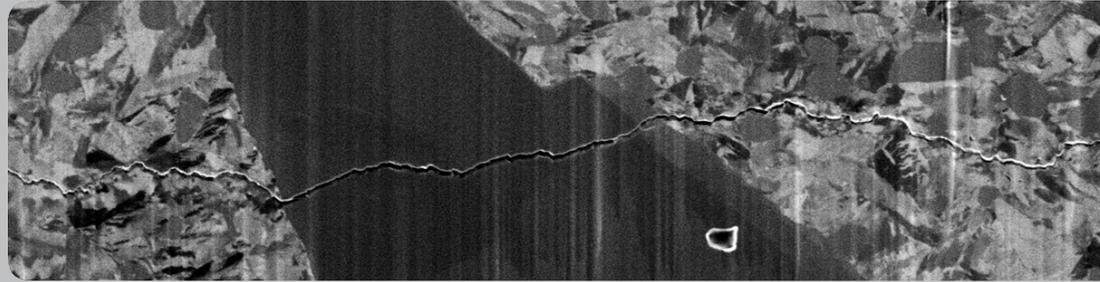


M. Sc. Daniel Spriestersbach



**VHCF-Verhalten des hochfesten Stahls 100CR6:
Rissinitiierungsmechanismen und Schwellenwerte**

Dissertation 2019

VHCF-VERHALTEN DES HOCHFESTEN STAHLS 100Cr6: RISSINITIIERUNGSMECHANISMEN UND SCHWELLENWERTE

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

Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)

genehmigte

Dissertation

vorgelegt von

M.Sc. Daniel Spriestersbach

aus Koblenz

Dekan	Prof. Dr.-Ing. T. Beck
Vorsitzender der Prüfungskommission:	Prof. Dr.-Ing. J. Seewig
1. Berichterstatter:	Prof. Dr.-Ing. E. Kerscher
2. Berichterstatter:	Prof. Dr.-Ing. T. Beck
Tag der mündlichen Prüfung:	28.10.2019

Kaiserslautern 2019

D386

Kurzfassung

Das Ermüdungsverhalten hochfester Stähle wird durch nichtmetallische Einschlüsse im Werkstoff bestimmt, die unter zyklischer Beanspruchung zu Rissinitiierung führen. Bisher noch nicht vollständig verstandene Ermüdungsvorgänge führen auch noch bei sehr hohen Lastspielzahlen über 10^7 Zyklen zu Versagen (Very high cycle fatigue - VHCF) und somit zum Verlust der „klassischen“ Dauerfestigkeit. Im Rahmen dieser Arbeit wurden zur Klärung dieses Phänomens Ermüdungsversuche mit dem hochfesten Stahl 100Cr6 durchgeführt und die VHCF-Rissinitiierung untersucht. Zusätzlich zum natürlichen Versagen durch Einschlüsse wurde die VHCF-Rissinitiierung unter definierten Bedingungen mit künstlichen Defekten nachgestellt und untersucht. Um einen Einblick in die VHCF-Ermüdungsvorgänge zu erhalten, wurde die lokale Mikrostruktur im Bereich der Rissinitiierung mittels REM, FIB, TEM und APT analysiert. Auf Basis der beobachteten Veränderungen der lokalen Mikrostruktur um Defekte und der damit einhergehenden frühen Rissausbreitung im VHCF-Bereich kann der zugrundeliegende Mechanismus, der schlussendlich für die VHCF-Schädigung verantwortlich ist, aufgeklärt werden. Durch bruchmechanische Bewertung der rissinitiierenden Defekte aus Einstufen- und VHCF-Laststeigerungsversuchen konnten zudem Schwellenwerte des Spannungsintensitätsfaktors für VHCF-Versagen in hochfesten Stählen abgeleitet werden, die die Grenzen der VHCF-Schädigung bis zu 10^9 Zyklen festlegen.

Abstract

The fatigue behavior of high-strength steels is determined by non-metallic inclusions, which lead to crack initiation under cyclic loading conditions. Still not fully understood fatigue processes trigger failure at very high numbers of load cycles above 10^7 (Very high cycle fatigue - VHCF) and are responsible for the loss of the “classical” fatigue limit. In the scope of this work fatigue test with the high-strength steel 100Cr6 were executed and the VHCF crack initiation was investigated to clear this phenomenon. Besides the natural failure at inclusions VHCF crack initiation was reproduced with artificial defects under predefined conditions. In order to gain insights into fatigue mechanisms microstructure analyses at the crack initiation site were performed with SEM, FIB, TEM and APT. Based on the observed changes of the local microstructure at defects and the connected early crack propagation in the VHCF-regime the underlying detrimental VHCF crack initiation mechanisms can be cleared. Additionally fracture mechanical evaluations of the crack initiating defects, observed in one-step and VHCF load increase tests, enabled the estimation of a threshold value of the stress intensity factor for VHCF failure in high-strength steels. Below this value no VHCF-damage could be observed up to a fatigue life of 10^9 cycles.

Vorwort des Verfassers

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter in der Arbeitsgruppe Werkstoffprüfung der Technischen Universität Kaiserslautern. Ich möchte mich hiermit bei allen, die zum Gelingen der Arbeit beigetragen haben, herzlich bedanken.

Zuallererst möchte ich meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr.-Ing. Eberhard Kerscher für die Möglichkeit danken, dieses Projekt zu bearbeiten und diese Dissertation erstellen zu können. Bedanken möchte ich mich auch für das mir entgegengebrachte Vertrauen, die Freiheiten bei der Bearbeitung und die fachliche Unterstützung, die wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Tillmann Beck danke ich für die bereitwillige Übernahme des Koreferates und Herrn Prof. Dr.-Ing. Jörg Seewig für die freundliche Übernahme des Prüfungsvorsitzes.

Ein besonderer Dank gilt auch Dr.-Ing. Patrick Grad, der mit seiner hervorragenden Dissertation den Grundstein für diese weiterführende Arbeit im Rahmen des Schwerpunktprogramms 1466 der DFG gelegt hat und mich beim Einstieg in dieses Forschungsprojekt unterstützt hat.

Ein weiterer Dank gilt Herrn Prof. Dr. rer. nat. Michael Kopnarski, Herrn Dr. rer. nat. Alexander Brodyanski und Herrn Dr. rer. nat. Jörg Lösch des Instituts für Oberflächen- und Schichtanalytik sowie Herrn Dr. Thomas Löber des Nano Structuring Centers für ihre Unterstützung bei der Mikro- und Nanobereichsanalytik und die wertvolle fachliche Diskussion.

Frau Dr. Lucia Morales-Rivas der Arbeitsgruppe Werkstoffprüfung und Frau Dr. Farangis Ram der Carnegie Mellon University danke ich für ihre Hilfe bei der Durchführung der EBSD Analyse.

Ich möchte mich auch bei allen Kollegen der Arbeitsgruppe Werkstoffprüfung für die wunderbare Zusammenarbeit, die anregenden fachliche Diskussionen und die schöne gemeinsame Zeit bedanken. Besonders möchte ich mich hierbei bei meinen Büropartner Herrn Dipl.-Ing. Daniel Grell bedanken.

Weiterhin möchte ich mich bei allen Studien- und Diplomarbeitern sowie den studentischen Hilfskräften bedanken, die mit ihrer Unterstützung zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Der größte Dank gebührt jedoch meinen Eltern, die mich stets unterstützt haben und mir immer zur Seite stehen.

Summary

The fatigue behavior of high strength steels strongly depends on intrinsic defects like non-metallic inclusions. For high stress amplitudes the crack initiation takes place at the surface and failure occurs at low numbers of cycles $< 10^5$. With decreasing stress amplitudes the crack initiation site changes to subsurface inclusions and the fatigue life increases. However no fatigue limit can be observed and fatigue failure occurs even for very high numbers of cycles up to 10^9 cycles. In case of VHCF-failure a characteristic fine granular area (FGA) is observed in the vicinity of the crack initiating inclusion, which seems to be the reason for late crack initiation. Thus, the underlying formation mechanism is responsible for crack initiation at very high numbers of cycles and for the absence of a fatigue limit in high strength steels.

Within this work the VHCF fatigue behavior was systematically analyzed in detail, in order to clear the related crack initiation mechanism. Only a complete understanding of the fatigue processes enables to derive suited countermeasures to improve fatigue resistance in the VHCF-regime. A crucial goal in this context was to investigate VHCF-crack prior to failure for the first time, because only the observation of fracture surfaces has not led to a full understanding of the phenomenon or a breakthrough in the last years of research. Solely the analysis of the early stages of fatigue failure promises new findings that could help to understand VHCF-failure. Another focus was to define the thresholds of the detrimental VHCF mechanisms, which will help to guarantee safe fatigue design also in the VHCF-regime.

Therefore ultrasonic fatigue tests were performed with the high-strength steel 100Cr6 in a martensitic and a bainitic state at a stress ratio of $R = -1$. Additionally new methods were used, to gain deeper insight into VHCF failure of high-strength steels. In order to reproduce VHCF failure under predefined and in situ observable conditions tests with artificial surface defects were executed in vacuum. Crack initiation occurred always either at nonmetallic inclusions or artificial defects, if they were induced. Fatigue tests with artificial defects performed in vacuum show fatigue failure at very high numbers of cycles up to 10^9 cycles, just like subsurface inclusions. The fracture surfaces at inner inclusions as well as artificial defects tested in vacuum showed comparable morphologies with the characteristic rough FGA-region followed by very smooth fish-eye crack propagation. Fracture mechanical analyses confirm a good reproducibility of the fatigue results with failure at subsurface non-metallic inclusions by the test with artificial defects in vacuum. In both cases VHCF-failure with FGA formation occurs if the threshold stress intensity factor for propagation of long cracks K_{th} is undercut at the inclusion or defect. The stress intensity factors at the edge of the FGAs are approximately in the size of this threshold value and thus the end of FGA formation represents the initiation of a propagable long crack. But one can see that laser induced artificial defects tend to fail at slightly increased stress intensity factors and show an increase of the threshold value. This could most likely be attributed to influence of the laser processing.

In order to derive additional threshold stress intensity factors for VHCF crack initiation specimen that reached the ultimate number of cycles of 10^9 were tested again with increased load until failure occurred. Combining several of these tests enables to estimate a threshold value of the stress intensity factor for VHCF failure up to 10^9 cycles which depends on the size of the crack initiating defect. The inclusion types seem to play a subordinate role. The inclusion type mainly appears to influence the numbers of cycles to failure at a given stress intensity factor. But also in this case an influence of the inclusion size cannot be excluded at the moment. The fatigue results with FIB defect are in good agreement with the VHCF threshold derived for failure at non-metallic inclusions.

In depth analyses of the fracture surfaces with TEM prove that the microstructure in the characteristic fracture surface regions is comparable for inclusions and artificial defects. In both cases significant reduction of the local grain size can be observed inside the FGA, which only occurs in this region. Due to the fact that fracture mechanical as well as microstructural analyses show good agreement of the fatigue results the same mechanism should be working and a systematic reproduction of VHCF failure with artificial defect in vacuum is possible and valid. Thus, all hereby gained new findings are transferable on failure at subsurface inclusions. This provides the new possibility to predefine the place of crack initiation and helped to analyze fatigue damage mechanisms prior to failure for the first time within this work. Additionally serial grinding procedure at failed specimen was used to detect and examine non-detrimental inclusions and inclusions with incipient cracks. By this method not only VHCF cracks could be observed which were still forming but also non-detrimental inclusions could be used to confirm the threshold value for VHCF failure with FGA formation.

VHCF cracks in high-strength steels do not confirm to the established definitions for short cracks. An EBSD-analysis of an incipient VHCF crack raises additional doubts that the crack propagates single shear controlled as short crack in the early stages and that the grain refinement is just a side effect, as stated by some researchers. The results lead to the assumption that grain refinement might significantly affect crack initiation and propagation and thus another mechanism should be responsible. Analyses of the FGA microstructure at fracture surfaces and cracks enabled to draw conclusions on the formation mechanism of the FGA and the connected crack initiation. The grain refinement is only observed locally in a region along the FGA crack up to a depth of a few hundred nanometers. It shows, that the size of the regions with grain refinement correlates reasonably well with local plastic zone estimations based on the models by Tresca and Von Mises. Thus, the grain refinement is most likely a result of local plasticity inside the plastic zone at the defect or at the crack tip. In addition an incipient crack could be observed by serial grinding which showed signs of grain refinement in front of the crack tip to support this theory. Hence, the grain refinement inside the FGA seems to occur before the crack propagation inside the FGA and plays a crucial role on crack initiation. Selected area diffraction measurements of multiple FGAs show a possible increase of grain size with increasing FGA crack length. Based on the results of the microstructural

investigations the crack initiation mechanism postulated by Grad is further developed. It can be summarized that VHCF crack initiation is the result of a local decrease of the threshold for crack propagation caused by plasticity induced grain refinement.

Atom probe analyses reveal furthermore unique changes in the local distribution of alloying elements inside the FGA, which could neither be observed in the initial state nor along fish-eye cracks. These changes are probably even caused by severe long lasting plastic deformation. Impurity atoms preferentially accumulate in the distorted lattice around dislocations and could be further enriched in dislocation rich regions formed by dislocation rearrangement during the fatigue process. This could cause local softening and thereby additional enhanced plasticity which promotes FGA formation. But a clear influence could not be verified until now.

But nevertheless VHCF fatigue failure and the connected damage mechanisms with all its observed features can be fully explained by a plasticity based approach within this work. Additionally the threshold values of the stress intensity factors for the occurrence of VHCF up to 10^9 cycles could be determined.

I. INHALTSVERZEICHNIS

II. Formelzeichen und Abkürzungen	III
1. Einleitung.....	1
1.1. Problemstellung.....	1
1.2. Zielsetzung.....	2
1.3. Gliederung der Arbeit.....	2
2. Ermüdung hochfester Stähle	3
2.1. Bruchmechanische Bewertung des Ermüdungsverhaltens.....	7
2.2. Rissinitiierung an nichtmetallischen Einschlüssen.....	8
2.3. Rissinitiierung im VHCF-Bereich.....	14
2.3.1. Mechanismen.....	16
2.4. Rissausbreitung im VHCF-Bereich.....	23
2.4.1. Plastische Zone an der Rissspitze	27
2.5. Schwellenwerte für die Rissinitiierung im VHCF-Bereich.....	30
3. Werkstoff und Probengeometrie.....	36
3.1. Werkstoff.....	36
3.2. Probengeometrie und -fertigung.....	37
3.2.1. Künstliche Defekte.....	38
3.3. Wärmebehandlung und Mikrostruktur.....	39
3.3.1. Martensit	39
3.3.2. Bainit.....	40
3.4. Mechanische Eigenschaften.....	40
4. Versuchstechnik.....	42
4.1. Ultraschallresonanzprüfstand.....	42
4.1.1. Erweiterung für Versuche im Vakuum	44
4.2. Servohydraulische Prüfmaschine	46
4.2.1. Erweiterung für Versuche im Vakuum	46
4.3. Versuchsführung.....	47
4.4. Härtemessung.....	47
4.5. Mikroskopische Untersuchungsmethoden	47
4.5.1. Lichtmikroskop.....	47
4.5.2. Rasterelektronenmikroskop.....	47
4.5.3. Zweistrahlmikroskop mit Ionen- und Elektronenstrahl.....	48
4.5.4. Transmissionselektronenmikroskop	49
4.5.5. Elektronenrückstreubeugung (EBSD)	49

4.5.6.	Atomsondentomographie	50
4.6.	Numerische Methoden.....	52
4.7.	Einschlussanalyse durch Serienschliffe.....	53
5.	Ergebnisse und Diskussion.....	54
5.1.	Ermüdungsergebnisse	54
5.1.1.	Wöhlerversuche.....	54
5.1.2.	Wöhlerversuche mit künstlichen Defekten.....	55
5.2.	Analyse der Rissinitiierungsorte	57
5.2.1.	Versagen an nichtmetallischen Einschlüssen	57
5.2.2.	Versagen an künstlichen Defekten	61
5.2.3.	Einschlussarten und -größenverteilungen.....	65
5.2.4.	Einschlussanalyse durch Serienschliffe.....	65
5.2.5.	Diskussion	66
5.3.	Bruchmechanische Bewertung des Ermüdungsverhalten	69
5.3.1.	Einschlussversagen	69
5.3.2.	Künstliche Defekte.....	71
5.3.3.	Schwellenwerte für Rissinitiierung.....	73
5.3.4.	Serienschliffe.....	75
5.3.5.	Diskussion	76
5.4.	Analyse der Mikrostruktur im Bereich der Rissinitiierung	80
5.4.1.	Einschlussversagen	80
5.4.2.	Versagen an künstlichen Defekten	85
5.4.3.	Abmessungen der FGA	93
5.4.4.	Diskussion	94
5.5.	Rückstreuelektronenbeugung im feinkörnigen Bereich.....	102
5.5.1.	Diskussion	110
5.6.	Atomsondentomographie im Bereich der Rissinitiierung	110
5.6.1.	Grundzustand vor der Ermüdung.....	111
5.6.2.	Fish-eye Bruchfläche.....	114
5.6.3.	FGA-Bruchfläche um Einschlüsse	114
5.6.4.	FGA-Bruchflächen an künstlichen Defekten.....	117
5.6.5.	Diskussion	118
6.	Rissinitiierungsmechanismus im VHCF-Bereich.....	121
7.	Zusammenfassung	127
8.	Literatur	131

II. Formelzeichen und Abkürzungen

<i>a</i>	<i>m</i>	Risslänge
<i>a</i>₀	<i>m</i>	Anfangsrisslänge bzw. Eigenrisslänge nach Haddad
<i>a</i>₀	<i>m</i>	El Haddad Parameter
<i>a</i>_E	<i>m</i>	Risslänge Einschluss
<i>a</i>_{FGA}	<i>m</i>	Risslänge FGA
<i>a</i>_k	<i>m</i>	kritische Risslänge
Δa	<i>m</i>	Rissfortschritt
<i>A</i>_{6,5}	–	Bruchdehnung
<i>A</i>_E	μm^2	projizierte Fläche eines Einschlusses
<i>A</i>_{HS}	μm^2	Fläche einer Hinterschneidung
<i>area</i>	μm^2	projizierte Fläche eines Einschlusses
<i>area</i>_{FGA}	μm^2	Fläche der FGA
$\sqrt{\textit{area}}$	μm	Rissgröße nach Murakami
<i>b</i>	<i>m</i>	Betrag des Burgersvektors
<i>C</i>	–	lageabhängiger Geometriefaktor des Spannungsintensitätsfaktors (Murakami)
<i>c</i>(<i>X</i>)	%	Konzentration des Stoffes X
<i>c</i>_{Analyse}(<i>X</i>)	%	Konzentration des Stoffes X nach Materialanalyse
<i>c</i>_{m,APT}(<i>X</i>)	%	mittlere Konzentration des Stoffes X der APT-Messung
<i>C</i>_P	–	Proportionalitätsfaktor im Rissfortschrittsgesetz (Paris)
<i>d</i>	<i>mm</i>	Durchmesser der Probenmessstrecke
<i>da/dN</i>	<i>m/LS</i>	Rissausbreitungsgeschwindigkeit
<i>d</i>_E	μm	äquivalenter Einschlussdurchmesser
<i>d</i>_{FGA}	μm	Durchmesser der FGA
<i>d</i>_K	μm	mittlerer Korndurchmesser
<i>d</i>_{Lamelle}	<i>nm</i>	Dicke der TEM-Lamelle
<i>d</i>_{Zelle}	<i>nm</i>	Durchmesser der Versetzungszelle
<i>E</i>	<i>MPa</i>	Elastizitätsmodul
<i>f</i>	m^{-2}	Koeffizient der Häufigkeitsverteilung
<i>f</i>	<i>Hz</i>	Frequenz
<i>f</i>_{min}	<i>Hz</i>	minimale Frequenz
<i>F</i>	<i>N</i>	Kraft
<i>G</i>	<i>MPa</i>	Schubmodul
<i>HV</i>	–	Härte nach Vickers
<i>K0</i>	$\mu\text{m}^2/10^3\text{mm}^2$	Flächenanteil nichtmetallischer Einschlüsse der Klasse 0
<i>K2</i>	$\mu\text{m}^2/10^3\text{mm}^2$	Flächenanteil nichtmetallischer Einschlüsse der Klasse 2
<i>K</i>_C	<i>MPa</i> · $\sqrt{\textit{m}}$	Bruchzähigkeit
<i>K</i>	<i>MPa</i> · $\sqrt{\textit{m}}$	Spannungsintensitätsfaktor

K_{max}	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Spannungsintensitätsfaktor bei maximaler Beanspruchung
$K_{I,max}$	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Mode I Spannungsintensitätsfaktor bei maximaler Beanspruchung
K_{max}	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Spannungsintensitätsfaktor bei maximaler Beanspruchung
$K_{max,E}$	$MPa \cdot \sqrt{m}$	maximaler Spannungsintensitätsfaktor am Einschluss
$K_{max,FGA}$	$MPa \cdot \sqrt{m}$	maximaler Spannungsintensitätsfaktor der FGA
K_{min}	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Spannungsintensitätsfaktor bei minimaler Beanspruchung
K_{ODA}	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Spannungsintensitätsfaktor der ODA nach Murakami
K_{op}	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Rissöffnungsspannungsintensitätsfaktor
K_{th}	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Schwellenwert des Spannungsintensitätsfaktors langer Risse
$K_{th,FGA}$	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Schwellenwert für Rissinitiierung durch FGA Bildung
$K_{th,kurz,Had}$	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Kurzrissschwellenwert nach Haddad
$K_{th,kurz,OF}$	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Kurzrissschwellenwert für Oberflächenrisse nach Murakami
$K_{th,kurz,V}$	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Kurzrissschwellenwert für Volumenrisse nach Murakami
$K_{th,kurz}$	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Kurzrissschwellenwert
$K_{th,Weertman}$	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Kurzrissschwellenwert
ΔK	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors
ΔK_I	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors (Mode I)
ΔK_C	$MPa \cdot \sqrt{m}$	kritische Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors
ΔK_{eff}	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Schwingbreite des effektiven Spannungsintensitätsfaktors
ΔK_{FGA}	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors der FGA
ΔK_{th}	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Schwellenwert langer Risse für ΔK
$\Delta K_{th,eff}$	$MPa \cdot \sqrt{m}$	effektiver Schwellenwert
$\Delta K_{th,lang}$	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Schwellenwert langer Risse für ΔK
$\Delta K_{th,op}$	$MPa \cdot \sqrt{m}$	Anteil des Rissschließens an ΔK_{th}
l	mm	Länge der Probenmessstrecke
m_p	–	Exponent im Rissfortschrittsgesetz (Paris)
N	–	Lastspielzahl
N_a	–	Anzahl der Lastspiele für Rissausbreitung
N_A	$1/mm^2$	kumulierte Häufigkeit an Einschlüssen im Schliff
N_B	–	Bruchlastspielzahl
N_{FGA}	–	Lastspiele der FGA Formation
$N_{fish-eye}$	–	Lastspiele des Risswachstums innerhalb des Fish-eyes
N_G	–	Grenzlastspielzahl
N_I	–	Lastspiele des Risswachstums von der Oberfläche
N_{in}	–	Anzahl der Lastspiele für Rissinitiierung
N_{hoch}	–	Lastspiele auf hohem Lastniveau bei Versuchen von Hu
N_{tief}	–	Lastspiele auf niedrigem Lastniveau bei Versuchen von Hu

ΔN	–	Änderung der Lastspielzahl
p	<i>mbar</i>	Druck
P	<i>W</i>	Leistung
P_{max}	<i>W</i>	maximale Leistung
r_E	μm	Einschlussradius
r_p	<i>m</i>	Radius der plastischen Zone an der Rissspitze
r_{pm}	<i>m</i>	Radius der monotonen plastischen Zone an der Rissspitze
r_{pz}	<i>m</i>	Radius der zyklischen plastischen Zone an der Rissspitze
r_{Probe}	μm	Probenradius
R	–	Spannungsverhältnis
RAG	%	Restaustenitgehalt
R_e	<i>MPa</i>	Streckgrenze
R_m	<i>MPa</i>	Zugfestigkeit
t	<i>ms</i>	Zeit
t_{an}	<i>min</i>	Anlassdauer
t_{aust}	<i>min</i>	Austenitisierungsdauer
T_{an}	$^{\circ}C$	Anlasstemperatur
T_{aust}	$^{\circ}C$	Austenitisierungstemperatur
Δt_{Impuls}	<i>s</i>	Dauer eines Ultraschallimpulses
Δt_{Pause}	<i>s</i>	Dauer der Pause zwischen zwei Ultraschallimpulses
ΔT	<i>K</i>	Temperaturänderung
ΔT_{max}	<i>K</i>	maximale Temperaturänderung
u	μm	Verschiebung
u_0	μm	ungedämpfte Verschiebung
u_{max}	μm	maximale Verschiebung
u_{Soll}	μm	Sollverschiebung
V	m^3	Volumen
x	μm	Laufvariable
Y	–	Geometriefaktor des Spannungsintensitätsfaktors
α_K	–	Kerbformzahl
δ	s^{-1}	Abklingkonstante
ε_t	%	Totaldehnung
λ	–	kumulierte Anzahl an Einschlüssen
λ	<i>m</i>	Wellenlänge
ν	–	Querkontraktionszahl
ρ	kg/m^3	Dichte
ρ	m/m^3	Versetzungsdichte
σ	<i>MPa</i>	Spannung

σ_0	<i>MPa</i>	Oberspannung bzw. maximale Zugspannung bei Murakami
σ_a	<i>MPa</i>	Spannungsamplitude
σ_D	<i>MPa</i>	Dauerfestigkeit
σ_{ES}	<i>MPa</i>	Eigenspannungen
σ_{hoch}	<i>MPa</i>	Spannung auf hohem Beanspruchungsniveau nach Hu
σ_{max}	<i>MPa</i>	Maximalwert bei schwingender Beanspruchung
σ_{tief}	<i>MPa</i>	Spannung auf niedrigem Beanspruchungsniveau nach Hu
σ_V	<i>MPa</i>	Vergleichsspannung
σ_W	<i>MPa</i>	Wechselfestigkeit
$\sigma_{W,10^7}$	<i>MPa</i>	Wechselfestigkeit bei $N_G = 10^7$
σ_y	<i>MPa</i>	Spannung entlang der Probenachse
$\Delta\sigma$	<i>MPa</i>	Schwingbreite der Beanspruchung
$\Delta\sigma_W$	<i>MPa</i>	Schwingbreite der Wechselfestigkeit
τ_{krit}	<i>MPa</i>	kritische Schubspannung
τ_{max}	<i>MPa</i>	maximale Schubspannung
θ	°	Winkel bei der Berechnung von r_p
φ	<i>MPa</i>	Vorfaktor zur Eigenspannungsberechnung
ω_0	s^{-1}	ungedämpfte Eigenkreisfrequenz

Abkürzungen

AIO	Aluminiumoxid Einschluss
AlCaO	Aluminiumcalciumoxidhaltige Einschlüsse
APT	Atomsondentomographie
At%	Atomprozent
B	Bainit
CaO	Calciumoxid Einschlüsse
DIN	Deutsche Industrienorm
DMS	Dehnungsmessstreifen
EBSD	Elektronenrückstreubeugung
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
EPBM	Elastischplastische Bruchmechanik
ESZ	Ebener Spannungszustand
EVZ	Ebener Verzerrungszustand
FEM	Finite Elemente Methode
FGA	Fine Granular Area
FIB	Focused Ion Beam
GBF	Granular Bright Facet
GKZ	Glühen auf kugelige Karbide
HCF	High Cycle Fatigue
IFOS	Institut für Oberflächen- und Schichtanalytik

<i>IPF</i>	Inverse Polfigur
<i>KF</i>	Konzentrationsflächen bei APT
<i>KRG</i>	Kohlenstoffreiche Grenzschicht
<i>KS</i>	Orientierungsbeziehung nach Kurdjumov/Sachs
<i>LCF</i>	Low Cycle Fatigue
<i>LEBM</i>	Linearelastische Bruchmechanik
<i>LIM</i>	Lichtmikroskop
<i>LS</i>	Lastspiele
<i>M</i>	Martensit
<i>Ma%</i>	Masseprozent
<i>MBM</i>	Mikrostrukturelle Bruchmechanik
<i>MgO</i>	Magnesiumoxid Einschlüsse
<i>NGV</i>	Nano Grained Volume
<i>NPC</i>	Numerous cyclic pressing
<i>NR</i>	Normalenrichtung
<i>NSC</i>	Nano Structuring Center
<i>ODA</i>	Optically Dark Area
<i>OF</i>	Oberfläche
<i>REM</i>	Rasterelektronenmikroskop
<i>RT</i>	Raumtemperatur
<i>SAD</i>	Feinbereichsbeugung
<i>SPD</i>	Severe Plastic Deformation
<i>TEM</i>	Transmissionselektronenmikroskop
<i>TiN</i>	Titannitrid Einschlüsse
<i>V</i>	Volumen
<i>VHCF</i>	Very High Cycle Fatigue
<i>WEC</i>	White etching Crack

Chemische Elemente

<i>Al</i>	Aluminium
<i>B</i>	Bor
<i>C</i>	Kohlenstoff
<i>Ca</i>	Calcium
<i>Cr</i>	Chrom
<i>Cu</i>	Kupfer
<i>Fe</i>	Eisen
<i>Ga</i>	Galium
<i>H</i>	Wasserstoff
<i>Mg</i>	Magnesium

<i>Mn</i>	Mangan
<i>Mo</i>	Molybdän
<i>N</i>	Stickstoff
<i>Nb</i>	Niob
<i>O</i>	Sauerstoff
<i>P</i>	Phosphor
<i>S</i>	Schwefel
<i>Si</i>	Silizium
<i>Ti</i>	Titan

1. Einleitung

1.1. Problemstellung

Hochfeste Stähle enthalten herstellungsbedingt Defekte in Form von nichtmetallischen Einschlüssen. Aufgrund der geringen Korngröße und hohen Kerbempfindlichkeit hochfester Stähle haben solche Werkstoffinhomogenitäten unter zyklischer Beanspruchung eine schädigende Wirkung und begünstigen Materialermüdung. Daher führen nichtmetallische Einschlüsse in hochfesten Stählen zu einer Verringerung der Ermüdungsfestigkeit und sind verantwortlich für Schäden über einen weiten Lebensdauerbereich. Vor allem bei langer Beanspruchung mit hohen Zyklenzahlen ($>> 10^6$) wird die Werkstoffschädigung auch noch bei niedrigen Beanspruchungen unterhalb der klassischen Dauerfestigkeit ohne von außen erkennbare Vorschädigung von Einschlüssen im Inneren des Werkstoffs ausgelöst. Viele Komponenten sind heutzutage hochzyklischer Ermüdung (VHCF) ausgesetzt. Die immer höher werdenden Ansprüche an die Bauteillebensdauer bei gleichzeitiger Forderung nach geringer Ausfallwahrscheinlichkeit hat in den letzten Jahren dazu geführt, dass die Schädigungsmechanismen bei sehr hoher Lebensdauer sehr intensiv untersucht werden. So können z.B. Bauteile in KFZs mit bis zu 10^8 , in Zügen mit bis zu 10^9 und in Gasturbinen sogar bis zu 10^{10} Lastspielen beansprucht werden [1, 2]. In all diesen Bereichen können Ermüdungsschäden schwere Folgen haben und sind zwingend zu vermeiden. Beispiele für hochzyklisch beanspruchte Komponenten, bei denen bereits VHCF-Schäden dokumentiert wurden, sind z.B. hochdruckbeanspruchte Injektoren und Pumpen in Einspritzsystemen, Getriebe, Eisenbahnräder und Achswellen oder aber auch Turbinenschaufeln [3-5]. Wie im Falle des Bruchs eines Radreifens nach 640 Millionen Lastzyklen, welcher zum Zugunglück des ICE 884 „Wilhelm Conrad Röntgen“ geführt hat [6], oder dem Achsbruch des ICE 518 durch Rissinitiierung an nichtmetallischen Einschlüssen [7], können solche Schäden katastrophale Folgen haben, die nur durch ein umfassendes Verständnis der Mechanismen sicher verhindert werden können.

Es hat sich bereits gezeigt, dass bei sehr hoher Beanspruchungsdauer die Rissinitiierung den mit Abstand größten Teil der Lebensdauer in Anspruch nimmt und daher von besonderem Interesse ist. Die verantwortlichen Schädigungsmechanismen sind in diesem Fall jedoch bisher noch nicht vollständig verstanden. Um eine lange Lebensdauer von Bauteilen aus hochfesten Stählen mit hoher Zuverlässigkeit gewährleisten zu können, ist somit ein umfangreiches Verständnis der Rissinitiierungsvorgänge zwingend erforderlich. Weiterhin könnten dann auch gezielte Gegenmaßnahmen abgeleitet werden, um die Versagensmechanismen zu unterdrücken.

1.2. Zielsetzung

Um die Rissinitiierung in hochfesten Stählen bei sehr langer Beanspruchungsdauer besser zu verstehen und ihre Grenzen zu ermitteln, sollen daher im Rahmen dieser Arbeit die Schädigungsvorgänge im Werkstoff untersucht werden. Diese Arbeit baut hierbei auf Untersuchungsergebnisse aus einer vorangegangenen Arbeit von Patrick Grad [8] auf und bezieht die dort ermittelten Ergebnisse der Ermüdungsversuche in die Auswertung mit ein. Ziel ist es, den Rissinitiierungsmechanismus, der verantwortlich für die späte Rissinitiierung im VHCF-Bereich ist, zu entschlüsseln. Nur durch ein umfangreiches Verständnis der Mechanismen können Maßnahmen zur Verbesserung des Ermüdungsverhalten abgeleitet werden. Ein zentrales Ziel ist hierbei die erstmalige Untersuchung von VHCF-Rissen vor dem schlussendlichen Versagen, da die bloße Analyse der Bruchflächen nach dem Versagen in den vielen Jahren der Forschung noch nicht zum Durchbruch und einer zweifelsfreien Klärung des Phänomens geführt haben. Lediglich die Analyse von Frühstadien verspricht neue Erkenntnisse, die zum Verständnis des Versagens beitragen können. Zur Analyse der Ermüdungsvorgänge sollen rasterelektronen-, und transmissionselektronenmikroskopische Verfahren und die Atomsondentomographie eingesetzt werden. Ein weiterer Schwerpunkt besteht darin, die Grenzen der Beanspruchung zur Aktivierung des Schädigungsmechanismus zu bestimmen und somit eine Basis für eine sichere Bauteilauslegung im VHCF-Bereich zu schaffen. Hierzu soll das Ermüdungsversagen bruchmechanisch bewertet werden, um das VHCF-Ermüdungsverhalten vollständig beschreiben zu können und Schwellenwerte für die Schädigungsmechanismen abzuleiten.

1.3. Gliederung der Arbeit

In Kapitel 2 sind zunächst die für das Verständnis der Arbeit nötigen Grundlagen und der Stand der Technik mit dem Fokus auf Ermüdung hochfester Stähle dargestellt. Dabei werden Grundkenntnisse der Werkstoffkunde, Schwingfestigkeit und Bruchmechanik vorausgesetzt. Kapitel 3 befasst sich neben der Charakterisierung des Werkstoffs 100Cr6 und der untersuchten martensitischen und bainitischen Wärmebehandlungszustände auch mit der Herstellung der Ermüdungsproben und der Erzeugung der künstlichen Defekte. Anschließend wird in Kapitel 4 die gesamte im Rahmen dieser Arbeit verwendete Versuchstechnik und alle relevanten Untersuchungsmethoden vorgestellt. In Kapitel 5 werden dann die Ergebnisse der Ermüdungsversuche und aller Analysemethoden beschrieben und im Detail diskutiert. Basierend auf den Ergebnissen der Ermüdungsversuche und Mikrostrukturanalysen wird in Kapitel 6 der Mechanismus abgeleitet, der für das VHCF-Versagen verantwortlich ist. Im abschließenden Kapitel 7 wird die Arbeit zusammengefasst, und ein Ausblick auf zukünftige Forschungsschwerpunkte gegeben.

2. Ermüdung hochfester Stähle

Unter Ermüdung versteht man die Schädigung von Materialien bei zyklischer Beanspruchung. Ursächlich für Ermüdungsversagen ist die Bildung und Ausbreitung von Rissen im Material. Risse oder auch Defekte, die oftmals bereits als Riss angesehen werden, können bereits von Beginn an im Bauteil vorliegen oder aber erst während der Beanspruchung entstehen. Die Rissbildung erfolgt durch Gleitvorgänge, hervorgerufen durch im Bauteil wirkende Schubspannungen. Die Gleitvorgänge verändern die Versetzungsstruktur und können im Material zu zyklischer Ver- und/oder Entfestigung führen. In Bereichen lokalisierter plastischer Verformung kommt es letztendlich zur Materialtrennung und Rissinitiierung. Eine Lokalisierung der plastischen Verformung kann durch Inhomogenitäten im Werkstoff hervorgerufen werden. Dies können Korn- bzw. Phasengrenzen, Ausscheidungen oder nichtmetallische Einschlüsse sein, welche zu einer lokalen Spannungsüberhöhung führen. In homogenen Werkstoffen findet die Rissbildung meistens an der Oberfläche statt, an der durch persistente Gleitbänder hervorgerufene Intrusionen und Extrusionen Risse initiieren können. Auf die Phase der Rissinitiierung folgt die Rissausbreitungsphase. Die Rissausbreitung wird von der Risslänge, der Beanspruchung und dem vorliegenden Gefüge bestimmt. Gefügeelemente, wie z.B. Korngrenzen oder Ausscheidungen, wirken hierbei als Risswiderstand und können das Risswachstum verlangsamen oder stoppen. Kann sich ein Riss bis zu einer kritischen Risslänge ausbreiten, tritt das Ermüdungsversagen ein. Die Gesamtlebensdauer eines Bauteils wird folglich durch die beiden Phasen der Rissinitiierung und der Rissausbreitung bestimmt. [9, 10]

Da diese Schädigung auch bei Beanspruchungen deutlich unterhalb der statisch ertragbaren Beanspruchungen auftreten kann und folglich statische Kennwerte, wie Zugfestigkeit oder Streckgrenze, nicht zur sicheren Auslegung zyklisch belasteter Bauteile ausreichen, müssen die Eigenschaften von Materialien unter zyklischer Beanspruchung eingehend untersucht werden. Die ersten nachgewiesenen Ermüdungsversuche führte 1837 Albert an Förderketten im Bergbau durch [11]. Später untersuchte Wöhler [12, 13] systematisch den Zusammenhang zwischen einer Beanspruchungsamplitude und der dort ertragbaren Lastspielzahl. Da das Ermüdungsversagen auch deutlich unterhalb der Spannungen auftritt, die im Zugversuch noch ohne plastische Verformung ertragen werden kann, führte er den neuen Begriff Ermüdungsfestigkeit für die ertragbare Beanspruchungsamplitude bei einer bestimmten Lebensdauer ein. Dieser Zusammenhang wird in dem später nach ihm benannten Wöhlerdiagramm dargestellt. Die Beanspruchungsamplitude, die unendlich oft oder alternativ bis zu einer definierten Grenzlastspielzahl N_G (typischerweise $2 \cdot 10^6$ oder 10^7) vom Werkstoff ertragen werden kann, ohne zum Versagen zu führen, wird als Dauerfestigkeit bezeichnet und im Wöhlerdiagramm durch ein horizontales Auslaufen der Wöhlerkurve angezeigt.

Heutzutage müssen Bauteile in vielen Bereichen jedoch deutlich höhere Lastspielzahlen $> 10^7$ im Rahmen ihrer Lebensdauer ertragen. So beträgt z.B. die Ermüdungslebensdauer

verschiedener Komponenten in PKWs und Zügen $10^8 - 10^9$ Lastspiele und in Turbinen bis zu 10^{10} Lastspiele [2, 4]. Dies wirft die Frage auf, ob die für 10^7 Lastspiele ermittelte Dauerfestigkeit auch für eine längere Lebensdauer noch gültig ist und ob überhaupt eine wirkliche Dauerfestigkeit existiert [14, 15].

Seit der ersten Konferenz VHCF1 1998 in Paris zum Thema Langzeitermüdung - Very high cycle fatigue (VHCF) haben zahlreiche Untersuchungen der letzten Jahrzehnte gezeigt, dass in vielen Materialien Ermüdungsversagen noch nach der definierten Grenzlastspielzahl von 10^7 , im so genannten VHCF Bereich ($> 10^7$ Lastspiele), bei Beanspruchungen auch unterhalb der ermittelten Dauerfestigkeit auftreten kann [16-19]. Mughrabi [20] unterscheidet hierbei nach duktilen defektfreien Typ I Werkstoffen und Typ II Werkstoffen mit inneren Defekten, wie z.B. nichtmetallischen Einschlüssen oder Poren. Während das Ermüdungsversagen für Typ I Materialien über den gesamten Lebensdauerbereich von der Oberfläche ausgeht, wechselt es bei Typ II Werkstoffen von Oberflächenversagen bei hohen Beanspruchungsamplituden verbunden mit kurzer Lebensdauer zu Versagen an Defekten im Inneren des Werkstoffs bei niedrigen Amplituden und hoher Lebensdauer. Mit steigender Härte nimmt bei Typ II Werkstoffen der Einfluss der inneren Defekte auf die Wechselfestigkeit deutlich zu. Bis hin zu einer Härte von ca. 400 HV steigt die Wechselfestigkeit linear mit der Härte. Darüber hinaus wird die Wechselfestigkeit durch die vorhandenen inneren Defekte deutlich reduziert und weicht von dem linearen Trend ab (vgl. Abb. 2.1).

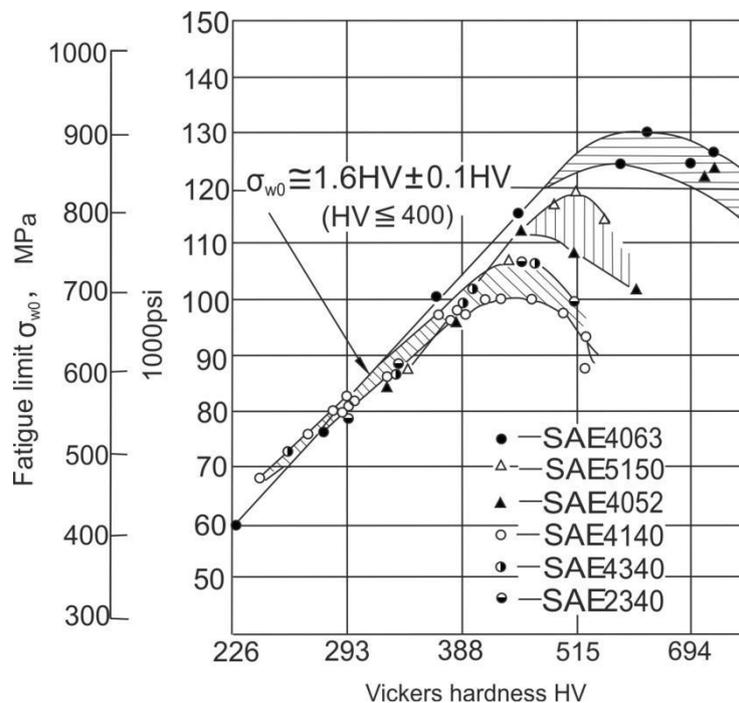


Abb. 2.1: Zusammenhang zwischen Härte und Wechselfestigkeit bei Typ II Werkstoffen [21] nach [22]

Dies ist nach McGreevy und Socie [23] darauf zurückzuführen, dass mit steigender Festigkeit gemäß der Hall-Patch Beziehung die mikrostrukturellen Abmessungen sinken,

während sich die Größe der Defekte nicht grundlegend verändert. Dadurch verändert sich die effektive Anfangsrislänge eines im Material initiierten Risses, bis er an der ersten mikrostrukturellen Barriere (z.B. Korngrenze) gestoppt werden kann. Dies veranschaulicht Abb. 2.2. Während in grobkörnigem Zustand die Anfangsrislänge nur durch die Korngröße bestimmt wird und mit bzw. ohne Einschluss identisch ist, wird sie im feinkörnigen Material durch den Einschluss deutlich erhöht, bevor der Riss an der ersten Korngrenze gestoppt wird. Im feinkörnigen Zustand wird mit Einschlüssen im Vergleich zum defektfreien Zustand ein größerer Riss initiiert, der sich schon über mehrere Korngrößen erstreckt, bevor er an einer Korngrenze gestoppt werden kann. Durch die erhöhte Anfangsrislänge sind die an Einschlüssen indizierten Risse im feinkörnigen Zustand schon bei geringeren Spannungsamplituden ausbreitungsfähig. Folglich sinkt die Wechselfestigkeit.

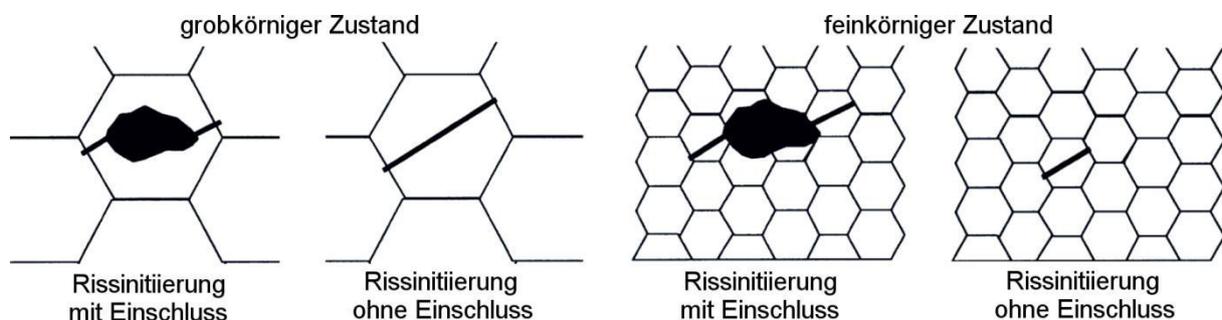


Abb. 2.2: Anfangsrislänge mit und ohne Einschluss in grob- und feinkörnigem Gefüge [23]

Hochfeste Stähle sind eines der bekanntesten Beispiele für Typ II Werkstoffe mit ausgeprägtem Einschlussversagen bei hoher Lebensdauer. Nichtmetallische Einschlüsse im Inneren des Werkstoffs sind auch mehrere Dekaden nach 10^7 Lastspielen noch Versagensauslösend und reduzieren deutlich die Ermüdungsfestigkeit in diesem Bereich. Abb. 2.3 zeigt exemplarisch die Wöhlerkurven des hochfesten Stahls 100Cr6 für Umlaufbiege- und Zug-Druck-Wechselbeanspruchung.

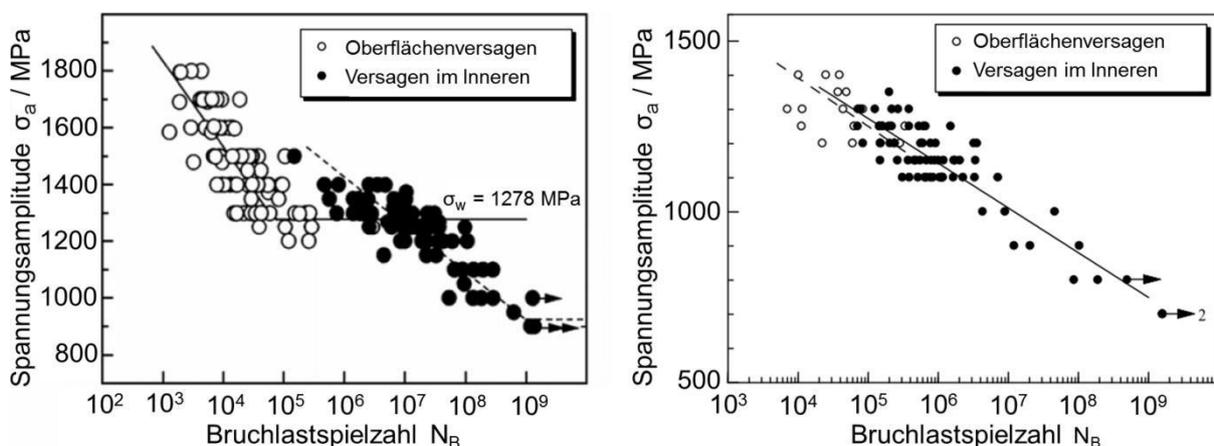


Abb. 2.3: Wöhlerdiagramm von 100Cr6 (SUJ2) für Umlaufbiegung (links) und axiale Wechselbeanspruchung (rechts) nach [24]

Für beide Beanspruchungsarten findet die Rissinitiierung bei hohen Spannungsamplituden im Bereich kurzer Lebensdauer bis zu 10^5 Lastspielen an der Oberfläche statt. Mit sinkender Spannungsamplitude findet ein Wechsel des Rissinitiierungsortes von Oberflächendefekten zu Volumendefekten statt. Im Übergangsbereich treten beide Versagensarten auf, bis unterhalb einer bestimmten Spannungsamplitude nur noch Rissinitiierung im Inneren des Werkstoffs beobachtet wird. Das Versagen an inneren Defekten ist verbunden mit einer längeren Lebensdauer mit Bruchlastspielzahlen bis zu 10^9 Zyklen. Während bei Umlaufbiegung eine charakteristische Stufe in der Wöhlerkurve im Bereich des Versagensortwechsels beobachtet wird, zeigt die Wöhlerkurve bei axialer Beanspruchung einen konstanten Abfall über den gesamten Lebensdauerbereich [24, 25]. Als mögliche Gründe für diesen unterschiedlichen Kurvenverlauf sind vor allem die unterschiedliche Spannungsverteilung, das daraus resultierende höchstbelastete Volumen, die Einschlussverteilung und der Einfluss von Eigenspannungen aufzuführen [26].

Der Wechsel des Rissinitiierungsortes im allgemeinen ist vermutlich auf die unterschiedliche Auftretenswahrscheinlichkeit für Einschlüsse an der Oberfläche und im Volumen in Kombination mit unterschiedlichen Rissausbreitungsgeschwindigkeiten zurückzuführen [27]. Die Rissausbreitungsgeschwindigkeit ist für Oberflächendefekte in Umgebungsluft höher als im Inneren des Werkstoffs, wo die Rissausbreitung quasi unter Luftabschluss (Vakuum) abläuft. Solange also ein Riss an der Oberfläche initiiert werden kann, wird er schneller propagieren und zum Versagen führen. Mit sinkender Spannung steigt jedoch der kritische Einschlussdurchmesser und die Auftretenswahrscheinlichkeit für ausreichend große Einschlüsse sinkt. Bei entsprechend geringem Oberflächen zu Volumen Verhältnis ist nach Mughrabi [20] die Auftretenswahrscheinlichkeit ausreichend großer Einschlüsse im Volumen jedoch deutlich höher, sodass eine Rissinitiierung im Inneren mit sinkender Spannungsamplitude wahrscheinlicher wird.

Die Gesamtlebensdauer N_B ergibt sich unabhängig vom Rissinitiierungsort allgemein aus der Summe von Rissinitiierung N_{in} und Rissausbreitung N_a . Die Phase der Rissinitiierung setzt sich aus der Rissentstehung und Mikrorissausbreitung zusammen. Bei der Rissausbreitung unterscheidet man zudem zwischen stabiler und instabiler Rissausbreitung. Die Dauer der einzelnen Phasen kann hierbei abhängig vom Spannungsniveau und Rissinitiierungsort sehr unterschiedlich sein. [28, 29]

Die stabile Rissausbreitung kann nach dem Konzept der linear elastischen Bruchmechanik beschrieben werden. Sie wird durch den zyklischen Spannungsintensitätsfaktor (SIF) ΔK an der Rissspitze bestimmt. Diese quantifiziert die Intensität des Spannungsfeldes an einer Rissspitze oder um einen Einschluss bzw. Defekt und kann nach dem Ansatz von Irwin [30] mittels Formel 2.1 aus der Schwingbreite der Spannung $\Delta\sigma$, der Risslänge bzw. dem Einschlussradius a und einem Geometriefaktor Y berechnet werden. Überschreitet ΔK den Schwellenwert für die zyklische Rissausbreitung ΔK_{th} ist Langrisswachstum möglich. Die Rissausbreitung kann in diesem Fall mit Hilfe des Paris Gesetzes (Formel 2.2) in Abhängigkeit vom zyklischen Spannungsintensitätsfaktor

über die Rissausbreitungsgeschwindigkeit da/dN beschrieben werden. Unterhalb $\Delta K_{th,lang}$ ist keine Langrissausbreitung möglich ($da/dN = 0$). [28, 31]

$$\Delta K = Y \cdot \Delta \sigma \sqrt{\pi a} \quad (2.1)$$

$$\frac{da}{dN} = C_p (\Delta K)^{m_p} \quad (2.2)$$

Mehrere Untersuchungen [32-34] haben jedoch gezeigt, dass sich Risse im Falle von VHCF- Versagen in hochfesten Stählen an inneren Einschlüssen unterhalb des Schwellenwertes ΔK_{th} ausbreiten können. In diesem Bereich sind nur kurze Risse ausbreitungsfähig [31]. Ob jedoch Kurzrissausbreitung oder andere Mechanismen für die späte Initiierung eines ausbreitungsfähigen Risses im VHCF-Bereich verantwortlich ist wird in der Literatur kontrovers diskutiert. Aber gerade die Phase der Rissinitiierung ist im VHCF-Bereich von entscheidender Bedeutung. Im Bereich des VHCF Versagens bei hochfesten Stählen nimmt die Rissinitiierung den größten Teil der Lebensdauer ein und bestimmt das Ermüdungsverhalten [35, 36]. Nach Bathias [37] werden über 92 % der Gesamtlebensdauer in der Phase der Rissinitiierung verbraucht. Auf die grundlegenden Aspekte zur Rissinitiierung in hochfesten Stählen, vor allem im VHCF-Bereich, wird in den folgenden Kapiteln weiter eingegangen.

2.1. Bruchmechanische Bewertung des Ermüdungsverhaltens

Zur besseren Beurteilung des Ermüdungsverhaltens und der verschiedenen Stadien von Rissinitiierung und Rissausbreitung können mit Hilfe der linear-elastischen Bruchmechanik Spannungsintensitätsfaktoren bestimmt werden. Bei der Untersuchung hochfester Stähle hat sich der $\sqrt{\text{area}}$ - Ansatz von Murakami [38, 39] etabliert. Unter Verwendung der Schwingbreite der Spannung $\Delta \sigma$ und der projizierten Querschnittsfläche einer Inhomogenität (area) senkrecht zur Richtung der maximalen Zugspannung berechnet sich die Schwingbreite des SIFs ΔK_I nach Murakami wie in Formel 2.3 beschrieben. Die Vorfaktor C wird entsprechend der Lage des Einschlusses oder Risses gewählt und beträgt an der Oberfläche $C = 0,65$ und im Volumen $C = 0,5$. Zur Berechnung des maximalen Spannungsintensitätsfaktors $K_{I,max}$ mit Formel 2.4 wird die maximale Zugspannung $\sigma_0 = \sigma_a = \sigma_{max}$ statt der Schwingbreite der Spannung verwendet. Für ein Spannungsverhältnis von $R = -1$ entspricht $K_{I,max}$ der Hälfte von ΔK_I . Er entspricht dem effektiven Spannungsintensitätsfaktor ohne Berücksichtigung von Riss-schließeffekten.

$$\Delta K_I = C \cdot \Delta \sigma \sqrt{\pi \sqrt{\text{area}}} \quad (2.3)$$

$$K_{I,max} = C \cdot \sigma_0 \sqrt{\pi \sqrt{\text{area}}}; \text{ für } R = -1 \rightarrow \Delta K_I = 2K_{I,max} \quad (2.4)$$

Im Vergleich zu konventionellen Formeln zur Bestimmung des Spannungsintensitätsfaktors an idealisierten Riss- bzw. Defektgeometrien

(„Pennyshaped“ Riss oder halb elliptischer Oberflächenriss [40]) ermöglicht der Ansatz von Murakami die Bestimmung von Spannungsintensitätsfaktoren für unterschiedlichste Geometrien und unregelmäßig geformte Defekte. Für dreidimensionale Defekte, wie z.B. nichtmetallische Einschlüsse, kann wie in Abb. 2.4a gezeigt, die projizierte Querschnittsfläche (area) senkrecht zur Richtung der maximalen Zugspannung als Vergleichsriss verwendet werden. Bei Einschlüssen an der Oberfläche sollte zur Bestimmung der Fläche „area“ des Ersatzrisses die Fläche von Hinterschneidungen A_{HS} zwischen Einschluss und Oberfläche zur Einschlussfläche A_E hinzugenommen werden (siehe Abb. 2.4b; $area = A_E + A_{HS}$).

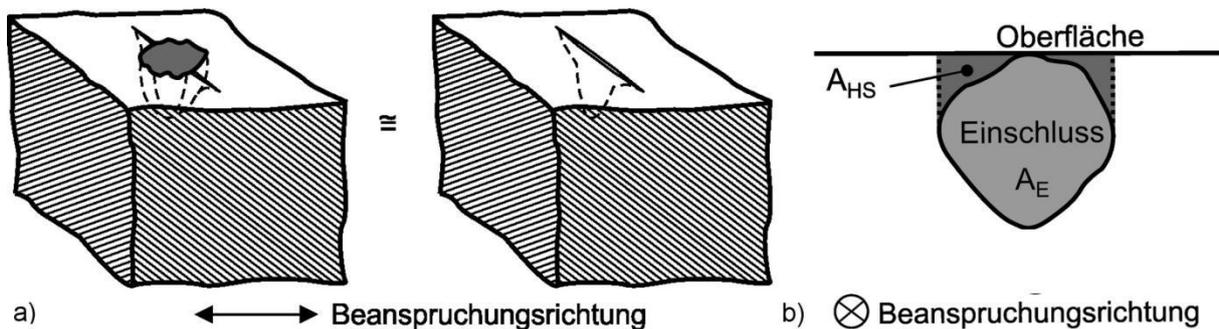


Abb. 2.4: a) Ermittlung eines Ersatzrisses für dreidimensionale Defekte und Einschlüsse nach Murakami [41]; b) Korrektur bei oberflächennahen Einschlüssen [39]

Durch systematische Bewertung der SIF an den rissinitiierenden Einschlüssen kann das Verständnis der Rissinitiierung und -ausbreitung in hochfesten Stählen verbessert werden. Die grundlegenden Zusammenhänge zwischen dem Ermüdungsverhalten hochfester Stähle und lokalen Spannungsintensitäten wird in den folgenden Kapiteln eingehender erläutert.

2.2. Rissinitiierung an nichtmetallischen Einschlüssen

Unter Rissinitiierung versteht man ganz grundlegend die Entstehung eines Anrisses. Die Definition eines Anrisses kann jedoch ganz unterschiedlich sein und reicht von der Trennung weniger Atome bis hin zur Entstehung ausbreitungsfähiger Langrisse mit einer Länge, die die mikrostrukturellen Abmessungen im Werkstoff übersteigt. Rissinitiierung in Folge von zyklischer Beanspruchung ist auf plastische Vorgänge im Werkstoff zurückzuführen, die in der Umgebung lokaler Spannungskonzentrationen ablaufen. Solche Spannungskonzentrationen können unterschiedliche Ursachen haben und z.B. durch Kerben, Oberflächenrauheit, Poren, Korngrenzen (durch Anisotropie des Gefüges polykristalliner Werkstoffe) oder nichtmetallische Einschlüsse hervorgerufen werden. Die zyklische Plastizität im Werkstoff führt dort zur Veränderung der Versetzungsstrukturen, verbunden mit Verfestigungs- und oder Entfestigungsvorgängen. Die Lokalisierung der plastischen Verformung in diesen Bereichen führt zur Rissinitiierung. [42]

Wie bereits am Anfang von Kapitel 2 beschrieben sind nichtmetallische Einschlüsse in hochfesten Stählen die Hauptursache für Rissinitiierung und bestimmen das Ermüdungsverhalten. Aufgrund ihrer Spannungsüberhöhenden Wirkung führen sie auch weit unterhalb der Streckgrenze, wo makroskopisch keine plastische Verformung beobachtet wird, zu stark lokalisierter Plastizität und folglich zu stark lokalisiert ablaufenden Schädigungsvorgängen. Dadurch begünstigen nichtmetallische Einschlüsse die Initiierung versagenskritischer Risse. Zudem erhöhen sie im Falle einer Rissinitiierung, wie bereits in Kapitel 2 beschrieben, die Anfangsrisslänge, falls ihre Größe die Mikrostrukturabmessungen übersteigt. Dies kann mit Hilfe des Kitagawa-Takahashi Diagramms [43] verdeutlicht werden. Abb. 2.5 beschreibt die verschiedenen Bereiche der Rissausbreitung über das Verhältnis der Beanspruchung, zur Risslänge in Abhängigkeit von der Mikrostruktur nach Miller [44, 45]. Im grünen Bereich unterhalb der Linie, die mit Rissausbreitungsgeschwindigkeit null bezeichnet ist, sind Anrisse nicht ausbreitungsfähig, da die Kombination aus Beanspruchung und Risslänge keine Rissausbreitung ermöglicht. Im blau eingefärbten Bereich sind mikrostrukturell kurze Risse ausbreitungsfähig, werden aber bei konstanter Spannungsamplitude am nächsten mikrostrukturellen Hindernis a_1 , a_2 , a_3 (z.B. Zwillings, Korn- oder Phasengrenzen) gestoppt. Mikrostrukturell kurze Risse sind kleiner als die Korngröße und haben gewöhnlich ein Verhältnis von Risslänge zu plastischer Zonengröße $a/r_p < 1$ [46]. Bei Spannungen oberhalb der Wechselfestigkeit sind alle Risse ausbreitungsfähig (roter Bereich). Aufgrund der im Vergleich zur Risslänge großen plastischen Zone sind diese Risse mit elastisch-plastischer Bruchmechanik zu analysieren. Dies schließt den Bereich physikalisch kurzer Risse ein, in dem die Risslänge die Korngröße schon deutlich übersteigt und das Verhältnis von Risslänge zu plastischer Zonengröße $a/r_p \sim 1$ beträgt [46]. Im gelben Bereich, für lange Risse, größer a_0 , und Spannungen unterhalb der Wechselfestigkeit des defektfreien Materials ($a/r_p \gg 1$ [46]), findet die linear-elastische Bruchmechanik Anwendung. Die Risslänge a_0 , ab der eine linear elastische Betrachtung zulässig ist, entspricht z.B. nach Taylor [47] etwa dem zehnfachen der Mikrostrukturabmessungen (Korngröße d_K ; $a_0 = 10d_K$). Weiterhin kann die LEBM angewendet werden, wenn die Risslänge das Zehnfache des Radius der plastischen Zone r_p übersteigt. Da in hochfesten Stählen die Einschlussgröße die Mikrostrukturabmessungen deutlich übersteigt, wird bei ausreichend hoher Spannung sofort ein Langriss initiiert, der mit Hilfe der linear-elastischen Bruchmechanik beschrieben werden kann.

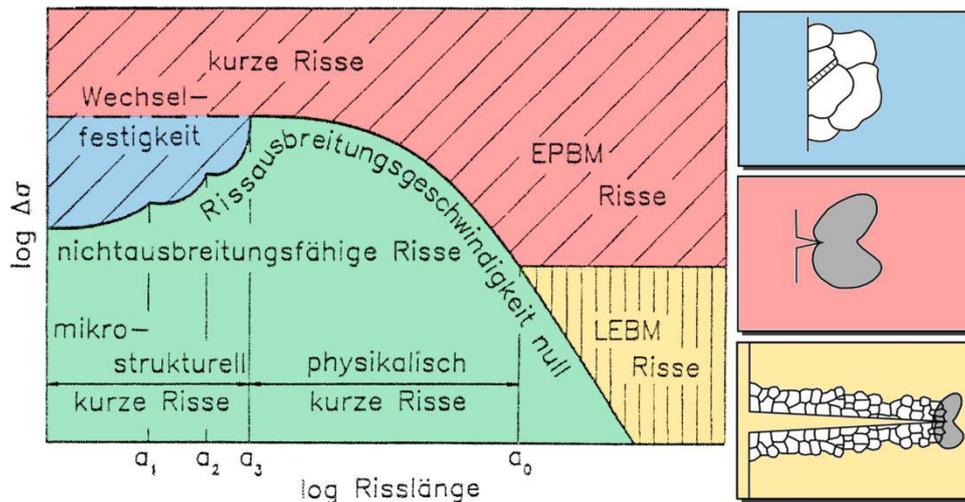


Abb. 2.5: Mikrostrukturabhängiges Kitagawa-Takahashi Diagramm nach [44, 45, 48]

Bei der Rissinitiierung an nichtmetallischen Einschlüssen kann man grundlegend zwischen zwei verschiedenen Mechanismen der Risskeimbildung unterscheiden, die sich aufgrund unterschiedlicher Anbindung der Einschlüsse an die umliegende Matrix ergeben [42, 49, 50]. Zum einen gibt es Einschlüsse mit geringer Grenzflächenhaftung zum umgebenden Matrixwerkstoff. Typische Beispiele hierfür sind oxidische Einschlüsse oder Mangansulfide. In diesem Fall kommt es bei zyklischer Beanspruchung zuerst zum Ablösen des Einschlusses von der Matrix, wie in Abb. 2.6a dargestellt. Ab diesem Zeitpunkt wirkt der Einschluss wie ein Hohlraum oder einer Pore. Die Rissbildung findet dann aufgrund der Spannungsüberhöhung (Kerbformzahl $\alpha_K \approx 2$) [50, 51] in der umgebenden Matrix statt. Abb. 2.7 zeigt die typische Spannungsverteilung für Aluminium-Calcium-Oxide. Die Rissinitiierung wird hierbei durch klassische Versetzungsmechanismen im Bereich der lokalen Spannungsüberhöhungen am Einschluss getrieben und läuft analog zur Initiierung an persistenten Gleitbändern ab. Oftmals findet man bei diesem Rissinitiierungsmechanismus den Einschluss auf einer Bruchfläche und den Hohlraum, den der Einschluss zurückgelassen hat, auf der anderen. Aber auch ein Zerschneiden des Einschlusses ist möglich oder der Einschluss fällt aus der Bruchfläche heraus und fehlt komplett. [52-56]

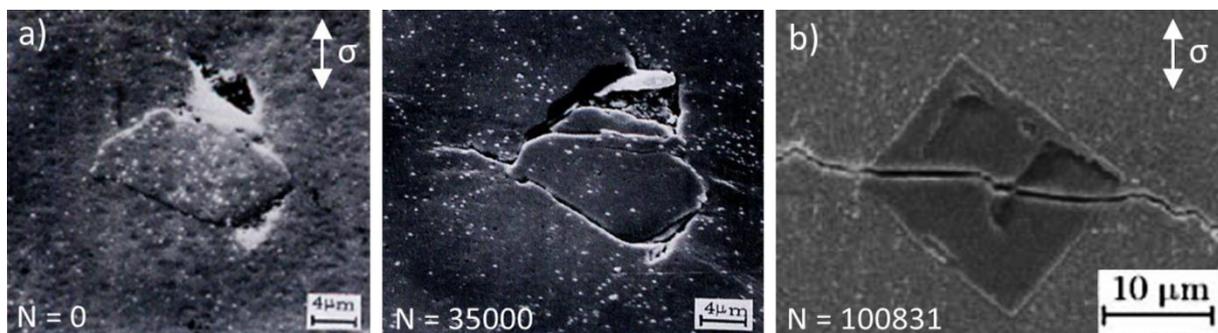


Abb. 2.6: Rissinitiierung an nichtmetallischen Einschlüssen; a) Ablösung und Rissinitiierung an einem calcium-aluminiumhaltigen Einschluss nach [52], b) Bruch eines Titanitrid-Einschlusses mit anschließender Rissinitiierung in die Matrix nach [57]

Einschlüsse mit stärkerer Grenzflächenhaftung tragen die in der Matrix vorhandenen Kräfte mit und können auf unterschiedliche Weise zur Rissinitiierung führen. Bei spröden Einschlüssen, wie z.B. Titanitriden, tritt aufgrund des höheren E-Moduls (verglichen mit der Stahlmatrix) die Spannungsüberhöhung im Inneren des Einschlusses auf (vgl. Abb. 2.7), sodass sie bei zyklischer Beanspruchung sofort spröde brechen und einen scharfen Riss initiieren können (vgl. Abb. 2.6b) [50, 57]. Alternativ kann, bei ausreichender Festigkeit des Einschlusses, durch plastische Verformung im Bereich der Spannungskonzentration im umliegenden Werkstoff auch ein Aufstau von Versetzungen an der Grenzfläche zum Versagen des Einschlusses führen [49]. In beiden Fällen kann aufgrund der guten Grenzflächenhaftung der so gebildete Riss über die Grenzfläche in die Matrix des umgebenden Werkstoffs propagieren. [52-55, 57]

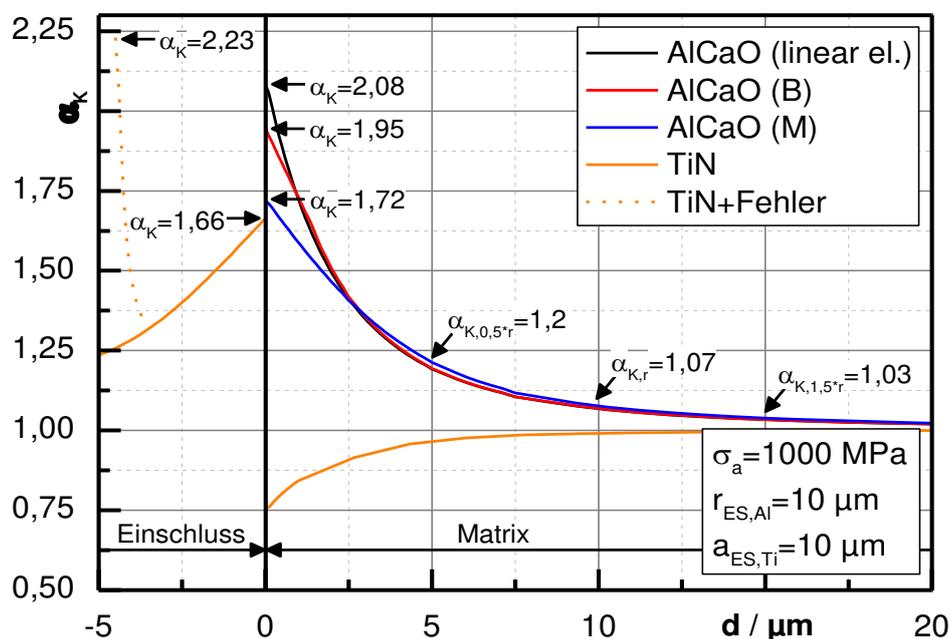


Abb. 2.7: Verläufe der Spannungsüberhöhungen in und um verschiedene Einschlüsse in martensitischem und bainitischem 100Cr6 [8]

Basierend auf dem unterschiedlichen Rissinitiierungsverhalten der verschiedenen Einschlussarten definieren Monnot et al. [58] einen Schädlichkeitsindex, der das Schädigungspotenzial verschiedener Einschlüsse bewertet (siehe Abb. 2.8). Eine Einheit des Schädlichkeitsindex auf der Ordinate entspricht dabei einem Abfall der Dauerfestigkeit um 125MPa. Das unterschiedliche Schädigungspotenzial wird zusätzlich auch durch die physikalischen Eigenschaften (E-Modul, Zugfestigkeit, Poissonzahl ...), die Form und Größenverteilung der Einschlüsse beeinflusst. So sind z.B. die vergleichsweise kleinen rechteckigen Titanitrid-Einschlüsse schädlicher und reduzieren die Dauerfestigkeit stärker als gleichgroße Aluminiumoxide.

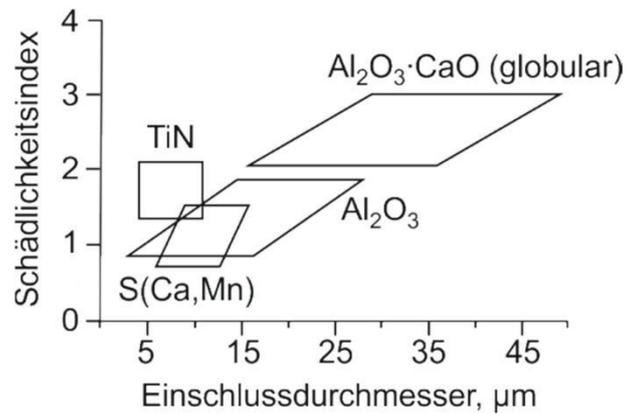


Abb. 2.8: Schädlichkeitsindex unterschiedlicher Einschlusstypen in Abhängigkeit vom Einschlussdurchmessers nach [58]

Das unterschiedliche Rissinitiierungsverhalten der nichtmetallischen Einschlüsse und die teils starke Streuung der Einschlussgröße, und damit der Anfangsriszlänge, resultieren in hochfesten Stählen in einer großen Streuung der Lebensdauer auf einem Beanspruchungshorizont bzw. der Spannungsamplituden, welche zum Bruch führen [8]. Abb. 2.9 zeigt die Spannungsintensitätsfaktoren an den versagensauslösenden Einschlüssen als Funktion der Lebensdauer in Abhängigkeit der verschiedenen Einschlussarten. Man beobachtet eine Separierung der verschiedenen Einschlussklassen, sodass der Zusammenhang zwischen Spannungsintensitätsfaktor und Bruchlastspielzahl für jede Klasse durch ein eigenes Potenzgesetz (Geraden in doppellogarithmischer Darstellung in Abb. 2.9) beschrieben werden kann. Bei gleichem Spannungsintensitätsfaktor am Einschluss führen Titanitride (TiN) zu deutlich kleineren Bruchlastspielzahlen als calciumoxidhaltige Einschlüsse (CaO), die wiederum eine etwas kürzere Lebensdauer zeigen als Aluminiumcalciumoxide (AlCaO).

