

Schwingfestigkeit und Mikrostruktur von ultrafeinkörnigem C45

Vom Fachbereich Maschinenbau und Verfahrenstechnik
der Technischen Universität Kaiserslautern
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)

genehmigte

Dissertation

vorgelegt von

Dipl.-Ing. Christoph Ruffing

aus Homburg/Saar

Dekan:	Prof. Dr.-Ing. C. Schindler
Vorsitzender:	Prof. Dr.-Ing. R. Müller
Berichterstatter:	Prof. Dr.-Ing. E. Kerscher
	Prof. Dr.-Ing. T. Beck
Tag der mündlichen Prüfung:	19. Februar 2015

Kaiserslautern 2015

D386

Kurzfassung

Es gibt vielfache Ansätze, die mechanischen Eigenschaften von Werkstoffen zu verbessern, wobei in den meisten Fällen mit einer Erhöhung der quasistatischen Festigkeit eine Verringerung der Duktilität einhergeht. Bei ultrafeinkörnigen Werkstoffen ist diese Verringerung des Verformungsvermögens, aufgrund des dominierenden Verfestigungsmechanismus der Korngrenzenverfestigung, nicht zwangsläufig die Folge. Bei der Forschung mit Werkstoffen, die eine sehr kleine Korngröße aufweisen, stellt dieser Aspekt die Hauptmotivation dar.

Im Rahmen der aktuellen Arbeit wurden mehrere ultrafeinkörnige Modifikationen des Vergütungsstahles C45 mikrostrukturell, mit Hilfe von Raster- sowie Transmissions-elektronenmikroskopie, aber auch Nanoindentation charakterisiert. Es konnten verbreitet Korngrößen unter $1\ \mu\text{m}$ festgestellt werden, was der Definition ultrafeinkörnig entspricht. Anschließend folgte eine Korrelation der zyklischen Eigenschaften, welche mittels 4-Punkt-Mikrobiegeversuchen untersucht wurden und der Mikrostruktur. Da die hochfesten Ausprägungen der ultrafeinkörnigen Modifikationen in großen Teilen Rissinitiierung an nichtmetallischen Einschlüssen zeigten, erfolgte eine bruchmechanische Betrachtung mittels Spannungsintensitätsfaktoren. Als Quintessenz der vorliegenden Arbeit steht ein Modell, welches die Ermüdungseigenschaften von ultrafeinkörnigen Werkstoffen zusammenfasst. Mehrere Eigenschaften, wie das Auftreten von innerer Rissinitiierung, sowie insgesamt die extrem hohen Härten und Ermüdungsfestigkeiten (vergleichbar mit bainitisiertem 100Cr6), wurden im Rahmen der Arbeit erstmals bei diesen Modifikationen nachgewiesen und gehörten zuvor nicht zum Stand der Technik.

Abstract

There are many approaches to improve the mechanical properties of materials. In the most cases an increase in quasistatic strength is followed by a decrease in ductility. In the field of ultrafine grained materials this decrease is, because of the dominant strengthening mechanism of grain boundary strengthening, not a necessary consequence. The main motivation, when investigating materials with very small grain sizes, depends on this aspect.

During this work different ultrafine grained modifications of the standard tempering steel C45 were microstructurally, by means of scanning electron as well as transmission electron microscopy and nanoindentation, characterized. Prevalent grain sizes in the regime under $1\ \mu\text{m}$ were detected what is inside the definition of an ultrafine grain size. This is followed by a correlation of the cyclic properties, which were determined by 4-point-microbending, and the microstructure. A consideration of fracture mechanics took place because of the high-strength behavior of the ultrafine grained modifications with crack initiation mostly at nonmetallic inclusions. As bottom line of the actual work a model was created that summarizes the cyclic behavior of ultrafine grained materials. Different characteristics like the observation of crack initiation at interior nonmetallic inclusions as well as the extreme hardness and fatigue strength (comparable with autempered 100Cr6) were mentioned for the first time when regarding these modifications and not state of the art before.

Vorwort des Verfassers

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter in der Arbeitsgruppe Werkstoffprüfung der Technischen Universität Kaiserslautern. Mein aufrichtiger Dank gilt allem, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Bedanken möchte ich mich bei meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr.-Ing. Eberhard Kercher für die mir gebotene Gelegenheit zur selbstständigen wissenschaftlichen Arbeit und zur Erstellung dieser Dissertation. Das mir entgegengebrachte Vertrauen und die an mich weitergegebenen Kenntnisse und Erfahrungen haben zum Gelingen dieser Arbeit wesentlich beigetragen.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Tilmann Beck danke ich für die bereitwillige Übernahme des Koreferates und Herrn Prof. Dr.-Ing. Ralf Müller für die freundliche Übernahme des Prüfungsvorsitzes.

Ein weiterer Dank gilt den Herren Dr. Christian Kübel und Dr. Aaron Kobler sowie Frau Dr. Julia Ivanisenko und Dr. Eglantine Courtois-Manara für die Unterstützung bei der Mikrostrukturanalyse und das Bereitstellen des Probenmaterials.

Weiterhin möchte ich mich bei den aktuellen sowie ehemaligen wissenschaftlichen Mitarbeitern der Arbeitsgruppe Werkstoffprüfung, insbesondere Herrn Dr.-Ing. Patrick Grad, Herrn M.Sc Daniel Priestersbach und Herrn Dipl.-Ing. Daniel Grell, für die vielen konstruktiven Fachdiskussionen und für viele, wertvolle Anregungen bedanken.

Schließlich bedanke ich mich bei den technischen Mitarbeitern der Arbeitsgruppe Werkstoffprüfung, Herrn Werner Hauth und Herrn Tobias Junker, für Ihre Unterstützung bei experimentellen und metallographischen Arbeiten.

Ein ganz besonderer Dank gilt allen Studierenden, welche durch studentische Arbeiten oder als wissenschaftliche Hilfskräfte mit Ihrer Arbeit zum Gelingen dieser Dissertation beigetragen haben.

Der größte Dank gebührt an dieser Stelle meinen Eltern, meinem Bruder und meiner Frau, die mich schon auf meinem Weg durch das Studium unterstützten und mir immer zur Seite stehen.

Kaiserslautern, im März 2015

Christoph Ruffing

Summary

The reduction of grain size is the only strengthening mechanism of metallic materials that allows the increasing of strength without decreasing of ductility necessarily. By using ultrafine grained (UFG) material states, this exact mechanism is utilized to create a material with increased hardness but good ductility characteristics. Here, the technique of Severe Plastic Deformation (SPD) is the method of choice for creating UFG microstructures. In general, it can be assumed that if only the microstructure determines the fatigue behavior, the increase of quasi-static hardness also leads to an increased cyclic strength. However, especially when regarding high-strength materials inherent and process flaws are more and more crucial for the cyclic properties. Thus, for UFG states, the question arises whether the generally good quasi-static properties, which have by all means been analyzed broadly, can also lead to increased fatigue strength.

The main goal of the present work was to identify a state of the under-eutectoid steel C45 that shows an extreme fatigue resistance and also a cyclic stable microstructure. In this process, attention shall be turned on the influence of different carbide morphologies prior to the SPD process. Due to different initial heat treatments a spheroidizing annealed, a tempered, a ferritic-pearlitic and an almost pure pearlitic microstructure as the initial state have been applied within this context. As the process of SPD, High Pressure Torsion (HPT) with an increased temperature of 380°C has been used.

After six rotations of deformation, the hardness in the spheroidized state has been raised by 71 % to 289 HV and in the tempered state by 17 % to 457 HV. Although this increase has been relatively low compared to the furthermore observed states, the fatigue behavior proportionally followed quasi-static properties, in this case the hardness. For these states, no additional fatigue mechanisms could be detected.

In the case of a greater plastic deformation of ten rotations during HPT, microstructures that, in some cases, differ clearly from the respective initial state could be detected. In Transmission Electron Microscope (TEM) pictures, the UFG microstructures showed grain sizes of much less than 1 μm within a range of 100-300 nm. The hardness had in this case been raised by factor 2-3 of the initial hardness. At least for the spheroidized state, the data approximately followed the fatigue limit proportionally with respect to the hardness with an increase up to factor 2.5 of the initial fatigue strength. This was made possible by the ductile material behavior that allowed the material to compensate

inherent and process-flaws without initializing cracks at the transition points with higher stress intensities. The remaining states with a high amount of SPD have been quite different regarding their fatigue limits and fatigue mechanisms.

The tempered state showed rather poor fatigue strength in the UFG modification with an increase by 32 % according to the initial state with conventional grain sizes. The reasons have been local inhomogeneities which are caused by the SPD and served as crack initiators and thus decreasing the fatigue strength.

In the normalized state with an initial ferritic-pearlitic microstructure, inhomogeneities have also been responsible for lower fatigue strength after ten deformation steps, but however they were not restricted locally. As partially the whole range of highly loaded material showed a process-related larger grain size and thus a lower hardness according to the remaining volume, the same fatigue mechanisms indeed acted like in a material without any process-related flaws, but resulted in an overall rather low fatigue strength. This was different in the pure pearlitic state after the SPD. For this state, after ten rotations during the HPT process, the highest fatigue strength could be detected within the framework of this work. The data of fatigue strength was 1061 MPa at $R=-1$ and was thus higher than the bearing steel 100Cr6 that showed an endurance limit of 1056 MPa in micro-bending tests in direct comparison. A reason for this was the combination between a high homogeneity and a small grain size resulting in a high hardness. The microstructure was furthermore able to compensate the intensity of stress close to the rather small shear bands and so crack initiation was located primarily at non-metallic inclusions. In the process, the UFG modification acted as the established high-strength bearing steel 100Cr6 with a switch of the crack initiating inclusions from the surface to the inside of the specimen at a lower load and higher durability.

Furthermore, the present work could prove that the threshold of stress intensity concerning long crack propagation was reduced by grain refinement. Here, the UFG modifications showed a lower threshold than the 100Cr6. As within this work material failure of the UFG modifications could be observed starting inside of the specimen, which had so far only occurred in conventional high-tensile materials, it could be shown that no fine granular areas (FGAs) were generated around the failure-inducing inclusions. This is, together with the fact that UFG steel was investigated with higher fatigue strength than the widely used high-strength state of 100Cr6, one of the major conclusions of the present work. This could not be proved in previous publications.

With the foregoing findings as a conclusion of this work a model could be developed that is able to identify the influencing factors on the fatigue performance of UFG materials and to classify them in the context of fatigue.

I. Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
2. Kenntnisstand	3
2.1. Grundlagen zum Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe.....	3
2.1.1. Ermüdung.....	3
2.1.2. Rissausbreitung	5
2.1.3. Hall-Petch-Murakami Modell nach McGreevy	7
2.2. Ultrafeinkörnige Werkstoffe	9
2.2.1. Herstellung.....	10
2.2.2. Entwicklung der Mikrostruktur bei massiver plastischer Deformation.....	17
2.2.3. Quasistatische Eigenschaften ultrafeinkörniger Werkstoffe	20
2.2.4. Zyklische Eigenschaften ultrafeinkörniger Werkstoffe.....	23
2.2.5. Rissfortschrittsverhalten.....	29
2.2.6. Die Rolle der Scherbänder als Deformationsmechanismus	31
2.2.7. Anwendung.....	33
3. Probenherstellung und Versuchstechnik	35
3.1. Druck-Torsionsmaschine zur HPT Verformung	35
3.2. Probengeometrie.....	36
3.3. 4-Punkt-Biegung mittels BOSE Electroforce 3230	37
3.3.1. Prüfstand	38
3.3.2. Mechanik der 4-Punkt-Biegung.....	39
3.3.3. Dehnungsmessung und Wechselverformungskurven.....	42
3.3.4. Versuchsführung.....	43
3.4. Mikrohärtemessungen.....	43
3.5. Mikroskopische Gefüge- und Bruchflächenuntersuchungen	44
3.5.1. Rasterelektronenmikroskopie	44
3.5.2. Metallographie und Lichtmikroskopie	44
3.5.3. Transmissionselektronenmikroskopie und Focussed Ion Beam.....	45
4. Werkstoffzustände ohne SPD	47
4.1. Ausgangsgefüge	47
4.1.1. Vergütungsstahl C45 (N-ini)	47
4.1.2. Wälzlagerstahl 100Cr6 (B-100Cr6)	48
4.2. Gefüge nach Wärmebehandlung.....	49

4.2.1.	Patentiertes Gefüge (P-ini)	49
4.2.2.	Weichgeglühtes Gefüge (S-ini)	50
4.2.3.	Vergütungsgefüge (T-ini)	50
5.	Ultrafeinkörnige Werkstoffzustände	52
5.1.	Mikrostrukturen	52
5.1.1.	Ausgangszustand normalisiert nach HPT	52
5.1.2.	Ausgangszustand patentiert nach HPT	53
5.1.3.	Ausgangszustand weichgeglüht nach HPT	54
5.1.4.	Ausgangszustand vergütet nach HPT	56
5.2.	Härteuntersuchungen	57
5.2.1.	Mikrostrukturcharakterisierung mittels Mikrohärtmessungen	57
5.2.2.	Bestimmung der Homogenität des Probenvolumens	60
6.	Ermüdungsverhalten ultrafeinkörniger Stähle	62
6.1.	Ermüdungsverhalten der weichgeglühten S-Zustände	62
6.1.1.	Wöhlerdiagramme	62
6.1.2.	Wechselverformungsverhalten	63
6.1.3.	Bruchflächenanalyse	65
6.2.	Ermüdungsverhalten der vergüteten T-Zustände	68
6.2.1.	Wöhlerdiagramme	68
6.2.2.	Wechselverformungsverhalten	69
6.2.3.	Bruchflächenanalyse	71
6.3.	Ermüdungsverhalten weiterer hochfester Zustände	76
6.3.1.	Wöhlerdiagramme	76
6.3.2.	Bruchflächenanalyse	77
6.4.	Morphologie der Scherbänder in den UFG Zuständen	84
6.5.	Zyklische Stabilität	90
7.	Diskussion und Interpretation	92
7.1.	Mikrostrukturveränderung	92
7.1.1.	Karbidverteilung	92
7.1.2.	Korngröße und Härte	93
7.1.3.	Scherbänder und nichtmetallische Einschlüsse	95
7.2.	Ermüdungsverhalten und Korrelation zur Mikrostruktur	99
7.2.1.	Dauerfestigkeit	99
7.2.2.	Wechselverformungsverhalten und zyklische Stabilität	102

7.3.	Bruchflächen und Scherbänder bei der Ermüdung.....	104
7.3.1.	Ausgangszustände S-ini und T-ini	104
7.3.2.	Zustände S-HPT-6 und T-HPT-6.....	105
7.3.3.	UFG Zustand S-HPT-10.....	105
7.3.4.	UFG Zustand T-HPT-10.....	106
7.3.5.	Hochfeste Zustände N-HPT-10, P-HPT-10 und B-100Cr6.....	107
7.4.	Bruchmechanische Betrachtung.....	109
7.5.	Einflussfaktoren auf die Schwingfestigkeit von UFG Werkstoffen	114
8.	Zusammenfassung	118
9.	Literatur	121

II. Formelzeichen und Abkürzungen

Formelzeichen

Formelzeichen	Einheit	Bedeutung
a	m	Risslänge
da/dN	m/Lastspiel	Rissfortschrittsgeschwindigkeit
Area	μm^2	Einschlussfläche
b	mm	Probenbreite
c	N/mm	Steifigkeit
c _p	N/mm	Steifigkeit der Peripherie
d	μm	Korngröße
E	MPa	Elastizitätsmodul
F	N	Kraft
h	mm	Dicke
K	MPa m ^{-1/2}	Spannungsintensitätsfaktor
ΔK	MPa m ^{-1/2}	Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors
ΔK_{th}	MPa m ^{-1/2}	Schwellenwert der Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors
k	MPa $\mu\text{m}^{-1/2}$	Hall-Petch-Konstante
L	mm	Probenlänge
N	-	Anzahl Prozessschritte bei der SPD
N _{HPT}	-	Anzahl Prozessschritte bei HPT
R	-	Lastverhältnis
R _e	MPa	Fließgrenze
r	mm	Abstand zur Mitte beim HPT
Δs_E	mm	Verschiebung an der Einspannung
Δs_{E+M}	mm	Verschiebung an der Einspannung und Maschine
Δs_G	mm	Gesamtverschiebung
Δs_L	mm	Verschiebung am Lager
Δs_M	mm	Verschiebung in der Probenmitte
Δs_p	mm	Verschiebung in der Peripherie
t	mm	Dicke beim HPT
Y	-	Geometriefaktor

Formelzeichen	Einheit	Bedeutung
ε	-	Dehnung
ε_v	-	Vergleichsdehnung
Φ, ψ	rad	Winkel beim ECAP
σ	MPa	Spannung
$\Delta\sigma$	MPa	Schwingbreite der Spannung
σ_a	MPa	Spannungsamplitude
σ_0	MPa	Reibspannung
σ_o	MPa	Oberspannung
σ_R	MPa	Randspannung
σ_u	MPa	Unterspannung
σ_w	MPa	Wechselfestigkeit

Abkürzungen

Abkürzung vollständiger Begriff

SPD	Severe Plastic Deformation
UFG	Ultra Fine Grained
EPBM	Elastisch Plastische Bruchmechanik
LEBM	Linear Elastische Bruchmechanik
SIF	Spannungsintensitätsfaktor
NC	Nanocrystalline
ECAP	Equal Channel Angular Pressing
ARB	Accumulative Roll Bonding
HPT	High Pressure Torsion
GWKG	Großwinkelkorngrenzen
C2S2	Continuous Confined Strip Shearing
CHPT	Continuous High Pressure Torsion
STSP	Severe Torsion Straining Process
KWKG	Kleinwinkelkorngrenzen
IDB	Incidental Dislocation Boundaries
GNB	Geometrically Necessary Boundaries
DDW	Dense Dislocation Walls
ppm	parts per million
HCF	High Cycle Fatigue

Abkürzung vollständiger Begriff

LCF	Low Cycle Fatigue
CG	Conventional Grain size
krz	kubisch raumzentriert
kfz	kubisch flächenzentriert
IF	Interstitial Free
UFGS1,2	UFG Zustände 1,2
CGC	CG Zustand
VHCF	Very High Cycle Fatigue
CT	Compact Tension
SEN	Single Edge Notched
INT	Institut für Nanotechnologie
DMS	Dehnungsmessstreifen
REM	Rasterelektronenmikroskop
FIB	Focussed Ion Beam
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
KIT	Karlsruher Institut für Technologie
n.u.	nicht untersucht
FGA	Fine Granular Area
ODA	Optically Dark Area

1. Einleitung

In der heutigen Zeit ist vermehrt die Tendenz ersichtlich, immer leistungsstärkere Strukturen mit immer geringerem spezifischem Gewicht zu entwickeln. Um dieses Ziel zu erreichen, ist sicherlich der verwendete Werkstoff ein entscheidender Faktor und dabei vor allem die spezifische Festigkeit, welche das Verhältnis von Festigkeit und Gewicht angibt. Es gibt daher zwei grundsätzliche Ansätze des Leichtbaus, zum einen die Verwendung eines Werkstoffes mit geringer Dichte und guter Festigkeit und zum anderen aber auch die Erhöhung der Festigkeit eines Werkstoffes mit etwas höherer Dichte. Um die Festigkeit eines gegebenen Werkstoffes zu steigern gibt es viele Methoden, zumeist ist aber mit der Erhöhung der Festigkeit ein Absinken der Verformungsfähigkeit (Duktilität) verbunden, was in vielen Anwendungsfällen unerwünscht ist. Die Verringerung der Korngröße eines Werkstoffes ist dabei die einzige Möglichkeit, die Festigkeit zu steigern und gleichzeitig nicht zwangsläufig an Duktilität einzubüßen. Wird die Verringerung der Korngröße nicht mit thermischen oder thermomechanischen Verfahren erreicht, so drängen sich seit einiger Zeit die Verfahren der massiven plastischen Deformation (engl.: severe plastic deformation, SPD) in den Fokus von Wissenschaft und Forschung, welche aber auch bereits in Industrie und Technik eingesetzt werden.

Die Ursprünge, einen Werkstoff vielfach umzuformen, um damit seine Eigenschaften zu verbessern, gehen bis in die Zeit 500 v. Chr. zurück. In China wurde das Verfahren des wiederholten Falzens und Schmiedens in der Zeit bis 220-280 n. Chr. soweit verbessert, dass der Begriff des BAI-LIAN Stahl auftauchte. Die Bezeichnung ist angelehnt an das chinesische Sprichwort: BAI-LIAN CHENG-GANG - Einhundert wiederholte Prozessschritte (Falzen/Schmieden) führen zu einem guten Stahl [1]. Die Prozesse der heutigen massiven plastischen Deformation unterscheiden sich lediglich in der Umsetzung und im Grad der Umformung, jedoch nicht im prinzipiellen Verfahren der Festigkeitssteigerung durch hochgradige plastische Deformation.

Aktuell gibt es vielfache Ansätze der SPD und viele Werkstoffe, die zum Teil schon jetzt ultrafeinkörnig (UFG) hergestellt werden können und die Serienreife erreicht haben, beziehungsweise diese in den nächsten Jahren erreichen werden. Bei der Verwendung von Stahl in einer ultrafeinkörnigen Modifikation sind die Fortschritte von Wissenschaft und Technik noch nicht derart weit vorangeschritten, jedoch gibt es bereits Untersuchungen der monotonen Eigenschaften, insbesondere der quasistatischen Festigkeiten. Die Erkenntnisse über die zyklischen Eigenschaften von UFG-Stählen, vor allem im Bereich sehr hoher Härten halten sich hingegen in Grenzen und nur äußerst wenige Publikationen handeln dabei von mittel- oder hochkohlenstoffhaltigen Stählen. Eine Übersicht des bisherigen Standes der Technik mit Angabe der entsprechenden Literaturstellen, bei ultrafeinkörnigen Werkstoffen und insbesondere bei ultrafeinkörnigen Stählen

findet sich in Abschnitt 2.2 dieser Arbeit. Dabei werden Schwerpunkte auf die Herstellung, die quasistatischen und zyklischen Eigenschaften sowie die Anwendung der UFG Werkstoffe gelegt. Davon getrennt erfolgt in Abschnitt 2.1 eine allgemeine Übersicht zu den Grundlagen des Ermüdungsverhaltens metallischer Werkstoffe, um theoretische Grundlagen für die folgende Arbeit bereitzustellen. Kapitel 3 gibt dem Leser die Möglichkeit, zu Erkenntnissen bezüglich der Versuchstechnik und der Probenherstellung zu gelangen.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Untersuchung der Ermüdungseigenschaften des untereutektoiden Vergütungsstahles C45 in ultrafeinkörniger Modifikation. Dabei sollen verschiedene Zustände untersucht werden, welche sich in ihrer ursprünglichen Karbidmorphologie, vor der massiven plastischen Deformation, voneinander unterscheiden, um den Zustand mit höchster Schwingfestigkeit identifizieren zu können. Zur Interpretation aber auch zum Vergleich der Ermüdungseigenschaften ist es unerlässlich, die Ergebnisse in Bezug zur entsprechenden Mikrostruktur auszuwerten. Hierfür werden in den Kapiteln 4 bis 5 grundlegende Erkenntnisse gesammelt und erörtert. Die Darstellung der Ergebnisse aus den Ermüdungsuntersuchungen erfolgt anschließend in Kapitel 6, wobei eine reine Darstellung der Wöhlerkurven, des Wechselverformungsverhaltens und der Bruchflächen der einzelnen Zustände erfolgt. Zusätzlich wird auf die beobachteten Versagensmechanismen eingegangen und es werden Ergebnisse dargestellt, welche aus Untersuchungen der zyklischen Stabilität stammen. Die zyklische Stabilität ist ein wichtiges Element dieser Arbeit, da in der Vergangenheit immer wieder von zyklisch nicht stabilen ultrafeinkörnigen Werkstoffmodifikationen berichtet wurde. Die gewinnbringendsten Aussagen über zyklische Stabilität können im Kontext dieser Werkstoffklasse mittels mikrostruktureller Charakterisierungen nach der Ermüdungsprüfung getroffen werden. Dies wird innerhalb dieser Arbeit hauptsächlich mittels TEM-Aufnahmen vollzogen.

Nach der reinen Ergebnisdarstellung in den Kapiteln 4-6, erfolgt in Kapitel 7 die Diskussion und Interpretation dieser Ergebnisse. Hierbei ist entscheidend, dass als Abschluss ein Modell erstellt wird, welches das Konstrukt der Ermüdung ultrafeinkörniger, hochfester UFG-Stähle zusammenfasst und die Einflussfaktoren auf die Ermüdungseigenschaften benennt. Kapitel 8 fasst die Erkenntnisse dieser Arbeit abschließend zusammen.

2. Kenntnisstand

Dieses Kapitel dient dazu, die theoretischen Grundlagen anhand einer Übersicht der relevanten Publikationen im Kontext ultrafeinkörniger Werkstoffe darzustellen. Dabei erfolgt in Abschnitt 2.1 eine Einführung in die Ermüdung metallischer Werkstoffe, wobei der Fokus hauptsächlich auf die für diese Arbeit relevanten Themengebiete gelegt wurde. In Abschnitt 2.2 folgt eine intensive Literaturrecherche bezüglich ultrafeinkörniger und nanokristalliner Werkstoffe.

2.1. Grundlagen zum Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe

Im Folgenden werden allgemeine Aspekte der Ermüdung, Erkenntnisse über die Rissausbreitung sowie das Hall-Petch Murakami Modell beschrieben. Dennoch sind zum Verständnis der weiteren Kapitel und der gesamten Arbeit die darüber hinausgehenden Grundlagen der Werkstoffkunde [2-4] sowie der Materialermüdung und Schwingfestigkeit [4-6] vorausgesetzt.

2.1.1. Ermüdung

Der Vorgang der Materialermüdung besteht aus der Änderung der Eigenschaften von Werkstoffen, bedingt durch Anwendungen bei zyklischen Lasten. Diese Änderungen sind meist mikroplastische Vorgänge, die schon weit unter dem Belastungsniveau der Zugfestigkeit stattfinden können. Von daher ist es nicht verwunderlich, dass bei zyklischer Belastung, auch teilweise bei solchen Lasten unter der makroskopischen Fließgrenze eines Werkstoffes, Versagensvorgänge bis zum Bruch eintreten. Die ersten systematischen Untersuchungen zur Materialermüdung wurden von Albert [7] im Jahre 1837 mit den Untersuchungen von Treibseilen in Bergwerken durchgeführt. Er konnte an Verbindungselementen von Kettentrieben zeigen, dass durch wiederholte Be- und Entlastung das Material verfestigt, was schließlich zum Ausfall der Bauteile führte. Wöhler untersuchte in den Jahren 1858-1870 systematisch den Zusammenhang zwischen Beanspruchung und Lebensdauer bei Eisenbahnwagenachsen. Er konnte zeigen, dass vor allem die Beanspruchungsamplitude maßgeblich für die Ermüdungsfestigkeit ist, jedoch eine statische Mittellast zusätzlich festigkeitsmindernd wirkt [8-11]. Seit 1936 wird die Kurve, welche den Zusammenhang zwischen Lebensdauer und Beanspruchungsamplitude wiedergibt, auch als Wöhlerkurve bezeichnet, wobei Wöhler selbst eine tabellarische Auftragung wählte [12].

In der Zwischenzeit wurden vielfach die Mechanismen und ablaufenden Prozesse während der Materialermüdung untersucht. Im Allgemeinen hat sich die Unterteilung der Ermüdung in vier Phasen als sinnvoll erwiesen [6]. In der ersten Phase, dem Anfangsbereich der Ermüdung, laufen im gesamten Werkstoffvolumen zyklische Ver- und Entfestigungsvorgänge ab. Es erfolgt eine Umordnung der Versetzungsstruktur, abhängig von

der Stapelfehlerenergie des Werkstoffes. Die zweite Phase der Materialermüdung ist von Mikrorissbildung (Stadium I Rissausbreitung) geprägt. Im Gegensatz zur ersten Phase bilden sich Mikrorisse an lokalen Konzentrationen der zyklischen plastischen Deformation, wie zum Beispiel an austretenden Versetzungsstrukturen oder Inhomogenitäten wie Einschlüssen. Bei dynamisch rekalterungsfähigen Materialien kommt es zwar zur Mikrorissbildung unterhalb der Wechselfestigkeit des Werkstoffes, jedoch erfolgt ein Anhalten des Risses aufgrund einer Korngrenze oder der Blockierung der Versetzungsvorgänge, falls die angelegte Spannung geringer als die Wechselfestigkeit ist. Da an späterer Stelle noch intensiver das Ermüdungsverhalten von sehr feinkörnigen Werkstoffen betrachtet wird, sei an dieser Stelle, im Bereich der „normalkörnigen“ Werkstoffe erwähnt, dass der Einfluss der Korngröße auf das Mikrorisswachstum differenziert zu betrachten ist. Abhängig vom Gleitcharakter und der Möglichkeit zum Quergleiten des betrachteten Werkstoffes kommt es zu planaren Versetzungsanordnungen bei Werkstoffen mit geringer Stapelfehlerenergie, wie beispielsweise Messing oder ausscheidungshärtbare Aluminiumlegierungen. Im Gegensatz hierzu, entstehen bei reinen Metallen wie Kupfer oder Aluminium, vor allem bei geringen Bruchlastspielzahlen N_f und hoher Stapelfehlerenergie γ , Versetzungszellen. Wiedergegeben ist dieser Sachverhalt in Abbildung 1. [6, 13-15]

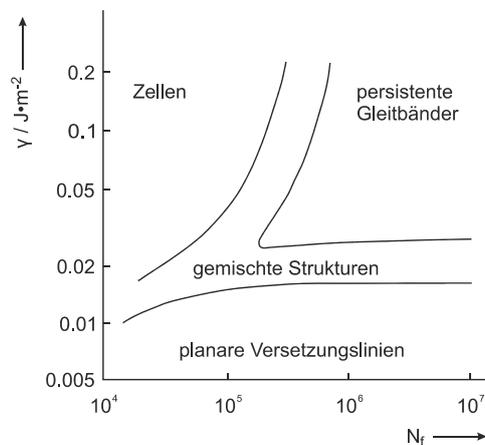


Abbildung 1: Ausbildung von Versetzungsanordnungen bei zyklischer Belastung abhängig von der Stapelfehlerenergie γ und der Anzahl der Schwingspiele bis zum Bruch N_f [6, 16, 17]

Thompson und Backofen [13] konnten zeigen, dass in ersterem Falle bei Werkstoffen mit geringer Stapelfehlerenergie eine ausgeprägte Abhängigkeit der Lebensdauer von der Korngröße besteht, da jede Korngrenze ein Hindernis für die Stadium I Rissausbreitung darstellt. Dies gilt übrigens auch für niedrigkohlenstoffhaltige Stähle, trotz hoher Tendenz zu Quergleitung. Ergeben sich jedoch Versetzungsringe, so stellen diese selbst ein Hindernis für die Mikrorissbildung dar und schirmen die Korngrenzen sozusagen ab,

wodurch die Korngröße ihren Einfluss verliert und durch die Größe der Versetzungsringe ersetzt wird.

Abbildung 2 zeigt diesen Sachverhalt im Wöhlerdiagramm dadurch, dass sich bei Messing ein deutlicher Unterschied in der Lebensdauer, abhängig von der Korngröße einstellt, was bei Aluminium oder Kupfer ausbleibt.

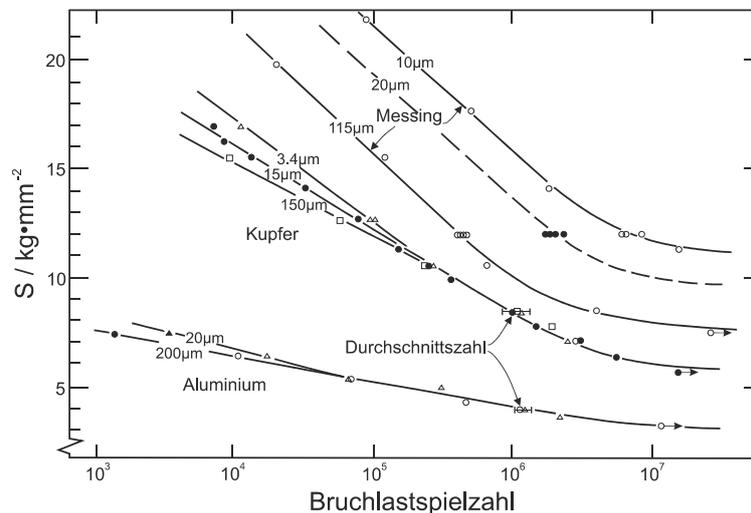


Abbildung 2: Einfluss der Korngröße auf das Wöhlerdiagramm bei Messing, Kupfer und Aluminium [13]

Ist ein Riss oberhalb der Wechselfestigkeit des Werkstoffes wachstumsfähig, kommt es im nächsten Schritt, der dritten Phase der Ermüdung, zur Ausbreitung eines oder mehrerer Mikrorisse. Sie folgen dann meist einem Winkel von 45° zur Lastachse, entlang der Ebene größter Schubspannungen. Die Prozesse in der plastischen Zone direkt vor der Rissspitze sind nun entscheidend für den Rissfortschritt.

Der Übergang vom Mikroriss zum Makroriss (Stadium II Rissausbreitung) ist gekennzeichnet durch einen Rissverlauf, der senkrecht zur äußeren Normalspannung verläuft. Zwar ist die Rissausbreitung noch durch kristallographische Abgleitprozesse gesteuert, jedoch wächst der Riss relativ unempfindlich gegenüber der vorliegenden Mikrostruktur des Werkstoffes. Bei hinreichend kleiner Korngröße ergibt sich ein großer Einfluss auf die Mikrorissbildung und den Übergang von Mikro- zu Makroriss. In der vierten und letzten Phase der Werkstoffermüdung erfolgt der Probenbruch. Er erfolgt durch instabile Rissausbreitung, sobald der Riss eine kritische Risslänge erreicht hat. [6]

2.1.2. Rissausbreitung

Eine Möglichkeit, die Phasen der Rissausbreitung graphisch darzustellen ist das mikrostrukturabhängige Kitagawa Diagramm in Abbildung 3. Gezeigt ist die Kurve, welche Risswachstum von Rissstillstand trennt, in einem doppeltlogarithmisch aufgetragenen Diagramm der Spannung über der Risslänge. Befindet sich die aktuelle Konfiguration

des Risses unter der Linie, findet keine Rissausbreitung mehr statt. Dies gilt sowohl für Phase I als auch für Phase II der Rissausbreitung, wobei der Übergang bei Erreichen der Wechselfestigkeit stattfindet.

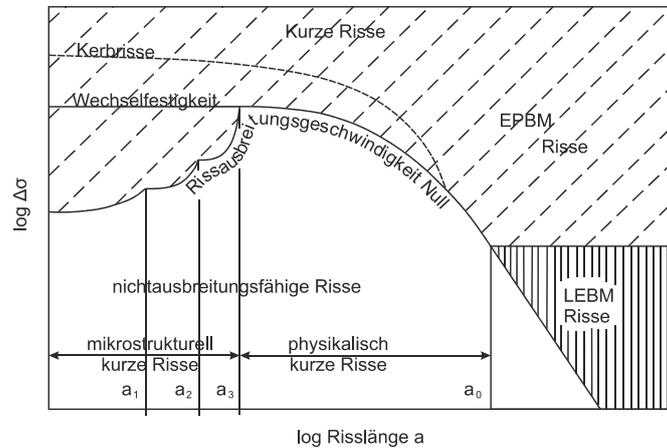


Abbildung 3: Kitagawa-Diagramm mit Einfluss der Mikrostruktur und Rissarten nach [18, 19]

Es wird deutlich, dass ein Mikroriss bei konstantem Lastniveau unterhalb der Wechselfestigkeit zwar wachsen kann, jedoch keine Rissausbreitung der Phase II stattfindet, da die Last nicht ausreicht, um die mikrostrukturellen Hindernisse mit Abmessungen a_1 - a_3 zu überspringen. Diese können beispielsweise Zwillingsgrenzen, Korngrenzen oder Phasengrenzen sein [20, 21]. Jedoch gilt auch, dass ein Makroriss im Stadium II mit einer Rissausbreitungsgeschwindigkeit größer null ohne Änderung der Spannung keine mikrostrukturellen Hindernisse mehr spürt. Miller [20, 21] unterscheidet zwischen drei Arten von Rissen, nämlich mikrostrukturell kurzen (Phase I), physikalisch kurzen (Phase I) und langen Rissen (Phase II). Das Wachstum mikrostrukturell kurzer Risse ist nur von der Mikrostruktur geprägt, die plastische Zone ist deutlich größer als die aktuelle Risslänge, wobei der Mikroriss scherbedingt wächst. Im Bereich physikalischer kurzer Risse erfolgt das Risswachstum normalspannungskontrolliert, wobei die plastische Zone eine mit der Risslänge vergleichbare Größe aufweist. Der Einfluss der Mikrostruktur verringert sich. Das Rissausbreitungsverhalten lässt sich in diesem Bereich $a_3 < a < a_0$ mittels der elastisch-plastischen Bruchmechanik (EPBM) beschreiben. Für lange Risse erfolgt die Berechnung mittels der Methoden der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM). Der Unterschied der beiden Bereiche besteht in der Größe der plastischen Zone vor der Risspitze. Ist diese relativ klein im Vergleich zur Risslänge, so können die plastischen Effekte vernachlässigt werden, ist sie jedoch groß, gilt dies nicht. Im Bereich der LEBM reichen bereits sehr kleine Spannungen zum Risswachstum aus. Die Grenze der Ausbreitungsfähigkeit eines Risses, als linearen Zusammenhang zwischen aufgebrachtener Spannung $\Delta\sigma$ und Risslänge a lässt sich in diesem Bereich mit dem Schwellenwert des Spannungsintensitätsfaktors (SIF) gegen zyklischen Rissfortschritt $\Delta K_{th} = Y \Delta\sigma \sqrt{\pi a}$ be-

schreiben. Y stellt dabei einen Faktor abhängig von den Versuchsbedingungen und der Probengeometrie dar. Alternativ zu der Länge von Ermüdungsrissen, wurde von Murakami ein Modell entwickelt, das den Schwellenwert des SIF bei der Rissinitiierung an nichtmetallischen Einschlüssen empirisch ermittelt. Formel (1) zeigt, wie Murakami die Länge eines Risse mit der Fläche $Area$ eines nichtmetallischen Einschlusses auf der resultierenden Bruchfläche ersetzt:

$$\Delta K_{th} = Y \Delta \sigma \sqrt{\pi \sqrt{Area}} \quad (1)$$

Hierbei ist die Geometrievariable Y abhängig von der Lage dieses Einschlusses entweder $Y=0,65$ bei Rissinitiierung an der Oberfläche oder $Y=0,5$ bei Risswachstum aus dem Inneren [22].

Das Kitagawa-Diagramm fasst viele materialabhängige Eigenschaften bei der Rissinitiierung und Rissausbreitung zusammen. Deshalb variiert es auch je nach Werkstoffzustand und Prüfbedingungen erheblich [19]. In vielen Fällen wird es deshalb auch nur qualitativ verwendet, um die Mechanismen zu erklären sowie Werkstoffe oder Werkstoffzustände zu vergleichen.

2.1.3. Hall-Petch-Murakami Modell nach McGreevy

Entscheidend für die Stelle, welche im Kitagawa Diagramm betrachtet wird, ist nicht unbedingt die absolute Risslänge, sondern das Verhältnis der Risslänge zu den mikrostrukturellen Hindernissen a_1 - a_3 im Bereich der mikrostrukturell kurzen Risse. Von daher ergeben sich bei reiner Betrachtung der Korngröße nicht unbedingt signifikante Veränderungen dieses Verhältnisses, denn durch die geringere Korngröße werden auch die Risse kleiner, welche noch an den Korngrenzen gestoppt werden können, ohne zum Versagen zu führen. Abbildung 4 zeigt diesen Sachverhalt innerhalb eines Vergleiches von Risslängen bei einem grobkörnigen und einem feinkörnigen Gefüge. Sind nun aber mikrostrukturunabhängige Fehler im Material, sogenannte inhärente Fehler, verändern sich die Gegebenheiten signifikant, vor allem dann, wenn diese Fehler größere Abmessungen als die Korngröße aufweisen. Im Falle der Initiierung eines Mikrorisses an zum Beispiel einem Einschluss wird deutlich, dass dieser Riss eine größere Länge im Vergleich zur Mikrostruktur aufweist (in diesem Falle das Vierfache der Korndiagonale), bis er von einer Korngrenze gestoppt werden kann. Im grobkörnigen Falle ergibt sich keine Änderung des Verhältnisses von Risslänge zur Mikrostruktur, da der Riss an der nächsten Korngrenze gestoppt wird und sich die Risslänge im Falle der Anwesenheit eines nichtmetallischen Einschlusses nicht von derer ohne nichtmetallischen Einschluss unterscheidet. Der Riss wird unabhängig von der Anwesenheit eines inhärenten Fehlers, der kleiner als die Korngröße sein muss, an der nächsten Korngrenze gestoppt.

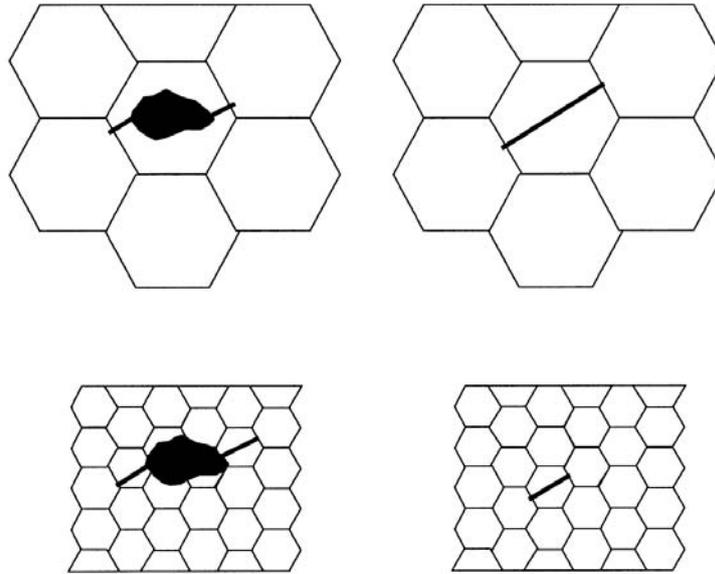


Abbildung 4: Risslängen bei grob- (oben) sowie feinkörnigen Gefügen (unten) mit (links) oder ohne Fehlstelle (rechts) [23]

Das Hall-Petch-Murakami Modell [22, 23] in Abbildung 5 gibt diesen Sachverhalt durch ein Diagramm der Wechselfestigkeit in Abhängigkeit von der Härte wieder. Grundlage ist die Annahme, dass eine Beziehung zwischen der Korngröße und der Festigkeit gemäß der Hall-Petch Beziehung besteht [24, 25].

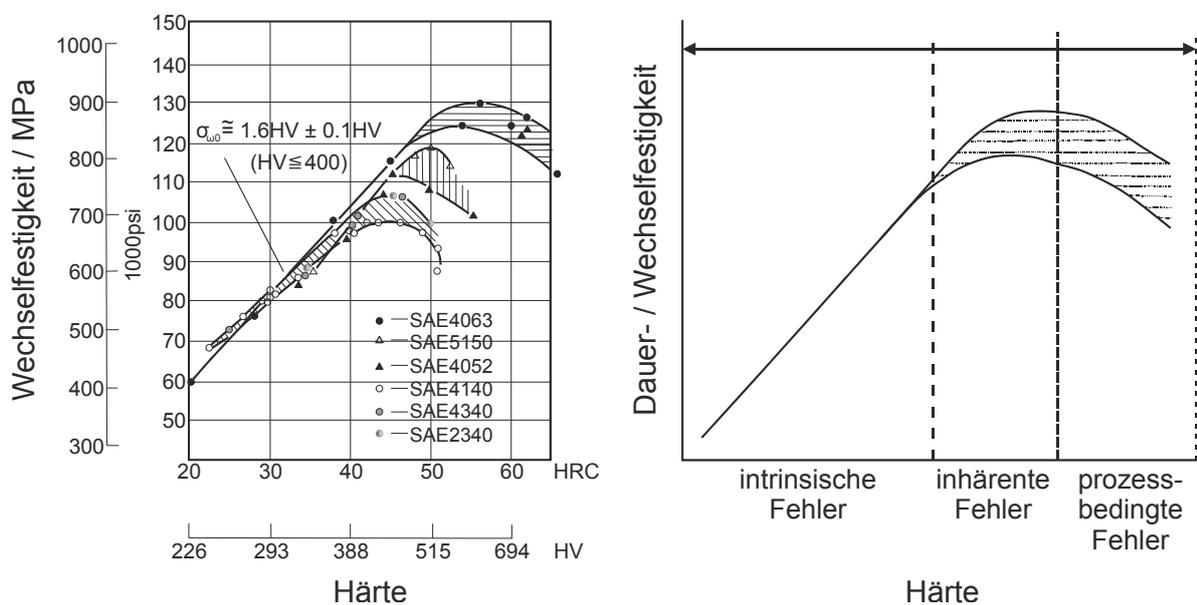


Abbildung 5: Diagramm der Wechselfestigkeit abhängig von der Härte dargestellt mit Messwerten nach [22] (links) und schematisch mit Darstellung der einzelnen Fehlerarten nach [23] (rechts)

Daher ist davon auszugehen, dass bei geringer Härte und somit auch eher grobkörnigerem Gefüge nur die Mikrostruktur selbst für die Ermüdungsfestigkeit relevant ist. Nicht

relevant sind jedoch die im Vergleich dazu eher kleinen inhärenten Fehler, wie nichtmetallische Einschlüsse. Es ergibt sich in diesem Bereich bis zu einem gewissen Punkt ein linearer Zusammenhang zwischen Härte und Ermüdungsfestigkeit. Da sich die Abmessungen eines Einschlusses aber nicht verändern, wird an dem Punkt ein Abknicken der Kurve zu beobachten sein, an dem die mikrostrukturellen Abmessungen geringer als die Einschlussgröße werden. Durch die Verfahren zur Erhöhung der Härte folgen aber im Allgemeinen nicht nur Effekte wie die Verringerung der Korngröße, sondern meist führen diese Verfahren auch zu prozessbedingten Fehlern, wie geschwächte Korngrenzen oder Mikrorisse [23]. Diese führen im Bereich sehr großer Härten dazu, dass sich eine weitere Erhöhung der Härte in einer Verringerung der zyklischen Festigkeit bemerkbar macht. Murakami [26] konnte einen linearen Zusammenhang von Dauerfestigkeit σ_w und Härte an niedrig bis mittelkohlenstoffhaltigen Stählen im Bereich geringer Härten zeigen und folgende Formel aufstellen:

$$\sigma_w = 1,6 HV \pm 0,1 HV \quad (2)$$

Diese Formel gibt den Verlauf im linearen Bereich der Diagramme in Abbildung 5 bei einem Lastverhältnis $R = \sigma_u/\sigma_o = -1$ wieder.

2.2. Ultrafeinkörnige Werkstoffe

In der Literatur gibt es keine allgemeingültige Definition von ultrafeinkörnigen und nanokristallinen Werkstoffen (engl.: nanocrystalline, NC). Auch deshalb ist eine Klassifizierung und Abgrenzung der beiden Werkstoffklassen nicht ganz einfach und mitunter kommt es zu unterschiedlichen Definitionen. Auch die ähnlichen mechanischen Eigenschaften machen eine Abgrenzung schwer und den Übergang fließend [27-33]. Der Unterschied besteht bei Versuchen der Definition meist ausschließlich in der minimal erreichten Korngröße. Im Falle der NC Werkstoffe erfolgt üblicherweise eine Definition der Korngröße unterhalb von 100 nm, wobei auch eine Abgrenzung zwischen 1 nm und 100 nm möglich ist [28, 34-36]. Die gebräuchlichste Definition von UFG Materialien ist ein Werkstoff, welcher eine Korngröße zwischen 100 nm und 1 μm aufweist [29, 30, 37, 38]. Teilweise wird aber auch in diesem Bereich von einem Submikrometerbereich gesprochen, bei weiterer Definition des ultrafeinkörnigen Bereich von 1-2 μm [34, 36]. Zusätzlich werden an UFG-Werkstoffe Anforderungen bezüglich der Homogenität, der Textur und des Anteils an Großwinkelkorngrenzen gestellt [39]. Im Rahmen dieser Arbeit wird bei den zugrundeliegenden Werkstoffen generell von einem ultrafeinkörnigen Gefüge ausgegangen, auch wenn Korngrößen unter 100 nm durchaus für einzelne Bereiche möglich sind.

Das große wissenschaftliche Interesse an UFG Materialien ist den exzellenten mechanischen Eigenschaften geschuldet [40-43]. Durch Kornfeinung können die quasistatischen sowie zyklischen Eigenschaften von Werkstoffen substantiell verbessert werden, wie in den folgenden Abschnitten 2.2.3 und 2.2.4 gezeigt. Abschnitt 2.2.5 beschreibt das Rissfortschrittsverhalten von UFG Werkstoffen und dient als Ergänzung zu den zyklischen Eigenschaften.

Zuerst erfolgen aber in den folgenden Abschnitten Beschreibungen über die möglichen Herstellungsverfahren (Abschnitt 2.2.1) sowie eine intensive Erörterung der Mechanismen, die zur Kornfeinung bei diesen Verfahren führen (Abschnitt 2.2.2). Abschließend zeigt Abschnitt 2.2.6 eine Unterteilung und Erörterung der verschiedenen Typen von Scherbändern in UFG und NC Werkstoffen um danach in 2.2.7 eine kurze Übersicht über den aktuellen Stand der Anwendungsgebiete bei ultrafeinkörnigen Werkstoffen zu geben.

2.2.1. Herstellung

Zur Herstellung ultrafeinkörniger Werkstoffzustände gibt es prinzipiell zwei grundsätzlich voneinander verschiedene Vorgehensweisen. Zum einen der Bottom-up und zum anderen der gegensätzliche Top-down Ansatz. Beim Bottom-up erfolgt der Aufbau eines zusammenhängenden UFG-Materialvolumens mittels eines Zusammenfügens einzelner Atome oder nanokristalliner Pulver. Hierfür kommen Verfahren wie Inertgas Kondensation [44, 45], elektrolytische Abscheidung [46] und Sintern in Frage [29]. Die Korngröße ist bei diesen Verfahren meist sehr klein, jedoch weisen die Proben üblicherweise eine Porosität auf, welche bei Zugversuchen die mechanischen Eigenschaften negativ beeinflussen kann. Ebenso sind die erreichbaren Probenabmessungen meist nur relativ klein [47-49]. Die Top-down Methoden zur Erstellung einer UFG-Mikrostruktur basieren weitestgehend auf dem Prinzip der massiven plastischen Deformation. Die Verfahren der SPD haben allesamt gemeinsam, dass unter einem hohen hydrostatischen Druck eine massive Scherverformung durchgeführt wird, welche mittels der Mechanismen in Abschnitt 2.2.2 zum Aufbrechen ehemaliger Korngrenzen und der Bildung neuer Großwinkelkorngrenzen (GWKG) führt [35, 39, 50]. Erste systematische Untersuchungen bezüglich der Kombination von Scherverformung und hohem Druck wurden bereits ab 1943 von Bridgman durchgeführt [51-54]. Bei den Top-down Verfahren gibt es zu den meist rein mechanischen oder auch thermomechanischen SPD Verfahren auch noch rein thermische Möglichkeiten nanostrukturierte Mikrostrukturen einzustellen. Ein Beispiel hierbei ist die Nanostrukturierung von siliziumhaltigen Stählen nach der Bainitisierung bei geringen Umwandlungstemperaturen. Hier können Dicken der Bainitplatten von unter 100 nm problemlos erreicht werden [55, 56].

Im weiteren Verlauf dieses Abschnittes erfolgt eine nähere Beschreibung der drei wichtigsten SPD-Verfahren, nämlich Equal Channel Angular Pressing (ECAP), Accumulative Roll Bonding (ARB) und High Pressure Torsion (HPT) sowie eine weitere Übersicht über vielversprechende neuere Verfahren.

Equal Channel Angular Pressing (ECAP)

Das ECAP Verfahren ist eines der bekanntesten und meist verwendeten Verfahren zur massiven plastischen Deformation [57]. Der Vorteil liegt in der Möglichkeit, große Materialvolumina in Kombination mit einer sehr geringen Korngröße im ultrafeinkörnigen Bereich herzustellen [58-61]. Abbildung 6 zeigt den prinzipiellen Verfahrensablauf beim ECAP.

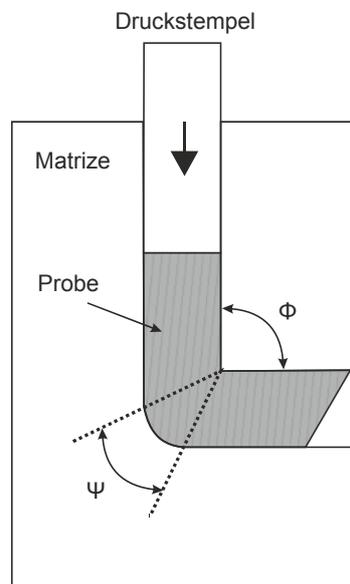


Abbildung 6: Schematischer Ablauf des ECAP-Prozesses mit den Winkeln Φ und ψ [39]

Mittels eines Druckstempels wird das Werkstück in eine Matrize durch einen Kanal gepresst. Durch die Umlenkung am Scheitelpunkt des Kanals wird gleichzeitig der hydrostatische Druck aufgebaut sowie eine Scherdehnung vollzogen. Die Umformung durch diesen Kanal wird durch die zwei Winkel Φ und ψ eindeutig mit einer Vergleichsdehnung ε_v beschrieben [62].

$$\varepsilon_v = N \left(\frac{2 \cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \csc\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right)}{\sqrt{3}} \right) \quad (3)$$

Da das Werkstück keine Änderung des Querschnitts erfährt, kann der erreichte Umformgrad durch N-malige Wiederholung des Vorgangs gesteigert werden. Jedoch ist die Anzahl der maximal erreichbaren ECAP Durchgänge meist durch den zu verformenden

Werkstoff selbst oder die Anforderungen an das Werkzeug begrenzt. Ist die Kaltverformungsfähigkeit des Werkstoffes erschöpft, können sich vor allem innerhalb des Ausgangskanals, bei vermindertem hydrostatischen Druck, Scherlokalisierungen bilden und Materialinhomogenitäten auftreten. Mittels eines Gegendruckes kann dieser Effekt zwar gemindert werden, jedoch steigen damit auch die Anforderungen an das Werkzeug und die Presskräfte [63-66]. Bei der mehrmaligen Verformung mittels ECAP ist eine Drehung der Probe durchaus üblich. Es wird dann von verschiedenen Routen gesprochen, welche zu einer Erhöhung der Homogenität durch Variation der Scherebenen des ultrafeinkörnigen Materials führen [67-69].

Bei ECAP sind auch die Fortschritte in Richtung der großindustriellen Anwendbarkeit am meisten vorangeschritten [70, 71]. Dies hat zum einen mit den relativ großen UFG-Volumina zu tun, welche mittels ECAP erreicht werden können. Zum anderen wurden aber auch in den letzten Jahren vermehrt sogenannte kontinuierliche ECAP Verfahren entwickelt, welche an späterer Stelle in diesem Abschnitt näher beschrieben werden.

Accumulative Roll Bonding (ARB)

Das Accumulative Roll Bonding Verfahren ist das neueste der üblicherweise angewandten SPD-Verfahren. ARB wurde Ende der neunziger Jahre des letzten Jahrhunderts erstmalig beschrieben [72-74] und zeichnet sich vor allem dadurch aus, dass kontinuierliches Platten- sowie Stangenmaterial mit ultrafeinkörniger Mikrostruktur durch einen Walzprozess hergestellt werden kann, wie in Abbildung 7 gezeigt.

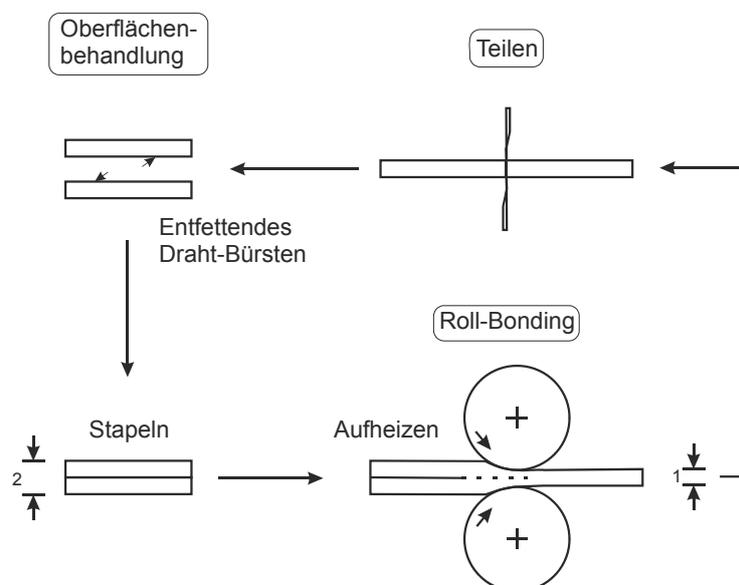


Abbildung 7: Schematischer Ablauf beim ARB Prozess [73, 74]

Bei konventionellen Walzprozessen ist es fast unmöglich, große Verformungen in das Werkstück einzubringen, da mit jedem Walzschritt eine Abnahme der Dicke verbunden

ist. Beim ARB Prozess erfolgt jedoch nach jedem Durchgang die Aufteilung des Werkstoffvolumens in zwei gleiche Teile, die dann während des nächsten Walzschrittes wieder zusammengefügt werden. Wegen der Kombination aus Walz- und Fügeverfahren hat sich der Begriff Accumulative Roll Bonding etabliert. Vor der Zusammenführung der zuvor getrennten Teile erfolgt eine gründliche Reinigung sowie Aufrauung der Oberfläche, um einen guten Zusammenhalt der einzelnen Schichten zu gewähren. Weitere Schritte wie beispielsweise das Aufbringen eines Schweißzusatzes sind nicht vorgesehen. In manchen Fällen erfolgt der Walzprozess bei einer erhöhten Temperatur unterhalb der Rekristallisationstemperatur, um die Walzkräfte zu verringern und den Zusammenhalt der einzelnen Teile zu steigern [75].

Die Mikrostruktur des Werkstoffes nach der ARB Behandlung weist entlang der Walzebene gestreckte, ultrafeinkörnige Zellen mit neu gebildeten Großwinkelkorngrenzen auf, welche ein hohes Verhältnis von Länge zu Breite aufweisen [76, 77]. Insgesamt können durch üblicherweise bis zu zehn ARB Schritte Korngrößen im Bereich weit unter 1 μm problemlos mittels eines Standardwalzwerkzeuges erreicht werden [75, 78]. Der Grad der massiven plastischen Deformation bei einer Dickenreduktion von 100% pro Zyklus kann mittels Formel (4) berechnet werden [72].

$$\varepsilon_v = N \left(\frac{2}{\sqrt{3}} \ln 2 \right) = 0,8 N \quad (4)$$

Die ARB Prozedur ist jedoch nur in der Theorie beliebig oft durchführbar. In der Praxis entstehen nach einer bestimmten Anzahl an Zyklen Risse an den Kanten der einzelnen Bleche [73, 79], wodurch eine weitere Kornfeinung erschwert wird.

High Pressure Torsion (HPT)

Das High Pressure Torsion Verfahren gilt als das älteste Verfahren der massiven plastischen Deformation, welches systematisch zur Erstellung ultrafeinkörniger Gefügezustände angewandt wird. Das grundlegende Prinzip wurde bereits von Nobelpreisträger Percy Williams Bridgman im Jahre 1943 beschrieben, wobei lediglich die Auswirkungen eines hydrostatischen Druckes, teilweise vergleichbar mit heutigen Drücken beim HPT, bei Torsionsbeanspruchung untersucht wurden [54]. Erste systematische Untersuchungen, abzielend auf die Erstellung eines feinkörnigen Gefüges, wurden in der ehemaligen UDSSR Mitte der 1980er Jahre durchgeführt [80]. Beim High Pressure Torsion Verfahren wird eine zylindrische Scheibe des Ausgangsmaterials zwischen zwei Stempel gelegt, wie in Abbildung 8 schematisch gezeigt. Nach der Aufbringung eines hohen Druckes erfolgen durchgängige Rotationen von einem der Stempel [81, 82]. Gezeigt in Abbildung

8a) ist die idealisierte Durchführung des HPT Prozesses, welche sich von der praktischen Ausführung in Abbildung 8 b-d) unterscheidet.

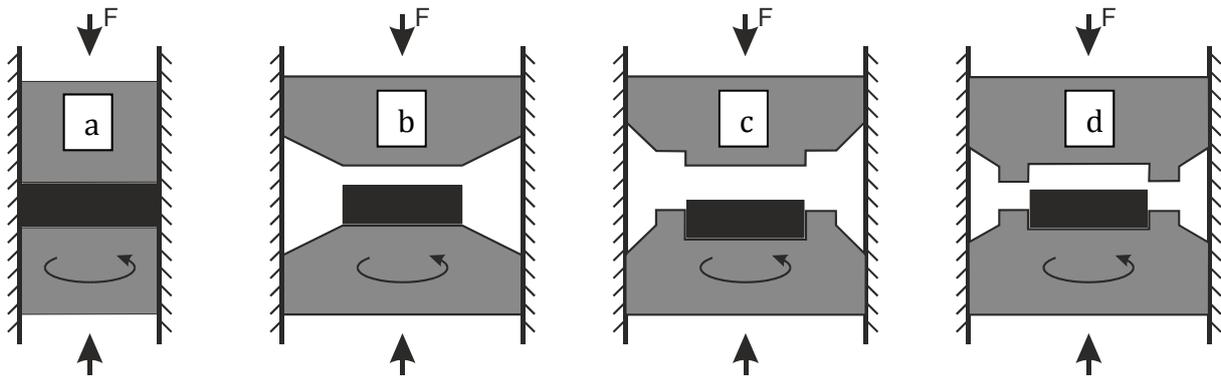


Abbildung 8: Schematische Darstellung des HPT Aufbaus in a) idealisierter und b-d) praktischer Ausführung nach [81, 83]

In der praktischen Ausführung wird üblicherweise zwischen unberandetem und berandetem HPT unterschieden. Das unberandete HPT findet nur wenig Anwendung, da keine Möglichkeit besteht, den Materialfluss nach außen aufzuhalten und damit einen hydrostatischen Gegendruck aufzubauen [84]. Die Ausführung in Abbildung 8d) hat sich aufgrund der symmetrischen Kräfteinleitung am besten bewährt, auch weil nur ein kleiner Spalt ein geringes Maß an austretendem Probenmaterial zulässt [83]. Die aufgebrachte Scherdehnung sowie die Vergleichsdehnung durch die HPT-Prozedur kann mit Gleichung (5) berechnet werden.

$$\gamma = \frac{2 \pi N}{t} r \quad \text{oder} \quad \varepsilon_v = \frac{2 \pi N}{\sqrt{3} t} r \quad (5)$$

Hierbei ist N die Anzahl der vollständigen Rotationen, r der Abstand des betrachteten Punktes vom Mittelpunkt der Scheibe und t die Dicke der Scheibe [85, 86]. Bei Anwendung der Formel ergibt sich ein Gradient der Dehnungen über die Scheibe zum Mittelpunkt hin, was typisches Erscheinungsbild einer Torsionsverformung ist. Meistens resultiert dieser Gradient der Dehnung auch in einem Gradienten der Härteverteilung, jedoch wird auch von einer Homogenisierung der Härte mit zunehmender Anzahl an Rotationen berichtet, sobald das Verfestigungsvermögen des äußeren Materialvolumens erschöpft ist und eine Sättigung auftritt [87-89]. Abbildung 9 links und Mitte zeigen, wie sich der Härtegradient bei technisch reinem Aluminium mit zunehmender Anzahl an HPT-Umdrehungen abbaut. Vorhauer et al [90] begründen die gänzliche Abwesenheit von Härtegradienten mit unsymmetrischen Prozessführungen beim HPT und konnten bei idealer Durchführung auch bis zu sehr großen Scherverformungen ein Minimum der Härte nachweisen, wie in Abbildung 9 rechts bei einem austenitischen Chrom-Nickel Stahl gezeigt.

