

Untersuchungen zum Ausbreitungsverhalten mikrostrukturell kurzer Ermüdungsrisse in metastabilem austenitischen Edelstahl

INGMAR ROTH



SIEGENER WERKSTOFFKUNDLICHE BERICHTE | BAND 5/2012
HERAUSGEBER: PROF. DR.-ING. HABIL. H.-J. CHRIST



INGMAR ROTH

Untersuchungen zum Ausbreitungsverhalten mikrostrukturell kurzer Ermüdungsrisse in metastabilem austenitischen Edelstahl

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

Zugl.: Siegen, Univ., Diss., 2012

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

© Copyright Ingmar Roth 2012
© Copyright Lehrstuhl fuer Materialkunde und Werkstoffpruefung,
Universitaet Siegen 2012
Alle Rechte vorbehalten, auch das des auszugsweisen Nachdruckes,
der auszugsweisen oder vollstaendigen Wiedergabe, der Speicherung
in Datenverarbeitungsanlagen und das der Uebersetzung.

URN:nbn:de:hbz:467-6120
ISSN 2193-5114

**Untersuchungen zum Ausbreitungsverhalten
mikrostrukturell kurzer Ermüdungsrisse in metastabilem
austenitischen Edelstahl**

Dissertation
zur Erlangung des akademischen Grades
DOKTOR – INGENIEUR

vorgelegt von
Dipl.-Ing. Ingmar Roth
aus Siegen

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

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

Tag der mündlichen Prüfung: 12.10.2011

Vorwort

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

Mein herzlicher Dank gilt Herrn Professor Dr.-Ing. habil. Hans-Jürgen Christ, der mir die Möglichkeit gab diese Arbeit zu verfassen und stets optimalen Arbeitsbedingungen zur Verfügung stellte. Weiter möchte ich Herrn Professor Dr.-Ing. habil. Ulrich Krupp danken, der die primäre Leitung des Forschungsprojekts inne hatte. Seine stetige Unterstützung hat maßgeblich zum Gelingen der hier vorliegenden Arbeit beigetragen.

Den technischen und (ehemaligen) wissenschaftlichen Mitarbeitern des Instituts für Werkstofftechnik danke ich für ihre stetige Unterstützung. Insbesondere möchte ich meinen Kollegen Dipl.-Ing. Martin Kübbeler, Dipl.-Ing. Christian Stöcker, Dipl.-Ing. Helge Knobbe Dr.-Ing. Thomas Heckel und Dr.-Ing. Carsten Müller-Bollenhagen für die zahlreichen Diskussionen und angenehme Arbeitsatmosphäre danken. Herrn Dipl.-Ing. Wolfgang Kramer und den Mitarbeitern der Fachbereichswerkstatt danke ich für die technische Unterstützung bei der Entwicklung und Fertigung des Systems zur in-situ Materialermüdung. Dank gebührt auch den (ehemaligen) studentischen Mitarbeitern Zafer Estelik, Dipl.-Ing. Alexander Fries und B.Sc. Martin Frosch für ihre umfangreiche Unterstützung.

Ganz besonders möchte ich mich bei meiner Familie bedanken. Die stetige Unterstützung meiner Eltern Margot und Werner ermöglichten mir das Studium, welches den Grundstein der hier vorliegenden Arbeit bildete. Meiner lieben Frau Sarah danke ich für das Korrekturlesen und dass sie mir, insbesondere während der Fertigstellung dieser Arbeit, trotz zahlreicher Entbehrungen, immer zur Seite gestand hat. Ihr möchte ich diese Arbeit widmen.

Siegen, 2011

Ingmar Roth

Inhaltsverzeichnis

Symbol- und Abkürzungsverzeichnis.....	VI
Kurzfassung.....	IX
1 Einleitung und Zielsetzung	1
2 Grundlagen.....	4
2.1 Werkstoffwissenschaftliche Grundlagen	4
2.1.1 Rostfreie Chrom-Nickel Edelstähle.....	4
2.1.2 Elastisches Verformungsverhalten austenitischer Edelstähle	5
2.1.3 Plastisches Verformungsverhalten austenitischer Edelstähle.....	6
2.1.4 Thermodynamische Betrachtung der Phasenstabilität austenitischer Edelstähle	11
2.1.5 Mikrostrukturelle Charakterisierung der verformungsinduzierten Martensitbildung.....	15
2.2 Grundlagen zum zyklischen Verformungsverhalten.....	21
2.2.1 Zyklisches Verformungsverhalten und Martensitbildung	21
2.2.2 Initiierung von Ermüdungsrissen.....	23
2.2.3 Frühe Stadien des Risswachstums.....	24
2.2.4 Bruchmechanische Methoden zur Lebensdauerberechnung	32
2.3 Simulation des Ausbreitungsverhaltens kurzer Risse	34
2.3.1 Eindimensionales Fließstreifenmodell	34
2.3.2 Zweidimensionales Randelementmodell zur Simulation kurzer Risse	35
2.3.3 Hybrides Randelementmodell zur Simulation kurzer Risse.....	38
3 Experimentelle Methoden.....	41
3.1 Versuchsaapparaturen, Probengeometrien und Probenvorbereitung.....	41
3.1.1 Zugversuch	41
3.1.2 Zyklisches Verformungsverhalten.....	41
3.1.3 Dauerfestigkeit.....	42
3.1.4 Ausbreitungsverhalten kurzer Risse	42
3.1.5 Langrissmessungen.....	44

3.2	Messung des Volumengehaltes an verformungsinduzierten α' -Martensit.....	45
3.3	Untersuchung der Mikrostruktur.....	45
3.3.1	Rasterelektronenmikroskopie.....	45
3.3.2	Transmissionselektronenmikroskopie.....	49
3.3.3	3D-Untersuchungen mittels Dual-Beam-Mikroskopie.....	49
4	Prüftechnik zur HCF in-situ-Verformung im Rasterelektronenmikroskop.....	50
4.1	Vorteile und Nutzen der in-situ-Materialermüdung im REM.....	50
4.2	Technischer Entwicklungsstand.....	51
4.2.1	Kommerzielle Prüfsysteme.....	51
4.2.2	Prototyp einer Piezo-Miniaturprüfmaschine.....	51
4.3	Entwicklung und Inbetriebnahme eines in-situ-Miniaturprüfsystems....	54
4.3.1	Konzeptauswahl.....	54
4.3.2	Funktionsweise.....	54
4.3.3	Antrieb.....	56
4.3.4	Optimierung der Steifigkeit.....	57
4.3.5	Kraftmessung.....	58
4.3.6	Probengeometrie.....	58
4.3.7	Implementierung der Prüfmaschine in ein Rasterelektronenmikroskop.....	59
4.3.8	Prüfaufbau und Regelung der in-situ-Miniaturprüfmaschine.....	60
5	Werkstoffcharakterisierung.....	62
6	Ergebnisse und Diskussion.....	66
6.1	Bewertung der in-situ Prüftechnik.....	66
6.1.1	Miniaturprüfsystem zur in-situ Materialermüdung im REM.....	66
6.1.2	Ermüdungsversuche im Rasterelektronenmikroskop.....	68
6.2	Charakterisierung des mechanischen Werkstoffverhaltens.....	69
6.2.1	Monotone Verformung.....	69
6.2.2	Zyklische Verformung.....	71
6.2.3	Martensitbildung während der zyklischen Verformung.....	75
6.3	Rissinitiierung.....	85

6.4	Wachstumsmechanismen von mikrostrukturell kurzen Rissen	87
6.4.1	Ausbreitungsverhalten kurzer Risse in Luft	87
6.4.2	Ausbreitungsverhalten kurzer Risse im Vakuum	101
7	Zusammenfassende Diskussion	107
7.1	In-situ Prüftechnik zur HCF-Materialermüdung.....	107
7.2	Charakterisierung des mechanischen Werkstoffverhaltens	107
7.3	Rissinitiierung	108
7.4	Risswachstum.....	109
7.5	Simulation des Ausbreitungsverhaltens kurzer Risse	114
8	Zusammenfassung und Ausblick.....	118
A	Anhang	122
A1	Linear-elastische Herleitung des zweidimensionalen Rissspitzen- spannungsfeldes und Schubspannungen auf Gleitebenen nach Gross (1996).....	122
	Literatur.....	125

Symbol- und Abkürzungsverzeichnis

Abkürzungen

AISI	American Iron and Steel Institute
BSE	Backscattered Electrons
Cr _e	Chrom Equivalent
EBSD	Electron Backscatter Diffraction
FIB	Focused Ion Beam
GL	Gleitsystem
HCF	High Cycle Fatigue
hdp	Hexagonal dichteste Packung
kfz	Kubisch flächenzentriert
krz	Kubisch raumzentriert
LCF	Low Cycle Fatigue
Ni _e	Nickel Equivalent
OIM	Orientation Imaging Microscopy
REM	Rasterelektronenmikroskop
RT	Raumtemperatur
SE	Secondary Electrons
SF	Stapelfehler
SIF	Spannungsintensitätsfaktor
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
trz	Tetragonal raumzentriert
VHCF	Very High Cycle Fatigue
ZA	Zonenachse
ZW	Zwilling

Griechische Symbole

α -Fe	[-]	Ferrit (krz Phase des Eisens)
α' -Martensit	[-]	Alpha'-Martensit (martensitische krz Phase des Eisens)
γ -Fe	[-]	Austenit (kfz Phase des Eisens)
γ_{SF}	[Nm/m ²]	Stapelfehlerenergie
δ -Fe	[-]	Delta-Ferrit (krz Phase des Eisens)

δ_t	[m]	Risspitzenöffnung
ΔCTSD	[m]	Crack Tip Slide Displacement (Schwingbreite)
$\Delta F_{\text{max}/2}$	[N]	maximale Kraftamplitude
ΔF	[N]	Kraft (Schwingbreite)
ΔG	[Nm]	Differenz der freien Energie
ΔG_{therm}	[Nm]	Thermische Energiedifferenz
ΔG_{mech}	[Nm]	Differenz der Verformungsenergie
ΔK_{eff}	[N/m ^{3/2}]	effektiver Spannungsintensitätsfaktor (Schwingbreite)
ΔK	[N/m ^{3/2}]	Spannungsintensitätsfaktor (Schwingbreite)
ΔK_{th}	[N/m ^{3/2}]	Schwellenwert des Spannungsintensitätsfaktors (Schwingbreite)
$\Delta \varepsilon_{\text{pl} \rightarrow \alpha' / 2}$	[-]	Plastische Dehnungsamplitude, die zur Bildung von α' Martensit führt
$\Delta \varepsilon_{\text{pl, kum}}$	[-]	kumulierte plastische Dehnung (Schwingbreite)
$\Delta \varepsilon_{\text{pl}} / 2$	[-]	plastische Dehnungsamplitude
$\Delta \sigma / 2$	[N/m ²]	Spannungsamplitude
$\Delta \sigma_{\text{max}} / 2$	[N/m ²]	maximale Spannungsamplitude
ε -Martensit	[-]	Epsilon-Martensit (martensitische hdp Phase des Eisens)
ε_{tot}	[-]	Totaldehnung
θ	[°]	Einfallswinkel von gestreuten Elektronen
λ	[-]	Verzerrung in eine Raumrichtung
λ	[m]	Wellenlänge
σ	[N/m ²]	Normalspannung
τ	[N/m ²]	Schubspannung
φ	[°]	Winkel zwischen Spannungsachse und Gleitebenennormalen
ω	[°]	Winkel zwischen Spannungsachse und Gleitrichtung

Lateinische Symbole

a	[m]	Gitterkonstante
a	[m]	Risslänge
A	[-]	Bruchdehnung
A	[m ²]	Probenquerschnittsfläche
$A_{304L\gamma}$	[-]	Anisotropiefaktor des γ -Fe
$A_{304L\alpha}$	[-]	Anisotropiefaktor des α -Fe

b	[m]	Burgersvektor
c	[-]	Saxena-Konstante
c ₁₁	[-]	elastische Konstante
c ₁₂	[-]	elastische Konstante
c ₄₄	[-]	elastische Konstante
C	[-]	Werkstoffspezifische Konstante
d	[m]	Probendurchmesser im Kerbgrund
D	[m]	Durchmesser der ungekerbten Probe
E	[N/m ²]	Elastizitätsmodul
E	[Nm]	Energie
E ₀	[eV]	Energie der Strahlelektronen
G	[N/m ²]	Schubmodul
I	[A]	elektrische Stromstärke
K _I	[N/m ^{3/2}]	Spannungsintensitätsfaktor bei Mode I-Beanspruchung
K _{Ic}	[N/m ^{3/2}]	kritischer Spannungsintensitätsfaktor bei Mode I-Beanspruchung
K _{SN_IS}	[-]	Kerbfaktor
K _{SN_Zyl}	[-]	Kerbfaktor
m	[-]	Werkstoffspezifische Konstante
M _{d30}	[K]	Temperatur bei der infolge einer 30 %-igen Verformung 50 % α'-Martensit gebildet wird
M _S ^σ	[K]	Martensitstarttemperatur unter elastischer Beanspruchung
M _s	[K]	Martensitstarttemperatur
S	[-]	Schmidfaktor
N	[-]	Lastspielzahl
p	[N/m ²]	Druck
R	[-]	Spannungsverhältnis
R _m	[N/m ²]	Zugfestigkeit
R _{p0,1}	[N/m ²]	0,1 %-Dehngrenze
R _{p0,2}	[N/m ²]	0,2 %-Dehngrenze
T ₀	[K]	Gleichgewichtstemperatur, bei der keine Phasenumwandlung stattfindet
U	[V]	elektrische Spannung
Y	[-]	Geometrie-Formfaktor

Kurzfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde das Ausbreitungsverhalten von kurzen Ermüdungsrissen in einem metastabilen austenitischen Edelstahl (X2CrNi18-9) bei der Ermüdung im Bereich der Dauerfestigkeit untersucht. Neben Versuchen an servohydraulischen Prüfmaschinen erfolgten Experimente zum Ausbreitungsverhalten kurzer Ermüdungsrisse an einem eigens entwickelten Miniaturprüfsystem in-situ im Rasterelektronenmikroskop. Weil das Rissausbreitungsverhalten an Luft für die Praxis relevant ist, wurde der Fokus der Untersuchungen auf die Ermüdung an Luft gelegt. Es zeigt sich, dass Ermüdungsrisse bei Belastungen im HCF-Bereich mit einer Wahrscheinlichkeit von 70 % an Zwillingsgrenzen initiieren. Die hohe elastische Anisotropie des Werkstoffes bewirkt eine abweichende räumliche Steifigkeit von benachbarten Zwillingskörnern. Unter Belastung entsteht eine elastische Fehlpassung der Zwillinge, die Kompatibilitätsspannungen im Bereich der Oberfläche an der Zwillingsgrenze verursacht. Da eine Zwillingsgrenze im kfz Gitter auch ein Gleitsystem vom Typ $\{111\}_\gamma$ darstellt, führt die hier vorzufindende hohe plastische Aktivität zum Aufreißen dieser Grenzen. Die frühe Rissausbreitung findet durch eine Überlagerung von α' -Martensitbildung und Risswachstum statt. Das Spannungsfeld vor der Risspitze bewirkt Schubspannungen auf zwei verschieden orientierte Gleitebenen. Diese werden infolgedessen geschert und bilden Scherprodukte, wie Stapelfehler und später ϵ -Martensit. In Bereichen, in denen sich die Scherprodukte überschneiden, beginnt die Phasentransformation. Es kommt schließlich zu einer vollständigen Umwandlung der plastischen Zone vor den Risspitzen in homogen orientierten α' -Martensit. Der Rissfortschritt erfolgt zunächst in einem schubspannungskontrollierten Stadium I-Risswachstum unter Einfachgleiten auf einem $\{110\}_\alpha$ -Gleitsystem des gebildeten krz α' -Martensit. Mit dem Erreichen einer kritischen Risslänge (zumeist mit dem Überschreiten der ersten Korngrenze) kann ein Wechsel des Ausbreitungsverhaltens hin zu einem normalspannungskontrollierten Risswachstum unter der Aktivierung und dem Risswachstum auf wechselnden Gleitebenen im α' -Martensit beobachtet werden. Die kristallographische Orientierung des gebildeten α' -Martensits zeigt sich zunehmend heterogen, was auf die Aktivierung von multiplen Gleitsystemen im γ -Austenit zurückzuführen ist. Der Vergleich mit in der Literatur zu findenden Rissausbreitungsgeschwindigkeiten kurzer Risse in stabilem austenitischen Edelstahl zeigt, dass im hier untersuchten metastabilen austenitischen Edelstahl die Phasentransformation in der plastischen Zone einen stark verzögernden Einfluss auf die Ausbreitungsgeschwindigkeit hat. Dies kann auf die mit der Phasentransformation einhergehende Volumenzunahme zurückgeführt werden, die ein Riss schließen verursacht und damit die Triebkraft für die Rissausbreitung verringert.

1 Einleitung und Zielsetzung

Die zyklische mechanische Beanspruchung von metallischen Konstruktionswerkstoffen ist verbunden mit der Materialermüdung. Dieser Begriff umfasst ein weites Feld von physikalischen Effekten. Beginnend mit der Bewegung von Versetzungen ab dem ersten Belastungszyklus, kommt es bei ausreichend hoher Beanspruchungsamplitude zur Rissbildung und dem nachfolgenden stabilen Risswachstum und endet im instabilen Risswachstum, was den Bruch und damit das Versagen eines Bauteils zur Folge hat.

Die konstruktive Auslegung von zyklisch beanspruchten Bauteilen metallischer Werkstoffe folgt im Allgemeinen zwei Philosophien. Zum einen ist dies das „total-life Konzept“, das besagt, dass eine Ermüdung der Probe oder des Bauteils durch Überdimensionierung ausgeschlossen werden muss. Zum anderen toleriert das Konzept des „damage-tolerant approach“ einen Riss, wenn sich dieser in einer stabilen Ausbreitungsphase befindet. Dies wird durch sinnvoll angesetzte Überprüfungen der Risslänge bzw. Rissgeschwindigkeit angewendet.

Das erstgenannte Konzept muss im Blickwinkel geringer werdender Ressourcen und steigender Energieeffizienz bei jeder neuen Anwendung kritisch hinterfragt werden. Eine garantiert dauerhafte Auslegung (wenn es diese überhaupt gibt) dynamisch belasteter Bauteile ist verbunden mit hohen Massenträgheiten und damit höheren Antriebsenergien. Das letztgenannte Konzept bietet hier ein größeres Potential. Es bedient sich der Bruchmechanik und dem daraus hervorgehenden ΔK -Konzept zur Beschreibung der stabilen Ermüdungsrissausbreitung. Es ermöglicht die Vorhersage einer noch verbleibenden Zyklenzahl bis zum Erreichen der kritischen Rissausbreitung. Die Anwendung des ΔK -Konzeptes ist allerdings auf lange Risse beschränkt, deren plastische Zone im Vergleich zur Risslänge klein ist. Diese Herangehensweise an die Ermüdung metallischer Komponenten wird erfolgreich in der Konstruktion und dem Betrieb von Flugzeugen angewendet und nimmt mittlerweile auch in anderen Bereichen Einzug, wie z.B. in der Eisenbahnindustrie.

Auf das Ausbreitungsverhalten mikrostrukturell kurzer Risse ist das ΔK -Konzept aufgrund des Einflusses der anisotropen Mikrostruktur auf die Ausbreitungsgeschwindigkeit jedoch nicht übertragbar. Insbesondere im Bereich hoher Bruchlastspielzahlen, d.h. bei geringen Belastungsamplituden, ist die Schädigungsentwicklung in einem großen Bereich der Lebensdauer geprägt durch das Wachstum von mikrostrukturell kurzen Rissen. Ein Verständnis und eine Beschreibung der mikrostrukturellen Mechanismen, die das Ausbreitungsverhalten

kurzer Risse bestimmen, bergen demnach ein großes Potential. Insbesondere die Simulation des Ausbreitungsverhaltens durch geeignete Modelle, welche eine Variation der mikrostrukturellen Parameter zulassen, ermöglicht Mikrostrukturen effizient zu nutzen. Dies wird durch die Implementierung eines mikrostrukturell basierten Lebensdauervorhersagemodells in die Schmiedesimulation von geschmiedeten Ti 6Al 4V-Komponenten bereits angewendet und in Zukunft eine immer stärkere Rolle im Design von hochdynamisch belasteten Komponenten einnehmen (Knobbe et al. 2010, Köster et. al. 2010).

Aufbauend auf an der Universität Siegen abgeschlossenen Forschungsprojekten zur experimentellen Untersuchung und Simulation kurzer Risse in β -Titanlegierungen (Floer 2002, Schick 2004) und Duplex-Edelstählen (Düber 2007, Künkler 2007) behandelt die hier vorliegende Arbeit den experimentellen Teil des interdisziplinären DFG-Forschungsprojektes „Rasterelektronenmikroskopische in-situ Beobachtung und mechanismenorientierte Modellierung der Ermüdungsrissinitiierung und -ausbreitung in rostfreien Edelstählen“.

Die kommerziell verfügbaren Angebote von Prüftechnik zur zyklischen in-situ Verformung im Rasterelektronenmikroskop (REM) sind für die Ermüdung im HCF-Bereich (engl. high cycle fatigue) nicht geeignet. Die Kombination einer Prüfvorrichtung für den HCF-Bereich mit den analytischen Methoden des REM ermöglicht eine hoch aufgelöste Erfassung von Schädigungsmechanismen in der Mikrostruktur. Aus diesem Grund war ein Ziel des hier beschriebenen Forschungsvorhabens die Entwicklung und Fertigung eines Prüfsystems zur in-situ-Wechselverformung mit hoher Belastungsfrequenz (bis 50 Hz), so dass große Zyklenzahlen in überschaubaren Zeiträumen erreicht werden können.

Als Untersuchungswerkstoff wurde ein metastabiler austenitischer Edelstahl gewählt, der durch plastische Verformung eine Phasentransformation zeigt. Diese Umwandlung erweist sich in vielen Bereichen der Materialermüdung als positiv. So kann beispielsweise die Festigkeit unter zyklischer Belastung aufgrund einer definierten Umwandlung durch Vorverformung drastisch erhöht werden. Des Weiteren haben zahlreiche Untersuchungen in der Vergangenheit gezeigt, dass in der plastischen Zone von langen Ermüdungsrissen eine Phasentransformation stattfindet, die aufgrund der Volumenzunahme der gebildeten Phase zu transformationsinduziertem Riss schließen führt und das Risswachstum verzögert.

In der hier vorliegenden Arbeit soll das Ausbreitungsverhalten kurzer Risse im Vordergrund stehen. In der Fachliteratur sind in diesen Bereichen, in Bezug auf die Ermüdung von metastabilen Werkstoffen im Allgemeinen und metastabilem austenitischem Edelstahl im Speziellen, wenig Informationen zu finden.

Somit stellt ein weiteres Ziel der hier vorliegenden Arbeit die Identifizierung der Mechanismen dar, die im Zusammenhang mit der frühen Rissausbreitung bei Wechselverformung im HCF-Bereich zu einer Phasentransformation des γ -Austenits führen. Durch die Quantifizierung und modellmäßige Beschreibung sollen die Schädigungsmechanismen in ein mechanismenorientiertes Modell zur Simulation des Ausbreitungsverhaltens kurzer Risse implementiert werden. Dies erfolgt in einer im Rahmen des Forschungsvorhabens parallel durchgeführter Arbeit.

2 Grundlagen

2.1 Werkstoffwissenschaftliche Grundlagen

2.1.1 Rostfreie Chrom-Nickel Edelstähle

Reines Eisen zeigt ein allotropes Verhalten. Unterhalb von 911 °C liegt es in der krz (kubisch raumzentrierten) α -Fe-Kristallstruktur vor, dem sogenannten Ferrit. Oberhalb von 911 °C bis zu einer Temperatur von 1392 °C existiert Eisen als Austenit (γ -Fe) in einer kubisch flächenzentrierten Gitterstruktur. Im Bereich von 1392 °C bis zum Schmelzen des Metalls bei 1536 °C ist die Kristallstruktur wieder kubisch raumzentriert und wird als δ -Ferrit bezeichnet (Marschall 1984).

Durch Legieren können die Temperaturbereiche der Allotrope des Eisens verschoben werden und die Rost- und Säurebeständigkeit beeinflusst werden. Tabelle 2.1 zeigt den Einfluss von verschiedenen Legierungselementen des Eisens auf den Gitteraufbau bei Raumtemperatur. Das wichtigste Legierungselement nichtrostender Edelstähle stellt der Ferritbildner Chrom dar, da dieses ab einem Massenanteil von mehr als 12 % zur Korrosionsbeständigkeit beiträgt (Guempel&Arlt 1989). Unterstützt wird die Ferritbildung durch die Elemente Vanadium, Wolfram, Aluminium, Titan und Niob, indem sie zum einen selbst Ferritbildner sind und zum anderen durch Karbid- und Nitridbildung Kohlenstoff und Stickstoff abbinden, die starke Austenitbildner sind. Auch Nickel verbessert die Korrosionsbeständigkeit, ist aber ein starker Austenitbildner.

Tabelle 2.1: Legierungselemente von Stahl (nichtrostend) und deren Einfluss auf die vorliegende Phase bei Raumtemperatur (Guempel&Arlt 1989, Heimann et al. 1985).

Ferritbildner		Austenitbildner	
Element	Symbol	Element	Symbol
Chrom	Cr	Nickel	Ni
Molybdän	Mo	Mangan	Mn
Silizium	Si	Kohlenstoff	C
Vanadium	V	Stickstoff	N
Niob	Nb	Kobalt	Co
Wolfram	W		
Aluminium	Al		
Titan	Ti		

Bei Nickelkonzentrationen von 8-30 Masse % zusammen mit den Legierungselementen Mangan, Stickstoff und Kohlenstoff wird das Austenitgebiet derart aufgeweitet, dass die Gitterstruktur bis in den kryogenen Temperaturbereich austenitisch bleibt (Heimann et al. 1985).

2.1.2 Elastisches Verformungsverhalten austenitischer Edelstähle

Auch das elastische Materialverhalten hat einen großen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften eines Werkstoffes, insbesondere im Bereich der Mikrostruktur. An dieser Stelle soll jedoch lediglich auf ausgewählte Bereiche des elastischen Verhaltens eingegangen werden. Eine umfassende Abhandlung dieses Themas kann beispielsweise in Rösler et al. (2006) gefunden werden.

Bei den meisten kubischen Metallgittern liegt ein elastisch anisotropes Verhalten vor. Der E-Modul ist hierbei eine Funktion der Belastungsrichtung des Kristalls. Mit dem Anisotropiefaktor kann diese Anisotropie berechnet werden (Gleichung 2.1) (Schulze 1967).

$$A = \frac{2 \cdot c_{44}}{c_{11} - c_{12}} \quad 2.1$$

Die Werte für c_{11} , c_{12} und c_{44} können der Steifigkeitsmatrix entnommen werden. Diese kann mittels Messung der Schallgeschwindigkeiten in Einkristallen ermittelt werden (Ledbetter et al. 1980). Bei austenitischen Edelstählen ist die elastische Anisotropie besonders ausgeprägt. Mit den Werten $c_{11} = 209$ GPa, $c_{12} = 133$ GPa und $c_{44} = 121$ GPa ergibt sich für den Austenit ein Anisotropiefaktor von $A_{304L\gamma} = 3,18$ (Ledbetter 1985). Für die martensitische Phase können die Werte $c_{11} = 232$ GPa, $c_{12} = 135$ GPa und $c_{44} = 116$ GPa bestimmt werden, was in einem Anisotropiefaktor von $A_{304L\alpha} = 2,39$ resultiert (Kim&Johnson 2006).

Aufgrund der elastischen Anisotropie treten in einem polykristallinen Werkstoff durch die unterschiedliche Orientierungen der Körner Spannungsüberhöhungen auf. Dies ist auf die unterschiedlichen Steifigkeiten der Körner in Zugrichtung zurückzuführen, die unterschiedliche Normalspannungen in den Körnern in Zugrichtung zur Folge haben. Unter zyklischer Belastung kann dies zu einer lokalen plastischen Aktivität und schließlich zur Rissinitiierung führen.

Auch auf das Wachstum von mikrostrukturell kurzen Rissen nimmt die elastische Anisotropie Einfluss. In einem Korn, dessen Steifigkeit in Belastungsrichtung gering ist, ist die wirkende Normalspannung in Zugrichtung bei gleicher Dehnung geringer als in einem Korn, das einen hohen Elastizitätsmodul aufweist. Dies hat zur Folge, dass die Schubspannungen auf den Gleitsystemen im elastisch weicheren Korn geringer sind (siehe Gleichung 2.3). Wächst ein Riss durch ein solches Korn mit geringer Steifigkeit, so kann eine geringere Wachstumsgeschwindigkeit beobachtet werden (Blochwitz et al. 2008).

Bei bekannter Orientierung eines Korns (Rotation in Bunge-Eulerwinkel) kann die Steifigkeit in Belastungsrichtung nach Gleichung 2.2 berechnet werden (Schulze 1967).

$$\frac{1}{E} = \frac{c_{11} + c_{12}}{(c_{11} - c_{12})(c_{11} + 2c_{12})} - 2(T_{11}^2 T_{12}^2 + T_{11}^2 T_{13}^2 + T_{12}^2 T_{13}^2) \cdot \left(\frac{1}{c_{11} - c_{12}} - \frac{1}{2c_{44}} \right) \quad 2.2a$$

mit

$$\begin{aligned} T_{11} &= \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \theta \\ T_{12} &= \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \theta \\ T_{13} &= \sin \varphi_2 \sin \theta \end{aligned} \quad 2.2b$$

2.1.3 Plastisches Verformungsverhalten austenitischer Edelmstähle

Plastische Verformung von Metallen findet durch die Bewegung von Versetzungen statt. Diese bewegen sich auf diskreten Gleitebenen in Gleitrichtungen, den Gleitsystemen. Die verschiedenen Kristallgitter haben hierbei ausgewiesene Gleitsysteme, welche die dicht oder dichtest gepackten Ebenen sind, in denen sich die Versetzungen in die dicht oder dichtest gepackten Richtungen bewegen. Wie oben bereits erläutert, sind in Edelmstählen die Gitterstrukturen kfz und krz vorzufinden.

Tabelle 2.2: Gleitsysteme des kfz und krz Gitter (Gottstein 2007).

Gitterstruktur	Gleitebene	Gleitrichtung	Anzahl der nichtparallelen Ebenen	Anzahl der Gleitrichtungen pro Ebene	Anzahl der Gleitsysteme
kfz	{111}	$\langle 110 \rangle$	4	3	12
krz	{110}	$\langle 111 \rangle$	6	2	12
	{112}	$\langle 111 \rangle$	12	1	12
	{123}	$\langle 111 \rangle$	24	1	24

Das kfz Gitter besitzt eine dichtest gepackte Atomkonfiguration mit 4 Gleitebenen und jeweils 3 möglichen Gleitrichtungen. Das krz Gitter besitzt keine dichtest gepackten Ebenen. Hier sind die dicht gepackten Ebenen vom Typ {110} und die dichtest gepackten Richtungen vom Typ $\langle 111 \rangle$. Damit ergeben sich 6 Gleitebenen und jeweils 2 möglichen Gleitrichtungen. Hinzu kommen im krz Gitter weitere ähnlich dicht gepackte Ebenen, auf denen eine Versetzungsbewegung vorzufinden ist (Tabelle 2.2 und Bild 2.1), sodass hier eine Versetzungsbewegung auf 48 möglichen Gleitsystemen stattfinden kann.

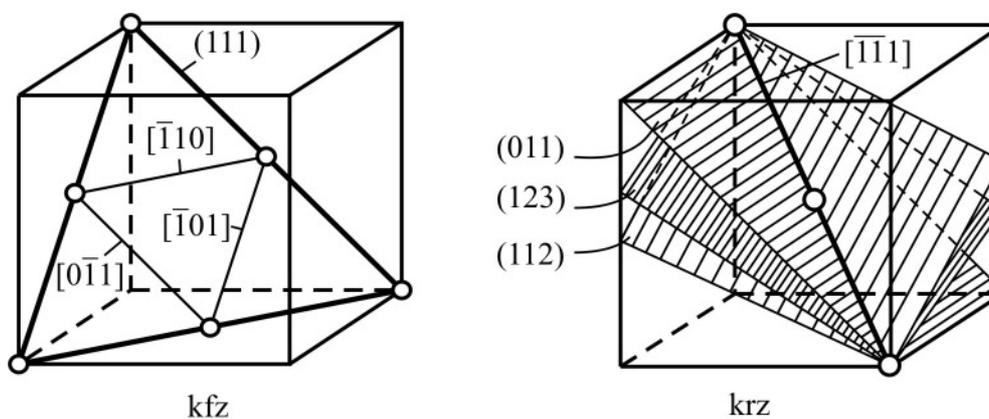


Bild 2.1: Gleitsysteme im kfz und krz Kristallgitter (Gottstein 2007).

Versetzungen bewegen sich, sobald eine kritische Schubspannung, die auf das Gleitsystem wirkt, überschritten wird. Die Schubspannung, die auf ein Gleitsystem wirkt lässt sich aus der anliegenden Normalspannung mittels des *Schmidschen* Schubspannungsgesetzes ableiten (Gleichung 2.3). Hierbei wird S als *Schmidfaktor* bezeichnet, welcher durch die räumli-

che Lage des Gleitsystems bestimmt ist und einen Maximalwert von $M_s=0,5$ erreichen kann (Bild 2.2).

$$\tau = S \cdot \sigma, \quad S = \cos\varphi \cdot \cos\omega \quad 2.3$$

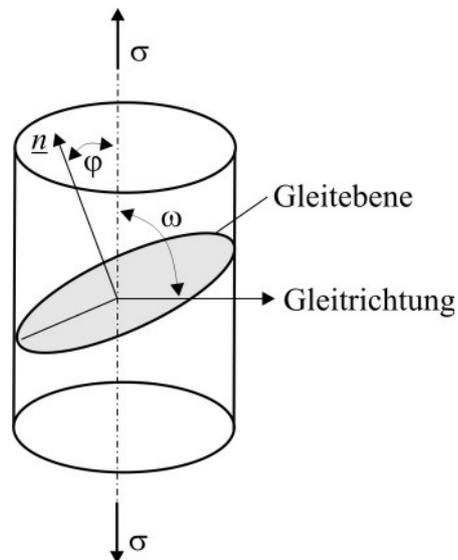


Bild 2.2: Zur Ermittlung des Schmidfaktors.

In kfz Gittern kann eine Versetzung auf einer $\{111\}$ Gleitebene in zwei Teilversetzungen (Shockley-Partialversetzungen) aufgespalten werden (Gleichung 2.4 und Bild 2.3) (Schulze 1967).

$$\frac{a}{2} [\bar{1}10] = \frac{a}{6} [2\bar{1}\bar{1}] + \frac{a}{6} [\bar{1}21] \quad 2.4$$

Da die Energie einer Versetzung quadratisch mit dem Betrag des Burgers-Vektors ansteigt, kann diese Aufspaltung eine Verringerung der Energie bedeuten.

Gleichung 2.5 beschreibt die Energie einer Versetzung um den Betrag b . Daran lässt sich zeigen, dass die in Gleichung 2.4 dargestellte Aufspaltung mit einer Verringerung der Energie einhergeht.

$$E = \frac{1}{2} G \times b^2$$

\Rightarrow

2.5

$$b_1^2 = \left(\frac{a}{2}\right)^2 = \frac{a^2}{4} > b_2^2 + b_3^2 = \left(\frac{a}{6}\right)^2 + \left(\frac{a}{6}\right)^2 = \frac{a^2}{18}$$

Die Bewegung einer der beiden Teilversetzungen führt zur Generierung eines Stapelfehlers (Bild 2.3). Mit steigender Stapelfehlerenergie wird somit eine Aufspaltung von Versetzungen zunehmend unterdrückt. In Metallen mit hoher Stapelfehlerenergie ist die Erzeugung eines Stapelfehlers nicht möglich, da die Kraft auf die Partialversetzungen zu groß ist.

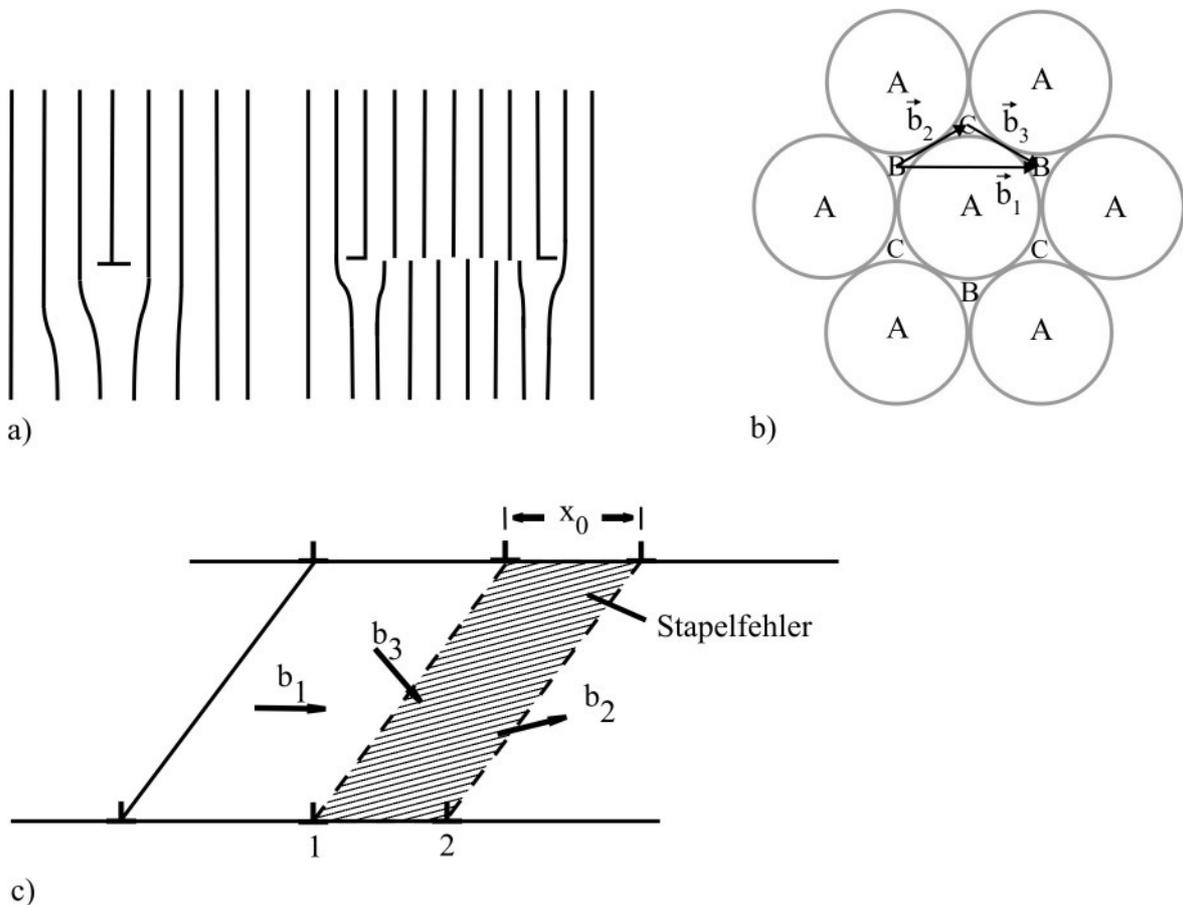


Bild 2.3: Aufspaltung von Versetzungen, a) Einzelversetzung in zwei Halbversetzungen, b) Stapelfolge im kfz Gitter und Burgersvektoren einer Stufenversetzung, aufgespalten in zwei Shockley-Partialversetzungen, c) Generierung eines Stapelfehlers durch Aufspaltung einer Stufenversetzung in zwei Shockley-Partialversetzungen (Hull 1975).

In reinem Aluminium beispielsweise, mit einer Stapelfehlerenergie von $\sim 250 \text{ mJ/m}^2$ (Kammer 2002), können nach einer Verformung deshalb keine Stapelfehler gefunden werden (Seemann&Stayenow 1961). Metastabiler austenitischer Edelstahl hingegen besitzt eine sehr niedrige Stapelfehlerenergie. Demnach findet man hier häufig eine Versetzungsaufspaltung in Partialversetzungen und die Bildung von Stapelfehlern vor (Venables 1961).

Die Stapelfehlerenergie nimmt somit einen großen Einfluss auf die Gleitvorgänge in kfz Gittern. Neben Stapelfehlern kann die Bewegung von Partialversetzungen in metastabilen Austeniten auch andere Gleitprodukte zur Folge haben: ϵ -Martensit und Zwillinge. Stapelfehler müssen unterschieden werden in intrinsische Stapelfehler und extrinsische Stapelfehler. Der intrinsische Stapelfehler kann im kfz Gitter mit dem Fehlen einer dichtest gepackten Atomebene beschrieben werden, sodass die ursprüngliche Stapelfolge ...ABC.ABC.ABC... zu ...ABC.**AB**.ABC... wird. Der extrinsische Stapelfehler dagegen kann mit dem Hinzufügen einer Ebene beschrieben werden: ...ABC.ABC**B**.ABC... (Hull 1975). Diese beiden Arten der Stapelfehler können aber auch als hdp (hexagonal dichtest gepackt) ϵ -Martensit (...ABC.**AB**.ABC...) und als Zwillingsgrenze (...ABC.ABC**B**.ABC...) betrachtet werden. Wie in Kapitel 2.1.5 weiter beschrieben wird, ist die mögliche Versetzungsaufspaltung und Ausbildung der genannten Versetzungsprodukte notwendig zur Bildung des α' -Martensit. Es zeigt sich somit, dass die Stapelfehlerenergie in direktem Zusammenhang mit der Martensitbildung steht.

Tabelle 2.3: Berechnung der Stapelfehlerenergie in mJ/m^2 .

	Gleichung (Elemente in Masse %)
Schramm&Reed (1975)	$\gamma_{\text{SF}} = -53 + 6,2 \cdot \text{Ni} + 0,7 \cdot \text{Cr} + 3,2 \cdot \text{Mn} + 9,3 \cdot \text{Mo}$
Rhodes&Thompson (1977)	$\gamma_{\text{SF}} = 1,2 + 1,4 \cdot \text{Ni} + 0,6 \cdot \text{Cr} + 17,7 \cdot \text{Mn} - 44,7 \cdot \text{Si}$ $\gamma_{\text{SF}}^{300} = \gamma_{\text{SF}}^0 + 1,59 \cdot \text{Ni} - 1,34 \cdot \text{Mn} + 0,06 \cdot \text{Mn}^2 - 1,75 \cdot \text{Cr}$
Dai et. al (2002)	$+ 0,01 \cdot \text{Cr}^2 + 15,21 \cdot \text{Mo} - 5,59 \cdot \text{Si} - 60,69 \cdot (\text{C} + 1,2 \cdot \text{Ni})^{0,5}$ $+ 26,27 \cdot (\text{C} + 12 \cdot \text{N}) \cdot (\text{Cr} + \text{Mn} + \text{Mo})^{0,5}$ $+ 0,61 \cdot [\text{Ni} \cdot (\text{Cr} + \text{Mn})]^{0,5}$

Die Stapelfehlerenergie kann mittels verschiedener Verfahren experimentell bestimmt werden. Beispielsweise kann mittels TEM-Untersuchungen die Aufspaltungsweite von Versetzungsknoten ermittelt werden und daraus die Stapelfehlerenergie abgeleitet werden

(Siems et. al 1961). Im Bereich der austenitischen Edelmstähle sind zahlreiche geeignete Gleichungen zur Berechnung der Stapelfehlerenergie zu finden, die mittels Regressionsanalysen aus experimentellen Ergebnissen abgeleitet wurden. Tabelle 2.3 zeigt einige der häufig zitierten Gleichungen.

2.1.4 Thermodynamische Betrachtung der Phasenstabilität austenitischer Edelmstähle

Metastabile austenitische Edelmstähle zeigen eine diffusionslose Phasentransformation vom kfz γ -Austenit in den hdp ϵ -Martensit und den krz α' -Martensit. Wie bereits oben dargestellt, ist der ϵ -Martensit in 18-8-CrNi-Stahl allerdings eine γ - α' -Übergangsphase (Nishiyama 1978). Die Phasenumwandlung erfolgt spontan mit Unterschreiten der Martensitstarttemperatur M_s , wenn die Differenz der freien Energie ΔG beider Phasen einen Schwellenwert zur Umwandlung erreicht (Bild 2.4). Bei Temperaturen oberhalb von M_s ist die thermische Energiedifferenz ΔG_{therm} zu gering, um eine spontane Umwandlung herbeizuführen. Diese kann dort erst durch eine zusätzliche Verformungsenergie ΔG_{mech} erfolgen. Eine Transformation des γ -Austenits in α' -Martensit ist schließlich ab der Temperatur T_0 nicht mehr möglich. Das Energieniveau beider Phasen ist hier gleich.

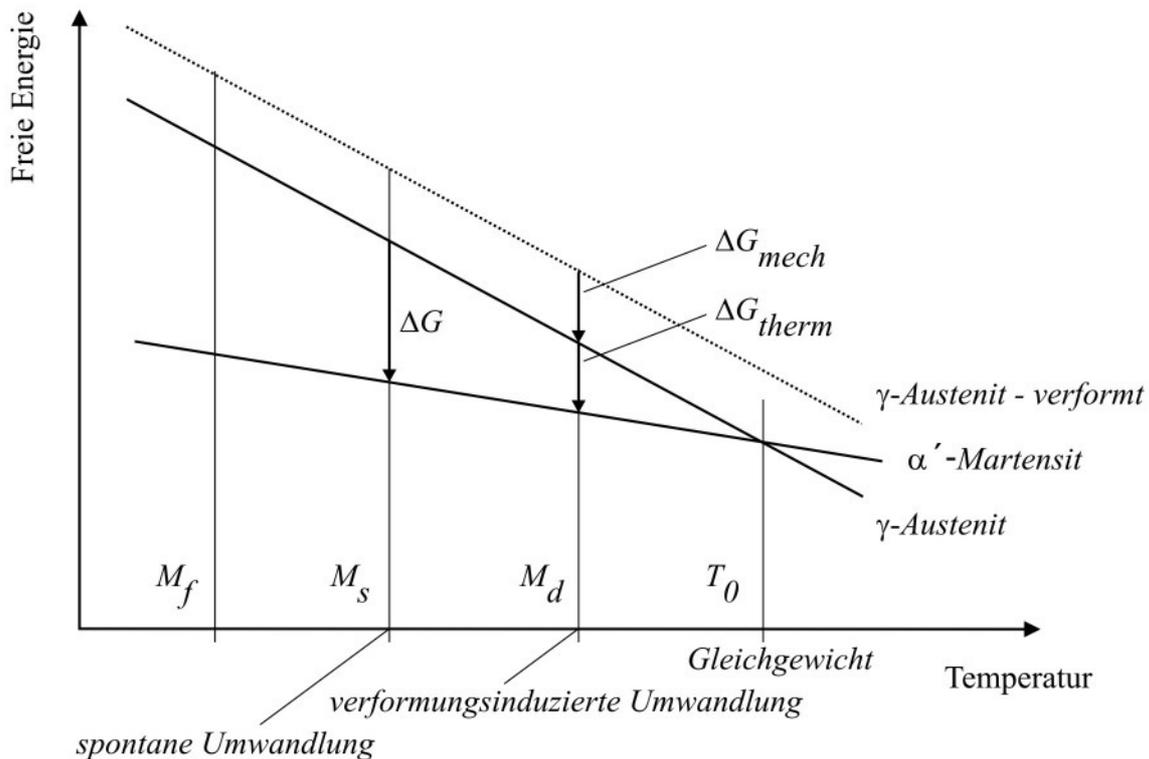


Bild 2.4: Einfluss von Verformung auf die Triebkraft zur γ Austenit - α' -Martensit Umwandlung (Krupp et al. 2008).

Es kann beobachtet werden, dass die Umwandlung zu α' -Martensit, in Form von Nadeln oder Lamellen bei Temperaturen unterhalb von M_s durch elastische Verformung induziert werden kann (Maxwell et al. 1974). Bild 2.5 zeigt schematisch die Zusammenhänge von elastischer und plastischer Verformung mit der Bildung von α' -Martensit. Unterhalb von M_s tritt, wie bereits geschildert, eine spontane Umwandlung ohne additive Verformungsenergie ein. Im Bereich von M_s bis M_s^σ kann die Umwandlung durch eingebrachte elastische Verformung erzwungen werden, ohne dass eine plastische Verformung erfolgt. Diese Umwandlung ist vergleichbar mit dem spontanen Umklappen des kfz Gitters unterhalb von M_s . Oberhalb von M_s^σ erfolgt die Umwandlung dann erst durch plastische Verformung, wobei der Energiebeitrag der plastischen Verformung mit steigender Temperatur größer wird.

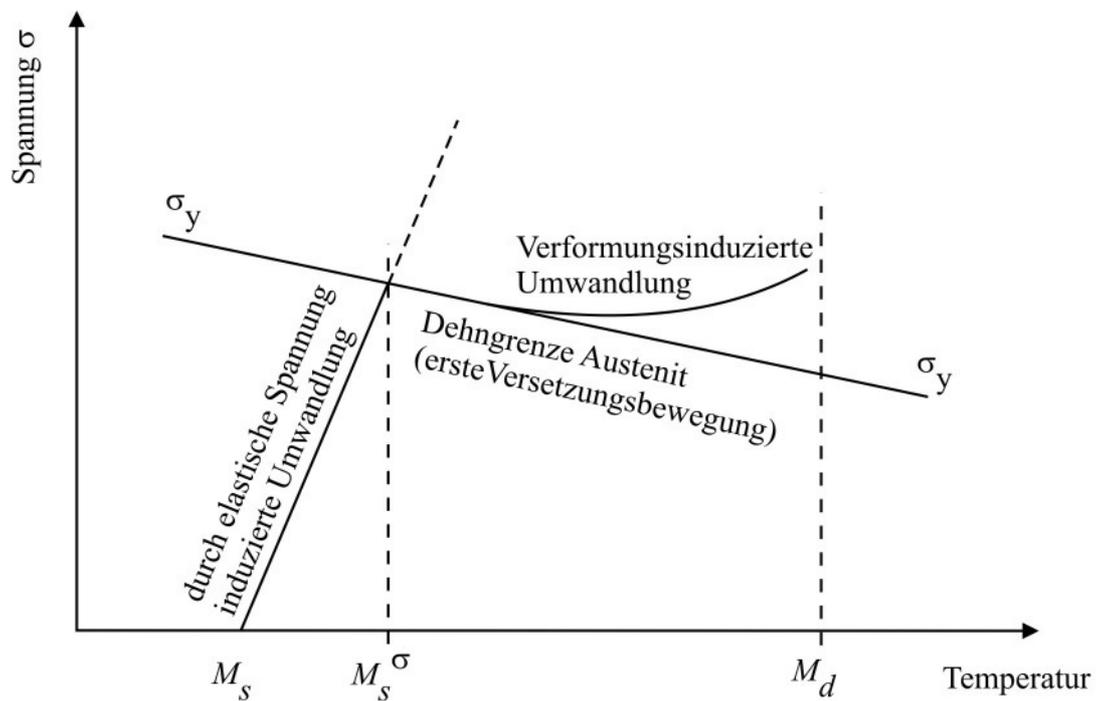


Bild 2.5: Schematische Darstellung der Zusammenhänge zwischen der durch elastische Spannungen induzierten Umwandlung (unterhalb von M_s^σ) und der durch plastische Verformung induzierten Umwandlung (oberhalb von M_s^σ) (Olsen&Cohen 1972, Richman&Bolling 1971).

Für austenitische Cr-Ni-Stähle können die bei Raumtemperatur vorliegenden Phasen nach Schaeffler (1973) ermittelt werden. Es werden Chrom- und Nickeläquivalente berechnet, die den Einfluss aller Hauptlegierungselemente auf die Phasenbildung berücksichtigen (Gleichung 2.6 und 2.7). Die berechneten Werte zeigen im Schaeffler-Diagramm die zu erwartenden Phasen. Bild 2.6 zeigt das Schaeffler-Diagramm mit der Eingrenzung des Bereiches in dem die AISI 304 Legierungen im Toleranzbereich der Normzusammensetzung vorzufinden sind. Es zeigt sich, dass diese Legierung meist voll austenitisch mit geringen Anteilen an δ -Ferrit und/oder α' -Martensit bzw. Ferrit ist.

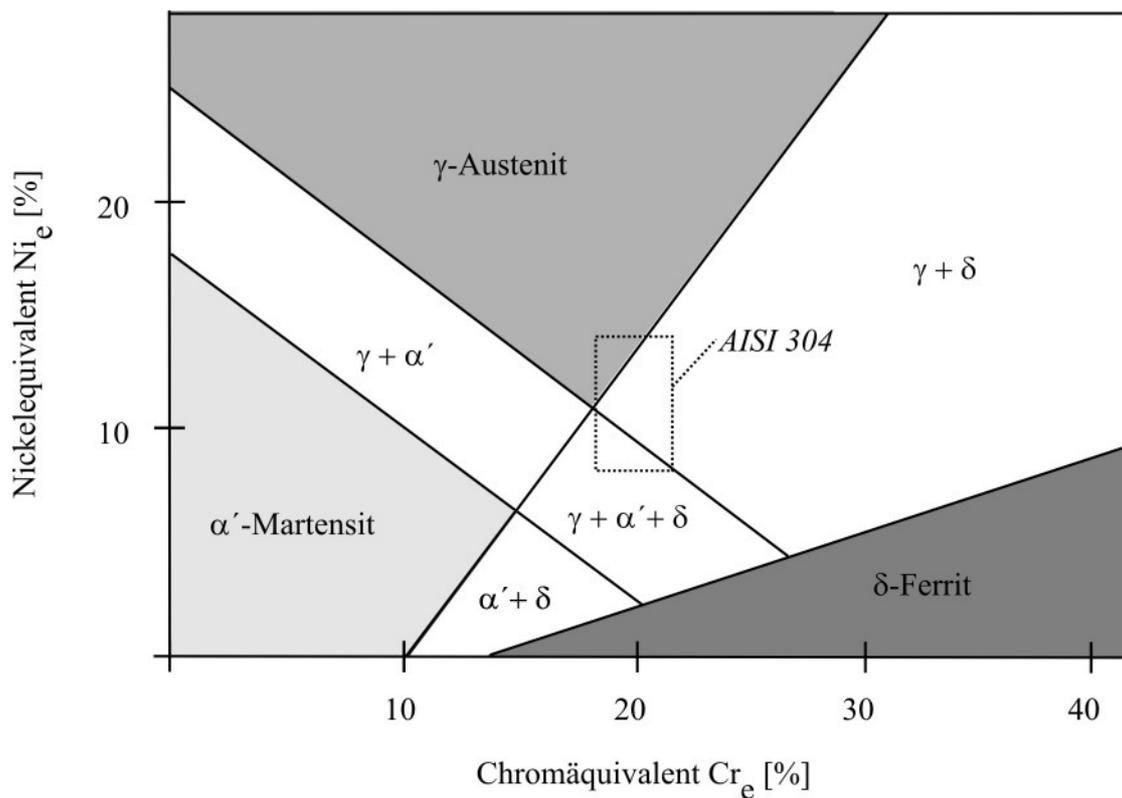


Bild 2.6: Phasendiagramm für Cr-Ni-Stähle nach Schaeffler nach schneller Abkühlung auf RT (Schaeffler 1973). Im eingegrenzten Bereich liegen die AISI 304 Stahlqualitäten nach der Normzusammensetzung im Bereich der Toleranzen (Schuster&Altstetter 1983).

$$\text{Ni}_e = \% \text{ Ni} + 30 \cdot \% \text{ C} + 0,5 \cdot \% \text{ Mn} \quad 2.6$$

$$\text{Cr}_e = \% \text{ Cr} + \% \text{ Mo} + 1,5 \cdot \% \text{ Si} + 0,5 \cdot \% \text{ Nb} + 2 \cdot \% \text{ Ti} \quad 2.7$$

Die Phasenstabilität des γ -Austenits in Cr-Ni-Stählen hängt neben der Temperatur in hohem Maße von der genauen chemischen Zusammensetzung ab. Die Stabilität kann experimentell ermittelt werden durch Messen der Martensitstarttemperatur M_s oder der Temperatur M_{d30} , bei der eine Gesamtdehnung von $\epsilon_{\text{tot}} = 0,3$ zu einem Martensitvolumengehalt von 50 % führt. Eine Alternative bietet die Berechnung dieser Temperaturen als Funktionen der chemischen Zusammensetzung. In der Literatur können mittels empirischer Regressionsbeziehungen ermittelte Formeln für M_s und M_{d30} gefunden werden. Als Beispiele seien hier für M_s und M_{d30} die Formeln nach (Eichelman&Hull 1953) (Gleichung 2.8) bzw. (Angel 1954) (Gleichung 2.9) genannt.

$$M_s = 1350 - 1665 \cdot (\% C + \% N) - 28 \cdot \% Si - 33 \cdot \% Mn - 42 \cdot \% Cr - 61 \cdot \% Ni \quad 2.8$$

$$M_{d30} = 413 - 462 \cdot (\% C + \% N) - 9,2 \cdot \% Si - 8,1 \cdot \% Mn - 13,7 \cdot \% Cr - 9,5 \cdot \% Ni - 18,5 \cdot \% Mo \quad 2.9$$

2.1.5 Mikrostrukturelle Charakterisierung der verformungsinduzierten Martensitbildung

Wie vorangegangen dargestellt, kann die Umwandlung des γ -Austenits in den thermodynamisch stabileren α' -Martensit durch plastische Verformungsenergie initiiert werden. Da diese Phasentransformation diffusionslos von statten geht, bleiben atomare Nachbarn im Gitter vor und nach der Umwandlung bestehen. Die Überführung eines kfz Gitters in ein krz Gitter geschieht demnach durch eine Deformation.