Das Ermüdungsverhalten hochfester Stähle lässt sich mit Hilfe des Spannungsintensitätsfaktor am Einschluss beschreiben. Bei Spannungsintensitätsfaktoren $K_{\max,E}$ oberhalb des Schwellenwertes für Langrissausbreitung $K_{th} \approx 4-5$ MPa wird zum einen Rissinitiierung an der Oberfläche (siehe Abb. 2.10a) beobachtet, solange ein kritischer Einschluss an der Oberfläche vorliegt. Aufgrund der höheren Rissausbreitungsgeschwindigkeit führt Oberflächenversagen zu vergleichsweise kurzer Lebensdauer unter 10^5 Lastspielen (vgl. Abb. 2.9). Bei Rissinitiierung an Einschlüssen im Inneren mit einem Spannungsintensitätsfaktor $K_{\max,E} > K_{th}$ tritt das Versagen im HCF-Bereich auf und eine nach Sakai [59] benannte sehr glatte Fisheye-Bruchfläche (siehe Abb. 2.10b) entsteht. [8, 60-63]

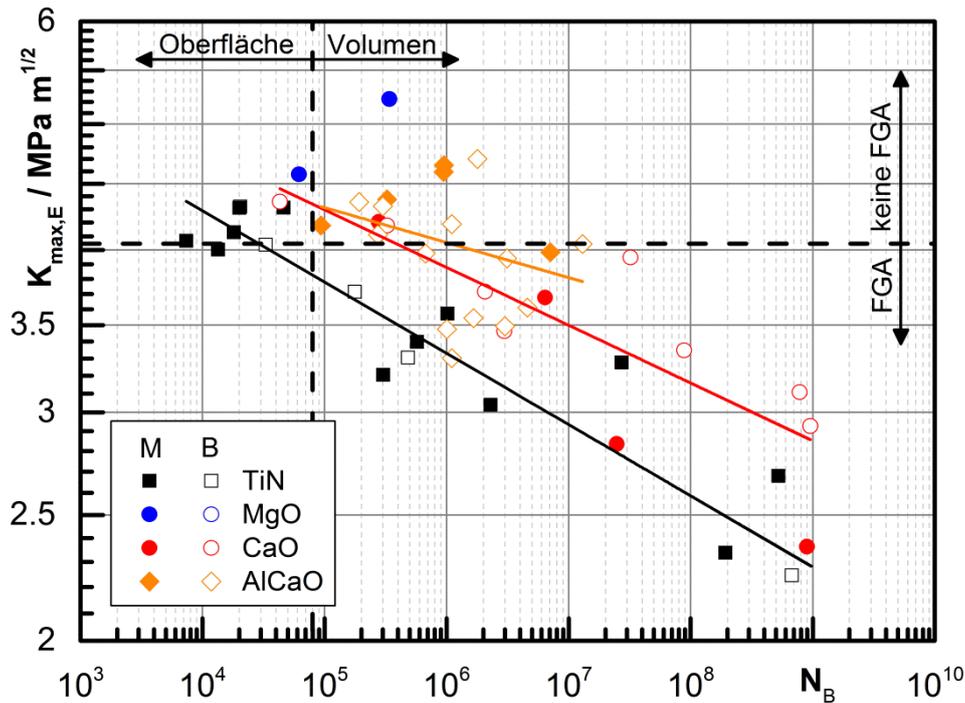


Abb. 2.9: Spannungsintensitätsfaktoren der versagensauslösenden Einschlüsse $K_{\max,E}$ als Funktion der Bruchlastspielzahl im hochfesten Stahl 100Cr6 (B = Bainit; M = Martensit) nach [8]

Es ist weiterhin ersichtlich, dass in hochfesten Stählen auch unterhalb des Schwellenwertes K_{th} an Einschlüssen Risse initiiert werden, die zum Versagen führen (siehe Abb. 2.9). In diesem Fall tritt das Versagen erst bei sehr hohen Bruchlastspielzahlen im Bereich von 10^5 bis 10^9 Lastspielen auf. Folglich kann das Versagen im VHCF-Bereich auf die Rissinitiierung bei sehr niedrigen Spannungsintensitätsfaktoren zurückgeführt werden. Die Rissinitiierung im VHCF-Bereich und die dafür verantwortlichen Mechanismen werden im folgenden Kapitel eingehender betrachtet.

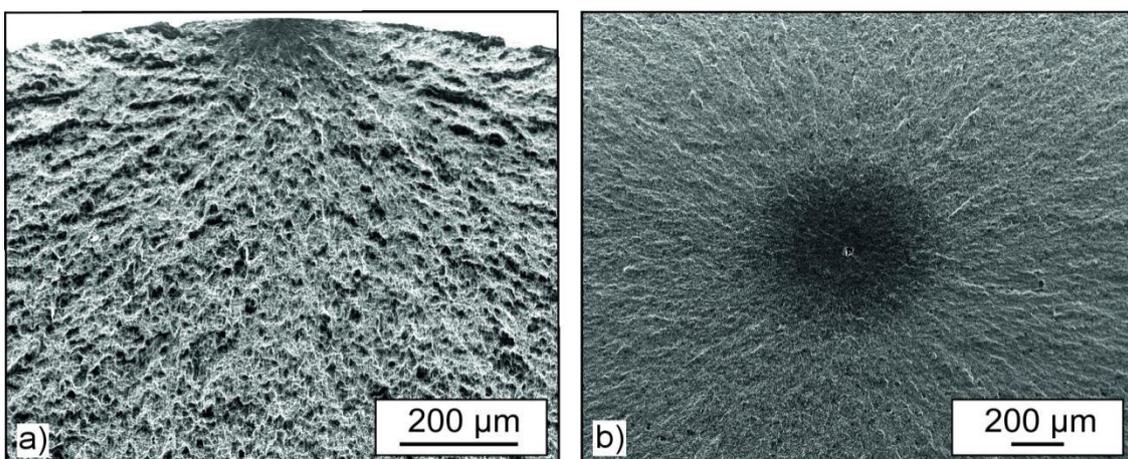


Abb. 2.10: Rissinitiierung in hochfestem 100Cr6 a) an der Oberfläche ($N_B = 3,35 \cdot 10^4$), b) Rissinitiierung mit Fisheye-Bruchfläche im Probeninneren ($N_B = 1,1 \cdot 10^6$) nach [8]

2.3. Rissinitiierung im VHCF-Bereich

Die späte Rissinitiierung in hochfesten Stählen bei Versagen im VHCF-Bereich wird, wie bereits beschrieben, an inneren Einschlüssen beobachtet, deren Spannungsintensitätsfaktor $K_{\max,E}$ unterhalb des Schwellenwertes für Langrissausbreitung K_{th} liegt. Im Falle einer Rissinitiierung im VHCF-Bereich wird nach dem Versagen ein charakteristischer rauher, feinkörnig erscheinender Bereich in direkter Umgebung des Rissinitiierenden Einschlusses auf der Bruchfläche beobachtet, der sich deutlich von dem sehr glatten Fisheye abgrenzt (siehe Abb. 2.11). Aufgrund seiner optischen Erscheinung bei rasterelektronenmikroskopischer Untersuchung der Bruchfläche wird dieser Bereich in der Literatur als „fine granular area“ oder kurz „FGA“ bezeichnet [59]. Bei Untersuchungen im Lichtmikroskop erscheint dieser Bereich im Hellfeld wegen stärkerer Streuung des einfallenden Lichts dunkel und wird deshalb auch „optically dark area (ODA)“ genannt [33]. Beide Bezeichnungen beschreiben den identischen Bereich der Bruchfläche und die Größe der FGA entspricht der der ODA [8]. Weitere weniger verbreitete Bezeichnungen in der Literatur für diesen speziellen Bruchflächenbereich sind „granular bright facet (GBF)“ [60] oder „rough surface area (RSA)“ [64].

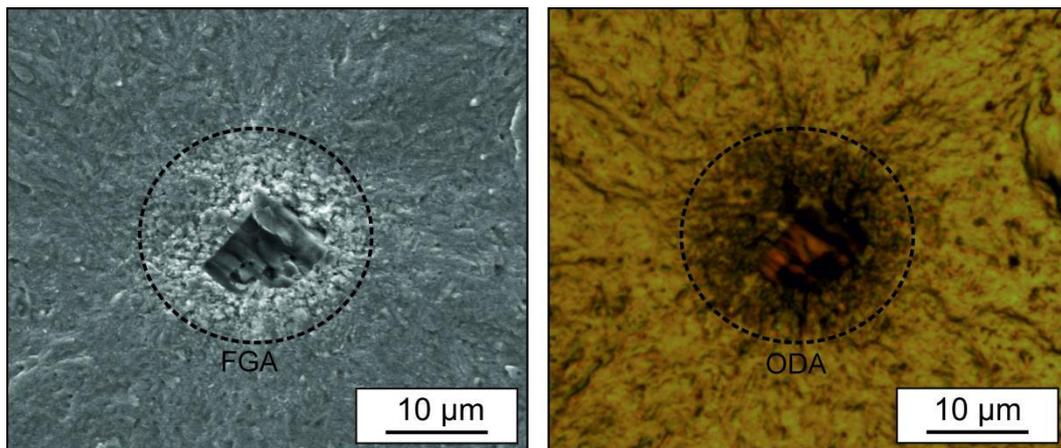


Abb. 2.11: Fine granular area (FGA) in 100Cr6 detektiert mit REM und optical dark area (ODA) detektiert mit LIM [8]

Mit Hilfe des Ansatzes von Murakami können durch Vermessung der FGA Fläche $area_{FGA}$ (inklusive des Einschlusses) Spannungsintensitätsfaktoren $K_{\max,FGA}$ am Rand der FGA berechnet werden. Die systematische bruchmechanische Analyse zeigt, dass im hochfesten Stahl 100Cr6 der Spannungsintensitätsfaktor $K_{\max,FGA}$ am Rand der FGA unabhängig von der Bruchlastspielzahl in der Größenordnung des Schwellenwertes für Langrissausbreitung $K_{th} \approx 4\text{-}5 \text{ MPam}^{1/2}$ liegt bzw. ihn überschreitet [8, 24, 34, 65, 66].

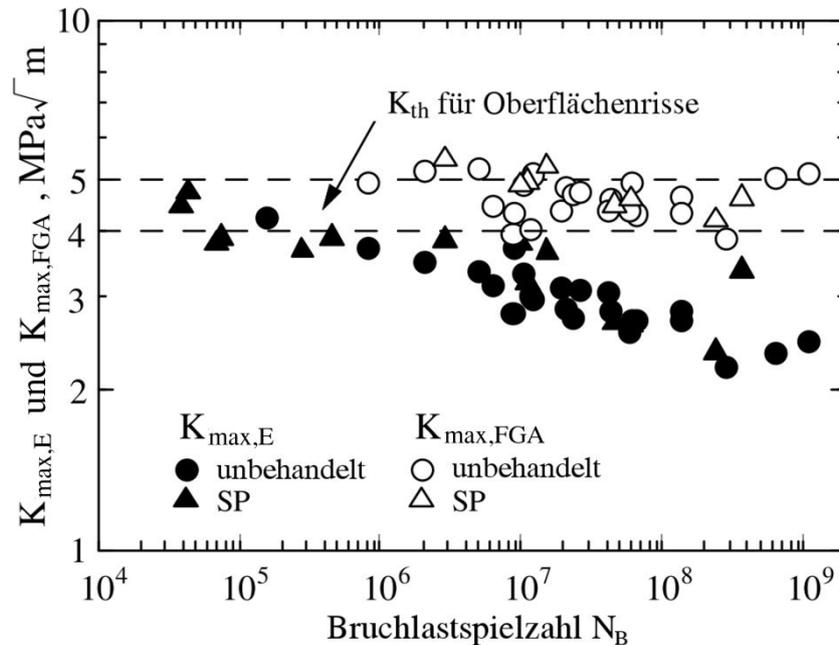


Abb. 2.12: Spannungsintensitätsfaktoren am Einschluss $K_{\max,E}$ und an der FGA $K_{\max,FGA}$ für unbehandelte und kugelgestrahlte (SP) Proben aus SUJ2 nach [34] (Abbildung wurde korrigiert, da hier K nicht ΔK wie in der Originalarbeit dargestellt wird; der SIF wurde mit σ_a nicht mit $\Delta\sigma_a$ berechnet)

Da die FGA nur bei VHCF-Versagen beobachtet wird und der Spannungsintensitätsfaktor $K_{\max,FGA}$ dem Schwellenwert K_{th} entspricht, lässt sich schlussfolgern, dass sie ursächlich für die späte Initiierung eines ausbreitungsfähigen Langrisses ist. Die Entstehung der FGA und die darin ablaufende Rissausbreitung wird demnach der VHCF-Rissinitiierung zugeordnet. Da bei VHCF-Versagen die Rissinitiierung den größten Teil der Lebensdauer einnimmt (> 90 %) [35-37, 67], müssen spezielle Rissinitiierungs- und Rissausbreitungsmechanismen im VHCF-Bereich auftreten, die zur Bildung der FGA führen und somit einen ausbreitungsfähigen Riss initiieren. Anhand der Größe der FGA und der zu ihrer Bildung benötigten Lastspielzahlen lässt sich abschätzen, dass die Rissausbreitung pro Zyklus mit ca. $10^{-11} - 10^{-12}$ m/LS weit unterhalb des Gitterabstands ($\sim 0,28$ nm) des Werkstoffs liegt. Der Riss kann in der Phase der Rissinitiierung in der FGA folglich nicht Zyklus für Zyklus wachsen und nicht über gängige Rissausbreitungskonzepte beschrieben werden.

Aufgrund der besonderen Oberflächenmorphologie der FGA wurden der Risspfad und die umliegende Mikrostruktur eingehender untersucht. Mehrere Untersuchungen [8, 68, 69] zeigen, dass entlang der Bruchfläche im Bereich der FGA eine veränderte Mikrostruktur vorliegt. Abb. 2.13 zeigt exemplarische Mikrostrukturuntersuchungen der FGA in martensitischem 100Cr6 mit Hilfe von Feinbereichselektronenbeugung im TEM. Die Beugungsbilder direkt an der Bruchfläche weisen aufgrund der dort auftretenden Debye Ringe auf eine im Vergleich zum Messbereich feine polykristalline Mikrostruktur hin. Im Gegensatz dazu zeigen Beugungsbilder etwas weiter unter der Bruchfläche ein Laue-Muster, das auf die unveränderte vergleichsweise grobe Mikrostruktur des

martensitischen Ausgangszustandes hinweist. Die VHCF-Rissinitiierung mit Bildung einer FGA ist folglich mit einer starken lokalen Verringerung der Korngröße in einem schmalen Bereich entlang der Bruchfläche verbunden. Ob diese mikrostrukturellen Veränderungen jedoch ursächlich sind für die späte Rissinitiierung und damit für das VHCF-Versagen oder ob es nur eine Begleiterscheinung ist, wird kontrovers diskutiert.

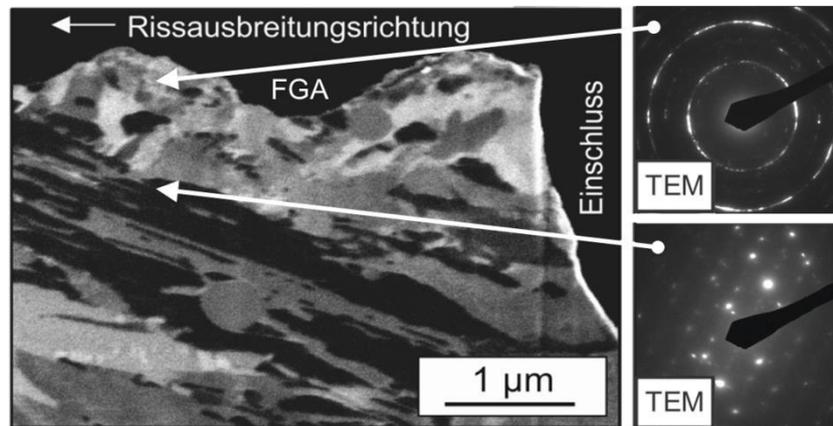


Abb. 2.13: Untersuchung der Mikrostruktur im Bereich der FGA mit ioneninduziertem Sekundärelektronen und Feinbereichsbeugung an und unter der Bruchfläche nach [32]

In der Literatur existieren zahlreiche unterschiedliche Modelle, die die VHCF-Rissbildung und Rissausbreitung in Verbindung mit der FGA-Bildung beschreiben. Mögliche Rissinitiierungs- und Rissausbreitungsmechanismen werden im folgenden Kapitel vorgestellt.

2.3.1. Mechanismen

Zur Rissinitiierung bzw. Rissausbreitung unterhalb des Schwellenwertes K_{th} , die schlussendlich zum späten Ermüdungsversagen im VHCF-Bereich und somit zum Verlust der Dauerfestigkeit führen, existieren zahlreiche Theorien. Da unterhalb von K_{th} keine Langrissausbreitung stattfindet, vermuten einige Forscher [33, 39, 70, 71], dass Kurzzrisswachstum für die Rissausbreitung innerhalb der FGA bzw. ODA zur Initiierung eines Risses bei VHCF führt. Nach Murakami et al. [26, 33, 35, 72, 73] führt Wasserstoff, der sich während der Wärmebehandlung bevorzugt um nichtmetallische Einschlüsse anlagert [74-76], zu lokaler Wasserstoffversprödung im umliegenden Gefüge. Dadurch sollen Riss-schließeffekte bei kurzen Rissen unterdrückt werden, die normalerweise die Dauerfestigkeit bestimmen. Nach Ansicht von Narita et al. [77] führt Wasserstoff an der Risspitze zu einer Erhöhung des lokalen Spannungsintensitätsfaktors und unterstützt somit eine Rissausbreitung. Weiterhin kann Wasserstoff die Mobilität der Versetzungen erhöhen, Versetzungsmultiplikation erleichtern und innere Reibung reduzieren [78-83]. Auf diese Weise würde das Kurzzrisswachstum in der Umgebung von Einschlüssen begünstigt und nicht mehr gestoppt. Der Riss wächst unter Einfluss des lokal vorliegenden Wasserstoffs, bis er ab dem Spannungsintensitätsfaktor ΔK_{ODA} auch ohne

den Einfluss von Wasserstoff ausbreitungsfähig ist. Abb. 2.14 zeigt schematisch die wasserstoffunterstützte Rissausbreitung um Einschlüsse nach Murakami. Die Feinkornbildung, die entlang des Risses innerhalb der FGA beobachtet wird, spielt in Murakamis Model keine Rolle und wäre folglich nur eine Randerscheinung.

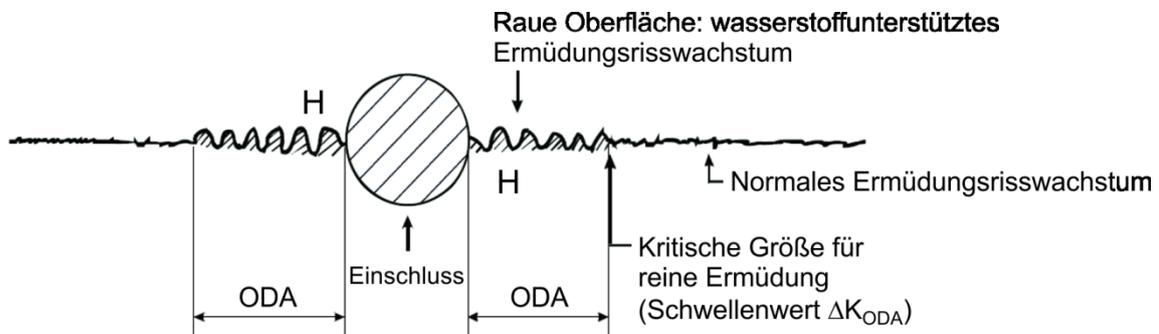


Abb. 2.14: VHCF-Rissinitiation durch wasserstoffunterstützte Rissausbreitung um Einschlüsse nach [84]

Nach Yang et al. [70] wird die Rissausbreitung vor allem durch Wasserstoff beeinflusst, wenn der Zuwachs der Risslänge Δa pro Zyklus kleiner ist als die plastische Zone an der Rissspitze r_p (vgl. Abb. 2.15a). Unter der Annahme, dass in der plastischen Zone ein höherer Gehalt an Wasserstoff vorliegt, würde sich der Riss in diesem Fall unter dem Einfluss von Wasserstoff ausbreiten und die FGA bzw. ODA bilden. Sobald der Zuwachs der Risslänge pro Zyklus die plastische Zonengröße übersteigt, sinkt der Einfluss der erhöhten Wasserstoffkonzentration in der Rissspitze und der Riss ist auch ohne den Einfluss von Wasserstoff ausbreitungsfähig und die FGA Bildung ist beendet (vgl. Abb. 2.15b+c).

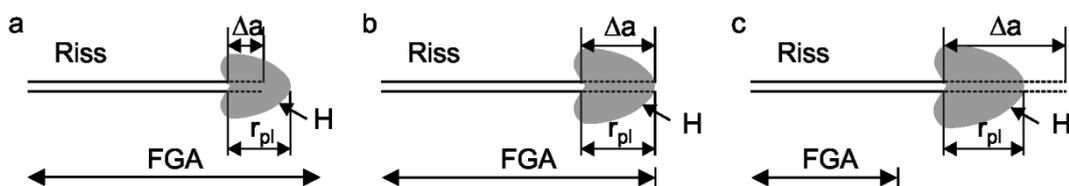


Abb. 2.15: Schematische Darstellung des Einflusses der plastischen Zonengröße an der Rissspitze auf die FGA Bildung nach Yang et al. [70]

In Untersuchungen an 34CrMo4 [73, 84] mit variierendem Wasserstoffgehalt wurde zudem gezeigt, dass in wasserstoffreichen Proben deutlichere FGAs beobachtet werden bzw. die FGAs bei reduziertem Gesamtwasserstoffgehalt schwächer ausgeprägt sind. Furuya et al. [85] hingegen beobachtet in vergütetem 42CrMo4 einen genau entgegengesetzten Effekt der Wasserstoffbeladung. Karsch et al. [86] beschreiben in hochfestem Stahl, dass in wasserstoffbeladenen Proben die kritischen Spannungsintensitätsfaktoren für den Wechsel der Rissausbreitungsmechanismen mit steigendem Wasserstoffgehalt reduziert werden. Dies führt in ihren Versuchen zu

kleineren FGAs bei erhöhtem Wasserstoffgehalt in bainitischem und martensitischem hochfestem Stahl bei einem Lastverhältnis $R = 0,1$.

Hong et al. [69, 87] hingegen führen, im Gegensatz zum Model von Murakami, die VHCF Rissinitiierung mit FGA Bildung in hochfesten Stählen nicht explizit auf Kurzrisswachstum zurück, sondern auf Rissausbreitung in Verbindung mit Riss-schließen. Zuerst initiiert demzufolge ein Riss unter VHCF Beanspruchung durch kumulative plastische Verformung in der Umgebung eines Einschlusses. Wie die Rissinitiierung und -ausbreitung im VHCF-Bereich im Detail abläuft, wird nicht weiter ausgeführt. Aufgrund des wiederholten Kontaktes der Rissflanken („numerous cyclic pressing“ NPC) unter zyklischer Zug-Druck-Beanspruchung in Verbindung mit Riss-schließen bildet sich entlang des Risses ein feinkörniger Bereich, der später als FGA auf der Bruchfläche zu finden ist (siehe Abb. 2.16). Die veränderte Mikrostruktur wäre folglich nur eine Begleiterscheinung der VHCF Rissausbreitung und nicht ursächlich. Ein vergleichbares Model postulieren Nakamura und Oguma [88, 89] für die Bildung eines feinkörnigen Bruchflächenbereiches in Ti6Al4V und 36CrNiMo4. Demnach führt der Bruchflächenkontakt durch die Ermüdungsbeanspruchung bei Rissinitiierung im Inneren des Werkstoffes, aber auch bei Versuchsführung im Vakuum, wiederholt zu einer Art Kaltverschweißung der Bruchflächen und dadurch zu Feinkornbildung. Damit verbunden ist auch eine deutlich verringerte Rissausbreitungsgeschwindigkeit in Vakuum bzw. im Inneren des Werkstoffes. Nakamura et al. [89] zeigen in ihren Untersuchungen, dass sich im Vakuum durch wiederholten Bruchflächenkontakt bei zuvor erzeugten Rissen FGA-ähnliche Bruchflächenstrukturen erzeugen lassen. In diesem Zusammenhang wird häufig auch der Einfluss von Mittelspannungen auf die VHCF Rissinitiierung in Verbindung mit FGA Bildung untersucht. So wird in einigen Untersuchungen an unterschiedlichen Stählen [69, 90-92] beobachtet, dass bei positiven Lastverhältnissen, die den Rissflankenkontakt verringern oder sogar ganz verhindern, VHCF-Versagen mit reduzierter oder bei ausreichendem hohem Lastverhältnis, ohne Feinkornbildung auftritt. Aber vereinzelt wird in der Literatur auch bei positiven Lastverhältnissen ($R = 0,1$ [93], $R = 0,3$ [61] und $R = 0,5$ [25]) von FGA Bildung berichtet.

In aktuellen Untersuchungen von Ritz et al. [92] an duktileren, angelassenen Stählen X10CrNiMoV12-2-2 und 34CrNiMo6 wird in diesem Zusammenhang der Bruchflächenkontakt und Riss-schließeffekte bei unterschiedlichen Lastverhältnissen simuliert. Sie zeigen, dass im Bereich um einen Einschluss erhöhte Kontaktspannungen berechnet werden, die mit steigendem Lastverhältnis abnehmen. In diesem Zusammenhang wird weiterhin beobachtet, dass die Dicke der FGA mit steigendem Lastverhältnis abnimmt. Dies würde das Modell zur Feinkornbildung nach Hong et al. unterstützen. Allerdings bleibt bei diesem Modell weiterhin die Frage offen, wie und warum es überhaupt zur VHCF-Rissausbreitung kommen kann.

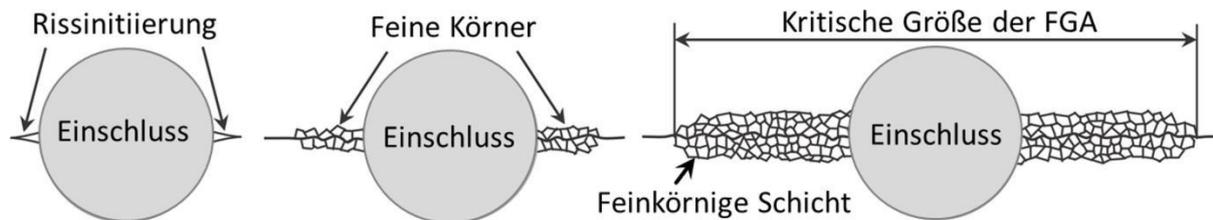


Abb. 2.16: Schematisch Darstellung des NCP-Modells zur VHCF Rissinitiierung mit FGA nach [69]

Es gibt jedoch auch zahlreiche Modelvorstellungen, die die VHCF Rissinitiierung mit FGA Bildung weder auf Kurzrissswachstum noch auf klassische Rissausbreitung zurückführen. Nach Shanyavskiy [94] erreicht das Material vor allem im Druck-Halbzyklus der Ermüdungsbeanspruchung einen superplastischen Zustand um einen Einschluss. Dies resultiert in wirbelförmiges plastisches Fließen in diesem Bereich und zur Bildung einer dünnen nanostrukturierten Schicht. Unter zyklischer Beanspruchung rotieren die neu geformten Nanokörner in jedem Halbzyklus. Dadurch wird die Korngrenzenfestigkeit reduziert, sodass die Körner sich im Bereich der FGA voneinander lösen und freie Oberfläche bilden. Nun rollen die Körner aneinander ab und bilden die typische, runde Form, die auf der FGA Bruchfläche beobachtet werden. Abb. 2.17 zeigt das Model von Shanyavskiy schematisch.

Auch Wang et al. [95] vermuten das die Rissinitiierung im VHCF Bereich auf lokale plastisch Verformungsvorgänge zurückzuführen ist. Durch die Spannungsüberhöhung am Einschluss wird die kritische Schubspannung τ_{krit} lokal überschritten. Die daraus resultierende Versetzungsbewegung soll mit andauernder zyklischer Beanspruchung zur Bildung von feinen persistenten Gleitbändern (PSB) führen, die schlussendlich rissinitiierend wirken.

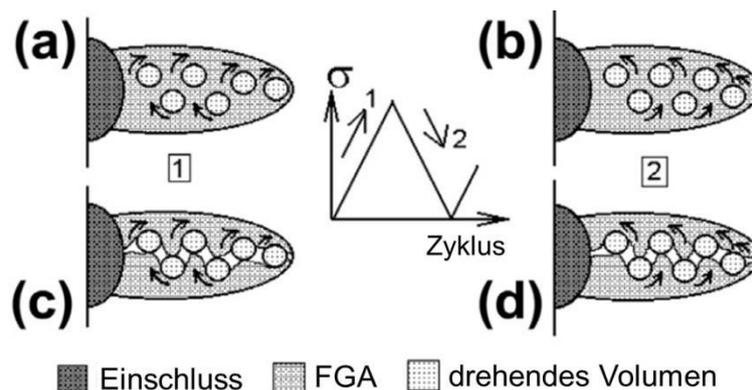


Abb. 2.17: Matrix-Rotations-Model zur FGA-Bildung nach Shanyavskiy [94]

Shiozawa et al. [34, 60, 96] bezeichnen den körnigen rauen Bereich der Bruchfläche bei VHCF Rissinitiierung in hochfesten Stählen als „granular bright facet (GBF)“. Aufgrund der besonderen Morphologie der GBF vermuten sie, dass die Rissausbreitung in diesem Bereich stark mikrostrukturabhängig ist. Die Bruchflächenanalyse mittels Rastersondenmikroskopie im Bereich der GBF zeigten, dass die Oberflächenrauheit in

etwa dem durchschnittlichen Durchmesser der im Gefüge fein verteilten Karbide entspricht. Zusätzlich zeigt eine Elektronenstrahlmikroanalyse verstärkt Kohlenstoff innerhalb der GBF. Basierend auf diesen Ergebnissen postulieren Shiozawa et al., dass die Rissinitiierung im VHCF Bereich auf die Ablösung der fein verteilten kugelförmigen Karbide in der Nähe des Einschlusses zurückzuführen ist. Durch die Ablösung der Karbide unter zyklischer Beanspruchung werden demzufolge voneinander unabhängige Mikrorisse initiiert, die sich mit fortlaufender Ermüdung zu einem ausbreitungsfähigen Riss zusammenschließen. Die abgelösten Karbide bzw. die durch sie zurückgelassenen Krater führen zur charakteristischen Rauheit der GBF. Abb. 2.18 zeigt schematisch den Mechanismus der Rissinitiierung durch Karbidablösung.

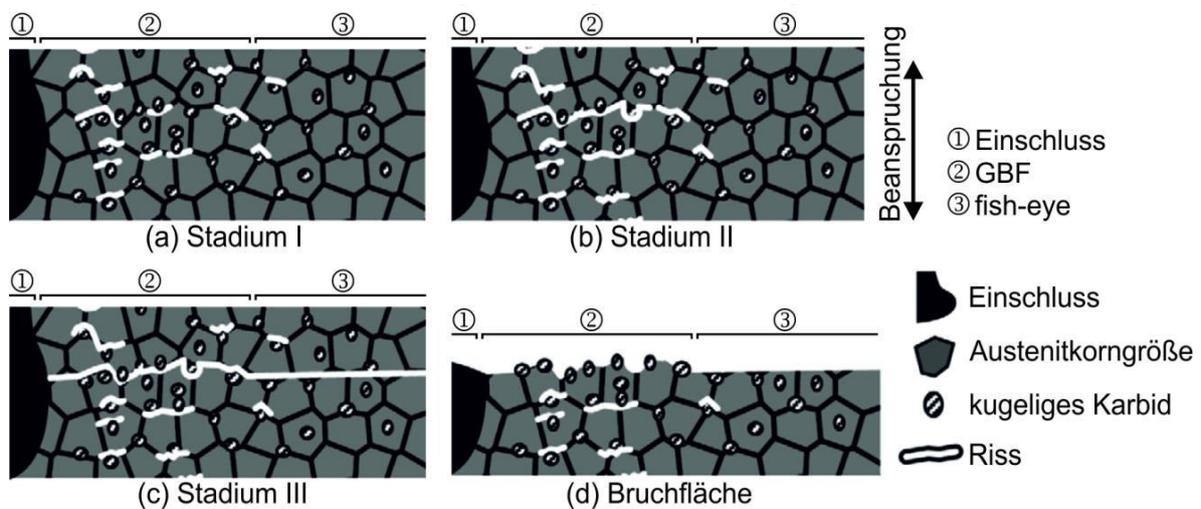


Abb. 2.18: Mechanismus der VHCF Rissinitiierung durch Karbidablösung nach [34]

Andere Theorien zur Rissinitiierung im VHCF Bereich schreiben der Feinkornbildung, die auf der Bruchfläche entlang der FGA beobachtet wird, eine tragende Rolle zu und vermuten, dass sie ursächlich für die späte Rissinitiierung ist und nicht nur eine Randerscheinung. Abb. 2.19 zeigt das Model von Sakai et al. [68, 97].

Entsprechend der Modelvorstellung von Sakai bildet sich um Einschlüsse, die zur Rissinitiierung im VHCF Bereich führen, unter zyklischer Langzeitbeanspruchung zuerst durch Polygonisation eine feinkörnige Schicht in der Größe der späteren FGA aus. Entlang der Grenzfläche der feinkörnigen Schicht und des umgebenen Ursprungsgefüges treten unter weiterer zyklischer Beanspruchung Mikroablösungen auf, deren Zahl mit andauernder Beanspruchung ständig zunimmt. Mit steigender Anzahl vereinigen sich diese lokalen Mikroablösungen und bilden schlussendlich den finalen ausbreitungsfähigen FGA Riss.

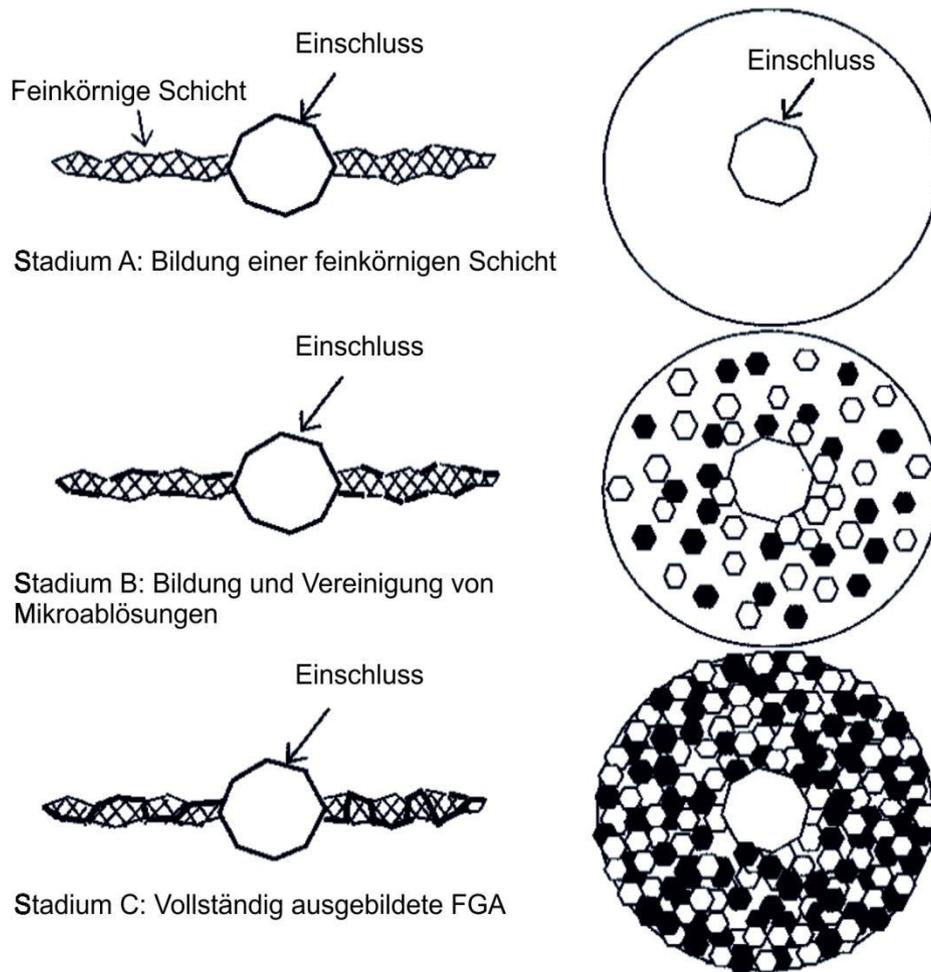


Abb. 2.19: FGA Bildungsmechanismus in hochfesten Stählen nach Sakai et al. [68]

Auch Grad et al. [8, 32] sind der Ansicht, dass nicht Kurzrischwachstum für die späte Rissinitiierung verantwortlich ist und stellen die Kornfeinung im Bereich der FGA in den Mittelpunkt ihres Modells in Abb. 2.20. Entsprechend der Definition kurzer Risse nach Miller wäre das Verhältnis von plastischer Zonengröße zur Risslänge für FGA-Risse zu groß für kurze Risse. Da der Spannungsintensitätsfaktor K_{\max} unterhalb des globalen Schwellenwertes des Grundgefüges $K_{th,global}$ liegt, sollte es sich eigentlich um nicht ausbreitungsfähige Langrisse (siehe Abb. 2.20a) handeln [8]. Folglich muss ein Mechanismus verantwortlich sein, der Ähnlichkeiten zum Ansatz von Sakai aufweist. Demnach tritt, auch wenn keine Langrissausbreitung möglich ist, im Bereich der Spannungsüberhöhung um nichtmetallische Einschlüsse lokale plastische Verformung auf. Die Versetzungen ordnen sich aufgrund der plastischen Verformung zu Versetzungszellen um, die anschließend zu neuen Subkörnern werden (Abb. 2.20b). Die so neu gebildete feinere lokale Mikrostruktur besitzt einen geringeren Schwellenwert für Rissausbreitung $K_{th,lokal}$ und ermöglicht lokale Rissausbreitung, sobald $K_{th,lokal} < K_{\max}$ wird (siehe Abb. 2.20c). Aufgrund der Spannungskonzentration an der Rissspitze wiederholt sich dieser Vorgang von Zellenbildung, Kornfeinung und Rissausbreitung (Abb. 2.20d-e), bis K_{\max} an der Rissspitze den globalen Schwellenwert $K_{th,global}$ übersteigt und der Riss ohne Gefügeveränderung ausbreitungsfähig ist (Abb. 2.20f).

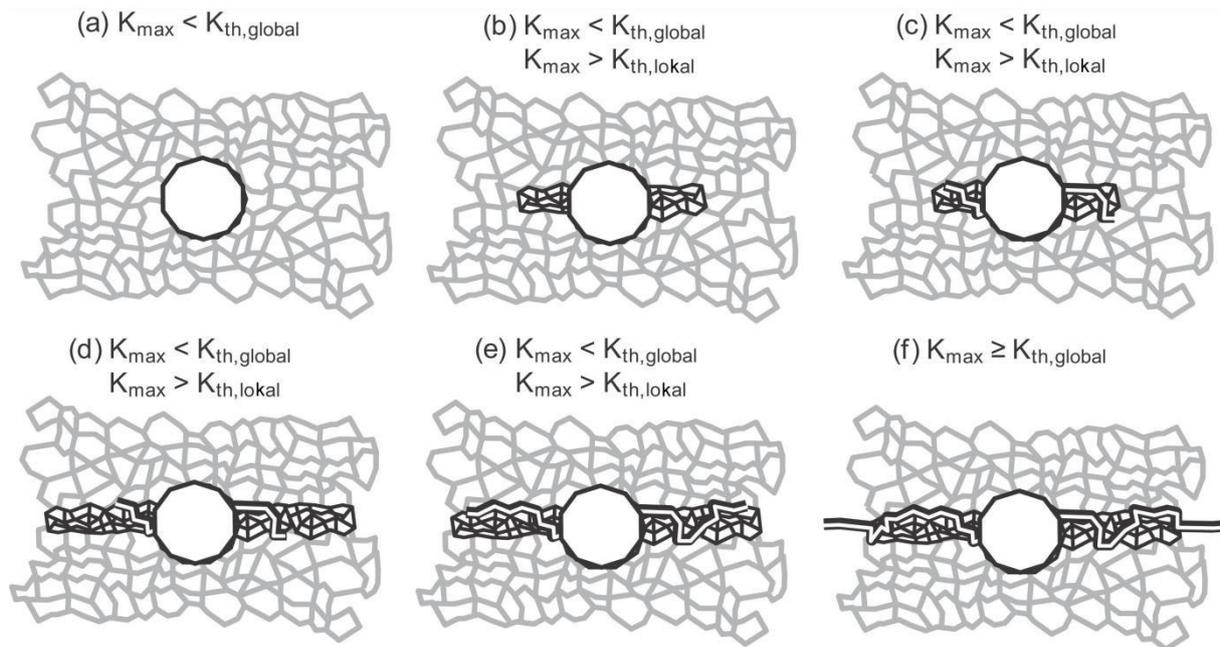


Abb. 2.20: VHC Rissinitiierung mit FGA Bildung in hochfestem Stahl nach Grad et al. [32]

Auch Chai et al. [98, 99] führen die FGA Bildung und VHC Rissinitiierung auf lokale plastische Prozesse, vergleichbar zum zuvor vorgestellten Mechanismus von Grad et al., zurück. Demnach führt die Spannungskonzentration am Einschluss zu plastischer Verformung sowie lokaler Rekristallisation und somit zur Bildung von Versetzungszellen. Durch Versetzungsauslöschung in den Versetzungszellen sollen jedoch anschließend Mikroporen gebildet werden, die letztlich zur Rissinitiierung an den Zellen führen. In einer aktuellen Veröffentlichung von Abdessalam et al. [100] wird ein sehr ähnliches Model präsentiert, dass in Abb. 2.21 schematisch dargestellt ist. Demnach führt die Spannungsüberhöhung am Einschluss, z.B. durch die unterschiedlichen E-Moduln von Einschluss und Matrix, zum Bruch eines Einschlusses und somit zur Rissinitiierung unter zyklischer Beanspruchung (Abb. 2.21a). Die plastische Zone an der Risspitze ist kleiner als die Martensitlattengröße. Der Riss wächst für innere Rissinitiierung langsam und stetig mit Stadium I-ähnlicher Rissausbreitung bei Spannungsintensitätsfaktoren unterhalb K_{th} und hinterlässt dabei einen plastisch verformten Bereich entlang der Rissufer (Abb. 2.21b+c). Aufgrund der geringen Rissausbreitungsgeschwindigkeit wirkt die zyklische plastische Verformung lokal lange auf die umgebende Matrix ein und führt zu einer Veränderung der lokalen Mikrostruktur. Dabei kommt es zu einer Umordnung der Versetzungen im sehr versetzungsreichen Martensitgefüge und zu einer feinen Versetzungszellenstruktur, die sich als „feinkörniger Bereich“ entlang der FGA Bruchfläche zeigt. Im Gegensatz zum Model von Grad et al. entsteht der feinkörnige Bereich somit während der Rissausbreitung und ist nicht die Voraussetzung, um überhaupt die Rissausbreitung zu ermöglichen. Sobald die plastische Zone an der Risspitze die Martensitlattenlänge (bzw. die dreifache Lattendicke) überschreitet, wechselt die Rissausbreitung zu Stadium II und der Riss propagiert schneller ohne Veränderung der Mikrostruktur als Fish-eye Riss (Abb. 2.21d).

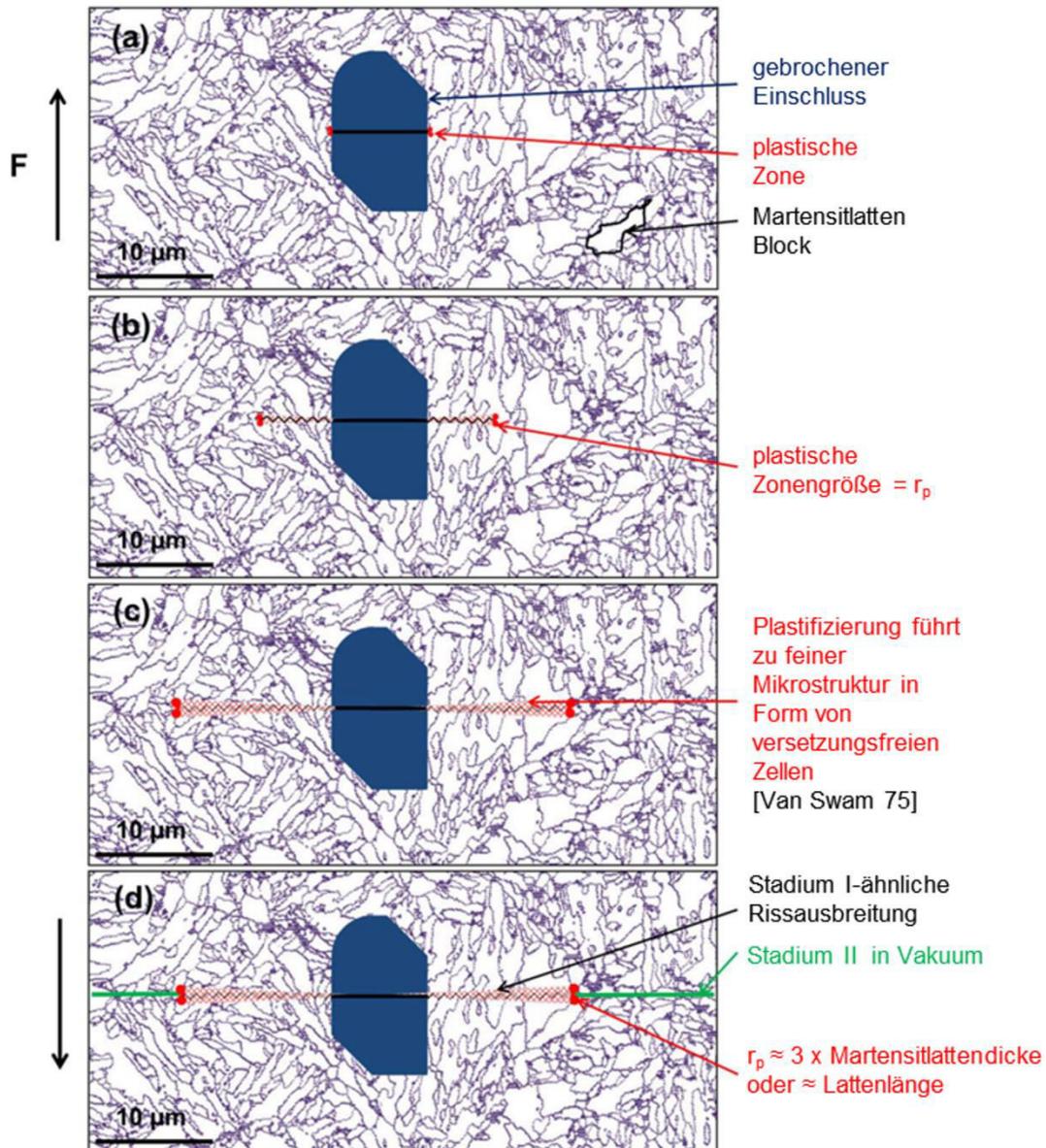


Abb. 2.21: schematische Darstellung der FGA Bildung unter zyklischer Beanspruchung [100]

2.4. Rissausbreitung im VHCF-Bereich

Wie bereits beschrieben wird die frühe Rissausbreitung innerhalb der FGA, bzw. die Bildung der FGA, der Rissinitiierung zugeschrieben. Anhand der Größe der FGA und der zur ihrer Bildung benötigten Lastspielzahlen lässt sich abschätzen, dass die Rissausbreitung pro Zyklus im VHCF Bereich weniger als $10^{-11} - 10^{-12}$ m/LS beträgt und weit unterhalb des Gitterabstands ($\sim 0,25$ nm) des Werkstoffs liegt (vgl. Daten für hochfesten AISI H13 in Abb. 2.22). Die Rissausbreitungsgeschwindigkeit ist jedoch auf die gesamte Rissfront gemittelt. Daraus ergeben sich verschiedene Möglichkeiten der Rissausbreitung innerhalb der FGA. Zum einen könnte die Rissausbreitung stark lokalisiert ablaufen, z.B. nur in einzelnen Körnern entlang der Rissfront und somit lokal deutlich höher sein. Anderenfalls kann der Riss in der Phase der Rissinitiierung in der FGA

folglich nicht Zyklus für Zyklus wachsen und nicht über gängige Rissausbreitungskonzepte beschrieben werden. Weiterhin wäre aber auch denkbar, dass die geringe Rissausbreitungsgeschwindigkeit durch einen ständigen Wechsel von Rissausbreitung und Rissstillstand, z.B. an Korngrenzen, hervorgerufen werden [101]. Einige Forschergruppen vertreten jedoch auch die Meinung, dass nicht die Rissausbreitung innerhalb der FGA sondern ein völlig neuer Mechanismus in Verbindung mit der FGA Bildung eine sehr große Zyklenzahl in Anspruch nimmt und schließlich zur Rissinitiierung führt [32, 34, 68, 99].

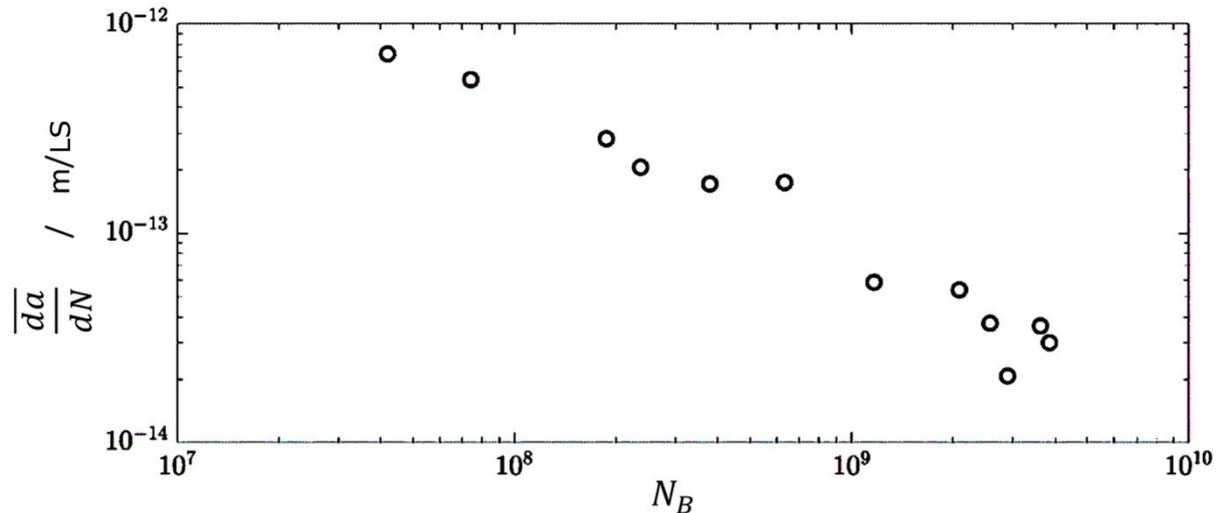


Abb. 2.22: Durchschnittliche Rissausbreitungsgeschwindigkeit innerhalb der FGA in Abhängigkeit von der Bruchlastspielzahl N_B nach [101]

Die frühe VHCF Rissausbreitung innerhalb der FGA wird, unabhängig vom tatsächlichen Ausbreitungsmechanismus, häufig vereinfacht mit Hilfe des Rissausbreitungsgesetzes nach Paris beschrieben [8, 102]. Abb. 2.23a zeigt schematisch ein Rissausbreitungsdiagramm für hochfeste Stähle erweitert um die Ausbreitung innerhalb der FGA im VHCF Bereich (gepunktete Linie in Stadium I). Hierbei muss zwischen Rissausbreitung an der Oberfläche (OF) und im Volumen (V) unterschieden werden. Da die Rissausbreitung im Volumen unter Ausschluss der Umgebungsluft abläuft, wird vermutet, dass das Versagen im Inneren mit Ermüdung im Vakuum gleichzusetzen ist [103-107]. Der Schwellenwert für Rissausbreitung im Inneren liegt oberhalb des Schwellenwerts für Rissausbreitung an der Oberfläche [105, 107]. Die Rissausbreitungsgeschwindigkeit hingegen ist im Inneren des Werkstoffs geringer als an der Oberfläche [8, 107]. Diese Unterschiede sind im schwellenwertnahen Bereich am stärksten ausgeprägt. Die VHCF Rissausbreitung innerhalb der FGA wurde in hochfesten Stählen nur für Versagen im Volumen beobachtet. Dies ist vermutlich auch auf den Einfluss des Umgebungsmediums zurückzuführen. Häufig wird Vakuum als notwendige Bedingung zur VHCF-Rissinitiierung mit FGA Bildung abgeleitet [88, 89, 108].

Wie bereits in Kap. 2.2 erwähnt, finden diese Vorgänge, entsprechend der bruchmechanischen Bewertung der rissinitiierenden Einschlüsse, unterhalb des

Schwellenwertes für die Ausbreitung eines Langrisses statt. Da die frühe Rissausbreitung bei VHCF Beanspruchung unterhalb K_{th} abläuft, wird sie, wie im vorherigen Kapitel bereits beschrieben, in einigen Versagensmodellen auf Stadium I Rissausbreitung bzw. Kurzrissswachstum zurückgeführt [33, 39, 70, 71]. Jedoch wurde die Rissausbreitung um Einschlüsse im Inneren noch nicht in situ beobachtet oder gemessen.

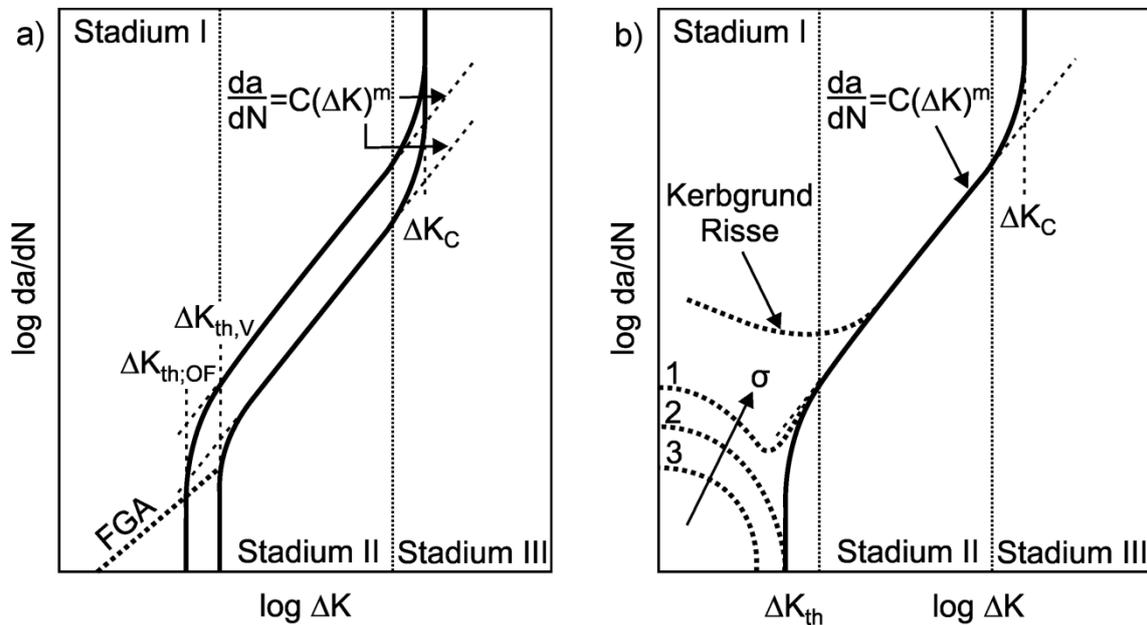


Abb. 2.23: Schematische Darstellung a) des Rissausbreitungsdiagramms für hochfeste Stähle für Rissausbreitung an der Oberfläche (OF) und im Volumen (V) inklusive VHCF-Ausbreitung innerhalb der FGA nach [8, 102, 109] und b) des Rissausbreitungsdiagramm inkl. Kurzrisssausbreitung (gepunkteten dargestellt) nach [110-112]

Abb. 2.23b zeigt schematisch eine Rissausbreitungskurve. Das Kurzrissswachstum in Stadium I ist durch gepunktete Linien dargestellt. Kurze Risse besitzen geringere Schwellenwerte gegen Rissausbreitung und sind folglich auch unterhalb K_{th} ausbreitungsfähig. Das Wachstum kurzer Risse ist, im Gegensatz zur Langrissausbreitung in Stadium II, stark von der Mikrostruktur abhängig. Die Rissausbreitungsgeschwindigkeit kurzer Risse im schwellenwertnahen Bereich ist bei gleicher Antriebskraft ΔK größer oder zumindest genauso groß, wie die Geschwindigkeit langer Risse [110]. Mikrostrukturelle Hindernisse, wie Korn- oder Phasengrenzen, können die Ausbreitung kurzer Risse jedoch verlangsamen oder sogar stoppen ($da/dN = 0$). Nähert sich ein kurzer Riss einer mikrostrukturellen Barriere, verringert sich seine Geschwindigkeit. Ist die Beanspruchung ausreichend hoch, um die mikrostrukturelle Barriere zu überwinden, nimmt die Rissausbreitungsrate anschließend wieder zu, wie in Kurve 1 in Abb. 2.23b gezeigt. Die Spannung, bei der der Riss gerade noch das mikrostrukturelle Hindernis überwinden kann und zur Langrissausbreitung führt, markiert die Dauerfestigkeit (Kurve 2 in Abb. 2.23b). Unterhalb dieser Spannung wird der Riss am Hindernis gestoppt (Kurve 3 in Abb. 2.23b). Kurze Risse im Spannungsfeld einer Kerbe zeigen aufgrund der Plastizität im Kerbgrund eine deutlich erhöhte

Rissausbreitungsgeschwindigkeit im Vergleich zu langen Rissen, wenn man sie anhand der Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors ΔK analysiert (siehe Abb. 2.23b) [110, 111]. Dies könnte auch im Spannungsfeld im unmittelbaren Umfeld um Einschlüsse zu einer erhöhten Geschwindigkeit kurzer Risse führen. Es stellt sich die Frage, ob bzw. wie die sehr lange Lebensdauer mit der vergleichsweise schnellen Kurzrisssausbreitung erklärt werden kann. Darauf wird in den entsprechenden Modellen in der Literatur nicht weiter eingegangen. Pippan et al. [113] vermuten, dass die geringe VHCF Rissausbreitungsgeschwindigkeit im Inneren des Werkstoffs auf Ausbreitung unter ultra-hoch Vakuum Bedingungen oder einen neuen Ausbreitungsmechanismus zurückzuführen sein könnten.

Hu et al. [114] versuchen im Rahmen ihrer Untersuchungen die Rissausbreitung innerhalb der FGA messbar zu machen, indem sie mit Hilfe von zwei regelmäßigen wechselnden Beanspruchungshorizonten (σ_{hoch} und σ_{tief}) Rissausbreitungsmarken erzeugen. Die Gesamtheit der Lastspiele N_{hoch} und N_{tief} ($N_{\text{tief}} \gg N_{\text{hoch}}$) bilden hierbei einen Beanspruchungsblock. Anhand der Dauer der Beanspruchungshorizonte und dem durch die Rissausbreitungsmarken zuzuordnenden Rissfortschritt versuchen sie gemittelte Rissausbreitungsgeschwindigkeiten innerhalb der FGA abzuleiten. Die ermittelten Rissausbreitungsgeschwindigkeiten liegen in einem Bereich von $10^{-11} - 10^{-13}$ m/Zyklus. Hierbei wird die Rissausbreitung jedoch auf einen kompletten Beanspruchungsblock gemittelt, ohne zwischen hoher und niedriger Last zu differenzieren. Dies bietet großen Spielraum für Interpretation.

Weiterhin stellt sich die Frage, ob es sich bei einschlussinduzierten Rissen überhaupt um kurze Risse handelt. Grad [8] nimmt in diesem Zusammenhang die Definition kurzer Riss nach Miller [46] zur Hilfe, die bereits in Kapitel 2.2 genauer beschrieben wurde. Unter der Annahme, dass die Einschlussgröße die Anfangsrislänge darstellt, kann das Verhältnis der Rislänge zur plastischen Zonengröße a/r_p zum Zeitpunkt der Rissinitiierung bestimmt werden. Dieser Zusammenhang ist in Abb. 2.24 über der Lebensdauer dargestellt.

Es fällt auf, dass gerade bei langer Lebensdauer und den damit verbundenen geringen Spannungsamplituden, die mit FGA Bildung verbunden sind, die Rislänge wesentlich größer ist als die plastische Zone an der Rissspitze. Das Verhältnis der Rislänge zur plastischen Zone an der Rissspitze bei VHCF Rissinitiierung liegt im Bereich von $a/r_p \approx 50 - 80$. Weiterhin überschreiten die Rislänge eines FGA Risses in hochfesten Stählen ein Vielfaches der Korngröße. Auch Tokaji und Ogawa [115] gehen davon aus, dass, sobald die Rislänge etwa 8 Korndurchmesser überschreitet, der Einfluss der Mikrostruktur abnimmt und der Riss nicht als mikrostrukturell kurzer Riss anzusehen ist. Die FGA-Rislänge inklusive des rissinitiierenden Einschlusses überschreitet die Mikrostrukturabmessungen des hochfesten Stahls um ein Vielfaches. Dies könnte darauf hindeuten, dass es sich entsprechend der Definitionen nicht um kurze sondern vielmehr um lange Risse handelt, die mit Hilfe der linear elastischen Bruchmechanik beschrieben werden können. Da lange Risse unterhalb K_{th} nicht ausbreitungsfähig sind, müsste folglich

ein anderer Mechanismus verantwortlich sein, der nicht mit gängigen Rissausbreitungsgesetzen beschrieben werden kann.

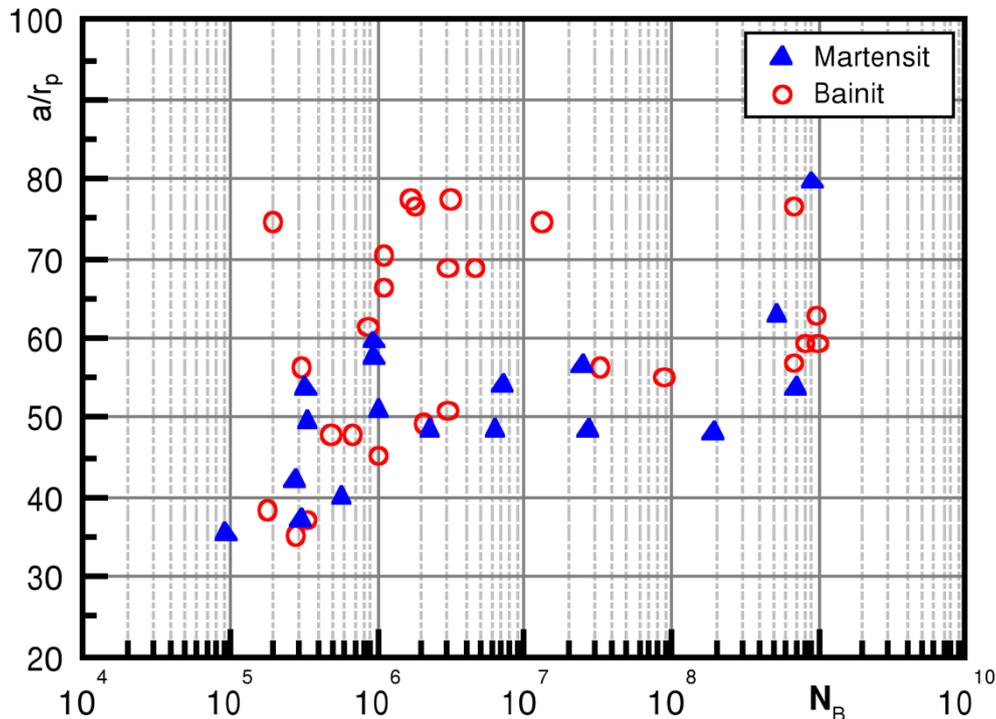


Abb. 2.24: Verhältnis der Risslänge zur plastischen Zonengröße an der Risspitze als Funktion der Bruchlastspielzahl in 100Cr6 [8]

2.4.1. Plastische Zone an der Risspitze

Aufgrund der Singularität der Spannung an der Risspitze würde bei rein elastischer Betrachtung in einem Bereich vor der Risspitze lokal die Fließgrenze R_e des Werkstoffs überschritten (vgl. Abb. 2.25a). Dieser Bereich ist die plastische Zone mit einem Radius r_p . Sie bestimmt die Ausbreitung von Rissen im Werkstoff. Der reale elastisch-plastische Werkstoff reagiert jedoch durch plastisches Fließen und bildet einen plastisch deformierten Bereich, der größer ist als bei Betrachtung der elastischen Spannungsverteilung. Mit Hilfe der plastischen Korrektur nach Irwin [116, 117] kann eine vereinfachte runde plastische Zone an der Risspitze berechnet werden, die plastisches Fließen berücksichtigt. Hierfür wird die korrigierte plastische Spannungsverteilung um den in Abb. 2.25b gezeigten Bereich II ergänzt, der durch die Fließgrenze abgeschnittenen Spannungssingularität I entspricht. Somit erhält man präzisere Werte für die Ausdehnung der plastischen Zone in Rissausbreitungsrichtung vor der Risspitze. Im Falle zyklischer Beanspruchung wird zwischen der monotonen (primär) und zyklischen (umkehr-) plastischen Zone unterschieden. Die monotone plastische Zone beschreibt die plastische Zone am Maximum der zyklischen Beanspruchung σ_{\max} bzw. $K_{I,\max}$. Die zyklische plastische Zone hingegen beschreibt die umkehrplastische Zone nach Entlastung auf den minimalen Wert der zyklischen Beanspruchung σ_{\min} bzw. $K_{I,\min}$. Bei

positiven Beanspruchungsverhältnissen $R > 0$ ist die zyklische plastische Zone der Rückverformung gewöhnlich deutlich kleiner als die monotone plastische Zone. Bei $R = 0$ beträgt die Größe der zyklischen plastischen Zone etwa ein Viertel der Monotonen. Bei der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Wechselbeanspruchung ($R = -1$) hingegen ist die Größe der zyklischen und monotonen plastischen Zone bei elastisch-ideal plastischer Verformung entsprechend der Definition nach Rice [118] rechnerisch identisch. Daher wird im weiteren Verlauf des Kapitels nur die Berechnung der monotonen plastischen Zone behandelt. [28, 118, 119]

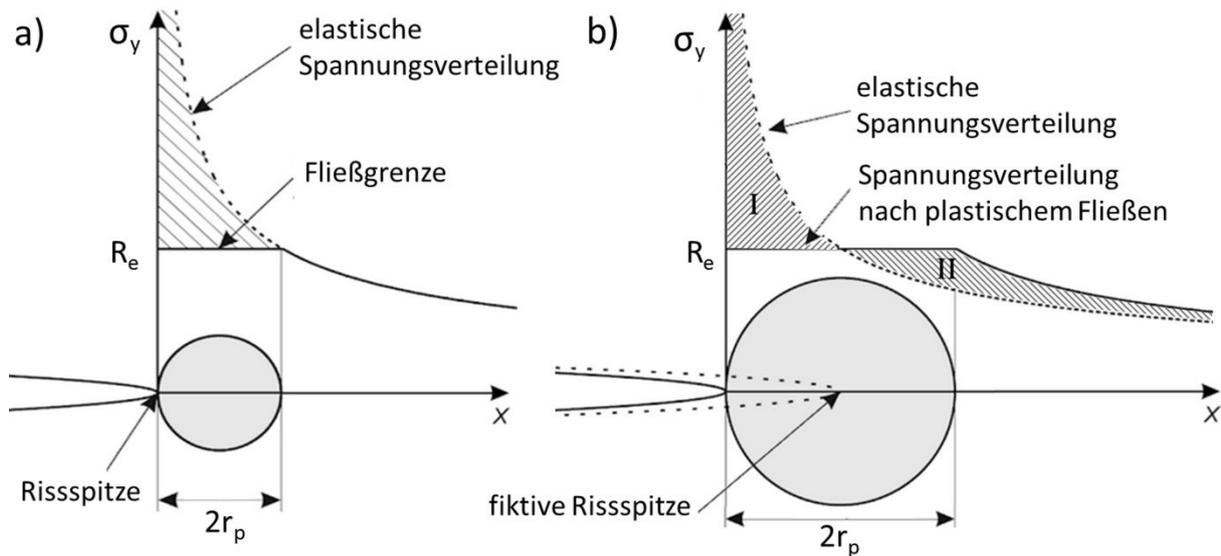


Abb. 2.25: plastische Zone an einer Risspitze; a) rein elastische Betrachtung, b) elastisch-plastische Korrektur nach Irwin nach [116, 119]

Bei der Berechnung der plastischen Zone muss zwischen ebenen Spannungs- (ESZ) und Verzerrungszustand (EVZ) unterschieden werden. Der an der freien Oberfläche auftretende ESZ führt zu einer deutlich größeren plastischen Zone als der im Inneren vorliegende EVZ. Dies ist qualitativ für einen dreidimensionalen Riss in Abb. 2.26 dargestellt. Da das Versagen hochfester Stähle bei hoher Lebensdauer im Inneren des Werkstoffs abläuft, muss die plastische Zonengröße für den EVZ berechnet werden. Die korrigierte plastische Zone nach Irwin kann in Abhängigkeit der Streckgrenze R_e und dem Spannungsintensitätsfaktor $K_{I,max}$ an der Risspitze für den EVZ wie folgt berechnet werden:

$$r_p = \frac{1}{6\pi} \left(\frac{K_{I,max}}{R_e} \right)^2 \quad (2.5)$$

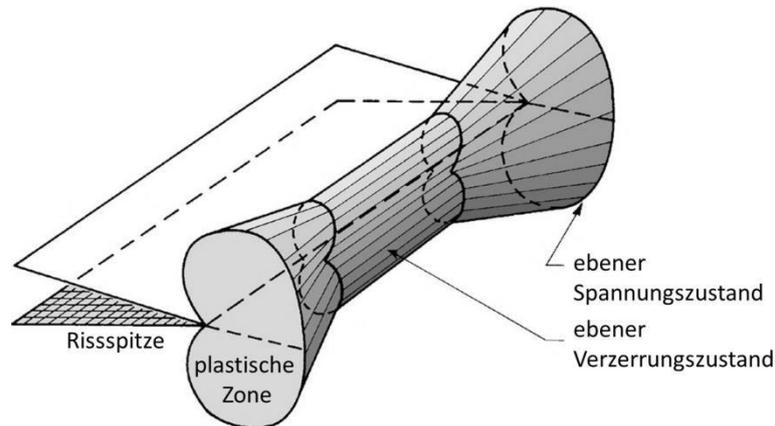


Abb. 2.26: dreidimensionale plastische Zone entlang eines Risses mit ebenem Spannungszustand (ESZ) an der Oberfläche und ebenem Verzerrungszustand (EVZ) im Inneren nach [120]

Die Abschätzung der plastischen Zone mit dem Model nach Irwin vereinfacht jedoch die Form der Zone, um lokales Fließen berücksichtigen zu können und ist daher beschränkt auf die Rissausbreitungsrichtung. Um die Form der kompletten plastischen Zone abzuschätzen, ist die Verwendung eines Fließkriteriums erforderlich, mit dessen Hilfe im rein elastischen Fall (vgl. Abb. 2.25a) der Bereich bestimmt werden kann, in dem die Fließgrenze überschritten wird. Somit kann der Radius der plastischen Zone in Abhängigkeit des Winkels θ zur Rissausbreitungsrichtung abgeschätzt werden. Hierzu werden gewöhnlich die Fließkriterien nach Von Mises oder Tresca verwendet. Da die Vergrößerung der plastischen Zone durch plastisches Fließen jedoch vernachlässigt werden muss, wird die Größe der realen plastischen Zone etwas unterschätzt. Von Mises definiert als Bedingung für Plastizität, dass die Von Mises Vergleichsspannung σ_v die Fließgrenze übersteigt. Gemäß dem Tresca Fließkriterium beginnt das Material hingegen plastisch zu fließen, sobald die lokale Schubspannung die kritische Schubspannung überschreitet. Dies resultiert in unterschiedliche Formen und Größen der berechneten plastischen Zonen. Abb. 2.27 zeigt die Form der plastischen Zonen nach Von Mises und Tresca in dimensionsloser Form in Abhängigkeit des Winkels θ ($\theta = 0^\circ$ in Rissausbreitungsrichtung; $\theta = 90^\circ$ senkrecht zur Ausbreitungsrichtung). Die plastische Zone für den EVZ ist deutlich kleiner im Vergleich zur plastischen Zone für den ESZ. Unter Verwendung der Streckgrenze R_e , des Spannungsintensitätsfaktors $K_{I,max}$ an der Risspitze und der Poissonzahl ν (Stahl $\nu = 0,3$) berechnet sich die Von Mises plastische Zone für den EVZ wie folgt [120]:

$$r_p(\theta) = \frac{1}{4\pi} \left(\frac{K_{I,max}}{R_e} \right)^2 \left[\frac{3}{2} \sin^2 \theta + (1 - 2\nu)^2 (1 + \cos \theta) \right] \quad (2.6)$$

Aufgrund der beiden maximalen Schubspannungen $\tau_{1,max} = \frac{1}{2}(\sigma_1 - \sigma_3)$ und $\tau_{2,max} = \frac{1}{2}(\sigma_1 - \sigma_2)$ für den EVZ können nach Tresca zwei unterschiedliche plastischen Zone vor einer Risspitze berechnet werden (siehe Abb. 2.27b). Für die Kontur der plastischen Zone bei EVZ wird dann der Größere der beiden folgenden Radien r_1 und r_2 verwendet [121]:

$$r_p(\theta) = r_1 = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{K_{I,max}}{R_e} \right)^2 \sin^2 \theta \quad (2.7)$$

$$r_p(\theta) = r_2 = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{K_{I,max}}{R_e} \right)^2 \cos^2 \frac{\theta}{2} \left(1 - 2\nu + \sin \frac{\theta}{2} \right)^2 \quad (2.8)$$

Mit der Poissonzahl $\nu = 0.3$ folgt für die Berechnung der plastischen Zone nach Tresca, dass bei einem Winkel $\theta > 48^\circ$ der Zonenradius $r_1 > r_2$ ist. Folglich wird für die Berechnung der Ausdehnung der plastischen Zone in Rissausbreitungsrichtung ($\theta = 0^\circ$) Formel 2.8 und entsprechend senkrecht zur Ausbreitungsrichtung ($\theta = 90^\circ$) Formel 2.7 verwendet.

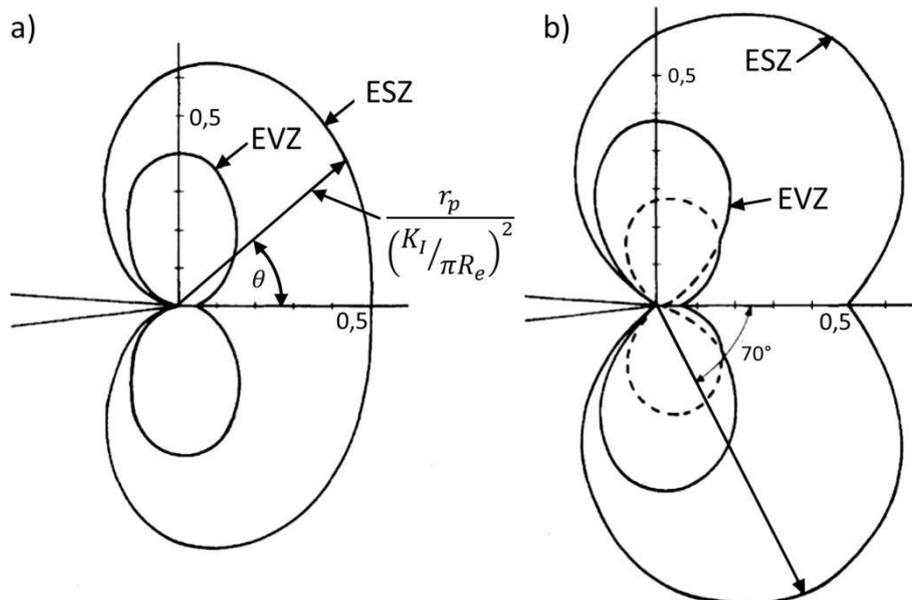


Abb. 2.27: Form der plastischen Zone bei EVS und ESZ gemäß a) Von Mises und b) Tresca Fließkriterium nach [120]

2.5. Schwellenwerte für die Rissinitiierung im VHCF-Bereich

In Verbindung mit dem Verlust der Dauerfestigkeit im VHCF Bereich bei hochfesten Stählen aufgrund der Rissausbreitung unterhalb des Schwellenwertes für die Ausbreitung langer Risse ΔK_{th} stellt sich die Frage nach vergleichbaren bruchmechanischen Schwellenwerten, die die VHCF Schädigung begrenzen. Ob es sich dabei z.B. um einen Schwellenwert des SIFs für die Ausbreitung kurzer Risse handelt oder es sich um einen Schwellenwert für das Auftreten eines bestimmten Schädigungsmechanismus handelt, ist noch unklar.