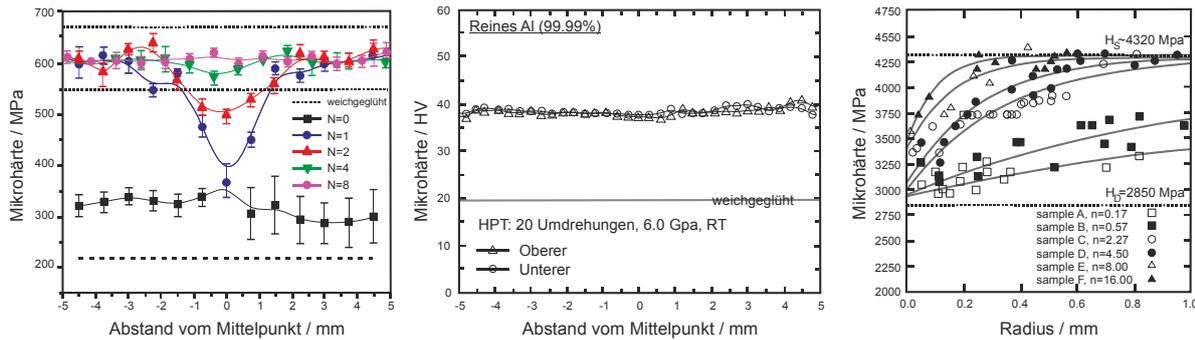


Abbildung 9: Härteverteilungen nach HPT Behandlung in UFG-Al Werkstoffen aus [87] (links) und [89] (Mitte) und bei UFG-CrNi Stahl [90] (rechts)

Nichts desto trotz kann eine Erhöhung der Anzahl der Durchgänge beim HPT zu einer deutlichen Homogenisierung des Probenvolumens führen, jedoch ist die plastische Verformungsfähigkeit des verwendeten Materials ausschlaggebend, worauf auch Abbildung 9 hindeutet.

HPT gilt allgemein als das SPD Verfahren, welches aufgrund der kontinuierlichen Versuchsführung und der hohen erreichbaren Umformgrade am effektivsten in Bezug auf Kornfeinung ist [40, 81, 91, 92]. Auch ist das HPT-Verfahren für spröde Materialien durchaus geeignet, vor allem im Bereich der massiven plastischen Deformation von mittel- und hochkohlenstoffhaltigen Stählen. Um auch diese Materialien einer SPD Prozedur zu unterziehen, wird sich meist einer erhöhten Temperatur unterhalb der Rekristallisationstemperatur bedient [93-95]. Großer Nachteil der Methode sind nur sehr kleine zu erreichende Probenabmessungen durch die überproportional ansteigenden Drücke und Belastungen der HPT-Werkzeuge bei größer werdenden Probenvolumina [81, 96].

Beim High Pressure Torsion wurde in der Vergangenheit immer wieder von Inhomogenitäten des Werkstoffvolumens berichtet [97-99]. Diese dehnen sich meist innerhalb der Scherebene aus und sollten unbedingt vermieden werden, um ein homogenes Materialvolumen sicherstellen zu können. Beim HPT wird insbesondere von wirbelartigen Fließmustern auf der Scheibenoberfläche berichtet, welche von rissartigen Begrenzungen eingefasst sind.

Neue Verfahren der SPD

Die vorher beschriebenen SPD-Verfahren beruhen zwar auf dem gleichen Prinzip der Kornfeinung, jedoch gibt es bei dem Grad der zu erreichenden Kornfeinung und der Größe des ultrafeinkörnigen Materialvolumens signifikante Unterschiede. Beim HPT ist der Grad der Kornfeinung am höchsten und die erreichten Probenabmessungen am geringsten. Genau gegensätzlich dazu sind die Verhältnisse beim ARB. ECAP ist das meist verwendete Verfahren, auch weil es einen Kompromiss aus Größe des erreichten Materialvolumens und Grad der Kornfeinung darstellt. In der jüngeren Vergangenheit haben

sich auch durchaus vielversprechende neue Verfahren herauskristallisiert, da alle bisher beschriebenen etablierten Verfahren immer noch gewisse Schwächen bei der großserientechnischen Herstellung aufweisen.

Abbildung 10 zeigt drei kontinuierliche Methoden auf Basis der Prozesse beim ECAP.

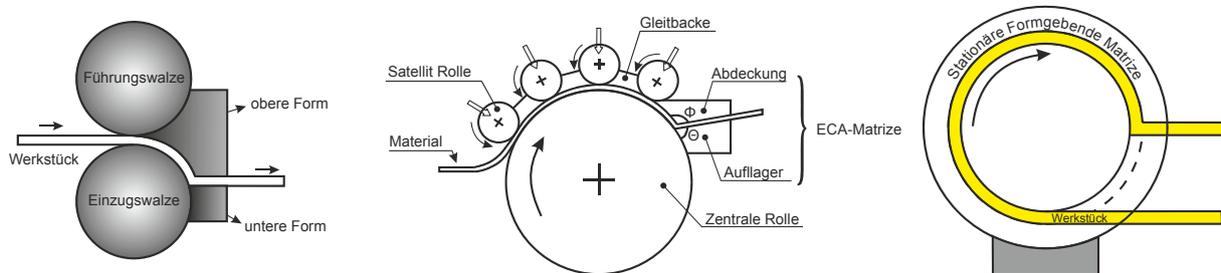


Abbildung 10: Schematische Darstellung kontinuierlicher SPD-Verfahren auf ECAP Basis; C2S2 [100] (links), Conshearing [101] (Mitte) und ECAP Conform [102] (rechts)

Beim Continuous Confined Strip Shearing (C2S2) wird mittels einer mit Zähnen behafteten Rolle kontinuierlich Material in das ECAP-Werkzeug transportiert, um dort die Scherverformung zu vollziehen. Ähnliches passiert beim Conshearing, wobei der Aufbau und die Anzahl der Transportrollen unterschiedlich sind. Der Grad der Umformung dürfte bei ECAP Conform am höchsten sein. Zwar wird auch Material durch eine Rolle in ein ECAP Werkzeug gepresst, jedoch vollzieht sich durch die Umlenkung in der Rolle selbst schon ein ausgeprägter Umformprozess [100-102].

Analog zum High Pressure Torsion kann die Scherverformung auch durch plastische Torsionsverformung vollzogen werden. Abbildung 11 zeigt zwei Verfahren, welche sich dieses Prinzips bedienen, nämlich das Continuous High Pressure Torsion (CHPT) und das Severe Torsion Straining (STSP) Verfahren.

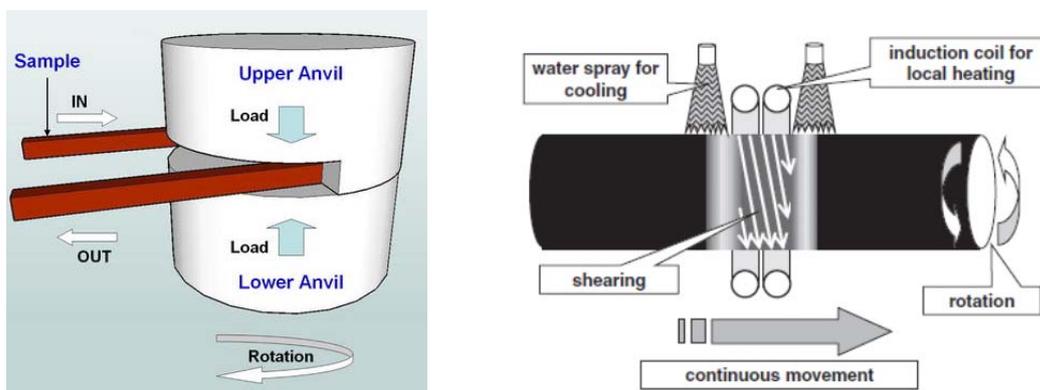


Abbildung 11: Schematische Darstellung kontinuierlicher SPD-Verfahren auf HPT-Basis; CHPT [103] (links) und STSP [104] (rechts)

CHPT ist dabei am ähnlichsten zum standardmäßigen HPT, bis auf die Tatsache, dass die Stempel eine Öffnung haben und keine Scheiben verwendet werden. Der Teil des Stan-

genmaterials, welcher unter einem hohen Druck im Eingriff der Stempel ist, wird durch Bewegung des unteren Stempels mittels Reibschluss durch einen halbkreisförmigen Kanal befördert. Bei C45 Stahl konnten auf diese Weise bereits Korngrößen im Mikrometerbereich eingestellt werden [103]. Das STSP Verfahren eignet sich bestens zur großtechnischen Anwendung. Hierbei wird ein rundes Werkstück einer Torsion ausgesetzt. Durch gezielte Temperaturerhöhung und Abkühlung können die Bereiche eingestellt werden, welche eine massive plastische Deformation durch die Torsionsbelastung erfahren [104].

2.2.2. Entwicklung der Mikrostruktur bei massiver plastischer Deformation

Die massive plastische Deformation ist eine weit verbreitete Möglichkeit zur Erstellung einer ultrafeinkörnigen oder nanokristallinen Mikrostruktur [34, 58, 95, 105, 106]. Es gibt zwar viele mehr oder weniger bekannte Verfahren zur Erstellung eines UFG oder NC Materials mittels SPD, letztendlich beruhen diese aber alle auf ähnlichen Modellvorstellungen. Die bekanntesten Modelle zur Erklärung der Kornfeinung bei SPD sind beschrieben nach Valiev [86], Huges und Hansen [107, 108] und Meyers [47]. Diese Modelle unterscheiden sich nur in wenigen Bereichen und legen in allen Fällen zugrunde, dass die Reduktion der Korngröße durch eine Ansammlung und Aufstauung von Versetzungen begründet ist. Diesen Sachverhalt gibt Abbildung 12 schematisch wieder.

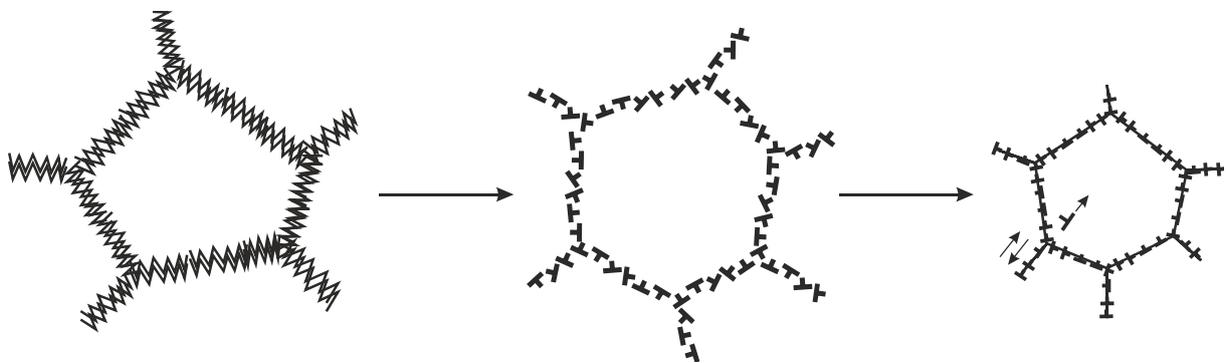


Abbildung 12: Schematische Entwicklung einer UFG Mikrostruktur nach dem Modell von Valiev [86]; regellose Anordnung von Versetzungen zu Zellen (links), dann Anordnung zu KWKG (Mitte) und Bildung neuer Großwinkelkorngrenzen (rechts)

Das Modell nach Valiev wurde durch experimentelle Untersuchungen an Armco Eisen entwickelt, welches mit HPT gefeint wurde und geht von sukzessiver versetzungsgesteuerter Entstehung von neuen Großwinkelkorngrenzen eines einzelnen Kornes aus. Große Dehnungen führen zu einer Erhöhung der Versetzungsdichte, wobei eine Konzentration in Zellen bevorzugt stattfindet. Gegensätzlich gerichtete Versetzungen löschen sich bekanntlich aus und durch Polygonisation entstehen folglich zuerst neue Kleinwinkelkorngrenzen (KWKG). Mit zunehmender Dehnung steigt die Anzahl von

KWKG und eine sukzessive Umwandlung von KWKG in GWKG geht von statten. Dies ist ein kontinuierlicher Prozess, wobei die maximal zu erreichende Kornfeinung von Erholungsprozessen limitiert zu sein scheint und bei einer sehr hohen Dehnung eine Sättigung eintritt. Es ergibt sich jedoch eine Abhängigkeit vom Material selbst, insbesondere der Anzahl der Phasen, der Stapelfehlerenergie und der Temperatur [85, 109, 110]. Zum einen ist bekannt, dass eine maximal zu erreichende Versetzungsdichte existiert. Somit ist die Korngröße limitiert, da die Kornfeinung im gezeigten Modelle direkt von einer Änderung der Versetzungsstruktur abhängt [111-113]. Mit zunehmender massiver plastischer Deformation vollzieht sich demnach nur noch eine Rotation der Körner zu höheren Missorientierungswinkeln, nicht aber eine Verringerung der Korngröße [109, 113, 114]. Zum anderen gilt aber auch das Phänomen der Korngrenzenwanderung als ausschlaggebend, welches zu einer minimal zu erreichenden Korngröße durch massive plastische Deformation führt [86, 115].

Im Gegensatz zum Modell nach Valiev erklärt das Modell nach Hughes und Hansen zusätzlich die Ausprägung einer Vorzugsrichtung innerhalb der Mikrostruktur. Dafür ist eine Unterteilung in zufällige Versetzungsbegrenzungen (engl.: incidental dislocation boundaries; IDBs) und geometrische notwendige Begrenzungen (engl.: geometrically necessary boundaries; GNBs) nötig. Abbildung 13 zeigt die verschiedenen Ausprägungen von Substrukturen innerhalb einer gefeinten Mikrostruktur.

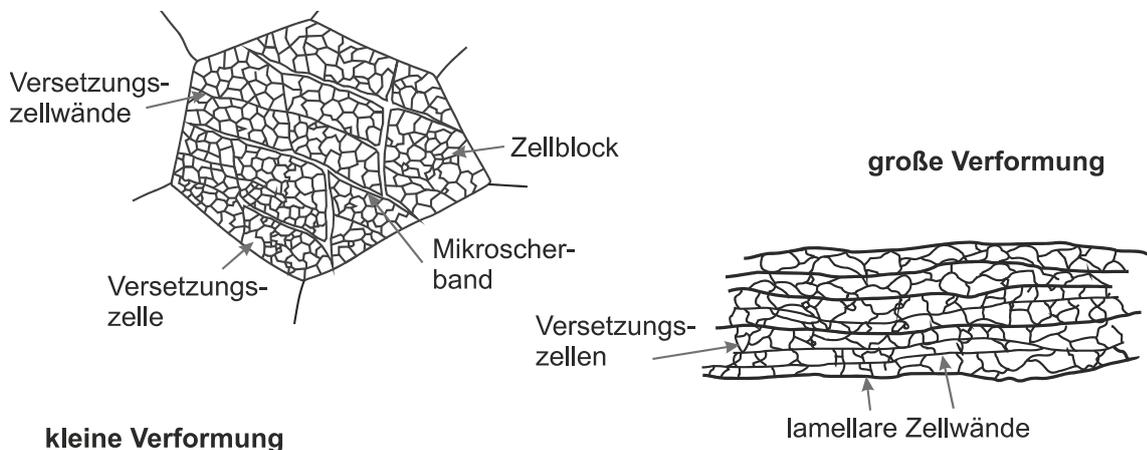


Abbildung 13: Schematische Entwicklung einer UFG Mikrostruktur nach dem Modell von Hughes und Hansen [107, 108]

IDBs entsprechen polygonisierten Versetzungszellwänden (engl. Dense dislocation walls; DDWs) und bilden die kleinste Einheit. Sie können mit benachbarten Zellen (engl.: Cells) zu Zellblöcken (engl.: Cell Blocks) zusammengefasst werden. Im Falle kleiner Verformungen sind die Zellblöcke untereinander durch Mikrobänder oder dichte Versetzungswände getrennt, welche zu den geometrisch notwendigen Begrenzungen gehören. Beim Übergang zu hohen Verformungen resultiert eine Vorzugsrichtung mit lamellaren

Begrenzungen, den sogenannten Scherbändern, welche die Versetzungszellen anordnen [85, 107, 108, 116]. Die geometrisch notwendigen Subkorn Grenzen weisen im Allgemeinen deutlich schneller eine Missorientierung im Großwinkelbereich über 15° auf als die zufälligen Versetzungsbegrenzungen. Diese erfahren eine Erhöhung der Missorientierung analog zu den Mechanismen in Abbildung 12.

Abbildung 14 zeigt die Veränderung der Mikrostruktur eines ferritisch-perlitischen Stahles bei verschiedenen Stadien der massiven plastischen Deformation.

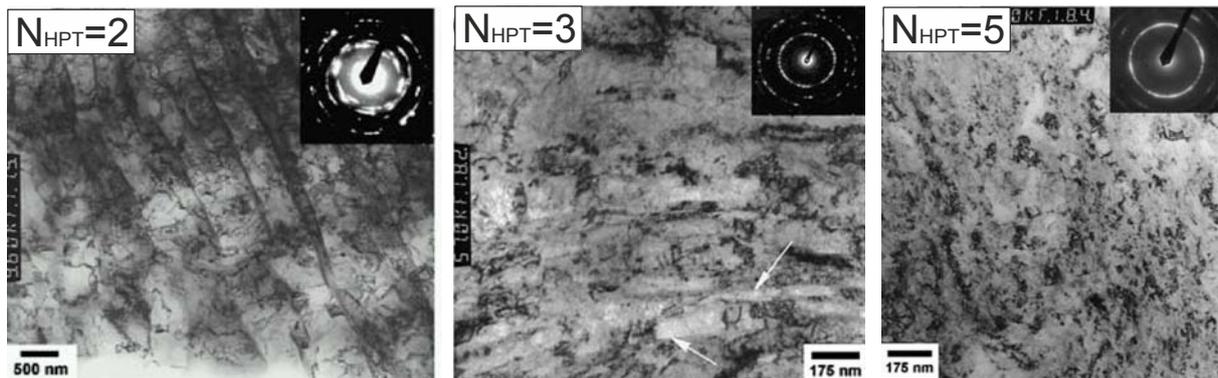


Abbildung 14: TEM-Aufnahmen der Mikrostrukturen des Stahles UIC 860 nach einer unterschiedlichen Anzahl N_{HPT} an HPT-Rotationen [94]

Die Untersuchungen [94] zeigen im ersten Schritt die Bildung einer lamellaren Zellstruktur mit überwiegend Kleinwinkelkorngrenzen. Die $(110)\alpha$ -Eisen-Spots der transmissionselektronenmikroskopischen Beugungsbilder zeigen sich etwas getreckt, entsprechend einer Missorientierung von etwa 2-3 Grad. Nach drei Rotationen entstehen allmählich einzelne nanostrukturierte Bereiche mit immer noch langgestreckten Körnern, welche Korndurchmesser im Bereich von etwa 100 nm aufweisen. Die Körner werden, wie mittels der Pfeile gezeigt, teils von dichten Versetzungszellwänden, analog zur Theorie von Hughes und Hansen [107, 108] getrennt. Die nun teilweise durchgängigen und besser ausgeprägten Debye-Scherrer Ringe zeigen die Entwicklung von neuen Großwinkelkorngrenzen. Nach einer weiteren Verformung von insgesamt fünf Rotationen hat sich eine polykristalline und homogene Nanostruktur mit einer mittleren Korngröße von 10 nm gebildet. Das indizieren auch die scharf abgegrenzten und durchgängigen Debye-Scherrer Ringe, welche jedoch nach zehn Rotationen keine Spots für Zementit mehr anzeigen. Es erfolgte also eine Auflösung des Zementits, was in [94] auch mit alternativen Messmethoden gezeigt werden konnte. Konsistent sind diese Erkenntnisse mit anderen Literaturstellen [94, 117-119], meistens in Zusammenhang mit massiver plastischer Deformation bei Raumtemperatur. Bei erhöhten Temperaturen konnten in [93] lediglich nanostrukturierte Zementitpartikel an den Korngrenzen nachgewiesen werden, jedoch wurde keine vollständige Auflösung des Zementits detektiert.

Die Temperatur spielt bei der massiven plastischen Deformation vor allem bei festen und hochfesten Materialien eine wichtige Rolle. Oftmals entstehen während der Herstellung bei Raumtemperatur Risse oder andere Inhomogenitäten. Auch sind die Werkstoffe nach der Behandlung meist sehr spröde und thermisch nicht stabil [120-122]. Für eine thermische Behandlung, um diese Eigenschaften zu verbessern, gibt es grundsätzlich zwei Möglichkeiten. Zum einen wird die massive plastische Deformation direkt bei einer erhöhten Temperatur (bei Stählen meistens bei 350-400 °C) durchgeführt, was sich auch positiv auf die Verformbarkeit und das Verfestigungsvermögen des deformierten Werkstoffes auswirkt [93, 123, 124]. Zum anderen kann aber auch anschließend an die massive plastische Deformation eine Wärmebehandlung durchgeführt werden. Diese sorgt für einen Abbau von Versetzungsaufstauungen und kann das starke thermodynamische Ungleichgewicht an den Korngrenzen abbauen und somit die mechanischen Eigenschaften, insbesondere die Duktilität des Werkstoffs verbessern [121, 125-127]. Insbesondere bei Aluminiumlegierungen können aber auch Ausscheidungsvorgänge die mechanischen Eigenschaften bei thermischer post-SPD Behandlung beeinflussen [128]. Im Gegensatz zur weit verbreiteten Erklärung der Kornfeinung mittels Polygonisation von Versetzungen und die resultierende Bildung einer Substruktur gibt es in der Literatur auch alternative Begründungen. So gehen [129] und [130] davon aus, dass eine kontinuierliche dynamische Rekristallisation auf der Basis dynamischer Erholung abläuft und dadurch sehr kleine versetzungsfreie Körner gebildet werden können.

2.2.3. Quasistatische Eigenschaften ultrafeinkörniger Werkstoffe

Zu den wichtigsten mechanischen Eigenschaften gehören die Festigkeit oder die Härte eines Werkstoffes. Diese beiden Werkstoffkennwerte können beispielsweise durch gezielte Zulegierung oder Wärmebehandlung erhöht werden. Hinter solchen Steigerungen stehen immer ein oder mehrere Verfestigungsmechanismen. Es gibt dabei im Allgemeinen vier Möglichkeiten, nämlich die Versetzungs-, Mischkristall-, Teilchen- oder Korngrenzenverfestigung, um die quasistatischen Festigkeiten zu verbessern [2, 4, 131]. Im Gegensatz zu den anderen Mechanismen ist die Korngrenzenverfestigung der einzige Verfestigungsmechanismus, welcher es erlaubt, die Festigkeit zu steigern und nicht zwangsläufig zusätzlich an Duktilität einzubüßen. Meist ist die Korngrenzenverfestigung aber auch mit Versetzungsverfestigung verbunden, welche die Duktilität verringert. Die exzellenten mechanischen Eigenschaften von ultrafeinkörnigen Werkstoffen beruhen größtenteils auf der Korngrenzenverfestigung. Basis für diesen Mechanismus ist der Hall-Petch Zusammenhang [24, 25] aus Gleichung (6).

$$R_e = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (6)$$

Hierbei ist R_e die aktuelle Fließgrenze des Werkstoffs mit der Korngröße d . Die Spannung σ_0 ist eine sogenannte Reibspannung, die für eine Versetzungsbewegung nötig ist und ebenso eine Materialkonstante darstellt wie die Hall-Petch Konstante k . Bei UFG Werkstoffen gilt die Hall-Petch Beziehung uneingeschränkt [132-136]. Jedoch ist bei NC Werkstoffen durchaus der inverse Hall-Petch Effekt zu beobachten [27, 137-139], mit geringerer Festigkeit bei Verringerung der Korngröße. Ansätze für dieses gegensätzliche Phänomen existieren vielfach, wobei bei den meisten Erklärungsversuchen ein alternativer Deformationsmechanismus, das Korngrenzengleiten, für die Verringerung der Festigkeit verantwortlich gemacht wird [137, 140].

Bei NC Werkstoffen ist es darüber hinaus möglich, mittels einer sehr feinen Kornstruktur die Duktilität zu steigern und dadurch teilweise sogar superplastisches Materialverhalten zu erhalten. Dies geschieht zusammen mit einer starken Erhöhung der Festigkeit wie dargestellt in Abbildung 15 [141-144].

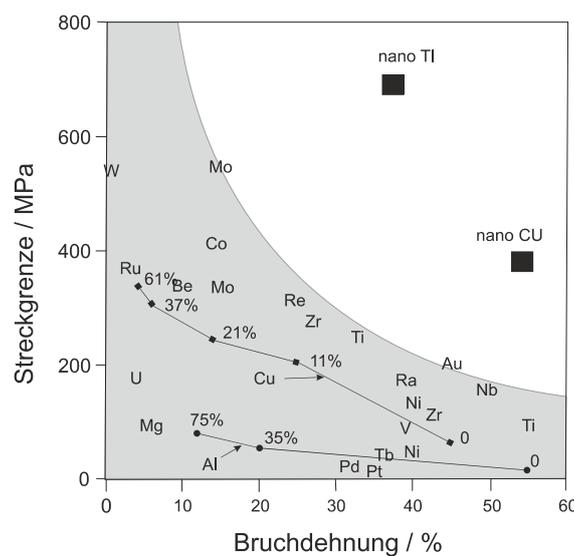


Abbildung 15: Zusammenhang von Fließgrenze und Bruchdehnung für verschiedene CG und nano-Ti bzw. nano-Cu [144]

Die Erkenntnisse der Superplastizität bei NC Werkstoffen sind ein großer Bestandteil der Motivation bei der Forschung im UFG Bereich [28, 50, 106, 145]. Allerdings ist diese meist ebenfalls auf Korngrenzengleiten zurückzuführen, welches unabhängig von Versetzungsbewegung zu plastischer Deformation führt [146, 147]. Existiert dieser alternative Mechanismus nicht oder ist nur schwach ausgeprägt, wie in dem überwiegenden Teil an UFG-Materialien, verringert sich in der Praxis im Allgemeinen die Duktilität eines gefeinten Werkstoffes aufgrund der Erhöhung der Versetzungsdichte bei der SPD [145, 148, 149]. Diese geht mit der Verringerung der Korngröße einher und schränkt die Be-

weglichkeit der Versetzungen ein, welche ausschlaggebend für das plastische Verformungsvermögen ist.

Diesen Sachverhalt zeigt auch Abbildung 16 durch einen Vergleich von Spannungs-Dehnungs-Zusammenhängen, welche alle geringere Duktilität nach der massiven plastischen Deformation aufweisen.

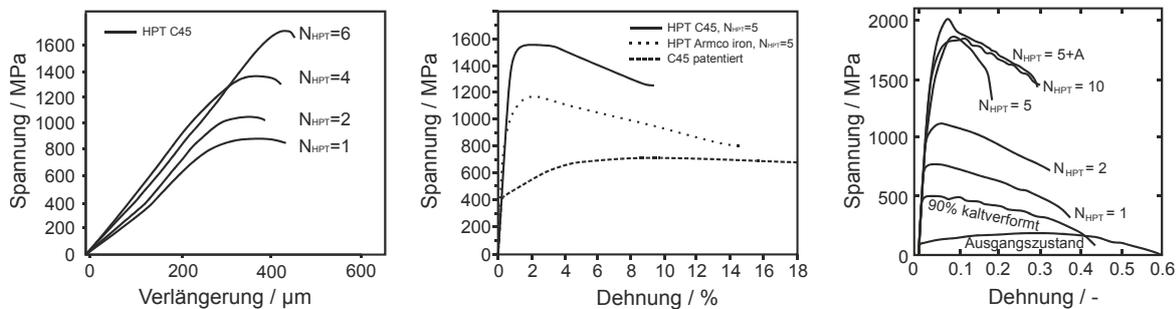


Abbildung 16: Spannungs-Dehnungs Zusammenhänge bei Zugproben aus dem Vergütungsstahl C45 und Armco Eisen [43] (links) und [93] (Mitte); weiterhin aus sehr niedrigkohlenstoffhaltigem Stahl [127](rechts) alle nach einer verschiedenen Anzahl von HPT Schritten

Es handelt sich um Versuchsergebnisse aus Untersuchungen dreier Forschergruppen an sehr niedrig- und mittelkohlenstoffhaltigen Stählen nach HPT [43, 93, 127]. In Abbildung 16 links und Abbildung 16 Mitte sind Ergebnisse von Stählen mit einer Kohlenstoffkonzentration von 0,45-Masse-% und von Armco-Eisen nach einer verschiedenen Anzahl von HPT-Umdrehungen gezeigt. Festzuhalten ist die geringe Gleichmaßdehnung bei etwa gleicher Festigkeit der Kohlenstoffstähle nach hohen massiven plastischen Deformationen. Bei der Publikation nach Zrnik et al [43] ist zusätzlich die Bruchdehnung deutlich geringer als im Falle der Untersuchungen von Ning et al [93] ausgeprägt. Jedoch kann im ersteren Falle keine verlässliche quantitative Aussage getroffen werden, da lediglich die Werte der Verlängerung und keine vergleichbaren und absoluten Dehnungswerte vorliegen. Bei erhöhter Bruchdehnung und somit besserer Duktilität ist die Festigkeit von Armco-Eisen nach identischer SPD geringer. Die Festigkeiten wurden in allen Fällen durch die HPT-Prozedur um mehr als 100% erhöht. Dies gilt ebenfalls für die Ergebnisse aus Abbildung 16 rechts, welche sich auf einen Stahl mit einer sehr geringeren Kohlenstoffkonzentration von 11 Masse-ppm beziehen [150]. Sie zeigen aber auch, dass im Vergleich zum entsprechenden Ausgangszustand Gleichmaß- und Bruchdehnung abgenommen haben, jedoch konnte mittels einer Glühbehandlung nach fünf HPT-Umdrehungen Festigkeit und Duktilität verbessert werden. Der Wert von 30 % als Bruchdehnung scheint jedoch bei Vergleich mit Abbildung 16 Mitte unrealistisch hoch. Bei Berechnung des Elastizitätsmoduls aus den Daten von Abbildung 16 rechts ergibt sich lediglich ein Wert von ungefähr 50000 MPa was, bei Annahme eines Elastizitätsmo-

dules von 210000 MPa für Stahl, die Aussagekräftigkeit der Ergebnisse anzweifeln lässt. Ein Faktor zwei bis drei im Unterschied der Bruchdehnungen lässt sich damit relativieren. Letztlich dürfte vor allem die Mikroprüfung und deren Durchführung einen Einfluss auf die Vergleichbarkeit der Ergebnisse gehabt haben.

2.2.4. Zyklische Eigenschaften ultrafeinkörniger Werkstoffe

Bei der Verwendung von Werkstoffen, insbesondere neuer Werkstoffklassen, ist eine Betrachtung der quasistatischen Eigenschaften nicht ausreichend. Wird der Werkstoff im Betrieb einer zyklischen Last ausgesetzt, muss der Werkstoffwiderstand gegen Ermüdung, die Schwingfestigkeit, zur Auslegung eines Bauteils verwendet werden. Im Bereich der ultrafeinkörnigen Metalle befasst sich ein großer Anteil an Veröffentlichungen über die zyklischen Eigenschaften mit einphasigen Werkstoffen wie Kupfer und Aluminium [113, 151-156].

Diese Werkstoffe waren vor allem wegen ihrer guten Verformungsfähigkeit auch bei Raumtemperatur die ersten, welche eine systematische Herstellung von ausreichend Material für Ermüdungsversuche zuließen. Wie bereits in Abschnitt 2.1 erwähnt, besteht bei normalkörnigen Werkstoffen nur dann eine Abhängigkeit der Ermüdungsfestigkeit von der Korngröße, wenn es während der zyklischen Belastung nicht zur Ausprägung von Versetzungszellwänden kommt. Dies gilt für Werkstoffe, die eine geringe Stapelfehlerenergie aufweisen und somit ein geringes Vermögen zur Quergleitung haben. Im Bereich ultrafeinkörniger Mikrostrukturen ist jedoch aufgrund der geringen Korngröße oft keine Bildung von Versetzungszellen mehr möglich. In diesem Falle ist davon auszugehen, dass die Hall-Petch Beziehung auch bei Ermüdung gilt und bei geringerer Korngröße eine erhöhte Ermüdungsfestigkeit resultiert [15, 157].

Innerhalb der ersten Phase von Ermüdungsuntersuchungen entstanden die viel zitierten Erkenntnisse von Mughrabi und Höppel [14], zusammengefasst in Abbildung 17. Es wurde gezeigt, dass sich die Dehnungswöhlerlinien für Werkstoffe mit konventioneller und ultrafeiner Korngröße unterscheiden. Im Bereich hoher Lastwechselzahlen (engl.: High Cycle Fatigue, HCF) und geringer Totaldehnungen, vor allem geringer plastischer Dehnungen, ist das Ermüdungsverhalten hauptsächlich von der Festigkeit/Härte des Materials bestimmt. Die Wöhlerlinie lässt sich in diesem Bereich sehr gut mit der Basquin-Geraden annähern. Im Gegensatz hierzu erfolgt die Beschreibung des Bereichs geringer Lastzyklen (engl.: Low cycle fatigue, LCF) mittels der Coffin-Manson Beziehung, wobei der Verlauf hauptsächlich von der Duktilität und der Fähigkeit zyklisch hohe Dehnungen zu vollziehen abhängt [4, 5].

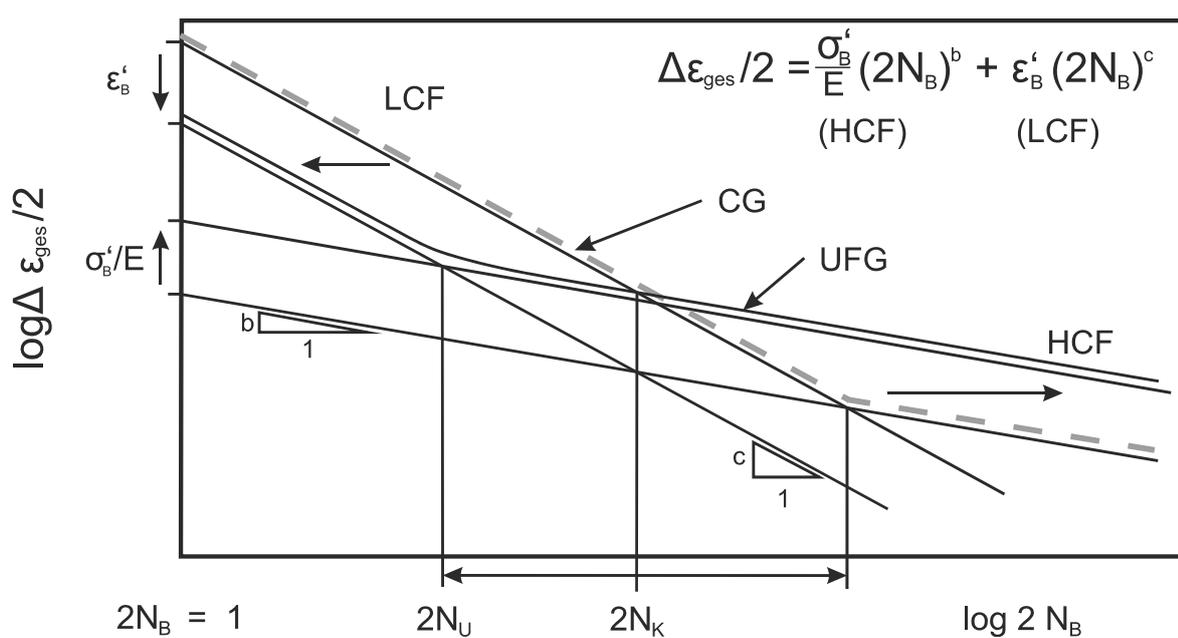


Abbildung 17: Gegenüberstellung der Ermüdungseigenschaften von festen UFG und duktilen grobkörnigen Werkstoffen mittels Totaldehnungswöhlerkurven [14]

Da UFG Werkstoffe exzellente quasistatischen Festigkeiten aufweisen, erreichen sie oftmals auch deutlich höhere Dauerfestigkeiten im HCF-Bereich, verglichen mit den grobkörnigen Ausgangszuständen [41, 42, 151, 158, 159]. Da aber UFG Werkstoffe auch meist über eine geringere Duktilität verfügen, erfolgt wie in Abbildung 17 gezeigt ein Überkreuzen der Dehnungswöhlerlinien von UFG Werkstoffen und der Werkstoffe mit konventioneller Korngröße (engl.: conventional grain size, CG). Die damit verbundene Verringerung der LCF-Festigkeit für UFG-Werkstoffe wurde in der Vergangenheit bereits ausgiebig diskutiert [157, 160, 161]. Das Überkreuzen der Wöhlerlinien konnte nur bei dehnungsgeregelten Versuchsdurchführungen beobachtet werden. Mughrabi macht die Ausbildung von Scherbändern während der LCF Ermüdung für eine Verformungslokalisierung und somit geringere Lebensdauer im Vergleich zu den Ausgangsgefügen verantwortlich [30, 162]. Als weiterer Grund gilt eine zyklische Entfestigung in Form lokaler dynamischer Rekristallisation und somit lokaler Kornvergrößerung [152, 154, 155]. Abbildung 18 links zeigt diesen schematisch beschriebenen Sachverhalt durch Versuchsergebnisse der Aluminiumlegierung AlMg0,5. Der Punkt der Überkreuzung ist bei 2×10^4 Zyklen im Dehnungswöhlerdiagramm deutlich ausgeprägt. Erfolgt der Bruch nach dieser Anzahl an Schwingspielen, weist der UFG Zustand eine höhere ertragbare Dehnung auf. Im LCF Bereich resultieren höhere ertragbare Dehnungen für den CG Zustand. Dieses Verhalten wurde für viele einphasige UFG Werkstoffe wie Kupfer, Aluminium oder Messing bereits nachgewiesen, jedoch nicht bei UFG Titan [157]. In mehreren Untersuchungen konnte gezeigt werden, dass sich Ausmaß und Wirkung der zyklischen Entfestigung

verändern, sobald der Anteil an Legierungselementen, beziehungsweise an Unreinheiten größer wird [30, 151, 160].

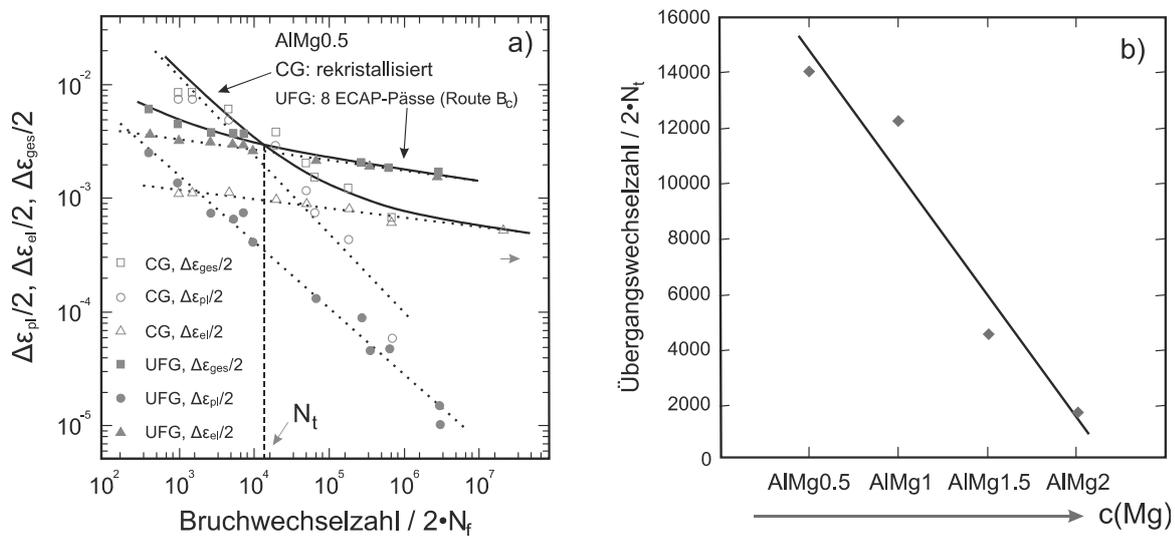


Abbildung 18: Dehnungswöhlerlinien für AlMg0,5 [160] im CG und UFG Zustand (links) und Abhängigkeit des Wöhlerlinienschnittpunktes von der Legierungszusammensetzung (rechts)

In Abbildung 18 rechts ist dieser Sachverhalt bei einer Aluminium-Magnesium Legierung gezeigt, wobei der Anteil an Magnesium steigt und der Schnittpunkt sukzessive zu geringeren Lastwechseln verschoben wird. Es wird allgemein davon ausgegangen, dass die Entfestigungsmechanismen wie Scherbandbildung und vor allem die dynamische Rekristallisation durch eine höhere Unreinheit gehemmt werden. Die Legierungselemente können die Korngrenzen zum einen direkt stabilisieren, zum anderen wird aber auch von einem höheren Anteil an Großwinkelkorngrenzen nach der SPD bei einphasigen UFG Werkstoffen mit größerer Unreinheit gesprochen [30, 151, 160]. Jedoch wird auch die Duktilität des CG Werkstoffzustandes durch Zulegierung oder Unreinheit verringert. Beide Effekte wirken sich positiv auf die Verschiebung des Schnittpunktes aus, wodurch diese Materialien auch für technische Anwendungen bei hohen zyklischen Dehnungen durch ihre exzellenten Ermüdungseigenschaften an Bedeutung gewinnen. Laut Mughrabi ist die Verschiebung des Schnittpunktes zu geringeren Lastwechseln einer der Schlüssel, die Ermüdungseigenschaften von UFG Werkstoffen zu verbessern [30].

Bisher wurden innerhalb dieser Betrachtungen nur einphasige Werkstoffe behandelt, vor allem Kupfer, das hauptsächlich in der ersten Zeit der UFG-Forschung als Modellwerkstoff verwendet wurde, um die generellen Prinzipien und Grundlagen zu erforschen. Es hat sich gezeigt, dass vor allem die Stabilisierung der Korngrenzen und das Zusammenspiel mit den Versetzungen entscheidend bei der Verbesserung der Ermü-

dungsfestigkeit sind. Systematische Untersuchungen an kubisch raumzentriertem (krz) Stahl wurden von Niendorf durchgeführt [163-165]. Er verwendete als „Modellwerkstoff“ einen sehr reinen IF-Stahl (engl.: Interstitial Free). Ziel war vor allem, die zyklische Stabilität im LCF Bereich bei krz-Werkstoffen zu untersuchen. Es konnte anhand der Diagramme in Abbildung 19 gezeigt werden, dass bei totaldehnungsgeregelten Versuchen ab einer ausreichenden ECAP-Umformung keine zyklische Entfestigung auftritt.

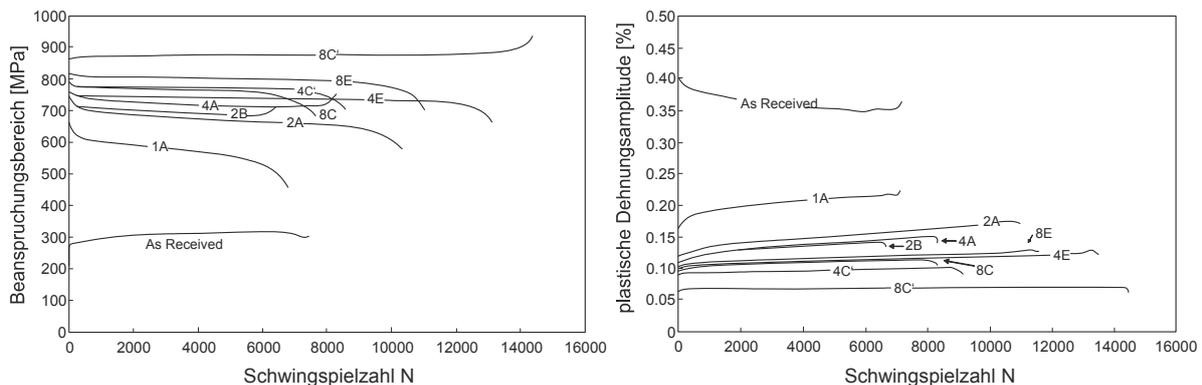


Abbildung 19: Wechselverformungskurven für IF Stahl verschiedener Zustände [165] bei konstanter Dehnrate (links) sowie konstanter Dehnungsamplitude von 0,28% (rechts)

Die Spannungsantwort nach acht ECAP-Durchgängen zeigt in Abbildung 19 links im Gegensatz zu der nach einem ECAP-Durchgang sogar ein verfestigendes Verhalten. Die plastische Dehnungsamplitude zeigt sich ebenfalls, wie bei den Proben mit dem höchsten Umformgrad in Abbildung 19 rechts gezeigt, konstant. Grund für die hohe zyklische Festigkeit und fehlende Entfestigung des einphasigen IF-Stahles sind laut Niendorf die höhere Unreinheit sowie Ausscheidungen, insbesondere an den Korngrenzen im Gegensatz zum Modellwerkstoff Kupfer. Zusammen mit dem erhöhten Anteil an GWKG, welcher ebenfalls wesentlich von Bedeutung ist, erhöht sich die Stabilität der ultrafeinen Kornstruktur. Außerdem wird davon ausgegangen, dass der höhere Schmelzpunkt des Stahles einen positiven Effekt auf die zyklische Stabilität hat. Im HCF Bereich wurde analog wie bei den meisten UFG-Werkstoffen eine deutliche Erhöhung der Dauerfestigkeit und der Lebensdauer festgestellt [163-165].

Untersuchungen im HCF Bereich bei ultrafeinkörnigen ursprünglich austenitischen Stählen mit kubisch flächenzentriert (kfz) Gitterstruktur wurden von Hamada [166] und Ueno et al [33] durchgeführt. Abbildung 20 links zeigt die Ergebnisse des Stahles 301LN¹ nach kontrollierter Phasen Umkehr Glühung und Abbildung 20 rechts zeigt analoge Ergebnisse von 316L² nach einer unterschiedlichen Anzahl von ECAP Durchgängen. Zwar

¹ Zusammensetzung 301LN: Fe-0.017C-0.52Si-1.3Mn-17.3Cr-6.5Ni-0.15Mo-0.15N

² Zusammensetzung 316L: Fe-0.008C-0.62Si-1.19Mn-17.33Cr-12.09Ni-2.04Mo-0.033P-0.002S

unterscheiden sich die chemischen Zusammensetzungen etwas und die Dauerfestigkeiten im CG Zustand, jedoch liegt die ermittelte Dauerfestigkeit der UFG Zustände in etwa auf gleichem Niveau bei 630 MPa bzw. 570 MPa.

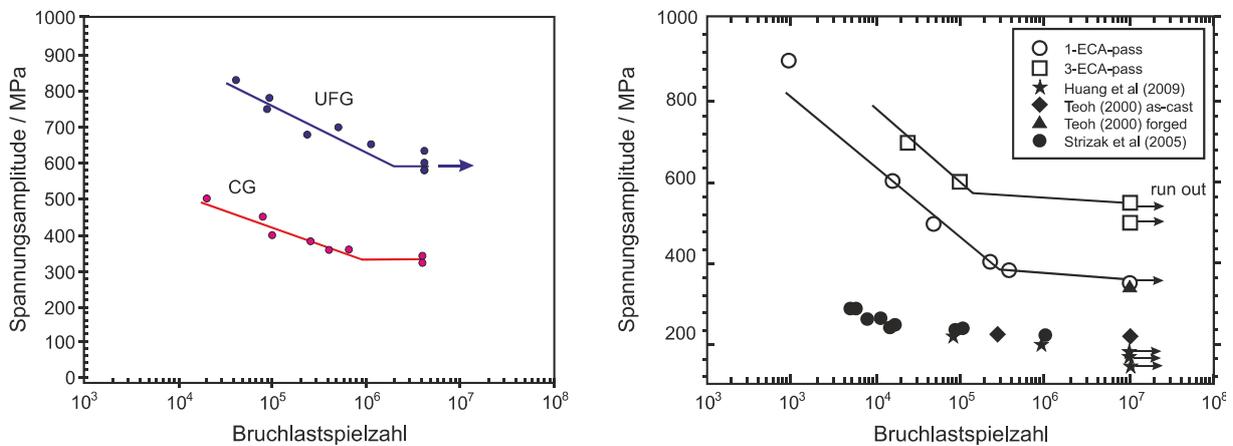


Abbildung 20: Wöhlerdiagramme von ultrafeinkörnigen, ursprünglich austenitischen Stählen bei R=-1; 301LN (links) [166] und 316 L [33] (rechts)

In beiden Fällen konnte eine signifikante Zunahme der zyklischen Festigkeit durch die Erstellung eines ultrafeinkörnigen Gefüges festgestellt werden. Hamada konnte in seinen Untersuchungen Korngrenzenschädigungen sowie durch Ermüdung initiierte Scherbänder detektieren [166].

Eine weitere Gruppe von Stählen sind jene mit ferritisch-perlitischem Gefüge. Diese Stähle weisen im ultrafeinkörnigen Zustand hohe Härten und Festigkeiten bei relativ geringer Duktilität auf [85, 94, 118, 167]. Die Anwendung solcher, teils hochfester Varianten stellt sicherlich nicht die zyklische Belastung bei hohen Dehnungen dar, weshalb vor allem die zyklischen Eigenschaften im HCF Bereich untersucht wurden. Eine der ersten Untersuchungen zum Ermüdungsverhalten von ursprünglich ferritisch-perlitischen Stählen im ultrafeinkörnigen Zustand wurde von Sawai et al [168] durchgeführt. Die Ermüdungsfestigkeit im HCF Bereich konnte um mehr als 50 % bei einem Stahl mit einer Kohlenstoffkonzentration von 0,15 % gesteigert werden, wie in Abbildung 21 links gezeigt. Zwei Stähle mit ähnlicher Kohlenstoffkonzentration (UFGS1 und UFGS2) wurden darüber hinaus von Chapetti et al [169] im ultrafeinkörnigen Zustand untersucht. Die Kornfeinungen wurden mittels einer massiven Deformation bei erhöhten Temperaturen erzielt. Beide Stähle weisen eine deutliche Erhöhung der Wechselfestigkeit auf, wobei UFGS2 durch seinen erhöhten Anteil an Legierungselementen (Mn, Nb, Ti, N) eine Steigerung von 75 % erreicht, wie in Abbildung 21 rechts im Wöhlerdiagramm dargestellt. Im UFGS1 Zustand beträgt die Steigerung 45 % verglichen zum CGS Ausgangszustand mit gleicher chemischer Zusammensetzung. Innerhalb dieser Untersuchungen wurden auch Erkenntnisse über die Kerbempfindlichkeit ultrafeinkörniger Stähle ge-

sammelt. Chapetti et al konnten zeigen, dass die kleinen Kornabmessungen zu einer höheren Kerbempfindlichkeit führen [169].

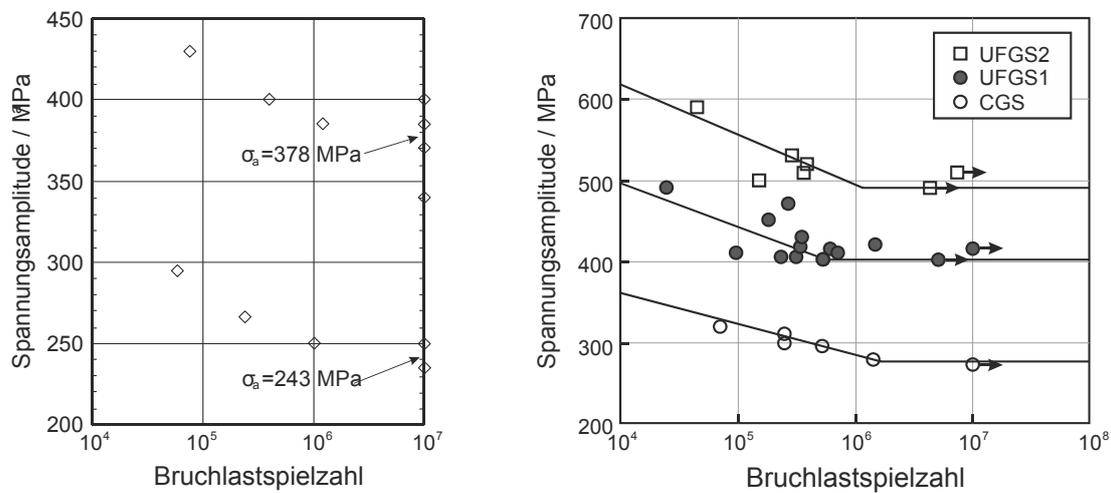


Abbildung 21: Wöhlerdiagramme von ursprünglich ferritisch-perlitischen ultrafeinkörnigen Stählen bei R=-1; Ergebnisse von Sawai [168] (links) und Chapetti [169] (rechts)

Die massive plastische Deformation kann zu Inhomogenitäten wie beispielsweise Scherbändern oder Rissen des ultrafeinkörnigen Werkstoffgefüges führen [97, 99, 124, 170]. Auch deshalb finden in vielen Veröffentlichungen über die Schwingfestigkeit von UFG Stählen thermische Verfahren oder Phasenumwandlungen Anwendung zur Kornfeinung, da mögliche Defekte durch massive plastische Deformation die Ermüdungsfestigkeiten enorm vermindern können. Meist sind daher nur relativ geringere Scherverformungen möglich [33, 171]. Die Anzahl an Veröffentlichungen über die zyklischen Eigenschaften mittel- oder hochkohlenstoffhaltiger Stähle nach massiver plastischer Deformation ist deshalb stark limitiert [172-175]. Wie bereits in 2.2.1 beschrieben, ist High Pressure Torsion das Verfahren, das die höchsten plastischen Verformungen erzielt. Gerade bei der massiven plastischen Deformation von Stählen konnten einige Fortschritte erzielt werden [81, 93, 94, 176]. Ebenso sind vereinzelt Ergebnisse aus Ermüdungsversuchen nach HPT bekannt, wie in Abbildung 22 gezeigt. Abbildung 22 links zeigt das Wöhlerdiagramm nach der HPT Behandlung, aufgetragen mit der Maximalspannung bei R=0,1. Die Untersuchungen stammen von Todaka et al [127] bei Stahl mit sehr niedriger Kohlenstoffkonzentration. Im LCF Bereich haben die UFG-Zustände durchweg bessere Festigkeiten als der kaltverfestigte Ausgangszustand. Jedoch fällt auf, dass die ertragbaren Spannungen für den Zustand mit mehr als fünf HPT-Rotationen abnehmen. Dies könnte ein Hinweis darauf sein, dass sich Inhomogenitäten durch zu hohe Scherverformungen ausgebildet haben. Der Zustand mit fünf Rotationen weist vor und nach einer anschließenden Glühbehandlung bessere Eigenschaften im LCF Bereich auf. Die Dauerfestigkeiten im HCF Bereich weisen für alle Zustände nur einen sehr geringen Unterschied auf.

Begründet wird dies mit der erhöhten Kerbempfindlichkeit der UFG-Zustände, da die Proben einen Radius von 0,7 mm im Querschnitt der Messlänge aufweisen.

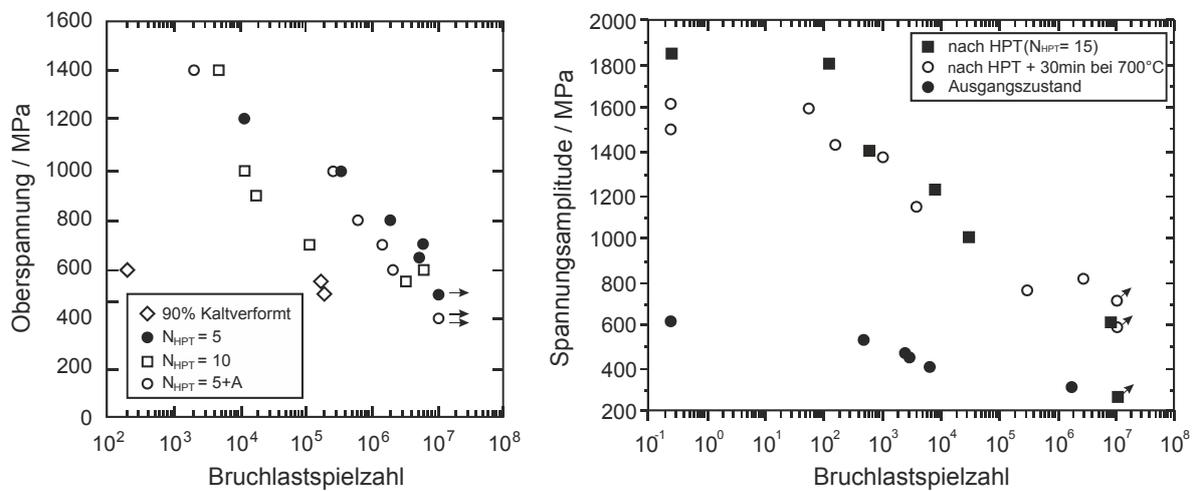


Abbildung 22: Wöhlerdiagramme von ultrafeinkörnigen Stählen nach HPT bei R=-1; Ergebnisse von Todaka [127] (links) und Renk [177] (rechts)

Die Erscheinungsform der Wöhlerkurve und die Tatsache, dass viele Brüche auch nach 10⁶ Lastspielen auftreten, lässt vermuten, dass bei einer Erhöhung der Grenzlastspielzahl weitere Brüche im very high cycle fatigue Bereich (VHCF) bei mehr als 10⁷ Lastspielen resultieren. Die prozessbedingten Fehlstellen durch HPT könnten in diesem Falle als Rissinitiator fungieren.

Abbildung 22 rechts zeigt Wöhlerdiagramme des austenitischen Stahls 316L nach HPT-Behandlung von Renk et al [177]. Eine um den Faktor drei erhöhte Wechselfestigkeit konnte sowohl für den Stahl nach HPT, als auch für den Zustand nach HPT und einer anschließenden Glühbehandlung (30 Minuten bei 700°C) erreicht werden. Die Zustände nach der massiven plastischen Deformation wiesen eine hohe zyklische Stabilität aus, wobei der Mechanismus der Ermüdung verändert wurde. Im ultrafeinkörnigen bzw. nanokristallinen Zustand waren Scherbänder für die Rissinitiierung verantwortlich. Zur Bildung und Bedeutung der Scherbänder sei auf den Abschnitt 2.2.6 verwiesen.

2.2.5. Rissfortschrittsverhalten

Das Rissfortschrittsverhalten von ultrafeinkörnigen Werkstoffen wurde bereits in mehreren Publikationen intensiv beschrieben [42, 178-184]. Bis zum momentanen Zeitpunkt fällt es dabei schwer, Probenvolumina zu erreichen, welche eine Prüfung mittels standardisierter Kompaktzugproben (engl. Compact Tension: CT-Proben) ermöglichen [182]. Dies gilt vor allem bei hochfesten ultrafeinkörnigen Modifikationen, wobei bei weniger festen Werkstoffen wie Aluminium, Titan oder Kupfer im UFG Zustand mehr Ergebnisse bzgl. des Rissfortschrittes entstanden sind [42, 178-180]. Einige wenige Er-

gebnisse existieren über das Rissfortschrittsverhalten von UFG-Stählen allgemein. Hierbei wurden entweder miniaturisierte CT-Proben aus IF-Stahl [184] oder einseitig gekerbte (engl. Single edge notched: SEN-Proben) Biegeproben aus ferritisch-perlitischem Stahl mit niedrigem Kohlenstoffgehalt verwendet [183]. Ergebnisse aus letzteren Untersuchungen zeigt Abbildung 23 mittels des Rissfortschrittsdiagramms, welches die Rissfortschrittsgeschwindigkeit da/dN über der Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors ΔK in doppeltlogarithmischer Auftragung zeigt.

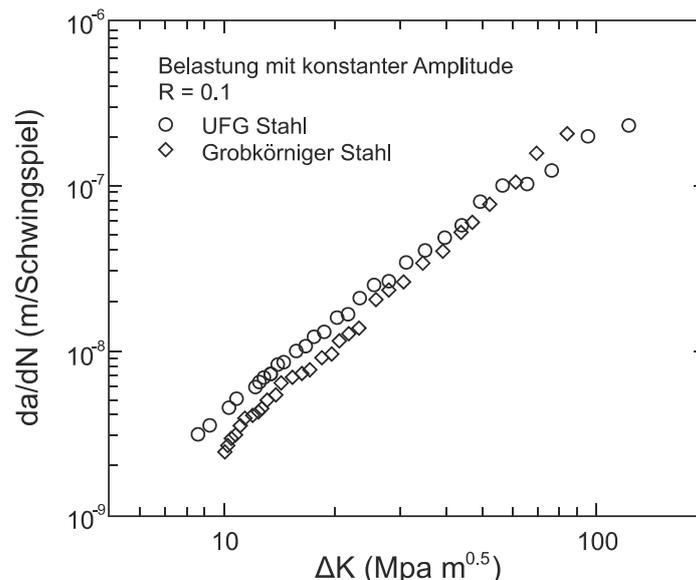


Abbildung 23: Rissfortschrittskurve für UFG Stahl (0,15%C) bei Lastverhältnis R=0,1 [183]

Gezeigt ist die Kurve der ultrafeinkörnigen Modifikation im Vergleich zur grobkörnigen bei einem Lastverhältnis von $R=0,1$. Der Schwellenwert des zyklischen Spannungsintensitätsfaktors ΔK_{th} gegen Langrisswachstum lässt sich üblicherweise durch einen sehr steilen Verlauf der Kurve bei geringem ΔK ablesen. Da dieses Verhalten nur ansatzweise in der aktuellen Abbildung erkennbar ist, kann lediglich eine Aussage darüber getroffen werden, dass der Schwellenwert im Falle der UFG Modifikation geringer ist als im Falle des CG Zustandes. Dies wurde auch durch weitere Publikationen für andere UFG Werkstoffe nachgewiesen [179, 181, 184]. Der Grund ist hierbei in der Größe der plastischen Zone verglichen zur dazu sehr kleinen Korngröße zu suchen. Dies führt unter anderem zu einer geringeren Möglichkeit des rauheitsinduzierten Riss schließens, sowie zu einer erhöhten Ansammlung von Versetzungen an der Riss spitze des Mikrorisses. Auch die Ablenkung des Risses durch unterschiedliche Gleitsysteme in benachbarten Körnern ist in UFG Werkstoffen geringer ausgeprägt [181, 183]. Im Bereich der Stadium II Rissausbreitung ist der Einfluss der Mikrostruktur und somit der Korngröße geringer als im Stadium I der Mikrorissausbreitung bei geringen ΔK . Vinogradov [181] und Kim [183] stellten einen Schnittpunkt der Rissausbreitungskurven von CG und UFG Werkstoffen

fest, welcher zu einer Verringerung der Rissfortschrittsrate bei größeren ΔK führt. Niendorf [184] konnte hier keinen Schnittpunkt, sondern nur eine Annäherung der CG und UFG Zustände nachweisen.

