

**Montanuniversität Leoben**

**In situ-Untersuchung  
des Wachstums kurzer Risse**



**Diplomarbeit**

von

**Christian Zelger**

Diese Arbeit wurde am Erich Schmid Institut für Materialwissenschaft der Österreichischen Akademie der Wissenschaften (Department Materialphysik, Montanuniversität Leoben) durchgeführt.

**Leoben, Februar 2007**

# Inhaltsverzeichnis

<b>Danksagung</b>	<b>iii</b>
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
1.1 Motivation und Ziel der Arbeit . . . . .	4
1.2 Wichtige Größen zur Beschreibung des Ermüdungsrischwachstums . . . . .	5
<b>2 Versuchsdurchführung</b>	<b>7</b>
2.1 Verwendete Geräte . . . . .	7
2.1.1 Kammrath und Weiss In situ-Zug-Druckmodul . . . . .	7
2.1.2 In Situ Untersuchungen im LEO Rasterelektronenmikroskop(REM) 1525 . . . . .	8
2.1.3 Kerbfertigung und Aufbringen von Markierungen mit Focused Ion Beam Microscope(FIB) LEO 1540 . . . . .	9
2.2 Verwendete Software zur lokalen Dehnungsanalyse . . . . .	10
<b>3 Probenherstellung und Präparation</b>	<b>12</b>
3.1 Material . . . . .	12
3.2 Geometrie . . . . .	16
3.3 Kerbenherstellung . . . . .	17
3.4 Oberflächenstrukturierung mittels FIB und Ätzung . . . . .	19
<b>4 Ergebnisse</b>	<b>20</b>
4.1 Kurzrissexperimente im Feinkörniges Material . . . . .	21
4.1.1 40 $\mu m$ Anfangsrisslänge . . . . .	22
4.1.2 60 $\mu m$ Anfangsrisslänge . . . . .	30
4.1.3 150 $\mu m$ Anfangsrisslänge . . . . .	35
4.1.4 Das Überlastexperiment . . . . .	40
4.2 Kurzrissexperimente im Grobkörniges Material . . . . .	50
4.2.1 140 $\mu m$ Anfangsrisslänge . . . . .	51
4.2.2 55 $\mu m$ Anfangsrisslänge . . . . .	56
4.2.3 105 $\mu m$ Anfangsrisslänge . . . . .	60

## *Inhaltsverzeichnis*

4.2.4	125 $\mu\text{m}$ Anfangsrisslänge . . . . .	65
4.3	Kurzrissexperimente im einkristallines Material . . . . .	69
<b>5</b>	<b>Diskussion</b>	<b>74</b>
5.0.1	Diskussion der mechanisch kurzen Risse . . . . .	74
5.0.2	Diskussion der mikrostrukturell kurzen Risse . . . . .	77
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>80</b>
	<b>Anhang</b>	<b>81</b>
	<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>82</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>89</b>

# Danksagung

Meinem Betreuer Univ. Prof. Dr. Reinhard Pippan danke ich für die aufmerksame Betreuung während der Durchführung dieser Arbeit. Seine Geduld und Ratschläge lösten viele Ungereimtheiten. Neben dem Gebiet der Bruchmechanik hat er mir die schönen Seiten der Steiermark näher gebracht, weshalb ich ihn als Betreuer nur weiterempfehlen kann.

Bedanken möchte ich mich auch bei Herrn Dipl. Ing. Daniel Kiener für seine Hilfestellungen bei diversen Problemen. Die Diskussionen mit ihm ersparten mir bei der Durchführung der Experimente viel Zeit und Geduld.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Wolfgang Grosinger, denn ohne sein Wissen über die In situ-Technik wäre diese Arbeit nicht möglich gewesen.

Den Damen der Metallografie und den Herren der Werkstatt danke ich für die gewissenhafte Probenherstellung und Präparation. Allen einzelnen Kollegen des Erich Schmid Instituts für Materialwissenschaft in diesem Rahmen zu danken wäre nicht möglich. An die angenehme Atmosphäre, die gemeinsame Zeit und Unternehmungen werde ich mich immer gerne erinnern. Danke!

Meinen Eltern ermöglichten mir das Studium in Leoben. Sie gaben mir den nötigen Rückhalt, ohne den diese Arbeit wohl nicht gelungen wäre. Ihnen soll die vorliegende Arbeit gewidmet werden.

Leoben, im Februar 2007

# Kapitel 1

## Einleitung

Anfang des 20. Jahrhunderts kam es durch die rasanten Ausbreitung technischer Konstruktionen und Bauteile sowie die steigenden Ansprüche an diese zur Häufung katastrophaler Schäden. Doch das Versagen dieser industriellen Güter konnte, mit der für die Auslegung verwendeten Festigkeitslehre, nicht erklärt werden.

Der Bruchmechanik gelang der Durchbruch, als G.R. Irwin 1951 mit seinem K-Konzept den Rissspitzenzustand mittels Spannungsintensität charakterisierte. Häufig wird jedoch erst das Jahr 1958 als Geburtsjahr der Bruchmechanik angegeben, wo sie durch die Gründung des ASTM Unterausschusses für Bruchmechanik offizielle Anerkennung fand. Die Bruchmechanik erklärt den Unterschied zwischen theoretischer und gemessener Festigkeit unter anderem mittels Fehlstellen und Rissen im Festkörper. Diese Defekte können schon bei geringen Lastamplituden zu wachsen beginnen, ehe sie eine kritische Größe erreichen welche zum Bauteilbruch führt.

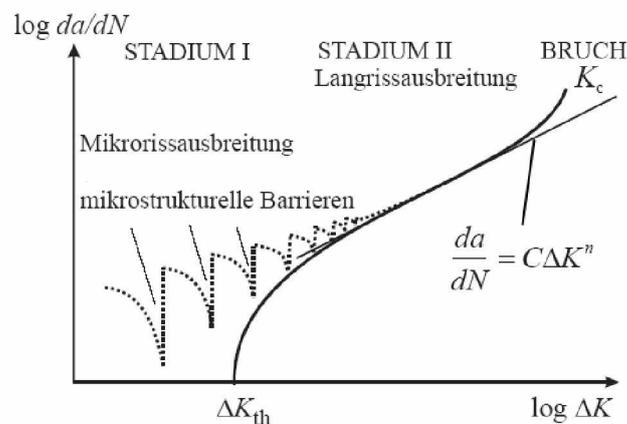


Abbildung 1.1: Schematische Darstellung der Rissausbreitung  $da/dN$  über der Schwingbreite der Spannungsintensität  $\Delta K$  für mikrostrukturell kurze und lange Ermüdungsrissse

Um den Begriff kurzer Risse zu erklären sollte zuerst klargestellt werden, was heute unter einem langen Riss verstanden wird.

## Verhalten langer Risse

Wie Abbildung 1.1 (die durchgezogene Linie) zeigt, gibt es bei langen Rissen einen eindeutigen Zusammenhang zwischen der Schwingbreite der Spannungsintensität  $\Delta K$  und der Risswachstumsrate  $da/dN$ . Ein langer Riss beginnt erst ab einem gewissen  $\Delta K_{eff}$  zu wachsen (Stadium I: Rissinitierung). Diese Größe wird üblicherweise als Schwellwert der Spannungsintensität bezeichnet. Danach folgt das Stadium II (Langrisswachstum), welches mittels des empirischen Exponentialgesetzes nach Paris und Erdogan [1] beschrieben wird:

$$da/dN = C\Delta K^n \quad (1.1)$$

Mittels dieser Gleichung ist die Langrissausbreitung und somit auch die Lebensdauer recht sicher voraussagbar. Schlussendlich kommt es zum Versagen durch Gewaltbruch.

Da  $\Delta K$  ein Parameter der linear elastischen Bruchmechanik ist, muss - um das Exponentialgesetz anwenden zu können - bei einem langen Riss das Kleinbereichsfließen erfüllt sein. Dies geschieht wenn die plastische Zone der Rissspitze klein gegenüber der Risslänge ist. Weiters sollte die Risslänge groß im Vergleich zur charakteristischen Abmessung der Mikrostruktur sein.

## Verhalten kurzer Risse

Kurze Risse gehorchen diesem eindeutigen Zusammenhang zwischen  $\Delta K$  und  $da/dN$  nicht. Daher werden unter dem Begriff Kurzrisswachstum alle Abweichungen von dieser einfachen Beschreibung des Ermüdungsrisswachstums zusammengefasst. Kurze Risse können schon bei niedererem  $\Delta K$  als lange Risse zu wachsen beginnen und dann wachsen sie üblicherweise auch schneller als lange Risse. Dadurch kann es bei Lebensdauerberechnungen passierend auf Langrisswachstum zu schwerwiegenden Fehlern kommen, da die Lebensdauer überschätzt wird.

Zum Besseren Verständniss des unterschiedlichen Wachstumsverhaltens kurzer Risse werden diese in Gruppen gegliedert. Die hier angeführte Einteilung geht auf Ritchie und Suresh [2] zurück.

1. Mikrostrukturell kurze Risse
2. Mechanisch kurze Risse
3. Extrinsisch kurze Risse
4. Chemisch kurze Risse

Diese Diplomarbeit beschäftigt sich mit den ersten drei Arten von kurzen Rissen, weshalb diese etwas näher erklärt werden.

### **Mikrostrukturell kurze Risse**

Die Länge eines mikrostrukturell kurzen Risses liegt im Bereich der charakteristischen Abmessung der Mikrostruktur oder darunter. Lange Risse erstrecken sich über mehrere Körner und ein Riss muss seine Ausbreitungsrichtung mit jener der Nachbarkörner abstimmen. Mikrostrukturell kurze Risse können sich anfänglich unabhängig von den Nachbarkörnern ausbreiten (sie befinden sich in einem Korn), weshalb diese Art von Riss vor allem zu Beginn sehr unregelmäßig wächst. In der Abbildung 1.1 ist eine mögliche Rissfortschrittskurve eines mikrostrukturell kurzen Risses in Form der strichlierten Linie zu sehen. Mögliche Gründe für einen derartigen Verlauf könnten Inhomogenitäten bezüglich Ausbreitungsrichtung, Risswiderstand, Spannung und Verformung der einzelnen Körner, durch die der Riss wächst, sein.

### **Mechanisch kurze Risse**

Ein mechanisch kurzer Riss wird nicht anhand seiner Länge, sondern anhand der Größe des plastisch verformten Bereiches (plastische Zone) vor der Risspitze charakterisiert. Dieser Bereich ist nicht mehr klein gegenüber der Risslänge, wodurch die Bedingungen für das Kleinbereichsfließen verletzt sind. Daher beschreibt  $\Delta K$  die Risswachstumsrate nicht mehr eindeutig.

