

# **Über die Wechselwirkung kurzer Ermüdungsrisse mit Korngrenzen - Systematische Experimente mit Focussed Ion Beam Microscope und mikrostruktureller Tomographie**

## **Dissertation**

zur Erlangung des Grades des Doktors der  
Ingenieurwissenschaften der Naturwissenschaftlich-  
Technischen Fakultät III Chemie, Pharmazie, Bio- und  
Werkstoffwissenschaften der Universität des Saarlandes

von

Dipl.-Ing. Wolfgang Schäf

Saarbrücken  
2010

Tag des Kolloquiums: 15.04.2011

Dekan: Prof. Dr. Wilhelm F. Maier

Berichterstatter: Prof. Dr. Horst Vehoff, Universität des Saarlandes

Prof. Dr. Frank Mücklich, Universität des Saarlandes

Prof. Marcel Berveiller, Université Paul Verlaine de Metz, i.R.

Prof. Etienne Partoor, LPMM, Université Paul Verlaine de Metz

Dr. Maxime Sauzay, CEA Saclay, Paris

Vorsitz: Prof. Dr. Walter Arnold, Fraunhofer IZFP Saarbrücken, i.R.

Akad. Mitarbeiter: Dr. Frank Aubertin, Universität des Saarlandes

*„Den Galen kennen sie ganz gut; aber den Kranken im Geringsten nicht.“*  
Michel de Montaigne, Essays



## Danksagung

Mein Dank gilt Herrn Prof. Dr. Horst Vehoff für die Unterstützung der Arbeit, auch in schwierigen Zeiten, sowie für Diskussionen und Anregungen.

Herr Dr. Michael Marx danke ich für die Betreuung der Arbeit, für die Unterstützung, ständige Diskussionsbereitschaft, für zahlreiche Anregungen und kritische Fragen sowie für die wertvolle Hilfe bei der Handhabung und Instandhaltung der Elektronenmikroskope und der hydraulischen Prüfmaschinen.

Für Betreuung und Rat möchte ich zudem sehr herzlich Herrn Prof. Dr. Marcel Berveiller danken.

Die Dissertation wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft als Forschungsprojekt VE 132/22-2 sowie im Rahmen des Deutsch-Französischen Graduiertenkollegs CDFA-06-09 unterstützt.

Mein Dank gilt besonders den Mitarbeitern des Instituts:

Frau Elisabeth Ohm für die sehr aufwändigen Verwaltungstätigkeiten und die Unterstützung bei Organisation und Verträgen.

Frau Rita Maron, Herrn Andreas Kirsch und Herrn Rolf Kiefer für zahlreiche Hilfestellungen und Tipps bei der Probenpräparation und der Bedienung und Wartung der Maschinen.

Herrn Horst Vogel-Knels, Herrn Peter Limbach und Herrn Stefan Schmitz für kreative Lösungen bei Umbau und Erweiterung der Versuchsaufbauten und für zahlreiche Spezialanfertigungen.

Meinen HiWis und Diplomanden Yan Dorflinger, Virgine Irrien, Clément Knittel, Anne-Kathrin Wölffing, Daniel Kupka, Lukas Rauber, Thomas Utzig und Jens Rudnicki, für ihr hohes Engagement und die große Hilfe bei der Durchführung der praktischen Arbeiten.

Den aktiven und ehemaligen Doktoranden und Diplomanden des Instituts; Herrn Markus Welsch, Frau Kerstin Schüler, Herrn Dr. Camille Perrin, Herrn Dr. Bo Yang, Frau Nousha Kheradmant, Herrn Dr. Afrooz Barnoush, Herrn Dr. Mark Henning, Frau Delphin Waschkes und Herrn Dr. Thomas Waschkes, Herrn Andreas Noll, Herrn Jürgen Braun, Frau Simone Schug, Herrn Tao Qian, Herrn

Alain Knorr und Herrn Mohammed Zamanzadeh, für viele hilfreiche fachliche Diskussionen, für die Hilfsbereitschaft, für Anregungen und Unterstützung und das freundschaftliche Arbeitsklima.

Herr Prof. Dr. Frank Mücklich und den Mitarbeitern des Lehrstuhls für Funktionswerkstoffe danke ich für die gute Zusammenarbeit. Dabei gilt mein Dank insbesondere Herrn Dr. Christian Holzapfel, Herrn Dr. Flavio Soldera, Frau Dr. Alexandra Velichko, Herrn Christoph Pauli und Herrn Peter Leibenguth für Einarbeitung und vielfache Hilfestellung in der Handhabung des FIB sowie Herrn Carsten Garchot, Herrn Karsten Woll und Herrn Wolfgang Ott für weitere Hilfe bei den Experimenten.

Mein Dank für die Rettung in letzter Sekunde und die Herstellung von gerichtet erstarrtem Probenmaterial gilt Frau Astrid Heckl und Herrn Peter Randelzhofer.

Für Diskussionen, Fachliteratur und den Austausch von Erfahrungen danke ich Herrn Prof. Dr. Hans-Jürgen Christ und seiner Arbeitsgruppe, Herrn Prof. Dr. Ullrich Krupp, Herrn Dr. Maxime Sauzay, Herrn Dr. Wolfgang Ludwig und Herrn Dr. Michael Herbig.

Herrn Prof. Dr. Walther Arnold danke ich für die Hilfe und das Werkzeug bei der Reparatur der Miniatur-Kraftmessdose.

Für Verständnis und Zuspruch in der letzten Periode dieser Arbeit danke ich meinen Kollegen und Vorgesetzten der Saarschmiede Freiformschmiede GmbH.

Meinen Eltern und Geschwistern, Jan-Daniel, Eckhard, Key, Daniel, Dennis, Roman, Sascha und Stefan danke ich für Unterstützung, für das offene Ohr und die Freundschaft.

Nicht zuletzt danke ich ganz besonders meiner Frau Isabelle, die mich mit aller Kraft unterstützt hat. Ihre Zuversicht und ihr Verständnis waren mir eine große Hilfe und ein wertvoller Beitrag zum Gelingen dieser Arbeit.

# Inhaltsverzeichnis

<b>Kurzzusammenfassung / Abstract</b>	<b>xiii</b>
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2. Stand der Forschung, mikrostrukturelle Rissausbreitung</b>	<b>5</b>
2.1 Bruchmechanische Grundlagen der Materialermüdung und kontinuierlich verteilte Versetzungen	5
2.2 Rissinitiierung unter zyklischer Beanspruchung	15
2.2.1 Rissinitiierung entlang persistenter Gleitbänder	16
2.2.2 Rissinitiierung durch elastische Anisotropie	18
2.2.3 Risswachstum an Poren und Einschlüssen	22
2.3 Rissausbreitung mikrostrukturell kurzer Risse	24
2.3.1 Der Einfluss von Korngrenzen auf die Rissausbreitung	25
2.3.2 Modellierung der mikrostrukturellen Rissausbreitung	32
<b>3. Zielsetzung</b>	<b>45</b>

<b>4. Experimenteller Aufbau</b>	<b>49</b>
4.1 Rissinitiierung – die Erzeugung von Mikrokerben im Focused Ion Beam Microscope	49
4.2 Slice and View: FIB-Tomographie im Mikrometerbereich	55
4.3 Rissausbreitung an Mikrokerben, experimenteller Aufbau	58
4.3.1 Experimentelle Vorgehensweise, CMSX-4	58
4.3.2 Vorversuche zur Rissausbreitung an Mikrokerben in CMSX-4	62
4.3.3 Gerichtet erstarrte, stängelkristalline Proben	68
4.3.4 Experimentelle Vorgehensweise, Baustahl	70
<b>5. Ergebnisse</b>	<b>75</b>
5.1 Mikrostrukturelle Rissausbreitung in ferritischem Stahl	75
5.2 Mikrostrukturelle Rissausbreitung in CMSX-4	80
5.2.1 Referenzmessungen an einkristallinen Proben	80
5.2.2 Der Einfluss von Korngrenzen auf die Rissausbreitung in polykristallinem CMSX-4	84
5.2.3 Dreidimensionale Untersuchung der kristallographischen Rissausbreitung in CMSX-4	92
<b>6. Diskussion</b>	<b>103</b>
6.1 Mikrostrukturelle Rissausbreitung in polykristallinem CMSX-4	103
6.1.2 Vergleich zwischen Theorie und Experiment	106
6.1.3 Fazit	123
6.2 Mikrostrukturelle Rissausbreitung in ferritischem Stahl	124

---

<b>7. Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>127</b>
7.1 Zusammenfassung	127
7.2 Ausblick	129
<b>Résumé de la Thèse</b>	<b>131</b>
<b>Anhang</b>	<b>155</b>
A Programm zur Berechnung von Pattern: Herstellung von linsenförmigen Mikrokerben im FIB.	155
B Probenbezeichnung CMSX-4: Nomenklatur und kristallographische Orientierungen für gerichtet erstarrte, stängelkristalline Proben.	157
C Gemessene Rissausbreitung	158
D Ebenen der Rissausbreitung nach dem Überqueren einer Korngrenze	163
E Programm zur Berechnung von des Rissfortschritts unter dem Einfluss von Korngrenzen.	164
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>167</b>



## **Kurzzusammenfassung / Abstract**

### **Kurzzusammenfassung**

Eine wesentliche Herausforderung der Gegenwart für die Werkstoffwissenschaft ist die Verbesserung des Widerstands metallischer Werkstoffe gegen die Ausbreitung mikrostruktureller Ermüdungsrisse. Im metallischen Gefüge verlangsamen Korngrenzen und Ausscheidungen die Ausbreitung kurzer Risse, es fehlt jedoch ein vollständiges quantitatives Verständnis dieser Hinderniswirkung. Ursache hierfür ist die Vielzahl an Parametern, die die Rissausbreitung beeinflussen: Lastamplitude, Risslänge, die Distanz zwischen Riss und Hindernis sowie die kristallographische Orientierung der Körner und der Hindernisse. Selbst die Untersuchung einer großen Anzahl kurzer Risse kann nicht ausreichend sein, um den Einfluss dieser Parameter unabhängig voneinander zu identifizieren. Weiterhin existieren bis heute wenige Untersuchungen zur dreidimensionalen Rissausbreitung unter der Oberfläche.

Das Focused Ion Beam Microscope (FIB) eröffnet neue Methoden für systematische Experimente und 3D-Studien zur Untersuchung des Einflusses der Mikrostruktur auf die Rissausbreitung. Mit dem Ionenstrahl können Mikrokerben auf den Gleitebenen ausgewählter Körner erzeugt werden, welche mit Electron Backscatter Diffraction (EBSD) charakterisiert sind. Unter zyklischer Last initiieren dreidimensionale ebene Risse an den Mikrokerben in definierten Abständen zu den Korngrenzen. Mit dieser Technik ist es erstmals möglich, systematische Daten und dreidimensionale Einsichten der mikrostrukturellen Rissausbreitung in einer Nickelbasislegierung und in Stahl zu erhalten.

**Abstract**

Increasing the microstructural resistance of metallic materials to short fatigue crack growth is a major task of today's materials science. In this regard, grain boundaries and precipitates are well known to decelerate short cracks, but a quantitative understanding of the blocking effect is still missing. This is due to the fact that crack deceleration is influenced by many parameters: cyclic load, crack length, distance to obstacles, orientations of grains and obstacles. Even the examination of a huge number of short cracks would not be sufficient to identify the effect of these parameters independently, especially since fatigue crack growth is a 3D problem and investigations of the sub surface orientation of cracks and grain boundaries are scarce.

The Focused Ion Beam Microscope (FIB) offers new methods for systematic experiments and 3D-investigation of short fatigue cracks that will help to quantify the microstructural impact on short fatigue crack growth. The ion beam is used to cut micro notches in selected grains on the surface of samples characterised by Electron Backscatter Diffraction (EBSD). Plane fatigue cracks initiate under cyclic loading in defined distances to the grain boundaries. By this technique it is possible for the first time to present quantitative data to describe the effect of grain boundaries on short fatigue cracks in nickel based superalloys as well as in mild steels.

## 1. Einleitung

Materialermüdung bezeichnet die Schädigung oder das Versagen eines Werkstoffs und des daraus gefertigten Bauteils unter zeitlich veränderlicher, häufig wiederholter Beanspruchung. Im Verlauf der Materialermüdung bilden sich Anrisse im Werkstoff, die bei zunehmender Zahl von Beanspruchungen wachsen. Hat der Anriss eine kritische Größe erreicht, kann das Bauteil die betriebliche Last nicht mehr tragen und versagt durch Restbruch [Rad07].

Bauteilversagen durch Materialermüdung erfolgt häufig bei Beanspruchungshöhen weit unterhalb der statischen Festigkeit. Die Ursache für die Werkstoffschädigung bei diesen vergleichsweise niedrigen Belastungen ist die Ausbildung plastisch verformter Mikrobereiche: An mikrostrukturellen Inhomogenitäten wie Poren, nicht-metallischen oder intermetallischen Ausscheidungen sowie an Korn- und Phasengrenzen kann durch lokale Spannungskonzentrationen oder inhomogene elastische Eigenschaften die Streckgrenze in metallischen Werkstoffen lokal überschritten werden. Diese zyklischen plastischen Verformungen bilden mikrostrukturell kurze Risse. Die Spannungskonzentration im Bereich dieser Risse setzt die Beanspruchbarkeit des Materials weiter herab. Auf diese Weise können kurze Risse, die unter statischer Last nicht zum Bruch führen würden, im Verlauf der Beanspruchung zu einer Größe anwachsen, die zum Versagen des Bauteils führt.

Die Problematik der Materialermüdung ist für alle Bauteile von Bedeutung, die zeitlich veränderlichen Belastungen unterworfen sind; sowohl im Flugzeug-, Fahrzeug und Leichtbau als auch im Schwermaschinenbau, bei der Konstruktion von Brücken, Kranen, Baggern und Druckbehältern. Eine wissenschaftlich begründete

Auslegung von Bauteilen hinsichtlich ihrer Lebensdauer unter dem Einfluss der Ermüdung ist nicht nur aus wirtschaftlichen Gründen erforderlich. Bauteilversagen durch Ermüdungsbruch kann katastrophale Folgen haben, wie das folgende Beispiel zeigt [Rad07]:

*„Im Jahr 1998 verunglückte ein Hochgeschwindigkeitszug des Typs Intercity-Express ICE der Deutschen Bahn vor Eschede zwischen Hannover und Hamburg infolge eines durch Materialermüdung gebrochenen Radreifens. Die anstelle der herkömmlichen Monoblockräder zur Verbesserung der Laufruhe eingesetzten Verbundräder des Zuges wiesen einen Radreifen aus gewalztem und vergütetem Kohlenstoffstahl auf, der über eine Gummimanschette mit der Radscheibe verbunden war. Durch die Vertikalkraft im Radaufstandspunkt wird der Radreifen örtlich nach innen gebogen, wodurch an seiner Innenseite Zugbiegespannungen in Umfangsrichtung hervorgerufen werden. Bei jeder Radumdrehung erfolgt ein Beanspruchungswechsel von Zug nach Druck. Die Schwingbreite der Beanspruchung war durch Verschleiß und Unrundheit des Reifens zusätzlich erhöht. Der Ermüdungsbruch des unzutreffenderweise als dauerfest gelieferten Rades trat nach einer Laufstrecke von  $1,8 \times 10^6$  km entsprechend  $6,2 \times 10^8$  Schwingspielen der Beanspruchung auf. Der gebrochene und aufgegebene Reifen verkeilte sich im Radlenker. Durch die so ausgelösten Gewaltbrüche wurden das defekte und das gegenüberliegende intakte Rad von den Schienen gedrückt. Das intakte Rad prallte auf eine gerade passierte Weiche und verstellte diese. Die nachfolgenden Waggons entgleisten. Ein Brückenpfeiler wird eingerissen. Die einstürzende Brücke begräbt einen Waggon unter sich. Die restlichen Waggons werden durch den schweren hinteren Triebwerkskopf aufgeschoben. Das Zugunglück forderte 101 Tote und über 100 Verletzte.“*

Die Fortschritte in der Metallurgie und Metallphysik hinsichtlich der Verbesserung der statischen Festigkeit, beispielsweise durch Ausscheidungs- und Dispersionshärtung sowie Kornfeinung wirken sich nicht in gleicher Weise auf die Betriebsfestigkeit aus. Tabelle 2.1 zeigt in diesem Zusammenhang statische Festigkeitswerte verschiedener Aluminium-Legierungen im Vergleich mit der Schwingfestigkeit nach [Alu89].

Zugfestigkeit und Streckgrenze von Aluminium lassen sich durch Legieren und thermomechanische Behandlung um mehr als den Faktor 10 steigern, während die Dauerfestigkeit lediglich um etwa den Faktor vier erhöht werden kann.

Legierung	ISO	Zugfestigkeit N/mm <sup>2</sup>	0,2% Dehn- grenze N/mm <sup>2</sup>	Schwingfestigkeit N/mm <sup>2</sup>
Al rein		ca. 50	ca. 30	ca. 30
AlMg	5005	165-205	ca. 130	50
AlMg <sub>3</sub>	5754	180-230	80-150	90
AlMg <sub>4,5</sub> Mn	5083	270-350	140-220	110
AlMgSi <sub>0,5</sub>	6060	215-270	160-230	70
AlMgSi <sub>0,7</sub>	6005A	250-310	200-280	80
AlMgSi <sub>1</sub>	6082	310-370	260-350	80
AlMgSiCu	6061	ca. 290	ca. 240	80
AlMgCu <sub>1</sub>	2017A	380-470	230-360	100
AlMgCu <sub>2</sub>	2024	440-560	315-450	100
AlZn <sub>4,5</sub> Mg <sub>1</sub>	7020	350-420	290-370	90
AlZnMgCu <sub>0,5</sub>	7022	490-570	420-520	110
AlZnMgCu <sub>1,5</sub>	7075	530-670	460-630	110

Tabelle 2.1: statische Festigkeitskennwerte im Vergleich mit der Schwingfestigkeit verschiedener Aluminium-Legierungen.

Die wissenschaftlichen Erkenntnisse, die zu der starken Verbesserung der Dehngrenze und Zugfestigkeit metallischer Werkstoffe führen, können nicht auf die Schwingfestigkeit übertragen werden. Änderungen der Mikrostruktur, beispielsweise durch Ausscheidungen oder Dispersoide erschweren einerseits die Ausbildung weit reichender plastischer Verformung durch Behinderung der Versetzungsbewegung unter statischer Belastung. Diese Maßnahmen führen jedoch andererseits wie oben beschrieben durch lokale plastische Verformungen im Verlauf der Materialermüdung zur Bildung mikroskopischer Anrisse.

Die Phase der Initiierung und Ausbreitung von Mikrorissen nimmt bei zyklisch hoch belasteten Bauteilen bis zu 90% der Lebensdauer in Anspruch. Sind im Werkstoff bereits Mikrorisse, Fehlstellen oder Poren vorhanden, ist insbesondere die Phase der mikrostrukturellen Rissausbreitung maßgebend für die Lebensdauer.

Mikrostrukturell basierte Modelle zur Lebensdauervorhersage zyklisch belasteter Bauteile sind für Konstruktion und Werkstoffentwicklung von großer Bedeutung.

In der Konstruktion und Bauteilentwicklung sind diese Kenntnisse wichtig, um aus Lebensdaueruntersuchungen im Labor, die aus Zeitgründen oft unter verschärften Bedingungen ablaufen, die Lebensdauer eines Bauteils in der Praxis zu extrapolieren [Kru07]. Im Bereich der Werkstoffentwicklung kann ein mikrostrukturell basiertes Lebensdauermodell Aufschluss über ein optimales Gefüge des entsprechenden Werkstoffs liefern. Dabei kann die experimentelle Quantifizierung der Wechselwirkung kurzer Ermüdungsrisse mit der Mikrostruktur metallischer Werkstoffe als grundlegend für mikrostrukturell fundierte Lebensdauermodelle angesehen werden.

Die vorliegende Arbeit befasst sich mit Ausbreitung mikrostrukturell kurzer Risse in der Größenordnung der Korngröße unter Belastungen im Bereich des Low Cycle Fatigue (LCF). Das Ausbreitungsverhalten dieser Risse lässt sich nicht mehr mit der linear elastischen Bruchmechanik beschreiben. Ursache hierfür sind Wechselwirkungen der Risse mit Mikrostrukturelementen wie Korn- und Phasengrenzen. Obwohl diese Wechselwirkung seit etwa vier Jahrzehnten bekannt ist, fehlt eine quantitative, physikalisch begründete Beschreibung dieses Phänomens. Ursächlich dafür ist die Vielzahl der Parameter: Risslänge, Spannung, Größe der plastischen Zone, Abstand zur Korngrenze sowie die Orientierung der benachbarten Kristallite und die dreidimensionale Lage der Korngrenze. Sie beeinflussen zum Teil unabhängig voneinander, zum Teil aneinander gekoppelt den Rissfortschritt. Eine einheitliche Theorie zur Beschreibung dieser Einflüsse existiert bislang nicht; es fehlen quantitative Daten und systematische Experimente, die Anhaltspunkte für derartige Theorien liefern.

Die Idee zur systematischen experimentellen Quantifizierung ist eine gezielte Initiierung von Mikrokerben mit dem FIB in Kombination mit einer Probencharakterisierung mittels Electron Back Scatter Diffraction.

## 2. Stand der Forschung, mikrostrukturelle Rissausbreitung

### 2.1 Bruchmechanische Grundlagen der Materialermüdung und kontinuierlich verteilte Versetzungen

Werkstoffermüdung ist bedingt durch das Wachstum von Ermüdungsrissen. Eine quantitative Beschreibung der Ausbreitung von Ermüdungsrissen erfordert eine mathematische Beschreibung des Spannungs- und Dehnungszustandes in der Umgebung eines Risses. Diese Beschreibung liefert die linear elastische Bruchmechanik (LEBM) [Gro01]. Die LEBM betrachtet einen Riss als Schnitt in einem sonst homogenen, linear elastischen Kontinuum. Die einander gegenüberliegenden Oberflächen werden als Rissflanken oder Rissufer bezeichnet. Häufig wird ein Riss der Länge  $2a$  betrachtet, dessen Mittelpunkt im Koordinatenursprung liegt (**Abbildung 2.1a**). Unterschieden werden drei Belastungsmoden, die als Mode I, Mode II und Mode III bezeichnet werden (**Abbildung 2.1b**). Für kurze Risse wird der ebene Spannungszustand angenommen, denn die Risse erstrecken sich, bezogen auf Proben- oder Bauteilabmessungen, von der Oberfläche nur geringfügig in die Tiefe. An einer freien Oberfläche müssen jedoch alle Kräfte in Richtung der Oberflächennormalen verschwinden, es herrscht ein ebener Spannungszustand. Alle Spannungen in Richtung der  $z$ -Achse sind identisch Null und die Gleichgewichtsbedingungen des Kontinuums sind in dem Modell wie folgt:

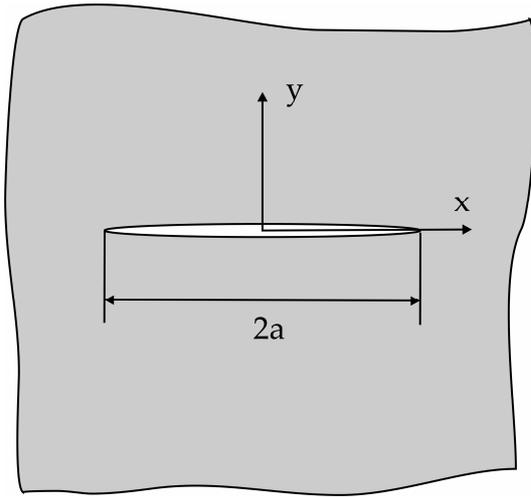


Abb. 2.1a: Zweidimensionales Modell,  
Riss der Länge 2a.

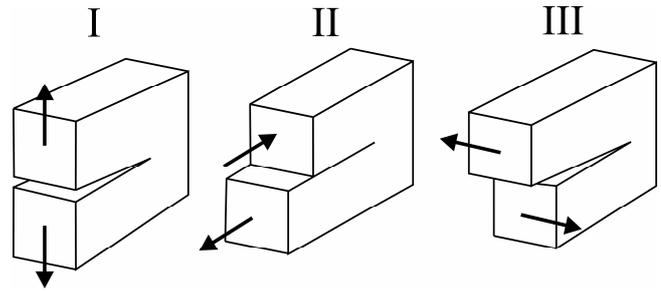


Abb. 2.1b.: Die drei Moden der Rissöffnung.

$$\frac{\partial \sigma_{xx}}{\partial x} + \frac{\partial \tau_{xy}}{\partial y} = 0, \quad \frac{\partial \sigma_{yy}}{\partial y} + \frac{\partial \tau_{xy}}{\partial x} = 0 \quad (2.1)$$

Wobei  $\sigma$  die Normal- und  $\tau$  die Schubspannungen bezeichnen.

Die Dehnungen  $\varepsilon$  und Scherungen  $\gamma$  sind über die Verschiebungen  $u$  und  $v$  in  $x$ - und  $y$ -Richtung wie folgt definiert:

$$\varepsilon_{xx} = \frac{\partial u}{\partial x}, \quad \varepsilon_{yy} = \frac{\partial v}{\partial y}, \quad \gamma_{xy} = \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} \quad (2.2)$$

Und müssen den Kompatibilitätsbedingungen des Kontinuums genügen:

$$\frac{\partial^2 \varepsilon_{xx}}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 \varepsilon_{yy}}{\partial x^2} = \frac{\partial^2 \gamma_{xy}}{\partial x \partial y} \quad (2.3)$$

Unter der Annahme eines isotropen linear elastischen Kontinuums ergibt sich der Zusammenhang zwischen Spannungen und Dehnungen über das Hooksche Gesetz<sup>1</sup>:

$$E\varepsilon_{xx} = \sigma_{xx} - \nu\sigma_{yy}, \quad E\varepsilon_{yy} = \sigma_{yy} - \nu\sigma_{xx}, \quad G\gamma_{xy} = \tau_{xy} \quad (2.4)$$

Hier bezeichnet  $E$  den Elastizitätsmodul,  $\nu$  die Poissonzahl und  $G$  den Schubmodul. Zur Beschreibung der Spannungen und Dehnungen in der Umgebung eines Risses muss dieses System von Differentialgleichungen gelöst werden unter fol-

<sup>1</sup> Metallische Werkstoffe verhalten sich bei kleinen Dehnungen linear elastisch.

gender Randbedingung: Die Spannungen am Riss senkrecht zu den Rissuferen verschwinden, denn es handelt sich um freie Oberflächen.

Es existieren zahlreiche Methoden zur Lösung der Differentialgleichungen, beispielsweise mithilfe komplexer Spannungsfunktionen nach Kolosov [Mus71] oder unter Verwendung der Methode der finiten Elemente. Ein Ansatz, der insbesondere im Zusammenhang mit kurzen Ermüdungsrissen oft verwendet wird, ist die Methode der kontinuierlich verteilten Versetzungen. Der Grundgedanke besteht in der Darstellung eines Risses durch eine Versetzungsbelegung. Diese Methode soll im Folgenden kurz skizziert werden<sup>2</sup>:

Versetzungen sind in der Metallphysik als Liniendefekte des Kristallgitters bekannt [Hir82]; sie sind Träger der plastischen Verformung in metallischen Werkstoffen. Man unterscheidet zwischen Stufen- und Schraubenversetzungen sowie gemischten Versetzungen (**Abbildung 2.2a, b**). Versetzungen sind durch den Burgersvektor  $b$  und die Versetzungslinie  $s$  charakterisiert.

Die Kontinuumsmechanik beschreibt die von Versetzungen verursachten Eigenstressspannungen durch eine unstetige Verschiebung in Richtung des Burgersvektors bei einem vollständigen Umlauf um die Versetzungslinie (analog ist die Verschiebung zwischen Rissflanken unstetig). Das Spannungsfeld einer Stufenversetzung mit Burgersvektor in  $x$ -Richtung und Versetzungslinie in  $z$ -Richtung ist beispielsweise gegeben durch:

$$\sigma_{xx} = \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)} \frac{y(3x^2 + y^2)}{(x^2 + y^2)^2}, \quad \sigma_{yy} = \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)} \frac{y(x^2 - y^2)}{(x^2 + y^2)^2}, \quad \tau_{xy} = \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)} \frac{x(x^2 - y^2)}{(x^2 + y^2)^2} \quad (2.5)$$

Stellen wir uns einen Riss, belastet in Mode I vor. Entlang des Risses nehmen wir eine kontinuierliche Verteilung  $\varphi$  von Versetzungen mit infinitesimalem Burgersvektor an, in der Art, dass das Spannungsfeld der Verteilung die äußere Last kompensiert (**Abbildung 2.3**). Damit sind die Rissflanken in  $y$  Richtung spannungsfrei; die durch die Versetzungsverteilung erzeugten unstetigen Verschiebungen entsprechen der Rissöffnung.

---

<sup>2</sup> Eine ausführliche Darstellung findet sich z. B. bei [Wee96]

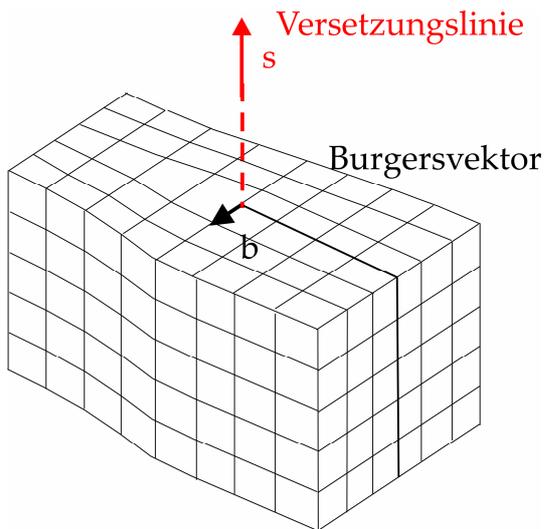


Abb. 2.2a: Stufenversetzung

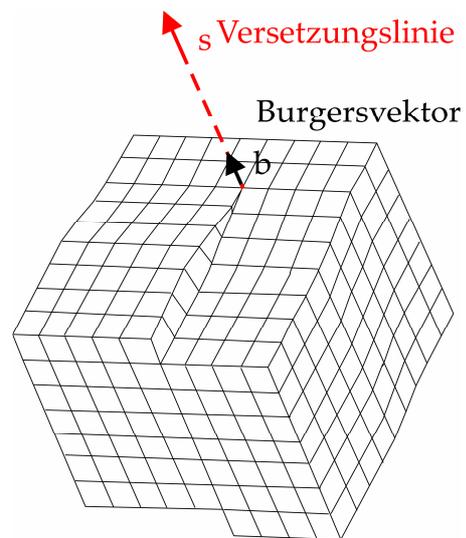


Abb. 2.2b: Schraubenversetzung

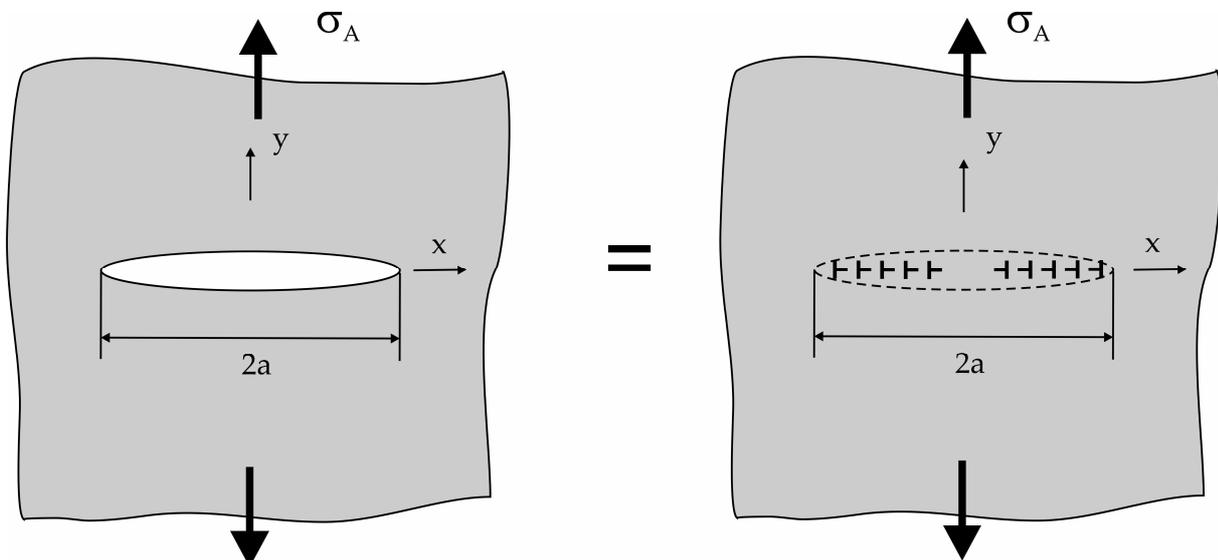


Abb. 2.3: Darstellung eines Risses durch eine Versetzungsverteilung.

Es handelt sich bei diesem Modell nicht um kristallographische Versetzungen, vielmehr werden die infinitesimalen Versetzungen als eine Art Greensche Funktion – ähnlich kontinuierlich verteilten Punktladungen in der Elektrostatik – für die Beschreibung unstetiger Spannungen und Verschiebungen zur mathematischen Behandlung von Rissen betrachtet.

Der infolge einer kontinuierlichen Verteilung infinitesimaler Versetzungen entlang der Strecke  $dx$  resultierende Burgersvektor und somit die entstandene unstetige Verschiebung resultiert aus der Verteilung  $\varphi$ :

$$db = \varphi dx$$

Für die Versetzungsverteilung im Gleichgewicht mit der äußeren Spannung  $\sigma_A$  gilt im Bereich des Risses für  $-a < x < a$ :

$$\sigma_A + A \int_{-a}^a \frac{\varphi(t) dt}{x-t} = 0, \quad A = \frac{G}{2\pi(1-\nu)} \quad (2.6)$$

Diese Gleichung stellt eine singuläre Integralgleichung für die gesuchte Versetzungsverteilung dar. Eine streng mathematische Herleitung der Lösung findet sich beispielsweise in [Mus53], eine kürzere, heuristische Darstellung ist in [Wee96] gegeben. Die gesuchte Lösung ist:

$$\varphi(x) = \frac{\pi\sigma_A}{A} \frac{x}{\sqrt{a^2 - x^2}} \quad (2.7)$$

Die Spannung in y-Richtung in der Umgebung des Risses auf der x-Achse, erzeugt durch die kontinuierlich verteilten Versetzungen, ist:

$$\sigma(x) = \int_{-a}^a \frac{\varphi(t) dt}{x-t} = \sigma_A \left( 1 - \frac{|x|}{\sqrt{x^2 - a^2}} \right) \quad (2.8)$$

In unmittelbarer Nähe der Risspitze kann dieser Ausdruck durch eine Reihenentwicklung unter Vernachlässigung von Gliedern höherer Ordnung wie folgt geschrieben werden:

$$\sigma(x) = \frac{K}{\sqrt{2\pi r}}, \quad r = (|x| - a), \quad |x| > 0, \quad K = \sigma_A \sqrt{\pi a} \quad (2.9)$$

Mit K ist der Spannungsintensitätsfaktor definiert. Der Spannungsintensitätsfaktor ist eine Funktion der angelegten Spannung, der Risslänge und ggf. der Geometrie, er beschreibt die Stärke der Spannungssingularität an der Risspitze.

Die linear elastische Bruchmechanik beschreibt das Spannungsfeld vor einer Riss-

spitze mit Hilfe der Spannungsintensitätsfaktors  $K$ . Das  $K$ -dominierte Feld ist auf einen endlichen Bereich um die Risspitze beschränkt, in dem die höheren Terme der Reihenentwicklung vernachlässigt werden können. In unmittelbarer Nähe der Risspitze sind jedoch die Voraussetzungen der linearen Elastizitätstheorie verletzt: Die an der Risspitze auftretenden singulären Spannungen können von realen Materialien nicht getragen werden und die Voraussetzung kleiner Deformationen für die lineare Theorie sind nicht mehr erfüllt. Bei metallischen Werkstoffen kommt es infolge der stark ansteigenden Spannung an der Risspitze zu inelastischen Deformationen infolge plastischen Fließens; es entsteht eine plastische Zone vor der Risspitze.

Eine Abschätzung der Größe der plastischen Zone wurde von Irwin gegeben, sowie von Barenblatt und Bilby, Cottrell und Swinden [Bil63]. Letztere benutzten die Methode der kontinuierlich verteilten Versetzungen für die Berechnung. Neben dem Riss wird auch die plastische Zone ausgehend von den Risspitzen durch eine Versetzungsverteilung dargestellt. Dem Modell (im Folgenden als BCS-Modell bezeichnet) liegt die Annahme zugrunde, dass die lokalen Spannungen die Fließspannung eines elastisch ideal plastischen Materials nicht übersteigen können. Bei Erreichen der Fließgrenze  $\sigma_F$  kommt es zur Versetzungsbewegung, die den Riss abschirmt und einer weiteren Erhöhung der Spannung entgegenwirkt. Das Spannungsfeld der Versetzungen kann in der Summe mit der angelegten Last die Fließspannung des Werkstoffs nicht überschreiten. Wir stellen uns einen Riss der Länge  $2a$  vor, dessen plastische Zone sich jenseits der Risspitzen zwischen  $-c$  und  $c$  erstreckt (**Abbildung 2.4**) und der mit einer Spannung  $\sigma_A$  belastet wird.

Mit diesen Randbedingungen lässt sich wiederum eine singuläre Integralgleichung wie folgt definieren:

$$\sigma(x) + A \int_{-c}^c \frac{\varphi(t) dt}{x-t} = 0, \quad \sigma(x) = \begin{cases} \sigma_A, & |x| < a \\ \sigma_A - \sigma_F, & a < |x| < c \end{cases} \quad (2.10)$$

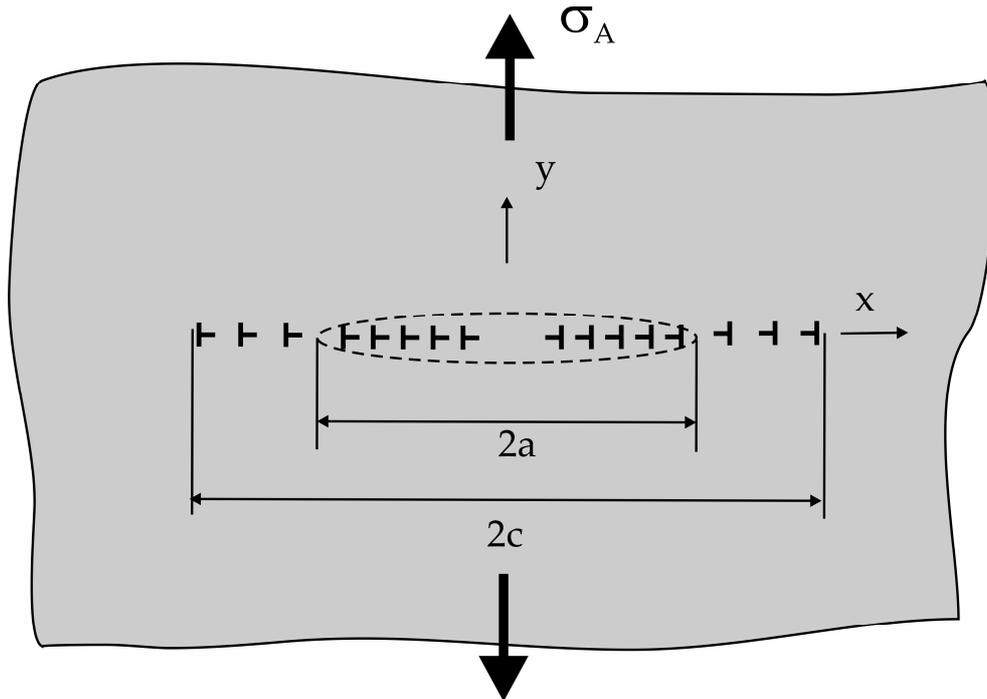


Abb. 2.4: Darstellung von Riss und plastischer Zone durch eine Versetzungsverteilung.

Die Lösung dieser singulären Integralgleichung ist:

$$\varphi(x) = \frac{\sigma_F}{A} \ln \left( \frac{x\sqrt{c^2 - a^2} + a\sqrt{c^2 - x^2}}{x\sqrt{c^2 - a^2} - a\sqrt{c^2 - x^2}} \right) \quad (2.11)$$

Für die plastische Zone wird angenommen, dass die Versetzungsdichte an ihren freien Enden verschwindet. Mit dieser Annahme kann die Ausdehnung der Zone aus folgender Existenzbedingung errechnet werden [Mus53], welche unter der Annahme einer verschwindenden Versetzungsdichte an der Spitze des Gleitbandes gültig ist (freely slipping crack):

$$\int_{-c}^c \frac{\sigma(x) dx}{\sqrt{c^2 - x^2}} = 0 \Rightarrow c = \frac{a}{\cos \left( \frac{\pi \sigma_A}{2 \sigma_F} \right)} \quad (2.12)$$

Vor den Rissspitzen bildet sich also bei mechanischer Belastung eine plastische Zone aus, deren Abmessung von der Risslänge, der angelegten Last und der Fließ-

spannung des Materials bestimmt ist. Die Versetzungen der plastischen Zone entstehen durch die Emission aus der Risspitze: Nach dem Modell von Lin und Thompson [Wee83] emittiert eine Risspitze unter Last Versetzungen, wobei jede emittierte Versetzung eine Rissverlängerung um einen Burgersvektor bewirkt. In Experimenten an einkristallinen Metallen konnten Vehoff und Neumann [Neu69], [Veh78] nachweisen, dass der Rissfortschritt langer Risse durch alternierende Gleitung bedingt ist, wie **Abbildung 2.5a, b** zeigt: Durch Emission von Versetzungen entlang einer Schar von günstig orientierten Gleitbändern kommt es zum Rissfortschritt. Mit zunehmender Belastung tritt durch die zunehmende Zahl emittierter Versetzungen Kaltverfestigung in den primären Gleitebenen auf; der weitere Rissfortschritt findet auf Gleitebenen mit der nächst günstigen Orientierung statt; bei jeder erneuten Belastung kommt es alternierend zu Rissfortschritt auf den Gleitbändern und damit zur Ausbreitung eines Ermüdungsrisse.

Bei kurzen Ermüdungsrisse ist die zyklische Spannung und die Zahl der emittierten Versetzungen oft nicht ausreichend, Gleitung auf mehreren Gleitebenen zu aktivieren: Kurze Ermüdungsrisse wachsen kristallographisch durch Versetzungsemission auf dem Gleitsystem mit der höchsten resultierenden Schubspannung [Sug06]. Bei Lastumkehr werden Versetzungen mit jeweils entgegengesetztem Vorzeichen von der Risspitze emittiert.

Rissfortschritt erfolgt also durch die Emission von Versetzungen aus der Risspitze. Offensichtlich ist die plastische Verschiebung der Risspitzen ein Maß für das Risswachstum innerhalb eines Zyklus. Beobachtungen von Otsuka et al [Ots85] zufolge ist der Zusammenhang zwischen der zyklischen plastischen Rissöffnungsverschiebung  $\Delta CTOD_{pl}$  und dem zyklischen Rissfortschritt  $da/dN$  gegeben durch:

$$\frac{da}{dN} = B(\Delta CTOD_{pl})^m \quad (2.13)$$

Wobei B den Anteil irreversibler Gleitung und m die Überlagerung verschiedener Rissöffnungsmoden beschreibt.

Die plastische Risspitzenverschiebung kann aus der Menge der emittierten Verset-

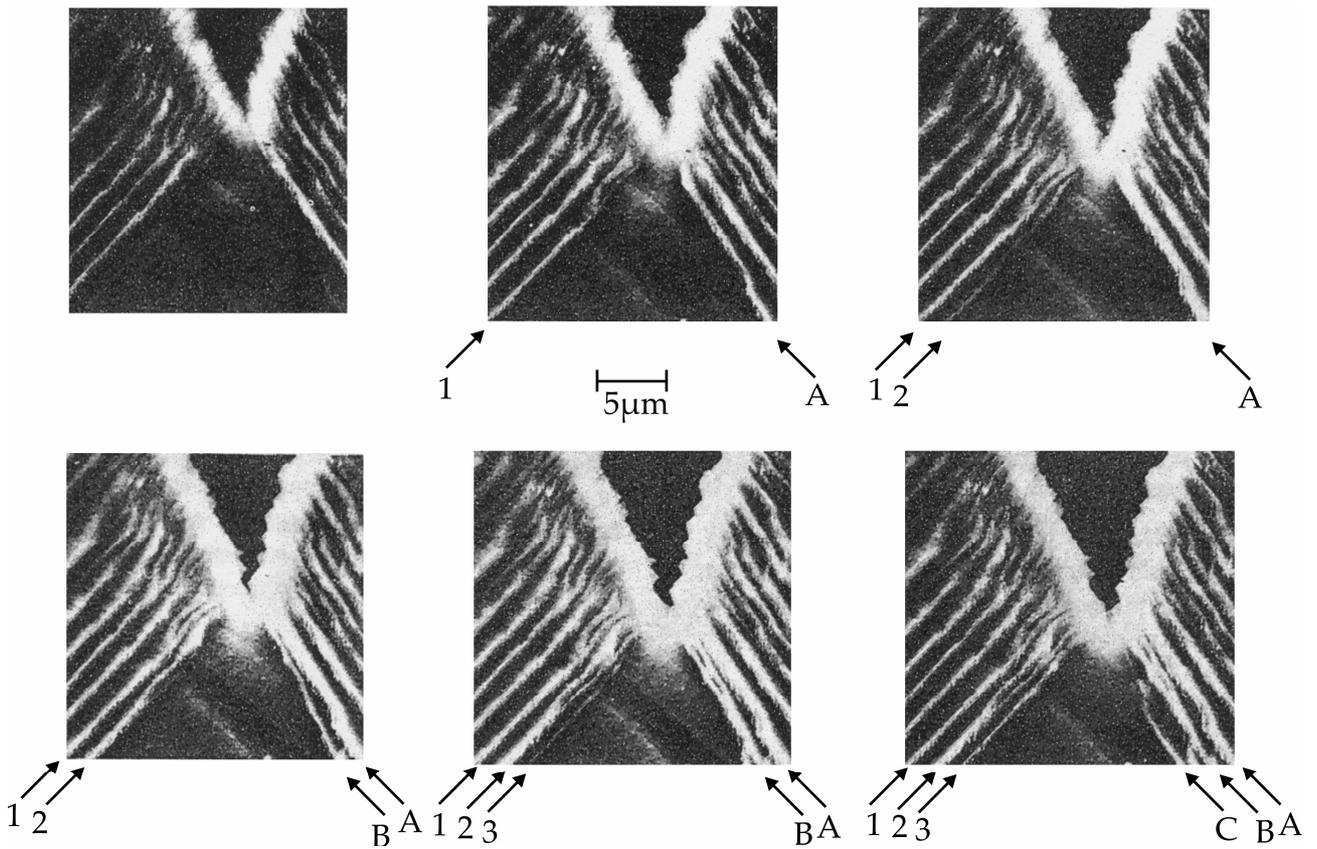


Abb. 2.5a: Sukzessive Bildung von Gleitbändern an einer Risspitze bei wiederholter Belastung, nach [Veh78].

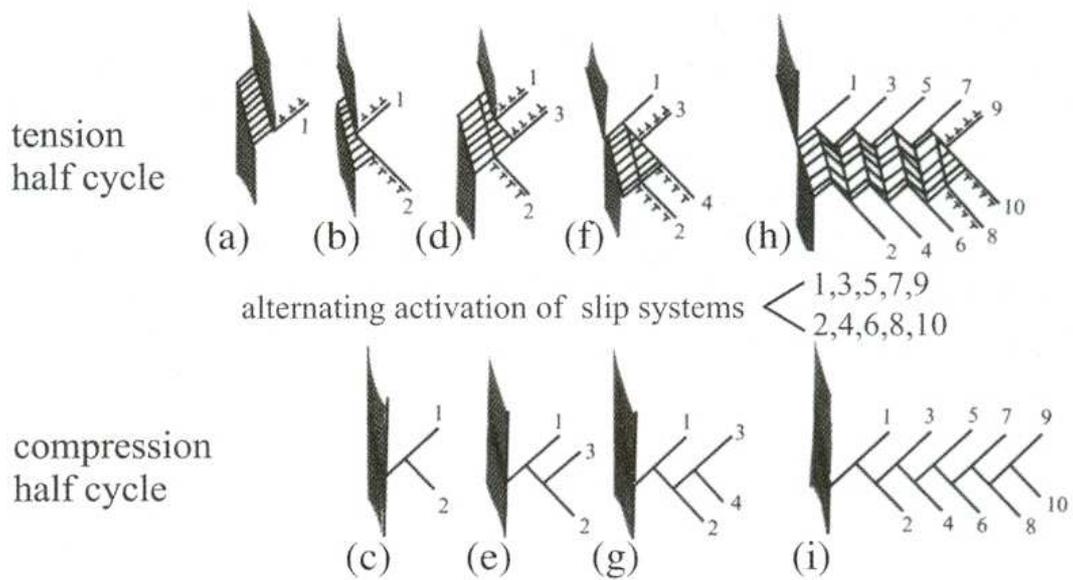


Abb. 2.5b: Rissfortschritt durch alternierende Gleitung nach [Neu69].

zungen in der plastischen Zone mit dem BCS Modell berechnet werden:

$$\Delta CTOD_{pl} = \int_a^c \varphi(x) dx = \frac{2\sigma_F a}{A} \ln\left(\frac{c}{a}\right) \quad (2.14)$$

Damit ist  $\Delta CTOD_{pl}$  eine Funktion der Größe der plastischen Zone. Im Falle langer Ermüdungsrissse ist die zyklische Belastung meist wesentlich geringer als die Fließspannung; dann können die Formeln für die Länge der plastischen Zone und  $\Delta CTOD_{pl}$  durch Taylor-Reihenentwicklung vereinfacht werden [Kru07]:

$$\rho = c - a \approx \frac{\pi}{8} \left(\frac{\Delta K}{\sigma_F}\right)^2, \quad \Delta CTOD_{pl} = A \left(\frac{\Delta K}{2\sigma_F}\right)^2 \quad (2.15)$$

Wobei  $\Delta K$  den zyklischen Spannungsintensitätsfaktor bezeichnet.

Bei langen Ermüdungsrissen kann also ein direkter Zusammenhang zwischen dem zyklischen Spannungsintensitätsfaktor und  $\Delta CTOD_{pl}$ , und damit mit dem Rissfortschritt postuliert werden.

Eine entsprechende Beziehung konnte experimentell gefunden werden: Paris und Erdogan [Par60] zeigten für lange Ermüdungsrissse die Gültigkeit folgender empirischer Beziehung:

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K^n \quad (2.16)$$

Mit den empirischen Konstanten  $C$  und  $n$  (**Abbildung 2.6**). Die Paris-Erdogan-Gleichung gilt jedoch nur für lange Risse. Die vereinfachten Beziehungen zwischen der plastischen Rissspitzenverschiebung und dem Spannungsintensitätsfaktor gelten nur für plastische Zonen, die klein gegen die Risslänge sind: Das  $K$ -Konzept ist also nur unter der Annahme gültig, dass die plastische Zone klein im Vergleich zu dem von  $K$  dominierten Gebiet ist. In diesem Fall wird davon ausgegangen, dass die Vorgänge innerhalb der plastischen Zone allein durch das umgebende,  $K$ -

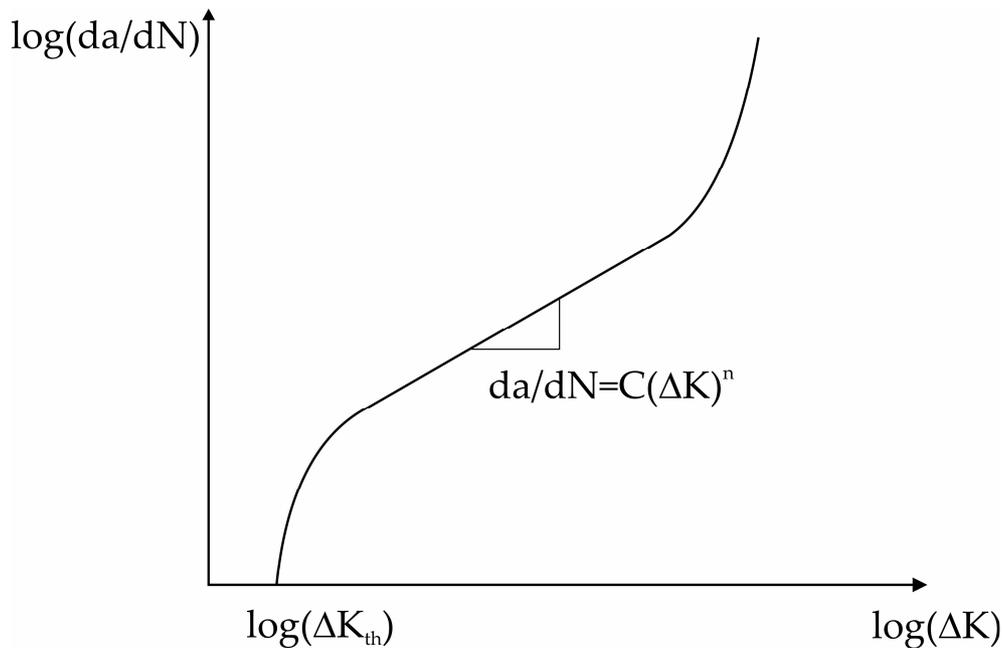


Abb. 2.6: Wachstum von Ermüdungsrissen nach Paris und Erdogan.

bestimmte Feld gesteuert werden. Der Spannungsintensitätsfaktor wird, ähnlich wie die Spannungen selbst, als eine Zustandsgröße angesehen, die ein Maß für die Belastung im Rissspitzenbereich ist [Gro01].

Diese Voraussetzungen gelten nicht für mikrostrukturell kurze Risse und entsprechend können diese Risse nicht durch die Paris-Erdogan-Gleichung beschrieben werden.

## 2.2 Rissinitiierung unter zyklischer Beanspruchung

Werkstoffermüdung durch Ausbreitung mikrostrukturell kurzer Risse beginnt in den meisten Fällen an der Oberfläche des Bauteils. Grundsätzlich wird Rissbildung durch raue Oberflächen begünstigt. Die Kerbwirkung lokaler Unebenheiten führt zu Spannungskonzentrationen und mehrachsiger Belastung. Aber auch an ebenen, polierten Oberflächen von Laborproben entstehen Risse zunächst an der Oberfläche. In vielkristallinen Werkstoffen ist in Körnern unter der Oberfläche oft Mehrfachgleiten notwendig, um die Kompatibilität der Verformung zu gewähren. Kör-

ner an der Oberfläche unterliegen geringeren Einschränkungen und es kann deshalb leichter zu einer Lokalisierung der Verformung auf wenigen Gleitebenen kommen [Mug92], [Mai98]. Experimentell konnte eine um mehrere Größenordnungen über die mittlere Dehnung überhöhte plastische Dehnung an der Oberfläche nachgewiesen werden [Neu92].

Die Rissinitiierung an der Oberfläche metallischer Werkstoffe unter zyklischer Belastung kann nach Krupp [Kru07] auf drei Ursachen zurückgeführt werden:

1. Rissinitiierung entlang persistenter Gleitbänder
2. Rissbildung durch elastische Anisotropie
3. Risswachstum an Poren und Einschlüssen

Welche dieser Ursachen dominiert, hängt vom untersuchten Werkstoff, der Mikrostruktur, den Umgebungsbedingungen und der Art der Belastung ab. Im Folgenden werden die unterschiedlichen Ursachen näher betrachtet.

### 2.2.1 Rissinitiierung entlang persistenter Gleitbänder

In metallischen Werkstoffen hoher Reinheit, frei von Ausscheidungen und Poren, findet zyklische Deformation und Rissinitiierung in lokalisierten Gleitbändern in den einzelnen Körnern statt. Dieses Verhalten gilt sowohl in Ein- wie auch in Vielkristallen [Neu87].

Die Existenz persistenter Gleitbänder (PGB) wurde erstmalig an einkristallinen Metallen nachgewiesen. Bei zyklischer plastischer Wechselverformung stellt sich im Verlauf der Belastung eine stabile Hysterese ein: Mit vorgegebener zyklischer plastischer Dehnung erreicht die Spannungsamplitude eine Sättigung. Grundlegende Untersuchungen zum mikrostrukturellen Charakter des zyklischen Spannungs-Dehnungsverhaltens an einkristallinem Kupfer zeigen ein Plateau der Sättigungsschubspannungsamplitude über einen weiten Bereich der plastischen Scherdehnungsamplitude (**Abbildung 2.7**). Für dieses überraschende Verhalten sind persistente Gleitbänder verantwortlich die nur in diesem Gebiet beobachtet werden. Die persistenten Gleitbänder bestehen aus einer Leiterstruktur von Versetzungen,

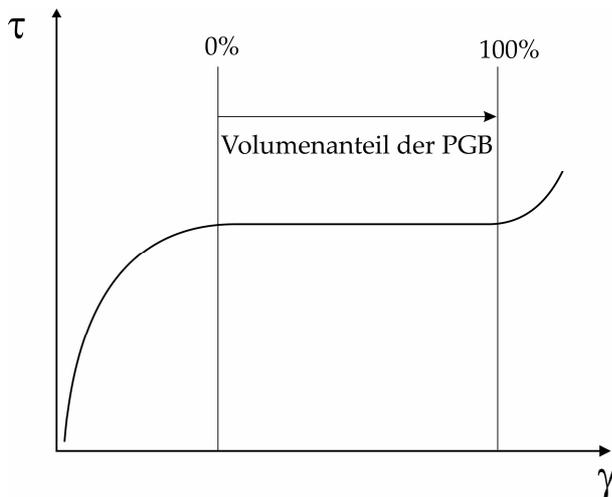


Abb. 2.7: Entstehung persistenter Gleitbänder bei zunehmender plastischer Scherdehnungsamplitude.