Ein erstes Modell der martensitischen Umwandlung ist in Bain (1924) zu finden. Durch eine Stauchung des kfz Gitters in die $[001]_\gamma$ -Gitterrichtungen bei einer gleichzeitigen Streckung in die verbleibenden $[010]_\gamma$ und $[100]_\gamma$ -Richtungen kann die Umwandlung des kfz Gitters in ein krz oder trz Gitter (tetragonal raumzentriert) erreicht werden (Bild 2.7).

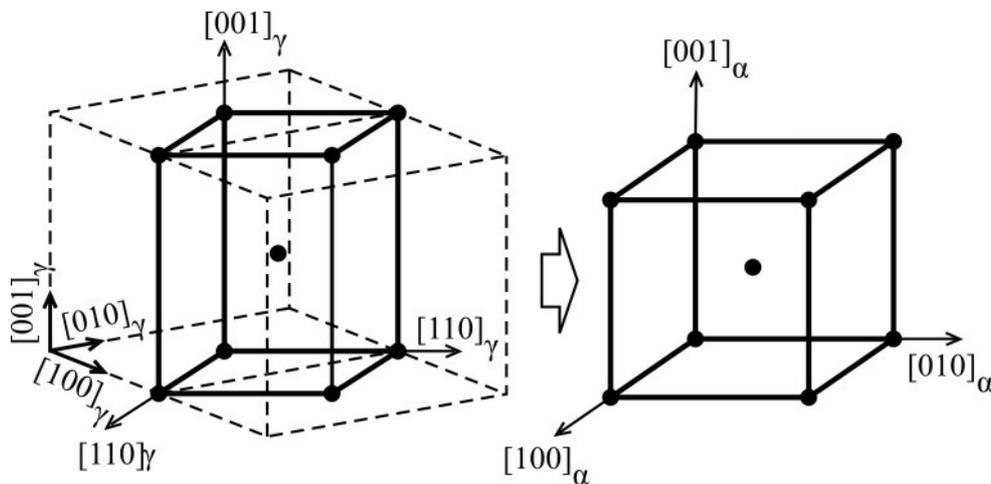


Bild 2.7: Modell zur martensitischen Umwandlung nach Bain (1924).

Die Theorie von Bain (1924) beschreibt eine anschauliche Erklärung, da der geschilderte Zusammenhang die geringste Gitterverzerrung verursacht und damit auch die geringste Energie benötigt. Sie liefert aber lediglich einen kristallographischen Zusammenhang zwischen

dem Anfangs- und Endstadium der Umwandlung. Eine Beschreibung der Mechanismen, welche mit der Umwandlung einhergehen, wird allerdings nicht wiedergegeben.

Aufbauend auf den Theorien von Bain (1924) führten Kurdjumow&Sachs (1930) röntgenographische Untersuchungen an 1,4 % Kohlenstoff-Stahl durch, der durch Abschrecken in tetragonal raumzentrierten Martensit und durch nachfolgendes Anlassen in kubisch raumzentrierten Ferrit umgewandelt wird. Sie stellten fest, dass sowohl eine dichtest gepackte $\{111\}_\gamma$ -Ebene des Austenits mit einer dicht gepackten $\{110\}_\alpha$ -Ebene des Martensits bzw. des Ferrits parallel ist. Des Weiteren fanden sie heraus, dass eine dichtest gepackte $\langle 110 \rangle_\gamma$ -Richtung des Austenits mit einer dicht gepackten Richtung $\langle 111 \rangle_\alpha$ der beiden gebildeten Phasen parallel ist (Tabelle 2.4 und Bild 2.8).

Tabelle 2.4: Orientierungsbeziehungen der $\gamma - \alpha$ Phasentransformation nach Kurdjumow und Sachs und verschiedene andere Orientierungsbeziehungen (Nishiyama 1978).

Orientierungsbeziehung	
Kurdjumow-Sachs	$(111)_\gamma \parallel (101)_\alpha \wedge [0\bar{1}1]_\gamma \parallel [1\bar{1}1]_\alpha$
Nishiyama-Wassermann	$(111)_\gamma \parallel (011)_\alpha \wedge [\bar{1}\bar{1}2]_\gamma \parallel [0\bar{1}1]_\alpha$
Greninger-Trojano	$(111)_\gamma \sim 1^\circ \sim (011)_\alpha \wedge [\bar{1}01]_\gamma \sim 2,5^\circ \sim [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$

Neben der Orientierungsbeziehung nach Kurdjumow&Sachs (1930) (K-S-Beziehung) können für metastabile Austenite auch andere Beziehungen gefunden werden, die abhängig von der chemischen Zusammensetzung sind. In Tabelle 2.4 sind neben der *Kurdjumow-Sachs*-Beziehung beispielhaft die Beziehungen nach *Nishiyama-Wassermann* und *Greninger-Trojano* genannt auf die hier jedoch nicht eingegangen werden soll. In 18-8 Cr-Ni Stählen wird die K-S-Beziehung vorgefunden, z.B.: (Venables 1961, Lagneborg 1964, Manganon&Thomas 1970, Lecroisey&Pineau 1972).

Gestützt auf die röntgenographischen Untersuchungen stellten *Kurdjumow & Sachs* die These auf, dass die martensitische Phasenumwandlung von mechanischer Belastung, insbesondere durch Schubkräfte, beeinflusst wird, und sie formulierten einen ersten Mechanismus zur Austenit – Martensit/Ferrit Umwandlung. Ein kfz Gitter kann durch „Schiebungen“ entlang von zwei diskreten Gitterrichtungen in ein krz bzw. trz Kristallgitter überführt werden.

Dies erfolgt durch eine Scherung auf der $(111)_\gamma$ -Ebene in $[11\bar{2}]_\gamma$ -Richtung und eine weitere, vom Betrag kleinere Scherung, auf der $(\bar{1}21)_\gamma$ -Ebene in $[10\bar{1}]_\gamma$ -Richtung bzw. auf der $(112)_\alpha$ -Ebene in $[111]_\alpha$ -Richtung.

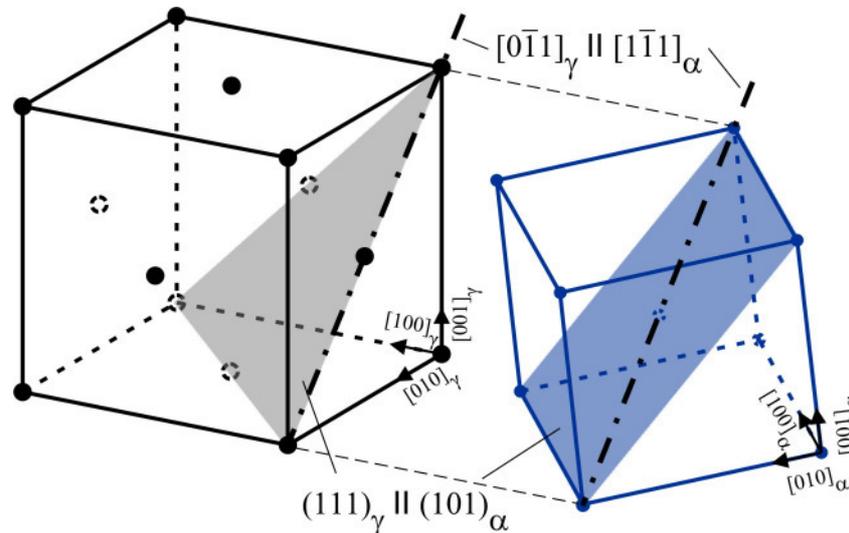


Bild 2.8: Kristallographische Orientierungsbeziehung nach Kurdjumow&Sachs (1930), links kfz Gitter, rechts krz-Gitter.

Eine Verknüpfung der Umwandlungsmechanismen mit einer plastischen Verformung und der damit verbundenen Versetzungsbewegungen erfolgte erstmals durch Bogers&Burgers (1964). Durch Scheren von $\{111\}_{\text{kfz}}$ -Ebenen in $\langle 112 \rangle_{\text{kfz}}$ -Richtungen eines kfz Kugelhaufenmodells (sie benutzten Tischtennis-Bälle) untersuchten sie den kfz – krz Übergang. Im Ausgangszustand besitzt das kfz Gitter vier dichtest gepackte $\{111\}_{\text{kfz}}$ -Ebenen mit sechs dichtest gepackten $\langle 112 \rangle_{\text{kfz}}$ -Richtungen. Wird das Gitter auf einer diskreten $\{111\}_{\text{kfz}}$ -Ebene um den Vektor $\frac{1}{3} \times \frac{1}{6} a \langle 112 \rangle_{\text{kfz}}$ geschert, so werden zwei der ehemals vier $\{111\}_{\text{kfz}}$ -Ebenen in $\{110\}_{\text{krz}}$ -Ebenen umgewandelt. Eine zweite Scherung, die entlang dieser neu gebildeten $\{110\}_{\text{krz}}$ -Ebenen erfolgt, überführt die nach der ersten Scherung unverändert gebliebenen $\{111\}_{\text{kfz}}$ -Ebenen in $\{110\}_{\text{krz}}$ -Ebenen und erzeugt die für ein krz Gitter korrekte Stapelfolge. Der Vektor dieser Scherung ist $\frac{1}{8} a \langle 110 \rangle_{\text{krz}}$ welcher parallel zu einer $\langle 112 \rangle_{\text{kfz}}$ -Richtung des kfz Ausgangsgitters liegt. Beide Scherungen gehen einher mit Ausdehnungen, normal zu den Scherebenen, von 5,4% (1. Scherung) und 3,6% (2. Scherung). Da weder der Betrag noch die Richtung der Scherungen mit der Bewegung von „kompletten“ kfz

Versetzungen erreicht werden kann, schlugen *Bogers & Burgers* vor, dass über mehrere Ebenen verteilte *Shockley*-Partialversetzungen ($\frac{1}{6} a \langle 112 \rangle_{\text{kfz}}$) den beschriebenen Umwandlungsmechanismus ermöglichen.

Aufbauend auf dem Modell von *Bogers & Burgers* konnten *Olsen&Cohen* (1972) zeigen, dass die Keimbildung von α' -Martensit an sich kreuzenden Scherbändern stattfindet. Sie stellten einen Zusammenhang zwischen der Keimbildung und den in austenitischen Stählen zu findenden Versetzungsprodukten her. Die beiden notwendigen Scherungen nehmen sie mit $\frac{T}{3}$

(T für „Twinshear“ bzw. Zwillingscherung: $T = \frac{1}{6} a \langle 112 \rangle_{\text{kfz}}$) und $\frac{T}{2}$ ($\frac{T}{2}$ entspricht der 2.

Bogers & Burgers Scherung: $\frac{1}{8} a \langle 110 \rangle_{\text{kfz}}$) an und beschreiben die Scherungen als Felder von Partialversetzungen auf jeder 2. bzw. 3. Ebene (Bild 2.9). Hierbei wird der Keimbildungsprozess nicht als Aufeinandertreffen der Scherbänder angesehen, sondern vielmehr als Auftreffen eines Feldes von Partialversetzungen auf ein Feld von Stapelfehlern, die von einem anderen Feld von Partialversetzungen zurückgelassen wurden.

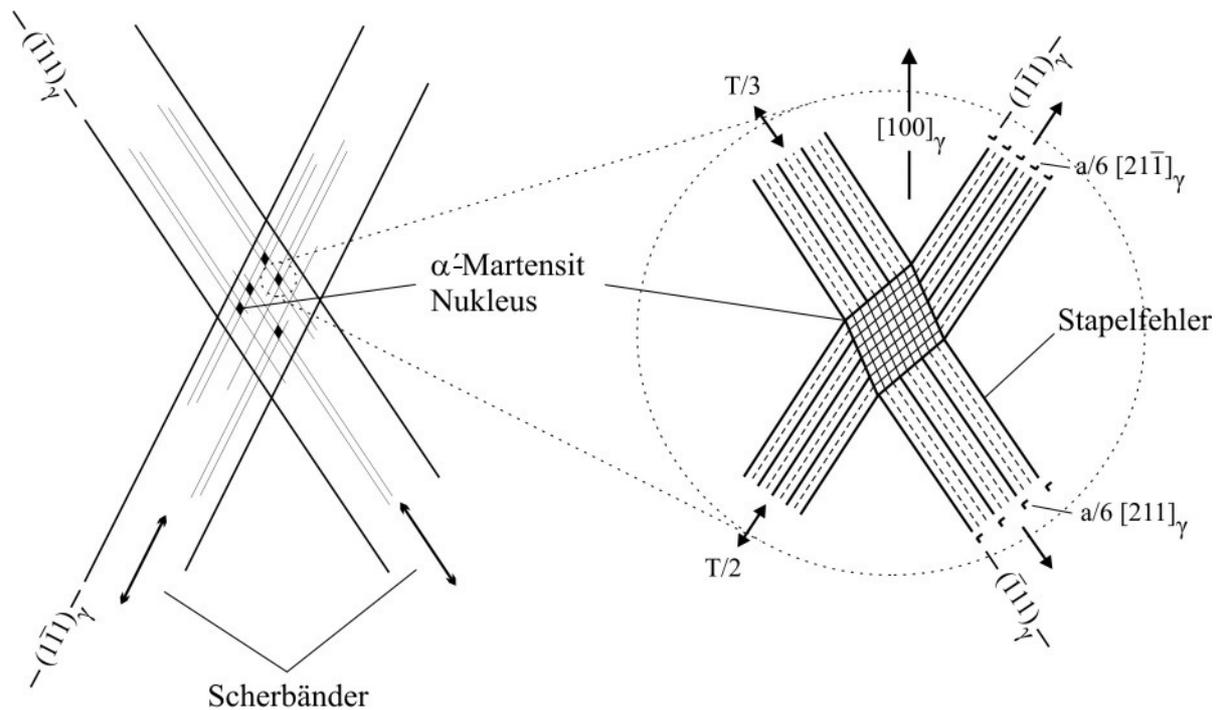


Bild 2.9: Entstehung eines α' -Martensit Nukleus an kreuzenden Scherbändern, hier mit $\frac{T}{3} = \frac{1}{3} \times \frac{1}{6} a [211]_{\text{kfz}}$ und $\frac{T}{2} = \frac{1}{2} \times \frac{1}{6} a [2\bar{1}\bar{1}]_{\text{kfz}}$, Modell von Bogers&Burgers (1964) weiterentwickelt nach Olsen&Cohen (1972).

Die Produkte der $\frac{T}{2}$ bzw. $\frac{T}{3}$ Partialversetzungsfelder können in Austeniten mit geringer Stapelfehlerenergie als ϵ -Martensit, Stapelfehler oder auch als Zwillinge gefunden werden (siehe Kapitel 6.2.2).

Zahlreiche mikrostrukturelle Arbeiten mittels Transmissionselektronenmikroskopie belegen die theoretischen Ausführungen von *Bogers & Burgers* sowie *Olsen & Cohen*. Sie zeigen, dass die Keimbildung von α' -Martensit an sich kreuzenden Scherbändern oder an Schnittpunkten mit Korngrenzen zu finden ist. Die Scherbänder beinhalten ϵ -Martensit, Stapelfehler, Zwillinge oder Versetzungen.

Tabelle 2.5 zeigt einen Auszug der Keimbildungsorte und den damit verbundenen Arten von Scherbändern, die in der Literatur zu finden sind. Es zeigt sich, dass die Keimbildung von α' -Martensit bevorzugt an sich schneidenden ϵ -Martensit-Scherbändern vorzufinden ist bzw. eines der Scherbänder vom Typ ϵ -Martensit ist. Schumann (1977) liefert eine plausible Erklärung.

rung für den hohen Anteil an ϵ -Martensit Scherbändern am Keimprozess durch die Berechnung der Deformationsellipse zur kfz-krz Phasentransformation (Tabelle 2.6).

Tabelle 2.5: Auszug aus in der Literatur zu findenden Keimbildungsorte von α' -Martensit (X: „schneidet mit“).

Quelle	Keimbildungsort	Weitere Beobachtung	Temperatur
Venables 1961	ϵ -Martensit X ϵ -Martensit	Mit zunehmender Verformung wachsen die Keime	78 K
Lagneborg 1964	ϵ -Martensit X ϵ -Martensit ϵ -Martensit X Gleitebene ϵ -Martensit X Stapelfehler	Keime wachsen aufgrund von weiteren Gleitprozessen	274 K
Manganon&Thomas 1970	ϵ -Martensit X ϵ -Martensit ϵ -Martensit X Korngrenzen		78 K und 274 K
Lecroisey&Pineau 1972	ϵ -Martensit X ϵ -Martensit ϵ -Martensit X Zwillinge ϵ -Martensit X Stapelfehler Korngrenze X Gleitebene	Bei sinkender Temperatur steigt ϵ -Martensitgehalt	78 K und 274 K
Suzuki et al. 1977	Gleitebene X Gleitebene	Keimbildung kann nur an Gleitebenen gefunden werden	229 K
Staudhammer et al. 1983	ϵ -Martensit X ϵ -Martensit ϵ -Martensit X Zwillinge ϵ -Martensit X Stapelfehler Stapelfehler X Stapelfehler	Keine Keimbildung an sich schneidenden Zwillingen und Schnittpunkten von Zwillingen mit Stapelfehlern	274 K

Des Weiteren kann festgestellt werden, dass das Schneiden von Scherbändern bestehend aus ϵ -Martensit oder Stapelfehlern die geringsten Abweichungen zu der Verzerrung des Gitters bei einer Umwandlung nach der *Kurdjumow-Sachs*-Beziehung aufzeigen. Somit ist die Wahrscheinlichkeit zur Bildung eines α' -Martensitkeims beim Schneiden dieser Scherprodukte am höchsten. Schneidet sich hingegen ϵ -Martensit mit Zwillingen oder schneiden Zwillinge untereinander, so werden große Unterschiede der Verzerrungen berechnet und die Wahrscheinlichkeit zur α' -Martensitbildung ist somit gering.

Mit zunehmender plastischer Verformung und der damit verbundenen zunehmenden Scherbanddichte steigt die Dichte der α' -Martensitkeime (Staudhammer et al. 1983). Die Keime wachsen schließlich zu blockförmigen α' -Martensitkristallen zusammen (Lagneborg 1964).

Tabelle 2.6: Hauptachsen des Deformationselipsoid bei der kfz \rightarrow krz Umwandlung für verschiedene Schervarianten ($\lambda_1 \cdot \lambda_2 \cdot \lambda_3 = 1$) (X: „schneidet mit“) (Schumann 1977).

Mechanismus	λ_1	λ_2	λ_3
Kurdjumow & Sachs	1,122462	1,122462	0,793701
$\epsilon \times \epsilon$ & SF \times SF	1,180272	1,194457	0,709328
$\epsilon \times$ ZW	1,179147	1,414214	0,599677
ZW \times ZW	1,379881	1,414274	0,512440

2.2 Grundlagen zum zyklischen Verformungsverhalten

2.2.1 Zyklisches Verformungsverhalten und Martensitbildung

Während der zyklischen Verformung kann eine Bildung von α' -Martensit beobachtet werden. Die Bildung von α' -Martensit ist zum einen abhängig von der plastischen Dehnungsamplitude $\Delta\epsilon_{pl}/2$ und zum anderen von der kumulativen plastischen Dehnung $\Delta\epsilon_{pl,kum}$. Bayerlein et al. (1989) ermittelten als Schwellenwert für den Beginn der Umwandlung eine plastische Dehnungsamplitude von $\Delta\epsilon_{pl \rightarrow \alpha'}/2 = 0,3\%$. Allerdings setzt die Umwandlung erst ab einer bestimmten kumulativen plastischen Dehnung ein, deren Wert von $\Delta\epsilon_{pl}/2$ abhängig ist. Je höher $\Delta\epsilon_{pl}/2$ ist, desto niedriger ist $\Delta\epsilon_{pl,kum}$. Diese These wird durch TEM-Untersuchungen von Raman & Padamanbhan (1994) gestützt, die zeigten, dass erst ab einer gewissen plastischen Dehnungsamplitude die Dichte an Versetzungen, Stapelfehlern und Scherbändern ausreichend hoch ist, um α' -Martensit zu bilden.

Müller-Bollenhagen et al. (2010a) hingegen konnten zeigen, dass auch bei sehr geringen plastischen Dehnungsamplituden eine Bildung von α' -Martensit zu beobachten ist. In spannungskontrollierten Versuchen wurden aktive Gleitbänder mittels REM-Untersuchungen schon ab Spannungsamplituden von 86 MPa lokal in wenigen Körnern nachgewiesen. Global ist bei dieser Spannungsamplitude keine plastische Verformung messbar, das Werkstoffverhalten ist hier rein elastisch. Allerdings zeigt es sich, dass in lokalen Bereichen der Mikrostruktur eine hohe plastische Aktivität zu einer Bildung von α' -Martensit auf der Probenoberfläche in Form von Lamellen führt.

Es zeigt sich somit, dass zwischen einer mikroskopischen und einer makroskopischen Bildung von α' -Martensit unterschieden werden muss. Die mikroskopische Bildung findet schon

bei global geringsten Belastungen statt, sobald es in der Mikrostruktur zur Versetzungsbewegung kommt. Aufgrund des Spannungszustandes kommt es zunächst in oberflächennahen Bereichen zur Versetzungsbewegung und damit zu der beschriebenen Lamellenbildung. Erst ab einem Schwellenwert der globalen plastischen Verformung kommt es schließlich zu einer Bildung von α' -Martensit im kompletten Probenvolumen, die dann auch mittels der globalen Messverfahren detektiert werden kann. Der in Kapitel 2.1.5 beschriebene Mechanismus zur α' -Martensitbildung ist sowohl bei der mikroskopischen als auch bei der makroskopischen Bildung gültig.

Bei höheren Amplituden kommt es aufgrund der makroskopischen Umwandlung zu einer Verfestigung. Für spannungskontrollierte Ermüdung bei $\Delta\sigma/2 = 240$ MPa wird in Müller-Bollenhagen et al. (2010a) von einer Bildung von 3-5 % α' -Martensit berichtet, die mit einer Verfestigung des Werkstoffs einhergeht.

Ein weiterer Einflussfaktor auf den Schwellenwert zur Umwandlung ist die Temperatur. Mit dem Absinken der Temperatur sinkt auch die Dehnungsamplitude, bei der eine Umwandlung beginnt (Maier et al. 1993, Baudry&Pineau 1976). Dagegen kommt es mit zunehmender Prüffrequenz zu einem Anstieg der Probentemperatur, sodass der Schwellenwert zur Umwandlung steigt (Nikitin&Besel 2008). Aus allen zitierten Untersuchungen ergibt sich, dass mit zunehmender Zyklenzahl der Volumengehalt kontinuierlich ansteigt. Aufgrund der zunehmenden Bildung von α' -Martensit kann in den plastisch dehnungsgeregelten Versuchen eine starke Verfestigung des Gefüges beobachtet werden.

Der verformungsinduzierte α' -Martensit, gebildet durch zyklische oder monotone Verformung, nimmt Einfluss auf die Lebensdauer. Im Bereich geringer Bruchlastspielzahlen bzw. hoher plastischer Dehnungsamplituden, zeigt sich, dass im Vergleich zum α' -Martensit-freien Zustand ein Volumenanteil von 30 - 40 % α' -Martensit zu höheren Lebensdauern führt (Maier et al. 1993). Ab 50 % Volumenanteil nimmt die Lebensdauer rapide ab im Vergleich zum α' -Martensit-freien Zustand. Eine Erklärung ist hier im Rissausbreitungsverhalten zu finden. Bei hohen α' -Martensit-Gehalten ist aufgrund der hohen Kerbempfindlichkeit und der geringen Duktilität des α' -Martensit eine erleichterte Rissbildung und hohe Rissausbreitungsrate ausschlaggebend. Im Bereich der Dauerfestigkeit stellt ein Volumengehalt von 27 % α' -Martensit ein Optimum dar (Müller-Bollenhagen et al. 2010a). Bis zu diesem Gehalt steigt die Dauerfestigkeit im Vergleich zum α' -Martensit-freien Zustand an und der Werkstoff zeigt – zumindest bis zu Lastspielzahlen von 10^9 Zyklen – eine Dauerfestigkeit. Bei höheren α' -Martensitgehalten ist dies nicht mehr der Fall, denn hier kann ein Versagen auch bei sehr

hohen Zyklenzahlen noch beobachtet werden. Bis zu dem Grenzwert von 27 % α' -Martensitgehalt wirkt die gebildete martensitische Phase verfestigend und eine Rissinitiation wird unterdrückt. Mit steigendem α' -Martensitgehalt tritt die zunehmende Kerbempfindlichkeit in den Vordergrund, sodass eine Rissinitiation schließlich an Einschlüssen im Probeninneren zu finden ist, auch noch im Bereich von 10^9 Zyklen.

2.2.2 Initiierung von Ermüdungsrissen

Die Diskussion der Rissinitiation muss mit der Definition der Größe eines Anrisses beginnen. In dieser Arbeit soll der Fokus auf Rissinitiationsereignissen liegen, die in der Größenordnung der charakteristischen Mikrostruktur liegen. Im HCF-Bereich findet die Initiierung von Ermüdungsrissen meist an der Oberfläche statt. Die Rissinitiation wird durch Faktoren wie die Oberflächenbeschaffenheit, die Atmosphäre, die Temperatur und die chemische Zusammensetzung der Legierung beeinflusst. Rissentstehung kann an In- oder Extrusionen von Gleitbändern (Essmann et al. 1981), an mikrostrukturellen Inhomogenitäten, wie z.B. Poren und Einschlüssen (Lankford 1982), oder auch an Korngrenzen aufgrund lokaler Spannungsüberhöhungen beobachtet werden. Letztere ist auf elastisch anisotropes Materialverhalten zurückzuführen.

Im Detail soll hier nur auf Rissentstehung durch elastische Anisotropie eingegangen werden, da diese Art der Initiierung der entscheidende Mechanismus für austenitische Edelmstähle unter zyklischer Belastung im HCF-Bereich zu sein scheint. Dies soll im Folgenden dargestellt werden. Für eine umfassende Abhandlung über Ermüdungsrissinitiation und alle Einfluss nehmenden Größen soll auf Suresh (2006) oder Krupp (2007) verwiesen werden.

Unter zyklischer Belastung bei Spannungsamplituden im Bereich der Dauerfestigkeit tritt Rissinitiation in austenitischen Edelmstählen meist an Zwillingskorngrenzen auf, welche im kfz Gitter durch eine 60° -Verkipfung um eine $\langle 111 \rangle$ -Achse abgebildet sind. Auf Zwillingsgrenzen wirken, neben der Schubspannung durch die äußere Beanspruchung zusätzliche Schubspannungen, die auf die elastische Anisotropie des Gitters zurückzuführen sind. Eine Zwillingsgrenze stellt im kfz Gitter eine Gleitebene dar. Wenn die Summe der Schubspannungen, die aus der äußeren Belastung und aus der elastischen Anisotropie resultieren, hoch ist, kommt es zu einer frühen plastischen Aktivität auf der Zwillingsgrenze und zu einem Aufreißen dieser. Eine detaillierte Herleitung des Spannungszustandes an Zwillingsgrenzen kann Heinz&Neumann (1990) und Blochwitz&Tirschler (2004) entnommen werden. Heinz&Neumann (1990) zeigten, dass in stabilem austenitischen Edelmstahl bei Belastungs-

amplituden im LCF-Bereich auch eine Rissinitiation an persistenten Gleitbändern (PGB)¹ zu beobachten ist, dieser Mechanismus jedoch mit kleiner werdender Amplitude hin zum Aufreißen von Zwillingsgrenzen wechselt. Sie berichten weiterhin, dass die Rissinitiation im HCF-Bereich an den Zwillingsgrenzen innerhalb der ersten 10 % der Lebensdauer eintritt.

2.2.3 Frühe Stadien des Risswachstums

Kurze Risse

Nach Suresh&Ritchie (1984) können Mikrorisse bzw. kurze Risse je nach Betrachtungswinkel unterschiedlich charakterisiert werden. Sie werden hier unterschieden in mechanisch kurze Risse, physikalisch kurze Risse und mikrostrukturell kurze Risse. Physikalisch kurze Risse werden wenig von der Mikrostruktur beeinflusst und die plastische Zone an der Rissspitze ist vernachlässigbar klein. Als mechanisch kurze Risse werden solche charakterisiert, deren plastische Zone im Verhältnis zur Risslänge groß ist und damit nicht vernachlässigt werden darf. Auch hier hat die Mikrostruktur einen vernachlässigbar geringen Einfluss. Mikrostrukturell kurze Risse werden stark von mikrostrukturellen Eigenschaften beeinflusst. Die Länge solcher Risse entspricht den charakteristischen Größenordnungen der betrachteten Mikrostruktur, wie z.B. der Korngröße oder des Lamellenabstands in perlitischen Stählen. Somit ist die Länge eines definitionsgemäß mikrostrukturell „kurzen“ Risses immer im Verhältnis zur Mikrostruktur zu betrachten. Im Folgenden soll die Charakterisierung der mikrostrukturell kurzen Risse detaillierter erfolgen, da diese Sichtweise auf kurze Risse der vorliegenden Arbeit entspricht.

Mikrostrukturell kurze Risse (im Folgenden auch als kurze Risse bezeichnet) zeigen im Vergleich zu langen Rissen ein stark oszillierendes Wachstum. Die Rissausbreitungsgeschwindigkeit ist starken Schwankungen unterworfen. Es kann durch mikrostrukturelle Hindernisse wie z.B. Korn- und Phasengrenzen (Düber et al. 2006, Morris 1980) sogar zum Rissstopp kommen. Kurze Risse sind auch unterhalb des für lange Risse geltenden Schwellenwerts der Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors ΔK_{th} (zum ΔK -Konzept siehe Kapitel 2.2.4) wachstumsfähig und können bei vergleichbarer Belastung um mehrere Größenordnungen schneller wachsen als lange Risse z.B.: (Venkateswara et al. 1988). Somit kann das Wachstum kurzer Risse nicht wie das von langen Rissen nach Gesetzen der linear elastischen

¹ Bei der Wechselverformung von Metallen lokalisiert sich die plastische Verformung häufig in Gleitbändern, die über die gesamte Lebensdauer aktiv bleiben. Sie werden als „persistent“ bezeichnet, da nach einem Abpolieren der Oberfläche und anschließendem Weiterermüden die PGB's wieder an der gleichen Stelle entstehen (Mughrabi 1984).

Bruchmechanik beschrieben werden, wie es z.B. nach dem Gesetz von Paris&Erdogan (1963) möglich ist. Bild 2.10 zeigt schematisch den Vergleich von kurzen und langen Rissen.

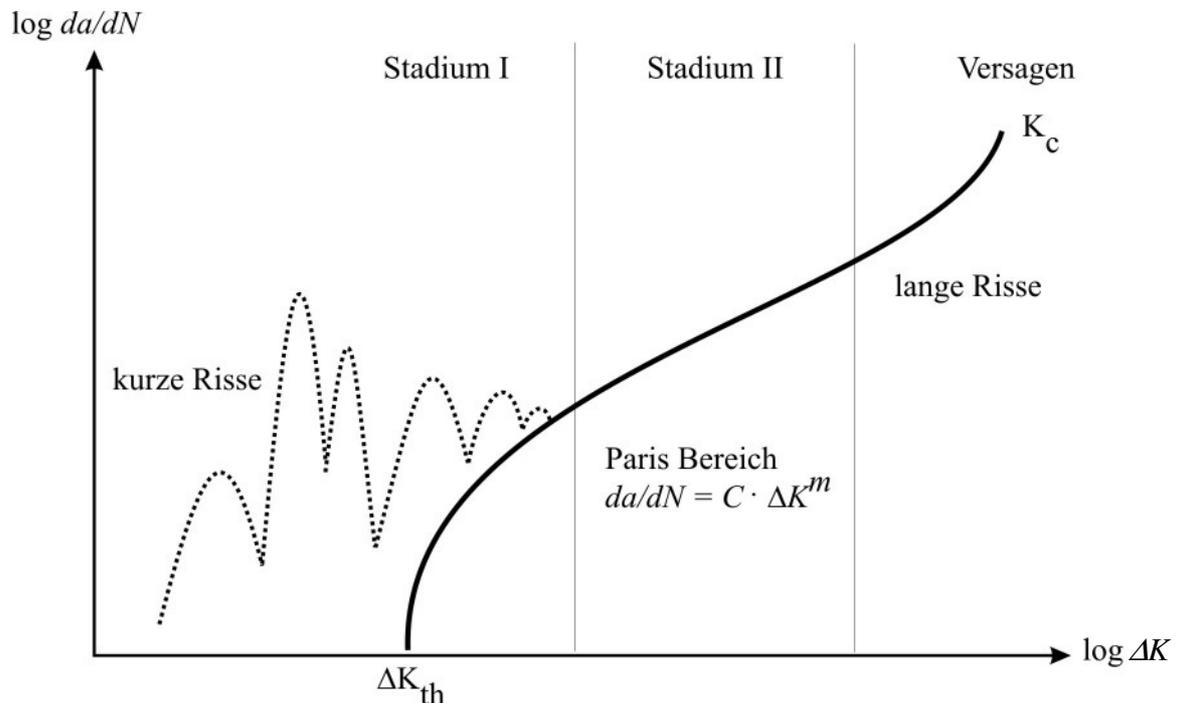


Bild 2.10: Vergleich der Rissausbreitungsrate da/dN als Funktion der Schwingbreite des Spannungintensitätsfaktors ΔK für kurze und lange Risse, ausgeprägter Einfluss der Mikrostruktur bei kurzen Rissen.

Aufgrund der plastischen Anisotropie von Metallgittern hat die Mikrostruktur auch einen Einfluss auf die Ausbreitungsrichtung. Im Folgenden soll der Einfluss auf die Ausbreitungscharakteristik mikrostrukturell kurzer Risse näher dargestellt werden. Das frühe Risswachstum nach der Initiierung kann hierbei in das Stadium 1 und Stadium 2 unterteilt werden.

Stadium I-Risswachstum

Das Stadium I-Risswachstum beschreibt eine Rissausbreitung auf einem einzelnen Gleitband und wurde erstmals von Forsyth (1962) beschrieben. Diese kristallographische Rissausbreitung ist besonders zu Beginn der Ermüdungsschädigung zu beobachten.

Das Stadium I-Risswachstum kann auch als eine schubspannungskontrollierte Rissausbreitung bezeichnet werden. Da Schubspannungen unter einem Winkel von 45° zur Belastungsrichtung ihr Maximum erreichen, ist ein Stadium I-Riss um diese Neigung verkippt. Aus diesem Grunde wird er hauptsächlich in Mode II (Bild 2.11) belastet, überlagert von einer

Mode I-Belastung. Eine Beschreibung dieses Rissfortschrittsmechanismus bei Zug-Druckbelastung liefert Wilkinson et al. (1998) und soll im Folgenden erläutert werden.

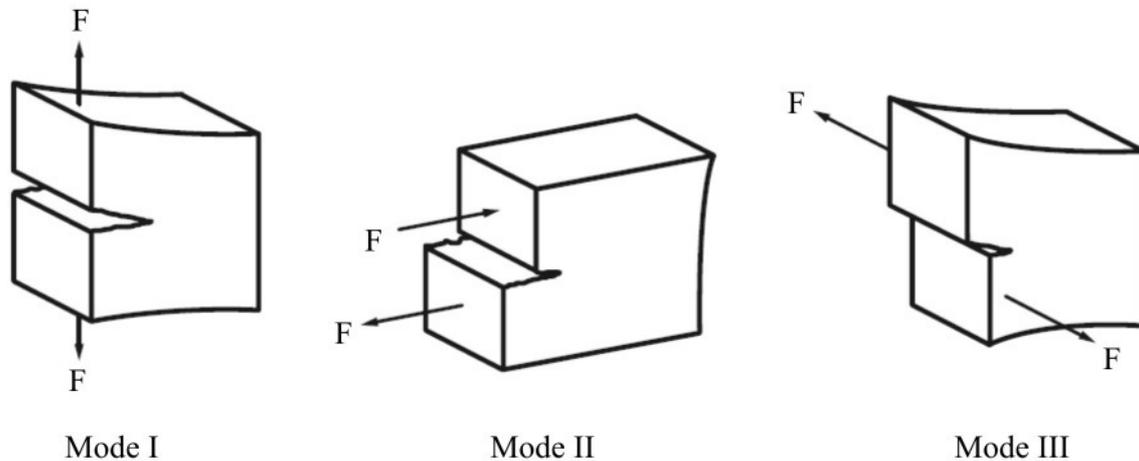


Bild 2.11: Rissbeanspruchungsarten: Mode I entspricht einer Öffnung der Rissufer durch eine normal zu den Rissufern wirkende Belastung, Mode II entspricht einer Scherbelastung, die in Richtung des Rissfortschritts wirkt, Mode III entspricht einer Scherbelastung, die normal zur Richtung des Rissfortschritts wirkt.

Berechnungen durch Creager&Paris (1967) zeigen, dass die Schubspannungen auf den Gleitebenen parallel zur Rissausbreitungsrichtung asymmetrisch sind. Dies ist auf die Überlagerung der Mode II-Belastung von Stadium I-Rissen mit einem geringen Mode I-Anteil zurückzuführen. Nach Wilkinson et al. (1998) kommt es aus diesem Grund in der Zugphase eines Belastungszyklus auf Gleitebenen unterhalb der Riss Spitze zu einer Erzeugung und Bewegung von Versetzungen mit negativem Vorzeichen in die Richtung des Risses und zu einer Erzeugung und Bewegung von Versetzungen mit positivem Vorzeichen in das Gleitband hinein (Bild 2.12). Bei der darauf folgenden Druckphase kommt es dann zu einer Erzeugung und Bewegung von Versetzungen mit umgekehrtem Vorzeichen (Versetzungen mit positivem Vorzeichen Richtung Riss und Versetzungen mit negativem Vorzeichen in das Gleitband hinein) auf Gleitebenen oberhalb der Riss Spitze. Gleichzeitig bewegen sich einige, der in der Zugphase gebildete Versetzungen positiven Vorzeichens zurück in Richtung der Riss Spitze (Aufgrund der Gleitirreversibilität von Versetzungen (Hull 1975) bewegen sich nicht alle Versetzungen zurück). Die Annihilation von Versetzungen positiven Vorzeichens mit den Versetzungen negativen Vorzeichens führt zu einer Bildung von Versetzungsdipolen des interstitiellen Typs an der Riss Spitze und zu einem Risswachstum durch die Absorption von Versetzungsdipolen des Leerstellentyps. Nach diesem Modell ist demnach das Risswachstum im Stadium I nur aufgrund der Gleitirreversibilität von Versetzungen möglich.

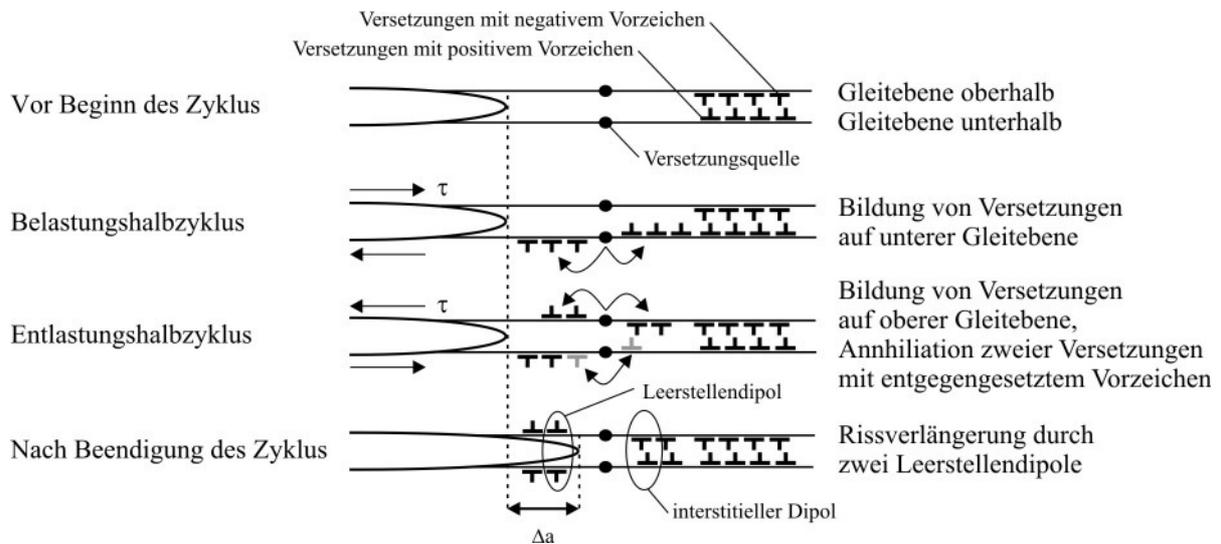


Bild 2.12: Wachstumsmechanismus von Stadium I-Rissen hervorgerufen durch Gleitirreversibilität (Wilkinson et al. 1998).

Das Stadium I-Risswachstum ist insbesondere im Bereich von hohen Bruchlastspielzahlen vorzufinden, da hier die angelegten Spannungen gering sind, sodass nur ein Gleitsystem aktiviert werden kann (Düber 2007). Der Risspfad folgt hierbei häufig dem Gleitsystem, welches den höchsten Schmidfaktor aufweist. Aus diesem Grund ist das Stadium I-Risswachstum in Phasen mit geringerer Duktilität ausgeprägter. Hier sind die kritischen Schubspannungen zur Aktivierung von Gleitung relativ hoch und nur ein Gleitsystem kann aktiviert werden. Weiterhin konnte Düber (2007) zeigen, dass die Ausbreitungsgeschwindigkeit von Rissen im Stadium I a (Einfachgleiten) höher ist, im Vergleich zu Rissen im Stadium I b (Abgleitung auf zwei alternierend aktivierten Gleitsystemen), da nur ein Gleitsystem aktiviert ist.

Stadium II-Risswachstum

Stadium II-Risswachstum folgt dem Stadium I-Risswachstum und kann mit zunehmender Risslänge beobachtet werden. Der Riss wächst senkrecht zur aufgebrachten Normalspannung unter einer Mode I-Belastung durch die Aktivierung von mehreren Gleitsystemen vor der Risspitze (Forsyth 1962).

Laird & Smith (1961) beschreiben diese Form des Rissfortschritts als ein zyklisches Abstumpfen und Wiederanspitzen der Risspitze durch plastische Verformung (plastic blunting/resharpening). Es kommt hier zum Rissfortschritt unter Bildung von Schwingstreifen aufgrund der Irreversibilität der plastischen Verformung. Bild 2.13 stellt schematisch das Modell nach Laird & Smith dar.

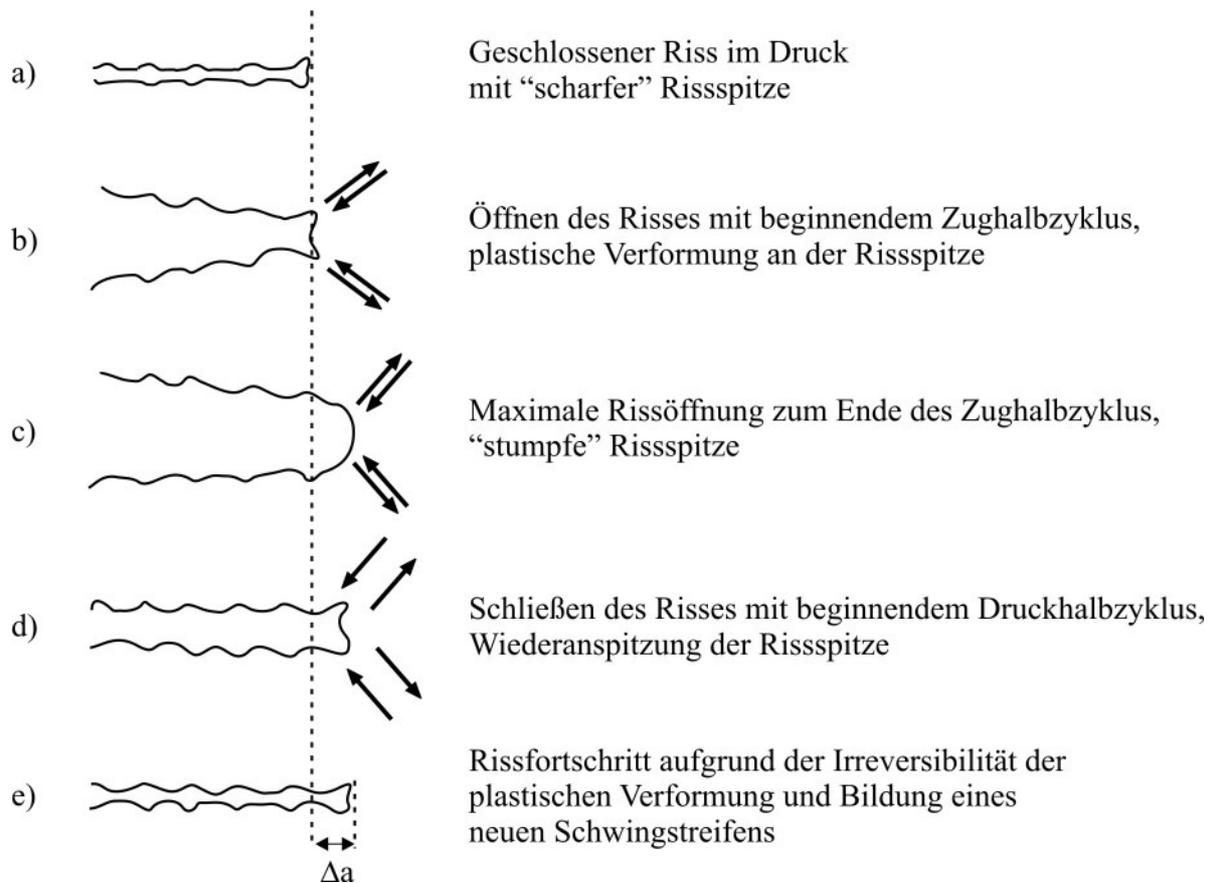


Bild 2.13: Modell zum Stadium II-Risswachstum nach Laird&Smith (1961).

Das Modell nach *Laird & Smith* ist geeignet um das Wachstumsverhalten von langen Rissen in duktilen Werkstoffen zu charakterisieren, deren plastische Zone sich vor der Rissspitze über mehrere Körner erstreckt. Somit hat die Mikrostruktur lediglich einen geringen Einfluss. Ein für kurze Risse passenderes und häufig zitiertes Modell zum Rissfortschritt im Stadium II liefert Neumann (1969) (Bild 2.14). Hierbei erfolgt das Risswachstum auf zwei alternierend aktivierten Gleitbändern. Im Zughalbzyklus findet Abgleitung zunächst auf einem Gleitband statt (Bild 2.14a). Das Gleitband verfestigt mit zunehmender Abgleitung bis schließlich keine weitere plastische Verformung möglich ist. Daraufhin wird ein sekundäres Gleitband aktiviert (Bild 2.14b), das bei fortschreitender Belastung ebenfalls verfestigt. Dieses alternierende Abgleiten setzt sich fort bis das Maximum des Zughalbzyklus erreicht ist.

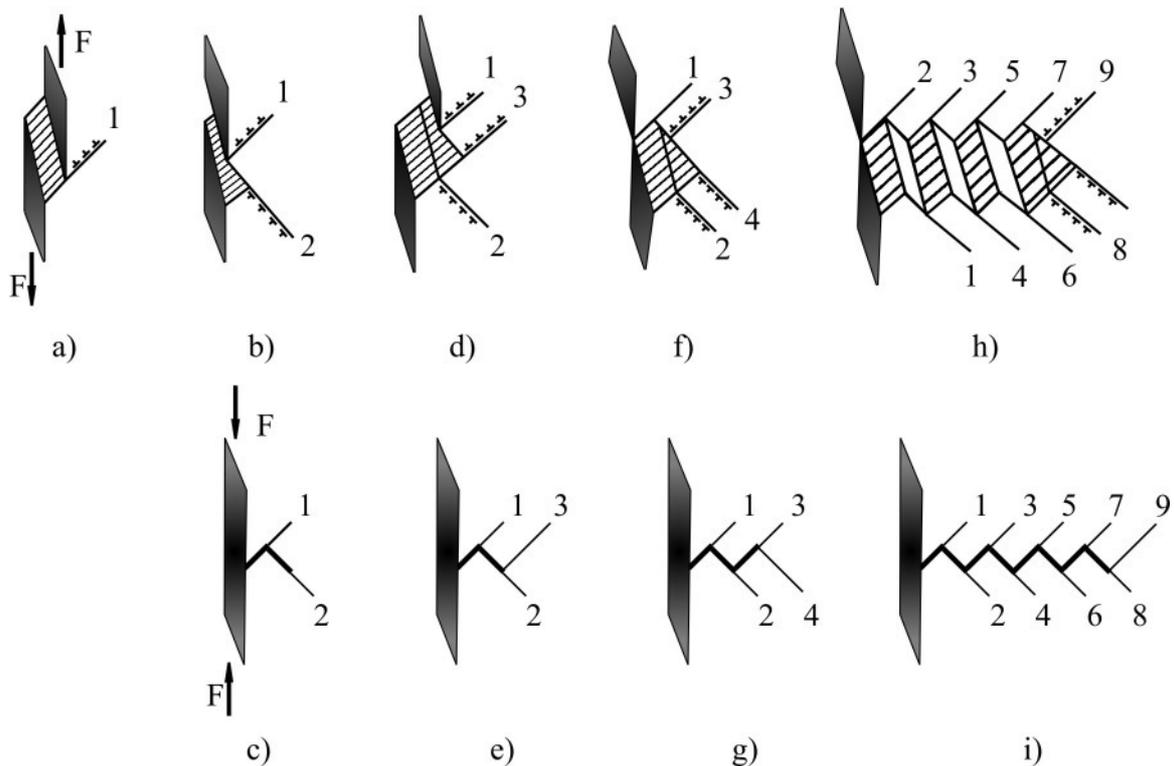


Bild 2.14: Modell zum Stadium II-Risswachstum durch alternierende Abgleitung auf verschiedenen Gleitsystemen (Neumann 1969).

Dabei wird neue Oberfläche durch das Abgleiten der Gleitbänder gebildet. Im anschließenden Druckhalbzyklus kommt es aufgrund der Gleitirreversibilität nicht zum Wiederverschweißen der involvierten Gleitebenen. Ein Rissfortschritt ist die Folge. Da die plastische Abgleitung in diesem Modell durch diskrete Gleitsysteme beschrieben wird, kommt es nicht zu einer Abstumpfung der Rissspitze.

Dass kurze Risse in Stadium II oder einem Stadium II ähnlichen Rissfortschritt wachsen, kann in stabilen austenitischen Edelstählen beobachtet werden (Blochwitz et al. 2008). Kurz nach der Initiierung wachsen die Risse durch alternierende Gleitung auf zwei $\{111\}$ -Gleitsystemen in Richtung von niedrig indizierten Ebenen wie $\{100\}$ und $\{110\}$. Der Einfluss der Mikrostruktur kommt in der Rissausbreitungsgeschwindigkeit zum Ausdruck. Aufgrund der elastischen Anisotropie ist die Rissgeschwindigkeit in Körnern, die in der Belastungsrichtung einen geringen Elastizitätsmodul aufweisen geringer als in Körnern mit hohem Elastizitätsmodul (Blochwitz et al. 2008). Wenn man davon ausgeht, dass in einem Gefüge bei einer globalen Belastung alle Körner um den gleichen Betrag elastisch gedehnt werden, so ist die Normalspannung in Körnern, die in einer elastisch weicheren Richtung liegen, geringer als in

solchen die in einer elastisch steifen Richtung orientiert sind. Sind die Normalspannungen geringer, so sind auch die maximalen Schubspannungen auf den Gleitsystemen geringer.

Des Weiteren zeigt sich, dass die Korngrenzen Einfluss auf die Rissausbreitungsgeschwindigkeit haben. Nach Blochwitz&Richter (1999) nimmt die Rissgeschwindigkeit mit der Annäherung eines Risses an eine Korngrenze ab, um nach dem Überqueren der Korngrenze wieder anzusteigen. Sie zeigten weiterhin, dass einem Risswachstum in Wechselgleiten ein Stadium I-Risswachstum auf einer $\{111\}$ -Ebene folgen kann, und dass der Anteil an Risspfaden, die im Wechselgleiten gebildet werden, mit geringer werdender plastischer Dehnungsamplitude sinkt, zugunsten von Stadium I-Risspfaden. Ein ähnliches Rissausbreitungsverhalten beobachtete Düber (2007) in Duplex-Stahl. Nach einer Rissausbreitung in Wechselgleiten in der austenitischen Phase kann eine Rissausbreitung in Einfachgleiten in der ferritischen Phase folgen. Aus diesem Grund wurde die Rissausbreitung von kurzen Rissen im Wechselgleiten auch von Düber (2007) als Stadium Ib-Rissausbreitung beschrieben.

Einfluss der Martensitbildung auf das Wachstum von kurzen und langen Rissen

Zum Wachstum von kurzen Rissen in metastabilen austenitischen Edeltählen ist in der Literatur wenig zu finden. Lediglich Stolarz et al. (2001) berichten über das Entstehungs- und Ausbreitungsverhalten von kurzen Rissen während plastisch dehnungskontrollierter Versuche im LCF-Bereich. Nach Untersuchungen an geätzten Oberflächen ermüdeter Proben konnte festgestellt werden, dass Risse ausschließlich in Bereichen von vorher gebildetem α' -Martensit initiieren. Während des Risswachstums bildet sich α' -Martensit in der plastischen Zone vor der Risspitze, sodass die Risse vollständig von α' -Martensit umgeben sind und sich in diesem ausbreiten, ohne die vorauslaufende α'/γ -Phasengrenze zu überschreiten (Bild 2.15).

Es wird weiterhin berichtet, dass die Ausbreitungsgeschwindigkeit kurzer Risse vor γ/γ -Korngrenzen abnimmt und zeitweise ganz zum Erliegen kommt. Andererseits scheint die kristallographische Orientierung der Mikrostruktur keinen Einfluss zu haben, da die Risse keinerlei Ablenkung nach dem Überschreiten von γ/γ -Korngrenzen zeigen. Im Vergleich zu stabilen austenitischen Edeltählen ist die Rissausbreitungsgeschwindigkeit der kurzen Risse geringer, was auf die durch die Umwandlung dissipierte Energie zurückgeführt werden kann, die nicht mehr für die Rissausbreitung zur Verfügung steht.

