

# **Initiierung und Ausbreitung kurzer Ermüdungsrisse in ein- und zweiphasigem Edelstahl**

**DISSERTATION**

**zur Erlangung des akademischen Grades**

**Doctor rerum naturalium  
(Dr. rer. nat.)**

**vorgelegt**

**der Fakultät Mathematik und Naturwissenschaften  
der Technischen Universität Dresden**

**von**

**Dipl.-Phys. Michael Scharnweber**

**geboren am 28.01.1982 in Dresden**

**Eingereicht am 19.09.2013**

Die Dissertation wurde in der Zeit von 04/2009 bis  
09/2013 im Institut für Strukturphysik angefertigt.

## Publikationen

1. M. Scharnweber, W. Tirschler, V. Mikulich, S. Jacob, C.-G. Oertel, W. Skrotzki  
*Influence of crack length and grain boundaries on the propagation rate of short cracks in austenitic stainless steel*  
Scripta Mater. 67 (2012) 677-680
2. M. Scharnweber, W. Tirschler, C.-G. Oertel, W. Skrotzki:  
*Initiation and propagation of short cracks in austenitic-ferritic duplex steel*  
Mater. Sci. Eng. A 583 (2013) 52-60
3. M. Scharnweber, W. Tirschler, C.-G. Oertel, W. Skrotzki  
*Mechanisms of short crack propagation in austenitic-ferritic duplex steel*  
eingereicht

## Gliederung

Verwendete Abkürzungen .....	III
1. Einleitung und Motivation .....	1
2. Grundlagen.....	3
2.1. Untersuchungsgegenstand.....	3
2.1.1. Austenitstahl .....	3
2.1.2. Duplexstahl .....	4
2.2. Elastische und plastische Verformung.....	5
2.2.1. Austenit – Elastische Verformung.....	5
2.2.2. Austenit – Plastische Verformung .....	7
2.2.3. Ferrit – Elastische Verformung.....	9
2.2.4. Ferrit – Plastische Verformung.....	9
2.3. Ermüdung / Zyklische Verformung metallischer Werkstoffe .....	11
2.3.1. Versetzungsstrukturen bei Ermüdung.....	11
2.3.2. Klassifizierung von Ermüdungsrissen .....	12
2.3.3. Rissinitiierung .....	13
2.3.3.1. Austenitstahl.....	14
2.3.3.2. Duplexstahl .....	14
2.3.4. Rissausbreitung .....	15
2.3.4.1. Einfachgleiten .....	15
2.3.4.2. Doppelgleiten.....	17
2.3.4.3. Plastisches Abstumpfen und Wiederschärfen der Rissspitze (Plastic Blunting – Resharpenting) .....	17
2.3.4.4. Neumann-Modell .....	18
2.3.5. Barriereneffekt .....	20
3. Experimentelle Methoden.....	21
3.1. Probenpräparation .....	21
3.1.1. Austenitstahl.....	21
3.1.2. Duplexstahl .....	22
3.2. Zyklische Verformung (Ermüdung).....	24
3.2.1. Ex situ Verformung.....	24
3.2.2. In situ Verformung.....	24
3.2.3. Verformungsparameter Austenitstahl .....	25
3.2.4. Verformungsparameter Duplexstahl .....	26
3.3. Rasterelektronenmikroskop.....	27
3.3.1. AsB-Detektor (rückgestreute Elektronen) .....	28
3.3.2. InLens SE-Detektor (Sekundärelektronen).....	29
3.3.3. EBSD (Elektron BackScatter Diffraction).....	32
3.3.4. EDX (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy).....	34

3.4. Rissvermessung.....	37
3.4.1. Bestimmung des Rissfortschritts und des Korngrenzenabstands.....	37
3.4.2. Bestimmung der Rissöffnung (COD) und -verschiebung (CSD) .....	39
3.4.2.1. Bestimmung von $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$ und $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$ (Z'-D'-Methode) .....	42
3.4.2.2. Ermittlung der Hystereseschleife der Spannung als Funktion von COD bzw. CSD.....	43
4. Ergebnisse und Diskussion .....	46
4.1. Rissklassifizierung / Zusammenhang Risslänge – Rissausbreitungsrate.....	46
4.1.1. Austenitstahl.....	46
4.1.2. Duplexstahl .....	53
4.2. Rissinitiierung .....	58
4.2.1. Austenitstahl.....	58
4.2.2. Duplexstahl .....	59
4.3. Rissausbreitungsmechanismen.....	65
4.3.1. Hystereseschleifen – Austenit.....	65
4.3.2. Hystereseschleifen – Ferrit.....	67
4.3.3. Rissschließeffekt .....	68
4.3.4. Z'-D'-Messung von $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$ und $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$ – Austenit und Ferrit.....	69
4.3.5. Beschaffenheit der Risspfade – Austenit .....	72
4.3.6. Beschaffenheit der Risspfade – Ferrit.....	74
4.4. Barrierenwirkung von Korn- und Phasengrenzen.....	88
4.4.1. Austenitstahl.....	88
4.4.2. Duplexstahl .....	93
4.4.2.1. Absenkung der Rissausbreitungsrate .....	94
4.4.2.2. Absenkung der plastischen Rissflankenverschiebung .....	97
5. Zusammenfassung und Ausblick.....	103
6. Literatur.....	112
Dank.....	118
Erklärung.....	120

## Verwendete Abkürzungen und Formelzeichen

### Chemische Formelzeichen

C	Kohlenstoff
CH <sub>4</sub> O	Methanol
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O	Ethanol
C <sub>8</sub> H <sub>18</sub> O <sub>3</sub>	Diethylenglykolmonobutylether
Cr	Chrom
Fe	Eisen
H <sub>2</sub> O	Wasser (destilliert)
HClO <sub>4</sub>	Perchlorsäure
HNO <sub>3</sub>	Salpetersäure
Mn	Mangan
Mo	Molybdän
N	Stickstoff
Ni	Nickel
O	Sauerstoff
Si	Silizium

### Einheiten

°C	Grad Celsius
Gew.-%	Gewichtsprozent
GPa	Gigapascal
(k)eV	(Kilo)Elektronenvolt
kN	Kilonewton
(k)V	Kilo)Volt
mm	Millimeter
MPa	Megapascal
nm	Nanometer
µm	Mikrometer

### Abkürzungen

AISI	American Iron and Steel Institute
AsB	engl. Angle Selective Backscattered Electrons Detector winkelselektiver Rückstreuelektronendetektor
BSE	engl. backscattered electrons – rückgestreute Elektronen
CFD	engl. Crack Flank Distance – Rissflankenabstand
ΔCFD	engl. Crack Flank Displacement – Rissflankenverschiebung
ΔCFD <sub>pl</sub>	plastischer Anteil der Rissflankenverschiebung
COD	engl. Crack Opening Distance – Rissöffnungsabstand
ΔCOD	engl. Crack Opening Displacement – Rissöffnungsverschiebung

$\Delta COD_{pl}$	plastischer Anteil der Rissöffnungsverschiebung
CSD	engl. Crack Sliding Distance – Risscherungsabstand
$\Delta CSD$	engl. Crack Sliding Displacement – Risscherungsverschiebung
$\Delta CSD_{pl}$	plastischer Anteil der Risscherungsverschiebung
EBSD	engl. Backscatter Electron Diffraction Rückstreuelektronenbeugung
ECCI	engl. Electron Channeling Contrast Imaging
EDX	engl. Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy energiedispersive Röntgenspektroskopie
FEM	Finite Elemente Methode
HCF	engl. High Cycle Fatigue – Langzeitermüdung
kfz	kubisch flächenzentriert(es Gitter)
krz	kubisch raumzentriert(es Gitter)
LEBM	linear-elastische Bruchmechanik
MeKR	mechanisch kurzer Riss
MiKR	mikrostrukturell kurzer Riss
PBR	engl. Plastic Blunting – Resharpenting plastisches Abstumpfen und Wiederanschärfen (der Rissspitze)
PKR	physikalisch kurzer Riss
PSB	engl. Persistent Slip Band – Persistentes Gleitband
REM	Raster-Elektronen-Mikroskop(ie)
R-Probe	parallel zur Walzrichtung geschnittene Probe
SE	Sekundärelektronen
TEM	Transmissions-Elektronen-Mikroskop(ie)
T-Probe	senkrecht zur Walzrichtung geschnittene Probe

### Symbole

$a$	halbe Risslänge
$\Delta a$	Rissfortschritt innerhalb eines Verformungsintervalls
$A$	Anisotropiefaktor
$\Delta a/\Delta N$	Rissausbreitungsrate
$a_t$	Übergangsrisslänge (engl. Transition = Übergang)
$b$	Betrag des Burgersvektors
$C_{ij}$	elastische Konstante
$d$	Netzebenenabstand
$E$	Elastizitätsmodul (E-Modul)
$\epsilon_{pa}$	plastische Dehnungsamplitude
$\epsilon_{plast.}$	plastische Dehnung
$f$	Frequenz oder Atomformfaktor
$F$	Strukturfaktor
$h, k, l$	Millersche Indizes

(hkl)	kristallographisch ausgezeichnete Ebene
{hkl}	Ebenentyp / -schar
$k_Y$	Hall-Petch-Konstante
$\lambda$	Wellenlänge Lambda
$m$	Schmidfaktor
$n$	Exponent
$N$	Zyklenzahl
$\Delta N$	Verformungsintervall (Zyklen)
$N_f$	Zyklenzahl bis zum Probenversagen
$\varphi_1, \Phi, \varphi_2$	Eulerwinkel Phi 1, Groß-Phi, Phi 2
$R_{p0,2}$	0,2%-Dehngrenze
$S$	Verhältnis von $\Delta CSD_{pl}$ zur Summe aus $\Delta CSD_{pl} + \Delta COD_{pl}$
$\sigma$	Spannung oder Standardabweichung
$\Delta\sigma/2$	Spannungsamplitude
$\sigma_{max} / \sigma_{min}$	maximale / minimale Spannung
$\sigma_Y$	Streckgrenze
$\tau$	Schubspannung
$\Theta$	Braggwinkel Theta
[uvw]	kristallographisch ausgezeichnete Richtung
<uvw>	Richtungstyp / -schar
$v_I$	Plateaurissausbreitungsrate (für MiKR)
$\nu$	Querkontraktionszahl

## 1. Einleitung und Motivation

Die vorliegende Arbeit behandelt die isotherme, mechanische Ermüdung zweier Edelstähle. Unter Ermüdung wird dabei die Schädigung verstanden, die bei der zyklischen Belastung eines metallischen Werkstoffs durch die Akkumulation lokalisierter plastischer Verformung erfolgt.

Der Fokus der Arbeit liegt auf der Langzeitermüdung (engl. High Cycle Fatigue, HCF), bei der die Lebensdauer einer Probe mehr als 100.000 Zyklen beträgt. Für die ausgewählten Stähle ist das der Fall, wenn die Belastungsamplitude deutlich unterhalb der klassischen 0,2%-Dehngrenze liegt. Im Zugversuch würde eine Probe damit noch als nicht geschädigt gelten, dennoch kann diese geringe Belastung bis zum Bruch der Probe führen, wenn sie häufig genug aufgebracht wird. Dieser Effekt ist bei den betrachteten vielkristallinen Werkstoffen im Wesentlichen darauf zurückzuführen, dass bedingt durch die inhomogene Struktur des Materials eine von außen an einer Probe anliegende Spannung innerhalb der Probe inhomogen verteilt wird, wodurch es lokal zu Spannungsüberhöhungen kommt. Als Beispiel ist ein Verbund aus Körnern vorstellbar, die parallel zueinander belastet werden und damit die gleiche Dehnung erfahren. Ist wie im Fall der in dieser Arbeit untersuchten Stähle der E-Modul des Materials von der Orientierung des Kristallits abhängig (elastisch anisotropes Verhalten), erfahren verschieden orientierte Kristallite bedingt durch die gleiche Dehnung unterschiedliche Spannungen. Als weiteres Beispiel ist ein Verbund aus Körnern vorstellbar, die in Form einer Reihenschaltung belastet werden und dadurch die gleiche Spannung erfahren. Aufgrund der elastischen Anisotropie erfahren hierbei verschieden orientierte Körner verschiedene Dehnungen und damit verschiedene Querkontraktionen, was zu Inkompatibilitätsspannungen an den Grenzflächen führt. Auf solche ist zum Beispiel die aus der Literatur bekannte Initiierung von Ermüdungsrissen an Zwillingsgrenzen in Austenitstahl zurückzuführen [Heinz90].

An die Initiierung eines Risses schließt sich die Phase des Rissfortschritts an. Diese wird in eine stabile und eine instabile Phase unterschieden, wobei letztere dem Restbruch der Probe entspricht. Der stabile Rissfortschritt setzt sich aus dem Kurz- und dem Langrisswachstum zusammen. Mit gängigen nichtzerstörenden Prüfverfahren wie der Röntgendurchstrahlungs- oder der Ultraschallprüfung können Risse ab etwa 1 mm Länge nachgewiesen werden, was dazu führt, dass vom technischen Standpunkt aus betrachtet das Kurzrisswachstum noch der Rissinitiierung zugeordnet wird. Findet die Rissinitiierung an Defekten oder Einschlüssen in der Größenordnung eines Millimeters statt, ist der Riss von Beginn an in die Kategorie der langen Risse einzuordnen. Findet sie dagegen wie bei den Untersuchungen dieser Arbeit an einer polierten Oberfläche statt, kann das Kurzrisswachstum mit bis zu 90% einen beträchtlichen Anteil der Lebensdauer einer Probe ausmachen [Krupp07a]. Allein aus diesem Grund ist es interessant, das Ausbreitungsverhalten kurzer Risse zu untersuchen. Hinzu kommt, dass deren Wachstum einem starken Einfluss der Mikrostruktur unterliegt und damit die Hoffnung besteht, das Kurzrisswachstum durch das Einstellen einer geeigneten Mikrostruktur behindern und damit die Lebensdauer verlängern zu können. Voraussetzung dafür ist ein weitreichendes Verständnis der Mechanismen, die hinter der Initiierung und Ausbreitung kurzer Ermüdungs-

risse stehen.

Dieses Verständnis für die untersuchten Materialien – einen einphasigen Austenitstahl und einen austenitisch-ferritischen Duplexstahl – zu erweitern, ist das Ziel der vorliegenden Arbeit. Folgende Fragestellungen blieben dabei in der Literatur bisher unbeantwortet oder unklar und standen folglich im Fokus der durchgeführten Untersuchungen:

1. Nach Miller [Miller87] ist ein mikrostrukturell kurzer Riss kürzer als die die Mikrostruktur dominierende Länge (hier der Korndurchmesser). Dagegen werden mikrostrukturell kurze Risse in der Literatur meist als in der Größenordnung dieser Länge definiert. Dabei existiert ein Kriterium, nach dem mikrostrukturell und mechanisch kurze Risse sich anhand der Abhängigkeit der Rissausbreitungsrate von der Risslänge unterscheiden lassen [Blochwitz01]. Es ist Ziel der vorliegenden Arbeit, die Aussage von Miller anhand dieses Kriteriums zu überprüfen und damit eine eindeutige Definition des mikrostrukturell kurzen Risses zu erlangen.
2. Für den Austenitstahl existiert im Gegensatz zum Duplexstahl in der Literatur eine prozentuale Verteilung der Rissinitiierungsorte im HCF-Bereich [Mikulich06]. Eine solche für den Duplexstahl zu erstellen, ist Ziel dieser Arbeit.
3. Nach Düber et al. [Düber06] breiten sich kurze Risse in der ferritischen Phase des Duplexstahls durch Einfachgleiten und in der austenitischen durch Wechsel- oder Doppelgleiten aus. Nach Blochwitz et al. [Blochwitz03b] findet die Rissausbreitung im Austenit über den Mechanismus des plastischen Abstumpfens und Wiederschärfens der Rissspitze (Plastic Blunting – Resharpenting) statt. Diese aus einem Vergleich beobachteter Risspfade mit berechneten Spuren kristallografischer Ebenen geschlussfolgerten Aussagen sollen durch in situ Messungen der plastischen Rissöffnung und -scherung sowie hochauflösende Abbildungen der Rissflanken im Rasterelektronenmikroskop (REM) verifiziert oder revidiert werden.
4. Blochwitz et al. [Blochwitz03b] versuchten im Jahr 2003 vergeblich, eine eindeutige Korrelation zwischen der Rissausbreitungsrate und der plastischen Verformung der Rissspitze in dem ausgewählten Austenitstahl zu ermitteln. Dieses Ziel soll mit einem neuen, hochauflösenden Rasterelektronenmikroskop und der damit verbundenen Möglichkeit, die plastische Verformung der Rissspitze in einen scherenden und einen öffnenden Anteil zu untergliedern, erneut aufgegriffen werden.
5. Wesentliches Merkmal der Kurzzrissausbreitung ist der starke Einfluss der Mikrostruktur und damit die Barrierenwirkung von Korn- und Phasengrenzen. Letztere über die Absenkung der Rissausbreitungsrate bzw. der plastischen Verformung der Rissspitze mit zunehmender Annäherung der Rissspitze an die Grenze zu erfassen und zu charakterisieren ist Ziel dieser Arbeit. Dabei soll auch eine mögliche Korrelation zwischen den spezifischen Eigenschaften einer Grenze (Dreh- und Kippwinkel) und deren Barrierenwirkung betrachtet werden.

## 2. Grundlagen

### 2.1. Untersuchungsgegenstand

Die untersuchten Materialien gehören zu den hochlegierten Stählen (Summe der Legierungselemente > 5 Gew.-%, [Schumann91]). Deren Ausgangselement Eisen ist allotrop und liegt bei Temperaturen unterhalb von 911°C und oberhalb von 1392°C als kubisch raumzentrierte (krz) Phase vor ( $\alpha$ - bzw.  $\delta$ -Ferrit). Im Zwischenbereich bildet sich eine kubisch flächenzentrierte (kfz) Phase ( $\gamma$ -Austenit). Durch Zulegieren von > 12 Gew.-% Chrom ([Schumann91]) erhält man eine korrosionsbeständige Legierung (Edelstahl), die aufgrund der  $\alpha$ -stabilisierenden Wirkung des Chroms als krz Struktur vorliegt. Die Korrosionsbeständigkeit wird durch die Bildung einer chromreichen Oxidschicht erreicht, die sich unter Anwesenheit von Sauerstoff bei Verletzung beständig erneuert [Davis00]. Um einen stabilen austenitischen Edelstahl zu erhalten, muss ein ausreichender Anteil  $\gamma$ -stabilisierender Elemente wie Nickel und Mangan zulegiert werden. Diese weiten das Austenitgebiet auf, so dass die Legierung auch bei Temperaturen bis weit in den negativen Celsiusbereich ein stabiles, rein austenitisches Gefüge aufweist. Bei geringerem Nickelgehalt entsteht ein metastabiler austenitischer Edelstahl, der bei Raumtemperatur zwar austenitisch vorliegt, aber z. B. durch das Einbringen von Verformungsarbeit eine teilweise Umwandlung in eine martensitische Phase (tetragonal verzerrter Ferrit) aufweist. An einem solchen Material wurden in einem Teilprojekt des DFG-Paketprojekts „Rasterelektronenmikroskopische *in-situ*-Beobachtung und mechanismenorientierte Modellierung der Ermüdungsrissinitiierung und -ausbreitung in rostfreien Edelstählen“, in dessen Rahmen auch diese Arbeit durchgeführt wurde, der Einfluss der Martensitbildung in der plastisch verformten Zone vor der Risspitze auf das Rissausbreitungsverhalten untersucht [Roth10, Krupp10a, Roth12].

Gegenstand dieser Arbeit sind ein stabiler austenitischer Edelstahl sowie ein austenitisch-ferritischer Duplexstahl, bei dem im Wesentlichen der höhere Anteil an Chrom als Ferritbildner bei gleichzeitig geringerem Anteil an Nickel dafür sorgt, dass bei Raumtemperatur Ferrit und Austenit in etwa gleichen Anteilen vorliegen. Im Folgenden werden die beiden untersuchten Stahlsorten hinsichtlich ihrer Zusammensetzung und der gängigen, jedoch teilweise nicht eindeutigen Bezeichnungen genauer betrachtet.

#### 2.1.1. Austenitstahl

Der untersuchte rein austenitische Edelstahl trägt nach der in der Literatur häufig verwendeten Nomenklatur des American Iron and Steel Institute (AISI) die Bezeichnung 316L und ist damit ein Vertreter der 300er Serie, die verschiedene austenitische Chrom-Nickel-Stähle bezeichnet. Das „L“ steht für „low carbon content“ und damit für einen Kohlenstoffgehalt von unter 0,03 Gew.-%. Allerdings werden verschiedene Legierungen gleichermaßen als 316L bezeichnet, weshalb diese Bezeichnung nicht eindeutig ist. Vorteilhafter ist daher die Bezeichnung nach der Europäischen Norm, im vorliegenden Fall 1.4435 (Werkstoffnummer) bzw. X2CrNiMo18-14-3 (Werkstoffkurzname). Aus dem Kurznamen kann sofort abgelesen werden, dass es sich um einen hochlegierten Stahl („X“) mit einem Kohlenstoffgehalt von

0,02% (2/100) handelt, der mit 18% Chrom, 14% Nickel und 3% Molybdän legiert ist (alle Angaben in Gew.-%). Die vom Hersteller ThyssenKrupp angegebene chemische Zusammensetzung zeigt Tabelle 2.1.

Tabelle 2.1: Chemische Zusammensetzung der untersuchten Edelstähle.

Material	Hersteller		Fe	C	Cr	Ni	Mo	Mn	N
1.4435	ThyssenKrupp	Gew.-% min.	Rest	-	17,0	12,5	2,5	-	k.A.
		Gew.-% max.		0,03	19,0	15,0	3,0	2,0	
1.4462	Deutsche Edelstahlwerke	Gew.-% min.	Rest	-	21,0	4,5	2,5	k.A.	0,1
		Gew.-% max.		0,03	23,0	6,5	3,5		0,22
	Universität Siegen	Rest	0,02	21,9	5,6	3,1	1,8	0,187	

### 2.1.2. Duplexstahl

Der untersuchte austenitisch-ferritische Duplexstahl wird nach AISI-System als 318LN bezeichnet. Aus oben genannten Gründen wird in der vorliegenden Arbeit die Bezeichnung nach europäischer Norm bevorzugt, hier trägt er die Werkstoffnummer 1.4462 bzw. den Werkstoffkurznamen X2CrNiMo22-5-3. Die Zusammensetzung laut Hersteller Deutsche Edelstahlwerke geht aus Tabelle 2.1 hervor. Das Material wurde von der Universität Siegen bereitgestellt, an der auch eine Bestimmung der Zusammensetzung erfolgte [Düber05].

## 2.2. Elastische und plastische Verformung

### 2.2.1. Austenit – Elastische Verformung

Die elastische Verformung unter Einwirkung einer Kraft ist durch vollständige Reversibilität gekennzeichnet, der belastete Körper nimmt also nach Entfernen der Last seine ursprüngliche Gestalt wieder an. Eine eindimensionale elastische Verformung kann durch das Hookesche Gesetz

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (2.1)$$

beschrieben werden, mit der Dehnung  $\varepsilon$ , der Spannung  $\sigma$  und dem Elastizitätsmodul (E-Modul)  $E$ . Bei mehrdimensionaler Belastung muss das Hookesche Gesetz auf folgende Tensorgleichung verallgemeinert werden [Krupp07a]

$$\begin{array}{l} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{array} = \begin{array}{cccccc} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{21} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ C_{31} & C_{32} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{41} & C_{42} & C_{43} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{51} & C_{52} & C_{53} & C_{54} & C_{55} & C_{56} \\ C_{61} & C_{62} & C_{63} & C_{64} & C_{65} & C_{66} \end{array} \cdot \begin{array}{l} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{array} \quad (2.2)$$

mit dem Spannungstensor (sowie analog dem Elastizitätstensor) in der Voigtschen Notation

$$\sigma_1 = \sigma_{11}, \sigma_2 = \sigma_{22}, \sigma_3 = \sigma_{33}, \sigma_4 = \sigma_{23} = \sigma_{32}, \sigma_5 = \sigma_{13} = \sigma_{31}, \sigma_6 = \sigma_{12} = \sigma_{21}.$$

Dabei sind von den 36 elastischen Konstanten  $C_{ij}$  maximal 21 unabhängig. Für ein isotropes Material ist der E-Modul unabhängig von der Belastungsrichtung, wodurch sich die Anzahl der unabhängigen elastischen Konstanten auf zwei reduziert und sich der gesamte Elastizitätstensor durch den isotropen E-Modul und die Querkontraktionszahl  $\nu$  ausdrücken lässt. Für den Fall einer eindimensionalen Belastung reduziert sich Gleichung (2.2) dann auf die Form von Gleichung (2.1).

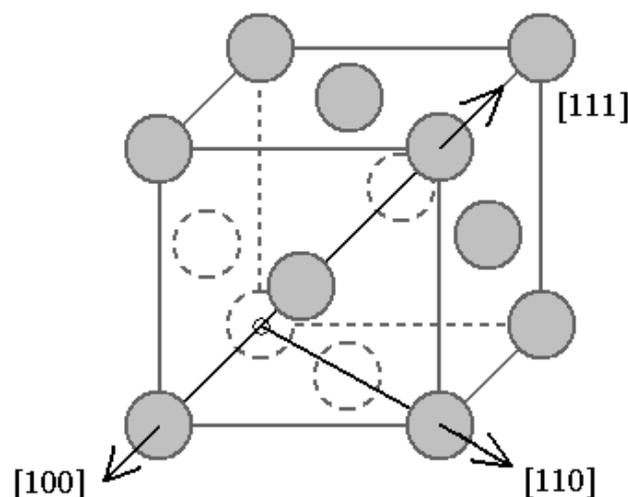


Abbildung 2.2.1: Kubisch flächenzentrierte Elementarzelle des Austenit.

Der Austenit weist jedoch ein stark anisotropes Verhalten auf, d. h., die sich unter Einwirkung einer Kraft ergebende Dehnung hängt stark von der Orientierung des Kristalls zur Lastrichtung ab. Austenit liegt in der kfz Kristallstruktur vor, die Elementarzelle ist ein Würfel mit Atomen an den Ecken und in den Flächenmitten (Abb. 2.2.1). Durch die Symmetrie des kubischen Kristallgitters reduziert sich die Anzahl der unabhängigen elasti-

schen Konstanten auf  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  und  $C_{44}$ . Damit lässt sich Gleichung (2.2) in folgender Form darstellen:

$$\begin{array}{ccccccc}
 \sigma_1 & C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 & \varepsilon_1 \\
 \sigma_2 & C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 & \varepsilon_2 \\
 \sigma_3 & C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 & \varepsilon_3 \\
 \sigma_4 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 & \varepsilon_4 \\
 \sigma_5 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & \varepsilon_5 \\
 \sigma_6 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & \varepsilon_6
 \end{array} \quad (2.3)$$

Für den verwendeten Stahl sind in der Literatur folgende Werte für die elastischen Konstanten angegeben [Ledbetter81]:

$$C_{11} = 206 \text{ GPa}, C_{12} = 133 \text{ GPa}, C_{44} = 119 \text{ GPa}.$$

Daraus kann nach

$$A = 2 \cdot C_{44} / (C_{11} - C_{12}) \quad (2.4)$$

der Anisotropiefaktor zu  $A_{\text{Austenit}} = 3,26$  berechnet werden.

Bei Belastung einer polykristallinen Probe führt die elastische Anisotropie dazu, dass verschieden orientierte Körner unterschiedliche Steifigkeiten in Bezug auf die Belastungsrichtung haben. Wird die Probe mit einer vorgegebenen Dehnung belastet und dabei angenommen, dass alle Körner die gleiche Dehnung erfahren, führt das zu verschiedenen Normal- und in der Regel auch Schubspannungen in den unterschiedlich orientierten Körnern. Mit der Gleichung

$$E = \frac{C_{11} + C_{12}}{(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})} - 2 \left( \frac{1}{C_{11} - C_{12}} - \frac{1}{2C_{44}} \right) (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) \quad (2.5)$$

mit

$$\alpha_1 = \cos\{\varphi([100], \text{Achse})\} \quad \alpha_2 = \cos\{\varphi([010], \text{Achse})\} \quad \alpha_3 = \cos\{\varphi([001], \text{Achse})\}$$

kann der E-Modul entlang einer definierten Achse berechnet werden [Schulze67]. Es zeigt sich, dass sowohl für den Austenit als auch für den Ferrit die  $\langle 100 \rangle$ -Richtung die elastisch weichste Richtung ist und die  $\langle 111 \rangle$ -Richtung die elastisch härteste (Tabelle 2.2).

Tabelle 2.2: E-Modul für Austenit und Ferrit entlang ausgewählter Kristallachsen.

	$\langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 111 \rangle$
E-Modul Austenit / GPa	102	196	285
E-Modul Ferrit / GPa	130	219	284

Bezüglich der Auswirkungen der elastischen Anisotropie auf die Ermüdung kann man sich als Extremfall eine aus  $\langle 100 \rangle$ -orientierten Körnern zusammengesetzte Probe mit einem einzelnen  $\langle 110 \rangle$ -orientierten Korn vorstellen. Es kann davon ausgegangen werden, dass die makroskopischen Eigenschaften dieser Probe denen der  $\langle 100 \rangle$ -orientierten Körner entsprechen. Wird die Probe einer Normalspannung  $\sigma_{\langle 100 \rangle}$  ausgesetzt, führt das bei gleicher Dehnung aller Körner in dem  $\langle 110 \rangle$ -orientierten Korn zu einer knapp doppelt so großen Normalspannung

$$\sigma_{\langle 110 \rangle} = \sigma_{\langle 100 \rangle} \cdot (E_{\langle 110 \rangle} / E_{\langle 100 \rangle}) \approx 2\sigma_{\langle 100 \rangle} \quad (2.6)$$

wie in den  $\langle 100 \rangle$ -orientierten Körnern. Das gleiche gilt für die Schubspannungen in dem am

günstigsten orientierten Gleitsystem (siehe folgender Abschnitt), da  $\langle 100 \rangle$ - und  $\langle 110 \rangle$ -orientierte Körner den gleichen maximalen Schmidfaktor aufweisen [Blochwitz08]. Folglich wird bei einer Belastung der Probe unterhalb ihrer klassischen 0,2%-Dehngrenze in dem  $\langle 110 \rangle$ -orientierten Korn plastische Verformung auftreten, die durch die Akkumulation bei der Ermüdung in der Initiierung eines Risses münden kann.

Daneben hat die elastische Anisotropie durch die daraus resultierenden orientierungsabhängigen Spannungen auch Auswirkungen auf die Risswachstumsrate, wie von Blochwitz et al. gezeigt wurde [Blochwitz08].

### 2.2.2. Austenit – Plastische Verformung

Der grundlegende Prozess der plastischen Verformung ist die Bewegung von Versetzungen durch den Kristall. Versetzungen sind eindimensionale Gitterstörungen, die prinzipiell in Stufen- und Schraubenversetzungen unterschieden werden können.

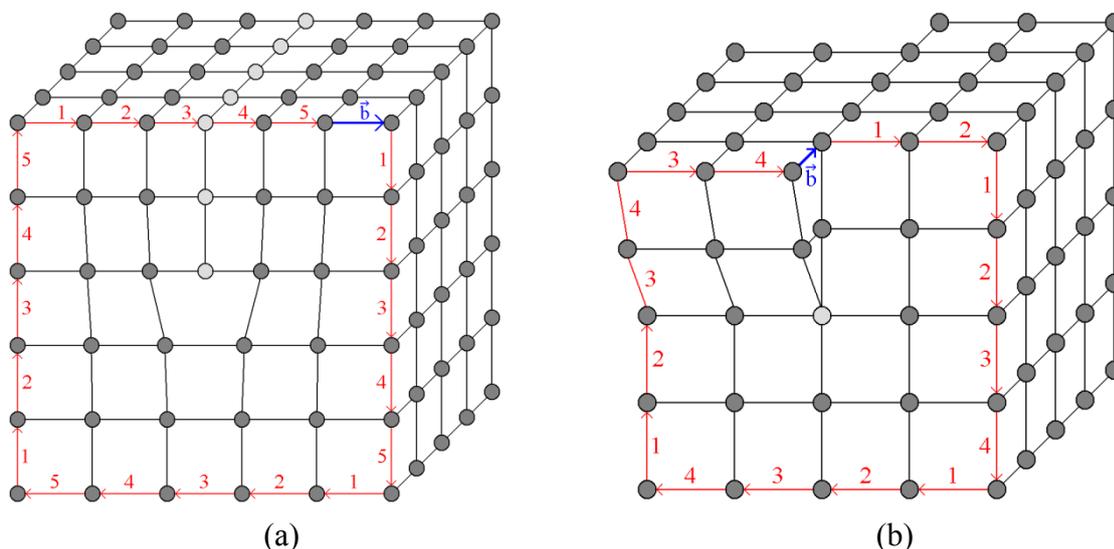


Abbildung 2.2.2: (a) Stufen- und (b) Schraubenversetzung mit Burgersumlauf (schematisch).

Eine Stufenversetzung ist dabei als eingeschobene Halbebene in den ansonsten ungestörten Kristall vorstellbar (Abb. 2.2.2). Der Elementarschritt der Bewegung einer Versetzung ist durch den Burgersvektor gekennzeichnet, der durch den sogenannten Burgersumlauf bestimmt werden kann (siehe Abb. 2.2.2). Bei einer Stufenversetzung liegen Burgersvektor und Linienrichtung senkrecht zueinander, bei einer Schraubenversetzung parallel. Die Bewegung von Versetzungen findet senkrecht zur Linienrichtung statt. Wenn eine Stufenversetzung den Kristall verlässt, entsteht somit an dem Ort, an dem die Versetzungslinie parallel zur Oberfläche austritt, eine Stufe von der Höhe des Betrages des Burgersvektors (in Abb. 2.2.2a je nach Bewegungsrichtung an einer der Seitenflächen). Bei der Bewegung einer Schraubenversetzung entsteht eine solche Stufe an der Fläche, an der die Versetzungslinie senkrecht zur Oberfläche austritt (siehe Abb. 2.2.2b) [Haasen94].

Versetzungen bewegen sich auf Gleitsystemen, die aus einer Gleitebene und einer Gleitrichtung bestehen. Dabei liegen sowohl die Linienrichtung als auch der Burgersvektor der Versetzung in der Gleitebene, ebenso wie die Gleitrichtung, die zusätzlich senkrecht auf der

Linienrichtung steht. Unter Berücksichtigung der Lage von Burgersvektor und Linienrichtung zueinander folgt daraus, dass Stufenversetzungen nur auf einer Gleitebene bewegt werden können, während Schraubenversetzungen die Gleitebene wechseln können (Quergleitung). Prinzipiell können sich Stufenversetzungen durch Einbau von Leerstellen in der Versetzungslinie auch senkrecht zum Burgersvektor bewegen, jedoch spielt dieser nicht-konservative Prozess des Versetzungskletterns nur bei hohen Temperaturen oder Kriechprozessen eine Rolle [Haasen94].

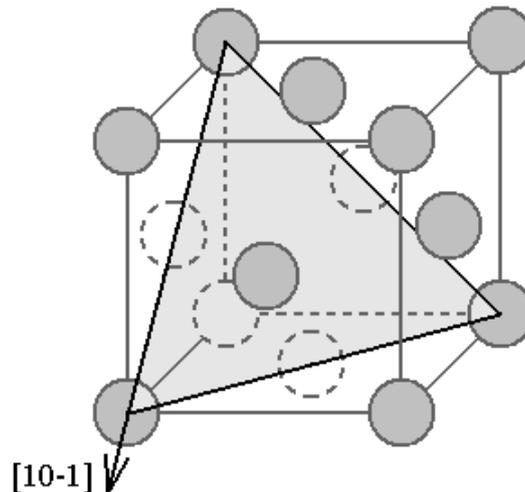


Abbildung 2.2.3: (111)[10-1] Gleitsystem in kfz Struktur.

Die Bewegung einer Versetzung in einem Gleitsystem ist natürlich umso leichter möglich, je kürzer der Elementarschritt ist, weshalb die (Haupt-)Gleitsysteme in den jeweiligen Kristallgittern häufig durch die dichtest belegten Ebenen und Richtungen gebildet werden. Im kfz Gitter ergeben daher die Ebenen vom Typ  $\{111\}$  die Gleitebenen und die Richtungen vom Typ  $\langle 110 \rangle$  die Gleitrichtungen (Abb. 2.2.3). Im kubischen Gitter existieren vier nicht äquivalente  $\{111\}$ -Ebenen, die jeweils drei nicht äquivalente  $\langle 110 \rangle$ -Richtungen beinhalten. Diese Kombinationen bilden die 12 nicht äquivalenten Gleitsysteme vom Typ  $\{111\}\langle 110 \rangle$  in der kfz Struktur.

Welches Gleitsystem in einem Kristallit im Regelfall zuerst aktiviert wird hängt von dessen Orientierung ab. Aus der daraus resultierenden Lage der möglichen Gleitebenen und -richtungen relativ zur Lastachse lässt sich der Schmidfaktor  $m$  nach

$$m = \cos\varphi \cdot \cos\omega \quad (2.7)$$

berechnen, mit den Winkeln zwischen Lastachse und Gleitebenennormale  $\varphi$  und zwischen Lastachse und Gleitrichtung  $\omega$ . Der Schmidfaktor vermittelt zwischen der von außen an der Probe anliegenden Spannung  $\sigma$  und der im Gleitsystem auftretenden Schubspannung  $\tau$  und kann maximal einen Wert von 0,5 annehmen. Je höher der Schmidfaktor eines Gleitsystems ist, desto wahrscheinlicher ist seine Aktivierung. Das Gleitsystem mit dem höchsten Schmidfaktor wird dabei primäres Gleitsystem genannt, das mit dem zweithöchsten sekundäres usw. Eine genaue Voraussage, in welcher Reihenfolge die Gleitsysteme aktiviert werden, ist nur im Fall einer einachsigen Belastung möglich, die jedoch in den Kristalliten eines Polykristalls praktisch nie realisiert ist.

### 2.2.3. Ferrit – Elastische Verformung

Für den Ferrit gelten analog die bereits unter 2.2.1. ausgeführten allgemeinen Betrachtungen zur elastischen Verformung. Ferrit liegt jedoch in der krz Struktur vor, die kubische Elementarzelle besitzt an den Ecken und im Zentrum je ein Atom (Abb. 2.2.4).

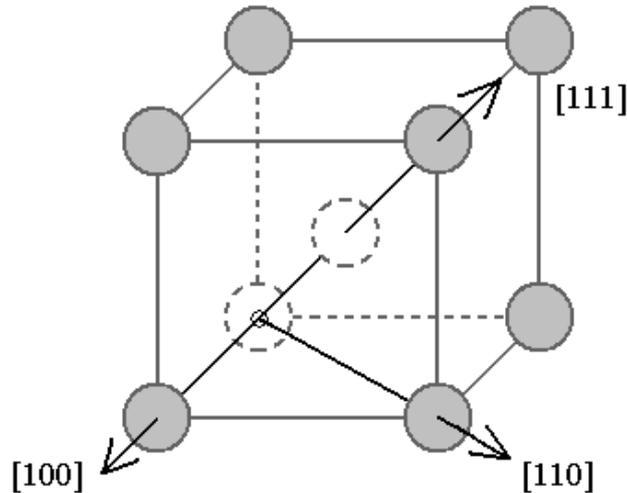


Abbildung 2.2.4: Kubisch raumzentrierte Elementarzelle des Ferrits.

Für krz Eisen werden in der Literatur die folgenden Werte für die drei unabhängigen elastischen Konstanten angegeben [Grimwall99]:

$$C_{11} = 230 \text{ GPa}, C_{12} = 135 \text{ GPa}, C_{44} = 117 \text{ GPa}.$$

Damit ergibt sich im Vergleich zum Austenit ( $A = 3,26$ ) ein deutlich geringerer Anisotropiefaktor von  $A_{\text{krz Eisen}} = 2,46$ .

### 2.2.4. Ferrit – Plastische Verformung

Durch die krz Kristallstruktur sind die Gleitsysteme im Ferrit andere als im Austenit.

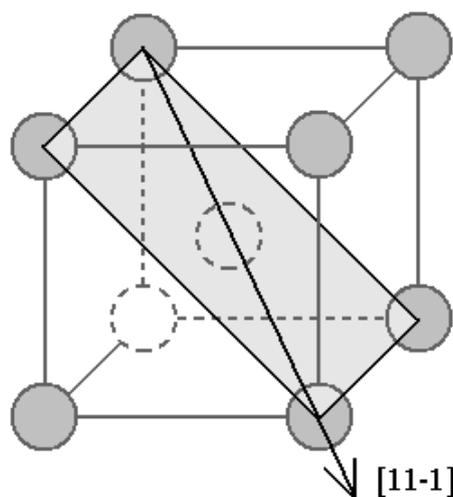


Abb. 2.2.5: (011)[11-1] Gleitsystem in krz Struktur.

Die dichtest belegten Ebenen sind hier die sechs nicht äquivalenten Ebenen vom Typ  $\{110\}$ , die kombiniert mit pro Ebene zwei nicht äquivalenten dichtest belegten Richtungen vom Typ

$\langle 111 \rangle$  die 12 nicht äquivalenten Gleitsysteme vom Typ  $\{110\}\langle 111 \rangle$  im Ferrit ergeben (Abb. 2.2.5). Neben diesen Hauptgleitsystemen werden allerdings auch Gleitsysteme vom Typ  $\{112\}\langle 111 \rangle$  betätigt, wobei hier bei der Bewegung von Schraubenversetzungen die Besonderheit auftritt, dass sich diese unter Zugbelastung entlang von  $\{110\}$  Ebenen und unter Druckbelastung entlang von  $\{112\}$  Ebenen bewegen [Mughrabi76].

Bei gleicher Anzahl nicht äquivalenter Gleitsysteme weisen kfz Materialien gegenüber krz Materialien im Allgemeinen eine höhere Duktilität auf, was unter Nichtberücksichtigung solcher Faktoren wie der Bindungsenergie und den spezifischen Eigenschaften der Versetzungen mit der dichteren Packung der kfz Struktur begründet werden kann (Packungsdichte kfz 74%, krz 68%) [Gottstein01, Krupp07a].

Die kritische Schubspannung, die zur Bewegung einer Versetzung in ihrem Gleitsystem aufgebracht werden muss, ist im Ferrit höher als im Austenit. Aus [Krupp04] geht hervor, dass die zyklische Streckgrenze für den Ferrit etwa 50% größer ist als für den Austenit. Im Duplexstahl äußert sich das dahingehend, dass bei geringen plastischen Dehnungsamplituden die austenitischen Körner eine hohe Dichte an Gleitspuren aufweisen, während die ferritischen Körner eine praktisch unverformte Oberfläche zeigen (Abb. 2.2.6).

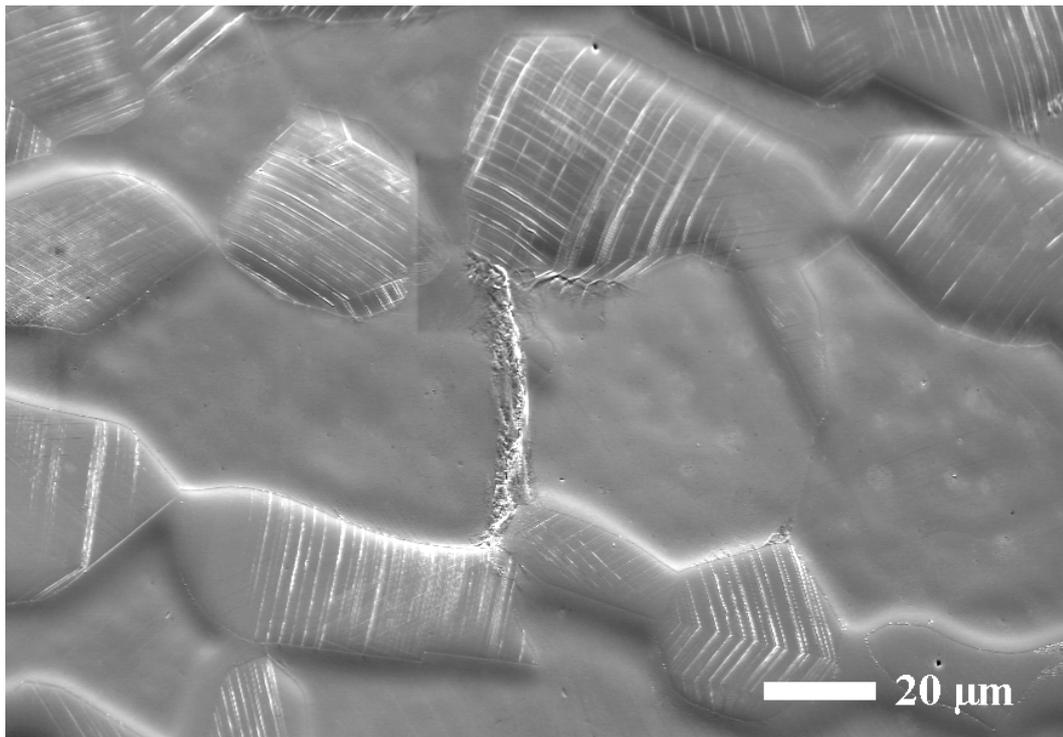


Abbildung 2.2.6: Gleitspuren in austenitischen Körnern des Duplexstahls ( $\epsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$ ).

### 2.3. Ermüdung / Zyklische Verformung metallischer Werkstoffe

Das vielleicht charakteristischste Merkmal der zyklischen Verformung bzw. Ermüdung von Metallen ist, dass dabei durch die Akkumulation plastischer Verformung Proben bereits bei einer Belastungsamplitude versagen können, die unter der klassischen 0,2%-Dehngrenze liegt. Im Folgenden sollen die verschiedenen Stadien der Ermüdung erläutert werden, die aufeinanderfolgend zum Versagen einer Probe führen.

#### 2.3.1. Versetzungsstrukturen bei Ermüdung

Unabhängig von der Entstehung eines Risses wird die Mikrostruktur eines Materials bei Ermüdung dahingehend verändert, dass sich eine charakteristische Versetzungsanordnung einstellt. Versuche an kfz Kupfereinkristallen zeigen, dass sich bei geringer plastischer Dehnungsamplitude zunächst sogenannte „veins“ bilden, die im Deutschen vielleicht am besten als (Versetzung-)Bündelstruktur bezeichnet werden können. Ab einer material-spezifischen, temperaturabhängigen Grenzamplitude bilden sich erste persistente Gleitbänder (engl. Persistent Slipbands, PSBs), deren Name daher rührt, dass ihre Spuren an der Oberfläche (siehe Abb. 2.2.6 und Abb. 2.3.2) sich nach Abpolieren bei weiterer Ermüdung stets an der gleichen Stelle wieder neu bilden. Mit steigender Amplitude nimmt die Dichte an PSBs zu, bevor bei Einsetzen von Mehrfachgleitung die Umwandlung in eine Labyrinthstruktur stattfinden kann. Mit Überschreiten einer weiteren Grenzamplitude bilden die Versetzungen schließlich eine Zellstruktur aus.

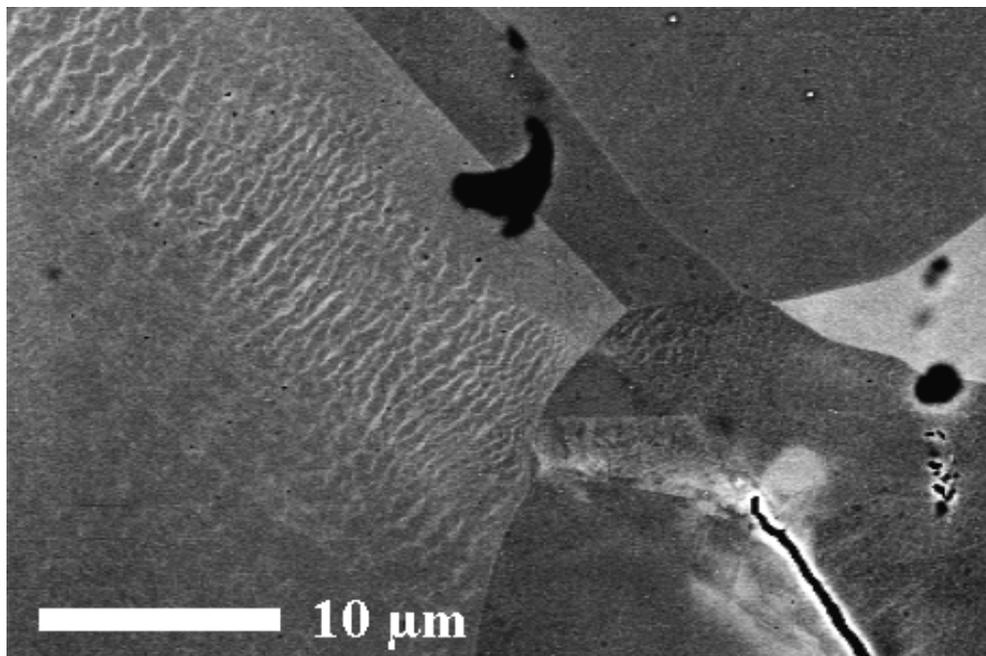


Abbildung 2.3.1: REM-Aufnahme von Versetzungen im Austenitstahl im ECCI-Kontrast, rechts unten ein Riss ( $\epsilon_{pa} = 2 \times 10^{-3}$ ).

Neben der Untersuchung mit dem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) können Versetzungsanordnungen auch im REM im Rückstreuungskontrast (BSE-Kontrast) sichtbar gemacht werden (genauer im Electron Channeling Contrast Imaging, ECCI, siehe Abschnitt

4.4.1). Exemplarisch zeigt Abbildung 2.3.1 eine Versetzungsstruktur im Austenitstahl.

Die sich durch eine zyklische Beanspruchung einstellende Versetzungsstruktur hängt vom Gleitcharakter des Materials (wellig oder planar) ab, welcher mit der Stapelfehlerenergie und damit verbunden den Gleiteigenschaften der Schraubenversetzungen sowie mit dem Vorhandensein einer Nahordnung verknüpft ist. Dabei wird die weiter oben beschriebene Abfolge von Versetzungsanordnungen mit steigender Dehnungsamplitude auch in austenitischem Stahl [Mayama08] sowie ferritischem Stahl [Petrenec06] beobachtet.

Da in der vorliegenden Arbeit die Ausbreitung kurzer Risse untersucht wurde, ist das Einstellen einer charakteristischen Versetzungsanordnung für diese Arbeit kaum relevant. Dementsprechend wurde diese Thematik hier nur kurz umrissen, für weiterführende Lektüre empfehlen sich z. B. [Suresh04] und [Christ91].

### 2.3.2. Klassifizierung von Ermüdungsrissen

Für ein besseres Verständnis der folgenden Abschnitte über die Rissinitiierung und das Risswachstum, wird in diesem Abschnitt zunächst eine Übersicht über die verschiedenen Arten von Ermüdungsrissen gegeben.

Terminologisch werden Ermüdungsrisse nach ihrer Länge unterschieden. Mit steigender Länge wird ein Riss dabei zunächst als mikrostrukturell kurzer Riss (MiKR), dann als mechanisch kurzer Riss (MeKR), als physikalisch kurzer Riss (PKR) und schließlich als langer Riss bezeichnet [Krupp07a], letzteres in der Regel ab einer Risslänge von etwa 1 mm. Es existieren verschiedene Kriterien, um die einzelnen Bereiche gegeneinander abzugrenzen:

- Mechanismus der Rissausbreitung
- Verhältnis der Ausdehnung der plastischen Zone zur Risslänge
- Ausprägung von Risschließeffekten
- Ausprägung des Einflusses der Mikrostruktur auf das Risswachstum
- Anwendbarkeit der Konzepte der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM).

Bezüglich des letzten Kriteriums können die Risse zunächst in zwei Gruppen geteilt werden, da die Konzepte der LEBM nur auf PKR sowie auf lange Risse angewendet werden können. Bedingung hierfür ist, dass die Ausdehnung der plastischen Zone vor der Risspitze klein gegenüber der Risslänge ist. Solche Risse spielen für die Untersuchungen in der vorliegenden Arbeit keine Rolle. Im Folgenden wird sich daher auf die Unterscheidung zwischen MiKR und MeKR konzentriert.

Von besonderem Interesse für die vorliegende Arbeit sind dabei der Mechanismus der Rissausbreitung sowie der Einfluss der Mikrostruktur auf das Risswachstum. Letzterer nimmt mit steigender Risslänge ab, weshalb MiKR in vielen Veröffentlichungen schlicht als Risse definiert werden, deren Wachstum stark dem Einfluss der Mikrostruktur unterliegt. Dabei wird meist eine kritische Risslänge in der Größenordnung der die Mikrostruktur dominierenden Länge – in einem einphasigen Material der mittlere Korndurchmesser – angegeben. Nach Miller [Miller87] ist ein Riss dann nicht mehr mikrostrukturell kurz, wenn er mehr als ein Korn überstreicht, oft wird in der Literatur aber auch von mehreren Korndurchmessern gesprochen [Krupp07a, Blochwitz00]. Aufgrund der uneinheitlichen Aussagen ist die Unter-

scheidung zwischen MiKR und MeKR anhand der Risslänge nicht eindeutig.

Eine andere Möglichkeit der Unterscheidung bietet der Rissausbreitungsmechanismus. Nach Suresh [Suresh04] kann die Rissausbreitung grob in Stadium I und II unterschieden werden. Stadium I bezeichnet dabei die schubspannungskontrollierte Rissausbreitung entlang von kristallografischen Gleitebenen und Stadium II die normalspannungskontrollierte Rissausbreitung senkrecht zur Lastachse. Eine differenziertere Betrachtung findet man in [Krupp07a]: Hier wird das Stadium I in Stadium Ia, Rissausbreitung auf einer Gleitebene durch Einfachgleiten, und Stadium Ib, Rissausbreitung auf zwei Gleitebenen durch Doppelgleiten – also alternierende Betätigung zweier Gleitsysteme – unterschieden. Dabei wird den MiKR im Wesentlichen das Stadium Ia und den MeKR das Stadium Ib zugeordnet. Allerdings zeigen die Untersuchungen von Düber et al. [Düber06], dass der Rissausbreitungsmechanismus vom Material abhängen kann und damit nicht generell zur eindeutigen Unterscheidung der verschiedenen Arten kurzer Risse geeignet ist.

Für eine eindeutige Unterscheidung muss demnach ein anderes Kriterium herangezogen werden. Hier bietet es sich an, die Ausführungen von Blochwitz [Blochwitz01] zu berücksichtigen, nach denen sich MiKR und MeKR durch ihre unterschiedliche Abhängigkeit der Wachstumsrate von der Risslänge unterscheiden lassen. Demnach zeigen MiKR eine von der Risslänge unabhängige Wachstumsrate, während die Wachstumsrate der MeKR proportional zur Risslänge ist. Es gibt in der Literatur Hinweise darauf, dass sich dieses Kriterium mit dem Kriterium der Risslänge zu einer stimmigen Aussage vereinen lässt. Obtrlík et al. [Obtrlík97] konnten an 316L Stahl die für MiKR und MeKR verschiedene Abhängigkeit zwischen Wachstumsrate und Risslänge zeigen und für eine plastische Dehnungsamplitude von  $\epsilon_{pa} = 5 \times 10^{-4}$  mit einer Übergangsrisslänge von 110  $\mu\text{m}$  und damit dem 1,1-fachen des mittleren Korndurchmessers korrelieren. Blochwitz et al. [Blochwitz08] konnten für das gleiche Material bei identischer plastischer Dehnungsamplitude die Übergangsrisslänge zu 45-65  $\mu\text{m}$  und damit dem 1,1- bis 1,6-fachen des mittleren Korndurchmessers ihrer Proben abschätzen. Allerdings merken die Autoren an, dass die Anzahl der Datenpunkte zu gering war, um eine genaue Aussage treffen zu können. Es ist Ziel der vorliegenden Arbeit, diesen Ansatz weiter zu verfolgen und die Übergangsrisslänge zwischen MiKR und MeKR im Austenitstahl möglichst genau zu bestimmen sowie die Übertragbarkeit der dabei gewonnenen Ergebnisse auf den Duplexstahl zu prüfen (siehe Abschnitt 4.1.).

### 2.3.3. Rissinitiierung

In den untersuchten polykristallinen Stählen findet die Rissinitiierung im Wesentlichen an Korngrenzen (im Duplexstahl auch Phasengrenzen) statt. Im Austenit können spezielle Korngrenzen aufreißen, weil die benachbarten Körner elastisch inkompatibel sind und in der Korngrenze dadurch erhöhte Spannungen auftreten. Zum anderen können benachbarte Körner eine plastische Inkompatibilität aufweisen und durch ihre bei plastischer Verformung auftretende Rotation die Korngrenze öffnen. Daneben können Risse auch entstehen, wenn ein persistentes Gleitband auf eine Korngrenze trifft und es dabei zu einem Versetzungsaufstau kommt [Essmann81].

Ohne die Einwirkung einer Korn- oder Phasengrenze kann es z. B. am Austrittsort persistenter Gleitbänder an der Oberfläche zur Rissinitiierung kommen, wenn aufgrund der Oxidation abgeglittener Oberfläche die Reversibilität der Gleitung (im Sinne des im Druckhalbzyklus erfolgenden Wiederverschweißens von im Zughalbzyklus abgeglittener Oberfläche) stark vermindert wird. Im Folgenden werden für die untersuchten Materialien die wesentlichen, bei Ermüdung auftretenden Rissinitiierungsmechanismen zusammengefasst.

#### 2.3.3.1. Austenitstahl

Im Austenitstahl findet bei einer plastischen Dehnungsamplitude von  $\varepsilon_{pa} = 5 \times 10^{-4}$  die Rissinitiierung zu etwa 55% an Zwillingsgrenzen, zu 40% an anderen Korngrenzen und zu 5% transkristallin an Gleitbändern oder niedrig indizierten Ebenen statt [Mikulich06]. Die Dominanz der Zwillingsgrenzen ist dadurch begründet, dass die Korngrenze bei kohärenten  $\Sigma$ -Grenzen mit einer Gleitebene zusammenfällt, die bei einer bestimmten Ausrichtung durch die elastische Anisotropie der beteiligten Körner eine Zusatzspannung in oberflächennahen Bereichen erfahren kann [Heinz90, Blochwitz03a]. Besonders bei geringen äußeren Spannungen unterhalb der klassischen 0,2%-Dehngrenze kann dadurch die Schubspannung in der Zwillingsgrenze den kritischen Wert überschreiten und zu (stark lokalisierter) plastischer Verformung und damit zum Riss führen. Bei großen äußeren Spannungen bedarf es zum Auftreten plastischer Verformung keiner Zusatzspannung, wodurch praktisch alle Körner plastizieren und mehr Risse an nicht speziellen Korngrenzen infolge der plastischen Inkompatibilität der angrenzenden Körner initiiert werden. Aus diesem Grund sollte die relative Häufigkeit der Zwillingsgrenzenrisse mit steigender Dehnungsamplitude sinken. Dieser Effekt wurde im Rahmen der vorliegenden Arbeit untersucht (siehe Abschnitt 4.2.1). Dass es sich bei der Rissinitiierung an Zwillingsgrenzen tatsächlich um einen reinen Oberflächeneffekt handelt, konnte bereits durch Blochwitz und Tirschler experimentell gezeigt werden, indem sie nachwiesen, dass die Risse schon nach wenigen  $\mu\text{m}$  Wachstum in die Tiefe die Zwillingsgrenzen verlassen und sich transkristallin ausbreiten [Blochwitz03a].

Der hohe Anteil an nicht speziellen Korngrenzen als Rissinitiierungsort gegenüber Gleitbändern wird damit begründet, dass bei Korngrenzen die primären aktiven Gleitsysteme der benachbarten Körner bei entsprechender Orientierung unter Zugbelastung eine öffnende Kraft auf die Korngrenze ausüben können [Blochwitz97].

#### 2.3.3.2. Duplexstahl

Nach Krupp et al. [Krupp07b] und Christ et al. [Christ09] findet im HCF-Bereich (hier  $\Delta\sigma/2 = 350\text{-}400$  MPa, entspricht etwa  $\varepsilon_{pa} = 1,5\text{-}2 \times 10^{-4}$ ) im Duplexstahl die Rissinitiierung hauptsächlich an oder in der Nähe von Korn- und Phasengrenzen statt.

Allerdings wird der in [Christ09] gezeigte Mechanismus von Künkler et al. [Künkler06] als transkristallin beschrieben, da es sich um das Aufreißen eines Gleitbandes im Ferrit handelt, das durch das Einwirken eines Gleitbandes im Austenit über die Phasengrenze hinweg entstanden ist. Ein Beispiel hierfür zeigt Abbildung 2.3.2.

Dass Gleitbänder in der ferritischen Phase stark zum Aufreißen neigen, begründen Polák und

Zezulka [Polák05] mit der starken Gleitlokalisierung im Ferrit. Für einen weiten Bereich plastischer Dehnungsamplituden von  $\varepsilon_{pa} = 2 \times 10^{-5}$  bis  $\varepsilon_{pa} = 5 \times 10^{-3}$  sehen sie daher diesen Mechanismus als Hauptursache der Rissentstehung an. Des Weiteren beobachteten sie, dass die zum Bruch führenden Risse häufig durch eine Spannungsüberhöhung in der Umgebung nichtmetallischer Einschlüsse initiiert wurden.

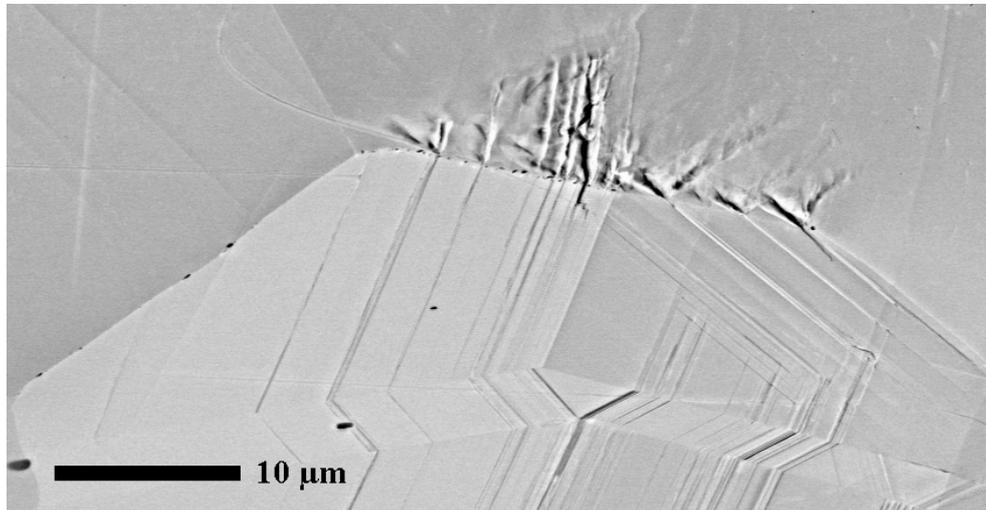


Abbildung 2.3.2: Rissinitiierung im Ferrit durch phasengrenzenübergreifendes Einwirken von Gleitbändern in Austenit.

