheidungszustand und der Belastungsamplitude ein planarer Gleitcharakter dominiert. Wenn eine Legierung eine Nahordnung oder eine Nahentmischung aufweist, kann dies ein weiterer Erklärungsansatz für planare Versetzungsanordnungen darstellen. Bei der Versetzungsbewegung wird die Nahordnung in der Gleitebene aufgrund der Abgleitung der Gitterebenen gegeneinander von der ersten von einer Versetzungsquelle kommenden Versetzung zerstört und es kommt zur Nahentmischung. Da die Versetzungsbewegung in der nicht mehr nahgeordneten Gleitebene leichter ist, folgen alle nachfolgenden Versetzungen aufgrund des geringeren Widerstandes dem Pfad der ersten Versetzung, wodurch sich eine starke Lokalisierung der plastischen Verformung auf den einzelnen Gleitebenen ergibt und sich somit planare Versetzungsanordnungen einstellen. Schneidbare kohärente Ausscheidungen in der Matrix begünstigen ebenfalls planares Gleiten, da der Widerstand der Teilchen durch jeden Schneidprozess während der Ermüdung gegen erneutes Schneiden reduziert wird und somit die nachfolgenden Versetzungen dem Pfad der vorangegangenen bevorzugt folgen (**GEROLD&KARNTHALER 1989**). Ein steigender Gehalt gelöster Fremdatome führt ebenso zu einer Reduzierung der Quergleitprozesse, da diese eine zusätzliche Reibungsspannung für die Versetzungsbewegung verursachen und so die Rekombination der Partialversetzungen lokal zu vollständigen (quergleitfähigen) Versetzungen behindern (**HONG&LAIRD 1990**). Die vorgestellten verschiedenen Mechanismen zum bevorzug-

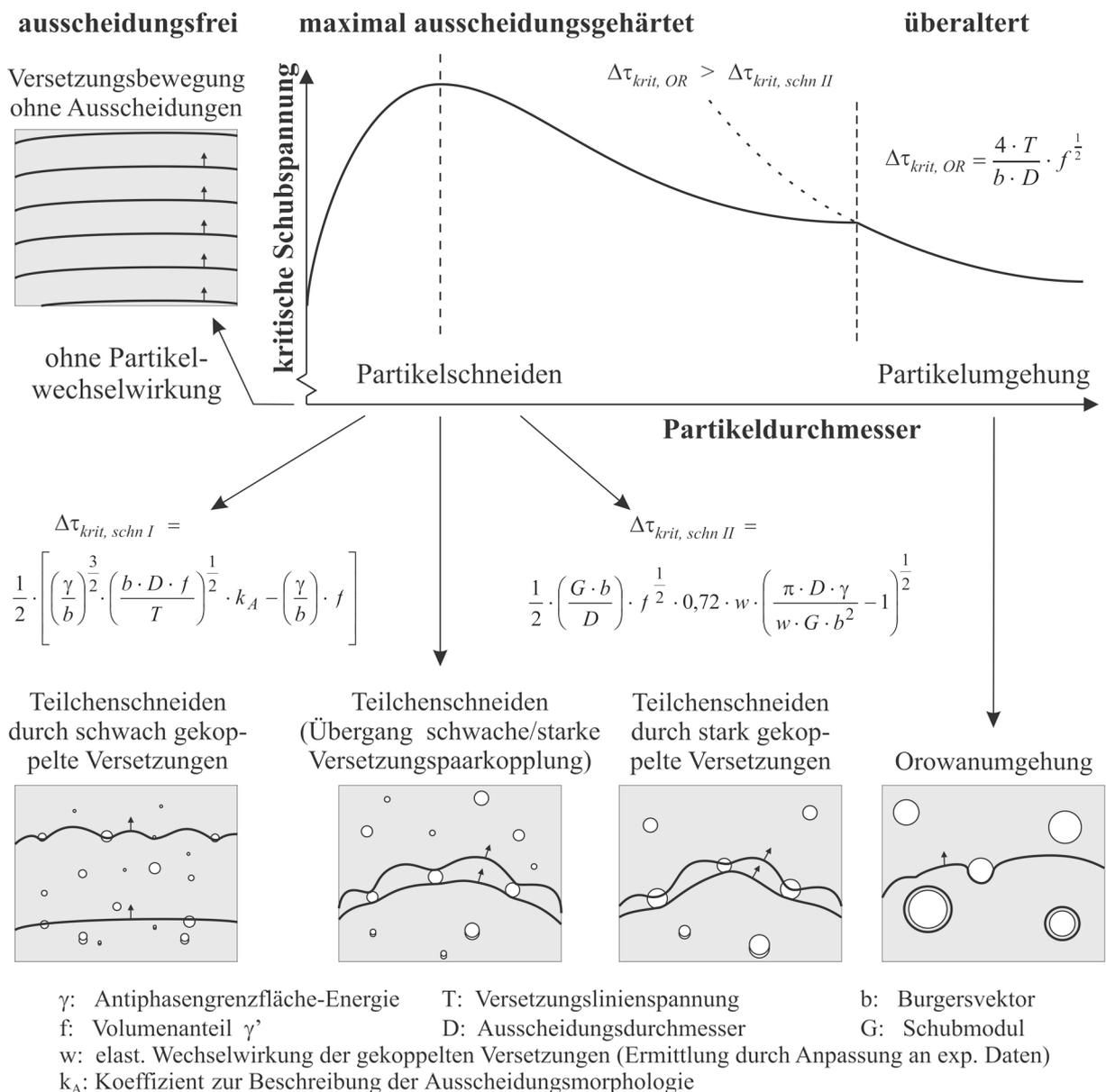
ten planaren Gleitverhalten liegen häufig nebeneinander vor und überdecken sich in ihrer Wirkungsweise. Berücksichtigt man allerdings, dass die Stapelfehlerenergie  $\gamma_{SF}$  temperaturabhängig ist und bei fast allen kfz-Metallen und Legierungen mit steigender Temperatur ansteigt (REMY et al. 1978), so wird deutlich, dass im Einsatzgebiet von Nickelbasis-Superlegierungen bei erhöhten Temperaturen verstärkt Quergleitvorgänge aktiviert werden und somit der Anteil welliger Gleitung zunimmt (SCHÖLER 1999).

### 3.2.3 Wechselwirkung zwischen Versetzungen und $\gamma'$ -Ausscheidungen

Die  $\gamma'$ -Teilchenhärtung ist der wirksamste Mechanismus zur Erhöhung der Warmfestigkeit von Nickellegierungen. Die Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und kohärenten  $\gamma'$ -Ausscheidungen mit geringem Volumenanteil hängen stark von der Größe und dem Abstand der Sekundärphasenteilchen ab und haben direkten Einfluss auf die resultierende kritische Schubspannung (Bild 3-9). In einphasigen, planar gleitenden Nickelbasis-Superlegierungen (af-Zustand) wechselwirken die Versetzungen ausschließlich untereinander und führen aufgrund der fehlenden  $\gamma'$ -Phase zu einer niedrigen kritischen Schubspannung (KSS) (SCHÖLER 1999). Der parabolische Anstieg des in Bild 3-9 dargestellten Kurvenverlaufs bei kleinen unteralterten  $\gamma'$ -Ausscheidungen, das Maximum sowie der nachfolgende flache hyperbolische Abfall der KSS mit größer werdenden Ausscheidungen beruhen auf dem Schneiden, d.h. Abscheren der Ausscheidungen durch gekoppelte Versetzungspaare und der dabei erforderlichen Bildung von Antiphasegrenzflächen (APG) in den geordneten Ausscheidungen. Die Beseitigung der APG (siehe Bild 3-10), d.h. der Störung der Ordnung innerhalb der  $\gamma'$ -Teilchen auf der Gleitebene, erfolgt schließlich durch die nachfolgende zweite Partialversetzung des Versetzungspaares (GLEITER&HORNBÖGEN 1967/68).

Der Unterschied zwischen den Bereichen unteralterter Ausscheidungen sowie leicht überalterter Ausscheidungen besteht in der Intensität bzw. Stärke der von der APG verursachten Versetzungspaarverkopplung. Die maximale Ausscheidungshärtung ergibt sich daher aus dem Übergang vom Schneiden der Ausscheidungen durch schwach gekoppelte hin zu stark gekoppelten Versetzungspaaren. Bei stark überalterten, sehr großen  $\gamma'$ -Ausscheidungen wird das Umgehen nach dem Orowan-Mechanismus zunehmend konkurrenzfähig und dominiert schließlich (REPPICH 1989b). Die Versetzungen dringen nicht in die Ausscheidungen ein, sondern umschlingen diese und führen bei weitergehender Versetzungsbewegung zu geschlossenen Versetzungsringen (Orowan-Ringe). Der Übergang vom Schneiden hin zum Umgehen der Ausscheidungen ist durch einen stärkeren Abfall der KSS gekennzeichnet und kann sogar nach einer sehr starken Überalterung aufgrund der fehlenden Mischkristallhärtung unter den

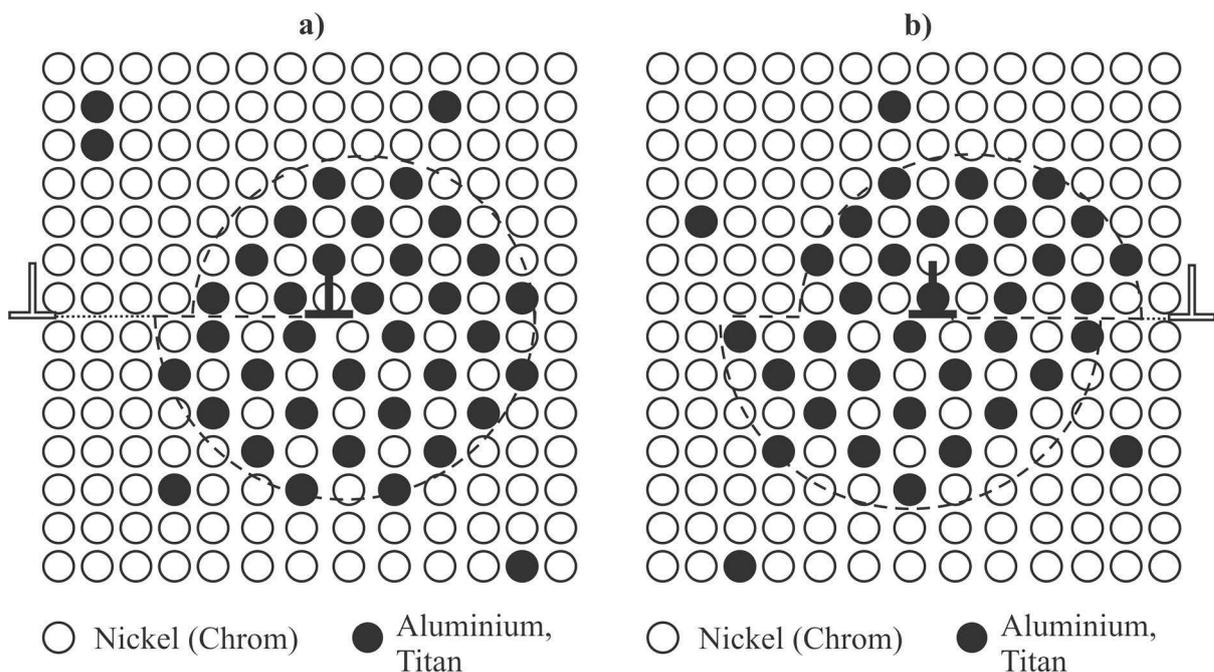
Wert des lösungsgeglühten Zustandes absinken. Der Verlauf der KSS in Abhängigkeit des Ausscheidungsdurchmessers lässt sich als Funktion der wirksamen Versetzungs/Ausscheidungs-Wechselwirkungsmechanismen mit Hilfe einiger Werkstoffkonstanten und mikrostrukturellen Größen berechnen und ermöglicht somit eine relativ exakte Beschreibung des Zusammenhanges zwischen der statischen Festigkeit und der Ausscheidungsgröße (siehe **HÜTHER&REPPICH 1978** und **REPPICH 1982**).



**Bild 3-9:** Kritische Schubspannung in Abhängigkeit des Partikeldurchmessers mit zugehörigen Versetzungs/Ausscheidungs-Wechselwirkungen (in Anlehnung an **HÜTHER&REPPICH 1978**, **REPPICH 1982**, **REPPICH et al. 1982** und **SCHÖLER 1999**).

Ein für einsinnige Verformung hinsichtlich Festigkeit optimierter Gefügestand kann jedoch für zyklische Beanspruchung durchaus deutlich schlechter geeignet sein (**CHRIST 2009**). Der maximal ausscheidungsgehärtete Zustand ist mit einem hohen Zuwachs an statischer Festigkeit bei Verformung verbunden und führt daher bei zyklischer Beanspruchung nach

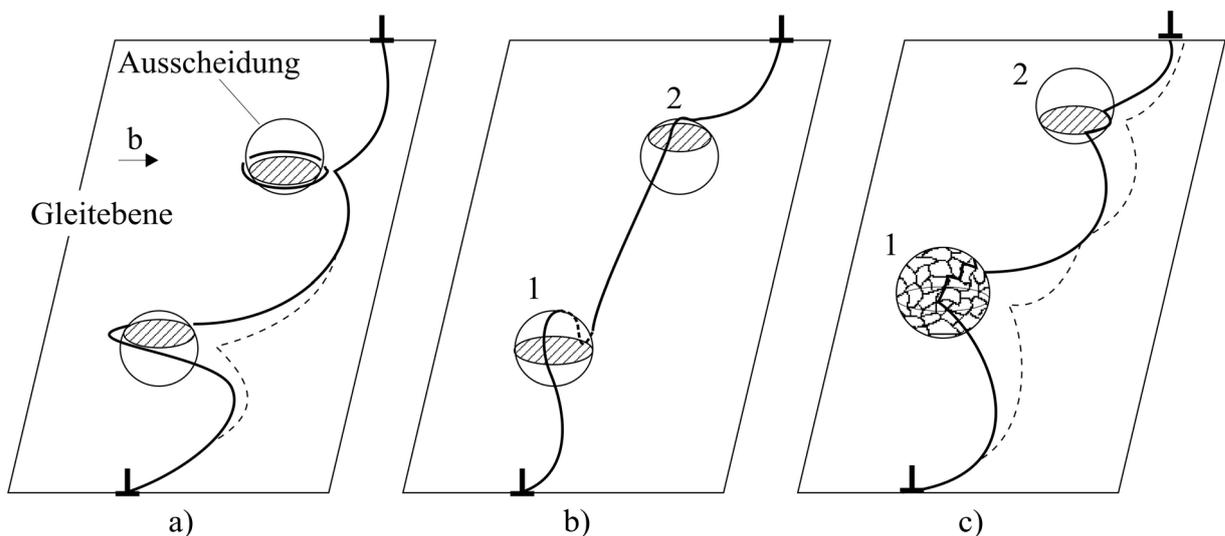
anfänglicher Wechselverfestigung aufgrund einer Erhöhung der Versetzungsdichte und einer starken Versetzungs-Ausscheidungs-Wechselwirkung zu einer ausgeprägten Wechselverfestigung. Ein Grund für die massive zyklische Entfestigung liegt u.a. im mehrfachen Schneiden der Teilchen bis zur Instabilität und der daraus resultierenden Teilchenauflösung begründet. Untersuchungen an der Superlegierung Waspaloy im LCF-Bereich bestätigten, dass die  $\gamma'$ -Teilchengröße entscheidend für das Wechselverformungsverhalten ist (STOLTZ & PINEAU 1978). Nach einer zyklischen Verfestigung bis zum Maximum erfolgte eine anschließende deutliche ( $\gamma' = 8 \text{ nm}$ ) bzw. leichte ( $\gamma' = 25 \text{ nm}$ ) zyklische Entfestigung oder es stellte sich ein Sättigungszustand ( $\gamma' = 50\text{-}90 \text{ nm}$ ) nach der zyklischen Verfestigung ein. Oberhalb der kritischen  $\gamma'$ -Teilchengröße von 25 nm resultierte ein Übergang vom Schneiden zum Umgehen der  $\gamma'$ -Teilchen und einer insgesamt weniger lokalisierten plastischen Verformung innerhalb der Gleitbänder. Zur Vermeidung einer massiven zyklischen Entfestigung werden wechselbelastete Bauteile aus ausscheidungsgehärteten Legierungen daher in der Regel im leicht überalterten Zustand eingesetzt.



**Bild 3-10:** a) Bildung einer Antiphasengrenze (APG) beim Schneiden der  $\gamma'$ -Ausscheidung durch führende Partialversetzung und b) Beseitigung der APG durch nachfolgende Partialversetzung des Versetzungspaares (in Anlehnung an GLEITER & HORNBOGEN 1967/68).

Alternativ kommt bei hohen Temperaturen neben dem Schneiden und dem Umgehen als weiterer Mechanismus das diffusionskontrollierte Überklettern der  $\gamma'$ -Ausscheidungen durch Einzelversetzungen mittels Leerstellen-Emission bzw. Absorption an den Extrahalbebenen der (Stufen-)Versetzen hinzu. Die verschiedenen Klettermodelle aus der Literatur lassen sich im Grunde auf die zwei Grundtypen lokales und allgemeines Klettern zurückführen

(REPPICH 1993). Die Versetzung klettert beim lokalen Klettern in der Phasengrenzfläche Teilchen-Matrix, während beim allgemeinen Klettern die Versetzung die Teilchengrenzfläche verlässt und auch in der Matrix zwischen den Teilchen klettert. Lokales Klettern ist daher mit einem wesentlich geringeren diffusionskontrollierten Materietransport verbunden. Die verschiedenen Klettermodelle sind im Vergleich zum Mechanismus des Umgehens der  $\gamma'$ -Ausscheidungen in **Bild 3-11** zusammengefasst.



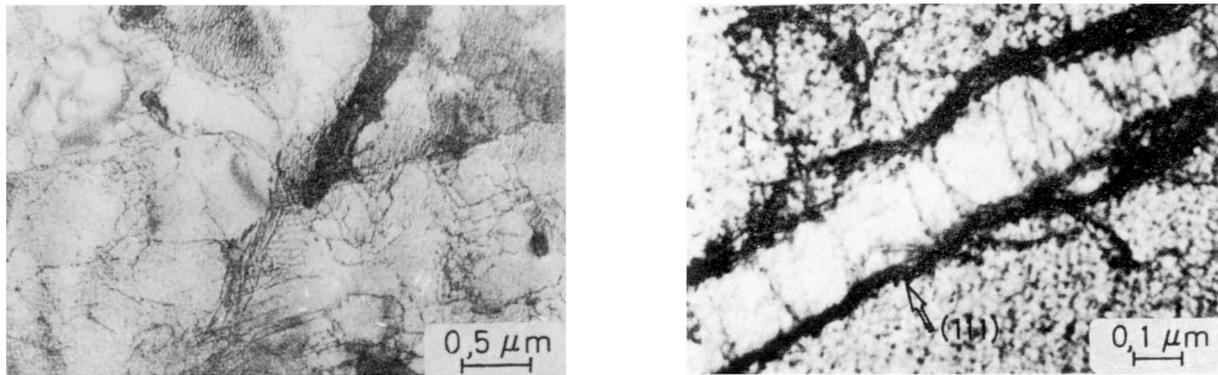
**Bild 3-11:** a) Umgehen unter Bildung von Orowan-Ringen und b) lokales Klettern (1) sowie allgemeines Klettern (2) und c) lokale Klettervarianten mittels „kletterkontrolliertem Ein- und Ausstricken“ im Grenzflächennetzwerk (1) bzw. „Interfacial Pinning“, d.h. starke Verankerung der Versetzung in der Teilchen/Matrix-Grenzfläche nach dem Überklettern (2) (nach REPPICH 1993).

Beim lokalen Klettern wird aufgrund von TEM-Beobachtungen zwischen zwei Varianten unterschieden: Bei kohärenten, stark überalterten  $\gamma'$ -Ausscheidungen wird als Folge der Zunahme der Gitterfehlpassung in der Matrix-Teilchen-Grenzfläche ein dichtes Versetzungsnetzwerk gebildet. Dabei überwindet eine gleitende Versetzung ein solches Teilchen durch „kletterkontrolliertes Ein- und Ausstricken“ im Grenzflächennetzwerk (SCHUMANN 1987). Die zweite lokale Klettervariante beruht auf der anziehenden Wirkung der Phasengrenze inkohärenter Teilchen auf Versetzungen (SROLOWITZ et al. 1984), welche zum „Interfacial Pinning“ (Grenzflächenverankerung) führt und für ODS-Legierungen im TEM direkt nachgewiesen wurde (ARZT et al. 1997). Dabei ist nicht das Überklettern geschwindigkeitsbestimmend, sondern das Ablösen der Versetzung aus der Phasengrenzfläche Teilchen/Matrix. Als Konsequenz aus den Klettermechanismen ergibt sich eine Kletter-Schwellenspannung, die bei beiden Varianten des lokalen Kletterns etwa bei der halben Orowanspannung und beim allgemeinen Klettern in der Größenordnung von 1-10% der Orowanspannung liegt (REPPICH 1989b). Im Vergleich zum allgemeinen Klettermechanismus, bei welchem die Ver-

setzung auch zwischen den  $\gamma'$ -Ausscheidungen die Gleitebene verlässt, bedingt lokales Klettern eine größere Schwellenspannung und erfolgt deshalb vorwiegend bei höheren Spannungen (und Kriechraten).

### 3.2.4 Verformung in Oberflächenkörnern

Irreversible plastische Verformungsvorgänge in Form von Versetzungsbewegung führen zu strukturellen Änderungen des Werkstoffs und somit zur Schädigung des Werkstoffgefüges im Verlauf der Wechselbeanspruchung. Durch die periodisch auftretende plastische Verformung steigt die Versetzungsdichte drastisch an und führt, je nach Gleitverhalten des betrachteten Werkstoffs, zu den bereits beschriebenen charakteristischen Versetzungsanordnungen. Besonders die oberflächennahen Werkstoffbereiche sind hiervon stark betroffen, da sie aufgrund ihrer freien Oberfläche stärker deformiert werden und somit Versetzungen leichter abgleiten können. Bei der Wechselverformung bilden sich häufig Gleitbänder, die über den gesamten Versuch aktiv bleiben und dann als persistente Gleitbänder (PGB) bezeichnet werden. Die PGB ähneln einer Art Leiterstruktur, wobei die Sprossen dieser Leiter aus dicht nebeneinander liegenden Stufenversetzungen (sogenannte Versetzungswände) bestehen und die dazwischenliegenden Kanäle nahezu versetzungsfrei sind (MUGHRABI 1985). Bei der  $\gamma'$ -gehärteten Legierung Nimonic 80A wurde, wie auch in anderen ausscheidungsgehärteten Legierungen, im Gegensatz zur inhomogenen Verformungsstruktur im Probeninneren (planare Gleitbänder) eine homogenere Versetzungsanordnung in den Oberflächenkörnern beobachtet, welche sich eindeutig von der Anordnung im Probeninneren unterscheidet (LERCH 1983). Dies führt zur Ausbildung von Zellstrukturen mit einem mittleren Durchmesser von  $0,5 \mu\text{m}$  (Bild 3-12a) und sehr schmalen PGB-ähnlichen Verformungsbändern (Breite: 200 nm oder weniger) (Bild 3-12b) in den Oberflächenkörnern. Die Versetzungsbewegung innerhalb des PGB erfolgt über gleitende ausgewölbte Stufen- und Schraubenversetzungen die sich aus den Versetzungswänden krümmen und anschließend die versetzungsarmen Kanäle bis zur nächsten Versetzungswand durchlaufen (MUGHRABI 2009). Die plastische Verformung wird zu einem großen Teil von den PGB getragen. Die PGB treten an der Oberfläche aus und bilden dort Gleitlinien, die sog. persistenten Gleitlinien (PGL) (im englischen Sprachgebrauch: persistent slip markings (PSM)). Die Bezeichnung „persistent“ beruht auf der Tatsache, dass nach Abpolieren der Oberfläche bei weiterer zyklischer Verformung die Gleitlinien genau wieder an den ursprünglichen Stellen auftreten.

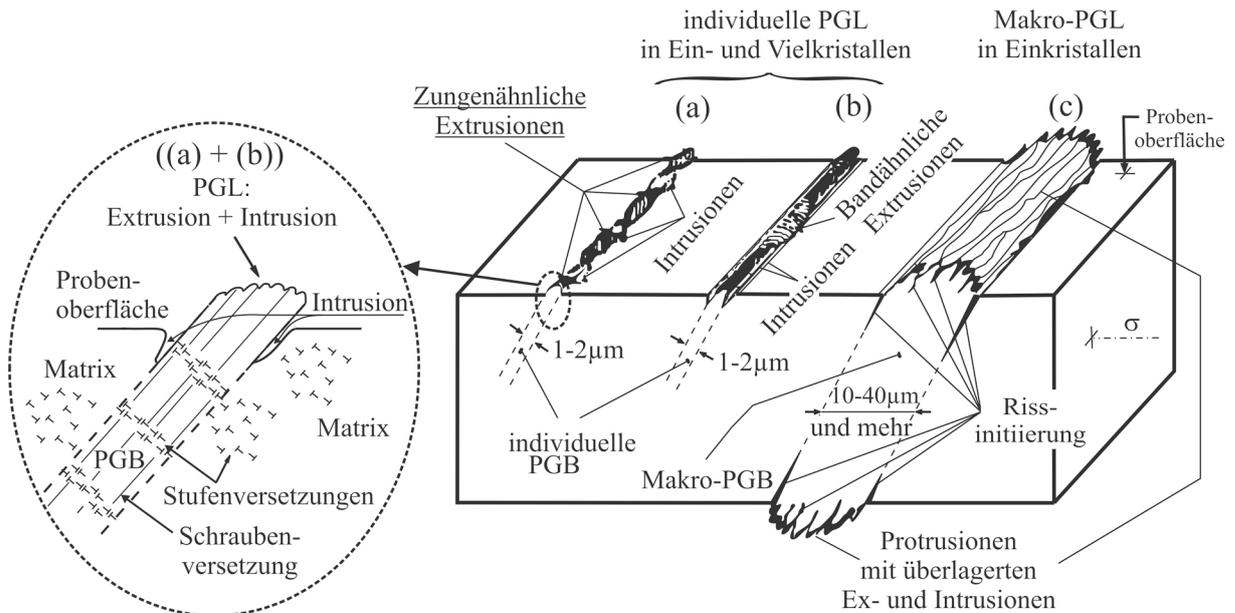


a) Zellstrukturen

b) PGB-ähnliches Verformungsband.

**Bild 3-12:** TEM-Aufnahmen von Nimonic 80A im oberflächennahen Bereich nach Wechselverformungsversuch im LCF-Bereich ( $\Delta\varepsilon_p/2 = 0,05\%$ ,  $N_B = 3,91 \times 10^4$ ) (LERCH 1983).

Infolge der hohen Gleitaktivität der PGB kommt es bei der Wechselverformung zur Entstehung von sogenannten Extrusionen und Intrusionen an den PGL, deren Entstehung und Profil in **Bild 3-13** schematisch dargestellt ist. Die Oberflächenänderung durch Ex- und Intrusionen führt zu einer erhöhten Rauigkeit und somit zu Spannungsüberhöhungen, die schließlich als Keimstellen für die Rissinitiierung wirken und somit maßgeblich das Ermüdungsverhalten beeinflussen. Als Konsequenz aus den sehr schmalen PGB in ausscheidungsgehärteten Legierungen ist die damit verbundene Dehnungslokalisierung im Vergleich zu den einphasigen Legierungen (z.B. Kupfer, Nickel) um eine Größenordnung (Zehnerpotenz) höher und führt somit zu deutlich ausgeprägterer Extrusionsbildung. Allerdings ist gegenüber einkristallinen Werkstoffen die Extrusionsgröße in vielkristallinen Werkstoffen kleiner, da die Korngröße normalerweise kleiner als der Prüfquerschnitt ist und somit die Versetzungen eine weitaus geringere Lauflänge besitzen (MUGHRABI 2009). Nicht nur die Extrusionsgröße, sondern auch die PGL sind in vielkristallinen Werkstoffen wesentlich kleiner. Während in vielkristallinen Werkstoffen nur einzelne PGL mit einer Breite von 1-2  $\mu\text{m}$  entstehen, führt in einkristallinen Werkstoffen die Morphologie stark entwickelter PGL zu sogenannten Makro-PGL mit 10-40  $\mu\text{m}$  Breite (**Bild 3-13**). Einzelne PGL bestehen zumeist aus sich abwechselnden zungenförmigen Ex- und Intrusionen (hauptsächlich im Anfangsstadium während der Ermüdung) oder aus einer charakteristischen Anordnung mit bandförmigen Extrusionen in Begleitung von Intrusionen. Die sich nur in einkristallinen Werkstoffen ausbildenden Makro-PGL bestehen aus einer Protrusion (auch mit Ausbauchung bezeichnet), in der einzelne Ex- und Intrusionen überlagert sind. Untersuchungen an einkristallinem Nickel zeigten eindeutig, dass die Makro-PGB durch den ganzen Einkristall laufen und die darin enthaltenen Extrusionen auf beiden Seiten ausgehend von der Probenoberfläche nach außen wachsen (MAN et al. 2009).



**Bild 3-13:** Schematische Darstellung der drei charakteristischen Anordnungen der sich einstellenden PGB- und PGL-Morphologien in ermüdeten kfz-Werkstoffen (MAN et al. 2009):  
**a)** (Quasi-)Periodische Anordnung zungenförmiger Ex- und Intrusionen entlang der PGB-Oberflächenspur (links vergrößert ist die Leiterstruktur innerhalb des PGB dargestellt, die sich deutlich von der Versetzungsanordnung in der Matrix unterscheidet),  
**b)** bandförmige Extrusion in Begleitung von einer (oder zwei) parallelen Intrusion(en) an der PGB-Grenzfläche zur Matrix und  
**c)** typisches Oberflächenprofil eines durch den ganzen Probenquerschnitt durchlaufenden Makro-PGB mit angedeuteten Mikrorissen innerhalb der Makro-PGL und an der Grenzfläche PGB-Matrix (kfz-Einkristall).

Untersuchungen zur Entwicklung und Topographie der Oberflächenbeschaffenheit während der Ermüdungsversuche werden oft mittels Rasterkraft-Mikroskopie (AFM: Atomic Force Microscopy) oder Konfokal-Lasermikroskopie (CLSM: Confocal Laser Scanning Microscopy) durchgeführt. So zeigten beispielsweise konfokale Lasermikroskop-Messungen an einer Extrusion in einem ausgewählten Oberflächenkorn in Inconel 738LC während eines gesamtdehnungsgeregelten LCF-Versuchs ( $\Delta\varepsilon_{\text{ges}}/2 = 0,55\%$ ,  $N_B = 600$  Zyklen), dass die Extrusionshöhe zu Beginn (bis  $5\% N_B$ ) mit einer um eine Dekade höheren Wachstumsgeschwindigkeit wächst als im Bereich  $5-50\% N_B$ . Nach der halben Bruchlastspielzahl war die Extrusionshöhe mit einer durchschnittlichen Wachstumsrate von  $0,29 \text{ nm/Zyklus}$  (zwischen  $5-50\% N_B$ ) schließlich bis auf ca.  $150 \text{ nm}$  angewachsen (OBRTLÍK et al. 2010).

Weitere Untersuchungen zum zyklischen Verformungsverhalten hinsichtlich des Einflusses von Korngrenzen und lokalen Oberflächenkornorientierungen auf die PGB-Aktivität wurden von WEIDNER et al. 2008 und WEIDNER&SKROTZKI 2009 in vielkristallinem Nickel mit einer Korngröße von  $80 \mu\text{m}$  unter Verwendung der Rasterkraft- und der Rasterelektronenmikroskopie durchgeführt. Von besonderem Interesse war dabei die Größe der lokalen Abgleitung in den persistenten Gleitbändern, da diese aufgrund des ausgeprägten Oberflächen-

profils zur Entstehung von Rissen führen und somit schädigungsrelevant sind. Die Gleitaktivität der PGB in reinem Nickel wurde anhand von Halbzyklusverformungen an verschiedenen Punkten des mechanischen Sättigungszustandes in der zyklischen Wechselverformungskurve bei einer plastischen Dehnungsamplitude von  $5 \times 10^{-4}$  untersucht. Die so erzeugten geometrischen Abmessungen (Höhe und Breite) gaben somit Aufschluss über die tatsächliche lokale Abgleitung im Werkstoff. Dabei stellte sich heraus, dass einerseits die Größenordnung der lokalen Abgleitung in den PGB unabhängig von der Zyklenzahl im Sättigungsbereich der Wechselverformungskurve zu sein scheint und andererseits die Halbzyklusgleitaktivität eine deutliche Abhängigkeit von der Zyklenzahl besitzt. Die Gleitstufen in den Oberflächenkörnern entwickelten sich nicht proportional zur aufgebrauchten plastischen Dehnung, sondern erst ab einem Schwellenwert von 60%. Des Weiteren war während eines Halbzyklus nur ein Bruchteil des gesamten akkumulierten PGB aktiv. Daraus lässt sich schließen, dass zum einen die PGB in vielkristallinen Werkstoffen einer Entwicklungsgeschichte unterliegen und zum anderen ihre Aktivierung zeitlich und räumlich variabel ist.

### 3.2.5 Risseinleitung und Risswachstum in Abhängigkeit von der Prüftemperatur

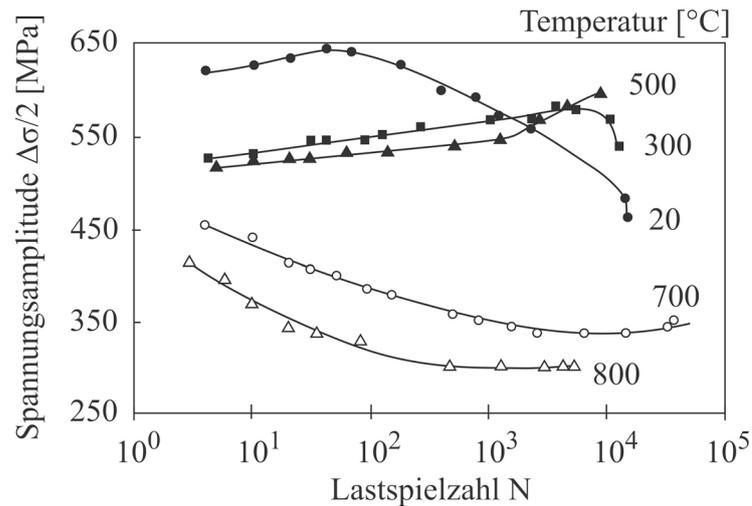
Wie bereits beschrieben, sind die PGB aufgrund der lokalisierten Abgleitung und des ausgeprägten Oberflächenprofils bevorzugte Orte für die Entstehung von Rissen und damit schädigungsrelevant während der zyklischen Verformung. Für den Verlauf der Rissinitiierung spielen aber auch der Oberflächenzustand, die Art der Verformung, das Umgebungsmedium und die Temperatur eine wichtige Rolle. Der Zustand der Probenoberfläche hat starken Einfluss auf die Lebensdauer, da sich Ermüdungsrissen im LCF- und HCF-Bereich vorzugsweise an der Oberfläche bilden. Sofern Zugeigenstressungen in einem Bauteil an der Oberfläche nach der Herstellung (z.B. durch Schmieden oder Gießen) vorliegen, führt dies in der Regel zu einer verringerten Wechselfestigkeit. Andererseits kann durch Induzierung von Druckeigenstressungen in die Oberfläche (z.B. durch Kugelstrahlen oder Festwalzen) die Lebensdauer positiv beeinflusst werden (**RADAJ 2007**). Neben den eingebrachten Druckeigenstressungen in die Randschicht wird durch die plastische Verformung der Oberfläche ebenfalls eine Steigerung der Oberflächenhärte aufgrund der erhöhten Versetzungsdichte erzeugt (**FELDMANN et al. 2011**).

Nach der Bildung eines mikrostrukturell kurzen Risses treten die Vorgänge an der Oberfläche zurück, wobei das anschließende Risswachstum im Probeninneren die Restlebensdauer bestimmt. Die Rissausbreitung erfolgt bei der Ermüdung zu Beginn meist entlang einer kristallographischen Richtung (Gleitebene) in einem PGB (**VOGEL et al. 1982a** und **VOGEL**

**et al. 1982b**), in dem die größte Schubspannung herrscht, was in der Regel bei einer Zug-Druck-Beanspruchung in einer Ebene unter ca.  $45^\circ$  zur Spannungsachse der Fall ist (Stadium I-Rissausbreitung). Stadium I-Risse weisen meist nur eine geringe Ausdehnung von einem bis einige wenige Korndurchmesser auf. Mit zunehmender Risslänge wird die Spannungskonzentration an der Rissspitze größer, wodurch ein weiteres Gleitsystem aktiviert wird, so dass der Riss durch abwechselnde Betätigung von zwei Gleitsystemen senkrecht zur Spannungsachse wächst (Stadium II-Rissausbreitung). Während des weiteren Risswachstums werden häufig die für das Stadium II charakteristischen Schwingstreifen (englisch: striations) gebildet. Ist der Riss soweit fortgeschritten, dass der Restquerschnitt die Beanspruchung nicht mehr ertragen kann, erfolgt abschließend das endgültige Versagen der Probe. Im LCF-Bereich wird der überwiegende Teil der Lebensdauer von der Rissausbreitung im Stadium II getragen, wohingegen bereits bei einer HCF-Beanspruchung die Phase der Anrissbildung und das Stadium I der Rissausbreitung einen Großteil der Lebensdauer ausmacht. Bei Zyklenzahlen deutlich oberhalb von  $10^6$  im Bereich der Dauerfestigkeit sind bereits 90% der Lebensdauer bis zum Übergang zur stabilen Langrissausbreitung (Stadium II) vergangen (**KRUPP 2007**).

Das Ermüdungsverhalten von Werkstoffen wird gegenüber RT bei erhöhten Temperaturen komplexer. Werkstoffe, die bei RT planare Gleitung zeigen, verformen sich bei hohen Temperaturen wesentlich homogener, da durch die dann mögliche Quergleitung der Schraubenversetzungen insgesamt ein welligeres Gleitverhalten eintritt und die Versetzungen aufgrund von Kletterprozessen ihre Gleitebene verlassen können. Das Umgebungsmedium (Luft, Vakuum) spielt auch eine wichtige Rolle bei der Hochtemperatur-Ermüdung, da die Ermüdungsschädigung durch den zusätzlichen korrosiven Einfluss der umgebenden Atmosphäre (Oxidation an der Rissspitze) mehr oder weniger stark beeinflusst wird. LCF-Versuche an der Nickelbasis-Superlegierung Nicrofer 55 20 Co bei  $700^\circ\text{C}$  zeigten, dass Oxidationsvorgänge an der Rissspitze bevorzugt Korngrenzen angreifen und somit, in Verbindung mit einer Erniedrigung der Lebensdauer, zu einem Übergang von trans- zu interkristalliner Rissausbreitung führen (**LAANEMÄE et al. 1989**). Durch die beschleunigte Bildung von Oxidationsprodukten auf den Rissufer und die damit verbundene Volumenzunahme kommt es mit steigender Temperatur zu einer Zunahme von oxidationsinduziertem Riss schließen. Allerdings nimmt gleichzeitig mit steigender Temperatur die Rauigkeit der Rissufer und damit rauigkeitsinduziertes Riss schließen ab. Der Widerstand eines Werkstoffs gegen Ermüdungsrisswachstum, welcher durch den Schwellenwert  $\Delta K_{\text{th}}$  charakterisiert ist, läuft somit in Abhängigkeit von der Temperatur durch ein Minimum (**KRUPP 2007**).

LCF-Untersuchungen mit konstant gehaltener plastischer Dehnungsamplitude an Nimonic 80A (LERCH 1983) belegen, dass bei Versuchen bis 500°C eine Rissbildung entlang von Gleitbändern erfolgt und sich der Riss innerhalb der Oberflächenkörner im Stadium I-Modus ausbreitet und transkristallin bis zum Versagen im Stadium II-Modus weiter wächst. Während bei RT die Proben zunächst im Versuch zyklisch verfestigen und dann entfestigen, erfolgt bei 300°C und 500°C in Verbindung mit einer reduzierten Lebensdauer eine kontinuierliche zyklische Verfestigung bis zum Bruch. Dabei wurde für die Versuche bei 300°C und 500°C eine wesentlich höhere Gleitbanddichte festgestellt als bei RT, was in dieser Legierung auf dynamische Reckalterung (Behinderung der Versetzungsbewegung durch Diffusion von Fremdatomwolken an die eingeschobenen Halbebenen der Versetzungen bei gleicher Versetzungs- und Diffusionsgeschwindigkeit) zurückzuführen ist. Dieser Effekt führt zur Inaktivierung von Gleitbändern und wird durch die Bildung neuer Gleitbänder ausgeglichen. Versuche mit zunehmender Verformungstemperatur (700°C-800°C) zeigten eine stetige zyklische Entfestigung ohne vorhergehende Verfestigung und es war eine steigende Tendenz zur Ausbildung interkristalliner Risse zu beobachten. Während bei 700°C eine noch überwiegend transkristalline Bruchfläche vorlag und nur vereinzelt interkristalline Anteile beobachtet wurden, erfolgte bei 800°C die Rissausbreitung nahezu vollständig interkristallin. Der Übergang von trans- zu interkristallinem Bruch bei hohen Temperaturen wird auf eine Korngrenzenversprödung durch Oxidation zurückgeführt, da experimentell an den Nimonic 80A-Proben ein starker Oxidationsangriff an den Korngrenzen beobachtet wurde. Begünstigt durch die thermische Aktivierung von Kletter- und Quergleitprozessen nimmt in diesem Temperaturbereich die u.a. von den geordneten  $\gamma'$ -Ausscheidungen erzwungene Neigung zu planarer Verformung und damit zur Gleitbandbildung ab. Die fehlende zyklische Verfestigung bei hohen Temperaturen kann somit durch die homogener werdende Verformung (welligeres Gleiten) erklärt werden, bei der sich gleichzeitig durch Annihilationsprozesse die Versetzungsdichte nicht wesentlich erhöht (LERCH 1983). Wie bei den meisten Legierungen nimmt die Lebensdauer auch bei Nimonic 80A im LCF-Bereich mit steigender Temperatur ab. Im Gegensatz dazu bildet der Versuch bei 700°C eine Ausnahme, da bei dieser Temperatur die höchste Lebensdauer (bis in den HCF-Bereich) beobachtet wurde (Bild 3-14). Bei der höchsten Prüftemperatur von 800°C ist einerseits ein ausgeprägtes Entfestigungsverhalten aufgrund von Vergrößerungsprozessen der  $\gamma'$ -Ausscheidungen und Vergrößerung der Teilchenabstände durch Ostwaldreifung zu beobachten. Zusätzlich führt die Ostwaldreifung zu einer starken Reduzierung der Lebensdauer bei 800°C.

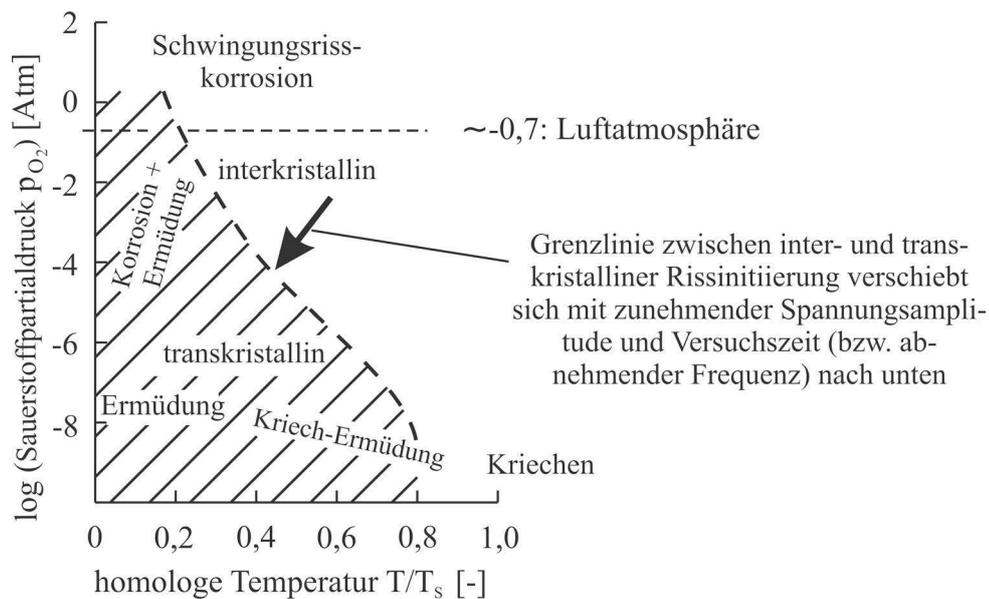


**Bild 3-14:** Temperaturabhängigkeit des Wechselverformungsverhaltens von Nimonic 80A im LCF-Bereich ( $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,075\%$ ) im Bereich RT-800°C (LERCH 1983).

Die auftretende Anomalie bezüglich der Lebensdauer bei 700°C lässt sich damit erklären, dass deutlich weniger Gleitbänder entwickelt werden und eine geringere Versetzungsdichte in den Gleitbändern vorherrscht. Daraus resultierend führt die homogenere Verformungsstruktur zu einer geringeren Schädigung im Vergleich zu den tieferen Temperaturen (RT-500°C), wo die Verformung stark lokalisiert ist. Der interkristalline Rissanteil wirkt der homogenen Verformungsstruktur bei 700°C zwar entgegen, ist aber noch nicht der dominierende Mechanismus wie bei einer Temperatur von 800°C. Der vollständige Übergang zu interkristallinem Bruchverhalten führt daher zwangsläufig zu einer erheblich kürzeren Lebensdauer bei 800°C. Die steigende Anzahl interkristalliner Risse mit steigender Temperatur lässt sich sehr oft durch die geringere Hochtemperaturkorrosionsbeständigkeit der Korngrenzen im Vergleich zu den Körnern erklären. Die Korngrenzen in Hochtemperaturwerkstoffen enthalten oft Karbide, die zu einer Chrom-Verarmung in deren Umfeld führt und dadurch eine geringere Beständigkeit gegen einen Korrosionsangriff durch Oxidation aufweisen (CHRIST 2009). Die reduzierte Lebensdauer im Fall einer interkristallinen Rissausbreitung beruht auf der damit verbundenen Erhöhung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit.

Neben der Ermüdungs- und der Korrosionsschädigung ist die Kriechschädigung bei hohen Temperaturen ebenfalls von Bedeutung. Beispielsweise können bei langen Haltezeiten im Zug während der Hochtemperaturermüdung (Kriechermüdung) Poren an inneren Korngrenzen (vor der Rissspitze) in Analogie zur Schädigung bei reiner Kriechbeanspruchung durch spannungskontrollierte Kondensation von Leerstellen gebildet werden und somit zu interkristalliner Rissausbreitung führen (CHRIST 1995). Besonders bei Ermüdungsversuchen mit langen Haltezeiten unter Zugspannung und kurzen Haltezeiten unter Druckspannung (asymmetrische LCF-Kriechermüdungsversuche) beobachtet man eine Wechselwirkung

zwischen der Ermüdungs- und der Porenschädigung. Bei asymmetrischen Hochtemperatur-LCF-Versuchen an Nimonic 80A beobachtete man hohe Porendichten und eine starke Abnahme der zyklischen Lebensdauer. Ist die Dehnungsamplitude bei Kriechermüdungsversuchen aber sehr klein, dann dominiert die Ermüdungsschädigung gegenüber der Kriechschädigung. Der Werkstoff versagt, ohne dass Porenbildung einsetzt (BAUMGÄRTNER 1990). Der Übergang von trans- zu interkristallinem Rissausbreitungsverhalten und die damit verknüpfte Reduzierung der Lebensdauer kann aus dem Vergleich von gleichartigen Versuchen in Luft und in Vakuum abgeschätzt werden (siehe schematische Darstellung in **Bild 3-15**).



**Bild 3-15:** Schematische Darstellung des Zusammenhangs zwischen Schädigungsarten (Ermüdung, Korrosion und Kriechen) und Übergang von transkristallinem zu interkristallinem Risswachstum in Abhängigkeit des Sauerstoffpartialdrucks und der homologen Temperatur (entnommen aus WELLS 1979).

Die zusätzliche korrosive Schädigung an Luft bei hohen Temperaturen macht sich in Verbindung mit der Ermüdungsrisssausbreitung durch eine deutlich unterschiedliche Lebensdauer in Vakuum und in Luft bemerkbar, wobei dieser Unterschied allerdings kleiner wird, sobald die innere Schädigung durch Poren die Lebensdauer maßgeblich beeinflusst (KEMPF et al. 1986).

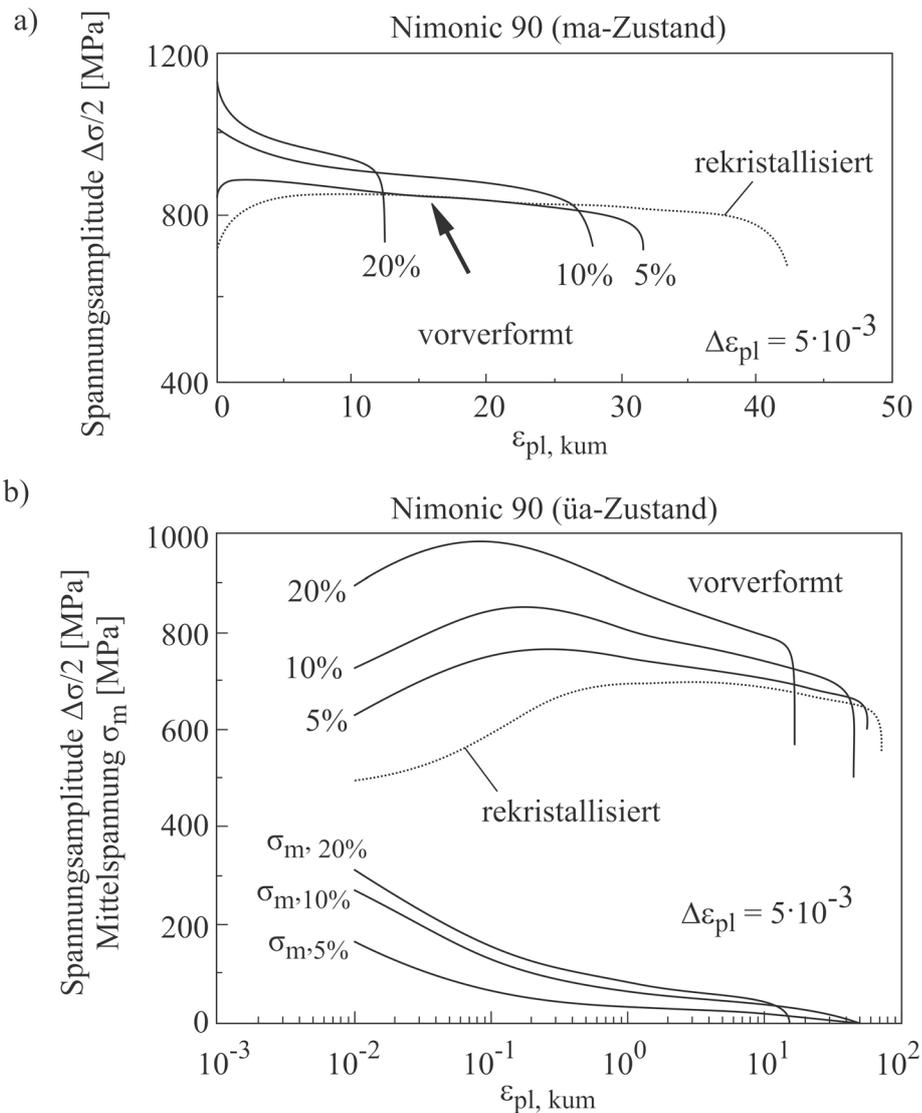
### 3.2.6 Einfluss der Vorgeschichte auf das Ermüdungsverhalten

Metallische Konstruktionswerkstoffe werden meist nach einer fertigungstechnisch bedingten mechanischen Vorbelastung eingesetzt. Da sich hochfeste Werkstoffe häufig relativ schlecht mittels mechanischer Zerspanungstechniken bearbeiten lassen und diese Art der mechanischen Bearbeitung zu einem unterbrochenen Faserverlauf führt, nimmt die mechanische oder auch thermomechanische Formgebung durch Umformen (nach dem Gießen) zur Herstel-

lung der geforderten Bauteilgeometrie bei Nickelbasis-Superlegierungen eine besondere Stellung ein. Die Vorgänge der dynamischen Rekristallisation und Erholung sind entscheidende Abläufe, die das Warmumformverhalten (z.B. durch Schmieden, Strangpressen, Walzen) von vielkristallinen Nickelbasis-Superlegierungen bestimmen (TIAN et al. 2004). So lässt sich beispielsweise beim Schmieden großer Auslassventile aus Nimonic 80A für Schiffsdieselmotoren durch Einstellung der optimalen Warmumformparameter (Temperatur, Verformungsgrad und -geschwindigkeit sowie Abkühlrate) ein sehr feinkörniges Gefüge einstellen (JEONG et al. 2005), was infolgedessen zu besseren Ermüdungseigenschaften führt. Da in vielen Fällen die Gestaltgebung von Bauteilen durch Umformprozesse zu einer starken Vorverformung führt, darf sie in Bezug auf die Ermüdungseigenschaften dynamisch beanspruchter Bauteile nicht außer Acht gelassen werden.

Bereits frühe Untersuchungen an einphasigen kfz-Werkstoffen und Legierungen (z.B. von FELTNER&LAIRD 1967a, LUKÁŠ&KLESNIL 1973 und COFFIN JR. 1967) kamen zu dem Ergebnis, dass der Versetzungsgleichcharakter von zentraler Bedeutung für die Vorgeschichteabhängigkeit hinsichtlich des Ermüdungsverhaltens bzw. des zyklischen Spannungs-Dehnungs-Verhaltens sowohl für den LCF-Bereich als auch für den HCF-Bereich ist. Untersuchungen an Werkstoffen mit **planarem Gleitcharakter** ( $\alpha$ -Messing (CuZn30)) haben gezeigt, dass eine monotone Vorverformung immer eine Erhöhung des Spannungsniveaus in der Wechselverformungskurve nach sich zieht (HOFFMANN et al. 1993). Dies geht einher mit einer durch die Vorverformung hervorgerufenen ungeordneten Versetzungsanordnung, einer Aktivierung sekundärer Gleitsysteme und einer erhöhten Gleitbanddichte. Ähnlich wie im Fall von einphasigem  $\alpha$ -Messing als Referenzwerkstoff für planares Gleitverhalten zeigen die Wechselverformungskurven der zweiphasigen Legierung Nimonic 90 im maximal ausscheidungsgehärteten und überalterten Zustand (**Bild 3-16**) bei einer zyklischen Beanspruchung im LCF-Bereich bei RT eine Verschiebung der Spannungsamplituden von Beginn der Wechselbeanspruchung an zu deutlich größeren Werten (HOFFMANN 1996). Während allerdings bei  $\alpha$ -Messing erst ab 20% Vorverformung eine zyklische Entfestigung auftritt, tritt im  $\overline{u}$ a-Zustand von Nimonic 90 (**Bild 3-16b**) für sämtliche Vorverformungsgrade nach wenigen Zyklen ein Maximum auf, an das sich eine Entfestigung anschließt. Mit steigender Vorverformung tritt, wie bei  $\alpha$ -Messing, eine mehr oder weniger große Mittelspannung  $\sigma_m$  auf, die während der ersten Lastspiele stark relaxiert aber nicht völlig abgebaut wird. Die Wechselverformungskurven im  $m$ a-Zustand (**Bild 3-16a**) zeigen einen grundsätzlich ähnlichen Verlauf wie im  $\overline{u}$ a-Zustand, allerdings mit der Besonderheit, dass die mit 5% vorverformte Probe mit höherer Geschwindigkeit gegenüber der unvorverformten Probe entfestigt. Eine langsame, lang anhal-

tende Entfestigung durch die Neuordnung der Versetzungsstruktur in Kombination mit einer schon vor der Wechselverformung durch die geringe Vorverformung erfolgte lokale Reduzierung der Hinderniswirkung der kohärenten  $\gamma'$ -Ausscheidungen durch das mehrfache Abscheren von Teilhensegmenten tragen zu dem ausgeprägten Entfestigungsverhalten bei Ermüdungsproben mit 5% Vorverformung bei.

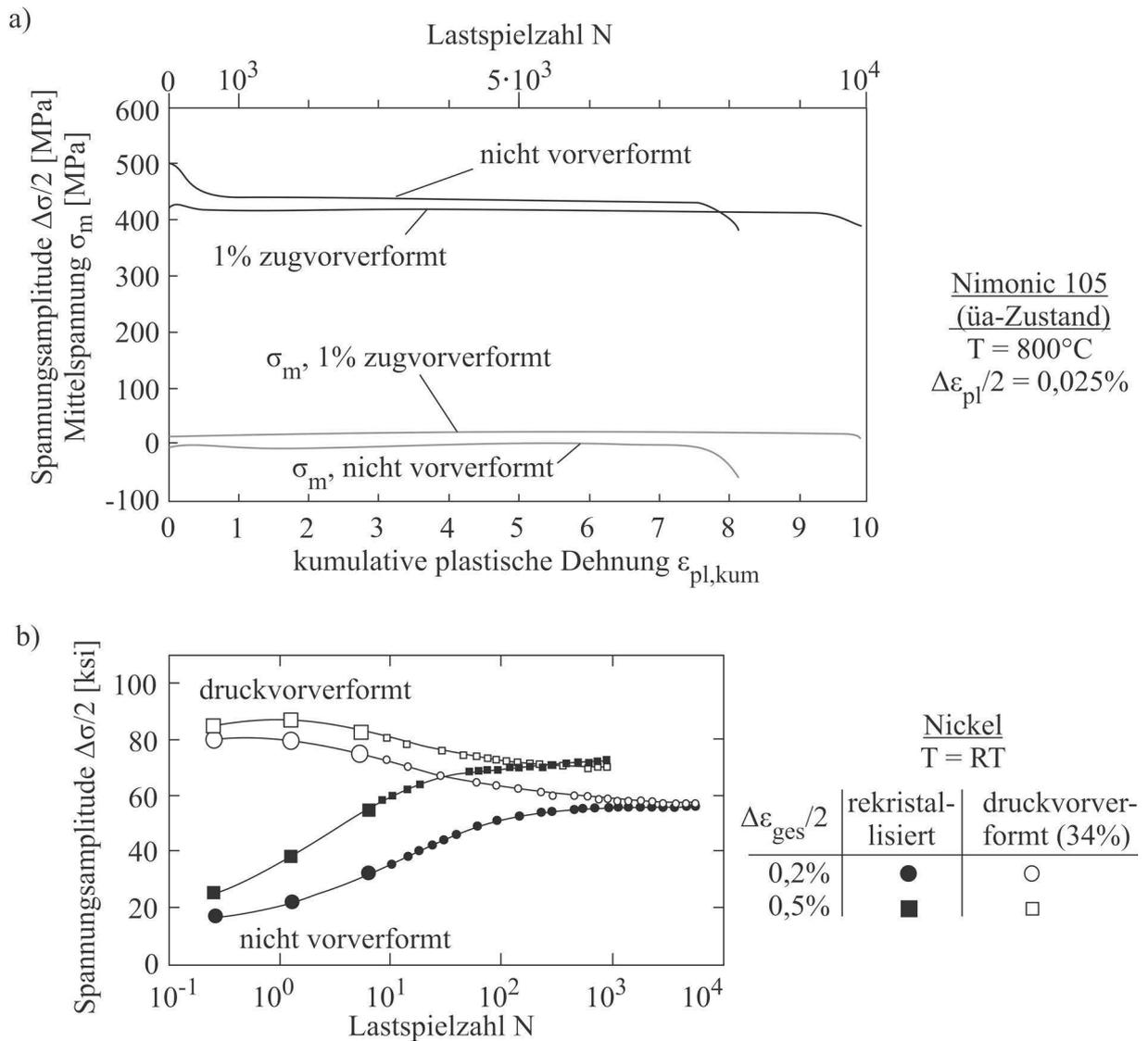


**Bild 3-16:** Wechselverformungskurven von Nimonic 90 (HOFFMANN 1996) im LCF-Bereich ( $\Delta\varepsilon_{pl} = 5 \times 10^{-3}$ ) bei RT für verschieden stark vorverformte Proben im:  
**a)** Maximal ausscheidungsgehärteten Zustand und  
**b)** überalterten Zustand mit zusätzlichem Verlauf der Mittelspannung  $\sigma_m$  (durchgezogene Linien: vorverformte Proben, gepunktete Linie: Referenzzustand ohne Vorverformung).

Bei größeren Vorverformungsgraden (10-20%) sind die Versetzungsannihilationsvorgänge nicht hinreichend effektiv, um die durch die Zugvorverformung induzierte Versetzungsanordnung in die entsprechende „Ermüdungsstruktur“ umwandeln zu können. Deshalb sind mit steigenden Vorverformungsgraden die Wechselverformungskurven zu höheren, über dem

Niveau des nicht vorverformten Zustandes liegenden Spannungen verschoben. Im Gegensatz zum ma-Zustand werden im üa-Zustand von Nimonic 90 nach einer Zugvorverformung von 5% neben einer planaren Versetzungsanordnung bereits zunehmend komplexere, dreidimensionale Versetzungsstrukturen gebildet. Aufgrund der geringeren Anteile an planarer Verformung und Schneidvorgängen der  $\gamma'$ -Ausscheidungen ist das überalterte  $\gamma'$ -Ausscheidungsgefüge daher in seiner Festigkeit weniger stark beeinträchtigt und entfestigt infolgedessen insgesamt nicht so stark wie im ma-Zustand während des Ermüdungsvorgangs.

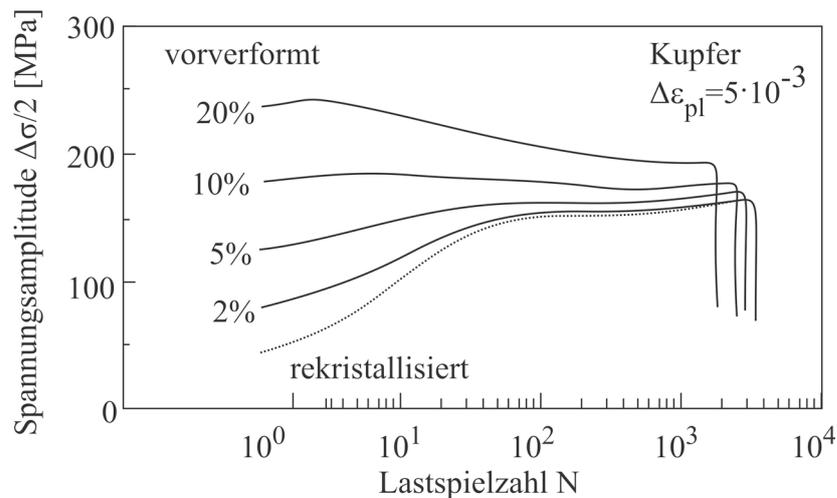
In der Regel stellt eine Vorverformung eine Vorschädigung dar und führt zu einer Reduzierung der Lebensdauer (SUNDARARAMAN et al. 1994). Allerdings ist es unter speziellen Umständen möglich, dass eine Vorverformung im Vergleich zum nicht vorverformten Zustand zu einer höheren Lebensdauer führt (Bild 3-17a). Es zeigte sich beim ausscheidungsgehärteten Zustand von Nimonic 105 insbesondere im überalterten Zustand (SCHÖLER&CHRIST 1998), dass bei LCF-Versuchen mit geringer plastischer Dehnungsamplitude ( $\Delta\varepsilon_{pl/2} \leq 0,05\%$ ) in Kombination mit hoher isothermer Prüftemperatur (800°C) eine geringe monotone RT-Vorverformung ( $\varepsilon_{ges, v} \leq 2\%$ ) zu einer Steigerung der Lebensdauer führte. Durch die geringe Vorverformung ( $\varepsilon_{ges, v} = 1\%$ ) kommt es im Verlauf der dehnungsgeregelten Versuche einerseits zu einer Reduktion der Spannungsamplitude, andererseits wird die Entfestigung abgeschwächt. Obwohl sich durch die Vorverformung eine nicht zu vernachlässigende Zugmittelspannung einstellt und bis zum Versagen der Probe bestehen bleibt, erhöht sich die Lebensdauer im Vergleich zum nicht vorverformten Zustand. Die Lebensdauersteigerung lässt sich auf mikrostrukturelle Vorgänge zurückführen: Die geringere Anzahl vorverformungsinduzierter Gleitbänder bleibt bei der Hochtemperaturwechselverformung teilweise aktiv. Dies bewirkt bei vorgegebener plastischer Dehnungsschwingbreite eine Reduktion der resultierenden Spannungsamplitude. Bei Werkstoffen mit **welligem Gleitcharakter** ist die Beantwortung der Frage, ob ein Einfluss einer Vorverformung auf das Wechselverformungsverhalten existiert, im Wesentlichen von dem monotonen Vorverformungsgrad und der nachfolgenden zyklischen Beanspruchung abhängig. Ermüdungsversuche nach einer Druckvorverformung an reinem Nickel zeigen (COFFIN JR. 1970), dass bei ausreichend hohen Beanspruchungen die nachfolgende schwingende Belastung von einer zyklischen Entfestigung geprägt ist, die auf das gleiche Sättigungsspannungsniveau wie bei einer unvorverformten Probe führt (siehe Bild 3-17b).



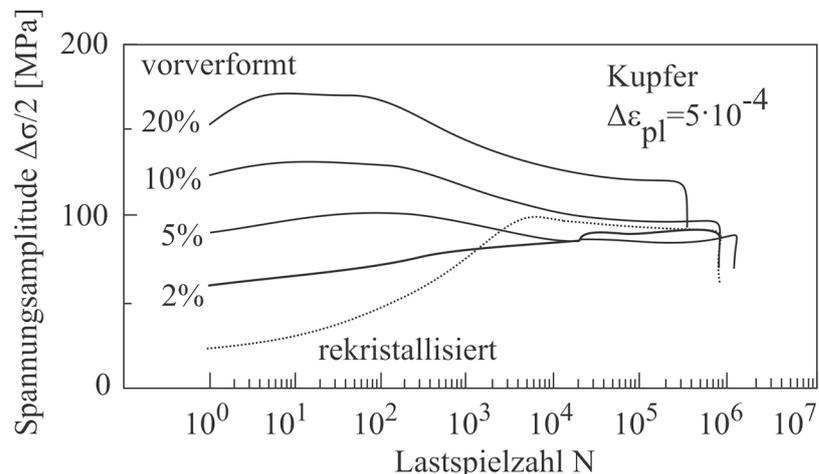
**Bild 3-17:** Wechselverformungskurven von:  
**a)** Nimonic 105 (üa-Zustand) nach LCF-Beanspruchung ( $\Delta\varepsilon_{pl/2} = 0,025\%$ ) bei  $800^\circ\text{C}$  ohne und mit einer Zugvorverformung von 1%-Gesamtdehnung (SCHÖLER&CHRIST 1998) und  
**b)** wellig gleitendem Nickel bei verschiedenen Beanspruchungsamplituden im LCF-Bereich ( $T = \text{RT}$ ) ohne und nach einer Druckvorverformung von 34% (COFFIN JR. 1970).

Untersuchungen an Kupfer (CHRIST et al. 1995) belegten, dass im LCF-Bereich bei großer ( $\Delta\varepsilon_{pl} = 5 \times 10^{-3}$ ) und im HCF-Bereich bei niedriger plastischer Dehnungsschwingbreite ( $\Delta\varepsilon_{pl} = 5 \times 10^{-4}$ ) nach einer einsinnigen Zugvorverformung zwischen 10% und 20% Gesamtdehnung die während der gesamten Ermüdungsbeanspruchung gemessenen Spannungsamplituden  $\Delta\sigma/2$  trotz zyklischer Entfestigung über denen im unvorverformten Zustand lagen (Bild 3-18).

## a) LCF-Bereich



## b) HCF-Bereich



**Bild 3-18:** Abhängigkeit des Wechselverformungsverhaltens bei RT von Kupfer von einer monotonen Zugvorverformung im:

**a)** LCF-Bereich und **b)** HCF-Bereich (durchgezogene Linien: vorverformte Proben, gepunktete Linie: Referenzzustand ohne Vorverformung) (CHRIST et al. 1995).

Die zyklische Entfestigung setzte jedoch nicht unmittelbar ein sondern erst nach Erreichen der maximalen Spannungsamplitude nach einer kurzen zyklischen Verfestigung in den ersten Zyklen. Die zyklische Ver- und Entfestigung ist im HCF-Bereich bei Proben mit einer monotonen Vorverformung von 10% und 20% wesentlich ausgeprägter als im LCF-Bereich. Im Gegensatz zu den vorverformten Proben verfestigten die nicht vorbeanspruchten Proben wesentlich ausgeprägter bei großer Dehnungsschwingbreite (LCF), während sich im HCF-Bereich ein stärker ausgeprägtes Spannungsmaximum und ein ausgedehnter Bereich der zyklischen Sättigung mit nahezu konstanter Spannungsamplitude über den weitaus größten Bereich der Lebensdauer einstellt. Eine Erklärung für das unterschiedliche Wechselverformungsverhalten un- und vorverformter Proben liefern die mikrostrukturellen Vorgänge im

Material während der monotonen und zyklischen Verformung. Die sich im Material während der Vorverformung einstellende Versetzungszellstruktur kann während der nachfolgenden zyklischen Verformung nicht mehr in jene Versetzungsanordnung umgewandelt werden, die für die Ermüdungsversuche unter den Belastungsbedingungen infolge rein zyklischer Beanspruchung (z.B. PGB/Matrix-Struktur im HCF-Bereich) charakteristisch ist (**HOFFMANN 1996**). Das Ergebnis ist ein **vorgeschichteabhängiges Wechselverformungsverhalten** bei Werkstoffen mit welligem Gleitcharakter im LCF- und HCF-Bereich in Verbindung mit einer Verringerung der Lebensdauer mit steigendem Vorverformungsgrad zwischen 10% und 20%.

Ein **vorgeschichteunabhängiges Wechselverformungsverhalten** wurde bei geringeren einsinnigen Vorverformungen ( $\epsilon_{\text{ges, v}}$  bis 5%) beobachtet. Durch die geringere Vorverformung bildete sich eine schwache, unvollständig ausgebildete Zellstruktur, die im Vergleich zur Versetzungszellstruktur bei größeren Vorverformungsgraden sowohl bei Versuchen im LCF- als auch im HCF-Bereich hinreichend stark umgelagert werden kann. Während im LCF-Bereich die geringe Vorverformung ( $\epsilon_{\text{ges, v}} \leq 5\%$ ) zu vergleichbaren Lebensdauern gegenüber dem unvorverformten Referenzzustand führt, konnte im HCF-Bereich die Lebensdauer sogar geringfügig gesteigert werden ( $\epsilon_{\text{ges, v}} = 2\%$ ).

**LUKÁŠ&KLESNIL 1973** können am Beispiel vielkristalliner Kupferlegierungen mit welligem (99,98% Kupfer) bzw. planarem ( $\alpha$ -Messing) Gleitverhalten ebenfalls belegen, dass bei niedrigen Spannungsamplituden (HCF-Bereich) die zyklische Spannungs-Dehnungskurve in entscheidender Weise von der Vorgeschichte abhängt. Diese Abhängigkeit fiel jedoch bei welligem Gleiten sehr viel geringer aus als bei planarem Gleitcharakter. Grundsätzlich lässt sich aus den in der Literatur vorgestellten Untersuchungen zum Einfluss einer Vorbeanspruchung auf das Ermüdungsverhalten im LCF- und HCF-Bereich der Schluss ziehen, dass eine monotone einsinnige Vorverformung gerade im VHCF-Bereich aufgrund der noch geringeren Beanspruchungsamplitude als im HCF-Bereich von sehr großer Bedeutung ist. Im Hinblick auf den Einfluss der Vorverformung auf das zyklische Verformungsverhalten und die Ermüdungslebensdauer ist in Verbindung mit dem Versetzungsgleitcharakter (planar/wellig) auch die  $\gamma'$ -Ausscheidungsmorphologie bei ausscheidungshärtbaren Nickelbasis-Superlegierungen im VHCF-Bereich zu berücksichtigen.

Gemäß **LUKÁŠ&KUNZ 2001** spielt die mechanische Vorgeschichte bei einer Beanspruchungsamplitude im LCF-Bereich aufgrund des Mehrfachgleitens und der damit einhergehenden homogenen plastischen Verformung eine geringe bis gar keine Rolle. Am Beispiel des Einflusses einer anfänglichen Lastvariation zu Beginn eines Wechselverformungsversuches

an vielkristallinem Kupfer (**welliges Gleitverhalten**) konnten die oben genannten Autoren eine Abhängigkeit im HCF-Bereich von der so definierten Vorgeschichte nachweisen und kommen daher ebenfalls zu dem Schluss, dass im VHCF-Bereich aufgrund der noch stärker zutage tretenden inhomogenen Verteilung der plastischen Verformung entsprechende Phänomene in noch ausgeprägterer Form auftreten sollten.

### 3.3 Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich

#### 3.3.1 Charakteristisches Werkstoffverhalten im VHCF-Bereich

Unter VHCF-Bedingungen kann beobachtet werden, dass für einige Werkstoffe Ermüdungsversagen bei Bruchlastspielzahlen oberhalb von  $10^7$  Zyklen bei Spannungsamplituden auftreten kann, die deutlich niedriger als die konventionelle HCF-Dauerfestigkeit sind. Interessant ist die Untersuchung des Ermüdungsversagens im VHCF-Bereich u.a. bei hochbeanspruchten Bauteilen in Energie erzeugenden Anlagen bzw. Strahltriebwerken wie z.B. Schaufeln und Rotoren, da diese Lastspielzahlen während des Betriebes ertragen müssen, die weit bis in den VHCF-Bereich hineinreichen. Akkumuliert werden die sehr hohen Lastspielzahlen über hohe Beanspruchungsfrequenzen und/oder lange Laufzeiten. Während z.B.  $10^{10}$  Lastwechsel bei Turbinenscheiben ohne weiteres erreicht werden, können auch in vielen weiteren Komponenten moderner technischer Anwendungen oft weit mehr als  $10^7$  Belastungswechsel erreicht werden, wie z.B.  $10^8$  Zyklen bei Motorkomponenten im PKW oder  $10^9$  Zyklen bei Eisenbahnrädern (**MARINES et al. 2003**).

Prinzipiell ist bekannt, dass die ertragbare Spannungsamplitude von Werkstoffen mit kfz-Gitter (klassischer Wöhlerkurventyp II: z.B. Nickel- und Aluminium-Legierungen, siehe **Bild 3-4**) oberhalb von  $10^7$  Zyklen weiter abnimmt. Viele Regelwerke (z.B. FKM-Richtlinie in **HÄNEL et al. 2003**) sowie die klassische Lehrmeinung gehen bei Metallen mit krz-Gitter (klassischer Wöhlerkurventyp I: z.B. ferritische Stähle) von einer Dauerfestigkeit aus, d.h. die Wöhlerlinie geht nach einem Abknickpunkt bei einer Schwingspielzahl von ca.  $2 \times 10^6$  Zyklen in einen Schwellenwert über, unterhalb dessen alle weiteren Lastwechsel unendlich oft ertragen werden. Die Problematik des Probenversagens bei sehr hohen Lastspielzahlen ist erst in den 1990er Jahren verstärkt in den Mittelpunkt des wissenschaftlichen und technologischen Interesses gerückt (**STANZL-TSCHEGG 1999**). Es zeigte sich, dass nicht nur bei kfz-, sondern auch bei krz-Metallen Brüche oberhalb von  $10^7$  Zyklen bei Spannungsamplituden auftraten, die deutlich unterhalb der konventionell ermittelten Dauerfestigkeit lagen (**BATHIAS 1999**). Zusätzlich kam es bei einigen Legierungen beider Gittertypen (krz und kfz) beim Übergang vom HCF- in den VHCF-Bereich zu einer Verschiebung des Ortes der Anrissbildung von der

Oberfläche in das Werkstoffinnere und damit zu einem Wechsel des Schädigungs- bzw. Versagensmechanismus. Mögliche Ursache sind mikroskopische Defekte (Einschlüsse, Poren), die lokal starke Spannungskonzentrationen hervorrufen und schließlich für die Risseinleitung im Probeninneren verantwortlich sind (**MURAKAMI et al. 1999**, **BATHIAS& BONIS 1999**). Mittlerweile muss davon ausgegangen werden, dass eine Bauteilauslegung nach der „klassischen“ Dauerfestigkeit aufgrund der Untersuchungen insbesondere an zum Teil hochfesten Stählen nicht mehr uneingeschränkt vertreten werden kann (**NISHIJIMA& KANAZAWA 1999**, **FURUYA et al. 2003** und **ABE et al. 2004**). Jüngstes Beispiel für ein Versagen jenseits der klassischen Dauerfestigkeit in einem Bauteil mit krz-Gitter war der Bruch einer normalerweise dauerhaft ausgelegten Eisenbahnradsatzwelle aus einem geschmiedeten Vergütungsstahl (34CrNiMo6) eines in Köln entgleisten ICE-3-Zuges im Juli 2008 (**KÜFFNER 2009**). **ZERBST&MÄDLER 2004** geben für den Fernzugverkehr eine Eisenbahnräder-Laufleistung von  $2 \times 10^6$  km an, was einer Lastspielzahl von etwa  $10^9$  in 5 Jahren entspricht. Bei heutigen ICE-Radsätzen werden bei einer Radsatzwelle in einem Monat bis zu  $2 \times 10^7$  Umdrehungen erreicht (**HUG et al. 2004**), wobei diese in der Regel während der gesamten Einsatzzeit nicht gewechselt werden (**MURAWA 2004**). In den Regelwerken wird bisher für Betriebsbelastungen oberhalb des klassischen Dauerfestigkeitsbereichs von  $N = 2 \times 10^6$  Zyklen aufgrund des früher fehlenden experimentellen Zugangs zum VHCF-Bereich die Wöhlerlinie mit veränderter (häufig: halbiertes) Neigung fortgesetzt. An dem Abknicken der Wöhlerkurve in die Horizontale und damit der Definition einer endgültigen Dauerfestigkeit ab einer bestimmten Lastspielzahl (z.B.  $N = 10^8$ ) wird aber dennoch festgehalten (**CHRIST et al. 2009**). Aus dem oben genannten Beispiel wird deutlich, dass bei der betriebsfesten Dimensionierung bei sehr hohen Lastspielzahlen ( $N > 10^7$ ) ein großer Forschungsbedarf besteht, da die Auslegung in diesem Anwendungsbereich bisher im Wesentlichen auf einer hypothetischen Beschreibung der Schädigungsmechanismen beruht (**MURAWA 2004**).

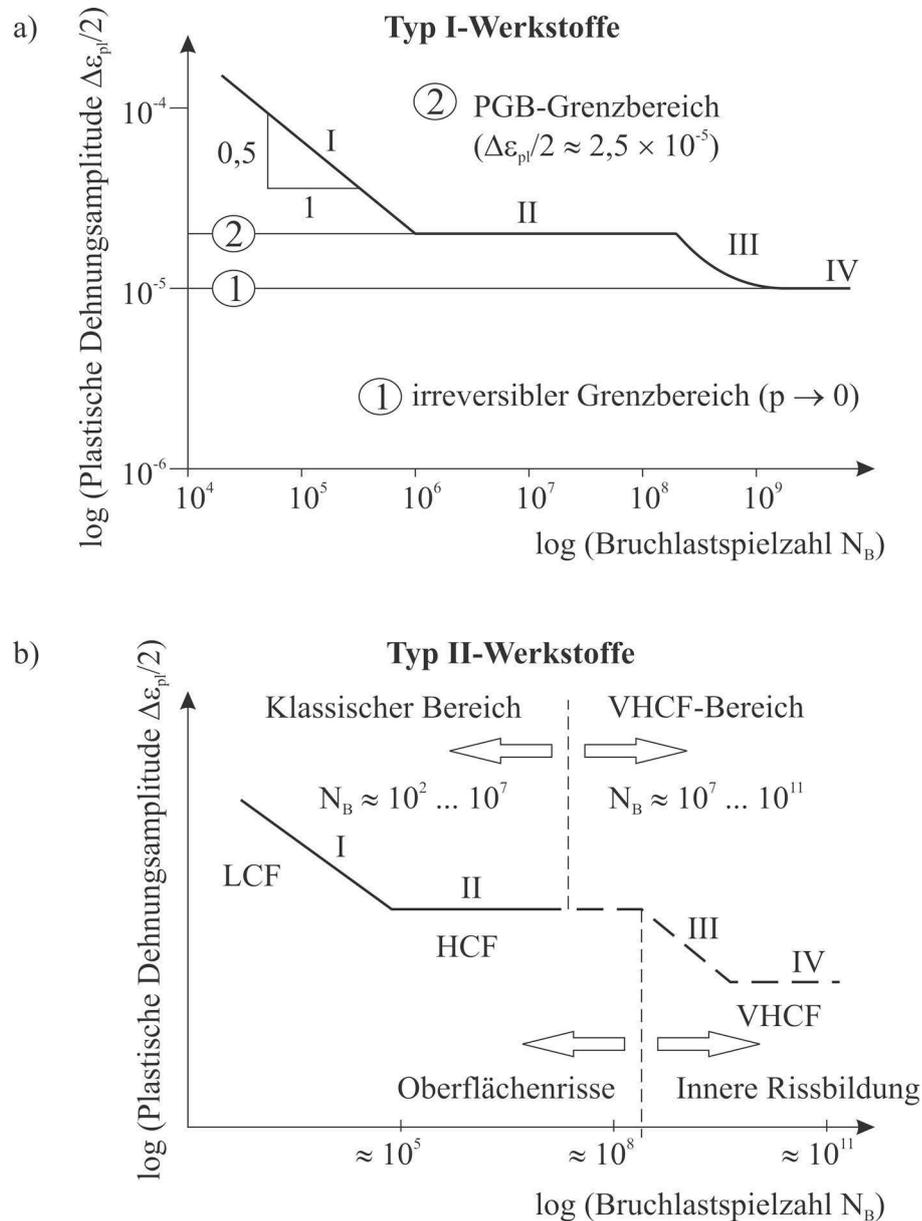
Aufgrund der Erkenntnis, dass die klassischen Wöhlerkurventypen I (krz-Gitter) und II (kfz-Gitter) nicht mehr allgemein gültig sind, wurde zum besseren Verständnis der auftretenden Schädigungsmechanismen und mikrostrukturellen Vorgänge, die zum Versagen bei sehr hohen Lastspielzahlen führen, eine Unterteilung der metallischen Werkstoffe in zwei Klassen vorgeschlagen (**MUGHRABI 2002**). Einphasige, reine, geglühte und duktile Metalle sowie Legierungen, die keine extrinsischen Defekte aufweisen, werden als Typ I-Werkstoffe bezeichnet. Typ II-Werkstoffe sind in der Regel mehrphasig und defektbehaftet. So fallen beispielsweise die Stähle unter die Typ II-Werkstoffe, da diese oft Einschlüsse oder wie im Fall der Gusslegierungen, Poren enthalten. Die klassische Einteilung (krz oder kfz) der Wöhlerkurven-

typen hinsichtlich einer Dauerfestigkeit ist nicht mit der Werkstofftypeneinteilung für den VHCF-Bereich (Typ I: einphasig, duktil und defektfrei und Typ II: mehrphasig mit Defekten) zu verwechseln.

Grundannahme der Unterteilung in zwei Werkstoffklassen (**Bild 3-19**) für den VHCF-Bereich ist, dass generell bei Ermüdungsbelastung zwei konkurrierende Prozesse der Ermüdungsschädigung auftreten: Einerseits erfolgt eine Lokalisierung der Verformung an der Oberfläche und andererseits in der Umgebung eines Defekts (z.B. Einschluss). Im LCF- und HCF-Bereich dominiert zumeist die Oberflächenschädigung (Gleitbandbildung) und führt zu schädigungsrelevanten Rissen an der Oberfläche. Die Situation im VHCF-Bereich stellt sich anders dar. Bei einschlussbehafteten metallischen Werkstoffen (Typ II) versagt in der Regel aufgrund von lokalen Spannungskonzentrationen zunächst die Matrix in der unmittelbaren Umgebung um den meist harten aber spröden Einschlüssen im Probeninneren. Des Weiteren ist im VHCF-Bereich, im Gegensatz zur Ermüdungsschädigung im LCF-Bereich, davon auszugehen, dass aufgrund der extrem geringen plastischen Dehnungsamplituden die ermüdungstypische Lokalisierung der Verformung an der Oberfläche als Folge der Oberflächenaufrauung durch Ex- und Intrusionen wesentlich weniger stark ausgeprägt ist bzw. vollständig zum Erliegen kommt. Die ermüdungsbedingte Schädigung der Oberfläche leistet damit im VHCF-Bereich einen wesentlich geringeren Beitrag als dies im LCF-Bereich der Fall ist. Daraus lässt sich vermuten, dass Lokalisierungsvorgänge an der Oberfläche im VHCF-Bereich in Konkurrenz zu Lokalisierungsvorgängen im Probeninneren stehen. Im Gegensatz zu den herkömmlichen Ansätzen zur Erklärung der Ermüdungslebensdauer muss im VHCF-Bereich von einem deutlich erhöhten Anteil der Rissinitiierung an der Gesamtlebensdauer ausgegangen werden (**MUGHRABI 2004**). Bruchmechanische Ansätze zur Beschreibung der Lebensdauer können hier nur sehr eingeschränkt und nur über geeignete Anpassungen zu verlässlichen Aussagen führen, wie dies auch von **PARIS et al. 2004** für den VHCF-Bereich abgeleitet wurde.

Allerdings zeigt der derzeitige Kenntnisstand über das VHCF-Verhalten einer großen Anzahl verschiedenartiger Werkstoffe, dass die vorgeschlagene starre Einteilung in zwei Werkstoffklassen (Typ I und Typ II) nicht ausreicht, um das Verständnis für die ablaufenden Schädigungsmechanismen bei sehr hohen Lastspielzahlen vollständig zu beschreiben (**ZIMMERMANN 2012**). So weist beispielsweise die einschlussfreie Titanlegierung Ti-6Al-4V (**NOTKINA et al. 2001**) einen Übergang von Oberflächenanrissen zu Anrissen knapp unterhalb der Oberfläche auf. Die insbesondere bei positiven Mittelspannungen auftretende Rissinitiierung unterhalb der Oberfläche wird durch eine bevorzugte plastische Verformung an der

Oberfläche erklärt, was Druckspannungen in einer oberflächennahen Schicht und ein Maximum der Zugspannungen unterhalb der Oberfläche hervorruft. In einschlussbehafteten Typ II-Werkstoffen kann umgekehrt der charakteristische Rissursprung im Probeninneren unterdrückt sein, wenn z.B. in Folge einer thermomechanischen Vorbehandlung die Einschlüsse geeignet modifiziert werden (FURUYA&MATSUOKA 2002).



**Bild 3-19:** Schematisches Coffin-Manson-Diagramm (MUGHRABI 2002) für:  
a) Typ I- und b) Typ II-Werkstoffe.

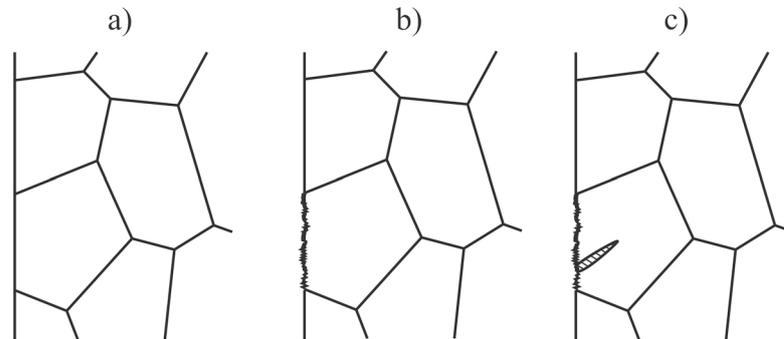
Dass eine starre Einteilung bezüglich des Ermüdungsverhalten in zwei Werkstoffklassen im VHCF-Bereich nicht uneingeschränkt möglich ist, zeigen ebenfalls VHCF-Untersuchungen an einem metastabilen austenitischen Edelstahl (MÜLLER-BOLLENHAGEN et al. 2010a). Einerseits weist dieser Werkstoff nichtmetallische Einschlüsse auf und ist andererseits sehr duktil, wodurch eine eindeutige Einteilung in Typ I bzw. Typ II-Werkstoff nicht ohne

weiteres möglich ist. Während im reinen austenitischen Zustand der Werkstoff trotz Gleitbandbildung in den Oberflächenkörnern eine Dauerfestigkeit von 240 MPa bei einer maximalen Lastspielzahl von  $10^9$  aufweist, kommt es bei einem durch eine Vorverformung eingestellten Martensitgehalt von 54 Vol.-% aufgrund der Kombination aus nichtmetallischen Einschlüssen umgeben von der spröden Martensitphase zur Rissinitiierung im Probeninneren an Einschlüssen. Der Vollständigkeit halber werden im Folgenden zum besseren Verständnis die für den VHCF-Bereich vorgeschlagenen Lebensdauerdiagramme für die zwei Werkstofftypen (**Bild 3-19**) mit den jeweils vier charakteristischen Bereichen (I-IV) beschrieben.

#### *Ermüdungsverhalten von Typ I-Werkstoffen*

Bei Typ I-Werkstoffen verschiebt sich der dominierende Schädigungsmechanismus aufgrund von lokalen Oberflächenaufrauungen, welche durch irreversible plastische Versetzungsbewegungen hervorgerufen werden, an die Probenoberfläche. Das von MUGHRABI 2002 vorgeschlagene mehrstufige Lebensdauerdiagramm für Typ I-Werkstoffe (**Bild 3-19a**) ist durch die Existenz von vier Bereichen gekennzeichnet. Bereich I stellt den konventionellen LCF-Bereich dar, in dem das Coffin-Manson-Gesetz erfüllt ist und (im Vergleich zur Rissinitiierung) ein Großteil der Lebensdauer durch die Rissausbreitung dominiert wird. Nach einer gewissen Schwingspielanzahl bilden sich PGB, wodurch an der Oberfläche durch Versetzungsgleitung unter Belastung und unvollständige Rückgleitung im Entlastungszyklus Ex- und Intrusionen entstehen. Durch die Existenz eines Schwellenwerts für die plastische Dehnungsamplitude zur PGB-Bildung, der mit Hilfe der zyklischen Spannungs-Dehnungskurve in einen entsprechenden Schwellenwert der Spannungsamplitude umgerechnet werden kann (LUKÁŠ et al. 1974), ergibt sich die HCF-Dauerfestigkeit (Bereich II). Der PGB-Grenzwert definiert somit einen Schwellenwert für irreversible Abgleitprozesse und somit die Grenze zur Rissinitiierung und konventionellen Ermüdungsgrenze (MUGHRABI 2007). Im Bereich III (VHCF-Bereich), also unterhalb der PGB-Schwelle, ist die Ausbildung einer Gleitbandstruktur und damit eine ausgeprägte Lokalisierung der Verformung in PGB-Bereichen mit umgebender Matrix-Struktur nicht mehr möglich. Da aber auch unterhalb der Schwelle für die PGB-Bildung der Anteil der irreversiblen Verformung nicht Null ist, wird in diesem Modell davon ausgegangen, dass es auch bei sehr kleinen plastischen Dehnungsamplituden unterhalb der PGB-Bildungsschwelle zu einer lokalen Ermüdungsschädigung durch die Akkumulation weniger irreversibler Versetzungsbewegungen über sehr viele Lastwechsel kommt, was schließlich zu einer Aufrauung der Oberfläche führt. Die Rauigkeit nimmt mit steigender Schwingspielzahl (MUGHRABI 1999) zu und führt zur Bildung von Mikro-PGB. Aufgrund der starken Dehnungsllokalisierung erfolgt die Risseinleitung im Bereich III, was letztendlich zum

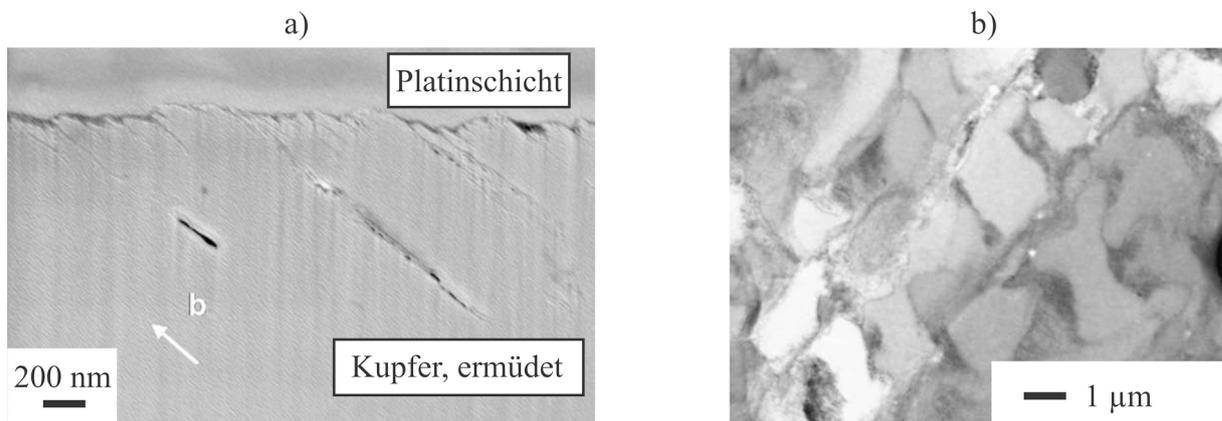
Ermüdungsversagen führt (**Bild 3-20**). Im Bereich IV wird schließlich eine VHCF-Dauerfestigkeit erwartet, da der Grad der irreversiblen Dehnung ( $p$ ) mit abnehmender Beanspruchungsamplitude nahezu Null wird.