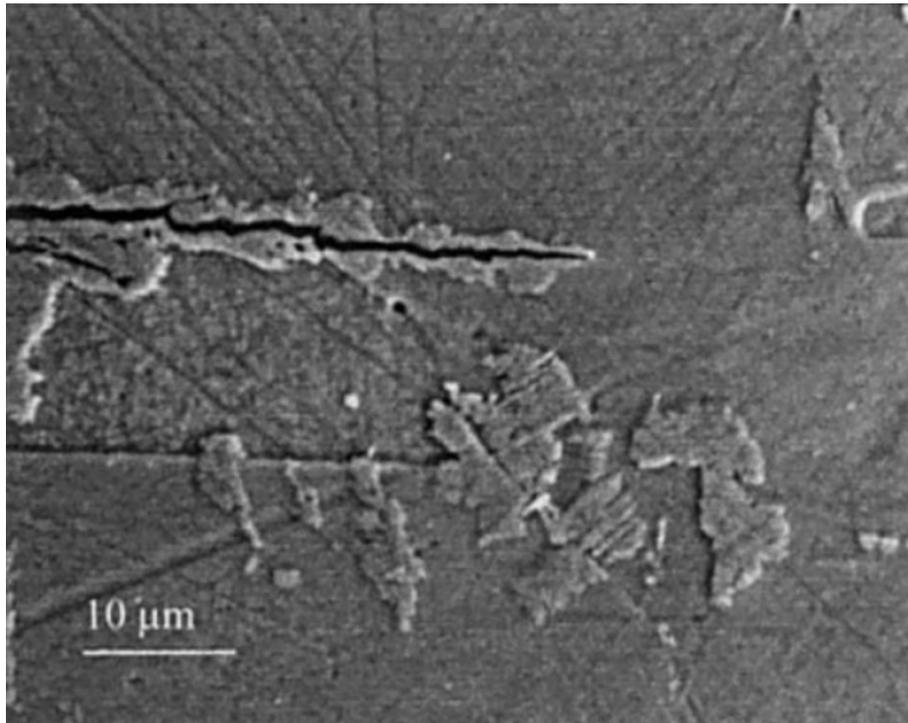


Bild 2.15: Kurzer Riss in metastabilem Austenit im LCF Bereich, $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 4 \cdot 10^{-3}$ (Stolarz et al. 2001).

Daraus wird abgeleitet, dass mit sinkender Austenitstabilität die Rissausbreitung unter zyklischer Belastung (im Bereich hoher plastischer Dehnungsamplituden) verringert wird. Diese These ist allerdings nur bis zu einem bestimmten Anteil an α' -Martensit haltbar. Wächst der Riss in Bereiche mit bereits gebildetem α' -Martensit, was mit steigendem α' -Martensitgehalt immer wahrscheinlicher wird, kann ein Anstieg der Rissausbreitungsgeschwindigkeit beobachtet werden (Stolarz et al. 2001).

Verglichen mit dem Risswachstum in stabilem Austenit ist das Ausbreitungsverhalten von langen Rissen in metastabilen austenitischen Edelstählen verzögert (Pineau&Pelloux 1974). Bei gleicher Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors kann im Paris-Bereich (siehe Bild 2.10) beobachtet werden, dass mit abnehmender Austenitstabilität die Rissausbreitungsgeschwindigkeit sinkt. Dies wird auf die starke Verfestigung des Gefüges durch die Bildung von α' -Martensit zurückgeführt. Ein ähnliches Rissausbreitungsverhalten beschreibt Hornbogen (1977). Neben der Verfestigung, bedingt durch die Phasentransformation, werden aufgrund der Volumenzunahme der gebildeten α' -Phase Druckspannungen eingebracht, die das Spannungsfeld in der Zugphase vor der Rissspitze reduzieren. Dies kann sowohl im Paris- als auch im Schwellenwertbereich beobachtet werden. Die Verzögerung der Rissausbreitung

durch die Volumenzunahme tritt lediglich dann ein, wenn die umgewandelte Zone vor der Rissspitze von einem großen Bereich der Ausgangsphase umgeben ist. Ist die Umwandlungszone im Verhältnis zur Proben- oder Bauteilgeometrie groß, bedingt durch eine hohe Spannungsintensität an der Rissspitze oder durch eine hohe Instabilität des Gefüges, so tritt zunehmend die höhere Rissausbreitungsgeschwindigkeit der spröderen martensitischen Phase in den Vordergrund und ein beschleunigtes Risswachstum ist zu beobachten.

Das transformationsinduzierte Rissschließen infolge der Volumenzunahme hat somit einen großen Anteil an der Verzögerung des Risswachstums. Die Volumenzunahme bei der Umwandlung von γ -Austenit in α' -Martensit beträgt ca. 2,57 % (Padilha&Rios 2002).

2.2.4 Bruchmechanische Methoden zur Lebensdauerberechnung

Im Folgenden soll das Risswachstum aus dem makroskopischen und kontinuumsmechanischen Blickwinkel der Bruchmechanik betrachtet werden. Aufgrund der eher geringen Bedeutung für die hier vorliegende Arbeit soll dies in aller gebotenen Kürze stattfinden und auf detaillierte Monographien zu diesem Thema, z.B. Gross (2007), oder Anderson (2005) verwiesen werden.

Linear elastische Bruchmechanik und ΔK -Konzept

Die linear elastische Bruchmechanik betrachtet den rissbehafteten Körper als rein elastisch. Inelastische Bereiche, wie z.B. plastische Zonen vor der Rissspitze, sind streng genommen nicht zugelassen und müssen demnach so klein sein, dass sie aus makroskopischer Sicht vernachlässigbar sind. Das Spannungsfeld des so genannten Griffith-Risses (mittiger Riss in ebener Scheibe) kann nach Sneddon (1946) und Irwin (1957) für Modus I-Beanspruchung, nach Gleichung 2.10 berechnet werden.

$$\begin{Bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \tau_{xy} \end{Bmatrix} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\left(\frac{\varphi}{2}\right) \begin{Bmatrix} 1 - \sin\left(\frac{\varphi}{2}\right) \sin\left(\frac{3\varphi}{2}\right) \\ 1 + \sin\left(\frac{\varphi}{2}\right) \sin\left(\frac{3\varphi}{2}\right) \\ \sin\left(\frac{\varphi}{2}\right) \cos\left(\frac{3\varphi}{2}\right) \end{Bmatrix} \quad 2.10$$

Hervorzuheben ist hier die $\frac{1}{\sqrt{r}}$ Singularität, aufgrund der die Spannung zur Rissspitze hin ins Unendliche steigt. Der Faktor K_I bildet den Spannungsintensitätsfaktor (SIF) und beschreibt die Intensität des elastischen Spannungsfeldes in der Umgebung der Rissspitze. Durch die Vernachlässigung des nichtsingulären Terms, der keinen großen Einfluss nimmt, kann K_I vereinfacht dargestellt werden (Gleichung 2.11). Hierbei ist σ die von außen aufgebraachte Normalspannung, a die halbe Risslänge und Y ein Geometriefaktor, der die Geometrie des Körpers und des Risses abbildet.

$$K_I = \sigma \cdot \sqrt{\pi \cdot a} \cdot Y \quad 2.11$$

Das Spannungsfeld eines Ermüdungsrisses kann durch die Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors dargestellt werden (Gleichung 2.12).

$$\Delta K_I = \Delta \sigma \cdot \sqrt{\pi \cdot a} \cdot Y \quad 2.12$$

Die Darstellung der Rissgeschwindigkeit als Funktion der Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors liefert eine werkstoffspezifische Auftragung, wie sie in Bild 2.10 exemplarisch dargestellt ist. Hier können drei Bereiche unterschieden werden. Im ersten Bereich, dem Stadium I der Langrissausbreitung, ist der Schwellenwert ΔK_{th} zu finden. Unterhalb dieses Wertes findet kein weiteres Wachstum bei langen Rissen statt. Der zweite Bereich, das Stadium II der Langrissausbreitung, wird durch das empirische Paris-Gesetz beschrieben (Paris&Erdogan 1963). Bei logarithmischer Auftragung lässt sich der Zusammenhang zwischen Rissausbreitung und der Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors durch eine Gerade mit der Steigung m beschreiben (Gleichung 2.13). Dieser Bereich beschreibt stabiles Risswachstum und kann zur Kontrolle rissbehafteter Bauteile herangezogen werden.

$$\frac{da}{dN} = C \cdot (\Delta K)^m \quad 2.13$$

Im letzten Bereich kommt es schließlich zum kritischen Risswachstum und zum Bruch bei Erreichen der Bruchzähigkeit K_{Ic} .

Elastisch-plastische Bruchmechanik

Die Anwendung der linear elastischen Bruchmechanik ist nicht mehr zulässig, wenn die plastische Zone eine Einfluss nehmende Größe erreicht. Die Betrachtung eines Risses in duktilem Material zeigt, dass mit steigender Belastung die Rissspitze aufgrund der Plastifizierung des Materials zunehmend abstumpft. Zur Charakterisierung eines solchen Rissspitzenzustandes können alternative Parameter verwendet werden. Dies ist zum einen das J-Integral (Rice 1968) und zum anderen die Rissspitzenöffnung δ_t oder CTOD (engl.: crack tip opening displacement) (Bilby et al. 1963). Das J-Integral ist als Verformungsintensitätsfaktor mit dem Spannungsintensitätsfaktor vergleichbar, berücksichtigt aber auch plastisches Materialverhalten. Die Rissspitzenöffnung δ_t ist ein Maß für die Verformung oder Öffnung der Rissspitze. Eine weitere Erläuterung dieser Parameter und der elastisch-plastischen Bruchmechanik erfolgt an dieser Stelle nicht. An die bereits vorgeschlagen Monographien zur Bruchmechanik sei hier verwiesen.

2.3 Simulation des Ausbreitungsverhaltens kurzer Risse

2.3.1 Eindimensionales Fließstreifenmodell

Als Basis für das im Parallelprojekt dieser Arbeit entwickelte mikrostrukturell basierte Kurzurissausbreitungsmodell dient das Fließstreifenmodell von Navarro&de los Rios (1988). Dieses Modell bildet die plastische Zone vor der Rissspitze als Streifen ab (Bild 2.16). Es wird ein Riss betrachtet, der sich innerhalb eines Kornes befindet. Der Riss und die plastische Zone vor der Rissspitze werden als Versetzungsverteilungsfunktion beschrieben. Die Rissausbreitungsgeschwindigkeit ist über Gleichung 2.14 mit der Schwingbreite der zyklischen Abgleitung an der Rissspitze $\Delta CTSD$ (crack tip slide displacement) verknüpft. Hierbei sind C und m werkstoffspezifische Konstanten.

$$\frac{da}{dN} = C \cdot \Delta CTSD^m \quad 2.14$$

Mit der Annäherung des Risses an ein mikrostrukturelles Hindernis – z.B. eine Korngrenze – nimmt die Ausbreitungsgeschwindigkeit ab, da die Ausdehnung der plastischen Zone vor dem Hindernis begrenzt wird. Die Versetzungsdichte in der plastischen Zone steigt und damit auch die Spannungskonzentration. Erreicht die Spannungskonzentration einen kritischen Wert, werden im Nachbarkorn Versetzungsquellen aktiviert, die zu einer Gleitbandaktivität führen. Der Riss kann damit das Hindernis überwinden und die Ausbreitungsgeschwindigkeit steigt sprunghaft an.

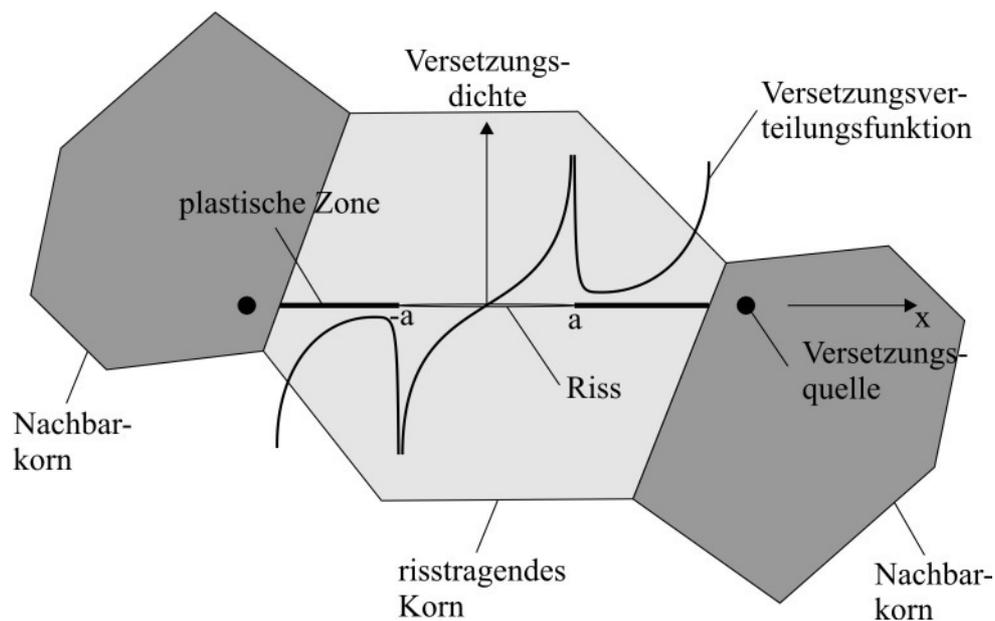


Bild 2.16: Schematische Darstellung des Modells von *Navarro* und *de los Rios*.

Es zeigt sich, dass das Modell von *Navarro* und *de los Rios* das oszillierende Ausbreitungsverhalten von kurzen Rissen beschreiben kann, die unter Einfachgleitung – also im Stadium I– wachsen.

2.3.2 Zweidimensionales Randelementemodell zur Simulation kurzer Risse

Aufbauend auf der Theorie des eindimensionalen Fließstreifenmodells von *Navarro* und *de los Rios* wurde zur Simulation kurzer Risse ein zweidimensionales Modell entwickelt, das hier kurz beschrieben wird. Detaillierte Ausführungen zum Modell können den Dissertationen von *Schick* (2004) und *Künkler* (2007) entnommen werden.

Ein Riss wird dabei als Gleitbandriss angenommen, der unter Mode II Beanspruchung wächst. Sowohl Risse als auch Gleitbänder werden mit Hilfe von Randelementen mit Relativ-

verschiebungen vernetzt. Ein Element besteht aus einem negativen Verschiebungssprung an dessen Anfang und aus einem positiven Verschiebungssprung am Elementenende. So kann eine über die Elementenlänge konstante Relativverschiebung in tangentiale (b_t) und normale (b_n) Elementrichtung nachgebildet werden. Erstere entspricht somit einer Abgleitung, zweitere einer Öffnung des Risses. Im Gleitband wird eine Öffnung der Elemente per Randbedingung unterbunden.

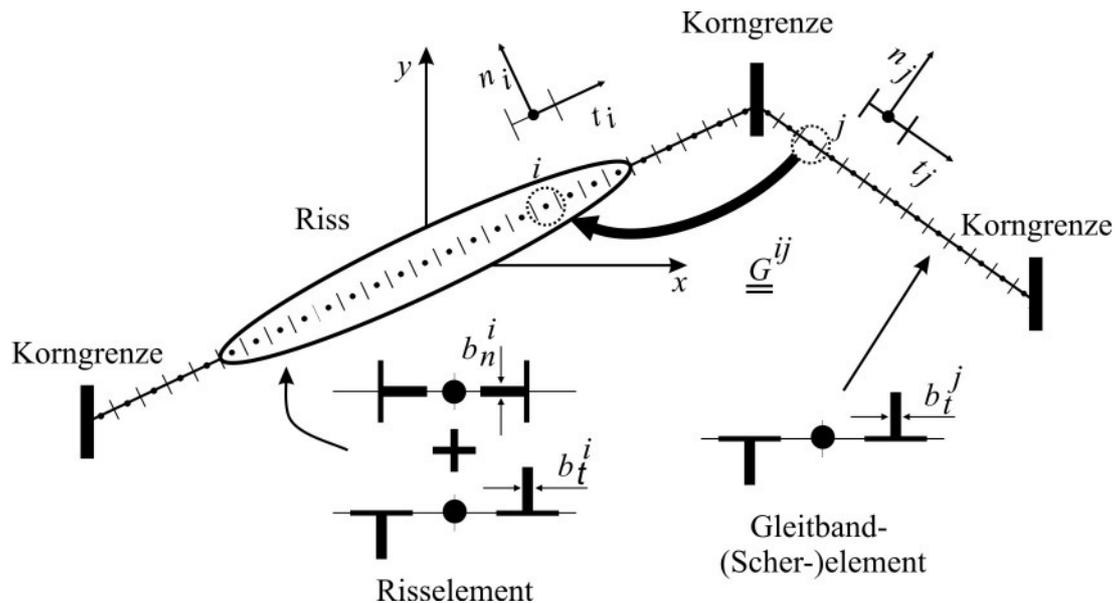


Bild 2.17: Durch Randelemente vernetztes Gleitband mit Riss nach Künkler (2007).

Der Verschiebungssprung einer Versetzung erzeugt ein Spannungsfeld proportional zum Verschiebungsvektor. Durch die Superposition der Spannungsfelder beider Verschiebungssprünge wird das Spannungsfeld des Elementes bestimmt. Diese Superposition erlaubt die Formulierung der Einflussmatrix G^{ij} , welche die von einem Element j erzeugte Spannung im Mittelpunkt des Elementes i beschreibt (Bild 2.18) und die geometrischen Informationen der Größe und der relativen Lage aller Elemente zueinander enthält. Die Summierung der Einflüsse bzw. Spannungen aller Elemente ergibt die Gesamtspannung im Element i .

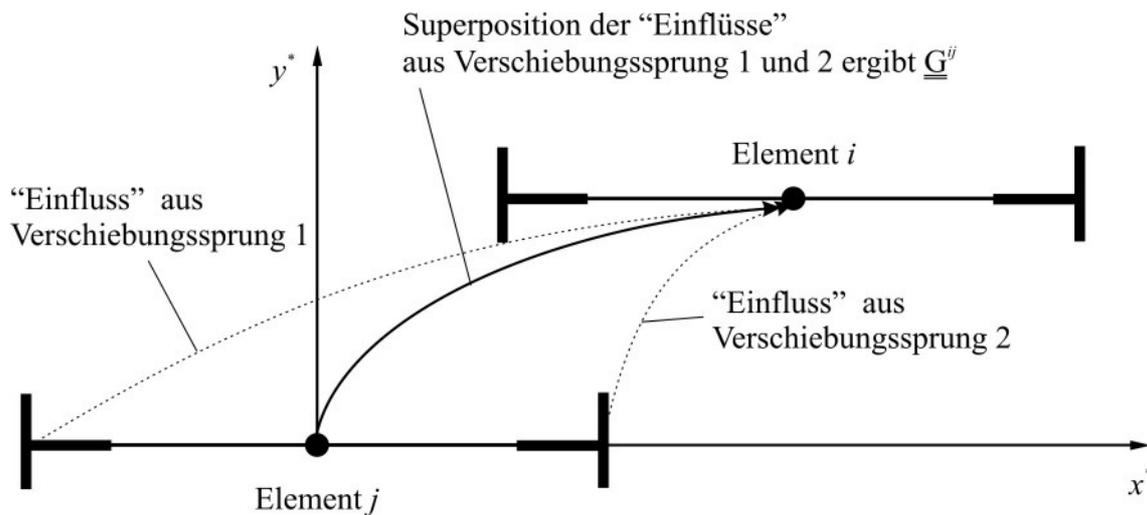


Bild 2.18: Einflussnahme eines Randelementes auf ein anderes nach Künkler (2007).

Die Abbildung aller Einflüsse auf alle Elemente und die Berücksichtigung der äußeren Beanspruchung ergibt damit das zu lösende Gleichungssystem. Unter Berücksichtigung der folgenden, notwendigen Randbedingungen, kann das Gleichungssystem gelöst und somit die Spannungen und Verschiebungen im Riss und der plastischen Zone berechnet werden:

- Der geöffnete Riss ist normalspannungsfrei: $\sigma_{nn} = 0$.
- Im Riss herrscht Reibungsfreiheit; die Rissufer sind schubspannungsfrei: $\tau_{tn} = 0$.
- Die Schubspannung in der plastische Zone darf nicht größer als die mikrostrukturelle Fließschubspannung sein: $\tau_{tn} \leq \tau_F$.
- Im Riss treten keine negativen Normalverschiebungen auf, da die Rissufer sich nicht durchdringen können: $b_n \geq 0$.

Als Ergebnis resultieren schließlich die Ungleichungen 2.17-2.19 aus denen sich die Normal- und Tangentialverschiebungen aller p Risselemente und die Tangentialverschiebungen aller q Gleitbandelemente berechnen lassen. Eine herausragende Bedeutung nimmt dabei die Risspitzenableitung ein, die zur Ermittlung des Rissfortschritts genutzt wird.

$$\sigma_{nn}^i = \sum_{j=1}^p G_{nn,n}^{ij} b_n^j + \sum_{j=1}^{p+q} G_{nn,t}^{ij} b_t^j + \sigma_{nn}^{i\infty} \leq 0 \quad i=1 \dots p \quad 2.17$$

$$\left| \tau_{tn}^i \right| = \left| \sum_{j=1}^p G_{tn,n}^{ij} b_n^j + \sum_{j=1}^{p+q} G_{tn,t}^{ij} b_t^j + \tau_{tn}^{i\infty} \right| \begin{cases} = 0 & i = 1 \dots p \\ \leq \tau_{krit} & i = p + 1 \dots p + q \end{cases} \quad 2.18$$

$$b_n \geq 0 \quad i = 1 \dots p \quad 2.19$$

$\sigma_{nn}^{i\infty}$ und $\tau_{tn}^{i\infty}$ sind die Normal- bzw. Tangentialspannungen, die auf ein Element i wirken. Analog zum Fleißstreifenmodell von *Navarro* und *de los Rios* wird der Rissfortschritt über Gleichung 2.14 mit der Rissspitzenableitung verknüpft. Die Parameter m und C werden werkstoffspezifisch angepasst, wobei C als Faktor für die Irreversibilität der Versetzungsbe-
 wegung gesehen werden kann. C wird demnach nie größer als 1 und ist beispielsweise im Vakuum kleiner als an Luft.

2.3.3 Hybrides Randelementemodell zur Simulation kurzer Risse unter Einfluss lokaler Phasenumwandlungen

Das Modell von Schick (2004) und Künkler (2007) berücksichtigt die plastische Anisotropie der Körner indem Gleitung nur auf kristallographischen Ebenen stattfindet, die in den unterschiedlichen Körnern individuelle Orientierungen aufweisen. Der Riss und die plastische Zone werden jedoch in eine unendliche Scheibe mit homogenen Eigenschaften modelliert. Soll dagegen die Bildung von α' -Martensit in die Rissausbreitungssimulation einbezogen werden, muss eine zweite Phase berücksichtigt werden, die gegenüber der Austenitphase, aus der sie entstanden ist, ein größeres Volumen aufweist. Um die Volumendehnung in einem begrenzten Bereich um die Rissspitze aufbringen zu können, muss er durch Randelemente umschlossen werden – die Phasengrenze erhalten eine Vernetzung. Erfolgt zusätzlich eine Diskretisierung der Korngrenzen, können den einzelnen Gefügekörnern individuelle elastische Eigenschaften zugewiesen werden (Kübbeler 2011). Somit ist es möglich, der elastischen Anisotropie der Körner Rechnung zu tragen (Bild 2.19).

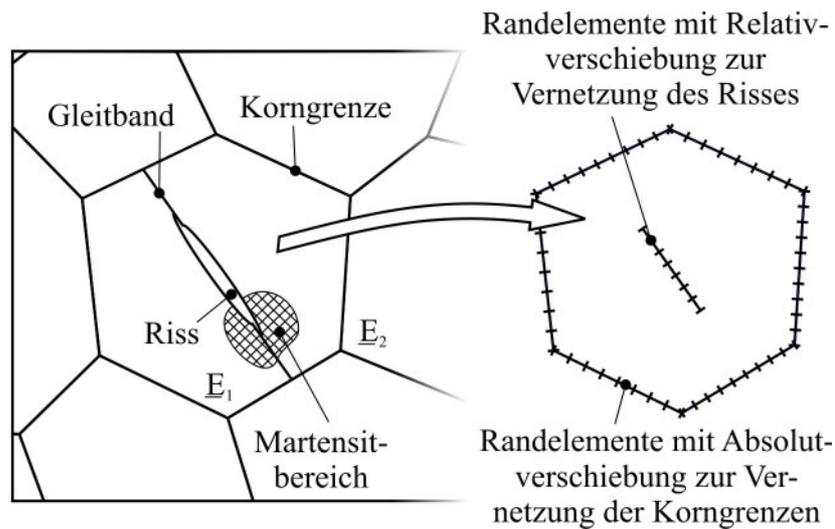


Bild 2.19: Zum hybriden Randelementmodell zur Simulation kurzer Risse.

Wie im ursprünglichen Modell erfolgt die Diskretisierung des Risses durch Elemente, denen Relativverschiebungen in normaler und tangentialer Richtung möglich sind. Zur Vernetzung des Gebietsrandes sind diese Elemente allerdings nicht geeignet, da sich eine Korngrenze weder öffnen kann noch gleitet sie ab. Hier werden Elemente mit Absolutverschiebungen verwendet, sodass die Körner fest miteinander verbunden bleiben. Um zwei verschiedene Randelemententypen in einem Modell nutzen zu können, werden sie in einem Superpositionsverfahren gekoppelt, das auf Ameen&Raghubrasad (1994) zurückgeht. Das Gesamtproblem eines Risses in einem Korn wird dabei in zwei Teilprobleme zerlegt: Betrachtet wird zum einen der Riss in einer unendlichen Scheibe und zum anderen das Gefüge als rissfreies endliches Gebiet (Bild 2.20).

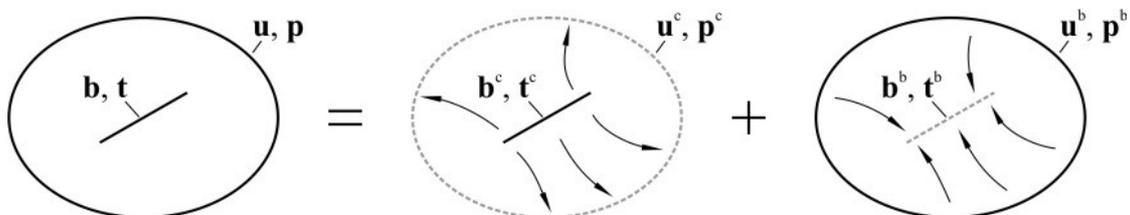


Bild 2.20: Zur Superposition eines Risses in einer unendlichen Scheibe und eines rissfreien endlichen Gebiets (b : Relativverschiebung, t : Spannung, u : Absolutverschiebung, p : Spannung, Index c für Riss, Index b für Gebietsrand).

Die Superposition beider Teilprobleme resultiert schließlich in einem Gleichungssystem, dessen Lösung, die Normal- und Tangentialverschiebungen für die Elemente im Rissbereich und die Tangentialverschiebungen für die Elemente in der plastischen Zone liefert. Aus der Lösung geht die Rissspitzenableitung $\Delta CTSD$ hervor. Die Risswachstumsgeschwindigkeit kann schließlich über das Risswachstumsgesetz (Gleichung 2.14) berechnet werden. Die exakte Herleitung der Superposition soll hier nicht näher erfolgen, sie kann Kübbeler et al. 2009 entnommen werden.

Mit dem beschriebenen Verfahren kann ein Riss in einem Korn nachgebildet werden. Unter Ausnutzung der Bedingung, dass die Spannung und die Verschiebung entlang des gemeinsamen Randes zweier Körner gleich sind, können mehrere Körner zu einem Gefüge zusammengesetzt werden.

3 Experimentelle Methoden

3.1 Versuchsapparaturen, Probengeometrien und Probenvorbereitung

3.1.1 Zugversuch

Zur Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften unter einsinniger Belastung des ausgewählten Werkstoffs wurden Zugversuche an einer spindelgetriebenen Zugprüfmaschine (Typ Wolpert) durchgeführt. Die Versuche erfolgten nach Norm DIN EN 10002-1 an langen Proportionalstäben.

3.1.2 Zyklisches Verformungsverhalten

Die Versuche zum zyklischen Verformungsverhalten wurden an servohydraulischen Prüfmaschinen der Hersteller Schenk (Typ PC mit 160 kN Kraftmessdose) und MTS (Typ 810 mit 50 kN Kraftmessdose) durchgeführt. In spannungskontrollierten Versuchen bei einer Prüffrequenz von 5 Hz wurde die Dehnung mit einem aufsteckbaren Extensometer der Firma Sandner (Typ Sandner EXA 15-1) gemessen. Zur Unterdrückung der Rissinitiation an durch die Fertigung bedingten Drehriefen wurden die zylindrischen Proben (Bild 3.1) mit SiC-Papier bis zu einer Körnung von 2000 geschliffen.

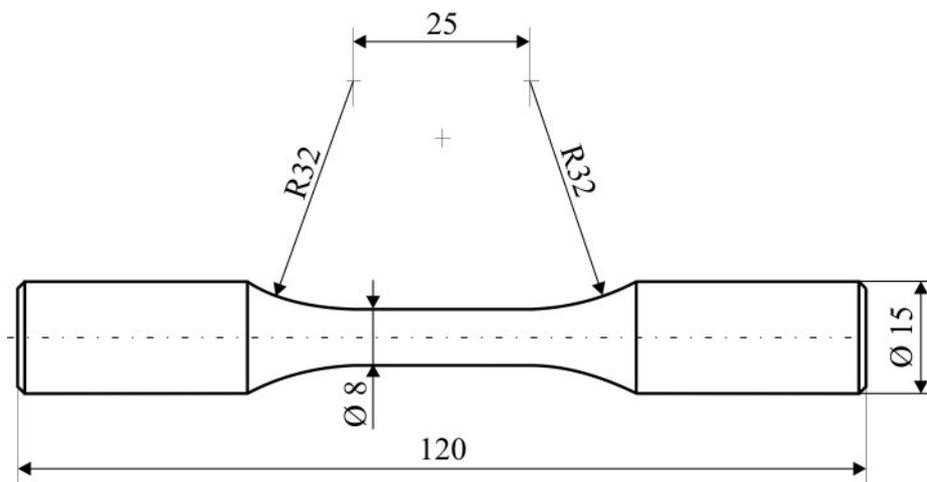


Bild 3.1: Rundprobe für zyklische Verformungsversuche.

3.1.3 Dauerfestigkeit

Die Ermittlung der Dauerfestigkeit wurde an einer Umlaufbiegemaschine des Herstellers Schenk (Typ PUN) durchgeführt. Die Prüffrequenz lag bedingt durch den Aufbau der Prüfmaschine bei 100 Hz. Die Geometrie der Proben ist Bild 3.2 zu entnehmen. Bei der Korrelation von Umlaufbiegeversuchen mit Versuchen, die auf Zug- Druck-Prüfmaschinen durchgeführt wurden, ist zu beachten, dass nicht der komplette Probenquerschnitt mit der Prüfspannung beaufschlagt wird. Die maximale Spannungsamplitude wird hier lediglich auf der Oberfläche der Probe erreicht. Deshalb muss aufgrund der Stützwirkung des weniger belasteten Gefüges aus dem Inneren der Probe heraus mit einer 10 – 25 % höheren Schwingfestigkeit gerechnet werden (Radaj 2007).

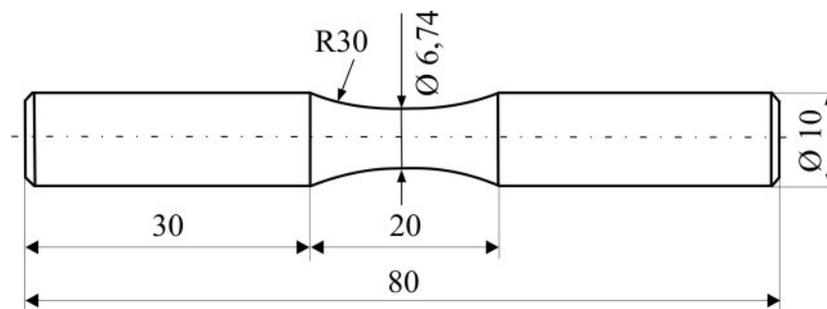


Bild 3.2: Rundprobe zur Ermittlung der Dauerfestigkeit mittels Umlaufbiegung.

3.1.4 Ausbreitungsverhalten kurzer Risse

Die Versuche zum Ausbreitungsverhalten von kurzen Rissen fanden zum einen an dem in Kapitel 4 detailliert beschriebenen in-situ Prüfsystem statt. Zum anderen wurden Versuche an einer servohydraulischen Prüfmaschine (MTS, Typ 810 mit 50 kN Kraftmessdose) bei einer Prüffrequenz von 5 Hz durchgeführt. Hierbei wurden die Proben nach definierten Intervallen der Zyklenzahl ausgespannt, im Rasterelektronenmikroskop untersucht und anschließend zur weiteren Ermüdung wieder in die Prüfmaschine eingespannt. Für diese Versuche wurden zylindrische „Shallow Notch“-Proben (Engl.: Flachkerb) benutzt (Bild 3.3). Aufgrund des Flachkerbs kann die höchste Ermüdungsschädigung auf den Bereich des Kerbgrundes reduziert werden, da hier eine leichte Spannungsüberhöhung vorliegt. Die Einschränkung des Schädigungsbereiches ist nötig, da die Rissuche im REM bei einer 500 – 1000 fachen Vergrößerung durchgeführt wurde und somit die zu untersuchende Fläche klein gehalten werden muss. Ein weiterer Grund für die Nutzung von „Shallow Notch“-Proben liegt in der notwendigen geometrischen Konfiguration von Proben zur Durchführung der Elektronenrückstreu-

beugung (EBSD) im REM (siehe Kapitel 3.3.1). Um verlässliche Orientierungsdaten der Mikrostruktur mit diesem Verfahren zu ermitteln, ist eine flache und in ihrer Verkippung definierte Oberfläche der Probe nötig. Eine zylindrische Probe mit einem Radius von 4 mm weist eine starke Krümmung auf und erfüllt diese Maßgabe nicht. Im Kerbgrund des Flachkerbs ist zwar auch eine Krümmung vorzufinden, diese kann jedoch näherungsweise als ebene Fläche angenommen werden, da die Krümmung aufgrund des großen Radius von 25 mm gering ist und nicht in der EBSD-Bezugsebene liegt.

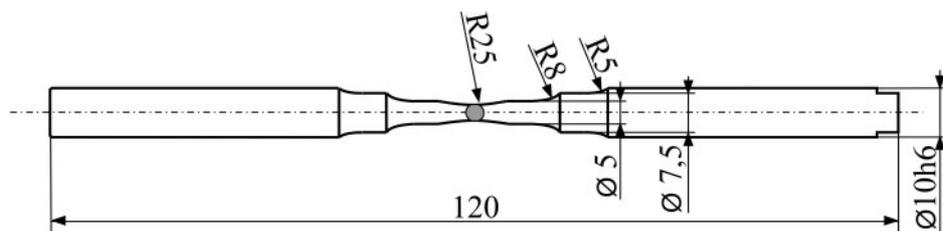


Bild 3.3: Shallow Notch Probe zur Untersuchung des Ausbreitungsverhaltes von kurzen Rissen (Darstellung nicht maßstabsgetreu).

Eine FEM-Rechnung der Probengeometrie ergab, dass die Spannung im Flachkerb dem 1,1 fachen der angelegten Spannung entspricht. Die im weiteren Verlauf der Arbeit genannten Spannungen sind nur auf den Querschnitt im Kerbgrund bezogen. Der Querschnitt kann nach Formel 3.1 berechnet werden. Hierbei ist D der maximale und d der minimale Probendurchmesser in der Messlänge.

$$A = \frac{D^2}{4} \cdot \left[\pi - 2 \cdot \arccos \frac{d}{D} + \sin \left(2 \cdot \arccos \frac{d}{D} \right) \right] \quad 3.1$$

Alle Proben, die bei der Untersuchung des Ausbreitungsverhaltens von kurzen Rissen Verwendung fanden, sowohl die „Shallow Notch“-Proben als auch die in-situ-Proben, wurden zunächst mit SiC-Papier bis zu einer Körnung von 2000 geschliffen und anschließend elektrolitisch poliert. Dieses Polierverfahren ermöglicht die Herstellung einer verformungsfreien und sehr glatten Oberfläche, die zur Darstellung des Gefüges im Rückstreuelektronenkontrast (Channeling-Kontrast) und zur Durchführung der EBSD-Messungen vorauszusetzen ist. Der verwendete Elektrolyt setzt sich zusammen aus 70 % Ethanol, 12 % destilliertem Wasser, 10 % Diethylenglykolmonobutylether und 8 % Perchlorsäure. Die Proben wurden bei einer

Elektrolyttemperatur von $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$ und einer elektrischen Spannung von 15 V für ca. 30 min poliert, was in einem Materialabtrag von ca. $100\text{ }\mu\text{m}$ resultierte.

3.1.5 Langrissmessungen

Zur Ermittlung des Schwellenwert- und des Stadium II-Risswachstums wurden Untersuchungen an einer Resonanzprüfmaschine der Firma Rumul (Typ Cracktronic 8204) durchgeführt. Die Versuche wurden bei einem konstanten Spannungsverhältnis von $R = 0,1$ an Vierpunktbiegeproben durchgeführt (Bild 3.4).

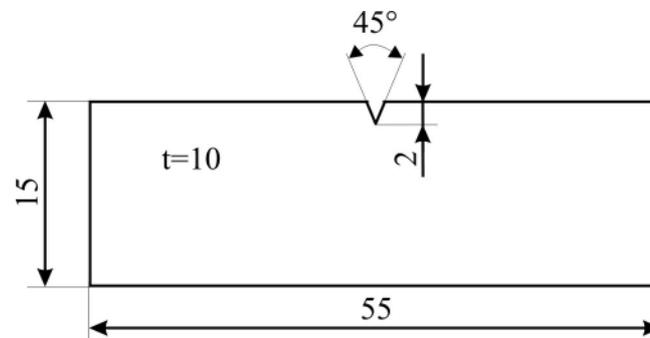


Bild 3.4: Vierpunktbiegeprobe zur Ermittlung von Langrissdaten.

Die Rissverlängerung wurde jeweils mit einer Rissmessfolie gemessen, die auf die Vorderseite der Probe geklebt wurde. Zunächst wurde bei vorgegebener konstanter Belastungsamplitude ein Riss von einer Länge von 1 mm erzeugt. Im Anschluss daran wurde der Versuch durch Anwendung der „load shedding“-Methode (deutsch.: Last absenken) fortgeführt. Hierbei wird, beginnend von einem Startwert der Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors ΔK_{start} , die Schwingbreite ΔK in Abhängigkeit von der Risslänge a nach Formel 3.1 kontinuierlich abgesenkt.

$$\Delta K = \Delta K_{\text{start}} \cdot e^{c \cdot (a - a_0)} \quad 3.1$$

Die *Saxena*-Konstante betrug $c = -0,3$. Beendet wurden die Versuche mit dem Unterschreiten einer Rissausbreitungsrate von $\frac{da}{dN} \leq 10^{-8} \frac{\text{mm}}{\text{Zyklus}}$, mit der der Schwellenwert der Rissausbreitung für lange Risse definiert ist.

3.2 Messung des Volumengehaltes an verformungsinduzierten α' -Martensit

Die Messung des globalen Volumenanteils an verformungsinduzierten α' -Martensit wurde mit einem Feritscope der Firma Fischer durchgeführt. Das Messprinzip beruht auf einer magnetinduktiven Methode. Von einer Spule wird ein Magnetfeld erzeugt, das mit den magnetischen Anteilen des geprüften Werkstoffs in Wechselwirkung tritt. In einer zweiten Spule wird aufgrund der Magnetfeldänderungen eine Spannung induziert, die proportional zum Anteil der magnetischen Phase ist und so in einen ferromagnetischen Volumengehalt umgerechnet werden kann. Im hier verwendeten Werkstoff sind die ferromagnetischen Phasen im δ -Ferrit und im α' -Martensit zu finden. Zu Beginn eines jeden Versuches, also im α' -Martensit-freien Zustand, wurde der Anteil an δ -Ferrit bestimmt, um diesen Gehalt im Verlauf des Versuchs von den Messwerten abzuziehen und somit den genauen Gehalt an α' -Martensit zu erhalten.

3.3 Untersuchung der Mikrostruktur

3.3.1 Rasterelektronenmikroskopie

Rasterelektronenmikroskop Phillips XL 30 LaB₆

Die Untersuchung der Mikrostruktur wurde in dieser Arbeit ausschließlich mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) durchgeführt. Bei dem eingesetzten Gerät handelt es sich um ein Phillips XL 30 REM, das mit einer Lanthanhexaborid (LaB₆)-Kathode ausgestattet ist. Das Gerät ist mit Detektoren sowohl zur Darstellung der Sekundärelektronen und der Rückstreu-elektronen, als auch zur energiedispersiven Röntgenspektroskopie und zur Rückstreuelektronenbeugung (EBSD) bestückt.

Im Folgenden werden die Messverfahren und deren physikalische Prinzipien erläutert. Als weiterführende Nachschlagewerke über die Rasterelektronenmikroskopie und deren physikalischen Hintergründe seien hier die Bücher von Reimer (1998) und Goldstein et al. (2007) genannt.

Bildgebende Verfahren

Zur Bildgebung werden zwei Arten von Wechselwirkungen der beschleunigten Elektronen mit der Materie genutzt. Zum einen schlagen die beschleunigten Strahlelektronen Materielektronen aus den äußeren Schalen der Materieatome heraus. Die herausgeschlagenen Elektronen (inelastische Streuung) liegen in einem Energiebereich von bis zu 50 eV und können über einen sogenannten Everhart-Thornley-Detektor detektiert werden. Die Sekundärelektronen (SE) entstammen einem oberflächennahen Bereich (maximal 5 nm tief) und können somit zur Darstellung der Topographie einer Probe genutzt werden.

Hierbei tragen verschiedene Faktoren zur Bildgebung bei. Die Anzahl der emittierten SE-Elektronen hängt vom Neigungswinkel der eintreffenden Strahlelektronen mit der Materialoberfläche ab. Je stärker die Oberfläche geneigt ist, desto größer ist die Wechselwirkungstrecke der Strahlelektronen mit der Materie und mehr SE-Elektronen werden emittiert, d.h. diese Fläche erscheinen heller. Durch die seitliche Orientierung des Detektors erscheinen Objektbereiche, die dem Detektor zugewandt sind heller, da die SE-Elektronen aus diesen Bereichen vom Detektor leichter erfasst werden. Hervorstehende Kanten erscheinen heller, da aus den Flanken vermehrt SE-Elektronen heraustreten.

Eine weitere Möglichkeit zur Bilderzeugung liefern die Rückstreuielektronen. Rückstreuielektronen sind hochenergetische Elektronen ($>50\text{eV}$ bis ca. $0,9 \cdot E_0$, E_0 : Energie der Strahlelektronen), die aufgrund der Coulombschen-Wechselwirkung mit Atomkernen in ihrer Bahn abgelenkt werden (elastische Streuung). Aufgrund mehrfacher Ablenkung werden die Strahlelektronen schließlich zurückgestreut und können mit einem Silizium-Halbleiterdetektor erfasst werden. In Abhängigkeit von der Beschleunigungsenergie dringen die Elektronen tief in die Materie ein und ermöglichen eine Darstellung von Phasenunterschieden, weil die Rückstreuung von der Dichte der Materie abhängt. Bei metallischen Werkstoffen kann ein zusätzlicher Effekt der Sekundärelektronen genutzt werden. Der sogenannte „channeling“-Effekt (Deutsch.: Kanalisierung). Ist das Metallgitter derart ausgerichtet, dass der einfallende Elektronenstrahl parallel zu den Gitternetzebenen steht, werden weniger Elektronen zurückgestreut, da die Ablenkung geringer ist. Dies führt dazu, dass die Elektronen sehr tief in den Werkstoff eindringen. Das Rückstreuielektronenbild (BSE-Bild, engl.: backscattered electrons) erscheint an solch einer Stelle dunkler.

Die Suche und nachfolgende Untersuchung von kurzen Rissen erfolgte zum großen Teil im BSE-Kontrast, weil die Risse hier dunkel erscheinen und somit einfacher zu finden sind.

Allerdings ist der BSE-Kontrast weniger geeignet, um hohe Auflösungen bei großen Vergrößerungen zu erreichen. In diesem Fall wurde der SE-Kontrast bevorzugt.

Analytische Verfahren

Mit Hilfe der Elektronenrückstreubeugung oder EBSD-Technik (Engl.: electron backscatter diffraction) können die kristallographische Orientierung und die Phasenzugehörigkeit der Mikrostruktur bestimmt werden. Hierbei wird die Beugung von rückgestreuten Elektronen an den Netzebenen genutzt. Bild 3.5 a zeigt schematisch die Funktionsweise dieser Technik. Wie zuvor schon beschrieben, werden beschleunigte Strahlelektronen bei der Kollision mit Materie elastisch gestreut bzw. rückgestreut. Bei kristallinen Werkstoffen werden die Rückstreu-elektronen an Gitterebenen reflektiert. Wenn sie in einem Winkel θ auftreffen und dabei die Bragg-Bedingung (Formel 3.2) erfüllen, wird die Intensität in dieser Richtung verstärkt.

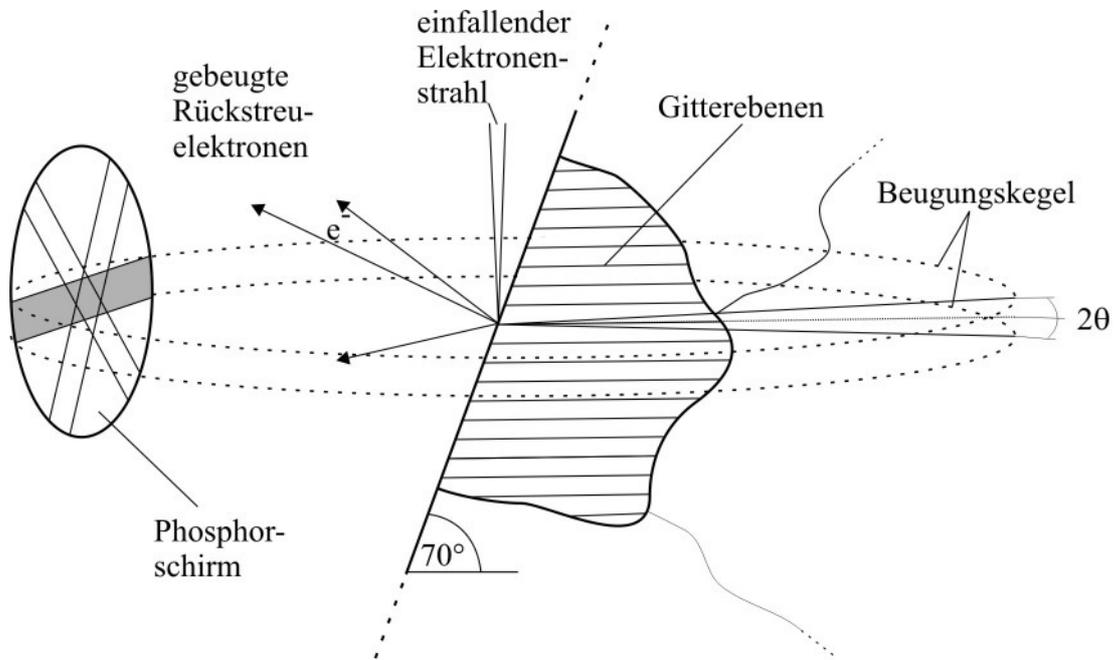
$$2d \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda$$

3.2

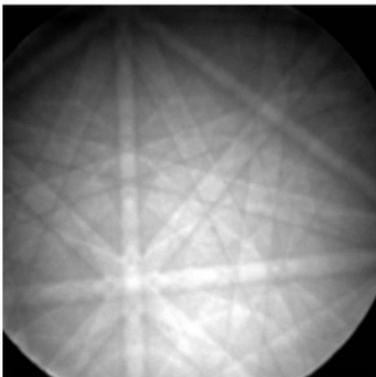
Durch die Bragg-Gleichung werden der Gitternetzebenenabstand d , der Einfallswinkel der gestreuten Elektronen θ und ein ganzzahliges Vielfaches der Elektronen-Wellenlänge $n \cdot \lambda$, miteinander verknüpft (Bild 3.5 c). Beugung bzw. Reflexion passiert überall dort, wo die Gleichung erfüllt ist. Da die Elektronen bei der Rückstreuung durch die Materie aus allen Raumrichtungen auf die Gleitebenen treffen, entstehen an beiden Seiten einer Ebene Beugungskegel (auch Kossel-Kegel genannt). Schnitte durch die Beugungskegel werden durch einen Phosphorschirm sichtbar gemacht und erscheinen als Paare paralleler Linien, den sogenannten Kikuchi-Linien. An jeder Gitterebenschicht im Kristall werden die Rückstreu-elektronen gebeugt und bilden Kikuchi-Linien auf dem Phosphorschirm.

Alle Linien der verschiedenen Beugungskegel zusammen bilden ein sogenanntes Kikuchi-Muster (Bild 3.5 b), aus dem die Gitterstruktur und die Orientierung des Gitters, bezogen auf die Probenoberfläche, berechnet werden kann. Bei der automatisierten EBSD-Technik werden die Kikuchi-Muster mit einer CCD-Kamera aufgenommen und mit Hilfe einer Software (Firma EDAX TSL, OIMTM, Engl.: orientation imaging microscopy) hinsichtlich Orientierung und Phase ausgewertet. Hierbei übernimmt die Software die Strahlsteuerung des REMs und ist so in der Lage bis zu 70 Messpunkte pro Sekunde auszuwerten. Bei der EBSD-Technik muss die Probe um 70° gekippt werden, um die hohe Rückstreu-elektronenintensität von den gebeugten Elektronen zu trennen.

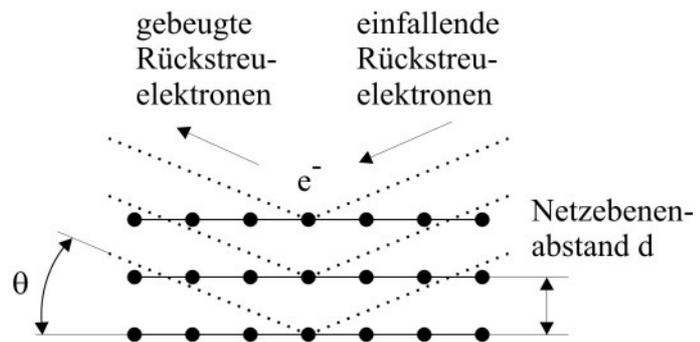
Um klare Kikuchi-Muster zu erhalten, ist eine gute Probenpräparation sehr wichtig. Es empfiehlt sich, wie bereits geschildert, die Proben elektrolytisch zu polieren, um eine verformungsfreie Oberfläche des Kristalls zu erhalten.



a)



b)



c)

Bild 3.5: Zur automatisierten Rückstreuerelektronenbeugung, a) schematischer Aufbau des EBSD-Systems, b) Kikuchimuster eines kfz Kristalls (γ -Austenit), c) schematische Darstellung der Elektronenbeugung an Gitternetzebenen (siehe auch Formel 3.2).

3.3.2 Transmissionselektronenmikroskopie

Untersuchungen zur Versetzungsbewegung und zur verformungsinduzierten α' -Martensitbildung wurden an einem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) der Firma Hitachi durchgeführt, (Typ H-8100, bei einer Beschleunigungsspannung von 200 kV). Zur TEM Folienpräparation wurden den Ermüdungsproben, parallel zur Spannungsachse zunächst Segmente mit einer Dicke von 500 μm entnommen. Diese wurden mit SiC-Papier mit einer Körnung von 4000 auf eine Dicke von 80 μm geschliffen. Anschließend wurden Scheiben mit einem Durchmesser von 3 mm ausgestanzt, wobei eine Markierung der Spannungsachse erfolgte. Die Scheiben wurden abschließend mit einem Düsenstrahlpoliergerät der Firma Struers (Typ Tenopol-3) elektrolytisch zu einer durchstrahlbaren TEM-Folie gedünnt. Der Elektrolyt war zusammengesetzt aus 90 % Perchlorsäure und 10 % Essigsäure. Das Dünnen wurde bei einer Elektrolyttemperatur von 12,5 °C und einer Spannung von 20 V durchgeführt.

3.3.3 3D-Untersuchungen mittels Dual-Beam-Mikroskopie

Ausgewählte Risse wurden mit einem Focussed-Ion-Beam-Mikroskop Helios NanoLab der Firma FEI untersucht. Mittels Gallium-Ionenstrahl ist die Abtragung von Materie im Bereich der Mikrostruktur möglich. Dies ermöglicht durch die Kopplung dieses Gerätes mit einem hochauflösenden REM die 3D-Untersuchung kurzer Risse auch in die Tiefe.

Die Oberfläche im Bereich eines Risses wird zunächst mit einer 400 - 600 nm dicken Platinschicht beschichtet. Dies erfolgt durch die Injizierung von Trimethylmethylcyclopentadienylplatinum (IV) Gas (Summenformel: $(\text{CH}_3)_3(\text{CH}_3\text{C}_5\text{H}_4)\text{Pt}$, dass durch den Beschuss mit Elektronen oder den Gallium-Ionen aufgespaltet wird. Atomares Platin wird freigesetzt und auf der Oberfläche abgeschieden. Die Beschichtung erfolgt, um im anschließenden Abtragen mittels Ionenbeschuss eine saubere Schnittkante zu erhalten und somit das so genannte „curtening“ (engl.: Vorhangbildung) zu verhindern bzw. zu minimieren. Das Abtragen von Materie erfolgt schließlich in zwei oder mehreren Schritten. Zunächst wird mit hoher Ionenstromstärke (21 nA) eine große Tasche in die Oberfläche in unmittelbarer Nähe des Risses geschnitten. Die Tasche sollte derart platziert werden, dass eine der Taschenwände den Riss an der zu beobachtenden Stelle schneidet. Abschließend wird die zu beobachtende Fläche mit geringer Ionenstromstärke abgetragen (91 pA), um eine hohe Oberflächengüte und damit hoch aufgelöste Bilder der Schnittkante zu erhalten. Durch mehrfaches Abtragen mit anschließender Bildaufnahme der Schnittkante ist die Anfertigung von 3D-Rekonstruktionen von Rissen möglich.

4 Prüftechnik zur HCF in-situ-Verformung im Rasterelektronen-mikroskop

4.1 Vorteile und Nutzen der in-situ-Materialermüdung im REM

Zur Lokalisierung der Rissinitiierung und der Untersuchung des frühen Wachstums kurzer Risse ist der Einsatz der Rasterelektronenmikroskopie unersetzlich. Die bildgebenden Verfahren (SE und BSE, siehe Kapitel 3.3.2) ermöglichen eine hoch aufgelöste Beobachtung der Probenoberfläche. Mit den analytischen Möglichkeiten der automatisierten Rückstreuungselektronenbeugung (EBSD, siehe Kapitel 3.3.2) kann die kristallographische Orientierung der Mikrostruktur und die Phasenzugehörigkeit ermittelt werden.

Die Untersuchung der Wachstumsmechanismen von mikrostrukturell kurzen Rissen muss in Intervallen von definierten Zyklenzahlen erfolgen. Eine kontinuierliche Beobachtung mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie ist bei einem Einsatz von konventionellen servohydraulischen Ermüdungsmaschinen nicht möglich. Die Proben müssen aus der Prüfmaschine ausgebaut und gereinigt werden, um sie im REM zu untersuchen. Der Prozess des Ein- und Ausbaus stellt einen großen Zeitaufwand dar, der in einer geringen zeitlichen Auflösung der Untersuchungsintervalle und damit der Messergebnisse resultiert.