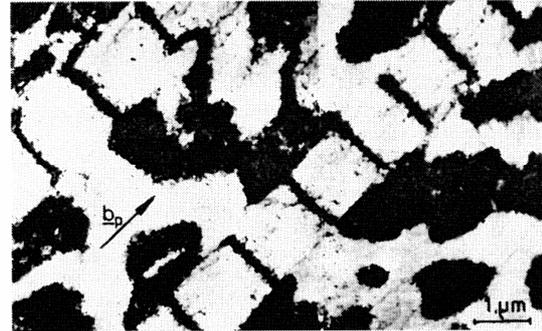


Abb. 2.8: Persistente Gleitbänder mit Leiterstruktur, TEM Aufnahme nach [Mug85]

die im Verlauf der zyklischen plastischen Dehnung erzeugt werden (**Abbildung 2.8**). Die Sprossen dieser Leitern bestehen aus dichten Anordnungen von Stufenversetzungen; zwischen den Sprossen befinden sich versetzungsarme Kanäle.

Die PGB sind deshalb von Bedeutung, weil sich in ihnen die plastische Verformung konzentriert. Das Plateau in der zyklischen Spannungs-Dehnungs-Kurve entsteht durch eine Erhöhung des Volumenanteils der PGB bei fortschreitender Lastspielzahl. Beobachtungen an vielkristallinem Kupfer dokumentieren, dass zwischen inneren Körnern und Körnern an der Oberfläche unterschieden werden muss. Ein PGB ist mit hoher plastischer Verformung verbunden, die nur dann problemlos möglich ist, wenn das PGB an der Oberfläche austreten kann. Somit ist die Bildung eines PGB in einem im Inneren des Werkstoffs liegenden Kornes unwahrscheinlicher als an der Oberfläche. Die PGB treten an der Oberfläche des Werkstoffs aus und bilden Gleitlinien. Die Bezeichnung „persistente Gleitbänder“ geht auf N. Thomson zurück, der beobachtete, dass nach Abpolieren der Oberfläche bei weiterer zyklischer Verformung die Linien genau wieder an den ursprünglichen Stellen auftraten. Aufgrund der hohen Gleitaktivität der PGB entwickeln die resultierenden Oberflächenbänder eine starke Rauigkeit, so dass der Werkstoff Intrusionen und Extrusionen aufweist [Chr98] (**Abbildung 2.9**). Diese stark lokalisierte Rauigkeit

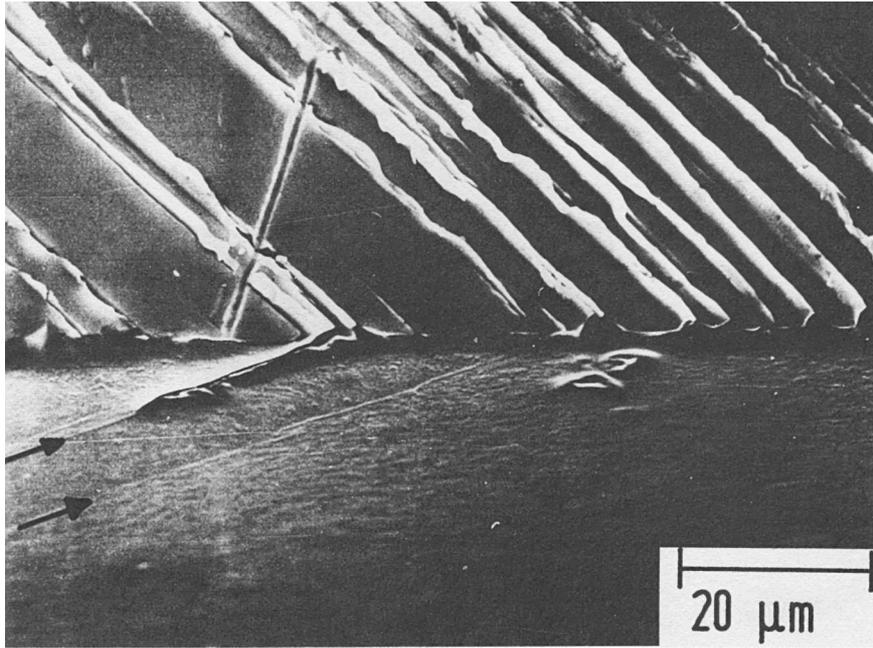


Abb. 2.9: Rissbildung an Extrusionen und Intrusionen, aus [Neu87].

führt zu Spannungsüberhöhungen. Zudem ist in Folge der hohen Versetzungskonzentration in den PGBs der Abbau von Spannungskonzentrationen durch weitere plastische Verformung eingeschränkt. Im Bereich zwischen den Aufwerfungen und Einsenkungen kommt es zur Rissbildung.

### 2.2.2 Rissinitiierung durch elastische Anisotropie

Bei mechanischer Belastung werden die elastischen Dehnungen und Verzerrungen kristalliner Materialien neben dem Betrag auch von der Richtung der angelegten Last beeinflusst. Polykristalline Werkstoffe verhalten sich aufgrund der Vielzahl der Kristallite oft makroskopisch isotrop, zeigen jedoch im Bereich der Mikrostruktur anisotropes Verhalten. Bei kleinen Deformationen gilt innerhalb eines Kornes in den meisten Fällen linear elastische Anisotropie:

$$\varepsilon_{ij} = S_{ijkl} \sigma_{kl} \quad (2.17)$$

Die Tensoren für Dehnung  $\varepsilon_{ij}$  und Spannung  $\sigma_{kl}$  sind im Allgemeinen ortsabhängig. Nehmen wir zunächst an, die Spannung sei über das Volumen der Probe konstant, die Dehnung innerhalb eines Kornes ergibt sich aus der linear elastischen Anisotropie. Die elastische Nachgiebigkeit  $S_{ijkl}$  ist über einen Tensor vierter Stufe definiert, der von der Orientierung des Bezugssystems relativ zu den kristallographischen Richtungen des Kornes bestimmt wird. Damit sind die Komponenten des Tensors unstetig an Korngrenzen, wo sich die Orientierung des Kristallgitters unstetig ändert. Eine kompatible Deformation erfordert jedoch stetige Dehnungen normal zu einer Korngrenze (andernfalls kommt es zum Bruch). Für die elastischen Dehnungen zweier Körner 1 und 2 muss deshalb im Bereich der Korngrenze folgende Bedingung erfüllt sein:

$$n_k (\varepsilon_{ik}^1 - \varepsilon_{ik}^2) = 0 \quad (2.18)$$

Diese Bedingung führt bei einer äußerlich konstanten Belastung zu lokalen Fluktuationen in der Spannung. An einer freien Oberfläche kommt es im Bereich von Korngrenzen zu singulären Spannungen, wie das folgende Beispiel zeigt [Neu87]: Betrachtet wird eine kontinuierliche Anordnung von Zwillingskörnern mit alternierender Orientierung (1 und 2) unter einachsiger Zugspannung  $\sigma^a$  (**Abbildung 2.10**). Die Zugspannung würde wegen der elastischen Anisotropie zu inkompatiblen Dehnungen führen;

$$\Delta \varepsilon_{ik} = (S_{iklm}^1 - S_{iklm}^2) \sigma_{lm}^a \quad (2.19)$$

Die Kompatibilität verursacht eine zusätzliche Spannung  $\pm \sigma^b$ , welche die unstetige Dehnung an der Korngrenze kompensiert:

$$\Delta \varepsilon_{ik} = n_k [S_{ijkl}^1 (\sigma_{ik}^a + \sigma_{ik}^b) - S_{ijkl}^2 (\sigma_{ik}^a - \sigma_{ik}^b)] = n_k [(S_{ijkl}^1 + S_{ijkl}^2) \sigma_{ik}^b] = 0 \quad (2.20)$$



also die Spannungsverteilung bei unstetiger Oberflächenbelastung. Im Bereich der Unstetigkeitsstellen (also an den Korngrenzen) sind derartige Spannungsverteilungen singular [Mus71]. Folglich kommt es lokal zu sehr hohen Spannungen, die auch bei geringen äußeren Lasten die Streckgrenze des Materials überschreiten können. Die Stärke der Spannungssingularität wird bestimmt durch die anisotropen elastischen Eigenschaften und ist zudem stark von der Orientierung der Korngrenzen abhängig. Analytische Lösungen können nur in den einfachsten Fällen gewonnen werden.

Die starke Spannungskonzentration im Bereich der Korngrenzen kann zu einem Bruch der Grenzfläche führen, oder - bei entsprechend günstiger Lage angrenzender Gleitsysteme - verstärkte Gleitbandaktivität verursachen, die Rissinitiierung in den angrenzenden Körnern begünstigt. In letzterem Fall spricht man von plastischer Anisotropie.

Der Einfluss plastischer Anisotropie zeigt sich vor allem bei hohen plastischen Dehnungsamplituden für reine Metalle. Rissinitiierung durch elastische Anisotropie an Korngrenzen tritt insbesondere bei Werkstoffen auf, die starke Anisotropie der elastischen Eigenschaften aufweisen oder eine Zug-Druck-Anisotropie der plastischen Verformung zeigen, wie beispielsweise hochreine, raumzentrierte Metalle [Mag79]. Sowohl unter statischer als auch unter zyklischer Last konnte anhand vereinfachter finite Elemente Modelle die Rissinitiierung an Korngrenzen mit den lokalen Spannungsüberhöhungen korreliert werden [Veh03], [Kup09].

Während persistente Gleitbänder sowie elastische und plastische Anisotropie bei reinen Metallen die Rissinitiierung dominieren, tritt bei technischen Legierungen eine weitere Ursache für die Rissentstehung auf: Risswachstum an Poren und Einschlüssen. Die durch diese Inhomogenitäten hervorgerufenen Spannungskonzentrationen können weit reichender und stärker sein als bei den anderen Mechanismen, so dass kritische Ermüdungsriss bei weit geringeren Spannungsamplituden auftreten.

### 2.2.3 Risswachstum an Poren und Einschlüssen

Die Rissbildung durch persistente Gleitbänder dominiert bei reinen Metallen und bei plastischen Dehnungsamplituden im Bereich oberhalb der technischen Streckgrenze. Bei technischen Werkstoffen hingegen kommt es bereits bei weit geringeren Belastungen zur Rissbildung. Die Rissbildung erfolgt in diesem Falle häufig nicht an den Korngrenzen, sondern an Poren und Einschlüssen, die eine noch stärkere Konzentration der lokalen Spannungen verursachen [Mor80]. Diese Fehlstellen sind bei wirtschaftlichen Produktionsprozessen grundsätzlich nicht zu vermeiden. Poren entstehen bei der Erstarrung aus der Schmelze bei endlichen Abkühlgeschwindigkeiten infolge unterschiedlicher thermischer Ausdehnung von erstarrten Kristalliten und Restschmelze. Vor allem Gusslegierungen auf Al-Basis (verwendet für Motorblöcke) und gerichtet erstarrten Ni-Basislegierungen (für Turbinenschaukeln in Flugzeugturbinen und stationären Gasturbinen) enthalten grundsätzlich Poren, deren Größe 100  $\mu\text{m}$  übersteigen kann. Nichtmetallische und intermetallische Einschlüsse finden sich häufig in hochfesten Stählen ( $\text{MnS}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Einschlüsse zeigen unterschiedliche elastische Eigenschaften im Vergleich mit der umgebenden Matrix. Infolgedessen lösen sich die Teilchen aus der Matrix - es bilden sich also Kerben - oder die Teilchen zerbrechen, so dass scharfe Anrisse entstehen.

Im Bereich von Poren und Kerben treten lokale Spannungsüberhöhungen auf. Deren Höhe und Reichweite wird bestimmt durch die Geometrie der Kerbe. Als Beispiel für die Spannungskonzentration kann eine elliptische Kerbe in einer unendlichen Platte unter einachsigen Zug nach Inglis betrachtet werden (**Abbildung 2.11**). Am Rand der Kerbe bei  $x = \pm a$  steigt die lokale Spannung in Richtung der Zugachse stark an:

$$\sigma_{\text{lokal}} = \sigma_0 \left( 1 + 2 \sqrt{\frac{a}{\rho}} \right) \quad (2.22)$$

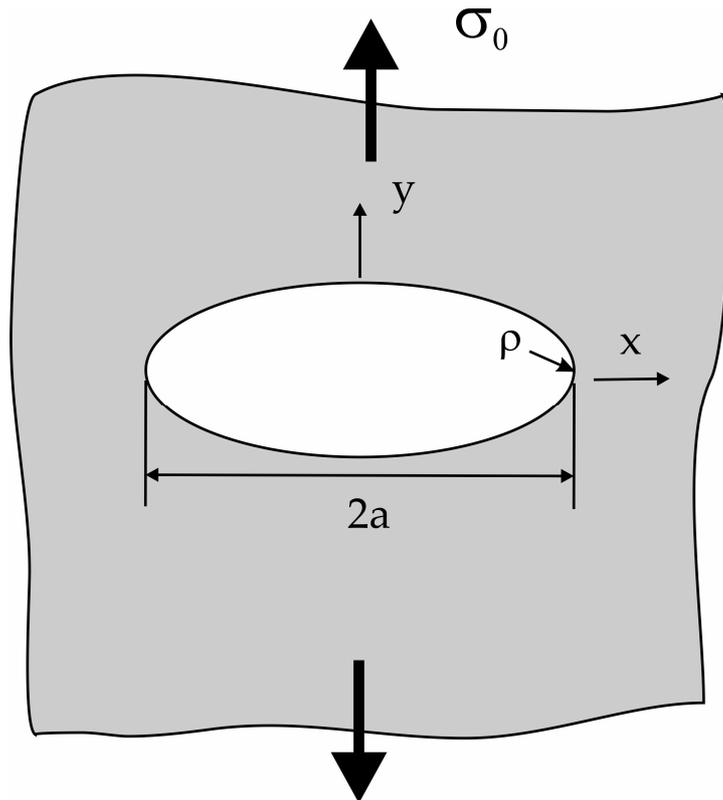


Abb. 2.11: Idealisierte Kerbe nach Inglis.

Je länger die Kerbe und je kleiner der Krümmungsradius  $\rho$  desto höher die lokale Spannung. Diese hohen lokalen Spannungen an Poren und Kerben führen im Verlauf zyklischer Belastung zur Rissbildung.

Die Spannungskonzentration ist vor allem bei Werkstoffen kritisch, die eine geringe Bruchdehnung aufweisen und die lokalen Belastungen nicht durch eine hohe plastische Deformation abbauen können (z. B. hochfeste Stähle). Auch bei Werkstoffen, die durch einen hohen Volumenanteil intermetallischer Ausscheidungen eine Festigkeitssteigerung erfahren, bilden sich in Folge der stark lokalisierten Gleitung an Kerben sehr scharfe Gleitbänder, die Risse einleiten (z. B. Nickelbasislegierungen).

### 2.3 Rissausbreitung mikrostrukturell kurzer Risse

Die Probleme, die sich bei der Beschreibung der mikrostrukturellen Rissausbreitung stellen, lassen sich nach Miller in vier Aspekte unterteilen [Mil82]:

1. Das Wachstum mikrostrukturell kurzer Risse kann im Gegensatz zu langen Rissen nicht mit der linear elastischen Bruchmechanik beschrieben werden.
2. Risse in der Größenordnung der Mikrostruktur haben eine ausgeprägt dreidimensionale Struktur.
3. Eine untere Grenze der zyklischen Last für die Rissbildung kann nicht eindeutig definiert werden.
4. Die umgebende Mikrostruktur (Korngröße, Textur, Einschlüsse, Gleitcharakter) beeinflussen die Rissausbreitung.

Der erste Aspekt ist bedingt durch die Rissgröße: Kurzrisswachstum tritt bei relativ hohen Lasten auf. Infolge dessen ist die plastische Zone vor den Rissspitzen nicht mehr klein gegen die Risslänge. Im Gegensatz zu langen Rissen kann die LEBM also nicht zur Beschreibung der lokalen Spannungen angewendet werden. Kurze Risse wachsen bei gleichem makroskopischen Spannungsintensitätsfaktor deutlich schneller als lange Risse, was auf die im Verhältnis größere plastische Zone zurückgeführt wird.

Die dreidimensionale Struktur mikrostruktureller Risse entsteht durch Rissausbreitung entlang günstig orientierter Gleitebenen. Deren Lage folgt aus der kristallographischen Orientierung des jeweiligen Kornes, so dass Risse nach dem Passieren mehrerer Korngrenzen einen komplizierten dreidimensionalen Pfad aufweisen können. Es werden zwei Stadien der Rissausbreitung unterschieden: Stadium I bezeichnet die kristallographische Rissausbreitung. Hat ein Riss eine Länge erreicht, bei der sich die plastische Zone und die Rissspitze über mehrere Körner erstrecken, breitet sich der Riss makroskopisch senkrecht zur Last in Stadium II aus. Innerhalb einzelner Körner kann auch hier ein zickzackförmiger Risspfad entlang verschiedener Gleitebenen erfolgen, der jedoch keinen signifikanten Einfluss auf die Rissausbreitung hat.

Der fehlende Schwellwert für Rissausbreitung wird häufig zurückgeführt auf das verminderte plastische Riss schließen mikrostrukturell kurzer Risse [Nis81], die sich entlang kristallographischer Richtungen in Mode II und Mode III öffnen.

Die Wechselwirkung mit der Mikrostruktur – der vierte Aspekt – hat bei der quantitativen Beschreibung der Rissausbreitung den größten Einfluss. Insbesondere Korn- und Phasengrenzen beeinflussen das Wachstum.

### 2.3.1 Der Einfluss von Korngrenzen auf die Rissausbreitung

Tokaji und Ogawa [Rit86] untersuchten die mikrostrukturelle Rissausbreitung in sechs Legierungen; kohlenstoffarmer Stahl, Stahl mit mittlerem Kohlenstoff-Gehalt, hochfester Stahl, Duplex-Stahl, 7075-T6 Aluminium und Titan. In allen Legierungen konnte ein ähnliches Ausbreitungsverhalten mikrostrukturell kurzer Risse beobachtet werden: Ausbreitungsraten verlangsamten in der Nähe von Korngrenzen, Tripelpunkten und Phasengrenzen. Die Spannungsintensität eines Risses wächst mit zunehmender Risslänge; entsprechend sollte bei wachsenden Rissen eine stetige Vergrößerung der plastischen Rissöffnung und damit eine kontinuierliche Beschleunigung erfolgen. In der Nähe mikrostruktureller Hindernisse wird jedoch das Gegenteil beobachtet: Trotz zunehmender Risslänge nimmt die Ausbreitungsgeschwindigkeit der Risse in der Nähe dieser Hindernisse ab. Die stärksten Wechselwirkungen werden bei Risslängen zwischen ein und drei Korndurchmessern beobachtet. Je geringer die Korngröße, desto stärker die Auswirkung des Hindernisses und desto länger die Lebensdauer des Werkstoffs. Zahlreiche Veröffentlichungen belegen, dass Korngrenzen in vielen technisch bedeutsamen Legierungen Hindernisse für kurze Risse darstellen [McC82], [Mei95], [McE98], [Zag02], [Mil87].

Mikrostrukturelle Rissausbreitung zeigt unter dem Einfluss von Korngrenzen einen oszillierenden Verlauf, schematisch dargestellt in **Abbildung 2.12**. Die Minima der Ausbreitungsraten fallen mit den Korngrenzen zusammen oder liegen in kurzem Abstand zu ihnen. Die Stärke der Wechselwirkung variiert für unterschiedliche me-

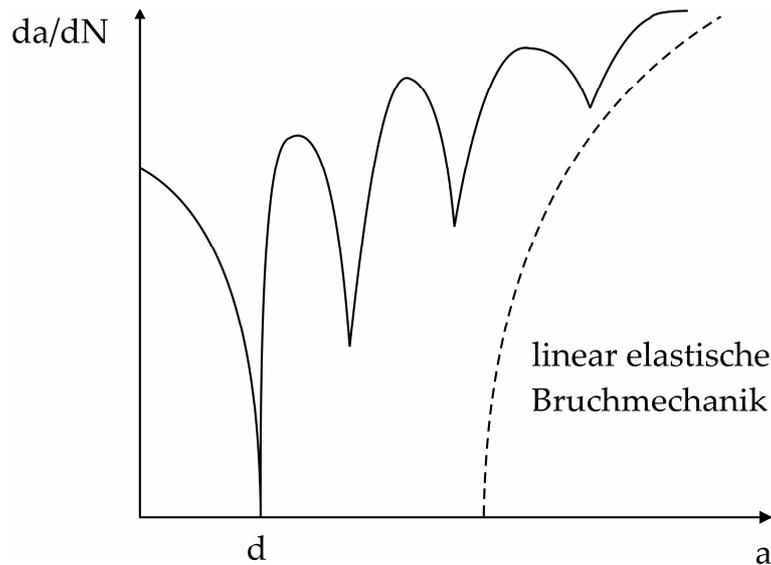


Abb. 2.12: Oszillierende Rissausbreitung mikrostruktureller Risse.

tallische Werkstoffe. So finden sich beispielsweise in kubisch flächenzentrierten Werkstoffen mit geringer Streckgrenze wie Nickel und alpha-Messing nur geringe Wechselwirkungen; entscheidend für die Lebensdauer ist hier gemäß Liu [Liu99] die Bildung, nicht die Ausbreitung kurzer Risse. In Konstruktionswerkstoffen wie hochfesten Stählen hingegen ist die Auswirkung der Korngrenzen besonders stark ausgeprägt. Untersuchungen an dem martensitischen Stahl F82H-mod [Mey02] zeigen, dass nahezu alle mikrostrukturellen Risse bereits von der ersten Korngrenze blockiert werden. Längere Risse, die zum Versagen des Werkstoffs führen, bilden sich ausschließlich durch das Zusammenlagern einer größeren Zahl von Rissen in benachbarten Körnern. Einzelne Risse können Korngrenzen nicht überwinden, erst die Überlagerung der Spannungsfelder benachbarter Risse ermöglicht ein Zusammenwachsen mehrerer Risse. Die Autoren konnten mit Hilfe von finite Elemente Berechnungen und stochastischen Modellen die Bildung von Rissnetzwerken in guter Übereinstimmung mit dem Experiment simulieren; die Ursache für die besonders starke Hinderniswirkung der Korngrenzen ist jedoch bisher nicht bekannt.

Das Verständnis der Mechanismen dieser Hinderniswirkung ist für verbesserte Lebensdauerkonzepte von hoher Bedeutung, denn die Ausbreitung mikrostrukturell kurzer Risse nimmt bis zu 90% der Lebensdauer metallischer Werkstoffe ein.

Die beobachtete Hinderniswirkung der Mikrostruktur eröffnet folgende Fragestel-

lung: **Warum werden Risse vor dem Erreichen einer Grenzfläche langsamer; wie „spürt“ ein Riss eine Korngrenze?**

Die Antwort auf diese Frage liegt in der plastischen Zone vor einer Risspitze. Wird die Ausdehnung der plastischen Zone durch eine Korngrenze blockiert, stauen sich die Versetzungen vor dem Hindernis auf. Dieser „pile up“ von Versetzungen erzeugt eine Rückspannung auf die Risspitze, welche einer weiteren Emission von Versetzungen in diesem Bereich entgegenwirkt; damit wird die Rissausbreitung verlangsamt.

Der Einfluss von Korngrenzen auf die Abmessung plastischer Zonen konnte mehrfach nachgewiesen werden [Ohr85], [Düb06]. Zhang und Edwards [Zha92], [Zha94], [Zha95] untersuchten die Ausdehnung der plastischen Zone mikrostrukturell kurzer Risse in Al7075. Mit Hilfe von Electron Channeling Pattern [Tek89] konnten plastische Deformationen ab 0,3% detektiert werden, so dass detaillierte Informationen über die räumliche Ausdehnung der plastischen Zonen kurzer Risse gewonnen wurden. Breiten sich diese ungehindert innerhalb eines Kornes aus, so entspricht ihre Länge nach Angabe der Autoren 25% der Risslänge unter den gegebenen Versuchsbedingungen (damit ist die LEBM nicht anwendbar). In der Nähe von Korngrenzen hingegen wurde eine Einschränkung der plastischen Verformung beobachtet. Plastische Zonen sind kürzer, wenn sie sich über eine Korngrenze erstrecken oder werden ganz von der Korngrenze blockiert. Dabei korrelierte die Rissausbreitungsrate mit der Länge der plastischen Zone; je stärker die Einschränkung, desto geringer die Rissausbreitungsrate. Die Unterschiede in der Hinderniswirkung einzelner Korngrenzen werden von den Autoren auf die unterschiedlichen Orientierungsbeziehungen benachbarter Körner zurückgeführt. Je größer der Winkel zwischen den Gleitebenen der einzelnen Körner desto stärkere Einschränkungen der plastischen Zonen werden gemessen. Diese Beobachtungen werden durch die Wechselwirkung von Versetzungen erklärt: Bekanntlich sind die Wechselwirkungskräfte zwischen Versetzungen stark abhängig von der gegenseitigen Orientierung. Somit ist die Spannung, die ein pile up an einer Korngrenze auf Versetzungsquellen im Nachbarkorn induziert, abhängig von der Orientierung der jeweiligen Gleitsysteme und Burgersvektoren. Kleine Orientierungsunterschiede

benachbarter Körner begünstigen die Transmission plastischer Zonen, während große Winkel zwischen den Gleitsystemen im Allgemeinen geringe Spannungen auf die Versetzungsquellen des Nachbarkorns bewirken. Die Autoren sehen die Initiierung plastischer Zonen in benachbarten Körnern als bestimmenden Faktor für die Rissausbreitung an.

Zu dem an der Oberfläche nachweisbaren Effekt mikrostruktureller Barrieren auf die Ausbildung plastischer Zonen kommen weitere, topologische Effekte, die die Rissausbreitung behindern:

- Geometrisch bedingtes Riss schließen

Ändert der Risspfad beim Überschreiten einer Korngrenze die Richtung, kann es unter Last zu einer gegenseitigen Verschiebung der Rissflanken kommen. Die Rissöffnung wird vermindert und geometrisch bedingtes Riss schließen kann eintreten, wie schematisch in **Abbildung 2.13** dargestellt [Pip94], [Sur85], [Min81]. Entsprechend wird die resultierende Spannung im Bereich der Risspitze reduziert.

- Missorientierung entlang der Korngrenze

Untersuchungen der Rissausbreitung anhand des Rissverlaufs an der Oberfläche zeigen ein Abknicken der Ausbreitungsrichtung um einen Winkel  $\Phi$  beim Überqueren von Korngrenzen. Dieser Winkel hängt wie beschrieben von den jeweiligen kristallographischen Orientierungen der Körner ab. Ein wesentlicher Einflussfaktor auf die Hinderniswirkung einer Korngrenze kann jedoch aus Betrachtungen der Oberfläche nicht abgeleitet werden: Unter der Oberfläche, entlang der Korngrenzebene, sind die Gleitebenen der Rissausbreitung gegeneinander um einen Winkel  $\xi$  verdreht (**Abbildung 2.14**). Untersuchungen von Zhai et al [Zha00], [Zha05] zeigen, dass Korngrenzen, die einen großen Winkel  $\xi$  aufweisen, Rissausbreitung besonders stark behindern. Die Autoren untersuchten die kristallographische Orientierung von kurzen Oberflächenrissen in Aluminum-Legierungen. Zudem studierten sie deren Verlauf unter der Oberfläche auf den Bruchflächen. Die Beobachtungen zeigen, dass bei großem Drehwinkel  $\xi$  Rissausbreitung zusätzlich auf einer zweiten Gleitebene in stetigem Wechsel erfolgt (**Abbildung 2.15**). Auf diese Weise wird die Oberfläche, die entlang der Korngrenze gebildet werden muss (und die mit dem Winkel  $\xi$  skaliert) minimiert. Vergleichbare Beobachtungen finden sich

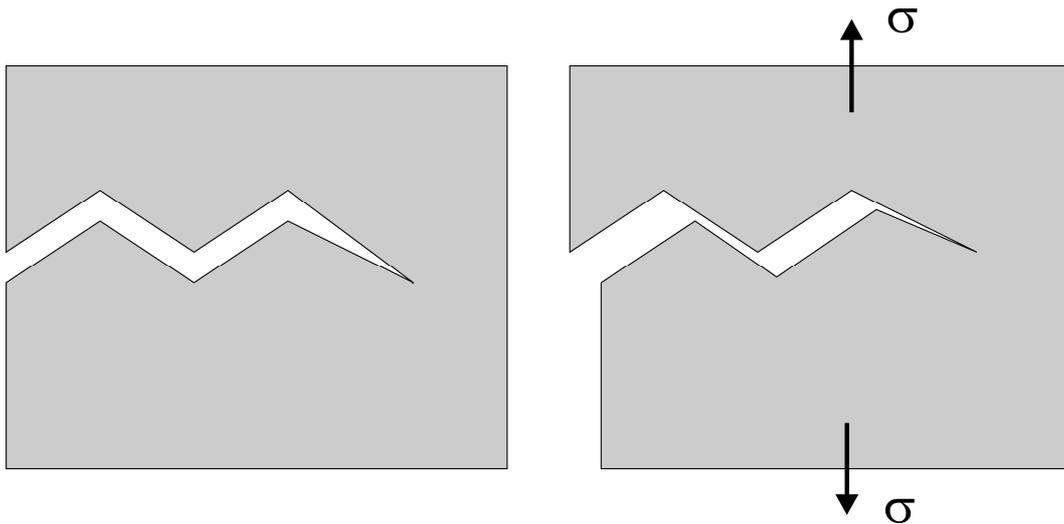


Abb. 2.13: geometrisch bedingtes Riss schließen; unter Last setzen die Rissflanken im Bereich der Risspitze auf.

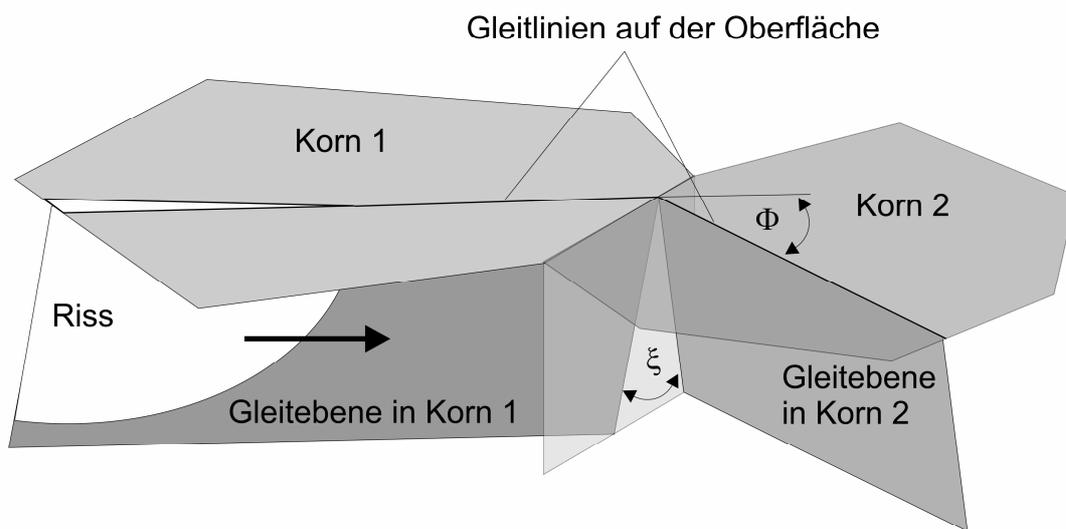


Abb. 2.14: Dreidimensionale Rissausbreitung.

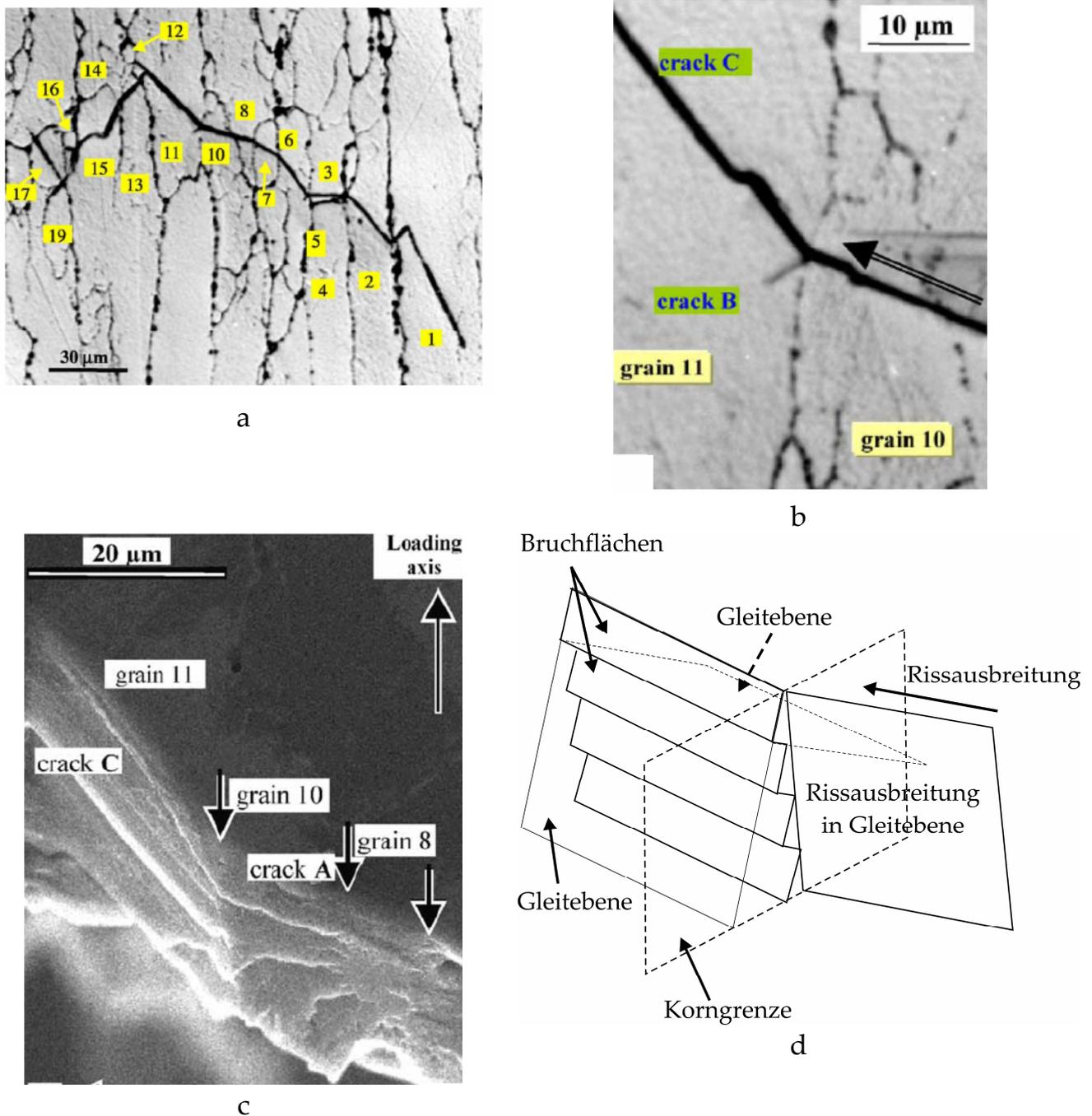


Abb. 2.15: Rissaufspaltung auf mehrere Gleitebenen, nach [Zha05]. a.: Kristallographische Rissausbreitung an der Probenoberfläche. b.: Detail aus a. c.: unter der Oberfläche spaltet der Riss an der Korngrenze von Korn 10 zu 11 auf zwei Ebenen auf. d.: schematische Darstellung der Rissaufspaltung.

auch bei [Boy94]; dreidimensionale Studien mit Hilfe von Synchrotron-Tomographie wurden zudem an einzelnen Rissen ausgeführt [Buf06], [Lud03]. Zhai et al leiten aus ihren Beobachtungen ein qualitatives Modell ab:

Erreicht ein halbkreisförmiger Oberflächenriss eine Korngrenze, entsteht im Nach-

barkorn ein oberflächennaher Rissfortsatz auf der Gleitebene mit der höchsten Schubspannungsamplitude. Wenn diese Ebene einen großen Drehwinkel aufweist, muss im Verlauf des Wachstums ein zunehmend größerer Bereich entlang der Korngrenze überwunden werden, um den Rissfortschritt in der Tiefe zu gewähren. Damit kommt es entweder zum Rissstopp oder zur Aktivierung einer zweiten Gleitebene, die den beschriebenen alternierenden Verlauf und damit eine Reduzierung der zu bildenden Oberfläche an der Korngrenze erlaubt. Entlang dieser Ebene wirkt jedoch eine geringere effektive Schubspannung. Zudem wird die zu bildende Oberfläche im Nachbarkorn für weiteren Rissfortschritt erhöht, denn der alternierende Rissverlauf setzt sich jenseits der Korngrenze fort. Diese dreidimensionalen Aspekte werden als effektive Hindernisse für kristallographische Rissausbreitung identifiziert. Versuche der Autoren an zwei Aluminium-Legierungen AA8090 und AA2060 mit unterschiedlichen Texturen (Goss- bzw. Brass-Textur) unterstützen das Modell: Proben mit einer Textur, die große Drehwinkel begünstigt, zeigen im Ermüdungsversuch eine größere Anzahl von Rissen, die an der ersten Korngrenze blockiert werden, als Proben mit potentiell geringen Drehwinkeln entlang der Korngrenzen. Diese geometrische Hinderniswirkung ist bisher nur qualitativ bestimmt. Eine detaillierte Studie über den Einfluss der Orientierung der Korngrenze auf Morphologie und Größe der Stufen im Rissverlauf sowie deren kristallographische Orientierungen und quantitative Hinderniswirkung liegt bislang jedoch nicht vor.

Die große Zahl experimenteller Beobachtungen zusammen mit der technischen Relevanz der mikrostrukturellen Rissausbreitung hat in den vergangenen 50 Jahren zu zahlreichen theoretischen Modellen geführt. In diesem Zusammenhang haben sich vor allem Modelle auf der Basis kontinuierlich verteilter Versetzungen bewährt, auf die im folgenden Abschnitt näher eingegangen wird.

### 2.3.2 Modellierung der mikrostrukturellen Rissausbreitung

Es existieren zahlreiche empirische und semi-empirische Modelle für die mikrostrukturelle Rissausbreitung, die für die jeweils untersuchten Werkstoffe eine gute Anpassung an experimentelle Daten erlauben. Eine Übersicht findet sich beispielsweise in [Kru07]. Dennoch ist eine Lebensdauerabschätzung auf der Basis empirischer Modelle problematisch: Während empirische Modelle die Auswirkung von Korngrenzen auf die Rissausbreitung nur im Mittel beschreiben können, zeigen gemessene Rissausbreitungsraten große Streuungen zwischen individuellen Rissen um mehrere Zehnerpotenzen. In **Abbildung 2.16** ist dies am Beispiel des Modells von Chan und Lankford verdeutlicht [Cha83]. Bei diesem Modell wird die Rissausbreitungsgeschwindigkeit durch die mittlere Korngröße  $d$  und einen gemittelten Orientierungsfaktor  $\Theta$  benachbarter Gleitsysteme wie folgt erfasst:

$$\frac{da}{dN} = C\Delta K \left( 1 - \Theta \left[ \frac{d - (d - 2a)}{d} \right]^m \right)^2 \quad (2.23)$$

Das Modell beschreibt die experimentell beobachtete Rissausbreitung qualitativ, jedoch mit großen Streuungen. Solche Modelle können also zu nicht-konservativen Abschätzungen der Lebensdauer führen. Um die starken Streuungen und deren Ursachen verstehen und beschreiben zu können, sind physikalisch basierte Modelle notwendig, mit denen die Auswirkungen individueller Korngrenzen auf die Rissausbreitung quantifiziert werden können.

Die bekanntesten physikalisch basierten Modelle bauen auf dem BCS-Modell auf und gehen auf Tanaka [Tan86] sowie Navarro und De Los Rios zurück [Nav88]. Ausgangspunkt des Modells ist ein Riss der Länge  $2a$  in der Mitte eines Kornes mit Durchmesser  $2d$ . Von den Risspitzen breiten sich plastische Zonen über die Länge  $2c$  aus (**Abbildung 2.17a**). Angenommen wird eine kristallographische Ausbreitung in Stage I unter Schub (Mode II), entsprechend werden Riss und plastische Zone

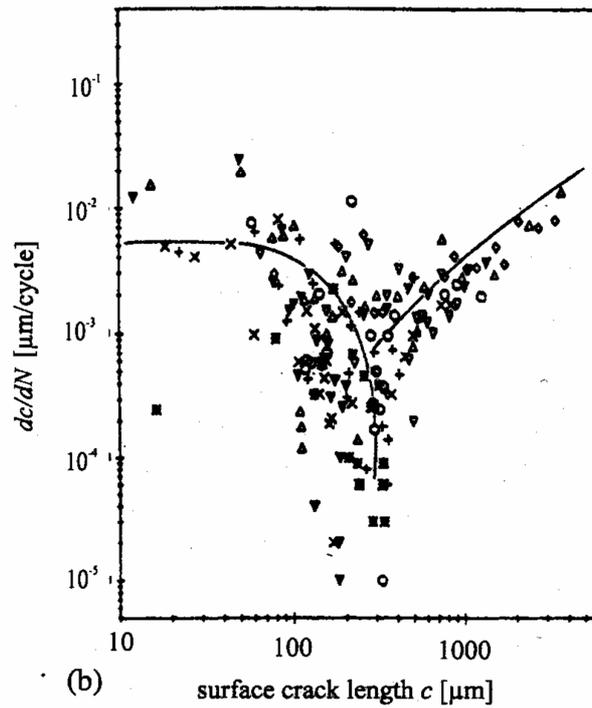


Abb. 2.16: Empirisches Modell der mikrostrukturellen Rissausbreitung, [Cha83].

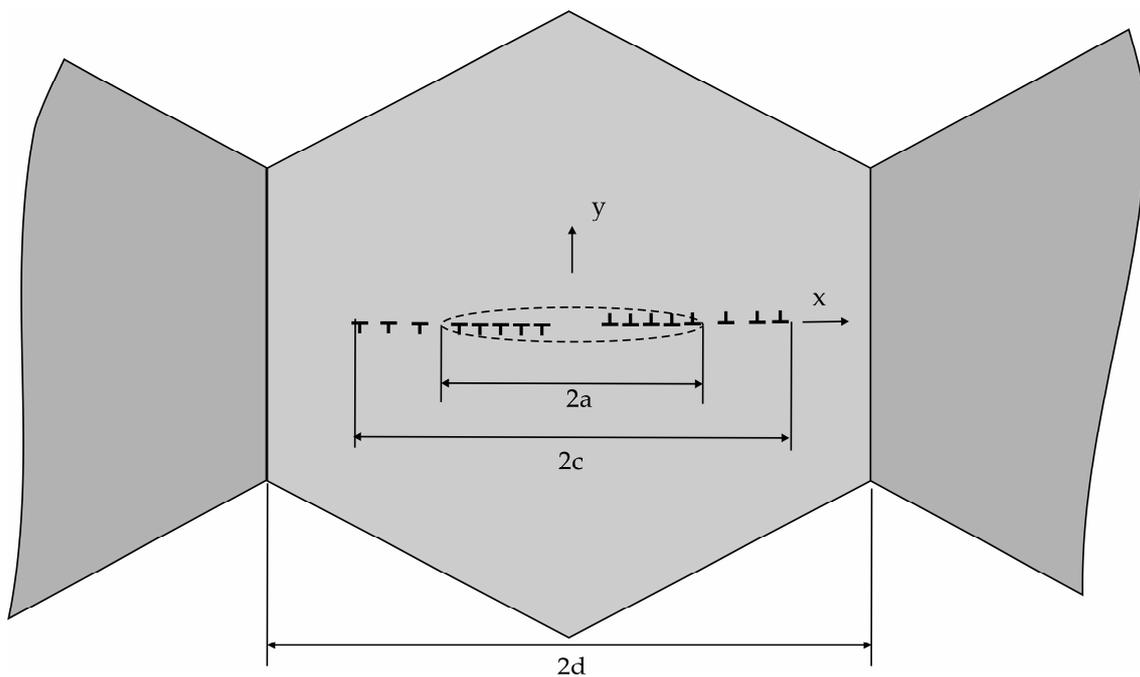


Abb. 2.17a: Ungestörte Rissausbreitung, Darstellung des Risses und der plastischen Zone durch kontinuierlich verteilte Versetzungen.

durch Stufenversetzungen mit Burgersvektor in x-Richtung dargestellt<sup>3</sup>. Damit wird berücksichtigt, dass sich mikrostrukturelle Risse oft kristallographisch in Stage I auf den Gleitebenen mit der höchsten resultierenden Schubspannung ausbreiten. Rissausbreitung wird gemäß einem Potenzgesetz (siehe Abschnitt 2.1) angenommen, in Abhängigkeit der zyklischen plastischen Risspitzenverschiebung  $\Delta CTSD_{pl}$  (cyclic Crack Tip Sliding Displacement, analog CTOD für Risse in Mode I):

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta CTSD_{pl})^n \quad (2.24)$$

Belastungsparameter ist die wirkende Schubspannung entlang der x-Richtung. Der Riss kann mit dem BCS-Modell beschrieben werden, solange sich die plastische Zone frei im Korn ausbreitet und nicht auf die Korngrenzen trifft. Um die Größe der plastischen Zone bei zyklischer Belastung unabhängig von dem Spannungsverhältnis zu berechnen, kann das Modell wie folgt modifiziert werden [Wil01]: Nach Belasten des Risses mit der Spannung  $\tau$  wirkt in der plastischen Zone eine Schubspannung in Höhe der Reibspannung  $\tau^*$  des Gitters<sup>4</sup>. Bei Lastumkehr wirkt eine Spannung von  $(1-R)\tau$  den Versetzungen entgegen und eine Reibspannung von  $2\tau^*$  muss überwunden werden: Die Spannung in der „alten“ plastischen Zone  $\tau^*$  vor dem Lastwechsel muss durch Versetzungen entgegengesetzten Vorzeichens überwunden werden, die in der neu gebildeten plastischen Zone mit der Reibspannung  $-\tau^*$  im Gleichgewicht stehen. Dieser Vorgang setzt sich zyklisch fort<sup>5</sup>. Damit ergibt sich nach dem BCS-Modell für die Länge der plastischen Zone und für  $\Delta CTSD_{pl}$ :

<sup>3</sup> Eine Darstellung für Rissöffnung in Mode drei kann analog mit Schraubenversetzungen in z-Richtung erfolgen

<sup>4</sup> Diese Spannung ist die Fließspannung der Versetzungen auf der Gleitebene.

<sup>5</sup> Der Faktor R bezeichnet als Quotient aus Ober- und Unterspannung im zyklischen Versuch das Spannungsverhältnis.

$$c = \frac{a}{\cos\left(\frac{\pi(1-R)\tau}{4\tau^*}\right)}, \quad \Delta CTSD_{pl} = \frac{4\tau^* a}{\pi^2 A} \ln\left(\frac{c}{a}\right) \quad (2.25)$$

Erreicht die plastische Zone im Verlauf des Risswachstums die Korngrenze (es gilt  $c = d$ ), wird sie von letzterer blockiert; die Versetzungen stauen sich an der Korngrenze auf (**Abbildung 2.17b**). Mathematisch ergibt sich in dem Modell durch den Aufstau eine singuläre Versetzungsdichte an der Korngrenze. Die Lösung der singulären Integralgleichung für die Versetzungsdichte ist unter dieser Bedingung [Mus73]:

$$\begin{aligned} \varphi(x) &= \frac{\beta\tau(1-R)}{\pi A} \frac{x}{(d^2 - x^2)^{1/2}} + \frac{2\tau^*}{\pi^2 A} f \\ \beta &= 1 - \left(\frac{4\tau^*}{\pi\tau(1-R)}\right) \arccos\left(\frac{a}{d}\right) \\ f &= \ln \left| \frac{x\sqrt{d^2 - a^2} + a\sqrt{d^2 - x^2}}{x\sqrt{d^2 - a^2} - a\sqrt{d^2 - x^2}} \right| \end{aligned} \quad (2.26)$$

Auch hier kann die plastische Risspitzenverschiebung berechnet werden:

$$\Delta CTSD_{pl} = \left(\frac{\beta\tau(1-R)}{\pi A}\right) (d^2 - a^2)^{1/2} + \left(\frac{4\tau^* a}{\pi^2 A}\right) \ln\left(\frac{d}{a}\right) \quad (2.27)$$

Man sieht, dass im Falle des blockierten Gleitbandes  $\Delta CTSD_{pl}$  abnimmt, wenn sich der Riss der Korngrenze nähert: Das Spannungsfeld der aufgestauten Versetzungen wirkt der Rissöffnung entgegen (**Abbildung 2.18**). Folglich kommt es trotz zunehmender Risslänge in diesem Bereich zu einer abnehmenden Ausbreitungsgeschwindigkeit. Aus der Gleichgewichtslänge der plastischen Zone und den empirischen Konstanten  $C$  und  $n$  des Risswachstumsgesetzes kann die Verlangsamung eines Risses vor einer Korngrenze berechnet werden.

Es stellt sich die Frage: Wie überwindet ein Riss eine Korngrenze?

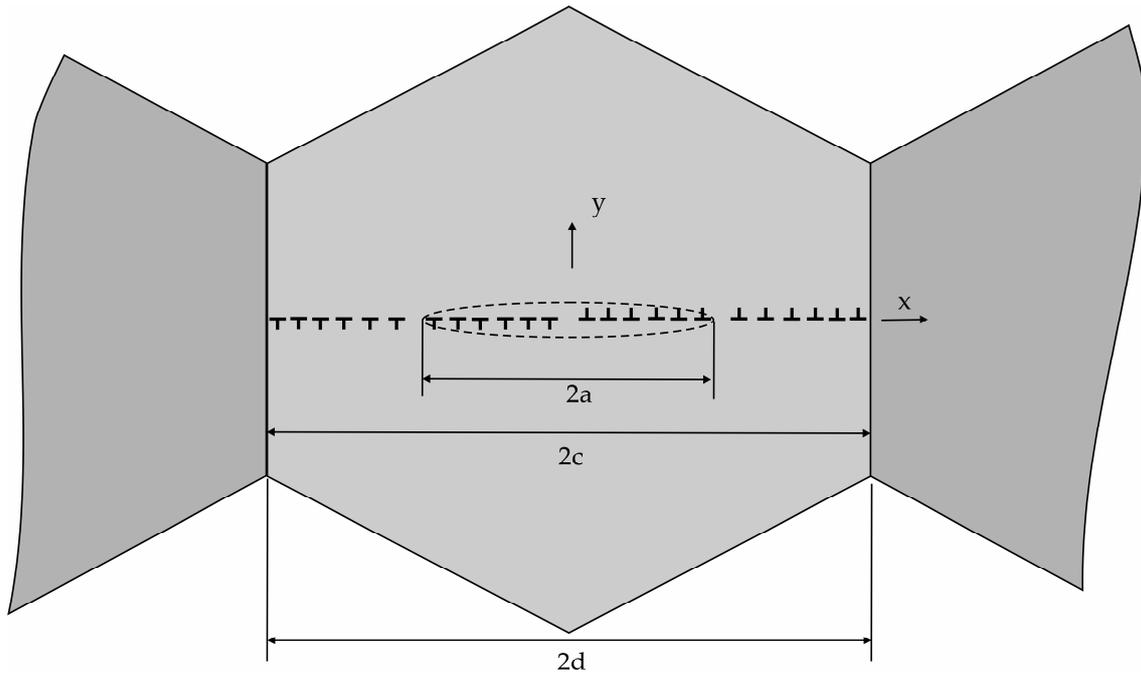


Abb. 2.17b: Aufstau der Versetzungen in der plastischen Zone an der Korngrenze.

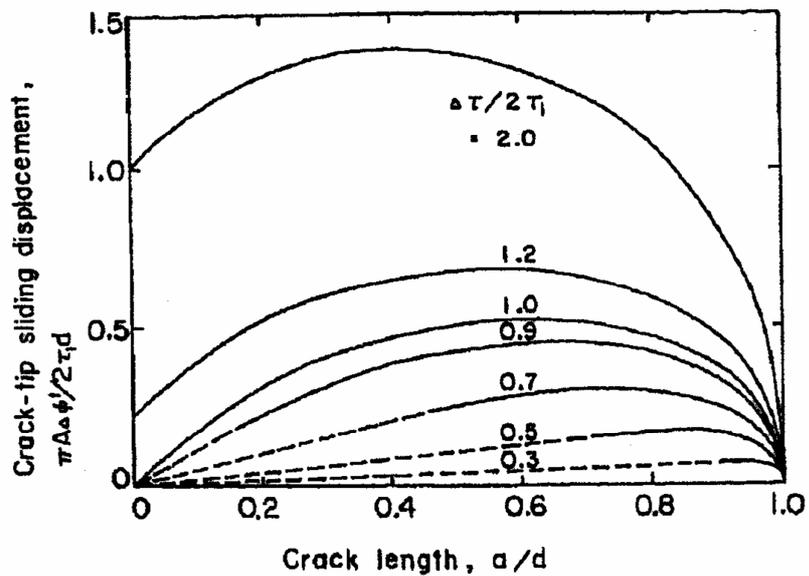


Abb. 2.18: Verminderung der plastischen Risspitzenverschiebung für verschiedene Verhältnisse von Spannungsamplitude zu Reibspannung nach [Tan86].

Die Modelle berufen sich in diesem Zusammenhang auf die Spannungssingularität der aufgestauten Versetzungen vor der Rissspitze, analog dem Modell von Hall und Petch. Betrachtet man die Versetzungsdichte der aufgestauten Versetzungen vor der Korngrenze fällt auf, dass die Singularität der eines BCS-Risses entspricht (siehe oben). Analog lässt sich damit ein mikroskopischer Spannungsintensitätsfaktor ableiten [Tan86]:

$$\Delta K^m = \pi A \sqrt{2\pi} \lim_{x \rightarrow c} [\sqrt{c-x} \varphi(x)] = \beta \tau (1-R) \sqrt{\pi c} \quad (2.28)$$

Nach Tanaka wird die Korngrenze überwunden, wenn diese Spannungsintensität einen kritischen Wert erreicht. Navarro und De Los Rios hingegen gehen davon aus, dass die Korngrenze überwunden wird, wenn im benachbarten Korn durch die Spannungsüberhöhung Versetzungsquellen aktiviert werden und Gleitung einsetzt. Darin liegt der wesentliche Unterschied der Modelle begründet, mathematisch sind sie äquivalent. Experimentelle Daten, die eine genauere Quantifizierung erlauben, liegen nicht in ausreichendem Maße vor. Zahlreiche experimentelle Studien belegen den Effekt von Korngrenzen auf die Rissausbreitung, allerdings können nur systematische Experimente, bei denen alle Einflussparameter quantifiziert sind, sichere Aussagen ermöglichen.