2.2.6. Die Rolle der Scherbänder als Deformationsmechanismus

Scherbändern sind eine Folge plastischer Instabilität, die große Scherverformungen innerhalb eines relativ dünnen Bandes lokalisieren [185]. Das Auftreten von Scherbändern ist bei amorphen Metallen, wie massiven metallischen Gläsern, als primärer Deformationsmechanismus bekannt [185, 186]. Auch bei anderen Werkstoffklassen ist die Ausbildung von Scherbändern relevant, vor allem dann, wenn homogene versetzungsdominierte plastische Verformung nicht möglich ist [187-190]. Im Falle ultrafeinkörniger oder nanokristalliner Werkstoffe tritt der Mechanismus der Scherbandbildung ebenfalls auf, wobei einerseits die massive plastische Deformation selbst teils in Scherbändern lokalisiert ist. Zum anderen tritt makroskopische Scherbandbildung während der mechanischen Prüfung auf.

Viele Publikationen berichten vor allem beim ECAP von makroskopischen Scherlokalisierungen, die abhängig von der ECAP-Route über den Querschnitt der Probe auftreten und direkt mit der ECAP-Scherebene, vor allem des letzten ECAP-Zyklus, übereinstimmen [191-195]. Abbildung 24 zeigt die makroskopische Erscheinung der Scherbänder nach einem ECAP Schritt bei Kupfer.



Abbildung 24: Erscheinungsbild der Scherbänder an der Oberfläche eines Kupfer-Einkristalls [192] nach einem (links) beziehungsweise zwei (rechts) ECAP Schritten

Miyamoto et al. [192] konnten zeigen, dass die Scherbänder auch direkt Auswirkungen auf die Härteverteilung und die kristallographische Orientierung haben. Werden mehrere ECAP Schritte durchgeführt, so kommt es zu einer Homogenisierung des Materialvolumens, wodurch die Ausprägung der Scherbänder geringer ist.

Bei HPT Verformung wurde in der Vergangenheit ebenfalls die Ausbildung von mesoskopischen Scherbändern beobachtet. Diese konnten aber im Gegensatz zu denen nach der ECAP Verformung meist nur in sehr kleinen Regionen im Transmissionselektronenmikroskop beobachtet werden. Abbildung 25 zeigt ein solches Scherband, resultierend aus der HPT Deformation von nanokristallinem Palladium.

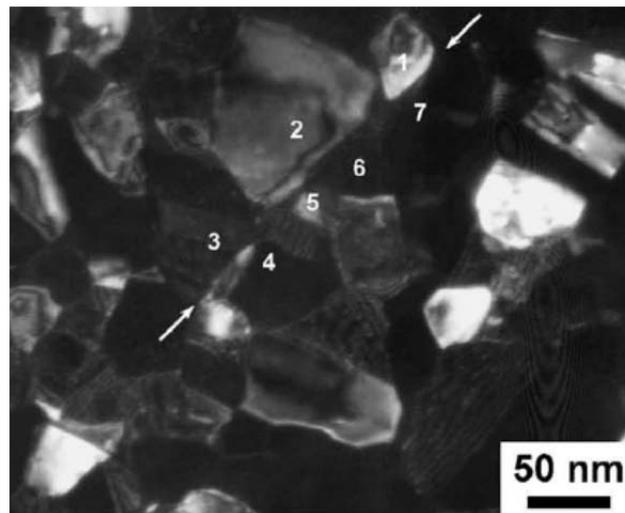


Abbildung 25: Ausprägung eines Scherbandes in einer TEM-Aufnahme von nanokristallinem Palladium nach HPT indiziert durch zwei Pfeile und Beschriftung der zugehörigen Körner [196]

Diese Scherbänder können in der Mikrostruktur als Inhomogenität wirken. Jener Sachverhalt ist in Abbildung 26 dadurch gezeigt, dass sich höhlenartige Gebilde auf der Bruchfläche von nanokristallinem Palladium zeigen.

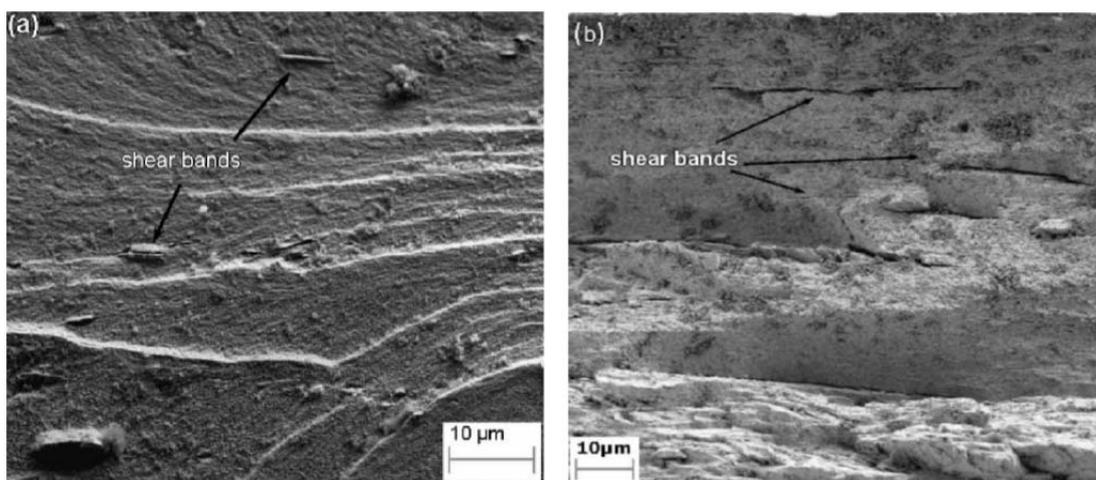


Abbildung 26: Scherbänder auf der Bruchfläche von nanokristallinem Palladium nach HPT [196]

Diese stellen das Bruchbild eines Scherbands dar und sind in der Abbildung mit einem Pfeil gekennzeichnet. Sie liegen parallel zu der Scherebene beim HPT.

Im Gegensatz zu den Scherbändern, die bei der massiven plastischen Deformation selbst entstehen, wird auch immer wieder von Scherbändern berichtet, welche als Resultat der Ermüdungsprüfung einhergehen. Sie bilden bei zyklischer Belastung Stellen der Anhäufung von plastischer Deformation und wirken deswegen als rissinitiierendes Gefügeelement. Mughrabi und Höppel [14, 30, 157] sehen bei hohen plastischen Dehnungen im LCF Bereich vor allem bei sehr reinen Metallen die Scherbandbildung als eine Hauptver-

sagensursache. Im Falle der Bildung bei LCF-Ermüdungsversuchen erscheinen die Scherbänder jedoch als makroskopische Scherbänder, welche einen Bereich vergrößerter Körner in der Ebene größter Scherdehnung darstellen.

Allerdings wurde auch bei quasistatischer Belastung die Ausbildung von Scherbändern in UFG und NC Werkstoffen beobachtet [197, 198]. In [197] wird dieser Mechanismus als Hauptmechanismus zur plastischen Deformation angeführt, bei dem ganze Korngruppen durch ihre geringe Größe rotieren, um sich ideal bezüglich ihrer Gleitsysteme zu orientieren. Abbildung 27 zeigt die Spuren der Scherbänder auf der Oberfläche einer Probe aus nanokristallinem Eisen.

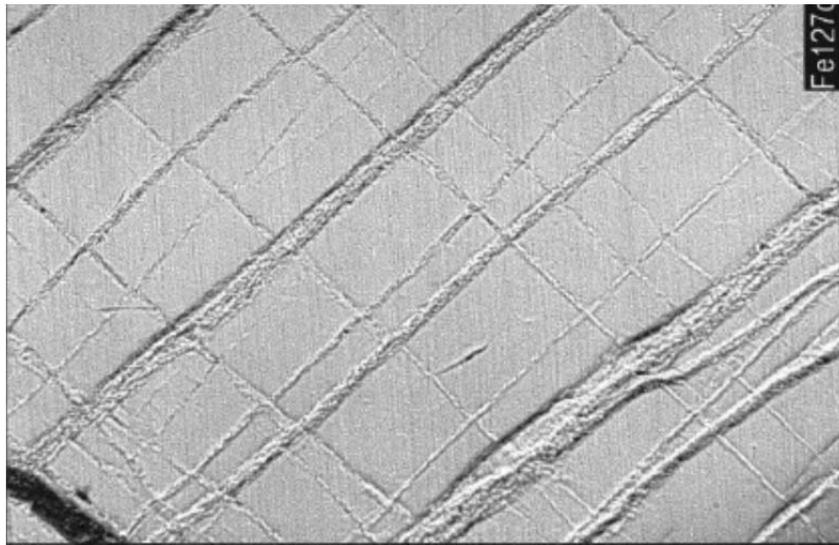


Abbildung 27: Ausbildung von Scherbändern an der Oberfläche einer NC-Fe Probe bei quasistatischer Druckbelastung [197]

Dieser Mechanismus ähnelt dem bei massiven metallischen Gläsern, wobei Scherbandbildung dort als alleiniger Deformationsmechanismus besteht.

2.2.7. Anwendung

Ultrafeinkörnige Werkstoffe besitzen ein hohes Potential in jedem Anwendungssegment, in dem außergewöhnliche mechanische Eigenschaften wie hohe Festigkeiten, ein hohes Verhältnis von Festigkeit zu Gewicht und hohe Ermüdungsfestigkeiten gefragt sind [106]. Es ergeben sich über 100 potentielle, spezifische Märkte für UFG Werkstoffe. Diese finden sich beispielsweise in der Raumfahrt, im Transportwesen, bei medizinischen Implantaten, Sportgeräten, in der Lebensmitteltechnik, der Verfahrenstechnik und der konventionellen Verteidigungstechnik [71]. Die Anwendung bei medizinischen Implantaten scheint mit am vielversprechendsten zu sein, denn viele Implantate sind auf Titanbasis, oftmals aus der Legierung Ti-6Al-4V, hergestellt. Diese zeigen zwar gute mechanische Eigenschaften, jedoch können Aluminium und Vanadium bei Auflösung in das um-

gebende biologische Material giftig wirken [199-201]. Gegen die Verwendung von reinem Titan spricht oft die geringe Festigkeit, obwohl die Biokompatibilität deutlich besser wäre. Durch massive plastische Deformation von kommerziell reinem Titan besteht jedoch die Möglichkeit, die Festigkeit des ursprünglich weichen Materials zu steigern, ohne die Legierungszusammensetzung zu verändern. Vereinzelt hat sich sogar gezeigt, dass Zahnimplantate mit verringerter Korngröße einen schnelleren Heilungsprozess durch verbesserte Kohäsion aufweisen [202].

Abbildung 28 zeigt erste Anwendungsbeispiele für medizinische Implantate aus nanostrukturiertem Titan und die Anwendung bei der Schraubenherstellung.

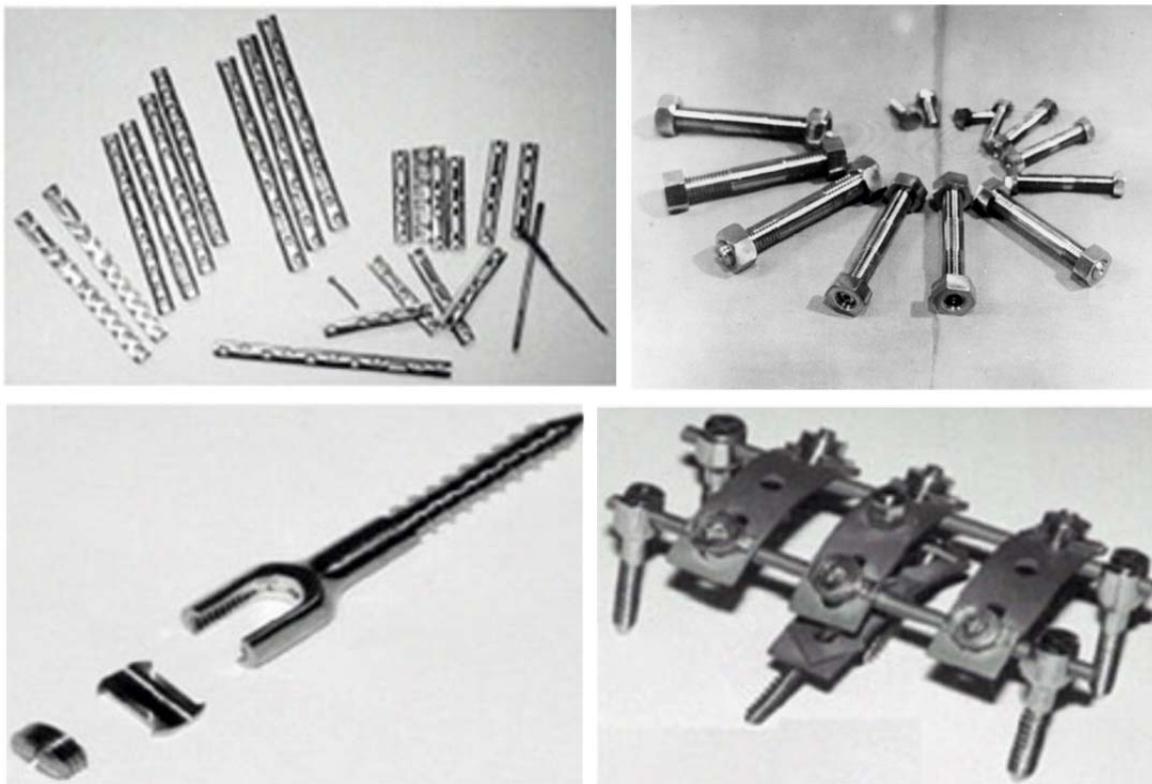


Abbildung 28: Medizinische Implantate hergestellt aus nanostrukturiertem Titan [58, 106]

Von einer weitverbreiteten Anwendung kann bei UFG Werkstoffen auch heute noch nicht gesprochen werden. Vielmehr dient die Applikation auf reelle Bauteile in den meisten Fällen immer noch der Forschung und Entwicklung.

3. Probenherstellung und Versuchstechnik

Bei der Ermüdungsprüfung von ultrafeinkörnigen Werkstoffen, welche mittels HPT hergestellt wurden, ist eine Materialprüfung mit Proben konventioneller Größe nur schwer möglich. Dies liegt an dem nur begrenzt verfügbaren Probenvolumen nach HPT, vor allem bei hochfesten Stählen [96, 203]. Dieses Kapitel beschreibt die Schritte der Probenherstellung in den Abschnitten 3.1-3.2. In den weiteren Abschnitten 3.3-3.5 erfolgt die Beschreibung der verwendeten Versuchs- und Analysetechniken.

3.1. Druck-Torsionsmaschine zur HPT Verformung

Um die High Pressure Torsion Belastung für die Proben zu vollziehen, wurde im Rahmen dieser Arbeit hauptsächlich eine standardmäßige HPT Maschine (Hersteller: W. Klement GmbH; Österreich) am Institut für Nanotechnologie (INT) verwendet. Die Proben wurden am KIT in Karlsruhe von den dortigen Wissenschaftlern hergestellt. Plättchen des Ausgangsmaterials wurden mit einem Durchmesser von 10 mm und einer Dicke von 1mm hochgradig plastisch verformt. Hierbei wurde der Druck, mit dem die Stempel das Plättchen zusammenpressen, bei 6 GPa gehalten, sowie die Temperatur auf 380 °C geregelt. Die beschriebenen Sachverhalte sind in Abbildung 29 veranschaulicht.

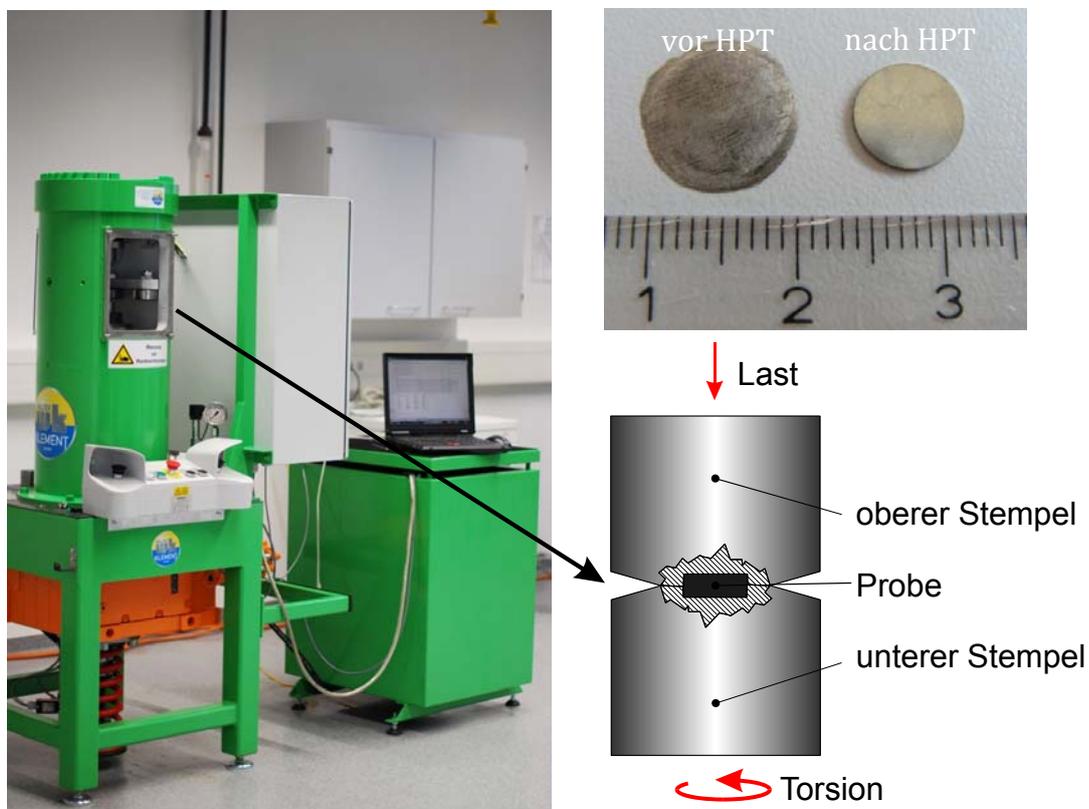


Abbildung 29: HPT-Maschine am INT des KIT (links) mit schematischer Detailvergrößerung der HPT-Stempel (rechts unten) und der eingelegten Probe und einem Vergleich der Probe vor und nach HPT (rechts oben)

Alle Zustände der vorliegenden Arbeit mit zehn HPT Rotationen wurden auf die beschriebene Weise mit der dargestellten Maschine durchgeführt. Alternativ kamen auch Proben mit sechs HPT-Umdrehungen zum Einsatz. Diese wurden mit den gleichen Verfahrensparametern auf einer ähnlichen Maschine an der Ufa State Aviation Technical University, Russland, hergestellt und zum Zwecke der aktuellen Untersuchungen bereitgestellt. Die beiden Zustände, welche sich bei den Verfahrensparametern nur in der Menge an eingebrachter massiver plastischer Deformation unterscheiden werden im Folgenden mit KIT (HPT-10) beziehungsweise Ufa (HPT-6) bezeichnet.

3.2. Probengeometrie

Im Allgemeinen ist die Prozedur der massiven plastischen Deformationen, besonders bei HPT sehr aufwendig. Meistens steht nur eine geringe Menge an resultierendem homogenem Probenvolumen zur Verfügung, auch aufgrund der Tatsache, dass wegen der Torsionsverformung im mittleren Bereich des HPT-Plättchens nur eine unzureichende Härte vorliegt. Wegen der geringen Abmessungen des Ausgangsmaterials ist die Anzahl der einzelnen Proben bei einer möglichen Zug-Druck Prüfung auf maximal zwei beschränkt. Bei Verwendung der Biegeprüfung können jedoch bis zu vier Proben aus dem homogenen Materialvolumen außerhalb des inneren Radienbereichs entnommen werden. Abbildung 30 links zeigt das Schnittmuster, nach welchem die einzelnen Proben gefertigt wurden.

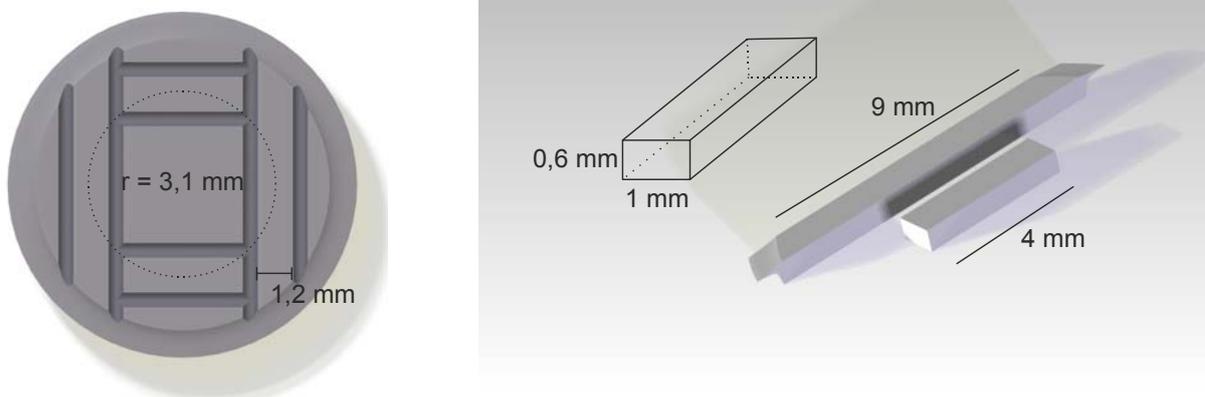


Abbildung 30: Schnittbild bei der Herstellung der Mikrobiegeproben aus HPT-Volumen (links) und Probenabmessungen und Probenerscheinungsform nach der Präparation (rechts)

Der Vorteil der Verwendung von Biegeproben liegt darin, dass nur sehr wenig Volumen für Einspannzwecke benötigt wird. Die Proben haben nach dem Sägen mittels einer Diamantdrahtsäge eine Breite von $1,2 \text{ mm}$, was einem Übermaß von $0,2 \text{ mm}$ für den Schleifprozess entspricht. Die Entfernung der Probenmittelachse zum Mittelpunkt des HPT-Plättchens beträgt $3,1 \text{ mm}$. Dies entspricht der Entfernung, die eine Länge der Probe von minimal 4 mm bei vier Proben zulässt. Die finale Probengeometrie ist in Abbil-

dung 30 rechts gezeigt. Durch das gezeigte Schnittmuster ergeben sich zwei unterschiedlich lange Geometrien für die Proben, mit einem Querschnitt von 0,6 mm x 1 mm. Für die 4-Punkt-Biegung selbst ist die Länge jedoch nicht ausschlaggebend, da nur die Stützweite der Probenaufleger die resultierende Spannung bestimmt. Jedoch ist der Einbau von längeren Proben deutlich einfacher zu realisieren als mit kurzen Proben. Um die langen Proben nicht automatisch zu kürzen, wurden diese nach dem vertikalen Sägen entnommen, bevor die dazu senkrechten Schnitte getätigt wurden.

Die Entnahme der gezeigten Probengeometrie ließ sich mit einer Diamantdrahtsäge (Modell der Firma Sommer) realisieren. Der mit Diamanten bestückte Draht ist im Gegensatz zu einem Fräser in der Lage, die UFG-Werkstoffe mit Härten über 840 HV problemlos mit unbestimmter Schneide zu trennen, was Abbildung 31 links zeigt.



Abbildung 31: Sägen der einzelnen Ermüdungsproben (links) und Probenvorbereitung für Schleifen/Polieren auf 40 mm Zylinder (rechts)

Nach dem Trennvorgang wurden die Proben auf einen Probenträger wie in Abbildung 31 rechts aufgeklebt, um auf jeder Probenseite zuerst eine Schleif- und dann eine Polierbearbeitung durchzuführen. Zum Schleifen wurden zwei Stufen mit Körnungen von 600 und 1200 realisiert. Sowohl die seitlichen als auch die oberen Flächen der Ermüdungsproben wurden bis auf $R_z=3 \mu\text{m}$ poliert, die unteren Flächen, welche später die Zugseite im Biegeversuch darstellen, zusätzlich bis $1 \mu\text{m}$. Da es sich um ein komplexes Verfahren zur Probenherstellung handelt und mehrere aufeinanderfolgende Schritte folgen, beträgt die Genauigkeit der Probenabmessungen in etwa $\pm 0,1 \text{ mm}$. Da dies im Vergleich zu den Probendimensionen ein relativ hoher Wert ist, ergibt sich für jede Probe ein individuelles Maß innerhalb der Toleranz. Im weiteren Verlauf erfolgen jedoch die Berechnungen der Biegemomente und Randspannungen nach den realen Abmaßen, die mit einer Genauigkeit von $\pm 0,01 \text{ mm}$ bestimmt werden konnten.

3.3. 4-Punkt-Biegung mittels BOSE Electroforce 3230

Bei der Verwendung von Biegeproben kann grundsätzlich 3- oder 4-Punkt-Biegung zur Anwendung kommen. Der Einsatz von 3-Punkt-Biegung ist dabei vor allem bei Mikro-

proben mit sehr geringem Aufwand zu realisieren. Im Falle von hochfesten Stählen ist jedoch trotzdem 4-Punkt-Biegung zu bevorzugen. Dies hat den Grund, dass bei 4-Punkt-Biegung das wirkende Maximalmoment konstant zwischen den beiden inneren Auflagern wirkt und nicht auf eine Linie, wie bei der 3-Punkt-Biegung, begrenzt ist. Somit ist die Prüfung auch eine Suche nach der größten Schwachstelle im Werkstoff, wodurch eine Aussage über die Homogenität und die Verteilung von eventuellen nichtmetallischen Einschlüssen getroffen werden kann. Im Folgenden beschreibt Abschnitt 3.3.1 den verwendeten Versuchsaufbau mit näherer Beschreibung der Prüfmaschine. In Abschnitt 3.3.2 wird darauf aufbauend die Mechanik der 4-Punkt-Biegung beschrieben, sowie die Problematik der Dehnungsberechnung näher erörtert.

3.3.1. Prüfstand

Abbildung 32 links zeigt die bei der Ermüdungsprüfung verwendete Prüfmaschine. Es handelt sich um eine BOSE Electroforce 3230, welche ein elektrodynamisches Prüfprinzip aufweist.

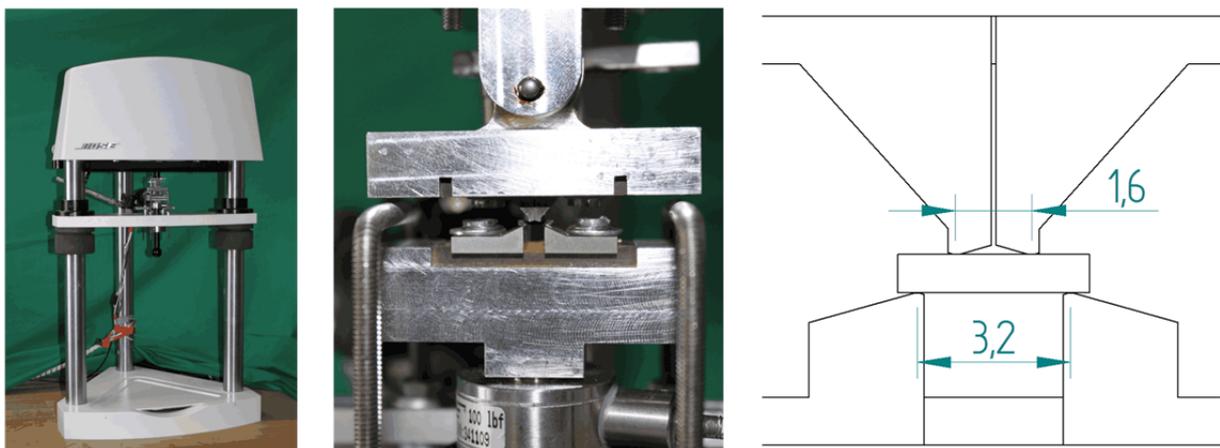


Abbildung 32: Prüfmaschine BOSE Electroforce 3230 (links); Vergrößerung der Auflager (Mitte); Auflager schematisch mit Abständen in mm (rechts)

Mittels eines Linearmotors können Kräfte bis 450 N bei einer Frequenz von bis zu 270 Hz aufgebracht werden. In Abbildung 32 Mitte ist die Probeneinspannung der 4-Punkt-Biegung genauer dargestellt. Erkennbar sind die aufgeschraubten Auflagerplatten aus dem Hartmetall H-40-S, welches eine Härte von über 1500 HV aufweist, um den Reibungsverschleiß zu begrenzen. Abbildung 32 rechts zeigt schematisch den Einspannbereich inklusive der Auflager. Die Stützweite beträgt demnach 3,2 mm und der Abstand der oberen Auflager beträgt 1,6 mm. Die Auflagerrollen selbst haben einen Radius von 0,15 mm. Der Prüfstand wird durch die dazu passende Regelung der Firma BOSE geregelt. Dazu weist die Maschine selbst Sensoren zur Kraft- und Verschiebungsmessung auf. Zusätzlich wurde eine Mikroskopkamera zur besseren Probenbeobachtung angebracht.

Die Lage der Messpunkte für Kraft und Verschiebung sind noch einmal eingehender in Abschnitt 3.3.2 gezeigt.

3.3.2. Mechanik der 4-Punkt-Biegung

Im Falle der 4-Punkt-Biegung stellt sich ein Gradient in der auf das Probenvolumen wirkenden Spannung ein. Der Betrag der Spannung ist abhängig von der Entfernung zur neutralen Faser des Biegebalkens. Durch Gleichung (7) errechnet sich der Maximalbe-

$$\sigma_R = \frac{3 F L}{4 b h^2} \quad (7)$$

trag der Biegespannung, die Randspannung σ_R , abhängig von der aufgebrachtten Kraft F , der Stützweite L , sowie von der Dicke h und Breite b der jeweiligen Probe. Die Dehnung errechnet sich wie in Gleichung (8) gezeigt.

$$\varepsilon = \frac{4,7 \Delta s_M h}{L^2} = \frac{6,4625 \Delta s_L h}{L^2} \quad (8)$$

Der Zusammenhang beinhaltet den Ausdruck Δs_M , die Verschiebung durch den Mittelpunkt der Probe bei $L/2$. Während des Mikrobiegeversuchs ist es mit vertretbarem Aufwand jedoch nicht möglich, die Durchbiegung in der Mitte der Probe zu messen. Mithilfe von Gleichung (9) gelingt es, den Faktor $11/8$ als Verhältnis $\Delta s_M/\Delta s_L$ zwischen $\Delta s_M = \Delta s(x = L/2)$ und der Durchbiegung am Auflager $\Delta s_L = \Delta s(x = L/4)$ zu berechnen.

$$\Delta s = -\frac{F L}{16 E I} x^2 + \frac{F L^2}{16 E I} x - \frac{F L^3}{768 E I} \quad (9)$$

Die Korrektur mit diesem Faktor erfolgt in Gleichung (8) durch das Ersetzen von Δs_M durch Δs_L .

Im Allgemeinen erfolgt die Dehnungsmessung bei Makroproben direkt an der Probe, wodurch Abweichungen des Messergebnisses durch elastische Deformationen der Maschine oder der Probeneinspannungen keinen Einfluss haben. Im Falle der Mikrobiegung im hier gezeigten Maßstab ist eine direkte Dehnungsmessung jedoch nicht mehr möglich, vielmehr erfolgt eine Dehnungsberechnung aus den Verschiebungsmessungen. Wichtig ist dabei, dass nur die tatsächlich von der Probe selbst erfahrene Verschiebung in die Dehnungsberechnung eingeht. Um dies besser zu verdeutlichen dient Abbildung 33 links. Hier wurde der komplette Messkreis durch Federn mit einer Ersatzsteifigkeit ersetzt. Die zwei Stellen der Verschiebungsmessungen für Δs_E und Δs_{E+M} sind ebenfalls dargestellt. In Abbildung 33 rechts erfolgt eine Reduktion auf ein vereinfachtes Modell nach den Regeln der technischen Mechanik.

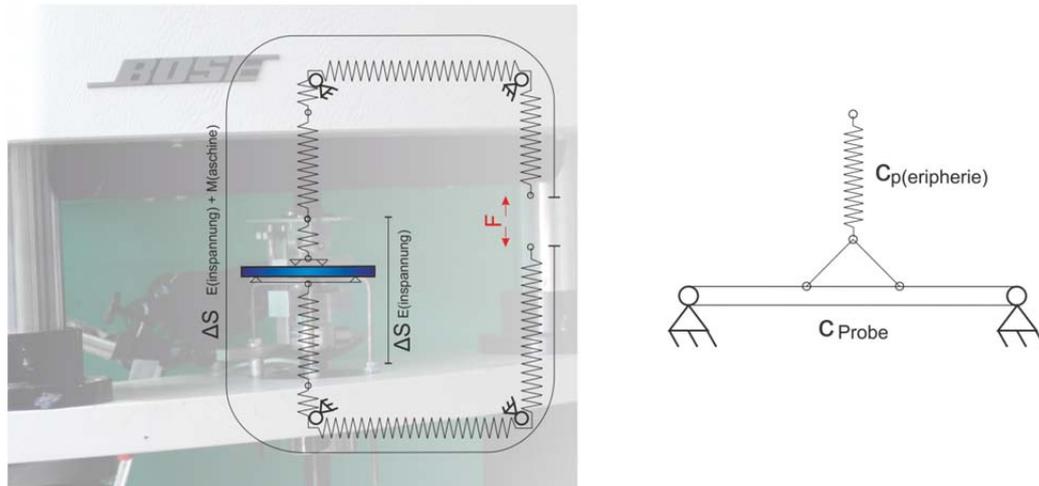


Abbildung 33: System von Ersatzsteifigkeiten (links), sowie vereinfachtes Ersatzmodell (rechts)

Hiermit gelingt es, mittels der Ersatzsteifigkeit c_p und Verschiebung Δs_p der Peripherie, die Verschiebung an der Probe aus der Gesamtverschiebung zu berechnen. Für die Ersatzsteifigkeit gilt der Zusammenhang nach Formel (10).

$$F = c \Delta s \quad (10)$$

Außerdem gilt für den linear-elastischen Fall das Hooke'sche Gesetz nach Formel (11), wobei die Spannung σ linear von der Dehnung ε bei konstanten Elastizitätsmodul E abhängt.

$$\sigma = E \varepsilon \quad (11)$$

Die Gesetzmäßigkeiten für die Reihenschaltung von Federn nach Formel (12) ermöglichen eine Zusammenführung der Gleichungen (7)-(11).

$$F = \text{const. und } \Delta s_L + \Delta s_p = \Delta s_G \quad (12)$$

Somit lässt sich die Dehnung in der äußersten Randfaser der Probe durch Gleichung (13) aus dem gemessenen Gesamtweg berechnen.

$$\varepsilon = 6,4625 \left(\frac{8,617 h^2 E b}{L c_p} + \frac{L^2}{h} \right)^{-1} \Delta s_G \quad (13)$$

Hierfür ist jedoch Voraussetzung, dass die Steifigkeit der sich im Messkreis befindlichen Elemente bekannt ist.

Da im Falle der hier gezeigten Biegeversuche zwei Messstellen (Δs_E bzw. Δs_{E+M}) vorliegen, ergeben sich auch zwei individuelle Ersatzsteifigkeiten c_p für die Peripherie. Um

diese zu berechnen, wird ein einmaliger Versuch mit bekannter Dehnung/Verschiebung der Probe benötigt. Dies war mittels einer Einrichtung mit Dehnungsmessstreifen (DMS) und dem Querschnitt 0,65 mm x 2,38 mm möglich. Die Ergebnisse des zyklischen Einrichtversuches sind in Abbildung 34 gezeigt.

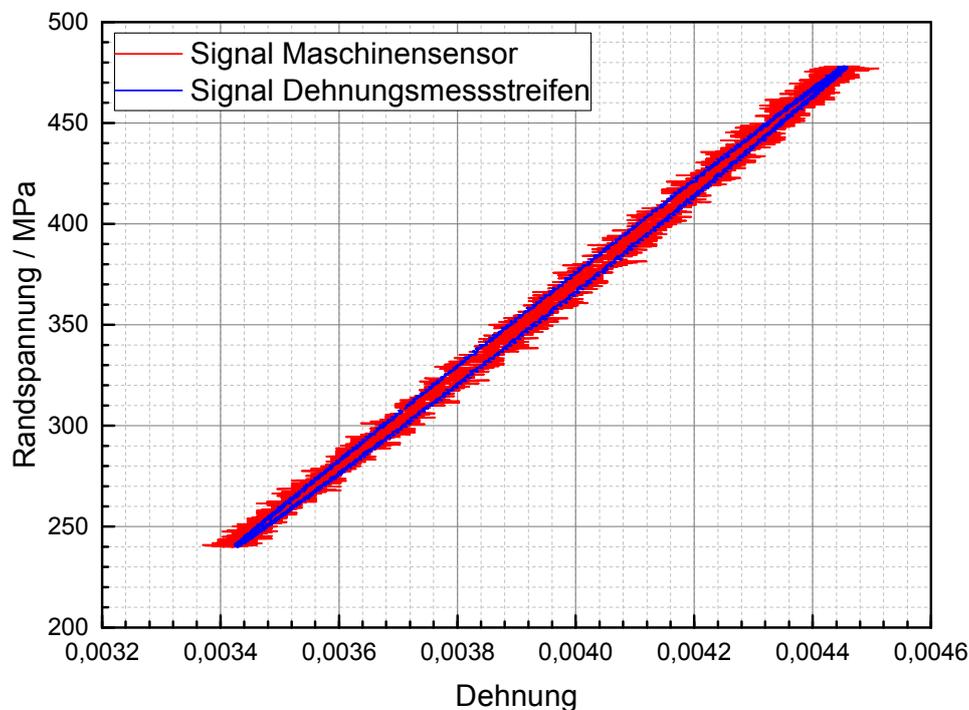


Abbildung 34: Abhängigkeit der nach Gleichung (7) berechneten Randspannung von der nach Gleichung (13) berechneten Dehnung im Einrichtversuch mit zwei Sensoren als Grundlage für die Wegmessungen

Das Diagramm zeigt den Zusammenhang von der nach Gleichung (7) berechneten Randspannung und der nach Gleichung (13) berechneten Dehnung. Das DMS-Signal erscheint hierbei als leicht geöffnete Hysterese mit einer Steigung von 221 000 MPa. Dies entspricht dem Elastizitätsmodul von Stahl, welcher $\sim 210\,000$ MPa beträgt. Als Steifigkeit für die Peripherie in der aktuellen Konfiguration wurde 3619 N/mm bestimmt. Dies erfolgte durch Variation der Steifigkeit, bis eine bestmögliche Übereinstimmung von DMS und Maschinensensorsignal erfolgte. Abbildung 35 dient sowohl als Validierung der Maschinensteifigkeit, als auch zur Bestimmung der Steifigkeit der Peripherie beim externen Wegsensor. Um das Signal des Wegsensors zu korrigieren, wurde eine Steifigkeit von 5303 N/mm bestimmt. Dies gelang anhand des durch den Ursprung verlaufenden Messsignals der Probe im Spannungsbereich bis 1000 MPa. Die Hysteresisschleife der auf der x-Achse versetzten Probe entstand durch Berechnung mit den zuvor bestimmten Steifigkeiten der jeweiligen Peripherie und den Messdaten des internen Maschinen- bzw. externen Wegsensorsignals. Die Übereinstimmung der Steigung mit dem

theoretischen Elastizitätsmodul von Stahl bestätigt die durchgeführten Korrekturmethode und Steifigkeiten.

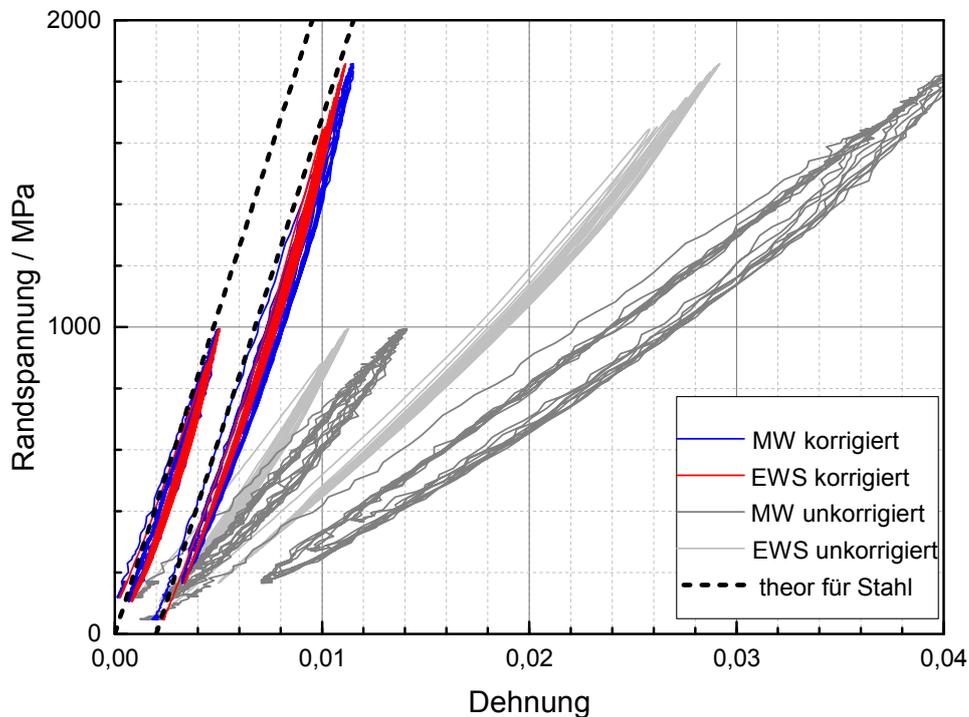


Abbildung 35: Darstellung der Hysteresiskurven verschiedener Proben mit und ohne Korrektur durch die Peripheriesteifigkeiten (MW: Maschinenweg, EWS: Externer Wegsensor)

Grau unterlegt ergibt sich die Darstellung der Hysteresen bei Annahme einer unendlichen Maschinen/Peripheriesteifigkeit. Die großen Abweichungen von diesem theoretischen Wert sind ein Beweis dafür, dass die Berechnung von Ersatzsteifigkeiten nötig ist, um realistische Werkstoffkennwerte abzubilden. Die farbliche Gestaltung wurde der Einfachheit halber für beide Proben gleich gewählt. Die Zuordnung der Kurven mit gleicher Farbe zur jeweiligen Probe kann jedoch über die unterschiedlichen Spannungsamplituden erfolgen.

3.3.3. Dehnungsmessung und Wechselverformungskurven

Um Aussagen über das Wechselverformungsverhalten der Werkstoffzustände während der Ermüdungsversuche treffen zu können, wurden Verschiebungsmessungen durchgeführt, um hieraus die Dehnungen zu bestimmen. Die Verschiebungsmessungen wurden an zwei Stellen durch zwei verschiedene Sensoren vollzogen. Zum einen erfolgte die Verschiebungsmessung des kompletten Messkreises durch den prüfmaschineninternen Wegsensor. Zum anderen wurde der kapazitive Wegsensor AW210-22-1 der Firma E+H Metrology verwendet, um einen kleineren Messkreis (siehe Δs_E in Abbildung 33) direkt um die Probeneinspannung zu gewährleisten. Die Berechnung der tatsächlichen Ver-

schiebung/Dehnung an der Probe erfolgte mittels der in Abschnitt 3.3.2 hergeleiteten Formeln. Die Wechselverformungskurven, welche die Dehnungsamplitude abhängig von der Lastspielzahl zeigen, wurden mit einer Erneuerungsrate von 40 Hz, was genau der Versuchsfrequenz entspricht, innerhalb der ersten 200 Schwingspiele aufgenommen. Danach erfolgt die Aufzeichnung der Wechselverformungskurve alle 4 Sekunden, um die Datenmenge nicht auf ein zu hohes Maß ansteigen zu lassen. Die Abtastrate der eigentlichen Messwerte, als Grundlage der Berechnung der Dehnungsamplitude, betrug in allen Fällen 1000 Hz.

3.3.4. Versuchsführung

Die Versuche zur Untersuchung der Schwingfestigkeit der einzelnen Werkstoffzustände wurden einstufig, mit sinusförmiger mechanischer Spannung, bei einem Lastverhältnis von $R=0,1$ und mit einer Frequenz von 40 Hz durchgeführt. Zur Ermittlung der Dauerfestigkeiten bei einer Grenzlastspielzahl von 10^7 wurden die Belastungshorizonte mittels des Treppenstufenverfahrens festgelegt. Das heißt, dass nach einem Probenbruch die nächste Probe bei einer tiefer gelegenen Belastungsstufe und umgekehrt nach einem Durchläufer die nächste Probe bei einer höheren Belastungsstufe geprüft werden muss, wobei die Stufenhöhe zwischen den Belastungsstufen konstant bleibt. Die Auswertung erfolgte nach dem modifizierten Verfahren zur Auswertung von Treppenstufenversuchen nach Hück [204]. Um die Ausrichtung der Proben mit kleinen Abmessungen sicherstellen zu können, wurde vor jedem Versuch geprüft, ob tatsächlich alle vier Auflager die Probe berühren. Hierzu erfolgte eine Bestimmung des elektrischen Widerstandes zwischen den kritischen oberen beiden Auflagern. Ein geringer Widerstand im Bereich weniger Ohm ist nur möglich, wenn beide Auflager die Probe berühren. Weiterhin erfolgte die Ausrichtung der Probe mittels einer Schablone. Vor Beginn der eigentlichen Messung erfolgte eine niederfrequente Belastung im Bereich von etwa 10% der Dauerfestigkeit, um Setzeffekte während der eigentlichen Prüfung zu verhindern. Der Abbruch des Versuches erfolgte im überwiegenden Teil der Versuche durch den Restgewaltbruch oder das Erreichen der Grenzlastspielzahl von 10^7 Schwingspielen.

3.4. Mikrohärtemessungen

Um die Härte der einzelnen Werkstoffzustände charakterisieren zu können, wurden Mikrohärtemessungen, mittels des UNAT 1 Nanoindenters der Firma Asmec durchgeführt. Aufgrund der geringen Korngröße ist nicht mit großen Abweichungen zu Makrohärtemessungen aufgrund von Korngrößeneffekten zu rechnen. Die Messungen wurden instrumentiert unter Verwendung der DIN EN ISO 14577 [205] durchgeführt. Dabei ergaben sich die Kraft-Eindringkurven für jede Härtemessung, aus denen die einzelnen Martenshärten nach [205] berechnet werden können. Durch anschließende Umrech-

nung ist die Angabe der Vickershärte bei einer konstanten Prüfkraft von 200 mN möglich. Durch die instrumentierte Prüfeinrichtung mit verschiebbaren Achsen in der Ebene war eine orts aufgelöste Härtemessung über größere Probenbereiche möglich. In allen Fällen wurden die zu untersuchenden Oberflächenbereiche mittels metallographischer Methoden bis einschließlich zur Feinstpolitur mit SiO₂ präpariert.

3.5. Mikroskopische Gefüge- und Bruchflächenuntersuchungen

Mittels mikroskopischer Analyseverfahren wurden die Gefüge, aber auch die Bruchflächen aller Werkstoffzustände, untersucht. Bei der Bruchflächenanalyse war zur Betrachtung im Rasterelektronenmikroskop, außer einer Reinigung mit Ethylalkohol im Ultraschallbad, keine weitere Präparation nötig. Hierbei wurden die Abmessungen der rissinitiierenden nichtmetallischen Einschlüsse bestimmt und Detailaufnahmen der Anrissstelle angefertigt. In manchen Fällen erfolgte zur Untersuchung der zyklischen Stabilität die Präparation des Risspfades und Anrissortes mittels Focussed Ion Beam (FIB) zur Aufnahme im Transmissionselektronenmikroskop (TEM). Auch wurden teilweise einfache metallographische Querschliffe der Bruchfläche angefertigt.

Zur Analyse der Mikrostruktur musste hingegen in den meisten Fällen eine metallographische Präparation erfolgen, um die Mikrostruktur im Lichtmikroskop oder Rasterelektronenmikroskop sichtbar zu machen. Alternativ konnten jedoch durch die Präparation mittels FIB ebenfalls mikrostrukturelle Merkmale wie Korn- oder Phasengrenzen sichtbar gemacht werden.

3.5.1. Rasterelektronenmikroskopie

Mittels Rasterelektronenmikroskopie wurden sowohl Aufnahmen der Mikrostruktur als auch der Bruchflächen erstellt. Hierfür kam größtenteils das Gerät der Bauart Philips XL40 mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) bei einer Beschleunigungsspannung von 20 kV zum Einsatz. Alternativ wurden am Institut für Verbundwerkstoffe der TU Kaiserslautern hochauflösende Aufnahmen mit höherer Vergrößerung mit einem Zeiss Supra 40VP, ebenfalls mit EDX ausgestattet, bei einer Beschleunigungsspannung von 5 kV erstellt.

3.5.2. Metallographie und Lichtmikroskopie

Die metallographischen Analysen bestanden überwiegend aus der Auswertung von metallographischen Schliffen, welche mittels der Schleif- und Poliermaschine Struers Tegramin-30 hergestellt wurden. Auch die Probenfertigung erfolgte mittels dieser Maschine. Die anschließende Ätzung der Schliffe wurde in allen Fällen mit alkoholischer 3%-iger Salpetersäure durchgeführt, um bei den polierten Schliffen mikrostrukturelle Bestandteile darstellen zu können. Zur lichtmikroskopischen Analyse der Mikrostruktura-

ren, aber auch von Bruchflächen bei Rissinitiierung an einem inneren nichtmetallischen Einschluss, kam das Lichtmikroskop Leica DM2500 M mit Hellfeldbeleuchtung zum Einsatz.

3.5.3. Transmissionselektronenmikroskopie und Focussed Ion Beam

Die FIB Präparationen sowie die TEM Aufnahmen wurden am Institut für Nanotechnologie am Karlsruher Institut für Technologie (KIT) durchgeführt. Hierbei wurde für Hell- bzw. Dunkelfeldaufnahmen ein Tecnai F20 ausgerüstet mit ASAR DigiStar (Nanomegas) System bei einer Beschleunigungsspannung von 200 kV verwendet. Die ACOM-TEM Aufnahmen, welche es ermöglichen, die Orientierung einzelner Körner zu detektieren, wurden ebenfalls mit diesem Gerät durchgeführt. Da bei der Transmissionselektronenmikroskopie die Probe durchstrahlt und somit ein Bild aufgenommen wird, ist es wichtig, sehr dünne Folien aus dem zu betrachtenden Materialvolumen herzustellen. Die Präparation erfolgte mit Focussed Ion Beam bei 5 kV durch Abtragung mittels Ga^+ Ionen. Zuvor wurde in allen Fällen die Oberfläche mittels einer Platin-Abscheidung versehen, um Beschädigungen zu vermeiden und die Rauigkeit der Oberfläche auszugleichen. Abbildung 36 zeigt eine Stelle zur TEM-Lamellen Entnahme bei der Präparation.

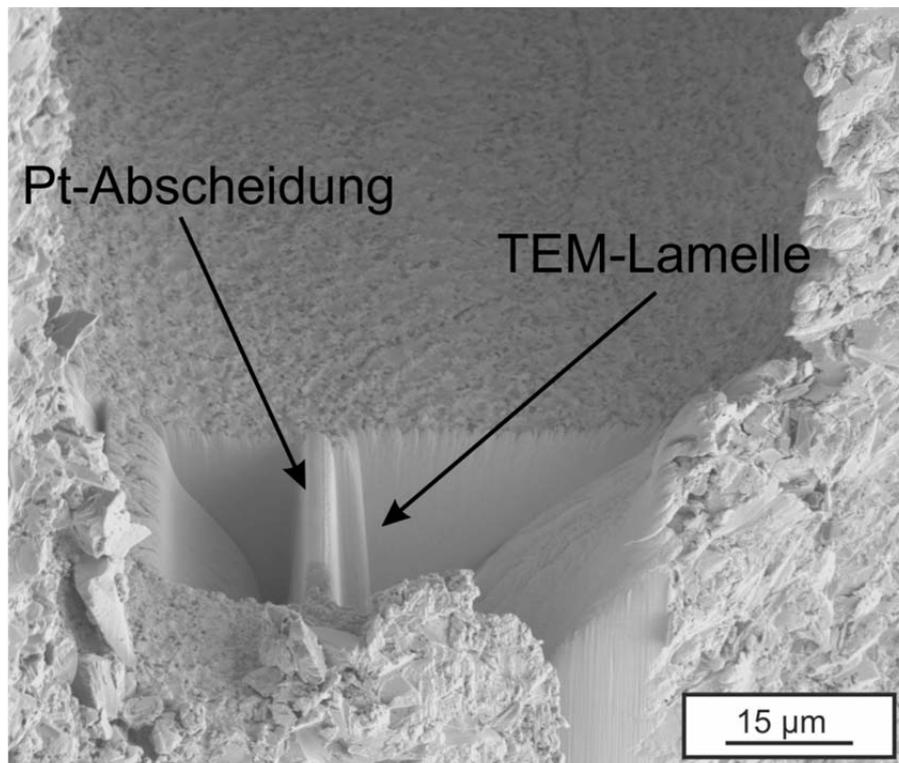


Abbildung 36: Präparation einer TEM-Lamelle mittels Focussed Ion Beam

Ziel war die Herstellung von planaren Schnittflächen, wobei der Strahl einen Einfallswinkel von 52° aufweist. Nach Erstellen der dünnen Folie erfolgte die Entnahme und Aufbringung der Lamelle auf ein Netz durch einen Mikromanipulator.

4. Werkstoffzustände ohne SPD

4.1. Ausgangsgefüge

Als Ausgangswerkstoff für die Erstellung der ultrafeinkörnigen Zustände kam der Vergütungsstahl C45 zum Einsatz. Eine Grundcharakterisierung ist in Abschnitt 4.1.1 dargestellt. Die anschließende Behandlung war zum einen eine reine HPT Behandlung des Ausgangsgefüges, zum anderen aber eine Kombination von Wärmebehandlung und HPT, die an späterer Stelle beschrieben wird. Die aus dem HPT resultierenden Gefüge sind nicht nur schwer vergleichbar mit ähnlichen Gefügen aus der Literatur, außerdem gehört die Mikrobiegeprüfung ebenfalls nicht zum aktuellen Stand der Technik. Um jedoch die gefundenen Festigkeiten aus den Ermüdungsversuchen sicher einschätzen und in den Kontext hochfester Stähle einordnen zu können, wurden analog Versuche an dem Wälzlagerstahl 100Cr6 durchgeführt. Dieser ist in Abschnitt 4.1.2 näher charakterisiert. Die mittels einer Spektralanalyse ermittelten chemischen Zusammensetzungen der beiden verwendeten Werkstoffe finden sich in Tabelle 1.

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung der verwendeten Stähle, Angaben in Masse-%

	C	Cr	Si	Mn	Cu	Mo	P	S
100Cr6	0.95	1.47	0.29	0.25	0.04	0.017	0.003	0.002
C45	0.46	0.04	0.17	0.64	0.06	0.01	0.011	0.009

4.1.1. Vergütungsstahl C45 (N-ini)

Das in Abbildung 37 dargestellte Gefüge zeigt den Grundzustand des Vergütungsstahles C45.

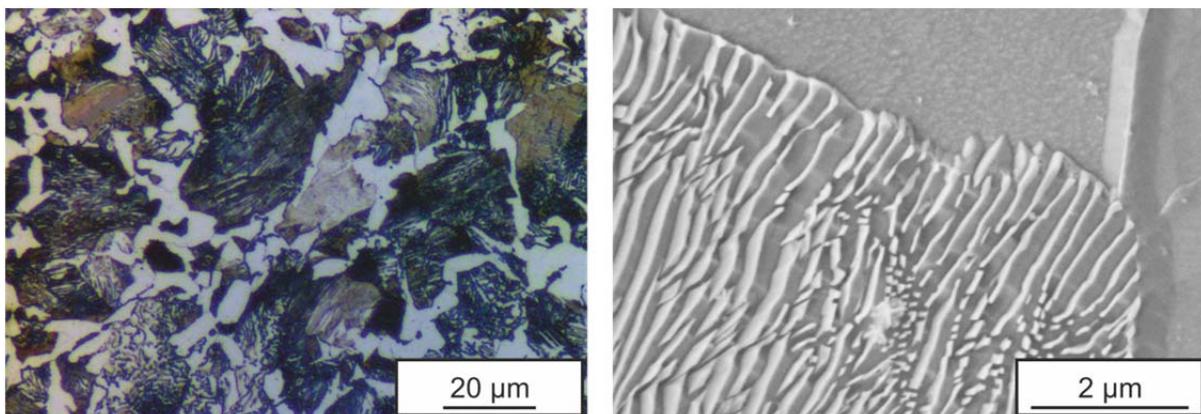


Abbildung 37: Lichtmikroskopische (links) und rasterelektronenmikroskopische Gefügeaufnahme (rechts) des normalgeglühten Ausgangsgefüges C45 im Querschliff

Das Material wurde in Stangen mit einem Durchmesser von 10 mm im normalgeglühten Zustand angeliefert. Im Folgenden wird dieser Zustand mit N-ini abgekürzt. Die Härte des ferritisch-perlitischen Gefüges beträgt 295 HV. Über die Prozedur der Normalglühbehandlung liegen keine weiteren Informationen vor. Die in Teilen netzförmige Struktur des Ferrits lässt eine schnelle Abkühlung verglichen mit dem Gleichgewichtszustand vermuten. Dies erklärt auch den geringeren Anteil an Ferrit von 25,3 %, verglichen zu den 44 %, welche anhand des Hebelgesetzes für den Gleichgewichtszustand berechnet werden können. Die Mikrostruktur weist eine mittlere Korngröße von durchschnittlich 11,6 μm für alle Körner auf. Dieser Werte wurde anhand der Aufnahmen im Lichtmikroskop bestimmt. Der Lamellenabstand des Zementits beträgt im Mittel 274 nm, gemessen in der rasterelektronenmikroskopischen Gefügaufnahme in Abbildung 37 rechts.

4.1.2. Wälzlagerstahl 100Cr6 (B-100Cr6)

Als Vergleichszustand für die ultrafeinkörnigen Werkstoffzustände wurde als Referenz für höchste Schwingfestigkeiten der Wälzlagerstahl 100Cr6 herangezogen. Im Ausgangszustand lag das Material im bainitisierten Zustand mit einer Härte von 775 HV vor. Nähere Erläuterungen zum Werkstoffzustand und zur vorgelagerten Wärmebehandlung sind [206, 207] zu entnehmen. Der Werkstoff weist demnach im vorliegenden Zustand eine Streckgrenze von 1899 MPa und eine Zugfestigkeit von 2458 MPa auf.

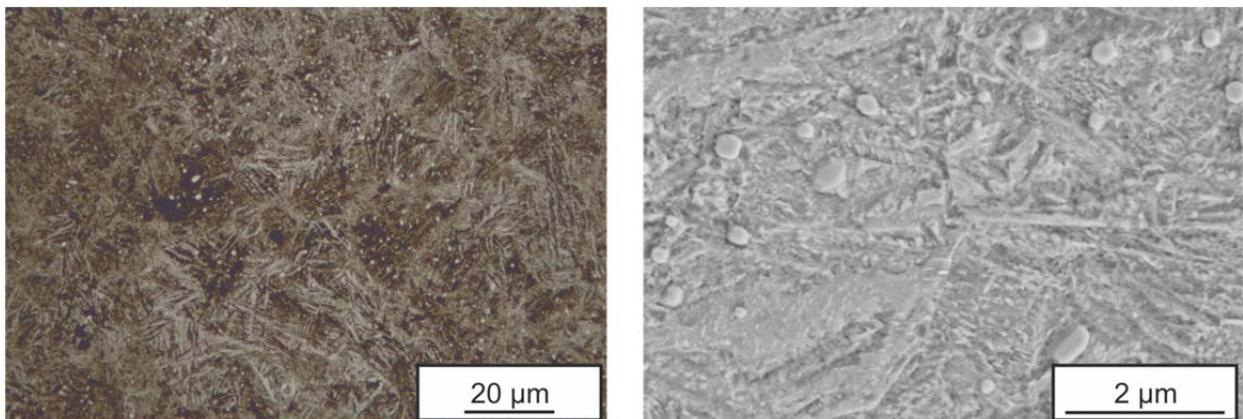


Abbildung 38: Lichtmikroskopische (links) und rasterelektronenmikroskopische Gefügaufnahme (rechts) des bainitisierten Ausgangsgefüges 100Cr6 im Querschliff

Innerhalb der nadelförmigen Mikrostruktur sind in Abbildung 38 links kleine kugelförmige Sekundärkarbide mit einer Größe von bis zu maximal 1 μm zu erkennen. Abbildung 38 rechts zeigt die unter einem Winkel von 60° zur Nadelachse ausgeschiedenen Karbide des unteren Bainits sowie wiederum große Sekundärkarbide [208].

4.2. Gefüge nach Wärmebehandlung

Ziel dieser Untersuchungen ist es unter anderem zu erklären, welchen Einfluss die Karbidmorphologie vor der massiven plastischen Deformation auf die Schwingfestigkeit und zyklische Stabilität nach dem HPT Prozess hat. Hierfür wurden drei unterschiedliche Wärmebehandlungen (Patentieren, Weichglühen, Vergüten) des Stahles C45 dem High Pressure Torsion Verfahren vorgeschaltet. Zusätzlich diente auch das normalisierte Ausgangsgefüge direkt, ohne weitere Wärmebehandlung, als Grundzustand für die massive plastische Deformation.

4.2.1. Patentiertes Gefüge (P-ini)

Bei sehr langsamer Abkühlung eines untereutektoiden Stahles resultiert ein normalisiertes Gefüge analog zu dem in Abschnitt 4.1.1 gezeigten. Der Anteil an Perlit beträgt für den C45 üblicherweise 56 %. Als weiterer Grundzustand vor der HPT Behandlung wurde ein rein perlitisches Gefüge verwendet. Um dieses bei der gegebenen chemischen Zusammensetzung einzustellen, wurde als gezielte Wärmebehandlung, das Patentieren, durchgeführt. Nach Austenitisierung bei 900 °C wurde das Rundmaterial für 3 Sekunden bei 375 °C abgeschreckt und schließlich für 30 Minuten im Ofen bei 500 °C gehalten.