Ein weiteres Problem dieser Versuchsmethodik besteht in dem häufigen Aus- und Einspannen der Proben in die servohydraulische Prüfmaschine. Insbesondere bei sehr duktilen Werkstoffen, wie z.B. austenitischen Edelstählen, lässt sich eine Verformung der Einspannbereiche nur schwer verhindern. Auch wenn diese Verformung gering ausfällt, kann sie dennoch zu einer Verbiegung der Probe führen. Dadurch wird die aufgebrachte Zug-Druck-Spannung mit einer Biegespannung überlagert, was zu einer Verfälschung der Messergebnisse führt.

Aufgrund dieser Probleme ist die Implementierung einer Maschine zur zyklischen Verformung in-situ innerhalb des Rasterelektronenmikroskops sinnvoll. Durch das Einsparen von Umbauzeiten können die Untersuchungsintervalle verringert werden und aufgrund des einmaligen Einspannens der Probe in die Prüfmaschine kann eine Verbiegung durch Verformung der Einspannstellen, bei mehrmaligem Ein- und Ausspannen, ausgeschlossen werden.

4.2 Technischer Entwicklungsstand

4.2.1 Kommerzielle Prüfsysteme

Im Folgenden soll der technische Stand von derzeit verfügbaren Prüfsystemen zur zyklischen Verformung und die Verwendbarkeit dieser Systeme zur Untersuchung von Ermüdungsmechanismen im HCF-Bereich kurz erläutert werden.

Den größten Anteil an kommerziell erhältlichen Systemen zur zyklischen Verformung im Rasterelektronenmikroskop haben spindelgetriebene Systeme (z.B. Blochwitz & Tirschler 2000)). Diese Systeme können große Kräfte (bis zu ± 10 kN) aufbringen und aufgrund des Spindeltriebs auch große Wege und somit große Dehnungen erreichen. Der Nachteil ist jedoch die geringe Prüffrequenz von max. 0,1 Hz, was eine Nutzung im Lastspielzahl-Bereich von $N > 10^4$ ausschließt.

Eine weitere Bauart stellen servohydraulische Verformungssysteme dar, die als Prototypen (z.B. Li&Zhang (2001)) und als kommerzielle Systeme (z.B. Nakajima et al. (1998)) zu finden sind. Hier wird, gleich den konventionellen servohydraulischen Maschinen, die zu ermüdende Probe durch einen Hydraulikzylinder belastet. Es können Frequenzen von 15 – 20 Hz bei sehr hohen Kraftamplituden erreicht werden. Diese Bauweise der servohydraulisch betriebenen in-situ-Prüftechnik zur Materialermüdung birgt jedoch das hohe Risiko einer irreparablen Schädigung des eingesetzten Rasterelektronenmikroskops. Da die Prüfapparatur im Vakuum betrieben wird, würde Öl, das im Falle einer Leckage des Ölkreislaufes austreten würde, sofort verdampfen und sich auf den Komponenten des Rasterelektronenmikroskops niederschlagen. Ein durch Öl kontaminiertes Gerät kann nur mit sehr hohem Service-Aufwand eingesetzt werden.

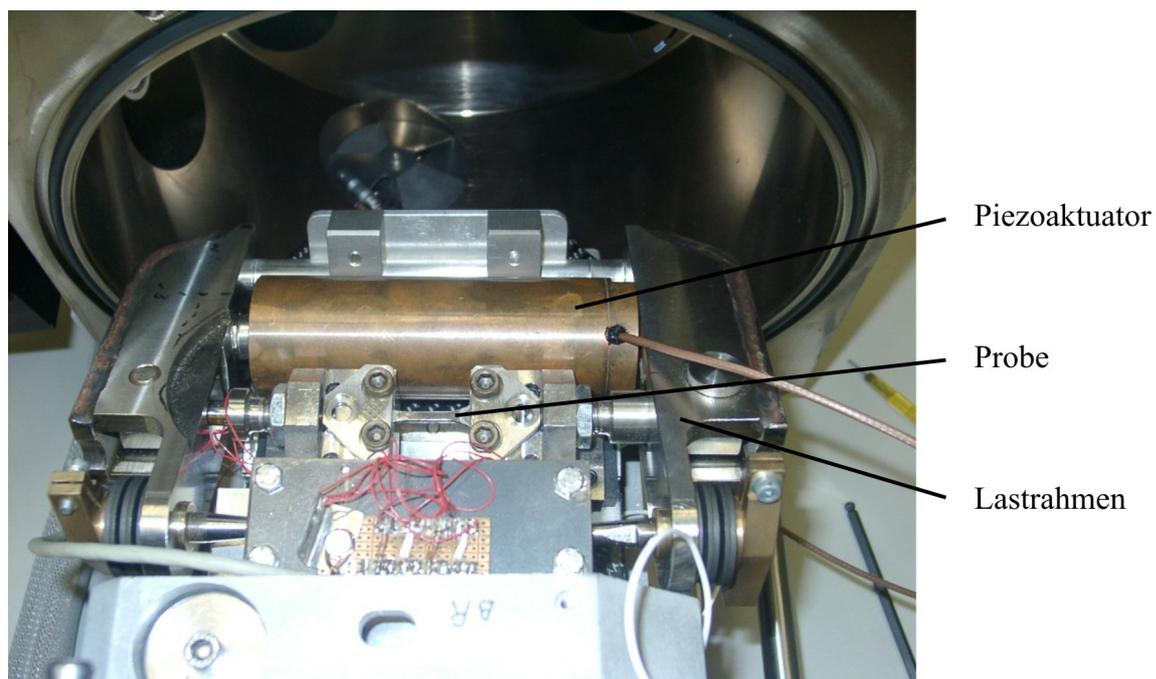
4.2.2 Prototyp einer Piezo-Miniaturprüfmaschine

Am Lehrstuhl für Materialkunde und Werkstoffprüfung wurde bereits 2001 mit der Entwicklung und Konstruktion eines in-situ-Miniaturprüfsystems begonnen. Dieses sollte in ein Rasterelektronenmikroskop implementiert werden. Gefördert durch den Innovationsfonds der Universität Siegen entstand im Rahmen einer Diplomarbeit eine mittels Piezo-Aktuator betriebene Miniaturprüfmaschine (Bild 4.1 a) (Sickert 2002), welche eine Spannungsamplitude von $\Delta\sigma_{\max}/2 = 1000 \text{ MPa}^1$ bei einer Frequenz von 50 Hz bereitstellen sollte. Es wurde ein Piezo-Aktuator als Antrieb ausgewählt, da dieser hohe Prüffrequenzen ermöglicht und im REM keine Kontaminationen verursacht.

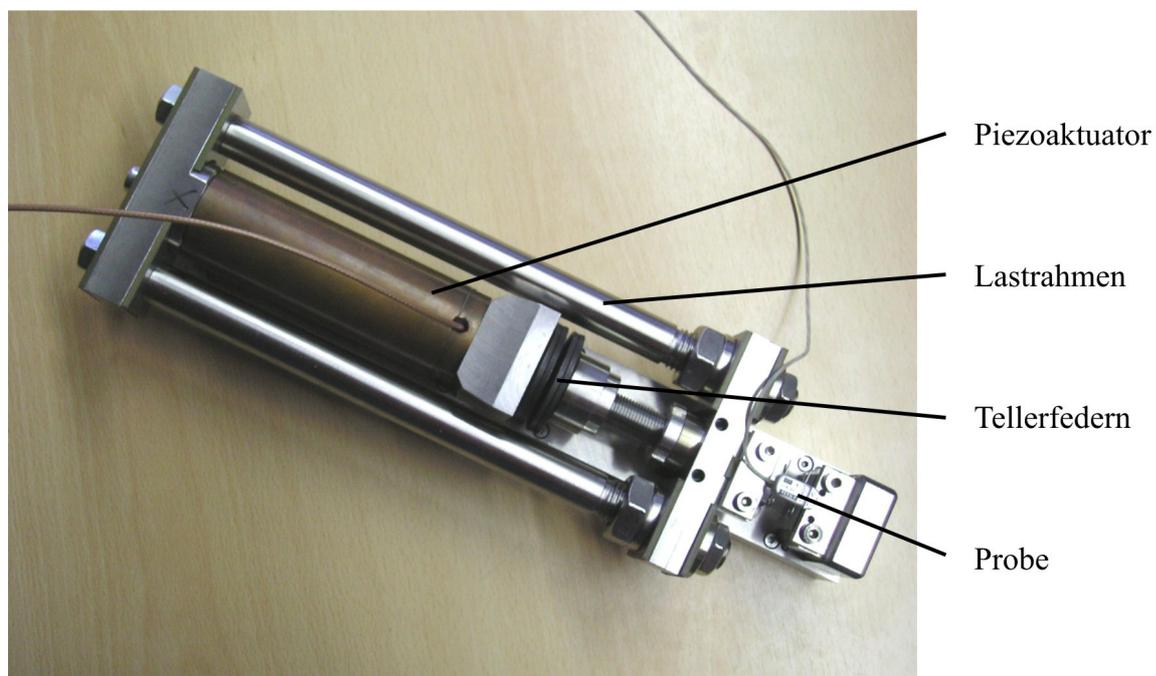
¹ Die Probenquerschnittsfläche betrug 4 mm².

Die Herausforderung im Einsatz eines Piezo-Aktuators liegt in dem geringen Hubvermögen dieses Bauteils. Zwar erreichen diese Aktuatoren sehr große Kräfte, der Hub liegt allerdings im μm Bereich. Aufgrund mangelnder Steifigkeit des Systems erreichte deshalb der entwickelte Prototyp nicht die geforderten Spannungs- bzw. Dehnungsamplituden.

Eine Analyse des ursprünglichen Prototypen mit anschließendem Neuentwurf wurde 2004 durchgeführt (Winkelhofer 2005) (Bild 4.1 b). Das verfolgte Konzept zeigt deutliche Fortschritte im Bereich der maximal erreichbaren Kraftamplitude. Die verlangten Spannungsamplituden bzw. Dehnungsamplituden wurden allerdings auch hier nicht erreicht, was auf Mängel in der konstruktiven Ausführung dieses Prototypens zurückgeführt wurde. Des Weiteren fehlten Lösungen zur Messung der auf die Probe wirkenden Last und zur Implementierung der in-situ-Miniaturprüfmaschine ins Rasterelektronenmikroskop.



a)



b)

Bild 4.1: Prototypen von mittels Piezoaktuator angetriebenen in-situ-Miniaturprüfmaschinen, a) erster Prototyp von 2002, b) zweiter Prototyp von 2004.

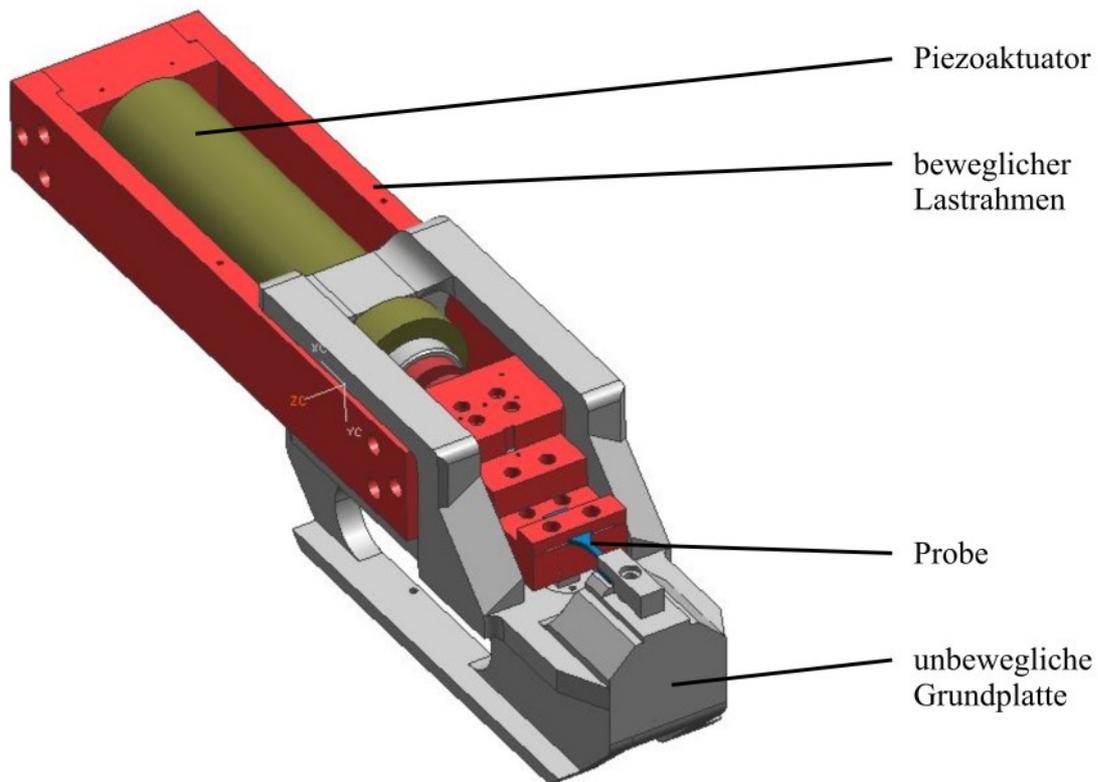
4.3 Entwicklung und Inbetriebnahme eines in-situ-Miniaturprüfsystems

4.3.1 Konzeptauswahl

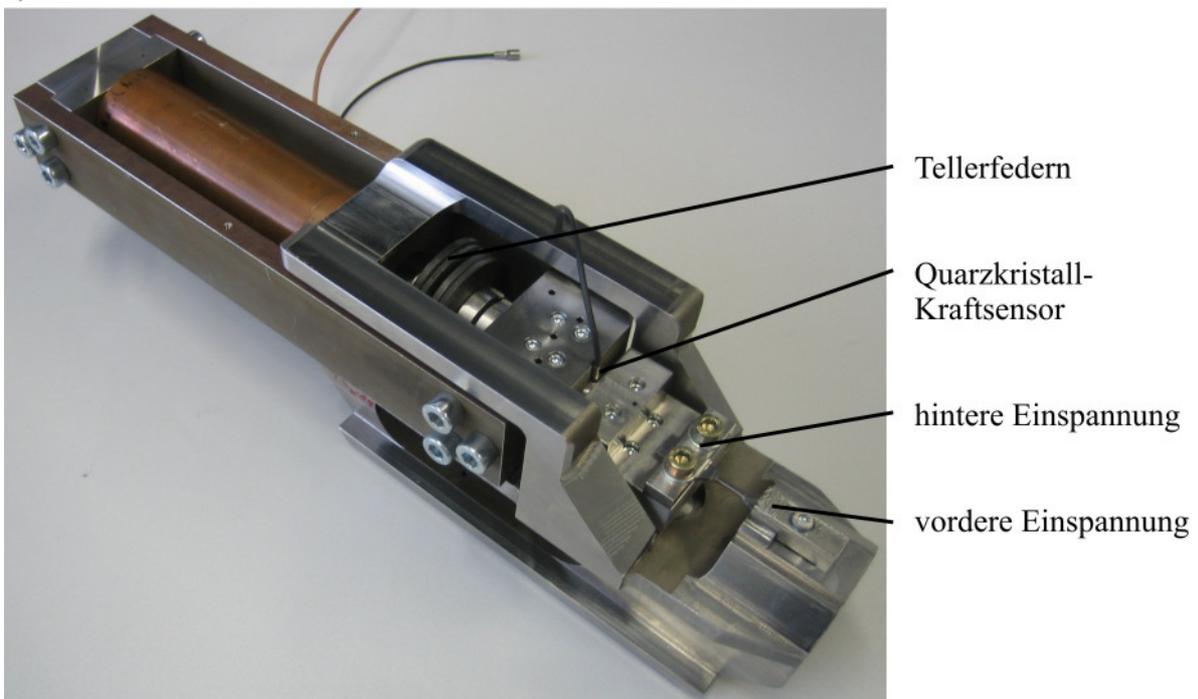
Ausgehend von den geleisteten Vorarbeiten wurde die Entwicklung des in-situ-Miniaturprüfsystems im Rahmen dieser Arbeit weitergeführt. Aufgrund der bereits geschilderten Vorteile wurde auf die vorhandene Piezotechnik als Antrieb zurückgegriffen. Da das Konzept des zweiten Prototyps großes Entwicklungspotential zeigte, wurde dieses weiterverfolgt. Zur Optimierung der Steifigkeit, Messung der Probenkraft und Implementierung im Rasterelektronenmikroskop wurde die Maschine daraufhin in allen Bereichen überarbeitet. Da die zu entwickelnde in-situ-Prüftechnik zunächst in der Ermüdung von austenitischen Edelstählen Anwendung finden sollte, wurde die zu erreichende Spannungsamplitude mit $\Delta\sigma_{\max}/2 = 375 \text{ MPa}$ ($R = -1$) festgelegt. Bei einem Probenquerschnitt von 4 mm^2 resultiert dies in einer Kraftamplitude von $\Delta F_{\max}/2 = 1500 \text{ N}$. Als zu erreichende Frequenz wurden 50 Hz angestrebt. Im Folgenden sollen die Funktionsweise und einige Detaillösungen der Miniaturprüfmaschine näher betrachtet werden.

4.3.2 Funktionsweise

Bild 4.2 zeigt den Prototypen der in-situ-Miniaturprüfmaschine. Ein Piezoaktuator ist zwischen einer unbeweglichen Grundplatte und einem beweglichen Lastrahmen eingebaut. Der Aktuator ist durch Tellerfedern vorgespannt, da Piezokristalle grundsätzlich nur auf Druck belastet werden dürfen. Eine Zugbeanspruchung würde zur Zerstörung der eingesetzten Piezokeramik führen. Die zu ermüdende Probe wird zwischen dem Lastrahmen und der Grundplatte eingespannt. Das Ein- und Ausfahren des Piezoactuators durch die Ansteuerung mit einer elektrischen Spannung resultiert in einer Zug- oder Druckbeanspruchung der Probe. Hierbei ist zu beachten, dass die Position des Piezoactuators vor dem Einspannen das Lastverhältnis im Versuch bestimmt. Befindet sich der Aktuator beispielsweise in mittlerer Stellung, so ist nach dem Festspannen eine Belastung der Probe bei einem Spannungsverhältnis von $R = -1$ möglich.



a)



b)

Bild 4.2: In-situ-Miniaturprüfmaschine: a) 3D-CAD-Zusammenbaudarstellung, b) montierter Prototyp.

4.3.3 Antrieb

Neben einer hohen Dynamik erreichen Piezoaktuatoren große Kräfte und sind mechanisch sehr hoch belastbar. Aus diesen Gründen eignen sie sich hervorragend zum Gebrauch in einem Miniaturprüfsystem für HCF-Experimente, welches im Vakuum eines Rasterelektronenmikroskops eingesetzt werden kann. Der hier verwendete Piezostapelaktuator besteht aus mehreren übereinander liegenden Piezokeramikscheiben, die jeweils elektrisch kontaktiert sind. Durch Anlegen einer elektrischen Spannung wird der inverse piezoelektrische Effekt genutzt, der zu einer Längendehnung der Keramik führt. Der verwendete Piezoaktuator (Piezoaktuator PSt 1000/35/125 VS 45 Thermostable, Fa. Piezomechanik GmbH) ist ein Hochvoltaktuator, der temperaturstabil und für den Einsatz im Vakuum optimiert ist. Die maximale Ausdehnung beträgt bei maximaler elektrischer Spannung $125\ \mu\text{m}$. Die große Herausforderung besteht darin, dass der Aktuator eine antiproportionale Weg – Kraftcharakteristik aufweist (Bild 4.3).

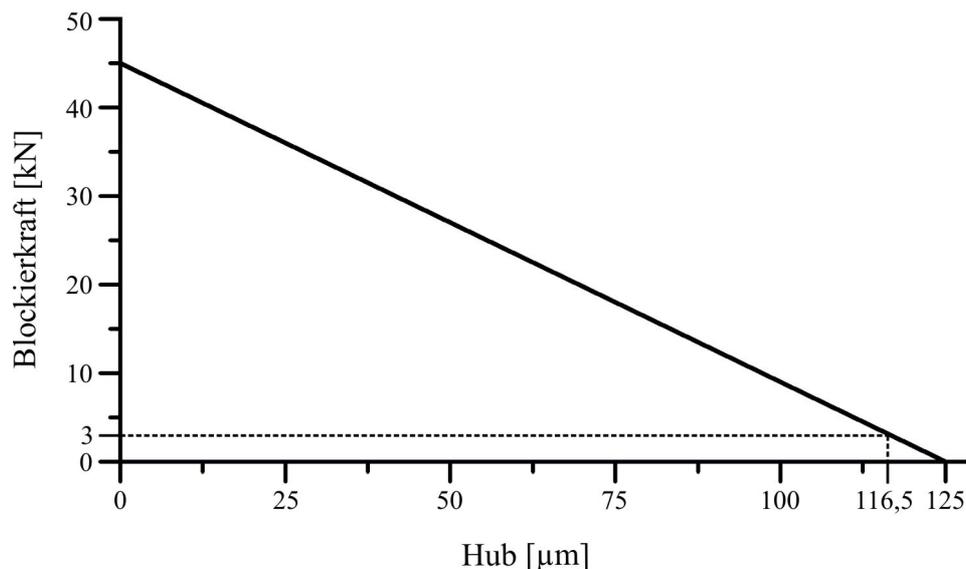


Bild 4.3: Hub-Blockierkraft-Diagramm des verwendeten Piezoaktuators mit Arbeitspunkt bei einer Kraftschwingbreite von 3 kN.

Mit zunehmender Auslenkung sinkt die Kraft bis schließlich bei maximaler Auslenkung keine Kraft mehr aufgebracht werden kann. Im blockierten Zustand kann eine Kraft von 45 kN aufgebracht werden. Gesteuert wird der Piezoaktuator durch eine Leistungselektronik, die eine Spannungsschwingbreite von $U = 0 - 1000\ \text{V}$ bei einem maximalen Strom von $I = 2\ \text{A}$ liefert. Die Elektronik kann sowohl manuell als auch über die Eingangsbuchse durch ein externes Signal gesteuert werden.

Eine detaillierte Beschreibung des Antriebs und der physikalischen Wirkweisen von Piezoaktuatoren kann in Pickelmann (2009) gefunden werden.

4.3.4 Optimierung der Steifigkeit

Aus der Kennlinie des Aktuators (Bild 4.3) lässt sich ablesen, dass bei einer Kraftschwingbreite von $\Delta F = 3 \text{ kN}$ ein Hubvermögen von $116,5 \mu\text{m}$ zur Verfügung steht. Aufgrund dieses geringen Hubs hat die Gesamtsteifigkeit der Prüfmaschine einen entscheidenden Einfluss auf die maximal erreichbaren Prüfkräfte. Zur Optimierung der Miniaturprüfmaschine wurden alle kritischen Bauteile des Prototyps im Betrieb mit Messuhren überprüft (Fries 2007). Es konnte festgestellt werden, dass nahezu alle Bauteile große Verformungen aufwiesen. Insbesondere im Bereich der Grundplatte konnten gravierende Steifigkeitsverluste ermittelt werden. Aus diesem Grund wurde dieses Bauteil einer iterativen Optimierung mit Hilfe der Finiten-Elemente-Methode unterzogen. In Bild 4.4 sind auszugsweise einige Schritte dieser Optimierung dargestellt. Die in Bild 4.4 d) dargestellte Geometrie ergab eine 6-mal höhere Steifigkeit als die Ausgangsgeometrie und wurde als neue Grundplattengeometrie gewählt.

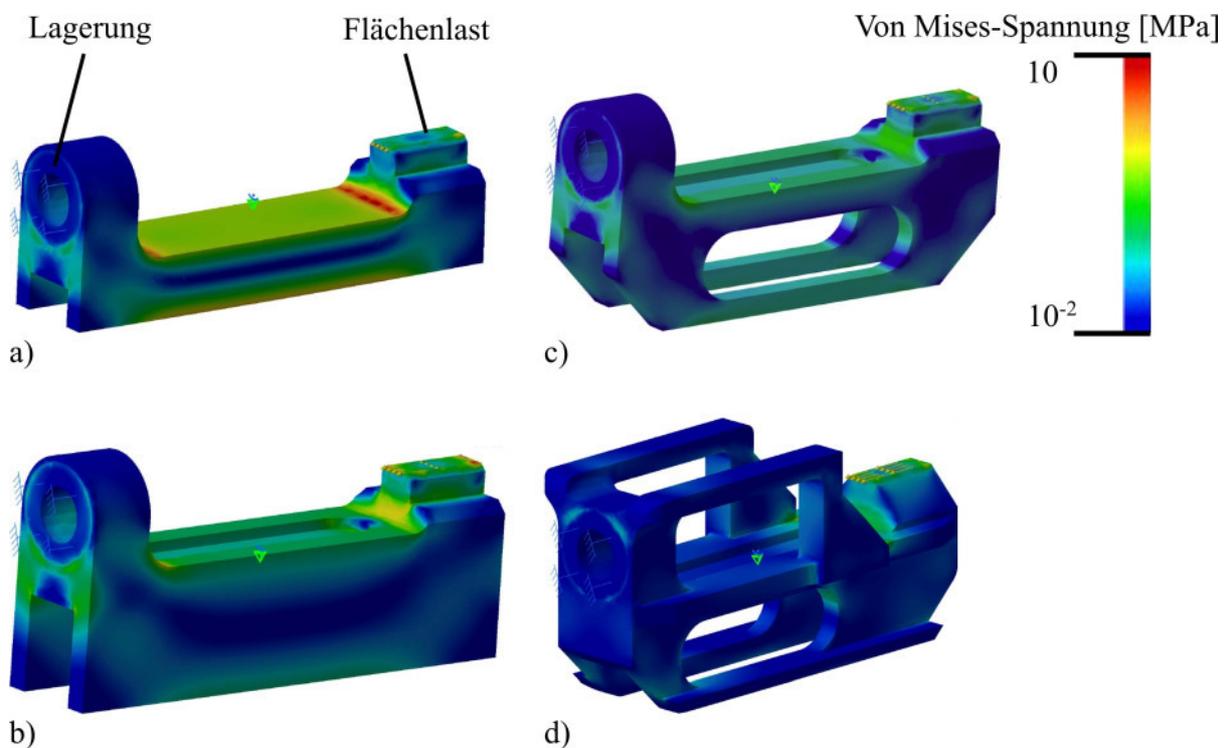


Bild 4.4: Iterative Optimierung der Steifigkeit der Grundplatte im Zugzyklus: a) Ausgangsgeometrie, b) 2. Iterationsschritt, c) 4. Iterationsschritt, d) 7. Iterationsschritt (Fries 2007).

4.3.5 Kraftmessung

Zur Kraftmessung ist ein Quarzkristallkraftsensor (Typ 9134B29, Fa. Kistler) direkt im Kraftfluss zwischen dem Lastrahmen und der hinteren Einspannung verbaut. Aufgrund der hohen Steifigkeit ($5,6 \text{ kN}/\mu\text{m}$) wurde diese Art von Sensor verwendet. Bei einer Kraftschwingbreite von $\Delta F = 3 \text{ kN}$ beträgt der Verlust an Dehnung (und damit an Leistung) ca. $0,5 \mu\text{m}$ und ist somit vernachlässigbar. Ein weiterer Vorteil dieser Art von Sensoren ist die hohe Genauigkeit von $<0,01 \text{ N}$. Die physikalische Wirkweise beruht auf dem piezoelektrischen Effekt. Wird der Quarzkristall auf Druck belastet, gibt er eine Ladung ab, die verstärkt und als Kraftsignal ausgegeben wird. Durch eine Vorspannung (hier ist der Sensor zwischen Lastrahmen und hinterer Einspannung vorgespannt) können auch Zugkräfte gemessen werden.

4.3.6 Probengeometrie

Durch die Optimierung der Probengeometrie konnte eine weitere Steigerung der Leistung erreicht werden. Die Messlänge von anfangs 14 mm wurde auf 2 mm verkürzt (Bild 4.5). Durch diese Maßnahme ist eine geringere Gesamtdehnung der Probe erforderlich, was aufgrund der bereits geschilderten Charakteristik des Antriebs in einer Erhöhung der Kraftamplitude resultiert. Weiterhin wurde die neue Probengeometrie mit einer flachen Kerbe („shallow notch“) versehen, sodass die Schädigung in einem gut zu lokalisierenden Bereich im Kerbgrund eintritt.

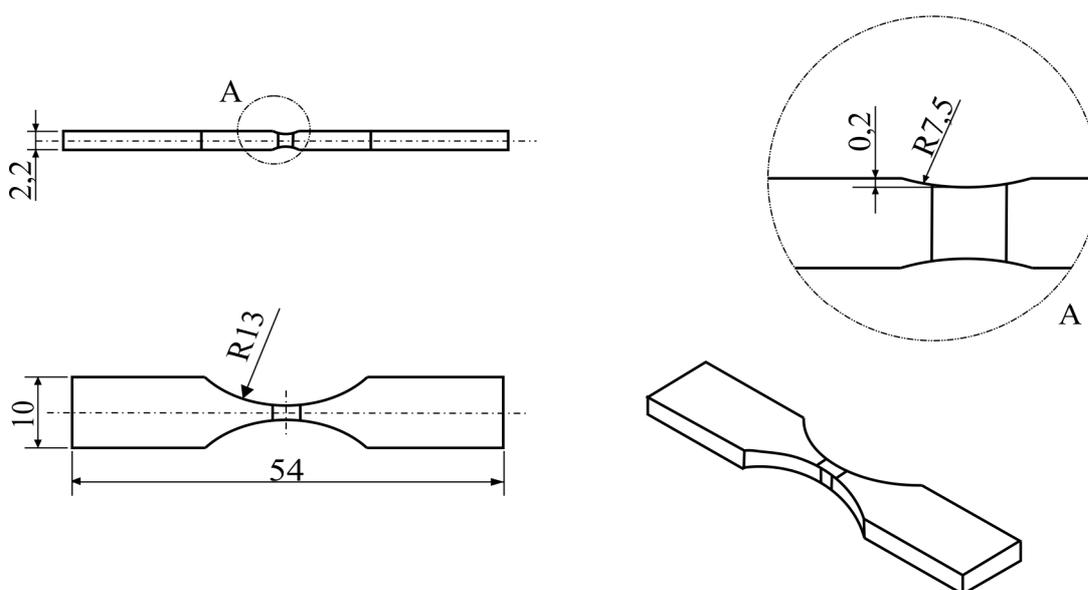
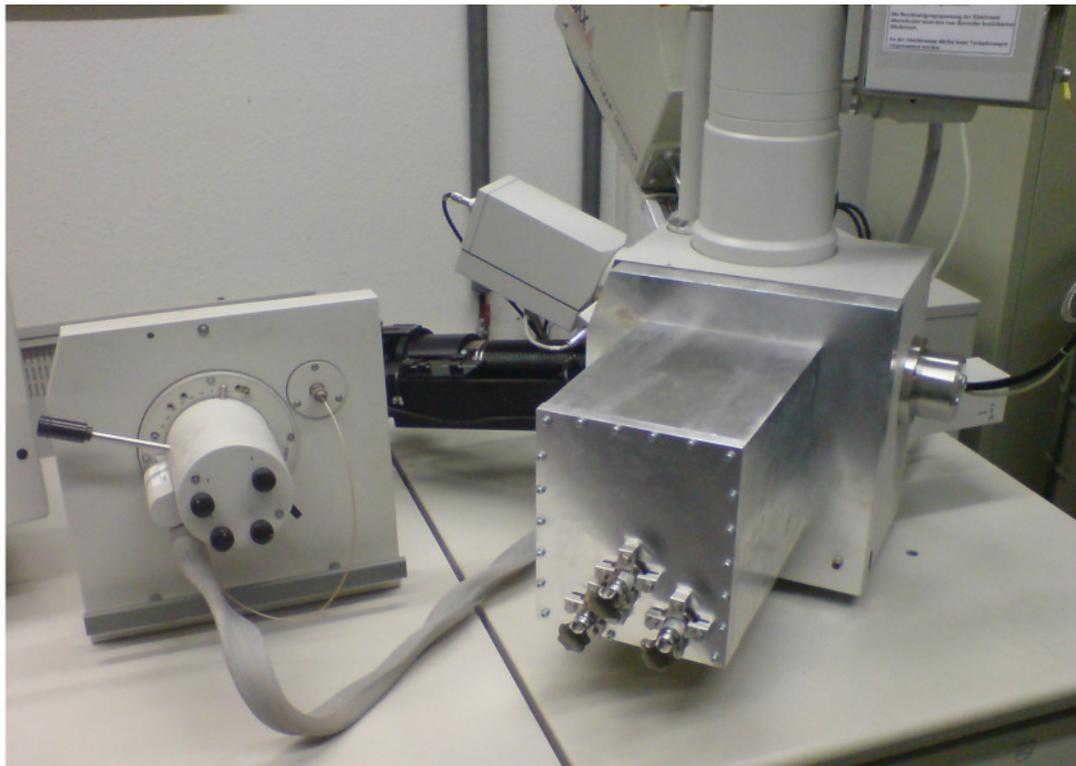


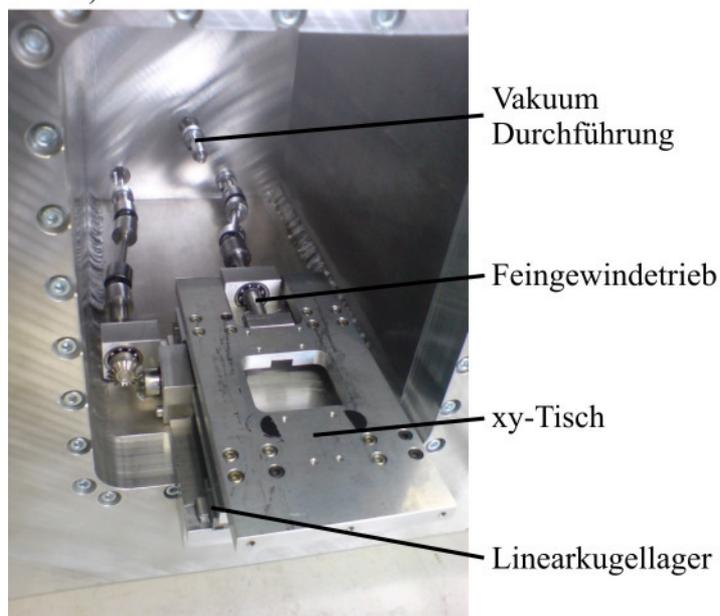
Bild 4.5: Probengeometrie für in-situ-Versuche im REM.

4.3.7 Implementierung der Prüfmaschine in ein Rasterelektronenmikroskop

Aufgrund der Abmaße und des hohen Gewichts der in-situ-Miniaturprüfmaschine war die Entwicklung und Konstruktion einer Kammererweiterung des Rasterelektronenmikroskops nötig. Es wurde eine austauschbare Tür, bestehend aus drei, teils verschraubten und teils verschweißten Aluminium-Elementen, konzipiert und gefertigt (Bild 4.6). Zur Positionierung der Prüfmaschine unter dem Elektronenstrahl wurde ein 2-Achsentsch entwickelt, der durch Feingewindetriebe im μm -Bereich positioniert werden kann. Betätigt werden die Gewindetriebe manuell außerhalb der Kammer mit Hilfe von Vakuumdurchführungen. Zum Einsatz der automatisierten Rückstreuungselektronenbeugung muss die Probe um 70° zum Elektronenstrahl gekippt werden (siehe Kapitel 3.3.1). Dies kann durch die Montage der Miniaturprüfmaschine auf ein 70° Winkelelement auf dem 2-Achsentsch realisiert werden (Bild 4.6 c).



a)



b)



c)

Bild 4.6: Austauschbare REM-Tür mit Kammererweiterung, a) Außenansicht, b) Innenansicht mit xy-Tisch zur Positionierung der in-situ-Prüfmaschine unter dem Elektronenstrahl, c) in-situ-Prüfmaschine im EBSD-Modus.

4.3.8 Prüfaufbau und Regelung der in-situ-Miniaturprüfmaschine

Zentraler Bestandteil des Prüfaufbaus und der Steuerung der in-situ Miniaturprüfmaschine ist ein PC, der mit einer Schnittstelle (Keithley KPCI 3108) zur analogen Datenerfassung ausgestattet ist (Bild 4.7). Mit Hilfe des Softwarepakets LabVIEW wurde eine Spitzenwertregelung

der Kraftamplitude entworfen. Als Eingangsgröße dient hierbei das vom Quarzkristalkraftsensor ausgegebene Signal, aus dem die Kraftamplitude und der Kraftmittelwert bestimmt werden. Nach einem Vergleich der Soll- und Istwerte wird über eine USB-Schnittstelle der Funktionsgenerator angesprochen. Dieser gibt ein sinusförmiges Spannungssignal an die Leistungselektronik aus, welches in Amplitude und Mittelwert der eingestellten Kraft entspricht.

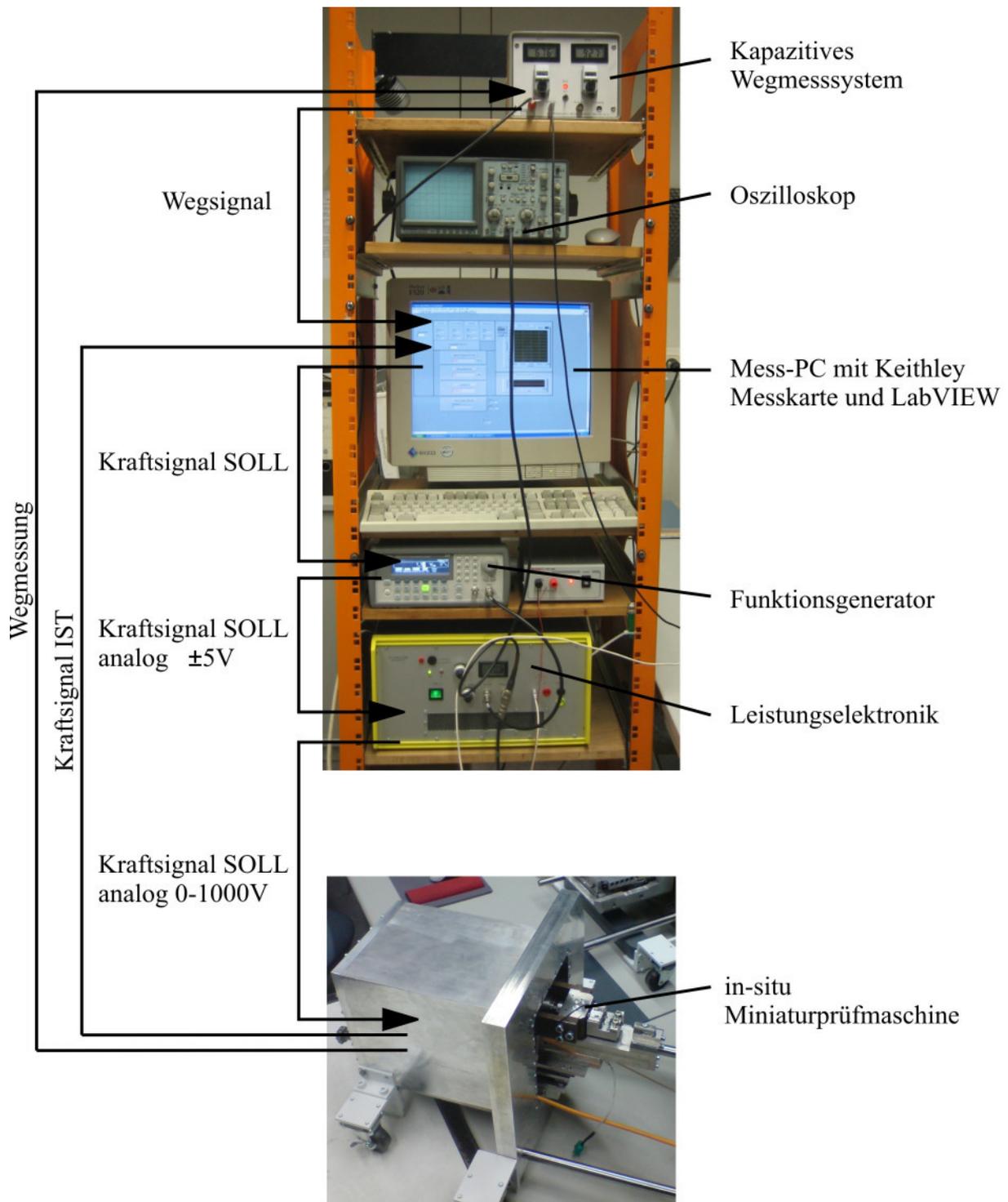


Bild 4.7: Aufbau des in-situ Prüfsystems.

5 Werkstoffcharakterisierung

In der hier vorliegenden Arbeit wurde als Untersuchungsmaterial ein metastabiler austenitischer Edelstahl (Werkstoffnummer 1.4307, X2CrNi18-9) verwendet. Die Nennzusammensetzung und die mittels Funkenspektroskopie ermittelte chemische Zusammensetzung kann Tabelle 5.1 entnommen werden.

Tabelle 5.1: Chemische Zusammensetzung des Werkstoffs 1.4307, Nennzusammensetzung, Funkenspektroskopie, (Massenanteile in %).

	Fe	C	Cr	Ni	Si	Mn	Mo	V	Ti	Nb	W	N
Nennzusammensetzung	Rest	<0,03	17,5-19,5	8,0-10,5	<1,0	<2,0						
Analyse	Rest	0,03	18,28	8,42	0,52	1,8	0,4	0,091	0,007	0,01	0,017	0,054

Das Material wurde in Form von Rundstangen mit einem Durchmesser von 25,5 mm von den Deutschen Edelstahlwerken GmbH geliefert. Laut Lieferantenzugnis wurde der Werkstoff nach dem Rundwalzen einer halbstündigen Lösungsglühung bei 1050 °C unterzogen. In diesem Zustand zeigt das Gefüge eine sehr inhomogene Struktur bestehend aus einer austenitischen Matrix mit vereinzelt zeilenförmigen δ -Ferritkörnern (Bild 5.1 a). Der Anteil an δ -Ferrit wurde mit dem Ferritscope ermittelt und beträgt ca. 1,5 – 2 %. Dieser Gehalt wird durch die Berechnungen der Phasenzusammensetzung nach dem Schefflerdiagramm bestätigt (Tabelle 5.2 und Bild 5.2). Die Berechnungen zeigen, dass das Gefüge bei einer sehr schnellen Abkühlung von der Normalisierungstemperatur auf Raumtemperatur nahezu vollständig austenitisch ist und einen geringen Anteil an δ -Ferrit aufweist. Im Rückstreuielektronenkontrast zeigen die Austenitkörner starke Graustufengradienten, die auf Orientierungsgradienten der kristallographischen Orientierung hindeuten. Diese Annahme wird unterstützt durch die Orientierungsdaten der EBSD-Analyse (vergrößerter Ausschnitt Bild 5.1 a). Hier konnten Orientierungsgradienten von bis zu 5° innerhalb der Körner gemessen werden. Diese Orientierungsunterschiede deuten auf eine unvollständige Lösungsglühung hin, resultierend in einer nach dem Herstellungsprozess unvollständig abgebauten plastischen Verformung der Körner (hohe Versetzungsdichte und zurückbleibende Eigenspannungen). Anhand der EBSD-Daten wurde im Lieferzustand eine mittlere Austenitkörnergröße von 15 μm bestimmt. Zwillingsgrenzen wurden bei der Korngrößenmessung nicht berücksichtigt.

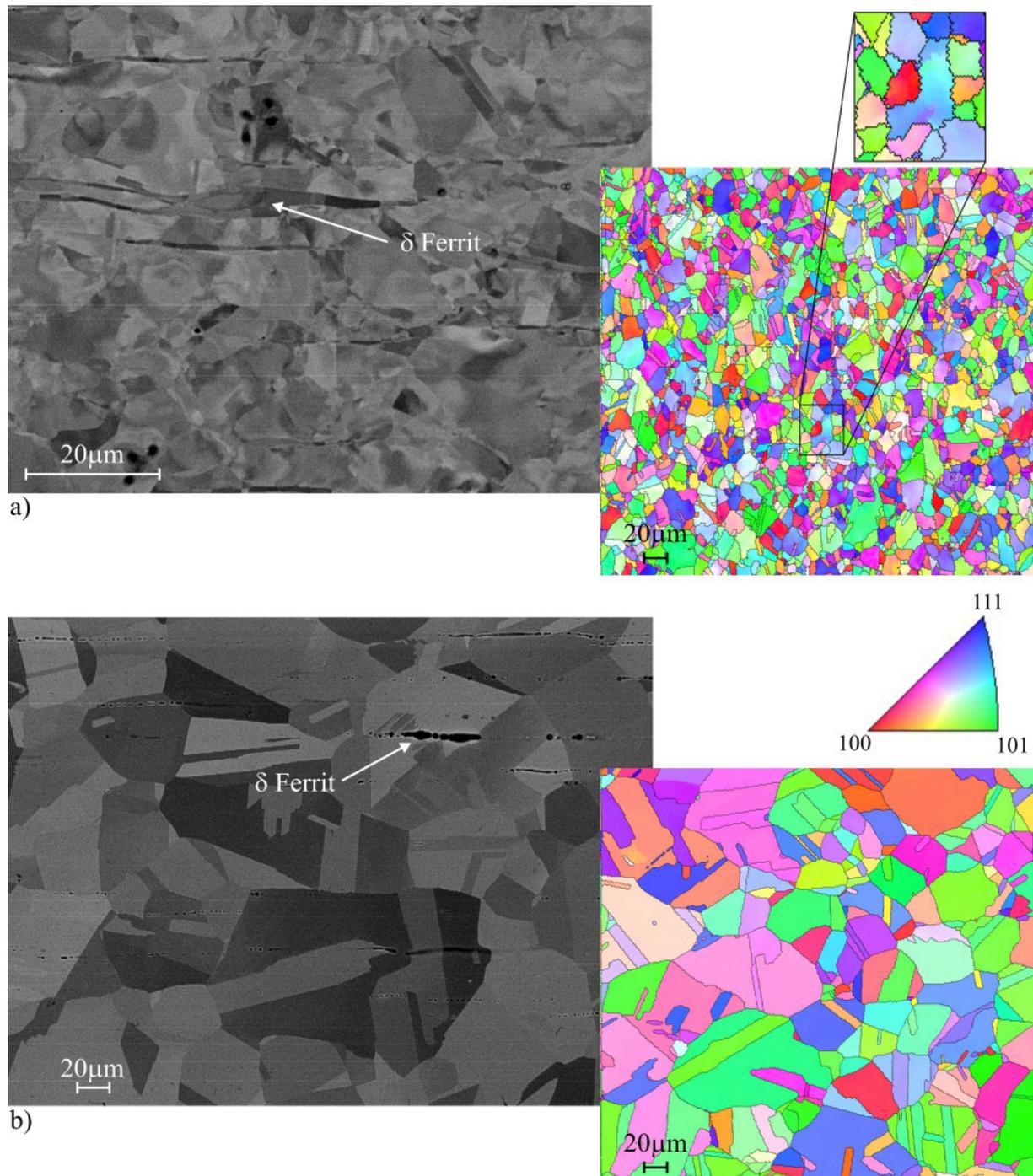


Bild 5.1: Gefüge des metastabilen austenitischen Edelfstahls, a) im Lieferzustand, b) nach einer weiteren Lösungsglühung von 1,5h bei 1050°C, (links: REM-Abbildung im Elektronenrückstreukontrast, rechts: Darstellung der kristallographischen Orientierung).

Eine inhomogene Mikrostruktur und eine relativ geringe Korngröße erschweren die Charakterisierung der Ermüdungsschädigung. Restverformungen und die zurückbleibenden Eigenspannungen haben einen starken Einfluss auf das Wachstum von kurzen Rissen und die

durch die Ermüdung erfolgende verformungsinduzierte α' -Martensitbildung. Des Weiteren werden die bildgebenden und analytischen Möglichkeiten der Rasterelektronenmikroskopie negativ beeinflusst.

Aus den genannten Gründen wurde das Versuchsmaterial einer weiteren Lösungsglühung bei 1050 °C für 1,5 h unterzogen. Bild 5.1 b zeigt, dass die Austenit-Körner eine homogene Orientierung mit einer mittleren Korngröße von 74 μm und eine für austenitische Edeltähle typische hohe Dichte an Rekristallisationszwillingen aufweisen. Letztere wurden bei der Korngrößenmessung jedoch nicht berücksichtigt.

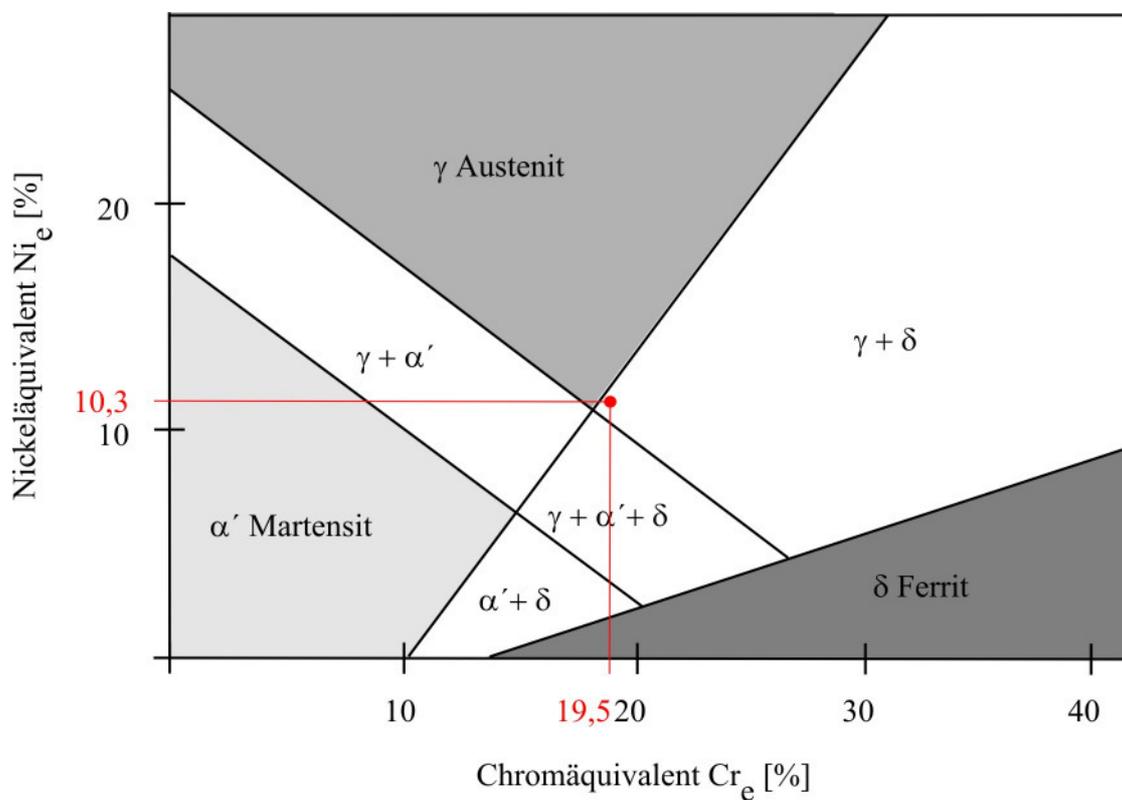


Bild 5.2: Lage des gewählten metastabilen austenitischen Edeltahls im Schefflerdiagramm.

Tabelle 5.2 zeigt neben den berechneten Werten für die Chrom- und Nickel-Äquivalente die Berechnung zur Phasenstabilität nach den bereits zuvor beschriebenen Berechnungsansätzen (Kapitel 2.1.4).

Tabelle 5.2: Temperaturen zur Phasenstabilität, Chrom- und Nিকেquivalente nach Formeln 2.6-2.9.

M_s (2.8)	M_{d30} (2.9)	Ni_e (2.6)	Cr_e (2.7)
-146,9 °C	16,5 °C	10,3	19,5

Die Martensitstarttemperatur wurde durch Kühlen des Werkstoffes in flüssigem Stickstoff (Siedepunkt: -196 °C) über mehrere Tage hinweg überprüft. Nach den Berechnungen sollte bei dieser Temperatur zumindest ein Teil des Austenits in α' -Martensit umwandeln (siehe Bild 2.5). Es konnte jedoch keinerlei α' -Martensit gefunden werden. Dies lässt den Schluss zu, dass eine genaue Berechnung der Temperaturen zur Phasenstabilität anhand der chemischen Zusammensetzung weniger sinnvoll ist bzw. dass die mittels empirischer Regressionsbeziehungen ermittelten Formeln nicht genau sind. Die Berechnungsverfahren können aber zum Vergleich der Stabilität von verschiedenen Chargen herangezogen werden. Eine Überprüfung der M_{d30} Temperatur wurde aufgrund des experimentellen Aufwandes nicht durchgeführt. Tabelle 5.3 zeigt die Ergebnisse der Berechnungen zur Stapelfehlerenergie. Je nach verwendeter Formel liegen die Werte zwischen 8 – 21 mJ/m² und entsprechen damit den experimentell ermittelten Werten, die in der Literatur zu finden sind (Schramm&Reed 1975).

Tabelle 5.3: Stapelfehlerenergie des untersuchten Werkstoffs (Formeln siehe Tabelle 2.3).

Quelle	Schramm&Reed (1975)	Rhodes&Thompson (1977)	Dai et. al (2002)
γ_{SF} [mJ/m ²]	21	15	8

6 Ergebnisse und Diskussion

6.1 Bewertung der in-situ Prüftechnik

6.1.1 Miniaturprüfsystem zur in-situ Materialermüdung im REM

Kraft- und Spannungsamplitude

Zur Erprobung der Miniaturprüfmaschine und zur Bestimmung der maximal möglichen Kraft- und Spannungsamplitude wurden Proben aus dem in dieser Arbeit untersuchten metastabilen austenitischen Edelstahl bei maximaler Schwingbreite der Ausgangsspannung des Piezoverstärkers (0-1000 V) ermüdet. Die an der Probe anliegende maximale Kraftamplitude betrug hierbei $\Delta F = 1500 \text{ N}$, was bei der gegebenen „shallow-notch“-Probengeometrie einer Spannungsamplitude von $\Delta\sigma/2 = 450 \text{ MPa}$ entspricht.

Da der metastabile austenitische Edelstahl schon bei geringen Spannungen plastische Verformung zeigt, ist die Schwingbreite der Probendehnung bei Maximalbelastung relativ groß. Dies hat aufgrund der antiproportionalen Kraft-Weg-Charakteristik des Piezoantriebs zur Folge, dass die Kraftamplitude geringer ist als sie bei einem rein elastischen Materialverhalten wäre. Somit ist davon auszugehen, dass bei der zyklischen Verformung von Werkstoffen mit höherer Dehngrenze auch höhere Maximalkräfte erreicht werden können. Dies wurde experimentell allerdings nicht nachgewiesen, da die Probenfertigung mittels Funkenerosion sehr aufwändig und zeitintensiv ist.

Es wurde festgestellt, dass der Betrieb mit maximaler Kraftamplitude wenig sinnvoll ist. Findet eine Mittelwertabweichung der Kraft statt, so kann diese nicht korrigiert werden, weil bereits die volle Spannungsschwingbreite des Piezoverstärkers ausgenutzt wird. Es wird aus diesem Grund empfohlen, die Schwingbreite der Ausgangsspannung auf einen Bereich von +150 V bis +850 V einzugrenzen, so dass im Versuch ein ausreichend großer Spielraum zur Regelung des Mittelwertes der Kraftamplitude zur Verfügung steht.

Frequenz

Bei maximaler Kraftschwingbreite wurden Frequenzen bis 35 Hz erreicht. Oberhalb dieser Frequenz erweist sich die Steuerung der Prüfmaschine durch den Mess-PC als problematisch. Dies ist auf die nicht mehr ausreichende Abtastrate des Messsystems zurückzuführen. Aus mechanischer und piezoelektrischer Sicht ist eine Frequenz von 50 Hz durchaus möglich.