Wenn die Korngrenze überwunden ist, breitet sich die plastische Zone im Nachbarkorn aus (**Abbildung 2.19**). Hier gilt wieder der Fall der ungestörten Rissausbreitung. Bei der mathematischen Beschreibung müssen jedoch die unterschiedlichen Orientierungen benachbarter Körner und damit die unterschiedlichen resultierenden Schubspannungen auf den Gleitbändern berücksichtigt werden. Bezeichnet  $\sigma$  die angelegte Oberspannung und  $n_1, n_2$  die Schmidfaktoren der Gleitebenen der benachbarten Körner, so ist Gleichung für die Versetzungsverteilung:

$$\tau(x) + A \int_{-c}^c \frac{\varphi(t) dt}{x-t} = 0, \quad \tau(x) = \begin{cases} (1-R)n_1\sigma, & |x| < a \\ (1-R)n_1\sigma - 2\tau^*, & a < |x| < d \\ (1-R)n_2\sigma - 2\tau^*, & d < |x| < c \end{cases} \quad (2.29)$$

Bei dieser vereinfachten Betrachtung wird die Orientierungsabhängigkeit der Wechselwirkung der kontinuierlich verteilten Versetzungen, die Riss und plasti-

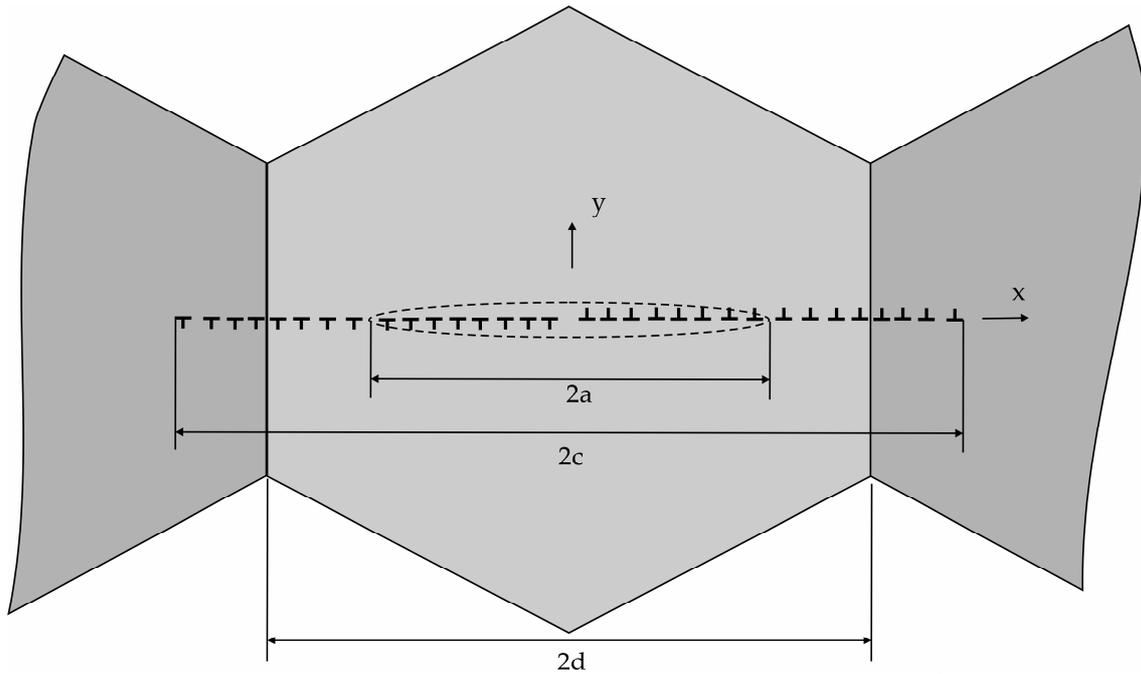


Abb. 2.19: Eindimensionales Modell der Rissausbreitung nach Überwinden der Korngrenze.

sche Zone beschreiben, jedoch nicht berücksichtigt. Im Bezug auf die Wechselwirkung dieser Versetzungen handelt es sich um ein eindimensionales Modell. Das Tanaka-Modell verwendet eine Substitution, die Orientierungsunterschiede werden auf eine effektive Reibspannung umgerechnet:

$$\begin{aligned} \tau^* &= \tau_1, \quad (1-R)n_1\sigma - 2\tau_1 = (1-R)\tau - 2\tau_1, \\ (1-R)n_2\sigma - 2\tau_1 &= (1-R)\tau - 2\tau_2, \quad \tau_2 = \frac{1}{2}(1-R)n_1\sigma - \frac{1}{2}(1-R)n_2\sigma + \tau_1 \end{aligned} \quad (2.30)$$

Damit vereinfacht sich obige Gleichung entsprechend:

$$\tau(x) + A \int_{-c}^c \frac{\varphi(t) dt}{x-t} = 0, \quad \tau(x) = \begin{cases} (1-R)\tau, & |x| < a \\ (1-R)\tau - 2\tau_1, & a < |x| < d \\ (1-R)\tau - 2\tau_2, & d < |x| < c \end{cases} \quad (2.31)$$

Die Länge der plastischen Zone wird wie folgt berechnet:

$$\arccos\left(\frac{a}{c}\right) + \left(\frac{\tau_2}{\tau_1} - 1\right) \arccos\left(\frac{d}{c}\right) = \frac{\pi(1-R)\tau}{4\tau_1} \quad (2.32)$$

Die plastische Rissspitzenverschiebung ergibt sich zu:

$$\Delta CTSD_{pl} = \left(\frac{4\tau_1 a}{\pi^2 A}\right) \ln\left(\frac{c}{a}\right) + \left(\frac{2\tau_2 - 2\tau_1}{\pi^2 A}\right) g(a; c, d) \quad (2.33)$$

$$g(a; c, d) = d \cdot \ln \left| \frac{\sqrt{c^2 - d^2} + \sqrt{c^2 - a^2}}{\sqrt{c^2 - d^2} - \sqrt{c^2 - a^2}} \right| - a \cdot \ln \left| \frac{a\sqrt{c^2 - d^2} + d\sqrt{c^2 - a^2}}{a\sqrt{c^2 - d^2} - d\sqrt{c^2 - a^2}} \right|$$

Damit ist ein Modell gegeben zur Beschreibung der Wechselwirkung mikrostruktureller Risse mit Korngrenzen. Die Retardation der Ausbreitungsrate wird auf die Rückspannung aufgestauter Versetzungen der plastischen Zone zurückgeführt; das Überwinden der Korngrenze ist über eine mikroskopische Spannungssingularität an die Risslänge gekoppelt und kann zudem orientierungsabhängig variieren. Das Modell wurde von zahlreichen Autoren modifiziert, um verschiedene zusätzliche Aspekte zu berücksichtigen; Kaltverfestigung [Xin92], variable Spannungsamplituden [Jam96] und verschiedene Texturen [Wil01] können betrachtet werden.

Eine wesentliche Erweiterung des Modells wurde von Schick [Sch04] und Künkler [Kün06] gegeben. Mit Hilfe der numerischen Boundary Element Methode (BEM) simuliert das Modell die Rissausbreitung in einem zweidimensionalen Gefüge. Riss und plastische Zone werden durch Boundary Elemente dargestellt. Diese Elemente enthalten Versetzungsdipole, welche jedoch nicht an die Kristallorientierung gebunden sind. Vielmehr repräsentieren sie die Verschiebungen und Verzerrungen in der Umgebung des Risses und der plastischen Zone, vergleichbar mit den kontinuierlich verteilten Versetzungen des BCS-Modells, wobei der Burgersvektor ein Maß für die Verschiebung ist. Die Elemente können neben Scherung (auf den Gleitbändern) auch Normalverschiebung zwischen den Rissufern mittels Versetzungsdipolen in Richtung der Normalen darstellen (**Abbildung 2.20**). Die von dem Dipol eines Elements verursachte Verschiebung unter Last ergibt sich aus der äußeren Spannung und den Spannungen, die von den Versetzungsdipolen der übrigen E-

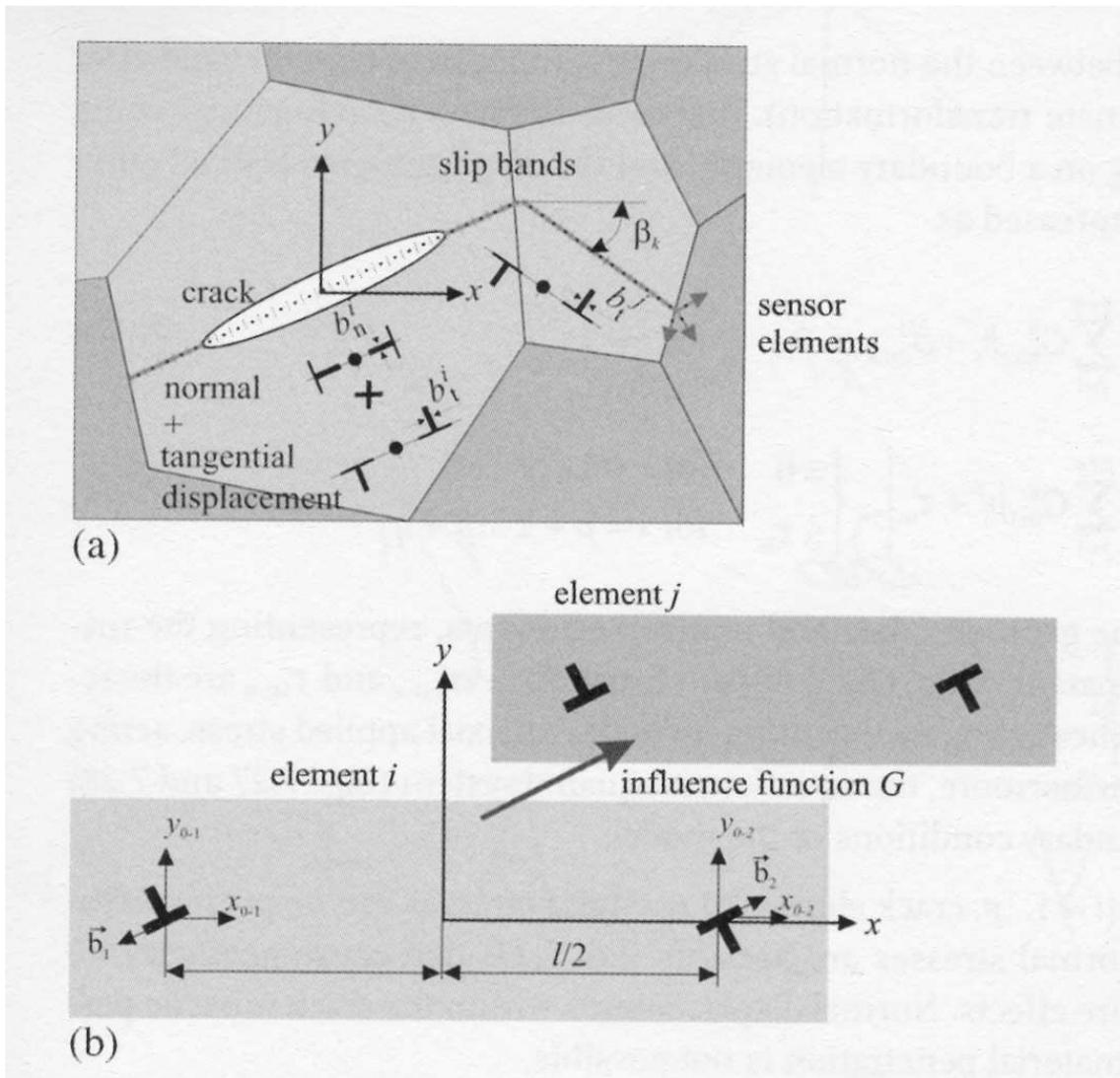


Abb. 2.20: Modellierung der Rissausbreitung mit der Boundary Element Methode nach [Sch04].

lemente am entsprechenden Ort induziert werden. Zusätzlich müssen folgende Randbedingungen, analog dem BCS-Modell, erfüllt werden:

1. Im Bereich des Risses müssen alle Schubspannungen verschwinden, lediglich Normalspannungen im Druck zwischen den Rissflanken sind möglich.
2. Im Bereich der plastischen Zone ist die Schubspannung durch die Reibspannung des Gitters  $\tau^*$  limitiert.

Auf diese Weise ergibt sich ein Gleichungssystem, das iterativ zu lösen ist; Details finden sich in [Sch04].

Eine Validierung des Modells erfolgte an einer beta-Titan-Legierung. An gekerbten Flachzugproben wurde im einachsigen Ermüdungsversuch die Ausbreitung mikro-

strukturell kurzer Risse beobachtet. Die zyklische Fließspannung des Materials und die Dauerfestigkeit ergaben sich aus Incremental Step Tests und Wöhlerversuchen. Korngröße und -Orientierung im Bereich der Schädigung waren durch EBSD-Charakterisierung der Oberfläche gegeben. Für die experimentell beobachteten Risse wurde die zweidimensionale Geometrie der Rissausbreitung auf der Probenoberfläche in das zweidimensionale numerische Modell überführt. Die dreidimensionale Orientierung unter der Oberfläche konnte jedoch nicht untersucht werden. Die Reibspannung des Gitters ermittelten die Autoren aus der Differenz von zyklischer Fließspannung und Dauerfestigkeit auf Grundlage der Hall Petch Beziehung. Die empirischen Parameter  $C$  und  $n$  für den Zusammenhang zwischen plastischer Risspitzenverschiebung und Ausbreitungsrate wurden durch Best Fit Approximation an die gemessenen Risse bestimmt.

Ein Vergleich zwischen berechneter und beobachteter Rissausbreitung zeigt eine gute Übereinstimmung (**Abbildung 2.21**). Insbesondere geometrisch bedingtes Riss schließen durch Aufsetzen der Rissufer bei abknickenden Risspfaden kann mit dem Modell gut wiedergegeben werden. Allerdings erfolgte die Bestimmung der Rissausbreitungsrate durch Anpassung an die gemessenen Daten selbst, nicht durch Referenzmessungen der ungestörten Rissausbreitung, unabhängig von mikrostrukturellen Barrieren. Dreidimensionale Aspekte bezüglich des Riss schließen und der Rissausbreitung auf mehreren Gleitebenen, wie bei Zhai [Zha05] beschrieben, können zudem nicht berücksichtigt werden.

Eine Erweiterung des Modells auf drei Dimensionen gelingt mit Hilfe kontinuierlich verteilter Versetzungsringe. Analog dem BCS-Modell können halbkreisförmige Oberflächenrisse unter Last mit einer kontinuierlichen Verteilung von Versetzungsringen gleichgesetzt werden, welche die Spannungen an den freien Oberflächen kompensieren und die Verschiebung der Rissflanken charakterisieren. Zur Berechnung der Verteilung und damit der plastischen Risspitzenverschiebung ist die Lösung hypersingulärer Integralgleichungen notwendig. Eine ausführliche Darstellung der theoretischen Grundlagen zur Lösung derartiger Probleme findet sich bei Dai und Hills [Hil96]. Die Methode ermöglicht die Berechnung der Spannungsfelder dreidimensionaler Rissgeometrien mit beliebiger Orientierung zur Oberfläche.

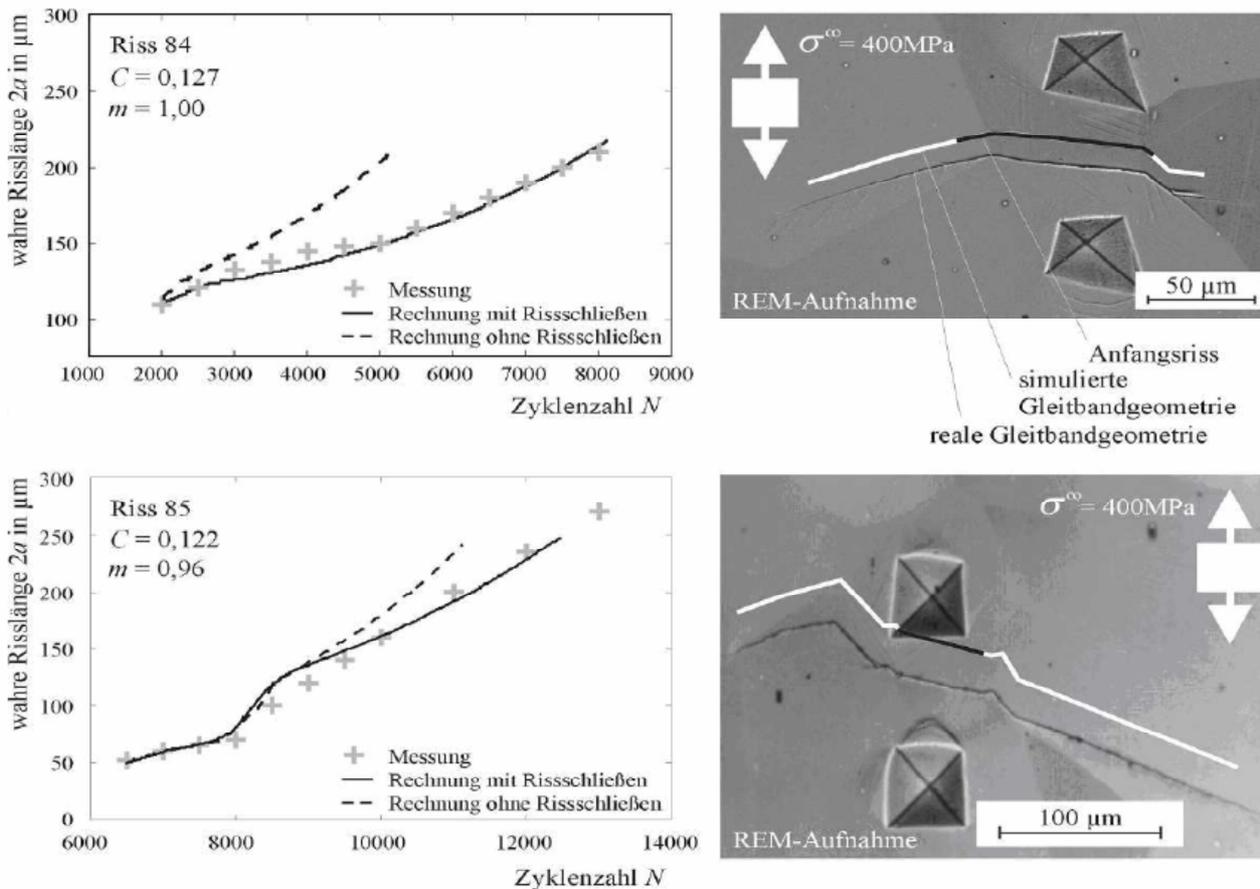


Abb. 2.21: Vergleich zwischen gemessener und berechneter Mikrostruktureller Rissausbreitung in beta-Titan, [Kru07].

Erste theoretische Arbeiten zu dem Einfluss der dreidimensionalen Orientierung mikrostruktureller Risse auf die Gleitsysteme benachbarter Körner finden sich bei Köster et al [Kös09], [Kös10]. Betrachtet wird ein halbkreisförmiger Oberflächenriss mit einer Länge von  $100\ \mu\text{m}$  und einer Tiefe von  $50\ \mu\text{m}$  bei einer Spannungsamplitude von  $400\ \text{MPa}$  mit einem Spannungsverhältnis von  $R = -1$  (Abbildung 2.22a), der an der Oberfläche eine Korngrenze berührt. Riss und Korngrenze treffen im rechten Winkel auf die Oberfläche, auf der sich die Korngrenze parallel, der Riss unter  $45^\circ$  zur angelegten Last erstreckt.

Mit Hilfe des dreidimensionalen Modells wird die Schubspannung in kurzer Distanz jenseits der Korngrenze berechnet, in Abhängigkeit der Kipp- und Drehwinkel der betrachteten potentiellen Gleitebene (**Abbildung 2.22b**). Die Auswertung zeigt einen starken Einfluss insbesondere des Kippwinkels, also der Neigung zur Oberfläche. Dieser Aspekt konnte bisher in den bestehenden Modellen nicht berücksich-

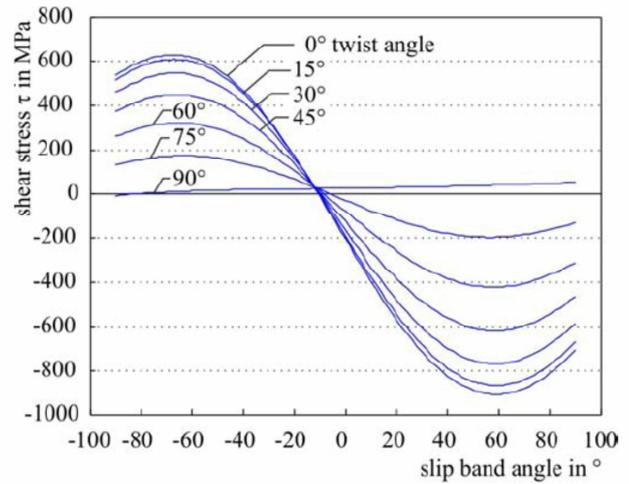
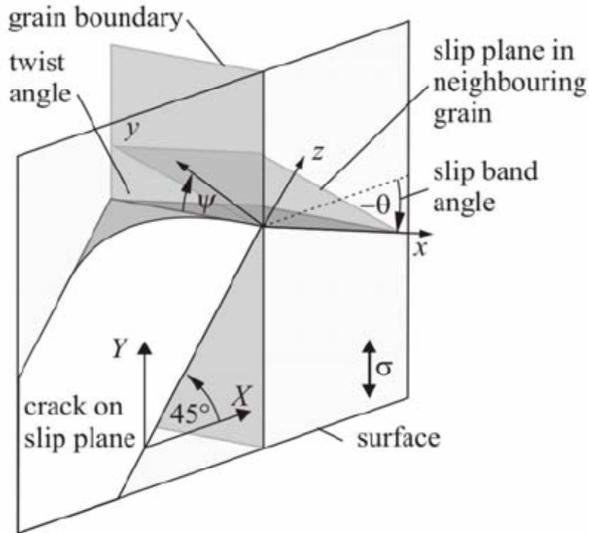


Abb. 2.22: a: Dreidimensionales Modell. b: Einfluss der Orientierung benachbarter Gleitebenen auf die maximal wirkende Schubspannung, nach [Kös09].

tigt werden. Eine Erweiterung des Modells von Tanaka und Navarro und De Los Rios auf drei Dimensionen kann somit zusätzliche Aspekte der Orientierung berücksichtigen und das Modell ergänzen.



### 3. Zielsetzung

Die technische und wirtschaftliche Relevanz der mikrostrukturellen Rissausbreitung in metallischen Werkstoffen hat in den letzten Jahrzehnten zu einer sehr großen Zahl experimenteller und theoretischer Arbeiten geführt. Grundlegende Mechanismen sind charakterisiert. Der starke Einfluss von Korngrenzen auf die Rissausbreitung wurde unter verschiedenen Gesichtspunkten untersucht. Dennoch existiert bis heute kein einheitliches, quantitatives Modell zur Beschreibung der Wechselwirkung. Die Ursache liegt in der Vielzahl der Parameter, die zu berücksichtigen sind:

Spannungsamplitude, Spannungsverhältnis und Risslänge bestimmen die Spannungskonzentration im Bereich der Risspitze ebenso wie die kristallographische Orientierung des Risses zur Belastungsrichtung. Die Größe der plastischen Zone wird zudem von der Reibspannung des Gitters beeinflusst. Die Behinderung der Rissausbreitung durch Versetzungsaufstau der plastischen Zone an der Korngrenze und die resultierende verminderte Rissöffnung sind somit eine Funktion von Risslänge, Orientierung, Belastungsbedingungen und Reibspannung des Gitters. Beim Überwinden einer Korngrenze ist die dreidimensionale Orientierung der Gleitebenen des Nachbarkorns bezüglich des Risses und der Korngrenze zu berücksichtigen, ebenso wie die mikroskopische Spannungsintensität des blockierten Risses in Abhängigkeit von dessen Länge.

Neben der bloßen Anzahl der Parameter, die zu berücksichtigen sind, bereitet auch deren Bestimmung Schwierigkeiten. Die dreidimensionale Orientierung der Mikro-

struktur und des Risspfades ist allein durch Untersuchung der Oberfläche nicht möglich. Die geringen Abmessungen erfordern aufwändige Tomographieverfahren, beispielsweise mit Synchrotron-Strahlung, um die nötigen Informationen aus dem Inneren des Werkstoffs zu erhalten. Auch die Reibspannung des Gitters kann nur indirekt über Hypothesen bestimmt werden und die Visualisierung der plastischen Zone ist für einige Werkstoffe nur mit aufwändigen Methoden, für viele gar nicht möglich.

Eine generelle Beschreibung des Einflusses von Korngrenzen auf die mikrostrukturelle Rissausbreitung auf der Grundlage einzelner Messungen ist nicht möglich. Um die Wechselwirkung quantifizieren zu können, bedarf es stattdessen systematischer Experimente: Einzelne Korngrenzen müssen gezielt untersucht werden. Bei Kenntnis der Orientierung benachbarter Körner muss die Auswirkung einzelner Korngrenzen quantifiziert werden. Für systematische, reproduzierbare Experimente muss der Abstand zwischen Riss und Korngrenze als freier Parameter im Experiment vorgegeben werden. Nur die Untersuchung von Rissen mit verschiedenen Abständen zu jeweils einer einzelnen Korngrenze kann bestehende Modelle testen und den Effekt verschiedener Korngrenzen unterscheiden, denn nur in diesem Fall sind alle Parameter abgesehen von der Risslänge bei Erreichen der Korngrenzen identisch.

Für diese Zielsetzung wurde in der vorliegenden Arbeit eine Methode entwickelt, mit der mikrostrukturelle Risse mit vorgegebener Größe in definierten Abständen zu Korngrenzen erzeugt werden können. Die künstlichen Risse breiten sich bei gleichzeitiger Berücksichtigung der kristallographischen Orientierung in Stadium I auf einer definierten Gleitebene aus. Zudem konnten mit Hilfe der FIB-Tomographie Einblicke in die dreidimensionale Wechselwirkung mit der Mikrostruktur gewonnen werden.

Ein quantitatives Verständnis der Auswirkung von Korngrenzen auf die mikrostrukturelle Rissausbreitung kann dazu beitragen, bestehende Konzepte zur Lebensdauerberechnung zu verbessern und damit präzisere Aussagen zur Bauteilsicherheit ermöglichen.

Auch im Hinblick auf die Werkstoffherstellung bestehen Fragestellungen, die mit der Untersuchung einzelner Risse ohne systematische Methodik nicht zu beantworten sind:

- Wie beeinflussen unterschiedliche Texturen die Lebensdauer metallischer Werkstoffe? Kann die Wöhlerkurve berechnet werden? Wie stark sind die Streuungen?
- Welche Korngrenzen zeigen besonders starke Hinderniswirkung auf die Rissausbreitung? Gibt es einen optimalen Korngrenzentyp, der durch Textur und gerichtete Erstarrung gezielt eingestellt werden kann (Stichwort: grain boundary engineering) um die Lebensdauer eines Bauteils zu optimieren?
- Wie beeinflussen Ausscheidungen und Karbide die Rissausbreitung? Gibt es eine optimale Morphologie und Verteilung von Ausscheidungen die sich gezielt durch Wärmebehandlung oder thermomechanische Verfahren einstellen lassen um die Rissausbreitung zu verlangsamen?

Diese Fragestellungen können gezielt untersucht werden wenn es gelingt, die vorgestellte Methode zur systematischen Untersuchung der mikrostrukturellen Rissausbreitung zu etablieren.



## 4. Experimenteller Aufbau

### 4.1 Rissinitiierung – die Erzeugung von Mikrokerben im Focused Ion Beam Microscope

In metallischen Werkstoffen bilden sich Risse unter zyklischer Belastung bevorzugt an Stellen lokaler Spannungskonzentration, beispielsweise an Poren oder Kerben. Durch das gezielte Einbringen von Kerben können auf diese Weise Sollbruchstellen erzeugt werden. In der Werkstoffprüfung wird dieser Effekt genutzt, um mit gezielter lokaler Risseinleitung die Kerbschlagzähigkeit und Bruchzähigkeit zu bestimmen. Bereits vor mehr als hundert Jahren begründete Charpy den Kerbschlagbiegeversuch, ein bis heute bewährtes Verfahren zur qualitativen Bewertung der Kerbschlagzähigkeit metallischer Werkstoffe und zur Ermittlung der Übergangstemperatur in ferritischen Stählen. Bei dem Versuch trifft eine Schlagfinne auf die Rückseite einer mit einer V-Kerbe versehenen Probe. Dabei entstehen hohe mehrachsige Zugspannungen im Kerbgrund, die plastischem Fließen entgegenwirken und lokale Risseinleitung begünstigen.

Der kritische Spannungssensitivitätsfaktor wird ebenfalls mit gekerbten Proben ermittelt: Bei der Compact Tension (CT) Probe dient ein tiefer Kerb unter zyklischer Belastung der Bildung eines scharfen Ermüdungsanrisses. Unter monotoner Last kann dann der gesuchte Kennwert ermittelt werden.

Mit Hilfe von Kerben kann auch die mikrostrukturelle Rissausbreitung untersucht werden. Um die Ausbreitung kurzer Ermüdungsriss mittels Mikrokerben zu untersuchen muss eine Rissinitiation an den Kerben unter zyklischer Last im Zeitfestigkeitsbereich gewährleistet sein. In diesem Zusammenhang ist einerseits eine aus-

reichende Größe der Kerben wichtig. Andererseits sollten die Kerben so klein sein, dass bei der Rissausbreitung der Einfluss der Mikrostruktur signifikant ist.

Mikrokerben können mit konventionellen Verfahren wie Funkenerosion [Liu99] oder Thermoschock [Mar02] erzeugt werden. Diese Methoden ermöglichen jedoch keine systematischen Experimente zur Wechselwirkung kurzer Risse mit Korngrenzen: Der Ort der Risseinleitung kann mit diesen Verfahren nur makroskopisch definiert werden. Eine Positionierung von Mikrokerben in definiertem Abstand zu Korngrenzen oder vergleichbaren mikrostrukturellen Hindernissen kann nicht erfolgen. Es stellt sich somit folgende Aufgabe:

**Ein neues Verfahren ist zu entwickeln, dass eine Erzeugung von Mikrokerben in definierten Abständen zu mikrostrukturellen Barrieren ermöglicht.**

Ein geeignetes Werkzeug für diese Aufgabe ist das Focused Ion Beam Microscope (FIB). Bei dem FIB handelt es sich um ein Rastermikroskop, vergleichbar dem Rasterelektronenmikroskop (REM). Beide Instrumente bedienen sich eines fokussierten Strahls um eine Wiedergabe der Probenoberfläche zu erzielen; in beiden Instrumenten dienen die durch den Strahl aus der Probe gelösten Sekundärelektronen zur Bilderzeugung. Es werden im Falle des FIB jedoch keine Elektronen, sondern Gallium-Ionen zum Rastern verwendet: Im FIB benetzt eine Gallium-Flüssigmetallquelle eine Wolframnadel und ein starkes Extraktorfeld ( $<10^8$  V/cm) erzeugt an der Nadelspitze einen sehr feinen Galliumkonus mit einem Radius von 5 bis 10 nm. Die Ionen werden durch Feldionisation erzeugt und mit einer Beschleunigungsspannung von 5 bis 50 keV zur Probenoberfläche beschleunigt. Elektromagnetische Linsen fokussieren und rastern den Strahl, ähnlich wie in einem REM, der Strahldurchmesser liegt im Bereich einiger Nanometer; Strahlströme zwischen 2 pA und 20 nA können realisiert werden.

Treffen die Gallium-Ionen unter dem Einfluss einer Beschleunigungsspannung auf eine Oberfläche, lösen sie eine Kaskade von Stoßprozessen aus; es kommt zur Emission gesputterter Atome, Ionen und Sekundärelektronen (**Abbildung 4.1**). Rastert der Ionenstrahl wiederholt über einen Probenbereich, wird die Oberfläche in diesem Bereich sukzessive abgetragen. Mit dieser Technik können Querschnitte

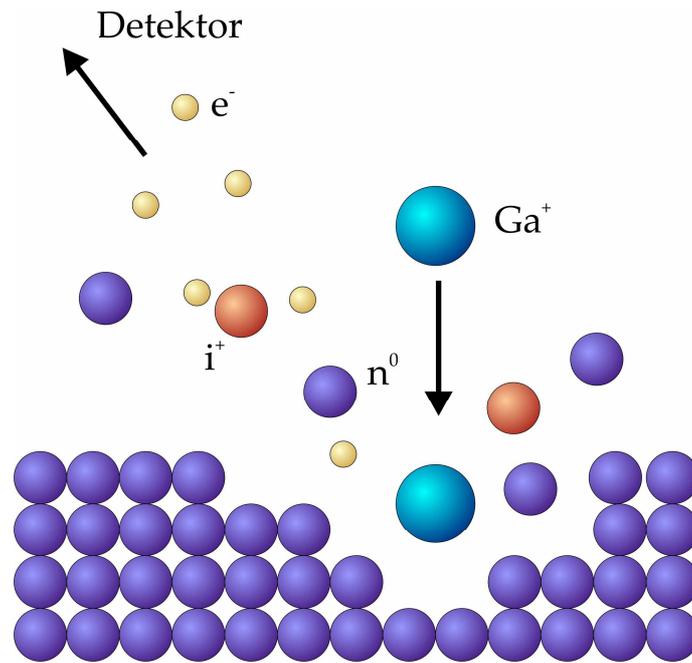


Abb. 4.1: Wechselwirkung zwischen Ionenstrahl und Probe.

und Strukturen im Mikrometer- und Submikrometerbereich mit einem hohen Aspektverhältnis hergestellt werden. Aufgrund dieser Möglichkeiten wird das FIB in der Mikroelektronik und Halbleiterindustrie in Forschung und Fehleranalyse seit etwa zwanzig Jahren eingesetzt. In den letzten Jahren findet das FIB zudem Verbreitung in der quantitativen Gefügeanalyse [Vel09] und bei der Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften im Mikrometerbereich [Bar10] durch Schneiden von Mikroproben.

Mit dem FIB sind die Voraussetzungen gegeben, Mikrokerben mit hohem Aspektverhältnis und damit hoher lokaler Spannungskonzentration zu erzeugen. Die Kerben können zudem mit einer Genauigkeit von wenigen Mikrometern positioniert werden.

In der vorliegenden Arbeit wurde die Workstation „Strata Dual Beam 235“ von FEI für die Versuche genutzt. Dieses Mikroskop kombiniert FIB und REM und verfügt zudem über ein EBSD-Analysesystem und einen EDX-Detektor, sowie eine Gasinjektionsnadel zum Sputtern von Iod und Platin. Elektronen- und Ionensäule sind gegeneinander um einen Winkel von  $52^\circ$  gekippt. Der Probenstisch ist in den drei

Raumrichtungen verfahrbar und kann um zwei Achsen rotieren, so dass eine definierte Orientierung zwischen Strahlsystem und Probe möglich ist.

Soll der Ionenstrahl zum Schneiden von Strukturen (auch als Ion-Milling bezeichnet) genutzt werden, geschieht dies durch das Generieren von „Pattern“. Das Pattern enthält Informationen über Größe, Form und Tiefe des Bereichs, der mit Ion-Milling entfernt wird. Es kann entweder in der Mikroskop-Software direkt gezeichnet werden, oder aus einer Text-Datei geladen werden, welche die notwendigen Informationen enthält.

In ersten Vorversuchen wurden die geeigneten Parameter zur Erzeugung von Mikrokerben ermittelt [Mar06]. Das Ziel war die Initiierung halbkreisförmiger Oberflächenrisse, wie sie bei Untersuchungen der Werkstoffermüdung vielfach nachgewiesen werden. Entsprechend sollten die Mikrokerben in der Tiefe ein halbkreisförmiges Profil haben und in einem spitzen Winkel enden. Zur Erfüllung dieser Vorgaben können die Eigenheiten des Ionenstrahlschneidens gezielt genutzt werden:

Die Abtragsrate beim Ion-Milling hängt von dem Einfallswinkel der Ionen ab und durchläuft bei schrägem Einfall ein Maximum (bei den meisten Materialien zwischen  $30^\circ$  und  $60^\circ$ ). Dies ist darauf zurückzuführen, dass das Herauslösen eines Substratatoms durch Impulsübertrag des einfallenden Ions erfolgt. Bei senkrechtem Einfall muss der Impulsvektor durch eine Stoßkaskade um  $180^\circ$  gedreht werden, während bei flachem Einfall geringere Änderungen des Impulses ausreichen. Als gegenläufiger Effekt nimmt bei abnehmendem Einfallswinkel die Zahl der auftreffenden Ionen pro Flächeneinheit ab. Daraus ergibt sich, dass diejenigen Flächen am schnellsten abgetragen werden, die unter einem optimalen Einfallswinkel orientiert sind. Selbst bei ursprünglich senkrechten Strukturkanten entstehen daher im Laufe des Ionenstrahlschneidens schräge Flanken. Zudem können sich gesputterte Atome besonders in tiefen Gräben wieder an den Wänden anlagern. Eine Kerbe endlicher Breite bildet in der Tiefe also einen spitzen Winkel.

Damit ist das Aspektverhältnis der Kerben – also das Verhältnis zwischen Breite und Tiefe – begrenzt.

Zur Untersuchung des Aspektverhältnisses wurde eine Probe aus der für die weiteren Experimente vorgesehenen Nickelbasislegierung CMSX-4 verwendet. Das Vorgehen ist schematisch in **Abbildung 4.2a** dargestellt. Wenige Mikrometer von einer Kante der würfelförmigen Probe wurden Kerben mit einer Breite von 1-4  $\mu\text{m}$  und einer Länge von 50  $\mu\text{m}$  eingebracht. Das Schneiden der Kerben erfolgte mit einer Beschleunigungsspannung von 30 kV (Standardeinstellung) und dem größten möglichen Strahlstrom von 20 nA. In der auf diese Weise präparierten Probe wurde der Rand mittels Ionenstrahl im Bereich der Kerbe abgetragen, um den Querschnitt zu erzeugen. Die Auswertung der Querschnitte ergibt ein Aspektverhältnis von 2 zu 15, was einem Öffnungswinkel von etwa  $8^\circ$  entspricht (**Abbildung 4.2b**). Die Kerben laufen also wie gefordert in einem spitzen Winkel zu.

Beachtet man, dass die maximale Tiefe einer Kerbe von ihrer Breite abhängt, lässt sich ein halbkreisförmiges Profil realisieren, wenn die Breite des Patterns an jeder Stelle proportional zur vorgegebenen Tiefe ist. Als Näherung dient ein linsenförmiges Pattern, erzeugt durch aufeinander folgende Trapeze (**Abbildung 4.3a-c**).

Mit der Mathematik-Software „Maple“ wurde ein Programm geschrieben, das anhand der gewünschten Kerblänge das benötigte Pattern errechnet und als Text ausgibt (siehe Anhang). Die Dauer für die Herstellung einer Kerbe hängt von dem abzutragenden Volumen ab. Für eine Kerbe mit einer Breite von 60  $\mu\text{m}$  wird beispielsweise eine halbe Stunde benötigt. Dabei empfiehlt sich eine Korrektur des Ionenstrahl-Drifts mit einer automatischen Bildkorrelation: Zunächst wird eine Markierung geringer tiefe, beispielsweise ein Kreuz (**Abbildung 4.3c**) oberhalb der zu schneidenden Kerbe mit Ion-Milling erzeugt. Während die Kerbe geschnitten wird, wird in definierten Zeitabständen (hier: 60 Sekunden) ein einzelner Scan der Oberfläche mit dem Ionenstrahl eingezogen und die Lage der Markierung mit dem vorherigen Scan verglichen. Bei einem Strahldrift wird die Verschiebung der Markierung erfasst und der Scanbereich des Strahls automatisch angepasst.

Fazit: Mit dem FIB können halbkreisförmige Mikrokerben im Mikrometerbereich erzeugt und mit der Genauigkeit weniger Mikrometer platziert werden.

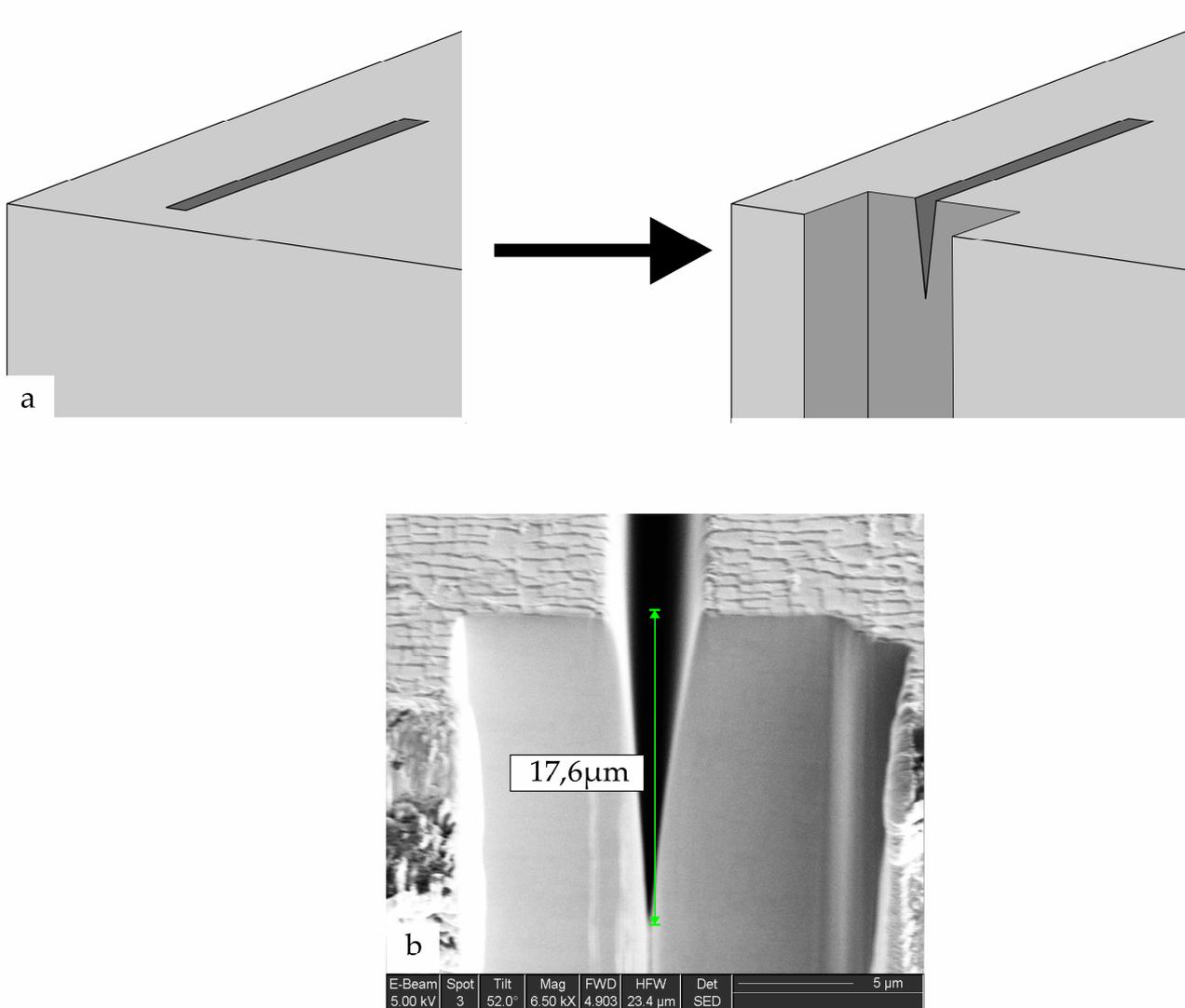


Abb. 4.2: Erstellung eines Querschnitts zur Messung der Kerbtiefe. a: Schematische Darstellung der Vorgehensweise. b: Vermessung der Kerbtiefe im Querschnitt.

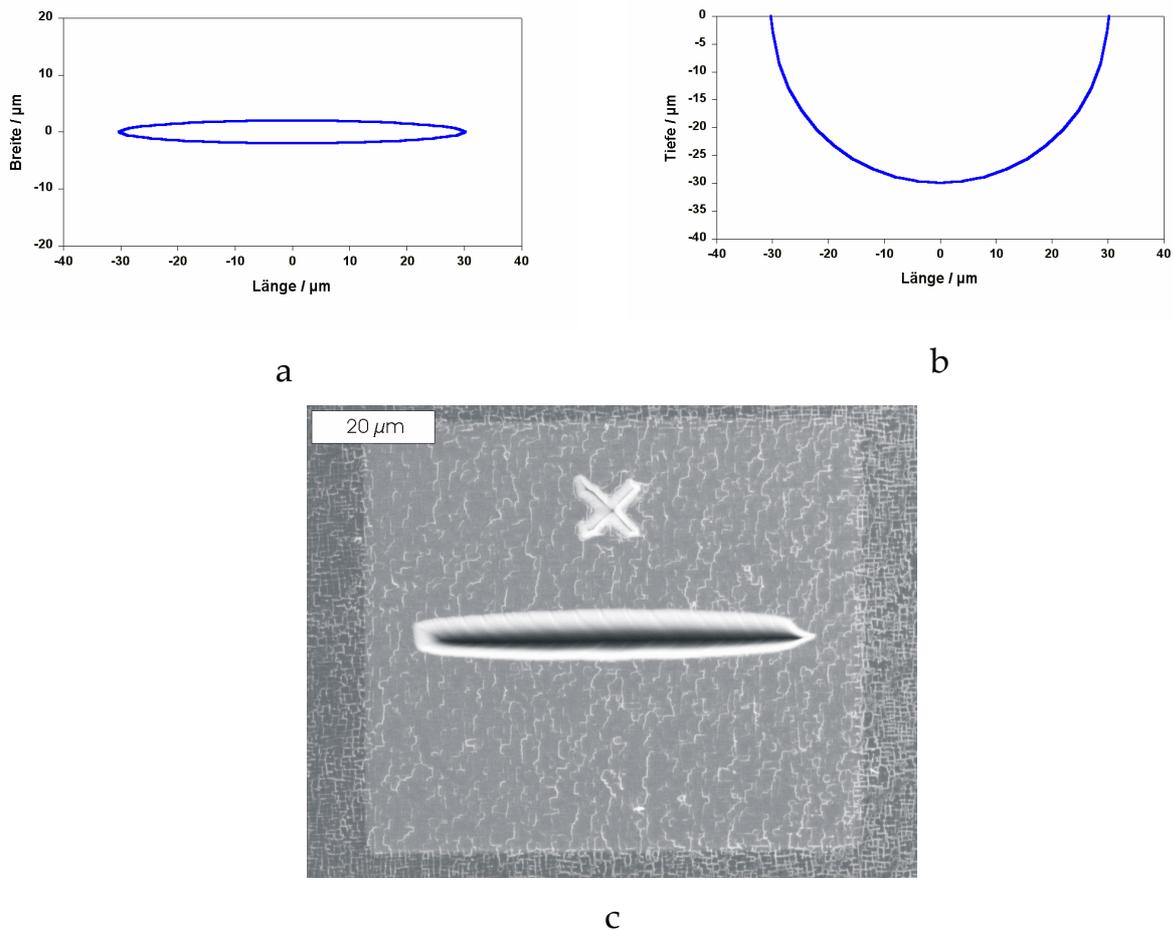


Abb. 4.3: Geometrie der Mikrokerben. a: Linsenförmige draufsicht. b: Berechnetes Profil. c: Linsenförmige Kerbe.

## 4.2 Slice and View: FIB-Tomographie im Mikrometerbereich

Die Beobachtung der mikrostrukturellen Rissausbreitung an der Werkstoffoberfläche kann nicht alle Aspekte der Wechselwirkung mit der Mikrostruktur erfassen. Der Verlauf von Korngrenzen, Phasengrenzen und Ausscheidungen unter der Oberfläche ist nur mit Tomographie-Verfahren zugänglich. Gerade diese Informationen sind für systematische Experimente zur Rissausbreitung von Bedeutung. Für Strukturen in der Größenordnung mehrerer Mikrometer, wie sie dieses Problem vorgibt, ist die zerstörende Tomographie im FIB geeignet. Bei dieser Technik, die auch

als „slice and view“ bezeichnet wird, erfolgt ein sukzessives Abtragen der Oberfläche im interessierenden Bereich. Das Vorgehen ist am Beispiel der Tomographie eines kurzen Risses in den Abbildungen **4.4a-h** dargestellt:

Der zu untersuchende Bereich wird mit Platin gesputtert, um möglichst senkrechte Schnitte zu erzeugen. Anschließend wird ein U-förmiger Bereich ausreichender Größe um die gesputterte Fläche abgetragen, um mit dem Elektronenstrahl, der gegen den Ionenstrahl um  $52^\circ$  gekippt ist, die senkrechte Schnittfläche in schrägem Einfall ohne Abschattungen durch die Kanten zu beobachten.

Im Verlauf der Tomographie trägt der Ionenstrahl eine definierte Anzahl von Schichten gleicher Breite (in diesem Fall 100 nm) ab; jeweils nach dem Abtragen einer Schicht wird der Ionenstrahl abgeschaltet und es erfolgt die Aufnahme eines Sekundärelektronenbildes mit dem Elektronenstrahl.

Auf diese Weise entsteht eine Serie von Abbildungen, deren Auflösung in der Schnittebene der eines REM entspricht und die mit einer geeigneten Software, z.B. Amira™, zu einer dreidimensionalen Ansicht zusammengesetzt werden können. Dabei entspricht die Auflösung zwischen den Schnitten der Schnittdicke, in diesem Fall also 100nm.

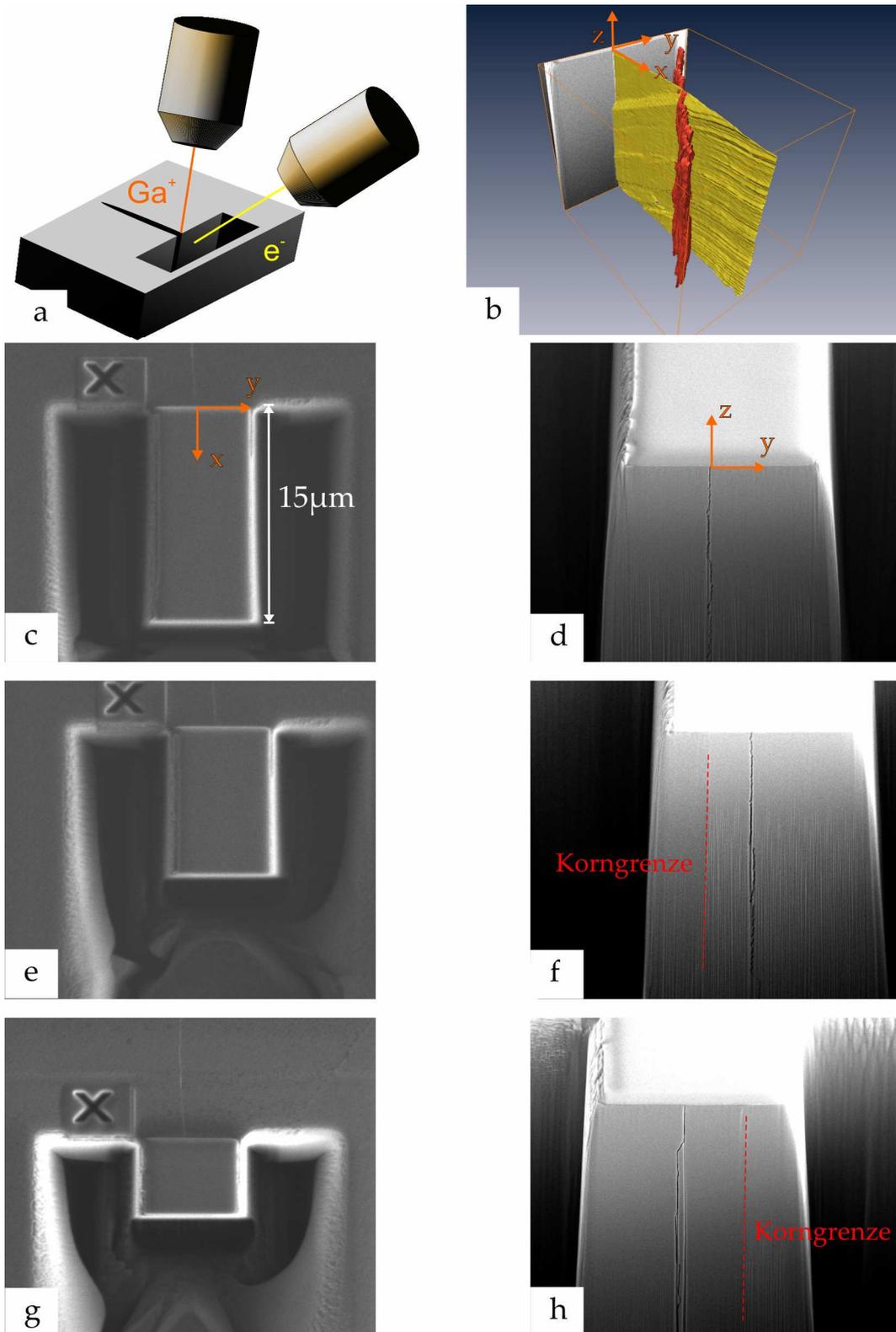


Abb. 4.4: Slice and View Tomographie im FIB. a: Schematische Darstellung. b: Rekonstruktion eines Risses auf Grundlage der Schnitte. c, e, g: Bereich der Tomographie im Ionen-Scan nach 1, 50, 100 Schnitten. Schnittabstand:= 100 nm. d, f, h: Ansicht der Schnitte im Elektronen-Scan nach 1, 50 und 100 Schnitten

### 4.3 Rissausbreitung an Mikrokerben, experimenteller Aufbau

Mit dem neu entwickelten Verfahren der Herstellung von Mikrokerben im FIB kann die mikrostrukturelle Rissausbreitung in zahlreichen Werkstoffen untersucht werden. Die folgenden Kapitel stellen die experimentellen Ergebnisse von zwei Vertretern technisch relevanter Werkstoffklassen vor:

Untersucht wurde:

- Eine stängelkristalline Variante der Legierung CMSX-4, die zur Klasse der Nickelbasislegierungen gehört: Diese hoch legierten, teilchengehärteten Werkstoffe zeichnen sich durch hohe Festigkeit und Temperaturbeständigkeit aus. Nickelbasislegierungen werden vor allem im Turbinenbau, bei stationären Gasturbinen und Flugzeugturbinen verwendet.
- St37, ein typischer Baustahl. Baustähle finden vielfach Verwendung im Maschinen- und Fahrzeugbau und sind folglich häufig zyklischer Belastung ausgesetzt.

Die nächsten Abschnitte behandeln die untersuchten Werkstoffe und den experimentellen Aufbau.

Weitere experimentelle Arbeiten zu Al7075, einer im Flugzeugbau verwendeten Legierung sowie zu Duplex-Stahl als Vertreter hochfester, korrosionsbeständiger Stähle wurden im Rahmen von Studienarbeiten ausgeführt [Wöl09], [Kni09], [Dor07].

#### 4.3.1 Experimentelle Vorgehensweise, CMSX-4

Superlegierungen auf Nickelbasis stellen von sämtlichen heute bekannten Legierungen die mechanisch, thermisch und korrosiv am weitesten entwickelten dar. Sie

enthalten bis zu 15 Legierungselemente mit einem Gesamtanteil von teilweise über 50%.

Die beiden wesentlichen Gefügebestandteile von Nickelbasis Legierungen sind die  $\gamma$ -Phase und die  $\gamma'$ -Phase. Dabei bildet die  $\gamma$ -Phase die Matrix, einen kubisch flächenzentrierten Mischkristall, der mit den Legierungselementen Cr, W, Ta, Mo, Fe und Nb gehärtet werden kann und in dem sich die  $\gamma'$ -Phase ausscheidet. Die  $\gamma'$ -Phase ist kubisch flächenzentriert. Es handelt sich um eine intermetallische Phase mit  $\text{Cu}_3\text{Au}$  Grundmuster und der Strukturbezeichnung  $L1_2$ . Die Phase ist nahgeordnet, wobei Al (bzw. Ti) auf den Kanten der Elementarzelle sitzt und Ni auf den Flächen (**Abbildung 4.5**). Dabei ist die Gitterfehlpassung zur Matrix gering, so dass die Phasengrenzfläche kohärent ist oder nur wenige Fehlpassungsversetzungen in größeren Abständen vorliegen.

Die Keimbildung dieser intermetallischen Phase erfolgt homogen, sie bildet sich im Gefüge fein verteilt in Form kubischer (oder sphärischer) Ausscheidungen mit geringer Gitterfehlpassung und einem Volumenanteil von bis zu 70% [Bür01].

Bei der untersuchten Legierung beträgt die Kantenlänge der  $\gamma'$ -Ausscheidungen etwa 300 nm, die Matrixkanäle zwischen den Ausscheidungen haben eine Breite kleiner 100 nm.

Bei hohen Spannungen, wie sie unter Last insbesondere in der Umgebung von Kerben und Rissen auftreten, können die  $\gamma'$ -Ausscheidungen von Versetzungen geschnitten werden. Es kommt zur Dehnungslokalisierung in Form von planaren Gleitbändern. In **Abbildung 4.6** ist die TEM-Aufnahme einer wechselverformten Nickelbasis-Superlegierung mit sphärischen  $\gamma'$ -Ausscheidungen zu sehen [Cla82]. Das Schneiden dieser Teilchen führt bei dieser Legierung zu sehr scharfen Gleitbändern.

Die Ursache für planare Gleitung ist nach Gerold und Kanthaler [Ger89] die Nahordnung. Die grundlegende Idee ist in **Abbildung 4.7** veranschaulicht, die den Gleitvorgang in Legierungen mit und ohne Nahordnung schematisch darstellt: Versetzungsbewegung stört die Nahordnung aufgrund der Abgleitung der Gitterebenen. Um diese Zerstörung durchführen zu können, muss auf die Erste, von der

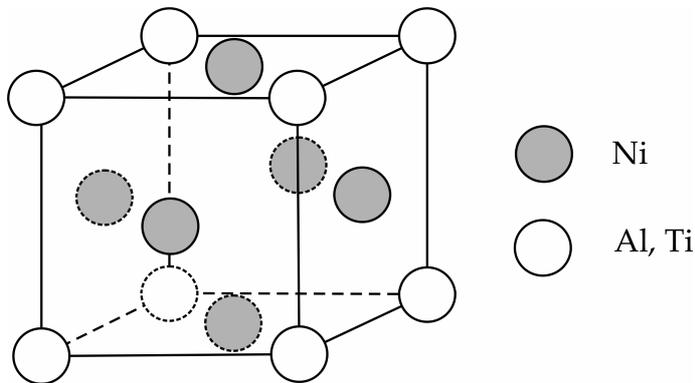
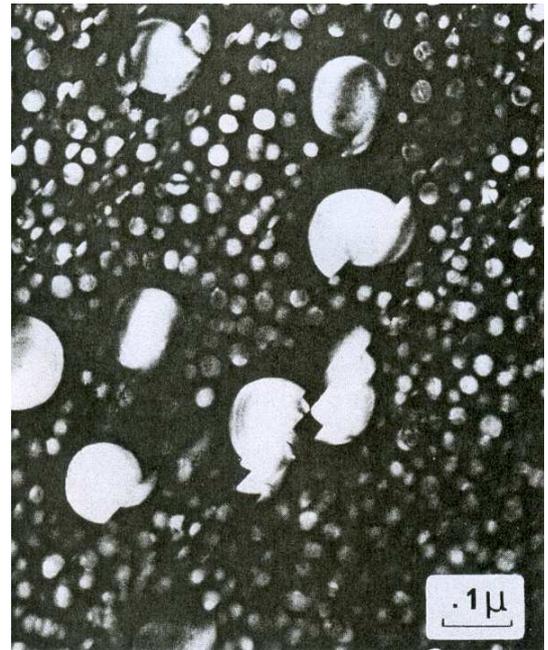
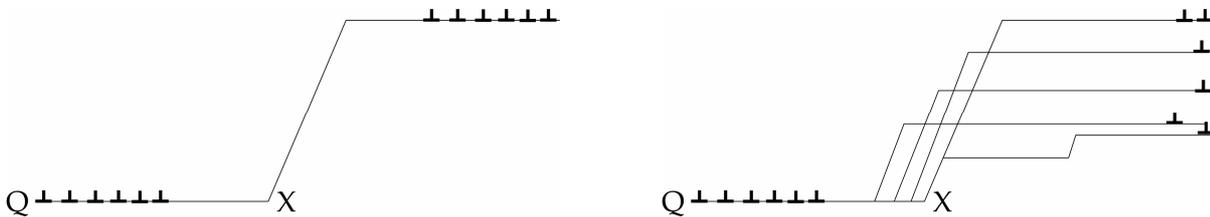
Abb. 4.5: Elementarzelle von Ni<sub>3</sub>Al.Abb. 4.6: Dehnungslokalisierung durch Schneiden von sphärischen  $\gamma$  Ausscheidungen in Waspalloy, TEM Aufnahme, aus [Cla82].