In versprödetem Duplexstahl entstehen nach Sahu et al. [Sahu12] bei einer Spannungsamplitude von  $\Delta\sigma/2 = 400$  MPa Risse fast ausschließlich an Gleitbändern in der austenitischen Phase, bei höheren Spannungsamplituden ( $\Delta\sigma/2 = 500$  MPa) spielen zusätzlich Zwillingsgrenzen im Austenit eine Rolle.

In der Literatur wurde keine quantitative Aussage zu einer Häufigkeitsverteilung der Rissinitiierungsorte im Duplexstahl gefunden, eine solche zu erstellen ist Ziel dieser Arbeit (siehe Abschnitt 4.2.2.).

#### 2.3.4. Rissausbreitung

In den untersuchten Materialien findet im Anschluss an die Initiierung eines Risses an einer Korn- oder Phasengrenze die weitere Rissausbreitung in der Regel nicht entlang der Grenzen (interkristallines Wachstum) statt. Stattdessen zweigen die Risse von den Grenzen ab und wachsen transkristallin weiter. Transkristallines Risswachstum kann über verschiedene Mechanismen erfolgen, die in den folgenden Abschnitten näher erläutert werden. Eine sehr umfassende Abhandlung zum Thema Rissinitiierung und -ausbreitung in metallischen Materialien findet man in [Krupp07a].

##### 2.3.4.1. Einfachgleiten

Wesentliches Merkmal der Rissausbreitung durch Einfachgleiten ist, dass der Risspfad einer kristallografischen Gleitebene folgt. Da es sich um einen Gleitprozess handelt, ist diese Art des Risswachstums auf das Rissystem bezogen schubspannungskontrolliert, im Gegensatz

zum normalspannungskontrollierten Langrisswachstum. Die Schubspannung auf einer Gleit-ebene ist maximal, wenn sie eine Neigung von  $45^\circ$  zur Lastachse hat. Daher findet man in der Regel bei durch Einfachgleiten wachsenden Rissen entsprechend geneigte Risspfade vor.

Das gängige Modell zum Mechanismus des Einfachgleitens wurde von Wilkinson et al. [Wilkinson97] entwickelt. Grundlage bildet die Spannungsverteilung vor der Rissspitze eines um  $45^\circ$  zur Lastachse geneigten Risses. Durch den Neigungswinkel erfährt der Riss eine Beanspruchung, die in eine Belastung senkrecht zum Risspfad (Modus I Beanspruchung) und eine Belastung parallel zum Risspfad (Modus II Beanspruchung) unterteilt werden kann. Erstere sorgt für ein Öffnen bzw. Schließen des Risses, zweitere für eine Scherung der Rissufer in der Probenoberfläche. Bezüglich der Schubspannung auf Ebenen parallel zur Rissebene verursacht die scherende Belastung ein zur Rissmittelebene symmetrisches Spannungsfeld vor der Rissspitze und die öffnende ein asymmetrisches (siehe auch Abb. 4.3.15). Deren Überlagerung ergibt eine asymmetrische Spannungsverteilung, die nach Wilkinson et al. [Wilkinson97] unter Zugbelastung die Aktivierung von Versetzungsquellen auf einer Gleit-ebene unterhalb der Rissmittelebene und in der folgenden Entlastungsphase oberhalb der Rissmittelebene bevorzugt. Unter wechselnder Belastung und Entlastung generieren die Versetzungsquellen Versetzungsringe, die auf der dem Riss abgewandten Seite interstitielle Dipole und auf der dem Riss zugewandten Seite Leerstellendipole bilden. Durch die Absorption dieser Leerstellendipole schreitet der Riss fort (siehe Abb. 2.3.3). Dabei ist hier bewusst von Entlastung die Rede und nicht von Belastung in Druck. Denn unter Druck kehren sich die Vorzeichen beider Spannungsverteilungen (Öffnung und Scherung) um, wodurch sich das Schubspannungsmaximum ebenso unterhalb der Rissmittelebene befindet.

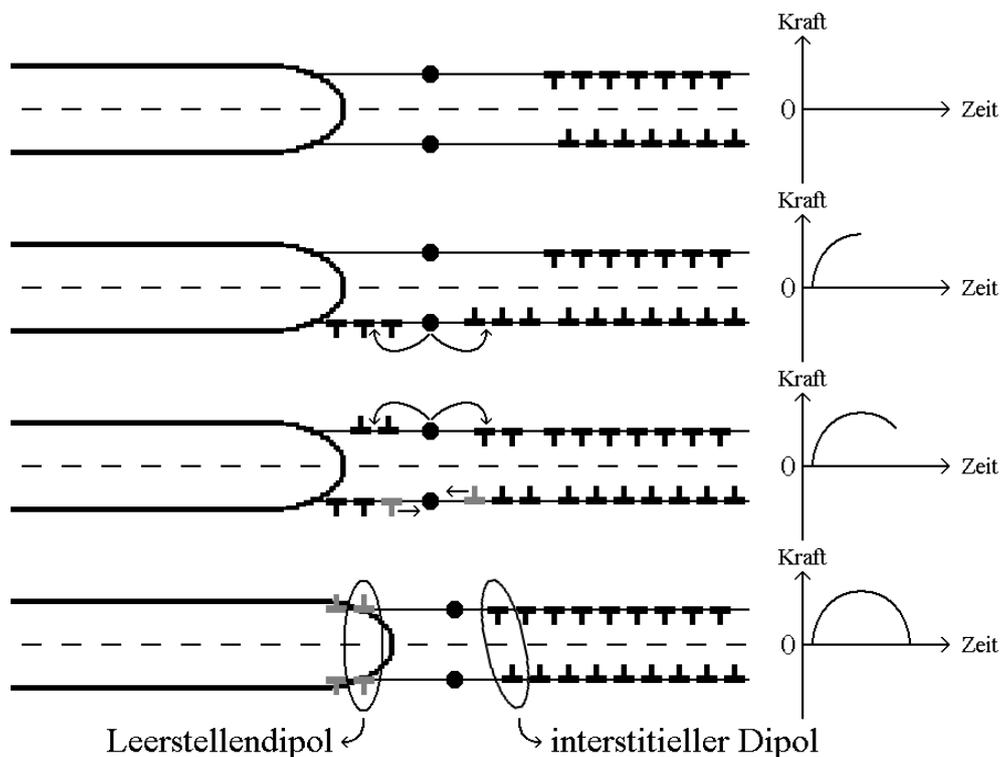


Abb. 2.3.3: Risswachstum durch Einfachgleiten (schematisch, nach [Wilkinson97]).

Risswachstum durch Einfachgleiten wird auch als Stadium I Risswachstum bezeichnet und den MiKR zugeordnet [Krupp07a]. Im Austenit findet es jedoch in der Regel nur in einem sehr frühen Stadium des Risswachstums statt, welches auch noch der Rissinitiierung zugeordnet werden kann. Im Ferrit wird dagegen nach Düber et al. [Düber06] für kurze Risse generell ein Wachstum durch Einfachgleiten beobachtet. Es ist Ziel der vorliegenden Arbeit, die Hypothese des Einfachgleitens im Ferrit durch in situ Messungen der Rissöffnung und Rissverschiebung sowie hochauflösende REM-Untersuchungen der Rissflanken zu prüfen (siehe Abschnitte 3.4.2. - 3.4.3. und 4.2.2).

#### 2.3.4.2. Doppelgleiten

Doppelgleiten wurde als Ausbreitungsmechanismus kurzer Risse in der austenitischen Phase des in dieser Arbeit untersuchten Duplexstahls von Düber et al. [Düber06, Düber07] vorgeschlagen. Die Terminologie zeigt bereits den wesentlichen Unterschied zwischen Doppel- und Einfachgleiten an, dass nicht nur ein Gleitsystem aktiv ist, sondern zwei alternierende. Entsprechend folgt der Risspfad nicht einer einzigen Gleitebene, sondern setzt sich aus vielen kleinen Abschnitten zusammen, von denen jeder einer bestimmten Gleitebene folgt. Daraus ergibt sich das für Doppelgleiten charakteristische Zickzackmuster des Risspfades. Bei geringer Länge der einzelnen Abschnitte und niedriger Betrachtungsauflösung kann der Eindruck entstehen, dass der Risspfad einer kristallografisch ausgezeichneten Ebene folgt. Im kfz Gitter des Austenits gibt es diesbezüglich die Konstellationen, dass zwei Gleitsysteme symmetrisch vor einer  $\{100\}$ -Ebene bzw. vor einer  $\{110\}$ -Ebene angeordnet sind. Weisen beide Gleitsysteme einen ähnlichen Schmidfaktor auf und werden damit zu etwa gleichen Anteilen betätigt, ist die Länge der damit verbundenen einzelnen Abschnitte des Risspfades ebenso gleich und der Risspfad liegt über alle Abschnitte gemittelt parallel zu der entsprechenden niedrig indizierten Ebene.

Doppelgleiten wird auch als Stadium Ib Risswachstum bezeichnet und den MiKR sowie den MeKR zugeordnet [Krupp07a]. Zumindest für den austenitisch-ferritischen Duplexstahl besteht hier allerdings weniger eine Abhängigkeit von der Risslänge als vielmehr von der Phase. Während im Ferrit fast ausschließlich Einfachgleiten auftritt, findet das Wachstum kurzer Risse in Austenit im Wesentlichen durch Doppelgleiten statt [Düber06]. Es ist Ziel der vorliegenden Arbeit, diese Hypothese durch in situ Messungen der Rissöffnung und -verschiebung zu prüfen (siehe Abschnitte 3.4.2. - 3.4.3. und 4.2.1.). Hochauflösende REM-Untersuchungen der Rissflanken sollen dabei zusätzlich Hinweise auf die Anzahl der beteiligten Gleitsysteme geben und so zur Begriffsbildung (Doppel-, Mehrfachgleiten) beitragen.

#### 2.3.4.3. Plastisches Abstumpfen und Wiederschärfen der Risspitze (Plastic Blunting – Resharpening)

Der als Plastic Blunting – Resharpening (PBR) bezeichnete Rissausbreitungsmechanismus unterscheidet sich vom Doppelgleiten dadurch, dass die beteiligten Gleitsysteme nicht alternierend, sondern gleichzeitig aktiviert werden.

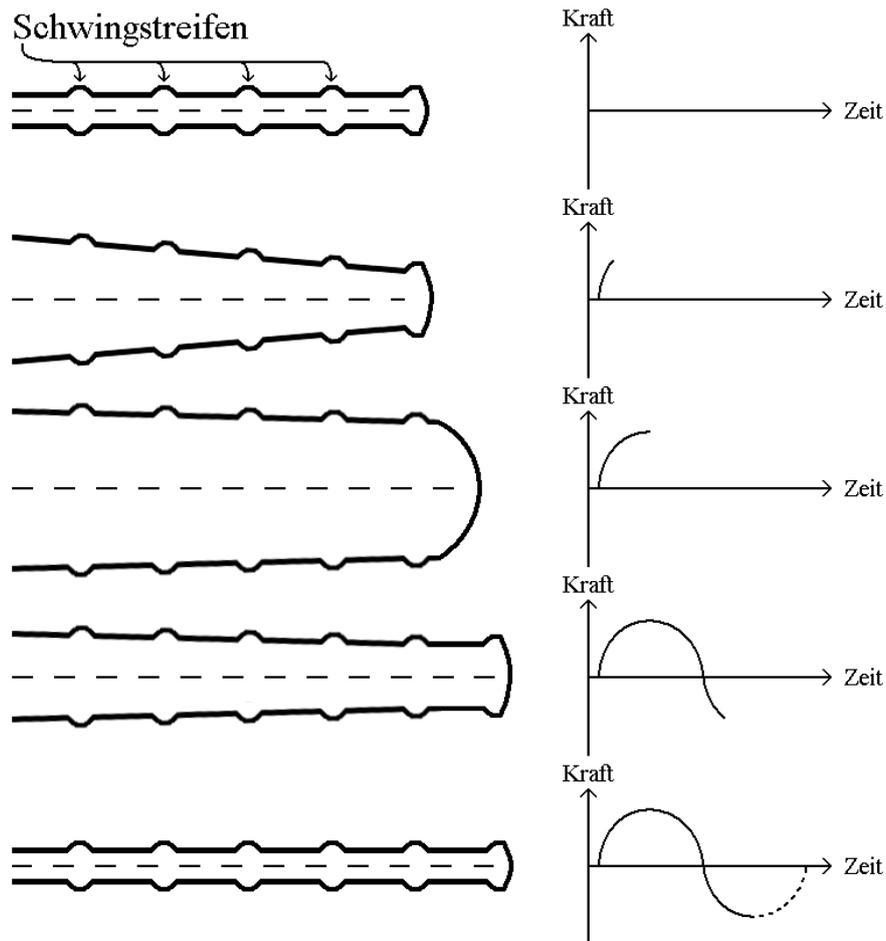


Abbildung 2.3.4: Risswachstum durch Plastic Blunting – Resharpening (schematisch, nach [Laird62]).

Dadurch schreitet der Riss nicht abschnittsweise auf einzelnen Gleitebenen fort, sondern wird unter Zug von den simultan aktivierten Gleitsystemen aufgezogen, wobei die Risspitze abstumpft (Blunting = Abstumpfen) und neue freie Oberfläche entsteht. Unter der folgenden Druckbelastung wird die abgestumpfte Risspitze zusammengedrückt und die entstandene freie Oberfläche gezwungen, sich in Richtung der Rissebene anzuordnen. Dadurch wird die Risspitze wieder geschärft (Resharpening = Wiederschärfen) und der Riss schreitet unter Bildung der typischen Schwingstreifen fort (siehe Abb. 2.3.4).

PBR wird auch als Stadium II Risswachstum bezeichnet und den langen Rissen zugeordnet. Allerdings legt die Symmetrie zwischen den Gleitsystemen und niedrig indizierten Ebenen im kfz Gitter (siehe vorheriger Abschnitt) die Vermutung nahe, dass im Austenit auch kurze Risse durch diesen Mechanismus wachsen können (siehe [Blochwitz03b]). Die Prüfung dieser These ist Ziel der vorliegenden Arbeit.

#### 2.3.4.4. Neumann-Modell

Das Rissausbreitungsmodell von Neumann [Neumann83] nimmt eine Sonderstellung ein, da es sich sowohl auf kurze Risse (im Sinne der Rissausbreitung Stadium Ib) als auch auf lange Risse (Stadium II) bezieht.

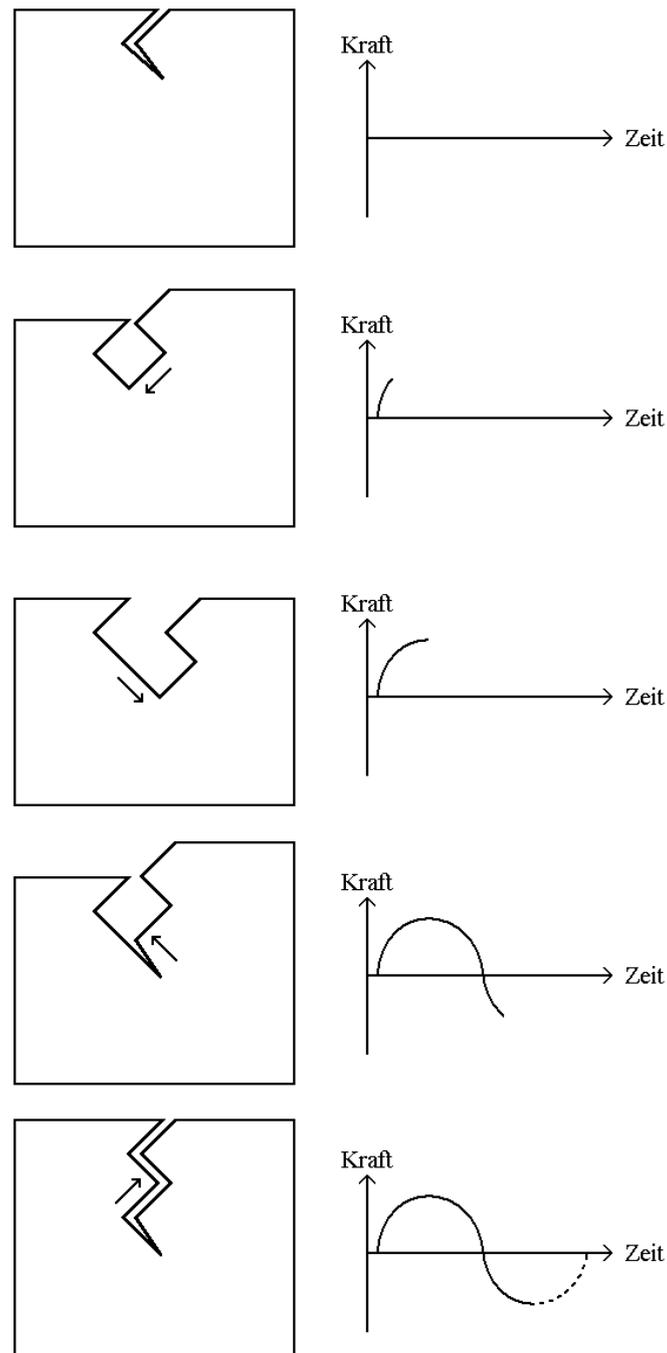


Abbildung 2.3.5: Rissausbreitungsmodell nach [Neumann83] (schematisch).

Letztlich kann die Rissausbreitung nach Neumann auch als Doppelgleiten bezeichnet werden, da das Modell auf grobem Abgleiten der Rissspitze auf verschiedenen Gleitsystemen beruht, die aufgrund der Verfestigung des jeweils aktiven Systems alternierend betätigt werden.

Nach [Neumann83] findet in einem Zughalbzyklus Abgleitung auf (mindestens) zwei Gleitebenen statt, initiiert durch die Spannungskonzentration vor der Rissspitze. Da diese Abgleitung im Druckhalbzyklus nicht wieder rückgängig gemacht werden kann, weil dafür eine Korrelation der Gleitung auf sich schneidenden Gleitebenen bis hinunter zu einzelnen Versetzungen notwendig wäre und eine solche Korrelation bei voneinander unabhängigen Gleitsystemen nicht existiert, schreitet der Riss fort [Neumann83]. Zusätzlich kann der Effekt auftreten, dass die Rissflanken im Druckhalbzyklus vor Erreichen des Maximaldrucks in Kon-

takt geraten (Riss-schließeffekt). Dadurch sind die Umgebungsbedingungen für die Abgleitung im Druck andere als im Zug, was ein direktes Umkehren der im Zug erfolgten Abgleitung in der Druckphase sehr unwahrscheinlich macht. Ergänzend sollte hier erwähnt werden, dass bei Verformung in einer sauerstoffreichen Atmosphäre immer ein gewisser Grad der Gleitirreversibilität durch die Absorption von Sauerstoff gegeben ist.

Wie die schematische Darstellung des Modells für den einfachsten Fall der Abgleitung auf zwei Gleitsystemen pro Zughalbzyklus in Abbildung 2.3.5 zeigt, wird bezüglich der Topographie der Rissflanken eine Art Treppenstufenmuster erwartet. Die Höhe der Stufen hängt davon ab, ob der Rissfortschritt an der kompletten (halbkreisförmigen) Rissfront simultan erfolgt – in diesem Fall würde man eine Stufenhöhe vergleichbar mit dem mittleren Rissfortschritt pro Zyklus erwarten – oder ob der Rissfortschritt entlang der Rissfront etappenweise erfolgt. Die Topographie der Rissflanken kurzer Risse in der austenitischen Phase im hochauflösenden REM zu untersuchen und auf eine mögliche Konsistenz mit dem für das Modell von Neumann erwarteten Erscheinungsbild zu prüfen ist Ziel dieser Arbeit.

### 2.3.5. Barriereneffekt

Wie bereits in Abschnitt 2.3.2 erwähnt, zeichnen sich kurze Risse unter anderen dadurch aus, dass sie in ihrer Ausbreitung von der Mikrostruktur des Materials beeinflusst werden. Der bedeutendste Effekt ist hierbei das Behindern der Rissausbreitung durch Korn- und Phasengrenzen, das zu dem charakteristischen Absinken der Rissfortschrittsrate bei Annäherung der Rissspitze an eine Grenze führt (siehe z. B. [Marx10]). Das kann damit begründet werden, dass durch die Grenze die Ausbreitung der plastischen Zone behindert wird. Die Stärke der Barrierenwirkung hängt folglich davon ab, wie stark die Übertragung der plastischen Verformung ins Nachbarkorn durch die Grenze behindert wird. Für eine spezifische Korngrenze sollte dabei nach Krupp et al. [Krupp10b] der Drehwinkel die entscheidende Rolle spielen und der Kippwinkel von untergeordneter Bedeutung sein. Für die unterschiedlichen Phasen des Duplexstahls ermittelten Düber et al. [Düber06] anhand einer Hall-Petch-Analyse, dass die Stärke der Barrierenwirkung in der Reihenfolge Korngrenze Austenit – Korngrenze Ferrit – Phasengrenze ansteigen sollte. Die Barrierenwirkung in den untersuchten Materialien über die Absenkung der Rissausbreitungsrate bzw. der plastischen Verformung der Rissspitze quantitativ zu erfassen ist Ziel dieser Arbeit.

Neben der Behinderung der Ausbreitung der plastischen Zone rührt ein weiterer Barriereneffekt daher, dass beim Durchgang eines Risses durch eine Grenze der Anschluss zwischen den Risspfaden in den benachbarten Körnern hergestellt werden muss. Hier sollte die Barrierenwirkung für sich entlang individueller Gleitebenen ausbreitende Risse am stärksten ausgeprägt sein, da diese den strengsten Zwangsbedingungen unterliegen. Mit steigender Anzahl von an der Rissausbreitung beteiligten Gleitsystemen sollte die Intensität der Barrierenwirkung nachlassen.

### 3. Experimentelle Methoden

#### 3.1. Probenpräparation

Aufgrund der unterschiedlichen Ausgangszustände sowie der verschiedenen Zielsetzungen der jeweils durchgeführten Versuche unterscheiden sich für die beiden untersuchten Stähle Form und Präparation der gefertigten Proben.

##### 3.1.1. Austenitstahl

Der Austenitstahl lag in Form kaltgewalzter Bleche in den Abmessungen  $L \times B \times H = 300 \times 55 \times 6 \text{ mm}^3$  vor. Aus diesen wurden elektroerosiv Wechselverformungsproben in Knochenform längs (R-Proben wie „rolling direction“) und quer (T-Proben wie „transverse direction“) zur Walzrichtung geschnitten. Die Abmessungen der Proben gehen aus Abbildung 3.1.1 hervor.

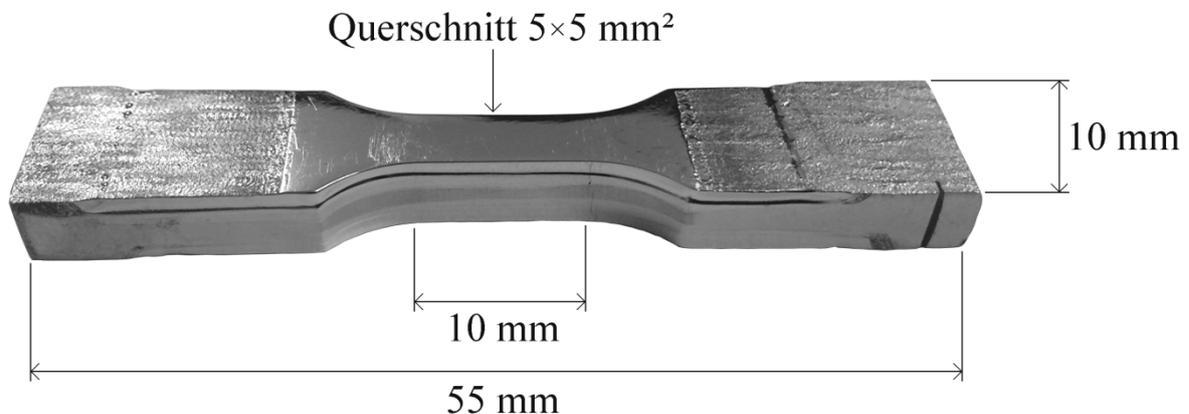


Abbildung 3.1.1: Ermüdete Austenitstahlprobe mit Abmessungen. Die Schichtstruktur rührt von der Elektropolitur her.

Tabelle 3.1: Oberflächenbehandlung der Austenitstahlproben.

Schleifen				
Körnung	500er	1000er	2400er	4000er
Kraft (auf 3 Proben) / N	100	100	80	80
Zeit / min	4	10	10	10
Elektrolytisches Polieren				
Spannung / V	35			
Temperatur / °C	0			
Elektrolyt	700 ml $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ + 200 ml $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{O}_3$ + 100 ml $\text{HClO}_4$			
Ablauf	12×40 s, dazwischen 20 s Kühlen (= stromloses Anspülen mit gekühltem Elektrolyt)			

Nach dem Abrunden der Kanten innerhalb der Messlänge und dem Abschleifen der Seitenflächen wurden die Proben 5 h bei  $1050 \text{ °C}$  geätzt und anschließend in Wasser abgeschreckt. Die thermische Behandlung gewährleistet die Einstellung eines homogenen Gefüges mit einem mittleren Korndurchmesser von etwa  $40 \text{ }\mu\text{m}$  als Ausgangszustand für die durchzuführenden Experimente. An demselben Material wurden bereits Untersuchungen von Miku-

lich et al. [Mikulich06] und Blochwitz et al. [Blochwitz08] durchgeführt, die auch die mittlere Korngröße bestimmten. Zusätzlich wurde in dieser Arbeit eine eigene EBSD-Messung mit dem gleichen Ergebnis durchgeführt.

Um für die Untersuchungen eine möglichst störungsfreie Oberfläche zu erhalten, wurden die Probenober- und -unterseite gemäß der in Tabelle 3.1 zusammengefassten Präparationsvorschrift geschliffen und elektrolytisch poliert.

### 3.1.2. Duplexstahl

Der Duplexstahl lag als warmgewalztes Stangenmaterial mit rundem Querschnitt (Durchmesser 25 mm) vor. Um für die Untersuchungen ein definiertes Ausgangsgefüge mit im Vergleich zum Ausgangszustand erhöhter und dem einphasigen Stahl vergleichbarer Korngröße zu erhalten, wurde das Material zunächst einer Wärmebehandlung unterzogen.

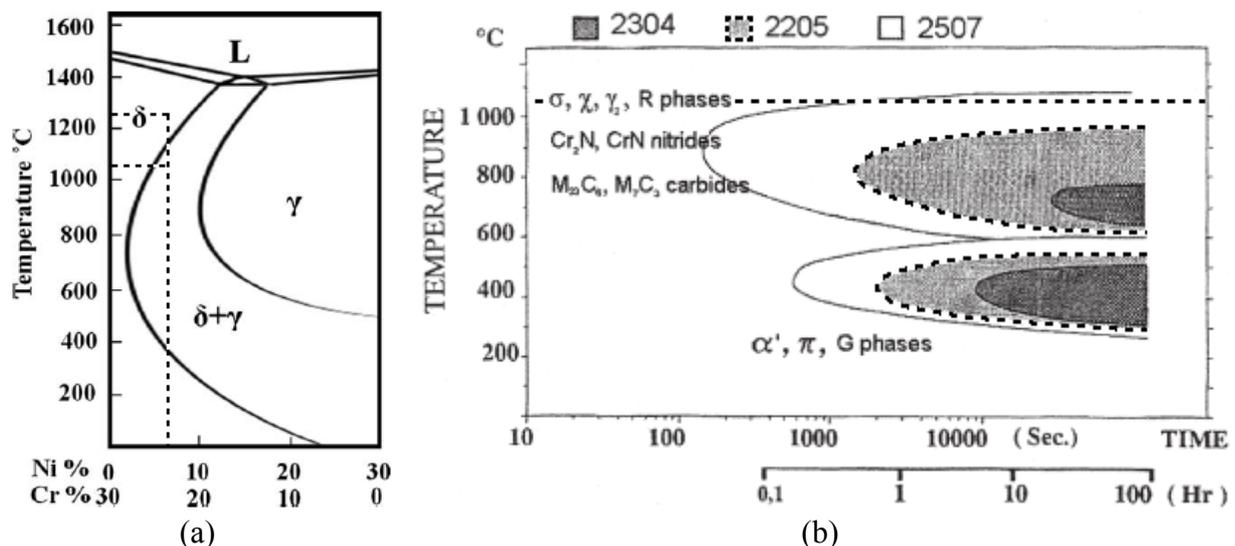


Abbildung 3.1.2: (a) Quasibinärer Schnitt durch das Zustandsdiagramm des Systems Fe-Cr-Ni bei 70% Fe aus [Fu09] mit der ungefähren Lage des Duplexstahls (vertikale gestrichelte Linie). (b) ZTU-Diagramm für den Duplexstahl (gestrichelt markiert) aus [Iacoviello99]. Die horizontalen gestrichelten Linien markieren jeweils die Glühtemperaturen.

Um neben dem Kornwachstum eine Neubildung des Gefüges zu erreichen, musste die Glüh-temperatur außerhalb des Zweiphasengebiets angesiedelt sein. Daher wurde das Material zunächst bei 1250°C im Einphasengebiet des Ferrits für 4 h geglüht. Im Anschluss erfolgte innerhalb von 3 h ein Abkühlen ins Zweiphasengebiet auf 1050°C, damit sich das ursprüngliche Verhältnis der beiden Phasen von 1:1 wieder einstellt (siehe Abb. 3.1.2a). Abschließendes Abschrecken in Wasser verhindert die Bildung spröder Phasen (siehe Abb. 3.1.2b).

Aus dem so behandelten Material wurden Probengrundkörper mit rechteckiger Messlänge gefräst und, da sich in Vorversuchen gezeigt hatte, dass Proben mit einem rechteckigen Querschnitt durch Spannungsüberhöhungen an den Kanten unverhältnismäßig schnell versagten, mittels Elektroerosion die Seitenflächen abgerundet und die Messlänge in einen runden Querschnitt umgearbeitet. Die Duplexstahlproben waren im Wesentlichen für in situ Versuche vorgesehen. Aus diesem Grund wurde durch Dimpeln beidseitig eine flache Kerbe („shallow

notch“) eingearbeitet, die resultierende Probenform zeigt Abbildung 3.1.3. Durch den in der Kerbe geringeren Probenquerschnitt und der damit einhergehenden höheren Spannung wurde die Rissinitiierung und somit das Beobachtungsfeld auf einen engen Bereich eingegrenzt. Das war aufgrund der begrenzten Verfahrenswege bei der Untersuchung im Rasterelektronenmikroskop (REM) erforderlich.

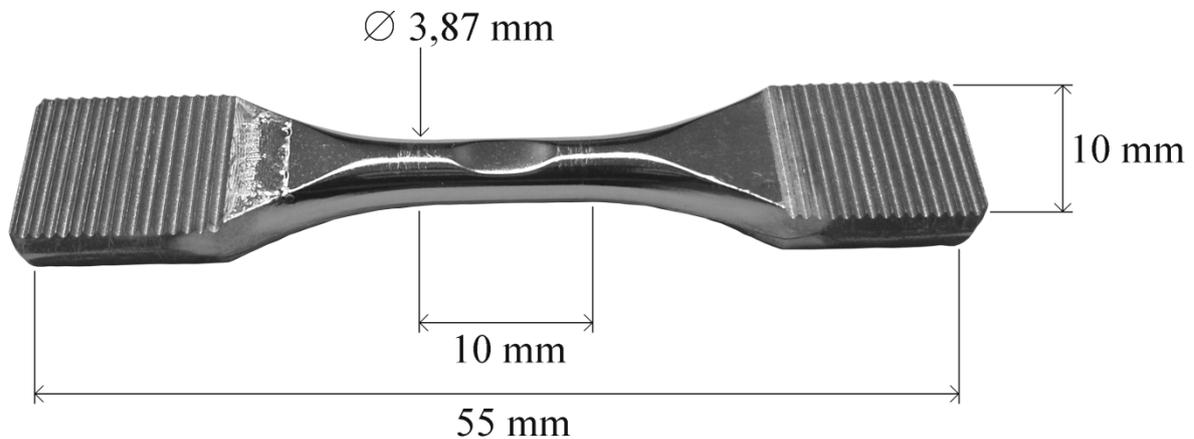


Abbildung 3.1.3: Ermüdete shallow notch Probe aus Duplexstahl mit mittleren Abmessungen nach der Elektropolitur. Die Probendicke im Kerbgrund betrug im Mittel 3,06 mm.

Tabelle 3.2: Elektrolytische Politur der Duplexstahlproben.

Elektrolytisches Polieren	
Spannung / V	35
Temperatur / °C	5
Elektrolyt	600 ml CH <sub>4</sub> O + 360 ml C <sub>8</sub> H <sub>18</sub> O <sub>3</sub> + 60 ml HClO <sub>4</sub> + 2 ml Vogelsche Sparbeize
Ablauf	18×20 s, dazwischen 20 s Kühlen (= stromloses Anspülen mit gekühltem Elektrolyt)

Die Duplexstahlproben wurden per Hand mit 500er und 1000er Papier geschliffen und anschließend wie in Tabelle 3.2 angegeben elektrolytisch poliert. Durch die Einkerbung war eine direkte Querschnittsmessung ohne ein Zerkratzen der Messfläche nicht möglich, daher wurde der Querschnitt der Probe in der Messfläche nur vor der Elektropolitur gemessen. Außerhalb der Messfläche wurde der Querschnitt vor und nach der Elektropolitur gemessen, so dass aus der Differenz auf den Messflächenquerschnitt nach der Politur geschlossen werden konnte.

Bei den in situ Versuchen im Zug-Druck-Modul können nicht beliebig hohe Einspannkkräfte aufgebracht werden. Deshalb wurden die Einspannflächen der Duplexstahlproben mit einer Riffelung versehen. Durch den Formschluss in den eigens angefertigten Einspannvorrichtungen (siehe Abschnitt 3.2.2) konnten dadurch auch bei hohen Zugspannungen ein Rutschen der Proben verhindert und eine direkte Kraftübertragung gewährleistet werden.

### 3.2. Zyklische Verformung (Ermüdung)

In der vorliegenden Arbeit wurden zyklische Verformungen sowohl ex situ, also außerhalb des REMs, als auch in situ (innerhalb des REMs) durchgeführt. Im Folgenden werden die dabei jeweils vorgegebenen Versuchsbedingungen erläutert.

#### 3.2.1. Ex situ Verformung

Die ex situ Verformungen wurden an Luft in einer servohydraulischen MTS 810 durchgeführt. Die Ermüdungsversuche erfolgten generell symmetrisch, das heißt mit betragsgleicher Belastung in Zug und Druck. Als Regelgröße wurde die plastische Dehnung genutzt, wobei die plastische Dehnrate konstant gehalten wurde. Die Kenngrößen eines Ermüdungsversuches sind damit die plastische Dehnungsamplitude  $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = \varepsilon_{pa}$  und die Frequenz  $f$ , die die Anzahl voller Hystereseschleifen pro Sekunde angibt (siehe auch Abb. 3.4.6a).

#### 3.2.2. In situ Verformung

Die in situ Verformungen im REM fanden im Vakuum statt und wurden mit einem 10 kN Zug-Druck-Modul der Firma Kammrath und Weiss durchgeführt (Abb. 3.2.1).

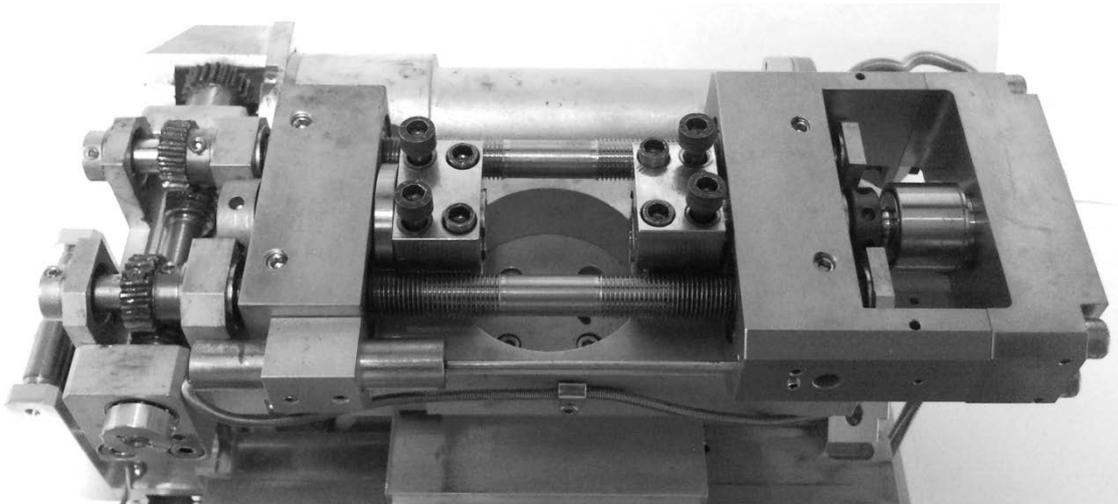


Abbildung 3.2.1: 10 kN Zug-Druck-Modul der Firma Kammrath und Weiss.

Generell wäre es wünschenswert, die in situ Versuche analog zu den ex situ Versuchen über die plastische Dehnung zu regeln. Dafür hätte der Dehnungsaufnehmer an der Unterseite der Probe befestigt werden müssen. Aufgrund der stark beengten räumlichen Verhältnisse im Zug-Druck-Modul und des runden Querschnitts der Duplexstahlproben konnte der Dehnungsaufnehmer nicht entsprechend der geforderten Genauigkeit an der Probe befestigt werden. Deshalb wurden die in situ Versuche mit konstanter Querhauptgeschwindigkeit durchgeführt und die Umkehrpunkte über die Kraft gesteuert, wobei hier die maximal bzw. minimal bei der jeweils in der MTS 810 durchgeführten Verformung aufgetretenen Kräfte als Limits verwendet wurden. Um die Kraftmessdose des Zug-Druck-Moduls entsprechend zu kalibrieren, wurde eine Hilfsprobe rechteckigen Querschnitts gefertigt, die sich im relevanten Kraftbereich ausschließlich elastisch verformte. Mit dieser Probe wurde eine Referenzmessung in der

MTS 810 durchgeführt und die Probe anschließend unter Verwendung des gleichen Dehnungsaufnehmers im Zug-Druck-Modul verformt. Mit Hilfe der in der MTS 810 gemessenen Daten konnte auf diese Weise die Kraftmessdose des Zug-Druck-Moduls kalibriert werden.

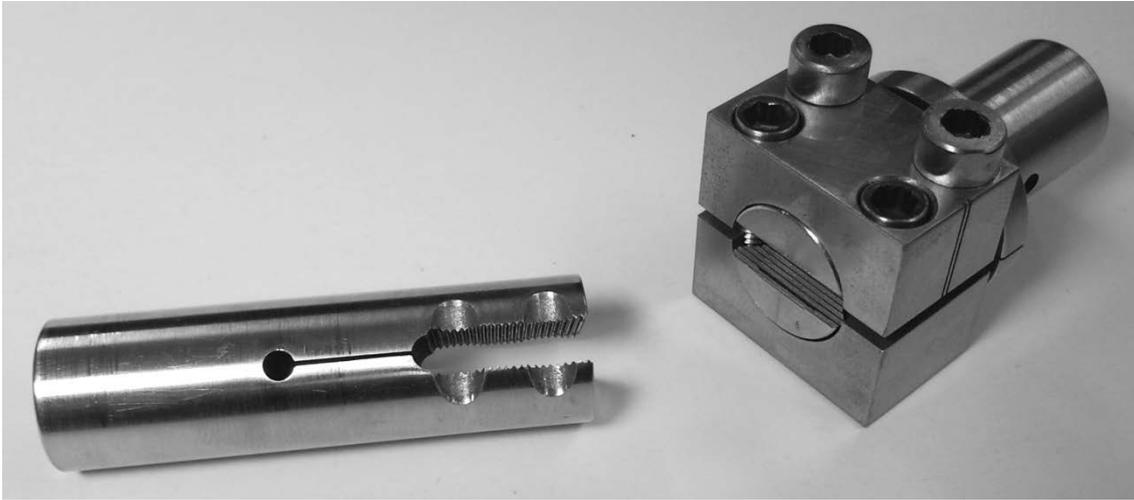


Abbildung 3.2.2: Einspannvorrichtungen für die in situ Versuche.

In Vorversuchen hatte sich gezeigt, dass bei einem Einspannen der Proben in die schraubstockartigen Originaleinspannungen des Zug-Druck-Moduls ein Rutschen der Proben kaum zu verhindern ist (vor allem, wenn die Probe für eine Messung einige Zeit unter hoher Last gehalten werden soll). Zusätzlich ist beim Einstellen der Mittigkeit der Probe unter Zuhilfenahme von Distanzstücken eine symmetrische, einachsige Belastung kaum zu erreichen. Deshalb wurden für die in situ Versuche eigene Einspannvorrichtungen entwickelt (Abb. 3.2.2). Durch den Formschluss mit den geriffelten Duplexstahlproben konnte mit diesen zum einen ein Rutschen der Probe verhindert werden, zum anderen wurde durch die zwangsläufig mittige Einspannung eine symmetrische Belastung gewährleistet.

### 3.2.3. Verformungsparameter Austenitstahl

Die beim Austenitstahl verwendeten Verformungsparameter sowie die Art der Untersuchungen bei den jeweiligen Verformungsbedingungen sind in Tabelle 3.3 zusammengestellt.

Tabelle 3.3: Verformungsparameter Austenitstahl und durchgeführte Untersuchungen.

Amplitude	$\epsilon_{pa}$	$f [s^{-1}]$	Probe	$\Delta\sigma/2 [MPa]$	$N_f$	$\Delta N$	Untersuchungen
klein	$1 \times 10^{-4}$	5	R T	$\approx 175$ $\approx 195$	$> 10^6$	100000	Übergangsrisslänge
mittel	$5 \times 10^{-4}$	1	R	$\approx 200$	$\approx 2,5 \times 10^5$	5000	Übergangsrisslänge Barrierenwirkung
			T	$\approx 220$	$\approx 1,5 \times 10^5$	30000	Übergangsrisslänge Barrierenwirkung
groß	$2 \times 10^{-3}$	1	R	$\approx 233$	$\approx 4,5 \times 10^4$	3000	Übergangsrisslänge
			T	$\approx 233$	$\approx 2,5 \times 10^4$		

Unter dem Begriff „Übergangsrisslänge“ ist dabei die Untersuchung des Zusammenhangs zwischen der Rissfortschrittsrate und der Risslänge zu verstehen, die die Bestimmung der Übergangsrisslänge zwischen den Regimen der MiKR und MeKR zum Inhalt hat (siehe Abschnitt 4.1.1). „Barrierenwirkung“ bezeichnet die Untersuchung des Zusammenhangs zwischen der Rissfortschrittsrate und dem Abstand der Risspitze von der Korngrenze, mittels derer die Barrierenwirkung der Korngrenzen erfasst wird (siehe Abschnitt 4.4.1).

### 3.2.4. Verformungsparameter Duplexstahl

Einen Überblick über die beim Duplexstahl verwendeten Verformungsparameter und die durchgeführten Untersuchungen gibt Tabelle 3.4.

Tabelle 3.4: Verformungsparameter Duplexstahl und jeweils durchgeführte Untersuchungen.

$\varepsilon_{pa}$	$f [s^{-1}]$	$\Delta\sigma/2 [MPa]$	$N_f$	$\Delta N$	Untersuchungen
$1,8 \times 10^{-4}$	1	$\approx 393$	$\approx 1,5 \times 10^5$	7500	Übergangsrisslänge Barrierenwirkung
$3 \times 10^{-4}$	0,6	$\approx 420$	$\approx 8 \times 10^4$	2000	Hystereseschleifen Spannung – CFD $\Delta CFD_{pl}$ (Z'-D'-Methode)
$\approx 6,5 \times 10^{-5}$	3	333	$> 8,3 \times 10^5$	-	Risspfadbeschaffenheit Ferrit

Die hier „Hystereseschleifen Spannung – CFD“ genannten Untersuchungen sollen die Unterschiede im Verhalten der Rissöffnung bzw. -verschiebung in den einzelnen Phasen sowie das eventuelle Auftreten von Riss-schließeffekten erfassen (siehe Abschnitte 4.3.1 bis 4.3.3). Die hier „ $\Delta CFD_{pl}$  (Z'-D'-Methode)“ genannten Untersuchungen dienen der Ermittlung von Zusammenhängen zwischen der plastischen Rissöffnungs- ( $\Delta COD_{pl}$ ) bzw. Riss-scherungsverschiebung ( $\Delta CSD_{pl}$ ) und der Rissfortschrittsrate (siehe Abschnitt 4.3.4) respektive dem Abstand der Risspitze von der (Korn- oder Phasen-)Grenze (siehe Abschnitt 4.4.2), wobei letzteres die Erfassung der Barrierenwirkung von Korn- und Phasengrenzen zum Ziel hat. Weiterhin wurde eine Duplexstahlprobe unter Spannungsregelung bei geringer Amplitude verformt, um den Einfluss der Regelung sowie der Amplitude auf die Beschaffenheit der Risspfade im Ferrit zu prüfen. Die Lebensdauer dieser Probe konnte nicht bestimmt werden, da sie durch einen Riss in der Einspannung versagte.

### 3.3. Rasterelektronenmikroskop

Das wesentliche Instrument zur Aufnahme kurzer Risse ist das REM, wobei im Rahmen der vorliegenden Arbeit ein Leo DSM 962 mit Wolframkathode (für Voruntersuchungen) und ein Zeiss Ultra 55 mit thermisch unterstützter Feldemissionskathode zum Einsatz kamen. Letzteres ist mit verschiedensten Detektoren ausgestattet, z. B.:

- Everhart-Thornley Sekundärelektronendetektor
- InLens Sekundärelektronendetektor
- Angle Selective Backscattered Electrons Detector (AsB)
- Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDX) System
- Electron Backscatter Diffraction (EBSD) System

Das Wechselwirkungsvolumen des einfallenden Elektronenstrahls mit der Probe hat die Form einer Birne (siehe Abb. 3.3.1). In diesem Volumen findet eine Vielzahl von Wechselwirkungsprozessen statt, von denen die für die vorliegende Arbeit relevanten im Folgenden erläutert werden.

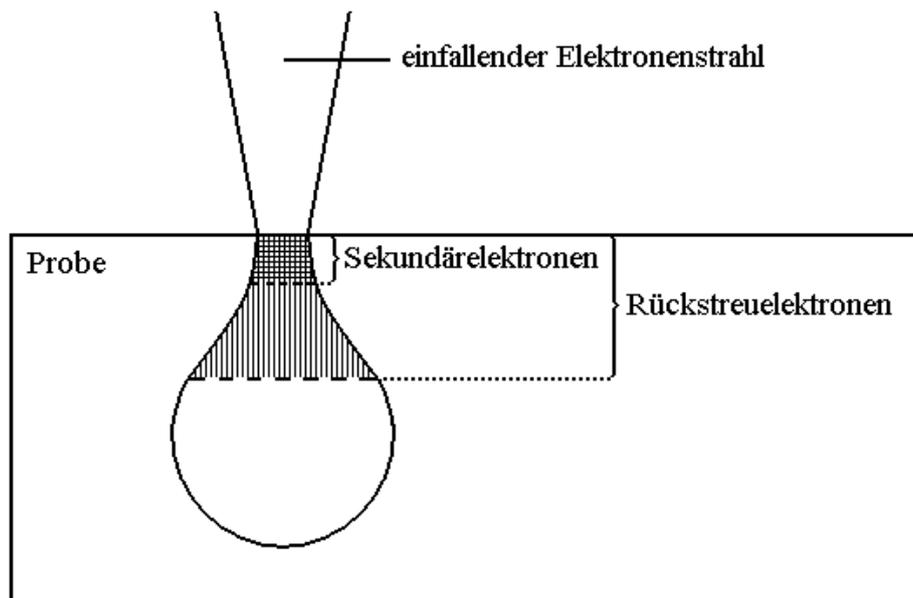


Abbildung 3.3.1: Wechselwirkungsvolumen des Elektronenstrahls mit der Probe im REM (schematisch).

Die abbildenden Detektoren des REMs nutzen zum einen rückgestreute Elektronen und zum anderen sekundäre Elektronen. Sekundärelektronen werden im gesamten Wechselwirkungsvolumen durch die Primärelektronen aus dem Material herausgelöst. Aufgrund ihrer geringen Energie im Bereich weniger eV können jedoch nur sehr oberflächennah ausgelöste Sekundärelektronen das Material verlassen und detektiert werden. Sie eignen sich daher besonders zur Darstellung der Oberflächentopographie.

Rückgestreute Elektronen sind Elektronen des Primärstrahls, die an den Atomen des Materials zurück in Richtung Oberfläche gestreut werden. Sie besitzen eine ähnliche Energie wie die einfallenden Elektronen (in der Regel 20 keV) und können daher auch aus wesentlich größerer Tiefe das Material wieder verlassen (siehe Abb. 3.3.1) [Reimer98].

### 3.3.1. AsB-Detektor (rückgestreute Elektronen)

Die Detektion rückgestreuter Elektronen erfolgt mit dem AsB-Detektor (angle selective – winkelselektiv). Die Intensität hängt dabei von der Ordnungszahl des untersuchten Materials sowie von der Orientierung des Kristallgitters zum Elektronenstrahl ab. Je nach Orientierung der Kristallite „sieht“ der einfallende Strahl verschiedene Flächendichten an Atomen, wodurch sich ein Orientierungskontrast ergibt. Folglich lässt sich unter Nutzung rückgestreuter Elektronen die Kornstruktur eines Materials abbilden [Reimer98]. Aus diesem Grund wurde der AsB-Detektor für die Aufnahmen zum Ausmessen des Abstandes zwischen Risspitze und Korngrenze im Rahmen der Rissfortschrittsuntersuchungen verwendet (siehe Abschnitt 3.4.1).

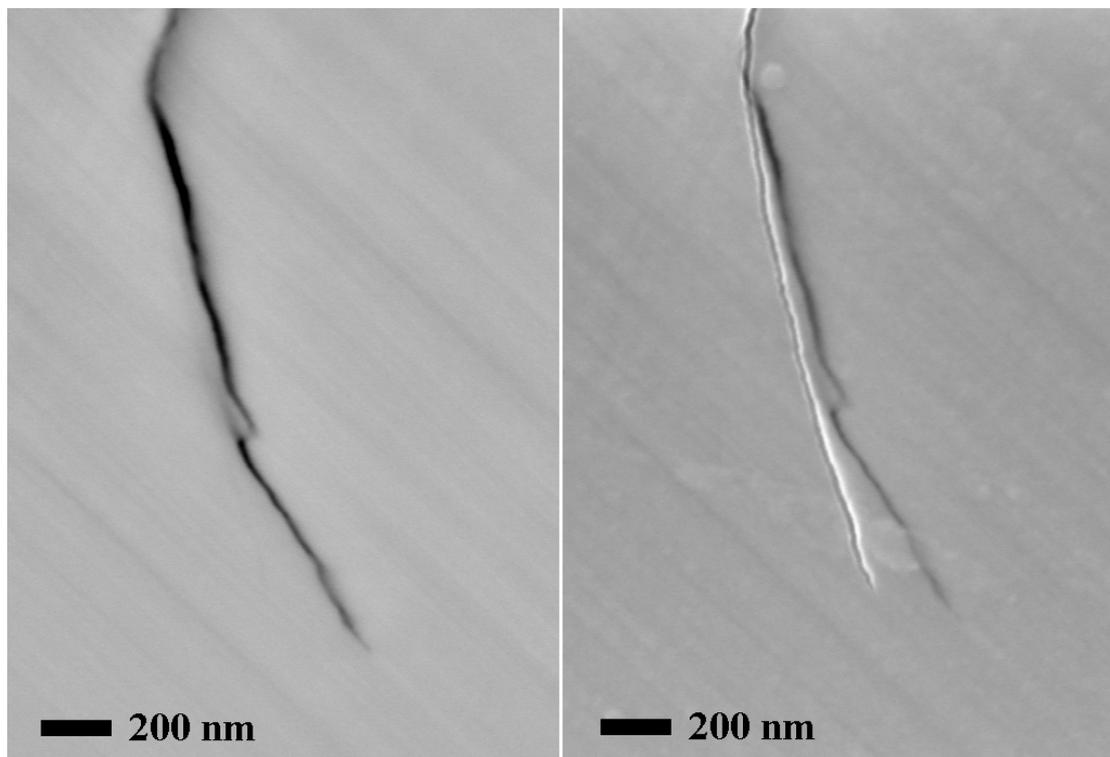


Abbildung 3.3.2: Risspitze im Austenitstahl im BSE-Kontrast des AsB Detektors (links) und im Sekundärelektronenkontrast des InLens Detektors (rechts). Die Lastachse liegt horizontal.

Ein großer Teil der detektierten rückgestreuten Elektronen stammt aus verhältnismäßig tiefen Schichten des untersuchten Materials, wodurch sich bei geeigneten Abbildungsbedingungen ein Teil des Oberflächentopographiekontrasts unterdrücken lässt. Als Beispiel ist in Abbildung 3.3.2 die passivierende Schicht aus Chromoxid gezeigt, die sich auf der Oberfläche der untersuchten Stähle bildet: Die Schicht ist so dünn, dass an ihr zum einen kaum Elektronen zurückgestreut werden und sie zum anderen für rückgestreute Elektronen aus tieferen Schichten quasi kein Hindernis bildet, d. h. mit dem AsB-Detektor ist sie praktisch nicht zu sehen. Im Sekundärelektronenkontrast des InLens SE-Detektors (siehe Abschnitt 3.3.2) ist sie dagegen gut zu erkennen, wenn der Risspfad im Material ein anderer ist als in der Oxidschicht. Dieser Effekt kann oft an sehr schmalen Rissen beobachtet werden. Weil er sich mit dem AsB-Detektor unterdrücken lässt, wurde dieser auch für die Aufnahmen für die

Rissfortschrittsuntersuchungen (siehe Abschnitt 3.4.1) verwendet.

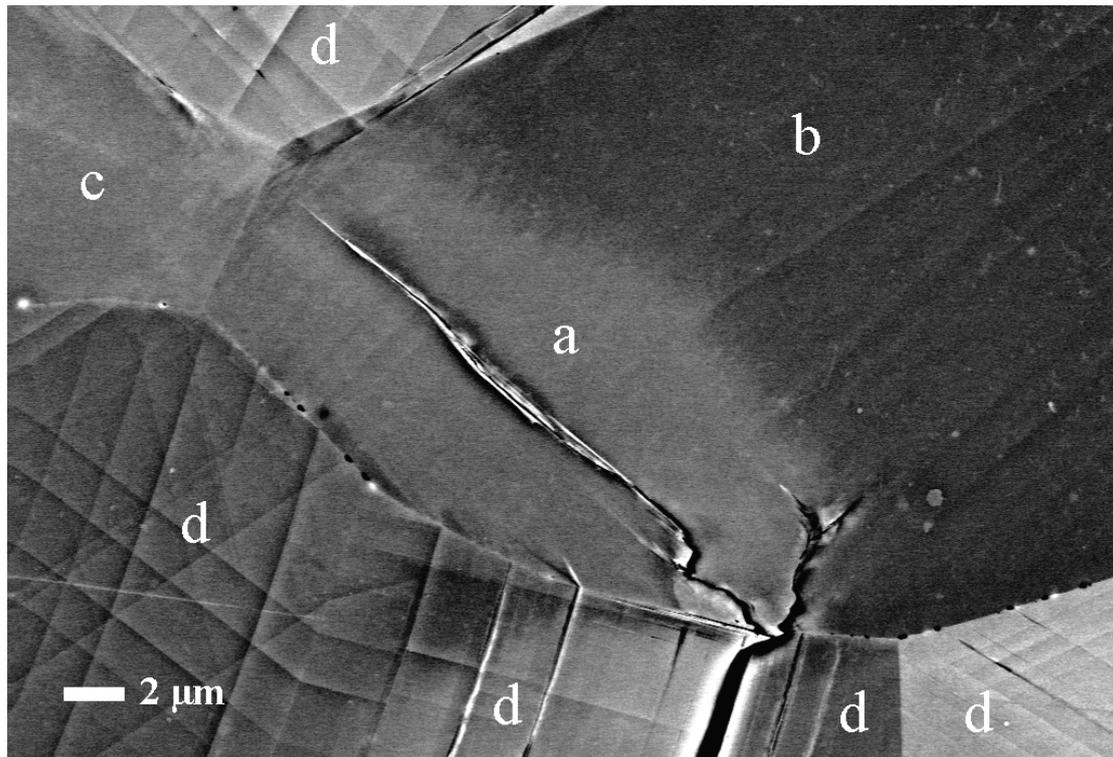


Abbildung 3.3.3: Orientierungskontrast im Duplexstahl: verformter Bereich um einen Riss in Ferrit (a), weniger stark verformte Bereiche des gleichen Korns (b), ferritisches Nachbarkorn (c), austenitische Körner (d). Die Lastachse liegt horizontal.

Mit Hilfe des Orientierungskontrasts kann neben der Kornstruktur auch der Orientierungsunterschied zwischen der verformten Zone um einen Riss und den weniger stark verformten Bereichen des risstragenden Korns und damit die plastische Zone des Risses abgebildet werden (Abb. 3.3.3, siehe auch Abschnitt 4.4.1).

### 3.3.2. InLens SE-Detektor (Sekundärelektronen)

Für die Untersuchung der Rissöffnung und -verschiebung (siehe Abschnitte 3.4.2 und 3.4.3) kam es darauf an, die Oberflächentopographie in unmittelbarer Umgebung der Risspitze möglichst hochaufgelöst abzubilden. Dafür ist der InLens SE-Detektor besonders geeignet, weil er zum einen in der Säule des REMs direkt über der Probe positioniert ist und damit im Gegensatz zum seitlich positionierten Everhart-Thornley-Detektor eine – lichteoptisch gesehen – Beleuchtung der Probe von oben anstatt von der Seite realisiert ist. Zusätzlich ist dabei die Entfernung zwischen Probe und Detektor sehr gering. Zum anderen werden die detektierten Elektronen durch ein elektrisches Feld am unteren Ende der Säule angesaugt, wodurch nur Elektronen mit geringer Energie sowie einem Austrittsort nah am einfallenden Strahl – und damit die Elektronen, die die gewünschte Information der Oberflächentopographie tragen – zum Detektor gelangen. Das führt zum guten Signal-Rausch-Verhältnis des InLens SE-Detektors [Steigerwald-a, Steigerwald-b].

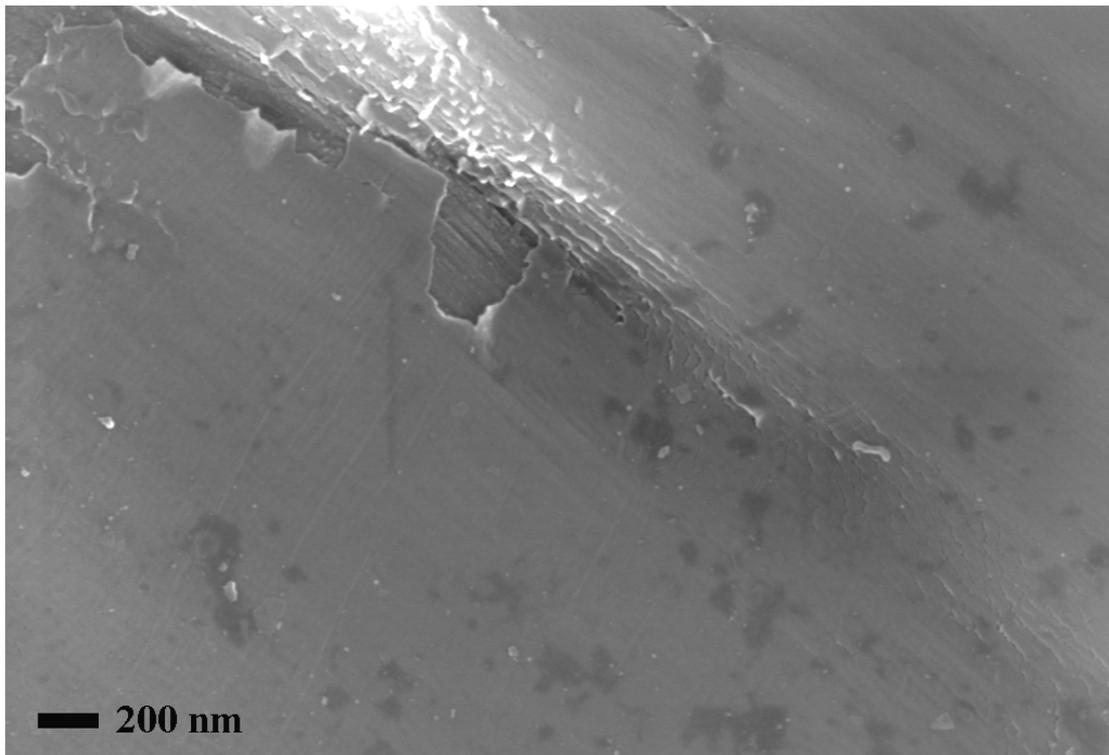


Abbildung 3.3.4: Abbildung des Bereiches vor einer Risssspitze im Ferrit mit teilweise abgeplatzter Chromoxidschicht mit dem InLens SE-Detektor. Die Lastachse liegt horizontal.

Ein Beispiel für eine Aufnahme mit dem InLens SE-Detektor zeigt Abbildung 3.3.4. Gezeigt ist der Bereich vor einer Risssspitze im Ferrit, in dem durch die starke plastische Verformung die Chromoxidschicht teilweise abgeplatzt ist. Im Gegensatz zu den Rissfortschrittsuntersuchungen erwies sich die Oxidschicht bei den in situ Versuchen zur Messung des Rissflankenabstands CFD als äußerst hinderlich, da die über den Rissen aufgebrochene Schicht über den unter Druckbelastung geschlossenen Rissen wieder zusammenwächst und ein sinnvolles Ausmessen verhindert (siehe Abb. 3.3.5).

Der für das Wachsen der Oxidschicht notwendige Sauerstoff wird vermutlich durch die in den schmalen Rissen vorhandenen Reste des Ethanol bereitgestellt, mit dem die Proben vorm Einbringen ins REM gereinigt werden. In Versuchen, bei denen nur ein Teil des Bildausschnitts dem Elektronenstrahl ausgesetzt wurde, zeigte sich, dass das Oxidschichtwachstum durch die durch den Elektronenstrahl eingebrachte Energie beschleunigt wird. Das kann durch die lokale Temperaturerhöhung und die damit einhergehenden begünstigten Diffusionsbedingungen erklärt werden. Für die in situ Versuche wurde daher statt der für die Aufnahmen in Abbildung 3.3.5 verwendeten Blende mit 60  $\mu\text{m}$  Durchmesser die mit 30  $\mu\text{m}$  verwendet. Außerdem wurde die Einwirkungszeit des Elektronenstrahls auf die Messstelle minimiert, indem zum einen das Fokussieren in einem Bereich außerhalb davon durchgeführt wurde und zum anderen die Bildeinzugsgeschwindigkeit so hoch wie für die erforderliche Bildqualität möglich gewählt wurde. Zusätzlich erwies sich ein vorsichtiges Ausheizen der Proben nach dem standardmäßigen Föhnen im Anschluss an die Ethanolreinigung als vorteilhaft.