Der Piezoaktuator produziert bei hohen Frequenzen Wärme, die im Vakuum des Rasterelektronenmikroskops nicht konvektiv abgeführt werden kann. Aus diesem Grund wurde eine Ethanol-Flüssigkeitskühlung entwickelt (Bild 6.1). Da die Frequenzen bei der Ermüdung des metastabilen Austenits bei 5 Hz lagen, war die Wärmeentwicklung vernachlässigbar und das Kühlsystem kam nicht zum Einsatz. Für hohe Versuchsfrequenzen ist der Einsatz der Kühlung jedoch zwingend erforderlich, da sonst die Gefahr eines Versagens des Piezoaktuators besteht.

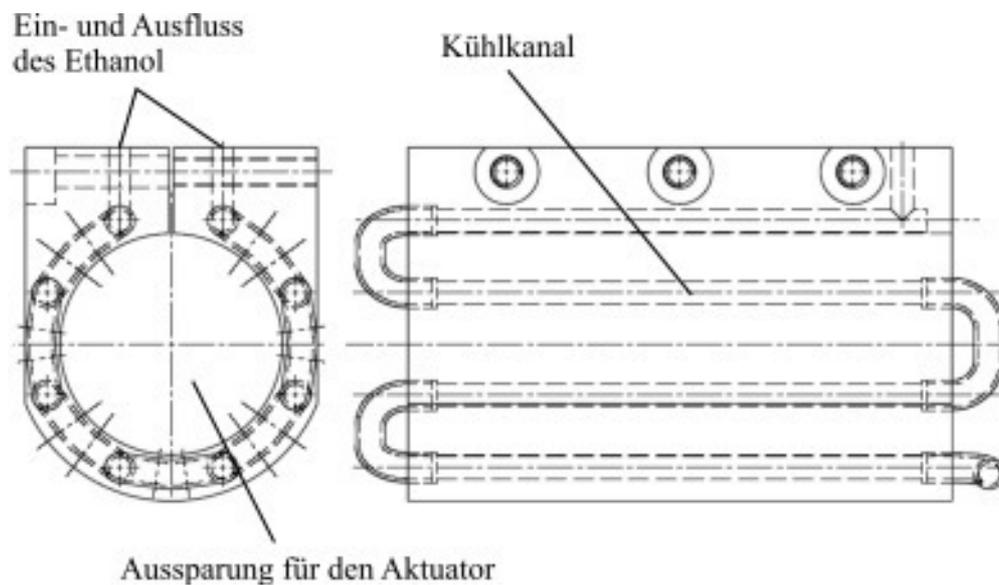


Bild 6.1: Kühlkörper des Ethanolkühlsystems.

Biegung

Der Einsatz von Flachproben in Zug-Druck Ermüdungsexperimenten bringt die Problematik der Probendurchbiegung mit sich. Insbesondere bei relativ geringen Probendicken kann es zum Ausknicken der Messlänge kommen. Bei der Fertigung der Einspannungen und der Montage der Prüfmaschine wurde deshalb auf hohe Maßhaltigkeit und eine genaue Ausrichtung der Teile geachtet. Zur Kontrolle, ob eine Durchbiegung der Probe stattfindet, wurden Dehnungsmessstreifen auf der Ober- und der Unterseite einer Probe befestigt. Bild 6.2 zeigt die Ergebnisse der Dehnungsmessung im zyklischen Versuch. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Kraft-Dehnungshysteresen weitestgehend gleiche Öffnungsweiten besitzen. Eine Durchbiegung der Probe findet somit nicht statt.

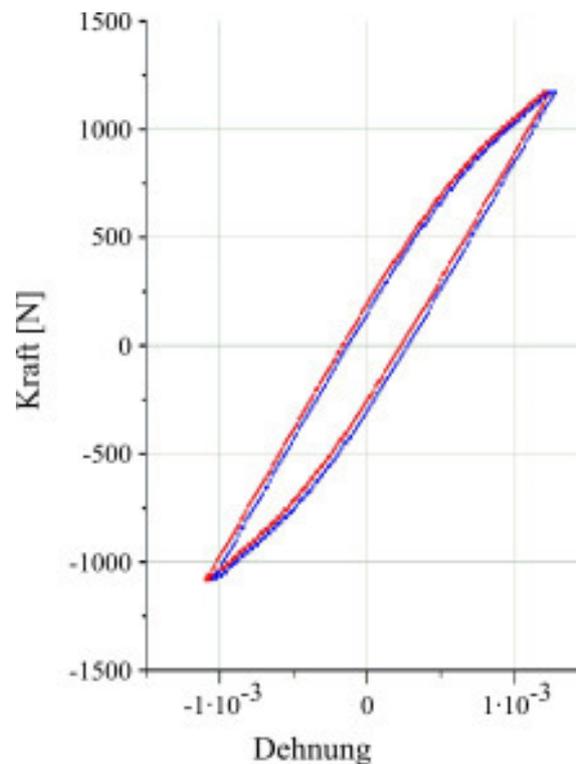


Bild 6.2: Vergleich der Dehnung auf der Ober- und der Unterseite einer Ermüdungsprobe (Oberseite: blau, Unterseite: rot).

6.1.2 Ermüdungsversuche im Rasterelektronenmikroskop

Die durchgeführten Experimente im Vakuum zeigen, dass die Miniaturprüfmaschine im REM einwandfrei funktioniert.

Die Positionierung der Probe durch das Verfahren der Prüfmaschine mittels Feingewindetribe ist mit einer Präzision von ca. $0,5 \mu\text{m}$ möglich. Auch bei hohen Vergrößerungen kann somit eine ausreichend genaue Positionierung der Probe erfolgen. Der Arbeitsabstand der Probe zur Endblende der Elektronensäule wurde konstruktiv auf 10 mm festgelegt. Dieser Arbeitsabstand ist der vom Hersteller empfohlene Abstand für die bildgebenden Verfahren im REM.

Es zeigt sich, dass sowohl die Darstellung mit Sekundärelektronen als auch mit Rückstreuerelektronen störungsfrei erfolgt. Eine Ablenkung der Elektronen durch das elektrisch induzierte Magnetfeld des Piezoaktuators konnte auch im zyklischen Betrieb bei maximaler Spannungsschwingbreite nicht beobachtet werden. Zur Aufnahme eines ausreichend hoch aufgelösten rauscharmen Bildes muss die Miniaturprüfmaschine jedoch angehalten werden, da die Probenoberfläche im Versuch in Bewegung ist.

Die analytischen Messverfahren des REM, die energiedispersive Röntgenspektroskopie und die automatisierten Rückstreuелеktronenbeugung (EBSD) können störungsfrei eingesetzt werden. Allerdings kommt es im REM aufgrund von Verunreinigungen häufig zu einer Kontamination der untersuchten Oberfläche mit Kohlenstoff. Dieser wird durch den Elektronenstrahl auf die Probenoberfläche aufgetragen und führt zu einer Abschattung der Oberfläche. Werden die Zyklenzahl-Intervalle so klein gewählt, dass bei einem geringen Risswachstum die Oberfläche vor der Risspitze mehrmals an der gleichen Stelle untersucht werden muss, so kann die Abschattung derart stark werden, dass keine weiteren Untersuchungen mittels EBSD möglich sind. Aus diesem Grund empfiehlt es sich, Messintervalle ausreichend hoch zu wählen.

Neben der Ermüdung im Vakuum des Elektronenmikroskops ist auch eine Ermüdung an Luft möglich. Hierzu kann die Kammertür, in die die Miniaturprüfmaschine integriert ist, geöffnet werden. Die Kammer des Mikroskops wird währenddessen mit einer Platte verschlossen, so dass eine Evakuierung während der zyklischen Verformung erfolgen kann. Zur Durchführung von Messungen wird die Tür wieder geschlossen. Die wiederholte Evakuierung der Kammertür inklusive der Miniaturprüfmaschine erfordert für jeden Beobachtungszyklus 15 Minuten.

6.2 Charakterisierung des mechanischen Werkstoffverhaltens

6.2.1 Monotone Verformung

Es wurden Zugversuche sowohl im Lieferzustand des Werkstoffs als auch nach der zusätzlichen Lösungsglühung durchgeführt. Bild 6.3 zeigt die Spannungs-Dehnungskurven der Versuche und Tabelle 6.1 die daraus abgeleiteten mechanischen Kennwerte beider Zustände. Aufgrund des größeren Korndurchmessers ist die Duktilität des wärmebehandelten Zustandes größer, die Zugfestigkeit jedoch geringer. An den Werten für $R_{p0,1}$ und $R_{p0,2}$ zeigt sich weiterhin, dass die Dehngrenze nicht exakt zu ermitteln ist, da schon bei geringer Spannung eine plastische Verformung zu beobachten ist.

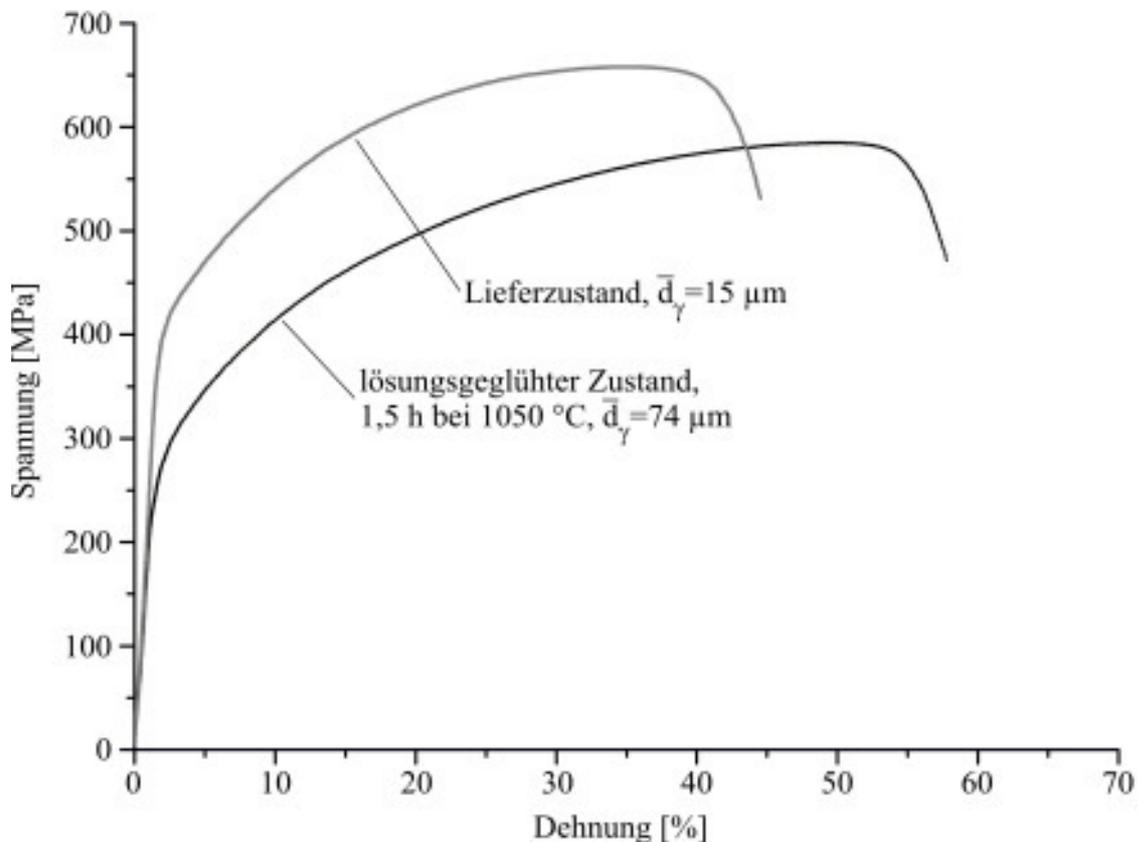


Bild 6.3: Spannungs-Dehnungskurven des Lieferzustandes und des Zustandes nach einer Lösungsglühung für 1,5 h bei 1050 °C.

Der E-Modul wurde an der Hochschule Osnabrück mit Hilfe eines Resonanzfrequenz-Dämpfungsanalyse-Systems (RFDA) ermittelt. Bei diesem Verfahren werden die Eigenfrequenzen einer Probe mit definierten Abmessungen bestimmt, um daraus die elastischen Konstanten zu berechnen. Eine detaillierte Beschreibung dieser Messmethode kann in (Roebben et al. 1997) gefunden werden.

Tabelle 6.1: Mechanische Kennwerte des Lieferzustandes und des Zustandes nach einer weiteren Lösungsglühung für 1,5 h bei 1050 °C.

	R_m [MPa]	$R_{p0,1}$ [MPa]	$R_{p0,2}$ [MPa]	A [%]	E-Modul [GPa]
Lieferzustand	662	362	376	43	177
lösungsgeglüht	588	220	237	56	

Den Proben des Zugversuchs wurden Schlitze aus dem Bereich der Einschnürung entnommen und unter dem Lichtmikroskop untersucht (Bild 6.4). Es zeigt sich, dass eine Umwandlung von γ -Austenit in α' -Martensit stattfindet. Die transformierte Phase bildet sich nicht homogen über den Querschnitt, sondern erscheint zeilenförmig und parallel zur Zugrichtung. Dies ist auf chemische Seigerungen zurückzuführen, die zu einer Erhöhung oder einer Reduzierung der Phasenstabilität führen (Van Bennekom 2008). Eine quantitative Analyse mittels Feritscope wurde nicht durchgeführt, da aufgrund der Einschnürung die Oberflächen der Proben gekrümmt und damit für eine Messung ungeeignet sind. Des Weiteren ist kein konstanter Volumengehalt an α' -Martensit über die Probenlänge zu erwarten. Dies ist auf die unterschiedlich hohe plastische Verformung im Bereich der Einschnürung zurückzuführen.

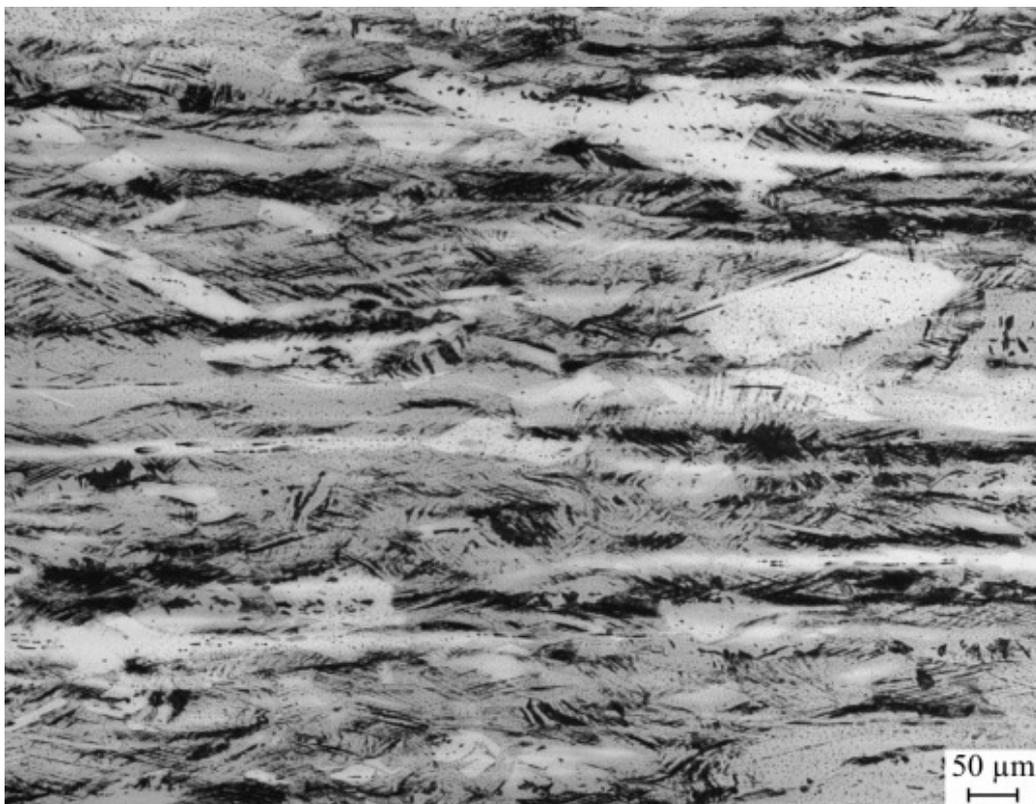


Bild 6.4: Mit V2A-Beize geätzter Schliff der Walzrichtung des wärmebehandelten Zustandes aus dem Bereich der Einschnürung nach dem Zugversuch; helle Bereiche zeigen γ -Austenit, schwarze Bereiche zeigen α' -Martensit.

6.2.2 Zyklische Verformung

Zur Ermittlung der Spannungsamplitude, die für die Versuche zum Rissausbreitungsverhalten im HCF-Bereich Verwendung finden sollte, wurde die Dauerfestigkeit durch Umlaufbiegeversuche und durch Anwendung des modifizierten Treppenstufenverfahrens mit graphischer

Auswertung ermittelt (Deubelbeiss 1974). Bei diesem Verfahren wird eine Versuchsreihe bei einer abgeschätzten Start-Spannungsamplitude begonnen. Versagt die Probe, bevor sie eine Lastspielzahl von 10^7 Zyklen erreicht hat, wird die Spannungsamplitude im nachfolgenden Versuch gesenkt. Tritt kein Versagen ein, so wird die Spannungsamplitude erhöht. Bild 6.5 zeigt das Ergebnis der durchgeführten Versuchsreihe mit 17 Proben. Die Spannungsamplituden, die zu einer definierten Bruchwahrscheinlichkeit führen, können daraus abgelesen werden und sind in Tabelle 6.2 zusammengefasst.

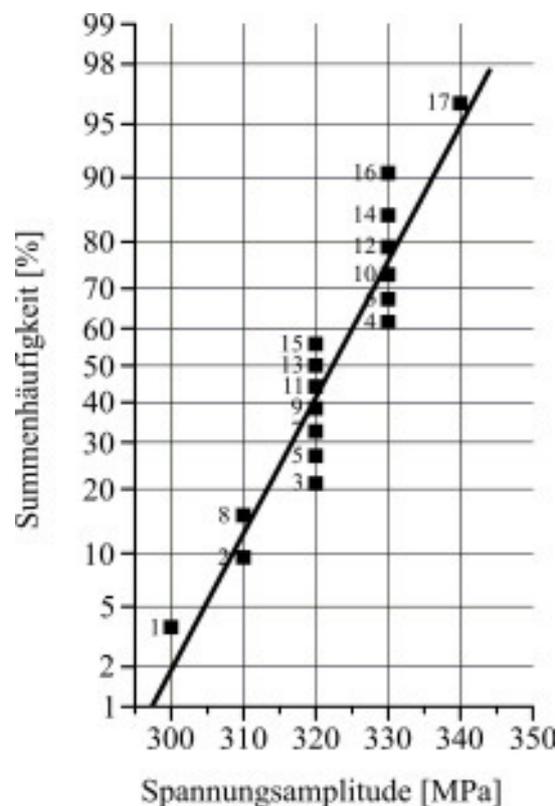


Bild 6.5: Diagramm zur graphischen Bestimmung der Dauerfestigkeit nach dem Treppenstufenverfahren (Deubelbeiss 1974) (mit Angabe der Versuchsnummer, Grenzlastspielzahl: 10^7).

Es zeigt sich, dass unter Umlauf-Biegebelastung bei einer Spannungsamplitude von 336 MPa eine Versagenswahrscheinlichkeit von 90 % eintritt. Wird die bereits dargelegte Korrelation von Umlauf-Biege-Experimenten mit Zug-Druck-Experimenten berücksichtigt, so entspricht dieser Wert bei Zug-Druck-Experimenten einem Bereich von 269 – 302 MPa. In Bezug auf die für die Untersuchungen zur Rissausbreitung verwendeten Flachkerb- und insitu-Proben müssen die Kerbfaktoren ($K_{SN_Zy} = 1,1$ und $K_{SN_IS} = 1,07$) berücksichtigt werden. Die Spannung, die zu einem Versagen von 90 % aller Proben führt, liegt somit im Be-

reich von 245 – 275 MPa (zylindrische Flachkerbproben) und 251 – 282 MPa (in-situ Flachproben).

Tabelle 6.2: Ergebnisse zur Ermittlung der Dauerfestigkeit nach einem Treppenstufenverfahren.

Bruchwahrscheinlichkeit [%]	Spannungsamplitude Umlaufbiegung [MPa]	Korrelation zur Zug-Druck-Belastung mit Faktor 0,8-0,9 [MPa]
10	303	242 bis 273
50	319	255 bis 287
90	336	269 bis 302

Bei den Versuchen zur Bestimmung der Dauerfestigkeit trat das Versagen der Proben grundsätzlich im Lastspielzahlbereich bis $5 \cdot 10^5$ Zyklen auf. Ein Versagen von Proben im Bereich von $5 \cdot 10^5$ bis 10^7 Zyklen konnte nicht beobachtet werden. Dieses Verhalten konnte auch bei den Versuchen zum Risswachstum an Flachkerbproben beobachtet werden. Trat hier bis $5 \cdot 10^5$ Zyklen kein Versagen der Probe auf, so waren diese dauerfest (bis $2 \cdot 10^6$ Lastwechsel, danach wurden die Versuche abgebrochen).

Ein ähnliches Verhalten beobachteten Müller-Bollenhagen et al. (2010b) in ihren Untersuchungen zum VHCF Verhalten von austenitischem Edelstahl (AISI 304L). Ab ca. $5 \cdot 10^5$ Zyklen konnte kein Versagen mehr beobachtet werden. Sie erklären dieses Verhalten mit der Bildung von α' -Martensit im Bereich von 10^5 bis $2 \cdot 10^6$ Zyklen, der zu einer sekundären Verfestigung führt. Nach dieser Verfestigung ist die plastische Dehnungsamplitude zu gering, um eine Initiierung von Rissen zu ermöglichen.

Bild 6.6 zeigt den Verlauf der plastischen Dehnungsamplitude über der Lastspielzahl eines spannungskontrollierten Ermüdungsversuchs. Zunächst kommt es bis 10^5 Zyklen zu einer Entfestigung des Werkstoffes. Daran anschließend kann im Bereich von 10^5 bis ca. $2 \cdot 10^6$ Zyklen sekundäre Verfestigung beobachtet werden. Die Messungen des α' -Martensit Volumengehaltes ergaben, dass bis 10^5 Zyklen kein global messbarer α' -Martensit gebildet wird. Nach $2 \cdot 10^6$ Lastwechseln kann jedoch eine Änderung des Volumengehaltes um ca. 2 % gemessen werden, die im Bereich der sekundären Verfestigung stattfindet.

Es bestätigt sich, dass aufgrund der Bildung von α' -Martensit ab einer Lastspielzahl von ca. 10^5 Zyklen eine Verfestigung des Werkstoffs eintritt. Initiiert während der vorangehenden Entfestigung kein Riss, so ist der Werkstoff im spannungskontrollierten Versuch dauerfest.

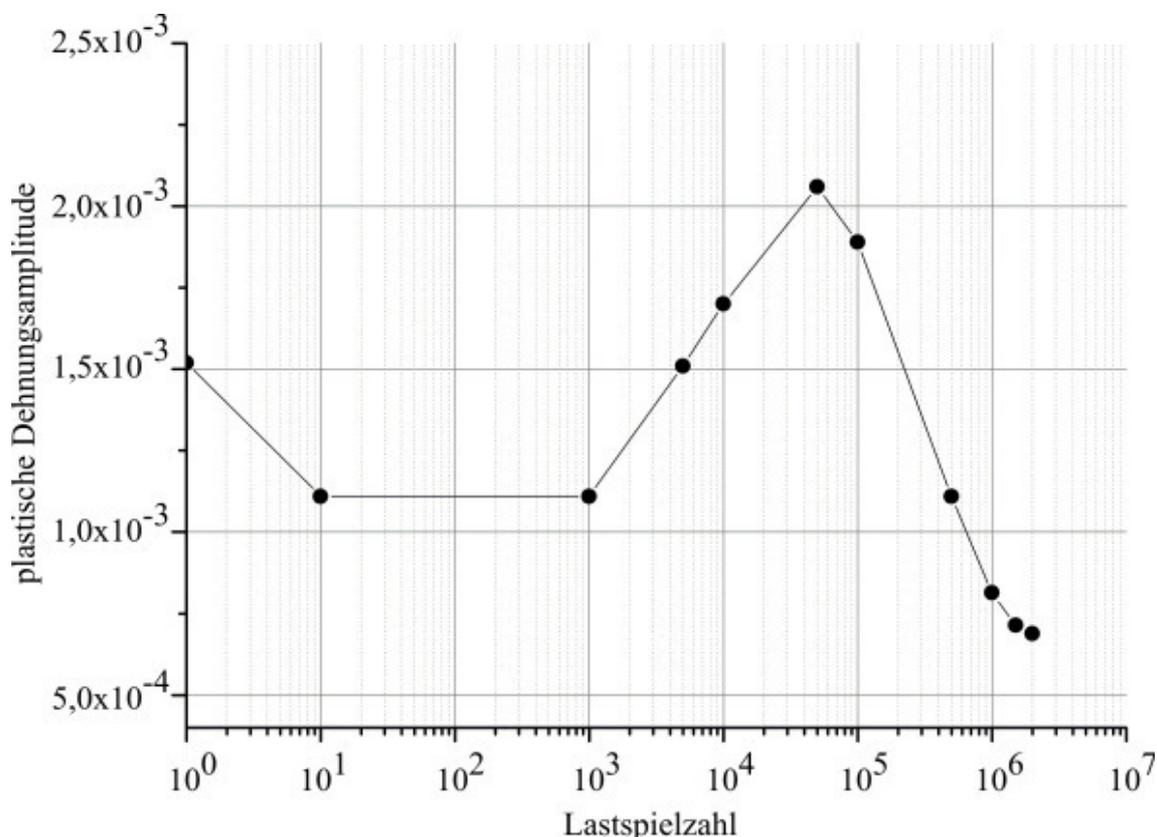


Bild 6.6: Verlauf der plastischen Dehnungsamplitude über der Lastspielzahl bei einer Spannungsamplitude von $\Delta\sigma/2 = 240$ MPa, Zug-Druck-Ermüdungsversuch.

Neben den Umlaufbiegeversuchen zur Ermittlung der Dauerfestigkeit wurden Wöhlerversuche an Flachproben in der in-situ-Miniaturprüfmaschine durchgeführt. Diese Versuche dienen der Evaluierung der Prüftechnik und können strenggenommen nicht zur Ermittlung einer Wöhlerlinie herangezogen werden, da eine statistische Absicherung fehlt. Die in Bild 6.7 dargestellten Spannungsamplituden repräsentieren jeweils nur einen durchgeführten Versuch. Des Weiteren wurden die Versuche aufgrund der Erfahrungen aus den vorangegangenen Umlaufbiegeexperimenten nach $5 \cdot 10^5$ Lastspielen abgebrochen.

Es zeigt sich aber auch hier, dass die im Treppenstufenverfahren an Umlaufbiegeversuchen ermittelte Dauerfestigkeit mit diesen Ergebnissen korreliert. Unterhalb einer Spannungsamplitude von 240 MPa konnte kein Probenversagen mehr festgestellt werden.

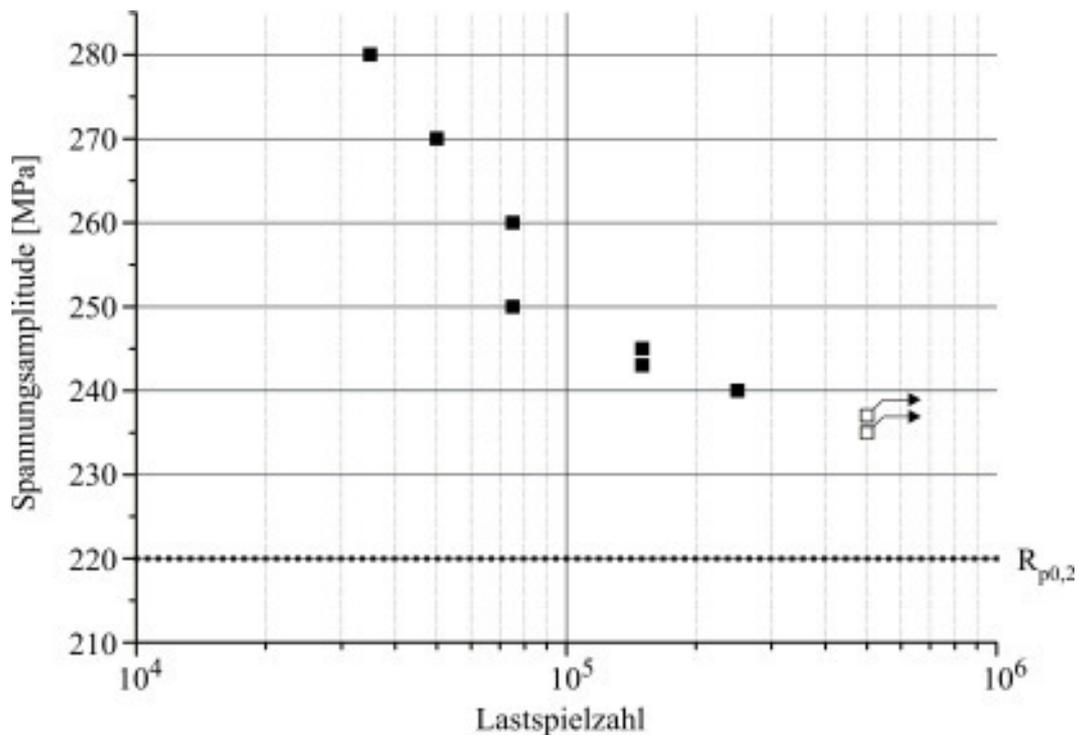


Bild 6.7: Ergebnisse der Wöhlerversuche, durchgeführt mit der in-situ-Miniaturprüfmaschine an Laborluft (angegebene Spannungsamplitude ohne Kerbfaktor).

Aus der Ermittlung der Dauerfestigkeit erfolgte die Festlegung der Spannungsamplituden, die für die Versuche zum Wachstum von kurzen Rissen Anwendung finden sollten. Sowohl für die Versuche an in-situ-Flachproben als auch für die Versuche an zylindrischen Flachkerbproben wurden Spannungsamplituden von ca. 245 MPa gewählt, die zu einer Initiierung von Rissen führten und eine Probenlebensdauer zwischen $3 \cdot 10^5$ und $5 \cdot 10^5$ Zyklen zur Folge hatten.

6.2.3 Martensitbildung während der zyklischen Verformung

Bei der zyklischen Verformung im Bereich der Dauerfestigkeit ($\Delta\sigma/2 = 245\text{MPa}$) setzt schon nach wenigen tausend Zyklen eine Bildung von α' -Martensit ein. Dieser kann vereinzelt in einigen Körnern als Lamellen oder Nadeln gefunden werden (Bild 6.8). Diese Form des α' -Martensits tritt sehr lokal in der Mikrostruktur auf und ist global mittels Feritscope aufgrund des geringen Volumengehaltes nicht detektierbar. Die α' -Martensit-Lamellen zeigen eine abweichende Morphologie zu dem α' -Martensit, der in der plastischen Zone wachsender Risse gebildet wird und ein blockförmiges Erscheinungsbild hat (siehe Kapitel 6.4.1). Bei

genauer Betrachtung kann festgestellt werden, dass die α' -Martensit-Lamellen parallel zu aktivierten Gleitbändern verlaufen und unmittelbar an diese angrenzen. Die Lamellen bilden sich in Form von Paketen innerhalb vereinzelter Körner. Es können jedoch nicht in jedem Korn, in dem Gleitbänder aktiviert sind, α' -Martensit-Lamellen vorgefunden werden. Dieses geht aus Bild 6.8 hervor, lediglich in dem markierten Korn haben sich Lamellen gebildet. Meist weisen die an die Lamellen angrenzenden aktiven Gleitbänder einen hohen Schmidfaktor auf (im Bereich von 0,45 bis 0,5), der auf eine erhöhte plastische Aktivität schließen lässt. Allerdings muss auch die hohe elastische Anisotropie des Werkstoffs berücksichtigt werden, die lokal zu einer erhöhten plastischen Aktivität führen kann und damit eine Bildung von α' -Martensit-Lamellen zur Folge hat.

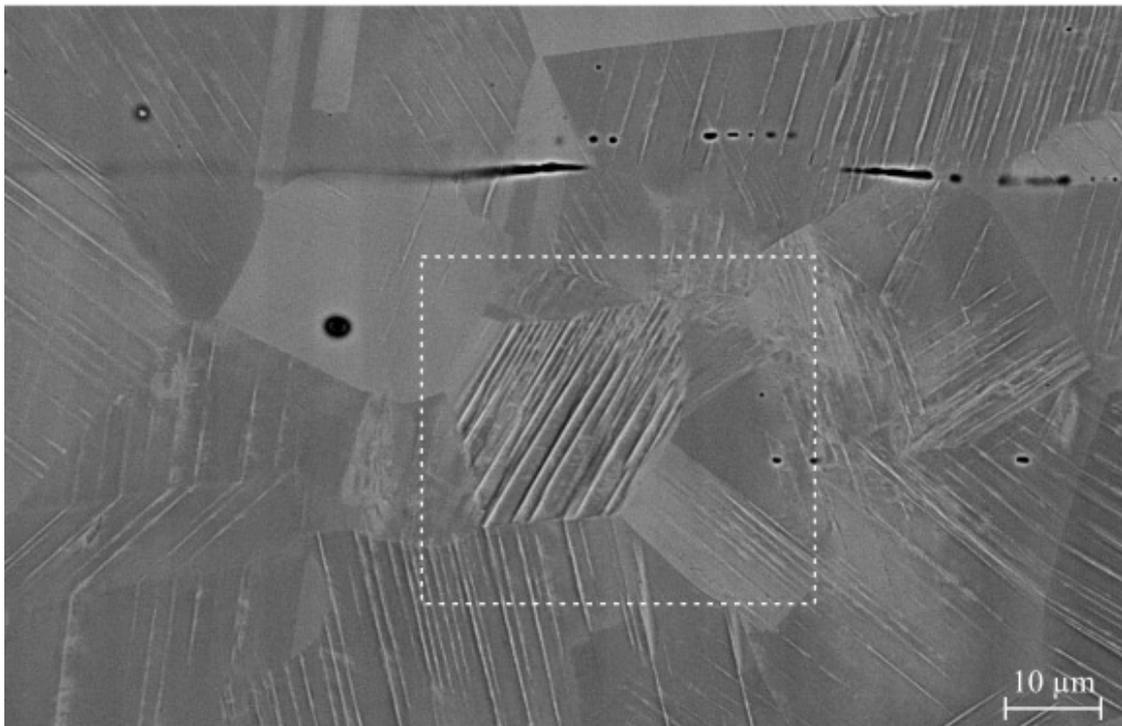


Bild 6.8: Lokale Bildung von α' -Martensit in Form von Lamellen, REM-BSE-Darstellung.

Es kann festgestellt werden, dass in den Körnern, in denen Lamellen gebildet wurden, auf lediglich einer definierten $\{111\}_\gamma$ -Ebene Gleitsysteme aktiviert wurden. Bild 6.8 und Bild 6.9 ist zu entnehmen, dass sich die Lamellen grundsätzlich von einer Korngrenze ins Korninnere erstrecken. Die Breite der Lamellen ist an der Korngrenze am größten und nimmt zum Korninneren hin ab. Dies lässt auf eine Keimbildung am Schnittpunkt von Gleitband und Korngrenze schließen mit einem anschließenden Wachstum in Richtung des Korninneren. In der

Literatur wird die Bildung von α' -Martensit zumeist auf sich kreuzende Gleitbänder zurückgeführt. Allerdings kann die Keimbildung auch an Schnittpunkten von Gleitbändern mit Korngrenzen beobachtet werden (Tabelle 2.5).

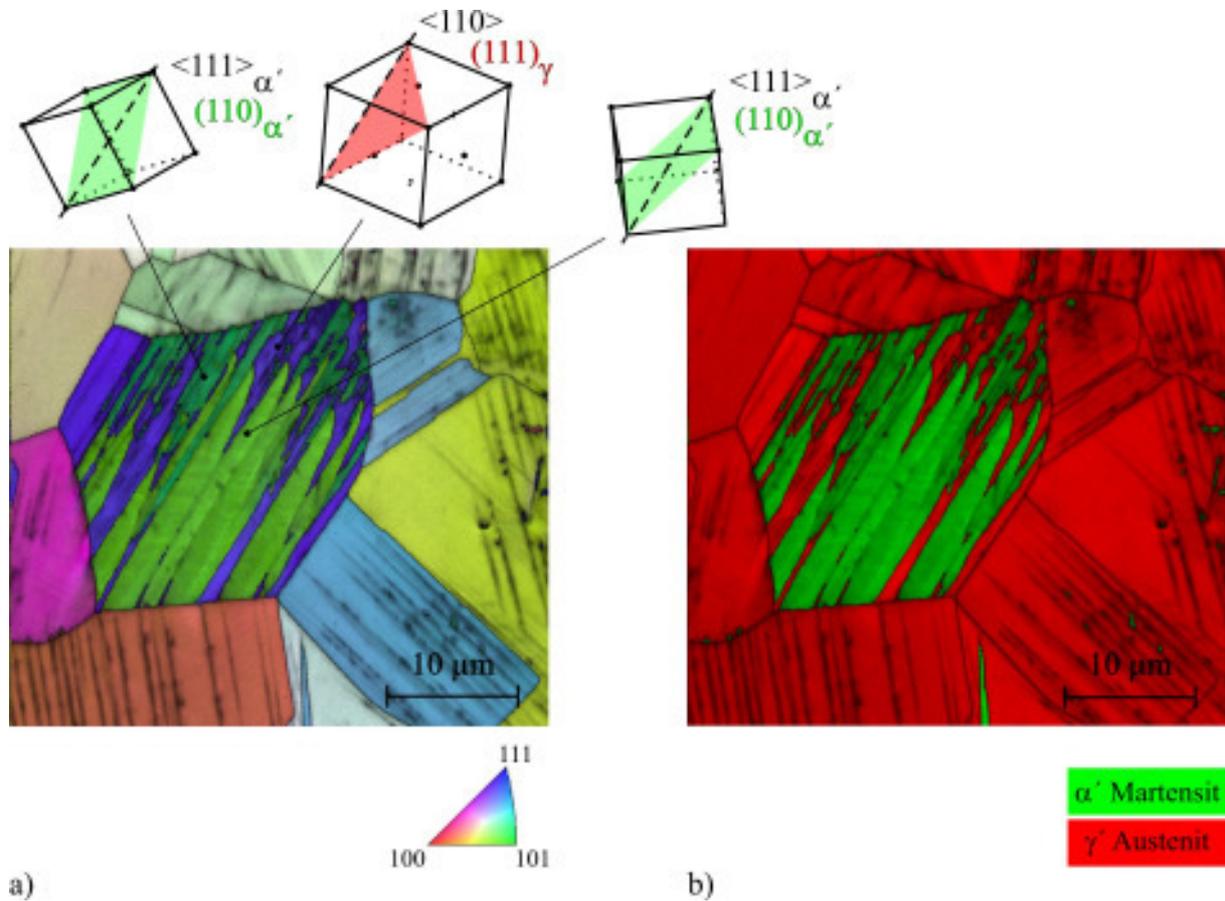


Bild 6.9: EBSD Untersuchung des in Bild 6.8 gekennzeichneten Gefügeausschnitts, a) Darstellung der inversen Polfigur und Gitterorientierungen als Elementarzellen mit den dazugehörigen parallelen Gitterrichtungen und Gitterebenen, b) Darstellung der Phasen.

So konnten Mangonon&Thomas (1970) zeigen, dass eine Keimbildung an Korngrenzen stattfindet, verursacht durch den Aufstau von $\frac{1}{6} a \langle 11\bar{2} \rangle_{\text{kfz}}$ -Shockley-Partialversetzungen. Sie begründen die Keimbildung mit dem Verzerrungszustand des Gitters in diesem Bereich. Nach Ashbee (1967) sind die hier vorzufindenden Verzerrungen vergleichbar mit denen von sich schneidenden Stapelfehlern. Durch die Bildung von α' -Martensit werden die Spannungen schließlich abgebaut.

Es stellt sich jedoch die Frage, wie die Lamellen von der Korngrenze ins Korninnere wachsen können, obwohl nur ein Gleitsystem aktiv ist und somit auch nur eine Scherung im

kfz Gitter des Austenits stattfindet. Nach den Modellen von Bogers&Burgers (1964) und Olsen&Cohen (1972) sind zwei Scherungen auf verschiedenen $\{111\}_\gamma$ -Ebenen nötig, um ein kfz Gitter, mittels plastischer Verformung bzw. Versetzungsbewegung in ein krz Gitter zu überführen (siehe Kapitel 2.1.5).

Eine Erklärung dafür ist in Higo et al. (1974) zu finden. Anhand der Verformung von Fe-Cr-Ni Einkristallen wurde gezeigt, dass α' -Martensit auch gebildet wird, wenn nur ein Gleitsystem durch äußere Belastung aktiviert wird. Die Autoren leiten daraus ab, dass die zweite Scherung zur Umwandlung nach Bogers&Burgers (1964) durch die elastische Spannung im Gitter verursacht wird. Aufgrund der Volumenexpansion bei der Phasentransformation in α' -Martensit treten elastische Kompatibilitätsspannungen auf, die eine zweite Scherung auf einer $\{111\}_\gamma$ -Ebene verursachen können und somit ein autokatalytisches Wachstum von α' -Martensit Kristallen möglich machen.

Die von Mangonon&Thomas (1970) und Higo et al. (1974) beschriebenen Mechanismen können die Bildung der hier beobachteten α' -Martensit-Lamellen erklären. Zunächst wird ein α' -Martensit-Keim am Schnittpunkt eines Gleitbandes mit der Korngrenze durch einen Aufstau von Partialversetzungen gebildet. Der Keim wächst daraufhin in Form einer Lamelle ins Korninnere, aktiviert durch die Scherung in Richtung des aktiven $\{111\}_\gamma$ Gleitsystems und durch die elastische Verzerrung, die durch die Volumeninkompatibilität beider Phasen hervorgerufen wird.

Mikrohärte von γ -Austenit und α' -Martensit

Die Mikrohärte der beiden Phasen γ -Austenit und α' -Martensit wurde mit einem Vickers-Kleinlastprüfgerät (Firma Struers Duramin) durchgeführt. Hierfür wurden in-situ-Flachproben bis zu einer Lastspielzahl von 10^5 Zyklen bei einer Spannungsamplitude von $\Delta\sigma/2 = 230$ MPa ermüdet, um eine Bildung von α' -Martensit in Form von Lamellen zu initiieren. Indentiert wurden Körner, die zwar plastische Aktivität allerdings keine Umwandlung zeigten. Darüber hinaus wurden Körner indentiert, die nahezu vollständig in α' -Martensit umgewandelt waren (Bild 6.10). Es wurden pro Phase jeweils zehn Messungen in zehn verschiedenen Körnern durchgeführt, um daraus einen Mittelwert für die Mikrohärte zu berechnen. Aufgrund der geringen Abmessung der Eindrücke erfolgte die Ausmessung der Pyramidendiagonalen im REM.

Der Tabelle 6.3 ist zu entnehmen, dass α' -Martensit eine um ca. 35% höhere Härte besitzt als γ -Austenit. Zum Vergleich wurden Messungen der Phasen γ -Austenit und α -Ferrit eines bei gleicher Spannungsamplitude und Zyklenzahl ermüdeten Duplex Stahls durchgeführt.

Tabelle 6.3: Vickers-Mikrohärte von γ -Austenit und α' -Martensit und der Vergleich zu den Phasen γ -Austenit und α -Ferrit eines Duplex Edelstahls.

Werkstoff	Härte γ -Austenit [HV 0,05]	Härte α' -Martensit bzw. α -Ferrit [HV 0,05]
1.4307	250	341
1.4462	296	339

Es zeigt sich, dass die Festigkeiten von α' -Martensit und α -Ferrit vergleichbar sind. Die geringe Abweichung der Festigkeiten der austenitischen Phasen kann auf den hohen Stickstoffgehalt (0,22%) im Duplex Stahl zurückgeführt werden, der sich im γ -Austenit konzentriert und hier die Festigkeit steigert.

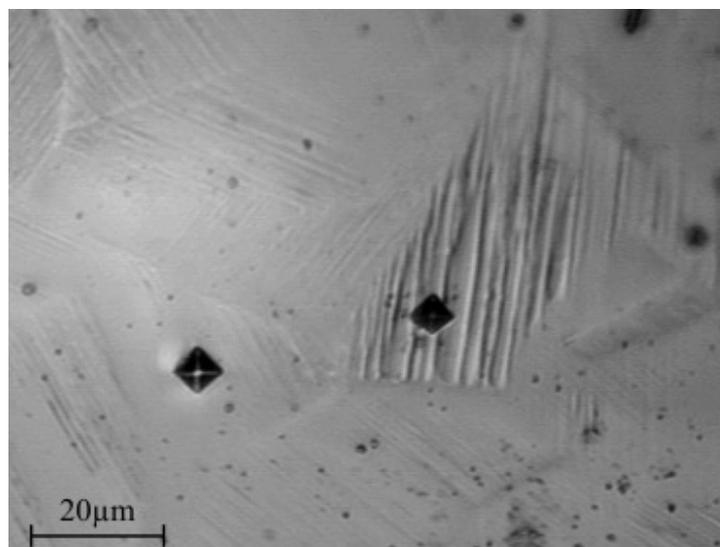


Bild 6.10: Zur Bestimmung der Mikrohärte von γ -Austenit und α' -Martensit.

Die ähnlichen Festigkeiten der martensitischen und der ferritischen¹ Phasen bzw. der beiden austenitischen Phasen des metastabilen Edelstahl und des Duplex Edelstahl erlauben die Nutzung von mikrostrukturellen Parametern zur Barrierestärke von Korn- und Phasengrenzen und zyklischen Fließschubspannungen, die in einer früheren Arbeit mit Hilfe einer Hall-Petch- Analyse abgeleitet wurden (Düber 2007) und für die Modellierung unerlässlich sind.

Charakterisierung des kristallographischen Orientierungszusammenhangs

Die kristallographische Orientierungsbeziehung zwischen der kfz γ -Austenit-Ausgangsphase und der daraus gebildeten krz α' -Martensit-Phase wurde aus den Daten der EBSD-Analysen ermittelt. Zur anschaulichen Betrachtung der Orientierungszusammenhänge sind die Elementarzellen der beiden Phasen in Bild 6.9 dargestellt. Es zeigt sich, dass jeweils eine diskrete $\{110\}_{\alpha'}$ -Ebene der beiden hier entstandenen Zwillingsvarianten des α' -Martensits parallel zur aktivierten Gleitebene des γ -Austenits liegt. Des Weiteren liegt in dieser Ebene jeweils eine Gleitrichtung beider Phasen parallel. Bild 6.11 zeigt die Polfiguren der Gleitebenennormalen und der Gleitrichtungen beider Phasen. Auch hier kann deutlich die Parallelität der Gleitebenen und Gleitrichtungen festgestellt werden. Diese kristallographische Orientierungsbeziehung entspricht der in Kapitel 2.1.5 bereits erläuterten *Kurdjumow-Sachs*- Beziehung.

¹ Untersuchungen des α' -Martensit mittels EBSD zeigen, dass die Gitterstruktur dieser Phase kubisch ist und nicht tetragonal verzerrt wie bei Stählen mit hohem Kohlenstoffanteil. Des Weiteren ist die Gitterkonstante des α' -Martensits mit der des α -Ferrits identisch. Dies lässt den Schluss zu, dass der α' -Martensit auch als Ferrit bezeichnet werden kann.

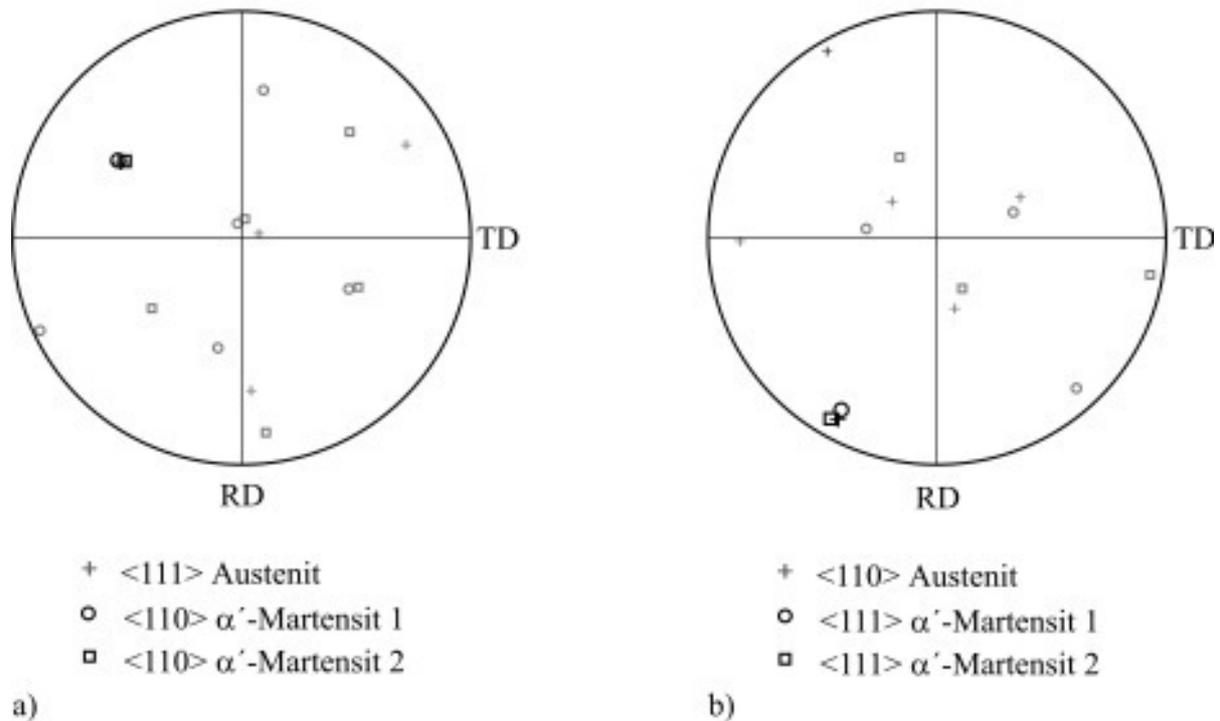


Bild 6.11: Polfiguren von γ -Austenit und der beiden α' -Martensit Zwillingsvarianten des in Bild 6.9 dargestellten umgewandelten Kornes. Hervorgehoben dargestellte Symbole symbolisieren die parallelen Vektoren, a) Normalenvektor der Gleitebenen, b) Richtungsvektor der Gleitrichtungen.

Mikrostrukturelle Charakterisierung der α' -Martensitbildung, Gleitverhalten und Versetzungsstruktur

Zur weiteren mikrostrukturellen Charakterisierung der α' -Martensitbildung wurden transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen an ermüdeten Proben durchgeführt. Die Spannungsamplitude betrug bei denen im Folgenden dargestellten Ergebnissen zugrunde liegenden Versuchen $\Delta\sigma/2 = 245\text{MPa}$. Aus oberflächennahen Bereichen und dem Inneren der Proben wurden TEM-Folien parallel zur Spannungsachse entnommen.

Unterstützend zu den bereits geschilderten REM-Untersuchungen zeigen die Befunde der TEM-Untersuchungen, dass plastische Aktivität und die Bildung von α' -Martensit lediglich lokal auftreten. Es kann festgestellt werden, dass in oberflächennahen Bereichen eine höhere plastische Aktivität und α' -Martensitbildung auftritt als im Probeninneren. Dies kann auf den Spannungszustand zurückgeführt werden und die mit der Bildung von α' -Martensit einhergehende Volumenzunahme. Im Probeninneren werden bei einer Umwandlung Druckspannungen eingebracht, die der Phasentransformation entgegenwirken (Krupp et al. 2007). Im oberfläch-

chennahen Bereich ist dies jedoch nicht der Fall, weil hier der α' -Martensit in den Raum expandieren kann. Diese Expansion wird in Bild 6.8 deutlich durch die Ausbildung eines Oberflächenreliefs aufgrund der hervorstehenden Lamellen.

In den plastisch aktiven Bereichen der Mikrostruktur kann ein überwiegend planares Gleitverhalten beobachtet werden. Planares Gleitverhalten wird durch eine Bindung der Versetzungen an diskrete Gleitsysteme in ihrer Bewegung charakterisiert. Die Versetzungen sind nicht in der Lage die Gleitsysteme zu verlassen, wie es bei welligem Gleiten beobachtet werden kann. Die Charakteristik von planarem Gleiten äußert sich in Versetzungen, die sich in parallel verlaufenden Versetzungsstrukturen fortbewegen (Bild 6.12, Bild 6.14 und Bild 6.15). Das Gleitverhalten soll hier nicht weiter diskutiert werden. Eine detaillierte Abhandlung zu diesem Thema kann in Christ (1991) gefunden werden.



Bild 6.12: Parallel angeordnete Gleitebenen, planare Versetzungsstrukturen und Stapelfehler, $\overline{g}_\gamma = \{111\}$, $\overline{Z}A_\gamma = \langle 110 \rangle$.

Es kann beobachtet werden, dass die Versetzungen aufgrund der niedrigen Stapelfehlerenergie überwiegend in Partialversetzungen aufspalten und Stapelfehler bilden (Bild 6.12).

Der verformungsinduzierte α' -Martensit zeigt sich als Phase mit einer hohen Dichte an Gitterdefekten. Aus diesem Grund erscheint diese Phase in der Hellfeld-Darstellung auch als dunkle, diffuse und inhomogene Phase (Bild 6.13). Die Beugungsbilder zeigen, dass es sich hierbei um kurz α' -Martensit handelt.

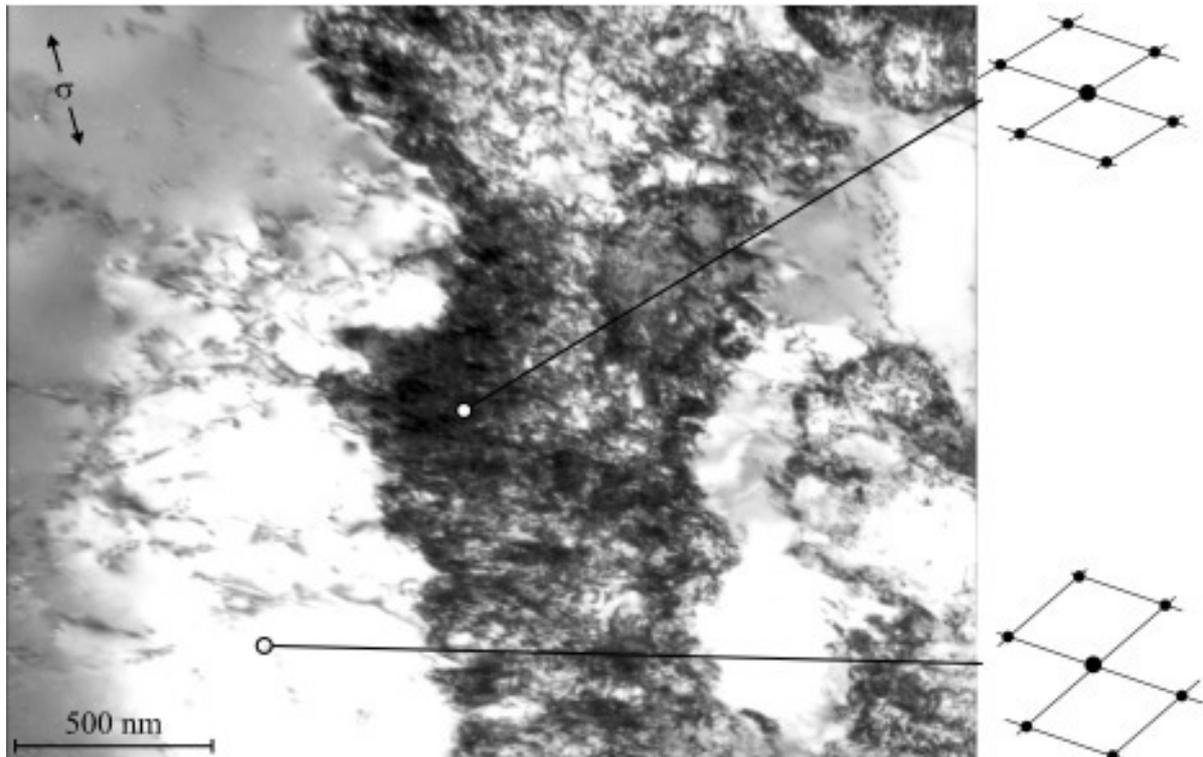


Bild 6.13: Blockförmiger α' -Martensit, $\bar{g}_{\alpha'} = \{102\}$, $\bar{Z}\bar{A}_{\alpha'} = \langle 123 \rangle$, $\bar{g}_{\gamma} = \{220\}$, $\bar{Z}\bar{A}_{\gamma} = \langle 111 \rangle$.