Abb. 4.7: a: planares Gleiten. b: dreidimensionale Versetzungsstruktur

Versetzungsquelle Q kommende Versetzung eine leicht erhöhte Schubspannung wirken. Die weiteren Versetzungen werden der Ersten folgen, da die Versetzungsbewegung in der nicht nahgeordneten Gleitebene leichter ist. Wenn die erste Versetzung einem Hindernis X durch Quergleiten ausweicht, so werden die folgenden Versetzungen den gleichen Pfad wählen. Insgesamt wird sich eine planare Versetzungsanordnung einstellen. Liegt umgekehrt keine Nahordnung vor, werden sich die Versetzungen zur Umgebung eines Hindernisses beliebige Quergleitebenen nutzen. Nach Überwindung des Hindernisses liegen die Versetzungen auf diversen

Gleitebenen verteilt vor und können eine räumliche Anordnung bilden<sup>1</sup>.

Aufgrund der extremen Dehnungslokalisierung sind  $\gamma$ -gehärtete Legierungen besonders anfällig für Ermüdungsrissbildung, da die Lokalisierung an der Werkstoffoberfläche scharfe Gleitstufen erzeugt [Chr96]. Dies gilt insbesondere für Gusslegierungen wie CMSX-4, die herstellungsbedingt Poren aufweisen, in deren Umgebung zusätzliche Spannungsüberhöhungen auftreten.

Die systematische Untersuchung der mikrostrukturellen Rissausbreitung an  $\gamma$ -gehärteten Gusslegierungen ist nicht nur aufgrund der technischen Relevanz und der besonderen Anfälligkeit für Ermüdungsrissbildung von Interesse. Der planare Gleitcharakter ist zudem eine ideale Voraussetzung zum Vergleich zwischen Theorie und Experiment: Theoretische Modelle basierend auf kontinuierlich verteilten Versetzungen<sup>2</sup> gehen von scharfen Gleitbändern an den Rissspitzen aus, was gerade durch den planaren Gleitcharakter in guter Näherung dargestellt wird.

Die Korngrenzen polykristalliner Nickelbasislegierungen zeigen jedoch häufig Belegungen mit Carbiden und  $\delta$ -Phasen. Diese Phasen, die teilweise erwünscht sind um die Kriechbeständigkeit zu erhöhen, sind neben den Korngrenzen zusätzliche Einflussfaktoren auf die Rissausbreitung. Eine systematische Untersuchung der Auswirkung von Korngrenzen auf die Rissausbreitung sollte deshalb an einer Legierung ohne derartige Belegungen erfolgen. Zu diesem Zweck können einkristalline Nickelbasislegierungen polykristallin abgegossen werden, um gezielt Korngrenzen ohne Belegung zu erzeugen. Die Legierung CMSX-4, speziell für die Herstellung einkristalliner Turbinenschaufeln ausgelegt, ist in diesem Zusammenhang besonders geeignet für systematische Experimente, weil ihr Gefüge ausschließlich aus  $\gamma$  Mischkristall und kubischen  $\gamma$ -Ausscheidungen besteht.

---

<sup>1</sup> Die tatsächlichen Versetzungsmechanismen bei dem Schneiden von  $\gamma$ -Ausscheidungen sind weitaus komplizierter, siehe [Des91]; verschiedene Mechanismen existieren abhängig von der Temperatur. Dennoch wird auch in diesen Fällen planares Gleiten beobachtet.

<sup>2</sup> Siehe Kapitel 2

Für die Versuche wurde entsprechend CMSX-4 verwendet, die chemische Zusammensetzung ist gemäß Herstellerangaben in Tabelle 4.1 gegeben.

C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Nb	Ti	Ta	W
0,0021	<0,01	<0,001	6,50	0,60	Rest	<0,03	1,03	6,50	6,40

Co	V	Cu	Fe	Al	Hf	B	Zr	Re	P
9,70	<0,005	<0,001	0,031	5,66	0,11	<0,002	<0,001	2,9	<0,005

Tabelle 4.1: CMSX-4, chemische Zusammensetzung in Gew.-%.

Für Vorversuche zur Rissausbreitung an Mikrokerben wurde einkristallines Grundmaterial verwendet, welches auch für den Abguss stängelkristalliner Proben zur Untersuchung des Einflusses von Korngrenzen auf die Rissausbreitung diente.

#### 4.3.2 Vorversuche zur Rissausbreitung an Mikrokerben in CMSX-4

Mit Vorversuchen an einkristallinen CMSX-4 Proben wurden die optimalen Parameter für die Rissinitiierung von kurzen Ermüdungsrissen an Mikrokerben ermittelt. Bei den zu verwendenden Flachzugproben müssen große Radien an den Übergängen zu den Einfassungen Spannungskonzentrationen außerhalb der Proportionallänge minimieren, damit die Bildung von Rissen im Übergang nicht vor der Rissinitiierung an den Mikrokerben zum Versagen der Proben führt. Dabei erwies sich die in **Abbildung 4.8** gezeigte Geometrie als geeignet. Die Probenherstellung erfolgte mit Funkenerosion. Die Oberflächenpräparation beinhaltete Schleifen und Polieren sowie abschließend eine Elektropolitur.

In dem Probenmaterial sind herstellungsbedingt Poren mit Durchmessern zwischen 10 und 50  $\mu\text{m}$  vorhanden. Die Größe der Mikrokerben ist deshalb so zu wählen, dass eine Rissinitiierung erfolgt, bevor Ermüdungsrisse von den Poren ausge-

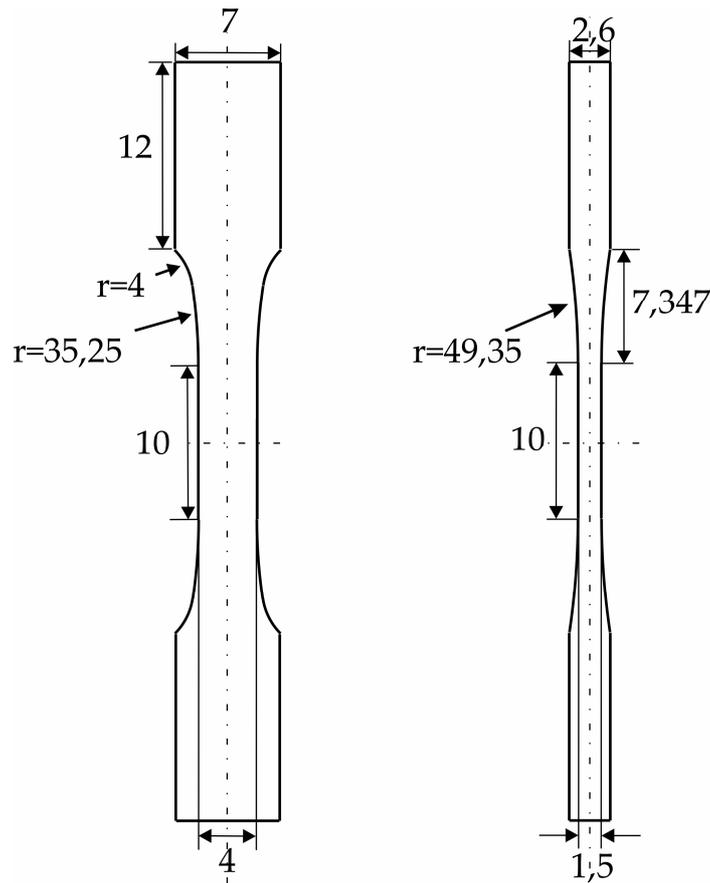


Abb. 4.8: Probengeometrie

hen, die zu einem Versagen der Probe führen. Gleichzeitig sollten die künstlichen Anrisse so klein wie möglich sein, um die lokale Wechselwirkung mit der Mikrostruktur beobachten zu können. Als geeignet erwiesen sich Mikrokerben mit halbkreisförmigem Profil und einem Durchmesser von  $60\ \mu\text{m}$  (und entsprechend einer Tiefe von  $30\ \mu\text{m}$ ). Diese wurden mittels FIB in die Probenoberflächen eingebracht, zunächst senkrecht zur Lastrichtung.

Die Ermüdungsversuche wurden mit einer Spannungsamplitude von  $300\ \text{MPa}$  und einem Spannungsverhältnis von  $R = -0,1$  bei sinusförmiger Last unter einer Frequenz von  $5\ \text{Hz}$  ausgeführt. Eine servohydraulische Prüfmaschine des Typs Instron 8511 diente der Versuchsführung. Mit Hilfe von Replika Folien erfolgten Oberflächenabdrücke in Intervallen von  $5000$  Lastspielen für die anschließende Vermessung der Risslänge im REM. Die Rissausbreitungsraten wurden mit einem fünf Punkt Polynom-Fit ermittelt.

Die gewählten Versuchsparameter erwiesen sich bereits in früheren Studien zu

Thermoschock-induzierten Rissen [Mar02] mit einer Anfangslänge zwischen 50 und 100 $\mu\text{m}$  als geeignet für eine frühe Rissausbreitung.

Im Falle der FIB initiierten Mikrokerben konnte Rissausbreitung innerhalb weniger tausend Lastspiele an den Kerben beobachtet werden. Die Rissausbreitung erfolgte in Stage I, entlang der (111) Gleitebenen (**Abbildung 4.9**). Der an der Mikrokerbe gebildete Ermüdungsriss führte nach etwa 200.000 Lastspielen zum Bruch. Auf der Bruchfläche ist das annähernd halbkreisförmige Profil der FIB-initiierten Kerbe zu erkennen (**Abbildung 4.10**). Im Vergleich mit einem an einer Gusspore initiierten Mikroriss konnte gezeigt werden, dass die Rissausbreitungsraten der FIB-initiierten Risse mit denen natürlicher Ermüdungsrisse übereinstimmen [Mar06]; der Einfluss von herstellungsbedingt implantierten Gallium-Ionen auf die Rissausbreitung kann somit vernachlässigt werden.

Der gegebene experimentelle Aufbau ermöglicht eine systematische Untersuchung der mikrostrukturellen Rissausbreitung. Allerdings ist die Richtung der Rissausbreitung an den Kerbflanken nicht vorherbestimmt, wenn die Kerben senkrecht zur Last ausgerichtet sind. Um in weiteren Experimenten einen definierten Abstand zwischen Rissen und Korngrenzen einzustellen, sollte die Richtung der Rissausbreitung jedoch bekannt sein.

Wie beobachtet wachsen kurze Ermüdungsrisse in Stadium I auf (111) Gleitebenen. Besteht folglich die Möglichkeit, die Kerben direkt entlang der Gleitebenen auszurichten und damit geradlinige, dreidimensionale Rissausbreitung in einer bestimmten Ebene zu erzwingen?

Um Mikrokerben entlang (111) Ebenen zu erzeugen, muss zunächst die lokale Orientierung des Werkstoffs bekannt sein. Diese Information kann mit EBSD (Electron BackScatter Diffraction) erhalten werden. Bei dieser Technik wird anhand der Beugung der Primärelektronen im REM orts aufgelöst die Orientierung und das Kristallgitter von Kristalliten gemessen. Die Information liegt anhand der drei Eulerwinkel  $\varphi_1$ ,  $\phi$ ,  $\varphi_2$  vor. Über diese ist die Rotationsmatrix definiert, die einen Vektor des Bezugssystems in einen Vektor des lokalen Kristallsystems überführt:

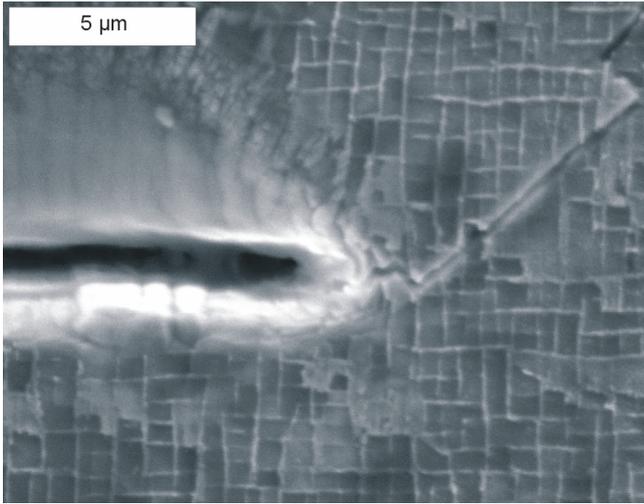


Abb. 4.9: Rissinitiierung an den Kerben erfolgt in Stadium I auf (111) Ebenen.

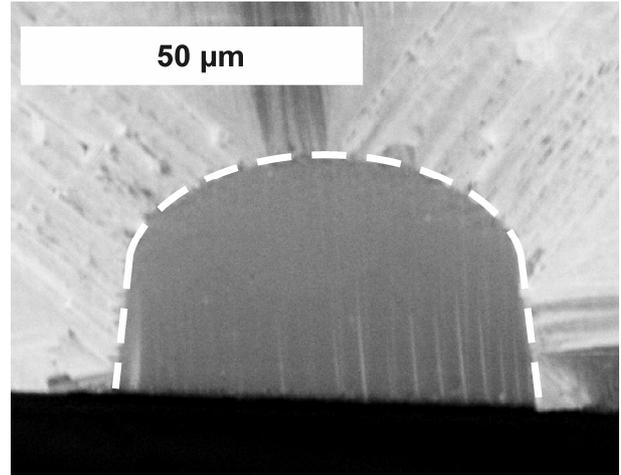


Abb. 4.10: Annähernd halbkreisförmiges Profil einer Kerbe, Aufnahme der Bruchfläche.

$$A = \begin{pmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \cos \phi \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 & \cos \varphi_2 \sin \varphi_1 + \cos \phi \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 & \sin \phi \sin \varphi_2 \\ -\sin \varphi_2 \cos \varphi_1 - \cos \phi \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 - \cos \phi \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 & \cos \phi \cos \varphi_2 \\ \sin \phi \sin \varphi_1 & -\sin \phi \cos \varphi_1 & \cos \phi \end{pmatrix} \quad (3.1)$$

Ist die lokale Orientierung des Kristallsystems bekannt, müssen im nächsten Schritt die Dreh- und Kippwinkel bestimmt werden, um welche die Probe relativ zu der Ionensäule im FIB gedreht werden muss:

Um die Kerbe in einer (111) Ebene zu initiieren, soll zunächst der Winkel  $\mu_z$  bestimmt werden, den die Schnittgerade zwischen Kristallebene und Probenoberfläche mit der  $y$ -Achse des Probenkoordinatensystems bildet (**Abbildung 4.11**). Sei  $A^T = (\underline{A}_1, \underline{A}_2, \underline{A}_3)$  die transponierte Eulermatrix des Einkristalls,  $\underline{b}^1$  und  $\underline{b}^2$  seien orthogonale Vektoren in der Netzebene im Kristallkoordinatensystem,  $\underline{v}$  sei ein Vektor parallel zur Schnittgeraden in der Probenoberfläche und  $\alpha$  und  $\beta$  seien reelle Konstanten. Dann gilt:

$$\underline{v} = \alpha A^T \underline{b}^1 + \beta A^T \underline{b}^2 \quad (3.2)$$

Der Vektor  $\underline{v}$  liegt in der Probenoberfläche, d.h. es gilt  $v_z = 0$ . Entsprechend ergibt

sich zwischen  $\alpha$  und  $\beta$  die Beziehung:

$$\beta = -\alpha \frac{A_3 \underline{b}^1}{A_3 \underline{b}^2} \quad (3.3)$$

Setzt man  $v_x = 1$  beliebig, ergibt sich für  $\alpha$ :

$$\alpha = \left[ \underline{A}_1 \underline{b}^1 - \frac{(\underline{A}_1 \underline{b}^2)(\underline{A}_3 \underline{b}^1)}{\underline{A}_3 \underline{b}^2} \right]^{-1} \quad (3.4)$$

Die Komponente  $v_y$  kann alsdann aus den obigen Gleichungen bestimmt werden:

$$v_y = \alpha \underline{A}_2 \underline{b}^1 + \beta \underline{A}_2 \underline{b}^2 \quad (3.5)$$

Der Winkel  $\mu_z$  zwischen  $\underline{v}$  und der  $y$ -Achse ergibt sich damit zu:

$$\mu_z = \arctan \frac{1}{v_y} \quad (3.6)$$

Die Probe wird im FIB derart gedreht, das das Pattern der Kerbe in Richtung von  $\underline{v}$  verläuft. Damit die Kerbe auch in der Tiefe entlang der gewählten Netzebene verläuft, ist jetzt ein Kippen um einen Winkel  $\kappa$  nötig (**Abbildung 4.11**). Sei  $\underline{n}$  der Normalenvektor der Netzebene im Probenkoordinatensystem, der sich aus der Multiplikation des Vektors in Kristallkoordinaten mit der transponierten Eulermatrix ergibt<sup>3</sup>. Dann kann der gesuchte Winkel wie folgt berechnet werden:

$$\kappa = \arccos(\underline{n} \cdot \underline{z}) \quad (3.7)$$

---

<sup>3</sup> Um Eindeutigkeit zu gewähren kann die Orientierung der Normalen stets so gewählt werden, dass beispielsweise ihre  $x$ -Komponente negativ ist.

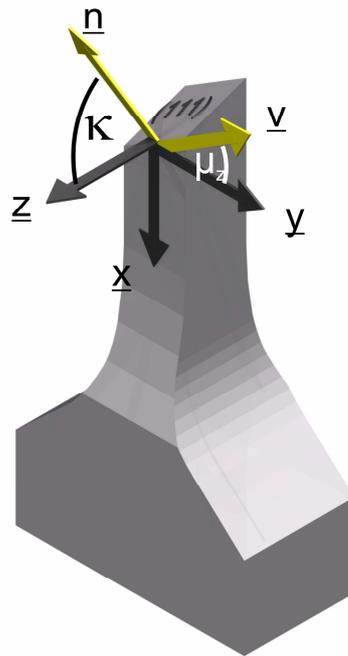


Abb. 4.11: Winkel zwischen Probenkoordinaten und Gleitsystem.

Wenn die Mikrokerben wie gezeigt entlang von  $(111)$  Ebenen orientiert werden, stellt sich im Ermüdungsversuch ebene Rissausbreitung ein (**Abbildung 4.12**). Allerdings muss die Initiierung auf derjenigen Gleitebene erfolgen, auf der das Gleitsystem mit dem höchsten Schmid-Faktor liegt<sup>4</sup>. Auf diese Weise sind systematische Experimente mit exakt definierter Ausbreitungsrichtung möglich. Mit der Technik können jetzt Risse in definierten Abständen zu Korngrenzen initiiert werden.

<sup>4</sup> Andernfalls können die Risse an den Kerben „abknicken“ und in eine gemäß der äußeren Spannung günstigere Richtung wachsen.

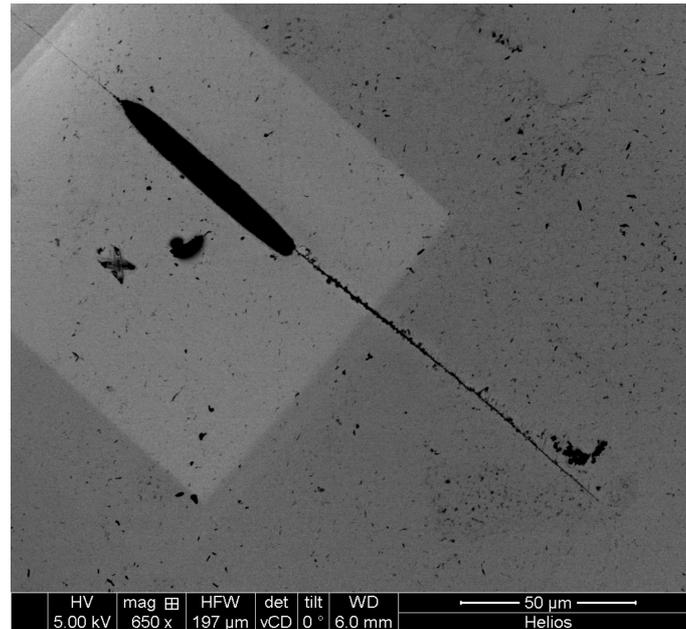


Abb. 4.12: Ebene Rissinitiierung entlang einer (111) Ebene durch Orientierung der Kerbe auf die entsprechende Ebene.

### 4.3.3 Gerichtet erstarrte, stängelkristalline Proben

Einkristallines Grundmaterial diente als Basis für die Herstellung polykristalliner Proben in einem Bridgeman-Ofen. Die Konstruktion des Bridgeman Ofens nutzt die Bewegung des Schmelztiegels entlang eines Temperaturgradienten, um gerichtete Erstarrung der Schmelze einzuleiten. Der Wärmeentzug erfolgt einachsig, der Tiegel wird vertikal aus einer widerstandsbeheizten Zone abgesenkt. Dabei muss die Absenkgeschwindigkeit groß genug sein, um die Bildung von Freckles – kleine, kettenförmig angeordnete Körner zwischen den Dendriten – zu vermeiden; andererseits muss die Geschwindigkeit niedrig genug sein, damit die Erstarrungswärme an der fest flüssig Phasengrenze von dem erstarrten Material abgeleitet werden kann damit sich stängelförmige Kristalle bilden. Details über die gerichtete Erstarrung finden sich in [Bür01].

Drei Stängelkristalline Abgüsse von CMSX-4 wurden am Institut für Werkstoffwissenschaft und Methodik in einem Bridgeman Ofen hergestellt. Die Herstellung weiterer drei Abgüsse erfolgte aufgrund der hohen Standzeiten des Ofens am Lehr-

stuhl Werkstoffkunde und Technologie der Metalle an der Universität Erlangen Nürnberg.

Mit Hilfe der gerichteten Erstarrungen konnte ein stängelförmiges Gefüge hergestellt werden. Die Länge der Stängelkörner betrug mehrere Zentimeter, teilweise über die gesamte Probenlänge; die Breite der Körner variiert, je nach Probengeometrie, zwischen 0,5 und 20 mm (**Abbildung 4.13**).

Nach dem Abguss weist das Gefüge der Proben im Bereich der Korngrenzen vergrößerte  $\gamma$ -Ausscheidungen in der Größenordnung von  $50\mu\text{m}$  auf. Eine anschließende dreistufige Wärmebehandlung diente der Beseitigung dieser Ausscheidungen, so dass sich eine gleichmäßige Mikrostruktur einstellt, mit kubischen  $\gamma$ -Ausscheidungen von etwa 500 nm Größe.

Es wurden zehn polykristalline Flachzugproben hergestellt und folgender Wärmebehandlung zur Homogenisierung des Gefüges unterzogen:

- 1290°C, 20min, Ar-Atmosphäre
- 1300°C, 3h, Ar-Atmosphäre
- 1315°C, 6h, Ar-Atmosphäre
- Luftabkühlung

Aus den Abgüssen wurden Proben für die Ermüdungsversuche hergestellt, die Längsachse der Proben lag in Erstarrungsrichtung, so dass jede Probe nur wenige Körner enthält, deren Korngrenzen parallel zur Lastachse ausgerichtet sind.

Die Proben wurden mit EBSD charakterisiert. Aus den kristallographischen Orientierungen der Körner wurde die Lage der (111) Ebenen berechnet, so dass Mikrokerben mittels Drehen und Kippen im FIB wie oben beschrieben direkt entlang dieser Ebenen erzeugt werden können. Dieses Vorgehen hat den Vorteil, dass unter zyklischer Last entlang der Kerben dreidimensional ebene Risse wachsen, deren Abstand zu einer Korngrenze aufgrund der bekannten Ausbreitungsrichtung vor dem Versuch festgelegt werden kann. Zudem ergeben sich reproduzierbar die einfachen Rissgeometrien, die auch den Modellen z.B. von Tanaka zu Grunde liegen.

Es wurde das Ausbreitungsverhalten von 10 kurzen Rissen bei einer Spannungsamplitude von 300 MPa und einem Spannungsverhältnis von  $R = -0,1$  untersucht.

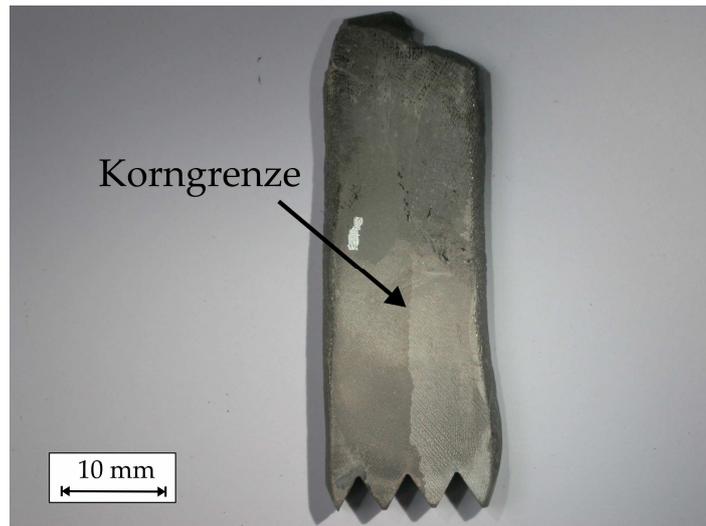


Abb. 4.13: Bikristall, hergestellt im Bridgeman Verfahren mit gezacktem unteren Rand zum Ankeimen beim Abguss.

Die Fließspannung liegt hier bei 900 MPa und ist damit deutlich größer als die Oberspannung von 570 MPa. Die Mikrokerben wurden in Abständen von 50  $\mu\text{m}$  bis 80  $\mu\text{m}$  (ab Mitte der Kerbe) zu den Korngrenzen initiiert. Damit wurde der Einfluss der Lage der Korngrenze und der Rissausbreitungsrichtung in benachbarten Körnern untersucht, mit gezielter Variation des Abstandes zwischen Riss und Korngrenze.

#### 4.3.4 Experimentelle Vorgehensweise, Baustahl

Bei ferritischen und martensitischen Stählen ist die Hinderniswirkung der Korngrenzen hinsichtlich der Rissausbreitung sehr stark ausgeprägt. Risswachstum erfolgt oft nur über ein bis zwei Korndurchmesser, selbst oberhalb der Streckgrenze. Die Zunahme der Werkstoffschädigung erfolgt über die Koagulation mehrerer kurzer Risse. Die starke Hinderniswirkung der Korngrenzen sollte deshalb gezielt untersucht werden. Ein kohlenstoffarmer Baustahl folgender Zusammensetzung wurde für die Untersuchungen verwendet:

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Co
0,066	<0,006	0,454	0,088	0,055	0,035	<0,001	0,049	0,005	0,014

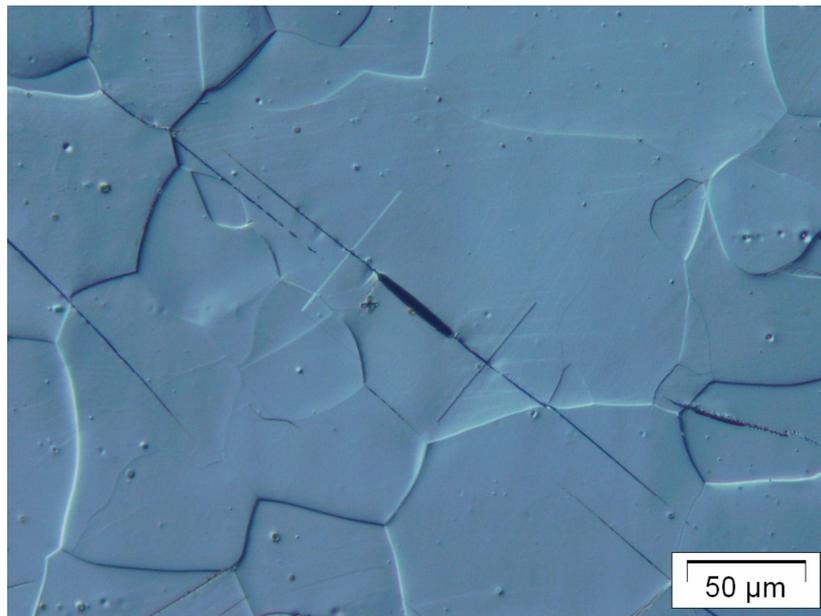
Tabelle 4.2: Chemische Zusammensetzung der Stahls, Analyse gem. Fun-  
kenspektrometer. Angaben in Gew.-%.

Der Stahl wurde zunächst bei 1200°C gegläht, um eine durchschnittliche Korngröße von 150 µm einzustellen. Um den Einfluss von Korngrenzen unabhängig von Perlit-Phasen zu untersuchen, erfolgte eine Randentkohlung bei 715°C für drei Stunden, so dass die Probe innerhalb der ersten 300 µm nach der Präparation Perlit-frei ist. Eine anschließende vierwöchige Alterung der Proben erfolgte um die Bildung Lüdersbandartiger Strukturen bei der Ermüdung [Mac78] zu unterdrücken.

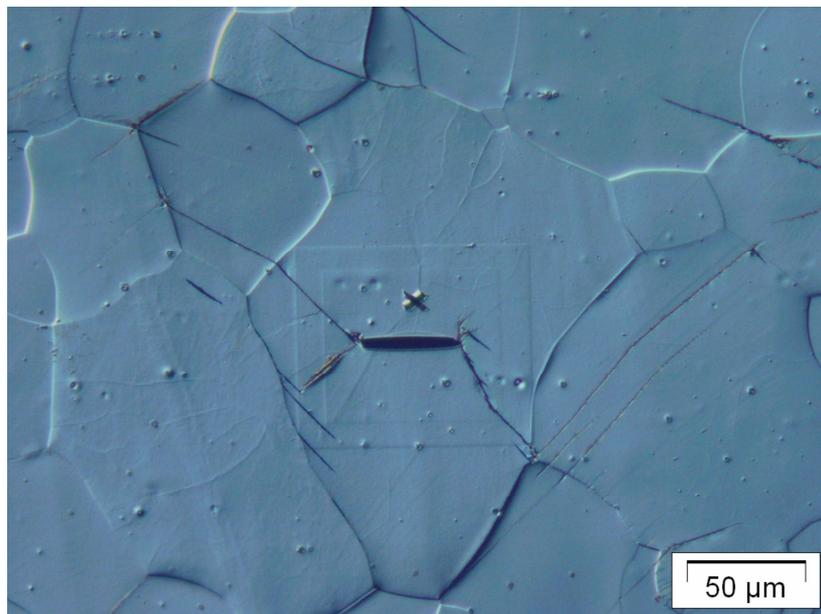
Um ebene Rissausbreitung wie bei CMSX-4 zu erzielen, müssen die Besonderheiten der Versetzungsbewegung im kubisch raumzentrierten Ferrit berücksichtigt werden:

In raumzentrierten Metallen spalten die Kerne der Schraubenversetzungen auf mehrere Ebenen auf, ihre Peierlsspannung ist wesentlich höher als die von Stufenversetzungen und sie bestimmen das Verformungsverhalten bei tiefen Temperaturen. Die Schraubenversetzungen, deren Burgersvektor  $\frac{1}{2}[111]$  ist, können auf mehreren Ebenen quergleiten. Diskutiert werden  $\{110\}$ ,  $\{112\}$  und  $\{123\}$  Ebenen [Chr83]. Deshalb verlaufen Gleitlinien in ferritischen Stählen makroskopisch oft nicht kristallographisch. Die Gleitrichtung kann gemäß Beobachtungen von Taylor [Tay26], der den Mechanismus als „pencil-glide“ bezeichnete, wie folgt bestimmt werden:

Die Gleitebene enthält den Burgersvektor; ihre Normale liegt in der Ebene, die Burgersvektor und Lastrichtung aufspannen.



a



b

Abb. 4.14: Rissinitiierung in ferritischem Stahl an Mikrokerben; im Bereich um die Kerben ist infolge der Ionen-Abbildung bei der Herstellung der Bildausschnitt beim Rastern in der Oberfläche zu erkennen. a: Dreidimensional ebene Rissausbreitung in Stahl durch Orientierung der Kerben gemäß pencil glide. b: Ohne Orientierung der Kerben ist die Rissausbreitungsrichtung nicht eben.

Unter Berücksichtigung dieser Regel kann durch entsprechende Orientierung der Kerben – analog dem Vorgehen bei CMSX-4 – ebene Rissausbreitung erreicht werden (**Abbildung 4.14**). Dabei muss die Kerbe in derjenigen der vier möglichen pencil-glide Ebenen initiiert werden, die die höchste Schmid'sche Schubspannung aufweist. Andernfalls kann die Rissausbreitungsrichtung nicht vorherbestimmt werden.

Für die Untersuchung der mikrostrukturellen Rissausbreitung wurden die Proben mit EBSD charakterisiert. Eine Orientierung der Kerben gemäß pencil-glide in ausgewählten Körnern mit hoher Schmid'scher Schubspannung ermöglichte eine Vorausbestimmung der Rissausbreitungsrichtung und eine in drei Dimensionen ebene Rissausbreitung.

Die Versuche wurden bei einer Spannungsamplitude von 260 MPa mit einem Spannungsverhältnis von  $R = -1$  bei 5 Hz durchgeführt, wobei die Streckgrenze zu 332 MPa bestimmt wurde.



## 5. Ergebnisse

### 5.1 Mikrostrukturelle Rissausbreitung in ferritischem Stahl

Bei ferritischen und martensitischen Stählen ist die Hinderniswirkung der Korngrenzen hinsichtlich der Rissausbreitung sehr stark ausgeprägt. Risswachstum erfolgt oft nur über ein bis zwei Korndurchmesser, selbst oberhalb der Streckgrenze [Rad07]. Die Zunahme der Werkstoffschädigung erfolgt über die Koagulation mehrerer kurzer Risse [Mey02]. Die Ursache der starken Hinderniswirkung der Korngrenzen sollte deshalb systematisch untersucht werden.

Das Gefüge des untersuchten Baustahls wurde mit gezielten Wärmebehandlungen modifiziert, um eine grobkörnige, rein ferritische Mikrostruktur zu erhalten. Auf diese Weise können einzelne Korngrenzen ohne Einflüsse von Perlit oder Karbiden untersucht werden. Auf der Grundlage von EBSD-Messungen werden die Kerben dreidimensional gemäß der von Taylor [Tay26] benannten pencil-glide Orientierung initiiert. Dieses Vorgehen erzielt ebenes Risswachstum, vergleichbar mit natürlich initiierten Mikrorissen im Stadium I.

Nach Vorversuchen zur Rissorientierung, der Wahl der Spannungsamplitude und des Spannungsverhältnisses sowie der geeigneten Wärmebehandlungsbedingungen wurden an sieben Proben insgesamt 20 Mikrorisse untersucht. Die Versuche erfolgten bei  $R=-1$  mit einer Spannungsamplitude von 260 MPa und einem sinusförmigen Lastverlauf mit einer Frequenz von 5 Hz.

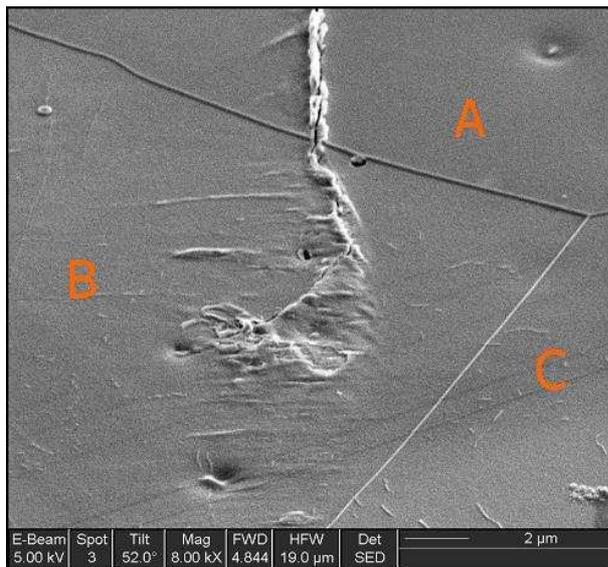
Die Auswertung der ersten Probe bestätigte die starke Hinderniswirkung der Korngrenzen in ferritischem Stahl: von fünf untersuchten Rissen konnte lediglich ein Riss einseitig eine Korngrenze überwinden. Dieser Riss wuchs innerhalb der ersten

10.000 Lastspiele ins benachbarte Korn, hielt dann jedoch vor der nächsten Korngrenze an. Ein weiteres Wachstum innerhalb von 100.000 Zykeln konnte für keinen Riss beobachtet werden. Lediglich für Lastspielzahlen  $> 100.000$  kommt es zunehmend zur Koagulation natürlich entstandener Ermüdungsrisse, deren Dichte im Verlauf der Belastung zunimmt.

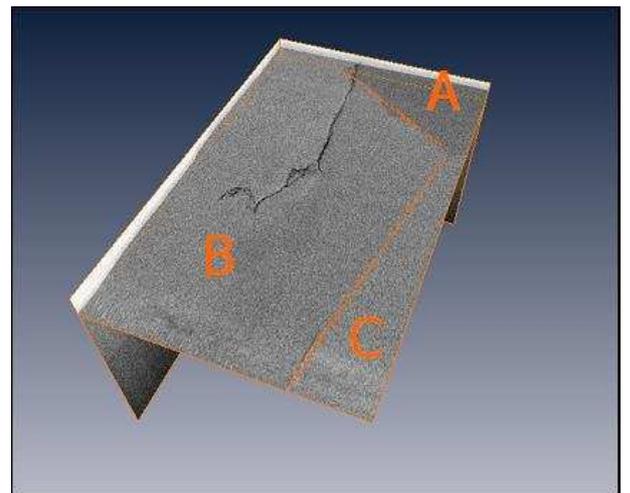
Um die Bedingungen für die Rissausbreitung über eine Korngrenze näher zu untersuchen, wurde eine Tomographie an dem Riss durchgeführt, der sich ins benachbarte Korn ausbreitete. **Abbildung 5.1a** zeigt den Riss, der seine Ausbreitung in Korn A beginnt und in der Nähe des Tripelpunktes ABC in Korn B sein Wachstum an der Oberfläche beendet. Aus der Tomographie in **Abbildung 5.1.b-c** wird ersichtlich, dass der Rissfortschritt unter der Oberfläche zu einem großen Teil in Korn C erfolgt. Der Riss läuft unter der Oberfläche aus dem Bereich der Tomographie heraus, hat sich also weiter ausgebreitet, als auf der Oberfläche ersichtlich wird. Zudem ist ein nahezu geradliniger Rissverlauf von Korn A nach Korn C zu erkennen. Im Gegensatz dazu kann auf der Oberfläche ein gezackter Verlauf mit starker plastischer Deformation in Korn B beobachtet werden, was auf einen starken Widerstand gegen Rissausbreitung schließen lässt.

Die Ursache für die starken Unterschiede im Rissausbreitungsverhalten in den Körnern B und C findet sich in ihren Orientierungsbeziehungen zu Korn A: Die Ebene der bevorzugten Rissausbreitung (die pencil-glide Ebene mit dem höchsten Schmid-Faktor) schließt bei den Körnern A und C lediglich einen Winkel von  $11^\circ$  ein. Im Bereich der Korngrenze „dreht“ sich der Pfad von der Orientierung in Korn A kontinuierlich auf die Orientierung in Korn C (**Abbildung 5.1.d**).

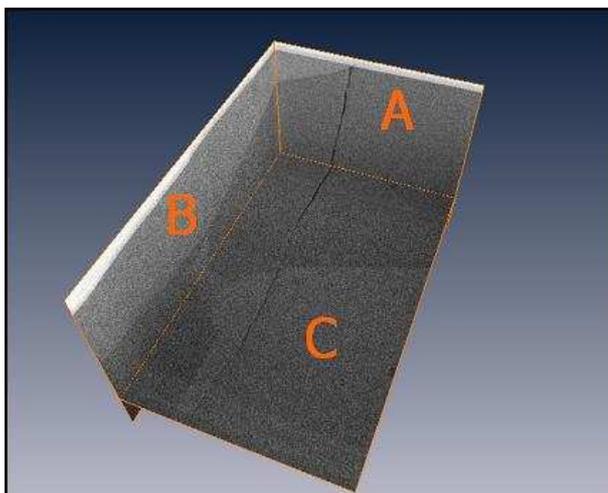
Der Winkel zu der bevorzugten Ebene in Korn B beträgt  $63^\circ$  (**Abbildung 5.1.e**). Ein stetiger Rissfortschritt von Korn A nach Korn B entlang dieser Ebenen ist nicht möglich. Der Riss folgt in diesem Korn nicht seiner natürlichen Ausbreitungsrichtung, weiteres Wachstum wird blockiert – der Rissfortschritt wird lediglich vorangetrieben von der Ausbreitung in Korn C unter der Oberfläche und ist in seiner Ausbreitung auf der Oberfläche eingeschränkt.



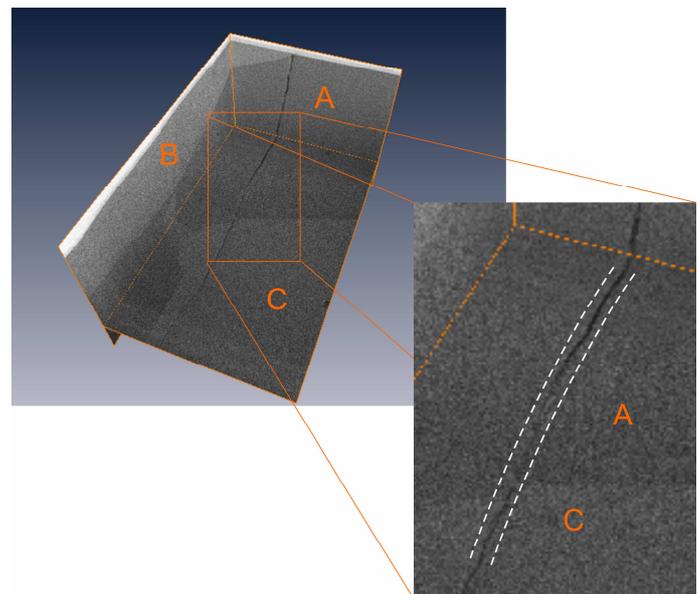
5.1.a



5.1.b

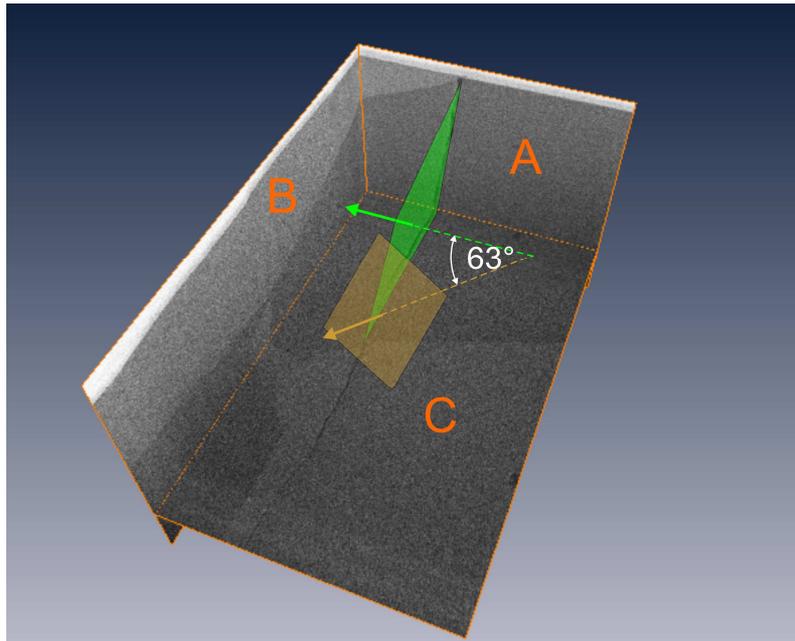


5.1.c



5.1.d

Abb. 5.1: a: Ein Riss hält nach dem Passieren der Korngrenze in Korn A an. b: Rekonstruktion von Riss und Mikrostruktur nach der Tomographie. c: Rissverlauf unter der Oberfläche in Korn C. d: Der Riss wechselt kontinuierlich die Orientierung im Bereich der Korngrenze.



5.1.e

Abb. 5.1.e: Ebene der Rissausbreitung in Korn A (grün) und pencil glide Ebene in Korn B (gold). Die Ebenennormalen schließen einen Winkel von  $63^\circ$  ein.

Die starke Hinderniswirkung, bedingt durch ungünstige Orientierung benachbarter Gleitebenen ist reproduzierbar: Bei den folgenden Versuchen wurden gezielt Körner für die Rissinitiierung ausgewählt, deren Nachbarn unterschiedlich große Missorientierungen zwischen den pencil glide Ebenen aufweisen, zwischen  $5^\circ$  und  $75^\circ$ . Lediglich sieben Risse konnten eine Korngrenze passieren. In **Abbildung 5.2** sind die Missorientierungswinkel der pencil-glide Ebenen höchster Schubspannung<sup>1</sup> benachbarter Körner für die untersuchten Risse dargestellt. Man sieht, dass in allen Nachbarkörnern mindestens eine pencil-glide Ebene eine hohe Schubspannung erfährt. Die Durchläufer, also Risse, die die Korngrenze überwinden und die Ausbreitung im Nachbarkorn fortsetzen, sind separat aufgeführt.

<sup>1</sup> Die Vorversuche zeigten, dass Rissinitiierung nur auf den PG Ebenen höchster Schubspannung stattfindet

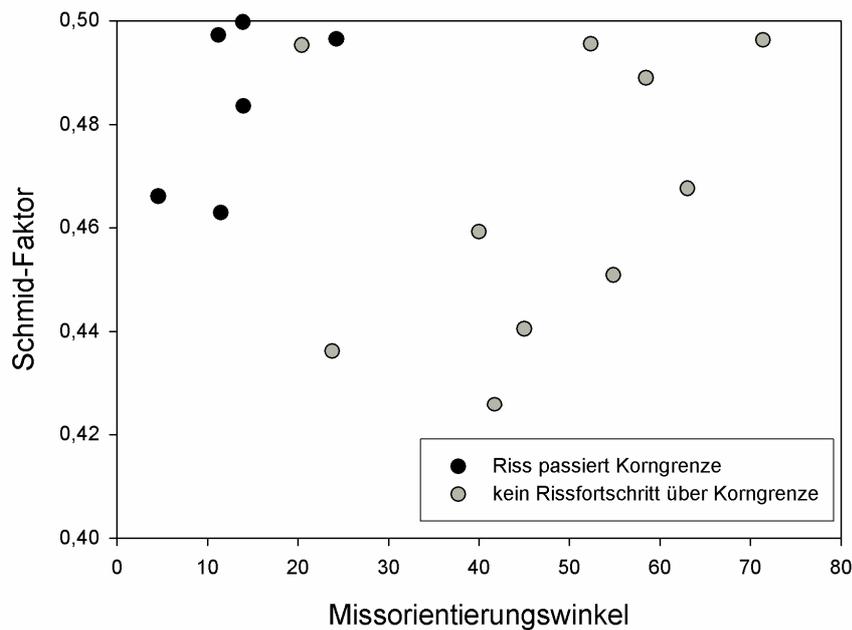


Abb. 5.2: Nur Risse mit geringem Missorientierungswinkel können die Korngrenzen passieren.

Es zeigt sich, dass Risse die Korngrenzen im Versuch nur dann überqueren können, wenn die Missorientierung benachbarter Gleitebenen  $\leq 20^\circ$  ist. Das gilt auch dann, wenn benachbarte Gleitebenen eine rechnerisch nach dem Schmid'schen Gesetz hohe Schubspannung erfahren. Ein zickzackförmiger Rissverlauf auf mehreren Ebenen zum Überwinden einer Korngrenze wurde nicht beobachtet, im Gegensatz zu Beobachtungen in flächenzentrierten Nickelbasis- und Aluminiumlegierungen [Zha05]. Wenn benachbarte pencil-glide Ebenen jedoch einen kleinen Winkel bilden, ist ein großer Orientierungsunterschied der Ebenen entlang der gemeinsamen Korngrenze unwahrscheinlich. In diesem Fall kann der Rissfortschritt annähernd stetig erfolgen, wobei gemäß **Abbildung 5.1.d** die Rissausbreitung im Bereich der Korngrenze kontinuierlich die Richtung ändert. Daraus ergibt sich folgende Schlussfolgerung: Der Rissfortschritt wird nicht durch eine hinsichtlich der Spannung ungünstig orientierte Ebene behindert (wie weitläufig angenommen wird), sondern durch ungünstige Orientierung benachbarter Gleitebenen hinsichtlich der Lage der Korngrenze.

## 5.2 Mikrostrukturelle Rissausbreitung in CMSX-4

Der Einfluss einzelner Korngrenzen auf die Rissausbreitung wurde mit Experimenten an polykristallin erstarrtem CMSX-4 und Referenzmessungen zur ungestörten Rissausbreitung an Einkristallen untersucht. An polykristallinen Proben können mehrere Risse mit identischen Parametern in verschiedenen Abständen zu ein und der selben Korngrenze initiiert werden. Die Risspfade zeigen den gleichen Verlauf und vergleichbare Verästelungen nach dem Überqueren (siehe **Abbildung 5.3a-b**). Die Rissausbreitung erfolgt auch jenseits der Korngrenzen kristallographisch auf  $\{111\}$  Ebenen. Die Experimente sind hinsichtlich der Rissausbreitung über die Korngrenzen sehr gut reproduzierbar aufgrund der definierten Randbedingungen: Über Position und Größe der Mikrokerbe sowie deren kristallographischer Ausrichtung sind entscheidende Parameter für die Rissausbreitung bereits vor dem Experiment festgelegt.

### 5.2.1 Referenzmessungen an einkristallinen Proben

An einer einkristallinen Probe wurden zwei Risse initiiert um Referenzdaten für die ungestörte Rissausbreitung zu generieren. Diese Probe erfuhr die gleiche Wärmebehandlung wie die Polykristalle. Die Orientierung des Einkristalls ist in Tabelle 5.1 aufgeführt. Für die Rissinitiierung wurde das Gleitsystem  $[1-10] (11-1)$  ausgewählt, welches den höchsten Schmidfaktor aufweist (Tabelle 5.2). Die Orientierung der Gleitsystemnormale bezüglich der Probenkoordinate (Lastrichtung:= x-Richtung) ist  $(0,51; -0,84; -0,16)$ . Das Gleitsystem ist so orientiert, dass der Burgersvektor in der y-Ebene liegt und etwa  $45^\circ$  zur z-Achse ausgerichtet ist. Damit sollte plastische Verformung im Bereich der Rissspitzen als Topographie sichtbar sein. Die beiden Mikrokerben wurden in einem Abstand von 1mm erzeugt, um eine gegenseitige Wechselwirkung der sich ausbildenden Risse auszuschließen.

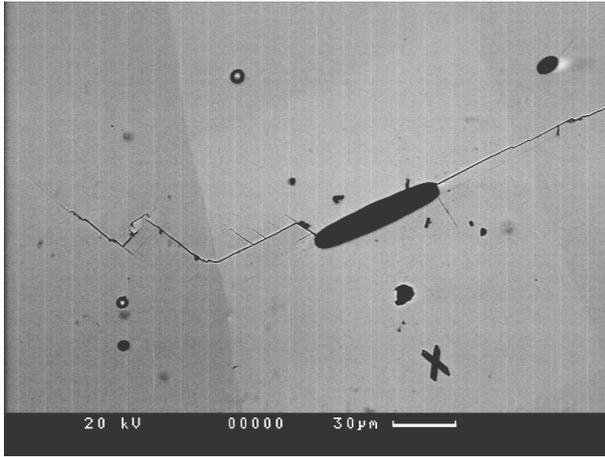


Abb. 5.3.a: Rissausbreitung über eine Drehkorngrenze. Es erfolgt ein mehrfacher Wechsel der kristallographischen Orientierung.

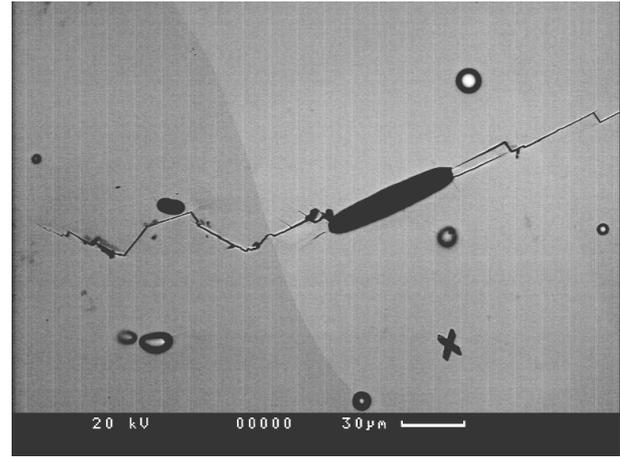


Abb. 5.3.b: An der gleichen Korngrenze zeigt ein weiterer Riss ein nahezu identisches Verhalten.

$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$
164°	44°	288°

Tabelle 5.1: Orientierung der Referenzprobe, Eulerwinkel.

Gleitebene	Gleitsystem	Schmid-Faktor
(11-1)	[1-10]	0,425
	[101]	0,046
	[011]	0,406

Tabelle 5.2: Schmid-Faktoren der Gleitsysteme

Im Ermüdungsversuch zeigen die Risse ein vergleichbares Ausbreitungsverhalten in Abhängigkeit der Lastspielzahl. Die Auswertung ergibt einen monotonen Anstieg der Rissausbreitungsrate mit der Risslänge. Zwischen den Ausbreitungsraten finden sich nur geringe Streuungen (**Abbildung 5.4a-b**). Beide Risse breiten sich in Stage I entlang der Gleitebene aus, in der die Mikrokerben geschnitten wurden. Die Methode der Rissinitiierung mittels kristallographisch ausgerichteter Mikrokerben

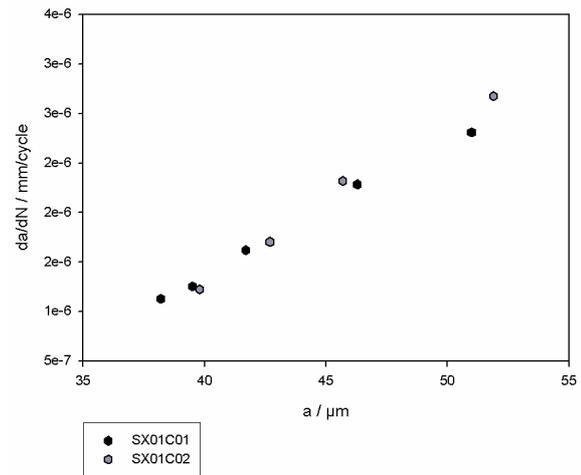
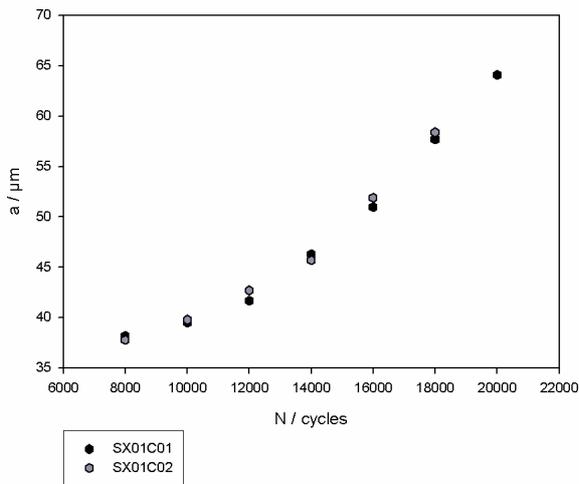


Abb. 5.4.a: Zwei Risse gleicher Orientierung im gleichen Einkristall zeigen ein nahezu identisches Ausbreitungsverhalten.

Abb. 5.4.b: Ausbreitungsrate in Abhängigkeit der Risslänge für die Risse aus a.

ist am Einkristall reproduzierbar. Mit dieser Technik kann Rissausbreitung entlang eines Gleitsystems dargestellt werden, was den Vergleich mit vereinfachten physikalischen Modellen erleichtert.

Im Verlauf der zyklischen Belastung bilden sich plastische Zonen vor den Rissspitzen. Diese Bereiche plastischer Abgleitung lassen sich im Bereich der Rissspitzen mittels Orientierungskontrast des Backscatter Elektronenbildes abbilden (**Abbildung 5.5a-b**), wobei die lokalen Orientierungsänderungen unter einem Grad liegen. Die Zonen sind als schmale, bandförmige Erhebungen bzw. Einsenkungen zu erkennen, die von der Rissspitze ausgehen. Die Topographie der plastischen Zone kann mit dem Atomic Force Microscope (AFM) vermessen werden (**Abbildung 5.5.c**). Damit besteht potentiell die Möglichkeit, die Hysterese der plastischen Rissspitzenverschiebung direkt im Verlauf der Belastung zu Messen, wenn mit einem entsprechenden Miniaturzugtisch im AFM gearbeitet wird. Erste Vorarbeiten wurden in einer Studienarbeit vorgenommen [Kni09]. Die Länge der plastischen Zonen wurde zu vier Zeitpunkten im Verlauf der Ermüdung ex-situ im REM vermessen. Vergleicht man die Länge der plastischen Zone (gemeint ist der Abstand von einer

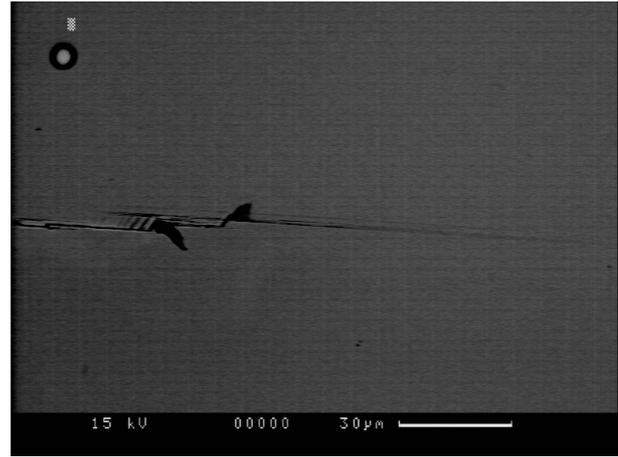
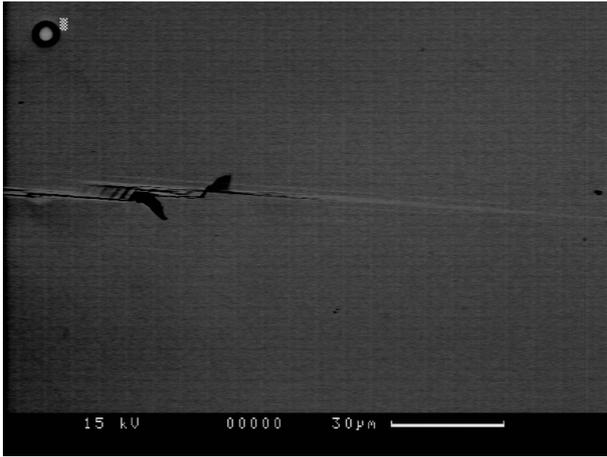


Abb. 5.5.a: plastische Zone (hell) vor einer Risspitze im Backscatter Kontrast

Abb. 5.5.b: Kontrastumkehr nach Kippung um 3° verdeutlicht die lokalen Orientierungsunterschiede.