### **Extrinsisch kurze Risse (physikalisch kurze Risse)**

Wie bereits erwähnt gibt es einen Zusammenhang zwischen der Risswachstumsrate und der Schwingbreite der Spannungsintensität  $\Delta K$ . Dieses  $\Delta K$  setzt sich aus einem intrinsi-

schen Teil welcher die Werkstofftrennung beschreibt und einer Summe von extrinsischen Beiträgen wie Rissverzweigung und Riss schließen zusammen. Wenn nun ein Mechanismus die Treibkraft (z.B.  $\Delta K_{eff}$ ) reduziert, bedeutet dies, dass der makroskopische Risswiderstand steigt (Risswachstumsrate sinkt). Die extrinsischen Anteile - allgemein als Abschirmung der Treibkraft für den Rissfortschritt umschrieben - sind bei langen Rissen unabhängig von der Risslänge. Allerdings bei sehr kurzen Rissen liefern zum Beispiel die Kontaktabschirmmechanismen kaum einen Beitrag zum Risswiderstand, ehe sie mit zunehmender Risslänge einen konstanten Wert erreichen. Dies bedeutet, extrinsisch kurze Risse sind Risse, deren Risswiderstand noch nicht voll ausgeprägt ist.

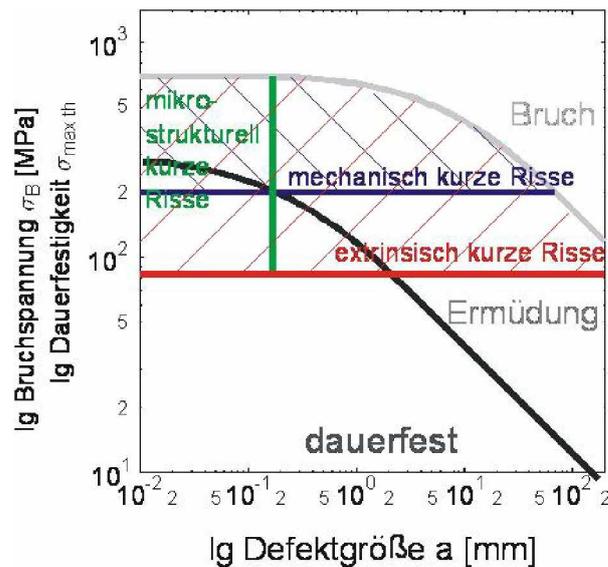


Abbildung 1.2: Die Abbildung zeigt eine Übersicht über den Einflussbereich der unterschiedlichen Arten von kurzen Rissen. Diese können meist nicht so exakt den unterschiedlichen Arten zugeordnet werden, denn vielfach hat man es mit einer Vermischung der verschiedenen Typen kurzer Risse zu tun.

## 1.1 Motivation und Ziel der Arbeit

Obwohl es es sehr viele Arbeiten ([3],[4],[5]) über das Wachstumsverhalten kurzer Risse gibt, ist weitgehend unklar welche Ursachen für dieses abnormale Verhalten verantwortlich sind und wie man dies beschreiben sollte. Ob kurze Risse nicht überhaupt anders wachsen als lange Risse ist ebenfalls noch immer eine offene Frage.

Ziel dieser Arbeit ist es die Zusammenhänge zwischen Risslänge  $a$ , Rissfortschrittsrate  $da/dN$  und Rissöffnungsverschiebung näher zu untersuchen.

## 1.2 Wichtige Größen zur Beschreibung des Ermüdungsrisswachstums

### Konzept der Spannungsintensität

Bei linear elastischem Werkstoffverhalten beschreibt der Spannungsintensitätsfaktor  $K$  die Intensität des Spannungsfeldes nahe der Risspitze. Voraussetzung für die Anwendung dieses Konzeptes sind, daß die Größe der plastischen Zone klein gegenüber der Risslänge und den Proben - oder Bauteilabmessungen bleibt. Kurze Risse erfüllen diese Bedingung für das Kleinbereichsfließen vielfach nicht. Für die hier untersuchten Risse ist das Kleinbereichsfließen nicht anwendbar, weshalb hier nicht näher darauf eingegangen wird.

### Die Rissöffnungsverschiebung (CTOD)

Für die Beschreibung des Bruchvorganges eines elastoplastischen Körpers ist die plastische Verformung der Risspitze ein sehr wichtiger Parameter. Dabei wird die Verschiebung der Rissufer an der Risspitze als Maß angenommen - daher auch die Bezeichnung CTOD (crack tip opening displacement). Im Gegensatz dazu wird das COD (crack opening displacement) nicht unmittelbar an der Risspitze gemessen.

Das CTOD-Konzept spielt in der Bruchmechanik deshalb eine so wichtige Rolle, da es auch für das Großbereichsfließen und somit auch für alle Arten kurzer Risse anwendbar wäre.

### Das zyklische J-Integral

1968 führte J.Rice das J-Integral ein. Es beschreibt das Spannungs- und Verformungsfeld in der Nähe eines Risses und ist wegunabhängig. Dowling und Begley [6] gelang es 1976 dieses Konzept auf eine zyklische Beanspruchung zu übertragen. Sie nannten es  $J^c$ -Integral und sollte das Risswachstum von mechanisch kurzen Rissen gut charakterisieren.

$$J^c = J_{el} + J_{pl} \quad (1.2)$$

$$J^c = \frac{1.6\Delta\sigma^2 a}{E} + \frac{5\Delta\sigma\Delta\epsilon_{pl}a}{n_f + 1} \quad (1.3)$$

Zwischen dem J-Integral und dem CTOD besteht folgender Zusammenhang:

$$CTOD = d_{(\alpha, \epsilon_0, n)} \frac{J}{\sigma_0} \quad (1.4)$$

## HRR-Feld

Für nicht lineares Werkstoffverhalten  $\sigma = \sigma_0 \cdot (\epsilon/\epsilon_0)^n$  gaben Hutchinson [7], Rice und Rosengren [8] die Spannungs- Verformungsfelder nahe der Risspitze an, weshalb diese heute meistens als HRR-Felder bezeichnet werden.

Im Gegensatz zum Spannungsintensitätskonzept(K-Feld) welches bei Kleinbereichsfließen angewendet wird, bestimmt das HRR-Feld das Spannungs- und Verformungsfeld um die Risspitze beim Großbereichsfließen. Eine Ausnahme ist der sehr kleine Bereich der Prozesszone vor der Risspitze, deren Ausdehnung  $2 \div 3$  CTOD beträgt, da hier die Spannungen durch Risspitzenabstumpfungen geändert werden.

Die Nahfeldlösungen in Polarkoordinaten  $r$  und  $\Theta$  mit Zentrum an der Risspitze lauten [9]:

$$\sigma_{ij} = \sigma_0 \left[ \frac{J}{\alpha \sigma_0 \epsilon_0 I_0 r} \right]^{\frac{1}{m+1}} \cdot \tilde{\sigma}_{ij}(\Theta, n) \quad (1.5)$$

$$\epsilon_{ij} = \alpha \epsilon_0 \left[ \frac{J}{\alpha \sigma_0 \epsilon_0 I_0 r} \right]^{\frac{1}{m+1}} \cdot \tilde{\epsilon}_{ij}(\Theta, n) \quad (1.6)$$

# Kapitel 2

## Versuchsdurchführung

### 2.1 Verwendete Geräte

#### 2.1.1 Kammrath und Weiss In situ-Zug-Druckmodul

Mit der Belastungseinrichtung des Herstellers *Kammrath & Weiss* ist es möglich In situ-Belastungsexperimente im Rasterelektronenmikroskop (REM) durchzuführen. Dieses Zug/Druckmodul kann mit verschiedenen Kraftmessdosen bestückt werden. Das Doppelspindel-Gerät ist in der Lage Kräfte bis zu 10 kN aufzubringen und zu messen. Der eingebaute induktive Wegaufnehmer misst direkt die Querhauptverschiebung, wodurch man bereits während des Experimentes die Kraft-Verschiebungskurve erhält.

Die Belastungsgeschwindigkeit kann von 1 bis 20  $\mu\text{m}/\text{s}$  gewählt werden. Bei zu hohen Geschwindigkeiten sinkt die maximal aufbringbare Kraft, weshalb für die Experimente im Rahmen dieser Diplomarbeit stets eine Belastungsgeschwindigkeit von 5  $\mu\text{m}/\text{s}$  verwendet wurde.

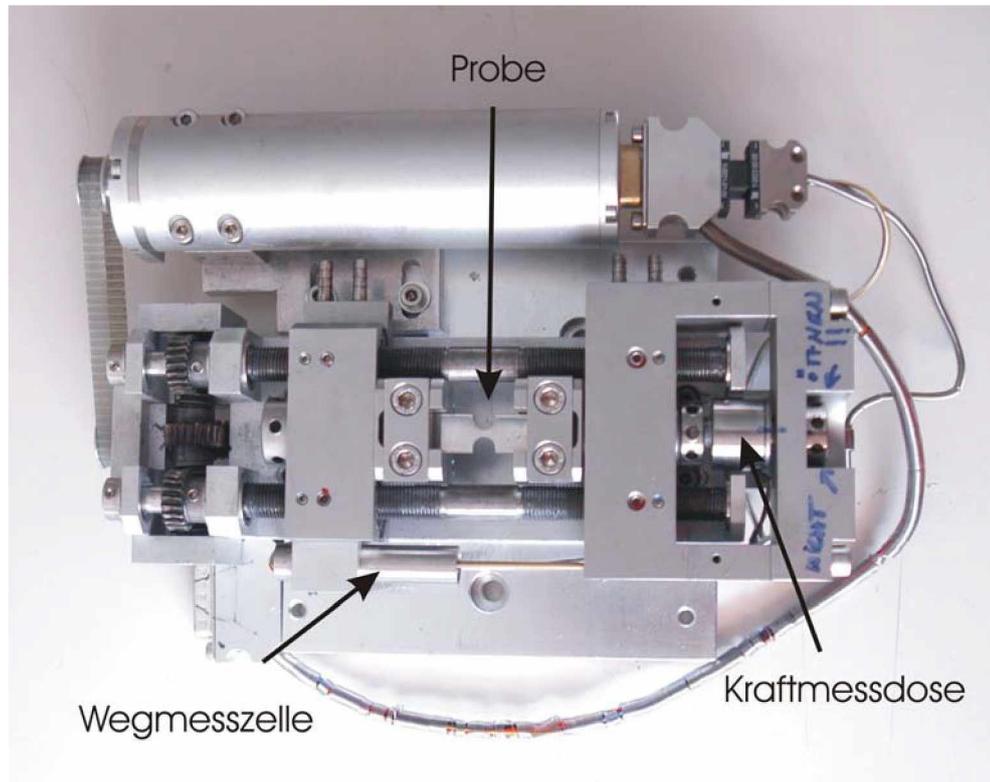


Abbildung 2.1: Kammrath & Weiss-Modul mit 10 kN-Kraftmessdose

Bei den Vorversuchen wurde noch probiert, mittels Variation der auf die Probe wirkenden Kraft  $\Delta CTOD$  bei jedem Lastwechsel konstant zu halten. Ständig mußte der Versuch angehalten, neue Scanning Electron Microscope(SEM)-Aufnahmen gemacht und ausgemessen werden. Dadurch war es während eines 10-stündigen Experimentes kaum möglich mehr als 30 Lastwechsel zu beobachten.