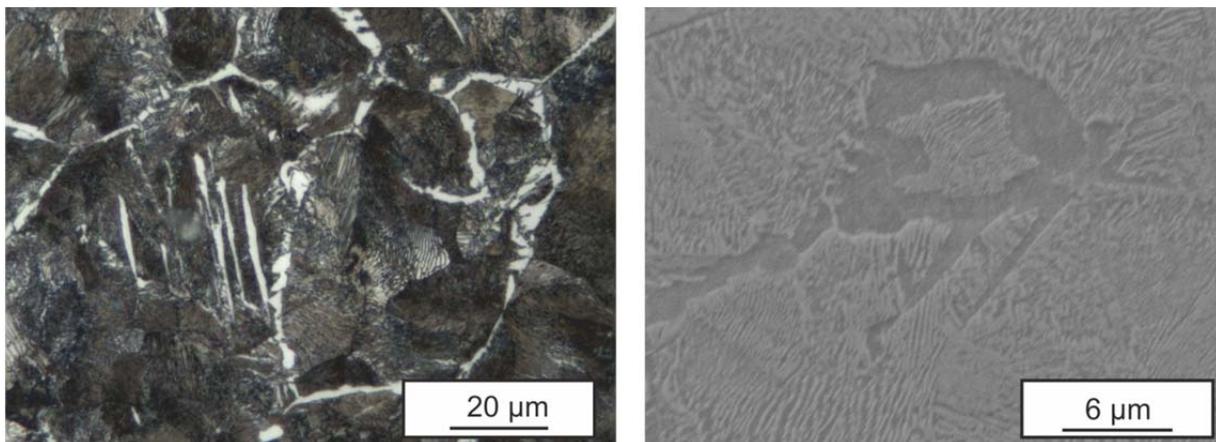


Abbildung 39: Lichtmikroskopische (links) und rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des patentierten Gefüges (rechts) nach Wärmebehandlung des Ausgangsgefüges C45 im Querschliff

Als Ergebnis resultiert die in Abbildung 39 gezeigte patentierte Mikrostruktur (P-ini) mit einer Härte von 243 HV. Der Werkstoff hat nach der thermischen Behandlung einen Perlitgehalt von etwa 91,8 % mit einem mittleren Lamellenabstand von 260 nm. Da über die anfängliche Normalisierungsbehandlung keine näheren Informationen vorliegen, konnte nicht abschließend geklärt werden, warum die Härte des P-ini Zustandes entgegen der Erwartungen einen geringeren Wert annimmt, als im normalisierten N-Zustand.

4.2.2. Weichgeglühtes Gefüge (S-ini)

Zur Erzeugung eines kugelförmigen Zementits wurde eine Glühbehandlung für 40 Stunden bei 680 °C durchgeführt. Das entstandene weichgeglühte Gefüge S-ini (S von englisch: spheroidization annealed) ist in Abbildung 40 abgebildet.

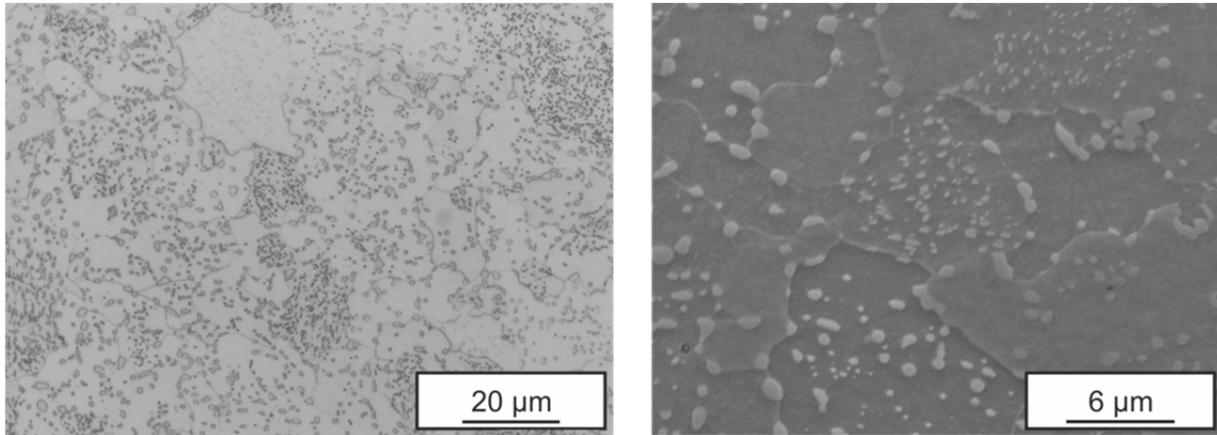


Abbildung 40: Lichtmikroskopische (links) und rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des weichgeglühten Gefüges (rechts) nach Wärmebehandlung des Ausgangsgefüges C45 im Querschliff

Die Mikrostruktur ist insgesamt sehr homogen mit einem mittleren Korndurchmesser von 15 µm. Die Karbide erreichen Größen von maximal 1 µm und liegen, wie auch in Abbildung 40 rechts zu erkennen, teilweise auf den Korngrenzen. Die Härte des Gefüges beträgt 173 HV.

4.2.3. Vergütungsgefüge (T-ini)

Um die Festigkeit eines Perlitgefüges zu steigern, stehen neben dem Härten auch Verfahren wie das Vergüten zur Verfügung. Vergüten ist eine Kombination von Härten und anschließendem Anlassen und ist gut geeignet, die Karbidmorphologie in den aktuellen Untersuchungen zu variieren. Ist beim Perlit der Zementit lamellenförmig zwischen dem Ferrit angeordnet, so liegen die Karbide in einem vergüteten Gefüge, wie in Abbildung 41 fein verteilt zwischen den Nadeln des Vergütungsgefüges vor. Das Vergütungsgefüge selbst ist ein übersättigter Ferrit, welcher sich aus Martensit nach der Härtebehandlung durch Ausscheiden der Karbide gebildet hat. Das T-ini Gefüge (T von englisch: tempered) aus Abbildung 41 wurde nach Austenitisieren für 20 Minuten bei 850 °C, Abschrecken in Wasser und anschließendem Anlassen bei 450 °C für 60 Minuten eingestellt. Die Härte wurde durch die Wärmebehandlung auf 388 HV gesteigert.

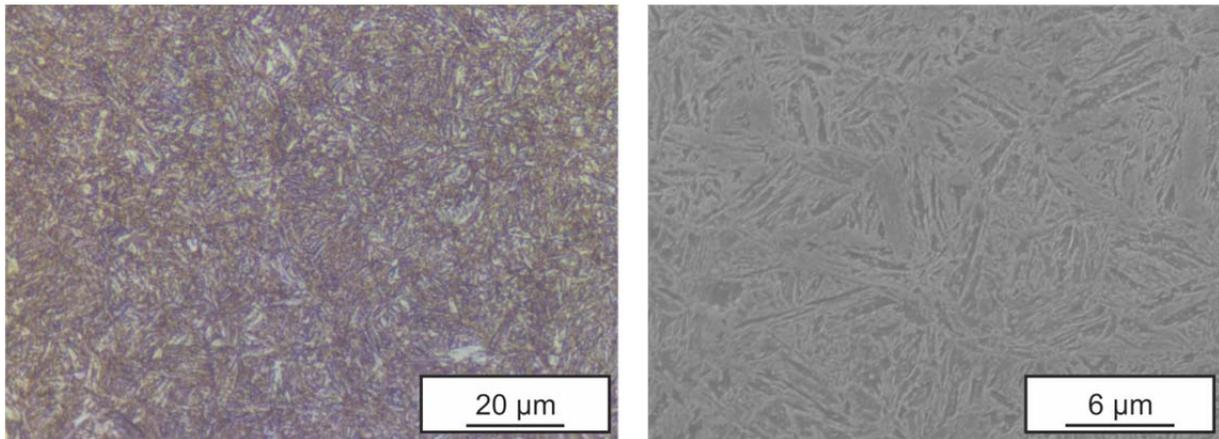


Abbildung 41: Lichtmikroskopische (links) und rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des vergüteten Gefüges (rechts) nach Wärmebehandlung des Ausgangsgefüges C45 im Querschliff

5. Ultrafeinkörnige Werkstoffzustände

Durch das High Pressure Torsion Verfahren konnten die vier Ausgangszustände N-ini, P-ini, S-ini und T-ini massiv plastisch deformiert werden. Es wurden zum einen Proben mit sechs HPT-Umdrehungen (HPT-6) der Ufa-Prozedur ausgehend vom S-ini und T-ini Zustand hergestellt. Zum anderen wurde mit allen ini-Zuständen als Ausgangszustand die KIT-Prozedur mit zehn HPT-Umdrehungen (HPT-10) durchgeführt, wobei anhand dieser Methode die besten Resultate im Rahmen dieser Arbeit erzielt werden konnten. Bei beiden Verfahren und allen Zuständen wurden der hydrostatische Druck von 6 Gpa und die Verfahrenstemperatur von 380 °C konstant gehalten. Es entstand in allen Fällen (ausser bei T-HPT-6) ein ultrafeinkörniges Gefüge mit deutlich reduzierter Korngröße verglichen zum jeweiligen Ausgangszustand.

In den Abschnitten 5.1 bis 5.2 erfolgt eine Charakterisierung der ultrafeinkörnigen Werkstoffe nach der HPT-Prozedur, wobei zuerst in Abschnitt 5.1 die Mikrostruktur elektronenmikroskopisch untersucht wird und sich im Teil 5.2 Mikrohärtmessungen anschließen.

5.1. Mikrostrukturen

Dieser Abschnitt gibt einen Überblick über die Mikrostrukturen der einzelnen Proben nach der massiven plastischen Deformation. Dies erfolgt anhand von rasterelektronenmikroskopischen und transmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen im radialen Abstand von 3 mm zum Mittelpunkt des jeweiligen HPT-Plättchens. Die TEM Aufnahmen wurden mittels der ACOM Technologie aufgenommen, um die Textur der einzelnen Körner zu messen und darauf basierend eine quantitative Aussage über die resultierende Korngröße machen zu können. Es ist außerdem möglich, die Ferrit-Phase sichtbar zu machen, um daraus die Verteilung der Karbide zu bestimmen. Jedoch sei darauf hingewiesen, dass sich durchaus Inhomogenitäten in der Korngrößen- und Karbidverteilung einstellen können, was die generelle Aussagekräftigkeit der einzelnen Mikrostrukturbilder einschränken kann. Generell war es mittels REM besser möglich, Inhomogenitäten zu beobachten und bei der Analyse zu berücksichtigen.

5.1.1. Ausgangszustand normalisiert nach HPT

Abbildung 42 zeigt die Mikrostruktur des normalisierten Ausgangszustandes nach der HPT-Behandlung mit zehn Umdrehungen, im Folgenden N-HPT-10 genannt. Die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme gibt nur ein sehr diffuses Bild mit wenig Kontrast der Körner wieder. Eine quantitative Aussage über die Kornabmessungen ist aufgrund der geringen Korngröße nicht möglich, lediglich eine grobe Kategorisierung als ultrafeinkörniges Gefüge, mit einer Korngröße unter 1 µm. Anders stellt sich dies bei Betrachtung der Mikrostruktur mit dem TEM dar. Mit zusätzlicher ACOM Technologie

ergibt sich in Abbildung 42, Mitte, ein eindeutiges Bild über die Kornverteilung und Orientierungen.

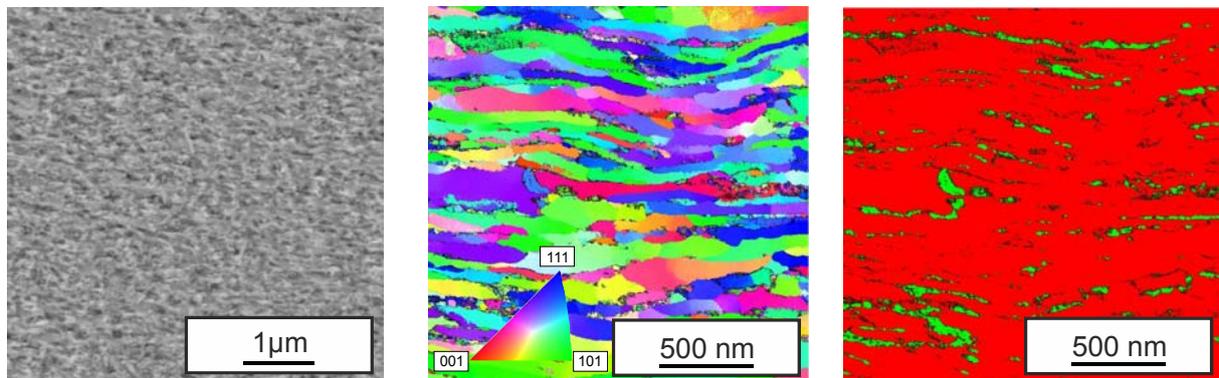


Abbildung 42: Gefügeaufnahme des Zustandes N-HPT-10 mittels REM (links) und ACOM-TEM (Mitte); Karbidverteilung mittels ACOM-TEM (rechts)

Es ergibt sich eine Streckung der Kornachsen in Richtung der HPT-Scherebene. Die mittlere Korndiagonale beträgt 222 nm mit einem Längen zu Breiten Verhältnis von 3,38. Dies entspricht einer mittleren Kornlänge von 213 nm und Kornbreite von 63 nm. Erkennbar sind gut ausgeprägte Großwinkelkorn Grenzen, welche sich durch einen hohen Unterschied in der Orientierung zum Nachbarkorn auszeichnen. Der Zementit des Perlit hat sich entlang der Scherebene beim HPT angeordnet. Viele Karbidfragmente, mit sehr kleinen Abmessungen sind zu erkennen, was sich deutlich vom Perlit im Ausgangszustand unterscheidet. Jedoch ist noch eindeutig eine Zementitphase auszumachen. Innerhalb der Mikrostrukturanalysen hat sich der aktuelle Zustand N-HPT-10 als der unregelmäßigste erwiesen, da sich Stellen mit der hier gezeigten Kornstruktur ergaben, jedoch auch Stellen mit um Faktor zwei bis drei größeren Kornabmessungen.

5.1.2. Ausgangszustand patentiert nach HPT

Im Gegensatz zum ferritisch-perlitischen Ausgangszustand des N-HPT-10 Zustandes war das Ausgangsgefüge des in Abbildung 43 gezeigten UFG-Materials P-HPT-10 fast rein perlitisch. Unterschiede lassen sich schon in der REM-Aufnahme von Abbildung 43 links erkennen. Im aktuellen Fall ist die Kornstruktur etwas besser zu erkennen als in Abbildung 42 links, was auf eine höhere Korngröße hindeutet. Außerdem ist die Streckung entlang der HPT-Scherebene schon im REM zu erkennen. Letztendlich ist aber auch hier keine eindeutige quantitative Aussage über die Korngröße möglich. Dies gelingt wiederum nur mittels transmissionselektronenmikroskopischer Aufnahmen in Abbildung 43, Mitte, welche gut definierte Großwinkelkorn Grenzen zeigen. Die Korngröße als mittlere Korndiagonale beträgt 223 nm. Darüber hinaus beträgt die mittlere Kornlänge 213,8 nm und die mittlere Kornbreite 67,65 nm. Dies entspricht einem Verhältnis von 3,16. Bezüg-

lich der Karbide ist in Abbildung 43 rechts ein Trend zu kleineren Abmessungen verglichen mit Abbildung 42 zu erkennen.

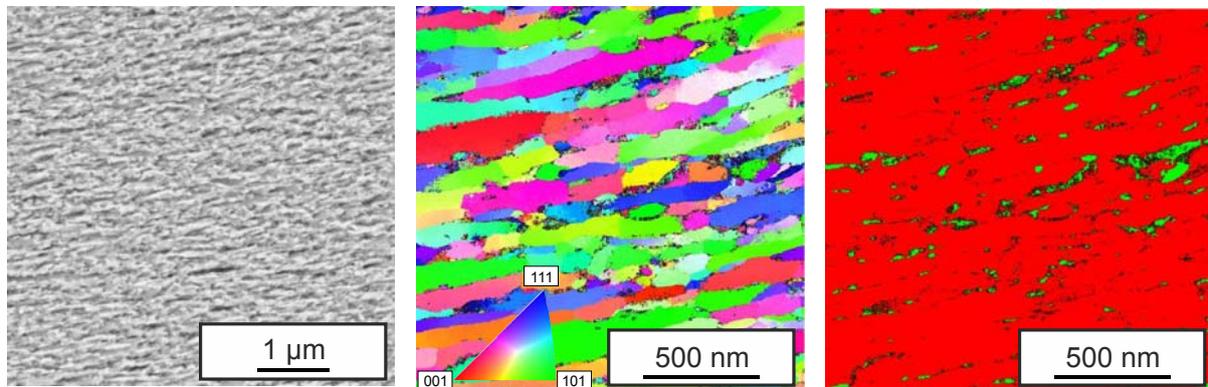


Abbildung 43: Gefügeaufnahme des Zustandes P-HPT-10 mittels REM (links) und ACOM-TEM (Mitte); Karbidverteilung mittels ACOM-TEM (rechts)

Der Grund dafür ist die homogenere Karbidverteilung im größtenteils perlitischen patentierten Ausgangsgefüges mit nur noch sehr kleinen Ferritanteilen. Dadurch ergibt sich im UFG-Zustand ein Gefüge mit kleineren und regelmäßiger verteilten Karbiden verglichen zum N-HPT-10 Zustand.

5.1.3. Ausgangszustand weichgeglüht nach HPT

Der weichgeglühte Ausgangszustand weist kein ferritisch-perlitisches Gefüge mehr auf. Durch die bereits in Folge der Wärmebehandlung vorhandenen kugelförmigen Karbide unterscheiden sich auch die Gefüge im ultrafeinkörnigen Zustand von den zuvor betrachteten (N/P-HPT-10). Im Gegensatz zu diesen Zuständen wurde auf Grundlage des weichgeglühten S-ini Zustandes auch die HPT-6 Prozedur durchgeführt. Abbildung 44 zeigt das resultierende ultrafeinkörnige S-HPT-6 Gefüge.

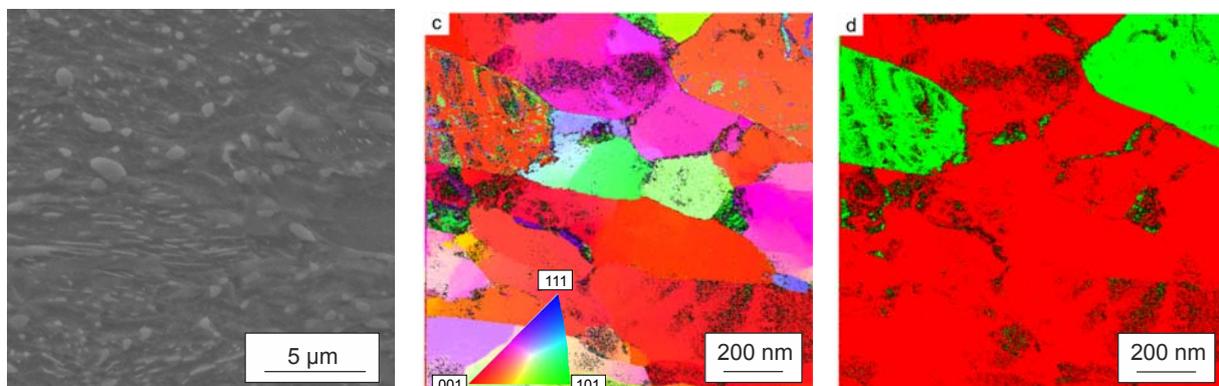


Abbildung 44: Gefügeaufnahme des Zustandes S-HPT-6 mittels REM (links) und ACOM-TEM (Mitte); Karbidverteilung mittels ACOM-TEM (rechts)

Erkennbar ist eine Veränderung der Mikrostruktur verglichen zum Ausgangszustand in Abbildung 40. Die Korngrenzen sind zum größten Teil nicht mehr klar im Rasterelektronenmikroskop sichtbar und es ergibt sich eine langgestreckte Struktur der ursprünglich runden Karbide. Erst in der ACOM-TEM-Aufnahme ist die Kornstruktur mit einer mittleren Korndiagonale von 634 nm gut erkennbar. Die Korngröße bewegt sich zwar im UFG-Bereich unter 1 μm , jedoch ist sie deutlich größer als in den bisher gezeigten HPT-10 Zuständen. Bei Betrachtung der Missorientierungen der Körner ergibt sich ein relativ hoher Gehalt an Kleinwinkelkorngrenze. Die Karbidverteilung erscheint wenig verändert zum Ausgangszustand, mit gut definierten Rändern der kugelförmigen Karbide. Abbildung 45 zeigt den Zustand S-HPT-10 nach massiver plastischer Deformation des weichgeglühten Ausgangszustandes mittels der KIT-Prozedur.

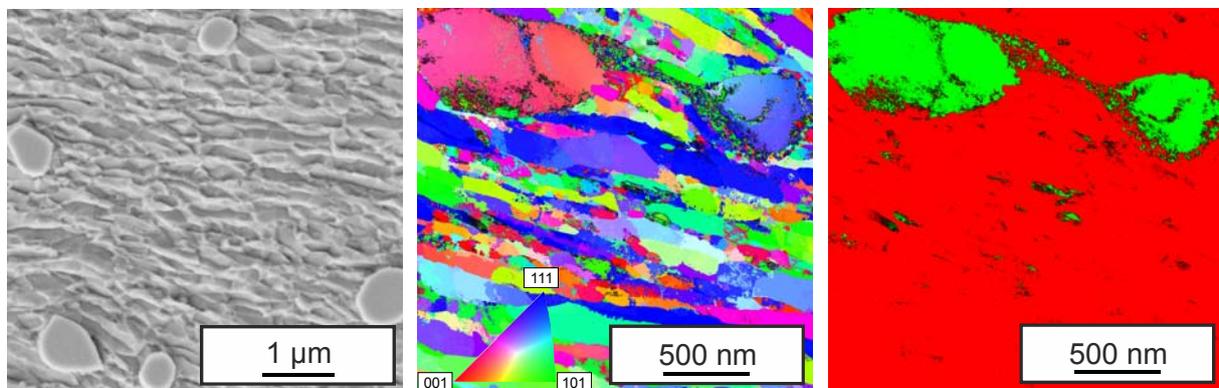


Abbildung 45: Gefügeaufnahme des Zustandes S-HPT-10 mittels REM (links) und ACOM-TEM (Mitte); Karbidverteilung mittels ACOM-TEM (rechts)

In Abbildung 45 links ist eine Korngröße größer als in den Fällen N/P-HPT-10 jedoch deutlich kleiner als bei S-HPT-6 beim Vergleich der rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen zu erkennen. Dies entspricht auch der Charakteristik der in Abschnitt 5.2 bestimmten Härteverläufe. Bei Vergleich der transmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen, welche eigentlich deutlich besser zur Bestimmung der Korngröße geeignet sind, ergibt sich allerdings eine geringere Korngröße für den S-HPT-10 Zustand, verglichen mit den vorher betrachteten HPT-10 Zuständen. Dieser Widerspruch lässt sich mit den Inhomogenitäten der Kornverteilung begründen, wobei in diesem Falle die Aussagen der REM-Untersuchung zutreffend für den größten Teil des Materialvolumens sind. Die Korngröße, gemessen an der Kornstruktur von Abbildung 45 links beträgt 288 nm. Bei einem durchschnittlichen Länge zu Breite Verhältnis von 2,47 beträgt die mittlere Länge 267 nm und die mittlere Breite 108 nm. Unabhängig von der Homogenität sind in Abbildung 45 rechts die kugelförmigen Sekundärkarbide von der Wärmebehandlung in der TEM Aufnahme zu erkennen. Sie haben sich in ihrer Morphologie nur leicht verändert, jedoch ist von einer teilweisen Fragmentierung zumindest der kleinen Karbide

auszugehen. Dies zeigt sich zum einen durch sehr kleine Karbidinseln, dünner als 100 nm, welche so nicht im Ausgangszustand vorhanden waren. Zum anderen zeigt die Abbildung in der oberen Hälfte eine Momentaufnahme der Fragmentierung zweier Kugelkarbide.

5.1.4. Ausgangszustand vergütet nach HPT

Im vergüteten Ausgangszustand variiert die Karbid- und Kornmorphologie verglichen zu den übrigen Zuständen erneut drastisch. Die Tatsache, dass es sich im ursprünglichen Zustand um fein verteilte Karbide handelte, hat auch Auswirkungen auf die resultierenden Gefüge T-HPT-6 und T-HPT-10 nach den zwei alternativen HPT-Behandlungen. Abbildung 46 zeigt den durch Ufa-Prozedur aus dem vergüteten Ausgangsgefüge hergestellten Zustand T-HPT-6. Im Rasterelektronenmikroskop ist nur eine unwesentliche Streckung der Nadeln des Vergütungsgefüges erkennbar. Auch im ACOM-TEM ist hauptsächlich die Entstehung neuer KWKG mit geringer Misorientierung zu sehen.

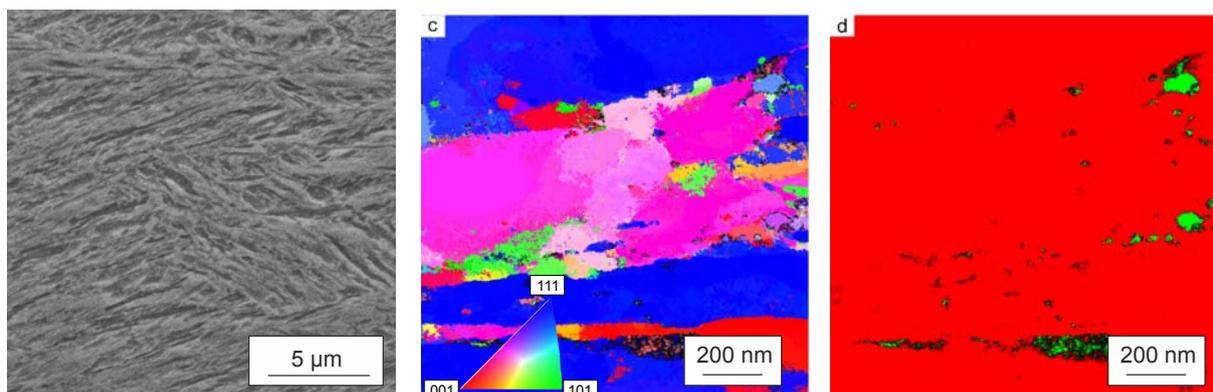


Abbildung 46: Gefügeaufnahme des Zustandes T-HPT-6 mittels REM (links) und ACOM-TEM (Mitte); Karbidverteilung mittels ACOM-TEM (rechts)

Nur wenige Körner sind komplett im Bild erkennbar, was die Korngrößenanalyse erschwert. Jedoch kann in Verbindung mit den REM-Aufnahmen darauf geschlossen werden, dass sich keine signifikante Änderung der ohnehin schon relativ geringen Kornabmessungen ergeben haben. Es ist daher noch immer von einem feinkörnigen Vergütungsgefüge auszugehen und keinem homogenen ultrafeinkörnigen Gefüge.

Durch die KIT-Prozedur konnte auch im Falle des vergüteten Ausgangsgefüges eine deutlich geringere Korngröße als bei den in UFA hergestellten Proben erreicht werden. Die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme in Abbildung 47 bestätigt dies und zeigt eine leicht entlang der Scherebene gestreckte ultrafeinkörnige Mikrostruktur. In dieser Ansicht erscheint die Kornstruktur ähnlich der des P-HPT-10 Zustandes. Die Korngrößenbestimmung anhand der TEM-Aufnahme in Abbildung 47 Mitte ergab jedoch eine mittlere Korngröße von 103 nm, was deutlich unter den bisher gemessenen Werten

liegt. Diese Abweichung ist hauptsächlich durch die Verringerung der Kornlänge auf 95,26 nm begründet.

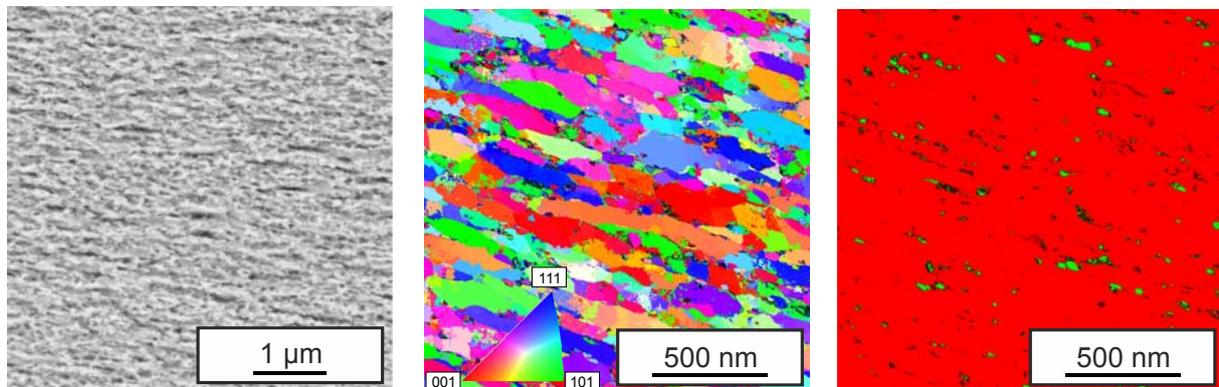


Abbildung 47: Gefügaufnahme des Zustandes T-HPT-10 mittels REM (links) und ACOM-TEM (Mitte); Karbidverteilung mittels ACOM-TEM (rechts)

Die mittlere Breite von 41,5 nm ist ebenfalls verringert und es ergibt sich ein Länge zu Breite Verhältnis von 2,29. Die Karbide sind im Vergleich zu den drei vorherigen Zuständen deutlich feiner verteilt.

5.2. Härteuntersuchungen

Mikrostrukturelle Gefügaufnahmen lassen nur einen begrenzten Rückschluss auf die Homogenität der untersuchten Werkstoffzustände zu. Besonders im TEM, aber auch im REM können nur relativ kleine Probenbereiche genauer charakterisiert werden. Da aber bei einer mechanischen Behandlung, wie dem High Pressure Torsion, Inhomogenitäten auftreten können, ist eine mikrostrukturelle Analyse alleine nicht ausreichend. Deswegen erscheint in den aktuellen Untersuchungen eine automatisierte Messung der Mikrohärtigkeit als beste Möglichkeit, sowohl ein größeres Probenvolumen näher zu charakterisieren, als auch nicht tolerierbare Risse oder große Bereiche mit unregelmäßiger Kornstruktur aufzuspüren, wie im Folgenden gezeigt wird.

5.2.1. Mikrostrukturcharakterisierung mittels Mikrohärtemessungen

Abbildung 48 zeigt die Ergebnisse von Mikrohärtemessungen der Ausgangs- und der UFG-Zustände, welche jedem HPT-10 Zustand einen mehr oder weniger ausgeprägten Gradienten zum Mittelpunkt des HPT Plättchens attestieren. Von daher ist es bei jeder Aussage über die Härte eines HPT-Zustandes von großer Wichtigkeit, immer die Härte im gleichen Abstand vom Mittelpunkt des Plättchens zu vergleichen. Der Gradient selbst kann unterschiedlich ausgeprägt sein. Die Zustände S-, T- und N-HPT-10 zeigen eine Sättigung durch Konvergieren auf ein Maximum hin. Nur im patentierten Zustand P-HPT-10 folgt die Härteverteilung noch in etwa dem linearen Gradienten der Scherdehnung. In

einem Abstand von 3,1 mm zum Mittelpunkt ergibt sich für das normalisierte Gefüge N-HPT-10 die höchste Härte von 839 HV, gefolgt vom patentierten Zustand P-HPT-10 mit 781 HV.

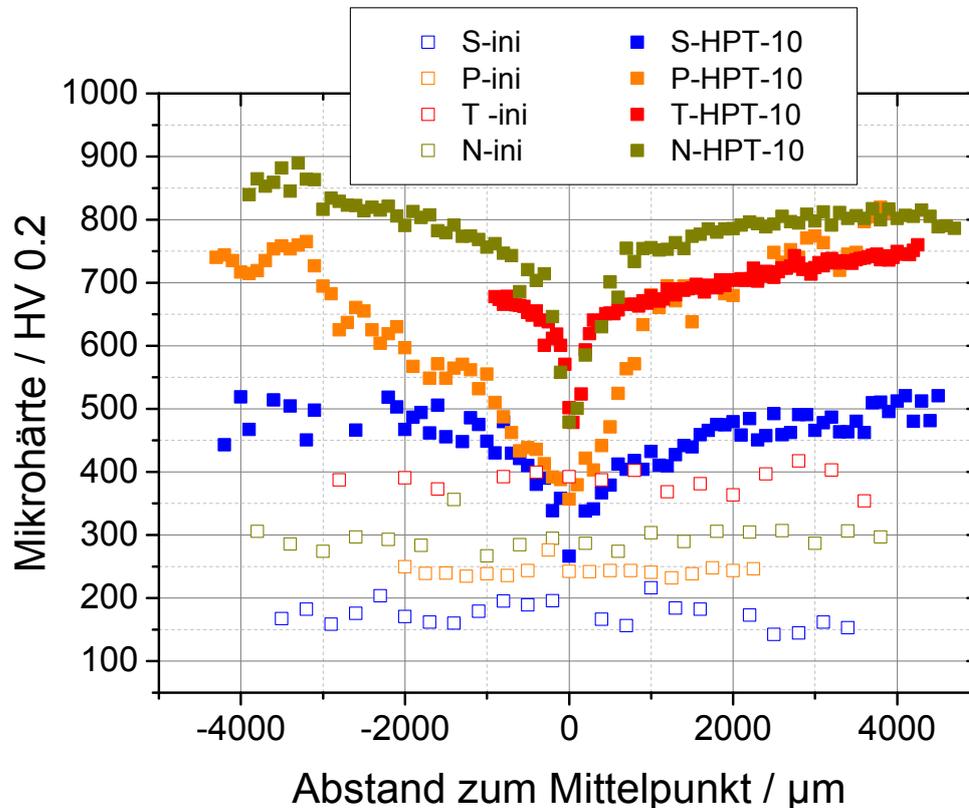


Abbildung 48: Abhängigkeit der Mikrohärtigkeit vom Abstand zum Radienmittelpunkt der HPT-Plättchen für alle UFG-10 Zustände sowie die Ausgangszustände (ini)

Das vergütete Gefüge T-HPT-10 weist eine Härte von 758 HV auf. Die Vergleichshärte beträgt im Falle des S-HPT-10 Zustandes 511 HV, wobei das Gefüge über das ganze Plättchen gesehen den geringsten Unterschied zwischen diesem Wert und dem Härtewert in der Probenmitte aufweist. Dies spricht für einen hohen Grad an Sättigung und Homogenität innerhalb des S-HPT-10-Plättchens. Die Härten der HPT-6 Zustände sind an dieser Stelle nicht mittels orts aufgelöster Härtemessungen gezeigt, da alle Ronden nach der UFA-Prozedur keinen ausgeprägten Gradienten zum Mittelpunkt aufwiesen. Die mittlere Härte im Bereich der Probenentnahme beträgt im Falle des S-HPT-6 Zustandes 289 HV was zwar einer Erhöhung von 71 % gegenüber dem Ausgangszustand entspricht, aber bei weitem nicht der Härte im S-HPT-10 Zustand. Beim T-HPT-6 Zustand zeigt sich, mit einer Härtesteigerung von lediglich 17 % vergleichen zum Ausgangszustand auf 457 HV noch deutlicher, dass die Proben aus Ufa nach HPT-6 deutlich geringere Härten als nach HPT-10 aufweisen.

Um ein besseres Bild bezüglich der Homogenität der HPT-Ronden zu erhalten dient Abbildung 49.

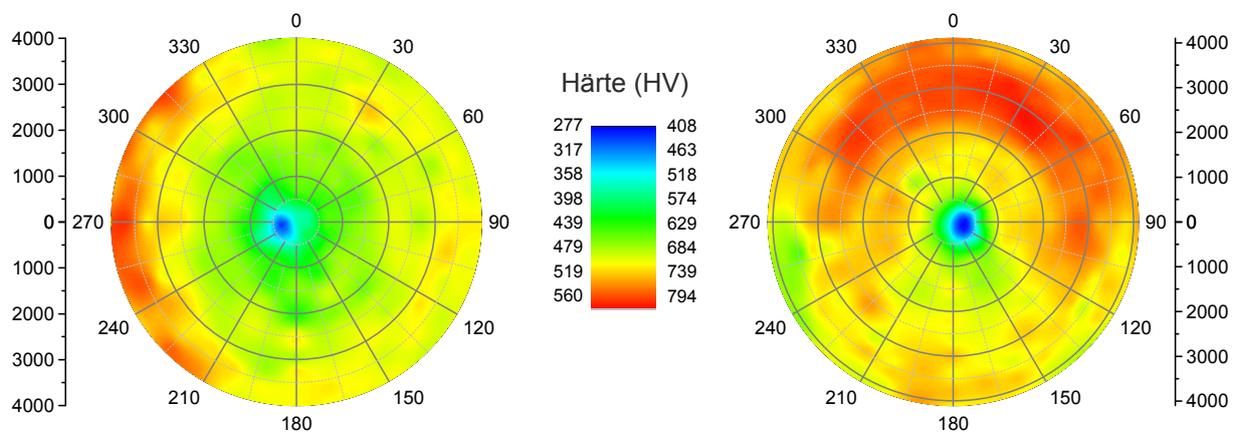


Abbildung 49: Härteverteilung der flachen Seite des HPT-Plättchens mittels Nanoindentation bestimmt: S-HPT-10 (links) und N-HPT-10 (rechts)

Gezeigt sind exemplarisch Härteverteilungen an der Oberfläche der HPT-Zustände S-HPT-10 und N-HPT-10. Aufgrund des nur sehr begrenzt zur Verfügung stehenden Probenmaterials und auch aufgrund der sehr aufwendigen Herstellung mit HPT, sind nur zwei Zustände exemplarisch an dieser Stelle gezeigt. Zum einen ist dies der in Abbildung 49 links gezeigte weichgeglühte Zustand, welcher auch über das gesamte Plättchen eine ausgezeichnete Regelmäßigkeit aufweist. Deutlich zu erkennen ist der Mittelpunkt mit der minimalen Härte von 277 HV. Beim Schleifen konnte nur ein sehr geringer Abtrag realisiert werden, da sonst keine anschließende Entnahme von Ermüdungsproben mehr möglich gewesen wäre. Aufgrund dessen erscheint es bei 270° auch so, dass der Rand eine erhöhte Härte aufweist. Grund dafür ist die schlechtere Präparation dieses Bereichs mit einer unregelmäßigen Fläche, wie sie auch optisch wahrnehmbar war. Das lokale Härtemaximum zwischen 300° und 60° bei 3 mm Abstand in Abbildung 49 rechts, ist dagegen in der Mikrostruktur des Werkstoffes begründet, da zum Rand hin ein erneutes Abfallen der Härte beobachtet werden kann und die Fläche auch rein optisch keine Unregelmäßigkeiten mehr aufwies.

In diesem Plättchen des N-HPT-10 Zustandes konnten Risse in metallographischen Untersuchungen festgestellt werden. Eine Aussage über die Regelmäßigkeit des Gefüges und die Detektion von Rissen ist somit über Härteverläufe denkbar. Die innerhalb der Mikrostrukturanalysen gefundenen Unterschiede von REM und TEM Aufnahmen stehen im Einklang mit diesen Erkenntnissen über die Härte und spiegeln diese Unterschiede wieder.

5.2.2. Bestimmung der Homogenität des Probenvolumens

Die in Abschnitt 5.2.1 gezeigten Untersuchungen lassen sich nur schwer für eine größere Probenzahl realisieren. Außerdem erfolgt nur eine Härtecharakterisierung direkt an der Oberfläche. Im aktuellen Abschnitt wird dagegen direkt an der späteren Ermüdungsprobe gemessen. Dies gibt zwar keinen Einblick über die Homogenität des kompletten Plättchens, jedoch kann lokal an der Probe in einem Bereich gemessen werden, welcher durch Oberflächchenhärtemessungen der kompletten HPT-Probe nicht messbar ist. Hierzu wurde die Seitenfläche der Ermüdungsprobe separat metallographisch bearbeitet und eine Härtematrix mit den Abständen $\Delta x=200\mu\text{m}$ und $\Delta y=40\text{mm}$ über die Fläche gelegt. Mit Blick auf die Entnahmestelle der Probe in Abbildung 30 wird deutlich, dass die untersuchten Härtemuster auch das Innere des Plättchenvolumens charakterisieren, was sich zur Aussage über die Homogenität des HPT-Plättchens eignet. Abbildung 50 zeigt die Ergebnisse dieser Untersuchungen mit einem Vergleich von gänzlich homogenen Härteverteilungen auf der linken Seite und inhomogenen Erscheinungen, in diesem Falle Risse, auf der rechten Seite für Proben aller HPT-10 Zustände. Die Risse konnten auch bereits auf geätzten metallographischen Schlifften mittels Lichtmikroskopie erkannt werden.

Die Härtemessungen ohne größere Unregelmäßigkeiten haben einen mehr oder weniger ausgeprägten Gradienten zur Mitte hin gemeinsam, begründet durch den Dehnungsgradienten beim HPT. Beim S-HPT-10 Zustand ist dieser, aufgrund der schon an der Oberfläche des HPT Plättchens erkennbaren Härtesättigung, am geringsten ausgeprägt. Alle weiteren Zustände variieren in einem Bereich von 50-70 HV. Dies gestaltet sich anders bei Proben, die einen Riss von der HPT Behandlung aufweisen. In diesen Fällen, auf der rechten Seite gezeigt, sind eindeutige Auswirkungen der Risse wiederzufinden. Es erfolgt im N-HPT-10 und P-HPT-10 eine abrupte Änderung der Härte am Riss. Auch ist das Härteniveau insgesamt innerhalb der Probe geringer als bei den Proben ohne Riss. Von daher ist eindeutig festzuhalten, dass diese Proben für eine Ermüdungsprüfung ungeeignet sind. Dies gilt zum Teil auch für den T-HPT-10 Zustand. Zwar konnte der Riss nicht direkt durch Härtesprünge detektiert werden, jedoch ist die mittlere Härte im Plättchen geringer und der Gradient umgekehrt, mit höherer Härte im Zentrum. Hieraus hat sich folgendes Vorgehen bei der Probenpräparation herauskristallisiert: Jede Probe wird vor einem Ermüdungsversuch auf seine Härte untersucht. Ist diese im tolerierbaren Rahmen, ist sie zur Ermüdungsprüfung geeignet. Differiert die Härte im Werte mehr als 100-200 HV vom Idealabbild in Abbildung 50, sind die Ermüdungseigenschaften nicht vergleichbar mit jenen der homogensten Proben. Beim S-HPT-10 Zustand wurden in keinem Falle Risse detektiert, sodass sich dieser Zustand aus mikrostruktureller Sicht als der homogenste erwiesen hat.

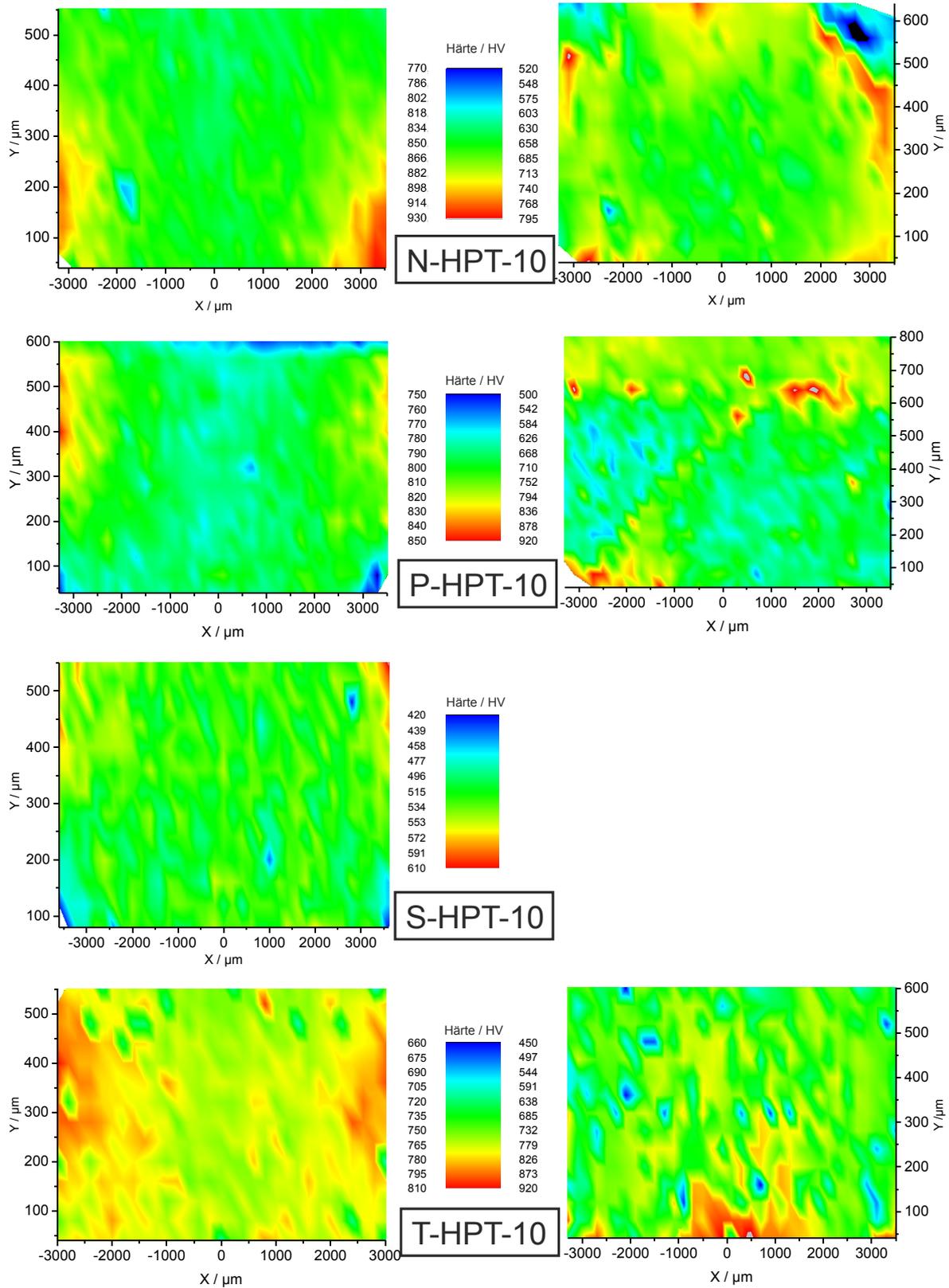


Abbildung 50: Härteverteilungen an den Seitenflächen von Ermüdungsproben ohne Riss (links) und mit Riss (rechts) für alle HPT-10 Zustände

6. Ermüdungsverhalten ultrafeinkörniger Stähle

Diese Kapitel fasst die mittels der Ermüdungsversuche gefundenen Ergebnisse für sechs UFG-Werkstoffzustände zusammen. Weiterhin sind die Ergebnisse zweier repräsentativer grobkörniger Ausgangszustände gezeigt sowie jene Ermüdungseigenschaften des Wälzlagerstahles 100Cr6, zum Vergleich der Ergebnisse mit Erkenntnissen und Werten aus der Literatur.

6.1. Ermüdungsverhalten der weichgeglühten S-Zustände

Der aktuelle Abschnitt zeigt die Ergebnisse von Ermüdungsuntersuchungen des weichgeglühten und mit S-ini bezeichneten Ausgangszustandes vor und nach zwei sich unterscheidenden HPT Prozeduren. Es ergeben sich also insgesamt drei Wöhlerdiagramme mit unterschiedlichem Verformungsgrad dieses Zustandes, welche in Abschnitt 6.1.1 gezeigt und beschrieben sind. In 6.1.2 erfolgt dann eine Beschreibung des Wechselverformungsverhaltens, worauf eine fraktographische Analyse der Bruchflächen jedes Zustandes in Abschnitt 6.1.3 anschließt.

6.1.1. Wöhlerdiagramme

Abbildung 51 zeigt die Wöhlerdiagramme der S-Zustände in einem Diagramm der Randspannungsamplitude bei 4-Punkt-Biegung in Abhängigkeit von der Lebensdauer. Die verschiedenen Farben indizieren den unterschiedlichen Grad der Verformung (ini, HPT-6, HPT-10). Die meisten Ermüdungsexperimente wurden nach dem Bruch bezüglich des Rissausganges fraktographisch untersucht, um eine Einteilung in von der Oberfläche und von nichtmetallischen Einschlüssen gebrochene Proben treffen zu können. Bei einem Teil der Proben konnte keine Klassifizierung der Rissinitiierungsart erfolgen, weshalb diese mit n. u. (nicht untersucht) bezeichnet wurden. Die Dauerfestigkeiten, welche nach dem Treppenstufenverfahren bestimmt wurden, sind am rechten Bildrand explizit angegeben und in Form einer waagerechten Linie ins Diagramm eingefügt. Durchläufer wurden mittels eines Pfeils indiziert, wobei eine Zusammenfassung von mehreren Durchläufern erfolgte und die Anzahl mittels nebenstehender Ziffer angegeben wird.

Deutlich erkennbar ist, dass mit zunehmender HPT-Verformung die Dauerfestigkeit steigt. Eine Steigerung um den Faktor 2,6 wurde im Falle der größten Verformung im Vergleich zum Ausgangszustand erreicht. Somit folgt dieser Wert auch der Tendenz der Härte, welche sich ebenfalls mit zunehmender HPT-Verformung erhöht, wie dies bereits gezeigt wurde. Eine Aussage über einen favorisierten Rissinitiierungsort ist nur im Falle des S-HPT-10 Zustandes möglich. Hier überwiegt die Anzahl der Risse, welche an nichtmetallischen Einschlüssen initiiert wurden. In den Zuständen S-ini und S-HPT-6 ist keine eindeutige Regelmäßigkeit erkennbar, da als Rissursprung nichtmetallische Einschlüsse,

aber auch die Oberfläche ohne erkennbare Inhomogenität erfasst wurden. Der Großteil der Brüche findet bis zu einer Lastspielzahl von ungefähr 10^6 statt.

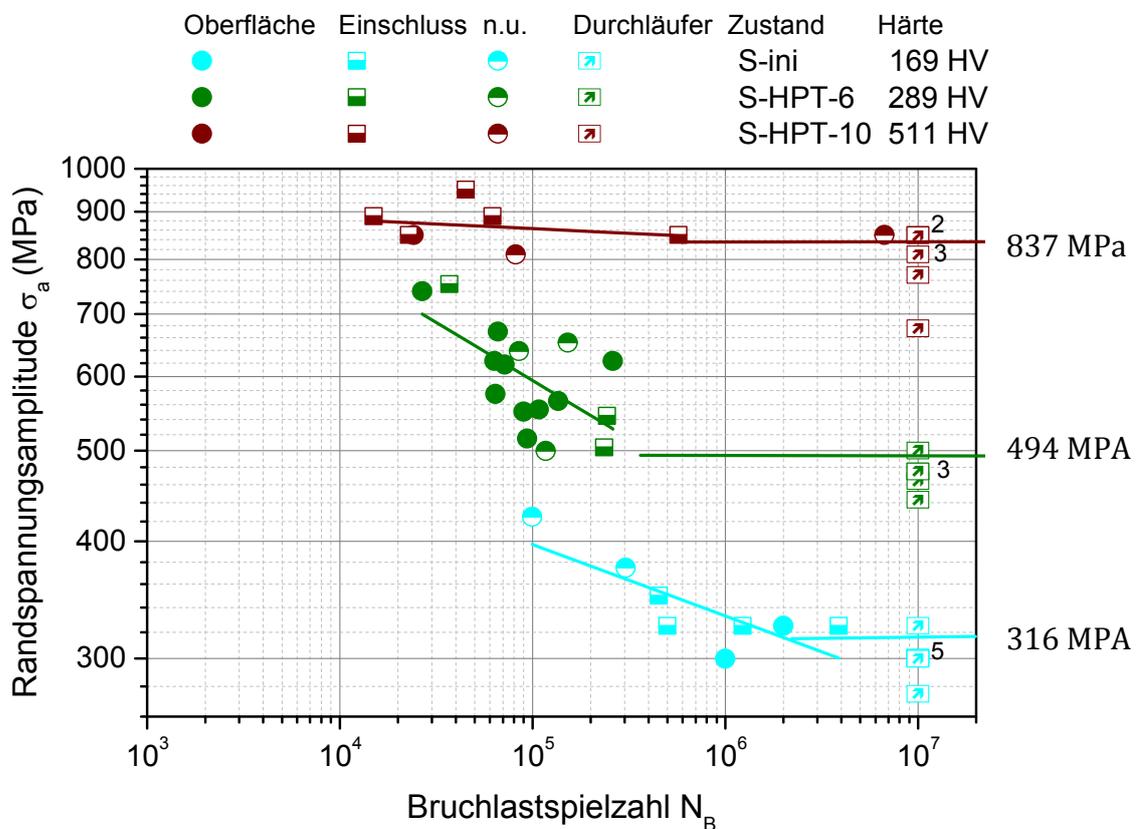


Abbildung 51: Wöhlerkurven der ursprünglich weichgeglühten Zustände im Ausgangszustand S-ini und nach S-HPT-6 sowie S-HPT-10 Behandlung

Im Falle des Ausgangszustandes jedoch ergeben sich drei Brüche und bei S-HPT-10 ein Bruch nach $+10^6$ Zyklen. Insgesamt ist bei allen drei Zuständen im Bereich geringer Lastwechselzahlen eine Interpolation der einzelnen Punkte mittels einer Basquin-Geraden möglich. Diese zeigen aufgrund der eingebrachten Verformungen für die einzelnen Zustände unterschiedliche Steigungen. Ein Überschneiden der Kurven ist im betrachteten Bereich nicht erkennbar, lässt sich jedoch im Falle der S-HPT-6 und S-HPT-10 Zustände für Bruchlastspielzahlen unter 10^4 extrapolieren.

6.1.2. Wechselverformungsverhalten

Bei spannungsgeregelten Versuchen erlaubt die Totaldehnungsamplitude eine Aussage über die Werkstoffantwort auf die angelegte Last. Im Falle der weichgeglühten Zustände erfolgte die Auswertung der Totaldehnungsamplitude für den Ausgangszustand S-ini in Abbildung 52 und für S-HPT-10 in Abbildung 53. Abbildung 52 lässt erkennen, dass die Totaldehnungsamplitude sehr schnell ein scharf begrenztes Maximum erreicht und dann allmählich asymptotisch um 18% - 32% des Ausgangswertes abnimmt.

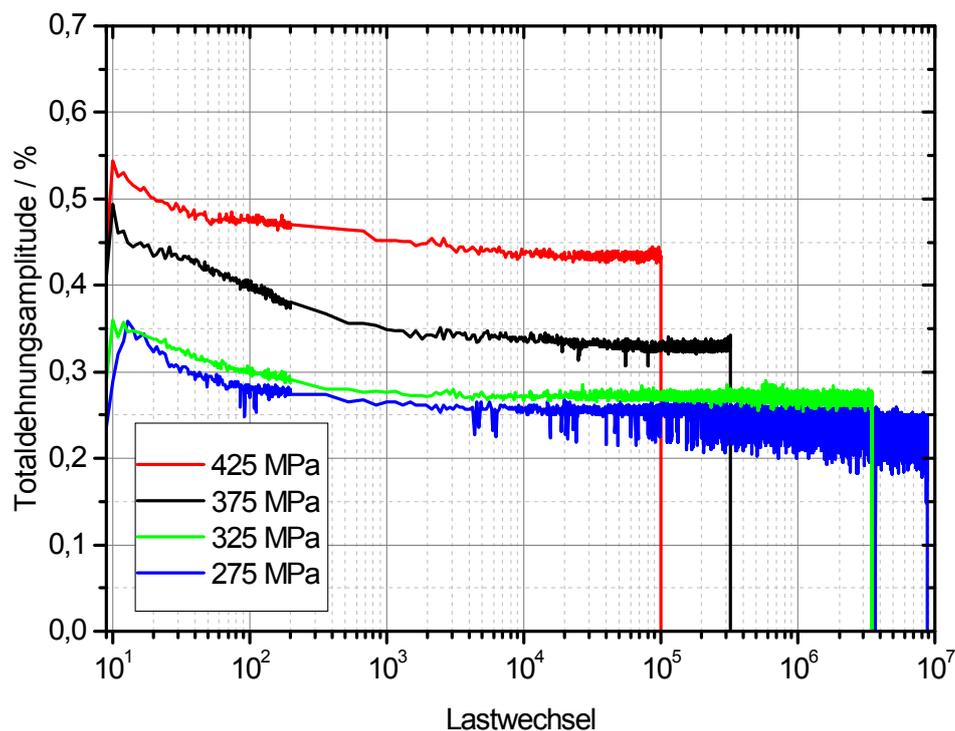


Abbildung 52: Wechselverformungskurven für den Zustand S-ini bei verschiedenen Spannungsamplituden im 4-Punkt-Biegeversuch

Die logarithmische Darstellung betont dieses Verhalten für die ersten Lastwechsel. Im HCF-Bereich, gekennzeichnet durch hohe Bruchlastspielzahlen ab 10^4 , erfolgt annähernd keine Änderung der Totaldehnungsamplitude bei einem konstanten Niveau, welches je nach Beanspruchungshorizont gestaffelt ist. Der Probenbruch kündigt sich durch eine leichte Erhöhung der Totaldehnungsamplitude, vor allem bei 425 MPa und bei 375 MPa, an. Ausschläge im Totaldehnungssignal nach unten, wie sie bei der blauen Kurve zu sehen sind, konnten nicht gänzlich vermieden werden. Sie entstehen während des Umkehrpunktes der Belastung am Kraftminimum. Da dieser Kraftwert mitunter sehr klein ist, kommt es dort zu Ungenauigkeiten der Wegmessung.

Abbildung 53 zeigt eine veränderte Charakteristik der Wechselverformungskurven des Probenvolumens nach der HPT-10 Prozedur. Der Anstieg der Totaldehnungsamplitude erfolgt etwas langsamer als im Ausgangszustand S-ini, mit Erreichen des Maximums erst nach etwa 20 Lastwechseln. Danach fallen die Kurven zwar asymptotisch ab, jedoch nur um 5%-9% des Maximalwertes. Durch die höheren Lastniveaus, bei denen die Versuche durchgeführt wurden, stellen sich auch die Dehnungsamplituden höher als im Ausgangszustand dar. Ein Abfallen der Totaldehnungsamplitude mit geringerer Spannungsamplitude ist bei den gezeigten Kurven aber ebenfalls erkennbar, wie auch die Tatsache, dass sich im HCF Bereich keine signifikanten Änderungen der Wechselverfor-

mungskurven ergibt. Nur für die höchst belastete Probe bei 850 MPa ergibt sich eine geringe Erhöhung der Totaldehnungsamplitude kurz vor dem Probenbruch.

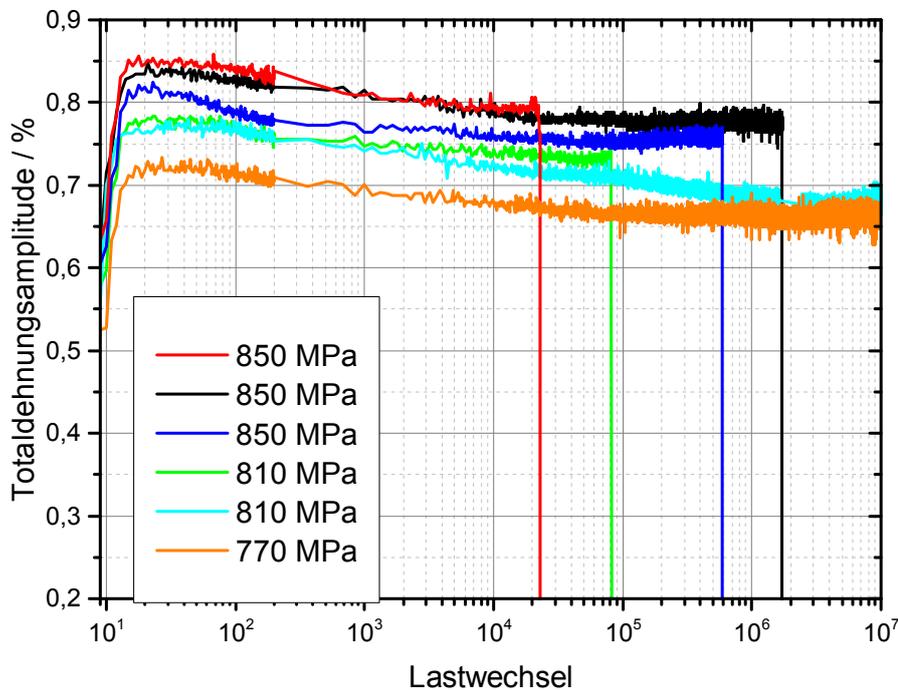


Abbildung 53: Wechselverformungskurven für den Zustand S-HPT-10 bei verschiedenen Spannungsamplituden im 4-Punkt-Biegeversuch

6.1.3. Bruchflächenanalyse

Mittels Analyse der Bruchfläche einer Ermüdungsprobe ist es im Allgemeinen möglich, den Ausgangspunkt des Ermüdungsrisses festzustellen. Dabei wurde meist auf raster-elektronenmikroskopische Aufnahmen zurückgegriffen, aber auch Licht- und Stereomikroskopie sind möglich.

Abbildung 54 links zeigt die Bruchfläche einer S-ini Probe nach 5×10^5 Lastwechseln. Hier und in den folgenden Bruchflächenaufnahmen ist die Probe so dargestellt, dass die Zugseite der Biegeprobe am unteren Bildrand zu sehen ist. Dementsprechend ist auch in diesem Bereich der Rissausgang verortet, da in allen Fällen die Rissinitiierung an der Stelle der höchsten Zugbeanspruchung stattfand. Die Bruchfläche ist insgesamt sehr uneben, wobei vertikale Linien durch die Bruchfläche auffallen. Diese sind Fragmente von in der Mikrostruktur elongierten Mangan-Sulfiden (Mn-S) vom Walzprozess des Ausgangsmaterials. Durch die große Unebenheit fällt es schwer, die Bruchfläche nach Ermüdungs- und Restgewaltbruchfläche aufzuteilen. Bei genaueren Untersuchungen ergibt sich ein ungefährer Anteil von 30 % Restgewaltbruchfläche am oberen Rand, wel-

che durch eine ausgeprägte Wabenstruktur gekennzeichnet ist. Diese Wabenstruktur deutet auf einen duktilen Restgewaltbruch hin.