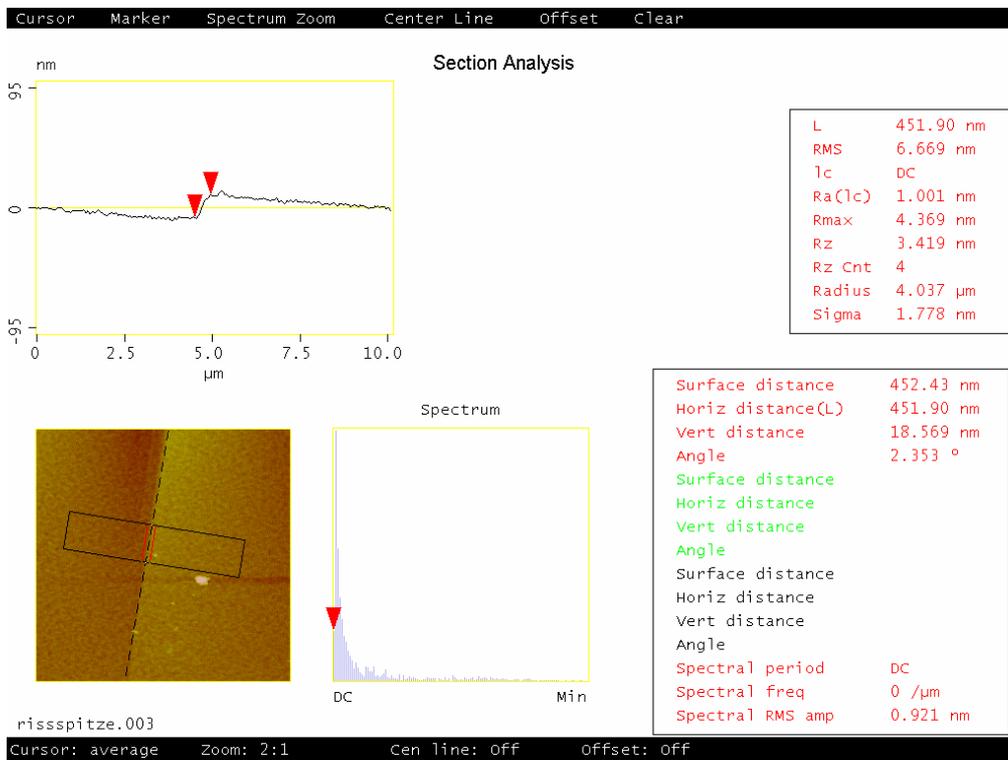


Abb. 5.5.c: Die plastische Zone vor der Risspitze eines 250 μm langen Risses wurde im AFM vermessen. Die Höhe der Gleitstufe beträgt 19 nm („vert distance“ in der Abbildung).

Gleitbandspitze zur anderen) mit der Risslänge ergibt sich hier in guter Näherung eine Ursprungsgerade (**Abbildung 5.6**). Zwischen Risslänge und Größe der plastischen Zone besteht ein linearer Zusammenhang.

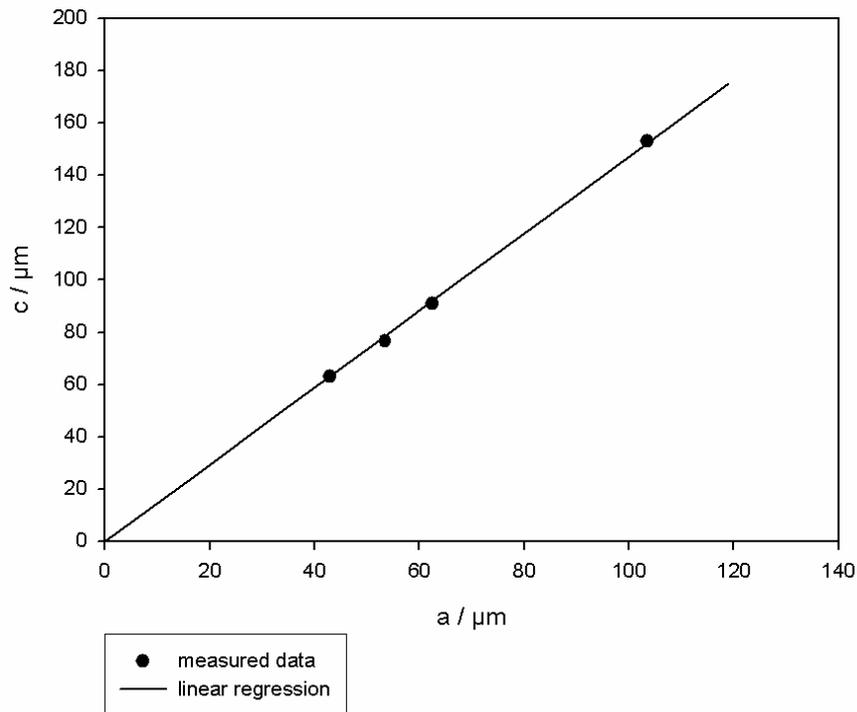


Abb. 5.6: Die Länge der plastischen Zone ist im Einkristall proportional zur Risslänge.

### 5.2.2 Der Einfluss von Korngrenzen auf die Rissausbreitung in polykristallinem CMSX-4

Um den Einfluss einzelner Korngrenzen auf die Rissausbreitung zu untersuchen, wurden Experimente mit polykristallin erstarrtem CMSX-4 durchgeführt. Hier können mehrere Risse mit identischen Parametern in definierten Abständen zu verschiedenen Korngrenzen initiiert werden. Für jeweils individuelle Korngrenzen sind die Experimente reproduzierbar; die Risspfade zeigen in diesen Fällen den gleichen Verlauf: Risswachstum erfolgt entlang der gleichen Gleitebene, auch nach dem Überqueren der Korngrenzen. Ebenso lassen sich Rissausbreitungspfade mit einem zickzackförmigen Verlauf entlang mehrerer Gleitebenen reproduzieren (siehe **Abbildung 5.3a-b**).

Insgesamt wurden 10 Risse untersucht, Die Orientierung der benachbarten Körner, Die Gleitebene der Rissinitiierung und die berechneten Schmidfaktoren finden sich im Anhang.

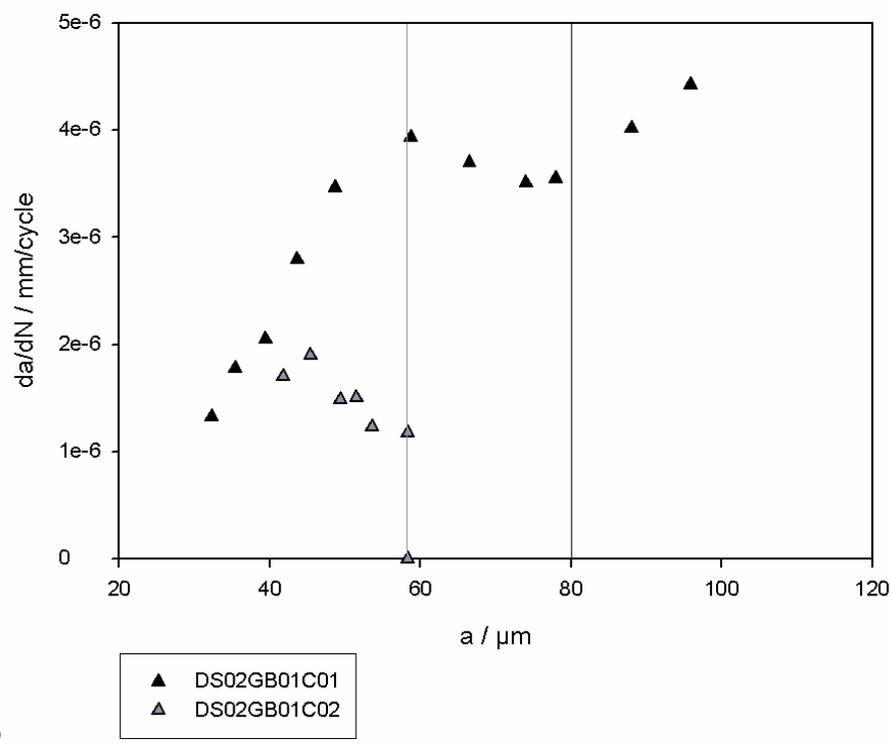
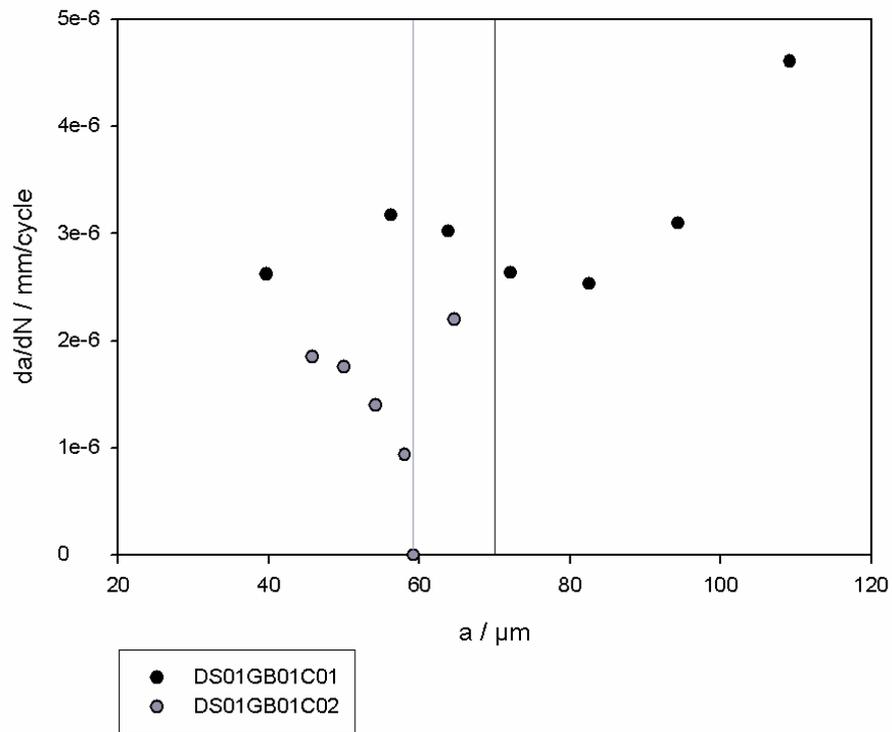
Betrachtet man die Rissausbreitung in Richtung der Korngrenzen, lässt sich eine starke Wechselwirkung beobachten:

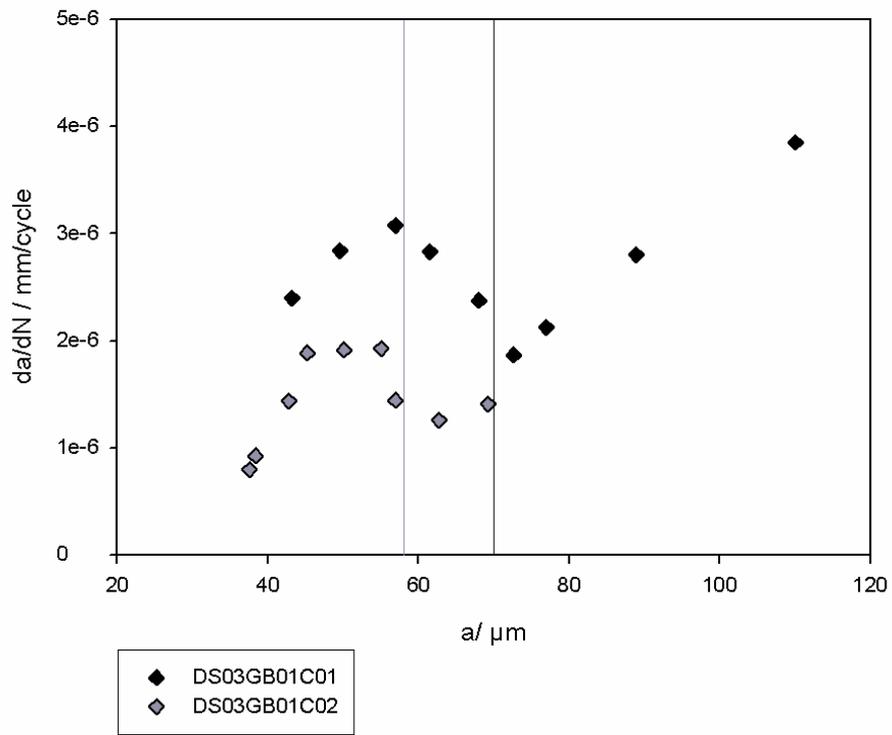
Die **Abbildungen 5.7a-e** zeigen die Rissausbreitungsraten für die untersuchten kurzen Risse, aufgetragen gegen die Risslänge. Die Risslänge, bei der die Grenzfläche erreicht wird, ist jeweils durch eine vertikale Linie markiert. Jede Abbildung zeigt hierbei zwei Risse, die in unterschiedlichen Abständen auf die selbe Korngrenze zuwachsen. Risse im gleichen Korn zeigen stärkere Verlangsamung bei kleinerer Anfangsdistanz zur Korngrenze.

Die **Abbildung 5.7c** zeigt beispielhaft die Wachstumsraten von zwei Rissen im selben Korn, die die gleiche Korngrenze überqueren. Die Rissausbreitung beginnt  $40\ \mu\text{m}$  bzw.  $28\ \mu\text{m}$  vor der Korngrenze (d. h. der Abstand zwischen der Mitte der Kerbe und der Korngrenze beträgt zu Beginn der Rissausbreitung  $70\ \mu\text{m}$  bzw.  $58\ \mu\text{m}$ ). Der Einfluss einer Korngrenze in Abhängigkeit des Abstandes zum Riss wird an diesem Beispiel mit sonst identischen Randbedingungen deutlich sichtbar: Vor der Korngrenze zeigt der Riss mit geringerem Abstand eine deutlich geringere Ausbreitungsrate; jenseits der Korngrenze zeigen beide Risse bei gleicher Länge die gleiche Ausbreitungsrate<sup>2</sup>.

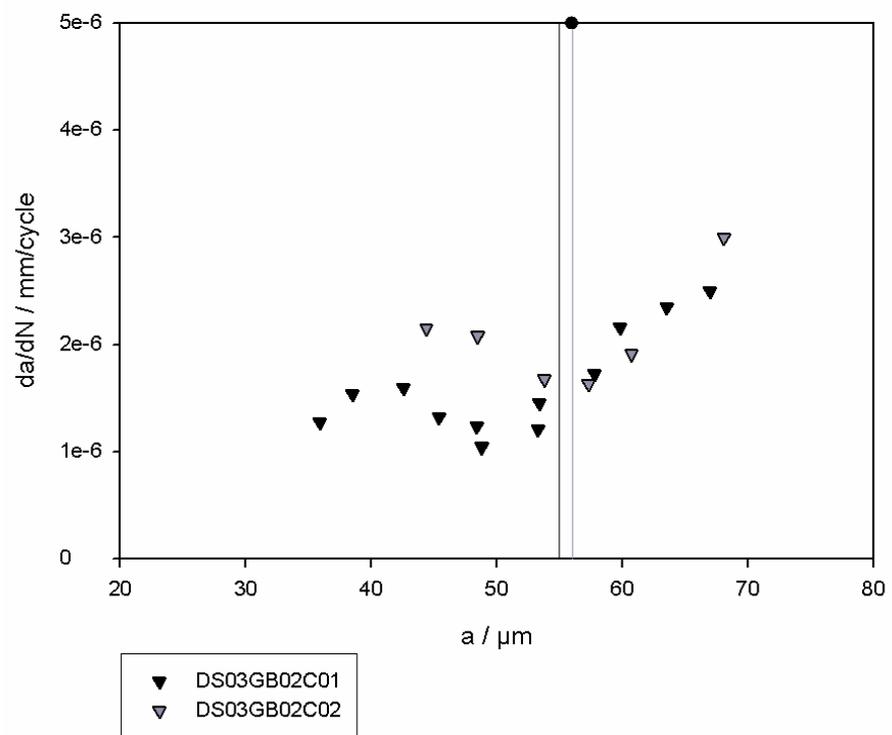
---

<sup>2</sup> Die geringere Zahl von Messpunkten für die Risse mit geringerem Abstand ist damit begründet, dass sie aufgrund ihrer anfänglich geringeren Ausbreitungsrate weit hinter den Rissen mit größerem Abstand zur Korngrenze zurückbleiben, so dass sie noch relativ kurz sind wenn der andere Riss bereits zum Versagen der Probe führt.

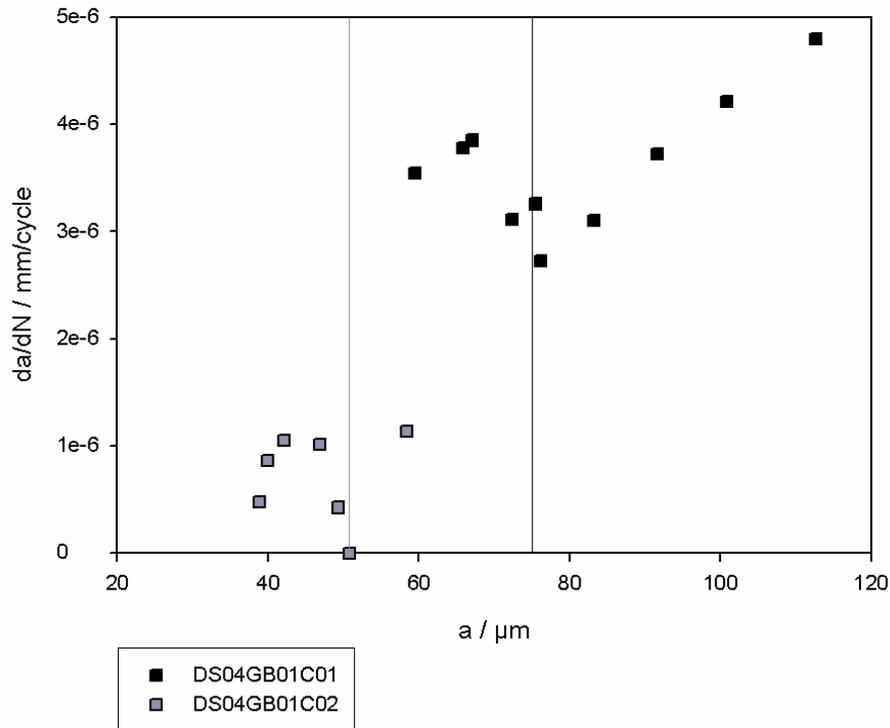




5.7.c



5.7.d



5.7.e

Abbildung 5.7.a-e: An fünf unterschiedlichen Korngrenzen wurde die Rissausbreitungsrate bei zwei verschiedenen Abständen zwischen Mikrokerbe und Korngrenze gemessen

Insgesamt kann beobachtet werden: Die maximalen und minimalen Ausbreitungsraten nehmen tendenziell mit wachsendem Abstand zwischen Kerbe und Korngrenze zu. Das ist zu erwarten, weil bei größerem Abstand der Riss vor der Korngrenze länger ist und entsprechend eine höhere Spannungskonzentration und Wachstumsrate aufweisen sollte. Bei Rissen mit einer Gesamtlänge unter  $120 \mu\text{m}$  kommt es in einzelnen Fällen zeitweise zu einem Anhalten der Rissausbreitung.

Die Abnahme der Ausbreitungsgeschwindigkeit beginnt für alle Risse in einem Abstand zwischen  $15 \mu\text{m}$  und  $25 \mu\text{m}$  zur Korngrenze. In diesem Bereich lassen sich vereinzelt plastisch verformte Bereiche vor den Rissspitzen erkennen (**Abbildung 5.8a**), die bei einer Orientierungsmessung mit EBSD eine leichte Abweichung von der umgebenden Orientierung zeigen (**Abbildung 5.8b**). Diese Zonen wachsen nicht bis ins benachbarte Korn, sondern enden an der Korngrenze. Diese Beobachtung zeigt den Zusammenhang zwischen der eingeschränkten Ausbreitung der

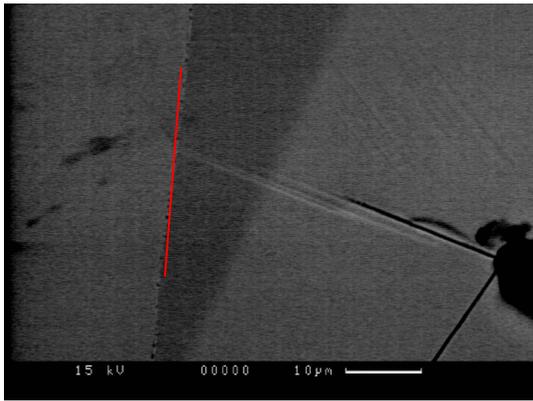


Abb. 5.8.a: Die plastische Zone eines Risses wird durch eine Korngrenze (rot) blockiert (Backscatter Aufnahme).

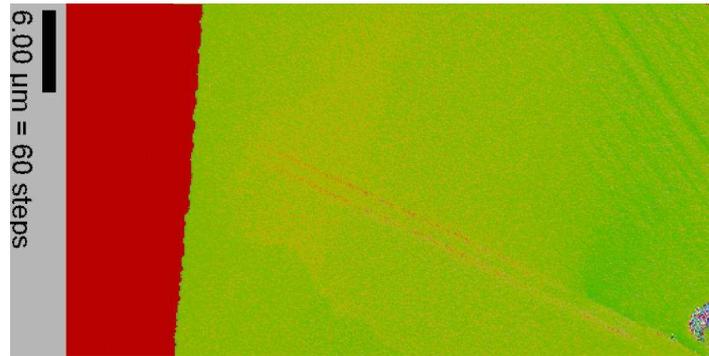
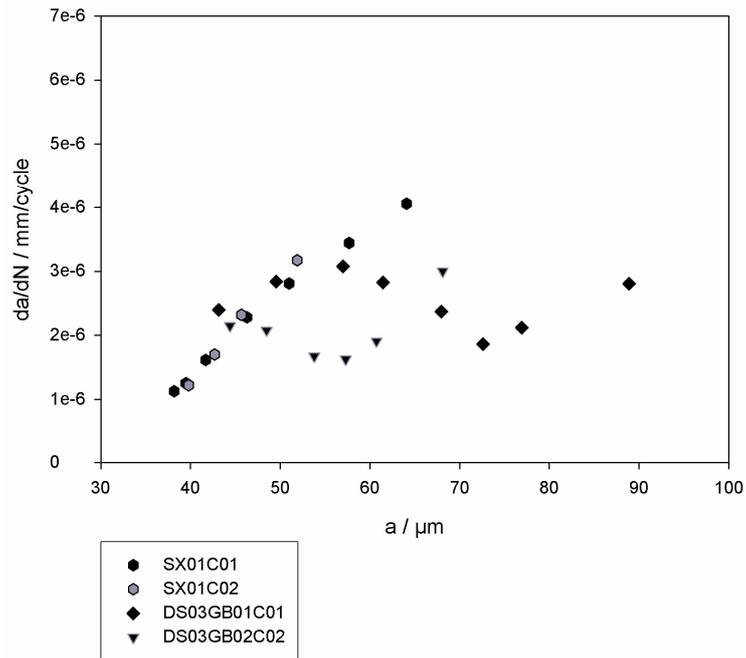


Abb. 5.8.b: Im EBSD-Scan ist die plastische Zone aufgrund von Orientierungsabweichungen zu sehen. Der Farbkontrast der Aufnahme wurde zur besseren Visualisierung verändert.

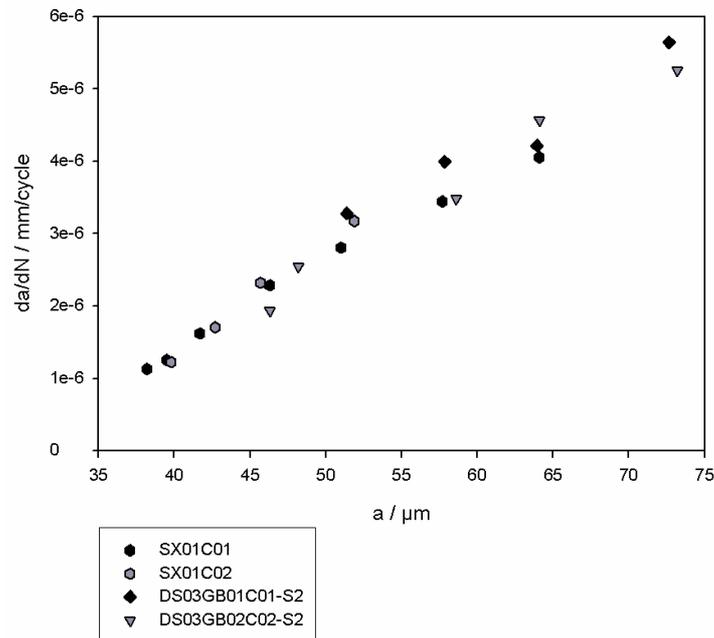
plastischen Zone durch eine Korngrenze und der Abnahme des Rissfortschritts.

Vergleicht man den gemessenen Rissfortschritt nach dem Passieren einer Korngrenze mit der Rissausbreitung im Einkristall ist eine geringere Ausbreitungsrate im benachbarten Korn festzustellen. Diese Verlangsamung lässt sich jedoch nur für die Risspitze beobachten, die die Korngrenze passierte. Die Ausbreitungsgeschwindigkeit in die der Korngrenze entgegengesetzte Richtung zeigt keine Retardation und ist hinsichtlich der gemessenen Ausbreitungsrate vergleichbar mit den Referenzmessungen im Einkristall (**Abbildung 5.9a-b**). Für Risse jenseits einer Korngrenze - nach der Wechselwirkung - ist zudem die plastische Zone bei vergleichbarer Risslänge deutlich kürzer im Vergleich mit den Referenzmessungen.

Ist der Abstand zwischen Kerbe und Korngrenze kleiner als  $30\ \mu\text{m}$ , zeigen sich starke Unterschiede bei der Rissausbreitung über eine Korngrenze. Bei mehreren Rissen konnte ein Anhalten der Risspitze an der Korngrenze für 2.000 bis 15.000 Lastspiele beobachtet werden (**Abbildung 5.10a-c**) während andere lediglich eine Verlangsamung erfahren, wie oben erwähnt. In der Literatur wird das Phänomen der starken Streuung der Fortschrittsraten kurzer Risse mit der Orientierung der Korngrenze und der Gleitebenen der benachbarten Körner in Verbindung gebracht [Zha05]. Es handelt sich hierbei um ein dreidimensionales Problem. Aus diesem

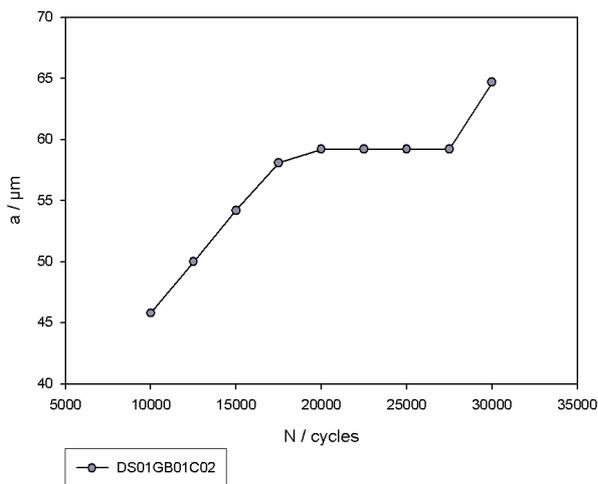


5.9.a

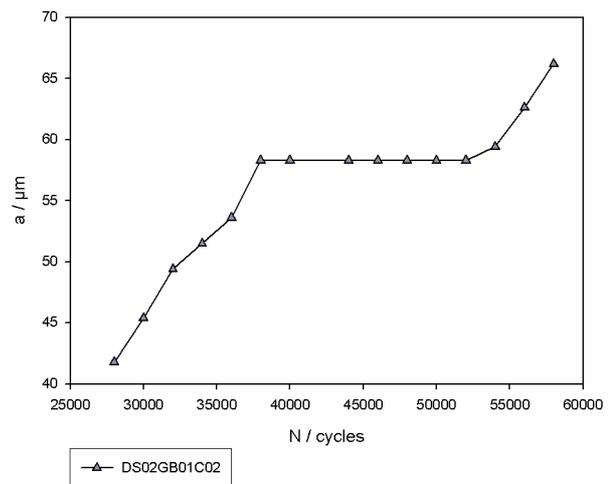


5.9.b

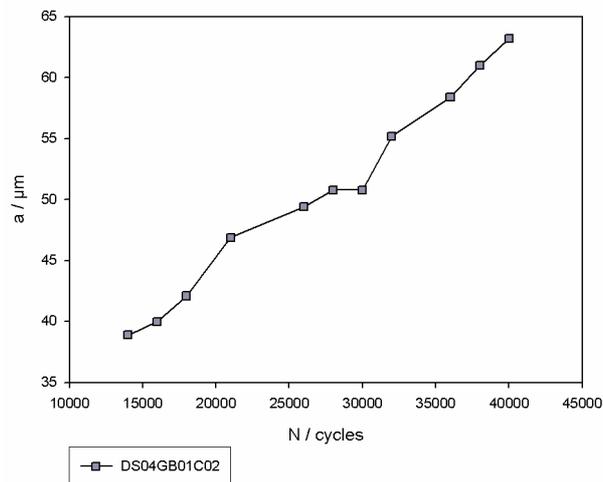
Abb. 5.9.: a: Die Rissausbreitung erfolgt jenseits einer Korngrenze deutlich langsamer als im Einkristall. b: Die gleichen Risse zeigen für die Rissausbreitung von der Korngrenze weg (mit S gekennzeichnet) Ausbreitungsraten, die nahezu identisch mit den Messungen im Einkristall sind.



5.10.a



5.10.b



5.10.c

Abbildung 5.10.a-c: Bei drei Rissen konnte ein Ausbleiben der Rissausbreitung für mehrere tausend Lastspiele an der jeweiligen Korngrenze beobachtet werden.

Grund wurde die FIB-Tomographie eingesetzt, um den dreidimensionalen Rissverlauf zu studieren. Im Folgenden wird anhand mehrerer Risse die Auswirkung der lokalen Orientierungen diskutiert.

### 5.2.3 Dreidimensionale Untersuchung der kristallographischen Rissausbreitung in CMSX-4

Der Rissfortschritt mikrostrukturell kurzer Risse über eine Korngrenze bedingt eine Änderung der kristallographischen Ausbreitungsrichtung entsprechend der Gitterorientierung des benachbarten Korns. Ein stetiger Wechsel der Ausbreitungsrichtung erfolgt nur, wenn sich die Gleitebenen der benachbarten Körner entlang der Korngrenze schneiden. Andernfalls erzwingt die Unstetigkeit der Orientierung ein Aufreißen der Korngrenze (**Abbildung 5.11**). Diese zusätzlich zu schaffende Oberfläche, die sowohl von den Orientierungen der benachbarten Kristallgitter als auch von der Orientierung der Korngrenze abhängt, ist ein Hindernis für die Rissausbreitung.

Eine Untersuchung dieses Wechselwirkungsmechanismus zwischen Rissen und Korngrenzen erfordert eine dreidimensionale Studie. Mit Hilfe der FIB Tomographie konnten in diesem Zusammenhang an mehreren Rissen Einsichten in die dreidimensionale Rissausbreitung gewonnen werden, die im Folgenden vorgestellt werden.

Es seien zunächst zwei Risse gleicher Länge an verschiedenen Korngrenzen gegenübergestellt, die deutliche Unterschiede im Ausbreitungsverhalten zeigten.

Beide Risse gingen von Mikrokerben aus, die in einem Abstand von etwa 20  $\mu\text{m}$  zur jeweiligen Korngrenze positioniert waren. Die **Abbildung 5.12** zeigt die Risslänge in Richtung der Korngrenze für die untersuchten Risse in Abhängigkeit der Lastspielzahl. Ein Anhalten des Rissfortschritts für einen der beiden Risse (DS04GB01C02) ist in der Abbildung deutlich zu erkennen, der Riss zeigt bereits vor der Korngrenze eine langsamere Ausbreitung.

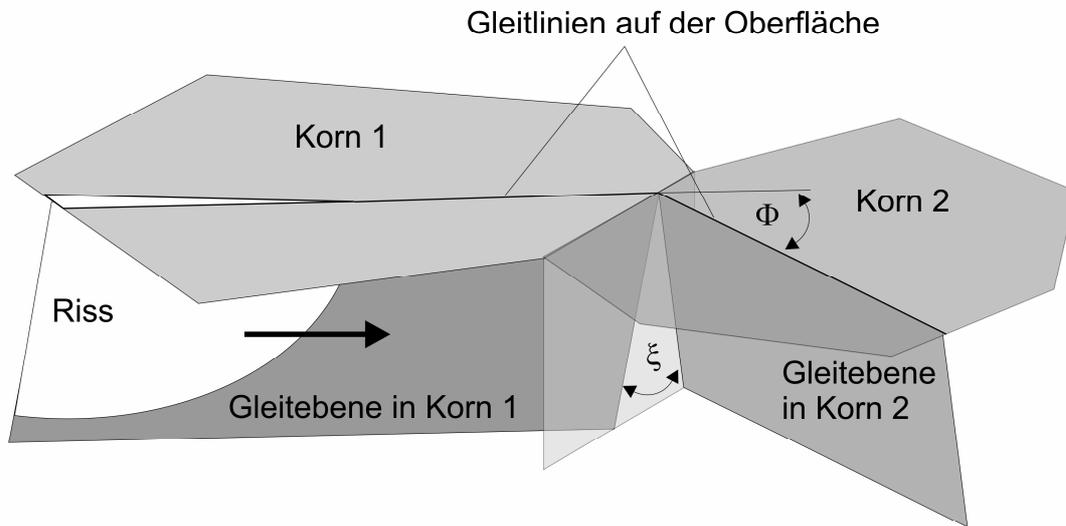


Abb. 5.11: Schematische Darstellung der dreidimensionalen Rissausbreitung über eine Korngrenze.

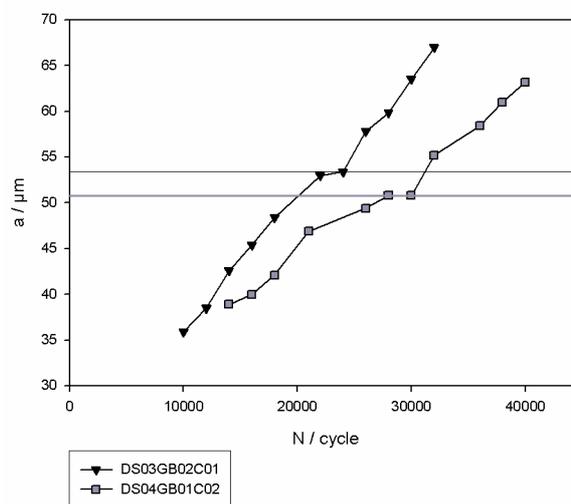


Abb. 5.12: Zwei Risse in Wechselwirkung mit unterschiedlichen Korngrenzen. Bei vergleichbarer Risslänge zeigt sich ein deutlich unterschiedliches Ausbreitungsverhalten.

Betrachtet wird zunächst der Riss DS03GB02C01, welcher sich schneller ausbreitet und ohne anzuhalten die Korngrenze überwindet. Die **Abbildungen 5.13** zeigt eine Übersicht der Tomographie. Die Ansicht entspricht hier einer Ansicht auf die Probenoberfläche; die Rissausbreitungsrichtung ist in x-Richtung angezeigt; die Lastrichtung ist angegeben. Betrachtet man die Rekonstruktionen, fällt auf, dass der Riss dort stetig die Ausbreitungsrichtung wechselt (**Abb. 5.13**). Die Ebenen, in denen Risswachstum erfolgt entsprechen den  $\{111\}$  Ebenen in den jeweiligen Körnern. Die Lage der Korngrenze begünstigt in diesem Fall den stetigen Rissfortschritt<sup>3</sup>; die Ansichten in den **Abbildungen 5.14a-b** zeigen, dass die Lage der Korngrenze mit der Schnittlinie der Gleitebenen der benachbarten Körner zusammenfällt.

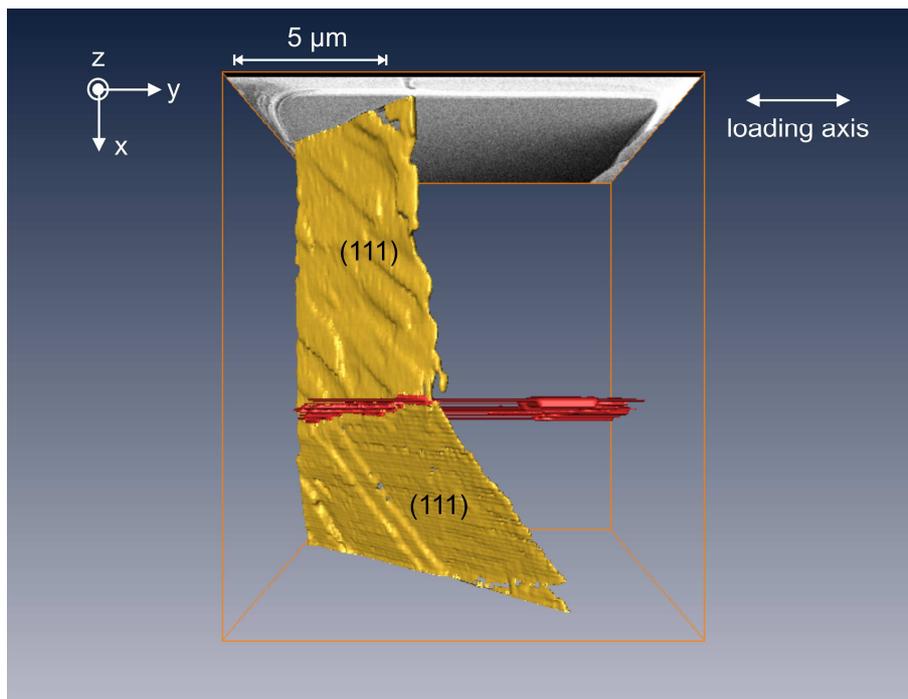
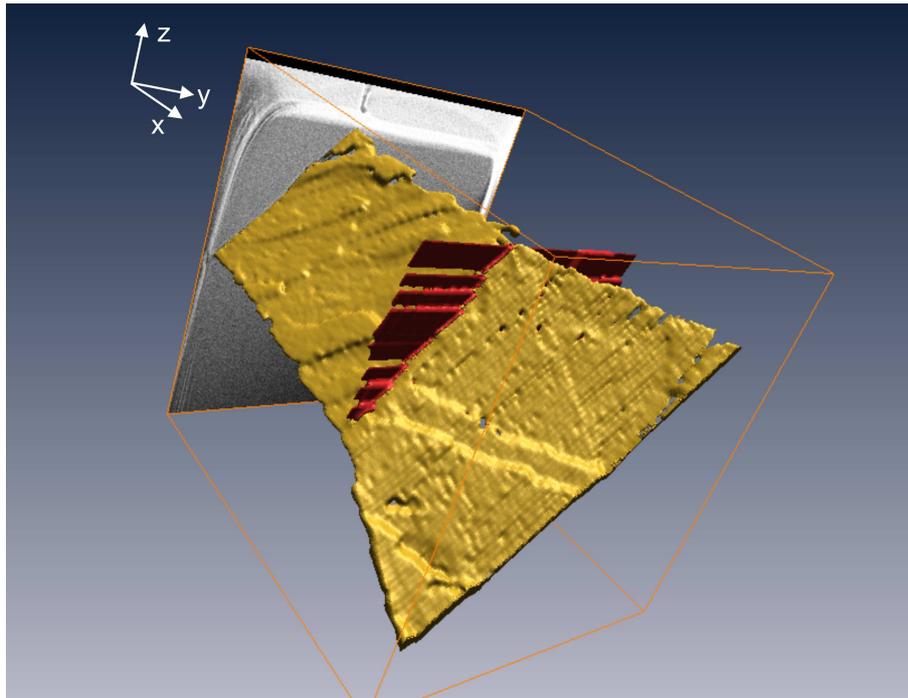
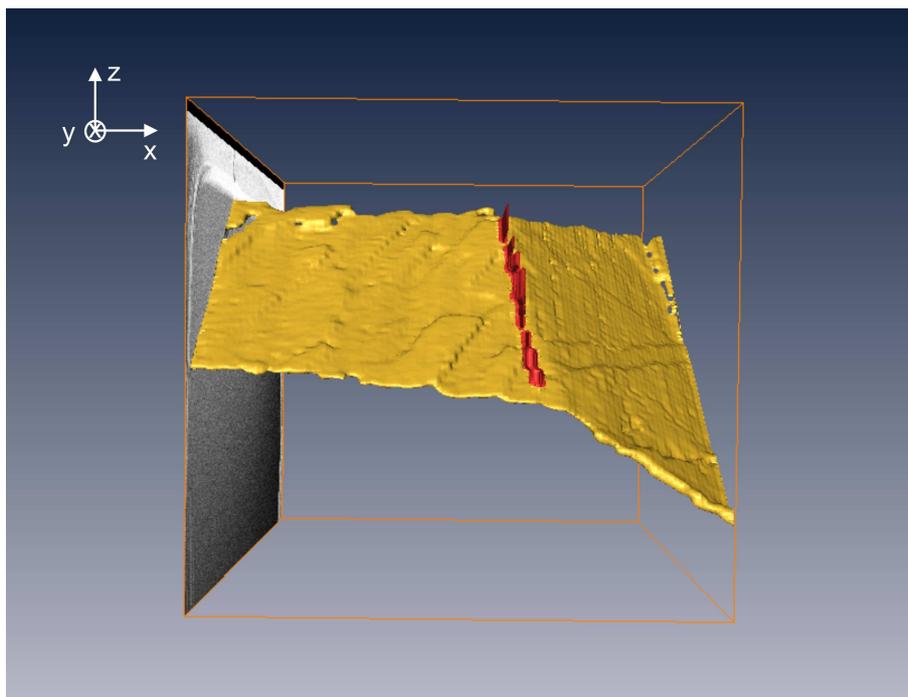


Abb. 5.13: Rekonstruktion des Risses (gold) und der Korngrenze (rot). Risswachstum in x-Richtung bis zur Korngrenze, dann erfolgt ein Wechsel der Ausbreitungsrichtung entsprechend der Orientierung des Nachbarkorns.

<sup>3</sup> Der stufenhafte Verlauf der Korngrenze in dieser und den weiteren Rekonstruktionen ist bedingt durch Rekonstruktionsartefakte bei der Darstellung flächenhafter Strukturen parallel zur Schnittrichtung der Tomographie.



5.14.a



5.14.b

Abb. 5.14: a: Die Rissausbreitung ins benachbarte Korn erfolgt stetig. b: Die Gleit-ebenen der benachbarten Körner schneiden sich auf der Korngrenze.

Betrachtet wird jetzt der Riss (DS04GB01C02), der an der Korngrenze anhielt. Im Gegensatz zu dem vorhergehenden geometrisch günstigen Fall werden hier andere Mechanismen bei der Rissausbreitung beobachtet: Vor dem Experiment wurde für diesen Riss gezielt eine Korngrenze ausgewählt, bei der die  $\{111\}$  Ebenen der angrenzenden Körner nicht kompatibel sind: Die  $\{111\}$  Ebenen des Nachbarkorns bilden große Winkel mit der  $\{111\}$  Ebene der Rissausbreitung (**Abbildung 5.15**)<sup>4</sup>. Dadurch wird ein stetiger Rissfortschritt auf einer einzelnen Gleitebene unterbunden. Die **Abbildung 5.16** zeigt die Tomographie des Risses. Die Ansicht entspricht wieder der Aufsicht auf die Probenoberfläche; die Rissausbreitungsrichtung ist in x-Richtung angezeigt und die Lastrichtung ist angegeben.

Jenseits der Korngrenze zeigt der Riss eine gezackte Struktur (**Abbildung 5.17**). Betrachtet man die einzelnen Serienschnitte, aus denen die Rekonstruktion aufgebaut ist, können die einzelnen Verzweigungen mit der  $(111)$  und  $(1-11)$  Ebene des Kornes korreliert werden (**Abbildung 5.18**). Die Stufen im Risspfad sind hier insbesondere in der Nähe der Korngrenze sehr fein aufgebaut; einzelne Stufen sind kleiner als 100nm.

Die Stufenbildung verhindert ein starkes Aufreißen der Korngrenze. **Abbildung 5.19** zeigt schematisch, welche Flächen entlang der Grenzfläche zu überwinden wären, falls Rissausbreitung ausschließlich entlang einer der beiden  $\{111\}$  Ebenen erfolgte.

Der starke Widerstand dieser Korngrenze gegen die Rissausbreitung ist in diesem Fall nicht auf ein Aufreißen der Korngrenze zurückzuführen, sondern auf die Erzwungene Aufspaltung der Rissausbreitung auf mehrere  $\{111\}$  Ebenen.

---

<sup>4</sup> Die Missorientierung ist so stark, dass trotz der Welligkeit der Korngrenzen in stängelkristallinen Proben und der damit verbundenen Schwankung der Lage der Korngrenze ein stetiger Übergang der  $\{111\}$  Ebenen der benachbarten Körner auszuschließen ist.

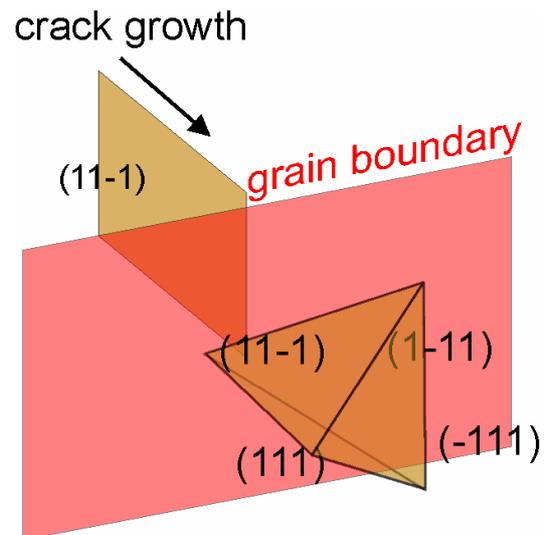


Abb. 5.15: Die Gleitebenen des Nachbarkorns zeigen eine starke Orientierungsdifferenz zur Rissausbreitungsrichtung.

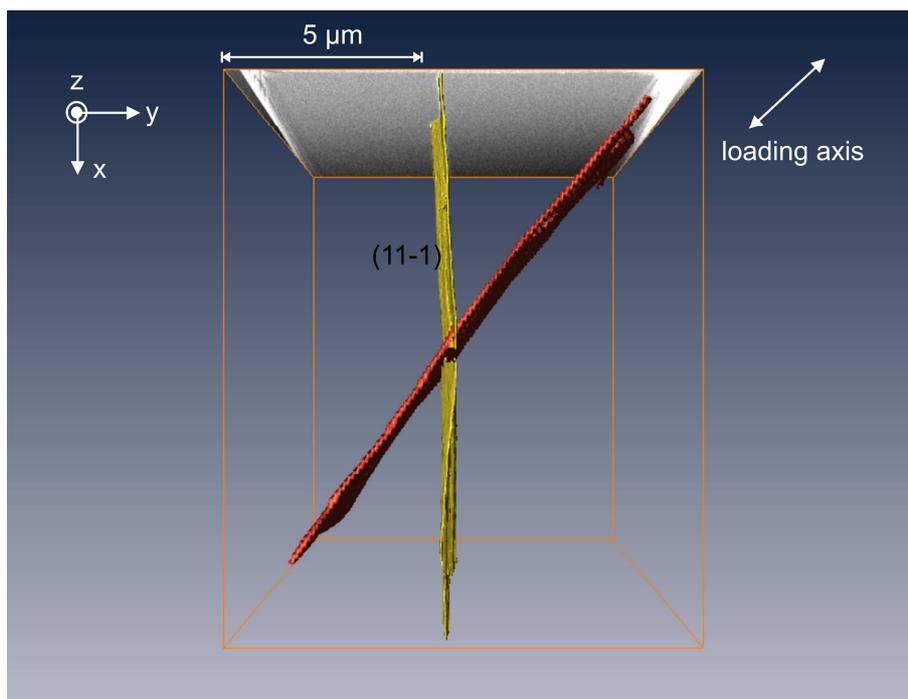


Abb. 5.16: Rekonstruktion des Risses (gold) und der Korngrenze (rot). Risswachstum in x-Richtung.

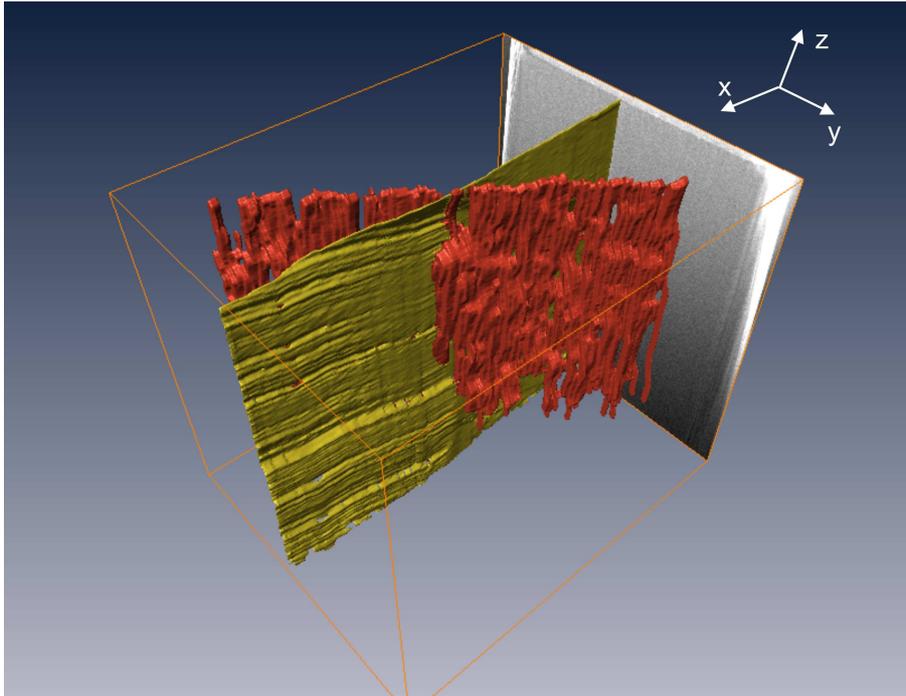


Abb. 5.17: Stufiger Rissverlauf nach dem Passieren der Korngrenze.

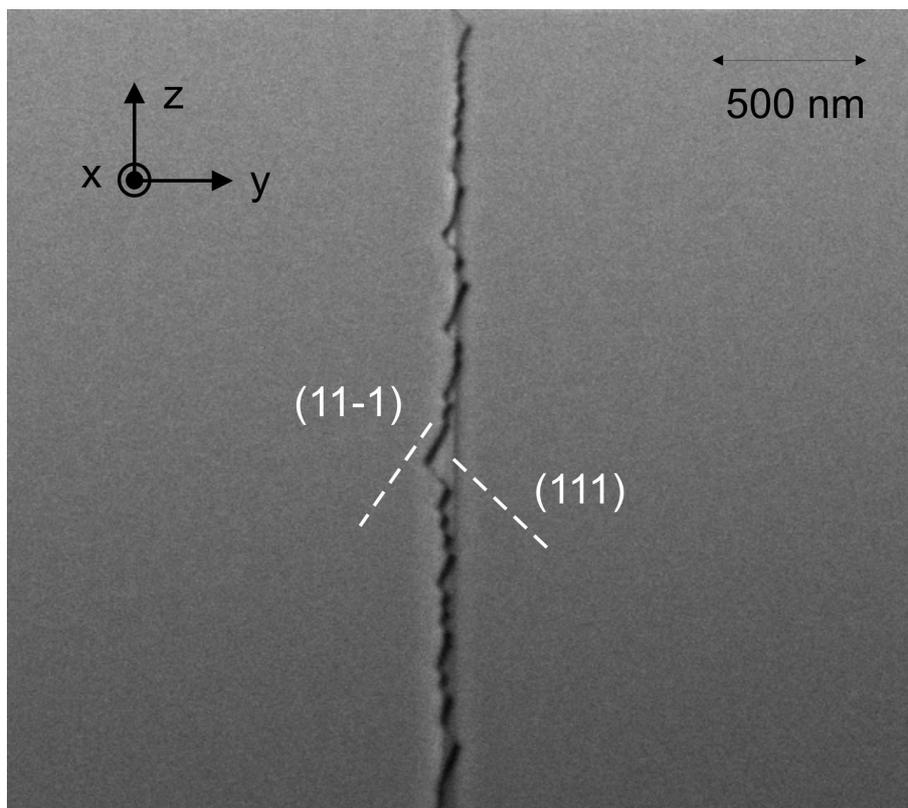


Abb. 5.18: Die einzelnen Stufen werden durch einen alternierenden Wechsel der Gleitebenen gebildet.

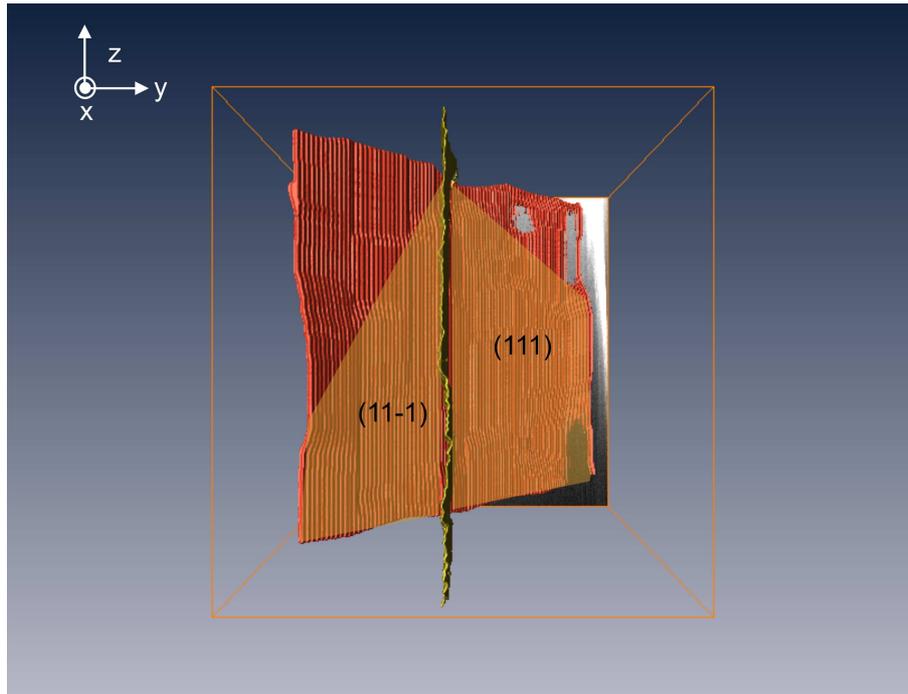


Abb. 5.19: Schematische Darstellung der theoretisch benötigten Spaltbruchflächen, um den Riss entlang einer Gleitebene fortzusetzen.

Die Hinderniswirkung nimmt jedoch offensichtlich mit zunehmender Risslänge ab: An der Selben Korngrenze wurde ein Riss in einem Abstand von  $45\ \mu\text{m}$  initiiert. Dieser passiert die Korngrenze trotz der bestehenden Inkompatibilität, ohne anzuhalten (DS04GB01C01 in **Abbildung 5.7e**).

Ist der Abstand zwischen Mikrokerbe und Korngrenze kleiner als  $30\ \mu\text{m}$  ist die blockierende Wirkung ungünstig orientierter Korngrenzen jedoch reproduzierbar. Auch in einem anderen Fall (**Abbildung 5.20**, DS01GB01C02) verursacht die Lage der Korngrenze ein Aufspalten des Risses auf mehrere Gleitebenen und auch in diesem Fall hält der Riss für mehrere tausend Lastspiele an der Korngrenze an.

Ein Ausbleiben der Rissausbreitung infolge einer Aufspaltung auf mehrere Gleitsysteme, in diesem Fall jedoch bedingt durch Karbidausscheidungen auf der Korngrenze, konnte in früheren Arbeiten bereits identifiziert werden [Hol07]. Auch hier wurde eine stängelkristalline Nickelbasislegierung untersucht, in diesem Fall mit Karbidausscheidungen auf den Korngrenzen. Bei der beobachteten Kleinwinkelkorngrenze besteht lediglich ein geringer Unterschied in der Orientierung der be-

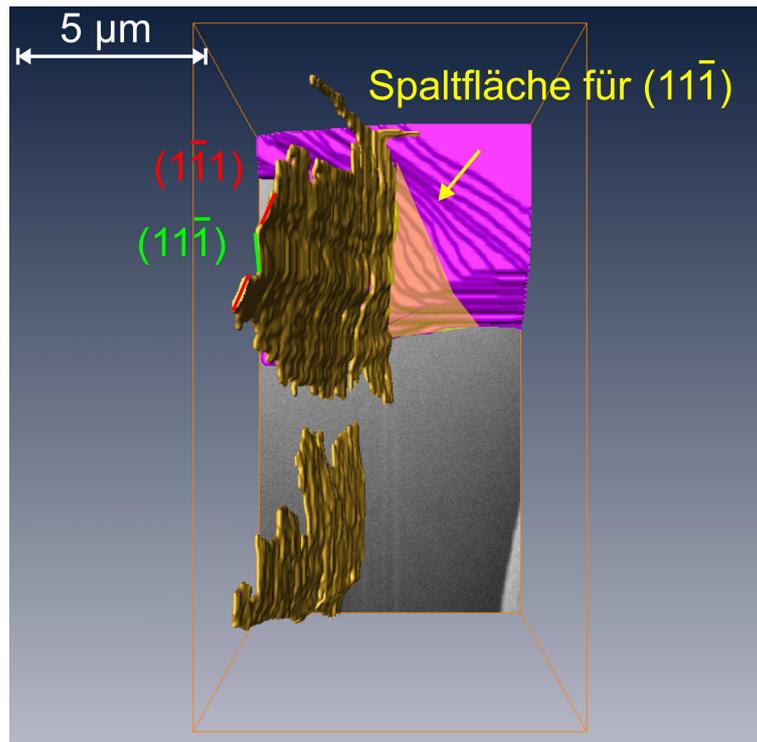


Abb. 5.20: Die Lage dieser Korngrenze bedingt ebenfalls Rissausbreitung auf zwei (111) Ebenen, um einen stetigen Rissfortschritt ins Nachbarkorn zu ermöglichen.

nachbarten {111} Ebenen. Die Karbide an der Korngrenze verhindern jedoch einen stetigen Rissfortschritt und bedingen ein Aufspalten des Risses (**Abbildung 5.21**).