**Bild 3-20:** Schematische Entwicklung der Dehnungslokalisierung an der Oberfläche bei Typ I-Werkstoffen:  
**a)** Ausgangszustand,  
**b)** Frühstadium der Oberflächenraufung durch lokal auftretende irreversible plastische Verformung und  
**c)** fortgeschrittenes Stadium: Bildung von Mikro-PGB unterhalb des PGB-Schwellenwertes und anschließende Rissbildung (Stadium I: 45°-Riss) (**MUGHRABI 2004**).

Experimentelle Untersuchungen an vielkristallinem Kupfer (**WEIDNER et al. 2010**) sowie Aluminium (**HÖPPEL et al. 2007**) bestätigen, dass sich lokal begrenzt an der Oberfläche auch unterhalb des klassischen Schwellenwertes zur Bildung von PGB Ex- und Intrusionen entwickelt haben. Im Fall von reinem Kupfer wurden bereits bei Spannungsamplituden unterhalb 56 MPa stark ausgeprägte Ex- und Intrusionen einschließlich gebildeter Mikrorisse (**Bild 3-21a**) an der Probenoberfläche beobachtet. Es bleibt jedoch festzustellen, dass die Mikrorisse nicht zwangsläufig zu einem Risswachstum bis zu einer Lastspielzahl von  $10^{11}$  Zyklen führen. TEM-Untersuchungen an Kupfer ließen Versetzungsstrukturen erkennen, welche sowohl leichte Ähnlichkeit zu den Leiterstrukturen von PGB (**Bild 3-21b**) als auch zu Zellstrukturen zeigen. Dabei wurde mehrfach darauf hingewiesen, dass mit abnehmender Amplitude die Bildung von Ex- und Intrusionen zunehmend auf bestimmte Oberflächenkörner beschränkt ist. Bei Typ I-Werkstoffen konzentriert sich die irreversible Versetzungsbewegung zumeist auf wenige, günstig orientierte, oberflächennahe Körner, die einerseits eine niedrige kritische Schubspannung (KSS) aufgrund des hohen Schmid-Faktors haben und andererseits im Vergleich zu Körnern im Probeninneren einen ebenen Spannungszustand aufweisen (**BERGER et al. 2008**).

Die bisher zitierten Untersuchungen beschränken sich hauptsächlich auf die Ausbildung von Ex- und Intrusionen als Folge einer irreversiblen plastischen Verformung an einphasigen, reinen Modellwerkstoffen im VHCF-Bereich. Bislang ist die Existenz einer mehrstufigen Lebensdauerlinie für Typ I-Werkstoffe noch nicht zweifelsfrei belegt.



**Bild 3-21:** Schädigungsentwicklung in vielkristallinem Kupfer im VHCF-Bereich:  
**a)** Bildung von Gleitbändern und Mikrorisse (Stadium I) ca. 1,5 MPa unterhalb des PGB-Schwellenwerts und  
**b)** leiterförmige Gleitlamellen in einem Korn im Probeninneren (ca. 9 MPa unterhalb des PGB-Schwellenwerts) (WEIDNER et al. 2010).

#### *Ermüdungsverhalten von Typ II-Werkstoffen*

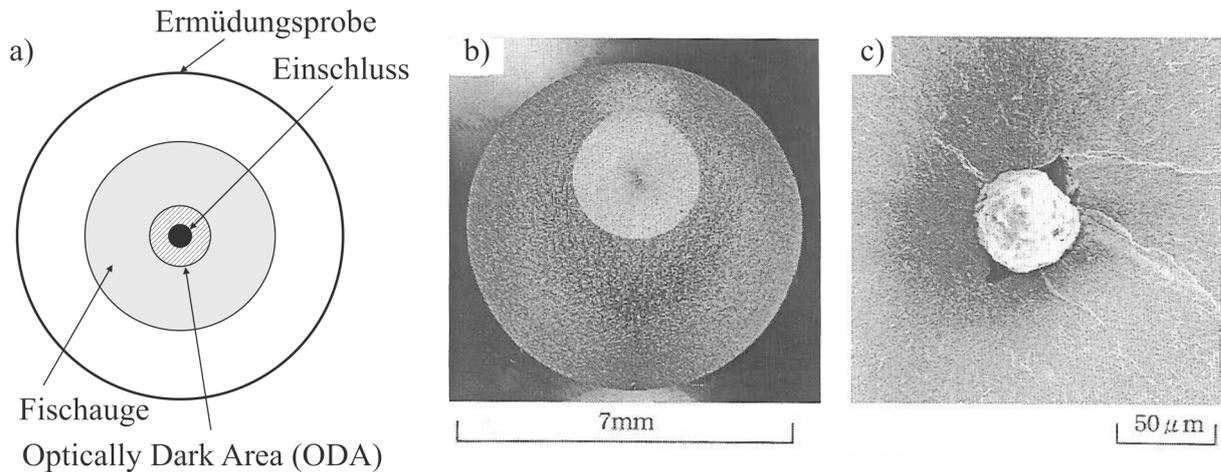
Untersuchungen zum VHCF-Verhalten der zweiten Werkstoffgruppe, die zum größten Teil an hochfesten Stählen durchgeführt wurden, weisen auf die Existenz einer zweiten niedrigeren Dauerfestigkeit in Form einer mehrstufigen Lebensdauerlinie im Wöhler- bzw. im Coffin-Manson-Diagramm hin (**Bild 3-19b**). Im klassischen LCF-Bereich (Bereich I) bilden sich die Risse an der Oberfläche. Im Bereich II schließt sich, wie bei Typ I-Werkstoffen auch, die HCF-Dauerfestigkeit an, welche dann allerdings bei Typ II-Werkstoffen durch die Bildung von Rissen im Inneren an Defekten im Bereich III begrenzt wird. Im Bereich IV der mehrstufigen Lebensdauerlinie wird schließlich ein Übergang zu einer wahren Dauerfestigkeit bei sehr niedrigen Spannungsamplituden vermutet (MUGHRABI 2002). Grundsätzlich gilt auch bei Typ II-Werkstoffen, dass die Rissinitiierungsphase im VHCF-Bereich den größten Anteil an der Lebensdauer einnimmt (WANG et al. 2002).

Beim Übergang von LCF/HCF zu VHCF verschiebt sich bei Typ II-Werkstoffen der Ort der Anrissbildung von der Oberfläche in das Werkstoffinnere, wo eine einem Fischauge ähnelnde Bruchfläche um einen Einschluss entsteht. Das „Fish-Eye“-Bruchbild wurde u.a. einerseits meist an hochfesten Stählen gefunden und andererseits aber auch in einschlussbehafteten Aluminiumlegierungen (Al-Si-Cu und Al-Mg-Si) beobachtet (BERGER et al. 2004 und ZHU et al. 2004).

In diesem Zusammenhang wird bei hochfesten Stählen häufig von einer so genannten ODA (Optically Dark Area) gesprochen (nach MURAKAMI et al. 2000a und MURAKAMI et al. 2000b), da meist im Bereich um den schadigungsrelevanten Einschluss eine optisch dunkel

erscheinende Zone beobachtet wird, die zudem eine ausgeprägte raue Oberfläche aufweist, wie dies in oberflächentopographischen Untersuchungen im Rasterelektronen- (**Bild 3-22**) und Rasterkraftmikroskop festgestellt wurde. Die Bildung der ODA beruht auf der Wechselwirkung von Wasserstoffversprödung und zyklischer Schädigung. Gelöster, diffusionsfähiger Wasserstoff im Metallgitter wird an Fehlstellen absorbiert und wirkt versprödend. Der Flächengröße der ODA wird eine kritische Rolle im Verhältnis zur Größe des rissauslösenden Einschlusses für die Ermüdungslebensdauer zugeschrieben. Auf dieser Basis existieren mittlerweile eine Reihe von phänomenologischen Modellen zur Lebensdauervorhersage für den VHCF-Bereich, die sich auf den so genannten geometrischen  $\sqrt{area}$ -Ansatz, (dieser Ansatz bezieht sich auf die projizierte Fläche eines Defekts auf eine Ebene senkrecht zur Lastrichtung) stützen. Dabei wird die Größe der ODA in einen geeigneten Zusammenhang zu klassischen Modellen der zyklischen Rissausbreitung gebracht, der dann die beobachtete Ermüdungslebensdauer wiedergibt. In diesem Zusammenhang stellt sich die Frage, ob es einen kritischen Zusammenhang und eine kritische Größe der Einschlüsse für das Auslösen des Versagens im VHCF-Bereich gibt, wie es von **MUGHRABI 2004** vorgeschlagen wurde. Weitere vorgeschlagene Entstehungsarten eines Ermüdungsrissses ausgehend von einem Einschluss sind (**TANAKA&MURA 1982**): Gebildete Gleitbänder an der Phasengrenzfläche zwischen Einschluss und Matrix wirken aufgrund der eingestellten Spannungskonzentration als Rissausgangsort bei höherfesten Stählen, durch das Zusammentreffen zweier Gleitbänder zerbricht der Einschluss bzw. ein Riss bildet sich entlang eines Gleitbands ausgehend von einem Einschluss (tritt bei höherfesten Aluminiumlegierungen auf).

Da der Bereich der ODA mit einem feinen, aufgerauten granularem Aussehen verbunden ist, wird dieser Bereich von anderen Autoren oft auch als Fine Granular Area (FGA, **SAKAI et al. 2011**) oder Granular Bright Facet (GBF, **SHIOZAWA et al. 2006**) bezeichnet. Die Theorie von **SAKAI 2009** zur FGA-Bildung bezieht keine Wasserstoffversprödung mit ein, sondern sieht als Hauptgrund eine extensive Subkornbildung (Polygonisation) in einer sich senkrecht zur Lastrichtung um einen Einschluss herum bildenden Schicht mit einer Dicke von 400 nm an. Diese Schicht ist zunächst durch lokale Ablösungen an Subkorn Grenzen gekennzeichnet, die in der Folge zusammenwachsen und somit der Grund für die Bildung der granularen FGAs sind. Eine weitere Theorie von **SHIOZAWA et al. 2006** zur Bildung von GBFs besagt, dass durch Dekohäsionen zwischen sehr kleinen Carbiden und der Matrix im Bereich der FGAs deren markantes Aussehen verursacht wird. Die Vereinigung der Dekohäsionen führt in der Folge schließlich zu Mikrorissen.



**Bild 3-22:** Typischer Charakter von einer Bruchoberfläche mit Fischaugen und ODA nach Rissinitiierung (Werkstoff: Cr-Mo-Stahl SCM435,  $\Delta\sigma/2 = 600$  MPa,  $N_B = 1,43 \times 10^7$ ):  
**a)** Schematische Darstellung einer Fischaugen-Bruchoberfläche,  
**b)** reale Topographie einer Fischaugen-Bruchoberfläche und  
**c)** vergrößerte Darstellung der realen Topographie: Globularer Duplex-Einschluss (vom Typ  $\text{Al}_2\text{O}_3 (\text{CaO})_x$ ) und der ODA im Zentrum des Fischauges (b und c entnommen aus **MURAKAMI et al. 2000a**).

Bei Typ II-Werkstoffen kommt es somit zur Konkurrenz zwischen Rissbildungsmechanismen, die einerseits von der Oberfläche ausgehen oder andererseits an Einschlüssen im Werkstoffinneren beginnen. Neben den Rissausgängen an Einschlüssen wurde auch eine sogenannte „featureless crack initiation“ im VHCF-Bereich beobachtet, d.h. es sind im Rissursprungsort keine Materialdefekte zu erkennen. Als Rissursprung im Probeninneren können hier andere Inhomogenitäten wirken. Die Wahrscheinlichkeit, dass eine Inhomogenität im Volumen zu einer Spannungsüberhöhung führt, ist wesentlich größer als an der Oberfläche. **CHAI 2006** führte diese Beobachtungen am Beispiel zweiphasiger martensitisch-ferritischer/austenitischer Stähle auf das unterschiedliche Verformungsvermögen beider Phasenbestandteile (Martensit und Ferrit/Austenit) zurück. Eine andere Untersuchung von **BAYRAKTAR 2006** an 42CrMo4 mit ferritisch-perlitischem Gefüge zeigte ebenfalls, dass beide Phasen (Ferrit/Perlit) ein unterschiedliches Verformungsverhalten haben und es dadurch zu Spannungs- und Dehnungskonzentrationen in der weicheren Ferritphase mit anschließender Rissinitiierung im Probeninneren kommt.

#### *Aktuelle Fragestellungen zur Ermüdung bei sehr hohen Lastspielzahlen*

Untersuchungen zum VHCF-Verhalten (**CHRIST et al. 2009**) stellen eine große Herausforderung dar, u.a. weil:

- die Rissinitiierungsphase einen sehr hohen Lebensdaueranteil hat,
- die plastische Verformung sehr gering ist (makroskopisch elastisches Verhalten),

- die plastische Verformung sich lokal sehr heterogen verteilt,
- die Schädigungsentwicklung sehr lokalisiert abläuft,
- Spannungskonzentratoren von großer Bedeutung sind und
- eine mechanische Vorgeschichte bzw. Fertigungsverfahren einen großen Einfluss haben kann.

Bezüglich einer Vorgeschichteabhängigkeit ist damit zu rechnen, dass die mit der Vorverformung verbundene Oberflächenaufrauung einen ausgeprägten Effekt auf die Lebensdauer hat. Somit kann ein sich ursprünglich lebensdauer verlängernder Effekt aufgrund der Vorverformung durch die damit einhergehende Aufrauung der Oberfläche gemindert oder gar überkompensiert werden.

Ein jüngst initiiertes DFG-SPP 1466 definiert die aktuellen Fragestellungen, die es für die erfolgreiche Erforschung des Ermüdungsverhaltens bei sehr hohen Lastspielzahlen zu bearbeiten und zu beantworten gilt, wie folgt:

- Welche Schädigungsmechanismen wirken bei Schwingspielzahlen  $N > 1 \times 10^7$  bei global rein elastischer Verformung?
- Können die verstärkt wirksamen Einflüsse von unterschiedlichen Mikrostrukturen auf eine gemeinsame metallphysikalische Gesetzmäßigkeit zurückgeführt werden?
- Welchen Einfluss haben die experimentellen Methoden zur Abbildung der Ermüdung im VHCF-Bereich unter Laborbedingungen?
- Wie lassen sich die inhomogen verteilten lokalen Beanspruchungen erfassen?
- Lässt sich die Schwingfestigkeit im VHCF-Bereich mit den klassischen Konzepten und Kennlinien hinlänglich beschreiben?
- Welche physikalisch basierten Lebensdauerberechnungskonzepte sind in der Lage, den VHCF-Bereich richtig zu beschreiben?

Ferner ist, wie bereits angemerkt wurde, kritisch zu hinterfragen, ob die vorgeschlagene Einteilung in die Werkstoffklassen I und II im VHCF-Bereich über einzelne Legierungsgruppen im Allgemeinen aufrechterhalten werden kann.

### 3.3.2 Einflussgrößen der Versuchsführung

Im Zusammenhang mit der Lebensdauer von Proben, die mittels Ultraschallprüftechnik ermüdet wurden, ist der Einfluss der Versuchsfrequenz auf die Ermüdungslebensdauer immer

wieder Bestandteil von Diskussionen. So konnte beispielsweise durch systematische Untersuchungen im Vakuum und an Luft von **STANZL-TSCHEGG 2006** gezeigt werden, dass für die Schwellenspannungsintensitäten für das Ermüdungsrisswachstum bei 20 Hz und 20 kHz keine Unterschiede vorlagen. Allerdings waren die Risswachstumsgeschwindigkeiten unter Umgebungseinfluss im Fall der Ultraschallermüdung niedriger. Daher gilt es grundsätzlich, im Vorfeld parallel zu geplanten VHCF-Untersuchungen durch entsprechende Versuche eine mögliche Frequenzabhängigkeit der Schädigungsmechanismen und -entwicklung zu überprüfen.

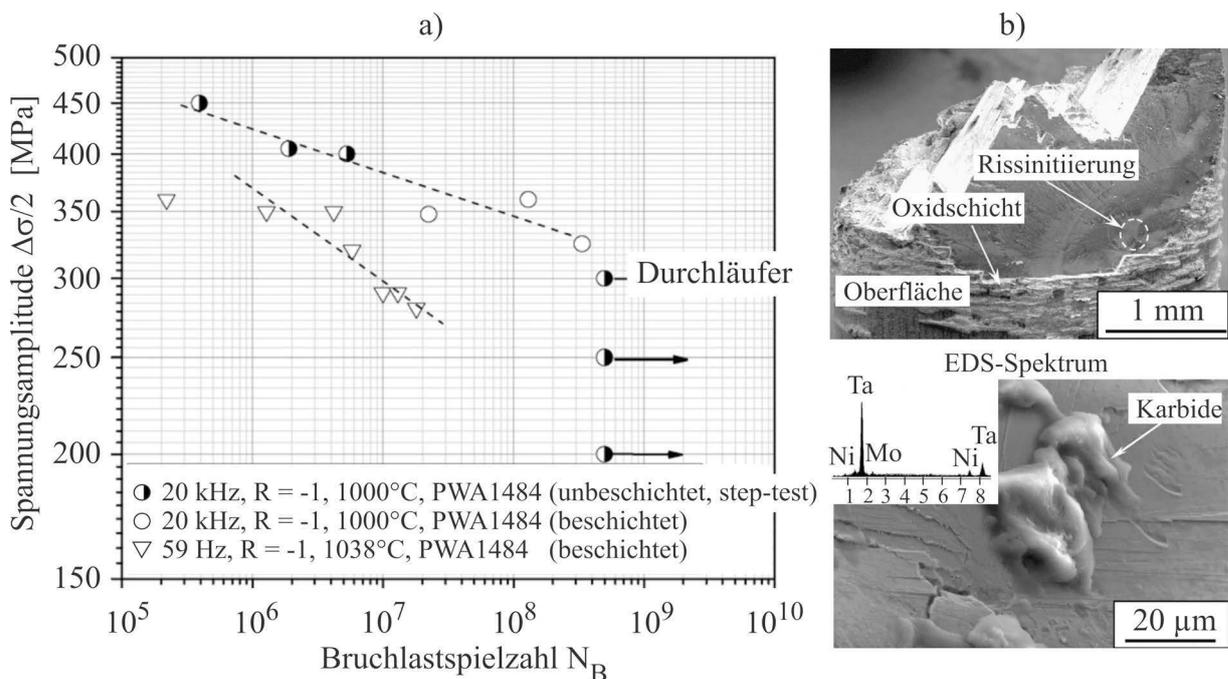
Der Einfluss der Frequenz kann im einfachsten Fall eine direkte Konsequenz aus der Veränderung der zyklischen Spannungs-Dehnungsantwort sein. Hierzu stellten **LAIRD&CHARSLEY 1982** fest, dass in kfz-Metallen, bei denen die zyklische Fließspannung nur geringfügig von der Dehnrates abhängt, ein Frequenzeinfluss auf den Schädigungsmechanismus (ohne Umgebungseffekte) kaum zu erwarten ist. Bei krz-Metallen, welche eine hohe Sensibilität gegenüber einer veränderlichen Dehnrates aufzeigen, ist hingegen mit entsprechenden frequenzabhängigen Effekten zu rechnen. Untersuchungen zur Versetzungsstruktur und Spannungs-Dehnungsantwort von einkristallinem Kupfer zeigten, dass die Versetzungsanordnungen bei Ultraschall- und konventionellen Frequenzen nahezu gleich waren (**BUCHINGER et al. 1990**). Des Weiteren zeigten Untersuchungen von **MAYER&LAIRD 1994**, dass ein Frequenzeinfluss nur in Verbindung mit der Versuchsführung auftreten kann. Die Autoren stellten anhand von Untersuchungen an vielkristallinem Kupfer einen Frequenzeinfluss der zyklischen Spannungs-Dehnungsantwort zwischen 0,5 und 8 Hz nur bei kraftgeregelten und nicht bei dehnungsgeregelten Versuchen fest, da die Versetzungsader- und PGB-Strukturen sich nur während kraftgeregelter Versuche instabil verhalten. Die bereits vorgestellten Phänomene bezüglich der Ver- bzw. Entfestigungsvorgänge im LCF- und HCF-Bereich (siehe **Kapitel 3.2.5** und **3.2.6**) von planar und wellig gleitenden Werkstoffen während der zyklischen Verformung basieren hauptsächlich auf (plastisch) dehnungsgeregelten Versuchen. Den Einfluss der Versuchsregelung gilt es daher bei den kraftgeregelten Schwingversuchen im VHCF-Bereich zu berücksichtigen.

### **3.3.3 Untersuchungen an Nickelbasis-Superlegierungen im VHCF-Bereich**

Veröffentlichungen zur Interpretation bzw. Beschreibung der Schädigungsentwicklung von Nickelbasis-Superlegierungen im VHCF-Bereich konzentrierten sich bisher bis auf wenige Ausnahmen (z.B. **MIAO et al. 2009**, EBSD-Untersuchungen zur Mikrorissinitiierung) hauptsächlich auf fraktographische Untersuchungen im Anschluss an die zyklische Verfor-

mung sowie auf den Einfluss der Versuchsfrequenz. Bei den untersuchten Legierungen handelt es sich überwiegend um gegossene und pulvermetallurgisch hergestellte Legierungen. Bisher liegen keine direkt vergleichbaren Arbeiten zum Einfluss des Versetzungsgleitverhaltens und der Vorgeschichteabhängigkeit auf das Ermüdungsverhalten von vielkristallinen geschmiedeten Nickelbasis-Superlegierungen (Nimonic-Werkstoffe) im VHCF-Bereich vor.

Das Ermüdungsverhalten der einkristallinen Nickelbasis-Superlegierung PWA1484 im VHCF-Bereich wurde von **YI et al. 2007** an einem Ultraschallermüdungsprüfsystem bei 1000°C untersucht. Die Mikrostruktur wies hierbei eine dendritische Struktur mit kubischen  $\gamma'$ -Partikeln mit einem Durchmesser von ca. 0,5  $\mu\text{m}$ , grobem Eutektikum ( $\gamma+\gamma'$ ) und Karbiden im interdendritischen Bereich auf. Im Vergleich mit anderen Untersuchungen von **WRIGHT et al. 2004** und **MACLACHLAN&KNOWLES 2001** an CMSX-4 und RR2000, die bei konventionellen Prüffrequenzen durchgeführt wurden, konnte eine Abweichung der erreichten Lebensdauer hin zu höheren Bruchlastspielzahlen beobachtet werden (**Bild 3-23a**).



**Bild 3-23:** a) Wöhlerkurven der einkristallinen Nickelbasis-Superlegierung PWA1484 mit 20 kHz (unbeschichtet) (**YI et al. 2007**) und 59 Hz (beschichtet) (**WRIGHT et al. 2004**) bei 1000°C im Bereich von  $5 \times 10^5$  bis  $5 \times 10^8$  und b) Rissursprungsort im VHCF-Bereich ( $\Delta\sigma/2 = 350$  MPa,  $N_B = 2,2 \times 10^7$ ) im Probeninneren an Tantal-Karbid sowie zugehöriges EDS-Spektrum.

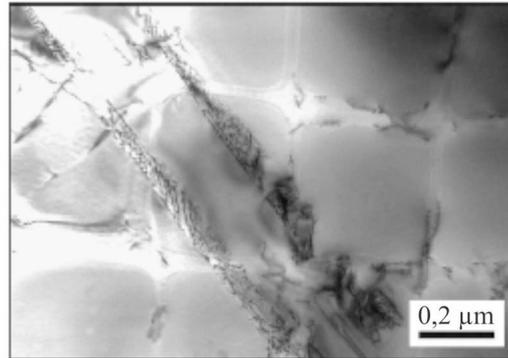
Ob es sich hierbei jedoch tatsächlich um einen Frequenzeinfluss handelt, konnte bisher nicht abschließend geklärt werden, da die in den Vergleichsuntersuchungen verwendeten Proben im Gegensatz zu den von **YI et al. 2007** untersuchten Proben eine Platin-Aluminid-Deckschicht aufwiesen, welche möglicherweise die Ursache für die geringere Lebensdauer darstellt. Bei den Untersuchungen am Ultraschallsystem bei Temperaturen von 1000°C er-

folgte die Rissinitiierung in der Regel an im Probeninneren befindlichen Tantal-Karbiden (**Bild 3-23b**) einhergehend mit einer Dehnungslokalisierung an diesen Rissinitiatoren.

Anhand der Nickelbasis-Superlegierung Inconel 718 ging **CHEN et al. 2005** der Frage nach dem Frequenzeinfluss - in diesem Fall unter Raumtemperaturbedingungen - im VHCF-Bereich mittels Ultraschallermüdungstechnologie nach. Als Vergleich für einen möglichen Frequenzeinfluss wurden Ermüdungsdaten der gleichen Legierung aus Biegewechselversuchen bei einer Prüffrequenz von  $f = 50$  Hz (**KAWAGOISHI et al. 2000**) sowie Zug-Druck-Ermüdungsversuchen bei  $f = 20/30$  Hz (**KORTH&SMOLIK 1978**) herangezogen. Im niedrigen Frequenzbereich erreichten die Biegewechselproben aufgrund des Spannungsgradienten eine leicht höhere Lebensdauer als die Zug-Druck-Proben. Demgegenüber erreichten die Ultraschallproben eine höhere Lebensdauer als die Biegewechselproben. Die mittels Replicatechnik beobachtete Oberflächenrissinitiierung ging vornehmlich von korngrenznahen Gleitbändern aus. Die Bruchflächen der ermüdeten Proben zeigten einen Übergang von einem anfänglich duktilen transkristallinen Risswachstum hin zu interkristallinem Bruchverhalten, wobei zum Ende des endgültigen Ermüdungsversagens Schwingstreifen auftraten.

**LUKÁŠ et al. 2005** untersuchten den Effekt einer statischen Lastüberlagerung (Kriechbeanspruchung) auf das Ermüdungsverhalten bei geringen Beanspruchungsamplituden im VHCF-Bereich anhand der einkristallinen Nickelbasis-Superlegierungen CMSX-4 und der „low-cost“-Alternative CM186LC bei erhöhten Temperaturen ( $T = 850^\circ\text{C}$ ) an gekerbten Proben. Die Motivation für diese komplexe Versuchsführung liegt in der betrieblichen Belastung von Turbinenschaufeln im Strahltriebwerk begründet. Bei den untersuchten Werkstoffen (CMSX-4 und CM186LC) konnte ein Übergang von Kriechschädigung bei reiner Kriechbelastung ( $R = 1$ ) hin zu dominierender Ermüdungsschädigung bei Kriechermüdungsversuchen mit überlagerter positiver Mittelspannung ( $R > 0,5$ ) an gekerbten Proben mit steigender Spannungsamplitude beobachtet werden. Die erreichbare Lebensdauer stieg zuerst mit zunehmender, überlagerter Spannungsamplitude (bis ca. 70-80 MPa) an und fiel schließlich im Bereich der Ermüdungsschädigung (überlagerte Spannungsamplitude zwischen 80 und 200 MPa) deutlich ab. Im Verlauf der Ermüdungsversuche ( $f = 90-95$  Hz) mit einer überlagerten Mittelspannung ( $\sigma_{\text{stat}} = 600-650$  MPa) konnte bei Spannungsamplituden oberhalb 70-80 MPa bei einer Schwingspielzahl  $N > 10^8$  die Bildung persistenter Gleitbänder (**Bild 3-24**), die in Überlagerung mit Gussporen und Karbiden im Probeninneren als Rissinitiatoren fungierten, mittels TEM-Aufnahmen sichtbar gemacht werden. Aufgrund der unterschiedlichen Rissinitiierungsorte (Probenoberfläche, Gussporen und Karbide) ist somit für die beiden untersuchten einkristallinen Nickelbasis-Superlegierungen keine eindeutige Zuordnung hin-

sichtlich Werkstofftyp I oder II zur Charakterisierung des Rissursprungs im VHCF-Bereich möglich.



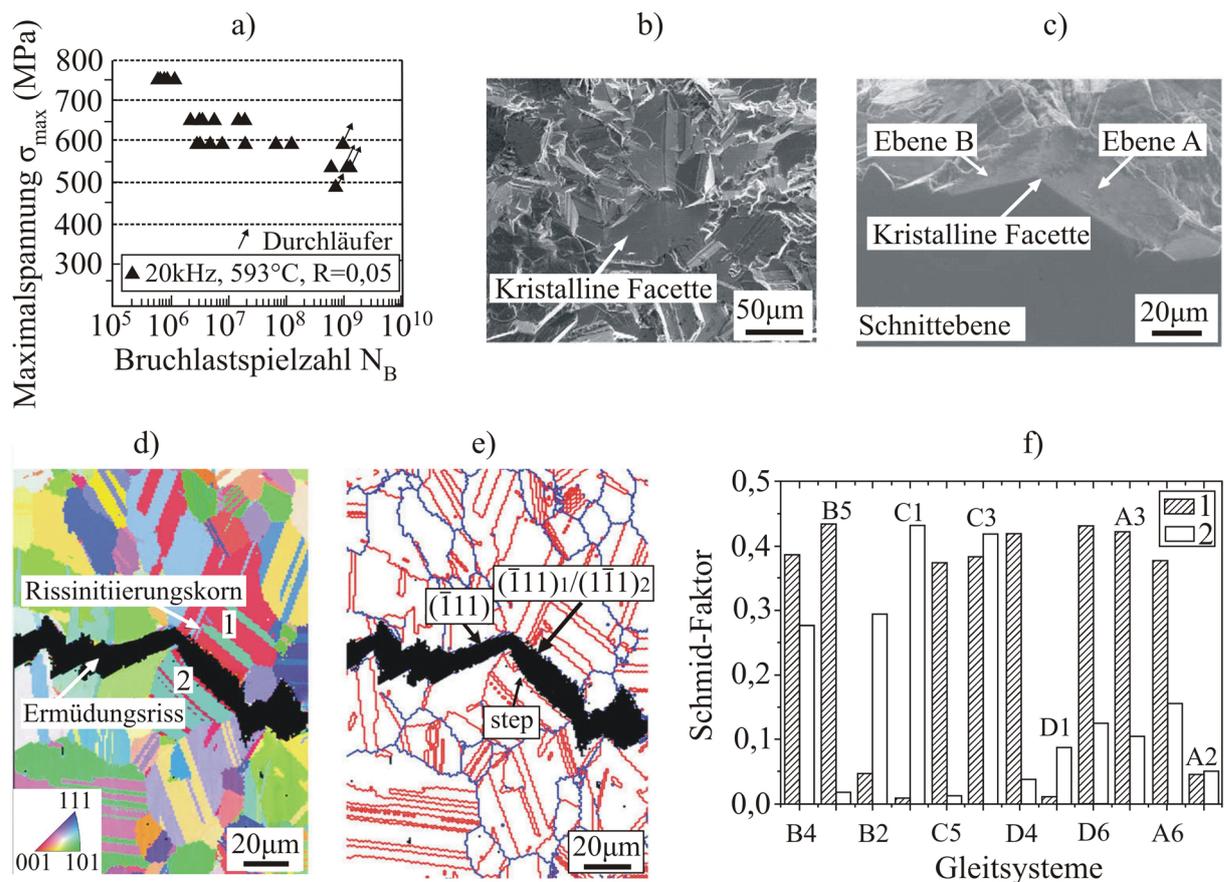
**Bild 3-24:** Persistente Gleitbänder in der einkristallinen Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4 (LUKÁŠ *et al.* 2005).

Weitere Versuche von LUKÁŠ&KUNZ 2001 an ungekerbten CMSX-4-Proben zeigten ebenfalls, dass eine kombinierte Kriech-Ermüdungsbeanspruchung mit einer im Vergleich zu den Untersuchungen an den gekerbten CMSX-4-Proben (LUKÁŠ *et al.* 2005) noch geringeren statischen Lastüberlagerung ( $\sigma_{\text{stat}} = 400$  MPa) mit einer überlagerten geringen Belastungsamplitude von 70 MPa die Lebensdauer deutlich reduziert. Während bei reiner Kriechbeanspruchung ( $\sigma_{\text{stat}} = 400$  MPa,  $T = 850^\circ\text{C}$ ) eine Versuchszeit von 3700 Stunden erreicht wurde, verminderte diese sich auf 2200 Stunden bei einer überlagerten zyklischen Beanspruchung von 70 MPa bei 30 Hz ( $N_B = 2,38 \times 10^8$ ). Wie auch im gekerbten Zustand mit höherer Kriechbeanspruchung (LUKÁŠ *et al.* 2005) wurden Ermüdungsgleitbänder in den versagten Proben nachgewiesen, welche bei reiner Kriechbeanspruchung nicht gefunden wurden.

Die Korrelation zwischen Gussfehlern sowie deren Verteilung und der großen Streuung von Schwingfestigkeitsdaten wurde von KUNZ *et al.* 2010 am Beispiel der Nickelbasis-Superlegierung Inconel 713LC analysiert. Extremwertanalysen zeigten eine gute Übereinstimmung der Auswertungen im HCF- und VHCF-Bereich. Als problematisch erwies sich hingegen die Auswertung bei Proben mit Gussporenanhäufungen.

MIAO *et al.* 2009 untersuchten das Ermüdungsverhalten der pulvermetallurgisch hergestellten polykristallinen Nickelbasis-Superlegierung René 88DT bei erhöhter Temperatur ( $T = 593^\circ\text{C}$ ) an einem Ultraschallermüdungsprüfsystem ( $f = 20$  kHz,  $R = 0,05$ ) im VHCF-Bereich. Die maximalen Spannungen lagen für den HCF/VHCF-Bereich zwischen 500 MPa und 760 MPa. Es kam zu einem Versagen der Proben auch über  $10^7$  Zyklen hinaus, wobei die Versuchsergebnisse über mehr als 2 Dekaden bei gleicher maximaler zyklischer Spannung streuten (Bild 3-25a). Die Rissinitiierung ging im VHCF-Bereich zumeist vom Probeninnern aus an überdurchschnittlich großen Körnern mit hoher  $\Sigma 3$ -Zwillingskorngrenzen-Dichte. Die

Bruchfläche in **Bild 3-25b** zeigt zwei abgewinkelte kristalline Facetten im Rissursprungskorn im Probeninneren, welches dreimal größer als die durchschnittliche Korngröße ( $20\ \mu\text{m}$ ) war. In **Bild 3-25c** sind diese beiden Bereiche aus **Bild 3-25b** (abgewinkelte Ebene A und B) im präparierten Längsschliff parallel zur Spannungsachse dargestellt. EBSD-Untersuchungen zeigten, dass die Mikrorissinitiierung in einem überdurchschnittlich großen Korn erfolgte (**Bild 3-25d**) und der Mikroriss sich schließlich entlang zweier abgewinkelter Ebenen (Ebene A und B in **Bild 3-25c**) weiter ausbreitete. An beiden Rissufern der Ebene A und B war eine Anhäufung von  $\Sigma 3$ -Zwillingskorn Grenzen zu verzeichnen (**Bild 3-25e**).



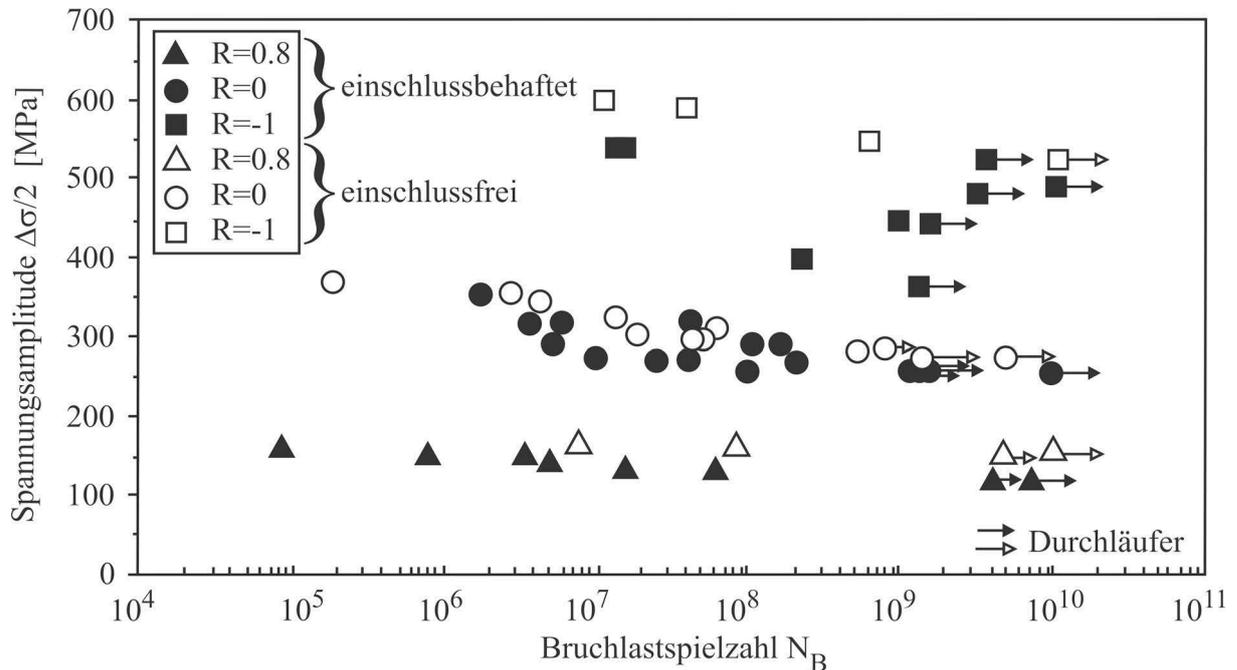
**Bild 3-25:** a) Wöhlerkurve von René 88DT im HCF/VHCF-Bereich ( $T = 593^\circ\text{C}$ ), b) Rissinitiierung im Probeninneren (Bruchfläche) ( $\sigma_{\text{max}} = 600\ \text{MPa}$ ,  $N_B = 1,9 \times 10^7$ ), c) Längsschliff durch die beiden abgewinkelten kristallinen Bereiche im Rissursprung, d) Darstellung der inversen Polfigur (OIM) der naheliegenden Körner beider Probenhälften zum Rissursprungsort im Probeninneren, e) Darstellung der verschiedenen Korngrenzenarten (rote Linien: Zwillingskorn Grenzen, blaue Linien: Großwinkelkorngrenzen) und der Gleitebenen der naheliegenden Körner beider Probenhälften zum Rissursprungsort und f) Schmid-Faktoren für 12 kfz-Gleitsysteme ( $\{111\}\langle 110 \rangle$ ) im Zwillingskorn (weiße Balken, Bereich 1 in **Bild 3-25d**) und des Rissursprungkorns (schraffierte Balken, Bereich 2 in **Bild 3-25d**) (MIAO et al. 2009).

Die OIM-Messungen zeigten weiterhin, dass die Ebene A sowie die in gleicher Richtung liegenden  $\Sigma 3$ -Zwillingskorn Grenzen parallel zur Gleitebene mit der höchsten Schubspannung

( $\{111\}$ -Ebenen) orientiert sind. Daher erfolgte die Rissinitiierung hauptsächlich im Probeninneren in überdurchschnittlich großen Körnern und  $\Sigma 3$ -Zwillingskorngrenzen mit günstiger Orientierung (hoher Schmid-Faktor, siehe **Bild 3-25f**). Elastische Inkompatibilitätsspannungen im Bereich großer Körner in der Matrix und den darin beinhalteten  $\Sigma 3$ -Zwillingskorngrenzen trugen zur zyklischen Dehnungslokalisierung während des Ermüdungsversuchs bei und führten letztendlich zur Rissinitiierung in dem überdurchschnittlich großen Korn. Anhand von TEM-Untersuchungen an einer versagten Probe (siehe Wöhlerdiagramm in **Bild 3-25a**,  $\sigma_{\max} = 550$  MPa,  $R = 0,05$ ,  $N_B = 5,5 \times 10^8$ ) im VHCF-Bereich wurde nachgewiesen, dass insgesamt eine sehr geringe Versetzungsdichte im Gefüge vorhanden war. Nur in wenigen Körnern wurden Gleitbänder mit hoher Versetzungsdichte gefunden. Weiterhin wurde festgestellt, dass die Diskontinuitäten der Zwillingskorngrenzen bevorzugte Quellen für die Entstehung von Versetzungsbewegungen waren.

Eine ebenfalls pulvermetallurgisch hergestellte Nickelbasis-Superlegierung (N18) mit einer Korngröße von ca.  $11 \mu\text{m}$ , die hauptsächlich für Turbinenscheiben eingesetzt wird, war Gegenstand der Untersuchungen von **BATHIAS&PARIS 2010**. Es wurden gezielt einschlussfreie (nur Poren im Gefüge) und defektbehaftete (Poren und keramische Einschlüsse ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{MgO}$ ) mit einem Durchmesser von  $80$  bis  $150 \mu\text{m}$ ) Werkstoffzustände eingestellt und vergleichend im VHCF-Bereich mit einer Versuchsfrequenz von  $20$  kHz bei  $450^\circ\text{C}$  bei verschiedenen  $R$ -Werten von  $-1$ ,  $0$  und  $0,8$  untersucht (**Bild 3-26**). Bei den VHCF-Versuchen an N18 traten Probenbrüche bis knapp unterhalb  $10^9$  Zyklen auf, während bei darüber hinausgehenden Lastspielzahlen nur Durchläufer zu verzeichnen waren. Bei allen drei  $R$ -Werten nahm die Wöhlerkurve oberhalb von  $10^6$  Zyklen keinen horizontalen Verlauf ein, sondern sie fiel bis  $10^9$  Zyklen mit geringer Neigung weiter flach ab. Aufgrund der vorhandenen Poren in den Standardproben und der hohen Defektdichte an Einschlüssen und Poren in dem zweiten Werkstoffzustand (Poren inklusive keramische Einschlüsse) erfolgte die Rissinitiierung immer im Probeninneren. Dies entspricht auch den Erkenntnissen aus dem LCF- und HCF-Bereich (**HYZAK&BERNSTEIN 1982**), aufgrund derer das Ermüdungsverhalten pulvermetallurgisch hergestellter Legierungen vor allem durch die Verteilung und Größe innerer Defekte bestimmt wird. Während die einschlussfreie Charge eine Dauerfestigkeit von  $525$  MPa bei ca.  $10^9$  Zyklen ( $R = -1$ ) hatte, fiel diese bei der einschlussbehafteten Charge aufgrund der enthaltenen Einschlüsse deutlich auf  $400$  MPa ab. Mit steigendem  $R$ -Wert lag die Dauerfestigkeit der einschlussbehafteten Proben bei  $10^9$  Zyklen allerdings nur noch knapp unterhalb der Standardproben (Gefüge nur mit Poren). Weiterhin wurde deutlich, dass die Streuung bei diesen

Proben aufgrund der neben den Poren vorhandenen großen Anzahl an keramischen Einschlüssen ausgeprägter war.



**Bild 3-26:** Wöhlerdiagramm für verschiedene Zustände von N18 (BATHIAS&PARIS 2010) bei 450°C.

Aus den hier vorgestellten Untersuchungen an pulvermetallurgischen Nickelbasis-Superlegierungen wird deutlich, dass für die Vorhersage bzw. Abschätzung des Rissinitiierungsorts (Oberfläche oder im Inneren) im Übergangsbereich HCF/VHCF eine wahrscheinlichkeitstheoretische mikrostrukturbasierte Modellierung benötigt wird, welche die konkurrierenden Effekte zur Rissinitiierung (wie z.B. die lokal umgebende Mikrostruktur, der Abstand von Einschlüssen zur Oberfläche sowie deren Größe und Form) mit einbezieht. Die Entwicklung numerischer Simulationen zur Beschreibung der Versagensart im Übergangsbereich HCF/VHCF wird derzeit von verschiedenen Forschungsgruppen verfolgt (z.B. PRZYBYLA et al. 2010 und McDOWELL&DUNNE 2010). Weiterhin muss davon ausgegangen werden, dass der klassische Wöhlerlinienverlauf bzgl. der Angabe der Dauerfestigkeit für eine Vielzahl krz- und kfz-Werkstoffe nicht mehr gültig ist. Vielmehr muss zusätzlich aufgrund der Beobachtungen an mehrphasigen, defektbehafteten Werkstoffen (hier insbesondere gegossene und pulvermetallurgisch hergestellte Nickelbasis-Superlegierungen) im Übergangsbereich HCF/VHCF und darüber hinaus von einem mehrstufigen Lebensdauerdiagramm sowohl für defektbehaftete krz- als auch kfz-Werkstoffe mit einer deutlich reduzierten Dauerfestigkeit ausgegangen werden. In der Literatur liegen bisher wesentlich mehr Publikationen bzw. Untersuchungen zum VHCF-Verhalten defektbehafteter Werkstoffe (Typ II-Werkstoffe) vor, als bei den „reinen“, einschlussfreien Werkstoffen (Typ I-Werkstoffe).

### 3.3.4 Lebensdauervorhersagekonzepte für den VHCF-Bereich

Die klassische Grundlage zur Abschätzung der Lebensdauer schwingend beanspruchter Werkstoffe stellt das Wöhlerdiagramm, welches den Zusammenhang zwischen ertragbarer Beanspruchungsamplitude und zugehöriger Bruch- bzw. Anrisslastspielzahl wiedergibt, dar. Eine Vielzahl von Ansätzen zur Lebensdauerabschätzung ermüdungsbeanspruchter Bauteile unter Verwendung von verschiedenen Schädigungsparametern im LCF- und HCF-Bereich liefern u.a. die klassischen Theorien nach Miner sowie Miner modifiziert (**HAIBACH 2002**). Im HCF/VHCF-Übergangsgebiet wird zumeist durch unterschiedliche Extrapolation vorhandener Ermüdungsdaten und Berücksichtigung von Sicherheitsfaktoren bzw. Annahmen für die Lebensdauerabschätzung von Bauteilen in der industriellen Praxis ein konkreter Abfall der Wechselfestigkeit (z.B. pro Dekade) oberhalb einer festgelegten Lastspielzahl berücksichtigt (**SONSINO 2005**). Da der Großteil der Lebensdauer im VHCF-Bereich von den schädigungsrelevanten mikrostrukturellen Prozessen bis zum Übergang Rissinitiierung/Rissausbreitung bestimmt wird, konzentrieren sich die aktuellen Untersuchungen vornehmlich auf die Charakterisierung der wirkenden Schädigungsmechanismen. Eine statistische Absicherung der Wöhlerkurve als Grundlage einer ausfallsicheren Lebensdauervorhersage fand bisher nur bedingt Eingang in die aktuellen Publikationen zur VHCF-Thematik. Aufgrund des immer noch hohen experimentellen Zeitaufwands stehen in der Regel nur relativ geringe Datenmengen für eine statistische Modellbildung zur Verfügung. Grundsätzlich kann die Lebensdauer einer Probe bei gegebener Spannungsamplitude als Realisation einer bedingten Verteilung betrachtet werden. Statistisch gesehen stellt die Wöhlerkurve den bedingten Median der Lebensdauer-Verteilung dar.

Die statistische Analyse von Lebensdauern im VHCF-Bereich hat in den vergangenen Jahren eine ständig wachsende Aufmerksamkeit erfahren. Beispielhaft sei an dieser Stelle auf die Autoren **ENGLER-PINTO JR. et al. 2007**, **HARLOW 2007**, **HARLOW et al. 2006**, **JHA&LARSEN 2007**, **MOREL&FLACELIERE 2005** und **ZHU et al. 2007** verwiesen. Der gängige Ansatz ist hierbei, nicht direkt die Lebensdauern der Proben bzw. Bauteile zu modellieren. Der Großteil der Autoren verwendet Mechanismen der Rissinitiierung und -ausbreitung als Grundlage des statistischen Modells. Die zugehörigen Parameter (u.a. Größe der Ausgangsriss in der Probe, bevor der Ermüdungsversuch beginnt, oder kritische Größe eines Risses bzw. einer kritischen Defektgröße, welcher zur Ermüdung der Probe führt) werden als Zufallsvariable modelliert. Die verwendeten statistischen Modelle konzentrieren sich hierbei im Wesentlichen auf eine Weibull-Verteilung.

Eine besondere Rolle spielen in diesem Zusammenhang Mischungsmodelle. Dies ist eine Konsequenz daraus, dass verschiedene Ursachen für die Ermüdung einer Probe verantwortlich sein können. Dieser Ansatz wird zum Beispiel in **HARLOW et al. 2006** verfolgt. Weiterhin enthalten Lebensdauerdaten im VHCF-Bereich zumeist auch Durchläufer, d.h. nicht versagte Proben. Daher ist es wesentlich, diesen Aspekt zu berücksichtigen. Als relevante Referenzen sind hier u.a. **BALAKRISHNAN&KATERI 2008** und die dort zitierte Literatur zu nennen. Die Abschätzung einer Weibull-Verteilung, welche in der Regel in Modellen zur Ausfallsicherheit und Auswertung von Lebensdauern verwendet wird, erfolgt dabei durch den Einsatz brauchbarer parametrischer Schätzfunktionen für eine Verteilung anhand der Maximum-Likelihood-Methode (maximale Wahrscheinlichkeit).

## 4 Experimentelle Untersuchungen

### 4.1 Versuchswerkstoffe

Gegenstand der Untersuchungen zum Einfluss des Versetzungsgleitverhaltens und der Vorgeschichteabhängigkeit auf das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich sind die beiden Nickelbasis-Schmiedelegerungen Nimonic 80A in den zwei charakteristischen Ausscheidungszuständen (maximal ausscheidungsgehärtet (ma) und überaltert (üa)) und die einphasige, mischkristallgehärtete Legierung Nimonic 75, die modellhaft den ausscheidungsfreien Zustand (af) von Nimonic 80A repräsentiert. In den folgenden Kapiteln werden hauptsächlich die Abkürzungen ma, üa und af für die drei untersuchten Ausscheidungszustände verwendet. Ergänzend zu den planar gleitenden Nickelbasis-Superlegierungen wurde zusätzlich kommerziell reines Nickel (Nickel 201) als Referenzwerkstoff für welliges Gleitverhalten in die Untersuchungen einbezogen. **Tabelle 4-1** zeigt die chemische Zusammensetzung der untersuchten Werkstoffe.

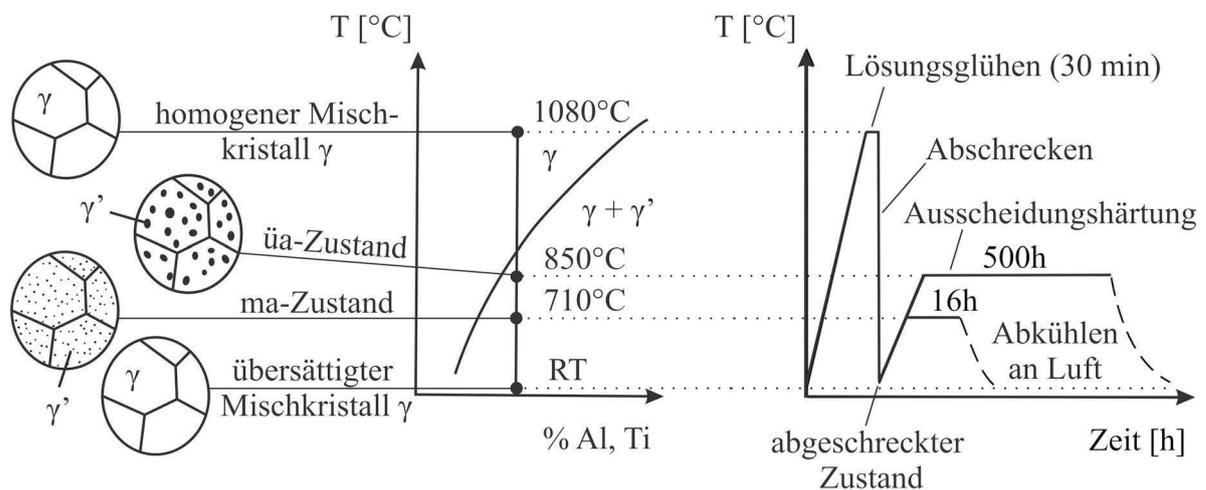
**Tabelle 4-1:** Chemische Zusammensetzung der untersuchten Werkstoffe in Massen-%.

	Ni	Cr	Ti	Al	Fe	Mn	Cu	C	Si
Nimonic 80A	Rest	19,91	2,69	1,69	0,12	0,01	<0,01	0,049	0,02
Nimonic 75	Rest	19,66	0,38	-	4,28	0,38	0,035	0,09	0,05
Nickel 201	Rest	-	0,077	0,006	0,01	0,24	0,021	0,013	0,15

#### 4.1.1 Nimonic 80A

Die untersuchte polykristalline Nickelbasis-Superlegierung Nimonic 80A ist eine Nickel-Chrom-Knetlegierung der ersten Generation, die aufgrund der hinzulegierten Aluminium- und Titananteile ausscheidungshärtbar ist. Die Legierung besitzt eine gute Korrosions- und Oxidationsbeständigkeit sowie eine hohe Zug- und Zeitstandfestigkeit bei Temperaturen bis 815°C. Verwendung findet sie u.a. für Gasturbinenteile (Schaufeln, Ringe und Scheiben), Schrauben, Rohrstützen in kerntechnischen Dampferzeugern, für Druckgusseinsätze und -kerne sowie Auslassventile in Verbrennungsmotoren (**BIBUSMETALS 2011a**). Eine besondere Anwendung von Nimonic 80A liegt in der Nukleartechnik. Da diese Legierung im Gegensatz zu den meisten ausscheidungshärtbaren Nickelbasis-Superlegierungen fast kein Kobalt enthält ( $^{59}\text{Co}$  (stabiles Isotop) +  $n \rightarrow ^{60}\text{Co}$  (instabiles Isotop)) und daher bei Neutronenbeschuss nicht radioaktiv wird, kommt dieser Werkstoff oft im Reaktordruckbehälterbau zum Einsatz (**PREIS 2006**). Die Ausscheidungshärtung für den maximal ausscheidungsgehärteten (ma-) Zustand, bestehend aus Lösungsglühen bei 1080°C, Abkühlen in Wasser (Abschrecken) und

Ausscheidungshärten bei 710°C für 16 Stunden wurde in Anlehnung an den Empfehlungen des Herstellers Thyssen Krupp VDM durchgeführt. Für den überalterten (üa-) Zustand sollte sich die Wechselwirkung zwischen Teilchen und Versetzungen möglichst ausschließlich auf Teilchenumgehungsprozesse beschränken. Dies wäre der Fall, wenn die Ausscheidungen so groß sind, dass sie von den Versetzungen nicht mehr geschnitten werden. Nach **REPPICH et al. 1982** beginnt die Orowan-Umgehung für Nimonic PE16 ( $\gamma'$ -Volumenanteil ähnlich wie von Nimonic 80A) ab einem Ausscheidungsdurchmesser von 200 nm. Um solche Ausscheidungsgrößen bei den üblicherweise empfohlenen 710°C Glühtemperatur einzustellen, wären aufgrund der Temperaturabhängigkeit der Wachstumsgeschwindigkeit der  $\gamma'$ -Ausscheidungen sehr lange Auslagerungszeiten notwendig. Aus diesem Grund erfolgte die Einstellung des überalterten Zustands stattdessen in Anlehnung an **REPPICH&SCHUMANN 1988** bei einer Glühtemperatur von 850°C und einer Auslagerungsdauer von 500 Stunden. In **Bild 4-1** ist der vollständige Prozess der Ausscheidungshärtung zur Einstellung der Zustände maximal ausscheidungsgehärtet und überaltert schematisch dargestellt. Die Ausscheidung der  $\gamma'$ -Phase ( $\text{Ni}_3\text{TiAl}$ ) ist aufgrund der abnehmenden Löslichkeit der Legierungselemente Aluminium und Titan mit sinkender Temperatur im Grundmetall (Nickel) möglich. Die Korngröße von Nimonic 80A betrug im Anlieferungszustand (ALZ) ca. 60  $\mu\text{m}$  und blieb durch die Wärmebehandlungen zur Einstellung der Ausscheidungszustände (ma und üa) nahezu unberührt.



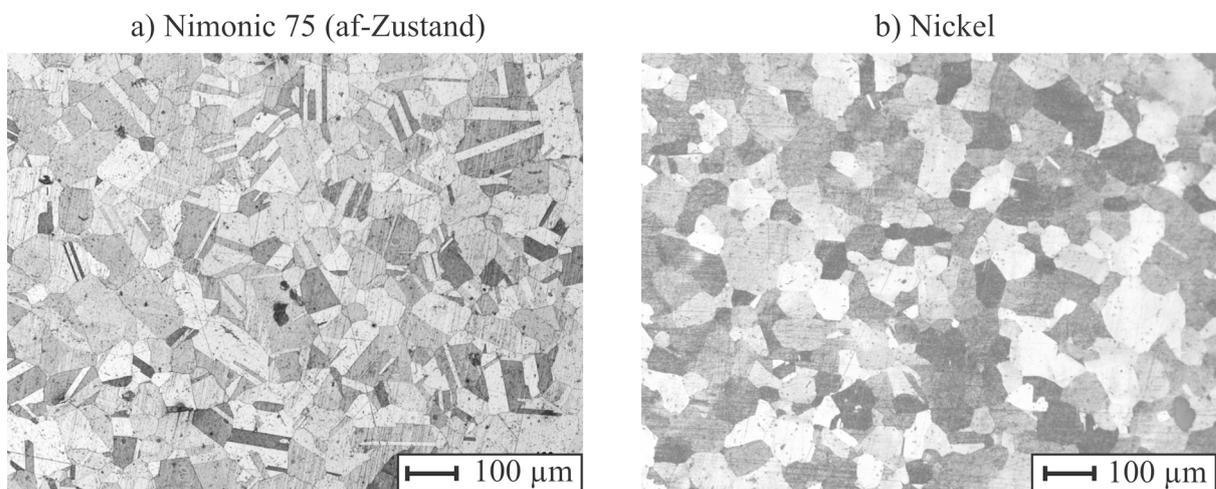
**Bild 4-1:** Wärmebehandlungsschritte zur Einstellung der beiden Ausscheidungszustände von Nimonic 80A.

#### 4.1.2 Nimonic 75 und Nickel

Als weiterer charakteristischer Ausscheidungszustand wurde Nimonic 75 zur Einstellung des ausscheidungsfreien (af-) Zustands verwendet. Aufgrund eines fast gleichen Nickel- und Chromgehalts entspricht dieser Werkstoff praktisch dem ausscheidungsfreien Zustand (ein-

phasiger Zustand,  $\gamma$ -Matrix) von Nimonic 80A. Als wichtigstes Legierungselement ist Chrom enthalten, wodurch wie auch in Nimonic 80A Chromkarbide (z.B.  $\text{Cr}_2\text{C}_6$ ) entlang der Korngrenzen ausgeschieden werden. Durch die Ausscheidung der stabilen Chromkarbide erhält der Werkstoff neben der Mischkristallhärtung, deren Effekt bei erhöhter Temperatur vermindert wird, einen weiteren Festigkeitsanstieg. Verwendet wird diese mischkristallgehärtete Legierung hauptsächlich für Blechteile in Gasturbinen, in Öfen und Wärmebehandlungsanlagen sowie im Bereich der Kerntechnik (**BIBUSMETALS 2011b**).

Um die Korngröße der ausscheidungsreifen Legierung Nimonic 75 an die Korngröße des maximal ausscheidungsgehärteten Nimonic 80A anzupassen, wurden die Proben aus Nimonic 75 einer Grobkornglühung unterzogen. Das erschien notwendig, um den möglichen Einfluss der Korngröße auf das Verformungsverhalten im VHCF-Bereich und der Lebensdauer zu minimieren und eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse von Nimonic 75 und Nimonic 80A sicherzustellen. Im ALZ lag für die nicht ausscheidungsgehärtete Legierung Nimonic 75 (af-Zustand) ein sehr feinkörniges Gefüge mit einer Korngröße von  $5\ \mu\text{m}$  vor. Mit einer Grobkornglühung bei  $1050^\circ\text{C}$  und einer Haltezeit von 3 Stunden wurde die Korngröße von Nimonic 75 an die der ausscheidungsgehärteten Zustände angepasst (ca.  $60\ \mu\text{m}$ , siehe **Bild 4-2a**).



**Bild 4-2:** Lichtmikroskopisches Schlifffbild von:  
**a)** Nimonic 75 (af-Zustand) nach einer Grobkornglühung von  $1050^\circ\text{C}$  bei einer Glühzeit von 3 Stunden und  
**b)** Nickel im technischen Zustand (ALZ).

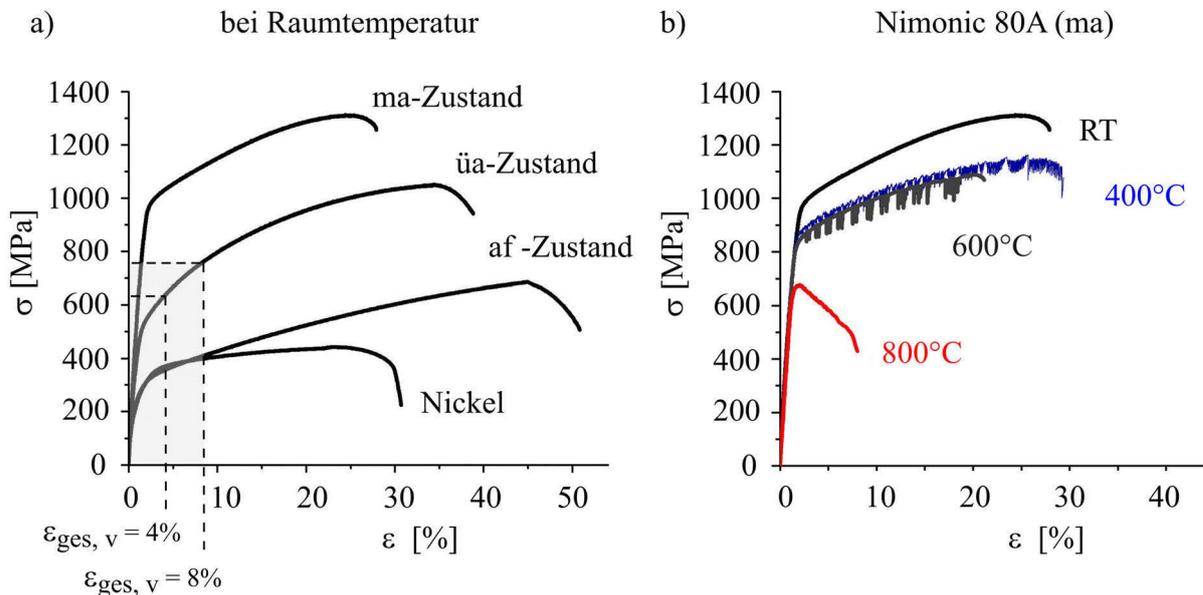
Reines Nickel (Nickel 201) wurde zur Gegenüberstellung der planar gleitenden Legierungen als Vertreter mit welligem Gleitcharakter in den Ermüdungsversuchen eingesetzt. Der Werkstoff Nickel 201 (LC-Ni99; C-Gehalt: maximal 0,02%) ist von der Variante Nickel 200 (Ni99,2; C-Gehalt: maximal 0,15%) zu unterscheiden. Durch den niedrigen Kohlenstoffgehalt von Nickel 201 wird eine Versprödung durch Graphitausscheidungen an den Korngrenzen bei

Einsatztemperaturen über 300°C und damit die Gefahr der interkristallinen Korrosion vermeiden. Nickel 201 besitzt allgemein gute mechanische Eigenschaften und ist gegen zahlreiche korrosive Medien beständig. Hauptanwendungsgebiete für diesen Werkstoff sind in der Chemie und Petrochemie, besonders zur Produktreinhaltung bei der Behandlung von Nahrungsmitteln, Kunstfasern und Ätzalkalien zu finden (**BIBUS METALS 2011c**). Typische Bauteile in den verfahrenstechnischen Anlagen sind z.B. Erhitzerrohre, Wärmetauscher, Zentrifugen oder Armaturen. Für reines Nickel 201 war keine Wärmebehandlung notwendig, da die Korngröße im ALZ bereits mit ca. 60 µm (technischer Zustand, siehe **Bild 4-2b**) dem ma- und üa-Zustand von Nimonic 80A entsprach. Die Körner des reinen Nickels wiesen eher eine globulare Form auf, während das Gefüge bei den drei Ausscheidungszuständen (ma, üa und af) eckigere Körner mit Zwillingen aufwies. Es sei an dieser Stelle erwähnt, dass in der fortlaufenden Arbeit die Werkstoffvariante Nickel 201 zur Vereinfachung nur noch mit Nickel bezeichnet wird.

## 4.2 Spannungs-Dehnungsverhalten unter monotoner, einsinniger Vorverformung (Zugversuch)

Die Zugversuche zur Ermittlung der mechanischen Kennwerte wurden für die beiden Legierungen Nimonic 80A (ma- und üa-Zustand), Nimonic 75 (af-Zustand) sowie für reines Nickel bei RT, 400°C, 600°C und 800°C an einer konventionellen servohydraulischen Prüfmaschine mit adaptierter Induktionsheizung durchgeführt. Der Probendurchmesser betrug für alle Zugversuche 6 mm. In **Bild 4-3a** sind die Spannungs-Dehnungskurven für alle 3 untersuchten Werkstoffe bei RT dargestellt. Beachtlich war, dass die Streckgrenze  $R_{p0,2}$  von Nickel im technischen Zustand im Vergleich zu Nimonic 75 im Gegensatz zur Zugfestigkeit  $R_m$  geringfügig größer war. Laut Hersteller lässt sich dies mit einem kaltverfestigten Gefüge von Nickel durch den Herstellungsprozess (Kaltwalzen und anschließendes Glühen) erklären. Der technische Zustand des Gefüges und somit der resultierende Kaltverfestigungsgrad wird u.a. durch die Glüh Temperatur, die Haltezeit und eine mögliche inhomogenen Temperaturverteilung im Glühofen bei der großindustriellen Produktion eingestellt. Im geglühten Zustand liegt die Streckgrenze  $R_{p0,2}$  von Nickel üblicherweise bei ca. 100 MPa (**BIBUS METALS 2011c**). Der ma-Zustand hatte, wie erwartet, die höchste Festigkeit und die geringste Duktilität bei allen Prüftemperaturen vorzuweisen. Bei allen untersuchten Werkstoffen fielen die mechanischen Kennwerte Streckgrenze  $R_{p0,2}$ , Zugfestigkeit  $R_m$  und E-Modul mit steigender Temperatur ab. Somit zeigten sowohl der ma- als auch der üa-Zustand von Nimonic 80A keine Fließspannungsanomalie in Abhängigkeit von der Prüftemperatur. Erst ab einem mittleren Volumengehalt  $V(\gamma')$  von ca. 40% (**BEARDMORE et al. 1969**) tritt diese bei Nickelbasis-Super-

legierungen auf. Ein signifikanter Abfall der Bruchdehnung war bei 800°C Prüftemperatur für Nimonic 80A (ma und üa) zu verzeichnen. Die höchsten monotonen Festigkeitswerte wurden für Nimonic 80A im ma-Zustand erzielt.



**Bild 4-3:** Monotone Spannungs-Dehnungskurven von:  
**a)** Nimonic 80A (ma- und üa-Zustand), Nimonic 75 (af-Zustand) sowie Nickel bei RT und  
**b)** Nimonic 80A (ma-Zustand) bei RT, 400°C, 600°C und 800°C.

Ein Vergleich der Spannungs-Dehnungskurven zeigt, dass bei mittleren Temperaturen (400°C und 600°C) für alle 3 Ausscheidungszustände oberhalb der Streckgrenze  $R_{p0,2}$  ein ruckartiges Fließverhalten eintrat (ma-Zustand, siehe **Bild 4-3b**). Ruckartiges Fließen ist häufig ein Indikator für dynamische Reckalterungsprozesse in Nickelbasis-Superlegierungen bei mittleren Temperaturen (300-600°C), d.h. die Versetzungsbewegung wird durch die aufgrund der erhöhten Umgebungstemperatur mit gleicher Diffusionsgeschwindigkeit laufenden Fremdatomwolken behindert (**DUDOVA&KAIBYSHEV 2010**). Der Vorgang des diskontinuierlichen Fließens wird auch als Portevin-Le Chatelier-Effekt (PLC) bezeichnet. Allerdings liegt aufgrund der hier durchgeführten Zugversuche in Wegregelung kein eindeutiger Beweis für dynamische Reckalterung vor, da diese Regelart bezüglich des PLC-Effektes eine sehr geringe Stabilität aufweist. Zur eindeutigen Aufklärung dieses Sachverhaltes wären weitere Zugversuche in Dehnungsregelung im mittleren Temperaturbereich mit verschiedenen konstanten Dehngeschwindigkeiten notwendig, da sich bei dynamischer Reckalterung eine negative Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit einstellt (**WAGENHOFER et al. 1999**). Der PLC-Effekt ist für die Untersuchungen zum Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich eher von geringerer Bedeutung, da die bei sehr hohen Lastspielzahlen angelegten Spannungsamplituden normalerweise weit unterhalb der Streckgrenze der untersuchten Ausscheidungszustände liegen.

Sämtliche gewonnenen Daten aus den isothermen Zugversuchen (RT-800°C) sind für die vier untersuchten Werkstoffvarianten in **Tabelle 4-2** aufgelistet.

**Tabelle 4-2:** Werkstoffkenndaten aus Zugversuchen an Nimonic 80A, Nimonic 75 und Nickel bei RT-800°C.

		RT	400°C	600°C	800°C
Nimonic 80A (ma)	$E$ :	226 GPa	196 GPa	176 GPa	149 GPa
	$R_{p0,2}$ :	976 MPa	853 MPa	810 MPa	633 MPa
	$R_m$ :	1312 MPa	1164 MPa	1089 MPa	676 MPa
	$\varepsilon_B$ :	26%	27%	17%	8%
	$Z$ :	31%	31%	22%	16%
Nimonic 80A (üa)	$E$ :	226 GPa	199 GPa	166 GPa	149 GPa
	$R_{p0,2}$ :	537 MPa	466 MPa	423 MPa	376 MPa
	$R_m$ :	1053 MPa	988 MPa	916 MPa	492 MPa
	$\varepsilon_B$ :	34%	28%	22%	14%
	$Z$ :	44%	31%	25%	31%
Nimonic 75 (af)	$E$ :	211 GPa	181 GPa	169 GPa	139 GPa
	$R_{p0,2}$ :	302 MPa	249 MPa	231 MPa	221 MPa
	$R_m$ :	687 MPa	672 MPa	577 MPa	253 MPa
	$\varepsilon_B$ :	48%	44%	38%	47%
	$Z$ :	68%	57%	51%	98%
Nickel	$E$ :	193 GPa			
	$R_{p0,2}$ :	345 MPa			
	$R_m$ :	442 MPa			
	$\varepsilon_B$ :	30%			
	$Z$ :	75%			

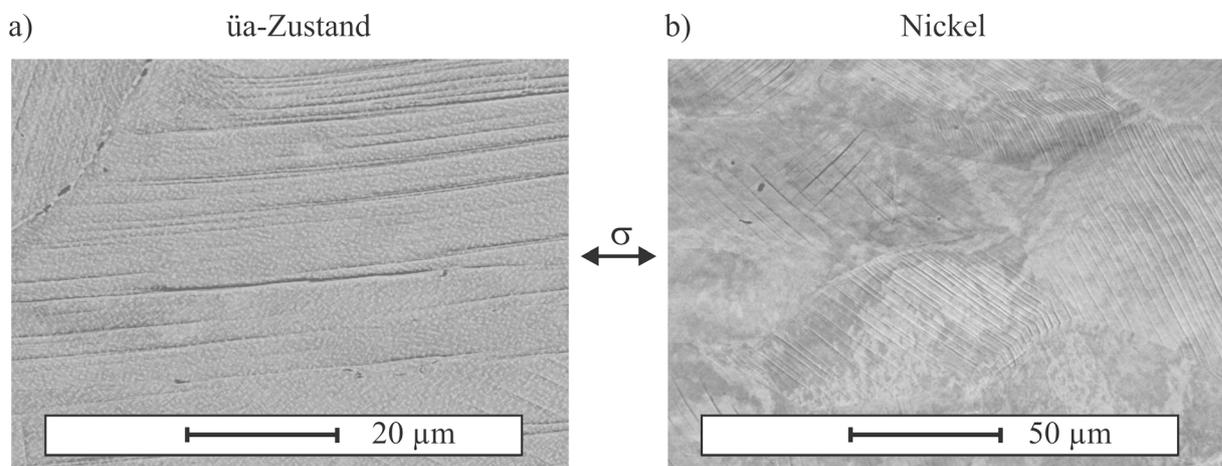
Die den Ermüdungsversuchen vorgeschalteten monotonen Vorverformungen ( $\varepsilon_{ges, v} = 0\%$ , 4% und 8%) wurden bei RT in Gesamtdehnungsregelung mit einer Dehnrage  $\dot{\varepsilon} = 0,05\%/s$  durchgeführt (siehe dazu auch üa-Zustand in **Bild 4-3a**). Die monotone Vorverformung führt zu einer sehr deutlichen Festigkeitszunahme im Falle der ausscheidungsgehärteten Legierung Nimonic 80A (ma- und üa-Zustand). Die mischkristallgehärtete Legierung Nimonic 75 und reines Nickel zeigen den geringsten Kaltverfestigungsgrad. Der Vergleich zwischen dem unvorverformten und dem 8%-vorverformten Zustand zeigt, dass der durch die Vorverformung erzielte Festigkeitsanstieg zu einer Abnahme der Duktilität führt (**Tabelle 4-3**).

**Tabelle 4-3:** Veränderung der quasi-statischen Eigenschaften durch Vorverformung bei RT.

		Nimonic 80A		Nimonic 75	Nickel
		ma	üa	af	
$\epsilon_{\text{ges, v}} = 0\%$	Streckgrenze [MPa]	976	537	302	345
	$\epsilon_B$ [%]	26	34	48	30
$\epsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$	Streckgrenze <sup>1</sup> [MPa]	1201	811	436	410
	$\epsilon_B$ [%]	18,5	26,3	40,2	22,2

<sup>1</sup> Wahre Streckgrenze

Auf mikrostruktureller Ebene ging mit der Vorverformung eine starke Erhöhung der Versetzungsdichte einher (dies wird in einem späteren Kapitel anhand der dort eingefügten TEM-Aufnahmen deutlich). In **Bild 4-4** wird sowohl für die planar gleitenden Legierungen (**Bild 4-4a**) als auch für das wellig gleitende Nickel (**Bild 4-4b**) gezeigt, dass eine plastische Vorverformung zu einer starken Oberflächenaufrauung in nahezu jedem Oberflächenkorn führte, welche die Bildung von transkristallinen Mikrorissen begünstigte.

**Bild 4-4:** Deutlich ausgeprägte Oberflächenaufrauung nach einer Vorverformung von 8% Gesamtdehnung bei: **a)** Nimonic 80A (üa-Zustand) und **b)** Nickel.

Da der Anteil an plastischer Dehnung bei den in dieser Arbeit untersuchten Vorverformungsgraden nicht unerheblich ist, sind die elastischen und plastischen Dehnungsanteile in Abhängigkeit vom Werkstoff und vom Vorverformungsgrad in **Tabelle 4-4** aufgeführt. Zur Vereinfachung wird in den folgenden Kapiteln nur noch der jeweilige Gesamtverformungsgrad  $\epsilon_{\text{ges, v}}$  angegeben.

**Tabelle 4-4:** Anteile an elastischer und plastischer Verformung (Dehnungswerte gerundet) bei Gesamtvorverformungsgraden von  $\epsilon_{ges, v} = 4\%$  und  $\epsilon_{ges, v} = 8\%$ .

	$\epsilon_{ges, v} = 4\%$		$\epsilon_{ges, v} = 8\%$	
	$\epsilon_{el, v = 4\%}$ [%]	$\epsilon_{pl, v = 4\%}$ [%]	$\epsilon_{el, v = 8\%}$ [%]	$\epsilon_{pl, v = 8\%}$ [%]
Nimonic 80A (ma-Zustand)	0,45	3,55	0,50	7,50
Nimonic 80A (üa-Zustand)	0,25	3,75	0,30	7,70
Nimonic 75 (af-Zustand)	0,15	3,85	0,20	7,80
Nickel	0,20	3,80	0,20	7,80

### 4.3 Versuchsaapparaturen und Probenpräparation

In dieser Arbeit wurde das Ermüdungsverhalten der zuvor beschriebenen Werkstoffe im Bereich sehr hoher Lastspielzahlen untersucht. Für den experimentellen Zugang zum VHCF-Bereich sind herkömmliche servohydraulische Prüfmaschinen nicht geeignet, da die Versuchsdauern aufgrund der geringen ausführbaren Prüffrequenzen ( $f_{max} \approx 50$  Hz) zu hoch wären. Aus diesem Grund kamen folgende Hochfrequenz-Prüfsysteme zur Durchführung der Ermüdungsversuche im VHCF-Bereich zum Einsatz:

1. Ultraschall-Ermüdungsprüfstand mit einem Frequenzbereich von 18 bis 21,5 kHz,
2. Servohydraulischer Hochfrequenzermüdungsprüfstand mit einer maximalen Prüffrequenz von 1 kHz sowie eine
3. Resonanzprüfmaschine mit einem realisierbaren Frequenzbereich von 45-260 Hz.

Die Prüfzeit lag für den Resonanzpulsator bei einer Lastspielzahl von  $1 \times 10^8$  Zyklen bei ca. 9 Tagen, für die servohydraulische Hochfrequenzprüfmaschine bei einer Lastspielzahl von  $5 \times 10^8$  Zyklen bei ca. 8 Tagen und für die Ultraschall-Prüfmaschine bei einer Lastspielzahl von  $2 \times 10^9$  Zyklen bei ca. 4,5 Tagen (letztere ergibt sich, da die 20 kHz aufgrund des Puls/Pause-Betriebs nicht voll ausgenutzt werden können). Weitere berechnete Versuchszeiten für verschiedene Zyklenzahlen für die verschiedenen Arten von Hochfrequenzprüfmaschinen sind im Anhang (**Tabelle A.1**) aufgeführt.

Die verwendeten Prüfmaschinen stehen dem Lehrstuhl für Materialkunde und Werkstoffprüfung (LMW) erst seit Mitte 2005 (Ultraschallermüdungs- und servohydraulisches 1kHz-Prüfsystem) bzw. Anfang 2007 (Resonanzprüfmaschine) für Forschungszwecke zur Ver-

fügung. Daher ging bis zu der Durchführung erster relevanter VHCF-Ermüdungsversuche eine intensive Phase der Einrichtung und Anpassung der neu angeschafften Prüfsysteme voraus. So mussten beispielsweise aufgrund der Probenerwärmung durch die hohen Versuchsfrequenzen bei allen drei Prüfsystemen bei RT-Versuchen, Druckluftsysteme, jeweils bestehend aus drei gleichmäßig im Winkel von  $120^\circ$  um die Probe angeordneten Düsen, zur Probenkühlung konstruiert und eingesetzt werden. Des Weiteren wurde neben dem servohydraulischen 1 kHz-Prüfstand der Resonanzpulsator der Fa. Rumul mit einer Hochfrequenz-Induktionsheizung ausgerüstet. Beide Prüfmaschinen konnten somit für VHCF-Versuche bei Raumtemperatur und erhöhten Temperaturen (bis  $800^\circ\text{C}$ ) eingesetzt werden. Zusätzlich sind an beiden Prüfsystemen eigenständig entwickelte, abnehmbare wassergekühlte Kühlringe installiert worden, um die Erwärmung der Einspannungen bei erhöhter Versuchstemperatur zu minimieren.

Die hier vorgestellten Ergebnisse zum Ermüdungsverhalten von Nickelbasis-Superlegierungen und reinem Nickel im VHCF-Bereich gehören somit zu den ersten an den neuen Prüfsystemen durchgeführten Untersuchungen am LMW auf diesem relativ neuartigen Forschungsgebiet. Es wurden ausschließlich zylindrische Proben mit Prüfquerschnitten von 3 mm bis 6 mm für die unterschiedlichen Prüfmaschinen verwendet. Die eingesetzten Probengeometrien sind im Anhang (**Bild A.2-1** bis **Bild A.2-4**) dargestellt. Alle Ermüdungsproben wurden nach der Fertigung zunächst auf der gesamten Messlänge orthogonal mit Papierkörnungen von #400, #800, #1200, #2500 bis #4000 mechanisch poliert (mp), um die infolge der Probenherstellung eingebrachte Deformationsschicht sowie die entstandenen mikroskopisch sichtbaren Drehriefen zu entfernen. Zur Quantifizierung der Oberflächenrauigkeit wurde ein laseroptisch arbeitendes Messsystem (UBM-Mikrofocus) verwendet. Nach dem mechanischen Polieren ergab sich eine Oberflächenrautiefe von  $R_z = 2,4 \mu\text{m}$ . Um weitere fertigungsbedingte Oberflächeneinflüsse, wie z.B. Eigenspannungen (**ÖSTERLE et al. 1994**) zu minimieren, wurden die Proben nach dem mechanischen Polieren (mp) noch elektrolytisch poliert (ep). Für diesen Zweck wurde ein Elektrolyt, bestehend aus einer Mischung von 10 (96%-ige Essigsäure) zu 1 (60%-ige Perchlorsäure), bei einer Temperatur von  $14^\circ\text{C}$  und einer Spannung von 40 V verwendet. Nach dem Poliervorgang, bei dem der Messbereichsdurchmesser um ca. 0,12 mm reduziert wurde, ergab sich eine durchschnittliche Oberflächenrauigkeit von  $R_z = 1,4 \mu\text{m}$ . Mit dem nach dem elektrolytischen Polieren (bei den ep-Proben) gemessenen Durchmesser ist der beanspruchte Nennquerschnitt der Ermüdungsprobe berechnet worden. Zur Charakterisierung des Vorverformungseinflusses auf das Wechselverformungsverhalten im VHCF-Bereich wurde an einem Teil der ep-Proben eine Gesamtzug-

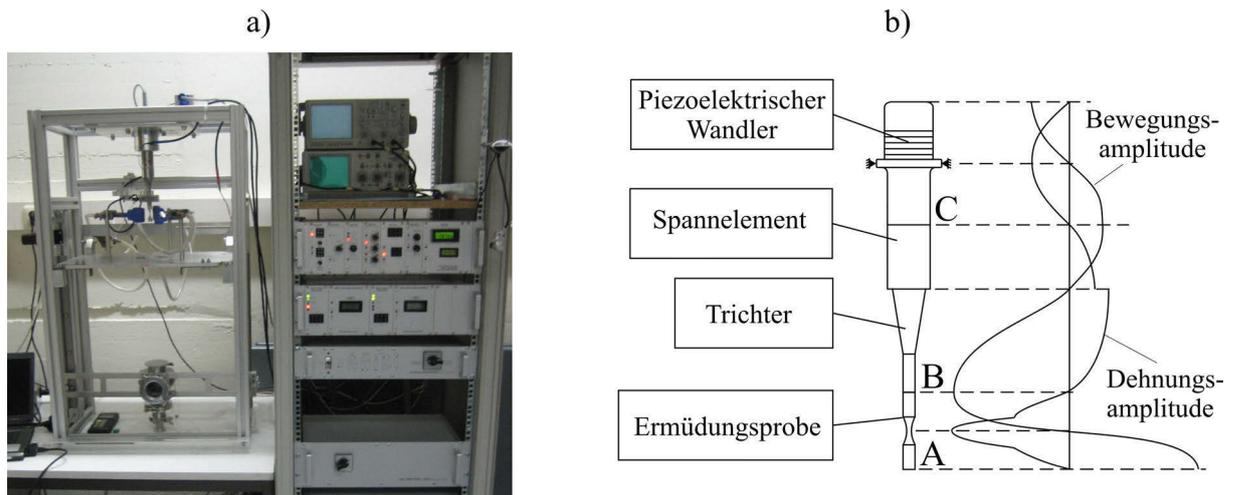
dehnung von  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$  und  $8\%$  im Messbereich eingestellt. Nach einer Vorverformung von  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$  betrug die Oberflächenrauigkeit  $R_z = 6,60 \mu\text{m}$ . Um den Einfluss der Oberflächenrauigkeit infolge der Vorverformung auf die Ermüdungsfestigkeit im VHCF-Bereich zu quantifizieren, wurden ausgewählte Proben nach der Vorverformung zur Glättung der Oberfläche ein weiteres Mal erst mechanisch und abschließend wiederholt elektrolytisch poliert.

Neben den durchgeführten VHCF-Versuchen sind zur Gegenüberstellung der Schädigungsmechanismen im LCF- und VHCF-Bereich und für Untersuchungen zum Frequenzeinfluss vergleichende kraftgeregelte Ermüdungsversuche an einer konventionellen servohydraulischen Prüfmaschine mit niedrigen Frequenzen im Bereich von 0,25-50 Hz durchgeführt worden. Sämtliche in dieser Arbeit erzielten Ergebnisse der LCF-VHCF-Ermüdungsversuche an den untersuchten Werkstoffen sind im Anhang tabellarisch aufgelistet (siehe **Tabelle A.3-1** bis **Tabelle A.3-4**).

#### 4.3.1 Ultraschallprüfmaschine

Erste Veröffentlichungen zur Anwendung der Ultraschallprüftechnik im Bereich der Materialermüdung liegen bereits über 40 Jahre zurück (siehe z.B. **AWATANI 1965**, **AWATANI et al. 1975** oder **HESSLER et al. 1981**). Allerdings stand zum damaligen Zeitpunkt hauptsächlich die neu entwickelte Prüftechnik im Vordergrund und nicht das wissenschaftliche Interesse für die Schädigungsmechanismen infolge zyklischer Beanspruchung im Lastspielzahlbereich oberhalb  $10^7$  Lastzyklen (**HORSEWELL&HANSSON 1979**).

Bei dieser Prüftechnik wird Ultraschall im Frequenzbereich von 18 bis 21,5 kHz (Eigenresonanzbereich) eingesetzt. Durch den extrem hohen Frequenzbereich kann mit dieser Methode das Ermüdungsverhalten bis ca.  $2,6 \times 10^{10}$  Lastspiele in einer zeitlich vertretbaren Versuchsdauer untersucht werden. Es handelt sich bei dem Prüfstand, wie in **Bild 4-5a** zu sehen, um eine Entwicklung aus der Arbeitsgruppe von Prof. Mayer (Abteilung für Materialwissenschaften und Prozesstechnik, Institut für Physik und Materialwissenschaft (IPM)) an der Universität für Bodenkultur (BOKU) in Wien. In diesem Schwingungssystem müssen die einzelnen Komponenten dergestalt aufeinander abgestimmt sein, dass definierte Nulldurchläufe von Spannung und Dehnung an bestimmten, messtechnisch überwachten Stellen im System hervorgerufen werden (**Bild 4-5b**).



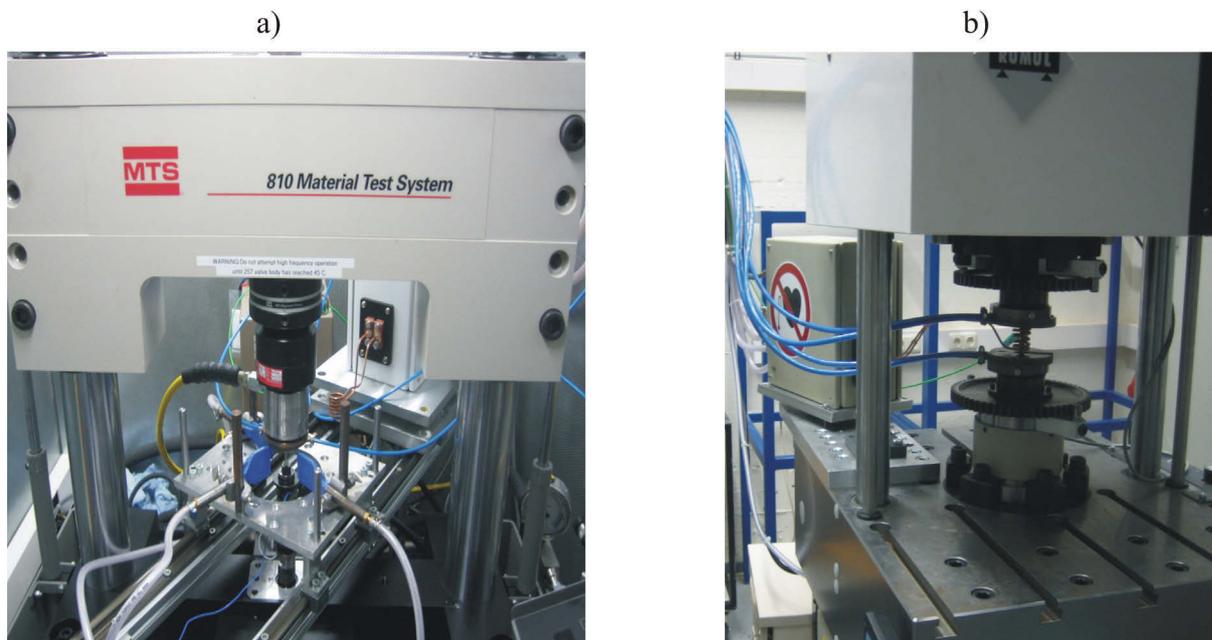
**Bild 4-5:** a) Versuchsstand der Ultraschall-Prüfmaschine und b) schematische Darstellung der zeitlich versetzten Nulldurchgänge von Spannung und Auslenkung (JAGO et al. 1996).

Beeinflusst wird das System zum einen durch das Schwingungsverhalten der beweglichen Komponenten und zum anderen durch die mittels Ultraschall-Generator produzierten und mittels Wandler in mechanische Schwingungen umgesetzten Stromsignale. Hierbei werden anhand eines Frequenzgenerators sinusförmige Hochfrequenzsignale erzeugt, die durch einen piezoelektrischen Wandler in eine mechanische Vibration transformiert werden. Die Regelung erfolgt über einen induktiven Wegaufnehmer, wobei der Versuch mit Hilfe von Dehnungsmessstreifen (DMS) kalibriert wird, da unter der Annahme einer reinen elastischen Probenverformung ein linearer Zusammenhang (Hookesche Gesetz) zwischen der Eingangsspannung des Ultraschallwandlers und der Spannung im Prüfquerschnitt gegeben ist. Dazu wird an der sanduhrförmigen Probe in ihrem geringsten Querschnitt ein DMS appliziert, welcher die elastische Dehnungsamplitude (Anmerkung: Die elastische Dehnungsamplitude entspricht der Gesamtdehnungsamplitude, da der plastische Dehnungsanteil bei den untersuchten Werkstoffen im VHCF-Bereich nahezu Null ist.) aufnimmt und schließlich durch eine lineare Interpolation das elektrische Spannungssignal für die gewünschte mechanische Spannungsamplitude an den Ultraschallwandler weitergibt. Nach dem Kalibriervorgang verläuft der Ermüdungsversuch dann kraft- bzw. weggeregelt durch den induktiven Aufnehmer. Weitere Informationen zu dem Ultraschallprüfsystem sind z.B. in MAYER 1999 zu finden. Wie bei den Versuchen an der servohydraulischen 1 kHz-Prüfmaschine kommt es auch an der Ultraschallprüfmaschine durch die hohe Prüffrequenz zu einer Probenerwärmung. Diese wird durch eine Luftkühlung und durch ein gepulstes Ultraschallsignal weitgehend reduziert. Anhand von Vorversuchen wurden zur Vermeidung der Probenerwärmung eine für alle untersuchten Werkstoffe einheitliche Pulszeit von 200 ms und eine Pausenzeit von 600 ms für die hier vorliegenden Ermüdungsversuche ermittelt.

Als Abschaltkriterium eines Ermüdungsversuchs diene die Verschiebung der Resonanzfrequenz unterhalb einer festgelegten Grenzfrequenz von 500 Hz infolge der Ausbreitung eines Risses, wobei der Abfall von der Prüffrequenz (ca. 19500 Hz) bis zur Grenzfrequenz (500 Hz) sehr rasch erfolgte. Ein wichtiges Merkmal für das Gelingen der Versuche stellt die Probengeometrie dar. Sie muss den Vorgaben der Maschine gerecht werden (symmetrische Form) und eine genügend hohe Dehnung für eine Schädigung zulassen. Auch hier wurden bei Vorversuchen verschiedene Geometrien getestet und schließlich die im Anhang (**Bild A.2-4**) dargestellte Form mit einem Prüfdurchmesser von 3 mm für die untersuchten Werkstoffe festgelegt.