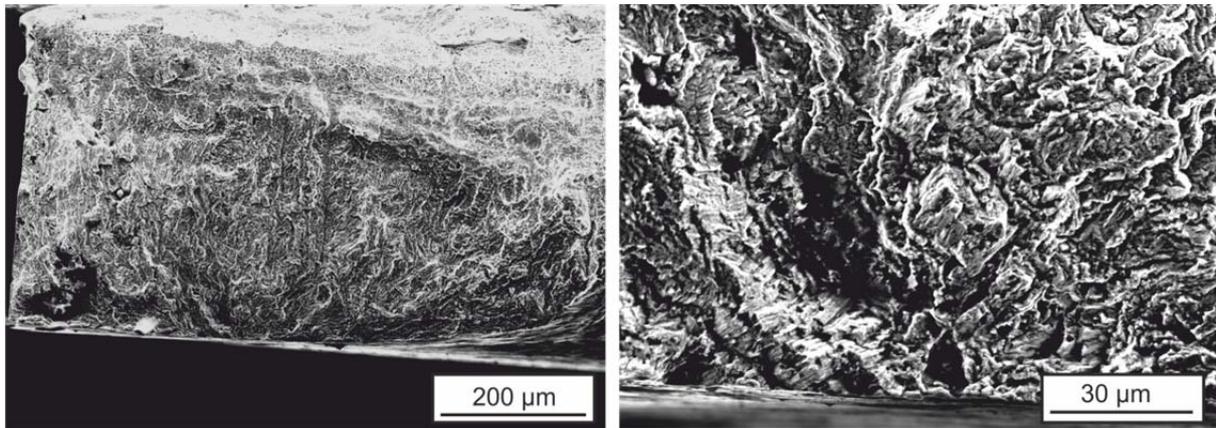


Abbildung 54: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des S-ini Zustandes ($\sigma_a=325$ MPa, $N_B=5 \times 10^5$): Übersicht über den gesamten Probenquerschnitt (links) und Detailaufnahme des Anrissortes (rechts)

Abbildung 54 rechts zeigt eine Detailaufnahme des Rissursprungs. Diesen Rissausgang stellt ein Kalzium-Sulfid (Ca-S) Einschluss dar, welcher mittels EDX bestimmt werden konnte. Auch die Ermüdungsbruchfläche erscheint bei dieser Probe sehr rau, was jedoch bei allen Bruchflächen dieses Zustandes beobachtet wurde.

Eine etwas geringere Rauigkeit in der Bruchfläche ergibt sich bei einer Probe des S-HPT-6 Zustandes nach $2,3 \times 10^5$ Lastwechseln in Abbildung 55.

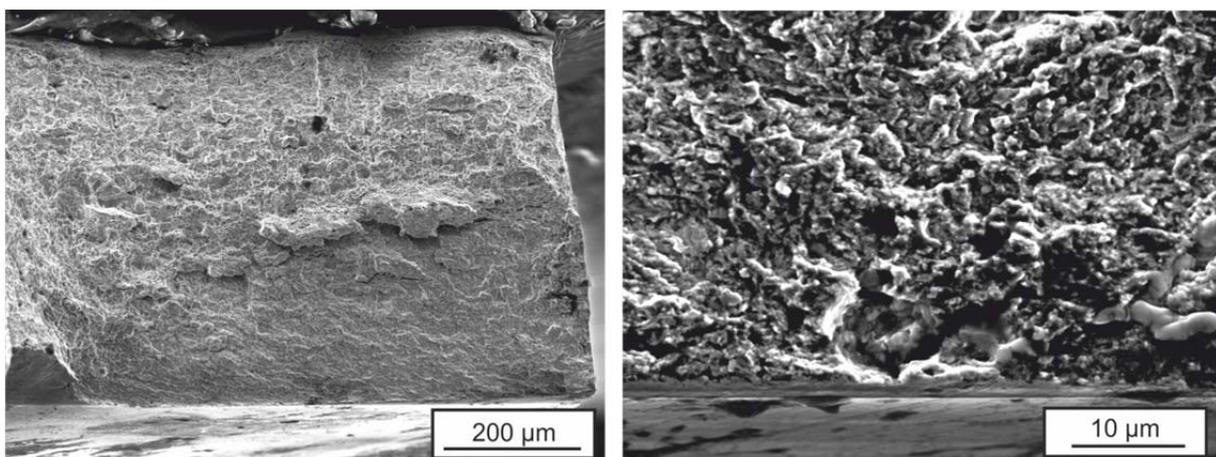


Abbildung 55: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des S-HPT-6 Zustandes ($\sigma_a=500$ MPa, $N_B=2,3 \times 10^5$): Übersicht über den gesamten Probenquerschnitt (links) und Detailaufnahme des Anrissortes (rechts)

Die Ermüdungsbruchfläche stellt sich in diesem Fall kleiner ($\sim 40\%$) als im Ausgangszustand ($\sim 70\%$) dar, wobei der Übergang besser erkennbar ist. Waben innerhalb der

Bruchfläche sind im oberen und linken Bereich der Bruchfläche detektierbar. Der Ort der Rissinitiierung in Abbildung 55 rechts erscheint ebener und homogener als im Ausgangszustand S-ini. Rissinitiierend wirkte auch in diesem Falle ein nichtmetallischer Ca-S Einschluss, wobei hier nur noch der Hohlraum des Einschlusses erkennbar ist. Signifikant anders stellen sich die Bruchflächen des S-HPT-10 Zustandes dar, wie beispielhaft an einer Probe nach $2,3 \times 10^4$ Lastwechseln in Abbildung 56 gezeigt.

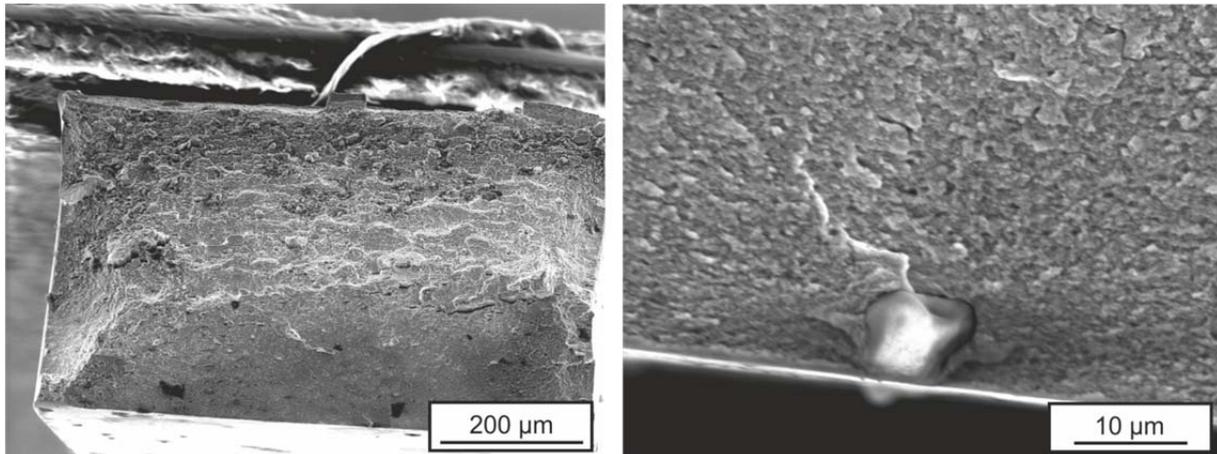


Abbildung 56: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des S-HPT-10 Zustandes ($\sigma_a=850$ MPa, $N_B=2,3 \times 10^4$): Übersicht über den gesamten Probenquerschnitt (links) und Detailaufnahme des Anrissortes (rechts)

Die Bruchfläche ist insgesamt nach Erhöhung des Verformungsgrades auf HPT-10 erneut glatter. Das Verhältnis von Ermüdungs- zu Restgewaltbruchfläche bleibt im Vergleich zu S-HPT-6 in etwa gleich bei 40% bis 60%. In Abbildung 56 rechts ist zu erkennen, dass die Ermüdungsbruchfläche eine deutlich verringerte Rauigkeit aufweist. Für diese Zustände mit hoher Verformung war ein charakteristischer Mischeinschluss (Al, Ca, Mg, Si, S) für die Rissinitiierung verantwortlich. Diese Art der Einschlüsse wurde im überwiegenden Teil der Untersuchungen als versagensauslösend festgestellt.

Charakteristisch für die Zustände S-ini und S-HPT-10 sind die Restgewaltbruchflächen in Abbildung 57. Die für beide Zustände erkennbare Wabenstruktur kennzeichnet einen duktilen Gewaltbruch. Jedoch wird deutlich, dass die Wabenstruktur im S-HPT-10 Zustand, bei geringerer Korngröße und höherem Umformgrad, deutlich feiner und ausgeprägter ist. Im Ausgangszustand sind Stellen ohne Wabenstruktur und eine Vorzugsrichtung der Bruchfläche zu erkennen.

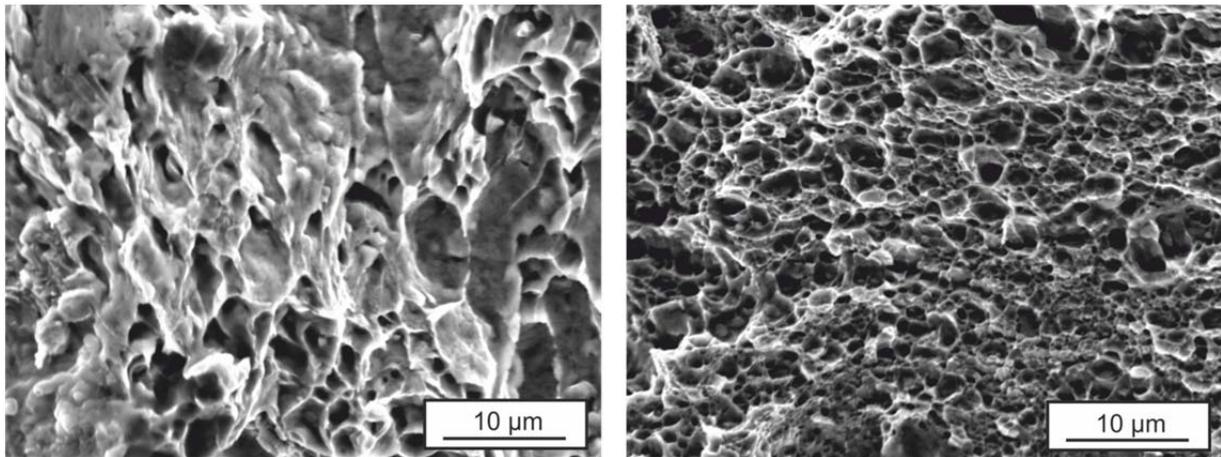


Abbildung 57: Vergleich der Restgewaltbruchflächen: S-ini (links) und S-HPT-10 (rechts)

6.2. Ermüdungsverhalten der vergüteten T-Zustände

Auch mit ursprünglich vergüteter Mikrostruktur existieren drei Zustände, welche sich durch die HPT Behandlung und den Umformgrad (T-ini, T-HPT-6 und T-HPT-10) unterscheiden.

6.2.1. Wöhlerdiagramme

Die ermittelten Dauerfestigkeiten aus Abbildung 58 zeigen auch für die vergüteten Zustände eine Erhöhung mit zunehmender Verformung und geringerer Korngröße.

In diesem Falle ergibt sich allerdings nur eine Steigerung um den Faktor 1,3 bei Vergleich des undeformierten Ausgangszustandes mit dem T-HPT-10 Zustand. Die Basquin Geraden lassen sich für T-ini und T-HPT-6 sehr gut annähern und zeigen ähnliche Steigungswerte. Brüche nach 2×10^5 Lastspielen wurden bei diesen Zuständen nicht registriert, darunter jedoch bei beiden viele Brüche an nichtmetallischen Einschlüssen. Nur für T-HPT-6 zeigt sich eine Tendenz zu Rissinitiierung an der Oberfläche ohne Einschluss, wenn die Lasten 900 MPa übersteigen.

Signifikant verändert stellt sich die Wöhlerkurve des T-HPT-10 Zustandes dar. Eine Annäherung der Basquin Gerade ist in diesem Falle nur schwer möglich, da sich die Wöhlerkurve in zwei Bereiche unterteilen lässt. Zum einen ergibt sich für Bruchlastspielzahlen über 4×10^4 durchaus eine ähnliche Charakteristik wie bei den anderen Wöhlerlinien, jedoch tendenziell mit einer Verschiebung zu längeren Lebensdauern. Es wurden Brüche bis $6,5 \times 10^6$ Lastwechsel beobachtet, aber auch mehrere im Bereich zwischen 10^5 und 10^6 Lastwechsel bei einem Niveau um 850 MPa bis 900 MPa.

Dagegen ergeben sich teilweise sehr frühe Brüche, mit Lebensdauern unter 4×10^4 Lastspielen und einem Spannungsniveau von 800 MPa bis 930 MPa. Diese beeinflussen das Wöhlerdiagramm massiv und führen zu einer deutlich geringeren Steigung der Basquin

Geraden und einer Zweiteilung des Zeitfestigkeitsbereiches. Auffallend ist, dass beim T-HPT-10 Zustand zumeist die Oberfläche rissinitiierend wirkt und nicht die im Werkstoff befindlichen nichtmetallischen Einschlüsse.

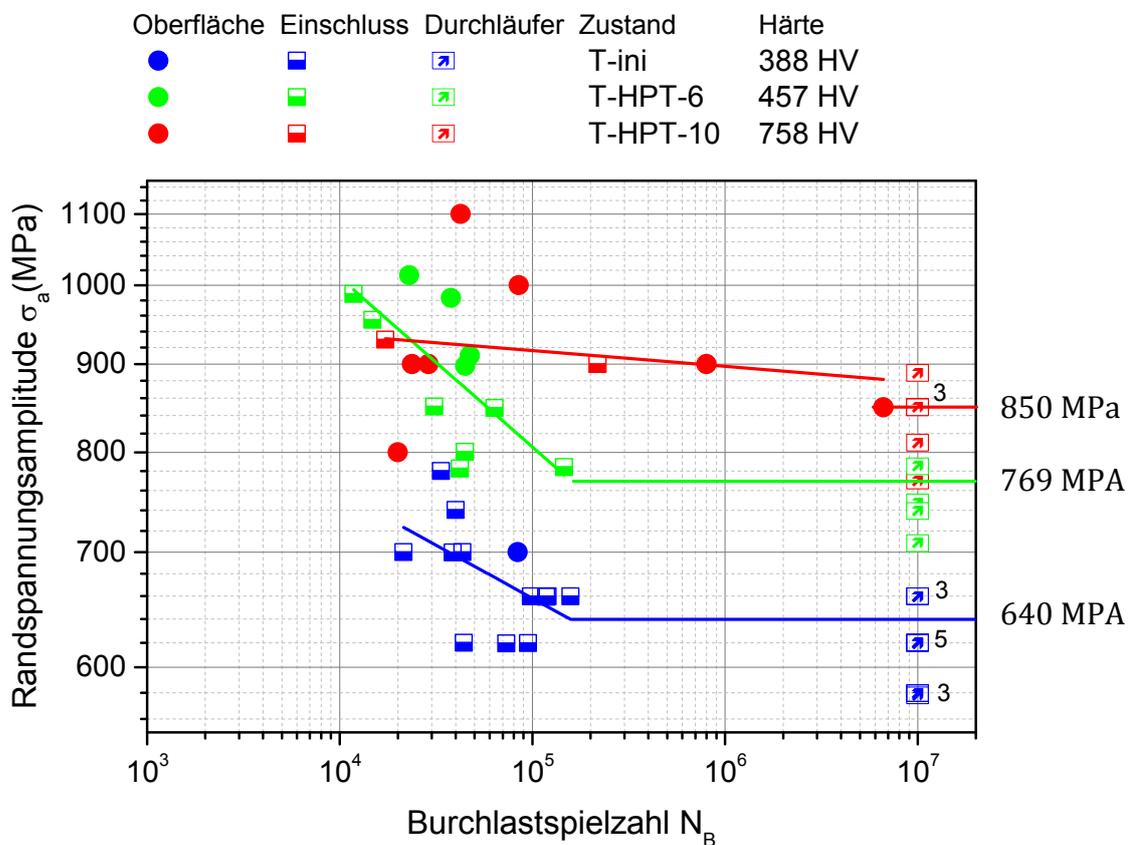


Abbildung 58: Wöhlerkurven der ursprünglich vergüteten Zustände im Ausgangszustand T-ini und nach T-HPT-6 sowie T-HPT-10 Behandlung

Lediglich bei zwei Proben konnte als Rissausgang ein nichtmetallischer Einschluss detektiert werden, was bei hohen Lebensdauern eigentlich eher die Regel sein sollte.

6.2.2. Wechselverformungsverhalten

Abbildung 59 zeigt die Wechselverformungskurven für den Zustand T-ini mittels der Totaldehnungsamplitude. Im Gegensatz zum weichgeglühten Ausgangszustand S-ini zeigt sich bei diesem unverformten Zustand kein abgegrenztes Maximum bei sehr geringer Lastspielzahl, sondern ein allmähliches Ansteigen, welches jedoch nach etwa 20 Lastspielen ein Maximum erreicht und dann deutlich auf einen bei mittlerer Lastspielzahl konstanten Wert etwa 10 % bis 22 % darunter abfällt.

Auch hier erfährt die Totaldehnungsamplitude eine Änderung kurz vor Probenbruch für zwei Proben der oberen Spannungsniveaus.

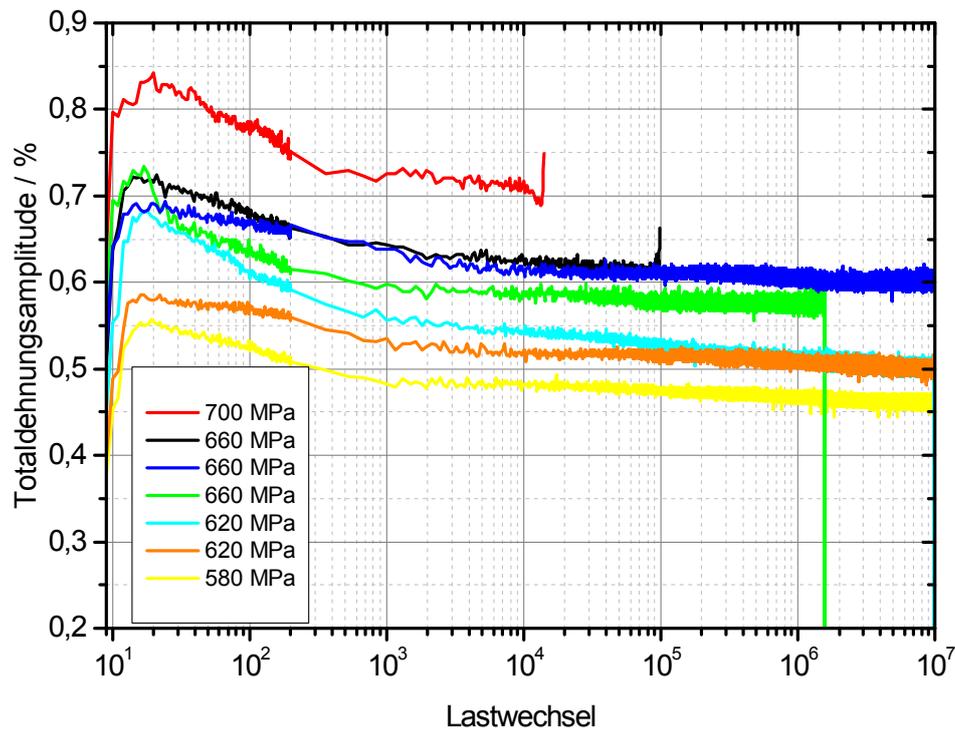


Abbildung 59: Wechselverformungskurven für den Zustand T-ini bei verschiedenen Spannungsamplituden im 4-Punkt-Biegeversuch

Nicht zu erkennen ist diese Ankündigung des Probenbruchs in Abbildung 60. Hier ist die Totaldehnungsamplitude während des spannungsgeregelten Biegeversuchs für den Zustand T-HPT-10 gezeigt. Der Anstieg der Totaldehnungsamplitude hat qualitativ denselben Verlauf wie beim Ausgangszustand T-ini, jedoch aufgrund der höheren Festigkeit bei einem höheren Spannungs- und Dehnungsniveau. Ein deutlicher Unterschied bei dem mit zehn HPT Rotationen verformten Werkstoff besteht darin, dass die Totaldehnungsamplitude ab Erreichen des Maximums nur gering um etwa 1 % bis 6,5 % abfällt.

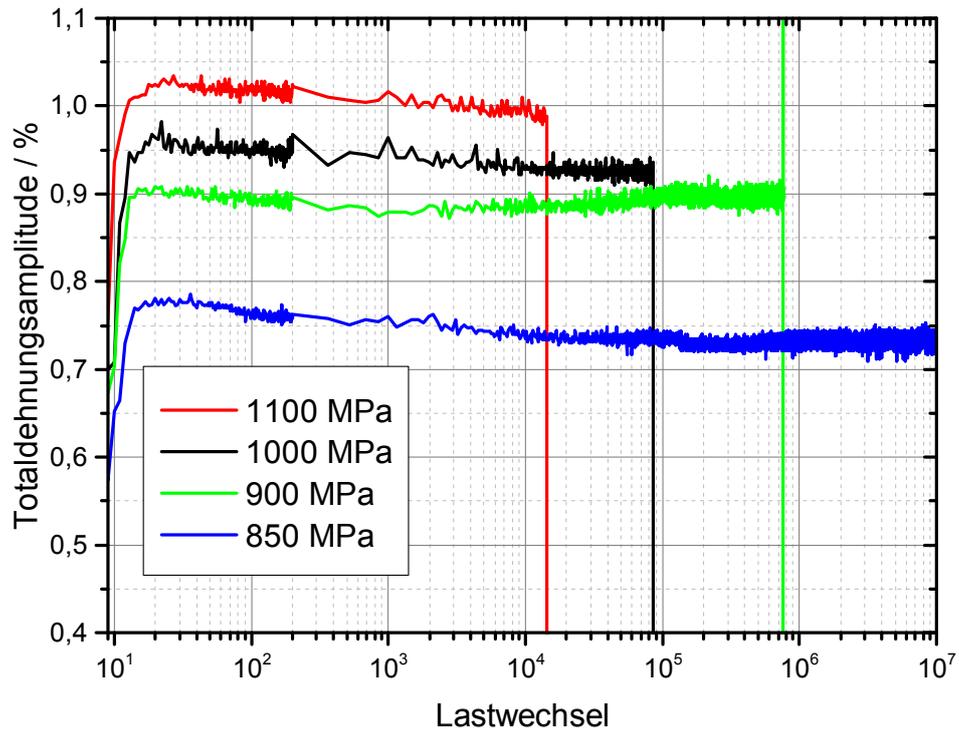


Abbildung 60: Wechselverformungskurven für den Zustand T-HPT-10 bei verschiedenen Spannungsamplituden im 4-Punkt-Biegeversuch

6.2.3. Bruchflächenanalyse

Abbildung 61 zeigt die Bruchfläche einer T-ini Probe nach $1,2 \times 10^5$ Lastwechseln bei einer Spannung von 660 MPa.

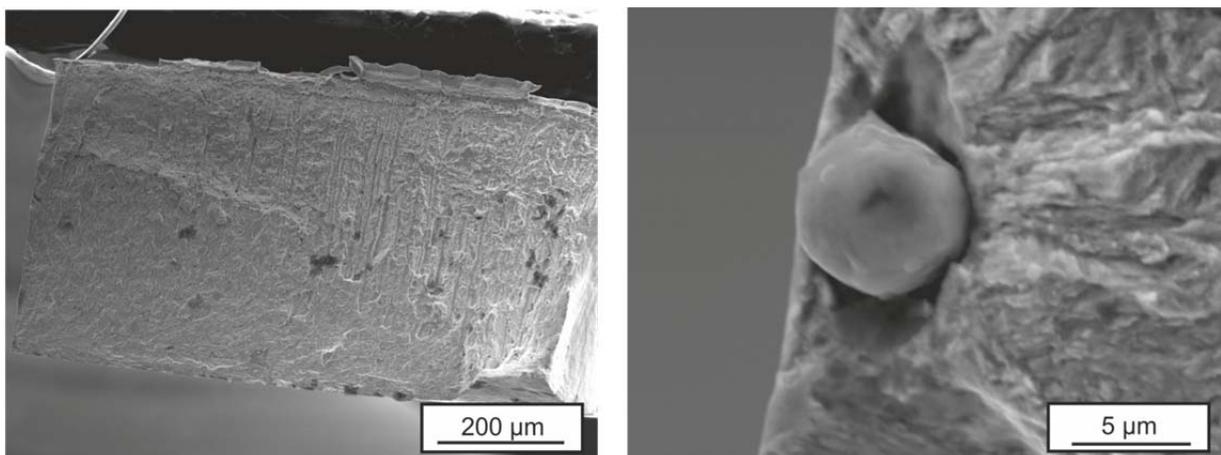


Abbildung 61: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des T-ini Zustandes ($\sigma_a=660$ MPa, $N_B=1,2 \times 10^5$): Übersicht über den gesamten Probenquerschnitt (links) und Detailaufnahme des Anrissortes (rechts)

In der Aufnahme links sind, wie beim weichgeglühten Ausgangszustand, vertikale Linien von der Walzbehandlung des Rundmaterials zu erkennen. Die Gesamtbruchfläche lässt sich in etwa 50 % Ermüdungs- und etwa 50 % Restgewaltbruchfläche unterscheiden. Über die Restbruchfläche erfolgen an späterer Stelle noch genauere Aussagen, es konnte aber keine ausgeprägte Wabenstruktur identifiziert werden. Die Ermüdungsbruchfläche zeigt sich deutlich flacher als im weichgeglühten Ausgangszustand, jedoch rauer als im S-HPT-10 Fall. In Abbildung 61 rechts ist der rissinitiierende Einschluss in der unteren linken Kante der Probe gezeigt. Es handelt sich um einen Al, Ca, Mg, Si, S- Mischeinschluss mit einer Größe von etwa 5 μm .

In Abbildung 62 ist die Bruchfläche einer Probe des Zustandes T-HPT-6 zu sehen, welche eine Lebensdauer von $6,3 \times 10^4$ bei einer Spannungsamplitude von 850 MPa zeigte.

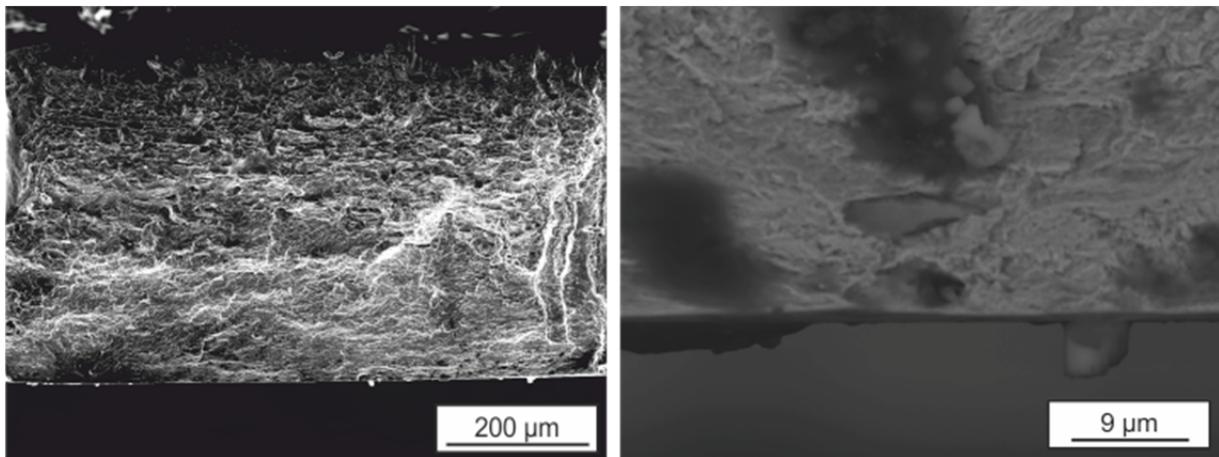


Abbildung 62: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des T-HPT-6 Zustandes ($\sigma_a=850$ MPa, $N_B=6,3 \times 10^4$): Übersicht über den gesamten Probenquerschnitt (links) und Detailaufnahme des Anrissortes (rechts)

Die Gesamtbruchfläche erscheint unebener als im zugehörigen Ausgangszustand ohne HPT Verformung. Dabei ist die Unterscheidung in Ermüdungs- und Restgewaltbruchfläche nicht ohne weiteres mittels der Übersichtsaufnahme zu treffen. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen bei höherer Vergrößerung bestätigen einen Anteil von etwa 40 % für die Ermüdungsbruchfläche und 60 % Restbruchfläche. In Abbildung 62 rechts ist eine Detailaufnahme des Ortes des Rissausgangs zu sehen. Deutlich wird, dass zwei übereinander liegende Inhomogenitäten zur Initiierung des Risses führten. Mittels EDX konnte die in der Abbildung obere Stelle als Kalzium-Sulfid identifiziert werden. Die untere Stelle, welche sich näher am Rand der Probe befindet, wies keine auffälligen Ausschläge im EDX Signal auf. Hierdurch kann zumindest ausgeschlossen werden, dass sich ein Einschluss in der Bruchfläche zum Zeitpunkt der Aufnahme befand. Ob dort ein Einschluss zur Rissinitiierung vorhanden war, konnte jedoch, weil der Einschluss ohne verbliebene Fragmente herausgebrochen sein könnte, nicht nachgewiesen beziehungsweise

ausgeschlossen werden. Die Ermüdungsbruchfläche im Anrissbereich unterscheidet sich jedoch nicht erheblich von der im zugehörigen Ausgangszustand ohne HPT Verformung. In der Restgewaltbruchfläche ergeben sich teils stufenartige Bruchbereiche, wie sie im Ausgangszustand nicht zu erkennen waren.

Abbildung 63 zeigt die Bruchfläche einer Probe des Zustandes T-HPT-10 mit einer Bruchlastspielzahl von $2,2 \times 10^6$ und einer Spannungsamplitude von 900 MPa.

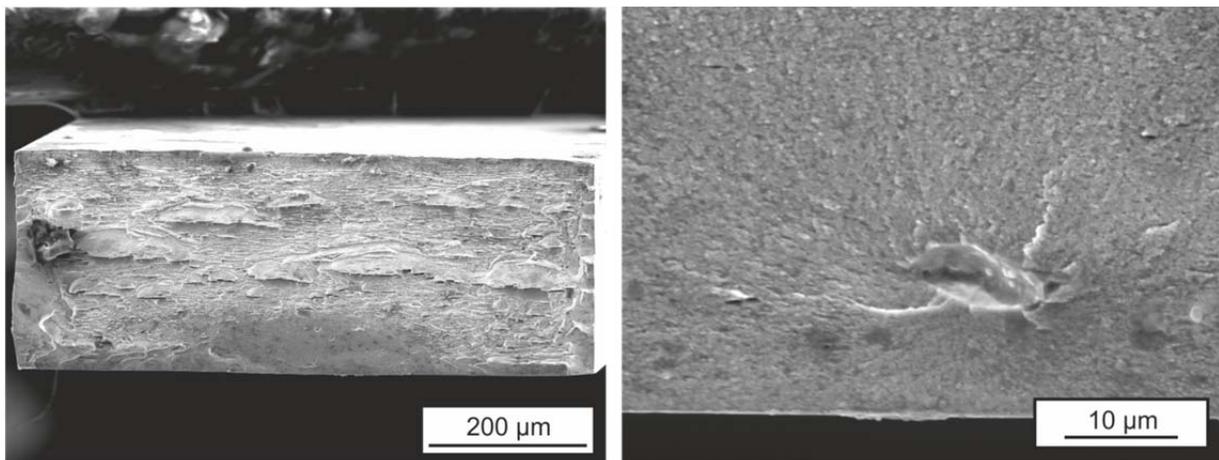


Abbildung 63: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des T-HPT-10 Zustandes ($\sigma_a=900$ MPa, $N_B=2,2 \times 10^5$): Übersicht über den gesamten Probenquerschnitt (links) und Detailaufnahme des Anrissortes (rechts)

Die gezeigte Probe stammt aus dem Bereich längerer Lebensdauern. In der Gesamtbruchfläche ist im Verhältnis 1:4 eine klare Abgrenzung zwischen Ermüdungs- und Restgewaltbruchfläche zu erkennen. Deutlich wird die unterschiedliche Oberflächenbeschaffenheit der beiden Teile. Die Restgewaltbruchfläche zeigt sehr große inhomogene Bereiche, welche sich teilweise auf bis zu 400 µm lange höhlenartige Gebilde erstrecken. Analysen, die eine Verbindung dieser Morphologien mit der Mikrostruktur bestätigten, sind in Abschnitt 6.4 näher beschrieben. Dort ist gezeigt, dass es sich um die Fragmente aufgebrochener Scherbänder handelt. Im Bereich des Ermüdungsbruchs wird deutlich, dass sich der Riss über die gesamte untere Kante ausgebreitet hat, bis der Restgewaltbruch einsetzte. In der Detailansicht des Rissursprunges kann klar ein nichtmetallischer Einschluss im Probeninneren als Ort des Anrisses identifiziert werden. Zwar ist auf dieser Bruchfläche nur der Hohlraum des Einschlusses sichtbar, jedoch konnten EDX Analysen der gegenüberliegenden Bruchfläche einen Mischeinschluss (Al, Ca, Mg, Si) nachweisen. Die Ermüdungsbruchfläche ist im Anfangsbereich, welcher eine Ellipse um den versagensauslösenden Einschluss darstellt, sehr glatt. Der Endbereich des Ermüdungsbruchs, der üblicherweise durch eine erhöhte Rissfortschrittsrate gekennzeichnet ist, erstreckt sich über die äußeren Bereiche der Probenunterkante und weist Stufen auf.

Charakteristische Bruchflächen für die Proben des T-HPT-10 Zustandes, welche sehr früh versagt haben, sind in Abbildung 64 dargestellt, um die verringerte Lebensdauer im Vergleich zu den anderen Proben aufzuklären.

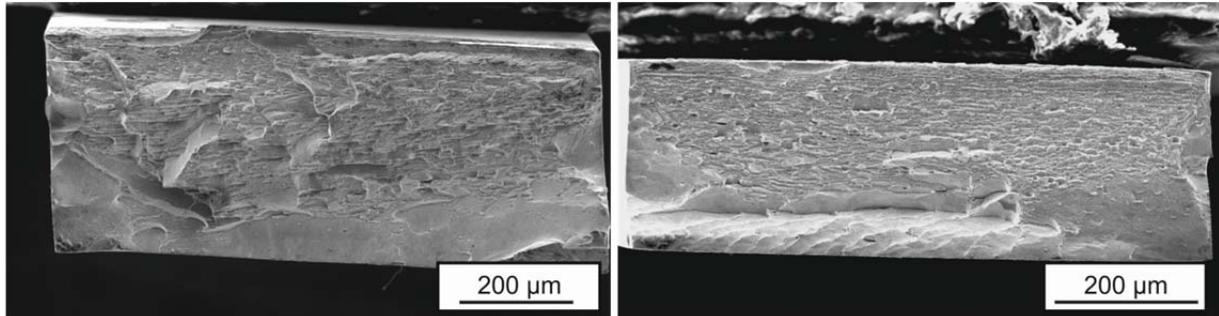


Abbildung 64: Gesamtbruchflächen des T-HPT-10 Zustandes mit geringerer Lebensdauer: $\sigma_a=900$ MPa, $N_B=2,3 \times 10^4$ (links) und $\sigma_a=930$ MPa, $N_B=1,7 \times 10^4$ (rechts)

Bei einem Vergleich der beiden Bruchflächen wird deutlich, dass die Ermüdungsbruchfläche im unteren Teil der Probe durch Inhomogenitäten geprägt ist. Die Probe in der Abbildung links weist dabei keinen direkt erkennbaren Punkt der Rissinitiierung auf, es ergibt sich aber ein großes Gebilde von mehreren Ebenen, die aus der Ermüdungsbruchfläche herausragen. Bis zu diesem Punkt ist die Ermüdungsbruchfläche sehr glatt und eben. Die Ebenen selbst zeigen auch scharf begrenzte Kanten, welche zwar charakteristisch für eine Ermüdungsrissausbreitung sind, nicht jedoch unter einem Winkel von 90° zur Normalbeanspruchung liegen, sondern regellos im Raum. Die Restbruchfläche zeigt keine horizontale Orientierung, sondern eine gewisse Rotation der auffällig zerklüfteten Struktur. Diese ist zwar auf der Bruchfläche in Abbildung 64 rechts, bei einer anderen Probe aus dem gleichen Bereich des Wöhlerdiagrammes nicht zu sehen, trotzdem ist die Ermüdungsrissausbreitung durch eine große höhlenartige Struktur beeinflusst. Diese ähnelt einem Scherband in der Restbruchfläche und führt auch zur Ausbildung glatter Flächen, welche nicht senkrecht zur angelegten Normalspannung liegen. Als Ort der Rissinitiierung konnte ein nichtmetallischer Einschluss identifiziert werden. Dieser ist auf der aktuellen Aufnahme jedoch nicht erkennbar, da die Betrachtung dieser Gesamtbruchflächen hauptsächlich der Aufklärung der verringerten Lebensdauer dienen soll.

Bis auf eine mögliche Rotation unterscheiden sich die einzelnen Restbruchflächen des T-HPT-10 nicht voneinander. Von der Betrachtung der Ausprägung größerer höhlenartiger Scherebenen wird hier abgesehen, da ein Fokus darauf in Abschnitt 6.4 gelegt wird. Abbildung 65 zeigt einen für diesen Zustand charakteristischen Bereich der Restgewaltbruchfläche im Vergleich zu einer des T-Ausgangszustandes.

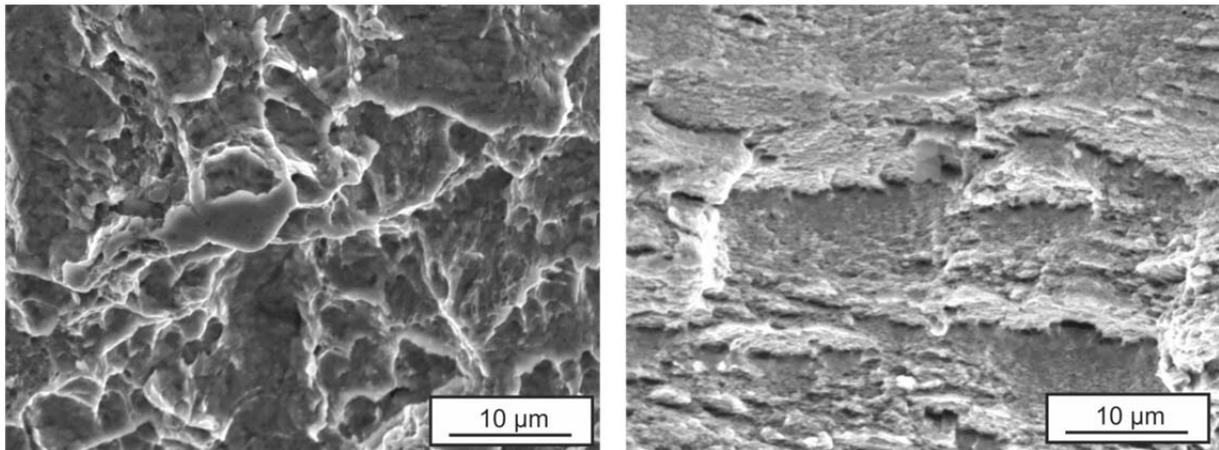


Abbildung 65: Vergleich der Restgewaltbruchflächen: T-ini (links) und T-HPT-10 (rechts)

Nur beim T-ini Zustand sind vereinzelt Waben erkennbar, jedoch in geringerem Maße als beim S-ini Ausgangszustand. Im Gegensatz dazu zeigen sich nach zehn HPT-Rotationen keine Anzeichen von Waben mehr. Es resultiert eine mit Stufen behaftete, eher unebene Bruchfläche, wobei diese durch sehr kleine höhlenartige Einschnitte voneinander getrennt vorliegen. Auch hier ist davon auszugehen, dass die ausgeprägte Scherverformung und die dadurch ausgelösten Inhomogenitäten wie Scherbänder diese Bruchmorphologie bedingen.

6.3. Ermüdungsverhalten weiterer hochfester Zustände

Die Ermüdungseigenschaften der Zustände P-HPT-10 und N-HPT-10 werden im Folgenden mit den Ermüdungseigenschaften von 100Cr6 im bainitisierten Zustand verglichen.

6.3.1. Wöhlerdiagramme

Abbildung 66 zeigt die Ergebnisse der zyklischen Biegeversuche der drei Zustände mittels Wöhlerdiagrammen.

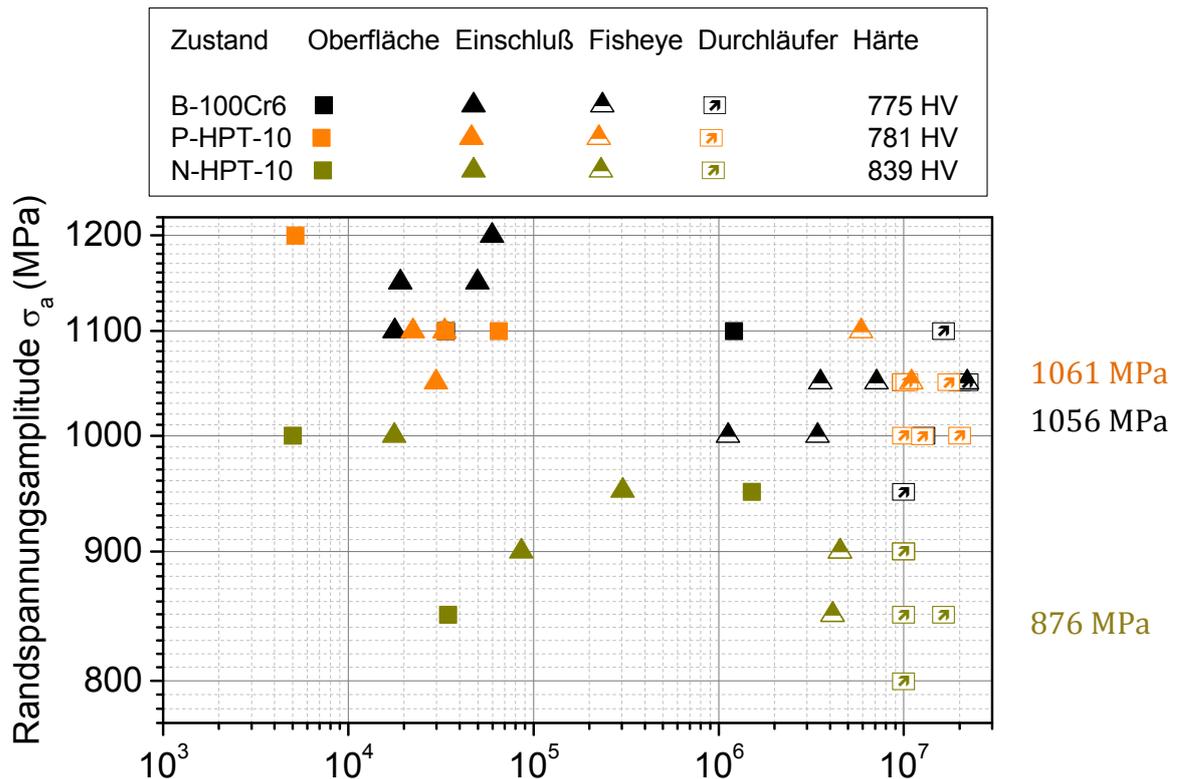


Abbildung 66: Wöhlerkurven der Zustände P-HPT-10, N-HPT-10 und B-100Cr6

Im Gegensatz zu den vorangegangenen Wöhlerdiagrammen, bei denen generell ab Erreichen der Grenzlastspielzahl von 10^7 die Proben als Durchläufer gewertet wurden und keine Brüche mehr auftraten, wurden bei diesen hochfesten Zuständen auch Brüche nach Erreichen der Grenzlastspielzahl registriert und im Diagramm indiziert.

Der Zustand mit der höchsten Härte von 839 HV weist die geringste Dauerfestigkeit von 876 MPa auf. Innerhalb dieses Zustandes wird, im Gegensatz zu den vorherigen Wöhlerdiagrammen, zwischen drei Rissinitiierungsarten unterschieden: Zum einen die bekannten Möglichkeiten der Rissinitiierung von der Oberfläche und von oberflächennahen nichtmetallischen Einschlüssen, zum anderen aber existiert, bei hochfesten Zuständen die Möglichkeit der Initiierung eines Risses an inneren Fehlstellen, so zum Beispiel an nichtmetallischen Einschlüssen ohne direkten Kontakt zur Oberfläche. In diesem Fal-

le wird von einer Fisheye-Initiierung gesprochen, wobei eine genauere Erklärung dieses Sachverhaltes in Abschnitt 6.3.2 erfolgt. Im Falle des N-HPT-10 Zustandes sind alle Brüche, die nach 3×10^6 Zyklen stattfanden, an einem inneren Einschluss initiiert. Bei geringeren Bruchlastspielzahlen ergeben sich Brüche nach Rissinitiierung an oberflächennahen, nichtmetallischen Einschlüssen oder der Oberfläche selbst. Die Interpolation einer Basquin Gerade ist für diesen, aber auch die beiden anderen Zustände, aufgrund der hohen Streuung und der geringen Zahl an Proben nicht zielführend.

Die Zustände B-100Cr6 und P-HPT-10 weisen ähnliche Härten auf, was in diesem Falle dazu führt, dass auch die Dauerfestigkeiten ungefähr bei demselben Wert angesiedelt sind. Der Zustand B-100Cr6 erreicht dabei eine Dauerfestigkeit von 1056 MPa bei einer Härte von 775 HV. Für diesen Zustand wird die maximale Anzahl von fünf Brüchen im Lebensdauerbereich über 10^6 Lastwechsel mit Ausprägung eines Fisheyes erreicht. Selbst nach 2×10^7 Zyklen wurden noch Brüche beobachtet, welche aber im Rahmen des Treppenstufenverfahrens als Durchläufer gewertet wurden. Bis auf eine Probe entfallen alle restlichen Brüche auf Initiierung an nichtmetallischen Einschlüssen. Bei gleichem Niveau der Dauerfestigkeit konnte für den P-HPT-10 Zustand ein geringerer Anteil an Brüchen im Bereich hoher Zyklenzahlen bestimmt werden. Ab einer Lastspielzahl von etwa 6×10^6 kommt es zur Initiierung zweier Risse an inneren nichtmetallischen Einschlüssen, wovon einer nach Erreichen der Grenzlastspielzahl auftrat und somit ebenfalls als Durchläufer gewertet wurde. Hier teilt sich im LCF Bereich die Rissinitiierung hälftig nach oberflächlichen Einschlüssen und der Oberfläche selbst auf. Im Vergleich zu den beiden anderen Zuständen scheint beim P-HPT-10 Zustand die Streuung innerhalb des Wöhlerdiagramms am geringsten ausgeprägt zu sein.

6.3.2. Bruchflächenanalyse

Im Falle der innerhalb dieses Abschnittes betrachteten hochfesten Zustände kommt, wie bereits erwähnt, als Rissausgangspunkt noch die Initiierung an inneren nichtmetallischen Einschlüssen in Frage. Dadurch bildet sich das sogenannte Fisheye um den inneren nichtmetallischen Einschluss. Hierbei wächst der Ermüdungsriss zuerst vom inneren Einschluss zur Oberfläche, um sich dann, analog des Risswachstumsverhaltens bei direkter Initiierung an der Oberfläche, weiter ins Innere auszubreiten. Da sich ein Unterschied in der Rauigkeit bei Rissfortschritt unter Vakuum und an Luft ergibt, erscheint der Bereich mit geringerer Rauigkeit um den Einschluss heller, wodurch sich der Begriff „Fisheye“ für diesen Bereich etabliert hat. Da dieser Rauheitsunterschied am besten mittels Lichtmikroskopie zu erkennen ist, sind im Folgenden auch lichtmikroskopische Aufnahmen zu sehen.

Zuerst erfolgt die Analyse der Bruchflächen des N-HPT-10 Zustandes. Dieser zeigt auch bezüglich der Bruchflächen große Unterschiede, analog zu den Streuungen im Wöh-

lerdiagramm. Abbildung 67 zeigt die sehr unregelmäßige Bruchfläche einer Probe nach einer Lebensdauer von $1,8 \times 10^4$ Zyklen.

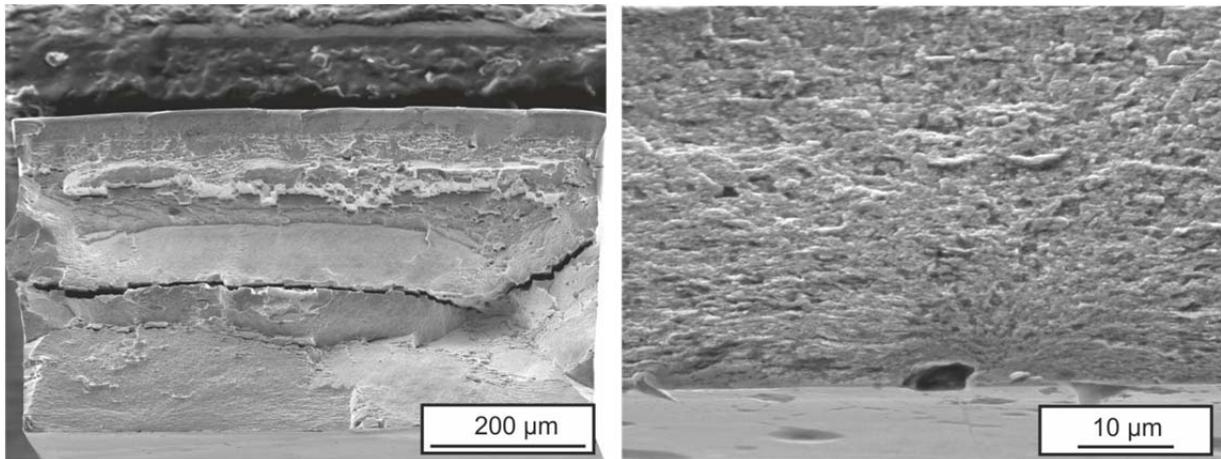


Abbildung 67: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des N-HPT-10 Zustandes ($\sigma_a=1000$ MPa, $N_B=1,8 \times 10^4$): Übersicht über den gesamten Probenquerschnitt (links) und Detailaufnahme des Anrissortes an der Probenoberfläche (rechts)

Auffallend ist die sich mitten durch die Probe ziehende Materialtrennung in horizontaler Richtung. Solche Bereiche sind in mehreren Proben dieses Zustandes erkennbar, wobei der Bereich in diesem Falle am stärksten ausgeprägt ist. Die sich an die Trennlinie anschließenden Kanten haben eine glatte Oberfläche und sind unter einem Winkel im Bereich von 45° zur Bruchfläche orientiert. Das Aussehen ist vergleichbar mit dem eines Scherbandes, welches sich über die gesamte Probe erstreckt. Den Rissinitiierungsmechanismus scheint dieses inhomogene Verhalten jedoch nicht zu beeinflussen, da der Rissausgang an einer Oberflächenkerbe stattfand. Es ist von einem nichtmetallischen Einschluss auszugehen, jedoch konnten mittels EDX keine Fragmente ermittelt werden. Die Ermüdungsbruchfläche ist bis zum Aufeinandertreffen mit der großen mittigen Inhomogenität eher glatt und regelmäßig ausgeprägt.

Die Bruchfläche in Abbildung 68 stammt von einer Probe mit langer Lebensdauer von $4,1 \times 10^6$ Zyklen und dementsprechend mit Rissinitiierung an einem $18 \mu\text{m}$ unter der Oberfläche befindlichen nichtmetallischen Einschluss. Bei Betrachtung der gesamten Bruchfläche fällt eine deutlich höhere Homogenität als im vorherigen Fall auf, wobei auch im oberen rechten Bereich der Bruchfläche abgewinkelte Flächen erkennbar sind. Auf der Bruchfläche sind jedoch keine ausgeprägten Materialtrennungen erkennbar. Die Ermüdungsbruchfläche ist für einen hochfesten Zustand erstaunlich groß und umfasst annähernd die Hälfte des Probenquerschnitts. Der etwa $3 \mu\text{m}$ große nichtmetallische Einschluss ist durch den Rissfortschritt im Vakuum von einer sehr glatten Fläche umrandet, welche sich bis zur Oberfläche erstreckt.

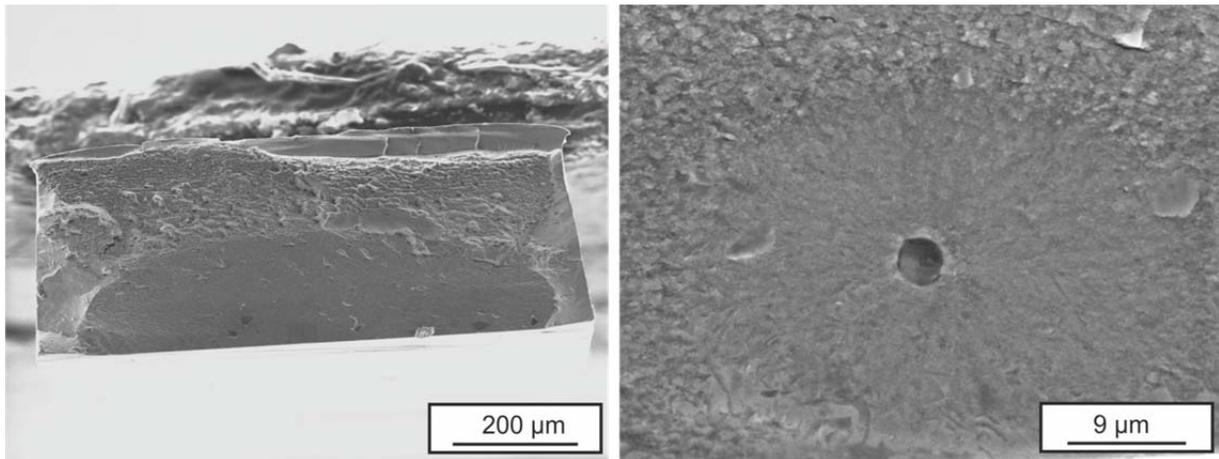


Abbildung 68: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des N-HPT-10 Zustandes ($\sigma_a=850$ MPa, $N_B=4,1 \times 10^6$): Übersicht über den gesamten Probenquerschnitt (links) und Detailaufnahme des Anrissortes im Inneren der Probe (rechts)

Anschließend folgt die große Ermüdungsbruchfläche, mit erhöhter Rauigkeit, die jedoch immer noch deutlich geringer als in den S und T Ausgangszuständen ausfällt.

Abbildung 69 zeigt eine sehr homogene Bruchfläche nach $1,8 \times 10^4$ Zyklen, welche diesbezüglich stellvertretend für alle Bruchflächen des B-100Cr6 Zustandes steht.

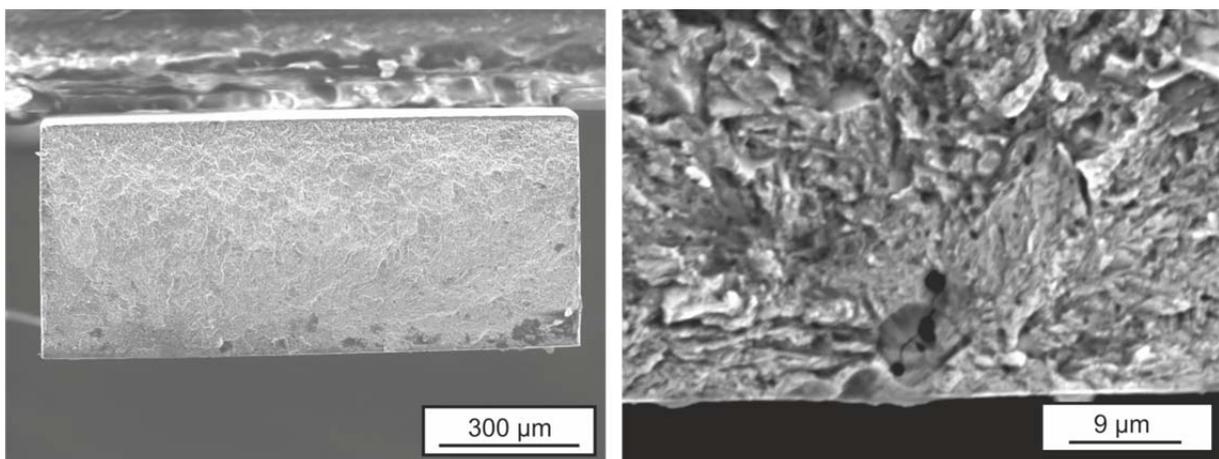


Abbildung 69: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des B-100Cr6 Zustandes ($\sigma_a=1100$ MPa, $N_B=1,8 \times 10^4$): Übersicht über den gesamten Probenquerschnitt (links) und Detailaufnahme des Anrissortes an der Probenoberfläche (rechts)

Eine Unterscheidung von Ermüdungs- und Restgewaltbruchfläche ist nur schwer möglich, da insgesamt eine höhere Rauigkeit der beiden Bruchflächenhälften als in den HPT-10 Zuständen vorliegt. Die Rissinitiierung an einem oberflächennahen nichtmetallischen Einschluss ist für dieses Lastniveau bei diesem Zustand durchaus üblich und führt nicht zur Ausprägung eines Fisheyes. Daher ist auch die Bruchfläche um den TiCN-Einschluss, welcher durch die Ermüdung bereits gebrochen ist, eher uneben. Innerhalb

des Einschlusses befinden sich zusätzlich kleinere Kalziumsulfid (CaS) Einschlüsse, welche mit EDX detektiert wurden.

Bei Rissinitiierung ausgehend aus dem Inneren der Probe, resultiert die ebenfalls sehr homogene Bruchfläche in Abbildung 70.

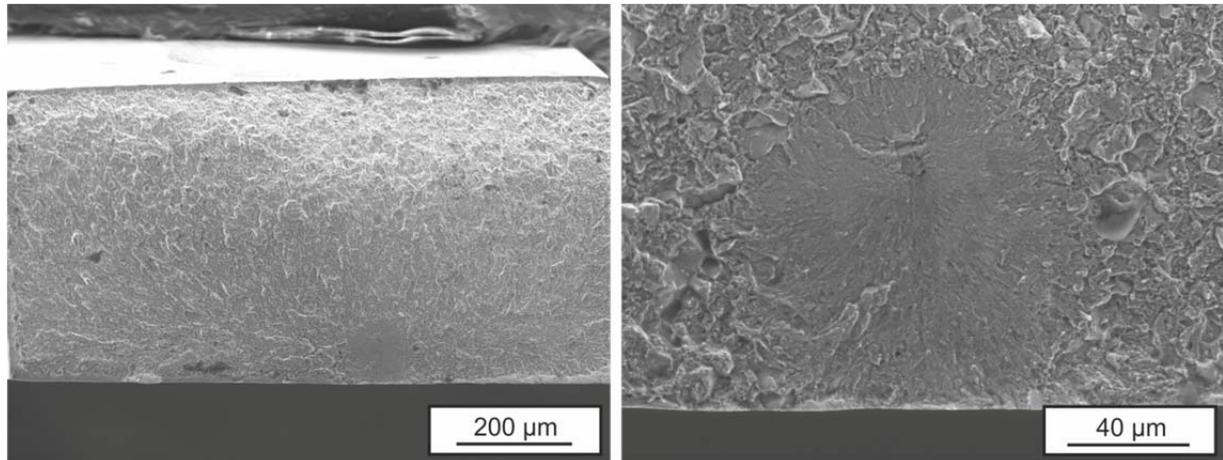


Abbildung 70: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des B-100Cr6 Zustandes ($\sigma_a=1050$ MPa, $N_B=2,2 \times 10^7$): Übersicht über den gesamten Probenquerschnitt (links) und Detailaufnahme des Anrissortes im Inneren der Probe (rechts)

Auch hier ergibt sich kein signifikanter Kontrastunterschied durch den Wechsel zwischen Ermüdungs- und Restgewaltbruchfläche, jedoch lässt sich die Fläche langsamer Rissausbreitung unter Vakuum bereits in der Übersicht durch die deutlich erniedrigte Rauigkeit erkennen. Der Übergang in die restliche Ermüdungsbruchfläche ist in der Detailaufnahme des Rissausgangs noch deutlicher erkennbar. Rissinitiierend ist ein etwa $75 \mu\text{m}$ von der Oberfläche entfernter Titancarbonitrid-Einschluss (TiCN). Durch diese vergleichsweise große Entfernung ist es auch zur Bildung eines sehr großen Fisheyes gekommen. Die zugehörige Fläche ist innerhalb der hier betrachteten Zustände die größte und korreliert mit der maximalen Lebensdauer aller Proben.

Der Zustand P-HPT-10 hat die höchste Dauerfestigkeit der UFG Zustände was, wie in Abbildung 71 gezeigt, mit einer hohen Homogenität der gesamten Bruchfläche verbunden ist. Gezeigt ist eine Bruchfläche nach zyklischer Biegung bei einer Randspannungsamplitude von 1050 MPa und einer Bruchlastspielzahl von 3×10^4 . Etwa in der Höhe der neutralen Faser des Biegebalkens erfolgt eine Änderung des Winkels der Rissausbreitung, welche durch den unterschiedlichen Kontrast in der REM Aufnahme deutlich wird.

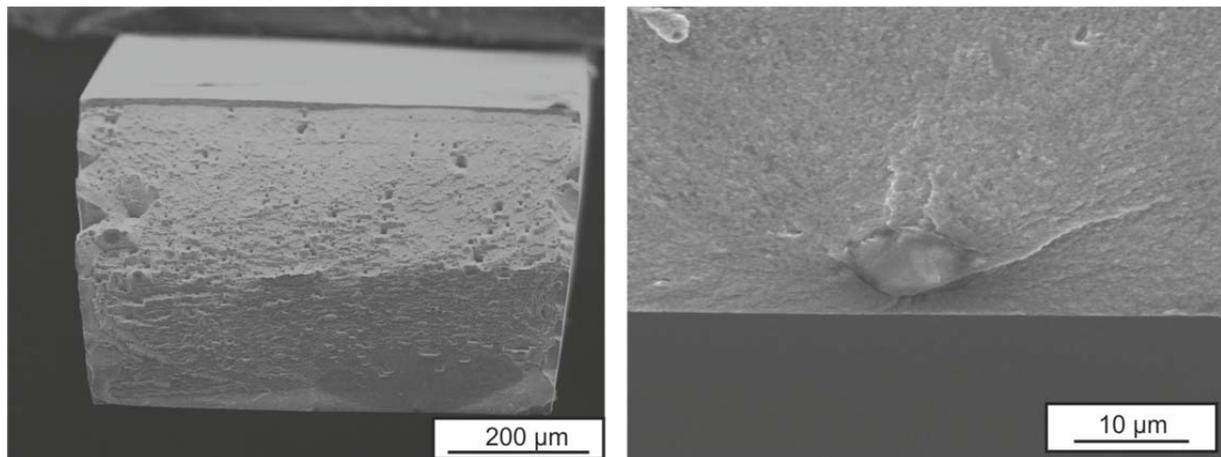


Abbildung 71: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des P-HPT-10 Zustandes ($\sigma_a=1050$ MPa, $N_B=3 \times 10^4$): Übersicht über den gesamten Probenquerschnitt (links) und Detailaufnahme des Anrissortes an der Probenoberfläche (rechts)

Es sind keine größeren Materialtrennungen in Probenlängsachse zu erkennen, wobei die Ermüdungsbruchfläche einen Anteil von unter 10 % an der Gesamtbruchfläche hat. Die lochartigen Gebilde in der Restbruchfläche entsprechen kleinen Scherbändern, ohne große vertikale Ausbreitung. Ein für die UFG-Zustände charakteristischer, aber vergleichsweise eher großer Mischeinschluss ist als Rissinitiator zu erkennen. Die umliegende Ermüdungsbruchfläche zeigt sich sehr eben und homogen.