Im Allgemeinen wird der Schwellenwert ΔK_{th} für Rissausbreitung durch Risschließeffekte beeinflusst. Ein Riss ist erst dann ausbreitungsfähig, wenn er geöffnet

ist. Dies beschreibt der effektive SIF ΔK_{eff} , der nur die Schwingbreite des SIF für den geöffneten Riss ($K > K_{op}$) umfasst (siehe Abb. 2.28):

$$\Delta K_{eff} = K_{max} - K_{op} \quad (2.9)$$

Vereinfacht ergibt sich bei Vernachlässigung von Risschließeffekten für ein Lastverhältnis von $R = -1$ folglich $\Delta K_{I,eff} \approx K_{I,max}$.

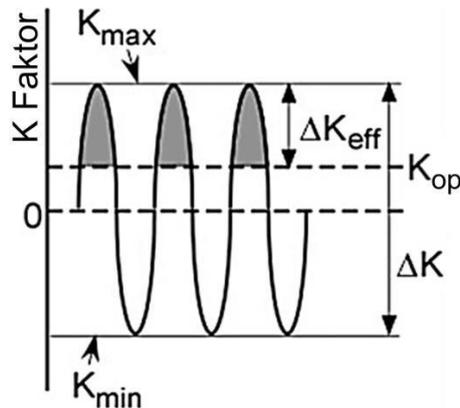


Abb. 2.28: Definition der Beanspruchungsparameter bei zyklischer Beanspruchung nach [48]

Daher muss, um Rissausbreitung zu ermöglichen, neben dem materialabhängigen effektiven oder intrinsischen Schwellenwert $\Delta K_{th,eff}$ noch ein zusätzlicher Beitrag $\Delta K_{th,op}$ zum Öffnen des Risses aufgewendet werden, der den vorhandenen Risschließeffekten entgegenwirkt. Man unterscheidet hierbei im Allgemeinen zwischen plastisch-induziertem, oxidations-induziertem, umwandlungs-induziertem und rauheits-induziertem Risschließen [42]. Folglich lässt sich der Schwellenwert ΔK_{th} wie folgt beschreiben:

$$\Delta K_{th} = \Delta K_{th,eff} + \Delta K_{th,op} \quad (2.10)$$

Abb. 2.29 zeigt schematisch diesen Zusammenhang in Abhängigkeit von der Risslänge. Man erkennt, dass ausgehend von einer risschließfreien Risslänge a_i mit steigendem Risszuwachs Δa der Einfluss von Risschließeffekten zunimmt. Dies ist vor allem darauf zurückzuführen, dass plastisch-induzierte Risschließeffekte mit steigender Risslänge zunehmen und eine bestimmte Risslänge benötigen, um sich völlig auszubilden. Somit sind vor allem verringerte Risschließeffekte bei kurzen Rissen dafür verantwortlich, dass der Rissausbreitungsschwellenwert K_{th} für kurze Risse niedriger ist als für lange Risse. $\Delta K_{th,op}$ erreicht seinen Maximalwert, sobald ein physikalisch kurzer Riss zu einem langen Riss wird (vgl. Abb. 2.29). [28, 48]

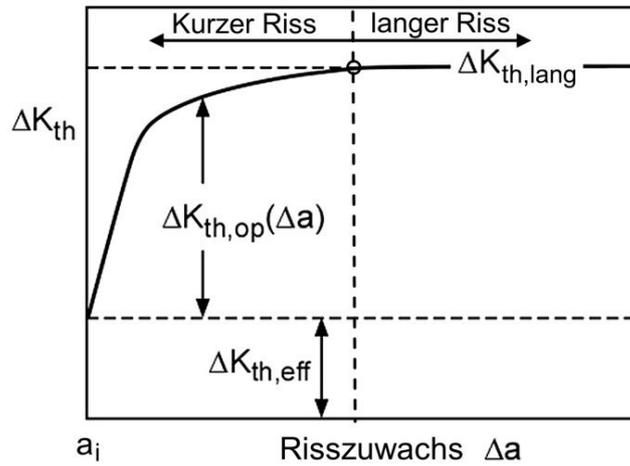


Abb. 2.29: Schematische Schwellenwertkurve mit der intrinsischen und Rissöffnungs-komponente des Rissausbreitungsschwellenwertes K_{th} nach [48]

Während K_{th} stark von der Korngröße und dem Lastverhältnis abhängt [122], ist $\Delta K_{th,eff}$ laut Literatur vorrangig materialabhängig, unabhängig von der Korngröße bzw. dem Lastverhältnis und wird nur geringfügig vom Umgebungsmedium beeinflusst. Für den hier untersuchten Stahl sind keine exakten Werte für $\Delta K_{th,eff}$ bekannt. Übliche allgemeine Angaben für Stahl liegen in einem Bereich von $\Delta K_{th,eff} \approx 2,75 - 3,7 \text{ MPam}^{1/2}$ [48, 123, 124]. Unterhalb des intrinsischen Schwellenwertes $\Delta K_{th,eff}$ sind auch kurze Risse nicht ausbreitungsfähig [125]. Näherungsweise kann $\Delta K_{th,eff}$ auch in Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls E und des Burgersvektors b z.B. wie folgt berechnet werden [126]:

$$\Delta K_{th,eff} \approx E \cdot \sqrt{|b|} \approx 1,6 \cdot 10^{-5} \sqrt{m} \cdot E \approx 3,3 \text{ MPam}^{1/2} \quad (2.11)$$

Nach Pohluda et al. [127] ist der effektive Schwellenwert um einen Faktor 0,75 geringer ($\Delta K_{th,eff} \approx 2,5 \text{ MPam}^{1/2}$). Der intrinsische Schwellenwert nach Riemelmoser et al. [128] beträgt etwa den doppelten Wert des Schwellenwertes für Versetzungsemission vor einer atomar scharfen Risspitze k_e nach Rice et al. [129] (für Eisen: $\Delta K_{th,eff} \approx 2k_e \approx 2,6 \text{ MPam}^{1/2}$). Auch Weertman [130] berechnet einen Spannungsintensitätsfaktor, unterhalb dessen es zu keiner Versetzungserzeugung mehr an der Risspitze kommt:

$$\Delta K_{th,Weertman} \approx 2gE \left(\frac{2b}{5} \right)^{1/2} \approx 2,1 \text{ MPam}^{1/2} \quad (2.12)$$

Mit dem Burgersvektor b , dem Elastizitätsmodul E und dem Faktor $g = 1$ für kubisch raumzentrierte Metalle. Da keine Versetzungsbewegung möglich ist, ist auch keine Rissausbreitung mehr möglich. Daher ist jedoch der Schwellenwert nach Weertman kein klassischer Schwellenwert gegen Rissausbreitung und deutlich geringer als die zuvor genannten intrinsische Schwellenwerte. Rissausbreitung innerhalb der FGA bei VHCF

Ermüdung findet für hochfeste Stähle teils deutlich unterhalb der in der Literatur beschriebenen Werte $\Delta K_{th,eff}$ statt.

Welchen Einfluss Rissschließeffekte bei VHCF Ermüdung in hochfesten Stählen haben, ist jedoch unklar und wird kontrovers diskutiert. Häufig wird der Einfluss von Rissschließen vernachlässigt. Da die Rissinitiierung im Inneren stattfindet, ist davon auszugehen, dass in diesem Fall kein oxidations-induziertes Rissschließen auftritt [124]. Lediglich plastisch-induziertes und rauheits-induziertes Rissschließen könnten eine Rolle spielen. Pippan [123] zeigt für ARMCO Eisen bei einem Lastverhältnis von $R = 0,1$, dass mit sinkender Korngröße auch der Einfluss von Rissschließeffekten drastisch abnimmt. Da hochfeste Stähle ein vergleichsweise feinkörniges Gefüge besitzen, werden auch hier die Rissschließeffekte gering sein. Untersuchungen an hochfesten Stählen ($R = 0,05$) in [131] zeigen, dass Rissschließeffekte mit steigender Streckgrenze R_e abnehmen und ab $R_e > 1300$ MPa nicht mehr nachweisbar waren. Zudem bilden sich bei den geringen Beanspruchungen im VHCF Bereich kleine plastische Zonen aus, sodass plastisch-induziertes Rissschließen ebenfalls nur schwach ausgeprägt ist. Diese Annahme unterstützen elastoplastische Simulationen in hochfesten Stählen, bei denen kein plastisch-induziertes Rissschließen beobachtet werden konnte [132]. Auch Messungen des Spannungsintensitätsfaktors für Rissöffnung in einem martensitischen Stahl zeigen, dass vor allem bei niedrigen Spannungsamplituden Rissschließen zu vernachlässigen ist ($K_{op} \approx 0 \text{ MPam}^{1/2}$) [133]. Daraus ergeben sich für hochfeste Stähle allgemein geringe Rissschließeffekte, die jedoch aufgrund der kleinen Spannungsintensitätsfaktoren im VHCF-Bereich vermutlich nicht völlig zu vernachlässigen sind. Wie hoch die Differenz zwischen K_{th} und $K_{th,eff}$ im Fall des hochfesten 100Cr6 tatsächlich ist, bleibt jedoch unklar. In manchen Modellen zum VHCF Versagen in hochfesten Stählen wird ein Einfluss von Rissschließeffekten, wenn auch nur sehr allgemein, in Betracht gezogen. Nach Hong et al. [69] tritt durch das Aufeinanderpressen der Rissflanken vor allem bei negativen Lastverhältnissen Rissschließen auf. Dies soll entlang des Risses zur Veränderung der Mikrostruktur führen und somit bei der FGA Bildung eine entscheidende Rolle spielen. Murakami et al. [33] sind der Ansicht, dass die Abwesenheit von oxidations-induziertem Rissschließen beim Versagen im Inneren zumindest mitverantwortlich dafür sein kann, dass Risse ausbreitungsfähig bleiben.

Für VHCF-Versagen wurden bereits vereinzelt Schwellenwerte bestimmt. Murakami et al. [41] leiten für das VHCF Versagen Schwellenwerte für kurze Risse ab. Diese Schwellenwerte sind abhängig von der Risslänge bzw. Rissersatzfläche $area$, vergleichbar zum zuvor geschilderten Verhalten kurze Risse. Jedoch wird nicht ganz klar, wie diese Schwellenwerte experimentell bestimmt wurden. Der Schwellenwert nach Murakami für kurze Risse oder kleine Defekte an der Oberfläche $\Delta K_{th,kurz,OF}$ ist abhängig von der Vickers Härte HV des Materials und der kann wie folgt berechnet werden:

$$\Delta K_{th,kurz,OF} = 3,3 \cdot 10^{-3} \cdot (HV + 120) \sqrt{area}^{1/3} \quad (2.13)$$

Für kurze Risse und Defekte im Volumen, wie bei VHCF in hochfesten Stählen üblich, ändert sich in Formel 2.13 lediglich der Vorfaktor wie folgt [39]:

$$\Delta K_{th, kurz, V} = 2,7 \cdot 10^{-3} \cdot (HV + 120) \sqrt{area}^{1/3} \quad (2.14)$$

Der Schwellenwert nach Murakami hängt zudem von der Wasserstoffkonzentration ab, da diese den Schwellenwert mit steigender Konzentration senkt [72]. Die zur Einbeziehung der Wasserstoffkonzentration ermittelten Schwellenwerte sind jedoch materialabhängig.

Unter der Annahme, dass es sich bei der Rissausbreitung innerhalb der FGA um Kurzrissswachstum handelt, wäre die Beschreibung der Schwellenwerte auch mit dem Ansatz von El Haddad et al. [134] möglich. Demnach kann der Schwellenwert K_{th} im defektfreien Werkstoff über die Wechselfestigkeit σ_w und eine mikrostrukturabhängige Eigenrisslänge a_0 wie folgt beschrieben werden:

$$\Delta K_{th} = Y \cdot \Delta \sigma_w \sqrt{\pi a_0} \quad (2.15)$$

Untersuchungen weisen darauf hin, dass die Eigenrisslänge a_0 linear proportional zur Korngröße des betrachteten Materials ist. Durch Gegenüberstellen des Schwellenwertes eines kurzen Risses a (Formel 2.16) mit dem Schwellenwert eines langen Risses K_{th} der Länge $a+a_0$ (Formel 2.17) ergibt sich für kurze Risse nach El Haddad folgender Zusammenhang in Formel 2.18 [135]:

$$\Delta K_{th, kurz, Had} = Y \cdot \Delta \sigma_{th} \sqrt{\pi a} \quad (2.16)$$

$$\Delta K_{th} = Y \cdot \Delta \sigma_{th} \sqrt{\pi (a + a_0)} \quad (2.17)$$

$$\Delta K_{th, kurz, Had} = \Delta K_{th} \sqrt{\frac{a}{a+a_0}} \quad (2.18)$$

Auf Basis der unterschiedlichen Rissinitiierungsmechanismen der verschiedenen Einschlussarten (siehe Kap. 2.2) und dem von Monnot abgeleiteten einschlussartabhängigen Schädlichkeitsindex schließt Grad [8, 136], dass auch die Schwellenwerte für Rissinitiierung im VHCF Bereich Einschlussabhängig sein könnten. Auch die Ermüdungsergebnisse zeigen die Gruppierung der verschiedenen Einschlussarten bei bruchmechanischer Betrachtung und deuten an, dass die unterschiedlichen Einschlussarten bei unterschiedlichen Spannungsintensitätsniveaus zur Rissinitiierung führen (siehe Abb. 2.30). Um mögliche Einschlussabhängige Schwellenwerte zu ermitteln wurden Durchläuferproben mit erhöhter Beanspruchung erneut bis $N_G = 10^9$ geprüft. Die bruchmechanische Bewertung der rissinitiierenden Einschlüsse auf den unterschiedlichen Beanspruchungsniveaus in Abb. 2.30 zeigt, dass die Einschlussarten auf unterschiedlichen Spannungsintensitätsniveaus versagen. Grad

leitet draus ab, dass die Schwellenwerte für VHCF Versagen von der Einschlussart abhängen.

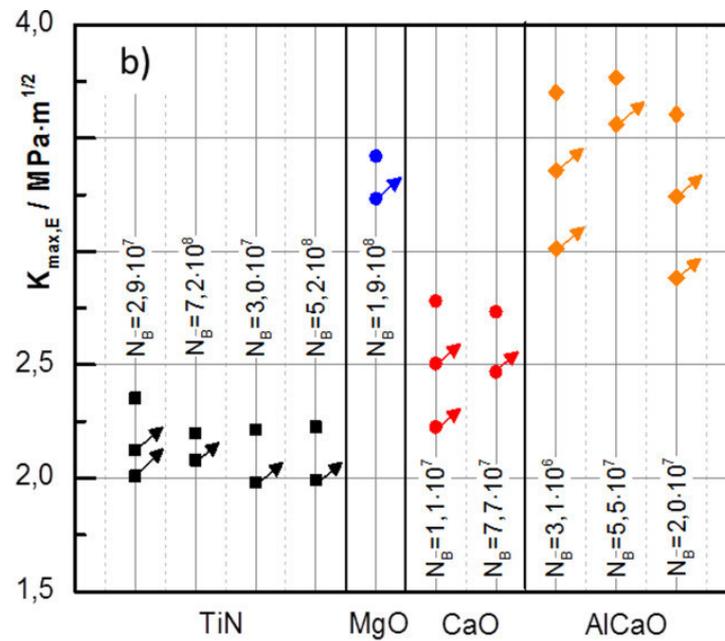


Abb. 2.30: Spannungsintensitätsfaktorem am rissinitiierenden Einschluss bei wiederholt beanspruchten Durchläufern unterteilt nach Einschlussart nach [8]

3. Werkstoff und Probengeometrie

3.1. Werkstoff

Die Untersuchungen wurden am Wälzlagerstahl 100Cr6 (Werkstoff-Nr.: 1.3505, AISI 52100, JIS SUJ2) durchgeführt. Aufgrund einer Calciumbehandlung lag das Material in einem hochreinen Zustand vor. Die chemische Zusammensetzung laut Hersteller ist in Tab. 3.1 gezeigt und entspricht den Vorgaben nach DIN EN 683-17. Die Reinheit wurde gemäß DIN 50602 bestimmt und lag bei $K0 = 5 \mu\text{m}^2/1000\text{mm}^2$ bzw. $K2 = 2 \mu\text{m}^2/1000\text{mm}^2$ [8]. Aufgrund der Calciumbehandlung enthält der Stahl kaum sulfidhaltige Einschlüsse (MnS, CaS). Der Werkstoff enthält vor allem oxidhaltige Einschlüsse (Al_2O_3 , CaO, MgO), titanhaltige Einschlüsse (TiN) und Mischformen der genannten Arten. Abb. 3.1 zeigt die im REM ermittelte Einschlussgrößenverteilung im untersuchten Werkstoff. Dargestellt ist die kumulierte Häufigkeit N_A von Einschlüssen bezogen auf 1 mm^2 Werkstofffläche in Abhängigkeit von dem aus ihrer Querschnittsfläche ermittelten äquivalenten Einschlussdurchmesser einer kreisförmigen Ersatzfläche.

Tab. 3.1: Chemische Zusammensetzung des Versuchswerkstoffes in Ma% laut Hersteller

C	Cr	Si	Mn	P	S	Mo	Al	Ti	Fe
0,95	1,45	0,28	0,27	0,003	0,001	0,02	0,03	9 ppm	Rest

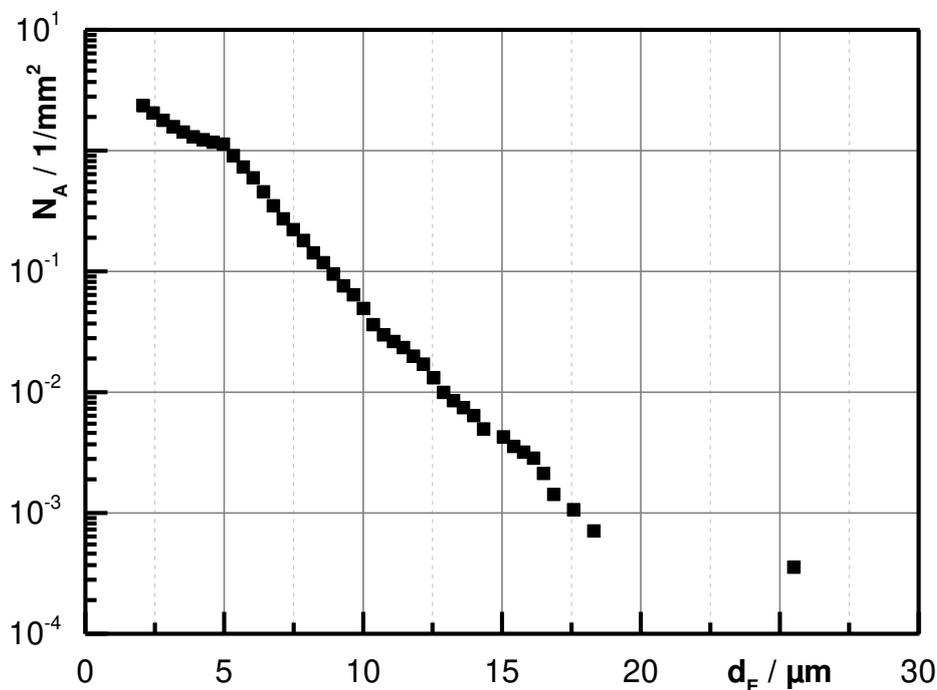


Abb. 3.1: Kumulierte Einschlusshäufigkeit N_A im Werkstoff als Funktion des äquivalenten Einschlussdurchmessers d_E nach [8]

3.2. Probengeometrie und -fertigung

Die Ermüdungsproben wurden speziell für das hier verwendete Ultraschallresonanzsystem (siehe Kap. 4.1) ausgelegt, sodass ihre Eigenfrequenz für eine longitudinale Schwingung in axialer Richtung der Arbeitsfrequenz des Resonanzsystems entspricht. Abb. 3.2 zeigt die Probengeometrie ($\alpha_K = 1,027$) der Ultraschallermüdungsproben und den Verlauf der Spannung σ und Verschiebung u in der Probe bei einer Beanspruchungsamplitude von 1000 MPa. Innerhalb der Messlänge der Probe stellt sich ein nahezu konstanter Spannungswert ein. Um dennoch die Reduktion der Beanspruchung bei Versagen am Rand oder außerhalb der Messstrecke in Betracht zu ziehen, wurde im Rahmen der Auswertung auch die axiale Position des Versagensortes und die dort herrschende lokale Spannung bestimmt.

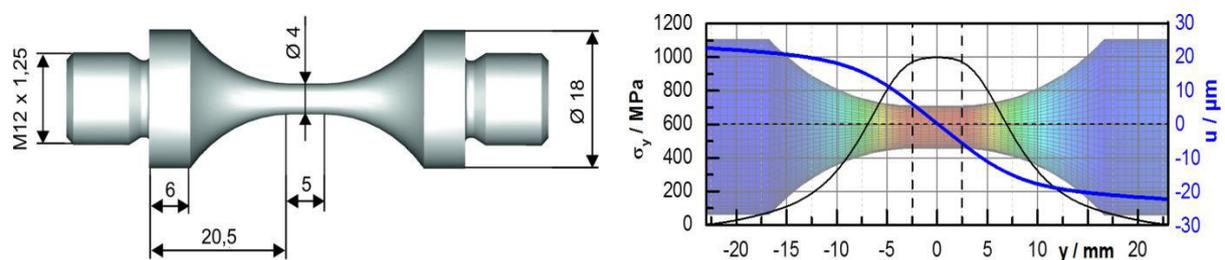


Abb. 3.2: Probengeometrie (links; alle Angaben in mm) und charakteristische Spannungs- und Verschiebungsverteilung (rechts) der Ultraschallermüdungsprobe

Die Probenrohlinge wurden aus Stangenmaterial ($\varnothing 65$ mm) längs in Walzrichtung entnommen. Um die Mittenseigerungen im Stangenmaterial zu vermeiden, wurden alle Probenrohlinge außermittig entnommen, wie schematisch in Abb. 3.3 links dargestellt. Die Ermüdungsproben wurden mit Aufmaß (axial 0,15 mm; radial 0,1 mm) gedreht und anschließend wärmebehandelt. Nach der Wärmebehandlung (siehe Kap. 3.3) wurden die Proben auf ihr Endmaß CNC-Rundgeschliffen und anschließend im Bereich der Messlänge spiegelnd poliert ($R_z \approx 0,15 \mu\text{m}$), um Schleifriefen zu entfernen. In einer Vorarbeit [8] wurde bereits gezeigt, dass die Endpolitur zudem die durch das Schleifen eingebrachten Druckeigenspannungen an der Probenoberfläche von ~ 450 MPa auf ~ 230 MPa reduziert. Abb. 3.3 zeigt die entsprechenden Fertigungsschritte.



Abb. 3.3: Probenherstellung; Zuschnitt des Stangenmaterials (links), CNC-Drehen mit Übermaß (mitte), mechanische Endpolitur nach dem CNC-Rundschleifen (rechts)

3.2.1. Künstliche Defekte

Zur Untersuchung der frühen Rissinitiierung und -ausbreitung unter definierten Bedingungen wurden künstliche Defekte in die Probenoberfläche im Zentrum der Messlänge der Probe eingebracht. Dazu wurden zwei unterschiedliche Herstellungsverfahren verwendet, die verfahrensbedingt zu unterschiedlichen Defektgeometrien führen. Für beide Gefügestände (vgl. Kap. 3.3) wurden künstliche Defekte mit Hilfe von Ultrakurzpuls-laserablation am Photonik-Zentrum Kaiserslautern erzeugt. Dabei wird mit Hilfe kurzer Laserimpulse im Pikosekundenbereich Material gezielt verdampft und abgetragen. Aufgrund der sehr kurzen Pulslängen und der vergleichsweise langsamen Wärmeleitung ins Material können Defekte mit sehr geringer Wärmeeinflusszone in die Proben eingebracht werden. Dadurch sollen Gefügeveränderungen vermieden werden, um die frühen Ermüdungsvorgänge bei der VHCF Rissinitiierung möglichst wenig zu beeinflussen. Bei den mit diesem Verfahren hergestellten Defekten handelt es sich um nahezu halbkugelförmige Laserbohrungen ($r \approx 25 \mu\text{m}$) in der Probenoberfläche (siehe Abb. 3.4). Diese Geometrie ähnelt sehr der von oxidhaltigen Einschlüssen, die mit geringer Grenzflächenhaftung in einem Hohlraum im Material vorliegen.

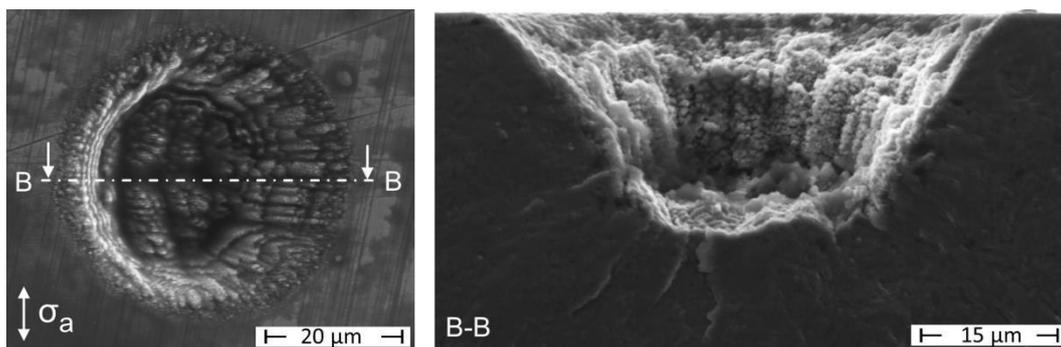


Abb. 3.4: Laserdefekte in der Draufsicht von der Oberfläche und im Schnitt B-B

Die zweite Art der künstlichen Defekte wurde mittels FIB am Nano Structuring Center (NSC) Kaiserslautern in die Probenoberfläche eingebracht (siehe Kap. 4.5.3). Diese Defektart wurde nur für martensitische Proben verwendet. Ionenstrahlabtragen ermöglicht eine sehr präzise Herstellung der Defekte, ohne die umliegende Mikrostruktur zu verändern und damit die Ermüdungseigenschaften zu beeinflussen. Die Defekte wurden senkrecht zur Beanspruchungsrichtung in die Probenoberfläche geschnitten. Dadurch ergeben sich scharfe, V-förmige Einschnitte mit einem rechteckigen Querschnitt senkrecht zur Beanspruchungsrichtung (siehe Abb. 3.5). Die Einschnitte haben eine Länge von ca. $20 \mu\text{m}$ und eine Tiefe von $15 - 20 \mu\text{m}$. Die rechteckige Form spiegelt Titanitrideinschlüsse wieder, die frühzeitig unter Beanspruchung brechen und dann als rechteckiger Riss angesehen werden können. Zur wirtschaftlicheren Untersuchung des FGA Phänomens wurden vereinzelte Proben mit mehreren unterschiedlich großen Defekten versehen und ermüdet. Abb. 3.5d zeigt eine solche Probe mit drei

unterschiedlich großen Defekten. Ziel dieser Mehrfachdefektproben ist es beim Ermüdungsvorgang unterschiedliche Stadien der VHCF-Rissinitiierung in einer Probe gleichzeitig erzeugen und untersuchen zu können. Gleichzeitig ist es möglich die „Konkurrenz“ zwischen unterschiedlich großen Defekten zu beobachten und zu interpretieren. Um eine gegenseitige Beeinflussung der Defekte zu vermeiden, wurden sie in einem Abstand von ca. 40 μm zueinander eingebracht. Es ist jedoch wichtig, dass alle Defekte auf einer Ebene eingebracht werden, sodass sich die ggf. gebildeten Risse der drei Defekte mit voranschreitender Rissausbreitung vereinen. Dadurch sollen nach Probenbruch alle drei Defekte und alle gebildeten Anrisse gleichzeitig ohne Mehraufwand auf der Bruchfläche untersuchbar sein.

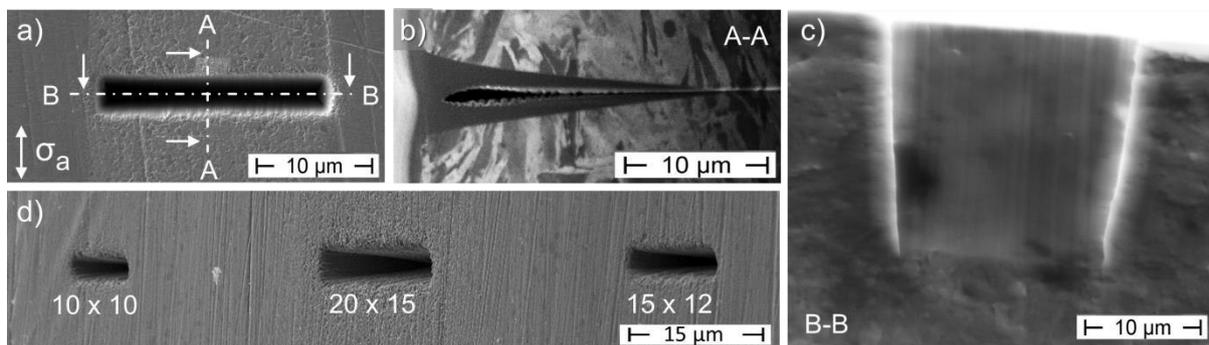


Abb. 3.5: FIB-Defekte: a) Draufsicht von der Oberfläche, b) Schnitt A-A in Beanspruchungsrichtung, c) B-B senkrecht zur Beanspruchung, d) Anordnung der Mehrfachdefekte (Größenangabe: Breite x Tiefe in μm)

3.3. Wärmebehandlung und Mikrostruktur

Im Ausgangszustand (GKZ) wurde der Werkstoff auf kugelige Karbide geüht. Die Karbide mit einer durchschnittlichen Größe von 0,5 - 3 μm liegen fein in der ferritischen Matrix verteilt. In diesem Zustand ist der Werkstoff aufgrund geringer Härte gut spanend bearbeitbar und ermöglicht eine wirtschaftliche Fertigung der Ermüdungsproben [137]. Dieser Zustand ist der Ausgangszustand für die beiden im Folgenden vorgestellten Wärmebehandlungszustände, die auf Basis von Voruntersuchungen [138] ausgewählt und bereits in einer Vorarbeit [8] verwendet wurden.

3.3.1. Martensit

Durch eine Austenitisierung der Proben bei 840 $^{\circ}\text{C}$ für 20 min in einem Vakuumofen und anschließendes Abschrecken in Öl (60 $^{\circ}\text{C}$) wurde ein martensitisches Gefüge erzeugt. Anschließend wurden die Proben für 120 min bei 180 $^{\circ}\text{C}$ angelassen. Abb. 3.6 zeigt einen geätzten Schliff der Mikrostruktur des angelassenen Martensits. Man erkennt die feine nadelige Struktur des Plattenmartensits und die kugelförmigen Sekundärkarbide die sich bei der Austenitisierung nicht vollständig aufgelöst haben. Der röntgenographisch bestimmte Restaustenitgehalt beträgt ca. 16 % [8].

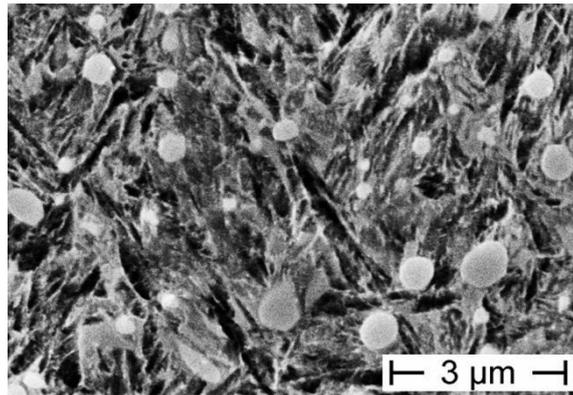


Abb. 3.6: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der martensitischen Mikrostruktur

3.3.2. Bainit

Für einen zweiten Wärmebehandlungszustand wurden die Ermüdungsproben bei 855 °C für 20 min im Salzbadofen austenitisiert und anschließend bei einer Umwandlungstemperatur von 220 °C für 420 min in einem zweiten Salzbad bainitisiert. Hierbei scheidet sich während der isothermen Umwandlung der Kohlenstoff aus dem übersättigten Ferrit in Form von fein verteilten Karbiden aus. Es bildet sich das in Abb. 3.7 gezeigte, vollständig bainitische Gefüge mit feiner, nadeliger Mikrostruktur aus. Wie schon beim martensitischen Gefüge sind auch hier noch die während der Austenitierung nicht vollständig gelösten Sekundärkarbide zu erkennen. Bei höherer Vergrößerung erkennt man auch die für den unteren Bainit typischen fein verteilten Zementitteilchen (Fe_3C), die sich unter 60° zur Nadelachse innerhalb der Ferritnadeln bilden. [139]

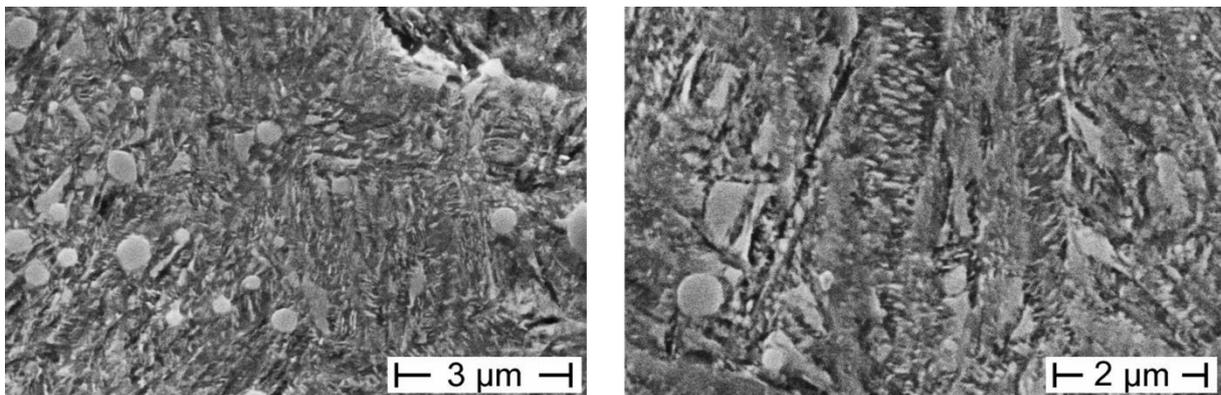


Abb. 3.7: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der bainitischen Mikrostruktur

3.4. Mechanische Eigenschaften

Im Rahmen von Vorarbeiten [8] wurden beide Wärmebehandlungszustände schon auf ihre mechanischen Eigenschaften in Zugversuchen untersucht. Die Streckgrenze R_e , Zugfestigkeit R_m , Bruchdehnung $A_{6,5}$ und Härte (HV10) beider Zustände sind in Tab. 3.2 zusammengefasst. Die beiden Zustände Martensit und Bainit haben eine vergleichbare

Streckgrenze. Die Zugfestigkeit ist für die bainitische Variante um ca. 15 % höher im Vergleich zum martensitischen Zustand. Aufgrund des Restaustenitgehalts sind beim martensitischen Zustand ab ca. 900 MPa umwandlungsplastische Vorgänge zu beobachten und der Restaustenit wandelt bis zum Bruch nahezu vollständig in Martensit um. Die gemessene Härte der beiden Zustände ist mit ca. 775-780 HV10 annähernd identisch.

Tab. 3.2: Mechanische Eigenschaften von Martensit und Bainit nach [8]

Gefüge	R_e / MPa	R_m / MPa	A_{6,5} / %	HV10
Martensit	1894,2 ± 55,3	2140,7 ± 73,1	1,2 ± 0,1	775
Bainit	1898,8 ± 49,4	2457,7 ± 53,7	0,9 ± 0,2	780

4. Versuchstechnik

4.1. Ultraschallresonanzprüfstand

Seit ihrer Entwicklung 1950 durch Mason [140] hat sich die Ultraschallermüdungsprüfung zur wirtschaftlichen Untersuchung metallischer Werkstoffe bis zu sehr hohen Lastspielzahlen etabliert. Zur Ermittlung des Ermüdungsverhaltens im VHCF-Bereich wurde im Rahmen dieser Arbeit ein Ultraschallresonanzprüfstand verwendet, der in einem vorangegangenen Projekt [8] aufgebaut und entwickelt wurde. Herzstück dieses Prüfsystems ist ein piezoelektrischer Konverter, bestehend aus mehreren scheibenförmigen in Reihe geschalteten Piezokristallen. Basierend auf dem reziproken piezoelektrischen Effekt wird im Konverter aus einer in einem Generator erzeugten elektrischen Wechselspannung mit einer Frequenz $f \approx 20$ kHz eine mechanische Schwingung mit gleicher Frequenz erzeugt, die sinusförmig in longitudinaler Richtung oszilliert. Mit dieser im Konverter erzeugten Schwingung wird ein nachgeschaltetes Resonanzsystem bestehend aus drei Mason Hörnern und der Ermüdungsprobe angeregt. Dieses Resonanzsystem ist dabei so auf die Anregungsfrequenz von 20 kHz des Konverters ausgelegt, dass sich eine stehende Welle ausbildet, die in der Anregungsfrequenz in longitudinaler Richtung oszilliert. Dadurch wird in der Ermüdungsprobe ein Verschiebungsverlauf erzeugt, der einer rein wechselnden sinusförmigen Ermüdungsbeanspruchung ($R = -1$) entspricht. Die in der Probe auftretende Verschiebung kann dann mittels applizierter Dehnungsmessstreifen (DMS) in der Messstrecke einer Beanspruchung zugeordnet werden. Die beiden hintereinander geschalteten Mason Hörner dienen hierbei zur Verstärkung der im Konverter erzeugten Schwingung, um ausreichend große Verschiebungen in der Probe zu erreichen, die den zur Untersuchung des Materials nötigen Beanspruchungen entsprechen. In Abb. 4.1 ist das Ultraschallresonanzsystem mit allen Komponenten dargestellt. Weiterhin ist schematisch der Verlauf der Verschiebung u und der Spannung σ entlang des Schwingensystems eingezeichnet. Die zu erzielende Maximalbeanspruchung lag bei den hier verwendeten Proben bei 1300 MPa.

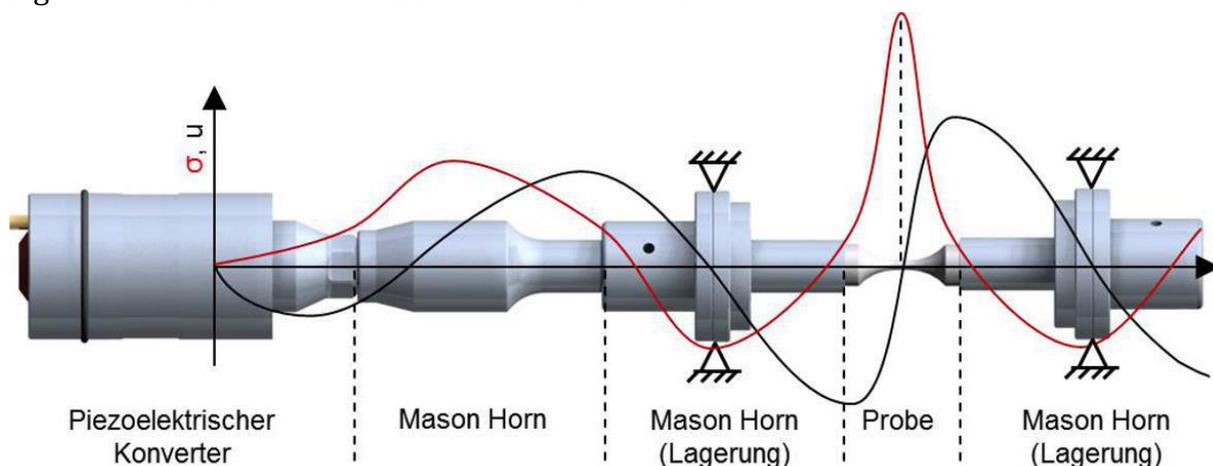


Abb. 4.1: Ultraschallresonanzsystem mit Verschiebungsverlauf u und Spannungsverlauf σ

Das Schwingsystem wird im Nullpunkt des Verschiebungsverlaufs des mittleren Mason-Horns statisch gelagert und kann zusätzlich im weiteren Knoten des Verschiebungsverlaufs am unteren Mason-Horn statisch mit einer Mittellast beaufschlagt werden.

Alle versuchsrelevanten Daten, wie Generatorleistung P , die Verschiebungsamplitude u und Frequenz f_0 wurden für die im Verlauf der Ermüdungsversuche eingebrachten Ultraschallimpulse im Generator erfasst und anschließend ausgewertet. Bei einstufiger Versuchsführung folgt auf das erzwungene Einschwingen des Resonanzsystems ein Bereich mit der konstanten Schwingamplitude $u_{\max} = u_{\text{Soll}}$ gefolgt von zuerst erzwungenem und anschließend natürlichem Ausschwingen des Systems. Abb. 4.2 zeigt beispielhaft den typischen Verlauf der ermittelten Kennwerte während eines Ultraschallimpulses. Zur Auswertung wurden alle Lastspiele oberhalb 85% der Sollverschiebungsamplitude herangezogen und daraus die Lastspielzahl pro Impuls N_i ermittelt. Aus der Summe aller Impulse ergibt sich dann die Gesamtlastspielzahl des Versuchs.

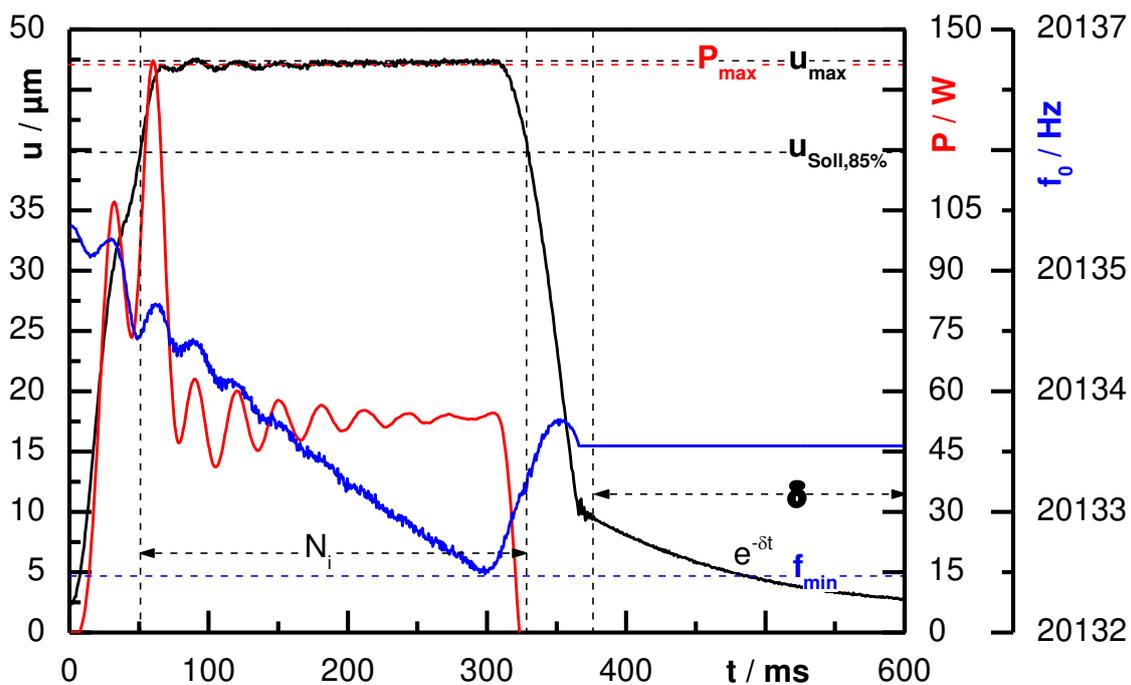


Abb. 4.2: Ultraschallimpuls mit charakteristischen Kenngrößen [8]

Um das Schwingsystem nicht zu beeinflussen und einen reibungslosen Versuchsablauf zu gewährleisten, wurden nur berührungslose Sensoren zur Versuchsüberwachung eingesetzt.

Die Schwingungsamplitude am mittleren Mason-Horn konnte mit einem Wirbelstromwegmesssystem eddyNVDt 3300 (Sensor UE50) gemessen werden, um basierend auf der Kalibrierung des Prüfstands auf die Beanspruchung an der Probe schließen zu können. Um unzulässige Erwärmung der Proben während der Ermüdungsversuche auszuschließen, wurde die Temperatur in der Messstrecke mit Hilfe eines Pyrometers des Typs Optris CT LT überwacht und die Versuchsparameter entsprechend angepasst. Die

Versuche wurden im Puls-Pause Modus durchgeführt, in dem auf einen Ultraschallimpuls (Impulsdauer $\Delta t_{\text{impuls}} = 300 \text{ ms}$) ein Pause folgt, die in Abhängigkeit von der Beanspruchung und Versuchsführung gewählt wurde, um eine ausreichende Wärmeabfuhr zu gewährleisten und eine maximale Temperaturerhöhung um $\Delta T \approx 15 \text{ K}$ zu beschränken. Um die Pause und damit die Versuchsdauer möglichst kurz zu halten, wurde die Probe zusätzlich mit einem Vortex Wirbelrohr-Kühler gekühlt. Die effektive Prüffrequenz betrug 2500 - 3300 Hz.

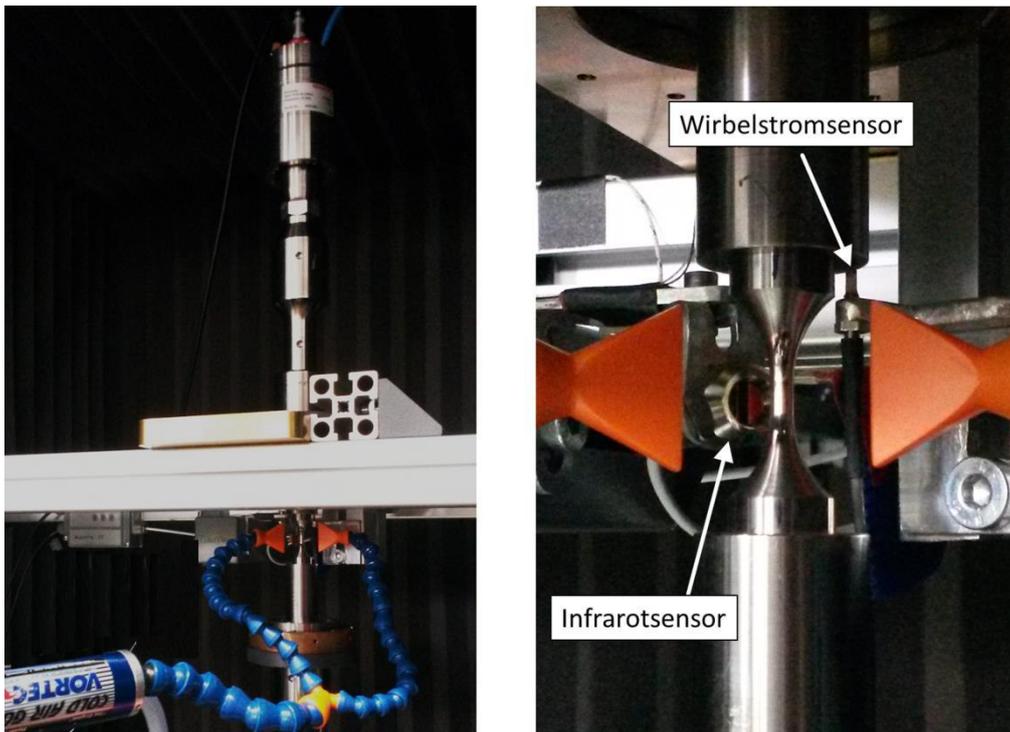


Abb. 4.3: Ultraschallprüfsystem mit Kühlung und Messtechnik zur Versuchsüberwachung

4.1.1. Erweiterung für Versuche im Vakuum

Um das Rissinitiierungsverhalten an inneren Einschlüssen unter definierten Bedingungen und vor allem in situ beobachtbar nachzubilden, wird das Ultraschallprüfsystem durch eine Vakuumkammer erweitert, in der Proben mit künstlich erzeugten Oberflächendefekten unter vergleichbaren Bedingungen wie Einschlüsse im Inneren untersucht werden können. Dazu wird das Resonanzsystem um zwei $\lambda/2$ - Stücke und somit jeweils eine Halbwelle erweitert. In den dadurch zusätzlich entstehenden Knotenpunkten der Verschiebung kann die Vakuumkammer statisch mit Radialwellendichtringen abgedichtet werden, ohne die Schwingfähigkeit des Resonanzsystems zu beeinflussen. Abb. 4.4 zeigt das erweiterte Schwingssystem im Bereich der Vakuumkammer in Schnitt-Darstellung mit dem Verlauf der Verschiebung u. Das Vakuum wurde mit Hilfe einer an die Kammer angeflanschten Hochvakuumpumpe

Pfeiffer-Vacuum HiPace 80 erzeugt. Dies ermöglicht Versuche unter Hochvakuumbedingungen mit Drücken $p < 10^{-6}$ mbar.

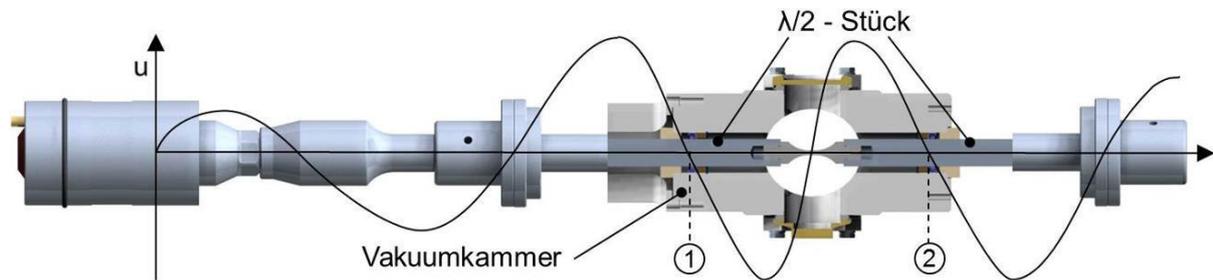


Abb. 4.4: Erweitertes Ultraschallresonanzsystem mit der Vakuorkammer im Querschnitt und Verschiebungsverlauf; die Abdichtung erfolgt an den Punkten 1 und 2

Um auch bei den Vakuumversuchen eine übermäßige Probenerwärmung auszuschließen wurde die Temperaturentwicklung in Vorversuchen durch ein Infrarotschauglas in der Vakuorkammer mit einer Thermokamera JenOptik IR-TCM 640 bei verschiedenen Beanspruchungen überprüft (siehe Abb. 4.5).

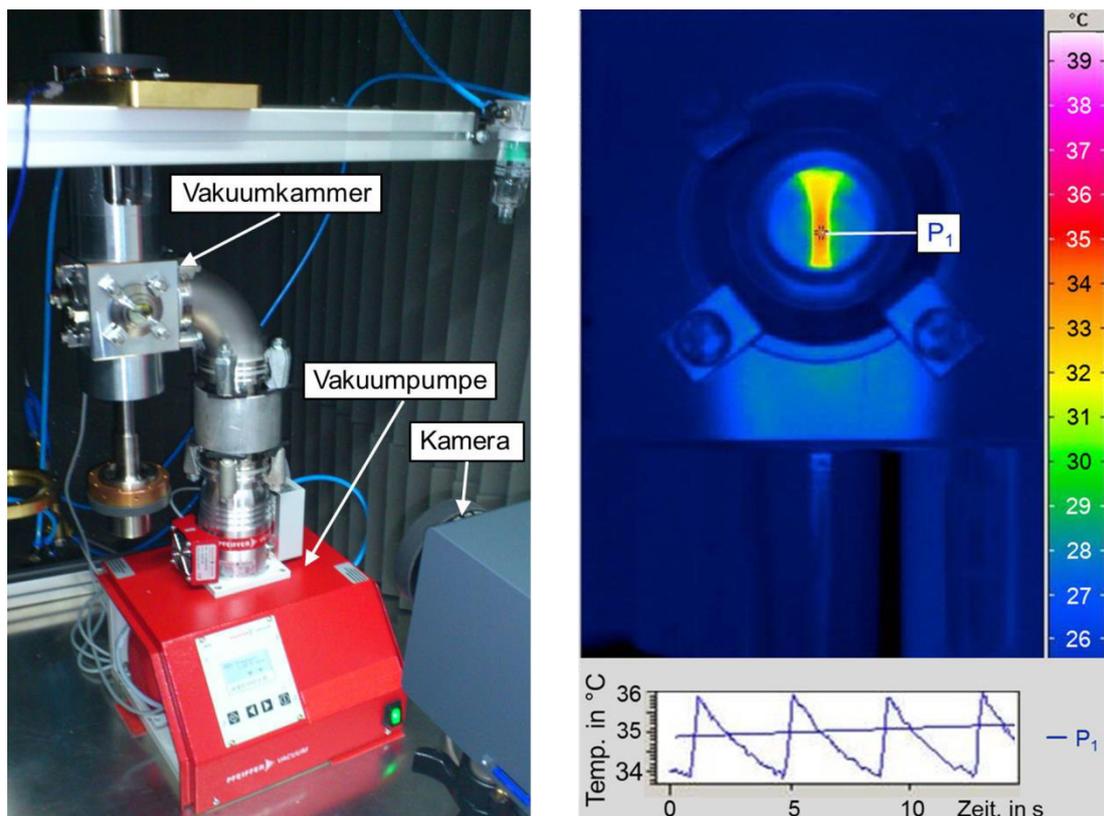


Abb. 4.5: Vakuumaufbau am Ultraschallresonanzsystem mit Thermografiekamera (links); Thermographie-Untersuchung der Probe über vier Ultraschallimpulse (rechts)

Nach einiger Zeit erreichte die Maximaltemperatur für jede Beanspruchung ein Plateau. Die Pausen im Puls-Pause Betrieb wurden anschließend so gewählt, dass in diesem Plateau die maximal zulässige Temperaturerhöhung nicht überschritten wird. Um die

Wärmeabfuhr von der Probe zu verbessern, wurden zusätzlich die $\lambda/2$ – Stücke außerhalb der Vakuumkammer gekühlt. Da die Probe bei dieser Versuchsführung jedoch nicht direkt gekühlt werden konnte, mussten die Pausen zwischen den Ultraschallimpulsen verlängert werden, sodass sich die effektive Prüffrequenz auf 1250 Hz verringerte.

4.2. Servohydraulische Prüfmaschine

Das Ultraschallresonanzsystem ist für Versuche mit hohen Beanspruchungen nicht geeignet. Ermüdungsversuche mit Beanspruchungen > 1200 MPa und folglich kurzer Lebensdauer wurden mit einer servohydraulischen Universal-Axialprüfmaschine Schenck PSA 100 (Kraft ± 100 kN) durchgeführt. Hierzu wurden die Ermüdungsproben, die speziell für die Ultraschallprüfung hergestellt wurden (siehe Kap. 3.2), mit Kegelkopfadaptern in die Prüfmaschine eingebaut. Die Prüffrequenz betrug 10 Hz.

4.2.1. Erweiterung für Versuche im Vakuum

Auch für das servohydraulische Prüfsystem wurde eine Vakuumkammer konstruiert. Im Gegensatz zur Vakuumkammer für den Ultraschallresonanzprüfstand ist eine rein statische Abdichtung nicht möglich. Die Vakuumkammer muss in der Lage sein, die auf Grund der Probendehnung entstehende Relativbewegung mitzumachen, ohne den Versuch zu beeinflussen. Daher wurde eine Kammer konstruiert, die neben zwei statischen O-Ringdichtungen an den Einspannungen in der Mitte durch einen Faltenbalg abgedichtet wird, der die Relativbewegung während des Versuchs ausgleicht (siehe Abb. 4.6).

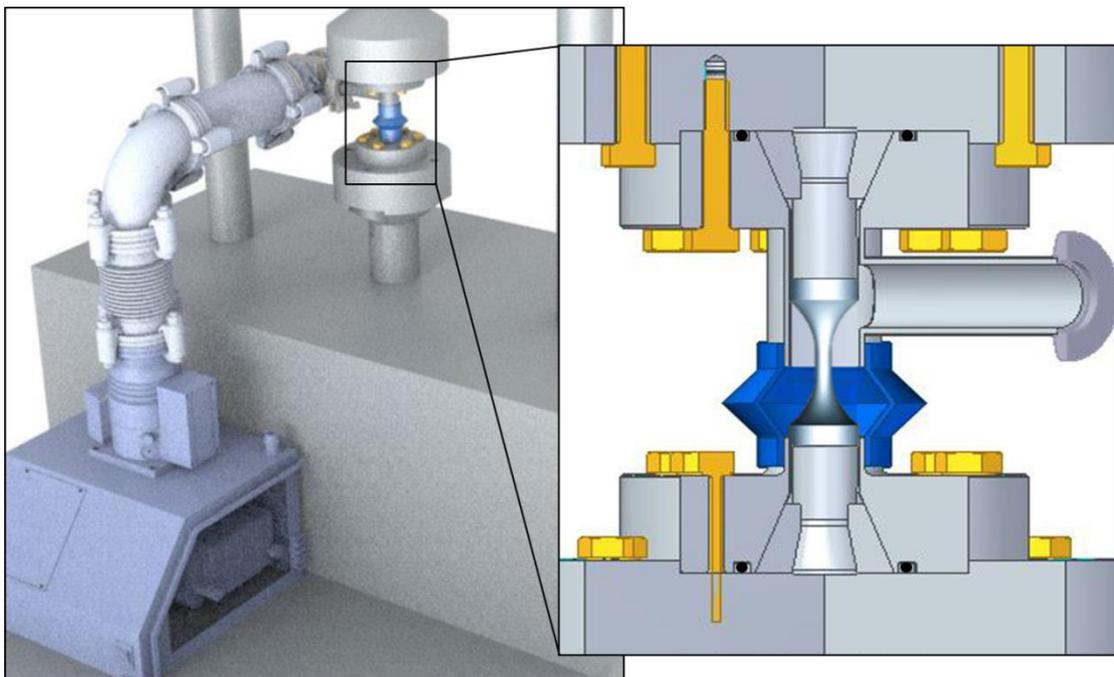


Abb. 4.6: Schematischer Aufbau des Vakuumsystems am servohydraulischen Prüfsystem (links) mit einer Schnittansicht der Vakuumkammer

Die Absaugung der Luft erfolge auch bei diesen Versuchen mit der angeflanschten Hochvakuumpumpe Pfeiffer-Vacuum HiPace 80. Aufgrund der größeren Anzahl an Dichtungen und des begrenzten Dichtvermögens des Faltenbalgs war die Vakuumqualität geringfügig schlechter als bei den Versuchen am Ultraschallresonanzsystem. Der Vakuumdruck lag bei $p < 10^{-5}$ mbar.

4.3. Versuchsführung

Die Ermüdungsversuche wurden mit einstufiger Beanspruchung bei einem Spannungsverhältnis $R = -1$ bis zu einer Grenzlastspielzahl $N_G = 10^9$ durchgeführt. Es wurden glatte, polierte Proben ohne und mit künstlichen Oberflächendefekten untersucht. Proben ohne künstliche Defekte, die die Grenzlastspielzahl erreichten ohne zu versagen, wurden erneut bei erhöhter Beanspruchung ($\sigma_{a,neu} = \sigma_{a,alt} + 50$ bzw. $+ 100$ MPa) bis N_G getestet. Dieses Vorgehen wurde so lange wiederholt, bis die Probe versagte. Diese Versuche werden im weiteren Verlauf auch Laststeigerungsversuche genannt. Bei Versuchen mit künstlichen Defekten wurden hingegen alle Proben, die die Grenzlastspielzahl erreichten, im Rasterelektronenmikroskop auf Anrisse am Defekt untersucht. Wurde ein Anriss gefunden, wurde die Probe für mikrostrukturelle Untersuchungen entlang des Risses verwendet.

4.4. Härtemessung

Die Härtemessungen wurden mit einer Härteprüfmaschine Wolpert Dia Testor 2 Rc nach der Vickers Methode gemäß DIN EN ISO 6507-1 durchgeführt. Mit einer Prüflast von 98 N wurden HV10 Härtewerte im Querschnitt senkrecht zur Beanspruchungsrichtung der wärmebehandelten Ermüdungsproben bestimmt.

4.5. Mikroskopische Untersuchungsmethoden

4.5.1. Lichtmikroskop

Alle lichtmikroskopischen Untersuchungen wurde mit dem Materialmikroskop Leica DM2500 M durchgeführt. Es wurden metallographisch präparierte Proben im Lichtmikroskop untersucht. Zum einen wurden die Gefüge der untersuchten Zustände an geätzten Schliffen (Ätzmittel: Nital; 3%ige alkoholische Salpetersäure) begutachtet. Zudem wurde es zur Analyse der Einschlussverteilung im Rahmen der Serienschliffuntersuchung an versagten Proben verwendet. Ein besonderes Augenmerk bei den Serienschliffuntersuchungen lag auf der Detektion von frühen Stadien des Ermüdungsversagens und Anrissen an den gefunden Einschlüssen.

4.5.2. Rasterelektronenmikroskop

Alle Bruchflächen wurden im Rasterelektronenmikroskop (REM) Phillips XL40 untersucht, um den Rissinitiierungsort und die Rissausbreitung zu analysieren. Dabei

wurde die Lage der rissinitiierenden Einschlüsse, deren Größe und chemische Zusammensetzung ermittelt. Die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung der rissinitiierenden Einschlüsse erfolgte mit Hilfe energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX). Zur Ermittlung der Spannungsintensitätsfaktoren mit dem Ansatz von Murakami [38, 41] wurden alle Einschlüsse und die daran anschließenden verschiedenen Bruchflächenbereiche (FGA, Fish-eye und Anrisslinsen) im REM vermessen. Unregelmäßig geformte Einschlüsse und die verschiedenen Bruchflächenbereiche wurden bei der Vermessung mittels Ersatzellipsen angenähert.

Weiterhin wurden metallographisch präparierte Proben im Rasterelektronenmikroskop untersucht. Neben der Analyse des Gefüges in geätzten Schliffen (Ätzmittel: Nital), wurden Einschlüsse mit Anrissen, die im Rahmen der Serienschliffuntersuchung gefunden wurden, am REM weitergehend untersucht und vermessen.

Bei Versuchen mit künstlichen Oberflächendefekten wurden die Proben zudem während Versuchsunterbrechungen und bei Durchläufern nach dem Versuchsende im REM auf Anrisse untersucht.

4.5.3. Zweistrahlmikroskop mit Ionen- und Elektronenstrahl

Zur präzisen Zielpräparation an Einschlüssen, Defekten und Rissen wurde ein fokussierter Ionenstrahl (Focused Ion Beam; FIB) verwendet. Ein Ionenstrahl ermöglicht es, hochpräzise und schonend Material abzutragen, um interessante Bereiche freizulegen, ohne die umliegende Mikrostruktur unzulässig zu verändern. Dieser Prozess wird Ionenstrahlätzen (Ion Milling) genannt. Auf diese Weise kann mit Hilfe des FIB ebenfalls lokal Material zur weiteren Untersuchung mit TEM oder APT entnommen werden.

Die Entnahme von TEM-Lamellen erfolgte nach dem von Lozano-Perez [141] und Wirth [142] beschriebenen Vorgehen. Auf die Herstellung der APT Spitzen wird in Kapitel 4.5.6 genauer eingegangen. Um eine Kantenabrundung und ungewollten Materialabtrag bei der Präparation zu vermeiden, wurden die interessanten Bereiche vorher mit einer Schutzschicht aus Wolfram und/oder Graphit bedampft. Dies ermöglicht eine verlustfreie Präparation der lokalen Mikrostruktur. Zudem verhindert der amorphe Charakter der Deckschicht störende Beugungspunkte und Überlagerungen bei der Feinbereichsbeugung in den Randbereichen der untersuchten Lamellen.

Des Weiteren kann der Ionenstrahl zur Bilderzeugung verwendet werden. Wird eine Oberfläche mit einem Ionenstrahl bestrahlt, werden Sekundärelektronen emittiert, die zu Erzeugung von Sekundärelektronenbildern (SE) genutzt werden können. Aufgrund des Ionenchanneling-Effekts verfügen diese ioneninduzierten Sekundärelektronenbilder (ISE) über einen Orientierungskontrast, der die Mikrostruktur sichtbar macht. [143, 144] Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei verschiedene Geräte verwendet, das FEI Helios Nanolab 650 des Nano Structuring Center (NSC) und das FEI Altura 865 des Instituts für Oberflächen und Schichtanalytik (IFOS). Am IFOS wurden vor allem Zielpräparationen durchgeführt um TEM-Lamellen und APT-Spitzen zur weiteren Untersuchung herzustellen. Das Zweistrahlmikroskop des NSC hingegen wurde vorrangig zur

Einbringung von künstlichen Defekten in die Probenoberfläche verwendet und nur gelegentlich zur Zielpräparation und Mikrostrukturuntersuchung an Einschlüssen und Rissen.

4.5.4. Transmissionselektronenmikroskop

Die mit Hilfe des FEI Altura 865 FIBs entnommenen Lamellen mit einer Dicke von $d_{\text{Lamelle}} \approx 60 - 100$ nm wurden in einem energiegefilterten Transmissionselektronenmikroskop Joel JEM-2010 des IFOS im Hellfeld-Modus untersucht. Des Weiteren wurde an ausgewählten Stellen mittels Feinbereichselektronenbeugung (Selected Area Diffraction; SAD) untersucht. Die dabei untersuchten Bereiche hatten je nach Anforderung einen Durchmesser von 160, 300 oder 600 nm.

4.5.5. Elektronenrückstreubeugung (EBSD)

Um die Kornstruktur und die Orientierungsbeziehungen der Mikrostruktur um FGA-Anrisse in martensitischem Gefüge zu untersuchen, wurde die Technik der Elektronenrückstreubeugung (EBSD) eingesetzt. Zuerst wurden die detektierten Anrisse durch Zielpräparation mit feinen Schleifschritten freigelegt. Um Verformungen und Riefen, die bei der Zielpräparation eingebracht wurden, zu entfernen, wurde der Bereich um den Riss zuerst mit Diamantsuspension bis $1/4 \mu\text{m}$ fein poliert. Anschließend wurde die Oberfläche der Zielbereiche für die EBSD-Untersuchung zur Vorbereitung der Messung mit Oxid-Polier-Suspension (OPS) chemisch-mechanisch poliert.

Die EBSD-Messungen wurden im Department of Materials Science and Engineering an der Carnegie Mellon University in Pittsburgh durchgeführt. Dazu wurden ein FEI Helios™ PFIB Zweistrahlmikroskop und ein NordlysMax Detektor verwendet. Die EBSD Muster wurden mit einem 7 keV Strahl und einer Schrittweite von 40 nm erzeugt. Beugungsbilder wurden mit einer Auflösung von 160×120 Pixel aufgenommen. Die Indizierung erfolgte für kubisch-raumzentrierten Ferrit. Ferrit ist in guter Übereinstimmung mit der leicht tetragonal-raumzentrierten Struktur des angelassenen Martensits (Verhältnis $c/a \leq 1,01$) [145]. Die EBSD-Analyse wurde mit der Dictionary-Indexing Methode durchgeführt. Hierbei werden die experimentell ermittelten Beugungsbilder mit simulierten Beugungsbildern in einem Verzeichnis, der sogenannten Dictionary, verglichen. Dieses Verzeichnis für die EBSD-Analyse wurde mit der in [146] beschriebenen Methode erzeugt. Mit Hilfe eines normalisierten Skalarproduktes wird ein Ähnlichkeitsmaß für die Übereinstimmung des experimentellen Beugungsbildes und des Beugungsbildes aus dem Dictionary bestimmt [147]. Je höher dieses Ähnlichkeitsmaß, desto höher ist die Zuverlässigkeit, dass die Indizierung und somit die ermittelte Kristallorientierung korrekt ist. Es wird u.a. durch die Qualität des Beugungsbildes (z.B. Signal-Rausch-Verhältnis, Schärfe der Kikuchi-Bänder), Qualität des Modells und Nachbearbeitungsverfahren zur Verbesserung des Beugungskontrastes beeinflusst. Der Grad der Übereinstimmung kann mittels des Indexing Confidence Wertes von 0-1 angegeben werden. Ein Wert von 1 entspricht dabei der perfekten Übereinstimmung der Messung mit einem simulierten

Beugungsbild. Die ermittelten Werte können anschließend in Form eines Grauwertbildes dargestellt werden. Zur Bereinigung der Maps wurden alle Punkte mit einer Indexing Confidence unter 0,79 entfernt. Diese Bereiche sind in allen Maps schwarz dargestellt.

Diese Methode kann auch für mehrere unterschiedliche Phasen angewendet werden. Die beste Übereinstimmung im Dictionary, die in diesem Fall alle Varianten aller Phasen enthält, liefert zugleich die Orientierung als auch die Phase, die mit der höchsten Wahrscheinlichkeit zutrifft. Hier wurde lediglich ein Dictionary für Ferrit erzeugt. Zur Auswertung der EBSD-Daten und Erstellung der Maps wurde die Software TSL OIM verwendet. Das Proben- und das Kristallbezugssystem wurden hierbei angepasst, um die Konsistenz der Ergebnisse zu gewährleisten.

Um einen Einfluss von ehemaligen Austenitkorgrenzen auf die VHCF-Rissinitiierung zu untersuchen, wurde zusätzlich versucht, die ehemaligen Austenitkörner im untersuchten Bereich zu rekonstruieren. Typische Orientierungsbeziehungen zwischen einem ursprünglichen Austenitkorn und den durch die Phasenumwandlung entstandenen Martensitkörnern können genutzt werden, um aus einem vorliegenden Martensitgefüge das zugrundeliegende Austenitgefüge zu rekonstruieren. Hierzu können z.B. Orientierungsbeziehungen nach Nishiyama-Wassermann oder Kurdjumov-Sachs verwendet werden. Diese Modelle beschreiben, welche speziellen Richtungen und Ebenen des ursprünglich kubisch-flächenzentrierten Kristalls mit denen des daraus gebildeten kubisch-raumzentrierten Gitters übereinstimmen. [148, 149]

Mit Hilfe eines in MTEX-MATLAB Umgebung [150, 151] geschriebenen Codes der AWP [152] wird auf Basis der Orientierungsbeziehungen für die bei der EBSD-Analyse bestimmten Martensitkörner die wahrscheinlichste Orientierung des vorherigen Austenitkorns bestimmt, vergleichbar mit Algorithmen von z.B. Germain et al. [153]. Bei der Bestimmung der ehemaligen Austenitorientierung aus der gemessenen Orientierung der Martensitkörner wird auch die Orientierung der Nachbarkörner herangezogen, um die Qualität der Auswertung zu verbessern. Wenn mehrere mögliche ehemalige Austenitorientierungen mit nahezu gleicher Wahrscheinlichkeit durch den Algorithmus ermittelt wurden, wurde die Auswahl zusätzlich manuell durch die Erstellung von Polfiguren überprüft. Hierzu wurden die möglichen Polfiguren der in Frage kommenden Orientierungen für ein Korn mit denen der Körner in der Umgebung manuell verglichen und die passende Orientierung ermittelt.

4.5.6. Atomsondentomographie

Die Atomsondentomographie (Atom Probe Tomography; APT) ermöglicht die dreidimensionale Analyse der Mikrostruktur hinsichtlich der lokalen chemischen Zusammensetzung mit nahezu atomarer Auflösung [154-156]. Hierbei werden mittels Feldverdampfung einzelne Atome als positiv geladene Ionen aus der Spitze einer nadelförmigen Probe (APT-Spitze) herausgelöst. Die Feldverdampfung erfolgt entweder über Hochspannungs- oder Laserpulse. Diese Ionen werden dann durch ein elektrisches Feld zu einem ortsempfindlichen Detektor geleitet und dort erfasst. Zudem kann aus der

Flugzeit der Atome deren Masse bestimmt werden. In Kombination erhält man bei dieser Messung folglich die chemische Information und die örtliche Position der einzelnen Atome. Durch eine 3D Rekonstruktion aller detektierten Atome kann dann ein atomares Modell der Probe erstellt werden.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde vor allem die Mikrostruktur entlang von Bruchflächen untersucht. Um Veränderungen, die durch Ermüdungsvorgänge eingebracht wurden, klar bewerten zu können wurde zusätzlich auch das Grundmaterial im Ausgangszustand charakterisiert. Die Präparation der Proben erfolgte mit Hilfe des FIB FEI Altura 865 am IFOS. Abb. 4.7 zeigt exemplarisch die Präparation von APT-Spitzen an einer Bruchfläche.