### 4.3.2 Servohydraulische 1 kHz-Prüfmaschine

Bei diesem Prüfsystem der Firma MTS handelt es sich um eine servohydraulische Hochfrequenz-Ermüdungsprüfmaschine mit einer maximal realisierbaren Prüffrequenz von 1 kHz. Derart hohe Frequenzen lassen sich zum einen durch die sehr kompakte Bauweise des Lastrahmens (verstärktes Querhaupt, verkürzte Säulen mit größerem Durchmesser, eine Sockelausführung in verstärkter Ausführung und eine Verbindungsstrebe zwischen den oberen Säulenenden zur Erhöhung der Steifigkeit) realisieren (**Bild 4-6a**).



**Bild 4-6:** a) Versuchsstand der 1 kHz-Prüfmaschine mit angebrachten Druckluftdüsen während eines VHCF-Versuchs bei RT (im Hintergrund: installiertes Induktionsheizsystem) und  
b) Resonanzprüfmaschine mit eingesetzter Induktionsheizung und an den Einspannungen angebrachten Kühlringen während eines VHCF-Hochtemperaturversuchs.

Das Prüfsystem verfügt weiterhin über ein speziell auf die Hochfrequenztechnik zugeschnittenes Servoventil (Voice-Coil-Ventil), welches durch eine elektromechanische Um-

schaltung und einen mehrstufigen Regelkreis das entsprechend schnelle Ansprechverhalten des Prüfsystems ermöglicht (**Morgan& Milligan 1997**). Das Leistungsspektrum der Hochfrequenz-Prüfmaschine liegt bei einer statischen Prüflast von  $\pm 25$  kN. Mit dem zugehörigen Softwarepaket können theoretisch verschiedenste Testanwendungen durchgeführt werden, von der einstufigen Zug-Druck-Wechselbeanspruchung bis hin zur Generierung von Lastkollektiven. Da sich das Regelverhalten der Maschine bei Veränderung der Prüffrequenz, Lastamplitude oder Probensteifigkeit stark verändert, war es direkt nach der Inbetriebnahme des Prüfstands notwendig, diese zu untersuchen und im Sinne eines Leistungsspektrums auszuwerten. Um das Leistungsspektrum der Maschine möglichst breit abzubilden, wurden aufgrund anderer laufender Projekte für die Prüfmatrix eine Aluminiumlegierung und ein Duplexstahl ausgewählt (**ZIMMERMANN&CHRIST 2007**). Diese beiden Materialien unterscheiden sich grundsätzlich sehr stark durch ihren E-Modul und damit durch ihre Steifigkeit. Der E-Modul der untersuchten Nickelbasis-Superlegierungen liegt zwischen 211 GPa und 226 GPa und somit im Bereich des Duplexstahls. Eine wichtige Erkenntnis aus dieser Auswertung ist, dass sich bei einer Frequenz von 760 Hz die geringste Regelabweichung unabhängig von der Probensteifigkeit einstellt (siehe **Bild A.4-1** im Anhang). Aufgrund dessen sind sämtliche Ermüdungsversuche für diese Arbeit an der servohydraulischen Hochfrequenz-Ermüdungsprüfmaschine bei 760 Hz durchgeführt worden. An dieser Stelle wird darauf hingewiesen, dass die optimale Versuchsfrequenz von 760 Hz (mit der geringsten Regelabweichung) nur für den servohydraulischen 1 kHz-Prüfstand am LMW der Universität Siegen gültig ist und aufgrund des komplexen Regelverhaltens nicht zwingend auf andere servohydraulische 1 kHz-Ermüdungsprüfmaschinen der Fa. MTS übertragen werden kann.

Bei der Abnahme der Maschine im März 2005 stellte sich heraus, dass die von MTS vorgesehene Probengeometrie für den geplanten Einsatzzweck nur bedingt geeignet ist. Ursprünglich wurde eine Schulterkopfprobe mit Querschnittsverjüngung verwendet. Aufgrund der Kerbwirkung im Bereich des Absatzes (Übergang von Schaft zu Schulterkopf) brachen die Proben am Schulterkopf bereits bei minimalen Abweichungen der Probenausrichtung. Die Probeneinspannung erfolgte hierbei über zwei Halbschalen, die mittels zweier Spannbacken fixiert wurden. Weitere Modifikationen, wie z.B. das Vergrößern des Übergangsradius zum Schulterkopf, brachten nicht den gewünschten Erfolg. Aus diesem Grund wurde eine neue Einspannung konstruiert. Das Gewicht der Konstruktion sollte aufgrund der hohen Beschleunigungen möglichst gering gehalten werden. Dabei stellte sich eine hydraulische Einspannung, welche die Probe kraftschlüssig hält, als geeignet heraus. Das hydraulische Einspannsystem wurde für Drücke bis 400 bar ausgelegt, was Spannkraft bis 25 kN (maximale

statische Kraft der Maschine) ermöglicht. Die hydraulische Einspannung wurde an der Seite der feststehenden Kraftmessdose (obere Einspannung) und am beweglichen Servozylinder (untere Einspannung) montiert. Bei ersten Vorversuchen stellte sich heraus, dass es aufgrund der hohen Prüffrequenzen zu Druckstößen in der unteren (beweglichen) Einspannung kam. Diese Druckstöße pflanzten sich durch das Hydrauliköl im Öldruckraum bis in die Schlauchzuführung fort. Aufgrund dieser Druckstöße erhitze sich der Hydraulikschlauch so stark, dass er zerbarst und somit undicht wurde. Um trotzdem hohe Prüffrequenzen im Bereich von 760 Hz zu ermöglichen, wurde die untere bewegliche hydraulische Einspannung daher gegen eine Gewindeeinspannung ersetzt. Die Gewindeeinspannung bestand aus einem Aufsatz mit einem Gewindezapfen (entsprechend des Gewindeanschlusses der Maschine) und einem Innengewinde (zur Befestigung der Probe). Die Proben haben somit einen zylindrischen Endteil für die obere hydraulische Einspannung und einen Endteil mit Gewinde für die untere bewegliche Gewindeeinspannung. Zur Sicherung gegen Lösen der Probe in der Gewindeeinspannung wurde sie mit einer Sechskantmutter gekontert. Im Anhang (**Bild A.4-2**) ist der Aufsatz für die untere Gewindeeinspannung sowie die Schnittzeichnung der hydraulischen oberen Einspannung dargestellt. Diese Einspannung konnte erfolgreich in Betrieb genommen werden, sodass herkömmliche zylindrische Probengeometrien ohne spannungsüberhöhende Kerben durch Schulterköpfe verwendet werden konnten, die den erfolgreichen Einsatz der Maschine ermöglichten.

Das Prüfsystem wurde zudem mit einer Hochfrequenz-Induktionsheizung ausgestattet, welche insbesondere zur Charakterisierung des isothermen VHCF-Verhaltens bei erhöhten Temperaturen der hochwarmfesten Nimonic-Legierungen zum Einsatz kam. Der Hochfrequenzgenerator der Fa. Hüttinger hat einen Frequenzbereich von 30-300 kHz und liefert eine Ausgangsleistung von 5 kW. Die maximale Prüftemperatur dieses Systems liegt, je nach Probenmaterial, bei ca. 1200°C, wobei die eingesetzten Kühlringe allerdings nur bis zur maximal in dieser Arbeit benötigten Prüftemperatur von 800°C ausgelegt sind.

Bei ersten Vorversuchen stellte sich heraus, dass sich die Proben aufgrund der hohen Prüffrequenzen stark erwärmten. Deshalb wurde neben der Induktionsheizung noch ein Druckluftkühlsystem installiert, um eine Probenerwärmung bei RT-Versuchen auf ein Minimum zu reduzieren. Dabei wurde die Probe mit einem Druckluftsystem, bestehend aus 3 Düsen mit einem Versatz von jeweils 120°, gekühlt (siehe **Bild 4-6a**).

### 4.3.3 Resonanzpulsator

Die Resonanzprüfmaschine des Typs Testronic der Fa. Rumul wurde Anfang 2007 am LMW installiert und ist für Kräfte bis zu  $\pm 125$  kN und Schwingwege bis zu 8 mm konzipiert. Der realisierbare Frequenzbereich reicht von 45 Hz bis ca. 260 Hz. Die Kraftaufbringung erfolgt mittels eines in seiner Masse in insgesamt 8 Stufen veränderbaren Masseschwingers und erlaubt somit in Abhängigkeit der Probensteifigkeit die Abdeckung eines breiten Frequenz- und Amplitudenspektrums. Wie auch an den anderen Hochfrequenz-Prüfmaschinen muss eine Druckluftkühlung zur Verhinderung der Probenerwärmung bei RT-Versuchen an das Prüfsystem angebracht werden. In **Bild 4-6b** ist die Resonanzprüfmaschine mit der konstruierten, von außen einschwenkbaren Vorrichtung zur Aufnahme der Induktionsheizung während eines Hochtemperaturversuchs ohne die bei RT-Versuchen benötigte Druckluftkühlung dargestellt. Wie auch bei der servohydraulischen 1 kHz-Prüfmaschine sind bei der Resonanzprüfmaschine Sicherungsschaltungen installiert, welche ein geregeltes Abschalten des Induktionsheizsystems bei Versuchsende oder Thermoelementbruch ermöglichen.

## 4.4 Versuchsparmeter

Die innerhalb dieser Arbeit untersuchten Einflüsse auf das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich umfassten neben dem Ausscheidungszustand ( $m_a$ ,  $u_a$  und  $a_f$ ) und dem Vorverformungszustand die Prüftemperatur, das unterschiedliche Gleitverhalten der untersuchten Werkstoffe (Nimonic-Legierungen und Nickel), die Prüffrequenz und die unterschiedliche Oberflächenbeschaffenheit (mechanisch (mp) und elektrolytisch poliert (ep)). Röntgendiffraktometrische Messungen an beiden Oberflächenzuständen beim Kooperationspartner in Bremen zeigten, dass die mechanisch polierte Oberfläche höhere Druckeigenstressungen (DES) als die elektrolytisch polierte aufwies. Im Mittel lagen die gemessenen DES mit -400 MPa für die mp-Oberfläche gegenüber -175 MPa für die ep-Oberfläche deutlich höher. Die Messungen an den Rundproben erfolgten immer in Längsrichtung, also parallel zur Belastungsrichtung. Die bei den mp-Proben höhere induzierte Druckeigenstressung und die damit verbundene Oberflächenaufrauung im Vergleich zu den ep-Proben kann somit direkt mit der erreichten Lebensdauer bzw. der ertragbaren Spannungsamplitude im VHCF-Bereich korreliert werden.

Einen Überblick über die Versuchsparmeter gibt **Tabelle 4-5**. Die Referenzversuche im LCF- und HCF-Bereich zum Vergleich der Schädigungsmechanismen bei RT wurden alle an einer konventionellen servohydraulischen Prüfmaschine bei niedrigen Frequenzen durchgeführt. Für die VHCF-Versuche galt es zu beachten, dass an der Ultraschallprüfmaschine nur

Versuche bei RT und ohne Vorverformung durchgeführt werden konnten, da einerseits keine Induktionsheizung installiert war und andererseits aufgrund des Einsatzes von sanduhrförmigen Proben kein definierter Vorverformungszustand einstellbar war.

**Tabelle 4-5:** Gesamte Versuchsmatrix (LCF- bis VHCF-Bereich) der untersuchten Werkstoffe.

		LCF	HCF	VHCF			
		f = 0,25-1 Hz	f ≈ 75 Hz bzw. f ≈ 110 Hz	f ≈ 110-130 Hz (RT-800°C), f = 760 Hz (RT-800°C) und f ≈ 20 kHz (nur bei RT und $\epsilon_{ges, v} = 0\%$ )			
		RT	RT	RT	400°C	600°C	800°C
		$\epsilon_{ges, v} = 0\%$ und 8%		$\epsilon_{ges, v} = 0\%$ , 4% und 8%			
<b>Nimonic 80A (ma-Zustand)</b>		x <sup>I</sup>	x	x <sup>I-III</sup>	x	x <sup>V</sup>	x <sup>V</sup>
<b>Nimonic 80A (üa-Zustand)</b>		x	x	x <sup>I-IV</sup>	x	x <sup>I</sup>	x
<b>Nimonic 75 (af-Zustand)</b>		x	x	x <sup>I-III</sup>		x	x
<b>Nickel</b>		x	x	x <sup>II-IV</sup>			

- I zusätzlich Referenzversuche mit mechanisch (mp) statt elektrolytisch (ep) polierter Oberfläche bei  $\epsilon_{ges, v} = 0\%$
- II zusätzlich Referenzversuche bei f = 5 Hz ohne und mit Vorverformung ( $\epsilon_{ges, v} = 0\%$  und 8%)
- III zusätzlich Referenzversuche nach Vorverformung ( $\epsilon_{ges, v} = 8\%$ ) und anschließendem elektrolytischem Polieren der Oberfläche ( $\epsilon_{ges, v} = 8\% + ep$ )
- IV zusätzlich Referenzversuche bei f = 25 Hz bzw. 35 Hz ohne Vorverformung ( $\epsilon_{ges, v} = 0\%$ )
- V zusätzlich Referenzversuche bei f = 2 Hz, 4 Hz bzw. 50 Hz ohne Vorverformung ( $\epsilon_{ges, v} = 0\%$ )

## 4.5 Methoden zur Gefügecharakterisierung und Probenpräparation

Die Gefügeuntersuchungen erfolgten mittels Lichtmikroskopie (LM), Rasterelektronen-Mikroskopie (REM), Rasterdurchstrahlungselektronen-Mikroskopie (STEM) und Transmissions-elektronen-Mikroskopie (TEM).

### 4.5.1 Lichtmikroskopie

Die Proben der untersuchten Werkstoffe für die Bestimmung der Korngröße am Lichtmikroskop (LM) wurden nach dem Einbetten, Schleifen und Polieren chemisch geätzt. Die Korngrößenbestimmung erfolgte mittels Lichtmikroskopie unter Anwendung des Linienschnittverfahrens. Die eingesetzte Ätzlösung für die lichtmikroskopischen Schliffe bestand aus 32%-iger Salzsäure und 30%-igem Wasserstoffperoxid im Verhältnis 25:1 für die Nickelbasis-Superlegierungen (Ätzzeit: 10-15 Sekunden) und aus jeweils 50 ml destilliertem Wasser und 32%-iger Salzsäure plus 10 g Kupfersulfat für reines Nickel (Ätzzeit: 5-10 Sekunden).

#### 4.5.2 Rasterelektronenmikroskopie

Zwei Arten von Rasterelektronenmikroskopen (REM) kamen bei den Untersuchungen zum Einsatz. Der Schwerpunkt bildete dabei das REM der Fa. Philips vom Typ XL 30, welches hauptsächlich zur Ermittlung der Gleitbandentwicklung und der daraus resultierenden Mikrorissbildung in Oberflächenkörnern während der Ermüdungsversuche eingesetzt wurde. Neben der Gleitbandentwicklung an den Oberflächenkörnern wurden fraktographische Untersuchungen für die Feststellung des Rissbildungsortes in Abhängigkeit von der mechanischen Vorgeschichte, der Spannungsamplitude und der Prüftemperatur durchgeführt.

Zur Bestimmung der  $\gamma'$ -Teilchengröße, -form und -anordnung sowie des Volumengehaltes der  $\gamma'$ -Ausscheidungen wurde ein ultrahochauflösendes Feldemissions-Rasterelektronenmikroskop der Fa. Zeiss vom Typ Ultra 55 eingesetzt, da dieses Gerät zusätzlich mit einem Rastertransmissions-Elektronenmikroskop-Modus (STEM, engl.: scanning transmission electron microscopy) ausgestattet war und somit ergänzend zu TEM-Untersuchungen hinsichtlich der Ausscheidungsmorphologie eingesetzt werden konnte. Somit war es möglich, die  $\gamma'$ -Morphologie in beiden Ausscheidungszuständen an der TEM-Lamellenoberfläche oder im Lamellenvolumen im Werkstoffinneren zu untersuchen. Mit der im Gerät integrierten energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDS-Analyse) konnten quantitative Elementanalysen jeweils von der Matrix  $\gamma$ , den Ausscheidungen  $\gamma'$  und beiden Phasen ( $\gamma+\gamma'$ ) zur Bestimmung des Volumengehalts  $V(\gamma')$  durchgeführt werden

Zur Charakterisierung der Anordnung und Größe der  $\gamma'$ -Ausscheidungen im ma- und im üa-Zustand wurden für die TEM- und STEM-Untersuchungen dünne Scheiben, parallel zur Stirnfläche der Glühproben mit Hilfe einer Low Speed Säge abgesägt und anschließend auf eine Dicke von 80-100  $\mu\text{m}$  (Körnung 4000) heruntergeschliffen. Aus den so präparierten Proben wurden Scheiben mit 3 mm Durchmesser gestanzt. Im Anschluss daran wurden die Scheiben mit einer Düsenstrahlapparatur bei mittlerer Durchflussrate elektrochemisch zu durchstrahlbaren Folien gedünnt. Dazu wurde derselbe Elektrolyt (10 Teile 96%-ige Essigsäure und 1 Teil 60%-ige Perchlorsäure) und die gleichen Einstellparameter ( $T = +14^\circ\text{C}$ ,  $U = 40\text{ V}$ ) wie beim elektrolytischen Polieren der Probenoberflächen verwendet.

#### 4.5.3 Elektronen-Rückstreubeugung

Zur Bestimmung von kristallographischen Orientierungsverteilungen der Körner in den ermüdeten Proben wurde die Electron Back Scattering Diffraction-Technik (EBSD, Elektronen-Rückstreubeugung) eingesetzt. Sie wurde in dieser Arbeit am REM Philips XL 30

eingesetzt. Zur Darstellung der gewonnenen Daten wurde die Software Orientation Imaging Microscopy (OIM) verwendet. So konnte von einem elektrolytisch polierten Oberflächenbereich mit mehreren Körnern der jeweilige Schmid-Faktor der  $\{111\}\langle 110\rangle$ -Gleitsysteme im kfz-Gitter innerhalb eines Kornes bestimmt werden. Die Untersuchungen zum Schmid-Faktor waren auf die dichtest gepackten Ebenen beschränkt, da wegen der exponentiellen Abhängigkeit die Peierlsspannung in anderen Gleitsystemen in kfz-Werkstoffen viel größer ist und somit üblicherweise Gleitung nur auf den  $\{111\}\langle 110\rangle$ -Gleitsystemen im kfz-Gitter stattfindet. Das Gleitsystem mit dem höchsten Schmid-Faktor erreicht als erstes die kritische Schubspannung und trägt somit die plastische Verformung (GOTTSTEIN 2007). Von besonderem Interesse waren die Charakterisierung von mit Gleitlinien bedeckten Oberflächenkörnern infolge der Ermüdung und der Körner im Probeninneren an aus Ermüdungsproben entnommenen TEM-Folien. Für die Untersuchungen zur Gleitbandentwicklung wurden zylindrische, elektrolytisch polierte Proben verwendet, welche auf gegenüberliegenden Seiten in der Mitte der Messlänge einen flachen Kerb („shallow-notch“) aufwiesen (siehe **Bild A.2-2** im Anhang). Zweck der eingefrästen Kerbe war es einerseits durch die Querschnittsreduzierung und der sich daraus ergebenden Spannungsüberhöhung die zu untersuchende Körneranzahl lokal zu begrenzen. Andererseits musste die Oberfläche für die EBSD-Untersuchungen zur eindeutigen Ermittlung der Kornorientierungsdaten flach sein. Aufgrund des Shallow-Notches ergab sich ein Kerbfaktor von ca. 1,08, wodurch sich die anhand der Querschnittsfläche der zylindrischen Proben berechneten Spannungen um ca. 8% erhöhten. Die Spannungsangaben bei diesen Untersuchungen beziehen sich in dieser Arbeit allerdings grundsätzlich auf den Nennquerschnitt.

#### 4.5.4 Transmissionselektronenmikroskopie

Die TEM-Untersuchungen wurden vornehmlich mit einem Hitachi H-8100 Mikroskop mit LaB<sub>6</sub>-Kathode bei einer Beschleunigungsspannung von 200 kV durchgeführt. Zur Untersuchung des Gefüges wurden Einfach- und Doppelkipphalter für die Charakterisierung der  $\gamma'$ -Ausscheidungen bzw. zur geeigneten Einstellung einer Orientierung für die Visualisierung der Versetzungsanordnungen verwendet. Alle TEM-Proben zur Charakterisierung des Gleitverhaltens und Wechselwirkungseffekten Versetzungen/Ausscheidungen wurden parallel zur Spannungsachse entnommen und anschließend mit den gleichen Parametern wie die TEM-Proben zur Bestimmung der Ausscheidungsmorphologie elektrolytisch gedünnt. Die Orientierung der Spannungsachse an der zu durchstrahlenden Folie wurde durch Ausstanzen der TEM-Probe mit einer Bezugskante parallel zur Belastungsrichtung sichergestellt. Um

definierte Einstrahlbedingungen und einen möglichst hohen Kontrast zu erzielen, wurden die Hellfeldaufnahmen ausschließlich im Zweistrahlfall durchgeführt. Die Orientierungsbedingungen konnten in den meisten Fällen durch das jeweilige Beugungsbild zweifelsfrei identifiziert werden. Durch die im VHCF-Bereich nur lokal auftretende plastische Verformung bzw. Versetzungsbewegung ist die Charakterisierung der Versetzungs/Ausscheidungs-Wechselwirkungen erschwert und sehr zeitaufwändig.

## 5 Ergebnisse und Diskussion

In dem folgenden Kapitel werden die Ergebnisse sämtlicher Wechselverformungsversuche für den maximal ausscheidungsgehärteten, überalterten und ausscheidungsfreien Zustand sowie Nickel behandelt und aufgrund der großen Anzahl an variierenden Untersuchungsparametern direkt diskutiert. Im Anschluss an die Beschreibung der Ausscheidungszustände werden zunächst der Einfluss der Ausscheidungsmorphologie und des Versetzungsgleichcharakters auf das Ermüdungsverhalten, ausgehend vom LCF- bis in den VHCF-Bereich hinein, für alle Werkstoffe ohne Vorverformung bei RT anhand von Lebensdauerdiagrammen dargestellt. Die unterschiedlichen Schädigungsmechanismen im LCF- und VHCF-Bereich werden anhand von TEM- und REM-Untersuchungen sowie Wechselverformungskurven charakterisiert. Fortführend wird auf die Besonderheiten bei einer erhöhten isothermen Prüftemperatur bis 800°C bezüglich des Ermüdungsverhaltens im VHCF-Bereich eingegangen und wiederum mittels TEM-Untersuchungen und Lebensdauerdaten im Vergleich zu RT-Versuchen erörtert. Aufgrund der großen Anzahl an Versuchsparametern wird der Einfluss der Versuchsfrequenz ( $f \approx 130$  Hz,  $f = 760$  Hz und  $f \approx 20$  kHz) und des Oberflächenzustands (elektrolytisch (ep) und mechanisch poliert (mp)) anhand von Lebensdauerdiagrammen für den VHCF-Bereich separat betrachtet.

Aufbauend auf den bis dahin gewonnenen Erkenntnissen wird daraufhin der Einfluss einer RT-Vorverformung auf die RT-Ermüdungseigenschaften vom LCF- bis in den VHCF-Bereich dargelegt. Da alle Versuche in Kraftregelung durchgeführt werden, kann auf den Einfluss der unterschiedlichen Versuchsführungen (kraft- bzw. dehnungsgeregelt) gegenüber den aus der Literatur bekannten Lebensdauerdaten von vorverformten in Dehnungsregelung ermüdeten Proben bezüglich des Wechselverformungsverhaltens und der Lebensdauer im LCF- und HCF-Bereich eingegangen werden. Die bezüglich der Schädigungscharakterisierung umfassendsten VHCF-Ermüdungsversuche, bestehend aus einer Vorverformung und erhöhter Prüftemperatur während der anschließenden Ermüdung, werden daraufhin den Ermüdungsversuchen bei RT mit Vorverformung gegenübergestellt und die jeweils auftretenden Besonderheiten einer mechanischen Vorgeschichte bezüglich der mikrostrukturellen Untersuchungen in Kombination mit der Lebensdauer diskutiert. Anschließend wird auch auf die Rissbildungsmechanismen im VHCF-Bereich für die große Anzahl an variierenden Versuchsparametern (zyklische Verformungstemperatur, Vorverformungsgrad und Ausscheidungszustand) eingegangen und wiederum vor dem Hintergrund der Literatur diskutiert.

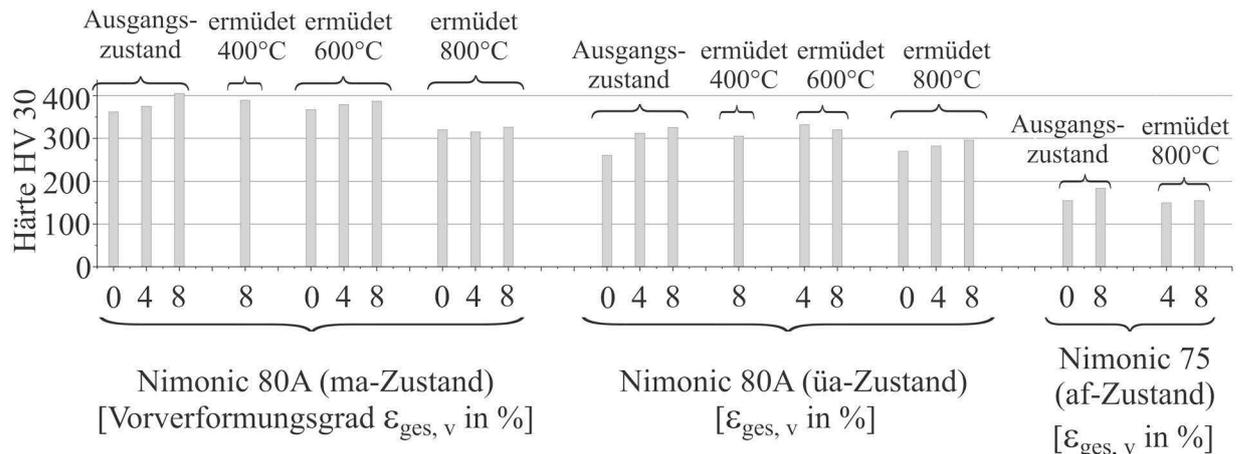
Des Weiteren wird, ausgehend von den experimentell ermittelten Kennwerten, die Lebensdauer kennlinie sowohl lastspielzahlübergreifend (LCF-VHCF) als auch aufgrund der häufig auftretenden geringeren Neigung der Wöhlerlinie oberhalb des klassischen Dauerfestigkeitsbereich nur mit den ermittelten Messpunkten aus dem Bereich HCF-VHCF (ca.  $10^6$  bis  $5 \times 10^8$  Zyklen) und dem VHCF-Bereich durch die phänomenologischen Ansätze von Basquin und Coffin-Manson bestimmt. Die Güte der ermittelten Basquin-Coffin-Manson Parameter ist somit für den Vergleich zwischen berechneter und gemessener Lebensdauer eindeutig bestimmbar, wobei vereinfachend angenommen wird, dass bereits bei den in dieser Arbeit verwendeten Werkstoffen im Übergangsbereich HCF/VHCF nur der Basquin-Anteil aufgrund des geringen und konventionell nicht messbaren plastischen Dehnungsanteils zum Tragen kommt. Der Coffin-Manson-Anteil wird daher bei der phänomenologischen Beschreibung der Lebensdauer für den Übergangsbereich HCF/VHCF vernachlässigt.

In einer abschließenden zusammenfassenden Diskussion (**Kapitel 6**) werden die gewonnenen Erkenntnisse hinsichtlich der überlagerten Schädigungsmechanismen im VHCF-Bereich bezüglich des Versetzungsgleitverhaltens, den Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und Ausscheidungen sowie die Rissinitiierungsmechanismen in Abhängigkeit von der Prüftemperatur, der mechanischen Vorgeschichte und des Ausscheidungszustands übergeordnet diskutiert und in schematischen Darstellungen modellhaft beschrieben. Aufgrund der nicht zuverlässigen phänomenologischen Beschreibung der Lebensdauer im VHCF-Bereich werden schließlich konservative Versagensschwellenwerte für eine definierte Grenzlastspielzahl im VHCF-Bereich für die untersuchten Werkstoffe definiert.

## 5.1 Mikrostruktur der ausscheidungsgehärteten Zustände

Beide Ausscheidungszustände der Legierung Nimonic 80A wurden hinsichtlich der  $\gamma'$ -Teilchengröße, -form und -anordnung mittels TEM und STEM charakterisiert. Die so eingestellten Mikrostrukturen sind die Grundlage für die Untersuchungen zum Versetzungsgleitverhalten (planar oder wellig) sowie zu den relevanten Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und Ausscheidungen bei den Ermüdungsversuchen im VHCF-Bereich. Zur Bestimmung der Wärmebehandlung zum Einstellen des maximal ausscheidungsgehärteten und des überalterten Zustands von Nimonic 80A wurden eine Vielzahl von Auslagerungsversuchen mit anschließender Härtemessung durchgeführt. Die Härteprüfungen erfolgten nach dem in DIN 50133 genormten Vickers-Verfahren. Wie in **Bild 5-1** zu sehen ist, korreliert die Härte, welche auf der Basis von jeweils 3 Härtemessungen ermittelt wurde, mit den monotonen Festigkeitswerten der Ausscheidungszustände, wie sie bereits in **Kapitel 4** vorgestellt wurden.

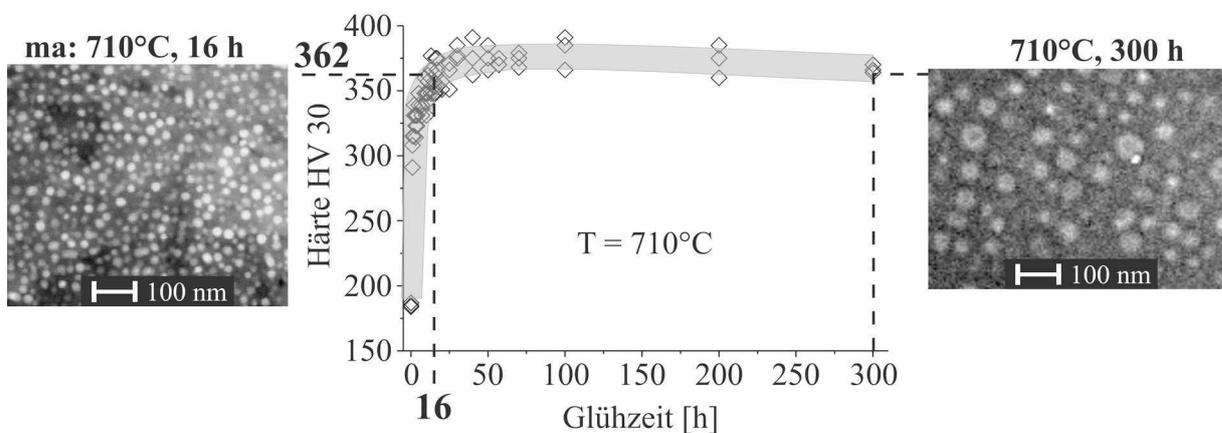
Die Härte steigt mit zunehmender  $\gamma'$ -Ausscheidungshärtung von 155 HV 30 (af-Zustand) auf 261 HV 30 (üa-Zustand) bis hin zu einer maximalen Härte von 362 HV 30 (ma-Zustand) an. Nach einer Vorverformung von 8% Gesamtdehnung steigen die Härtewerte im kaltverfestigten Zustand auf 184 HV 30 (af), 325 HV 30 (üa) und 406 HV 30 (ma) aufgrund einer erhöhten Versetzungsdichte an. In **Bild 5-1** sind sämtliche gemessenen Härtewerte nach isothermen Ermüdungsversuchen (RT-800°C) ohne und mit Vorverformung angezeigt.



**Bild 5-1:** Gemessene Härtewerte in der Messlänge nach verschiedenen Vorverformungsgraden und anschließenden Wechselverformungsversuchen bei 400°C, 600°C und 800°C für alle 3 Ausscheidungs Zustände (ma, üa und af).

### 5.1.1 Maximal ausscheidungsgehärteter Zustand

Um die Herstellerangaben für den maximal ausscheidungsgehärteten Zustand (710°C bei einer Glühzeit von 16 Stunden) zu kontrollieren, wurde die Auslagerungsdauer zwischen 1 Stunde und 300 Stunden variiert. Die sich in Abhängigkeit von der Auslagerungsdauer ergebende Vickershärte ist in **Bild 5-2** aufgetragen.



**Bild 5-2:** Härte in Abhängigkeit von der Glühzeit und zugehörige  $\gamma'$ -Ausscheidungsgrößen nach 16 h (ma-Zustand) und 300 h bei einer Glühtemperatur von 710°C.

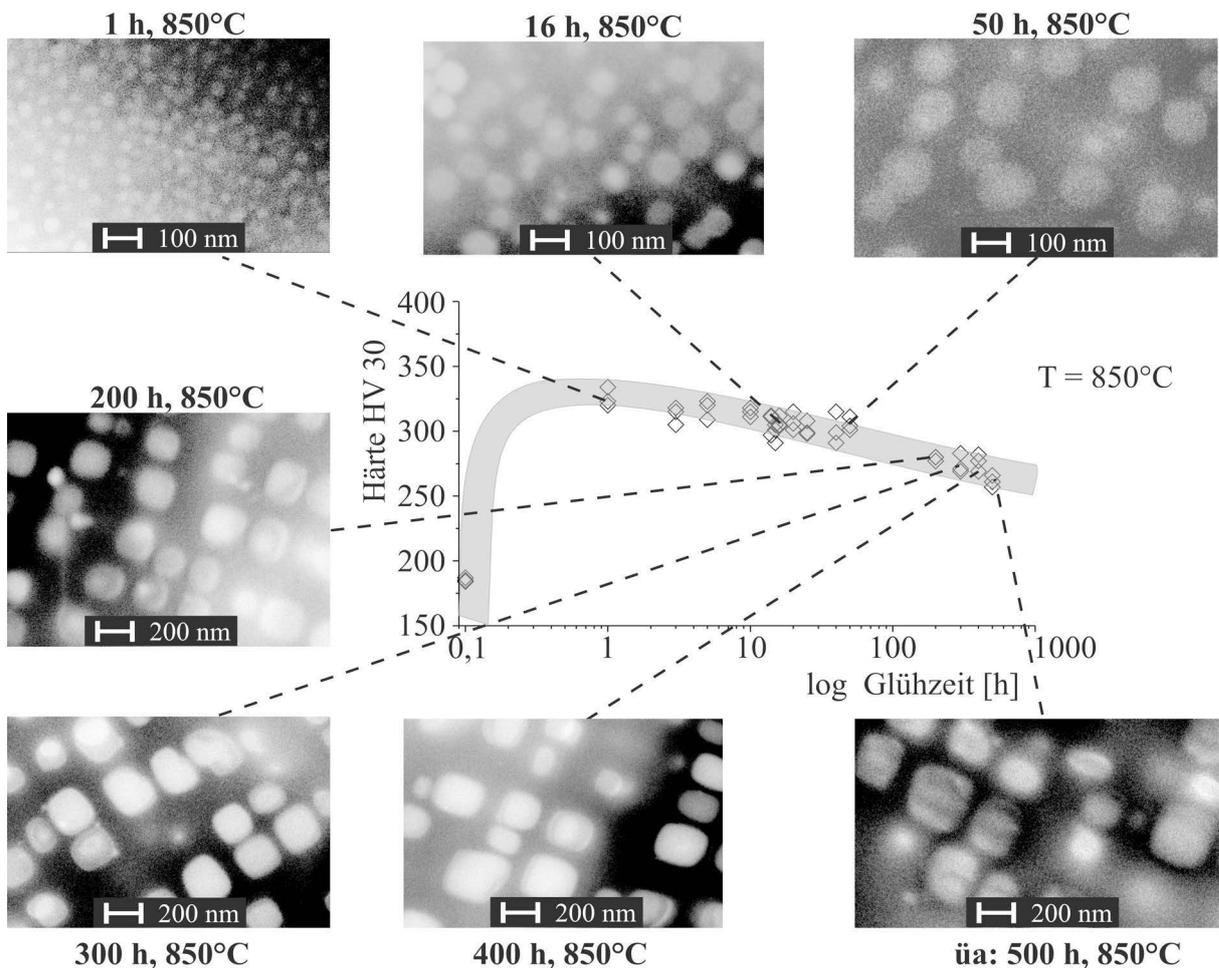
Der ma-Zustand stellt sich nach Herstellerangaben nach einer Glühzeit von 16 Stunden ein und kann mit der hier durchgeführten Wärmebehandlung in etwa bestätigt werden. Der mittlere  $\gamma'$ -Teilchendurchmesser beträgt im ma-Zustand ca. 20 nm. Zudem liegt hier der Zustand der maximalen Härte von 362 HV 30 innerhalb der gegebenen Streuung vor. Die  $\gamma'$ -Ausscheidungen des ma-Zustands entsprechen der Morphologie von regellos angeordneten Kugeln. Auch nach 300 Stunden Glühzeit ist kein deutlicher Härteabfall zu verzeichnen, wobei die Teilchen bis auf einen Durchmesser von ca. 35-40 nm geringfügig wachsen.

### 5.1.2 Überalterter Zustand

Aufgrund der Temperaturabhängigkeit der Wachstumsgeschwindigkeit der  $\gamma'$ -Ausscheidungen wurde in Anlehnung an **REPPICH et al. 1982** und **REPPICH&SCHUMANN 1988** für den überalterten Zustand eine erhöhte Auslagerungstemperatur von 850°C bei einer Auslagerungsdauer von 500 Stunden gewählt. In **Bild 5-3** ist für den üa-Zustand die Härte in Abhängigkeit von der Auslagerungsdauer und der dazugehörigen Ausscheidungsmorphologie bei 850°C aufgetragen.

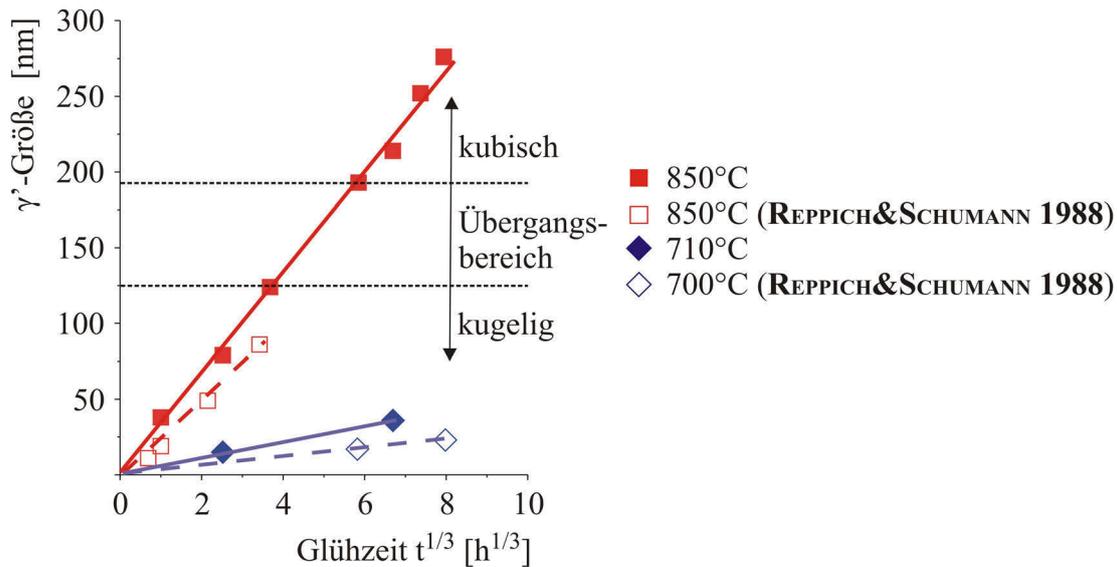
Die maximalen Härtewerte im überalterten Zustand sind bereits nach 1 Stunde Glühzeit erreicht und liegen ca. 40 HV 30 unterhalb des Wertes im maximal ausscheidungsgehärteten Zustand. Der üa-Zustand von Nimonic 80A unterscheidet sich gegenüber dem ma-Zustand im Wesentlichen durch die Größe und Form der  $\gamma'$ -Ausscheidungen. Durch die Ausscheidungshärtung bei höheren Temperaturen wandeln sich die regellos angeordneten kugeligen  $\gamma'$ -Ausscheidungen in würfelförmige  $\gamma'$ -Ausscheidungen mit zeitlicher Ausrichtung in den elastisch weichen  $\langle 100 \rangle$ -Richtungen um. Diese Effekte lassen sich mit Kohärenzspannungen, die aufgrund von Gitterfehlpasungen  $\delta \neq 0$  ( $\delta$  (Nimonic 80A) = +0,32%, **REPPICH&SCHUMANN 1988**) an den Grenzflächen zwischen Matrix und Teilchen auftreten, erklären. Dabei wird die Gesamtenergie des Systems bei hohen Auslagerungstemperaturen durch eine Minimierung der elastischen Verzerrungsenergie reduziert und damit ein energetisch stabilerer Zustand erreicht. Dies erfolgt durch eine Änderung der Teilchenform (Kugel  $\Rightarrow$  Würfel) und durch eine regelmäßige Anordnung der Ausscheidungen in den elastisch weichen  $\langle 100 \rangle$ -Richtungen. Vertiefte Untersuchungen zur Morphologie und Anordnung kohärenter  $\gamma'$ -Ausscheidungen sind u.a. in **HORNBOGEN&ROTH 1967** zu finden. Im üa-Zustand ist ein Härteabfall von 362 HV 30 (ma-Zustand) auf 261 HV 30 zu verzeichnen. Mit einer Kantenlänge von 250-300 nm sind die  $\gamma'$ -Ausscheidungen im Vergleich zum ma-Zustand stark überaltert. Für den überalterten Zustand wird erwartet, dass während der zyklischen Verformung bei RT möglichst ausschließlich Teilchenumgehungsprozesse stattfinden. Dies ist der Fall, wenn die

Ausscheidungen so groß sind, dass sie von den Versetzungen nicht mehr geschnitten werden. Nach **REPPICH et al. 1982** beginnt die Orowan-Umgehung für Nimonic PE16 ( $\gamma'$ -Volumenanteil ähnlich wie bei Nimonic 80A) ab einem Ausscheidungsdurchmesser von 200 nm. Somit werden im Vergleich zum ma-Zustand aufgrund der stark gewachsenen Teilchen im üa-Zustand deutliche Unterschiede hinsichtlich der resultierenden Versetzungs/Ausscheidungs-Wechselwirkungen erwartet.



**Bild 5-3:** Härte in Abhängigkeit von der Glühzeit und zugehörige  $\gamma'$ -Ausscheidungsgrößen nach 1 h, 16 h, 50 h, 200 h, 300 h, 400 h und 500 h (üa-Zustand) bei einer Glüh­temperatur von 850°C.

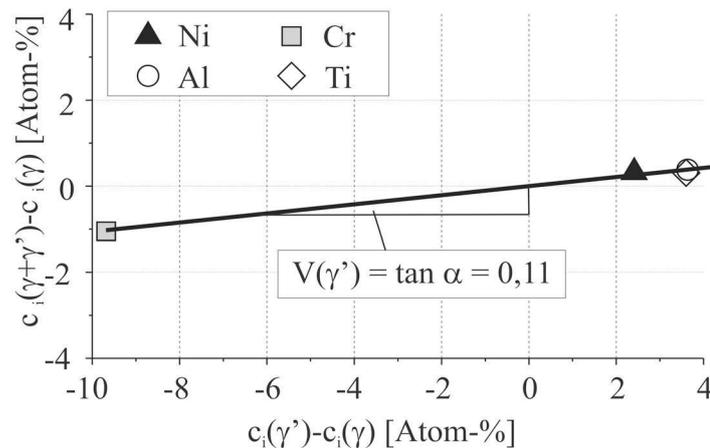
Ergänzend demonstrieren die Härtemessungen und die dazugehörige  $\gamma'$ -Teilchengröße bei 850°C, dass die  $\gamma'$ -Ausscheidungen gemäß der bekannten Wagner-Lifshitz-Slyozov-Beziehung ( $t^{1/3}$ -Gesetz), aufgetragen in **Bild 5-4**, durch volumendiffusionskontrollierte Ostwald-Reifung unabhängig vom Grad der Gitterfehlpassung, dem  $\gamma'$ -Volumenanteil und der  $\gamma'$ -Partikelform wachsen (**BALDAN 2002**). Die Differenz der ermittelten durchschnittlichen  $\gamma'$ -Teilchengröße gegenüber der von **REPPICH&SCHUMANN 1988** veröffentlichten kann hauptsächlich durch den etwas geringeren Gehalt an Aluminium und Titan in der damals untersuchten Nimonic 80A-Charge begründet werden.



**Bild 5-4:**  $\gamma'$ -Partikelgröße in Abhängigkeit von der kubischen Wurzel der Glühzeit  $t$  für zwei verschiedene Chargen von Nimonic 80A bei verschiedenen Ausscheidungstemperaturen.

### 5.1.3 Volumenanteilsbestimmung der $\gamma'$ -Phase

Aus der Literatur ist zu entnehmen, dass der Volumenanteil der  $\gamma'$ -Ausscheidungen in Nimonic 80A zwischen 5% und 20% liegt (siehe z.B. die Untersuchungen von **GIBBONS&HOPKINS 1971**, **MELANDER&PERSSON 1978** und **KEMPF 1983**). Für den zugehörigen  $\gamma'$ -Volumenanteil des  $\bar{\alpha}$ -Zustands ergibt sich nach dem Verfahren der chemischen Analyse (**BLAVETTE et al. 1985** und **MANGEN et al. 1985**) ein Wert von 11%. **REPPICH&SCHUMANN 1988** geben bei gleicher Ausscheidungstemperatur (850°C) und -zeit (500 h) für den  $\bar{\alpha}$ -Zustand einen Volumensättigungswert  $V(\gamma')_{\infty}$  der  $\gamma'$ -Phase von 8,5% für Nimonic 80A an, wobei dieser Wert allerdings mit Hilfe der analytischen Bestimmung auf der Basis von Ausscheidungsgröße, Ausscheidungshäufigkeit und TEM-Foliendickenbestimmung (**GOODHEW&CHESCOE 1980**) ermittelt wurde und die Titan- (2,47 Massen-%) und Aluminiumkonzentration (1,53 Massen-%) in der von **REPPICH&SCHUMANN 1988** untersuchten Charge etwas geringer war (Vergleiche **Tabelle 4-1**). Bei der chemischen Analyse werden mit Hilfe der energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDS) die Elementarzusammensetzungen der  $\gamma'$ -Phase, der  $\gamma$ -Phase und des Gesamtwerkstoffs ( $\gamma'$ - und  $\gamma$ -Phase) bestimmt und anschließend die Zusammensetzungsdifferenzen derart gegeneinander aufgetragen, dass aus der Steigung der ermittelten Geraden der Volumenbruchteil  $V(\gamma')$  folgt (**Bild 5-5**).

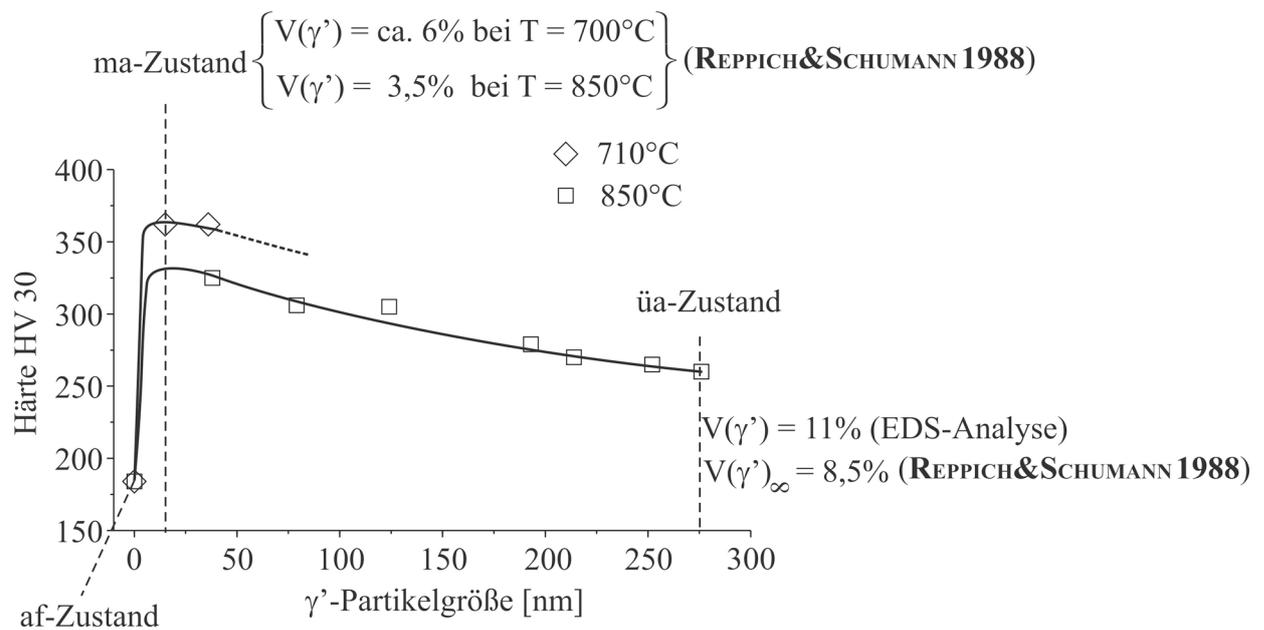


**Bild 5-5:** Auswertung von EDS-Analysen der  $\gamma$ - und der überalterten  $\gamma'$ -Phase zur Bestimmung von  $V(\gamma')$  im  $\mu\alpha$ -Zustand von Nimonic 80A.

Die EDS-Messungen zur Bestimmung der Zusammensetzung der Einzelphasen erfolgt an für TEM-Untersuchungen präparierten Folien an einem ultrahochauflösenden Feldemissionsrastermikroskop. Auf eine exakte Bestimmung des Volumenbruchteils  $V(\gamma')$  im  $\mu\alpha$ -Zustand wird verzichtet, da die fein verteilten  $\gamma'$ -Teilchen auch mit einer hohen Strahlfokussierung nicht eindeutig getrennt werden können und somit eine exakte  $V(\gamma')$ -Bestimmung mit diesem Verfahren nicht möglich ist.  $V(\gamma')$ -Messungen an Nimonic 90 (PILLHÖFER 1982) zeigen, dass der ausgeschiedene  $V(\gamma')$ -Gehalt der allgemeinen Johnson-Mehl-Avrami-Formel gehorcht und somit kontinuierlich mit der Ausscheidungszeit und dem  $\gamma'$ -Teilchendurchmesser bis zu einem  $V(\gamma')_\infty$ -Sättigungswert ansteigt. Des Weiteren steigt der  $V(\gamma')$ -Gehalt von Nimonic 90 bei niedrigerer Ausscheidungstemperatur (850°C gegenüber 950°C) wesentlich stärker an und mündet schließlich bei der niedrigeren Ausscheidungstemperatur (850°C) in einen höheren  $V(\gamma')_\infty$ -Sättigungswert. Da der  $V(\gamma')$ -Gehalt bei niedrigerer Ausscheidungstemperatur höher ist, liegen die Härteverläufe (Härte korreliert mit der kritischen Schubspannung) von Nimonic 80A bei gleicher  $\gamma'$ -Partikelgröße im Falle der Ausscheidungstemperatur von 710°C systematisch über den Härteverläufen bei 850°C, **Bild 5-6**.

Die Härte steigt bei beiden Ausscheidungstemperaturen (710°C und 850°C) relativ schnell bis zu einem Maximum bei einer  $\gamma'$ -Teilchengröße von ca. 20 nm an. Dem schließt sich ein allmählicher Abfall zu großen Teilchendurchmessern an, wobei aufgrund der geringen Wachstumsgeschwindigkeit der  $\gamma'$ -Teilchen bei 710°C der Härteverlauf oberhalb einem Durchmesser von ca. 40 nm (300 h Glühzeit) nur noch angedeutet ist (siehe gestrichelte Trendlinie in **Bild 5-6**). Der Volumenanteil und der Durchmesser der  $\gamma'$ -Phase bestimmen somit entscheidend die Festigkeit des Gefüges. Der  $V(\gamma')$ -Gehalt im  $\mu\alpha$ -Zustand kann durch

Vergleichen der in **Bild 5-6** eingetragenen  $V(\gamma')$ -Gehalte aus der Literatur (**REPPICH&SCHUMANN 1988**) ungefähr abgeschätzt werden und dürfte unter Berücksichtigung des höheren  $V(\gamma')_{\infty}$ -Sättigungswertes im  $\ddot{u}$ a-Zustand (11% gegenüber 8,5%) und den angegebenen 6%  $V(\gamma')$ -Gehalt bei einer etwas geringeren Ausscheidungstemperatur von 700°C (gegenüber 710°C) im ma-Zustand im Bereich 8-10% liegen. Demzufolge kann höchstwahrscheinlich aufgrund der geringen Abweichung des  $V(\gamma')$ -Gehaltes im maximal ausscheidungsgehärteten und überalterten Zustand in Nimonic 80A ein signifikanter Einfluss des  $\gamma'$ -Volumenanteils auf das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich bei RT ausgeschlossen werden.



**Bild 5-6:** Härte HV 30 und Volumengehalt  $V(\gamma')$  in Abhängigkeit von der  $\gamma'$ -Partikelgröße bei einer Ausscheidungstemperatur von 710°C und 850°C.

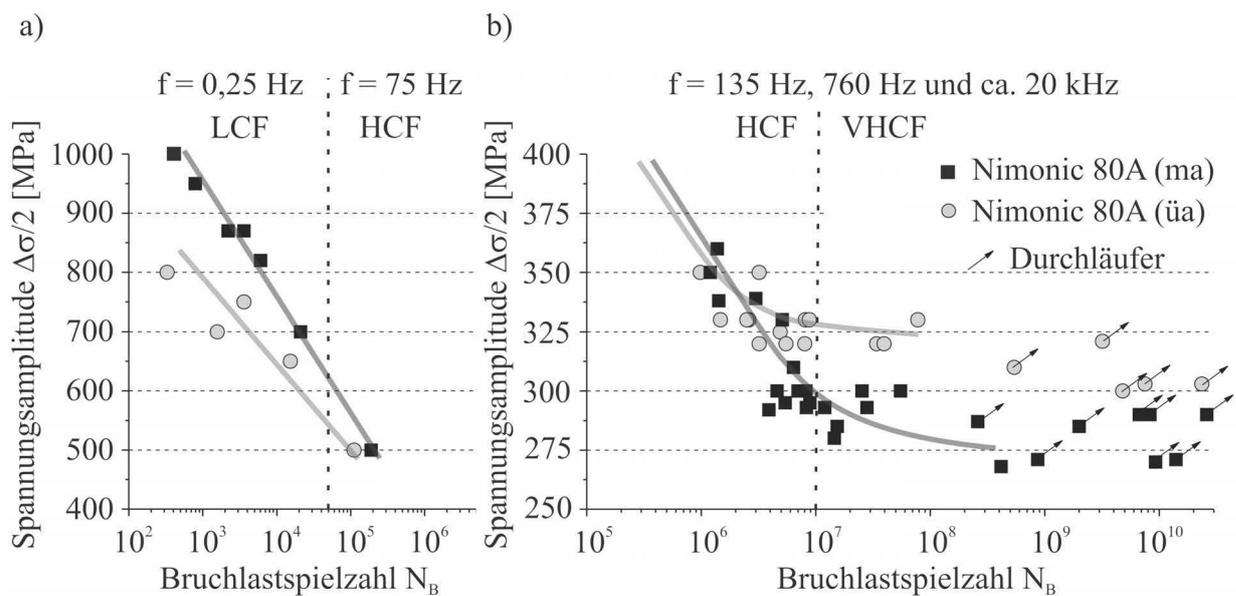
## 5.2 Ermüdungsverhalten ohne Vorverformung

Im Vordergrund dieses Unterkapitels steht in erster Linie das Wechselverformungsverhalten (Vergleich LCF-/VHCF-Ermüdungsverhalten), der Einfluss einer isothermen Umgebungstemperatur und der Mikrostruktur der drei Ausscheidungszustände (ma,  $\ddot{u}$ a und af). Die an reinem Nickel gewonnenen Ergebnisse dienen als Ergänzung zur Charakterisierung der Schädigungsmechanismen und sollen lediglich die Auswirkungen eines geänderten Versetzungsgleichcharakters der Matrix auf die Mikrostruktur verdeutlichen.

### 5.2.1 Einfluss des Ausscheidungszustands (LCF-VHCF)

In **Bild 5-7** sind die experimentell ermittelten Lastspielzahlen für die untersuchten Ausscheidungszustände bei Raumtemperatur in Abhängigkeit von der Spannungsamplitude für den LCF-HCF- (**Bild 5-7a**) und für den HCF-VHCF-Bereich (**Bild 5-7b**) dargestellt. In dem

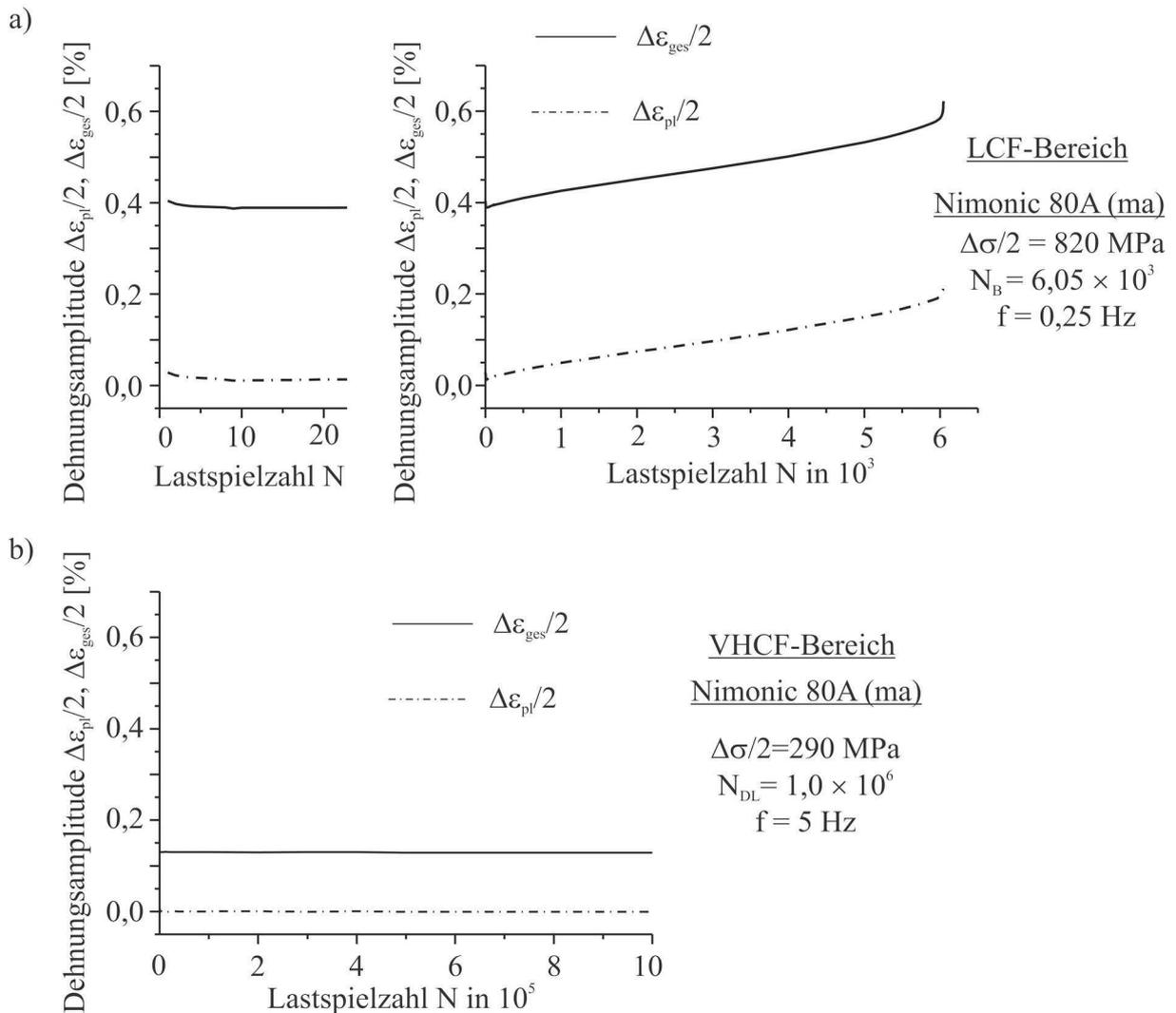
im VHCF-Bereich aufgetragenen Wöhlerdiagramm sind Messpunkte von allen drei Prüfmaschinen enthalten, wobei ein signifikanter Frequenzeinfluss auf das Ermüdungsverhalten bei RT bei der gegebenen Streuung der Ergebnisse nicht beobachtet werden konnte. Die mit einem Pfeil dargestellten Messpunkte kennzeichnen durchgelaufene Proben, d.h. mit den üblichen Detektionsverfahren (Licht- und Rasterelektronenmikroskopie) war keine Rissbildung erkennbar. Die Durchläufer erstrecken sich insgesamt aufgrund einer mit laufender Projektzeit immer höher gesetzten Grenzlastspielzahl bei der Ultraschallprüfmaschine über 2 Dekaden ( $2,6 \times 10^8$  bis  $2,6 \times 10^{10}$  Zyklen).



**Bild 5-7:** Ergebnisse aus den Ermüdungsversuchen bei RT für Nimonic 80A im ma- und üa-Zustand):  
**a)** LCF-HCF- und **b)** HCF-VHCF-Bereich.

Oberhalb von  $4,2 \times 10^8$  Zyklen sind für den ma-Zustand ( $\Delta\sigma/2 = 268$  MPa) und oberhalb von  $7,8 \times 10^7$  Zyklen für den üa-Zustand ( $\Delta\sigma/2 = 330$  MPa) ausschließlich Durchläufer zu verzeichnen. Charakteristisch bei den VHCF-Versuchen ist, dass die Versuchsergebnisse bei der Ausscheidungszustände durch eine Streuung von 2-3 Dekaden gekennzeichnet sind. Weiterhin zeigen die durchgeführten Versuche, dass der üa-Zustand von Nimonic 80A im VHCF-Bereich eine um 30-40 MPa höhere ertragbare Spannungsamplitude als der ma-Zustand aufweist. Dieses Ergebnis überrascht, da die Ermüdungsfestigkeit im LCF-Bereich bei den üblichen warm- und hochfesten Nickelbasis-Superlegierungen normalerweise dem Trend des statischen Festigkeitsverhaltens folgt (EBLINGER et al. 1986). Die im ma-Zustand ermittelte Zugfestigkeit  $R_m$  bzw. die Streckgrenze  $R_{p0,2}$  ist jedoch signifikant höher als im üa-Zustand, was sich auch im Ermüdungsverhalten im Kurzzeitfestigkeitsbereich widerspiegelt. Nach einer deutlich höheren Lebensdauer des ma-Zustandes im LCF-Bereich konvergieren beide Wöhlerkurven (ma- und üa-Zustand) im HCF-Bereich (**Bild 5-7a**) in ein einheitliches Streu-

band. Bereits im Übergangsbereich vom HCF- in den VHCF-Bereich schneiden sich die beiden Wöhlerkurven und kennzeichnen damit eine höhere Lebensdauer für den  $\bar{\sigma}$ -Zustand im VHCF-Bereich. **Bild 5-8** verdeutlicht den Unterschied zwischen Ermüdungsversuchen im LCF- (**Bild 5-8a**) und im VHCF-Bereich (**Bild 5-8b**) hinsichtlich des Wechselverformungsverhaltens am Beispiel des  $\bar{\sigma}$ -Zustands.

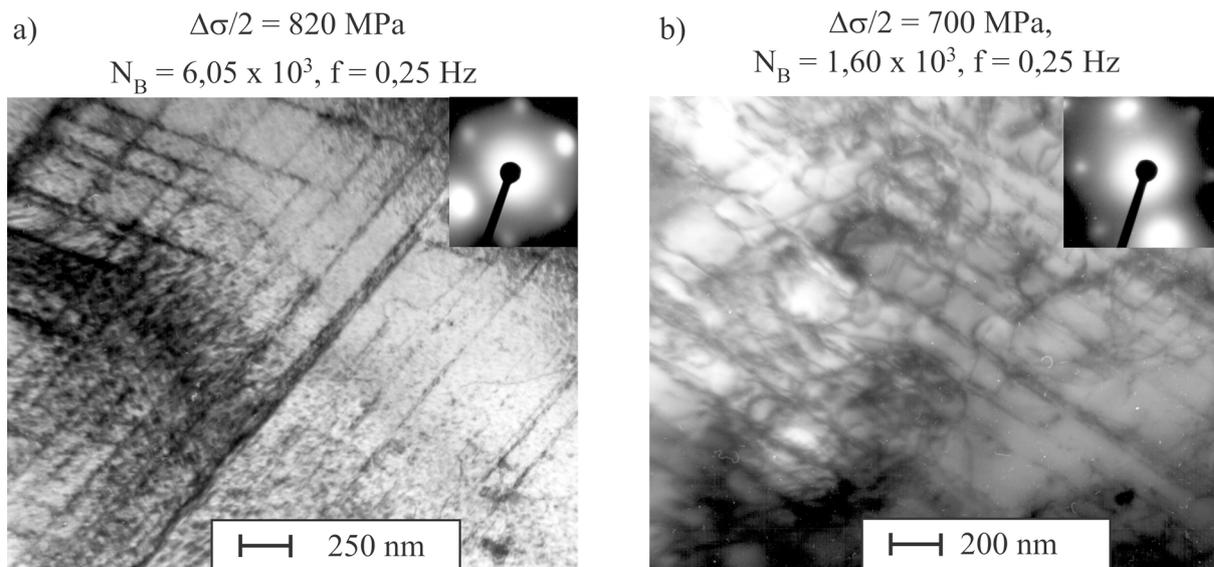


**Bild 5-8:** Wechselverformungskurve für:  
**a)** einen LCF-Versuch sowie  
**b)** einen VHCF-Referenzversuch ( $f = 5$  Hz) bis  $10^6$  Zyklen von Nimonic 80A ( $\bar{\sigma}$ -Zustand).

Die Wechselverformungskurve für den VHCF-Versuch ( $\Delta\sigma/2 = 290$  MPa) wurde anhand eines Referenzversuchs mit 5 Hz an einer konventionellen servohydraulischen Prüfmaschine bis  $10^6$  Zyklen aufgezeichnet, da der verwendete Dehnungsaufnehmer nur bei einer niedrigen Frequenz einsetzbar ist. Bis zu der Grenzlastspielzahl von  $10^6$  ist bei der geringen VHCF-Spannungsamplitude kein transientes Werkstoffverhalten feststellbar. Aufgrund der somit entstandenen Einschränkung hinsichtlich des ermittelten Wechselverformungsverhaltens bis  $10^6$

Zyklen kann bisher keine eindeutige Aussage über mögliche Entfestigungsvorgänge im weiteren Verlauf der VHCF-Ermüdung (ab  $10^6$  Zyklen) gemacht werden.

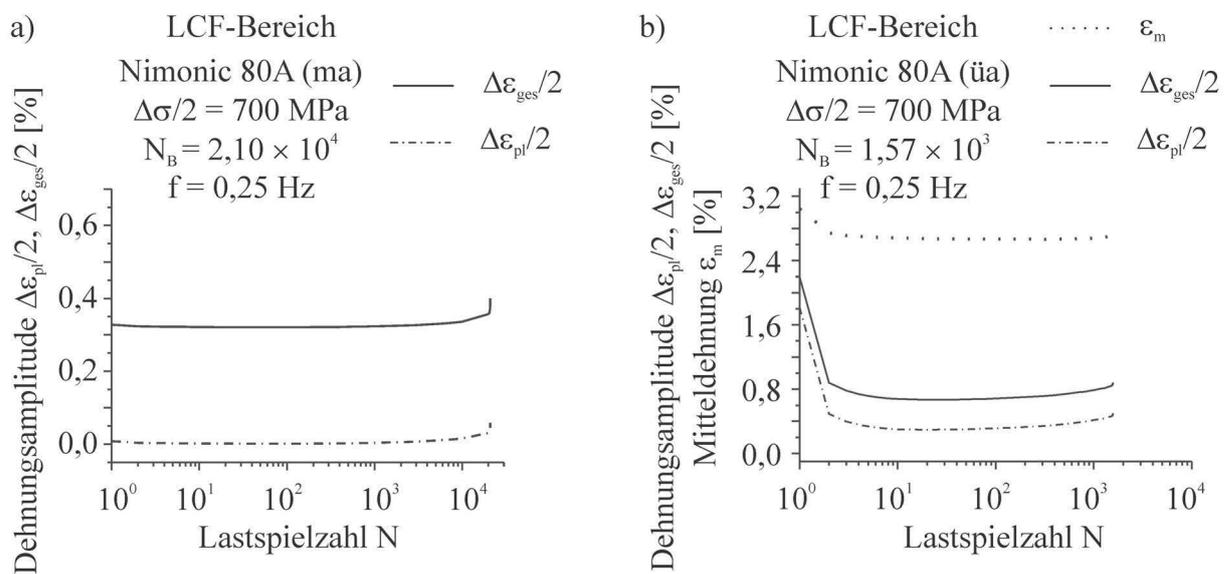
Im LCF-Bereich verfestigt der ma-Werkstoff zunächst geringfügig (siehe linke Wechselverformungskurve in **Bild 5-8a**). Die Verfestigung wird auf die Wechselwirkung zwischen sich kreuzenden Gleitbändern und der daraus resultierenden Verkürzung der Versetzungslaufwege zurückgeführt (LERCH 1983). TEM-Aufnahmen in **Bild 5-9** bestätigen eine inhomogene Verformungsstruktur anhand sich kreuzender dünner Gleitbänder (**Bild 5-9a**).



**Bild 5-9:** TEM-Aufnahmen der Versetzungs/Ausscheidungs-Wechselwirkungen im LCF-Bereich von Nimonic 80A:  
**a)** Kreuzende planare Gleitbänder mit hoher Versetzungsdichte im ma-Zustand (Hellfeld  $\bar{g} = \{111\}$ ,  $\bar{Z}A = \langle 011 \rangle$ ) und  
**b)** Umgehung der  $\gamma'$ -Ausscheidungen durch den Orowan-Mechanismus im ua-Zustand (Hellfeld  $\bar{g} = \{111\}$ ,  $\bar{Z}A = \langle 011 \rangle$ ).

Die in **Bild 5-9a** dargestellten Gleitbandanordnungen sind in den meisten der untersuchten Körner im ma-Zustand nach kraftgeregelten LCF-Versuchen zu finden, da aufgrund der hohen Spannungsamplitude plastische Verformung global auftritt. Bei RT werden die  $\gamma'$ -Teilchen im ma-Zustand von gekoppelten Versetzungen geschnitten. Die paarweise Kopplung resultiert aus der Bildung einer Antiphasengrenze (APG), welche sich beim Eindringen einer Versetzung in ein geordnetes Sekundärphasenteilchen ergibt. Die Beseitigung der APG erfolgt schließlich durch die nachfolgende zweite Versetzung des Versetzungspaares (siehe dazu auch schematische Darstellung in **Bild 3-10**). Durch wiederholte Schneidprozesse bilden sich Gleitbänder, innerhalb derer die Ordnung der  $\gamma'$ -Teilchen weitestgehend aufgelöst wird (SUNDARARAMANN et al. 1992).

Deutliche Unterschiede sind hinsichtlich der resultierenden Versetzungs/Ausscheidungs-Wechselwirkungen für den überalterten Zustand im LCF-Bereich zu erkennen. Aufgrund der Versetzungsbewegung während der Ermüdung haben sich Versetzungsringe (Orowan-Ringe) um die überalterten  $\gamma'$ -Teilchen gebildet, d.h. die Versetzungen dringen nicht in die Ausscheidungen ein, sondern umschlingen diese (**Bild 5-9b**). Des Weiteren stellt sich im  $\ddot{u}$ a-Zustand bei gleicher Spannungsamplitude ( $\Delta\sigma/2 = 700$  MPa) aufgrund der wesentlich geringeren Festigkeit bzw. kritischen Schubspannung gegenüber dem ma-Zustand und der damit verbundenen starken Kaltverfestigung eine charakteristische Zugmitteldehnung im LCF-Bereich ein (solange  $\Delta\sigma/2 > R_{p0,2}$ ), siehe **Bild 5-10**.



**Bild 5-10:** Vergleich der LCF-Wechselverformungskurven von Nimonic 80A bei gleicher Spannungsamplitude im:  
**a)** ma- und **b)**  $\ddot{u}$ a-Zustand.

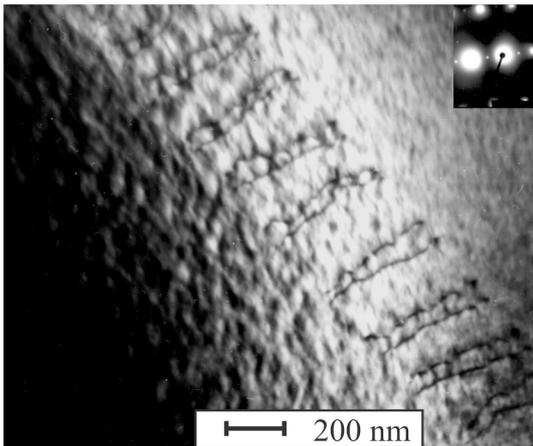
Demzufolge ist das transiente Werkstoffverhalten bei gleicher Spannungsamplitude für den  $\ddot{u}$ a-Zustand (**Bild 5-10b**) gegenüber dem ma-Zustand (**Bild 5-10a**) wesentlich ausgeprägter, wobei die resultierende Lebensdauer für den  $\ddot{u}$ a-Zustand bei einer Spannungsamplitude von 700 MPa deutlich geringer (mehr als eine Dekade) ist. Ebenso wird am Beispiel des ma-Zustands beim Vergleich von **Bild 5-8a** und **Bild 5-10a** ein ausgeprägteres transientes Werkstoffverhalten (Verfestigungs/Entfestigungs-Verhalten) mit steigender Spannungsamplitude im LCF-Bereich deutlich, wobei die lineare (**Bild 5-8a**) und die logarithmische Auftragung (**Bild 5-10a**) der Zyklenzahl in der Wechselverformungskurve zu beachten ist. Der Vorgang des Teilchenschneidens (bei RT) der maximal ausscheidungsgehärteten  $\gamma'$ -Ausscheidungen kann somit zusammen mit einer frühen und kontinuierlichen Mikrorissbildung als Ursache für das im LCF-Bereich für den ma-Zustand beobachtete und in **Bild 5-10a** dargestellte transiente Werkstoffverhalten vermutet werden.

TEM- und Oberflächenuntersuchungen von LERCH 1983 belegen, dass bei dehnungsgeregelten LCF-Versuchen die Gleitbanddichte mit steigender Dehnungsamplitude stark ansteigt. Im VHCF-Bereich hingegen ist die plastische Dehnungsamplitude aufgrund der geringen Spannungsamplitude vernachlässigbar gering (ma-Zustand: siehe **Bild 5-8b**). Referenzversuche mit niedriger Frequenz zeigen für den überalterten Zustand ebenfalls kein transientes Werkstoffverhalten im VHCF-Bereich (siehe STÖCKER et al. 2011a). Mit den gegebenen Messmethoden zur Erfassung der globalen Dehnungsamplitude kann lediglich eine elastische (reversible) Verformung im VHCF-Bereich beobachtet werden. Eine Wechselverformungskurve wie im LCF-Bereich mit den Bereichen Verfestigung, Sättigungszustand und Entfestigung liegt im VHCF-Bereich nicht vor. Stattdessen kommt es aufgrund der nur auf mikrostruktureller Ebene lokal auftretenden plastischen Verformung (wie nachfolgend anhand der TEM-Untersuchungen gezeigt wird) zu einem horizontalen Verlauf der Wechselverformungskurve.

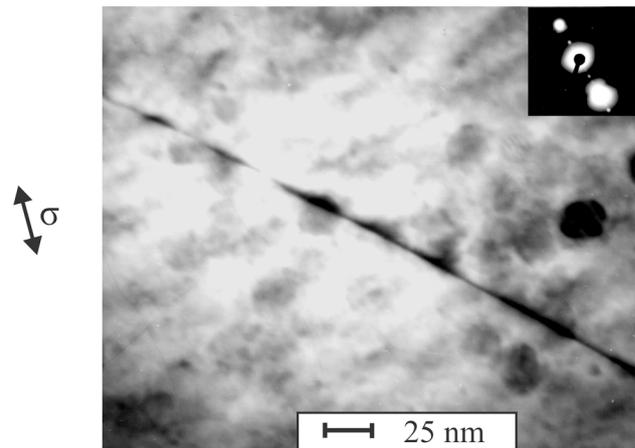
TEM-Untersuchungen an ermüdeten Proben im VHCF-Bereich belegen, dass die Legierung Nimonic 80A in beiden Ausscheidungszuständen nach RT-Versuchen aufgrund der niedrigen Spannungsamplitude nur lokal planare Versetzungsanordnungen aufweist (**Bild 5-11**). Die Richtung der Hauptbeanspruchung verläuft in der angegebenen Richtung parallel zur durchstrahlbaren TEM-Folie. Der ma-Zustand ist durch eine versetzungsarme Matrix mit lokal auftretenden gekoppelten Partialversetzungs paaren gekennzeichnet (**Bild 5-11a**), was darauf hindeutet, dass die regellos angeordneten  $\gamma'$ -Ausscheidungen geschnitten werden. Einen direkten Beweis für die lokalisierte Abscherung der im maximal ausscheidungsgehärteten Zustand vorliegenden  $\gamma'$ -Teilchen in einer Gleitebene im VHCF-Bereich liefert **Bild 5-11b**. Durch den Aufstau dieser nur lokal auftretenden Stufenversetzungen, z.B. an einer Korngrenze (Gleithindernis), kann es an der Spitze der aufgestauten Versetzungsgruppe (**Bild 5-11c**) aufgrund der hohen Spannungskonzentration zu einer Mikrorissbildung kommen.

Für den üa-Zustand wären, würde man die Beobachtungen im LCF-Bereich zugrunde legen, auch im VHCF-Bereich Teilchenumgehungsprozesse zu erwarten. Allerdings konnte im üa-Zustand bei RT keine Umgehung (Orowan-Mechanismus) der würfelförmigen  $\gamma'$ -Teilchen festgestellt werden. Des Weiteren wurde auch kein Schneiden der überalterten Teilchen beobachtet. Vielmehr stauen sich die planaren Versetzungsanordnungen an den  $\gamma'$ -Ausscheidungen auf (**Bild 5-11d**). Die Stufenversetzungen bleiben in ihrer Gleitebene und die Schraubenversetzungen löschen sich aufgrund ihrer Quergleitfähigkeit gegenseitig aus.

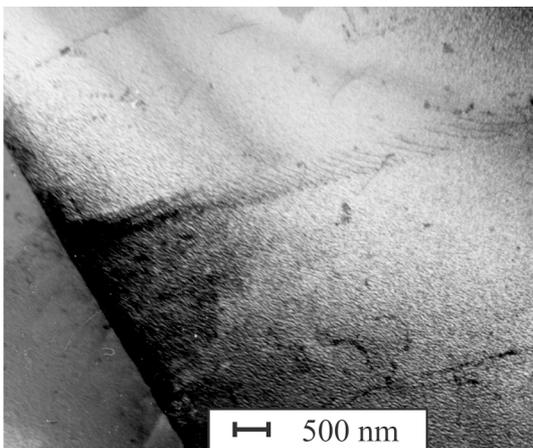
a) Nimonic 80A (ma-Zustand)  
 $\Delta\sigma/2 = 285 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 1,5 \times 10^7$



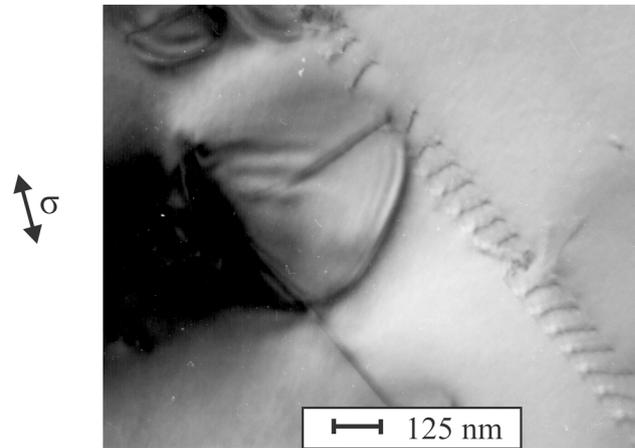
b) Nimonic 80A (ma-Zustand)  
 $\Delta\sigma/2 = 300 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 5,5 \times 10^7$



c) Nimonic 80A (ma-Zustand)  
 $\Delta\sigma/2 = 285 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 1,5 \times 10^7$



d) Nimonic 80A (üa-Zustand)  
 $\Delta\sigma/2 = 320 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 4,0 \times 10^7$



**Bild 5-11:** TEM-Hellfeldaufnahmen der Vesetzungs/Ausscheidungs-Wechselwirkungen bei RT im Probeninneren von Nimonic 80A im VHCF-Bereich:

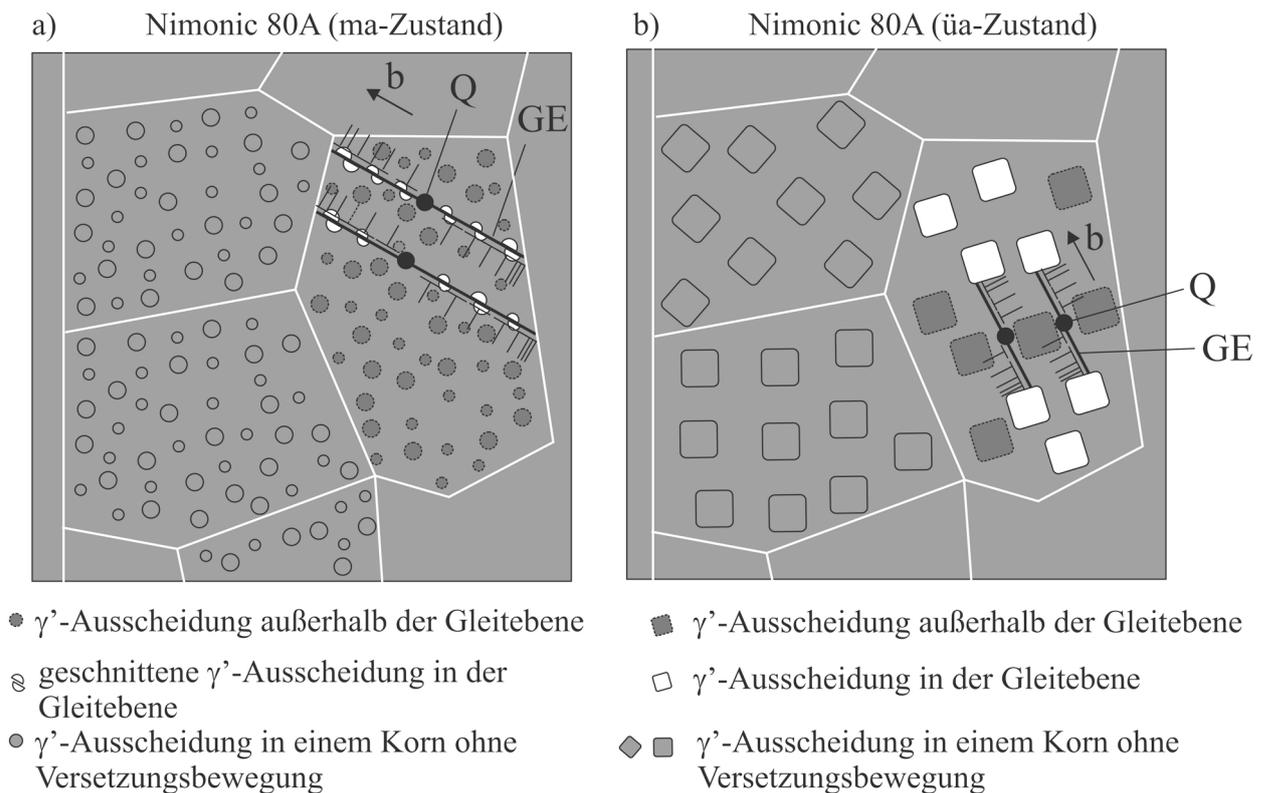
a) Gekoppelte Partialversetzungspaare im ma-Zustand ( $f = 760 \text{ Hz}$ ,  $\bar{g} = \{022\}$ ,  $\bar{Z}A = \langle 122 \rangle$ ),

b) geschnittene  $\gamma'$ -Teilchen im ma-Zustand durch extrem schmales Gleitband ( $f = 760 \text{ Hz}$ ,  $\bar{g} = \{200\}$ ,  $\bar{Z}A = \langle 011 \rangle$ ),

c) planarer Versetzungsaufstau an einer Korngrenze im ma-Zustand ( $f = 760 \text{ Hz}$ ) und

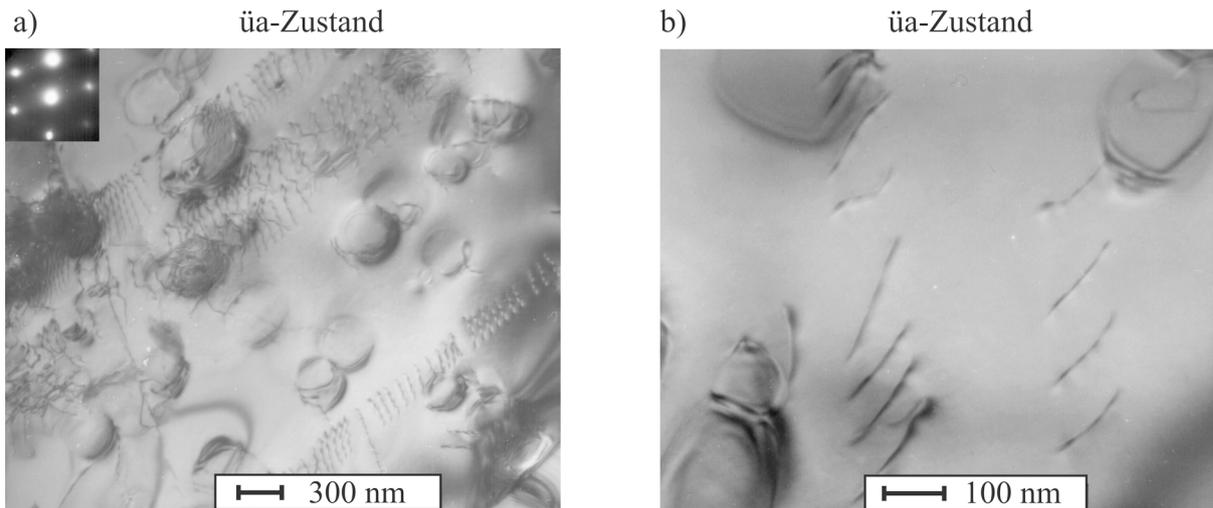
d) planarer Versetzungsaufstau an überalterten  $\gamma'$ -Ausscheidungen ( $f \approx 130 \text{ Hz}$ ).

Verdeutlicht werden soll der prinzipielle Unterschied der zwei Auslagerungszustände durch die schematische Darstellung in **Bild 5-12**. Die Versetzungs/Ausscheidungs-Wechselwirkungen sind in **Bild 5-12a** für den ma-Zustand (paarweises Schneiden bzw. Auflösen der Teilchen) und für den üa-Zustand (Versetzungsaufstau an den  $\gamma'$ -Teilchen) von Nimonic 80A in **Bild 5-12b** modellhaft dargestellt. Aus Darstellungsgründen sind die  $\gamma'$ -Ausscheidungen im ma-Zustand im Verhältnis zu den überalterten  $\gamma'$ -Ausscheidungen wesentlich größer gezeichnet.



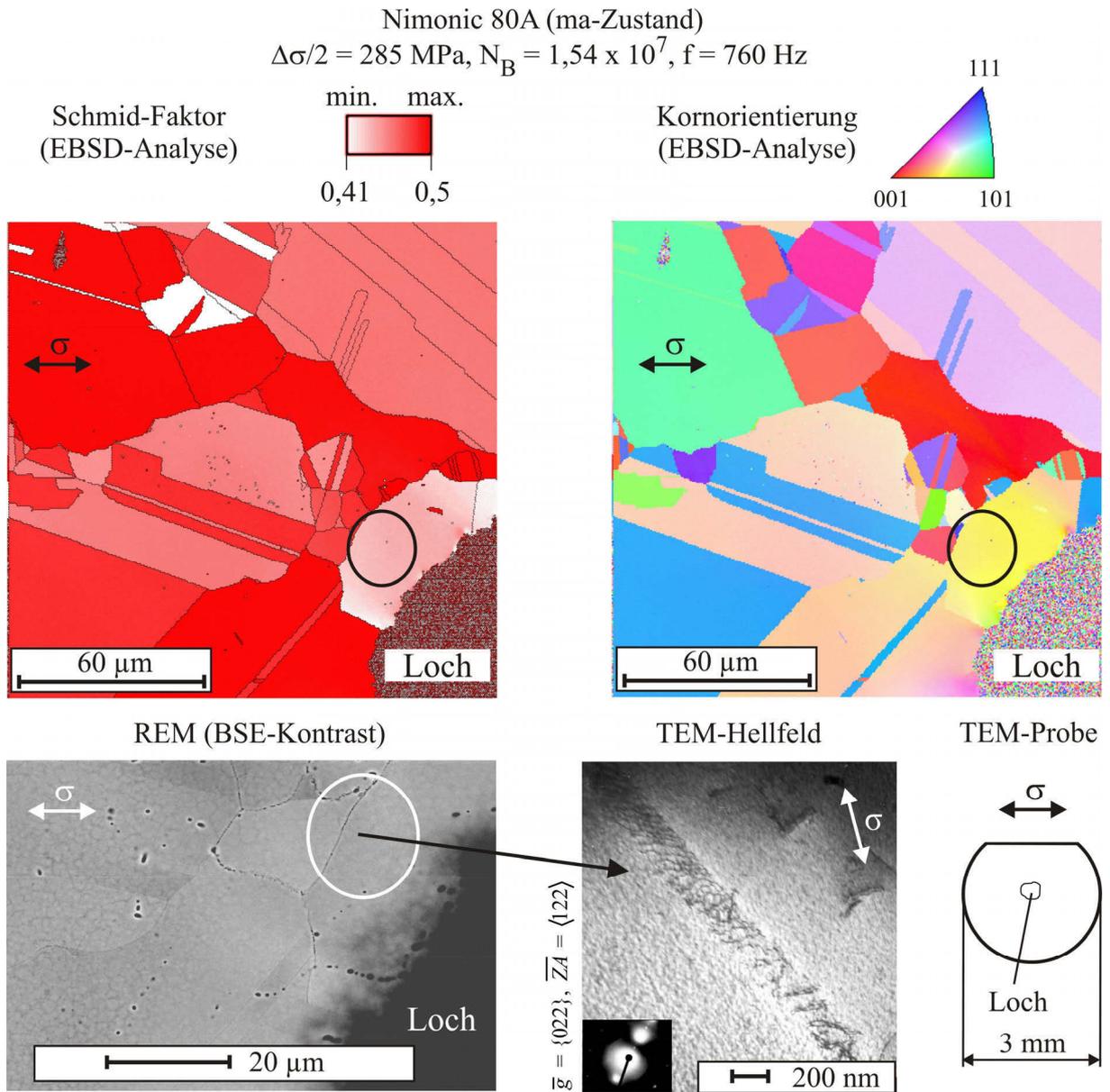
**Bild 5-12:** Modellhafte Darstellung der verschiedenartigen Versetzungs/Ausscheidungs-Wechselwirkungen (b: Burgers-Vektor, GE: Gleitebene und Q: Versetzungsquelle) bei RT im VHCF-Bereich für die beiden ausscheidungsgehärteten Zustände.

Aufgrund der nur lokal auftretenden plastischen Verformung im VHCF-Bereich sind die planaren Versetzungsanordnungen, ausgehend von einer Versetzungsquelle Q, nur in günstig zur Belastungsrichtung orientierten Körnern zu finden. Die Modellvorstellung erklärt, warum Nimonic 80A im üa-Zustand aufgrund der etwas homogenen Versetzungsgleitverteilung, welche eine gleichmäßigere Verteilung der zyklischen plastischen Scherdehnung in dem betroffenen Korn zur Folge haben sollte und damit eine lokale Spannungsüberhöhung an der Korngrenze verhindert, ein besseres Ermüdungsverhalten als im ma-Zustand besitzt. Insgesamt sind die aktivierten planaren Gleitbänder im ma-Zustand, welche nur durch die Barriere der Großwinkelkorngrenzen gestoppt werden, wesentlich länger. Im üa-Zustand dagegen sind die Versetzungslauflängen aufgrund des Aufstaus an den nicht schneidbaren, überalterten  $\gamma'$ -Ausscheidungen kürzer. Aufgrund dessen werden weitere planare Gleitbänder im üa-Zustand innerhalb des Kornes aktiviert und führen somit zu einem homogenen Gleitverhalten (Vergleiche die TEM-Aufnahmen in **Bild 5-11a** und **Bild 5-11c** (beide ma-Zustand) sowie **Bild 5-13** (üa-Zustand)).