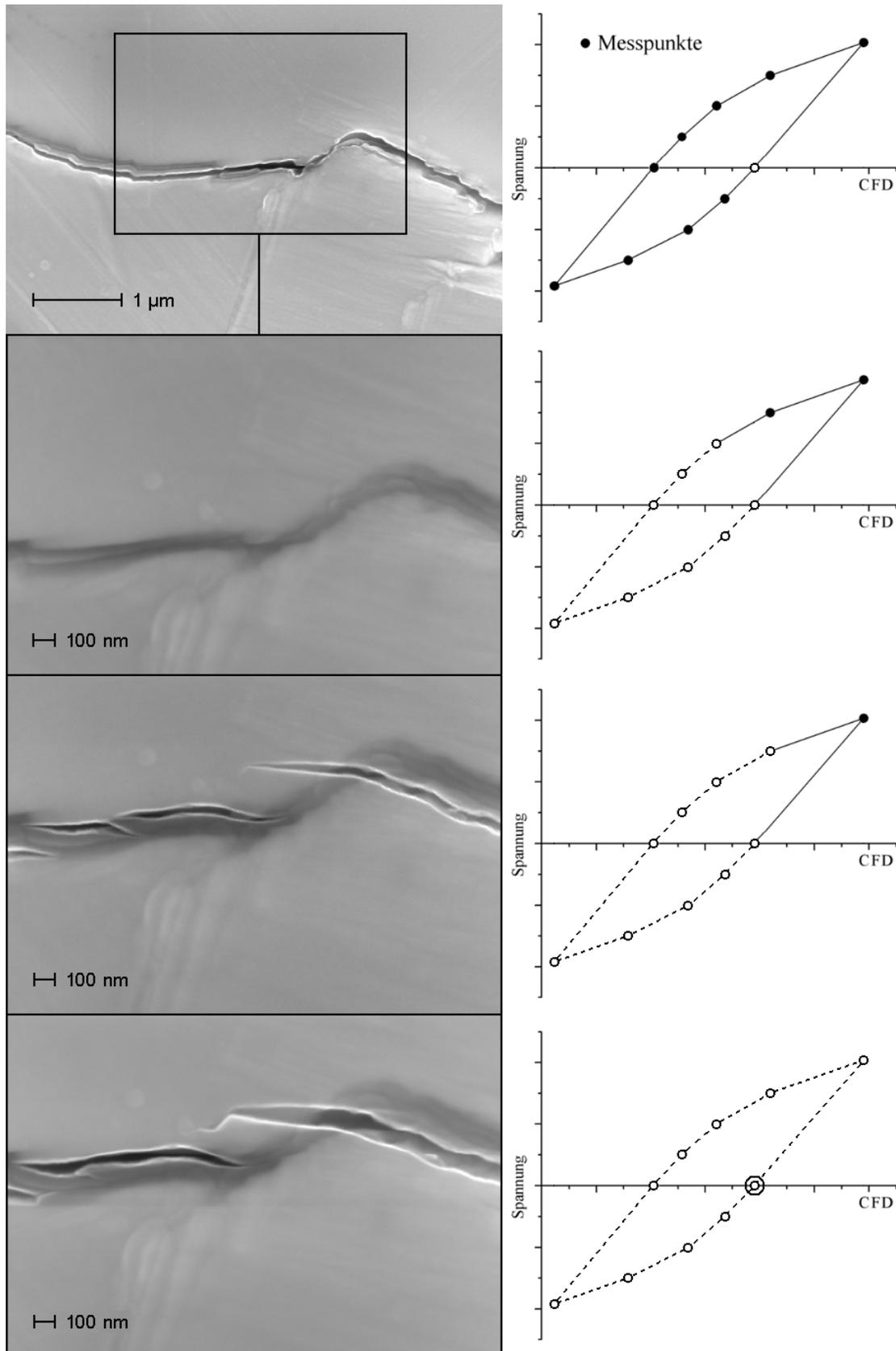


Abbildung 3.3.5: Oxidschichtwachstum während eines in situ Versuchs (Aufnahmen mit InLens SE-Detektor). Im rechten Teil ist schematisch die an der Probe anliegende Spannung über dem Rissflankenabstand CFD aufgetragen und der zur jeweiligen REM-Aufnahme zugehörige Verformungszustand markiert. Die Lastachse liegt vertikal.

### 3.3.3. EBSD (Electron Backscatter Diffraction)

Die Rückstreuungselektronenbeugung oder EBSD ist eine Methode zur Bestimmung der Orientierung der Körner in einer Probe. Abbildung 3.3.6 zeigt schematisch die Geometrie des Verfahrens. In der Regel wird bei EBSD-Untersuchungen zur Optimierung des Signal-Rausch-Verhältnisses die Probe um  $70^\circ$  gekippt.

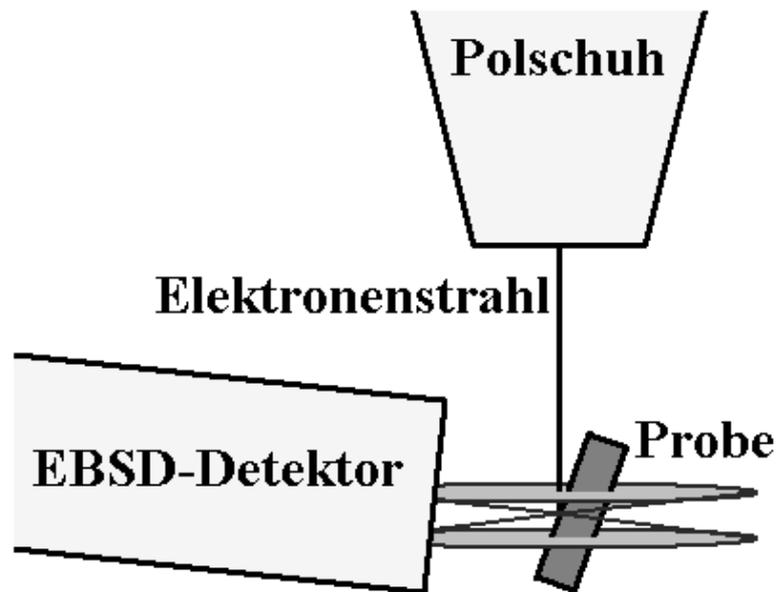


Abbildung 3.3.6: Geometrie des EBSD-Verfahrens (schematisch)

Beim EBSD-Verfahren werden die unter geringem Energieverlust („low loss“) rückgestreuten Elektronen im Wechselwirkungsvolumen des Strahls mit der Probe als divergente Punktquelle im Material betrachtet [Deal08]. Einige der aus dieser Quelle austretenden Elektronen treffen so auf eine Netzebenenschar des Kristallits, dass die Bragg-Bedingung

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (3.1)$$

erfüllt ist ( $n$  – Ordnung des Reflexes,  $\lambda$  – Wellenlänge der Elektronen,  $d$  – Netzebenenabstand,  $\theta$  – Braggwinkel). Diese Elektronen treten unter dem Braggwinkel aus dem Kristallit aus. Die Summe der an der Ober- wie an der Unterseite der Netzebenen gebeugten Elektronen beschreibt einen flachen Doppelkegel (Öffnungswinkel  $90^\circ - \theta$ ), dessen Schnitt mit der Detektorebene eine leicht konkave Doppellinie bildet. Der Braggwinkel ist beim EBSD-Verfahren in der Regel so klein, dass die Doppellinie als gerades sogenanntes Kikuchiband erscheint. Die Kikuchibänder für die Vielzahl von Netzebenen im Kristallit bilden zusammen das Kikuchipattern (Abb. 3.3.7) [Reimer98]. Die orientierungsspezifischen Kikuchipattern werden mithilfe der im Rahmen dieser Arbeit genutzten Software Channel5 (HKL Technology) indiziert und man erhält die Orientierung des Kristallits bezogen auf das Probenkoordinatensystem als Orientierungsmatrix („g-Matrix“) oder in Form der drei Eulerwinkel  $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$ . Diese beschreiben die Orientierung des im Ausgangszustand zum Probensystem deckungsgleichen Kristallsystems als nacheinander auszuführende Drehungen um die z-Achse ( $\varphi_1$  um z), die gedrehte x-Achse ( $\Phi$  um x') und die gedrehte z-Achse ( $\varphi_2$  um z'').

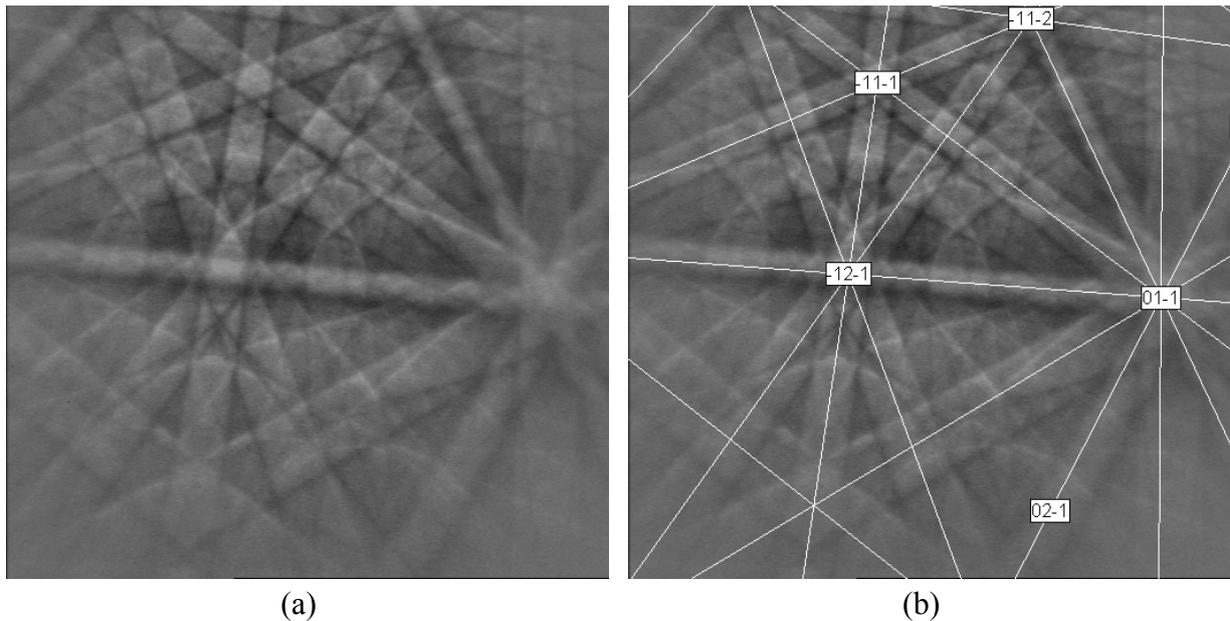


Abbildung 3.3.7: (a) Kikuchipattern von Austenit, (b) indiziertes Pattern aus (a).

Mit der Software Channel5 können sowohl manuell die Orientierungen einzelner Körner gemessen als auch automatisch größere Bereiche mit nahezu beliebig einstellbarer Schrittweite abgerastert werden (Mapping). In der vorliegenden Arbeit wurde ersteres zum Bestimmen der Orientierung einzelner risstragender Körner genutzt. Um die Einzelorientierungen mit einer Referenztextur vergleichen zu können, wurde diese mit einem automatischen Mapping der gesamten Messfläche einer Duplexstahlprobe bzw. einem Mapping der gleichen Größe und Schrittweite an einer Austenitstahlprobe bestimmt. Dabei konnte gleichzeitig die mittlere Korngröße bestimmt werden.

Im Fall des Duplexstahls tritt beim EBSD das Problem der Phasendifferenzierung auf. Dabei sind aufgrund der Auslöschungsregeln für den krz Ferrit nur Reflexe erlaubt, für die die Summe der Millerschen Indizes  $h$ ,  $k$  und  $l$  gerade ist. Für den kfz Austenit müssen die einzelnen Indizes entweder alle gerade oder alle ungerade sein. Daraus folgt z. B., dass im Ferrit kein  $\{111\}$ -Reflex, aber ein  $\{222\}$ -Reflex auftritt, während im Austenit beide Reflexe erlaubt sind. Dabei entstehen der  $\{222\}$ -Reflex und der  $\{111\}$ -Reflex durch Beugung am gleichen Ebenentyp, jedoch unter verschiedenem Braggwinkel. Daher spricht man vom  $\{222\}$ -Reflex auch als  $\{111\}$ -Reflex zweiter Ordnung. Die zugehörigen Kikuchibänder unterscheiden sich folglich nur in ihrer Breite und Intensität, nicht aber in ihrer Position auf dem Detektorschirm. Das führt dazu, dass die Channel5-Software bei der automatischen Indizierung die Phasen häufig nicht richtig unterscheidet. Einzelne Reflexe können in Channel5 nicht von der Indizierung ausgeschlossen werden, lediglich die Anzahl der verwendeten Reflexe kann begrenzt werden. Diese sind nach ihrer relativen Streuamplitude geordnet, was gleichbedeutend mit einer Ordnung nach dem Abstand der zugehörigen Netzebenen ist. Dabei beschreibt der Atomformfaktor  $f$  die Streuamplitude eines Einzelatoms und der Strukturfaktor  $F$  die Streuamplitude einer Elementarzelle. Nach [Reimer98] gilt unter der Voraussetzung kleiner Streuwinkel  $\Theta$  für den Zusammenhang zwischen  $F$ ,  $f$  und Netzebenenabstand  $d$  näherungsweise

$$F \sim f \sim d_{hkl}^2 \quad (3.2)$$

Im Ferrit stellt dabei der {110}-Reflex als intensivster Reflex mit 100% die Referenz dar, der {222}-Reflex weist eine relative Streuamplitude von nur 13% auf. Eine Begrenzung der Anzahl verwendeter Reflektoren von standardmäßig 60 auf 39 schließt den {222}-Reflex im Ferrit von der Indizierung aus und minimiert so die Fehlindizierung der Phasen.

### 3.3.4. EDX (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy)

Beim EDX-Verfahren wird die charakteristische Röntgenstrahlung analysiert, die infolge der Anregung der Atome durch das Herausschlagen von Sekundärelektronen emittiert wird. Die Röntgenphotonen treffen auf einen Siliziumkristall im Detektor und erzeugen dort eine ihrer Energie proportionale Anzahl Elektron-Loch-Paare. Die so gemessene Energie der Photonen, die charakteristisch für jedes Element ist, erlaubt die Bestimmung der in der Probe vorkommenden Elemente, während aus der Anzahl der Photonen mit gleicher Energie auf die prozentuale Verteilung der Elemente in der Probe geschlossen werden kann [Reimer98].

In dieser Arbeit wurde EDX dazu genutzt, die Zusammensetzung der in den Abbildungen 3.3.2, 3.3.4 und 3.3.5 zu sehenden Oberflächenschicht zu analysieren und damit die Vermutung zu bestätigen, dass es sich um eine Chromoxidschicht handelt. Um die Anwendbarkeit der genutzten standardfreien Auswertemethode zu prüfen, wurde das Spektrum des Materials aufgenommen und mit der bekannten Zusammensetzung verglichen (siehe Tabelle 3.5). Dafür wurde ein Linienscan in Austenit und Ferrit über die Phasengrenze hinweg durchgeführt, die daraus berechnete Elementverteilung zeigt Abbildung 3.3.8. Silizium wurde in die Liste der möglichen enthaltenen Elemente aufgenommen, weil es zum einen bei anderen Herstellern des 1.4462-Duplexstahls als Spurenelement aufgeführt wird und zum anderen im Spektrum einen klar zu identifizierenden Peak lieferte.

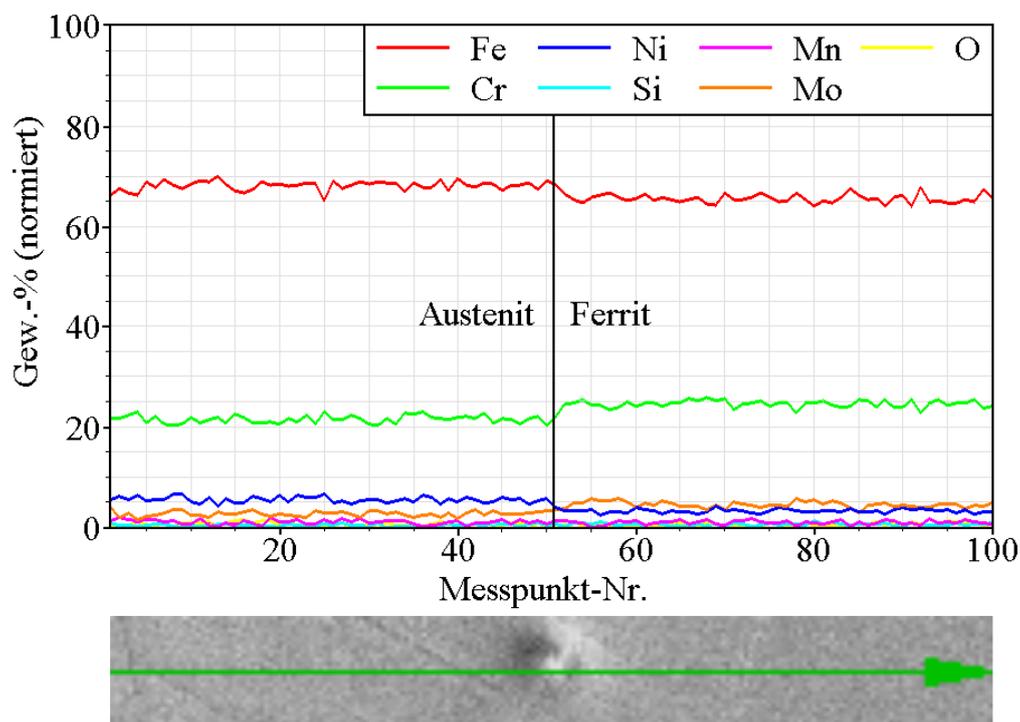


Abbildung 3.3.8: Elementverteilung aus EDX-Linienscan mit 20 kV in Austenit und Ferrit. Die in 100 Messpunkte unterteilte Messstrecke ist etwa 62  $\mu\text{m}$  lang.

Erwartungsgemäß weist der Ferrit gegenüber dem Austenit einen höheren Anteil des Ferritbildners Chrom und einen geringeren Anteil des Austenitbildners Nickel auf. Analog zum Chrom verhält sich das ebenfalls ferritbildende Molybdän [Schumann91]. Die Ergebnisse stimmen auch quantitativ gut mit den Herstellerangaben sowie der an der Universität Siegen durchgeführten Messung überein (siehe Tabelle 3.5).

		Fe	C	Cr	Ni	Mo	Mn	N	Si	O
EDX (diese Arbeit)	Gew.-%	66,6	-	22,9	4,7	3,3	1,2	-	0,7	0,7
Deutsche Edelstahlwerke	Gew.-% min.	Rest	-	21,0	4,5	2,5	k.A.	0,1	-	-
	Gew.-% max.		0,03	23,0	6,5	3,5		0,22	-	-
Universität Siegen	Gew.-%	Rest	0,02	21,9	5,6	3,1	1,8	0,187	-	-

Tabelle 3.5: Chemische Zusammensetzung des Duplexstahls nach Herstellerangaben, Messung der Universität Siegen ([Düber05]) und eigener EDX-Messung.

Das Verfahren ist demnach prinzipiell zur chemischen Analyse des Duplexstahls geeignet. Die Oxidschicht ist jedoch zu dünn, um sie quantitativ mit EDX zu erfassen. Qualitative Ergebnisse lassen sich erhalten, indem ein EDX-Linienscan in einem Gebiet gleicher Phase durchgeführt wird, in welchem ein Teil der Schicht unmittelbar vorm Einbringen der Probe ins REM entfernt wurde (Abb. 3.3.9a). Um die gemessene Intensität aus oberflächennahen Bereichen zu maximieren, wurde die Messung mit einer geringeren Beschleunigungsspannung von 9 kV statt 20 kV durchgeführt, was zu einer von der 20 kV-Messung quantitativ verschiedenen Elementverteilung führt (siehe Abb. 3.3.9b).

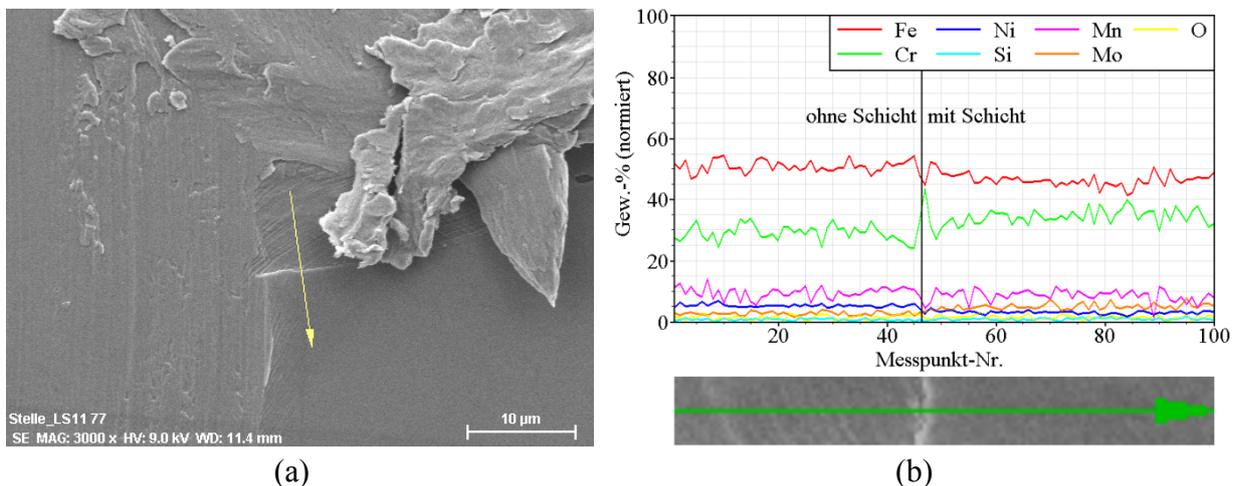


Abbildung 3.3.9: EDX-Linienscan mit 9 kV in Duplexstahl mit bzw. ohne Oxidschicht, (a) REM-Aufnahme der Messstelle, (b) ausgewertete Messung.

Explizit wurde weniger Eisen bei einem erhöhten Anteil an Chrom und Mangan nachgewiesen, d. h., dass sich Chrom und Mangan verstärkt in oberflächennahen Bereichen befinden. Weiterhin ist zu erkennen, dass in dem Gebiet mit entfernter Schicht der Chromgehalt deutlich geringer und der Eisengehalt entsprechend höher ist als in dem Gebiet mit intakter Schicht. Es kann daher davon ausgegangen werden, dass es sich wie vermutet um eine

---

Chromoxidschicht handelt. Unterstützt wird diese Aussage auch durch die enorm hohe Chromkonzentration direkt an der Grenze der beiden Bereiche. Das lässt sich dadurch erklären, dass hier die Schicht das Wechselwirkungsvolumen des Primärstrahls mit der Probe seitlich anschneidet. Damit können Röntgenphotonen die Probe nicht nur nach oben, sondern auch zur Seite verlassen, was zu einer Erhöhung der gemessenen Intensität führt.

### 3.4. Rissvermessung

Um eine große Anzahl von Rissen in einer Probe über einen Zeitraum verschiedener Verformungsstadien hinweg untersuchen zu können, ist es notwendig, sie nach ihrer erstmaligen Erfassung im REM wieder auffinden zu können. Deshalb erfolgte zum einen der Einbau der Proben ins REM stets parallel zur x-Achse des Probenstischs; zum anderen wurden alle Proben mit einer Markierung außerhalb der Messfläche versehen und deren Koordinaten sowie die Koordinaten der erfassten Risse in Tabellenform notiert. Bei erneutem Einbau der Probe nach erfolgter ex situ Verformung konnten anhand der neuen Koordinaten der leicht auffindbaren Markierung ebenso die neuen Koordinaten der zu untersuchenden Risse berechnet werden.

Die Vermessung der Risse erfolgte mit dem Programm SmartTIFF von Carl Zeiss SMT (Version 1.0.0.9). Die Unsicherheit einer einzelnen Messung kann dabei mit  $\pm 2$  Pixeln angenommen werden, dementsprechend hängt die absolute Messunsicherheit von der Vergrößerung der jeweiligen Aufnahme ab. Die Abschätzung der Messunsicherheiten erfolgt daher separat zu den durchgeführten Untersuchungen, welche in den folgenden Abschnitten erläutert werden.

#### 3.4.1. Bestimmung des Rissfortschritts und des Korngrenzenabstands

Kurze Risse zeichnen sich unter anderem dadurch aus, dass sie kristallografisch ausgezeichneten Ebenen folgen und damit in der Regel Risspfade ausbilden, die nicht senkrecht zur Lastachse liegen. Daher wurden in der vorliegenden Arbeit zusätzlich zur oft praktizierten Vermessung senkrecht zur Lastachse (siehe z.B. [Blochwitz08]) die ursprüngliche Länge eines Risses als auch der Rissfortschritt an den Rissspitzen zwischen zwei Verformungsstadien entlang des Risspfades vermessen (siehe Abb. 3.4.1). In Abbildung 3.4.1 wurde dabei mittels der Hilfslänge  $H_1$  die Lage der Rissspitze zum Ende des vorherigen Verformungsstadiums anhand einer markanten Stelle im Risspfad in die Aufnahme des aktuellen Verformungsstadiums übertragen.

Der Abstand zwischen Rissspitze und Korngrenze  $L$  wurde mit dem Ziel vermessen, den Zusammenhang zwischen diesem Abstand und der Rissfortschrittsrate zu untersuchen. Erwartet wird, dass die Rissfortschrittsrate bei Annäherung des Risses an die Korngrenze sinkt, weil die plastische Zone vor der Rissspitze durch die Grenze an der Ausbreitung gehindert wird. Entsprechend sollte die Vermessung des Abstandes zwischen Rissspitze und Korngrenze idealerweise entlang der Richtung erfolgen, in der die plastische Zone die größte Ausdehnung und damit den geringsten Abstand zur gegenüberliegenden Korngrenze aufweist. Für Risse in der ferritischen Phase, deren Risspfade in der Regel sehr geradlinig verlaufen, kann davon ausgegangen werden, dass diese Richtung parallel zum Risspfad verläuft. Entsprechend wurde der Abstand zwischen Rissspitze und Korngrenze vermessen (Abb. 3.4.2). Im Gegensatz dazu wechseln Risse in der austenitischen Phase häufig die Ausbreitungsrichtung. Das führt dazu, dass der weitere Verlauf eines Risspfades praktisch nicht vorhersehbar ist und damit auch keine sinnvolle Annahme über die Richtung gemacht werden kann, entlang derer die plastische Zone den geringsten Abstand zur Korngrenze aufweist.

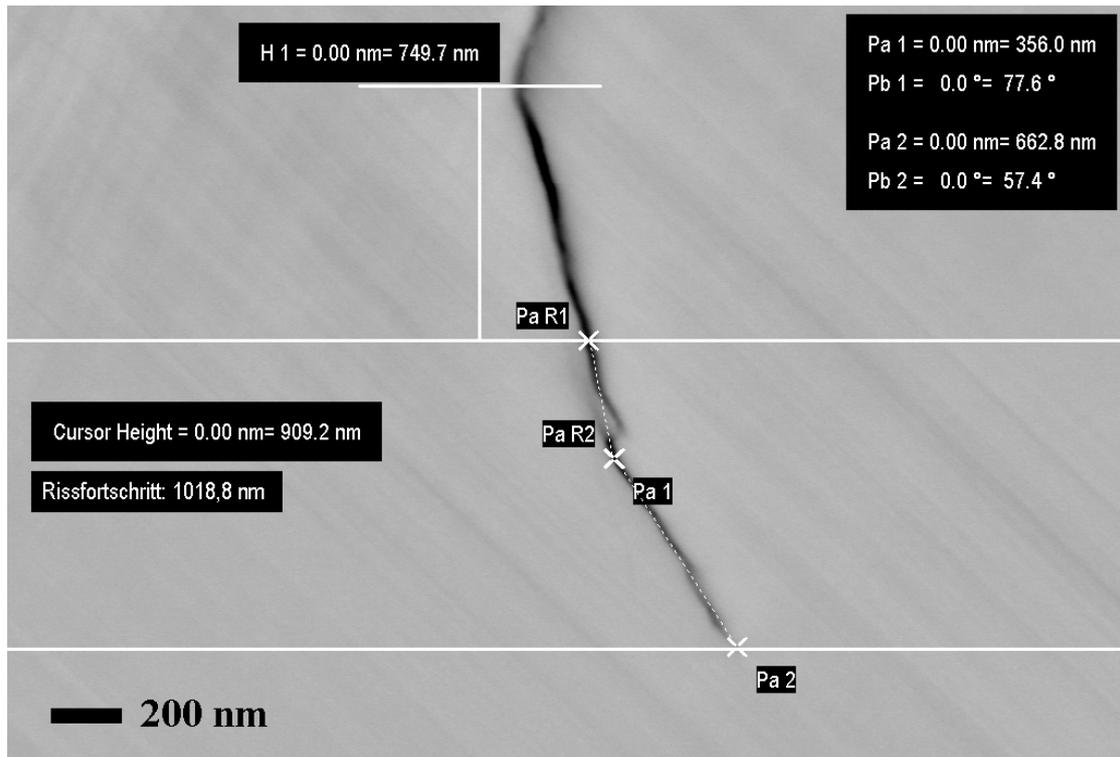


Abbildung 3.4.1: Vermessung des Rissfortschritts mit SmartTIFF. Die Lastachse liegt horizontal.

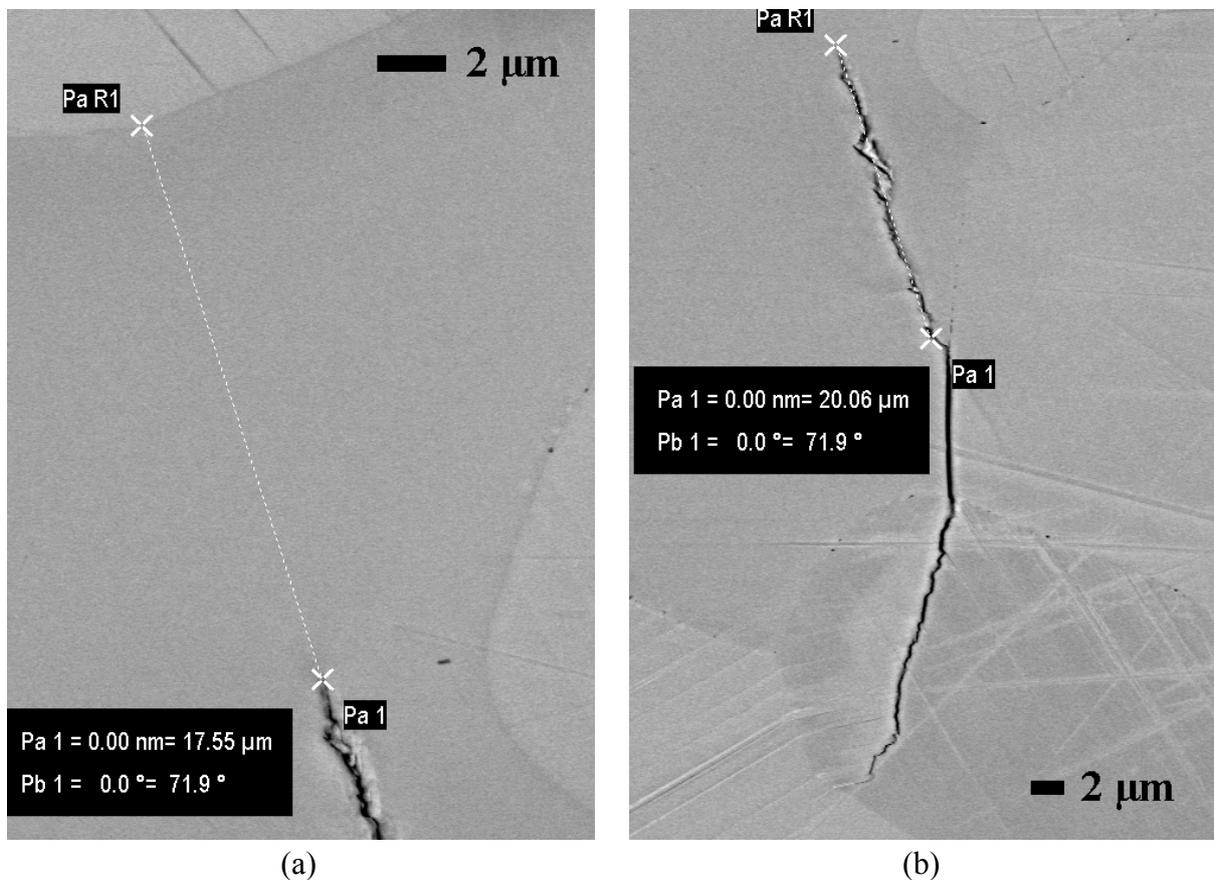


Abb. 3.4.2: (a) Vermessung des Abstandes Risspitze – Korngrenze im Ferrit in Verlängerung des Risspfades, (b) Risspfad zu (a). Die Lastachse liegt horizontal.

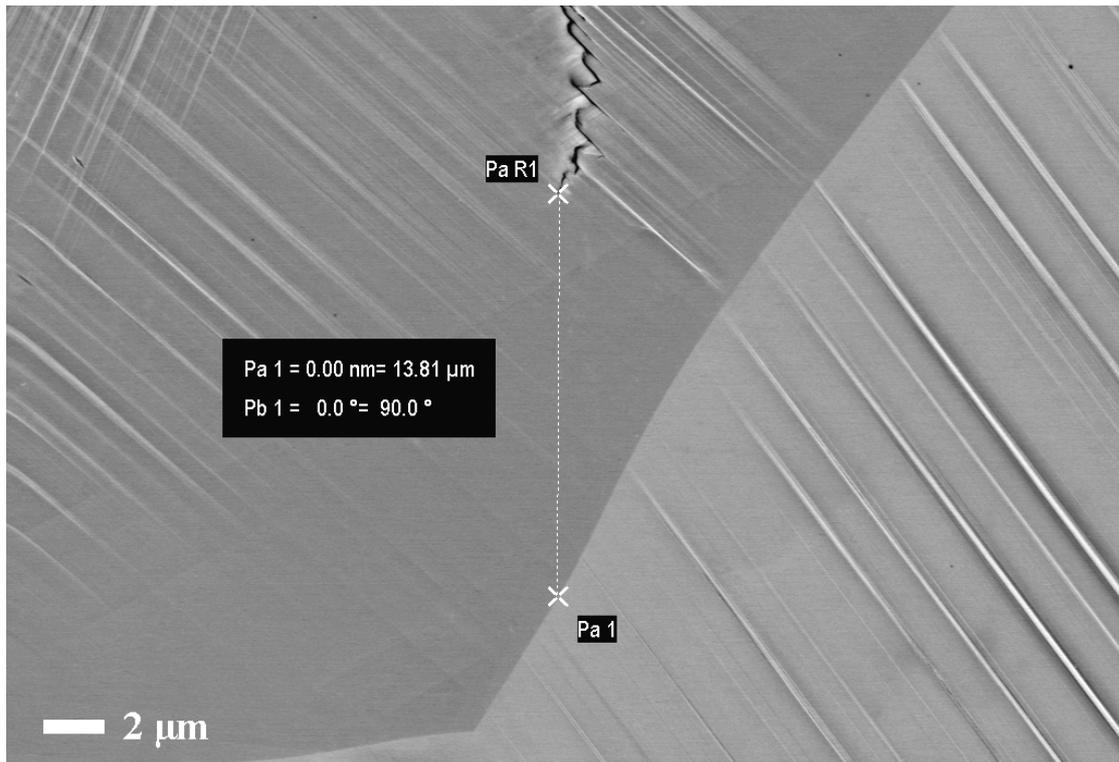


Abbildung 3.4.3: Vermessung des Abstandes Risspitze – Korngrenze im Austenit. Die Lastachse liegt horizontal.

Aus diesem Grund wurde der Abstand zwischen Risspitze und Korngrenze im rein austenitischen Stahl sowie in der austenitischen Phase des Duplexstahls senkrecht zur Lastachse vermessen (Abb. 3.4.3).

Für die Vermessung der Risslänge sowie des Rissfortschritts wurden keine Betrachtungen zur Größe der Messunsicherheiten angestellt, da diese gegenüber der Streuung der ausgewerteten Daten vernachlässigbar klein sind.

### 3.4.2. Bestimmung der Rissöffnung (COD) und -verschiebung (CSD)

Um eine Aussage über den Rissausbreitungsmechanismus in Austenit und Ferrit zu gewinnen, wurde in der vorliegenden Arbeit das Verhältnis zwischen Rissöffnung und -verschiebung bei zyklischer Belastung für kurze Risse in beiden Phasen untersucht. Diese Untersuchungen wurden für eine plastische Dehnungsamplitude von  $\epsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$  durchgeführt. Die Messgröße ist dabei der sich während der zyklischen Verformung verändernde Abstand der Rissflanken, der in dieser Arbeit als Rissflankenabstand bzw. CFD (engl. crack flank distance) bezeichnet wird. Zur Auswertung muss CFD in den Rissöffnungsabstand senkrecht zum Risspfad (engl. crack opening distance – COD) und den Risscherungsabstand parallel zum Risspfad (engl. crack sliding distance – CSD) zerlegt werden. Dazu werden der Winkel zwischen Risspfad und Lastachse sowie der Winkel zwischen CFD und Lastachse benötigt (siehe Abb. 3.4.4).

Aus einem einzelnen Zahlenwert für die Größe CFD (analog COD und CSD) lässt sich keine Aussage ableiten, schon weil sie in der Regel nicht direkt an der Rissflanke gemessen wird (siehe Abschnitt 3.4.2.2). Wichtig ist die Veränderung von CFD im Verlauf der zyklischen Belastung, also die Hystereseschleife der Spannung als Funktion von CFD (siehe Abb.

3.4.6b). Eine Verschiebung entlang der x-Achse ist dabei irrelevant. Ebenso von Bedeutung ist die Spanne von CFD, die Rissflankenverschiebung (engl. crack flank displacement –  $\Delta\text{CFD}$ ), sowie vor allem deren plastischer Anteil  $\Delta\text{CFD}_{\text{pl}}$  (siehe Abb. 3.4.4 und Abb. 3.4.6b).

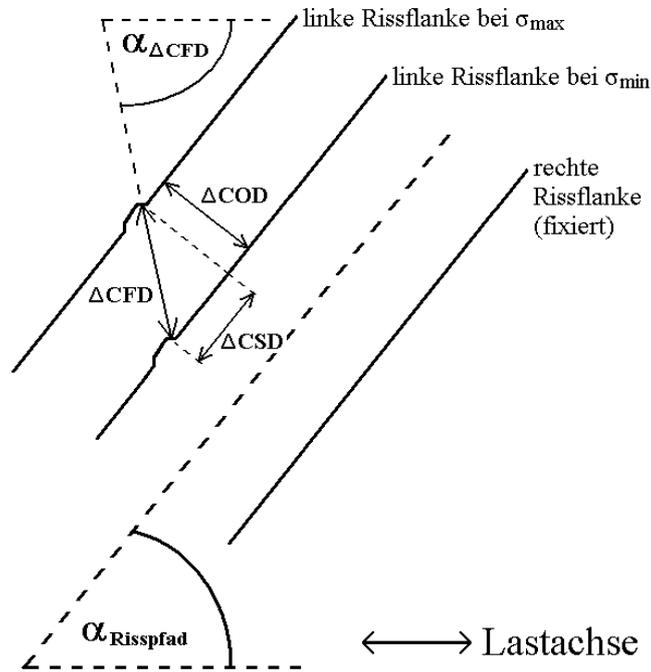


Abbildung 3.4.4: Schematische Darstellung von  $\Delta\text{CFD}$ ,  $\Delta\text{COD}$ , und  $\Delta\text{CSD}$  an einem Riss. Im abgebildeten Fall ist  $\alpha_{\text{Risspfad}}$  positiv, während  $\alpha_{\Delta\text{CFD}}$  negativ ist.

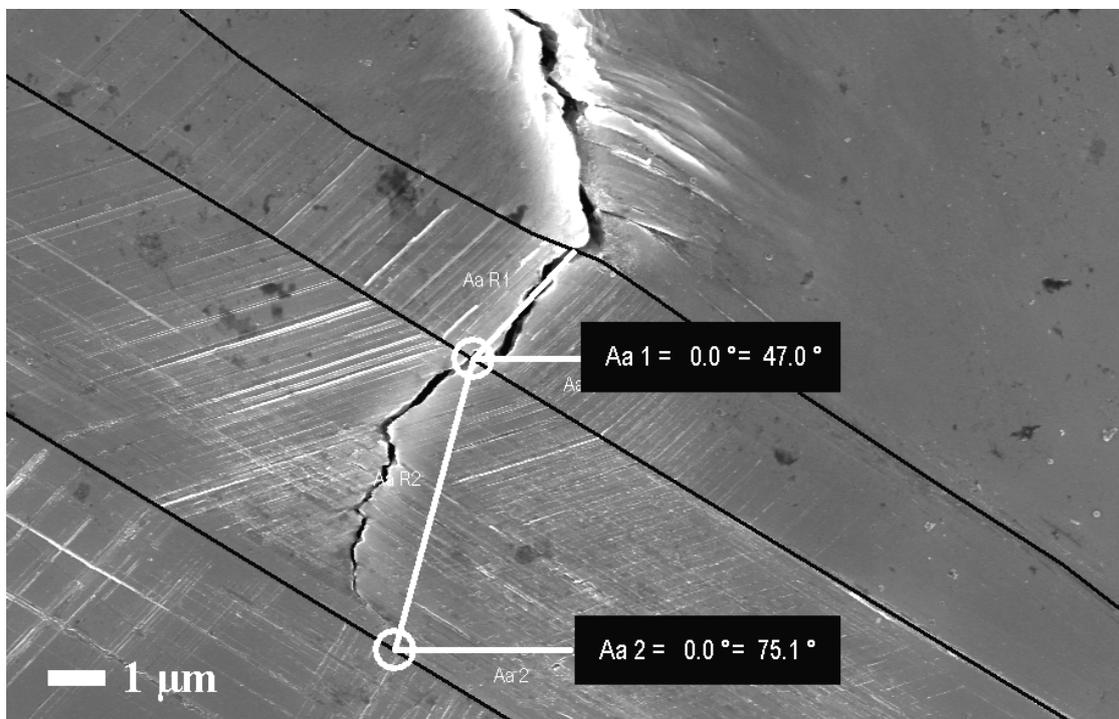


Abbildung 3.4.5: Bestimmung des Winkels zwischen Risspfad und Lastachse für einen Riss in zwei austenitischen Körnern. Die Korngrenzen wurden schwarz markiert. Die Lastachse liegt horizontal.

Die Vermessung des Winkels zwischen Risspfad und Lastachse ist im Fall der ferritischen

Phase trivial, da die Risse in der Regel sehr geradlinig verlaufen (siehe z. B. Abb. 3.4.2). In der austenitischen Phase wurde für alle CFD-Messungen innerhalb eines Korns der gleiche mittlere Winkel verwendet, der sich für die gerade Strecke zwischen Ein- und Austrittspunkt des Risses ergibt (siehe Abb. 3.4.5).

Bei gegebenen CFD,  $\alpha_{\text{Risspfad}}$  und  $\alpha_{\text{ACFD}}$  kann CSD nach der Gleichung

$$CSD = CFD \cdot |\cos(\alpha_{CFD} - \alpha_{\text{Risspfad}})| \quad (3.3)$$

und COD nach der Gleichung

$$COD = CFD \cdot |\sin(\alpha_{CFD} - \alpha_{\text{Risspfad}})| \quad (3.4)$$

berechnet werden.

Die Methoden zur Bestimmung von CFD werden in den folgenden Abschnitten erläutert. Für eine einfache Einordnung der Messwerte im Rahmen der Auswertung bezüglich des Rissausbreitungsmechanismus wurde als charakteristische Größe das Verhältnis

$$S[\%] = 100 \cdot \Delta CSD_{pl} / (\Delta CSD_{pl} + \Delta COD_{pl}) \quad (3.5)$$

definiert. Kleine Werte stehen dabei für einen hohen Anteil an plastischer Rissöffnung und große Werte für einen hohen Anteil an plastischer Rissverschiebung. Da die plastischen Anteile der Rissflankenverschiebung entscheidend für die Rissausbreitung sind, werden im Ferrit große und im Austenit kleine Werte für den Parameter  $S$  erwartet.

Bei der Bestimmung von  $\Delta CFD$  aus REM-Aufnahmen tritt der Effekt auf, dass anhand einer zweidimensionalen Abbildung ein dreidimensionaler Prozess bewertet werden muss. Gemessen werden kann nur die Projektion der Rissflankenverschiebung auf die Probenoberfläche. Unter der Annahme, dass kurze Risse im Ferrit sich durch Einfachgleiten ausbreiten [Düber06], muss angenommen werden, dass der plastische Anteil der Scherung der Rissflanken  $\Delta CSD_{pl}$  parallel zur aktiven Gleitrichtung erfolgt. Letztere ist im Allgemeinen nicht parallel zur Oberfläche, wodurch bei der Ermittlung von  $\Delta CSD_{pl}$  anhand einer zweidimensionalen Abbildung ein zu kleiner Wert gemessen wird, da der Anteil senkrecht zur Oberfläche nicht mit erfasst wird. Prinzipiell ist dieser Effekt bei bekannter aktiver Gleitrichtung über das Verhältnis zwischen der Länge des Gleitvektors  $[x, y, z]$  in den Koordinaten des Probensystems zur Länge seiner Projektion auf die Probenoberfläche korrigierbar. Konsequenterweise müsste dabei jedoch auch die plastische Rissöffnung  $\Delta COD_{pl}$  anhand des gleichen Verhältnisses für den Normalenvektor der Rissebene, welcher sich anhand der Gleitrichtung sowie der Oberflächenspur des Risspfades berechnen lässt, korrigiert werden. Um die Vergleichbarkeit zu wahren, müsste diese Korrektur auch für Risse in der austenitischen Phase erfolgen, da hier aus der Literatur bekannt ist, dass in Austenitstahl die Risspfade kurzer Risse häufig nicht senkrecht zur Oberfläche in die Tiefe wachsen [Blochwitz08]. Voraussetzung dafür wäre jedoch die Kenntnis der exakten Lage der Rissebene, die im Austenit mit dem zur Verfügung stehenden experimentellen Equipment ohne eine Zerstörung der Probe praktisch nicht zu erlangen ist, weil die Risse sich nicht entlang einzelner Gleitebenen ausbreiten.

Aus diesem Grund wurde bei den in dieser Arbeit dargestellten Werten generell auf eine Korrektur des Parameters  $S$  verzichtet. Gleichwohl wurde der Einfluss der beschriebenen Korrektur für die ferritische Phase überprüft, mit dem Ergebnis, dass die korrigierten Daten zu qualitativ gleichwertigen Ergebnissen führen.

### 3.4.2.1. Bestimmung von $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$ und $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$ (Z'-D'-Methode)

Zur Bestimmung des plastischen Anteils der Rissflankenverschiebung ( $\Delta\text{CFD}_{\text{pl}}$ ) (und daraus  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  bzw.  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$ ) an einer größeren Anzahl von Rissen wurde in der vorliegenden Arbeit die sogenannte „Z'-D'-Methode“ angewendet. Dabei wird die Probe im Anschluss an die ex situ Ermüdung, bei der die Probe bei  $\sigma = 0$  und  $\varepsilon_{\text{plast.}} = -\varepsilon_{\text{pa}}$  ausgespannt wird, im Zug-Druck-Modul eineinhalb Zyklen verformt, also bei  $\sigma = 0$  und  $\varepsilon_{\text{plast.}} = \varepsilon_{\text{pa}}$  ausgespannt (Punkt Z', siehe Abb. 3.4.6a). In diesem Zustand werden 25000fach vergrößerte Bilder der zu untersuchenden Risspitzen aufgenommen, die sich bezüglich der Hystereseschleife der Spannung als Funktion von CFD an dem in Abbildung 3.4.6b mit Z' markierten Punkt befinden. Im Anschluss wird die Probe im Zug-Druck-Modul für weitere eineinhalb Zyklen verformt, also bei  $\sigma = 0$  und  $\varepsilon_{\text{plast.}} = -\varepsilon_{\text{pa}}$  ausgespannt (Punkt D', siehe Abb. 3.4.6a). Bezüglich der Hystereseschleife Spannung – CFD befinden sich die Risse jetzt an dem in Abbildung 3.4.6b mit D' markierten Punkt. In diesem Zustand werden erneut REM-Bilder mit identischer Vergrößerung von den bereits zuvor abgebildeten Risspitzen aufgenommen. Wie in Abbildung 3.4.6b zu erkennen ist, entspricht der Unterschied im Rissflankenabstand zwischen den im Punkt Z' und D' aufgenommenen Bildern dem plastischen Anteil der Rissflankenverschiebung  $\Delta\text{CFD}_{\text{pl}}$ .

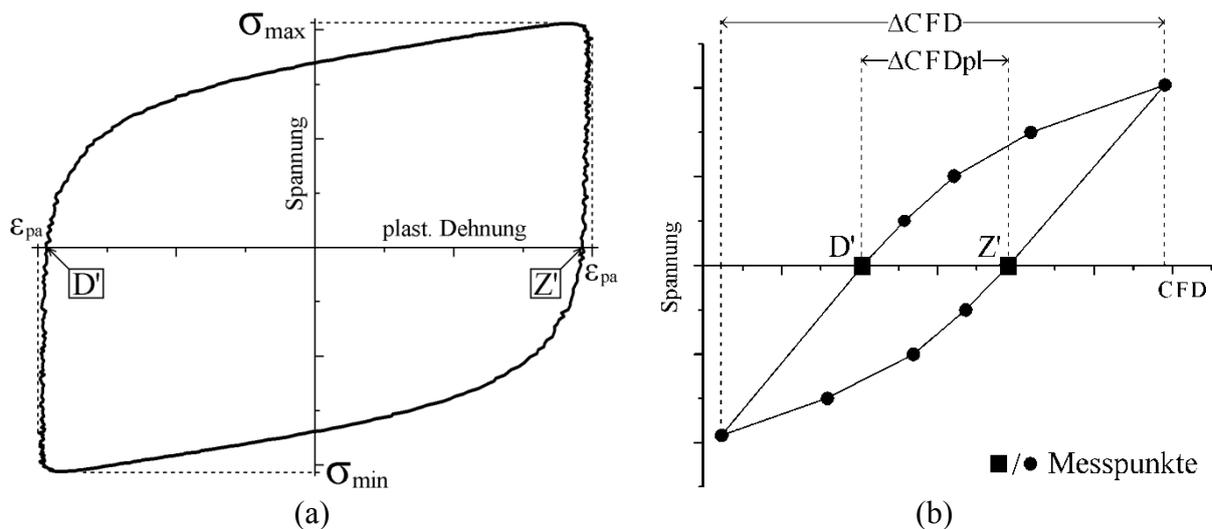


Abbildung 3.4.6: (a) Schematische Hystereseschleife für die Spannung als Funktion der plastischen Dehnung mit den Punkten Z' und D' und (b) Schematische Hystereseschleife für die Spannung als Funktion des Rissflankenabstands (CFD) mit den Messpunkten für die volle Hystereseschleife sowie den der Z'-D'-Methode zuzuordnenden Messpunkten.

Für die Bestimmung von  $\Delta\text{CFD}_{\text{pl}}$  werden beide Aufnahmen einer Risspitze mittels der Software GIMP (GNU Image Manipulation Program, Version 2.6.11) semitransparent übereinandergelegt und so angeordnet, dass eine Rissflanke zur Deckung kommt (Abb. 3.4.7a).

Die Verschiebung der anderen Flanke und damit  $\Delta\text{CFD}_{\text{pl}}$  kann dann direkt gemessen werden (Abb. 3.4.7b). Das Ausmessen erfolgt ebenfalls mittels der Software GIMP, die Messgrößen sind die Länge von  $\Delta\text{CFD}_{\text{pl}}$  in Pixel sowie der Winkel der Messstrecke zur Lastachse (siehe Abb. 3.4.7b). Die Umrechnung in nm erfolgt anhand des Abbildungsmaßstabes. Die Bestimmung erfordert eine markante Stelle an der zu vermessenden Rissflanke, welche als

identische Pixelstruktur in beiden Aufnahmen gut zu erkennen ist. Ein Beispiel zeigt Abbildung 3.4.7b. Dabei ist beim Ausmessen durch die Möglichkeit, den Grad der Transparenz der Aufnahmen stufenlos zu variieren, eine bessere Wiedererkennung möglich, als es Abbildung 3.4.7b (aufgrund der Überlagerung der beiden Aufnahmen) suggeriert.

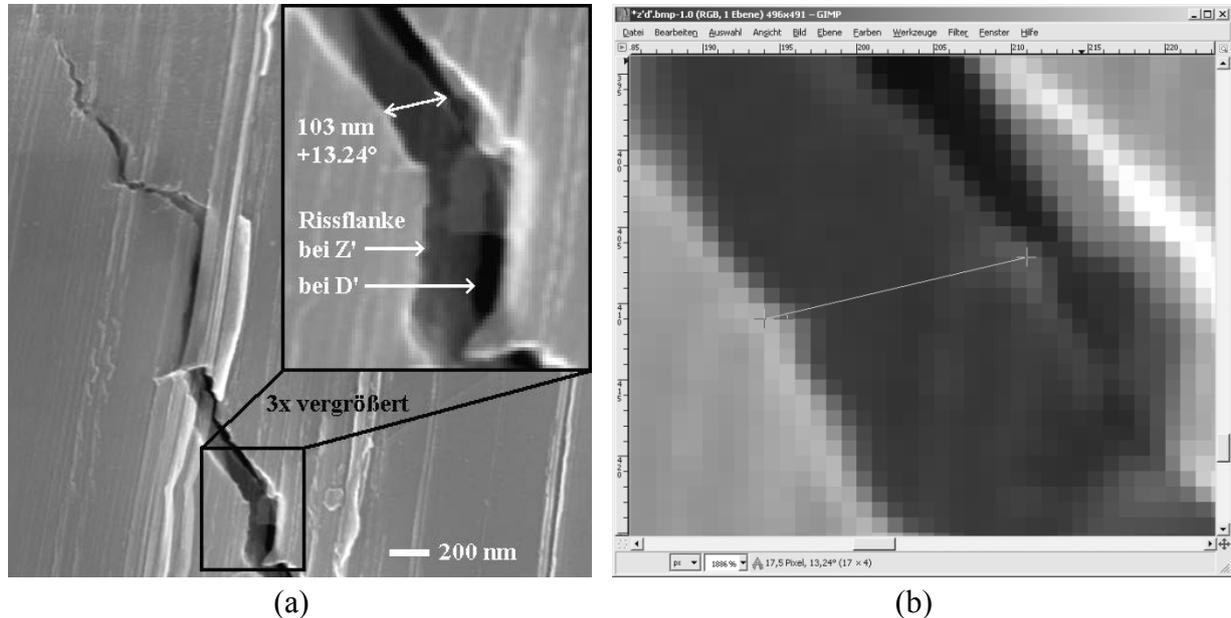


Abbildung 3.4.7: Messung von  $\Delta\text{CFD}_{\text{pl}}$ : (a) Überblick, (b) Messung mit GIMP. Die Lastachse liegt horizontal.

Aus dem so bestimmten  $\Delta\text{CFD}_{\text{pl}}$  können in Analogie zu den Gleichungen (3.3) und (3.4)  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  und  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  berechnet werden. Alle Messungen wurden stets im gleichen Abstand von etwa  $2\ \mu\text{m}$  zur Rissspitze durchgeführt, um einerseits die Vergleichbarkeit verschiedener Messwerte zu gewährleisten und andererseits, um aufgrund des geringen Abstands zur Rissspitze die berechneten Werte für  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  und  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  mit dem Rissausbreitungsmechanismus und der Rissausbreitungsrate korrelieren zu können.

Für die Abschätzung der Messunsicherheit der Z'-D'-Methode wurde für die durchschnittlich gemessene Länge (14 Pixel) unter dem durchschnittlich gemessenen Winkel ( $\pm 20^\circ$ ) der Fall betrachtet, dass ein Ende der Messstrecke jede der anderen acht Positionen an den Ecken der es umgebenden Pixel einnimmt (siehe Abb. 3.4.7b). Damit ergeben sich acht vom Messwert abweichende Werte für  $\Delta\text{CFD}_{\text{pl}}$  (Länge und Winkel). Für diese wurden für einen  $45^\circ$  zur Messstrecke geneigten Riss  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  und  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  berechnet, wobei sich eine maximale Abweichung von 6 nm bzw. 14% ergibt. Dieser Wert kann als Abschätzung der maximalen Messunsicherheit der Z'-D'-Methode herangezogen werden.

### 3.4.2.2. Ermittlung der Hystereseschleife der Spannung als Funktion von COD bzw. CSD

Um die vollständige Information über den Verlauf von COD bzw. CSD während der zyklischen Verformung zu erhalten, muss die Hystereseschleife der Spannung als Funktion von CFD experimentell bestimmt werden. Dazu wurde die Probe im Zug-Druck-Modul im REM in situ verformt, beginnend im Punkt Z' (siehe Abb. 3.4.6) für einen Zyklus pro Rissspitze.

Die Verformung wurde in Schritten von 1 kN sowie bei der maximalen und minimalen Kraft unterbrochen, um jeweils ein Bild der Risspitze aufzunehmen (siehe Abb. 3.4.6b). Während der Entlastungsphasen wurden keine Aufnahmen gemacht, so dass sich 11 Bilder pro Risspitze ergeben (zwei davon bei Z'). Zu beachten ist, dass die Unterbrechung der Verformung bei der maximalen und minimalen Spannung kurz vor dem Umkehrpunkt erfolgt, weil es sonst bedingt durch die Mechanik des Zug-Druck-Moduls zu einer Entspannung in der Probe kommt und speziell die Werte für CSD sehr empfindlich darauf reagieren.

Im Gegensatz zur Z'-D'-Methode konnte für die Hystereseschleifen das Vermessen der Aufnahmen nicht direkt an den Rissflanken erfolgen, da die Risse in der Regel unter maximaler Druckbelastung geschlossen sind und in diesem Fall der Abstand der Rissflanken nicht sinnvoll zu vermessen ist. Als Alternative musste daher in einem Abstand von etwa 2  $\mu\text{m}$  von der Risspitze (um die Vergleichbarkeit mit der Z'-D'-Methode zu gewährleisten) auf jeder Seite des Risses ein markantes Objekt gefunden werden (siehe Abb. 3.4.8).

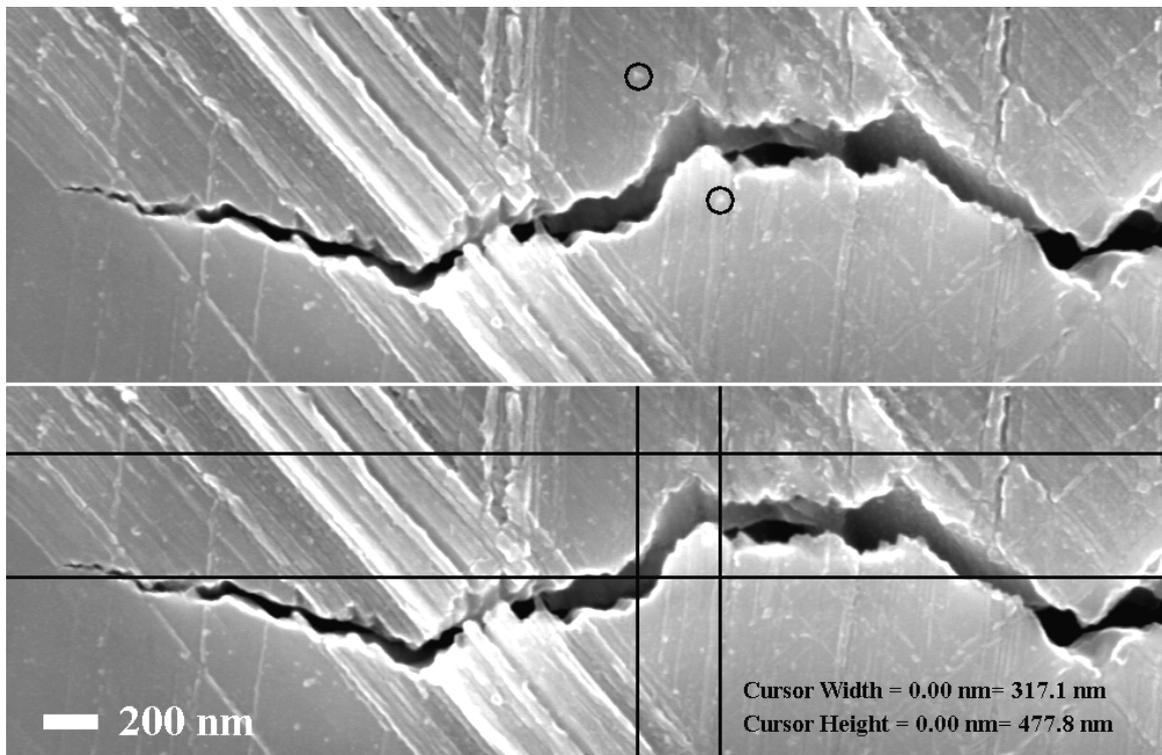


Abbildung 3.4.8: Vermessen der Aufnahmen für Hystereseschleifen Spannung – CFD. Die Lastachse liegt vertikal.

Aufgrund der Tatsache, dass die Absolutwerte von CFD für die Auswertung ohnehin irrelevant sind, kann unter der Voraussetzung, dass diese Objekte nah genug an den Rissflanken liegen, deren Abstand mit CFD gleichgesetzt werden. Die Gültigkeit dieser Annahme wurde für jede gemessene Hystereseschleife geprüft, indem unter Verwendung der im vorherigen Abschnitt erläuterten Z'-D'-Methode  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  und  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  bestimmt und mit den aus der Hystereseschleife ermittelten Werten verglichen wurden. Anstelle des direkten Abstandes der beiden Objekte wurden deren vertikaler und horizontaler Abstand vermessen (siehe Abb. 3.4.8), da sich diese Art der Messung als besser reproduzierbar erwies und daraus CFD inklu-

sive des Winkels zur Lastachse leicht zu errechnen ist.

Als maximale Messunsicherheit können für den vertikalen und horizontalen Abstand jeweils  $\pm 2$  Pixel angenommen werden. Daraus resultiert eine maximale Messunsicherheit für CSD und COD von ca.  $\pm 12$  nm. Die Absolutwerte für CSD und COD rangieren zwischen 0 und 2000 nm, besitzen allerdings bedingt durch die Messmethode keine physikalische Aussage. Relevant sind dagegen die Form der Hystereseschleifen sowie die Differenzwerte  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  und  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$ . Für letztere ergibt sich eine maximale Messunsicherheit von  $\pm 25$  nm bei Absolutwerten zwischen 1 und 125 nm. Allerdings muss betont werden, dass es sich hierbei um die maximale Messunsicherheit handelt, der die Annahme zugrunde liegt, dass bei der Messung der Abstände beide Paare der begrenzenden Geraden (siehe Abb. 3.4.8) in jeweils entgegengesetzte Richtungen verschoben wurden. Unter der Annahme, dass jeweils nur eine der Geraden verschoben wurde, ergibt sich eine realistische Messunsicherheit, die etwa halb so groß ist wie die maximale.