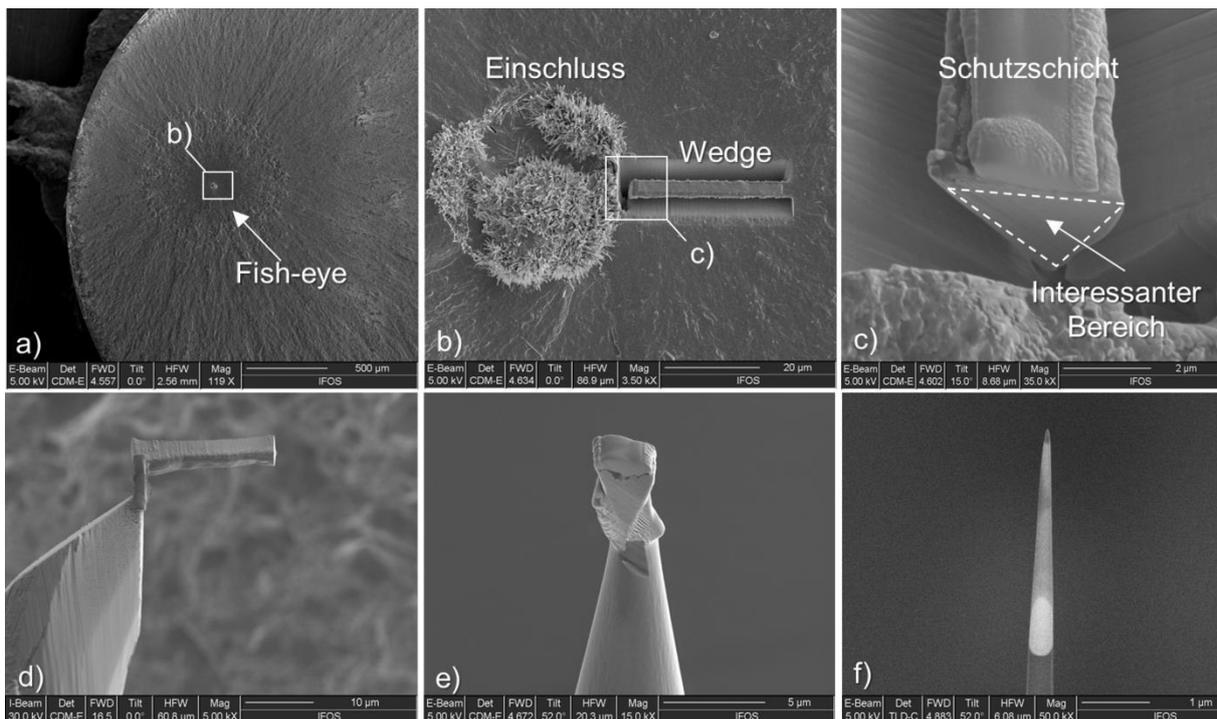


Abb. 4.7: Herstellung von APT Spitzen; a) Fish-eye Bruchfläche, b) Präparation der Wedge am Einschluss, c) Wedge im Querschnitt, d) entnommene Wedge, e) Teil der zerteilten Wedge, f) fertige APT Spitze nach Ionenstrahlätzen

Zu aller erst wird durch ionenstrahlgestützte Deposition eine Schutzschicht auf die Probenoberfläche bzw. Bruchfläche aufgebracht. Anschließend wird mittels FIB eine 20-30 µm langer Keil (Wedge) herauspräpariert (vgl. Abb. 4.7 b-d). Dieser Keil wird anschließend in kleinere Stücke zerteilt, die jeweils an einem Träger befestigt werden (vgl. Abb. 4.7e). Aus diesen Stücken können dann mit Hilfe des Ionenstrahls die einzelnen APT Spitzen hergestellt werden (vgl. Abb. 4.7f). Auf diese Weise können aus einem Keil 8-10 Proben hergestellt werden. Die untersuchten APT Spitzen hatten typischerweise eine Länge von 300 – 400 nm und einen Durchmesser von ca. 50 nm.

Die Untersuchungen wurden am IFOS mit einer Atomsonde des Typs Cameca LEAP 4000X HR durchgeführt. Laser APT wurde mit einer Laserpulsenergie von 20-25 pJ und einer

Pulsfrequenz von 200 kHz durchgeführt. Die Detektionsrate lag bei ca. 0,5 %. Während der Messungen wurden die Proben auf einer Temperatur von 26 – 30 K gehalten.

4.6. Numerische Methoden

Zur Untersuchung der Spannungsverteilung und Spannungsüberhöhung um Defekte mit unterschiedlicher Geometrie wurde die Finite Elemente Methode eingesetzt und die Software Abaqus 6 verwendet. Die Geometrie der Defekte entspricht der, der später im Versuch verwendeten künstlichen Defekte (siehe Kap. 3.2.1) in idealisierter Form und ist in Abb. 4.8 gezeigt. Die FIB-Defekte wurden als scharfer V-Kerb mit kleinen Rundungsradien an den Seiten modelliert (vgl. Abb. 4.8a). Als Modell für die Laser-Defekte wurde ein Kegel mit abgeflachter Spitze und verrundeten Kanten verwendet (vgl. Abb. 4.8b). Die Abmessungen der Defekte im Model entsprechen denen der realen Defekte (siehe Kap. 3.2.1).

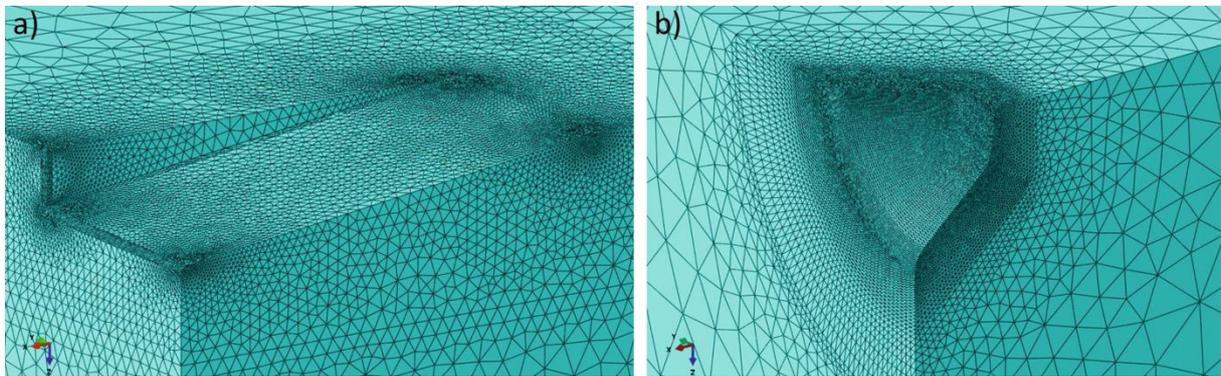


Abb. 4.8: Vernetzte Achtelmodelle der untersuchten Defektgeometrien; a) v-kerbförmiger FIB-Defekt und b) abgerundeter kegelförmiger Laser-Defekt

Mit den verschiedenen Defektgeometrien wurden sowohl rein elastische Berechnungen als auch elastisch plastische Berechnungen durchgeführt. Zur Berücksichtigung des nichtlinearen Materialverhaltens des Werkstoffs wurde ein Materialmodell des martensitischen Zustands verwendet, das auf den Ergebnissen der Zugversuche aus [8] basiert (siehe Kap. 3.4). Zur Verkürzung der Rechenzeit wurden die Defekte aufgrund der Symmetrie als Achtelmodelle modelliert. Um die Spannungsfelder in der Umgebung der Defekte zu berechnen, wurden die Modelle mit Tetraederelementen vernetzt. Die Integration erfolgte nach dem Gauß-Verfahren. Die Proben wurden in den Simulationen mit einer Beanspruchung von 800 MPa beaufschlagt. Dies entspricht einer Spannungsamplitude, die bei Versuchen mit künstlichen Defekten typischerweise zu VHCF Versagen führt und stellt somit den Beanspruchungszustand bei positiver Maximallast der zyklischen Beanspruchung dar.

4.7. Einschlussanalyse durch Serienschliffe

Zur Untersuchung nicht versagensrelevanter Einschlüsse und zur Detektion von Anrissen aus frühen Stadien der VHCF Ermüdung wurden Proben der Laststeigerungsversuche mit Hilfe von Serienschliffen eingehend analysiert. Dazu wurden zuerst die Messlängen beider Bruchstücke einer Probe (Abb. 4.9a) der Länge nach halbiert. Die daraus resultierenden vier Teile der Messlänge wurden eingebettet und ausgehend von der Schnittfläche schrittweise heruntergeschliffen und im Lichtmikroskop auf Einschlüsse untersucht (siehe Abb. 4.9b). Wie Abb. 4.9c zeigt, wurde für jeden detektierten Einschluss der größte Einschlussdurchmesser d_E senkrecht zur Hauptnormalspannung gemessen. Weiterhin wurde die axiale Position der Einschlüsse vermessen, um die lokale Spannung entsprechend der charakteristischen Spannungsverteilung innerhalb der Ultraschallprobe (siehe Abb. 3.2) zu bestimmen. Unter der Annahme, dass die Einschlüsse symmetrisch sind und somit der Einschlussdurchmesser d_E' senkrecht zur Schliffebene identisch zu d_E im Schliff ist, können für alle gefundenen Einschlüsse im Schliff näherungsweise Spannungsintensitätsfaktoren bestimmt werden. Eine dreidimensionale Vermessung der Einschlüsse ist aus technischen Gründen leider nicht möglich. Einschlüsse, die Anzeichen für mögliche Anrisse vorwiesen, wurden zusätzlich genauer im REM auf Rissbildung untersucht, indem die Einschlussumgebung hochaufgelöst auf Werkstofftrennungen hin abgesucht wurde. Die Mikrostruktur um detektierte Anrisse wurde anschließend mittels FIB und TEM eingehend untersucht.

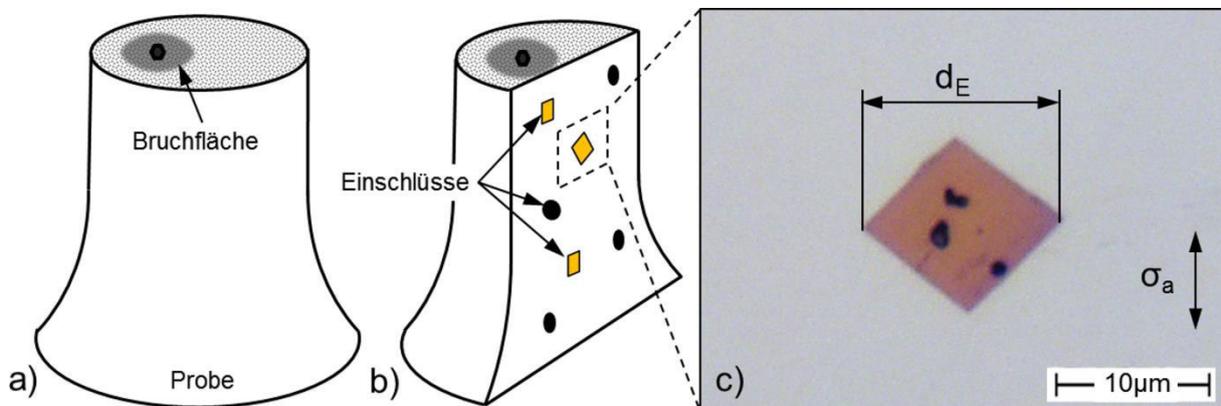


Abb. 4.9: Serienschliffuntersuchung; a) Ausgangszustand einer Probenhälfte, b) getrennte Probe mit Einschlüssen im Schliff, c) Vermessung eines im Schliff gefundenen Einschlusses

5. Ergebnisse und Diskussion

5.1. Ermüdungsergebnisse

5.1.1. Wöhlerversuche

Die mit glatten, polierten Proben durchgeführten Ermüdungsversuche sind in einem Wöhlerdiagramm in Abb. 5.1 dargestellt. Alle Proben versagten an nichtmetallischen Einschlüssen. Bei den Ermüdungsergebnissen wird hierbei unterschieden, ob das Versagen durch einen Einschluss an der Probenoberfläche initiiert wird oder durch einen Einschluss im Volumen der Probe ohne Kontakt zur Oberfläche. Durchläufer, die die Grenzlastspielzahl von 10^9 Lastspielen erreichten, werden zur besseren Übersicht nach rechts verschoben dargestellt. Die Zahlen neben den Durchläufern geben die Anzahl der Durchläufer auf dem gleichen Niveau an. Die von Kerscher [138] mittels Treppenstufenverfahren ermittelte Dauerfestigkeit für 10^7 Lastspiele bei Wechselbiegebeanspruchung ist für beide Zustände eingetragen. Durchläuferproben, die im Rahmen der Laststeigerungsversuche bei erhöhter Beanspruchung erneut geprüft wurden und versagten, sind durch ein Kreuz gekennzeichnet. Weiterhin sind in Abb. 5.1 oben in einem kleinen Diagramm Vergleichsversuche im Vakuum bei einer Beanspruchung von 1300 MPa in vergrößerter Ansicht dargestellt. Die Versuchsergebnisse an Luft aus dem markierten Bereich sind zusätzlich zum Vergleich im Hintergrund dargestellt.

Für beide Zustände zeigt sich generell ein vergleichbares Ermüdungsverhalten. Die Ermüdungsergebnisse zeigen den für hochfeste Stähle typischen Wechsel des Rissinitiierungsortes von Oberflächendefekten zu Defekten im Inneren des Werkstoffs. Bei hohen Beanspruchungsamplituden findet die Rissinitiierung vorrangig an Einschlüssen an der Oberfläche statt. Unterhalb einer Spannungsamplitude von 1100 MPa ist hingegen nur noch Rissinitiierung an inneren Einschlüssen im Volumen zu beobachten. Bis hin zur konventionellen Grenzlastspielzahl von 10^7 Lastspielen ist für beide Zustände eine mehr oder weniger konstante Zunahme der Lebensdauer mit sinkender Beanspruchung zu erkennen. Es kann jedoch keine Dauerfestigkeit ermittelt werden. Auch im VHCF-Bereich mit Lastspielzahlen deutlich $> 10^7$ Lastspielen tritt noch Versagen auf, im Falle des martensitischen Zustands auch noch deutlich unterhalb der bis zu 10^7 Lastspielen schädlichen Beanspruchungsamplituden. Die Streuung der Lebensdauer bei geringen Beanspruchungsamplituden ist sehr hoch und kann bis zu vier Dekaden betragen.

Die Ergebnisse der Laststeigerungsversuche zeigen, dass die Proben im gleichen Bereich versagen, wie Versuche ohne vorherige Beanspruchung. Es treten keine Frühausfälle auf, sodass eine übermäßige Vorschädigung auf dem vorherigen Durchläuferniveau auszuschließen ist.

Die Vergleichsversuche im Vakuum wurden zur Untersuchung des Umgebungseinflusses auf den Wechsel des Rissinitiierungsortes durchgeführt. Es ist zu erkennen, dass auch im Vakuum sowohl Oberflächenversagen als auch Volumenversagen bei hohen Beanspruchungen auftritt. Das Ermüdungsversagen tritt hierbei im gleichen Lebensdauerbereich ein wie bei den Versuchen an Luft. Auch wenn kein klarer Einfluss des Umgebungsmediums auf den Wechsel des Rissinitiierungsortes zu erkennen ist, scheint sich das Oberflächenversagen bei Versuchsführung im Vakuum leicht zu höheren Bruchlastspielzahlen zu verschieben.

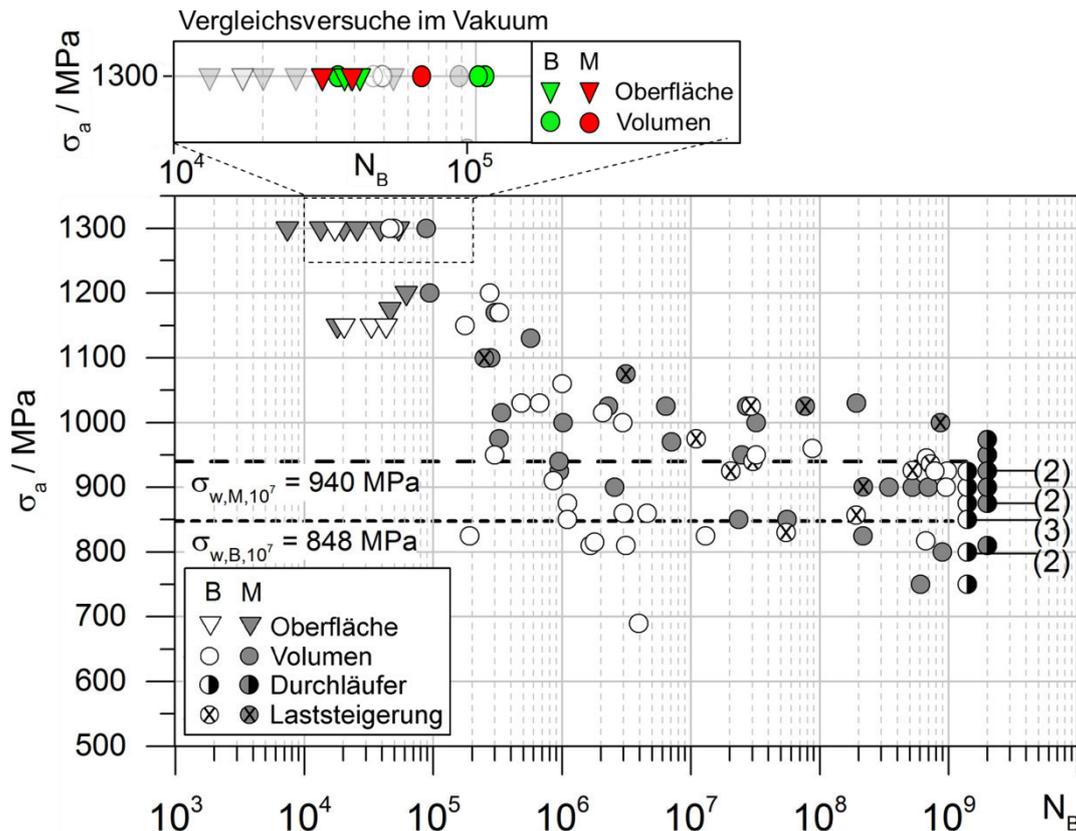


Abb. 5.1: Wöhlerdiagramm für den martensitischen (M) und bainitischen (B) Wärmebehandlungszustand inklusive der Ergebnisse von [8] und der in [138] ermittelten Wechselfestigkeit; Vergleichsversuche bei 1300 MPa im Vakuum (oben) in vergrößerter Darstellung mit Versuchen an Luft im Hintergrund

5.1.2. Wöhlerversuche mit künstlichen Defekten

Zusätzlich zu den Versuchen an glatten polierten Proben zur Untersuchung des Ermüdungsverhaltens hochfester Stähle in Abhängigkeit der im Material vorhandenen intrinsischen Defekte wurden weiterhin Proben untersucht, in die künstliche Oberflächendefekte (siehe Kap. 3.2.1) eingebracht wurden. Um jedoch das Versagen an inneren Defekten nachzustellen und vor Versagen beobachtbar zu machen, wurden diese Versuche vorrangig im Vakuum durchgeführt. Lediglich zu Vergleichszwecken wurden vereinzelte Versuche mit FIB Defekten an Luft durchgeführt.

Abb. 5.2 zeigt die Ergebnisse der Ermüdungsversuche mit den verschiedenen künstlichen Oberflächendefekten. Zum Vergleich sind die Ermüdungsergebnisse ohne künstliche Defekte aus Abb. 5.1 im Hintergrund dargestellt. Das Ermüdungsversagen tritt bei Versuchen mit künstlichen Defekten bei vergleichsweise niedrigen Spannungsamplituden auf. Generell ist das Ermüdungsverhalten bei Rissinitiierung an künstlichen Defekten unter Vakuumbedingungen jedoch sehr gut vergleichbar zum Versagen an Einschlüssen. Die Ermüdungsversuche zeigen sowohl für Laser- als auch FIB-Defekte ausgeprägtes VHCF Versagen bis hin zu sehr hohen Lastspielzahlen größer 10^8 . Im Gegensatz zu den Versuchen im Vakuum zeigen die Versuche an Luft kein VHCF Versagen. Auf einem Spannungsniveau, auf dem alle Versuche im Vakuum zu VHCF Versagen führen, sind alle Versuche an Umgebungsluft Durchläufer. Wie später in Kapitel 5.2.2 im Rahmen rasterelektronenmikroskopischer Untersuchungen zu sehen ist, sind bei Durchläufern an Luft auch keine Anrisse am Defekt zu beobachten. Bei Durchläuferproben mit FIB Defekt aus den Vakuumversuchen sind hingegen vereinzelt Anrisse erkennbar. Weiterhin ist zu erwähnen, dass es trotz künstlicher Oberflächendefekte vereinzelt zu Einschlussversagen kommt und nicht alle Proben am künstlichen Defekt versagt sind. Wie zu erwarten, stehen die Defekte in Konkurrenz mit den intrinsischen Einschlüssen.

Vergleichbar zum Ermüdungsverhalten an den intrinsischen Defekten des Materials in Kapitel 5.1.1, zeigen auch die Ermüdungsversuche mit künstlichen Defekten eine etwas höhere Ermüdungsfestigkeit für den martensitischen Zustand.

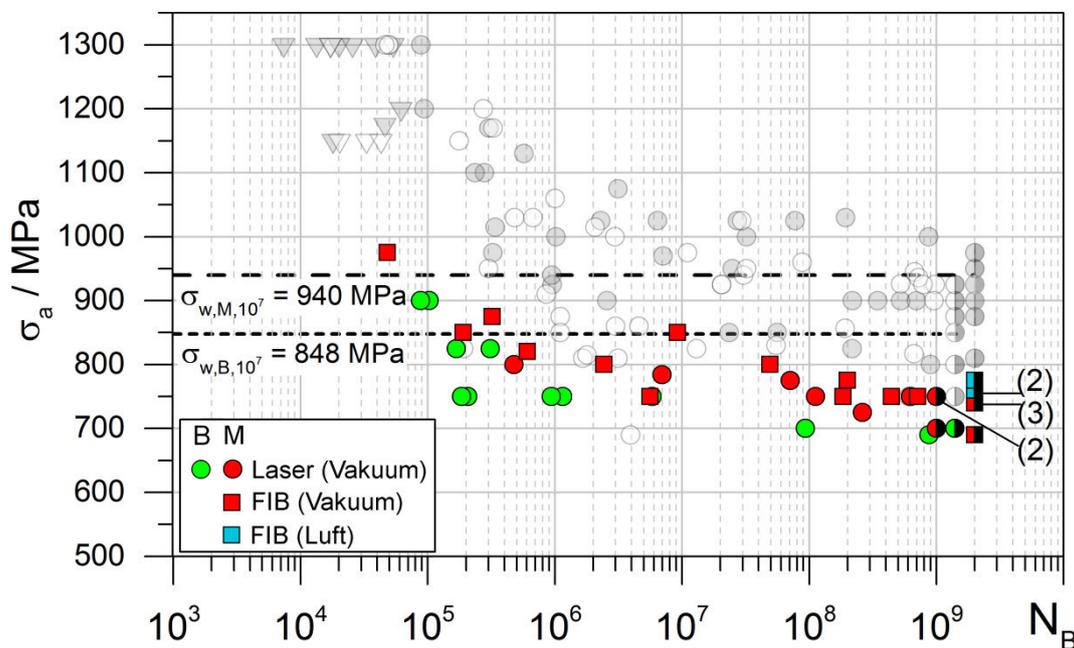


Abb. 5.2: Wöhlerdiagramm für den martensitischen (M) und bainitischen (B) Wärmebehandlungszustand mit Laser- und FIB-Oberflächendefekten an Luft und im Vakuum (Durchläufer sind halb ausgefüllt)

5.2. Analyse der Rissinitiierungsorte

Alle Ermüdungsproben wurden fraktografisch im Rasterelektronenmikroskop untersucht. Im Folgenden werden exemplarisch verschiedene Bruchflächen gezeigt, die das Ermüdungsverhalten hochfester Stähle ausgelöst durch nichtmetallische Einschlüsse charakterisieren. Im Wesentlichen verhalten sich der martensitische und bainitische Zustand identisch. Vor allem in den frühen Stadien der Rissinitiierung und -ausbreitung, auf denen der Fokus im Rahmen dieser Arbeit liegt, zeigen die Bruchflächen vergleichbare fraktografische Erscheinungsbilder und werden daher nicht getrennt behandelt. Alle beschriebenen Eigenschaften gelten folglich für beide Zustände unabhängig vom gezeigten Beispiel. Erst im Verlauf der späten Rissausbreitung ergeben sich leichte Unterschiede (siehe [8]) auf die hier nicht weiter eingegangen wird. Alle Bruchflächen wurden hinsichtlich ihrer Morphologie und der rissinitiierend Defekte untersucht. In diesem Zusammenhang wurden auch charakteristische Abmessungen, wie die Größe des rissinitiierenden Defektes, zur späteren bruchmechanischen Analyse im Mikroskop vermessen. Die Analyse der Bruchflächen zeigt, dass im Falle von polierten Proben die Rissinitiierung ausschließlich durch nichtmetallische Einschlüsse hervorgerufen wird.

5.2.1. Versagen an nichtmetallischen Einschlüssen

In diesem Kapitel werden die fraktografischen Besonderheiten beim Ermüdungsversagen des untersuchten hochfesten Stahls 100Cr6 durch Rissinitiierung an nichtmetallischen Einschlüssen beschrieben. In Abb. 5.3 ist eine Bruchfläche mit Rissinitiierung an der Oberfläche bei Versuchsführung an Umgebungsluft dargestellt.

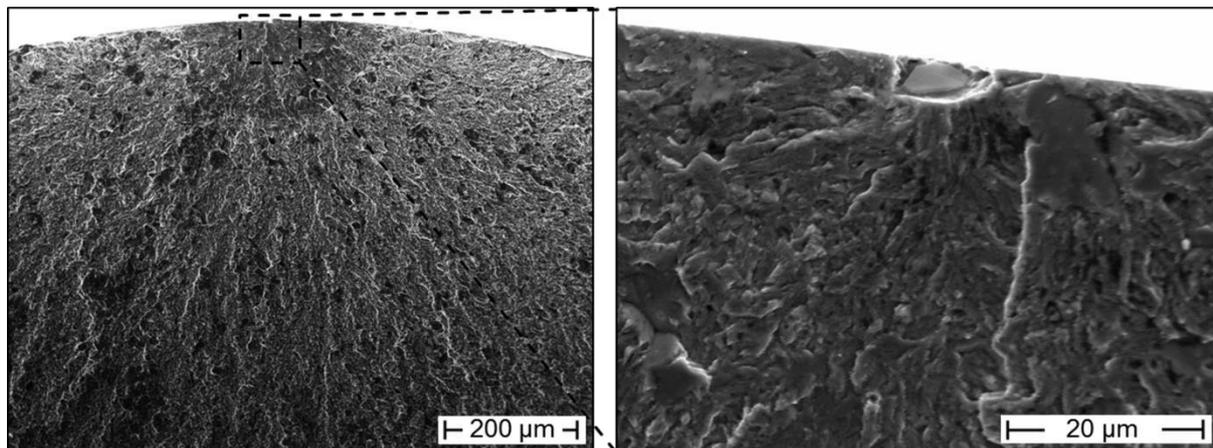


Abb. 5.3: Rissinitiierung an der Oberfläche in Umgebungsluft (M , $\sigma_a = 1300$ MPa, $N_B = 53.684$); Übersicht links, Vergrößerung des rissinitiierenden Einschlusses rechts

Im Falle von Rissinitiierung an der Oberfläche wird eine halbkreisförmige Rissausbreitung um den initiierenden Einschluss beobachtet (vgl. Abb. 5.3). Die durch frühe Rissausbreitung hervorgerufene Bruchfläche in direkter Umgebung des Einschlusses ist vergleichsweise eben und als dunkler Bereich in der Übersicht zu erkennen. Neben der dominant vorliegenden transkristallinen Rissausbreitung sind in

diesem Bereich vereinzelt kleine Anteile mit interkristalliner Rissausbreitung zu erkennen. Mit steigender Risslänge nimmt die Rauheit auf der Bruchfläche bis hin zur Restgewaltbruchfläche zu.

Abb. 5.4 zeigt in diesem Zusammenhang den Einfluss der Umgebungsluft (links) im Vergleich zu Vakuum (rechts) auf die Rissinitiierung und frühe Rissausbreitung an der Oberfläche. Makroskopisch ist das Erscheinungsbild identisch. Mikroskopisch hingegen sind leichte Unterschiede im einschlussnahen Bruchflächenbereich erkennbar. Wie in Abb. 5.4 zu sehen, ist bei Versuchsführung im Vakuum die Bruchfläche in der direkten Umgebung des Einschlusses glatter und es sind keine interkristallinen Bruchbereiche zu beobachten, sondern die Rissausbreitung ist ausschließlich transkristallin.

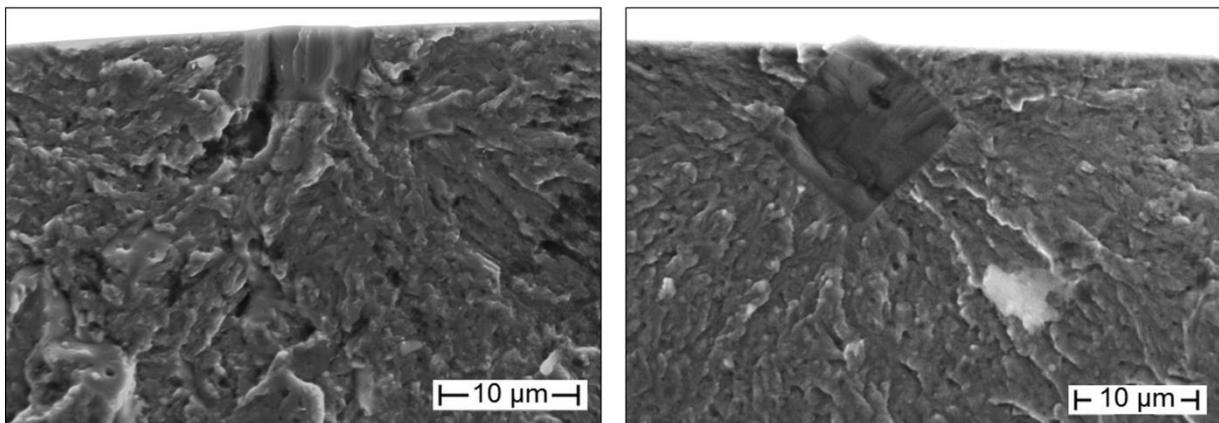


Abb. 5.4: Vergleich der Rissinitiierung an der Oberfläche an Umgebungsluft (links; M , $\sigma_a = 1300$ MPa, $N_B = 17.228$) und im Vakuum (rechts; M , $\sigma_a = 1300$ MPa, $N_B = 35.352$)

Wie bereits in Kapitel 5.1.1 beschrieben wechselt der Rissinitiierungsort mit sinkender Spannungsamplitude von Einschlüssen an der Oberfläche zu Einschlüssen im Inneren der Probe. Bei Rissinitiierung im Probeninneren wächst der Riss kreisförmig um den Einschluss. Der Rissinitiierungsort ist gut durch einen dunkleren kreisförmigen Bereich auf der Bruchfläche zu erkennen (vgl. Abb. 5.5 links). Bei Rissinitiierung im Inneren entsteht eine sehr glatte kreisförmige Bruchfläche in unmittelbarer Umgebung des Einschlusses, die als Fish-eye bezeichnet wird (siehe vergrößerte Ansicht in Abb. 5.5 rechts). Die Fish-eye Bruchfläche ist vergleichbar zur glatten Bruchfläche für Versagen an der Oberfläche unter Ausschluss der Umgebungsatmosphäre in Abb. 5.4 rechts. Auch innerhalb des Fish-eyes ist nur rein transkristalline Rissausbreitung zu beobachten.

Tritt Versagen im VHCF Bereich auf, ist eine Veränderung der Bruchflächenmorphologie lokal um den rissinitiierenden Einschluss zu beobachten. Mit steigender Bruchlastspielzahl $N_B > 10^5$ wird vermehrt ein weiterer charakteristischer Bereich auf der Bruchfläche beobachtet.

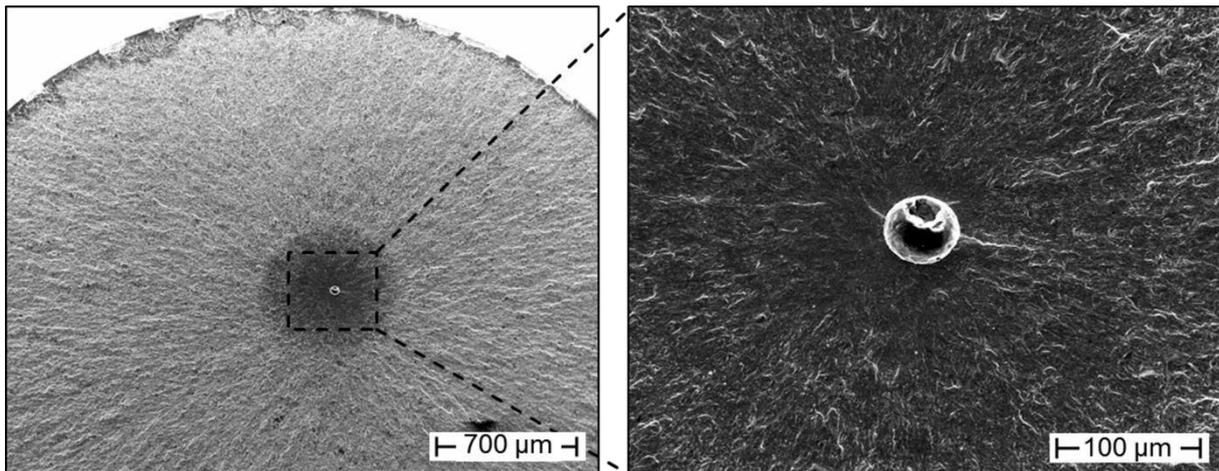


Abb. 5.5: Rissinitiierung im Probeninneren mit Fish-eye Bruchfläche (B , $\sigma_a = 825$ MPa, $N_B = 1.785.180$); Übersicht links, Vergrößerung des rissinitiierenden Einschlusses rechts

In unmittelbarer Umgebung des rissinitiierenden Einschlusses ist eine deutlich rauere, körnige Zone (engl. fine granular area = FGA) erkennbar, die sich deutlich vom glatten Fish-eye abhebt und typisch für Versagen im VHCF-Bereich ist. In Abb. 5.6 (links) ist eine solche FGA Bruchfläche dargestellt. Die REM-Aufnahme in Abb. 5.6 (rechts) zeigt die raue Bruchfläche innerhalb der FGA bei höherer Vergrößerung. Proben, die erst nach sehr großen Bruchlastspielzahlen ($> 10^7$ Lastspiele) im VHCF-Bereich versagen, zeigen alle diese ausgeprägte feinkörnige Zone um den rissinitiierenden Einschluss. Die Bildung dieses Bruchflächenbereiches ist folglich mit der Rissinitiierung bei sehr großen Bruchlastspielzahlen verknüpft und charakteristisch für VHCF-Versagen hochfester Stähle. Entsprechend der in Abb. 5.6 beispielhaft gezeigten weißen gestrichelten Linie wurde die Größe aller FGA Bereiche zur späteren bruchmechanischen Analyse vermessen.

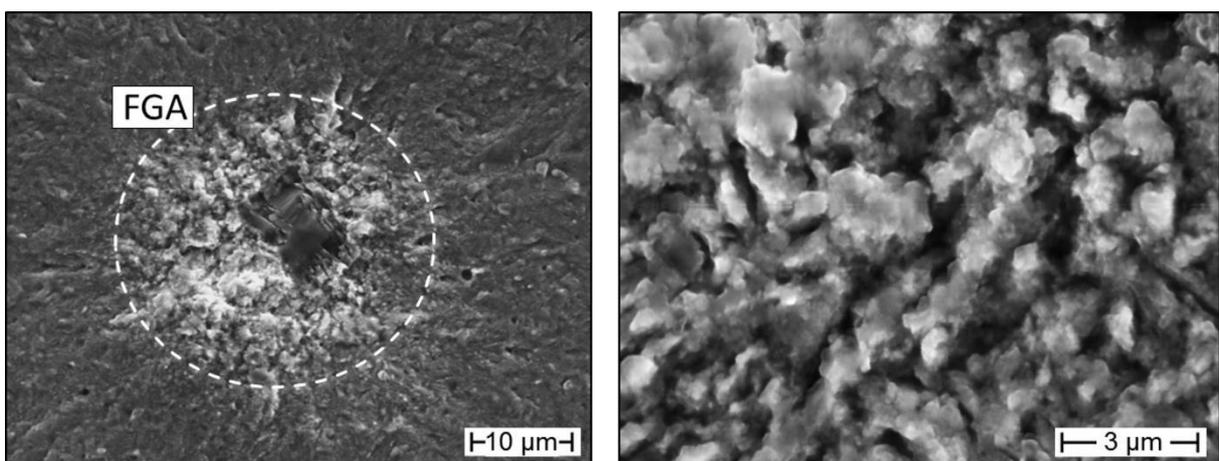


Abb. 5.6: Rissinitiierung im Probeninneren mit FGA Bildung (M , $\sigma_a = 1000$ MPa, $N_B = 868.454.000$); Übersicht der FGA links, Vergrößerung der Bruchfläche innerhalb der FGA rechts

Um einen möglichen Einfluss der unterschiedlichen Einschlussarten im weiteren Verlauf der Untersuchungen beurteilen zu können, wurde die chemische Zusammensetzung aller rissinitiierenden Einschlüsse mittels EDX untersucht. Auf Basis dieser Untersuchungen erfolgt die Einteilung der rissinitiierenden Einschlüsse in verschiedene Einschlussklassen. Grundsätzlich lassen sich die im Rahmen dieser Arbeit analysierten nichtmetallischen Einschlüsse in zwei Klassen, Nitride und Oxide, unterteilen. Bei den Nitriden handelt es sich ausschließlich um Titanitride (TiN), welche neben Titan und Stickstoff teilweise Spuren von Magnesium enthalten. Vereinzelt können innerhalb von Titanitriden auch kleine Oxideinschlüsse beobachtet werden. Abb. 5.7 zeigt eine Bruchfläche um einen Titanitrideinschluss und die entsprechende EDX Analyse in Form eines Elementmappings.

Titanitride sind durch eine eckige Form gekennzeichnet. In der Regel sind auf beiden Bruchflächen Teile des versagensauslösenden Titanitrideinschlusses zu finden, was darauf hindeutet, dass diese Einschlussart fest an die Matrix angebunden ist und bei Rissinitiierung bricht bzw. der Riss im Inneren des Einschlusses initiiert und dann über die Grenzfläche in die Stahlmatrix propagiert.

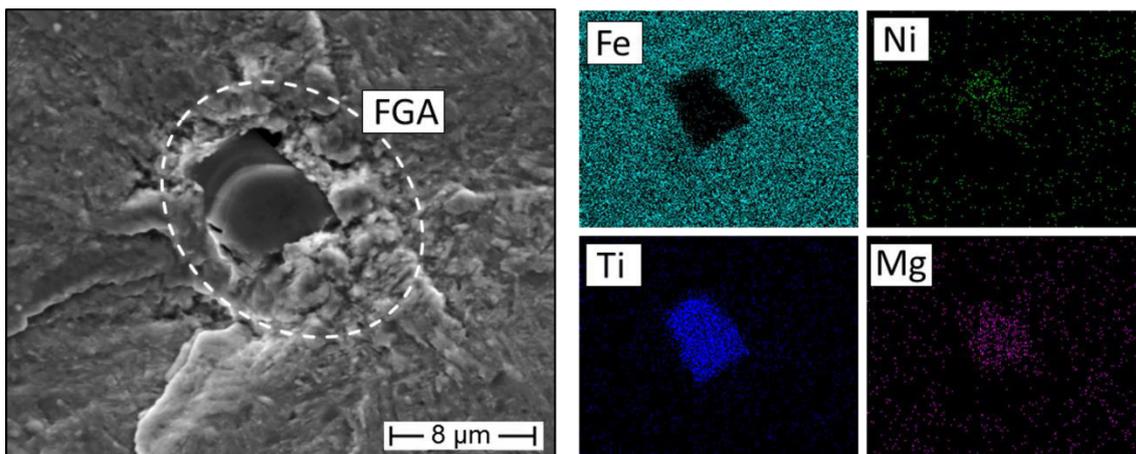


Abb. 5.7: Bestimmung der Einschlussart und Elementverteilung eines titanhaltigen Einschlusses mit FGA (B , $\sigma_a = 1025 \text{ MPa}$, $N_B = 29.447.800$) mittels EDX

Im Falle von oxidischen Einschlüssen treten aluminiumcalcium- (AlO), calcium- (CaO), und sehr selten magnesiumhaltige (MgO) Einschlüsse bzw. Mischformen der drei genannten Arten auf. Abb. 5.8 zeigt exemplarisch einen Aluminiumcalciumoxideinschluss, der auch Anteile von Magnesiumoxid enthält. Im weiteren Verlauf werden die analysierten Einschlüsse nach ihrem Hauptbestandteil klassifiziert und benannt. Die verwendeten Abkürzungen spiegeln hierbei nicht die exakte chemische Zusammensetzung wieder. Oxidische Einschlüsse neigen, wie auch schon in Kapitel 2.2 beschrieben, zum Ablösen von der Matrix, sodass der Riss an der Einschluss-Matrix-Grenzfläche initiiert. In diesem Fall ist der Einschluss nur auf einer der beiden Bruchhälften vorzufinden. Vereinzelt zerbrechen oxidische Einschlüsse jedoch auch und es sind nur noch Bruchstücke auf den Bruchflächen vorhanden.

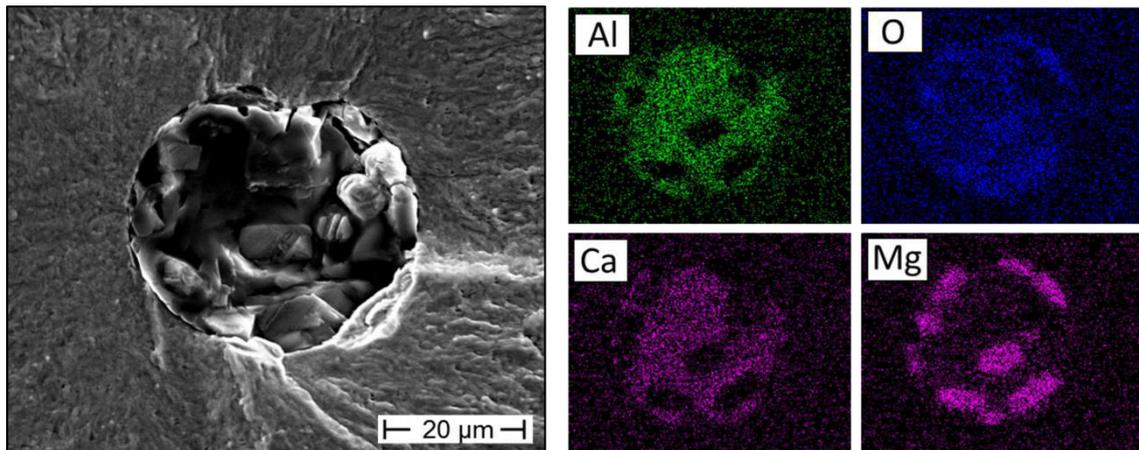


Abb. 5.8: Bestimmung der Einschlussart und Elementverteilung eines oxidischen Einschlusses (M , $\sigma_a = 1000 \text{ MPa}$, $N_B = 338.779$) aus Aluminium, Calcium und Magnesium mittels EDX

5.2.2. Versagen an künstlichen Defekten

Vergleichbar zu der Bruchflächenanalyse bei Versagen hervorgerufen durch die im Material vorhandenen nichtmetallischen Einschlüsse wurden auch alle Proben, die mit künstlichen Defekten im Vakuum geprüft wurden, fraktographisch im Rasterelektronenmikroskop untersucht. Im Falle, dass nicht der künstliche Defekt, sondern ein Einschluss auf der Bruchfläche als Versagensursache ermittelt wurde, wurde zusätzlich der künstliche Defekt an der Probenoberfläche auf Schädigung und Anrissbildung untersucht.

Bei Rissinitiierung an einem künstlichen Oberflächendefekt bildet sich, vergleichbar zum Oberflächenversagen an Einschlüssen, eine glatte halbkreisförmige Bruchfläche um den Defekt. Bei Versagen im HCF-Bereich ist die Bruchfläche in unmittelbarer Umgebung des Defekts vergleichbar glatt, wie die bei Versagen im Inneren des Werkstoffs gebildeten Fish-eye Bruchflächen. Die Rissausbreitung verläuft in diesem Bereich rein transkristallin. Dieses Verhalten ist, wie schon im vorherigen Kapitel gezeigt, auf die Abwesenheit der Umgebungsluft zurückzuführen und lässt auf vergleichbare Rissausbreitungsvorgänge im Vakuum und im Inneren des Werkstoffs schließen. Abb. 5.9 zeigt beispielhaft eine Ermüdungsbruchfläche in der Übersicht und die glatte Fish-eye Bruchfläche an einem Laserdefekt. Der halbkugelförmige Laserdefekt erinnert an den durch einen herausgefallenen oxidischen Einschluss zurückgelassenen Hohlraum auf einer Bruchfläche.

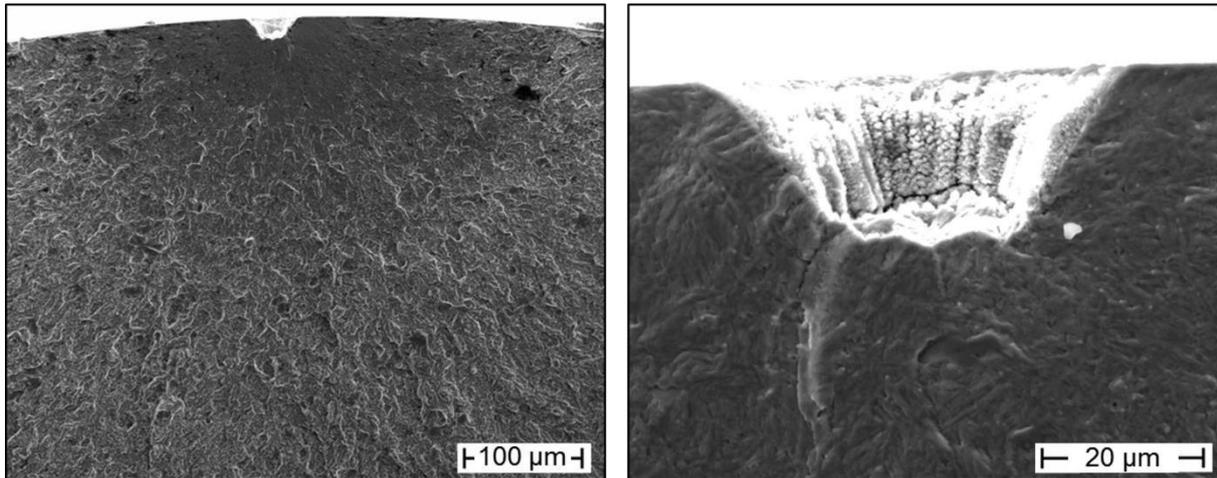


Abb. 5.9: Rissinitiierung an einem Laserdefekt an der Oberfläche im Vakuum (B, $\sigma_a = 900$ MPa, $N_B = 103.000$); Übersicht links, Vergrößerung des rissinitiierenden Defekts rechts

Auch künstliche Defekte initiieren bei Versuchsführung im Vakuum Risse im VHCF-Bereich und verursachen somit den Probenbruch. Die Analyse der Bruchflächen zeigt in diesem Fall ebenfalls körnige raue Bruchflächenbereiche um den Defekt, die eine vergleichbare Struktur aufweisen, wie die um Einschlüsse beobachtete FGA Bruchfläche. Abb. 5.10 zeigt einen solchen FGA-ähnlichen Bereich um einen Laserdefekt in der Übersicht und bei höherer Vergrößerung. Der FGA-Bereich ist durch eine gestrichelte Linie markiert. Der feinkörnige Bereich ist am deutlichsten im Kerbgrund ausgeprägt, wie in der vergrößerten Ansicht in Abb. 5.10 (rechts) zu erkennen.

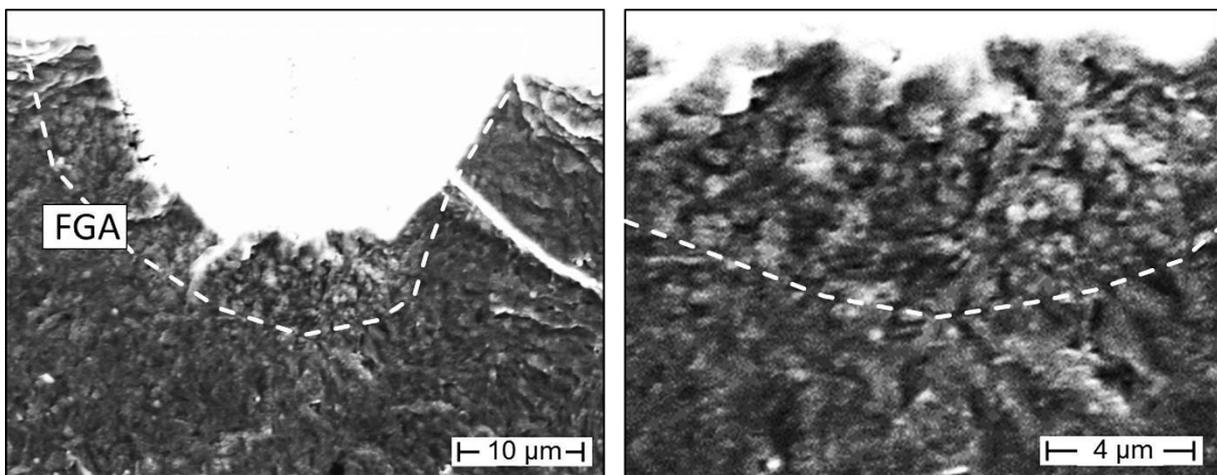


Abb. 5.10: Rissinitiierung an einem Laserdefekt an der Oberfläche mit FGA im Vakuum (M, $\sigma_a = 750$ MPa, $N_B = 625.196.000$); Übersicht links, Vergrößerung des rissinitiierenden Defekts rechts

Die scharfen V-förmigen FIB-Defekte mit rechteckigem Querschnitt senkrecht zur Beanspruchungsrichtung zeigen ein vergleichbares Versagensbild. Bei HCF Versagen bildet sich ebenfalls eine halbkreisförmige Bruchfläche mit sehr glatter, rein transkristalliner Rissausbreitung um den Einschluss, vergleichbar zu Fish-eye Bruchflächen im Volumen (siehe Abb. 5.11).

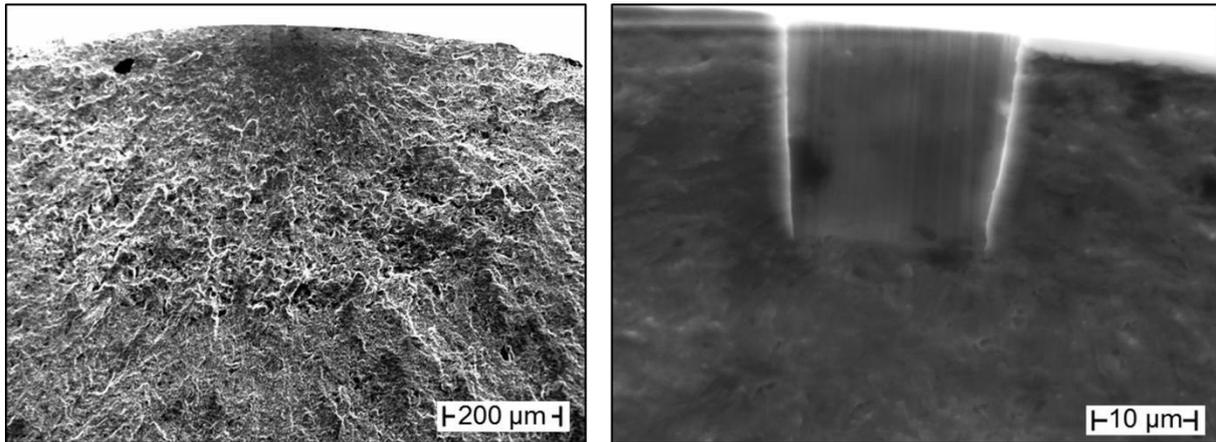


Abb. 5.11: Rissinitiierung an einem FIB-Defekt an der Oberfläche im Vakuum (M , $\sigma_a = 975$ MPa, $N_B = 48.099$); Übersicht links, Vergrößerung des rissinitiierenden Defekts rechts

Wie in Kapitel 5.1.2 beschrieben, tritt auch bei Ermüdungsversuchen mit FIB-Defekten im Vakuum ausgeprägtes VHCF-Versagen, auch noch deutlich nach 10^8 Lastspielen, auf. Identisch zu den Versagensbildern bei Rissinitiierung an inneren Einschlüssen und Laserdefekten in Vakuum weisen alle VHCF-Bruchflächen die typische raue FGA Zone um den Defekt auf. Eine entsprechende Bruchfläche mit ausgeprägter FGA um den Defekt ist in Abb. 5.12 dargestellt. Bei höherer Vergrößerung ist zu erkennen, dass dort vergleichbare, körnige Strukturen wie auch im Bereich der FGA um Einschlüsse (vgl. Abb. 5.6) und Laserdefekte (vgl. Abb. 5.10) vorliegen. Die FGA umgibt den gesamten Defekt.

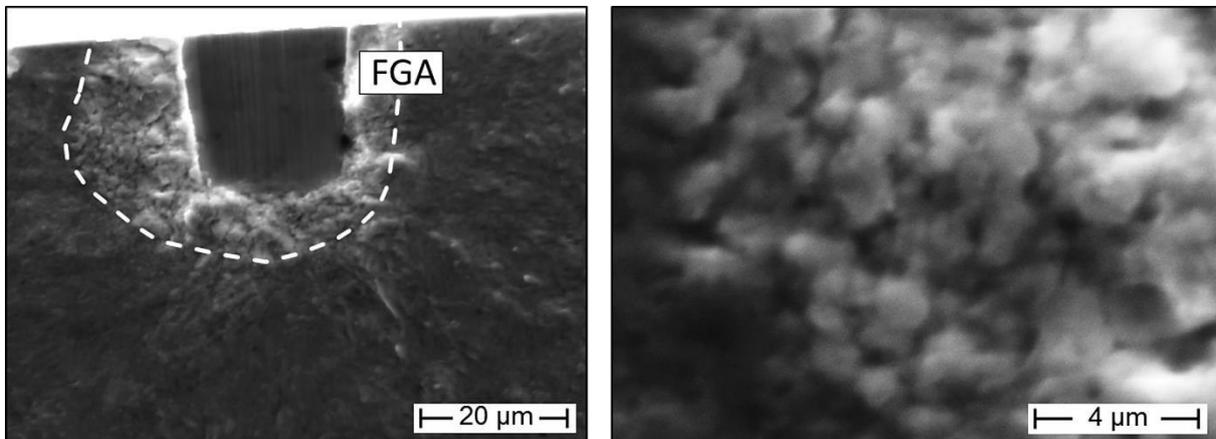


Abb. 5.12: Rissinitiierung mit FGA an einem FIB-Defekt im Vakuum (M , $\sigma_a = 800$ MPa, $N_B \approx 200.299.000$); Übersicht links, Vergrößerung der Bruchfläche innerhalb der FGA rechts

Abb. 5.13 zeigt eine Mehrfachdefektprobe die im VHCF-Bereich versagte. Die drei unterschiedlich großen FIB-Defekte sind zusätzlich vergrößert dargestellt. Es ist zu erkennen, dass sich die Anrisslinie symmetrisch um den größten Defekt in der Mitte ausbreitet und somit der versagensrelevante Riss an diesem Defekt initiiert wurde. Diese Rissinitiierung erfolgte, wie anhand des rauen Bruchflächenbereiches (gestrichelt markiert) in der vergrößerten Darstellung zu erkennen, mit FGA-Bildung. Bei genauere Betrachtung der beiden kleineren Defekte erkennt man jedoch auf der dem größeren

Defekt zugewandten Seite eine Rissstufe in wenigen Mikrometern Abstand zum Defekt. Dies deutet darauf hin, dass dort zwei Risse aufeinander getroffen sind und somit an beiden kleineren Defekten Risse initiiert wurden. Da die Rissstufe am rechten Defekt mit mittlerer Größe größer ist als am kleinsten Defekt links, lässt sich weiterhin schlussfolgern, dass dort die Rissinitiierung weiter vorangeschritten ist und sich bereits ein längerer Riss gebildet hatte, bevor er sich mit dem dominanten Riss vereinigte. Während bei dem kleinsten Defekt links nicht sicher zu erkennen ist, ob es sich um einen FGA-Anriss handelt, sind bei dem Defekt mit mittlerer Größe rechts klare raue FGA-Bereiche zu erkennen (gestrichelt markiert). Folglich führen größere Defekte zu schnellerer Rissinitiierung und Rissausbreitung.

Sowohl bei Durchläufern als auch bei Proben, die nicht am künstlichen Defekt sondern an einem konkurrierenden Einschluss im VHCF-Bereich versagt haben, konnten vereinzelt Anrisse am Defekt im Rahmen der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen nachgewiesen werden. In Abb. 5.14 ist solch ein Anriss dargestellt. Diese Probe versagte nicht am Defekt sondern an einem inneren Einschluss. Dennoch hatte sich zum Zeitpunkt des Probenbruchs bereits ein Anriss von ca. 5 μm Länge am Defekt gebildet.

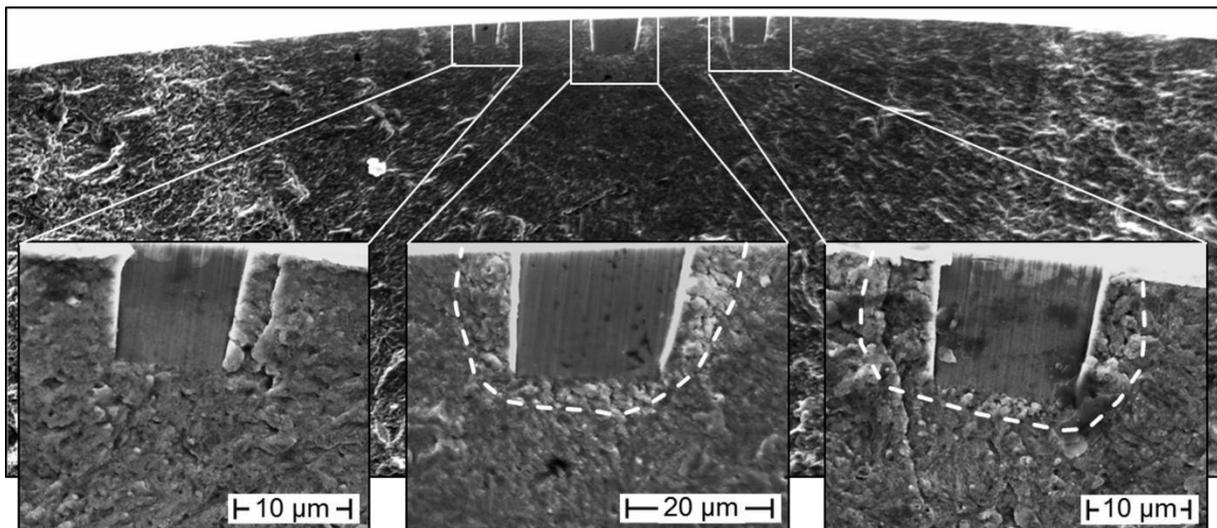


Abb. 5.13: Rissinitiierung mit FGA im Vakuum mit mehreren FIB-Defekten an der Oberfläche (M , $\sigma_a = 750 \text{ MPa}$, $N_B = 185.258.000$)

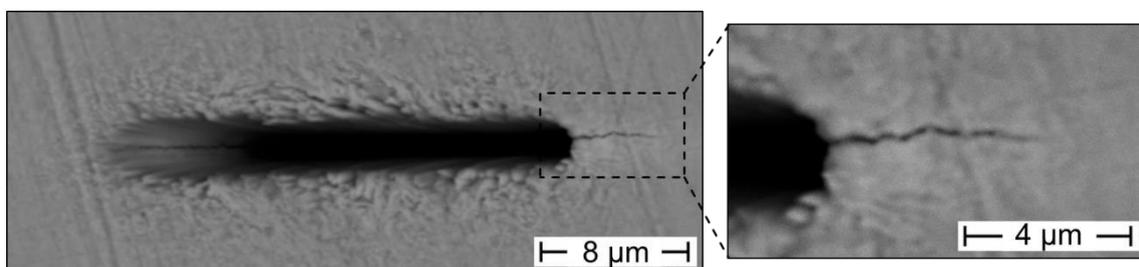


Abb. 5.14: Rissinitiierung am FIB-Defekt im Vakuum bei einer Probe, die an einem Einschluss versagte (M , $\sigma_a = 825 \text{ MPa}$, $N_B = 217.584.000$)

5.2.3. Einschlussarten und -größenverteilungen

Alle rissinitiierenden Einschlüsse und Defekte wurden im Rahmen der Bruchflächenanalysen vermessen. Die Größenverteilung der versagensrelevanten Rissinitiatoren ist in Abb. 5.15 in Abhängigkeit von der Einschluss- bzw. Defektart für den martensitischen und bainitischen Zustand dargestellt. Es ist zu erkennen, dass unterschiedliche Einschlussarten auch deutliche Unterschiede in ihrer Größenverteilung zeigen. Titanitride sind vergleichsweise klein und weisen eine geringere Streuung in ihrer Größe auf. Calciumoxide und die seltenen Magnesiumoxide zeigen eine mittlere Größe mit ebenfalls geringer Streuung. Die Größe der beobachteten aluminiumhaltigen Oxide hingegen variiert sehr stark und es treten sehr große Einschlüsse auf. Die Größe der künstlich erzeugten Defekte hingegen ist sehr konstant im Vergleich zu allen Einschlussarten. Defekte sehr präzise mit einheitlicher Größe erzeugen zu können, ermöglicht es die Beanspruchung am Defekt vor dem Versuch zu definieren und somit Ermüdungsuntersuchungen unter reproduzierbaren bruchmechanischen Bedingungen durchzuführen. Die Größe der Laserdefekte entspricht hierbei in etwa der großer aluminiumhaltiger Einschlüsse. FIB-Defekte hingegen sind kleiner und vergleichbar zu großen Titanitriden oder Calciumoxiden.

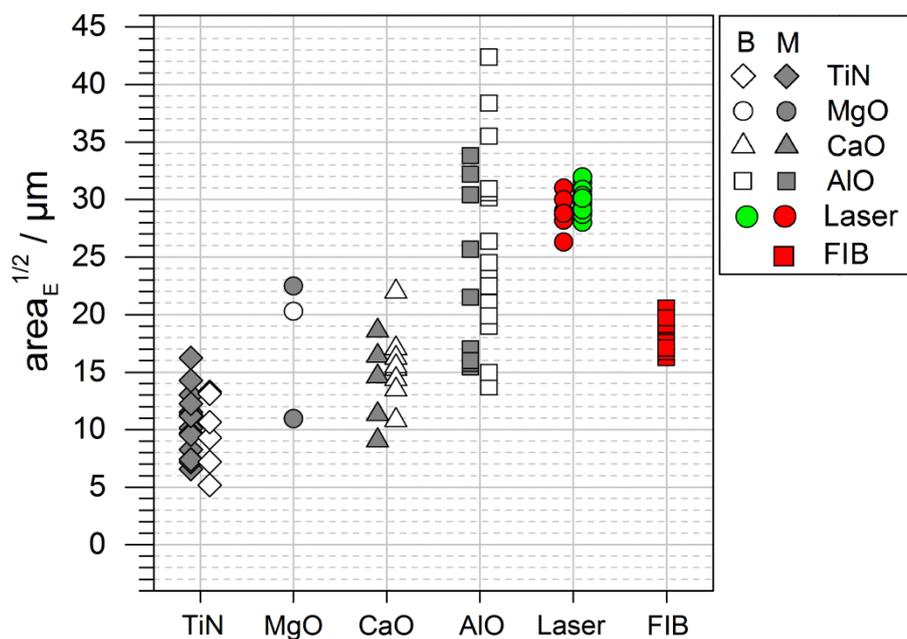


Abb. 5.15: Größenverteilung der rissinitiierenden Einschlüsse und künstlichen Defekte

5.2.4. Einschlussanalyse durch Serienschliffe

Um weitere Rückschlüsse auf die Rissinitierung an nichtmetallischen Einschlüssen im Inneren ableiten zu können, wurden versagte Proben der Laststeigerungsversuche mittels Serienschliffuntersuchung auf weitere Einschlüsse im Messvolumen untersucht, die zusätzlich zum versagensauslösenden Einschluss vorhanden sein könnten. Durch Auswertung der nicht versagensrelevanten Einschlüsse könnten weiterführende

Erkenntnisse zu Schwellenwerten der VHCF-Rissinitiierung gewonnen werden. Ein weiteres Hauptaugenmerk lag auch darauf, Einschlüsse auf Vorschädigung in Form von Anrissen zu untersuchen, um Anrisse und somit erstmals auch Frühstadien der VHCF-Ermüdung bereits vor dem Versagen untersuchen zu können.

Im Rahmen der Einschlussanalyse in versagten Proben der Laststeigerungsversuche wurden ausschließlich TiN Einschlüsse mit einem Einschlussdurchmesser von $d_E \approx 4 - 15 \mu\text{m}$ (gemessen senkrecht zur Beanspruchungsrichtung) beobachtet. Kleinere Einschlüsse wurden vernachlässigt. Oxide wurden nicht beobachtet. Jedoch sind kleine Oxide aufgrund ihres unscheinbaren Aussehens mikroskopisch sehr schwer zu detektieren und größere Oxide ($> 15\mu\text{m}$) sehr selten, wie in der Einschlussanalyse des Werkstoffs in Abb. 3.1 zu erkennen ist. Im Zuge der späteren bruchmechanischen Bewertung in Kapitel 5.3 werden alle detektierten Einschlüsse aufgeführt.

Mit Hilfe der Serienschliffuntersuchung konnten zudem mehrere Einschlüsse mit VHCF-Anrissen detektiert werden. In Abb. 5.16 ist ein beispielhafter Titannitrideinschluss dargestellt. In der lichtmikroskopischen Aufnahme ist der Riss leider nicht zu erkennen. Die REM Aufnahme zeigt jedoch eindeutig einen Anriss mit einem für den VHCF-Bereich typischen gezackten Rissverlauf, der zur rauen FGA Bruchfläche führt.

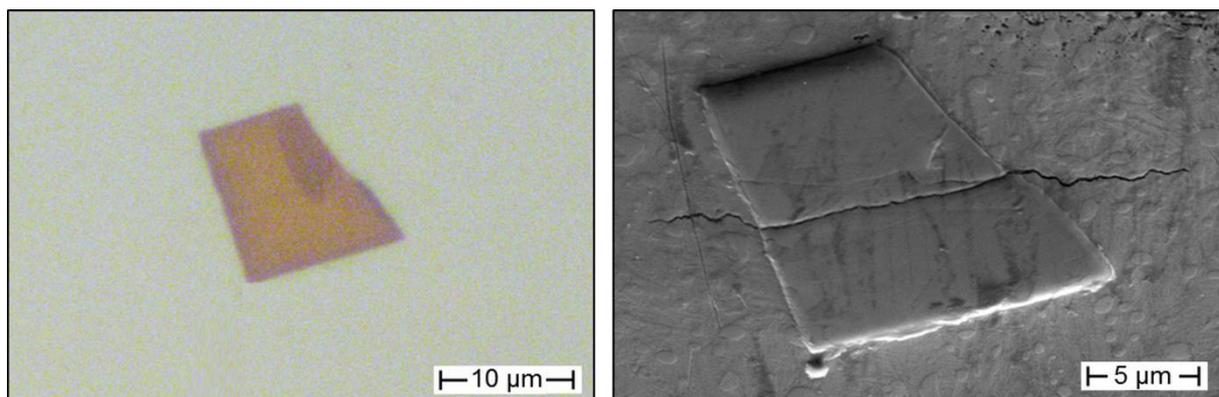


Abb. 5.16: Titannitrideinschluss mit VHCF-Anriss ($N_B = 522.281.000$) aus Serienschliffuntersuchung; Lichtmikroskopaufnahme (links) und REM-Bild (rechts)

5.2.5. Diskussion

Die untersuchten Ermüdungsbruchflächen zeigen die auch in der Literatur beschriebenen typischen Bruchflächenstrukturen. Hierbei von besonderem Interesse ist die FGA, deren Bildung zweifelsfrei mit VHCF-Versagen verknüpft ist. Es ist klar zu erkennen, dass sich bei VHCF-Versagen an künstlichen Oberflächendefekten, die im Vakuum ermüdet wurden, und inneren Einschlüssen morphologisch gleiche FGA-Bereiche bilden. Ob die FGAs um Einschlüsse und künstliche Defekte auch mikrostrukturell identisch sind, müssen weiterführende mikroskopische Untersuchungen zeigen.

Die beiden Defektgeometrien spiegeln in guter Näherung die typische Geometrie der versagensrelevanten Einschlussarten wieder. Die kreisförmigen Laserdefekte sollen

hierbei kugelförmige Oxideinschlüsse nachbilden, während die FIB-Schnitte die Initiierung eines scharfen Risses an einem gebrochenen Titanitrideinschluss simuliert. Abb. 5.17 zeigt die daraus resultierenden unterschiedlichen Spannungsverteilungen an den unterschiedlichen Defekten. Aufgrund der Geometrie fällt die Spannungsüberhöhung für idealisierte Defekte im Falle der runden Laserdefekte geringer aus. Während die Laserdefekte die Spannungsüberhöhung hauptsächlich im Grund des Defekts zeigen, ist bei FIB-Defekten um den gesamten Defekt im Bereich der Kanten eine deutliche Spannungsüberhöhung zu erkennen. Die Anriss- bzw. FGA-Bildung wird auf den Bruchflächen genau in den Bereichen beobachtet, in denen FEM-Analysen die größten Spannungen vorhersagen. Sie ist vor allem in dem Bereich mit der laut Spannungsanalyse höchsten lokalen Spannung vorzufinden (vgl. Abb. 5.17 mit Abb. 5.10 und Abb. 5.12). Bei Laserdefekten tritt die FGA vor allem im Kerbgrund auf, während sie sich bei FIB-Defekten um den ganzen Defekt herum bildet.

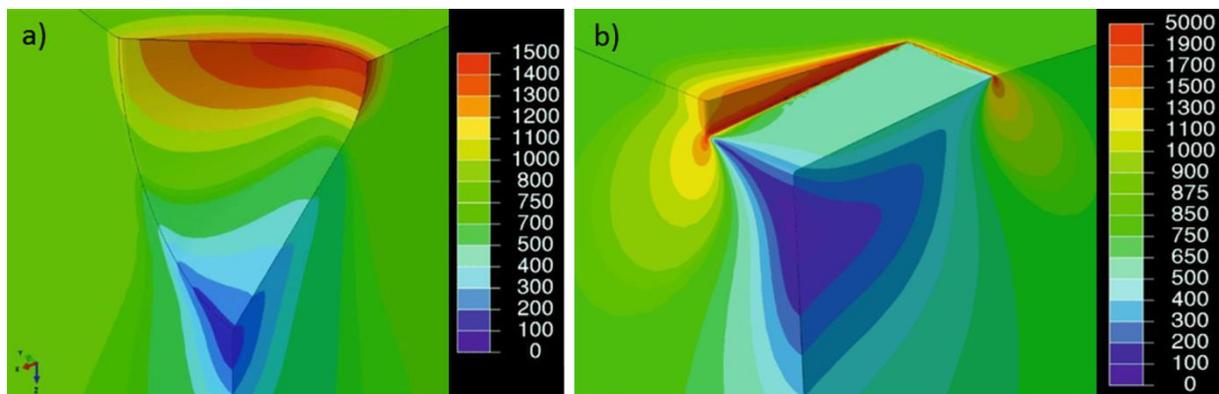


Abb. 5.17: Spannungsverteilung in MPa um a) Laserdefekte und b) FIB-Defekte

Im Gegensatz zum VHCF-Versagen an inneren Einschlüssen ist es möglich, mit künstlichen Defekten im Vakuum VHCF-Versagen unter vorher definierten bruchmechanischen Bedingungen zu erzeugen und vor allem die verschiedenen Schädigungsstadien vor dem schlussendlichen Probenbruch zu beobachten. Dies bietet die neue Möglichkeit, VHCF-Risse in hochfesten Stählen in Frühphasen vor Probenbruch gezielt zu untersuchen. Frühstadien zu untersuchen ist bei inneren Einschlüssen hingegen sehr schwierig, da solch kurze Risse im Inneren kaum zu detektieren sind. Ermüdungsversuche mit künstlichen Defekten im Vakuum bieten somit die einmalige Möglichkeit, gezielt VHCF-Anrisse zu erzeugen und Frühstadien der VHCF-Ermüdung zu untersuchen.

Allerdings ergibt sich aus der vergleichbaren Größe von Einschlüssen und Defekten auch die bereits erwähnte Konkurrenz zwischen der Rissinitiierung an Einschlüssen und Defekten, sodass nicht alle Proben mit künstlichen Defekten auch am Defekt versagen. Die bei Versuchen mit künstlichen Defekten und im Rahmen der Serienschliffe beobachtete Rissbildung an nicht versagensrelevanten Defekten innerhalb der Proben zeigt, dass mehrere Risse gleichzeitig initiieren können. Der Defekt, der zur kürzesten Lebensdauer

führt, ist der versagensrelevante Einschluss und nach dem Versagen auf der Bruchfläche zu finden.

In Abb. 5.18 ist die Wöhlerkurven in Abhängigkeit der unterschiedlichen Einschluss- bzw. Defektarten darstellt. Es ist eine leichte Separierung der unterschiedlichen Einschlussarten innerhalb der Wöhlerkurve zu erkennen. Große aluminiumhaltige Oxide führen zu vergleichsweise frühem Versagen, auch noch bei niedrigen Spannungsamplituden und zeigen große Streuung in der Lebensdauer. Calciumoxide und Titanitride führen bei gleicher Spannungsamplitude tendenziell erst bei größeren Zyklenzahlen zum Versagen. Die Streuung der Einschlussgrößen in der Größenverteilung jeder Einschlussart spiegelt sich ansatzweise auch in der Lebensdauerverteilung wieder. Ob auch die Einschlussarten mit ihren unterschiedlichen Rissinitiierungsmechanismen Einfluss auf das beobachtete Verhalten haben, kann anhand der Wöhlerkurve nicht klar beurteilt werden.

Proben mit künstlichen Defekten zeigen eine verringerte Ermüdungsfestigkeit im Vergleich zum Einschlussversagen. Obwohl Laserdefekte in Größe und Form oxidischen Einschlüssen ähneln, führen sie bei vergleichsweise niedrigen Spannungsamplituden noch zum Versagen und zeigen vor allem im HCF-Bereich eine verkürzte Lebensdauer. Trotz der geringeren Größe der FIB-Defekte sind die Ermüdungsergebnisse nahezu identisch zu Proben mit größeren Laserdefekten. Dieses Verhalten könnte unter anderem auf die Herstellungsverfahren oder die unterschiedliche Defektgeometrie (Kerbform) zurückzuführen sein.