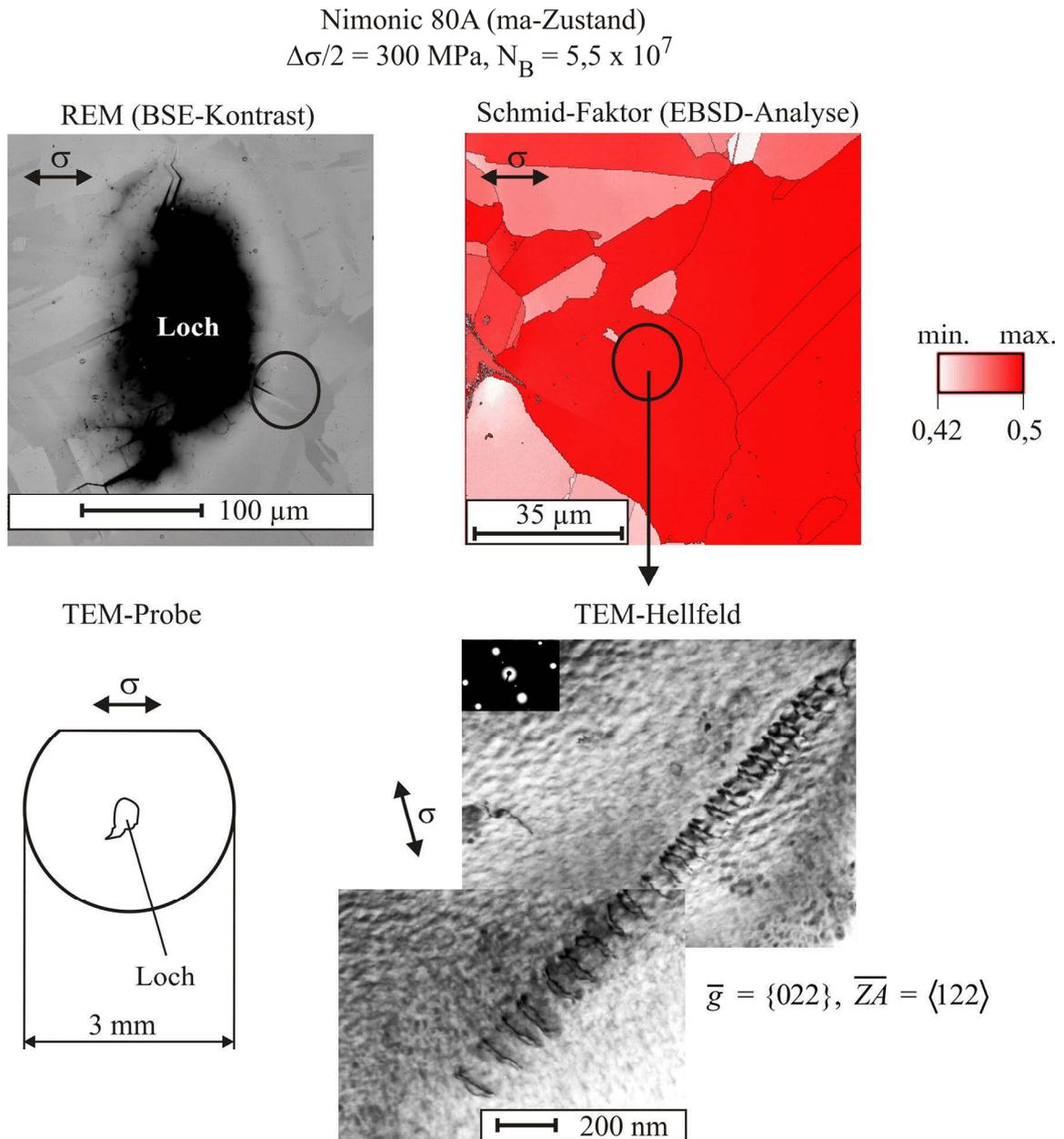


**Bild 5-13:** TEM-Hellfeldaufnahmen im üa-Zustand mit mp-Oberfläche im VHCF-Bereich bei RT ( $\Delta\sigma/2 = 345$  MPa;  $N_{DL} = 5,0 \times 10^8$ ;  $f = 760$  Hz):  
**a) und b)** Planarer Versetzungsaufstau an überalterten  $\gamma'$ -Ausscheidungen (a:  $\bar{g} = \{111\}$ ,  $\bar{ZA} = \langle 011 \rangle$ ).

Der planare Versetzungsaufstau gekoppelter Partialversetzungen an einer Korngrenze und die zugehörige EBSD-Analyse in diesem Bereich ist in **Bild 5-14** dargestellt. Die EBSD-Untersuchungen an entnommenen TEM-Folien aus ermüdeten maximal ausscheidungsgehärteten Proben zeigen eindeutig, dass die im VHCF-Bereich lokal auftretenden Versetzungsbewegungen hauptsächlich in Körnern mit hohem Schmid-Faktor ( $> 0,4$ ) stattfinden. In einer weiteren EBSD-Untersuchung für den ma-Zustand zur Bestimmung des Schmid-Faktors bezüglich der lokalen Versetzungsbewegung im VHCF-Bereich liegt dieser nahezu bei dem maximal möglichen Wert von 0,5 (siehe **Bild 5-15**).



**Bild 5-14:** Aufbau gekoppelter Partialversetzungs-paare in Nimonic 80A (ma-Zustand) an einer Korngrenze im Probeninneren mit zugehörigem Schmid-Faktor und Kornorientierung.

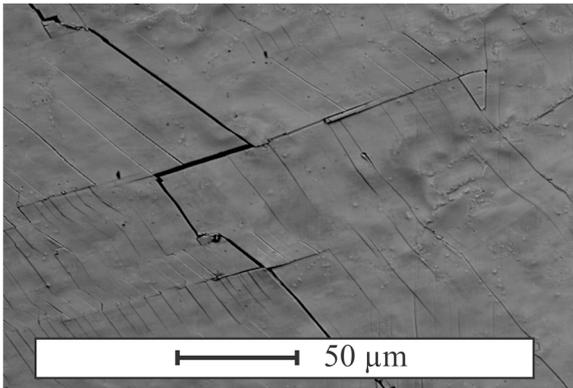


**Bild 5-15:** Gekoppelte Versetzungspaare im Probeninneren (ma-Zustand) mit zugehörigem Schmid-Faktor.

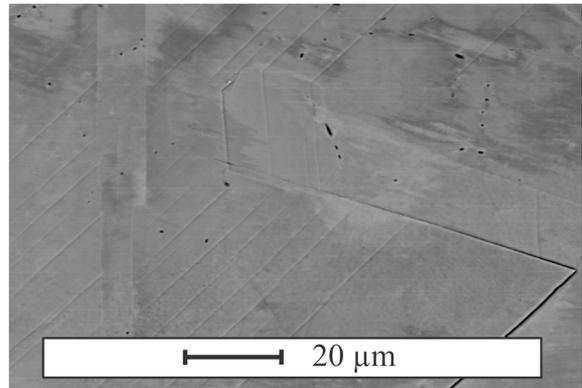
Neben dem Ausscheidungszustand hat die Duktilität und damit die Kerbempfindlichkeit eine große Bedeutung bei VHCF-Versuchen (MÜLLER-BOLLENHAGEN *et al.* 2010b). Die Gründe für die höhere ertragbare Spannungsamplitude des üa-Zustands im VHCF-Bereich liegen somit einerseits, wie bereits beschrieben, am homogeneren Gleitverhalten des überalterten Zustands, und andererseits ist die höhere Duktilität (geringere Kerbempfindlichkeit aufgrund der höheren Bruchdehnung) für diesen Ausscheidungszustand positiv hinsichtlich der Schwingfestigkeit im VHCF-Bereich zu bewerten. Ergänzend zu den TEM-Untersuchungen werden systematische Untersuchungen zur Oberflächenaufräumung infolge zyklischer Beanspruchung im Rasterelektronenmikroskop (REM) durchgeführt, um die vorherrschenden Schädigungsvorgänge im VHCF-Bereich vertieft zu untersuchen und mit denen im LCF- und HCF-Bereich

reich zu vergleichen. **Bild 5-16** lässt eine deutliche Abnahme der Gleitbanddichte mit abnehmender Spannungsamplitude für den ma-Zustand von Nimonic 80A vom LCF- (**Bild 5-16a**) zum HCF- (**Bild 5-16b**) bis in den VHCF-Bereich (**Bild 5-16c** und **Bild 5-16d**) hinein erkennen.

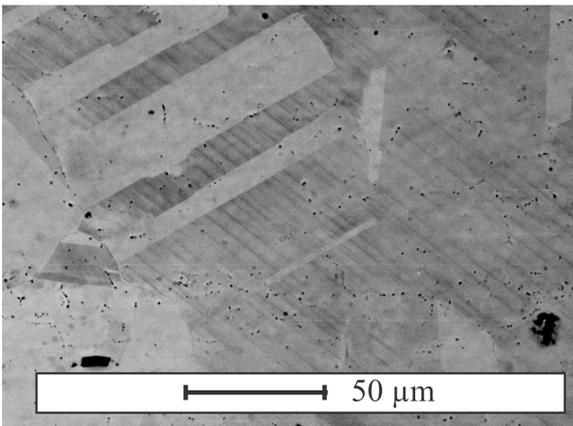
a)  $\Delta\sigma/2 = 820 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 6,05 \times 10^3$



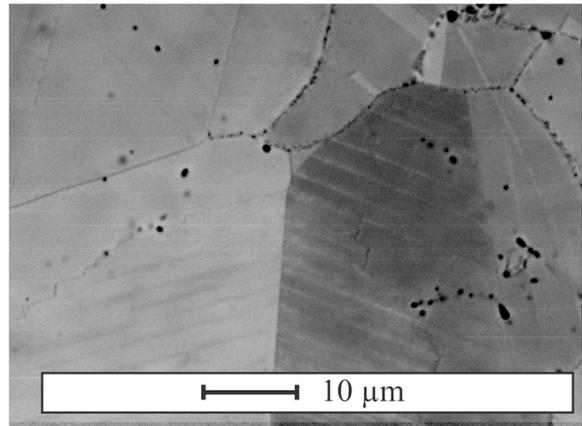
b)  $\Delta\sigma/2 = 500 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 1,89 \times 10^5$



c)  $\Delta\sigma/2 = 268 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 4,15 \times 10^8$



d)  $\Delta\sigma/2 = 268 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 4,15 \times 10^8$



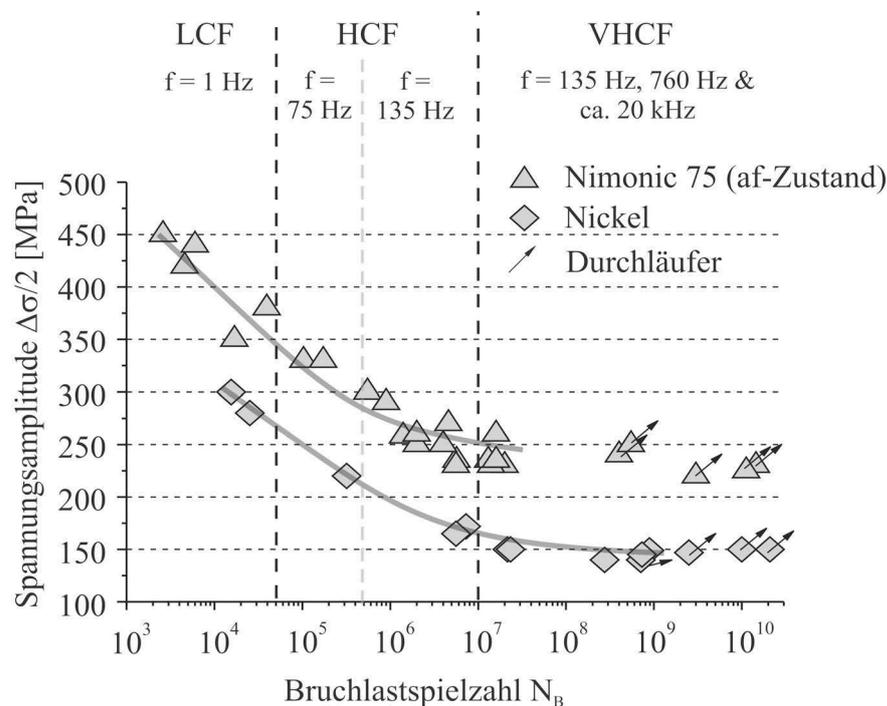
**Bild 5-16:** Unterschiedliche Gleitbanddichte an Oberflächenkörnern von Nimonic 80A (ma):  
**a)** LCF- ( $f = 0,25 \text{ Hz}$ ), **b)** HCF- ( $f \approx 75 \text{ Hz}$ ) sowie  
**c)** und **d)** VHCF-Bereich (nur lokal) ( $f = 760 \text{ Hz}$ ).

Teilweise sind im LCF- und HCF-Bereich die Gleitbänder, welche durch die nicht deformierbaren Korngrenzen in ihrer Ausbreitung gehindert werden, als Folge der hohen Kerbwirkung aufgerissen, und es haben sich Mikrorisse gebildet. Während im LCF-Bereich die Oberflächenkörner bereits von vielen Gleitbändern durchzogen sind (globale plastische Verformung), tritt im VHCF-Bereich plastische Verformung bei Oberflächenkörnern nur lokal auf (ähnlich wie die Versetzungsausbildung bei Körnern im Probeninneren anhand von TEM-Aufnahmen zu beobachten war), d.h. die meisten Körner weisen keine plastische Verformung auf. Exemplarische Untersuchungen zur Gleitbandentwicklung im ma-Zustand an nicht versagten, durchgelaufenen Proben ( $\Delta\sigma/2 = 270 \text{ MPa}$ ,  $N_{DL} = 9,3 \times 10^9$ ) belegen eindeutig, dass die Gleitliniendichte in den einzelnen Körnern während der VHCF-Ermüdung in beiden Ausscheidungszuständen weiter zunimmt und es trotzdem im insgesamt untersuchten VHCF-

Lastspielzahlbereich zwischen ca.  $5 \times 10^8$  und  $2,6 \times 10^{10}$  Zyklen nicht zu einem Versagen der Proben kommt (Stöcker et al. 2011a).

### 5.2.2 Einfluss des Gleitcharakters (LCF-VHCF)

In Bild 5-17 sind die aus RT-Wechselverformungsversuchen ermittelten Wöhlertrendlinienverläufe für den planar gleitenden af-Zustand (Nimonic 75) und Nickel als Vertreter mit welligem Gleitcharakter dargestellt. Wie zu erwarten, besitzt der ausscheidungsreiche, mischkristallgehärtete Zustand in allen Ermüdungsgebieten (LCF-VHCF) eine geringere Lebensdauer als die beiden ausscheidungsgehärteten Zustände (siehe Bild 5-7), wobei Nickel von allen untersuchten Werkstoffen den geringsten Ermüdungswiderstand besitzt.



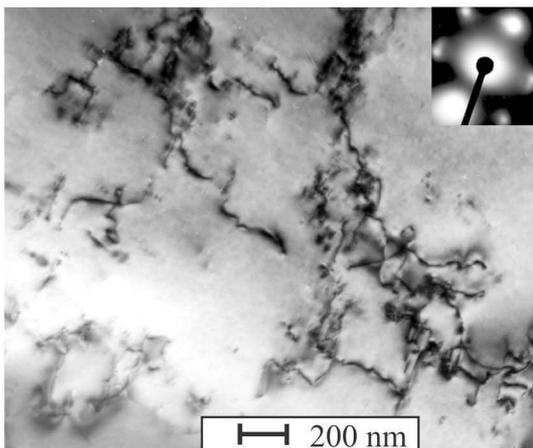
**Bild 5-17:** Verlauf der Wöhlerlinien von Nimonic 75 (af-Zustand) und Nickel vom LCF- bis in den VHCF-Bereich.

Aufgrund der Mischkristallhärtung erträgt Nimonic 75 (af-Zustand) gegenüber reinem Nickel eine vom LCF- bis in den VHCF-Bereich hinein um 70-100 MPa konstant höhere ertragbare Spannungsamplitude, wodurch beide Wöhlerlinien nahezu parallel verlaufen. Während für den af-Zustand nur bis knapp oberhalb  $10^7$  Zyklen ein Probenversagen zu verzeichnen ist und somit offensichtlich eine echte Dauerfestigkeit ( $\Delta\sigma/2 = \text{ca. } 225 \text{ MPa}$ ) unterhalb  $10^8$  Zyklen vorliegt, ist bei reinem Nickel erst knapp unterhalb  $10^9$  Zyklen eine Dauerfestigkeit ( $\Delta\sigma/2 = \text{ca. } 150 \text{ MPa}$ ) festzustellen, wobei berücksichtigt werden muss, dass die Ermüdungsversuche aus Zeitgründen spätestens nach  $2,1 \times 10^{10}$  Zyklen gestoppt wurden und daher als Durchläufer deklariert sind. Die etwas höhere Streckgrenze  $R_{p0,2}$  von Nickel gegenüber dem af-Zustand aufgrund des kaltverfestigten technischen Gefüges durch den Fertigungspro-

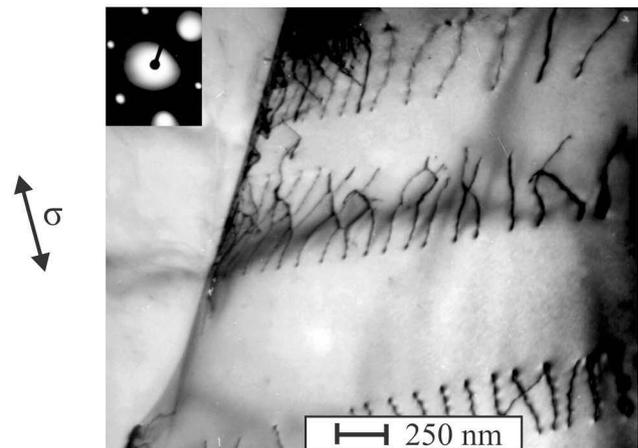
zess hat somit keinen wesentlichen Einfluss auf die Ermüdungseigenschaften. Ähnlich wie bei Nimonic 80A wird auch bei Nimonic 75 und reinem Nickel eine Streuung der Versuchsergebnisse über mehrere Dekaden im VHCF-Bereich beobachtet.

Während sich bei hohen Spannungsamplituden und damit bei global auftretender plastischer Verformung im LCF-Bereich aufgrund seines Versetzungsgleichcharakters in reinem Nickel entweder Versetzungszellen oder wechselwirkende, planare Versetzungsanordnungen (Nimonic 75 (af-Zustand)) mit hoher Versetzungsdichte einstellen (siehe TEM-Aufnahmen in **Bild 3-8**), ist im VHCF-Bereich bei Spannungsamplituden weit unterhalb der Streckgrenze einerseits die Versetzungsdichte wesentlich geringer und andererseits tritt Versetzungsbewegung nur lokal in günstig orientierten Körnern auf. Beim Referenzmaterial Nickel (**Bild 5-18a**) mit welligem Gleitcharakter liegt im VHCF-Bereich keine planare Anordnung vor, sondern es bilden sich lokal nur vereinzelt Versetzungsdipolbündel. Im Unterschied zu den beiden Nickelbasis-Superlegierungen Nimonic 80A (ma und ua) und Nimonic 75 (af) zeigt reines Nickel ausgehend vom LCF- bis in den VHCF-Bereich eine homogenere Versetzungsverteilung infolge des welligen Gleitverhaltens. Nichtsdestotrotz trägt die homogenere Gleitung von Nickel nicht zu einer höheren Ermüdungsfestigkeit im Vergleich zu den drei Ausscheidungszuständen bei, da die Mischkristall- und  $\gamma'$ -Ausscheidungshärtung die Versetzungsbewegung wirksam behindern und somit einen größeren positiven Einfluss auf die Ermüdungseigenschaften (LCF-VHCF) besitzen.

a)  $\Delta\sigma/2 = 150 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 2,16 \times 10^7$

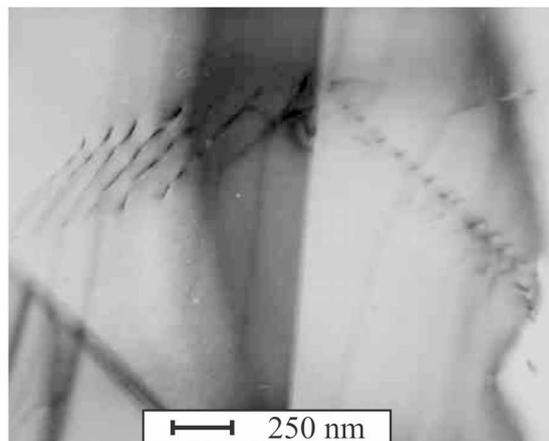


b)  $\Delta\sigma/2 = 260 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 1,60 \times 10^7$



**Bild 5-18:** TEM-Hellfeldaufnahmen ( $\bar{g} = \{111\}$ ,  $ZA = \langle 011 \rangle$ ) charakteristischer lokaler Versetzungsanordnungen im VHCF-Bereich ( $f = 760 \text{ Hz}$ ) bei RT:  
**a)** Versetzungsdipolbildung in einzelnen Körnern in Nickel und  
**b)** lokaler, planarer Versetzungsaufstau an Korngrenzen im Probeninneren im ausscheidungsfreien Zustand.

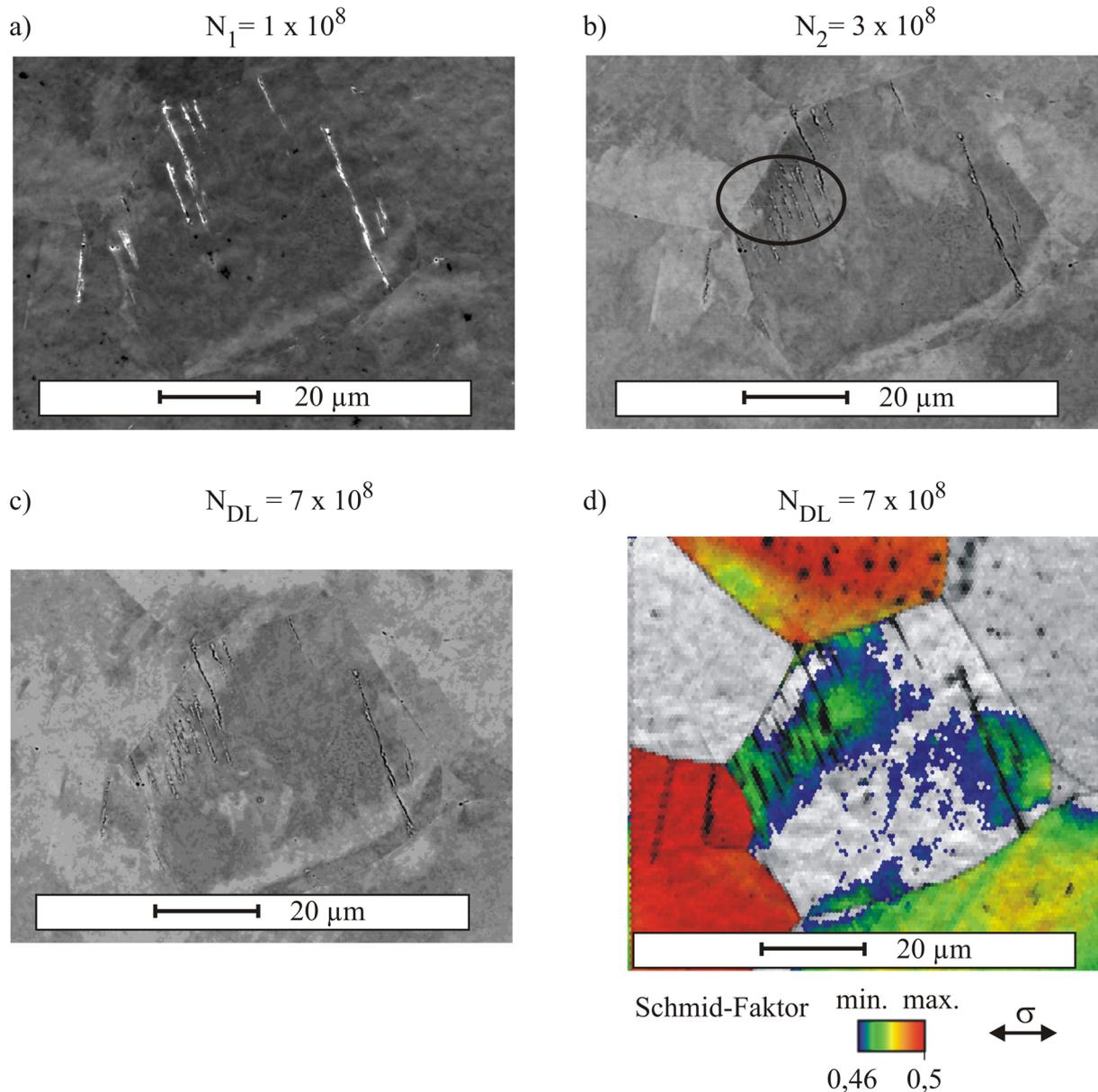
Der af-Zustand ist, wie auch die beiden anderen planar gleitenden Ausscheidungszustände (ma- und üa-Zustand) im VHCF-Bereich, durch eine geringe, nur lokal auftretende Versetzungs- und insbesondere Gleitbanddichte gekennzeichnet (**Bild 5-18b**). Allerdings sind aufgrund der fehlenden zweiten  $\gamma'$ -Ausscheidungsphase im af-Zustand die ertragbaren Spannungsamplituden im VHCF-Bereich um ca. 50 MPa geringer gegenüber dem ma-Zustand, da im ma-Zustand die  $\gamma'$ -Ausscheidungen als Hindernisse wirken und durch gekoppelte Versetzungspaare geschnitten werden. Im af-Zustand durchlaufen die planaren Versetzungsgleitbänder die nur mischkristallgehärtete Matrix und stauen sich schließlich an einer Großwinkelkorngrenze auf, da diese in der Regel ein unüberwindbares Hindernis ist. Ausnahmen bilden z.B. Zwillingskorngrenzen, da die Versetzungen diese durchdringen können und ins Nachbarkorn weiterlaufen (**Bild 5-19**).



**Bild 5-19:** Fortlaufende, planare Versetzungsbewegung über eine Zwillingskorngrenze in Nimonic 75 im VHCF-Bereich ( $\Delta\sigma/2 = 260$  MPa,  $N_B = 1,6 \times 10^7$ ).

Vergleichende EBSD-Untersuchungen im REM an ermüdeten Shallow-Notch-Proben aus Nickel (**Bild 5-20**) bestätigen die OIM-Untersuchungen an Körnern im Probeninneren in Nimonic 80A (ma-Zustand) (**Bild 5-14**) sowie die Annahme, dass eine Gleitbandbildung im VHCF-Bereich nur an Oberflächenkörnern mit relativ hohem Schmid-Faktor stattfindet. Mit steigender Zyklenzahl nimmt in dem ausgewählten Oberflächenkorn die Gleitbanddichte zu, wobei es den Anschein hat, dass die Gleitbanddichte nicht proportional zunimmt. Zwischen  $N_1 = 1 \times 10^8$  (**Bild 5-20a**) und  $N_2 = 3 \times 10^8$  Zyklen (**Bild 5-20b**) nimmt die Gleitbanddichte merklich zu, während zwischen  $N_2 = 3 \times 10^8$  Zyklen und  $N_{DL} = 7 \times 10^8$  Zyklen (**Bild 5-20c**) nahezu kein Unterschied zu erkennen ist. Daraus lässt sich schließen, dass wie auch von **WEIDNER et al. 2008** im LCF-Bereich an Nickel festgestellt, die Gleitbandbildung in vielkristallinen Werkstoffen auch im VHCF-Bereich kein proportionales Verhalten zur Zyklenzahl aufweist. Im BSE-Kontrast (REM) sind deutlich Schlieren, welche auf eine Verformungsschicht hinweisen (**SCHERIAU 2005**), auf einzelnen Nickel-Oberflächenkörnern zu er-

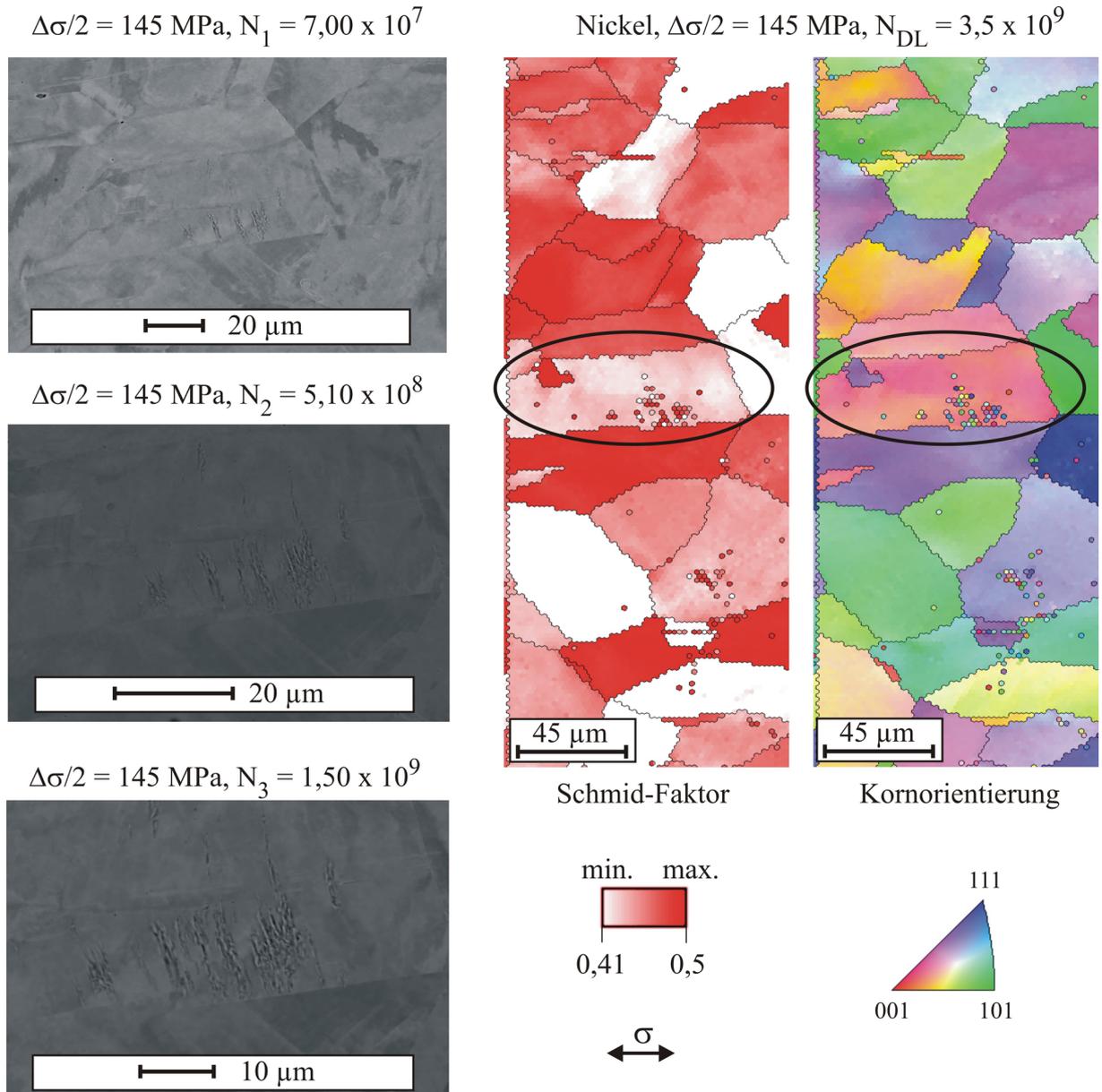
kennen. Da Nickel keiner Wärmebehandlung unterzogen wurde, ist diese Verformungsschicht höchstwahrscheinlich auf den Fertigungsprozess des Werkstoffs zurückzuführen. Aufgrund der Verformungsschicht sind die Oberflächenkörner leicht verzerrt und daher der Schmid-Faktor nicht konstant. Die Untersuchung in dem Oberflächenkorn zeigt, dass sich Gleitbänder nur an den Orten entwickeln, an denen der Schmid-Faktor größer als 0,46 ist. Im linken Nachbarkorn (rotes Oberflächenkorn unten links in **Bild 5-20d**) mit sehr hohem Schmid-Faktor (nahezu 0,5) sind weitere Gleitbänder aktiviert worden.



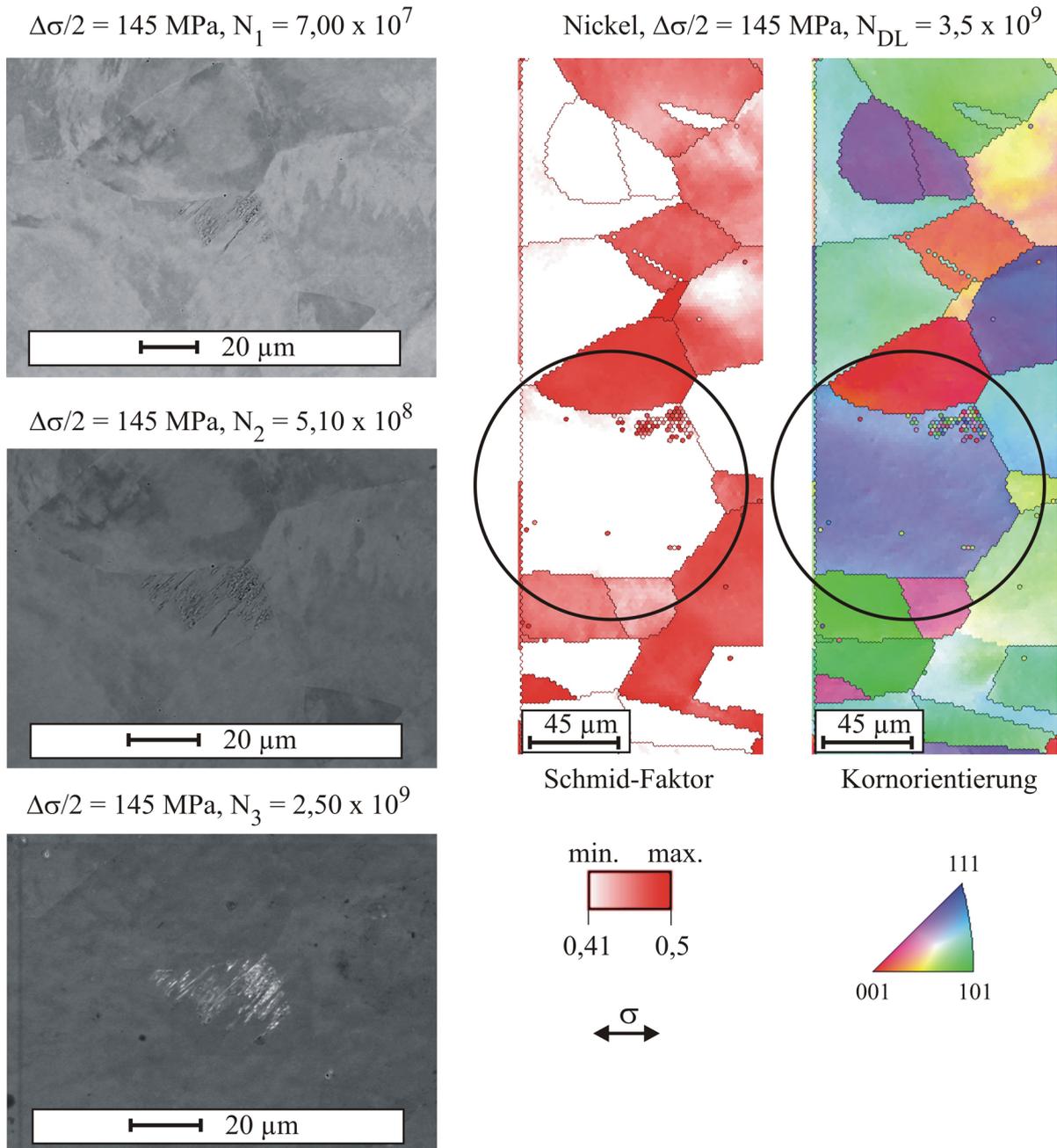
**Bild 5-20:** Lokale Entwicklung von Gleitlinien (REM) einer durchgelaufenen Shallow-Notch-Probe ( $\Delta\sigma/2 = 140$  MPa,  $f = 760$  Hz) in einem Oberflächenkorn am Beispiel von Nickel bei RT nach:

- a)  $N_1 = 1 \times 10^8$  Zyklen (SE-Kontrast), b)  $N_2 = 3 \times 10^8$  Zyklen (BSE-Kontrast),  
c)  $N_{DL} = 7 \times 10^8$  Zyklen (BSE-Kontrast) und d)  $N_{DL} = 7 \times 10^8$  Zyklen (EBSD-Analyse).

Weitere EBSD-Untersuchungen an Nickel bestätigen das bereits vorgestellte Resultat, dass Gleitbandbildung im VHCF-Bereich nur an Körnern mit hohem Schmid-Faktor ( $> 0,4$ ) stattfindet (siehe **Bild 5-21** und **Bild 5-22**).



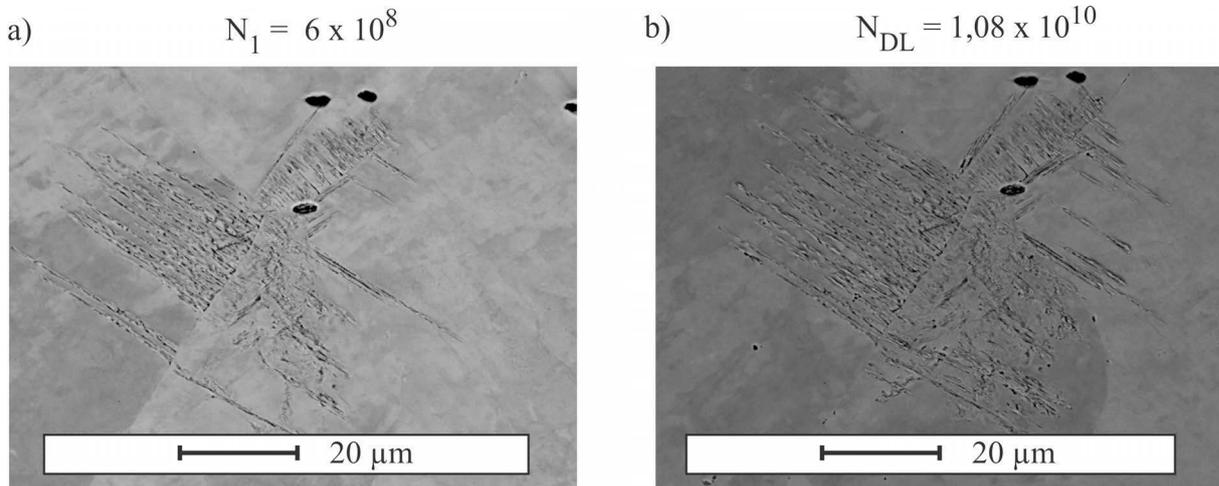
**Bild 5-21:** Entwicklung der Gleitbanddichte (Beispielkorn 1) und OIM-Untersuchungen an Nickel bei einer Shallow-Notch-Probe ( $f = 760 \text{ Hz}$ ).



**Bild 5-22:** Entwicklung der Gleitbanddichte (Beispielkorn 2) und OIM-Untersuchungen an Nickel bei einer Shallow-Notch-Probe ( $f = 760 \text{ Hz}$ ).

**Bild 5-23** zeigt die Entwicklung von Gleitbändern an einer Ultraschallermüdungsprobe im Verlauf der Wechselverformung im VHCF-Bereich. Für die untersuchte Probe ist mit zunehmender Zyklenzahl eine Zunahme der Gleitbänder in zwei Nachbarkörnern festzustellen. Ein Versagen dieser Probe konnte allerdings bis  $N_{DL} = 1,08 \times 10^{10}$  Zyklen (Durchläufer) nicht festgestellt werden. Offensichtlich reicht in diesem Fall die aufgrund der Wechselverformung induzierte Schubspannung in einem Korn aus, um im Nachbarkorn weitere Gleitsysteme zu aktivieren, ohne dass diese allerdings bis zu dieser hohen Lastspielzahl in einer Rissinitiierung münden. Vergleichend durchgeführte LCF- und HCF-Untersuchungen zur Gleitband-

dichte in Oberflächenkörnern in reinem Nickel zeigen in **Stöcker et al. 2011a**, dass die im LCF- und HCF-Bereich in nahezu allen Oberflächenkörnern auftretenden Gleitbänder mit abnehmender Spannungsamplitude in ihrer Dichte abnehmen und diese sich schließlich, wie bereits in den vorherigem Abschnitt dargestellt, im VHCF-Bereich nur noch lokal in günstig zur Spannungsachse orientierten Oberflächenkörnern bilden.

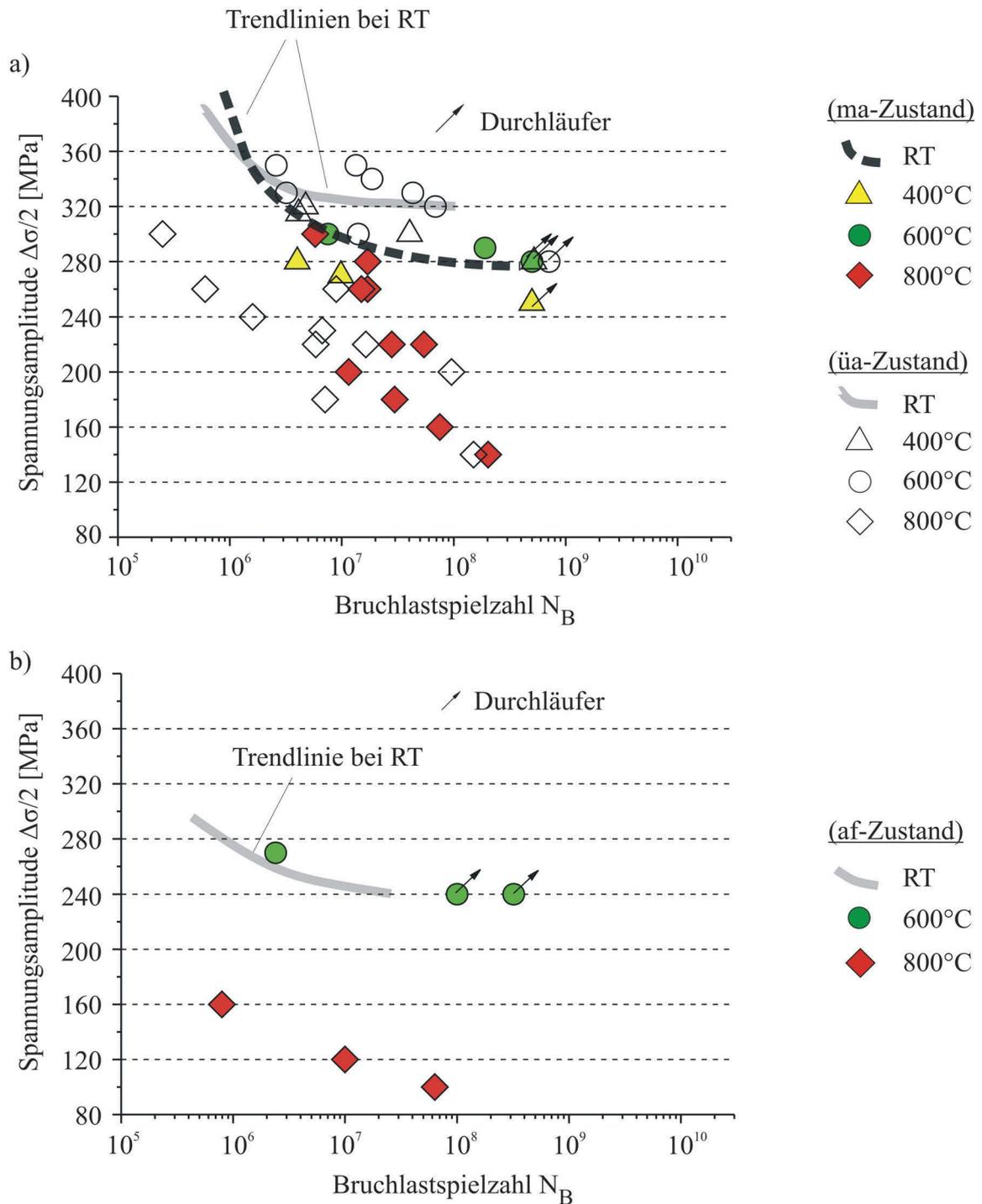


**Bild 5-23:** Lokale Entwicklung von Gleitlinien (REM, BSE-Kontrast) einer durchgelaufenen Ultraschallermüdungs-Probe ( $\Delta\sigma/2 = 150$  MPa,  $f \approx 20$  kHz) in einem Oberflächenkorn in Nickel bei RT nach:

a)  $N_1 = 6 \times 10^8$  Zyklen und b)  $N_{DL} = 1,08 \times 10^{10}$  Zyklen.

### 5.2.3 Einfluss der isothermen Umgebungstemperatur im VHCF-Bereich

In einer Reihe von isothermen Hochtemperaturversuchen ( $400^\circ\text{C}$ - $800^\circ\text{C}$ ) ist der Einfluss der Temperatur auf das Ermüdungsverhalten (Lebensdauer und Schädigungsmechanismen) im VHCF-Bereich für die drei Ausscheidungszustände (ma-, üa- und af-Zustand) untersucht worden. In **Bild 5-24** sind die Ergebnisse aus den isothermen Hochtemperatur-VHCF-Versuchen den RT-Versuchen für den ma- und üa-Zustand (**Bild 5-24a**) sowie dem af-Zustand (**Bild 5-24b**) gegenübergestellt. Die Grenzlastspielzahlen der Hochtemperatur-Versuche wurden aus Zeitgründen bei  $N_{DL} = 5,0 \times 10^8$  Zyklen an der servohydraulischen 1 kHz-Prüfmaschine ( $f = 760$  Hz) und bei  $N_{DL} = 1,0 \times 10^8$  Zyklen am Resonanzpulsator ( $f \approx 130$  Hz) festgelegt. Bis zu einer Prüftemperatur von  $600^\circ\text{C}$  ist im VHCF-Bereich die überalterte der maximal ausscheidungsgehärteten  $\gamma'$ -Ausscheidungsmorphologie von Nimonic 80A innerhalb eines gegebenen Streubandes um eine 30-40 MPa höhere ertragbare Spannungsamplitude überlegen. Ein Probenversagen tritt bei  $600^\circ\text{C}$  spätestens nach  $N_B = 6,87 \times 10^7$  Zyklen ( $\Delta\sigma/2 = 320$  MPa, üa-Zustand) bzw.  $N_B = 1,90 \times 10^8$  Zyklen ( $\Delta\sigma/2 = 290$  MPa, ma-Zustand) auf.



**Bild 5-24:** Ergebnisse aus den VHCF-Ermüdungsversuchen ohne Vorverformung bei RT, 400°C, 600°C und 800°C:

**a)** ma- und üa-Zustand sowie **b)** im af-Zustand.

Der af-Zustand zeigt im Temperaturbereich zwischen RT und 600°C im Vergleich zu den beiden anderen Ausscheidungszuständen (ma und üa) ebenfalls keinen signifikanten Unterschied in der VHCF-Lebensdauer. Allerdings gilt es anzumerken, dass bei 600°C oberhalb einer Spannungsamplitude von  $\Delta\sigma/2 = 260$  MPa eine Versuchsfrequenz von 300 Hz statt 760 Hz verwendet wurde (siehe dazu auch die aufgelisteten Versuchsergebnisse von Nimo-

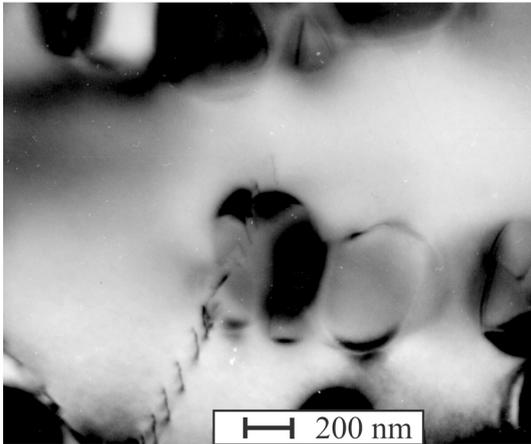
nic 75 in **Tabelle A.3-3** im Anhang). Die ausscheidungsfreien Proben erfahren aufgrund der geringeren Festigkeit und Steifigkeit bei 600°C eine höhere Wegauslenkung, wodurch bei 760 Hz ein starker Temperaturanstieg ( $> 600^\circ\text{C}$ ) zu verzeichnen war. Durch den hohen Energieeintrag in die Probe stieg die Probentemperatur bereits einige Sekunden nach Versuchsbeginn stark an (bis auf über 900°C) und war somit nicht mehr regelbar. Dieses Problem trat nur im af-Zustand bei 600°C auf, da bei den anderen Ausscheidungszuständen (ma und üa) eine höhere Festigkeit und damit auch Steifigkeit der Proben gegeben ist.

VHCF-Wechselverformungsversuche bei 800°C führen zu wesentlich geringeren ertragbaren Spannungsamplituden in allen drei Ausscheidungszuständen. So fällt die Spannungsamplitude bei 800°C im VHCF-Bereich für den ma- ( $N_B = 2,03 \times 10^8$ ) und üa-Zustand ( $N_B = 1,50 \times 10^8$ ) auf 140 MPa und bis auf 100 MPa für den af-Zustand ( $N_B = 6,34 \times 10^7$ ) ab. Die Neigung der Wöhlerkurven ist bei 800°C (Trendlinie nicht eingezeichnet) wesentlich ausgeprägter als bei 600°C und es sind keine Durchläufer zu verzeichnen. Der ma-Zustand ist bei 800°C im Übergangsbereich HCF/VHCF dem üa-Zustand überlegen. Während die maximal ausscheidungsgehärteten Proben bei Spannungsamplituden  $\Delta\sigma/2$  zwischen 300 MPa und 260 MPa erst im Übergangsbereich HCF/VHCF versagen, liegen die erzielten Lebensdauern für den üa-Zustand im Durchschnitt um eine Dekade (HCF-Bereich, ca.  $10^6$  Zyklen) niedriger. Mit längerer Versuchsdauer und höherer Zyklenzahl im VHCF-Bereich konvergieren beide Ausscheidungszustände (ma und üa) bei 800°C innerhalb eines Streubandes. Oberhalb von  $\Delta\sigma/2 = 260$  MPa beschränken sich die Messergebnisse im Wöhlerdiagramm in **Bild 5-24a** auf Versuchsergebnisse mit  $f \approx 130$  Hz, da höhere Prüffrequenzen zu einer unzulässigen Temperaturerhöhung führten.

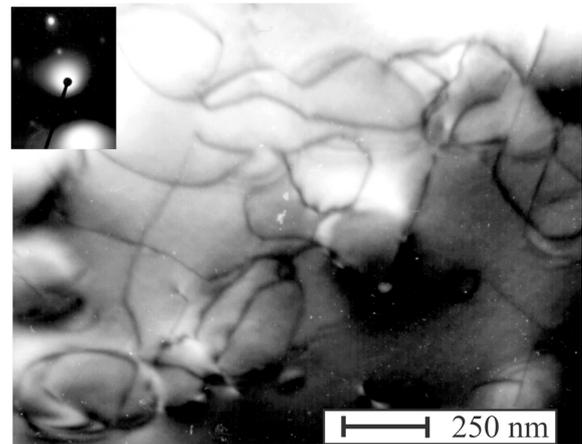
In **Bild 5-25** sind die charakteristischen Versetzungsanordnungen bei Temperaturen von 400°C, 600°C und 800°C am Beispiel des überalterten Zustands von Nimonic 80A dargestellt. Nach einem Wechselverformungsversuch bei 400°C liegen, wie bei RT, lokal immer noch planare Versetzungsanordnungen (**Bild 5-25a**), welche sich an den überalterten  $\gamma'$ -Ausscheidungen aufstauen, vor. Im Gegensatz hierzu sind bei 600°C die Versetzungen nur noch geringfügig planar angeordnet. Damit ist ein eindeutiger Trend zu einem welligen Gleitcharakter erkennbar (**Bild 5-25b** und **Bild 5-26a**). Aufgrund der Temperaturabhängigkeit der Stapelfehlerenergie ist diese bei 600°C gegenüber RT erhöht, wodurch die Aufspaltungsweite der Versetzungen geringer wird und Quergleitprozesse somit leichter möglich sind. Zusätzlich wechselwirken bei 600°C die lokal auftretenden aktivierten Gleitbänder infolge einer geringfügig erhöhten Versetzungsdichte miteinander. Die TEM-Untersuchungen an im VHCF-Bereich ermüdeten Proben im ma- und üa-Zustand zeigen, dass aufgrund der geringen Span-

nungsamplitude Versetzungsbewegungen nur lokal auftreten und die Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und  $\gamma'$ -Ausscheidungen bei beiden Ausscheidungszuständen bei 600°C überwiegend vom Orowan-Mechanismus dominiert werden (siehe hierzu auch **Bild 5-26b**).

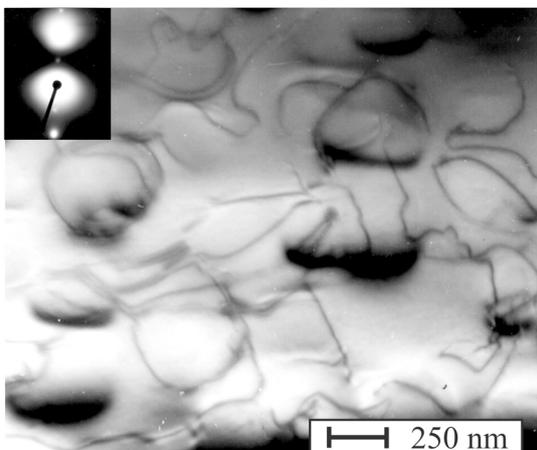
a)  $T = 400^\circ\text{C}$ , üa-Zustand  
 $\Delta\sigma/2 = 300 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 4,05 \times 10^7$



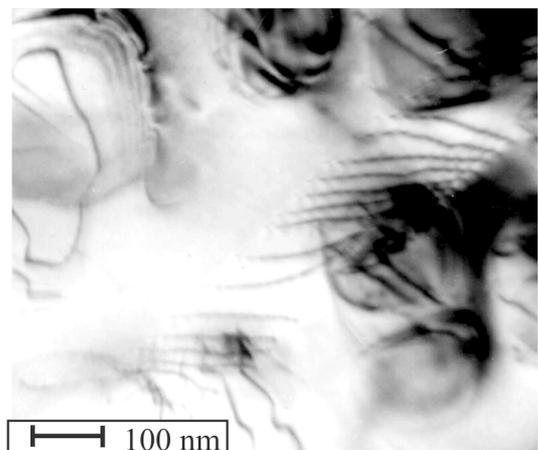
b)  $T = 600^\circ\text{C}$ , üa-Zustand  
 $\Delta\sigma/2 = 350 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 1,3 \times 10^7$



c)  $T = 800^\circ\text{C}$ , üa-Zustand  
 $\Delta\sigma/2 = 200 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 9,50 \times 10^7$



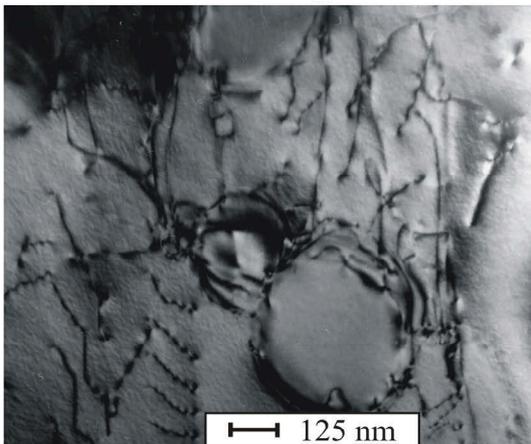
d)  $T = 800^\circ\text{C}$ , üa-Zustand  
 $\Delta\sigma/2 = 200 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 9,50 \times 10^7$



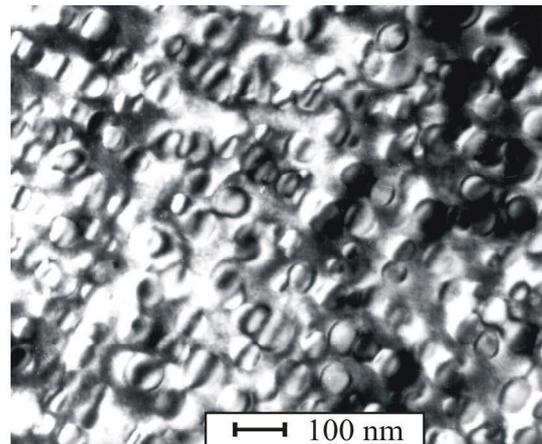
**Bild 5-25:** TEM-Hellfeldaufnahmen charakteristischer lokaler Versetzungsanordnungen nach VHCF-Ermüdung im überalterten Zustand bei mittleren und erhöhten Umgebungstemperaturen (b und c:  $\bar{g} = \{200\}$ ,  $\bar{Z}\bar{A} = \langle 011 \rangle$ ):

- a) Planares Gleitverhalten bei 400°C ( $f \approx 130 \text{ Hz}$ ),
- b) Übergang zu welligem Gleiten und Umgehung der  $\gamma'$ -Ausscheidungen durch den Orowan-Mechanismus ( $f = 760 \text{ Hz}$ ),
- c) stark ausgeprägtes welliges Gleitverhalten und Orowan-Ringe ( $f = 760 \text{ Hz}$ ) und
- d) thermisch aktiviertes Überkletten der  $\gamma'$ -Ausscheidungen ( $f = 760 \text{ Hz}$ ).

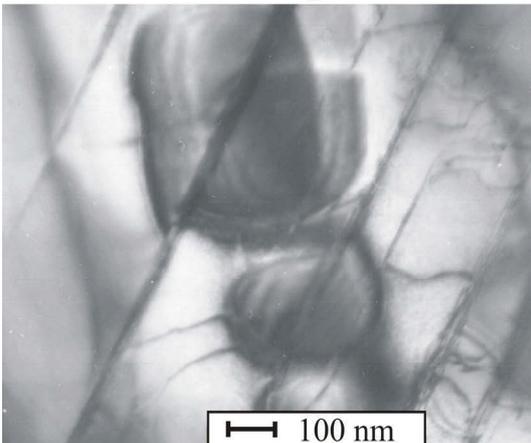
a)  $T = 600^\circ\text{C}$ , üa-Zustand  
 $\Delta\sigma/2 = 300 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 1,40 \times 10^7$



b)  $T = 600^\circ\text{C}$ , ma-Zustand  
 $\Delta\sigma/2 = 290 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 1,90 \times 10^8$



c)  $T = 600^\circ\text{C}$ , üa-Zustand  
 $\Delta\sigma/2 = 300 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 1,40 \times 10^7$



**Bild 5-26:** TEM-Hellfeldaufnahmen der Versetzungs/Ausscheidungs-Wechselwirkungen bei  $600^\circ\text{C}$ :

- a) Übergang zu welligem Gleiten und Orowan-Ringe (üa-Zustand,  $f = 760 \text{ Hz}$ ),
- b) Orowan-Ringe (ma-Zustand,  $f \approx 130 \text{ Hz}$ ) und
- c) geschnittene würfelförmige  $\gamma'$ -Ausscheidungen im üa-Zustand ( $f = 760 \text{ Hz}$ ).

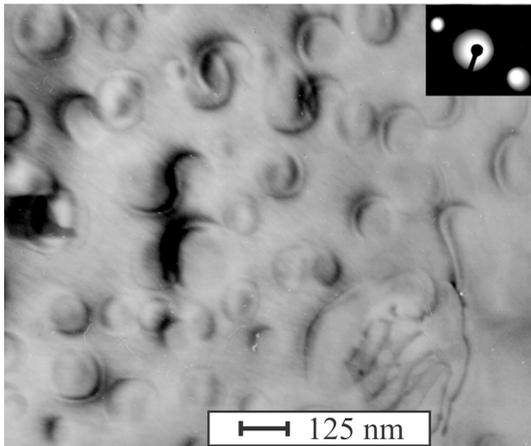
Am Beispiel des überalterten Zustands wird auch belegt, dass die Versetzungsbewegung im VHCF-Bereich heterogen verteilt sein kann. So ist beispielsweise bei  $600^\circ\text{C}$  neben den primär auftretenden Orowan-Ringen in einem weiteren Korn im Probeninneren ein Schneiden der  $\gamma'$ -Ausscheidungen im üa-Zustand zu beobachten (**Bild 5-26c**). Allerdings tritt das Schneiden nur sekundär auf und somit in weit geringerem Umfang als die lokale Orowan-Umgehung, wodurch das Schneiden einen nahezu vernachlässigbaren Einfluss auf das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich hat. Das Schneiden bei  $600^\circ\text{C}$  überrascht, da normalerweise bei dieser Temperatur (begünstigt durch thermische Aktivierung von Quergleitprozessen) zu erwarten ist, dass die von den geordneten  $\gamma'$ -Teilchen erzwungene Neigung zu inhomogener planarer Verformung abnimmt und eine immer homogener werdende Verformung (wellige

Gleitung) eintritt. Aus der Literatur ist bekannt, dass die Anordnung und auch die Teilchengestalt der  $\gamma'$ -Ausscheidungen einen Einfluss auf die Wechselwirkung Versetzungen/Ausscheidungen erwarten lässt (**REPPICH 1989b**). So hat **SCHEPP 1977** gezeigt, dass generell bei kantigen Teilchen bevorzugt Schneiden auftreten kann, da es beim Einschneiden der Versetzung in das  $\gamma'$ -Teilchen auf den wirksamen Krümmungsradius ankommt und es dadurch bei kubischen  $\gamma'$ -Teilchen im  $\ddot{u}$ a-Zustand an den Ecken noch zum Schneiden kommen kann. Bei kugeligen  $\gamma'$ -Partikeln im  $\ddot{u}$ a-Zustand gleicher Größe ist dies nicht mehr möglich. Allerdings wurde das Schneiden für den  $\ddot{u}$ a-Zustand nur bei 600°C beobachtet.

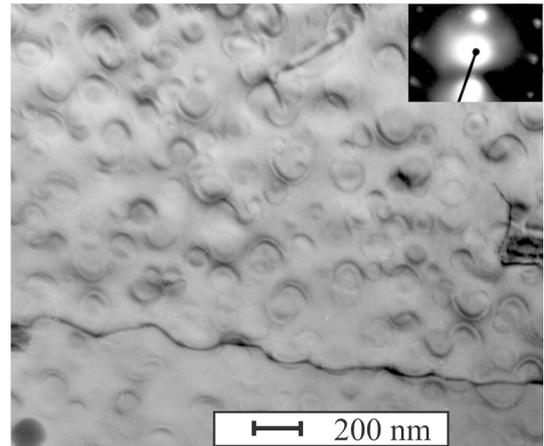
Im VHCF-Bereich kommt es bei 800°C zu einem noch deutlich welligeren Gleitverhalten als bei 600°C. Neben dem Umgehen der  $\gamma'$ -Ausscheidungen durch den Orowan-Mechanismus stellen sich gegenüber 600°C-Versuchen zusätzlich lokal thermisch aktivierte Kletterprozesse ein. Beide Umgehungsmechanismen sind in **Bild 5-25c** und **Bild 5-25d** für den überalterten Zustand sowie in **Bild 5-27a** und **Bild 5-27b** für den maximal ausscheidungsgehärteten Zustand von Nimonic 80A dargestellt. Weiterhin zeigt ein Vergleich von **Bild 5-27** und **Bild 5-28**, dass sowohl bei einer Frequenz von ca. 130 Hz (Resonanzprüfmaschine) als auch bei 760 Hz (servohydraulische 1 kHz-Prüfmaschine) keine Veränderungen in den Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und den  $\gamma'$ -Ausscheidungen (ma-Zustand) auftreten. Da die Prüftemperatur von 800°C oberhalb der Ausscheidungstemperatur für den maximal ausscheidungsgehärteten Zustand ( $T = 710^\circ\text{C}$ ) liegt, vergrößern die  $\gamma'$ -Teilchen im ma-Zustand nach dem  $t^{1/3}$ -Gesetz während der VHCF-Ermüdung. Ausgehend von einem Anfangsdurchmesser von 20 nm wachsen sie innerhalb einer Versuchszeit von ca. 20 Stunden ( $f = 760$  Hz) auf maximal ca. 100 nm an (**Bild 5-27c**). Damit verbunden ist eine Verminderung der Streckgrenze (siehe **Tabelle 4-2**), der Härte (von 362 HV30 auf 320 HV30, siehe Härtewerte in **Bild 5-1**) und somit der Warmfestigkeit aufgrund einer Reduzierung des Fließspannungsbeitrags der  $\gamma'$ -Teilchen. Im Unterschied dazu ist die Mikrostruktur im überalterten Zustand stabil, d.h. die  $\gamma'$ -Ausscheidungen wachsen bei 800°C nicht weiter. Allerdings ist die Streckgrenze  $R_{p0,2, 800^\circ\text{C}}$  im  $\ddot{u}$ a-Zustand mit 376 MPa wesentlich kleiner als im ma-Zustand ( $R_{p0,2, 800^\circ\text{C}} = 633$  MPa) und führt daher bereits bei gleichen Spannungsamplituden ( $\Delta\sigma/2 \approx 220\text{-}300$  MPa) aufgrund der geringeren Warmfestigkeit und der damit stärkeren thermisch aktivierten plastischen Verformung (Versetzungsklettern) zu einem Versagen bereits im HCF-Bereich. Im ma-Zustand hingegen nimmt die Warmfestigkeit mit fortschreitender Versuchszeit aufgrund der  $\gamma'$ -Vergrößerung langsamer ab, wodurch ein Probenversagen erst im VHCF-Bereich (z.B. bei  $\Delta\sigma/2 = 280$  MPa knapp oberhalb von  $10^7$  Zyklen) eintritt. Ein zusätzliches Indiz für die

höhere Warmfestigkeit des ma-Zustands ist die insgesamt geringere Versetzungsbewegung bzw. -dichte im ma-Zustand bei 800°C. Mit steigender Zyklenzahl im VHCF-Bereich nähern sich beide Ausscheidungszustände in der Lebensdauer wieder an. In diesem Kontext muss zusätzlich der Einfluss der sich bildenden Oxidschicht bei erhöhten Temperaturen mit steigender Versuchszeit diskutiert werden. Hierauf wird in einem späteren Unterkapitel (**Kapitel 5.4**) noch eingegangen.

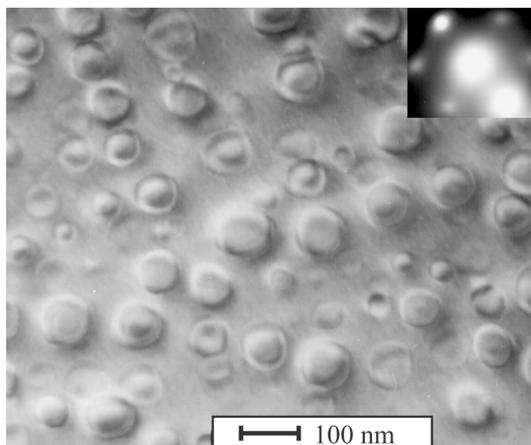
a) Nimonic 80A (ma-Zustand)



b) Nimonic 80A (ma-Zustand)

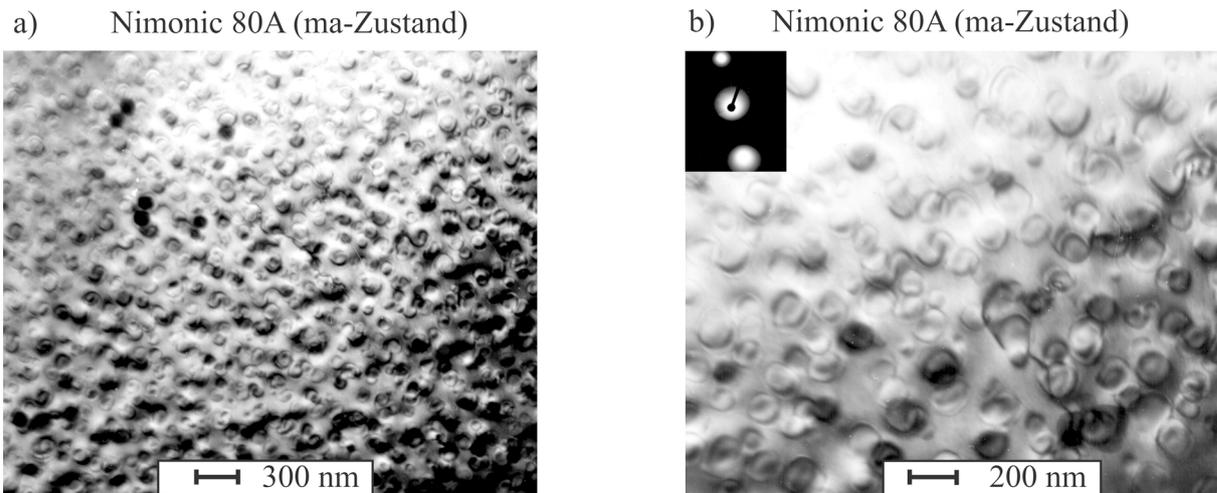


c) Nimonic 80A (ma-Zustand)



**Bild 5-27:** TEM-Hellfeldaufnahmen der Versetzungs/Ausscheidungs-Wechselwirkungen im ma-Zustand bei 800°C ( $\Delta\sigma/2 = 220$  MPa,  $N_B = 5,4 \times 10^7$ ,  $f = 760$  Hz):

- a) Umgehung der gewachsenen  $\gamma'$ -Ausscheidungen durch den Orowan-Mechanismus und thermisch aktivierte Kletterprozesse ( $\bar{g} = \{111\}$ ,  $\bar{Z}A = \langle 011 \rangle$ ),
- b) gekrümmte Versetzungslinie infolge der Barrierewirkung der gewachsenen  $\gamma'$ -Ausscheidungen und Orowan-Ringe ( $\bar{g} = \{111\}$ ,  $\bar{Z}A = \langle 112 \rangle$ ) und
- c) versetzungsfreier Bereich im Probeninneren mit gewachsenen  $\gamma'$ -Ausscheidungen ( $\bar{g} = \{111\}$ ,  $\bar{Z}A = \langle 011 \rangle$ ).

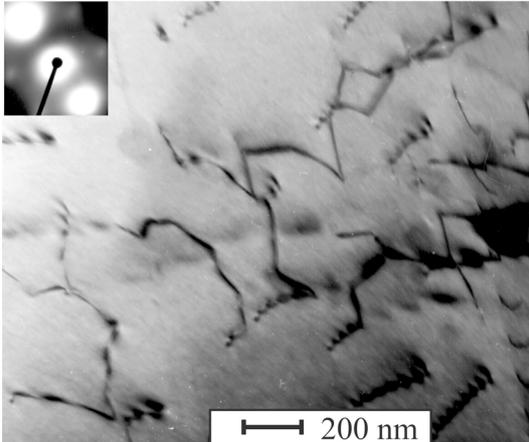


**Bild 5-28:** TEM-Hellfeldaufnahmen der Versetzungs/Ausscheidungs-Wechselwirkungen im ma-Zustand bei 800°C ( $\Delta\sigma/2 = 280$  MPa,  $N_B = 1,7 \times 10^7$ ,  $f = 130$  Hz):  
**a) und b)** Umgehung der gewachsenen  $\gamma'$ -Ausscheidungen anhand des Orowan-Mechanismus ( $\bar{g} = \{111\}$ ,  $\bar{ZA} = \langle 011 \rangle$ ).

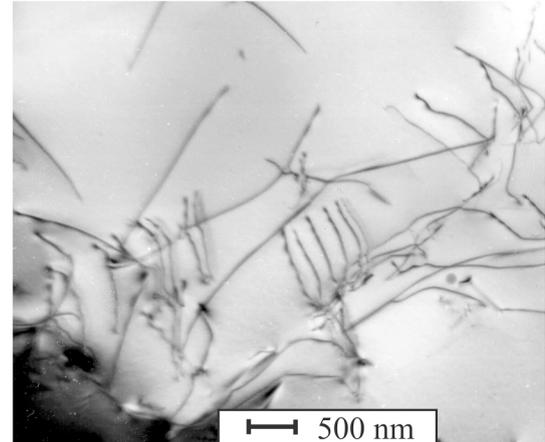
Genau wie die beiden  $\gamma'$ -Ausscheidungsmorphologien (ma- und  $\ddot{u}$ a) zeigt der ausscheidungsfreie Zustand mit steigender Prüftemperatur lokal einen Übergang zu einem welligen Versetzungsgleitverhalten. Während bei 600°C (**Bild 5-29a**) teilweise noch planarers Gleiten auftritt, ist bei 800°C (**Bild 5-29b**) das Gleitverhalten deutlich welliger. Aufgrund der geringen Warmfestigkeit von Nimonic 75 ist die Fließspannungsgrenze gegenüber dem ma- und  $\ddot{u}$ a-Zustand bei 800°C stark herabgesetzt, was sich durch niedrigere ertragbare Spannungsamplituden im Vergleich zu RT-Versuchen widerspiegelt. Die ertragbare Spannungsamplitude fällt bei einer Zyklenzahl von  $10^7$  um die Hälfte von ca. 240 MPa (RT) auf 120 MPa (800°C) ab.

Insgesamt lässt sich bei den VHCF-Versuchen bei mittleren und hohen Temperaturen feststellen, dass die Planarität der Versetzungsbewegung mit größer werdenden  $\gamma'$ -Ausscheidungen und steigenden Temperaturen abnimmt, da die genannten Faktoren Quergleitprozesse und somit welliges Gleitverhalten begünstigen. Trotz stark ausgeprägtem welligen Gleiten sind keine speziellen Versetzungsanordnungen und -muster, wie z.B. schmale persistente Gleitbänder (PGB), im VHCF-Bereich in den verschiedenen Ausscheidungszuständen bei erhöhten Temperaturen zu finden. Bei hohen Prüftemperaturen (800°C) ist aufgrund der durchgeführten Ermüdungsversuche nicht davon auszugehen, dass sich eine Dauerfestigkeit im VHCF-Bereich einstellt.

a)  $T = 600^\circ\text{C}$ , af-Zustand  
 $\Delta\sigma/2 = 240 \text{ MPa}$ ,  $N_{\text{DL}} = 3,20 \times 10^8$



b)  $T = 800^\circ\text{C}$ , af-Zustand  
 $\Delta\sigma/2 = 100 \text{ MPa}$ ,  $N_{\text{B}} = 6,3 \times 10^7$



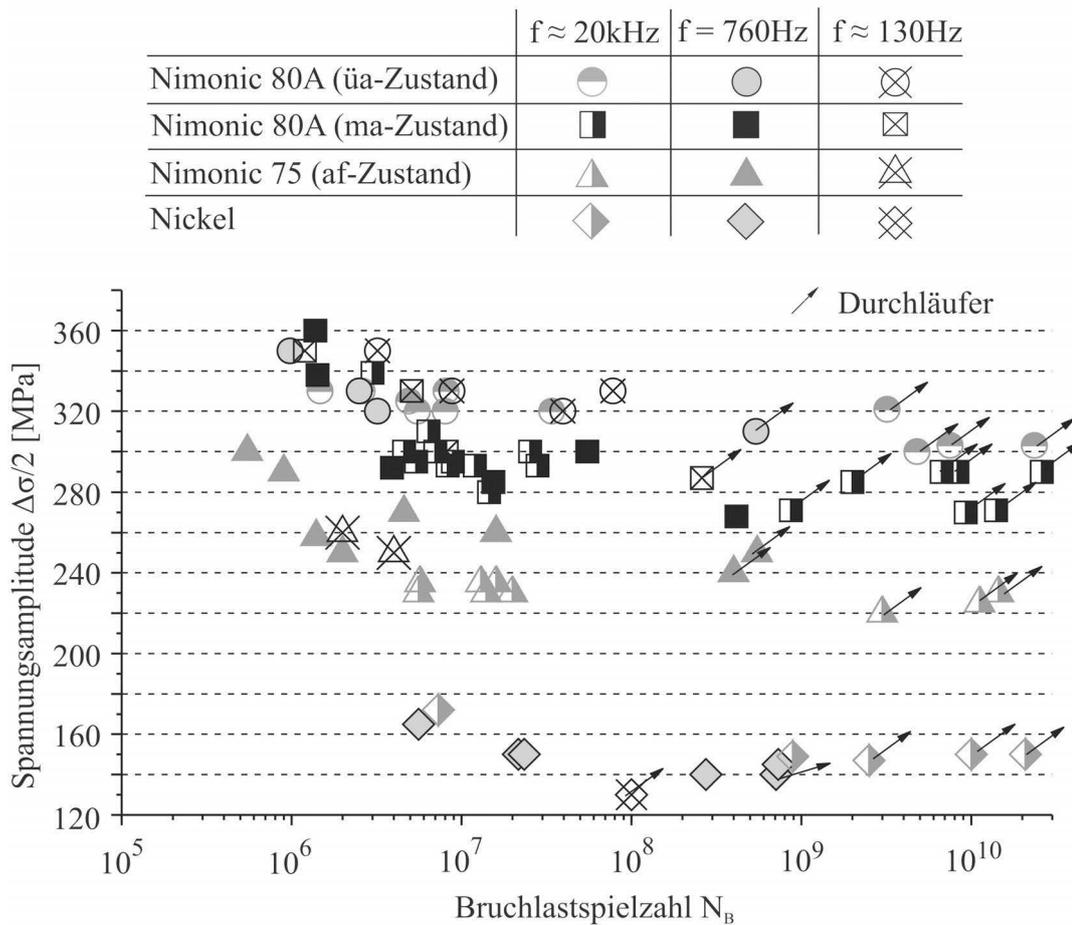
**Bild 5-29:** TEM-Hellfeldaufnahmen ( $\bar{g} = \{111\}$ ,  $ZA = \langle 011 \rangle$ ) der lokalen Vesetzungsanordnungen im af-Zustand nach VHCF-Ermüdung ( $f = 760 \text{ Hz}$ ) bei erhöhten Umgebungstemperaturen:

- a) Übergang zu welligem Gleitcharakter bei  $600^\circ\text{C}$  und
- b) stark ausgeprägtes welliges Gleiten bei  $800^\circ\text{C}$ .

#### 5.2.4 Einfluss der Versuchsfrequenz im VHCF-Bereich

Da für die durchzuführenden VHCF-Versuche drei Hochfrequenz-Prüfmaschinen zur Verfügung stehen, kann der Einfluss der Versuchsfrequenz auf das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich untersucht werden. In **Bild 5-30** sind nochmals die ermittelten Messpunkte aller Werkstoffe aus VHCF-Ermüdungsversuchen bei RT (mit ep-Oberfläche) für die verschiedenen Werkstoffe über der Bruchlastspielzahl in Abhängigkeit von der jeweiligen Versuchsfrequenz aufgetragen. Im Anhang sind in **Bild A.5-1** und **Bild A.5-2** zur Veranschaulichung die gleichen Messpunkte separiert in drei Wöhlerdiagrammen mit der jeweiligen Versuchsfrequenz dargestellt.

Bisher ist kein direkter Einfluss der Versuchsfrequenz für die untersuchten Werkstoffe festzustellen, vorausgesetzt man nimmt die große Streubreite der Versuchsergebnisse im VHCF-Gebiet als gegeben hin. Da die Ultraschallprüfmaschine zur Vermeidung der Proben-erwärmung neben der Druckluftkühlung im gepulsten Betrieb läuft (Pulszeit: 200 ms, Pausenzeit: 600 ms), beträgt die effektive Frequenz ca. 5 kHz. Kritisch sei hier noch erwähnt, dass die Kalibrierung der Ultraschallprüfmaschine beim Versuchsstart über das Hookesche Gesetz erfolgt und somit der E-Modul, welcher in der Regel eine geringfügige Streuung aufweist, indirekt Einfluss auf die einzustellende Spannungsamplitude hat.

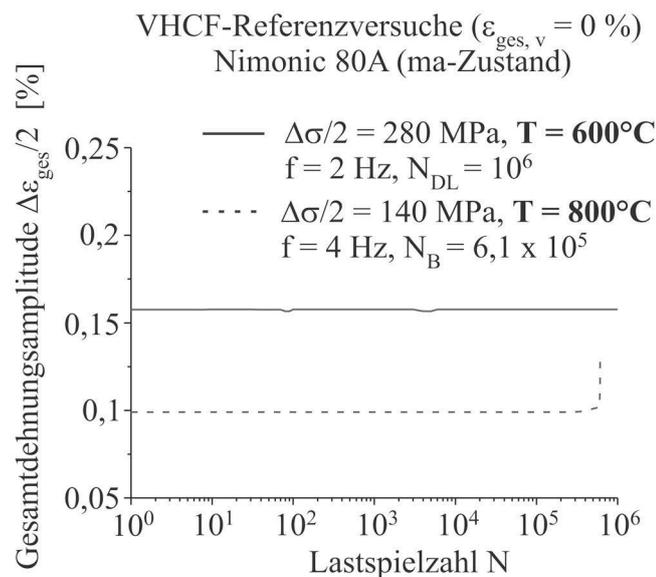


**Bild 5-30:** Ergebnisse aus den Ermüdungsversuchen (Oberfläche: ep) bei RT für Nimonic 80A, Nimonic 75 und Nickel mit Kennzeichnung der jeweiligen Versuchsfrequenz.

Ergänzend zu den durchgeführten Versuchen bei hohen Frequenzen (oberhalb 130 Hz) sind im Anhang in **Bild A.5-1a** Ergebnisse exemplarisch durchgeführter Ermüdungsversuche an einer konventionellen servohydraulischen Prüfmaschine ( $f = 25\text{-}35\text{ Hz}$ ) für den üa-Zustand von Nimonic 80A und Nickel bei RT dargestellt. Bei diesen „niedrigen“ Versuchsfrequenzen von 25-35 Hz ist ebenfalls kein starker Frequenzeinfluss erkennbar. Allerdings gilt für den Durchläufer des üa-Zustands ( $\Delta\sigma/2 = 330\text{ MPa}$ ,  $N_{DL} = 5,30 \times 10^7$ ,  $f = 25\text{ Hz}$ ) ebenso wie für alle anderen Durchläufer mit hohen Frequenzen ( $f = \text{ca. } 130\text{ Hz}$ ,  $760\text{ Hz}$  und  $\text{ca. } 20\text{ kHz}$ ), dass durch die aus Zeitgründen „frühzeitige“ Beendigung der Versuche letztendlich nicht geklärt ist, ob die durchgelaufenen Proben nicht doch noch bei noch höheren Lastspielzahlen versagen würden. Somit lässt sich die Frage nach einem möglichen Frequenzeinfluss im VHCF-Bereich (z.B. aufgrund von transientem Werkstoffverhalten bzw. unterdrückten Korrosionseffekten) nicht abschließend klären. Nur eine Eingrenzung der Versuchsparameter, z.B. durch eine Reduzierung auf Modellwerkstoffe, ermöglicht eine systematische und gezielte Untersuchung des Frequenzeinflusses unabhängig von weiteren Faktoren, welche die Streuung der Versuchsergebnisse begünstigen. Die Ermüdungsversuche bei unterschiedlichen Frequenzen bestätigen somit die gewonnenen Erkenntnisse von **MAYER&STANZL-TSCHEGG 2002**, die eben-

falls unter Berücksichtigung der Streuung nur einen geringen Frequenzeinfluss ( $f = \text{ca. } 20 \text{ kHz}$  und  $100 \text{ Hz}$ ) im VHCF-Bereich an kubisch flächenzentrierten Legierungen (u.a. verschiedene Aluminiumlegierungen und austenitischer Stahl) festgestellt haben.

Anders verhält sich der Frequenzeinfluss bei hohen Umgebungstemperaturen. In **Bild 5-31** sind die Wechselverformungskurven des maximal ausscheidungsgehärteten Zustands für VHCF-Versuche bei  $600^\circ\text{C}$  und  $800^\circ\text{C}$  (bei gleicher Spannungsamplitude) mit niedrigen Frequenzen dargestellt. Ein transientes Werkstoffverhalten ist, wie vorangehend bei RT ermittelt, auch bei erhöhten Prüftemperaturen im VHCF-Bereich nicht festzustellen. Während bei  $600^\circ\text{C}$  ( $\Delta\sigma/2 = 280 \text{ MPa}$ ,  $f = 2 \text{ Hz}$ ) zumindest bis zum Versuchsabbruch bei  $10^6$  Zyklen (aus Zeitgründen) kein Probenversagen eintritt, ist bei  $800^\circ\text{C}$  ( $\Delta\sigma/2 = 140 \text{ MPa}$ ,  $f = 4 \text{ Hz}$ ) ein Probenversagen bereits nach  $6,1 \times 10^5$  Zyklen (HCF-Bereich) zu verzeichnen. Gegenüber dem VHCF-Versuch bei  $760 \text{ Hz}$  ( $\Delta\sigma/2 = 140 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 2,03 \times 10^8$ ,  $f = 760 \text{ Hz}$ ) ist die Lebensdauer bei  $4 \text{ Hz}$  demnach um fast 3 Dekaden geringer.



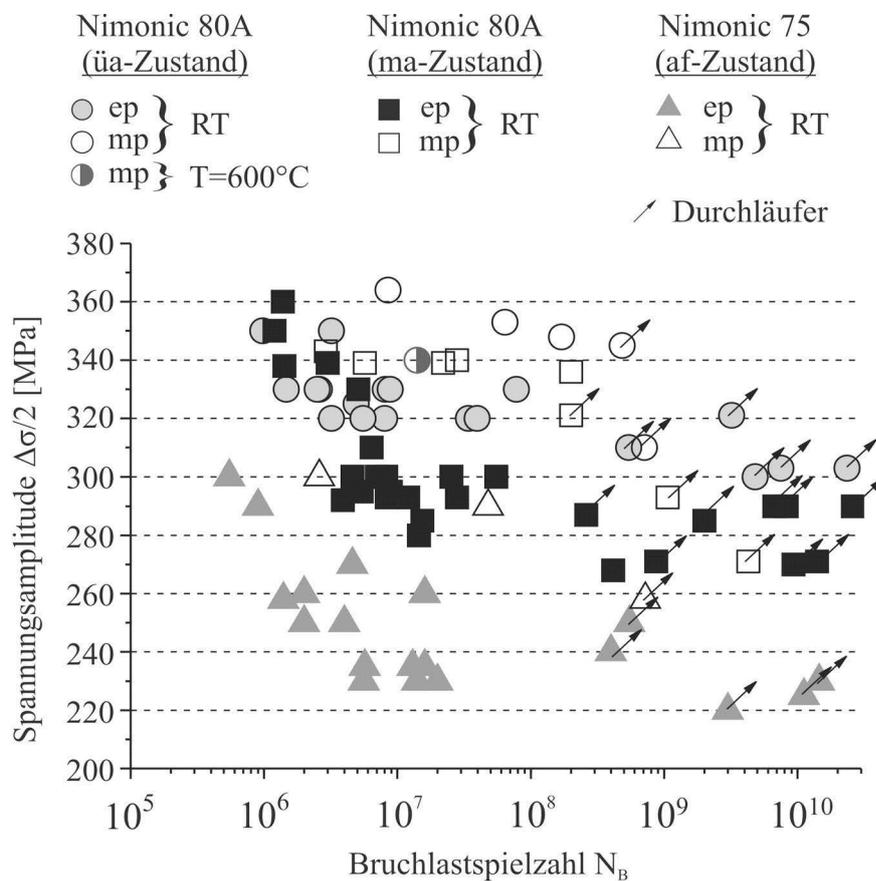
**Bild 5-31:** Ermittelte Wechselverformungskurven aus VHCF-Referenzversuchen ( $f = 2 \text{ Hz}$  und  $4 \text{ Hz}$ ) von Nimonic 80A im ma-Zustand bei:  
**a)**  $600^\circ\text{C}$  und **b)**  $800^\circ\text{C}$ .

Ein weiterer Referenzversuch ( $\Delta\sigma/2 = 140 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 3,75 \times 10^6$ ,  $f = 50 \text{ Hz}$ ) bestätigt die starke Frequenzabhängigkeit bei  $800^\circ\text{C}$ . Da mit steigender Versuchstemperatur Oxidationsinflüsse sowie thermisch aktivierte Verformungsprozesse (z.B. Versetzungsklettern) zunehmen und zusätzlich mit abnehmender Versuchsfrequenz interkristalline Rissbildung gefördert wird, kommt es bei  $800^\circ\text{C}$  mit abnehmender Frequenz zu dem signifikanten Lebensdauerabfall (**GELL&LEVERANT 1973**). Während ein Vergleich von  $4$  bzw.  $50 \text{ Hz}$  zu  $760 \text{ Hz}$  einen signifikanten Frequenzeinfluss auf die Lebensdauer bei VHCF-Versuchen zeigt, ist dieser

zwischen Frequenzen von  $f \approx 130\text{Hz}$  ( $N_B = 1,50 \times 10^7$ ) und  $f = 760\text{ Hz}$  ( $N_B = 1,70 \times 10^7$ ) nicht mehr feststellbar (siehe ma-Zustand in **Bild 5-24a** bei  $800^\circ\text{C}$  und  $\Delta\sigma/2 = 260\text{ MPa}$ ).

### 5.2.5 Einfluss des Oberflächenzustands

Vergleicht man die ermittelten Schwingfestigkeiten für Nimonic 80A und Nimonic 75 bei unterschiedlichen Oberflächenzuständen (**Bild 5-32**) miteinander, so ist für alle drei Ausscheidungszustände eine erhöhte Lebensdauer der mechanisch polierten (mp-)Proben trotz deren größerer Oberflächenrauigkeit ( $6,6\ \mu\text{m}$  gegenüber  $1,4\ \mu\text{m}$  im ep-Zustand) zu attestieren. Die mp-Proben wurden ausschließlich an der servohydraulischen 1 kHz- und an der Ultraschallprüfmaschine ermüdet. Von den mp-Proben ist ein Probenversagen bis knapp oberhalb von  $10^8$  Lastwechseln zu verzeichnen.



**Bild 5-32:** Ergebnisse aus den VHCF-Ermüdungsversuchen bei RT und einem Referenzversuch bei  $600^\circ\text{C}$  für Nimonic 80A (ma und üa) und Nimonic 75 (af) mit mechanisch und elektrolytisch polierter Oberfläche.

Mechanisches Polieren führt zu einer Veränderung des Spannungszustands im oberflächennahen Bereich, d.h. es werden dort Druckeigenspannungen induziert (CATON et al. 2004). Aus der Literatur (KOSTER 1991 und LEIS 1996) ist bekannt, dass oft nicht die Oberflächenrauigkeit die Ermüdungslebensdauer bestimmt, sondern die bei der Fertigung der Oberfläche eingebrachten Eigenspannungen maßgeblich sind. Durch Einbringen von Druckeigenspan-

nungen im oberflächennahen Bereich kann die Rissbildung erheblich verlangsamt werden. Da ein Großteil der Gesamtlebensdauer im VHCF-Bereich von der Rissinitiierungsphase dominiert wird, ist ein erhöhter Einfluss oberflächennaher Eigenspannungen zu vermuten, da im Gegensatz zum LCF/HCF-Bereich kein Abbau dieser Eigenspannungen zu erwarten ist.

Bei höheren Beanspruchungsamplituden (LCF- und teilweise HCF-Bereich) ist der Einfluss von Eigenspannungen an der Oberfläche deutlich geringer, da die Eigenspannungen durch den plastischen Verformungsanteil bereits zu Beginn der zyklischen Verformung abgebaut werden können und die Lebensdauer mehr durch das Risswachstumsverhalten bestimmt wird (**HUFF 2002**). Ein Referenzversuch im LCF-Bereich im ma-Zustand mit mp-Oberfläche dokumentiert im Vergleich zur ep-Oberfläche (beide  $\Delta\sigma/2 = 820$  MPa, mp-Oberfläche:  $N_B = 4,40 \times 10^3$  und ep-Oberfläche:  $N_B = 6,05 \times 10^3$ ) nur noch einen geringen Unterschied in der Lebensdauer im LCF-Bereich. Eigenspannungsmessungen an Oberflächenkörnern mit Hilfe eines Röntgen-Diffraktometers (durchgeführt durch den Projektpartner in Bremen) zeigen, dass die elektrolytisch polierten Oberflächenkörner im Mittel mit -175 MPa um 225 MPa geringere Eigenspannungen gegenüber den mechanisch polierten Körnern (DES = -400 MPa) aufweisen. Ein weiterer Referenzversuch im üa-Zustand bei 600°C belegt, dass der Einfluss der Eigenspannungen mit steigender Temperatur abnimmt, da die Eigenspannungen bei höherer Umgebungstemperatur durch Relaxation abgebaut werden und somit nur noch einen geringen Einfluss auf das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich haben (**SHYAM et al. 2004**). Die ertragbare Spannungsamplitude der mechanisch polierten Probe bei 600°C liegt im Streuband der ermüdeten elektrolytisch polierten Proben bei RT (**Bild 5-32**) und 600°C (Vergleiche mit **Bild 5-24a**).