Modifikationen der Steuerungssoftware ermöglichten das Zug-Druckmodul zyklisch zu steuern, was bedeutet, dass die Ober- und Untergrenzen der Verschiebung oder der Kraft sowie die Anzahl der Lastwechsel vorgegeben werden konnten. Dadurch war es möglich bis zu 100 Lastwechsel im selben Zeitraum aufzubringen.

### 2.1.2 In Situ Untersuchungen im LEO

#### Rasterelektronenmikroskop(REM) 1525

Zur Durchführung der Experimente wurde das Kammrath & Weiss-Modul in das hochauflösende LEO REM 1525 eingebaut. Dabei handelt es sich um ein Rasterelektronenmikroskop mit Feldemissionselektronensäule(FEG). Die meisten Aufnahmen entstanden bei einer angelegten Spannung von 10 kV mit der 60  $\mu m$ -Blende.

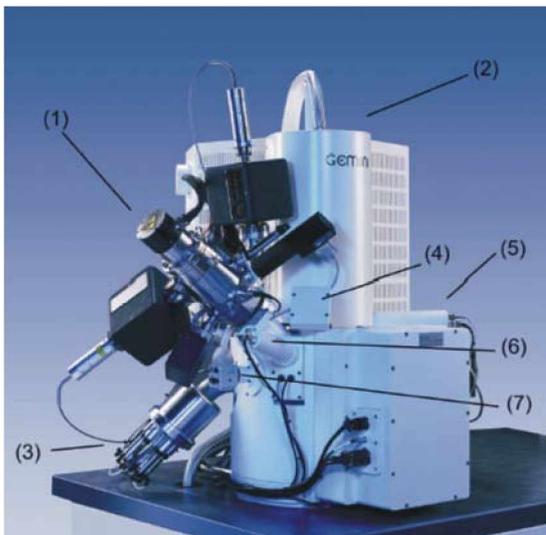
Während der Versuche kam aufgrund des experimentellen Setups fast ausschließlich der

Inlens-Detektor zum Einsatz. Allein zur Betrachtung der Bruchflächen fand der SE(Scattered Electron)-Detektor Verwendung, da dieser bessere Aufnahmen lieferte.

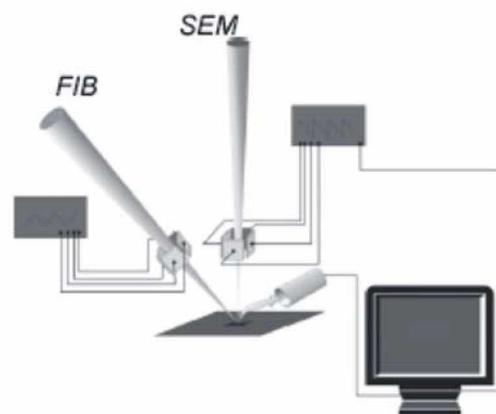
Zusätzlich besteht bei diesem Gerät die Möglichkeit Kornorientierungen mittels EBSD(**E**lectrton **B**ack **S**catter **D**iffraction)-Equipment zu bestimmen, worauf beim Einkristallexperiment(siehe 4.3) zurückgegriffen wird.

### 2.1.3 Kerbfertigung und Aufbringen von Markierungen mit Focused Ion Beam Microscope(FIB) LEO 1540

Das am Institut für Materialphysik installierte LEO Crossbeam<sup>©</sup> 1540 XB besteht aus einer FEG und einer Ga-LMIS (**L**iquid **M**etal **I**on **S**ource)-Ionensäule, welche in einer Crossbeam-Bauweise angeordnet sind. Der Aufbau des Gerätes ist in der Abbildung 2.2 (a), der Crossbeammodus in Abbildung 2.2 (b) ersichtlich. Wenn sich die Probe im Ko-  
inzidenzpunkt beider Strahlen befindet, ermöglicht der Crossbeammodus es, die Probe einerseits mit den Ga-Ionen zu bearbeiten (schneiden, etc.) andererseits den Vorgang mittels REM(SEM-**S**canning **E**lectron **M**icroscope) in Echtzeit zu verfolgen.



(a) LEO 1540 XB



(b) Crossbeammodus

Abbildung 2.2: (1) FIB-Säule, (2) REM-Säule, (3) Gasinjektionssystem (GIS), (4) Optionaler EDS-Detektor, (5) Inlens-Detektor, (6) Sekundärelektronen (SE)-Detektor, (7) CCD-Kamera

## 2.2 Verwendete Software zur lokalen Dehnungsanalyse

Das Programm *Mex* wurde ursprünglich für die Stereophotogrammetrie, der 3D Analyse der Oberflächentopographie, entwickelt. Es lässt sich aber auch für die Verformungs- bzw. Dehnungsanalyse einsetzen. *Mex* vergleicht zwei Aufnahmen einer Probe an der selben Stelle. Verändert sich zwischen den zwei Bildern der Verformungszustand einer Probe, so ergeben sich auch Verschiebungen von Bildpunkten. Diese Verschiebungen beschreiben den Verformungszustand an der Oberfläche.

Physikalische Punkte auf der Probe, die in zwei verschiedenen Aufnahmen dieser Probe identifiziert werden können, nennt man *Homologe Punkte*. Das Auffinden dieser Homologen Punkte mittels Software wird allgemein als "matching" bezeichnet [10].

Die Koordinaten der Homologen Punkte aus beiden Aufnahmen werden als Textfile exportiert. Aus diesen Koordinaten berechnet ein Basic-Programm die Verschiebungen  $u$  (x-Richtung) und  $v$  (y-Richtung)<sup>1</sup>. Leitet man diese Verschiebungen in x-Richtung nach x, bzw. in y-Richtung nach y ab, erhält man die Dehnung in der jeweiligen Achsenrichtung. Zur besseren Veranschaulichung werden beide Dehnungen und die Scherung  $\epsilon_{xy}$  zusammengefasst zur Vergleichsdehnung  $\epsilon_v$ , die wie folgt definiert ist:

$$\epsilon_{xy} = \frac{1}{2} \left( \frac{du}{dy} + \frac{dv}{dx} \right) \quad (2.1)$$

$$\epsilon_v = \sqrt{\frac{2}{3} (\epsilon_{xx}^2 + \epsilon_{yy}^2) + 2\epsilon_{xy}^2} \quad (2.2)$$

Mit der Software *Surfer* kann man die so berechneten Daten grafisch ausgeben, siehe Beispiel Abb.: 2.5.

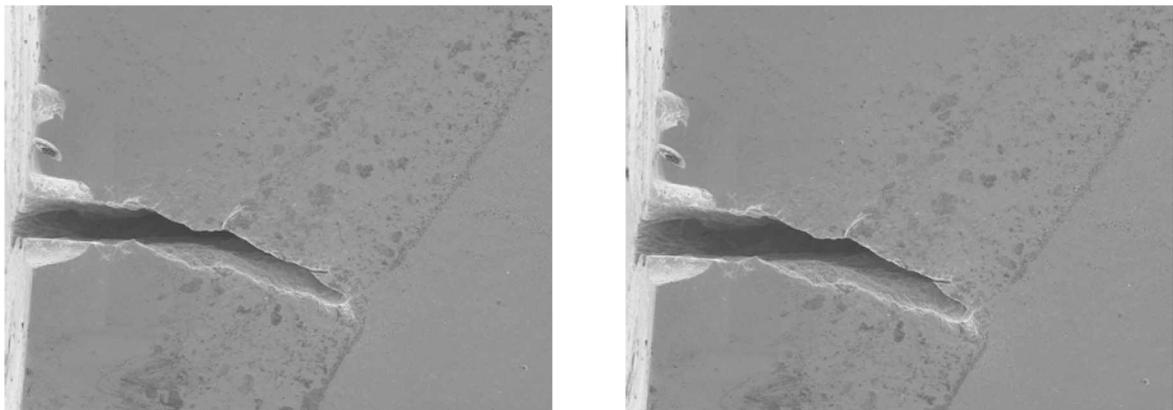


Abbildung 2.3: Zwei REM-Aufnahmen eines kurzen Risses bei unterschiedlichen Lasten.

Beide Aufnahmen zeigen jeweils einen Bereich von  $380 \times 290 \mu\text{m}$ .

<sup>1</sup>vektorielle Darstellung in Abbildung 2.4

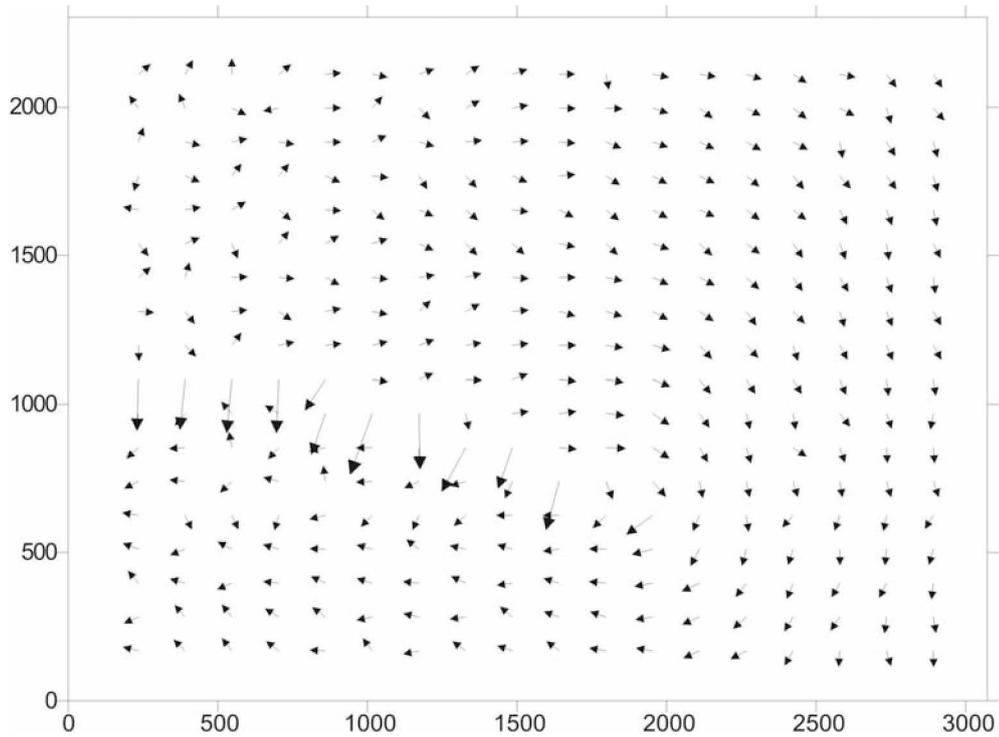


Abbildung 2.4: Vektorielle Darstellung der Verschiebungen aus den beiden Originalaufnahmen aus Abb.(2.3). Die Angabe der Koordinaten erfolgt in Bildpunkten. Jeder Vektor entspricht der Verschiebung des jeweiligen homologen Punktes.