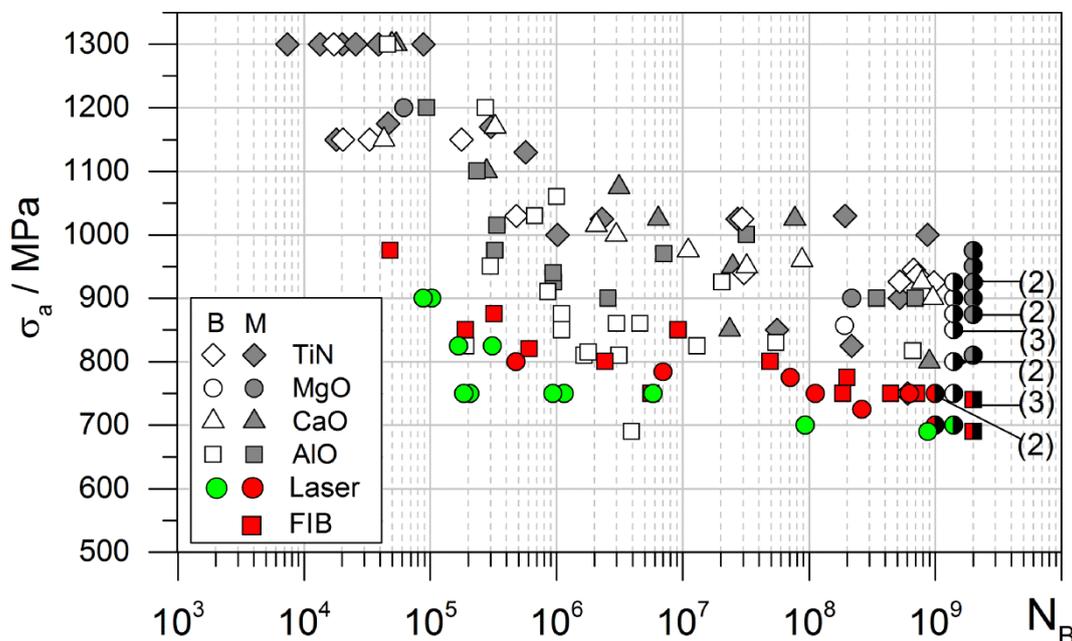


Abb. 5.18: Ermüdungsergebnisse aus Abb. 5.1 und Abb. 5.2 mit Unterscheidung nach Einschluss- und Defektart (Durchläufer sind halb ausgefüllt)

Der Einfluss der verschiedenen Einschluss- und Defektarten wird im späteren Verlauf nach bruchmechanischer Bewertung in Kap. 5.3 und Mikrostrukturuntersuchungen in

Kap. 5.4 weiter untersucht. Diese weiterführenden Ergebnisse ermöglichen eine tiefergehende Analyse des Ermüdungsverhaltens.

5.3. Bruchmechanische Bewertung des Ermüdungsverhalten

Basierend auf den fraktografischen Untersuchungen und Vermessungen der Bruchflächen in Kapitel 5.2, kann eine bruchmechanische Bewertung aller Ermüdungsproben nach dem \sqrt{area} Ansatz von Murakami (siehe Gleichung 2.4 in Kap. 2.1) vorgenommen werden. Für die vorliegende Zug-Druck-Wechselbeanspruchung wird ausschließlich der Spannungsintensitätsfaktor für Mode I betrachtet. Sowohl Spannungsintensitätsfaktoren als auch Schwellenwerte werden immer in Form des maximalen Spannungsintensitätsfaktors $K_{I,max} = \Delta K_I/2$ (für Wechselbeanspruchung) angegeben. In den folgenden Kapiteln werden alle Wöhlerversuche mit Einschlussversagen und künstlichen Defekten, sowie Laststeigerungsversuche und Serienschliffe bruchmechanisch bewertet und das Ermüdungsverhalten hochfester Stähle genauer beleuchtet. Der Fokus hierbei liegt auf VHCF-Versagen und der damit verbundenen FGA Bildung.

5.3.1. Einschlussversagen

Die am rissinitiierenden Einschluss vorliegenden Spannungsintensitätsfaktoren $K_{I,max}$ sind für den bainitischen (B) und martensitischen (M) Zustand in Abhängigkeit von der Bruchlastspielzahl in Abb. 5.19 dargestellt. Hierbei wird zusätzlich nach der Art des versagensauslösenden Einschlusses unterschieden. Proben, die im Rahmen der Laststeigerungsversuche versagten, sind durch ein Kreuz markiert.

Das Ermüdungsverhalten der beiden Zustände ist nahezu identisch. Grundlegend ist trotz großer Streuung eine Zunahme der Lebensdauer mit abnehmendem Spannungsintensitätsfaktor am Einschluss zu erkennen. Betrachtet man jede Einschlussklasse für sich, ist die Streuung innerhalb jeder Einschlussklasse deutlich geringer. Dies wird auch anhand der angezeigten Fitkurven für die unterschiedlichen Einschlussklassen ersichtlich, die sich deutlich unterscheiden. Die größte Streuung der Ermüdungsdaten weist die Gruppe der aluminiumhaltigen Oxide auf, die auch bei der Einschlussgrößenverteilung in Abb. 5.15 die größte Streuung zeigten.

Auffällig ist, dass die Einschlussklassen bei gleichen Spannungsintensitätsfaktoren zu deutlich unterschiedlichen Bruchlastspielzahlen führen. Titanitride führen zu vergleichsweise frühem Versagen, gefolgt von Calciumoxiden und aluminiumhaltigen Oxideinschlüssen, welche, bei gleichen Spannungsintensitätsfaktoren, erst bei größeren Bruchlastspielzahlen zum Versagen führen.

Das Ermüdungsversagen tritt auch noch deutlich unterhalb des Schwellenwertes des Spannungsintensitätsfaktors für die Ausbreitung langer Risse $K_{th} \approx 4\text{-}5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ auf. Dies ist bei allen späten Probenbrüchen im VHCF Bereich der Fall.

Für die unterschiedlichen Einschlussklassen tritt das Ermüdungsversagen im Bereich der Grenzlastspielzahl von 10^9 Zyklen auf unterschiedlichen Spannungsintensitätshorizonten auf. Während unter $3,2 \text{ MPam}^{1/2}$ kein Versagen mehr an aluminiumhaltigen Oxiden beobachtet wird, initiieren Calciumoxide bei $2,5 \text{ MPam}^{1/2}$ noch Risse, die zum Versagen führen. Titanitride führen bei den niedrigsten Spannungsintensitätsfaktoren knapp unter $2 \text{ MPam}^{1/2}$ zu Probenversagen.

Es ist zu erkennen, dass alle Laststeigerungsversuche, trotz der wiederholten Beanspruchung, im VHCF-Bereich mit FGA-Bildung versagten. Sie fügen sich sehr gut in das Ermüdungsverhalten, das ohne Vorbeanspruchung mittels Einstufenversuchen ermittelt wurde, ein. Es zeigt sich kein ausgeprägtes vorzeitiges Versagen. Daraus kann geschlussfolgert werden, dass die Durchläuferebenen keine signifikante Vorschädigung induzieren.

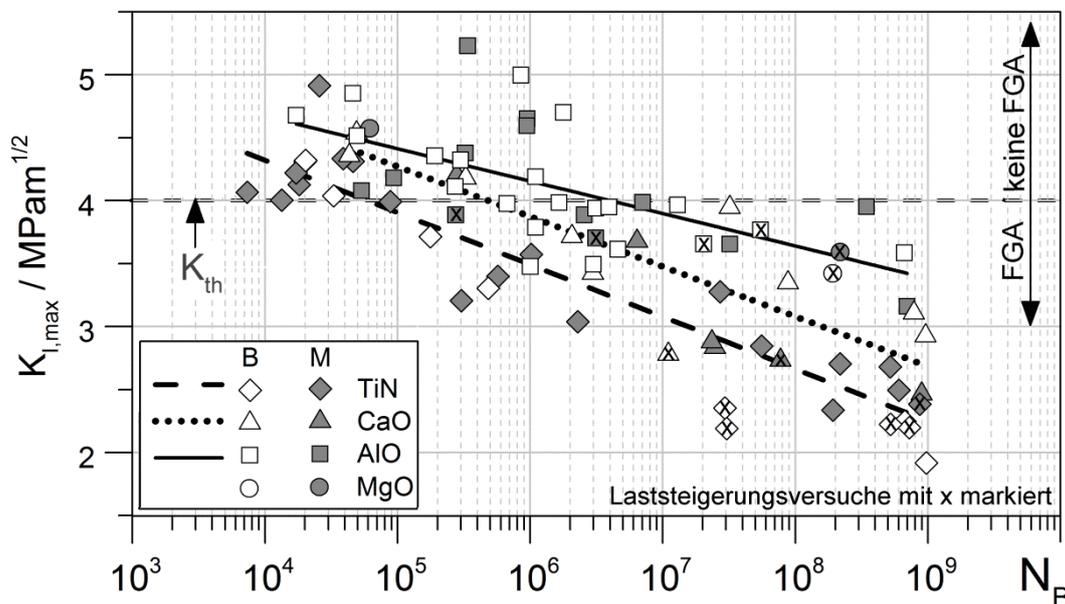


Abb. 5.19: Spannungsintensitätsfaktoren $K_{I,max}$ am rissinitiiierenden Einschluss separiert nach Einschlussart als Funktion der Bruchlastspielzahl; inkl. der Daten von [8]

Im Rahmen der weiteren bruchmechanischen Auswertung der Proben wurde zudem für alle Proben, die eine FGA auf der Bruchfläche aufweisen, der Spannungsintensitätsfaktor am Rand der FGA bestimmt. Analog zur Berechnung am Einschluss wurde hierfür der Ansatz von Murakami (Gl. 2.4) verwendet und die Fläche der FGA (inklusive Einschluss) $area_{FGA}$ eingesetzt. Abb. 5.20 zeigt zusätzlich zum den Spannungsintensitätsfaktoren am versagensauslösenden Einschluss ebenfalls die der FGAs. Die Werte der FGA liegen hierbei, unabhängig von der Bruchlastspielzahl, im Bereich des Schwellenwertes des Spannungsintensitätsfaktors für lange Risse. Der Mittelwert des maximalen Spannungsintensitätsfaktors der FGA beträgt $\bar{K}_{I,max,FGA} = 4,25 \text{ MPam}^{1/2}$.

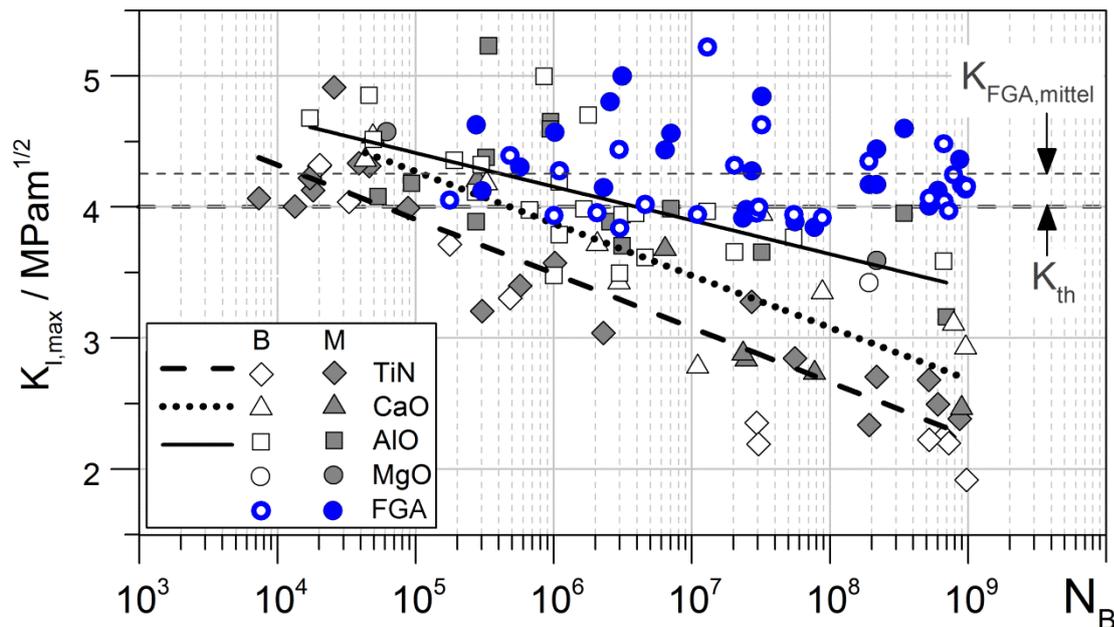


Abb. 5.20: Spannungsintensitätsfaktoren $K_{I,max}$ an den rissinitiierenden Einschlüssen und am Rand der FGA $K_{I,max,FGA}$ als Funktion der Bruchlastspielzahl

5.3.2. Künstliche Defekte

Vergleichbar zu den im vorherigen Kapitel beschriebenen Untersuchungen zum Versagen an nichtmetallischen Einschlüssen wurden ebenfalls alle Ermüdungsversuche mit künstlichen Defekten im Vakuum bruchmechanisch bewertet.

In Abb. 5.21 sind die Ergebnisse der Versuche mit Laserdefekten dargestellt. Grundsätzlich zeigt sich ein vergleichbares Verhalten zum Versagen an inneren Einschlüssen. Mit abnehmendem Spannungsintensitätsfaktor am Defekt nimmt die Lebensdauer zu. Bei Proben, die im VHCF Bereich brechen, sind ebenfalls FGA Bereiche um den Defekt erkennbar, deren maximaler Spannungsintensitätsfaktor von ca. $\bar{K}_{I,max,FGA,Laser} = 4,9 \text{ MPam}^{1/2}$ unabhängig von der Bruchlastspielzahl ist. Dieser Wert ist signifikant größer als der für FGA bei Einschlussversagen. Anhand des Spannungsintensitätsfaktors der FGA und der gebrochenen Proben ohne FGA Bildung kann der Schwellenwert des Spannungsintensitätsfaktors für die Ausbreitung eines langen Risses für die Laserdefekte $K_{th,Laser} \approx 4,75 \text{ MPam}^{1/2}$ abgeschätzt werden. Dieser ist in guter Übereinstimmung mit dem aus Rissausbreitungsversuchen mit Laserdefekten ermittelten Wert von Grad [8], jedoch etwas höher als der des Grundmaterials. VHCF-Versagen mit FGA-Bildung wird nur unterhalb dieses Schwellenwertes beobachtet. Der erhöhte Schwellenwert könnte auf lokale Materialveränderungen hinweisen, die durch den Laserabtrag eingebracht wurden und die Ermüdungseigenschaften beeinflussen. Um dies beurteilen zu können, werden weiterführende Mikrostrukturuntersuchungen durchgeführt, die in Kapitel 5.4 vorgestellt werden.

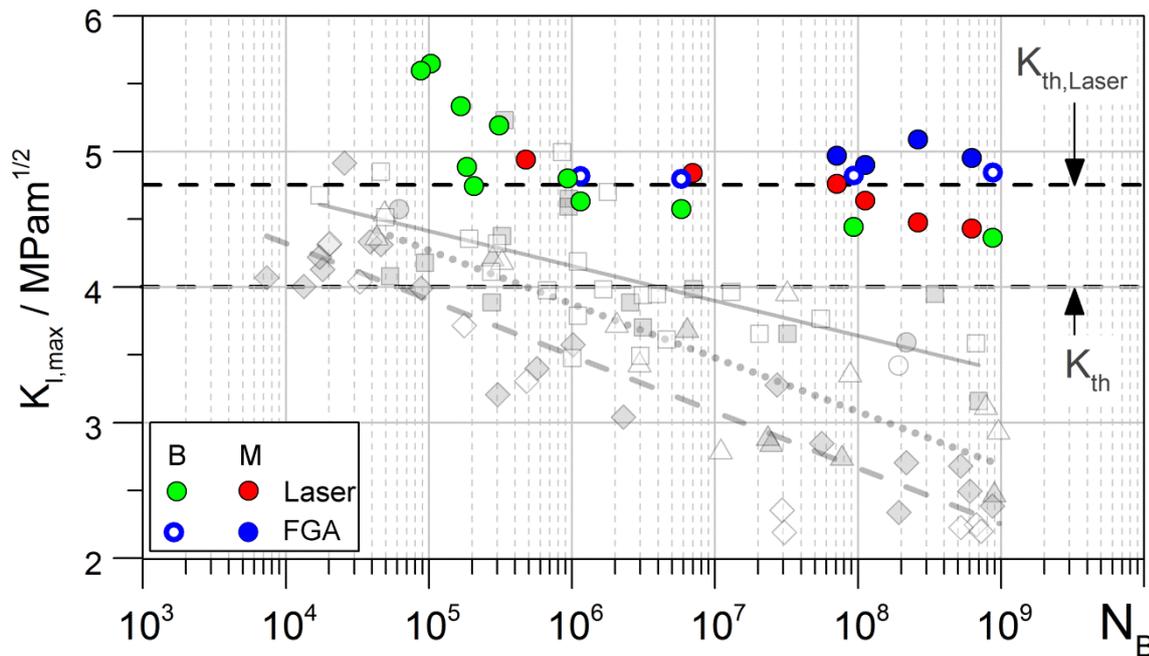


Abb. 5.21: Spannungsintensitätsfaktoren $K_{I,max}$ an den rissinitiierenden Laserdefekten und am Rand der FGA $K_{I,max,FGA}$ als Funktion der Bruchlastspielzahl; zum Vergleich im Hintergrund die Ergebnisse aus Abb. 5.19

In Abb. 5.22 sind die Spannungsintensitätsfaktoren an den versagensauslösenden FIB-Defekten und den auf der Bruchflächen beobachteten FGA als Funktion der Lebensdauer dargestellt. Weiterhin wurden zusätzlich zwei Anrisse in Durchläuferproben (mit Pfeil markiert) bruchmechanisch bewertet. Dazu wurde der Anriss, der als noch nicht vollständig gebildete FGA angesehen wird, an der Probenoberfläche vermessen und kreisförmige symmetrische Rissausbreitung angenommen.

Erneut kann die Zunahme der Lebensdauer mit abnehmendem Spannungsintensitätsfaktor beobachtet werden. Jedoch ist die Abnahme im VHCF-Bereich nicht eindeutig und es zeigt sich eine große Streuung in der Lebensdauer. Die Ermüdungsversuche mit FIB-Defekten im Vakuum bilden aus bruchmechanischer Sicht das Ermüdungsverhalten an inneren Einschlüssen gut nach. Bei Spannungsintensitätsfaktoren oberhalb K_{th} tritt das Probenversagen im HCF-Bereich ein und die Bruchfläche im Bereich der Rissinitiierung ist sehr glatt, vergleichbar zur Fish-eye Bruchfläche um innere Einschlüsse. FGA-Bildung hingegen wird erst beobachtet, wenn der Langrisschwellenwert K_{th} unterschritten wird. Dies ist, wie auch bei Rissinitiierung an inneren Einschlüssen, mit großen Bruchlastspielzahlen im VHCF-Bereich verbunden.

Die Spannungsintensitätsfaktoren der FGA-Bereiche auf den Bruchflächen übersteigen gerade den Schwellenwert des Spannungsintensitätsfaktors K_{th} für die Ausbreitung langer Risse. Der Mittelwert des Spannungsintensitätsfaktors der FGAs an FIB-Defekten $\bar{K}_{I,max,FGA,FIB} \approx 4,4 \text{ MPam}^{1/2}$ entspricht fast exakt dem bei Ermüdung an inneren Einschlüssen. Die Ermüdungsversuche mit künstlichen FIB-Defekten im Vakuum bilden

folglich aus bruchmechanischer Sicht das VHCF-Versagen an inneren Einschlüssen gut nach.

Im Gegensatz zu den Versuchen im Vakuum tritt bei Vergleichsversuchen mit künstlichen FIB Defekten an Luft auf dem Beanspruchungsniveau des VHCF-Versagens im Vakuum kein Versagen auf (vgl. Abb. 5.22). Detailuntersuchungen der Defekte im REM zeigen zudem, dass bei Versuche an Luft mit Spannungsintensitätsfaktoren unterhalb K_{th} auch keine Rissbildung zu beobachten ist.

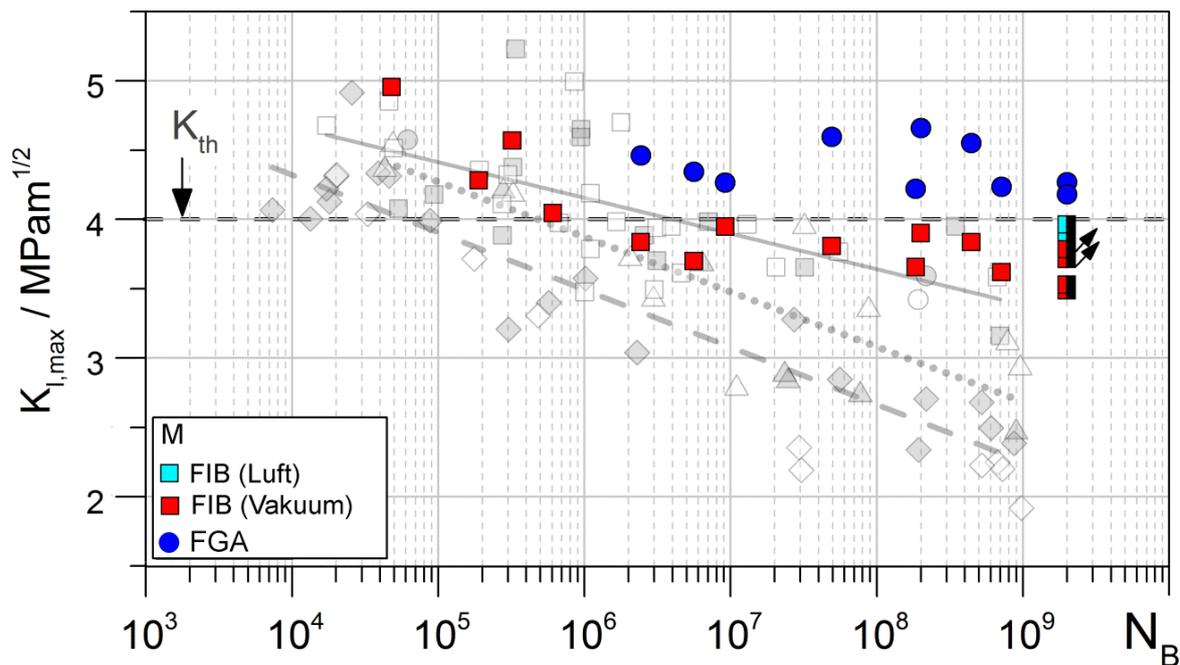


Abb. 5.22: Spannungsintensitätsfaktoren $K_{I,max}$ an den rissinitiierenden FIB-Defekten und am Rand der FGA $K_{I,max,FGA}$ als Funktion der Bruchlastspielzahl; zum Vergleich im Hintergrund die Ergebnisse aus Abb. 5.19 (Durchläufer sind halb ausgefüllt)

5.3.3. Schwellenwerte für Rissinitiierung

Die Laststeigerungsversuche, bei denen nach jedem Erreichen der Grenzlasterlastspielzahl von 10^9 Zyklen die Beanspruchung erhöht wird, bis Probenversagen eintritt, bieten die Möglichkeit in jedem Versuch einen Spannungsintensitätsschwellenwert $K_{th,FGA}$ für den spezifischen versagensauslösenden Einschluss abzuschätzen.

Wie bereits beschrieben, zeigt sich bei Laststeigerungsversuchen auf dem höchsten, versagensrelevanten Spannungsniveau kein ausgeprägtes vorzeitiges Versagen. Daraus kann geschlossen werden, dass die Durchläuferebenen keine signifikante Vorschädigung induzieren. Daher kann davon ausgegangen werden, dass bei der Erhöhung der Beanspruchung vom letzten Durchläuferversuch zum Beanspruchungsniveau, auf dem Versagen eintritt, am rissinitiierenden Einschluss ein Schwellenwert des Spannungsintensitätsfaktors für VHCF-Versagen (bis 10^9 Zyklen) überschritten wird. Nach dem Probenversagen kann für den versagensauslösenden Einschluss für jede Beanspruchungsstufe des Laststeigerungsversuches der

Spannungsintensitätsfaktor rückwirkend bestimmt werden. Der Mittelwert der Spannungsintensitätsfaktoren des letzten Durchläuferniveaus und der versagensauslösenden Beanspruchungsstufe markiert in guter Näherung einen solchen Schwellenwert $K_{th,FGA}$. Auf diese Weise kann für jeden Versuch ein Schwellenwert für VHCF-Versagen mit FGA-Bildung wie folgt berechnet werden:

$$K_{th,FGA} = \frac{K_{I,max,DL} + K_{I,max,Bruch}}{2} \quad (5.1)$$

Aus allen Werten $K_{th,FGA}$ der einzelnen Versuche können schlussendlich die Grenzen für VHCF-Versagen bis 10^9 Zyklen abgeschätzt werden.

Abb. 5.23 zeigt die Ergebnisse der Laststeigerungsversuche in Abhängigkeit von der Größe des versagensauslösenden Einschlusses. Übereinander liegende Punkte stellen hierbei die verschiedenen Beanspruchungsstufen einer Probe dar. Die Gesamtheit der aus den Mittelwerten bestimmten VHCF-Schwellenwerte $K_{th,FGA}$ aller Versuche wurde durch die fett gestrichelte Linie angenähert. Weiterhin ist der Schwellenwert für Langrissausbreitung K_{th} als gepunktete Linie eingezeichnet. Daraus ergibt sich der grau eingefärbte Bereich zwischen diesen beiden Schwellenwerten, in dem VHCF-Versagen mit FGA-Bildung auftritt. Unterhalb der VHCF-Schwellenwertkurve tritt bis zur Grenzlastspielzahl von 10^9 Zyklen kein Versagen auf.

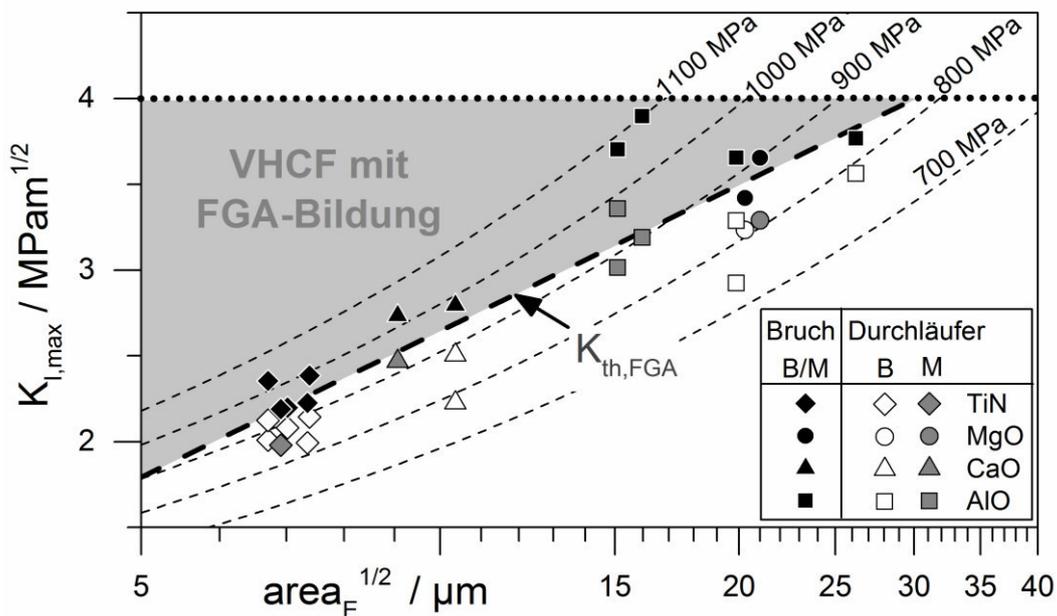


Abb. 5.23: Schwellenwerte des Spannungsintensitätsfaktors für VHCF-Ermüdung mit FGA-Bildung $K_{th,FGA}$ ermittelt mit Hilfe von Laststeigerungsversuchen (inkl. der Ergebnisse aus [8])

Zusätzlich sind Linien konstanter Spannung (für innere Einschlüsse) eingezeichnet. Die erste Beanspruchungslinie, die vollständig unterhalb des Schwellenwertes liegt, ist für ~ 800 MPa. Unterhalb dieser Spannung wird auch im Wöhlerdiagramm für dieses

Material (vgl. Abb. 5.18) kaum noch Probenversagen beobachtet. Nur eine Probe versagte mit FGA-Bildung im VHCF Bereich unterhalb 800 MPa.

Es zeigt sich, dass der Schwellenwert des Spannungsintensitätsfaktors für VHCF-Versagen mit FGA möglicherweise eine Funktion der Größe des rissinitiierenden Defekts ist. Jedoch ist auch eine Gruppierung der Einschlussarten in diesem Diagramm zu erkennen. Es ist nur anhand dieser Ergebnisse nicht auszuschließen, dass die Einschlussart den Schwellenwert beeinflusst oder sogar bestimmt, wie bereits von Grad [8] vermutet. Um dies genauer zu betrachten, sind weitere Untersuchungen nötig. Im folgenden Kapitel werden mit Hilfe von Serienschliffuntersuchungen nicht versagensrelevante Einschlüsse untersucht, um weitere Aufschlüsse bezüglich der Grenzen der VHCF-Rissinitiierung zu erhalten.

5.3.4. Serienschliffe

Um Schwellenwerte der VHCF-Ermüdung weiter zu präzisieren und den Einfluss der unterschiedlichen Einschlussarten zu verstehen, wurden im Rahmen von Serienschliffuntersuchungen (vgl. Kapitel 4.7) versagte Proben auf ihre Einschlussverteilung im höchstbeanspruchten Bereich untersucht. Die dadurch gefundenen nicht versagensrelevanten Einschlüsse können helfen, die VHCF-Rissinitiierung besser zu verstehen.

Abb. 5.24 zeigt die bruchmechanische Auswertung der im Rahmen der Serienschliffe gefundenen Einschlüsse. Der versagensauslösende Einschluss der jeweiligen Probe wurde als Bruch markiert. Einschlüsse, an denen ein Anriss nachgewiesen werden konnte, sind ebenfalls markiert. Bei zwei der drei untersuchten Proben war der größte Einschluss, und somit der mit dem größten Spannungsintensitätsfaktor, auch der versagensauslösende Einschluss. Dies ist nicht immer der Fall. Bei der in Abb. 5.24b dargestellten Probe ist der rissinitiierende Einschluss möglicherweise nicht der Einschluss mit dem größten Spannungsintensitätsfaktor. Jedoch könnte durch die zur Berechnung der Spannungsintensitätsfaktoren getroffene Annahme, dass die Einschlüsse symmetrisch sind, die Einschlussgröße überschätzt werden. Eine dreidimensionale Vermessung der Einschlüsse ist aus technischen Gründen jedoch nicht möglich. Anhand der Einschlüsse mit Anriss ist klar zu erkennen, dass Mehrfachanrisse in einer Probe möglich sind und dass Einschlüsse hinsichtlich der Rissinitiierung und Rissausbreitung miteinander konkurrieren. Neben dem dominanten Einfluss der Einschlussgröße wird die Rissinitiierung auch durch die Form, die Art und die umgebende Mikrostruktur des Einschlusses beeinflusst.

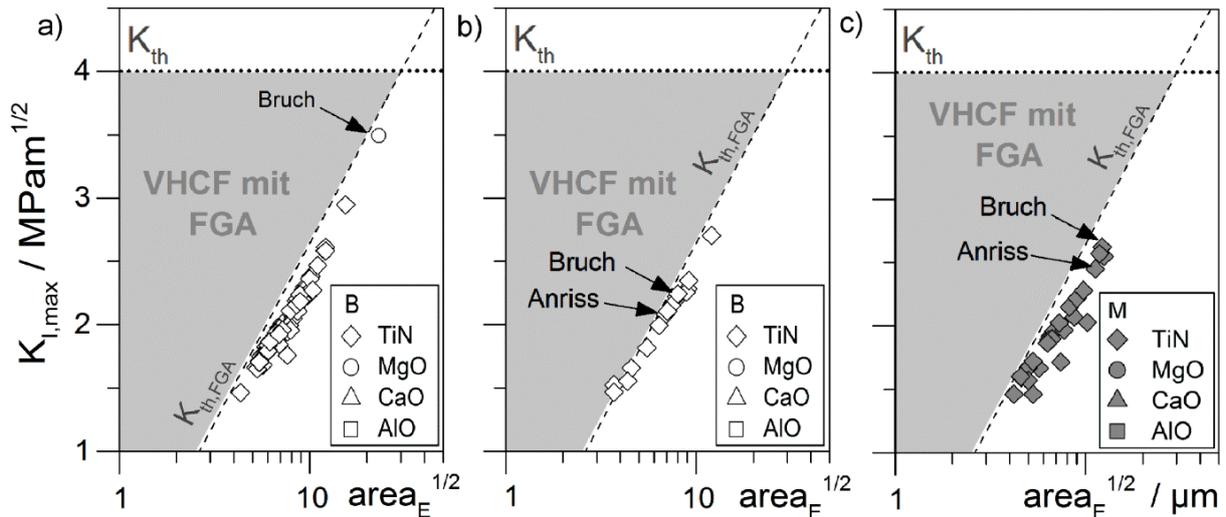


Abb. 5.24: Spannungsintensitätsfaktoren an nicht versagensrelevanten Einschlüssen in Abhängigkeit ihrer Größe dargestellt mit dem in Abb. 5.23 ermittelten VHCF-Schwellenwert

5.3.5. Diskussion

Die bruchmechanische Bewertung der Einschlüsse ermöglicht weitere Aufschlüsse bezüglich des VHCF-Ermüdungsverhaltens hochfester Stähle. Probenversagen durch Einschlüsse an der Oberfläche tritt nur auf, wenn der Spannungsintensitätsfaktor am Einschluss den Schwellenwert K_{th} überschreitet. Ist dies auch bei inneren Einschlüssen der Fall, versagen die Proben bei mittlerer Lebensdauer mit der typischen sehr glatten Fish-eye Bruchfläche. Im Gegensatz zu Einschlüssen an der Oberfläche tritt Ermüdungsversagen an inneren Einschlüssen auch noch deutlich unterhalb des Schwellenwertes für Oberflächeneinschlüsse K_{th} auf. Die Rissinitiierung ist in diesem Fall mit FGA-Bildung um den versagensauslösenden Einschluss verbunden und charakteristisch für Probenbrüche im VHCF-Bereich. Eine separierte Betrachtung der Einschlussart zeigt, dass die Lebensdauer bei gleichem Spannungsintensitätsfaktor durch die Art des rissinitiierenden Einschlusses beeinflusst wird. Titanitride führen zu früheren Probenbrüchen im Vergleich zu calcium-, magnesium- oder aluminiumhaltigen Oxiden. Dies könnte auf die in der Literatur beschriebenen unterschiedlichen Rissinitiierungsmechanismen zurückzuführen sein (vgl. Kapitel 2.2). Unterschiedliche Grenzflächenhaftung zur umgebenden Stahlmatrix und unterschiedliche mechanische Eigenschaften der Einschlussarten beeinflussen die Geschwindigkeit der Rissinitiierung. Demnach führen Titanitride zu einer schnelleren Rissinitiierung als oxidische Einschlüsse und somit zu vergleichsweise früherem Versagen. Weiterhin können, neben dem dominanten Einfluss der Einschlussgröße, auch die Einschlussform und ggf. auch die Einschlussorientierung eine Rolle spielen. Diese Faktoren sind jedoch nur schwer zu quantifizieren, aber sie können dazu führen, dass nicht zwingend immer der größte Einschluss zum Versagen führt.

Ein weiterer Grund für schnellere Ermüdungsprozesse bei gleichem Spannungsintensitätsfaktor am Einschluss könnte sich aus der charakteristischen

Größenverteilung der Einschlüsse ergeben. Aus dem Berechnungskonzept der Spannungsintensitätsfaktoren ergibt sich, dass bei gleichem Spannungsintensitätsfaktor die Nennspannungsamplitude für einen kleinen Einschluss größer ist. Folglich wird, im Falle gleicher Spannungsintensitätsfaktoren, bei vergleichsweise kleinen Titanitrideinschlüssen die Stahlmatrix höher beansprucht als bei größeren oxidischen Einschlüssen. Diese könnte die ablaufenden Ermüdungsvorgänge begünstigen und beschleunigen.

Da alle Schwellenwerte für eine Grenzlastspielzahl von 10^9 ermittelt wurden, könnte auf diese Weise die Einschlussart aufgrund der unterschiedlichen Rissinitiierungsgeschwindigkeit und ihrer charakteristischen Größenverteilung auch die ermittelten VHCF-Schwellenwerte beeinflussen. Die mittels Laststeigerungsversuchen abgeschätzten VHCF-Schwellenwerte zeigen eine starke Abhängigkeit von der Einschlussgröße. Sie sind jedoch nur bis zur geprüften Grenzlastspielzahl gültig und können sich bei größeren Zyklenzahlen weiter verändern. Rein einschlussartabhängige VHCF-Schwellenwerte, wie sie in Abb. 2.30b gezeigt sind, können aufgrund der Serienschliffuntersuchungen ausgeschlossen werden. In allen untersuchten Proben haben Titanitrideinschlüsse auch schon bei Durchläuferniveaus den in Abb. 2.30b ermittelten Schwellenwert für Titanitride überschritten, ohne zum Probenversagen zu führen. Daher lässt sich aus den kombinierten Ergebnissen der Laststeigerungs- und Serienschliffuntersuchungen eindeutig schließen, dass ein lebensdauerabhängiger Schwellenwert für VHCF-Versagen eine Funktion der Defektgröße ist. Ob dies bei unbegrenzter Lebensdauer noch der Fall ist, bleibt unklar.

Sobald der Spannungsintensitätsfaktor am Einschluss $K_{th,FGA}$ erreicht bzw. überschritten wird, ist VHCF-Rissinitiierung mit FGA-Bildung möglich und der Einschluss, der zur kürzesten Lebensdauer führt, ist letztendlich der versagensauslösende. Die potenzielle Bruchlastspielzahl für jeden Einschluss hängt von der Einschlussart und dem am Einschluss anliegenden Spannungsintensitätsfaktor ab. Weitere Faktoren, wie die Geometrie, die Orientierung des Einschlusses und auch die umgebende Matrix führen zur Streuung der potenziellen Bruchlastspielzahl bzw. des Schwellenwertes. Diese Faktoren sind jedoch nur schwer zu quantifizieren und müssen hier vernachlässigt werden. Schlussendlich wird der Einschluss, der die geringste Zyklenzahl benötigt, um einen ausbreitungsfähigen Riss zu initiieren (Summe aus Rissinitiierung und FGA-Bildung), zum Versagen führen.

In Abb. 5.25 wurden zur Überprüfung der durch die Laststeigerungsversuche abgeschätzten VHCF-Schwellenwerte alle Ermüdungsergebnisse mit Einschlussversagen (links) und Versagen an FIB-Defekten (rechts) im Schwellenwertdiagramm eingetragen. In beiden Fällen zeigt sich eine gute Übereinstimmung der Ergebnisse. Zusätzlich ist im linken Bild in Abb. 5.25 der Schwellenwert für kurze Risse $K_{th,kurz,V}$ nach Murakami (Formel 2.14) dargestellt, der ebenfalls weitestgehend gut mit den Ermüdungsergebnissen und dem hier abgeschätzten Schwellenwert übereinstimmt. Erst bei geringen Spannungsintensitätsfaktoren kommt es zu signifikanten Abweichungen der

beiden Schwellenwerte. Höchstwahrscheinlich wird das Schwellenwertdiagramm bei niedrigen Spannungsintensitätsfaktoren zusätzlich durch einen materialspezifischen Schwellenwert, z.B. den intrinsischen Schwellenwert $K_{th,eff}$ oder ähnliches, begrenzt. Für Spannungsintensitätsfaktoren unterhalb dieses Schwellenwertes sind die mikroplastischen zyklischen Deformationen zu gering, um Rissausbreitung oder FGA-Bildung zu ermöglichen. Anhand der umfangreichen Ermüdungsversuche lässt sich für den untersuchten Werkstoff ein absoluter Schwellenwert $K_{th,absolut} \approx 2 \text{ MPam}^{1/2}$ abschätzen, unterhalb dessen kein Ermüdungsversagen und auch keine Rissinitiierung mehr beobachtet wird. Dieser aus den unterschiedlichen Versuchen abgeleitete Wert ist in guter Übereinstimmung mit dem von Weertman berechneten Schwellenwert $K_{th,Weertman} \approx 2,1 \text{ MPam}^{1/2}$ (vgl. Kap. 2.5), unterhalb dessen es zu keiner Versetzungserzeugung mehr an der Risspitze kommt. Andere Abschätzungen für den intrinsischen Schwellenwert für Rissausbreitung in Stahl führen zu deutlich größeren Werten und können das VHCF-Ermüdungsverhalten nicht erklären (vgl. Kapitel 2.5). Wenn also die VHCF-Ermüdung unterhalb des intrinsischen Schwellenwertes für Rissausbreitung stattfindet, könnte dies ein Hinweis darauf sein, dass VHCF-Versagen mittels FGA-Bildung in hochfesten Stählen nicht auf klassische Rissausbreitungsmechanismen zurückzuführen ist, sondern auf andere mikroplastische Mechanismen, die bei ausreichend langer Lebensdauer zu Ermüdungsschädigung führen. Die Ermüdungsversuche mit FIB-Defekten im Vakuum (siehe Abb. 5.25 rechts) zeigen, dass die Durchläufer alle im schwellenwertnahen Bereich auftreten. Im Bereich zwischen dem Schwellenwerten für Langrissausbreitung K_{th} und für VHCF-Rissinitiierung $K_{th,FGA}$ tritt Versagen mit FGA-Bildung ein. Die beiden Durchläufer die den abgeschätzten Schwellenwert am weitesten überschreiten, zeigten, wie schon in Abb. 5.22 dargestellt, Anrissbildung und hätten vermutlich bald versagt.

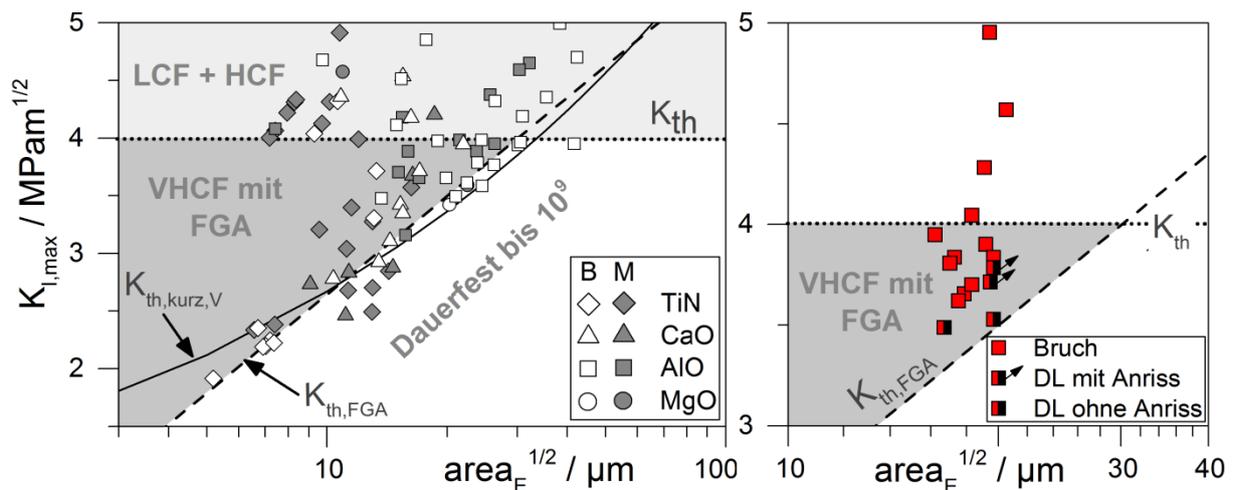


Abb. 5.25: Ermüdungsergebnisse bei Einschlussversagen (links) und Versagen durch FIB-Defekte im Vakuum (rechts) dargestellt im Schwellenwertdiagramm

Aus bruchmechanischer Sicht eignen sich vor allem die FIB-Defekte, bei Versuchsführung im Vakuum, zur Nachstellung des VHCF-Versagens an inneren Defekten. Sie zeigen sehr gute Übereinstimmung hinsichtlich Bruchlastspielzahl und Bruchflächenmorphologie mit dem beobachteten Ermüdungsverhalten innerer Einschlüsse. Die Versuche mit Laserdefekten hingegen zeigen deutliche Abweichungen des Ermüdungsverhaltens und erhöhte Schwellenwerte. Dies könnte auf Materialveränderungen durch den Laserprozess zurückzuführen sein. Auch wenn durch das Ultrakurzpulslaserverfahren die Wärmeeinbringung und eine Materialveränderung minimiert werden soll, sind Veränderungen nicht auszuschließen. Der Materialabtrag zur Erzeugung der Defekte mittels FIB ist hingegen nachweislich sehr schonend und führt nicht zu nennenswerten Materialveränderungen. Dies wird im Laufe der Mikrostrukturuntersuchungen in Kapitel 5.4 eingehend weiter untersucht.

5.4. Analyse der Mikrostruktur im Bereich der Rissinitiierung

Um den Mechanismus, der zur Initiierung von ausbreitungsfähigen Rissen im VHCF-Bereich führt, genauer zu verstehen, ist es nötig, die Mikrostruktur im Bereich der Rissinitiierung, also innerhalb der FGA, im Detail zu untersuchen. Es wurde bereits vielfach in der Literatur beschrieben, dass es zu starken Veränderungen der lokalen Mikrostruktur im Bereich der FGA kommt. Bei diesen Mikrostrukturveränderungen handelt es sich um eine örtlich begrenzte Verringerung der Korngröße, die in einer dünnen Schicht entlang der Bruchflächen im Bereich der FGA auftritt. Bisher wurden jedoch alle Untersuchungen nur an Bruchflächen durchgeführt, bei denen alle Ermüdungsprozesse bereits abgeschlossen waren. Um weiter Rückschlüsse auf die Bildungsmechanismen ziehen zu können, ist es notwendig, VHCF-Risse vor Probenversagen zu untersuchen. Im Rahmen der Serienschliffuntersuchungen konnten solche VHCF-Anrisse detektiert werden, die im nun folgenden Kapitel genauer untersucht werden.

Aber auch die Rissinitiierung an künstlichen Defekten unter Vakuumbedingungen, die zur Nachbildung und vor allem in situ Beobachtung der Mechanismen an der Oberfläche durchgeführt wurden, muss weiter untersucht werden, um die Übereinstimmung der Ermüdungsvorgänge mit Einschlussversagen im Inneren zu bestätigen. Sollten dieselben Mechanismen für das Versagen verantwortlich sein, würde diese neue entwickelte Versuchsführung die quasi in situ Beobachtung der Prozesse, die zur FGA-Bildung und zum VHCF-Versagen führen, ermöglichen und die Untersuchung der Mechanismen in Zukunft deutlich vereinfachen.

5.4.1. Einschlussversagen

Im Rahmen der Serienschliffuntersuchung konnten zwei Titanitrideinschlüsse detektiert werden, die einen VHCF-Anriss aufweisen. Abb. 5.26 zeigt einen solchen Einschluss im geätzten Schliff. Um möglichst viele Eindrücke von der lokalen Rissausbreitung um den Einschluss zu erhalten, wurde mittels mehrerer FIB-Schnitten (rot gestrichelte Linien 1-3 in Abb. 5.26) die Mikrostruktur entlang des Risses freigelegt, bevor im Bereich 3 am Einschlusses eine TEM-Lamelle präpariert wurde.

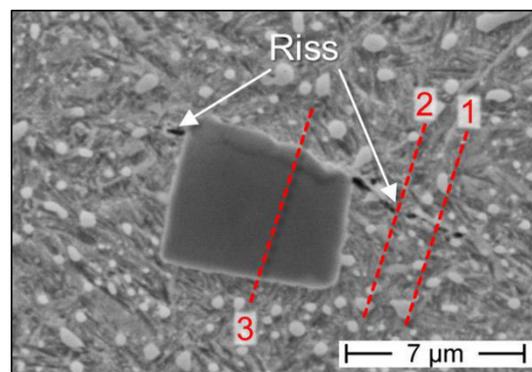


Abb. 5.26: REM-Aufnahme eines geätzten Schliffs eines TiN-Einschlusses mit Anriss

Von jeder Schnittfläche entlang des Risses wurde mit Hilfe des Ion-Channeling-Kontrasts die Mikrostruktur im REM sichtbar gemacht. Die drei entsprechenden Gefügebilder sind in Abb. 5.27 dargestellt. Zur besseren Identifizierung wurde der Riss durch eine rote Linie markiert. Zudem wurde der Bereich um den Riss, in dem augenscheinlich eine Veränderung der Mikrostruktur zu beobachten ist, durch gestrichelte Linien von der umgebenden Matrix abgegrenzt. In diesen Bereichen erscheint die lokale Mikrostruktur feiner als in den umgebenen Bereichen. Weiterhin ist ein teils stark mäandrierender Rissverlauf zu erkennen. Diese lokal ständig wechselnde Rissausbreitungsrichtung ist in guter Übereinstimmung mit dem typischen rau erscheinenden FGA Bereich auf der Bruchfläche im Falle von VHCF-Versagen. Im vorliegenden Fall ist vor der Risspitze keine Veränderung der Mikrostruktur zu erkennen. Dennoch handelt es sich um einen VHCF-Anriss der offensichtlich bereits die ausgebildete feine Kornstruktur der FGA entlang des Risses zeigt. Ebenfalls ist zu erkennen, dass der Riss nicht immer in der Mitte des Feinkörnigen Bereiches verläuft, sich aber nur innerhalb der veränderten Mikrostruktur oder entlang der Grenzfläche zum Ursprungsgefüge ausbreitet.

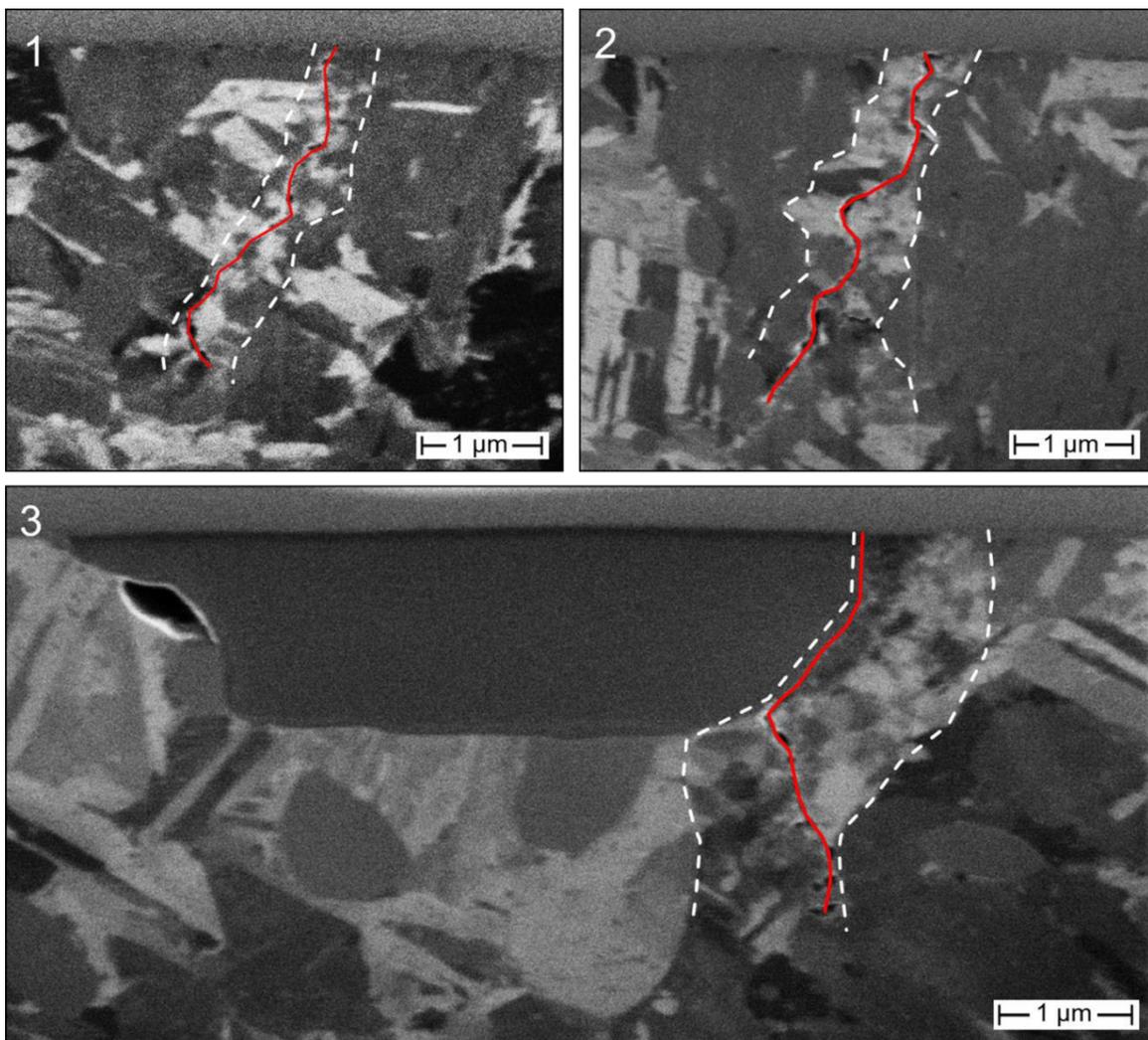


Abb. 5.27: ISE-Aufnahme der Mikrostruktur entlang eines VHCF-Risses an den markierten Positionen 1-3 aus Abb. 5.26

Um die Mikrostruktur entlang des Risses genauer zu analysieren, wurde im Bereich von Schnitt 3 in Abb. 5.26 eine TEM-Lamelle entnommen. Abb. 5.28 zeigt die Ergebnisse der TEM Untersuchungen. Links oben ist der TiN-Einschluss zu erkennen, der im Bild hell erscheint. Der Riss wurde zur besseren Sichtbarkeit durch eine rot gestrichelte Linie markiert. Unter der Annahme kreisrunder Rissausbreitung ergibt sich ein Spannungsintensitätsfaktor von ca. 2,6 MPam^{1/2} an der Rissspitze. Die eingekreisten Bereiche 1-6 zeigen die Positionen, an denen die Feinbereichsbeugungsbilder erzeugt wurden.

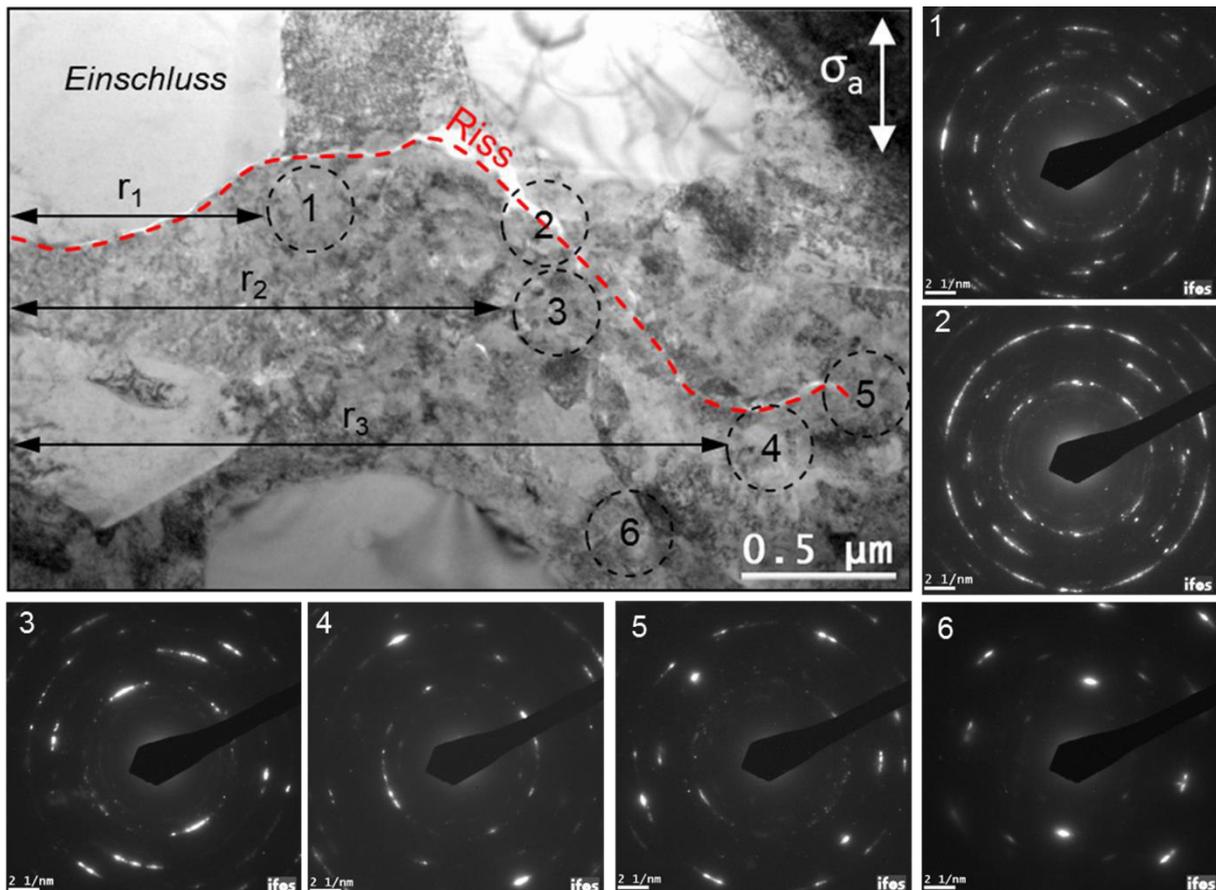


Abb. 5.28: TEM-Hellfeldaufnahme der Mikrostruktur eines Vhcf-Risses an einem inneren TiN-Einschluss ($B, N_B = 723.908.000$) und Feinbereichsbeugungsbilder der lokalen Mikrostruktur

Die Beugungsbilder in direkter Umgebung des Risses (Bereiche 1-5) zeigen Debye-Scherrer-Ringe. Sie sind charakteristisch für eine polykristalline Mikrostruktur, deren Korngröße deutlich kleiner als der untersuchte Bereich (hier ca. 300 nm) ist. Dies ist ein klares Indiz für eine stark reduzierte Korngröße lokal in der Umgebung des Risses. Das Beugungsbild der ursprünglichen vergleichsweise groben bainitischen Mikrostruktur etwas weiter entfernt vom Riss (Bereich 6) zeigt hingegen eine Laue-artig Struktur, die auf eine grobe Kornstruktur mit Körnern in der Größenordnung des Messbereichs schließen lässt. Dies passt zur ungefähren Bainitnadelgröße mit einer Nadeldicke von 0,2-0,4 μm und einer Länge von 2-4 μm .

Die Anzahl der einzelnen Beugungsreflexe innerhalb eines Ringes korreliert bei gleichem Verformungsgrad mit der Anzahl der Körner im untersuchten Bereich und somit mit der Korngröße. Mehr Beugungsreflexe im Beugungsbild deuten folglich auch auf eine geringere Korngröße hin. In der untersuchten Probe scheint mit zunehmender Risslänge die Dichte der Debye-Scherrer-Ringe abzunehmen. Es ist möglich, die Anzahl der Beugungsreflexe innerhalb der Ringe mit der lokalen Korngröße im untersuchten Volumen zu korrelieren. Die Hälfte der Beugungsreflexe in einem Ring entspricht der Anzahl der unterschiedlichen Kristallorientierungen und somit der unterschiedlichen Körner, die die Beugungsbedingung im untersuchten Volumen erfüllen [157, 158]. Somit kann, vereinfacht gesprochen, aus der Anzahl der Beugungsreflexe innerhalb der Ringe die ungefähre Korngröße im untersuchten Bereich abgeschätzt werden. Wenn also die Dichte der Beugungsreflexe innerhalb der Beugungsringe mit steigender Risslänge abnimmt, nimmt folglich die lokale Korngröße tendenziell zu. Sie liegt beispielweise für Bereich 1 in der Größenordnung von $d_K \approx 30 \text{ nm}$ und in Bereich 3 bei $d_K \approx 60 \text{ nm}$. Die Feinbereichsbeugung im Bereich 5 vor der Risspitze in Abb. 5.28 zeigt auch vor der Risspitze noch Ansätze von Debye-Scherrer-Ringen mit einem überlagerten Laue-artigen Muster. Folglich liegt auch schon vor der Risspitze ein vergleichsweise feines Gefüge mit einzelnen größeren Körnern vor. Abb. 5.29 zeigt die lokale Mikrostruktur vor der Risspitze in vergrößerter Ansicht. Dort ist anhand des Kontrasts die feine Struktur mit einzelnen kleinen Körnern in der Größenordnung von ca. 100 nm zu erkennen. Dies könnte ein Hinweis darauf sein, dass die Veränderung des lokalen Gefüges bereits vor der Risspitze stattfindet.

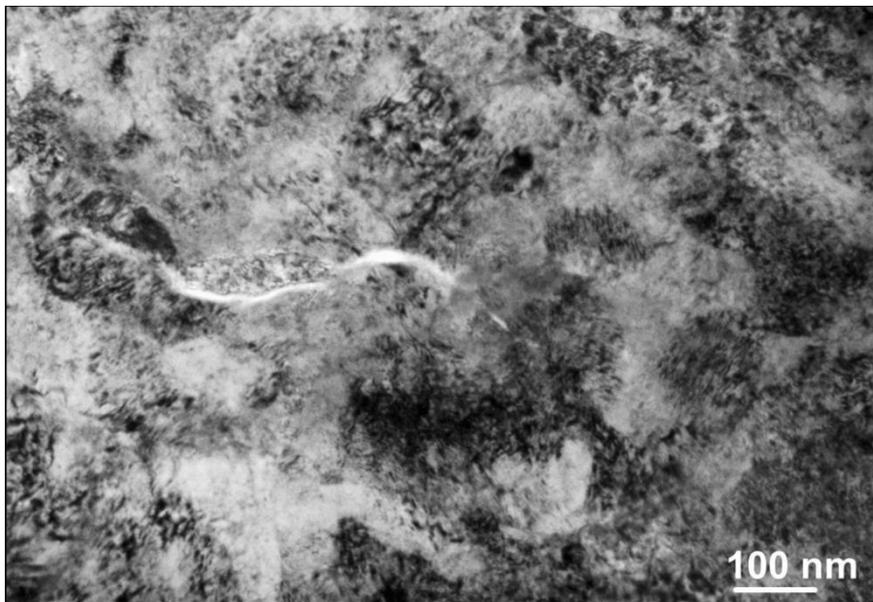


Abb. 5.29: Vergrößerte TEM-Hellfeldaufnahme der Mikrostruktur im Bereich 5 vor der Risspitze aus Abb. 5.28

Ein weiterer VHCF-Anriss, der im Verlauf der Serienschliffuntersuchung detektiert wurde, ist in Abb. 5.30 gezeigt. Der Riss wurde an einem TiN-Einschluss initiiert und hat

sich schon über einige μm mit dem charakteristischen rauen Rissverlauf ausgebreitet. Unter der Annahme kreisrunder Rissausbreitung kann ein Spannungsintensitätsfaktor von ca. $3,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ an der Rissspitze abgeschätzt werden. Der Riss hat sich folglich schon relativ weit ausgebreitet, befindet sich aber noch in der Ausbreitungsphase mit FGA Bildung. Es konnte noch kein Langriss initiiert werden. Die vergrößerten Bereiche 1 und 2 der lokalen Mikrostruktur entlang des Risses in Abb. 5.30 zeigen exemplarisch die feinkörnige Zone innerhalb des durch weiß gestrichelte Linien markierten Bereiches.

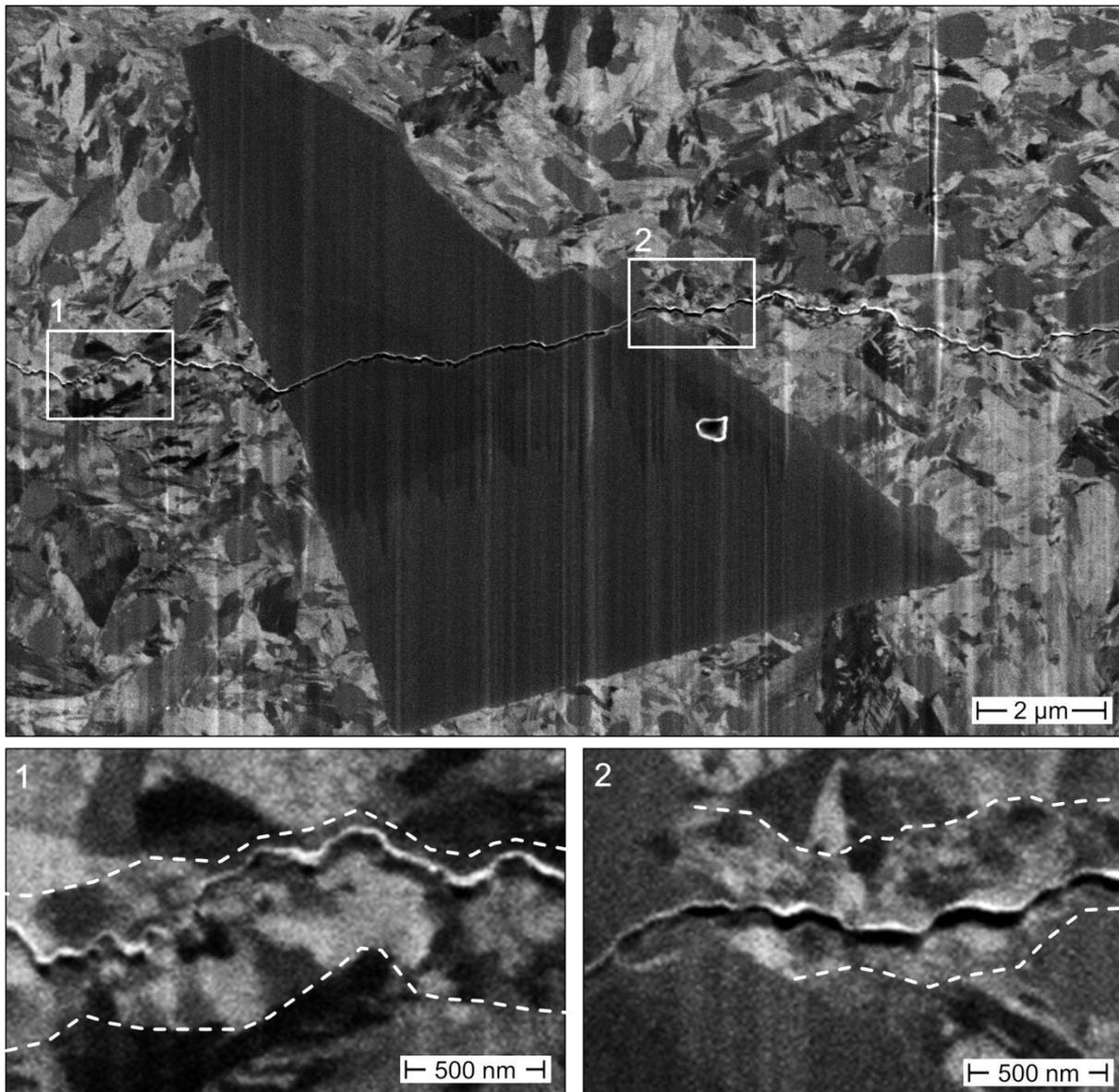


Abb. 5.30: ISE-Aufnahme der Mikrostruktur entlang eines VHCF-Risses an einem TiN-Einschluss ($M; N_B = 52.2281.000$)

Zum besseren Verständnis der ablaufenden Ermüdungsprozesse vor der Rissspitze wurde in diesem Fall direkt an der Rissspitze eine TEM-Lamelle entnommen und die lokale Mikrostruktur untersucht. Dies liefert eine lokale Momentaufnahme der Ermüdungsvorgänge an der Rissspitze. In Abb. 5.31 sind eine Hellfeldaufnahme der

Mikrostruktur und die Beugungsbilder an der Risspitze dargestellt. In Bereich 1 direkt an der Risspitze sind Ansätze von Debye-Scherrer Ringen zu erkennen, aber die Laue Struktur mit in die Länge gezogenen Beugungsreflexen ist dominant. Dies spricht für lokale plastische Verformung jedoch nicht für eine deutliche Verringerung der Korngröße. Direkt vor der Risspitze, in Bereich 2, ist keine Veränderung der Mikrostruktur zu beobachten, Es zeigt sich lediglich ein Laue Beugungsmuster vergleichbar zur ursprünglichen Mikrostruktur. Im Gegensatz zu dem in Abb. 5.28 untersuchten Anriss ist in diesem Fall keine Feinkornbildung an dieser Position vor dem Riss vorzufinden.

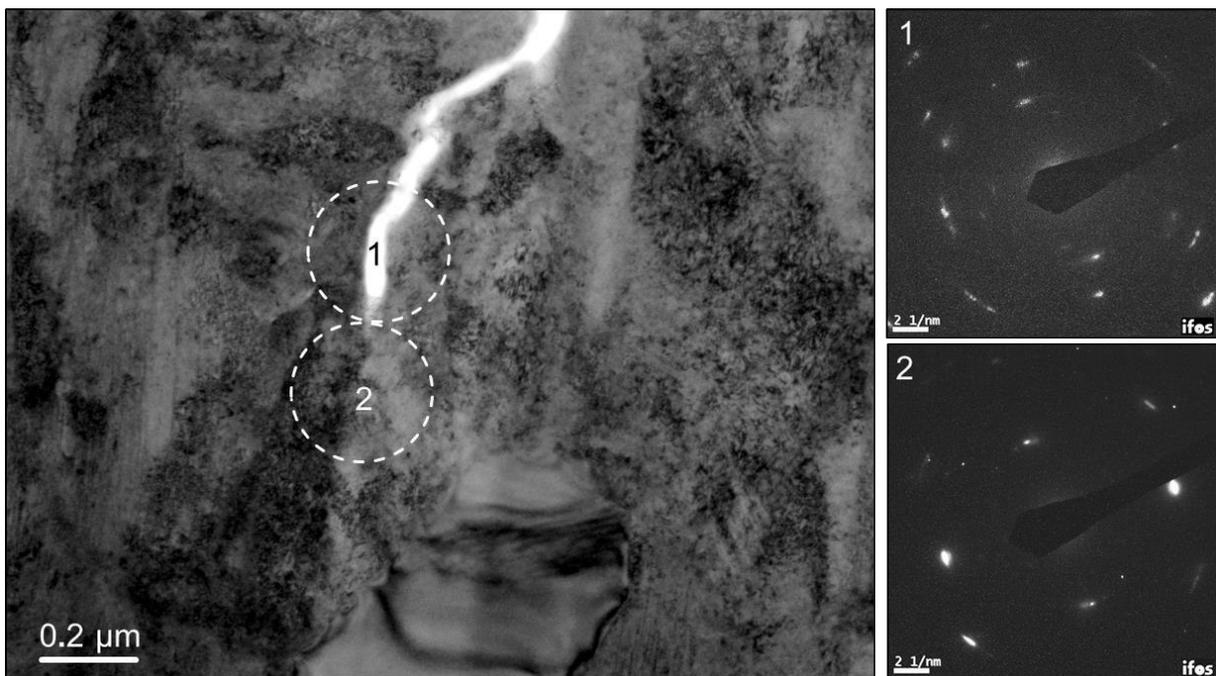


Abb. 5.31: TEM-Untersuchung der Risspitze des VHCF-Risses aus Abb. 5.30

5.4.2. Versagen an künstlichen Defekten

Ziel der Mikrostrukturuntersuchungen ist es, die Rissinitiierungsprozesse bei VHCF-Ermüdung besser zu verstehen. Dazu ist es unerlässlich die auftretenden Veränderungen der Mikrostruktur genau zu untersuchen und zu charakterisieren. Die künstlichen Defekte ermöglichen dies jedoch unter vorher definierten Bedingungen und bieten deutliche Vorteile für zukünftige Untersuchungen, falls sich bestätigt, dass die Ermüdungsprozesse für VHCF-Versagen im Vakuum identisch zu denen an inneren Einschlüssen sind. Daher wurde das Hauptaugenmerk bei den Untersuchungen auf die FGA-ähnlichen Bereiche auf der Bruchfläche von im VHCF-Bereich versagten Proben gelegt. Um zu zeigen, dass die bei VHCF-Versagen auftretenden Phänomene auch wirklich auf die VHCF-Beanspruchung zurückzuführen sind, wurden zusätzliche Untersuchungen durchgeführt. Im Falle der künstlichen Laserdefekte wurde zu allererst die Mikrostruktur in direkter Umgebung des Defektes im Ausgangszustand untersucht, um

fertigungsbedingte Materialveränderungen zu detektieren und von den durch VHCF-Versagen erzeugten Mikrostrukturveränderungen abzugrenzen. Zusätzlich wurde eine Fish-eye-ähnliche Bruchfläche untersucht. Da bei den FIB-Defekten keine signifikante Mikrostrukturveränderung durch den Ionenstrahl erwartet wird, wurde stattdessen nur eine Probe, die bei kürzerer Lebensdauer mit Fish-eye-ähnlicher Bruchfläche ohne FGA versagte, mittels TEM untersucht. Dies ermöglicht zum einen die klare Abgrenzung der Mikrostrukturveränderungen, die ausschließlich durch VHCF-Versagen initiiert werden und zum anderen einen vollständigen Vergleich mit dem Ermüdungsverhalten hervorgerufen durch nichtmetallische Einschlüsse im Inneren des Werkstoffs.

Laserdefekte

Die Mikrostruktur in direkter Umgebung des Laserdefekts im Ausgangszustand ist exemplarisch für den bainitischen Zustand in Abb. 5.32 dargestellt. Abb. 5.32a zeigt eine TEM-Hellfeldaufnahme der lokalen Mikrostruktur neben dem gelaserten Defekt (links im Bild). Am Rand des Defekts sind kleine Vertiefungen mit einer Tiefe von wenigen 100 nm zu erkennen, die während des Laserns entstanden sind. Weiterhin ist der Defekt im Inneren (vor allem an den Flanken) häufig bedeckt mit einer Schicht ($\sim 0,5 - 2,5 \mu\text{m}$) nicht vollständig vaporisierten Materials. Dies ist vor allem in Abb. 5.32b in Form einer porösen Schicht im Defekt (links) in der ISE Aufnahme der Mikrostruktur zuerkennen. Davon abgesehen konnten keine Mikrostrukturveränderung oder Kornfeinung um die Defekte beobachtet werden. Die Feinbereichsbeugungsuntersuchungen zeigten lediglich Laue-artige Muster der ursprünglichen Mikrostruktur mit einer ungefähren Korngröße von $1 - 2 \mu\text{m}$. Dies zeigt, dass keine tiefere Mikrostrukturveränderung in Form von Feinkornbildung durch den Ultrakurzpulslaser eingebracht wurde. Folglich sind in diesen FGA-ähnlichen Bereichen gefundene feinkörnige Strukturen während des Ermüdungsprozesses gebildet worden und vergleichbar zur VHCF-Rissinitiierung an inneren Einschlüssen.