## 4. Ergebnisse und Diskussion

### 4.1. Rissklassifizierung / Zusammenhang Risslänge – Rissausbreitungsrate

Wie im Abschnitt 2.4.4 dargelegt, ist der Übergang vom MiKR zum MeKR mit einer Übergangsrisslänge korreliert, die in der Literatur jedoch uneinheitlich definiert wird. Daher wurde diese Thematik in der vorliegenden Arbeit untersucht, mit dem Ziel, für die ausgewählten Materialien eine möglichst eindeutige Definition der Übergangsrisslänge zu finden.

#### 4.1.1. Austenitstahl

Für die Unterscheidung zwischen MiKR und MeKR existieren zwei quantifizierbare Kriterien: Zum einen unterscheiden sich MiKR und MeKR in ihrem Zusammenhang zwischen Rissausbreitungsrate  $\Delta a/\Delta N$  und (halber Gesamt-) Risslänge  $a$  [Blochwitz01]. Dabei ist für MiKR die Rissausbreitungsrate eine von der Risslänge unabhängige Konstante  $v_I$ , während sie jenseits einer Übergangsrisslänge  $a_t$  für MeKR proportional zur Risslänge ansteigt. Das andere Kriterium besagt, dass der Übergang stattfindet, wenn die Risslänge ein bestimmtes Vielfaches des mittleren Korndurchmessers erreicht hat (z. B. [Miller87]).

In der vorliegenden Arbeit wurde untersucht, ob diese beiden Kriterien vereinbar sind, die Übergangsrisslänge  $a_t$  also einer bestimmten Anzahl an Korndurchmessern entspricht.

Um diesbezüglich eine Aussage treffen zu können, müssen entweder verschiedene Korngrößen untersucht oder Ergebnisse für eine Korngröße mit Literaturdaten für eine andere verglichen werden. Für den Austenitstahl konnte dabei auf Untersuchungen von Obrtlík et al. [Obrtlík97] und Blochwitz et al. [Blochwitz08] zurückgegriffen werden. Die für den Vergleich mit dieser Arbeit relevanten Ergebnisse von Obrtlík et al. [Obrtlík97] lassen sich wie folgt zusammenfassen:

1. Für eine plastische Dehnungsamplitude  $\varepsilon_{pa} = 5 \times 10^{-4}$  wurde eine Übergangsrisslänge  $a_t$  von 110  $\mu\text{m}$  ermittelt. Das entspricht 110% des mittleren Korndurchmessers.
2. Die Übergangsrisslänge sinkt mit steigender plastischer Dehnungsamplitude.

Die Ergebnisse von Blochwitz et al. [Blochwitz08] lauten:

3. Für die untersuchte plastische Dehnungsamplitude  $\varepsilon_{pa} = 5 \times 10^{-4}$  wurde eine Übergangsrisslänge  $a_t = 45\text{-}65 \mu\text{m}$  ermittelt. Das entspricht 113-163% des mittleren Korndurchmessers von 40  $\mu\text{m}$ .

In der vorliegenden Arbeit wurden Untersuchungen an mit drei verschiedenen plastischen Dehnungsamplituden verformten Proben mit einem mittleren Korndurchmesser von etwa 42  $\mu\text{m}$  ausgewertet:  $\varepsilon_{pa} = 1 \times 10^{-4}$ ,  $\varepsilon_{pa} = 5 \times 10^{-4}$  und  $\varepsilon_{pa} = 2 \times 10^{-3}$ , im Folgenden die kleine, mittlere und große Amplitude genannt. Dabei ermöglichte die mittlere Amplitude den direkten Vergleich mit den Literaturdaten, während mit den Ergebnissen der großen und kleinen Amplitude die oben unter 2. genannte Aussage überprüft werden konnte.

An dieser Stelle muss angemerkt werden, dass die Ergebnisse von Obrtlík et al. [Obrtlík97] an gekerbten Proben mit einem eingravierten Gitter gewonnen wurden. Im Grund der Kerbe kommt es dabei zu einer Spannungsüberhöhung bei zusätzlich verringertem Querschnitt. Daraus resultiert eine höhere effektive plastische Dehnungsamplitude gegenüber der durch den

Dehnungsaufnehmer über die gesamte Messlänge hinweg erfassten. Wie auch von Blochwitz et al. [Blochwitz08] wurden von Obrtlík et al. [Obrtlík97] ausschließlich äquivalente Risse ausgewertet, also jeweils der Riss pro Probe, der zum jeweiligen Verformungsstadium der längste war (siehe [Polak90]). Dabei ergibt sich in einer Auftragung der Risslänge  $a$  über der Zyklenzahl  $N$  für das Regime der MiKR ein linearer Zusammenhang (konstante Ausbreitungsrate) und für das Regime der MeKR ein exponentieller Zusammenhang (Ausbreitungsrate proportional zur Risslänge). Allerdings merkten Blochwitz et al. [Blochwitz08] an, dass in ihrer Arbeit die Anzahl an Datenpunkten zu einem einzelnen Riss zu gering ist, um eine genaue Aussage treffen zu können.

Um diese Einschränkung zu umgehen, wurde in der vorliegenden Arbeit die folgende Auswertemethode angewandt: Um die Anzahl der Datenpunkte zu erhöhen, wurden nicht nur die äquivalenten, sondern pro Probe die jeweils 11 längsten der in der Messfläche vorhandenen Risse ausgewertet (also 22 Rissspitzen). Dazu wurden (nach Proben getrennt) sämtliche Datenpunkte dieser Risse, jeweils bestehend aus der jeder Rissspitze zugeordneten halben Gesamtrisslänge  $a$  und der Rissausbreitungsrate  $\Delta a/\Delta N$  (mit  $\Delta N = 3.000$  für die große, 30.000 für die mittlere und 100.000 für die kleine Amplitude), in einer Tabelle zusammengefasst, wobei die Datenpunkte für das nur in Ausnahmefällen beobachtete interkristalline Wachstum nicht mit berücksichtigt wurden. Dem Kriterium von Blochwitz [Blochwitz01] zufolge sollte eine Auftragung der Rissausbreitungsrate als Funktion der Risslänge für  $a \leq a_t$  ein Plateau und für  $a > a_t$  einen Bereich mit linearem Anstieg proportional zu  $a$  zeigen. Voraussetzung dafür ist, dass die Ausbreitungsrate nur von der Risslänge abhängt und nicht von anderen Faktoren beeinflusst wird. Die Ausbreitungsrate wird jedoch von vielen Faktoren beeinflusst (z. B. wird sie temporär stark abgesenkt, wenn der Riss ein Gleitband überwinden muss; daneben spielen z. B. auch die Eigenschaften des risstragenden Korns eine Rolle) und entsprechend zeigt sich im Diagramm kein solcher Zusammenhang (siehe Abb. 4.1.1).

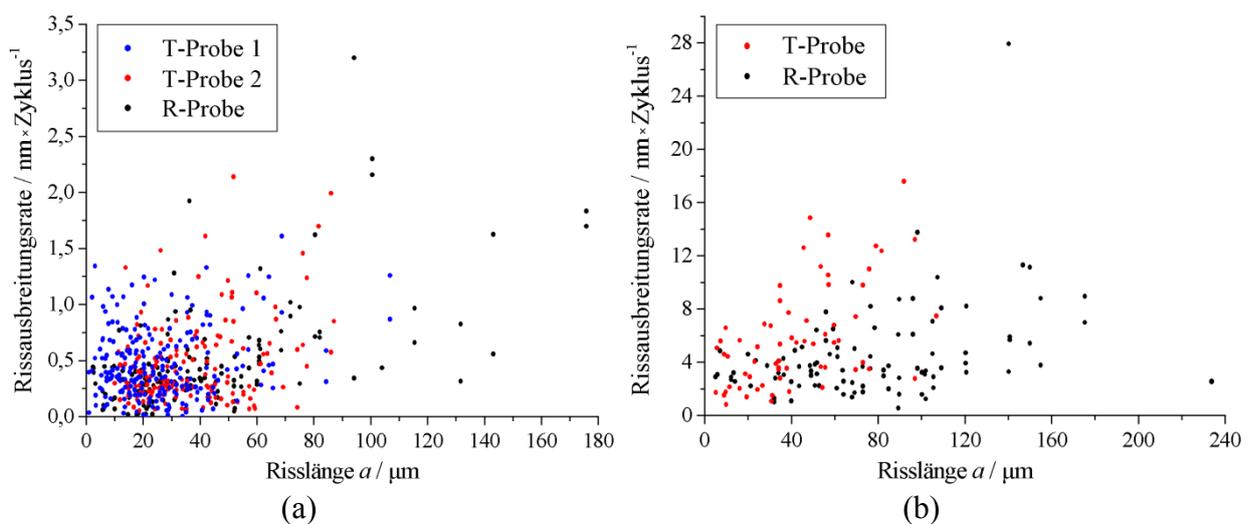


Abbildung 4.1.1: Rissausbreitungsrate über Risslänge  $a$  für (a) die mittlere Amplitude ( $\epsilon_{pa} = 5 \times 10^{-4}$ ) und (b) die große Amplitude ( $\epsilon_{pa} = 2 \times 10^{-3}$ ).

Es ist lediglich zu erkennen, dass für die Ausbreitungsrate als Funktion der Risslänge eine Art

obere Grenze für die Ausbreitungsrate zu existieren scheint, die mit steigender Risslänge zunimmt. Die Auswertung konnte für die mittlere (Abb. 4.1.1a) und die große Amplitude (Abb. 4.1.1b) durchgeführt werden. Von den mit der kleinen Amplitude verformten Proben entwickelte eine Probe innerhalb von  $10^6$  Zyklen keinen einzigen Riss, während die andere aufgrund eines Risses versagte, der außerhalb der Messfläche an den Kratzern des Dehnungsaufnehmers initiierte. Innerhalb einer Amplitude wurde in R- und T-Proben (Probenentnahme längs und quer zur Walzrichtung des Ausgangsblechs) unterschieden, da diese nach Blochwitz et al. [Blochwitz08] unterschiedliche mittlere Rissausbreitungsraten aufweisen.

Wie in Abbildung 4.1.1 zu sehen, zeigen die nicht äquivalenten Risse starke Schwankungen in ihrer Ausbreitungsrate. Um diese zu verringern und damit einen eindeutigen Zusammenhang zwischen Ausbreitungsrate und Risslänge zu erhalten, musste eine sinnvolle Methode der Messwertmittelung gefunden werden. Als Voraussetzung für eine Verringerung der Streuung durch eine Mittelung muss gelten, dass die Risslänge nicht mit einer Größe korreliert ist, von der die Ausbreitungsrate abhängt. Den Ergebnissen in [Marx10] bzw. [Blochwitz08] zufolge darf die Risslänge daher weder mit dem Abstand zwischen Risspitze und Korngrenze noch mit der Orientierung des risstragenden Korns korreliert sein. Letzteres kann ohne weitere Prüfung als gegeben angesehen werden. Ersteres wäre kritisch bei einer sehr gleichförmigen Korngrößenverteilung. Aufgrund der im untersuchten Material vorliegenden breiten Streuung der Korngröße um den mittleren Wert von  $42 \mu\text{m}$  mit einer Standardabweichung  $\sigma \approx 35 \mu\text{m}$  ist jedoch gesichert, dass die oben genannte Voraussetzung für die Mittelung der Messwerte gegeben ist. Die mittlere Korngröße und deren Standardabweichung wurden aus einem EBSD-Mapping über 361 Körner (1297 Körner bei Berücksichtigung von Zwillingsgrenzen) im zentralen Bereich der Beobachtungsfläche einer Austenitstahlprobe ermittelt (Abb. 4.1.2).

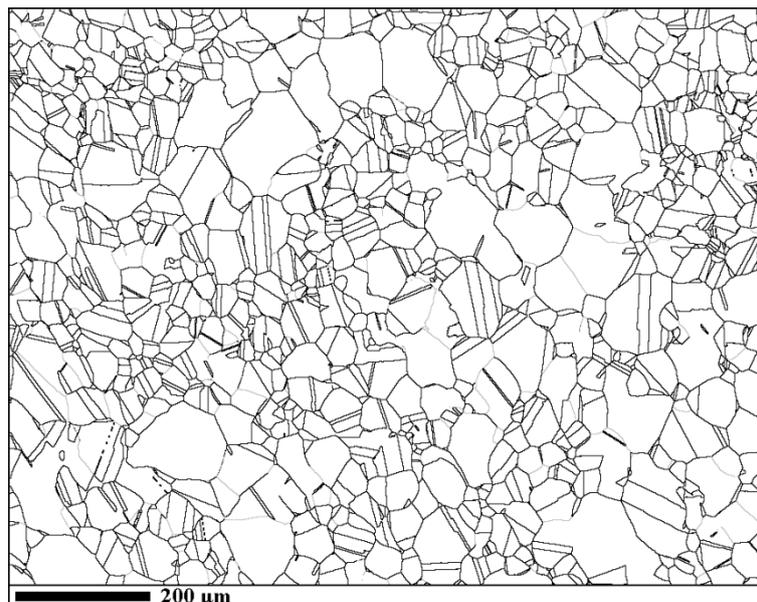


Abbildung 4.1.2: Mikrostruktur des Austenitstahls aus EBSD-Mapping. Schwarze Linien repräsentieren Großwinkelkorngrenzen (Misorientierung  $> 15^\circ$ ), graue Linien Korngrenzen mit einer Misorientierung zwischen  $10^\circ$  und  $15^\circ$ .

Die Mittelung der in Abbildung 4.1.1 gezeigten Messwerte wurde folgendermaßen durchgeführt: Zunächst werden die einzelnen Datenpunkte nach steigender Risslänge  $a$  sortiert und in gleichgroße aufeinanderfolgende Gruppen eingeteilt. Im vorliegenden Fall wurden Gruppen aus 20 Einzelpunkten gebildet, so dass nach der Sortierung nach steigender Risslänge die erste Gruppe aus den Punkten 1-20 bestand, die zweite aus den Punkten 21-40 usw. Für die Gruppen wurden die mittlere Risslänge  $\bar{a}$  und die mittlere Ausbreitungsrate  $\overline{\Delta a/\Delta N}$  berechnet und analog zu Abbildung 4.1.1 gegeneinander aufgetragen (siehe Abb. 4.1.3). Dieses Verfahren der Messwertmittelung wurde im Rahmen der vorliegenden Arbeit häufig angewandt. Dabei wurde die Gruppengröße so angepasst, dass eine optimale Ausnutzung der Einzeldatenpunkte gegeben war. Zur Validierung der Ergebnisse wurde stets überprüft, dass eine Veränderung der Anzahl Einzeldatenpunkte pro Gruppe zu einem gleichwertigen Ergebnis führt.

Alternativ zu der beschriebenen Vorgehensweise hätte die Mittelung über feste Bereiche der Risslänge (z. B. alle Einzeldaten mit  $0 < a \leq 10$  als Gruppe 1,  $10 < a \leq 20$  als Gruppe 2, etc.) durchgeführt werden können, was auch zu einem qualitativ gleichwertigen Ergebnis führt. Aufgrund der inhomogenen Datendichte in Abhängigkeit von der Risslänge hat jedoch die in dieser Arbeit angewandte Methode den Vorteil, dass die gemittelten Werte für  $\bar{a}$  und  $\overline{\Delta a/\Delta N}$  die gleiche Statistik und dementsprechend eine ähnliche Streuung aufweisen und dadurch bei einem Fitten gemäß einem funktionalen Zusammenhang mit gleicher Wichtung berücksichtigt werden können.

Wie Abbildung 4.1.3 zeigt, wird durch die Messwertmittelung die Schwankung der Daten stark reduziert, wodurch ein direkter Zusammenhang zwischen der Rissausbreitungsrate und der Risslänge zu erkennen ist.

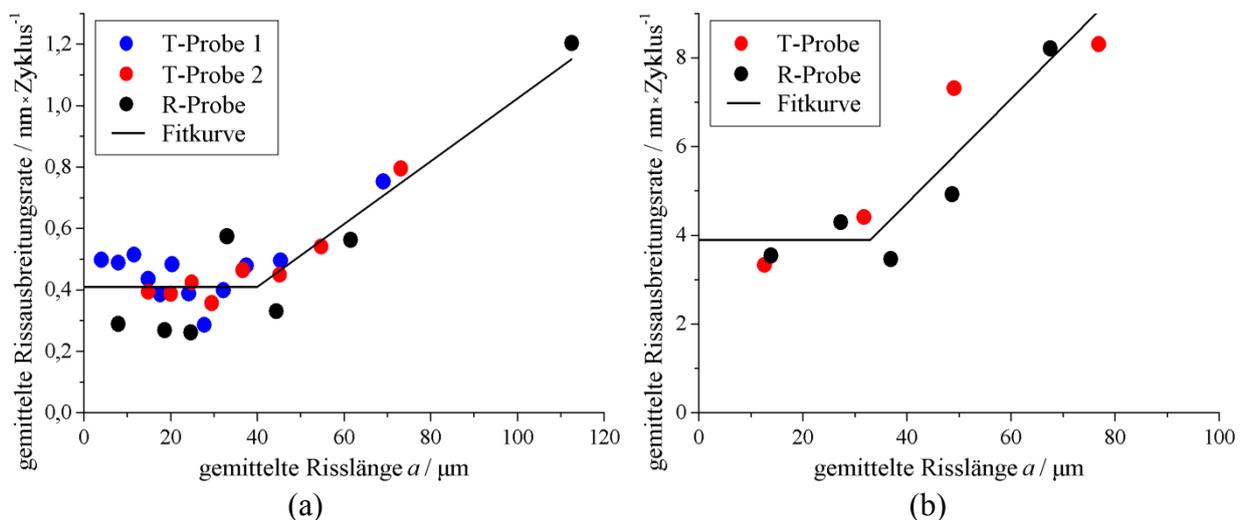


Abbildung 4.1.3: Gemittelte Rissausbreitungsrate über gemittelter Risslänge für (a) die mittlere Amplitude ( $\varepsilon_{pa} = 5 \times 10^{-4}$ ) und (b) die große Amplitude ( $\varepsilon_{pa} = 2 \times 10^{-3}$ ), jeweils mit einer Fitkurve nach den Gleichungen (4.1) und (4.2) (siehe Text).

Dabei fällt zunächst auf, dass die gemittelte Rissausbreitungsrate für R- und T-Proben keine so stark ausgeprägten Unterschiede aufweist, wie es nach den Ergebnissen von Blochwitz et

al. [Blochwitz08] zu erwarten wäre. Blochwitz et al. [Blochwitz08] fanden für die mittlere Amplitude stark verschiedene mittlere Ausbreitungsraten von 0,35 nm/Zyklus für R-Proben und 0,56 nm/Zyklus für T-Proben, was einem Verhältnis von 1,6 entspricht. Aus den Daten dieser Arbeit gehen mittlere Ausbreitungsraten von 0,48 nm/Zyklus bzw. 0,6 nm/Zyklus und damit ein Verhältnis von 1,25 hervor (für die große Amplitude ergibt sich ein Verhältnis von 1,21). Die geringeren Verhältnisse in dieser Arbeit liegen in der größeren Anzahl untersuchter Risse begründet: Blochwitz et al. [Blochwitz08] bezogen aus 11 Proben die insgesamt 15 längsten Risse in ihre Auswertung ein, während in dieser Arbeit pro Probe die jeweils 11 längsten Risse ausgewertet wurden. Die starken Unterschiede in der Ausbreitungsrate sind folglich im Wesentlichen bei den längsten Rissen zu beobachten und treten bei den kürzeren, in ihrer Ausbreitungsrate auch stärker schwankenden Rissen weniger stark zutage. Dementsprechend ist die Differenz in den durch die kurzen Risse dominierten wahrscheinlichsten Rissausbreitungsraten noch geringer als in den mittleren Rissausbreitungsraten, wie anhand der Häufigkeitsverteilungen in Abbildung 4.1.4 zu erkennen ist. Hier ergeben sich Verhältnisse der Ausbreitungsraten von T- zu R-Proben von 1,15 für die mittlere und 1,06 für die große Amplitude. Die wahrscheinlichsten Raten sind zwar nicht entscheidend für die Lebensdauer, dominieren aber bei der Untersuchung einer großen Anzahl von Rissen die Statistik und sind daher im vorliegenden Fall die relevante Größe für die Bestimmung der Übergangsrisslänge zwischen den MiKR und MeKR.

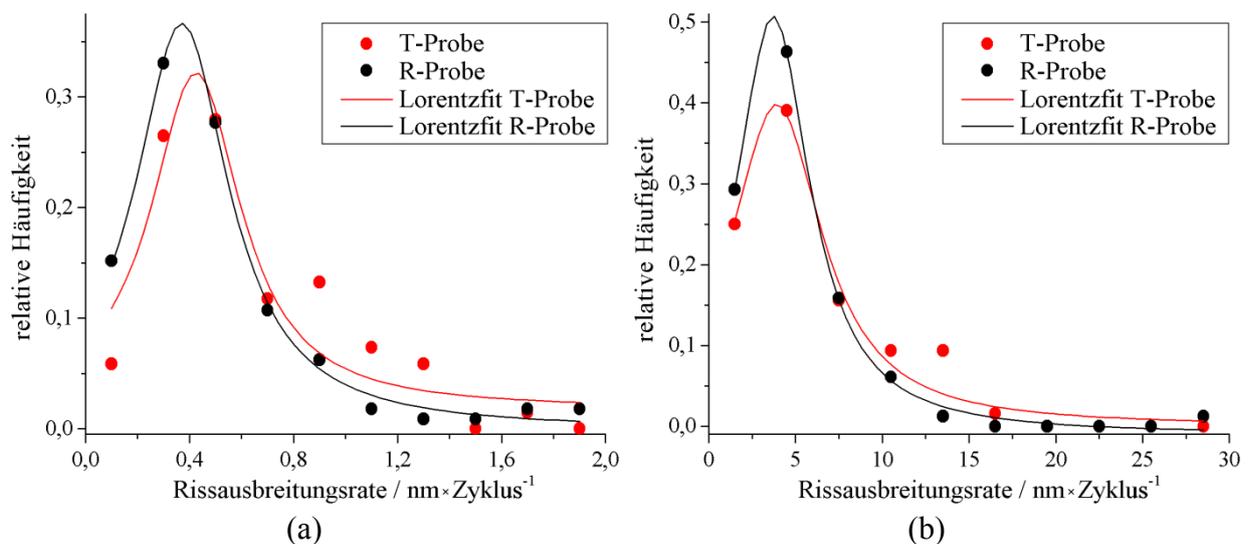


Abbildung 4.1.4: Häufigkeitsverteilung der Rissausbreitungsrate für (a) die mittlere Amplitude ( $\epsilon_{pa} = 5 \times 10^{-4}$ ) und (b) die große Amplitude ( $\epsilon_{pa} = 2 \times 10^{-3}$ ).

Dass die Ausbreitungsraten in der vorliegenden Arbeit dabei absolut größer sind als in [Blochwitz08], liegt darin begründet, dass die Rissausbreitung für die in diesem Abschnitt diskutierten Untersuchungen als gerade Strecke zwischen alter und neuer Risspitze gemessen wurde, während Blochwitz et al. [Blochwitz08] die Rissausbreitung senkrecht zur Lastachse vermaßen. Für den beobachteten mittleren Winkel zwischen Risspfad und Lastachse von  $\pm 61^\circ$  (siehe weiter unten im Text) führt die in dieser Arbeit verwendete Methode zu etwa 14% höheren Raten.

Aufgrund der großen Anzahl ausgewerteter Risse und der dadurch nur gering ausgeprägten Unterschiede in den Ausbreitungsraten in Abbildung 4.1.3 wurden die gemittelten Datenpunkte für die R- und T-Proben gemeinsam entsprechend den Zusammenhängen für MiKR

$$\Delta a / \Delta N = v_I \quad \text{für } a \leq a_t \quad (4.1)$$

und MeKR

$$\Delta a / \Delta N = v_I / a_t \cdot a \quad \text{für } a > a_t \quad (4.2)$$

gefittet. Das Fitten erfolgte unter der Bedingung, dass der Durchschnitt der Ausbreitungsraten für die gemittelten Datenpunkte mit  $a \leq a_t$  gleich  $v_I$  ist, wodurch nur  $a_t$  als freier Parameter zur Variation zur Verfügung steht. Die Fitkurve wurde so ausgewählt, dass die Summe der Abweichungsquadrate der Datenpunkte mit  $a > a_t$  minimal wurde. Für die mittlere Amplitude ergibt sich damit eine Übergangsrisslänge  $a_t = 40 \mu\text{m}$  und eine Ausbreitungsrate  $v_I = 0,4 \text{ nm/Zyklus}$  (siehe Abb. 4.1.3a), für die große Amplitude beschreiben eine Übergangsrisslänge  $a_t = 33 \mu\text{m}$  sowie eine Ausbreitungsrate  $v_I = 3,9 \text{ nm/Zyklus}$  die experimentellen Ergebnisse am besten (siehe Abb. 4.1.3b).

Der von Obrtlík et al. [Obrtlík97] gefundene Effekt, dass die Übergangsrisslänge mit steigender plastischer Dehnungsamplitude sinkt, wird damit bestätigt. Allerdings tritt der Effekt bei den in dieser Arbeit gewonnenen Werten weniger stark ausgeprägt auf. Für die direkt vergleichbare mittlere Amplitude sind die experimentell ermittelten Werte von Obrtlík et al. [Obrtlík97], Blochwitz et al. [Blochwitz 08] und dieser Arbeit in Tabelle 4.1 zusammengestellt.

Tabelle 4.1: Vergleich der Ergebnisse für  $a_t$  und  $v_I$  mit Literaturdaten (mittlere Amplitude).

Quelle	Proben	$v_I$ [nm/Zyklus]	$a_t$ [ $\mu\text{m}$ ]	$a_t$ / mittlerer Korndurchmesser [%]
[Obrtlík97]	gekerbt	2	110	110
[Blochwitz08]	eben	0,7-1,2	$\approx 45-65$	$\approx 113-163$
diese Arbeit	eben	0,4	40	95

Der Vergleich der Ergebnisse dieser Arbeit mit denen von Blochwitz et al. [Blochwitz08], zeigt, dass die Auswertung des äquivalenten Risses im Vergleich zur Mittelung über eine größere Anzahl von Rissen zu einem größeren  $v_I$  führt. Die noch höheren Werte für  $v_I$  von Obrtlík et al. [Obrtlík97] liegen dabei in den gekerbten Proben und eventuell auch in dem größeren mittleren Korndurchmesser begründet. Für die Übergangsrisslänge ergibt sich das Resultat, dass im Fall der mittleren Amplitude die Übergangsrisslänge in etwa gleich dem mittleren Korndurchmesser ist.

Diesbezüglich muss hier erwähnt werden, dass zum einen der von Blochwitz et al. [Blochwitz08] angegebene mittlere Korndurchmesser von  $40 \mu\text{m}$  bzw. der in dieser Arbeit ermittelte Wert von  $42 \mu\text{m}$  für den Fall der Nichtberücksichtigung von  $\Sigma 3$ -Zwillingsgrenzen gilt. In der Arbeit von Obrtlík et al. [Obrtlík97] werden dazu keine Angaben gemacht. Aufgrund der gefundenen Übereinstimmung kann nur vermutet werden, dass auch hier  $\Sigma 3$ -Zwillingsgrenzen nicht berücksichtigt wurden.

Zum anderen ist zu erwähnen, dass der mittlere Korndurchmesser für den Vergleich mit der

Übergangsrisslänge nicht die ideale Referenzlänge darstellt, da einerseits die Körner meist Ellipsen- statt Kreisform aufweisen und andererseits die Risse nicht definiert senkrecht zur Lastachse wachsen. Der durchschnittliche Winkel zwischen Risspfad und Lastachse konnte anhand der Daten der Rissausbreitungsmessungen entlang des Risspfades sowie senkrecht zur Lastachse zu  $\pm 61^\circ$  berechnet werden. Die Ellipsenform der Körner wird bei der Auswertung der Korngröße aus den EBSD-Daten automatisch von der EBSD-Software erkannt. Ausgegeben wird dabei die Fläche des Korns, das Verhältnis von großer zu kleiner Halbachse und der Winkel zwischen der großen Halbachse und der x-Achse des Probensystems. Aus diesen Daten wurde anhand der in Abbildung 4.1.2 gezeigten Körner als optimiertes Referenzmaß für die Übergangsrisslänge die mittlere zentrale Ausdehnung der den Körnern angepassten Ellipsen unter  $\pm 61^\circ$  zur Lastachse berechnet. Es ergibt sich eine Ausdehnung von  $42 \mu\text{m}$ , die genau mit dem mittleren Korndurchmesser übereinstimmt (bei Berücksichtigung von Zwillingskorngrenzen ergibt sich ein Wert von  $22 \mu\text{m}$ ). Im vorliegenden Fall kann demnach der mittlere Korndurchmesser als Referenz für die Übergangsrisslänge verwendet werden, jedoch ist das z. B. im Fall des Duplexstahls für keine der beiden Phasen gegeben (siehe Tabelle 4.2).

Obrtlík et al. [Obrtlík97] konnten in ihrer Studie auch für die kleine Amplitude ( $\epsilon_{pa} = 1 \times 10^{-4}$ ) und sogar für noch geringere plastische Dehnungsamplituden Risse finden und Übergangsrisslängen bestimmen, was im starken Gegensatz zu den in dieser Arbeit gemachten Beobachtungen steht (keine Risse bzw. Riss an Kratzer außerhalb der Messlänge initiiert, siehe oben). Ein Grund dafür ist die Verwendung gekerbter Proben, die zu einer Spannungskonzentration und einer höheren effektiven plastischen Dehnungsamplitude führt. Wie groß der Einfluss des in der Messfläche eingravierten Gitters ist, kann nicht mit Sicherheit gesagt werden. Eine Förderung der Rissinitiierung ist hier durchaus vorstellbar, ähnlich wie bei den vom Extensometer verursachten Kratzern an der T-Probe für die kleine Amplitude. Es werden in [Obrtlík97] jedoch keine Angaben dazu gemacht.

Fasst man die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit losgelöst von den anderen Studien zusammen, kann festgehalten werden, dass die größte bestimmbare Übergangsrisslänge etwas geringer als die mittlere Kornausdehnung unter dem durchschnittlichen Winkel zwischen Risspfad und Lastachse ist. Das stimmt mit der Definition von Miller [Miller87] überein, nach der ein MiKR kürzer als der mittlere Korndurchmesser ist. Die Übergangsrisslänge für die große Amplitude ist etwas geringer als für die mittlere Amplitude. Dass die Übergangsrisslänge mit steigender plastischer Dehnungsamplitude sinkt, führt zu der Vermutung, dass der Übergang dann eintritt, wenn die plastische Zone des Risses den Barriereneffekt der ersten Korngrenze in ihrem Weg überwunden hat. In diesem Kontext ist die kürzere Übergangsrisslänge für die größere Amplitude durch die damit verbundene größere plastische Zone begründet, die zu einem Überwinden des Barriereneffekts bei einem größeren Abstand zwischen Risspitze und Korngrenze führt. Zusätzlich ist vorstellbar, dass bei einer größeren Amplitude die Übertragung der plastischen Verformung ins Nachbarkorn durch die höheren Spannungen leichter vonstattengeht. Dass die Übergangsrisslänge in etwa mit dem mittleren Korndurchmesser unter Nichtberücksichtigung von Zwillingskorngrenzen übereinstimmt (in

dieser Arbeit wie auch in [Blochwitz08] sowie vermutlich auch in [Obrtlík97]) bedeutet folglich, dass Zwillingsgrenzen praktisch keinen Barriereneffekt zeigen.

Abschließend soll hier angemerkt werden, dass sich aus der beschriebenen Interpretation der Übergangsrisslänge natürlich die Schlussfolgerung ergibt, dass bei der Untersuchung äquivalenter Risse der mittlere Korndurchmesser bzw. die mittlere Länge des Risspfades pro Korn keine geeignete Referenzlänge darstellt. Die an einem einzelnen Riss bestimmte Übergangsrisslänge kann nur mit der konkreten Länge des untersuchten Risspfades im zugehörigen Korn verglichen werden, wobei diese Daten für die Ergebnisse von Obrtlík et al. [Obrtlík97] und Blochwitz et al. [Blochwitz08] nicht zur Verfügung standen. Der Vergleich der Übergangsrisslänge mit dem mittleren Korndurchmesser ist für die genannten Arbeiten folglich nur als Abschätzung vorbehaltlich der Streuung des mittleren Korndurchmessers zu verstehen, was jedoch nichts am Ergebnis dieser Arbeit ändert, dass ein Riss nur solange mikrostrukturell kurz ist, solange er noch nicht die Barrierenwirkung einer Korngrenze durchbrochen hat.

#### 4.1.2. Duplexstahl

Die am Austenitstahl gewonnenen Ergebnisse (Abschnitt 4.1.1) werfen bezüglich des Duplexstahls die folgenden Fragen auf: Sind die Ergebnisse auf den Duplexstahl übertragbar und wenn ja, existiert ein Unterschied zwischen der austenitischen und ferritischen Phase? Letzteres ist zu vermuten, da zum einen aus der Literatur bekannt ist, dass kurze Risse im Ferrit schneller wachsen als im Austenit [Düber06], und zum anderen die Phasen unterschiedliche mittlere Korngrößen und -formen aufweisen. Um diese Fragen zu beantworten, wurden die im Abschnitt 4.1.1 beschriebenen Untersuchungen auch am Duplexstahl durchgeführt, und zwar bei einer plastischen Dehnungsamplitude  $\varepsilon_{pa} = 1,8 \times 10^{-4}$ . Diese führt zu vergleichbaren Lebensdauern wie die mittlere Amplitude beim Austenitstahl, was im Vorfeld anhand der Ergebnisse von Polák und Zezulka [Polák05] abgeschätzt werden konnte.

Um gegenüber den Messungen am einphasigen Austenitstahl die Auflösung zu erhöhen, wurde beim Duplexstahl zum einen ein geringeres  $\Delta N = 7.500$  gewählt (gegenüber 30.000 beim Austenitstahl) und zum anderen wurden statt der im Austenitstahl ausgewerteten 11 längsten Risse die zum Zeitpunkt von etwa einem Drittel der Lebensdauer 110 längsten Risse (also 220 Rissspitzen) vermessen und ausgewertet. Dabei wurden Datenpunkte, bei denen innerhalb des zugehörigen Verformungsintervalls eine Korn- oder Phasengrenze durchbrochen wurde, generell nicht mit berücksichtigt, da es sich bei den durchbrochenen Grenzen zumeist um Phasengrenzen handelte und in diesem Fall keine Zuordnung des Datenpunkts zu einer Phase möglich ist. Dieses Vorgehen führt zu leicht verringerten mittleren Ausbreitungsraten, aber qualitativ gleichwertigen Ergebnissen (siehe auch Abschnitt 4.4.1). Wie im Austenitstahl wurden auch im Duplexstahl die wenigen (< 3%) beobachteten Datenpunkte mit interkristallinem Risswachstum nicht berücksichtigt.

Abbildung 4.1.5 zeigt die gemittelte Rissausbreitungsrate als Funktion der gemittelten Risslänge  $a$  im Duplexstahl für die beiden verschiedenen Phasen. Die Mittelung wurde wie im Abschnitt 4.1.1 beschrieben durchgeführt, einmal für eine Gruppengröße von 20 Datenpunkten und einmal für eine Gruppengröße von 50 Datenpunkten. Der Verlauf ist in beiden

Phasen dem im rein austenitischen Stahl sehr ähnlich (siehe Abb. 4.1.3). Allerdings ist im Duplexstahl das die MiKR charakterisierende Plateau nicht bis zu  $a = 0$  ausgedehnt, sondern es gibt hier für etwa  $a < 19 \mu\text{m}$  eine Art Einlaufbereich, in dem die mittlere Rissausbreitungsrate linear mit der Risslänge auf den Plateauwert ansteigt. Hierbei handelt es sich jedoch nicht um einen speziellen Effekt des Duplexstahls, sondern vielmehr um ein Resultat des kleineren Verformungsintervalls. Das bestätigen Kontrolluntersuchungen am einphasigen Austenitstahl, bei denen für ein Verformungsintervall von  $\Delta N = 5.000$  Zyklen (gegenüber 7.500 Zyklen im Duplexstahl und 30.000 Zyklen im Austenitstahl für die Untersuchungen aus Abschnitt 4.1.1) der gleiche Effekt nachgewiesen werden konnte.

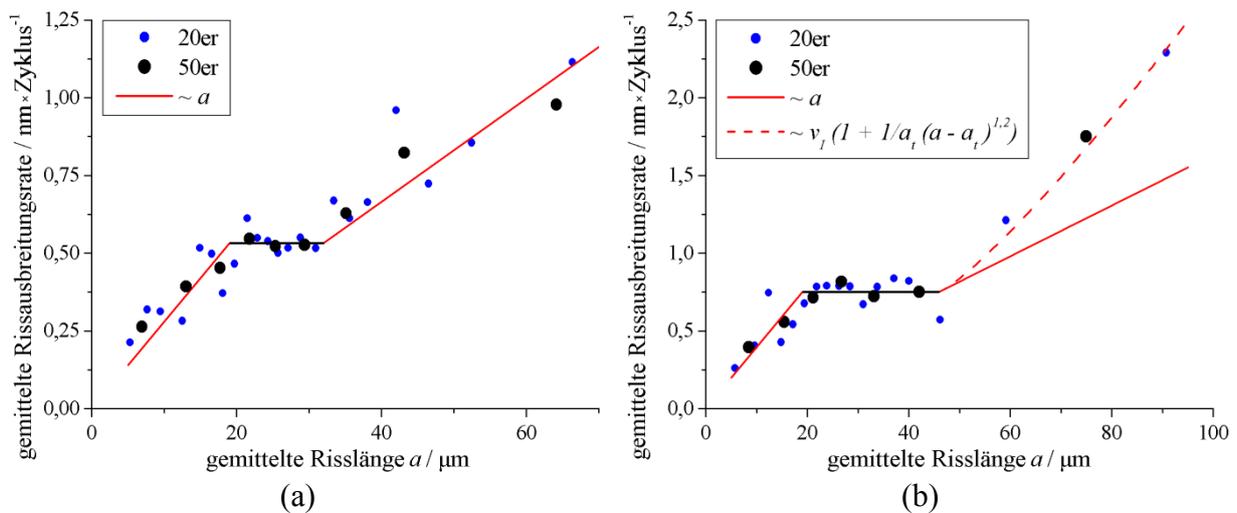


Abbildung 4.1.5: Gemittelte Rissausbreitungsrate über gemittelter Risslänge  $a$  für kurze Risse in (a) der austenitischen Phase und (b) der ferritischen Phase. Der gleiche Datensatz ist jeweils zweimal gezeigt, mit verschiedener Gruppengröße für die Mittelung.  $\varepsilon_{pa} = 1,8 \times 10^{-4}$ , entspricht in etwa  $\Delta\sigma/2 = 393 \text{ MPa}$ .

Bezüglich der empirischen Rissausbreitungsgesetze nach den Gleichungen (4.1) und (4.2) ergibt sich im Duplexstahl folgendes Bild: Abgesehen vom Einlaufbereich mit  $a < 19 \mu\text{m}$  lassen sich im Fall der austenitischen Phase die Daten analog zu den in Abschnitt 4.1.1 gemachten Ausführungen sehr gut nach den Gleichungen (4.1) und (4.2) anpassen. Ein entsprechender Fit ist für den Bereich  $a \geq 19 \mu\text{m}$  in Abbildung 4.1.5a eingezeichnet, mit den Parametern  $a_t = 32 \mu\text{m}$  und  $v_l = 0,53 \text{ nm/Zyklus}$ , die wie in Abschnitt 4.1.1 beschrieben anhand der mit 50er Gruppen gemittelten Daten (schwarze Datenpunkte in Abb. 4.1.5a) bestimmt wurden.

Im Fall der ferritischen Phase ist in Abbildung 4.1.5b im Anschluss an den Einlaufbereich ein markantes Plateau zu erkennen, aus dem sich ein  $v_l = 0,75 \text{ nm/Zyklus}$  ergibt. Die Rissausbreitungsrate im Plateau ist damit im Austenit etwa 30% geringer als im Ferrit. Auf dieses Ergebnis wird in Abschnitt 4.3.4 näher eingegangen. Passt man die beiden äußersten rechten blauen Datenpunkte in Abbildung 4.1.5b linear an und ermittelt den Schnittpunkt der resultierenden Geraden mit dem Plateauwert  $v_l = 0,75 \text{ nm/Zyklus}$ , ergibt sich eine Übergangsrisslänge  $a_t = 46 \mu\text{m}$ . Einsetzen dieser Parameter in die Gleichungen (4.1) und (4.2) ergibt den in Abbildung 4.1.5b für  $a \geq 19 \mu\text{m}$  mit durchgehender Linie eingetragenen Zusammenhang.

Es zeigt sich, dass die experimentell ermittelten Daten jenseits des Plateaus nicht mit Gleichung (4.2) beschrieben werden können. Als Alternative bietet sich eine Gleichung der Form  $\Delta a/\Delta N = v_I[1 + 1/a_t(a - a_t)^n]$  für  $a > a_t$  (4.3) an, die als Verallgemeinerung von Gleichung (4.2) angesehen werden kann, da sie im Grenzfall  $n = 1$  in diese übergeht. Die optimale Übereinstimmung mit den experimentellen Daten ergibt sich für den Exponenten  $n = 1,2$ . Die resultierende Kurve ist in Abbildung 4.1.5b gestrichelt eingetragen. Die Ursache für die im Ferrit höhere Ausbreitungsrate im Plateau sowie für die von Gleichung (4.2) abweichende Abhängigkeit zwischen Rissausbreitungsrate und Risslänge ist sicherlich in dem vom Austenit verschiedenen Rissausbreitungsmechanismus zu suchen (siehe Abschnitt 4.3).

Um die ermittelten Übergangsrisslängen einordnen zu können, wurde die durchschnittliche Länge des Risspfades in einem Ferrit- bzw. Austenitkorn bestimmt. Dazu wurde analog zur Vorgehensweise im einphasigen Austenitstahl ein EBSD-Mapping mit identischen Parametern wie im Austenitstahl über das zentrale Gebiet der Messfläche mit 140 ferritischen und 379 austenitischen Körnern (726 bei Berücksichtigung von Zwillingsgrenzen) durchgeführt. Abbildung 4.1.6 zeigt das Mapping im Phasenkontrast.

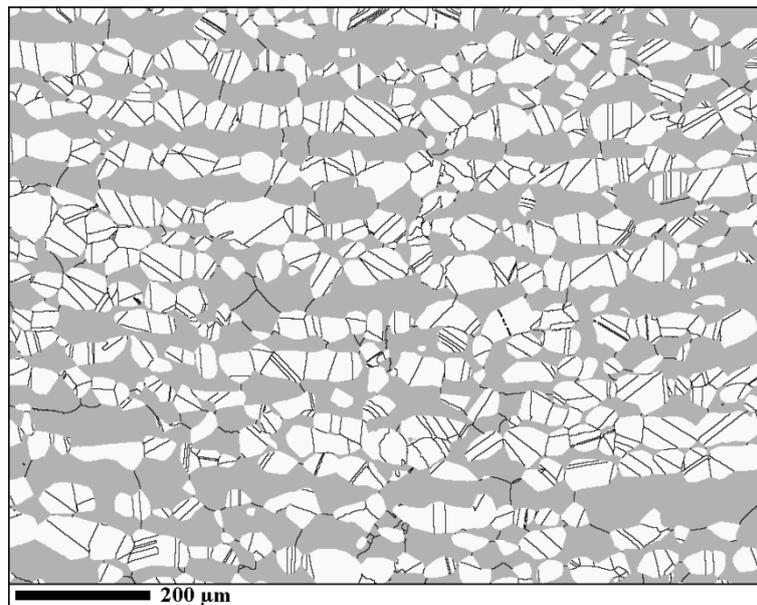


Abbildung 4.1.6: Phasenverteilung im Duplexstahl (weiß – Austenit, grau – Ferrit). Schwarze Linien repräsentieren Großwinkelkorngrenzen (Misorientierung  $> 15^\circ$ ). Die Lastachse liegt horizontal.

Die sich daraus ergebende mittlere Ferritkornfläche von ca.  $3.300 \mu\text{m}^2$  lässt sich am besten als Ellipse mit Halbachsen von  $18 \mu\text{m}$  senkrecht und  $46 \mu\text{m}$  parallel zur Lastachse beschreiben (numerische Exzentrizität 0,92), was gut mit den Angaben in [Düber06] und [Krupp10b] übereinstimmt. Die mittlere Austenitkornfläche von ca.  $660 \mu\text{m}^2$  wird dagegen am besten als Ellipse mit Halbachsen von  $14 \mu\text{m}$  und  $26 \mu\text{m}$  ohne Vorzugsausrichtung gegenüber der Lastachse beschrieben (numerische Exzentrizität 0,84).

Als Referenzmaß für die Übergangsrisslänge wurde die mittlere zentrale Ausdehnung der den Körnern angepassten Ellipsen unter dem mittleren Winkel zwischen Lastachse und Risspfad berechnet. Für die Berechnung dieses Winkels wurden die 200 Einzeldatenpunkte mit den größten Ausbreitungsraten verwendet, da hier die Vermessung entlang des Risspfades – bedingt durch die kleinere Vergrößerung und damit mangelnde Auflösung kleiner Knicke im Risspfad – etwas gröber durchgeführt werden musste und die resultierenden Werte den mittleren Winkel des Risspfades besser widerspiegeln. Aus den experimentellen Daten ergibt sich so ein mittlerer Winkel der Risspfade im Ferrit von  $\pm 47^\circ$  zur Lastachse. Zur Verifizierung wurde für 30 zufällig ausgewählte Risse, die bereits ein komplettes Ferritkorn durchschritten hatten, jeweils der Winkel zwischen Risspfad und Lastachse zwischen dem Eintrittspunkt in das ferritische Korn und dem Austrittspunkt aus diesem Korn heraus bestimmt, wobei sich im Mittel ebenfalls ein Wert von  $\pm 47^\circ$  ergab. Dieser Winkel lässt sich auch direkt aus der Texturierung der Probe ableiten: Aus Abbildung 4.3.10 geht hervor, dass sich die auftretenden Orientierungen der ferritischen Körner durch die drei Eulerwinkel in Bunge-Notation als ( $\varphi_1 = 0^\circ$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2 = 40^\circ$ ) beschreiben lassen, wobei die inverse Polfigur für die Ausrichtung bezüglich der Oberfläche für die  $\langle 100 \rangle$ -Richtung ( $\Phi \approx 0^\circ$ ) etwa das 6-fache und für die  $\langle 111 \rangle$ -Richtung ( $\Phi \approx 55^\circ$ ) etwa das 11-fache einer regellosen Verteilung zeigt (siehe Abb. 4.3.10). Für die anderen auftretenden Orientierungen kann näherungsweise angenommen werden, dass ihre Häufigkeit der regellosen Verteilung entspricht. Berechnet man für die Orientierungen ( $\varphi_1 = 0^\circ$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2 = 40^\circ$ ) für  $0^\circ \leq \Phi \leq 90^\circ$  in Schritten von  $5^\circ$  die Oberflächenspurwinkel der jeweiligen primären  $\{110\}\langle 111 \rangle$  und  $\{112\}\langle 111 \rangle$  Gleitsysteme und bildet unter 6- bzw. 11-facher Berücksichtigung der sich für  $\Phi = 0^\circ$  bzw.  $\Phi = 55^\circ$  ergebenden Werte den Mittelwert, ergibt sich ein mittlerer Oberflächenspurwinkel von  $-47^\circ$ .

Im Austenit ergibt sich experimentell anhand der 200 Einzeldatenpunkte mit den größten Ausbreitungsraten ein Winkel von  $\pm 60^\circ$ , was mit dem am einphasigen Austenitstahl ermittelten Wert exakt übereinstimmt. Damit wurde für den Austenit eine Referenzlänge von  $33 \mu\text{m}$  berechnet (analog zur Vorgehensweise am einphasigen Austenitstahl ohne Berücksichtigung von  $\Sigma 3$ -Zwillingskorngrenzen bei der Korngrößenbestimmung, andernfalls ergibt sich ein Wert von  $25 \mu\text{m}$ ). Für den Ferrit ergibt sich ein Wert von  $46 \mu\text{m}$ . Die Werte für den mittleren Korndurchmesser, die mittlere Länge des Risspfades in einem Korn sowie die Übergangsrisslänge sind für die beiden Phasen des Duplexstahls in Tabelle 4.2 zusammengefasst.

Tabelle 4.2: Mittlerer Korndurchmesser, mittlere Länge des Risspfades in einem Korn und Übergangsrisslänge für die beiden Phasen des Duplexstahls.

Phase	mittlerer Korndurchmesser [ $\mu\text{m}$ ]	mittlere Risspfadlänge pro Korn [ $\mu\text{m}$ ]	$a_t$ [ $\mu\text{m}$ ]
Austenit	37	33	32
Ferrit	55	46	46

Die ermittelten Übergangsrisslängen sind in beiden Phasen praktisch gleich der jeweiligen mittleren Ausdehnung der Körner unter dem durchschnittlichen Winkel zwischen Risspfad und Lastachse. Das am einphasigen Austenitstahl gewonnene Ergebnis wird somit am

Duplexstahl bestätigt und untermauert damit das Resultat, dass ein Riss nur dann als mikrostrukturell kurz zu bezeichnen ist, solange er noch nicht die Barrierenwirkung einer Korn- oder Phasengrenze durchbrochen hat.

Die beobachtete Abhängigkeit der Ausbreitungsrate von der Risslänge steht auch in Einklang mit Ergebnissen von Polák et al. [Polák10, Polák11], welche in Duplexstahl an einzelnen Rissen erhalten wurden, die jeweils zum Versagen der Probe führten („principal cracks“). Die Zeitspanne, innerhalb derer sich die Risse als mikrostrukturell kurz verhalten, wird im Rahmen der Arbeit von Polák et al. [Polák11] allerdings als Phase der Initiierung eines „equivalent cracks“ bezeichnet. Polák et al. [Polák11] gaben an, dass diese Phase etwa 10-20% der Lebensdauer ausmacht, was gut mit den experimentellen Daten dieser Arbeit in Einklang steht, wenn man die entsprechende Anzahl an Zyklen aus der ermittelten Übergangsrisslänge geteilt durch die in diesem Bereich beobachtete maximale Rissausbreitungsrate berechnet (das Gleiche gilt auch für den Austenitstahl). Die relativ große Unsicherheit, mit der die der Übergangsrisslänge dieser Arbeit entsprechende Startrisslänge eines „equivalent cracks“ von Polák et al. [Polák11] behaftet ist, zeigt den Vorteil der in der vorliegenden Arbeit verwendeten Methode, bei der bedingt durch die bessere Statistik die Übergangsrisslänge deutlich genauer bestimmt werden kann. Der Nachteil gegenüber der Auswertung von „principal cracks“ ist, dass dabei aufgrund der Tatsache, dass die Statistik durch die wahrscheinlichsten und nicht die höchsten Ausbreitungsraten bestimmt wird, keine quantitative Aussage über die Lebensdauer getätigt werden kann.

## 4.2. Rissinitiierung

Die Lebensdauer eines Bauteils hängt neben der Rissausbreitungsrate auch von der Wahrscheinlichkeit der Initiierung eines Risses in dem verwendeten Material ab. Auch die Flächendichte initiiert Risse spielt hier eine Rolle, da mit steigender Flächendichte die Wahrscheinlichkeit der Vereinigung zweier Risse steigt und das zu einer sehr hohen effektiven Rissausbreitungsrate führt. Aus diesem Grund ist es von Interesse, die wahrscheinlichsten Orte für die Rissinitiierung zu identifizieren, um deren Anzahl gegebenenfalls mittels der Einstellung eines geeigneten Gefüges zu minimieren.

### 4.2.1. Austenitstahl

Für den Austenitstahl gibt es in der Literatur verschiedene Angaben zur Verteilung der Rissinitiierungsorte bei einer plastischen Dehnungsamplitude von  $\varepsilon_{pa} = 5 \times 10^{-4}$  [Mikulich06, Blochwitz99]. Dabei wurden die Ergebnisse von Mikulich et al. [Mikulich06], nach denen im Mittel zwischen R- und T-Proben 55% der Risse an Zwillingsgrenzen, 40% an anderen Korngrenzen und 5% innerhalb eines Korns entstehen, im Rahmen der vorliegenden Arbeit bestätigt. Bei der Dominanz der Zwillingsgrenzen handelt es sich um einen Effekt der elastischen Anisotropie zwischen den verzwilligten Körnern, der bei entsprechender Ausrichtung der Zwillingsgrenze (siehe [Blochwitz03a]) lokal an der Oberfläche zu höheren Schubspannungen führt und damit in den Zwillingsgrenzen im Gegensatz zur Umgebung starke plastische Verformung ermöglicht.

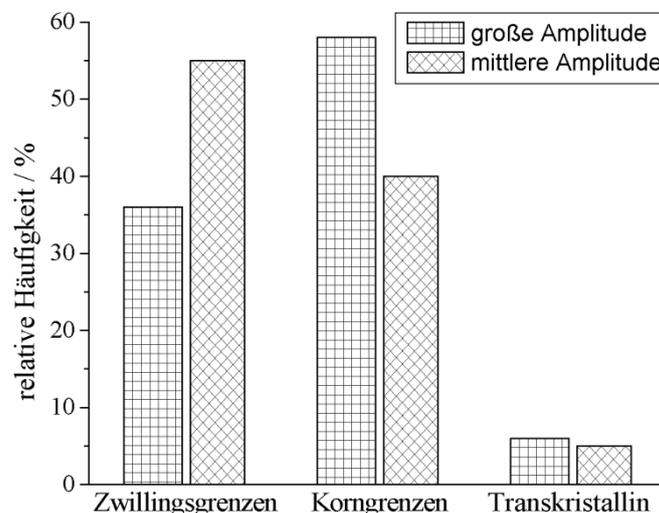


Abbildung 4.2.1: Häufigkeitsverteilung der Rissinitiierungsorte für die große Amplitude ( $\varepsilon_{pa} = 2 \times 10^{-3}$ ) (diese Arbeit) und die mittlere Amplitude ( $\varepsilon_{pa} = 5 \times 10^{-4}$ ) (aus [Mikulich06]), R- und T-Probe gemittelt.

Weil bei einer größeren plastischen Dehnungsamplitude die höheren äußeren Spannungen ausreichen, auch in nicht durch Zusatzspannungen ausgezeichneten Gebieten starke plastische Verformung hervorzurufen, sollte der Anteil an aufgerissenen zufällig orientierten Korngrenzen mit wachsender Amplitude steigen und der Anteil an Zwillingsgrenzenrissen folglich sinken. Das konnte im Rahmen dieser Arbeit für eine plastische Dehnungsamplitude von  $\varepsilon_{pa} = 2 \times 10^{-3}$  nachgewiesen werden (siehe Abb. 4.2.1).

### 4.2.2. Duplexstahl

Für den verwendeten Duplexstahl konnte in der Literatur keine Häufigkeitsverteilung der Rissinitiierungsorte gefunden werden. Als mögliche Orte der Rissinitiierung werden in der Literatur vor allem Korngrenzen, Phasengrenzen und Gleitbänder in beiden Phasen sowie Zwillingsgrenzen im Austenit genannt [Christ09, Krupp04, Krupp07b, Polák05].

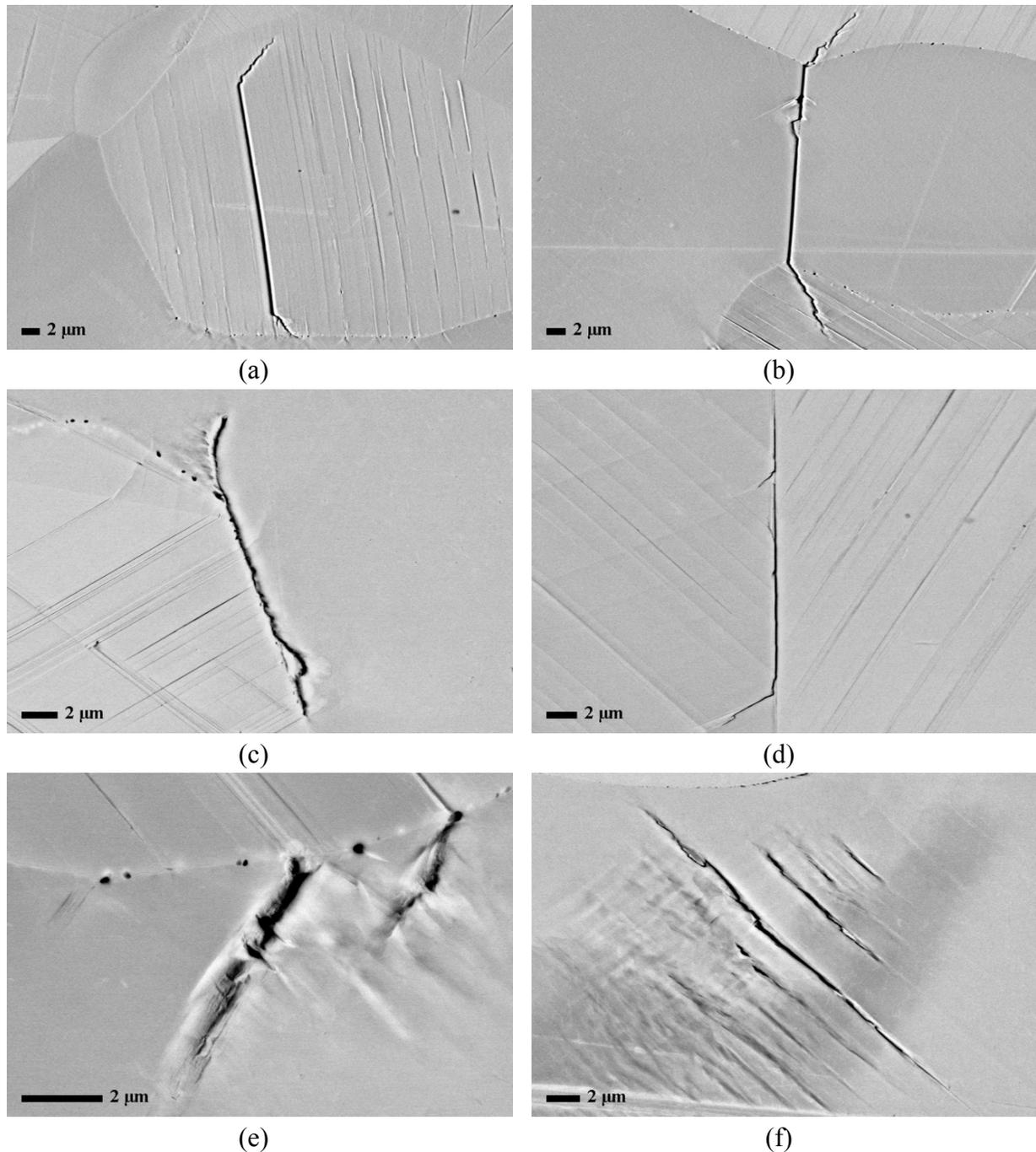


Abbildung 4.2.2: Rissinitiierungsorte im Duplexstahl im BSE-Kontrast: (a) Gleitband im Austenit, (b) Korngrenze Ferrit-Ferrit, (c) Phasengrenze, (d) Zwillingsgrenze im Austenit, (e) im Ferrit durch Einwirken eines Austenitgleitbandes über die Phasengrenze hinweg, (f) Gleitband im Ferrit ( $\epsilon_{pa} = 1,8 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 393$  MPa). Die Lastachse liegt horizontal.

In der vorliegenden Arbeit wurde eine Häufigkeitsverteilung der Rissinitiierungsorte an einer Duplexstahlprobe erstellt, die mit einer plastischen Dehnungsamplitude von  $\varepsilon_{pa} = 1,8 \times 10^{-4}$  verformt wurde, was einer Spannungsamplitude von  $\Delta\sigma/2 = 393$  MPa entspricht. Diese Amplitude führt zu ähnlichen Lebensdauern wie die mittlere Amplitude ( $\varepsilon_{pa} = 5 \times 10^{-4}$ ) im Austenitstahl (150.000 - 200.000 Zyklen).

Bei der Untersuchung der Rissentstehung im Duplexstahl fällt zunächst auf, dass eine im Vergleich zum reinen Austenitstahl sehr große Zahl an Rissen initiiert wird. Während beim einphasigen Austenit nach etwa der halben Lebensdauer ca. 2 Risse / mm<sup>2</sup> initiiert hatten, waren es im Duplexstahl nach etwa einem Viertel der Lebensdauer bereits ca. 28 Risse / mm<sup>2</sup>. Aus diesem Grund wurde die Auswertung der Risse im Duplexstahl auf die zum Zeitpunkt von etwa einem Drittel der Lebensdauer 110 längsten beschränkt. Diese Vorgehensweise ist insofern gerechtfertigt, als dass bei der Untersuchung der Häufigkeitsverteilung der Rissinitiierungsorte die längsten Risse auch die relevanten sind, da sie am wahrscheinlichsten zum Versagen der Probe führen. Ob die große Rissdichte im Duplexstahl charakteristisch für das Material an sich ist oder eventuell aus der gekerbten Probenform resultiert, wurde nicht untersucht. Hier ergeben sich viele interessante Ansätze für zukünftige Untersuchungen, zum einen durch eine Variation der Probenform und zum anderen durch eine Variation der Orientierung der Probenlastachse bezüglich der Walzrichtung des Ausgangsmaterials.

Abbildung 4.2.2 zeigt einige repräsentative Beispiele für Rissinitiierungsorte im Duplexstahl. In der vorliegenden Arbeit wurde zwischen einer Phasengrenze als Rissinitiierungsort und dem von Künkler [Künkler06] beschriebenen Mechanismus‘ der Rissinitiierung an einem Ferritgleitband, welches unter dem phasengrenzenübergreifenden Einwirken eines Austenitgleitbandes entstanden ist, unterschieden. Zur Differenzierung wurde dabei das Kriterium angewandt, ob der Riss an einem Punkt der Phasengrenze oder entlang einer längeren Strecke initiierte (siehe Abb. 4.2.2c und e). Die Initiierung von Rissen an Gleitbändern im Ferrit ohne die Einwirkung eines Austenitgleitbandes wurde ebenso als separater Mechanismus bewertet. Bei in der austenitischen Phase entstandenen Rissen wurde zur Unterscheidung des Rissinitiierungsortes in Zwillingsgrenzen und Gleitbänder generell eine EBSD-Messung durchgeführt, wobei jedoch bei der Auswertung nicht zwischen kohärenten und inkohärenten Zwillingsgrenzen unterschieden wurde.

Abbildung 4.2.3 zeigt, dass das Versagen von Korngrenzen zwischen ferritischen Körnern (siehe Abb. 4.2.2b) der häufigste Mechanismus der Rissentstehung im Duplexstahl ist. Dieses Ergebnis wurde qualitativ bereits von Krupp et al. [Krupp04] berichtet. Eine bedeutende Rolle spielen auch die Rissinitiierung an Gleitbändern in austenitischen Körnern (siehe Abb. 4.2.2a) und die Rissentstehung an Phasengrenzen (siehe Abb. 4.2.2c). Auch die vom Austenitstahl bekannten Zwillingsgrenzen (siehe Abb. 4.2.2d) tragen zu knapp 13% zur Rissinitiierung bei. Die experimentell beobachteten Initiierungsmechanismen sind aus der Literatur bekannt, wenn auch die Rissinitiierung an Gleitbändern in der austenitischen Phase des Duplexstahls bisher nur mit bewusst versprödetem Material in Verbindung gebracht wurde [Sahu12]. Dieser Mechanismus sticht auch insofern heraus, als dass er zum einen von den vier häufigsten Mechanismen der einzige transkristalline ist und er zum anderen im rein austeni-

tischen Stahl bei vergleichbarer Lebensdauer praktisch keine Rolle spielt. Umso interessanter ist es, die Gründe für das überaus häufige Auftreten im Duplexstahl zu untersuchen.