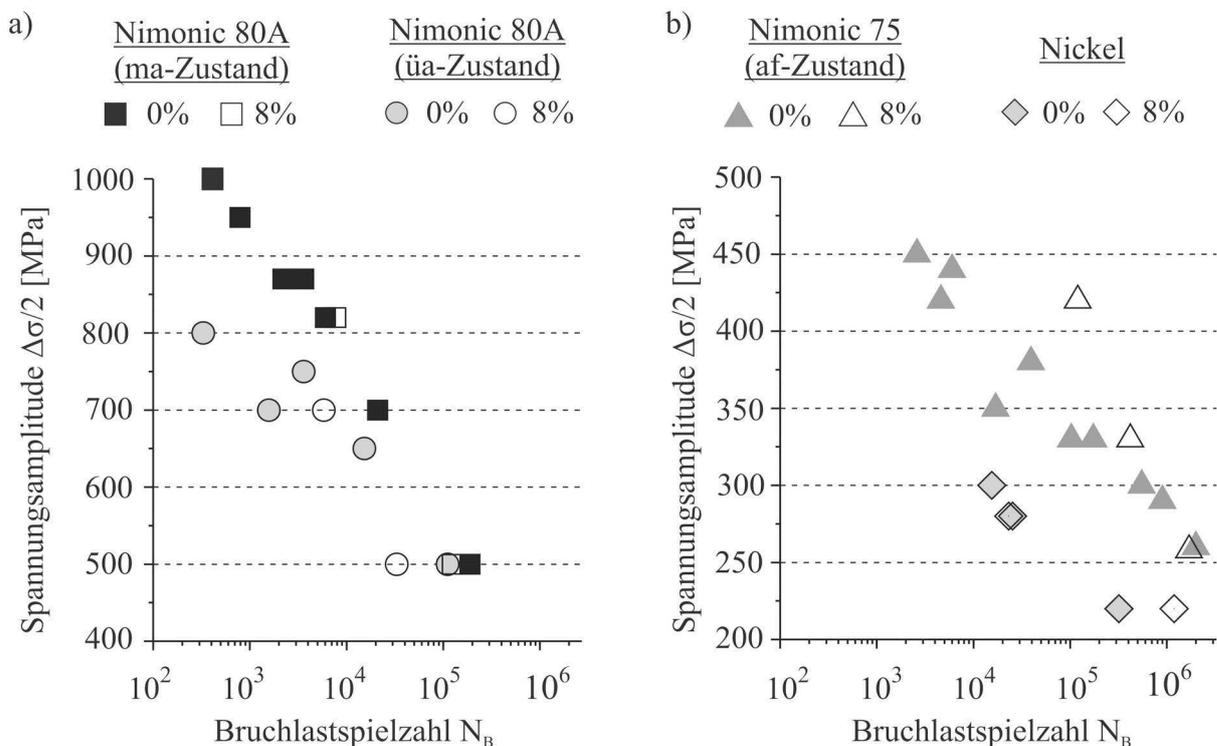
### 5.3 Ermüdungsverhalten nach einer Vorverformung

Ergänzend zu den im vorangegangenen Kapitel dargestellten Ergebnissen wird in diesem Abschnitt der Einfluss einer monotonen Vorverformung auf das Wechselverformungsverhalten und die Mikrostruktur hinsichtlich der Ermüdungseigenschaften, ausgehend vom LCF- bis in den VHCF-Bereich hinein, lastspielzahlübergreifend betrachtet.

#### 5.3.1 LCF-/HCF-Werkstoffverhalten bei RT nach einsinniger Vorbeanspruchung

In **Bild 5-33** sind die Ergebnisse aus kraftgeregelten LCF- und HCF-Versuchen bei RT an un- und vorverformten ( $\epsilon_{ges, v} = 8\%$ ) Proben für die beiden Ausscheidungszustände (ma und üa) (**Bild 5-33a**) und den ausscheidungsfreien Zustand (af) sowie reines Nickel (**Bild 5-33b**) dargestellt. Für die LCF-Versuche mit Vorverformung wurde zum einen eine konventionelle

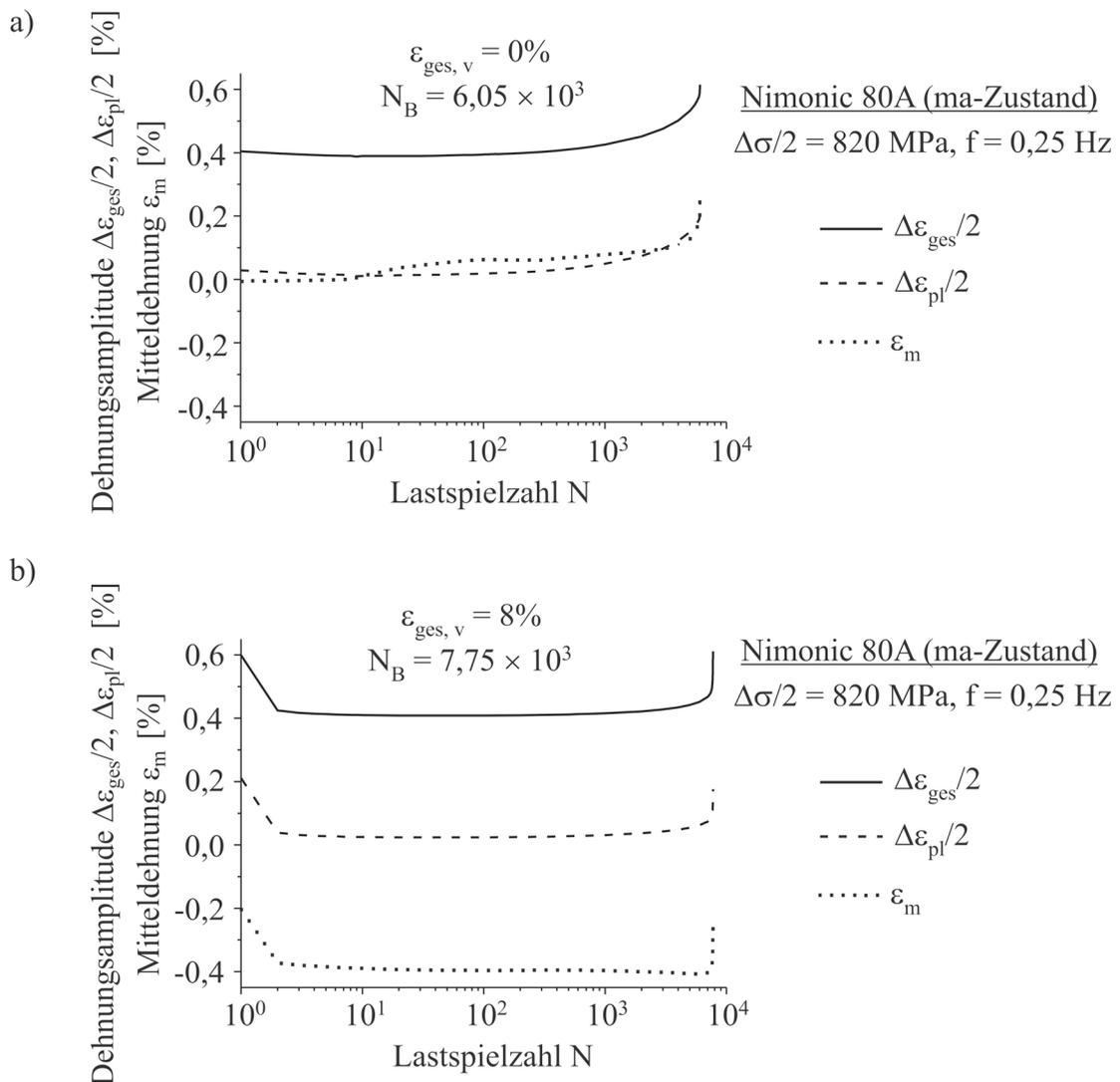
servohydraulische Prüfmaschine verwendet und zum anderen ist zur Erzielung höherer Frequenzen für die HCF-Versuche eine Resonanzprüfmaschine eingesetzt worden. Deutliche Unterschiede bezüglich der Lebensdauer nach einer Vorverformung ergeben sich im LCF-Bereich ( $\Delta\sigma/2 = 420$  MPa) nur für den ausscheidungsfreien Zustand. Sowohl der ma- als auch der üa-Zustand von Nimonic 80A sowie Nickel zeigen nahezu keine Vorgeschichteabhängigkeit im LCF-Bereich. Aus den Untersuchungen von SCHÖLER 1999 ist bekannt, dass bei RT bei plastisch dehnungsgeregelten LCF- und HCF-Versuchen die Lebensdauer bei Nimonic 75 (af-Zustand) sowie Nimonic 105 im ma- als auch im üa-Zustand nach einer Vorverformung ( $\epsilon_{ges, v} = 4-8\%$ ) herabgesetzt wird. Daraus wird ersichtlich, dass die Untersuchung der Vorgeschichteabhängigkeit hinsichtlich des Ermüdungsverhaltens im LCF- und HCF-Bereich stark von der Wahl der Regelgröße (plastisch dehnungs- oder kraftgeregelt) abhängt.



**Bild 5-33:** Ergebnisse aus LCF- ( $f = 0,25$  Hz und 1 Hz) und HCF-Ermüdungsversuchen ( $f = 75$  Hz und 110 Hz) bei RT ohne ( $\epsilon_{ges, v} = 0\%$ ) und mit Gesamtvorverformungsgrad von  $\epsilon_{ges, v} = 8\%$  für:

- a) Nimonic 80A (ma- und üa-Zustand) sowie  
 b) Nimonic 75 (af-Zustand) und Nickel.

In **Bild 5-34** sind die exemplarischen Verläufe der resultierenden Dehnungsamplituden ( $\Delta\epsilon_{ges}/2$  und  $\Delta\epsilon_{pl}/2$ ) und der Mitteldehnung ( $\epsilon_m$ ) aus kraftgeregelten LCF-Versuchen an Nimonic 80A im maximal ausscheidungsgelärteten Zustand ohne (**Bild 5-34a**) und mit Vorverformung (**Bild 5-34b**) bei RT aufgetragen.

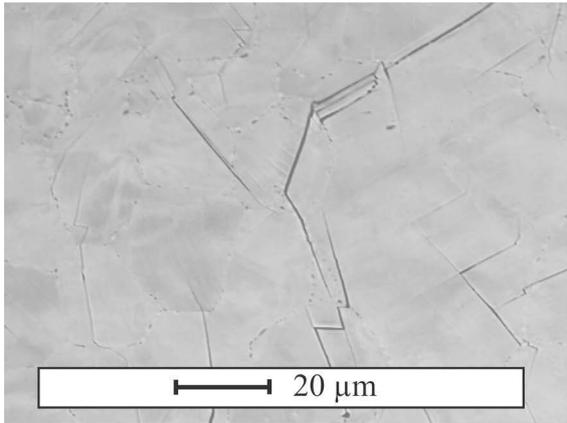


**Bild 5-34:** Vergleich der Wechselverformungskurven von Nimonic 80A (ma-Zustand) bei RT nach einer Vorverformung von:  
a) 0% und b) 8% Gesamtdehnung.

Aufgrund des Bauschinger-Effekts, der zu einer reduzierten Fließgrenze nach einer Vorverformung im Druck führt, stellt sich während der Ermüdung der vorverformten Probe eine negative Mitteldehnung  $\varepsilon_m$  ein. Die durch die Vorverformung eingestellte negative Mitteldehnung  $\varepsilon_m$  hat allerdings nahezu keinen Einfluss auf die Lebensdauer (RADAJ 2007), was sich auch in einer annähernd identischen transkristallinen Mikrorissdichte der un- und vorverformten Proben widerspiegelt (Bild 5-35). Den Einfluss einer schädigungsrelevanten Mittelspannung im Vergleich zu einer nicht schädigenden Mitteldehnung zeigten plastisch dehnungsgeregelte Ermüdungsversuche von SCHÖLER 1999 an un- und vorverformten Proben ( $\varepsilon_{\text{ges},v} = 8\%$ ) an der ausscheidungsfreien Legierung Nimonic 75 und der ausscheidungsgehärteten Legierung Nimonic 105. Eine Vorverformung führte in der Wechselverformungskurve einerseits zu großen positiven Mittelspannungen und andererseits zu einem deutlichen Anstieg der

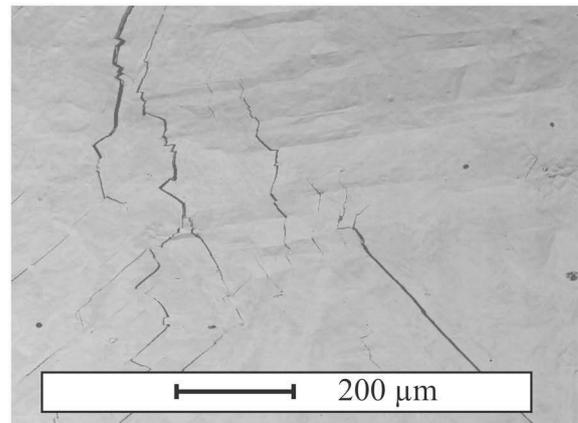
Spannungsamplitude mit steigendem  $\gamma'$ -Härtungsbeitrag. Infolgedessen wird die Lebensdauer nach einer Vorverformung bei plastisch dehnungsgeregelten Versuchen deutlich reduziert.

a)  $\Delta\sigma/2 = 820 \text{ MPa}, N_B = 6,05 \times 10^3$



Nimonic 80A (ma),  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 0\%$

b)  $\Delta\sigma/2 = 820 \text{ MPa}, N_B = 7,75 \times 10^3$

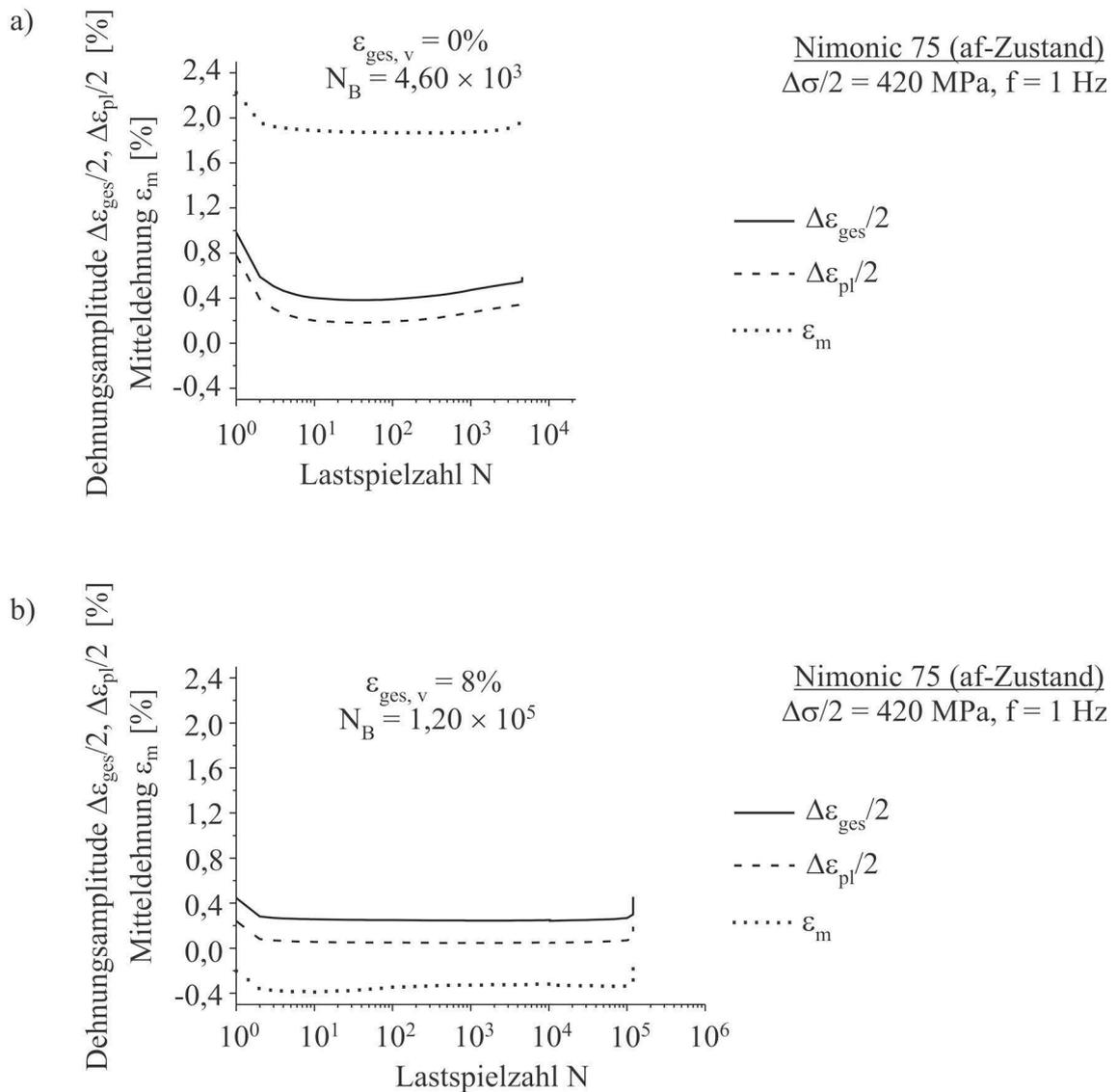


Nimonic 80A (ma),  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$

**Bild 5-35:** REM-Aufnahmen (BSE-Kontrast) der Gleitband- und Mikrorissdichte im ma-Zustand im LCF-Bereich bei RT:  
**a)** Ohne und **b)** mit Vorverformung.

Die Versuchsregelung kann aber auch bei einem nicht vorverformten Werkstoff einen Einfluss auf das zyklische Spannungs-Dehnungsverhalten im Sättigungszustand haben (CHRIST 1991), sobald eine zyklische Verfestigung vor Erreichen der Sättigung eintritt und die Ausprägung dieses Vorganges maßgeblich von der Wahl der Regelgröße abhängt. Bezogen auf den quasi-stationären Zustand ist der Verfestigungsvorgang wie eine Vorverformung zu betrachten. Legierungen mit planarem Gleitcharakter (z.B.  $\alpha$ -Messing) zeigen bei kraftkontrollierter Versuchsführung eine ausgeprägtere Verfestigung als bei plastischer Dehnungsregelung, da in Kraftregelung während der ersten Zyklen sehr hohe plastische Dehnungsamplituden erzwungen werden. Insgesamt liegt durch die stärkere Verfestigung die in Kraftregelung ermittelte zyklische Spannungs-Dehnungskurve höher als die bei konstanter plastischer Dehnungsamplitude. Da laut CHRIST 1991 die Ermüdungsschädigung mit der Größe der plastischen Dehnung zusammenhängt, ist bei verfestigenden Werkstoffen selbst bei gleichen Wertepaaren ( $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2$  und  $\Delta\sigma/2$ ) in der Sättigung die Lebensdauer in der Regel bei kraftkontrollierten Ermüdungsversuchen gegenüber plastisch dehnungsgeregelten Versuchen reduziert. Bestätigt wird diese Aussage durch den Vergleich der in dieser Arbeit in Kraftregelung ermittelten Lebensdauer mit der von SCHÖLER 1999 erreichten Lebensdauer in plastischer Dehnungsregelung an der unvorverformten Legierung Nimonic 75 (af-Zustand). Während in Kraftregelung eine Lebensdauer von  $N_B = 4,6 \times 10^3$  (bei konstanter Spannungsamplitude  $\Delta\sigma/2 = 420 \text{ MPa}$  und einer resultierenden plastischen Dehnungsamplitude in der Sättigung

von  $\Delta\varepsilon_{pl,s/2} = 0,18\%$ , siehe **Bild 5-36a**) erzielt wird, ist in plastischer Dehnungsregelung bei dem Versuch von SCHÖLER 1999 trotz größerer Amplitude der konstant gehaltenen plastischen Dehnung ( $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 0,25\%$  und einer resultierenden Spannungsamplitude in der Sättigung von  $\Delta\sigma_s/2 = 374$  MPa) die erzielte Lebensdauer mit  $N_B = 7,9 \times 10^3$  um über 70% höher.

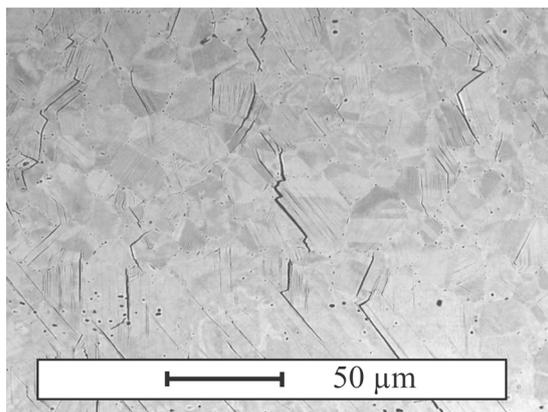


**Bild 5-36:** Vergleich der Wechselverformungskurven von Nimonic 75 (af-Zustand) nach einer Vorverformung von:  
**a)** 0% und **b)** 8% Gesamtdehnung.

Begründen lässt sich die höhere Lebensdauer bei plastisch dehnungsgeregelter Versuchsführung, wie bereits oben erläutert, mit den bei in Kraftregelung sehr hohen erzwungenen plastischen Dehnungsamplituden zu Versuchsbeginn (siehe dazu auch Wechselverformungskurve von Nimonic 75 in **Bild 5-36a**). Anhand der Wechselverformungskurven in **Bild 5-36** bei kraftgeregelter Versuchsführung von Nimonic 75 (af-Zustand) ohne (**Bild 5-36a**) und mit

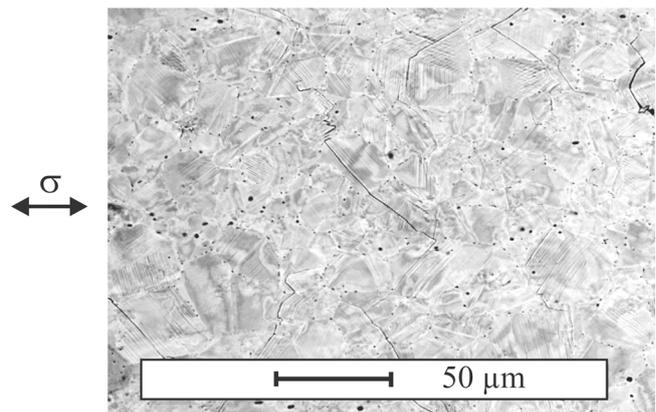
Vorverformung (**Bild 5-36b**) wird deutlich, dass es im Gegensatz zu den beiden anderen untersuchten Ausscheidungszuständen (ma und üa) durch die Vorverformung einerseits zu einer signifikanten Lebensdauererhöhung und andererseits zu einer charakteristischen Reduzierung der resultierenden plastischen Dehnungsamplitude kommt. Des Weiteren stellt sich durch die Vorverformung infolge des Bauschinger-Effekts eine negative Mitteldehnung ein. Die höhere resultierende plastische Dehnungsamplitude im nicht-vorverformten Zustand ist maßgeblich für die Lebensdauerreduktion verantwortlich und führt, mikrostrukturell bedingt, zu einem ausgeprägten transienten Werkstoffverhalten (Verfestigungs- und Entfestigungsverhalten). Als Konsequenz aus der niedrigeren resultierenden plastischen Dehnungsamplitude während des kraftgeregelten LCF-Versuchs (siehe Wechselverformungskurve in **Bild 5-36b**) ist im vorverformten af-Zustand eine wesentlich geringere Oberflächenmikrorissdichte erkennbar (**Bild 5-37**).

a)  $\Delta\sigma/2 = 420 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 4,60 \times 10^3$



Nimonic 75 (af),  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 0\%$

b)  $\Delta\sigma/2 = 420 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 1,20 \times 10^5$



Nimonic 75 (af),  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$

**Bild 5-37:** REM-Aufnahmen (BSE-Kontrast) mit unterschiedlicher Mikrorissdichte in Nimonic 75 (af-Zustand) nach zyklischer Verformung bei RT:

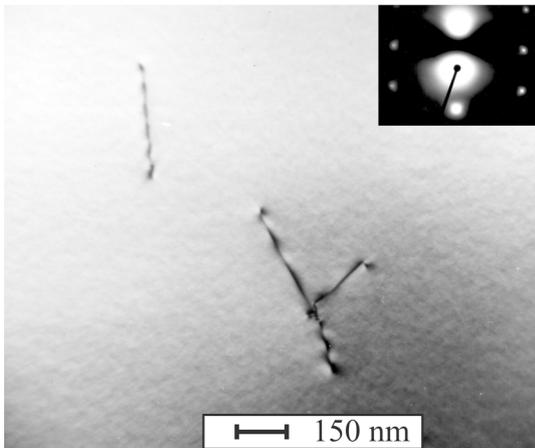
a) Ohne und b) mit Vorverformung.

Ohne eine Vorverformung liegen die Versetzungen statistisch verteilt mit geringer Dichte in der Matrix vor (siehe Beispiel unvorverformter af-Zustand in **Bild 5-38a**). Im Gegensatz hierzu ergibt sich nach einer 8%-Vorverformung bei planar gleitenden Werkstoffen (Nimonic 80A und Nimonic 75) bereits eine sehr hohe Versetzungsdichte in planarer Anordnung in den aktiven Gleitebenen (**Bild 5-38b**). Eine Zellstrukturbildung wird bei den ausscheidungsgehärteten Zuständen (ma, üa und af) nicht beobachtet. Dies führt, wie deutlich in den Wechselverformungskurven für den ma- (**Bild 5-34b**) und den af-Zustand (**Bild 5-36b**) ersichtlich ist, zu einer sehr geringen Verfestigung bzw. zu einem ausgeprägten Sättigungsbereich während der LCF-Ermüdung. Daraus lässt sich schließen, dass die durch eine Vorverformung

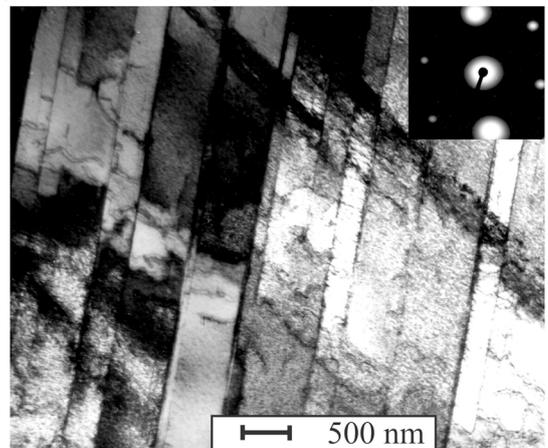
von  $\varepsilon_{\text{ges}, v} = 8\%$  induzierte planare Versetzungsstruktur durch die anschließende niederzyklische Ermüdung grundsätzlich nicht verändert wird.

Wie bereits zu Beginn dieses Unterkapitels erwähnt wurde, liegt auch bei wellig gleitendem Nickel nahezu keine Vorgeschichteabhängigkeit im LCF-Bereich vor. Sowohl bei den in dieser Arbeit in Kraftregelung durchgeführten LCF-Versuchen als auch bei gesamtdehnungsgeregelten Versuchen (siehe dazu Wechselverformungskurven in **Bild 3-17b**, COFFIN JR. 1970) an Nickel ist der Einfluss einer Vorverformung auf die LCF-Lebensdauer zu vernachlässigen. Das Wechselverformungsverhalten zeigt aber, trotz ähnlich erzielter Lebensdauern un- und vorverformter Proben, eine signifikante Abhängigkeit von der Vorgeschichte.

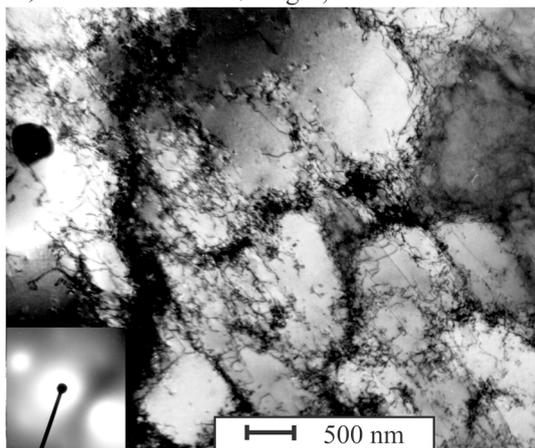
a) Nimonic 75 (af-Zustand);  $\varepsilon_{\text{ges}, v} = 0\%$



b) Nimonic 80A (ma-Zustand);  $\varepsilon_{\text{ges}, v} = 8\%$



c) Nickel;  $\varepsilon_{\text{ges}, v} = 8\%$

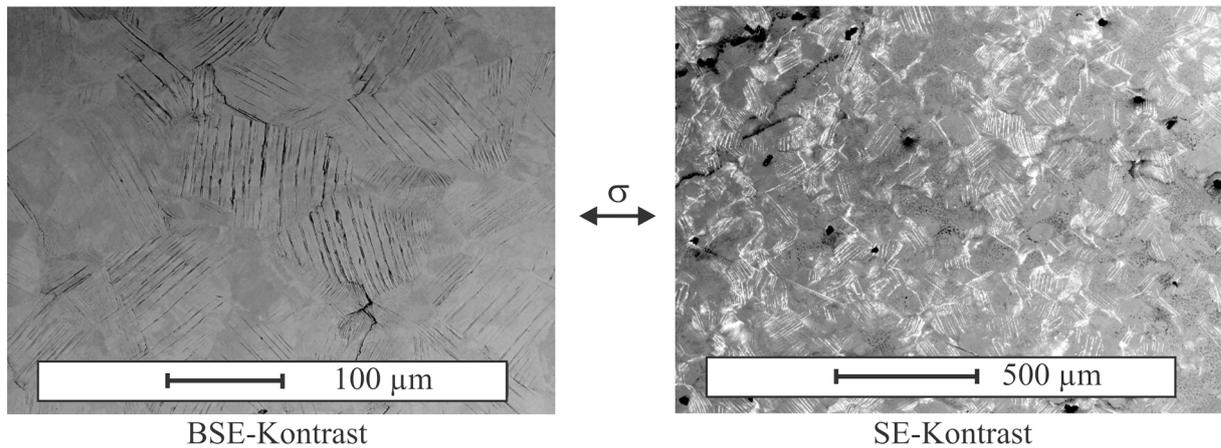


**Bild 5-38:** TEM-Hellfeldaufnahmen charakteristischer Versetzungsanordnungen:

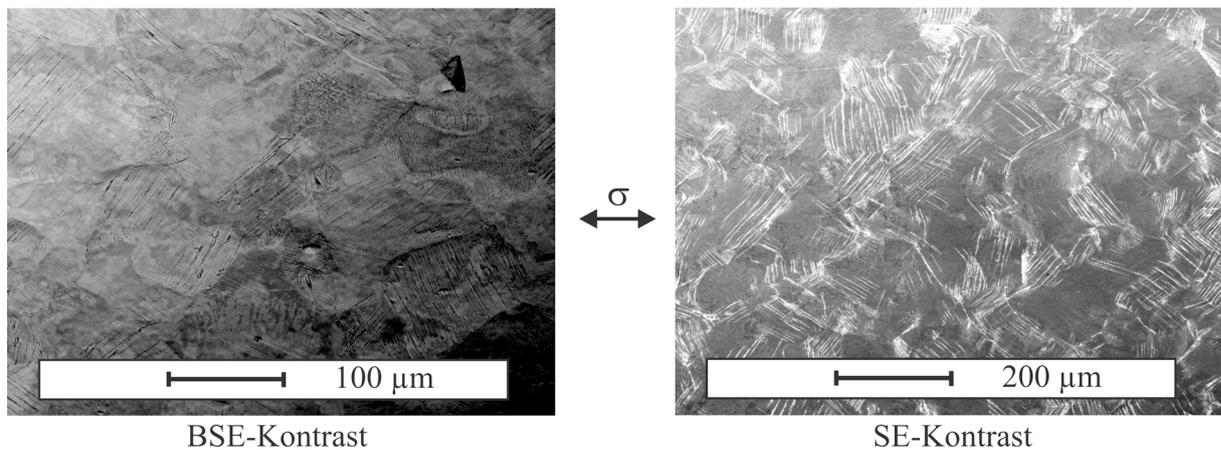
- a) Geringe Versetzungsichte im Ausgangszustand ( $\bar{g} = \{022\}$ ,  $\bar{Z}A = \langle 122 \rangle$ ),
- b) planare Gleitbänder mit hoher Versetzungsichte ( $\bar{g} = \{111\}$ ,  $\bar{Z}A = \langle 011 \rangle$ ) nach RT-Vorverformung (8% Gesamtdehnung) und
- c) Zellstrukturen mit Zellwänden und hoher Versetzungsichte im Zellinneren ( $\bar{g} = \{111\}$ ,  $\bar{Z}A = \langle 011 \rangle$ ) nach RT-Vorverformung (8% Gesamtdehnung).

Begründen lässt sich der geringe Einfluss der Vorverformung auf die LCF-Lebensdauer mit den mikrostrukturellen Gegebenheiten wellig gleitender Werkstoffe. Nach einer Vorverformung von  $\epsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$  ist bereits eine ausgeprägte heterogene Versetzungsverteilung zu erkennen (**Bild 5-38c**), die an eine Zellstruktur mit diffusen Zellwänden und hoher Versetzungsdichte im Zellinneren erinnert. Im Vergleich dazu führt ein LCF-Versuch an Nickel ohne Vorverformung zu Beginn zu einer schmaleren Zellwandausprägung und zu einer deutlichen Abnahme der Versetzungsdichte im Zellinneren. Mit fortlaufender Zyklenzahl wächst der mittlere Zelldurchmesser voraussichtlich bis auf den mit der Beanspruchungsamplitude verknüpften Sättigungswert weiter an (siehe dazu auch die Versetzungsanordnungen in unvorverformten Nickel nach einer zyklischen LCF-Beanspruchung in **Bild 3-8**). Aus der Literatur (**LAIRD et al. 1975**) ist bekannt, dass für Nickel ein Schwellenwert im Bereich zwischen 40% und 48% Zugvorverformung existiert, oberhalb dessen die aufgeprägte Zellstruktur infolge der Kaltvorverformung stabiler als bei LCF-Verformung ohne Vorverformung ist. Daraus lässt sich schließen, dass die bei Gesamtvorverformungsgraden von  $\epsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$  und anschließend nach Ermüdung gebildete Versetzungsstruktur sich kaum von der nur durch LCF-Verformung formierten Anordnung unterscheidet, da die aufgrund der Vorverformung bestehenden Unterschiede während der sich anschließenden Wechselverformung mit fortlaufender Zyklenzahl abgebaut werden können. REM-Untersuchungen der Oberflächenkörner belegen ebenfalls, dass sich die Gleitbanddichte an LCF ermüdeten Nickel-Proben im Wesentlichen nicht durch eine Vorverformung ( $\epsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$ ) ändert (**Bild 5-39**).

a) Nickel:  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 0\%$ ,  $\Delta\sigma/2 = 280 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 2,53 \times 10^4$



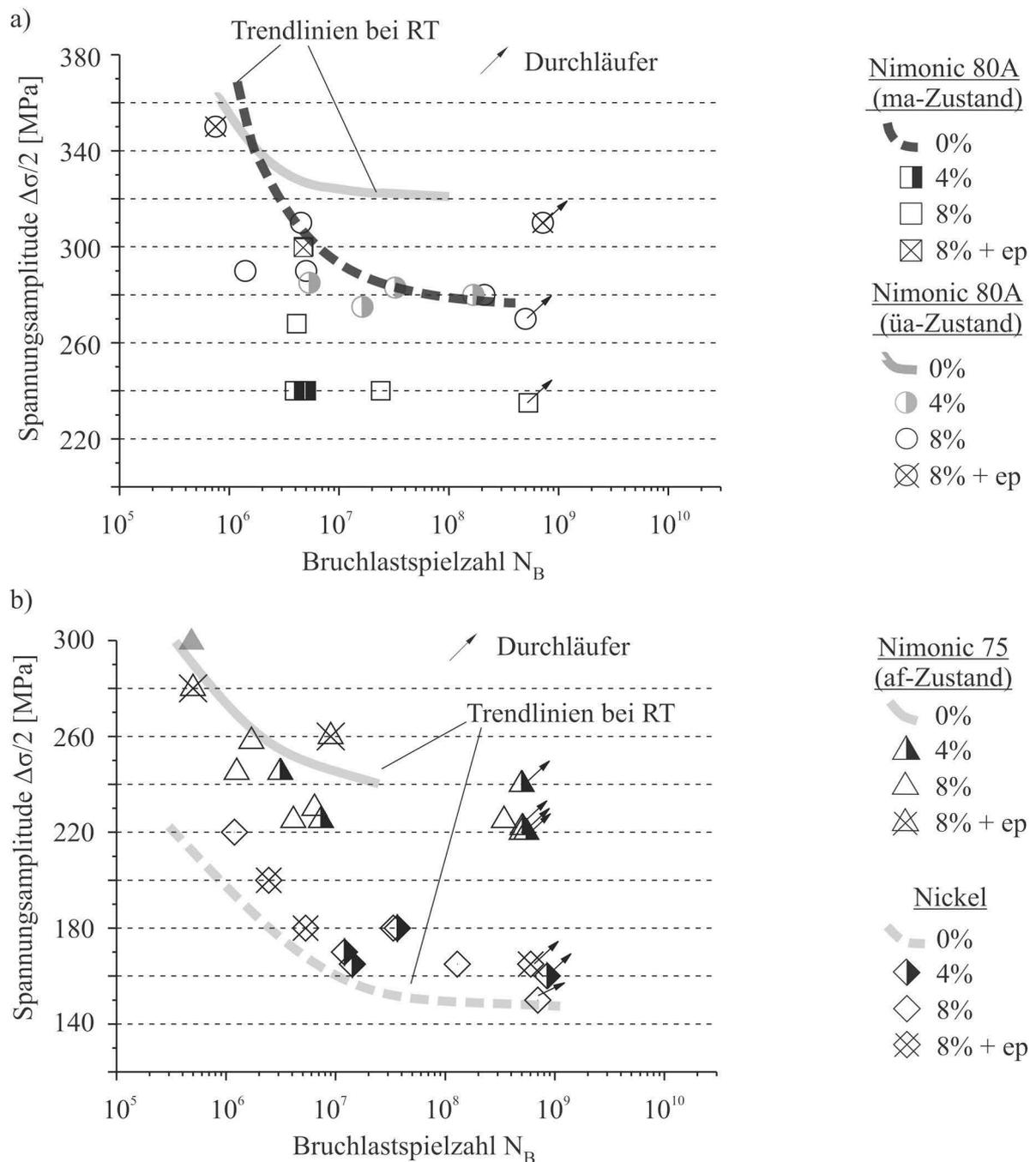
b) Nickel:  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$ ,  $\Delta\sigma/2 = 280 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 2,31 \times 10^4$



**Bild 5-39:** REM-Aufnahmen der Gleitbanddichte in Nickel im LCF-Bereich bei RT:  
a) Ohne und b) mit Vorverformung.

### 5.3.2 Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich bei RT nach monotoner Vorverformung

Ermüdungsversuche im VHCF-Bereich zeigen, dass das Verformungsverhalten und die Lebensdauer nicht nur im LCF- und HCF-Bereich durch die mechanische Vorgeschichte beeinflusst werden kann, sondern auch im Bereich sehr hoher Lastspielzahlen oberhalb  $10^7$  Zyklen. Die Vorverformung ist einerseits mit einer Zunahme der Versetzungsdichte verbunden und andererseits kommt es zu einer starken Aufrauung der elektrolytisch polierten Werkstoffoberfläche. Die Oberflächenkörner sind nach der Vorverformung nahezu vollständig mit Gleitbändern bedeckt (siehe dazu auch die REM-Aufnahmen in **Bild 4-4**). Die vorverformten Proben für die VHCF-Versuche wurden nur an der servohydraulischen 1 kHz-Prüfmaschine aufgrund des hier konstant vorliegenden Messbereichsdurchmessers geprüft. In **Bild 5-40** sind die ermittelten Messpunkte der durchgeführten kraftregelten VHCF-Versuche für nicht- und vorverformte Proben der Legierung Nimonic 80A (ma- und üa-Zustand) (**Bild 5-40a**) sowie von Nimonic 75 (af-Zustand) und Nickel (**Bild 5-40b**) dargestellt.



**Bild 5-40:** Ergebnisse aus den VHCF-Ermüdungsversuchen bei RT ohne ( $\epsilon_{ges,v} = 0\%$ ) und mit Vorverformung ( $\epsilon_{ges,v} = 4$  und  $8\%$ ) für:  
**a)** Nimonic 80A (ma- und üa-Zustand) und  
**b)** Nimonic 75 (af-Zustand) sowie Nickel.

Die ausscheidungsgehärtete Legierung Nimonic 80A zeigt in beiden Ausscheidungszuständen (ma und üa) im Gegensatz zum LCF- und HCF-Bereich eine relativ starke Vorge-schichteabhängigkeit. Aufgrund der Vorverformung fallen die ertragbaren Spannungsamplituden unabhängig vom Gesamtvorverformungsgrad (4% oder 8%) um 30-40 MPa ab. Die Ergebnisse an vorverformten und im Anschluss daran wiederum elektrolytisch polierten Proben deuten, da sie das Niveau der nicht vorverformten Proben erreichen, darauf hin, dass die Lebensdauerreduktion ein Effekt der Oberflächenaufrauung ist. Für den ausscheidungsfreien

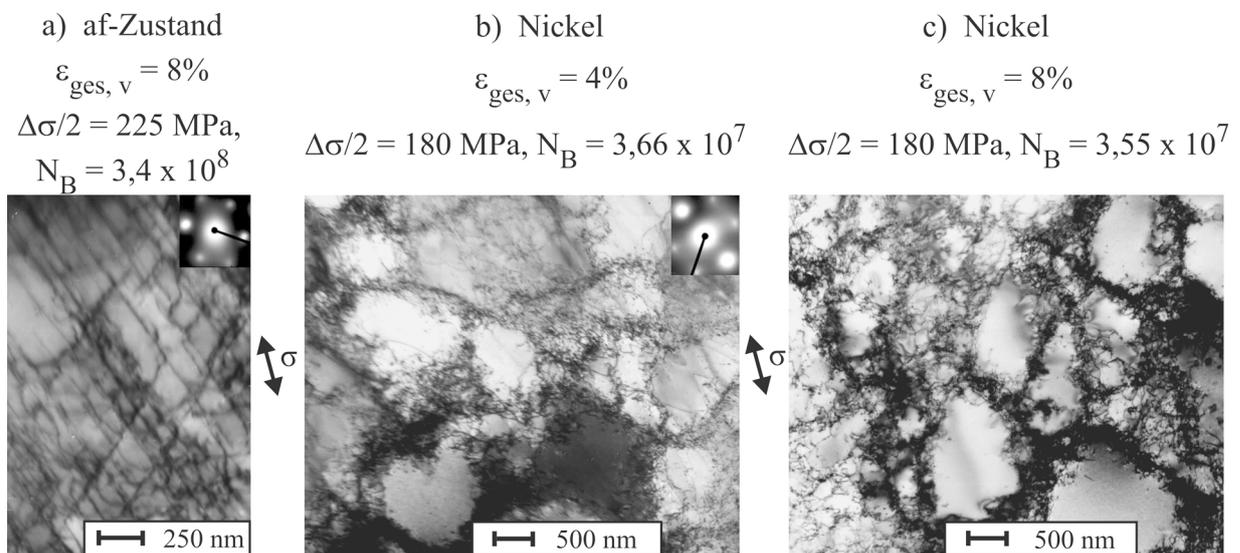
Zustand (Nimonic 75) ist kein Einfluss der Vorverformung erkennbar. Die mit der Vorverformung verbundene Zunahme der Versetzungsdichte, die sich im Zugversuch unmittelbar abbildet, führt trotz der stabileren Versetzungsanordnung nicht zu einer erhöhten Lebensdauer der untersuchten planar gleitenden Werkstoffe im VHCF-Bereich. Hier scheint die mit der Vorverformung verknüpfte Abnahme der Duktilität den Effekt der Festigkeitszunahme zu kompensieren bzw. sogar überzukompensieren. Dies ist auch unter dem Aspekt plausibel, dass im VHCF-Bereich die globale Beanspruchung deutlich unterhalb der Elastizitätsgrenze bleibt und lokalen Spannungskonzentratoren wie Mikrokerben eine große Bedeutung zugeordnet werden muss.

Das Ermüdungsverhalten der beiden ausscheidungsgehärteten (ma und üa) und des ausscheidungsfreien Zustands nach einer vorverformungsinduzierten Oberflächenaufrauung stützen somit die Annahme, dass das Ermüdungsverhalten und eine Vorgeschichteabhängigkeit im VHCF-Bereich stärker durch die Kerbempfindlichkeit als durch die Ausscheidungsverfestigung bestimmt sind. Diese Vermutung der starken Bedeutung der Kerbempfindlichkeit für das VHCF-Verhalten wird zusätzlich durch die Beobachtung unterstützt, dass das elektrolytische Polieren der Oberfläche von Nimonic 80A (ma und üa) den Vorverformungseinfluss eliminiert. Im Falle von Nimonic 75 (af-Zustand) ist auch nach der Vorverformung ( $\epsilon_{\text{ges, v}} = 4$  und  $8\%$ ) eine ausreichende Duktilität vorhanden (siehe dazu auch mechanische Kennwerte in **Tabelle 4-3**), so dass die Oberflächenaufrauung in der VHCF-Festigkeit nicht wirksam wird (**CHRIST et al. 2009**).

Gegenüber den planar gleitenden Nickelbasis-Superlegierungen zeigt das wellig gleitende Nickel nach einer Vorverformung mit geringer werdenden Belastungsamplituden im HCF- ( $\Delta\sigma/2 = 220$  MPa) und VHCF-Bereich ein konträres Werkstoffverhalten (**Bild 5-33b** und **Bild 5-40b**). Aufgrund der Vorverformung ( $\epsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$  und  $8\%$ ) steigen die ertragbaren Spannungsamplituden im VHCF-Bereich unter Berücksichtigung der Streuung geringfügig um 10-20 MPa an. Die bislang in der Literatur veröffentlichten Ergebnisse zeigen, dass eine zunächst während der Vorverformung gebildete Zellstruktur in Werkstoffen mit welligem Gleitverhalten, wie z.B. in einem kohlenstoffarmen Stahl (**CHAI&LAIRD 1987**) und vielkristallinem Kupfer (**LUKÁŠ&KLESNIL 1973**), im Verlauf einer Ermüdungsbeanspruchung bereits im HCF-Bereich bei kleiner Belastungsamplitude nicht mehr grundsätzlich verändert werden kann. Aufgrund der aufgeprägten hinreichend stabilen Zellstruktur ist die ertragbare Spannungsamplitude bei noch geringeren Belastungsamplituden somit im VHCF-Bereich zu größeren Werten verschoben und äußert sich in einer höheren Lebensdauer. Sowohl in den planar gleitenden Legierungen Nimonic 80A und Nimonic 75 (**Bild 5-41a**) als auch in wellig gleitendem Nickel

(Bild 5-41b und Bild 5-41c) sind die aufgeprägten stabilen Versetzungsstrukturen, unabhängig vom Vorverformungsgrad ( $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$  und  $8\%$ ), bei den geringen Belastungsamplituden im VHCF-Bereich nicht mehr veränderbar.

Der Einfluss des Oberflächenzustands der vorverformten Nickel-Proben (mit oder ohne nachfolgendem elektrolytischen Polieren) ist nahezu ohne Einfluss auf die Lebensdauer. Somit wird deutlich, dass bei wellig gleitenden vorverformten Werkstoffen nicht die Oberflächenrauigkeit, sondern die aufgeprägte Versetzungsanordnung in Form von Zellstrukturen, welche eine Reduzierung der Inhomogenität der lokal auftretenden plastischen Verformung im VHCF-Bereich zur Folge hat, einen größeren Einfluss auf die Ermüdungseigenschaften besitzt.

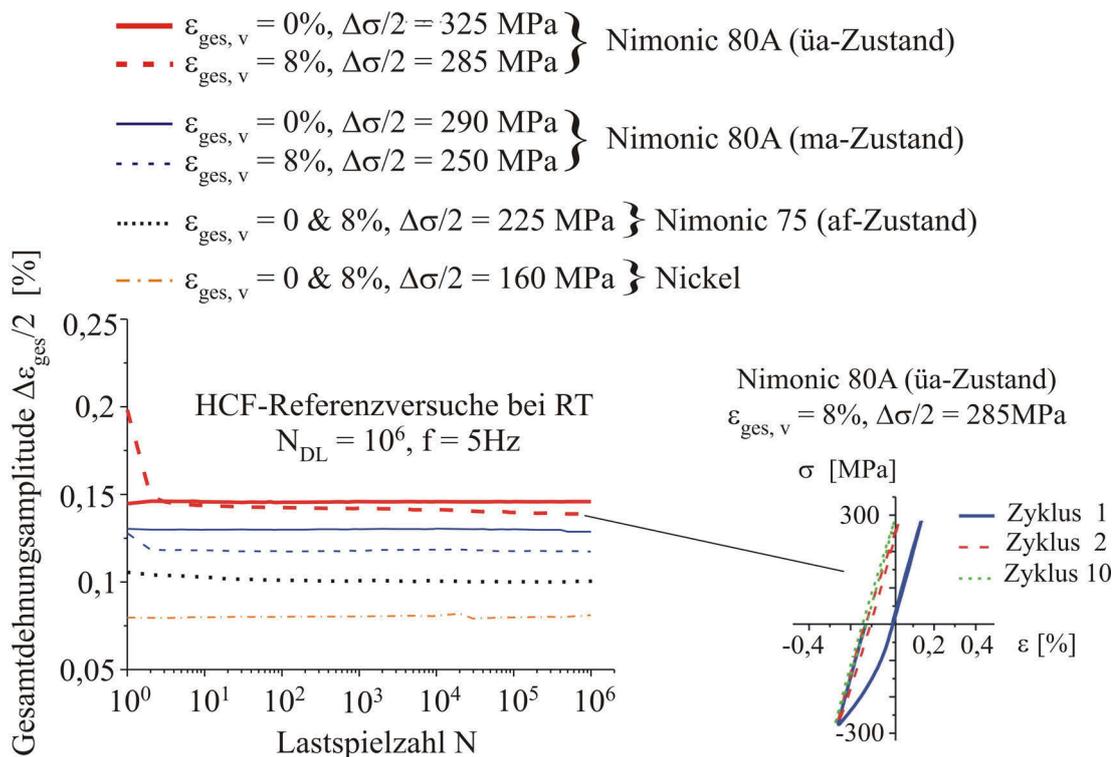


**Bild 5-41:** TEM-Hellfeldaufnahmen der charakteristischen Versetzungsanordnungen nach einer Vorverformung und anschließender VHCF-Ermüdung ( $f = 760 \text{ Hz}$ ):

- a) Planare Gleitbänder mit hoher Versetzungsdichte ( $\bar{g} = \{111\}$ ,  $\bar{Z}\bar{A} = \langle 011 \rangle$ ),  
 b) und c) Zellwände mit hoher Versetzungsdichte (b:  $\bar{g} = \{111\}$ ,  $\bar{Z}\bar{A} = \langle 011 \rangle$ ).

Referenzversuche im HCF-Bereich von nicht- und vorverformten Proben ( $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 0\%$  und  $8\%$ ) an einer konventionellen servohydraulischen Prüfmaschine bei niedrigen Frequenzen ( $f = 5 \text{ Hz}$ ) dienen dazu, das Ver- und Entfestigungsverhalten mit dem im LCF-Bereich zu vergleichen und zu diskutieren. In Bild 5-42 sind die Wechselverformungskurven in einer Auftragung der Gesamtdehnungsamplitude als Funktion der Lastspielzahl  $N$  für Referenzversuche bei RT bis zu einer Grenzlastspielzahl von  $10^6$  Zyklen dargestellt. Der plastische Anteil in der Gesamtdehnungsamplitude ist dabei vernachlässigbar. Die Spannungsamplituden für die Referenzversuche wurden aus der vorher ermittelten werkstoffabhängigen VHCF-Ermüdungsfestigkeit bei  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 0\%$  und  $8\%$  und hohen Frequenzen im VHCF-Bereich ausgewählt.

Die induzierte Kaltverfestigung durch die Vorverformung ist bei der Legierung Nimonic 80A in beiden Ausscheidungszuständen wesentlich höher als bei Nimonic 75 und Nickel (siehe **Tabelle 4-3**) und führt schließlich im ma- und im üa-Zustand zu einer ausreichend starken Reduzierung der Fließgrenze im Druck (Bauschinger-Effekt), sodass sich nach dem ersten Zyklus eine geringe Druckmitteldehnung einstellt, die aber vernachlässigbar ist. Eine Vorverformung führt somit im VHCF-Bereich aufgrund der geringen Spannungsamplituden nicht zu einem transienten Werkstoffverhalten. Es ist nicht davon auszugehen, dass sich oberhalb von  $10^6$  Zyklen ein ausgeprägtes Ver- oder Entfestigungsverhalten einstellt.



**Bild 5-42:** Vergleich der RT-Wechselverformungskurven aus HCF-Referenzversuchen ( $f = 5 \text{ Hz}$ ) ohne ( $\varepsilon_{\text{ges},v} = 0\%$ ) und mit Vorverformung ( $\varepsilon_{\text{ges},v} = 8\%$ ) für Nimonic 80A, Nimonic 75 und Nickel.

### 5.3.3 Einfluss der isothermen Umgebungstemperatur auf die Vorgeschichteabhängigkeit im VHCF-Bereich

In einer Reihe von VHCF-Hochtemperaturversuchen wurde das Ermüdungsverhalten der Nickelbasis-Superlegierungen Nimonic 80A und Nimonic 75 in Abhängigkeit von einer monotonen Vorverformung untersucht. Damit der Einfluss der Temperatur auf die Vorgeschichteabhängigkeit charakterisiert werden kann, muss ein Vergleich des mechanischen Werkstoffverhaltens in Abhängigkeit vom Vorverformungsgrad ( $\varepsilon_{\text{ges},v} = 0\%$ ,  $4\%$  und  $8\%$ ) durchgeführt werden. Die zu erwartenden Hauptfaktoren, welche das VHCF-Ermüdungsverhalten unter den durchgeführten Testbedingungen (Kombination aus Vorverformung und erhöhter iso-

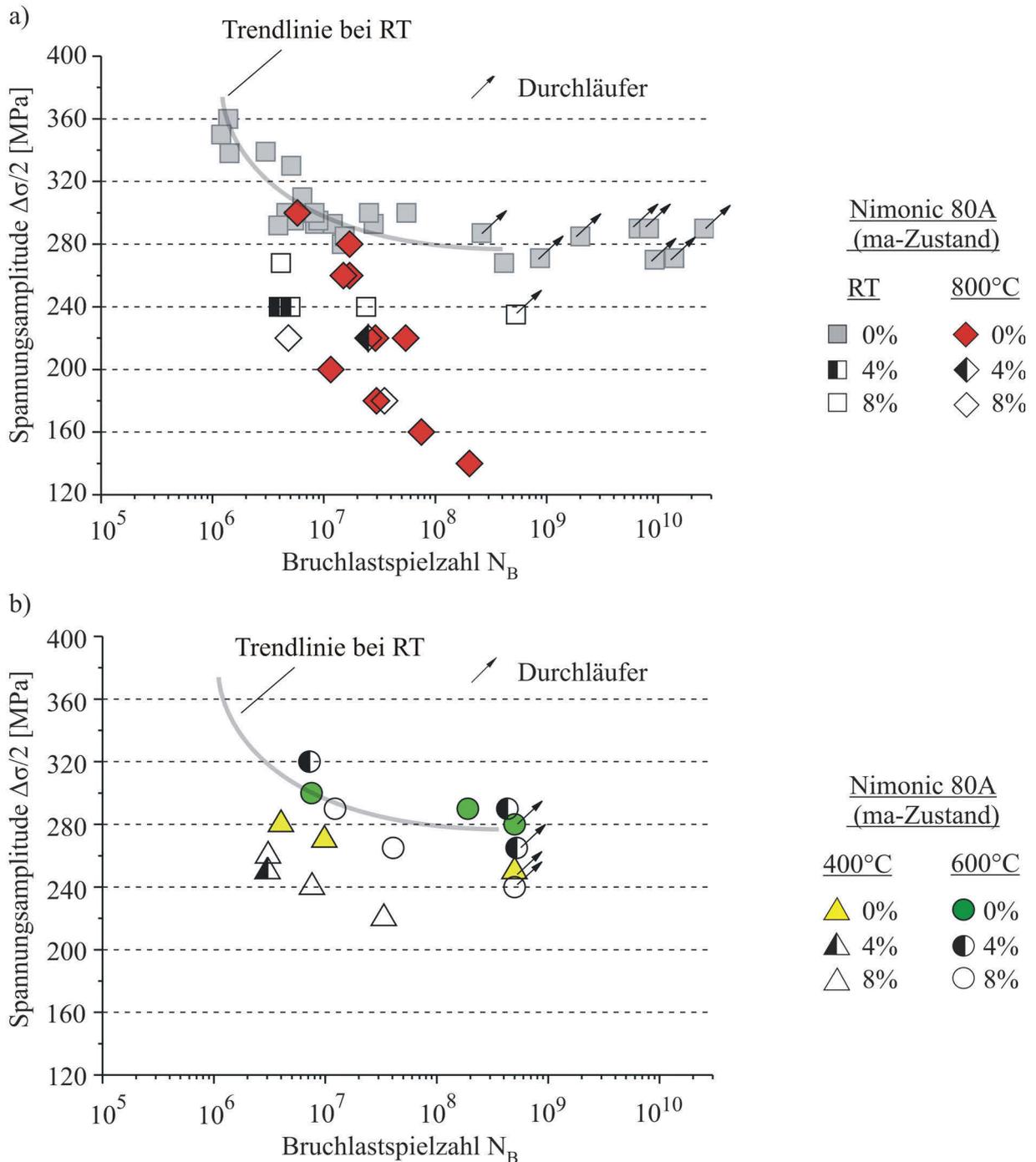
thermer Versuchstemperatur während der Ermüdung) beeinflussen, können in drei Kategorien eingeordnet werden:

- Mikrostrukturelle Veränderungen, wie z.B. Änderung der Versetzungsdichte und -anordnung sowie Wachstum der  $\gamma'$ -Ausscheidungen,
- Entstehung lokaler Spannungserhöhungen, bedingt durch eine Oberflächenaufrauung infolge der Vorverformung und
- „extrinsische“ Effekte, welche Einfluss auf das Mikrorisswachstum in der frühen Wachstumsphase haben, wie z.B. Riss-schließeffekte aufgrund der gebildeten Oxid-schichten bei erhöhter Umgebungstemperatur (SURESH et al. 1981).

Die Auswertung der Einflüsse auf die Vorgeschichteabhängigkeit in isothermen Ermüdungsversuchen bei sehr hohen Lastspielzahlen schließt die beiden oben erstgenannten Faktoren mit ein. Mögliche Riss-schließeffekte bei höheren Temperaturen wurden nicht untersucht und werden daher nicht weiter berücksichtigt. Die Hauptherausforderung der Separation der Schädigungsmechanismen liegt dabei in der Aufklärung der durch die Ermüdungsschädigung herrührenden mikrostrukturellen Effekte, damit diese in mechanismenorientierte Berechnungsansätze zur Lebensdauerabschätzung mit einfließen können. Des Weiteren soll untersucht werden, ob optimierte Werkstoffvorbehandlungen während des Herstellungsprozesses von Nickelbasis-Superlegierungen die Ermüdungseigenschaften im Fall der zugrundeliegenden Beanspruchungszustände bei sehr hohen Lastspielzahlen verbessern können. Die untersuchten Ausscheidungszustände (maximal ausscheidungsgehärtet, überaltert und ausscheidungsfrei) werden im Folgenden separat voneinander betrachtet.

#### *Nimonic 80A (maximal ausscheidungsgehärteter Zustand)*

Die Ergebnisse aus den Ermüdungsversuchen von nicht- und vorverformten Proben sind in **Bild 5-43** bei Prüftemperaturen von RT und 800°C (**Bild 5-43a**) sowie 400°C und 600°C (**Bild 5-43b**) dargestellt. Die Separation der Ergebnisse in zwei Wöhlerdiagramme wurde zur Verbesserung der Lesbarkeit der Messpunkte für die unterschiedlichen Testbedingungen durchgeführt. Es ist deutlich zu sehen, dass sowohl die nicht als auch die vorverformten Proben, unabhängig von der Prüftemperatur, oberhalb von  $10^7$  Zyklen versagen. Die vorverformten Proben wurden aus Zeitgründen bereits bei  $5 \times 10^8$  Zyklen als Durchläufer deklariert, da diese nur an der servohydraulischen 1 kHz-Prüfmaschine ( $f = 760$  Hz) aufgrund des vorliegenden konstanten Messbereichsdurchmessers geprüft wurden.



**Bild 5-43:** Ergebnisse aus den VHCF-Ermüdungsversuchen für Nimonic 80A (ma-Zustand) ohne ( $\epsilon_{ges,v} = 0\%$ ) und mit Vorverformung ( $\epsilon_{ges,v} = 4$  und  $8\%$ ) für:  
**a)** RT und  $800^\circ\text{C}$  sowie  
**b)**  $400^\circ\text{C}$  und  $600^\circ\text{C}$ .

Wie bereits in **Kapitel 5.2.3** gezeigt werden konnte, liegen die ermittelten Messpunkte ohne Vorverformung bei mittleren Temperaturen ( $400^\circ\text{C}$ - $600^\circ\text{C}$ , **Bild 5-43b**) im Streubereich der RT-Ergebnisse. Eine monotone Vorverformung ( $\epsilon_{ges,v} = 4\%$  und  $8\%$ ) verursacht nicht nur bei RT-Ermüdung, sondern auch bei  $400^\circ\text{C}$  einen Abfall um 30-50 MPa der ertragbaren Spannungsamplitude im VHCF-Bereich. Mit höherer Prüftemperatur ( $600^\circ\text{C}$ ) ist kein negativer Effekt der Vorverformung mehr zu erkennen, d.h. die vorverformten Proben versagen

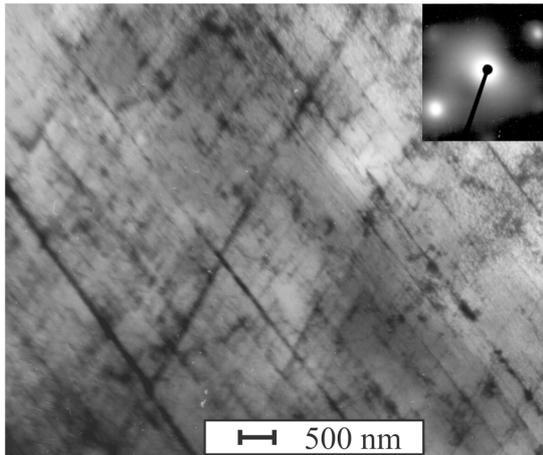
annähernd bei gleicher Spannungsamplitude wie die nicht vorverformten Proben. Die VHCF-Versuche bei 800°C zeigen, dass es in allen Vorverformungszuständen ( $\epsilon_{\text{ges, v}} = 0\%$ , 4% und 8%) einerseits zu einem starken Abfall der Ermüdungsfestigkeit kommt und andererseits die Proben allesamt vor der Grenzlastspielzahl von  $5 \times 10^8$  Zyklen versagen. Unter Berücksichtigung einer gewissen Streuung ist, wie auch bei 600°C, kein Einfluss der Vorverformung bei 800°C zu erkennen.

In **Bild 5-44** sind die Versetzungsanordnungen des ma-Zustands nach einer Vorverformung und anschließender VHCF-Ermüdung bei 400°C-800°C dargestellt. Die mittels Vorverformung induzierte globale, planare Versetzungsanordnung bleibt bei einer Prüftemperatur von 400°C (**Bild 5-44a**) mit nahezu gleicher Versetzungsdichte wie bei RT aktiv. Dieser Sachverhalt spiegelt sich auch in einem nur unwesentlichen Abfall der gemessenen Vickershärte von 405 HV30 ( $\epsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$  und ermüdet bei RT) auf 389 HV30 ( $\epsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$  und ermüdet bei 400°C) wider (siehe Härtewerte in **Bild 5-1**). Die planaren Gleitbänder laufen auch bei 400°C komplett durch die Körner hindurch und stauen sich an den Korngrenzen auf. Bei einer Prüftemperatur von 600°C (**Bild 5-44b**) nimmt die Anzahl aktiver planarer Gleitbänder aufgrund eintretender Erholungseffekte im Gefüge sichtbar ab.

Mit weiter steigender isothermer Prüftemperatur (800°C) zeigt sich, dass Erholungsprozesse in den vorverformten Proben während der VHCF-Ermüdung weitaus stärker auftreten, was sich einerseits durch eine ausgeprägte Versetzungsannihilation und andererseits durch einen hohen Anteil aktiver quergleitfähiger Versetzungen, die die  $\gamma'$ -Ausscheidungen durch allgemeine Kletterprozesse überwinden (**REPPICH 1993**), in den Körnern bemerkbar macht. In beiden Vorverformungszuständen ( $\epsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$  (**Bild 5-44c**) und  $\epsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$  (**Bild 5-44d**)) ist ein stark erholtes Gefüge mit geringer Anzahl an aktiven, planaren Gleitbändern zu beobachten. Mit den beobachteten Erholungsprozessen geht auch mit steigender Versuchstemperatur eine deutliche Reduzierung der Härte mit steigendem Vorverformungsgrad einher. So fällt die Härte im Extremfall von 405 HV30 bei einer Gesamtvorverformung von 8% nach der anschließenden Ermüdung bei 800°C im VHCF-Bereich auf 326 HV30 ab (siehe Härtewerte in **Bild 5-1**). Die ermittelte Vickershärte mit Vorverformung nach der Ermüdung (326 HV30) ist nur geringfügig größer als bei 800°C ohne Vorverformung (320 HV30) und lässt den Schluss zu, dass neben dem Wachstum der  $\gamma'$ -Ausscheidungen auch die Versetzungsumlagerungsprozesse entscheidenden Einfluss auf die Härte haben.

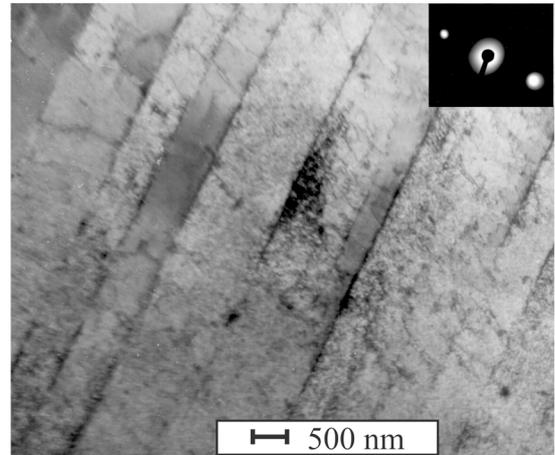
a)  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$ ,  $T = 400^\circ\text{C}$

$\Delta\sigma/2 = 220 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 3,4 \times 10^7$



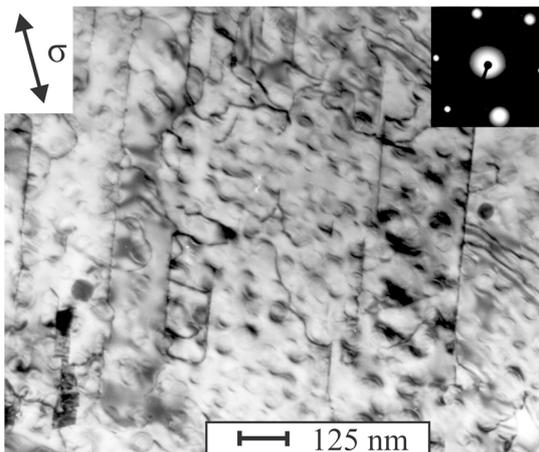
b)  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$ ,  $T = 600^\circ\text{C}$

$\Delta\sigma/2 = 265 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 4,1 \times 10^7$



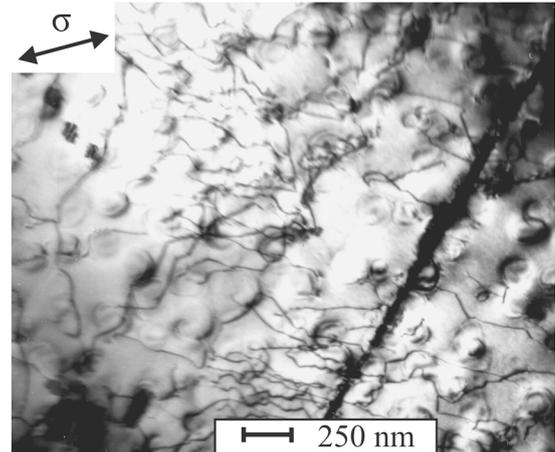
c)  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$ ,  $T = 800^\circ\text{C}$

$\Delta\sigma/2 = 220 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 2,7 \times 10^7$



d)  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$ ,  $T = 800^\circ\text{C}$

$\Delta\sigma/2 = 180 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 3,5 \times 10^7$



**Bild 5-44:** TEM-Hellfeldaufnahmen der charakteristischen Versetzungsanordnungen von Nimonic 80A im maximal ausscheidungsgehärteten Zustand nach einer Vorverformung und anschließender VHCF-Ermüdung bei erhöhten Temperaturen ( $f = 760 \text{ Hz}$ )

(a-c:  $\bar{g} = \{111\}$ ,  $\overline{ZA} = \langle 011 \rangle$  und d:  $\bar{g} = \{200\}$ ,  $\overline{ZA} = \langle 011 \rangle$ ):

- a) Planare Gleitbänder mit geringfügig niedrigerer Versetzungsdichte gegenüber RT,
- b) planarer Gleitbandanteil mit deutlich reduzierter Versetzungsdichte,
- c) geringe Anzahl aktiver planarer Gleitbänder mit welligem Versetzungsanteil und
- d) geringe Anzahl aktiver planarer Gleitbänder mit hohem welligem Versetzungsanteil.

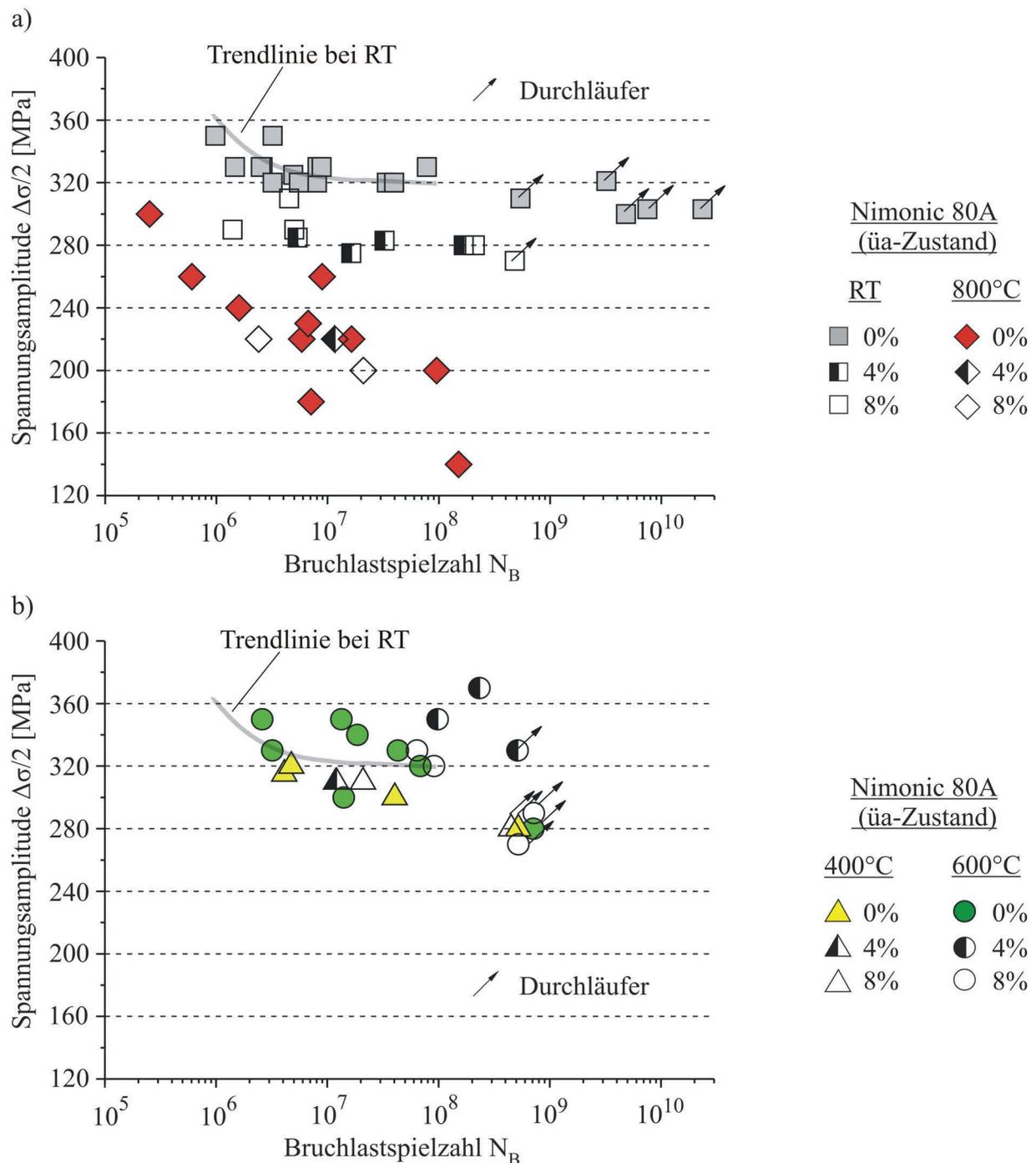
Im Gegensatz zu den VHCF-Ermüdungsversuchen ohne Vorverformung, bei denen nur lokal in günstig orientierten Körnern Versetzungsbewegung stattfindet, sind bei den Versuchen mit Vorverformung ab einer Prüftemperatur von  $600^\circ\text{C}$  verstärkt globale Versetzungsumlagerungsprozesse aufgrund der vorher bei RT induzierten planaren Versetzungsanordnung zu beobachten. Bei Ermüdungsversuchen ohne Vorverformung kommt es im Wesentlichen zu einem Übergang der Wechselwirkung Versetzungen/Ausscheidungen von Schneidprozessen (RT- $400^\circ\text{C}$ ) zum Umgehen ( $600^\circ\text{C}$ - $800^\circ\text{C}$ ) bis hin zum thermisch aktivierten Überklettern

(800°C) der  $\gamma'$ -Ausscheidungen im ma-Zustand. Der mit steigenden Temperaturen (ab 600°C) zurückgehende Vorverformungseinfluss für den VHCF-Bereich lässt sich somit auf die Versetzungsumlagerungsprozesse infolge der Erholung, welche ein homogeneres Gleitverhalten begünstigen, zurückführen. Des Weiteren liegt die Vermutung nahe, dass die temperaturabhängige Oxidschichtbildung (ab 600°C) einen zusätzlichen Einfluss auf die Lebensdauer bei vorverformten Proben im VHCF-Bereich hat. So ist beispielsweise aus HCF-Versuchen bei der einkristallinen Nickelbasis-Superlegierung SRR99 bekannt (Liu et al. 2007), dass die Lebensdauer bei 760°C in Luftumgebung höher als bei Versuchen im Vakuum ist. Begründet wird diese Tatsache mit der während des Ermüdungsversuchs gebildeten dünnen Oxidschicht, welche zu einem höheren Widerstand gegen Rissinitiierung führt. Allerdings war bei noch höherer Versuchstemperatur (926°C) die gebildete Oxidschicht in der Legierung SRR99 noch dicker und somit spröder, was wiederum mit einer erhöhten Lebensdauer der Versuche im Vakuum verbunden war. Weitere Untersuchungen zum Einfluss der Oxidschicht auf das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich nach einer Vorverformung werden in einem späteren Kapitel behandelt.

Sowohl die ermittelten Lebensdauerdaten als auch die mikrostrukturellen Untersuchungen zeigen, dass für den ma-Zustand keine signifikante Vorgeschichteabhängigkeit bei ausreichend hohen Temperaturen ( $> 600^\circ\text{C}$ ) existiert, vielmehr dominieren in diesem Bereich die lebensdauerreduzierenden Effekte der Hochtemperaturbeanspruchung. Nur bei niedrigeren Prüftemperaturen (RT-400°C) kommt es zu einer Lebensdauerreduktion im VHCF-Bereich aufgrund einer Vorverformung. Der Hauptgrund für dieses Verhalten liegt einerseits an der durch die Vorverformung induzierten Oberflächenaufrauung in Kombination mit einer hohen Kerbempfindlichkeit und andererseits an dem heterogeneren Gleitverhalten bei niedrigen Prüftemperaturen. Der planare Versetzungsgleichcharakter nach der Vorverformung bleibt bis zu einer Wechselverformungstemperatur von 400°C aufgrund geringer Erholungseffekte nahezu mit gleicher Gleitbanddichte erhalten.

#### *Nimonic 80A (überalterter Zustand)*

In **Bild 5-45** sind die Ergebnisse aus den Ermüdungsversuchen ohne und nach einer Vorverformung für den überalterten Zustand von Nimonic 80A wiederum zur besseren Lesbarkeit der Messergebnisse für die verschiedenen Prüftemperaturen separiert in zwei Wöhlerdiagrammen aufgetragen. Die Ergebnisse im nicht vorverformten Zustand ( $\epsilon_{\text{ges, v}} = 0\%$ ) sind denen im vorverformten Zustand ( $\epsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$  und  $8\%$ ) bei Prüftemperaturen von RT und 800°C in **Bild 5-45a** sowie bei 400°C und 600°C in **Bild 5-45b** gegenübergestellt.



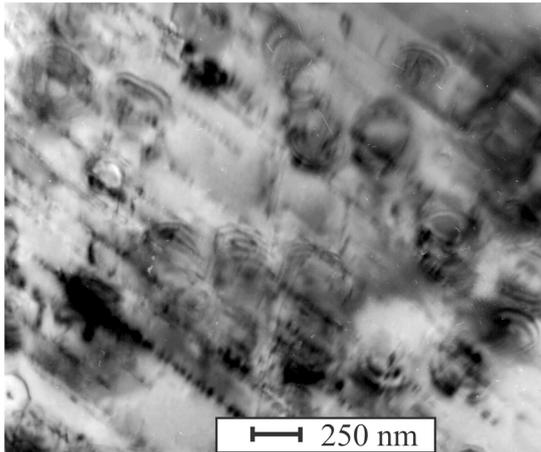
**Bild 5-45:** Ergebnisse aus den VHCF-Ermüdungsversuchen für Nimonic 80A (üa-Zustand) ohne ( $\epsilon_{ges,v} = 0\%$ ) und mit Vorverformung ( $\epsilon_{ges,v} = 4\%$  und  $8\%$ ) für:  
**a)** RT und 800°C sowie  
**b)** 400°C und 600°C.

Im Gegensatz zum ma-Zustand ist für den üa-Zustand kein Abfall der Lebensdauer bei einer Vorverformung ( $\epsilon_{ges,v} = 4\%$  und  $8\%$ ) und anschließender VHCF-Ermüdung bei 400°C zu verzeichnen. Die mittels Vorverformung induzierte planare Versetzungsdichte ist auch im üa-Zustand nach Ermüdungsversuchen bei 400°C ( $\epsilon_{ges,v} = 4\%$ : **Bild 5-46a** und  $\epsilon_{ges,v} = 8\%$ : **Bild 5-46b**) nahezu identisch mit derjenigen nach RT-Ermüdung. Die Vickershärte in der 8%-vorverformten Probenmesslänge ist mit 305 HV30 im üa-Zustand allerdings deutlich geringer

als die nach einer VHCF-Ermüdung bei 400°C gemessenen 389 HV30 im ma-Zustand. Anzunehmen ist daher, dass eine geringere Kerbempfindlichkeit des vorverformten  $\bar{u}a$ -Zustands bei 400°C hauptverantwortlich dafür ist, dass die Kerbwirkung der vorverformungsbedingten Oberflächenaufrauung in diesem Fall keinen lebensdauerreduzierten Effekt hat.

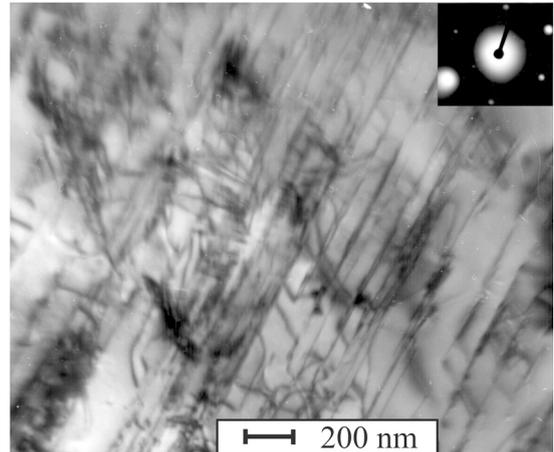
a)  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$ ,  $T = 400^\circ\text{C}$

$\Delta\sigma/2 = 310 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 1,2 \times 10^7$



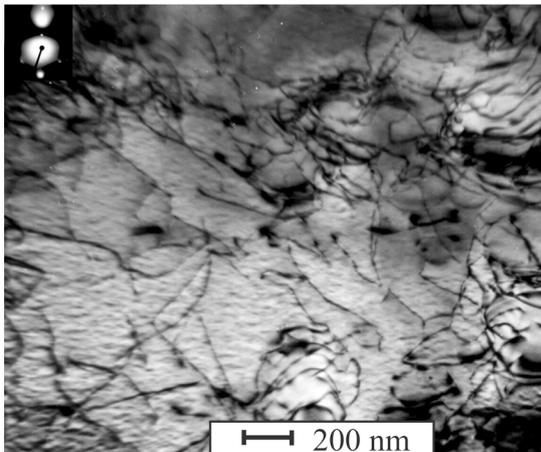
b)  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$ ,  $T = 400^\circ\text{C}$

$\Delta\sigma/2 = 310 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 2,1 \times 10^7$



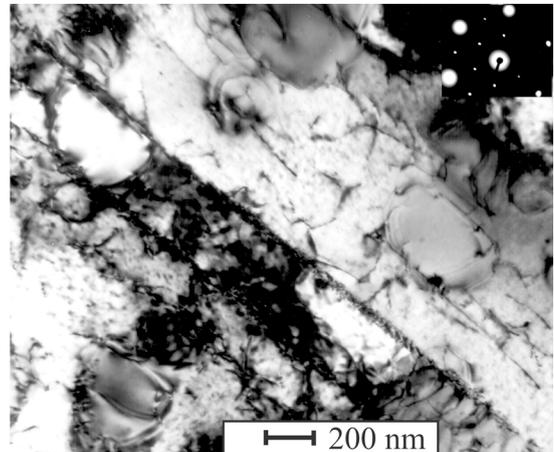
c)  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$ ,  $T = 600^\circ\text{C}$

$\Delta\sigma/2 = 370 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 2,3 \times 10^8$



d)  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$ ,  $T = 600^\circ\text{C}$

$\Delta\sigma/2 = 320 \text{ MPa}$ ,  $N_B = 9,1 \times 10^7$



**Bild 5-46:** TEM-Hellfeldaufnahmen der charakteristischen Versetzungsanordnungen von Nimonic 80A im überalterten Zustand nach einer Vorverformung und anschließender VHCF-Ermüdung ( $f = 760 \text{ Hz}$ ) bei erhöhten Temperaturen ( $T = 400\text{-}600^\circ\text{C}$ )

(b-c:  $\bar{g} = \{200\}$ ,  $\bar{Z}A = \langle 011 \rangle$  und d:  $\bar{g} = \{202\}$ ,  $\bar{Z}A = \langle 111 \rangle$ ):

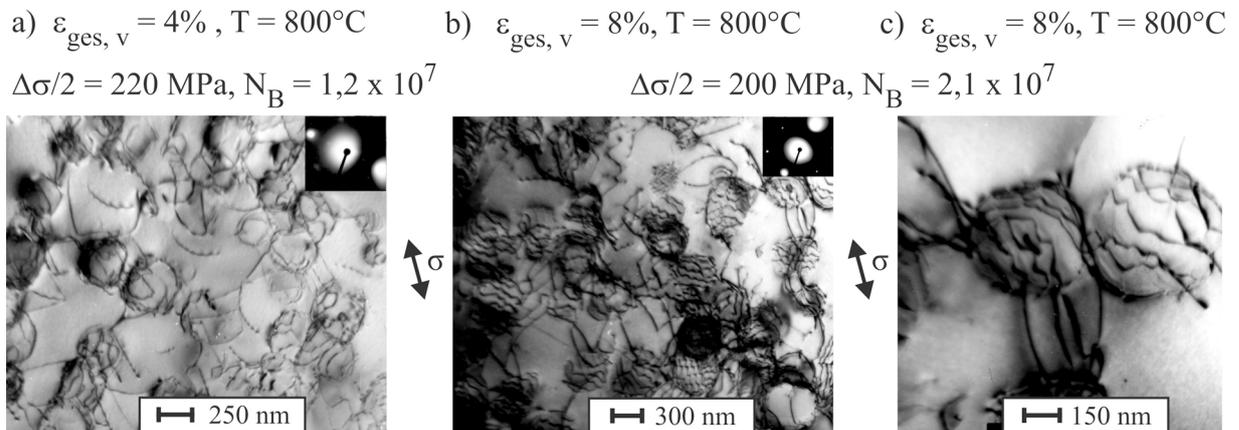
- a) und b) Planare Gleitbänder mit nahezu identischer Versetzungsdichte in Abhängigkeit vom Vorverformungsgrad ( $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$  und  $8\%$ ) gegenüber RT,
- c) globale Versetzungsnetzwerke und
- d) geringe Anzahl aktiver planarer Gleitbänder.

Bei 600°C ist für den  $\ddot{u}$ a-Zustand sogar eine Lebensdauererhöhung für den VHCF-Bereich in Abhängigkeit vom Vorverformungsgrad zu verzeichnen. Überraschenderweise ist bei einem Vorverformungsgrad von  $\epsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$  und anschließender VHCF-Ermüdung bei 600°C eine um 30-50 MPa höhere ertragbare Spannungsamplitude gegenüber dem nicht- und dem 8%-vorverformten Zustand zu beobachten, was somit im Gegensatz zu den bisher gemachten Untersuchungen zu einer positiven Vorgeschichteabhängigkeit führt. Aus den Versetzungsanordnungen in **Bild 5-46c** ( $\epsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$ ,  $T = 600^\circ\text{C}$ ) und **Bild 5-46d** ( $\epsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$ ,  $T = 600^\circ\text{C}$ ) wird ersichtlich, warum eine Vorverformung von 4% zu einem positiven Vorverformungseffekt bezüglich der Lebensdauer im VHCF-Bereich führt.

Bei einem Vorverformungsgrad von  $\epsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$  ist, ähnlich wie im ma-Zustand, kein signifikanter Vorverformungseffekt bezüglich der Lebensdauer festzustellen. Während der aktive Anteil planarer Versetzungsgleitbänder nach einer 8%-Vorverformung deutlich reduziert ist, lagert sich die induzierte planare Versetzungsanordnung nach einer 4%-Vorverformung während der VHCF-Ermüdung bei 600°C aufgrund von Erholungseffekten nahezu vollständig in ein stabiles Versetzungsnetzwerk um. Die Umwandlung zu einer homogen verteilten Versetzungsanordnung mit hoher Wechselwirkung zwischen den einzelnen Versetzungen tritt nicht nur lokal, sondern global in allen Körnern auf und führt daher zu einem homogeneren Gleitverhalten. Ein Indikator für den Einfluss dieser ausgeprägten Versetzungsumwandlung auf das Ermüdungsverhalten ist auch die Vickershärte in der Probenmesslänge. Nach einer 4%-Vorverformung und anschließender VHCF-Ermüdung bei 600°C ist mit einer Vickershärte von 332 HV30 ein höherer Wert zu verzeichnen als beispielsweise nach einer 4%-Vorverformung und nachfolgender Ermüdung bei RT (310 HV30).

Bei der höchsten Prüftemperatur von 800°C ist unter Berücksichtigung der Streuung, nicht nur im ma-Zustand, sondern auch für den  $\ddot{u}$ a-Zustand keine Vorgeschichteabhängigkeit bezüglich der Lebensdauer im VHCF-Bereich zu erkennen. Allerdings zeigen die mikrostrukturellen Untersuchungen, dass die Versetzungsannihilations- und -umlagerungsprozesse in beiden Vorverformungszuständen ( $\epsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$  und  $8\%$ , siehe **Bild 5-47**) nach einer VHCF-Ermüdung bei 800°C sehr stark ausgeprägt sind. Die planaren Versetzungsanteile haben sich im Gegensatz zum ma-Zustand im  $\ddot{u}$ a-Zustand vollständig umgelagert. Vermutlich begünstigen die großen,  $\gamma'$ -Ausscheidungen im  $\ddot{u}$ a-Zustand aufgrund der homogeneren Verteilung der gebildeten Versetzungsbänder Quergleitprozesse, die somit während der Ermüdung die aktiven planaren Gleitbänder auslöschen bzw. umlagern. Die von der Vorverformung induzierten planaren Gleitbänder können infolge der hohen Temperatur (800°C) während der Er-

müdung ihre Gleitebene verlassen und es bilden sich ausgeprägte thermisch aktivierte Quergleit- und Kletterprozesse aus, die zu einer zeitabhängigen VHCF-Verformung führen. Mit steigendem Vorverformungsgrad existiert einerseits eine höhere resultierende Versetzungsdichte und andererseits ist eine höhere Anzahl an Quergleit- und Kletterprozessen nach einer VHCF-Ermüdung bei 800°C zu beobachten.



**Bild 5-47:** TEM-Hellfeldaufnahmen der charakteristischen Versetzungsanordnungen im überalterten Zustand (Nimonic 80A) nach einer Vorverformung und anschließender VHCF-Ermüdung ( $f = 760 \text{ Hz}$ ) bei hohen Temperaturen ( $T = 800^\circ\text{C}$ ):

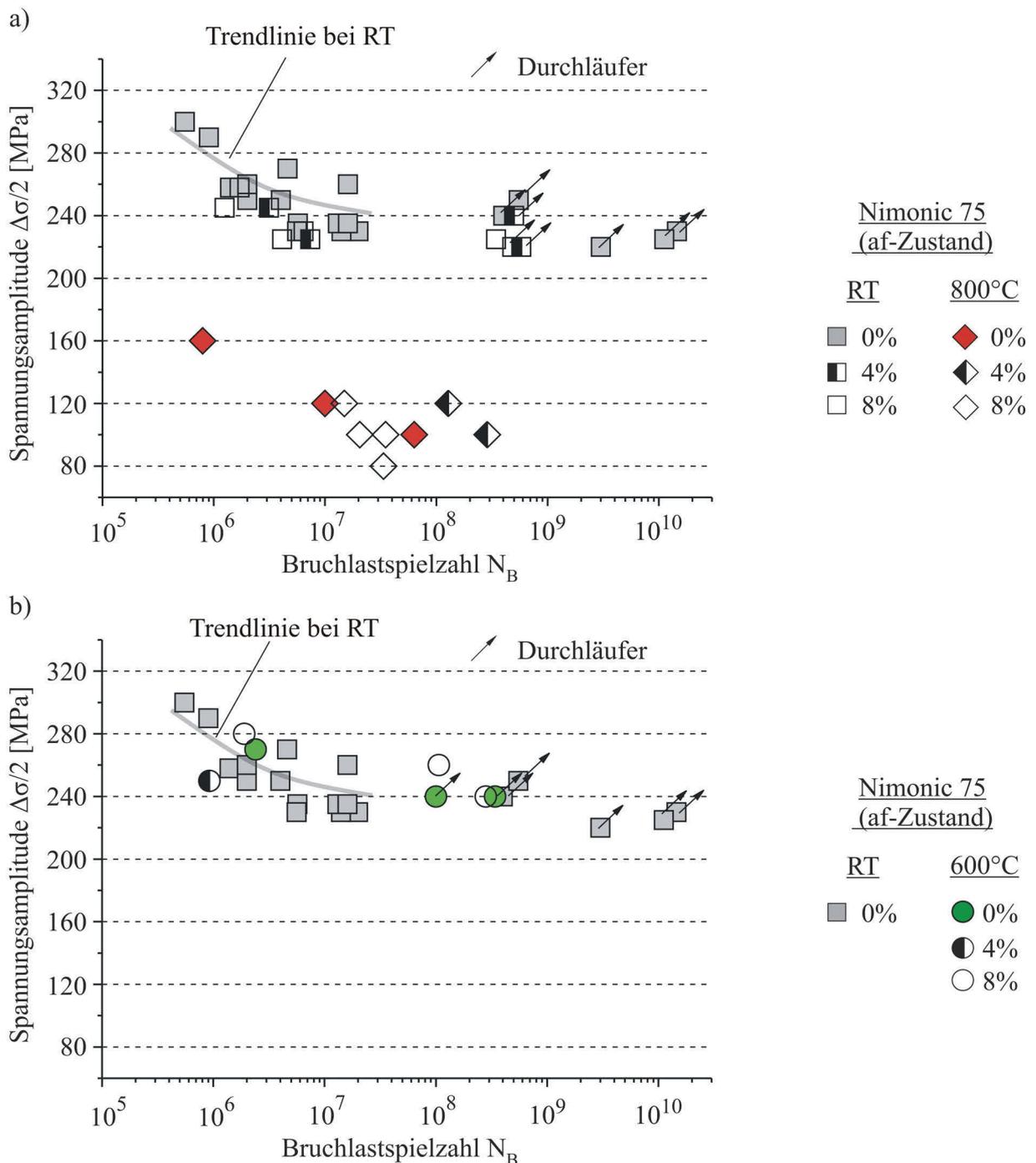
- a) Thermisch aktivierte lokale Kletterprozesse ( $\bar{g} = \{200\}$ ,  $\bar{ZA} = \langle 011 \rangle$ ) und  
b) und c) kletterkontrolliertes Ein- und Ausstricken im Grenzflächennetzwerk ( $\bar{g} = \{111\}$ ,  $\bar{ZA} = \langle 011 \rangle$ ).