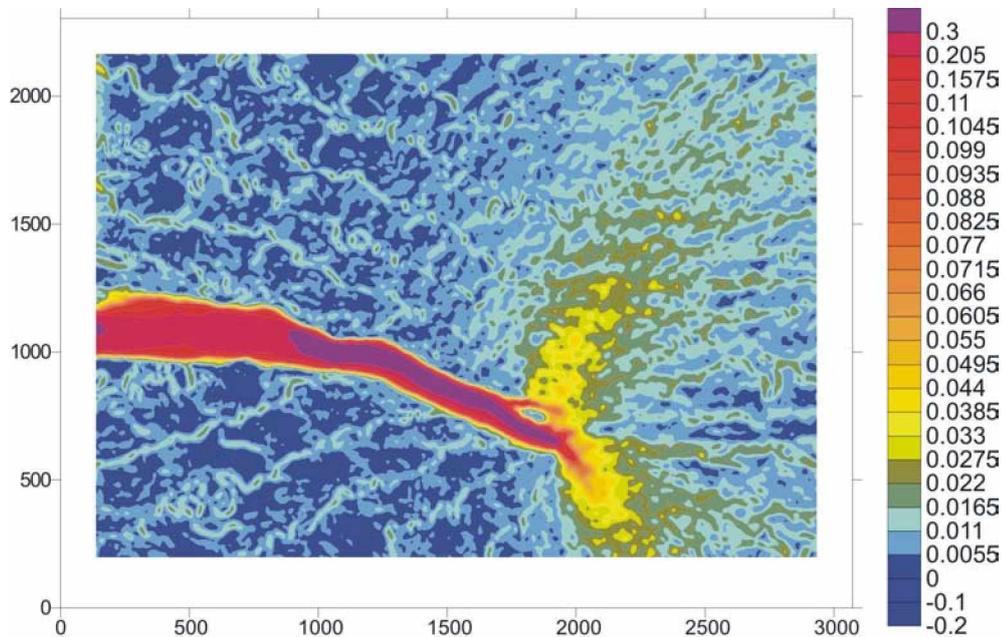


Abbildung 2.5: Die aus den Verschiebungsfeldern in Abb. 2.4 ermittelte Vergleichsdehnung. Die hohen Dehnungen an der Position des Risses sind nicht real, denn sie ergeben sich durch die Rissöffnung.

# Kapitel 3

## Probenherstellung und Präparation

### 3.1 Material

Für die Versuche dieser Arbeit wurde der Böhlerstahl A220 verwendet. Dieser weist die folgenden zwei wichtigen Eigenschaften für die Untersuchung auf:

1. Eine hohe Duktilität, um ein gut meßbares CTOD zu erhalten.
2. Das Auftreten von Striations - das sind Riefen oder Bruchlinien die bei jedem Lastwechsel entstehen - mit deren Hilfe der Rissfortschritt pro Lastwechsel ( $da/dN$ ) entlang der Rissfront im Inneren der Probe bestimmt werden konnte [11].

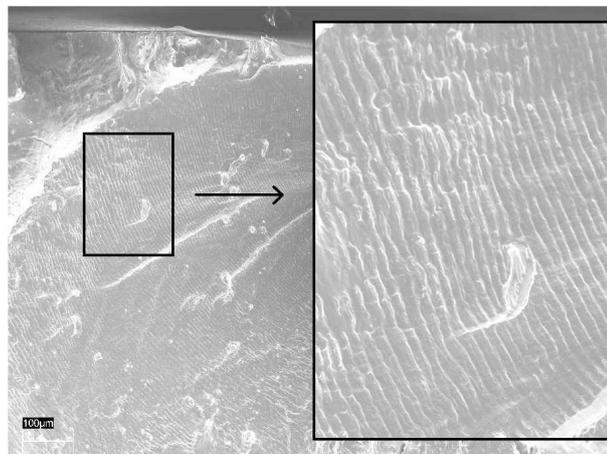


Abbildung 3.1: SEM Aufnahmen von Striations auf der Bruchfläche, deren Abstand zur Bestimmung des Rissfortschritts pro Lastwechsel ( $da/dN$ ) ausgemessen wurde.

## Chemische Zusammensetzung (A220)

Die chemische Zusammensetzung dieses austenitischen Stahles ist der Tabelle 3.1 zu entnehmen.

	C	Cr	Ni	Mo	Si	Mn	P	S	W	Cu	Al	N
Gew. %	0.018	17.24	14.53	2.56	0.61	1.71	0.018	0.001	0.07	0.11	0.03	0.068

Tabelle 3.1: Chemische Zusammensetzung A220

## Das Gefüge

Im Zuge dieser Diplomarbeit wurden drei Arten kurzer Risse untersucht. Dazu kam zwar immer dasselbe Material, allerdings mit unterschiedlicher Mikrostruktur zum Einsatz. Der Stahl weist im Lieferungszustand Körner mit einem Durchmesser bis zu 3 mm und einer Länge von bis zu 2 cm auf (Abbildung 3.2). Das "Einkristallexperiment" wurde an Material dieses Zustandes durchgeführt.

Für die Versuche am von mir als grobkörnig bezeichneten Material wurde der Stahl zuerst kaltgewalzt. Durch das Kaltwalzen stellte sich ein Gefüge mit einem mittleren Korndurchmesser von 1-2 mm ein. In Abbildung 3.3 sind die Gleitlinien, die durch die Kaltverformung entstanden sind, schön zu sehen. Anschließend wurden die Proben wärmebehandelt (800° C, 1 Stunde) um den Effekt der lokalen Entfestigung<sup>1</sup> während der Versuche zu verringern. Anfänglich wurde versucht eine weitere Kornfeinung mittels Wärmebehandlung zu erzielen und erste Korngrenzenätzungen an der Oberfläche zeigten ein gutes Ergebnis. Bei den Experimenten kam es jedoch, wie bei den zuvor durchgeführten Versuchen, zu Komplikationen durch lokale Entfestigung der Proben. Querschliffe der Probe ergaben, dass nur sehr nahe Oberfläche(bis 20  $\mu m$ ) eine Rekristallisation und somit Kornfeinung stattgefunden hat und im Inneren der Probe noch immer derselbe grobkörnige Gefügestand vorlag(Abbildung: 3.4).

Erst durch zusätzliches Kaltwalzen konnte die zur Untersuchung mechanisch kurzer Risse benötigte charakteristische Abmessung der Mikrostruktur von 10-20  $\mu m$  eingestellt werden(Abbildung: 3.5). Die folgenden Abbildungen zeigen die unterschiedliche Mikrostruktur des Materials. Alle Proben wurden mit V2A-Lösung(60°C) für ca. 45 Sekunden geätzt, um die Korngrenzen besser erkennbar zu machen.

<sup>1</sup>Kaltverformte Werkstoffe können durch zyklische Belastung wieder Entfestigen.

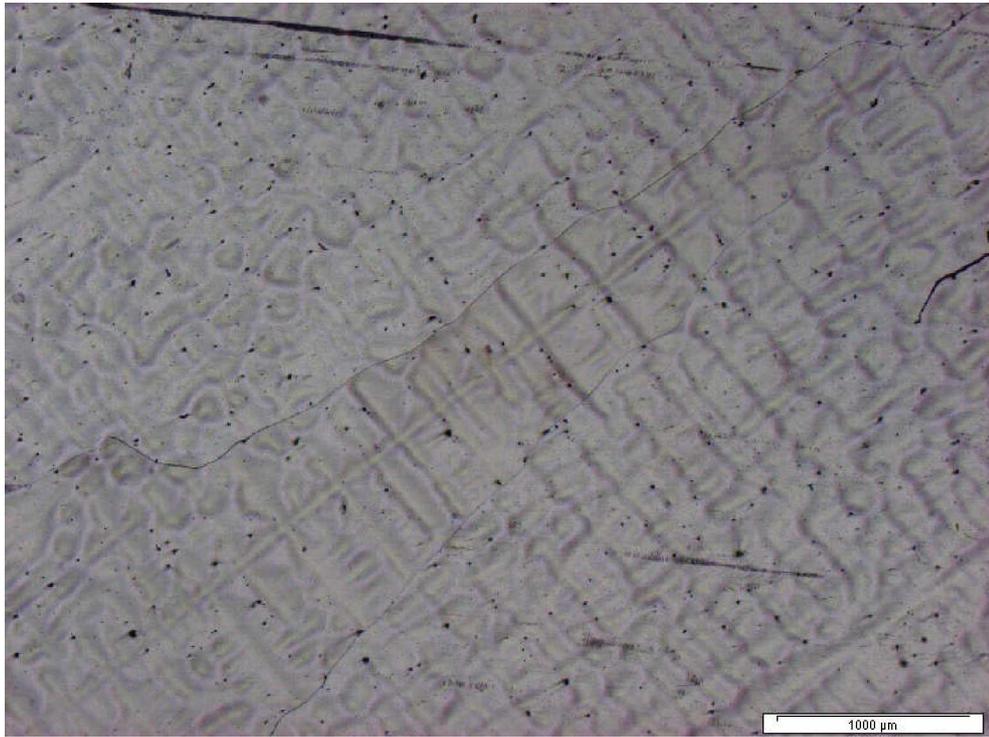


Abbildung 3.2: Auf dieser Lichtmikroskopaufnahme des grobkristallinen Ausgangszustandes ist ein einzelnes Korn zu erkennen. Das Oberflächenrelief entstand durch das Ätzen mit V2A

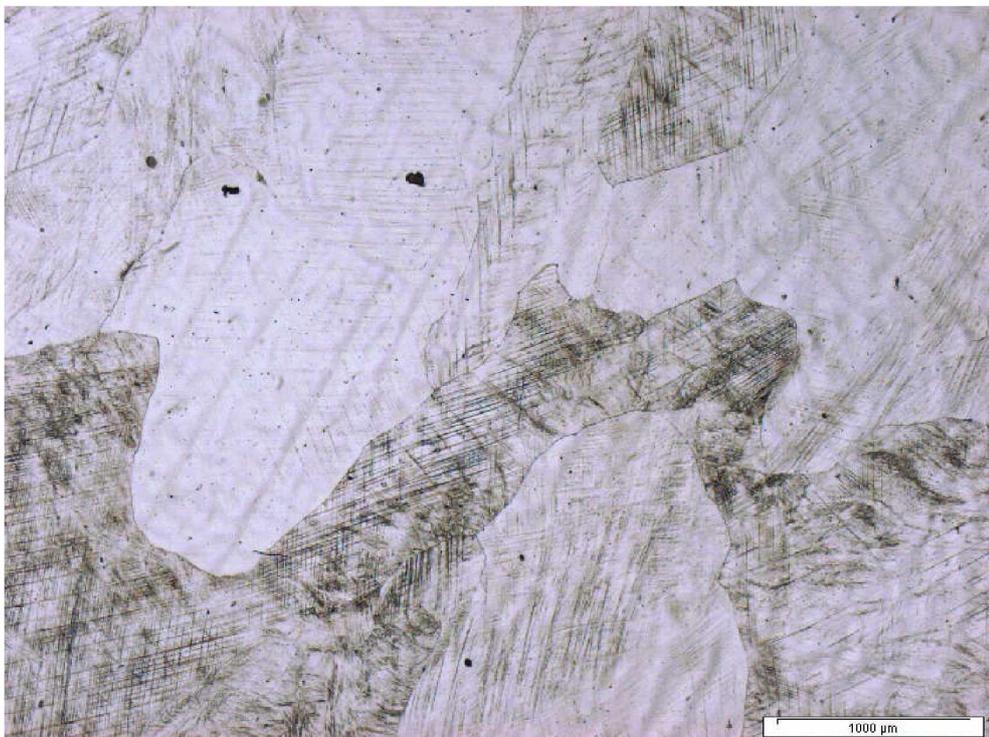


Abbildung 3.3: Die Abbildung zeigt das Gefüge - durchzogen von Gleitlinien - welches durch das Kaltwalzen (Verformungsgrad: 44%) entstand.