Bild 6.14 zeigt den Aufstau von Versetzungen an einer γ - γ -Korngrenze im oberflächennahen Bereich einer Ermüdungsprobe. Vor der Korngrenze ist es zur Bildung von α' -Martensit gekommen. Diese Beobachtung stützt die oben aufgestellte These, dass eine Keimbildung von α' -Martensit im Schnittpunkt eines Gleitbandes mit einer Korngrenze möglich ist.

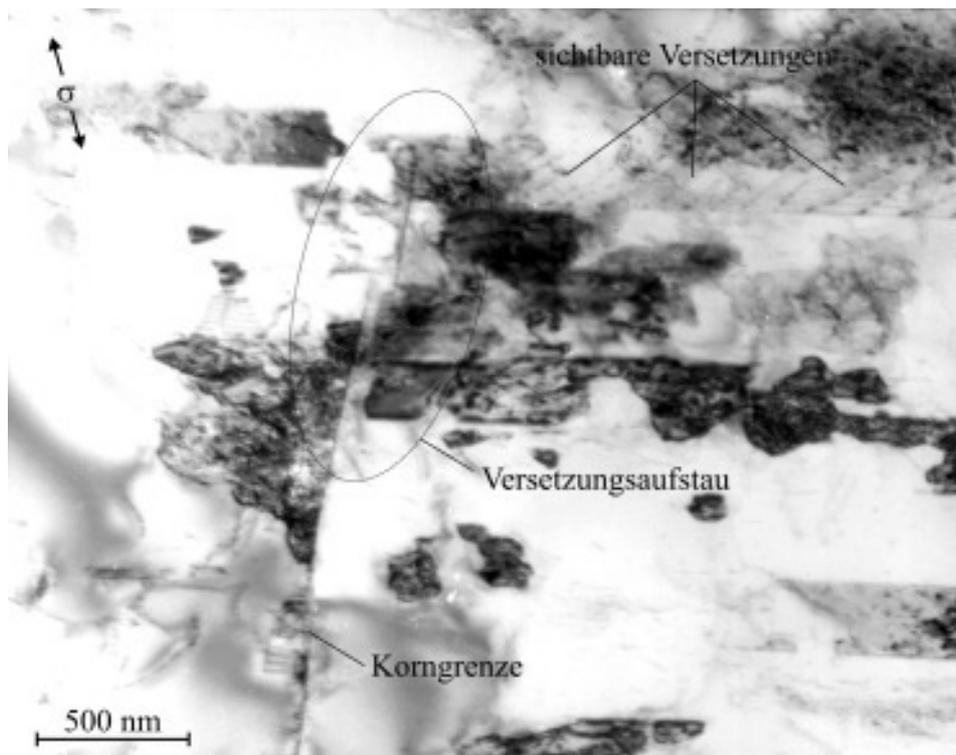


Bild 6.14: Bildung von α' -Martensit durch Aufstau von Versetzungen an einer γ - γ Korngrenze im oberflächennahen Bereich der Ermüdungsprobe.

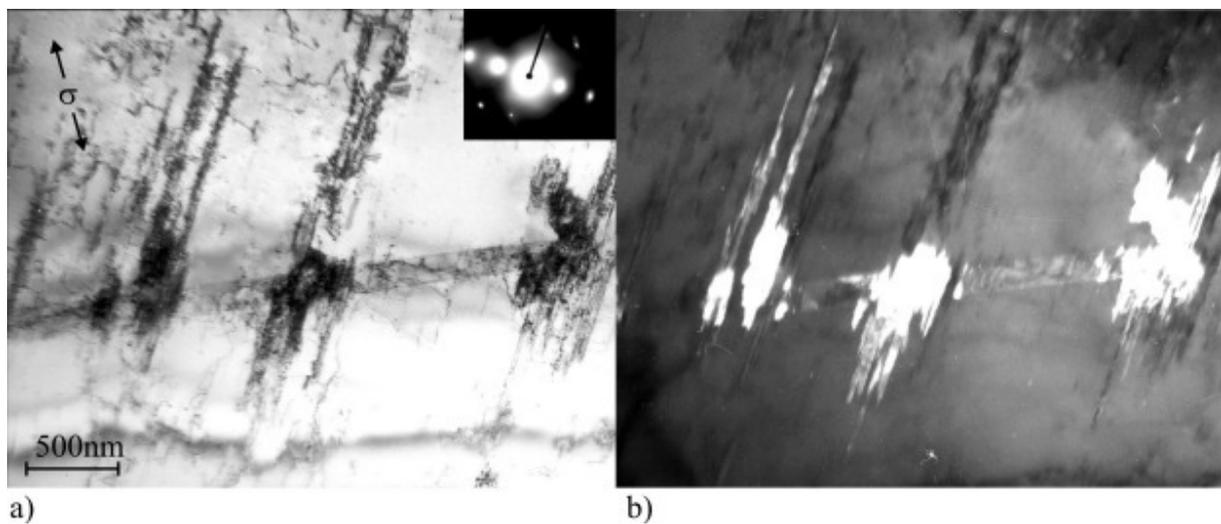


Bild 6.15: Bildung von blockförmigem α' -Martensit an sich kreuzenden Gleitbändern, $\bar{g}_\gamma = \{220\}$, $\bar{Z}\bar{A}_\gamma = \langle 110 \rangle$, a) TEM-Hellfeld-Darstellung b) TEM-Dunkelfeld-Darstellung eines α' -Martensit-Beugungsmaxima.

Neben der Bildung von α' -Martensit an den Schnittpunkten von Gleitsystemen mit Korngrenzen kann die Phasenumwandlung auch an sich schneidenden Gleitsystemen beobachtet

werden, wie sie durch Bogers&Burgers (1964) und Olsen&Cohen (1972) beschrieben wird (siehe Kapitel 2.1.5). Bild 6.15 zeigt die Keimbildung von α' -Martensit an den Schnittpunkten eines Stapelfehlers mit Gleitbändern, die aus planaren Versetzungsanordnungen bestehen.

6.3 Rissinitiiierung

Im frühen Stadium eines jeden Ermüdungsversuchs wurden die Proben in Intervallen von 2.500 bis 5.000 Zyklen auf Rissinitiiierung untersucht. Die zylindrischen „shallow-notch“-Proben wurden im Kerbgrund auf einer Breite von ca. 2 mm abgesucht. Bei den in-situ-Flachproben erfolgte die Rissuche im Kerbgrund auf einer Breite von ca. 1 mm. Diese Eingrenzung war zulässig, da die Risse ausschließlich im Kerbgrund entstehen, weil dort eine Spannungsüberhöhung durch den Kerb verursacht wird.

Unter einer Beanspruchungsamplitude von $\Delta\sigma/2 = 245\text{MPa}$ kann eine Initiiierung von Rissen in einem frühen Stadium der Lebensdauer beobachtet werden. Nahezu alle Risse wurden nach $1,5$ bis $4,5 \cdot 10^4$ Zyklen mit Risslängen von $10 - 15 \mu\text{m}$ identifiziert. Werden Bruchlastspielzahlen von 3 bis $5 \cdot 10^5$ Zyklen zugrunde gelegt, findet die Rissinitiiierung demnach im Bereich der ersten 15% der Lebensdauer statt. Die Rissdichte in den abgesuchten Bereichen betrug bis zu 5 Risse pro Seite der zylindrischen Proben und bis zu 2 Risse pro Seite der in-situ Proben.

Als mikrostrukturelle Orte der Rissinitiiierung wurden Zwillingsgrenzen, Gleitbänder, γ - α' -Phasengrenzen und Korngrenzen identifiziert. Mit einem Anteil von ca. 70% sind Rissinitiiierungen an Zwillingsgrenzen vorzufinden, gefolgt von Korngrenzen mit ca. 18% (Bild 6.16).

Die Initiiierung von Rissen an Zwillingskorngrenzen ereignet sich in 65% aller Fälle ohne dass eine Bildung von α' -Martensit in der Spur des Risses auf der Zwillingsgrenze festgestellt werden kann. Der Riss verlässt kurz nach der Initiiierung die Zwillingsgrenze, um in den Zwillingskörnern transkristallin weiter zu wachsen (Bild 6.17).

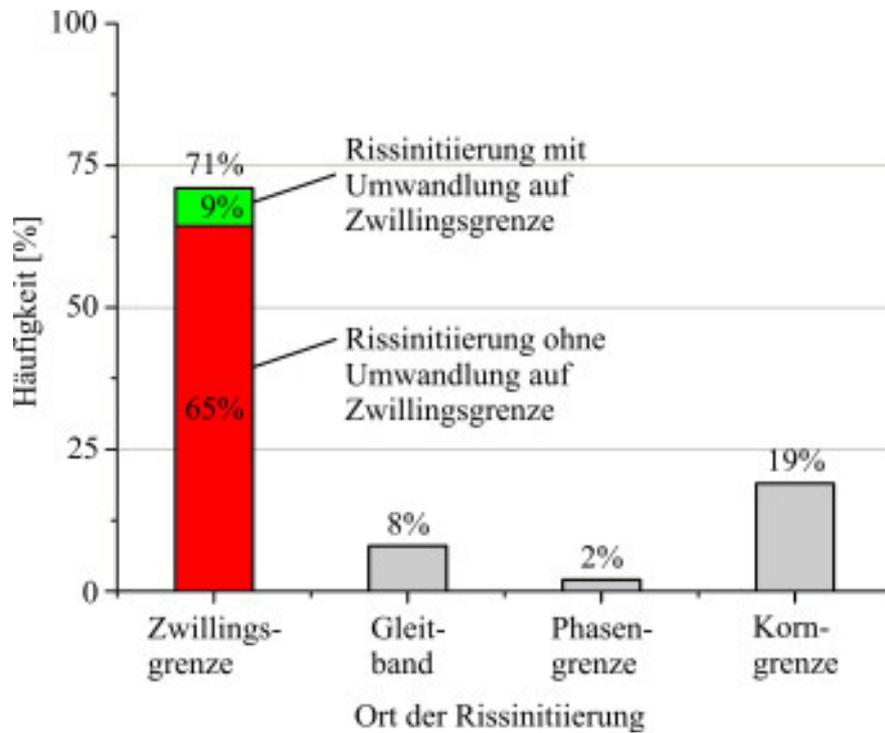


Bild 6.16: Statistische Auswertung von Ort und Häufigkeit der Rissinitiation von 48 ausgewerteten Rissen.

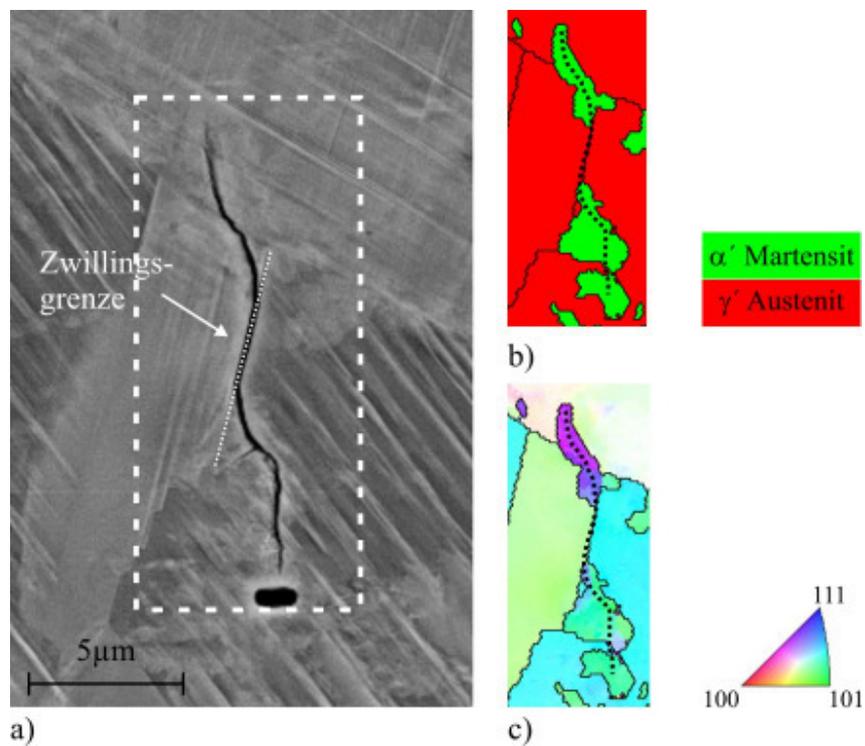


Bild 6.17: Zur Rissinitiation an Zwillingsgrenzen, $N=1,5 \cdot 10^4$ Zyklen.

Das Aufreißen von Zwillingsgrenzen in der festgestellten Häufigkeit und zum gemessenen Zeitpunkt deckt sich mit den Beobachtungen von Heinz&Neumann (1990) an stabilem austenitischen Edelstahl. Sie beobachten eine Rissinitiierung in 75 % aller Fälle an Zwillingsgrenzen innerhalb der ersten 10 % der Lebensdauer. Wie bereits in Kapitel 2.2.2 erläutert, ist die Rissinitiierung an Zwillingsgrenzen auf die elastische Anisotropie von austenitischen Edelstählen zurückzuführen, welche eine elastische Inkompatibilität der involvierten Zwillingskörner zur Folge hat. Unter einer äußeren Beanspruchung entstehen aus diesem Grund Kräfte auf der Oberfläche. Diese Kräfte führen zu zusätzlichen Schubspannungen parallel zur Zwillingsgrenze und damit zu einer erhöhten plastischen Aktivität im Bereich der Oberfläche. Da eine Zwillingsgrenze im kfz Gitter gleichzeitig eine Gleitebene ist, kann die Rissinitiierung hier sehr früh und mit einer großen Häufigkeit erfolgen. Ein analytisches Modell des Spannungszustands an Zwillingsgrenzen in kfz Gittern kann Heinz&Neumann (1990) und Blochwitz&Tirschler (2004) entnommen werden.

Es stellt sich die Frage, warum die erhöhte plastische Aktivität an der Zwillingsgrenze zum Aufreißen dieser führt, aber nicht zur Bildung von α' -Martensit. Wie bei der Bildung von α' -Martensit-Lamellen sind parallel zur Zwillingsgrenze lediglich Gleitebenen einer Orientierung aktiviert. Zu einer Überschneidung von Gleitbändern kommt es hier demnach nicht. Nach dem Modell von Bogers&Burgers (1964) und Olsen&Cohen (1972) kann es folglich nicht zur Bildung von α' -Martensit an dieser Stelle kommen. Des Weiteren wirken die Kräfte, die durch die elastische Inkompatibilität hervorgerufen werden, senkrecht auf der Oberfläche. Die Versetzungsbewegung erfolgt deshalb in die Oberfläche hinein oder aus der Oberfläche heraus. Einen Aufstau von Versetzungen, der zur Bildung von α' -Martensit an den Schnittpunkten von Gleitbändern mit Korngrenzen führen kann, findet aus diesem Grund an der Oberfläche nicht statt. Dies dürfte die Ursache dafür sein, dass es im Bereich von aufgerissenen Zwillingsgrenzen nicht zur Bildung von α' -Martensit kommt.

6.4 Wachstumsmechanismen von mikrostrukturell kurzen Rissen

6.4.1 Ausbreitungsverhalten kurzer Risse in Luft

Im Allgemeinen ist das Wachstumsverhalten kurzer Risse starken Fluktuationen unterworfen, da die elastisch und plastisch anisotropen Eigenschaften der Mikrostruktur einen starken Einfluss ausüben. In dem hier untersuchten metastabilen Werkstoff kommt als weitere Einflussgröße die durch plastische Verformung initiierte Phasenumwandlung hinzu. Diese Umwand-

lung kann in der plastischen Zone vor der Rissspitze beobachtet werden (Bild 6.18). Nach der Initiierung verlassen die Risse die Zwillingsgrenze und wachsen schubspannungskontrolliert im Stadium I-Risswachstum unter Einfachgleitung in die Zwillingskörner hinein. Hierbei können zwei Varianten von Stadium I-Risswachstum beobachtet werden. Es ist ein Wachstum auf einem Gleitsystem im γ -Austenit möglich, wobei keine Bildung von α' -Martensit vor der Rissspitze erfolgt. Des Weiteren wird vor der Rissspitze α' -Martensit gebildet und der Riss wächst unter Einfachgleitung durch die transformierte Phase entlang eines krz Gleitsystems. Im Folgenden werden die Ergebnisse zum Phasentransformationsverhalten in der plastischen Zone der Rissspitze und dem Risswachstum in den Stadien I im α' -Martensit und im γ -Austenit erläutert.

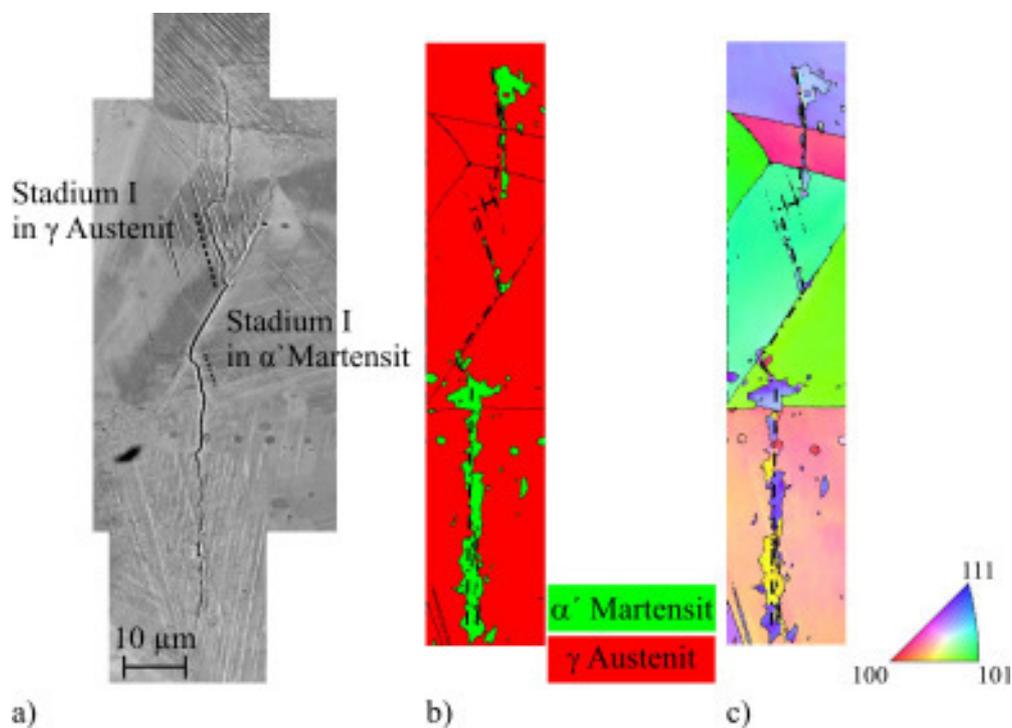


Bild 6.18: Kurzer Riss bei $N=9,5 \cdot 10^4$ Zyklen, a) REM-Darstellung im BSE Kontrast, b) EBSD-Darstellung der Phasen, c) EBSD-Darstellung der kristallographischen Orientierung.

Die Untersuchungen erfolgten bei einem Spannungsverhältnis von $R=-1$ und einer Spannungsamplitude von $\Delta\sigma/2 = 245\text{MPa}$. Ergebnisse, die von Proben stammen, die im in-situ-Ermüdungssystem ermüdet wurden, sind mit IS-System gekennzeichnet.

Phasentransformation vor der Rissspitze und Stadium I-Rissswachstum im α' -Martensit

Zunächst soll der Bildungsmechanismus des α' -Martensit vor der Rissspitze in Verbindung mit einem Stadium I-Rissswachstum in der neu gebildeten Phase betrachtet werden. Zu diesem Zweck ist exemplarisch in Bild 6.19 die obere Rissflanke eines Risses nach einer Lastspielzahl von $N = 4,5 \cdot 10^4$ Zyklen dargestellt. Die EBSD-Daten zeigen, dass überlagert zum Rissswachstum eine Phasentransformation in α' -Martensit vor der Rissspitze stattgefunden hat. Die Ausdehnung der martensitischen Phase ist starken Schwankungen unterworfen und erstreckt sich auf einer Breite von bis zu $5 \mu\text{m}$ entlang des Risspfades. Diese Umwandlungscharakteristik ist vergleichbar mit den Ergebnissen zur Ausbreitung kurzer Risse in metastabilen Austenit von Stolarz et al. (2001). Bis zum Erreichen der ersten Zwillingsgrenze ist die kristallographische Orientierung der umgewandelten Phase homogen. Zwar ist eine Verdrehung des Gitters zu beobachten, diese ist jedoch auf Spannungen zurückzuführen, die mit der Phasentransformation und der damit verbundenen Volumenzunahme der neu gebildeten Phase einhergehen.

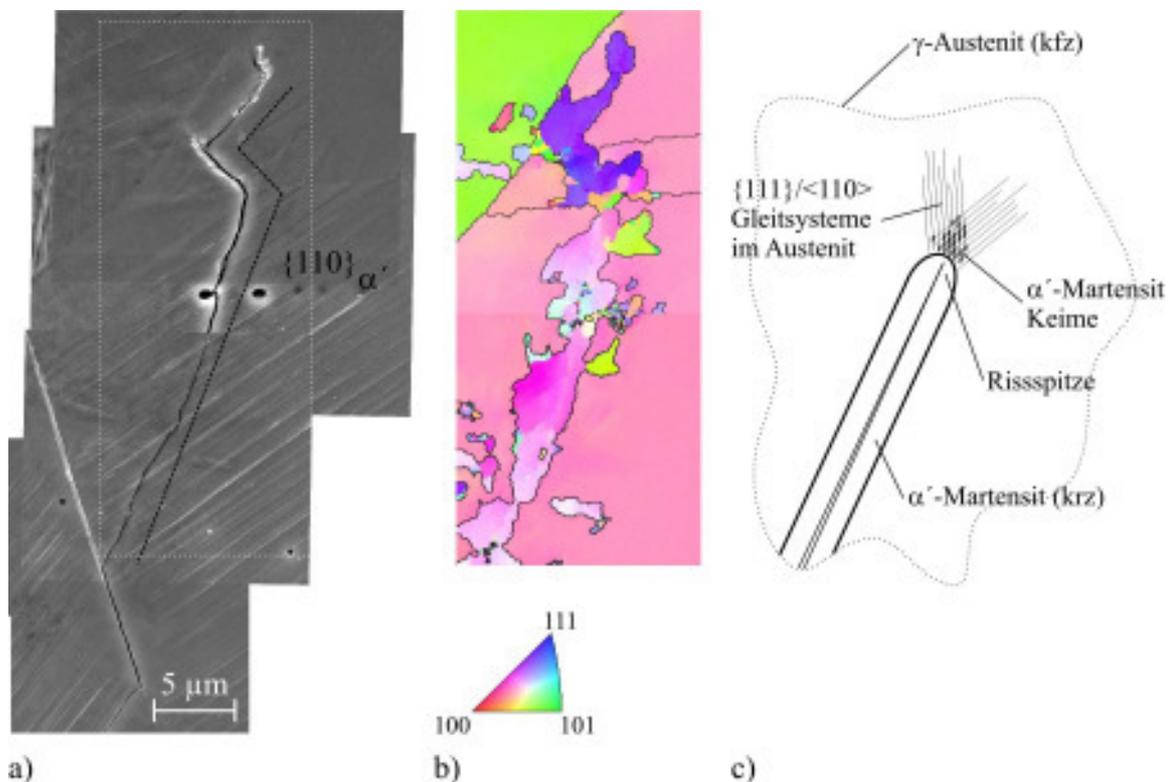


Bild 6.19: Kurzer Riss bei $N=4,5 \cdot 10^4$ Zyklen, a) REM, SE-Darstellung, b) EBSD-Darstellung der kristallographischen Orientierung, c) Modell zur Martensitbildung vor der Rissspitze.

Ein sprunghafter Orientierungswechsel des Gitters, unterbrochen durch Korngrenzen, findet jedoch nicht statt. Mit dem Überschreiten der beiden Zwillingsgrenzen knickt der Riss ab, begleitet von einem sprunghaften Wechsel der Orientierung des gebildeten α' -Martensits.

Der beobachtete Mechanismus kann als Überlagerung von Phasentransformation und Risswachstum verstanden werden. Hierbei findet vor der Rissspitze eine Keimbildung von α' -Martensit nach dem Modell von Bogers&Burgers (1964) und Olsen&Cohen (1972) statt (Kapitel 2.1.5). Aufgrund des Spannungsfeldes vor der Rissspitze wirken Schubspannungen auf die Gleitsysteme im γ -Austenit. Zwei Gleitebenen werden geschert und bilden die bereits gezeigten Scherprodukte wie ε -Martensit oder Stapelfehler (Kapitel 6.2.3), die eine Vorstufe zur Umwandlung darstellen. An den Schnittpunkten der Scherprodukte bilden sich Keime von α' -Martensit, die zu den gemessenen Bereichen von blockförmigem α' -Martensit zusammenwachsen. Diese Bereiche sind in ihrer Orientierung homogen; es entstehen keine α' - α' -Korngrenzen. Mit dem Überschreiten einer Austenit-Korngrenze ändert sich die Orientierung der austenitischen Matrix. Aufgrund des kristallographischen Zusammenhangs zeigt damit auch der gebildete α' -Martensit einen Orientierungswechsel.

Es muss die Frage gestellt werden, ob vor einer Rissspitze Schubspannungen auf zwei verschieden orientierten Ebenen in einem Punkt wirken. Dies kann mittels zweidimensionaler, linear elastischer Berechnungen des Spannungsfeldes eines Risses gezeigt werden. Bild 6.20 zeigt die qualitative Schubspannungsverteilung auf die in Bild 6.22 hervorgehobenen Gleitsysteme GL1 und GL2. Es ist der Schubspannungsverlauf auf allen Gleitbändern dargestellt, die parallel zu der hervorgehobenen Richtungen verlaufen. Exemplarisch wird gezeigt, dass in einem frei gewählten Schnittpunkt P vor der Rissspitze, Schubspannungen auf beide Gleitsysteme wirken.

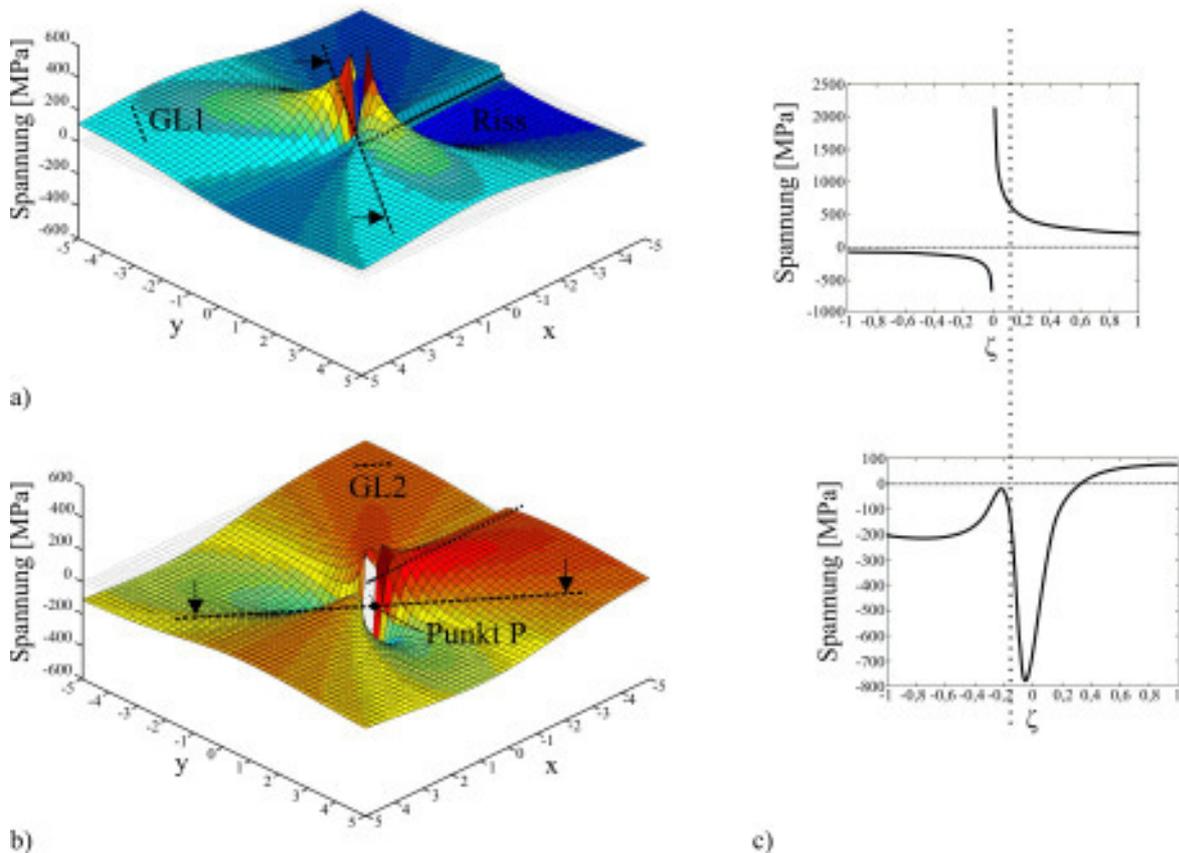


Bild 6.20: Zweidimensionale, linear elastische Lösung der Schubspannungsfelder vor der Riss Spitze (Rechnung bezieht sich auf den Riss in Bild 6.22), a) Schubspannung auf Gleitebenen der Orientierung GL1, b) Schubspannungen auf Gleitebenen der Orientierung GL2, c) Vergleich der Schubspannungen auf Gleitebenen an Punkt P (ζ : dimensionslose Variable).

Hierbei darf das Resultat der Schubspannungen nicht als Ableiten von diskreten Ebenen verstanden werden, wie es das „plastic blunting/resharpening“ (engl. Rissabstumpfung-Wiederanspitzung) Stadium II-Risswachstum nach Laird&Smith (1961) beschreibt, oder wie es nach dem Modell der alternierenden Gleitung zum Stadium II-Risswachstum von Neumann (1969) kommt. Es findet vielmehr ein Scheren des Gitters statt, was eine Ausbildung der gezeigten Scherprodukte Stapelfehler, ϵ -Martensit und Mikrozwillinge zur Folge hat.

Die Gültigkeit des vorgeschlagenen Mechanismus zur Phasentransformation vor der Riss Spitze kann durch die Orientierungsbeziehung der beiden Phasen nachvollzogen werden. Aus dem Umwandlungsmechanismus kann abgeleitet werden, dass definierte Scherungen des γ -Austenit-Gitters zu definierten Orientierungen des α' -Martensits führen müssen. Bild 6.21 zeigt schematisch die allgemeine Orientierungsbeziehung von γ -Austenit mit dem gebildeten α' -Martensit nach Kurdjumow&Sachs (1930) sowie die notwendigen Scherungen, die zur

Transformation der Phasen nach Bogers&Burgers (1964) führen. Die Anwendung dieses Zusammenhangs erfolgt in Bild 6.22. Es werden die Gleitebenen ermittelt, auf denen die notwendigen Scherungen zur Transformation der γ -Austenit Matrix in den α' -Martensit erfolgen müssen, damit die hier gemessene Orientierung zwischen den Phasen eintritt. Aus der Analyse geht hervor, dass Scherungen auf den mit GL1 und GL2 gekennzeichneten Gleitebenen notwendig sind. Dies sind eben jene Gleitebenen auf die Schubspannungen wirken, die aus dem Spannungsfeld vor der Risspitze hervorgehen.

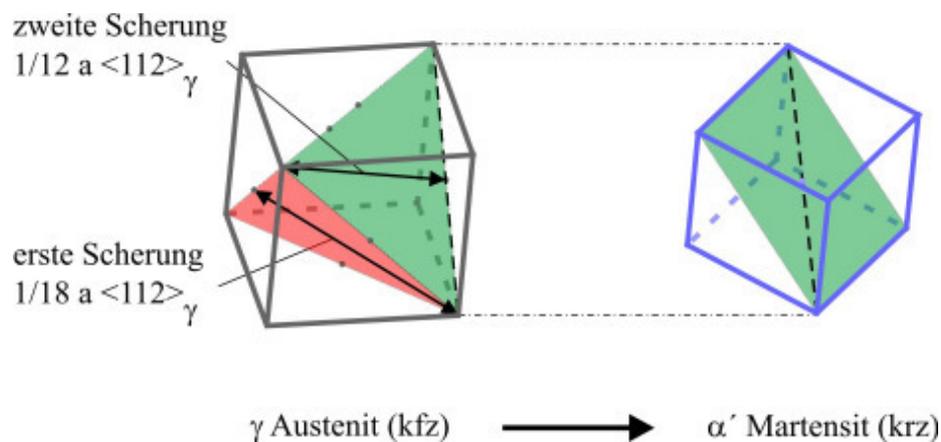


Bild 6.21: Darstellung der Orientierungsbeziehung zwischen γ -Austenit und gebildetem α' -Martensit und der ersten und zweiten Scherung die zur Transformation führen.

Der Bildung von α' -Martensit überlagert erfolgt das Risswachstum in Stadium I im α' -Martensit auf einer $\{110\}_{\alpha'}$ -Gleitebene. Dies erfolgt durch Einfachgleitung nach dem Modell von Wilkinson et al. (1998) (siehe Kapitel 2.2.3). Die Korrelation des Risspfades mit möglichen Gleitebenen geht aus den EBSD-Untersuchungen hervor, wie Bild 6.19 zeigt. Der hier dargestellte Risspfad kann mit der Orientierung einer $\{110\}_{\alpha'}$ -Gleitebene der gebildeten α' Phase verknüpft werden. Der Riss verläuft dabei nicht entlang einer geraden Linie, wie es von Stadium I-Rissen in krz α -Ferrit in Duplexstählen (Düber et al. 2006) oder von krz β -Titanlegierungen bekannt ist (Hu et al. 2000), sondern zeigt eine leichte Krümmung. Diese Krümmung ist auf Eigenspannungen bzw. auf die Verdrehung des Gitters der transformierten Phase zurückzuführen, welche an dem Farbgradienten in der Darstellung der kristallographischen Orientierung des gebildeten α' -Martensit zu erkennen ist. In α' -Martensit, der innerhalb eines Kornes in der plastischen Zone von kurzen Rissen gebildet wurde, können Verdrehungen von bis zu 10° gemessen werden. Die Verdrehungen des Kristallgitters nehmen damit

Einfluss auf die Orientierung des Risspfades. Sie sind auf die Volumenzunahme des gebildeten α' -Martensits und den damit verbundenen Eigenspannungen zurückzuführen.

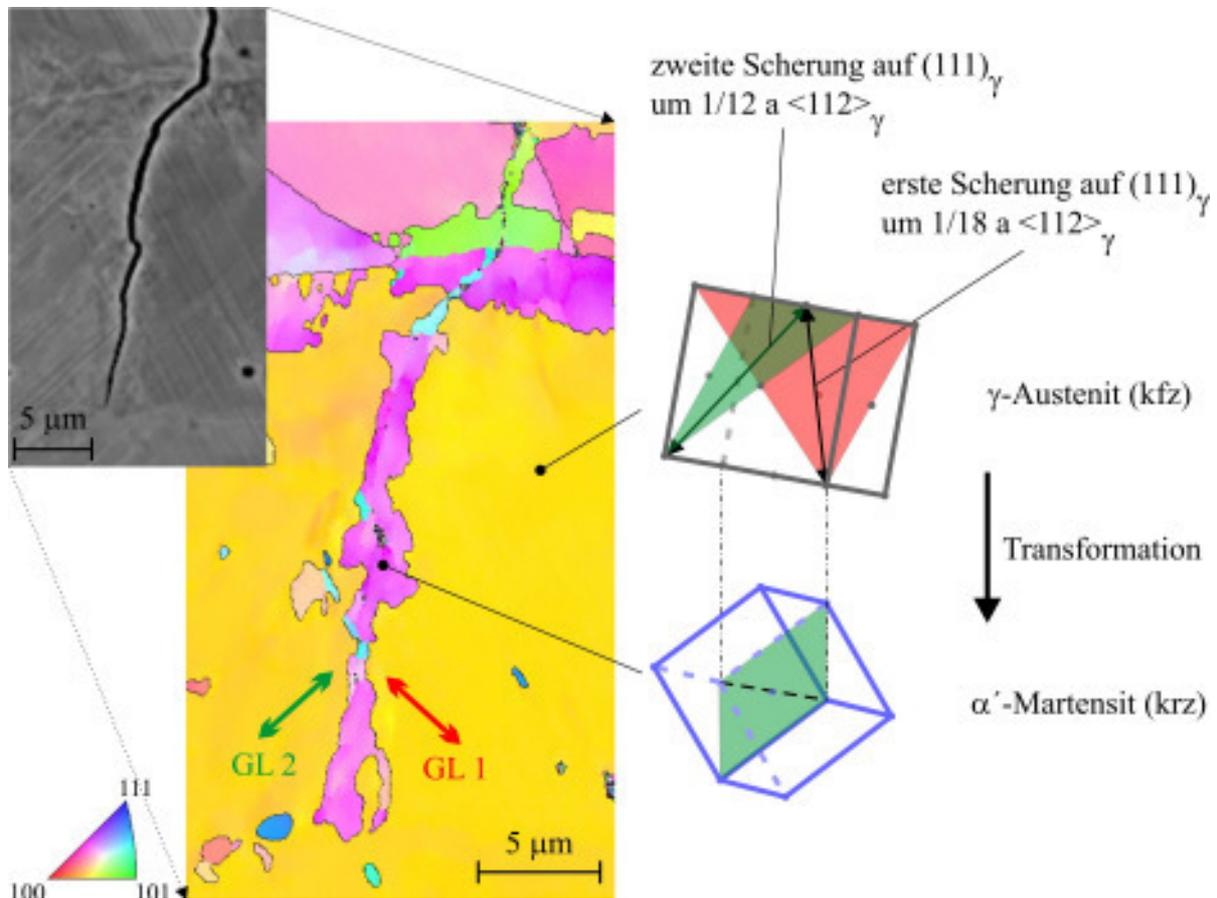


Bild 6.22: Kurzer Riss bei $N=3,75 \cdot 10^4$ Zyklen, a) REM, BSE-Darstellung, b) EBSD-Darstellung der kristallographischen Orientierung, c) Elementarzellen des kfz- γ -Austenit und des gebildeten krz- α' -Martensits und der Scherungen nach Bogers&Burgers (1964) zur Umwandlung.

Der 3D-Risspfad des in Bild 6.19 gezeigten Risses wurde mittels Focused-Ion-Beam Technik (FIB) im REM untersucht (Bild 6.23). Der Schnitt mit einem Gallium-Ionenstrahl, normal zur Oberflächenspur des Risses und in die Tiefe der Probe zeigt, dass der Winkel zwischen der Oberfläche und der Rissebene eine Verkippung von ca. 70° aufweist. Die Berechnung des Kippwinkels aus den EBSD-Daten ergibt, dass die als Risspfad bereits vorgeschlagene $\{110\}_{\alpha'}$ -Ebene eine Verkippung von 67° aufweist. Der geringe Unterschied der Verkippung ist auf Messungenauigkeiten zurückzuführen und damit vernachlässigbar. Die Rissebene und die $\{110\}_{\alpha'}$ -Ebene fallen somit aufeinander. Dieses Ergebnis unterstreicht die These, dass der Riss entlang der vorgeschlagenen $\{110\}_{\alpha'}$ -Ebene wächst. Des Weiteren lässt

sich aus der Zuordnung des Risspfades zu einer $\{110\}_{\alpha'}$ -Ebene ableiten, dass die Phasentransformation nicht nur auf einen oberflächennahen Bereich beschränkt ist, sondern auch im Probeninneren entlang des Verlaufes des Risspfades vorgefunden werden kann.

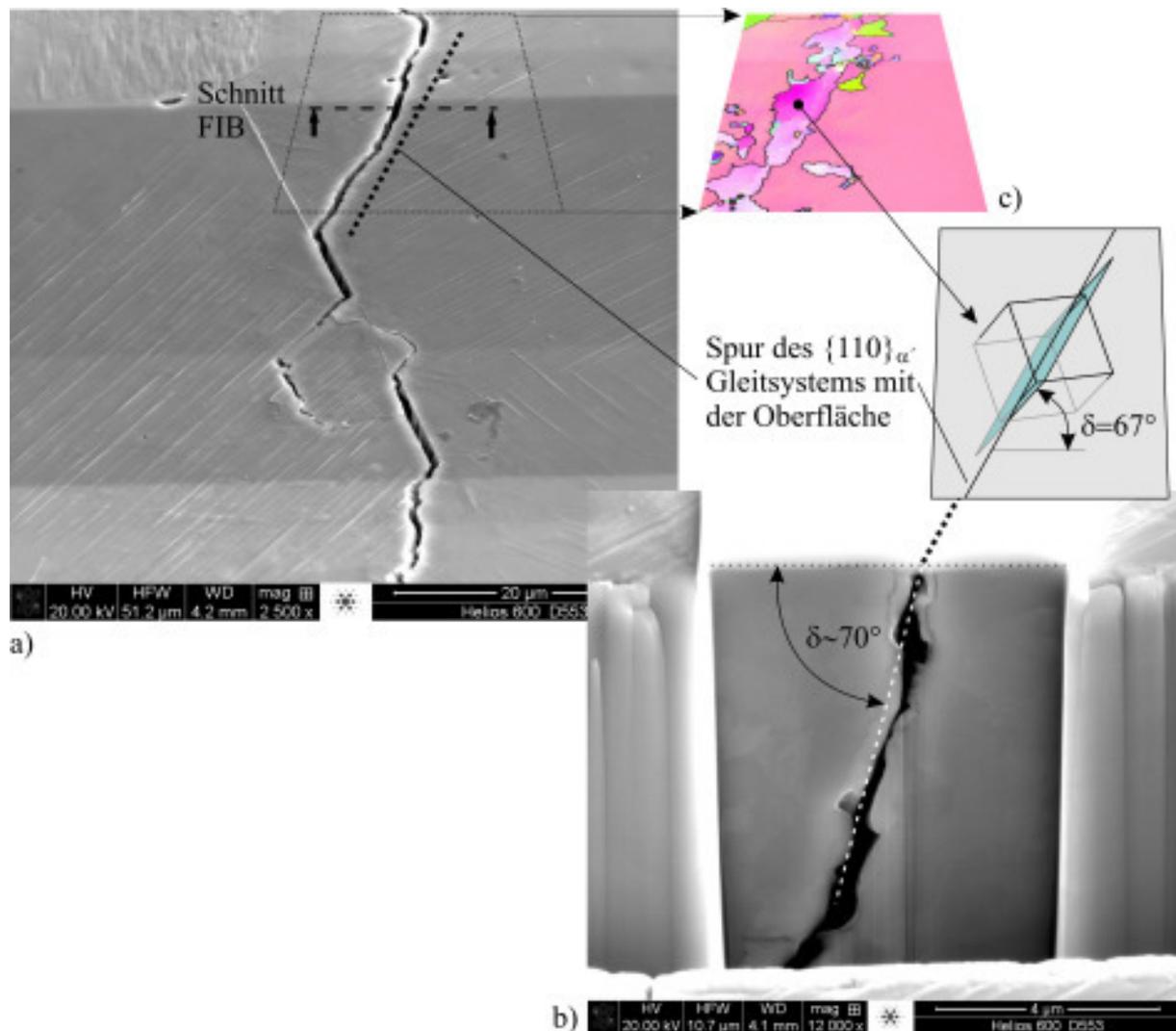


Bild 6.23: Auswertung des Stadium I-Risswachstums in α' -Martensit mittels Focused-Ion-Beam, a) REM, SE-Darstellung im FIB-Modus unter 52° Kippung der Oberfläche, b) Schnittfläche und Risspfad in die Tiefe, c) EBSD-Darstellung der kristallographischen Orientierung und Auswertung des Risspfades.

Fraktographische Untersuchungen

Zur weiteren Charakterisierung der Ermüdungsschädigung wurden die Bruchflächen der Vierpunktbiege-Langrissproben untersucht. Eine Untersuchung der Kurzrissproben lieferte aufgrund der starken Deformation der Bruchflächen keine Ergebnisse. Dies ist zurückzufüh-

ren auf das Spannungsverhältniss von $R = -1$, was zu einem Aufsetzen und einer Verformung der Rissufer im Druckhalbzyklus führt.

Die fraktographischen Untersuchungen der Vierpunktbiege-Langrissproben zeigen, dass im Schwellenwertbereich ($\Delta K = 4,62 - 6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) große Bereiche der Bruchflächen aus glatten Facetten bestehen (Bild 6.24 a)). Diese Art der Bruchflächen weisen leichte Krümmungen auf und sind meist zur Bruchebene hin gekippt. Die EBSD-Untersuchungen zeigen, dass diese Bruchflächen im α' -Martensit entstanden sein müssen (Bild 6.24 b) bis d)). Da im Bereich des Schwellenwertes die Rissspitzenbelastung gering ist und mit der Belastung von kurzen Rissen vergleichbar ist, könnten die glatten Bruchflächen aus einem schubspannungskontrollierten Stadium I-Risswachstum resultieren. So konnten Minakawa et al. (1982) zeigen, dass im Schwellenwertbereich – also bei geringer Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors – von ferritisch-martensitischen Stählen ein schubspannungskontrolliertes Mode II-Risswachstum im Ferrit zu beobachten ist, das vergleichbar mit einem Stadium I-Risswachstum ist.

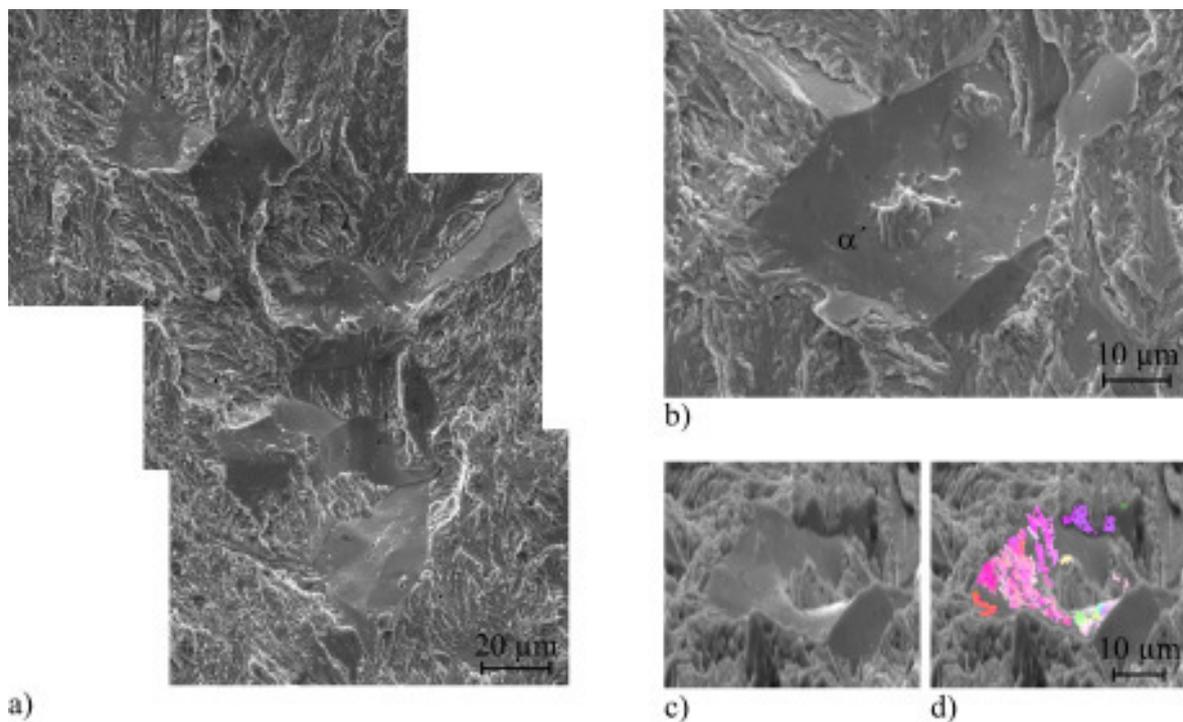


Bild 6.24 Bruchflächen im Schwellenwertbereich von Vierpunktbiege-Langrissproben, a) REM, SE-Kontrast, b) REM, SE-Darstellung zur EBSD-Analyse, c) REM, SE-Darstellung in gekippter EBSD-Konfiguration, d) REM, α' -Martensit-Nachweis anhand der EBSD-Darstellung der kristallographischen Orientierung des α' -Martensits.

Wie bereits erwähnt, könnten die hier beobachteten Krümmungen der glatten Flächen auf die mit der Transformation und der damit verbundenen Volumenzunahme einhergehenden Eigenspannungen zurückgeführt werden. Auch im Anschlagbereich der Vierpunktbiege-Langrissproben lassen sich glatt durchtrennte Körner finden. Mittels EBSD-Untersuchung kann festgestellt werden, dass auch diese Bruchbereiche im α' -Martensit entstanden sind (Bild 6.25).

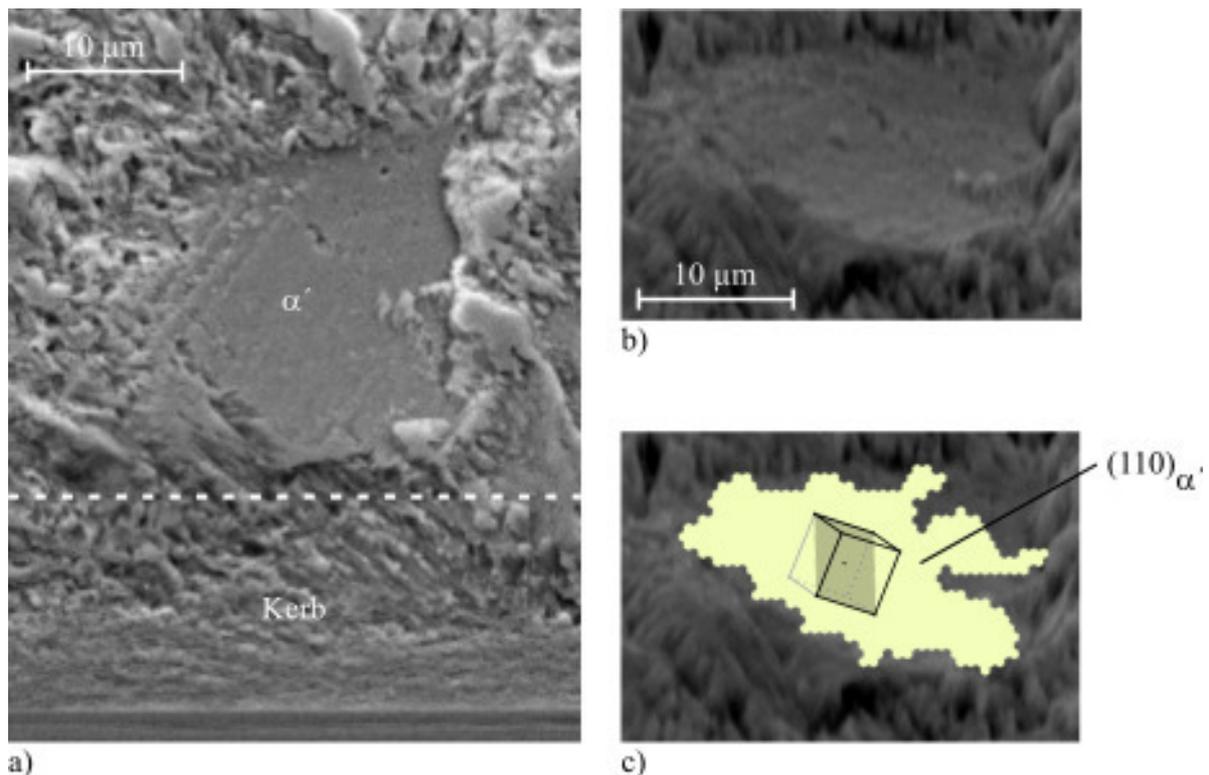


Bild 6.25: Bruchflächen im Anschlagbereich von Vierpunktbiege-Langrissproben, a) REM, SE Kontrast, b) REM, SE-Darstellung in gekippter EBSD-Konfiguration, c) REM, SE-Darstellung und Darstellung der kristallographischen Orientierung des α' -Martensits mit Indizierung der Fläche als $\{110\}_{\alpha'}$ -Ebene.

Stadium I-Risswachstum im γ -Austenit

Neben dem beschriebenen Rissausbreitungsmechanismus durch die Bildung von α' -Martensit und einem Risswachstum via Einfachgleitung auf einer $\{110\}_{\alpha'}$ -Gleitebene, kann auch ein Risswachstum ohne Bildung von α' -Martensit beobachtet werden. Hierbei wachsen die Risse durch Einfachgleiten auf einer $\{111\}_{\gamma}$ -Gleitebene. Bild 6.26 zeigt einen Riss, der durch das Korn γ_1 auf einer $\{111\}_{\gamma}$ -Gleitebene via Einfachgleitung wächst.

Wie die EBSD Daten zeigen, knickt der Riss mit dem Überschreiten der Korngrenze ab und wächst durch Bildung von α' -Martensit auf einer $\{110\}$ α' -Gleitebene weiter.