Während nach einer Vorverformung von  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$  (**Bild 5-47a**) eher lokales Klettern auftritt (**REPPICH 1993**), ist nach einer Vorverformung von  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$  (**Bild 5-47b** und **Bild 5-47c**) und anschließender VHCF-Ermüdung bei 800°C der Vorgang des „kletterkontrollierten Ein- und Ausstrickens“ im Grenzflächennetzwerk (**SCHUMANN 1987**) zwischen Matrix und  $\gamma'$ -Ausscheidungen zu beobachten. Allerdings zeigen die stark von einer Vorverformung erhalten induzierten (planaren) Versetzungsanordnungen nahezu keinen Einfluss auf die Lebensdauer für den  $\ddot{u}a$ -Zustand im VHCF-Bereich bei einer Prüftemperatur von 800°C. Aufgrund der stark ausgeprägten zeitabhängigen VHCF-Ermüdung bei 800°C infolge der thermisch aktivierten Quergleit- und Kletterprozesse bleibt festzuhalten, dass ein deutlicher Abfall der Lebensdauer und somit eine Wöhlerlinie mit großer Neigung im VHCF-Bereich für beide Ausscheidungszustände ( $ma$  und  $\ddot{u}a$ ) von Nimonic 80A unabhängig von einer Vorverformung zu registrieren ist. Insgesamt dominiert somit sowohl bei un- und vorverformten überalterten Proben im Vergleich zu RT bei den VHCF-Versuchen mit steigender Prüftemperatur (ab 600°C) ein welligeres Gleitverhalten aufgrund von Quergleitprozessen und schließlich überwiegen bei 800°C aufgrund der thermischen Aktivierung Kletterprozesse.

Aus den durchgeführten Untersuchungen für den  $\ddot{u}$ a-Zustand wird ersichtlich, dass der Erholungsgrad, der sich durch Wechselverformung bei erhöhter Temperatur im ursprünglich kaltverfestigten Zustand und aufgrund von Versetzungsumlagerungsprozessen einstellt, entscheidend das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich beeinflussen kann. Durch eine optimierte Werkstoffvorbehandlung ( $\epsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$ ) ist in Abhängigkeit von der Einsatztemperatur ( $600^\circ\text{C}$ ) für den  $\ddot{u}$ a-Zustand gezeigt worden, dass die ertragbare Spannungsamplitude im VHCF-Bereich gesteigert werden kann. Um die Ermüdungsfestigkeit für technische Anwendungen von Nickelbasis-Superlegierungen bei einer vorgegebenen Einsatztemperatur im VHCF-Bereich zu erhöhen, müssen mehrere Aspekte berücksichtigt werden. Neben einer Vorverformung, welche je nach Vorverformungsgrad eine bestimmte Kaltverfestigung bei gleichzeitiger Oberflächenaufrauung und erhöhte Kerbempfindlichkeit hervorruft, ist die vorgegebene Einsatztemperatur für den Erholungsgrad und somit für die eingestellte Versetzungsanordnung verantwortlich. Beide Parameter können je nach Kombination einen erheblichen Einfluss auf das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich haben. Nicht zu vergessen ist der Einfluss der sich bildenden Oxidschicht, welche als konkurrierender Effekt zu den bereits vorher genannten bei mittleren bis hohen Einsatztemperaturen anzusehen ist. Der erhöhte Kerbeffekt nach einer Vorverformung wird durch die Bildung eines dünnen Oxidfilms (Dicke ca.  $2\ \mu\text{m}$ ) bei  $600^\circ\text{C}$  Prüftemperatur kompensiert. Auf diese Weise wird der Widerstand gegen Rissinitiierung an der Oberfläche einerseits durch eine Oberflächenverfestigung (DUQUETTE&GELL 1972) und andererseits durch eine Glättung der Oberflächenaufrauung erhöht.

#### *Nimonic 75 (ausscheidungsfreier Zustand)*

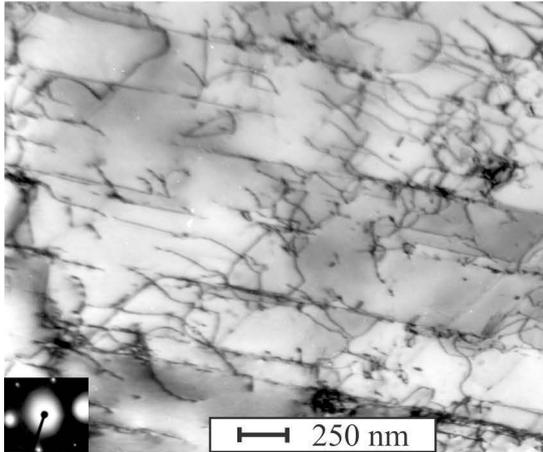
Für den af-Zustand ist sowohl bei RT (**Bild 5-48a**) als auch bei einer Prüftemperatur von  $600^\circ\text{C}$  (**Bild 5-48b**) keine Vorgeschichteabhängigkeit hinsichtlich des Ermüdungsverhaltens im VHCF-Bereich zu erkennen. Während eine 8%-Vorverformung keinen Einfluss auf die Lebensdauer des af-Zustands hat, ist bei einer 4%-Vorverformung und anschließender Ermüdung bei  $800^\circ\text{C}$  die Wechselfestigkeit erkennbar höher (**Bild 5-48a**).



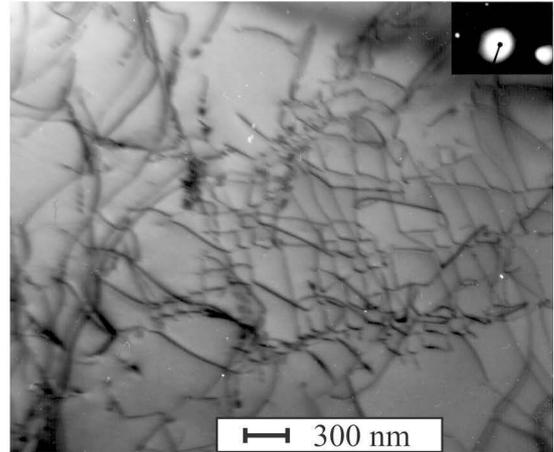
**Bild 5-48:** Ergebnisse aus den VHCF-Ermüdungsversuchen für Nimonic 75 (af-Zustand) ohne ( $\epsilon_{ges, v} = 0\%$ ) und mit Vorverformung ( $\epsilon_{ges, v} = 4$  und  $8\%$ ) für:  
**a)** RT und  $800^\circ\text{C}$  sowie **b)** RT und  $600^\circ\text{C}$ .

Die mikrostrukturellen Untersuchungen zeigen, dass ab einer Ermüdungstemperatur von  $600^\circ\text{C}$  bei vorverformten ausscheidungsfreien Proben die Dichte planarer Gleitbänder durch die eintretenden Erholungsprozesse stark reduziert ist (Vergleiche Mikrostruktur mit vorverformten Proben mit anschließender VHCF-Ermüdung bei RT, **Bild 5-41a**). Zwischen den noch aktiven planaren Gleitbändern treten verstärkt Quergleitprozesse auf, welche durch individuell gleitende bogenförmige Versetzungen gekennzeichnet sind (**Bild 5-49a**).

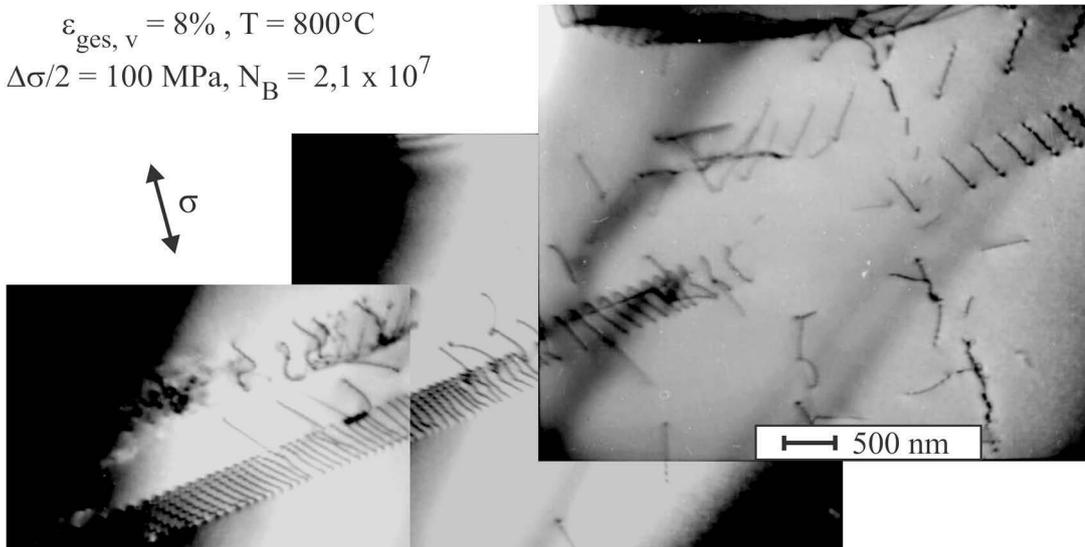
a)  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$ ,  $T = 600^\circ\text{C}$   
 $\Delta\sigma/2 = 240 \text{ MPa}$ ,  $N_{\text{B}} = 3,1 \times 10^8$



b)  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$ ,  $T = 800^\circ\text{C}$   
 $\Delta\sigma/2 = 100 \text{ MPa}$ ,  $N_{\text{B}} = 2,9 \times 10^8$



c)  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$ ,  $T = 800^\circ\text{C}$   
 $\Delta\sigma/2 = 100 \text{ MPa}$ ,  $N_{\text{B}} = 2,1 \times 10^7$



**Bild 5-49:** TEM-Hellfeldaufnahmen der charakteristischen Versetzungsanordnungen im ausscheidungsfreien Zustand (Nimonic 75) nach einer Vorverformung und anschließender VHCF-Ermüdung ( $f = 760 \text{ Hz}$ ) bei  $600^\circ\text{C}$ - $800^\circ\text{C}$ :

- a) Planare Gleitbänder mit geringer Versetzungsdichte und erhöhtem Quergleitcharakter ( $\bar{g} = \{111\}$ ,  $\bar{Z}\bar{A} = \langle 011 \rangle$ ),  
 b) globale Versetzungsnetzwerke ( $\bar{g} = \{202\}$ ,  $\bar{Z}\bar{A} = \langle 111 \rangle$ ) und  
 c) geringe Anzahl aktiver planarer Gleitbänder ( $\bar{g} = \{111\}$ ,  $\bar{Z}\bar{A} = \langle 011 \rangle$ ).

Die ausscheidungsfreie Mikrostruktur nach einer Vorverformung und anschließender VHCF-Ermüdung bei  $800^\circ\text{C}$  ist stark von dem Vorverformungsgrad geprägt. Eine Vorverformung von  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$  führt während der Hochtemperaturermüdung zu einer resultierenden Versetzungsanordnung, die Ähnlichkeit mit dem vorverformten ( $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$ ) und im VHCF-Bereich bei  $600^\circ\text{C}$  ermüdeten überalterten Zustand hat. Die mittels der Vorverformung induzierte planare Versetzungsanordnung lagert sich durch den Erholungsprozess vollständig in homogen verteilte Versetzungsnetzwerke um, die letztendlich ein homogeneres Gleitverhalten

und somit eine höhere Lebensdauer im VHCF-Bereich bewirken (**Bild 5-49b**). Der maximale Vorverformungsgrad von  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$  führt bei einer Hochtemperaturermüdung von  $800^\circ\text{C}$  hingegen zu einer hohen Annihilationsrate der induzierten Versetzungen. Es sind nur noch einzelne planare Gleitbänder und in geringer Anzahl quergleitfähige Versetzungen aktiv (**Bild 5-49c**). Daher führt eine Vorverformung von  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 8\%$  im Vergleich zum nicht vorverformten Zustand zu keiner bedeutenden Lebensdaueränderung.

Die durchgeführten VHCF-Versuche und die anschließende mikrostrukturelle Charakterisierung der (vorverformten und) ermüdeten ausscheidungsfreien, einphasigen Proben der Legierung Nimonic 75 belegen, dass der Einfluss einer Vordehnung auf das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich bis zu einer Einsatztemperatur von  $600^\circ\text{C}$  für diesen Ausscheidungszustand sehr gering ist. Bei noch höherer Ermüdungstemperatur ( $800^\circ\text{C}$ ) wirkt sich eine Vorverformung von  $\varepsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$  infolge signifikanter Versetzungsumlagerungsprozesse (Erholung), die ein stabiles, globales Versetzungsnetzwerk hervorrufen, positiv auf die Lebensdauer aus. Nichtsdestotrotz darf nicht vernachlässigt werden, dass eine Einsatztemperatur von  $800^\circ\text{C}$  für den ausscheidungsfreien Zustand im VHCF-Bereich aufgrund der fehlenden Hinderniswirkung der  $\gamma'$ -Ausscheidungen, die die Versetzungsbewegung effektiv abbremsen, technisch nicht relevant ist. Deutlich wird dieser Sachverhalt auch dadurch, dass zum einen im af-Zustand die statischen Festigkeitswerte über der Temperatur signifikant abfallen und zum anderen bei einer Bruchlastspielzahl von  $10^7$  (bei  $T = 800^\circ\text{C}$ ) die ertragbare Spannungsamplitude um ca. 80 MPa geringer als für die beiden anderen untersuchten Ausscheidungszustände (ma und üa) ist.

#### 5.4 Mikrorissbildung im VHCF-Bereich

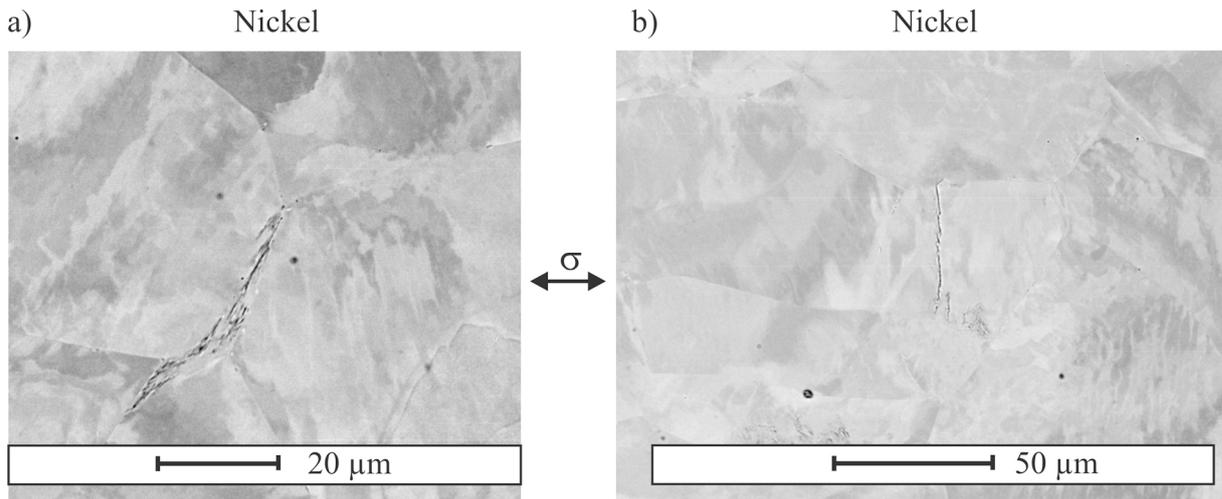
In diesem Kapitel werden die Ergebnisse zur Ermüdungsrissbildung im VHCF-Bereich anhand von rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen der Messbereichsoberflächen und der Bruchflächen (Fraktographische Untersuchungen) dazu genutzt, Aussagen bezüglich der Mikrorissbildung und des Rissinitiierungsortes unter Beachtung der großen Anzahl an Versuchsparametern zu treffen. Eine Kernfrage der VHCF-Ermüdung bezieht sich auf die Problematik, ob und ab welcher Zyklenzahl die lokal auftretende irreversible plastische Verformung zu einer Mikrorissbildung führt. Allerdings muss beachtet werden, dass eine Mikrorissbildung nicht zwangsläufig zu einem Risswachstum und Probenversagen führen muss, wie Untersuchungen von STANZL-TSCHEGG&SCHÖNBAUER 2010 an reinem Kupfer zeigen. Die Schädigungsentwicklung anhand lokal auftretender irreversibler Abgleitvorgänge wurde bereits eingehend erläutert und diskutiert. Die folgenden Unterkapitel sollen einen Überblick über die

Einflüsse der Versuchsparameter (Werkstoff bzw. Ausscheidungszustand, Temperatur, Vorverformungsgrad und Oberflächenzustand) auf die Rissbildung im VHCF-Bereich geben.

#### 5.4.1 Einfluss der Temperatur und einer Vorverformung auf die Mikrorissbildung

Unabhängig von den Testbedingungen im VHCF-Bereich ist bei elektrolytisch polierten Proben der untersuchten Werkstoffe eine Rissinitiierung an der Oberfläche festzustellen. Diese Beobachtung überrascht, da es bei vielen Werkstoffen oft zu einem Übergang der Rissinitiierung von der Probenoberfläche ins Werkstoffinnere im VHCF-Bereich kommt.

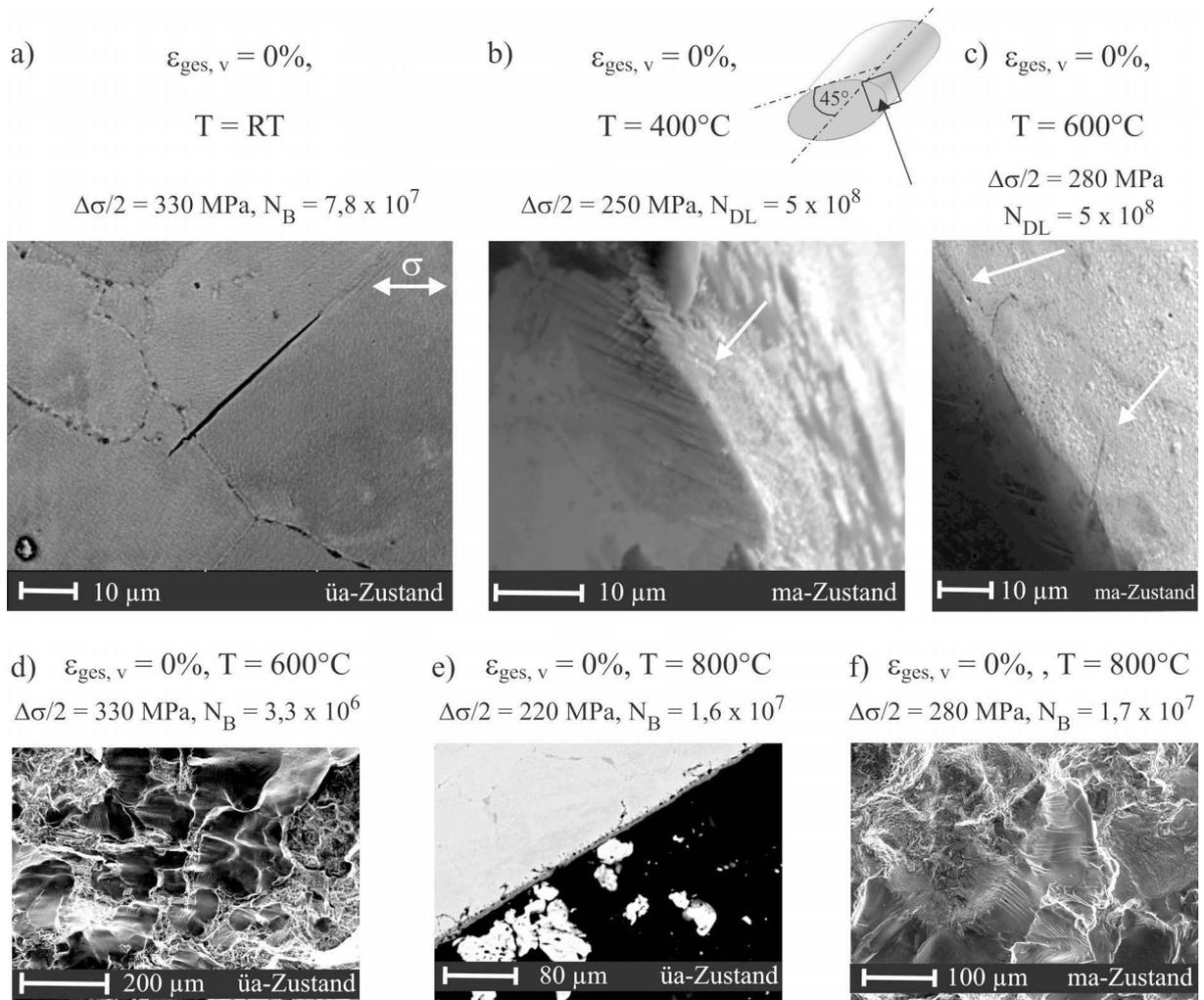
Reines Nickel zeigt im VHCF-Bereich bei RT sowohl trans- als auch interkristalline Mikrorissbildung an der Oberfläche, wobei sich diese nicht zwangsläufig zu einem wachstumsfähigen Riss entwickeln (**Bild 5-50**). Höchstwahrscheinlich verhindern geringe Schmid-Faktoren der umliegenden Körner sowie die Barrierefunktion der Korngrenzen ein kontinuierliches Risswachstum (**ZIMMERMANN et al. 2010**). Aus der Literatur ist von reinem Nickel bekannt, dass sich sowohl im LCF- als auch im HCF-Bereich einerseits transkristalline Mikrorisse bilden und es andererseits zur interkristallinen Mikrorissbildung in Oberflächenkörnern aufgrund von großen Kompatibilitätsspannungen durch das Aufstauen der PGB an den Korngrenzen kommt (**MORRISON&MOOSBRUGGER 1997**). Bei den Untersuchungen von **STANZLTSCHEGG&SCHÖNBAUER 2010** an reinem Kupfer lagen ebenfalls trans- und interkristalline Mikrorisse bei einer sehr hohen Lastspielzahl von  $1,4 \times 10^{11}$  Zyklen (Spannungsamplitude  $\Delta\sigma/2 = 89,5$  MPa) in einer im VHCF-Bereich durchgelaufenen Probe vor. Eine kritische Risslänge von  $340 \mu\text{m}$  wurde, ausgehend von einer Dauerfestigkeit bei 93 MPa, durch unterstützende Risswachstumsversuche an **Kupfer** mit Hilfe des Kitagawa-Diagramms abgeschätzt. Die nicht gewachsenen trans- und interkristallinen Mikrorisse waren ca.  $30 \mu\text{m}$  lang und somit deutlich kleiner als die abgeschätzte kritische Mikrorisslänge. Bestätigt werden diese Ergebnisse ebenfalls durch Risswachstumsversuche an Mikroproben (Dicke:  $200 \mu\text{m}$ ) aus reinem Nickel (**ZIMMERMANN 2012**). Ausgehend von einer Dauerfestigkeit von 145 MPa bei  $10^9$  Zyklen führt die Abschätzung im Kitagawa-Diagramm zu einer kritischen Risslänge für Kurzrisswachstum von ungefähr  $170 \mu\text{m}$  für **reines Nickel**. Die festgestellten Mikrorisse (**Bild 5-50**) sind somit deutlich kleiner als die kritische Risslänge und können daher als nicht-wachstumsfähige Mikrorisse eingestuft werden.



**Bild 5-50:** a) Interkristalline und b) transkristalline Mikrorisse in reinem Nickel nach VHCF-Ermüdung ( $\Delta\sigma/2 = 140 \text{ MPa}$ ,  $N_{DL} = 7,1 \times 10^8$ ,  $f = 760 \text{ Hz}$ ) bei RT.

In den untersuchten Ausscheidungszuständen der Nickelbasis-Superlegierungen Nimonic 80A (ma und üa) und Nimonic 75 (af) erfolgt die Mikrorissbildung im VHCF-Bereich bei RT hauptsächlich transkristallin. Exemplarisch ist in **Bild 5-51a** ein transkristalliner Mikroriss einer im VHCF-Bereich versagten Ermüdungsprobe im üa-Zustand dargestellt. Aufgrund ausgeschiedener Karbide (z.B.  $\text{Cr}_7\text{C}_3$  und  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ) entlang der Korngrenzen (LERCH 1983) sind die Korngrenzen der untersuchten Ausscheidungszustände der Nickelbasis-Superlegierungen gegenüber reinem Nickel verfestigt und verhindern daher letztendlich eine interkristalline Mikrorissbildung bei RT und verbessern die Kriecheigenschaften bei erhöhten Prüftemperaturen. Mit steigender Prüftemperatur ( $400^\circ\text{C}$ ) bilden sich die Mikrorisse weiterhin transkristallin an der Probenoberfläche. **Bild 5-51b** bestätigt die TEM-Untersuchungen (siehe **Bild 5-25a**) von nur lokal auftretenden planaren Versetzungsanordnungen in Körnern im Probeninneren an ermüdeten Proben im VHCF-Bereich anhand von Ex- und Intrusionen in einzelnen Oberflächenkörnern bei  $400^\circ\text{C}$ .

Bei  $600^\circ\text{C}$  kommt es, unabhängig vom Ausscheidungszustand (ma-, üa- und af-Zustand), während der VHCF-Ermüdung sowohl zu trans- als auch zu interkristalliner Mikrorissbildung in den Oberflächenkörnern. In **Bild 5-51c** ist ein Mikroriss entlang einer Korngrenze (verzweigter Risspfad, oberer weißer Pfeil) und an einer Gleitlinie (unterer weißer Pfeil) am Beispiel des ma-Zustands gekennzeichnet, wobei die Gleitlinien aufgrund der während des VHCF-Versuchs gebildeten dünnen Oxidschicht nicht sichtbar sind.



**Bild 5-51:** REM-Aufnahmen ermüdeter VHCF-Proben (ohne Vorverformung ( $\varepsilon_{ges, v} = 0\%$ )) bei:

- RT: Transkristalliner Mikroriss im  $\ddot{u}a$ -Zustand ( $f = 130 \text{ Hz}$ ),
- 400°C: Bildung von Ex- und Intrusionen (45°-Ansicht) im  $ma$ -Zustand in einem Oberflächenkorn ( $f = 760 \text{ Hz}$ ),
- 600°C: Trans- und interkristalline Mikrorisse im  $ma$ -Zustand (45°-Ansicht) ( $f = 760 \text{ Hz}$ ),
- 600°C: Bruchoberfläche verdeutlicht trans- und interkristallines Risswachstum im  $\ddot{u}a$ -Zustand ( $f = 760 \text{ Hz}$ ),
- 800°C: Mikrorisse entlang der Korngrenzen ausgehend von der Oberfläche im  $\ddot{u}a$ -Zustand (Querschliff) ( $f = 760 \text{ Hz}$ ) und
- 800°C: Bruchfläche verdeutlicht interkristallines Risswachstum im  $ma$ -Zustand ( $f = 130 \text{ Hz}$ ).

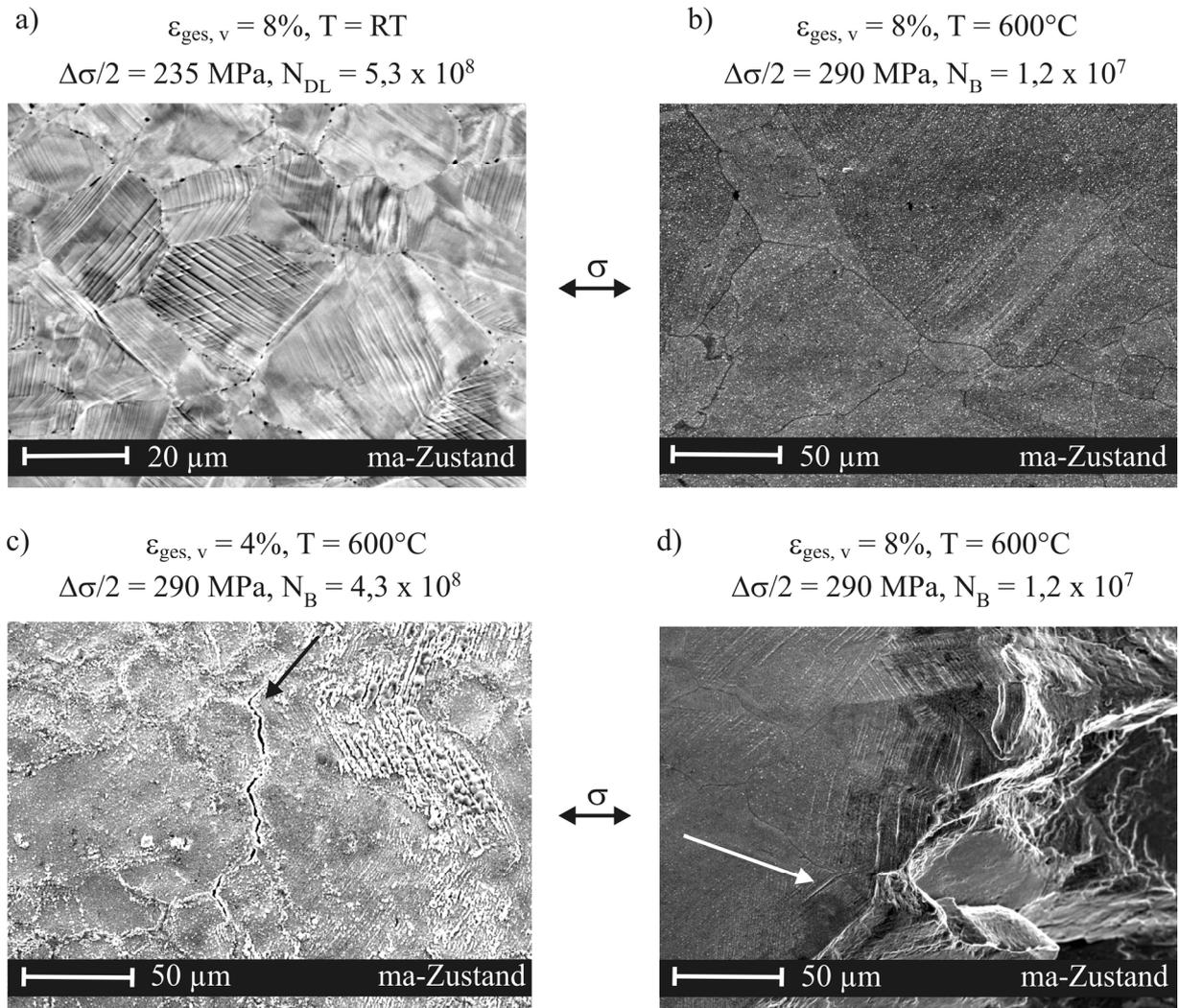
Bei der Rissausbreitung treten bei 600°C ebenfalls trans- und interkristalline Anteile auf, wie die Bruchfläche einer versagten überalterten Probe in **Bild 5-51d** zeigt. Dies bestätigt die Ergebnisse von **LERCH&GEROLD 1983** an Nimonic 80A und von **MERRICK 1974** an Waspaloy im LCF-Bereich, dass oberhalb einer Prüftemperatur von 500°C ein Übergang von der trans- zur interkristallinen Rissbildung zu verzeichnen ist. Laut **MERRICK 1974** ist mit hoher Wahrscheinlichkeit die Rissinitiierung an den entlang der Korngrenzen ausgeschiedenen  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ -Chromkarbide für die teilweise auftretende interkristalline Rissausbreitung verantwortlich.

Die durchgeführten VHCF-Versuche zeigen bei noch höherer Prüftemperatur (800°C) die Bildung einer spröden Oxidschicht an der Probenoberfläche, wodurch zum einen die Kerbempfindlichkeit erhöht wird und zum anderen die interkristalline Mikrorissbildung an den Oberflächenkörnern deutlich zunimmt. Der Querschliff in **Bild 5-51e** verdeutlicht, dass bei 800°C die Mikrorissbildung nahezu vollständig interkristallin an der Probenoberfläche stattfindet und transkristalline Mikrorissbildung bei dieser hohen Prüftemperatur ausgeschlossen werden kann. Die interkristalline Rissinitiierung bei 800°C tritt früher als die gemischte Rissinitiierung (trans- und interkristallin bei 600°C) ein. Laut **GELL&LEVERANT 1973** reduziert eine höhere Risswachstumsrate bei interkristallinem Risswachstum die Lebensdauer und führt somit zu einem starken Abfall der ertragbaren Spannungsamplitude im VHCF-Bereich. Im LCF-Bereich wird die Bildung von interkristallinen Rissen auf eine starke Versprödung der Korngrenzen bei 800°C zurückgeführt, da die ausgeschiedenen Karbide an den Korngrenzen und die nahe der Korngrenzen hohen Kerbspannungen der gebildeten Gleitlinien eine interkristalline Oxidation begünstigen (**LERCH&JAYARAMAN 1984**). Weiterhin wurde von **LERCH&GEROLD 1983** bei Nimonic 80A festgestellt, dass die Bildung eines  $\gamma'$ -Films während der LCF-Ermüdung bei 800°C, welcher die Korngrenzenkarbide überzieht, möglicherweise zu einer weiteren Schwächung der Korngrenzen bei dieser Temperatur führt und somit interkristallines Rissverhalten noch stärker begünstigt wird. Langzeitglühversuche von **BHANU SANKARA RAO et al. 1983** an Nimonic PE 16 zeigten, dass sich aufgrund von Kohärenzspannungen auch ohne äußere Belastung bei 800°C nach 1000 Glühstunden in einigen Körnern linear angeordnete  $\gamma'$ -Ketten nahe der Korngrenzen bilden. Außerdem wurde bereits bei einer Glüh Temperatur von 700°C nach 500 Glühstunden festgestellt, dass sich auf einigen Korngrenzen dünne chromreiche  $M_{23}C_6$ -Karbide bildeten und nach 1000 Stunden weiter angewachsen waren, sodass die interkristallinen Karbide nahezu alle Korngrenzen bedeckten. Allerdings darf nicht vernachlässigt werden, dass die Korngrenzenkarbide zu stark verbesserten Kriecheigenschaften führen und ein Abgleiten der Korngrenzen behindern. Nach **WHITE 1974** ist die Anordnung von Karbiden entlang der Korngrenzen bezüglich der Kriecheigenschaften bei Nimonic 80A ideal, wenn diese diskontinuierlich in globularer Form ausgeschieden werden, damit geringfügig Korngrenzengleiten möglich ist und somit die Korngrenzenspannungen nicht exzessiv zunehmen und die Korngrenzen aufreißen. Bezogen auf die VHCF-Ermüdung bei 800°C ist ebenfalls eine diskontinuierliche und globulare Ausscheidung der Karbide entlang der Korngrenzen optimal hinsichtlich der Lebensdauer, da die Versuchszeiten trotz der hohen Prüffrequenzen (bei 800°C: 130Hz und 760 Hz) immer noch relativ lang sind und die Oxidation bei durchgehenden Karbidfilmen entlang der Korngrenzen

begünstigt wird und damit zu einer schnelleren interkristallinen Mikrorissbildung führt. Da mit niedrigerer Prüffrequenz die Versuchszeiten länger werden und sich eine größere Anzahl interkristalliner Karbidfilme bildet, ist somit bei 800°C der Frequenzeinfluss im VHCF-Bereich größer als bei 600°C (siehe auch **Kapitel 5.2.4**).

Fraktographische Untersuchungen (**Bild 5-51f**) zeigen, dass ein interkristallines Risswachstumsverhalten bei 800°C im VHCF-Bereich dominiert. Dieses Verhalten ist unabhängig vom Ausscheidungszustand und wird möglicherweise ebenfalls durch vorhandene Karbidfilme entlang der Korngrenzen begünstigt. Des Weiteren weisen die VHCF-Versuche bei 800°C darauf hin, dass neben der Dicke der gebildeten Oxidschicht die trans- und interkristalline Rissinitiierung stark von der Prüftemperatur abhängt und schließlich zu einem Probenversagen bei viel niedrigeren Spannungsamplituden als bei RT bzw. mittleren Temperaturen (400°C-600°C) führt.

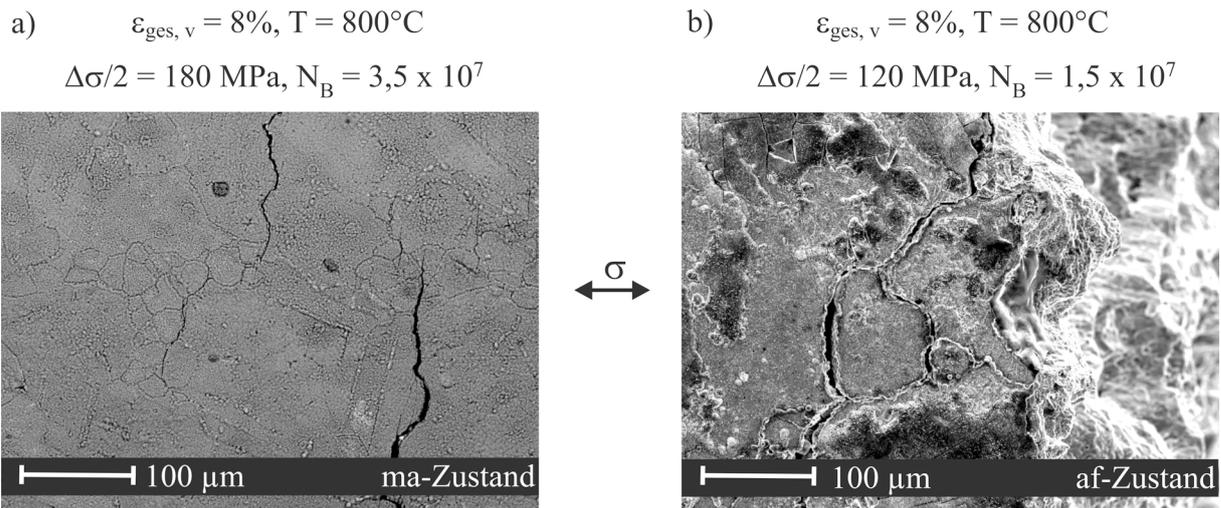
Eine Vorverformung führt zur Oberflächenaufrauung und begünstigt daher während der zyklischen VHCF-Ermüdung eine Rissinitiierung an den bei der Vorverformung entstandenen Protrusionen an der Oberfläche bei RT (**Bild 5-52a**) und 400°C. Der Einfluss einer dünnen Oxidschicht bei 600°C auf das Ermüdungsverhalten einer vorverformten Probe im VHCF-Bereich ist in **Bild 5-52b** dokumentiert. Die dünne Oxidschicht glättet die bereits infolge der Vordehnung entstandenen Protrusionen in den Oberflächenkörnern und führt schließlich zu einer größeren Oberflächenverfestigung (**DUQUETTE&GELL 1972**) in Verbindung mit einem erhöhten Widerstand gegen Rissinitiierung im VHCF-Bereich (**ZIMMERMANN et al. 2011**). Auch bei vorverformten Proben ist bei 600°C und 800°C ein Übergang von trans- zu interkristalliner Mikrorissbildung zu beobachten. Eine Vorverformung hat keinen Einfluss auf den Rissinitiierungsmechanismus im VHCF-Bereich bei den untersuchten Prüftemperaturen. In **Bild 5-52c** und **Bild 5-52d** sind sowohl trans- als auch interkristalline Mikrorisse an der Probenoberfläche (600°C) und in der Nähe der Bruchfläche erkennbar. Bei noch höherer Prüftemperatur (800°C) sind ausschließlich interkristalline Mikrorisse zu beobachten.



**Bild 5-52:** REM-Aufnahmen ermüdeter VHCF-Proben ( $f = 760 \text{ Hz}$ ) von Nimonic 80A im ma-Zustand (mit Vorverformung) bei:

- a) RT ( $\varepsilon_{ges, v} = 8\%$ ): Hohe Dichte von Gleitbändern in den Oberflächenkörnern infolge der Vorverformung,
- b)  $600^\circ\text{C}$  ( $\varepsilon_{ges, v} = 8\%$ ): Gebildeter dünner Oxidfilm glättet die durch Protrusionen aufgeraute Oberfläche,
- c)  $600^\circ\text{C}$  ( $\varepsilon_{ges, v} = 4\%$ ): Interkristalliner Mikroriss an der oxidierten Oberfläche und
- d)  $600^\circ\text{C}$  ( $\varepsilon_{ges, v} = 8\%$ ): Trans- und interkristalline Rissausbreitung an der Bruchfläche und transkristalliner Mikroriss nahe der Bruchfläche.

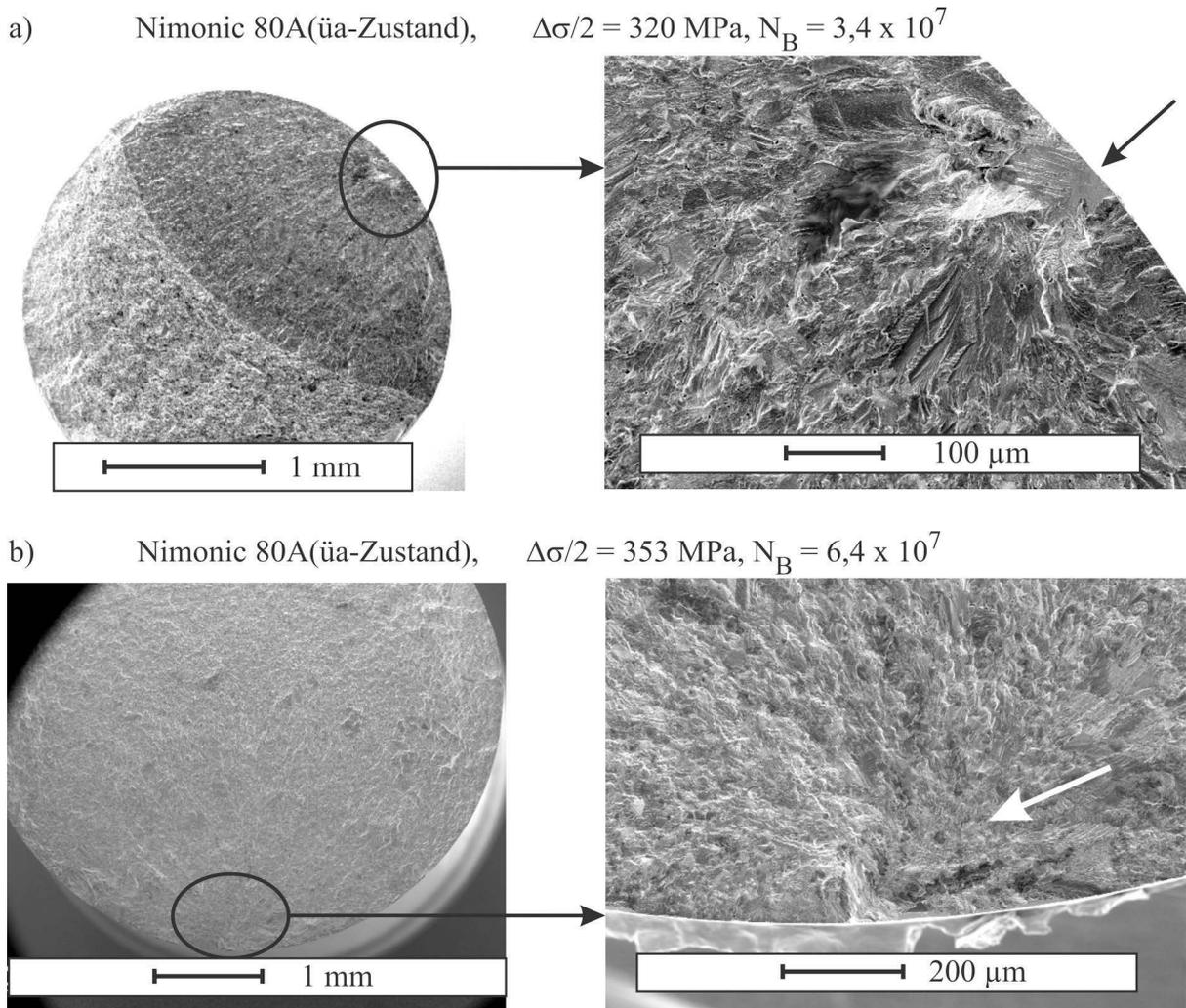
**Bild 5-53a** und **Bild 5-53b** zeigen interkristalline Mikrorissbildung und Rissausbreitung bei  $800^\circ\text{C}$  an der Bruchfläche in den vorverformten und ermüdeten Oberflächenkörnern. Bei  $800^\circ\text{C}$  dominiert der Effekt der Oxidschicht an der Oberfläche die Rissinitiierung und -ausbreitung. Die zuvor beschriebenen Phänomene infolge Ausscheidungszustand und Vorverformung treten daher bei dieser Prüftemperatur ( $800^\circ\text{C}$ ) in den Hintergrund.



**Bild 5-53:** REM-Aufnahmen vorverformter, ermüdeter VHCF-Proben ( $f = 760 \text{ Hz}$ ) bei  $800^\circ\text{C}$ :  
 a) Interkristalline Mikrorisse an der Oberfläche im ma-Zustand und  
 b) interkristalline Rissausbreitung an der Bruchfläche im af-Zustand.

#### 5.4.2 Einfluss des Oberflächenzustands auf die Mikrorissbildung

Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen der Bruchflächen von elektrolytisch polierten Ermüdungsproben aus VHCF-Versuchen zeigen, unabhängig vom untersuchten Ausscheidungszustand und der Prüftemperatur, eine Rissinitiierung an der Oberfläche. Beispielfhaft ist in **Bild 5-54a** die Bruchfläche einer Ultraschallermüdungsprobe bei RT dargestellt. Der Rissinitiierungsort liegt an der Probenoberfläche in dem mit einem Pfeil markierten Bereich. Etwas anders verhält sich die Rissinitiierung im VHCF-Bereich bei mechanisch polierten Proben bei RT. Aufgrund der induzierten Druckeigenstressungen durch den Schleifprozess wird die Lebensdauer erhöht. Dabei verschiebt sich der Rissinitiierungsort im VHCF-Bereich bei den mechanisch polierten Proben knapp unter die Probenoberfläche (**Bild 5-54b**). VHCF-Untersuchungen von **SHYAM et al. 2004** an der pulvermetallurgisch hergestellten polykristallinen Nickelbasis-Superlegierung René 88DT bei RT an einem Ultraschallermüdungsprüfsystem ( $R = 0,05$ ) zeigten, dass maschinell durch Schleifen hergestellte Proben gegenüber den Proben mit elektrolytisch polierter Oberfläche mit  $-450 \text{ MPa}$  höhere Druckeigenstressungen aufwiesen, was letztendlich zu einer Lebensdauererhöhung der maschinell hergestellten Probe um 2 Dekaden bei gleicher Spannungsamplitude im VHCF-Bereich führte. Während bei den elektrolytisch polierten Proben die Rissinitiierung an Oberflächenkörnern begann, lag der Rissinitiierungsort bei den durch Schleifen hergestellten Proben unterhalb der Oberfläche.

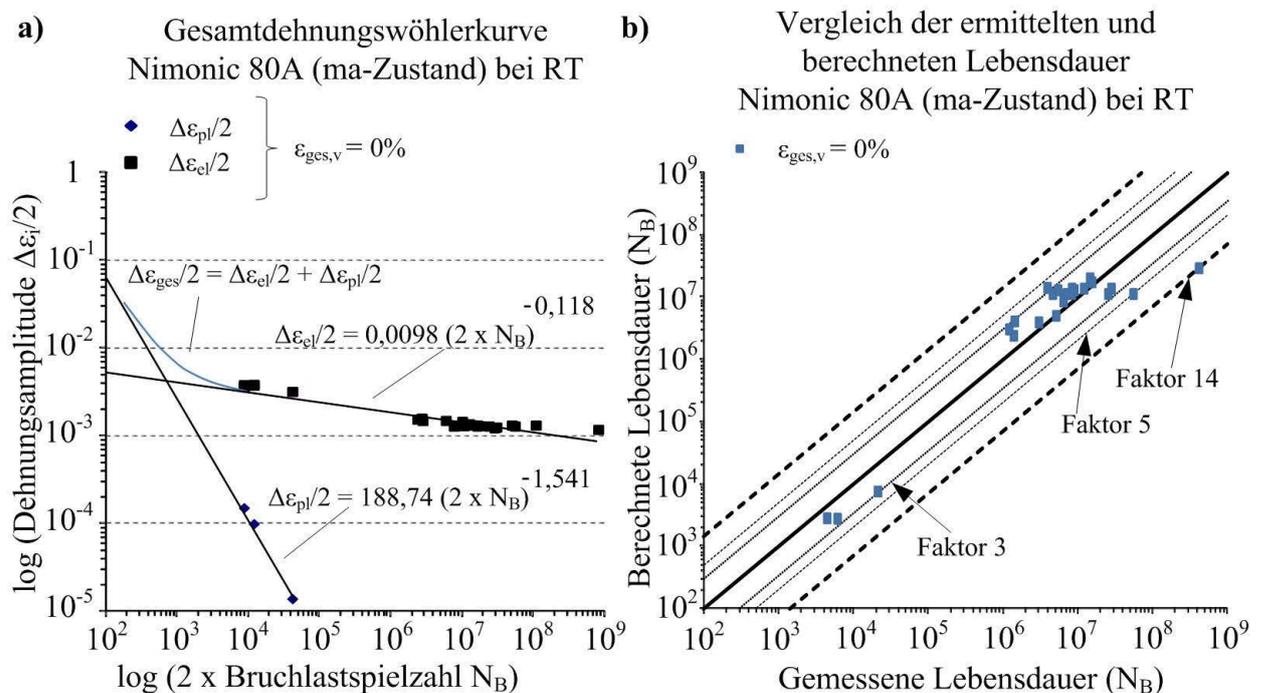


**Bild 5-54:** Bruchfläche von Nimonic 80A (ma-Zustand) bei:  
 a) Elektrolytisch ( $f \approx 20 \text{ kHz}$ ) und  
 b) mechanisch polierter Oberfläche ( $f=760 \text{ Hz}$ ) im VHCF-Bereich.

## 5.5 Phänomenologische Beschreibung der Lebensdauer

Durch das Auftragen einer Gesamtdehnungswöhlerkurve der experimentell ermittelten Kennwerte wird üblicherweise die Lebensdauer phänomenologisch mit Hilfe der Lebensdauer Gesetze nach Coffin-Manson und Basquin (siehe auch **Bild 3-5**) für den LCF- und HCF-Bereich beschrieben. Dabei wird der LCF-Bereich durch den Coffin-Manson-Anteil und der HCF-Bereich durch den Basquin-Anteil dominiert. Die in dieser Arbeit ermittelten lastspielzahlübergreifenden Lebensdauerdaten (LCF-HCF-VHCF) sollen in diesem Unterkapitel dazu dienen, den Exponenten und Koeffizienten für den Basquin-Anteil einerseits aus dem gesamten Ermüdungsbereich (LCF-VHCF) und andererseits nur aus den ermittelten hochfrequenten HCF/VHCF-Lebensdauerdaten zu bestimmen. Trägt man schließlich die gemessene und berechnete Lebensdauer in einem Diagramm auf, kann daraufhin die Güte der auf zwei Arten ermittelten Basquin-Parameter (LCF-VHCF und HCF-VHCF) verglichen und überprüft werden. Anhand der Steigungen der ermittelten Regressionsgeraden werden die Exponenten der

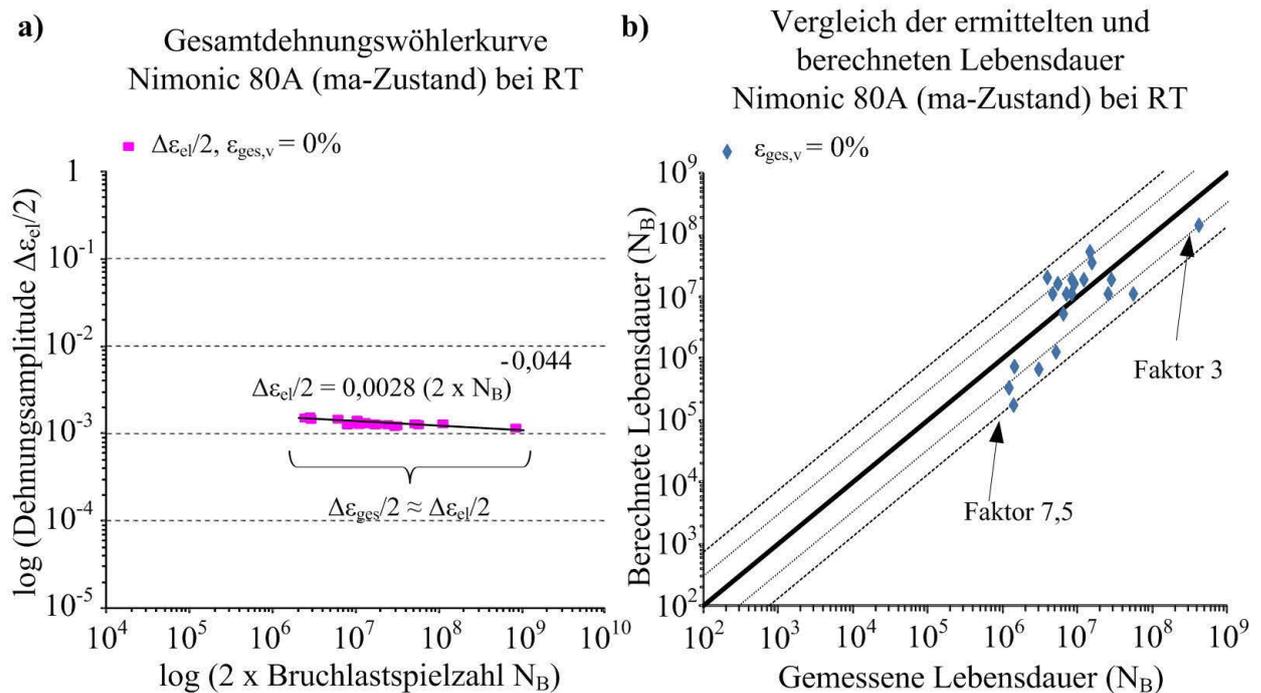
Coffin-Manson/Basquin-Geradengleichungen am Beispiel des unvorverformten ma-Zustands bei RT ermittelt (**Bild 5-55a**), wobei aufgrund fehlender Dehnungsmessungen nicht alle LCF-Versuche berücksichtigt wurden. Die entsprechenden Koeffizienten sind durch die Schnittpunkte mit der Ordinate gegeben. Für die eingetragenen gemessenen LCF-Punkte wurde aufgrund des transienten Werkstoffverhaltens der jeweilige aus den Wechselverformungskurven ermittelte Sättigungswert der elastischen und plastischen Dehnungsamplitude verwendet. Die Überganglastspielzahl ( $2 \times N_{\ddot{u}}$ ) ist gekennzeichnet durch einen gleichgroßen Anteil an plastischer und elastischer Dehnungsamplitude. Mit ca. 800 Zyklen ist die Überganglastspielzahl ( $2 \times N_{\ddot{u}}$ ) für den ma-Zustand aufgrund der hohen Festigkeit des ma-Zustands und der damit verbundenen niedrigen Duktilität relativ niedrig. Aufgrund der hohen Neigung der Coffin-Manson-Geraden ist der plastische Anteil für die Gesamtdehnungswöhlerkurve im Übergangsbereich HCF/VHCF und darüberhinaus (VHCF-Bereich) vernachlässigbar.



**Bild 5-55:** a) Bestimmung der Basquin-Parameter für Nimonic 80A (ma-Zustand) bei RT ohne Vorverformung (LCF-VHCF) und  
b) Vergleich der ermittelten Lebensdauern mit den berechneten Werten.

Ein Vergleich der gemessenen und berechneten Lebensdauer zeigt **Bild 5-55b**, dass die Abweichungen von einem Streuband mit dem Faktor 3 im LCF-Bereich bis zu einem Faktor 5 im Übergangsbereich HCF/VHCF bzw. Faktor 14 im VHCF-Bereich stark ansteigen und somit einerseits mit steigender Lastspielzahl ungenauer werden und andererseits zu stark unterschätzten Lebensdauerdaten (d.h. stark konservative Auslegung) führen.

Trägt man eine Regressionsgerade des Basquin-Anteils nur aus den hochfrequenten HCF/VHCF-Versuchen auf, so verläuft die Neigung der Geraden im Vergleich zur aus der lastspielzahlübergreifenden (LCF-VHCF) ermittelten Regressionsgeraden wesentlich flacher (**Bild 5-56a**). Die Güte der ermittelten Basquin-Parameter verbessert sich zwar etwas, liefert aber trotzdem aufgrund der starken Streuung keine brauchbaren und zufriedenstellenden Ergebnisse für eine phänomenologische Beschreibung der Lebensdauer im VHCF-Bereich (**Bild 5-56b**). Ähnliche Resultate liefert der Vergleich der berechneten und gemessenen Lebensdauer anhand der ermittelten Regressionsgeraden (LCF-VHCF sowie HCF-VHCF) an unvorverformten Nickel bei RT (siehe **Bild A.6-1** und **Bild A.6-2** im Anhang). Auch bei den isothermen VHCF-Hochtemperaturversuchen bei 800°C am Beispiel des ma-Zustands kann gezeigt werden, dass eine phänomenologische Beschreibung der Lebensdauer nach Basquin nur unter Berücksichtigung eines Streubands mit dem Faktor 4,5 möglich ist und somit sehr ungenau ist (siehe **Bild A.6-3** im Anhang).



**Bild 5-56:** a) Bestimmung der Basquin-Parameter für Nimonic 80A (ma-Zustand) bei RT ohne Vorverformung (HCF-VHCF) und  
b) Vergleich der ermittelten Lebensdauern mit den berechneten Werten.

## 6 Zusammenfassende Diskussion

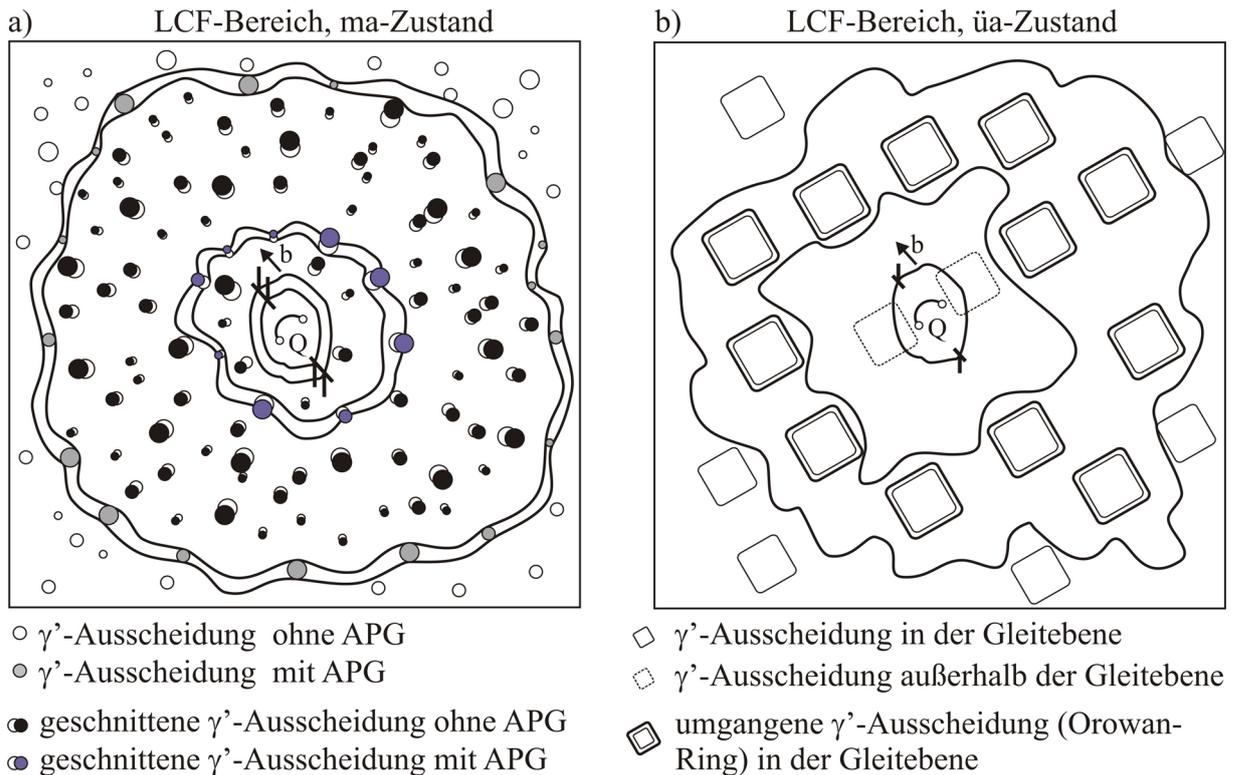
Dieses Kapitel soll dazu dienen, die wesentlichen Ergebnisse aus den umfangreichen Untersuchungen zum VHCF-Ermüdungsverhalten an den verschiedenen Ausscheidungszuständen der untersuchten Nickelbasis-Superlegierungen Nimonic 80A und Nimonic 75 zusammenfassend gegenüberzustellen und zu bewerten. Der Schwerpunkt wird dabei auf die modellhafte Beschreibung der überlagerten Schädigungsmechanismen im VHCF-Bereich anhand von schematischen Darstellungen gelegt, die mögliche mikrostrukturbasierte Erklärungsansätze für das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich liefern. Aufgrund der einerseits nicht zuverlässigen lastspielzahlübergreifenden, phänomenologischen Beschreibung der Lebensdauer bis in den sehr hohen Lastspielzahlbereich und der andererseits für eine physikalisch basierte Lebensdauervorhersage fehlenden Zuordnung der mikrostrukturellen Schädigungsmechanismen zu dem höchstbeanspruchten Werkstoffgefügebereich werden für ausgewählte Versuchsparameter Versagensschwellenwerte (zulässige Schwingfestigkeit bezogen auf definierte Grenzlastspielzahl) für den VHCF-Bereich aus den experimentell ermittelten Lebensdauerdaten definiert.

### 6.1 Modellmäßige Beschreibung des Wechselverformungsverhaltens im VHCF-Bereich

#### 6.1.1 Wechselverformungsverhalten im VHCF-Bereich bei RT ohne Vorverformung

Zu Beginn wird an dieser Stelle nochmals auf das unerwartete Lebensdauerverhalten des  $\ddot{u}$ a-Zustands im VHCF-Bereich im Vergleich zum ma-Zustand bei RT eingegangen. Ausgehend von niedrigeren Ermüdungslebensdauern des  $\ddot{u}$ a-Zustands im LCF-Bereich konvergieren die Wöhlerkurven beider Zustände mit kleiner werdender Spannungsamplitude im HCF-Bereich und münden letztendlich in eine höhere Lebensdauer des  $\ddot{u}$ a-Zustands im VHCF-Bereich. Anhand einer schematischen Draufsicht auf die Versetzungsbewegung in der Gleitenebene (**Bild 6-1** und **Bild 6-3**, siehe auch Darstellung der Versetzungsgleitenebene im Schnitt in **Bild 5-12**) wird eine Hypothese vorgeschlagen, warum insgesamt ein homogeneres Versetzungsgleitverhalten im VHCF- gegenüber dem LCF-Bereich für den  $\ddot{u}$ a-Zustand vorliegt, der letztendlich neben der geringeren Kerbempfindlichkeit als Hauptgrund für das bessere Ermüdungsverhalten des  $\ddot{u}$ a-Zustands bei sehr hohen Lastspielzahlen angesehen werden kann. Aus Darstellungsgründen sind in **Bild 6-1** und **Bild 6-3** die  $\gamma'$ -Ausscheidungen im ma-Zustand im Verhältnis zu den  $\gamma'$ -Ausscheidungen im  $\ddot{u}$ a-Zustand wesentlich größer gezeichnet.

Bei Spannungsamplituden im LCF-Bereich bilden sich bei RT üblicherweise geschlossene und ebene Versetzungsringe, bestehend aus Anteilen an Stufen- und Schraubenversetzungen, aus. Damit sich ein Versetzungsring gleichmäßig ausbreiten kann, müssen sich die Stufen- und Schraubenanteile in der gemischten Versetzung mit gleicher Geschwindigkeit ausbreiten. Die gleichmäßig stattfindende Versetzungsbewegung zu einem geschlossenen Versetzungsring bei hohen Spannungsamplituden (LCF-Bereich) ist für den ma-Zustand in **Bild 6-1a** und für den üa-Zustand in **Bild 6-1b** dargestellt.



APG: Antiphasengrenzfläche, Q: Versetzungsquelle, b: Burgers-Vektor

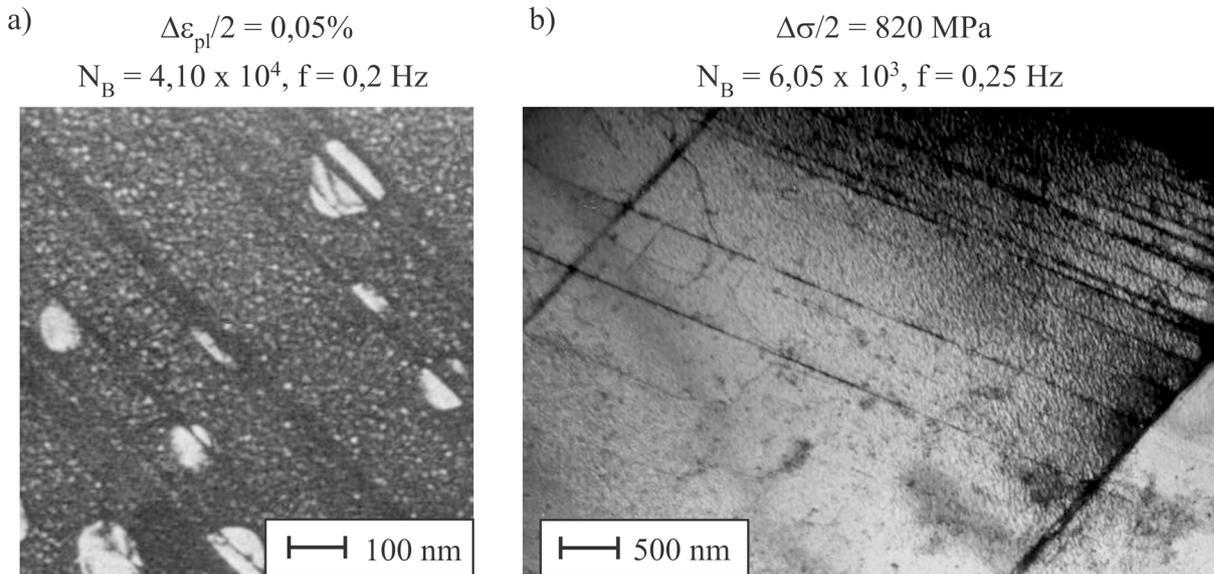
**Bild 6-1:** Prinzipskizzen der unterschiedlichen Ausbildungsformen gemischter Versetzungen in der dichtest gepackten Versetzungsgleitebene (Draufsicht) und Darstellung der Wechselwirkung Versetzungen/Ausscheidungen im LCF-Bereich für: **a)** den ma-Zustand und **b)** den üa-Zustand.

Nach **GLEITER 1967** geht der ebene Versetzungsring von einer Versetzungsquelle in der Matrix aus und trifft bei der Ausbreitung auf die  $\gamma'$ -Ausscheidungen in der Quellenumgebung. Damit der Versetzungsring das Spannungsfeld der Ausscheidungen überwinden kann, muss die von außen angelegte Schubspannung um einen bestimmten Betrag über diejenige äußere Schubspannung erhöht werden, die zur Ausbreitung des Ringes notwendig wäre, wenn keine  $\gamma'$ -Ausscheidungen vorhanden wären. Im ma-Zustand sind die Versetzungsringe gekoppelt, wobei der erste Partialversetzungsring beim Schneiden der  $\gamma'$ -Ausscheidungen eine Antiphasengrenzfläche (APG) bildet, die anschließend durch den folgenden zweiten Partialversetzungsring beseitigt wird. Der üa-Zustand ist im LCF-Bereich durch das Umgehen der im

Vergleich zum ma-Zustand wesentlich größeren  $\gamma'$ -Ausscheidungen einzelner, nicht gekoppelter Versetzungsringe mit Hilfe des Orowan-Mechanismus gekennzeichnet. Da die kritische Schubspannung (KSS) zum Schneiden der  $\gamma'$ -Ausscheidungen wesentlich größer als für die Umgehung durch die Bildung von Orowan-Ringen ist und die kritische Schubspannung mit der ertragbaren Spannungsamplitude korreliert, ist der ma-Zustand im LCF-Bereich bei höheren Spannungsamplituden einsetzbar.

**LERCH&GEROLD 1985** haben zum Beweis für das Schneiden der  $\gamma'$ -Ausscheidungen neben dem ma-Zustand ( $\gamma'$ -Teilchendurchmesser: 20 nm) einen leicht unteralterten Zustand ( $\gamma'$ -Teilchendurchmesser: 13 nm) sowie eine bimodale Ausscheidungsstruktur mit wenigen größeren  $\gamma'$ -Teilchen von 100 nm und vielen kleineren  $\gamma'$ -Teilchen ( $\gamma'$ -Teilchendurchmesser wie im leicht unteralterten Zustand) von Nimonic 80A im LCF-Bereich ermüdet. Die großen  $\gamma'$ -Teilchen sollten dabei als Indiz für die Abschervorgänge dienen. In **Bild 6-2a** (entnommen aus **LERCH&GEROLD 1985**) ist die bimodale  $\gamma'$ -Teilchenverteilung (abgebildet mit einem Überstrukturreflex der geordneten  $\gamma'$ -Teilchen) sowie eine vollständige Abscherung der größeren  $\gamma'$ -Teilchen deutlich zu erkennen. Alle drei Zustände (leicht unteraltert, ma-Zustand sowie die bimodale Ausscheidungsstruktur) zeigten bei den LCF-Versuchen von **LERCH&GEROLD 1985** mit konstant gehaltener plastischer Dehnungsamplitude während der ersten Zyklen eine Verfestigung bis zu einem Spannungsmaximum mit anschließender Entfestigung (ohne einen dazwischen liegenden ausgeprägten Sättigungsbereich) bis zum Bruch. Die Spannungsamplituden in der jeweiligen Wechselverformungskurve liegen bei der bimodalen Ausscheidungsstruktur (Spannungsmaxima  $\Delta\sigma/2 = 760$  MPa) zwischen den Spannungsamplituden des leicht unteralterten (Spannungsmaxima  $\Delta\sigma/2 = 720$  MPa) und des ma-Zustands (Spannungsmaxima  $\Delta\sigma/2 = 775$  MPa) bei gleicher Dehnungsamplitude, wobei die Zyklenzahl bis zum Erreichen des Spannungsmaximums ( $N = \text{ca. } 55$ ) nahezu unabhängig von der  $\gamma'$ -Teilchengröße ist. Daraus lässt sich schließen, dass das Verformungsverhalten (Verfestigungs/Entfestigungs-Verhalten) in der bimodalen Ausscheidungsstruktur im Wesentlichen durch die für den unteralterten Zustand charakteristischen kleineren  $\gamma'$ -Teilchen (Durchmesser: 13 nm) bestimmt wird, da sie den wesentlichen Volumenanteil der Ausscheidungen einnehmen (**LERCH 1983**). Neben den kohärenten  $\gamma'$ -Ausscheidungen wirken die Korngrenzen ebenfalls als Barrieren gegenüber Versetzungsbewegung und tragen somit mit steigender Anzahl (Feinkornhärtung) bei niedrigen Temperaturen zu einer erhöhten zyklischen Festigkeit bei. Allerdings werden die Korngrenzen in der Regel (Ausnahme: siehe z.B. Zwillingkorn-grenze in **Bild 5-19**) nicht geschnitten, sondern es kommt zu einem Aufstau der sich entlang

diskreter  $\{111\}$ -Gleitebenen bewegend planaren Gleitbänder (**Bild 6-2b**). Anhand der TEM-Aufnahme in **Bild 6-2b** wird nochmals deutlich, dass im LCF-Bereich eine sehr hohe globale Versetzungsdichte vorliegt.



**Bild 6-2:** TEM-Aufnahmen der Versetzungs/Ausscheidungs-Wechselwirkungen im LCF-Bereich von Nimonic 80A:

a) Geschnittene  $\gamma'$ -Ausscheidungen in einem bimodalen Ausscheidungszustand (TEM-Dunkelfeldaufnahme aus **LERCH&GEROLD 1985** entnommen) und

b) Versetzungsaufbau an einer Korngrenze von kreuzenden planaren Gleitbändern mit hoher Versetzungsdichte im ma-Zustand.

Im Gegensatz zum LCF-Bereich zeigen beide Ausscheidungszustände (ma- und üa-Zustand) im VHCF-Bereich bei Spannungsamplituden weit unterhalb der Streckgrenze (VHCF-Bereich) planare Versetzungsbewegungen nur in günstig zur Spannungsachse orientierten Körnern, wobei im üa-Zustand eine Änderung der Wechselwirkung zwischen Versetzungen und  $\gamma'$ -Ausscheidungen auftritt. Die würfelförmigen  $\gamma'$ -Ausscheidungen im üa-Zustand werden im VHCF-Bereich nicht mehr von den Versetzungen umgangen, sondern es kommt zu einem Versetzungsaufbau an den  $\gamma'$ -Ausscheidungen in der Matrix. Eine mögliche Hypothese für die starke Hinderniswirkung der überalterten  $\gamma'$ -Ausscheidungen und dem damit verbundenen Versetzungsaufbau ist, dass sich aufgrund der niedrigen Spannungsintensität im VHCF-Bereich keine gleichmäßig ausbreitende Versetzungsringe bilden, sondern bevorzugt gemischte Versetzungen mit höherer Beweglichkeit der Stufen- gegenüber den Schraubenversetzungen (**Bild 6-3b**). Möglicherweise ist aufgrund der geringen Spannungsintensität im VHCF-Bereich der Stufenversetzungsanteil der gemischten Versetzung leichter ausbreitungsfähig und führt somit nicht zu einer ringförmigen Versetzungsausbreitung. So beschreibt **RÖSLER et al. 2008**, dass bei ungleichmäßiger Änderung der Gestalt eines Versetzungsringes während der Versetzungsausbreitung der schwerer bewegliche Versetzungstyp die plastische

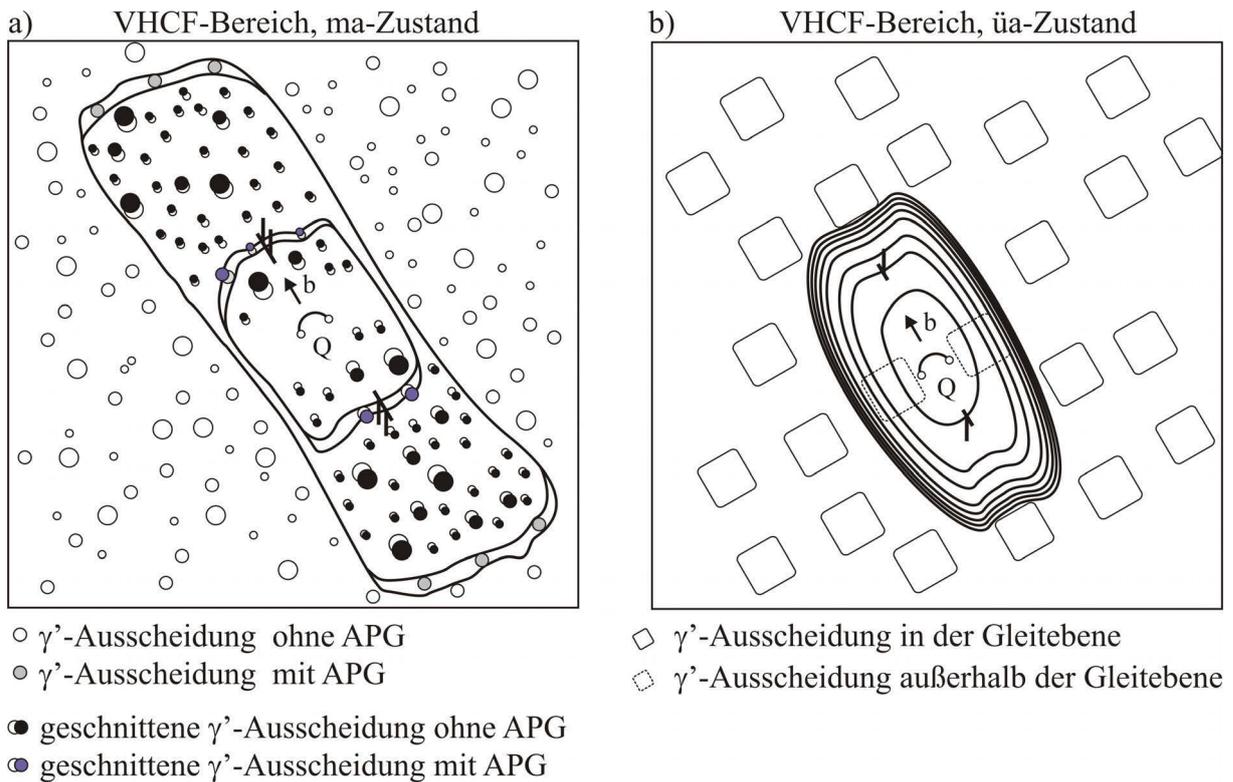
Verformung und die dazu notwendigen Spannungen stark beeinflussen kann. Computerunterstützte Versetzungssimulationen von **OLMSTED et al. 2001** zeigen, dass in kfz-Werkstoffen (hier: Aluminium) die Peierls-Spannung für die Schraubenversetzungsanteile um den Faktor 8 im Vergleich zu den Stufenanteilen des gemischten Versetzungsringes höher ist. Im LCF-Bereich macht sich im Gegensatz zum VHCF-Bereich aufgrund der hohen (global) auftretenden plastischen Verformung der Unterschied der Peierls-Spannung hinsichtlich der Versetzungsringausbreitung wahrscheinlich nicht so stark bemerkbar und führt zu einer gleichmäßigen Ausbreitung des Versetzungsringes. Da im VHCF-Bereich die (lokale) plastische Verformung wesentlich geringer ist, kann davon ausgegangen werden, dass die Stufenversetzungsanteile eine höhere Mobilität als die Schraubenversetzungsanteile besitzen.

Die würfelförmigen  $\gamma'$ -Ausscheidungen in Nimonic 80A (üa-Zustand) stellen für die in ihrer Gleitebene lauffähigen planaren Versetzungen Hindernisse für die Versetzungsbewegung dar, verhindern somit ein weiteres Ausbreiten der Versetzungen und führen schließlich zu einem Versetzungsaufstau an den  $\gamma'$ -Ausscheidungen durch die nachfolgenden Versetzungen. Vermutlich ist ein Umgehen der  $\gamma'$ -Teilchen im üa-Zustand mit Hilfe des Orowan-Mechanismus im VHCF-Bereich nicht möglich, da aufgrund der geringen Fließspannung bzw. plastischen Verformung die gegenüber den Schraubenversetzungsanteilen deutlich mobilere Versetzungslinienlänge der Versetzungen mit Stufencharakter im Verhältnis zur Ausscheidungsgröße im üa-Zustand zu klein ist, um diese unter der einwirkenden Schubspannung komplett zwischen zwei  $\gamma'$ -Ausscheidungen hindurch zu bewegen und anschließend vollständig zu umgehen (**STÖCKER et al. 2011b**).

Im LCF-Bereich (bei wesentlich höheren plastischen Dehnungsanteilen) hingegen ist aufgrund der gleichmäßigeren Ausbreitung beider Versetzungsanteile (Stufen- und Schraubenanteile) insgesamt die Linienspannung, welche mit zunehmender Bewegungsgeschwindigkeit der Versetzungen im expandierenden Versetzungsring zunimmt, größer und ermöglicht somit erstens ein Hindurchbewegen und zweitens ein Umschlingen der Versetzungen um die  $\gamma'$ -Ausscheidungen im üa-Zustand (**Bild 6-1b**). Bei weitergehender Versetzungsbewegung bilden sich dann schließlich die Versetzungsringe (Orowan-Ringe).

Im Verhältnis zu den im üa-Zustand vorliegenden  $\gamma'$ -Ausscheidungen (Größe: 250-300 nm) sind die  $\gamma'$ -Ausscheidungen im ma-Zustand mit einem Durchmesser von ca. 20 nm wesentlich kleiner. Damit liegt im VHCF-Bereich ein viel günstigeres energetisches Verhältnis zwischen der mobileren Stufenversetzungslinienlänge und der  $\gamma'$ -Ausscheidungsgröße im ma-Zustand vor (**Bild 6-3a**). Die führende Stufenversetzung des gekoppelten Versetzungs-

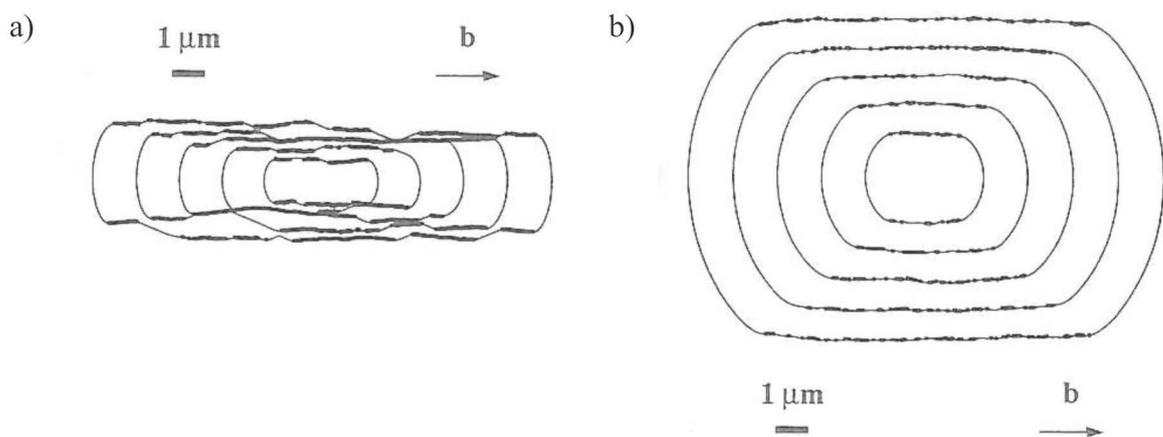
paares baucht sich deshalb auch im VHCF-Bereich aufgrund der angreifenden Schubspannung zwischen den  $\gamma'$ -Ausscheidungen aus und dringt in der Folge in einem Versetzungsbogen in die kohärente  $\gamma'$ -Ausscheidung ein und schneidet diese. Durch das Ausbauchen der Versetzung zwischen den maximal ausscheidungshärtenden  $\gamma'$ -Ausscheidungen verlängert sich die ausbreitende Versetzungslinienlänge weiter und erhöht somit die Gesamtenergie der Versetzung.



**Bild 6-3:** Prinzipskizzen der unterschiedlichen Ausbildungsformen gemischter Versetzungen in der dichtest gepackten Versetzungsgleitebene (Draufsicht) und Darstellung der Wechselwirkung Versetzungen/Ausscheidungen im VHCF-Bereich für: **a)** den ma-Zustand und **b)** den üa-Zustand.

Der ma-Zustand ist dadurch gekennzeichnet, dass gerade wenn die führende Stufenversetzung aus der Ausscheidung austritt, die nachfolgende Stufenversetzung des Versetzungs-paares in die Ausscheidung eindringt und die erzeugte Antiphasengrenze (APG) beseitigt. Der ma-Zustand ist somit durch den Übergang von schwacher zu starker Versetzungspaar-kopplung definiert. Möglicherweise werden durch den Aufstau der Versetzungen an den überal-terten  $\gamma'$ -Ausscheidungen weitere benachbarte Gleitsysteme im gleichen Korn aktiviert, wo-durch zusätzlich ein wichtiger Beitrag zu einer homogenen Gleitverteilung für den üa-Zustand geliefert wird.

Ergänzend sei an dieser Stelle angemerkt, dass weitere Untersuchungen bezüglich des grundsätzlichen Einflusses der Größe der angelegten Spannung auf die Ausbreitung von Versetzungsringsen, allerdings bei statischen Versuchen mit konstanter Spannung, in der Literatur zu finden sind. So belegen computerunterstützte Versetzungssimulationen von **CHRZAN&MILLS 1996**, dass sich in geordneten intermetallischen  $L1_2$ -Strukturen (z.B.  $Ni_3Al$ ), welche in der Regel eine Fließspannungsanomalie aufweisen, die Stufenanteile ebenfalls gegenüber den Schraubenanteilen des Versetzungsrings bei niedriger Spannung ( $\sigma = 240$  MPa (**Bild 6-4a**) im Vergleich zu  $\sigma = 350$  MPa (**Bild 6-4b**) bei  $T = 300^\circ C$ ) schneller ausbreiten. Das Aspektverhältnis des Versetzungsrings ist daher ebenfalls im Wesentlichen von der aufgebrachten Spannung abhängig und liegt bei den Untersuchungen von **CHRZAN&MILLS 1996** bei der geringeren Spannung ( $\sigma = 240$  MPa) mit 5:1 wesentlich höher als bei der höheren Spannung ( $\sigma = 350$  MPa, 4:3). Aufgrund des thermisch aktivierten Quergleitens der Partialschraubenversetzungen auf eine  $\{100\}$ -Ebene werden diese blockiert und führen somit zu einer spannungsabhängigen unbeweglichen Versetzungskonfiguration.



**Bild 6-4:** Simulation der Ausbreitung von Versetzungsringsen bei einer Temperatur von  $300^\circ C$  und einer konstant angelegten Spannung von:  
**a)** 240 MPa und **b)** 350 MPa (entnommen aus **CHRZAN&MILLS 1996**).

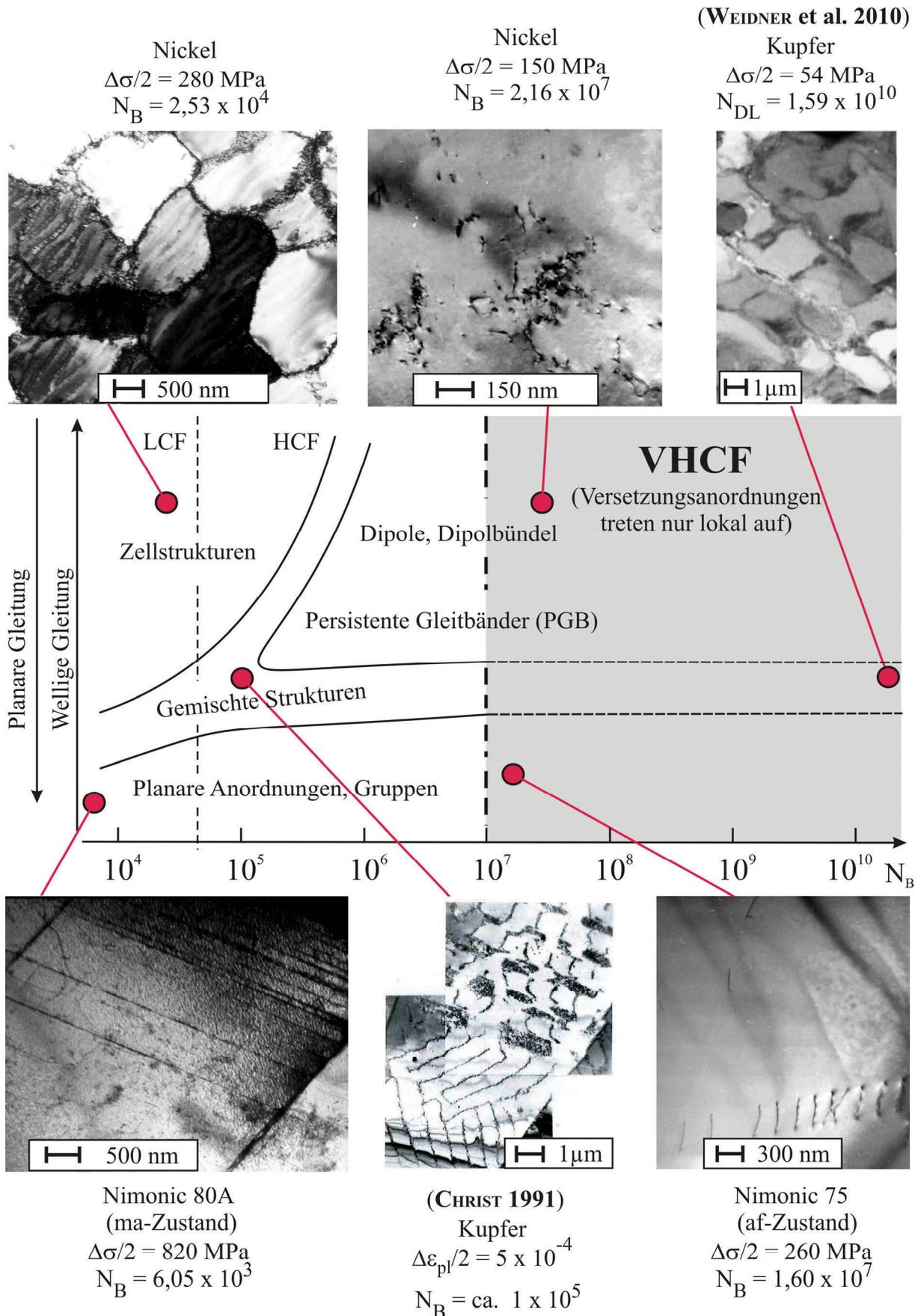
Inwieweit sich Ansätze wie die von **HÜTHER&REPPICH 1978** und **REPPICH 1982** formulierten Modelle zur Berechnung der kritischen Schubspannung sowie zur quantitativen Beschreibung der Wechselwirkung von Versetzungen und  $\gamma'$ -Ausscheidungen (siehe dazu **Bild 3-9**) auch auf die mittels TEM-Analyse der in dieser Arbeit beobachteten Phänomene im VHCF-Bereich übertragen und damit vorhersagen lassen, war nicht Teil der Untersuchungen, liefert aber Potential für zukünftige Folgeprojekte. Der Einfluss der höheren Duktilität (geringere Kerbempfindlichkeit) auf das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich ist neben dem homogeneren Gleitverhalten im  $\ddot{u}a$ -Zustand gegenüber dem  $ma$ -Zustand möglicherweise nicht zu vernachlässigen. Lokale Härtemessungen (in der  $\gamma$ - und  $\gamma'$ -Phase) an einem Nanoindenter

könnten weitere Erkenntnisse zur genaueren Beschreibung der tatsächlichen Kerbempfindlichkeit (die normalerweise mit der Härte korreliert) für den ma- und üa-Zustand liefern und eine Gewichtung der hier vorgestellten Erklärungsansätze zum Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich erlauben. Vergleichbare Untersuchungen zum Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich von Nickelbasis-Superlegierungen und den Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und verschiedenen Ausscheidungszuständen sind bisher nicht in der Literatur zu finden.

VHCF-Versuche an der ausscheidungshärtbaren Aluminiumlegierung AA6082 (AlSi1MgMn) von **HÖPPEL et al. 2011** zeigen, dass ein überalterter Ausscheidungszustand nicht, wie bei der in dieser Arbeit untersuchten Legierung Nimonic 80A festgestellt wurde, in jedem Fall eine höhere Ermüdungsfestigkeit als der ma-Zustand oberhalb von  $10^7$  Zyklen besitzt. Der maximal ausscheidungsgehärtete Zustand (3 Tage ausgelagert bei  $T = 140^\circ\text{C}$ ) der Legierung AA6082 weist nicht nur insgesamt im LCF/HCF-, sondern auch im VHCF-Bereich eine um ca. 30 MPa höhere Ermüdungsfestigkeit gegenüber dem überalterten Zustand (4 Stunden ausgelagert bei  $400^\circ\text{C}$ ) auf. Nach **OSTERMANN 2007** liegen in der Matrix im ma-Zustand der Legierung AA6082 wahrscheinlich kohärente  $\text{Mg}_5\text{Si}_6$ - ( $\beta''$ -Phase) und teilkohärente  $\text{Mg}_2\text{Si}$ -Ausscheidungsphasen ( $\beta'$ -Phase) vor. Das Härtemaximum (ma-Zustand) in diesem Legierungstyp entspricht genau dem Übergang von der  $\beta''$ - zur  $\beta'$ -Phase. Des Weiteren liegen in der Matrix inkohärente  $\text{Al}_6\text{Mn}$ -Dispersoide vor. Anhand von Messungen an einem Rasterkraftmikroskop zeigen **HÖPPEL et al. 2011**, dass im üa-Zustand aufgrund eines geringeren Mischkristallhärtungsbeitrags die Matrix der Legierung AA6082 wesentlich weicher als im ma-Zustand ist. Sie vermuten daher, dass die (in der Matrix) lokal auftretende plastische Verformung im üa-Zustand weniger Widerstand erfährt und daher zu einer wesentlich niedrigeren Ermüdungsfestigkeit im VHCF-Bereich führt. Die plastischen Dehnungsamplituden sind zwar sehr klein im VHCF-Bereich, aber (bei gleicher Belastungsamplitude) in einem Zustand mit weicherer Matrix höher. Daher erfolgt irreversible Versetzungsbewegung früher und führt zu einer ausgeprägteren (lokalen) Gleitlinienbildung (PGL) an der Oberfläche, welche schließlich eine Mikrorissbildung begünstigt. Die in diesem Abschnitt vorgestellten Ergebnisse liefern somit einen weiteren interessanten Ansatz zum Schädigungsverhalten einer ausscheidungsgehärteten Legierung im VHCF-Bereich.