Vergleichbar hierzu bezüglich der Aufteilung der Bruchfläche zeigt sich die Bruchfläche in Abbildung 72 im Falle einer Rissinitiierung aus dem Innern heraus.

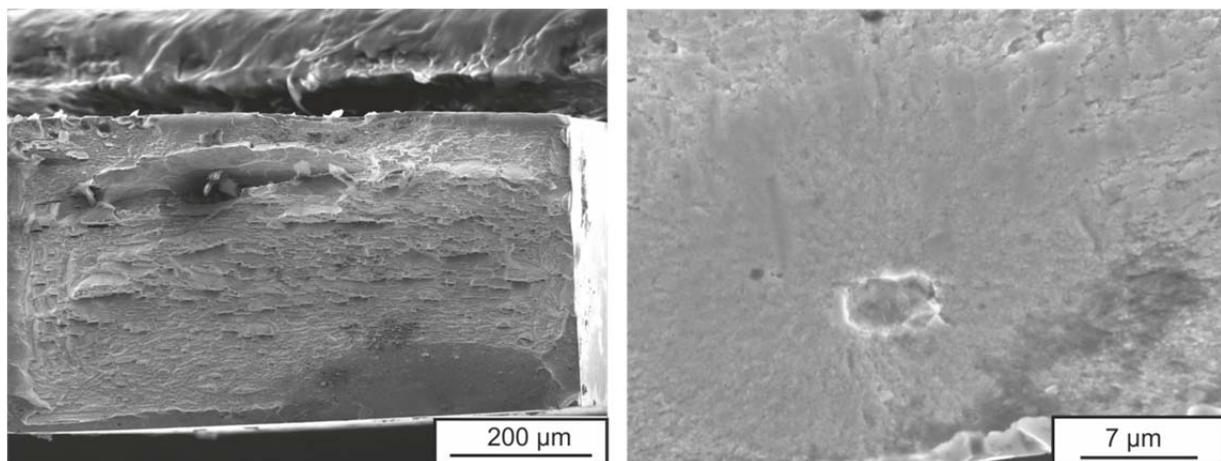


Abbildung 72: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des P-HPT-10 Zustandes ($\sigma_a=1100$ MPa, $N_B=5,9 \times 10^6$): Übersicht über den gesamten Probenquerschnitt (links) und Detailaufnahme des Anrissortes im Inneren der Probe (rechts)

Auch hier ist die Ermüdungsbruchfläche eher klein, in der Restgewaltbruchfläche ist jedoch insgesamt mehr Inhomogenität erkennbar und die austretenden Scherbänder erscheinen insgesamt größer. Die Ermüdungsbruchfläche ist ähnlich glatt wie im voran-

gegangenen Fall, jedoch ergibt sich eine nochmals verringerte Rauigkeit um den inneren, rissinitiierenden Einschluss herum. Der Einschluss ist mit etwa $10\ \mu\text{m}$ sehr nahe an der Oberfläche gelegen und mit einer Fläche von $17,5\ \mu\text{m}^2$ sehr klein. Auch hier ist eine Veränderung der Bruchfläche erkennbar, sobald die Rissfront die Oberfläche erreicht.

Insgesamt hat sich gezeigt, dass sich die in diesem Abschnitt betrachteten Zustände von den anderen UFG-Zuständen durch teilweise Rissinitiierung an inneren nichtmetallischen Einschlüssen unterscheiden. Beim Zustand B-100Cr6 ist dies ein Mechanismus, welcher bereits vielfach in der Literatur beschrieben ist [206, 209-213]. Im Falle ultrafeinkörniger Werkstoffe hat dieser Rissinitiierungsmechanismus noch keinen Eingang in die Literatur gefunden. In diesem Kontext ist bei 100Cr6 auch bekannt, dass sich innerhalb des Fisheyes direkt um den nichtmetallischen Einschluss eine Schicht sehr kleiner Korngröße bildet. Diese sogenannte Fine Granular Area (FGA, [209]) lässt sich mittels Fraktographie nachweisen, wobei sie vor allem im Lichtmikroskop deutlich durch eine dunkle Umrandung des Einschlusses auffällt. Daher stammt auch die alternative Bezeichnung Optical Dark Area (ODA, [26, 212]). Abbildung 73 zeigt lichtmikroskopische Aufnahmen der Zustände B-100Cr6 und P-HPT-10 nach Rissinitiierung an inneren nichtmetallischen Einschlüssen.

Auf der linken Seite der Abbildung 73 sind die dunklen Umrandungen der Einschlüsse innerhalb der hellen Anrissbereiche deutlich zu erkennen, was auf der rechten Seite im ultrafeinkörnigen Zustand nicht der Fall ist. Alle gezeigten Bruchflächen in der Abbildung entstanden nach langen Lebensdauern, wobei die Entfernungen der Einschlüsse vom Rand und somit die Fläche der Fisheyes mit längerer Lebensdauer zunehmen. Im Falle des P-HPT-10 Zustandes erscheinen diese Flächen im Vergleich zur übrigen Ermüdungsbruchfläche durch die geringere Rauigkeit heller und der Rand deutlich schärfer. Die mittels konfokaler Mikroskopie aufgenommenen Bruchflächen in der Mitte, welche das Höhenprofil farblich wiedergeben, bestätigen den Eindruck, dass die Ermüdungsbruchflächen der UFG-Zustände signifikant glatter als die des B-100Cr6 Zustandes sind. Als Messwerte der Rauigkeit ergeben sich $R_z=3,52\ \mu\text{m}$ für die Ermüdungsbruchfläche und $R_z=0,514\ \mu\text{m}$ für das Fisheye beim Zustand B-100Cr6. Im Gegensatz hierzu betragen die Rauigkeiten im ultrafeinkörnigen Fall $R_z=0,351\ \mu\text{m}$ in der Ermüdungsbruchfläche und $R_z=0,164\ \mu\text{m}$ im Fisheye. Der Nachweis einer FGA mittels Lichtmikroskop ist normalerweise, trotz relativ geringer Vergrößerung sehr zuverlässig möglich, jedoch sind die feinkörnigen Bereiche auch im Rasterelektronenmikroskop erkennbar.

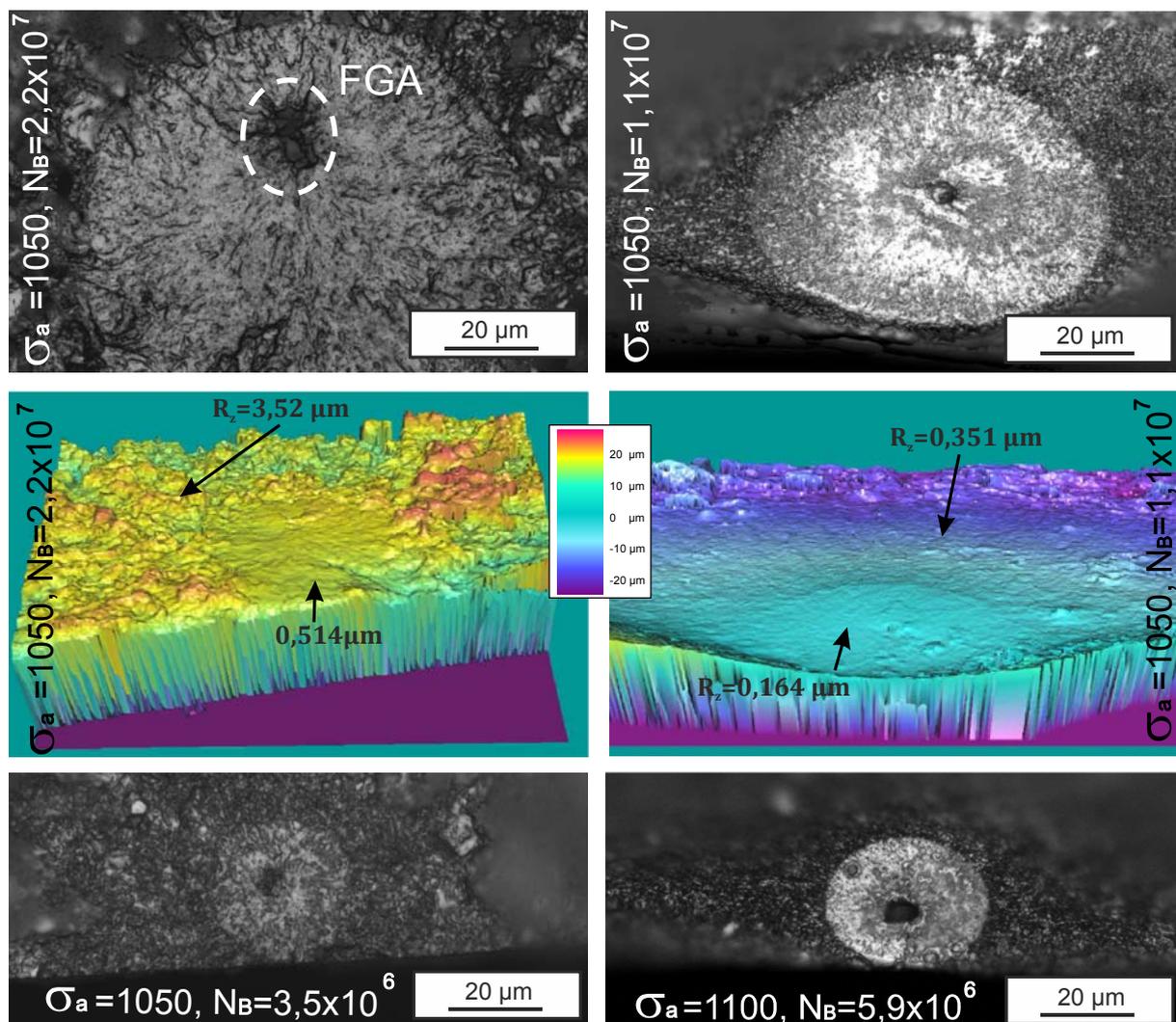


Abbildung 73: Vergleich der Bruchflächen mittels Lichtmikroskop (oben und unten) und konfokaler Mikroskopie (Mitte) nahe der Rissinitiation von B-100Cr6 (links) und P-HPT-10 (rechts)

Abbildung 74 zeigt einen Vergleich der Bereiche um die rissinitiierten nichtmetallischen Einschlüsse für die höchstfesten Zustände B-100Cr6 auf der linken und P-HPT-10 auf der rechten Seite. Rissinitiation im Inneren des B-100Cr6 zeigt die Abbildung oben links für die Probe aus Abbildung 73 oben links. Für den bereits im Lichtmikroskop dunkel ausgegebenen Bereich zeigt sich hier im Rasterelektronenmikroskop eine sehr unebene Fläche, wie dies auch in der Literatur für FGAs beschrieben ist. Im Gegensatz hierzu ist bei einem Einschluss direkt an der Oberfläche bei der Probe des B-100Cr6 mit deutlich kürzerer Lebensdauer keine charakteristische Umrandung des rissinitiierten Einschlusses erkennbar. Im Falle der ultrafeinkörnigen Proben wurden bereits im Lichtmikroskop keine Auffälligkeiten um den nichtmetallischen Einschluss beobachtet. Dies stellt sich auch mittels rasterelektronenmikroskopischer Aufnahmen analog dar.

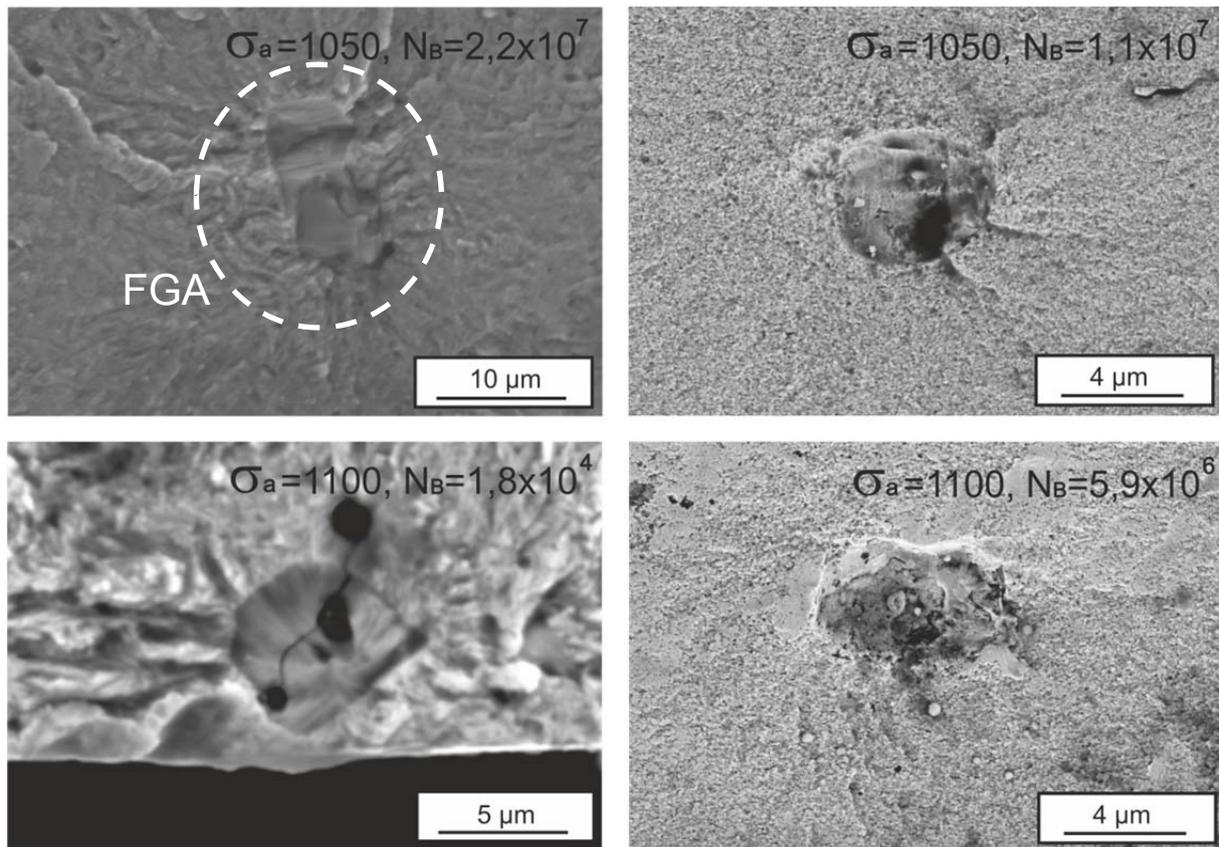


Abbildung 74: Vergleich der Bruchflächen mittels Rasterelektronenmikroskop nahe der Rissinitiation B-100Cr6 (links) und P-HPT-10 (rechts)

In beiden Fällen ist im Vergleich zu der übrigen Ermüdungsbruchfläche innerhalb des Fisheyes die Oberflächenbeschaffenheit direkt um den Einschluss nicht verändert. Durch diese REM Aufnahmen kann jedoch erneut gezeigt werden, dass im ultrafeinkörnigen Fall die Rauigkeit der Ermüdungsbruchfläche innerhalb des Fisheyes deutlich kleiner, verglichen zu den Ausgangszuständen oder dem hochfesten Zustand B-100Cr6 ist.

6.4. Morphologie der Scherbänder in den UFG Zuständen

Bei den Bruchflächenanalysen der HPT Zustände haben sich Scherbänder als dominierendes mikrostrukturelles Merkmal gezeigt, weshalb diese im Folgenden genauer betrachtet werden. Ein Anhaltspunkt für die Morphologie der Scherbänder ist in Abbildung 26 bei der Bruchfläche von nanokristallinem Palladium gegeben. Abbildung 75 zeigt links analog die identifizierten Scherbänder in der Restgewaltbruchfläche beim Zustand T-HPT-10. Um die mikrostrukturelle Erscheinungsform dieses Scherbandes zu untersuchen, wurde die darunterliegende Mikrostruktur mittels Focussed Ion Beam freigelegt. Dabei wird ebenfalls in Abbildung 75 ersichtlich, dass sich die Scherbänder in Form einer vertikalen linienförmigen Materialtrennung in der darunterliegenden Mikrostruktur ausbilden.

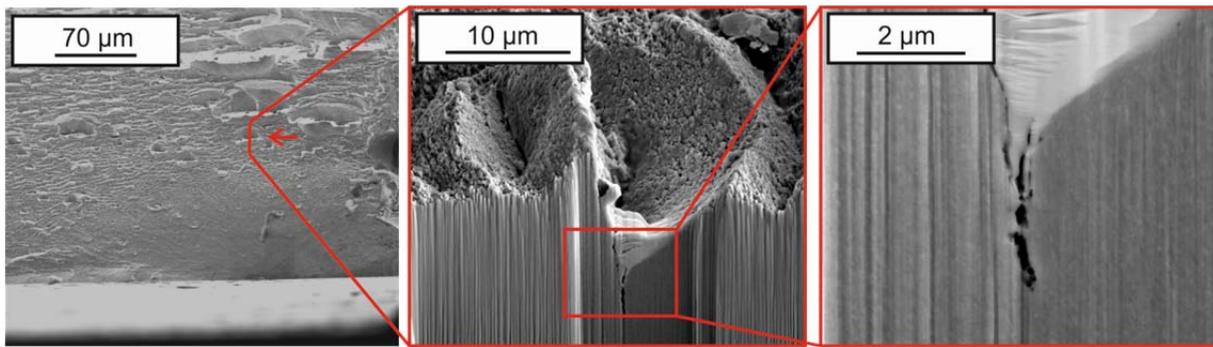


Abbildung 75: Bruchfläche bei T-HPT-10 $\sigma_a=1000$ MPa, $N_B=8,5 \times 10^4$ (links); Aufnahme der mit FIB freigelegten Mikrostruktur im Bereich des Scherbandes (Mitte) und Höhere Vergrößerung der freigelegten Mikrostruktur (rechts)

Die Frage, ob sich diese mikrostrukturelle Auffälligkeit erst bei der Ermüdung gebildet hat, oder bereits nach dem HPT Vorgang im Werkstoff enthalten ist, lässt sich mit Zuhilfenahme von Abbildung 76 beantworten.

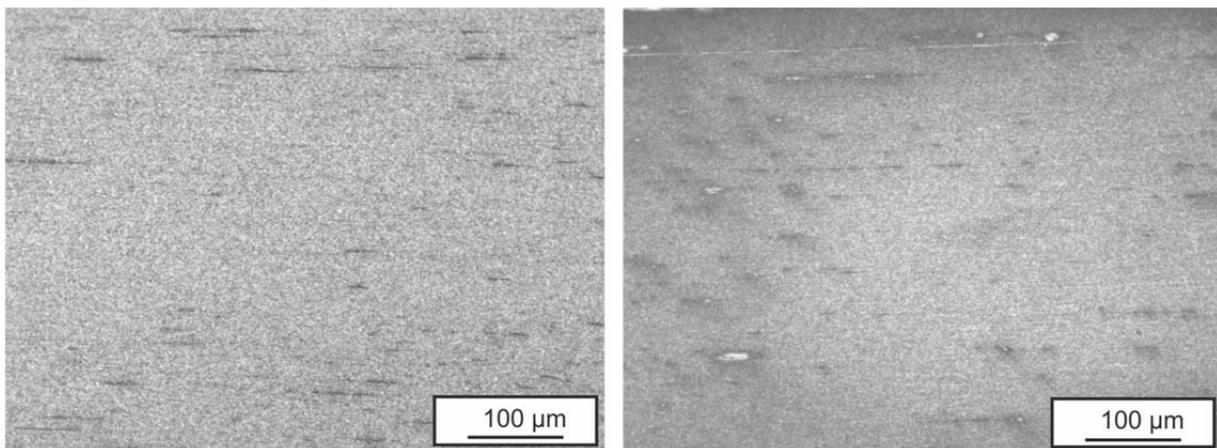


Abbildung 76: Lichtmikroskopische Gefügaufnahme des Zustandes S-HPT-10 (links) und T-HPT-10 (rechts) zeigen Scherbänder entlang der Scherebene beim HPT

In den Mikrostrukturen der Zustände S-HPT-10 und T-HPT-10 zeigen sich ebenso linienförmige Muster entlang der HPT Scherebene bereits nach der massiven plastischen Deformation ohne Aufbringung einer zyklischen Last. Die Zustände N-HPT-10 und P-HPT-10 zeigen diese Inhomogenität ebenfalls, was generell die Anwesenheit von Scherlokalisierungen und Materialtrennungen bei den Zuständen mit einer HPT-10 Behandlung bestätigt. Da es sich um konzentrische Ringflächen handelt, sind in den metallographischen Schliffen lediglich Anschnitte mit begrenzter Ausdehnung in Scherrichtung erkennbar.

Abbildung 77 zeigt eine transmissionselektronenmikroskopische Aufnahme eines Scherbandes beim Zustand S-HPT-10. Ziel dieser Untersuchung ist es, die Scherbänder mikrostrukturell einzuordnen sowie ihre Erscheinungsform näher zu erläutern.

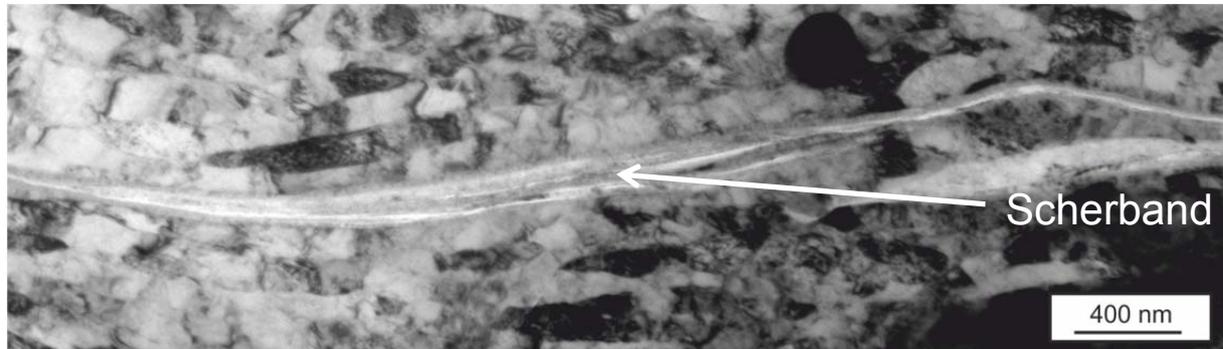


Abbildung 77: TEM-Hellfeldaufnahme eines Scherbandes innerhalb der S-HPT-10 Mikrostruktur

Die Aufnahme zeigt, dass sich das Scherband parallel zur Längsachse der Körner ausbildet. Generell sind aber auch hier bei mehreren Kornlagen Abgleichvorgänge in Richtung der horizontal ausgeprägten Scherebene ersichtlich, die zu scharf definierten Korngrenzen, analog der Modellvorstellung in Abbildung 13, bei hoher Verformung führen.

In vielen Fällen gibt es einen Zusammenhang zwischen einem Scherband und einem nichtmetallischen Einschluss. Abbildung 78 zeigt das Auftreten der Einschlüsse beispielhaft bei den Zuständen S-HPT-10 und N-HPT-10, wobei die jeweiligen Einschlüsse genau auf Scherbändern liegen. Dies wurde in den meisten Fällen der HPT-10 Zustände beobachtet und ist somit nicht dem Zufall geschuldet. Die EDX-Spektren bestätigen, dass es sich bei den beiden gezeigten Einschlüssen um Mischeinschlüsse handelt, wie sie beim verwendeten Werkstoff in der deutlichen Mehrheit vorkommen. Anhand der Spektren lässt sich das teilweise Aufbrechen der Einschlüsse zeigen, da sich Fragmente innerhalb des Scherbandes befinden. Die Vermutung liegt nahe, dass es sich in Abbildung 78 rechts wegen der geringen Größe selbst nur um ein Fragment und nicht um den Haupteinschluss handelt, auch weil das Scherband auf beiden Seiten des Einschlusses angrenzt, ohne dass ein Richtungswechsel beim HPT stattgefunden hat. Durch Abbildung 78, rechts konnten keine weiteren Fragmente innerhalb des Scherbands nachgewiesen werden.

Insgesamt fällt es schwer, eine Aussage darüber zu treffen, ob es sich bei der mikrostrukturellen Erscheinungsform der Scherbänder um Hohlräume oder materialgefüllte Bereiche handelt. Durch die betrachteten REM Aufnahmen lässt sich ein Hohlraum vermuten. Jedoch wurde der Werkstoff geätzt, um die Mikrostruktur sichtbar zu machen. Bei ungeätzter Betrachtung im Lichtmikroskop lässt sich keine Materialinhomogenität erkennen, was dafür spricht, dass der Inhalt der Scherbänder beim Ätzzvorgang entfernt wurde.

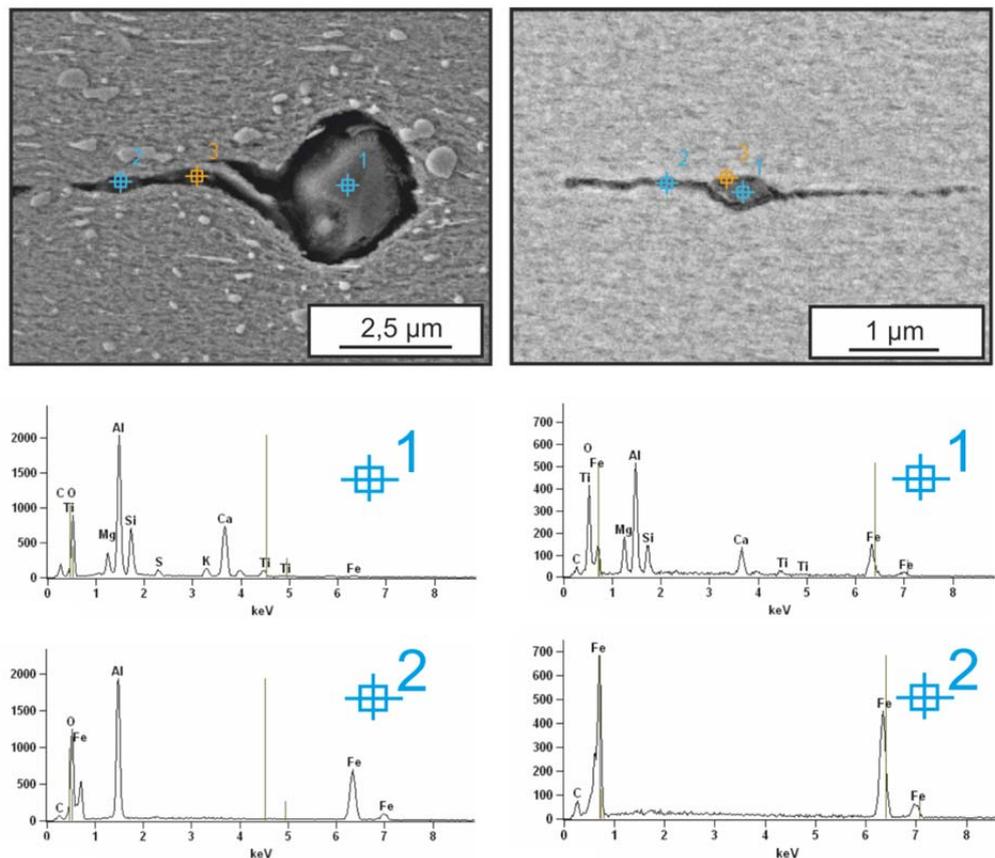


Abbildung 78: REM Aufnahme eines nichtmetallischen Einschlusses mit angrenzendem Scherband beim Zustand S-HPT-10 (links) und N-HPT-10 (rechts) mit zugehörigen Spektren von EDX Messungen (jeweils unten)

Auch hochaufgelöste REM Aufnahmen, welche mittels FIB ohne Ätzung präpariert wurden, bestätigen diese Vermutung, da sich mit Material gefüllte Inhomogenitäten innerhalb der Mikrostruktur ergeben, wie Abbildung 79 zeigt.

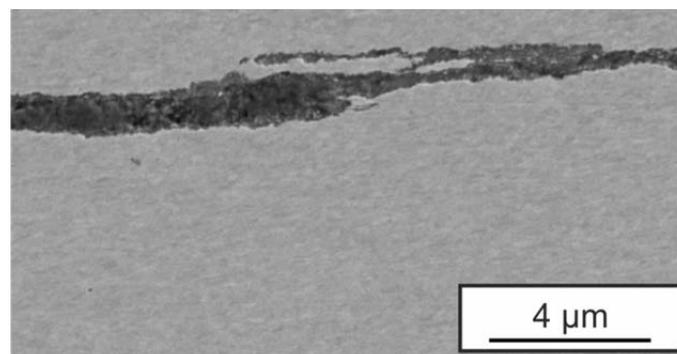


Abbildung 79: Hochaufgelöste REM Aufnahme nach Präparation eines Scherbandes mittels FIB im hochfesten HPT-10 Zustand

Bei der Betrachtung der Bruchflächen drängt sich der Verdacht einer Verbindung zwischen der Ausprägung und Lage von Scherbändern und der Lebensdauer auf. Die REM

Aufnahmen in Abbildung 80 zeigen den Austritt von Scherbändern an der Stelle der Rissinitiierung, welche jedoch nicht entlang der Scherebene beim HPT verlaufen.

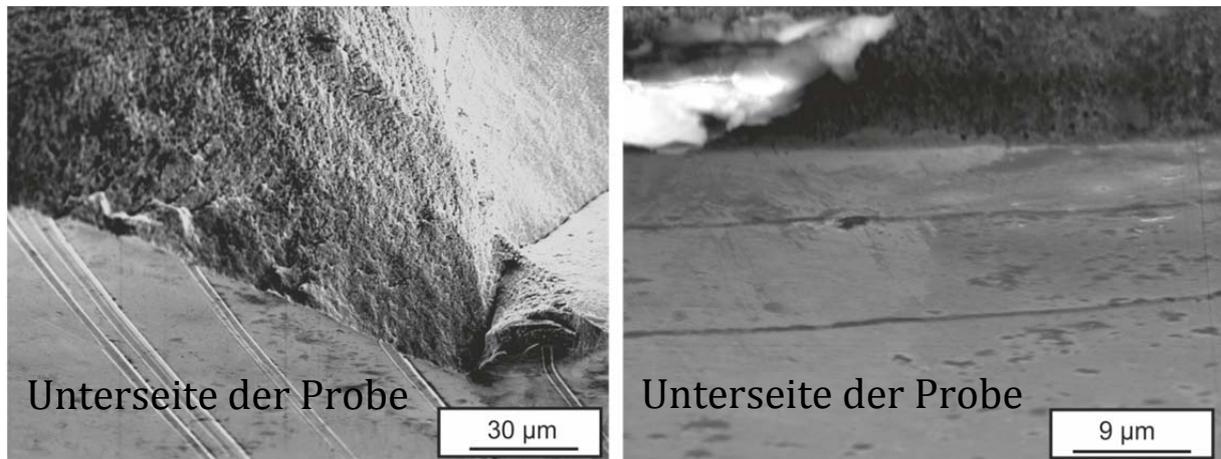


Abbildung 80: Gekippte Ansicht (30°) der äußersten Zugfaser nach Ermüdung und Bruch bei T-HPT-10 ($\sigma_a=850$ MPa, $N_B=6,6 \times 10^6$) mit austretenden Scherbändern an der Stelle der Rissinitiierung (links) und parallel zur Bruchfläche liegenden Austrittslinien (rechts)

Bei idealer horizontaler Ausprägung der Scherbänder beim HPT wäre keine Rissinitiierung an der unteren Zugfaser möglich, da die Austrittspunkte auf den Seitenflächen der Ermüdungsprobe lokalisiert wären. Außerdem ist wichtig zu erwähnen, dass bis zu dieser Stelle nur Scherbänder betrachtet wurden, welche sich parallel oder unter einem bestimmten Winkel zur Scherebene beim HPT ausgeprägt haben. In den folgenden Ausführungen sind weiterhin Scherbänder gezeigt, die in keinem Zusammenhang mit der HPT-Behandlung stehen, sondern entlang der Lasten beim Versuch ausgeprägt sind. Abbildung 80 zeigt dies, da bei derselben Probe linienförmige Gebilde entlang der höchsten Ermüdungsbelastung in der rechten Graphik auftreten. Eine Aussage darüber, ob sich diese Stellen zyklisch oder schlagartig gebildet haben, lässt sich anhand dieser Aufnahmen nicht zweifelsfrei treffen. Ähnliche oberflächliche Erscheinungen ergeben sich in Abbildung 81, wobei auf der linken Seite parallele Scherbänder zum Ermüdungsbruch beobachtet werden können. Aufgrund der parallelen Ausprägung ist ein Zusammenhang mit der Ermüdungsbelastung wiederum sehr wahrscheinlich, aber nicht zweifelsfrei nachweisbar. In Abbildung 81 rechts sind hingegen eindeutig Scherbänder zu beobachten, welche durch den Gewaltbruch schlagartig an einer Einspannstelle entstanden sind. Die Scherbänder unterscheiden sich geringfügig, da sich nach Ermüdung unregelmäßig geformte Linien, nach Gewaltbruch jedoch offenbar sehr gerade Linien ergeben.

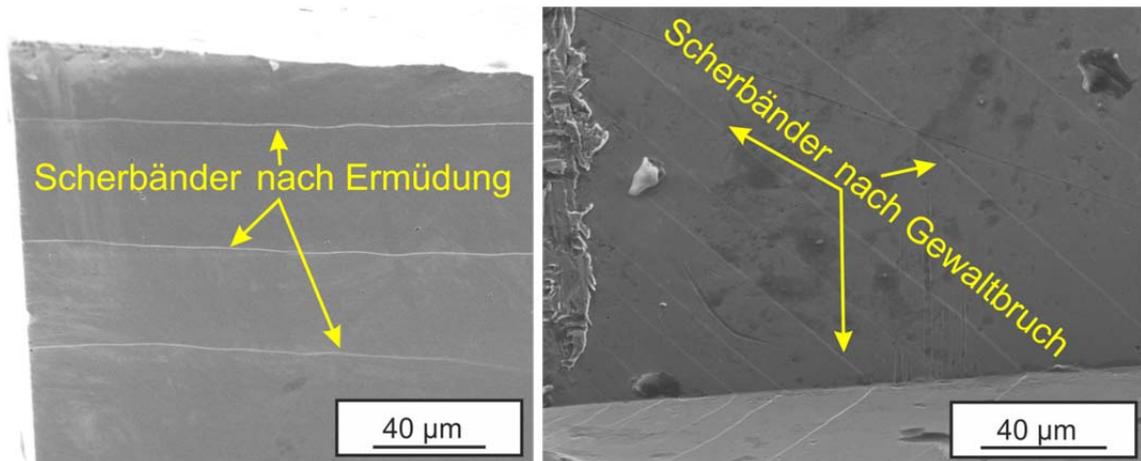


Abbildung 81: Parallele Scherbänder an der Unterseite einer P-HPT-10 Probe nach Ermüdung ($\sigma_a=1100\text{ MPa}$, $N_B=3,3 \times 10^4$) (links) und parallele Scherbänder im Bereich der Einspannung nach Ermüdung und Gewaltbruch ($\sigma_a=850\text{ MPa}$, $N_B=3,5 \times 10^4$) (rechts)

Bei einer weiteren Probe mit ähnlicher Oberflächlichenausprägung des Zustandes N-HPT-10 wurde ein metallographischer Längsschnitt angefertigt, welcher in Abbildung 82 gezeigt ist.

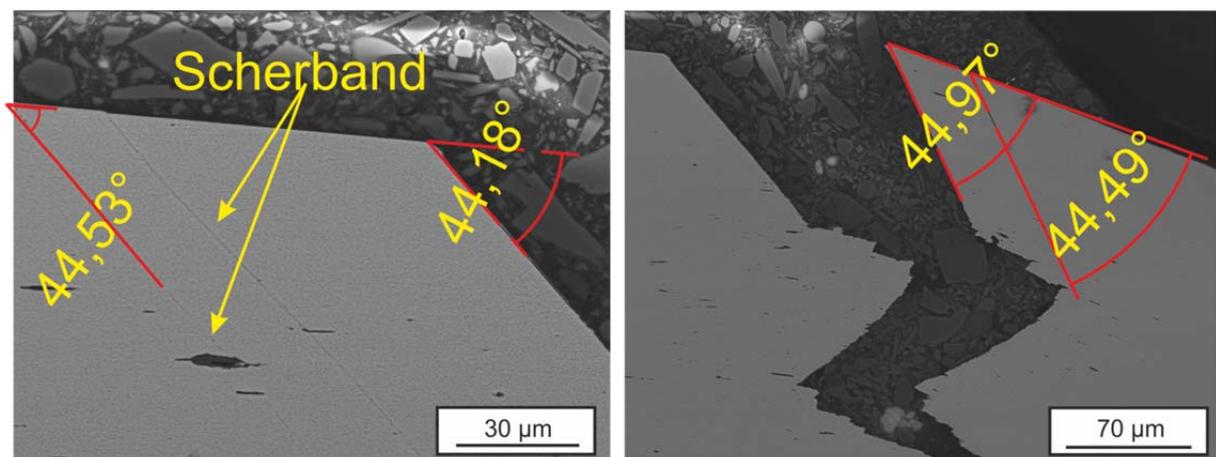


Abbildung 82: Längsschliff entlang einer Ermüdungsprobe des Zustandes N-HPT-10 ($\sigma_a=1000\text{ MPa}$, $N_B=1,8 \times 10^4$) mit Indizierung der Scherbänder im Bereich des Gewaltbruches

Innerhalb der Mikrostruktur verlaufen ebenfalls linienförmige Inhomogenitäten unter einem Winkel von 45 Grad. Da es sich bei Scherbändern um Ebenen handelt, ergibt sich bei Austritt dieser mikrostrukturellen Verformungskonzentration ebenfalls eine Linienform, wie in Abbildung 81, rechts, gezeigt. Erkennbar ist, dass der Gewaltbruch selbst ebenfalls einen idealen Winkel von 45° zur höchsten Normalspannung hat. Durch die parallelen gleichartigen Anordnungen bilden die Scherbänder ein Vorstadium des Gewaltbruches. Bei Austritt aus der Probe im oberen Bereich ist durch das Abgleiten eine gut ausgeprägte Stufe zu erkennen, wie sie als Linie an der Oberfläche auszumachen ist.

6.5. Zyklische Stabilität

In der Vergangenheit wurde bei ultrafeinkörnigen Werkstoffen immer wieder zyklische Entfestigung beobachtet, die in den meisten Fällen durch Grobkornbildung, ausgelöst durch dynamische Rekristallisation, gekennzeichnet ist. Die Mechanismen wurden bereits in Abschnitt 2.2.4 erläutert. Ein Ziel der aktuellen Untersuchungen ist es, die zyklische Stabilität der betrachteten Werkstoffzustände beschreiben zu können. Dies gelingt am besten durch transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen der rissinitierenden Bereiche nach dem Bruch im Ermüdungsexperiment. Hierfür wurden lediglich die HPT-10 Zustände untersucht, da die HPT-6 Zustände nur geringe Unterschiede zum Ausgangszustand aufweisen.

In Abbildung 83 sind die mittels FIB präparierten Querschnitte durch den Punkt, beziehungsweise den Bereich der Rissinitiierung, beispielhaft für zwei Proben der Zustände S-HPT-10 und T-HPT-10 gezeigt.

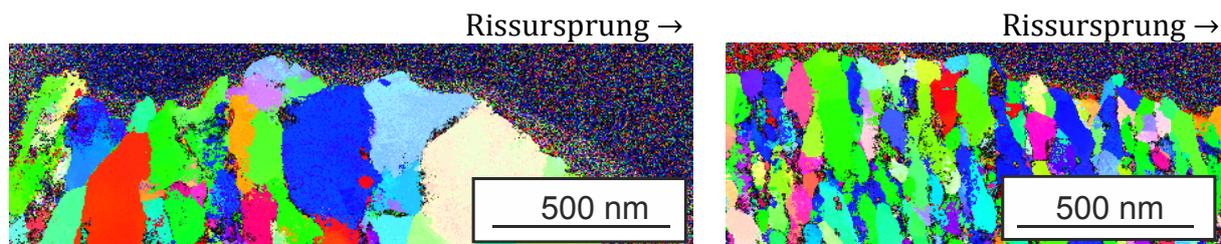


Abbildung 83: FIB-präparierte ACOM-TEM-Aufnahmen in der Nähe des Rissursprungs in Längsrichtung für S-HPT-10 ($\sigma_a=1000$ MPa, $N_B=8,5 \times 10^4$) (links) und T-HPT-10 ($\sigma_a=850$ MPa, $N_B=5,7 \times 10^5$) (rechts)

Zu sehen sind ACOM TEM Aufnahmen nach der Ermüdungsprüfung, welche eine gute Aussage über die Korngröße und Missorientierung der Körner zulassen. In beiden Fällen sind keine signifikanten Unterschiede zwischen der Korngröße vor und nach der zyklischen Last zu erkennen, auch nicht lokal begrenzt. Dies bestätigt die zyklische Stabilität, da eine dynamische Rekristallisation als Hauptmechanismus der zyklischen Entfestigung bei UFG Werkstoffen ausgeschlossen werden kann. Die Rissfront selbst ist ebenfalls in den Aufnahmen der beiden Zustände erkennbar. Die Einteilung in einen transkristallinen oder interkristallinen Bruch ist nicht trivial, da keine Informationen über die gegenüberliegenden Rissflanken vorhanden sind. Es gelingt lediglich die Aussage, dass sich bei beiden Zuständen teilweise die Richtung des Risswachstums ändert, sobald der Riss eine Korngrenze überquert. Diese Abhängigkeit des Risswachstums von der Kornmorphologie scheint beim T-HPT-10 deutlicher ausgeprägt.

Die detaillierte Betrachtung des Rissfortschrittsverhaltens ist anhand der TEM-Aufnahmen in Abbildung 84 nicht ohne weiteres möglich, da die Aufnahmen der Zustän-

de P-HPT-10 und N-HPT-10 eine geringere Vergrößerung aufweisen, um einen größeren Bereich neben dem jeweiligen rissinitiierenden Einschluss darzustellen.

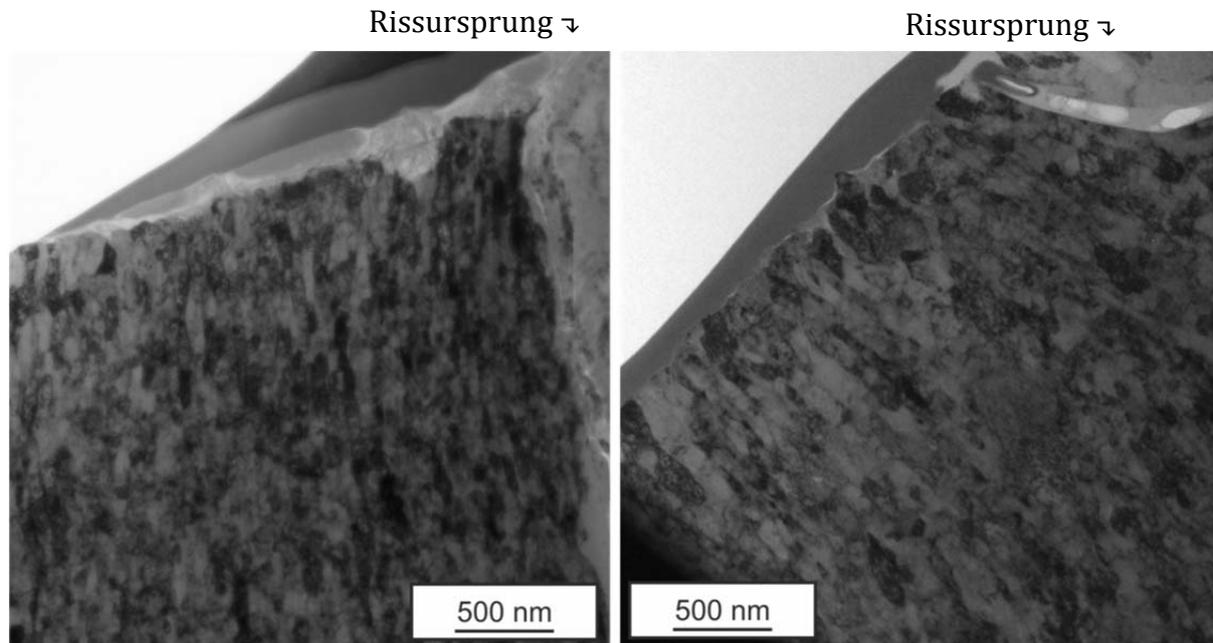


Abbildung 84: FIB-präparierte TEM-Aufnahmen des Rissursprungs am nichtmetallischen Einschluss in Längsrichtung bei P-HPT-10 ($\sigma_a=1100$ MPa, $N_B=5,8 \times 10^6$) (links) und N-HPT-10 ($\sigma_a=850$ MPa, $N_B=4,1 \times 10^6$) (rechts)

Bei den beiden Aufnahmen handelt es sich um Proben, welche einen Rissausgang an einem inneren nichtmetallischen Einschluss (in beiden Bildern rechts) hatten. In beiden Fällen ist, auch bei einer sehr hohen Lebensdauer, keine zyklische Instabilität der Mikrostruktur durch lokal vergrößerte Bereiche zu erkennen. Im Bereich des nichtmetallischen Einschlusses ergeben sich auch keine sehr feinkörnigen Bereiche. Dies stimmt mit den Aufnahmen der Bruchfläche überein, welche zu der Aussage führten, dass sich bei den ultrafeinkörnigen Zuständen durch die Ermüdung keine FGA gebildet hat. Die Aufnahme des Zustandes P-HPT-10 zeigt im Gesamten die gleiche Korngröße wie im HPT-10 Ausgangszustand, vgl. Abbildung 43, da der Zustand nur eine geringe Streuung zwischen den Eigenschaften der einzelnen HPT-Plättchen aufweist. Dies steht im Gegensatz zum Zustand N-HPT-10, weil sich hier eine große Ungleichheit der einzelnen HPT-Ronden ergibt. Die Korngrößen variieren zwischen den einzelnen Proben, aber auch innerhalb einer Probe können unterschiedliche Bereiche ausgemacht werden. Aufgrund dessen ergibt sich in Abbildung 84 rechts eine höhere Korngröße, als in Abbildung 42.

7. Diskussion und Interpretation

7.1. Mikrostrukturveränderung

Durch die massive plastische Deformation mittels HPT konnten die Ausgangszustände mit verschiedenen Karbidmorphologien nach der Wärmebehandlung bezüglich ihrer Karbid- und Kornmorphologie substanziell modifiziert werden. Auch konnte festgestellt werden, dass die plastische Deformation nicht nur zu Versetzungsmobilisierung und dadurch zu Polygonisation sowie einer Kornfeinung führt, sondern auch zu Scherbändern, welche lokal die plastische Scherdeformation vollziehen. Die folgenden Abschnitte geben ein genaues Bild über die Erkenntnisse der Mikrostrukturmodifizierung durch die massive plastische Deformation.

7.1.1. Karbidverteilung

Die Karbidverteilung im Ausgangszustand ist ein entscheidender Unterschied der jeweiligen HPT-10 Zustände, welche sich in ihrer chemischen Zusammensetzung nicht unterscheiden. Die Auswirkungen auf unterschiedliche mikrostrukturelle Gegebenheiten der ultrafeinkörnigen Zustände sind zu erkennen. Im Gegensatz zur in der Literatur vertretenen Meinung, dass es bei der massiven plastischen Deformation zur Auflösung der Karbide und einer vollständigen Aufnahme der Karbide bzw. des elementaren Kohlestoffs in die Matrix kommt, konnte dieses Phänomen innerhalb der aktuellen Untersuchungen nur in sehr begrenztem Ausmaße beobachtet werden.

Im Falle der massiv plastisch verformten, ursprünglich weichgeglühten Mikrostruktur ist vor allem in Abbildung 45 eine Fragmentierung der größeren Karbide ersichtlich. Jedoch können die einzelnen Fragmente zusätzlich zu den immer noch teilweise vorhandenen Kugelkarbiden in der ACOM Aufnahme deutlich ausgemacht werden. Es kann also nicht von einer Auflösung der Karbide und Übergang des Kohlenstoffes in die Ferrit-Matrix gesprochen werden. Dies wurde für keinen der ultrafeinkörnigen Zustände beobachtet. Die Ferrit-Matrix im S-HPT-10 Zustand enthält insgesamt einen nur geringen Anteil an feinst verteilten Karbiden, weswegen die Teilchenverfestigung, verglichen mit den anderen UFG-Zuständen geringer ausgeprägt ist. Dadurch lässt sich die gute Verformbarkeit ohne die Anwesenheit von Rissen begründen. Analog wurden bereits in der Literatur überwiegend Untersuchungen an niedrigkohlenstoffhaltigen Stählen durchgeführt, da diese sich scheinbar besser zur massiven plastischen Deformation eignen.

Das Vergütungsgefüge besteht nach der Wärmebehandlung vor HPT aus einer Ferritmatrix mit feinst verteilten Karbiden. Die ursprünglich schon kleine Größe der Karbide schlägt sich auch bei der ultrafeinkörnigen Modifikation nieder. Der T-HPT-10 Zustand weist demnach die feinsten und am regelmäßigsten verteilten Karbide aller HPT-10 Zu-

stände auf. Da der Ferrit im vergüteten Ausgangsgefüge bereits übersättigt an Kohlenstoff vorliegt, ist der Anteil der Karbide in der Mikrostruktur geringer als in den perlitisch-ferritischen Zuständen.

Im Gegensatz hierzu stellen sich die Karbidmorphologien der HPT-10 Zustände mit ursprünglich ferritisch-perlitischer und rein perlitischer Mikrostruktur deutlich unregelmäßiger dar. In beiden Fällen weisen die Karbide ein hohes Verhältnis von Länge zu Breite auf. Grund hierfür ist die bereits vor HPT bestehende Form als Perlit. Dieser wird zwar fragmentiert, ordnet sich dann aber offensichtlich wieder innerhalb der Scherebenen zwischen den Körnern an. Im Falle des N-HPT-10 Zustandes ist dieses Verhalten noch deutlicher ausgeprägt. Letztendlich lässt sich festhalten, dass im Rahmen der aktuell betrachteten Zustände nicht von einer Karbidauflösung, sondern eher von einer Perlitauflösung oder Fragmentierung gesprochen werden kann. Zementit liegt nicht mehr in der ursprünglichen lamellaren Form, sondern in deutlich kleineren einzelnen Fragmenten vor. Eine klare Aussage über die Aufnahme von Zementit durch den Ferrit ist anhand der TEM Untersuchungen für keinen der Zustände zu belegen.

7.1.2. Korngröße und Härte

Durch die massive plastische Deformation konnten die Korngrößen der einzelnen Werkstoffzustände signifikant verringert werden, was durch die Hall-Petch Beziehung und die somit wirkende Korngrenzenverfestigung auch zu erhöhten Festigkeiten und Härten führt. Durch die in Abschnitt 2.2.2 erläuterten Mechanismen während der massiven plastischen Deformation steigt die Härte der jeweiligen Zustände ebenfalls durch Versetzungsverfestigung. In allen Fällen ergibt sich eine Kombination dieser Mechanismen, aber auch der Teilchenverfestigung. Von einem relevanten Beitrag an Mischkristallverfestigung ist nicht auszugehen, da sich durch die massive plastische Deformation weder an der chemischen Zusammensetzung noch an der Phasenverteilung signifikante Änderungen ergeben.

Die Härte der einzelnen UFG Zustände zeigt deutliche Unterschiede bezüglich des anfänglichen Wärmebehandlungszustandes und der eingebrachten plastischen Deformation. Nach der HPT-10 Behandlung sind die Korngrößen der resultierenden Gefüge insgesamt deutlich geringer als nach HPT-6. Die Härte spiegelt dieses Bild, im Einklang mit der Hall-Petch Beziehung, wieder. Die nur geringfügige Änderung der Mikrostruktur und Härte bei HPT-6 im Vergleich zu den jeweiligen Ausgangszuständen scheint an dieser Stelle ungewöhnlich, da nach sechs HPT-Durchgängen theoretisch bereits mehr als die Hälfte der Verformung vom HPT-10 Zustand eingebracht wurde. Die Mikrostrukturen zeigen in beiden Zwischenstadien nach HPT-6 vorwiegend Kleinwinkelkorngrenzen und weder in REM noch TEM Aufnahmen eine starke Modifikation im Vergleich zu den Ausgangszuständen. Es ist in diesem Falle davon auszugehen, dass ein großer Teil der Tor-

sion beim HPT nicht das Werkstoffvolumen erreicht hat, sondern durch Gleitvorgänge am Übergang der HPT-Stempel zur Probe vollzogen wurde. Demzufolge führt lediglich der hohe Druck zu einer plastischen Deformation und hauptsächlich Versetzungsverfestigung. Dies erklärt auch, warum Härtebestimmungen über die Diagonalen der Proben keinen Gradienten zur Mitte aufweisen. Die Härten zeigen im T-HPT-6 Zustand nur eine geringe Zunahme von 17 % gegenüber dem Ausgangszustand, was auch dadurch begründet ist, dass bereits der Ausgangszustand eine relativ hohe Härte von 388 HV und geringe Korngröße hatte. Im Gegensatz dazu ist die Fähigkeit zur Verfestigung (Korngrößen und Versetzungsverfestigung) bei der HPT-6 Druckverformung des weichgeglühten Zustand deutlich höher. Der Grund ist die hohe Korngröße und geringe Versetzungsdichte im Ausgangszustand, was demnach beim S-HPT-6 Zustand zu mehr Potential bei der Verfestigung und einer Erhöhung der Härte um 71 % führt. Der Grund, warum es bei allen HPT-6 Verformungen in Ufa offensichtlich zu Abgleitvorgängen gekommen ist, welche zu einer nur geringen Härtesteigerung und Kornfeinung geführt haben, kann an dieser Stelle nicht geklärt werden.

Bei den Proben, welche mittels der Einrichtung am INT in Karlsruhe mit zehn HPT-Umdrehungen hergestellt wurden, ergeben sich durchweg Härtegradienten durch die massive Scherverformung. Außerdem liegen die Härten über denen der HPT-6 Zustände. Die geringste Härte und auch die größten Kornabmessungen weist in diesem Kontext der S-HPT-10 Zustand auf. Wie bereits in 7.1.1 erwähnt, konnte die Härte dieses Zustandes hauptsächlich durch Korngrenzenverfestigung aber auch durch Versetzungsverfestigung erhöht werden. Da sich die Karbidmorphologie nicht substantiell geändert hat, ergibt sich nur ein geringer Anteil an Teilchenverfestigung. Sehr positiv ist dagegen die Homogenität des S-HPT-10 Zustandes zu bewerten, da die ortsaufgelösten Härtemessungen keinerlei größere Unregelmäßigkeiten im Werkstoff belegen. Lediglich der immer vorhandene aber auch in diesem Falle gering ausgeprägte HPT-Gradient zum Mittelpunkt liegt vor. Auch konnten keine Risse in den HPT-Plättchen dieses Zustandes registriert werden, im Gegensatz zu den übrigen HPT-10 Zuständen.

Die TEM Aufnahmen des T-HPT-10 Zustandes zeigen eine deutlich geringere Korngröße, als durch die REM Aufnahmen zu vermuten ist. Die erreichte Härte lässt sich deswegen nur mittels der REM-Aufnahmen in den Kontext der verschiedenen UFG-Härten einordnen. Die durch TEM bestimmten Korngrößen sind daher nur bedingt aussagekräftig, da sich innerhalb eines Zustandes große Streuungen bezüglich der Mikrostruktur ergeben können. Der Grund hierfür sind Verformungskonzentrationen, die durch Scherbänder aber auch Risse verursacht werden und zu Bereichen mit hoher sowie zu Bereichen mit geringer plastischer Deformation führen. Dies führt automatisch zu Streuungen und Unregelmäßigkeiten in der Korngröße sowie der Härte. Ebenfalls ergeben sich für die verschiedenen Bereiche unterschiedliche dominierende Verfestigungsmechanismen,

wodurch eine einheitliche Aussage für den jeweiligen Zustand nicht möglich ist. Diese Inhomogenitäten der Kornstruktur erscheinen auch ohne die Anwesenheit eines makroskopischen Risses. Durch Risse wird dieses Verhalten jedoch zusätzlich verstärkt, was vor allem innerhalb der Härteuntersuchungen aus Abbildung 50 nachgewiesen und interpretiert werden konnte.

Bei Betrachtung der REM Aufnahmen und Vergleich der Härten im Bereich von 3 mm Entfernung zum Mittelpunkt, weisen die Zustände P-HPT-10 und T-HPT-10 einander ähnliche mikrostrukturelle Eigenschaften auf. Jedoch wird durch die Härteverteilung in Abbildung 48 deutlich, dass sich Unterschiede bezüglich der örtlichen Verteilung dieser Parameter ergeben. Im Gegensatz zur Härte des T-HPT-10 Zustandes, welche im äußeren Bereich eine Sättigung zeigt, erstreckt sich die Härte beim P-HPT-10 Zustand über einen breiteren Gradienten. Dies kann durch Risse oder inhomogene Verformungsvorgänge begünstigt sein, oder aber durch die Fähigkeit des rein perlitischen Ausgangsgefüges, eine höhere Härte durch plastische Deformation auszubilden.

Dies gilt auch für den N-HPT-10 Zustand, welcher sowohl die geringste Korngröße aus REM Aufnahmen als auch die höchste Härte aufweist. Auch hier widersprechen aus demselben Grund die TEM Aufnahmen diesen Erkenntnissen, da im TEM nur sehr kleine Bereiche der Mikrostruktur präpariert werden und es bei lokalen Inhomogenitäten in der Mikrostruktur zu Streuungen der Ergebnisse kommt. Dies zeigt auch das repräsentative zweidimensionale Härtebild dieses Zustandes in Abbildung 49 rechts bei Anwesenheit eines Risses. Zwar ergibt sich ein Bereich zwischen 90° und 300° mit sehr hoher Härte, jedoch weisen die restlichen Bereiche deutlich verringerte Härtewerte weit unter dem für diesen Zustand repräsentativen Wert von 839 HV auf.

Es muss dabei festgehalten werden, dass die Abstufungen bezüglich der Härte und der Korngrößen, wie sie in Kapitel 5 getroffen wurden nur für weitestgehend fehlerfreie Mikrostrukturbereiche gelten und bei Auftreten von Rissen oder größerer Verformungskonzentrationen nicht mehr uneingeschränkt erfüllt sind.

7.1.3. Scherbänder und nichtmetallische Einschlüsse

Scherbänder sind Lokalisierungen der plastischen Scherdeformation in einzelnen Regionen. Bei sehr feinkörnigen Werkstoffen läuft die plastische Deformation nicht nur durch Versetzungsbewegung ab, sondern auch durch den Scherband-Mechanismus, bei dem ganze Körner, teilweise entlang der Korngrenzen abgleiten, vgl. Abschnitt 2.2.6. Generell wurden zwar auch ermüdungsinduzierte Scherbänder beobachtet, an dieser Stelle sollen jedoch nur Erkenntnisse bezüglich der Scherbänder, welche durch die massive plastische Deformation entstanden sind, diskutiert werden. Nach den Erkenntnissen aus den metallographischen Schlitze sind die Scherbänder rotationssymmetrisch um den Mittelpunkt der HPT-Ronden angeordnet, wie in Abbildung 85 schematisch gezeigt.

Damit ist in der Schliffebene immer nur ein Ausschnitt eines Scherbandes gezeigt, welcher bis zum Überschneiden der Schliffebene sichtbar ist. Die resultierenden Gefügaufnahmen aller HPT-10 Zustände beinhalten diese charakteristische Erscheinungsform der Scherbänder, wie in Abbildung 76 beispielhaft bei zwei Zuständen gezeigt. Die Existenz der HPT-Scherbänder ist dabei nicht von der Härte oder der Karbidmorphologie abhängig.

Bisher wird in der Literatur von HPT bedingten Scherbändern nur bei nanokristallinem, reinem Palladium berichtet [196]. Auch mikroskopische Aufnahmen liegen aus der Vergangenheit nahezu nicht vor. Im Rahmen dieser Arbeit spielen aber genau diese Scherbänder eine entscheidende Rolle, da sie als massive Inhomogenitäten im Material aufgefallen sind.

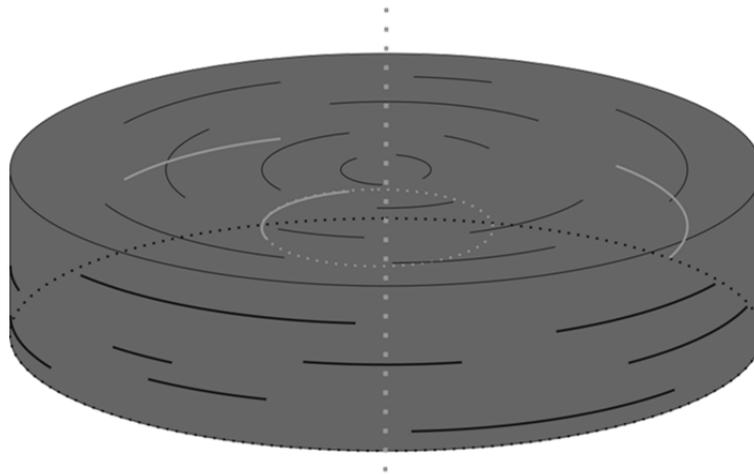


Abbildung 85: Schematische Darstellung der Scherbänder rotationssymmetrisch um den Mittelpunkt der HPT-Probe

In fast allen Fällen, bei denen nichtmetallische Einschlüsse im Schliff untersucht wurden, gelingt ein Zusammenhang zwischen der Ausprägung von Scherbändern und der Lage der Einschlüsse oder zumindest ihren Fragmenten in der Matrix.

Mittels Abbildung 86 wird im Rahmen der aktuellen Untersuchungen versucht, diesen Zusammenhang zu erklären und weitere mikrostrukturelle Erscheinungen beim HPT zu beleuchten. Abbildung 86 oben ist schematisch und mittels Rasterelektronenmikroskopie das Gefüge mit konventioneller Korngröße gezeigt, welches einen nichtmetallischen Einschluss beinhaltet. Der blaue Kasten stellt vereinfacht das zu betrachtende, unverformte Materialvolumen dar. Die Farben der einzelnen Körner entsprechen den Kornorientierungen, wobei hier im Ausgangszustand schematisch gut definierte Körner, abgegrenzt durch Großwinkelkorngrenzen zu sehen sind. Der Status der geringen bis mittleren Scherdeformation, in Abbildung 86 mittig zu sehen, entspricht im aktuellen Fall dem HPT-6 Zustand. Dabei ist nicht genau bekannt, wie viel Scherdeformation die einzelnen Proben der HPT-6 Zustände erfahren haben. Durch das vermutete Gleiten zwischen dem

HPT-Stempel und der Probe ist davon auszugehen, dass lediglich Scherdeformationen im Bereich unter einer Rotation vollzogen wurden.