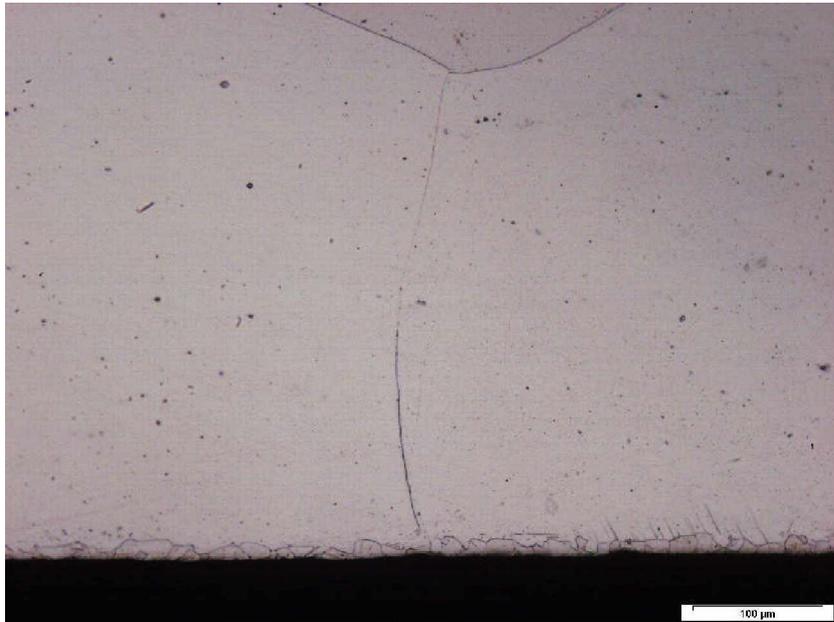


Abbildung 3.4: Ein krongrenzengeätzter Querschnitt einer Probe, die wärmebehandelt wurde. Am Rand sind die feinen Körner, welche durch die Wärmebehandlung entstanden, zu sehen. Der Grund dafür ist, daß der oberflächennahe Bereich durch die Bearbeitung stärker verformt wurde, weshalb durch die nachfolgende Wärmebehandlung dort ein ein "feinkörniges" Gefüge entstand. Im Inneren der Probe blieb das Gefüge jedoch unverändert.

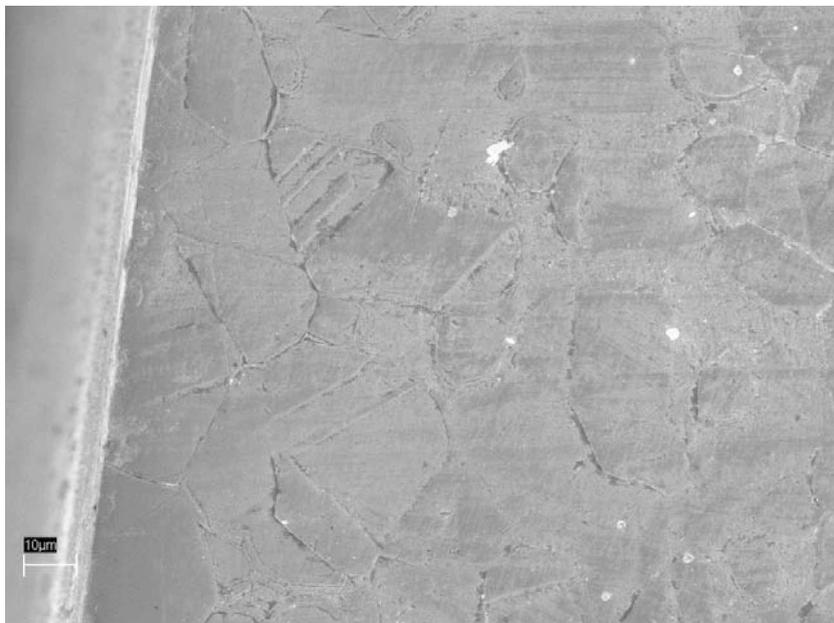


Abbildung 3.5: SEM-Aufnahme der Probenoberfläche einer Probe mit feinem Gefüge. Der feinkörnige Zustand wurde durch mehrere Walzstiche und einer anschließenden Wärmebehandlung eingestellt.

## Festigkeitswerte für den kaltgewalzten Stahl

Der zusätzlich kaltgewalzte Stahl wurde bereits im Rahmen der Dissertation von Christian Bichler [12] auf seine Kennwerte untersucht.  $R_m$  und  $R_{p0.2}$  für diesen Gefügestand sind:

- $R_m = 1007 \text{ MPa}$
- $R_{p0.2} = 892 \text{ MPa}$

Für mein “Einkristallexperiment“ wurde das Material direkt von der gelieferten Welle entnommen und keiner Kaltverformung unterzogen. In diesem Experiment sind die Festigkeiten deutlich niedriger. Einen relativ guten Richtwert für  $R_{p0.2}$  kann man aus den Hysteresekurven entnehmen. Dies gilt auch für die anderen Gefügestände.

## 3.2 Geometrie

Da In situ-Versuche mit dem Kammrath & Weiss-Modul zur Untersuchung des Wachstums kurzer Risse am Institut für Materialphysik vorher noch nie durchgeführt wurden, gab es keine Erfahrung bezüglich der optimalen Probengeometrie. Nach ständige Verbesserungen durch die aus den Vorversuchen gesammelte Erfahrung, ist nur die Probenhöhe von 2 mm gleichgeblieben. Die Probenlänge wurde von 58 auf 34 mm gekürzt, um ein Ausknicken der Probe zu verhindern oder zumindest zu minimieren. Diese Länge entspricht der minimal möglichen, da es bei noch kürzeren Proben unmöglich wäre, diese mittels SEM zu betrachten. Weiters wurde die Achsstabilität des K&W-Zug/Druckmoduls angezweifelt und deshalb der Probenquerschnitt von 6 auf 4  $\text{mm}^2$  reduziert.

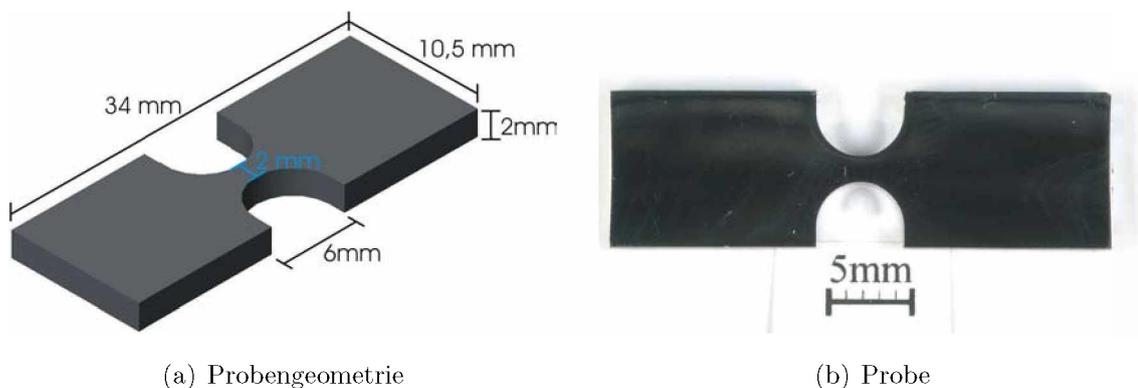


Abbildung 3.6: Verwendete Probengeometrie

Um zu verhindern, dass sich auf der Probe ein weiterer Anriss bildet, wurden die Oberflächen aller Proben in der Metallografie fein geschliffen und mit  $0,3\ \mu\text{m}$  Tonerde poliert.

### 3.3 Kerbenherstellung

Die ersten Proben wurden mittels FIB eingeschnitten. Hierzu wurden die Proben  $45^\circ$  zur FIB-Säule verkippt und mit einem Ionenstrom von  $10\ \text{nA}$  "beschossen". An der zuerst getroffenen Kante entstand ein schöner V-förmiger Einschnitt; je tiefer der Schnitt wurde, desto gravierender wurde der Effekt der Redeposition (siehe Sizzle 3.8 (a)). Das nahe dem Bereich der ersten auftreffenden Ga-Ionen abgetragene Material lagerte sich weiter hinten wieder an, wodurch ein inhomogener Riss entstand.

Um diesen Effekt auszumerzen wurden die weiteren Proben zuerst unter einem Winkel von  $45^\circ$  mit einer Rasierklinge eingeschnitten 3.8 (c).