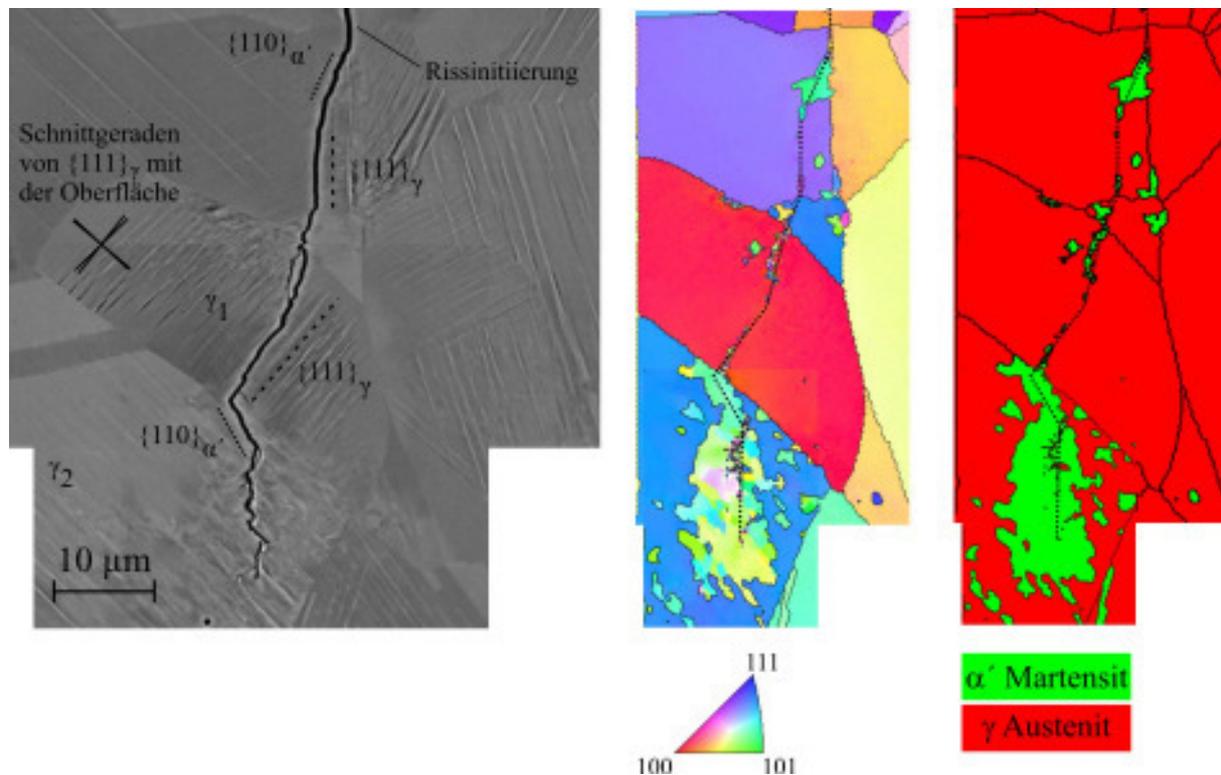


Bild 6.26: Kurzer Riss bei $N=4,5 \cdot 10^4$ Zyklen, a) REM, BSE-Darstellung, b) EBSD-Darstellung der kristallographischen Orientierung, c) EBSD-Darstellung der Phasen, IS-System.

Es zeigt sich somit, dass nicht immer eine Umwandlung vor der Risspitze stattfindet. Ein Grund für dieses Verhalten können chemische Seigerungen in der Mikrostruktur bzw. Änderungen der Nahordnung des Mischkristalls sein, die in den Körnern, die nicht umwandeln, zu einer höheren Phasenstabilität führen. Es zeigte sich schon im Zugversuch, dass das Umwandlungsverhalten in der Mikrostruktur inhomogen ist (Bild 6.4). So konnten bereits Lichtenfeld et al. (2006) mittels Elektronenmikrosonde zeigen, dass die Verteilungen der Elemente Cr, Mn und Ni in der Mikrostruktur starken Schwankungen unterliegen. Anhand der Koeffizienten der Legierungselemente in den Formeln 2.8 und 2.9 wird ersichtlich, dass neben den bereits genannten Elementen insbesondere Kohlenstoff und Stickstoff schon bei sehr geringen Konzentrationsschwankungen einen großen Einfluss auf die Phasenstabilität nehmen. Dies kann dazu führen, dass eine mögliche Scherung auf zwei Gleitebenen nicht zur Umwandlung führt und somit das Risswachstum nur auf einem Gleitband im γ -Austenit stattfindet. Des Weiteren kann angenommen werden, dass die elastische Anisotropie einen Ein-

fluss auf das Umwandlungsverhalten nimmt. Die Berechnung des Elastizitätsmoduls in Zugrichtung nach Formel 2.5a zeigt für Korn γ_1 einen Wert von $E_{\gamma_1} = 104$ GPa und für Korn γ_2 einen Wert von $E_{\gamma_2} = 160$ GPa. Aufgrund der geringeren Steifigkeit in Zugrichtung sind bei vorgegebener Dehnung sowohl die Normalspannung in Korn γ_1 als auch die auf die Gleitsysteme wirkenden Schubspannungen geringer, was wiederum in einer verminderten bzw. nicht stattfindenden Umwandlung in α' -Martensit resultiert.

Übergang zum Stadium II-Risswachstum und Rissausbreitungsgeschwindigkeit

Der Übergang vom Stadium I-Risswachstum hin zu einem Stadium II-Risswachstum eines langen Risses ist geprägt von einer Umwandlungszone vor der Rissspitze, in der die Orientierung des gebildeten α' -Martensits inhomogen ist bzw. starken Schwankungen unterworfen ist (Bild 6.26). Diese Charakteristik ist verbunden mit einer Rissausbreitungsrichtung, die normal zur Spannungsachse verläuft. Dies lässt auf ein normalspannungskontrolliertes Risswachstum unter Mode I-Beanspruchung schließen. Die Risse wachsen mit zunehmender Risslänge zickzack-förmig und eine Indizierung der kristallographischen Orientierung der Risspfade ist nicht mehr möglich.

Dass Risse in diesem Übergangsstadium jedoch noch als mikrostrukturell kurze Risse charakterisiert werden können, die von der Mikrostruktur beeinflusst werden, zeigen die Ergebnisse zur Ausbreitungsgeschwindigkeit. Bild 6.27 zeigt exemplarisch einen Riss, der schon nach der ersten Korngrenze ein normalspannungskontrolliertes Risswachstum senkrecht zur Spannungsachse aufweist und auf beiden Seiten über mehrere Korngrenzen gewachsen ist. An der Ausbreitungsgeschwindigkeit der unteren Rissflanke ist die für kurze Risse typische oszillierende Rissausbreitungsgeschwindigkeit ersichtlich, die auf die Barrierewirkung der Korngrenzen zurückgeführt werden kann (Blochwitz&Richter 1999, Tokaji et al. 1986). Mit der Annäherung an Korngrenzen sinkt die Rissausbreitungsrate, um nach der Überschreitung der Grenze wieder zu steigen. Die Verschiebung der Minima der Rissausbreitungsgeschwindigkeit vor oder hinter die Korngrenze kann zurückgeführt werden auf die unbekannte Geometrie der Grenzflächen in die Tiefe. Trifft der Riss die Korngrenze im Volumen der Probe früher als an der Oberfläche, so ist der Abfall der Ausbreitungsgeschwindigkeit vor Erreichen der Korngrenze an der Oberfläche zu beobachten. Im umgekehrten Fall findet der Abfall der Rissgeschwindigkeit erst nach der Korngrenze statt. Einen weiteren Einfluss auf die Ausbreitungsgeschwindigkeit haben die elastische und die plastische Anisotropie der Körner vor und nach der Korngrenze. Kübbeler et al. (2009) konnten durch die Simulation des Ausbreitungsverhaltens kurzer Risse mittels der bereits erwähnten hybri-

den Randlelemente-Methode zeigen, dass der Übergang eines Risses über eine Korngrenze von den unterschiedlichen elastischen Eigenschaften der involvierten Körner beeinflusst wird.

Wächst beispielsweise ein Riss von einem in Zugrichtung elastisch weichen Korn in ein in Zugrichtung elastisch steifes Korn so sind die Normalspannungen im weichen Korn geringer. Wie oben bereits dargestellt ist damit auch die Rissausbreitungsgeschwindigkeit im weichen Korn geringer und der Abfall der Rissausbreitungsgeschwindigkeit findet später statt, da die Aktivierung von Gleitsystemen im elastisch steifen Korn erst bei einer längeren Risslänge – also kurz vor der Korngrenze – stattfindet.

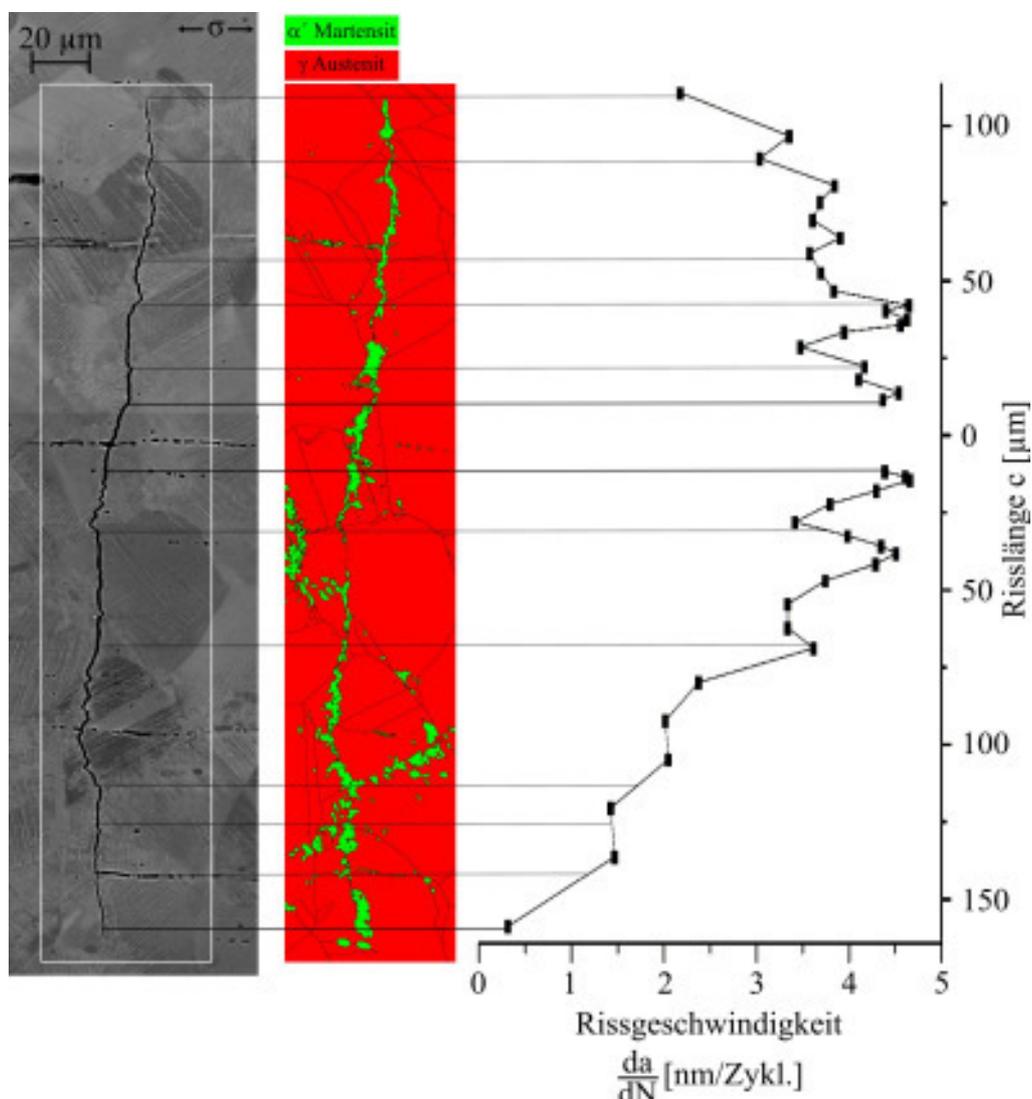


Bild 6.27: Kurzer Riss bei $N=1,15 \cdot 10^5$ Zyklen, a) REM, BSE-Darstellung, b) EBSD-Darstellung der Phasen, c) Rissausbreitungsgeschwindigkeit mit Angabe der Korngrenzen, Messintervall: jeweils 5.000 Zyklen, IS-System.

Auch die plastisch anisotropen Eigenschaften nehmen in Form von Verkipfung und Verdrehung der Gitter an der Korngrenze Einfluss auf das Wachstum kurzer Risse. Hierbei ist die Barrierewirkung zum überwiegenden Teil auf die Verdrehung zurückzuführen, die zu einem Auffächern des Risses führt und damit den Rissfortschritt abbremsen kann (Zhai et al. 2000).

Stadium II-Risswachstum

Zur Korrelation der Ausbreitungsgeschwindigkeit von kurzen mit langen Rissen wurden Langrisswachstumsmessungen nach der in Kapitel 3.1 geschilderten Vorgehensweise zur Bestimmung des Schwellenwertes durchgeführt. Bild 6.28 zeigt exemplarisch die Ergebnisse dieser Versuche. Als Schwellenwert für die Ermüdungsrissausbreitung ergibt sich eine Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors von $\Delta K_{th} = 4,62 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Dieser Wert ist mit den in der Literatur zu findenden Werten vergleichbar (Mei&Morris 1990).

Der Plateau-Bereich der Messwerte im Bereich von 4,62 bis $6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ist auf die Phasenumwandlung in der plastischen Zone des Risses zurückzuführen. Im Bereich des Schwellenwertes ist der Einfluss des gebildeten α' -Martensits gering. Mit steigender Schwingbreite nimmt die Phasentransformation in der plastischen Zone zu. Dies führt zu einer gleich bleibenden oder sogar abnehmenden Ausbreitungsgeschwindigkeit trotz steigender Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors und kann auf die Volumenzunahme der gebildeten Phase und dem damit verbundenen transformationsinduzierten Riss schließen zurückgeführt werden (Hornbogen 2002). Mit steigender Schwingbreite wird der Einfluss des transformationsinduzierten Riss schließens von dem plastisch induzierten Riss schließens nach Elber überdeckt und die Ausbreitungsgeschwindigkeit steigt entsprechend dem Paris-Gesetz an.

Der exemplarischen Darstellung eines Langrissausbreitungsversuches werden einige Daten von Kurzrissausbreitungsversuchen gegenübergestellt. Die ΔK -Werte wurden nach Formel (2.12) berechnet. Hierbei wurde die Probengeometrie mit einem Korrekturfaktor von $Y = 1,05$ berücksichtigt (Murakami 1987). Es muss allerdings angemerkt werden, dass diese Auftragung streng genommen nicht zulässig ist, da das K-Konzept für kurze Risse, die durch die Mikrostruktur beeinflusst werden und deren plastische Zone nicht vernachlässigbar klein ist, nicht gültig ist.

Die Auftragung weist allerdings deutlich auf das gegenüber langen Rissen abweichende Ausbreitungsverhalten kurzer Risse hin. Bei gleicher Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors ist das Wachstum um eine Größenordnung schneller, ohne die größere Riss triebkraft der langen Risse zu berücksichtigen, die durch die größere effektive Schwingbreite des Span-

nungsintensitätsfaktors (ΔK_{eff}) aufgrund des Spannungsverhältniss von $R = 0,1$ vorzufinden ist. Darüber hinaus sind kurze Risse unterhalb des Schwellenwertes für die Langrissausbreitung wachstumsfähig. Diese Charakteristika lassen sich auf den größeren Risschließeffekt im Langrisswachstum zurückführen, der durch das Spannungsverhältnis von $R = 0,1$ und durch die stärkere Phasentransformation vor der Risspitze verursacht wird.

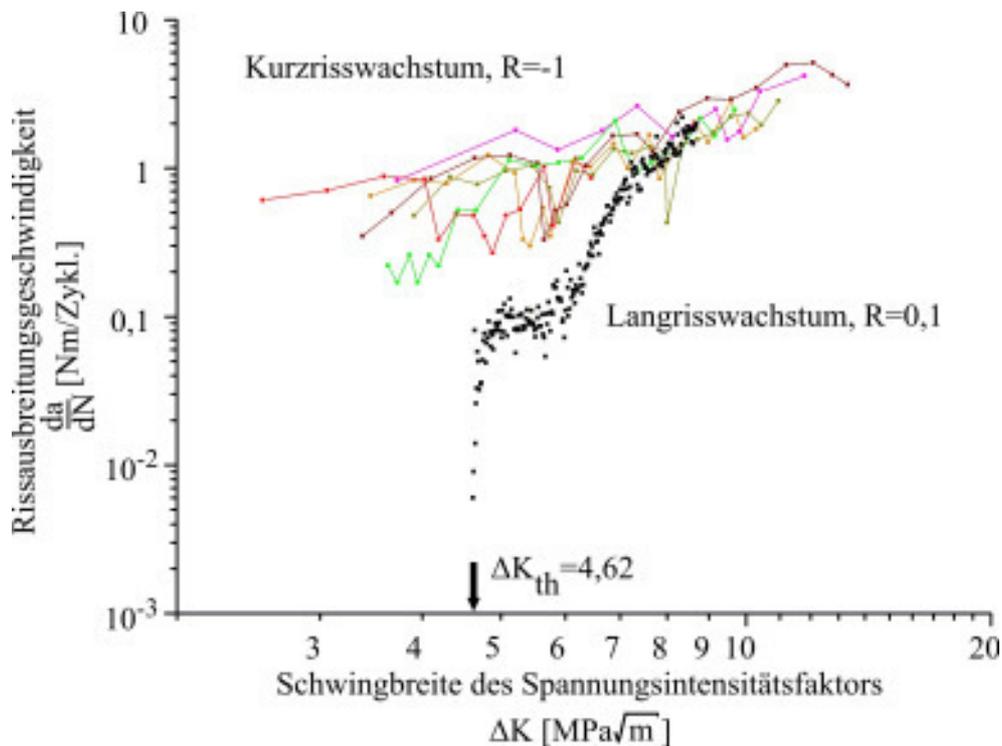


Bild 6.28: Vergleich der Ausbreitungsgeschwindigkeit von langen und kurzen Rissen, farbige Auftragung: kurze Risse bis $2a > 400 \mu\text{m}$, schwarze Auftragung: langer Riss.

6.4.2 Ausbreitungsverhalten kurzer Risse im Vakuum

Die in-situ geführten Ermüdungsexperimente im Rasterelektronenmikroskop wurden zunächst bei gleichen Versuchsparametern durchgeführt wie die ex-situ-Experimente an Laborluft. Es wurden Versuche bei Spannungsamplituden von $\Delta\sigma/2 = 245 \text{ MPa}$ bis $\Delta\sigma/2 = 260 \text{ MPa}$ durchgeführt (Bild 6.29). Wie bereits erläutert, führt dies in Laborluft zu Bruchlastspielzahlen im Bereich von $1 \cdot 10^5$ bis $2,5 \cdot 10^5$ Zyklen. Im Vakuum des Rasterelektronenmikroskops ($p \approx 5 \cdot 10^{-5} \text{ mbar}$) kann jedoch festgestellt werden, dass bei diesen Spannungsamplituden keine Initiierung von Rissen erfolgt (die Versuche wurden bei einer Zyklenzahl von $3 \cdot 10^5$ gestoppt).

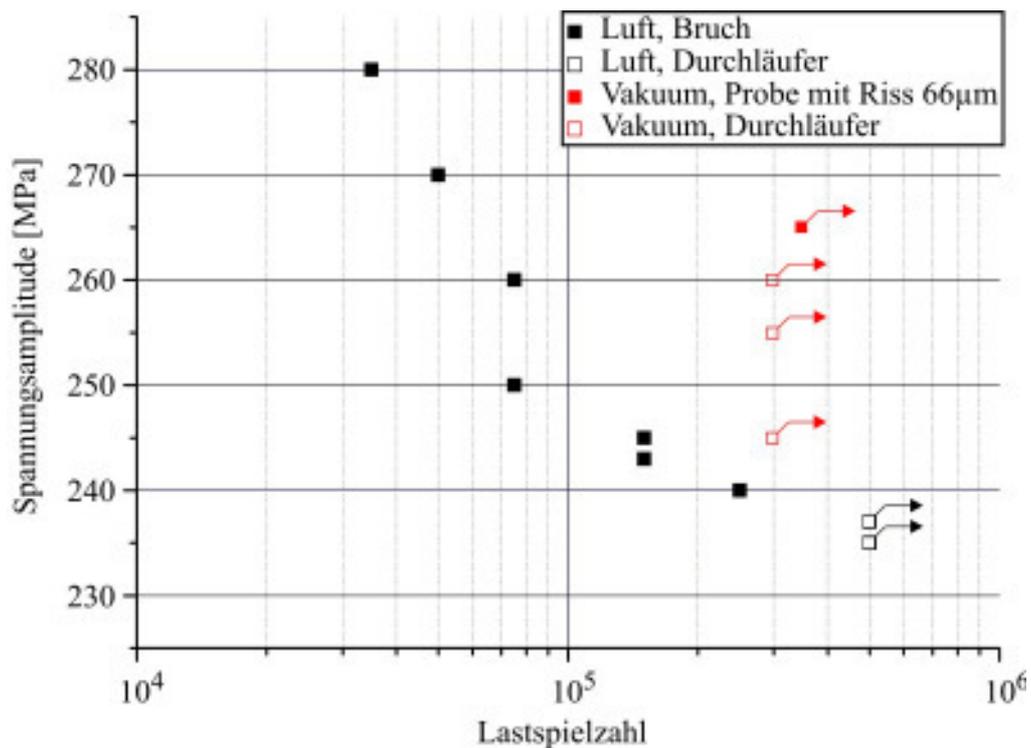


Bild 6.29: Wöhlerdiagramm der in-situ Ermüdungsversuche an Luft und im Vakuum, IS-System.

Die mikrostrukturellen Untersuchungen der Durchläufer, die im Vakuum ermüdet wurden, zeigen, dass das Gefüge mit steigender Spannungsamplitude eine ausgeprägte plastische Aktivität aufweist. Jedes Korn ist dicht belegt mit aktivierten Gleitbändern, was auf die mit der Spannungsamplitude steigende plastische Dehnungsamplitude zurückzuführen ist (Bild 6.30).

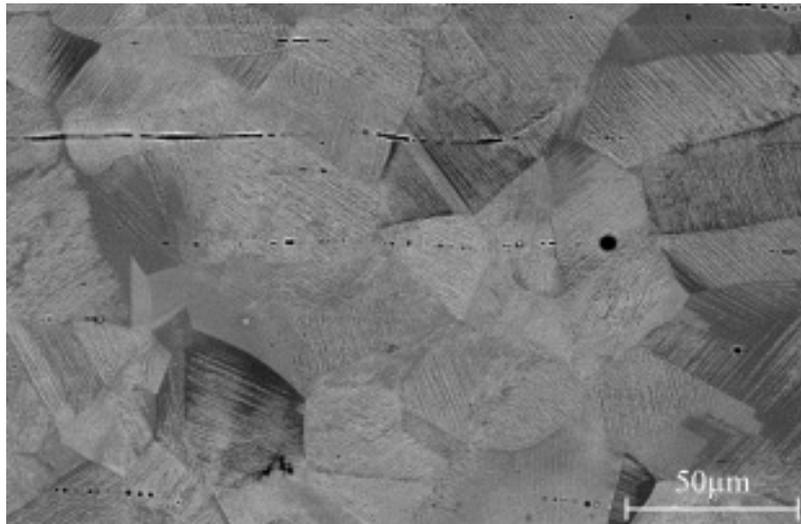


Bild 6.30: REM, BSE-Darstellung der Mikrostruktur nach der Ermüdung im Vakuum, $N = 5 \cdot 10^5$, $\Delta\sigma/2 = 260$ MPa, IS-System.

Ausgehend von diesen Ergebnissen wurde die Rissinitiation ex-situ an Laborluft durchgeführt, um anschließend in-situ im Vakuum des REM weiter zu ermüden. Dabei konnte jedoch festgestellt werden, dass ein bei $\Delta\sigma/2 = 245$ MPa an Laborluft initiiertes Riss (der Riss wurde nach $1,5 \cdot 10^4$ Zyklen identifiziert) im Vakuum bei gleicher Spannungsamplitude kein weiteres Wachstum zeigt. Daraufhin wurde die Spannungsamplitude sukzessive erhöht, bis sich ein Wachstum einstellte. Dies konnte ab einer Spannungsamplitude von $\Delta\sigma/2 = 265$ MPa beobachtet werden. Bild 6.31 zeigt den Verlauf der Wachstumsgeschwindigkeit eines derart im Vakuum gewachsenen Risses, beginnend bei einer Zyklenzahl von $3 \cdot 10^4$. Im Vergleich dazu ist der Verlauf der Risswachstumsgeschwindigkeit eines Risses dargestellt, der bei einer Spannungsamplitude von $\Delta\sigma/2 = 245$ MPa in Laborluft gewachsen ist. Obwohl die Spannungsamplitude des in Vakuum gewachsenen Risses um 20 MPa höher ist, konnte eine deutlich geringere Wachstumsgeschwindigkeit festgestellt werden. Vergleicht man die Geschwindigkeiten beider Risse bis zum Erreichen einer Risslänge von $2a = 65 \mu\text{m}$, so wächst der Riss an Laborluft mit einer ca. zehnfachen Geschwindigkeit. Aus mikrostruktureller Sicht ist dieser Vergleich nur bedingt zulässig, da die Rissgeschwindigkeit jedes kurzen Risses stark von den spezifischen mikrostrukturellen Begebenheiten beeinflusst wird. Die große Differenz in der Ausbreitungsgeschwindigkeit ist jedoch ein deutlicher Hinweis auf den Einfluss der Atmosphäre.

An Luft werden Atmosphärenbestandteile von der Oberfläche metallischer Werkstoffe absorbiert. An frisch gebildeten Oberflächen, wie z.B. im Bereich von persistenten Gleitbän-

dern, führt dies zu einer Versprödung und zu einem geringeren Wiederverschweißen des Werkstoffs (Wang et al. 1984, Wang&Mughrabi 1984). Dies ist im Vakuum nicht bzw. nur bedingt der Fall. Auch wenn Spannungsüberhöhungen an Zwillingsgrenzen oder Gleitbändern zu hoher plastischer Aktivität führen, so findet ein Aufreißen dieser jedoch erst bei sehr viel höheren Spannungsamplituden statt.

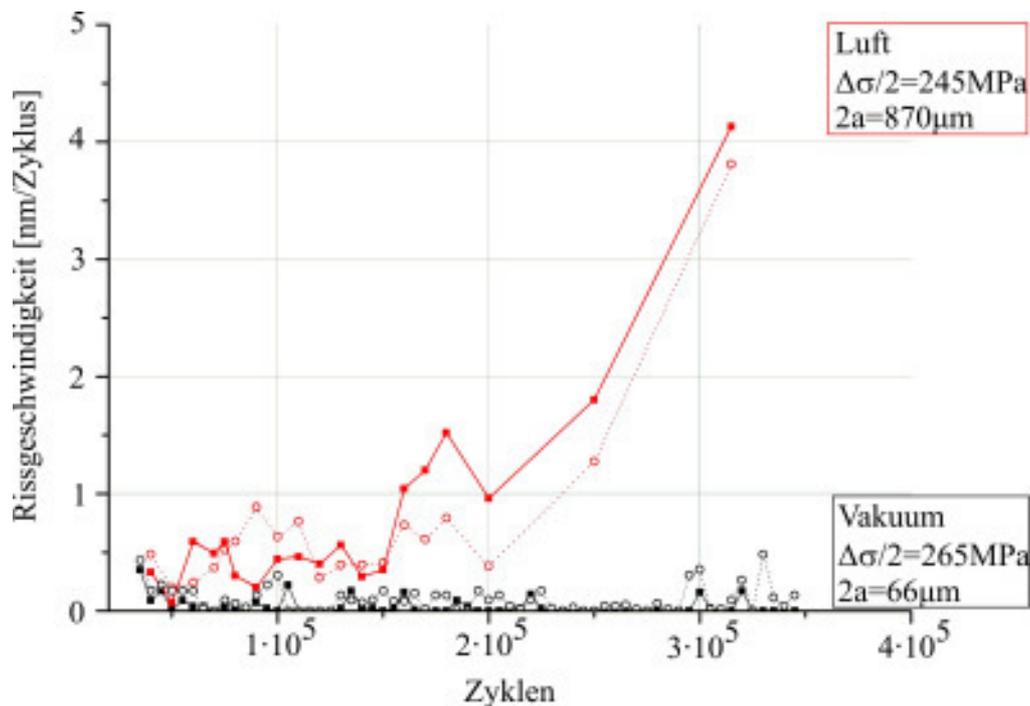


Bild 6.31: Vergleich der Wachstumsgeschwindigkeit kurzer Risse an Luft und im Vakuum, IS-System.

Auch das stark verzögerte Risswachstum im Vakuum kann so erklärt werden. Neu gebildete Rissoberflächen werden im Vakuum zu einem größeren Anteil wiederverschweißt als an Luft und resultieren somit in einem langsameren Risswachstum. Hinzu kommt, dass im Vakuum eine homogenere plastische Verformung beobachtet werden kann. Auch dies ist auf das Fehlen eines durch Chemisorption oder Physisorption von Atmosphärenbestandteilen gebildeten Oberflächenfilms zurückzuführen, was eine Verringerung der Oberflächenenergie bewirkt. Dies hat zur Folge, dass die Aktivierungsspannungen von Versetzungsquellen - an der Oberfläche und unmittelbar darunter - geringer sind und die Mobilität von Versetzungen höher ist. Aus diesem Grund kommt es zu einer homogenen Verteilung der Versetzungen bzw. der plastischen Verformung und zu einer Vergrößerung der plastischen Zone kurzer Risse (Grinberg 1982, Wang&Mughrabi 1984). Die homogenere Versetzungsbewegung und die

Vergrößerung der plastischen Zone sorgen damit für eine weitere Verzögerung der Rissgeschwindigkeit.

Bild 6.32 zeigt, dass auch im Vakuum eine Phasenumwandlung von γ -Austenit zu α' -Martensit in der plastischen Zone von Rissen stattfindet. Der gebildete Martensit hat ein sehr inhomogenes Erscheinungsbild. Sowohl die Quantität als auch die kristallographische Orientierung der transformierten Phase ist starken Schwankungen unterworfen. Die inhomogene kristallographische Orientierung kann bei kurzen Rissen, die an Luft gewachsen sind, nicht beobachtet werden. Diese zeigen zumindest in der frühen Wachstumsphase eine Bildung von homogen orientiertem α' -Martensit (Bild 6.18, Bild 6.19 und Bild 6.22). Die Morphologie der Phasentransformation im Bereich der Risspitze wird im Vakuum begleitet von einem stark zerklüfteten Risspfad, der keiner kristallographischen Orientierung, weder der im γ -Austenit noch der im α' -Martensit, zugeordnet werden kann. Unmittelbar nach der Initiierung wachsen die Risse senkrecht zur Spannungsachse. Dieses Wachstum ist vergleichbar mit dem Ausbreitungsverhalten kurzer Risse bei LCF-Beanspruchungen oder dem Wachstum von langen Rissen und erklärt aufgrund der Aktivierung von vielen Gleitsystemen vor der Risspitze die inhomogene kristallographische Orientierung des gebildeten α' -Martensit.

Aufgrund des geringen Rissfortschritts im Vakuum ist die kumulative plastische Dehnung in der plastischen Zone vor der Risspitze im Vergleich zum Risswachstum an Luft größer. Damit sollte die Bildung von α' -Martensit ausgeprägter auftreten. Dies kann hier jedoch nicht beobachtet werden. Das Ausmaß der Umwandlung ist zu vergleichen mit dem an Luft. Diese Beobachtung steht im Kontrast zu Beobachtungen, die McEvily&Velazquez (1991) an metastabilem AISI 304L-Edelstahl machten. Im Bereich des stationären Risswachstums langer Risse bei einem Spannungsverhältnis von $R = 0,05$ beobachteten sie im Vakuum eine verstärkte Bildung von α' -Martensit in der plastischen Zone vor der Risspitze. Dieser Effekt kann allerdings auf das positive Spannungsverhältnis zurückgeführt werden, das zu einer größeren plastischen Aktivität und somit auch zu einer verstärkten Bildung von α' -Martensit führt.

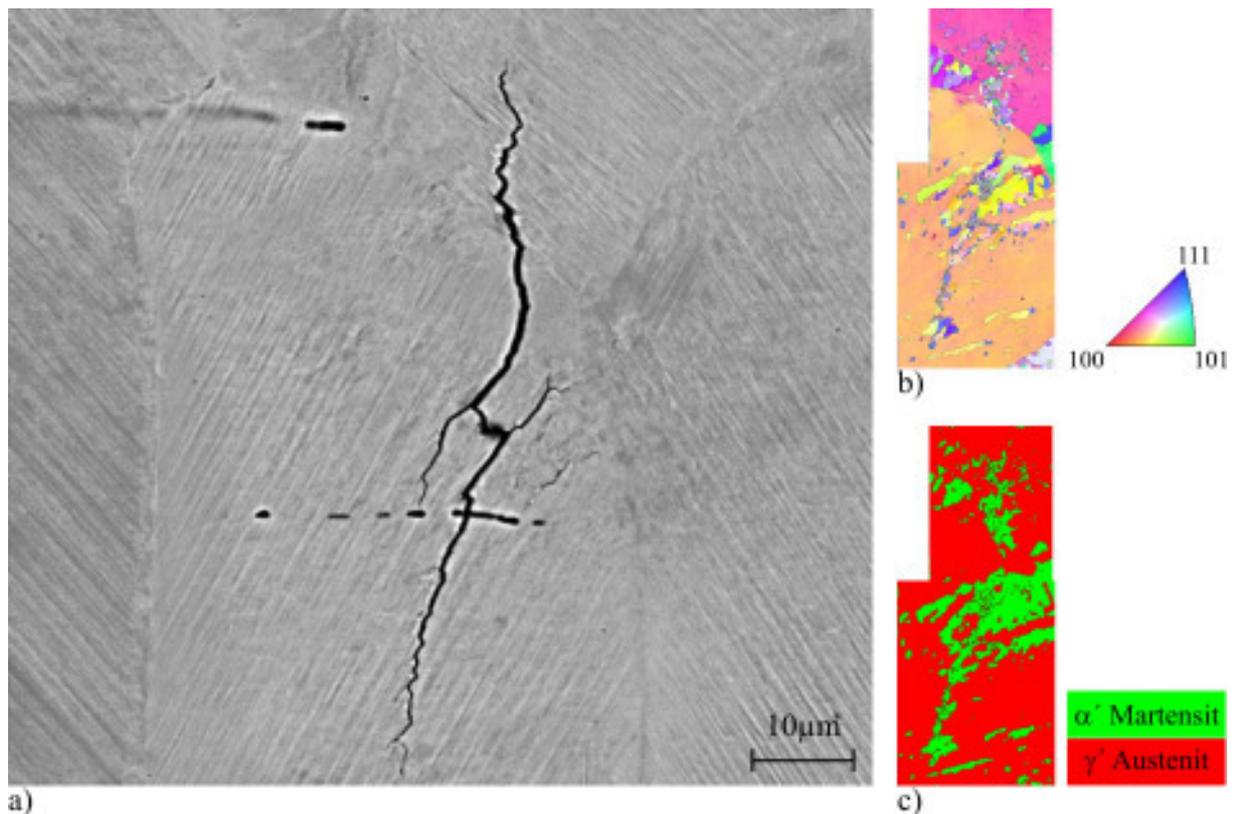


Bild 6.32: Im Vakuum gewachsener kurzer Riss bei $N=3,45 \cdot 10^5$, (Ausbreitungsgeschwindigkeit kann Bild 6.31 entnommen werden), a) REM, BSE-Darstellung, b) EBSD-Darstellung der kristallographischen Orientierung, c) EBSD-Darstellung der Phasen, IS-System.

Das hier beobachtete Transformationsverhalten kann mit zwei gegensätzlich wirkenden Effekten erklärt werden. Zum einen ist die kumulative plastische Dehnung in der plastischen Zone im Vakuum höher, da die Rissausbreitungsgeschwindigkeit geringer ist. Dies führt zu einer intensiveren Umwandlung. Zum anderen sorgt die homogenere Versetzungsbewegung und höhere Mobilität von Versetzungen im Vakuum für eine stärkere Ausdehnung der plastischen Zone. Somit ist die plastische Verformung pro Volumenelement geringer, was wiederum zu einer geringeren Bildung von α' -Martensit führen könnte.

Einen zusätzlichen Einfluss auf die Phasenstabilität nehmen die absorbierten Atmosphärenbestandteile. So konnten Pontini&Hermida (1997) zeigen, dass Wasserstoff die Stapelfehlerenergie und damit auch die Phasenstabilität um bis zu 40 % verringern kann. Im Vakuum ist somit eine höhere Phasenstabilität zu vermuten, da Atmosphärenbestandteile keinen Einfluss auf das Transformationsverhalten nehmen können.

7 Zusammenfassende Diskussion

7.1 In-situ Prüftechnik zur HCF-Materialermüdung

Zur HCF in-situ-Verformung im REM wurde ein Prüfsystem entwickelt, das Flachproben bei einer Frequenz von 35 Hz und einer maximalen Spannungsamplitude von $\Delta\sigma/2 = 450$ MPa zyklisch verformen kann. Sowohl die bildgebenden als auch die analytischen Funktionen des REM können dabei mit der Materialermüdung in-situ gekoppelt werden.

Der Vergleich mit kommerziellen Systemen, die elektromechanisch über einen Spindeltrieb angetrieben werden, zeigt die Vorteile des neu entwickelten Systems. Mit einer erreichbaren Frequenz von 35 Hz besitzt die piezobetriebene Miniaturprüfmaschine ein Alleinstellungsmerkmal gegenüber kommerziellen in-situ Verformungseinheiten und eröffnet somit die Möglichkeit zur Materialermüdung im HCF-Bereich im REM.

7.2 Charakterisierung des mechanischen Werkstoffverhaltens

Der in dieser Arbeit untersuchte metastabile austenitische Edelstahl X2CrNi18-9 zeichnet sich durch eine hohe Duktilität und eine Phasenumwandlung des kfz γ -Austenit in den kfz α' -Martensit aus, die durch plastische Verformung induziert werden kann. Die durchgeführten Untersuchungen zur Dauerfestigkeit in spannungskontrollierten Versuchen zeigen, dass der Werkstoff oberhalb der Streckgrenze ($R_{p0,2}$) dauerfest ist (Bild 6.7), was auf die verformungsinduzierte Phasenumwandlung zurückgeführt werden kann (McEvily&Velazquez 1991). Die Phasentransformation geht einher mit einer Volumenzunahme von ca. 2,6 %. Dies hat zur Folge, dass die Umwandlung Druckspannungen in Oberflächenbereiche einbringt, die eine Bildung von Rissen unterdrücken können.

Die Bildung von α' -Martensit ist an der Oberfläche schon nach wenigen tausend Zyklen in Bereichen hoher plastischer Aktivität der Mikrostruktur zu beobachten. Hierbei findet die Keimbildung an den Schnittpunkten von aktiven Gleitbändern mit Korngrenzen statt. Dies wurde bereits von Mangonon&Thomas (1970) angenommen und konnte in der hier vorliegenden Arbeit mittels TEM-Untersuchungen bestätigt werden (Bild 6.15). Nach der Keimbildung wächst der α' -Martensit parallel zu den aktiven Gleitbändern in Form von Lamellen ins Korninnere.

Es konnte festgestellt werden, dass eine Rissentstehung ausschließlich im Lebensdauerbe-

reich bis 10^5 Zyklen stattfindet. Über diese Zyklenzahl hinaus konnte keine Rissentstehung beobachtet werden. Auch dieser Effekt kann auf die Bildung von α' -Martensit zurückgeführt werden. Nach einer anfänglichen Verfestigung entfestigt der Werkstoff zunächst, um daraufhin durch die Bildung von α' -Martensit ein weiteres Mal zu verfestigen (Bild 6.6). Die α' -Martensit-Lamellen, die zu Beginn der zyklischen Verformung an der Oberfläche gebildet werden, nehmen nur einen geringen Volumenanteil ein. Das gebildete Volumen von α' -Martensit, das zur sekundären Verfestigung führt, hat einen Anteil von ca. 2 % und wird auch im Probeninneren gebildet. Erreicht eine Probe somit den Bereich der sekundären Verfestigung, ohne dass sich ein Riss bildet, so ist diese dauerhaft (hier bis zu einer Lastspielzahl von $5 \cdot 10^7$ Zyklen nachgewiesen).

Die kristallographische Orientierung des γ -Austenits hängt mit derjenigen des gebildeten α' -Martensit über die Orientierungsbeziehung nach *Kurdjumow-Sachs* zusammen. Diese stellt jeweils eine dichtest bzw. dicht gepackte Ebene beider Phasen parallel und auf diesen Ebenen wiederum eine dichtest bzw. dicht gepackte Richtung parallel dar (Kurdjumow&Sachs 1930). Dies konnte durch die Auswertung der EBSD-Daten festgestellt werden und durch TEM-Untersuchungen bestätigt werden (Bild 6.9 und Bild 6.13).

Die Ergebnisse der TEM-Untersuchungen zeigen weiterhin, dass eine Keimbildung von α' -Martensit an Schnittpunkten von Scherbändern stattfindet, wie das Modell von Bogers&Burgers (1964) und Olsen&Cohen (1972) zur Bildung einer krz-Phase aus einer kfz Phase vorschlägt. Dieses Modell beschreibt die Überführung des γ -Austenits in α' -Martensit durch Scherprozesse auf zwei kreuzenden $\{111\}_\gamma$ -Gleitebenen. Die Scherungen zur Umwandlung der Phase betragen jeweils $1/2$ und $1/3$ einer Shockley Partialversetzung ($\frac{1}{6} a \langle 11\bar{2} \rangle_{\text{kfz}}$) und können als Felder von Partialversetzungsprodukten auf jeder zweiten bzw. dritten Gleitebene angenommen werden. Als Partialversetzungsprodukte wurden ϵ -Martensit und Stapelfehler gefunden.

7.3 Rissinitiierung

Die statistische Auswertung der Rissentstehungsorte zeigt, dass eine Rissinitiierung zu 70 % an Zwillingsgrenzen stattfindet (Bild 6.16) und damit vergleichbar ist mit Ergebnissen von Heinz&Neumann (1990) an stabilem austenitischen Edelstahl. Die Lokalisierung der Rissinitiierung an Zwillingsgrenzen kann auf die elastische Anisotropie ($A_{304L\gamma} = 3,18$) der austeniti-

schen Phase zurückgeführt werden. Analytische Berechnungen durch Heinz&Neumann (1990) und Blochwitz&Tirschler (2004) konnten zeigen, dass, bedingt durch die Verkipfung des Gitters um 60° , elastische Inkompatibilitätsspannungen auftreten. Da eine Zwillingsgrenze im kfz Gitter auch eine Gleitebene ist, führen die Inkompatibilitätsspannungen zu lokaler plastischer Aktivität und zum Aufreißen der Zwillingsgrenze im oberflächennahen Bereich. Die Initiierung der Risse findet im Lastspielzahlbereich von $1,5$ bis $4,5 \cdot 10^4$ Zyklen statt, was einem Anteil von 15 % der Lebensdauer entspricht.

Eine Bildung von α' -Martensit im Zusammenhang mit der Rissinitiierung konnte in Abweichung zu Beobachtungen durch Stolarz et al. (2001), die eine Initiierung von Rissen ausschließlich in gebildetem Transformations-Martensit fanden, nicht festgestellt werden. Allerdings beziehen sich letztgenannte Ergebnisse auf die Ermüdung im LCF-Bereich, die aufgrund der höheren plastischen Dehnungsamplitude eine stärkere Umwandlung mit sich bringt. Es wird aus diesem Grund vermutet, dass der oben beschriebene Spannungszustand und die damit verbundene plastische Aktivität auf einem Gleitsystem nicht ausreicht, um eine Phasentransformation nach den beschriebenen Mechanismen zu initiieren. Es kommt weder zu einem Aufstau von Versetzungen noch zu einem Schneiden von Gleitebenen. Des Weiteren wird vermutet, dass eine Bildung von α' -Martensit erst dann einsetzt, wenn die Spannung im Bereich der Risspitze einen kritischen Wert erreicht. Zunächst wächst der Riss auf der Zwillingsgrenze. Nach dem Erreichen einer kritischen Länge findet eine Bildung von α' -Martensit statt, und der Riss verlässt die Zwillingsgrenze.

7.4 Risswachstum

Das Ausbreitungsverhalten kurzer Risse wird stark von der Atmosphäre beeinflusst. Die Ergebnisse der Ermüdungsversuche im Vakuum des Rasterelektronenmikroskops zeigen, dass eine Rissinitiierung bei niedrigen Belastungen, die an Laborluft zu einer Rissbildung führen, im Vakuum nicht stattfindet. Des Weiteren zeigen Risse, die an Luft initiiert wurden, bei gleicher niedriger Spannungsamplitude im Vakuum keinerlei Wachstum. Erst mit dem Erhöhen der Belastungsamplitude kann ein weiteres Wachstum im Vakuum beobachtet werden.

Sowohl die nicht stattfindende Rissinitiierung als auch das verzögerte Risswachstum ist zurückzuführen auf das Fehlen von Atmosphäre auf der Oberfläche. An Luft werden Atmosphärenbestandteile von der Oberfläche absorbiert. Dies führt in Bereichen hoher plastischer Verformung zu einer lokalen Versprödung, die das Wiederverschweißen von frisch gebildeten

Oberflächen verhindert (Wang et al. 1984, Wang&Mughrabi 1984). Im Vakuum hingegen ist der Anteil des Wiederverschweißens von frisch gebildeten Oberflächen sehr viel größer. Der irreversible Anteil der Rissspitzenabgleitung ist somit geringer und führt zu einem langsameren Risswachstum. Des Weiteren resultiert das Fehlen von Atmosphäre auf der Oberfläche in einer verringerten Oberflächenenergie. Dies hat zur Folge, dass die Spannung zur Aktivierung von Versetzungsquellen geringer ist und ferner die Mobilität von Versetzungen erhöht ist (Grinberg 1982, Wang&Mughrabi 1984). Die Rissgeschwindigkeit wird weiter verzögert, da aufgrund der homogeneren Versetzungsbewegung die plastische Zone vor der Rissspitze ausgedehnter ist.

Im Vakuum ist die Bildung von α' -Martensit in der plastischen Zone eines Risses quantitativ vergleichbar mit der an Luft. Allerdings ist der Umwandlungsbereich geprägt von vielen Orientierungswechseln der gebildeten Phase und es können viele α' - α' -Korngrenzen identifiziert werden. Wird in Betracht gezogen, dass die kumulative plastische Dehnung in der plastischen Zone vor der Rissspitze aufgrund des geringeren Rissfortschritts sehr viel größer ist als an Luft, so sollte auch die Umwandlung im Vakuum ausgeprägter stattfinden. Da dies nicht der Fall ist, wird hier davon ausgegangen, dass zum einen die homogenere Versetzungsbewegung zu einer höheren Phasenstabilität führt und zum anderen wird vermutet, dass absorbierte Atmosphärenbestandteile eine lokale Veränderung der chemischen Zusammensetzung bzw. der Nahordnung des Mischkristalls bewirken. Dies führt an Luft zu einer Verringerung der Phasenstabilität. Im Umkehrschluss ist die Phasenstabilität an der Probenoberfläche im Vakuum erhöht und führt somit zu einer geringeren Umwandlung trotz höherer plastischer Dehnung.

Die Anhebung der Spannungsamplitude zur Generierung eines Wachstums von kurzen Rissen im Vakuum resultiert in einer ausgeprägten Plastifizierung des gesamten Gefüges. Kurze Risse wachsen nahezu von Beginn an in einem normalspannungskontrollierten Stadium II-Risswachstum. Der Risspfad zeigt dabei keinen Zusammenhang mit der lokalen kristallographischen Orientierung. Auch die mikrostrukturellen Ausbreitungsmechanismen der Risse sind im Vakuum verbunden mit einer ausgedehnten plastischen Zone vor der Rissspitze. Dies ist vergleichbar mit dem Ausbreitungsverhalten kurzer Risse bei LCF-Beanspruchung oder dem Wachstum von langen Rissen. Das Modell kann diese Plastifizierung jedoch nicht abbilden. Hier wird, in Anlehnung an das Fließstreifenmodell von Navarro&de los Rios (1988) plastische Verformung lediglich auf diskreten Gleitsystemen berücksichtigt. Zwar kann die verzögerte Rissgeschwindigkeit im Vakuum in der Simulation durch eine kleinere Irreversibilitätskonstante C berücksichtigt werden (vgl. Formel 2.14), eine

Abbildung der im Vakuum stattfindenden Ausbreitungsmechanismen ist jedoch nicht möglich. Aus diesem Grund und weil nur die Ergebnisse zum Rissausbreitungsverhalten an Luft für die Praxis relevant sind, wurde der Fokus der Untersuchungen auf jene an Luft gelegt. In Bezug auf die in-situ Ermüdung im REM wurde diesem Umstand durch die Modifikation des Versuchsablaufes Rechnung getragen. Um mit der Miniaturprüfmaschine Experimente an Luft durchzuführen, wurde die Kammertür des REM vor jedem Ermüdungsintervall geöffnet und zur nachfolgenden Untersuchung im REM wieder geschlossen.

An Luft kann die frühe Wachstumsphase kurzer Risse als Überlagerung einer Phasentransformation vor der Rissspitze mit einem Stadium I-Risswachstum im gebildeten α' -Martensit beschrieben werden. Es konnte gezeigt werden, dass die Phasentransformation in der plastischen Zone vor der Rissspitze nach dem Keimbildungsmodell von Bogers&Burgers (1964) und Olsen&Cohen (1972) erfolgt. Linear elastische Berechnungen des Spannungsfeldes vor einer Rissspitze ergeben, dass Schubspannungen auf Gleitebenen unterschiedlicher Orientierungen auftreten und infolgedessen Stapelfehler als Scherprodukte gebildet werden und teilweise zu ϵ -Martensit kumulieren. An den Schnittpunkten der Scherprodukte kommt es zur Phasentransformation in α' -Martensit. Die Ausgangsphase wird in der plastischen Zone vollständig in α' -Martensit umgewandelt, wobei die kristallographische Orientierung der gebildeten Phase homogen und kontinuierlich ist. Es werden somit zunächst keine α' - α' -Korngrenzen innerhalb der Umwandlungszone gebildet. Der Mechanismus kann über die *Kurdjumow-Sachs* Orientierungsbeziehung beider Phasen zueinander nachgewiesen werden (Kurdjumow&Sachs 1930). Anhand der Verknüpfung dieser Orientierungsbeziehung mit dem Keimbildungsmodell von Bogers&Burgers (1964) und Olsen&Cohen (1972) kann die Orientierung des gebildeten α' -Martensits abgeleitet werden, die sich durch die Scherung definierter Ebenen einstellt. Dies kann auf den in der plastischen Zone gebildeten α' -Martensit übertragen werden. Es zeigt sich, dass zur Bildung der gemessenen Orientierungen eben jene Ebenen geschert werden müssen, auf denen durch das Spannungsfeld der Rissspitze hohe Schubspannungen wirken.

Die Analysen der Risspfade zeigen (Bild 6.19, 6.23 und 6.24), dass das Risswachstum zunächst unter Einfachgleitung im gebildeten α' -Martensit in Stadium I-Risswachstum entlang von $\{110\}_{\alpha'}$ -Gitterebenen stattfindet. Der Vergleich dieses Ausbreitungsverhaltens mit demjenigen von kurzen Rissen in stabilen austenitischen Edeltählen zeigt, dass in diesen Werkstoffen ein Wachstum unter der alternierenden Aktivierung von $\{111\}_{\gamma}$ -Gleitsystemen auf niedrig induzierten kristallographischen Ebenen der Typen $\{100\}_{\gamma}$, $\{110\}_{\gamma}$ und $\{111\}_{\gamma}$

erfolgt (Blochwitz&Richter 1999). In dem hier untersuchten metastabilen austenitischen Edelstahl wird ein Risswachstum dieser Art im frühen Stadium der Ausbreitung nicht vorgefunden, da der Werkstoff durch die Aktivierung von mehreren Gleitsystemen in den krz α' -Martensit umwandelt, wie es oben bereits dargestellt wurde. Im α' -Martensit wachsen die Risse unter Einfachgleitung entlang einer $\{110\}_{\alpha'}$ -Gleitebene. Dies ist auf die hohen mikrostrukturellen Fließschubspannungen in der krz Phase zurückzuführen (Tabelle 7.1). Aufgrund der relativ geringen Beanspruchung des Risses wird hier nur ein Gleitsystem aktiviert. Erst im Übergang zwischen dem Stadium I- und dem Stadium II-Risswachstum mit steigender Risslänge und Rissbeanspruchung kann die Aktivierung und das Risswachstum auf mehreren Gleitsystemen im α' -Martensit beobachtet werden. Allerdings ist dabei die plastische Zone der Risse noch klein und übersteigt nicht die Korngröße. Die Korngrenzen nehmen deutlichen Einfluss auf die Rissausbreitungsgeschwindigkeit (Bild 6.27). Dies lässt die Zuordnung dieses Stadiums der Rissausbreitung zur Kurzrisssausbreitung zu. Erst nach dem Überschreiten der zweiten bis dritten Korngrenze nimmt der Einfluss der Mikrostruktur ab, und die plastische Zone erreicht ein Ausmaß, das der Korngröße entspricht. Ab dieser Risslänge kann das Wachstum als Stadium II-Risswachstum beschrieben werden.

Düber (2007) konnte zeigen, dass die Ausbreitungsgeschwindigkeit kurzer Risse im krz Ferrit über Einfachgleitung schneller erfolgt als im kfz Austenit, in dem die Risse durch Wechselgleiten wachsen. Es stellt sich an dieser Stelle die Frage, welchen Einfluss die Phasentransformation von γ -Austenit in α' -Martensit auf die Ausbreitungsgeschwindigkeit hat. Um dies zu beurteilen, wurden die hier gemessenen Ausbreitungsgeschwindigkeiten mit den Geschwindigkeiten von kurzen Rissen in einem stabilen austenitischen Edelstahl verglichen (X2CrNiMo18-14-3) (Blochwitz&Richter 1999). Bild 7.1 zeigt deutlich, dass das Risswachstum im metastabilen Werkstoff langsamer erfolgt. Im Vergleich der maximalen Wachstumsgeschwindigkeiten bis zum Erreichen der ersten Korngrenze zeigt sich, dass die Geschwindigkeiten im metastabilen Werkstoff um mehr als den Faktor zwei langsamer sind. Es wird angenommen, dass dieser Effekt auf transformationsinduziertes Risssschließen zurückgeführt werden kann. Die Volumenzunahme von 2,57 % (Padilha&Rios 2002) des vor der Rissspitze gebildeten α' -Martensit führt zu Druckspannungen und resultiert in einer Modifikation des Spannungsfeldes an der Rissspitze. Aus diesem Grund ist die Mode I-Rissbeanspruchung geringer. Im Stadium I-Risswachstum führt dies dem Modell von Wilkinson et al. (1997) (Kapitel 2.2.3) folgend dazu, dass die Schubspannungsverteilung auf den Gleitsystemen vor der Rissspitze nur eine geringe Asymmetrie aufweist (Bild 2.12). Dies hat eine entsprechend geringere Bildung von rissoberflächenbildenden Leerstellendipolen zur

Folge. Dies resultiert in einer Verzögerung der Rissgeschwindigkeit.

Der Übergangsbereich von Stadium I- zu Stadium II-Risswachstum ist geprägt durch eine Aktivierung von mehreren Gleitsystemen. Auch hier führt die Volumenzunahme des gebildeten α' -Martensit zu einem verfrühten Aufsetzen der Rissufer und damit zu einer verringerten Ausbreitungsgeschwindigkeit. Dieses transformationsinduzierte Risschließen ist vergleichbar mit dem von langen Rissen.