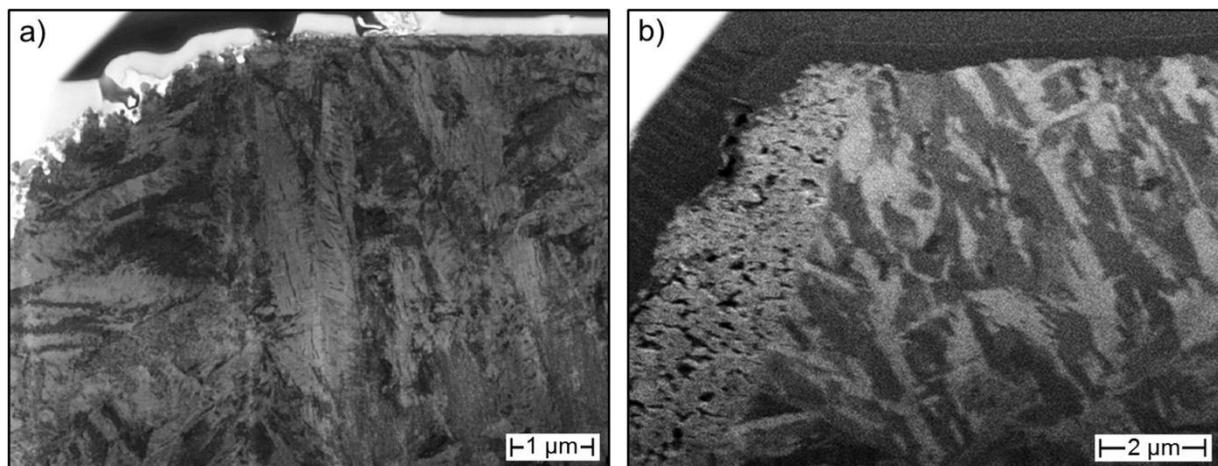


Abb. 5.32: Ausgangszustand der bainitischen Mikrostruktur um Laserdefekte; a) TEM Hellfeldaufnahme und b) ISE Aufnahme der Mikrostruktur an einem Fish-eye Riss am Defekt (jeweils links)

Im Weiteren werden Proben untersucht, die im VHCF-Bereich versagten. Der Fokus liegt hierbei auf den FGA-ähnlichen Rissinitiierungsbereichen an den Defekten (vgl. z.B. Abb. 5.10). In Abb. 5.33 sind die Ergebnisse der TEM Untersuchungen einer martensitischen Probe mit Rissinitiierung und FGA-Bildung an einem Laserdefekt dargestellt. Der Defekt ist links im Bild und die Rissausbreitung erfolgte nach rechts. Die Bruchfläche zeigt im Querschnitt, dass der Rissverlauf lokal nicht senkrecht zur Beanspruchung verläuft, wie aufgrund der erhöhten Rauheit innerhalb der FGA zu erwarten war. Weiterhin sind vereinzelt Sekundärrisse mit einer Länge von wenigen hundert Nanometern (in Bereich 3) bis zu $1,5 \mu\text{m}$ (zwischen den Bereichen 1-2) zu erkennen. Dies könnte auf die Initiierung mehrerer Risse hindeuten, bis sich ein dominanter Riss durchsetzt oder auf teilweise Rissverzweigung während der Ausbreitung.

Zur genaueren Untersuchung wurden in den eingekreisten Bereichen Feinbereichsbeugungsbilder erzeugt und analysiert. Bereich 1 direkt am Defekt zu Beginn der Rissausbreitung zeigt nur schwach ausgeprägt Ringe und eine dominante Laue-Struktur. Dort liegt demnach eine Mixtur aus wenigen größeren Körnern (möglicherweise nur ein Korn) und vereinzelt kleinen Körnern vor. Entlang der weiteren Bruchfläche hingegen, in den Bereichen 2-6 sind deutlich Debye-Scherrer-Ringe mit überlagerten leichten Laue Mustern zu erkennen. Dies deutete auf eine sehr feine aber auch nicht homogene Kornstruktur entlang der Bruchfläche bzw. der Sekundärrisse hin, die sowohl aus sehr kleinen aber auch mittelgroßen Körnern besteht. In diesen Bereichen ist die gemittelte Korngröße deutlich kleiner als der untersuchte Bereich ($\approx 600 \text{ nm}$) und die ursprüngliche Korngröße des Materials. Die Analyse des Bereichs 2 ergibt eine gemittelte Korngröße von $\sim 70\text{-}100 \text{ nm}$. Die gemittelte Korngröße variiert in den verschiedenen Bereichen 1-6, ist jedoch nie größer als $200\text{-}300 \text{ nm}$. Die Auswertung der Beugungsbilder zeigt auch, dass die feine Mikrostruktur hauptsächlich aus Martensit, teils mit sehr geringem Austenitanteil, besteht. Ebenfalls ist vereinzelt (Bereiche 2, 3, 5) eine Aufspaltung der (200) und/oder (112) Beugungsreflexe des Martensits zu beobachten. Dies deutet auf einen erhöhten Kohlenstoffgehalt und somit eine tetragonale Verzerrung des Martensit in manchen Körnern hin [159]. Der abgeschätzte Kohlenstoffgehalt in diesen Bereichen der FGA ist mit $\sim 1 \text{ Ma}\%$ höher als der des angelassenen Martensits, aber vergleichbar zum Kohlenstoffgehalt des Austenits, der anhand der Gitterparameter der Austenitspots in diesen Bereichen abgeschätzt werden kann [160, 161]. Eine mögliche Ursache hierfür könnte die teilweise Umwandlung des im martensitischen Zustand enthaltenen Restaustenits zu Martensit im Bereich der FGA sein.

Weiter entfernt von der Bruchfläche im Inneren (Bereich 7) sind hingegen als Referenz nur Laue-artige Beugungsbilder vorzufinden, die denen des unbeanspruchten Materials mit einer Korngröße größer als der untersuchte Bereich (600 nm) entsprechen. Die Kornfeinung ist also nur lokal in einem ca. $0,6\text{-}0,8 \mu\text{m}$ dicken Bereich entlang des Risses zu beobachten und tritt somit ebenso wie an inneren Einschlüssen nur lokal bei der frühen VHCF-Rissausbreitung auf.

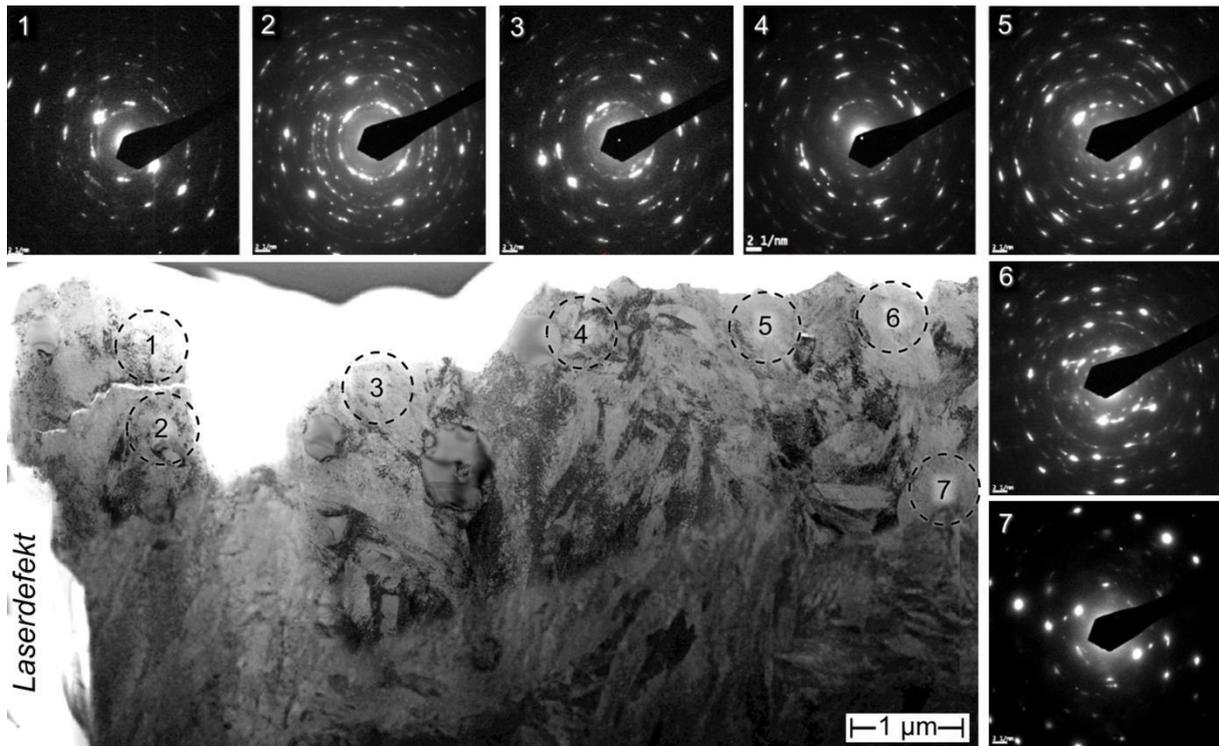


Abb. 5.33: TEM-Hellfeldaufnahme der FGA um einen Laserdefekt (links im Bild) inklusive Feinbereichsbeugungsbildern (M, $N_B = 6.963.260$)

Ein vergleichbares Bild ist auch für den bainitischen Zustand zu beobachten. In Abb. 5.34 sind die Ergebnisse der TEM-Untersuchungen einer bainitischen VHCF-Probe mit FGA-artigen Strukturen auf der Bruchfläche dargestellt. Die Mikrostrukturveränderungen in diesem Beispiel sind jedoch nicht so ausgeprägt wie für den martensitischen Zustand. Im eingezeichneten Bereich konnte eine feinkörnige Mikrostruktur nachgewiesen werden. Ein beispielhaftes Beugungsbild aus diesem Bereich zeigt klare Debye-Scherrer-Ringe als Nachweis einer sehr feinen Kornstruktur. Dieser Bereich ist jedoch vergleichsweise klein. Der Grund hierfür ist jedoch unklar. Möglich wäre eine ungünstige Entnahmestelle der TEM-Lamelle. Der Bereich der FGA ist im Falle der Laserdefekte teils relativ klein und sehr lokal. Die FGA umgibt in der Regel den Defekt nicht vollständig. Daher können schon kleine Abweichungen bei der Entnahme der Lamelle dazu führen, dass der Bereich der FGA ungünstig am Rand getroffen oder sogar verfehlt wird.

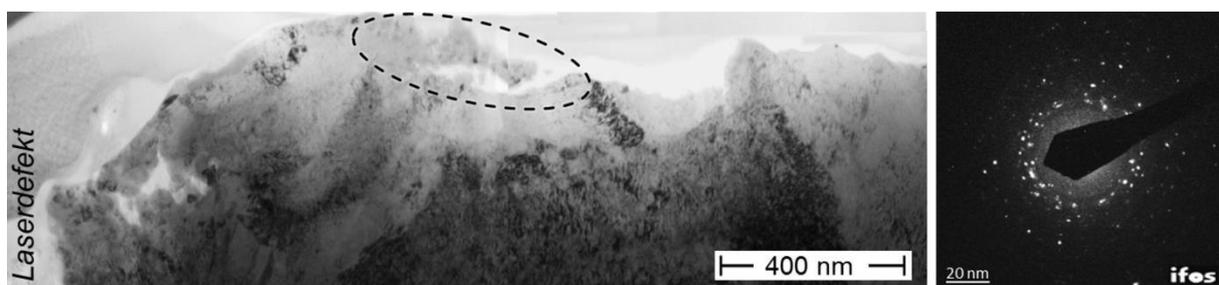


Abb. 5.34: TEM-Hellfeldaufnahme der FGA um einen Laserdefekt (links im Bild) inklusive Feinbereichsbeugungsbildern (B, $N_B = 874.869.000$)

FIB-Defekte

Die Mikrostruktur entlang der Bruchflächen von Proben, die aufgrund von FIB-Defekten versagten, wurde ebenfalls detailliert im TEM untersucht. Um die nur für VHCF-Versagen charakteristische Bruchflächenmorphologie klar abgrenzen zu können, wurde zum Vergleich zuerst die Fish-eye Bruchfläche einer Probe, die nicht im VHCF-Bereich versagte, untersucht. Abb. 5.35 zeigt eine untersuchte TEM Lamelle eines Querschnitts durch eine Fish-eye Bruchfläche. Der Defekt befindet sich links im Bild und die Rissausbreitung erfolgte nach rechts. Es ist gut zu erkennen, dass die Rissausbreitung transkristallin mit wenig Rissablenkung unabhängig von der Mikrostruktur senkrecht zur Beanspruchungsrichtung abläuft. Dies entspricht den Erwartungen nach den Bruchflächenuntersuchungen der sehr glatten Bruchfläche im Bereich des Fish-eyes (vgl. Abb. 5.11 in Kap. 5.2.2).

In den Bereichen 1-3 entlang der Bruchfläche wurde die Mikrostruktur mittels Feinbereichsbeugung untersucht. Die drei entsprechenden Beugungsbilder in Abb. 5.35 zeigen dominante Laue-artige Beugungsmuster, wie sie auch für die unbeanspruchte martensitische Mikrostruktur zu finden sind. Daher kann eine Veränderung der Mikrostruktur entlang eines Fish-eye Risses in diesem Fall ausgeschlossen werden. Alle Mikrostrukturveränderungen innerhalb der FGA in Verbindung mit VHCF-Beanspruchungen sind also eine Folge der Langzeitermüdung.

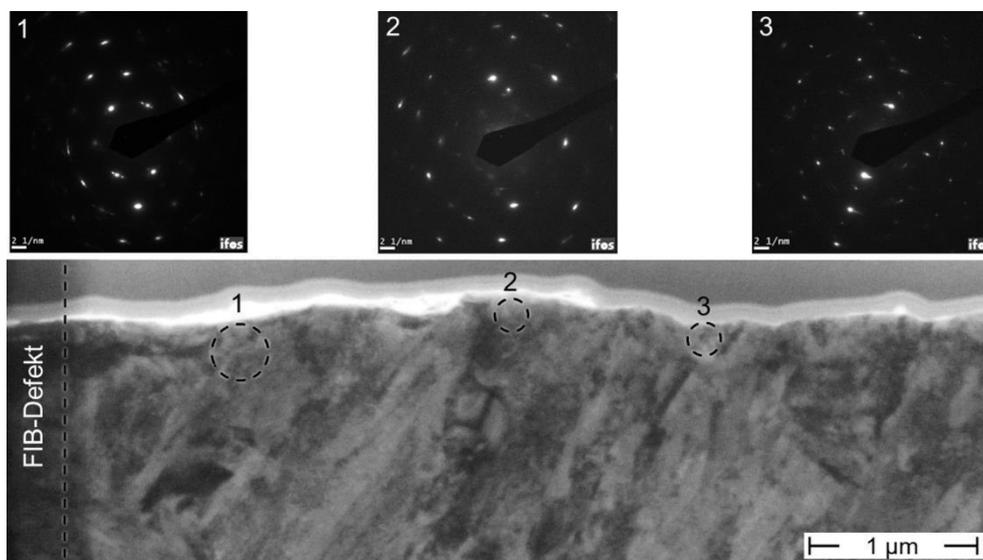


Abb. 5.35: TEM-Hellfeldaufnahme einer Fish-eye Bruchfläche um einen FIB-Defekt (links im Bild) inklusive Feinbereichsbeugungsbildern ($M, N_B = 48.000$)

In Abb. 5.36 sind die Ergebnisse der Mikrostrukturuntersuchungen im Bereich der FGA einer martensitischen VHCF-Probe dargestellt, die im Vakuum am künstlichen FIB-Schnitt versagte. Im Vergleich zu der in Abb. 5.35 dargestellten Fish-eye Probe wächst der Riss innerhalb der FGA nicht vorwiegend senkrecht zur Beanspruchungsrichtung. Die frühe Rissausbreitung innerhalb der FGA im VHCF-Bereich ist folglich stärker durch die lokale Mikrostruktur beeinflusst. Dies führt zu der erhöhten Rauheit, die nach dem Probenbruch

auf der Bruchfläche innerhalb der FGA beobachtet wird (vgl. Abb. 5.12). Einige sehr kleine Sekundärrisse mit einer Länge von ca. 100 – 300 nm sind bei höherer Vergrößerung innerhalb der FGA zu erkennen. Klar abgrenzbare Körner sind nur in der unteren Hälfte des Bildes zu erkennen. Im Vergleich zur groben Struktur dort sind im oberen Bereich der Hellfeldaufnahme in einer dünnen Zone entlang der Bruchfläche (ca. 300-500 nm) sehr feine lokale Veränderungen der Helligkeit zu erkennen. Da der Bildkontrast bei Hellfeldaufnahmen von der Intensität des durchgehenden ungebeugten Elektronenstrahls bestimmt wird, wird er durch die Gitterorientierung des durchstrahlten Kristalls beeinflusst. Viele kleine Bereiche mit unterschiedlicher Helligkeit in der Gefügeaufnahme deuten also auf entsprechend feine Bereiche mit unterschiedlicher Gitterorientierung und somit auf ein feinkörniges Gefüge hin. Die Körner in diesem Bereich sind sehr klein und bei solch kleinen Vergrößerungen nicht eindeutig erkennbar. Diese Vermutung kann mit Hilfe der Beugungsbilder in den Bereichen 1-3 (\varnothing 160 nm) entlang der FGA Bruchfläche bestätigt werden. Dort sind Debye-Scherrer-Ringe zu erkennen, die teils Laue Muster überlagern. Gemäß Analyse der Beugungsbilder variiert die lokale Korngröße im Bereich der FGA von 30 – 50 nm bis zu maximal 200 nm.

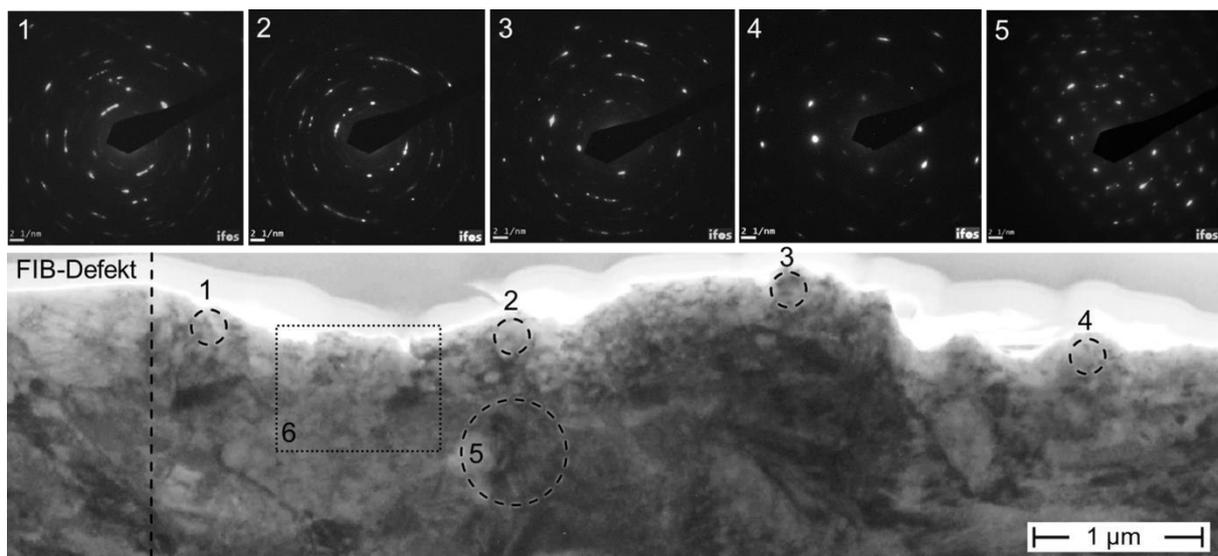


Abb. 5.36: TEM-Hellfeldaufnahme der FGA Bruchfläche um einen FIB-Defekt (links im Bild) inklusive Feinbereichsbeugungsbildern ($M, N_B = 49.224.000$)

Die Mikrostruktur besteht hauptsächlich aus Martensit mit kleinen Anteilen von Austenit. Vergleichbar zu den Ergebnissen im Bereich der FGA an Laserdefekten ist vereinzelt eine Aufspaltung der (200) und/oder (112) Beugungsreflexe des Martensits zu beobachten (siehe Abb. 5.37). Das Beugungsbild in Bereich 4 zeigt nahezu keine Kornfeinung mehr und markiert den Rand bzw. das Ende der FGA in guter Übereinstimmung mit der im REM ermittelten FGA Größe. Von hier an entspricht die Bruchfläche der in Abb. 5.35 untersuchten Fish-eye Bruchfläche. Auch ca. 1 μm weiter unterhalb der Bruchfläche in Bereich 5 sind nur Laue Muster zu erkennen.

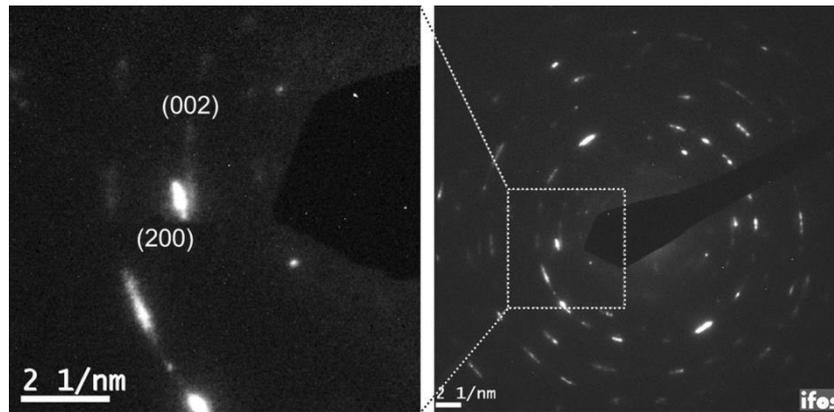


Abb. 5.37: Beugungsbild im Bereich der FGA mit Aufspaltung der Beugungsspot des Martensits

Abb. 5.38 zeigt eine vergrößerte Ansicht des Bereiches 6 aus Abb. 5.36. Die ungefähre Grenze zwischen der feinkörnigen veränderten Zone entlang der Bruchfläche und dem unveränderten gröberen ursprünglichen Gefüge ist durch die weiße gestrichelte Linie gekennzeichnet. Es handelt sich hierbei jedoch meist nicht um eine scharfe Grenze sondern eher um einen kontinuierlichen Übergang. Aufgrund des Orientierungskontrasts der Hellfeldaufnahme sind im oberen Bereich einige kleine Körner klar abgrenzbar, während im unteren Bereich nur ein bis zwei Körner vorliegen. Rechts im Bild ist ein ca. 200 nm langer Sekundärriss erkennbar.

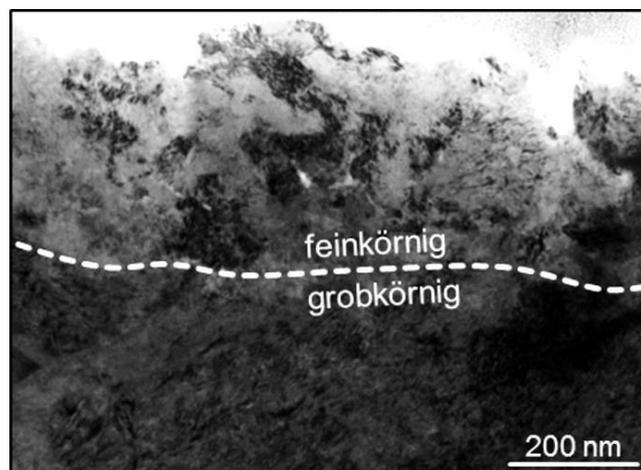


Abb. 5.38: Detailaufnahme der Mikrostruktur der FGA in Bereich 6 in Abb. 5.36

Vergleichbar zu Anrissen an Einschlüssen konnten auch VHCF-Anrisse an künstlichen Defekten beobachtet werden (vgl. Abb. 5.14). Durch einen solchen Anriss wurde mit Hilfe des FIB ein Querschnitt erzeugt, um die lokale Mikrostruktur um den Riss an der Defektspitze zu untersuchen. Abb. 5.39 zeigt den Riss (markiert durch eine rot gestrichelte Linie), der an der Spitze des künstlichen Defektes initiiert wurde. Die augenscheinlich veränderte Mikrostruktur des FGA Risses mit einer feineren Kornstruktur ist durch weiß gestrichelte Linien markiert.

Der Riss breitet sich über seine gesamte Länge innerhalb dieses Bereiches aus. Vor der Rissspitze sind noch lokal feine Bereiche mit variierenden Kontrasten zu erkennen. Dies könnte darauf hinweisen, dass auch vor der Rissspitze schon die Mikrostrukturveränderung stattgefunden hat, wie auch in Abb. 5.28 bei einem einschlussinduzierten VHCF-Riss. Weiterhin fällt auf, dass die Größe des feinkörnigen Bereichs mit steigender Risslänge zunimmt. Eine genauere Untersuchung der FGA Abmessungen folgt in Kap. 5.4.3.

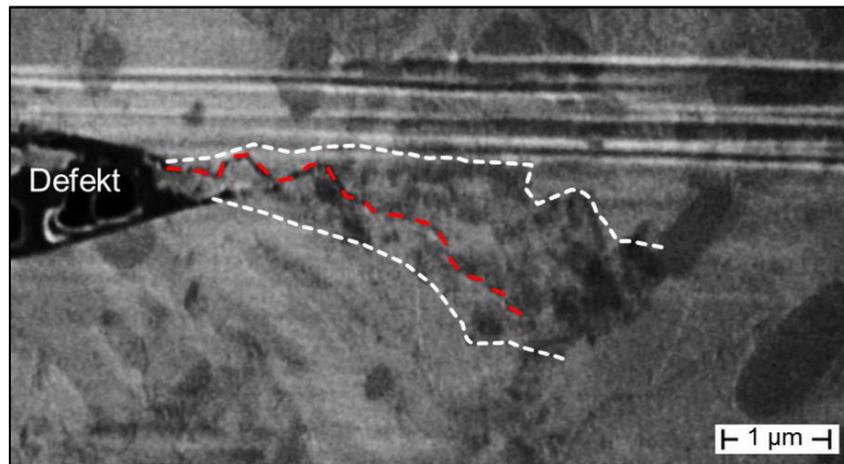


Abb. 5.39: ISE-Aufnahme eines Anrisses an einem FIB-Defekt im Querschnitt (M; N = 10⁹)

Wie schon in Abb. 5.13 in Kapitel 5.2.2 gezeigt, scheinen in Proben mit mehreren unterschiedlichen künstlichen Defekten neben der FGA am größten Defekt auch an den anderen Defekten Risse zu initiieren. Diese Anrisse vereinen sich schlussendlich mit dem dominanten Riss. In diesem Moment der Vereinigung trifft, bei ausreichendem Abstand der Defekte, der Fish-eye Riss des größten Defektes auf den noch in der Ausbreitung befindlichen FGA Riss der kleineren Defekte. Dadurch werden die VHCF-Ermüdungsprozesse im FGA Riss wie bei eine Momentaufnahme unterbrochen und können zusätzlich zur FGA Bruchfläche am dominanten Defekt untersucht werden. Abb. 5.40 zeigt den schmalen Bereich der veränderten Mikrostruktur entlang der FGA Bruchfläche um den größten Defekt. Dies ist die vollständig ausgebildete FGA, die letztlich den ausbreitungsfähigen Riss initiiert, der zum Versagen führt.

In Abb. 5.41 ist im Vergleich dazu die Mikrostruktur um den mittelgroßen Defekt im Querschnitt dargestellt. Auch hier liegt bereits eine Veränderung der Mikrostruktur vor. Der Bereich mit augenscheinlich feinkörniger Mikrostruktur ist durch eine weiß gestrichelte Linie markiert. Die Mikrostruktur im eingerahmten Bereich ist in vergrößerter Ansicht rechts dargestellt. Die FGA ist in diesem Fall noch kleiner als am größeren versagensauslösenden Defekt. Die Größe im Schnitt ist in guter Übereinstimmung mit den teilweise beobachteten Rissstufen an den kleineren Defekten. Folglich ist die Initiierung mehrerer VHCF-Risse an künstlichen Defekten in einer Probe möglich. Wie auch schon bei Einschlüssen beobachtet, stehen diese Risse in Konkurrenz. Wenn der Größenunterschied ausreichend ist, führt auch normalerweise der größte

Defekt zum Versagen. Durch die gezielte Einbringung von konkurrierenden Defekten und Mehrfachanrissen kann die Versuchsführung zur Untersuchung der VHCF-Ermüdungsphänomene in Zukunft ggf. noch effizienter durchgeführt werden.

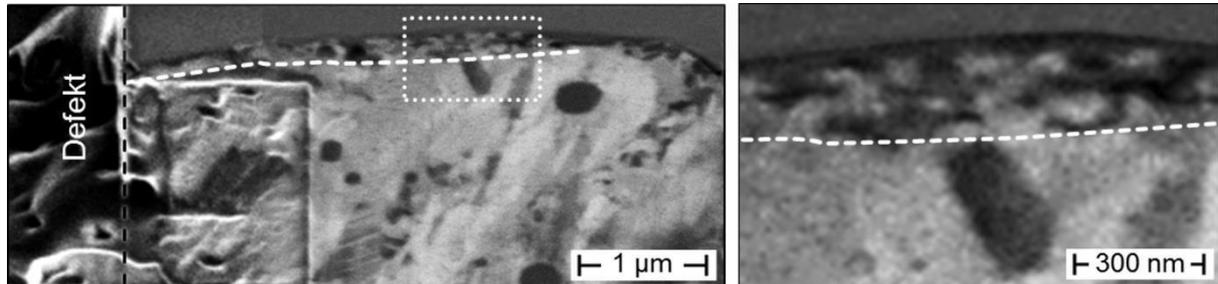


Abb. 5.40: ISE-Aufnahme der Mikrostruktur der FGA am größten Defekt einer Probe mit mehreren Defekten (links); vergrößerte Ansicht des eigerahmten Bereichs (rechts)

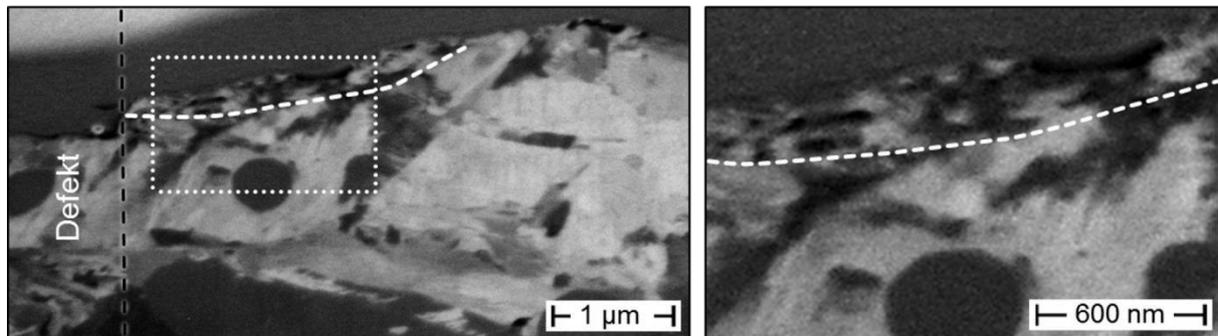


Abb. 5.41: ISE-Aufnahme der Mikrostruktur der FGA am mittleren Defekt einer Probe mit mehreren Defekten (links); vergrößerte Ansicht des eigerahmten Bereichs (rechts)

5.4.3. Abmessungen der FGA

Sollte die Mikrostrukturveränderung der FGA auf plastische Verformungsvorgänge an der Risspitze zurückzuführen sein, wie etwa von Grad et al. oder Abdesselam et al. vermutet, könnte die FGA-Dicke t_{FGA} mit der Größe der lokalen plastischen Zone korrelieren. Zur weiteren Charakterisierung der FGA in Abhängigkeit vom Rissfortschritt wurde daher die Dicke der FGA t_{FGA} , also der veränderten Mikrostruktur mit feinkörnigem Gefüge entlang des Risses, systematisch vermessen. Dies kann weitere Rückschlüsse auf die Bildungsmechanismen ermöglichen. Um die Entwicklung der FGA mit steigender Risslänge zu beurteilen, ist es entscheidend, nur Proben zu verwenden, die die Mikrostruktur in einem Schnitt radial vom Defekt bzw. Einschluss bis zum Rand der FGA zeigen. Zur Bestimmung des lokalen Spannungsintensitätsfaktors wird für jeden Bereich, an dem die FGA-Dicke bestimmt wurde, die Risslänge ermittelt. Unter der Annahme, dass die Rissausbreitung innerhalb der FGA nahezu kreisförmig um den Punkt der Rissinitiierung verläuft, kann die Entwicklung der FGA mit steigender Risslänge und somit steigendem Spannungsintensitätsfaktor an der Risspitze beurteilt werden. Wenn die feinkörnige Schicht entlang von FGA-Bruchflächen vermessen wird, wird zur

Abschätzung der gesamten FGA-Dicke der gemessene Wert verdoppelt. Im Falle von noch geschlossenen Rissen (vgl. Abb. 5.30 und Abb. 5.39) kann die komplette FGA-Dicke gemessen werden und eine Korrektur ist nicht nötig. Abb. 5.42 zeigt die gemessene FGA-Dicke t_{FGA} für FGA-Risse aus sechs verschiedenen Proben in Abhängigkeit vom lokalen Spannungsintensitätsfaktor. Zum Vergleich ist ebenfalls die Größe der plastischen Zone senkrecht zur Rissausbreitung $r_p(90^\circ)$ für unterschiedliche Berechnungsmodelle (nach Mises, Tresca und Irwin; vgl. Kap. 2.4.1) dargestellt.

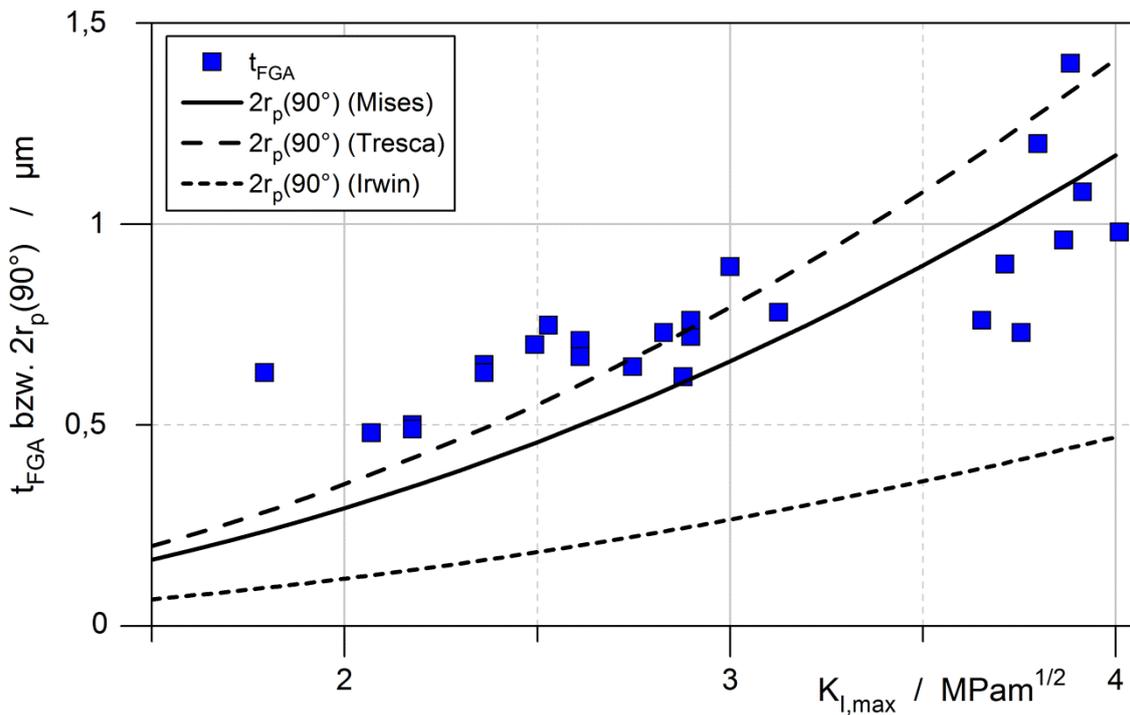


Abb. 5.42: FGA-Dicke t_{FGA} als Funktion des lokalen Spannungsintensitätsfaktors und die plastische Zonengröße $2r_p(90^\circ)$ nach Mises, Tresca und Irwin senkrecht zur Rissausbreitung

Es ist zu erkennen, dass die Dicke des veränderten Mikrostrukturbereiches mit steigendem Spannungsintensitätsfaktor zunimmt. Die Messwerte zeigen jedoch große Streuung, vor allem bei hohen Spannungsintensitätsfaktoren. Insgesamt stimmen die Abmessungen des Bereiches mit veränderter Mikrostruktur mit der plastischen Zonengröße senkrecht zur Rissausbreitungsrichtung nach Von Mises und Tresca relativ gut überein. Der Ansatz nach Irwin, der die plastische Zone vereinfacht als Kreis annimmt, führt zu deutlich kleineren plastischen Zonen.

5.4.4. Diskussion

Von mikrostruktureller Seite ist die Rissausbreitung innerhalb der FGA geprägt durch eine Mikrostrukturveränderung, die lokal in Form von ausgeprägter Feinkornbildung entlang des Risspfades auftritt. Wie die Untersuchung der Bruchflächen und deren bruchmechanische Bewertung bereits gezeigt haben, findet diese

Mikrostrukturveränderung nur bei Spannungsintensitätsfaktoren unterhalb des Langrisschwellenwertes statt und ist somit nur bei VHCF-Versagen vorzufinden.

Die TEM-Untersuchungen zeigen eindeutig, dass die Rissausbreitung innerhalb der FGA, sowohl für Laserdefekte als auch FIB-Defekte, mit den identischen Mikrostrukturveränderungen verbunden ist, wie sie auch bei VHCF-Rissinitiierung an inneren Einschlüssen beobachtet werden. Im Bereich der FGA an künstlichen Defekten ist ebenfalls die charakteristische Kornfeinung der lokalen Mikrostruktur entlang des Risses vorzufinden, wie sie auch im Falle der Rissinitiierung an inneren Einschlüssen beobachtet wird. Das Ermüdungsverhalten durch das „natürliche“ Versagen an inneren Einschlüssen und an künstlichen Oberflächendefekten im Vakuum zeigt somit gute Übereinstimmung der charakteristischen Bruchflächenmorphologie sowohl für HCF-Versagen mit Fish-eye Rissausbreitung als auch für VHCF-Versagen mit FGA-Bildung. Auch aus bruchmechanischer Sicht bildet das Versagen initiiert durch künstliche Defekte im Vakuum das Versagen an inneren Einschlüssen gut ab. Lediglich die Laserdefekte zeigen leichte Abweichungen. Die Rissinitiierung ist in diesem Fall zu geringfügig erhöhten Spannungsintensitätsfaktoren verschoben. Dies ist höchstwahrscheinlich auf das Fertigungsverfahren der Defekte zurückzuführen. Die Laserbehandlung führt zu sehr lokalen Mikrostrukturveränderungen und könnte vergleichbar zum Lasershockpeening auch Eigenspannungen erzeugen, welche den lokalen Widerstand gegen Rissinitiierung erhöhen [162]. Aufgrund sehr guter Übereinstimmung kann geschlossen werden, dass die Ermüdungsvorgänge in beiden Fällen vergleichbar sind und dass sich die künstlichen Defekte unter Vakuumbedingungen eignen, das VHCF-Ermüdungsversagen unter definierten Bedingungen zu simulieren. Das eröffnet neue Möglichkeiten zur weiteren Untersuchung des Phänomens der VHCF-Rissinitiierung in hochfesten Stählen. Durch unterbrochene Versuche und die Untersuchung der Defekte in Durchläuferproben können jetzt deutlich einfache Anrisse in Frühstadien der Ermüdung beobachtet und untersucht werden. Die Suche von Einschlüssen mit Anrissen im Volumen ist deutlich aufwändiger und deren Position statistisch verteilt. Eine weitere Möglichkeit, die VHCF-Rissinitiierung effektiv in Frühstadien zu untersuchen, besteht darin, gezielt mehrere unterschiedlich große Defekte in eine Probe einzubringen, um gleichzeitig verschiedene Bildungsstadien zu erzeugen. Beide Methoden wurden im Rahmen dieser Arbeit angewendet und ermöglichen neue Einblicke in die Rissausbreitung innerhalb der FGA. Erstmals konnten hier die vollständige FGA entlang von VHCF-Rissen während der Bildung vor dem Probenbruch untersucht werden (siehe auch Kap. 5.5). Die Analyse der Risse zeigt zum einen die Rissausbreitung innerhalb der feinkörnigen Zone und auch die Zunahme des feinkörnigen Bereiches mit steigender Risslänge. Diese Ergebnisse sind in guter Übereinstimmung mit den untersuchten Anrissen an Einschlüssen. Mit Hilfe der Mehrfachdefekte konnte zudem die Konkurrenz zwischen unterschiedlichen Defekten nachgewiesen werden, da mehrere FGA mit unterschiedlicher Ausprägung gleichzeitig auf einer Bruchfläche erzeugt wurden.

Die Übereinstimmung der Versagensmechanismen an Einschlüssen im Volumen und an künstlichen Defekten im Vakuum unterstreicht die Wichtigkeit der Umgebungsatmosphäre bei VHCF-Ermüdung in hochfesten Stählen. Vakuumähnliche Bedingungen sind demnach, wie auch Nakamura und Oguma postulieren, notwendig, damit die VHCF-Schädigungsmechanismen ablaufen können. Daraus leitet sich die Frage ab, warum Vakuum bzw. die Abwesenheit der Umgebungsatmosphäre die VHCF-Rissausbreitung mit FGA-Bildung ermöglicht.

Neben dem offensichtlichen Ausbleiben von oxidationsinduziertem Riss schließen im Vakuum wird auch eine Veränderung der plastischen Verformungsvorgänge an der Risspitze beobachtet. Ohta et al. [163] und Aleseenko et al. [164] beobachten in Eisen eine deutliche Zunahme der plastischen Zonengröße im Vakuum im Vergleich zu Versuchen an Luft. Die plastische Verformung findet an Luft wesentlich lokalisierter nur in bestimmten, günstig orientierten Körnern statt, während im Vakuum mehr Gleitsysteme aktiviert werden und eine gleichmäßigere Verteilung der Dehnung über eine größere Anzahl von Körnern vorliegt. In Luft führt Adsorption und Oxidation an den Rissufer dazu, dass Versetzungsquellen blockiert werden können und die plastische Verformung sich auf günstig orientierten Körnern lokalisiert. Nach [165] ist dieser Effekt hauptsächlich auf den Einfluss von Sauerstoff zurückzuführen. Im Vakuum hingegen ist dies nicht möglich und es bleiben Versetzungsquellen aktiv und die plastische Verformung verteilt sich homogener [164]. Ebenfalls ist es denkbar, dass die Versetzungsbewegung und ihre Interaktion im Vakuum erleichtert werden [166]. Diese erhöhte Versetzungsmobilität in Verbindung mit der ausbleibenden Lokalisierung der plastischen Verformung in einzelnen Gleitsystemen könnte einen entscheidenden Einfluss auf die VHCF-Rissinitiierungsmechanismen haben. Die im Vakuum begünstigte Mehrfachgleitung ermöglicht somit auch die Bildung von Versetzungsstrukturen, wie Versetzungszellen [29].

Viele der in der Literatur beschriebenen Modelle zu Initiierung eines nach der Langrissbruchmechanik ausbreitungsfähigen Risses im VHCF-Bereich (vgl. Kap. 2.3.1) können die beobachteten charakteristischen Eigenschaften der VHCF-Rissinitiierung nicht ausreichend erfassen und das Ermüdungsverhalten erklären. Dies wurde auch schon ausgiebig in der Vorarbeit von Grad [8] diskutiert. Auch die Bildung der FGA und ihr Einfluss auf die Rissinitiierung werden sehr unterschiedlich beurteilt und spielen in vielen Modellen keine Rolle. Im folgenden Abschnitt werden die verschiedenen Modelle zur VHCF-Rissinitiierung, auf Basis der hier neu gewonnenen Erkenntnisse, noch einmal kurz kritisch betrachtet und kritisch diskutiert.

Nach dem Karbidablösungsmodell von Shiozawa werden durch Ablösen von kugeligen Karbiden von der Matrix in der Umgebung von Einschlüssen Mikrorisse initiiert, die sich schlussendlich zu einem ausbreitungsfähigen Riss vereinen. Auch wenn in den hier präsentierten Mikrostrukturuntersuchungen gelegentlich Karbide in der Nähe der VHCF-Risse beobachtet wurden, konnte keine Ablösung oder Interaktion mit dem Riss festgestellt werden. Die FGA-Risse wachsen unabhängig von den im Gefüge fein verteilten

Karbid. Auch wenn eine Karbidablösung denkbar und nicht völlig auszuschließen ist, ist die Karbiddichte um die untersuchten Einschlüsse nicht hoch genug und die Spannungsüberhöhung um den Einschluss nicht groß genug, um ein flächendeckendes Netz aus Mikrorissen zu gewährleisten.

Das bekannteste Modell nach Murakami führt die VHCF-Rissinitiierung auf den bevorzugt um nichtmetallischen Einschlüssen gelösten Wasserstoff zurück, der bevorzugt in die plastische Zone diffundiert und die Ausbreitung kurzer Risse durch Wasserstoffversprödung begünstigt. Warum ist die VHCF-Rissinitiierung jedoch für Einschlüsse an der Oberfläche in Luft nicht möglich? Zusätzlich kann im Falle der hier vorgestellten Versuche mit künstlichen Defekten im Ultrahochvakuum, die eindeutig VHCF-Versagen mit FGA-Bildung zeigen, ein Einfluss von Wasserstoff auf die Rissinitiierung ausgeschlossen werden. Künstliche Defekte sind im Gegensatz zu Einschlüssen keine Wasserstofffallen. Daher liegt um künstliche Defekte, welche im Vakuum getestet wurden, auch keine lokal erhöhte Wasserstoffkonzentration vor, die den Mechanismus beeinflussen könnte. Trotzdem wird eindeutig FGA-Bildung und VHCF-Versagen beobachtet. Aufgrund des Einflusses von Wasserstoff auf die Versetzungsmobilität ist es durchaus möglich, dass er ein begünstigender jedoch nicht zwingend notwendiger Faktor für den VHCF-Versagensmechanismus ist. Murakami konnte durch Versuche mit variierendem Wasserstoffgehalt zwar einen Einfluss des Wasserstoffs auf das VHCF-Ermüdungsverhalten beobachten, aber dass er wirklich die Ursache für das Auftreten des VHCF-Versagens ist, ist aufgrund der Vakuumversuche mit künstlichen Defekten auszuschließen. Die feinkörnige Mikrostruktur spielt in seinen Überlegungen keine Rolle, obwohl sie charakteristisch für das VHCF-Versagen ist.

Ein großes Thema im Bereich der VHCF-Ermüdung hochfester Stähle ist der Einfluss von Zugmittellasten und ein damit verbundenes Ausbleiben der FGA bei hohen R-Verhältnissen. Hieraus wurde von Hong et al. bzw. Oguma et al. VHCF-Versagensmodelle abgeleitet. Diese sogenannten Bruchflächenkontaktmodelle nach Hong et al. und Oguma et al. beschäftigen sich intensiv mit der Feinkornbildung im Bereich der FGA. Demnach wird der feinkörnige Bereich durch den wiederholten Kontakt der Bruchflächen während der VHCF-Rissausbreitung in Verbindung mit Risschließeffekten erzeugt. Die Feinkornbildung im Bereich der FGA ist dabei nur ein Nebenprodukt der Rissausbreitung. Durch das Aufeinanderpressen der Rissflanken soll vor allem bei negativen Lastverhältnissen Riss schließen auftreten. Dies soll entlang des Risses zur Veränderung der Mikrostruktur führen und somit bei der FGA Bildung eine entscheidende Rolle spielen. Bei ausreichend hohen Lastverhältnissen wird davon ausgegangen, dass jegliches Riss schließen verschwindet und daher der Kontakt der Bruchflächen ausbleibt. Basierend auf dieser Idee wird auch das Ausbleiben der FGA bei positiven Lastverhältnissen begründet. Dazu existieren allerdings widersprüchliche Berichte in der Literatur (siehe Kap. 2.3.1) Auch niedrige Lastverhältnisse können, aufgrund der hohen Kontaktdrücke der Bruchflächen unter Druckbeanspruchung, zu einem Abflachen der Rissufer führen, sodass rauheits-induziertes Riss schließen ausbleibt [48]. In den hier präsentierten

Ergebnissen konnten weiterhin auch vor der Rissspitze von VHCF-Anrissen feinkörnige Bereiche beobachtet werden. Die Bruchflächenkontakttheorie von Hong et al. oder Nakamura et al. können das Auftreten von Feinkorn vor der Rissspitze nicht erklären. Die eigentlichen Rissausbreitungsmechanismen werden im Bruchflächenkontaktmodell nicht genauer erläutert. Da die Rissausbreitung innerhalb der FGA deutlich unterhalb des Langrisschwellenwertes K_{th} ablaufen, müsste es sich wie bei Murakami um Kurzrisswachstum handeln.

Nach der Definition von Miller handelt es sich bei FGA-Rissen jedoch nicht um kurze Risse (siehe Kap. 2.4). Der Riss ist aufgrund der einschussbedingten Rissinitiierung bereits deutlich größer als die Mikrostrukturabmessungen und die plastische Zone an der Rissspitze ist im Vergleich zur Risslänge sehr klein. Daher sind diese Risse in hochfestem Stahl eher als lange Risse anzusehen. Im Gegensatz zu kurzen Rissen sind bei langen Rissen die Risschließeffekte bereits vollständig ausgebildet. Kurzrisswachstum ist generell nur für Spannungsintensitätsfaktoren oberhalb des intrinsischen Schwellenwertes $\Delta K_{th,eff}$ möglich. Der intrinsische Schwellenwert $\Delta K_{th,eff}$ für Stahl wird in der Literatur im Bereich von $\Delta K_{th,eff} = 2,5 - 3,7 \text{ MPam}^{1/2}$ angegeben. Unter der Annahme, dass der Spannungsintensitätsfaktor für Rissöffnung $K_{op} = 0 \text{ MPam}^{1/2}$ beträgt, ergäbe sich vereinfacht bestenfalls $\Delta K_{eff} = K_{I,max}$ als Triebkraft für den Riss (vgl. Kap. 2.5). Im Falle, dass Riss schließen auftritt, würde dies ΔK_{eff} verringern und die Rissausbreitung behindern. VHCF-Rissinitiierung konnte jedoch noch bis zu $K_{I,max} \approx 2 \text{ MPam}^{1/2}$ beobachtet werden, sodass es fraglich ist, ob Kurzrissausbreitung unter diesen Bedingungen möglich ist. Die von Hong erwähnten Risschließeffekte würde daher auch eher die Rissausbreitung zusätzlich verhindern. Vielmehr müssten vorhandene Risschließeffekte reduziert werden, um den Schwellenwert K_{th} des langen Risses zu verringern und somit eine Rissausbreitung zu begünstigen.

Basierend auf bekanntem Wissen über das Ausbreitungsverhalten kurzer Risse, Risschließeffekte und die Ausbildung der plastischen Zonen vor dem Riss, kann der R-abhängige Mechanismenwechsel bei VHCF-Versagen in hochfesten Stählen jedoch auch anders erklärt werden.

Im Falle von positiven Lastverhältnissen könnte das Ausbleiben von Risschließeffekten eine große Rolle spielen. Wie bereits beschrieben sinken mit steigender Zugmittelspannung Risschließeffekte und verschwinden bei hohen R-Verhältnissen vollständig, sodass Risse in diesem Fall nicht durch Riss schließen gestoppt werden können. Dies führt generell dazu, dass ΔK_{th} mit steigendem R-Verhältnis deutlich abnimmt [167, 168]. Da aufgrund der hohen Zugmittelspannungen kein Riss schließen mehr auftritt, sind Risse auch noch bei vergleichsweise geringer Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors ΔK ausbreitungsfähig.

Bei einem niedrigen R-Verhältnis $R < 0$ hingegen ist, im Gegensatz zu stark positiven Lastverhältnissen, der Einfluss von Risschließeffekten deutlich stärker ausgeprägt und kann die Ausbreitung von Rissen behindern. Die mit der FGA-Bildung verbundene Reduktion der Korngröße führt jedoch lokal zu einer Absenkung des Risswiderstands und

somit zur Reduktion des Schwellenwertes ΔK_{th} . Pippan et al. [169] zeigten diesen Effekt exemplarisch anhand von Risswiderstandskurven von ARMC0 Eisen. Mit sinkender Korngröße sinkt bekanntlich auch der Schwellenwert des Spannungsintensitätsfaktors für Langrissausbreitung K_{th} [48, 93, 170-172]. Daher könnte im Falle des VHCF-Versagens hochfester Stähle die FGA-Bildung bei negativen Lastverhältnissen den Risswiderstand durch die Verringerung von Riss-schließen entscheidend senken und somit erst Rissausbreitung ermöglichen. Dieser Abbau von Riss-schließeffekten ist hingegen im Fall von hohen Zugmittellasten nicht nötig um Rissausbreitung zu ermöglichen.

In Verbindung mit Modellen, die die FGA-Bildung auf akkumulierte plastische Verformung zurückführen, wird im Folgenden zusätzlich der Einfluss der plastischen Zone diskutiert. Im Modell von Abdesselam et al. wird die Rissausbreitung innerhalb der FGA auf langsame kurzrissähnliche Rissausbreitung (Stage I-like) und zeitweisen Rissstillstand zurückgeführt. Die zyklische plastische Verformung an den Rissufern führt als Nebeneffekt durch die Bildung von Versetzungszellen zur Kornfeinung, die im Bereich der FGA beobachtet wird. Wie bereits gezeigt, kann sie jedoch auch vor der Riss-spitze auftreten. Vergleichbare Mechanismen zur Feinkornbildung wurden bereits durch Sakai und Grad beschrieben. Im Modell nach Sakai findet zuerst die Polygonisation des kompletten FGA-Bereichs statt, bevor dann Ablösungen an der Grenze zum Ursprungsgefüge zu Mikrorissen und nach Vereinigung zum Makroriss führen. Diese Vorstellung berücksichtigt jedoch nicht, dass die Spannungsüberhöhung um Einschlüsse nicht ausreicht, um die große Ausdehnung der FGA zu erklären. Weiterhin konnte nicht beobachtet werden, dass der Riss vorrangig an der Grenzfläche zwischen dem feinkörnigen Bereich und der ursprünglichen Mikrostruktur verläuft. Die hier beobachteten VHCF-Anrisse zeigen keine voll ausgebildeten feinkörnigen Bereiche mit entsprechenden Mikrorissnetzwerken. Nach Grad hingegen findet die Bildung der Versetzungszellen und der feinkörnigen Struktur vor der Riss-spitze im Bereich der plastischen Zone statt. Die Feinkornbildung führt schließlich zu einer lokalen Absenkung des Schwellenwertes und ermöglicht erst die Rissausbreitung.

Die Modelle nach Abdesselam und Grad, die die Feinkornbildung auf plastische Verformungsvorgänge zurückführen, zeigen die beste Übereinstimmung mit den hier beobachteten Charakteristiken der VHCF-Rissinitiierung. Wie in Abb. 5.42 gezeigt, scheint die FGA-Dicke mit steigender Risslänge zuzunehmen und korreliert mit berechneten plastischen Zonengrößen. Die mit steigendem Spannungsintensitätsfaktor zunehmende Streuung ist höchstwahrscheinlich auf die Wechselwirkung der plastischen Zone mit der lokalen Mikrostruktur zurückzuführen. Die Größe und Form der plastischen Zone wird durch die lokale Mikrostruktur (Korngrenzen, Kornorientierung, Phase, ...) beeinflusst. Im Bereich der größten Streuung erreicht die Größe der plastischen Zone annähernd die Größe der Mikrostruktur. Gerade in diesem Bereich sollte der Einfluss der Mikrostruktur auf die plastische Zone besonders ausgeprägt sein. Insgesamt jedoch stimmen die Abmessungen der veränderten Mikrostruktur der FGA mit der plastischen Zonengröße senkrecht zur Rissausbreitungsrichtung nach Von Mises und Tresca relativ gut überein.

Daher scheint eine genauere Betrachtung des Einflusses der plastischen Zone auf das Verhalten von VHCF-Rissen lohnenswert. Die unterschiedliche Ausbildung der plastischen Zone in Abhängigkeit von verschiedenen Lastverhältnissen muss genauer betrachtet werden, um das Ermüdungsverhalten bei VHCF vollständig verstehen zu können. Wie Abb. 5.43 zeigt, nimmt die Größe der zyklischen plastischen Zone r_{pz} im Vergleich zur Größe der monotonen plastischen Zone r_{pm} bei konstantem K_{max} mit steigendem Lastverhältnis drastisch ab. Dies hat gleich mehrere Einflüsse auf die Ermüdungsprozesse. Zum einen findet bei negativen Lastverhältnissen durch die Druckkomponente theoretisch eine verstärkte Rückverformung vor der Rissspitze statt. Bei $R = -1$ führt die vollständige Rückverformung dazu, dass die Größe der zyklischen und monotonen plastischen Zone identisch ist. Dies könnte die Ausbildung von Versetzungsstrukturen und somit die Kornfeinung in diesem Bereich begünstigen, und die bereits beschriebene Korrelation von FGA-Größe und plastischer Zonengröße erklären. Gleichzeitig kann die Abnahme der FGA Dicke bzw. das Ausbleiben der FGA durch die starke Abnahme der zyklischen plastischen Zonengröße bei hohen positiven Lastverhältnissen erklärt werden.

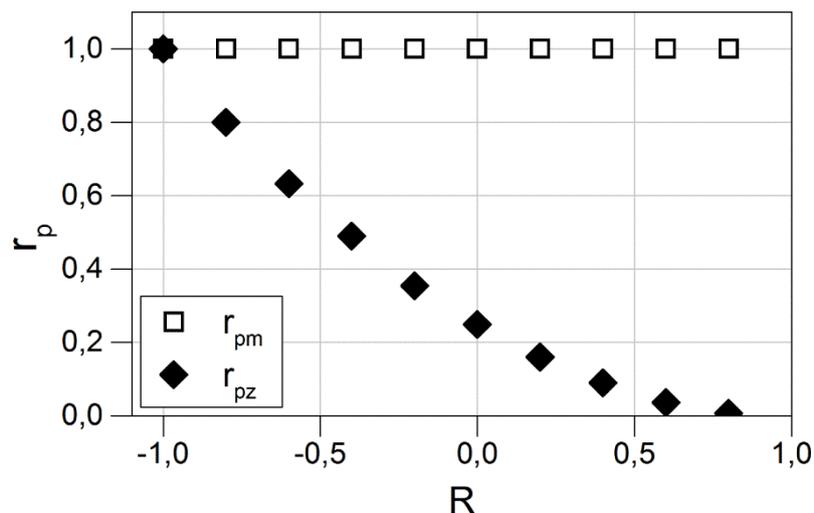


Abb. 5.43: vergleich der monotonen plastischen Zone r_{pm} mit der zyklischen plastischen Zone r_{pz} in Abhängigkeit vom Lastverhältnis R (K_{max} fest; ΔK variabel) nach [173]

In vielen Modellen zur Ermüdungsschädigung und Rissausbreitung wird davon ausgegangen, dass die Ermüdungsprozesse innerhalb der zyklischen plastischen Zone ablaufen und die Rissgeschwindigkeit von der zyklischen plastischen Zone bestimmt wird [174-176]. Das führt bei hohen positiven Lastverhältnissen, bei denen Rissschließen ausbleibt und Risse auch noch bei geringen ΔK ausbreitungsfähig sind, zu einer reduzierten Rissgeschwindigkeit, welche somit eine erhöhte Lebensdauer bzw. VHCF-Versagen hervorrufen kann. Bei niedrigen Lastverhältnissen hingegen ist die Rissausbreitung durch Rissschließeffekte behindert, die wie bereits beschrieben durch eine Kornfeinung entscheidend reduziert werden könnten. In der plastischen Zone vor der Rissspitze führt die wiederholte reversible Verformung vor dem nicht ausbreitungsfähigen Risse zur

Ausbildung von Versetzungsstrukturen, gefolgt von Kornfeinung. Dies führt zur entscheidenden Reduktion des Risswiderstands und somit schlussendlich zur lokalen Rissausbreitung im Bereich der FGA. In diesem Fall wäre entscheidend, dass die Kornfeinung innerhalb der FGA zwingend vor der Rissausbreitung stattfindet.

In den hier präsentierten Untersuchungen zeigen zwei Anrisse (davon einer deutlich), dass die Kornfeinung bereits vor der Rissspitze des sich ausbreitenden Risses auftreten kann. Jedoch ist dies nicht immer der Fall. Ein weiterer untersuchter Anriss zeigt keine Anzeichen von Feinkornbildung an der Rissspitze. Alle Untersuchungen sind jedoch nur Momentaufnahmen der Mikrostrukturentwicklung, die im Zuge der VHCF-Ermüdung stattfindet. Es kann also nicht zwingend geschlossen werden, dass die Feinkornbildung notwendig für die Rissausbreitung im VHCF-Bereich ist. Da die feinkörnige Mikrostruktur jedoch auch vor der Rissspitze beobachtet wird, ist sie aller Wahrscheinlichkeit nach nicht nur eine Begleiterscheinung der VHCF-Rissausbreitung. Wenn die Feinkornbildung vor der Rissspitze stattfindet, wird sie definitiv die Rissausbreitung innerhalb der FGA unter VCHF-Beanspruchung beeinflussen. Dies könnte, wie Grad beschreibt, durch eine Absenkung des Schwellenwertes für Rissausbreitung der Fall sein. Dadurch wäre es möglich, dass ein eigentlich nicht ausbreitungsfähiger Langriss lokal im Bereich des neu gebildeten Feinkorns an der Rissspitze ausbreitungsfähig wird.

Diese Vorstellung bietet auch eine Erklärung für die im Rahmen der Mikrostrukturuntersuchungen beobachtete Abnahme der Dichte der Beugungsreflexe innerhalb der Beugungsringe mit steigender Risslänge, die auf eine Zunahme der Korngröße mit steigender Risslänge innerhalb der FGA hindeutet. Sollte die Kornfeinung vor der Rissspitze nur so lange ablaufen, bis eine ausreichende Absenkung des Schwellenwertes die lokale Rissausbreitung ermöglicht, würde im Moment der Rissausbreitung der Prozess der Kornfeinung beendet. Mit steigender Rissausbreitung steigt auch der Spannungsintensitätsfaktor an der Rissspitze und folglich ist der Riss schon bei einer größeren Korngröße ausbreitungsfähig. Demnach würde die lokale Korngröße innerhalb der FGA entlang des VHCF-Risses mit der Korngrößenabhängigkeit des Langrisschwellenwertes zusammenhängen und zumindest grob korrelieren.

Abb. 5.44 verdeutlicht diesen möglichen Zusammenhang am Beispiel von der in Abb. 5.28 gezeigten Probe, für die die Korngröße entlang des Risses grob anhand der Beugungsbilder abgeschätzt wurde. Dargestellt ist die mittlere lokale Korngröße d_K entlang des Risses in Abhängigkeit des lokalen Spannungsintensitätsfaktors. Um zu überprüfen, ob ein möglicher Zusammenhang mit der Korngrößenabhängigkeit des Schwellenwertes der Rissausbreitung besteht, sind zum Vergleich ebenfalls Schwellenwerte für ultrafeinkörnige (UFG) Stähle aus der Literatur [93, 177, 178] eingezeichnet. Für UFG Stähle existieren in der Literatur leider nur Schwellenwerte für positive Lastverhältnisse, sodass nur ein Vergleich der Zugkomponente der Beanspruchung unter Vernachlässigung des Druckbereichs möglich ist. Die gute Übereinstimmung der für die FGA abgeschätzten Werte mit den

Rissausbreitungsschwellenwerten der UFG Materialien zeigt, dass der von Grad beschriebene Einfluss der Kornfeinung auf die Rissausbreitung im VHCF-Bereich durchaus denkbar ist.

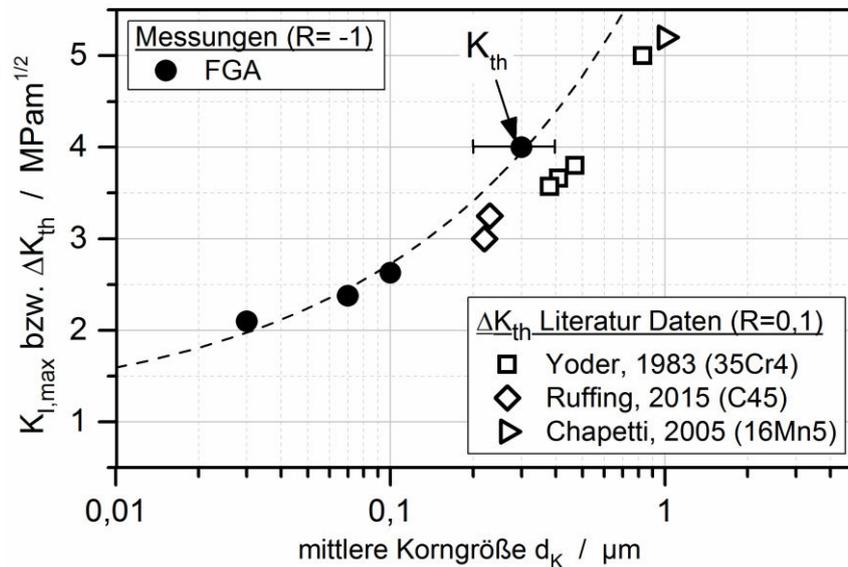


Abb. 5.44: Beispielhafte Veränderung der Korngröße innerhalb der FGA in Abhängigkeit vom lokalen Spannungsintensitätsfaktor im Vergleich zu Schwellenwerten von UFG Stählen

Somit lässt sich zusammenfassen, dass VHCF-Ermüdung bei hohen Lastverhältnissen durch das Ausbleiben von Riss schließen begünstigt wird. Die kleinen zyklischen plastischen Zonen führen in diesem Fall zu geringen Rissausbreitungsgeschwindigkeiten und somit zu spätem Versagen im VHCF-Bereich. Bei negativen Lastverhältnissen hingegen kommt der Mechanismus der FGA-Bildung zum Tragen. Bei $R = -1$ wird die Rissausbreitung durch stärker ausgeprägte Riss schließeffekte verhindert, die erst durch die Feinkornbildung innerhalb der zyklischen plastischen Zone abgebaut werden, sodass lokal der Schwellenwert K_{th} absinkt. Bei negativen Lastverhältnissen ermöglicht der Mechanismus der FGA-Bildung somit durch die Absenkung des Risswiderstandes erst eine Rissausbreitung und führt zu VHCF-Schädigung.

5.5. Rückstreuungselektronenbeugung im feinkörnigen Bereich

Zur weiteren Analyse der neu gebildeten Kornstruktur im Bereich der FGA wurde zusätzlich ein VHCF-Anriss an einem künstlichen Defekt in einer Durchläuferprobe mittels EBSD untersucht (vgl. Abb. 5.14). Der Anriss wurde hierfür in einem Querschliff durch den Defekt und den Riss präpariert und dann für die EBSD-Messung vorbereitet. Ziel ist hierbei, neben der besseren Visualisierung der Kornstruktur, die Bestimmung der Kornorientierung der neu gebildeten Körner. Aufgrund der Orientierungsbeziehungen der Körner zueinander und auch zum ursprünglichen Austenitkorn könnten ggf. Rückschlüsse auf deren Bildung und die lokale Rissausbreitung innerhalb der FGA

gezogen werden. Abb. 5.45a zeigt den untersuchten Riss vor der Spitze des FIB-Defektes nach der mechanisch-chemischen Politur. Zur besseren Erkennbarkeit wurde der Riss durch eine gestichelte rote Linie markiert.

In Abb. 5.45b ist die Indexing Confidence Map dargestellt, die die Zuverlässigkeit der Indizierung im untersuchten Bereich graphisch als Graustufenbild darstellt. In den hellen Bereichen liegt eine hohe Übereinstimmung und folglich eine hohe Qualität der Messung vor. Die maximale Indexing Confidence (IC) dieser Messung liegt bei 0,886. Zur Bereinigung der Maps wurden alle Punkte mit einer Indexing Confidence unter 0,79 entfernt. Diese Bereiche sind in allen Maps schwarz dargestellt. In diesen Bereichen ist die Indizierung aufgrund der schlechten Qualität der Beugungsbilder zufällig und daher nicht zuverlässig. Gründe hierfür können z.B. die sehr geringe Korngröße oder hohe plastische Verformung sein.

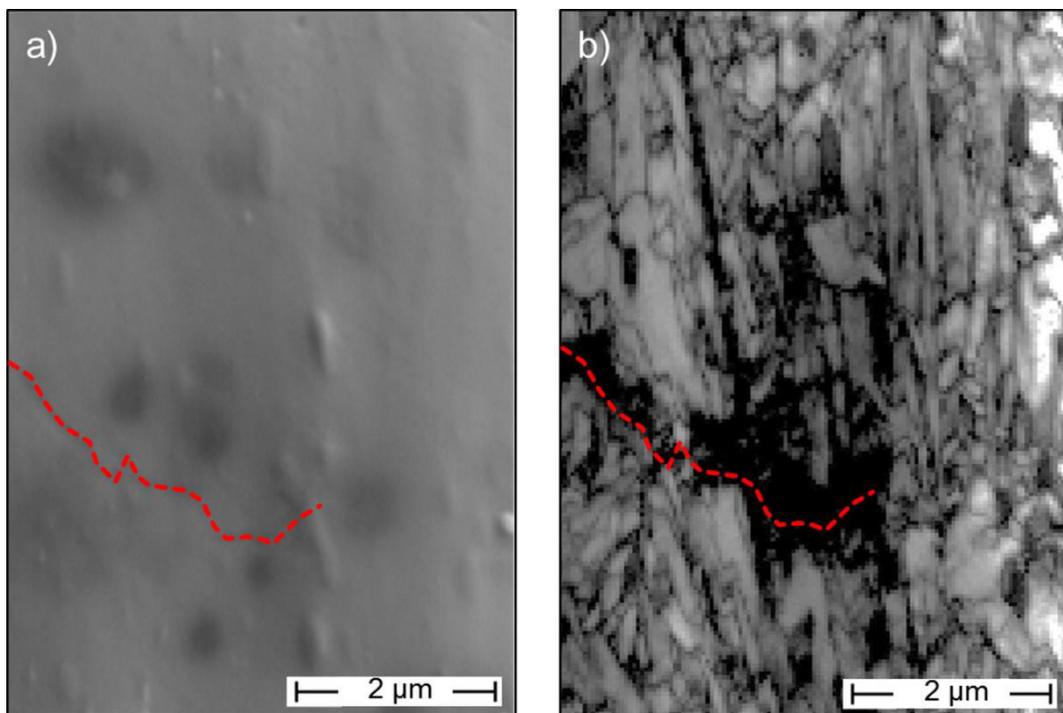


Abb. 5.45: a) REM-Aufnahme des polierten Risses (rot gestichelt markiert); b) Indexing Confidence Map des untersuchten Bereichs

Abb. 5.46 zeigt die dort ermittelte Inverse Polefiguren (IPF) Map der martensitischen Mikrostruktur um den Riss in Normalenrichtung (NR). Es ist gut zu erkennen, dass entlang des Risses größere schwarze Bereiche vorzufinden sind. In diesen Bereichen ist aufgrund zu schlechter Qualität der Beugungsbilder oder zu geringer Auflösung keine eindeutige Indizierung der Mikrostruktur mehr möglich. Die Korngröße innerhalb der FGA liegt im Bereich der Schrittweite der EBSD-Messung. Daher ist es in diesem Bereich schwierig noch Beugungsbilder einzelner Körner zu unterscheiden. Die Größe des nicht indizierbaren Bereichs liegt in derselben Größenordnung wie die in Kapitel 5.4 vermessenen FGA Bereiche. Im Gegensatz zu den FGA-Bereichen entlang des Risses ist

vor der Risspitze noch eine zuverlässige Indizierung möglich (vgl. Abb. 5.45b). Die vergleichsweise hohe Qualität der Beugungsbilder sprechen dafür, dass keine erhöhte plastische Verformung vorliegt und dass sich die lokale Korngröße noch im messbaren Bereich befindet.

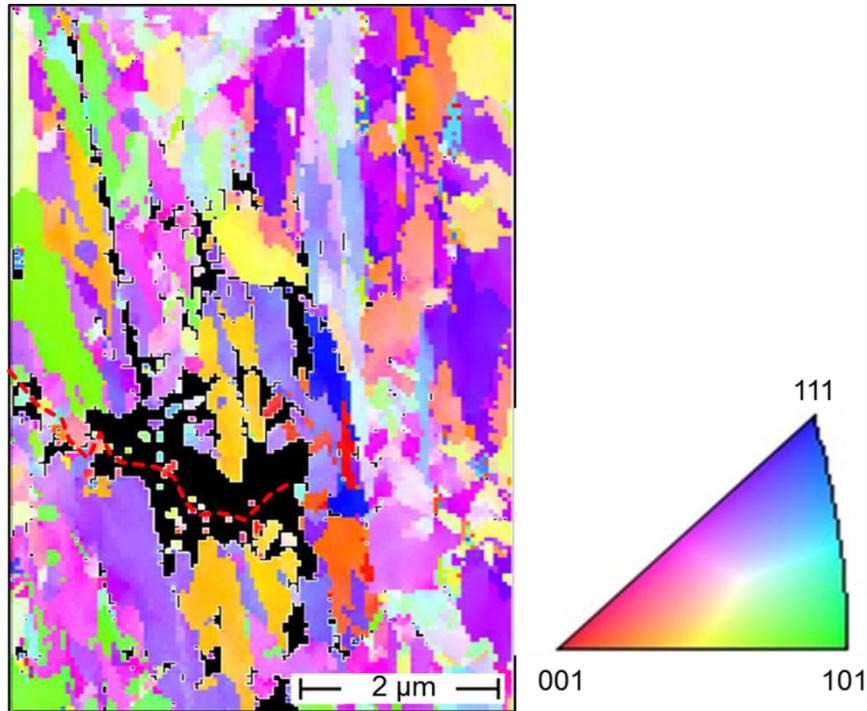


Abb. 5.46: IPF-Map (NR) der untersuchten Mikrostruktur entlang des Risses (rot gestrichelte Linie)

Auf Basis der IPF-Map kann unter der Annahme, dass für eine Korngrenze mindestens eine Misorientierung von 10° vorliegen muss, ein Korngrenzenbild bestimmt werden (siehe Abb. 5.47). Im Bereich der FGA mit unzureichender Qualität der Messungen (schwarz in Abb. 5.46) wurde auf Basis der wenigen zuverlässigen Bildpunkte eine Kornstruktur rekonstruiert. Dazu wurden diese Bildpunkte durch die Software expandiert bis sie als Voronoi-Zellen die freie Fläche schließen. Selbst auf Basis der wenigen Messpunkte ergibt sich schon eine vergleichsweise feine Kornstruktur im Bereich der FGA entlang des Risses. Es ist jedoch davon auszugehen, dass die tatsächliche Kornstruktur noch deutlich feiner ist und dass die Korngröße auf diese Weise deutlich zu groß abgeschätzt wird. Der Riss scheint sich unabhängig von Korngrenzen transkristallin auszubreiten. Oft sind links und rechts vom Riss Körner mit gleicher Orientierung zu erkennen, die wohl vom FGA-Riss geteilt wurden. Der Rissverlauf zeigt jedoch mehrere Richtungswechsel und Rissablenkungen. Die Rissausbreitung ist folglich im Stadium der FGA-Rissausbreitung noch deutlich von der Mikrostruktur beeinflusst und wächst nur makroskopisch senkrecht zur Hauptnormalspannung. Dies führt unter anderem auch zur rauen Bruchfläche im Bereich der FGA. Vor der Risspitze wurden mehrere relativ kleine Körner klar indiziert. Es ist jedoch nicht eindeutig zu erkennen, vor welchem Korn der

Riss zu diesem Zeitpunkt zum Stillstand gekommen ist. Die nicht indizierten Bereiche und die Rekonstruktion der Korngrenzen lassen Spielraum für Spekulationen. Vermutlich ist der Riss jedoch in diesem Bereich vor dem lila farbenen Korn an der Risspitze gestoppt worden. Ob der Riss an dieser Stelle wirklich schlussendlich gestoppt wurde oder nur nicht ausreichend Zeit hatte, über diese Korngrenze zu propagieren, ist unklar.