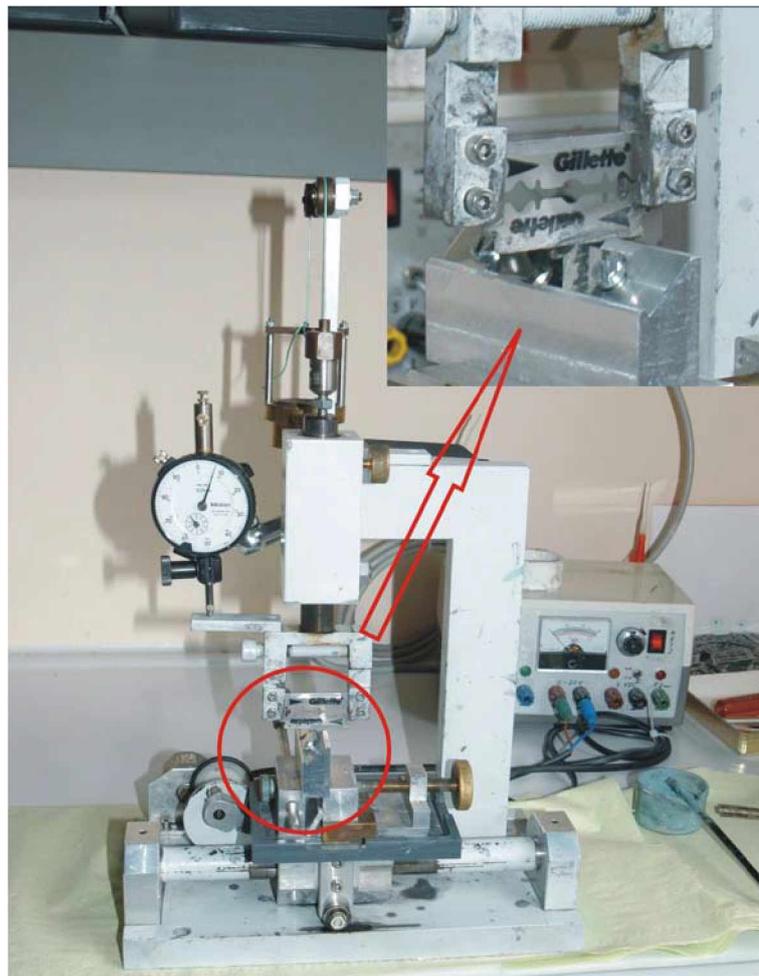


Abbildung 3.7: Einbringung des Ermüdungsanrisses mittels Rasierklinge

Die so hergestellten Risslängen lagen im Bereich von 40 bis 200  $\mu\text{m}$ . Um einen scharfen Anriss zu erzeugen wurden die Proben so ins FIB eingebaut, dass der Kerbgrund senkrecht zur FIB-Säule stand 3.8 (b). So entsteht ein sehr scharfer und zwischen 5 und 10  $\mu\text{m}$  tiefer Anfangsriss. Je nach Länge des Risses dauerte dieses Verfahren (bei 10 nA Ionenstrom) zwischen 20 und 60 Minuten. Abbildung 3.8 (d) zeigt einen fertigen Anriss.

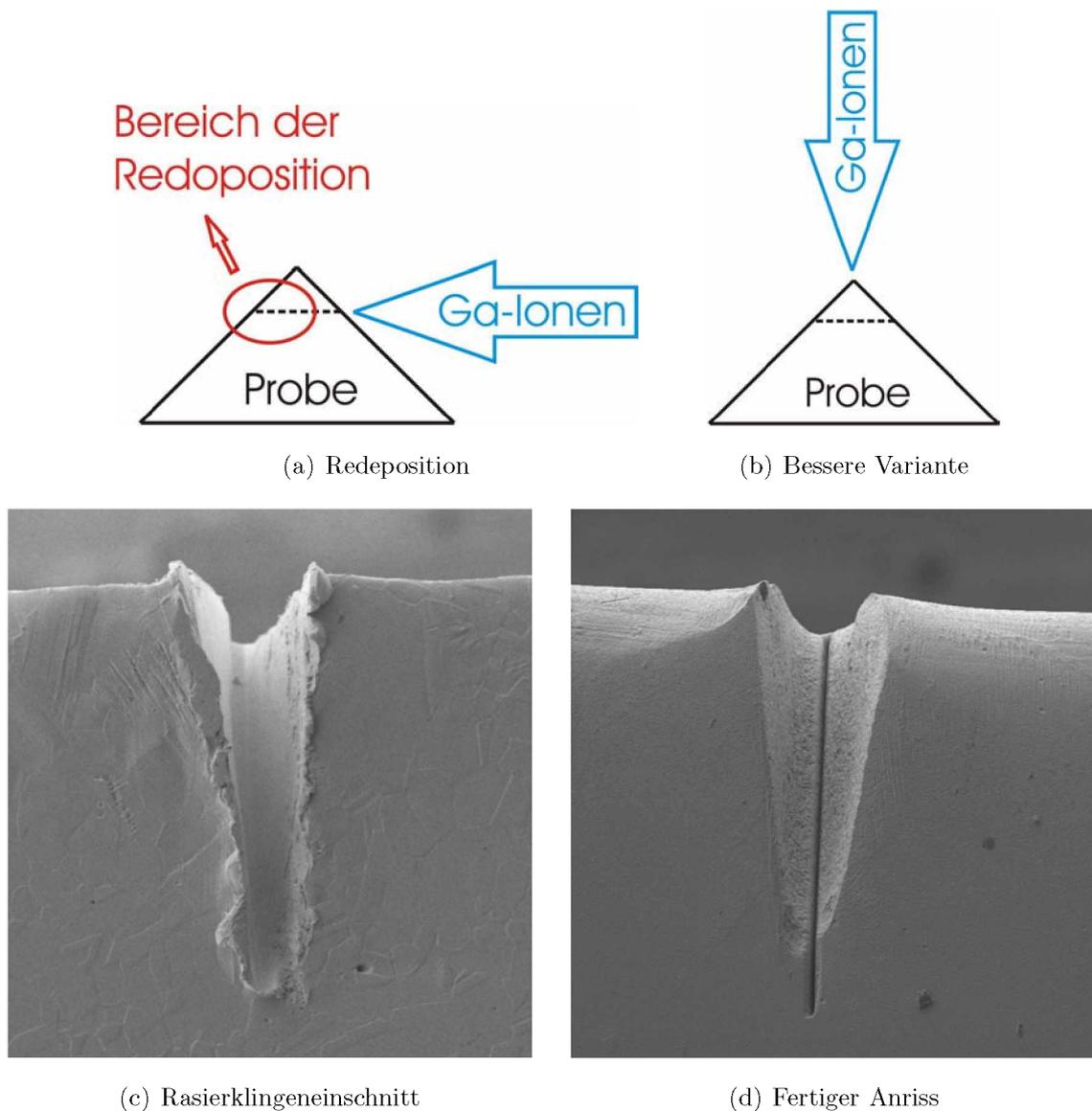


Abbildung 3.8: Abbildung (a) und (b) skizzieren den Einfall der Ga-Ionen auf die Probe. Die Aufnahmen (c) zeigt einen nur mittels Rasierklinge erzeugten Anfangsriss. Um einen wirklich scharfen Anriss zu erzeugen wurde der Rasierklingeneinschnitt mit dem FIB bearbeitet, Abbildung (d)

### 3.4 Oberflächenstrukturierung mittels FIB und Ätzung

Bei späteren Versuchen sollte die lokale Verformung der Rissspitze mittels Software veranschaulicht werden. Dazu vergleicht das Programm Mex zwei Bilder anhand homologer Punkte. Auf einer polierten Oberfläche sind solche Punkte schwer zu finden weshalb die Oberfläche ein wenig strukturiert werden musste. Zuerst wurde ein Raster mittels FIB erzeugt, welches die Verformung vor der Rissspitze für das menschliche Auge gut sichtbar machte (Abb.: 3.9). Allerdings kann die Software, welche mit dem Vergleich von Grauwerten arbeitet, bei solchen Rastern keine oder nur wenige homologen Punkte finden. Deshalb wurde die Oberfläche mit V2A (80° C) - das normalerweise zum Korngrenzenätzen verwendet wird - angeätzt um einen besseren Kontrast für die Software zu erhalten.

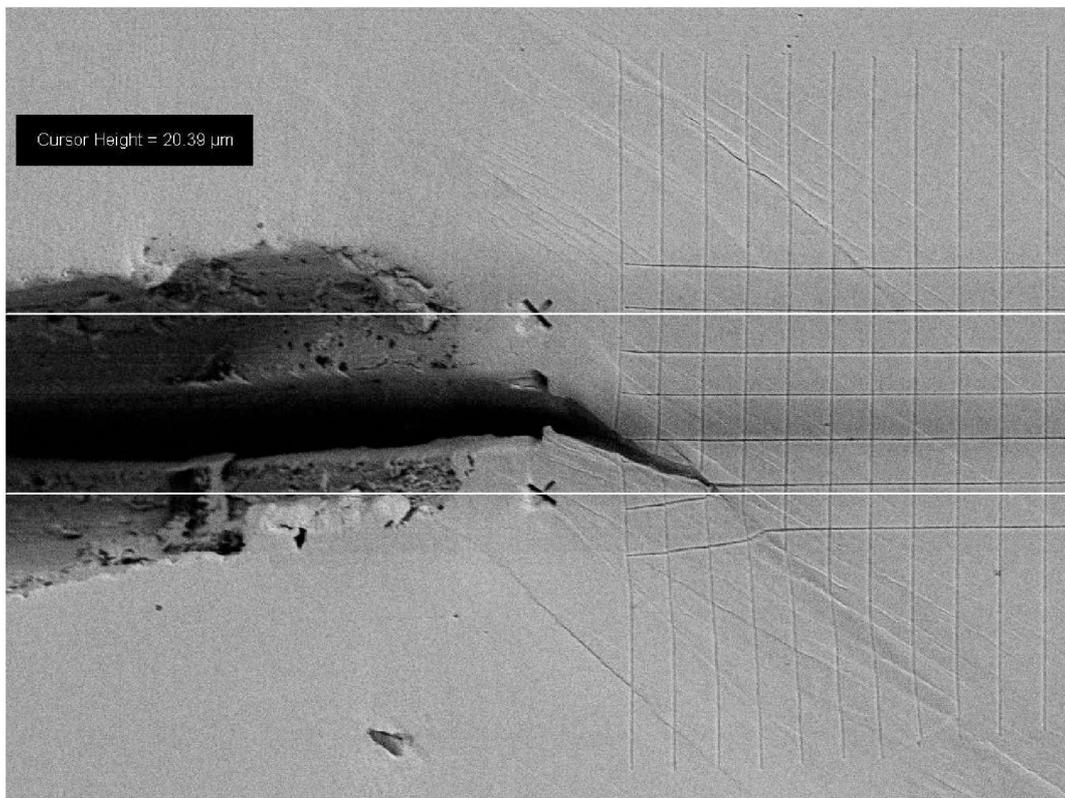


Abbildung 3.9: Die Abbildung zeigt den Raster, welcher zur besseren Veranschaulichung der Verformung an der Probenoberfläche mittels FIB erzeugt wurde.

# Kapitel 4

## Ergebnisse

Im Zuge dieser Diplomarbeit wurde wie schon erwähnt immer derselbe austenitische Stahl untersucht. Aufgrund der durchgeführten zusätzlichen Walzstiche und Wärmebehandlung lagen unterschiedlich Korngrößen vor.

Für den "Einkristallversuch" wurden die Proben direkt der von Böhler gelieferten und geschmiedeten Welle entnommen. Das Gefüge bestand aus bis zu 2 cm langen Körnern mit einem Durchmesser von 2-3 mm.