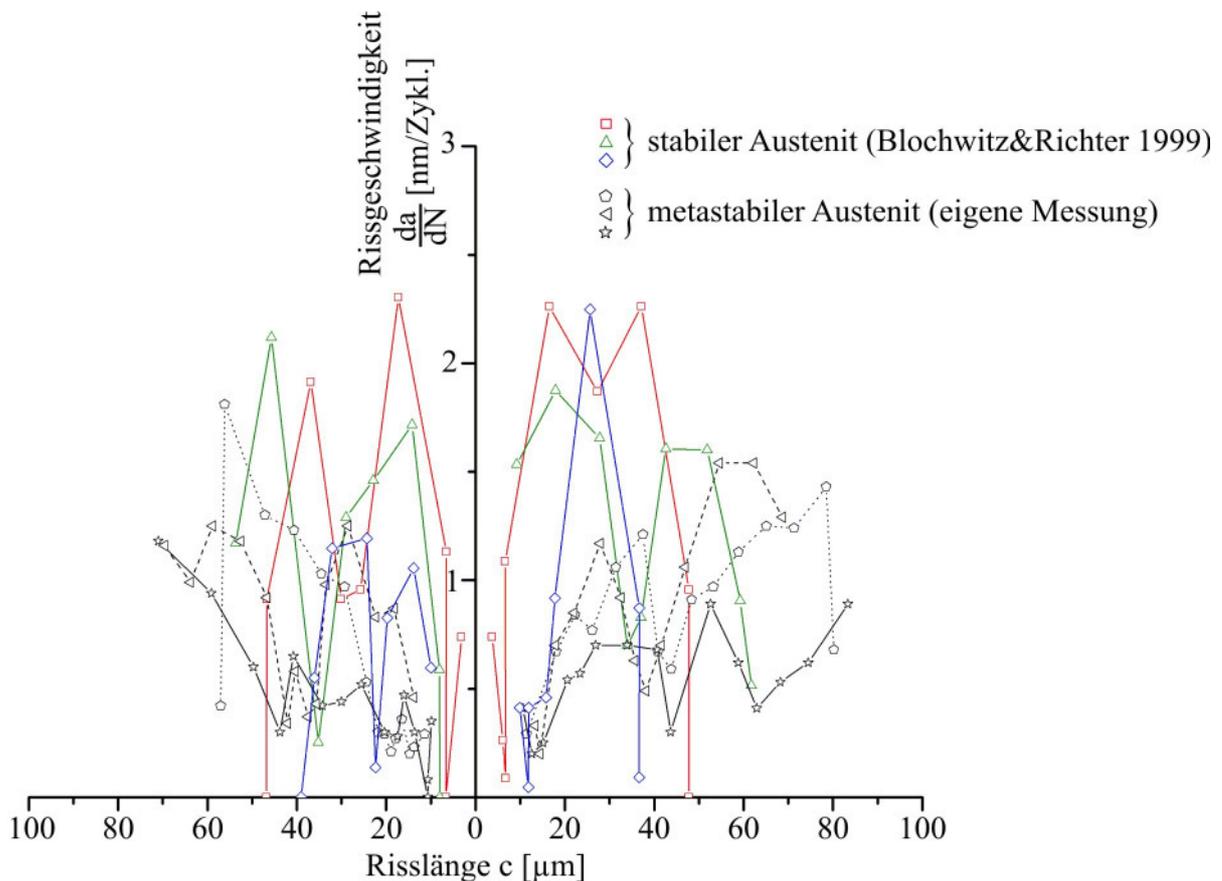


Bild 7.1: Vergleich der Rissausbreitungsgeschwindigkeit in stabilem austenitischen Edelstahl (Blochwitz&Richter 1999), ($\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 1 \cdot 10^{-3}$, Korngröße 70 μm), mit derjenigen von metastabilem austenitischen Edelstahl, ($\Delta\sigma/2 = 240$ MPa, entspricht ca. $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 1,1 \cdot 10^{-3}$, Korngröße 74 μm).

Das transformationsinduzierte Risschließen hat somit einen großen Einfluss auf die Ausbreitungsgeschwindigkeit. Die direkte Messung des Effektes erweist sich jedoch als schwierig. So lieferten interferometrische Risschließmessungen¹ kein brauchbares Ergebnis, da die

¹ ISDG-Messung (engl.: interferimetric strain displacement gage): ober- und unterhalb einer Risspitze werden Mikrohärteeindrücke als Mikrospiegel im Abstand von 100 μm platziert. Diese werden mit Laserlicht bestrahlt und es kommt zur Interferenz der reflektierten Strahlen. Die Verschiebung der Interferenzmuster kann mit der Verschiebung zwischen den Härteeindrücken korreliert werden (Sharpe 1982).

große Duktilität des die Umwandlungszone umgebenden Austenits ein verfrühtes Aufsetzen der Rissufer überdeckt und nicht erkennbar macht. Neben der allgemein langsameren Ausbreitungsgeschwindigkeit kann jedoch beobachtet werden, dass die Rissgeschwindigkeit beim Wachstum durch große Umwandlungsbereiche verlangsamt wird (Bild 7.2). Dies stellt ein weiteres Indiz für transformationsinduziertes Riss schließen bei kurzen Rissen dar.

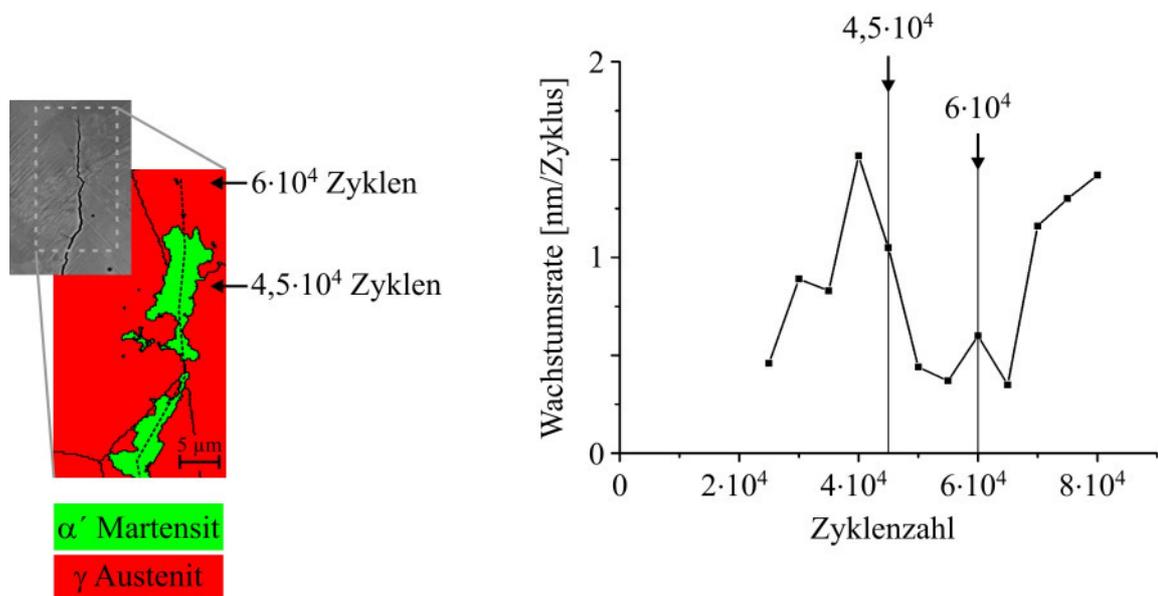


Bild 7.2: Zum transformationsinduzierten Riss schließen kurzer Risse. Beim Durchwachsen des oberen α' -Martensit-Bereichs kann ein Abfall der Ausbreitungsgeschwindigkeit beobachtet werden.

7.5 Simulation des Ausbreitungsverhaltens kurzer Risse

Erste Simulationen der Rissausbreitung von kurzen Rissen in Modellgefügen zeigen deutlich den starken Einfluss der Phasentransformation und der damit verbundenen Volumendehnung der neu gebildeten Phase auf den Rissfortschritt (Kübbeler 2011). In Korn zwei der drei in Bild 7.3 a) dargestellten endlichen Körner startet ein Riss, der in die beiden anliegenden Körner wächst. Hierbei findet eine Phasenumwandlung in der plastischen Zone vor der Risspitze statt. Dies wird in Bild 7.3 b) veranschaulicht. Die Phasentransformation wird durch den Umwandlungsmechanismus nach Bogers&Burgers (1964) und Olsen&Cohen (1972) derart abgebildet, dass die Aktivierung von zwei Gleitebenen vor der Risspitze eine Bildung von α' -Martensit zu Folge hat. Das Ausmaß der Umwandlungszone wird hierbei durch das Maß der Abgleitung beider Gleitebenen in Korrelation mit den zur Umwandlung nötigen Scherungen (siehe Kapitel 2.1.5) bestimmt. Es zeigt sich, dass die Simulation der Rissausbreitung zu

einer mit den experimentellen Ergebnissen vergleichbaren Phasenumwandlung in der plastischen Zone führt.

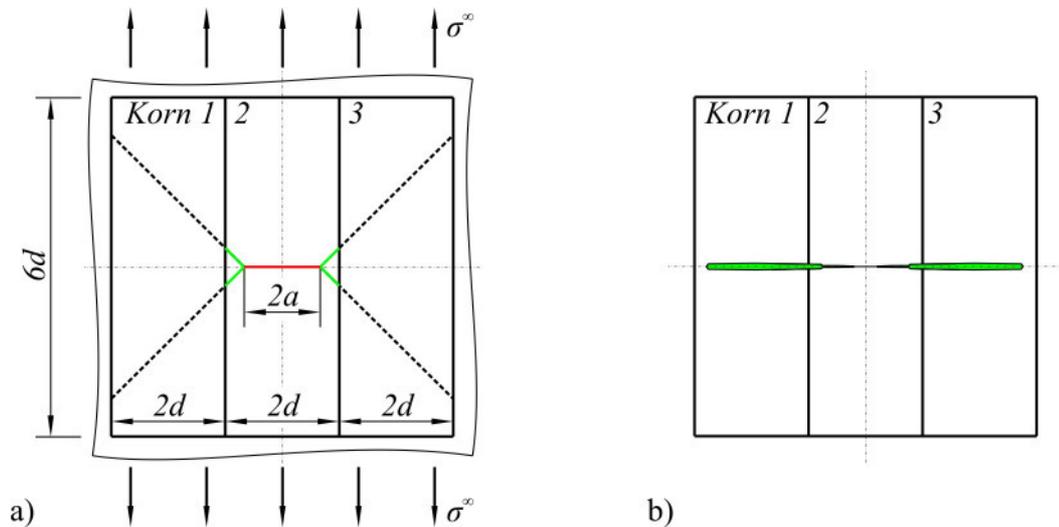


Bild 7.3: Simulation der Rissausbreitung in einem Modellgefüge bestehend aus drei Körnern in metastabilem Austenit, a) Modellgefüge, b) in α' -Martensit umgewandelte Zone des Risses.

An dem in Bild 7.3 dargestellten rissbehafteten Modellgefüge wurden Simulationen des Ausbreitungsverhaltens mit und ohne Phasentransformation durchgeführt. Bild 7.4 kann die normierte Rissöffnung ΔCTOD im Verlauf der Rissausbreitung beider Simulationen entnommen werden. Im Vergleich zeigen die Kurven deutlich den Einfluss der Volumendehnung auf die Rissöffnung. Bei der Simulation mit α' -Martensitbildung betrug die Volumendehnung der transformierten Phase 0,75 %. Dies hat eine Reduzierung der Rissöffnung zur Folge, die wiederum als Maß für die Rissausbreitungsgeschwindigkeit herangezogen werden kann.

Die ersten Simulationsergebnisse unterstützen somit die experimentellen Ergebnisse bezüglich eines transformationsinduzierten Riss-schließens von kurzen Rissen. Es muss in der hier dargestellten Simulation in Betracht gezogen werden, dass die angewendete Volumendehnung nur einem Bruchteil der tatsächlichen Volumendehnung von α' -Martensit in metastabilem Austenit entspricht². Die Anwendung der tatsächlich stattfindenden Volumendehnung von 2,57 % (Padilha&Rios 2002) wird somit einen stärkeren Einfluss auf die Rissausbreitung zeigen und damit die experimentell ermittelte Verzögerung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit widerspiegeln (Bild 7.1).

² Aus numerischen Gründen war zu diesem Zeitpunkt lediglich eine Volumenzunahme von 0,75 % möglich.

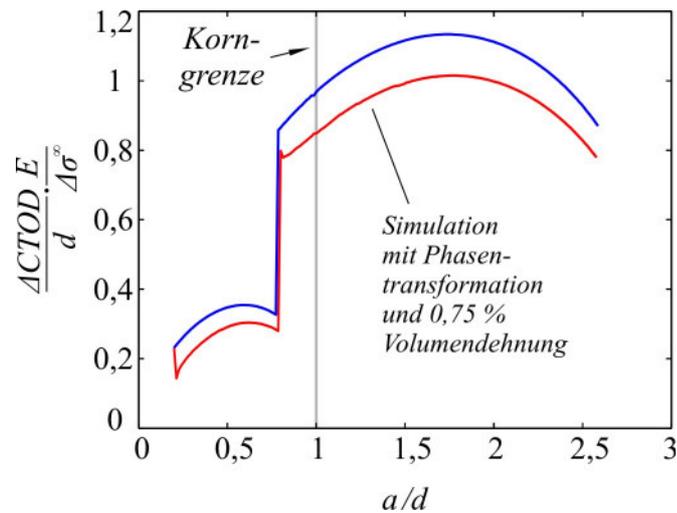


Bild 7.4: Vergleich der normierten Rissöffnungsverschiebung im Verlauf der Rissausbreitung mit und ohne Phasentransformation.

In Kapitel 2.3 wurde bereits angedeutet, dass für die Simulation kurzer Risse die mikrostrukturelle Fließschubspannung des α' -Martensits und des γ -Austenits benötigt wird. Diese mikrostrukturelle Größe bildet die Spannung ab, die nötig ist, um Versetzungen auf Gleitebenen zu bewegen, ohne den Einfluss von Korngrenzen zu berücksichtigen. In stabilen Werkstoffen können diese Parameter durch eine Hall-Petch-Analyse ermittelt werden. Bei einer Hall-Petch-Analyse werden die zyklischen Fließspannungen des Werkstoffs bei verschiedenen Korngrößen bestimmt. Die Fließspannung kann aus der zyklischen Spannungs-Dehnungskurve bestimmt werden, welche wiederum im Incremental-Step-Test ermittelt werden kann (Christ 1991). Eine Hall-Petch-Auftragung (zyklische Fließspannung über reziproker Wurzel des Korndurchmessers) der ermittelten Fließspannungen ergibt eine Gerade, dessen Extrapolation auf einen unendlichen Korndurchmesser die mikrostrukturelle Fließschubspannung liefert. Dieses Verfahren ist allerdings für metastabile austenitische Stähle nicht anwendbar, da die bereits in frühen Zyklen erfolgende Phasentransformation das Spannungs-Dehnungs-Verhalten auch bei geringen Amplituden beeinflusst.

Aus diesem Grund muss hier auf Literaturwerte zurückgegriffen werden. In Düber (2007) wurden die mikrostrukturellen Fließschubspannungen für einen ferritischen Edelstahl (X3CrNb17) und einen stabilen austenitischen Edelstahl (X2CrNiMo17-12-2) anhand der oben beschriebenen Analyse bestimmt. Der Vergleich des α -Ferrits mit dem hier untersuchten α' -Martensit ist zulässig, da die Gitterstrukturen beider Phasen identisch sind. Dies kann auf den niedrigen Kohlenstoffgehalt im metastabilen Austenit zurückgeführt werden (Tabel-

le 5.1). Bei der Umwandlung vom kfz Gitter ins krz Gitter muss somit auch kein Kohlenstoff im Gitter des α' -Martensits zwangsgelöst werden. In kohlenstoffreichen Stählen lagert sich der Kohlenstoff in den Oktaederlücken der krz Phase an und sorgt für eine tetragonale Verzerrung des Gitters, was in einem Anstieg der Festigkeit resultiert.

Tabelle 7.1 zeigt die von Düber (2007) ermittelten Werte für die ferritische und die austenitische Phase, die in der Simulation des hier beschriebenen Forschungsvorhabens Verwendung finden.

Tabelle 7.1: Mikrostrukturelle Fließschubspannung von α -Ferrit und γ -Austenit aus Düber (2007).

	γ	α
mikrostrukturelle Fließschubspannung [MPa]	137	198

8 Zusammenfassung und Ausblick

Metastabile austenitische Edelstähle zeigen bei plastischer Verformung eine diffusionslose Umwandlung des kubisch flächenzentrierten γ -Austenits in den kubisch raumzentrierten α' -Martensit. Diese Umwandlung nimmt einen großen Einfluss auf die Ermüdungsschädigung und geht einher mit einer Volumenzunahme der umgewandelten Phase. Bei langen Rissen kommt es aus diesem Grund beispielsweise zu einem transformationsinduzierten Riss schließen. Metastabile Werkstoffe im Allgemeinen und der hier untersuchte metastabile Austenit im Speziellen zeigen somit großes Potential zur Steigerung der Ermüdungsfestigkeit aufgrund der Phasentransformation. Aus diesem Grund wurden in der vorliegenden Arbeit die Mechanismen zur Initiierung und zum Ausbreitungsverhalten von kurzen Ermüdungsrissen in einem metastabilen austenitischen Edelstahl bei der Ermüdung im Bereich der Dauerfestigkeit untersucht. Die ermittelten Mechanismen sowie die Mikrostruktur-Parameter werden in einer parallel durchgeführten Arbeit des hier zugrunde liegenden Forschungsvorhabens verwendet, um das Ausbreitungsverhalten kurzer Risse mechanismenorientiert zu modellieren (Kübbeler 2011). Ein weiterer Aspekt dieser Arbeit bestand in der Entwicklung und Inbetriebnahme eines Prüfsystems zur HCF in-situ-Ermüdung im Rasterelektronenmikroskop.

Das entwickelte in-situ-System erlaubt eine zyklische Verformung von Flachproben mit einer Frequenz von 35 Hz. Die mittels Piezo-Aktuator angetriebene Miniaturprüfmaschine erreicht dabei eine maximale Kraftamplitude von $\Delta F/2 = 1,5$ kN, was bei der gegebenen Probengeometrie einer Spannungsamplitude von $\Delta\sigma/2 = 450$ MPa entspricht. Aufgrund der Implementierung der Miniaturprüfmaschine durch eine austauschbare Probenkammertür des hier verwendeten Rasterelektronenmikroskops Philips XL30 ist eine flexible Handhabung der Prüftechnik gewährleistet. Die Positionierung der Prüfmaschine findet mittels Feingewindetriebe statt; somit ist eine ausreichend genaue Ausrichtung der Probe unter dem Elektronenstrahl gegeben. Im quasi-in-situ-Betrieb (Unterbrechung der zyklischen Verformung im Messintervall) ist es nunmehr möglich, die bildgebenden und analytischen Möglichkeiten des REM mit einem Ermüdungsversuch bei hoher Lastspielzahl zu verbinden. Durch das zeitweise Öffnen der Kammertür ist eine Ermüdung an der Laboratmosphäre möglich. Mit der eingeführten in-situ-Prüftechnik kann somit eine direkte Untersuchung der mikrostrukturellen Schädigungsmechanismen im HCF-Bereich im Vakuum und an Laborluft erfolgen. Bislang wurde die Untersuchung von kurzen Ermüdungsrissen durch ein Ausbauen der Ermüdungsprobe aus der servohydraulischen Prüfmaschine und einen anschließenden Einbau in das REM durchge-

führt. Der Einsatz der in-situ-Prüftechnik resultiert so in einer enormen Zeitersparnis und ermöglicht somit eine Beobachtung des Rissausbreitungsverhaltens in hoher Auflösung.

Das Ausbreitungsverhalten kurzer Risse in dem hier untersuchten Werkstoff wird stark von der Atmosphäre beeinflusst. Es zeigt sich, dass die Ermüdung bei niedrigen Spannungsamplituden, die an Laborluft bereits eine Initiierung von Rissen zur Folge hat, im Vakuum des REM nicht zur Rissbildung führt. Des Weiteren findet eine Ausbreitung von Rissen, die an Laborluft initiiert wurden, im Vakuum erst nach einer Steigerung der Spannungsamplitude statt. Die Ausbreitungsgeschwindigkeit ist im Vakuum allerdings trotz gesteigerter Beanspruchung um mehr als eine Größenordnung geringer als an Laborluft. Dieses Verhalten ist darauf zurückzuführen, dass im Vakuum keine Atmosphärenbestandteile von der Probenoberfläche absorbiert werden können. An Luft führt dies zu einer Versprödung der plastisch aktiven Bereiche in der Mikrostruktur und damit zu einer Rissinitiierung und einem Risswachstum bei geringeren Spannungsamplituden. Darüber hinaus ist die Oberflächenenergie im Vakuum aufgrund der nicht vorhandenen Atmosphäre reduziert. Dies hat zur Folge, dass zum einen Versetzungsquellen an der Oberfläche und dicht unter der Oberfläche leichter aktiviert werden können, und dass zum anderen Versetzungen in diesem Bereich eine höhere Mobilität besitzen. Letztendlich führt dies zu einer weniger lokalisierten plastischen Verformung und somit auch zu einer erschwerten Rissinitiierung und geringeren Rissausbreitungsgeschwindigkeit. Da die Spannungsamplitude im Vakuum sehr hoch sein muss, um ein Wachstum von kurzen Rissen zu generieren, ist die plastische Verformung des Gefüges sehr ausgeprägt. Aus diesem Grund kann das Ausbreitungsverhalten der kurzen Risse im Vakuum mit dem von langen Rissen oder dem Kurzrissswachstum im LCF-Bereich an Luft verglichen werden. Nahezu von Beginn an wachsen die Risse normalspannungskontrolliert und senkrecht zur Beanspruchungsrichtung in einem dem Stadium II ähnelnden Risswachstum. Die plastische Zone der Risse ist groß und der Einfluss der Mikrostruktur ist gering.

An Laborluft initiieren Ermüdungsrisse bei Belastungen im HCF-Bereich mit einer Wahrscheinlichkeit von 70 % an Zwillingsgrenzen. Aufgrund der hohen elastischen Anisotropie des Werkstoffes ($A_{304L\gamma} = 3,18$) weicht die räumliche Steifigkeit von benachbarten Zwillingkörnern stark ab. Dies hat unter Belastung eine elastische Fehlpassung der Zwillinge und damit Kompatibilitätsspannungen im Bereich der Oberfläche an der Zwillingsgrenze zur Folge. Da eine Zwillingsgrenze im kfz Gitter auch ein Gleitsystem vom Typ $\{111\}_{\gamma}$ darstellt, kann

hier eine hohe plastische Aktivität vorgefunden werden, die zum Aufreißen dieser Grenzen führt.

Die frühe Rissausbreitung findet durch eine Überlagerung von α' -Martensitbildung und Risswachstum statt. Der Mechanismus der Phasentransformation vor Rissspitzen kann hierbei durch das Modell von Bogers&Burgers (1964) und Olsen&Cohen (1972) beschrieben werden. Hervorgerufen durch das Spannungsfeld eines Risses wirken Schubspannungen auf zwei verschiedenen orientierte Gleitebenen vor der Rissspitze. Diese werden infolgedessen geschert und bilden Scherprodukte, wie Stapelfehler und später ε -Martensit. In Bereichen, in denen sich die Scherprodukte überschneiden, beginnt die Phasentransformation. Es kommt schließlich zur einer vollständigen Umwandlung der plastischen Zone vor den Rissspitzen in homogen orientierten α' -Martensit. Der Rissfortschritt erfolgt zunächst in einem schubspannungskontrollierten Stadium I-Risswachstum unter Einfachgleiten auf einem $\{110\}_{\alpha'}$ -Gleitsystem der transformierten Phase.

Ab einer kritischen Länge (zumeist mit dem Überschreiten der ersten Korngrenze) erfolgt ein Übergang des Ausbreitungsverhaltens hin zu einem normalspannungskontrollierten Risswachstum unter der Aktivierung und dem Risswachstum auf wechselnden Gleitebenen im α' -Martensit. Der in der plastischen Zone gebildete α' -Martensit zeigt in diesem Stadium eine heterogene kristallographische Orientierung. Im Umwandlungsbereich können verschieden orientierte Phasenbereiche gefunden werden, die auf die Aktivierung von multiplen Gleitsystemen im γ -Austenit zurückzuführen sind. Anhand der Rissausbreitungsgeschwindigkeit kann festgestellt werden, dass auch in dieser Phase des Wachstums die Mikrostruktur einen starken Einfluss nimmt. Mit der Annäherung eines Risses an eine Korngrenze sinkt die Geschwindigkeit ab, um nach dem Überschreiten wieder anzusteigen. Erst ab ca. der dritten Korngrenze nimmt die Barrierewirkung der Korngrenzen ab, und das Risswachstumsverhalten nähert sich dem von langen Rissen an.

Der Vergleich zwischen dem hier untersuchten metastabilen austenitischen Edelstahl und einem stabilen austenitischen Edelstahl, der eine ähnliche chemische Zusammensetzung und vergleichbare Korngröße besitzt, zeigt, dass die Ausbreitungsgeschwindigkeit von kurzen Rissen in dem stabilen Werkstoff deutlich schneller erfolgt. Dies kann auf die Volumenzunahme der transformierten Phase im metastabilen Austenit zurückgeführt werden, die Riss schließen verursacht und somit die Triebkraft für Rissausbreitung verringert. Gestützt wird diese Feststellung durch die Beobachtung, dass beim Durchwachsen von großen Umwandlungsbereichen die Wachstumsgeschwindigkeit stark verzögert wird.

Die in dieser Arbeit festgestellten Mechanismen zum Ausbreitungsverhalten kurzer Risse in metastabilem austenitischen Edelstahl werden in ein hybrides Randelemente-Modell implementiert, das eine zweidimensionale Simulation des Kurzrissswachstums in einer Mikrostruktur ermöglicht (Kübbeler 2011). Erste Simulationen von Rissen in einfachen Modellmikrostrukturen konnten bereits zeigen, dass das transformationsinduzierte Riss schließen einen verzögernden Einfluss auf die Rissausbreitungsgeschwindigkeit ausübt. Nach der Verifikation des Modells anhand von realen Rissbeispielen kann die Kurzrisssausbreitung in komplexen Modellgefügen simuliert und zu mechanismenorientierten Lebensdauervorhersage herangezogen werden. Insbesondere die Variation der Phasenstabilität im Zusammenspiel mit der Korngröße eines Gefüges wird aufschlussreiche Ergebnisse liefern. Beispielsweise kann die Phasenstabilität bestimmt werden, die in Folge des transformationsinduzierten Riss schließen zur maximalen Verzögerung der Ausbreitungsgeschwindigkeit führt.

In Bezug auf den hier untersuchten metastabilen Werkstoff sollte der Schwerpunkt in zukünftigen Arbeiten auf der Quantifizierung des transformationsinduzierten Riss schließen von kurzen Rissen liegen. Dies konnte in den hier durchgeführten Versuchen nicht gemessen werden, da die Auflösung des eingesetzten REM nicht ausreichend ist. Um die Rissöffnungs- bzw. Risspitzenöffnungsverschiebung im Nanometer-Bereich messen zu können, wäre eine Implementierung der entwickelten in-situ-Prüftechnik in ein hochauflösendes REM erforderlich.

Im Allgemeinen sollte in zukünftigen Arbeiten zur experimentellen Charakterisierung und Simulation des Ausbreitungsverhaltens kurzer Risse der Schwerpunkt auf der dreidimensionalen Erfassung und Modellierung des Problems liegen. Mit den etablierten Untersuchungsmethoden, wie die Focussed-Ion-Beam- oder Synchrotron-Tomographie, ist eine experimentelle Erfassung des 3D-Wachstumsverhaltens kurzer Risse mittlerweile sehr gut möglich.

A Anhang

A1 Linear-elastische Herleitung des zweidimensionalen Rissspitzen- spannungsfeldes und Schubspannungen auf Gleitebenen nach Gross (1996)

Die Transformation der äußeren Spannung in das Koordinatensystem eines um den Winkel α gekippten Risses R liefert den zweidimensionalen Spannungstensor $\underline{\underline{\sigma}}_R$ (Formel A.1 und Bild A.1):

$$\underline{\underline{\sigma}}_R = \begin{bmatrix} \sigma_{R_x} & \tau_{R_{xy}} \\ \tau_{R_{yx}} & \sigma_{R_x} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos(\alpha) & \sin(\alpha) \\ -\sin(\alpha) & \cos(\alpha) \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \sigma & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \cos(\alpha) & -\sin(\alpha) \\ \sin(\alpha) & \cos(\alpha) \end{bmatrix} \quad \text{A.1}$$

Mit den Komponenten σ_{R_x} und $\tau_{R_{xy}}$ können die Spannungsintensitätsfaktoren an der Rissspitze berechnet werden (Formel A.2):

$$K_I = \sigma_{R_x} \sqrt{\pi a} \quad \text{und} \quad K_{II} = \tau_{R_{xy}} \sqrt{\pi a} \quad \text{A.2}$$

Mit den Spannungsintensitätsfaktoren K_I und K_{II} können die Rissspitzennahfelder im r - φ Koordinatensystem berechnet werden (Formel A.3 und A4):

$$\text{Mode I:} \quad \left\{ \begin{array}{l} \sigma_x I \\ \sigma_y I \\ \tau_{xy} I \end{array} \right\} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\left(\frac{\varphi}{2}\right) \left\{ \begin{array}{l} 1 - \sin\left(\frac{\varphi}{2}\right) \sin\left(\frac{3\varphi}{2}\right) \\ 1 + \sin\left(\frac{\varphi}{2}\right) \sin\left(\frac{3\varphi}{2}\right) \\ \sin\left(\frac{\varphi}{2}\right) \cos\left(\frac{3\varphi}{2}\right) \end{array} \right\} \quad \text{A.3}$$

und

$$\text{Mode II: } \begin{cases} \sigma_{x\text{II}} \\ \sigma_{y\text{II}} \\ \tau_{xy\text{II}} \end{cases} = \frac{K_{\text{II}}}{\sqrt{2\pi r}} \begin{cases} -\sin\left(\frac{\varphi}{2}\right) \left[2 + \cos\left(\frac{\varphi}{2}\right) \cos\left(\frac{3\varphi}{2}\right) \right] \\ \sin\left(\frac{\varphi}{2}\right) \cos\left(\frac{\varphi}{2}\right) \cos\left(\frac{3\varphi}{2}\right) \\ \cos\left(\frac{\varphi}{2}\right) \left[2 - \sin\left(\frac{\varphi}{2}\right) \sin\left(\frac{3\varphi}{2}\right) \right] \end{cases} \quad \text{A.4}$$

Zusammengefasst liefert dies die Spannung in Punkt P im r - φ Koordinatensystem vor der Risspitze (Formel A.5):

$$\underline{\underline{\sigma}}_{\text{P}} = \begin{bmatrix} \sigma_{\text{P}_x} & \tau_{\text{P}_{xy}} \\ \tau_{\text{P}_{yx}} & \sigma_{\text{P}_x} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma_{x\text{I}} & \tau_{xy\text{I}} \\ \tau_{yx\text{I}} & \sigma_{x\text{I}} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \sigma_{x\text{II}} & \tau_{xy\text{II}} \\ \tau_{yx\text{II}} & \sigma_{x\text{II}} \end{bmatrix} \quad \text{A.5}$$

Eine weitere Transformation des Spannungstensors $\underline{\underline{\sigma}}_{\text{P}}$ um den Winkel β auf die Ebene E liefert schließlich den Spannungstensor $\underline{\underline{\sigma}}_{\text{E}}$ (Formel A.6):

$$\underline{\underline{\sigma}}_{\text{E}} = \begin{bmatrix} \sigma_{\text{E}_x} & \tau_{\text{E}_{xy}} \\ \tau_{\text{E}_{yx}} & \sigma_{\text{E}_x} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos(\beta) & \sin(\beta) \\ -\sin(\beta) & \cos(\beta) \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \sigma_{\text{P}_x} & \tau_{\text{P}_{xy}} \\ \tau_{\text{P}_{yx}} & \sigma_{\text{P}_x} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \cos(\beta) & -\sin(\beta) \\ \sin(\beta) & \cos(\beta) \end{bmatrix} \quad \text{A.6}$$

Die Komponente $\tau_{\text{E}_{xy}}$ des Spannungstensors $\underline{\underline{\sigma}}_{\text{E}}$ liefert die Schubspannung auf der Ebene E.

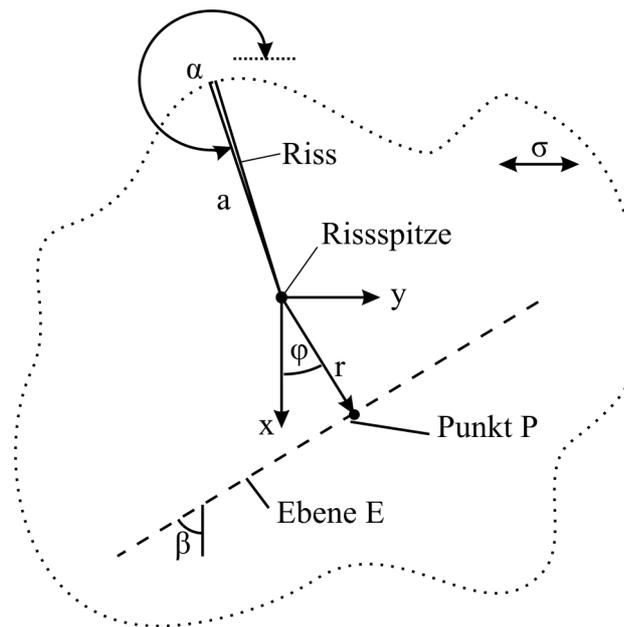


Bild A.1: Zur linear-elastischen Herleitung des zweidimensionalen Rissspitzenstressfeldes und Schubspannungen auf Gleitebenen nach Gross (1996).

Literatur

Ameen&Raghubrasad (1994)

Ameen, M.; Raghubrasad, B. K.: *A hybrid technique of modeling of cracks using displacement discontinuity and direct boundary element method*, International Journal of Fracture, 67, 1994, 343-355

Anderson (2005)

Anderson, T. D.: *Fracture mechanics-fundamentals and application*, CRC Press, Boca Raton, USA, 2005

Angel (1954)

Angel, T.: *Formation of Martensite in Austenitic Stainless Steels*, Journal of the Iron Steel Institute, 177, 1954, 165-174

Ashbee (1967)

Ashbee, K. H. G.: *Intersecting stacking faults in facecentered cubic lattices*, Acta Metallurgica, 15, 1974, 1129-1131

Bain (1924)

Bain, E.C.: *The nature of martensite transformation*, AIME, Steel Division, 70, 1924, 25-46

Baudry&Pineau (1976)

Baudry, G.; Pineau, A.: *Influence of strain-induced martensitic transformation on the low-cycle fatigue behaviour of a stainless steel*, Materials Science and Engineering, 28, 1977, 229-242

Bayerlein et al. (1989)

Bayerlein, M.; Christ, H.-J.; Mughrabi, H.: *Plasticity-induced martensitic transformation during cyclic deformation of AISI 304L stainless steel*, Materials Science and Engineering, A114, 1989, L11-L16

Bilby et al. (1963)

Bilby, B. A.; Cottrell, A. H.; Swinden, K. H.: *Spread of plastic yield from a notch*, Proceedings of the Royal Society of London Series A – Mathematical and Physical Sciences, 272, 1963, 304-314

Blochwitz&Richter (1999)

Blochwitz, C.; Richter, R.: *Plastic strain amplitude dependent surface path of microstructurally short fatigue cracks in face-centred cubic metals*, Materials Science and Engineering, A267, 1999, 120-129

Blochwitz&Tirschler (2000)

Blochwitz, C.; Tirschler, W.: *In-situ scanning electron microscope observations of the deformation behaviour of short cracks*, Materials Science and Engineering, A276, 1-2, 2000, 273-276

Blochwitz&Tirschler (2004)

Blochwitz, C.; Tirschler, W.: *Twin boundaries as crack nucleation sites*, Crystal Research and Technology, 40, 2005, 32-41

Blochwitz et al. (2008)

Blochwitz, C.; Jakob, S.; Tirschler, W.: *Grain orientation effects on the growth of short fatigue cracks in austenitic stainless steel*, Materials Science and Engineering, A496, 2008, 59-66

Bogers&Burgers (1964)

Bogers A. J.; Burgers W. G.: *Partial dislocations on the {110} planes in the bcc lattice and the transition of the fcc into the bcc lattice*, Acta Metallurgica, 12, 1964, 255-261

Christ (1991)

Christ, H.-J.: *Wechselverformung von Metallen*, Springer-Verlag, Berlin, 1991

Creager&Paris (1967)

Creager, M. C.; Paris, P. C.: *Elastic field equations for blunt cracks with reference to stress corrosion cracking*, International Journal of Fracture Mechanics, 3, 1967, 247-252

Dai et. al (2002)

Dai, Q.-X.; Wang, A.-D.; Cheng, X.-N.; Luo, X.-M.: *Stacking fault energy of cryogenic austenitic steels*, Chinese Physics, 11, 2002, 596-600

Deubelbeiss (1974).

Deubelbeiss, E.: *Dauerfestigkeitsversuche mit einem modifizierten Treppenstufenverfahren*, Materialprüfung, 16, 1974, 240-244

Düber et al. (2006)

Düber, O.; Künkler, B.; Krupp, U.; Christ, H.-J.; Fritzen, C.-P.: *Experimental characterization and two-dimensional simulation of short-crack propagation in an austenitic-ferritic duplex steel*, International Journal of Fatigue, 28, 2006, 983-922

Düber (2007)

Düber, O.: *Untersuchungen zum Ausbreitungsverhalten mikrostrukturell kurzer Ermüdungsrisse in zweiphasigen metallischen Werkstoffen am Beispiel eines austenitisch-ferritischen Duplexstahls*, Dissertation Universität Siegen, Fortschrittberichte VDI, Reihe 5, Nr. 730, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2007

Eichelman&Hull (1953)

Eichelman Jr., G. H.; Hull, F. C.: *The effect of composition on the temperature of spontaneous transformation of austenite to martensite in 18-8 type stainless steel*, American Society for Metals, Cleveland, 1953, 77-104

Elber (1971)

Elber, W.: *The significance of fatigue crack closure*, Damage tolerance in aircraft structures, ASTM-STP 486, 1971, 230-242

Essmann et al. (1981)

Essmann, U.; Gösele, U.; Mughrabi, H.: *A model of extrusions and intrusions in fatigued metals I. point-defect production and the growth of extrusions*, Philosophical Magazine, A44, 1981, 405-426

Floer (2002)

Floer, W.: *Untersuchungen zur mechanismenorientierten Lebensdauervorhersage an einer α -Titanlegierung*, Dissertation Universität Siegen, Fortschrittberichte VDI, Reihe 5, Nr. 679, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2002

Forsyth (1962)

Forsyth, P. J. E.: *A two stage process of fatigue crack growth*, Proc. Crack Propagation, Cranfield-Symposium, Her Majesty's Stationery Office, London, 1962, 76-94

Fries (2007)

Fries, A. H.: *Optimierung und Anpassung einer Miniaturprüfmaschine für in-situ Verformung im Rasterelektronenmikroskop*, Studienarbeit, Universität Siegen, 2007

Goldstein et al. (2007)

Goldstein J. I.; Newbury, D. E.; Echlin, P.; Joy, D. C.; Romig, A. D.; Lyman, C. E.; Fiori, C.; Lifshin, E.: *Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis*, 3. Auflage, Plenum Press, New York, 2007

Gottstein (2007)

Gottstein, G.: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2007

Grinberg 1982 Grinberg, N. M.:

The effect of vacuum on fatigue crack growth, International Journal of Fatigue, 4, 1982, 83-95

Groß (2007)

Groß, D.: *Bruchmechanik*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2007

Guempel&Arlt (1989)

Guempel, P.; Arlt, N.: *Nichtrostende Stähle, Eigenschaften, Verarbeitung, Anwendungen, Normen*, Verlag Stahleisen, Düsseldorf, 1989

Heimann et al. (1985)

Heimann, W.; Oppenheim, R.; Weßling, W.: *Werkstoffkunde Stahl, Band 2: Anwendung, Nichtrostende Stähle*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Verlag Stahleisen mbH Düsseldorf

Heinz&Neumann (1990)

Heinz, A.; Neumann, P.: *Crack initiation during high cycle fatigue of an austenitic steel*, Acta Metallurgica et Materialia, 38, 1990, 1933-1940

Higo et al. (1974)

Higo, Y.; Lecroisey, F.; Mori, T.: *Relation between applied stress and orientation relationship of α' martensite in stainless steel single crystals*, Acta Metallurgica, 22, 1974, 313-323

Hornbogen (1978)

Hornbogen, E.: *Martensitic transformation at a propagating crack*, Acta Metallurgica, 26, 1978, 147-152

Hornbogen (2002)

Hornbogen, E.: *Some effects of martensitic transformation on fatigue resistance*, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 25, 2002, 785-790

Hu et al. (2000)

Hu, Y. M.; Floer, W.; Krupp, U.; Christ, H.-J.: *Microstructurally short fatigue crack initiation and growth in Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al*, Materials Science and Engineering, A278, 2000, 170-180

Hull (1975)

Hull, D.: *Introduction to dislocations*, 2nd Edition, Pergamon Press, Oxford, 1975

Irwin (1957)

Irwin, G. R.: *Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate*, Journal of Applied Mechanics, 24, 1957, 361-364

Kammer (2002)

Kammer, C. (Hrg.): *Aluminium-Taschenbuch, Grundlagen und Werkstoffe*, 16. Aufl. Bd. 1, Aluminium-Verlag, Düsseldorf, 2002

Kim&Johnson (2006)

Kim, S. A.; Johnson, W. L.: *Elastic constants and internal friction of martensitic steel, ferritic-pearlitic steel, and α -iron*, Materials Science and Engineering, A452-453, 2006, 633-639

Köster et. al. (2010)

Köster, P.; Knobbe, H.-J.; Fritzen, H.; Christ, C.-P.; Riedler, M.: *Simulation of stage I-short crack propagation in forged Ti6Al4V*, Procedia Engineering, 2, 2010, 1701-1709

Knobbe et al. (2010)

Knobbe, H.; Köster, P.; Christ, H.-J.; Fritzen, C.-P.; Riedler, M.: *Initiation and propagation of short fatigue cracks in forged Ti6Al4V*, Procedia Engineering, 2, 2010, 931-940

Krupp (2007)

Krupp, U.: *Fatigue Crack Propagation in Metals and Alloys, Microstructural Aspects and Modelling Concepts*, Wiley-VCH, Weinheim, 2007

Krupp et al. (2008)

Krupp, U.; West, C.; Christ, H.-J.: *Deformation-induced martensite formation during cyclic deformation of metastable austenitic steel: Influence of temperature and carbon content*, Materials Science and Engineering, A481, 2008, 713-717

Kübbeler (2007)

Kübbeler, M.: *Kopplung von Randelementemethoden mit Absolut- und Relativverschiebungs-ansätzen zur Rissimulation*, Diplomarbeit, Universität Siegen, 2007

Kübbeler et al. (2009)

Kübbeler, M.; Roth, I.; Krupp, U.; Fritzen, C.-P.; Christ, H.-J.: *Simulation of stage I crack growth using a hybrid boundary element technique*, Engineering Fracture Mechanics, 9, 2009, 203-204

Kübbeler (2011)

Kübbeler, M.: Laufende Dissertation, Universität Siegen

Künkler (2007)

Künkler, B.: *Mechanismenorientierte Lebensdauervorhersage unter Berücksichtigung der Mikrostruktur - Modellentwicklung, Verifikation und Anwendung*, Dissertation, Universität Siegen, Fortschrittberichte VDI, Reihe 18, Nr. 312, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2007

Kurdjumow&Sachs (1930)

Kurdjumow; G.V.; Sachs; G.: *Über den Mechanismus der Stahlhärtung*, Zeitschrift für Physik, 64, 1930, 325-343

Lagneborg (1962)

Lagneborg, R.: *The martensite transformation in 18% Cr-8% Ni steels*, Acta Metallurgica, 12, 1964, 823-843

Laird&Smith (1961)

Laird, C.; Smith, G. C.: *Crack propagation in high stress fatigue*, Philosophical Magazine, 7, 1962, 847-857

Lankford (1982)

Lankford, J.: *The growth of small fatigue cracks in 7075-T6 aluminium*, Fatigue of Engineering Materials and Structures, 5, 1982, 233-248

Lecroisey&Pineau (1972)

Lecroisey, F.; Pineau, A.: *Martensitic transformations induced by plastic deformation in the Fe-Ni-Cr-C System*, Metallurgical Transactions, 3, 1972, 387-396

Ledbetter et al. (1980)

Ledbetter, H. M.; Frederick, N. V.; Austin, M. W.: *Elastic-constant variability in stainless-steel 304*, Journal of Applied Physics, 51, 1980, 305-309

Ledbetter (1985)

Ledbetter, H. M.: *Predicted monocrystal elastic constants of 304 type stainless steel*, Physica, B128, 1985, 1-4

Li&Zhang (2001)

Li, W. F.; Zhang, X. P.: *Investigation of initiation and growth behaviour of short fatigue cracks emanating from a single edge notch specimen using in-situ SEM*, Materials Science and Engineering, A318, 2001, 129-136

Lichtenfeld et al. (2006)

Lichtenfeld, J. A.; Mataya, M. C.; Van Tyne, C. J.: *Effect of strain rate on stress-strain behaviour of alloy 309 and 304L austenitic stainless steel*, Metallurgical and Materials Transactions, A37, 1, 2006, 147-161

Maier et al. (1993)

Maier, H. J.; Donth, B.; Bayerlein, M.; Mughrabi, H.; Meier, B.; Kesten, M.: *Optimierte Festigkeitssteigerung eines metastabilen austenitischen Stahles durch wechselverformungsinduzierte Martensitumwandlung bei tiefen Temperaturen*, Zeitschrift für Metallkunde, 84, 1993, 820-826

Manganon&Thomas (1970)

Manganon Jr., P. L.; Thomas, G.: *The martensite phases in 304 stainless steel*, Metallurgical Transactions, 1, 1970, 1577-1586

Marshall (1984)

Marshall, P.: *Austenitic Stainless Steels, Microstructure and Mechanical Properties*, Elsevier, New York, 1984

Maxwell et al. (1974)

Maxwell, P. C.; Goldberg, A.; Shyne, J. C.: *Stress-assisted and strain-induced martensites in Fe-Ni-C alloys*, Metallurgical Transactions, 5, 1974, 1305-1317

McEvily&Velazquez (1991)

McEvily, A. J.; Velazquez, J. L. G.: *Fatigue crack tip deformation processes as influenced by the environment*, Metallurgical Transactions, A23, 1991, 2211-2221

Mei&Morris (1990)

Mei, Z.; Morris Jr., J. W.: *Influence of deformation-induced Martensite on fatigue crack propagation in 304-type steels*, Metallurgical Transactions, A21, 1990, 3137-3151

Minakawa et al. (1982)

Minakawa, K.; Matsuo, Y.; McEvily, A. J.: *The influence of a duplex microstructure in steels on fatigue crack growth in the near-threshold region*, Metallurgical Transactions, A13, 1982, 439-445

Morris (1980)

Morris, W. L.: *The noncontinuum crack tip deformation behaviour of surface microcracks*, Metallurgical Transactions, A11, 1980, 1117-1123

Mughrabi (1984)

Mughrabi, H.: *Dislocations in Fatigue*, Dislocations and Properties of Real Materials: Proceedings of the Conference to Celebrate the Fiftieth Anniversary of the Concept of Dislocation in Crystals, The Institute of Metals, London, 1984, 244-262

Müller-Bollenhagen et al. (2010a)

Müller-Bollenhagen, C.; Zimmermann, M.; Christ, H.-J.: *Adjusting the very high cycle fatigue properties of a metastable austenitic stainless steel by means of the martensite content*, Procedia Engineering, 2, 2010, 1663-1672

Müller-Bollenhagen et al. (2010b)

Müller-Bollenhagen, C.; Zimmermann, M.; Christ, H.-J.: *Very high cycle fatigue behaviour of austenitic stainless steel and the effect of strain-induced martensite*, International Journal of Fatigue, 32, 2010, 936-942

Murakami (1987)

Murakami, Y.: *Stress intensity factors handbook*, Pergamon Press, 1987

Nakajima et al. (1998)

Nakajima, K.; Terao, K.; Miyata, T.: *The effect of microstructure on fatigue crack propagation of alpha beta titanium alloys - in-situ observation of short fatigue crack growth*, Materials Science and Engineering, A243, 1998, 176-181

Navarro&de los Rios (1988)

Navarro, A.; De Los Rios, E. R.: *Short and long crack growth: A unified model*, Philosophical Magazine, A57, 1988, 15-36

Neumann (1969)

Neumann, P.: *Coarse slip model of fatigue*, Acta Metallurgica, 17, 1969, 1219-1225

Nikitin&Besel (2008)

Nikitin, I.; Besel, M.: *Effect of low-frequency on fatigue behaviour of austenitic steel AISI 304 at room temperature and 25 °C*, International Journal of Fatigue, 30, 2008, 2044-2049

Nishiyama (1978)

Nishiyama Z.: *Martensitic Transformation*, Academic Press, New York, 1978

Olsen&Cohen (1972)

Olsen, G. B.; Cohen, M.: *A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations*, Journal of the Less-Common Metals, 28, 1972, 107-118

Padilha&Rios (2002)

Padilha, A.F.; Rios, P.R.: *Decomposition of austenite in austenitic stainless steels*, Iron and Steel Institute of Japan International, 42, 2002, 325-337

Paris&Erdogan (1963)

Paris, P.C.; Erdogan, F.: *A critical analysis of crack propagation laws*, Journal of Basic Engineering, 85, 1963, 528-534

Pickelmann (2009)

Pickelmann, L.: *Einstieg in die Piezoaktorik*, www.piezomechanik.com

Pineau&Pelloux (1974)

Pineau, A. G.; Pelloux R. M.: *Influence of strain-induced martensitic transformations on fatigue crack growth rates in stainless steels*, Metallurgical Transactions, 5, 1974, 1103-1112

Pontini&Hermida (1997)

Pontini, A.E.; Hermida, J.D.: *X-ray diffraction measurement of the stacking fault energy reduction induced by hydrogen in an AISI 304 steel*, Scripta Materialia, 37, 1997, 1831-1837

Radaj (2007)

Radaj, D.: *Ermüdungsfestigkeit, Grundlagen für Leichtbau, Maschinen- und Stahlbau*, 3. Auflage, Springer-Verlag, Berlin, 2007

Raman&Padamanbhan (1994)

Raman, S. G. S.; Padmanabhan, K. A.: *Influence of martensite formation and grain size on room temperature low cycle fatigue behaviour of AISI 304LN austenitic stainless steel*, Materials Science and Technology, 10, 1994, 614-620

Reimer (1998)

Reimer, L.: *Scanning electron microscopy, physics of image formation and microanalysis*, 2. Auflage, Springer-Verlag, Berlin, 1998

Rhodes&Thompson (1977)

Rhodes, C. G.; Thompson, A.: *The composition dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels*, Metallurgical Transactions, A8, 1977, 1901-1906

Rice (1968)

Rice, J.: *A path independent integral and approximate analysis of strain concentration by notches and cracks*, Journal of applied Mechanics, 35, 1968, 379-386

Richman&Bolling (1971)

Richman, R. H.; Bolling, G. F., *Stress, deformation and martensitic transformation*, Metallurgical Transactions, 2, 1971, 2451-2462

Roebben et al. (1997)

Roebben, G.; Bollen, B.; Brebels, A.; Van Humbeeck, J.; Van der Biest, O.: *Impulse excitation apparatus to measure resonant frequencies, elastic moduli, and internal friction at room and high temperature*, Review of Scientific Instruments, 68, 1997, 4511- 4515

Rösler et al. (2006)

Rösler, J.; Harders, H.; Bäker, M.: *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*, Teubner Verlag, Wiesbaden, 2006

Schaeffler (1973)

Schaeffler, A.L.: *Constitution Diagrams for Stainless Steel Weld Metal - 3a*, Welding and Joining, Metal Progress Data Book, 6, 1973, 207

Schick (2004)

Schick, A.: *Ein neues Modell zur mechanismenorientierten Simulation der mikrostruktur-bestimmten Kurzrissausbreitung*, Dissertation, Universität Siegen, Fortschrittberichte VDI, Reihe 18, Nr. 292, VDI-Verlag, Düsseldorf, 2004

Schramm&Reed 1975

Schramm, R. E.; Reed, R. P.: *Stacking fault energy of seven commercial austenitic stainless steels*, Metallurgical Transactions, A6, 1975, 1345-1351

Schulze (1967)

Schulze, G. E. R.: *Metallphysik*, Akademie-Verlag, Berlin, 1967

Schumann (1977)

Schumann, H.: *Bildung von α' -Martensit im Schnittbereich von ε -Martensitplatten*, Kristall und Technik, 12, 1977, 363-370

Schuster&Altstetter (1983)

Schuster, G.; Altstetter, C.: *Comparison of fatigue damage in stable and unstable stainless steels*, Fatigue Mechanisms: Advances in Quantitative Measurement of Physical Damage, ASTM-STP 811, 1983, 445-463

Seemann&Stayenow (1961)

Seemann, H. J.; Stavenow, F.: *Röntgenographische Untersuchungen über das Auftreten von Stapelfehlern in verschiedenen Aluminiumlegierungen*, Zeitschrift für Metallkunde, 52, 1961, 667-670

Sickert (2002)

Sickert, M.: *Konstruktion und Inbetriebnahme einer Ermüdungsprüfmaschine für das Rasterelektronenmikroskop*, Diplomarbeit, Universität Siegen 2002

Sharpe (1982)

Sharpe Jr., W. N.: *Applications of the interferometric strain/displacement gauge*, Optical Engineering, 21, 1982, 483-488

Siems et. al (1961)

Siems, R.; Delavignette, P.; Amelinckx, S.: *Die direkte Messung von Stapelfehlern*, Zeitschrift für Physik, 165, 1961, 502-532

Sneddon (1946)

Sneddon, I. N.: *The distribution of stress in the neighbourhood of a crack in an elastic solid*, Proceedings of the Royal Society of London Series A – Mathematical and Physical Sciences, 187, 1009, 1946, 229-260

Staudhammer et al. (1983)

Staudhammer, K. P.; Murr, L. E.; Hecker, S. S.: *Nucleation and evolution of strain-induced martensitic (b.c.c.) embryos and substructure in stainless steel: A transmission electron microscope study*, Acta Metallurgica, 31, 1983, 267-274

Stolarz et al. (2001)

Stolarz, J.; Baffie, N.; Magnin, T.: *Fatigue short crack behaviour in metastable austenitic stainless steels with different grain sizes*, Materials Science and Engineering, A319-321, 2001, 521-526

Suresh&Ritchie (1984)

Suresh, S.; Ritchie, R.O.: *Propagation of Short Fatigue Cracks*, International Metals Review, 29, 1984, 445-476

Suresh (2006)

Suresh, S.: *Fatigue of Materials*, Cambridge University Press, Cambridge, 2006

Suzuki et al. (1977)

Suzuki, T.; Kojima, H.; Suzuki, K.; Hashimoto, T.; Ichihara, M.: *An experimental study of the martensite nucleation and growth in 18/8 stainless steel*, Acta Metallurgica, 25, 1977, 1151-1162

Tokaji et al. (1986)

Tokaji, K.; Ogawa, T.; Harada, Y.; Ando, Z.: *Limitations of linear elastic fracture mechanics in respect of small fatigue cracks and microstructure*, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 9, 1986, 1-14

Van Bennekom (2008)

Van Bennekom, A.: *Persönliche Mitteilung*, 2008

Venables (1962)

Venables, J. A.: *Martensite transformation in stainless steel*, Philosophical Magazine, 7, 1962, 35-44

Venkateswara et al. (1988)

Venkateswara Rao, K. T.; Yu, W.; Ritchie, R. O.: *Fatigue crack propagation in aluminium-lithium alloy 2090: Part II. small crack behaviour*, Metallurgical Transactions, A19, 1988, 563-569

Wang et al. (1984)

Wang, R.; Mughrabi, H.; McGovern, S.; Rapp, M.: *Fatigue of copper single crystals in vacuum and in air I: Persistent slip bands and dislocation microstructures*, Materials Science and Engineering, 65, 1984, 219-233

Wang&Mughrabi (1984)

Wang, R.; Mughrabi, H.: *Fatigue of copper single crystals in vacuum and in air II: Fatigue crack propagation*, Materials Science and Engineering, 65, 1984, 235-243

Wilkinson et al. (1997) Wilkinson, A. J.; Roberts, S. G.; Hirsch, P. B.:

Modelling the threshold conditions for propagation of Stage I fatigue cracks, Acta Materialia, 46, 1997, 379-390

Winkelhofer (2002)

Winkelhofer, K.: *Konstruktion und Testlauf einer in-situ Miniaturprüfmaschine*, Studienarbeit, Universität Siegen, 2002

Zhai (2000)

Zhai, T.; Wilkinson, A. J.; Martin, J. W.:

A crystallographic mechanism for fatigue crack propagation through grain boundaries, Acta Materialia. 48, 2000, 4917-4927