Neben dem Aufspalten der Risse bestimmt die Lage der Korngrenze auch die {111} Ebene der Rissausbreitung im benachbarten Korn. Im Gegensatz zu den Beobachtungen für ferritischen Stahl erfolgt Rissausbreitung nicht grundsätzlich auf der Gleitebene mit dem höchsten Schmidfaktor, wie das folgende Beispiel (DS01GB01C01) verdeutlicht: In **Abbildung 5.22** ist die Tomographie eines Risses zu sehen, der 45 µm vor einer Korngrenze initiiert wurde. Ein stetiger Übergang der Ausbreitungsrichtung über die Korngrenze kann beobachtet werden. Die (11-1) Ebene, entlang derer sich der Riss hinter der Korngrenze ausbreitet entspricht nicht der (-111) Ebene, die den höchsten Schmidfaktor aufweist. Letztere zeigt jedoch eine besonders ungünstige Lage im Bezug auf die Korngrenze: Die Ebene ist schematisch eingezeichnet. Würde Rissausbreitung entlang dieser Ebene erfolgen, könnte kein stetiger Übergang über die Korngrenze realisiert werden.

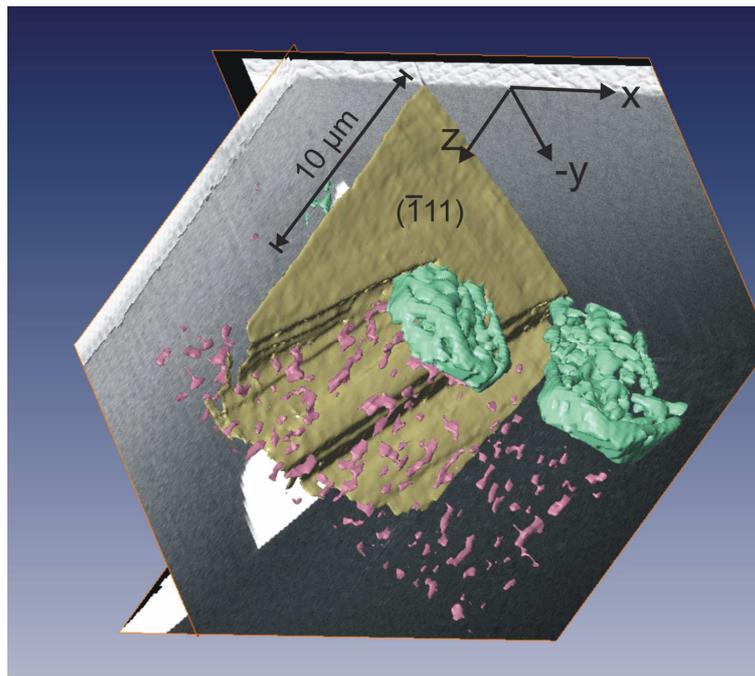


Abb. 5.21: Aufspaltung eines Risses infolge von Korngrenzenkarbiden. Die Korngrenze (nicht eingezeichnet) ist gesäumt von Karbiden unterschiedlicher Größe (grün und violett eingefärbt). Details finden sich in [Hol07].

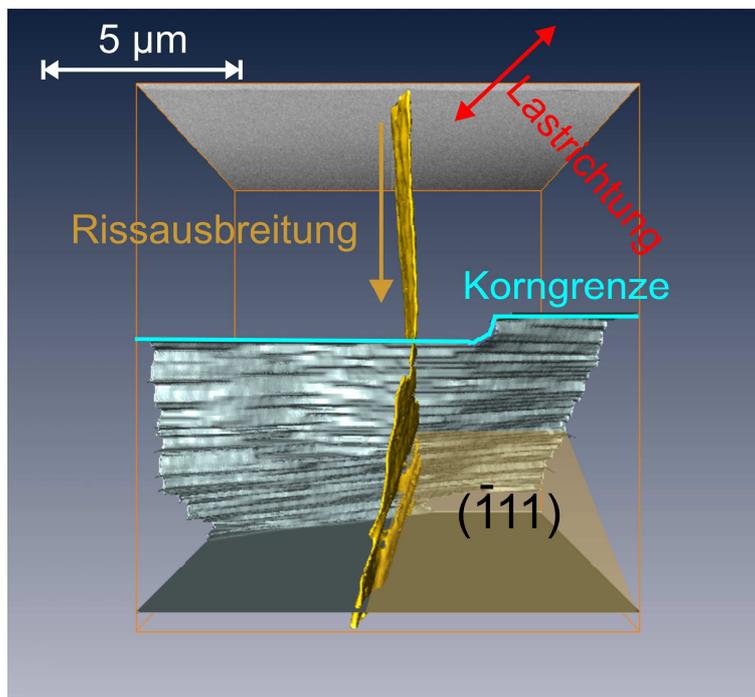


Abb. 5.22: Rekonstruktion des Risses und der Korngrenze, Ansicht von oben.

**Fazit:**

Die Experimente zeigen eine starke Auswirkung der Korngrenzen auf die Rissausbreitung. Neben einer Verlangsamung bei Annäherung an die Grenzfläche kann mitunter ein Arretieren der Risse an der Korngrenze festgestellt werden.

Die Ursache dieser besonders starken Wechselwirkung ist die Aufspaltung der Risse auf mehrere Gleitebenen. Dieser Effekt hängt sehr stark von der Risslänge ab: Bei einem Abstand von 45  $\mu\text{m}$  zwischen Kerbe und Korngrenze (entsprechend bei Risslängen von etwa 150  $\mu\text{m}$ ) konnte in keinem Fall Arretieren an der Korngrenze beobachtet werden. Die Lage der Korngrenze bestimmt zudem die kristallographische Ausbreitungsrichtung im Nachbarkorn: Die Risse folgen Gleitebenen mit niedrigerem Schmidfaktor, falls diese einen stetigen Übergang über die Korngrenze ermöglichen. In jedem Fall erfolgt die Rissausbreitung jenseits einer Korngrenze deutlich langsamer als die Rissausbreitung im Einkristall und die plastische Zone ist kleiner.

Auf der Basis der systematisch gewonnen Daten kann ein direkter Vergleich mit dem Modell von Tanaka erfolgen.

## 6. Diskussion

### 6.1 Mikrostrukturelle Rissausbreitung in polykristallinem CMSX-4

Die Untersuchungen an CMSX-4 haben einen deutlichen Einfluss der Korngrenzen auf die Rissausbreitung ergeben. Korngrenzen verschiedener Orientierung wurden untersucht. Durch Variation der Abstände zwischen Mikrokerbe und Grenzfläche für jedes untersuchte Korn konnten systematisch quantitative Daten gewonnen werden. Dreidimensionale Informationen wurden mittels FIB Tomographie erhalten. Zudem zeigte sich eine definierte Abhängigkeit zwischen Risslänge und Gleitbandlänge im Einkristall, während eine Einschränkung der Ausbildung von Gleitbändern an Korngrenzen beobachtet werden konnte (**Abbildung 5.6**).

Die systematischen Experimente bilden die Grundlage für einen quantitativen Vergleich mit dem Modell von Tanaka. Die wesentlichen Formeln zur Beschreibung der Rissausbreitung unter dem Einfluss von Korngrenzen sollen deshalb im Folgenden kurz wiederholt werden.

Gemäß dem Modell von Tanaka ist die Länge der plastischen Zone proportional zur Risslänge:

$$\frac{a}{c} = \cos\left(\frac{\pi(1-R)\tau}{4\tau^*}\right) \quad (6.1)$$

Der Parameter  $a$  steht für die halbe Risslänge und  $c$  für die Distanz zwischen der Mitte des Risses zur Spitze des Gleitbandes (**Abbildung 2.17a**).  $(1-R)\tau$  bezeichnet die Schwingbreite der Schubspannung in der Gleitebene (das Gleitsystem mit der maximalen Schubspannung in der Gleitebene wird zugrunde gelegt [Sug06]);  $\tau^*$  ist die für Versetzungsbewegung notwendige Schubspannung. Die Messungen bestätigen die Proportionalität von  $a$  und  $c$ . Mit Formel 6.1 und der Regressionsgeraden der Messwerte konnte  $\tau^*$  zu 263 MPa bestimmt werden (**Abbildung 5.6**).

Es muss bemerkt werden, dass die Abhängigkeit der Länge der plastischen Zone von der Spannung nur auf dem Verhältnis zwischen  $\tau^*$  und der auf dem Gleitsystem wirkenden Schubspannung beruht.

Mit Kenntnis von  $\tau^*$  kann die zyklische plastische Rissspitzenverschiebung (im Folgenden gemäß der angelsächsischen Bezeichnung Crack Tip Sliding Displacement mit  $\Delta CTSD$  abgekürzt) berechnet werden. Für den Fall der Rissausbreitung ohne Einschränkung der plastischen Zone (im Folgenden als Equilibrium Slip Band, ESP bezeichnet) ergibt sich:

$$\Delta CTSD_{pl} = \frac{4\tau^* a}{\pi^2 A} \ln\left(\frac{c}{a}\right) \quad (6.2)$$

Für die Rissausbreitungsrate in Abhängigkeit von  $\Delta CTSD$  wird zum Vergleich mit Tanaka ein Potenzgesetz vorausgesetzt:

$$\frac{da}{dN} = C \cdot \Delta CTSD_{pl}^n \quad (6.3)$$

Die Parameter  $C$  und  $n$  sind hierbei empirisch zu bestimmen. Dabei ist  $C$  ein Maß für die Reversibilität der Gleitprozesse im Bereich der Risspitze. Der Parameter  $n$  (dimensionslos, üblicherweise zwischen 1 und 2) berücksichtigt die Tatsache, dass Risse mit beliebiger Orientierung zur angelegten Spannung plastische Rissöffnung

nicht nur in Mode II bzw. III, sondern auch in Mode I an der Rissspitze aufweisen können [Ots85].

Eine Beschreibung der mikrostrukturellen Rissausbreitung anhand des Tanaka Modells setzt eine Bestimmung der Konstanten  $C$  und  $n$  voraus.

Alle untersuchten Proben sind aus demselben Werkstoff und unterlagen derselben Wärmebehandlung. Deshalb kann der Parameter  $C$  für alle untersuchten Risse als gleich angenommen werden. Zudem wurden die Kerben entlang der Gleitsysteme mit den höchsten Schmid-Faktoren initiiert, Letztere lagen für alle Risse zwischen 0,5 und 0,42 (siehe Anhang B). Damit kann von einer Rissöffnung überwiegend in Mode II bzw. Mode III ausgegangen werden, was für alle Risse einen vergleichbaren Exponenten  $n$  erwarten lässt.

Anhand der gemessenen Rissausbreitung für die untersuchten Risse und des gemessenen Zusammenhangs zwischen Risslänge und plastischer Zone kann  $\Delta CTSD$  für die untersuchten Risse berechnet und  $C$  und  $b$  bestimmt werden. **Abbildung 6.1** zeigt die berechneten  $\Delta CTSD$  Werte für die Risse im Einkristall, aufgetragen gegen die Ausbreitungsgeschwindigkeit. Im Vergleich sind die Daten für Rissausbreitung sowohl für Risse gezeigt, deren Rissspitzen einen Abstand größer  $25\mu\text{m}$  zur Korngrenze haben und infolgedessen keine Verlangsamung durch eine Wechselwirkung erfahren, als auch für Rissausbreitung weg von den Korngrenzen, wo keine Verlangsamung beobachtet wurde. Die Daten all dieser Risse liegen in guter Näherung auf einer Kurve. Mit Regression können dadurch die Parameter  $C$  und  $n$  wie folgt bestimmt werden:

$$C = 1,6606$$

$$n = 1,4662$$

Die Parameter  $\tau^*$ ,  $C$  und  $n$  wurden aus Experimenten am Einkristall ermittelt, ohne den Einfluss von Korngrenzen. Werden diese Parameter wiederum auf das Modell von Tanaka angewendet, ist ein direkter Vergleich mit der gemessenen Rissausbreitung unter dem Einfluss von Korngrenzen möglich, ohne eine zusätzliche Parameteranpassung.

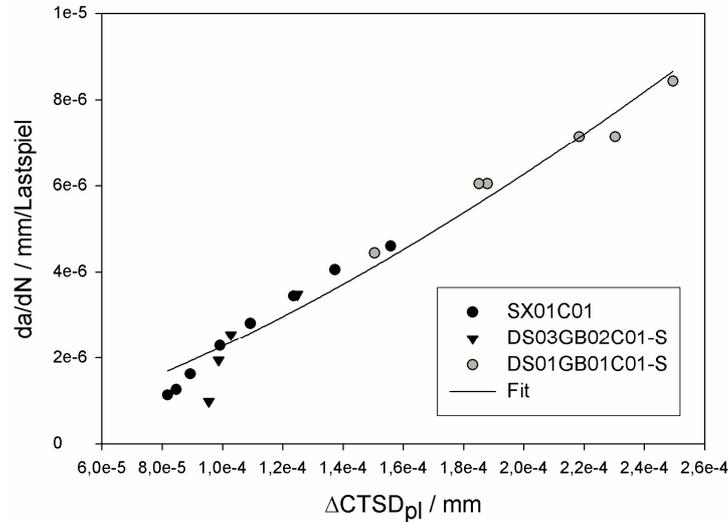


Abb. 6.1: Zwischen Rissausbreitungsrate und der errechneten plastischen Rissspitzenverschiebung kann ein Potenzgesetz genähert werden.

### 6.1.2 Vergleich zwischen Theorie und Experiment

Erreicht die plastische Zone des Risses die Korngrenze, wirkt Letztere zunächst als Hindernis für die Rissausbreitung. Bei zunehmender Risslänge stauen sich zunehmend Versetzungen an der Korngrenze auf (im Folgenden mit Blocked Slip Band, BSB bezeichnet). Ein Aufstau der plastischen Zone vor einer Korngrenze konnte für die untersuchte Legierung beobachtet werden (Abbildung 5.8); vergleichbare Beobachtungen für die Behinderung der plastischen Zone an Korngrenzen in Aluminium-Legierungen finden sich zudem in [Zha94]. Infolge der aufgestauten Versetzungen entsteht eine Rückspannung auf die Rissspitze, die bei zunehmender Risslänge  $\Delta CTSD$  und damit die Rissausbreitungsrate reduziert. Gemäß Tanaka kann  $\Delta CTSD$  im Bereich der Korngrenze folgendermaßen berechnet werden:

$$\Delta CTSD_{pl} = \left( \frac{\beta \tau (1-R)}{\pi A} \right) (d^2 - a^2)^{1/2} + \left( \frac{4\tau^* a}{\pi^2 A} \right) \ln \left( \frac{d}{a} \right) \quad (6.4)$$

$$\beta = 1 - \left( \frac{4\tau^*}{\pi\tau(1-R)} \right) \arccos\left(\frac{a}{d}\right)$$

Wenn die plastische Zone die Korngrenze überwindet und letztere keine Effektive Blockade bildet, bestimmt sich  $\Delta\text{CTSD}$  anteilig aus den Reibspannungen der beiden Körner, in denen sich die plastische Verformung vor der Risspitze erstreckt (im Folgenden Propagated Slip Band, PSB). Dazu folgende Erläuterung:

Das eindimensionale BCS-Modell beschreibt Riss und plastische Zone mittels kontinuierlich verteilter Versetzungen welche im Gleichgewicht mit der angelegten Spannung stehen:

$$\tau(x) + A \int_{-c}^c \frac{\varphi(t)dt}{x-t} = 0, \quad \tau(x) = \begin{cases} (1-R)n_1\sigma, & |x| < a \\ (1-R)n_1\sigma - 2\tau^*, & a < |x| < d \end{cases} \quad (6.5)$$

Im Bereich des Risses muss die Summe aus angelegter Spannung und der Spannung der virtuellen Versetzungen, die den Riss darstellen, verschwinden. Im Bereich der plastischen Zonen ist die Summe aus angelegter Spannung und der Spannung der Versetzungen gleich der Reibspannung.

Tanaka behandelt den Fall, wenn ein Gleitband die Korngrenze überwindet und sich im Nachbarkorn ausbreitet analog (**Abbildung 2.19**):

$$\tau(x) + A \int_{-c}^c \frac{\varphi(t)dt}{x-t} = 0, \quad \tau(x) = \begin{cases} (1-R)n_1\sigma, & |x| < a \\ (1-R)n_1\sigma - 2\tau^*, & a < |x| < d \\ (1-R)n_2\sigma - 2\tau^*, & d < |x| < c \end{cases} \quad (6.6)$$

Wobei die Korngrenze bei  $d$  liegt und  $c > d$  gilt.  $(1-R)n_2\sigma$  bezeichnet hier die Schwingbreite der Schubspannung im Nachbarkorn, die sich aus der Schwingbreite der Normalspannung, multipliziert mit dem Schmid-Faktor des entsprechenden Gleitsystems ergibt. Der Einfluss der Orientierung der Gleitsysteme der benachbarten Körner auf die jeweils wirksamen Spannungen auf den Gleitebenen kann in dem eindimensionalen Modell jedoch nicht berücksichtigt werden: die Gleitsysteme

me benachbarter Körner werden als parallel angenommen, lediglich die von außen aufgebrachte Spannung wird durch den jeweiligen Schmid-Faktor umgerechnet<sup>1</sup>. Tanaka verwendet zudem folgende Substitution:

$$\begin{aligned} \tau^* &= \tau_1, \quad (1-R)n_1\sigma - 2\tau_1 = (1-R)\tau - 2\tau_1, \\ (1-R)n_2\sigma - 2\tau_1 &= (1-R)\tau - 2\tau_2, \quad \tau_2 = \frac{1}{2}(1-R)n_1\sigma - \frac{1}{2}(1-R)n_2\sigma + \tau_1 \end{aligned} \quad (6.7)$$

Der Einfluss des Schmid-Faktors wird also auf eine effektive Reibspannung  $\tau_2$  umgerechnet.

Die plastische Rissspitzenverschiebung für den betrachteten Fall beträgt nach Tanaka:

$$\begin{aligned} \Delta CTSD_{pl} &= \left( \frac{4\tau_1 a}{\pi^2 A} \right) \ln \left( \frac{c}{a} \right) + \left( \frac{2\tau_2 - 2\tau_1}{\pi^2 A} \right) g(a; c, d) \\ g(a; c, d) &= d \cdot \ln \left| \frac{\sqrt{c^2 - d^2} + \sqrt{c^2 - a^2}}{\sqrt{c^2 - d^2} - \sqrt{c^2 - a^2}} \right| - a \cdot \ln \left| \frac{a\sqrt{c^2 - d^2} + d\sqrt{c^2 - a^2}}{a\sqrt{c^2 - d^2} - d\sqrt{c^2 - a^2}} \right| \end{aligned} \quad (6.8)$$

Für die künstlichen Mikrorisse sind aufgrund der Orientierung der Kerben die Gleitebene der Rissausbreitung und der Schmid-Faktor bekannt (Auch im Nachbarkorn ist die Gleitebene der Rissausbreitung durch die Orientierung an der Oberfläche und ggf. durchgeführte Tomographien bekannt). Mit den aus den Referenzmessungen bestimmten Parametern  $\tau^*$ , C und n wurden die Rissausbreitungsraten der untersuchten Risse berechnet, es erfolgte keine weitere Parameteranpassung.

Zum Vergleich von Theorie und Experiment sei zunächst ein Riss diskutiert, der von einer Kerbe 40 $\mu\text{m}$  vor der Korngrenze initiierte (Abstand Mitte Kerbe zu Korngrenze: 70  $\mu\text{m}$ , Riss DS03GB01C01 aus **Abbildung 5.7c**). Kornorientierung der benachbarten Körner sowie die Schmidfaktoren der Gleitsysteme auf den Ebenen der Rissausbreitung in beiden Körnern finden sich in Tabelle 6.1 und 6.2.

<sup>1</sup> Die Peach Köhler Kraft zwischen Versetzungen auf nicht parallelen Gleitebenen ist aufgrund des mehrachsigen Spannungsfeldes der Versetzungen jedoch von der gegenseitigen Orientierung abhängig.

	Orientierung bzgl. Zugrichtung (hkl) <uvw>
Korn der Rissinitiierung	(1 -3 5) <-7 -9 -4>
Nachbarkorn	(0 -17 1) <1 -1 17>

**Tabelle 6.1:** Kristallographische Orientierung der betrachteten Körner hinsichtlich der Zugrichtung.

	Gleitsystem	Schmid-Faktor
Korn der Rissinitiierung	(-1 1 1) <1 1 0>	0,485
	(-1 1 1) <1 0 1>	0,146
	(1 1 -1) <0 1 -1>	0,339
Nachbarkorn	(1 1 -1) <0 1 1>	0,031
	(1 1 -1) <1 -1 0>	0,385
	(1 1 -1) <1 0 1>	0,461

**Tabelle 6.2:** Gleitsysteme um zugehörige Schmid-Faktoren der betrachteten Körner.

Vergleicht man die experimentell gemessene Rissausbreitungsrate mit der berechneten (**Abbildung 6.2**), ergibt sich eine sehr gute Korrelation zwischen Theorie und Experiment vor dem Passieren der Korngrenze. Die geringen Abweichungen der Messdaten sprechen sowohl für das Anwendungspotenzial der Theorie als auch für die Reproduzierbarkeit der Experimente. Betrachtet man die Rissausbreitungsrate in unmittelbarer Nähe der Korngrenze und nach dem Passieren ist diese jedoch deutlich niedriger, als für das Gleitsystem maximaler Schubspannung im Nachbarkorn zu erwarten ist. Tatsächlich stimmt die Ausbreitungsrate andererseits mit der Theorie überein, wenn für die Berechnung der Reibspannung im Gegensatz zum Korn der Rissinitiierung das Gleitsystem mit dem geringsten Schmid-Faktor gewählt wird. Folgende Beobachtung bekräftigt diese These: Es konnte für drei Risse die Gleitbandlänge nach dem Passieren der Korngrenze ausgemessen werden. Die Ergebnisse zeigen gute Übereinstimmung mit den berechneten Werten für das Gleitsystem mit dem geringsten Schmid-Faktor, während die Berechnungen für die höheren Schmid-Faktoren die Größe der plastischen Zone deutlich übersteigen (**Tabelle 6.3**).

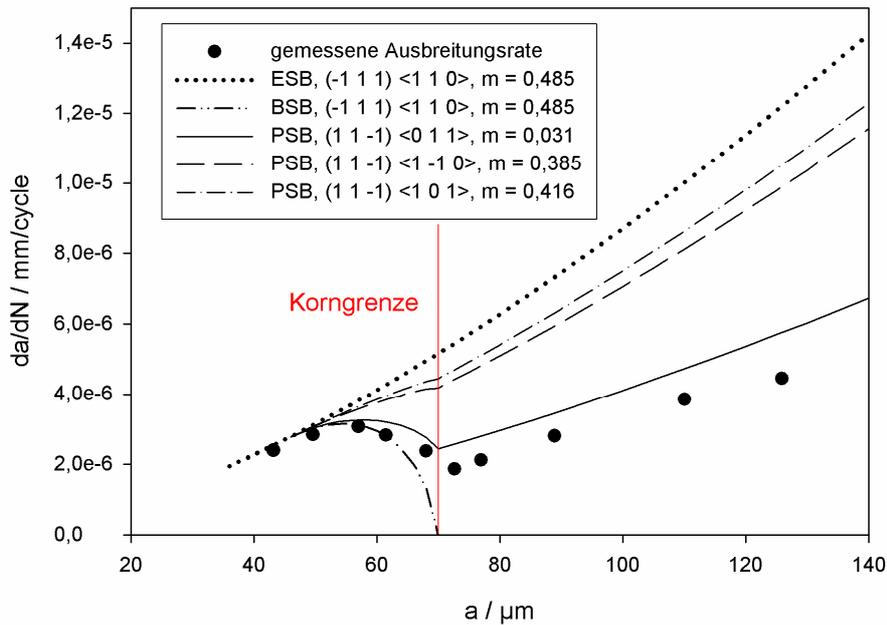


Abb. 6.2: Vergleich von gemessener und berechneter Rissausbreitungsrate. Die Berechnungen zeigen die Fälle ungestörter Rissausbreitung (ESB) und blockiertes Gleitband (BSB) im Korn der Rissinitiierung sowie den Fall des propagierten Gleitbandes (PSB) für die jeweiligen Schmid-Faktoren  $m$  des Nachbarkorns.

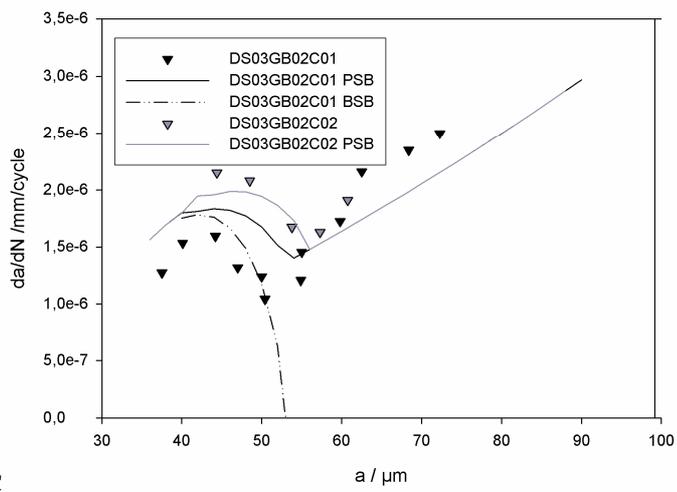
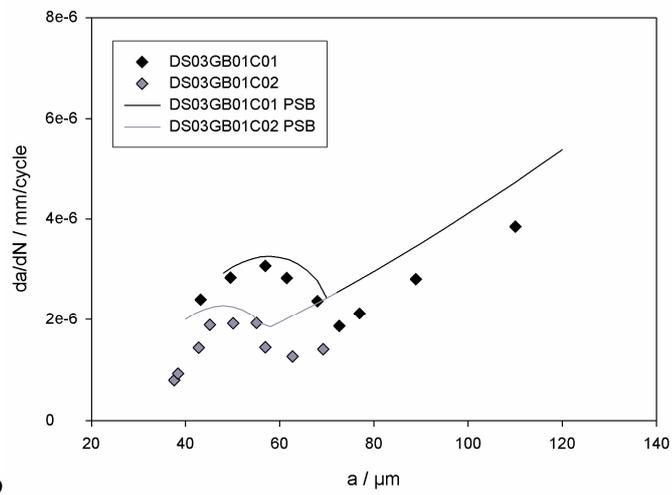
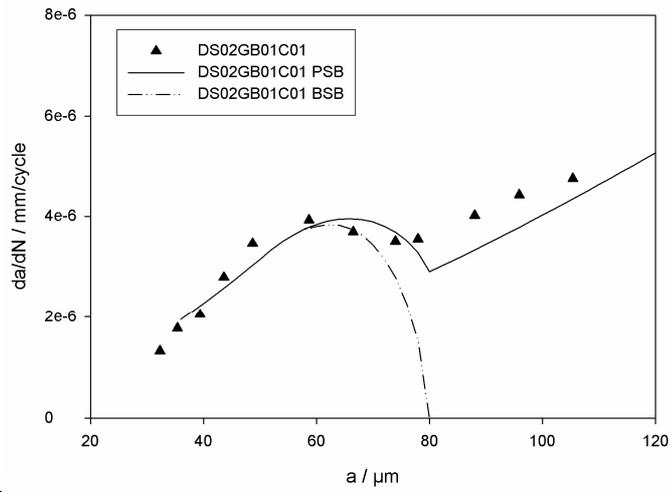
Riss	$a / \mu\text{m}$	Gleitsystem	Schmid-Faktor	$\omega$ berechnet / $\mu\text{m}$	$\omega$ gemessen / $\mu\text{m}$
DS02GB01C01	161	(11-1) <011>	0,013	30,3	36,7
		(11-1) <-1-10>	0,41	104	
		(11-1) <101>	0,40	104	
DS03GB02C02	132	(111) <-1-10>	0,43	57,3	26,5
		(111) <-10-1>	0,40	52,3	
		(111) <01-1>	0,024	22,6	
DS03GB02C01	163	(111) <-1-10>	0,43	70,6	31,3
		(111) <-10-1>	0,40	64,4	
		(111) <01-1>	0,024	27,9	

Tabelle 6.3: berechnete und gemessene Gleitbandlänge im Vergleich.

Kristallographische Rissausbreitung über eine Korngrenze wird für den untersuchten Werkstoff von dem Gleitsystem mit der geringsten Schubspannung dominiert. Dieses Verhalten setzt sich weit über die Korngrenze fort und ist reproduzierbar. Die **Abbildungen 6.3a-d** zeigen im Vergleich gemessene und berechnete Rissausbreitungsraten für verschiedene Risse an unterschiedlichen Korngrenzen in verschiedenen Abständen zu den jeweiligen Korngrenzen, wobei die Reibspannung im Nachbarkorn jeweils anhand des ungünstigsten Gleitsystems in der Ebene der Rissausbreitung berechnet wurde. Es werden zunächst nur jene Risse betrachtet, die die Korngrenzen ohne Anhalten passieren. In jedem Fall stimmen Theorie und Experiment gut überein. Insbesondere die Risslänge, ab der eine Verlangsamung der Ausbreitung infolge der Wechselwirkung zwischen plastischer Zone und Korngrenze einsetzt, wird mit dem Modell von Tanaka sehr gut beschrieben. Die Länge der plastischen Zone, die mit Hilfe von Messungen am Einkristall berechnet werden konnte, definiert die Stärke der Wechselwirkung zwischen Riss und Korngrenze. Eine Integration der berechneten Rissausbreitungsraten erlaubt einen direkten Vergleich mit den im Experiment gemessenen Risslängen im Verlauf der zyklischen Belastung. In den **Abbildungen 6.4 a-b** ist beispielhaft die berechnete Rissausbreitungsrate im Vergleich mit der Gemessenen für den Riss aus Abbildung 6.2 aufgetragen.<sup>2</sup> Berechnung und Experiment stimmen gut überein, lediglich im Bereich wenige Mikrometer hinter der Korngrenze ist die gemessene Rissausbreitung langsamer. Die Ursache in dieser Abweichung kann eine Wechselwirkung mit der Korngrenze unter der Oberfläche sein, wo der Riss das benachbarte Korn noch nicht erreicht hat und verlangsamt wird. Dadurch ist die nachfolgende Rissausbreitung im Experiment gegenüber der Berechnung um etwa 2.000 Lastspiele verzögert. Anhand der gemessenen Abhängigkeit von Risslänge und plastischer Zone im Einkristall sowie der Parameter  $C$  und  $n$  kann die Rissausbreitung unter dem Einfluss von Korngrenzen berechnet werden. Eingezeichnet ist ebenfalls die zu erwartende Rissausbreitung bei gleicher Orientierung im Einkristall, was die starke Auswirkung der Korngrenzen auf die Lebensdauer verdeutlicht.

---

<sup>2</sup> Der Zeitpunkt der Rissinitiierung kann nicht genau vorhergesagt werden. Deshalb sind die berechneten Risswachstumskurven horizontal verschoben, so dass sie mit den experimentellen Daten zu Beginn der Rissausbreitung zusammenfallen. Ein Programm zur Berechnung der Rissausbreitung ist im Anhang angegeben.



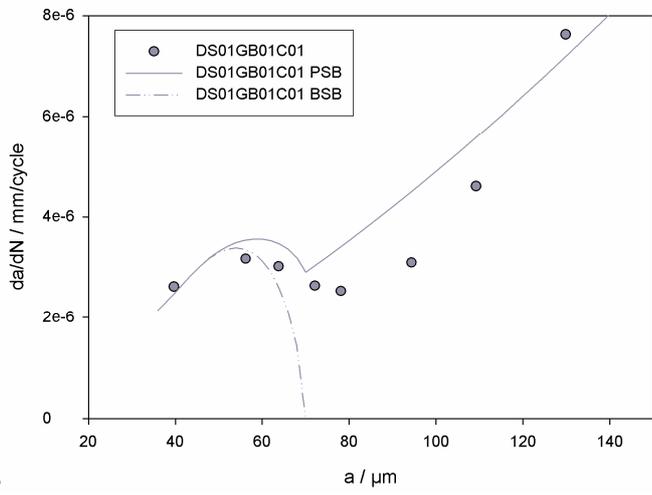
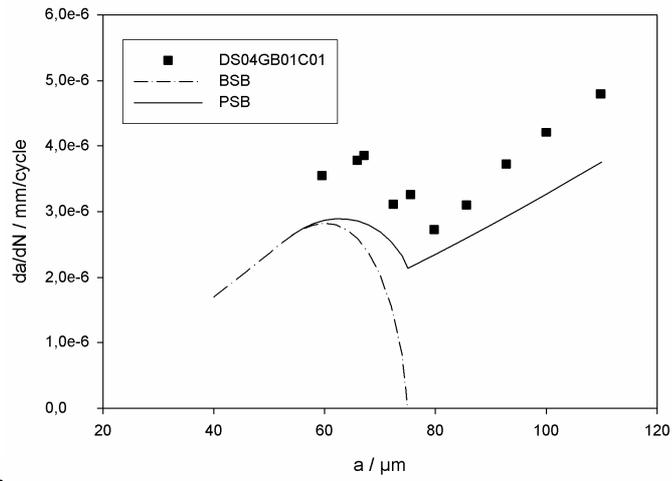


Abb. 6.3a-e: Gegenüberstellung der gemessenen und berechneten Rissausbreitung.

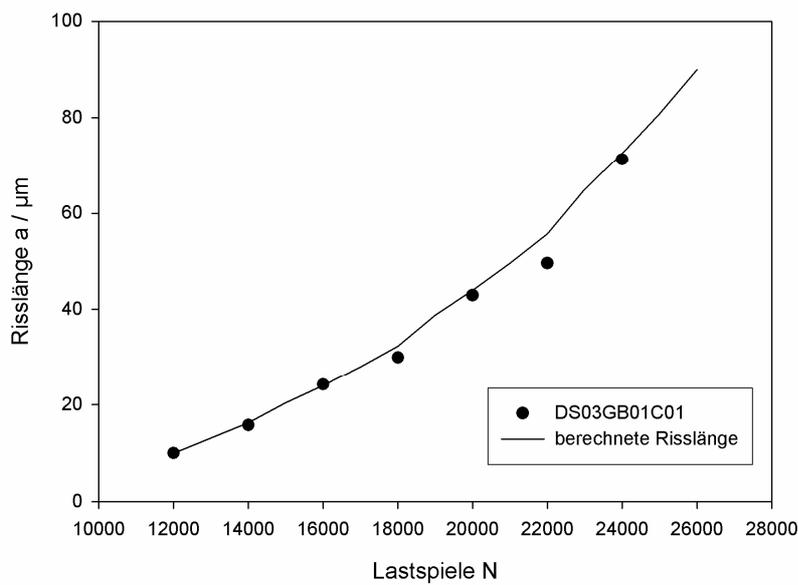
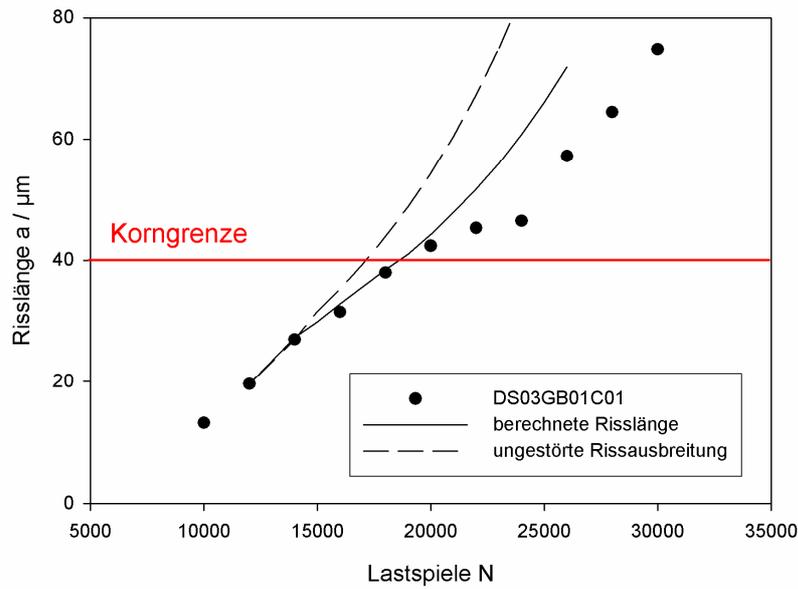


Abb. 6.4: Vergleich der berechneten mit der gemessenen Rissausbreitung. Die Risslänge ist jeweils ab der Kerbe gemessen. a: Rissausbreitung in Richtung der Korngrenze. b: Rissausbreitung in entgegen gesetzter Richtung.

Die Streuungen sind selbst bei der linearen Skalierung gering, was die Vorhersagbarkeit bekräftigt, wenn man bedenkt, dass bei Messungen des Kurzrissverhaltens oft erhebliche Streuungen sogar in logarithmischer Skalierung erkennbar sind [Rio85].

Es muss davon ausgegangen werden, dass der Rissfortschritt nach dem Überschreiten einer Korngrenze die Aktivierung aller drei Gleitsysteme der Gleitebene erfordert, so dass das Gleitsystem mit dem geringsten Schmidfaktor geschwindigkeitsbestimmend wird. Dies bewirkt eine zusätzliche starke Verlangsamung der Rissausbreitung. Aufgrund der starken Hinderniswirkung kann der Punkt, an dem die plastische Zone die Korngrenze überwindet nicht genau bestimmt werden. Die Ausbreitungsraten im Falle des geblockten und des propagierten Gleitbandes liegen zu dicht beieinander, um im Rahmen der Streuung der Daten in jedem Fall eine eindeutige Aussage zu ermöglichen. Die Annahme eines nicht blockierten Gleitbandes führt jedoch in jedem Fall zu einer konservativen Abschätzung der Rissausbreitung.

Offensichtlich dominiert die Aktivierung der schwächsten Gleitbänder über weitere geometrisch bedingte Effekte, die in dem Modell von Tanaka allerdings nicht erfasst werden können:

Das eindimensionale Modell berücksichtigt nicht explizit den Einfluss der Orientierung auf die wechselseitigen Kräfte der kontinuierlich verteilten Versetzungen, die Riss und Gleitbänder simulieren. Auch geometrisch bedingtes Riss schließen durch Aufsetzen der Rissflanken ist nicht berücksichtigt.

Diese Einflussfaktoren könnten durch eine Erweiterung des Modells auf drei Dimensionen erfasst werden, um eine Bewertung der verschiedenen Einflüsse zu ermöglichen.

Numerische Berechnungen für den zweidimensionalen Fall wurden bereits durchgeführt [Sch04]. Die Berechnungen erfolgten anhand experimenteller Daten für beta-Titan und Duplex Stähle. Basis bildete das Modell von Navarro und De Los Rios [Nav88], welches ebenfalls auf dem BCS Modell beruht und sich von dem Tanaka-Modell lediglich hinsichtlich der Formulierung des Kriteriums für das Überwinden einer Korngrenze unterscheidet (siehe Abschnitt 2.3.2).

Die zweidimensionale Modellierung erfolgte anhand der beobachteten Ausbreitung natürlicher Risse in den genannten Legierungen, wobei die Größenordnung der betrachteten Risse von 50-300 $\mu\text{m}$  mit den hier geschilderten Experimenten ü-

bereinstimmt. Es wurden jedoch keine Referenzmessungen an Einkristallen für die Ausbreitung der plastischen Zonen durchgeführt; die Reibspannung der Versetzungen wurde stattdessen aus der makroskopisch ermittelten zyklischen Streckgrenze und der Dauerfestigkeit berechnet. Diese Methode geht von der Hypothese aus, dass bei Erreichen der zyklischen Streckgrenze Gleitbänder in den einzelnen Körnern vorliegen, die gerade die Korngrenzen überschreiten (gemäß Hall und Petch), jedoch keine Risse vorliegen. Ferner wird angenommen, dass bei Spannungen in Höhe der Dauerfestigkeit Risse vorliegen, die an den ersten Korngrenzen blockiert werden<sup>3</sup>. Riss und plastische Zone wurden in der Simulation durch Versetzungsdipole mit der Boundary-Element Methode simuliert, Details finden sich in [Sch04]. Für experimentell beobachtete Risse wurde die zweidimensionale Geometrie der Rissausbreitung auf der Probenoberfläche in das zweidimensionale numerische Modell überführt (**Abbildung 6.5**), ohne jedoch die dreidimensionale Orientierung unter der Oberfläche zu untersuchen. Somit ist eine Berücksichtigung des Orientierungseinflusses auf die Peach K hler Kr fte zwischen nicht parallelen Gleitsystemen nur bedingt m glich. Geometrisch bedingtes Riss-schlieen durch das Aufsetzen der Rissflanken bei einem Abknicken an den Korngrenzen wurde zweidimensional erfasst.

Die Ergebnisse der Simulation zeigen eine gute  bereinstimmung mit den gemessenen Rissausbreitungsraten, wenn geometrisches Riss-schlieen ber cksichtigt wird (**Abbildung 6.6**). Die Bestimmung der Konstanten  $C$  und  $n$  erfolgte f r die Rissausbreitung jedoch anhand einer Parameteranpassung an die gemessenen Daten selbst. Es handelt sich also um eine best fit Approximation. Eine unabh ngige Bestimmung wie in der vorliegenden Arbeit anhand von Referenzmessungen der ungest rten Rissausbreitung kann bei polykristallinen Titan und Duplex Legierungen nicht durchgef hrt werden. Zudem kann ein zweidimensionales Modell die

---

<sup>3</sup> Diese Annahmen erweisen sich f r die untersuchte beta-Titan Legierung und f r Duplex Stahl als zutreffend, k nnen jedoch nicht auf st ngelkristalline Nickelbasislegierungen  bertragen werden: hier kommt es bereits weit unterhalb der zykli-

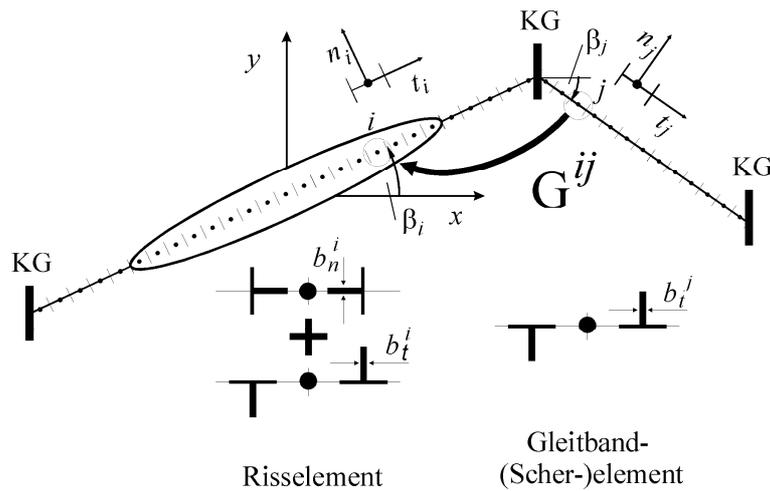


Abb. 6.5: Darstellung von Riss und plastischer Zone mit Versetzungsdipolen und Boundary Element Methode nach [Sch04].

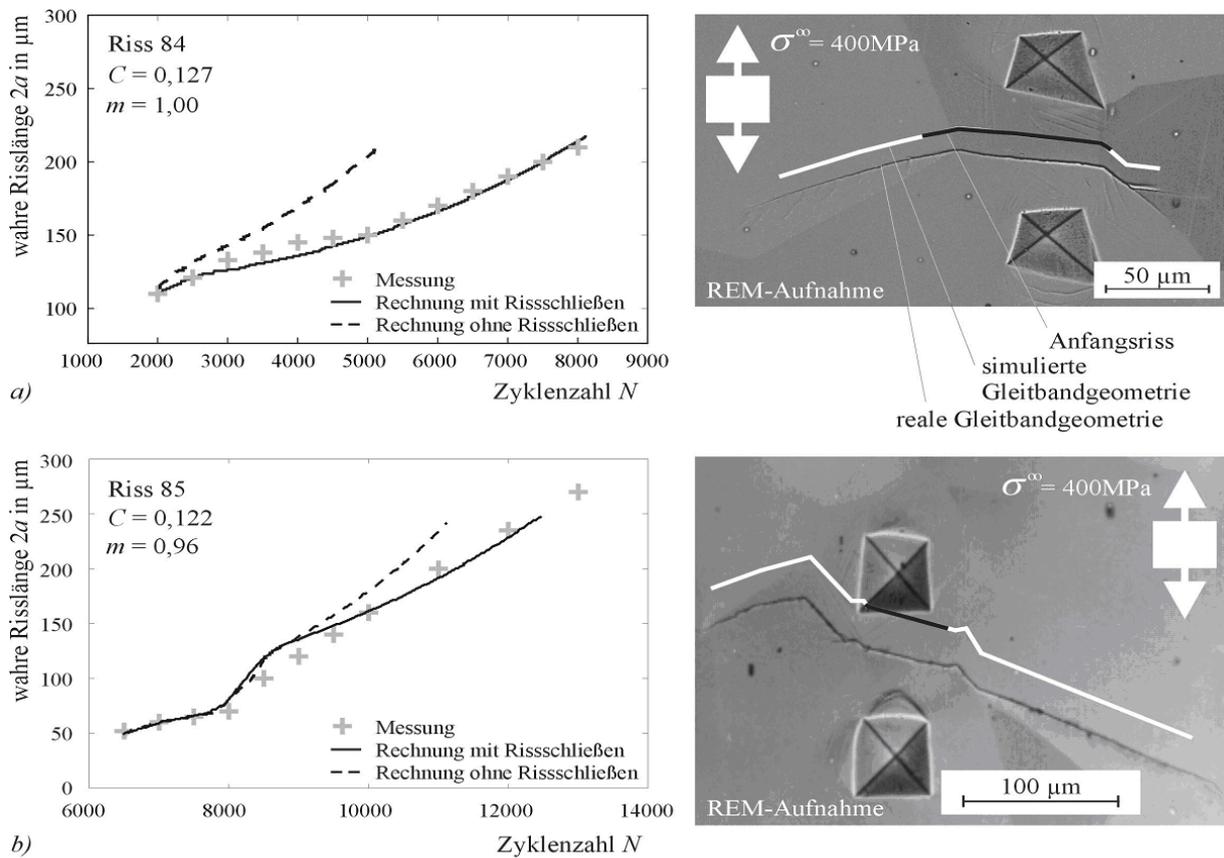


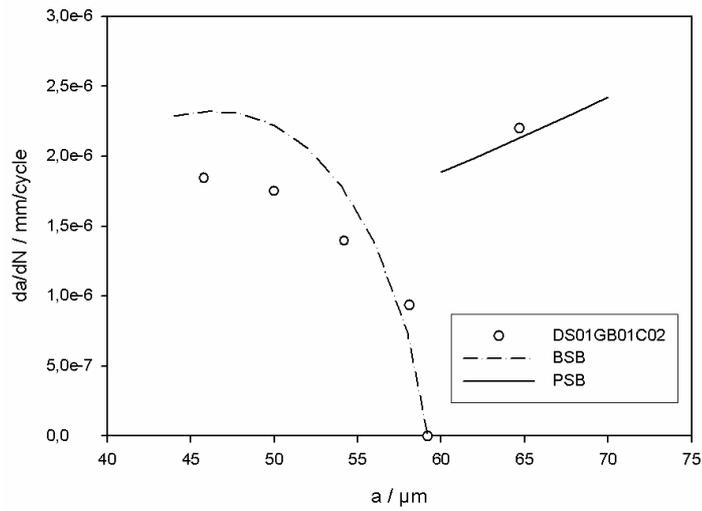
Abb. 6.6: Vergleich zwischen gemessener und berechneter Mikrostruktureller Rissausbreitung in beta-Titan, [Kru07].

schen Fließgrenze zur Rissausbreitung infolge von Risswachstum an Poren und Einschlüssen.

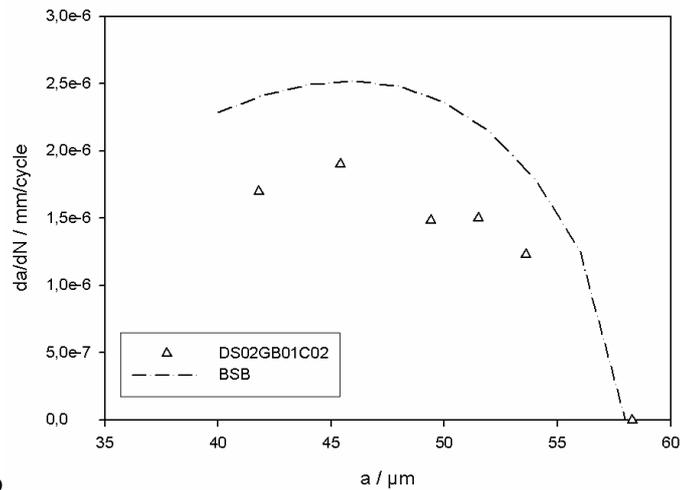
dreidimensionalen Aufspaltungen der Risse an den Korngrenzen und die damit verbundenen Einflüsse auf die Rissausbreitung nicht berücksichtigen. Insbesondere die Lage der Korngrenze bezüglich der Gleitebenen benachbarter Körner beeinflusst die Rissausbreitung und muss mit dreidimensionalen Modellierungen berücksichtigt werden, wie nachfolgend gezeigt wird:

Bei der beobachteten Rissausbreitung in CMSX-4 ist im Falle von Risslängen unter  $100\ \mu\text{m}$ , bei denen aufgrund der ungünstigen Lage der Korngrenzen ein Stopp der Rissausbreitung beobachtet wurde, eine stärkere Wechselwirkung zu erkennen (**Abbildung 6.7a-c**), als durch das Modell von Tanaka vorausgesagt wird; für diese Risse treffen die Gleitbänder aufgrund des geringen Abstandes bereits zu Beginn der Rissausbreitung auf die Korngrenze. Die gemessenen Ausbreitungsraten liegen für diese stark wechselwirkenden Risse teilweise unter den berechneten. Diese Beobachtungen stehen im Einklang mit dreidimensionalen Studien der Rissausbreitung [Kös10], nach denen die plastische Rissspitzenverschiebung an einer blockierenden Korngrenze stark reduziert ist. Erst mit zunehmender Risstiefe – also mit Risswachstum unter der Oberfläche entlang der Korngrenze – konvergiert  $\Delta\text{CTSD}_{\text{pl}}$  gegen den zweidimensional berechneten Wert. Aufschlussreich ist in diesem Zusammenhang die Betrachtung der Rissausbreitung für den ungünstigsten Fall, in dem ein stetiger Fortschritt des Risses auf keinem Gleitband des benachbarten Korns möglich ist. Im Rahmen der Untersuchungen wurde gezielt eine Korngrenze ausgewählt, bei der diese Verhältnisse realisiert sind (**Abbildung 5.15**). In diesem Fall konnte anhand zweier Risse mit einem Abstand von je  $20\ \mu\text{m}$  bzw.  $45\ \mu\text{m}$  beobachtet werden, dass der Riss mit der kürzeren Distanz an der Korngrenze anhält, während der weiter von der Korngrenze positionierte Riss diese ohne Stop überwindet (**Abbildung 5.7e**).

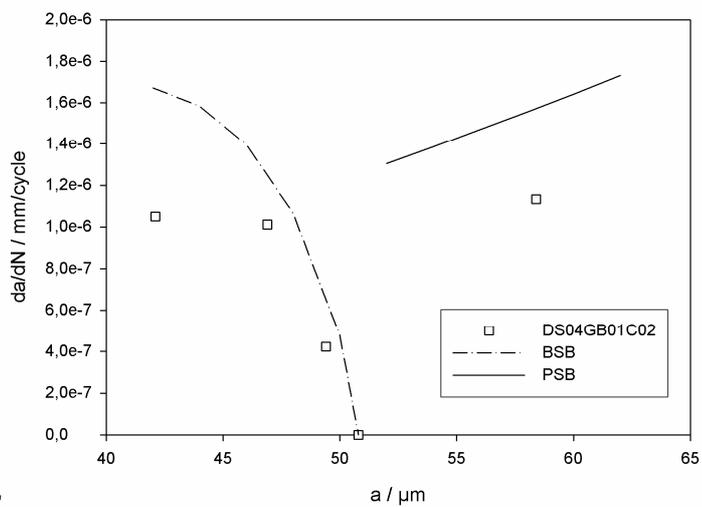
Die Ursache der starken Wechselwirkung mit der Korngrenze konnte auf die Aufspaltung der Rissausbreitung entlang mehrerer Gleitebenen zurückgeführt werden. Durch diese Aufspaltung wird ein großflächiges Aufreißen der Korngrenze verhindert, die Rissausbreitung erfolgt annähernd stetig. Dieses Verhalten wurde mehrfach beobachtet. Die Lage der Korngrenze bestimmt damit wie bei Zhai



6.7.a



6.7.b



6.7.c

Abb. 6.7.a-c: Risse, die an der Korngrenze arretieren.

[Zha05] beschrieben im Falle von Rissen einer Gesamtlänge unter  $100\mu\text{m}$  die Stärke der Wechselwirkung mit der Rissausbreitung. Diese Wechselwirkung beruht nicht auf der Erzeugung geometrisch bedingter Spaltbruchflächen entlang der Korngrenzen, sondern auf dem Aufspalten des Risses auf mehrere Gleitebenen.

Ein quantitatives Maß für diese Hinderniswirkung lässt sich anhand des Modells von Tanaka abschätzen:

Aus dem Modell kann im Falle des blockierten Gleitbandes aufgrund der aufgestauten Versetzungen ein mikroskopischer Spannungsintensitätsfaktor  $\Delta K^m$  berechnet werden:

$$\Delta K^m = \beta(1-R)\tau_i\sqrt{\pi c}$$

$$\beta = 1 - \frac{4\tau^*}{\pi(1-R)\tau_i} \arccos\left(\frac{a}{c}\right) \quad (6.9)$$

Für den blockierten Riss ergibt sich dieser beim Erreichen der Korngrenze zu  $3,4 \text{ MPam}^{1/2}$ , im selben Korn konnte ein längerer Riss die Korngrenze unter sonst gleichen Bedingungen passieren, d.h. die mikroskopische Spannungsintensität zum Überwinden der Korngrenze wurde diesmal überschritten ( $4,1 \text{ MPam}^{1/2}$  bei diesem Riss).

Damit kann die Hinderniswirkung der Korngrenze bedingt durch die Aktivierung von Gleitprozessen auf mehreren Gleitebenen abgeschätzt werden: Zum Überwinden der Korngrenze ist ein mikroskopischer Spannungsintensitätsfaktor zwischen  $3,4 \text{ MPam}^{1/2}$  und  $4,1 \text{ MPam}^{1/2}$  notwendig. Die untersuchte Korngrenze stellt hier einen im Sinne der Rissausbreitung ungünstigsten Fall dar; die Hinderniswirkung kann somit als Obergrenze angesehen werden.

Ein Kriterium für das Überwinden einer Korngrenze in Abhängigkeit der Orientierung benachbarter Körner und der Korngrenze muss dreidimensionale Aspekte berücksichtigen. Die Annahme, dass Risswachstum im benachbarten Korn einsetzt, sobald eine kritische Spannung auf einer günstig orientierten Gleitebene erreicht

wird – wie aus dem Modell von Navarro und De Los Rios gefolgert wird – kann die topologisch bedingte Aktivierung mehrerer Gleitebenen ist nicht berücksichtigen.

Im Hinblick auf die durchgeführten Tomographien ist der Umstand bemerkenswert, dass das Gleitsystem mit dem geringsten Schmid-Faktor jenseits einer Korngrenze die Ausbreitungsrate dominiert: Auch wenn ein stetiger Übergang eines Risses über eine Korngrenze möglich ist, bestimmt das ungünstigste Gleitsystem die Ausbreitungsrate im benachbarten Korn. Am Beispiel eines Risses der sich ohne Anhalten ins benachbarte Korn ausbreitete konnte gezeigt werden, dass die Lage der Korngrenze die Ausbreitungsrichtung beim Übergang festlegt, so dass die Rissausbreitung stetig erfolgt (**Abbildung 5.21**). Nach der Tomographie wurde die Probe weiter zyklisch belastet bis zum Versagen durch den beobachteten Riss<sup>4</sup>. Eine Analyse der Bruchfläche bestätigt die Aktivierung mehrerer Gleitsysteme jenseits der Korngrenze: Im Bereich der Kerbe sind zahlreiche Bruchlinien zu sehen, deren Orientierung der des Gleitsystems mit dem höchsten Schmidfaktor entsprechen (**Abbildung 6.8**). Nach dem Passieren der Korngrenze finden sich Bruchlinien verschiedener Orientierungen, die mit den verschiedenen Gleitsystemen des Nachbarkorns korrespondieren (**Abbildung 6.9**). Korngrenzen beeinflussen die Rissausbreitung also aufgrund unterschiedlicher Wechselwirkungen:

- An den Korngrenzen staut sich die plastische Zone.
- An der Korngrenze erfolgt eine Änderung der Ausbreitungsrichtung und am Rissfortschritt beteiligten Gleitsysteme.
- Geometrisch bedingtes Riss schließen kann nach [Sch04] die Ausbreitungsrate reduzieren.
- Die Lage der Korngrenze kann die Aufspaltung des Risses auf mehrere Gleitebenen erzwingen.