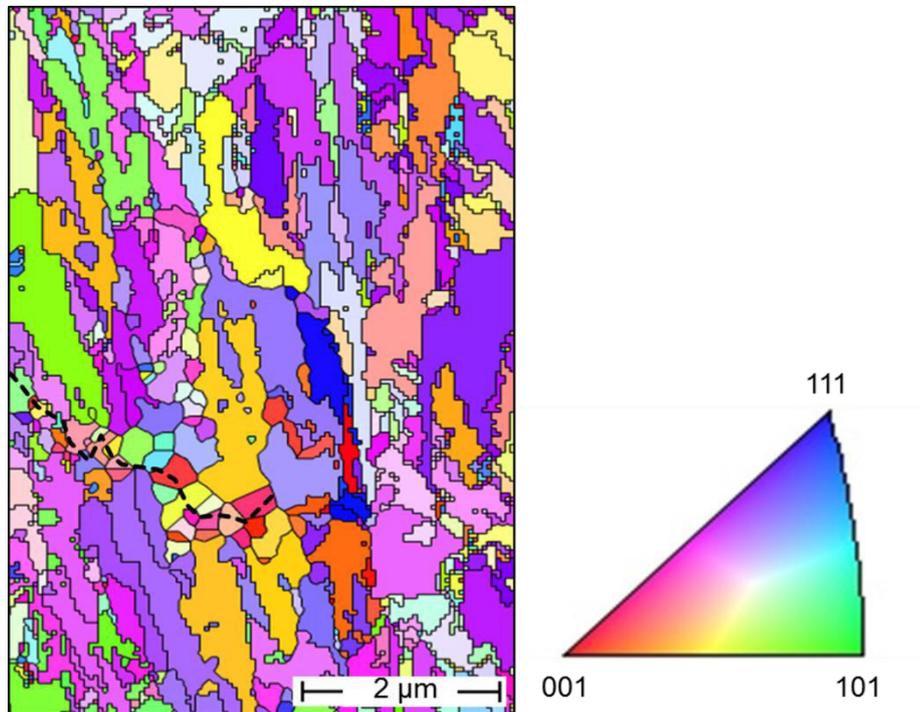


Abb. 5.47: Korngrenzenbild der martensitischen Mikrostruktur (kritische Misorientierung 10°) entlang des Risses (schwarz gestrichelte Linie)

In Abb. 5.48 sind die Ergebnisse der Rekonstruktion der ehemaligen Austenitkornorientierungen für die in Abb. 5.47 ermittelten Martensitkörner dargestellt. Die beste Rekonstruktion erfolgte auf Basis der Orientierungsbeziehung nach Kurdjumov/Sachs (KS). Die Rekonstruktion der Orientierung des früheren Austenitgefüges lässt auf vier ehemalige Austenitkörner im untersuchten Bereich schließen. Die ehemaligen Austenitkorngrenzen (Prior Austenite Grain Boundaries - PAGB) sind durch gestrichelte Linien gekennzeichnet. Zudem ist eine Zwillingskorngrenze durch eine gepunktete Linie markiert, die die Bereiche 4a und 4b trennt. Es ist anzumerken, dass manche Austenitorientierungen, vor allem innerhalb der FGA aber auch einzelne außerhalb, durch den automatischen Algorithmus falsch bestimmt wurden. Abb. 5.49 zeigt die konstruierten Polfiguren der verlässlich rekonstruierten Austenitorientierung der Martensitkörner in den Bereichen 1-4. Der Riss hat sich demnach durch ein ehemaliges Austenitkorn (Korn 4) ausgebreitet und endet vor einer anderen ehemaligen Austenitkorngrenze (Korn 2).

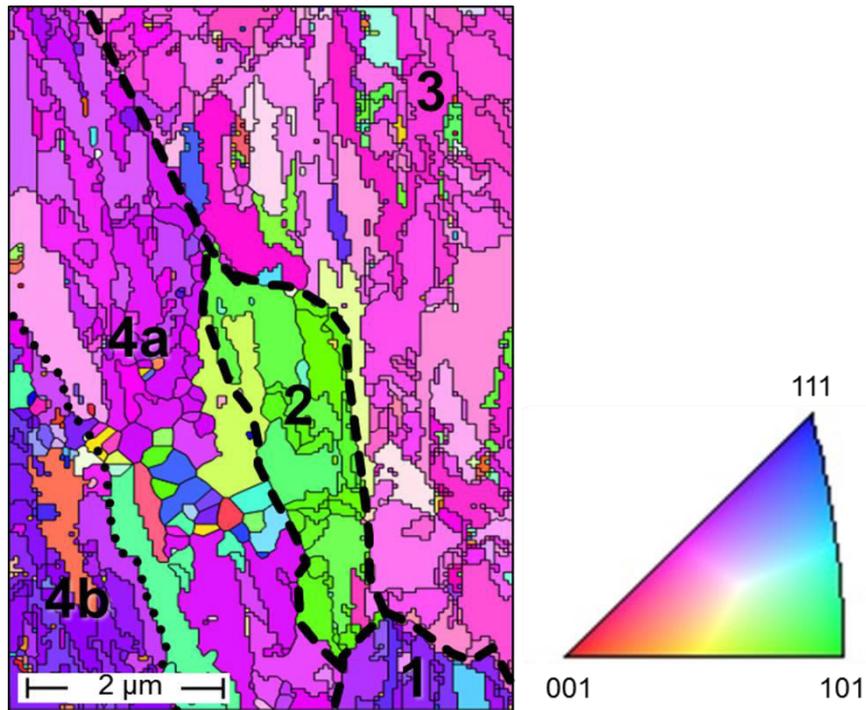


Abb. 5.48: IPF-Map (NR) der rekonstruierten Orientierung der ehemaligen Austenitkörner (nach KS, max. erlaubte Misorientierung 6°); PAGB durch gestrichelte Linien gekennzeichnet

Abb. 5.50 zeigt die theoretischen $\{110\}$ Polfigur der aus einem Austenitkorn gebildeten martensitischen Varianten bezogen auf das Referenzsystem des Austenitkristalls nach Kurdjumov/Sachs und Nishijama/Wassermann und daneben die Polfigur der gemessenen martensitischen Varianten des ehemaligen Austenitkorns 4 (ohne die rekonstruierten Körner entlang des Risses) bezogen auf das Referenzsystem der Probe. Die Struktur der gemessenen Polfigur zeigt eine gute Übereinstimmung mit der theoretischen.

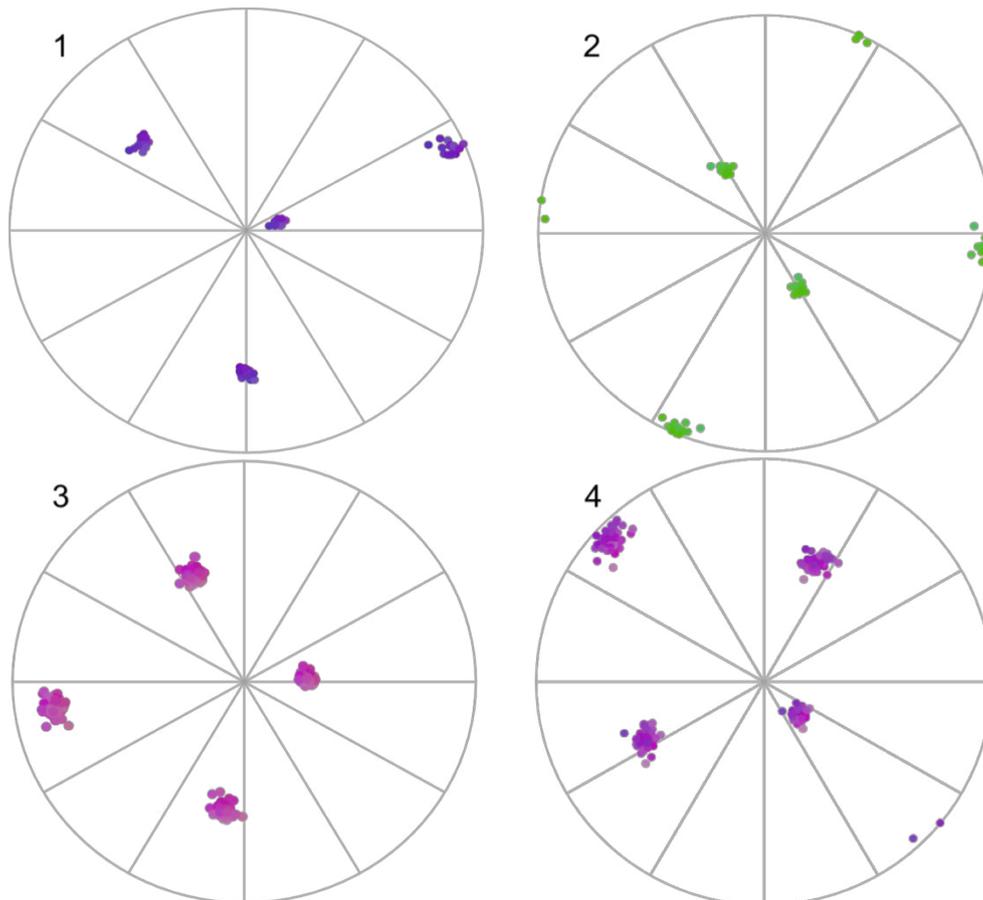


Abb. 5.49: $\{111\}$ Polfiguren der korrekt bestimmten ursprünglichen Austenitorientierungen des Martensit innerhalb der Austenitkörner 1-4 in Abb. 5.48

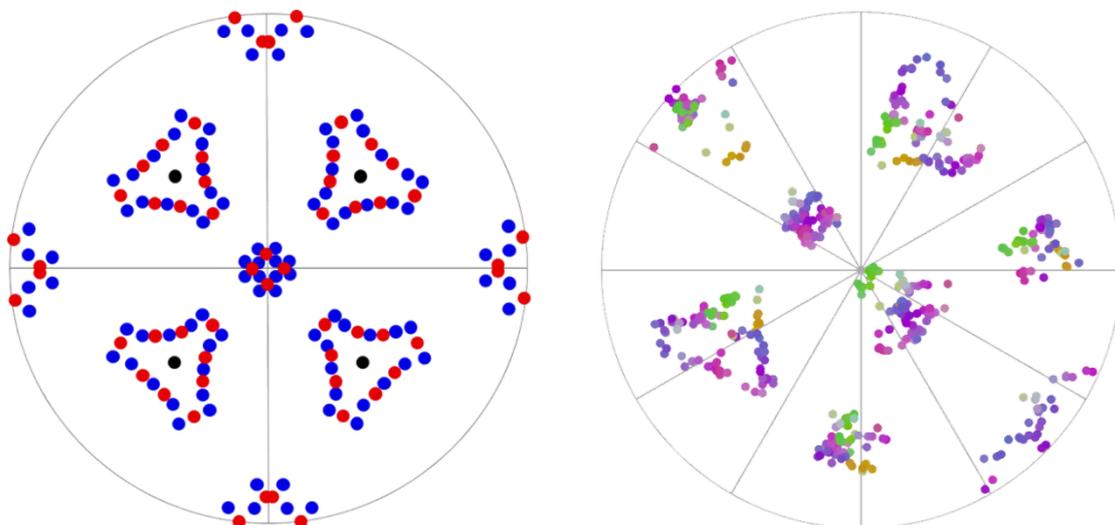


Abb. 5.50: theoretische $\{110\}$ Polfigur der martensitischen Varianten (Kurdjumov/Sachs in blau, Nishijama/Wassermann in rot) nach $[179]$ (links); $\{110\}$ Polfigur der martensitische Varianten in Korn 4 aus Abb. 5.48 (rechts)

Da bei der Rekonstruktion der ehemaligen Austenitorientierung des Martensits die Nachbarkörner mit einbezogen werden, wird möglicherweise die ehemalige Austenitorientierung eines korrekt indizierten Martensits aufgrund von falsch indizierte

Nachbarn durch den Algorithmus falsch bestimmt. Diese Gefahr besteht vor allem im Bereich der FGA, wo oft keine zulässigen Nachbarn zur Verfügung stehen und sich die Mikrostruktur verändert hat. Dieses Problem kann der verwendete Algorithmus nicht lösen. Die Orientierung einiger zuverlässig indizierten martensitischen Körner im Bereich der FGA entlang des Risses wurde daher individuell genauer analysiert. Als zuverlässig gelten Körner, die mehrere Messpunkte mit gleicher Indizierung enthalten und/oder einen hohen IC haben. Abb. 5.51 zeigt eine vergrößerte Darstellung der Mikrostruktur entlang des Risses und die Polfiguren der mit Sternen markierten zuverlässig indizierten Körner. Keine der hier gemessenen Orientierungen zeigt Übereinstimmung mit den Martensitvarianten des früheren Austenitkorns (grau im Hintergrund). Die entlang des Risses gemessenen Orientierungen sind vermutlich auf die Entstehung neuer Körner im Zuge der FGA-Bildung zurückzuführen, deren Orientierung nicht mehr mit den Orientierungsbeziehungen des Ursprungsgefüges übereinstimmen.

Im Folgenden wird das Ausbreitungsverhalten des Risses genauer untersucht. In hochfesten Stählen findet die Initiierung und Ausbreitung von Mikrorissen in der Regel in den Gleitsystemen von trz und krz $\{110\}/\langle 1-11 \rangle$ mit dem höchsten Schmidfaktor statt [180]. Um nun Rückschlüsse zu ziehen, ob diese neu gebildeten Körner ggf. einen Einfluss auf die Rissausbreitung haben oder ob der Riss im Stadium I als Gleitbandriss durch die ursprüngliche Mikrostruktur ausbreitet und die Körner nur als Nebenprodukt entstehen, werden in den vom Riss durchlaufenen Körnern die aktiven Gleitsysteme $\{110\}/\langle 1-11 \rangle$ bestimmt. Dies sind die Gleitsysteme mit dem höchsten Schmidfaktor und somit der höchsten Schubspannung. Dasjenige Gleitsystem mit dem höchsten Schmid-Faktor wird als erstes die kritische Schubspannung erreichen und würde daher die plastische Verformung tragen [181]. Abb. 5.52 zeigt eine Schmidfaktor Karte der höchsten Schmidfaktoren in den untersuchten Bereichen für die vorliegende einachsige Beanspruchung. Rechts neben der Karte sind die Spuren der $\{110\}$ Gleitebenen in den markierten Bereichen 0-9 dargestellt und die Ebene mit dem höchsten Schmidfaktor rot markiert. Die roten Zahlen geben den Wert des Schmidfaktors in dieser Ebene wieder. Es zeigt sich, dass der Riss größtenteils unabhängig von den Gleitsystemen mit höchstem Schmidfaktor der ursprünglichen Körner wächst. Lediglich in den Bereichen 9 und 0 wächst der Riss möglicherweise schubspannungskontrolliert durch Einfachgleitung entlang eines Gleitsystems mit dem höchsten Schmidfaktor. In diesem Bereich ist der nicht indizierbare Bereich und somit die FGA nur schwach ausgeprägt. Die Rissausbreitung erfolgt in den anderen Bereichen nicht in günstig orientierten Gleitsystemen in Bezug auf die ursprüngliche Kornstruktur. In diesem Fall ist der nicht indizierbare Bereich der FGA vorzufinden. Am Korn in Bereich 1 endet der Riss. Hier stehen keine günstig orientierten Gleitsysteme mit hohem Schmidfaktor zur Verfügung. Die Gleitsysteme in diesem Bereich haben vergleichsweise niedrige Schmidfaktoren von 0,41 – 0,44. Dies könnte es erschweren, die für die Kornfeinung nötige Versetzungsbewegung zu generieren. Wenn, wie im Kapitel zuvor beschrieben, die Kornfeinung vor der Risspitze notwendig ist, um Rissausbreitung zu ermöglichen,

könnte dies erklären, warum der Riss zu diesem Moment noch nicht weiter gewachsen ist. Erst die Verringerung der Korngröße und die damit verbundene Änderungen der Kornstruktur bzw. -orientierung ermöglichen eine weitere Rissausbreitung. Da die neu gebildeten Körner innerhalb der FGA und deren Orientierung nicht vollständig detektiert werden können, kann ein möglicher Einfluss der neuen Kornorientierung auf die Rissausbreitung innerhalb der FGA hier leider nicht untersucht werden

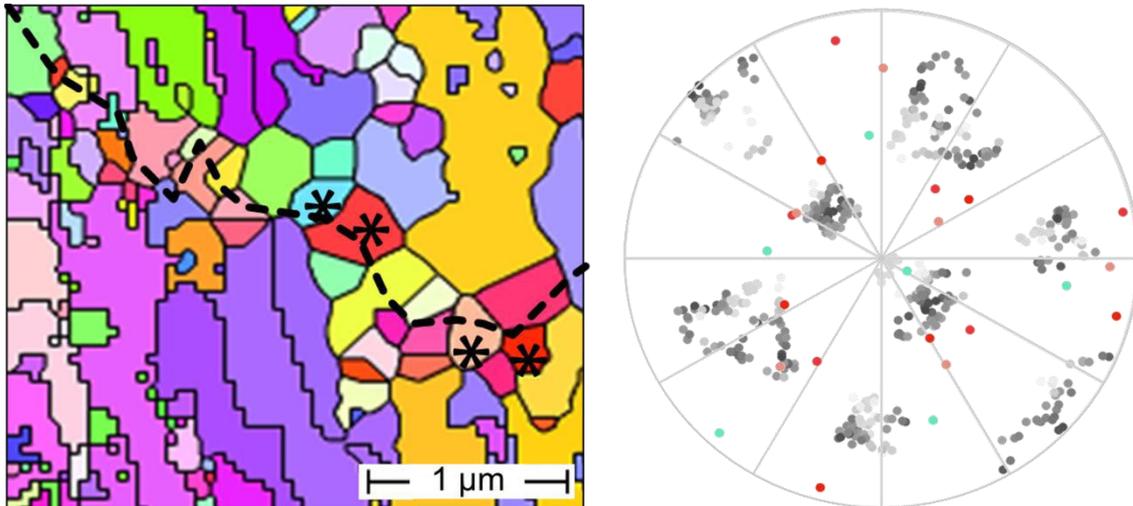


Abb. 5.51: $\{110\}$ Polfigur der mit Sternen markierten Körner entlang des Risses (vergrößerte Ansicht aus Abb. 5.47) im Vergleich zur $\{110\}$ Polfigur der martensitschen Varianten in Korn 4 (grau im Hintergrund)

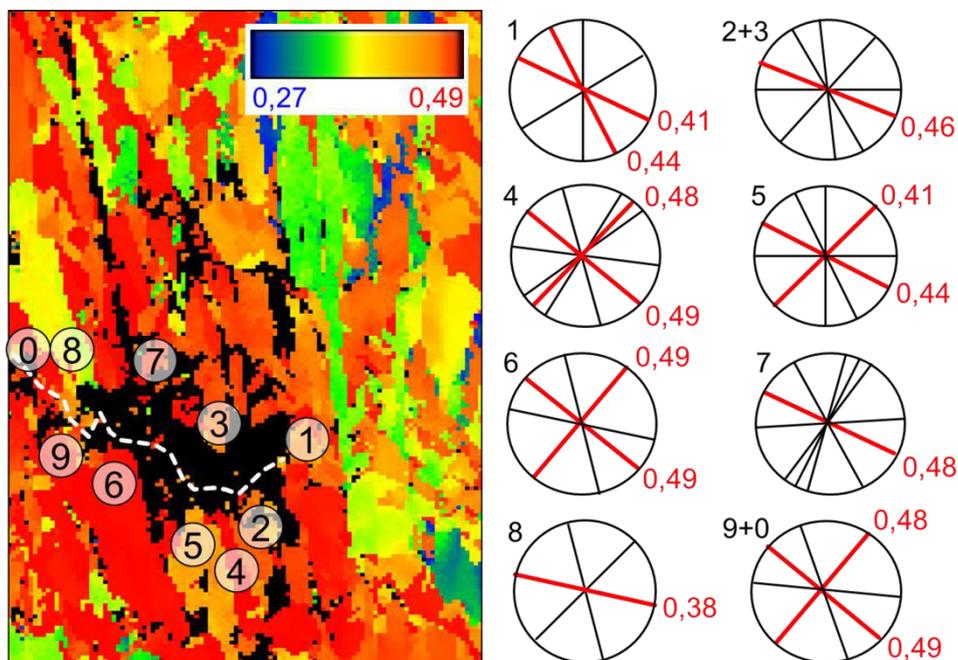


Abb. 5.52: Karte der höchsten lokalen Schmidfaktoren für das Gleitsystem $\{110\}/\langle 1-11 \rangle$ und die Spuren der $\{110\}$ Gleitebenen in den Bereichen 0-9 (die Ebenen mit den höchsten Schmidfaktoren sind rot markierten und mit dem entsprechenden Wert beschriftet)

5.5.1. Diskussion

Die EBSD Untersuchungen mit Dictionary Indexing Methode ermöglicht größtenteils eine zuverlässige Indizierung. Entlang des VHCF-Risses sind größere Bereich der Mikrostruktur nicht indizierbar. Die Größe des nicht indizierbaren Bereichs liegt in derselben Größenordnung der FGA Bereiche, die mit FIB und TEM untersucht wurden. Aufgrund der bekannten Beschaffenheit der FGA-Bereiche ist eine Charakterisierung der Mikrostruktur mittels EBSD eine große Herausforderung. Trotz allem ist vereinzelt eine zuverlässige Indizierung mit gutem CI auch innerhalb der FGA möglich. In diesen Bereichen sind sehr geringe Korngrößen zu erwarten, sodass es auch bei geringer Schrittweite der EBSD Messung aufgrund von Überlagerung der Beugungsbilder schwierig wird, zwischen den Beugungsmustern der unterschiedlichen Kristalle zu unterscheiden. Daher ist es sehr wahrscheinlich, dass aufgrund der teilweise starken Verringerung der Korngröße die örtliche Auflösung der EBSD Untersuchung nicht ausreicht, um das feine Gefüge vollständig zu analysieren. Weiterhin könnte der hohe Verformungsgrad entlang des Risses und die damit verbundene Gitterverzerrung die Qualität der Kikuchi-Patterns zusätzlich verschlechtern und somit eine klare Indizierung zusätzlich erschweren. Vergleichbare Ergebnisse sind auch bei der Untersuchung von weißätzenden Schichten und Butterfly Rissen zu beobachten, die mit ähnlichen Mikrostrukturveränderungen in hochfesten Stählen unter Wälzbeanspruchung verbunden sind [182, 183]. Auch hier stößt die Technik an ihre Auflösungsgrenze und eine klare Bestimmung der lokalen Kornstruktur und -orientierung ist nicht möglich. Anhand der wenigen zuverlässigen EBSD Datenpunkte mit eindeutigen Beugungsbildern können jedoch einzelne neu gebildete Körner nachgewiesen werden, da deren Orientierung nicht in das umgebenden Gefüge passt und in keiner der bekannten Orientierungsbeziehungen zum ursprünglichen Austenitgefüge steht.

Es fällt auf, dass der untersuchte Riss an einer ehemaligen Austenitkorngrenze endet. Ob der Riss an diesem Korn gestoppt wurde oder bei weiterer Beanspruchung weiter wachsen würde, ist nicht zweifelsfrei zu beantworten. Möglicherweise ist ein anderer Mechanismus verantwortlich für die Rissausbreitung oder der Riss hatte nicht genügend Zeit, um ausreichend plastische Verformung im Nachbarkorn zu akkumulieren und über diese Korngrenze zu propagieren, bevor der Versuch beendet wurde. Anhand dieser einen Momentaufnahme ist dies nicht klar zu beantworten. Weitere Untersuchungen bzw. eine Weiterentwicklung der Methoden sind nötig, um die offenen Fragen klären zu können. Möglicherweise können in situ VHCF-Rissausbreitungsuntersuchungen helfen, diese Fragestellungen zweifelsfrei zu klären.

5.6. Atomsondentomographie im Bereich der Rissinitiierung

Zur weiteren Untersuchung der mikrostrukturellen Veränderungen, die in Verbindung mit VHCF-Rissinitiierung in hochfesten Stählen beobachtet werden, wurde die FGA mittels Atomsondentomographie analysiert. Zum Vergleich wurden ebenfalls der

unbeanspruchte Grundzustand und die Fish-eye Bruchfläche analysiert. Dies ermöglicht eine klare Abgrenzung der für VHCF-Versagen charakteristischen und ggf. versagensrelevanten Phänomene vom Ausgangszustand und ggf. durch Langrissausbreitung hervorgerufenen Veränderungen. Daher wurden je 8 Spitzen der beiden Grundzustände von einer zufälligen Stelle untersucht. Weiterhin wurden 9 Spitzen von einer Fish-eye Bruchfläche um einen Einschluss analysiert (Probenentnahme siehe Abb. 4.7b). Die Mikrostruktur der FGA wurde sowohl um Einschlüsse (15 Spitzen) als auch um künstliche Defekte (6 Spitzen) untersucht. Aus der Gesamtheit der Proben sollten vorhandene Besonderheiten der VHCF-Rissinitiierung klar identifizierbar sein.

5.6.1. Grundzustand vor der Ermüdung

Um Mikrostrukturveränderungen zweifelsfrei identifizieren zu können, die im Zusammenhang mit dem VHCF-Versagensmechanismus stehen, ist es zwingend notwendig zuerst den Grundzustand des Materials eindeutig zu charakterisieren. Dazu wurden an zufälligen Stellen APT-Spitzen aus dem martensitischen und bainitischen Gefüge entnommen und untersucht. Aufgrund der Elementverteilung können Rückschlüsse auf die atomare Struktur des Werkstoffs im Ausgangszustand getroffen werden. Abb. 5.53 zeigt exemplarisch die typische Elementverteilung einiger Elemente für den martensitischen Ausgangszustand in Punktdarstellung (dot).

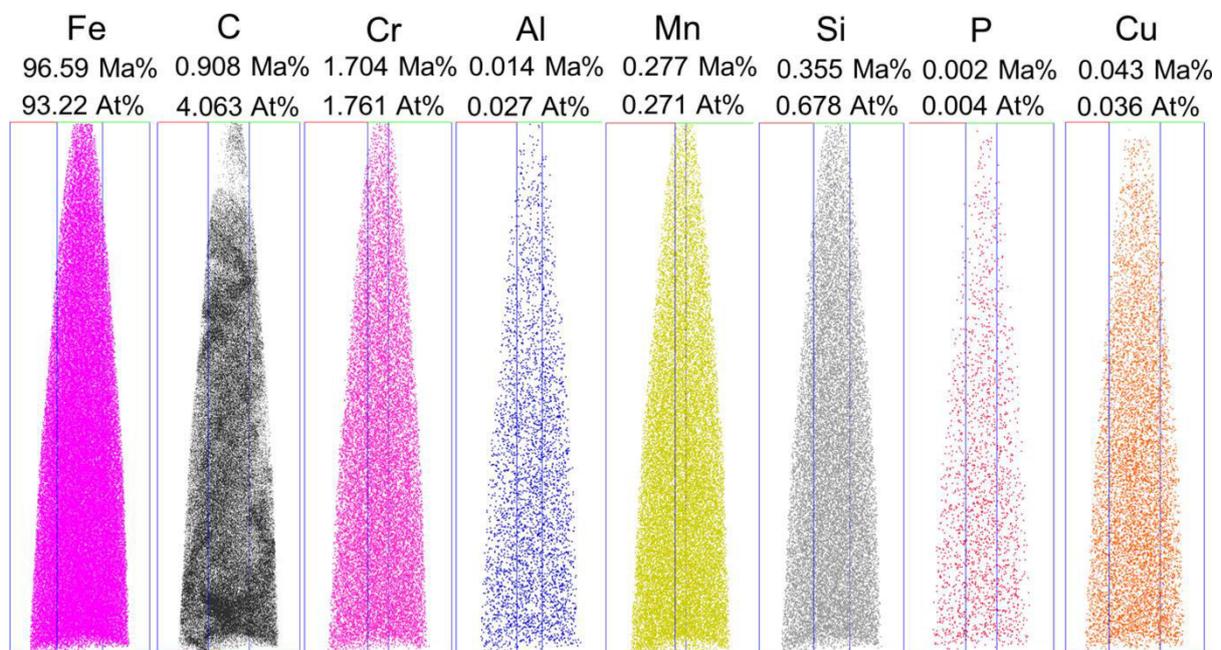


Abb. 5.53: Exemplarische Verteilung verschiedener Elemente im martensitischen Ausgangszustand in Punkt-Darstellung mit Angabe der Konzentrationen in Ma% und At%

Die Punktdarstellung zeigt für jedes innerhalb der Spitze detektierte Atom einen Punkt. Zusätzlich sind die über die gemessene Spitze gemittelten Elementkonzentrationen in Ma% und At% angegeben. Die hierbei ermittelten Werte sind trotz sehr kleinem untersuchten Volumen meist in guter Übereinstimmung mit der chemischen

Zusammensetzung des Materials in Tab. 3.1. Grundsätzlich sind die Ergebnisse für beide Grundzustände vergleichbar. Es ist zu erkennen, dass bis auf Kohlenstoff alle Legierungselemente nahezu homogen verteilt im Gefüge vorliegen und keine lokale Anreicherungen z.B. an Korngrenzen innerhalb der Spitzen zeigen. Die Kohlenstoffverteilung hingegen zeigt in beiden Gefügen klare lokale Anreicherungen mit erhöhter Konzentration. Jedes der beiden Gefüge hat hierbei eine eigene charakteristische Verteilung des Kohlenstoffs.

Abb. 5.54 zeigt die typische Kohlenstoffverteilung einer martensitischen APT-Spitze in Form einer Punktdarstellung und einer Iso-Konzentrationsflächen-Darstellung (Iso-KF). Mit Hilfe der Iso-KF-Darstellung können Flächen mit gleicher Konzentration visualisiert werden, um Bereiche mit spezifischen Konzentrationen hervorzuheben. Anhand der lokalen Kohlenstoffkonzentrationen können die Phasen (Martensit und Austenit), Korn- bzw. Phasengrenzen und Karbide identifiziert werden und somit die Struktur des Stahls beschrieben werden.

Die APT-Spitze des martensitischen Gefüges zeigt Bereiche mit weitestgehend konstanter Kohlenstoffkonzentration, aber auch zahlreiche lokale Anreicherungen. In der Mitte der Spitze ist eine Linie mit erhöhter Kohlenstoffkonzentration zu erkennen. Dies deutet auf eine Korn- oder Phasengrenze hin. Die Korn- und Phasengrenzen sind aufgrund der deutlich erhöhten Kohlenstoffkonzentration zu erkennen und können in Iso-KF-Darstellung mit Konzentrationen von 4-7 At% gut hervorgehoben werden. In Abb. 5.54 ist rechts der Verlauf der Kohlenstoffkonzentration über diese Grenzschicht (innerhalb des eingezeichneten Zylinders) dargestellt. Die Grenze mit deutlich erhöhter Konzentration trennt zwei Bereiche mit nahezu konstanter aber unterschiedlicher Kohlenstoffkonzentration. Auch die vorliegenden Phasen in diesen Bereichen können durch ihre charakteristische Kohlenstoffkonzentration unterschieden werden. Auf der rechten Seite der Grenze wurde eine niedrigere mittlere Kohlenstoffkonzentration von ca. 0,26 Ma% gemessen, die der angelassenen martensitischen Phase ($c(C) \sim 0,15 - 0,3 \text{ Ma\%}$) zuzuordnen ist [184]. Die höhere Konzentration von ca. 0,58 Ma% im linken Korn deutet hingegen auf Restaustenit ($c(C) \sim 0,6 - 1,1 \text{ Ma\%}$) hin. Somit handelt es sich bei dieser Grenze um eine Phasengrenze.

Zusammenfassend zeigt die Analyse des Grundzustands angelassenen Martensit, vereinzelt Restaustenit und die dazwischenliegenden Korn- bzw. Phasengrenzen. Dies entspricht somit den Erwartungen aus der Wärmebehandlung. Die Sekundärkarbide werden aufgrund ihrer im Vergleich zum sehr kleinen Entnahmevolumen groben Verteilung nur selten detektiert.

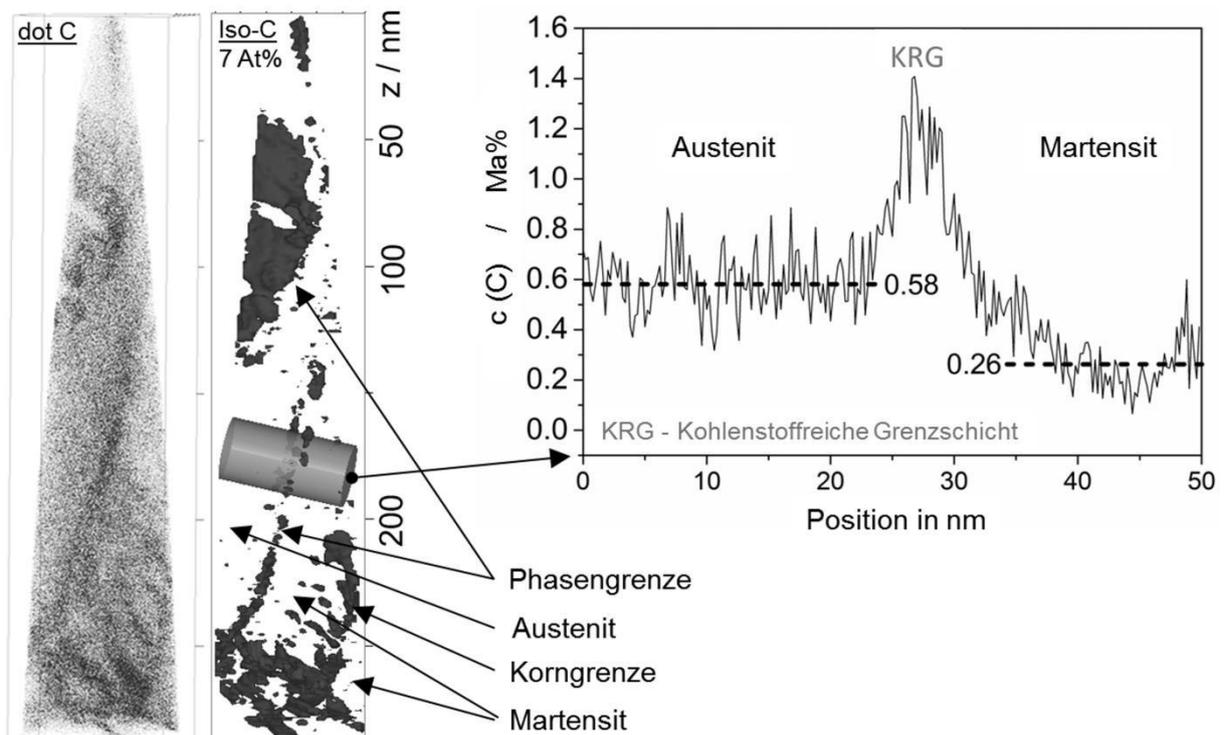


Abb. 5.54: Beispiel der charakteristischen Kohlenstoffverteilung im martensitischen Ausgangszustand in Punktdarstellung und Iso-KF-Darstellung (für 7 At% Kohlenstoff) und der Konzentrationsverlauf des Kohlenstoffs innerhalb des eingezeichneten Zylinders

In gleicher Weise kann auch der bainitische Grundzustand charakterisiert werden. Abb. 5.55 zeigt beispielhafte die Kohlenstoffverteilung innerhalb einer APT-Spitze in Punkt- und Iso-KF-Darstellung ($c(C) = 10 \text{ At\%}$). Die untersuchten APT-Spitzen des bainitischen Gefüges zeigen Ferritkörner, in denen fein verteilte lokale Kohlenstoffanreicherungen vorzufinden sind. Weiterhin sind die im Bainit fein verteilten Karbide anhand ihrer spezifischen Kohlenstoffkonzentration eindeutig zu identifizieren. Es wurde kein Restaustenit detektiert. Die Messungen sind in sehr guter Übereinstimmung mit der durch die Wärmebehandlung erzeugten Struktur eines unteren Bainits. Wie auch schon im martensitischen Zustand sind alle anderen Legierungselemente innerhalb der APT-Spitzen nahezu homogen verteilt und es sind keine weiteren Auffälligkeiten erkennbar.

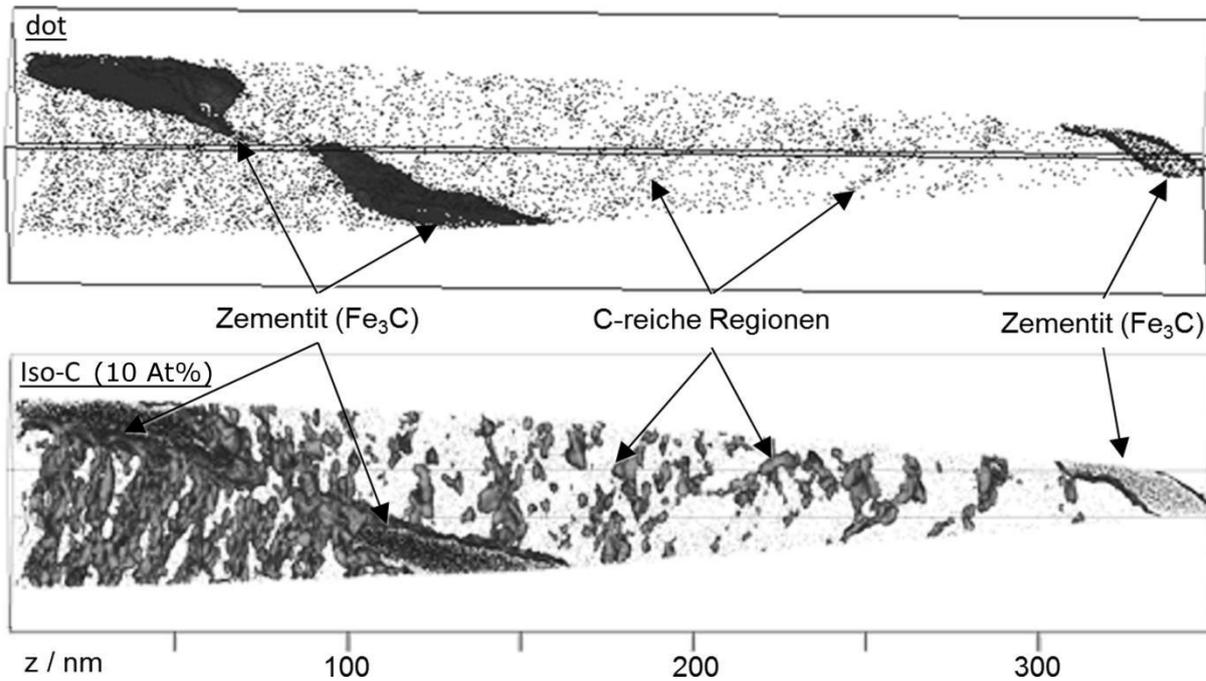


Abb. 5.55: Beispiel der charakteristischen Kohlenstoffverteilung im bainitischen Ausgangszustand in Punktdarstellung und Iso-KF-Darstellung des Kohlenstoffs für 10 At%

5.6.2. Fish-eye Bruchfläche

Zusätzlich zum Gefüge im Ausgangszustand wurden auch APT-Spitzen aus Fish-eye Bruchflächen von Proben ohne FGA Bildung präpariert und untersucht. Hier konnte im TEM keine signifikante Veränderung der Mikrostruktur beobachtet werden. Auch die APT-Messungen der aus der Bruchfläche entnommenen Spitzen zeigen keine Veränderungen im Vergleich zu den im Ausgangszustand untersuchten Spitzen. Sie zeigen auch nach der Ermüdung noch die gleichen charakteristischen Elementverteilungen, die zuvor beschrieben wurden.

5.6.3. FGA-Bruchfläche um Einschlüsse

Der Schwerpunkt der Untersuchungen liegt auf der Analyse der FGA Bruchfläche, um weitere Einblicke in die VHCF-Versagensmechanismen zu erhalten. Folglich wurden in diesem Bereich die meisten Spitzen untersucht. Vergleichbar zur den vorherigen Untersuchungen lässt sich die Mikrostruktur auch innerhalb der FGA sehr gut anhand der Kohlenstoffverteilung beschreiben. In Abb. 5.56 sind mehrere APT-Spitzen, die im Bereich der veränderten Mikrostruktur der FGA um einen Einschluss entnommen wurden, dargestellt. Aufgrund der geringen Korngröße sind oftmals mehrere Korngrenzen innerhalb einer APT-Spitze zu erkennen. Aufgrund des sehr geringen untersuchten Volumens innerhalb einer Spitze ist die tatsächliche lokale Korngröße jedoch nur schwierig abzuschätzen. Ob es sich bei den Korngrenzen um ggf. neu gebildete oder ursprüngliche Korngrenzen handelt, ist im Bereich der FGA unklar. Eine Unterscheidung ist zurzeit noch nicht möglich. Die Spitze in Abb. 5.56a besteht aus insgesamt 4 Körnern,

die aufgrund ihres Kohlenstoffgehalts der martensitischen und austenitischen Phase zuzuordnen sind. Es ist in diesem Bereich nicht auszuschließen, dass der detektierte Austenit durch die Beanspruchungen zu Martensit umgewandelt wurde. Hinweise hierauf wurden schon in den TEM Untersuchungen beobachtet. Die Gitterstruktur kann jedoch mit der Atomsonde nicht aufgelöst werden. Folglich kann hier nicht zwischen Restaustenit und umgewandeltem übersättigtem Martensit unterschieden werden. Die Messungen innerhalb der FGA Mikrostruktur zeigen weiterhin, dass keine vollkommen homogene Verteilung der Legierungselemente mehr vorliegt. So ist z.B. innerhalb der Spitze in Abb. 5.56a eine deutliche Reduktion der lokalen Chromkonzentration an der mittleren Korngrenze zu erkennen. Vergleichbare Konzentrationsschwankungen von Legierungselementen wurden weder im Ausgangszustand noch entlang des Fish-eyes beobachtet. Innerhalb der FGA sind auffallend viele Veränderungen der Elementverteilung verschiedener Legierungselemente zu beobachten. In Abb. 5.56b ist z.B. eine linienförmige Anreicherung von Chrom innerhalb eines Kornes zu beobachten, entlang der die Chromkonzentration deutlich erhöht ist. Die lokale Konzentration innerhalb der dort dargestellten Iso-Cr-KF beträgt zwischen $c(\text{Cr}) \approx 3\text{-}10 \text{ At}\%$. Weiterhin sind sehr feine Anreicherungen von Mangan erkennbar. Auch Bereiche mit lokal erhöhter Aluminiumkonzentration konnten detektiert werden (vgl. Abb. 5.56c).

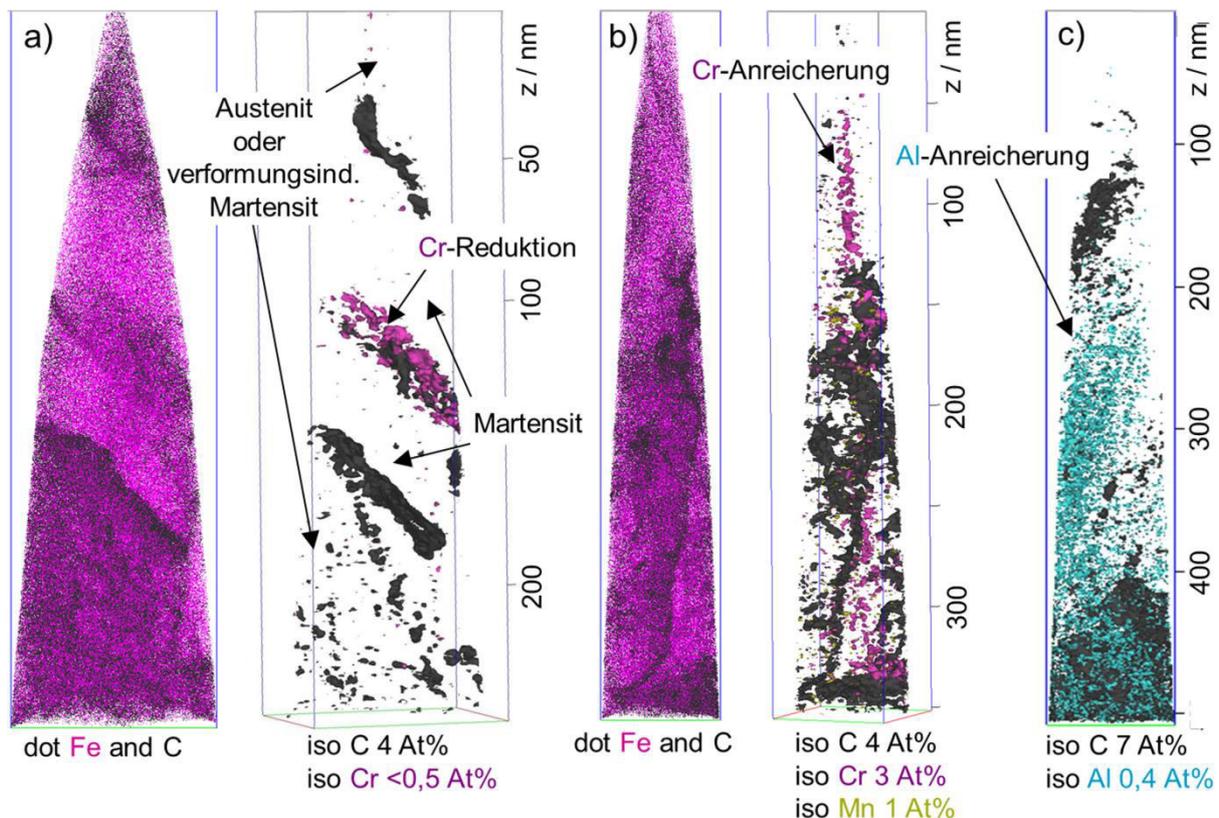


Abb. 5.56: APT-Spitzen im Bereich der FGA; a) Punktdarstellung für Fe und C (links) und Iso-KF-Darstellung für C und Cr (rechts), b) Punktdarstellung für Fe und C (links) und Iso-KF-Darstellung für C, Cr und Mn (rechts), c) Iso-KF-Darstellung für C und Al

Weiterhin sind vermehrt feine Ausscheidungen verschiedener Elemente im Bereich der FGA zu finden, die weder im Ausgangszustand noch im Bereich des Fish-eyes zu finden waren. Deren Größe variiert von wenigen Nanometern bis zu 50 nm. Abb. 5.57 zeigt eine der größeren beobachteten Ausscheidungen und weitere lokale Anreicherungen in deren Umgebung deutlich mit Hilfe der Iso-KF-Darstellung. Es handelt sich um eine aluminiumreiche Ausscheidung, die zusätzlich mit weiteren Elementen (Cr, Si, P) angereichert ist.

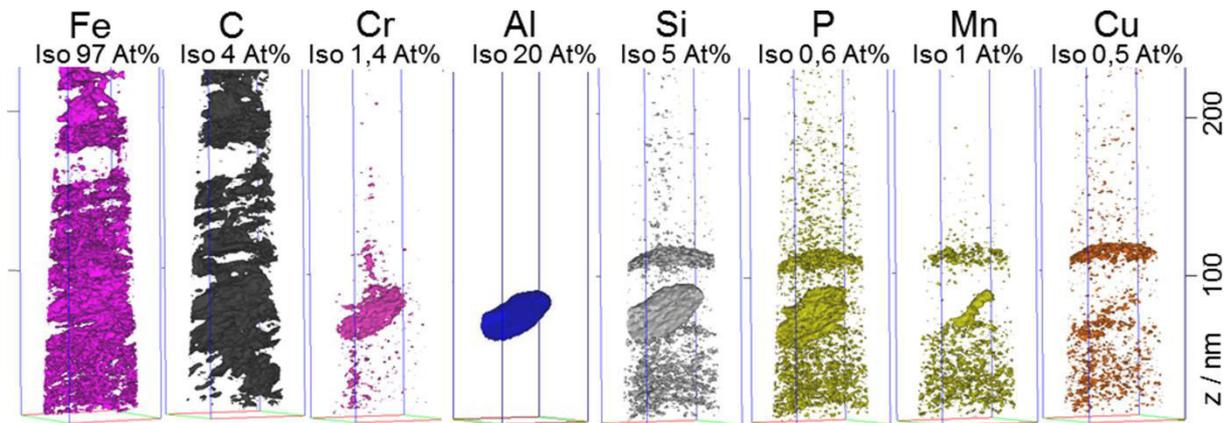


Abb. 5.57: Iso-KF-Darstellung verschiedener Elemente in einer APT-Spitze innerhalb der FGA

Die in Abb. 5.57 beobachtete Ausscheidung wurde im Detail analysiert. Abb. 5.58 zeigt die Verteilung der Elemente in der und um die Ausscheidung. Als Rand der Ausscheidung wurde die 20 At% Iso-Al-Konzentrationsfläche gewählt. Es ist zu erkennen, dass der Partikel aus Aluminium, Eisen und Silizium besteht. Die Konzentration von Chrom und Phosphor ist nur am Rand des Partikels erhöht. Zur Verdeutlichung wurden deren Konzentration um den Faktor 10 erhöht dargestellt. Diese Zusammensetzung entspricht keiner der beobachteten Einschlussarten. Solche Partikel sind bisher nur im Bereich der FGA gefunden worden.

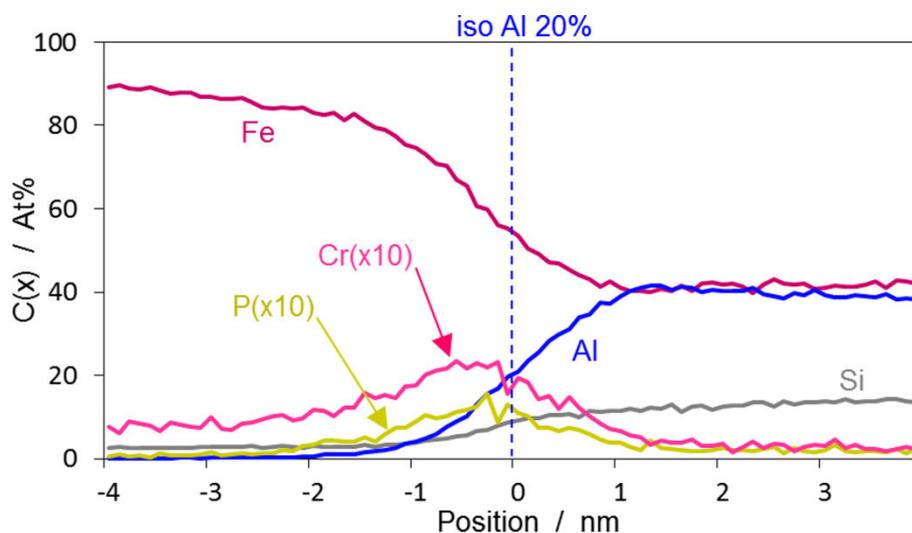


Abb. 5.58: Quantitative Elementverteilung am Rand der Ausscheidung; Mitte bei 20 At% Iso-Al

Da Wasserstoff in Bezug auf VHCF Rissinitiierung teils eine große Rolle zugeschrieben wird, wurde der Wasserstoffgehalt aller Spitzen bestimmt. Es ist anzumerken, dass im Rahmen der APT Untersuchungen keine erhöhte Wasserstoffkonzentration innerhalb der FGA um Einschlüsse im Vergleich zu Messungen des Grundzustandes oder des Fish-eyes gefunden wurden. Die Konzentration schwankt in allen Proben in einem Bereich von $c(\text{H}) \approx 0,2 - 0,8 \text{ At\%}$. Hierbei muss jedoch auch mit einbezogen werden, dass auch im UHV der APT-Kammer ($\sim 10^{-11} \text{ torr}$) der Wasserstoff im Restgas mitgemessen wird und die Messung beeinflusst.

5.6.4. FGA-Bruchflächen an künstlichen Defekten

Neben der FGA um Einschlüsse wurde auch die Mikrostruktur einer FGA um einen künstlichen FIB-Defekt untersucht. Auch hier ist keine homogene Verteilung der Legierungselemente zu beobachten. In allen untersuchten Spitzen konnten feine Anreicherungen und/oder Ausscheidungen detektiert werden. Abb. 5.59 zeigt mehrere APT-Spitzen, die aus der FGA um einen FIB-Defekt entnommen wurden, in einer Kombination aus Punktdarstellung des Kohlenstoffs (dot-C) mit unterschiedlichen Iso-Konzentrationsflächen.

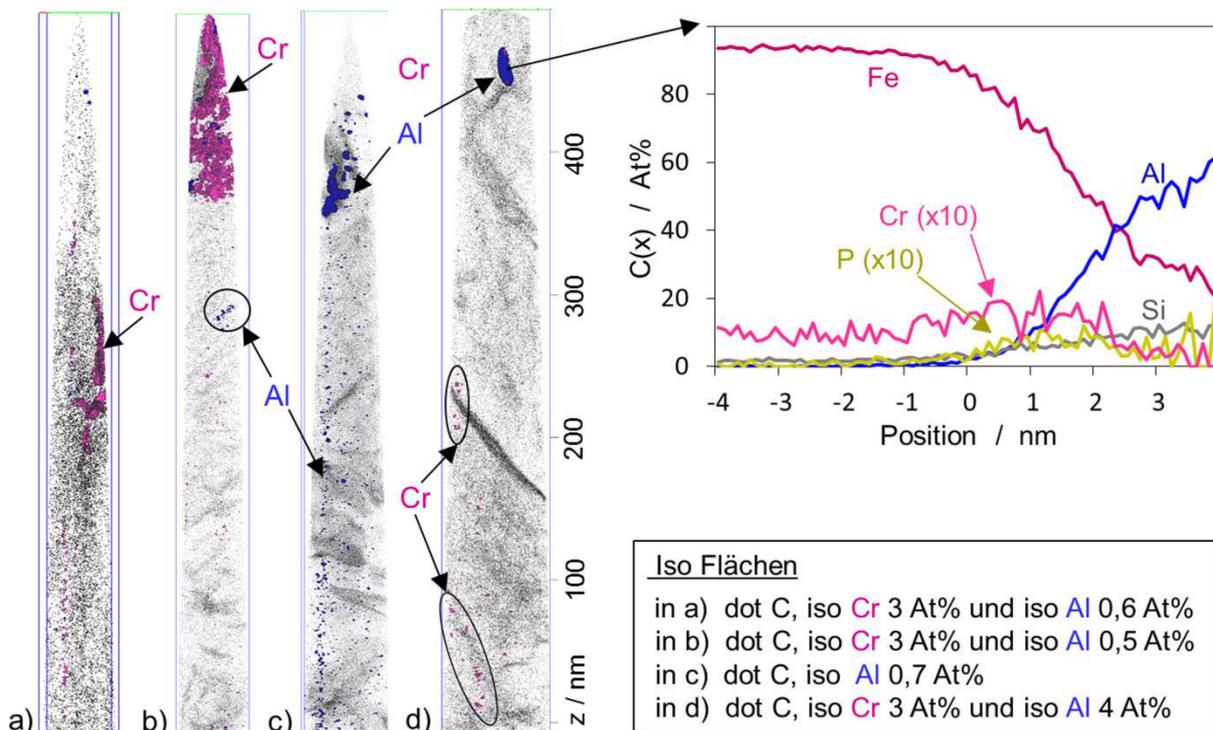


Abb. 5.59: vier APT-Spitzen (a-d) der FGA um einen FIB-Defekt; dot-C-Darstellung in Kombination mit unterschiedlichen Iso-Konzentrationsflächen; Elementverteilung um eine Al-Ausscheidung (rechts)

Auch in diesem Fall sind Bereiche mit Anreicherungen von Chrom und Aluminium mit unterschiedlichen Konzentrationen und Größen zu erkennen (siehe Abb. 5.59a-d). Die

Konzentration innerhalb der Iso Cr-KF Abb. 5.59a beträgt ca. 8 At% und übersteigt die im Ausgangszustand gemessene homogene Verteilung mit 1,7 At% deutlich. Auch feine Ausscheidungen konnten erneut detektiert werden (vgl. Abb. 5.59d). Rechts in Abb. 5.59 ist die Elementverteilung am Rand der in d) gezeigten Al-Ausscheidung dargestellt. In diesem Fall besteht der Partikel hauptsächlich aus Aluminium (~ 60 At%) mit geringeren Anteilen von Silizium (~ 10 At%) und Eisen (~ 20 At%). Prinzipiell sind die Ergebnisse vergleichbar zu den Messungen innerhalb der FGA um Einschlüsse und bestätigen die dort beobachteten Besonderheiten.

5.6.5. Diskussion

Die Mikrostruktur des Martensits und Bainits lässt sich im Rahmen der APT-Untersuchungen gut mit Hilfe der Kohlenstoffverteilung beschreiben. Phasen, Karbide und Korn- bzw. Phasengrenzen können aufgrund der lokalen Kohlenstoffkonzentration unterschieden werden. Sowohl im Grundzustand als auch im Bereich der Fish-eye Bruchfläche nahe eines Einschlusses sind alle anderen Legierungselemente nahezu homogen innerhalb der untersuchten Spitzen verteilt. Im Bereich der FGA hingegen gibt es deutliche Abweichungen von der homogenen Verteilung der Legierungselemente. Einige Elemente, wie z.B. Al, Cr, Si, Mn oder P, zeigen lokale Anreicherungen oder lokale Verarmungen. Auch feine Ausscheidungen mit stark erhöhten lokalen Konzentrationen sind im Bereich der FGA vermehrt anzutreffen. Da diese Veränderungen sowohl innerhalb der FGA um Einschlüsse als auch um einen künstlichen FIB-Defekt zu beobachten sind, jedoch nicht entlang der Fish-eye Bruchfläche um Einschlüsse oder im Ausgangszustand, müssen sie durch den VHCF-Ermüdungsprozess hervorgerufen worden sein. Von den im Stahl enthaltenen Legierungselementen, die Auffälligkeiten im Bereich der FGA zeigen, sind laut bekannter Phasendiagramme Al, Si und P in der Lage, intermetallische Phasen mit Eisen zu bilden [185]. Bei den beobachteten Ausscheidungen könnte es sich folglich z.B. um FeAl_2 bzw. FeSi handeln. Die Phosphorkonzentration hingegen reicht vermutlich nicht aus, um messbare intermetallische Phasen zu bilden.

In diesem Zusammenhang stellt sich die Frage, ob diese lokal stark erhöhten Konzentrationen durch eine Umverteilung der Legierungselemente innerhalb der FGA hervorgerufen werden, oder ob sich die FGA durch Elemente aus ihrer Umgebung anreichert. Hierzu müssen die Konzentrationen der Legierungselemente innerhalb der Spitzen der verschiedenen untersuchten Bereiche statistisch untersucht werden. Dazu können die Mittelwerte der Konzentrationen $c_{m,APT}(x)$ aller Spitzen für jeden untersuchten Bereich ermittelt und miteinander verglichen werden. Zusätzlich werden die ermittelten durchschnittlichen Konzentrationen jedes Bereichs mit den jeweiligen Konzentrationen entsprechend der Werkstoffanalyse des Hersteller $c_{Analyse}(x)$ in Tab. 3.1 normiert. Diese Ergebnisse sind mit der jeweiligen Standardabweichung in Abb. 5.60 dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass die normalisierten Mittelwerte der verschiedenen Bereiche für alle Elemente keinen systematischen signifikanten Unterschied aufweisen. Lediglich die Werte für Schwefel zeigen eine deutliche Steigerung der Mittelwerte

für alle Gruppen. Allerdings ist die sehr geringe Schwefelkonzentration bei einer normalisierten Darstellung sehr sensitiv auf kleinste Veränderungen von tausendstel Prozent. Daher sollten diese Werte nicht überinterpretiert werden. Da kein Bereich systematisch erkennbare Veränderung der gemittelten Elementkonzentration aufweist und das Verhältnis $c_{m,APT(x)}/c_{Analyse(x)} \approx 1$ beträgt, ist eine Anreicherung der FGA mit Elementen aus seiner Umgebung auszuschließen. Die teilweise deutlich erhöhte Standardabweichung hingegen ist ein klares Zeichen, dass die lokale Streuung der Elementkonzentration deutlich zunimmt und lässt somit auf eine Umverteilung und lokale Anreicherung innerhalb der FGA schließen.

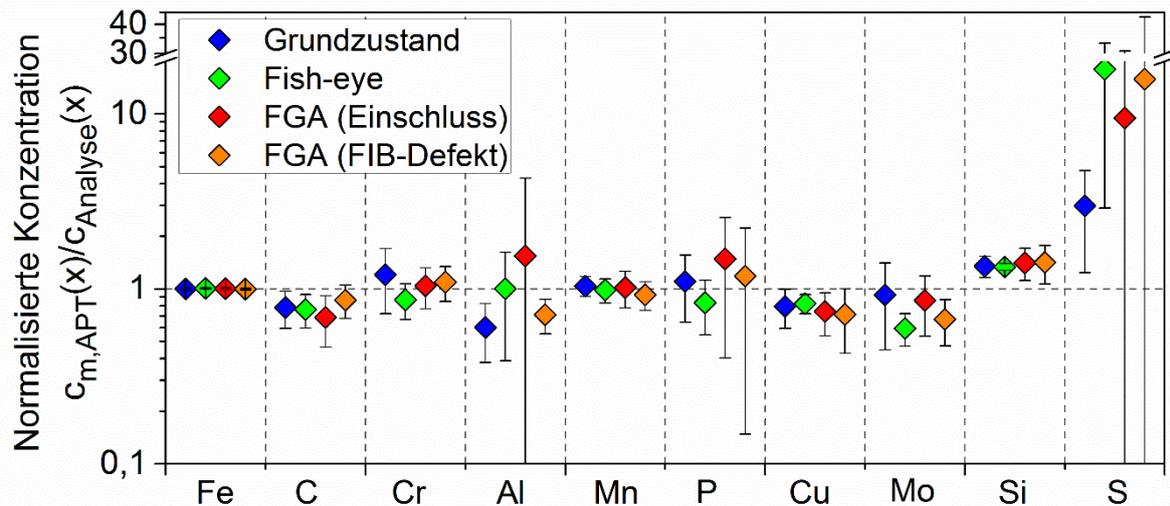


Abb. 5.60: Normalisierte Mittelwerte und Standardabweichungen der mit APT gemessenen Elementkonzentration der verschiedenen charakteristischen Bereiche

Hierbei stellt sich zuerst die Frage, wie diese Anreicherungen, Verarmungen und Ausscheidungen während der Ermüdung entstehen können. Vergleichbare Beobachtungen von Anreicherungen und Ausscheidungen bei der Entstehung von feinkörnigen Strukturen wurden in der Literatur bereits beschrieben.

So wird z.B. bei der Bildung von feinkörnigen Gefügen durch Severe Plastic Deformation (SPD) die Segregation verschiedener Legierungselemente an Korngrenzen detektiert [186]. Die hierbei gebildeten Korngrenzen mit einer sehr hohen Dichte von Versetzungen und Gitterverzerrungen begünstigen die Ausscheidung von Legierungselementen mit hohen lokalen Konzentrationen. Abramova et al. [187] detektiert in hochverformtem austenitischen Stahl die Ausscheidung von Mo, Cr und Si an Korngrenzen. Im Gegensatz zu den VHCF-Ermüdungsvorgängen werden diese Phänomene bei Severe Plastic Deformation durch erhöhte Prozesstemperaturen beeinflusst, die die Diffusion und Segregation von Legierungselementen zusätzlich begünstigen. Auch wenn bei den Ermüdungsversuchen durch Kühlung der Probe und die gepulste Beanspruchung die Erwärmung der Proben bestmöglich begrenzt wird, sind die lokalen Temperaturen im Bereich der plastischen Zone im Inneren des Werkstoffs unbekannt und könnten lokal deutlich erhöht sein.

Vergleichbare Beobachtungen wurden von Kang et al. [188, 189] und Li et al. [190, 191] bereits bei der Untersuchung von ebenfalls sehr feinkörnigen White-etching-cracks (WEC), die unter

Wälzbeanspruchung in hochfesten Stählen auftreten, beschrieben. Li et al. untersuchen nur die Anreicherung von Kohlenstoff an Korngrenzen und beobachten innerhalb der WEC sehr hohe Anreicherungen von bis zu 10 At%. Die besonders hohen Kohlenstoffkonzentrationen an Korngrenzen innerhalb der WEC könnten zusätzlich auf die Auflösung von Karbiden durch plastische Deformation zurückzuführen sein, welche den Kohlenstoffgehalt im Gefüge zusätzlich erhöht. Kang et al. beobachten auch Anreicherung von Kohlenstoff innerhalb der Körner und eine Anreicherung von Silizium an den Korngrenzen innerhalb des feinkörnigen Gefüges der WEC. Auch Schwankungen der lokalen Chromkonzentration konnten detektiert werden. Dies könnte darauf zurückzuführen sein, dass bestimmte Elemente bevorzugt in das verzerrte Gitter um Versetzungen diffundieren und sich dann bei der Bildung von Versetzungszellen an den Zellwänden anreichern.

Ein vergleichbarer Mechanismus wäre auch im Falle der FGA-Bildung denkbar. Im Allgemeinen können sowohl interstitiell als auch substitutionell gelöste Elemente mit Gitterdefekten, wie Versetzungen oder Korngrenzen, interagieren und sich in diesen verzerrten Gitterbereichen anreichern [192-195]. Anreicherungen von vielen verschiedenen Legierungselementen (C, B, Si, Cu, P, Nb, W) an Versetzungen in Stahl konnten mittels APT nachgewiesen werden. Bei niedrigen aufgebrachtten Kräften kann die Versetzung sich nicht von dieser Atmosphäre (Cottrell-Wolke) losreißen und die Atome in ihrer Umgebung wandern mit der Versetzung [193]. Eine vergleichbare Wechselwirkung zwischen sich bewegenden Versetzungen und im Gitter gelösten Atomen wurde z.B. von Wang et al. [196] simuliert. Entscheidend ist hierbei, dass sich die Versetzungen langsam genug bewegen, um die Atome mitziehen zu können oder dass die Diffusionsgeschwindigkeit erhöht ist, sodass die Atome mit der beweglichen Versetzung schritthalten können. Durch diesen Mechanismus wäre es denkbar, dass die intensive anhaltende Versetzungsbewegung bei VHCF-Beanspruchung und eine hohe Versetzungsdichte lokal zu hohen Konzentrationen von Legierungselementen führen könnten. Durch die hohe Versetzungsdichte im Material und die andauernde Versetzungsbewegung innerhalb der plastischen Zone am VHCF-Riss wären die Grundvoraussetzungen hierfür gegeben. Begünstigende Faktoren, wie höherer Verformungsgrade und erhöhte Temperaturen, die im Falle der SPD und der WEC Bildung zu Anreicherungen von Legierungselementen führen, könnten bei der FGA-Bildung durch hochzyklische lokale plastische Verformung ausgeglichen werden. Aber auch lokal erhöhte Temperaturen in der plastischen Zone, die die Diffusionsgeschwindigkeit der Atome erhöhen, sind nicht völlig auszuschließen. Es ist vorstellbar, dass mit ausreichender Zeit die Legierungselemente von den Versetzungen, wie durch einen Besen in versetzungsreiche Bereiche (Versetzungsbündel, Zellwände) „zusammengekehrt“ werden. Sollten die lokalen Konzentrationen der Legierungselemente ausreichend hoch sein, ist dann auch die Bildung von intermetallischen Phasen denkbar. Eine vermehrte Auflösung von den im Gefüge verteilten kugeligen Karbiden im Bereich der FGA ist nicht festzustellen. Vereinzelt konnten im Rahmen dieser Arbeit Karbide innerhalb der FGA beobachtet werden. Doch weder die Auflösung noch der Zerfall von Karbiden oder deutlich erhöhte Kohlenstoffkonzentrationen an den Korngrenzen im Bereich der FGA wurden beobachtet. Lediglich die Auflösung der in den Bainitnadeln fein verteilten Karbide wäre vorstellbar, konnte aber auch nicht nachgewiesen werden.

6. Rissinitiierungsmechanismus im VHCF-Bereich

In Kapitel 5.4.4 wurden bereits die verschiedenen in der Literatur beschriebenen Modelle zur VHCF-Rissinitiierung bezüglich ihrer Übereinstimmung mit den ermittelten Untersuchungsergebnissen diskutiert. Diese Modelle sind nicht in der Lage, alle hier beobachteten Charakteristika der VHCF-Rissinitiierung vollständig zu erfassen. Die beste Übereinstimmung zeigt der Ansatz von Grad [8]. Basierend auf allen Untersuchungsergebnissen wird im Folgenden ein Rissinitiierungsmechanismus formuliert, der auf der von Grad vorgestellten Idee aufbaut und diese weiter präzisiert. Aus bruchmechanischer Sicht lässt sich das Auftreten von VHCF-Versagen des hochfesten Stahls 100Cr6 klar eingrenzen. Grundsätzlich wird VHCF-Rissinitiierung erst beobachtet, wenn keine Rissausbreitung entsprechend der Langrissbruchmechanik möglich ist. Liegt an einem nichtmetallischen Einschluss ein Spannungsintensitätsfaktor $K_{I,max} < K_{th}$ vor, ist eine Langrissausbreitung nicht möglich und der Mechanismus der FGA-Bildung kommt zum Tragen. Wie das Risswachstum im Bereich der FGA abläuft, wird, wie in Kap. 2.3.1 beschrieben, noch immer kontrovers diskutiert. Unter der Annahme, dass der Einschluss bereits als Riss gewertet wird, ist die Risslänge bei VHCF-Rissen deutlich größer als die Mikrostruktur und die plastische Zone. Daher entspricht der Riss nicht den Definitionen eines kurzen Risses. Die Untersuchungen der Rissausbreitung im Bereich der FGA in Kap. 5.5 zeigen zudem kein typisches Ausbreitungsverhalten eines Kurzrisses. Wenn im Grundzustand weder Lang- noch Kurzrissausbreitung für das VHCF-Versagen verantwortlich sind, ist demnach davon auszugehen, dass die mit der FGA-Bildung verbundene Mikrostrukturveränderung verantwortlich für die VHCF-Schädigung sein muss. Die Untersuchungsergebnisse in Kap. 5.4 haben bereits gezeigt, dass die veränderte Mikrostruktur mit der Größe der zyklischen plastischen Zone korreliert. Daher ist es naheliegend, dass die Mikrostrukturveränderung durch lokale zyklische plastische Verformung hervorgerufen wird. Ist also keine Versetzungsbewegung um einen Einschluss mehr möglich, kann auch keine VHCF-Schädigung durch FGA-Bildung auftreten. Wie bereits in Kapitel 5.3 gezeigt, wird der Mechanismus der Rissinitiierung mittels FGA-Bildung bei einer Grenzlastspielzahl $N_G = 10^9$ nur bis zu einem minimalen Spannungsintensitätsfaktor von ungefähr $2 \text{ MPam}^{1/2}$ beobachtet. Dies ist in guter Übereinstimmung mit dem von Weertman postulierten Schwellenwert $K_{th,Weertman} \approx 2,1 \text{ MPam}^{1/2}$ für die Emittierung von Versetzungen an einer Rissspitze. Daher lässt sich der Bereich der Rissinitiierung mittels FGA und somit das VHCF-Versagen bruchmechanisch wie folgt einschränken:

$$K_{th,Weertmann} < K_{I,max,VHCF} < K_{th} \quad (6.1)$$

Demnach ist allgemein im Bereich der FGA-Bildung Versetzungsbewegung und -emittierung am Einschluss und an der Rissspitze des FGA-Risses möglich und es bildet sich eine plastische Zone aus. Diese ist jedoch klein im Vergleich zur Mikrostruktur des

hochfesten Stahls und reicht nicht aus, um Langrissausbreitung zu ermöglichen. Nach dem Ansatz von Navarro und De Los Rios [197] z.B. müsste die Größe der plastische Zone mindestens die Korngröße übersteigen, um zu Langrissausbreitung führen zu können. Die VHCF-Rissinitiierung wird zusätzlich in ihrem Wirkungsbereich durch einen Schwellenwert $K_{th,FGA}$ begrenzt, der von der Defektgröße abzuhängen scheint (siehe Kapitel 5.3.3). Es bleibt jedoch bisher noch unklar, wodurch dieser Schwellenwert bestimmt wird. Es wäre denkbar, dass entweder keine ausreichende Feinkornbildung stattfindet oder dass trotz Feinkornbildung keine Rissausbreitung möglich ist. Es ist auch nicht auszuschließen, dass der Schwellenwert $K_{th,FGA}$ sich mit steigender Lebensdauer noch verändert. $K_{th,FGA}$ wurde experimentell bestimmt und ist daher nur bis zur verwendeten Grenzlastspielzahl $N_G = 10^9$ Zyklen gültig.