Die zahlreichen Untersuchungen in dieser Arbeit zum Versetzungsgleichcharakter belegen, dass dieser Werkstoffparameter bestimmend für die entstehenden Versetzungsanordnungen während der Wechselverformung und der damit verbundenen Wechselverformungskurve ist. Die beiden Extremfälle sind einerseits die reine planare Abgleitung und andererseits die Bil-

derung von dreidimensionalen Versetzungsnetzwerken bei welligem Gleitcharakter. Die Abhängigkeit der gebildeten Versetzungsanordnungen von der angelegten plastischen Dehnung (oder der Bruchlastspielzahl) wurde bereits im Zusammenhang mit dem Gleitcharakter vor über 40 Jahren von **FELTNER&LAIRD 1968** und **LUKÁŠ&KLESNIL 1973** für den LCF- und HCF-Bereich untersucht und sehr übersichtlich durch eine „Versetzungsländkarte“ dargestellt. An dieser Stelle muss allerdings auch erwähnt werden, dass eine klare Einteilung von Werkstoffen bezüglich des Gleitcharakters (planar oder wellig) normalerweise nur bei Einkristallen möglich ist, da es bei vielkristallinen Werkstoffen durch die unterschiedlichen Kornorientierungen und den damit verbundenen Kompatibilitätsspannungen zu lokalen Abweichungen der plastischen Dehnung kommt (**CHRIST 1991**). Nichtsdestotrotz wurden in **Bild 6-5** die verschiedenen Versetzungsanordnungen der untersuchten vielkristallinen Werkstoffe mit planarem (Nimonic 80A und Nimonic 75) und welligem Gleitcharakter (Nickel) in Abhängigkeit von der Beanspruchungsamplitude (LCF und VHCF) in einer bis in den VHCF-Bereich erweiterten „Versetzungsländkarte“ eingebettet. Die bereits aus dem HCF-Bereich bekannten Versetzungsanordnungen Dipole bzw. Dipolbündel (bei überwiegend welliger Gleitung), PGB und gemischte Strukturen sowie planare Anordnungen (bei ausgeprägter planarer Gleitung) behalten auch im VHCF-Bereich ihre Gültigkeit, mit dem Unterschied zum HCF-Bereich, dass zum einen die Versetzungsdichte reduziert ist und zum anderen Abgleitung nur noch lokal in günstig orientierten Körnern erfolgt. Der Unterschied bezüglich der Versetzungsdichte zwischen LCF- und VHCF-Bereich wird mit den TEM-Aufnahmen der planar gleitenden Werkstoffe Nimonic 80A (ma-Zustand, Bild unten links) und Nimonic 75 (af-Zustand, Bild unten rechts) in **Bild 6-5** deutlich. Des Weiteren wird anhand der TEM-Aufnahmen von Nickel (Zellstrukturen und Dipole) und Kupfer (**CHRIST 1991** und **WEIDNER et al. 2010**, gemischte Strukturen) in **Bild 6-5** belegt, dass der wellige Versetzungsgleitcharakter lastspielzahlunabhängig (LCF-VHCF) bei reinen Metallen aufgrund der zunehmenden Stapelfehlerenergie dominiert. Für reine kfz Metalle nimmt die Stapelfehlerenergie beispielsweise in der Folge Gold ( $\gamma_{SF} = 10^4 \text{ Jm}^{-2}$ )  $\rightarrow$  Silber ( $\gamma_{SF} = 2 \times 10^4 \text{ Jm}^{-2}$ )  $\rightarrow$  Kupfer ( $\gamma_{SF} = 4 \times 10^4 \text{ Jm}^{-2}$ )  $\rightarrow$  Nickel ( $\gamma_{SF} = 1,5 \times 10^5 \text{ Jm}^{-2}$ )  $\rightarrow$  Aluminium ( $\gamma_{SF} = 2,5 \times 10^5 \text{ Jm}^{-2}$ ) zu (**GOTTSTEIN 2007** und **HORNBOGEN 1987**).



**Bild 6-5:** Lastspielzahlübergreifende Landkarte (LCF-VHCF) der Versetzungsanordnungen in Abhängigkeit vom Gleitcharakter der untersuchten vielkristallinen Werkstoffe.

Der planare Gleitcharakter von Nimonic 80A im ma-Zustand sollte nach **GEROLD&KARNTHALER 1989** aufgrund der schneidbaren kohärenten  $\gamma'$ -Ausscheidungen etwas ausgeprägter sein als im af-Zustand (Nimonic 75), da die nachfolgenden, planaren Versetzungen dem gleichen Pfad der vorangegangenen Versetzungen durch die bereits geschnittenen Ausscheidungen aufgrund des reduzierten Teilchenwiderstand bevorzugt folgen. Etwas anders verhält sich die Situation beim wellig gleitenden Nickel. Aufgrund der fehlenden Mischkristall- und Ausscheidungshärtung hat Nickel eine hohe Stapelfehlerenergie und begünstigt somit verstärkt Quergleitprozesse (**FELTNER&LAIRD 1967b**), die im LCF-Bereich zur Bildung von globalen dreidimensionalen Zellstrukturen und im VHCF-Bereich aufgrund der niedrigen Beanspruchungsamplitude nur zu lokal auftretenden Versetzungsdipolen bzw. Dipolbündeln führt. Trotz der normalerweise bei wellig gleitenden Werkstoffen eingestellten homogeneren Versetzungsverteilung im Vergleich zu den planar gleitenden Nimonic-Legierungen ist die lastspielzahlübergreifende Ermüdungsfestigkeit (LCF-VHCF) von Nickel weitaus geringer. Die homogenere Versetzungsverteilung von Nickel kompensiert somit nicht die fehlenden Festigkeitsbeiträge der Mischkristall- und Ausscheidungshärtung in den untersuchten Nickelbasis-Superlegierungen.

Sowohl im LCF- als auch im VHCF-Bereich treten zumindest im Probeninneren bei den Nickelbasis-Superlegierungen Nimonic 80A und Nimonic 75 keine gemischten Versetzungsanordnungen (wie z.B. Zellen und PGB in vielkristallinem Kupfer im HCF-Bereich (**CHRIST 1991**, siehe TEM-Bild in **Bild 6-5**) auf. **LERCH 1983** hat bereits nachgewiesen, dass sich bei Nimonic 80A während LCF-Versuchen im oberflächennahen Bereich Zellstrukturen und PGB-ähnliche Verformungsbänder (siehe dazu auch **Bild 3-12**) aufgrund der stärkeren Deformation an der freien Oberfläche und der damit verbundenen leichteren Abgleitung ausbilden. PGB-ähnliche und Zellstrukturen wurden im VHCF-Bereich z.B. in reinem Kupfer von **WEIDNER et al. 2010** bei Spannungsamplituden weit unterhalb des klassischen Schwellenwerts für PGB-Bildung in günstig zur Spannungsachse orientierten Körnern beobachtet (siehe **Bild 6-5**). Obwohl im VHCF-Bereich deutliche Oberflächenaufrauungen in einzelnen Körnern der untersuchten Nickelbasis-Superlegierungen zu beobachten sind, liefert aufgrund der in dieser Arbeit fehlenden direkten örtlichen Zuordnung von Rissinitiierung und Oberflächenaufrauungen die Charakterisierung der Versetzungsanordnung für die direkte Umgebung des Oberflächenanrisses bisher keine eindeutige Aussage. In diesem Zusammenhang wäre es z.B. für die Nimonic-Legierungen für weitere Untersuchungen im VHCF-Bereich interessant, wie sich die lokale Versetzungsanordnung im oberflächennahen Bereich in der Nähe eines aufgerauten Korns bzw. in der Umgebung eines Mikrorisses von der im Probeninneren unterschei-

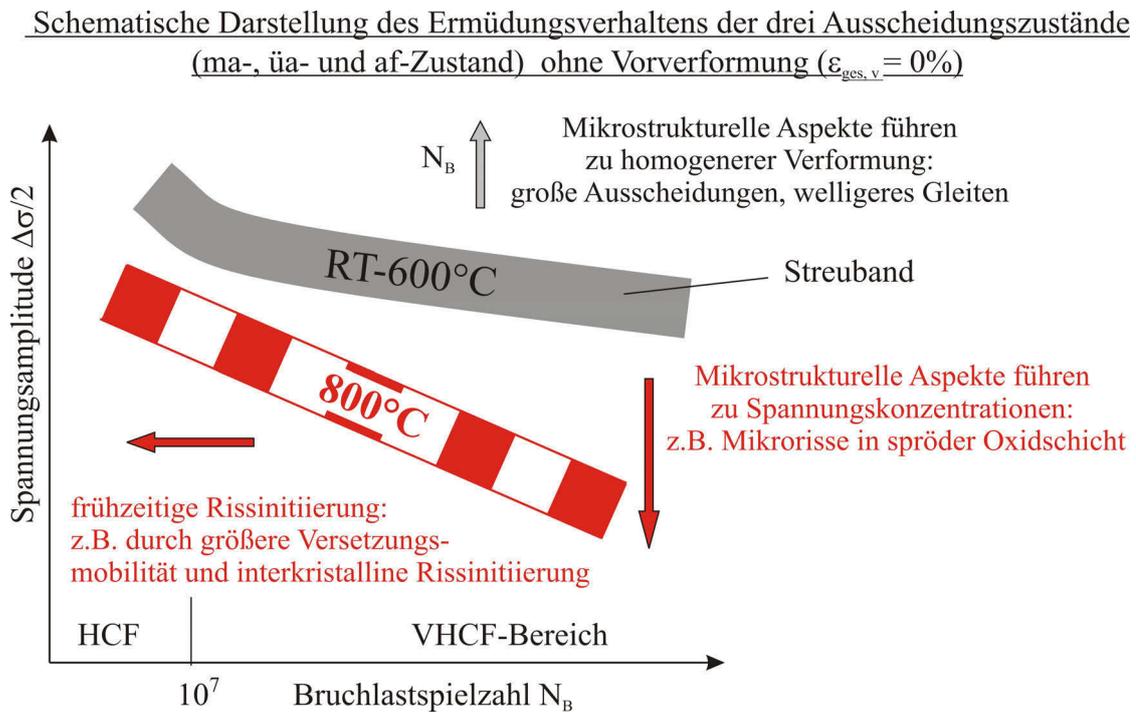
det. Mit Hilfe der Focused Ion Beam (FIB-)Technologie wäre eine viel gezieltere Entnahme einer TEM-Folie im Vergleich zur konventionellen Präparation möglich. So kann z.B. mittels FIB unter jedem Winkel zur Belastungsrichtung eine TEM-Folie entnommen werden. Des Weiteren ist es nur mit FIB möglich, an jeder Position der Probe (z.B. an der Risspitze oder direkt unterhalb der Probenoberfläche) eine Folie abzutragen. Da im VHCF-Bereich, makroskopisch betrachtet, nur eine rein elastische Beanspruchung vorliegt, würde FIB durch die definierte lokale Entnahme einer TEM-Folie neue Möglichkeiten bei der Charakterisierung der Versetzungsanordnungen in Abhängigkeit der Versuchsparameter bieten.

### 6.1.2 Wechselverformungsverhalten im VHCF-Bereich bei RT-800°C ohne Vorverformung

Die Untersuchungsergebnisse zum Ermüdungsverhalten zeigen nicht nur bei RT, sondern auch bei erhöhten Prüftemperaturen, dass die VHCF-Lebensdauer nicht anhand der bekannten konventionellen Ermüdungsfestigkeit aus dem LCF- und HCF-Bereich vorhergesagt werden kann. Allerdings können die wirkenden Schädigungsmechanismen im VHCF-Bereich bis zu einem gewissen Ausmaß mit den bereits bekannten Mechanismen im LCF- und HCF-Bereich erklärt werden. Mit erhöhten isothermen Prüftemperaturen kommen neben den für RT bereits zusammengefassten Schädigungsmechanismen weitere Schädigungseffekte im VHCF-Bereich hinzu, die aufgrund der dort nur lokal auftretenden plastischen Verformung erst bei einer Prüftemperatur von 800°C zu einer signifikanten Lebensdauerreduzierung im Vergleich zu den Ergebnissen bei 600°C führen (**Bild 6-6**).

Bis zu einer Prüftemperatur von 600°C führen mikrostrukturelle Aspekte, wie z.B. die homogenere lokale Gleitverteilung aufgrund der überalterten, großen  $\gamma'$ -Ausscheidungen im Vergleich zu den maximal ausscheidungsgehärteten  $\gamma'$ -Ausscheidungen, zu einer höheren Lebensdauer bzw. Ermüdungsfestigkeit im VHCF-Bereich. Unter Annahme eines vorhandenen Streubereichs ist anhand der durchgeführten VHCF-Versuche bis 600°C keine Temperaturabhängigkeit bezüglich der Lebensdauer bis in den untersuchten Lastspielzahlbereich von  $5 \times 10^8$  Zyklen zu verzeichnen. Allerdings nimmt die Lebensdauer im VHCF-Bereich nicht, wie im LCF-Bereich üblich, mit steigendem  $\gamma'$ -Ausscheidungshärtungsbeitrag (LCF-Reihenfolge: af-  $\rightarrow$  üa-  $\rightarrow$  ma-Zustand), sondern mit zunehmender  $\gamma'$ -Ausscheidungsgröße (VHCF-Reihenfolge: af-  $\rightarrow$  ma-  $\rightarrow$  üa-Zustand) zu. Wird die Prüftemperatur auf 800°C erhöht, steigt einerseits die Versetzungsmobilität aufgrund von thermisch aktivierten Kletterprozessen signifikant, andererseits erfolgt ein Übergang von transkristalliner (bis 600°C) zu interkristalliner Oberflächenrissbildung (600°C-800°C) aufgrund der temperaturinduzierten Versprödung der

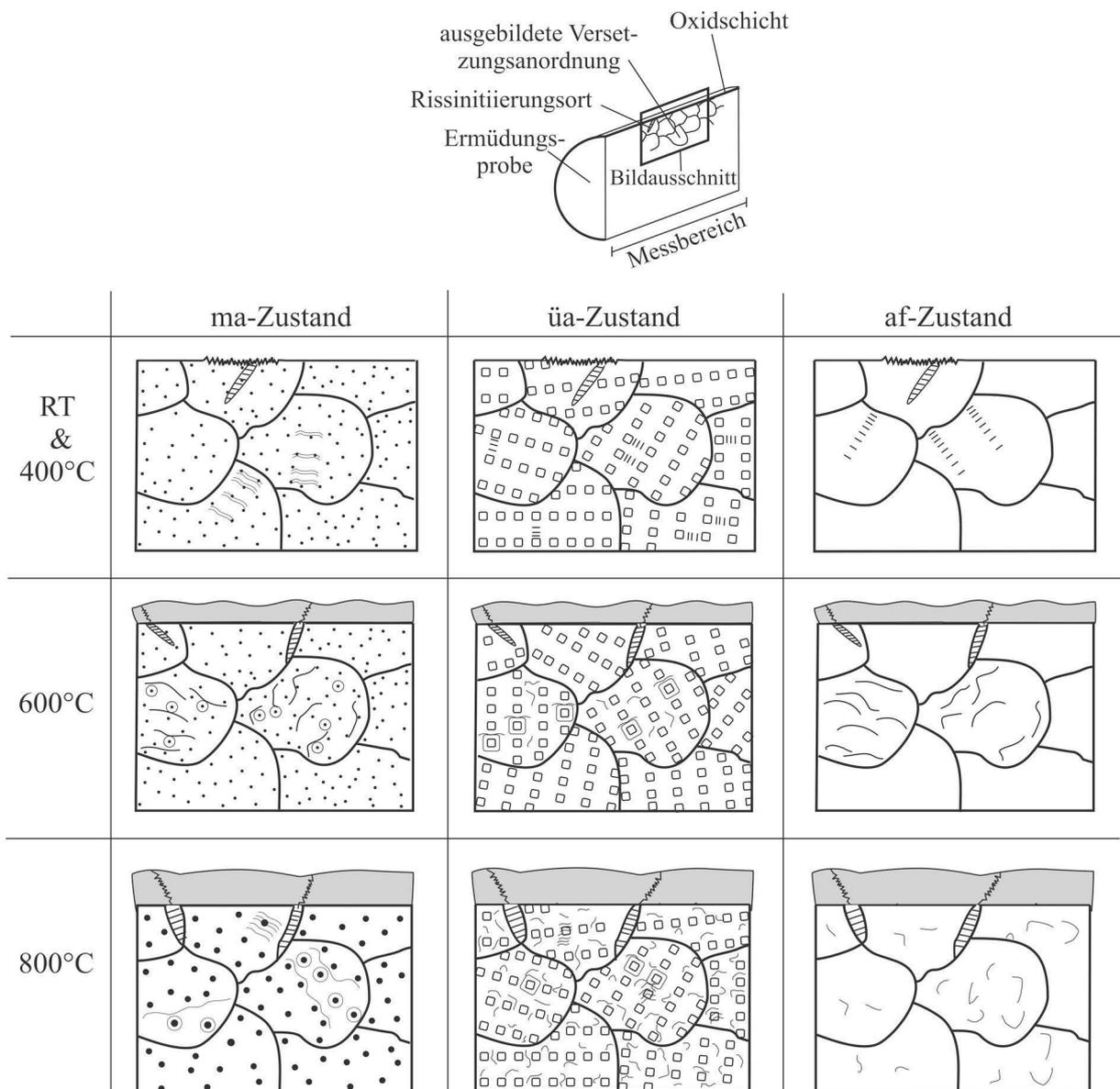
Korngrenzen durch die Umgebungsluft. Überlagert werden die vorgefundenen charakteristischen Gefügemerkmale nochmals durch die spröde Oxidschicht, die zu einer erhöhten Spannungskonzentration an der Oberfläche führt und schließlich die Rissinitiierung an der Oberfläche begünstigt. Bei gleicher Spannungsamplitude führen hohe Einsatztemperaturen (800°C) somit im Vergleich zu Temperaturen bis 600°C zu einer stark reduzierten VHCF-Lebensdauer.



**Bild 6-6:** Schematische Wöhlerlinienverläufe in Abhängigkeit von der Prüftemperatur und der zugehörigen mikrostrukturellen Aspekte (entnommen aus **Stöcker et al. 2011c**).

Da sich die charakteristischen mikrostrukturellen Gefügemerkmale mit steigender Prüftemperatur im VHCF-Bereich ändern bzw. erweitern, ist eine eindeutige Zuordnung zur Prüftemperatur möglich. Aus diesem Grund werden in **Bild 6-7** die mikrostrukturellen Aspekte in Abhängigkeit von der Prüftemperatur und dem zugehörigen Ausscheidungszustand zusammenfassend dargestellt und erläutert. Die Vielzahl der je nach Prüftemperatur und Ausscheidungszustand auftretenden mikrostrukturellen Aspekte spiegelt die Komplexität des Ermüdungsverhaltens im VHCF-Bereich wider. Während bis 400°C die lokal einsetzende heterogene planare Versetzungsbewegung im Probeninneren und die ebenfalls nur lokal auftretende Gleitbandbildung unabhängig vom Ausscheidungszustand zur transkristallinen Oberflächenmikrorissbildung führt, wird bei mittleren Prüftemperaturen (600°C) das Gleitverhalten insgesamt welliger und mit steigender Ausscheidungsgröße außerdem homogener. Dadurch ist der üa-Zustand auch bei mittleren Temperaturen durch eine höhere VHCF-Ermüdungsfestigkeit im Vergleich zum ma-Zustand gekennzeichnet. Im mittleren Temperaturbereich

werden für beide Ausscheidungszustände (ma und üa) Umgehungsprozesse mit Hilfe des Orowan-Mechanismus beobachtet, es tritt sowohl trans- als auch interkristalline Mikrorissbildung an der Oberfläche auf und es kommt zur Bildung einer dünnen Oxidschicht an den Oberflächenkörnern. Bei der hohen Prüftemperatur von 800°C liefern weitere mikroskopische Gefügemerkmale, wie etwa einsetzende Kletterprozesse, das Vergrößern der maximal ausscheidungsgehärteten  $\gamma'$ -Ausscheidungen, die dicker und somit spröder werdende Oxidschicht sowie der Übergang zur reinen interkristallinen Rissbildung einen Beitrag zur signifikanten Lebensdauerreduzierung im VHCF-Bereich.

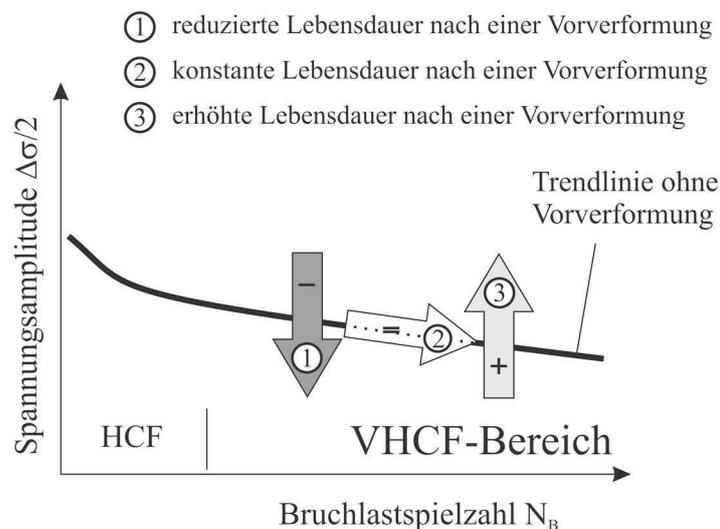


**Bild 6-7:** Schematischer Überblick über die charakteristischen, mikrostrukturellen Gefügemerkmale der drei Ausscheidungszustände im VHCF-Bereich (Vergleiche die schematischen Wöhlerlinienverläufe und die zugehörigen Pfeile in **Bild 6-6**, entnommen aus **STÖCKER et al. 2011c**).

### 6.1.3 Wechselverformungsverhalten im VHCF-Bereich bei RT-800°C nach einer Vorverformung

Obwohl alle vorverformten Ausscheidungszustände an der Probenoberfläche beginnend durch lokale Versetzungsbildung und -bewegung verbunden mit Ex- und Intrusionsbildung sowie anschließender trans- (RT-600°C) und interkristalliner Mikrorissbildung (600°C-800°C) versagen, zeigen die Vielzahl an überlagernd wirkenden Schädigungsmechanismen die Komplexität des Ermüdungsverhaltens der untersuchten Nickelbasis-Superlegierungen und deren Ausscheidungszustände im VHCF-Bereich auf. Das schematische Wöhlerdiagramm in **Bild 6-8** beschreibt analog zu den zusammengefassten schematischen mikrostrukturellen Schädigungsmechanismen in **Bild 6-9** (Bereich des Bildausschnitts aus dem Messbereich der Ermüdungsprobe entsprechend **Bild 6-7**) den Einfluss einer Vorverformung auf die Ermüdungsfestigkeit im VHCF-Bereich für alle drei untersuchten Ausscheidungszustände (ma-, üa- und af-Zustand) in Abhängigkeit von der Prüftemperatur.

Schematische Darstellung des Ermüdungsverhaltens der drei Ausscheidungszustände (ma-, üa- und af-Zustand) bei RT-800°C mit Vorverformung ( $\varepsilon_{ges, v} = 4\%$  und  $8\%$ )

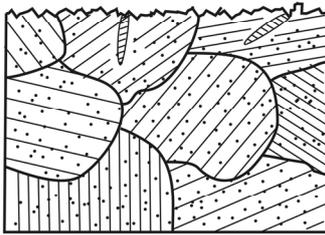


**Bild 6-8:** Schematischer Wöhlerlinienverlauf der drei Ausscheidungszustände (ma, üa und af) im unvorverformten Zustand, wobei die Pfeile (1-3) den Einfluss der 4%- und 8%-Vorverformung auf die Ermüdungsfestigkeit für den jeweiligen Ausscheidungszustand und die zugehörige Prüftemperatur im VHCF-Bereich beschreiben (entnommen aus **STÖCKER et al. 2011c**).

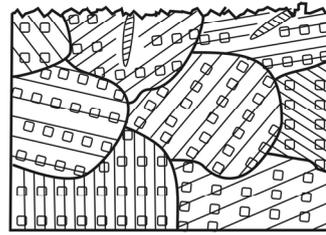
① **reduzierte Lebensdauer nach einer Vorverformung ( $\epsilon_{ges,v} = 4\%$  und  $8\%$ )**

RT & 400°C (mit steigender  $\gamma'$ -Ausscheidungshärtung):

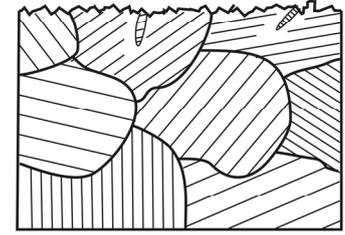
- Oberflächenaufrauung und erhöhte Kerbempfindlichkeit aufgrund der Vorverformung
- transkristalline Rissinitiierung



ma,  $\epsilon_{ges,v} = 4 \& 8\%$



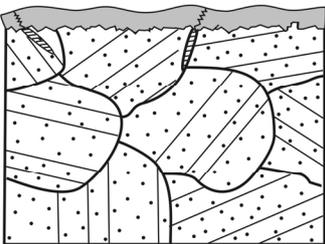
üa,  $\epsilon_{ges,v} = 4 \& 8\%$



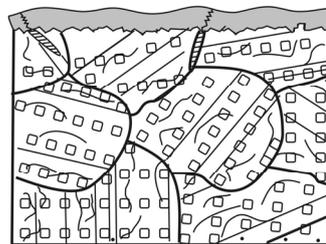
af,  $\epsilon_{ges,v} = 4 \& 8\%$

② **konstante Lebensdauer nach einer Vorverformung ( $\epsilon_{ges,v} = 4\%$  und  $8\%$ )**

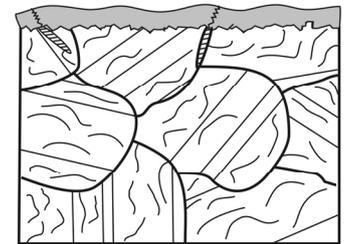
- 600°C: → Bildung eines dünnen Oxidfilms kompensiert die Oberflächenaufrauung infolge einer Vorverformung  
 → Erholung führt zu welligerem (homogenerem) Gleiten  
 → trans- und interkristalline Rissanteile



ma,  $\epsilon_{ges,v} = 4 \& 8\%$

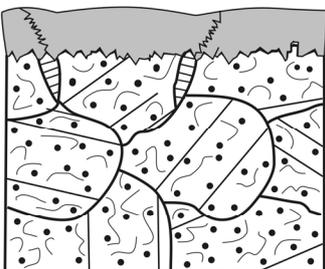


üa,  $\epsilon_{ges,v} = 8\%$

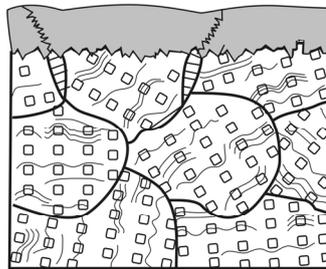


af,  $\epsilon_{ges,v} = 4 \& 8\%$

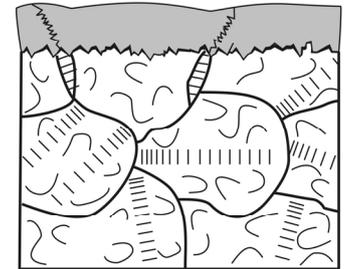
- 800°C: → Bildung spröder Oxidschicht und fortgeschrittene Erholung  
 → interkristalline Risse dominieren



ma,  $\epsilon_{ges,v} = 4 \& 8\%$



üa,  $\epsilon_{ges,v} = 4 \& 8\%$

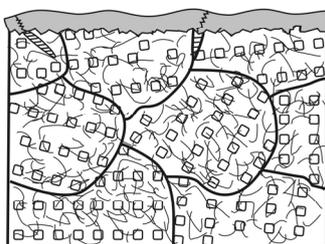


af,  $\epsilon_{ges,v} = 8\%$

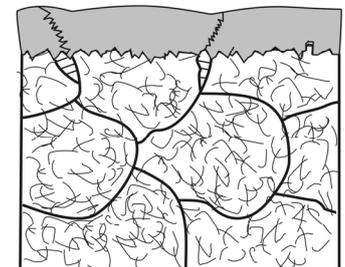
③ **erhöhte Lebensdauer nach  $\epsilon_{ges,v} = 4\%$  Vorverformung**

600°C und 800°C:

- homogene Verteilung stabiler, erholter Versetzungsnetzwerke



600°C, üa,  $\epsilon_{ges,v} = 4\%$



800°C, af,  $\epsilon_{ges,v} = 4\%$

**Bild 6-9:** Vergleich der Ermüdungsfestigkeit der un- und vorverformten Ausscheidungszustände (vergleiche Pfeile 1 (-), 2 (=) und 3 (+) in **Bild 6-8** und schematischer Überblick (Bildausschnitt entspricht demjenigen in **Bild 6-7**) über die zugehörigen mikrostrukturellen Aspekte in Abhängigkeit von der Prüftemperatur (Stöcker et al. 2011c).

Die durch die Vorverformung ( $\epsilon_{\text{ges, v}} = 4\%$  und  $8\%$ ) induzierte globale, planare Versetzungsstruktur ist bei den anschließenden VHCF-Versuchen bis zu einer Temperatur von  $400^\circ\text{C}$  sehr stabil und führt aufgrund der erhöhten Oberflächenaufrauung in Verbindung mit einer erhöhten Kerbempfindlichkeit (aufgrund der Kaltverfestigung) zu einem Abfall der Lebensdauer im VHCF-Bereich im Vergleich zum unvorverformten Zustand des jeweiligen Ausscheidungszustands. Die Lebensdauerreduzierung erhöht sich dabei mit steigendem  $\gamma'$ -Ausscheidungshärtungsbeitrag. Aufgrund der aufgerauten Oberfläche ist für alle Ausscheidungszustände eine Rissinitiierung an der Oberfläche zu verzeichnen.

Jedoch kommt es mit steigender Prüftemperatur ( $600^\circ\text{C}$ - $800^\circ\text{C}$ ) einerseits durch die Bildung einer (bei  $600^\circ\text{C}$  sehr dünnen) Oxidschicht zu einer Kompensation der Oberflächenaufrauung und andererseits führen mikrostrukturelle Erholungsprozesse zu einem reduzierten heterogenen Gleitverhalten, wodurch insgesamt eine homogenere Mikrostruktur eingestellt wird, die den negativen Effekt der Vorverformung auf die VHCF-Lebensdauer bei niedrigen Prüftemperaturen nahezu ausgleicht oder sogar im Vergleich zum unvorverformten Zustand überkompensiert. So bewirkt beispielsweise eine 4%-Vorverformung bei dem  $\bar{\sigma}_a$ -Zustand eine weitaus höhere Ermüdungsfestigkeit bei  $600^\circ\text{C}$  ( $\Delta\sigma/2 = 370 \text{ MPa}$ ) als bei RT und führt insgesamt zu der höchsten im VHCF-Bereich ermittelten ertragbaren Spannungsamplitude der untersuchten Ausscheidungszustände und Versuchsparameter. Die Lebensdauererhöhung vorverformter Proben ist bei höheren Versuchstemperaturen ( $600^\circ\text{C}$ - $800^\circ\text{C}$ ) im VHCF-Bereich mit der Bildung stabiler, globaler Versetzungsnetzwerke verbunden, die insgesamt aufgrund der homogenen Mikrostruktur größere Mengen an plastischer Dehnung aufnehmen können. Allerdings müssen Ausscheidungszustand, Vorverformungsgrad und Prüftemperatur aufeinander abgestimmt sein, sodass es zur Bildung stabiler Versetzungsnetzwerke kommt, wie z.B. bei den 4%-vorverformten Ausscheidungszuständen überaltert ( $600^\circ\text{C}$ ) und ausscheidungsfrei ( $800^\circ\text{C}$ ). TEM-Untersuchungen und Härtemessungen in den verschiedenen Ausscheidungszuständen stützen diese Aussage. Weitere VHCF-Versuche an vorverformten Proben mit geringeren und mittleren Vorverformungsgraden (z.B.  $\epsilon_{\text{ges, v}} = 1\%$ ,  $2\%$  und  $6\%$ ) bei erhöhten Temperaturen könnten in Zukunft hilfreich sein, um weitere Schlussfolgerungen bezüglich der eingestellten, erhaltenen Versetzungsanordnung (Übergang von stabiler zu instabiler Versetzungsanordnung) zu erhalten, und so bestmögliche Vorverformungsgrade für die Lebensdauermaximierung im VHCF-Bereich zu bestimmen. Wesentlich größere Vorverformungsgrade als  $\epsilon_{\text{ges, v}} > 8\%$  sind voraussichtlich von geringerer Bedeutung für die VHCF-Lebensdauer, da die Vorschädigung der Oberflächenkörner aufgrund der verstärkten Bildung von Mikrorissen durch aufgerissene Ex- und Intrusionen bei hohen Vorverformungsgraden

stark zunimmt und somit frühes Versagen begünstigen. Dabei gilt es allerdings zu berücksichtigen, dass aufgrund der dickeren Oxidschicht bei 800°C in Verbindung mit den interkristallin ausgeschiedenen, versprödend wirkenden Korngrenzenkarbiden im Vergleich zu VHCF-Versuchen bei 600°C ausschließlich interkristalline Mikrorissbildung auftritt, wodurch die vorher durch eine hohe Vorverformung (z.B.  $\epsilon_{\text{ges, v}} = 10\%-15\%$ ) gebildeten transkristallinen Mikrorisse aufgrund des veränderten dominierenden Schädigungsverhaltens (Übergang von trans- zu interkristalliner Mikrorissbildung) an Bedeutung verlieren könnten. Ein erneutes mechanisches Abschleifen der gebildeten Ex- und Intrusionen sowie transkristalliner Mikrorisse und anschließendes elektrolytisches Polieren der Ermüdungsproben nach einer hohen Vorverformung hat daher wahrscheinlich keinen Einfluss auf die VHCF-Lebensdauer bei 800°C.

## 6.2 Lebensdauervorhersage im VHCF-Bereich

Für die praktische Anwendung ist eine mechanismenorientierte Lebensdauervorhersage für den VHCF-Bereich von besonderer Bedeutung. Aufgrund der Komplexität an charakterisierten Schädigungseffekten bei den unterschiedlichen Versuchsparametern und der nur lokal auftretenden plastischen Verformung ist eine umfassende Werkstoffmodellierung wünschenswert. Aufgrund der nur lokal auftretenden plastischen Verformung und damit einer, global gesehen, rein elastischen Verformung im VHCF-Bereich können keine Modelle verwendet werden, die z.B. die Gestalt der Spannungs-Dehnungs-Hysteresekurve und das zyklische Spannungs-Dehnungs-Verhalten (Vielkomponentenmodell nach Masing) modellieren. Somit stellt die Tragfähigkeit bestehender Lebensdauerberechnungskonzepte ein Kernproblem für den VHCF-Bereich und die damit verbundene Anwendbarkeit bestehender statistischer Verfahren zur Auswertung der Versuchsergebnisse dar.

Eine lastspielzahlübergreifende (LCF-VHCF und HCF-VHCF), phänomenologische Beschreibung der Ermüdungslebensdauer auf Basis der konventionellen Beziehungen nach Coffin-Manson und Basquin zeigt, dass die ermittelten Streufaktoren zwischen gemessener und berechneter Lebensdauer unabhängig vom Ausscheidungszustand und den Versuchsparametern insgesamt sehr hoch sind und somit keine zufriedenstellenden Ergebnisse zur Beschreibung der Lebensdauer im VHCF-Bereich liefern. Der Hauptgrund dafür liegt in der großen Streubreite in den Lasthorizonten des VHCF-Bereichs. Der für die Schädigung verantwortliche plastische Dehnungsanteil, der im LCF-Bereich noch größer als der elastische Dehnungsanteil ist, wird mit abfallender Spannungsamplitude bzw. steigender Lastspielzahl immer kleiner und ist im VHCF-Bereich global gesehen nahezu nicht mehr vorhanden.

Zur Bestimmung der Lebensdauer im LCF-Bereich an Ermüdungsproben mit oder ohne Vorverformung hat sich durch die Untersuchungen von **SCHÖLER 1999** an Nimonic-Legierungen die Anwendung eines neu entwickelten Schädigungsparameters auf der Basis von Smith, Watson und Topper (**SMITH et al. 1970**) als zweckmäßig erwiesen. Ursprünglich ist der empirische Schädigungsparameter unter Berücksichtigung der maximalen Spannung (Oberspannung), der Gesamtdehnungsamplitude und zusätzlich des E-Moduls bei der Berechnung zur Charakterisierung von Beanspruchungen mit überlagerter Mittelspannung entwickelt worden. Allerdings ist eine Anwendung einer Schädigungskennlinie nach Smith, Watson und Topper im VHCF-Bereich nicht sinnvoll, da die Gesamtdehnungsamplitude aufgrund der niedrigen Spannungsamplituden makroskopisch rein elastisch ist und es somit nur aus mikroskopischer Sicht zu lokalen Spannungsüberhöhungen in günstig orientierten Körnern mit hohem Schmid-Faktor mit daraus resultierenden plastischen Dehnungsanteilen kommt. Bei den in dieser Arbeit durchgeführten spannungskontrollierten VHCF-Referenzversuchen mit niedriger Frequenz stellen sich bei vorverformten maximal ausscheidungsgehärteten und überalterten Proben während der Ermüdungsversuche aufgrund des Bauschingereffekts geringfügige negative Mitteldehnungen ein (Vergleiche die Wechselverformungskurven in **Bild 5-42**). Allerdings wirkt sich eine Mitteldehnung innerhalb der vorliegenden Untersuchungen weder positiv noch negativ auf die Lebensdauer aus und kann somit hinsichtlich einer Schädigung vernachlässigt werden.

Da der Großteil der Lebensdauer im VHCF-Bereich bei vielen Werkstoffen von den schädigungsrelevanten mikrostrukturellen Prozessen bis zum Übergang von der Rissinitiierung bis zur Rissausbreitung bestimmt wird, konzentrieren sich die meisten Untersuchungen in der Literatur vornehmlich auf die Charakterisierung der wirkenden Schädigungsmechanismen. Eine statistische Absicherung der Wöhlerkurve als Grundlage einer ausfallsicheren Lebensdauervorhersage fand bisher kaum statt. So wurde z.B. die lokale Bildung von PGB von **WEIDNER et al. 2010** und **STANZL-TSCHEGG&SCHÖNBAUER 2010** an reinem Kupfer nicht unter dem Aspekt einer verbesserten Lebensdauervorhersage, sondern unter Berücksichtigung einer statistischen Aussage zu den Ermüdungsversuchen diskutiert.

Die bisherigen Ergebnisse in dieser Arbeit zum Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich verdeutlichen, dass für eine sichere Lebensdauervorhersage die bisher beobachteten mikrostrukturellen Aspekte noch keine ausreichende Basis darstellen. Trotz der im Werkstoffinneren beobachteten VHCF-spezifischen Phänomene hinsichtlich der Schädigungsmechanismen ist für eine physikalisch basierte Lebensdauervorhersage eine genaue Zuordnung der mikrostrukturellen Vorgänge in dem höchstbeanspruchten Werkstoffgefügebereich erforder-

lich. Da die Rissinitiierung bei den untersuchten Werkstoffen hauptsächlich in Oberflächenkörnern mit hohem Schmid-Faktor stattfindet, sollte diesen mikrorissbegünstigenden Orten (Rissstartern) besondere Aufmerksamkeit geschenkt werden. Neben einer statistischen Beschreibung der Orientierungsverteilung der Oberflächenkörner ist der Einsatz der Focused Ion Beam (FIB-)Technologie für zukünftige Untersuchungen hinsichtlich der Entwicklung einer physikalisch basierten Lebensdauervorhersage unumgänglich.

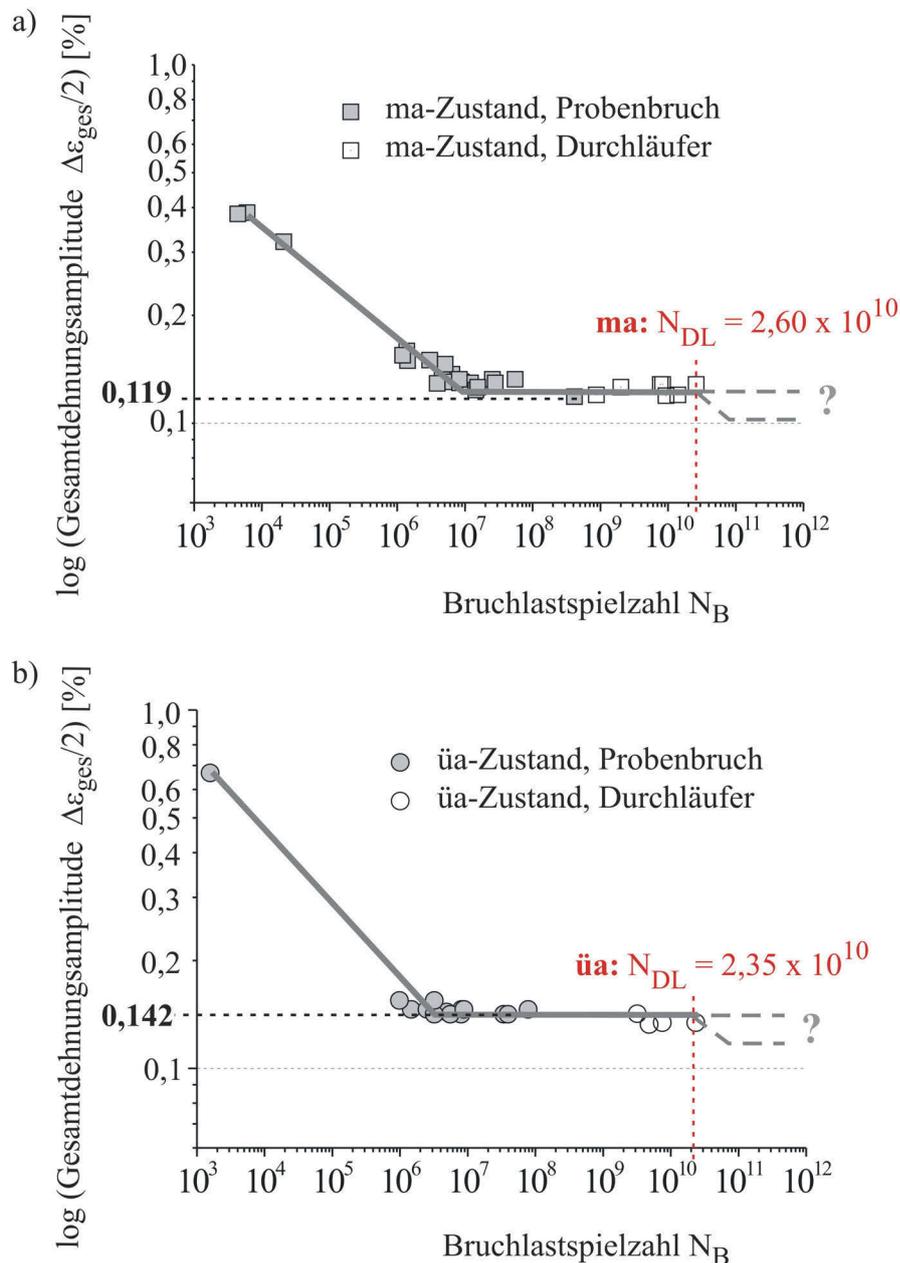
Aufbauend auf den hier gezeigten Untersuchungen an den Nickelbasis-Superlegierungen ist daher das Ziel in einem Nachfolgeprojekt (**KOLYSHKIN 2012**), statistische Modelle und Methoden für die Lebensdauervorhersage höchster Genauigkeit für den VHCF-Bereich zu entwickeln und experimentell zu validieren. Als Datenbasis sollen dabei die in dieser Arbeit ermittelten Ermüdungsdaten und weitere experimentell zu ermittelnde Versuchsdaten innerhalb des neuen Projekts dienen. Die beabsichtigte Forschungsarbeit ist überwiegend im Bereich der Extremwerttheorie unter kovariater Information anzusiedeln. Die kovariante Information soll sich dabei auf schädigungsrelevante mikrostrukturelle Merkmalsgrößen (z.B.  $\gamma'$ -Ausscheidungsmorphologie, Versetzungsanordnungen, Oxidschichtbildung und Oberflächenaufrauung) beziehen. Des Weiteren soll unter Verwendung der Punktprozesstheorie die bedingte Verteilung der Lebensdauer einer Probe mit gegebener Spannungsamplitude sowie zunehmend komplexer Kovariabler modelliert und an vorliegende Daten angepasst werden, wodurch schließlich fundierte Aussagen zu geeigneten Risikoparametern, wie z.B. der Wöhlerkurve, ermöglicht werden. Um eine enge Verzahnung zwischen statistischer Modellbildung und experimentellen Untersuchungen zu gewährleisten, müssen die experimentellen Erkenntnisse zum VHCF-Verhalten unmittelbar in die statistische Modellbildung eingehen und die so erzielten Erkenntnisse zum Design der Experimente genutzt werden (**KAUFMANN et al. 2009**). Dies wird sich nur mit der bereits genannten Focused-Ion-Beam-Technologie zur gezielten TEM-Probenentnahme im schädigungsrelevanten Bereich realisieren lassen. Da dem Institut für Werkstofftechnik der Universität Siegen seit kurzem ein FIB zur Verfügung steht, können zukünftig lokal wirkende Schädigungsmechanismen in Abhängigkeit von den mikrostrukturellen Merkmalsgrößen untersucht werden, die schließlich eine Validierung der statistischen Konzepte zur Lebensdauervorhersage erlauben.

Im Rahmen dieser Arbeit erscheint es daher sinnvoll, für die untersuchten Werkstoffe (Nimonic 80A, Nimonic 75 und Nickel) auf konservative Art Versagensschwellenwerte für den VHCF-Bereich in Abhängigkeit von der Prüftemperatur zu definieren, die es erlauben, eine Aussage zu treffen, ob die auftretenden Spannungs- bzw. Gesamtdehnungsamplituden bis zu einer definierten VHCF-Grenzlastspielzahl ertragen werden können oder ob Versagen

eintritt. In **Bild 6-10a** (ma-Zustand), **Bild 6-10b** (üa-Zustand) und **Bild 6-11** (af-Zustand und Nickel) sind einerseits von den kraftgeregelten LCF-Versuchen (konventionelle servohydraulische Prüfmaschine) die aus den Wechselverformungskurven resultierenden Gesamtdehnungsamplituden im Sättigungsbereich und andererseits von den kraftgeregelten (servohydraulische 1 kHz-Prüfmaschine und Resonanzprüfmaschine) sowie weggeregelten (Ultraschallprüfmaschine) VHCF-Ermüdungsversuchen die mit Hilfe des Hookeschen Gesetzes umgerechneten Gesamtdehnungsamplituden bis zu einer maximalen Grenzlastspielzahl von  $2,6 \times 10^{10}$  (siehe ma-Zustand in **Bild 6-10a**) für die untersuchten Werkstoffe in einem quantitativen Gesamtdehnungswöhlerdiagramm aufgetragen.

Dabei gilt es zu beachten, dass im LCF-Bereich nur die Messpunkte der kraftkontrollierten Ermüdungsversuche mit durch einen Dehnungsaufnehmer ermittelten Wechselverformungskurve in das Diagramm eingetragen wurden. Anhand der Auftragung der resultierenden Gesamtdehnungsamplitude  $\Delta\varepsilon_{\text{ges}}/2$  über der Bruchlastspielzahl  $N_B$  (Gesamtdehnungswöhlerkurve) wird deutlich, dass der Ausscheidungszustand mit geringerer Festigkeit (üa-Zustand) aber höherem Verformungsvermögen dem Ausscheidungszustand mit hoher Festigkeit und geringer Duktilität (ma-Zustand) durchaus auch im LCF-Gebiet überlegen sein kann (**BÜRCEL 2001**). Normalerweise müsste aber bei dieser Auftragung dann im Bereich sehr hoher Lastspielzahlen bei nahezu rein elastischer Dehnung die statische Festigkeit des Ausscheidungszustands für die Ermüdungsfestigkeit ausschlaggebend sein und somit eine höhere VHCF-Festigkeit für den ma-Zustand angeben. Beim Vergleich von **Bild 6-10a** (ma-Zustand) und **Bild 6-10b** (üa-Zustand) wird aber nochmals deutlich, dass der üa-Zustand dem härtesten ma-Zustand auch im VHCF-Bereich überlegen ist und damit ein anomales Verhalten vorliegt. Allerdings darf aus wirtschaftlicher Betrachtungsweise nicht vergessen werden, dass die Einstellung eines stark überalterten Gefügezustands mit einer wesentlich kosten- und zeitintensiveren Wärmebehandlung verbunden ist. Die Wärmebehandlung für die Ausscheidungshärtung ist für den ma-Zustand einerseits aufgrund der geringeren Ausscheidungstemperatur (710°C gegenüber 850°C für den üa-Zustand) und andererseits durch die signifikant kürzere Auslagerungsdauer (16 Stunden im Vergleich zu fast 3 Wochen für den üa-Zustand) wesentlich kostengünstiger. Von daher gilt es, bei der Auswahl des Ausscheidungszustands von Nimonic 80A genau abzuschätzen, inwieweit der erzielbare höhere VHCF-Ermüdungswiderstand der kostenintensiveren Wärmebehandlung Rechnung trägt. Der Einsatz höherer Ausscheidungstemperaturen scheidet ebenfalls aus, da sich ab 850°C eine inkohärente, hexagonale, platten- bzw. nadelförmige und somit spröde  $\eta$ -Phase ( $\text{Ni}_3\text{Ti}$ ) ausscheidet (**LERCH 1983** und **SELIGA 2005**). Abhilfe zur Kostenreduzierung bei der Wärmebehandlung könnte hingegen

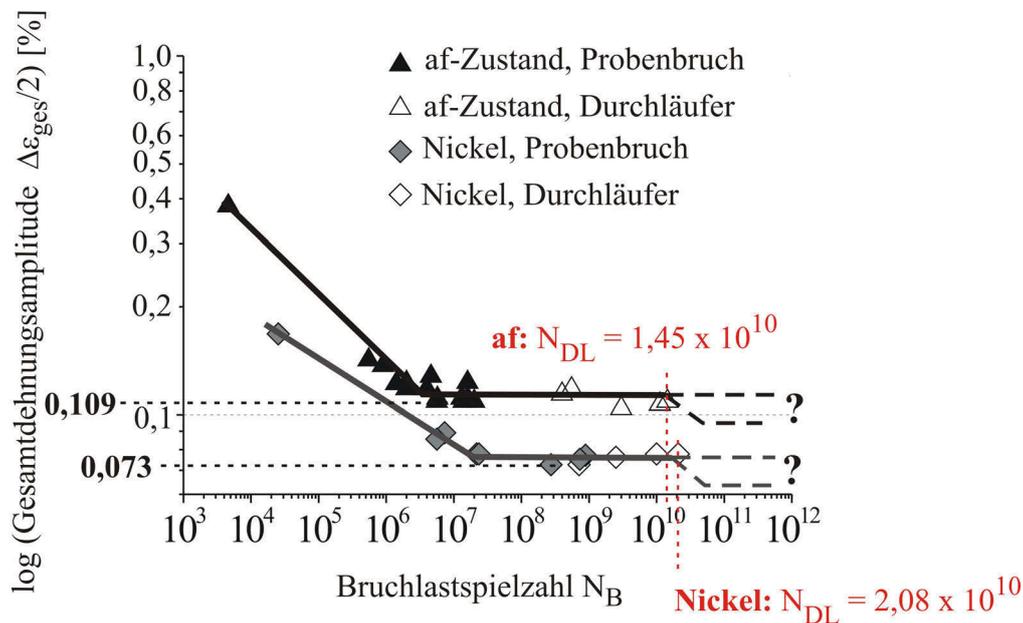
die Einstellung eines bimodalen Ausscheidungs Zustands, bestehend aus feinen und größeren  $\gamma'$ -Ausscheidungen, durch eine 2-fache Ausscheidungshärtung (z.B. bei 850°C und anschließend 710°C) verschaffen. Allerdings ist noch ungeklärt, inwieweit sich ein bimodaler Ausscheidungs Zustand auf die VHCF-Ermüdungsfestigkeit auswirkt.



**Bild 6-10:** Quantitativer Verlauf der Gesamtdehnungswöhlerkurve von Nimonic 80A bei RT ohne Vorverformung: a) ma- und b) üa-Zustand.

Aufgrund der großen Anzahl an Versuchsparametern sind die durchgeführten Ermüdungsversuche in **Bild 6-10** und **Bild 6-11** auf die RT-Versuche an nicht vorverformtem Material beschränkt. Ein Probenversagen tritt im VHCF-Bereich bei RT für die drei Ausscheidungs Zustände (ma, üa und af) im Bereich zwischen  $10^7$  und  $5 \times 10^8$  Zyklen bzw. bei einer maxi-

malen Bruchlastspielzahl von  $N_B = 8,9 \times 10^8$  für Nickel auf. Durchgelaufene Proben sind für den jeweiligen Werkstoff bzw. Ausscheidungszustand mit offenen Symbolen gekennzeichnet.



**Bild 6-11:** Quantitativer Verlauf der Gesamtdehnungswöhlerkurven von Nimonic 75 (af-Zustand) und Nickel bei RT ohne Vorverformung.

In der **Tabelle 6-1** sind die ermittelten Spannungs- bzw. Gesamtdehnungsschwellenwerte ( $\Delta\sigma_{Schw}/2$  bzw.  $\Delta\varepsilon_{ges, Schw}/2$ ) der untersuchten Werkstoffe und die zugehörige höchste Bruchlastspielzahl zusammengefasst. Die jeweils ermittelten Versagensschwellenwerte sind für die RT-Versuche nur bis zu den jeweiligen Grenzlastspielzahlen oberhalb von  $10^{10}$  Zyklen zutreffend. Des Weiteren sind in **Tabelle 6-1** zum Vergleich gegenüber RT die Versagensschwellenwerte der Hochtemperatur-Ermüdungsversuche bei  $600^\circ\text{C}$  unter Berücksichtigung des mit steigender Temperatur abfallenden E-Moduls für den ma- und den üa-Zustand enthalten. Allerdings sind die angegebenen Versagensschwellenwerte bei  $600^\circ\text{C}$  aufgrund der maschinenbedingt geringeren Grenzlastspielzahl nur bis  $5 \times 10^8$  Zyklen gültig. Beim Vergleich der VHCF-Versagensschwellenwerte zeigt sich wiederum, dass der üa-Zustand dem ma-Zustand bis zu einer Einsatztemperatur von  $600^\circ\text{C}$  überlegen ist.

Aufgrund der hohen Neigung der Wöhlerlinie und dem damit verbundenen hohen Abfall der ertragbaren Spannungsamplituden mit steigender VHCF-Lastspielzahl sind für Versuchstemperaturen von  $800^\circ\text{C}$  keine Versagensschwellenwerte angegeben (siehe dazu die Wöhlerkurven in **Bild A.7-1** und **Bild A.7-2** im Anhang). Nichtsdestotrotz wäre es in diesem Zusammenhang für zukünftige Untersuchungen interessant, ob die VHCF-Versagensschwellenwerte möglicherweise bei einer Prüftemperatur von  $700^\circ\text{C}$  noch ansteigen. So konnte **LERCH 1983** beispielsweise bei Ermüdungsversuchen zwischen RT und  $800^\circ\text{C}$  nachweisen, dass Nimo-

nic 80A im LCF-Bereich bei einer isothermen Versuchstemperatur von 700°C die höchste Lebensdauer aufweist und erst im Übergangsbereich LCF/HCF versagt.

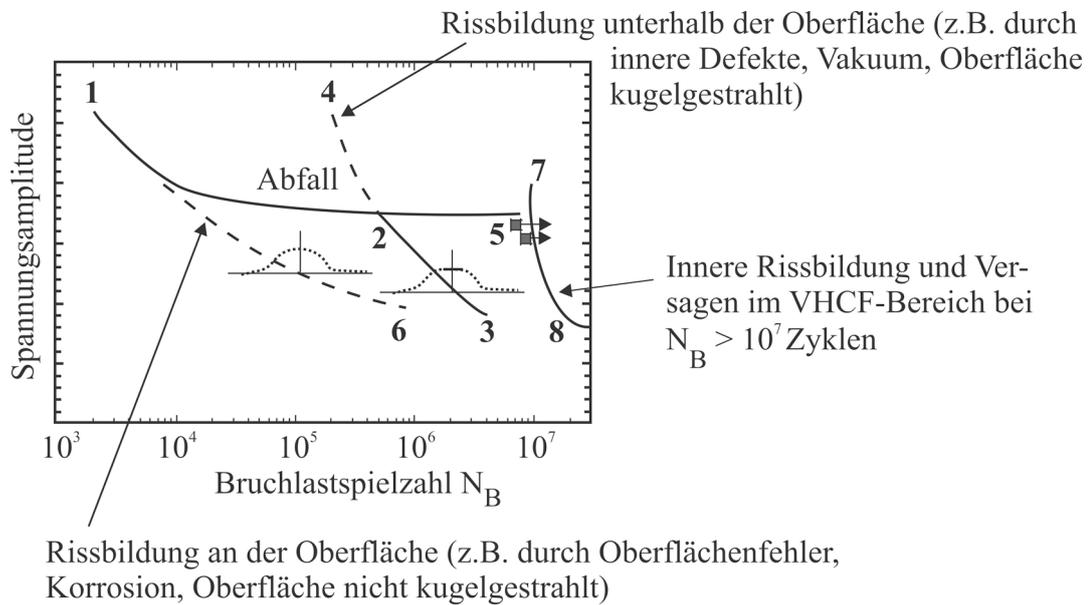
**Tabelle 6-1:** Festgelegte Spannungs- und zugehörige Gesamtdehnungsschwellenwerte für den VHCF-Bereich in Abhängigkeit von den untersuchten Ausscheidungszuständen, Werkstoffen und Prüftemperaturen.

	T [°C]	$\Delta\sigma_{\text{Schw}/2}$ [MPa]	$\Delta\varepsilon_{\text{ges, Schw}/2}$ [%]	$N_B$	E [GPa]	f [Hz]
<b>Nimonic 80A (ma-Zustand)</b>	RT	268	0,119	$4,15 \times 10^8$	226	760
	600	290	0,165	$1,90 \times 10^8$	176	135
<b>Nimonic 80A (üa-Zustand)</b>	RT	320	0,142	$3,95 \times 10^7$	226	130
	600	300	0,181	$1,40 \times 10^7$	166	760
<b>Nimonic 75 (af-Zustand)</b>	RT	230	0,109	$2,00 \times 10^7$	211	20000
<b>Nickel</b>	RT	140	0,073	$2,74 \times 10^8$	193	760

Die in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen im VHCF-Bereich zeigen, dass sämtliche untersuchten Werkstoffe (Nimonic 80A, Nimonic 75 und Nickel) bei RT eine Dauerfestigkeit im Bereich zwischen  $10^9$  und  $10^{10}$  Zyklen aufweisen. Allerdings bleibt aufgrund der in Abhängigkeit von der Prüfmaschine festgelegten Grenzlastspielzahlen die Frage unbeantwortet, ob eine „echte“ Dauerfestigkeit für die untersuchten Werkstoffe vorliegt oder nicht. Zur Verdeutlichung ist diese offene Fragestellung durch die gestrichelte Fortführung der Wöhlerlinien oberhalb von  $10^{10}$  Zyklen in **Bild 6-10** und **Bild 6-11** angedeutet. Falls keine „echte“ Dauerfestigkeit für die untersuchten Werkstoffe existiert, kommt es oberhalb der RT- (ca.  $3 \times 10^{10}$  Zyklen) bzw. Hochtemperatur-Grenzlastspielzahl ( $5 \times 10^8$  Zyklen) zu einem Versagen im VHCF-Bereich. Die zentrale Frage dabei ist, ob die allmähliche Aufrauung der Oberfläche durch die Irreversibilität der plastischen Verformung, die ja zumindest lokal im begrenzten Maße vorliegt, zu einem wachstumsfähigen Mikroriss und damit zum Ermüdungsversagen führt.

Der Sachverhalt einer „echten“ oder „unechten“ Dauerfestigkeit lässt sich anschaulich mit den von **CHANDRAN et al. 2010** in **Bild 6-12** vorgeschlagenen HCF-Wöhlerlinienverläufen auf den VHCF-Bereich übertragen. So repräsentiert gewissermaßen die Linie 1-2-5 (verlängert bis in den VHCF-Bereich, ca.  $3 \times 10^{10}$  Zyklen) eine „echte“ Dauerfestigkeit und bestätigt somit die HCF/VHCF-Wöhlerlinienverläufe der in dieser Arbeit untersuchten Werkstoffe. Falls keine „echte“ Dauerfestigkeit vorliegt, tritt unter Umständen oberhalb der untersuchten

Grenzlastspielzahlen (z.B. bei  $10^{11}$  Zyklen) ein weiterer Abfall der Ermüdungsfestigkeit ein (Linie 7-8), der dann zusätzlich mit einem Übergang zu einer inneren Rissbildung verbunden ist.



**Bild 6-12:** Einfluss verschiedener Randbedingungen auf den Rissbildungsort und den Verlauf der Wöhlerkurve im HCF/VHCF-Übergangsbereich (entnommen aus CHANDRAN et al. 2010).

Abschließend sei noch bemerkt, dass der untersuchte Einfluss der Oberfläche (elektrolytisch (ep) und mechanisch poliert (mp)) im VHCF-Bereich und die damit unterschiedlich hohen Oberflächendruckeigenstressungen den von CHANDRAN et al. 2010 angegebenen RT-Wöhlerlinienverläufen einer nicht kugelgestrahlten Oberfläche (ähnlich ep-Oberfläche, Linie 1-6) bzw. einer kugelgestrahlten Oberfläche (ähnlich mp-Oberfläche, Linie 1-2-3) in Verbindung mit einem Übergang zu einer Rissbildung knapp unterhalb der Oberfläche entsprechen. Während im LCF-Bereich, wie auch in den durchgeführten Ermüdungsuntersuchungen bestätigt, nahezu kein Einfluss der Oberfläche auf die Ermüdungsfestigkeit vorliegt, ist die mp-Oberfläche für den RT-Einsatz aufgrund der vorliegenden Druckeigenstressungen für den VHCF-Bereich trotz der damit verbundenen Rissbildung unterhalb der Oberfläche besser geeignet.

## 7 Zusammenfassung und Ausblick

In den letzten Jahren hat sich ein zunehmendes wissenschaftliches und technisches Interesse an dem Ermüdungsverhalten von Konstruktionswerkstoffen bei sehr hohen Lastspielzahlen (VHCF) entwickelt. Gerade in klassischen Einsatzgebieten von Nickelbasis-Superlegierungen, wie beispielsweise im Flugzeugtriebwerk oder in stationären Gasturbinen, ist von Lebensdauerforderungen auszugehen, die bis in den sogenannten Very High Cycle Fatigue (VHCF)-Bereich ( $N > 10^7$ ) hineinreichen. Die Weiterentwicklung und verbesserte Nutzung des Eigenschaftspotentials von Nickelbasis-Superlegierungen erscheint daher unter dem Hintergrund der Schonung von Material- und Energieressourcen zwingend notwendig. In diesem Zusammenhang soll die vorliegende Arbeit einen Beitrag zum grundlegenden Verständnis der wirkenden Schädigungsmechanismen von planar gleitenden Nickelbasis-Superlegierungen unter Berücksichtigung der mikrostrukturellen Vorgänge im VHCF-Bereich liefern. Die Beschreibung des VHCF-Ermüdungsverhaltens beinhaltet auch den Einfluss des Ausscheidungszustands (maximal ausscheidungsgehärtet (ma), überaltert (üa) und ausscheidungsfrei (af)) sowie die Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und  $\gamma'$ -Ausscheidungen hinsichtlich der Schädigungsmechanismen unter Berücksichtigung einer mechanischen Vorgeschichte sowie einer erhöhten isothermen Prüftemperatur bis 800°C. Für die Beschreibung des Einflusses des RT-Versetzungsgleitverhaltens auf die zu untersuchenden Eigenschaften wurde außerdem wellig gleitendes Nickel als Referenzwerkstoff einbezogen. Um zusätzlich den Oberflächeneinfluss auf das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich zu quantifizieren, wurden elektrolytisch und mechanisch polierte Ermüdungsproben untersucht. Weiterhin wurde durch den Einsatz verschiedener, moderner Hochfrequenzprüfmaschinen, welche Versuchsfrequenzen im Bereich von 130 Hz (Resonanzprüfmaschine), 760 Hz (servohydraulische 1 kHz-Prüfmaschine) und ca. 20 kHz (Ultraschallprüfmaschine) ermöglichten, der Einfluss der Versuchsfrequenz auf die Lebensdauer im VHCF-Bereich charakterisiert. Somit konnten in einem vertretbaren Zeitaufwand  $10^7$  bis  $10^{10}$  Lastzyklen erreicht werden. Um einerseits eine lastspielzahlübergreifende Beschreibung der Lebensdauer zu ermöglichen und andererseits die wirkenden Schädigungsmechanismen gegenüberzustellen, wurden neben den VHCF-Versuchen sowohl vergleichende LCF- als auch HCF-Versuche durchgeführt.

Die Resultate zum Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich zeigen überraschenderweise gegenüber dem LCF-Bereich bei RT ein konträres Werkstoffverhalten für den ma- und üa-Zustand. Aufgrund des lokal auftretenden, planaren Aufstaus von Versetzungen an den überalterten  $\gamma'$ -Ausscheidungen anstatt des wie im LCF-Bereich normalerweise üblichen Umgehens

der Ausscheidungen durch den Orowan-Mechanismus, und des damit verbundenen homogenen Gleitverhaltens (Aktivierung neuer Gleitebenen), korreliert die VHCF-Ermüdungsfestigkeit nicht mehr wie gewöhnlich mit der statischen Festigkeit. Insgesamt wird mit steigender  $\gamma'$ -Ausscheidungsgröße ein welligeres Gleitverhalten beobachtet. Die um 30-40 MPa höhere ertragbare Spannungsamplitude des  $\ddot{u}$ a-Zustands im VHCF-Bereich (bis 600°C) kann somit gegenüber dem ma-Zustand von Nimonic 80A eine Gewichtsreduktion und Wirkungsgraderhöhung bei VHCF-Hochtemperaturanwendungen (z.B. für hochdynamische Bauteile in Motoren und Turbinen) ermöglichen. Allerdings ist die Datenbasis noch nicht ausreichend, um eine statistisch abgesicherte Kennlinie für den VHCF-Bereich zu definieren. Ein Vergleich der Ergebnisse der Ermüdungsversuche ohne Vorverformung verdeutlicht den starken Abfall der VHCF-Lebensdauer bei 800°C für sämtliche untersuchten Werkstoffe aufgrund eintretender thermisch aktivierter Verformungsprozesse und interkristalliner Rissbildung.

Der Einfluss des Versetzungsgleitcharakters im VHCF-Bereich bei RT wird anhand der Untersuchungen an den planar gleitenden Legierungen Nimonic 80A und Nimonic 75 sowie an Nickel mit, bei einem reinen kfz Metall charakteristischem, welligem Gleitverhalten deutlich. Während sich bei den Nimonic-Legierungen hauptsächlich planare Gleitbänder entwickeln, welche mit abnehmender Spannungsamplitude eine reduzierte Versetzungsdichte aufweisen und im VHCF-Bereich schließlich nur noch lokal auftreten, kommt es bei Nickel entweder hauptsächlich zur globalen Ausbildung von Versetzungszellen (LCF) bzw. es bilden sich oberhalb von  $10^7$  Zyklen aufgrund der niedrigen VHCF-Spannungsamplitude lokal Versetzungsdipole in Körnern mit hohem Schmid-Faktor aus. Trotz des homogenen Gleitverhaltens weist Nickel im Vergleich zu den untersuchten planar und damit heterogener gleitenden Nickelbasis-Superlegierungen aufgrund der fehlenden Mischkristall- und  $\gamma'$ -Ausscheidungshärtung eine signifikant reduzierte lastspielzahlübergreifene Ermüdungsfestigkeit (LCF-VHCF) auf.

Die Ergebnisse aus Ermüdungsversuchen mit mechanisch polierter Oberfläche zeigen, dass der Einfluss der Oberfläche auf die VHCF-Ermüdungsfestigkeit im Gegensatz zum LCF-Bereich, wo die Druckeigenstressungen aufgrund des hohen plastischen Verformungsanteils bereits zu Beginn abgebaut werden, nicht zu vernachlässigen ist. Eine mechanisch polierte Oberfläche führt im Vergleich zu einer elektrolytisch polierten Oberfläche zu höheren Druckeigenstressungen, die trotz höherer Oberflächenrauigkeit eine (ebenfalls um 30-40 MPa) höhere ertragbare Spannungsamplitude im VHCF-Bereich ermöglicht. Allerdings nimmt mit steigender Prüftemperatur der Einfluss der oberflächennahen Eigenstressungen aufgrund von Relaxationsprozessen ab.

Bei den untersuchten Nickelbasis-Superlegierungen und Nickel war im VHCF-Bereich kein signifikanter Frequenzeinfluss bis zu einer Prüftemperatur von 600°C bei Versuchen mit 25 Hz, 130 Hz, 760 Hz und ca. 20 kHz zu verzeichnen. Bei 800°C wird aufgrund thermisch aktivierter Verformungsprozesse die Lebensdauer mit abnehmender Frequenz stark reduziert.

Der Einfluss einer mechanischen Vorgeschichte auf die VHCF-Ermüdungseigenschaften nimmt bei RT mit steigendem  $\gamma'$ -Ausscheidungshärtungsbeitrag zu. Eine Vorverformung führt unabhängig vom Vorverformungsgrad (4% oder 8%) aufgrund einer durch die Vorverformung induzierten Oberflächenaufrauung (Protrusionen) und der damit verbundenen höheren Kerbwirkung zu einer reduzierten Lebensdauer. Im Gegensatz dazu ist bei Nickel die Oberflächenaufrauung sekundär, da sich bei der Vorverformung stabile Versetzungszellstrukturen ausbilden, die durch die niedrige Spannungsamplitude im VHCF-Bereich nicht mehr verändert werden und deshalb zu einer geringfügig höheren Lebensdauer führen.

Eine Vorverformung und anschließende VHCF-Ermüdung bei erhöhten isothermen Prüftemperaturen (400°C, 600°C und 800°C) führt ebenfalls in Abhängigkeit von dem Ausscheidungszustand und der Prüftemperatur sowie zusätzlich dem Vorverformungsgrad zu einer Beeinflussung der erzielbaren Lebensdauer im Vergleich zum unvorverformten Zustand. Während bei RT und 400°C die durch Aufrauen der Oberfläche infolge von Verformung erhöhte Kerbwirkung, unabhängig vom Vorverformungsgrad, ausschlaggebend ist und zu einer Reduzierung der Lebensdauer führt, kommen bei 600°C und 800°C Erholungseffekte und der Einfluss der sich bildenden Oxidschicht hinzu. Im überalterten Zustand (600°C) und im ausscheidungsfreien Zustand (800°C) führt eine 4%-RT-Vorverformung im nachfolgenden VHCF-Versuch zu einer Lebensdauersteigerung. Die höhere ertragbare Spannungsamplitude lässt sich auf die bei der VHCF-Ermüdung gebildeten erholten, stabilen Versetzungsnetzwerke zurückführen, die aufgrund der damit verbundenen homogeneren Mikrostruktur lebensdauersteigernd wirken.

Wie die Untersuchungsergebnisse weiterhin zeigen, erfolgt die Rissinitiierung unabhängig vom Ausscheidungszustand (ma, üa und af) bzw. Werkstoff (Nimonic 80A, Nimonic 75 und Nickel), der Prüftemperatur und dem Vorverformungsgrad bei elektrolytisch polierten Proben an der Oberfläche, lediglich ein Übergang von transkristalliner (RT) zur interkristalliner Rissbildung ist bei hohen Prüftemperaturen (600°C-800°C) zu beobachten. Im Gegensatz dazu erfolgt bei mechanisch polierten Proben bei RT die Rissinitiierung aufgrund der höheren Druckeigenspannungen knapp unterhalb der Probenoberfläche.

Die in dieser Arbeit aufgrund des hohen Versuchsaufwands und der großen Anzahl verschiedener Versuchsparameter (verschiedene Ausscheidungszustände bzw. Werkstoffe, Prüftemperatur, Vorverformungsgrad und Oberfläche) nur in begrenzter Menge zur Verfügung stehenden Lebensdauerdaten erweisen sich in Verbindung mit der für den VHCF-Bereich typischen hohen Streuung über mehrere Dekaden als problematisch. Die bisher verfügbare Datenbasis für das VHCF-Ermüdungsverhalten der untersuchten Werkstoffe zeigt, dass es nicht möglich ist, die Lebensdauer im VHCF-Bereich anhand des Werkstoffverhaltens bei Lastspielzahlen im Bereich  $N < 10^7$  abzuschätzen. Mit der Erweiterung der VHCF-Versuche zu erhöhten Temperaturen (bis 800°C) unter Einsatz der Hochfrequenz-Prüftechnologie wird die Komplexität der mikrostrukturellen Vorgänge während der VHCF-Ermüdung noch zusätzlich durch die zeit- und temperaturabhängige Oxidschichtbildung sowie durch  $\gamma'$ -Ausscheidungsvergrößerungsprozesse erweitert. Eine differenzierte Zuordnung dieser zusätzlichen Effekte, die ebenfalls Einfluss auf das Ermüdungsverhalten und somit die Lebensdauer haben, ist an dieser Stelle daher ebenfalls noch nicht möglich.

Um einen sicheren Einsatz der untersuchten Werkstoffe im VHCF-Bereich zu gewährleisten, werden daher in dieser Arbeit abschließend auf konservative Weise werkstoff- und temperaturabhängige Versagensschwellenwerte der Spannungs- bzw. Gesamtdehnungsamplitude bis zu einer definierten VHCF-Grenzlastspielzahl vorgeschlagen.

Das beobachtete Werkstoffverhalten, wie z.B. die Gleitbandbildung an Oberflächenkörnern, die Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und Ausscheidungen sowie der Einfluss der Oxidschicht wurde auf Basis der Ergebnisse der mikrostrukturellen Untersuchungen mittels Raster- und Transmissionselektronenmikroskopie durchgeführt, analysiert und mündete schließlich in der Entwicklung einer modellhaften Beschreibung des Verformungsverhaltens. Die lastspielzahlübergreifende (LCF-VHCF) Beschreibung der Lebensdauern auf Basis der Beziehungen von Basquin und Coffin-Manson veranschaulicht den steigenden Streufaktor zwischen gemessener und berechneter Lebensdauer mit steigender Lastspielzahl (LCF-VHCF). Die Untersuchungen verdeutlichen, dass für eine sichere Lebensdauervorhersage von Nickelbasis-Superlegierungen die bisher beobachteten Phänomene zum VHCF-Verhalten noch keine ausreichende Basis darstellen, um auf deren Basis eine physikalisch basierte Lebensdauervorhersage zu begründen. Für zukünftige Untersuchungen ist daher eine genaue Zuordnung der mikrostrukturellen Vorgänge zu dem eigentlich höchstbeanspruchten Werkstoffgefügebereich erforderlich. Mittels FIB-Technologie können aufgrund einer gezielteren Entnahme einer TEM-Folie in Zukunft weitere Erkenntnisse zur Eingrenzung der tatsächlich wirkenden VHCF-Schädigungsmechanismen gewonnen und für die Bestimmung der Verset-

zungsmorphologien in Rissumgebung eingesetzt werden. Da im VHCF-Bereich, makroskopisch betrachtet, nur eine rein elastische Beanspruchung vorliegt, bietet die FIB-Technologie neue Möglichkeiten bei der Charakterisierung der Versetzungsstrukturen in Abhängigkeit von den verschiedenen Versuchsparametern.

Weitere Forschungsarbeiten im VHCF-Bereich sollten darauf abzielen, beispielsweise die Grenztemperatur zu untersuchen, bis zu der der überalterte Zustand gegenüber dem maximal ausscheidungsgehärteten Zustand eine höhere Lebensdauer aufweist. In Anlehnung an **LERCH 1983**, der bei LCF-Versuchen mit Nimonic 80A die höchste Lebensdauer im Temperaturbereich zwischen RT und 800°C bei einer Prüftemperatur von 700°C erzielte, wären weitere Hochtemperatur-Versuche zwischen 600°C und 800°C bei sehr hohen Lastspielzahlen unter Berücksichtigung des Ausscheidungszustands sinnvoll. Neben dem Wechselverformungsverhalten des ma- und üa-Zustands wären zusätzlich weitere VHCF-Untersuchungen an bei unterschiedlich ausgelagerten bimodalen Ausscheidungszuständen, bestehend aus großen, kubischen und kleinen, kugelförmigen  $\gamma'$ -Ausscheidungen zwecks weiterer Optimierung der Ausscheidungsmorphologie hinsichtlich höchstmöglicher ertragbarer VHCF-Spannungsamplituden von Interesse.

Vor dem Hintergrund, dass die meisten technischen Werkstoffe während des Herstellungsprozesses eine Vorverformung erfahren, wären für technische Anwendungen weitere Ermüdungsversuchsreihen an vorverformten Proben zur Einstellung optimaler Vorverformungsgrade in Abhängigkeit von der Prüftemperatur zur Erzielung höchster VHCF-Ermüdungseigenschaften von Bedeutung.

## A Anhang

### A.1 Versuchszeiten in Abhängigkeit vom verwendeten Prüfsystem

**Tabelle A.1:** Gegenüberstellung der Versuchszeiten in Abhängigkeit von der Lastspielzahl N und der Frequenz f.

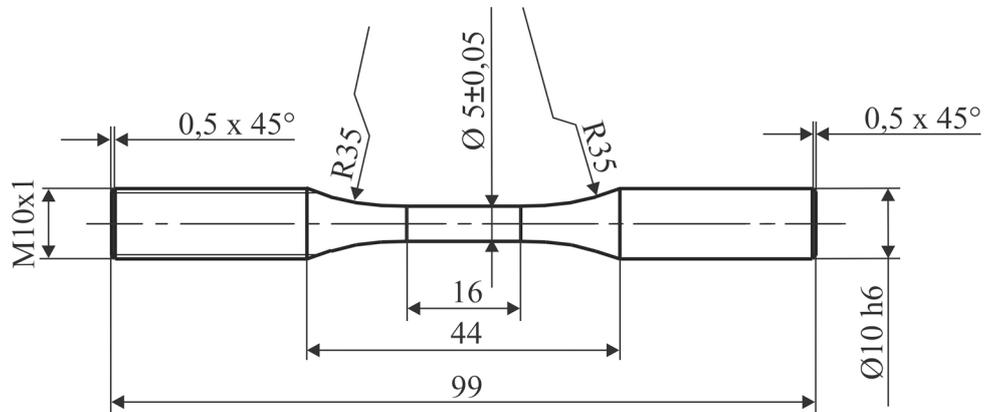
N	f [Hz]	Versuchszeit			N	f [Hz]	Versuchszeit		
		[h]	[Tage]	[Jahre]			[h]	[Tage]	[Jahre]
$1 \times 10^6$	5	55,6	2,3		$1 \times 10^9$	5	55556	2315	6,3
	130	2,1				130	2137	89	
	760	0,4				760	365	15	
	20000 <sup>1</sup>	0,05				20000 <sup>1</sup>	56	2,3	
	20000	0,01				20000	13,9	0,6	
$1 \times 10^7$	5	555,6	23,1		$1 \times 10^{10}$	5	555556	23148	63
	130	21,4				130	21368	890	2,4
	760	3,7				760	3655	152	0,4
	20000 <sup>1</sup>	0,56				20000 <sup>1</sup>	556	23	
	20000	0,14				20000	139	5,8	
$1 \times 10^8$	5	5555,6	231,5	0,6					
	130	213,7	8,9						
	760	36,5	1,5						
	20000 <sup>1</sup>	5,6							
	20000	1,4							

<sup>1</sup> berechnete Versuchszeiten mit Puls/Pause-Sequenzen (200ms/600ms),  $f_{\text{effektiv}} = 5000$  Hz.

## A.2 Probengeometrie

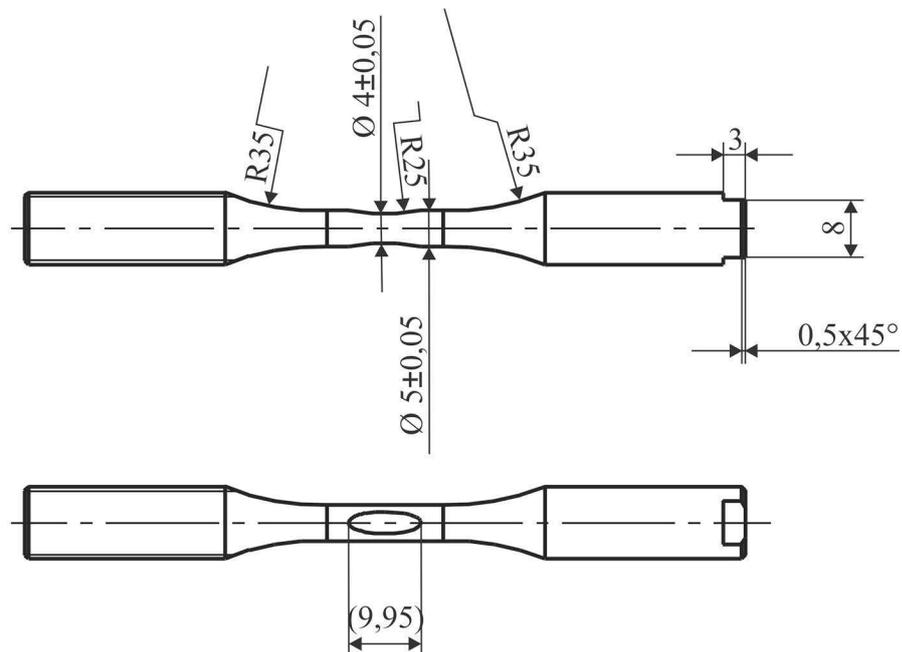
### Servohydraulischer 1 kHz-Prüfstand

#### Ungekerbte Probe



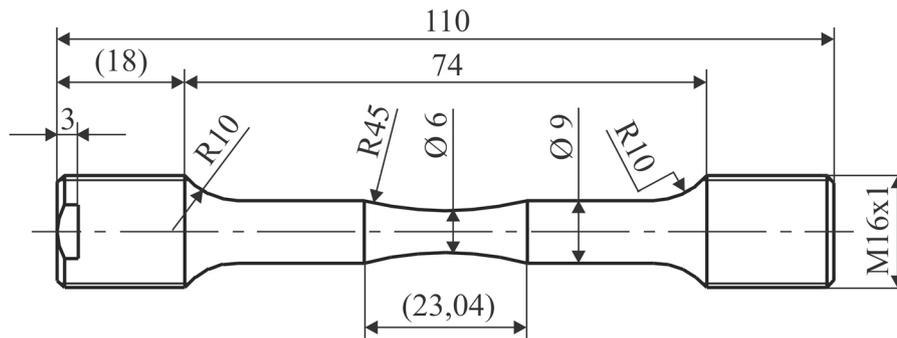
**Bild A.2-1:** Probenabmessungen (ungekerbt) für die servohydraulische 1 kHz-Prüfmaschine.

#### Shallow-Notch Probe



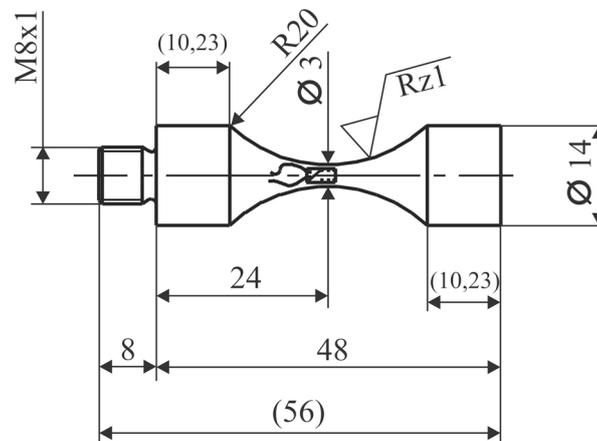
**Bild A.2-2:** Probenabmessungen (gekerbt) für die servohydraulische 1 kHz-Prüfmaschine.

### Resonanzpulsator



**Bild A.2-3:** Probenabmessungen für den Resonanzpulsator.

### Ultraschallprüfmaschine



**Bild A.2-4:** Probenabmessungen für die Ultraschallprüfmaschine (in der Probenmitte ist die Position des aufgeklebten DMS angedeutet).

### A.3 Ergebnisse der durchgeführten Ermüdungsversuche

#### Nimonic 80A (ma-Zustand)

**Tabelle A.3-1:** Versuchsergebnisse aus isothermen Einstufenversuchen (RT-800°C) an Nimonic 80A (ma-Zustand).

Nr.	T [°C]	$\epsilon_{ges, v}$ [%]	$\Delta\sigma/2$ [MPa]	$N_B$	$N_{DL}$	f [Hz]	Oberfläche
1	RT	0	339	3,00E+06		$\approx 20000^*$	ep
2	“	“	310	6,40E+06		“	“
3	“	“	300	2,54E+07		“	“
4	“	“	300	7,02E+06		“	“
5	“	“	300	4,60E+06		“	“
6	“	“	295	8,90E+06		“	“
7	“	“	295	5,40E+06		“	“
8	“	“	293	2,80E+07		“	“
9	“	“	293	8,30E+06		“	“
10	“	“	293	1,20E+07		“	“
11	“	“	290		7,70E+09	“	“
12	“	“	290		8,30E+09	“	“
13	“	“	290		2,60E+10	“	“
14	“	“	285		2,00E+09	“	“
15	“	“	280	1,45E+07		“	“
16	“	“	271		8,70E+08	“	“
17	“	“	271		1,40E+10	“	“
18	“	“	270		9,30E+09	“	“
19	RT	0	339	5,70E+06		$\approx 20000^*$	mp
20	“	“	339	2,20E+07		“	“
21	“	“	293		1,06E+09	“	“
22	“	“	271		4,28E+09	“	“
Nr.	T [°C]	$\epsilon_{ges, v}$ [%]	$\Delta\sigma/2$ [MPa]	$N_B$	$N_{DL}$	f [Hz]	Oberfläche
23	RT	0	360	1,38E+06		760	ep
24	“	“	338	1,42E+06		“	“
25	“	“	300	5,50E+07		“	“
26	“	“	292	3,90E+06		“	“
27	“	“	285	1,54E+07		“	“
28	“	“	268	4,15E+08		“	“
29	RT	0	343	2,90E+06		760	mp
30	“	“	340	2,80E+07		“	“
31	“	“	336	2,00E+08		“	“
32	“	“	321		2,00E+08	“	“

Nr.	T [°C]	$\epsilon_{ges, v}$ [%]	$\Delta\sigma/2$ [MPa]	$N_B$	$N_{DL}$	f [Hz]	Oberfläche
33	RT	0	350	1,20E+06		≈ 130	ep
34	“	“	330	5,10E+06		“	“
35	“	“	300	8,23E+06		“	“
36	“	“	287		2,60E+08	“	“
37	RT	0	290		1,00E+06	5**	ep
38	RT	0	500	1,89E+05		≈ 75	ep
Nr.	T [°C]	$\epsilon_{ges, v}$ [%]	$\Delta\sigma/2$ [MPa]	$N_B$	$N_{DL}$	f [Hz]	Oberfläche
39	RT	0	1000	4,12E+02		0,25**	ep
40	“	“	950	7,90E+02		“	“
41	“	“	870	3,60E+03		“	“
42	“	“	870	2,20E+03		“	“
43	“	“	820	6,05E+03		“	“
44	“	“	700	2,10E+04		“	“
45	RT	0	820	4,40E+03		0,25**	mp
Nr.	T [°C]	$\epsilon_{ges, v}$ [%]	$\Delta\sigma/2$ [MPa]	$N_B$	$N_{DL}$	f [Hz]	Oberfläche
46	RT	4	240	3,94E+06		760	ep
47	“	“	240	5,02E+06		“	“
48	RT	8	268	4,10E+06		760	ep
49	“	“	240	2,40E+07		“	“
50	“	“	235		5,30E+08	“	“
51	RT	8+ep	300	4,74E+06		760	ep
52	RT	8	250		1,00E+06	5**	ep
53	RT	8	820	7,75E+03		0,25**	ep
54	RT	8	500	1,24E+05		≈ 110***	ep
Nr.	T [°C]	$\epsilon_{ges, v}$ [%]	$\Delta\sigma/2$ [MPa]	$N_B$	$N_{DL}$	f [Hz]	Oberfläche
55	400	0	280	4,00E+06		760	ep
56	“	“	270	9,83E+06		“	“
57	“	“	250		5,00E+08	“	“
58	400	4	250	3,03E+06		760	ep
59	400	8	260	3,07E+06		760	ep
60	“	“	240	7,60E+06		“	“
61	“	“	220	3,35E+07		“	“
Nr.	T [°C]	$\epsilon_{ges, v}$ [%]	$\Delta\sigma/2$ [MPa]	$N_B$	$N_{DL}$	f [Hz]	Oberfläche
62	600	0	300	7,50E+06		760	ep
63	“	“	280		5,00E+08	“	“
64	600	0	290	1,90E+08		≈ 130	ep
65	600	0	280		1,00E+06	2**	ep
66	600	4	320	7,20E+06		760	ep
67	“	“	290	4,30E+08		“	“
68	“	“	265		5,20E+08	“	“

69	<b>600</b>	<b>8</b>	290	1,22E+07		<b>760</b>	<b>ep</b>
70	“	“	265	4,06E+07		“	“
71	“	“	240		5,00E+08	“	“
<b>Nr.</b>	<b>T [°C]</b>	<b><math>\epsilon_{ges, v}</math> [%]</b>	<b><math>\Delta\sigma/2</math> [MPa]</b>	<b><math>N_B</math></b>	<b><math>N_{DL}</math></b>	<b>f [Hz]</b>	<b>Oberfläche</b>
72	<b>800</b>	<b>0</b>	260	1,70E+07		<b>760</b>	<b>ep</b>
73	“	“	220	5,43E+07		“	“
74	“	“	200	1,15E+07		“	“
75	“	“	180	2,96E+07		“	“
76	“	“	160	7,50E+07		“	“
77	“	“	140	2,03E+08		“	“
78	<b>800</b>	<b>0</b>	300	5,80E+06		<b>≈ 130</b>	<b>ep</b>
79	“	“	280	1,70E+07		“	“
80	“	“	260	1,50E+07		“	“
81	“	“	220	2,90E+07		“	“
82	<b>800</b>	<b>0</b>	140	3,75E+06		<b>50**</b>	<b>ep</b>
83	<b>800</b>	<b>0</b>	140	6,10E+05		<b>4**</b>	<b>ep</b>
84	<b>800</b>	<b>4</b>	220	2,70E+07		<b>760</b>	<b>ep</b>
85	<b>800</b>	<b>8</b>	220	4,80E+06		<b>760</b>	<b>ep</b>
86	“	“	180	3,50E+07		“	“

\* gepulster Betrieb (200 ms Puls/600 ms Pause)

\*\* konventionelle servohydraulische Prüfmaschine

\*\*\* Probengeometrie der 1 kHz-Prüfmaschine am Resonanzpulsator verwendet

### Nimonic 80A (üa-Zustand)

**Tabelle A.3-2:** Versuchsergebnisse aus isothermen Einstufenversuchen (RT-800°C) an Nimonic 80A (üa-Zustand).

<b>Nr.</b>	<b>T [°C]</b>	<b><math>\epsilon_{ges, v}</math> [%]</b>	<b><math>\Delta\sigma/2</math> [MPa]</b>	<b><math>N_B</math></b>	<b><math>N_{DL}</math></b>	<b>f [Hz]</b>	<b>Oberfläche</b>
87	<b>RT</b>	<b>0</b>	330	1,47E+06		<b>≈ 20000*</b>	<b>ep</b>
88	“	“	330	2,60E+06		“	“
89	“	“	330	8,10E+06		“	“
90	“	“	325	4,89E+06		“	“
91	“	“	321		3,20E+09	“	“
92	“	“	320	3,40E+07		“	“
93	“	“	320	8,00E+06		“	“
94	“	“	320	5,50E+06		“	“
95	“	“	303		2,35E+10	“	“
96	“	“	303		7,50E+09	“	“
97	“	“	300		4,80E+09	“	“
98	<b>RT</b>	<b>0</b>	340	9,30E+06		<b>35**</b>	<b>ep</b>
99	<b>RT</b>	<b>0</b>	320	9,31E+06		<b>35**</b>	<b>ep</b>
100	<b>RT</b>	<b>0</b>	330		5,30E+07	<b>25**</b>	<b>ep</b>
<b>Nr.</b>	<b>T [°C]</b>	<b><math>\epsilon_{ges, v}</math> [%]</b>	<b><math>\Delta\sigma/2</math> [MPa]</b>	<b><math>N_B</math></b>	<b><math>N_{DL}</math></b>	<b>f [Hz]</b>	<b>Oberfläche</b>

101	<b>RT</b>	<b>0</b>	350	9,80E+05		<b>760</b>	<b>ep</b>
102	“	“	330	2,50E+06		“	“
103	“	“	320	3,20E+06		“	“
104	“	“	310		5,40E+08	“	“
105	<b>RT</b>	<b>0</b>	364	8,50E+06		<b>760</b>	<b>mp</b>
106	“	“	353	6,40E+07		“	“
107	“	“	348	1,70E+08		“	“
108	“	“	345		4,85E+08	“	“
109	“	“	310		7,10E+08	“	“
<b>Nr.</b>	<b>T [°C]</b>	<b><math>\epsilon_{ges, v}</math> [%]</b>	<b><math>\Delta\sigma/2</math> [MPa]</b>	<b><math>N_B</math></b>	<b><math>N_{DL}</math></b>	<b>f [Hz]</b>	<b>Oberfläche</b>
110	<b>RT</b>	<b>0</b>	350	3,20E+06		$\approx 130$	<b>ep</b>
111	“	“	330	8,80E+06		“	“
112	“	“	330	7,80E+07		“	“
113	“	“	320	3,95E+07		“	“
114	<b>RT</b>	<b>0</b>	325		1,00E+06	<b>5**</b>	<b>ep</b>
115	<b>RT</b>	<b>0</b>	325		1,00E+06	<b>5**</b>	<b>mp</b>
116	<b>RT</b>	<b>0</b>	500	1,11E+05		$\approx 75$	<b>ep</b>
<b>Nr.</b>	<b>T [°C]</b>	<b><math>\epsilon_{ges, v}</math> [%]</b>	<b><math>\Delta\sigma/2</math> [MPa]</b>	<b><math>N_B</math></b>	<b><math>N_{DL}</math></b>	<b>f [Hz]</b>	<b>Oberfläche</b>
117	<b>RT</b>	<b>0</b>	800	3,30E+02		<b>0,25**</b>	<b>ep</b>
118	“	“	750	3,60E+03		“	“
119	“	“	700	1,57E+03		“	“
120	“	“	650	1,53E+04		“	“
<b>Nr.</b>	<b>T [°C]</b>	<b><math>\epsilon_{ges, v}</math> [%]</b>	<b><math>\Delta\sigma/2</math> [MPa]</b>	<b><math>N_B</math></b>	<b><math>N_{DL}</math></b>	<b>f [Hz]</b>	<b>Oberfläche</b>
121	<b>RT</b>	<b>4</b>	285	5,36E+06		<b>760</b>	<b>ep</b>
122	“	“	280	1,67E+08		“	“
123	<b>RT</b>	<b>4</b>	283	3,24E+07		$\approx 110^{***}$	<b>ep</b>
124	“	“	275	1,63E+07		“	“
125	<b>RT</b>	<b>8</b>	310	4,50E+06		<b>760</b>	<b>ep</b>
126	“	“	290	1,40E+06		“	“
127	“	“	290	5,00E+06		“	“
128	“	“	280	2,10E+08		“	“
129	“	“	270		5,00E+08	“	“
130	<b>RT</b>	<b>8+ep</b>	350	7,50E+05		<b>760</b>	<b>ep</b>
131	“	“	310		7,20E+08	“	“
132	<b>RT</b>	<b>8</b>	285		1,00E+06	<b>5**</b>	<b>ep</b>
133	<b>RT</b>	<b>8</b>	700	5,82E+03		<b>0,25**</b>	<b>ep</b>
134	<b>RT</b>	<b>8</b>	500	3,30E+04		$\approx 110^{***}$	<b>ep</b>
<b>Nr.</b>	<b>T [°C]</b>	<b><math>\epsilon_{ges, v}</math> [%]</b>	<b><math>\Delta\sigma/2</math> [MPa]</b>	<b><math>N_B</math></b>	<b><math>N_{DL}</math></b>	<b>f [Hz]</b>	<b>Oberfläche</b>
135	<b>400</b>	<b>0</b>	315	4,10E+06		<b>760</b>	<b>ep</b>
136	“	“	280		5,20E+08	“	“
137	<b>400</b>	<b>0</b>	320	4,75E+06		$\approx 130$	<b>ep</b>
138	“	“	300	4,05E+07		“	“
139	<b>400</b>	<b>4</b>	310	1,20E+07		<b>760</b>	<b>ep</b>

140	<b>400</b>	<b>8</b>	310	2,10E+07		<b>760</b>	<b>ep</b>
141	“	“	280		5,30E+08	“	“
<b>Nr.</b>	<b>T [°C]</b>	<b><math>\epsilon_{ges, v}</math> [%]</b>	<b><math>\Delta\sigma/2</math> [MPa]</b>	<b>N<sub>B</sub></b>	<b>N<sub>DL</sub></b>	<b>f [Hz]</b>	<b>Oberfläche</b>
142	<b>600</b>	<b>0</b>	350	1,34E+07		<b>760</b>	<b>ep</b>
143	“	“	350	2,60E+06		“	“
144	“	“	340	1,86E+07		“	“
145	“	“	330	3,20E+06		“	“
146	“	“	300	1,40E+07		“	“
147	“	“	280		7,10E+08	“	“
148	<b>600</b>	<b>0</b>	330	4,30E+07		<b>≈ 130</b>	<b>ep</b>
149	“	“	320	6,87E+07		“	“
150	<b>600</b>	<b>0</b>	340	1,40E+07		<b>760</b>	<b>mp</b>
151	<b>600</b>	<b>4</b>	370	2,33E+08		<b>760</b>	<b>ep</b>
152	“	“	350	9,80E+07		“	“
153	“	“	330		5,14E+08	“	“
154	<b>600</b>	<b>8</b>	330	6,40E+07		<b>760</b>	<b>ep</b>
155	“	“	320	9,10E+07		“	“
156	“	“	290		7,17E+08	“	“
157	“	“	270		5,00E+08	“	“
<b>Nr.</b>	<b>T [°C]</b>	<b><math>\epsilon_{ges, v}</math> [%]</b>	<b><math>\Delta\sigma/2</math> [MPa]</b>	<b>N<sub>B</sub></b>	<b>N<sub>DL</sub></b>	<b>f [Hz]</b>	<b>Oberfläche</b>
158	<b>800</b>	<b>0</b>	260	6,00E+05		<b>760</b>	<b>ep</b>
159	“	“	220	1,64E+07		“	“
160	“	“	200	9,53E+07		“	“
161	“	“	180	7,10E+06		“	“
162	“	“	140	1,50E+08		“	“
163	<b>800</b>	<b>0</b>	300	2,50E+05		<b>≈ 130</b>	<b>ep</b>
164	“	“	260	8,90E+06		“	“
165	“	“	240	1,60E+06		“	“
166	“	“	230	6,70E+06		“	“
167	“	“	220	5,85E+06		“	“
168	<b>800</b>	<b>4</b>	220	1,16E+07		<b>760</b>	<b>ep</b>
169	<b>800</b>	<b>8</b>	220	2,40E+06		<b>760</b>	<b>ep</b>
170	“	“	200	2,10E+07		“	“

\* gepulster Betrieb (200 ms Puls/600 ms Pause)

\*\* konventionelle servohydraulische Prüfmaschine

\*\*\* Probengeometrie der 1 kHz-Prüfmaschine am Resonanzpulsator verwendet

**Nimonic 75 (af-Zustand)****Tabelle A.3-3:** Versuchsergebnisse aus isothermen Einstufenversuchen (RT-800°C) an Nimonic 75 (af-Zustand).