Für den grobkörnigen Zustand wurden der Welle 42 mm hohe Proben entnommen und auf 27 mm Höhe gewalzt. Dadurch variierte der Korndurchmesser zwischen 1-2 mm. Dieser Mikrostrukturzustand diente zur Charakterisierung mikrostrukturell kurzer Risse.

Um mechanisch kurze Risse zu untersuchen wurde ein viel feineres Gefüge benötigt. Deshalb wurden die zuvor schon erzeugten Platten von 27 mm auf 8 mm Höhe gewalzt und wärmebehandelt <sup>1</sup>, um so den erforderlichen Korndurchmesser von 10-20  $\mu\text{m}$  zu erhalten.

Eine Übersicht über die im Laufe dieses Kapitels näher erläuterten Versuche zeigt Tabelle 4.1. Es wurden jedoch wesentlich mehr Experimente im Rahmen dieser Diplomarbeit durchgeführt. Eine komplette Übersichtstabelle befindet sich im Anhang.

---

<sup>1</sup>800° C, 1 Stunde

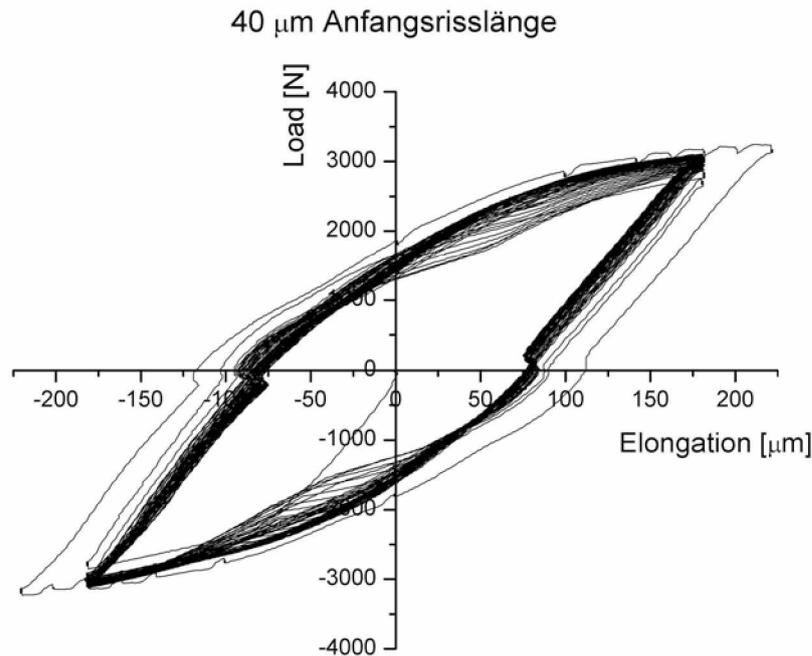
Mikrostruktur	Anfangsriszlänge [ $\mu m$ ]	Kapitel
feinkörnig	40	4.1.1
feinkörnig	60	4.1.2
feinkörnig	150	4.1.3
grobkörnig	140	4.2.1
grobkörnig	55	4.2.2
grobkörnig	105	4.2.3
grobkörnig	125	4.2.4
Einkristall	45	4.3

Tabelle 4.1: Übersichtstabelle über die Mikrostruktur und Anfangsriszlängen der in diesem Kapitel beschriebenen Experimente.

## 4.1 Kurzrissexperimente im Feinkörniges Material

Zur Untersuchung des Wachstums mechanisch kurzer Risse wurden 3 unterschiedliche Anfangsriszlängen gewählt sowie ein Überlastexperiment durchgeführt:

- 40  $\mu m$
- 60  $\mu m$
- 150  $\mu m$
- Überlastexperiment

4.1.1 40  $\mu\text{m}$  AnfangsrislängeAbbildung 4.1: Kraft-Verschiebungskurve der Probe mit 40  $\mu\text{m}$  langem Anfangsris

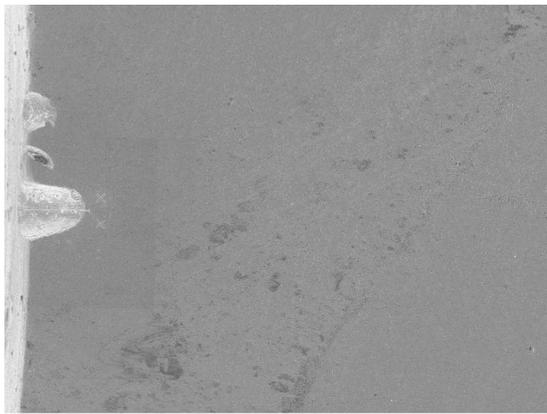
Die in Abbildung 4.1 dargestellte Kraft-Verschiebungskurve wurde während des Experimentes mit dem Kammrath & Weiß Zug-Druckmodul aufgezeichnet. Bei näherer Betrachtung des Kraftnulldurchganges ist eine Ausbauchung der Hysteresekurve erkennbar. Diese Abweichung stammt vom Spindelspiel des Moduls, obwohl die Spindeln laut Hersteller spielfrei sein sollten. Der zeitweise gezackte Verlauf der Hysteresekurve resultiert aus den Unterbrechungen des Experimentes um SEM-Aufnahmen zu machen.

Auf eine Umrechnung in ein Spannungs-Dehnungsdiagramm wurde bewußt verzichtet. Aufgrund der Probengeometrie wäre es nur unter Einsatz numerischer Ansätze möglich die Gesamtdehnung jedem Bereich der Probe exakt zuzuordnen.

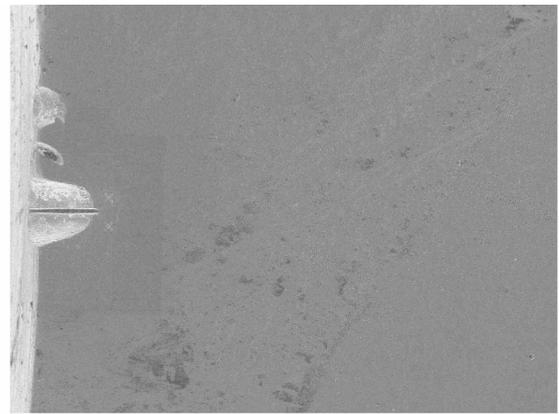
Zur Bestimmung der Rissöffnung (CTOD) an der Probenoberfläche wurden sowohl bei maximaler Drucklast als auch maximaler Zuglast SEM-Aufnahmen gemacht. Diese dienten einerseits zur Messung des CTOD jeweils 5  $\mu\text{m}$  hinter der Rissspitze, andererseits wurden diese Aufnahmen später zum Messen der lokalen Dehnungen benötigt.

Beim Versuch mit 40  $\mu\text{m}$  langem Anfangsris wurden folgende Lastwechsel genauer untersucht: 1, 10, 20, 70, 71, 72, 73, 74.

Das Überlastexperiment, welches bei diesem Versuch zusätzlich durchgeführt wurde, begann mit dem 70. Lastwechsel, weshalb dieser und die nachfolgenden Lastwechsel näher dokumentiert sind. Die Auswertung und Ergebnisse dieses Überlastexperimentes erfolgen in Kapitel 4.1.4.



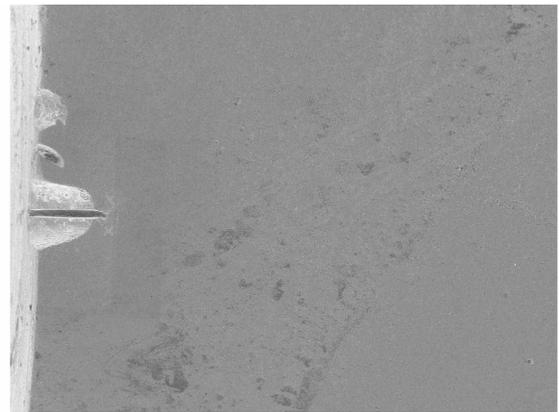
(a) 1. LW, max. Druck



(b) 1. LW, max. Zug



(c) 10. LW, max. Druck



(d) 10. LW, max. Zug



(e) 20. LW, max. Druck



(f) 20. LW, max. Zug

Abbildung 4.2: Die Abbildungen zeigen den Riss nach 1, 10 und 20 Lastwechseln(LW) jeweils unter maximaler Drucklast bzw. maximaler Zuglast, bei einer 300-fachen Vergrößerung. Die beiden Aufnahmen beim jeweiligen Lastwechsel wurden gemacht. Die Ergebnisse zeigt Abbildung 4.3.

Das Programm Mex vergleicht 2 Bilder derselben Stelle bei unterschiedlichen Belastungen und ermöglicht über die Ermittlung entsprechender Punkte auf beiden Bildern die

Dehnungen und die Scherung auf der Probenoberfläche zu visualisieren. Verwendet man dazu die Aufnahmen des geschlossenen und des offenen Risses, erhält man beispielsweise Informationen darüber wo die meiste Dehnung und somit auch Verformung auf der Oberfläche beim Belasten der Probe stattfindet.

Ein Problem beim sogenannten “Verformungsmatchen“ sind die “neuen“ Merkmale die durch das Öffnen des Risses und durch neue Gleitspuren (spielt vorallem beim 1.LW eine große Rolle) entstehen. Weiters entsteht für die Software unbekannte Fläche, wenn der geschlossene Riss sich öffnet. Im Bereich des geöffneten Risses ist eine Dehnungsauswertung physikalisch nicht sinnvoll. Der Einfachheit halber wurde aber die Dehnungsauswertung über dem geöffneten Riss durchgeführt, dadurch liefert das Programm in diesem Bereich sehr hohe Werte. Um diesen Effekt zu verringern, werden alle Werte größer als 30 % in einer einheitlichen Farbe (lila) dargestellt. Da Vorgänge vor der unmittelbaren Risspitze von dieser “Beschränkung“ nur sehr gering betroffen sind, spielt dieser Trick zur besseren Veranschaulichung kaum eine Rolle.