---

<sup>4</sup> vor der Tomographie hatte dieser Riss eine Gesamtlänge von mehr als 500µm. Der zwecks Rekonstruktion entfernte Bereich ist mit 10µm x 15µm x 20µm klein gegen diese Länge

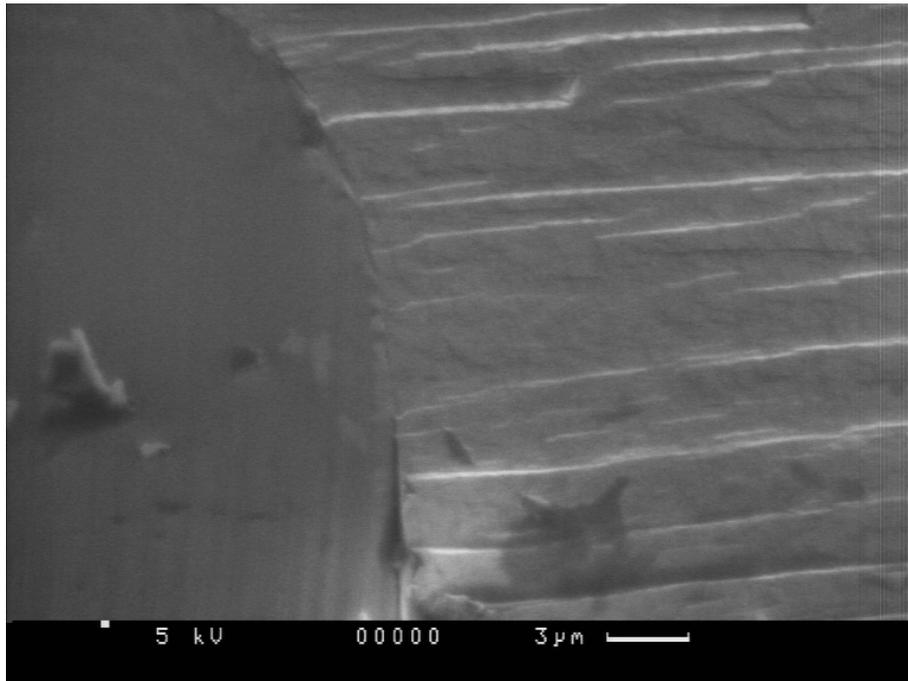


Abb. 6.8: In der Nähe der Kerbe Verlaufen Bruchlinien entlang eines einzelnen Gleitsystems.

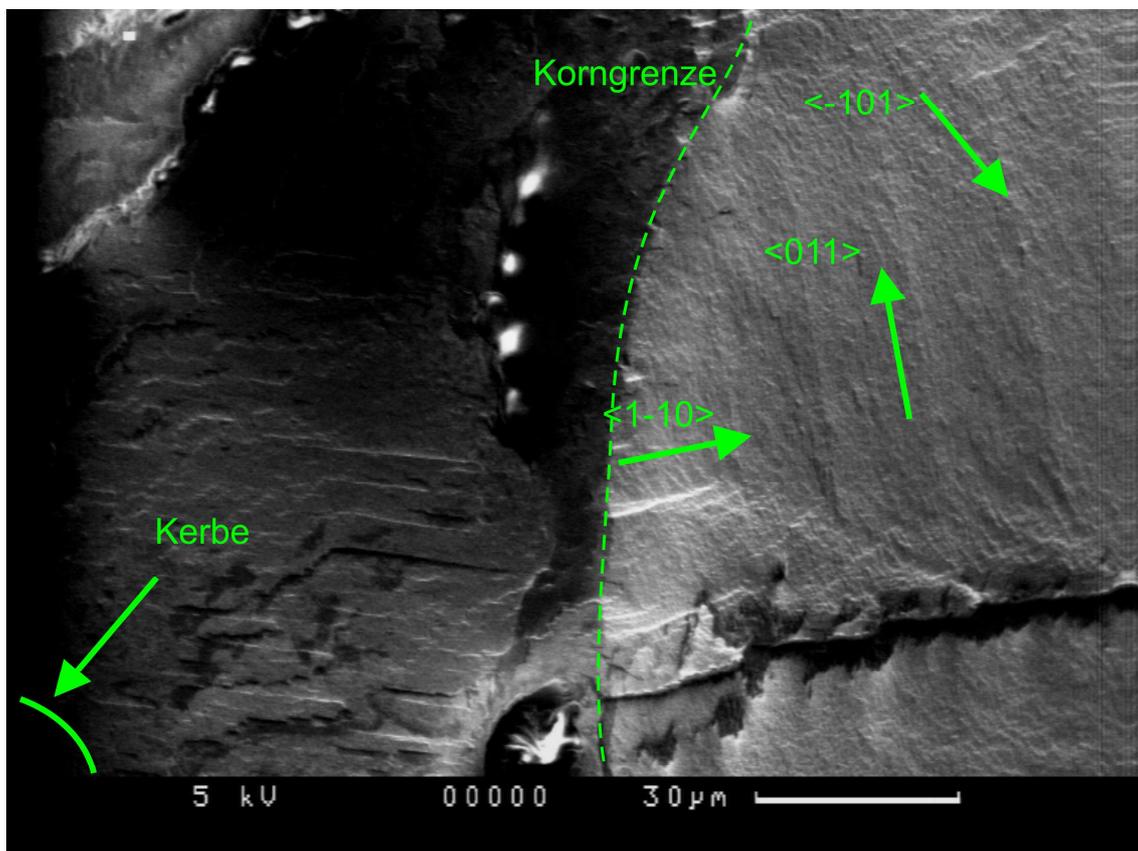


Abb. 6.9: Ansicht der Bruchfläche. Nach dem Passieren der Korngrenze sind Stufen entlang aller drei Gleitsysteme zu beobachten.

Es ist somit ein dreidimensionales Modell notwendig, um alle Einflussfaktoren zu berücksichtigen und zu bewerten. Eine Erweiterung des BCS Modells auf drei Dimensionen auf der Basis der numerischen Lösung hypersingulärer Integralgleichungen für kontinuierlich verteilte Versetzungsringe [Hil96] ist derzeit in Entwicklung [Düb06]. Erste Ergebnisse zeigen den Einfluss der wechselseitigen Orientierung der Gleitebenen benachbarter Körner auf die jeweils wirksamen Schubspannungen unmittelbar hinter einer Korngrenze. Zudem ermöglichen Fortschritte in der Synchrotron-Tomographie [Buf06] eine zerstörungsfreie in situ Beobachtung der dreidimensionalen Rissausbreitung mit einer Auflösung unter einem Mikrometer, die mit der bestehenden Methodik der künstlich initiierten Mikrorissen und der FIB-Tomographie noch tiefere Einblicke in das Ausbreitungsverhalten kurzer Risse in Wechselwirkung mit der Mikrostruktur gewähren kann.

### 6.1.3 Fazit

Die Experimente sind reproduzierbar und damit steht ein Verfahren zur Untersuchung der Hinderniswirkung mikrostruktureller Barrieren auf die Rissausbreitung zur Verfügung. Der Einfluss von Korngrenzen auf die Rissausbreitung konnte quantifiziert werden.

Die Rissausbreitung lässt sich für die Legierung CMSX-4 (in polykristalliner Modifikation) mit dem Modell von Tanaka berechnen, wenn für die Reibspannung jenseits der Korngrenze das Gleitsystem mit dem geringsten Schmid-Faktor in der Ebene der Rissausbreitung zugrunde gelegt wird. Die Orientierung der Korngrenze hat dabei einen Einfluss auf die Wahl der Gleitebene, entlang derer sich der Riss nach Überqueren der Grenzfläche ausbreitet: Ein stetiger Übergang ins benachbarte Korn, welcher Rissausbreitung auf Gleitebenen mit geringerem Schmid-Faktor be-

dingt, wird bevorzugt vor Gleitebenen mit höherem Schmidfaktor, aber unstetigem Übergang an der Korngrenze. Eine weitere Verbesserung des Modells hinsichtlich der dreidimensionalen Rissausbreitung, insbesondere im Bezug auf die Spannungsverhältnisse nicht paralleler Gleitebenen und auf geometrisches Riss schließen sollte die Vorhersage zusätzlich verbessern können.

Für Risse unter 100  $\mu\text{m}$  Gesamtlänge zeigt sich, dass offenbar solche Korngrenzen eine besonders starke Hinderniswirkung zeigen, die ein Aufspalten der Rissausbreitung auf mehrere Gleitsysteme verursachen, weil ein stetiger Übergang der Ausbreitung über die Korngrenze sonst nicht möglich ist. Dies wird auch im Modell von Zhai beschrieben. Allerdings wird nicht die Erzeugung geometrisch bedingter Spaltbruchflächen entlang der Korngrenzen beobachtet, sondern ein Aufspalten der Risse auf mehrere Gleitebenen.

Egal wie viele und welche Gleitebenen der Riss zu seiner Ausbreitung jenseits der Korngrenze benutzt, es muss offenbar auch immer das Gleitsystem mit dem geringsten Schmid-Faktor beteiligt werden und dieses ist dann geschwindigkeitsbestimmend.

## 6.2 Mikrostrukturelle Rissausbreitung in ferritischem Stahl

Im Stadium I der Rissausbreitung konnte in dem ferritischen Stahl ein Anhalten der Risse unabhängig von der wirksamen Schubspannung beobachtet werden. Tatsächlich erfolgte ein Rissfortschritt über die erste Korngrenze nur in wenigen Fällen, nämlich wenn auf der Oberfläche nur ein geringfügiges Abknicken des Risspfades über die Korngrenze hinweg festgestellt wurde (**Abbildung 6.10**). Es erfolgte kein Wechsel nach Stadium II. Mit Hilfe der FIB-Tomographie wurde eine im Wesentlichen geradlinige Ausbreitung ins Nachbarkorn beobachtet. Dieses Verhalten ist re-

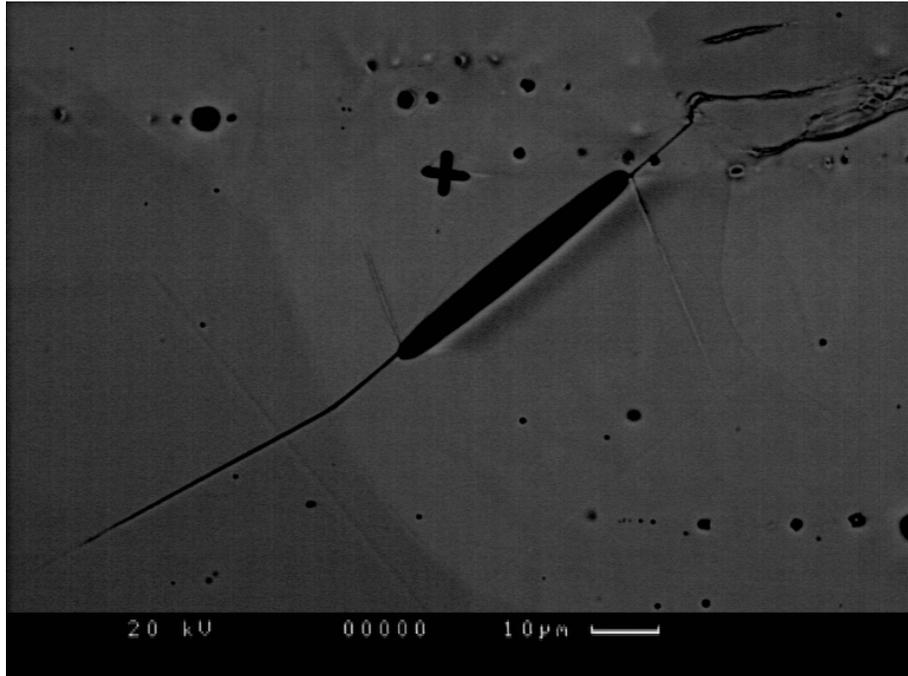


Abb. 6.10: Auf der linken Seite erfolgt nahezu geradlinige Rissausbreitung ins benachbarte Korn. Auf der rechten Seite erfolgte die Rissausbreitung durch Koagulation zweier Risse.

produzierbar: An EBSD-charakterisierten Proben wurden gezielt solche Körner für die Initiierung von Mikrokerben ausgesucht, deren potentielle Rissausbreitungsebenen gemäß pencil-glide einen geringen Winkel zu denen des Nachbarkorns bilden. Ist der Winkel zwischen den Ebenennormalen der dreidimensionalen Rissausbreitungsrichtungen benachbarter Körner im Bereich von  $20^\circ$  oder geringer, kann Rissausbreitung über die Korngrenze hinweg festgestellt werden, wobei sich die Rissausbreitung stetig im Bereich der Korngrenze ändert (**Abbildung 5.1.d**). Bei größeren Winkeln kommt es zu keiner weiteren Rissausbreitung (**Abbildung 5.2**). Bei fortschreitender Ermüdung erfolgt ein Überwinden der Korngrenzen nur durch die Koagulation benachbarter kurzer Risse.

Aus diesen Beobachtungen kann eine sehr starke Blockadewirkung von Korngrenzen auf die Rissausbreitung gefolgert werden: Kurze Ermüdungsrisse können Korngrenzen in diesem Werkstoff nicht überwinden, wenn dazu eine starke Änderung der Ausbreitungsrichtung nötig ist. Betrachtet man die dreidimensionale

Rissausbreitung [Zha05], ist die Lage der Korngrenze bezüglich der bevorzugten Rissausbreitung in benachbarten Körnern von Bedeutung (**Abbildung 2.14**). Kann die Rissausbreitung nicht stetig ins benachbarte Korn erfolgen, so wäre eine Spaltbruchfläche auf der Korngrenze zu bilden. Ein solches Aufreißen der Korngrenze konnte jedoch nicht beobachtet werden. Auch eine Aufspaltung der Rissausbreitung auf mehrere den Burgersvektor enthaltende Ebenen konnte nicht nachgewiesen werden. Die Spannungsintensität eines von einer Mikrokerbe ausgehenden Risses reicht nicht aus, um dieses Hindernis zu überwinden. Selbst bei Risslängen bis zu 250  $\mu\text{m}$  konnte keine weitere Rissausbreitung beobachtet werden.

Hier besteht ein starker Unterschied zur Rissausbreitung in flächenzentrierten Metallen wie Nickelbasis- und Aluminiumlegierungen, bei denen Rissausbreitung auf mehreren Gleitebenen einsetzt, wenn an der Korngrenze kein stetiger Übergang möglich ist. Die Ursache für das unterschiedliche Verhalten liegt offenbar im Gleitcharakter der Versetzungen in raumzentrierten und flächenzentrierten Metallen. Eingehende Untersuchungen der Versetzungsstrukturen bei der Ermüdung sind zukünftig notwendig, um ein Verständnis für diese Mechanismen zu entwickeln.

Werkstoffschädigung in niedrig legierten Stählen kann nicht mit einer Theorie ausgehend von dem Wachstum einzelner kurzer Ermüdungsrisse beschrieben werden. Es sind stattdessen Theorien notwendig, die Werkstoffschädigung durch Rissentstehung und Koagulation beschreiben, z.B. [Hua07].

## 7. Zusammenfassung und Ausblick

### 7.1 Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit befasst sich mit der Ausbreitung mikrostrukturell kurzer Risse in der Größenordnung der Korngröße unter Belastungen im Bereich des Low Cycle Fatigue (LCF). Eine einheitliche Theorie zum Einfluss der Mikrostruktur auf die Rissausbreitung existiert bislang nicht; es fehlen quantitative Daten und systematische Experimente.

Ein wesentliches Ergebnis des Projektes ist die Weiterentwicklung des Verfahrens zur Initiierung künstlicher Mikrorisse per Focused Ion Beam (FIB) als Grundlage für die systematische Untersuchung lokaler Mikrostruktur-Einflüsse. Hier können Mikrokerben mit reproduzierbaren Rissparametern z.B. in definiertem Abstand zu ausgewählten Korngrenzen in die Werkstoffoberfläche eingebracht werden und das sogar unter Berücksichtigung der lokalen Kristallorientierung direkt auf den Gleitebenen mit der größten Schubspannung. Diese breiten sich dann im Stadium I der Rissausbreitung aus, wie es auch die Modelle von Tanaka und Navarro und De los Rios beschreiben.

Mit diesem Verfahren wurde die Wechselwirkung von Rissen mit Korngrenzen für technische Legierungen (CMSX-4, Baustahl) gemessen und quantitative Daten ermittelt und ausgewertet. Die Ergebnisse beschreiben den Einfluss verschiedener Korngrenzen (definiert über Orientierung und Inklination) auf die Rissausbreitung sowohl hinsichtlich der Einschränkung der plastischen Zone der Risse als auch im Bezug auf die Dreidimensionalität der Rissausbreitung vor allem beim Durchstoßen der Korngrenze. Diese Einflüsse stellen sich für die untersuchten Werkstoffe

deutlich unterschiedlich dar:

In der Nickelbasislegierung CMSX-4 konnte zunächst festgestellt werden, dass das Ausbreitungsverhalten von künstlichen Rissen ohne mikrostrukturelle Barrieren sehr gut reproduzierbar und identisch mit dem Verhalten natürlicher Risse ist. Somit können Mikrostruktureinflüsse lokal getestet werden. In extra polykristallin hergestellten Proben zeigt sich dabei eine Verminderung der Rissfortschrittsrate vor Korngrenzen in einem Abstand, bei dem gleichzeitig der Aufstau der plastischen Zone an den Korngrenzen beobachtet wurde.

Durch eine Modifizierung des Modells von Tanaka hinsichtlich der am Rissfortschritt beteiligten Gleitsysteme konnte die Rissausbreitungsrate mit und ohne Korngrenzen mit lediglich geringfügiger Abweichung zu den Messungen berechnet werden. Offensichtlich sind die physikalischen Annahmen dieses einfachen, zweidimensionalen Modells hinreichend zur Beschreibung des Kurzrischwachstums in dieser Legierung.

Bei einigen Rissen war der Einfluss der Korngrenze besonders stark. Hier konnte mit Hilfe der FIB-Tomographie die Lage der Korngrenze als zusätzlicher Parameter identifiziert werden, die in solchen Fällen eine Betätigung mehrerer Gleitsysteme bedingt und eine zickzack-förmige Rissausbreitung entlang mehrerer Gleitebenen erzwingt. Eine mikrostrukturelle Beschreibung des Rissfortschritts muss in diesem Fall also dreidimensionale Aspekte berücksichtigen.

Die dreidimensionale Natur des Problems ist in ferritischem Stahl noch deutlicher ausgeprägt. Die Rissausbreitung erfolgt in diesem Fall gemäß „pencil-glide“, die Richtung wird bestimmt durch die Richtung des Burgers Vektors und der Lastrichtung. Unabhängig von der Höhe der angelegten Last kann Rissausbreitung über Korngrenze hinweg nur bei kleinen Missorientierungswinkeln ( $<20^\circ$ ) beobachtet werden. Die Ausbildung makroskopischer Ermüdungsriss erfordert daher im Allgemeinen das Zusammenwachsen benachbarter kurzer Risse. Eine Theorie zur Beschreibung der Werkstoffermüdung muss in diesem Fall auf der Wechselwirkung kurzer Risse untereinander erfolgen und gegebenenfalls elastische und plastische Anisotropie berücksichtigen.

## 7.2 Ausblick

Mit Hilfe der durchgeführten systematischen Untersuchungen konnten wesentliche Einflussfaktoren von Korngrenzen und mikrostrukturellen Barrieren auf die Rissausbreitung identifiziert werden. Zukünftige Arbeiten könnten sich mit der Quantifizierung der einzelnen Effekte näher befassen. Sofern die Barrierewirkungen von Mikrostrukturelementen anhand der Ergebnisse durch eine entsprechende Prozesstechnik gezielt eingestellt werden kann, ist hier ein direktes Verwertungspotential gegeben.

Des Weiteren zeigte sich, dass die Beschreibung der Kurzrisausbreitung anhand einfacher zweidimensionaler Modelle für Stähle problematisch ist und es wurden Grundlagen für die Quantifizierung dreidimensionaler Modelle ermittelt. Hierzu wäre ein Ausbau der entwickelten Methodik mit Hilfe der Synchrotron-Tomographie sinnvoll. Eine Erweiterung zweidimensionaler Modelle zur Kurzrisausbreitung auf drei Dimensionen könnte unmittelbar von gezielten Experimenten auf diesem Gebiet profitieren.

Eine weitere mögliche Anwendung jenseits von Materialverbesserung, Lebensdauer vorhersage und Modellentwicklung zur Rissausbreitung ist die Methode der künstlichen Rissinitiierung per FIB selbst. Sie könnte benutzt werden, um eine standardisierte Ersatzfehlergröße auf Mikrometerebene zu definieren. Damit können dann die Auswirkungen von Gussfehlern in hoch belasteten Bauteilen quantitativ erfassbar gemacht werden.



## Résumé de la Thèse

### 1. Synthèse des résultats

Ce projet traite de la propagation des microfissures au niveau des joints de grain sous l'influence de contraintes cycliques. Il n'existe à ce jour aucune théorie décrivant l'influence de la microstructure sur la propagation de fissure ; il manque de données quantitatives et d'expériences systématiques.

Un des résultats les plus importants de ce projet est le développement d'un procédé pour l'initiation de fissures artificielles à l'aide de la FIB (Focused Ion Beam Microscope). Ceci est la base pour l'analyse systématique des influences microstructurales locales. Ici, il est possible de créer des micros entailles de façon reproductible comme par exemple en choisissant la distance entre le joint de grain et la surface du matériau. Ceci peut aussi être réalisé en prenant directement en compte l'orientation cristallographique du plan de glissement ayant la plus haute tension de cisaillement. Les fissures résultant de ces entailles se propagent ainsi au stade 1 comme cela est décrit dans le modèle de Tanaka, Navarro et De los Rios.

Les interactions entre fissures et joints de grains pour deux matériaux techniques (CMSX-4, acier de construction) ont pu être mesurées à l'aide de ce procédé. De plus cette méthode a permis d'obtenir des données quantitatives et de les interpréter. Les résultats décrivent l'influence de différents joints de grains - définis par leur orientation et leur inclinaison – sur la propagation d'une fissure grâce à deux mécanismes : le premier reposant sur la limitation de la zone plastique de la fissure et

le second sur la propagation en trois dimensions de la fissure après le passage d'un joint d'un grain. Ces influences n'ont pas agi de la même manière sur les matériaux testés :

Il a d'abord été possible de déterminer dans l'alliage à base de nickel CMSX-4 que la propagation de fissures artificielles n'ayant aucune barrière microstructurale était facilement reproductible et identique à celle d'une fissure naturelle. De ce fait, il est possible de tester l'influence locale de la microstructure. Une réduction de la vitesse de la fissure a été observée dans un échantillon polycristallin spécialement fabriqué avant le joint de grain à une distance à laquelle il fut également observé un maintien de la zone plastique sur le joint de grain.

A l'aide d'une modification du modèle de Tanaka concernant les systèmes de glissement dans lesquels se propagent la fissure, la vitesse de propagation a pu être calculée avec et sans joint de grain avec peu de déviations par rapports aux résultats obtenus expérimentalement. A l'évidence, les hypothèses physiques de ce modèle simple bidimensionnel sont suffisantes pour décrire la croissance de fissures courtes dans cet alliage.

L'influence du joint de grain s'est montrée très importante pour certaines fissures. Ici, avec l'aide de la tomographie FIB, la position du joint de grain a pu être identifiée en tant que paramètre supplémentaire, qui dans certains cas conditionne une activation de plusieurs systèmes de glissement et provoque une propagation de la fissure en zigzag le long de plusieurs joints de grain. Une description microstructurale de l'avancée de la fissure doit être dans ce cas considérée de façon tridimensionnelle.

La nature tridimensionnelle de ce problème est encore plus prononcée dans les aciers ferritiques. La propagation de la fissure se déroule dans ce cas selon le pencil-glide. La direction est déterminée par le vecteur de Burger et la direction de contrainte. Indépendamment de la hauteur de la contrainte appliquée, la propagation d'une fissure au-delà d'un joint de grain ne peut être observée que pour de petits angles d'orientations ( $< 20^\circ$ ). La formation de fissures de fatigue macroscopiques demande de ce fait une croissance de plusieurs petites fissures, voisines les

unes des autres. Une théorie décrivant la fatigue du matériau doit être dans ce cas développée autour des interactions entre plusieurs courtes fissures et si nécessaire elle doit considérer l'anisotropie élastique et plastique.

## 2. Situation de départ

Les modèles basés sur la microstructure pour la prédiction de la durée de vie de pièces sous contraintes cycliques sont très importants pour la construction et le développement de nouveaux matériaux. Dans la construction et le développement de nouveaux produits, ses connaissances sont importantes pour pouvoir extrapoler la durée de vie d'un produit dans la réalité à partir d'essais en laboratoires. Ceux-ci sont souvent réalisés avec des conditions plus strictes pour gagner du temps. Dans le domaine du développement de matériaux, un modèle basé sur la microstructure permet de donner des informations sur la structure optimale du matériau. La quantification expérimentale des interactions entre des courtes fissures de fatigue avec la microstructure d'un matériau métallique peut être considérée comme un modèle basé sur la microstructure.

Le projet se penche sur la propagation dans la microstructure de courtes fissures de l'ordre d'un grain sous une contrainte cyclique dans le domaine LCF (Low Cycle Fatigue). Le comportement de propagation de ces fissures ne se laisse pas expliquer par la mécanique des ruptures élastique linéaire. Les causes de ceci sont les interactions entre la fissure et des éléments de la microstructure tels que joint de grain ou séparation de phases. Bien que ces interactions soient connues depuis des dizaines d'années, il n'existe pas de description quantitative et physique de ce phénomène. Cela vient du grand nombre de paramètres : longueur de la fissure, contrainte, taille de la zone plastique, distance du joint de grain ainsi que l'orientation du cristal voisin et la localisation tridimensionnel du joint de grain. Ces paramètres ont une influence d'une part indépendant l'un de l'autre et d'autre part dépendant l'un

de l'autre. Une théorie unique décrivant ces influences n'existe pas à ce jour ; il manque de données quantitatives et des expériences systématiques qui donneraient un point de départ pour une théorie de ce genre.

L'effet « obstacle » du joint de grain au regard de la propagation de courtes fissures de fatigue est justifié dans la littérature par différentes causes :

- Les joints de grain bloquent les mouvements de dislocation. De ce fait la zone plastique d'une fissure va être gênée dans sa propagation. Le blocage des dislocations causées par ce phénomène entraîne des contraintes sur la pointe de la fissure. De ce fait, les ouvertures de fissures plastiques et totales vont être réduites. On accepte alors de part ce phénomène que c'est lui qui régit la progression de la fissure.
- Des courtes fissures de fatigue se propagent normalement dans la plupart des alliages de façon cristallographique. C'est pour cela qu'un changement de direction de propagation est nécessaire lors du franchissement d'un joint de grain. Ce changement de direction ne peut s'effectuer de façon continue selon la position de du joint de grain. La discontinuité entraîne la formation d'une surface de rupture le long du joint de grain, ce qui agit en tant que barrière pour la propagation de la fissure.

Une étude systématique de ces influences doit se dérouler sous les conditions suivantes :

- L'influence de joints de grain de même type doit être étudiée pour plusieurs longueurs de fissures et plusieurs amplitudes de contraintes.
- Différents types de joints de grain doivent être étudiés avec des longueurs de fissures identiques et une seule contrainte. Dans ce cas, la position tridimensionnelle du joint de grain doit aussi être relevée.

L'idée de l'auteur est d'initier une entaille microscopique à l'aide de la FIB en combinaison avec une caractérisation des échantillons à l'aide d'Electron Back Scatter Diffraction (EBSD) ainsi qu'une mesure de la zone plastique par Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI). Des fissures courtes naissent de ces micros entailles. La croissance de celles-ci peut être étudiée à l'aide de la technique du réplica et in situ à l'aide du microscope électronique à balayage (MEB).

### 3. Expériences

Les expériences systématiques montrant les interactions entre les fissures et les joints de grains ont été effectuées sur deux matériaux :

- l'acier de construction pauvre en carbone USt37
- l'alliage de nickel CMSX-4 dans une version polycristalline au lieu de sa version normale (mono cristalline)

L'échantillonnage a été effectué pour tous ces matériaux à l'aide de l'électroérosion par fil. Toutes les surfaces ont été meulées, polies et préparées pour la caractérisation par EBSD grâce à un électro-polissage approprié. Des entailles ayant une forme de demi-cercle ont été initiées à l'aide la FIB. Ces entailles ont une longueur de  $60\mu\text{m}$  pour le CMSX-4 et de  $40\mu\text{m}$  pour l'acier de construction. Les essais de fatigue ont été réalisés sur une machine de test servo-hydraulique à une fréquence de 5Hz. La propagation de la fissure fut analysée à chaque expérience à l'aide de réplica et du microscope électronique à balayage (MEB). La vitesse de propagation fut déterminée à l'aide d'une régression avec un polynôme du deuxième degré en cinq points de la courbe  $a(N)$  (Five points polynomial fit).

### Acier de construction :

Le blocage des joints de grain chez les aciers ferritiques et martensitiques a une très forte portée. Dans ce cas, la propagation de la fissure ne s'effectue au maximum que sur un voire deux grains même au-delà de la limite élastique. L'augmentation des dommages sur le matériau se fait au travers de la coagulation de plusieurs fissures. C'est pourquoi cette forte influence du blocage des joints de grain doit être examinée de façon précise. Un acier de construction avec la composition chimique suivant a été utilisé :

Element	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Co
% masse	0,066	<0,006	0,454	0,088	0,055	0,035	<0,001	0,049	0,005	0,014

L'acier de construction a été traité thermiquement à 1200°C pendant 10h pour pouvoir obtenir une taille de grain de 150  $\mu\text{m}$ . Pour rendre l'influence des joints de grain indépendante de la perlite, une décarburation de surface à 715°C, 3h a été effectuée. Enfin, les échantillons ont été vieillit pendant quatre semaines.

Les échantillons ont été caractérisés par EBSD. Une définition par avance de la propagation d'une fissure et sa propagation en trois dimensions peut être réalisée grâce l'orientation d'une entaille d'après pencil-glide [Tay26].

Les expériences ont été réalisées sous les conditions suivantes : contrainte de 260 MPa,  $R = -1$ . La limite élastique de cet acier est de 332 MPa.

### CMSX-4 :

Bien que cet alliage soit normalement monocristallin, il est aussi possible d'obtenir une taille de grain de plusieurs millimètres. De ce fait, les interactions entre plusieurs fissures et un joint de grain peuvent être analysée sans qu'il y ait d'influence.

Cinq échantillons plats pour la réalisation d'essais de traction ont été fabriqués et soumis au traitement thermique suivant pour homogénéiser la microstructure :

- 1290°C, 20 min
- 1300°C, 3 h
- 1315°C, 6 h
- Refroidissement à l'air

Ce traitement a été effectué sous atmosphère de l'argon.

Les échantillons ont été caractérisés par EBSD. Le plan (111) a été calculé depuis l'orientation cristallographique de telle façon les entailles puissent être initiées le long de ce plan à l'aide de la FIB (en tournant et inclinant). Ce procédé présente l'avantage que sous une contrainte cyclique des fissures tridimensionnelles se développent le long de l'entaille. La distance de ces fissures par rapport aux joints de grain peut être déterminée grâce à la connaissance de la direction de propagation. De plus les géométries d'entailles simples, qui sont aussi la base des modèles comme celui de Tanaka, se reproduisent bien.

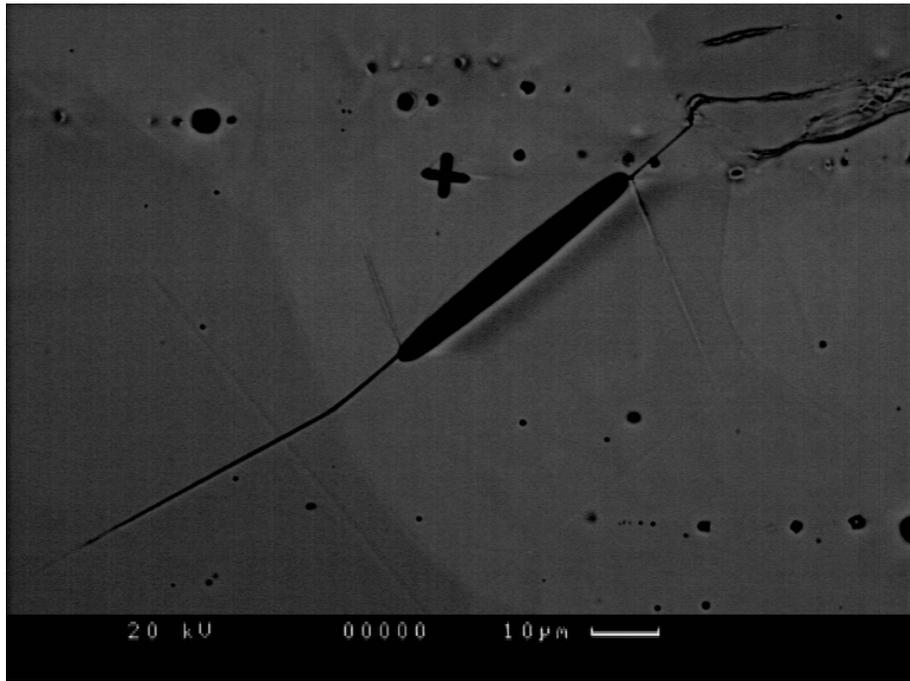
La propagation de 10 fissures courtes sous une contrainte de 300 MPa et  $R=-0,1$  a été étudiée. (Ces paramètres ont été déterminés au cours d'expériences préliminaires et ont été jugés comme les plus appropriés pour l'initiation de la fissure et le déroulement des essais). La contrainte limite d'écoulement est ici de 900 MPa et est donc bien plus qu'importante de limite de contrainte maximale qui est de 570 MPa. Les entailles ont été initiées à une distance de 50 à 70  $\mu\text{m}$  (au milieu de l'entaille) du joint de grain. De ce fait, l'influence de la position du joint de grain et la propagation de la fissure dans les grains voisins a pu être examinée. Un autre paramètre varie avec la distance de façon choisie : la longueur de la fissure.

## 4. Résultats obtenus

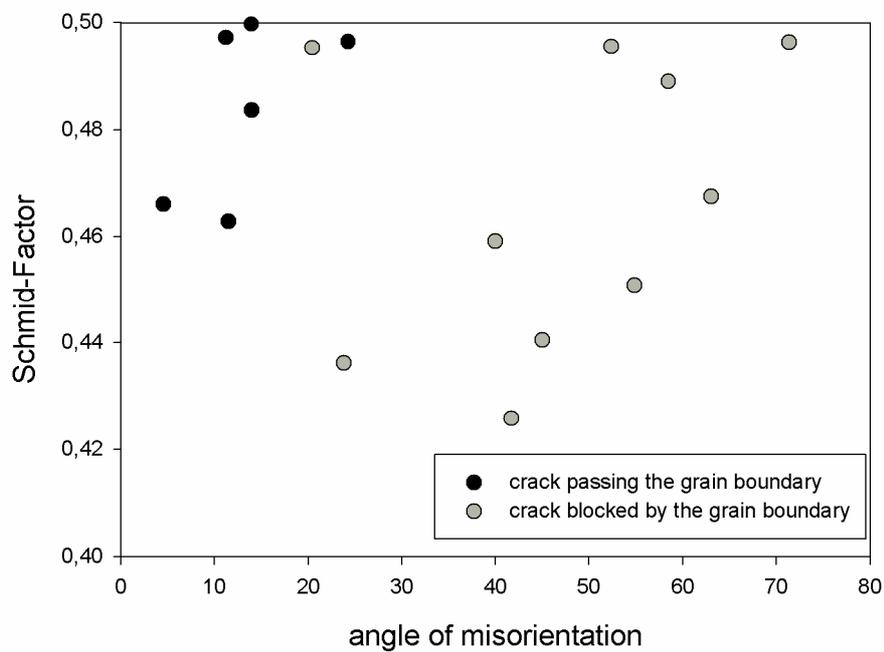
### Propagation des fissures dans les aciers, pencil-glide

Au stade 1 de la propagation des fissures, il a pu être observé un arrêt de la fissure dans l'acier ferritique avec  $R=-1$  indépendamment de la contrainte appliquée. En réalité, l'évolution de la fissure après le premier joint de grain ne se réalise que dans peu de cas, seulement lorsqu'une petite déviation hors du joint de grain de la pointe de la fissure est observée (Figure 1). Il n'y a pas de changement après le stade II. A l'aide de la tomographie par FIB la propagation a pu être observée. Celle-ci est essentiellement linéaire dans le joint voisin [Sch08]. Ce comportement est reproductible : sur des échantillons caractérisés par EBSD des grains de cette sorte ont été spécialement choisis pour initier des entailles dont leurs plans de propagation de fissure potentiels d'après pencil-glide ont un petit angle par rapport au grain voisin. Si l'angle entre le plan normal de la direction de propagation de la fissure tridimensionnel par rapport au joint voisin est de l'ordre de  $20^\circ$  ou moins, alors il est possible de déterminer la propagation sur le joint de grain (figure 2).

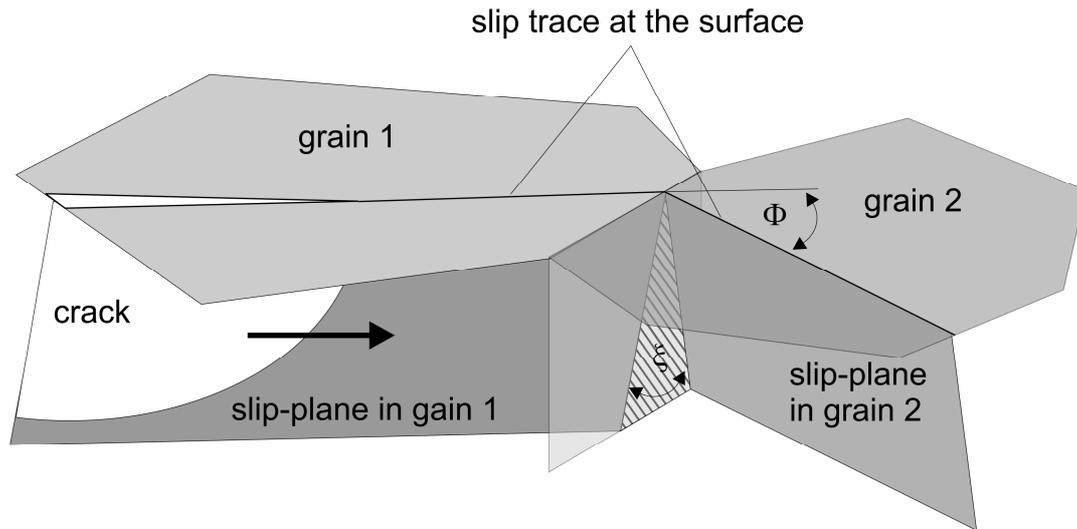
A partir de ces observations, il est possible de relier une forte influence de blocage des joint de grain à la propagation de la fissure : des courtes fissures de fatigue ne peuvent pas passer les joints de grain dans ce matériau, encore moins lorsqu'il est nécessaire d'avoir un fort changement de direction de la propagation. Si on observe la propagation tridimensionnelle de la fissure, on peut remarquer que la localisation du joint de grain des grains voisins par rapport à la direction de propagation préférentielle a une forte signification (figure 3). Si la fissure ne peut se propager de façon continue dans le grain voisin alors il pourrait se former une surface de rupture sur le joint de grain. Une telle ouverture des joints de grain n'a cependant pas pu être observée. L'intensité de la contrainte venant d'une fissure issue d'une de ces entailles ne suffit pas à pouvoir dépasser cet obstacle. Des contraintes de 260 MPa pour une longueur de fissure de  $320 \mu\text{m}$  n'ont pas suffi à encourager et la propagation de la fissure.



**Figure 1:** petite déviation de la pointe de la fissure à gauche de l'entaille. Coagulation des fissures à droite.



**Figure 2:** La fissure approche le grain voisin si l'angle entre le plan normal de la direction de propagation de la fissure tridimensionnel par rapport au joint voisin est de l'ordre de  $20^\circ$  ou moins.

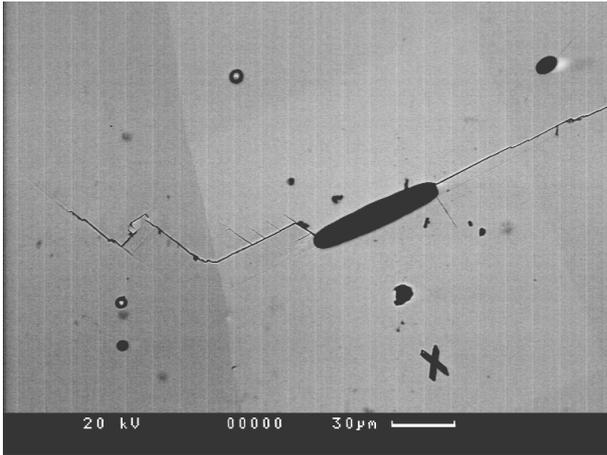


**Figure 3:** Si la fissure ne peut se propager de façon continue dans le grain voisin il pourrait se former une surface de rupture sur le joint de grain ( $\xi$ ).

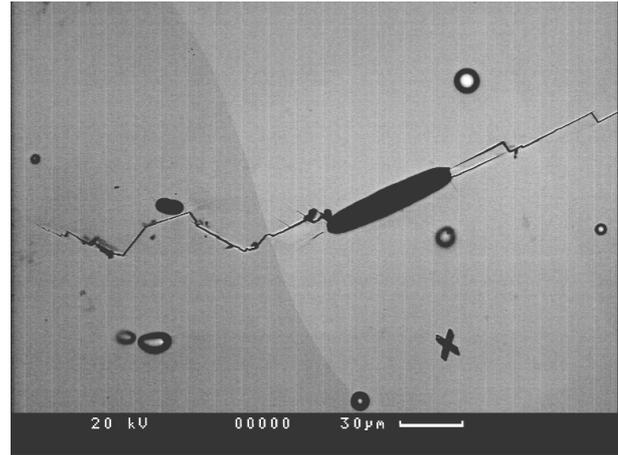
A partir de ces conclusions, des dégradations du matériau dans les aciers peu alliés ne peuvent être décrites par le développement de plusieurs fissures de fatigue. A la place, il est nécessaire d'avoir d'autres théories qui décrivent les dégradations à cause de formation de fissure et de coagulation (par exemple [Mey02]).

### Propagation des fissures dans CMSX-4

Pour pouvoir étudier l'influence d'un joint de grain sur la propagation de fissures, les expériences ont été conduites avec un CMSX-4 polycristallin solidifié. Les mesures de références ont-elles été conduites sur du CMSX-4 monocristallin. Dans ce cas, il est possible d'initier plusieurs fissures avec les mêmes paramètres à des distances différentes d'un seul et même joint de grain. Les tracés des fissures montrent le même chemin et une ramification comparable après la traversée (figure 4a, b). La propagation des fissures se déroulent au-delà des joints de grain sur le plan (111). De ce fait, les expériences concernant la propagation des fissures sont tout à fait reproductibles.



**Figure 4a:** La fissure se propage à travers un joint de grain. La fissure change de plan de glissement plusieurs fois dans le grain voisin.

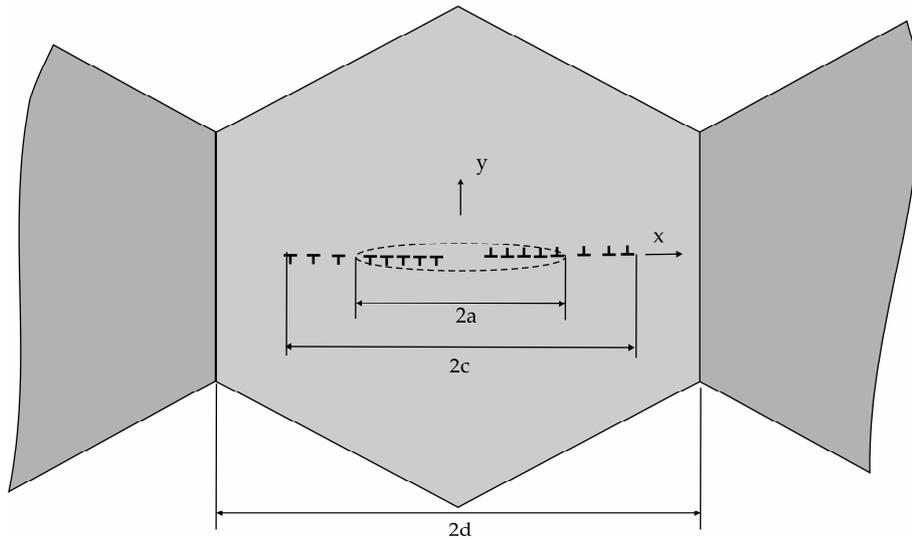


**Figure 4b:** Au même joint de grain, une autre fissure se propage de la même manière.

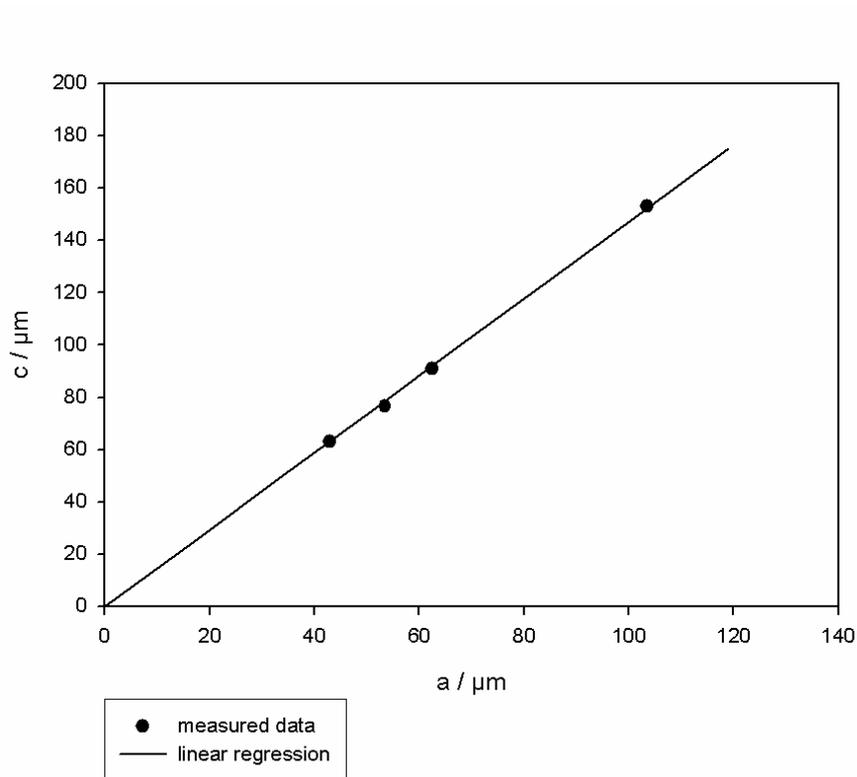
Dans le domaine de la pointe de la fissure, il est possible de représenter la zone plastique de la fissure aussi bien à l'aide de l'EBSD que de l'orientation du Backscatter de l'image des électrons. La longueur de la zone plastique en fonction de la longueur de la fissure dans un monocristal a d'abord été mesurée. D'après le modèle de Tanaka [Tan86], il existe une relation linéaire entre la longueur de la zone plastique et la longueur de la fissure :

$$\frac{a}{c} = \cos\left(\frac{\pi\Delta\tau}{2\tau^*}\right)$$

Le paramètre  $a$  représente la demi-longueur de la fissure et  $c$  la distance entre le milieu de la fissure et la pointe de la bande de glissement (figure 5).  $\Delta\tau$  décrit la largeur de fluctuation de la contrainte de cisaillement dans le plan de glissement (le système de glissement avec la plus haute contrainte de cisaillement est pris comme base) ;  $\tau^*$  est la contrainte de cisaillement nécessaire pour le déplacement des dislocations. A partir des mesures, il est possible de déterminer  $\tau^* = 520$  MPa (cf. figure 6)



**Figure 5:** Schéma d'une fissure avec une zone plastique dans un grain de diamètre  $2d$ .



**Figure 6:** Relation lineaire entre la longueur des fissures et la taille de la zone plastique mesurée dans un monocristal.

En considérant le facteur de Schmid, il est possible de calculer le décalage de la pointe de la fissure plastique cyclique (dans la suite le terme anglo-saxon Crack Tip

Sliding Displacement sera abrégé par  $\Delta CTSD$ ). Pour le cas de la propagation de la fissure sans limitation de la zone plastique (dans la suite décrit par Equilibrium Slip Band, ESP) donne ainsi :

$$\Delta CTSD = \left( \frac{2\tau^* a}{\pi^2 A} \right) \ln \left( \frac{c}{a} \right), \quad A = \frac{G}{2\pi(1-\nu)}$$

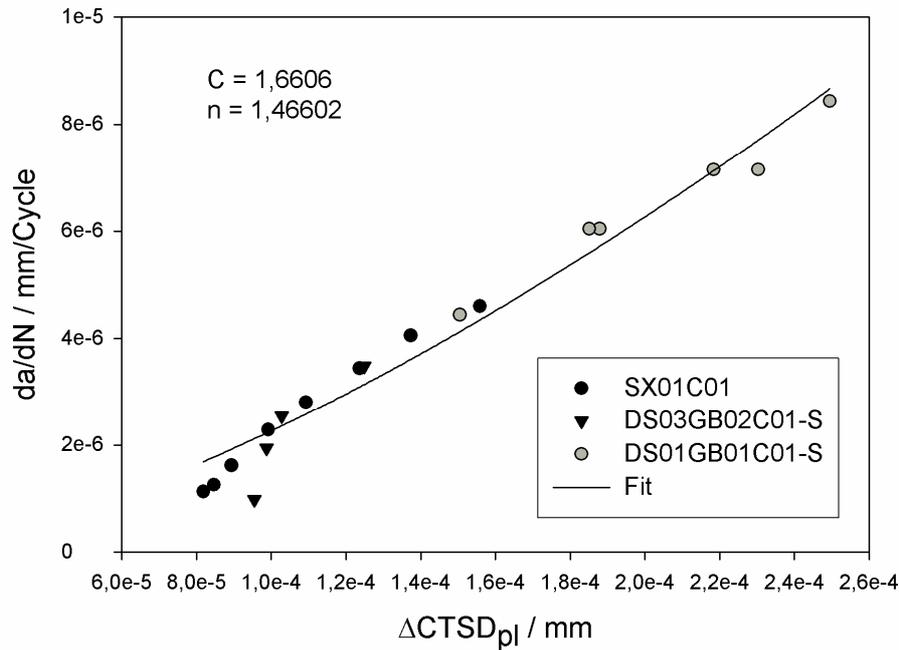
Pour comparer la vitesse de propagation de la fissure mesurée et celle obtenue par le modèle de Tanaka, on utilisera pour une propagation non dérangée la loi de puissance suivante :

$$\frac{da}{dN} = C \cdot \Delta CTSD^n$$

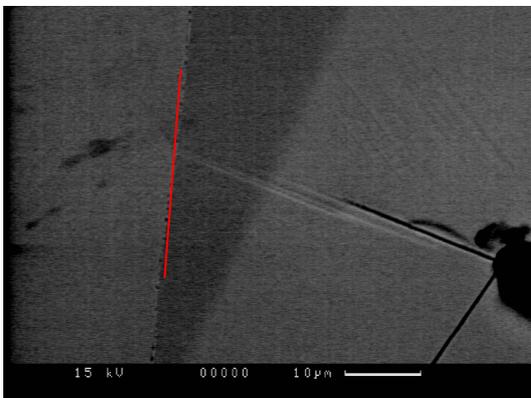
De ce fait, il est possible de déterminer par régression grâce aux points mesurés les valeurs des paramètres C et n. (figure 7). La connaissance des paramètres  $\tau_i$ , C et n permettent une comparaison directe des mesures de la propagation de la fissure et du modèle de Tanaka.

Si la zone plastique de la fissure atteint le joint de grain, alors ce dernier agit en tant que barrière à la propagation de la fissure. Lorsque la longueur de la fissure augmente, les dislocations s'accumulent de plus en plus au niveau des joints de grain (dans la suite décrit par Blocked Slip Band, BSB). Du fait de l'accumulation de dislocation, il en résulte une contrainte tonique sur la pointe de la fissure, qui lorsque la longueur de la fissure augmente, induit la CTSD et de ce fait réduit la vitesse de propagation. D'après Tanaka, il est possible de mesurer la  $\Delta CTSD$  dans le domaine du joint de grain.

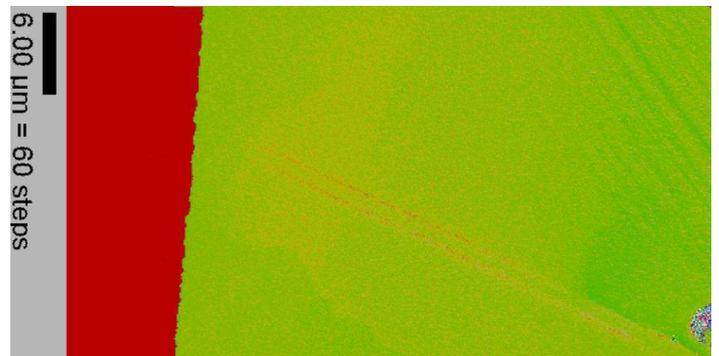
La perte de vitesse de propagation commence pour toutes les fissures à une distance de 15 à 20  $\mu\text{m}$  du joint de grain. Dans ce domaine, on peut reconnaître plusieurs zones déformées plastiquement avant la pointe de la fissure (figure 8). Ces domaines montrent aussi une orientation mesurée à l'aide de l'EBSD légèrement différente de l'orientation voisine. Ces zones ne se développent pas dans le grain



**Figure 7:** La vitesse de propagation ( $da/dN$ ) mesurée en fonction de  $\Delta CTSD_{pl}$ , pour les fissures sans interaction avec un joint de grain.



**Figure 8a:** Blockage au joint de grain (rouge) de la zone plastique d'une fissure.



**Figure 8b:** La zone plastique est visible à l'aide de EBSD grâce à la rotation cristallographique.

voisin mais à la fin des joints de grain. Cela montre une relation entre la limitation de la propagation de la zone plastique à cause du joint de grain et la réduction de l'avancée de la fissure. Dans la direction opposée (en s'éloignant du joint de grain) les fissures se propagent sans obstacle. Le comportement de propagation correspond ici aux mesures de références.

Lorsque la zone plastique franchi le joint de grain et que ce dernier n'agit plus comme une barrière, alors il est possible de déterminer la  $\Delta CTSD$  de façon proportionnelle depuis les contraintes de frottement de ces deux grains dans lesquels la déformation plastique à l'avant de la fissure a lieu (dans la suite décrite par Propagated Slip Band, PSB). Pour les microfissures artificielles, l'orientation des entailles permet de connaître les plans de glissement de la propagation ainsi que le facteur de Schmid. Les vitesses de propagation des fissures ont été calculées avec les paramètres  $\tau^*$ ,  $C$  et  $n$  déterminés lors des mesures de référence. Aucun autre ajustement n'a été effectué.

Pour comparer la réalité et la théorie, on considérera une fissure initiée par une entaille de 40  $\mu\text{m}$  (Distance entre l'entaille et le joint de grain : 70  $\mu\text{m}$ ). L'orientation du grain voisin ainsi que le facteur de Schmid du système de glissement sur les plans de propagation des fissures des deux grains sont décrits dans les tableaux 1 et 2.

	orientation par rapport à l'axe de traction (hkl) <uvw>
grain contenant la fissure	(1 -3 5) <-7 -9 -4>
Grain voisin	(0 -17 1) <1 -1 17>

**Tab.1:** Orientation cristallographique des grains (x:= axe de traction, z:= normale à la surface).

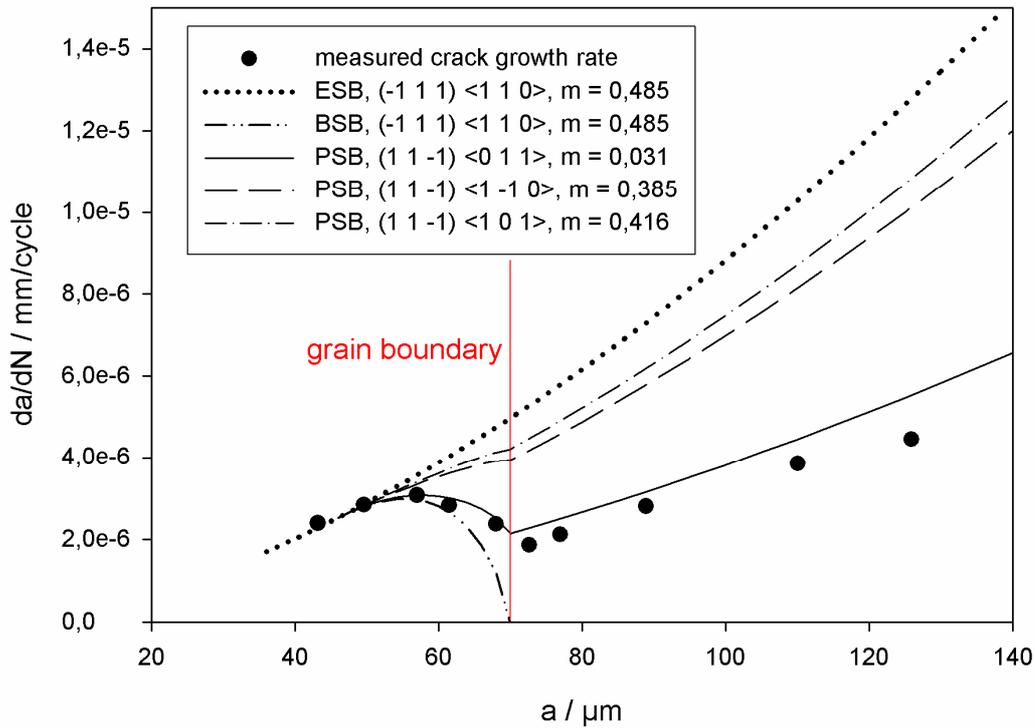
	Système de glissement	Schmid-Factor
grain contenant la fissure	(-1 1 1) <1 1 0>	0,485
	(-1 1 1) <1 0 1>	0,146
	(1 1 -1) <0 1 -1>	0,339
Grain voisin	(1 1 -1) <0 1 1>	0,031
	(1 1 -1) <1 -1 0>	0,385
	(1 1 -1) <1 0 1>	0,461

**Tab.2:** Systèmes glissement et facteurs de Schmid des grains observés.

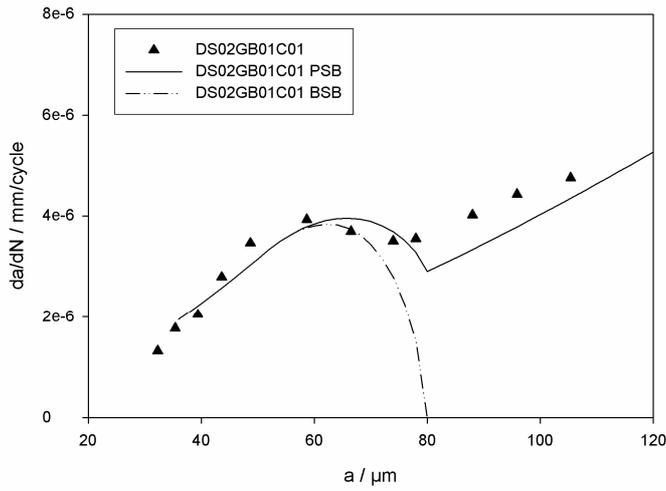
Si on compare les vitesses de propagation expérimentales et calculées (figure 9), on remarque une bonne corrélation entre la théorie et la pratique avant le passage du joint de grain. Les petites déviations des mesures confirment la possibilité d'utiliser cette théorie. Si l'on observe la vitesse de propagation directement à côté du joint de grain et après le franchissement de ce grain, alors on remarque que ces déviations sont beaucoup plus petites que pour le système de glissement avec la plus grande contrainte de cisaillement. Effectivement, la vitesse de propagation est la même que celle théorique, lorsque l'on choisit le plus petit facteur de Schmid pour le calcul de la contrainte de frottement. Ce comportement continue bien au-delà du joint de grain et est reproductible. La figure 10 montre la comparaison entre les valeurs expérimentales et les valeurs théoriques des vitesses de propagation pour trois fissures différentes et trois joints de grains différents à d'autres distances de chaque joint. La contrainte de frottement du grain voisin a été calculée chaque fois pour le système de glissement dans le plan de propagation de la fissure le plus défavorable. Dans tous les cas, la théorie et la pratique donnent les mêmes résultats.