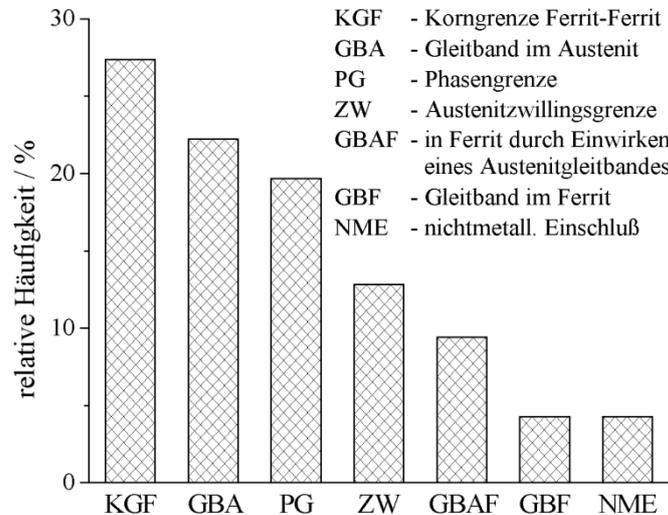


Abbildung 4.2.3: Verteilung der Rissinitiierungsorte im Duplexstahl für eine plastische Dehnungsamplitude von  $\varepsilon_{pa} = 1,8 \times 10^{-4}$  (entspricht in etwa  $\Delta\sigma/2 = 393$  MPa).

Hierfür wurde mittels EBSD die Orientierung der Körner mit aufgerissenen Gleitbändern bestimmt und in einer inversen Polfigur für die Lastachse aufgetragen (Abb. 4.2.4a). Als Referenz wurde die Textur der austenitischen Phase innerhalb der Messfläche aus dem in Abbildung 4.1.6 gezeigten EBSD-Mapping über 726 austenitische Körner bestimmt (Abb. 4.2.4b). Diese weist bezüglich der Lastachse (und damit der Walzrichtung) eine  $\langle 100 \rangle$ - $\langle 111 \rangle$ -Doppelfasertextur auf, die typisch für warmstranggepresste kfz Metalle ist und daher dem sehr ähnlichen Herstellungsprozess des Duplexstahls (Warmwalzen von Stangenmaterial runden Querschnitts) zugeordnet werden kann [Wassermann62].

Während die Referenztextur das absolute Maximum für die  $\langle 100 \rangle$ -Richtung parallel zur Lastachse aufweist, zeigt kein einziges der Körner mit an Gleitbändern initiierten Rissen eine solche Orientierung. Stattdessen weisen diese Körner tendenziell eine  $\langle 111 \rangle$ -Richtung parallel zur Lastachse auf. Dieses Ergebnis kann mit der elastischen Anisotropie des Austenits erklärt werden. Wie im Abschnitt 2.2.1. ausgeführt, weist Austenit ein stark anisotropes Verhalten auf (Anisotropiefaktor 3,26). Die Steifigkeit eines Kristallits in Bezug auf die Verformung hängt von dessen Orientierung gegenüber der Lastachse ab. Dabei ist die  $\langle 111 \rangle$ -Richtung mit einem E-Modul von 285 GPa gegenüber der  $\langle 110 \rangle$ -Richtung mit 196 GPa und der  $\langle 100 \rangle$ -Richtung mit lediglich 102 GPa mit Abstand die steifste Richtung (siehe Abschnitt 2.2.1 und Abb. 4.2.4c). Wird davon ausgegangen, dass die ganze Probe während der Verformung die gleiche elastische Dehnung erfährt, führt die Anisotropie dazu, dass in den  $\langle 111 \rangle$ -orientierten Körnern die bei weitem höchsten Normalspannungen auftreten. Trotz des im Vergleich zu  $\langle 100 \rangle$ -orientierten Körnern deutlich geringeren Schmidfaktors des primären Gleitsystems (0,27 gegenüber 0,41) ist dadurch auch die resultierende Schubspannung deutlich höher. Mit diesem Effekt konnte durch Blochwitz et al. [Blochwitz08] bereits die orientierungsabhängige mittlere Rissausbreitungsrate im einphasigen Austenitstahl erklärt werden.

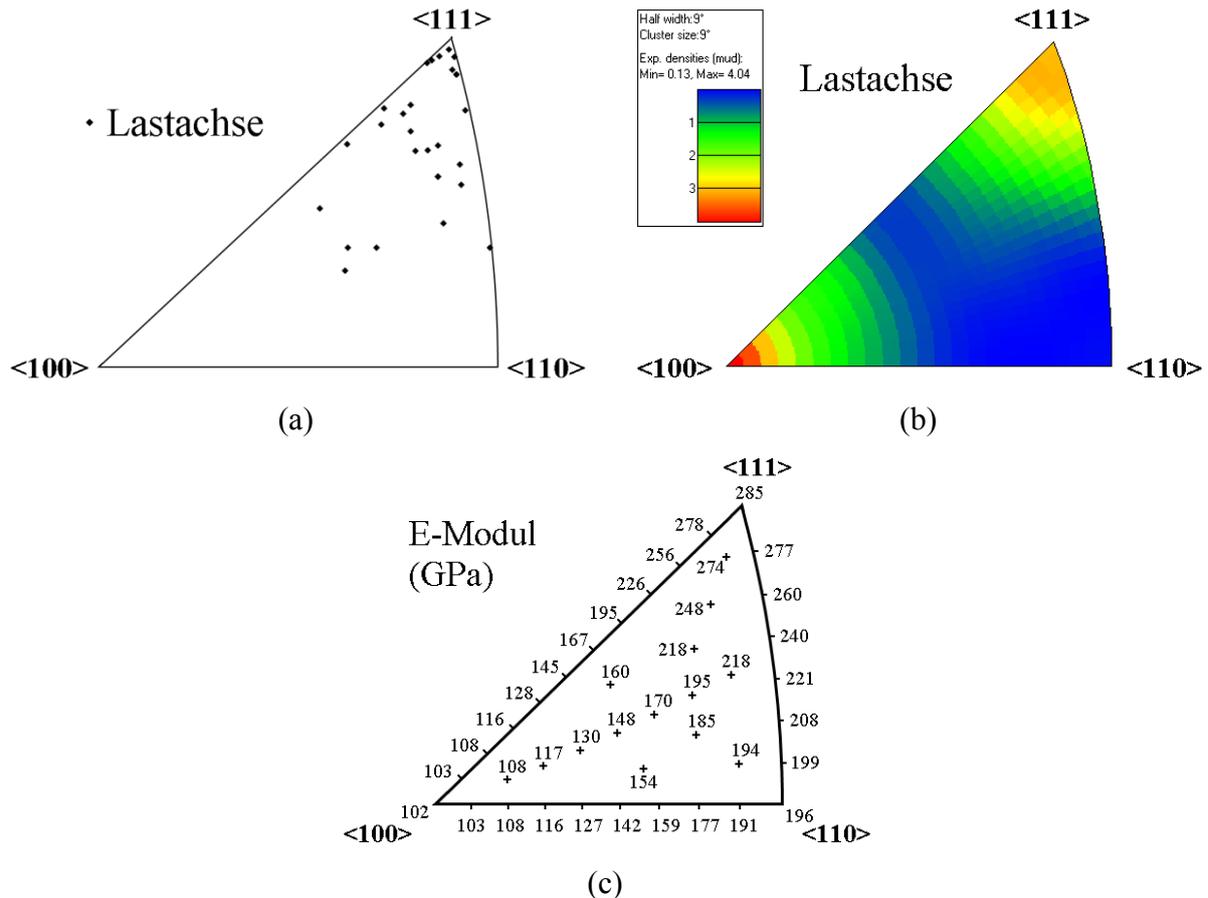


Abbildung 4.2.4: Inverse Polfigur für die Lastachse (a) für die Orientierungen der austenitischen Körner mit an Gleitbändern initiierten Rissen und (b) für die Textur der austenitischen Phase innerhalb der Messfläche ( $\epsilon_{pa} = 1,8 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 393$  MPa). Abbildung (c) zeigt den E-Modul von Austenit für verschiedene kristallografische Richtungen.

Bei der Rissinitiierung im Duplexstahl fällt zusätzlich auf, dass die Oberflächenspurwinkel der aufgerissenen Gleitbänder in der Regel fast senkrecht zur Lastachse liegen (siehe Abb. 4.2.2a). Zudem zeigt die Berechnung der Schmidfaktoren, dass die aufgerissenen Gleitbänder häufig nicht mit den primären Gleitsystemen korrelieren, sie dafür aber fast immer der Gleitebene zuzuordnen sind, die den betragsmäßig größten Oberflächenspurwinkel besitzt. Beispielsweise besitzt im Fall des Risses in Abbildung 4.2.2a das primäre Gleitsystem einen Schmidfaktor von 0,474, während das dem aufgerissenen Gleitband zuzuordnende Gleitsystem nur einen Schmidfaktor von 0,369 aufweist, dessen Gleitebene dafür aber einen betragsmäßig größeren Oberflächenspurwinkel relativ zur Lastachse besitzt. Mit einem gegen  $\pm 90^\circ$  gehenden Oberflächenspurwinkel nimmt die öffnende Modus I Belastung in der Probenoberfläche zu, während die scherende Modus II Belastung abnimmt. Das legt die Vermutung nahe, dass unter den potentiellen Gleitbändern dasjenige aufgerissen wird, das aufgrund seiner Ausrichtung zur Lastachse die größte Modus I Belastung in der Probenoberfläche erfährt. Daraus kann geschlussfolgert werden, dass der entscheidende Parameter für die Rissinitiierung entlang von Gleitbändern im Austenit die Normalspannung in einem Korn bestimmende E-Modul ist. In diesem Fall sollte sich der Anteil der Körner mit hohem E-

Modul im Duplexstahl und im Austenitstahl signifikant unterscheiden. Um das zu überprüfen, wurde für die in Abbildung 4.1.2 gezeigten Körner des Austenitstahls jeweils für die Situation einer R- und T-Probe der E-Modul berechnet. Das gleiche wurde für die in Abbildung 4.1.6 gezeigten austenitischen Körner des Duplexstahls getan. Als relevanter Parameter wurde der Anteil der Körner bestimmt, deren E-Modul größer als 215 GPa ist, da dieser Wert in etwa die untere Grenze der in Abbildung 4.2.4a gezeigten Körner beschreibt. Für eine R-Probe des Austenitstahls ergibt sich ein Wert von 34%, für eine T-Probe 27% und für die austenitische Phase des Duplexstahls 44%. Der Duplexstahl zeigt demnach den größten Anteil an austenitischen Körnern mit hohem E-Modul. Es sprechen jedoch zwei Faktoren dagegen, dass dies die einzige Erklärung für den höheren Anteil an entlang von Gleitbändern im Austenit initiierten Rissen im Duplexstahl gegenüber dem Austenitstahl ist: Zum einen ist der Unterschied im Anteil der Körner mit hohem E-Modul zwischen Austenitstahl und Duplexstahl deutlich geringer (etwa ein Faktor 1,5) als der Unterschied im Anteil der entlang von Gleitbändern in austenitischen Körnern initiierten Rissen (etwa ein Faktor 4,5). Zum anderen existiert ein signifikanter Unterschied im Anteil der Körner mit hohem E-Modul zwischen R- und T-Probe des Austenitstahls, wohingegen der Anteil an entlang von Gleitbändern initiierten Rissen exakt gleich ist [Mikulich06].

Eine mögliche Ursache für diese Diskrepanz ist die folgende: In einem Korn mit hohem E-Modul treten nur dann hohe Spannungen auf, wenn die Belastung des gesamte Kornverbunds als in einer Parallelschaltung erfolgreich betrachtet werden kann (Konzept von Voigt, siehe [Krupp07a]). Diese Annahme ist für den Duplexstahl sicherlich gut erfüllt, da die austenitischen Körner in eine Matrix aus Reihen von wesentlich größeren ferritischen Körnern eingebettet sind. Die ferritischen Körner sind dadurch gekennzeichnet, dass sie zum einen eine nahezu identische Ausrichtung bezüglich der Lastachse (siehe Abb. 4.3.10a) und damit auch einen identischen E-Modul aufweisen. Zum anderen ist ihre kritische Schubspannung höher als die des Austenits (siehe Abschnitt 2.2.4), so dass angenommen werden kann, dass sie sich in erster Näherung ausschließlich elastisch verformen. Durch die Verbindung zwischen den beiden Phasen wird den austenitischen Körnern die elastische Dehnung der ferritischen Körner aufgezwungen, wodurch die Annahme der gleichen Dehnung aller Körner gut erfüllt ist. Aufgrund der globularen Mikrostruktur (siehe Abb. 4.1.2) ist diese Annahme im Austenitstahl sicherlich deutlich weniger gut erfüllt, wodurch der Einfluss des E-Moduls auf die Verformung der Körner weniger stark zur Geltung kommt.

Eine weitere mögliche Ursache für oben genannte Diskrepanz ist, dass neben dem E-Modul ein weiterer Parameter wichtig für die Rissentstehung entlang von Gleitbändern im Austenit ist. Gemäß der Hall-Petch-Beziehung [Hall51, Petch53]

$$\sigma_Y = \sigma_Y^0 + k_Y / \sqrt{\bar{d}} \quad (4.4)$$

(mit  $\sigma_Y$  – Streckgrenze,  $\sigma_Y^0$  – Reibungsspannung,  $k_Y$  – Hall-Petch-Konstante und  $\bar{d}$  – mittlerer Korndurchmesser) kommt dafür die Korngröße in Betracht. Um diese Vermutung zu überprüfen, wurde die Verteilung der Körner mit einem E-Modul über 215 GPa hinsichtlich der Korngröße untersucht. Das Ergebnis zeigt Abbildung 4.2.5, in der entlang der vertikalen Achse die Anzahl der Körner mit einem E-Modul über 215 GPa geteilt durch die Anzahl aller

Körner aufgetragen ist. Entlang der horizontalen Achse ist die Korngröße geteilt durch die mittlere Korngröße aufgetragen, wobei hier mit Korngröße der Flächeninhalt der Körner an der Oberfläche bezeichnet wird. Jeder Datenpunkt in Abbildung 4.2.5 repräsentiert ein Intervall der auf die mittlere Korngröße bezogenen Korngröße von 0,25.

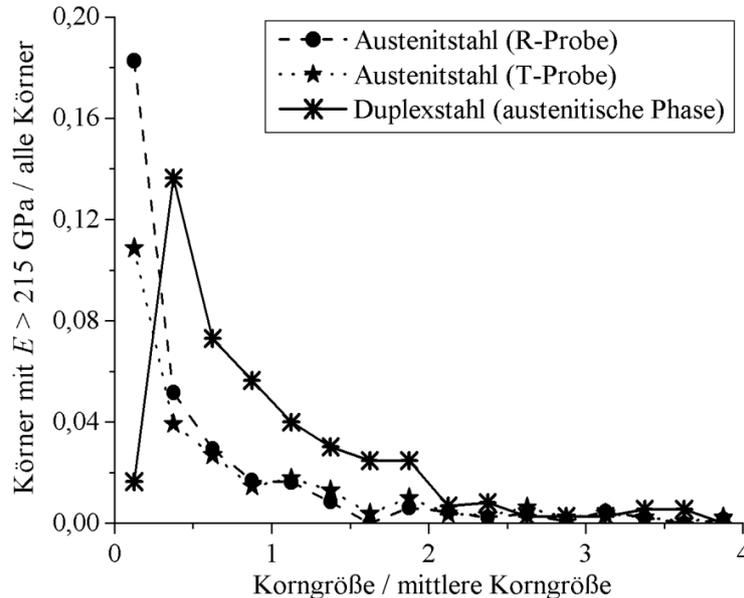


Abbildung 4.2.5: Häufigkeitsverteilung der austenitischen Körner mit einem E-Modul über 215 GPa hinsichtlich der Korngröße für die beiden Varianten des Austenitstahls sowie den Duplexstahl.

Wie in Abbildung 4.2.5 zu erkennen ist, zeigen beide Varianten des Austenitstahls ein sehr ähnliches Verhalten mit einem ausgeprägten Maximum für sehr kleine Körner und einer geringen Anzahl großer Körner mit hohem E-Modul. Die austenitische Phase des Duplexstahls dagegen zeigt im Bereich überdurchschnittlich großer Körner (ein- bis zweifache mittlere Korngröße) eine gegenüber dem Austenitstahl deutlich größere Anzahl an Körnern mit hohem E-Modul. Das Verhalten der drei untersuchten Fälle bezüglich der Anzahl überdurchschnittlich großer austenitischer Körner mit einem E-Modul über 215 GPa deckt sich mit dem Verhalten bezüglich der Rissinitiierung entlang von Gleitbändern im Austenit: ein identisches Verhalten der beiden Varianten des Austenitstahls mit einer geringen Anzahl und eine deutlich höhere Anzahl für die austenitische Phase des Duplexstahls.

Zusammenfassend kann daher geschlussfolgert werden, dass der hohe Anteil an entlang von Gleitbändern im Austenit initiierten Rissen im Duplexstahl gegenüber dem Austenitstahl in der Mikrostruktur des Duplexstahls begründet liegt, welche zum einen zu einer gleichmäßigen Dehnung aller Körner führt und zum anderen eine große Anzahl überdurchschnittlich großer Körner mit hohem E-Modul aufweist.

Abschließend muss angemerkt werden, dass die erhaltenen Ergebnisse aufgrund der speziellen Mikrostruktur und Textur des Duplexstahls spezifisch für den hier untersuchten Fall einer Belastungsrichtung parallel zur Walzrichtung des Ausgangsmaterials sind und dass für andere Winkel zwischen Belastungs- und Walzrichtung auch andere Ergebnisse erwartet werden. Auf diesen Punkt wird in Abschnitt 5 näher eingegangen.

### 4.3. Rissausbreitungsmechanismen

Bezüglich der Rissausbreitung im Duplexstahl wurde von Düber et al. [Düber06] eine Abhängigkeit des Mechanismus‘ von der Phase beobachtet. Aus dem Vergleich der beobachteten Oberflächenspurwinkel der Risspfade mit den berechneten Oberflächenspurwinkeln möglicher Gleitebenen sowie anderer kristallografischer Ebenen schlussfolgerten die Autoren, dass kurze Risse im Ferrit sich mittels Einfachgleiten (siehe Abschnitt 2.3.4.1) ausbreiten und im Austenit mittels Doppelgleiten (siehe Abschnitt 2.3.4.2). Diese These wurde im Rahmen der vorliegenden Arbeit weiterführend untersucht, indem in situ an kurzen Rissen in beiden Phasen die Rissöffnung und die Risssscherung unter zyklischer Belastung gemessen wurden. Deren Verhältnis zueinander sollte sich für die genannten Ausbreitungsmechanismen signifikant unterscheiden, wie in den folgenden Abschnitten ausgeführt wird. Zur Untermauerung der Ergebnisse wurde zusätzlich die Topographie der Rissflanken der kurzen Risse im hochauflösenden REM abgebildet, um daraus Informationen über die Anzahl der an der Rissausbreitung beteiligten Gleitsysteme abzuleiten.

#### 4.3.1. Hystereseschleifen – Austenit

Im rein austenitischen Stahl bzw. in der austenitischen Phase des Duplexstahls wachsen kurze Risse nach ihrer Initiierung an (Zwillings-)Korngrenzen bzw. Gleitbändern schon innerhalb eines Kornes nicht mehr auf einer einzelnen Gleitebene, sondern folgen in der Regel näherungsweise den Spuren niedrig indizierter kristallografischer Ebenen vom Typ  $\{110\}$  oder  $\{100\}$  [Blochwitz08, Düber06]. Das ist aus geometrischen Gründen leicht nachzuvollziehen, da hierbei jeweils die Gleitebenen zweier Gleitsysteme spiegelsymmetrisch zu den genannten Ebenen angeordnet sind und sich damit bei Betätigung der beiden Gleitsysteme im gleichen Umfang die Spiegelebene als Rissebene einstellen wird.

Diese Art der Rissausbreitung wird durch eine Modus I Belastung des Risses (Öffnen des Risses senkrecht zum Risspfad) kontrolliert. Bei einer Messung des Rissöffnungsabstandes COD und des Risssscherungsabstandes CSD unter zyklischer Belastung werden daher ein hoher Anteil an plastischer Rissöffnungsverschiebung  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  und ein geringer Anteil an plastischer Risssscherungsverschiebung  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  erwartet. Diese Messung wurde im Duplexstahl bei einer plastischen Dehnungsamplitude von  $\varepsilon_{\text{pa}} = 3 \times 10^{-4}$  durchgeführt. Aufgenommen wurden dabei Hystereseschleifen der Spannung als Funktion von COD bzw. CSD (zur Messmethode siehe Abschnitt 3.4.2.2). Abbildung 4.3.1 zeigt solche Schleifen für den kurzen Riss in der austenitischen Phase, der in Abbildung 3.4.8 gezeigt ist. Um COD und CSD visuell leicht miteinander vergleichen zu können, wurde die Differenz zwischen maximal und minimal gezeigtem Wert entlang der x-Achse in beiden Grafiken gleich groß gewählt. Deutlich ist zu erkennen, dass die COD-Schleife weit geöffnet ist, während die CSD-Schleife nur im Zugbereich eine minimale Öffnung aufweist.

Zur Interpretation der Hystereseschleifen muss folgendes angemerkt werden: In Abbildung 4.3.1b ist erkennbar, dass die Hystereseschleife Spannung über CSD vom Ausgangspunkt bei  $\sigma = 0$  MPa über die maximale Druckspannung von  $\approx -370$  MPa hinweg bis zu einer Zugspannung von  $\approx 300$  MPa näherungsweise linear verläuft. Fände die Verformungsumkehr an

diesem Punkt statt, bestünde die Hystereseschleife näherungsweise aus zwei sich deckenden Geraden. Sie würde folglich keine Öffnung und damit keine plastische Verformung aufweisen. Oberhalb von  $\approx 300$  MPa weicht die Hystereseschleife jedoch vom linearen Verlauf ab und öffnet sich, es findet also plastische Verformung statt. Im Widerspruch dazu ist an der x-Achse (CSD) ein  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}} \approx 0$  nm ablesbar.

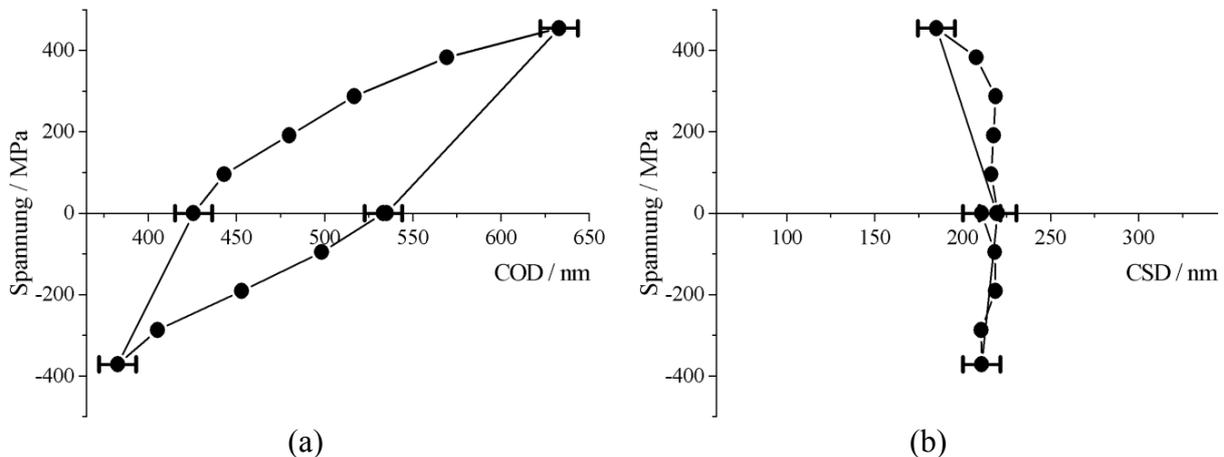


Abbildung 4.3.1: Hystereseschleife der Spannung als Funktion von (a) COD und (b) CSD (Austenit,  $\varepsilon_{\text{pa}} = 3 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 420$  MPa). Die Fehlerbalken zeigen die maximale Messunsicherheit an (siehe Abschnitt 3.4.2.2).

Existierten auch Messpunkte in der Entlastungsphase, könnte  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  wie von Blochwitz et al. [Blochwitz03b] beschrieben anhand einer Art elastischen Geraden bestimmt werden. Allerdings zeigen Messungen dieser Arbeit, bei denen auch Daten in der Entlastungsphase aufgenommen wurden, dass diese Methode zwar für COD häufig anwendbar ist (siehe Abb. 4.3.2a), für CSD jedoch nur selten (siehe Abb. 4.3.2b).

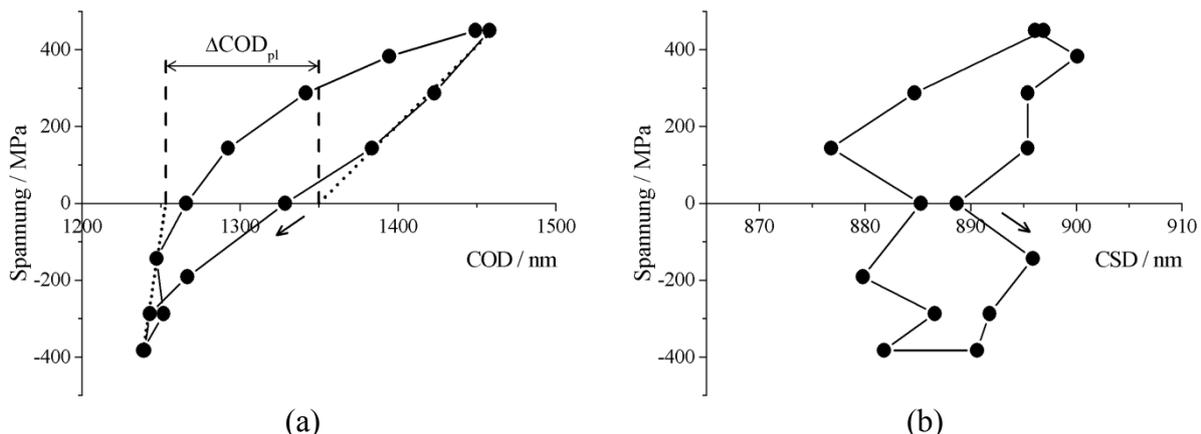


Abbildung 4.3.2: Hystereseschleife der Spannung als Funktion von (a) COD und (b) CSD (Austenit,  $\varepsilon_{\text{pa}} = 3 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 420$  MPa). Die Pfeile geben Start und Richtung der Verformung an. Für die Maximal- und Minimalspannung existieren je ein Messpunkt kurz vor und kurz nach der Lastumkehr im in situ Zug-Druck-Modul.

Als Alternative bietet sich an, die von den Hystereseschleifen für COD und CSD umrandeten Flächen als Maß für die plastische Verformungsarbeit zu ermitteln. Das kann entweder über

die Integrierfunktion in Origin (Microcal Software Inc.) erfolgen oder indem die Flächen mit einer Farbe gefüllt werden und anschließend in IrfanView im Histogramm die Pixelzahlen zu den jeweiligen Farben ausgelesen werden. In diesem Fall werden für die Vergleichbarkeit von COD mit CSD einige Bedingungen an die Bildauflösung und Skaleneinteilung gestellt, die am einfachsten durch ein Plotten beider Hystereseschleifen in einem Diagramm erfüllt werden. Die so bestimmten Flächen besitzen einzeln als Absolutwerte keine Aussage, können aber als Maß für  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  bzw.  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  in Gleichung (3.3) zur Berechnung des das Verhältnis von  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  zur gesamten plastischen Verformung an der Risspitze beschreibenden Parameters  $S$  eingesetzt werden. Für die in Abbildung 4.3.1 gezeigten Hystereseschleifen ergibt sich so ein Wert von  $S = 9\%$ . Nach der in Abbildung 3.4.6b dargestellten Standardmethode ergeben sich folgende Werte:

$$\Delta\text{COD} = 250 \text{ nm}, \Delta\text{COD}_{\text{pl}} = 109 \text{ nm}, \Delta\text{CSD} = 35 \text{ nm}, \Delta\text{CSD}_{\text{pl}} = 5 \text{ nm}, S = 4\%.$$

Im Mittel der neun im Austenit untersuchten Risspitzen ergibt sich nach der Flächenberechnungsmethode  $S = 25\%$ , nach der Standardmethode  $S = 20\%$ . Beide Auswertemethoden führen damit zu dem Ergebnis, dass das Verhalten der Risse unter zyklischer Belastung im Austenit durch die plastische Rissöffnung dominiert wird. Bei dem Mechanismus der Rissausbreitung kann es sich demnach um das von Düber et al. [Düber06] vorgeschlagene Doppelgleiten nach Neumann [Neumann83] oder um das von Blochwitz et al. [Blochwitz03b] vorgeschlagene PBR handeln. Auf diesen Punkt wird im Abschnitt 4.3.5 näher eingegangen.

#### 4.3.2. Hystereseschleifen – Ferrit

Für die ferritische Phase des Duplexstahls schlussfolgerten Düber et al. [Düber06] aus dem Vergleich der Risspfade mit den aus EBSD-Daten berechneten Oberflächenspurwinkeln möglicher Gleitebenen, dass kurze Risse sich durch Einfachgleiten auf einzelnen Gleitebenen ausbreiten. Dieser Mechanismus wird durch eine Modus II Belastung des Risses (Scherung der Rissufer parallel zur Probenoberfläche) kontrolliert, bei einer Messung von COD bzw. CSD unter zyklischer Belastung wird daher erwartet, dass der plastische Anteil der Riss-scherungsverschiebung ( $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$ ) dominiert. In Analogie zu Abschnitt 4.3.1 für den Austenit werden die dazu durchgeführten Messungen in diesem Abschnitt für den Ferrit ausgewertet.

Abbildung 4.3.3 zeigt Hystereseschleifen der Spannung als Funktion von COD bzw. CSD, die an einer Risspitze in der ferritischen Phase gemessen wurden. Es ist klar zu erkennen, dass eine Öffnung des Risses im Ferrit praktisch rein elastisch erfolgt, während die Scherbewegung der Rissflanken gegeneinander einen sehr großen plastischen Anteil aufweist. Aus den Schleifen ergeben sich nach der Standardmethode (siehe vorheriger Abschnitt sowie Abb. 3.4.6b) folgende Werte:

$$\Delta\text{COD} = 88 \text{ nm}, \Delta\text{COD}_{\text{pl}} = 6 \text{ nm}, \Delta\text{CSD} = 85 \text{ nm}, \Delta\text{CSD}_{\text{pl}} = 63 \text{ nm}, S = 92\%.$$

Nach der Flächenberechnungsmethode lässt sich der das Verhältnis von  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  zur gesamten plastischen Verformung an der Risspitze beschreibende Parameter  $S$  zu 95% berechnen. Im Mittel der fünf im Ferrit untersuchten Risspitzen ergibt sich  $S = 80\%$  (Standardmethode) bzw.  $S = 72\%$  (Flächenmethode).

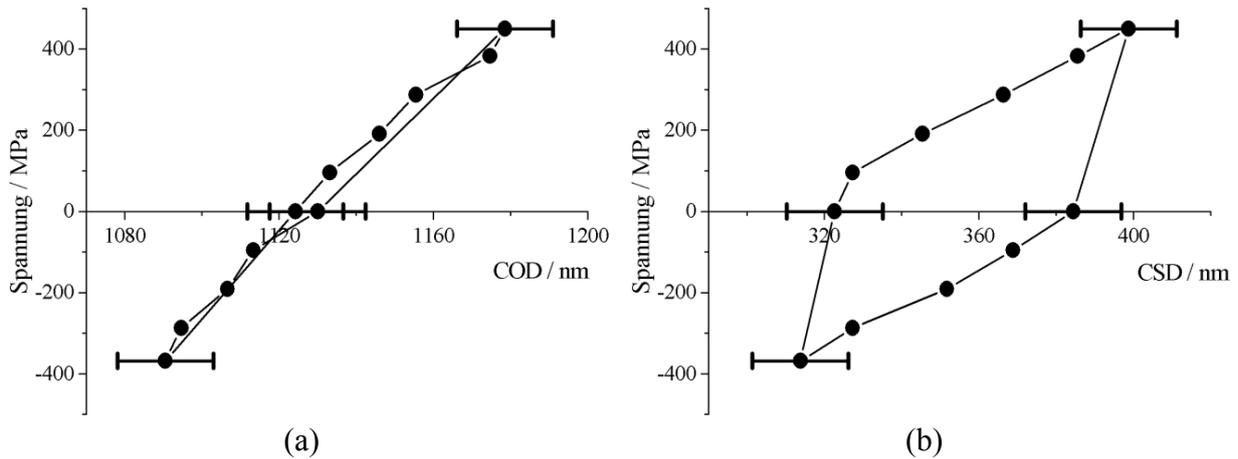


Abbildung 4.3.3: Hystereseschleife der Spannung als Funktion von (a) COD und (b) CSD (Ferrit,  $\epsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 420$  MPa). Die Fehlerbalken zeigen die maximale Messunsicherheit an (siehe Abschnitt 3.4.2.2).

Folglich wird die Rissausbreitung in der ferritischen Phase durch  $\Delta CSD_{pl}$  dominiert, demnach könnte es sich bei dem verantwortlichen Rissausbreitungsmechanismus um Einfachgleiten handeln. Dem entgegen steht die Beschaffenheit vieler Risspfade in der ferritischen Phase, die nicht mit Einfachgleiten als Ausbreitungsmechanismus in Einklang gebracht werden kann. Auf diesen Aspekt wird in Abschnitt 4.3.6 näher eingegangen.

#### 4.3.3. Risschließeffekt

In beiden Phasen des Duplexstahls ist ein deutlicher Risschließeffekt zu beobachten, das heißt, ein Schließen des Risses vor Erreichen des Maximaldrucks. Das zeigen exemplarisch die Hystereseschleifen Spannung – COD in Abbildung 4.3.4.

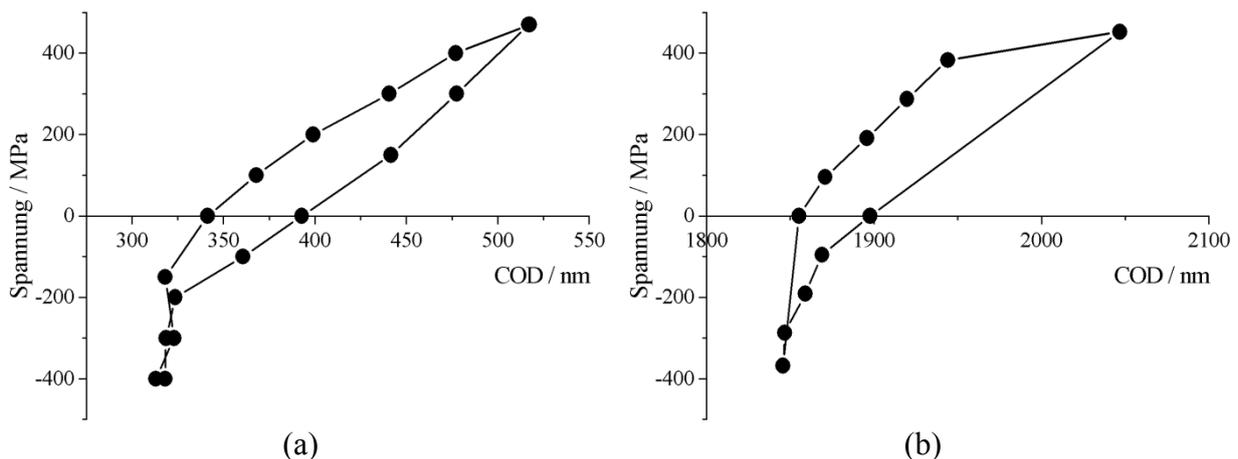


Abbildung 4.3.4: Risschließeffekt in Hystereseschleifen der Spannung als Funktion von COD in (a) Austenit und (b) Ferrit ( $\epsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 420$  MPa).

Wie der Risschließeffekt sich in den Hystereseschleifen Spannung – COD widerspiegelt kann anhand von Abbildung 4.3.4a erläutert werden: Unter Druckbelastung sinkt COD zunächst bis zu einer Spannung von rund -200 MPa ab. An diesem Punkt sind der Riss geschlossen und die Rissflanken in Kontakt, wodurch COD auch bei höheren Druckspannungen nicht

noch weiter absinken kann und über den Maximaldruck und die folgenden Entlastung hinweg bis zu einer Spannung von rund -150 MPa näherungsweise konstant bleibt. An diesem Punkt beginnt der Riss sich wieder zu öffnen und COD steigt bei weiterer Entlastung sowie unter der folgenden Zugbelastung wieder an.

In dieser extremen Ausprägung kann der Risschließeffekt in Abbildung 4.3.4b nur kurz vor Erreichen des Maximaldrucks beobachtet werden. Aber auch vorher zeigt er sich schon darin, dass die Kurve Spannung – COD um einen Wert von rund -100 MPa herum mit steigender Druckspannung steiler wird. Es findet folglich eine Behinderung des Schließens des Risses statt, die nur dadurch erklärt werden kann, dass die Rissflanken in Kontakt geraten. In dieser Art ist der Risschließeffekt auch in den Abbildungen 4.3.1a und 4.3.2a zu erkennen.

#### 4.3.4. Z'-D'-Messung von $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$ und $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$ – Austenit und Ferrit

In den Abschnitten 4.3.1 und 4.3.2 wurde gezeigt, dass die Standardmethode zur Bestimmung von  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  bzw.  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  zu qualitativ gleichwertigen Ergebnissen führt wie die exaktere Methode über die von den Hystereseschleifen umrandeten Flächen. Um die aus den Hystereseschleifen gewonnenen Aussagen mit besserer Statistik zu untermauern, kann daher die zeitsparende Z'-D'-Methode zur Messung von  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  und  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  verwendet werden (siehe Abschnitt 3.4.2.1), welche auf der oben genannten Standardmethode basiert.

Dafür wurden an der gleichen Probe, die für die Hystereseschleifen verwendet wurde, unter den gleichen Verformungsbedingungen (und teilweise auch an den gleichen Rissen) über acht Verformungsstadien hinweg ( $\Delta N = 2.000$  Zyklen) 20 Risspitzen in Austenit und 15 in Ferrit vermessen. Je nach Ausbreitungsrate und Größe des risstragenden Kornes konnten pro Risspitze innerhalb eines Kornes zwischen zwei und acht Messungen durchgeführt werden. Um alle Risse mit gleicher Wichtung in die Auswertung einfließen zu lassen und sich langsam ausbreitenden Rissen oder Rissen in großen Körnern keinen überproportional starken Einfluss zu verleihen, wurde aus allen innerhalb eines Kornes ermittelten Werten für den Parameter  $S$  der Mittelwert berechnet. Diese Mittelwerte wurden für die Auswertung in Form einer Häufigkeitsverteilung herangezogen. Dabei wurde der Parameter  $S$  in Klassen mit einer Breite von 10% eingeteilt und die relative Häufigkeit der zu den Klassen gehörigen Werte beider Phasen bestimmt. Das Ergebnis für beide Phasen zeigt Abbildung 4.3.5, jeweils zusammen mit einer den experimentellen Daten angepassten Gaußverteilung. Die Zentren der Gaußverteilungen liegen bei  $S = 22\%$  für die austenitische und  $S = 74\%$  für die ferritische Phase, womit die aus den Hystereseschleifen gewonnenen Ergebnisse bestätigt werden.

Mit dem vorhandenen Datensatz ist es möglich, die Aussage von Düber et al. [Düber06] zu überprüfen, dass einfachgleitende Risse in Ferrit deutlich schneller wachsen als doppelgleitende Risse in Austenit, und zu untersuchen, ob sich dies in einem Zusammenhang zwischen der Rissausbreitungsrate und dem Parameter  $S$  niederschlägt. Dazu wurde für jede vermessene Risspitze die mittlere Ausbreitungsrate  $\Delta a/\Delta N$  zwischen zwei Verformungsstadien bestimmt. Diesem Wert wurde als zugehöriger Parameter  $S$  der Mittelwert der bei den beiden Verformungsstadien gemessenen Werte zugeordnet. Um die Streuung der Messwerte zu unterdrücken, wurde das in Abschnitt 4.1 beschriebene Verfahren angewandt, das heißt,

Sortierung der Wertepaare  $(\Delta a/\Delta N, S)$  nach steigendem  $S$ , Einteilung in Gruppen von 11 Datenpunkten und Berechnung derer Mittelwerte für  $\Delta a/\Delta N$  und  $S$ . Diese Mittelwerte sind in Abbildung 4.3.5 gegeneinander aufgetragen.

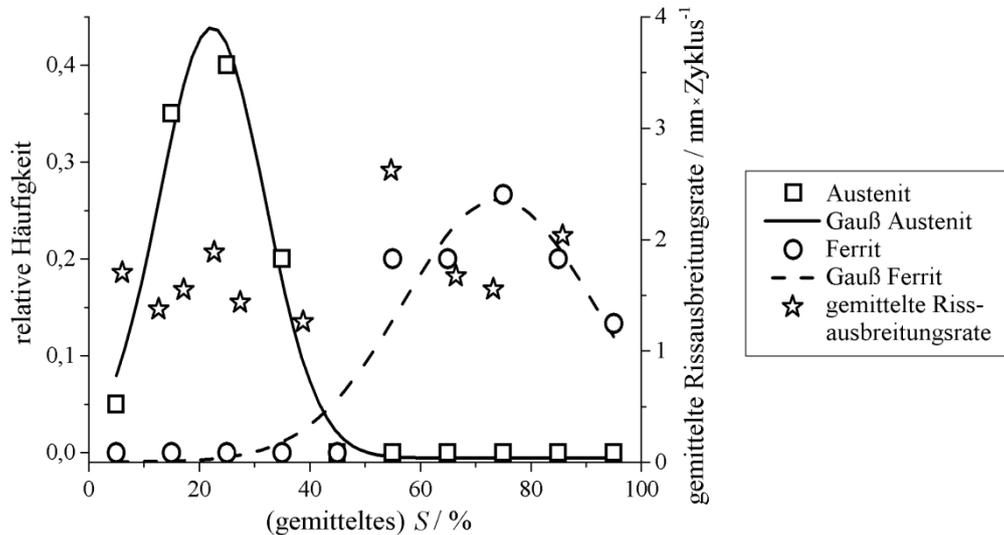


Abbildung 4.3.5: Häufigkeitsverteilung des Parameters  $S$  für Ferrit und Austenit mit Fitkurve (Gauß) sowie gemittelte Rissausbreitungsrate über gemitteltem  $S$  ( $\epsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 420$  MPa).

Wie in der Abbildung zu sehen, ergibt sich kein eindeutiger Zusammenhang zwischen  $\Delta a/\Delta N$  und  $S$ . Es ist lediglich zu erkennen, dass für  $S < 50\%$  etwas geringere Ausbreitungsraten (im Schnitt 1,54 nm/Zyklus) als für  $S > 50\%$  (im Schnitt 1,97 nm/Zyklus) beobachtet werden. In der mit etwa 420 MPa belasteten Probe beträgt die mittlere Rissausbreitungsrate im Austenit damit etwa 80% der mittleren Ausbreitungsrate im Ferrit. Dagegen kann anhand der Abbildungen in [Düber06] abgeschätzt werden, dass für die dort untersuchten Proben, die mit Spannungsamplituden von 350-370 MPa belastet wurden, die Ausbreitungsrate im Austenit lediglich 20-25% der Ausbreitungsrate im Ferrit beträgt. Diese Diskrepanz kann nicht mit den von Düber et al. [Düber06] verwendeten geringeren Spannungen erklärt werden, da in der vorliegenden Arbeit an einer mit etwa 393 MPa belasteten Probe die mittlere Rissausbreitungsrate im Austenit zu etwa 70% der mittleren Rate im Ferrit gemessen wurde. Vielmehr ist die Ursache darin zu suchen, dass sich Düber et al. [Düber06] auf sehr glatte Risse konzentrierten, während in dieser Arbeit der Fokus auf die rauen Risse gelegt wurde, teils, weil bei diesen der Mechanismus des Einfachgleitens weniger wahrscheinlich und daher interessanter zu testen war, teils aber auch, weil die Zahl der rauen Risse die der glatten wesentlich überstieg (zur Definition glatter und rauer Risse siehe Abschnitt 4.3.6 bzw. Abb. 4.3.8 und 4.3.9). Bezüglich der Rissausbreitungsrate ist es eine weitere interessante Fragestellung, ob ein Zusammenhang zwischen dem Betrag von  $\Delta COD_{pl}$  bzw.  $\Delta CSD_{pl}$  und der Rissausbreitungsrate existiert. In der Literatur finden sich dazu Untersuchungen von Blochwitz et al. [Blochwitz03b], die in einer Auftragung der Rissausbreitungsrate als Funktion von  $\Delta COD_{pl}$  eine starke Streuung der Daten zeigen, wobei eine obere Schranke existiert, die durch eine Proportionalität zwischen  $\Delta a/\Delta N$  und  $\Delta COD_{pl}$  charakterisiert ist. Dieses Ergebnis konnte im

Rahmen der vorliegenden Arbeit mit den gemessenen Einzeldatenpunkten bestätigt werden. Die Situation einer Obergrenze für eine stark streuende Menge an Einzeldaten ist analog zu der in Abbildung 4.1.1b gezeigten Auftragung der Rissausbreitungsrate über der Risslänge. Dementsprechend bot es sich hier an, die in Abschnitt 4.1 beschriebene Methode der Mittelung durchzuführen und durch die Unterdrückung der statistischen Streuung eventuell einen eindeutigen Zusammenhang zu erhalten. Das Ergebnis dieser Mittelung zeigt Abbildung 4.3.6.

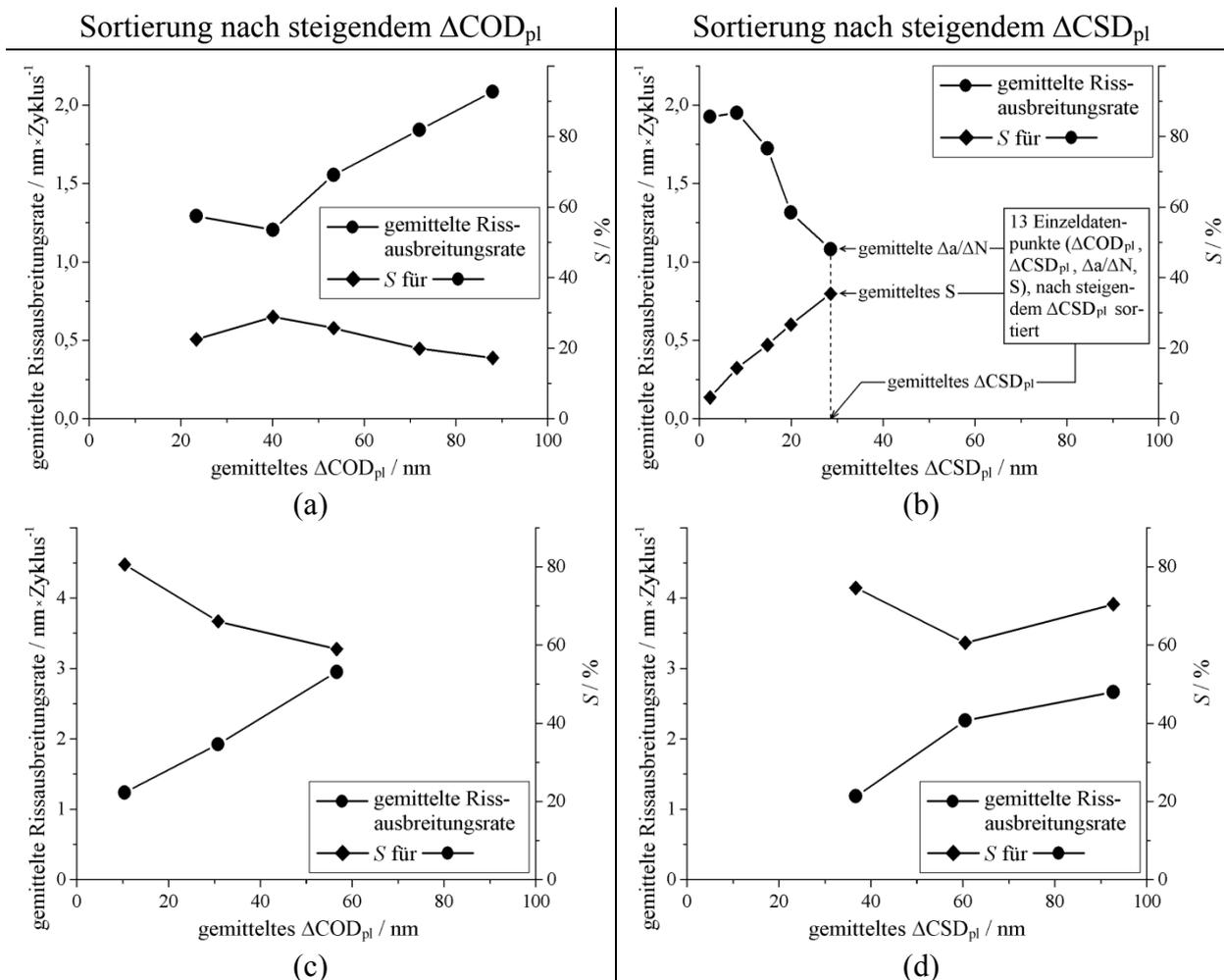


Abbildung 4.3.6: Gemittelte Rissausbreitungsrate als Funktion des gemittelten  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  für (a) Austenit und (c) Ferrit und gemittelte Rissausbreitungsrate als Funktion des gemittelten  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  für (b) Austenit und (d) Ferrit. Zusätzlich eingetragen sind die sich für die Mittelungsgruppen der gezeigten Datenpunkte ergebenden gemittelten Werte für  $S$  sowie in (b) schematisch die Zusammenhänge der gezeigten Daten.  $\varepsilon_{\text{pa}} = 3 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 420$  MPa.

Dabei wurden im Fall der austenitischen Phase 13 aufeinanderfolgende Messpunkte zu einer Gruppe zusammengefasst, um die Einzeldaten optimal auszunutzen. Zur direkten Vergleichbarkeit wurde diese Gruppengröße für die ferritische Phase beibehalten, wobei auch mit kleinerer Gruppengröße und damit größerer Anzahl gemittelter Datenpunkte ein qualitativ gleichwertiges Ergebnis erhalten wurde.

Für die austenitische Phase sind prinzipiell sowohl für den Zusammenhang zwischen gemittelter Rissausbreitungsrate und gemitteltem  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  (Abb. 4.3.6a) als auch für den Zusammenhang zwischen gemittelter Rissausbreitungsrate und gemitteltem  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  (Abb. 4.3.6b) eindeutige Trends zu erkennen. Dabei ist die mit steigendem  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  steigende Rissausbreitungsrate physikalisch sinnvoll. Eine mit steigendem  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  stark sinkende Rissausbreitungsrate ergibt dagegen keinen Sinn, da mit einer plastischen Verformung an der Risspitze unabhängig von der Art der Verformung eine Rissausbreitung verknüpft sein sollte. Vermutlich existiert hier sowohl eine Korrelation zwischen einer dritten Größe und  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  als auch eine Korrelation zwischen der dritten Größe und der Rissausbreitungsrate, wodurch der unsinnige Zusammenhang zwischen gemittelter Rissausbreitungsrate und gemitteltem  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  in Abbildung 4.3.6b zustande kommt. Als dritte Größe kommen dabei  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  sowie der Parameter  $S$  infrage. Um das zu prüfen wurden für die Mittelungsgruppen, aus denen die in Abbildung 4.3.6b gezeigten gemittelten Rissausbreitungsrate als Funktion des gemittelten  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  berechnet wurden, die mittleren Werte für  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  als auch  $S$  berechnet (siehe Schema in Abb. 4.3.6b). Während sich für  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  kein eindeutiger Trend ergibt, kann anhand der in Abbildung 4.3.6b eingetragenen Werte für  $S$  geschlussfolgert werden, dass die sinkende gemittelte Rissausbreitungsrate nicht ursächlich in einem steigenden gemitteltem  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$ , sondern vielmehr in einem steigenden gemitteltem Parameter  $S$  – was einen sinkenden Anteil von  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  an der gesamten plastischen Verformung an der Risspitze bedeutet – begründet liegt.

Für die in Abbildung 4.3.6a aufgetragenen Daten wurden analog die gemittelten Werte für  $S$  berechnet und mit in die Abbildung eingetragen. Deren Verlauf bestätigt die obige Schlussfolgerung, da auch hier die zwischen erstem und zweitem Datenpunkt auftretende Verringerung der mittleren Rissausbreitungsrate (trotz steigendem  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$ ) mit einem Anstieg des gemittelten Parameters  $S$  einhergeht. Für die austenitische Phase können die Ergebnisse daher wie folgt zusammengefasst werden: Die Rissausbreitungsrate steigt sowohl mit dem Betrag von  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  als auch mit dem Anteil von  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  an der gesamten plastischen Verformung an der Risspitze (sinkender Parameter  $S$ ). Das zeigt eindeutig, dass die Rissausbreitung im Austenit streng mit der plastischen Rissöffnung korreliert ist.

Für die ferritische Phase zeigt sich, dass die gemittelte Rissausbreitungsrate sowohl mit steigendem gemitteltem  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  (Abb. 4.3.6c) als auch mit steigendem gemitteltem  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  (Abb. 4.3.6d) ansteigt. Für die (analog zur Vorgehensweise beim Austenit berechneten) gemittelten  $S$ -Werte ergibt sich kein einheitlicher Trend. Daraus kann geschlussfolgert werden, dass die Rissausbreitung in der ferritischen Phase sowohl mit der plastischen Riss-scherung als auch mit der plastischen Rissöffnung korreliert ist. Letzteres deutet darauf hin, dass es sich bei dem Rissausbreitungsmechanismus nicht um reines Einfachgleiten handelt. Im folgenden Abschnitt werden dazu weiterführende Betrachtungen angestellt.

#### 4.3.5. Beschaffenheit der Risspfade – Austenit

Aus den Ergebnissen der Messungen zur Rissöffnung und -scherung konnte geschlussfolgert werden, dass es sich bei dem Mechanismus der Rissausbreitung im Austenit entweder um das

von Düber et al. [Düber06] vorgeschlagene Doppelgleiten nach Neumann [Neumann83] oder um das von Blochwitz et al. [Blochwitz03b] vorgeschlagene PBR handelt (siehe Abschnitte 4.3.1 und 4.3.4). Beide Modelle unterscheiden sich zwar hinsichtlich des ablaufenden Mechanismus – beim Doppelgleiten wird davon ausgegangen, dass die beteiligten Gleitsysteme alternierend betätigt werden, beim PBR simultan – jedoch ergeben sich daraus für den Risspfad praktisch keine Unterschiede. In beiden Fällen wird von der Betätigung zweier Gleitsysteme ausgegangen, so dass die Rissfront gleich der Schnittlinie der aktiven Gleitebenen sein sollte. Die Rissflanken sollten dementsprechend eine Bänderung parallel zu dieser Schnittlinie aufweisen, was an einigen Rissen auch beobachtet werden kann (Abb. 4.3.7a). Die andere typische Art der Strukturierung der Rissflanken ist ein unsystematisches Muster aus auf verschiedenen Ebenen abgeglittenen Flächen (Abb. 4.3.7b). Zwischen der mit  $\varepsilon_{pa} = 1,8 \times 10^{-4}$  und der mit  $\varepsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$  verformten Probe wurden hierbei keine Unterschiede festgestellt.

Beide beobachteten Topographien der Rissflanken können grundsätzlich mit beiden Modellen erklärt werden: Im Modell des PBR kann jede in sich geschlossene Fläche an den Rissflanken mit einem PBR-System (also einer Paarung zweier Gleitsysteme) korreliert werden. In diesem Fall sollten die Flächen eine Strukturierung in der Größenordnung der Rissausbreitungsrate aufweisen. Diese kann allerdings im Rahmen dieser Arbeit nicht experimentell nachgewiesen werden, da die mittlere Rissausbreitungsrate und damit die erwartete Dimension der Strukturierung der Rissflanken kleiner als die Kantenlänge eines Pixels einer REM-Aufnahme mit 50.000facher Vergrößerung (2,2 nm bei der verwendeten Auflösung) ist. Im Modell des Doppelgleitens kann jede in sich geschlossene Fläche an den Rissflanken mit einem elementaren Abgleitungsschritt korreliert werden. In Anbetracht der Größe der beobachteten Flächen muss dabei die Rissausbreitung als diskontinuierlicher Prozess angesehen werden, eine Abschätzung wurde dafür am Beispiel des in Abbildung 4.3.7b gezeigten Risses vorgenommen: Zum Zeitpunkt der Entstehung der im vergrößerten Ausschnitt von Abbildung 4.3.7b markierten Fläche wies der Riss eine Gesamtlänge  $2a \approx 30 \mu\text{m}$  bei einer Ausbreitungsrate von ca. 2 nm/Zyklus auf. Betrachtet man den Riss als Halbkreis mit einem Durchmesser  $d = 30 \mu\text{m}$  und berechnet die Fläche, um die er sich bei einer allseitigen Ausbreitung von 2 nm vergrößert ( $d \rightarrow 30,004 \mu\text{m}$ ), ergibt sich ein Wert von rund 90.000 nm<sup>2</sup>. Zum Vergleich wurde die Größe der oben genannten annähernd rechteckförmigen und damit einfach zu vermessenden Fläche bestimmt (siehe Abb. 4.3.7b). Es zeigt sich, dass diese mit rund 75.000 nm<sup>2</sup> einen sehr ähnlichen Flächeninhalt aufweist. Im Modell des Doppelgleitens kann daher die beobachtete Topographie der Rissflanken im Austenit damit erklärt werden, dass die Rissausbreitung entlang der Rissfront nicht simultan, sondern schrittweise nacheinander durch das Abgleiten verhältnismäßig großer Gebiete erfolgt. Im Fall der in Abbildung 4.3.7b gezeigten Rissflankentopographie muss jedoch angemerkt werden, dass statt des Begriffs Doppelgleiten vielmehr von einem Mehrfach- oder Wechselgleiten gesprochen werden sollte. Für die Beurteilung des Barriereneffekts, auf dem in dieser Arbeit das Hauptaugenmerk lag, ist die exakte Unterscheidung des Rissausbreitungsmechanismus im Austenit in Doppelgleiten oder PBR nicht wesentlich. Weiterführende Untersuchungen wurden daher nicht durchgeführt.

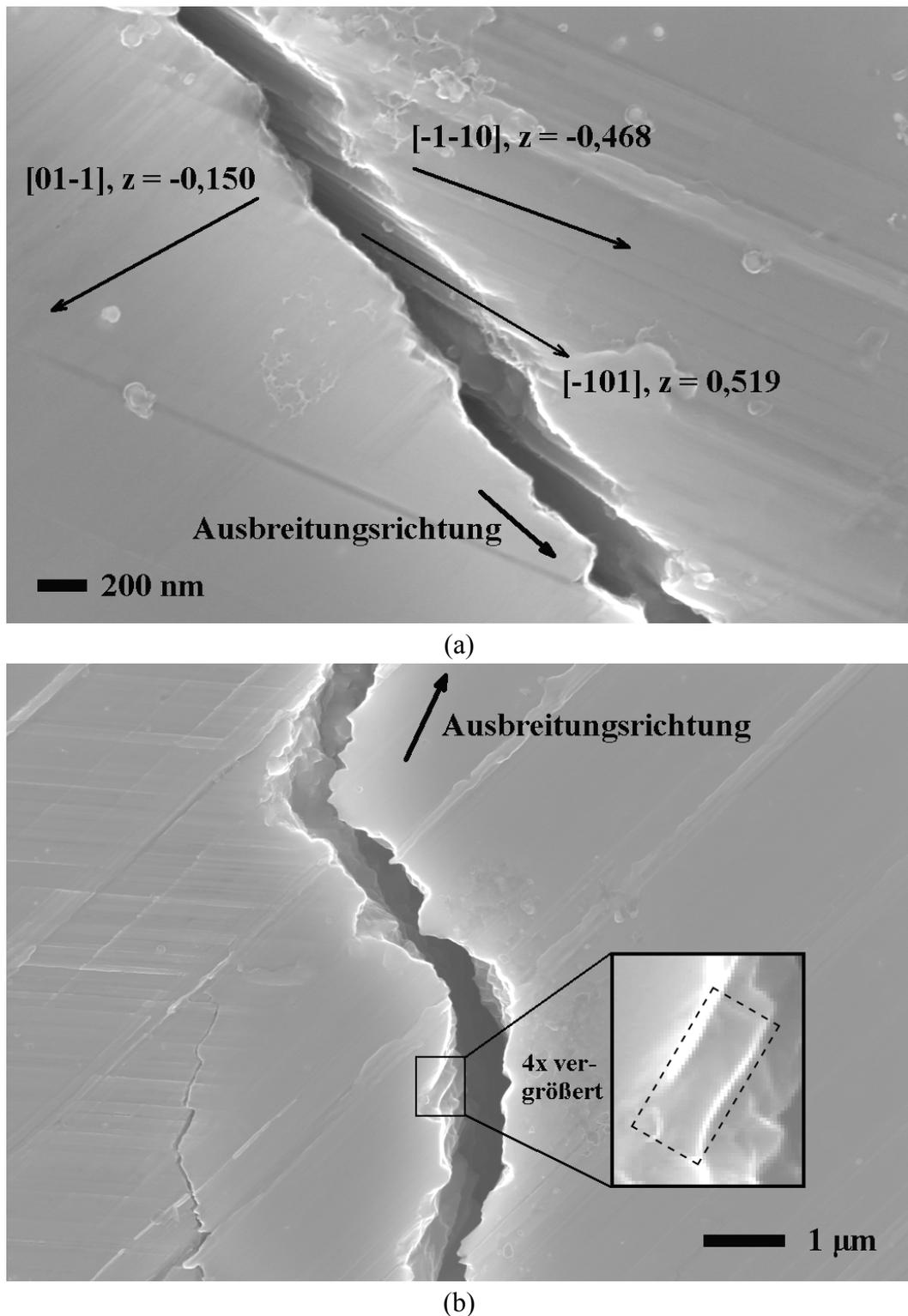


Abbildung 4.3.7: Beispiele für typische Topographien der Rissflanken in Austenit ( $\epsilon_{pa} = 1,8 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 393$  MPa).  $z$  zeigt aus der Bildebene heraus, die Lastachse liegt horizontal.

#### 4.3.6. Beschaffenheit der Rissfäde – Ferrit

Für Risse, die sich mittels Einfachgleiten und damit entlang einer einzelnen Gleitebene ausbreiten, so wie von Düber et al. [Düber06] für kurze Risse in der ferritischen Phase vorgeschlagen, werden sehr geradlinige Rissfäde erwartet. Ein – relativ geringer – Teil der Riss-

pfade in der ferritischen Phase steht sehr gut in Einklang mit dieser Erwartung. Ein Beispiel für einen solchen „glatten“ Riss zeigt Abbildung 4.3.8.