Nr.	T [°C]	$\epsilon_{ges, v}$ [%]	$\Delta\sigma/2$ [MPa]	$N_B$	$N_{DL}$	f [Hz]	Oberfläche
171	RT	0	235	5,70E+06		$\approx 20000^*$	ep
172	“	“	235	1,30E+07		“	“
173	“	“	235	1,60E+07		“	“
174	“	“	230	2,00E+07		“	“
175	“	“	230		1,45E+10	“	“
176	“	“	230	1,40E+07		“	“
177	“	“	230	5,60E+06		“	“
178	“	“	225		1,12E+10	“	“
179	“	“	220		3,00E+09	“	“
	T [°C]	$\epsilon_{ges, v}$ [%]	$\Delta\sigma/2$ [MPa]	$N_B$	$N_{DL}$	f [Hz]	Oberfläche
180	RT	0	300	5,50E+05		760	ep
181	“	“	290	9,00E+05		“	“
182	“	“	258	1,40E+06		“	“
183	“	“	270	4,60E+06		“	“
184	“	“	260	1,60E+07		“	“
185	“	“	250	2,00E+06		“	“
186	“	“	240		4,00E+08	“	“
187	“	“	250		5,50E+08	“	“
188	RT	0	300	2,60E+06		760	mp
189	“	“	290	4,80E+07		“	“
190	“	“	258		7,23E+08	“	“
	T [°C]	$\epsilon_{ges, v}$ [%]	$\Delta\sigma/2$ [MPa]	$N_B$	$N_{DL}$	f [Hz]	Oberfläche
191	RT	0	260	2,00E+06		$\approx 130$	ep
192	“	“	250	4,00E+06		“	“
193	RT	0	225		1,00E+06	5**	ep
194	RT	0	330	1,03E+05		$\approx 75$	ep
195	“	“	330	1,73E+05		“	“
	T [°C]	$\epsilon_{ges, v}$ [%]	$\Delta\sigma/2$ [MPa]	$N_B$	$N_{DL}$	f [Hz]	Oberfläche
196	RT	0	450	2,60E+03		1**	ep
197	“	“	440	6,00E+03		“	“
198	“	“	420	4,60E+03		“	“
199	“	“	380	3,93E+04		“	“
200	“	“	350	1,69E+04		“	“

	<b>T</b> [°C]	$\epsilon_{ges, v}$ [%]	$\Delta\sigma/2$ [MPa]	$N_B$	$N_{DL}$	<b>f</b> [Hz]	<b>Oberfläche</b>
201	<b>RT</b>	<b>4</b>	240		5,00E+08	<b>760</b>	<b>ep</b>
202	“	“	225	7,36E+06		“	“
203	“	“	222		5,08E+08	“	“
204	“	“	220		5,50E+08	“	“
205	<b>RT</b>	<b>4</b>	245	3,13E+06		$\approx 110^{***}$	<b>ep</b>
206	<b>RT</b>	<b>8</b>	258	1,70E+06		<b>760</b>	<b>ep</b>
207	“	“	230	6,40E+06		“	“
208	“	“	225	4,10E+06		“	“
209	“	“	225	3,44E+08		“	“
210	“	“	220		5,00E+08	“	“
211	<b>RT</b>	<b>8</b>	245	1,25E+06		$\approx 110^{***}$	<b>ep</b>
212	<b>RT</b>	<b>8+ep</b>	280	5,00E+05		<b>760</b>	<b>ep</b>
213	“	“	260	9,00E+06		“	“
214	<b>RT</b>	<b>8</b>	225		1,00E+06	<b>5**</b>	<b>ep</b>
215	<b>RT</b>	<b>8</b>	420	1,20E+05		<b>1**</b>	<b>ep</b>
216	<b>RT</b>	<b>8</b>	330	4,20E+05		$\approx 110^{***}$	<b>ep</b>
	<b>T</b> [°C]	$\epsilon_{ges, v}$ [%]	$\Delta\sigma/2$ [MPa]	$N_B$	$N_{DL}$	<b>f</b> [Hz]	<b>Oberfläche</b>
217	<b>600</b>	<b>0</b>	270	2,40E+06		<b>300****</b>	<b>ep</b>
218	<b>600</b>	<b>0</b>	240		3,20E+08	<b>760</b>	<b>ep</b>
219	<b>600</b>	<b>0</b>	240		1,00E+08	$\approx 130$	<b>ep</b>
220	<b>600</b>	<b>4</b>	250	9,20E+05		<b>760</b>	<b>ep</b>
221	<b>600</b>	<b>8</b>	280	1,90E+06		<b>760</b>	<b>ep</b>
222	“	“	260	1,06E+08		“	“
223	“	“	240	3,14E+08		“	“
	<b>T</b> [°C]	$\epsilon_{ges, v}$ [%]	$\Delta\sigma/2$ [MPa]	$N_B$	$N_{DL}$	<b>f</b> [Hz]	<b>Oberfläche</b>
224	<b>800</b>	<b>0</b>	160	7,94E+05		<b>760</b>	<b>ep</b>
225	“	“	120	9,96E+06		“	“
226	“	“	100	6,34E+07		“	“
227	<b>800</b>	<b>4</b>	120	1,28E+08		<b>760</b>	<b>ep</b>
228	“	“	100	2,86E+08		“	“
229	<b>800</b>	<b>8</b>	120	1,49E+07		<b>760</b>	<b>ep</b>
230	“	“	100	2,05E+07		“	“
231	“	“	100	3,50E+07		“	“
232	“	“	80	3,35E+07		“	“

\* gepulster Betrieb (200 ms Puls/600 ms Pause)

\*\* konventionelle servohydraulische Prüfmaschine

\*\*\* Probengeometrie der 1 kHz-Prüfmaschine am Resonanzpulsator verwendet

\*\*\*\* aufgrund Probenerwärmung 300 Hz statt 760 Hz (1 kHz-Prüfmaschine)

## Nickel

Tabelle A.3-4: Versuchsergebnisse aus Einstufenversuchen an Nickel bei RT.

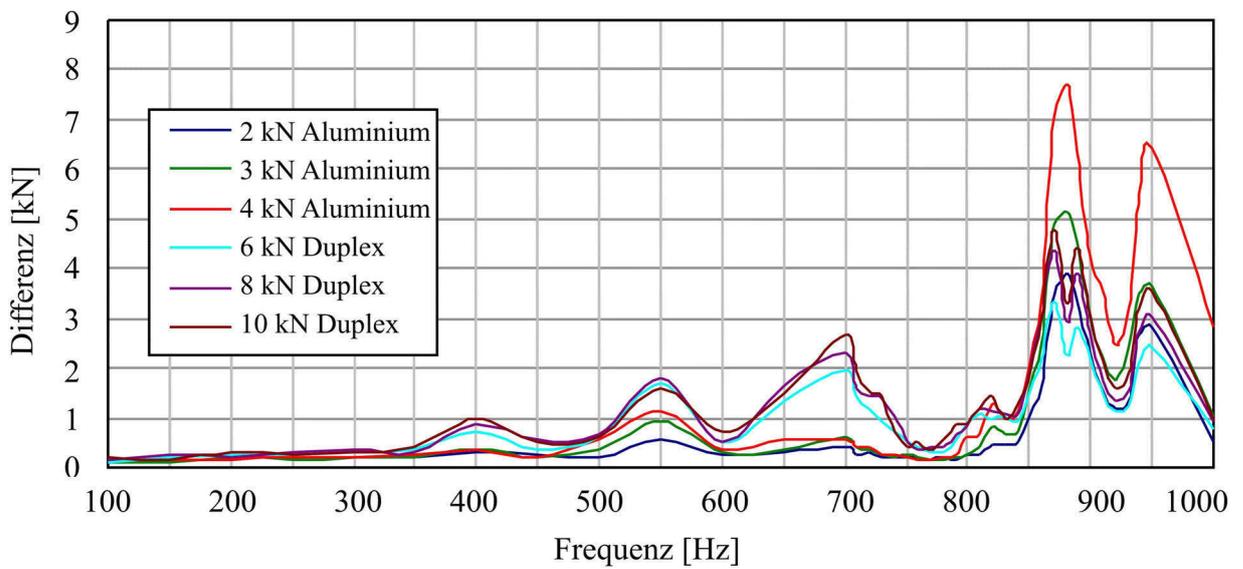
Nr.	T [°C]	$\epsilon_{ges, v}$ [%]	$\Delta\sigma/2$ [MPa]	$N_B$	$N_{DL}$	f [Hz]	Oberfläche
233	RT	0	172	7,30E+06		$\approx 20000^*$	ep
234	“	“	150		1,00E+10	“	“
235	“	“	150		2,08E+10	“	“
236	“	“	149	8,90E+08		“	“
237	“	“	147		2,50E+09	“	“
	T [°C]	$\epsilon_{ges, v}$ [%]	$\Delta\sigma/2$ [MPa]	$N_B$	$N_{DL}$	f [Hz]	Oberfläche
238	RT	0	165	5,60E+06		760	ep
239	“	“	150	2,16E+07		“	“
240	“	“	150	2,34E+07		“	“
241	“	“	140		7,10E+08	“	“
242	“	“	140	2,74E+08		“	“
243	“	“	145	7,34E+08		“	“
244	RT	0	170	5,70E+06		25**	ep
245	RT	0	160		1,00E+06	5**	ep
246	RT	0	220	3,20E+05		$\approx 75$	ep
247	RT	0	300	1,55E+04		1**	ep
248	“	“	280	2,53E+04		“	“
	T [°C]	$\epsilon_{ges, v}$ [%]	$\Delta\sigma/2$ [MPa]	$N_B$	$N_{DL}$	f [Hz]	Oberfläche
249	RT	4	180	3,66E+07		760	ep
250	“	“	170	1,20E+07		“	“
251	“	“	165	1,42E+07		“	“
252	“	“	160		8,50E+08	“	“
253	RT	8	180	3,55E+07		760	ep
254	“	“	165	1,29E+08		“	“
255	“	“	150		7,00E+08	“	“
256	“	“	120		8,96E+08	“	“
257	RT	8+ep	200	2,45E+06		760	ep
258	“	“	180	5,30E+06		“	“
259	“	“	165		6,02E+08	“	“
260	RT	8	160		1,00E+06	5**	ep
261	RT	8	220	1,19E+06		$\approx 110^{***}$	ep
262	RT	8	280	2,31E+04		1**	ep

\* gepulster Betrieb (200 ms Puls/600 ms Pause)

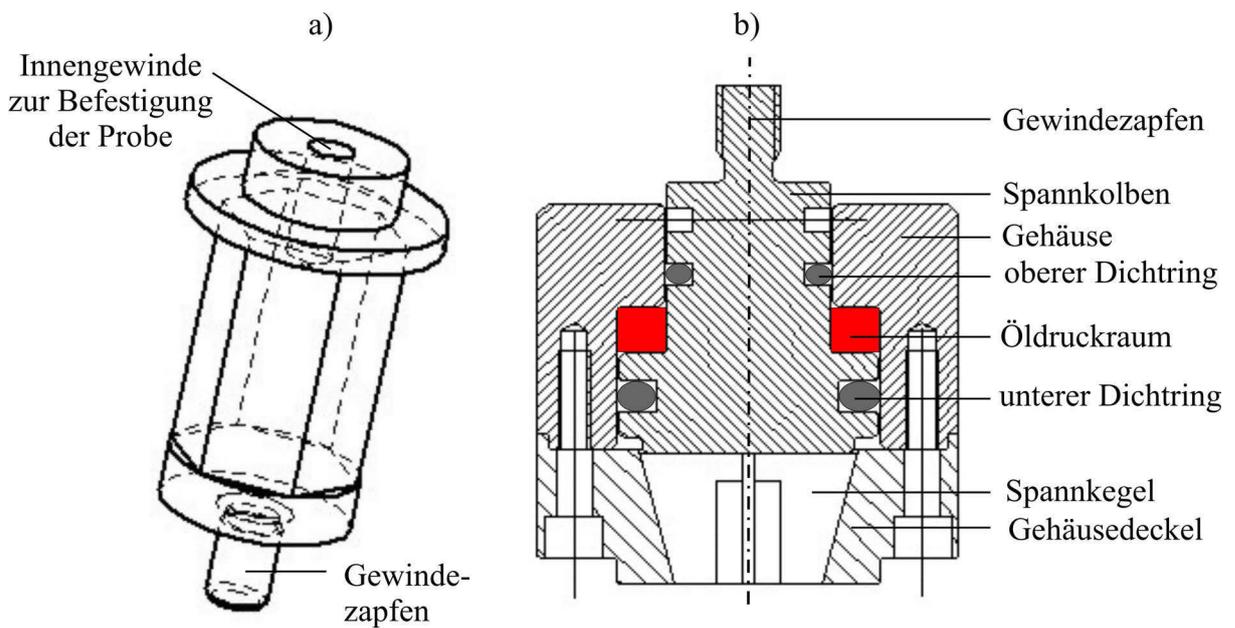
\*\* konventionelle servohydraulische Prüfmaschine

\*\*\* Probengeometrie der 1 kHz-Prüfmaschine am Resonanzpulsator verwendet

#### A.4 Leistungsspektrum und Einspannung der 1 kHz-Prüfmaschine

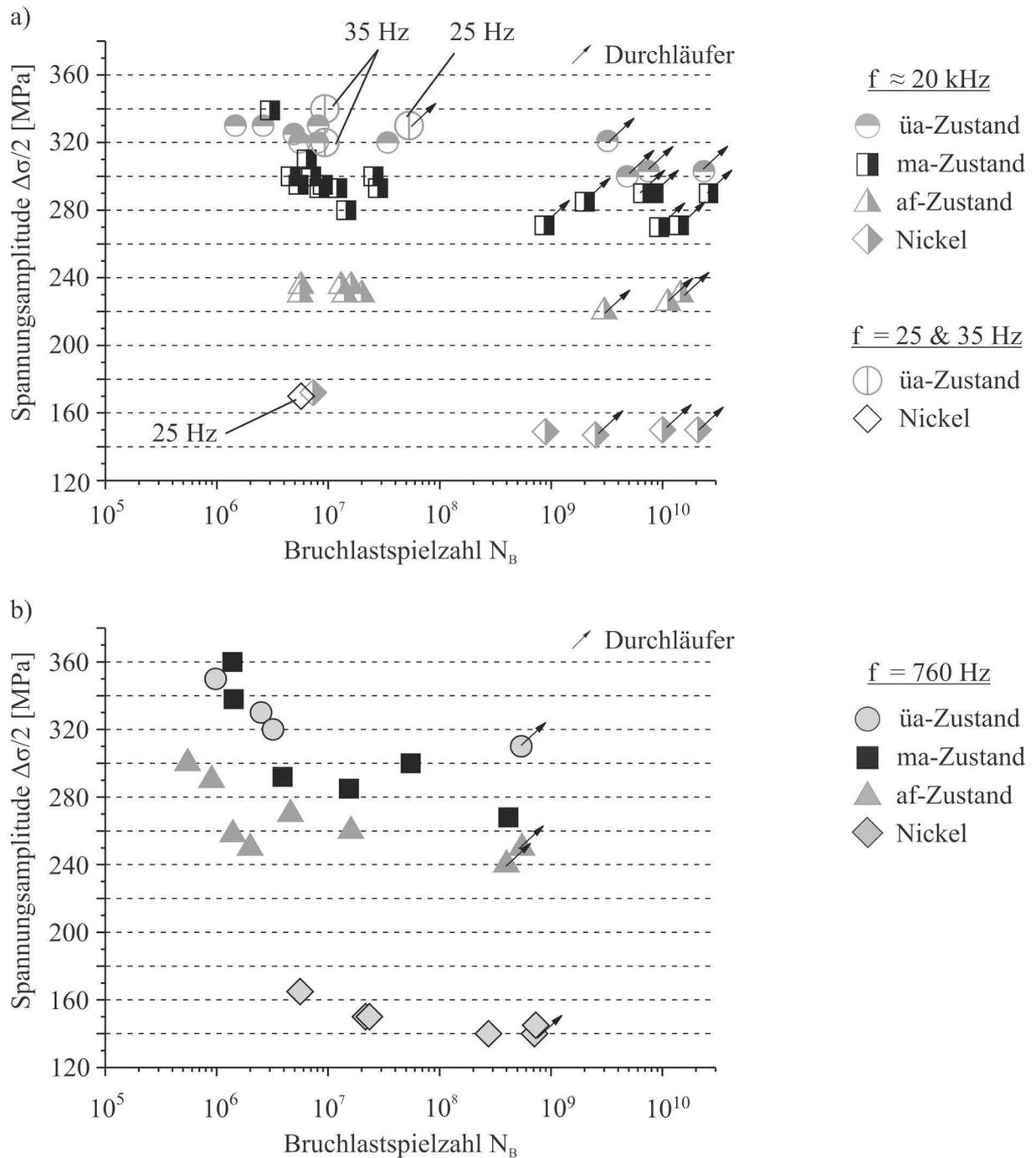


**Bild A.4-1:** Regelfehler der servohydraulischen 1 kHz-Prüfmaschine in Abhängigkeit der Prüffrequenz (ZIMMERMANN&CHRIST 2007).

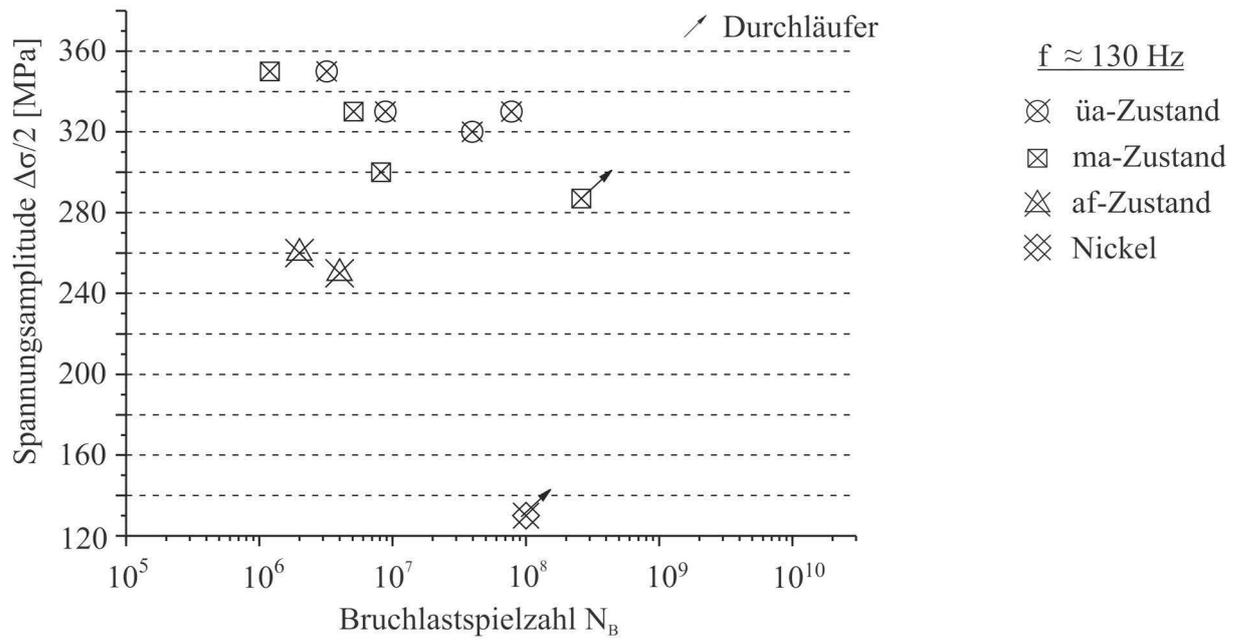


**Bild A.4-2:** a) Aufsatz für untere Gewindeeinspannung und  
b) Schnittdarstellung der hydraulischen oberen Einspannung.

### A.5 Einfluss der Versuchsfrequenz auf das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich



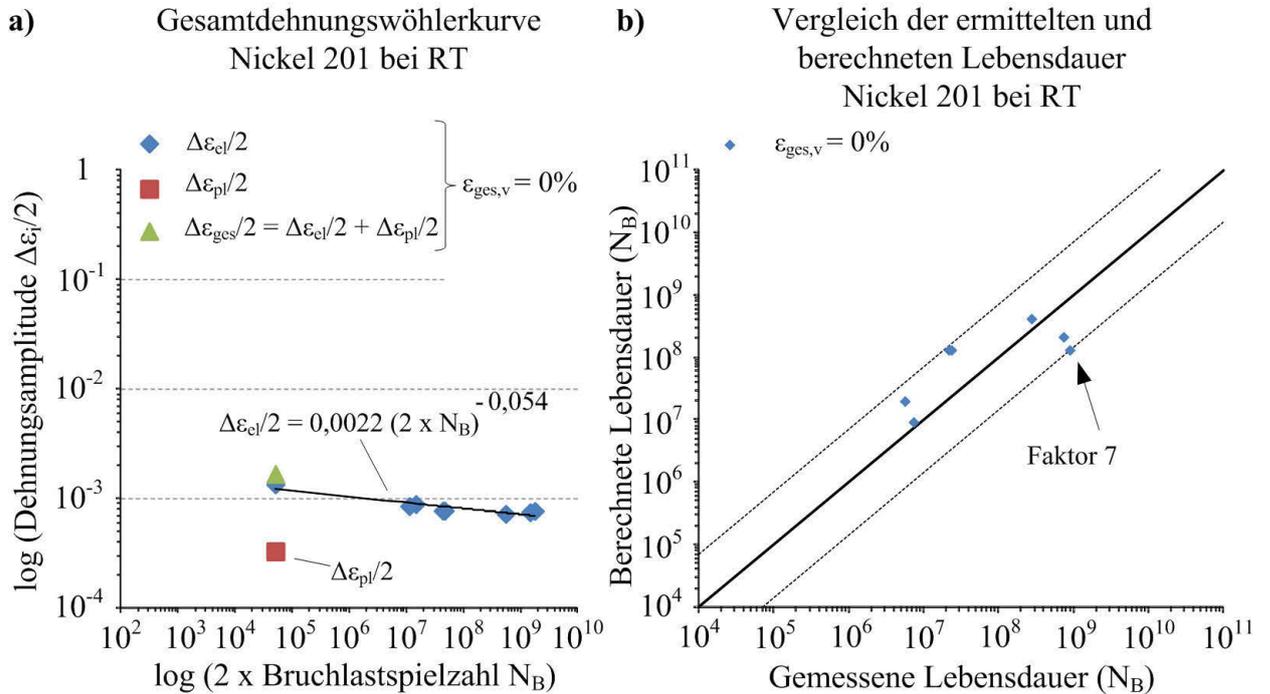
**Bild A.5-1:** Wöhlerdiagramme für alle untersuchten Werkstoffe (Nimonic 80A, Nimonic 75 sowie Nickel) bei Versuchsfrequenzen von: **a)** 25 Hz, 35 Hz und ca. 20 kHz sowie **b)** 760 Hz.



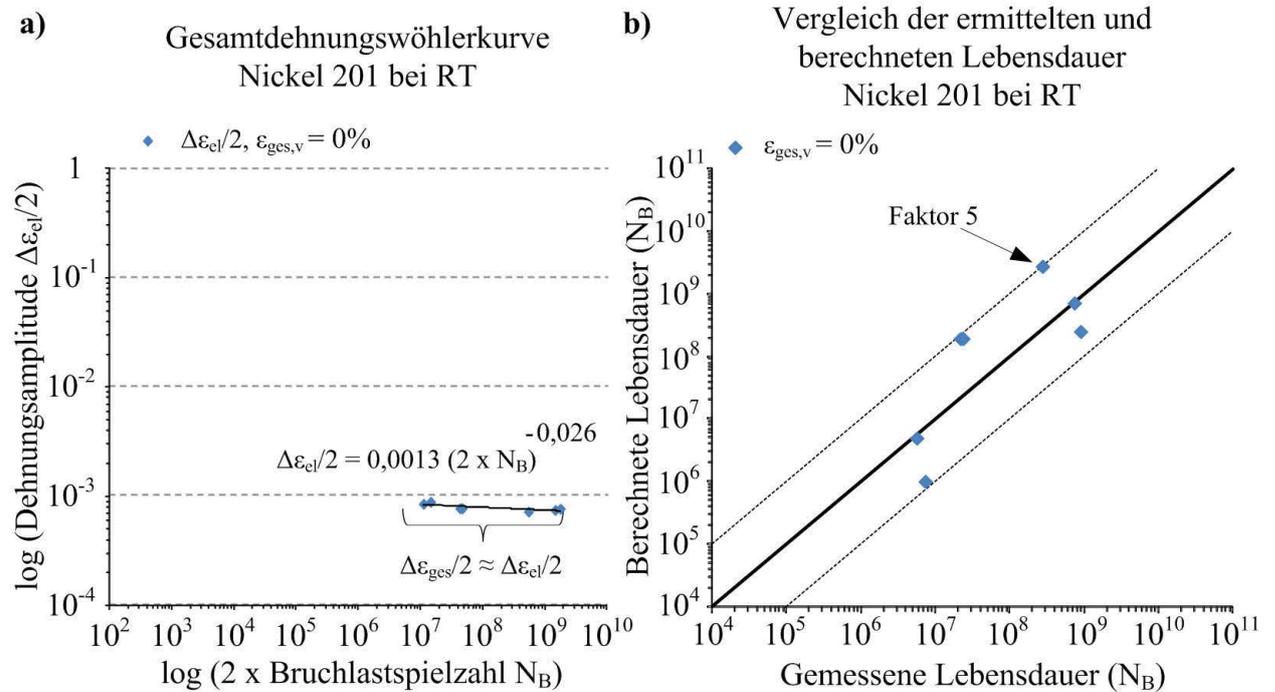
**Bild A.5-2:** Wöhlerdiagramme für alle untersuchten Werkstoffe (Nimonic 80A, Nimonic 75 sowie Nickel) bei einer Versuchsfrequenz von ca. 130 Hz.

## A.6 Beschreibung der Lebensdauer im Bereich HCF-VHCF mittels Basquin

### Nickel

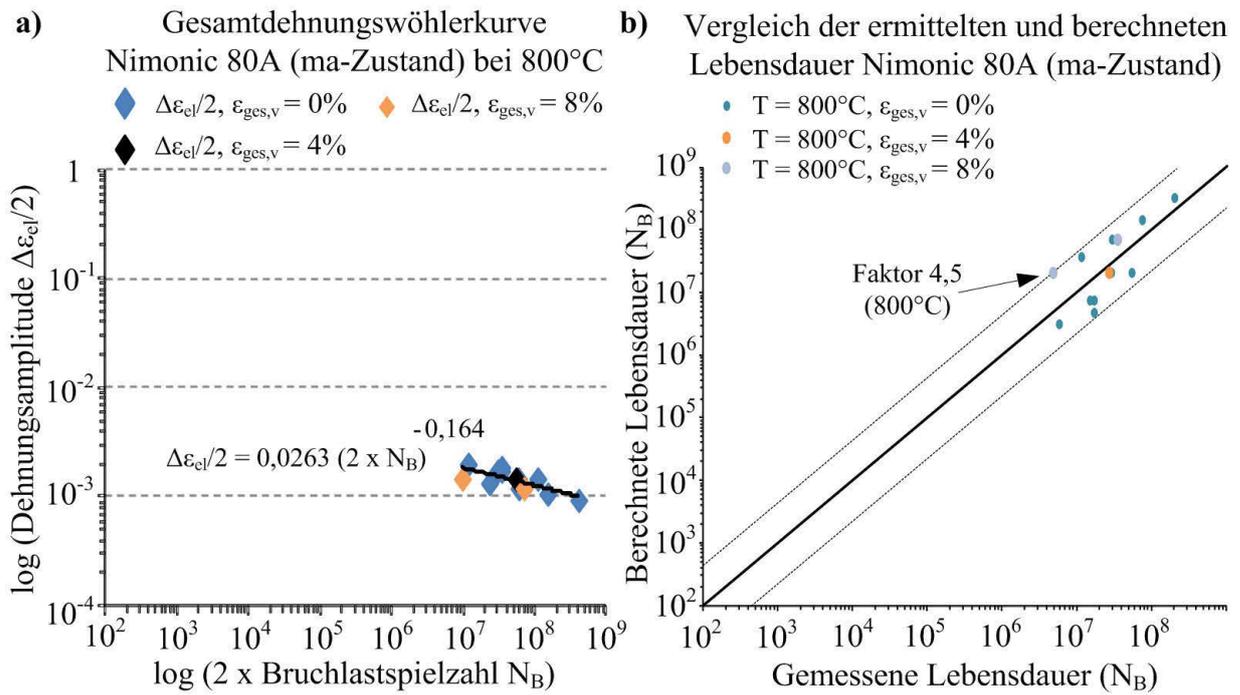


**Bild A.6-1:** a) Bestimmung der Basquin-Parameter für Nickel bei RT (LCF-VHCF) und  
 a) Vergleich der ermittelten Lebensdauern mit den berechneten Werten.



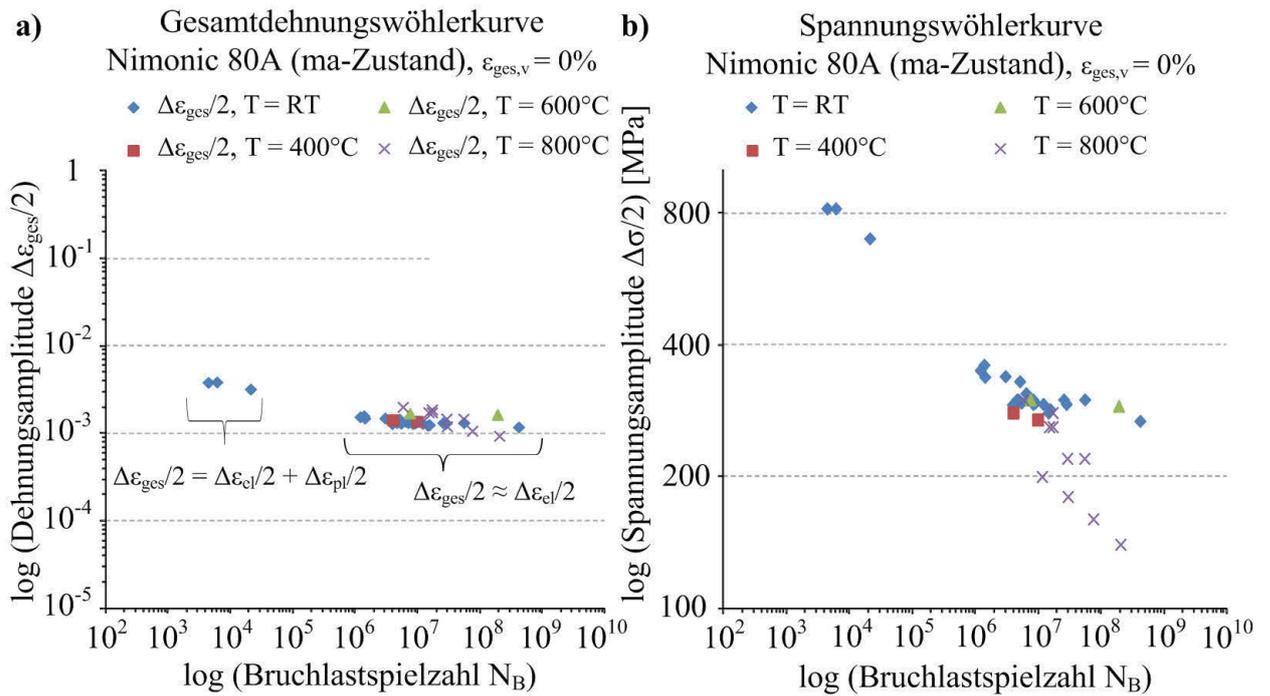
**Bild A.6-2:** a) Bestimmung der Basquin-Parameter für Nickel bei RT (HCF-VHCF) und  
 b) Vergleich der ermittelten Lebensdauern mit den berechneten Werten.

### Nimonic 80A (ma-Zustand)

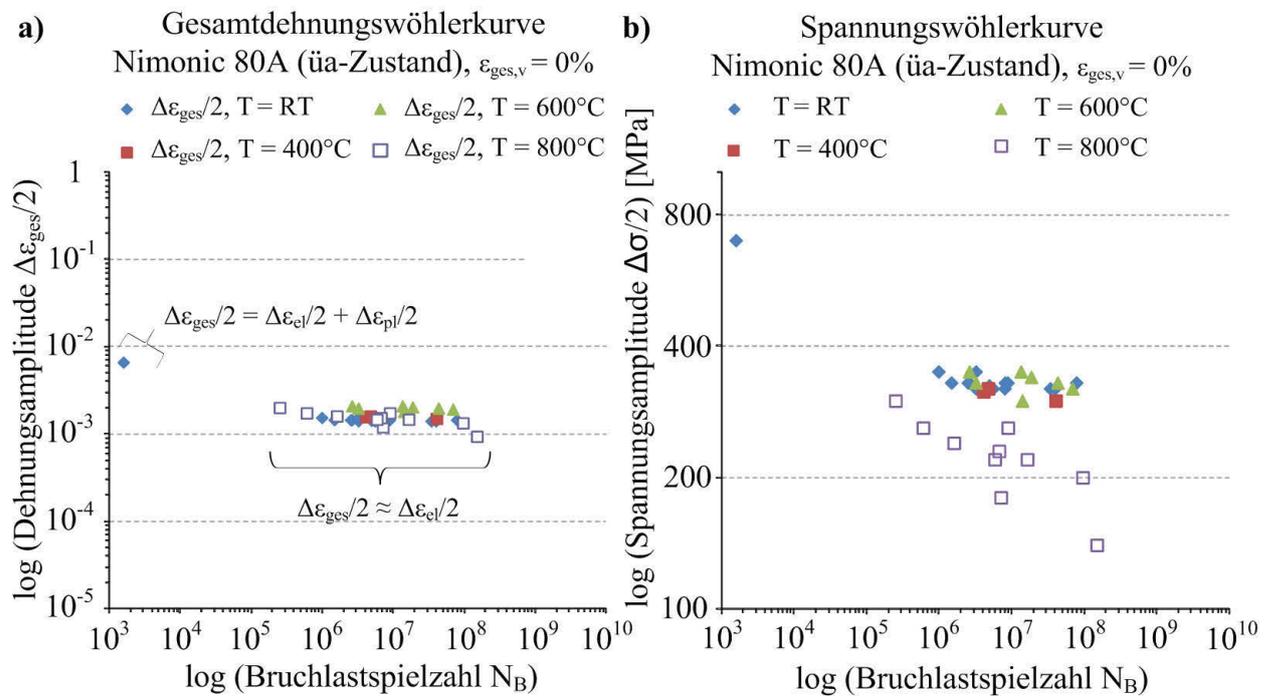


**Bild A.6-3:** **a)** Bestimmung der Basquin-Parameter (**HCF-VHCF**) für Nimonic 80A (ma-Zustand) im un- und vorverformten Zustand ( $\epsilon_{ges,v} = 0\%$ , 4% und 8%) bei 800°C und **b)** Vergleich der ermittelten Lebensdauern mit den berechneten Werten.

### A.7 Vergleich von Gesamtdehnungs- und Spannungswöhlerkurve



**Bild A.7-1:** Auftragung der ermittelten Lebensdauern von Nimonic 80A (ma-Zustand):  
 a) Gesamtdehnungs- und  
 b) Spannungswöhlerkurve.



**Bild A.7-2:** Auftragung der ermittelten Lebensdauern von Nimonic 80A (üa-Zustand):  
 a) Gesamtdehnungs- und  
 b) Spannungswöhlerkurve.

## Literatur

- Abe, T.; Furuya, Y. & Matsuoka, S. (2004):  
*Gigacycle Fatigue Properties of 1800 MPa Class Spring Steel*, Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 27, 159-167.
- Albert, W.A.J. (1838):  
*Über Treibseile am Harz*, Archive für Mineralogie, Geognosie, Bergbau und Hüttenkunde, 10, 215-234.
- Arzt, E; Behr, R.; Göhring, E.; Grahle, P. & Mason, R.P. (1997):  
*Dispersion Strengthening of Intermetallics*, Mater. Sci. Eng. A, 234-236, 22-29.
- Awatani, J. (1965):  
*Ultrasonic Fatigue Testing*, Electronics & Communications in Japan, 48, 159-163.
- Awatani, J.; Katagiri, K.; Omura, A. & Shiraishi, T (1975):  
*A Study of the Fatigue Limit of Copper*, Metall. Trans. A, 6A, 1029-1034.
- Balakrishnan, N. & Kateri, M. (2008):  
*On the Maximum Likelihood Estimation of Parameters of Weibull Distribution Based on Complete and Censored Data*, Stat.& Prob. Letters, 78, 2971-2975.
- Baldan, A. (2002):  
*Review: Progress in Ostwald Ripening Theories and Their Applications to the  $\gamma'$ -Precipitates in Nickel-Base Superalloys: Part II Nickel-Base Superalloys*, J. Mater. Sci., 37, 2379-2405.
- Basquin, O.H. (1910):  
*The Experimental Law of Endurance Tests*, Proceedings of ASTM, 10, 625-630.
- Bathias, C. (1999):  
*There is No Infinite Fatigue Life in Metallic Materials*, Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 22, 559-565.
- Bathias, C. & Bonis, J. (1999):  
*Effect on Inclusions on Gigacycle Fatigue of a Nickel Base Alloy*, in: Proceedings of Twelfth European Conference on Fracture (ECF12), herausgegeben von: Brown, M.W.; de los Rios, E.R. & Miller, K.J., EMAS Publishing, 1, 321-326.
- Bathias, C. & Paris, P.C. (2010):  
*Gigacyclic Fatigue of Metallic Aircraft Components*, Int. J. Fatigue, 32, 894-897.
- Baumgärtner, T. (1990):  
*Thermomechanische Ermüdung der Legierung Nimonic 80A*, Dissertation, Universität Stuttgart.

- Bayraktar, E.; Garcias, I.M. & Bathias, C. (2006):  
*Failure Mechanisms of Automotive Metallic Alloys in Very High Cycle Fatigue Range*,  
Int. J. Fatigue, 28, 1590-1602.
- Beardmore, P.; Davies, R.G. & Johnston, T.L. (1969):  
*On the Temperature Dependence of the Flow Stress of Nickel-Base Alloys*,  
TMS-AIME, 245, 1537-1545.
- Beck, T.; Herzog, R.; Trunova, O.; Steinbrech, R.W. & Singheiser, L. (2008):  
*Damage Evolution and Lifetime Prediction of Thermal Barrier Coatings During  
Cyclic Oxidation*, in: *Plasticity, Failure and Fatigue in Structural Materials-from  
Macro to Nano: Proceedings of the Hael Mughrabi Honorary Symposium*, heraus-  
gegeben von: Hsia, K.J.; Göken; M.; Pollock, T.; Portella, P.D. & Moody, N.R.,  
TMS, Warrendale PA, 207-212.
- Berger, C.; Pyttel, B. & Trossmann, T. (2004)  
*High Cycle Fatigue Tests with Smooth and Notched Specimens and Screws Made of  
Light Metal Alloys*, in: *Proceedings of the Third International Conference on Fatigue  
in the Very High Cycle Regime (VHCF-3)*, herausgegeben von: Sakai, T. & Ochi, Y.,  
The Society of Materials Science, Kusatsu, Japan, 561-568.
- Berger, C.; Pyttel, B. & Schwerdt, D. (2008):  
*Beyond HCF - Is There a Fatigue Limit?*, Mat. u. Werkstofftechn., 39, 769-776.
- Betteridge, W. & Morgan, P.A. (1974):  
*History of the Alloys*, in: *The Nimonic Alloys and Other Nickel-Base High-Tempera-  
ture Alloys*, herausgegeben von: Betteridge, W. & Heslop, J., Edward Arnold,  
London.
- Betteridge, W. & Shaw, S.W.K. (1987):  
*Development of Superalloys*, Mater. Sci. Technol., 3, 682-694.
- Bhanu Sankara Rao, K.; Seetharaman, V.; Mannan, S.L. & Rodriguez, P. (1983):  
*Effect of Long-Term Exposure at Elevated Temperatures on the Structure and  
Properties of a Nimonic PE 16 Superalloy*, Mater. Sci. Eng., 58, 93-106.
- Bibus Metals (2011a):  
*Datenblatt Nimonic 80A*,  
[http://www.bibusmetals.ch/produkte/nickel/ni\\_werkstoffe/80a.htm](http://www.bibusmetals.ch/produkte/nickel/ni_werkstoffe/80a.htm).
- Bibus Metals (2011b):  
*Datenblatt Nimonic 75*,  
[http://www.bibusmetals.ch/produkte/nickel/ni\\_werkstoffe/75.htm](http://www.bibusmetals.ch/produkte/nickel/ni_werkstoffe/75.htm).
- Bibus Metals (2011c):  
*Datenblatt Nickel 201*,  
[http://www.bibusmetals.ch/produkte/nickel/ni\\_werkstoffe/200\\_201.htm](http://www.bibusmetals.ch/produkte/nickel/ni_werkstoffe/200_201.htm).

- Blavette, D.; Bostel, A. & Sarrau, J.M. (1985):  
*Atom-Probe Microanalysis of a Nickel-Base Superalloy*, Metall. Trans. A, 16A,  
1703-1711.
- Buchinger, L.; Stanzl, S. & Laird, C. (1990):  
*Dislocation Structures Produced by Low-Amplitude Fatigue of Copper Single Crystals  
at 77 K*, Phil. Mag. A., A62, 633-651.
- Bürgel, R. (2001):  
*Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik*, Vieweg, Braunschweig.
- Caton, M.J.; Jha, S.K.; Rosenberger, A.H. & Larsen, J.M. (2004):  
*Divergence of Mechanisms and the Effect on the Fatigue Life Variability of  
René 88DT*, in: Superalloys 2004, herausgegeben von: Green, K.A.; Pollock, T.M.;  
Harada, H.; Howson, T.E.; Reed, R.C.; Schirra, J.J. & Walston, S., Warrendale, PA,  
TMS, 305-312.
- Chai, G. (2006):  
*The Formation of Subsurface Non-Defect Fatigue Crack Origins*,  
Int. J. Fatigue, 28, 1533-1539.
- Chai, H.F. & Laird, C. (1987):  
*Mechanisms of Cyclic Softening and Cyclic Creep in Low Carbon Steel*,  
Mater. Sci. Eng., 93, 159-174.
- Chandran, K.S.R.; Chang, P. & Cashman, G.T. (2010):  
*Competing Failure Modes and Complex S-N Curves in Fatigue of Structural  
Materials*, Int. J. Fatigue, 32, 482-491.
- Chen, Q.; Kawagoishi, N.; Wang, Q.Y.; Yan, N.; Ono, T. & Hashiguchi, G. (2005):  
*Small Crack Behavior and Fracture of Nickel-Based Superalloy Under Ultrasonic  
Fatigue*, Int. J. Fatigue, 27, 1227-1232.
- Christ, H.J. (1991):  
*Wechselverformung von Metallen*, Springer, Berlin.
- Christ, H.J. (1995):  
*Hochtemperaturermüdung: Mechanisches Werkstoffverhalten, Mikrostruktur und  
Schädigung*, DGM-Fortbildungsveranstaltung, Mechanische Eigenschaften und  
Mikrostruktur metallischer Werkstoffe, Vortrag V9, Universität Erlangen-Nürnberg.
- Christ, H.J.; Hoffmann, G. & Öttinger, O. (1995):  
*History Effects in Metals During Constant and Variable Amplitude Testing. I: Wavy  
Dislocation Glide Behaviour*, Mater. Sci. Eng. A, 201, 1-12.
- Christ, H.J. (2009):  
*Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe*, Wiley, Weinheim.

- Christ, H.J.; Zimmermann, M.; Stöcker, C. & Müller-Bollenhagen, C. (2009):  
*Aktuelle Fragestellungen, experimentelle Herausforderungen und neue Forschungsergebnisse zum Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe im Bereich sehr hoher Lastspielzahlen*, in: Tagungsband Werkstoffprüfung, herausgegeben von: Borsutzki, M. & Geisler, S., Verlag Stahleisen GmbH, Düsseldorf, 7-14.
- Chrzan, D.C. & Mills, M.J. (1996):  
*Dynamics of Dislocation Motion in  $L1_2$  Compounds*, in: Dislocations In Solids, Volume 10,  $L1_2$  Ordered Alloys, herausgegeben von: Nabarro, F.R.N. & Duesbery, M.S., Elsevier, Amsterdam, 187-252.
- Coffin jr., L.F. (1954):  
*A Study of the Effects of Cyclic Thermal Stress in a Ductile Metal*,  
Trans. ASME, 76, 931-950.
- Coffin jr., L.F. (1967):  
*Cyclic Strain-Softening Effects in Metals*, Trans. ASME, 60, 160-175.
- Coffin jr., L.F. (1970):  
*The Deformation and Fracture of a Ductile Metal Under Superimposed Cyclic and Monotonic Strain*, in: Achievement of High Fatigue Resistance in Metals and Alloys, ASTM STP 467, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, Pa., 53-76.
- Dudova, N.R. & Kaibyshev, R.O. (2010):  
*Short-Range Ordering and Mechanical Properties of a Q1020%Cr Alloy*, J. Phys., Conference Series 240, 2010; doi:10.1088/1742-6596/240/1/012081.
- Duquette, D.J. & Gell, M. (1972):  
*The Effects of Environment on the Elevated Temperature Fatigue Behavior of Nickel-Base Superalloy Single Crystals*, Metall. Trans., 3, 1899-1905.
- Engler-Pinto jr., C.C.; Lasecki, J.V.; Frisch sr., R.J. & Allison, J.E. (2007):  
*Statistical Approaches Applied to Very High Cycle Fatigue*, in: Proceedings of the Fourth International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF-4), herausgegeben von: Allison, J.E.; Jones, J.W.; Larsen, J.M. & Ritchie, R.O., TMS, Ann Arbor, USA, 369-376.
- Eßlinger, P.; Huff, H. & König, G. (1986):  
*Der werkstoffmechanische Hintergrund für Qualitätsanforderungen an hochbeanspruchte Scheiben für Luftfahrttriebwerke*, Z. Werkstofftech., 17, 357-360.
- Feldmann, G.G.; Haubold, T.; Hennig, W. & Fricke, S. (2011):  
*Kugelstrahlen und Festwalzen; Vergleich von mechanischen Oberflächenverfestigungsverfahren*, Konstruktion, 4, 57-60 und 66.
- Feltner, C.E. & Laird, C. (1967a):  
*Cyclic Stress-Strain Response of F.C.C. Metals and Alloys – I. Phenomenological Experiments*, Acta Metall., 15, 1621-1632.

- Feltner, C.E. & Laird, C. (1967b):  
*Cyclic Stress-Strain Response of F.C.C. Metals and Alloys – II. Dislocation Structures and Mechanisms*, Acta Metall., 15, 1633-1653.
- Feltner, C.E. & Laird, C. (1968):  
*Factors Influencing the Dislocation Structures in Fatigued Metals*, TMS-AIME, 242, 1253-1257.
- Furuya, Y. & Matsuoka, S. (2002):  
*Improvement of Gigacycle Fatigue Properties by Modified Ausforming in 1600 and 2000 MPA-Class Low-Alloy Steels*, Metall. Mater. Trans., 33A, 3421-3431.
- Furuya, Y.; Abe, T. & Matsuoka, S. (2003):  
 *$10^{10}$ -Cycle Fatigue Properties of 1800 MPa-Class JIS-SUP7 Spring Steel*, Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 26, 641-645.
- Gell, M. & Leverant, G.R. (1973):  
*Mechanisms of High-Temperature Fatigue*, in: Fatigue at Elevated Temperatures, ASTM STP 520, Philadelphia, 37-67.
- Gerold, V. & Karnthaler, H.P. (1989):  
*On the Origin of Planar Slip in F.C.C. Alloys*, Acta Metall., 37, 2177-2183.
- Gibbons, T.B. & Hopkins, B.E. (1971):  
*The Influence of Grain Size and Certain Precipitate Parameters on the Creep Properties of Ni-Cr-Base Alloys*, Met. Sci. J., 5, 233-240.
- Gleiter, H. (1967):  
*Die Erhöhung der kritischen Schubspannung durch die Ausscheidung von verspannten, kohärenten Teilchen*, Z. angew. Phys., 33, 108-111.
- Gleiter, H. & Hornbogen, E. (1967/68):  
*Precipitation Hardening by Coherent Particles*, Mater. Sci. Eng., 2, 285-302.
- Goldschmidt, D. (1994)  
*Einkristalline Gasturbinenschaufeln aus Nickelbasis-Legierungen, Teil 1: Herstellung und Mikrogefüge*, Mat. u. Werkstofftechn., 25, 311-320.
- Goodhew, P.J. & Chescoe, D. (1980):  
*Microanalysis in the Transmission Electron Microscope*, Micron, 11, 153-181.
- Gottstein, G. (2007):  
*Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Springer-Verlag, 3.Auflage.
- Haibach, E. (2002):  
*Betriebsfestigkeit*, Springer-Verlag.

- Harlow, D.G. (2007):  
*Data Fusion and Science Based Modeling: A Technique for Very High Cycle Fatigue Predictions*, in: Proceedings of the Fourth International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF-4), herausgegeben von: Allison, J.E.; Jones, J.W.; Larsen, J.M. & Ritchie, R.O., TMS, Ann Arbor, USA, 361-368.
- Harlow, D.G.; Wei, R.P.; Sakai, T. & Oguma, N. (2006):  
*Crack Growth Based Probability Modeling of S-N Response for High Strength Steel*, Int. J. Fatigue 28, 1479–1485.
- Hänel, B.; Haibach, E.; Seeger, T., Wirthgen, G. & Zenner, H. (2003):  
*Rechnerischer Festigkeitsnachweis für Maschinenbauteile*, herausgegeben von: Forschungskuratorium Maschinenbau, 5. Ausgabe, VDMA-Verlag, Frankfurt.
- Heslop, J. (1964):  
*Geschmiedete warmfeste Nickel-Chrom-Legierungen mit Kobaltzusatz*, Kobalt, 24, 109-115.
- Hessler, W.; Müllner, H.; Weiss, B. & Stickler, R. (1981):  
*Near-Threshold Behaviour of Polycrystalline Copper*, Metal Science, 15, 225-230.
- Hoffmann, G.; Öttinger, O. & Christ, H.J. (1993):  
*The Influence of Mechanical Prehistory on the Cyclic Stress-Strain Response and Microstructure of Single-Phase Metallic Materials*, in: Proceedings of Low Cycle Fatigue and Elasto-Plastic Behaviour of Materials (LCF3), herausgegeben von: Rie, K.T., Elsevier Applied Science, London, 106-111.
- Hoffmann, G. (1996):  
*Wechselverformungsverhalten und Mikrostruktur ein- und mehrphasiger metallischer Werkstoffe nach einer Vorverformung*, Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg.
- Hong, S.I. & Laird, C. (1990):  
*Mechanisms of Slip Mode Modification in F.C.C. Solid Solutions*, Acta Metall. Mater., 38, 1581-1594.
- Hornbogen, E. & Roth, M. (1967):  
*Die Verteilung kohärenter Teilchen in Nickellegierungen*, Z. Metallkde., 58, 842-855.
- Hornbogen, E. (1982):  
*Die Ursachen der hohen Warmfestigkeit von Superlegierungen*, Metall, 5, 531-535.
- Hornbogen, E. (1987):  
*Werkstoffe, Aufbau und Eigenschaften von Keramik, Metallen, Polymer- und Verbundwerkstoffen*, 4. Auflage, Springer.
- Horsewell, A. & Hansson, I. (1979):  
*Ultrasonic Fatigue of an Austenitic Stainless Steel*, Fatig. Eng. Mater. Struct., 2, 97-106.

- Höppel, H.W.; Saitova, L.R.; Grieb, H.J. & Göken, M. (2007):  
*Surface Roughening and Fatigue Behaviour of Pure Aluminium with Various Grain Size in the VHCF Regime*, in: Proceedings of the Fourth International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF-4), herausgegeben von: Allison, J.E.; Jones, J.W.; Larsen, J.M. & Ritchie, R.O., TMS, Ann Arbor, USA, 59-66.
- Höppel, H.W.; May, L.; Prell, M. & Göken, M. (2011):  
*Influence of Grain Size and Precipitation State on the Fatigue Lives and Deformation Mechanisms of CP Aluminium and AA6082 in the VHCF-Regime*,  
Int. J. Fatigue, 33, 10-18.
- Huff, H. (2002):  
*Die zulässige Beanspruchung bei Ermüdungsbeanspruchung*,  
Mat. u. Werkstofftechn., 33, 155-160.
- Hug, J.; Runzer, V.; Traupe, M.; Zenner, H. & Esderts, A. (2004):  
*Dauerfestigkeit von Radsatzwellen und Eisenbahnradern. Prüfverfahren, Auswertung und Ergebnisse*, Materialprüfung, 7-8, 27-32.
- Hüther, W. & Reppich, B. (1978):  
*Interaction of Dislocations With Coherent, Stress-Free, Ordered Particles*,  
Z. Metallkde., 69, 628-634.
- Hyzak, J.M. & Bernstein, I.M. (1982):  
*The Effect of Defects on the Fatigue Crack Initiation Process in Two P/M Superalloys: Part II. Surface-Subsurface Transition*, Metall. Trans. A., 13A, 45-52.
- Jago, G.; Wu, T.Y.; Guichard, D. & Bathias, C. (1996):  
*A Cryogenic Fatigue Machine Working at 20 kHz and 77 K*, in: Proceedings of the Sixth International Fatigue Congress, herausgegeben von: Lütjering, G. & Nowack, H., Pergamon, Berlin, 1917-1922.
- Jha, S.K. & Larsen, J.M. (2007):  
*Random Heterogeneity Scales and Probabilistic Description of the Long-Lifetime Regime of Fatigue*, in: Proceedings of the Fourth International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF-4), herausgegeben von: Allison, J.E.; Jones, J.W.; Larsen, J.M. & Ritchie, R.O., TMS, Ann Arbor, USA, 385-396.
- Jeong, H.S.; Cho, J.R. & Park, H.C. (2005):  
*Microstructure Prediction of Nimonic 80A for Large Exhaust Valve During Hot Closed Die Forging*, J. Mater. Sci. Proc. Technol., 162-163, 504-511.
- Kaufmann, E.; Reiß, R.D.; Zimmermann, M. & Christ, H.J. (2009):  
*Statistische Konzepte zur Lebensdauervorhersage im VHCF-Bereich und experimentelle Validierung auf der Basis kovariater mikrostruktureller Merkmalsgrößen*, DFG-Antrag auf Gewährung einer Sachbeihilfe im Rahmen des SPP 1466 (Life<sup>∞</sup> - Unendliche Lebensdauer für zyklisch beanspruchte Hochleistungswerkstoffe).

- Kawagoishi, N.; Chen, Q. & Nisitani, H. (2000):  
*Fatigue Strength of Inconel 718 at Elevated Temperatures*,  
Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 23, 209-216.
- Kelly, A., Groves, G.W. & Kidd, P. (2000):  
*Crystallography and Crystal Defects*, Wiley, Chichester.
- Kempf, B. (1983):  
*Gefügebedingte Gitterkontraktion an Nimonic 80A*, Diplomarbeit, Universität  
Erlangen-Nürnberg.
- Kempf, B.; Bothe, K. & Gerold, V. (1986):  
*Schädigungsmechanismen bei der Hochtemperaturermüdung der Legierung 800 H*,  
Z. Metallkde., 77, 576-581.
- Klesnil, M. & Lukáš, P. (1980):  
*Fatigue of Metallic Materials*, Elsevier, Amsterdam.
- Kloos, K.H.; Granacher, J. & Windecker, T. (1994):  
*Hochtemperaturverhalten von Werkstoffen aus neuartig gefertigten Gasturbinen-  
schaufeln*, Mat. u. Werkstofftechn., 25, 235-243.
- Kolyshkin, A. (2012):  
*Laufende Dissertation*, Universität Siegen.
- Korth, G.E. & Smolik, G.R. (1978):  
*Status Report of Physical and Mechanical Test Data of Alloy 718*, Idaho: Department  
of Energy, Idaho Operations Office, under contract no. EY-76-C-07-1570.
- Koster, W. (1991):  
*Effects of Residual Stress on Fatigue of Structural Alloys*, Practical Applications of  
Residual Stress Technology, ASM, Ohio, 1-10.
- Krupp, U. (2007):  
*Fatigue Crack Propagation in Metals and Alloys, Microstructural Aspects and  
Modelling Concepts*, Wiley-VCH, Weinheim.
- Kunz, L.; Lukáš, P. & Konečná, R. (2010):  
*High-Cycle Fatigue of Ni-Base Superalloy Inconel 713LC*,  
Int. J. Fatigue, 32, 908-913.
- Küffner, G. (2009):  
*Der lange Weg zur Schadensanalyse. 30 Jahre sollte eine Radsatzwelle spielend  
halten*, 19. März, Artikel, FAZ, [www.faz.net](http://www.faz.net).
- Laanemäe, W.M.; Bothe, K. & Gerold, V. (1989):  
*Mechanisches Verhalten der Legierung 2.4663 bei hoher Temperatur, Teil 2:  
Lebensdauer und Schädigungsmechanismen*, Z. Metallkde., 80, 847-857.

- Laird, C.; Finney, J.M.; Schwartzman, A. & de la Veaux, R. (1975):  
*History Dependence in the Cyclic Stress-Strain Response of Wavy Slip Materials*,  
J. Test. Eval., 3, 435-441.
- Laird, C. & Charsley, P. (1982):  
*Strain Rate Sensitivity Effects in Cyclic Deformation and Fatigue Fracture*, in: Ultra-  
sonic Fatigue: Proceedings of the First International Conference on Fatigue and  
Corrosion Fatigue Up to Ultrasonic Frequencies, herausgegeben von: Wells, J.M.;  
Buck, O.; Roth, L.D. & Tien, J.K., AIME, USA, 187-205.
- Lamm, M. (2007):  
*Einfluss der Erstarrungsbedingungen auf die mechanischen Eigenschaften von  
einkristallinen Superlegierungen bei großen Wandstärken*, Dissertation, Universität  
Erlangen-Nürnberg.
- Landgraf, R.W. (1970):  
*The Resistance of Metals to Cyclic Deformation*, in: Achievement of High Fatigue  
Resistance in Metals and Alloys, ASTM STP 467, American Society for Testing and  
Materials, Philadelphia, Pa., 3-36.
- Leis, B. (1996):  
*ASM Handbook*, Vol. 19, Fatigue and Fracture, ASM, Ohio, 314-320.
- Lerch, B. (1983):  
*Das Raum- und Hochtemperatur-Ermüdungsverhalten der Nickelbasislegierung  
Nimonic 80A*, Dissertation, Universität Stuttgart.
- Lerch, B.A. & Gerold, V. (1983):  
*The Low Cycle Fatigue Properties of a  $\gamma'$  Strengthened Superalloy*, in: Proceedings of  
the Fourth Riso International Symposium on Metallurgy and Materials Science,  
herausgegeben von: Bilde-Sorensen J.B., Roskilde, Denmark, Riso National  
Laboratory, 375-380.
- Lerch, B.A. & Jayaraman, N. (1984):  
*A Study of Fatigue Damage Mechanisms in Waspaloy from 25 to 800°C*,  
Mater. Sci. Eng., 66, 151-166.
- Lerch, B. & Gerold, V. (1985):  
*Room Temperature Deformation Mechanisms in Nimonic 80A*,  
Acta Metall., 33, 1709-1716.
- Link, T. & Österle, W. (1991):  
*Röntgenmikroanalyse im Elektronenmikroskop*, Prakt. Met., 28, 101-114.
- Liu, Y.; Yu, J.J.; Xu, Y.; Sun, X.F.; Guan, H.R. & Hu, Z.Q. (2007):  
*High Cycle Fatigue Behavior of a Single Crystal Superalloy at Elevated  
Temperatures*, Mater. Sci. Eng. A, 454-455, 357-366.

- Lukáš, P. & Klesnil, M. (1973):  
*Cyclic Stress-Strain Response and Fatigue Life of Metals in Low Amplitude Region*, Mater. Sci. Eng., 11, 345-356.
- Lukáš, P.; Klesnil, M. & Polák, J. (1974):  
*High Cycle Fatigue Life of Metals*, Mater. Sci. Eng., 15, 239-245.
- Lukáš, P. & Kunz, L. (2001):  
*Specific Features of High-Cycle and Ultra-High-Cycle Fatigue*, in: Proceedings of the International Conference on Fatigue in the Very High Cycle Regime (VHCF-2), herausgegeben von: Stanzl-Tschegg, S. & Mayer, H., Institute of Meteorology and Physics, Vienna, Austria, 23-34.
- Lukáš, P. ; Kunz, L. & Svoboda, M. (2005):  
*High-Temperature Ultra-High Cycle Fatigue Damage of Notched Single Crystal Superalloys at High Mean Stresses*, Int. J. Fatigue, 27, 1535-1540.
- MacLachlan, D.W. & Knowles, D.M. (2001):  
*Fatigue Behaviour and Lifing of Two Single Crystal Superalloys*, Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 24, 503-521.
- Man, J.; Obrtlík, K. & Polák, J. (2009):  
*Extrusions and Intrusions in Fatigued Metals. Part 1. State of the Art and History*, Phil. Mag., 89, 1295-1336.
- Mangen, W.; Nembach, E. & Schäfer, H. (1985):  
*Quantitative Transmission Electron Microscopy of the  $\gamma$  and  $\gamma'$  Phase in the Superalloy Nimonic PE16*, Mater. Sci. Eng., 70, 205-210.
- Manson, S.S. (1953):  
*Behaviour of Materials Under Conditions of Thermal Stress*, National Advisory Committee for Aeronautics, TN-2933.
- Marines, I.; Bin, X. & Bathias, C. (2003):  
*An Understanding of Very High Cycle Fatigue of Metals*, Int. J. Fatigue, 25, 1101-1107.
- Mayer, H. & Laird, C (1994):  
*Influence of Cyclic Frequency on Strain Localization and Cyclic Deformation in Fatigue*, Mater. Sci. Eng. A, 187, 23-35.
- Mayer, H. (1999):  
*Fatigue Crack Growth and Threshold Measurements at Very High Frequencies*, Int. Mater. Rev., 44, 1-34.
- Mayer, H. & Stanzl-Tschegg, S.E. (2002):  
*Influence of Loading Frequency on the Very High Cycle Fatigue Properties of FCC Alloys*, in: Proceedings of the 8th International Fatigue Congress, herausgegeben von: Blom, A.F., Stockholm, Sweden, 2947-2954.

- McDowell, D.L. & Dunne, F.P.E. (2010):  
*Microstructure-Sensitive Computational Modeling of Fatigue Crack Formation*,  
Int. J. Fatigue, 32, 1521-1542.
- Melander, A. & Persson, P.Å. (1978):  
*Strength of  $\gamma'$  Hardened Nickel-Base Alloy*, Met. Sci., 391-398.
- Merkel, F. (1999):  
*Das Verhalten hochwarmfester Nickelbasislegierungen in Abhängigkeit des Wärmebehandlungszustandes*, Dissertation, TU München.
- Merrick, H.F. (1974):  
The Low Cycle Fatigue of Three Wrought Nickel-Base Alloys.  
Metall. Trans., 5 ,891-897.
- Miao, J.; Pollock, T.M. & Jones, J.W. (2009):  
*Crystallographic Fatigue Crack Initiation in Nickel-Based Superalloy René 88DT at Elevated Temperature*, Acta Mater., 57, 5964-5974.
- Morel, F. & Flaceliere, L. (2005):  
*Data Scatter in Multiaxial Fatigue: From the Infinite to the Finite Fatigue Life Regime*, Int. J. Fatigue 27, 1089–1101.
- Morgan, J.M. & Milligan, W.W. (1997):  
*A 1 kHz Servohydraulic Fatigue Testing System*, in: High Cycle Fatigue of Structural Materials, herausgegeben von: Soboyejo, W.O. & Srivatsan, T.S., TMS, Warrendale PA, 305-312.
- Morrison, D.J. & Moosbrugger, J.C. (1997):  
*Effects of Grain Size on Cyclic Plasticity and Fatigue Crack Initiation in Nickel*,  
Int. J. Fatigue 19, 51-59.
- Morrow, J. (1964):  
*Cyclic Plastic Strain Energy and Fatigue of Metals*, in: Internal Friction, Damping, and Cyclic Plasticity, ASTM STP 378, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, Philadelphia, Pa., 45-87.
- Mughrabi, H. (1985):  
*Dislocations in Fatigue*, in: Dislocations and Properties of Real Materials: Proceedings of the Conference to Celebrate the Fiftieth Anniversary of the Concept of Dislocation in Crystals (1984), herausgegeben von: Loretto, M.H., The Institute of Metals, London, 244-262.
- Mughrabi, H. (1999):  
*On the Life-Controlling Microstructural Fatigue Mechanisms in Ductile Metals and Alloys in the Gigacycle Regime*, Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 22, 633-641.

Mughrabi, H. (2002):

*On 'Multi-Stage' Fatigue Life Diagrams and the Relevant Life-Controlling Mechanisms in Ultrahigh-Cycle Fatigue*, Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 25, 755-764.

Mughrabi, H. (2004):

*Specific Features and Mechanisms of Fatigue in the Ultrahigh Cycle Regime*, in: Proceedings of the Third International Conference on Fatigue in the Very High Cycle Regime (VHCF-3), herausgegeben von: Sakai, T. & Ochi, Y., The Society of Materials Science, Kusatsu, Japan, 14-23.

Mughrabi, H. (2007):

*Fatigue Damage Evolution in Ductile Single-Phase Face-Centred Cubic Metals in the UHCF-Regime*, in: Proceedings of the Fourth International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF-4), herausgegeben von: Allison, J.E.; Jones, J.W.; Larsen, J.M. & Ritchie, R.O., TMS, Ann Arbor, USA, 75-82.

Mughrabi, H. (2009):

*Cyclic Slip Irreversibilities and the Evolution of Fatigue Damage*, Metall. Mater. Trans., 40A, 1257-1279.

Murakami, Y.; Nomoto, T. & Ueda, T. (1999):

*Factors Influencing the Mechanism of Superlong Fatigue Failure in Steels*, Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 22, 581-590.

Murakami, Y.; Nomoto, T. & Ueda, T. (2000a):

*On the Mechanism of Fatigue Failure in the Superlong Life Regime ( $N > 10^7$  Cycles). Part I: Influence of Hydrogen Trapped by Inclusions*, Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 23, 893-902.

Murakami, Y.; Nomoto, T. & Ueda, T. (2000b):

*On the Mechanism of Fatigue Failure in the Superlong Life Regime ( $N > 10^7$  Cycles). Part II: A Fractographic Investigation*, Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 23, 903-910.

Murawa, F. (2004):

*Leichte Schienenfahrzeugräder - Auswirkungen unterschiedlicher Einflussparameter*, in: Leichtbau und Betriebsfestigkeit, Tagung des DVM-Arbeitskreises Betriebsfestigkeit, 31, München, ISSN 1862-4685, 271-282.

Müller-Bollenhagen, C; Zimmermann, M. & Christ, H.J. (2010a):

*Adjusting the Very High Cycle Fatigue Properties of a Metastable Austenitic Stainless Steel by Means of the Martensite Content*, Proc. Eng., 2, 1663-1672.

Müller-Bollenhagen, C; Zimmermann, M. & Christ, H.J. (2010b):

*Very High Cycle Fatigue Behaviour of Austenitic Stainless Steel and the Effect of Strain-Induced Martensite*, Int. J. Fatigue, 32, 936-942.

- Nishijima, S. & Kanazawa, K. (1999):  
*Stepwise S-N Curve and Fish-Eye Failure in Gigacycle Fatigue*, Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 22, 601-607.
- Notkina, E.; Lütjering, G. & Gysler, A. (2001):  
*Surface Versus Subsurface Crack Nucleation in the HCF Regime of Titanium Alloys*, in: Proceedings of the International Conference on Fatigue in the Very High Cycle Regime (VHCF-2), herausgegeben von: Stanzl-Tschegg, S. & Mayer, H., Institute of Meteorology and Physics, Vienna, Austria, 149-156.
- Obtlik, K.; Juliš, M.; Man, J.; Podrábský, T. & Polák, J. (2010):  
*Extrusion and Intrusion Evolution in Cyclically Strained Cast Superalloy Inconel 738LC Using Confocal Laser Microscope and AFM*, in: Proceedings of the 15th International Conference on the Strength of Materials (ICSMA-15), Journal of Physics: Conference Series 240 (2010) 012054, doi:10.1088/1742-6596/240/1/012054.
- Olmsted, D.L.; Hardikar, K.Y. & Phillips, R. (2001)  
*Lattice Resistance and Peierls Stress in Finite-Size Atomistic Dislocation Simulations*, Model. Simul. Mater. Sci. Eng., 9, 215-247.
- Ostermann, F. (2007):  
*Anwendungstechnologie Aluminium*, Springer-Verlag.
- Österle, W.; Xi Li, P. & Niewelt, W. (1994):  
Microstructural Changes Induced by Grinding of Ni-Base Superalloy IN738LC and their Relationship to Machining Parameters, Z. Metallkde., 85, 20-27.
- Paris, P.C.; Marines-Garcia, I.; Hertzberg, R.W. & Donald, J.K. (2004):  
*The Relationship of Effective Stress Intensity, Elastic Modulus and Burgers-Vector on Fatigue Crack Growth as Associated with "Fish-Eye" Gigacycle Fatigue Phenomena*, in: Proceedings of the Third International Conference on Fatigue in the Very High Cycle Regime (VHCF-3), herausgegeben von: Sakai, T. & Ochi, Y., The Society of Materials Science, Kusatsu, Japan, 1-13.
- Patel, S.J. (2006):  
*A Century of Discoveries, Inventors, and New Nickel Alloys*, in: JOM: The member journal of TMS: Volume 58, Number 9, herausgegeben von: Hunt, W.H., Jr., TMS, Warrendale, 18-20.
- Peng, Z.; Glatzel, U.; Link, T. & Feller-Kniepmeier, M. (1996):  
*Change of Phase Morphologies during Creep of CMSX-4 at 1253K*, Scripta Mat., 34, 221-226.
- Pillhöfer, H. (1982):  
*Duplexhärtung in der Nickelbasislegierung Nimonic 90*, Diplomarbeit, Universität Erlangen-Nürnberg.
- Pineau, A. & Antolovich, S.D. (2009):

*High Temperature Fatigue of Nickel-Base Superalloys – A Review with Special Emphasis on Deformation Modes and Oxidation*, Eng. Fail. Anal., 16, 2668-2697.

Preis, K.H.M. (2006)

*Thermophysikalische Daten von Nimonic 80A in der festen und flüssigen Phase*, Diplomarbeit, Institut für Experimentalphysik, TU Graz.

Przybyla, C.; Prasannavenkatesan, R.; Salajegheh, N. & McDowell, D.L. (2010):

*Microstructure-Sensitive Modeling of High Cycle Fatigue*, Int. J. Fatigue, 32, 512-525.

Radaj, D. (2007):

*Ermüdungsfestigkeit*, Springer-Verlag, Berlin.

Reed, R.C. (2006):

*The Superalloys Fundamentals and Applications*, Cambridge University Press.

Rémy, L.; Pineau, A. & Thomas, B. (1978):

*Temperature Dependence of Stacking Fault Energy in Closed-Packed Metals and Alloys*, Mater. Sci. Eng., 36, 47-63.

Reppich, B. (1982):

*Some New Aspects Concerning Particle Hardening Mechanisms in  $\gamma'$  Precipitating Ni-Base Alloys - I. Theoretical Concept*, Acta Metall., 30, 87-94.

Reppich, B.; Schepp, P. & Wehner, G. (1982):

*Some New Aspects Concerning Particle Hardening Mechanisms in  $\gamma'$  Precipitating Ni-Base Alloys - II. Experiments*, Acta Metall., 30, 1982, 95-104.

Reppich, B. & Schumann, G. (1988):

*Electron Microscopy of  $\gamma'$  Particles in Nickel-Based Superalloys*, Mater. Sci. Eng. A, 101, 171-182.

Reppich, B. (1989a):

*Metallographie und Elektronenmikroskopie – Unentbehrliche Werkzeuge zur Aufklärung der Härtungsvorgänge in Ni-Basis-Superlegierungen*, in: Sonderbände der Praktischen Metallographie, 20, 547-562.

Reppich, B. (1989b):

*Grundvorgänge des Kriech- und Zeitstandsverhaltens am Beispiel teilchengehärteter Superlegierungen*, in: Festigkeit und Verformung bei hoher Temperatur, herausgegeben von: Schneider, K., DGM e.V., Mannheim, 139-163.

Reppich, B. (1993):

*Particle Strengthening*, in: Materials Science and Technology, Vol. 6, Plastic Deformation and Fracture of Materials, herausgegeben von: Mughrabi, H., VCH-Verlag, Weinheim.

Rösler, J.; Harders, H. & Bäker, M. (2008):

*Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*, Teubner-Verlag, Stuttgart.

- Sakai, T. (2009):  
*Review and Prospects for Current Studies on Very High Cycle Fatigue of Metallic Materials for Machine Structural Use*, J. Solid Mech. and Mat. Eng., 3, 425-439.
- Sakai, T.; Li, W.; Lian, B. & Oguma, N. (2011):  
*Review and New Analysis on Fatigue Crack Initiation Mechanisms of Interior Inclusion-Induced Fracture of High Strength Steels in Very High Cycle Regime*, in: Proceedings of the Fifth International Conference on Very High Cycle Fatigue, (VHCF-5), herausgegeben von: Berger, C. & Christ, H.J., DVM, Berlin, 19-26.
- Scheriau, S. (2005):  
*Korngrößeneinfluss auf die Orientierungsänderung bei der plastischen Verformung*, Diplomarbeit, Institut für Metallphysik, Universität Leoben, Österreich.
- Schepp, P. (1977):  
*Teilchenhärtung in Nimonic 105*, Diplomarbeit, Universität Erlangen-Nürnberg.
- Schöler, K. & Christ, H.J. (1998):  
*Effect of Predeformation on the High-Temperature Low Cycle Fatigue Behaviour of Polycrystalline Ni-Base Superalloys*, in: Proceedings of Low Cycle Fatigue and Elasto-Plastic Behaviour of Materials (LCF-4), herausgegeben von: Rie, K.T. & Portella, P.D., Elsevier, Amsterdam, 345-350.
- Schöler, K. (1999):  
*Einfluss der Mikrostruktur auf das Wechselverformungsverhalten teilchengehärteter Legierungen bei hohen Temperaturen nach einer Vorverformung*, Dissertation, Universität Siegen, VDI Verlag, Düsseldorf.
- Schröder, J.H. & Arzt, E. (1988):  
*Elektronenmikroskopische Untersuchungen an dispersionsgehärteten Superlegierungen*, in: Metallographie - Präparationstechnik und Gefügeinterpretation metallischer und nichtmetallischer Werkstoffe (Sonderbände der Praktischen Metallographie), 19, 489-498.
- Schumann, G. (1987):  
*Zusammenhang zwischen Teilchengefüge, Kriech- und Zeitstandverhalten von Nickelbasis-Superlegierungen*, Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg.
- Seliga, T. (2005):  
*Untersuchungen der Strukturstabilität von Ni-(Fe)-Basislegierungen für Rotorwellen in Dampfturbinen mit Arbeitstemperaturen über 700°C*, Dissertation, RWTH Aachen.
- Shiozawa, K.; Morii, Y. & Nishino, S. (2006):  
*Subsurface Crack Initiation and Propagation Mechanism under the Super-Long Fatigue Regime for High Speed Tool Steel (JIS SKH51) by Fracture Surface Topographic Analysis*, JSME International Journal A, 19, 1-10.

Shoemaker, L.E. & Smith, G.D. (2006):

*A Century of Monel Metal: 1906-2006*, in: JOM: The Member Journal of TMS: Volume 58, Number 9, herausgegeben von: Hunt, W.H., Jr., TMS, Warrendale, 22-26.

Shyam, A.; Torbet, C.J.; Jha, S.K.; Larsen, J.M.; Caton, M.J.; Szczepanski, C.J.; Pollock, T.M. & Jones, J.W. (2004):

*Development of Ultrasonic Fatigue For Rapid, High Temperature Fatigue Studies in Turbine Engine Materials*, in: Superalloys 2004, herausgegeben von: Green, K.A.; Pollock, T.M.; Harada, H.; Howson, T.E.; Reed, R.C.; Schirra, J.J. & Walston, S., Warrendale, PA, TMS, 259-268.

Smith, K.N.; Watson, P. & Topper, T.H. (1970):

*A Stress-Strain Function for the Fatigue of Metals*, Journal of Materials, JMLSA, 5, 767-778.

Sonsino, C.M. (2005):

„Dauerfestigkeit“ – Eine Fiktion, Konstruktion, 4, 87-92.

Srolowitz, D.J.; Luton, M.J.; Petkovic-Luton, R.; Barnett, D.M. & Nix, W.D. (1984):

*Diffusionally Modified Dislocation-Particle Elastic Interactions*, Acta Metall., 32, 1079-1088.

Stanzl-Tschegg, S.E. (1999):

*Fracture Mechanisms and Fracture Mechanics at Ultrasonic Frequencies*, Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 22, 567-579.

Stanzl-Tschegg, S.E. (2006):

*Fatigue Crack Growth and Thresholds at Ultrasonic Frequencies*, Int. J. Fatigue, 28, 1456-1464.

Stanzl-Tschegg, S.E. & Schönbauer, B. (2010):

*Mechanisms of Strain Localization, Crack Initiation and Fracture of Polycrystalline Copper in the VHCF-Regime*, Int. J. Fatigue, 32, 886-893.

Stoltz, R.E. & Pineau, A.G. (1978):

*Dislocation-Precipitate Interaction and Cyclic Stress-Strain Behavior of a  $\gamma$  Strengthened Superalloy*, Mater. Sci. Eng., 34, 275-284.

Stöcker, C.; Zimmermann, M.; Christ, H.J.; Zhan, Z.L.; Cornet, C.; Zhao, L.G.; Hardy, M.C. & Tong, J. (2009):

*Microstructural Characterisation and Constitutive Behaviour of Alloy RR1000 Under Fatigue and Creep-Fatigue Loading Conditions*, Mater. Sci. Eng. A, 518, 27-34.

Stöcker, C.; Zimmermann, M. & Christ, H.J. (2011a):

*Localized Cyclic Deformation and Corresponding Dislocation Arrangements of Polycrystalline Ni-Base Superalloys and Pure Nickel in the VHCF Regime*, Int. J. Fatigue, 33, 2-9.

- Stöcker, C.; Zimmermann, M. & Christ, H.J. (2011b):  
*Untersuchungen zur Wechselwirkung von Versetzungen und Ausscheidungen in einer Nickelbasis-Superlegierung im VHCF-Bereich*,  
Mat. u. Werkstofftechn., 42, 200-211.
- Stöcker, C.; Zimmermann, M. & Christ, H.J. (2011c):  
*Effect of Precipitation Condition, Prestrain and Temperature on the Fatigue Behaviour of Wrought Nickel-Based Superalloys in the VHCF Range*,  
Acta Mater., 59, 5288-5304.
- Sundararaman, M.; Chen, W.; Wahi, R.P.; Wiedenmann, A.; Wagner, W. & Petry, W. (1992):  
*REM and SANS Investigation of Age Hardened Nimonic PE16 after Cyclic Loading at Room Temperature*, Acta Metall. Mater., 40, 1023-1028.
- Sundararaman, M.; Chen, W. & Wahi, R.P. (1994):  
*Effect of Prior Deformation on the Elevated Temperature Fatigue Behaviour in Nimonic PE16 Alloy*, Scripta Metall. Mater., 30, 1207-1211.
- Suresh, S.; Zamiski, G.F. & Ritchie, R.O. (1981):  
*Oxide-Induced Crack Closure: An Explanation for Near-Threshold Corrosion Fatigue Crack Growth Behavior*, Metall. Trans. A., 12A, 1435-1443.
- Tanaka, K. & Mura, T. (1982):  
*A Theory of Fatigue Crack Initiation at Inclusions*, Metall. Trans. A, 13A, 117-123.
- Tian, B.; Lind, C.; Schafner, E. & Paris, O. (2004):  
*Evolution of Microstructures During Dynamic Recrystallization and Dynamic Recovery in Hot Deformed Nimonic 80A*, Mater. Sci. Eng. A, 367, 198-204.
- Vogel, W.; Wilhelm, M. & Gerold, V. (1982a):  
*Persistent Slip Bands in Fatigued Peak Aged Al-Zn-Mg Single Crystals.*  
*1. Development of Dislocation Microstructure and Change of Precipitation Distribution*, Acta Metall., 30, 1982, 21-30.
- Vogel, W.; Wilhelm, M. & Gerold, V. (1982b):  
*Persistent Slip Bands in Fatigued Peak Aged Al-Zn-Mg Single Crystals.*  
*2. Persistent Slip Bands in Front of Stage I Fatigue Cracks*,  
Acta Metall., 30, 1982, 31-35.
- Voice, W.E. & Faulkner, R.G. (1985):  
*Carbide Stability in Nimonic 80A Alloy*, Metall. Trans. A., 16A, 511-520.
- Wagenhofer, M; Erickson-Natishn, M.A.; Amstrong, R.W. & Zerilli, F.J. (1999):  
*Influences of Strain Rate and Grain Size on Yield and Serrated Flow in Commercial Al-Mg Alloy 5086*, Scripta Mater., 41, 1177-1184.
- Wang, Q.Y.; Bathias, C.; Kawagoishi, N. & Chen, Q. (2002):

*Effect of Inclusion on Subsurface Crack Initiation and Gigacycle Fatigue Strength*,  
Int. J. Fatigue, 24, 1269-1274.

Weidner, A.; Man, J.; Tirschler, W.; Klapetek, P.; Blochwitz, C.; Polák, J. & Skrotzki, W. (2008):

*Half-Cycle Slip Activity of Persistent Slip Bands at Different Stages of Fatigue Life of Polycrystalline Nickel*, Mater. Sci. Eng. A, 492, 118-127.

Weidner, A. & Skrotzki, W. (2009):

*Persistent Slip Bands*, MP Material Testing, 51, 526-531.

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

*Fatigue Damage in Copper Polycrystals Subjected to Ultrahigh-Cycle Fatigue Below the PSB Threshold*, Int. J. Fatigue, 32, 872-878.

Wells, C.H. (1979):

*High-Temperature Fatigue*, in: Fatigue and Microstructure: Proceedings of the ASM Materials Science Seminar (1978), herausgegeben von: Meshi, M., American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 307-334.

White, C.H. (1974):

*Metallography and Structure*, in: The Nimonic Alloys and Other Nickel-Base High-Temperature Alloys, herausgegeben von: Betteridge, W. & Heslop, J., Edward Arnold, London.

Wöhler, A. (1860):

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

Wright, P.K.; Jain, M. & Cameron, D. (2004):

*High Cycle Fatigue in a Single Crystal Superalloy: Time Dependence at Elevated Temperature*, in: Superalloys 2004, herausgegeben von: Green, K.A.; Pollock, T.M.; Harada, H.; Howson, T.E.; Reed, R.C.; Schirra, J.J. & Walston, S., Warrendale, PA, TMS, 657-666.

Yi, J.Z.; Torbet, C.J.; Feng, Q.; Pollock, T.M. & Jones, J.W. (2007):

*Ultrasonic Fatigue of a Single Crystal Ni-Base Superalloy At 1000°C*, Mater. Sci. Eng. A, A443, 142-149.

Zerbst, U. & Mädler, K. (2004):

*Bruchmechanische Bewertungskonzepte für Bahnkomponenten*, Materialprüfung, 7-8, 354-362.

Zhu, X.; Shyam, A.; Jones, J.W.; Mayer, H.; Lasecki, J.V. & Allison, J.E. (2004):

*Elevated Temperature Fatigue Behavior of a 319 Cast Aluminium Alloy in the Gigacycle Regime*, in: Proceedings of the Third International Conference on Fatigue in the Very High Cycle Regime (VHCF-3), herausgegeben von: Sakai, T. & Ochi, Y., The Society of Materials Science, Kusatsu, Japan, 553-560.

Zhu, X.; Yi, J.Z.; Jones, J.W. & Allison, J.E. (2007):

*A Probabilistic Model of Fatigue Strength Controlled by Porosity Population in Cast Aluminium*, in: Proceedings of the Fourth International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF-4), herausgegeben von: Allison, J.E.; Jones, J.W.; Larsen, J.M. & Ritchie, R.O., TMS, Ann Arbor, USA, 377-384.

Zimmermann, M. & Christ, H.J. (2007):

*Experimentelle Herausforderungen bei der Versuchsführung zur Charakterisierung des Ermüdungsverhaltens im Übergang von HCF zu VHCF*, in: Tagungsband Werkstoffprüfung 2007, Konstruktion, Qualitätssicherung und Schadensanalyse, herausgegeben von: Pohl, M., Verlag Stahleisen GmbH, Düsseldorf, 385-391.

Zimmermann, M.; Stöcker, C. & Christ, H.J. (2010):

*Microstructure and Fatigue Behaviour in the Very High Cycle Fatigue Regime*, in: Proceedings of the MS&T 2010 Conference: Fatigue of Materials – Advances and Emergences in Understanding, herausgegeben von: Srivatsan, T.S. & Ashraf Imam, M.; Wiley, Hoboken, Houston, USA, 299-315.

Zimmermann, M.; Stöcker, C. & Christ, H.J. (2011):

*On the Effects of Particle Strengthening and Temperature on the VHCF Behavior at High Frequency*, Int. J. Fatigue, 33, 42-48.

Zimmermann, M. (2012):

*Diversity of Damage Evolution During Cyclic Loading at Very High Numbers of Cycles – An Overview*, Int. Mater. Rev., 57, 73-91.