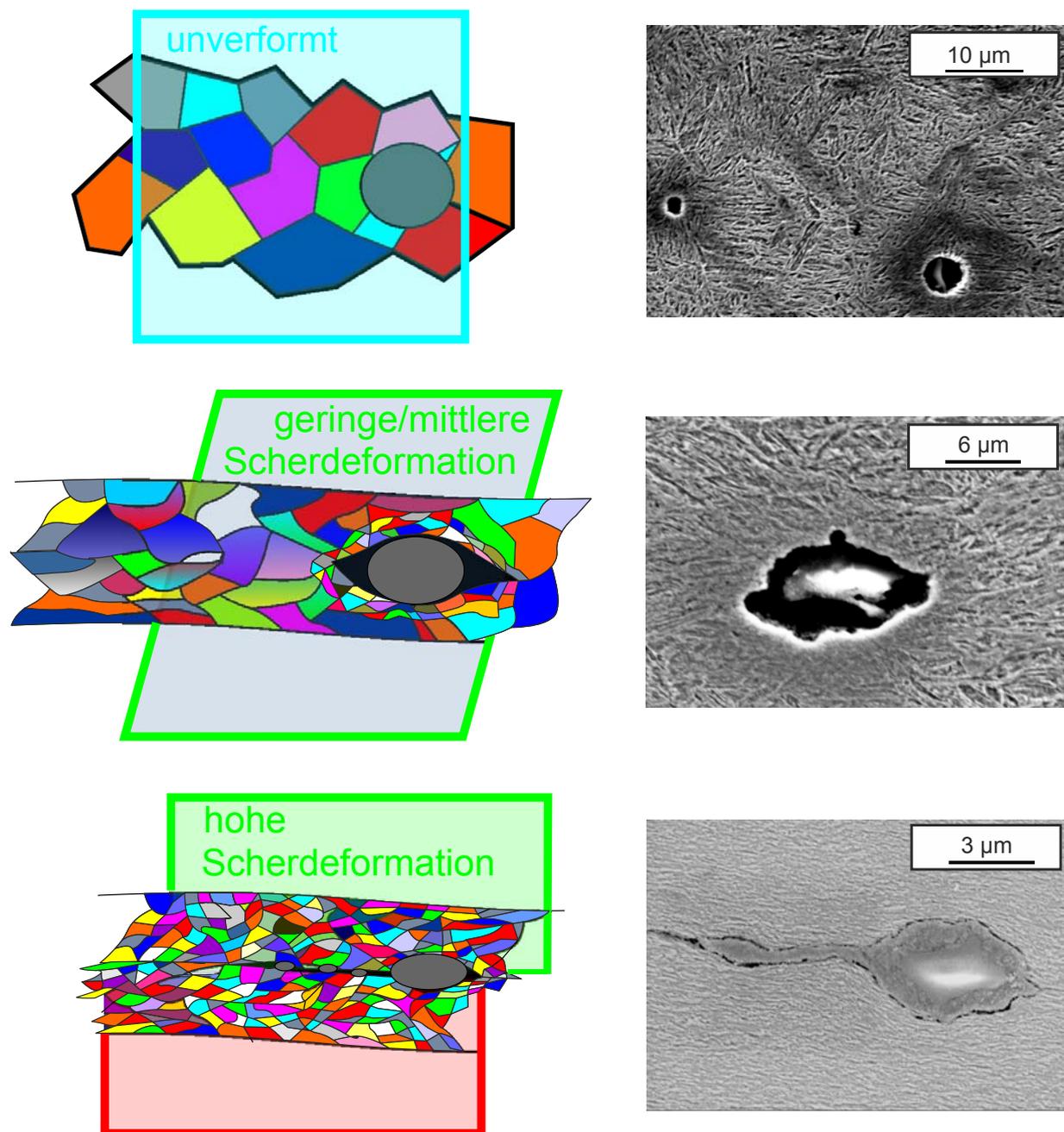


Abbildung 86: Modell der Bildung von Scherlokalisierungen (Scherbänder) entlang einer Einschlussbahn (links) und Nachweis mittel REM-Aufnahmen (rechts): Ohne Scherverformung (oben), geringe/mittlere Scherverformung (Mitte) und hohe Scherverformung (unten)

Für das aktuelle Modell ist dieser Sachverhalt eher von Vorteil, da lokale Prozesse der plastischen Deformation im Anfangsstadium betrachtet werden können. In Abbildung 86 sind im REM zwar keine signifikanten großflächigen Gefügeänderungen zu erkennen,

jedoch weist der Bereich um den Einschluss verglichen zur übrigen Mikrostruktur geringere mikrostrukturelle Abmessungen auf. Auch hat sich die Form des nichtmetallischen Einschlusses selbst geändert, wodurch er sich statt kreisförmig eher oval darstellt. Das Modell bildet beide Tatsachen durch die Aussage ab, dass bei anfänglicher Scherdeformation hauptsächlich Stellen der Spannungsüberhöhung (z.B. nichtmetallische Einschlüsse) in der Mikrostruktur betroffen sind. Im Falle von Stählen betrifft dies hauptsächlich die Bereiche um die nichtmetallischen Einschlüsse. Dort beginnt sich die Mikrostruktur lokal zu verfeinern, wobei die Kombination von hohem hydrostatischem Druck und horizontaler Scherverformung zur Änderung der Form des Einschlusses führt. Die weiteren Mikrostrukturbereiche sind geprägt von relativ geringer Kornfeinung und der Ausbildung von Kleinwinkelkorngrenzen. Dies wurde im Modell in Abbildung 86 mittels der farblichen Kennzeichnung der Missorientierungen dargestellt. Insgesamt ergibt sich zu diesem Stadium bereits eine Streckung und Ausrichtung der einzelnen Körner, wobei noch keine oder nur wenige Scherbänder oder Scherdeformationen ausgeprägt sind.

Im unteren Bild der Abbildung 86 ist der Gefügestand bei hoher Scherdeformation gezeigt. In der REM-Aufnahme ist eine deutliche Streckung des Einschlusses auszumachen, mit der Bildung eines sogenannten „Zwickels“ um den Einschluss herum und hinter dem Einschluss. Die Mikrostruktur zeigt keine lokalen Konzentrationen der Kornfeinung mehr, sondern lediglich eine homogene, etwas gestreckte ultrafeinkörnige Mikrostruktur mit überwiegend Großwinkelkorngrenzen. Die Aufnahmen aus Abbildung 42 bis Abbildung 47 belegen jedoch, dass sich Scherlokalisierungen innerhalb der Mikrostruktur in Scherrichtung ergeben. Da sich auch in Abbildung 86 ein Scherband hinter dem Einschluss gebildet hat, resultiert das schematisch dargestellte Modell für eine hohe Scherverformung. Es beschreibt die Lokalisierung von Scherverformung bei Anwesenheit einer Werkstoffinhomogenität und die Relativbewegung ganzer Kornpakete, mit Ausbildung eines Scherbandes bei Erreichen eines bestimmten Maßes an Scherverformung. Dadurch werden Körner geschnitten, wodurch auch die Korngröße weiter reduziert wird. Dieser Sachverhalt ist in Abbildung 86 unten gezeigt, zusammen mit der Tatsache, dass es zu einer Bildung von Fragmenten der nichtmetallischen Einschlüsse kommt, welche sich entlang des Scherbandes anordnen. Der Inhalt der Scherbänder selbst ist schwarz dargestellt, da nicht abschließend geklärt werden konnte, worum es sich hierbei exakt handelt. Vermutlich liegt eine Mischung aus Partikeln der Einschlüsse, auch der ursprünglich enthaltenen MnS-Zeilen und sehr feinem Matrixwerkstoff vor.

Diese Erkenntnisse lassen Schlüsse für die Erstellung ultrafeinkörniger Stähle zu. Im Allgemeinen ist die Anwesenheit größerer nichtmetallischer Einschlüsse ein Problem, da sie zu einer Scherlokalisierung führen. Zwar ist nicht in allen Werkstoffzuständen eine Verschlechterung der zyklischen Eigenschaften im Zusammenhang mit Scherbandbildung auszumachen, jedoch sind Inhomogenitäten insbesondere bei Werkstoffen dieser

Härte mit Blick auf zyklische Eigenschaften allgemein eher negativ zu sehen. Wenn es gelingt, die massive plastische Deformation vor der Bildung von Scherlokalisierungen zu beenden, können vor allem bei reinen Werkstoffen die besten Ergebnisse erzielt werden. Ob dies bei Stählen mit nichtmetallischen Einschlüssen überhaupt möglich ist, erscheint fraglich, da davon auszugehen ist, dass keine ausreichende Härten und zu grobes Gefüge resultieren, wenn die Scherbandbildung verhindert werden soll. Als Alternative zur massiven plastischen Deformation bei der Erstellung ultrafeinkörniger Gefüge von Stählen kommen thermische Verfahren in Frage, wie sie in der Literatur bereits erwähnt wurden [56, 166].

7.2. Ermüdungsverhalten und Korrelation zur Mikrostruktur

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden Ermüdungsversuche mit neun unterschiedlichen Werkstoffzuständen durchgeführt. Es handelte sich dabei um zwei grobkörnige Ausgangsgefüge, einen hochfesten Vergleichszustand mit konventioneller Korngröße, zwei Zwischenstadien beim HPT und vier ultrafeinkörnige Gefüge. Die folgenden Unterabschnitte dienen dazu, die gefundenen Ergebnisse im Rahmen der Ermüdungsexperimente zu interpretieren und zu diskutieren.

7.2.1. Dauerfestigkeit

Vor allem die Karbidmorphologie unterscheidet die einzelnen Ausgangs- und UFG-Zustände, was sich auch durch unterschiedliche Härten vor und nach dem HPT Verfahren bemerkbar macht. In Abschnitt 7.1 konnte gezeigt werden, in wie weit die einzelnen Verfestigungsmechanismen die Härte zusätzlich vor allem durch HPT beeinflussen. Die Ergebnisse konnten im Kontext von Karbidmorphologie, Korngröße und Härte dargelegt werden. Um die Ergebnisse der Ermüdungsversuche in diesem Kontext bestmöglich darzustellen und zu vergleichen, bietet sich eine Auftragung der Dauerfestigkeit über die Härte an, wie sie in Abbildung 87 gezeigt ist. Der Bereich, in dem die ermittelten Dauerfestigkeiten liegen, ist gelb hinterlegt, wodurch sich eine Charakteristik analog zu Abbildung 5 in Abschnitt 2.1.3 bei Stählen mit konventioneller Korngröße ergibt. Im Bereich bis zu einer Mikrohärtigkeit von 500 HV stellt sich ein linearer Zusammenhang der Dauerfestigkeit von der Mikrohärtigkeit ein. Hierbei ist nicht in erster Linie relevant, welche Karbidmorphologie vorliegt, sondern allein die Härte der Matrix bestimmt die Ermüdungseigenschaften. Dennoch ergibt sich eine indirekte Abhängigkeit von der Karbidmorphologie, da diese, im Kontext verschiedener Verfestigungsmechanismen, beim chemisch identischen Werkstoff unter anderem erst zu unterschiedlichen Härten führt. Im linearen Teil weist die Gerade eine Steigung von 1,66 auf, was im Bereich der empirisch ermittelten Beziehung von Murakami in Gleichung (2) aus Abschnitt 2.1.3 liegt. Aufgrund der unterschiedlichen Lastverhältnisse bei [22] und in dieser Arbeit ist dieses Ergebnis

verwunderlich, da bei $R=0,1$ geringere Dauerfestigkeiten als im Falle $R=-1$ zu erwarten wären.

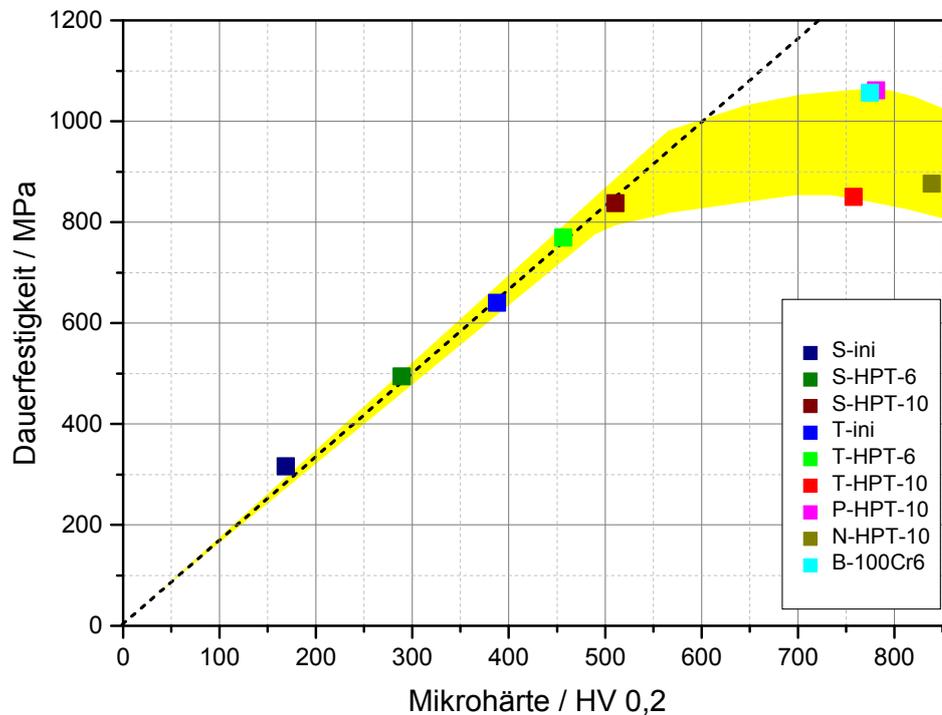


Abbildung 87: Diagramm der Dauerfestigkeit über der Mikrohärte für alle betrachteten CG- und UFG-Zustände

Der Grund liegt in der Mikroprüfung, da sich durch das geringe höchst belastete Probenvolumen die Wahrscheinlichkeit des Auftretens von Fehlstellen verringert. Höhere Dauerfestigkeiten als im Falle konventioneller Probengrößen sind die Folge. Letztendlich ist an dieser Stelle der Vergleich der Ausgangs- und HPT-Zustände entscheidend, wobei durch die Hinzunahme der Prüfung des hochfesten Wälzlagerstahles 100Cr6 eine Bewertung der vorliegenden Ergebnisse im Vergleich zu Literaturwerten aus Makroprüfungen vorgenommen werden kann. So wird in [206, 207] dem auch in dieser Arbeit betrachteten Zustand B-100Cr6 eine Wechselfestigkeit von 848 MPa bei einem Spannungsverhältnis von $R=-1$ attestiert. Der lineare Zusammenhang in Abbildung 87 beinhaltet die unverformten Ausgangszustände, die Zwischenstadien HPT-6 sowie den S-HPT-10 Zustand. Diese Zustände zeigen schon bei der Betrachtung der Wöhlerkurven in Abbildung 51 und Abbildung 58 relativ geringe Streuungen sowie eine klassisch ausgeprägte Form der Wöhlerkurve. Die Zustände lassen eine relativ hohe Unempfindlichkeit der Dauerfestigkeit gegenüber Kerben vermuten, weil sich trotz Rissinitiierung an nichtmetallischen Einschlüssen ein linearer Zusammenhang von Dauerfestigkeit und

Härte einstellt und damit allein die mikrostrukturellen Abmessungen die Dauerfestigkeit festlegen.

Die übrigen HPT-10 Zustände weisen deutlich höhere Härten auf als die bisher diskutierten Zustände im Bereich über 700 HV und zeigen Dauerfestigkeiten, welche analog zum Hall-Petch-Murakami Modell unterhalb des linearen Zusammenhangs der Zustände mit geringerer Härte liegen. Der Grund hierfür liegt im Verhältnis der Abmessungen der Körner und der Inhomogenitäten. Mit einer hohen Härte, ist meist eine Verringerung der Korngröße, beziehungsweise der für die Ermüdung maßgeblichen mikrostrukturellen Abmessungen verbunden. Im Falle der T/P/N-HPT-10 Zustände dominieren die inhärenten Fehler aufgrund der kleineren Korngröße das Ermüdungsverhalten und bestimmen die Dauerfestigkeit durch ihre größeren Abmessungen. In wie weit die Größe der Fehler quantitative Rückschlüsse auf die Dauerfestigkeit und Lebensdauer erlaubt, wird in Abschnitt 7.4 durch Zuhilfenahme der Bruchmechanik erörtert. Im Streubereich der Dauerfestigkeit bei Härten zwischen 750 HV und 850 HV ergibt sich eine Zweiteilung. Die geringste Härte und geringste Dauerfestigkeit weist der Zustand T-HPT-10 auf. Dies ist aufgrund der durchaus kleinen Kornabmessungen, welche in TEM- aber auch REM-Aufnahmen detektiert wurden, überraschend. Warum die Härte einen geringeren Wert als bei den übrigen ursprünglich ferritisch-perlitischen Zuständen aufweist, ist nicht abschließend zu klären. Mögliche Gründe sind inhomogene Verformungen und Risse beim HPT. Diese können analog zu einem Gleiten der Probe auf den Auflagern beim HPT, zu einer geringeren Menge an massiver plastischer Deformation führen, obwohl die gleiche Anzahl an HPT-Rotationen durchgeführt wurde. Ein weiterer Ansatz zur Erklärung der relativ geringen Dauerfestigkeit dieses Zustandes ist jedoch möglich. Dieser wird in Abschnitt 7.3.4 bei der Betrachtung des Einflusses der Scherbänder diskutiert. Der Zustand N-HPT-10 weist ebenfalls eine deutlich geringere Dauerfestigkeit als die Zustände P-HPT-10 und B-100Cr6 auf. Ein Einfluss der Karbidmorphologie ist in diesem Bereich zu vermuten, da sich die Zustände N-HPT-10 und P-HPT-10 hauptsächlich im Perlitannteil unterscheiden. Bei der Mikrostrukturcharakterisierung konnte festgestellt werden, dass der N-HPT-10 Zustand lange Karbidstreifen aufweist, im Gegensatz zum P-HPT-10 Zustand, bei dem sich die Karbide nicht geschlossen innerhalb der Scherebene anordnen konnten. Ein Grund hierfür ist durch die gleichmäßigere initiale Mikrostruktur des fast reinen Perlits gegeben.

Bei HPT-Behandlung des zweiphasigen Ferrit-Perlit Gefüges im Zustand N-HPT-10 resultieren die größten, teilweise auch großflächigen Korngrößenunterschiede in der Mikrostruktur. Diese führen dazu, dass dieser Zustand einerseits sehr hohe Härten in den am stärksten und regelmäßigsten verformten Bereichen mit der geringsten Korngröße aufweisen kann. Kommt es jedoch infolge unregelmäßiger Verformung, beispielsweise durch Risse zu wenig verformten Bereichen, sind genau diese im Rahmen der Betrachtung

tung von mikrostrukturellen Fehlern nach Mc Greevy [23] entscheidend für geringere Dauerfestigkeiten und kurze Lebensdauern. Diese Bereiche können teilweise das gesamte hochbelastete Werkstoffvolumen der Ermüdungsprobe einnehmen, was dort wiederum zu einer gewissen Homogenität führt, jedoch bei höherer Korngröße und geringerer Härte. In dieser Arbeit wurde trotzdem die sehr hohe Härte von 839 HV als Referenzwert angenommen und die Bereiche geringer Härte als Prozessfehler angesehen. Im Falle des vor der HPT-Behandlung ähnlichen P-HPT-10 Zustandes ist die maximale mikrostrukturelle Härte zwar geringer, jedoch sind inhomogene Bereiche deutlich seltener, wodurch die hohe Dauerfestigkeit begründet ist. Der P-HPT-10 Zustand weist eine praktisch gleiche Dauerfestigkeit und Härte als der vielfach erprobte und industriell genutzte Wälzlagerstahl B-100Cr6 auf. Diese Erkenntnis ist ein Kernstück der vorliegenden Arbeit, denn solch hohe Ermüdungsfestigkeiten wurden bei ultrafeinkörnigen Werkstoffzuständen in der Vergangenheit noch nicht in der Literatur beschrieben. Die aktuellen Untersuchungen sind die ersten, welche die Möglichkeit belegen, mittels massiver plastischer Deformationen Werkstoffzustände aus einem untereutektoiden Stahl herzustellen, die bezogen auf die Ermüdungsfestigkeit mit einem kommerziellen Wälzlagerstahl wie 100Cr6 konkurrieren können. Jedoch wurde diese Charakteristik nur mittels Mikroproben nachgewiesen. Die Problematik der nur unzureichend herstellbaren Probenolumina der ultrafeinkörnigen Stahlmodifikationen beim HPT bleibt bestehen und zeigt sich immer noch als Hauptproblem für die Anwendung ultrafeinkörniger Stähle.

7.2.2. Wechselverformungsverhalten und zyklische Stabilität

Als ein weiteres Ergebnis der Ermüdungsuntersuchungen ergaben sich in Abschnitt 6.1.2 und 6.2.2 vier Wechselverformungskurven, wobei zwei davon als Grundlage ein grobkörniges und zwei ein ultrafeinkörniges Gefüge aufwiesen. Allgemein signalisiert ein Ansteigen der Totaldehnungsamplitude eine Entfestigung und das Abfallen der Amplitude eine Verfestigung. So ergibt sich zwischen den ultrafeinkörnigen und grobkörnigen Gefügen ein signifikanter Unterschied. Am besten ist dieser beim S-ini Zustand im Vergleich zu den UFG-Zuständen zu sehen. Durch das weichgeglühte Gefüge, welches eine eher geringe Versetzungsdichte und grobe Körner aufweist, ist der Anfangsbereich der Ermüdungsbelastung von Verfestigung geprägt, was durch die Verringerung der Dehnungsamplitude gezeigt werden konnte. Im Gegensatz hierzu ergibt sich bei beiden UFG-Zuständen innerhalb der ersten Schwingspiele eine Vergrößerung der Dehnungsamplitude und somit Entfestigung, worauf ein deutlich geringerer Anteil an Verfestigung, im Vergleich zu den CG-Ausgangszuständen, folgt. Die anfängliche Entfestigung ist nicht überraschend, da eine hohe Versetzungsdichte vorliegt und es zur Neuarrangements von Versetzungen und einer damit verbundenen Entfestigung kommen kann. Jedoch findet diese Charakteristik nur in einem zeitlich sehr eng begrenzten Anfangsbereich

und in geringem Maße statt. Signifikante zyklische Entfestigung des ultrafeinkörnigen Gefüges konnte in keinem der aktuellen Fälle beobachtet werden, eher findet sich die Tendenz bei längerer Versuchsdauer asymptotisch einen stabilen Totaldehnungswert nach Verfestigung anzunehmen. Dies spricht für eine gute zyklische Stabilität der betrachteten UFG-Stähle. Im Gegensatz hierzu wurde in der Vergangenheit immer wieder von zyklischen Entfestigungsvorgängen bei sehr reinen UFG-Werkstoffen wie Kupfer oder Aluminium, wie in Abschnitt 2.2.4 gezeigt, berichtet. Im aktuellen Fall ist davon auszugehen, dass es durch die feine Verteilung von Karbiden zu einer Stabilisierung der Mikrostruktur und vor allem der Korngrenzen kommt und somit die beschriebenen Mechanismen, beispielsweise einer dynamischen Rekristallisation, nicht wirken können. Auch in den mikrostrukturellen Untersuchungen nach dem Ermüdungsversuch wurden keine Hinweise auf dynamische Rekristallisation gefunden. In Abschnitt 6.5 zeigen die transmissionselektronenmikroskopischen Gefügaufnahmen aller HPT-10 Zustände keinerlei Kornvergrößerung im Bereich der Rissinitiierung und somit auch keine dynamische Rekristallisation, welche damit als Rissinitiierungsmechanismus ausscheidet. Auch eine Schwächung der Korngrenzen konnte nicht festgestellt werden, da in den meisten Fällen transkristallines Risswachstum detektiert wurde. Stähle sind also von der Seite der zyklischen Stabilität und möglicher Entfestigung her sicherlich als hoch interessant bei der massiven plastischen Deformation zu sehen, insbesondere bezüglich ihrer Ermüdungseigenschaften.

Zwar können massive zyklische Entfestigungsvorgänge durch die Wechselverformungskurven aber auch die mikrostrukturellen Untersuchungen ausgeschlossen werden, jedoch gelingt es mittels der vorliegenden Wechselverformungskurven nur selten, die lokalen Prozesse der Ermüdung an der Risspitze vor allem im HCF oder sogar VHCF Bereich zu erfassen. Durch die geringen Kornabmessungen resultieren nur sehr kleine Risse, die wiederum nur sehr kleine plastische Zonen hervorrufen, welche das Dehnungssignal nicht signifikant beeinflussen. Erst in einer sehr späten Phase der Rissausbreitung kann das Risswachstum als Anstieg der Dehnungsamplitude wahrgenommen werden. Jedoch sind gerade beim T-HPT-10 Zustand mit höchster Härte und geringster Korngröße bei den Wechselverformungsuntersuchungen keinerlei Veränderungen in der Dehnungsamplitude erkennbar, bevor es zum Restgewaltbruch kommt.

Aus den genannten Gründen ist auch die Auswertung der plastischen Dehnungsamplitude nicht zielführend, da sich zum einen nur sehr geringe Änderungen während des Versuchs ergeben und zum anderen eher Dämpfungseffekte innerhalb der Einspannung diesen Parameter beeinflussen.

Zyklische Stabilität ist bei Werkstoffen mit konventioneller Korngröße, aber auch im Rahmen der Untersuchungen an UFG-Werkstoffen, eng mit dem Auftreten von Entfestigung verbunden. Zwar konnten in den aktuellen Untersuchungen keine entfestigenden

Vorgänge beobachtet werden, dennoch wurden traditionell nicht mit Entfestigung verknüpfte Phänomene wie Scherlokalisierung und Scherbandbildung wahrgenommen. Diese beeinflussen ebenfalls die zyklische Stabilität, sollen aber separat in Abschnitt 7.3 betrachtet werden.

7.3. Bruchflächen und Scherbänder bei der Ermüdung

Die Analyse der Bruchflächen von Ermüdungsproben hilft in den meisten Fällen bei der Interpretation der Ermüdungsergebnisse. In den vorliegenden Fällen offenbart die Bruchfläche mehrere Mechanismen der Rissinitiierung, wie die Rissinitiierung an der Oberfläche, an nichtmetallischen Einschlüssen an der Oberfläche, an inneren nichtmetallischen Einschlüssen und entlang von Scherbändern resultierend aus der massiven plastischen Deformation. Die Diskussion dieser Mechanismen soll im aktuellen Abschnitt auf der Basis der einzelnen Zustände erfolgen, wobei es sinnvoll ist, Zustände mit jeweils ähnlichen Rissinitiierungsmechanismen zusammen zu fassen.

7.3.1. Ausgangszustände S-ini und T-ini

Die Interpretation der Bruchflächen bei den Ausgangszuständen fällt kurz aus, da es sich um einfache Wärmebehandlungszustände des Vergütungsstahles C45 handelt und bereits viele Erkenntnisse zum Stand der Technik gehören. In beiden Fällen ist die Restgewaltbruchfläche auffällig von vertikal verlaufenden Linien geprägt, welche bis in die Ermüdungsfläche reichen können und teilweise als Rissursprung fungieren. Es handelt sich dabei um die zeilenförmige Anordnung der Mn-S Einschlüsse, welche ihre Orientierung vom Walzprozess erhalten haben. Der S-ini Zustand weist die höchste Unebenheit der gesamten Bruchfläche aller betrachteten Zustände auf. Der Grund hierfür ist die hohe Korngröße, welche überwiegend mehrere Dekaden über derer der UFG-Zustände, aber auch der anderen Ausgangszustände liegt. Dies führt, auch wegen der geringen Härte zu großen plastischen Verformungen bei der Ermüdung, wobei lokale Unterschiede in der Kornorientierung oder das Durchbrechen einer Korngrenze zur hohen Rauigkeit der Bruchfläche beitragen. Beim Durchbrechen der äußeren Zugfaser wurde vielfach Rissinitiierung an MnS-Zeilen beobachtet. Zwar ist für einen weichgeglühten Zustand das Versagen an nichtmetallischen Einschlüssen eher unüblich, jedoch bilden MnS-Einschlüsse wegen der großen Ausdehnung eine Ausnahme. Beim vergüteten T-ini Zustand hingegen ist aufgrund der erhöhten Härte durch die Wärmebehandlung Einschlussversagen wahrscheinlicher. Zwar ergibt sich hier auch teilweise Rissinitiierung an den MnS-Zeilen, jedoch auch an nichtmetallischen Mischeinschlüssen, welche Aluminium, Kalzium, Magnesium, Silizium und Schwefel enthalten. Diese Einschlüsse sind charakteristisch für das vorliegende Material und führen auch bei den höherfesten Zuständen in den meisten Fällen zum Versagen. Reine Einschlüsse wie Titancarbonitride oder

Oxide nur eines Elements wurden in keinem der Fälle beobachtet. Die Bruchflächen des T-ini Zustandes zeigen erwartungsgemäß aufgrund der geringeren Korngröße auch geringere Unebenheiten.

7.3.2. Zustände S-HPT-6 und T-HPT-6

Bereits bei den Zwischenzuständen mit unzureichender HPT-Verformung wurden teils signifikante Unterschiede in den Bruchflächen im Vergleich zu den jeweiligen Ausgangszuständen wahrgenommen. Durch die massive plastische Deformation sind die Einschlusszeilen in den Bruchflächen nahezu gänzlich verschwunden. Beim S-HPT-6 Zustand ergibt sich eine deutlich ebenere Bruchfläche im Vergleich zum Ausgangszustand, da die Korngröße auch beim Zwischenzustand deutlich verringert wurde und es somit beim Übergang des Risses zwischen den Körnern zu geringeren Topologieunterschieden kommt, vor allem im Bereich der Ermüdungsrissausbreitung. Durch die geringere Korngröße findet die Rissinitiierung typischerweise nicht an den deutlich geringer ausgeprägten Zeilen statt, sondern auch an Einzeleinschlüssen.

Ein ähnlicher Sachverhalt ergibt sich beim T-HPT-6 Zustand, bei dem ebenfalls hauptsächlich Rissinitiierung an nichtmetallischen Einschlüssen festgestellt wurde. Die Bruchfläche zeigt bei zwar nur geringer Veränderung der Mikrostruktur durch den HPT-6 Vorgang teilweise Unterschiede. Die Ermüdungsbruchfläche scheint etwas rauher als im Ausgangszustand, auch wurde keine ähnlich scharfe Abgrenzung zwischen Ermüdungs- und Restgewaltbruchfläche festgestellt. Dies kann aus der Ausrichtung der Körner im Zwischenzustand resultieren. In der Restgewaltbruchfläche sind anstatt der MnS-Zeilen nur teils einzelne Stufen erkennbar, was auf die Bildung einzelner scherberingter Bruchbereiche hindeutet. Dies spricht entgegen der Erkenntnisse der Härte- und Mikrostrukturuntersuchungen dafür, dass sich erste Bereiche feinerer Kornstrukturen ausgebildet haben, die das Bruchverhalten auch bei diesem Zwischenstadium beeinflussen. Ob sich diese Unterschiede lediglich durch die Druckverformung beim HPT oder auch durch erste Scherdeformation ergeben haben, kann nicht festgestellt werden.

7.3.3. UFG Zustand S-HPT-10

Der Zustand S-HPT-10 mit der geringsten Härte der HPT-10 Zustände zeigt signifikante Unterschiede zum zugehörigen Ausgangs- und Zwischenstadium. Zum einen sind keine Einschlusszeilen mehr erkennbar und es ergibt sich eine sehr glatte Ermüdungsbruchfläche. Hier ist die geringe Korngröße wiederum der Grund für die Topologie der Ermüdungsbruchfläche und die Rissinitiierung weitestgehend an nichtmetallischen Mischeinschlüssen. Es sind Ansätze der Scherbandbildung zu erkennen, jedoch ohne Auswirkungen auf die Homogenität der Ermüdungsproben. Insgesamt erscheinen die betrachteten, aber auch die weiteren Proben dieses S-HPT-10 Zustandes sehr homogen, wodurch die

Ermüdungsfestigkeit im linearen Bereich der Abhängigkeit von der Härte liegt. Ebenfalls entscheidend bei diesem Zustand ist die außerordentlich hohe Duktilität, angezeigt durch die Waben in der Restgewaltbruchfläche. Verglichen zum sehr duktilen Ausgangszustand gewinnen die Waben an Feinheit, wobei die kleineren Waben sogar deutlich besser ausgeprägt sind. Diese Duktilität gibt dem Werkstoff die Möglichkeit Spannungsspitzen abzubauen und somit relativ unempfindlich auf Unregelmäßigkeiten zu reagieren. Vor allem die linienförmig ausgeprägten Scherbänder spielen bei der Ermüdung dieses Zustandes keine Rolle, obwohl sie in ähnlichem Maße vorhanden sind, wie bei den anderen HPT-10 Zuständen. Daher erscheint dieser Zustand aufgrund der Kombination von hoher Härte (verglichen zu allen Ausgangszuständen) und hoher Duktilität besonders geeignet, um einen hohen Widerstand gegen Ermüdung aufzuweisen. Die geringere Konzentration an Kohlenstoff in der Matrix durch die kugelförmigen Karbide, führt zu dieser Homogenität bei gleichzeitig hoher Härte. Allgemein ist analog in der Literatur berichtet, dass Ermüdungsuntersuchungen bei UFG-Stählen mit geringer Kohlenstoffkonzentration (IF-Stähle z.B. [163]) durchaus optimistisch bezüglich ihrer mechanischen Eigenschaften betrachtet wurden. Jedoch existieren für mittel- bis hochkohlenstoffhaltige UFG-Stähle, aufgrund der schlechten Verformbarkeit und Homogenität, nahezu keine Ermüdungsergebnisse.

7.3.4. UFG Zustand T-HPT-10

Von den verbliebenen hochfesten UFG-Varianten, die alle eine Härte von über 700 HV aufweisen, werden die Zustände T-HPT-10 und S-HPT-10 separat betrachtet. Die massive Ausprägung der Scherbänder sowie vor allem die großen Auswirkungen auf die Ermüdungseigenschaften und die resultierenden Bruchflächen bedingen diese einzelne Betrachtung. Bei jeder Probe sind viele und große Scherbänder aus der massiven plastischen Deformation auf der Bruchfläche zu sehen. Dies äußert sich durch höhlenartige Strukturen, welche aus der Bruchfläche heraus bzw. in die gegenüberliegende Fläche hineinragen. Die Werkstofftrennung in der Mitte dieser charakteristischen Formen ist bereits vor der Ermüdung vorhanden, wie in metallographischen Schliffen nachgewiesen werden konnte. In Teilen der Proben des Zustandes T-HPT-10 beeinflussen die Scherbänder die Rissinitiierung und Rissausbreitung kaum, wie in Abbildung 63 gezeigt. Kommt es, wie in Abbildung 64 dargestellt, jedoch zu einem Einfluss der Scherbänder auf die Lebensdauer beziehungsweise die Dauerfestigkeit, ergeben sich auch im Bereich der Ermüdungsbruchfläche zum einen höhlenartige und scherbändähnliche Gebilde. Zum anderen kommt es auch zu einer teilweise sehr ausgeprägten Topologie mit vielen unterschiedlich gerichteten Ebenen in der Ermüdungs- und Restgewaltbruchfläche. Dies ist sehr unüblich für hochfeste Zustände, da sich ein Riss in dieser Phase der Rissausbreitung normalerweise senkrecht zur höchsten Normalspannung ausbreitet. Nur

Werkstoffinhomogenitäten können bei unveränderter Last zu einer Abweichung von diesem Verhalten führen. Bereits in der Literatur wurde von einem Ablenken eines Ermüdungsbruches, teilweise um 90 Grad durch Scherbänder berichtet [184]. Da bei Teilen der Proben, wie in Abbildung 80 gezeigt, eine direkte Korrelation zwischen den austretenden Scherbändern und den Ebenen in der Bruchfläche gefunden werden konnte, ist von einer Beeinflussung der Ermüdungseigenschaften durch die Scherbänder auszugehen. Entscheidendes Merkmal ist die Rotation der Scherbänder im Vergleich zur idealen horizontalen Scherebene. Es wird deutlich, dass es nur zu einer Beeinflussung der Ermüdungsmechanismen durch die Scherbänder kommen kann, wenn diese eine projizierte Fläche in vertikaler Richtung aufweisen. Dies erscheint logisch, da dadurch dem Riss die Möglichkeit gegeben wird, entweder an der untersten Faser zu initiieren, oder entlang der geneigten Fläche zu wachsen. Bei horizontaler Ausprägung durchdringen die Scherbänder lediglich die Seitenfläche der Proben. Durch die geringe vertikale Ausbildung ist ein Durchbrechen der äußersten Zugfaser eher unwahrscheinlich. Die Rotation der Scherbänder ist nur durch das HPT-Verfahren und mögliche Inhomogenitäten bei der Deformation selbst zu erklären. Bei der Ausbildung von radialen Rissen in den HPT-Scheiben kann es zur Bildung von Wirbeln in der Scherverformung kommen, welche zu einem Abweichen von der idealen Scherebene führt.

Die Restgewaltbruchflächen geben auch hier eine Information über die Duktilität des Werkstoffzustandes. Im aktuellen Fall wurden statt der für Duktilität charakteristischen Waben lediglich Stufen in der Restgewaltbruchfläche detektiert, welche für einen eher spröden Bruch sprechen. Durch die geringe Duktilität ist dieser UFG-Werkstoffzustand nicht in der Lage, die Spannungsspitzen von Inhomogenitäten auszugleichen, sondern diese führen fast zwangsläufig zur Rissinitiierung und Rissausbreitung. Obwohl dieser Zustand eine hohe Härte aufweist, versagen nur wenige Proben ausgehend von nichtmetallischen Einschlüssen. Dies spricht dafür, dass die Ausprägungen der Scherbänder größere Dimensionen erreichen, als die nichtmetallischen Einschlüsse. Somit kommt es durch diese prozessbedingten Fehler, im Einklang mit dem Modell nach McGreevy [23], zu einer Verringerung der Dauerfestigkeit mit Erhöhung der Härte.

7.3.5. Hochfeste Zustände N-HPT-10, P-HPT-10 und B-100Cr6

Diese Zustände werden bezüglich der Bruchflächen gemeinsam betrachtet, da bei ähnlicher Härte auch die Rissinitiierungsmechanismen sehr ähnlich sind. In den meisten Fällen kommt es zur Rissbildung an nichtmetallischen Einschlüssen. Dies spricht, bis auf wenige Ausnahmen für eine hohe Homogenität des höchstbelasteten Werkstoffvolumens der Ermüdungsprobe, was jedoch nicht zwangsläufig für das restliche Werkstoffvolumen der Probe gilt. Der Zustand N-HPT-10 bildet in diesem Kontext eine Sonderstellung, da zwar vereinzelt Bereiche mit kleinsten Kornabmessungen und höchsten Festig-

keiten gefunden werden konnten, aber auch große Bereiche vorliegen, welche eine geringere Härte und größere Korngröße zeigen. Dies führt dazu, dass die Rissinitiierung nicht zwangsläufig durch lokale Fehlstellen wie Einschlüsse oder Scherbänder beeinflusst wird, jedoch das gesamte höchst belastete Werkstoffvolumen teilweise nicht die Ermüdungsfestigkeit aufweist welche aufgrund der kleinen Korngröße in anderen Bereichen der Probe zu erwarten gewesen wäre. Dies ist in den meisten Proben der Fall, wodurch die relativ geringe Dauerfestigkeit bezogen zur Härte zustande kommt.

Der N-HPT-10 Zustand weist Rissinitiierung an oberflächennahen sowie an inneren nichtmetallischen Einschlüssen auf. Die innere Anrissbildung wird für hochfeste konventionelle Stähle vielfach beobachtet. Bei UFG-Werkstoffen finden sich in der Literatur bisher keine Belege für einen solchen Mechanismus. Es ist davon auszugehen, dass es bisher noch nicht möglich war, ausreichend große, homogene Materialvolumina aus UFG-Stählen dieser Härte rissfrei herzustellen, um dieses im Anschluss einer Ermüdungsbelastung auszusetzen. Somit sind die aktuellen Untersuchungen die ersten, in denen die Ermüdungseigenschaften eines hochfesten UFG-Stahles ermittelt und zugleich die typischen Rissinitiierungsmechanismen belegt werden konnten.

Dies ist auch beim P-HPT-10 Zustand gelungen, welcher eine weitaus höhere Homogenität als N-HPT-10 aufweist und die Härte des Werkstoffes somit auch bestmöglich für die Erhöhung der Ermüdungsfestigkeit genutzt werden kann. Die Bruchflächen erscheinen ähnlich homogen wie im S-HPT-10 Zustand. Es ergibt sich wiederum ein Wechsel von Oberflächen- zu inneren nichtmetallischen Einschlüssen bei hohen Lastspielzahlen. Dieser Wechsel vollzieht sich abhängig von der Einschlussverteilung in der einzelnen Probe. Ist ein Einschluss mit ähnlicher Größe an der Oberfläche vorhanden, so können kleine Einschlüsse im Innern nicht zum Versagen führen, da hierfür bereits der Oberflächeneinschluss sorgt. Dies ist aber auch ein Indiz dafür, dass im Bereich zwischen Oberfläche und rissinitiiertem Einschluss im Inneren keine größeren Werkstoffinhomogenitäten wie beispielsweise größere Scherbänder, Risse oder Korngrößenunterschiede lokalisiert sein können. Der P-HPT-10 Zustand kann diese Homogenität vorweisen, was gepaart mit hoher Härte, zu einer praktisch gleichen Dauerfestigkeit als beim konventionellen 100Cr6 im bainitischen Zustand führt. Die äußerst glatten Ermüdungsbruchflächen sowohl im Fisheye als auch auf der restlichen Ermüdungsbruchfläche bestätigen die angenommene hohe Homogenität, aber auch die geringe Korngröße, welche ursächlich für eine geringe Rauigkeit ist. Zwar sind bei diesem Zustand auch Scherbänder in den Restgewaltbruchflächen zu erkennen, jedoch deutlich kleiner und in keinem Zusammenhang zur Rissinitiierung. Die Tatsache, dass die Schwingfestigkeit ähnliche Werte wie beim Zustand B-100Cr6 aufweist, ist wegweisend für zukünftige Forschungen im Gebiet ultrafeinkörniger Stähle. Die Bruchflächen bestätigen an diesem Punkt, dass der Zustand eine

Homogenität gewährleistet, die zwangsläufig notwendig ist, um mit hochfesten konventionellen Wälzlagerstählen vergleichbar zu sein.

Eine nähere Interpretation der Ergebnisse aus den Ermüdungsversuchen des B-100Cr6 Zustandes erscheint an dieser Stelle kaum sinnvoll. Für detaillierte Diskussionen sei auf [206, 207] verwiesen. Wichtig ist an dieser Stelle hauptsächlich der Vergleich zu den UFG-Zuständen, auch bei der Betrachtung der Bruchflächen. Insgesamt stellt sich sowohl die Ermüdungs- als auch die Restgewaltbruchfläche zwar sehr homogen dar, jedoch ist die Rauigkeit der Ermüdungsbruchflächen deutlich höher als in den vergleichbaren homogenen UFG-Zuständen, was an Untersuchungen mittels konfokaler Mikroskopie nachgewiesen werden konnte. Ein Grund hierfür ist die deutlich verringerte Korngröße im UFG-Zustand, welche zu geringerer Rissablenkung während des Ermüdungsrisswachstums führt. Der Riss hat durch die große Anzahl an Körnern deutlich besser die Möglichkeit, im idealen Winkel von 90° zur höchsten Normalspannung zu verlaufen.

7.4. Bruchmechanische Betrachtung

Bisher wurden Aussagen über Lebensdauer und Dauerfestigkeit auf Grundlage von Wöhlerdiagrammen getroffen. Hierbei wurden Spannungen als Anhaltspunkt herangezogen, welche integral auf das höchst belastete Probenvolumen wirken. Ergeben sich allerdings lokale Spannungsüberhöhungen in der Probe, so gehen diese nicht direkt in die Untersuchungen ein. Handelt es sich nun um einen Werkstoffzustand, der eher inhomogen ausgeprägt ist und weiterhin nichtmetallische Einschlüsse beinhaltet, ist die Betrachtung und Berücksichtigung der Spannungsüberhöhungen an den Einschlüssen ein wichtiges Mittel, um Streuungen im Versuchsergebnis durch eine unterschiedliche Größe oder Verteilung der Einschlüsse zu vermeiden. Hierzu eignet sich die Angabe der Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors ΔK , basierend auf den Spannungen in Längsrichtung der Probe. Die Berechnungen dieses Faktors erfolgen mit Gleichung (1), wobei für den Parameter Area die Einschlussfläche jedes einzelnen rissauslösenden Einschlusses vermessen wurde. Abbildung 88 zeigt die Auftragung der Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors, abhängig von der Bruchlastspielzahl für die Zustände N/P/T-HPT-10 und B-100Cr6. Gelb hinterlegt wird die Tendenz sichtbar, dass sich über mehrere Zustände hinweg ein linearer Zusammenhang zwischen der Spannungsintensität und der Lebensdauer ergibt. Der S-HPT-10 Zustand, welcher bisher durch seine Homogenität bezüglich der Mikrostruktur und der Bruchfläche auffiel, zeigt auch hier Ergebnisse, welche nur eine geringe Abweichung vom idealen linearen Verlauf aufweisen.

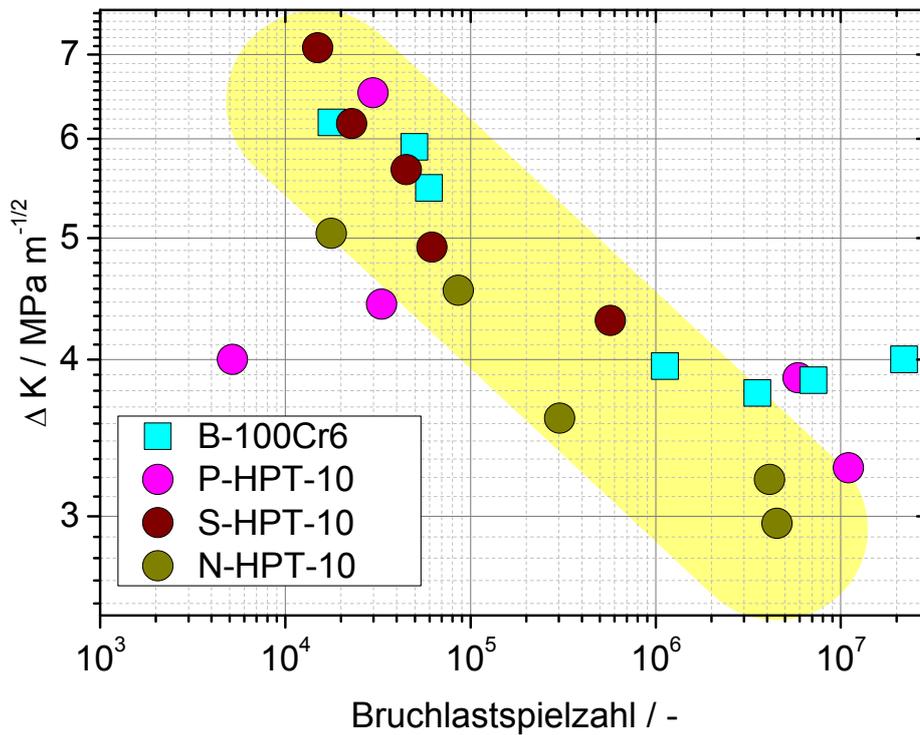


Abbildung 88: Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors am versagensauslösenden Einschluss in Abhängigkeit von der Bruchlastspielzahl für die P/S/N-HPT-10 Zustände und den B-100Cr6 Zustand

Bei Kenntnis der Einschlussgröße und Einschlussverteilung ist bei diesem Zustand eine Vorhersage der zyklischen Festigkeit und Lebensdauer am zuverlässigsten möglich. Deutlich anfälliger gegenüber auch nichtmetallischen Einschlüssen mit geringerem Spannungsintensitätsfaktor ist der N-HPT-10 Zustand, welcher zwar auch einen relativ gut angenäherten linearen Zusammenhang mit ähnlicher Steigung aufweist, wobei dieser jedoch mit einer Verschiebung von $2 \text{ MPa m}^{-1/2}$ gegenüber dem S-HPT-10 versehen ist. Hierdurch ergeben sich geringere Lebensdauern für den N-HPT-10 Zustand, bei dem Versagen bis 4×10^6 Lastwechseln bei geringer Schwingbreite des SIF von ungefähr $3 \text{ MPa m}^{-1/2}$ möglich ist. Der Schwellenwert des Spannungsintensitätsfaktors ΔK_{th} muss somit noch bei einem geringeren Wert angesiedelt sein. Der Zustand P-HPT-10 weist in der aktuellen Darstellung eine höhere Streuung als die restlichen Zustände auf. Der Grund ist die relativ geringe Probenanzahl im Zusammenhang mit der Mikroprüfung, welche insgesamt zwar aussagekräftige Ergebnisse liefert, aber eine höhere Streuung als eine konventionelle Prüfung aufweist. Generell kann dem Zustand aber dennoch eine ähnliche Charakteristik wie den anderen UFG-Zuständen attestiert werden, auch wenn sich zwei Brüche bei geringeren Lebensdauern ergeben, als durch den Spannungsinten-

sitätsfaktor erwartet. Eine Erklärung für diese beiden frühen Brüche konnte anhand der Fraktographie nicht gefunden werden.

Generell können mit der gewählten Auftragung keine Schwellenwerte gegen Langrisswachstum bestimmt werden, jedoch gelingt dies indirekt beim Zustand B-100Cr6. Deutlich sichtbar ist bei diesem Zustand die Abweichung vom linearen Verlauf bei hohen Bruchlastspielzahlen. Dies ist zwar generell sicherlich auch einer gewissen Streuung und der geringen Zahl an Datenpunkten geschuldet, jedoch eignen sich Spannungsintensitätsfaktoren, die nicht am Einschluss selbst, sondern anhand der Fläche des Einschlusses plus der angrenzenden feinen Zone (FGA) bestimmt wurden, besser zur Abschätzung von ΔK_{th} . Dies zeigt die Auftragung in Abbildung 89 mit Einbeziehung der FGA.

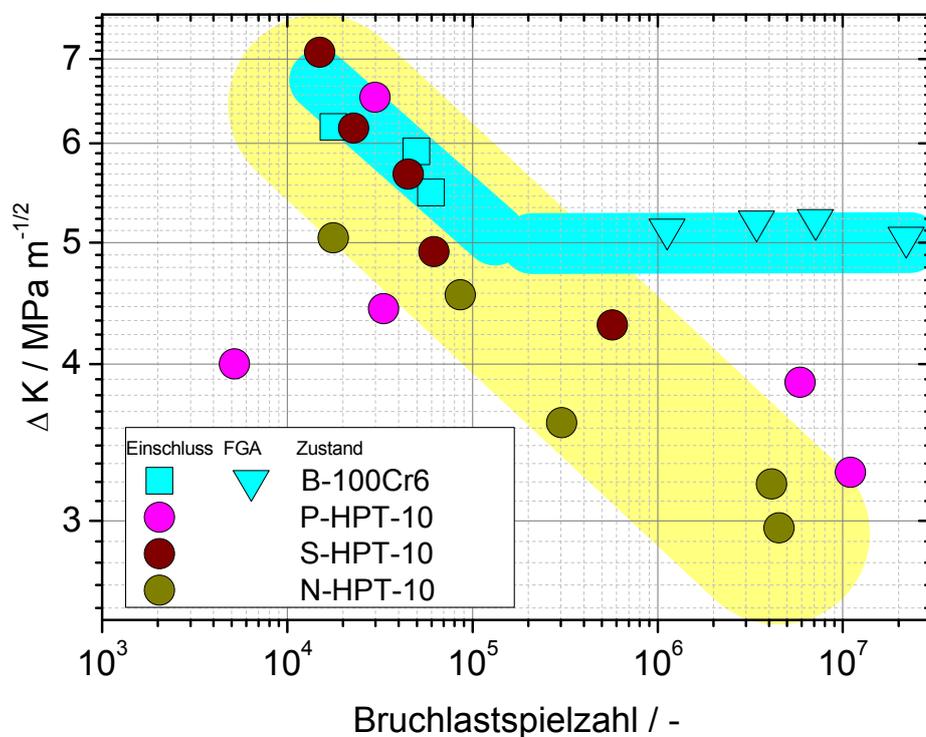


Abbildung 89: Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors am versagensauslösenden Einschluss in Abhängigkeit von der Bruchlastspielzahl für die P/S/N-HPT-10 Zustände und den B-100Cr6 Zustand mit Einbeziehung der Fläche der FGA

Es ergibt sich eine deutlichere Abweichung von der linearen Charakteristik in Abbildung 88, jedoch mit dem Vorteil, dass die horizontale Gerade den Schwellenwert ΔK_{th} von etwa $5 \text{ MPa m}^{-1/2}$ anzeigt. Der Grund hierfür ist, dass sich eine FGA immer nur bei einer angelegten Spannung bildet, welche in Zusammenhang mit der Größe des versagensauslösenden Einschlusses einen Spannungsintensitätsfaktor hervorruft, der unter dem Langrisschwellenwert liegt. Das kontinuierliche FGA-Wachstum erfolgt dann so lange, bis sich durch die Vergrößerung des Parameters Area ein Spannungsintensitätsfaktor

ausbildet, der dem Schwellenwert entspricht. Anschließend erfolgt Langrisswachstum ohne die Ausbildung einer weiteren FGA. Die Schwingbreiten der Spannungsintensitätsfaktoren an Einschluss plus FGA geben somit den Schwellenwert gegen Langrisswachstum unabhängig von der Lebensdauer wieder, wie dies auch in Abbildung 89 gezeigt ist. Ohne den Mechanismus der FGA-Bildung würde sich kein Langrisswachstum bei einer Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors von unter $5 \text{ MPa m}^{-1/2}$ ergeben. Entscheidend bei diesen Untersuchungen ist jedoch auch die Tatsache, dass Risswachstum bei allen hier betrachteten UFG-Zuständen auch bei deutlich geringeren ΔK unter $5 \text{ MPa m}^{-1/2}$ möglich ist. Logische Schlussfolgerung zur Erklärung dieses Verhaltens ist, dass die betrachteten UFG-Werkstoffe einen geringeren Schwellenwert ΔK_{th} gegenüber Langrisswachstum aufweisen als 100Cr6, wie dies bereits schon in der Vergangenheit bei UFG-Werkstoffen mit geringerer Festigkeit gezeigt wurde. Dies ist begründet durch die geringe Korngröße, welche generell einen geringeren Widerstand gegen Rissausbreitung bietet. Im aktuellen Fall bilden sich bei den HPT-10 Zuständen keine feinkörnigen Zonen um den rissinitiierenden Einschluss, da bereits ein feinkörniges Gefüge vorliegt, welches den Schwellenwert global verringert. Bisher konnte die Absenkung des Schwellenwertes ΔK_{th} nur für UFG-Stähle mit sehr geringer Kohlenstoffkonzentration (z. B. IF-Stahl in [163, 184]) gezeigt werden. Die aktuellen Untersuchungen sind die ersten, welche einen sinkenden Schwellenwert durch massive plastische Deformation bei hochfesten Stählen belegen, wenn im Ausgangszustände vor HPT ein höherer Schwellenwert als der des hochfesten Wälzlagerstahls [214] angenommen wird. Da diese Untersuchungen die ersten im Bereich der UFG-Werkstoffe sind, welche Einschlussversagen aus dem Inneren nachweisen konnten, gelingen hiermit auch die ersten Aussagen über die Abwesenheit einer feinkristallinen Zone um den Einschluss im betrachteten Lebensdauerbereich.

Um verschiedene Werkstoffzustände bezüglich der Rissinitiierung zu vergleichen, eignet sich das mikrostrukturabhängige Kitagawa-Diagramm. Hierbei wird zwar nicht der Spannungsintensitätsfaktor betrachtet, jedoch die Schwingbreite der Spannung während des Ermüdungsversuches in Abhängigkeit von der Risslänge. Da vor allem die Phase der Rissinitiierung in diesem Diagramm betrachtet und charakterisiert werden kann, wird die Risslänge in der aktuellen Darstellungsweise in Abbildung 90 durch den Parameter Area ersetzt, um der Rissinitiierung an nichtmetallischen Einschlüssen gerecht zu werden. Die Abbildung zeigt die Kitagawa-Diagramme für die drei UFG-Zustände N/P/S-HPT-10 und den Wälzlagerstahl 100Cr6. Diese Diagramme bestehen jeweils aus zwei Teilen: Der horizontale Anteil gibt die Schwingbreite an, bis zu der der Riss in diesem Risslängenbereich nicht ausbreitungsfähig ist. Der konstante Wert lässt sich beispielsweise aus Abbildung 87 bestimmen, wenn ein linearer Zusammenhang von Dauerfestig-

keit und Härte für eine ideale Mikrostruktur ohne inhärente oder prozessbedingte Fehler angenommen wird.

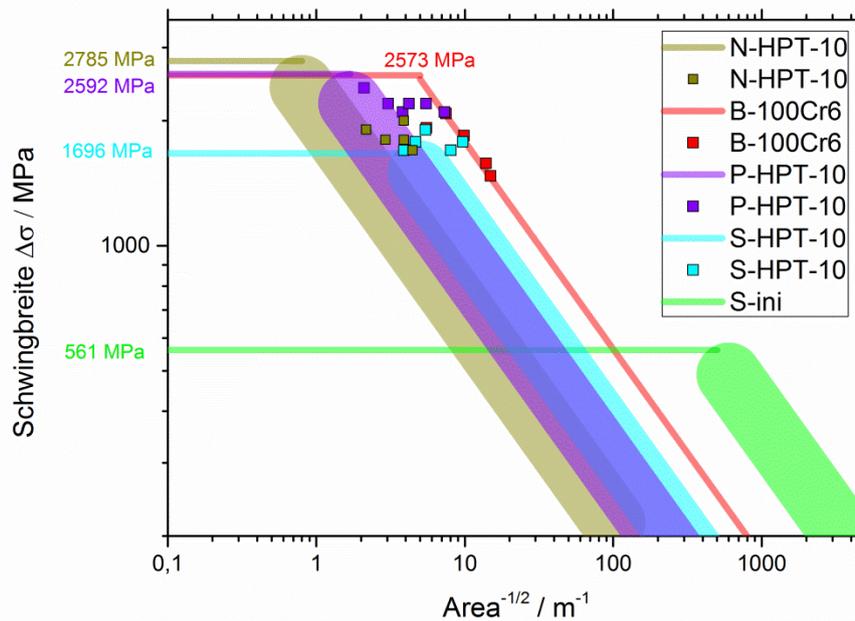


Abbildung 90: Kitagawa-Diagramme für die UFG-Zustände N/P/S-HPT-10 und B-100Cr6

Hierfür wird bei einer Steigung von 1,66 MPa/HV der jeweilige mittlere Härtewert eingesetzt. Wird die Risslänge jedoch größer, erfolgt ein Abknicken im zweiten Teil der Graphik, welches in doppellogarithmischer Auftragung als Steigungswechsel der Gerade wahrgenommen wird. Die Steigung dieser Geraden ist direkt proportional zum Schwellenwert der Spannungsintensität für den jeweilig betrachteten Zustand. Die in Abbildung 90 gezeigten Diagramme können mit den Daten aus den Ermüdungsversuchen größtenteils nur qualitative Zusammenhänge wiedergeben, da keine gezielten Untersuchungen im Schwellenwertbereich möglich waren.

Jedoch gelingt eine Abschätzung der Schwellenwerte, wenn auch mit einer gewissen Unsicherheit behaftet, wenn angenommen wird, dass sich die Geraden gänzlich links der Punkte der jeweiligen versagten Proben dieses Zustandes befinden. Diese Überlegungen basieren jedoch auf relativ wenigen Messpunkten, was zum sehr großen Streubereich der Ergebnisse führt, angedeutet durch dicke, transparente Linien. In Übereinstimmung mit den Betrachtungen der Spannungsintensitäten bestätigt Abbildung 90 einen geringeren Schwellenwert im ultrafeinkörnigen Zustand als der des Zustandes B-100Cr6 mit konventioneller Korngröße. Die gefundenen Werte sind dabei konsistent mit den Werten der Härte und Korngröße für alle UFG-Zustände. Bei geringerer Korngröße steigt die Härte und somit die maximale Schwingbreite von $\Delta\sigma$. Gleichzeitig sinkt der Schwellenwert des Spannungsintensitätsfaktors. Das Diagramm zeigt eindrucksvoll, dass der Zu-

stand B-100Cr6 trotz in etwa gleicher Dauerfestigkeit den UFG-Zuständen überlegen ist, wenn von einer konstanten Anfangsrislänge (Kerbwirkung) ausgegangen wird. Im Bereich sehr kleiner Risse haben UFG-Zustände allgemein durch ihre hohen Härten bessere Ermüdungseigenschaften. Erfolgt nun aber Risswachstum an einer sehr großen Inhomogenität, wird ein Punkt erreicht, an dem die grobkörnigen Ausgangsgefüge den hochfesten Zuständen überlegen sind. Dies kann in der aktuellen Abbildung nur schematisch gezeigt werden, da keine vergleichbaren Werte der Schwellenwerte der Spannungsintensität für die grobkörnigen Ausgangsgefüge, insbesondere den Zustand S-ini vorliegen. Letztendlich gelingt mittels der Auftragung in Abbildung 90 eine Aussage darüber, wie sich das Kitagawa-Diagramm chemisch identischer Werkstoffzustände verändert, wenn die Korngröße und teilweise die Karbidmorphologie variiert wird.