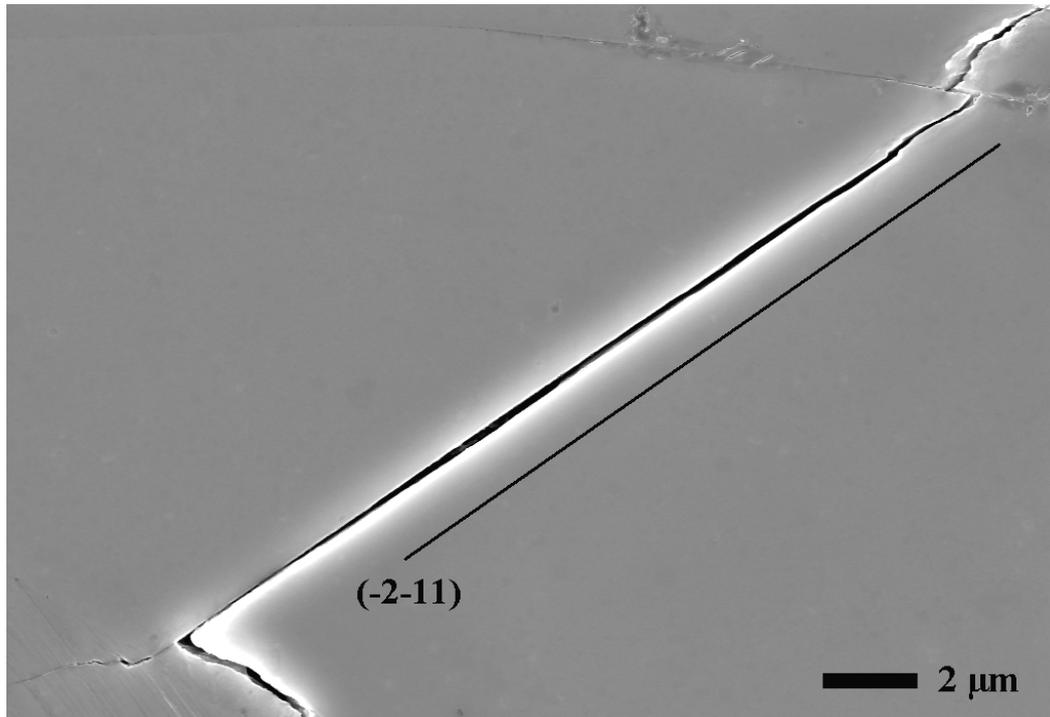


Abbildung 4.3.8: „Glatter“ Riss in Ferrit im InLens-SE-Kontrast ( $\Delta\sigma/2 = 333$  MPa, entspricht etwa  $\epsilon_{pa} = 6,5 \times 10^{-5}$ ) mit Oberflächenspur der (-2-11)-Ebene. Die Lastachse liegt horizontal.

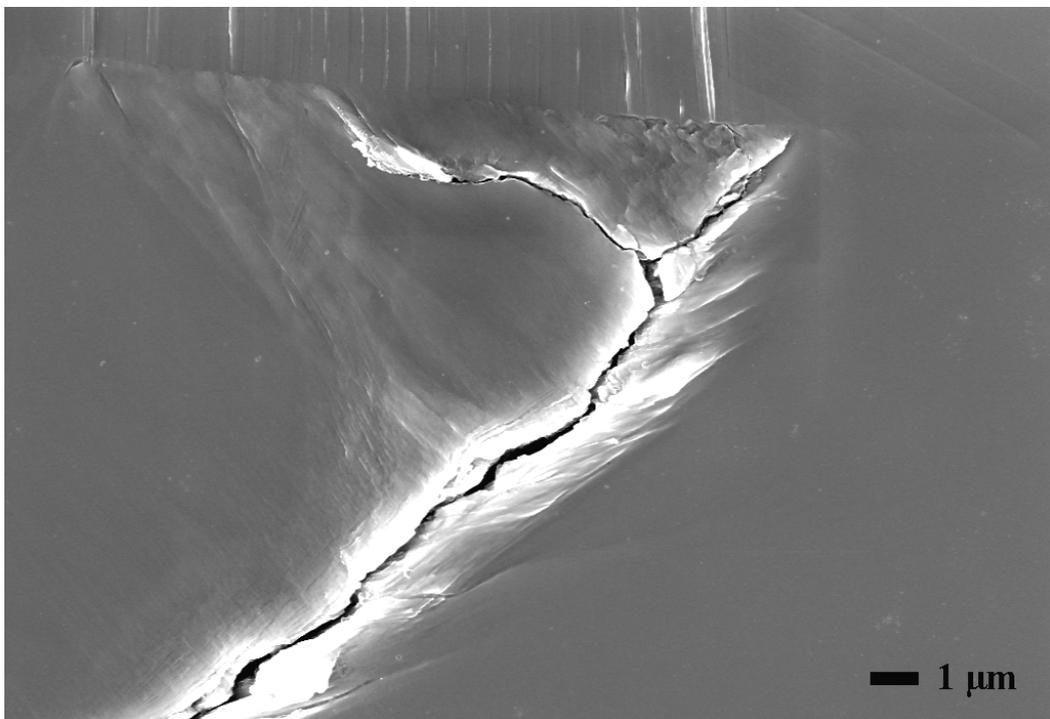


Abbildung 4.3.9: „Rauer“ Riss in Ferrit im InLens-SE-Kontrast ( $\epsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 420$  MPa). Die Lastachse liegt horizontal.

Allerdings gibt es wesentlich mehr Risspfade, die nicht mit Einfachgleiten als Ausbreitungsmechanismus in Einklang zu bringen sind, ein Beispiel für einen solchen „rauen“ Riss zeigt

Abbildung 4.3.9. Der gezeigte Riss wies zwar im Mittel mehrerer Messungen zu verschiedenen Verformungsstadien einen Parameter  $S = 92\%$  auf, dennoch kann er vom Erscheinungsbild her nicht durch Einfachgleiten gewachsen sein. Denn in diesem Fall müsste der Riss einer einzelnen Gleitebene folgen und damit einen sehr viel geraderen Verlauf zeigen, so wie der Riss in Abbildung 4.3.8. Zwischen den mit unterschiedlichen Parametern verformten Proben ( $\varepsilon_{pa} = 1,8 \times 10^{-4}$ ,  $\varepsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$ ,  $\Delta\sigma/2 = 333$  MPa) wurden hinsichtlich der Ausprägung der Risspfade keine Unterschiede festgestellt.

Aufgrund der Tatsache, dass die Rissausbreitung in jedem Fall die Aktivierung eines oder mehrerer Gleitsysteme erfordert und damit sensibel gegenüber der Orientierung des risstragenden Korns ist, liegt die Vermutung nahe, dass auch die Ausprägung des Oberflächenrisspfades mit der Orientierung des risstragenden Korns korreliert ist. Um diese Vermutung zu untersuchen, wurde mittels EBSD von 26 glatten Rissen und 40 rauen Rissen die Orientierung der risstragenden Körner bestimmt und ausgewertet.

Als Referenz wurde die Textur der ferritischen Phase innerhalb der Messfläche aus dem in Abbildung 4.1.6 gezeigten EBSD-Mapping bestimmt (Abb. 4.3.10). Die Textur des Ferrits kann als  $\langle 110 \rangle$ -Fasertextur in Bezug auf die Lastachse (und damit auch die Walzrichtung) beschrieben werden. Diese ist typisch für warmstranggepresste krz Metalle und kann daher dem sehr ähnlichen Herstellungsprozess des Duplexstahls (Warmwalzen von Stangenmaterial runden Querschnitts) zugeordnet werden [Wassermann62].

Die Ausrichtung der Ferritkörner mit einer  $\langle 110 \rangle$ -Richtung entlang der Lastachse führt dazu, dass zwei der vier möglichen  $\langle 111 \rangle$ -Gleitrichtungen näherungsweise senkrecht zur Lastachse liegen und damit einen Schmidfaktor von Null für die entsprechenden Gleitsysteme liefern.

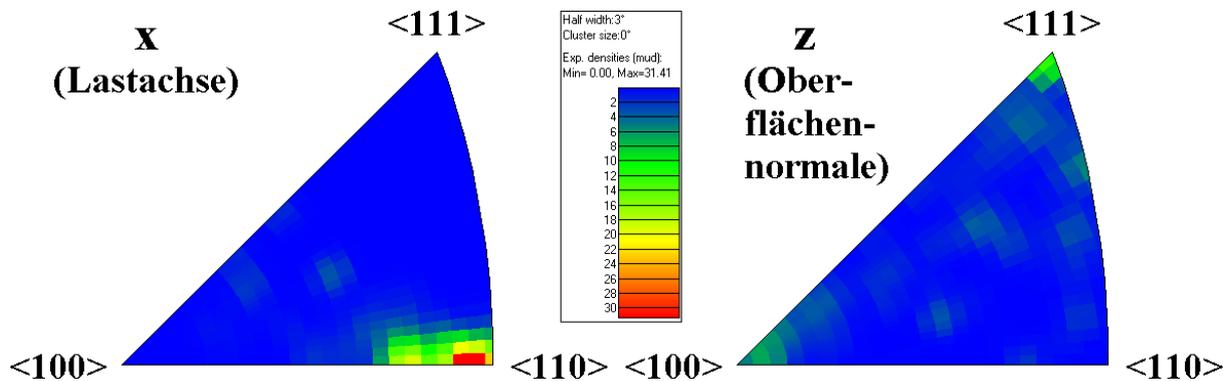


Abbildung 4.3.10: Textur der ferritischen Phase innerhalb der Messfläche des Duplexstahls.

Für die Ausrichtung eines Korns zur Oberfläche existieren damit zwei extreme Fälle: Der eine Fall ist der einer  $\langle 100 \rangle$ -Richtung senkrecht zur Oberfläche. Dabei haben die zwei möglichen Gleitrichtungen keine Komponente parallel zur  $y$ -Richtung, liegen also in der Ebene aus Lastachse  $x$  und Oberflächennormale  $z$ . Die aktive Gleitrichtung besitzt damit eine ausgeprägte Komponente senkrecht zur Oberfläche. Der andere extreme Fall ist der einer  $\langle 110 \rangle$ -Richtung senkrecht zur Oberfläche, bei dem die zwei möglichen Gleitrichtungen parallel zur Probenebene liegen.

Die risstragenden Körner aller untersuchten glatten wie rauen Risse wiesen bezüglich der

Lastachse in etwa eine  $\langle 110 \rangle$ -Orientierung auf. Um eventuell bestehende Unterschiede sichtbar zu machen, wurden daher die gemessenen Orientierungen der risstragenden Körner nach glatten und rauen Rissen getrennt in je einer inversen Polfigur für die Ausrichtung längs der Oberflächennormalen aufgetragen (Abb. 4.3.11).

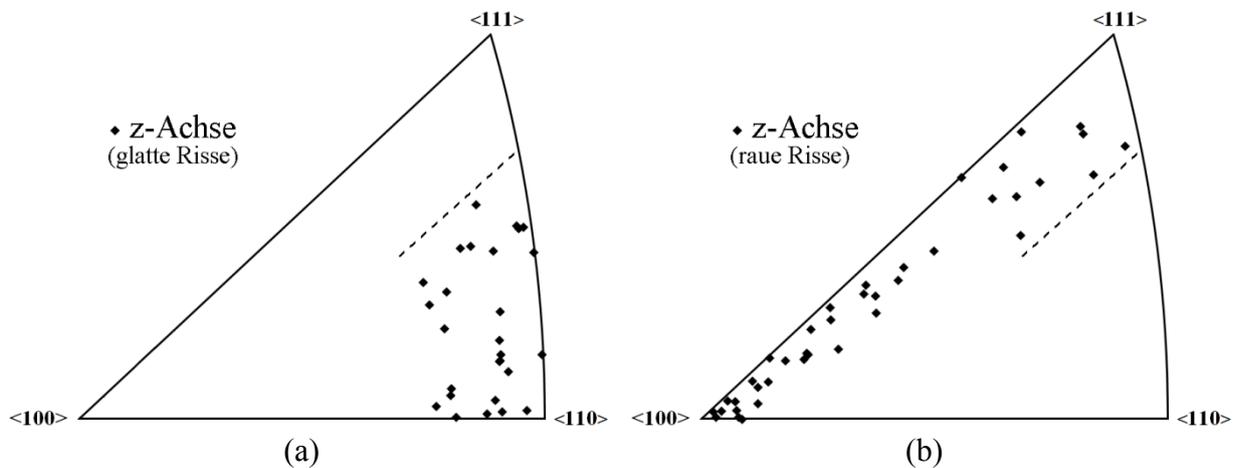


Abbildung 4.3.11: Inverse Polfiguren für Körner mit (a) glatten und (b) rauen Rissen. Die gestrichelte Linie ist in beiden Abbildungen identisch positioniert ( $\epsilon_{pa} = 1,8 \times 10^{-4}$ ,  $\epsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$ ,  $\Delta\sigma/2 = 333$  MPa)

Wie in Abbildung 4.3.11 zu erkennen, belegen die Körner, in denen sich glatte bzw. raue Risse ausbildeten, komplett unterschiedliche Bereiche der inversen Polfigur, welche durch eine scharfe Grenze voneinander getrennt werden. Um die gemessenen Orientierungen zu analysieren, wurden Modellorientierungen betrachtet, die durch die drei Eulerwinkel in Bunge-Notation als ( $\varphi_1 = 0^\circ$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2 = 40^\circ$ ) beschrieben werden. Deren Orientierung längs der Lastachse entspricht dem Maximum in der linken inversen Polfigur in Abbildung 4.3.10. Über eine Variation von  $\Phi$ , die hier in Schritten von  $5^\circ$  erfolgte, kann die Gesamtheit der in Abbildung 4.3.11 dargestellten gemessenen Orientierungen modelliert werden. Dabei entspricht  $\Phi = 0^\circ$  der  $\langle 100 \rangle$ -Orientierung und  $\Phi = 90^\circ$  in etwa der  $\langle 110 \rangle$ -Orientierung bezüglich der Oberflächennormalen. Der Bereich der strengen  $\langle 111 \rangle$ -Orientierung ( $45^\circ < \Phi < 65^\circ$ ) wurde bei der Modellierung ausgelassen, da er auch experimentell nicht beobachtet wird. Die Modellorientierungen sind als inverse Polfigur zusammen mit der Grenze zwischen den Bereichen glatter und rauer Risse (siehe Abb. 4.3.11), die im Kontext der Modellorientierungen einem  $\Phi$  von  $68^\circ$  entspricht, in Abbildung 4.3.12a dargestellt.

Um die modellierten Orientierungen bezüglich der Eigenschaften der Gleitsysteme mit Blick auf die Ausprägung des Risspfades an der Oberfläche zu charakterisieren, müssen diejenigen Eigenschaften der Gleitsysteme betrachtet werden, die sich an der Oberfläche widerspiegeln und damit potentiell einen Einfluss auf den Oberflächenrisspfad besitzen. Hier ist zum einen der Spürwinkel der Gleitebenen an der Oberfläche zu nennen. Zum anderen fällt bei einem Vergleich von glatten und rauen Rissen auf, dass nur bei letzteren die Rissufer von Gleitspuren gesäumt werden (siehe Abb. 4.3.8 und 4.3.9). Daraus kann geschlossen werden, dass die Ausrichtung der Gleitrichtung zur Oberfläche eine besondere Rolle spielen könnte.

Für glatte Risse würde demnach erwartet, dass die aktive Gleitrichtung nahezu parallel zur Oberfläche liegt, weil in diesem Fall Gleitvorgänge keine an der Oberfläche sichtbaren Spuren verursachen. Um diese Vermutung zu verifizieren, wurden für die Modellorientierungen das primäre  $\langle 111 \rangle \{110\}$ - und das primäre  $\langle 111 \rangle \{112\}$ -Gleitsystem berechnet. Diese weisen generell dieselbe Gleitrichtung auf, für die der Winkel zwischen Gleitrichtung und Probenoberfläche nach der Gleichung

$$\alpha_{\langle 111 \rangle - \text{Oberfläche}} = \arctan\left(\frac{\sqrt{z^2}}{\sqrt{x^2 + y^2}}\right) \quad (4.5)$$

berechnet und in Abbildung 4.3.12b als Funktion von  $\Phi$  aufgetragen wurde. Zusätzlich wurden die Oberflächenspurwinkel der Gleitebenen der oben genannten Gleitsysteme berechnet und deren Differenz als Funktion von  $\Phi$  ebenso in Abbildung 4.3.12b aufgetragen. Außerdem wurde die Lage der Grenze zwischen den Bereichen glatter und rauher Risse eingezeichnet.

Als Ergebnis kann aus Abbildung 4.3.12b abgelesen werden, dass sich offenbar nur dann vom Betrachter als glatt empfundene Risse ausbilden können, wenn die Differenz zwischen den Oberflächenspurwinkeln der primären  $\{110\}$ - und  $\{112\}$ -Gleitebenen geringer als  $5^\circ$  ist, was einem Winkel zwischen Gleitrichtung und Oberfläche von  $8,5^\circ$  entspricht.

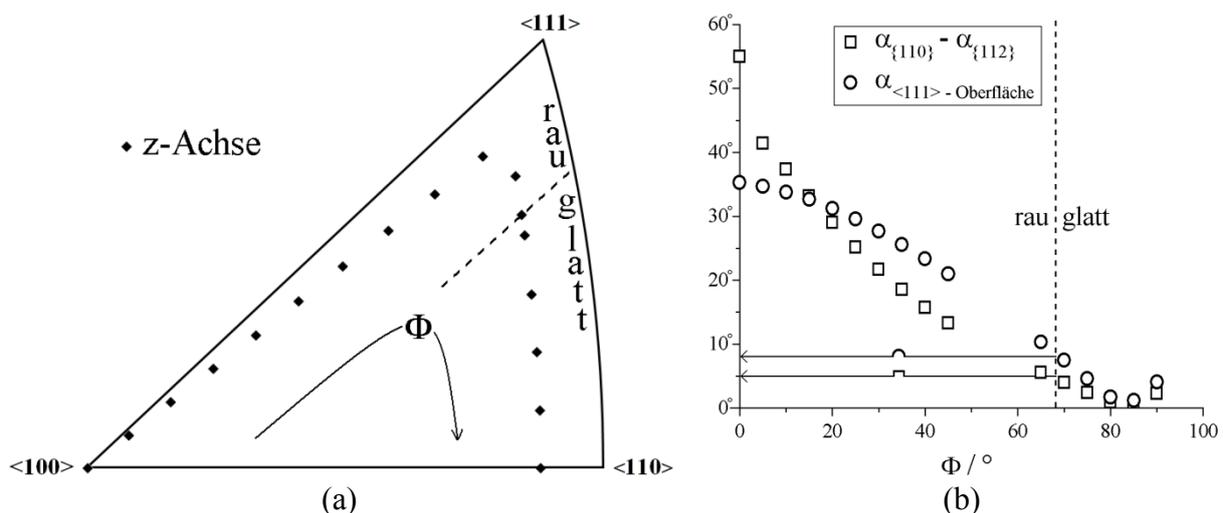


Abbildung 4.3.12: (a) Inverse Polfigur der Modellorientierungen (siehe Text). (b) Differenz der Oberflächenspurwinkel der Gleitebenen des primären  $\langle 111 \rangle \{110\}$ - und des primären  $\langle 111 \rangle \{112\}$ -Gleitsystems sowie der Winkel zwischen Gleitrichtung und Oberfläche für die Modellorientierungen aus (a).

Experimentell schwankt die Differenz zwischen den Oberflächenspurwinkeln für glatte Risse zwischen  $0,01^\circ$  und  $4,95^\circ$  mit einem Mittelwert von  $2,47^\circ$ . Der Winkel zwischen der aktiven Gleitrichtung und der Oberfläche nimmt Werte zwischen  $0,02^\circ$  und  $9,28^\circ$  mit einem Mittelwert von  $4,43^\circ$  an.

Exakte Grenzwerte für die Ausbildung glatter Risse können zwar nicht festgelegt werden, da die Einstufung eines Risses als „glatt“ natürlich vom subjektiven Eindruck des Betrachters abhängt, aber unabhängig davon lässt sich als wesentliches Ergebnis festhalten, dass ein Riss an der Oberfläche einen rauhen Pfad ausbildet, wenn die Differenz der Oberflächenspurwinkel der primären  $\{110\}$ - und  $\{112\}$ -Gleitebenen einen kritischen Wert von etwa  $5^\circ$  überschreitet. Daraus kann geschlossen werden, dass bei der Rissausbreitung sowohl das primäre

$\langle 111 \rangle \{110\}$ - als auch das primäre  $\langle 111 \rangle \{112\}$ -Gleitsystem aktiviert wird, die Rissausbreitung also nicht mittels Einfachgleiten erfolgt. Unter der Annahme, dass diese Gleitsysteme alternierend aktiviert werden, sollten die Rissflanken bedingt durch die identische Gleitrichtung der beiden Systeme eine Strukturierung parallel zur aktiven Gleitrichtung aufweisen.

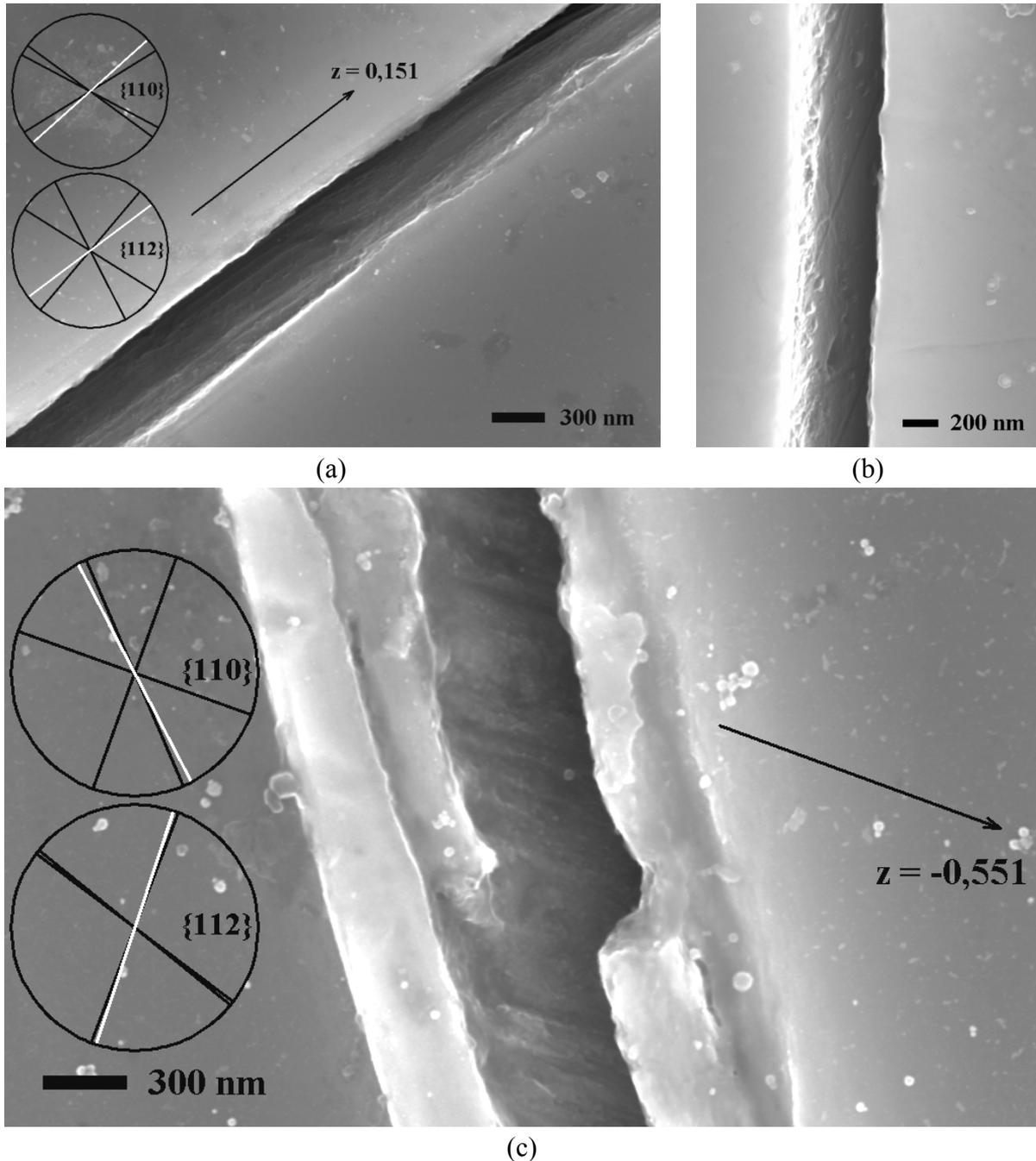


Abbildung 4.3.13: Strukturierung der Rissflanken (a) eines glatten und (c) eines rauhen Risses im Ferrit parallel zur jeweils aktiven Gleitrichtung im InLens-SE-Kontrast. Zusätzlich sind die Oberflächenspuren möglicher Gleitebenen (schwarz) sowie der in Kombination mit der angegebenen Gleitrichtung aktiven Gleitebenen (weiß) eingezeichnet. Zum Vergleich zeigt (b) einen interkristallinen Risspfad zwischen zwei Ferritkörnern.  $\epsilon_{pa} = 1,8 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 393$  MPa.  $z$  zeigt aus der Bildebene hinaus, die Lastachse liegt horizontal.

In der Tat kann eine solche Strukturierung an einigen Rissen experimentell nachgewiesen

werden (Abb. 4.3.13). Zur Bestimmung der aktiven Gleitrichtung wurde dabei aus einem Vergleich des Risspfades mit den Oberflächenspurwinkeln möglicher Gleitebenen sowie deren Spurwinkeln in der Ebene aus Lastachse und Oberflächennormale auf die dominierende Gleitebene geschlossen und als aktive Gleitrichtung diejenige angenommen, die zusammen mit der Gleitebene das Gleitsystem mit dem höchsten Schmidfaktor bildet.

Abbildung 4.3.13 zeigt eindrücklich die Charakteristik glatter wie rauer Risse bezüglich der Differenz der Oberflächenspurwinkel der primären  $\{110\}$ - und  $\{112\}$ -Gleitebenen. Zusätzlich wird durch die in Abbildung 4.3.13a gezeigte Strukturierung ersichtlich, dass auch bei der Ausbreitung glatter Risse zwei Gleitsysteme aktiviert werden. Andernfalls müsste der Risspfad parallel zur Gleitebene des aktiven Gleitsystems verlaufen; und da in diesem Fall die Gleitrichtung in der Rissebene liegt und Gleitvorgänge in derselben folglich keine Spuren hinterlassen sollten, dürfte der Risspfad keine Strukturierung aufweisen.

Anhand der Gleitspuren an den Ufern rauer Risse können weitere Merkmale der Rissausbreitung im Ferrit abgeleitet werden, genauer anhand der Anordnung der Gleitspuren, die einerseits  $\{110\}$ - und andererseits  $\{112\}$ -Gleitebenen zugeordnet werden können. Diesbezüglich fällt auf, dass eine Systematik in der Anordnung der Gleitspuren auf beiden Seiten der Risse besteht. Die beobachtete Lage der Gleitspuren ist abhängig von der Lage der Ausbreitungsrichtung gegenüber der Lastachse. Hierbei existieren vier verschiedene Fälle:

Die Rissausbreitungsrichtung kann nach

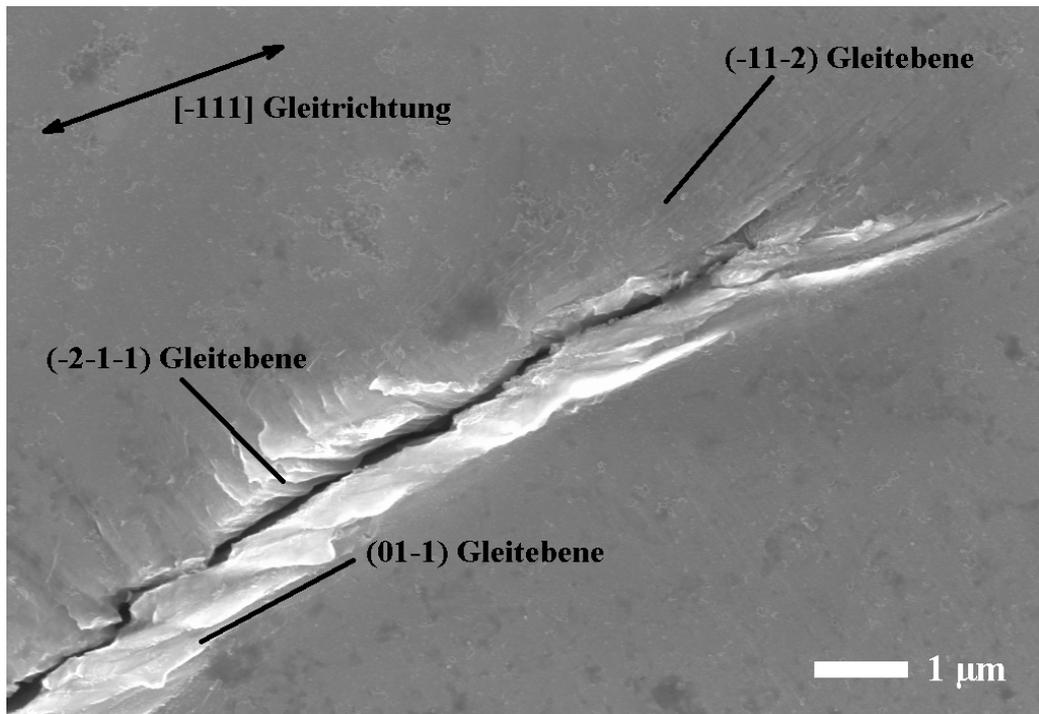
1. rechts oben
2. rechts unten
3. links unten
4. links oben

zeigen. Aufgrund der Symmetrie der Probe sind die Fälle 1 und 3 sowie die Fälle 2 und 4 zueinander äquivalent. Im Folgenden werden daher alle Risse als sich nach rechts ausbreitend betrachtet und die REM-Aufnahmen gegebenenfalls um  $180^\circ$  gedreht dargestellt. Damit verbleiben zwei verschiedene Fälle: Risse, die sich nach rechts oben ausbreiten, und Risse, die sich nach rechts unten ausbreiten. Erstere werden durch einen positiven Winkel zwischen Rissausbreitungsrichtung und Lastachse charakterisiert und letztere durch einen negativen.

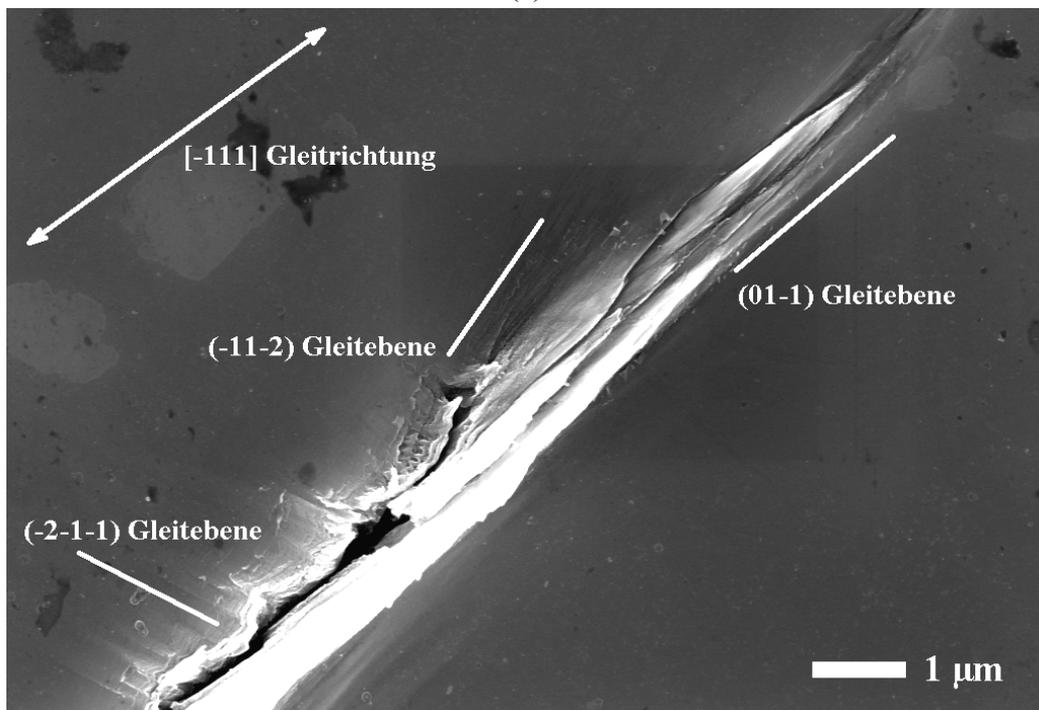
In dieser Konvention kann die beobachtete Systematik der Anordnung der Gleitspuren wie folgt beschrieben werden: Bei sich nach rechts oben ausbreitenden Rissen sind die den  $\{110\}$ -Gleitebenen zuzuordnenden Spuren stets unterhalb der Risse zu finden und die den  $\{112\}$ -Gleitebenen zuzuordnenden Spuren stets oberhalb. Bei sich nach rechts unten ausbreitenden Rissen ist es genau andersherum. In beiden Fällen verlaufen die den  $\{110\}$ -Gleitebenen zuzuordnenden Spuren in der Regel nahezu parallel zum Riss. Bezüglich der den  $\{112\}$ -Gleitebenen zuzuordnenden Spuren existieren in der Regel einerseits sehr schwache Spuren, die näherungsweise parallel zum Riss angeordnet sind, sowie andererseits sehr deutliche Spuren, die in etwa senkrecht dazu angeordnet sind. Zwei Beispiele zeigt Abbildung 4.3.14.

Dass die Anordnung der Gleitspuren zum einen asymmetrisch zur Rissebene ist und zum anderen von der Ausbreitungsrichtung abhängt, deutet darauf hin, dass die Ursache dafür im Spannungsfeld um die Risspitze begründet liegt, welche auch im Modell der Rissausbreitung

durch Einfachgleiten von Wilkinson et al. [Wilkinson97] eine entscheidende Rolle spielt (siehe Abschnitt 2.3.4.1).



(a)



(b)

Abbildung 4.3.14: Gleitspuren ober- und unterhalb kurzer Risse in Ferrit (siehe Text) im InLens-SE-Kontrast.  $\epsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 420$  MPa. Die Lastachse liegt horizontal.

Denn für die Schubspannung auf zur Rissebene parallelen Gleitebenen gilt, dass deren Verteilung um die Risspitze zum einen asymmetrisch ist und zum anderen davon abhängt, ob die

Rissausbreitungsrichtung einen positiven oder negativen Winkel zur Lastachse einnimmt. Voraussetzung dafür ist, dass der Riss schräg zur Lastachse ausgerichtet ist und damit sowohl eine öffnende als auch eine scherende Belastung erfährt. Die öffnende Belastung erzeugt dabei ein asymmetrisches Spannungsfeld und die scherende ein symmetrisches, deren Vorzeichen jedoch von der Ausrichtung der Rissausbreitungsrichtung zur Lastachse abhängt. Die Überlagerung der beiden Belastungsmodi resultiert folglich in einer asymmetrischen Spannungsverteilung, deren Maximum für einen sich nach rechts unten ausbreitenden Riss unterhalb der Risspitze und für einen sich nach rechts oben ausbreitenden Riss oberhalb der Risspitze lokalisiert ist. Um diesen Effekt zu visualisieren, wurde eine qualitative FEM-Simulation mit der Freeware LISA für einen nach rechts unten wachsenden Riss durchgeführt. Deren Ergebnis ist in Abbildung 4.3.15 zu sehen (aus Platzgründen ist nur ein Ausschnitt dargestellt).

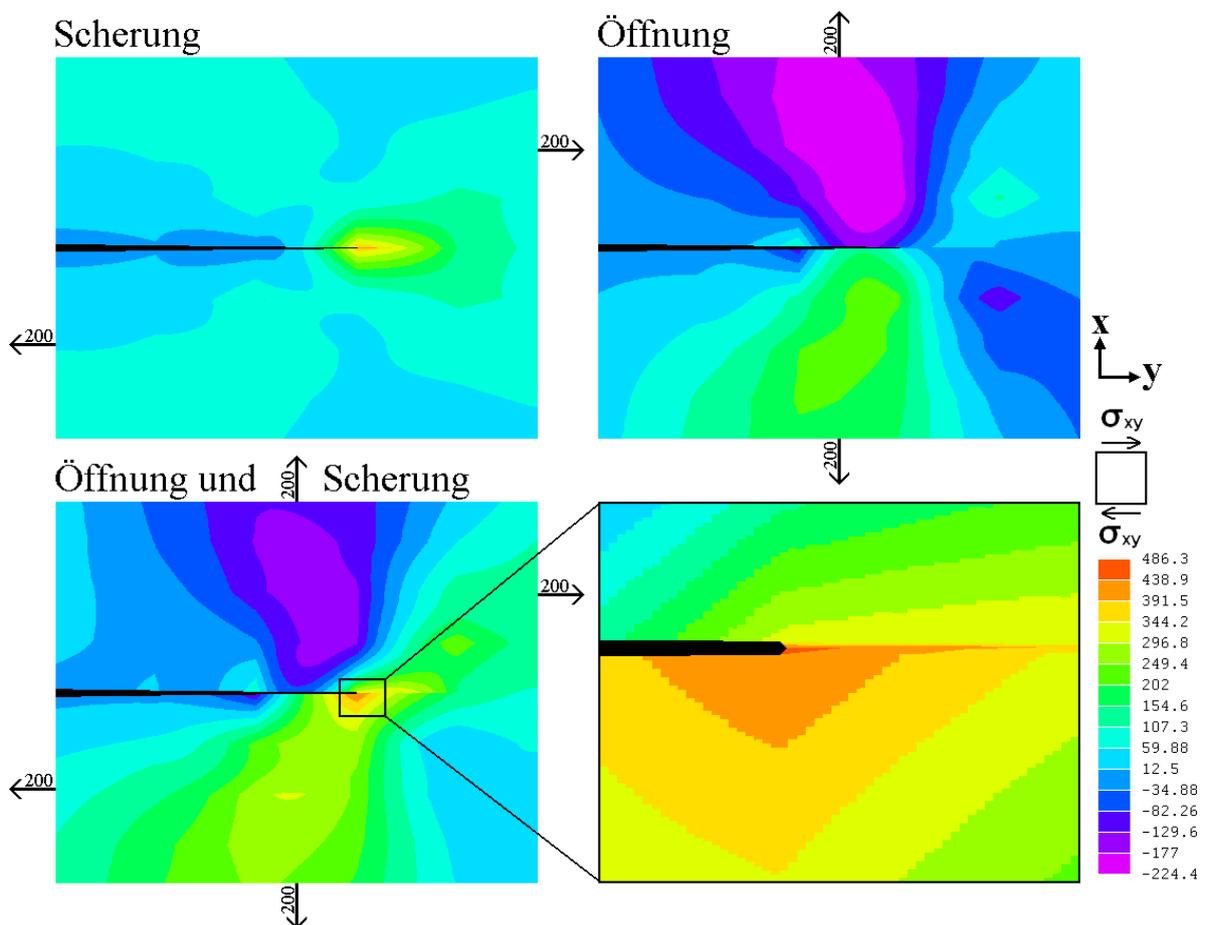
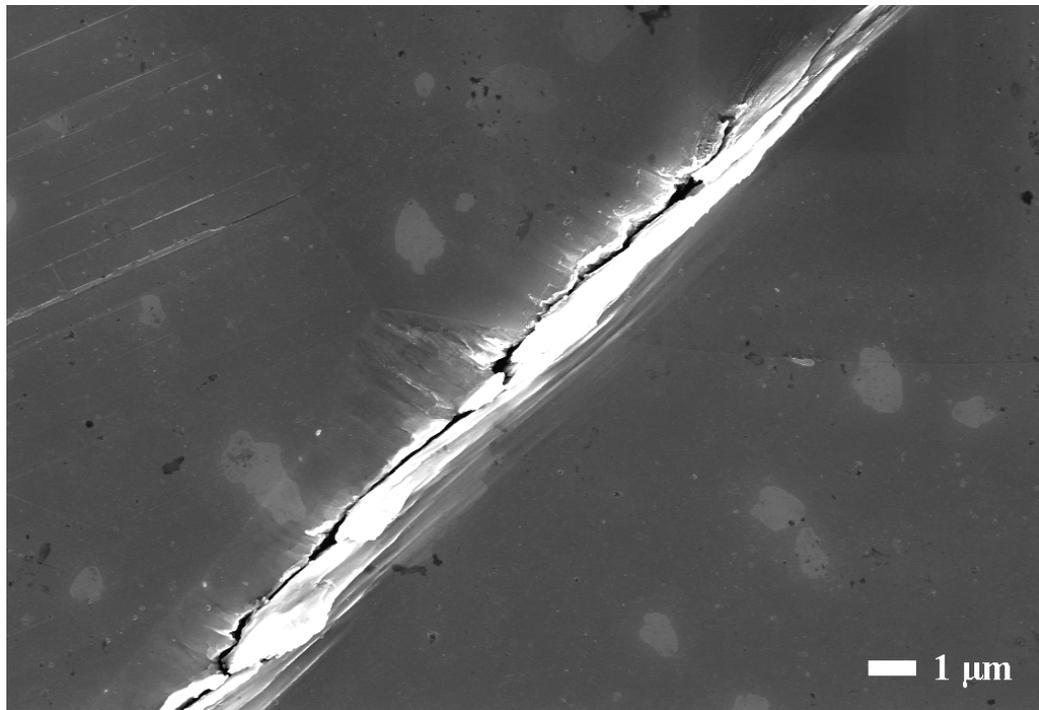


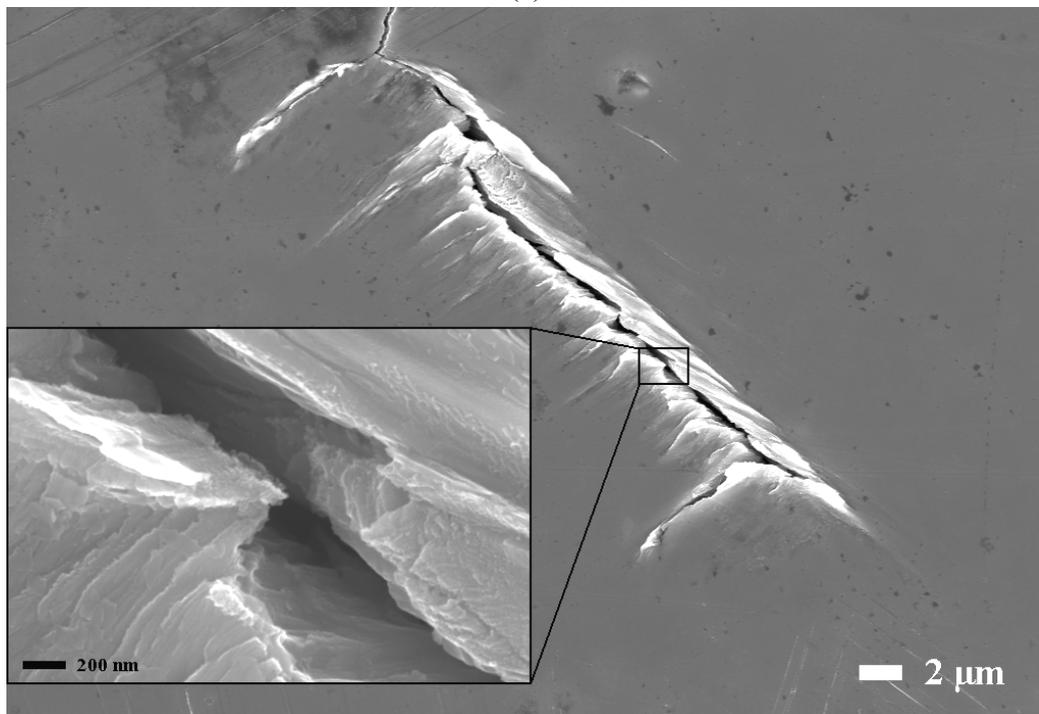
Abbildung 4.3.15: FEM-Simulation der Schubspannungsverhältnisse um eine sich nach rechts unten ausbreitende Risspitze unter öffnender und/oder scherender Belastung.

Im unteren Teil der Abbildung ist zu erkennen, dass die Überlagerung von öffnender und scherender Belastung zu einer Zone der höchsten Schubspannungen vor der Risspitze unterhalb der Rissmittelebene führt. Unter schließender und (entgegengesetzt zur Zugbelastung) scherender Belastung im Druckhalbzyklus würde die Spannungsverteilung prinzipiell identisch aussehen, nur mit entgegengesetztem Vorzeichen. Aufgrund des Risschließeffektes (siehe Abschnitt 4.3.3) wird jedoch durch die sich vorzeitig berührenden Rissflanken zum

einen der Einfluss der schließenden Belastung begrenzt und zum anderen der scherenden Belastung eine Art Reibungskraft entgegengesetzt. Das führt zu deutlich geringeren Spannungen vor der Rissspitze, weshalb der Zughalbzyklus die Rissausbreitung dominieren sollte.

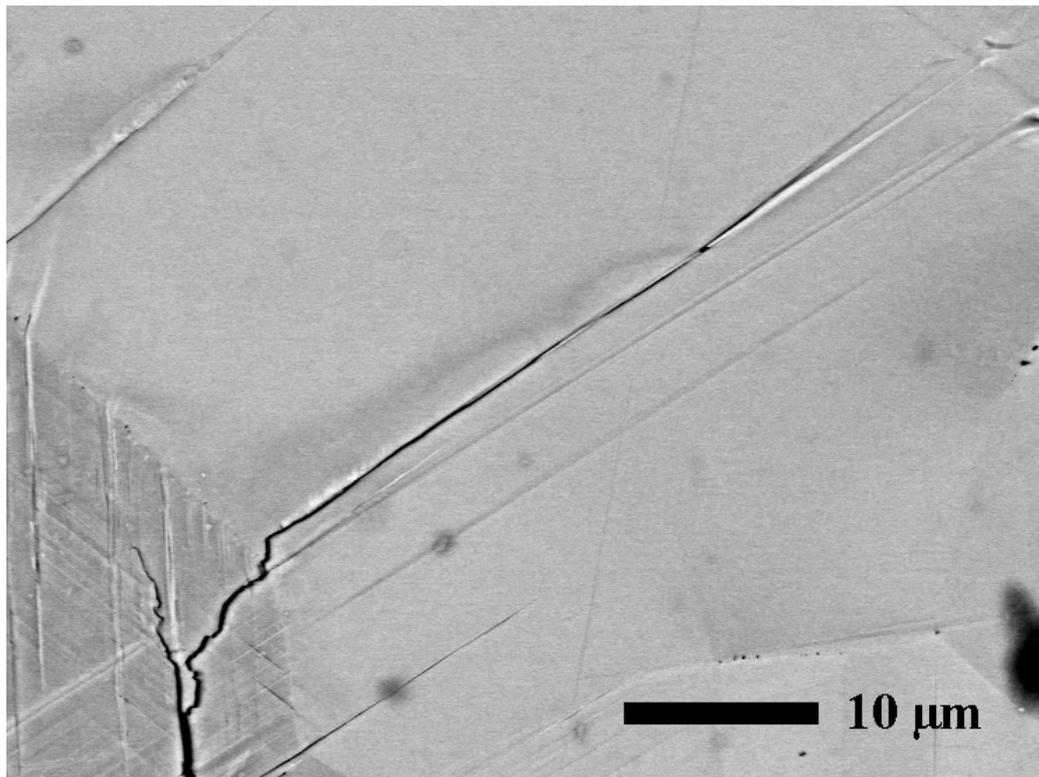


(a)

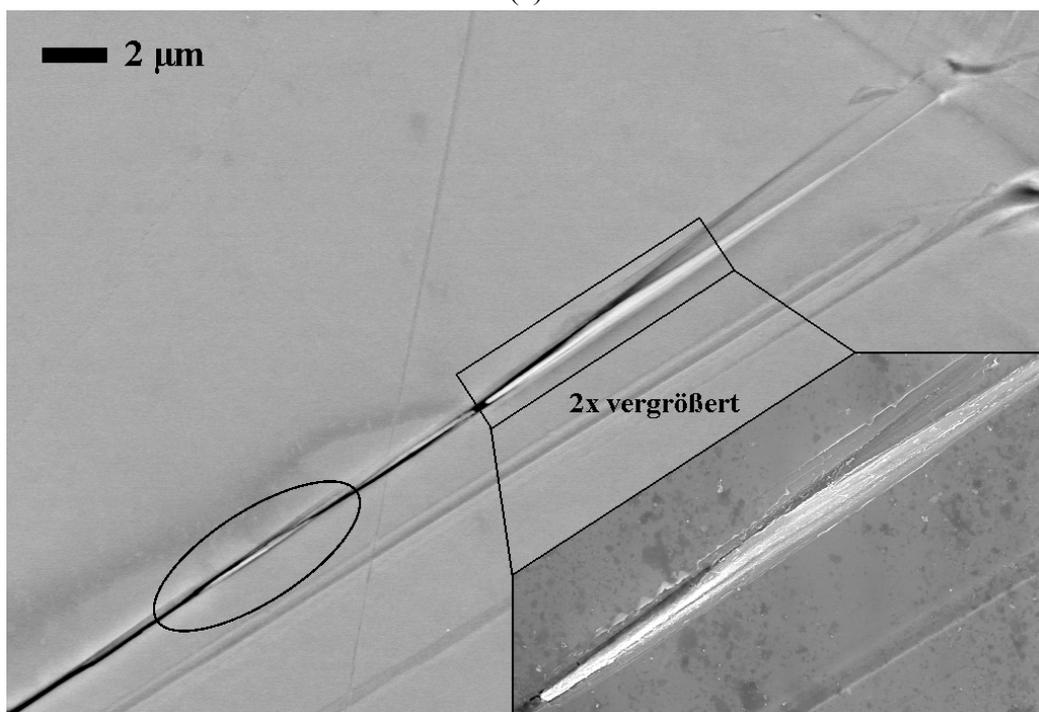


(b)

Abbildung 4.3.16: Bündelweises Auftreten von Gleitspuren entlang von  $\{110\}$ -Ebenen an den Ufern kurzer Risse in Ferrit und Versatz im Risspfad vor einem solchen Bündel (vergrößerter Ausschnitt in (b)) im InLens-SE-Kontrast. (a)  $\epsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 420$  MPa und (b)  $\epsilon_{pa} = 1,8 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 393$  MPa. Die Lastachse liegt horizontal.



(a)



(b)

Abbildung 4.3.17: Versatz im Risspfad eines glatten Risses vor Gleitspurbündeln, (a) kompletter Risspfad im Ferritkorn, (b) Ausschnitt mit höherer Vergrößerung. REM-Aufnahmen im BSE-Kontrast, vergrößerter Ausschnitt in (b) im InLens-SE-Kontrast ( $\epsilon_{pa} = 1,8 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 393$  MPa). Die Lastachse liegt horizontal.

Das ist im Ferrit insofern besonders interessant, als dass in diesem Material eine Asymmetrie des Gleitens auftritt, und zwar dergestalt, dass unter Zug Gleitebenen vom Typ  $\{110\}$  und

unter Druck Gleitebenen vom Typ  $\{112\}$  betätigt werden [Mughrabi76]. Zwar bezieht sich dieser Effekt nur auf Schraubenversetzungen, da aber in Anlehnung an das Modell von Wilkinson et al. [Wilkinson97] davon ausgegangen werden kann, dass in der Zone der höchsten Schubspannungen nicht-prismatische Versetzungsringe generiert werden, werden immer auch Schraubenteile involviert sein.

Folglich würde man laut Abbildung 4.3.15 für einen sich nach rechts unten ausbreitenden Riss unterhalb des Risses Gleitspuren erwarten, die  $\{110\}$ -Ebenen zuzuordnen sind, und für einen sich nach rechts oben ausbreitenden Riss oberhalb. Wie in Abbildung 4.3.14 zu erkennen ist, ist genau das Gegenteil der Fall. Das zeigt auch Abbildung 4.3.16 (wobei in Abb. 4.3.16a der Riss aus Abb. 4.3.14b in geringerer Vergrößerung dargestellt ist). Zusätzlich ist hier gut zu erkennen, dass die den  $\{110\}$ -Ebenen zuzuordnenden Gleitspuren in der Regel in Form kompakter Bündel auftreten. Bei genauerer Betrachtung fällt auf, dass mit jedem größeren Bündel ein Knick im Risspfad einhergeht (siehe vergrößerter Ausschnitt in Abb. 4.3.16b). Dieser Effekt kann auch an glatten Rissen beobachtet werden, wie Abbildung 4.3.17 zeigt. Hier weist der Risspfad direkt am Fuß eines Bündels einen Versatz von einer Ebenenspur unterhalb des Bündels auf eine Ebenenspur oberhalb auf (rechteckig markierte Stelle bzw. vergrößerter Ausschnitt). Auch vorher schon weicht der Riss einem kleinen Gleitspurbündel auf einer darüber gelegenen Ebenenspur aus (elliptisch markierte Stelle). Der gezeigte Riss weist einen Winkel zwischen aktiver Gleitrichtung und Oberfläche von  $6,5^\circ$  bzw. eine Differenz zwischen den Oberflächenspurwinkeln der beteiligten Gleitebenen von  $3,5^\circ$  auf und ist damit klar den glatten Rissen zuzuordnen (siehe Abb. 4.3.12). Dass die den  $\{110\}$ -Ebenen zuzuordnenden Gleitspuren als einzelne Bündel auftreten und nicht homogen entlang der Rissflanke verteilt sind, lässt die Schlussfolgerung zu, dass die Ausbreitung der Risse nicht kontinuierlich erfolgt.

Vielmehr ist zu vermuten, dass in der Zone der höchsten Schubspannungen etwas vor- und unterhalb der Risspitze (für den nach rechts unten wachsenden Riss betrachtet, siehe Abb. 4.3.15) über eine gewisse Anzahl von Zyklen hinweg innerhalb der Zugphasen eine Akkumulation plastischer Verformung erfolgt, die in der Bildung eines Gleitspurbündels resultiert. Dabei entsteht durch die Überhöhung des Gleitspurbündels gegenüber der Probenoberfläche am Fuß des Bündels eine Art Kerbe und damit eine Spannungskonzentration, welche einen Anriss an dieser Stelle fördert. Hinzu kommt, dass sich unterhalb dieser Kerbe in der Tiefe des Materials vermutlich eine Versetzungsanordnung ausbildet, die von der Konfiguration her einer Kleinwinkelkorngrenze ähnelt (siehe Abb. 4.3.18) und damit gegenüber dem ungestörten Korn einen vorteilhaften Risspfad bietet. Im Anschluss bietet sich für die weitere Rissausbreitung sicherlich die Grenzfläche zwischen dem stark plastisch verformten Bereich des Gleitspurbündels und dem praktisch unverformten Korn an. Auf diese Art wächst der Riss quasi an der „falschen“ Seite an den Gleitspurbündeln vorbei. Die beschriebene Art der Rissausbreitung im Ferrit ist schematisch in Abbildung 4.3.18 dargestellt.

Bezüglich der Entstehung der den  $\{112\}$ -Ebenen zuzuordnenden deutlicheren Gleitspuren, die meist näherungsweise senkrecht zum Risspfad verlaufen, ist es sehr wahrscheinlich, dass diese erst im Nachgang der Rissausbreitung erfolgt, da deutliche Gleitspuren dieser Art den

Risspfad nie bis zur Rissspitze säumen (siehe Abb. 4.3.14). Ihre Entstehung kann wie folgt erklärt werden: Im Druckhalbzyklus sind die Risse in der Regel schon bei relativ geringen Spannungen geschlossen (Riss-schließeffekt, siehe Abb. 4.3.4), die Rissufer also in Kontakt. Während dadurch ganz allgemein der Scherbewegung der Rissufer eine Art Reibungskraft entgegengesetzt wird, ist leicht vorstellbar, dass bei Vorhandensein eines Versatzes im Risspfad die Scherbewegung regelrecht blockiert wird. Dadurch werden sich auf beiden Seiten des Versatzes längs des Risses Druckspannungen aufbauen, wobei sich auf der einen Seite mit dem Gleitspurbündel ein bereits stark plastisch verformtes Gebiet befindet, in dem durch die gegenüber dem Zughalbzyklus sicherlich geringeren Spannungen keine weitere plastische Verformung induziert wird. Auf der anderen Seite ist das Material dagegen näherungsweise unverformt und die aufgebauten Druckspannungen reichen aus, um Versetzungsquellen zu aktivieren. Die dabei generierten Versetzungsringe besitzen zwangsläufig teilweise Schraubencharakter, wodurch die Asymmetrie des Gleitens im Ferrit zum Tragen kommt und sich Gleitspuren bilden, die  $\{112\}$ -Ebenen zuzuordnen sind.

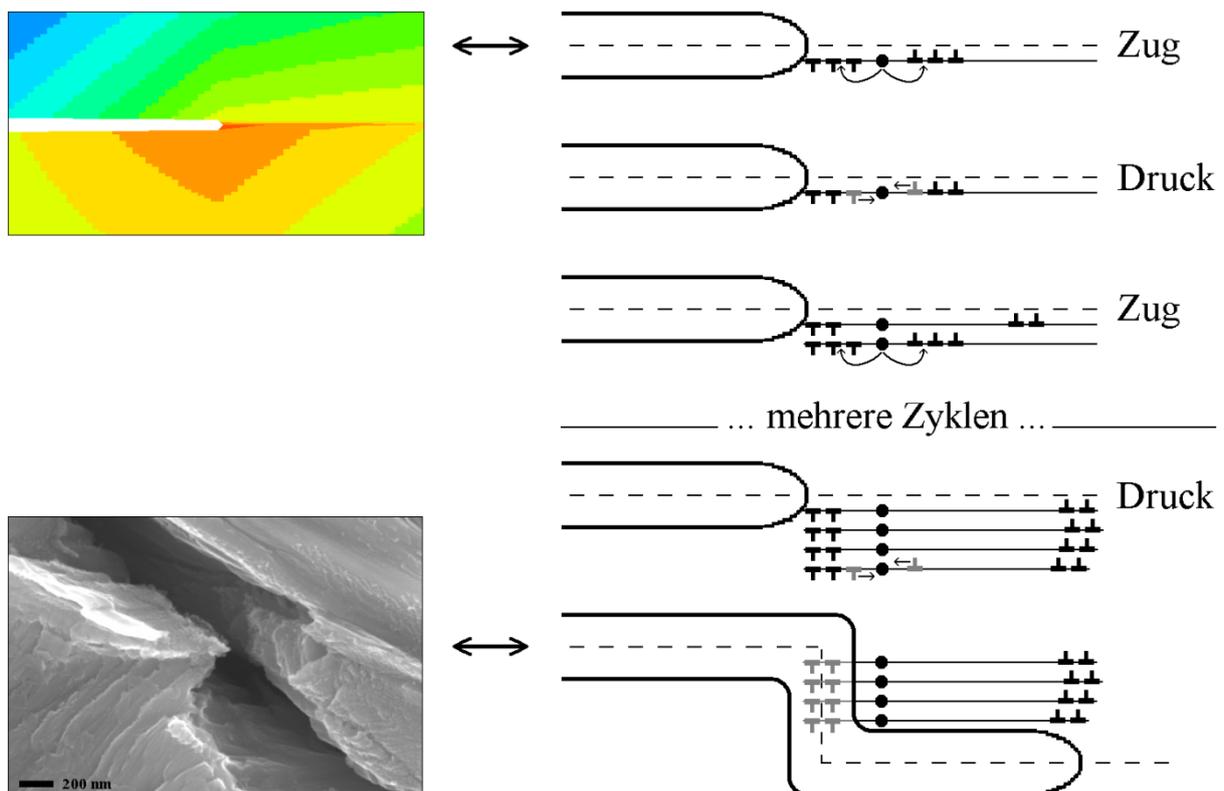


Abbildung 4.3.18: Akkumulation plastischer Verformung und diskontinuierliche Rissausbreitung in Ferrit (schematisch) mit Bezug zur modellierten Spannungsverteilung um die Rissspitze (links oben) und dem experimentell beobachtetem Versatz im Risspfad am Fuß eines Gleitspurbündels (links unten).

Einschränkend muss erwähnt werden, dass das entwickelte Modell der Rissausbreitung sich nicht auf extrem glatte Risse, so wie sie in den Abbildungen 4.3.8 und 4.3.13a gezeigt sind, anwenden lässt, da hier weder Gleitspurbündel noch ein Versatz im Risspfad gefunden werden kann. Ob es hier auch zu einer Verformungsakkumulation vor der Rissspitze kommt,

kann nicht beurteilt werden, da die Gleitrichtung quasi parallel zur Probenoberfläche liegt und damit keine Gleitspuren auftreten. Die Vermutung liegt nahe, dass durch die in diesem Fall praktisch unversehrte Oberfläche und das damit verbundene Fehlen einer Kerbwirkung der Bildung eines Versatzes im Risspfad ein starker Widerstand entgegensteht und es für die Risse günstiger ist, in Verlängerung des Risspfades weiterzuwachsen.

Die Ergebnisse bezüglich der Rissausbreitung im Ferrit können wie folgt zusammengefasst werden: Die Rissausbreitung im Ferrit erfolgt nicht mittels Einfachgleiten, sondern in der Regel über die Aktivierung der primären  $\{110\}\langle 111\rangle$ - bzw.  $\{112\}\langle 111\rangle$ -Gleitsysteme, die dieselbe Gleitrichtung besitzen. Aus diesem Grund hängt die Beschaffenheit des Risspfades an der Probenoberfläche (rau oder glatt) davon ab, wie groß die Differenz zwischen den Oberflächenspurwinkeln der zugehörigen Gleitebenen ist. Es konnte gezeigt werden, dass sich nur bis zu einer Differenz von etwa  $5^\circ$  Risse ausbilden, die der Betrachter als glatt empfindet. Weiterhin wird vermutet, dass sich kurze Risse im Ferrit bis auf die Ausnahme extrem glatter Risse nicht kontinuierlich ausbreiten, sondern diskontinuierlich gemäß dem in Abbildung 4.3.18 skizzierten Modell.

#### 4.4. Barrierenwirkung von Korn- und Phasengrenzen

Die Ausbreitung kurzer Risse in austenitischem wie ferritischem Stahl wird durch Korn- und Phasengrenzen behindert. Ein Beispiel zeigt Abbildung 4.4.1. Am rechten Risspfad ist gut der generelle Trend zu erkennen, dass die Rissausbreitungsrate mit Annäherung an eine Korn- oder Phasengrenze absinkt. Prinzipiell könnte dieses Absinken an verschiedenen Rissen gemessen und anschließend versucht werden, den Grad der Absenkung mit den Eigenschaften der jeweiligen Grenze zu korrelieren. In den untersuchten Materialien wird die Rissausbreitungsrate jedoch durch zu viele Parameter beeinflusst, wodurch dieser Effekt nicht sinnvoll systematisch vermessen werden kann. Das zeigt auch der linke Risspfad, der nach 52.500 Zyklen bereits an vier verschiedenen Stellen eine Phasengrenze erreicht hat, wobei es jedoch auch im nächsten Verformungsstadium an keiner von diesen zu einem Durchbruch kommt. Stattdessen wird die Phasengrenze an einer fünften Stelle durchbrochen.