Basierend auf den Ergebnissen dieser Arbeit wird im Folgenden der VHCF-Schädigungsmechanismus mit Hilfe eines plastizitätsbasierten Ansatzes beschrieben. In Abb. 6.1 ist schematisch ein runder Einschluss im Gefüge eines hochfesten Werkstoffs dargestellt, der bei einer Beanspruchung $K_{I,max} > K_{th,FGA}$ zu FGA-Bildung und zu VHCF-Versagen führen wird. Dies stellt den Ausgangszustand des Ermüdungsprozesses dar. Aufgrund der Kerbwirkung liegt am Einschluss bei Beanspruchung eine Spannungsüberhöhung vor. Unter zyklischer Beanspruchung bildet sich daher eine zyklische plastische Zone um den Einschluss aus. Innerhalb der plastischen Zone wird aufgrund der hochzyklischen wechselnden Beanspruchung und der höheren Reversibilität der plastischen Verformung im Inneren bzw. im Vakuum kontinuierlich die Versetzungsstruktur verändert. Da im Vakuum keine Lokalisierung der plastischen Verformung in einzelnen Gleitsystemen stattfindet, sondern mehrere Gleitsysteme in der plastischen Zone aktiv sind, wird die Bildung von Versetzungsstrukturen begünstigt. Bei ausreichend langer Beanspruchung werden sich durch die statistische Versetzungsbewegung energetisch günstige und daher stabile Versetzungsstrukturen in Form von Versetzungszellen bilden (vgl. Abb. 6.1 rechts). Ein Modell zur Bildung von Versetzungszellen basierend auf stochastischer Versetzungsdynamik wurde z.B. von Hähner [198] vorgestellt. Nach Kuhlmann-Wilsdorf [199] und Laird et al. [200] handelt es sich bei Versetzungszellen um eine energiearme Versetzungsstruktur (low energy dislocation structure, LEDS), die sich demnach unter Beanspruchung bevorzugt ausbildet. Begünstigende Faktoren sind hierbei wellige Gleitung in Verbindung mit hohen plastischen Dehnungsamplituden und daraus resultierender Aktivierung mehrerer Gleitsysteme [29, 201]. Diese Bedingungen sind lokal in der plastischen Zone gegeben und werden durch Vakuumbedingungen begünstigt. Dieses Phänomen der Zellen- und Subkornbildung wurde sowohl für Martensit [202] als auch für Bainit [180] bei hohen Beanspruchungen im LCF-Bereich bereits beobachtet. Auch in Verbindung mit Kaltverfestigung in Stahl wird die Bildung von Versetzungszellen beschrieben. Hierbei zeigt sich eine Abnahme der Größe der Versetzungszellen mit steigendem Verformungsgrad [203]. Es scheint jedoch eine Grenze für die minimale Zellengröße zu existieren. Auch bei VHCF-Ermüdung wurde bei Kohlenstoffstahl C50 bereits die Bildung

von Versetzungszellen und Subkörnern bei hohen Lastspielzahlen beobachtet [204]. Jedoch treten dort die Bildungsmechanismen nicht spezifisch an Einschlüssen auf und sind auch nicht versagensrelevant. Im Falle von VHCF-Rissinitiierung an Einschlüssen in hochfesten Stählen können solche Vorgänge jedoch nur stark lokalisiert innerhalb der plastischen Zone am Einschluss bzw. vor der Rissspitze des FGA Risses ablaufen. Eine solche lokalisierte Bildung von Versetzungszellen vor der Rissspitze wurde ebenfalls bereits in der Literatur beschrieben [205]. Die theoretische minimale Zellengröße korreliert hierbei mit der anliegenden Schubspannung τ und kann mit Hilfe des Schubmoduls $G = 80000 \text{ MPa}$, des Burgersvektors $b = 0,25 \text{ nm}$, $\alpha/m = 0,5$ und bei Vernachlässigung der Reibspannung τ_0 wie folgt berechnet werden [206]:

$$d_{\text{zelle}} = \frac{\left(10 \frac{\alpha}{m}\right) G b}{\tau - \tau_0} \quad (6.2)$$

Unter der Annahme, dass innerhalb der plastischen Zone mindestens die Streckgrenze überschritten wird, ergibt sich vereinfacht für einachsige Beanspruchung und $\tau = 1/2 \cdot R_e$ eine obere Grenze der Versetzungszellengröße von $d_{\text{zelle}} \approx 105 \text{ nm}$. Dies ist in der Größenordnung der innerhalb der FGA beobachteten neu gebildeten Körner. Die hochzyklische Verformung führt durch kontinuierliche Versetzungserzeugung und -bewegung zu einer Dehnungsakkumulation in der plastischen Zone und zunehmender Anreicherung von Versetzungen in den Zellwänden. Die im Rahmen der APT-Untersuchungen beobachteten Veränderungen der lokalen chemischen Zusammensetzung innerhalb der FGA sind höchstwahrscheinlich ein Nebeneffekt der intensiven plastischen Verformung und Mikrostrukturveränderung. Die Ausscheidung von im Gitter gelösten Atomen könnte allerdings auch zusätzlich die Versetzungsmobilität aufgrund der reduzierten Mischkristallverfestigung erhöhen und dadurch einen verstärkenden Effekt haben.

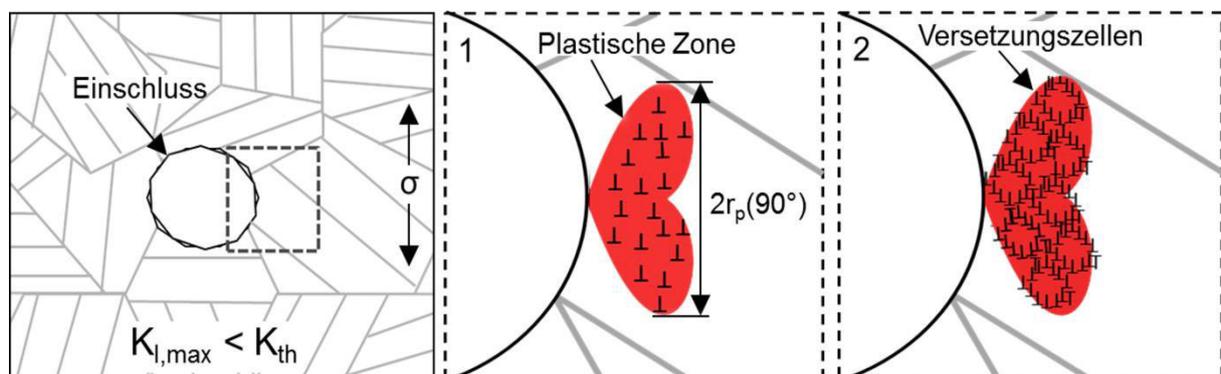


Abb. 6.1: Schematischer VHCF-Rissinitiierungsmechanismus an einem nichtmetallischen Einschluss im Gefüge; Ausgangszustand (links), plastische Zone am Einschluss (Mitte), Bildung von Versetzungszellen innerhalb der plastischen Zone (rechts)

Wenn eine kritische Anzahl an Versetzungen in den Zellwänden erreicht wird, führt Neuordnung und Auslöschung von Versetzungen innerhalb der versetzungsreichen Zellwände somit lokal zur Subkornbildung im Bereich der plastischen Zone (vgl. Abb. 6.2 links), vergleichbar zu Mechanismen, die bereits für Bildung von feinkörnigen Gefügen durch Severe Plastic Deformation beschrieben wurden [207, 208]. Auslöschung von Versetzungen in den versetzungsreichen Zellwänden führt zu einem Abbau der elastischen Energie innerhalb der Versetzungsstrukturen und zur Rotation der Versetzungszelle. Dies führt letztlich zu Misorientierungen zwischen den Versetzungszellen, die dann Großwinkelkorngrenzen entsprechen. Da dieser Prozess nur innerhalb der plastischen Zone ablaufen kann, korreliert die Größe der FGA mit der Größe der lokalen plastischen Zone, wie in Kapitel 5.4.3 beschrieben.

Mit der Verringerung der lokalen Korngröße sinkt auch lokal der Widerstand gegen Ausbreitung eines langen Risses, wie bereits in Kapitel 5.4.4 beschrieben. Dies ist auf eine bereits in Kapitel 2.5 beschriebene Abnahme der Risschließeffekte mit sinkender Korngröße zurückzuführen. Sobald also die Korngröße und somit der lokale Schwellenwert $K_{th, Feinkorn}$ so stark verringert wurde, dass er den lokalen Spannungsintensitätsfaktor unterschreitet und somit Rissausbreitung im feinkörnigen Bereich möglich ist, wächst der Riss durch das neu gebildete Feinkorn, bis er an der ursprünglichen Mikrostruktur wieder gestoppt wird (vgl. Abb. 6.2 Mitte). Da im Moment der lokalen Rissausbreitung die Feinkornbildung abgeschlossen ist, ergibt sich die in Kapitel 5.4.4 beschriebene grobe Korrelation der Korngröße mit den in der Literatur beschriebenen Schwellenwerten feinkörniger Materialien und somit tendenziell eine Zunahme der Korngröße mit steigender Risslänge. An der gestoppten Risspitze wiederholt sich der Prozess der lokalen Feinkornbildung durch zyklische plastische Verformung erneut, bis wieder lokale Rissausbreitung möglich ist (vgl. Abb. 6.2 rechts). Es ist jedoch auch denkbar, dass sich der Riss bei günstigen Bedingungen in einzelnen Körnern wie ein kurzer Riss ausbreiten kann und bei perfekt ausgerichteten Gleitsystemen lokal auch mittels Einfachgleitung wächst. Hinweise darauf konnten jedoch nur im Rahmen der EBSD Untersuchung gefunden werden. Dies scheint daher nur selten der Fall zu sein und ist nicht der dominante Ausbreitungsmechanismus.

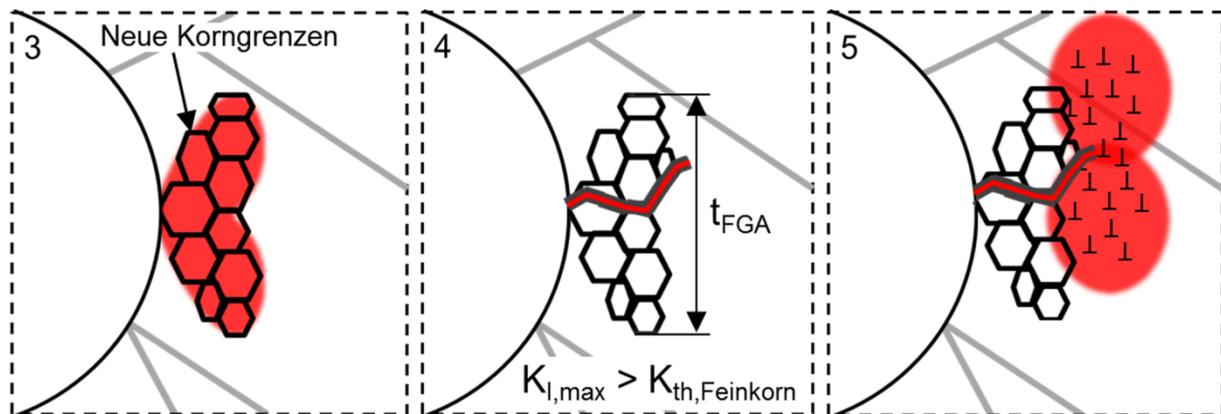


Abb. 6.2: Schematischer VHCF-Rissinitiierungsmechanismus an einem nichtmetallischen Einschluss im Gefüge; Bildung neuer Subkörner aus den Versetzungszellen (links), lokale Rissausbreitung (Mitte), Wiederholung der Schritte 1-4 der FGA-Bildung (rechts)

Durch wiederholte Feinkornbildung innerhalb der plastischen Zone, gefolgt von lokaler Rissausbreitung, wächst der Riss schrittweise durch die Mikrostruktur. Dies ist schematisch in Abb. 6.3 dargestellt, um an diesem Beispiel die Ausbreitung der FGA zu erläutern. Unter Vernachlässigung der Mikrostruktur ergibt sich eine annähernd ringförmige Zone am Defekt bzw. der Rissfront, in der die FGA-Bildung und Rissausbreitung stattfindet. Sie wird durch die Größe der lokalen plastischen Zone r_p vor der Risspitze bestimmt, in der die Ermüdungsvorgänge des jeweiligen Schrittes ablaufen. Daher beträgt die Schrittweite ca. die Größe der plastischen Zone vor der Risspitze r_p . In Abb. 6.3 sind schematisch die plastischen Zonen (rot) für die Schritte 3 und 5 eingezeichnet, deren Größe mit steigender Risslänge zunimmt.

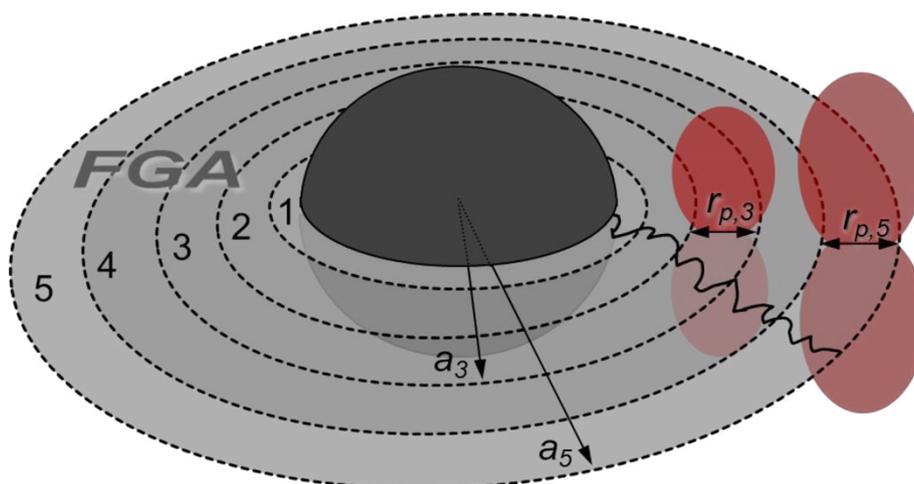


Abb. 6.3: Schematische schrittweise FGA-Ausbreitung um einen kugelförmigen Oxideinschluss

Die für jeden Schritt benötigte Zyklenzahl ergibt sich aus der Summe der Zyklenzahlen für die Bildung des feinkörnigen Gefüges, der Rissinitiierung und der lokalen Rissausbreitung. Die Ausbildung der Versetzungsstrukturen und schlussendlich der neuen Korngrenzen wird in jedem einzelnen Schritt den größten Teil der pro Schritt

benötigten Zyklenzahl ausmachen. Die Summe aller Schritte (z.B. 1-5 im Beispiel in Abb. 6.3), die zur Bildung der gesamten FGA und somit zur Initiierung des ausbreitungsfähigen Fish-eye Risses mit der Anfangsrislänge a_5 nötig ist, ergibt nahezu die Gesamtlebensdauer. An der Spitze des Risses mit der Rislänge a_5 wird der Langrisswellenwert K_{th} überschritten und der Riss breitet sich ab diesem Punkt vergleichsweise schnell ohne Mikrostrukturveränderung als Fish-eye Riss aus und führt zum Versagen. Abb. 6.4 zeigt schematisch die final gebildete FGA zum Zeitpunkt der Initiierung des Langrisses mit allen im Rahmen der Untersuchungen beobachteten Besonderheiten der FGA.

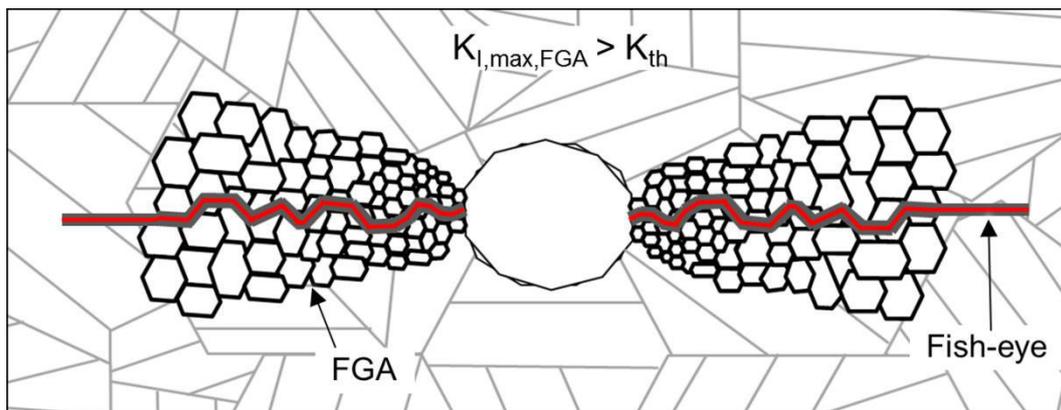


Abb. 6.4: Schematische Darstellung der voll ausgebildeten FGA um einen globaleren Einschluss bei Initiierung eines ausbreitungsfähigen Fish-eye Risses

7. Zusammenfassung

Das Ermüdungsverhalten hochfester Stähle wird vor allem durch intrinsische Defekte, wie nichtmetallische Einschlüsse, bestimmt. Bei hohen Beanspruchungen erfolgt die Rissinitiierung an der Oberfläche der Proben und das Versagen tritt bei niedrigen Bruchlastspielzahlen $N_B < 10^5$ auf. Mit sinkender Beanspruchung findet ein Wechsel der Rissinitiierungsorte hin zu inneren Einschlüssen statt. Dies ist mit einer Zunahme der Lebensdauer verbunden. Jedoch kann keine Dauerfestigkeit beobachtet werden und Ermüdungsversagen tritt auch noch bei sehr hohen Zyklenzahlen bis zu 10^9 Zyklen im VHCF-Bereich auf. Im Falle von VHCF-Versagen wird auf Ermüdungsbruchflächen eine charakteristische feinkörnige Zone (FGA) im Bereich der schadensauslösenden Einschlüsse detektiert, die für die späte Rissinitiierung verantwortlich ist. Der zugrunde liegende Bildungsmechanismus ist daher ursächlich für den Verlust der Dauerfestigkeit in hochfesten Stählen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde daher das VHCF-Ermüdungsverhalten systematisch eingehender untersucht, um den Rissinitiierungsmechanismus zu entschlüsseln. Nur durch ein umfangreiches Verständnis der Mechanismen können Maßnahmen zur Verbesserung des Ermüdungsverhalten abgeleitet werden. Ein zentrales Ziel war hierbei die erstmalige Untersuchung von VHCF-Rissen vor dem schlussendlichen Versagen, da die bloße Analyse der Bruchflächen nach dem Versagen nicht alle offenen Fragen klären kann und zu keiner zweifelsfreien Klärung des VHCF-Schädigungsmechanismus geführt hat. Lediglich die Analyse von Frühstadien der Ermüdung verspricht neue Erkenntnisse, die zum Verständnis des Versagens beitragen können. Ein weiterer Schwerpunkt lag darin, die Grenzen der Beanspruchung, die zur Schädigung führt, zu bestimmen und somit eine Basis für eine sichere Bauteilauslegung im VHCF-Bereich zu schaffen.

Hierzu wurden Ultraschallermüdungsversuche mit dem hochfesten Stahl 100Cr6 in martensitischem und bainitischem Gefügestand bei einem Lastverhältnis von $R = -1$ durchgeführt. Zusätzlich wurden neue Methoden verwendet, um tiefere Einblicke in die VHCF-Ermüdung hochfester Stähle zu erhalten. Zur Nachstellung des VHCF-Versagens im Inneren des Werkstoffes unter definierten und in situ beobachtbaren Bedingungen wurden Versuche mit künstlichen Oberflächendefekten im Vakuum durchgeführt. Rissinitiierung erfolgte stets entweder an nichtmetallischen Einschlüssen oder falls vorhanden an künstlichen Defekten. Versuche mit künstlichen Defekten führen bei Versuchsführung im Vakuum, genau wie Einschlüsse im Inneren, auch bei sehr hohen Lastspielzahlen bis 10^9 Zyklen noch zu Ermüdungsversagen. Die Bruchflächen bei Rissinitiierung an inneren Einschlüssen und an künstlichen Defekten im Vakuum zeigen eine vergleichbare Morphologie mit dem charakteristischen rauen FGA-Bereich gefolgt von einer sehr glatten Bruchfläche im Bereich des Fish-eyes. Bruchmechanische Analysen zeigen gute Vergleichbarkeit der Versuchsergebnisse mit Versagen an inneren Einschlüssen und künstlichen Defekten im Vakuum. In beiden Fällen tritt VHCF-Versagen mit FGA-Bildung auf, sobald der Schwellenwert des Spannungsintensitätsfaktors für

Ausbreitung langer Risse K_{th} am Einschluss bzw. Defekt unterschritten wird. Weiterhin entspricht der Spannungsintensitätsfaktor am Rand der FGA in etwa K_{th} , sodass das Ende der FGA Bildung in beiden Fällen die Initiierung eines ausbreitungsfähigen langen Risses darstellt. Zu beobachten ist jedoch, dass die Einbringung von Defekten mittels Kurzpulslaserverfahren zu einer leichten Erhöhung des Schwellenwertes K_{th} führt. Dies ist vermutlich auf das Herstellungsverfahren zurückzuführen.

Um Schwellenwerte des Spannungsintensitätsfaktors für VHCF-Rissinitiierung abzuleiten, wurden Proben, die die Grenzlastspielzahl erreichten, erneut geprüft bis Versagen eintrat. Mehrere solcher Versuche erlaubten schließlich einen Schwellenwert des Spannungsintensitätsfaktors für VHCF-Rissinitiierung bis 10^9 Lastspiele abzuleiten, der von der Defektgröße abhängt. Die Einschlussart spielt keine Rolle, wirkt sich jedoch auf die Lebensdauer bei gleichem Spannungsintensitätsfaktor aus. Aber auch hier ist ein Größeneinfluss nicht völlig auszuschließen. Die Ermüdungsergebnisse mit FIB-Defekten sind in Einklang mit dem für Einschlüsse ermittelten VHCF-Schwellenwert.

Tiefergehende Untersuchungen der Bruchflächen mittels TEM zeigen zudem gute Übereinstimmung der Mikrostruktur im Bereich der verschiedenen Bruchflächenbereiche für Rissinitiierung an künstlichen Defekten im Vergleich zu inneren Einschlüssen. In beiden Fällen ist eine deutliche Verringerung der Korngröße im Bereich der FGA festzustellen, die nur in diesem Bereich auftritt. Da sowohl bruchmechanische als auch mikrostrukturelle Analysen gute Vergleichbarkeit der Versuchsergebnisse zeigen, treten folglich die gleichen Mechanismen für VHCF-Versagen auf und eine gezielte Nachstellung des VHCF-Versagens mit künstlichen Defekten im Vakuum ist möglich und zulässig. Demnach sind auch alle hierbei gewonnen Erkenntnisse auf Versagen an inneren Einschlüssen übertragbar. Dies ermöglicht es, den Ort der Rissinitiierung klar zu definieren und auch schon vor dem schlussendlichen Versagen zu untersuchen. Im Rahmen dieser Arbeit wurden bereits erste VHCF-Anrisse erzeugt und vor dem Versagen untersucht. Zusätzlich wurden durch Serienschliffuntersuchungen in versagten Proben nicht versagensrelevante Einschlüsse bzw. Einschlüsse mit Anrissen detektiert und untersucht. Hierbei konnten sowohl VHCF-Risse, die sich noch im Bildungsstadium befinden, analysiert werden, als auch die VHCF-Schwellenwerte für Rissinitiierung mit FGA-Bildung bestätigt werden.

VHCF-Risse in hochfesten Stählen entsprechend nicht den gängigen Definitionen kurzer Risse. Die EBSD-Untersuchung eines VHCF-Anrisses an einem künstlichen Defekt wirft zusätzlich Zweifel auf, dass der Riss sich schubspannungsdominiert als kurzer Riss ausbreitet und dass die Feinkornbildung nur ein Nebeneffekt ist, wie oftmals vermutet wird. Vielmehr wird die These unterstützt, dass die Mikrostrukturveränderung einen entscheidenden Einfluss auf die Rissinitiierung und -ausbreitung hat und folglich ein anderer Mechanismus verantwortlich sein muss. Mikrostrukturuntersuchungen der FGA auf Bruchflächen und an den detektierten Anrissen ermöglichen Rückschlüsse auf die Bildungsmechanismen der FGA und die damit verbundene Rissinitiierung. Die Kornfeinung ist nur lokal bis in eine Tiefe von wenigen hundert Nanometern entlang des

Risses im Bereich der FGA zu beobachten. Es zeigt sich, dass die Größe des Bereiches mit Kornfeinung mit der lokalen plastischen Zone nach Ansätzen von Tresca und von Mises gut übereinstimmt. Daher ist die Kornfeinung sehr wahrscheinlich auf lokale plastische Vorgänge innerhalb der plastischen Zone um Defekte bzw. Risse zurückzuführen. Zudem konnten zur Untermuerung bei einem Anriss der Serienschliffuntersuchung Anzeichen für Kornfeinung bereits vor der Risspitze beobachtet werden. Daher scheint die Bildung des feinkörnigen Gefüges innerhalb der FGA vor der Rissausbreitung stattzufinden und entscheidend für die spätere Rissausbreitung zu sein. Zusätzlich konnte im Rahmen von Feinbereichsbeugungsuntersuchungen der FGAs eine potenzielle Zunahme der Korngröße mit steigender FGA Risslänge beobachtet werden, die aus bruchmechanischer Sicht mit der Absenkung des Schwellenwerten K_{th} langer Risse mit sinkender Korngröße in Einklang gebracht werden kann. Auf Basis der Mikrostrukturanalysen wurde schlussendlich der von Grad postulierte Rissinitiierungsmechanismus weiter präzisiert. Demnach wird die VHCF-Rissinitiierung durch eine lokale Absenkung des Schwellenwertes gegen Rissausbreitung durch plastizitätsinduzierte Kornfeinung hervorgerufen.

Atomsondenuntersuchungen zeigen zudem einzigartige Veränderungen der lokalen Verteilung der Legierungselemente innerhalb der FGA, die weder im Grundzustand noch entlang der Fish-eye Bruchfläche zu beobachten sind. Dies ist vermutlich ebenfalls auf die starken langanhaltenden Verformungsvorgänge zurückzuführen. Fremdatome, die sich bevorzugt an Gitterdefekten anreichern, könnten im Rahmen der Versetzungsumordnung durch lokale plastische Verformung während des Ermüdungsprozesses in versetzungsreichen Regionen angereichert werden. Dies könnte zusätzlich zu einer lokalen Entfestigung führen und somit die lokale Plastizität erhöhen, welche die FGA Bildung begünstigt. Ein klarer Einfluss auf die Rissinitiierung kann jedoch bisher nicht nachgewiesen werden.

Nichtsdestotrotz kann das VHCF Versagen und der damit verbundene Schädigungsmechanismus mittels des hier vorgestellten Ansatzes basierend auf lokaler zyklischer plastischer Verformung vollständig beschrieben werden. Auch die Veränderung des VHCF-Verhaltens mit steigendem Lastverhältnis kann mit Hilfe des hier vorgestellten plastizitätsbasierten Ansatzes erklärt werden (vgl. Kap. 5.4.4) Zusätzlich konnten die Grenzen des Spannungsintensitätsfaktors für das Auftreten von VHCF Versagen bis zu 10^9 Zyklen bestimmt werden.

Basierend auf den neuen Erkenntnissen, dass die Ermüdungsprozesse, die zur VHCF-Rissinitiierung führen, auf lokale Plastizität und daraus resultierende Versetzungsumordnung hervorgerufen wird, können nun in Zukunft neue Strategien abgeleitet werden, um das VHCF-Ermüdungsverhalten zu verbessern. So könnte man z.B. versuchen, die Versetzungsbewegung zu erschweren oder zu unterdrücken, um die Bildung der Versetzungsstrukturen zu beeinflussen. Es wurde bereits gezeigt, dass thermomechanische Vorbehandlungen im Bereich der dynamischen Reckalterung im Bereich der konventionellen Ermüdungslebensdauer bis zu 10^7 Lastspielen die

Ermüdungsfestigkeit steigern [138, 209]. Dies ist auf eine Stabilisierung der Versetzungsstrukturen zurückzuführen und könnte daher einen noch deutlicheren Einfluss auf die stark lokalisierte Ermüdungsschädigung im VHCF-Bereich haben oder sie bestenfalls gänzlich unterdrücken. Die Versuchsführung mit künstlichen Defekten im Vakuum bietet zukünftig zusätzlich die Möglichkeit, Einflüsse neuer Verfahren gezielt unter definierten Bedingungen zu studieren. Auch neue Methoden der Mikrostrukturanalyse können helfen noch tiefere Einblicke in das Ermüdungsverhalten zu erlangen und die Untersuchungen effizienter zu machen. So bietet z.B. das automatisiertes Kristall-Orientierungs-Mapping im TEM (ACOM TEM) im Gegensatz zu EBSD-Messung die Möglichkeit, die lokale Kornstruktur innerhalb der FGA aufzulösen und die Orientierungen der neu gebildeten Körner zu bestimmen. Weiterhin könnten mit geringerem Aufwand und höherer Genauigkeit lokal Korngrößen bestimmt werden.

8. Literatur

- [1] I. Marines, X. Bin, und C. Bathias, An understanding of very high cycle fatigue of metals, *International Journal of Fatigue*, 25 (2003) 9–11 S. 1101-1107
- [2] C. Bathias und P.C. Paris, *Gigacycle Fatigue in Mechanical Practice*. (2004), CRC Press.
- [3] M. Bacher-Hoechst und S. Issler, Assessment of Very High Cycle Fatigue (VHCF) Effects in Practical Applications, *Procedia Engineering*, 66 (2013) S. 26-33
- [4] A.A. Shanyavskiy, Fatigue limit – Material property as an opened or closed system? Practical view on the aircraft components failures in GCF area, *International Journal of Fatigue*, 28 (2006) 11 S. 1647-1657
- [5] J. Hug, et al., Fatigue Limit of Wheelset Shafts and Railway Wheels – Test Technology, Test Procedures, Evaluation and Results, *Materials Testing*, 46 (2004) 1-2 S. 27-32
- [6] V. Esslinger, et al., The railway accident of Eschede – technical background, *Engineering Failure Analysis*, 11 (2004) 4 S. 515-535
- [7] C. Klinger, Schadensanalyse Radsatzwelle ICE-3, 2008, Zugriff: 03.09.2018; <http://www.bahn-fuer-alle.de/media/docs/2008/BAM-Nov-08-Radsatzwelle.pdf>.
- [8] P. Grad, Rissinitiierung und Rissausbreitung im VHCF-Bereich des hochfesten Stahls 100Cr6, in *Schriftenreihe der Arbeitsgruppe Werkstoffprüfung*, 1 (2013), Arbeitsgruppe Werkstoffprüfung, TU Kaiserslautern, Kaiserslautern.
- [9] H.A. Richard und M. Sander, *Ermüdungsrisse*. Vol. 2. (2012), Springer Vieweg, Wiesbaden.
- [10] J. Rösler, *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*, 3 ed. (2008), Vieweg+Teubner, Wiesbaden.
- [11] W.A.J. Albert, Über Treibseile am Harz, *Archiv für Mineralogie, Geognosie, Bergbau und Hüttenkunde*, (1837) S. 213-234
- [12] A. Wöhler, Versuche über die Festigkeit von Eisenbahnwagenachsen, *Bauwesen*, 10 (1860)
- [13] A. Wöhler, Über die Festigkeitsversuche mit Eisen und Stahl, *Zeitschrift für Bauwesen*, 20 (1870) S. 73-106
- [14] C. Berger, B. Pyttel, und D. Schwerdt, Beyond HCF – Is there a fatigue limit?, *Mat-wiss. u. Werkstofftech.*, 39 (2008) 10 S. 769-776
- [15] C. Bathias, There is no infinite fatigue life in metallic materials, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 22 (1999) 7 S. 559-565
- [16] J.E. Allison, et al., *Fourth International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF-4)*. (2007), Wiley.
- [17] C. Berger und H.-J. Christ, *Fifth International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF-5)*. (2011), DVM, Berlin.
- [18] T. Sakai, *The Third International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF-3)*. (2004), Elsevier.
- [19] H.J. Christ und M. Zimmermann: *Seventh International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF7)*, (2017) DVM, Dresden.
- [20] H. Mughrabi, On ‘multi-stage’ fatigue life diagrams and the relevant life-controlling mechanisms in ultrahigh-cycle fatigue, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 25 (2002) 8-9 S. 755-764
- [21] Y. Murakami, *Metal Fatigue: Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions*. (2002), Elsevier Science Ltd., Oxford.

- [22] M.F. Garwood, H.H. Zuburg, und M.A. Erickson, Correlation of Laboratory Tests and Service Performance, Interpretation of Tests and Correlation with Service. (1951), American Society for Metals, Philadelphia.
- [23] T.E. McGreevy und D.F. Socie, Competing roles of microstructure and flaw size, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 22 (1999) 6 S. 495-508
- [24] T. Sakai, Review and Prospects for Current Studies on Very High Cycle Fatigue of Metallic Materials for Machine Structural Use, *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering*, 3 (2009) 3 S. 425-439
- [25] K. Shiozawa, et al., Very high cycle fatigue properties of bearing steel under axial loading condition, *International Journal of Fatigue*, 31 (2009) S. 880-888
- [26] Y. Murakami, N.N. Yokoyama, und J. Nagata, Mechanism of fatigue failure in ultralong life regime, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 25 (2002) S. 735-746
- [27] P. Grad und E. Kerscher, Reason for the transition of fatigue crack initiation site from surface to subsurface inclusions in high-strength steels, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 40 (2017) 11 S. 1718-1730
- [28] H.A. Richard und M. Sander, Ermüdungsrisse Erkennen, sicher beurteilen, vermeiden. Vol. 2., erweiterte Auflage. (2012), Vieweg+ Teubner Verlag, Wiesbaden.
- [29] H.-J. Christ, Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe. Vol. 2. (2009), Wiley-VCH, Weinheim.
- [30] G.R. Irwin, Fracture, in *Handbuch der Physik*, S. Flügge, Editor (1958), Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, S. 551-590
- [31] U. Krupp, *Fatigue Crack Propagation in Metals and Alloys: Microstructural Aspects and Modelling Concepts*. (2007), Wiley.
- [32] 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 (2012) S. 838-841
- [33] Y. Murakami, T. Nomoto, und T. Ueda, Factors influencing the mechanism of superlong fatigue failure, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 22 (1999) S. 581-590
- [34] K. Shiozawa, et al., Subsurface crack initiation and propagation mechanism in high-strength steel in a very high cycle fatigue regime, *International Journal of Fatigue*, 28 (2006) S. 1521-1532
- [35] Y. Murakami, et al., 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
- [36] C. Bathias und P.C. Paris, Initiation in the Gigacycle Fatigue Regime, in 4th Int. Conference on Very High Cycle Fatigue. (2007). Ann Arbor, USA John Wiley & Sons
- [37] C. Bathias, Gigacycle fatigue of bearing steels, *Materials Science and Technologie*, 28 (2012) 1
- [38] Y. Murakami, Analysis of Stress Intensity Factors of Model I, II, III for Inclined Surface Cracks of Arbitrary Shape, *Engineering Fracture Mechanics*, 22 (1985) 1 S. 101-114
- [39] Y. Murakami, S. Kodama, und S. Konuma, Quantitative evaluation of effects of non-metallic inclusions on fatigue strength of high strength steels. I: Basic fatigue mechanism and evaluation of correlation between the fatigue fracture and the size and location of non-metallic inclusions, *International Journal of Fatigue*, 11 (1989) 5 S. 291-298

- [40] Y. Murakami, Stress intensity factors handbook. (1986), Elsevier Science & Technology, Amsterdam.
- [41] Y. Murakami und M. Endo, Effects of hardness and Crack Geometries on ΔK of Small Cracks Emanating from Small Defects, in The Behaviour of Short Fatigue Cracks, J. Miller and E.R.d.l. Rios, (Eds.) (1986), Mechanical Engineering Publications, London, S. 275-293
- [42] U. Krupp, Mikrostrukturelle Aspekte der Rissinitiierung und -ausbreitung in metallischen Werkstoffen, (2004), Universitätsbibliothek der Universität Siegen, Siegen
- [43] H. Kitagawa und S. Takahashi: Applicability of fracture mechanics to very small cracks or the cracks in the early stage, in Second International Conference on Mechanical Behavior of Materials. ASM, Metals Park, Ohio. 1976, 627-631 (1976).
- [44] K.J. Miller, The Behaviour of short fatigue Cracks and their Initiation: Part 1, Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 10 (1987) 1 S. 75-91
- [45] K.J. Miller, The Behaviour of short fatigue Cracks and their Initiation: Part 2, Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 10 (1987) 2 S. 93-113
- [46] K.J. Miller, The Two Thresholds of Fatigue Behavior, Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 16 (1993) 9 S. 931-939
- [47] D. Taylor, Fatigue of Short Cracks: the Limitations of Fracture Mechanics, in The Behavior of Short Fatigue Cracks, K.J. Miller and E.R. De Los Rios, Editors. (1986), Mechanical Engineering Publications, London
- [48] U. Zerbst, et al., About the fatigue crack propagation threshold of metals as a design criterion – A review, Engineering Fracture Mechanics, 153 (2016) S. 190-243
- [49] K. Tanaka und T. Mura, A Theory of Fatigue Crack Initiation at Inclusions, Metallurgical and Materials Transactions A, 13A (1982) S. 117-123
- [50] H. Bomas, T. Linkewitz, und P. Mayr, Analyse der Ermüdungsrisssbildung und Dauerfestigkeit des Stahles 100Cr6 im bainitischen Zustand, HTM, 57 (2002) 3 S. 190-198
- [51] S. Wölkerling, FEM-Berechnungen von Spannungen und Spannungsintensitätsfaktoren in und an Einschlüssen, Berichte aus der Mechanik, Universität Bremen, Ph.D. (2007).
- [52] J. Lankford, Initiation and early growth of fatigue cracks in high strength steel, Engineering Fracture Mechanics, 9 (1977) S. 617-624
- [53] J. Lankford und F.N. Kusenberger, Initiation of Fatigue Cracks in 4340 Steel Metallurgical Transactions, 4 (1973) S. 553-559
- [54] Y. Furuya, et al., Gigacycle Fatigue Properties of High-Strength Steels According to Inclusion and ODA Sizes, Metallurgical and Materials Transactions A, 38A (2007) S. 1722-1730
- [55] Y. Furuya, S. Matsuoka, und T. Abe, A Novel Inclusion Inspection Method Employing 20 kHz Fatigue Testing, Metallurgical and Materials Transactions A, 34A (2003) S. 2517-2526
- [56] X. Xie, et al., Micro-Mechanical Behavior Study of nonmetallic Inclusions in P/M Disk Superalloy RENE'95, Superalloys, 451-458 (2004)
- [57] Y. Zeng, H. Fan, und X. Xie, Effects of the shape and size of rectangular inclusions on the fatigue cracking behavior of ultra-high strength steels, International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, 20 (2013) 4 S. 360-364
- [58] J. Monnot, B. Heritier, und J.Y. Cogne, Relationship of melting practice, inclusion type, and size with fatigue resistance o bearing steels, in Effect of steel manufacturing processes on the quality of bearing steels(1988), S. 149-165

- [59] T. Sakai, Y. Sato, und 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) S. 765-773
- [60] K. Shiozawa und L.T. Lu, Internal Fatigue Failure Mechanism of High Strength Steels in Gigacycle Regime, *Key Engineering Materials*, 378-379 (2008) S. 65-80
- [61] H. Deng, et al., Multiple Fatigue Failure Behaviors and Long-Life Prediction Approach of Carburized Cr-Ni Steel with Variable Stress Ratio, *Materials*, 10 (2017) 9 S. 1084
- [62] L.T. Lu, J.W. Zhang, und K. Shiozawa, Influence of inclusion size on S-N curve characteristics of high-strength steels in the giga-cycle fatigue regime, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 32 (2009) S. 647-655
- [63] W. Li, et al., Subsurface inclusion-induced crack nucleation and growth behaviors of high strength steels under very high cycle fatigue: Characterization and microstructure-based modeling, *Materials Science and Engineering: A*, 641 (2015) S. 10-20
- [64] Y. Ochi, et al., High-cycle rotating bending fatigue property in very long-life regime of high-strength steels, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 25 (2002) S. 823-830
- [65] K. Shiozawa, L. Lu, und 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) S. 781-790
- [66] H. Mayer, et al., Very high cycle fatigue properties of bainitic high carbon-chromium steel, *International Journal of Fatigue*, 31 (2009) S. 242-249
- [67] L. Lu, et al., Fatigue fracture process of a high-carbon-chromium bearing steel in ultra-long life regime. Vol. 41. (2005).
- [68] T. Sakai, H. Harada, und N. Oguma, Crack Initiation Mechanism of Bearing Steel in Very High Cycle Fatigue, *Fracture of Nano and Engineering Materials and Structures*, (2006) S. 1129-1130
- [69] Y. Hong, et al., The formation mechanism of characteristic region at crack initiation for very-high-cycle fatigue of high-strength steels, *International Journal of Fatigue*, 89 (2016) S. 108-118
- [70] Z.G. Yang, et al., Estimation of the size of GBF are on fracture surface for high strength steels in very high cycle fatigue regime, *International Journal of Fatigue*, 30 (2008) S. 1016-1023
- [71] D.S. Paolino, et al., Crack growth from internal defects and related size-effect in VHCF, *Procedia Structural Integrity*, 5 (2017) S. 247-254
- [72] Y. Murakami, T. Kanezaki, und P. Sofronis, Hydrogen embrittlement of high strength steels: Determination of the threshold stress intensity for small cracks nucleating at nonmetallic inclusions, *Engineering Fracture Mechanics*, 97 (2013) S. 227-243
- [73] Y. Murakami, T. Nomoto, und T. Ueda, On the mechanism of fatigue failure in the superlong life regime ($N > 10^7$ cycles). Part 1: influence of hydrogen trapped by inclusions, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 23 (2000) 11 S. 893-902
- [74] K. Takai, et al., Identification of trapping sites in high-strength steels by secondary ion mass spectrometry for thermally desorbed hydrogen, *Journal of the Japan Institute of Metals*, 60 (1996) 12 S. 1155-1162

- [75] K. Takai, et al., Observation of Trapping Sites of Hydrogen and Deuterium in High-Strength Steels by Using Secondary Ion Mass Spectrometry, *Materials Transactions, JIM*, 36 (1995) 9 S. 1134-1139
- [76] J.P. Hirth, Effects of hydrogen on the properties of iron and steel, *Metallurgical Transactions A*, 11 (1980) 6 S. 861-890
- [77] N. Narita, T. Shiga, und K. Higashida, Crack-impurity interactions and their role in the embrittlement of Fe alloy crystals charged with light elements, *Materials Science and Engineering: A*, 176 (1994) 1 S. 203-209
- [78] W.R. Heller, Quantum effects in diffusion: Internal friction due to hydrogen and deuterium dissolved in α -iron, *Acta Metallurgica*, 9 (1961) 6 S. 600-613
- [79] J.A. Clum, The role of hydrogen in dislocation generation in iron alloys, *Scripta Metallurgica*, 9 (1975) 1 S. 51-58
- [80] Y. Jagodzinski, et al., Interaction of hydrogen with dislocation pile-ups and hydrogen induced softening of pure iron, *Scripta Materialia*, 43 (2000) 3 S. 245-251
- [81] V. Gaspard, et al., Hydrogen effect on dislocation nucleation in a ferritic alloy Fe-15Cr as observed per nanoindentation, *Materials Science and Engineering: A*, 604 (2014) Supplement C S. 86-91
- [82] T. Tabata und H.K. Birnbaum, Direct observations of the effect of hydrogen on the behavior of dislocations in iron, *Scripta Metallurgica*, 17 (1983) 7 S. 947-950
- [83] I.M. Robertson, et al., Hydrogen Embrittlement Understood, *Metallurgical and Materials Transactions B*, 46 (2015) 3 S. 1085-1103
- [84] Y. Murakami, J. Nagata, und H. Matsunaga, Factors affecting ultralong life fatigue and design method for components, in 9th International Fatigue Congress. (2006). Atlanta, USA
- [85] Y. Furuya, H. Hirukawa, und M. Hayakawa, Gigacycle Fatigue Properties of Hydrogen-Charged JIS-SCM440 Low-Alloy Steel Under Ultrasonic Fatigue Testing, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41A (2010) S. 2248-2256
- [86] T. Karsch, et al., Influence of hydrogen content and microstructure on the fatigue behaviour of steel SAE 52100 in the VHCF regime, *International Journal of Fatigue*, 60 (2014) S. 74-89
- [87] Y. Hong, et al., Propensities of crack interior initiation and early growth for very-high-cycle fatigue of high strength steels, *International Journal of Fatigue*, 58 (2014) S. 144-151
- [88] H. Oguma und T. Nakamura, Fatigue crack propagation of Ti-6Al-4V in vacuum environment, *International Journal of Fatigue*, 50 (2013) S. 83-93
- [89] T. Nakamura, H. Oguma, und Y. Shinohara, The effect of vacuum-like environment inside sub-surface fatigue crack on the formation of ODA fracture surface in high strength steel, *Procedia Engineering*, 2 (2010) 1 S. 2121-2129
- [90] S. Kovacs, T. Beck, und L. Singheiser, Influence of mean stresses on fatigue life and damage of a turbine blade steel in the VHCF-regime, *International Journal of Fatigue*, 49 (2013) S. 90-99
- [91] F. Ritz und T. Beck, Influence of mean stress and notches on the very high cycle fatigue behaviour and crack initiation of a low-pressure steam turbine steel, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 40 (2017) 11 S. 1762-1771
- [92] F. Ritz, et al., FGA formation mechanism for X10CrNiMoV12-2-2 and 34CrNiMo6 for constant and variable amplitude tests under the influence of applied mean loads, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, (2018)

- [93] C. Ruffing, Schwingfestigkeit und Mikrostruktur von ultrafeinkörnigem C45 in Schriftenreihe der Arbeitsgruppe Werkstoffprüfung, 2 (2015), Arbeitsgruppe Werkstoffprüfung, TU Kaiserslautern, Kaiserslautern.
- [94] A.A. Shanyavskiy, Mechanisms and modeling of subsurface fatigue cracking in metals, *Engineering Fracture Mechanics*, 110 (2013) S. 350-363
- [95] C. Wang, et al.: An understanding of crack growth in VHCF from an internal inclusion in high strength steel, in 4th International Conference on Crack Paths (2012), Italy, S. 267-278.
- [96] K. Shiozawa, Y. Morii, und S. Nishino, Subsurface Crack Initiation and Propagation Mechanism under the Super-Long Fatigue Regime for High Speed Tool Steel (JIS SKH51) by Fracture Surface Topographic Analysis, *JSME International Journal Series A Solid Mechanics and Material Engineering*, 49 (2006) 1 S. 1-10
- [97] T. Sakai, N. Oguma, und A. Morikawa, Microscopic and nanoscopic observations of metallurgical structures around inclusions at interior crack initiation site for a bearing steel in very high-cycle fatigue, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 38 (2015) 11 S. 1305-1314
- [98] G. Chai, T. Forsman, und F. Gustavsson, Microscopic and nanoscopic study on subsurface damage and fatigue crack initiation during very high cycle fatigue, *International Journal of Fatigue*, 83, Part 2 (2016) S. 288-292
- [99] G. Chai, et al., Formation of fine grained area in martensitic steel during very high cycle fatigue, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 38 (2015) 11 S. 1315-1323
- [100] H. Abdesselam, et al., On the crystallographic, stage I-like, character of fine granular area formation in internal fish-eye fatigue cracks, *International Journal of Fatigue*, 106 (2018) S. 132-142
- [101] D.S. Paolino, et al., A general model for crack growth from initial defect in Very-High-Cycle Fatigue, *Procedia Structural Integrity*, 3 (2017) S. 411-423
- [102] K. Tanaka und Y. Akiniwa, Fatigue crack propagation behaviour derived from S-N data in very high cycle regime, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 25 (2002) S. 775-784
- [103] H.K.D.H. Bhadeshia, Steels for bearings, *Progress in Materials Science*, 57 (2012) 2 S. 268-435
- [104] T. Billaudeau und Y. Nadot, Support for an environmental effect on fatigue mechanisms in the long life regime, *International Journal of Fatigue*, 26 (2004) S. 839-847
- [105] J. Petit und C. Sarrazin-Baudoux, An overview on the influence of the atmosphere environment on ultra-high-cycle fatigue and ultra-slow fatigue crack propagation, *International Journal of Fatigue*, 28 (2006) S. 1471-1478
- [106] T. Ogawa, S.E. Stanzl-Tschegg, und B.M. Schönbauer, A fracture mechanics approach to interior fatigue crack growth in the very high cycle regime, *Engineering Fracture Mechanics*, (2014) S. 241-254
- [107] S. Stanzl-Tschegg und B. Schönbauer, Near-threshold fatigue crack propagation and internal cracks in steel, *Procedia Engineering*, 2 (2010) S. 1547-1555
- [108] P. Grad, K. Schlick, und E. Kerscher, VHCF im Hochvakuum, *Fortschritte in der Werkstoffprüfung für Forschung und Praxis*, (2012) S. 237-242
- [109] K. Shiozawa, et al., Transition of fatigue failure mode of Ni-Cr-Mo low-alloy steel in very high cycle regime, *International Journal of Fatigue*, 32 (2010) 3 S. 541-550
- [110] S. Suresh und R.O. Ritchie, Propagation of short fatigue cracks, *International Materials Reviews*, 29 (1984) 1 S. 445-475

- [111] K. Hussain, Short fatigue crack behaviour and analytical models: A review, *Engineering Fracture Mechanics*, 58 (1997) 4 S. 327-354
- [112] K.J. Miller, The short crack problem, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 5 (1982) 3 S. 223-232
- [113] R. Pippan, et al., Non-propagation conditions for fatigue cracks and fatigue in the very high-cycle regime, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 25 (2002) 8-9 S. 805-811
- [114] Y. Hu, C. Sun, und Y. Hong, Crack growth rates and microstructure feature of initiation region for very high cycle fatigue of a high-strength steel, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, (2018)
- [115] K. Tokaji und T. Ogawa, The Growth Behaviour of Microstructurally Small Fatigue Cracks in Metals. Short Fatigue Cracks, ed. K.J. Miller and E.R.d.l. Rios. (1992), Mechanical Engineering Publications, London.
- [116] G.R. Irwin: Plastic Zone Near a Crack and Fracture Toughness, in Sagamore Research Conf. (1961), S. 63-76.
- [117] G.R. Irwin, Linear fracture mechanics, fracture transition, and fracture control, *Engineering Fracture Mechanics*, 1 (1968) 2 S. 241-257
- [118] J.R. Rice, Mechanics of Crack Tip Deformation and Extension by Fatigue, in *Fatigue Crack Propagation* (1967), ASTM, S. 247-309
- [119] M. Janssen, J. Zuidema, und R. Wanhill, *Fracture Mechanics*, Second Edition. (2004), Taylor & Francis.
- [120] D. Broek, *Elementary Engineering Fracture Mechanics*. Vol. 2. (1986), Springer Netherlands, Niederlande.
- [121] E. Gdoutos, C.A. Rodopoulos, und J.R. Yates, *Problems of Fracture Mechanics and Fatigue*. (2003), Springer, Dordrecht.
- [122] J. Masounave und J.P. Baflon, Effect of grain size on the threshold stress intensity factor in fatigue of a ferritic steel, *Scripta Metallurgica*, 10 (1976) 2 S. 165-170
- [123] R. Pippan, Threshold and effective threshold of fatigue crack propagation in ARMCO iron I: The influence of grain size and cold working, *Materials Science and Engineering: A*, 138 (1991) 1 S. 1-13
- [124] R. Pippan, Threshold and effective threshold of fatigue crack propagation in ARMCO iron II: The influence of environment, *Materials Science and Engineering: A*, 138 (1991) 1 S. 15-22
- [125] R. Pippan und A. Hohenwarter, Fatigue crack closure: a review of the physical phenomena, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 40 (2017) 4 S. 471-495
- [126] R.W. Hertzberg, On the calculation of closure-free fatigue crack propagation data in monolithic metal alloys, *Materials Science and Engineering: A*, 190 (1995) 1 S. 25-32
- [127] J. Pokluda, et al., Near-threshold behaviour of shear-mode fatigue cracks in metallic materials, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 37 (2014) 3 S. 232-254
- [128] F. O. Riemelmoser, R. Pippan, und H. P. Stüwe, An argument for a cycle-by-cycle propagation of fatigue cracks at small stress intensity ranges. Vol. 46. (1998).
- [129] J.R. Rice und R. Thomson, Ductile versus brittle behaviour of crystals, *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 29 (1974) 1 S. 73-97

- [130] J. Weertman, Fatigue Crack Growth in Ductile Metals, in *Mechanics of fatigue : Pres. at the Winter Annual Meeting of the American Society of Mechanical Engineer.* (1981). Washington DC
- [131] K.S. Ravichandran, et al., Microstructural effects and crack closure during near threshold fatigue crack propagation in a high strength steel, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 18 (1987) 5 S. 865-876
- [132] J. Toribio und V. Kharin, Plasticity-Induced Fatigue Crack Closure in High-Strength Steels: Reality or Artifact?, *Anales de Mecánica de la Fractura* 25, 2 (2008) S. 536-541
- [133] Y. Ueda, M. Kubota, und Y. Kondo, Effect of Absorbed and Environmental Hydrogen on Short Fatigue Crack Propagation near Threshold in Low Alloy Steel, *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering*, 4 (2010) 6 S. 830-839
- [134] M.H. El Haddad, K.N. Smith, und T.H. Topper, Fatigue Crack Propagation of Short Cracks, *Journal of Engineering Materials and Technology*, 101 (1979) 1 S. 42-46
- [135] D. Radaj und M. Vormwald, *Kurzrißbruchmechanik zur Ermüdungsfestigkeit*, in *Ermüdungsfestigkeit: Grundlagen für Ingenieure* (2007), Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, S. 445-548
- [136] P. Grad, D. Spriestersbach, und E. Kerscher, Influence of the inclusion type on the threshold value of failure in the VHCF-regime of high-strength steels *Advanced Materials Research*, 891-892 (2014) S. 339-344
- [137] *Heat Treater's Guide: Practices and Procedures for Irons and Steels*, 2 ed, ed. H. Chandler. (1995), ASM International, Ohio, USA.
- [138] E. Kerscher, *Steigerung der Schwingfestigkeit von 100Cr6 durch thermomechanische Behandlung*, Universität Karlsruhe, (2005).
- [139] H.K.D.H. Bhadeshia, *Bainite in steels- Transformations, Microstructure and Properties*, 2 ed. (2001), IOM Communications Ltd, London.
- [140] W.P. Mason, *Piezoelectric crystals and their application to ultrasonics.* (1950), Van Nostrand, New York.
- [141] S. Lozano-Perez, A guide on FIB preparation of samples containing stress corrosion crack tips for TEM and atom-probe analysis, *Micron*, 39 (2008) 3 S. 320-328
- [142] R. Wirth, Focused Ion Beam (FIB) combined with SEM and TEM: Advanced analytical tools for studies of chemical composition, microstructure and crystal structure in geomaterials on a nanometre scale, *Chemical Geology*, 261 (2009) 3-4 S. 217-229
- [143] U. Wendt und G. Nolze, *FIB Milling and Channeling, Imaging & Microscopy* (2008)
- [144] C.A. Volkert und A.M. Minor, *Focused Ion Beam Microscopy and Micromachining*, *MRS Bulletin*, 32 (2007) 5 S. 389-399
- [145] L. Cheng, et al., Lattice parameters of iron-carbon and iron-nitrogen martensites and austenites, *Scripta Metallurgica et Materialia*, 24 (1990) 3 S. 509-514
- [146] S. Singh und M.D. Graef, Orientation sampling for dictionary-based diffraction pattern indexing methods, *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 24 (2016) 8 S. 085013
- [147] F. Ram und M. De Graef, Phase differentiation by electron backscatter diffraction using the dictionary indexing approach, *Acta Materialia*, 144 (2018) S. 352-364
- [148] K. Koumatos und A. Muehleemann, A theoretical investigation of orientation relationships and transformation strains in steels, *Acta Crystallographica Section A*, 73 (2017) 2 S. 115-123
- [149] N. Bernier, et al., An alternative to the crystallographic reconstruction of austenite in steels, *Materials Characterization*, 89 (2014) S. 23-32

- [150] F. Bachmann, R. Hielscher, und H. Schaeben, Texture Analysis with MTEX – Free and Open Source Software Toolbox, *Solid State Phenomena*, 160 (2010) S. 63-68
- [151] MATLAB, (1984-2015), MathWorks, Inc., Natick, USA
- [152] S. Sarter, Automatic crystallographic parent reconstruction in martensitic/bainitic steels, Arbeitsgruppe Werkstoffprüfung, TU Kaiserslautern, Diplomarbeit (2018).
- [153] L. Germain, et al., An advanced approach to reconstructing parent orientation maps in the case of approximate orientation relations: Application to steels, *Acta Materialia*, 60 (2012) 11 S. 4551-4562
- [154] M.K. Miller und R.G. Forbes, Atom probe tomography, *Materials Characterization*, 60 (2009) 6 S. 461-469
- [155] T.F. Kelly und M.K. Miller, Atom probe tomography, *Review of Scientific Instruments*, 78 (2007) 3 S. 031101
- [156] M. Wahl und H.-U. Ehrke, Atomar aufgelöste Element- und Isotopenanalyse in 3D, *Sonderhefte Physik Journal - Best of*, (2014) S. 12-16
- [157] B.B. He, *Two-Dimensional X-Ray Diffraction*. (2011), Wiley, New Jersey.
- [158] M.S. Bramble, R.L. Flemming, und P.J.A. McCausland, Grain size measurement from two-dimensional micro-X-ray diffraction - Laboratory application of a radial integration technique, *American mineralogist: an international journal of earth and planetary materials*, 100 (2015) 8 S. 1899-1911
- [159] L. Xiao, et al., Lattice-parameter variation with carbon content of martensite. I. X-ray-diffraction experimental study, *Physical Review B*, 52 (1995) 14 S. 9970
- [160] S.S. Babu, et al., In-situ observations of lattice parameter fluctuations in austenite and transformation to bainite, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36 (2005) 12 S. 3281-3289
- [161] JCPDS-ICDD, Database of International Center of Diffraction Data, (2003), PCPDFWIN, Version 2.4
- [162] A. Clauer: Laser shock peening for fatigue resistance, in *Conference on Surface Performance of Titanium (1997)*, Cincinnati, S. 217-230.
- [163] A. Ohta und E. Sasaki, Plastic zone around fatigue cracks of pure iron in vacuum and dry air, *Acta Metallurgica*, 20 (1972) 5 S. 657-660
- [164] E.N. Alekseenko und N.M. Grinberg, Vacuum effect on the plastic zone around a fatigue crack in armco iron, *Problemy Prochnosti*, 10 (1979) S. 101-104
- [165] F. Ellyin und B. Li, Crack initiation and fatigue lives in air and vacuum environment, *Materials Science and Engineering*, A171 (1993) S. 105-113
- [166] N.M. Grinberg, The effect of vacuum on fatigue crack growth, *International Journal of Fatigue*, 4 (1982) 2 S. 83-95
- [167] J. Maierhofer, et al., The cyclic R-curve – Determination, problems, limitations and application, *Engineering Fracture Mechanics*, 198 (2018) S. 45-64
- [168] J. Maierhofer, R. Pippan, und H.P. Gänser, Modified NASGRO equation for physically short cracks, *International Journal of Fatigue*, 59 (2014) S. 200-207
- [169] R. Pippan: Threshold value for engineering application, in *6th International Fatigue Congress (1996)*, Berlin, S. 419-430.
- [170] H. Mughrabi und 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
- [171] H.-K. Kim, et al., Fatigue properties of ultrafine grained low carbon steel produced by equal channel angular pressing, *Materials Science and Engineering: A*, 340 (2003) 1–2 S. 243-250

- [172] K. Hockauf, et al., Near-Threshold Fatigue Crack Propagation in an ECAP-Processed Ultrafine-Grained Aluminium Alloy, *Materials Science Forum*, 667-669 (2010) S. 873-878
- [173] F.S. Silva, Fatigue crack propagation after overloading and underloading at negative stress ratios, *International Journal of Fatigue*, 29 (2007) 9 S. 1757-1771
- [174] J. Rice, *Mechanics of Crack Tip Deformation and Extension by Fatigue*. Vol. 415. (1967).
- [175] B. Ould Chikh, A. Imad, und M. Benguediab, Influence of the cyclic plastic zone size on the propagation of the fatigue crack in case of 12NC6 steel, *Computational Materials Science*, 43 (2008) 4 S. 1010-1017
- [176] K.K. Shi, et al., A prediction model for fatigue crack growth using effective cyclic plastic zone and low cycle fatigue properties, *Engineering Fracture Mechanics*, 158 (2016) S. 209-219
- [177] G. Yoder, L. Cooley, und T. Crooker: A critical analysis of grain-size and yield-strength dependence of near-threshold fatigue crack growth in steels, in *Fracture Mechanics: Fourteenth Symposium* (1983), S. 348-365.
- [178] M.D. Chapetti, et al., Fatigue crack propagation behaviour in ultra-fine grained low carbon steel, *International Journal of Fatigue*, 27 (2005) 3 S. 235-243
- [179] C. Cayron, One-step model of the face-centred-cubic to body-centred-cubic martensitic transformation, *Acta Crystallographica Section A*, 69 (2013) 5 S. 498-509
- [180] M.C. Marinelli, I. Alvarez-Armas, und U. Krupp, Cyclic deformation mechanisms and microcracks behavior in high-strength bainitic steel, *Materials Science and Engineering: A*, 684 (2017) S. 254-260
- [181] G. Gottstein, *Mechanische Eigenschaften*, in *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: Physikalische Grundlagen* (2014), Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, S. 207-320
- [182] A. Grabulov, R. Petrov, und H.W. Zandbergen, EBSD investigation of the crack initiation and TEM/FIB analyses of the microstructural changes around the cracks formed under Rolling Contact Fatigue (RCF), *International Journal of Fatigue*, 32 (2010) 3 S. 576-583
- [183] O.H.E. West, et al., Application of Complementary Techniques for Advanced Characterization of White Etching Cracks, *Practical Metallography*, 50 (2013) 6 S. 410-431
- [184] G. Krauss, Martensite in steel: strength and structure, *Materials Science and Engineering: A*, 273-275 (1999) 0 S. 40-57
- [185] H. Baker, *ASM Handbook: Alloy phase diagrams*. Vol. 3. (1992), ASM International, Ohio.
- [186] X. Sauvage, et al., Grain Boundary Segregation in UFG Alloys Processed by Severe Plastic Deformation, *Advanced Engineering Materials*, 14 (2012) 11 S. 968-974
- [187] M.M. Abramova, et al., Grain boundary segregation induced strengthening of an ultrafine-grained austenitic stainless steel, *Materials Letters*, 136 (2014) S. 349-352
- [188] J.H. Kang, et al., Solute redistribution in the nanocrystalline structure formed in bearing steels, *Scripta Materialia*, 69 (2013) 8 S. 630-633
- [189] J.-H. Kang, et al., Atom Probe Tomography Characterization of a White Etching Area in a Bearing Steel, *Microscopy and Microanalysis*, 19 (2013) S. 1016-1017

- [190] Y.J. Li, et al., Atomic scale characterization of white etching area and its adjacent matrix in a martensitic 100Cr6 bearing steel, *Materials Characterization*, 123 (2017) S. 349-353
- [191] Y.J. Li, et al., Formation of nanosized grain structure in martensitic 100Cr6 bearing steels upon rolling contact loading studied by atom probe tomography, *Materials Science and Technology*, 32 (2016) 11 S. 1100-1105
- [192] D. Blavette, et al., Three-Dimensional Atomic-Scale Imaging of Impurity Segregation to Line Defects, *Science*, 286 (1999) 5448 S. 2317
- [193] A.H. Cottrell und B.A. Bilby, Dislocation Theory of Yielding and Strain Ageing of Iron, *Proceedings of the Physical Society. Section A*, 62 (1949) 1 S. 49
- [194] J. Takahashi, et al., Direct observation of niobium segregation to dislocations in steel, *Acta Materialia*, 107 (2016) S. 415-422
- [195] M.K. Miller, Atom probe tomography characterization of solute segregation to dislocations, *Microscopy Research Technique*, 69 (2006) S. 359-365
- [196] Y. Wang, et al., Dislocation motion in the presence of diffusing solutes: a computer simulation study, *Acta Materialia*, 48 (2000) 9 S. 2163-2175
- [197] A. Navarro und E.R.d. Rios, A model for short fatigue crack propagation with an interpretation of the short-long crack transition, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 10 (1987) 2 S. 169-186
- [198] P. Hähner, A theory of dislocation cell formation based on stochastic dislocation dynamics, *Acta Materialia*, 44 (1996) 6 S. 2345-2352
- [199] D. Kuhlmann-Wilsdorf, Theory of plastic deformation: - properties of low energy dislocation structures, *Materials Science and Engineering: A*, 113 (1989) S. 1-41
- [200] C. Laird, P. Charsley, und H. Mughrabi, Low energy dislocation structures produced by cyclic deformation, *Materials Science and Engineering*, 81 (1986) S. 433-450
- [201] L. Feltner, Factors influencing the dislocation structures in fatigued metals, *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 242 (1968) S. 1253-1257
- [202] M.N. Batista, S. Hereñú, und I. Alvarez-Armas, The Role of Microstructure in Fatigue Crack Initiation and Propagation in 9-12Cr Ferritic-martensitic Steels, *Procedia Engineering*, 74 (2014) S. 228-231
- [203] M. Nabil Bassim und R.J. Klassen, Variation in dislocation cell size with local strain in a low alloy steel, *Materials Science and Engineering*, 81 (1986) S. 163-167
- [204] M. Koster, G. Wagner, und D. Eifler, Cyclic deformation behavior of a medium carbon steel in the VHCF regime, *Procedia Engineering*, 2 (2010) S. 2189-2197
- [205] D.L. Davidson und J. Lankford, Fatigue crack growth in metals and alloys: mechanisms and micromechanics, *International Materials Reviews*, 37 (1992) 1 S. 45-76
- [206] D. Kuhlmann-Wilsdorf und J.H. Van Der Merwe, Theory of dislocation cell sizes in deformed metals, *Materials Science and Engineering*, 55 (1982) 1 S. 79-83
- [207] 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
- [208] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, und I.V. Alexandrov, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, *Progress in Materials Science*, 45 (2000) 2 S. 103-189
- [209] E. Kerscher, K.-H. Lang, und D. Löhé, Boundaries for increasing the fatigue limit of the bearing steel SAE 52100 by thermomechanical treatments, *Procedia Engineering*, 10 (2011) S. 1985-1990

9. Betreute studentische Arbeiten

M. Sefrin

Entwicklung eines Kühlkonzepts für Ultraschallprüfsysteme zur Steigerung der effektiven Prüffrequenz und Reduzierung der Geräuschentwicklung, 2014

S. Bambach

Entwicklung einer Vakuumkammer für ein servohydraulisches Prüfsystem, 2014

M. Krämer

Numerische Simulation von Spannungen und Spannungsintensitätsfaktoren an unterschiedlichen Defektgeometrien in hochfesten Stählen anhand der FEM, 2015

M. Burmeister

Einfluss von Ultraschall auf die mechanischen Eigenschaften von Metallen, 2016

J. Latimer

Development of a Test System and Testing Strategies for the Investigation of the Deformation Behavior of Metals with Superimposed Ultrasound, 2017

10. Vorträge

P. Grad (V), D. Spriestersbach, E. Kerscher:

Einfluss der Einschlussart auf das Versagensverhalten hochfester Stähle im VHCF-Bereich
Tagung Werkstoffprüfung, Neu-Ulm, 28.-29. November 2013

D. Spriestersbach (V), A. Brodyanski (V), P. Grad, J. Lösch, M. Kopnarski, E. Kerscher:

Rissinitiierung bei VHCF: Aufklärung relevanter Schädigungsmechanismen an 100Cr6.
DFG-SPP 1466 – Berichtskolloquium, IWT Bremen, 03.-04. Februar 2014

P. Grad (V), D. Spriestersbach, E. Kerscher:

Influence of the inclusion type on the threshold value of failure in the VHCF-regime of high-strength steels.

Fatigue 2014, Melbourne, Australien, 03.-07. März 2014

D. Spriestersbach (V), P. Grad, E. Kerscher:

Crack Initiation Mechanisms and Threshold Values of Very High Cycle Fatigue Failure of High Strength Steels.

XVII International Colloquium on Mechanical Fatigue of Metals (ICMFM17), Verbania, Italien, 25.- 27. Juni, 2014

D. Spriestersbach (V), A. Brodyanski, P. Grad, J. Lösch, M. Kopnarski, E. Kerscher:

Simulation of very high cycle fatigue failure of high-strength steels at artificial surface flaws in ultra-high vacuum.

Materials Science Engineering (MSE), Darmstadt, Deutschland, 23.- 25. September, 2014

D. Spriestersbach (V), E. Kerscher:

Fatigue crack initiation and propagation thresholds for different types of inclusions in the high strength steel 100Cr6 subjected to VHCF.

Workshop on “The fatigue crack propagation threshold as a design criterion”, Poitiers, Frankreich, 04.- 05. November, 2014

D. Spriestersbach (V), J. Lösch (V), P. Grad, A. Brodyanski, M. Kopnarski, E. Kerscher:

Rissinitiierung bei VHCF: Aufklärung relevanter Schadensmechanismen an 100Cr6

DFG-SPP 1466 – Berichtskolloquium, Gustav-Stresemann-Institut, Bonn, 04.- 05. März 2015

D. Spriestersbach (V), P. Grad, E. Kerscher:

Threshold values for crack initiation by FGA-formation at non-metallic inclusions in the very high cycle fatigue regime of high strength steels.

TMS 2015 - 144th Annual Meeting & Exhibition, Orlando, USA, 15.- 19. März, 2015

J. Lösch (V), D. Spriestersbach, A. Brodyanski, E. Kerscher, M. Kopnarski:

Rissinitiierung und Risswachstumsmechanismus bei sehr hohen Lastspielzahlen im hochfesten Stahl 100Cr6: APT- und TEM-Untersuchungen

18. Tagung Festkörperanalytik, Wien, Österreich, 06.- 08. Juli, 2015

D. Spriestersbach (V), P. Grad, A. Brodyanski, J. Lösch, M. Kopnarski, E. Kerscher:
Rissinitiierung bei VHCF: Aufklärung relevanter Schädigungsmechanismen an 100Cr6
DFG-SPP 1466 – Berichtskolloquium, TU Kaiserslautern, 24.-25. November, 2015

D. Spriestersbach (V), J. Lösch (V), P. Grad, A. Brodyanski, M. Kopnarski, E. Kerscher:
Rissinitiierung bei VHCF: Aufklärung relevanter Schädigungsmechanismen an 100Cr6
DFG-SPP 1466 – Berichtskolloquium, Zentralinstitut für neue Materialien und
Prozesstechnik (ZMP), Fürth, 02.-03. Mai, 2016

D. Spriestersbach (V), P. Grad, A. Brodyanski, J. Lösch, M. Kopnarski, E. Kerscher:
Very high cycle fatigue of high-strength steels: Crack initiation by FGA formation
investigated at artificial defects
European Conference on Fracture, Catania, Italien, 20.-24. Juni, 2016

E. Kerscher (V), P. Grad, D. Spriestersbach:
Threshold values for very high cycle fatigue crack initiation of high-strength steels
International Colloquium on Mechanical Fatigue of Metals (ICMFM18), Gijon, Spanien,
05.-07. September, 2016

D. Spriestersbach (V), P. Grad, E. Kerscher:
Threshold values for very high cycle fatigue crack initiation in high-strength steels
Materials Science and Engineering (MSE), Darmstadt, 27.-29. September, 2016

D. Spriestersbach (V), A. Brodyanski, J. Lösch, M. Kopnarski, E. Kerscher:
Very high cycle fatigue crack initiation in high-strength steels
Seventh International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF7), Radebeul,
Deutschland, 03.-05. July, 2017

E. Kerscher (V), D. Spriestersbach, A. Brodyanski, J. Lösch, M. Kopnarski:
Very high cycle fatigue crack initiation in high-strength steels: influence of local plasticity,
12th International Fatigue Congress, Poitiers, Frankreich, 27.05. - 01.06.2018

D. Spriestersbach (V), S. Averbek, E. Kerscher, Mikrostrukturveränderungen durch
zyklische Beanspruchung in hochfesten Stählen, AG Materialermüdung, Dortmund, 25.-
26. Oktober 2018

11. Veröffentlichungen

P. Grad, D. Spriestersbach, E. Kerscher:

Einfluss der Einschlussart auf das Versagensverhalten hochfester Stähle im VHCF-Bereich
In: Fortschritte in der Werkstoffprüfung für Forschung und Praxis, (2013) S. 103-108,

P. Grad, D. Spriestersbach, E. Kerscher:

Influence of the inclusion type on the threshold value of failure in the VHCF-regime of high-strength steels

In: Advanced Materials Research 891-892 (2014) S. 339-344

D. Spriestersbach, P. Grad, E. Kerscher:

Influence of different non-metallic inclusion types on the crack initiation in high-strength steels in the VHCF regime

In: International Journal of Fatigue 64 (2014) S. 114–120

D. Spriestersbach, P. Grad, E. Kerscher:

Crack Initiation Mechanisms and Threshold Values of Very High Cycle Fatigue Failure of High Strength Steels

In: Procedia Engineering 74, (2014), S. 84–91

D. Spriestersbach, A. Brodyanski, J. Lösch, M. Kopnarski, E. Kerscher:

Very high cycle fatigue of bearing steels with artificial defects in vacuum
In: Materials Science and Technology 32 (2016) 11, S. 1111-1118

D. Spriestersbach, A. Brodyanski, J. Lösch, M. Kopnarski, E. Kerscher:

Very high cycle fatigue of high-strength steels: Crack initiation by FGA formation investigated at artificial defects

In: Procedia Structural Integrity 2 (2016) S. 1101–1108

D. Spriestersbach, P. Grad, E. Kerscher:

Threshold values for very high cycle fatigue failure of high-strength steels
In: Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures 40 (2017) 11, S. 1708-1717

D. Spriestersbach, E. Kerscher:

The role of local plasticity during very high cycle fatigue crack initiation in high-strength steels

In: International Journal of Fatigue 111 (2018) S. 93-100

D. Spriestersbach, P. Grad, A. Brodyanski, J. Lösch, M. Kopnarski, E. Kerscher:
Very high cycle fatigue crack initiation: investigation of fatigue mechanisms and threshold values for 100Cr6

In: Fatigue of Materials at Very High Numbers of Loading Cycles, ed. H.J. Christ, Springer (2018) S.167-210

S. Aeverbeck, D. Spriestersbach, E. Kerscher, Crack growth and microstructural changes in AISI 52100: white etching cracks (WEC) and fine granular area (FGA),

In: Proceedings of the 12th International Conference on Multiaxial Fatigue and Failure (ICMFF12), Bordeaux, 2019, accepted

12. Lebenslauf

Daniel Spriestersbach

Schulbildung

1993 – 1997	Mühlbach Grundschule, Miehlen
1997 – 2006	Wilhelm-Hofmann-Gymnasium, St. Goarshausen
2006	Abitur

Studium

2006 – 2010	Bachelor Maschinenbau (Product Development and Design) Fachhochschule Koblenz
2010	Abschluss: Bachelor of Engineering
2010 – 2013	Master Maschinenbau (Allgemeiner Maschinenbau) Technische Universität Kaiserslautern
2013	Abschluss: Master of Science

Berufliche Tätigkeit

2006 – 2012	Praktika bei Metallbau Lahnstein in Braubach, Philippine GmbH & Co. In Lahnstein, Maschinenbau Knecht in Weisel und Keiper GmbH & Co. KG in Kaiserslautern
2013	Wissenschaftliche Hilfskraft in der Arbeitsgruppe Werkstoffprüfung (AWP) der TU Kaiserslautern
2013 – 2019	Wissenschaftlicher Mitarbeiter in der Arbeitsgruppe Werkstoffprüfung (AWP) der TU Kaiserslautern