Il faut partir du point de vue que la progression de la fissure après le franchissement d'un joint de grain demande l'activation des trois systèmes de glissement du plan de glissement, de telle sorte que la vitesse de propagation soit déterminée par le système de glissement ayant le plus petit facteur de Schmid ce qui fait ralentir encore plus la propagation de la fissure.

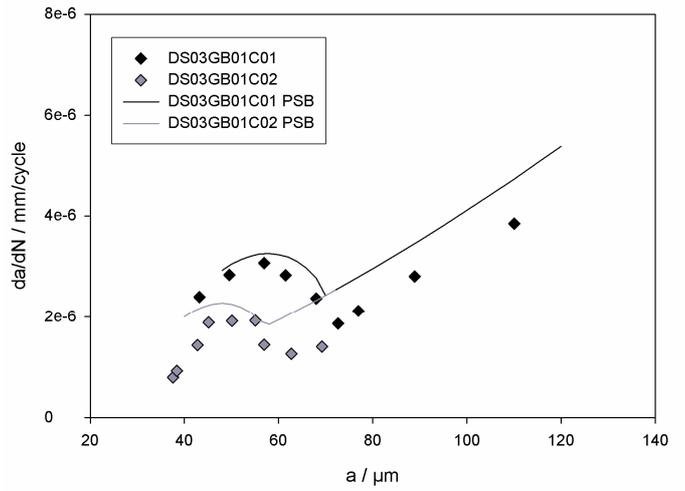
Lorsque la distance entre le milieu de l'entaille et le joint de grain est plus petite que  $60\ \mu\text{m}$ , on observe de grosses différences entre les interactions fissures – joints de grain. Un arrêt de la pointe de la fissure au joint de grain a été observé pour plusieurs fissures pour 2000 à 5000 cycles (fig. 11) alors que d'autres fissures ralentissent seulement, comme évoqué ci-dessus. Dans la littérature, le phénomène de forte variation de la vitesse de propagation de fissures courtes est mis en relation avec l'orientation des joints de grain et le plan de glissement du joint voisin [Zha05]. Ici, on est face à un problème tridimensionnel. De ce fait, la tomographie par FIB a été utilisée pour étudier le développement tridimensionnel des fissures. Dans la suite, les effets d'une orientation locale va être discutée sur la base de deux fissures.



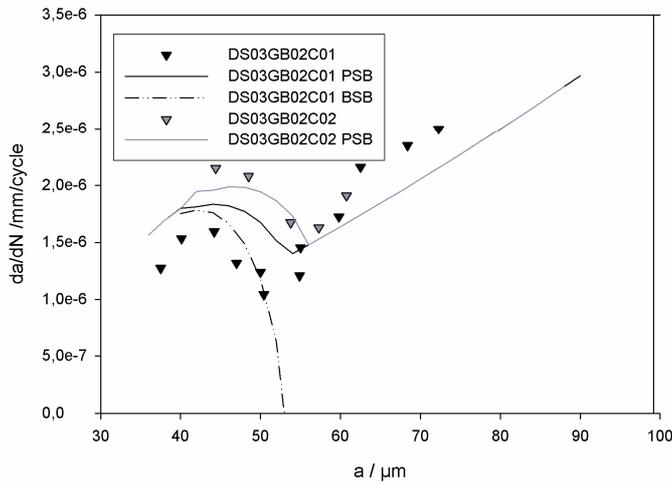
**Figure 9 :** Comparaison entre la vitesse de propagation mesurée et calculés. ESB: Equilibrium Slip Band, dans l'hypothèse de la propagation de la fissure sans joint de grain. BSB : Blocked Slip Band, la fissure est bloquée au joint de grain. PSB : Propagated Slip Band, la fissure pénètre dans le grain voisin. Les facteurs de Schmid pour chaque système de glissement sont donnés sur la figure.



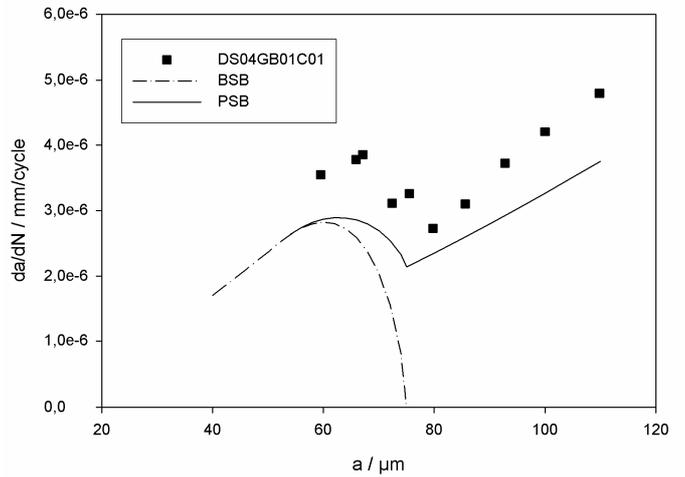
10a :  $d = 80 \mu\text{m}$



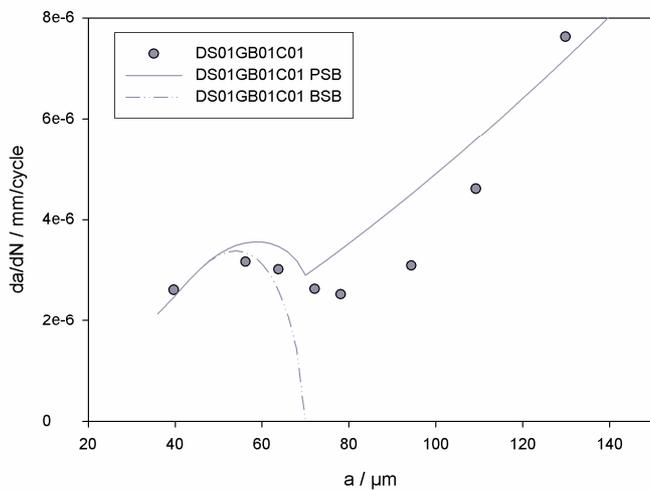
10b :  $d = 58 \mu\text{m}$  (C01) ;  $d = 70 \mu\text{m}$  (C02)



10c :  $d = 26 \mu\text{m}$

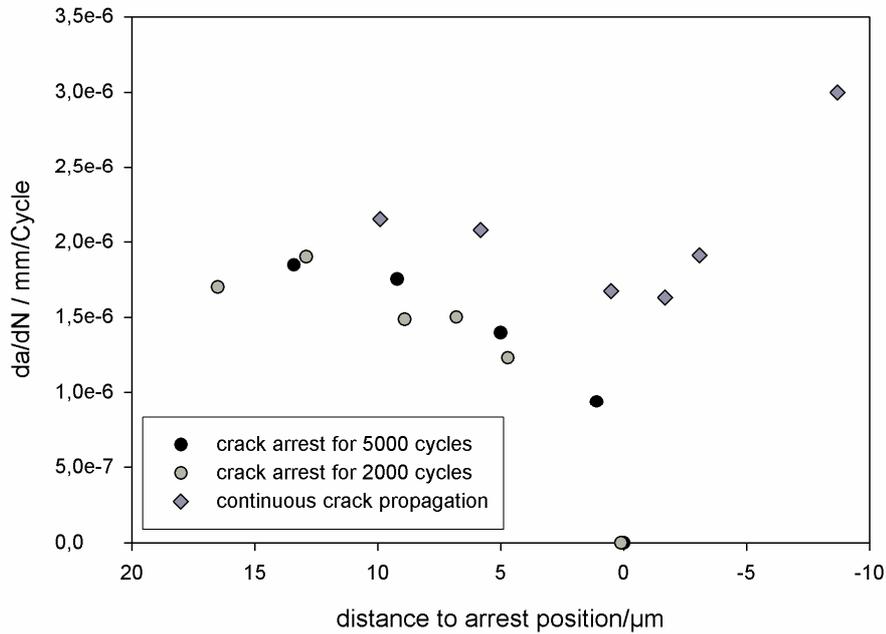


10d :  $d = 75 \mu\text{m}$



10.e :  $d = 70 \mu\text{m}$

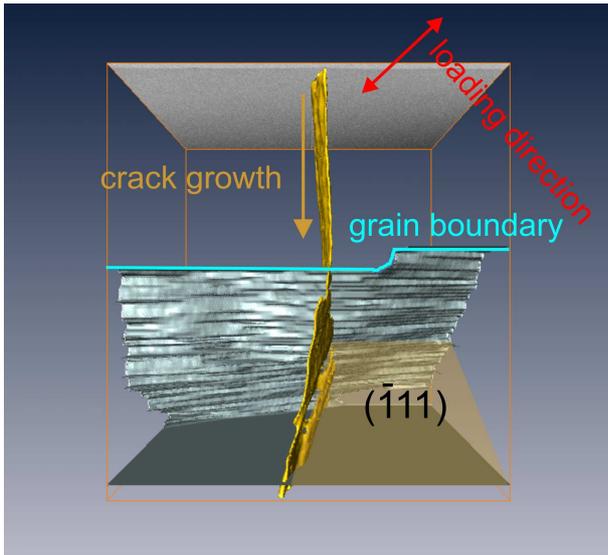
Figure 10 : Comparaison entre la vitesse de propagation calculée et mesurée pour les fissures observées.



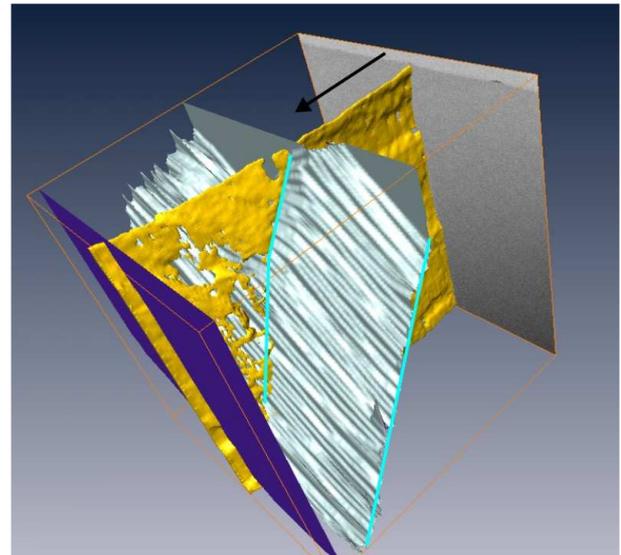
**Figure 11 :** Deux fissures s'arrêtent au joint de grain.

### Examen tridimensionnel de la propagation cristallographique d'une fissure dans le CMSX-4

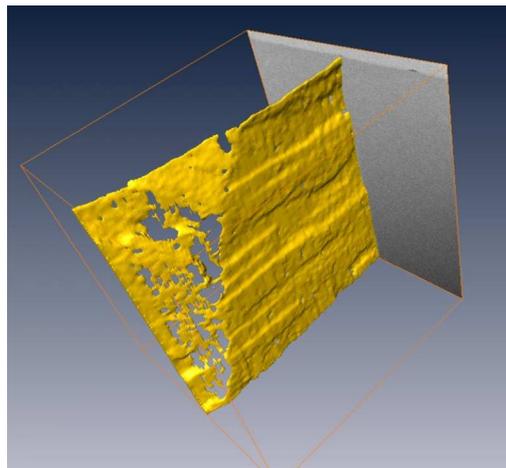
La figure 12 montre la tomographie d'une fissure qui ne s'arrête pas au joint de grain. Le joint de grain est représenté en bleu, la fissure est représentée ici et dans la suite en jaune. La propagation de la fissure se déroule ici le long du plan (11-1). Comme on peut le remarquer dans cette représentation, la fissure change sa direction de propagation lors du franchissement du joint de grain. La position de la surface de fissure correspond au plan (11-1) du grain voisin. Il ne s'agit pas dans ce cas du plan (-111) avec le facteur de Schmid le plus élevé (comme laissé entendre de façon schématique dans la figure) ; le système de glissement de la propagation de la fissure est conditionné à travers une progression si possible continue à travers le joint de grain comme il l'a été constaté pour différentes fissures dans plusieurs tomographies. Les figures 13 et 14 montrent une vue en perspective de la reconstruction. En comparant les figures, on remarque que le chemin pris par la fissure chan-



**Figure 12:** Reconstruction de la fissure et du joint de grain. Vue supérieure.

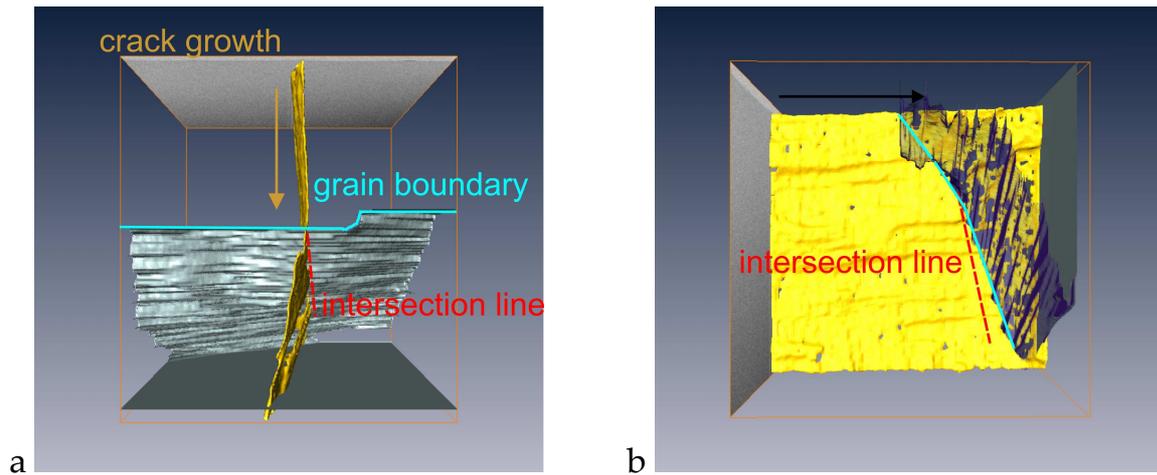


**Figure 13:** Vue en perspective. Le joint de grain est incliné par rapport à la surface.



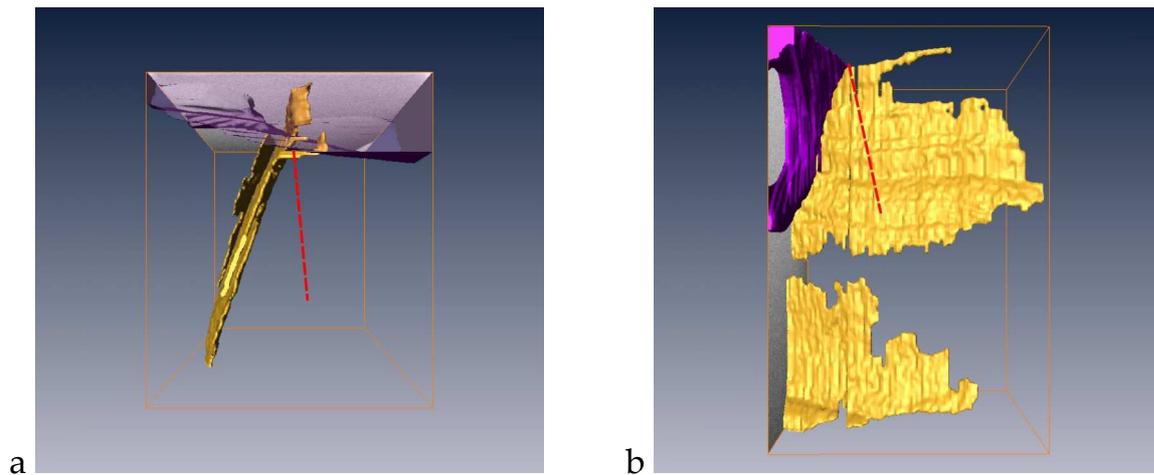
**Figure 14:** Vue sans joint de grain. La fissure change de direction.

ge de direction sans forte division en franchissant le joint de grain. Le joint de grain a une bonne situation par rapport à la propagation de la fissure : si l'on calcule les lignes d'intersection des plans (11-1) des deux grains et que l'on compare avec le chemin du joint de grain le long de la fissure, on ne remarque que peu de déviations (figures 15a et b). Il est aussi intéressant de remarquer que malgré un franchissement continu du joint de grain c'est toujours le système de glissement avec le facteur de Schmid le plus petit qui détermine la vitesse.

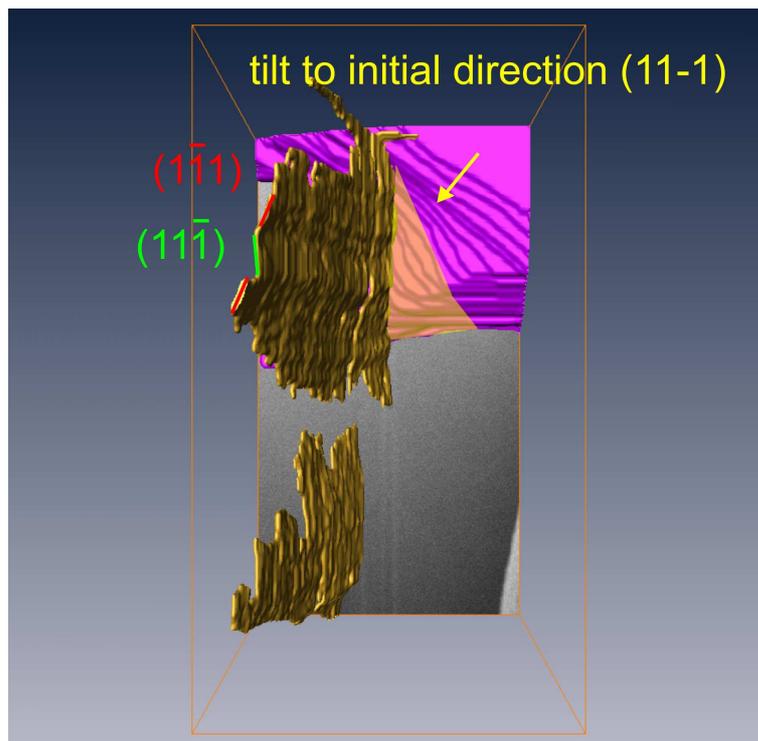


**Figure 15:** Comparaison des lignes d'intersection des plans de la fissure avec l'orientation du joint de grain, ceux-ci coïncidés.

Une autre fissure a pu être étudiée sur ce même joint de grain. La propagation de celle-ci sur le joint de grain a pu être observée pour au moins 5000 cycles (cf. aussi figure 11). Alors que le joint de grain montre à la surface la même direction que dans le premier exemple, son chemin sous la surface se montre tout à fait différent. Les figures 16a et b montrent la reconstruction en vue du dessus et en vue de côté. Les joints de grain (en violet) suivent un chemin avec une grosse différence d'angle par rapport à la ligne d'intersection potentielle (rouge) des plans (11-1) des deux grains. La fissure se divise sous la surface. La fissure ne suit seulement pas un chemin sur un seul plan (111) mais se déplace aussi en zigzag entre les plans (11-1) et (1-11) (figure17). C'est de cette manière que la fissure franchit le joint de grain sous la surface sans fort déchirement le long de la surface de séparation. La surface qui devrait être franchie le long du joint de grain est représentée en orange dans la figure 20. La division de la fissure sur plusieurs plans de glissement est l'origine du fort ralentissement et l'arrêt de la progression comme il l'a été déjà été exposé dans une autre publication [Hol07]. De cette manière, la fissure se propage dans le grain voisin dans créer de grosse surfaces de séparation le long du joint de grain.



**Figure 16:** Vue supérieure. Les plans de glissement ne coïncident pas avec le joint de grain.



**Figure 17:** La fissure ne suit seulement pas un chemin sur un seul plan (111) mais se déplace aussi en zigzag entre les plans (11-1) et (1-11).

**Résumé :**

Les expériences sont reproductibles et de ce fait il existe une méthode pour étudier l'influence de barrière microstructurales. L'influence des joints de grain sur la propagation de fissures a pu être quantifiée.

La propagation de fissures se laisse quantifier avec le modèle de Tanaka lorsque la contrainte de frottement au-delà du joint de grain prend pour base le système de glissement avec le plus petit facteur de Schmid dans le plan de la propagation de la fissure. L'orientation des joints de grain a une influence sur le choix du plan de glissement le long duquel la fissure se propage après le franchissement du joint : un franchissement continu vers le grain voisin, lequel est conditionné par la propagation de la fissure sur le plan de glissement avec le plus petit facteur de Schmid, sera préféré à un franchissement discontinu du joint de grain mais avec un plan de glissement dont le facteur de Schmid est plus élevé.

Pour les fissures d'une longueur totale de moins de 100  $\mu\text{m}$  (2a d'après la figure 5), il est remarquable que ce genre de joints de grain présente un obstacle important. De ce fait cette barrière provoque une division de la fissure sur plusieurs systèmes de glissement car un franchissement du joint de grain continu n'est dans ce cas plus possible. Ceci est aussi décrit dans le modèle de Zhai. Cependant ce phénomène est surtout provoqué par la localisation du joint de grain et non par la mauvaise orientation des plans de glissement actifs du grain voisin comme décrit dans le modèle.

Peu importe combien et quels plans de glissement la fissure emprunte au-delà du joint de grain pour se propager, il faut manifestement que ce soit toujours le système de glissement ayant le plus petit facteur de Schmid et celui-ci conditionne la vitesse de propagation.



## Anhang

### A Programm zur Berechnung von Pattern: Herstellung von linsenförmigen Mikrokerben im FIB.

Dieses Maple-Programm gibt einen Text aus, der als txt-Datei von der Software der Strata Dual Beam gelesen wird.

```
> restart:
#Anfangsparameter des Polygons:
> L[0]:=0:
> L[12]:=0:
#Eingabe des gewünschten Kerbradius:
> R:=20:
#Interne Parameter, FIB
> V0:=602.84:
> t0:=1410.80940000:
#Schleife zum Erstellen der Polygone, links:
> for j from 1 to 11 do
L[j]:=evalf((4*R/30)*(sqrt(R^2 - (sum(L[i],i=0..j-1))^2)/R)):
end do:
> evalf(L[1]):
> evalf(L[2]):
> for i from 1 to 11 do
printf("%s %f %s %f %s
%f %s %f %s", "[Pattern_", i, "] \nName=Polygon\nX1=", evalf(50 +
sum(L[n], n=0..i-1)), "\nY1=", evalf(42 - (0.5)*L[i]), "\nX2=",
evalf(50 + sum(L[n], n=0..i-1)), "\nY2=", evalf(42 + (0.5)*L[i] ),
"\nX3=", evalf(50 + sum(L[n], n=0..i)), "\nY3=", evalf(42 +
(0.5)*L[i+1]), "\nX4=", evalf(50 + sum(L[n], n=0..i)), "\nY4=",
evalf(42 - (0.5)*L[i+1]), "\nType=8 \nBeam=1
\nMaterialFile=c:\xp\Pattern\Ni.mtr \nDepth=", evalf( sqrt(R^2 -
(sum(L[n],n=1..i-1))^2)), "\nDwell=0.000001000 \nOverlap = 50
\nTime=", evalf((L[i+1] + (L[i] - L[i+1])/2)*sqrt(R^2 -
(sum(L[n],n=1..i-1))^2)*L[i+1]*t0/V0), "GIS=0 \nEPD=0
\nRotation=0.000000 \nPixelsPerMicron=53.894733\n"):
end do:
```

```
#Schleife zum Erstellen der Polygone, rechts:
>for i from 1 to 11 do
printf("%s %f %s %f %s
%f %s %f %s", "[Pattern_", 11+ i, "]" \nName=Polygon\nX1=",
evalf(50 - sum(L[n], n=0..i)), "\nY1=", evalf(42 - (0.5)*L[i+1])
, "\nX2=", evalf(50 - sum(L[n], n=0..i)), "\nY2=", evalf(42 +
(0.5)*L[i+1] ), "\nX3=", evalf(50 - sum(L[n], n=0..i-1)), "\nY3=",
evalf(42 + (0.5)*L[i]), "\nX4=", evalf(50 - sum(L[n], n=0..i-1)),
"\nY4=", evalf(42 - (0.5)*L[i]), "\nType=8 \nBeam=1
\nMaterialFile=c:\xp\Pattern\Ni.mtr \nDepth=", 4,
"\nDwell=0.000001000 \nOverlap = 50 \nTime=", 4, "GIS=0 \nEPD=0
\nRotation=0.000000 \nPixelsPerMicron=53.894733\n"):
end do:
```

## B Probenbezeichnung CMSX-4: Nomenklatur und kristallographische Orientierungen für gerichtet erstarrte, stängelkristalline Proben.

Probe	Korn- grenze	Riss	Eulerwinkel, erstes Korn			Gleit- ebene	Schmid- Faktor	Abstand Riss Korn- grenze	Euler Winkel, Nach- barkorn		
			$\phi_1$	$\Phi$	$\phi_2$				$\phi_1$	$\Phi$	$\phi_2$
DS01	GB01	C01	412	36	51	11-1	0,50	40	32	42	32
DS01	GB01	C02	412	36	51	11-1	0,50	29	32	42	32
DS02	GB01	C01	16	13	342	111	0,43	48	181	34	181
DS02	GB01	C02	16	13	342	111	0,43	25	181	34	181
DS03	GB01	C01	309	42	29	-111	0,49	40	21	10	339
DS03	GB01	C02	309	42	29	-111	0,49	28	21	10	339
DS03	GB02	C01	16	45	343	111	0,46	25	21	10	339
DS03	GB02	C02	16	45	343	111	0,46	24	21	10	339
DS04	GB01	C01	12	37	84	11-1	0,45	45	354	9	93
DS04	GB01	C02	12	37	84	11-1	0,45	21	354	9	93

- 1. Spalte:** fortlaufende Nummer der Proben; DS steht für „directionally solidified“.
- 2. Spalte:** fortlaufende Nummer für die Korngrenzen der jeweiligen Proben, auf die die Risse zuwachsen.
- 3. Spalte:** fortlaufende Nummer für die untersuchten Risse.
- Spalten 4-6:** Euler-Winkel für das Korn, in dem die Kerbe liegt und in dem das Risswachstum beginnt (Bunge Notation).
- 7. Spalte:** Gleitebene, auf der das Risswachstum im ersten Korn beginnt.
- 8. Spalte:** Schmid Faktor der Gleitebene aus Spalte 7; Schubspannung bezogen auf Hauptnormalspannung auf der Gleitebene, in Richtung des Burgersvektors mit der größten Schubspannung.
- 9. Spalte:** Abstand zwischen Kerbe und Korngrenze in  $\mu\text{m}$ . Der Abstand ist von der Spitze der Kerbe gerechnet.
- Spalte 10-12:** Euler-Winkel des Nachbarkorns, in das der Riss nach Überqueren der Korngrenze wächst.

## C Gemessene Rissausbreitung

Experimentell ermittelte Rissausbreitung im Einkristall:

SX01C01		
Lastspielzahl N	halbe Risslänge a / $\mu\text{m}$	Rissausbreitungsrate da/dN / mm/Zyklus
8000	38,2	1,13E-06
10000	39,5	1,255E-06
12000	41,7	1,62E-06
14000	46,3	2,285E-06
16000	51	2,81E-06
18000	57,7	3,445E-06
20000	64,1	4,055E-06

SX01C02		
Lastspielzahl N	halbe Risslänge a / $\mu\text{m}$	Rissausbreitungsrate da/dN / mm/Zyklus
10000	39,8	0,000001225
12000	42,7	1,705E-06
14000	45,7	2,32E-06
16000	51,9	0,000003175

Experimentell ermittelte Rissausbreitung unter dem Einfluss von Korngrenzen:  
Zu beiden Seiten der Kerbe (Länge = 60  $\mu\text{m}$ ) wurde die Risslänge jeweils ab der Kerbe gemessen.

DS01GB01C01			
Abstand zur Korngrenze: 40 $\mu\text{m}$			
Lastspielzahl N	Risslänge in Richtung Korngrenze / $\mu\text{m}$	Risslänge in Gegenrichtung / $\mu\text{m}$	Rissausbreitungsrate in Richtung Korngrenze / mm/Zyklus
5000	9,7	0	0,00000262
10000	26,2	8	3,17365E-06
12500	33,8	26,9	3,02041E-06
15000	42,1	40	2,636E-06
17500	48,1	57,1	2,532E-06
20000	52	76,7	3,096E-06
22500	60,5	97,9	4,608E-06
25000	74,6	125	7,628E-06
27500	94,4	156	0,00001116

DS01GB01C02			
Abstand zur Korngrenze: 29 $\mu\text{m}$			
Lastspielzahl N	Risslänge in Richtung Korngrenze / $\mu\text{m}$	Risslänge in Gegenrichtung / $\mu\text{m}$	Rissausbreitungsrate in Richtung Korngrenze / mm/Zyklus
10000	15,8		1,84667E-06
12500	20		1,75184E-06
15000	24,2		1,396E-06
17500	28,1		9,36E-07
20000	29,2		0
30000	34,7	33,3	0,0000022

DS02GB01C01			
Abstand zur Korngrenze: 50 $\mu\text{m}$			
Lastspielzahl N	Risslänge in Richtung Korngrenze / $\mu\text{m}$	Risslänge in Gegenrichtung / $\mu\text{m}$	Rissausbreitungsrate in Richtung Korngrenze / mm/Zyklus
28000	2,3		1,325E-06
30000	5,4		1,775E-06
32000	9,4		2,05E-06
34000	13,6		2,795E-06
36000	18,7	21,8	3,465E-06
38000	28,7	26,6	3,93E-06
40000	36,5		3,695E-06
42000	44		3,505E-06
44000	48	34,4	3,55E-06
46000	58		4,02E-06
48000	65,9		4,425E-06

DS02GB01C02			
Abstand zur Korngrenze: 26 $\mu\text{m}$			
Lastspielzahl N	Risslänge in Richtung Korngrenze / $\mu\text{m}$	Risslänge in Gegenrichtung / $\mu\text{m}$	Rissausbreitungsrate in Richtung Korngrenze / mm/Zyklus
28000	11,8		0,0000017
30000	15,4		0,0000019
32000	19,4	21	1,485E-06
34000	21,5		1,5E-06
36000	23,6		1,23E-06
38000	28,3		0,000001175
40000	28,3		0

DS03GB01C01			
Abstand zur Korngrenze: 40 $\mu\text{m}$			
Lastspielzahl N	Risslänge in Richtung Korngrenze / $\mu\text{m}$	Risslänge in Gegenrichtung / $\mu\text{m}$	Rissausbreitungsrate in Richtung Korngrenze / mm/Zyklus
10000	13,2	4,2	0,0000024
12000	19,6	10	2,84E-06
14000	27	15,8	3,075E-06
16000	31,5	24,2	2,83E-06
18000	38	29,9	2,375E-06
20000	42,4	42,9	1,865E-06
22000	45,3	48,6	2,125E-06
24000	46,5	71,3	2,805E-06
26000	57,2	102,9	3,85E-06
28000	64,5	127,3	4,45E-06
30000	74,8	162,6	5,295E-06
32000	82,2	191,6	6,625E-06

DS03GB01C02			
Abstand zur Korngrenze: 28 $\mu\text{m}$			
Lastspielzahl N	Risslänge in Richtung Korngrenze / $\mu\text{m}$	Risslänge in Gegenrichtung / $\mu\text{m}$	Rissausbreitungsrate in Richtung Korngrenze / mm/Zyklus
8000	7,6	0	0,0000008
10000	8,4	2,7	9,24026E-07
14000	12,8	8,4	1,43612E-06
16000	15,2	16,4	1,88796E-06
18000	20,1	21,9	1,915E-06
20000	25,1	24,8	1,925E-06
22000	27	29	1,445E-06
24000	31	34,4	1,26E-06
26000	31,6	46,9	1,41E-06
28000	35,4	54	1,175E-06
30000	38,9	60,9	1,185E-06

DS03GB02C01			
Abstand zur Korngrenze: 25 µm			
Lastspielzahl N	Risslänge in Richtung Korngrenze / µm	Risslänge in Gegenrichtung / µm	Rissausbreitungsrate in Richtung Korngrenze / mm/Zyklus
10000	5,9	8,9	0,000001275
12000	8,5	10	1,535E-06
14000	12,6	12,4	1,595E-06
16000	15,4	15,4	1,32E-06
18000	18,4	16,6	1,24E-06
20000	18,8	18,6	1,045E-06
22000	23,3	22,8	1,21E-06
24000	23,4	25	1,455E-06
26000	28,2	26,7	1,725E-06
28000	30,9	28,1	2,16E-06
30000	36,8	29,6	2,35E-06
32000	40,7	32,6	0,0000025

DS03GB02C02			
Abstand zur Korngrenze: 26 µm			
Lastspielzahl N	Risslänge in Richtung Korngrenze / µm	Risslänge in Gegenrichtung / µm	Rissausbreitungsrate in Richtung Korngrenze / mm/Zyklus
22000	14,4	14,8	0,00000215
24000	18,5	16,3	2,08E-06
26000	23,8	18,2	1,675E-06
28000	26	28,6	1,63E-06
30000	27,4	34,1	1,91E-06
32000	33	43,2	0,000003

DS04GB01C01			
Abstand zur Korngrenze: 45 µm			
Lastspielzahl N	Risslänge in Richtung Korngrenze / µm	Risslänge in Gegenrichtung / µm	Rissausbreitungsrate in Richtung Korngrenze / mm/Zyklus
18000	29,5		3,54536E-06
19000	35,9	32	3,78078E-06
20000	37,1		3,85E-06
21000	42,4		3,11421E-06
22000	45,5		3,25789E-06
24000	49,8	42,6	2,72655E-06
26000	55,6	50,9	3,1E-06
28000	62,8	60,5	3,72E-06
30000	70	71,8	4,21E-06
32000	79,8	85,6	0,0000048

DS04GB01C02			
Abstand zur Korngrenze: 21 $\mu\text{m}$			
Lastspielzahl N	Risslänge in Richtung Korngrenze / $\mu\text{m}$	Risslänge in Gegenrichtung / $\mu\text{m}$	Rissausbreitungsrate in Richtung Korngrenze / mm/Zyklus
14000	8,9	12,1	0,000000475
16000	10	13,2	8,64993E-07
18000	12,1	15,3	1,05014E-06
21000	16,9	20,1	1,01209E-06
26000	19,4	22,6	4,23389E-07
28000	20,8	24	0
36000	28,4	31,6	1,13333E-06
38000	31	34,2	9,87776E-07
40000	33,2	36,4	1,13354E-06

## D Ebenen der Rissausbreitung nach dem Überqueren einer Korngrenze

Riss		Gleitsystem / Schmid-Faktor	Schmid-Faktor
DS02GB01C01 DS02GB01C02	(11-1)	<011>	0,013
		<1-10>	0,41
		<101>	0,40
DS03GB02C02 DS03GB02C01	(111)	<1-10>	0,43
		<10-1>	0,40
		<01-1>	0,024
DS01GB01C01	(11-1)	<1-10>	0,34
		<101>	0,23
		<0-1-1>	0,11
DS01GB01C02	(11-1)	<1-10>	0,34
		<101>	0,23
		<0-1-1>	0,11
	(1-11)	<-1-10>	0,41
		<101>	0,018
		<011>	0,43
DS04GB01C01 DS04GB01C02	(111)	<1-10>	0,41
		<10-1>	0,03
		<0-11>	0,38
	(-111)	<-1-10>	0,41
		<101>	0,018
		<011>	0,43
DS03GB01C01 DS03GB01C02	(11-1)	<1-10>	0,38
		<101>	0,42
		<011>	0,031

## E Programm zur Berechnung von des Rissfortschritts unter dem Einfluss von Korngrenzen.

```

>restart;
#Definition der Ausgangsrisslänge (aKG in Richtung Korngrenze, aEK in entgegen gesetz-
ter Richtung), der Spannungen und der Parameter zur Rissausbreitung:

>aKG[0]:=51.76266559:
>aEK[0]:=55.69210140:
>d:=40:
>tau1:=263:
>tau:=0.485*600:
>tau2:=0.5*(tau - 0.031*600) + tau1:
>k1:=tau2/tau1 - 1:
>k2:=Pi*tau/(4*tau1):
>aEFF[0]:=(60 + aKG[0] + aEK[0])/2:
>c[0]:=(aEFF[0])/cos( (Pi*1.1*tau)/(4*tau1) ) :
>A:=18857:
>C:=1.66:
>n:=1.4662:

#Berechnung des Rissfortschritts: für jeden Durchlauf wird für jeweils 1.000 Lastspiele der Riss-
fortschritt berechnet:
>for i from 1 by 1 to 4 do

t[i]:=evalf(aKG[i-1]):
if t[i] < d then

        y[i]:=evalf(c[i-1] - aEFF[i-1] + aKG[i-1]):
        if y[i] < d then

                vaKG[i]:=C*( (4*tau1*aEFF[i-
1]/(1000*A*Pi^2))*ln(c[i-1]/aEFF[i-1]) )^n:
                vaEK[i]:=C*( (4*tau1*aEFF[i-
1]/(1000*A*Pi^2))*ln(c[i-1]/aEFF[i-1]) )^n:
                aKG[i]:=aKG[i-1] + (10^6)*vaKG[i]:
                aEK[i]:=aEK[i-1] + (10^6)*vaEK[i]:
                aEFF[i]:=(60 + aKG[i] + aEK[i])/2:
                c[i]:=(aEFF[i])/cos( (Pi*tau)/(4*tau1) ):

        else

                dEFF[i-1]:=d + aEFF[i-1] - aKG[i-1]:

```

```

        cKG[i-1]:=fsolve(arccos(aEFF[i-1]/c) +
k1*arccos(dEFF[i-1]/c) - k2=0,c=40..120):

        g[i-1]:=(dEFF[i-1]/1000)*ln( abs( (sqrt(cKG[i-1]^2 -
dEFF[i-1]^2) + sqrt(cKG[i-1]^2 -
aEFF[i-1]^2))/(sqrt(cKG[i-1]^2 - dEFF[i-1]^2) - sqrt(cKG[i-1]^2 -
aEFF[i-1]^2))
) ) - (aEFF[i-1]/1000)*ln( abs( (aEFF[i-1]*sqrt(cKG[i-1]^2 -
dEFF[i-1]^2) + dEFF[i-1]*sqrt(cKG[i-1]^2 -
aEFF[i-1]^2))/(aEFF[i-1]*sqrt(cKG[i-1]^2 - dEFF[i-1]^2) - dEFF[i-1]*sqrt(cKG[i-1]^2 -
aEFF[i-1]^2))
) ) ):

        vaKG[i]:=C*( (4*tau1*aEFF[i-1]/(1000*A*Pi^2))*ln(cKG[i-1]/aEFF[i-1]) + ( (2*tau2 -
2*tau1)/(A*Pi^2)
) )*(g[i-1]) )^n:
        vaEK[i]:=C*( (4*tau1*aEFF[i-1]/(1000*A*Pi^2))*ln(c[i-1]/aEFF[i-1]) )^n:
        aKG[i]:=aKG[i-1] + (10^6)*vaKG[i]:
        aEK[i]:=aEK[i-1] + (10^6)*vaEK[i]:
        aEFF[i]:=(60 + aKG[i] + aEK[i])/2:
        c[i]:= (aEFF[i])/cos( (Pi*tau)/(4*tau1) ):

    end if:

else

        cKG[i]:= (aEFF[i-1])/cos( (Pi*1.1*tau)/(4*tau2) ):
        vaKG[i]:=C*( (4*tau2*aEFF[i-1]/(1000*A*Pi^2))*ln(cKG[i]/aEFF[i-1]) )^n:
        vaEK[i]:=C*( (4*tau1*aEFF[i-1]/(1000*A*Pi^2))*ln(c[i-1]/aEFF[i-1]) )^n:
        aKG[i]:=aKG[i-1] + (10^6)*vaKG[i]:
        aEK[i]:=aEK[i-1] + (10^6)*vaEK[i]:
        aEFF[i]:=(60 + aKG[i] + aEK[i])/2:
        c[i]:= (aEFF[i])/cos( (Pi*tau)/(4*tau1) ):

end if:
end do:

```



## Literaturverzeichnis

- [Bar10] Barnoush, A.; Dake, J.; Kheradmand, N.; Vehoff, H.: Examination of hydrogen embrittlement in FeAl by means of in situ electrochemical micropillar compression and nanoindentation techniques. In: *Intermetallics* 18, 7 (2010), S. 1385-1389
- [Bil63] Bilby, B. A.; Cottrell, A. H.; Swindon, K. H.: The spread of plastic yield from a notch. In: *Proceedings of the Royal Society London A272* (1963), S. 304ff
- [Boy94] Boyd-Lee, A. D.; King, J. E.: Short fatigue crack path determinations in polycrystalline Ni-base superalloys. In: *Fatigue of Engineering Materials and Structures* 17, 1 (1994), 1-14
- [Buf06] Buffiere, J. Y.; Ferrie, E.; Proudhon, H.; Ludwig, W.: Three Dimensional Visualisation of Fatigue Cracks in Metals using High Resolution Synchrotron X-Ray Micro-Tomography. In: *Materials Science and Technology* 22, 9 (2006), S. 1019-1024
- [Bür01] Bürgel, R.: *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik*, 2. Auflage. Vieweg, 2001

- [Cha83] Chan, K. S.; Lankford, J.: A crack tip strain model for the growth of small fatigue cracks. In: Scripta Metallurgica 17 (1983), S. 529ff
- [Chr83] Christian, J. W.: Some surprising features of the Plastic Deformation of Body Centered Cubic Metals and Alloys. In: Metallurgical Transactions 14A (1983), S. 1237-1256
- [Chr96] Christ, H.-J.: Fatigue and Fracture. ASM-Handbook, 19, ASM International, 1996, S. 73
- [Cla82] Clavel, M.; Pineau, A.: Fatigue Behaviour of Two Nickel-base Alloys. In: Mat Sci and Engng 55 (1982), 157ff
- [Des91] Décamps, B.; Morton, A. J. : On the Mechanism of Shear in  $\gamma$  Precipitates by single  $(a/2)\langle 110 \rangle$  dissociated matrix Dislocations in Ni-Based Alloys. In: Philosophical Magazine A64, 3 (1991), S. 641-668
- [Do07] Dorflinger, Y.: Interaction between short cracks and grain boundaries. Studienarbeit, Lehrstuhl für Werkstoffwissenschaft und Methodik, Universität des Saarlandes, Januar 2007
- [Düb06] Düber, O.: Ausbreitungsverhalten kurzer Ermüdungsrisse in einem austenitisch ferritischen Duplexstahl. Dissertation, Universität Siegen 2006
- [Ger82] Gerold, V.; Kanthaler, H. P.: On the Origin of Planar Slip in FCC Alloys. In: Acta Metallurgica et Materialia 37 (1989), S. 2177-2183

- [Gro01] Gross, D.; Seelig, T. H.: Bruchmechanik – Mit einer Einführung in die Mikromechanik. 3. Auflage, Springer, 2001
- [Hil96] Hills, D. A.; Kelly, D. N.; Dai, A.N.: Solution of Crack Problems: The Distributed Dislocation Technique. Springer, 1996
- [Hir82] Hirth, J., P., Lothe, J.: Theory of dislocations. John Wiley & Sons, 1982
- [Hol07] Holzapfel, C.; Schäf, W.; Marx, M.; Vehoff, H.; Mücklich, F.: Interaction of Cracks with Precipitates and Grain Boundaries: Understanding Crack Growth Mechanisms through Focused Ion Beam Tomography. In: Scripta Materialia 56, 8 (2007), S. 697-700
- [Hua07] Huang, X; Brückner-Foit, A.; Besel, M.; Motayashiki, Y.: Simplified three-dimensional Model for Fatigue Crack Initiation. In: Engineering Fracture Mechanics 74 (2007), S. 2981-2991
- [Jam96] James, M. N.; De Los Rios, E. R.: Variable Amplitude Loading of Small Fatigue Cracks in 6261-T6 Aluminium Alloy. In: Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures 19 (1996), S. 349ff
- [Kni09] Knittel, C.: Untersuchung von Ausbreitungsmechanismen von Mikrorissen in 7075-T7 Aluminium. Studienarbeit, Lehrstuhl für Werkstoffwissenschaft und Methodik, Universität des Saarlandes, Februar 2009
- [Kös09] Köster, P.; Knobbe, H.; Fritzen, C.-P.; Christ, H.-J.; Krupp, U.: Simulation of Stage I Crack Propagation in an Austenitic Ferritic Duplex Steel. In: Proc. Appl. Math. Mech 9 (2009), S. 201-202

- [Kös10] Köster, P.; Knobbe, H.; Fritzen, C.-P.; Christ, H.-J.; Krupp, U.: A three-dimensional model for stage I-crack propagation. In: Technische Mechanik 30 (2010), S. 184-194
- [Kru07] Krupp, U.: Fatigue Crack Propagation in Metals and Alloys - Microstructural Aspects and Modelling Concepts. Viley-VCH, 2007
- [Kün06] Künkler, B.: Mechanismenorientierte Modellierung der Initiierung und Ausbreitung kurzer Ermüdungsrisse. Dissertation, Universität Siegen, 2006
- [Kup09] Kupka, D: Lokale Plastizität bei Biege- und Ermüdungsversuchen. Diplomarbeit, Lehrstuhl für Werkstoffwissenschaft und Methodik, Universität des Saarlandes, März 2009
- [Liu99] Liu, H. W.: A Dislocation Barrier Model for Fatigue Limit – as determined by Crack non-Initiation and Crack non-Propagation, International Journal of Fracture 96 (1999), S. 331-344
- [Lud03] Ludwig, W.; Buffiere, J-Y.; Savelli, S.; Cloetens, P.: Study of the interaction of a short fatigue crack with grain boundaries in a cast Al alloy using X-ray microtomography. In: Acta Materialia 51 (2003), S. 585-598
- [Mac78] Macherauch, E.; Vöhringer, O.: Das Verhalten metallischer Werkstoffe unter mechanischer Beanspruchung. In: Zeitschrift für Werkstofftechnik 9 (1978), S. 370-391

- [Mag79] Magnin, T.; Driver, J. H.: Influence of Strain Rate on the Low-Cycle Fatigue Properties of Single-Crystals and Polycrystals of 2 Ferritic Alloys. In: *Materials Science and Engineering* 39, 3 (1979), S. 175-185
- [Mar02] Marx, M.: Einfluss der Mikrostruktur auf die Ausbreitung von Mikrorissen in der einkristallinen Nickelbasissuperlegierung CMSX-4. Dissertation, Shaker-Verlag, 2004
- [Mar06] Marx, M.; Schäf, W.; Vehoff, H.: Interaction of Microcracks with selected Interfaces: Focused Ion Beam for a systematic Crack Initiation. In: *Materials Science and Engineering A435*, (2006), S. 595-601
- [McC82] McCarver, J. F.; Ritchie, R. O.: Fatigue Crack Propagation Threshold for Long and Short Cracks in René 95 Nickel-Base Superalloy. *Materials Science and Engineering* 55 (1982), S. 63-67
- [McE98] McEvily, A. J.: The Growth of Short Fatigue Cracks – A Review. *Materials Science Research International* 4, 1 (1998), S. 3-11
- [Mei95] Mei, Z.; Krenn, C. R.; Morris, J. R.: Initiation and Growth of Small Fatigue Cracks in Ni-Base Superalloys. *Metallurgical and Materials Transactions* 26A (1995), S. 2063-2073
- [Mey02] Meyer, S.; Brückner-Foit, A.; Möslang, A.; Diegle, E.: Stochastische Simulation der Schädigungsentwicklung in einem martensitischen Stahl. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 33 (2002), S. 275-279

- [Mil82] Miller, K. J.: The Short Crack Problem. In: Fatigue of Engineering Materials and Structures 5, No. 3 (1982), S. 223-232
- [Mil87] Miller, K. J.: The Behaviour of Small Fatigue Cracks and their Initiation Part II: A general Summary. Fatigue and Fracture of Engineering Materials Structure 10, 2 (1987), S. 93-113
- [Min81] Minakawa, K.; McEvily, A. J.: On Crack Closure in the near Treshold Region. In: Scripta Metallurgica 15 (1981), S. 633-636
- [Mor80] Morris, W. L.: The Noncontinuum Crack Tip Deformation Behaviour of Surface Microcracks. In: Metallurgical Transactions A11 (1980), S.1117ff
- [Mug85] Mughrabi, H.: Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe. DGM Informationsgesellschaft Verlag, Oberusel (1985), S. 7
- [Mug92] Mughrabi, H.: Introduction of the View Point Set On- Surface Effects in Cyclic Deformation and Fatigue. Scripta Metall. Mater. 26 (1992), S. 1499-1504
- [Mus53] Muschelischwili, N., I., Singular integral equations, P. Noordhoff, 1953
- [Mus71] Muschelischwili, N. I.: Einige Grundaufgaben zur mathematischen Elastizitätstheorie. Carl Hanser Verlag, 1971
- [Nav88] Navarro, A.; De Los Rios, E. R.: Short and Long Fatigue Crack Growth : A Unified Model. In: Philosophical Magazine A, 57 (1988), S. 15ff

- [Neu69] Neumann, P.: Coarse Slip Model of Fatigue. In: Acta Metallurgica 17 (1969), S. 1219ff
- [Neu87] Neumann, P.; Tönnessen, A.: Cyclic Deformation and Crack Initiation. In: Fatigue 87 (1987), S. 1-20
- [Neu92] Neumann, P.: The Effect of Surface Related Grain Boundary Stresses on Fatigue. In: Scripta Metall. Mater. 26 (1992), S. 1535ff
- [Nis81] Nisitani, H.; Tako, K.-I. : Significance of Initiation, Propagation and Closure of Microcracks in High Cycle Fatigue of Ductile Metals. In: Engineering Fracture Mechanics 3-4 (1981), S.445ff
- [Ohr85] Ohr, S. M.: An Electron Microscope Study of Crack Tip Deformation and its Impact on Dislocation Theory of Fracture. In: Materials Science and Engineering 72 (1985), S. 1-35
- [Ots85] Otsuka, A.; Mori, K.; Thogo, K.: Mode II Fatigue Cracks in Aluminium Alloys. In: Proc. Current Research on Fatigue Cracks, Society of Materials Science, Japan (1985), S. 127
- [Par60] Paris, P. C.; Erdogan, F.: A Critical Analysis of Crack Propagation Laws. In: Journal of Basic Engineering 85 (1969), S. 528ff
- [Pip94] Pippan, R.; Koldenik, O.; Lang, M.: A Mechanism for Plasticity Induced Crack Closure under Plane Strain Conditions. In: Fatigue and Fracture in Engineering Materials and Structures 17, 6 (1994), S. 721-726

- [Rad07] Radaj, D; Vormwald, M: Ermüdungsfestigkeit. Springer, 2007
- [Rio85] De Los Rios, E. R.; Mohamed, H. J.; Miller, K. J. : A Micro-Mechanics Analysis for Short Fatigue Crack Growth. In: Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures 8, 1 (1985), S. 49-63
- [Rit86] Ritchie, R. O.; Lankford, J.: Small Fatigue Cracks. The Metallurgical Society, AIME, Warrendale (1986)
- [Sch04] Schick, A.: Ein neues Modell zur mechanismenorientierten Simulation der mikrostrukturbestimmten Kurzzrissausbreitung. Fortschritt Bericht VDI, Nr. 292, VDI-Verlag, 2004
- [Sch08] Schäfer, W.; Marx, M.; Vehoff, H.: Influence of Microstructural Barriers on Short Fatigue Crack Growth. In: 2<sup>nd</sup> Fatigue Symposium, Leoben (2008), S. 389-399
- [Sug06] Sugeta, A; Uematsu, Y; Tomita, K: Development of fatigue testing system for in-situ observation by an atomic force microscope and small fatigue crack growth behavior in alpha-brass. In: JSME International Journal Series A-Solid Mechanics and Material Engineering 49, 3 (2006), S. 382-389
- [Sur85] Suresh, S.: Fatigue Crack Deflection and Fracture Surface Contact: Micro-mechanical Models. In: Metallurgical Transactions 16A (1985), S. 249-260
- [Tan86] Tanaka, K.; Akiniwa, Y.: Modelling of Small Fatigue Crack Growth interacting with Grain Boundary. In: Engineering Fracture Mechanics 24, 6 (1986), S. 803-819

- [Tay26] Taylor, G. I.; Elam, C. F.: The Distortion of Iron Crystals. In: Proceedings of the Royal Society of London A112 (1926), S. 337-361
- [Tek89] Tekin, A.; Martin, J. W.: High-Resolution Measurement of Crack-Tip Plastic Zone Sizes by Selected Area Channeling Patterns. In: Metallography 22, 1 (1989), S. 1-14
- [Veh78] Vehoff, H.; Neumann, P.: In Situ SEM Experiments concerning the Mechanism of Ductile Crack Growth. In: Acta Metallurgica 27 (1978), S. 915-920
- [Veh03] Vehoff, H.; Nykyforchyn, A.: Fatigue Crack Nucleation at Grain Boundaries - Experiment and Simulation. In: Z. Metallkd. 94, 6 (2003), 682-686
- [Vel09] Velishko, A.; Mücklich, F.: Quantitative 3D characterisation of graphite morphology in cast iron - correlation between processing, microstructure and properties. In: International Journal of Materials Research 100, 8 (2009), S. 1031-1037
- [Wee83] Weertman, J.; Jin, I. H.; Thomson, R.: Double Slip Plane Crack Model. In: Acta Metallurgica 31, 4 (1983), S. 473-482
- [Wee96] Weertman, J.: Dislocation based fracture mechanics. World Scientific, 1996
- [Wil01] Wilkinson, A. J.: Modelling the effects of texture on the statistics of stage I fatigue crack growth. In: Philosophical Magazine A, 81 (2001), S. 841-855

- [Wöl09] Wölffing, A.-K.: Entwicklung der Rissöffnung von Mikrorissen in Al7075 bei Annäherung der Risspitze an eine Korngrenze. Studienarbeit, Lehrstuhl für Werkstoffwissenschaft und Methodik, Universität des Saarlandes, Dezember 2009
- [Xin92] Xin, X. J.; De Los Rios, E. R. ; Navarro, A.: Modelling Strain Hardening at Short Fatigue Cracks. In: Proc. Short Fatigue Cracks, Mechanical Engineering Publications (1992), S. 369ff
- [Zha92] Zhang, Y. H.; Edwards, L.: The Effect of Grain Boundaries on the Development of Plastic Deformation ahead of Small Fatigue Cracks. In: Scripta Metallurgica et Materialia 26 (1992), S. 1901-1906
- [Zha94] Zhang, Y. H.; Edwards, L.: Investigation of Small Fatigue Cracks – I. Plastic Deformation Associated with Small Fatigue Cracks. In: Acta Metallurgica et Materialia 42, 4 (1994), S. 1413-1421
- [Zha95] Zhang, Y. H.; Edwards, L.: Investigation of Small Fatigue Cracks – II. A Plasticity Based Model of Small Fatigue Crack Growth. In: Acta Metallurgica et Materialia 42, 4 (1994), S. 1423-1431
- [Zha00] Zhai, T.; Wilkinson, A. J.; Martin, J. W.: A Crystallographic Mechanism for Fatigue Crack Propagation through Grain Boundaries. In: Acta Materialia 48 (2000), S. 4917-4927
- [Zha05] Zhai, T.; Jiang, X. P.; Li, J. X.; Garratt, M. D.; Bray, G. H.: The Grain Boundary Geometry for Optimum Resistance to Growth of Short Fatigue Cracks in High Strength Al-Alloys. In: International Journal of Fatigue 27 (2005), S. 1202-1209