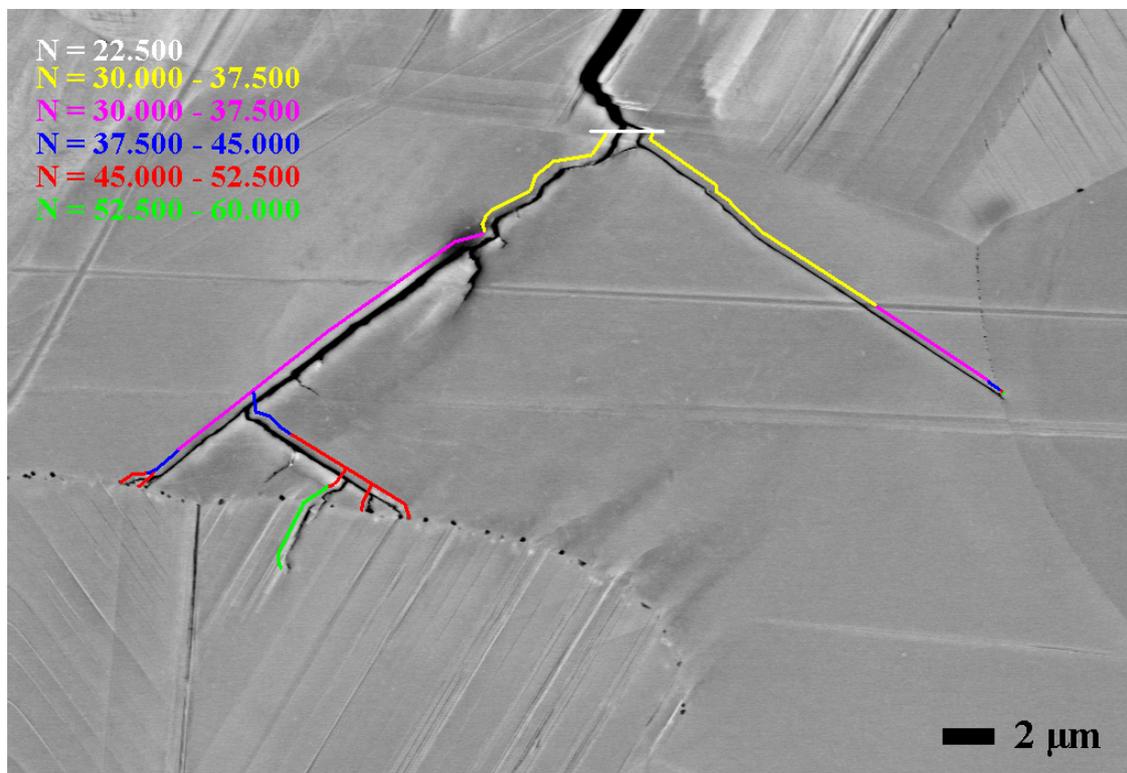


Abbildung 4.4.1: Barrierenwirkung von Korn- und Phasengrenzen im Duplexstahl, REM-Aufnahme im BSE-Kontrast ( $\epsilon_{pa} = 1,8 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 393$  MPa). Die Lastachse liegt horizontal.

Insgesamt trifft der Riss also an fünf verschiedenen Stellen auf eine Grenze, ohne dass es zu einem Durchbruch kommt, was ein eindeutiger Beleg für die Existenz eines Barriereneffekts ist. In den folgenden beiden Abschnitten wird dieser Barriereneffekt für die beiden untersuchten Stähle getrennt voneinander analysiert.

##### 4.4.1. Austenitstahl

In der vorliegenden Arbeit wurde versucht, die Barrierenwirkung einzelner Korngrenzen im Austenitstahl zu erfassen, indem das Absinken der Rissausbreitungsrate mit zunehmender

Annäherung der Risspitze an die Korngrenze gemessen wurde. Dies erwies sich jedoch als kaum durchführbar, da es neben dem Abstand zur Korngrenze eine große Anzahl weiterer Parameter gibt, die die Rissausbreitungsrate beeinflussen. Zum Beispiel üben auch Gleitbänder, die der Riss kreuzen muss, eine Barrierenwirkung aus, außerdem kann der Ausbreitungsmechanismus des Risses kurzzeitig wechseln und eine Änderung der Ausbreitungsrate verursachen. Abbildung 4.4.2 zeigt ein Beispiel für solch eine Messung, die zwar qualitativ einen Barriereneffekt der Korngrenzen zeigt, anhand der sich aber keine quantitative Aussage ableiten lässt.

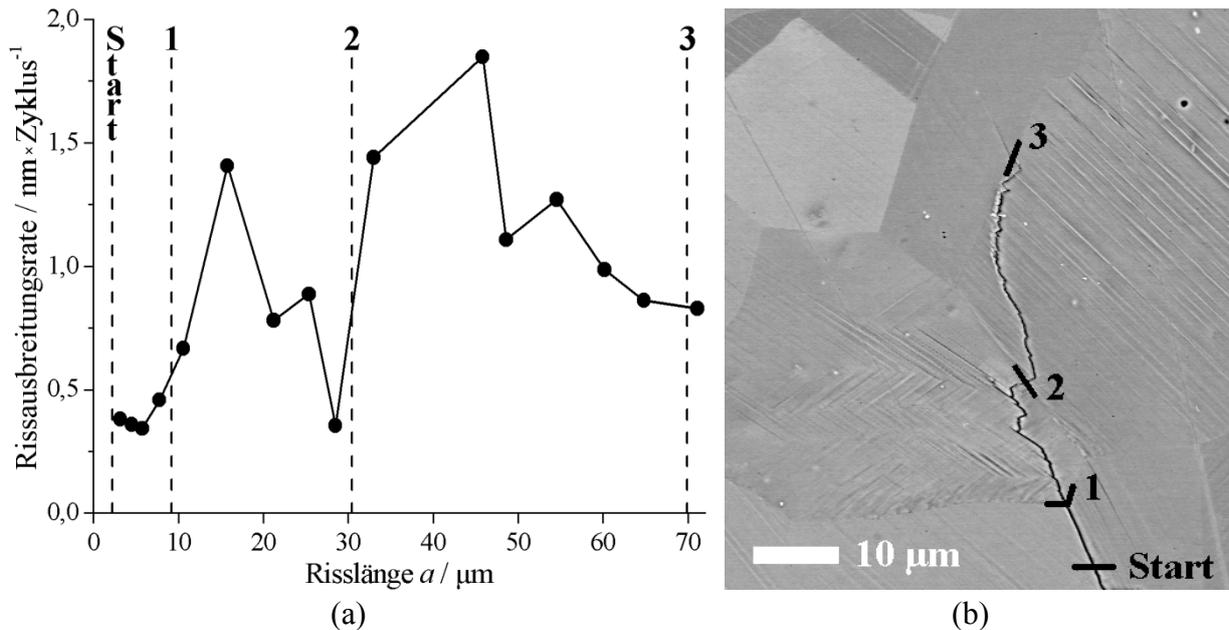


Abbildung 4.4.2: (a) Rissausbreitungsrate der in (b) im BSE-Kontrast gezeigten Risspitze über deren Länge (gemessen entlang des Risspfades ab der Mitte des Startrisses). Die gestrichelten Linien in (a) korrelieren mit den in (b) markierten Korngrenzen („1“ bis „3“) bzw. dem Ende des Startrisses („Start“).  $\epsilon_{\text{pa}} = 5 \times 10^{-4}$ . Die Lastachse liegt horizontal.

Einen Ausweg bot hier die Möglichkeit, die Barrierenwirkung mit der in Abschnitt 4.1 vorgestellten Auswertemethode der Mittelung großer Datenmengen zu untersuchen, um so eine Aussage zum generellen Mechanismus des Barriereneffekts treffen zu können. Verwendet wurde dabei der gleiche Datensatz wie in Abschnitt 4.1, also die 11 längsten Risse je R- und T-Probe, wobei die Abhängigkeit der Rissausbreitungsrate  $\Delta a / \Delta N$  vom Abstand zwischen Risspitze und Korngrenze  $L$  (anstatt der Abhängigkeit zwischen  $\Delta a / \Delta N$  und der Riss(spitzen)länge  $a$  in Abschnitt 4.1) ausgewertet wurde. Dabei mussten Datenpunkte unberücksichtigt bleiben, bei denen innerhalb des zugehörigen Verformungsintervalls eine Korngrenze durchbrochen wurde, weil sich dadurch die Rissausbreitungsrate zum Teil aus einer Ausbreitung des Risses jenseits der Grenze zusammensetzt und damit die Information über den Barriereneffekt verloren geht. Das führte dazu, dass sich der Datensatz für die große Amplitude ( $\epsilon_{\text{pa}} = 2 \times 10^{-3}$ ) drastisch reduzierte und eine sinnvolle Auswertung nicht mehr möglich war. Die folgenden Ausführungen beziehen sich dementsprechend ausschließlich auf die mittlere Amplitude ( $\epsilon_{\text{pa}} = 5 \times 10^{-4}$ ), wobei davon ausgegangen werden kann, dass die

erhaltenen Resultate qualitativ auf die große Amplitude übertragbar sind.

Der Barriereneffekt führt zu einer Absenkung der Rissausbreitungsrate  $\Delta a/\Delta N$  als Funktion der Distanz  $L$  zwischen Rissspitze und Korngrenze. Um das besser zu erkennen, ist es vorteilhaft, wenn dem Einfluss von  $L$  auf  $\Delta a/\Delta N$  kein Einfluss einer anderen Größe auf  $\Delta a/\Delta N$  überlagert ist. Aus diesem Grund wurde die in Abschnitt 4.1 für Risslängen jenseits der Übergangsrisslänge  $a_t = 40 \mu\text{m}$  gefundene Proportionalität zwischen  $\Delta a/\Delta N$  und der Risslänge  $a$  für die Auswertung des Barriereneffekts heraus gerechnet. Dazu wurden alle Datenpunkte, bei denen  $a > a_t$  war, nach der Gleichung

$$\Delta a/\Delta N_{\text{korrigiert}} = \Delta a/\Delta N \cdot a_t/a \quad (4.6)$$

korrigiert. In Analogie zu den in Abschnitt 4.1 dargelegten Ausführungen wurden die Datenpunkte anschließend nach steigendem  $L$  sortiert und in aufeinanderfolgende Klassen von jeweils 25 Datenpunkten eingeteilt, für die wiederum die mittlere Rissausbreitungsrate sowie der mittlere Abstand  $L$  berechnet wurden. Die Einzeldaten zeigt Abbildung 4.4.3a, die Mittelwerte der Klassen sind in Abbildung 4.4.3b gegeneinander aufgetragen. Bei letzterem wurden nur Datenpunkte berücksichtigt, deren gemittelt  $L$  den mittleren Korndurchmesser nicht überstieg.

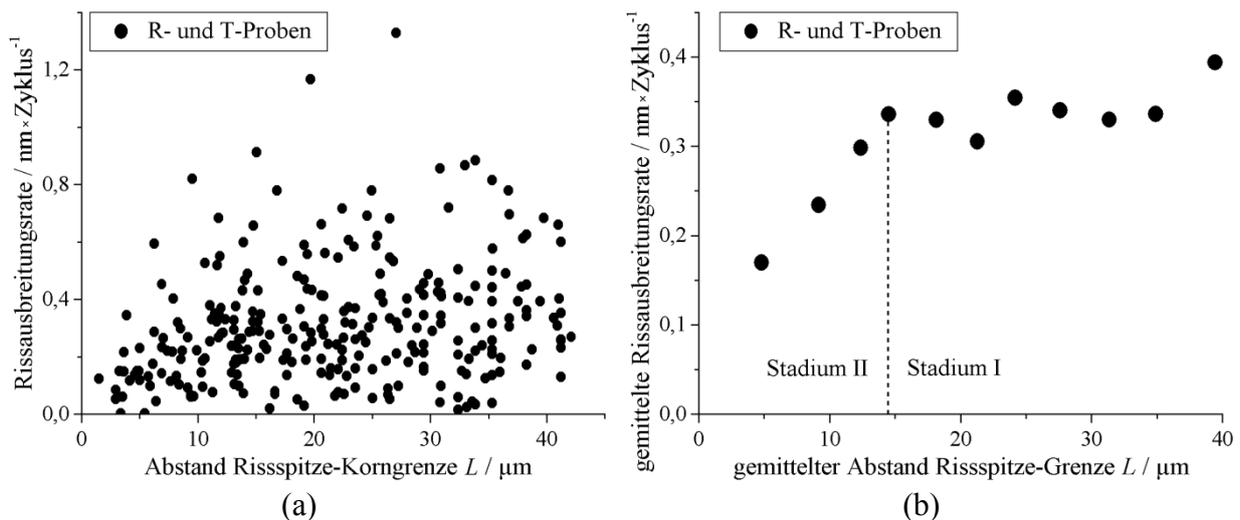


Abbildung 4.4.3: Rissausbreitungsrate über Abstand Rissspitze Korngrenze  $L$ , (a) Einzeldaten und (b) gemittelte Werte ( $\varepsilon_{\text{pa}} = 5 \times 10^{-4}$ ).

In den Einzeldaten ist lediglich erkennbar, dass es für einen bestimmten Abstand  $L$  eine maximal mögliche Rissausbreitungsrate zu geben scheint. Durch die Mittelung wird jedoch ein eindeutiger Zusammenhang sichtbar. Dass die Ausbreitungsrate im Durchschnitt aller Datenpunkte aus Abbildung 4.4.3b mit  $0,31 \text{ nm/Zyklus}$  etwas geringer ist als der in Abschnitt 4.1 für MiKR bestimmte Plateauwert von  $0,4 \text{ nm/Zyklus}$ , lässt sich dadurch erklären, dass für letzteren die Datenpunkte mit Korngrenzendurchbrüchen mit berücksichtigt wurden und es bei einem Durchbruch der Korngrenze in der Regel kurzzeitig zu einer stark erhöhten Ausbreitungsrate kommt.

In der in Abbildung 4.4.3b gezeigten Abhängigkeit der gemittelten Rissausbreitungsrate vom gemittelten Abstand  $L$  sind zwei verschiedene Stadien erkennbar. Für  $L \geq 14 \mu\text{m}$  (Stadium I)

lässt sich der Verlauf in guter Näherung als Plateau mit einer konstanten Ausbreitungsrate beschreiben. Für  $L < 14 \mu\text{m}$  (Stadium II) nimmt die Rissausbreitungsrate mit sinkendem Abstand  $L$  stetig ab. Das bedeutet, dass ein Riss eine Korngrenze im Mittel erst ab einem Abstand von etwa  $14 \mu\text{m}$  spürt. Dieses Ergebnis kann so interpretiert werden, dass bei diesem Abstand die plastische Zone vor der Risspitze die Korngrenze erreicht. Demnach sollte im konkreten Fall der mittleren Amplitude die durchschnittliche Ausdehnung der plastischen Zone etwa  $14 \mu\text{m}$  betragen. Eine weitere Möglichkeit, die Barrierenwirkung nachzuweisen, ist die Häufigkeitsverteilung der Einzeldaten hinsichtlich der Distanz  $L$  zwischen Risspitze und Korngrenze. Hierfür bietet sich die im Abschnitt 4.1.2 erwähnte Kontrollprobe an, da durch das bei dieser verwendete kleine Verformungsintervall ( $\Delta N = 5.000$ ) die Datenmenge sehr hoch ist. Abbildung 4.4.4 zeigt die Häufigkeitsverteilung für eine Klassenbreite von  $2 \mu\text{m}$ .

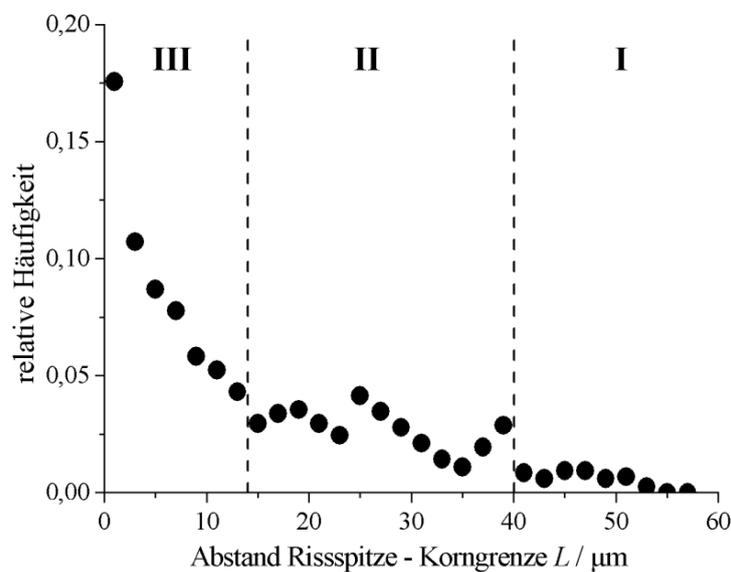


Abbildung 4.4.4: Häufigkeitsverteilung der Einzeldaten zur gemittelten Rissausbreitungsrate einer mit der mittleren Amplitude ( $\varepsilon_{\text{pa}} = 5 \times 10^{-4}$ ) verformten Austenitstahlprobe mit  $\Delta N = 5.000$  Zyklen. Die gestrichelte Linie liegt bei  $L = 14 \mu\text{m}$  und  $L = 40 \mu\text{m}$ .

Die Häufigkeitsverteilung kann in drei Abschnitte eingeteilt werden (siehe Abb. 4.4.4). Der Übergang von den sehr geringen Häufigkeiten in Abschnitt I zu den deutlich größeren Werten in Abschnitt II ist dabei durch den mittleren Korndurchmesser von etwa  $40 \mu\text{m}$  bestimmt. Die Charakteristika der Abschnitte II und III sind durch die Wahrscheinlichkeit bestimmt, dass ein Riss zu einem Verformungsstadium einen bestimmten  $L$ -Wert aufweist, welche mit der Abhängigkeit der Rissausbreitungsrate von der Distanz  $L$  verknüpft ist. Je geringer die Rate, desto größer ist die Wahrscheinlichkeit, dass ein Riss den zugehörigen  $L$ -Wert aufweist und andersherum. Folglich korreliert der Übergang zwischen Abschnitt II mit näherungsweise konstanten Häufigkeiten und Abschnitt III mit für ein sinkendes  $L$  stetig ansteigenden Häufigkeiten mit dem Übergang zwischen den Stadien I und II in Abbildung 4.4.3 und zeigt dementsprechend den gleichen kritischen  $L$ -Wert von  $14 \mu\text{m}$ . Das untermauert das Ergebnis, dass ein Riss eine Korngrenze im Mittel erst ab einem Abstand von etwa  $14 \mu\text{m}$  spürt und damit vermutlich die durchschnittliche Ausdehnung der plastischen Zone vor der Risspitze

im Fall der hier untersuchten mittleren Amplitude etwa  $14\ \mu\text{m}$  beträgt. Letzteres kann überprüft werden, wenn es gelingt, die plastische Zone eines kurzen Risses direkt abzubilden und deren Ausdehnung mit dem hier gefundenen Wert zu vergleichen.

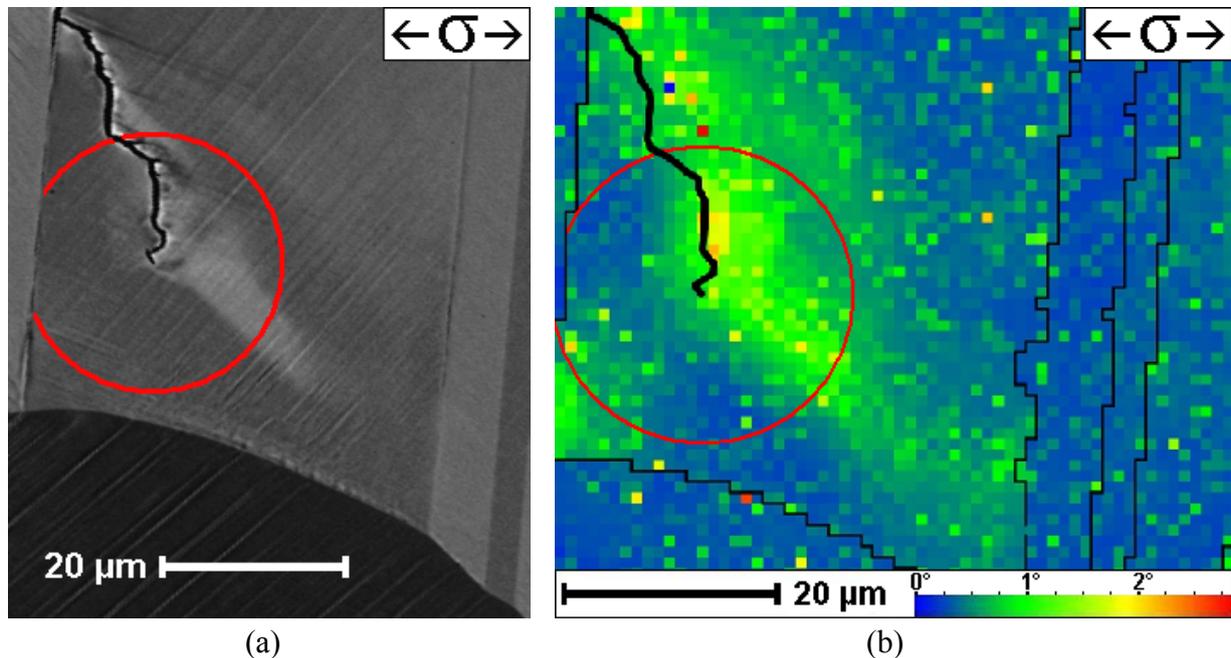


Abbildung 4.4.5: Plastische Zone eines kurzen Risses (a) im BSE-Kontrast und (b) im Kontrast der lokalen Misorientierung eines EBSD-Mappings, die rote Linie zeigt einen Radius von  $14\ \mu\text{m}$  um die Rissspitze an ( $\epsilon_{pa} = 5 \times 10^{-4}$ ).

Dafür kommt zum einen die Abbildung im BSE-Kontrast in Frage, da diese einen Kontrast in Abhängigkeit von der Orientierung des Kristallgitters gibt und sich dadurch der verformte (und somit leicht verkippte) Bereich der plastischen Zone von den unverformten Bereichen des restlichen Kornes abheben sollte. In Abbildung 4.4.5a konnte damit die plastische Zone eines kurzen Risses im mit der mittleren Amplitude verformten Austenitstahl sichtbar gemacht werden. Daneben kann die plastische Zone auch abgebildet werden, indem ein EBSD-Mapping des risstragenden Kornes durchgeführt und der Bandkontrast (siehe Abb. 4.4.6c) oder die lokale Misorientierung dargestellt wird (siehe Abb. 4.4.5b bzw. 4.4.6a und 4.4.6b). In der vorliegenden Arbeit wurde im Wesentlichen die lokale Misorientierung verwendet. Diese wird für jeden Messpunkt (in Abb. 4.4.5b die markanten  $1 \times 1\ \mu\text{m}^2$  großen Quadrate) folgendermaßen berechnet: Symmetrisch um den interessierenden Messpunkt X wird ein quadratischer Bereich von  $11 \times 11$  Messpunkten erfasst und für jeden dieser 120 Punkte die Misorientierung zu X berechnet. Der Mittelwert der resultierenden 120 Misorientierungswerte in  $[\circ]$  ist dann die lokale Misorientierung, die dem Punkt X zugeordnet wird [HKL03]. Wie in Abbildung 4.4.5b zu erkennen, deckt sich der Bereich verstärkter lokaler Misorientierung vor der Rissspitze mit dem im BSE-Kontrast sichtbaren Bereich.

Der Abstand  $L$  zwischen Rissspitze und Korngrenze wurde senkrecht zur Lastachse vermessen. Eine Korrelation zwischen dem Abstand  $L = 14\ \mu\text{m}$ , bei dem im Mittel ein Riss eine Korngrenze zu spüren beginnt, und der Ausdehnung der plastischen Zone hängt folglich

davon ab, welche Ausrichtung zur Lastachse sowohl die Korngrenze als auch die plastische Zone aufweisen. Der Vergleich des aus einer Mittelung einer großen Anzahl von Einzeldatenpunkten hervorgegangenen Wertes von  $L = 14 \mu\text{m}$  mit der Ausdehnung der plastischen Zone einzelner Risse kann daher nur im Sinne einer Abschätzung der richtigen Größenordnung erfolgen.

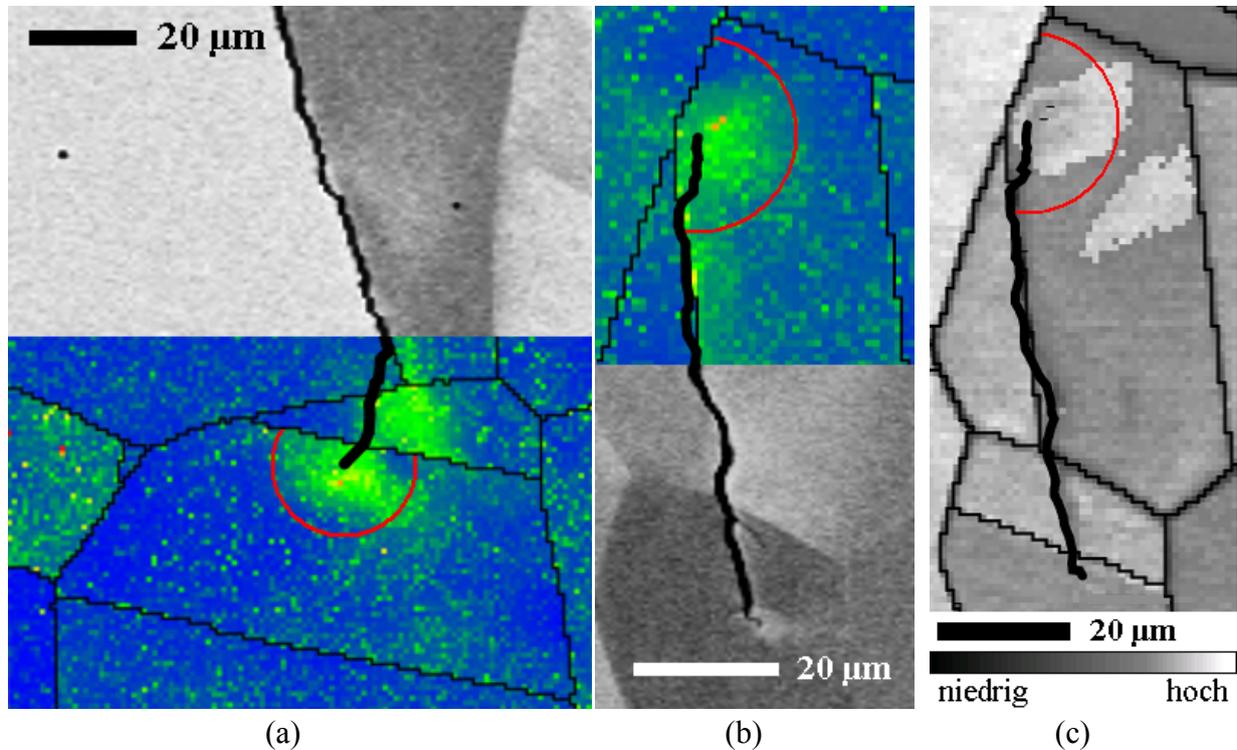


Abbildung 4.4.6: Beispiele für plastische Zonen, (a) und (b) im Kontrast der lokalen Misorientierung von EBSD-Mappings (Legende siehe Abb. 4.4.5) jeweils überlagert auf REM-Aufnahmen der Risse im BSE-Kontrast und (c) in der Darstellung des Bandkontrasts. Die roten Linien zeigen jeweils einen Radius von  $14 \mu\text{m}$  um die Risspitze an.  $\epsilon_{pa} = 5 \times 10^{-4}$ . Die Lastachse liegt horizontal.

Wie Abbildung 4.4.5b sowie weitere Beispiele in Abbildung 4.4.6 zeigen, kann die Ausdehnung der plastischen Zone durchaus mit einem Wert von  $14 \mu\text{m}$  korreliert werden. Damit wird die Interpretation von Abbildung 4.4.3b untermauert, dass der gemessene Barriereneffekt der Korngrenzen aus der Behinderung der plastischen Zone resultiert.

#### 4.4.2. Duplexstahl

Im Duplexstahl wurde die Barrierenwirkung von Korn- und Phasengrenzen über drei verschiedene Untersuchungsmethoden erfasst. Zum einen wurden die gleichen Methoden wie am Austenitstahl (siehe Abschnitt 4.4.1) angewandt, also das Absinken der Rissausbreitungsrate mit zunehmender Annäherung der Risspitze an die Grenze gemessen sowie die Häufigkeitsverteilung der Datenpunkte bezüglich der Distanz  $L$  ausgewertet. Zum anderen wurde der Barriereneffekt über die Verringerung der plastischen Rissflankenverschiebung mit sinkendem Abstand zwischen Risspitze und Grenze erfasst.

#### 4.4.2.1. Absenkung der Rissausbreitungsrate

Zur Erfassung der Barrierenwirkung von Korn- und Phasengrenzen im Duplexstahl über die in Abschnitt 4.4.1 für den Austenitstahl beschriebenen Methoden wurde eine mit einer plastischen Dehnungsamplitude von  $\epsilon_{pa} = 1,8 \times 10^{-4}$  (entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 393$  MPa) ermüdete Probe untersucht. Diese Amplitude gewährleistete eine möglichst ähnliche Lebensdauer im Vergleich zu der in Abschnitt 4.4.1 für den Austenitstahl ausgewerteten plastischen Dehnungsamplitude von  $\epsilon_{pa} = 5 \times 10^{-4}$  (siehe Abschnitt 3.2.3).

Der hierbei erfasste Datensatz wurde bereits in Abschnitt 4.1.2 bezüglich des Zusammenhangs zwischen Rissausbreitungsrate und Risslänge ausgewertet. Dabei wurde gefunden, dass die gemittelte Rissausbreitungsrate sowohl in der austenitischen als auch in der ferritischen Phase für Risslängen zwischen  $5 \mu\text{m}$  und  $19 \mu\text{m}$  proportional zur gemittelten Risslänge ansteigt (siehe Abb. 4.1.5). In Analogie zu den Ausführungen im Abschnitt 4.4.1 wurde daher bei der Auswertung hinsichtlich des Zusammenhangs zwischen der Rissausbreitungsrate und der Distanz  $L$  zwischen Rissspitze und Grenze die experimentell bestimmte Rissausbreitungsrate von Rissen mit einer Länge zwischen  $5 \mu\text{m}$  und  $19 \mu\text{m}$  nach der Gleichung

$$\Delta a / \Delta N_{\text{korrigiert}} = \Delta a / \Delta N \cdot 19 \mu\text{m} / a \quad (4.7)$$

korrigiert. Die wenigen sehr kurzen Risse mit einer Länge unterhalb von  $5 \mu\text{m}$  wurden von der Auswertung ausgeschlossen (ca. fünf Einzeldatenpunkte pro Phase), da deren Verhalten in Abbildung 4.1.5 nicht erfasst wird.

Weiterhin wurde in Abschnitt 4.1.2 für die austenitische Phase das gleiche Ergebnis erhalten wie für den einphasigen Austenitstahl, dass die gemittelte Rissausbreitungsrate jenseits der Übergangsrisslänge  $a_t = 32 \mu\text{m}$  proportional zur gemittelten Risslänge ansteigt. Dementsprechend wurde für die austenitische Phase die Rissausbreitungsrate für Datenpunkte mit  $a > a_t$  nach Gleichung (4.6) korrigiert.

Für die ferritische Phase wurde in Abschnitt 4.1.2 für Risslängen jenseits von  $a_t = 45 \mu\text{m}$  der mit Gleichung (4.3) beschriebene Zusammenhang zwischen gemittelter Rissausbreitungsrate und gemittelter Risslänge gefunden. Dementsprechend wurde für die ferritische Phase die Rissausbreitungsrate für Datenpunkte mit  $a > a_t$  nach der Gleichung

$$\Delta a / \Delta N_{\text{korrigiert}} = \Delta a / \Delta N \cdot [1 + a_t^{-1}(a - a_t)^{1,2}]^{-1} \quad (4.8)$$

korrigiert.

Nach der Korrektur wurden die Daten mit dem im Abschnitt 4.1 eingeführten Verfahren gemittelt (Gruppengröße 55 Einzeldatenpunkte). Die gemittelte Rissausbreitungsrate als Funktion des gemittelten Abstands  $L$  ist für beide Phasen getrennt in Abbildung 4.4.7 dargestellt. Dabei wurden nur die Datenpunkte berücksichtigt, deren gemittelter  $L$  die mittlere Länge des Risspfades pro Korn (siehe Abschnitt 4.1.2) nicht überstieg.

Für beide Phasen ergibt sich ein sehr ähnliches Bild wie im einphasigen Austenitstahl: Für große Werte von  $L$  ist die Rissausbreitungsrate näherungsweise konstant, wird jedoch ein kritisches  $L$  unterschritten, sinkt sie mit fallendem  $L$  stetig ab. Wie in Abschnitt 4.4.1 gezeigt, kann dieser kritische Wert für  $L$  mit der mittleren Ausdehnung der plastischen Zone vor der Rissspitze korreliert werden. Aus Abbildung 4.4.7 lässt sich folglich die Ausdehnung der plastischen Zone vor der Rissspitze im Austenit zu etwa  $12 \mu\text{m}$  und im Ferrit zu etwa  $8 \mu\text{m}$

abschätzen. Zu den gleichen Werten führt auch die Auswertung der Häufigkeitsverteilung der Einzeldaten bezüglich der Distanz  $L$  (Abb. 4.4.8).

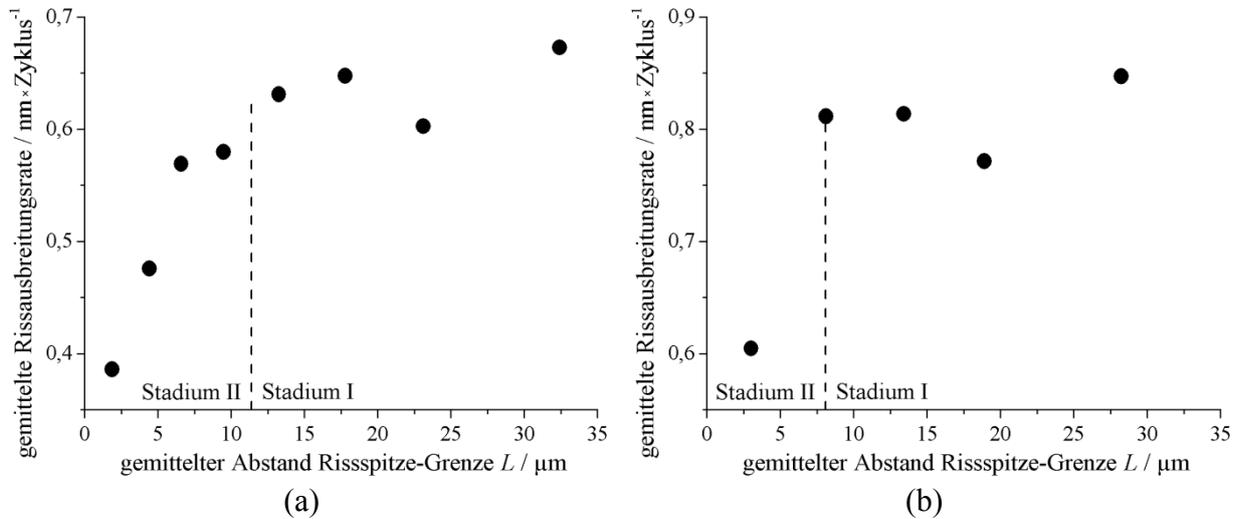


Abbildung 4.4.7: Gemittelte Rissausbreitungsrate als Funktion des gemittelten Abstands  $L$  für (a) die austenitische und (b) die ferritische Phase des Duplexstahls ( $\epsilon_{\text{pa}} = 1,8 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 393 \text{ MPa}$ ).

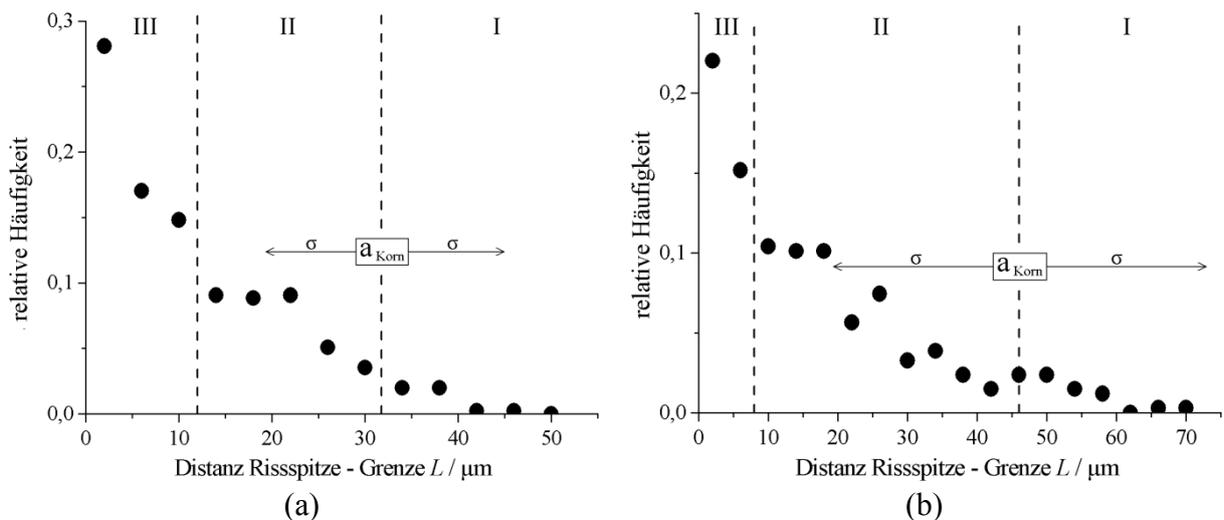


Abbildung 4.4.8: Häufigkeitsverteilung der Einzeldaten zur mittleren Rissausbreitungsrate für eine Klassenbreite von  $4 \mu\text{m}$  für (a) Austenit und (b) Ferrit. Die gestrichelten Linien liegen bei (a)  $12 \mu\text{m}$  und  $32 \mu\text{m}$  und (b)  $8 \mu\text{m}$  und  $46 \mu\text{m}$  ( $\epsilon_{\text{pa}} = 1,8 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 393 \text{ MPa}$ ).

Wie schon im Austenitstahl (siehe Abb. 4.4.4) kann auch hier eine Einteilung in drei Abschnitte vorgenommen werden. Die Grenze zwischen den Abschnitten I und II korreliert dabei im Austenit mit der mittleren Kornausdehnung  $a_{\text{Korn}}$  senkrecht zur Lastachse, weil hier die Distanz  $L$  ebenso vermessen wurde (siehe Abschnitt 3.4.1). Im Ferrit korreliert sie mit  $a_{\text{Korn}}$  unter dem mittleren Winkel zwischen Risspfad und Lastachse von  $\pm 47^\circ$ , weil hier die Distanz  $L$  jeweils in Verlängerung des Risspfades gemessen wurde. Im Abschnitt II steigt die Häufigkeit mit sinkendem  $L$  zunächst an und bildet anschließend ein Plateau. Das Plateau spiegelt die näherungsweise konstante Ausbreitungsrate in Stadium I der Abbildung 4.4.7

wieder, während der Anstieg mit der Standardabweichung  $\sigma$  von  $a_{Korn}$  korreliert werden kann (siehe Abb. 4.4.8). Der Übergang zum Abschnitt III mit einer stetig stark ansteigenden Häufigkeit mit sinkendem  $L$  repräsentiert den Übergang zwischen den Stadien I und II in Abbildung 4.4.7 und findet auch bei den gleichen kritischen  $L$ -Werten von  $12\ \mu\text{m}$  (Austenit) bzw.  $8\ \mu\text{m}$  (Ferrit) statt (siehe Abb. 4.4.8).

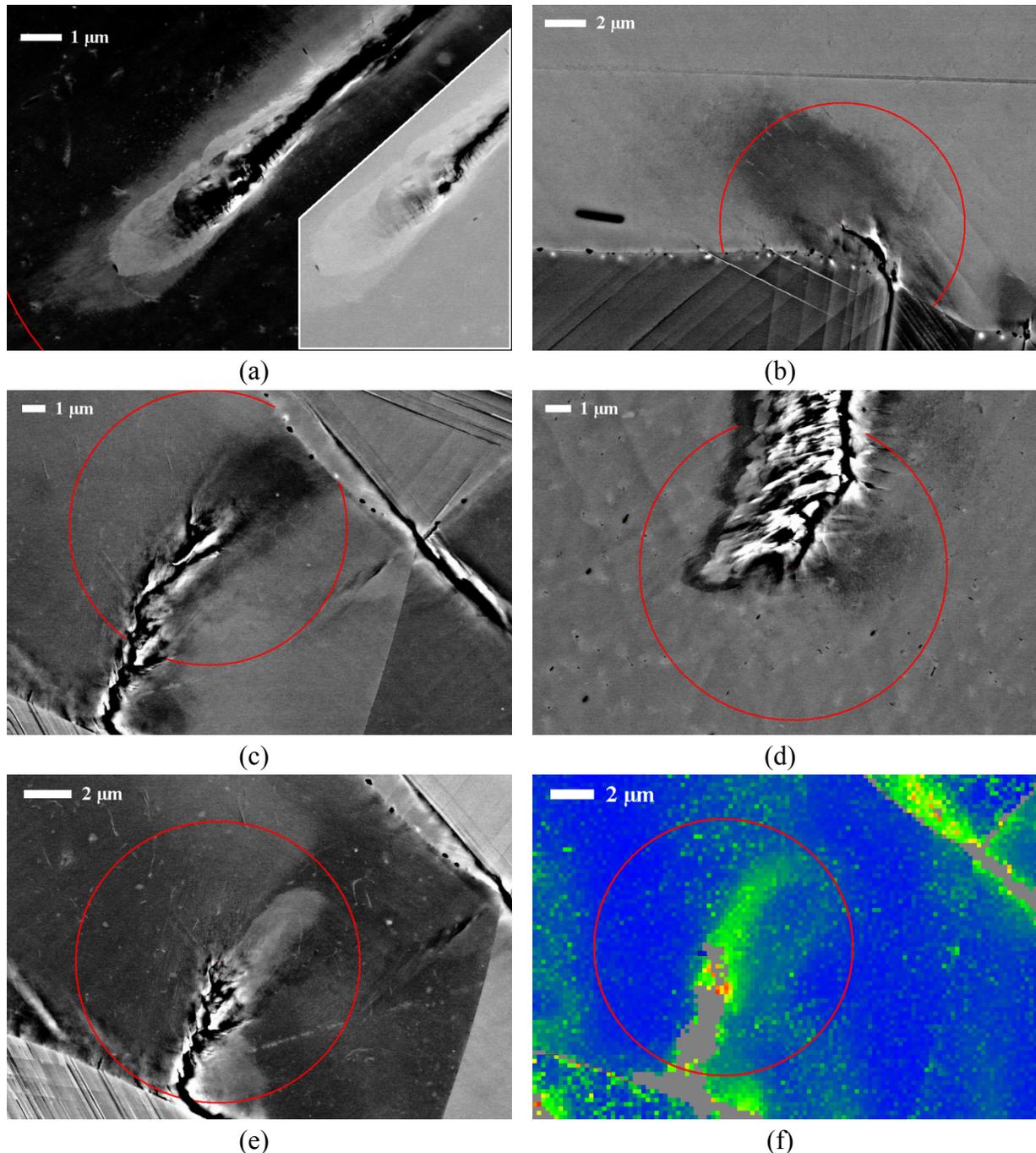


Abbildung 4.4.9: Plastische Zonen kurzer Risse im Ferrit (a-e) im BSE-Kontrast und (f) im Kontrast der lokalen Misorientierung. In (a) ist eine kontrastarme Vergleichsaufnahme zur Lokalisierung der Risspitze eingefügt (rechts unten). (e) und (f) zeigen den gleichen Riss im gleichen Zustand ( $N = 52.500$ ), (c) den gleichen Riss zu einem späteren Verformungsstadium ( $N = 60.000$ ). Die roten Linien geben einen Radius von  $6\ \mu\text{m}$  um die Risspitze an.  $\epsilon_{pa} = 1,8 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 393\ \text{MPa}$ . Die Lastachse liegt horizontal.

Die Zusammenhänge zwischen gemittelter Rissausbreitungsrate, Häufigkeitsverteilung und Ausdehnung der plastischen Zone wurden im Austenitstahl bereits ausgiebig untersucht. Aus diesem Grund wurde sich hier bei der Überprüfung der aus den Abbildungen 4.4.7 und 4.4.8 abgeschätzten Werte der Ausdehnung der plastischen Zone auf die ferritische Phase beschränkt. In Abbildung 4.4.9a-e sind einige im BSE-Kontrast aufgenommenen REM-Aufnahmen von Rissspitzen im Ferrit zusammengestellt. Die Abbildungen (c) und (e) zeigen dabei denselben Riss zu unterschiedlichen Verformungsstadien, wobei durch eine leicht verschiedene Orientierung der Probe zum einfallenden Elektronenstrahl die plastische Zone einmal heller und einmal dunkler als die Umgebung erscheint. Tendenziell zeigen die abgebildeten Risse eher eine Ausdehnung der plastischen Zone von 6  $\mu\text{m}$  als 8  $\mu\text{m}$ . Dieser Wert sollte sich auch in der Länge der in Abschnitt 4.3.6 beschriebenen Gleitspurbündel widerspiegeln, so wie es sich bereits in Abbildung 4.4.9d andeutet. In der Tat ist zum Beispiel in Abbildung 4.4.10 ein gut ausgeprägtes Gleitspurbündel mit einer Länge von etwa 6  $\mu\text{m}$  zu erkennen. Unabhängig davon, ob die mittlere Ausdehnung der plastischen Zone im Ferrit 6  $\mu\text{m}$  oder 8  $\mu\text{m}$  beträgt, zeigt sich, dass die mittlere Ausdehnung der plastischen Zone im Austenit deutlich größer ist als im Ferrit. Obwohl als Grund dafür prinzipiell auch der verschiedene Rissausbreitungsmechanismus infrage kommt, ist die wahrscheinlichere Ursache die geringere kritische Schubspannung im Austenit.

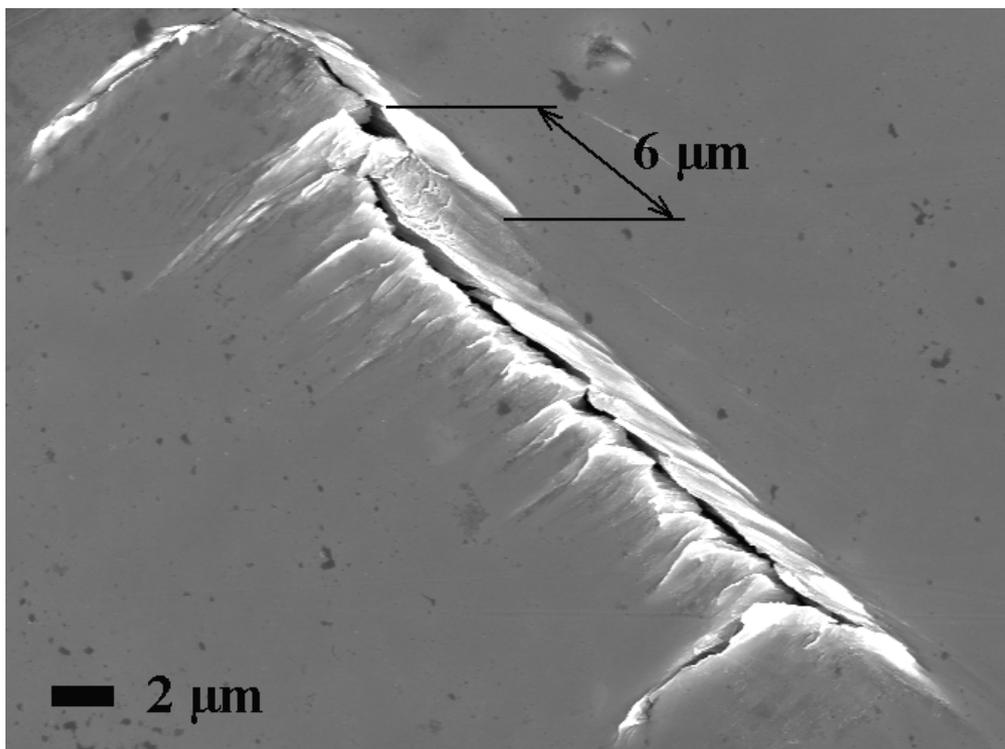


Abbildung 4.4.10: Gleitspurbündel an einem kurzen Riss im Ferrit ( $\epsilon_{\text{pa}} = 1,8 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 393 \text{ MPa}$ ). Die Lastachse liegt horizontal.

#### 4.4.2.2. Absenkung der plastischen Rissflankenverschiebung

Über das Absinken der Rissausbreitungsrate kann die Barrierenwirkung nur durch eine Mittelung einer großen Anzahl an Einzeldaten erfasst werden, so dass keine Aussage über die

Barrierenwirkung individueller Korn- oder Phasengrenzen möglich ist. Der Grund dafür ist, dass die Rissausbreitungsrate neben dem Abstand zwischen Rissspitze und Korngrenze von vielen anderen Faktoren abhängt. Deren Einflüsse überlagern sich, wodurch die Ermittlung des Einflusses eines einzelnen Faktors ohne eine Mittelung über viele Risse nicht möglich ist. Die Messung der plastischen Rissflankenverschiebung unterscheidet sich von der der Rissausbreitungsrate dadurch, dass sie eine Momentaufnahme zu einem bestimmten Verformungszustand darstellt, während die Rissausbreitungsrate nur gemittelt zwischen zwei Verformungsstadien gemessen werden kann. Wie in Abbildung 4.3.6 zu erkennen ist, korreliert die plastische Rissöffnung bzw. -scherung mit der Rissausbreitungsrate. Unter der Annahme, dass durch den Charakter der Messung der plastischen Rissflankenverschiebung der unerwünschte Einfluss anderer Faktoren im Vergleich mit der Messung der Ausbreitungsrate weniger stark zum Tragen kommt, ist es vorstellbar, dass über die Bestimmung der plastischen Rissflankenverschiebung als Funktion des Abstands zwischen Rissspitze und Korngrenze die Barrierenwirkung individueller Grenzen erfasst werden kann. Diese Möglichkeit wurde in der vorliegenden Arbeit untersucht.

Dazu wurde über mehrere Verformungsstadien ( $\Delta N = 2.000$ ) hinweg an sich an Grenzen annähernden Rissen  $\Delta COD_{pl}$  und  $\Delta CSD_{pl}$  in Abhängigkeit von der Distanz  $L$  zwischen Rissspitze und Grenze gemessen. Um dabei anhand eines einfachen Kriteriums verschiedene Grenzen unterscheiden zu können, wurden diese Messungen im Duplexstahl ( $\epsilon_{pa} = 3 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta \sigma / 2 = 420$  MPa) durchgeführt, bei dem leicht in Phasengrenzen und Korngrenzen innerhalb der verschiedenen Phasen unterschieden werden kann. In Analogie zur Rissausbreitungsrate wird mit zunehmender Annäherung des Risses an die Grenze ein sinkendes  $\Delta COD_{pl}$  bzw.  $\Delta CSD_{pl}$  erwartet. Dieses Verhalten wird von der Mehrzahl der vermessenen Risse gezeigt; Abbildung 4.4.11 zeigt die experimentell ermittelten Daten. Dabei ist für die austenitische Phase  $\Delta COD_{pl}$  als Funktion von  $L$  und für die ferritische Phase  $\Delta CSD_{pl}$  als Funktion von  $L$  dargestellt, da aus Abbildung 4.3.6 hervorgeht, dass diese Größen die Rissausbreitung in der jeweiligen Phase dominieren. Alternativ dazu könnte für jede Phase die jeweils andere Größe sowie auch die Summe aus  $\Delta COD_{pl}$  und  $\Delta CSD_{pl}$  als Funktion von  $L$  dargestellt werden.

Die Daten in Abbildung 4.4.11 zeigen, dass das Verformungsintervall mit  $\Delta N = 2.000$  Zyklen zu groß gewählt wurde, da nur von wenigen Rissen sowohl der Bereich großer  $L$ -Werte mit leicht ansteigendem bis konstantem  $\Delta COD_{pl}$  bzw.  $\Delta CSD_{pl}$  als auch der Bereich kleiner  $L$ -Werte mit sinkendem  $\Delta COD_{pl}$  bzw.  $\Delta CSD_{pl}$  erfasst wurde. Das ist jedoch Voraussetzung, um verschiedene Grenzen miteinander vergleichen zu können, da bedingt durch Faktoren wie z. B. die Risslänge sowie die Größe und Orientierung des risstragenden Kornes die absoluten Werte für  $\Delta COD_{pl}$  bzw.  $\Delta CSD_{pl}$  variieren. Ein Vergleich ist damit nur möglich, wenn die Absenkung von  $\Delta COD_{pl}$  bzw.  $\Delta CSD_{pl}$  im Bereich kleiner  $L$ -Werte relativ gegenüber dem Bereich großer  $L$ -Werte ermittelt werden kann, wofür beide Bereiche mit hinreichender Auflösung erfasst sein müssen. Leider konnten die Messungen nicht mit verringertem  $\Delta N$  weitergeführt werden, da die Probe durch eine Fehlverformung zerstört wurde.

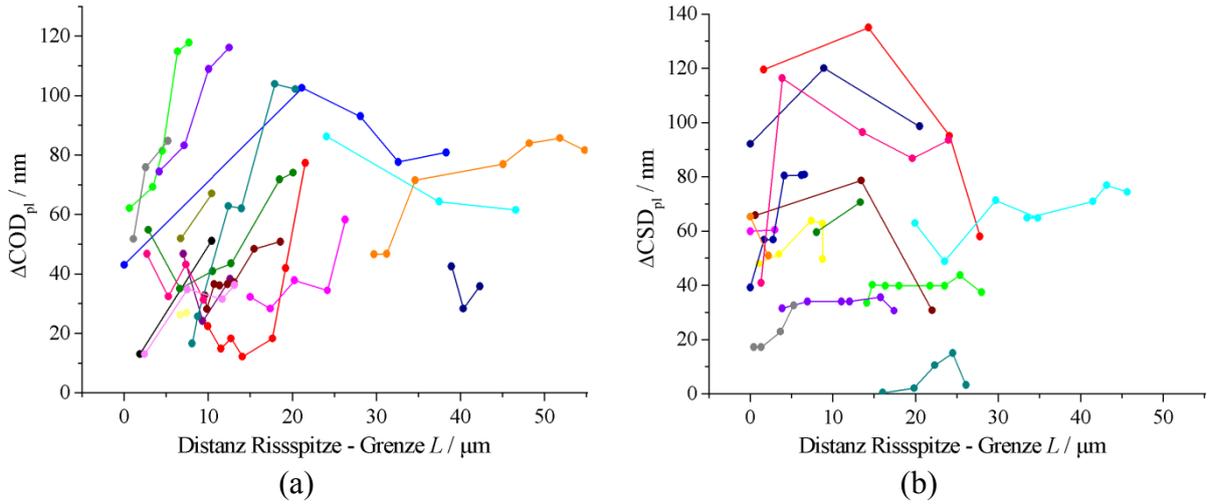


Abbildung 4.4.11: (a)  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  (Austenit) bzw. (b)  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  (Ferrit) als Funktion von  $L$  für alle vermessenen Risspitzen ( $\epsilon_{\text{pa}} = 3 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 420$  MPa).

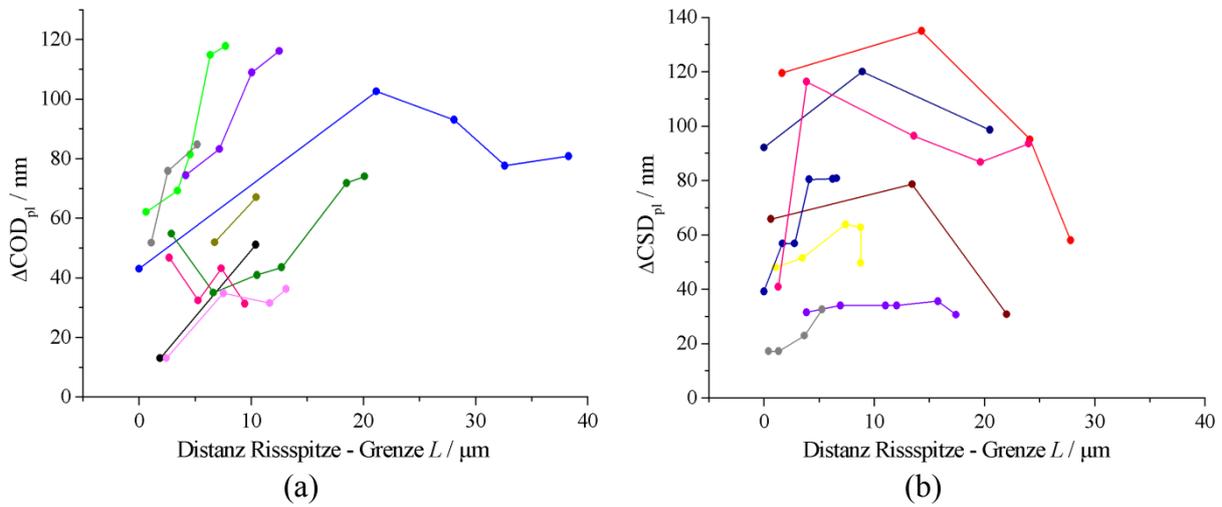


Abbildung 4.4.12: (a)  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  (Austenit) bzw. (b)  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  (Ferrit) als Funktion von  $L$  für ausgewählte Risspitzen ( $\epsilon_{\text{pa}} = 3 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 420$  MPa).

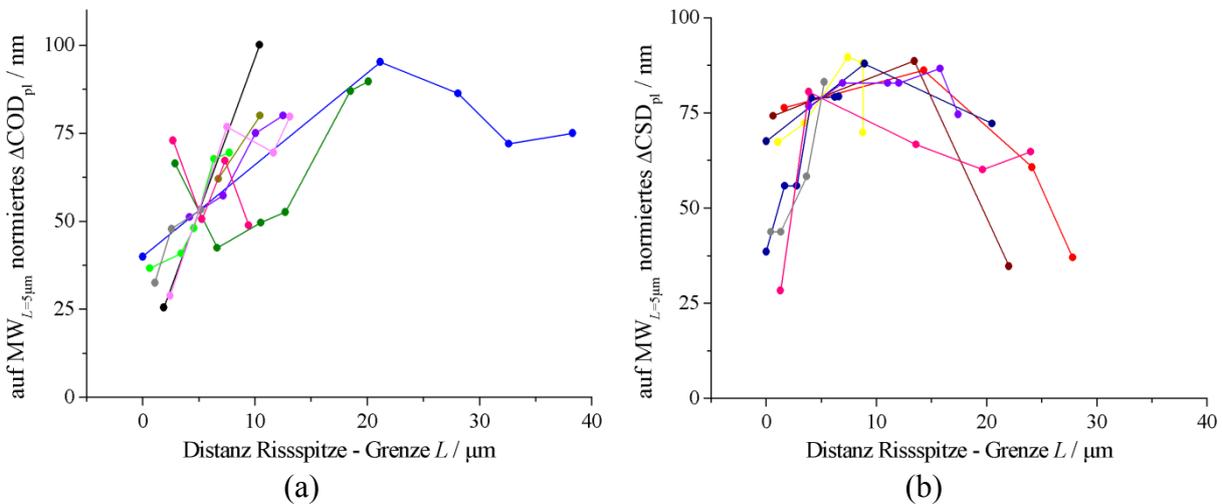


Abbildung 4.4.13: Für  $L = 5 \mu\text{m}$  auf den jeweiligen Mittelwert ( $\text{MW}_{L=5\mu\text{m}}$ ) von (a)  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  (Austenit) bzw. (b)  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  (Ferrit) normierte Kurven aus Abb. 4.4.12 ( $\epsilon_{\text{pa}} = 3 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 420$  MPa).

Allerdings kann unter der Annahme, dass die an verschiedenen Rissen gemessenen Wertepaare ( $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$ ,  $L$ ) bzw. ( $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$ ,  $L$ ) qualitativ denselben Verlauf zeigen, aus den in Abbildung 4.4.11 gezeigten Kurven der mittlere Verlauf von  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  bzw.  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  in Abhängigkeit vom Abstand  $L$  zwischen Risspitze und Grenze extrahiert und mit dem mittleren Verlauf der Rissausbreitungsrate in Abbildung 4.4.7 verglichen werden. Dafür müssen die Kurven für ein bestimmtes  $L$ , welches hier auf  $5\ \mu\text{m}$  festgesetzt wurde, auf einen gemeinsamen Wert von  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  bzw.  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  normiert werden, um den Einfluss von Faktoren wie z. B. der Risslänge sowie der Größe und Orientierung des risstragenden Korn zu eliminieren. Dadurch fallen Kurven heraus, die den festgesetzten Wert von  $L = 5\ \mu\text{m}$  nicht erreichen, da aber der Fokus auf dem Bereich liegt, in dem nahe an der Grenze  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  bzw.  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  absinken, wurde dieses relativ geringe  $L$  gewählt. Abbildung 4.4.12 zeigt die unter den beschriebenen Bedingungen für die Normierung zur Verfügung stehenden Kurven und entspricht damit Abbildung 4.4.11 nach Wegfall der Kurven, die  $L = 5\ \mu\text{m}$  nicht erreichen.

Die Normierung wurde wie folgt durchgeführt: Zunächst wurde aus den Schnittpunkten der Kurven in Abbildung 4.4.12 mit einer vertikal durch  $L = 5\ \mu\text{m}$  verlaufenden Linie der Mittelwert für  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  bzw.  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  errechnet, im Folgenden als  $\text{MW}_{L=5\mu\text{m}}$  bezeichnet. Anschließend wurden die einzelnen Kurven aus Abbildung 4.4.12 so normiert, dass sie durch den Punkt ( $L = 5\ \mu\text{m}$ ,  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  bzw.  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}} = \text{MW}_{L=5\mu\text{m}}$ ) verlaufen. Die normierten Kurven zeigt Abbildung 4.4.13, die damit Abbildung 4.4.12 nach der Normierung entspricht.

Die normierten Kurven bilden überlagert einen recht einheitlichen Verlauf ab. Das weist daraufhin, dass die Annahme, die an verschiedenen Rissen gemessenen Wertepaare ( $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$ ,  $L$ ) bzw. ( $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$ ,  $L$ ) würden qualitativ denselben Verlauf zeigen, im Rahmen einer gewissen Streuung gerechtfertigt ist. Um für eine Aussage über den gemittelten Verlauf von  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  bzw.  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  als Funktion von  $L$  die Streuung weiter zu reduzieren, wurde das in Abschnitt 4.1 beschriebene Verfahren angewandt. Die einzelnen Datenpunkte der normierten Kurven aus Abbildung 4.4.13a bzw. 4.4.13b wurden dabei in je einer Tabelle nach steigendem  $L$  sortiert und in Gruppen von 6 aufeinanderfolgenden Punkten eingeteilt, für die schließlich die Mittelwerte für  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  bzw.  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  und  $L$  berechnet wurden. Für beide Phasen wurde die Prozedur der Normierung und Mittelung jeweils für  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  und  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  sowie auch für die Summe aus  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  und  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  durchgeführt, das Ergebnis zeigt Abbildung 4.4.14.