7.5. Einflussfaktoren auf die Schwingfestigkeit von UFG Werkstoffen

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Erstellung eines Modells, welches die Ermüdungseigenschaften ultrafeinkörniger Werkstoffe, insbesondere von UFG-Stählen, abbildet. Die vorangegangenen Untersuchungen wurden unter anderem auch als Grundlage hierfür durchgeführt. Insgesamt hat sich gezeigt, dass bis zu einem mittleren Härtebereich eine sehr gute Aussage über die Ermüdungsfestigkeit im HCF-Bereich durch die mikrostrukturelle Härte getroffen werden kann. Die Karbidmorphologie hat dabei einen direkten Einfluss auf die Härte vor und nach der massiven plastischen Deformation und ist somit ein indirekter Einflussfaktor auf die zyklischen Eigenschaften. Für die Modellbildung der zyklischen Eigenschaften von UFG Werkstoffen ist allgemein eine Kombination aus Mikrostruktur und den darin enthaltenen Fehlern ausschlaggebend. Abbildung 87 in Abschnitt 7.2.1 eignet sich hierfür in besonderem Maße, wobei eine gewisse Unsicherheit im Bereich hoher Härten nicht vermieden werden kann. In Abbildung 91 wird versucht, in Ergänzung hierzu verschiedene Einflussfaktoren im Bereich der inhärenten und prozessbedingten Fehler zusammenzufassen. Im Rahmen der aktuellen, aber auch vorausgegangenen Untersuchungen in der Literatur, wurden sechs wichtige Fehlermöglichkeiten bei der Ermüdung ultrafeinkörniger Werkstoffe identifiziert. Bereits vielfach diskutiert sind die Mechanismen der zyklischen Entfestigung, welche zu verringerten Lebensdauern, vor allem im LCF Bereich, führen können. Relevant sind diese Mechanismen bei sehr reinen Werkstoffen wie reinem Kupfer oder reinem Aluminium, weswegen sie bei den aktuellen Untersuchungen zwar nicht beobachtet wurden, jedoch als Einflussfaktor grundsätzlich in Frage kommen. Im Kontext der zyklischen Entfestigung wurden in Abbildung 91 rekristallisierte Bereiche und Scherbänder resultierend aus einer möglichen Rekristallisation identifiziert und dargestellt. Die schematische Auftragung, aber auch die Mikrostrukturbilder zeigen größere Bereiche der Kornvergröbe-

nung, welche folgerichtig eine geringere Härte und Festigkeit aufweisen und zu einer Verschlechterung der Ermüdungseigenschaften führen können.

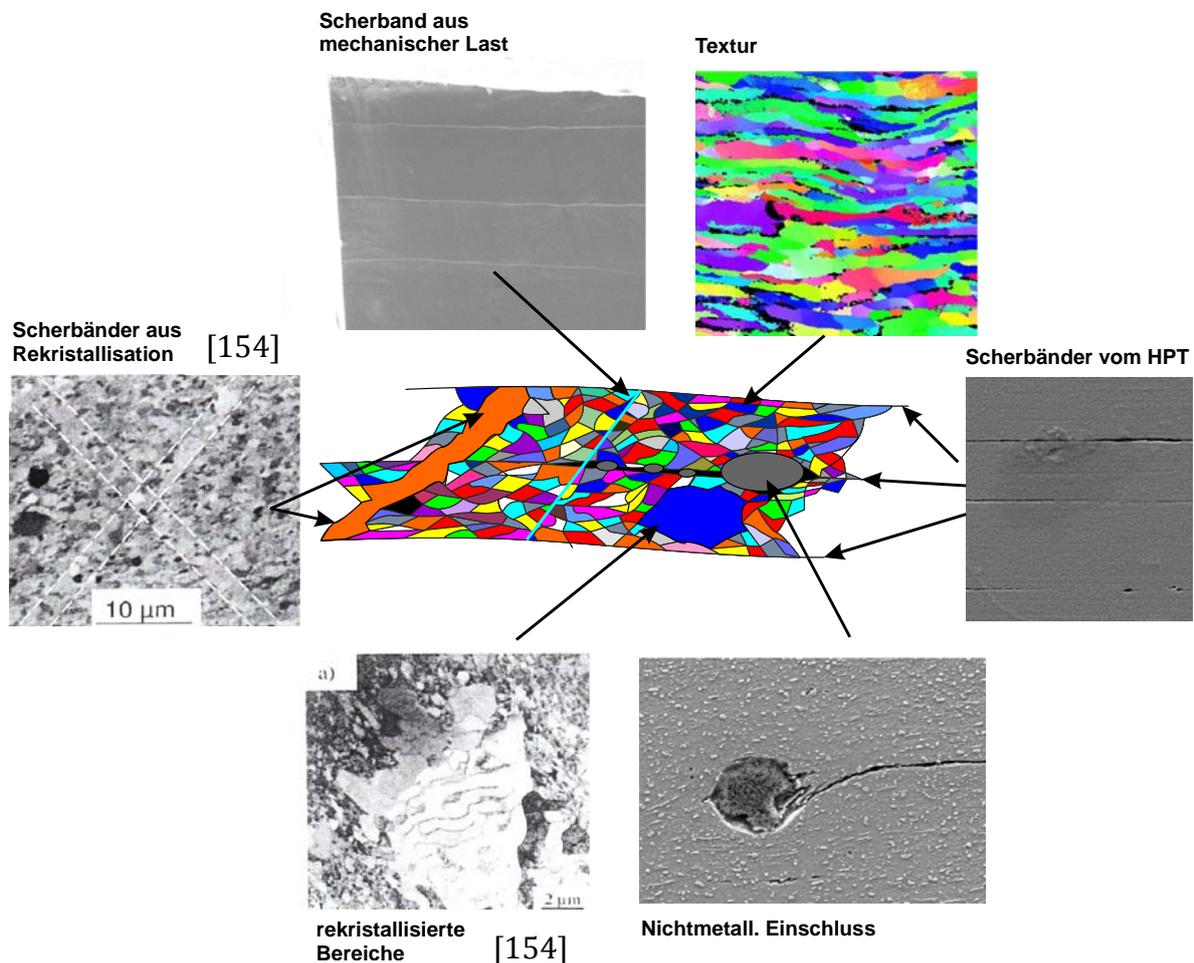


Abbildung 91: Einflussfaktoren auf die Ermüdungsfestigkeit schematisch und durch Beispiele

Dabei wurden in der Vergangenheit entweder ganze Bereiche identifiziert, aber auch eine Kornvergrößerung entlang der Richtung der größten Scherspannung unter 45 Grad wurde beobachtet, welche letztendlich zur Ausbildung von Scherbändern führt. In beiden Fällen ist die zyklische mechanische Last ausschlaggebend für die Rekristallisation. Das Modell aus Abbildung 91 beinhaltet noch zwei weitere Arten von Scherbändern: Scherbänder aus mechanischer Last und bei der HPT-Behandlung erfolgte Scherbänder. Beim HPT entstehen, wie bereits in mehreren Abschnitten beschrieben, Scherbänder durch die massive plastische Deformation entlang der Scherebene, welche je nach Ausprägung zur Rissinitiierung und einer Verringerung der Lebensdauer führen können. Somit sind diese Scherbänder entscheidend für den Zusammenhang zwischen der Schwingfestigkeit und der Mikrostruktur. Die Auswirkungen sind innerhalb der aktuellen Arbeit beim T-HPT-10 Zustand am größten. Scherbänder aufgrund eines Gewalt-

bruchanteils aber auch im Bereich der Ermüdungsbruchfläche wurden hier ebenfalls beobachtet. Ob sie einen direkten Einfluss auf die Ermüdungsfestigkeit haben, konnte zwar nicht zweifelsfrei geklärt werden, jedoch ist davon auszugehen, dass bei einer Konzentration der Scherverformungen durch die Ermüdung zumindest teilweise Rissinitiierung ausgehend von diesen Scherbändern erfolgt. Der Unterschied zu den Scherbändern aus Rekristallisation besteht trotz der Gemeinsamkeit der ursächlichen mechanischen Last im Entstehungsmechanismus. Bei dynamischer Rekristallisation erfolgt eine Kornvergrößerung, wogegen bei den in den aktuellen Untersuchungen beobachteten Scherbändern eine Lokalisierung der Scherdehnung ursächlich ist. Dementsprechend unterscheidet sich auch die Erscheinungsform der beiden Arten von Scherbändern, wie durch die Aufnahmen in Abbildung 91 gezeigt. Eine ausgeprägte Textur beziehungsweise Vorzugsrichtung in der Mikrostruktur kann die Ermüdungseigenschaften beeinflussen. Innerhalb der aktuellen Arbeit wurde zwar kein Einfluss festgestellt, jedoch wurden auch alle Proben gleich entnommen, was dazu führte, dass die Textur in jeder Probe gleich ausgeprägt war. Bei mehrachsiger Belastung oder Belastung entlang einer anderen Raumrichtung ist von einem Einfluss auf das Versuchsergebnis auszugehen.

Entscheidend für die Ermüdungseigenschaften von ultrafeinkörnigen Werkstoffen sind nichtmetallische Einschlüsse, vor allem bei sehr hoher Härte des Werkstoffes. In diesen Fällen unterscheiden sich die UFG-Stähle nur wenig von anderen hochfesten Werkstoffen mit konventioneller Korngröße, denn es kommt in vielen Fällen zu Rissinitiierung an den Einschlüssen. Zur Interpretation sind die Betrachtungen der Spannungsintensitätsfaktoren und deren Schwellenwerte von großer Bedeutung, wie in Abschnitt 7.4 gezeigt. Jedoch ist zur ganzheitlichen Vorhersage der Ermüdungseigenschaften und vor allem der Ermüdungsfestigkeiten die Kombination der einzelnen Einflussfaktoren wichtig, wobei die Größe der jeweiligen Bestandteile entscheidend ist. Dies folgt der Annahme nach McGreevy [23], wonach jede Fehlstelle im ermüdeten Volumen einen Anriss darstellt und somit nach dem Hall-Petch-Murakami Modell (vgl. Abschnitt 2.1.3) zu einer Abweichung vom linearen Zusammenhang zwischen Dauerfestigkeit und Härte führt. Insgesamt stellt diese Arbeit eine Basis dar, die Vorgänge bei der Ermüdung ultrafeinkörniger Werkstoffzustände besser zu verstehen und einordnen zu können. Für eine genaue quantitative Vorhersage der Ermüdungseigenschaften beziehungsweise der Schwingfestigkeit der Zustände ist allerdings ein sehr homogenes Gefüge notwendig. Einflussfaktoren wie sehr große Scherbänder sind mit dem genannten Modell nicht quantitativ zu erfassen, jedoch gelingt die Vorhersage der Lebensdauer recht gut, wenn lediglich nichtmetallische Einschlüsse den Mechanismus für die Rissinitiierung darstellen. Zusammen mit der Kenntnis über die Verteilung und Morphologie der Einschlüsse sind Abschätzungen der Lebensdauer und der Dauerfestigkeit möglich. Kommt es aber

hingegen zur Überlagerung teilweise mehrerer Ermüdungsmechanismen, ist das abgeschätzte Ergebnis mit einer hohen Streuung behaftet.

8. Zusammenfassung

Das Verringern der Korngröße ist der einzige Verfestigungsmechanismus für metallische Werkstoffe, welcher es ermöglicht, die Festigkeit zu steigern, ohne zwangsläufig die Duktilität zu verringern. Bei der Verwendung ultrafeinkörniger Werkstoffzustände soll genau dies ausgenutzt werden, um einen Werkstoff mit einer erhöhten Festigkeit aber durchaus guten Duktilitätseigenschaften zu erstellen. Hierbei sind die Verfahren der massiven plastischen Deformation zur Herstellung der ultrafeinkörnigen Gefüge Mittel der Wahl. Ausgehend von der Annahme, dass die Schwingfestigkeit alleine durch die Mikrostruktur bestimmt wird, folgt allgemein aus der Erhöhung der quasistatischen Festigkeit auch eine Erhöhung der zyklischen Festigkeit. Gerade im Bereich hoher Härten/Festigkeiten sind jedoch inhärente oder prozessbedingte Fehler zunehmend ausschlaggebend für die zyklischen Eigenschaften. Bei ultrafeinkörnigen Zuständen stellt sich daher die Frage, ob die im Allgemeinen guten quasistatischen Festigkeiten, welche bereits vielfach untersucht wurden, auch zu einer Erhöhung der Schwingfestigkeit führen.

Innerhalb der aktuellen Arbeit war das primäre Ziel, einen Zustand des untereutektoiden Stahles C45 zu identifizieren, welcher eine höchst schwingfeste und zyklische stabile Mikrostruktur aufweist. Dabei sollte ein Augenmerk auf den Einfluss verschiedener Karbidmorphologien vor der massiven plastischen Deformation gelegt werden. Durch mehrere vorgeschaltete Wärmebehandlungen kamen in diesem Kontext eine weichgeglühte, eine vergütete, eine ferritisch-perlitische und eine nahezu rein perlitische Mikrostruktur als Grundzustand zum Einsatz. Als Verfahren der massiven plastischen Deformation wurde High Pressure Torsion bei einer erhöhten Temperatur von 380 °C verwendet.

Nach sechs HPT-Umdrehungen wurde die Härte im weichgeglühten Falle um 71 % auf 289 HV und im vergüteten Zustand um 17 % auf 457 HV gesteigert. Zwar war diese Steigerung im Vergleich zu den außerdem untersuchten Zuständen relativ gering, jedoch folgte die Schwingfestigkeit den quasistatischen Eigenschaften, in diesem Falle der Härte, proportional. Es konnten für diese Zustände im Vergleich mit dem jeweiligen Grundzustand keine anderen Ermüdungsmechanismen detektiert werden.

Im Falle einer größeren plastischen Verformung von zehn Umdrehungen während des High Pressure Torsions wurden Mikrostrukturen nachgewiesen, welche sich teils deutlich vom jeweiligen Ausgangszustand unterscheiden. Die ultrafeinkörnigen Mikrostrukturen zeigten in transmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen Korngrößen weit unter 1 µm im Bereich 100-300 nm. Die Härte wurde dabei auf eine Spanne zwischen Faktor 2-3 der Ausgangshärte gesteigert. Zumindest beim weichgeglühten Zustand folgte der Wert der Ermüdungsfestigkeit annähernd proportional der Härte mit einer Stei-

gerung auf 264 % der anfänglichen Schwingfestigkeit. Dies war durch das duktile Werkstoffverhalten möglich, wodurch der Werkstoff inhärente und prozessbedingt Fehler ausgleichen konnte, ohne Risse an den Übergangspunkten mit erhöhter Spannungsintensität zu initiieren. Die übrigen Zustände mit hoher massiver plastischer Verformung erwiesen sich in ihrer Ermüdungsfestigkeit und den Ermüdungsmechanismen durchaus als unterschiedlich.

Der vergütete Ausgangszustand zeigte in ultrafeinkörniger Modifikation eher schlechte Werte der Schwingfestigkeit mit einer Steigerung auf nur 132% des Ausgangswertes mit konventioneller Korngröße. Die Gründe waren die lokalen Inhomogenitäten (Scherbänder), welche durch die massive plastische Deformation in das Material eingebracht wurden, dadurch als Rissinitiator fungierten und die Schwingfestigkeit verringerten.

Beim normalisierten Zustand mit initial ferritisch-perlitischer Mikrostruktur waren nach zehn Verformungsschritten ebenfalls Inhomogenitäten für eine geringere Ermüdungsfestigkeit verantwortlich, jedoch waren diese nicht lokal begrenzt. Dadurch, dass teilweise die gesamten Bereiche des höchst belasteten Werkstoffvolumens prozessbedingt höhere Korngrößen und somit geringere Härten aufwiesen als der Rest des Volumens, wirkten zwar die gleichen Ermüdungsmechanismen wie bei einem Werkstoff ohne Prozessfehler, jedoch resultierte eine insgesamt eher geringe Schwingfestigkeit.

Anders war dies der Fall beim rein perlitischen Zustand nach der massiven plastischen Deformation. Für diesen Zustand nach zehn Rotationen während des High Pressure Torsion Verfahrens wurde die höchste Schwingfestigkeit im Rahmen der aktuellen Arbeit nachgewiesen. Der Wert der Dauerfestigkeit betrug 1061 MPa bei $R=0,1$ und war somit höher als der des Wälzlagerstahles 100Cr6, welcher in den Mikrobiegeversuchen im direkten Vergleich eine Dauerfestigkeit von 1056 MPa aufwies. Als Gründe hierfür wurde die Mischung zwischen einer hohen Homogenität und einer geringen Korngröße und somit hoher Härte festgestellt. Die Mikrostruktur war außerdem in der Lage, die Spannungsüberhöhungen an den eher kleinen Scherbändern auszugleichen, wodurch die Rissinitiierung hauptsächlich an nichtmetallischen Einschlüssen lokalisiert war. Dabei verhielt sich die ultrafeinkörnige Modifikation wie der etablierte hochfeste Wälzlagerstahl 100Cr6 mit einem Wechsel der rissauslösenden Einschlüsse von der Oberfläche zum Inneren bei geringerer Last und längerer Lebensdauer.

Weiterhin konnte in der aktuellen Arbeit gezeigt werden, dass sich der Schwellenwert der Spannungsintensität gegen Langrissausbreitung durch eine Kornfeinung verringert. Die ultrafeinkörnigen Modifikationen wiesen dabei einen geringeren Schwellenwert als der 100Cr6 auf. Da bei den Versuchen im Rahmen dieser Arbeit Versagen bei ultrafeinkörnigen Modifikationen vom Probeninnern beobachtet wurde, was bisher nur bei konventionellen hochfesten Werkstoffen aufgetreten ist, konnte die Abwesenheit eines feinkristallinen Bereich um den versagensauslösenden Einschluss gezeigt werden. Dies ist,

zusammen mit der Tatsache, dass ein ultrafeinkörniger Stahlzustand mit höherer Dauerfestigkeit als der weitverbreitete hochfeste Zustand des 100Cr6 resultierte, eine der Hauptkenntnisse der vorliegenden Arbeit. In bisherigen Publikationen konnte dies nicht nachgewiesen werden.

Mit den vorangegangenen Erkenntnissen konnte zum Abschluss der Arbeit ein Modell erstellt werden, welches es ermöglicht, die Einflussfaktoren für die Ermüdung bei ultrafeinkörnigen Werkstoffen zu identifizieren und diese bezüglich der Schwingfestigkeit einzuordnen.

9. Literatur

- [1] J.T. Wang: Historic Retrospection and Present Status of Severe Plastic Deformation in China. *Materials Science Forum* **503-504** (2006), S. 363-370.
- [2] W. Bergmann, *Werkstofftechnik* 1. (1984), Carl Hanser Verlag
- [3] H.J. Bargel, G. Schulze, *Werkstoffkunde*. (2012), Springer,
- [4] E. Macherauch, H.-W. Zoch, *Praktikum in Werkstoffkunde*. (2011), Vieweg+Teubner,
- [5] S. Suresh, *Fatigue of Materials*. (1991), Cambridge University Press,
- [6] E. Macherauch, P. Mayr: *Strukturmechanische Grundlagen der Werkstoffermüdung. Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* **8** (1977) 7, S. 213-224.
- [7] W.A.J. Albert: Ueber Treibseile am Harz. *Archiv für Mineralogie, Geognosie, Bergbau und Hüttenkunde* **10** (1837), S. 215-234.
- [8] A. Wöhler: Versuche über Biegung und Verdrehung von Eisenbahnwagen-Achsen während der Fahrt. *Zeitschrift für Bauwesen* **8** (1958), S. 641,652.
- [9] A. Wöhler: Versuche über die Festigkeit der Eisenbahnwagen-Achsen. *Zeitschrift für Bauwesen* **13** (1863), S. 234-258.
- [10] A. Wöhler: Versuche über die relative Festigkeit von Eisen, Stahl und Kupfer. *Zeitschrift für Bauwesen* **16** (1866), S. 68-84.
- [11] A. Wöhler: Ueber die Festigkeits-Versuche mit Eisen und Stahl. *Zeitschrift für Bauwesen* **20** (1870), S. 73-106.
- [12] W. Schütz: A history of fatigue. *Engineering Fracture Mechanics* **54** (1996) 2, S. 263-300.
- [13] A.W. Thompson, W.A. Backofen: The effect of grain size on fatigue. *Acta Metallurgica* **19** (1971) 7, S. 597-606.
- [14] H. Mughrabi, H.W. Höppel: Cyclic Deformation and Fatigue Properties of Ultrafine Grain Size Materials: Current Status and Some Criteria for Improvement of the Fatigue Resistance. *MRS Online Proceedings Library* **634** (2000), S. B2.1.1-B2.1.12.
- [15] H. Mughrabi: ON THE GRAIN-SIZE DEPENDENCE OF METAL FATIGUE: OUTLOOK ON THE FATIGUE OF ULTRAFINE-GRAINED METALS, in *Investigations and applications of severe plastic deformation* **80** (2000), S. 241-254, NATO Advanced Research Workshop on Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation
- [16] M. Klesnil, P. Lukác, *Fatigue of Metallic Materials*. (1992), Elsevier Science,
- [17] C.E. Feltner, C. Laird: Factors Influencing the Dislocation Structures in Fatigued Metals. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME* **242** (1968), S. 1253-1257.
- [18] K.J. Miller: THE BEHAVIOUR OF SHORT FATIGUE CRACKS AND THEIR INITIATION PART I-A REVIEW OF TWO RECENT BOOKS. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* **10** (1987) 1, S. 75-91.
- [19] K.J. Miller: THE BEHAVIOUR OF SHORT FATIGUE CRACKS AND THEIR INITIATION PART II-A GENERAL SUMMARY. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* **10** (1987) 2, S. 93-113.
- [20] K.J. Miller: Materials science perspective of metal fatigue resistance. *ANNALES DE MECANICA DE LA FRACTURA* **12** (1995), S. 1-10.
- [21] K.J. Miller: THE TWO THRESHOLDS OF FATIGUE BEHAVIOUR. *Fatigue Fract. Engng Mater. Struct* **16** (1993) 9, S. 931-939.
- [22] S.K. Y. Murakami, S. Konuma: Quantitative evaluation of effects of non-metallic inclusions on fatigue strength of high strength steels. *Int J Fatigue* **11** (1989) 5, S. 291-298.

- [23] T.E. McGreevy, D.F. Socie: Competing roles of microstructure and flaw size. *Fatigue Fract Engng Mater Struct* **22** (1999), S. 495-508.
- [24] E.O. Hall: The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results. *Proceedings of the Physical Society. Section B* **64** (1951) 9, S. 747-753.
- [25] N.J. Petch: THE CLEAVAGE STRENGTH OF POLYCRYSTALS. *Journal of the Iron and Steel Institute* **174** (1953) 1, S. 25-28.
- [26] Y. Murakami, T. Nomoto, T. Ueda: On the mechanism of fatigue failure in the superlong life regime ($N > 10^7$ cycles). Part II: influence of hydrogen trapped by inclusions. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* **23** (2000) 11, S. 903-910.
- [27] M.A. Meyers, A. Mishra, D.J. Benson: Mechanical properties of nanocrystalline materials. *Progress in Materials Science* **51** (2006) 4, S. 427-556.
- [28] Y.T. Zhu, T.C. Lowe, T.G. Langdon: Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia* **51** (2004) 8, S. 825-830.
- [29] S. Libardi, et al.: Mechanical properties of nanostructured and ultrafine-grained iron alloys produced by spark plasma sintering of ball milled powders. *Materials Science and Engineering: A* **478** (2008) 1-2, S. 243-250.
- [30] H. Mughrabi, H.W. Höppel: Cyclic deformation and fatigue properties of very fine-grained metals and alloys. *International Journal of Fatigue* **32** (2010) 9, S. 1413-1427.
- [31] D.H. Shin, et al.: FABRICATION AND TENSILE PROPERTIES OF ULTRAFINE GRAINED STEELS. *Metallurgia Italiana* **98** (2006) 5, S. 49-54.
- [32] N. Tsuji: Ultrafine grained steels managing both high strength and ductility, in *Journal of Physics: Conference Series* **165** (2009), S. 1-6, International Conference on Advanced Structural and Functional Materials Design
- [33] H. Ueno, et al.: Enhanced fatigue properties of nanostructured austenitic SUS 316L stainless steel. *Acta Materialia* **59** (2011) 18, S. 7060-7069.
- [34] R. Valiev: Recent Developments Of Severe Plastic Deformation Techniques For Processing Bulk Nanostructured Materials. *Materials Science Forum* **579** (2008), S. 1-14.
- [35] Y.T. Zhu, V. Varyukhin: Nanostructured Materials by High-Pressure Severe Plastic Deformation. Series II: Mathematics, Physics and Chemistry – Vol. 212 **212** (2006), S.
- [36] R. Song, et al.: Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels. *Materials Science and Engineering: A* **441** (2006) 1-2, S. 1-17.
- [37] F. Dalla Torre, et al.: Microstructures and properties of copper processed by equal channel angular extrusion for 1-16 passes. *Acta Materialia* **52** (2004) 16, S. 4819-4832.
- [38] T. Niendorf, D. Canadinc, H.J. Maier: Fatigue Damage Evolution in Ultrafine-Grained Interstitial-Free Steel. *Advanced Engineering Materials* **13** (2011) 4, S. 275-280.
- [39] R. Valiev, et al.: Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation. *JOM* **58** (2006) 4, S. 33-39.
- [40] Y. Estrin, A. Vinogradov: Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science. *Acta Materialia* **61** (2013) 3, S. 782-817.
- [41] A. Vinogradov, S. Hashimoto, V.I. Kopylov: Enhanced strength and fatigue life of ultra-fine grain Fe-36Ni Invar alloy. *Materials Science and Engineering: A* **355** (2003) 1-2, S. 277-285.

- [42] Y. Estrin, A. Vinogradov: Fatigue behaviour of light alloys with ultrafine grain structure produced by severe plastic deformation: An overview. *International Journal of Fatigue* **32** (2010) 6, S. 898-907.
- [43] J. Zrnik, et al.: Microstructure and mechanical properties of UFG medium carbon steel processed by HPT at increased temperature. *Journal of Material Science* **45** (2010) 17, S. 4822-4826.
- [44] G.W. Nieman, J.R. Weertman, R.W. Siegel: Microhardness of nanocrystalline palladium and copper produced by inert-gas condensation. *Scripta Metallurgica* **23** (1989) 12, S. 2013-2018.
- [45] R. Uyeda: Studies of ultrafine particles in Japan: Crystallography. Methods of preparation and technological applications. *Progress in Materials Science* **35** (1991) 1, S. 1-96.
- [46] N.Y.C. Yang, et al.: Metallurgy of high strength Ni-Mn microsystems fabricated by electrodeposition. *Scripta Materialia* **51** (2004) 8, S. 761-766.
- [47] M.A. Meyers, et al.: Shear localization in dynamic deformation of materials: microstructural evolution and self-organization. *Materials Science and Engineering: A* **317** (2001) 1-2, S. 204-225.
- [48] J. Bidulská, et al.: Influence of ECAP-Back Pressure on the Porosity Distribution. *ACTA PHYSICA POLONICA A* **117** (2010), S. 864-868.
- [49] F. Fellah, et al.: Microstructure and mechanical properties of ultrafine-grained fcc/hcp cobalt processed by a bottom-up approach. *Journal of Alloys and Compounds* **489** (2010) 2, S. 424-428.
- [50] Y. Zhu, T. Langdon: The fundamentals of nanostructured materials processed by severe plastic deformation. *JOM* **56** (2004) 10, S. 58-63.
- [51] P.W. Bridgman: Large Plastic Flow and the Collapse of Hollow Cylinders. *Journal of Applied Physics* **19** (1948) 3, S. 302-305.
- [52] P.W. Bridgman: The Effect of Pressure on the Tensile Properties of Several Metals and Other Materials. *Journal of Applied Physics* **24** (1953) 5, S. 560-570.
- [53] P.W. Bridgman, I. Šimon: Effects of Very High Pressures on Glass. *Journal of Applied Physics* **24** (1953) 4, S. 405-413.
- [54] P.W. Bridgman: On Torsion Combined with Compression. *Journal of Applied Physics* **14** (1943) 6, S. 273-283.
- [55] H.K.D.H. Bhadeshia: Nanostructured bainite. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Science* **466** (2010) 2113, S. 3-18.
- [56] T. Yokota, C. García Mateo, H.K.D.H. Bhadeshia: Formation of nanostructured steels by phase transformation. *Scripta Materialia* **51** (2004) 8, S. 767-770.
- [57] R.Z. Valiev, et al.: Using Intensive Plastic Deformations for Manufacturing Bulk Nanostructure Metallic Materials. *Mechanics of Solids* **47** (2012) 4, S. 463-474.
- [58] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov: Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science* **45** (2000), S. 103-189.
- [59] V.M. Segal: Materials processing by simple shear. *Materials Science and Engineering: A* **197** (1995) 2, S. 157-164.
- [60] P. Frint, et al.: Microstructural Features and Mechanical Properties after Industrial Scale ECAP of an Al-6060 Alloy. *Materials Science Forum* **667-669** (2011), S. 1153-1158.
- [61] R.Z. Valiev, T.G. Langdon: Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science* **51** (2006) 7, S. 881-981.
- [62] Y. Iwahashi, et al.: Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials. *Scripta Materialia* **35** (1996) 2, S. 143-146.

- [63] P.W.J. McKenzie, R. Lapovok: ECAP with back pressure for optimum strength and ductility in aluminium alloy 6016. Part 1: Microstructure. *Acta Materialia* **58** (2010) 9, S. 3198-3211.
- [64] P.W.J. McKenzie, R. Lapovok, Y. Estrin: The influence of back pressure on ECAP processed AA 6016: Modeling and experiment. *Acta Materialia* **55** (2007) 9, S. 2985-2993.
- [65] C. Xu, K. Xia, T.G. Langdon: The role of back pressure in the processing of pure aluminum by equal-channel angular pressing. *Acta Materialia* **55** (2007) 7, S. 2351-2360.
- [66] V.V. Stolyarov, R. Lapovok: Effect of backpressure on structure and properties of AA5083 alloy processed by ECAP. *Journal of Alloys and Compounds* **378** (2004) 1–2, S. 233-236.
- [67] V.M. Segal: Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation. *Materials Science and Engineering: A* **271** (1999) 1–2, S. 322-333.
- [68] S.V. Dobatkin, et al.: Effect of the route and strain of equal-channel angular pressing on structure and properties of oxygen-free copper. *Materials Science and Engineering: A* **462** (2007) 1–2, S. 132-138.
- [69] T.G. Langdon: The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A* **462** (2007) 1–2, S. 3-11.
- [70] V.V. Stolyarov, et al.: Microstructure and properties of pure Ti processed by ECAP and cold extrusion. *Materials Science and Engineering: A* **303** (2001) 1–2, S. 82-89.
- [71] T.C. Lowe, Y.T. Zhu: Commercialization of Nanostructured Metals Produced by Severe Plastic Deformation Processing. *Advanced Engineering Materials* **5** (2003) 5, S. 373-378.
- [72] Y.S. N. Tsuji, S.-H. Lee, Y. Minamino: ARB (Accumulative Roll Bonding) and other new Techniques to Produce Bulk Ultrafine Grained Materials. *Advanced Engineering Materials* **5** (2003) 5, S. 338-344.
- [73] Y. Saito, et al.: Novel ultra-high straining process for bulk materials—development of the accumulative roll-bonding (ARB) process. *Acta Materialia* **47** (1999) 2, S. 579-583.
- [74] Y. Saito, et al.: Ultra-fine grained bulk aluminum produced by accumulative roll-bonding (ARB) process. *Scripta Materialia* **39** (1998) 9, S. 1221-1227.
- [75] N. Tsuji, Fabrication of Bulk Nanostructured Materials by Accumulative Roll Bonding (ARB), in *Bulk Nanostructured Materials*, M.J. Zehetbauer, Editor 2009, Wiley-VCH.
- [76] X. Huang, et al.: Microstructural evolution during accumulative roll-bonding of commercial purity aluminum. *Materials Science and Engineering: A* **340** (2003) 1–2, S. 265-271.
- [77] N. Tsuji, R. Ueki, Y. Minamino: Nanoscale crystallographic analysis of ultrafine grained IF steel fabricated by ARB process. *Scripta Materialia* **47** (2002) 2, S. 69-76.
- [78] T. Lowe, R. Valiev: The use of severe plastic deformation techniques in grain refinement. *JOM* **56** (2004) 10, S. 64-68.
- [79] G. Krallics, J.G. Lenard: An examination of the accumulative roll-bonding process. *Journal of Materials Processing Technology* **152** (2004) 2, S. 154-161.
- [80] L. Kurmanaeva, Design and Mechanical Performance of Fully Dense Nanocrystalline Noble Metals on the Basis of Pd, Pd-Ag and Pd-Au, Dissertation, Fakultät für Ingenieurwissenschaften und Informatik, Universität Ulm, 2011
- [81] R. Pippan, High-pressure Torsion - Features and Applications, in *Bulk Nanostructured Materials*, M.J.Z.Y.T. Zhu, Editor 2009, WILEY-VCH Verlag: Weinheim.

- [82] A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon: Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. *Progress in Materials Science* **53** (2008) 6, S. 893-979.
- [83] A.P. Zhilyaev, T.R. McNelley, T.G. Langdon: Evolution of microstructure and microtexture in fcc metals during high-pressure torsion. *Journal of Materials Science* **42** (2007) 5, S. 1517-1528.
- [84] A. Hohenwarter, et al.: Technical parameters affecting grain refinement by high pressure torsion. *International Journal of Materials Research* **100** (2009) 12, S. 1653-1661.
- [85] F. Wetscher, et al.: Structural refinement of low alloyed steels during severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering: A* **387-389** (2004) 0, S. 809-816.
- [86] R.Z. Valiev, et al.: Structure and deformation behaviour of Armco iron subjected to severe plastic deformation. *Acta Materialia* **44** (1996) 12, S. 4705-4712.
- [87] A.P. Zhilyaev, et al.: Microstructural evolution in commercial purity aluminum during high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A* **410-411** (2005) 0, S. 277-280.
- [88] W. Xu, et al.: Nanocrystalline body-centred cubic beta-titanium alloy processed by high-pressure torsion. *International Journal of Materials Research* **100** (2009) 12, S. 1662-1667.
- [89] M. Kawasaki, R.B. Figueiredo, T.G. Langdon: An investigation of hardness homogeneity throughout disks processed by high-pressure torsion. *Acta Materialia* **59** (2011) 1, S. 308-316.
- [90] A. Vorhauer, R. Pippan: On the homogeneity of deformation by high pressure torsion. *Scripta Materialia* **51** (2004) 9, S. 921-925.
- [91] A.P. Zhilyaev, et al.: Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion. *Acta Materialia* **51** (2003), S. 753-765.
- [92] G. Sakai, Z. Horita, T.G. Langdon: Grain refinement and superplasticity in an aluminum alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A* **393** (2005) 1-2, S. 344-351.
- [93] J.-l. Ning, et al.: Tensile properties and work hardening behaviors of ultrafine grained carbon steel and pure iron processed by warm high pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A* **581** (2013) 0, S. 8-15.
- [94] Y. Ivanisenko, et al.: The mechanism of formation of nanostructure and dissolution of cementite in a pearlitic steel during high pressure torsion. *Acta Materialia* **51** (2003) 18, S. 5555-5570.
- [95] S. Scheriau, R. Pippan: Severe Plastic Deformation of Steels. *BHM - Berg- und Hüttenmännische Monatshefte* **7** (2008), S. 242-246.
- [96] R. Pippan, et al.: Advantages and limitations of HPT: a review. *Materials Science Forum* **584-586** (2008), S. 16-21.
- [97] D. Geist, C. Rentenberger, H.P. Karnthaler: Extreme structural inhomogeneities in high-pressure torsion samples along the axial direction. *Acta Materialia* **59** (2011) 11, S. 4578-4586.
- [98] Y. Huang, M. Kawasaki, T.G. Langdon: Influence of Anvil Alignment on Shearing Patterns in High-Pressure Torsion. *Advanced Engineering Materials* **15** (2013) 8, S. 747-755.
- [99] Y. Cao, et al.: Unusual macroscopic shearing patterns observed in metals processed by high-pressure torsion. *Journal of Materials Science* **45** (2010) 17, S. 4545-4553.

- [100] J.-C. Lee, et al.: Controlling the textures of the metal strips via the continuous confined strip shearing(C2S2) process. *Materials Research Bulletin* **36** (2001) 5–6, S. 997-1004.
- [101] H. Utsunomiya, et al.: Continuous grain refinement of aluminum strip by conshearing. *Materials Science and Engineering: A* **372** (2004) 1–2, S. 199-206.
- [102] G.J. Raab, et al.: Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP–Conform. *Materials Science and Engineering: A* **382** (2004) 1–2, S. 30-34.
- [103] K. Edalati,Z. Horita: Continuous high-pressure torsion. *Journal of Materials Science* **45** (2010) 17, S. 4578-4582.
- [104] K. Nakamura, et al.: Development of Severe Torsion Straining Process for Rapid Continuous Grain Refinement. *Materials Transactions* **45** (2004) 12, S. 3338-3342.
- [105] T.G. Langdon: THE PROPERTIES OF BULK ULTRAFINE-GRAINED METALS PROCESSED THROUGH THE APPLICATION OF SEVERE PLASTIC DEFORMATION. *Int. J. Mod. Phys.* **5** (2012), S. 299-306.
- [106] R. Valiev: Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties. *Nat Mater* **3** (2004) 8, S. 511-516.
- [107] D.A. Hughes,N. Hansen: HIGH ANGLE BOUNDARIES FORMED BY GRAIN SUBDIVISION MECHANISMS. *Acta Materialia* **45** (1997) 9, S. 3871-3886.
- [108] R.D. Doherty, et al.: Current issues in recrystallization: a review. *Materials Science and Engineering: A* **238** (1997) 2, S. 219-274.
- [109] R. Pippan, et al.: The Limits of Refinement by Severe Plastic Deformation. *Advanced Engineering Materials* **8** (2006) 11, S. 1046-1056.
- [110] V. Kopylov,V. Chuvil'deev, Ultimate Grain Refinement by ECAP: Experiment and Theory, in *Nanostructured Materials by High-Pressure Severe Plastic Deformation*, Y. Zhu,V. Varyukhin, Editors. 2006, Springer Netherlands. p. 69-76.
- [111] J. Gubicza, et al.: Microstructure of ultrafine-grained fcc metals produced by severe plastic deformation. *Current Applied Physics* **6** (2006), S. 194–199.
- [112] U. Essmann,H. Mughrabi: Annihilation of dislocations during tensile and cyclic deformation and limits of dislocation densities. *Philosophical Magazine A* **40** (1979) 6, S. 731-756.
- [113] H.J. Maier, et al.: Cyclic stress–strain response of ultrafine grained copper. *International Journal of Fatigue* **28** (2006) 3, S. 243-250.
- [114] W.Q. Cao, A. Godfrey,Q. Liu: EBSD investigation of microstructure and texture evolution during equal channel angular pressing of aluminium. *Materials Science and Engineering: A* **361** (2003) 1–2, S. 9-14.
- [115] R. Pippan, et al.: Saturation of Fragmentation During Severe Plastic Deformation. *Annual Review of Materials Research* **40** (2010), S. 319–343.
- [116] D. Kuhlmann-Wilsdorf,N. Hansen: Geometrically necessary, incidental and subgrain boundaries. *Scripta Metallurgica et Materialia* **25** (1991) 7, S. 1557-1562.
- [117] A.V. Korznikov, et al.: Influence of severe plastic deformation on structure and phase composition of carbon steel. *Nanostructured Materials* **4** (1994) 2, S. 159-167.
- [118] Y. Xu, M. Umemoto,K. Tsuchiya: Comparison of the Characteristics of Nanocrystalline Ferrite in Fe–0.89C Steels with Pearlite and Spheroidite Structure Produced by Ball Milling. *Materials Transactions* **43** (2002) 9, S. 2205-2212.
- [119] S. Ohsaki, et al.: Characterization of nanocrystalline ferrite produced by mechanical milling of pearlitic steel. *Scripta Materialia* **52** (2005) 4, S. 271-276.
- [120] Y. Huang, et al.: Evolution of Strength and Homogeneity in a Magnesium AZ31 Processed by High-Pressure Torsion at Different Temperatures. *Advanced Engineering Materials* **14** (2012) 11, S. 1018-1026.

- [121] Y. Ivanisenko, et al.: Annealing behaviour of nanostructured carbon steel produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia* **49** (2003), S. 947-952.
- [122] K.-T. Park, D.H. Shin: Annealing behavior of submicrometer grained ferrite in a low carbon steel fabricated by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering: A* **334** (2002) 1–2, S. 79-86.
- [123] L. Meyer, et al.: Strength, ductility and impact toughness of the magnesium alloy az31b after equal-channel angular pressing. *International Journal of Material Forming* **2** (2009) 1, S. 61-64.
- [124] P. Cetlin, et al.: Avoiding cracks and inhomogeneities in billets processed by ECAP. *Journal of Materials Science* **45** (2010) 17, S. 4561-4570.
- [125] A. Hohenwarter, C. Kammerhofer, R. Pippan: The ductile to brittle transition of ultrafine-grained Armco iron: an experimental study. *Journal of Materials Science* **45** (2010) 17, S. 4805-4812.
- [126] A.V. Sergueeva, et al.: Advanced mechanical properties of pure titanium with ultrafine grained structure. *Scripta Materialia* **45** (2001) 7, S. 747-752.
- [127] Y. Todaka, et al.: Tensile and fatigue properties of sub-microcrystalline ultra-low carbon steel produced by HPT-straining. *Int. J. Mat. Res.* **100** (2009) 6, S. 775-779.
- [128] K. Hockauf, et al.: Improvement of strength and ductility for a 6056 aluminum alloy achieved by a combination of equal-channel angular pressing and aging treatment. *Journal of Materials Science* **45** (2010) 17, S. 4754-4760.
- [129] J.-Q. Su, T.W. Nelson, C.J. Sterling: Friction stir processing of large-area bulk UFG aluminum alloys. *Scripta Materialia* **52** (2005) 2, S. 135-140.
- [130] A. BELYAKOV, et al.: Grain refinement in copper under large strain deformation. *Philosophical Magazine A* **81** (2001), S. 2629-2643.
- [131] M. Riehle, E. Simmchen, *Grundlagen der Werkstofftechnik*. (1997), Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie,
- [132] D. Jia, K.T. Ramesh, E. Ma: Effects of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on constitutive behavior and shear bands in iron. *Acta Materialia* **51** (2003) 12, S. 3495-3509.
- [133] W. Blum, X.H. Zeng: A simple dislocation model of deformation resistance of ultrafine-grained materials explaining Hall–Petch strengthening and enhanced strain rate sensitivity. *Acta Materialia* **57** (2009) 6, S. 1966-1974.
- [134] M. Furukawa, et al.: Structural evolution and the Hall-Petch relationship in an AlMgLiZr alloy with ultra-fine grain size. *Acta Materialia* **45** (1997) 11, S. 4751-4757.
- [135] N. Hansen: Hall–Petch relation and boundary strengthening. *Scripta Materialia* **51** (2004) 8, S. 801-806.
- [136] S. Rajasekhara, et al.: Hall–Petch Behavior in Ultra-Fine-Grained AISI 301LN Stainless Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A* **38** (2007) 6, S. 1202-1210.
- [137] H. Hahn, P. Mondal, K.A. Padmanabhan: Plastic deformation of nanocrystalline materials. *Nanostructured Materials* **9** (1997) 1–8, S. 603-606.
- [138] A. Giga, et al.: Demonstration of an inverse Hall–Petch relationship in electrodeposited nanocrystalline Ni–W alloys through tensile testing. *Scripta Materialia* **55** (2006) 2, S. 143-146.
- [139] A.H. Chokshi, et al.: On the validity of the hall-petch relationship in nanocrystalline materials. *Scripta Metallurgica* **23** (1989) 10, S. 1679-1683.
- [140] J. Schiøtz, K.W. Jacobsen: A Maximum in the Strength of Nanocrystalline Copper. *Science* **301** (2003) 5638, S. 1357-1359.

- [141] R.S. Mishra, et al.: Severe plastic deformation processing and high strain rate superplasticity in an aluminum matrix composite. *Scripta Materialia* **40** (1999) 10, S. 1151–1155.
- [142] Z. Horita, T.G. Langdon: Achieving exceptional superplasticity in a bulk aluminum alloy processed by high-pressure torsion. *Scripta Materialia* **58** (2008) 11, S. 1029–1032.
- [143] R. Valiev, et al.: Unusual super-ductility at room temperature in an ultrafine-grained aluminum alloy. *Journal of Materials Science* **45** (2010) 17, S. 4718-4724.
- [144] R.Z. Valiev, et al.: Paradox of Strength and Ductility in Metals Processed by Severe Plastic Deformation. *Journal of Materials Research* **17** (2002), S. 5-8.
- [145] C.C. Koch: Optimization of strength and ductility in nanocrystalline and ultrafine grained metals. *Scripta Materialia* **49** (2003) 7, S. 657-662.
- [146] H.V. Swygenhoven, P.M. Derlet: Grain-boundary sliding in nanocrystalline fcc metals. *Physical Review* **64** (2001), S. 224105.
- [147] Y.T. Zhu, B.Q. Han, E.J. Lavernia, Deformation Mechanisms of Nanostructured Materials, in *Bulk Nanostructures Materials*, M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu, Editors. 2009, Wiley-VCH Verlag: Weinheim.
- [148] Y.T. Zhu, X. Liao: Nanostructured metals: Retaining ductility. *Nat Mater* **3** (2004) 6, S. 351-352.
- [149] C.C. Koch, et al.: Ductility of Nanostructured Materials. *MRS Bulletin* **24** (1999) 02, S. 54-58.
- [150] Y. Todaka, et al.: Strengthening of low-carbon steel by HPT-straining and annealing. *CURRENT ADVANCES IN MATERIALS AND PROCESSES* **20** (2007), S.
- [151] L. Kunz, P. Lukáš, M. Svoboda: Fatigue strength, microstructural stability and strain localization in ultrafine-grained copper. *Materials Science and Engineering: A* **424** (2006) 1–2, S. 97-104.
- [152] L. Kunz, P. Lukáš, L. Navrátilová: Strain localization and fatigue crack initiation in ultrafine-grained copper in high- and giga-cycle region. *International Journal of Fatigue* **58** (2014) 0, S. 202-208.
- [153] G. Khatibi, et al.: High cycle fatigue behaviour of copper deformed by high pressure torsion. *International Journal of Fatigue* **32** (2010) 2, S. 269-278.
- [154] H.W. Höppel, et al.: Microstructural study of the parameters governing coarsening and cyclic softening in fatigued ultrafine-grained copper. *Philosophical Magazine A* **82** (2002) 9, S. 1781-1794.
- [155] Y. Furukawa, et al.: Cyclic Deformation Behavior of Ultra-Fine Grained Copper Produced by Equal Channel Angular Pressing. *Materials Transactions* **50** (2009) 1, S. 70-75.
- [156] S.R. Agnew, J.R. Weertman: Cyclic softening of ultrafine grain copper. *Materials Science and Engineering: A* **244** (1998) 2, S. 145-153.
- [157] H.-W. Höppel, H. Mughrabi, A. Vinogradov, Fatigue Properties of Bulk Nanostructured Materials, in *Bulk Nanostructured Materials*, M.J. Zehetbauer, Editor 2009, Wiley-VCH: Wiley-VCH.
- [158] P. Cavaliere: Fatigue properties and crack behavior of ultra-fine and nanocrystalline pure metals. *International Journal of Fatigue* **31** (2009) 10, S. 1476-1489.
- [159] H.W. Höppel, et al.: An overview: Fatigue behaviour of ultrafine-grained metals and alloys. *International Journal of Fatigue* **28** (2006) 9, S. 1001-1010.
- [160] A. Böhner, et al.: Influence of the ECAP Processing Parameters on the Cyclic Deformation Behavior on Ultrafine-Grained Cubic Face Centered Metals. *Advanced Engineering Materials* **14** (2012) 10, S. 842-847.

- [161] V. Patlan, et al.: Overview of fatigue properties of fine grain 5056 Al-Mg alloy processed by equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A* **300** (2001) 1–2, S. 171-182.
- [162] H.W. Höppel, et al.: Cyclic Deformation Behaviour and Possibilities for Enhancing the Fatigue Properties of Ultrafine-Grained Metals, in (2002), S. NANOSPD2
- [163] T. Niendorf, Ermüdungseigenschaften ultrafeinkörniger kubisch raumzentrierter Werkstoffe - Einfluss der Mikrostruktur, Fakultät für Maschinenbau, Universität Paderborn, 2010
- [164] T. Niendorf, et al.: On the Cyclic Stability and Fatigue Performance of Ultrafine-Grained Interstitial-Free Steel und Mean Stress. *Key Engineering Materials* **378-379** (2008), S. 39-52.
- [165] T. Niendorf, et al.: On the fatigue behavior of ultrafine-grained interstitial-free steel. *Int. J. Mat. Res.* **97** (2006) 10, S. 1328-1336.
- [166] A.S. Hamada: Deformation and Damage Mechanisms in Ultrafine-Grained Austenitic Stainless Steel During Cyclic Straining. *Metallurgical And Materials Transactions A* **44A** (2013) 1626-1630, S.
- [167] K.-T. Park, et al.: Thermal stability and mechanical properties of ultrafine grained low carbon steel. *Materials Science and Engineering: A* **293** (2000) 1–2, S. 165-172.
- [168] T. Sawai, S. Matsuoka, K. Tsuzaki: Low- and High-cycle Fatigue Properties of Ultrafine-grained Low Carbon Steels. *Tetsu-to-Hagane* **89** (2003) 6, S.
- [169] M.D. Chapetti, et al.: Fatigue strength of ultra-fine grained steels. *Materials Science and Engineering A* **381** (2004), S. 331-336.
- [170] Y. Cao, et al.: A visualization of shear strain in processing by high-pressure torsion. *Journal of Materials Science* **45** (2010) 3, S. 765-770.
- [171] J.C. Pang, et al.: Tensile and fatigue properties of ultrafine-grained low-carbon steel processed by equal channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A* **553** (2012) 0, S. 157-163.
- [172] M. Kuntz, et al.: Ultrafine-grained Steels for high loaded Engine Components, in *Future trends in steel development, processing technologies and applications* (2011), S. 487-494, International Conference on Steels in Cars and Trucks
- [173] S. Torizuka, et al.: Effect of Tensile Strength and Microstructure on Notch-fatigue Properties of Ultrafine-grained Steels. *ISIJ International* **52** (2012) 5, S. 910-914.
- [174] Y. Furuya, et al.: Fatigue Strength of Ultrafine Ferrite-Cementite Steels and Effects of Strengthening Mechanisms. *Metallurgical and Materials Transactions A* **38 A** (2007), S. 2984-2991.
- [175] Y. Furuya, et al.: Effects of carbon and phosphorus addition on the fatigue properties of ultrafine-grained steels. *Scripta Materialia* **52** (2005), S. 1163-1167.
- [176] F. Wetscher, et al.: High Pressure Torsion of Rail Steels. *Materials Science Forum* **503/504** (2006), S. 455-460.
- [177] O. Renk, A. Hohenwarter, R. Pippan: Cyclic Deformation Behavior of a 316L Austenitic Stainless Steel Processed by High Pressure Torsion. *Advanced Engineering Materials* **14** (2012) 11, S. 948-954.
- [178] T. Leitner: Fatigue crack growth investigations on ultrafine-grained metals produced by high pressure torsion, 2014: International Fatigue Congress.
- [179] K. Hockauf, et al.: Fatigue crack propagation in an ECAP-processed aluminium alloy – influence of shear plane orientation
Einfluss der Lage der Scherebene auf das Rissfortschrittsverhalten einer ECAP-umgeformten Aluminiumlegierung. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* **43** (2012) 7, S. 609-616.

- [180] K. Hockauf, Ermüdungs- und Rissfortschrittsverhalten ausscheidungshärtbarer ultrafeinkörniger Aluminiumlegierungen, Dissertation, Fakultät für Maschinenbau, TU Chemnitz, 2011
- [181] A. Vinogradov, et al.: Fatigue properties of 5056 Al-Mg alloy produced by equal-channel angular pressing. *Nanostructured Materials* **11** (1999) 7, S. 925-934.
- [182] A. Vinogradov: Fatigue limit and crack growth in ultra-fine grain metals produced by severe plastic deformation. *Journal of Materials Science* **42** (2007) 5, S. 1797-1808.
- [183] H.-K. Kim, et al.: Fatigue Crack Growth Behavior in Ultrafine Grained Low Carbon Steel. *KSME International Journal* **16** (2002) 10, S. 1246-1252.
- [184] T. Niendorf, et al.: On the fatigue crack growth–microstructure relationship in ultrafine-grained interstitial-free steel. *Journal of Materials Science* **45** (2010) 17, S. 4813-4821.
- [185] A.L. Greer, Y.Q. Cheng, E. Ma: Shear bands in metallic glasses. *Materials Science and Engineering: R: Reports* **74** (2013) 4, S. 71-132.
- [186] C.A. Schuh, T.C. Hufnagel, U. Ramamurty: Mechanical behavior of amorphous alloys. *Acta Materialia* **55** (2007) 12, S. 4067-4109.
- [187] L. Anand, W.A. Spitzig: Initiation of localized shear bands in plane strain. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* **28** (1980) 2, S. 113-128.
- [188] V. Tvergaard, A. Needleman, K.K. Lo: Flow localization in the plane strain tensile test. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* **29** (1981) 2, S. 115-142.
- [189] D. Dorner, Y. Adachi, K. Tsuzaki: Periodic crystal lattice rotation in microband groups in a bcc metal. *Scripta Materialia* **57** (2007) 8, S. 775-778.
- [190] N. Jia, et al.: Orientation dependence of shear banding in face-centered-cubic single crystals. *Acta Materialia* **60** (2012) 8, S. 3415-3434.
- [191] A.P. Zhilyaev, et al.: Microtexture and microstructure evolution during processing of pure aluminum by repetitive ECAP. *Materials Science and Engineering: A* **429** (2006) 1–2, S. 137-148.
- [192] H. Miyamoto, et al.: Reversible nature of shear bands in copper single crystals subjected to iterative shear of ECAP in forward and reverse directions. *Materials Science and Engineering: A* **528** (2011) 6, S. 2602-2609.
- [193] K. Oh-ishi, A.P. Zhilyaev, T.R. McNelley: Effect of strain path on evolution of deformation bands during ECAP of pure aluminum. *Materials Science and Engineering A* **410-411** (2005), S. 183-187.
- [194] Y.Z. Tian, et al.: Shear banding observations in Cu–16 wt.% Ag alloy subjected to one-pass equal channel angular pressing. *Scripta Materialia* **62** (2010), S. 183-186.
- [195] S.D. Wu, et al.: The formation of PSB-like shear bands in cyclically deformed ultrafine grained copper processed by ECAP. *Scripta Materialia* **48** (2003), S. 1605-1609.
- [196] Y. Ivanisenko, et al.: Deformation mechanisms in nanocrystalline palladium at large strains. *Acta Materialia* **57** (2009) 27, S. 3391-3401.
- [197] Q. Wei, et al.: Evolution and microstructure of shear bands in nanostructured Fe. *APPLIED PHYSICS LETTERS* **81** (2002) 12, S.
- [198] Y. Ivanisenko, et al.: Observation of shear band formation in nanocrystalline Pd–Au alloy during in situ SEM compression testing. *Journal of Materials Science* **48** (2013) 19, S. 6841-6847.
- [199] C.N. Elias, et al.: Ultrafine grained titanium for biomedical applications: An overview of performance. *Journal of Materials Research and Technology* **2** (2013) 4, S. 340-350.

- [200] M. GREGER, L. KANDER, M. CERNÝ: MECHANICAL BEHAVIOUR AND MICROSTRUCTURE EVOLUTION OF SEVERELY DEFORMED TITANIUM in NANOCON 2009 (2009), S. 1-7, NANOCON 2009
- [201] C.N. Elias, et al.: Biomedical applications of titanium and its alloys. *JOM* **60** (2008) 3, S. 46-49.
- [202] A. Fernandes. *Ultra Fine Grain Titanium Dental Implants, Initial Clinical Observations*. Dailier News 2013; Available from: <http://www.oralhealthgroup.com/news/ultra-fine-grain-titanium-dental-implants-initial-clinical-observations/1002704341/?&er=NA>.
- [203] C. Ruffing, Y. Ivanisenko, E. Kerscher: Stress Calculation for 4-Point-Bending-Tests of Micro-Specimens Using the Finite Element Method, in Fortschritte in der Werkstoffprüfung für Forschung und Praxis (2013), S. 279-284, Werkstoffprüfung 2013
- [204] M. Hück: Ein verbessertes Verfahren für die Auswertung von Treppenstufenversuchen. *Z. Werkstofftech.* **14** (1983), S. 406-417.
- [205] D.I.f. Normung: Metallische Werkstoffe - Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter Teil 1: Prüfverfahren (ISO/DIS 14577-1:2012); Deutsche Fassung prEN ISO 14577-1:2012 DIN EN ISO 14577 (2012)
- [206] P. Grad, Rissinitiierung und Rissausbreitung im VHCF-Bereich des hochfesten Stahls 100Cr6, Dissertation, Fachbereich Maschinenbau und Verfahrenstechnik, Technische Universität Kaiserslautern, 2013
- [207] E. Kerscher, K.-H. Lang: Influence of thermal and thermomechanical treatments on the fatigue limit of a bainitic high-strength bearing steel. *Procedia Engineering* **2** (2010) 1, S. 1731-1739.
- [208] A. Lünenbürger, Zum Unwandlungs- und Verformungsverhalten bainitisch-austenitischer Siliziumstähle, Fakultät für Maschinenbau (MACH) Institut für Werkstoffkunde I (IWK I) Universität Karlsruhe, 1991
- [209] T. Sakai, Y. Sato, N. Oguma: Characteristic S-N properties of high-carbon-chromium-bearing steel under axial loading in long-life fatigue. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* **25** (2002) 8-9, S. 765-773.
- [210] P. Grad, et al.: Mechanism of fatigue crack initiation and propagation in the very high cycle fatigue regime of high-strength steels. *Scripta Materialia* **67** (2013), S. 838-841.
- [211] K. Shiozawa, L. Lu, S. Ishihara: S-N curve characteristics and subsurface crack initiation behaviour in ultra-long life fatigue of a high carbon-chromium bearing steel. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* **24** (2001) 12, S. 781-790.
- [212] Y. Murakami, N.N. Yokoyama, J. Nagata: Mechanism of fatigue failure in ultralong life regime. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* **25** (2002) 8-9, S. 735-746.
- [213] E. Kerscher, K.-H. Lang, D. Löhe: Boundaries for increasing the fatigue limit of the bearing steel SAE 52100 by thermomechanical treatments. *Procedia Engineering* **10** (2011), S. 1985-1990.
- [214] D.L. DuQuesnay, T.H. Topper, M.T. Yu, The Effect of Notch Radius on the Fatigue Notch Factor and the Propagation of Short Cracks, in *The Behavior of Short Fatigue Cracks*, K.J. Miller, E.R.d.l. Rios, Editors. 1986, Mechanical Engineering Publications: London. p. 323-335.

Betreute studentische Arbeiten

I. Müller

Ultrafeinkörnige Metalle – Eigenschaften und Aspekte basierend auf der Mikrostruktur, Projektarbeit, Kaiserslautern, 2012

K. Schlick

Finite Elemente Simulation einer Biegebeanspruchung, Studienarbeit, Kaiserslautern, 2012

M. Schmitt

High Pressure Torsion durch zyklische plastische Verformung, Diplomarbeit, Kaiserslautern, 2012

I. Müller

Zyklische Prüfung von ultrafeinkörnigen Metallen, Diplomarbeit, Kaiserslautern, 2013

T. Thielen

Charakterisierung ultrafeinkörniger Stähle verschiedener Karbidmorphologien – Korrelation von Härte und Mikrostruktur mittels Nanoindentation, Bachelorarbeit, Kaiserslautern, 2013

F. Mischo

Ermittlung und Vergleich von Bruchzähigkeiten an Kleinstproben durch die Zusammenführung von FEM-Simulation und analytischen Methoden im 4-Punkt-Biegeversuch, Studienarbeit, Kaiserslautern, 2014

Vorträge

C. Ruffing (V), Yu. Ivanisenko, E. Courtois-Manara, C. Kübel, E. Kerscher
Fatigue Properties and Cyclic Stability of Ultrafine Grained Medium Carbon Steels
FEMS Euromat, Sevilla, Spanien, 8. - 13. September (2013)

C. Ruffing (V), E. Kerscher
Verformung und Bruch des durch HPT umgeformten Stahles C45
AK Verformung und Bruch, Berlin, 10. - 11. Oktober (2013)

C. Ruffing (V), Yu. Ivanisenko, E. Kerscher
Spannungsberechnung bei 4-Punkt-Biegung von Mikroproben mittels der Finiten-
Elemente-Methode
Tagung Werkstoffprüfung, Neu-Ulm, 27. - 29. November (2013)

C. Ruffing (V), Yu. Ivanisenko, E. Kerscher
Fatigue Properties and Cyclic Stability of Ultrafine Grained Medium Carbon Steels
Fatigue 2014, Melbourne, Australien, 3. - 8. März (2014)

C. Ruffing (V), Yu. Ivanisenko, E. Kerscher
Fatigue Behavior of Ultrafine Grained Medium Carbon Steel Processed by Severe Plastic
Deformation
NanoSPD6, Metz, Frankreich, 30. Juni - 4. Juli (2014)

Veröffentlichungen

P. Gargarella, S. Pauly, K.K. Song, J. Hub, N.S. Barekar, M. Samadi Khoshkhoo, A. Teresiak, H. Wendrock, U. Kuhn, C. Ruffing, E. Kerscher, J. Eckert

Ti–Cu–Ni shape memory bulk metallic glass composites, *Acta Materialia* **61** (2012)

S. 151-162

C. Ruffing, Yu. Ivanisenko, E. Kerscher

Spannungsberechnung bei 4-Punkt-Biegung von Mikroproben mittels der Finiten-Elemente-Methode, in *Fortschritte in der Werkstoffprüfung für Forschung und Praxis*, H.-J. Christ, Editor: Verlag Stahleisen, Düsseldorf. (2013) S. 279-284.

C. Ruffing, P. Grad, M. Klassen, R. Müller, E. Kerscher

Experimental and numerical investigation of the microstructural influence on the deformation behavior of notched cp-titanium specimens. *International Journal of Materials Research* **104** (2013) S. 535-541

C. Ruffing, E. Kerscher

Fatigue behavior of ultrafine grained medium carbon steel with different carbide morphologies processed by high pressure torsion, *Fatigue 2014, Advanced Materials Research* **891-892** (2014), S. 428-433

C. Ruffing, Yu. Ivanisenko, E. Kerscher

Fatigue Behavior of Ultrafine Grained Medium Carbon Steel Processed by Severe Plastic Deformation, *IOP Conf. Ser.: Materials Science and Engineering* **63** (2014).

Lebenslauf

Christoph Sven Ruffing

Schulbildung:

1992 – 1996	Grundschule Niederbexbach
1996 – 2005	Christian von Mannlich Gymnasium, Homburg
2005	Abschluss: Abitur

Studium:

2005 – 2011	Maschinenbau und Verfahrenstechnik, TU Kaiserslautern
2011	Abschluss: Diplom

Berufliche Tätigkeiten:

2005-2011	Praktika bei Ina Schaeffler Homburg, John Deere Mannheim, Keiper/Recaro Kaiserslautern
2007-2009/2010-2011	Wissenschaftliche Hilfskraft, Lehrstuhl für Technische Mechanik, TU Kaiserslautern
2011	Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Werkstoffkunde (WKK) der TU Kaiserslautern
2011-2014	Wissenschaftlicher Mitarbeiter in der Arbeitsgruppe Werkstoffprüfung (AWP) der TU Kaiserslautern
2014-heute	Versuchingenieur bei der Verope Service Center GmbH, Contwig