Abbildung 4.4.14a macht erneut deutlich, dass  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  für die Rissausbreitung im Austenit kaum eine Rolle spielt, da zum einen dessen Werte im Vergleich zu denen von  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  klein sind und zum anderen der Verlauf in Abhängigkeit von  $L$  über weite Bereiche als Plateau approximiert werden kann. Lediglich für große  $L$ -Werte weicht der Verlauf davon ab, allerdings kann das damit begründet werden, dass dieser Bereich in der Regel das Risswachstum kurz nach dem Überwinden einer Phasengrenze widerspiegelt und die Verformung der Risspitze damit noch stark vom vorherigen ferritischen Korn beeinflusst wird. In Übereinstimmung mit dieser These findet man für große  $L$ -Werte vergleichsweise hohe Werte für  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$ . Für den Ferrit zeigt Abbildung 4.4.14b, dass zum einen  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  und  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  zumindest ähnliche Werte aufweisen und dass zum anderen ihr Verlauf in Abhängigkeit von  $L$  nicht als Plateau approximiert werden kann. Das bestätigt die Aussage von Abbildung 4.3.6b, dass für die

Rissausbreitung im Ferrit neben  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  auch  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  von Bedeutung ist. So wie im Austenit für große  $L$ -Werte relativ hohe für  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$ -Werte beobachtet werden, zeigen sich im Ferrit relativ hohe Werte für  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$ , was auch auf den Einfluss des vorherigen austenitischen Korns zurückgeführt werden kann.

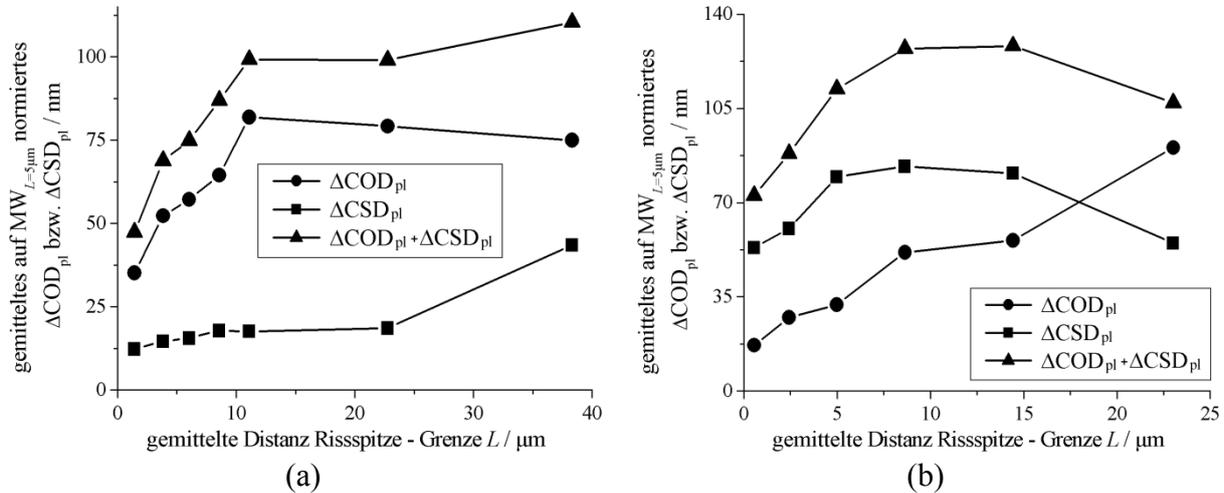


Abbildung 4.4.14: Gemitteltes, für  $L = 5 \mu\text{m}$  auf den jeweiligen Mittelwert ( $\text{MW}_{L=5\mu\text{m}}$ ) normiertes  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$ ,  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  und  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}} + \Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  über gemittelter Distanz  $L$  für (a) Austenit und (b) Ferrit ( $\epsilon_{\text{pa}} = 3 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 420 \text{ MPa}$ ).

Das zeigt ebenso der Vergleich der drei Kurven in Abbildung 4.4.14b mit dem Verlauf der gemittelten Ausbreitungsrate als Funktion des gemittelten  $L$  in Abbildung 4.4.7b. Die beste Übereinstimmung bezüglich der Abhängigkeit von der gemittelten Distanz  $L$  ergibt sich zwischen dem gemitteltem  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}} + \Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  und der gemittelten Rissausbreitungsrate; beide Datensätze sind gemeinsam in Abbildung 4.4.15b aufgetragen.

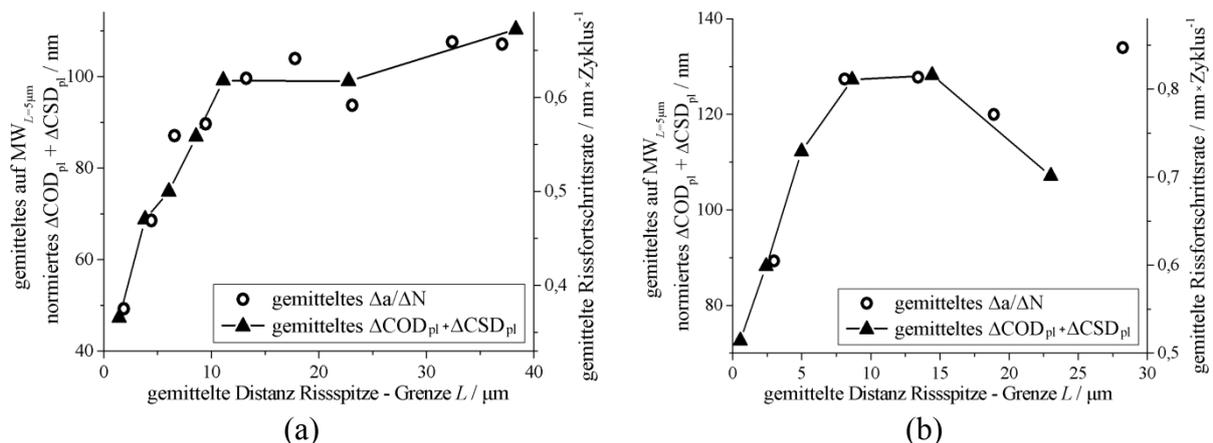


Abbildung 4.4.15: Gemitteltes, für  $L = 5 \mu\text{m}$  auf den jeweiligen Mittelwert ( $\text{MW}_{L=5\mu\text{m}}$ ) normiertes  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}} + \Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  ( $\epsilon_{\text{pa}} = 3 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 420 \text{ MPa}$ ) sowie gemittelte Rissausbreitungsrate über gemittelter Distanz  $L$  ( $\epsilon_{\text{pa}} = 1,8 \times 10^{-4}$ , entspricht etwa  $\Delta\sigma/2 = 393 \text{ MPa}$ ) für (a) Austenit und (b) Ferrit.

Das gleiche gilt für die austenitische Phase (Abb. 4.4.15a), wobei hier vermutet werden kann, dass in einem rein austenitischen Gefüge aufgrund des Nichtvorhandenseins von durch

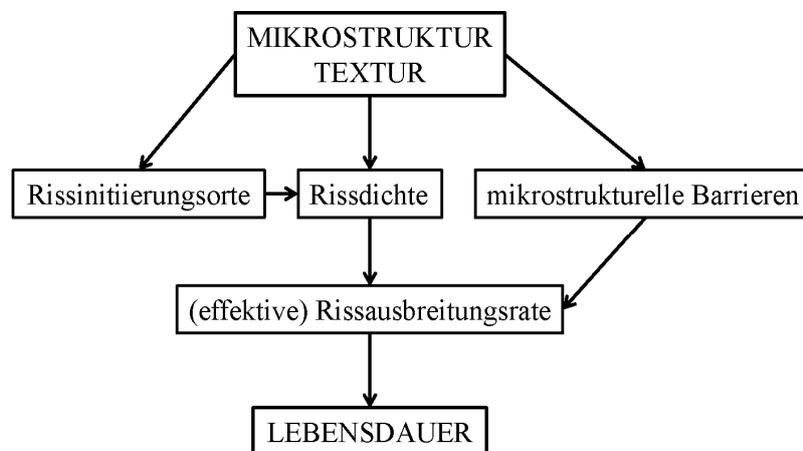
Phasengrenzen bedingten Effekten  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  über den gesamten Bereich von  $L$  nahezu konstant ist und damit für  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  allein die optimale Übereinstimmung erreicht wird. Im Fall des Ferrits wird dagegen auch für ein rein ferritisches Gefüge ein Einfluss von  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  erwartet, da dessen Verlauf in Abhängigkeit von  $L$  auch für kleine  $L$ -Werte einen deutlichen Abfall aufweist (Abb. 4.4.14b). Ungeachtet dessen treten auch hier Effekte in Zusammenhang mit Phasengrenzen auf, die vermutlich auch die Ursache für die relativ schlechte Übereinstimmung der beiden Kurven in Abbildung 4.4.15b darstellen.

Abschließend muss angemerkt werden, dass es sich bei Abbildung 4.4.15 strenggenommen nur um einen qualitativen Abgleich handelt, da die Messung von  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  bzw.  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  an einer mit  $\varepsilon_{\text{pa}} = 3 \times 10^{-4}$  verformten Probe und die Messung der Rissausbreitungsrate an einer mit  $\varepsilon_{\text{pa}} = 1,8 \times 10^{-4}$  verformten Probe durchgeführt wurde. Das sollte sich darin äußern, dass aus der Messung von  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}}$  bzw.  $\Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  aufgrund der größeren Amplitude und der damit verbundenen größeren plastischen Zone ein größeres kritisches  $L$  als aus der Messung der Rissausbreitungsrate hervorgeht. Um diesbezüglich eine Abschätzung vorzunehmen, kann sich der Ergebnisse aus Abschnitt 4.1.1 bedient werden: Dort wurde für den Austenitstahl gefunden, dass die Übergangsrisslänge zwischen mikrostrukturell und mechanisch kurzen Rissen von  $40 \mu\text{m}$  bei einer Amplitude von  $\varepsilon_{\text{pa}} = 5 \times 10^{-4}$  auf  $33 \mu\text{m}$  bei einer Amplitude von  $\varepsilon_{\text{pa}} = 2 \times 10^{-3}$  absinkt. Das wurde damit begründet, dass mit steigender Amplitude die Ausdehnung der plastischen Zone steigt und damit die Barrierenwirkung der ersten vom Riss zu passierenden Korngrenze eher überwunden wird. Daraus resultierend kann angenommen werden, dass in erster Näherung die Korrelation zwischen der Übergangsrisslänge und der plastischen Dehnungsamplitude äquivalent zur Korrelation zwischen der Ausdehnung der plastischen Zone (und damit dem kritischen  $L$ ) und der plastischen Dehnungsamplitude ist. Auf dieser Grundlage kann abgeschätzt werden, dass das kritische  $L$  für die oben genannten Amplituden von  $\varepsilon_{\text{pa}} = 3 \times 10^{-4}$  und  $\varepsilon_{\text{pa}} = 1,8 \times 10^{-4}$  sich um weniger als  $1 \mu\text{m}$  unterscheiden sollte.

Zusammenfassend kann daher aus Abbildung 4.4.15 die Aussage abgeleitet werden, dass der Barriereneffekt von Korn- bzw. Phasengrenzen im Duplexstahl über die Messung von  $\Delta\text{COD}_{\text{pl}} + \Delta\text{CSD}_{\text{pl}}$  als Funktion des Abstands  $L$  zwischen Risspitze und Grenze erfasst werden kann. Die gute qualitative Übereinstimmung der Kurven in Abbildung 4.4.13 lässt dabei den Schluss zu, dass dies auch an einzelnen Rissen für individuelle Grenzen gelingen könnte, sofern das Verformungsintervall  $\Delta N$  klein genug gewählt wird.

## 5. Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wurden die Initiierung und das Ausbreitungsverhalten kurzer Risse unter zyklischer Belastung (Ermüdung) in einem einphasigen Austenitstahl sowie einem austenitisch-ferritischen Duplexstahl untersucht. Kommt es bei einer gegebenen Belastungsamplitude zur Initiierung und Ausbreitung eines kurzen Risses, führt das zu einer begrenzten Lebensdauer der Probe, wobei im HCF-Bereich die Phase des Kurzrissswachstums in der Regel einen sehr hohen Anteil an der Lebensdauer ausmacht. Um den Einfluss der Kurzrisssinitiierung und -ausbreitung auf die Lebensdauer zu erfassen, müssen verschiedene Parameter wie die Verteilung der Rissinitiierungsorte, die Rissdichte, die Rissausbreitungsrate und der Einfluss mikrostruktureller Barrieren betrachtet werden. Diese sind teils miteinander verknüpft und werden teils von der Mikrostruktur und Textur des Materials beeinflusst:



Die vier genannten Parameter wurden in der vorliegenden Arbeit eingehend untersucht. Im Folgenden werden die dabei erhaltenen Ergebnisse zusammengefasst und mit Bezug auf die Lebensdauer sowie mögliche Folgeuntersuchungen diskutiert.

Um die dominierenden Rissinitiierungsmechanismen zu identifizieren, wurde die Verteilung der **Rissinitiierungsorte** bestimmt. Für den einphasigen Austenitstahl konnte nachgewiesen werden, dass die im HCF-Bereich (Lebensdauer > 100.000 Zyklen) beobachtete Dominanz der Rissentstehung an Zwillingsgrenzen (55% aller Risse, siehe [Mikulich06]) beim Übergang zu größeren Belastungsamplituden und damit geringeren Lebensdauern (etwa 35.000 Zyklen) verschwindet. Stattdessen initiieren die Risse hauptsächlich an zufälligen, nicht speziell ausgezeichneten Korngrenzen (58%). Dieser Befund steht im Einklang mit der Charakteristik der Rissentstehung an Zwillingsgrenzen, die auf oberflächennahe Zusatzspannungen in der Zwillingsebene aufgrund der elastischen Inkompatibilität der verzwilligten Körner zurückgeführt wird [Heinz90, Blochwitz03a].

Für den Duplexstahl wurde gefunden, dass im HCF-Bereich die meisten Risse an Korngrenzen zwischen ferritischen Körnern entstehen (27%), gefolgt von Gleitbändern in austenitischen Körnern (22%), Phasengrenzen (20%), Zwillingsgrenzen in der austenitischen Phase (13%) und Gleitbändern in der ferritischen Phase entweder an Phasengrenzen (10%) oder im Korn (4%). Daneben können Risse auch an nichtmetallischen Einschlüssen entstehen (4%). Diese Ergebnisse treffen jedoch so nur auf den hier untersuchten Fall einer Belastungs-

richtung parallel zur Walzrichtung des Ausgangsmaterials zu. Zum Beispiel würden bei einer Belastung senkrecht zur Walzrichtung nahezu alle Korngrenzen zwischen ferritischen Körnern annähernd parallel zur Belastungsrichtung liegen und damit sehr wahrscheinlich nicht zur Rissinitiierung beitragen. Ähnliches gilt für die Entstehung von Rissen entlang von Gleitbändern in austenitischen Körnern. Die Untersuchungen dieser Arbeit zeigen, dass ein Austenitkorn dafür vorzugsweise sowohl einen hohen E-Modul als auch eine überdurchschnittlich große Fläche aufweisen sollte. Das kann zum einen damit begründet werden, dass in einem Korn mit hohem E-Modul bei gleicher Dehnung höhere Spannungen auftreten als in einem Korn mit geringem E-Modul. Zum anderen sinkt gemäß der Hall-Petch-Beziehung [Hall51, Petch53] die Streckgrenze eines metallischen Materials mit steigender Korngröße, d. h. ein großes Korn sollte leichter plastisch verformbar sein. Im Duplexstahl ist bei einer Belastung parallel zur Walzrichtung die Anzahl der austenitischen Körner mit sowohl einem hohem E-Modul parallel zur Belastungsrichtung als auch einer großen Fläche wesentlich größer als im Austenitstahl. In letzterem ist die Anzahl unabhängig davon, ob die Belastungsrichtung parallel oder senkrecht zur Walzrichtung liegt. Das gleiche gilt für den Anteil der entlang von Gleitbändern initiierten Rissen, der lediglich 5% beträgt. Bei einer Belastung des Duplexstahls senkrecht zur Walzrichtung ähnelt dessen Korngrößenverteilung der austenitischen Körner mit hohem E-Modul entlang der Belastungsrichtung sehr stark der des Austenitstahls, was zu der Schlussfolgerung führt, dass in diesem Fall auch im Duplexstahl nur wenige Risse entlang von Gleitbändern im Austenit initiieren sollten. Hinzu kommt, dass als Voraussetzung für die Korrelation hoher E-Modul – hohe Spannung gelten muss, dass alle Körner näherungsweise die gleiche Dehnung erfahren. Diese Annahme ist im Duplexstahl bei einer Belastung parallel zur Walzrichtung durch die Anbindung der vergleichsweise kleinen austenitischen Körner an die großen und entlang der Walzrichtung gelangten ferritischen Körner gut erfüllt. Bei einer Belastung senkrecht zur Walzrichtung ist davon auszugehen, dass das nicht in gleichem Maße gilt, ebenso wie für den Austenitstahl mit seiner globularen Mikrostruktur. Um diese Thematik abschließend beurteilen zu können, sind Untersuchungen an Proben mit verschiedenen Winkeln zwischen Walz- und Belastungsrichtung notwendig, die in der vorliegenden Arbeit aufgrund der Dimensionierung des Ausgangsmaterials nicht durchgeführt werden konnten.

Eng mit der Rissinitiierung verknüpft ist die **Rissdichte**, die die Anzahl der initiierten Risse pro Flächeneinheit angibt. Für den Austenitstahl kann aus den Ergebnissen zur Rissinitiierung geschlussfolgert werden, dass die Rissdichte bei geringen Belastungsamplituden direkt mit der Anzahl günstig orientierter Zwillingsgrenzen korreliert ist – zur Definition des Begriffs „günstig“ wird auf [Blochwitz03a] verwiesen – und dass diese Korrelation mit steigender Belastungsamplitude zunehmend verschwindet. Für eine Abschätzung der Rissdichte anhand der Mikrostruktur wäre eine Folgeuntersuchung der Eigenschaften der zufälligen Korngrenzen notwendig, an denen im Austenitstahl Risse initiierten. Für die Rissdichte spielt neben der reinen Anzahl auch die Kopplung zwischen nah beieinander liegenden potentiellen Rissentstehungsarten eine Rolle. Abhängig davon, wie viel Spannung die Entstehung eines Risses an einem solchen Ort von den anderen abzieht, verändert sich die Wahrscheinlichkeit der Riss-

initiierung an den übrigen. Für den Austenitstahl kann aufgrund seines globularen Gefüges davon ausgegangen werden, dass diese Kopplung relativ stark ausgeprägt ist. Im Duplexstahl wird sie aufgrund der Periodizität des Gefüges senkrecht zur Walzrichtung (abwechselnd Ferrit und Austenit) sowie der unterschiedlichen mittleren Korngröße (Faktor 5 zwischen Ferrit und Austenit) deutlich schwächer ausgeprägt sein. Zusätzlich ist im Duplexstahl die Anzahl verschiedener möglicher Rissinitiierungsorte deutlich größer. Damit übereinstimmend wurde in dieser Arbeit im HCF-Bereich im Duplexstahl eine im Vergleich zum Austenitstahl um den Faktor 15 höhere Rissdichte beobachtet. Je höher die Rissdichte, desto höher ist die Wahrscheinlichkeit der Vereinigung zweier Risse, was zu einer stark erhöhten effektiven Rissausbreitungsrate und damit zu einer Verminderung der Lebensdauer führt. Auch hier bieten sich Folgeuntersuchungen an, mit denen der Einfluss des Winkels zwischen Belastungsrichtung und Walzrichtung erfasst werden kann. Neben der bereits erwähnten Auswirkung auf die prozentuale Verteilung der Rissinitiierungsorte ist bei einer Abweichung von der Walzrichtung auch eine stärkere Kopplung nah beieinander liegender potentieller Rissinitiierungsorte und damit eine geringere Rissdichte zu erwarten. Alternativ zu einer Variation des Winkels zwischen Belastungs- und Walzrichtung könnte versucht werden, durch eine thermische und/oder mechanische Behandlung die Textur und/oder Mikrostruktur des Materials zu verändern. Abschließend soll erwähnt werden, dass für den Duplexstahl in dieser Arbeit Proben mit einer flachen Einkerbung verwendet wurden. Um einen Einfluss der Probengeometrie auf die Rissinitiierung und die Rissdichte auszuschließen, sollten zusätzlich Untersuchungen an ebenen Proben durchgeführt werden.

Während die Rissinitiierung im HCF-Bereich im Austenitstahl zu etwa 95% und im Duplexstahl zu etwa 70% an oder entlang von Korn- bzw. Phasengrenzen stattfindet, verläuft die sich anschließende Rissausbreitung fast ausschließlich transkristallin. Der auch für die Lebensdauer entscheidende Parameter hierbei ist die **Rissausbreitungsrate**, die in der vorliegenden Arbeit in vielerlei Hinsicht untersucht wurde. Folgende Ergebnisse wurden dabei erzielt:

1. Es konnte gezeigt werden, dass die Rissausbreitungsrate mit der plastischen Verformung der Rissspitze korreliert ist.
2. Über das Absinken der Rissausbreitungsrate – sowie damit korreliert auch der plastischen Verformung der Rissspitze – mit sinkendem Abstand  $L$  zwischen Rissspitze und Grenze konnte die Barrierenwirkung von Korn- und Phasengrenzen erfasst werden.
3. Es wurde nachgewiesen, dass die Rissausbreitungsrate eine Abhängigkeit von der Risslänge aufweist, die mit der Definition mikrostrukturell und mechanisch kurzer Risse in Einklang steht (siehe [Blochwitz01]).

Zu dem unter 1. genannten Ergebnis schrieben im Jahr 2003 Blochwitz et al. [Blochwitz03b], dass die direkte Beobachtung der Ausbreitungsrate mikrostrukturell kurzer Risse sehr zeitaufwändig sei und es daher sehr vorteilhaft wäre, solche Eigenschaften der Risse mit der Rissausbreitungsrate korrelieren zu können, die innerhalb weniger Zyklen z. B. als Hystereseschleifen der Kraft in Abhängigkeit des Abstands der Rissufer gemessen werden könnten. Als Ergebnis ihrer Studie hielten sie fest, dass die Rissausbreitungsraten eine starke Streuung aufwiesen, wie es für kurze Risse typisch sei, aber die obere Grenze der Rissausbreitungsrate

größere Werte mit steigender plastischer Riss Spitzenöffnung ( $\Delta\text{CTOD}_{\text{pl}}$ ) zeige. Aus den Ergebnissen der vorliegenden Arbeit kann geschlossen werden, dass die von Blochwitz et al. [Blochwitz03b] gewünschte eindeutige Korrelation von  $\Delta\text{CTOD}_{\text{pl}}$  mit der Rissausbreitungsrate anhand einzelner Datenpunkte in den untersuchten Materialien nicht zu messen ist. Ursache dafür ist, dass die Rissausbreitungsrate experimentell nicht als Momentaufnahme, sondern nur über eine gewisse Anzahl von Zyklen hinweg als mittlere Rate bestimmt werden kann. Dabei unterliegt sie jedoch dem Einfluss vieler Störfaktoren und weist dadurch eine starke Streuung auf. Ein Vergleich mit der als Momentaufnahme gemessenen plastischen Verformung der Riss Spitze unterliegt automatisch genau dieser Streuung, welche eine eindeutige Korrelation verhindert. In der vorliegenden Arbeit wurde diese Streuung durch eine Mittelung über mehrere Datenpunkte stark verringert und damit ein eindeutiger Zusammenhang zwischen den gemittelten Werten der Rissausbreitungsrate und der plastischen Verformung der Riss Spitze erhalten. Dabei zeigte sich, dass in der austenitischen Phase die Rissausbreitungsrate sowohl mit steigender plastischer Rissöffnung als auch mit steigendem Anteil der plastischen Rissöffnung an der gesamten plastischen Verformung der Riss Spitze ansteigt. In der ferritischen Phase steigt die Rissausbreitungsrate sowohl mit steigender plastischer Riss Scherung als auch mit steigender plastischer Rissöffnung an.

In Übereinstimmung mit hochauflösenden Abbildungen der Rissflanken konnte aus diesen Ergebnissen auf die Rissausbreitungsmechanismen in beiden Phasen geschlossen werden: Danach findet im Austenit die Rissausbreitung über die Aktivierung mehrerer unabhängiger Gleitsysteme statt, was zu einem kristallographisch vergleichsweise wenig ausgezeichneten Risspfad führt. Makroskopisch mögen die Risspfade zwar häufig mit niedrig indizierten kristallographischen Ebenen vom Typ  $\{110\}$  oder  $\{100\}$  in Einklang stehen, wie z.B. von Blochwitz et al. [Blochwitz08] und Düber et al. [Düber06] beobachtet, mikroskopisch ist das jedoch nicht der Fall. Beim Ferrit wurde bisher davon ausgegangen, dass die Ausbreitung kurzer Risse durch Einfachgleiten entlang einzelner Gleitebenen erfolgt [Düber06]. Diese Annahme wurde in der vorliegenden Arbeit widerlegt. In der Regel werden im Ferrit zwei Gleitsysteme aktiviert, die allerdings dieselbe Gleitrichtung aufweisen. Der Risspfad setzt sich daher im Allgemeinen aus alternierenden Abschnitten einer  $\{110\}$ - und einer  $\{112\}$ -Gleitebene zusammen. Wie sich dieser Wechsel auf den Oberflächenrisspfad auswirkt, hängt davon ab, wie die Gleitrichtung bezüglich der Oberfläche ausgerichtet ist. Im Extremfall einer parallel zur Oberfläche liegenden Gleitrichtung schlägt sich der Wechsel der Gleitebene ausschließlich in der Tiefe nieder, während der Oberflächenrisspfad der in diesem Fall identischen Oberflächenspur der beiden Gleitebenen folgt. Die Beobachtung von Rissen, die diese Voraussetzung näherungsweise erfüllen (den Ergebnissen dieser Arbeit zufolge ist das der Fall, wenn der Winkel zwischen Gleitrichtung und Oberfläche kleiner als  $8,5^\circ$  ist), führte in der Vergangenheit zu der Schlussfolgerung, dass sich kurze Risse im Ferrit mittels Einfachgleiten ausbreiten [Düber06]. Allerdings erfüllt die Mehrzahl der Risse die genannte Bedingung nicht. Für diese Risse wurde in der vorliegenden Arbeit ein Modell entwickelt, das deren Wachstum als diskontinuierliche Ausbreitung über die alternierenden Phasen der Akkumulation plastischer Verformung vor der Riss Spitze und der anschließenden Umgehung des

verformten Bereiches beschreibt. Auch wenn die Annahme des Einfachgleitens in der vorliegenden Arbeit widerlegt wurde, ist ein Risspfad im Ferrit dennoch stärker kristallographisch ausgezeichnet als ein Risspfad im Austenit. Der Übergang eines Risspfades von einem Korn ins Nachbarkorn – ein Teil der Barrierenwirkung von Korn- und Phasengrenzen gegenüber dem Kurzrisswachstum – wird daher beim Eintritt des Risses in ein ferritisches Korn stärkeren Zwangsbedingungen unterliegen als beim Eintritt in ein austenitisches Korn, was jedoch experimentell schwer nachzuweisen ist. Auch bezüglich des Rissausbreitungsmechanismus‘ im Ferrit muss erwähnt werden, dass die erhaltenen Ergebnisse streng genommen nur für den Fall einer Belastungsrichtung parallel zur Walzrichtung des Ausgangsmaterials gelten. Der Grund ist die starke Vorzugsorientierung der ferritischen Körner, die nahezu ausschließlich eine  $\langle 110 \rangle$ -Richtung parallel zur Walzrichtung aufweisen (resultierend aus dem Herstellungsprozess des Warmwalzens von Stangenmaterial runden Querschnitts). Dadurch liegen zwei der vier möglichen  $\langle 111 \rangle$ -Gleitrichtungen näherungsweise senkrecht zur Lastachse, was die Anzahl der aktivierbaren Gleitsysteme halbiert. Es ist daher nicht auszuschließen, wenn auch aus Sicht des Autors nicht wahrscheinlich, dass mit einem anderen Winkel zwischen Lastachse und Walzrichtung auch die Rissausbreitung anders verläuft. Um das beurteilen zu können, müssten Untersuchungen an entsprechenden Proben durchgeführt werden.

Der bereits erwähnte Barriereneffekt, also die Behinderung der Rissausbreitung durch **mikrostrukturelle Barrieren** wie Korn- und Phasengrenzen, besteht neben der schwer quantifizierbaren Behinderung des Übergangs des Risspfades auch aus einem experimentell nachweisbaren Anteil (siehe oben, Punkt 2). Dieser konnte in der vorliegenden Arbeit über das Absinken der Rissausbreitungsrate mit sinkendem Abstand  $L$  zwischen Riss Spitze und Grenze erfasst werden. Aufgrund der bereits erwähnten starken statistischen Schwankungen der Rissausbreitungsrate musste dazu ein geeignetes Mittelungsverfahren angewandt werden (siehe Abschnitt 4.4.1). Das Absinken der Rissausbreitungsrate setzt erst unterhalb einer kritischen Distanz zwischen Riss Spitze und Grenze ein, welche mit der mittleren Ausdehnung der plastischen Zone vor der Riss Spitze korreliert werden kann. Daraus kann geschlussfolgert werden, dass die gemessene Barrierenwirkung aus der Behinderung der Ausbreitung der plastischen Zone durch die Grenze resultiert. Bezüglich der beiden untersuchten Phasen existiert dabei insofern ein Unterschied, als dass im Ferrit die mittlere Ausdehnung der plastischen Zone nur etwa halb so groß ist wie im Austenit, was im Wesentlichen auf die größere kritische Schubspannung im Ferrit zurückzuführen ist. Interessanterweise ist dagegen die mittlere Rissausbreitungsrate im Ferrit merklich höher als im Austenit (etwa um den Faktor 1,5), was wiederum mit dem unterschiedlichen Ausbreitungsmechanismus begründet werden kann. Wie die Ergebnisse von Düber et al. [Düber06] zeigen, ist der Faktor für Risse, deren Oberflächenrisspfad der Spur einer Gleitebene folgt (Winkel zwischen aktiver Gleitrichtung und Oberfläche  $< 8,5^\circ$ , siehe oben), noch deutlich höher (etwa 4 bis 5).

Die Barrierenwirkung aufgrund der Behinderung der Ausbreitung der plastischen Zone konnte zusätzlich anhand des Absinkens der plastischen Verformung der Riss Spitze mit sinkendem Abstand  $L$  zwischen Riss Spitze und Grenze nachgewiesen werden. Dabei spiegelt in beiden Phasen das Absinken der Summe aus plastischer Risscherung und -öffnung den Barri-

ereneffekt wider, wobei in der austenitischen Phase der unerwartete Einfluss der plastischen Riss-scherung auf Übergangseffekte im Bereich der Phasengrenze zurückgeführt wird. Die dabei auftretenden statistischen Schwankungen sind im Vergleich zur Rissausbreitungsrate sehr gering, was zu der Vermutung führt, dass über die plastische Verformung der Riss-spitze der Barriereneffekt prinzipiell auch an einzelnen Rissen und damit auch für definierte Korn-grenzen erfasst werden kann. Für eine quantitative Analyse war die Anzahl der in der vor-liegenden Arbeit durchgeführten Messungen nicht ausreichend. Folglich bietet sich auch diese Thematik für weiterführende Untersuchungen an. Dabei ist darauf zu achten, dass das Ver-halten der Risse über den gesamten Bereich des Parameters  $L$  mit genügend großer Daten-punktdichte (kleines Verformungsintervall  $\Delta N$ ) erfasst wird, um eine Aussage über das rela-tive Absinken der plastischen Verformung der Riss-spitze als Maß für die Stärke der Barriere tätigen zu können (siehe Abschnitt 4.4.2.2).

Als Basis für die genannten weiterführenden Untersuchungen zur Korrelation der Eigenschaf-ten einer Korngrenze mit der Stärke ihres Barriereneffekts kann eine Aussage dienen, die aus den in der vorliegenden Arbeit für die Abhängigkeit der **Rissausbreitungsrate** von der Riss-länge erhaltenen Ergebnissen geschlussfolgert werden kann (siehe oben, Punkt 3). Demnach kann die Rissausbreitungsrate im Mittel als eine von der Risslänge unabhängige Konstante beschrieben werden, solange die halbe Gesamtrisslänge  $a$  kürzer als eine Übergangsrisslänge  $a_t$  ist. Im HCF-Bereich entspricht diese Übergangsrisslänge der Wegstrecke, die ein Riss im Mittel in einem Korn der jeweiligen Phase zurücklegt. Im Fall des Austenitstahls ist diese Strecke gleich dem mittleren Korndurchmesser, in den beiden Phasen des Duplexstahls weichen die Werte bedingt durch die Kornform davon ab. Mit steigender Belastungsampli-tude sinkt  $a_t$  leicht. Das führt zu der Schlussfolgerung, dass die Übergangsrisslänge dann erreicht ist, wenn der Riss die Barrierenwirkung der ersten Grenze auf seinem Weg durch-brochen hat, was bei einer größeren Belastungsamplitude durch die einfachere Übertragbar-keit der plastischen Verformung ins Nachbarkorn sowie die größere plastische Zone eher ge-schehen sollte. In diesem Zusammenhang ist es interessant, dass im Austenitstahl sowie in der austenitischen Phase des Duplexstahls die Übergangsrisslänge im HCF-Bereich nur dann mit der mittleren Wegstrecke eines Risses pro Korn übereinstimmt, wenn bei dessen Ermittlung Zwillingsgrenzen nicht berücksichtigt werden. Daraus kann geschlussfolgert werden, dass diese keinen signifikanten **Barriereneffekt** aufweisen. Zwillingsgrenzen zeichnen sich mit ihrem spiegelsymmetrischen Aufbau dadurch aus, dass kristallographische (Gleit-)Ebenen an ihnen nur eine Verkipfung und keine Verdrehung erfahren. In Übereinstimmung mit Ergeb-nissen von Krupp et al. [Krupp10b] kann daher als verallgemeinerte Aussage bezüglich der Barrierenwirkung einer Korngrenze der Schluss gezogen werden, dass die Stärke der aus der mit der Grenze verbundenen Misorientierung resultierenden Barrierenwirkung vom Dreh-winkel zwischen den Gleitebenen in den benachbarten Körnern dominiert wird und dass deren Kippwinkel eine untergeordnete Rolle spielt.

Jenseits der Übergangsrisslänge  $a_t$  steigt die **Rissausbreitungsrate** mit steigender Risslänge an, im Austenit linear und – sehr wahrscheinlich aufgrund des verschiedenen Rissausbrei-tungsmechanismus – im Ferrit exponentiell. Nach Blochwitz [Blochwitz01] trennt die Über-

gangsrisslänge damit die Bereiche der mikrostrukturell und mechanisch kurzen Risse. Somit konnte in der vorliegenden Arbeit für die untersuchten Materialien die Gültigkeit des Kriteriums von Miller [Miller87] nachgewiesen werden, wonach ein mikrostrukturell kurzer Riss kürzer ist als die charakteristische Dimension der Mikrostruktur (der mittlere Korndurchmesser bzw. die mittlere Risspfadlänge pro Korn). Damit steht eine eindeutige Definition zur Verfügung, nachdem bisher in der Literatur mikrostrukturell kurze Risse meist wenig konkret als in der Größenordnung der die Mikrostruktur dominierenden Länge definiert wurden.

Als **Ausblick** muss klar die Untersuchung des Duplexstahls unter Variation des Winkels zwischen Lastachse und Walzrichtung in den Fokus gerückt werden. Aufgrund der starken Anisotropie der Mikrostruktur sind bei einer Belastung senkrecht zur Walzrichtung des Ausgangsmaterials völlig andere Effekte zu erwarten, als bei der hier untersuchten Belastung entlang der Walzrichtung. Manche davon werden eher zu einer Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften führen (z. B. ist mit einer geringeren Festigkeit zu rechnen), andere eher zu einer Verbesserung (hier ist z. B. eine geringere Rissdichte und damit eine höhere Lebensdauer denkbar). In jedem Fall ist es vorstellbar, dass die Lebensdauer des Duplexstahls durch das Einstellen einer veränderten Mikrostruktur positiv beeinflusst werden kann. Als Basis dafür können die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit dienen, die in den Abbildungen 5.1 und 5.2 noch einmal in grafischer Form zusammengefasst sind.

Ein weiteres spannendes Feld für künftige Untersuchungen ist das Erfassen der Barrierenwirkung definierter Korn- und Phasengrenzen über die Absenkung der plastischen Verformung der Risspitze mit dem Ziel, eine mögliche Korrelation zwischen der Stärke der Barriere und deren kristallografischen Eigenschaften aufzudecken.

Für den Austenitstahl ist sicherlich der interessanteste Ansatz die bereits von Blochwitz et al. [Blochwitz03a] vorgeschlagene Idee, die Mikrostruktur so einzustellen, dass sie eine möglichst geringe Anzahl an Zwillingsgrenzen aufweist, da hierbei von einer positiven Auswirkung auf die Lebensdauer ausgegangen werden kann.

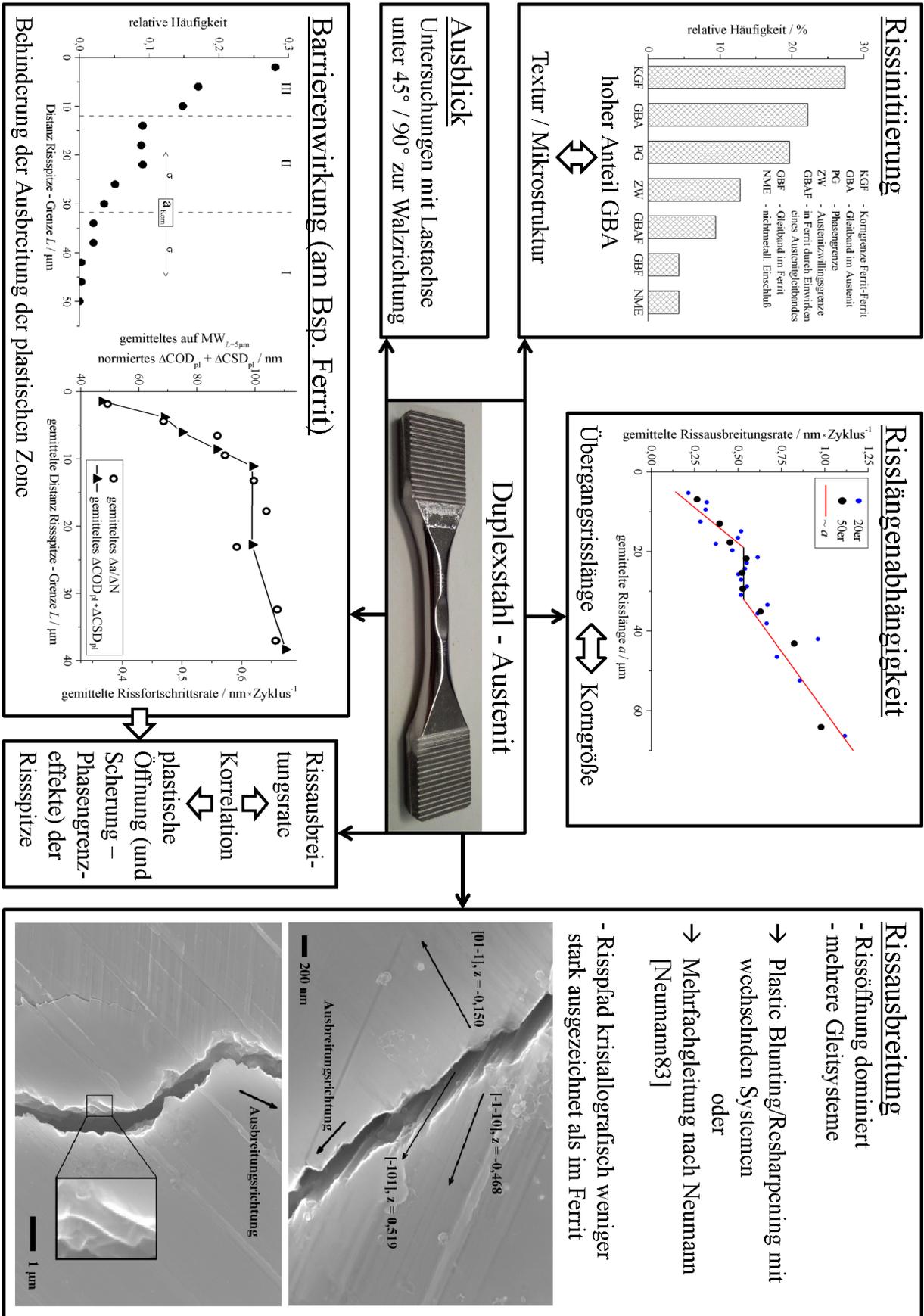


Abbildung 5.1: Grafische Zusammenfassung der wesentlichen Ergebnisse, die in der vorliegenden Arbeit für die austenitische Phase des Duplexstahls erzielt wurden.

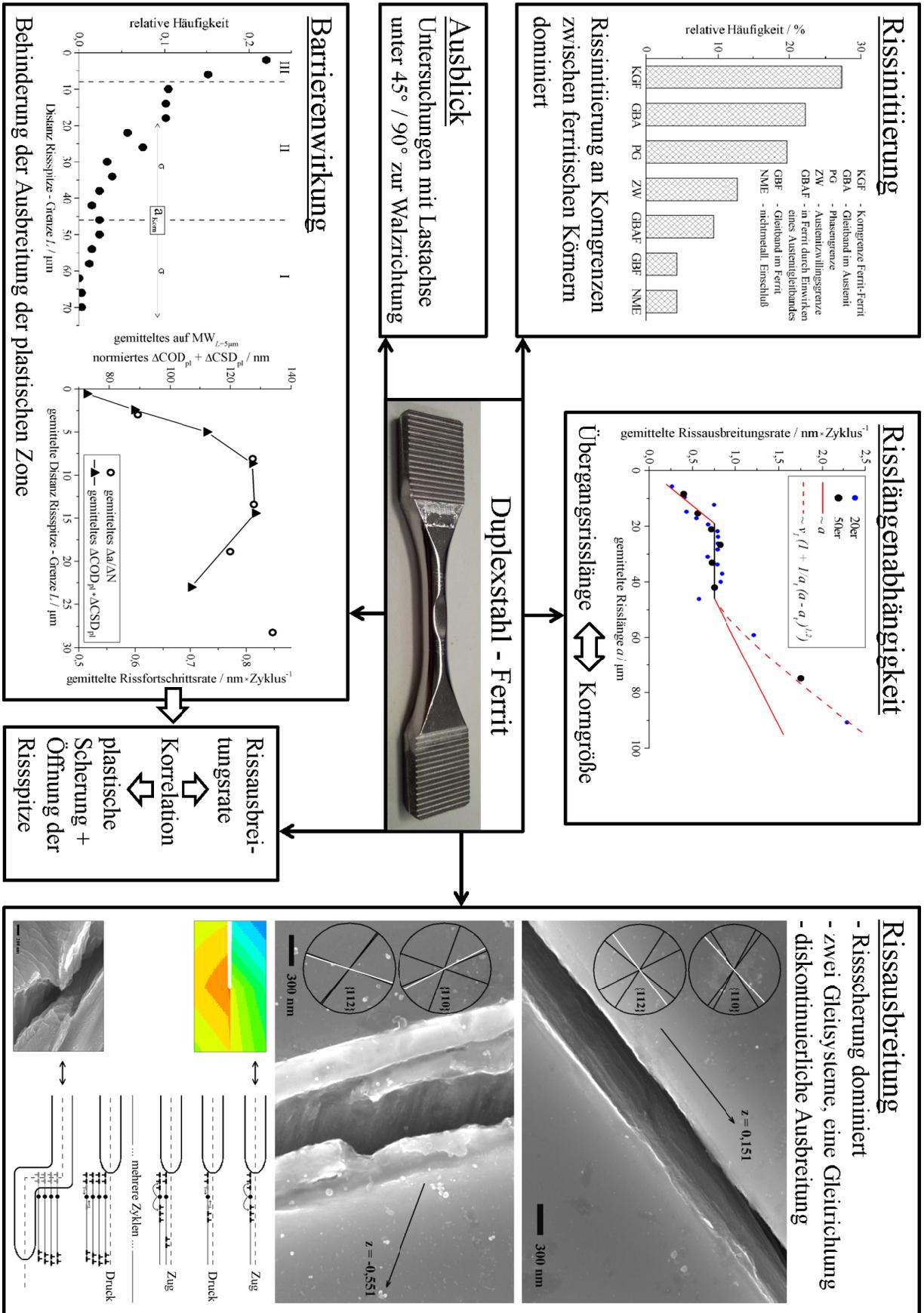


Abbildung 5.2: Grafische Zusammenfassung der wesentlichen Ergebnisse, die in der vorliegenden Arbeit für die ferritische Phase des Duplexstahls erzielt wurden.

## 7. Literatur

- [Blochwitz97] C. Blochwitz, R. Richter, W. Tirschler, K. Obrtlík  
The effect of local textures on microcrack propagation in fatigued f.c.c. metals  
*Materials Science and Engineering A* 234-236 (1997) 563-566
- [Blochwitz00] C. Blochwitz, W. Tirschler  
In-situ scanning electron microscope observations of the deformation behaviour of short cracks  
*Materials Science and Engineering A* 276 (2000) 273-276
- [Blochwitz01] C. Blochwitz  
Fatigue Cracks – Propagation of Short Cracks  
*Encyclopedia of Materials: Science and Technology* 2896-2906
- [Blochwitz03a] C. Blochwitz, W. Tirschler  
Influence of texture on twin boundary cracks in fatigued austenitic stainless steel  
*Materials Science and Engineering A* 339 (2003) 318-327
- [Blochwitz03b] C. Blochwitz, W. Tirschler, A. Weidner  
Crack opening displacement and propagation rate of microstructurally short cracks  
*Materials Science and Engineering A* 357 (2003) 264-269
- [Blochwitz08] C. Blochwitz, S. Jacob, W. Tirschler  
Grain orientation effects on the growth of short fatigue cracks in austenitic stainless steel  
*Materials Science and Engineering A* 496 (2008) 59-66
- [Christ91] H.-J. Christ  
Wechselverformung von Metallen  
*Springer-Verlag Berlin Heidelberg* (1991)
- [Christ09] H.-J. Christ, O. Düber, C.-P. Fritzen, H. Knobbe, P. Köster, U. Krupp, B. Künkler  
Propagation behaviour of microstructural fatigue cracks in the high-cycle fatigue regime  
*Computational Materials Science* 46 (2009) 561-565
- [Davis00] J.R. Davis (Herausgeber)  
Alloy Digest Sourcebook: Stainless Steels  
*ASM International* (2000)
- [Deal08] A. Deal, T. Hooghan, A. Eades  
Energy-filtered electron backscatter diffraction  
*Ultramicroscopy* 108 (2008) 116-125

- [Düber06] O. Düber, B. Künkler, U. Krupp, H.-J. Christ, C.-P. Fritzen  
Experimental characterization and two-dimensional simulation of short-crack propagation in an austenitic-ferritic duplex steel  
*International Journal of Fatigue* 28 (2006) 983-992
- [Düber07] O. Düber  
Untersuchungen zum Ausbreitungsverhalten mikrostrukturell kurzer Ermüdungsrisse in zweiphasigen metallischen Werkstoffen am Beispiel eines austenitisch-ferritischen Duplexstahls  
*Dissertation, Universität Siegen, 2007*
- [Essmann81] U. Essmann, U. Gösele, H. Mughrabi  
A model of extrusions and intrusions in fatigued metals, I. Point-defect production and the growth of extrusions  
*Philosophical Magazine A* 44 (1981) 405-426
- [Fu09] J.W. Fu, Y.S. Yang, J.J. Guo  
Formation of blocky ferrite in Fe-Cr-Ni alloy during directional solidification  
*Journal of Crystal Growth* 311 (2009) 3661-3666
- [Gottstein01] G. Gottstein  
Physikalische Grundlagen der Materialkunde  
*Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2001)*
- [Grimwall99] G. Grimwall  
Thermophysical Properties of Materials  
*Elsevier B. V. (1999)*
- [Haasen94] P. Haasen  
Physikalische Metallkunde  
*Springer-Verlag Berlin Heidelberg (1994)*
- [Hall51] E.O. Hall  
The deformation and ageing of mild steel: III discussion and results.  
*Proceedings of the Physical Society B* 64 (1951) 747-753.
- [Heinz90] A. Heinz, P. Neumann  
Crack initiation during high cycle fatigue on an austenitic steel  
*Acta Metallurgica et Materialia* 38 (1990) 1933-1940
- [HKL03] HKL Technology  
2003 EBSD Applications Catalogue
- [Iacoviello99] F. Iacoviello, M. Boniardi, G.M. La Vecchia  
Fatigue crack propagation in austeno-ferritic duplex stainless steel 22 Cr 5 Ni  
*International Journal of Fatigue* 21 (1999) 957-963

- [Künkler06] B. Künkler  
Mechanismenorientierte Lebensdauervorhersage unter Berücksichtigung der Mikrostruktur – Modellentwicklung, Verifikation und Anwendung  
*Dissertation, Universität Siegen, 2006*
- [Kruml97] T. Kruml, J. Polák, K. Obtlík, S. Degallaix  
Dislocation structures in the bands of localized cyclic plastic strain in austenitic 316L and austenitic-ferritic duplex stainless steels  
*Acta Materialia 45 (1997) 5145-5151*
- [Krupp04] U. Krupp, O. Düber, H.-J. Christ, B. Künkler, A. Schick, C.-P. Fritzen  
Application of the EBSD technique to describe the initiation and growth behaviour of microstructurally short fatigue cracks in a duplex steel  
*Journal of Microscopy 213 (2004) 313-320*
- [Krupp07a] U. Krupp  
Fatigue Crack Propagation in Metals and Alloys  
*Wiley-VCH Verlag Weinheim (2007)*
- [Krupp07b] U. Krupp, O. Düber, H.-J. Christ, B. Künkler, P. Köster, C.-P. Fritzen  
Propagation mechanisms of microstructurally short cracks – Factors governing the transition from short- to long-crack behavior  
*Materials Science and Engineering A 462 (2007) 174-177*
- [Krupp10a] U. Krupp, I. Roth, H.-J. Christ, M. Kübbeler, C.-P. Fritzen  
In Situ Observation and Analysis of Martensitic Transformation During Short Fatigue Crack Propagation in Metastable Austenitic Steel  
*Advanced Engineering Materials 12 (2010) 255-261*
- [Krupp10b] U. Krupp, H. Knobbe, H.-J. Christ, P. Köster, C.-P. Fritzen  
The significance of microstructural barriers during fatigue of a duplex steel in the high- and very-high-cycle-fatigue (HCF/VHCF) regime  
*International Journal of Fatigue 32 (2010) 914-920*
- [Laird62] C. Laird, G.C. Smith  
Crack propagation in high stress fatigue  
*Philosophical Magazine 7 (1962) 847-857*
- [Ledbetter81] H.M. Ledbetter  
*British Journal of Non-Destructive Testing 23 (1981) 286-288*
- [Man02] J. Man, K. Obtlík, C. Blochwitz, J. Polák  
Atomic force microscopy of surface relief in individual grains of fatigued 316L austenitic stainless steel  
*Acta Materialia 50 (2002) 3767-3780*
- [Marx10] M. Marx, W. Schaeff, H. Vehoff  
Interaction of short cracks with the local microstructure  
*Procedia Engineering 2 (2010) 163-171*

- [Mayama08] T. Mayama, K. Sasaki, M. Kuroda  
Quantitative evaluations for strain amplitude dependent organization of dislocation structures due to cyclic plasticity in austenitic stainless steel 316L  
*Acta Materialia* (2008) 2735-2743
- [Mikulich06] V. Mikulich, C. Blochwitz, W. Skrotzki, W. Tirschler  
Influence of texture on the short fatigue crack growth in austenitic stainless steel  
*Physicochemical Mechanics of Materials 4* (2006) 84-94
- [Miller87] K.J. Miller  
The behaviour of short fatigue cracks and their initiation. Part I – A review of two recent books  
*Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures 10* (1987) 75-91
- [Mughrabi76] H. Mughrabi, C. Wüthrich  
Asymmetry of slip and shape changes during cyclic deformation of  $\alpha$ -iron single crystals  
*Philosophical Magazine 33* (1976) 963-984
- [Neumann67] P. Neumann  
Bildung und Ausbreitung von Rissen bei Wechselverformung  
*Zeitschrift für Metallkunde 58* (1967) 780-789
- [Neumann83] P. Neumann (R.W. Cahn and P. Haasen, Editors)  
Fatigue in Physical Metallurgy (third revised and enlarged edition)  
*Elsevier Ltd.* (1983)
- [Obrtlík97] K. Obrtlík, J. Polák, M. Hájek, A. Vasek  
Short fatigue crack behaviour in 316L stainless steel  
*International Journal of Fatigue 19* (1997) 471-475
- [Petch53] N.J. Petch  
The cleavage strength of polycrystals  
*J. Iron Steel Inst. 174* (1953) 25-28.
- [Petrenec06] M. Petrenec, J. Polák, K. Obrtlík, J. Man  
Dislocation structures in cyclically strained X10CrAl24 ferritic steel  
*Acta Materialia 54* (2006) 3429-3443
- [Polák90] J. Polák, P. Liskutín  
Nucleation and short crack growth in fatigued polycrystalline copper  
*Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures 13* (1990) 119-133

- [Polák05] J. Polák und P. Zezulka  
Short crack growth and fatigue life in austenitic-ferritic duplex stainless steel  
*Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures* 28 (2005) 923-935
- [Polák10] J. Polák, T. Kruml, K. Obrtlík J. Man, M. Petre nec  
Short crack growth in polycrystalline materials  
*Procedia Engineering* 2 (2010) 883-892
- [Polák11] J. Polák, M. Petre nec, J. Man, K. Obrtlík  
Initiation and short crack growth in austenitic-ferritic duplex steel – effect of positive mean stress  
*Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures* 35 (2011) 257-268
- [Reimer98] L. Reimer  
Scanning Electron Microscopy  
*Springer Verlag Berlin-Heidelberg* (1998)
- [Roth10] I. Roth, M. Kübbeler, U. Krupp, H.-J. Christ, C.-P. Fritzen  
Crack initiation and short crack growth in metastable austenitic stainless steel in the high cycle fatigue regime  
*Procedia Engineering* 2 (2010) 941-948
- [Roth12] I. Roth  
Untersuchungen zum Ausbreitungsverhalten mikrostrukturell kurzer Ermüdungsrisse in metastabilem austenitischen Edelstahl  
*Dissertation, Universität Siegen*
- [Sahu12] J.K. Sahu, U. Krupp, H.-J. Christ  
Fatigue crack initiation behavior in embrittled austenitic-ferritic stainless steel  
*International Journal of Fatigue* 45 (2012) 8-14
- [Schulze67] G.E.R. Schulze  
Metallphysik  
*Akademie-Verlag Berlin* (1967)
- [Schumann91] H. Schumann  
Metallographie  
*Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie GmbH Leipzig* (1991)
- [Steigerwald-a] M.D.G. Steigerwald  
New Detection System for LEO FE-SEM  
*LEO Electron Microscopy Group, Oberkochen, Germany*
- [Steigerwald-b] M.D.G. Steigerwald, J. Vermeulen, J. Craven  
Detection Principles based on GEMINI Technology  
*LEO Electron Microscopy Group, Oberkochen, Germany*

- 
- [Suresh04] S. Suresh  
Fatigue of Materials (second Edition)  
*University Press Cambridge (2004)*
- [Wassermann62] G. Wassermann, J. Grewen  
Texturen metallischer Werkstoffe  
*Springer-Verlag Heidelberg (1962)*
- [Wilkinson97] A. J. Wilkinson, S. G. Roberts, P. B. Hirsch  
Modelling the threshold conditions for propagation of stage I fatigue cracks  
*Acta Materialia 46 (1997) 379-390*

## Dank

Die vorliegende Arbeit entstand in meiner Zeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter in der Arbeitsgruppe Metallphysik am Institut für Strukturphysik der TU Dresden und wäre ohne die Hilfe und Unterstützung zahlreicher Kollegen und Freunde nicht realisierbar gewesen. Ihnen allen gilt mein Dank:

Dem Leiter der Arbeitsgruppe, Prof. Werner Skrotzki, danke ich für das Ermöglichen der Arbeit sowie vor allem das gleichzeitige Ermöglichen der Gründung einer Familie entsprechend meinen Vorstellungen. Unabhängig vom Rechtsanspruch ist es (leider) keine Selbstverständlichkeit (noch nicht einmal an der Uni), dass man als Mann 8 Monate am Stück in Elternzeit gehen „darf“, geschweige denn, dass man dabei unterstützt wird, indem beispielsweise eine Elternzeitvertretung zur Fortführung des Projekts eingestellt wird, so wie in meinem Fall. Dafür meinen aufrichtigen Dank. Daneben möchte ich die weniger offensichtlichen Dinge nicht unerwähnt lassen: Hier seien z. B. das Vertrauen bezüglich der Vortragsgestaltung, die regelmäßigen Besuche im Büro mit dem kleinen Schwatz über den Stand der Dinge, das Gefühl, dass man jederzeit vorbeikommen und fragen oder um Hilfe bitten kann oder auch die Weintrauben aus dem eigenen Garten als Nervennahrung für den Zusammenschreibenden genannt. Zusammenfassend könnte man von der positiven Atmosphäre sprechen, die das Arbeiten in der AG Metallphysik so angenehm gemacht haben.

Diesbezüglich spielen natürlich auch die anderen Mitglieder der AG eine große Rolle. (Dr.) George (Oertel) möchte ich dabei zum einen dafür danken, dass er mit seiner Findigkeit die bürokratischen Hemmnisse des Unialltags stets geschickt zu umschiffen wusste und so z. B. die Einstellung eines Rentners als Elternzeitvertretung ermöglichte. Zum anderen gebührt ihm mein Dank für das Durchsehen des Manuskripts inklusive zahlreicher Verbesserungsvorschläge sowie für seine oft nüchtern-realistische Sicht der Dinge, die einem hilft, den Kontakt zum Boden der Tatsachen nicht zu verlieren.

In Punkto fachlicher Beistand geht mein Dank vor allem an (Dr.) Wolfgang (Tirschler), der sein Dasein als Rentner (als der man bekanntlich niemals Zeit hat) unterbrochen hat, um während meiner Elternzeit mein Projekt weiterzuführen und mir auch im Anschluss mit Rat und Tat beiseite zu stehen sowie das Manuskript und die Veröffentlichungen kritisch durchzusehen. Dabei hat er wesentlich zur Strukturierung meiner Arbeit beigetragen und gleichzeitig meinen Glauben an die eigenen Ergebnisse gefördert. Es war eine Freude, mit ihm zusammenzuarbeiten, und ich habe jedes Mal beruhigt aufgeatmet, wenn ein Ergebnis oder eine Schlussfolgerung von ihm abgesegnet wurde.

In diesem Kontext danke ich auch Frau PD Dr. Hieckmann für das Vertrauen, was sie mir am Rasterelektronenmikroskop entgegengebracht hat, sowie die gute Zusammenarbeit in diesem Bereich, sowohl mit mir als mit (Dr.) Wolfgang (Tirschler).

Bei Toni (Reiter) möchte ich mich für die Durchführung der ex situ Verformungen und die engagierte Hilfe beim zu Beginn etwas störrischen Zug-Druck-Modul bedanken, sowie für die ein oder andere Tasse Kaffee und den dazugehörigen Schwatz über das Fachliche hinaus.

An dieser Stelle darf natürlich (Dr.) Lutz (Hollang) nicht unerwähnt bleiben, der stets einen

Ratschlag von Senior Scientist zu Junior Scientist parat hatte.

Bei Rolf (Schaarschuch) möchte ich mich vor allem dafür bedanken, dass er mich stets pünktlich zum Mittag abgeholt hat und in der Regel auch schon einen Vorschlag parat hatte, was ich denn essen könnte.

Meinem Zimmergenossen Paul (Chekhonin) danke ich mich vor allem für seine ungeheuer freundliche und hilfsbereite Art, die das tagtägliche Zusammensein in einem kleinen Büro so angenehm machte. Daneben danke ich ihm für die zahllosen Süßigkeiten, mit denen er mich verwöhnt hat, sowie die interessanten Einblicke in die Welt aus Börse, Wirtschaft und Politik, die ich durch ihn erlangte und die auch bleibende Eindrücke bei mir hinterließen.

Die AG Metallphysik komplettierend möchte ich mich bei Christine (Tränkner), Andy (Esche) und (Dr.) Robert (Chulist) für die angenehme Zeit bedanken, die wir gemeinsam am Institut verbracht haben.

Der ehemaligen Mitarbeiterin Frau Siemroth danke ich für die Einweisung in sämtliche Geräte zur Probenpräparation sowie für die damit verbundenen Tipps und Hinweise, nach denen man sie auch noch als Rentner per Telefon stets fragen konnte.

Der Belegschaft der Werkstatt, namentlich Herrn Müller, Herrn Dorn sowie Martin (Siegel), möchte ich für die stete Bereitschaft zur sofortigen Hilfe bei allen Fragen in Punkto Sägen, Bohren, Fräsen, Schleifen und Löten von Fassungen, Adaptern, Steckern usw. danken.

Herrn Prof. Ulrich Krupp danke ich für die Koordination des DFG-Paketprojekts sowie die Bereitschaft zur Anfertigung des Zweitgutachtens meiner Dissertation. Ebenso danke ich ihm wie auch meinen Mitstreitern Ingmar Roth und Martin Kübbeler für die fruchtbaren Diskussionen im Rahmen unserer Projekttreffen.

Bei meinen Eltern bedanke ich mich für die Finanzierung des Studiums und damit das Ermöglichen dieser Arbeit, sowie meiner Mama für die finale Durchsicht des Manuskripts.

Zu guter Letzt danke ich meiner Frau dafür, dass sie mir in der Phase des Zusammenschreibens den Rücken freigehalten hat, sowie für die Durchsicht des Manuskripts, die Organisation des alltäglichen Chaos' mit zwei Kindern und vor allem dafür, dass sie so ist wie sie ist und ich daher beispielsweise zuhause Energiesparbirnen einbauen darf (auch wenn sie hässlich sind) und mich nicht mit Homöopathie herumschlagen muss (außer als Satire).

Zu bester Letzt danke ich meinen Kinder dafür, dass sie in Situationen, wo mal gar nichts klappen wollte, stets da waren und mir gezeigt haben, dass es wichtigere Dinge auf der Welt gibt. Ich habe euch auch „tausend Millionen Mal lieb!“

## Erklärung

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Arbeit ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe; die aus fremden Quellen direkt oder indirekt übernommenen Gedanken sind als solche kenntlich gemacht. Die Arbeit wurde bisher weder im Inland noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Die vorliegende Dissertation wurde im Zeitraum 04/2009 bis 09/2013 am Institut für Strukturphysik der Technischen Universität Dresden unter der wissenschaftlichen Betreuung von Prof. Dr. rer. nat. habil. Werner Skrotzki angefertigt.

Es haben keine früheren Promotionsverfahren stattgefunden.

Ich erkenne die Promotionsordnung der Fakultät Mathematik und Naturwissenschaften der Technischen Universität Dresden in der Fassung vom 23.02.2011 an.

Dresden, 19.09.2013

Michael Scharnweber