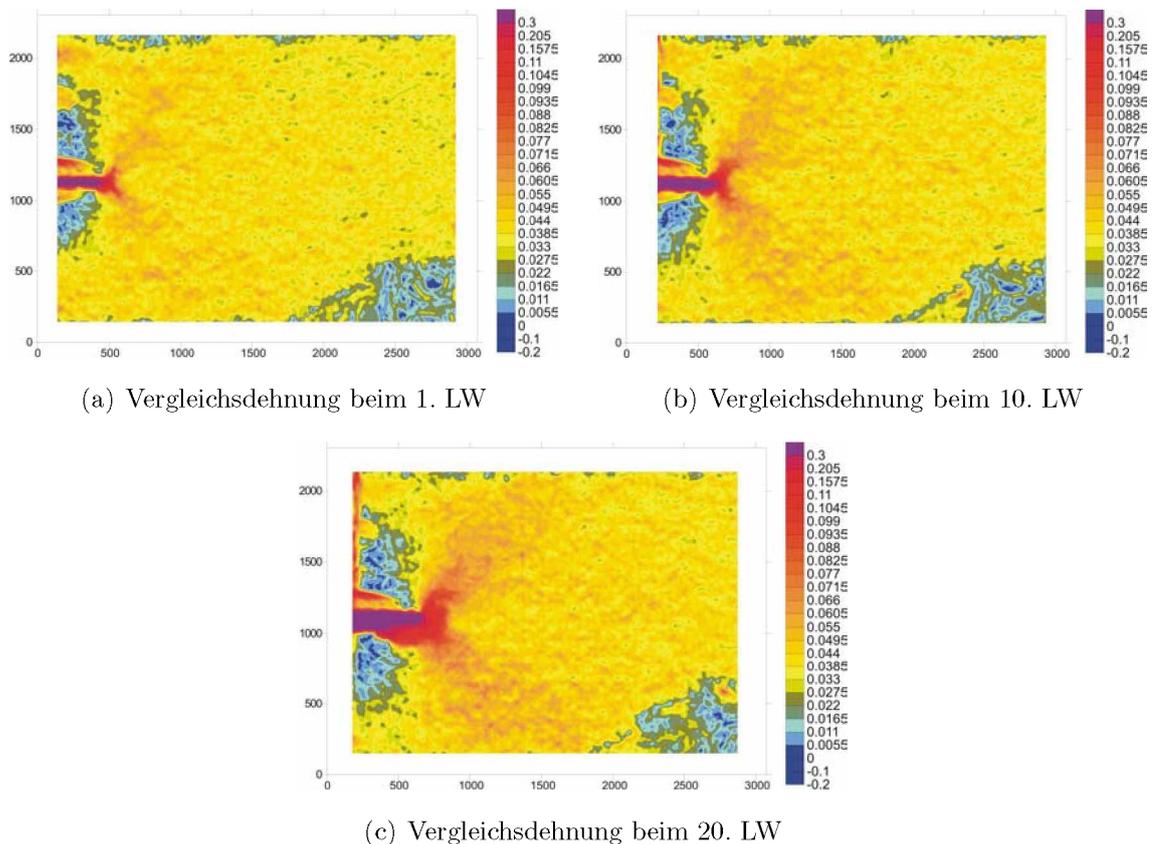


Abbildung 4.3: Die Abbildungen zeigen die Vergleichsdehnung zwischen Minimal- und Maximallast - dargestellt mit Hilfe der Software Surfer - nach der jeweiligen Anzahl von Lastwechseln (LW).

Die Skalen rechts neben den Bildern 4.3 weisen den unterschiedlichen Dehnungen Farben

zu. Die Zahlenwerte rechts davon multipliziert mit 100 ergeben den Prozentwert für die Dehnungen. Auf der Abszisse und der Ordinate sind die Anzahl der Pixel des Bildes in der jeweiligen Richtung aufgetragen. Das gesamte Bild zeigt bei dieser Vergrößerung (300-fach) einen Bereich von ca.  $380\ \mu\text{m}$  mal  $280\ \mu\text{m}$ .

Die verformungsgematchten Bilder 4.3 zeigen, dass der Bereich geringer Dehnung (blau-türkis), also auch geringer plastischer Verformung, mit dem Riss mitwächst. Die plastische Verformung konzentriert sich mit steigender Anzahl an Lastwechseln immer mehr auf die von der Rissspitze unter  $45^\circ$  von der Horizontalen weglaufenden Gleitbänder. Die Dehnung in größerer Entfernung von der Rissspitze - am rechten Rand - werden hingegen nur schwach beeinflusst.

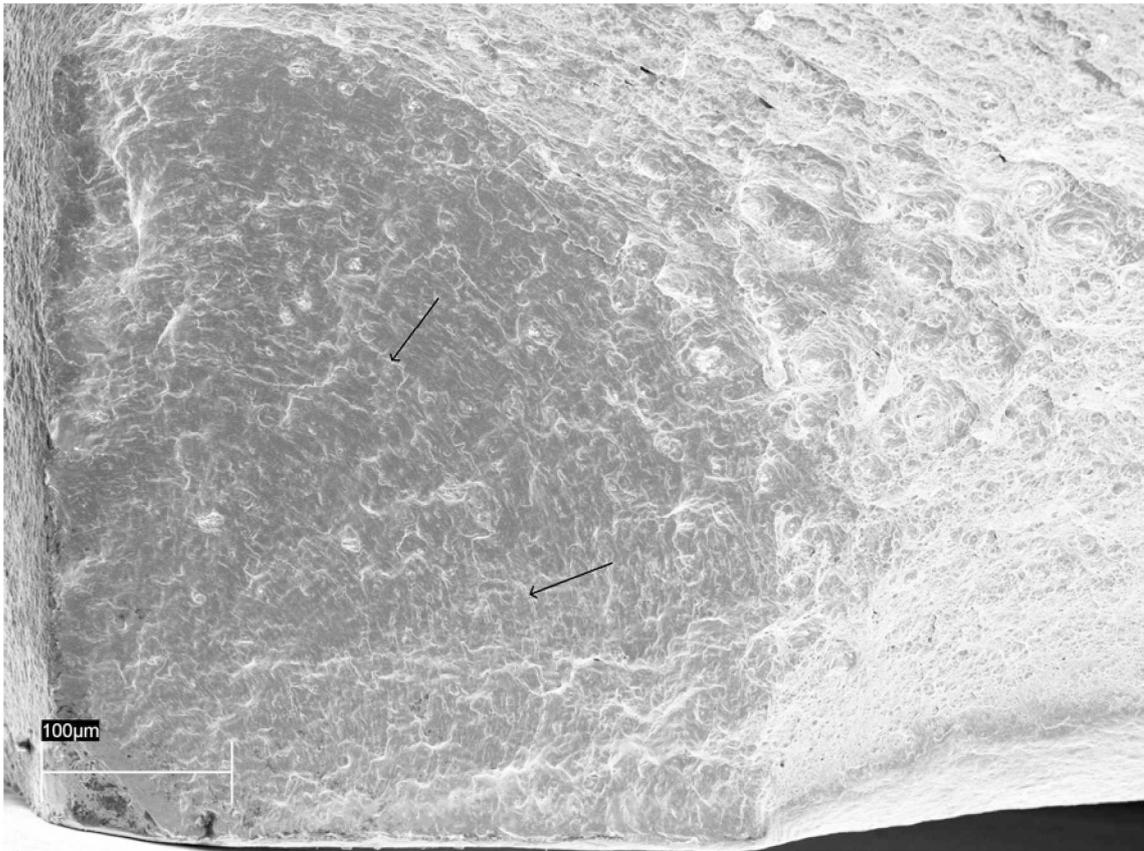


Abbildung 4.4: Die Bruchfläche des Versuches mit  $40\ \mu\text{m}$  langem Anfangsriß. Die Pfeile markieren die Striation des 70. Lastwechsels.

Die in der Abbildung 4.4 dunkler erscheinende Ermüdungsbruchfläche ist rechts oben durch die hellere, wabenartige Restbruchfläche begrenzt. Im linken unteren Eck, im Bereich des  $\mu$ -Balken, ist der flache, einheitlich graue FIB-Einschnitt erkennbar. Das Eck links des FIB-Einschnittes entstand durch das Einbringen des Kerbes mittels Rasierklinge. Wie man anhand der Bruchfläche feststellen kann, beginnt ein mittels FIB eingebrachter Riss in den ersten Lastwechseln "auszubauchen". Das bedeutet, dass die ursprünglich

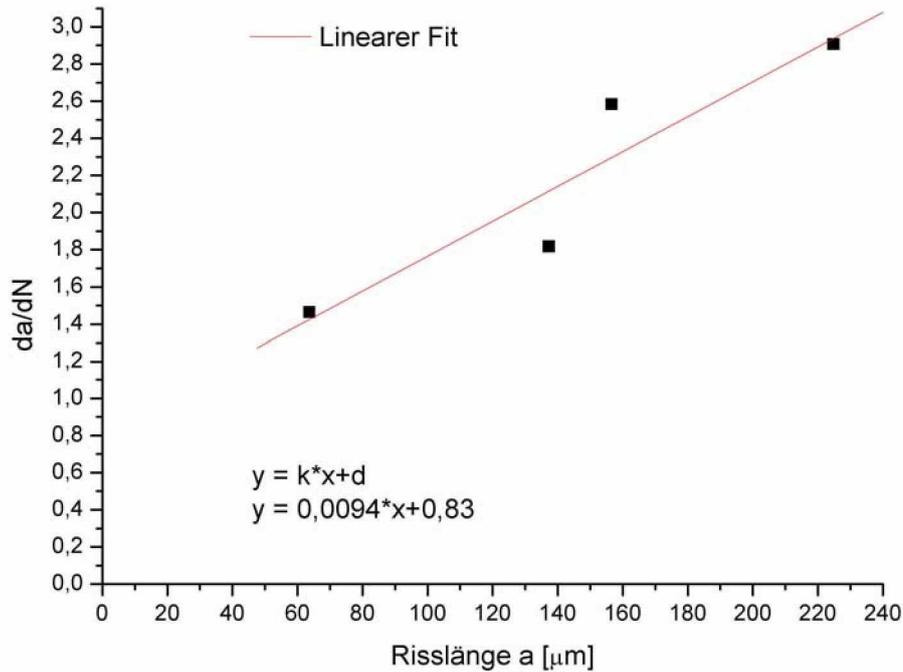


Abbildung 4.5: Rissfortschritt,  $da/dN$ , als Funktion der Risslänge  $a$ , in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $40 \mu\text{m}$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet.

gerade Rissfront beginnt eine viertelkreisförmige Form anzunehmen. Dieser Vorgang geschieht in der Regel im Verlauf der ersten 10 bis 20 Lastwechsel. Danach breitet sich der Riss bei diesem feinen Gefüge immer viertelkreisförmig aus.

Der Grund für die nicht sehr ausgeprägten Striations auf der Ermüdungsbruchfläche ist die feine Mikrostruktur des Werkstoffes, d.h. die Korngröße von  $10 - 20 \mu\text{m}$ . Durch SEM-Aufnahmen mit höherer Vergrößerung war es jedoch möglich, die Striations und somit den Rissfortschritt pro Lastwechsel  $da/dN$  zu bestimmen. Dazu wurden Bereiche der Ermüdungsbruchfläche auf denen es mehrere deutliche und aufeinanderfolgende Striations gab gewählt, und deren Abstand zur linken unteren Ecke bestimmt. Diese gemessene Länge entspricht der Risslänge  $a$ . Weiters wurde die Distanz zwischen den gewählten Striations gemessen um den Rissfortschritt  $da/dN$  als Funktion der Risslänge  $a$  zu bestimmen (Abbildung 4.5). Die errechneten Punkte wurden linear gefittet und die Gleichung der Ausgleichsgeraden bestimmt, um die einzelnen Versuche besser untereinander vergleichen zu können.

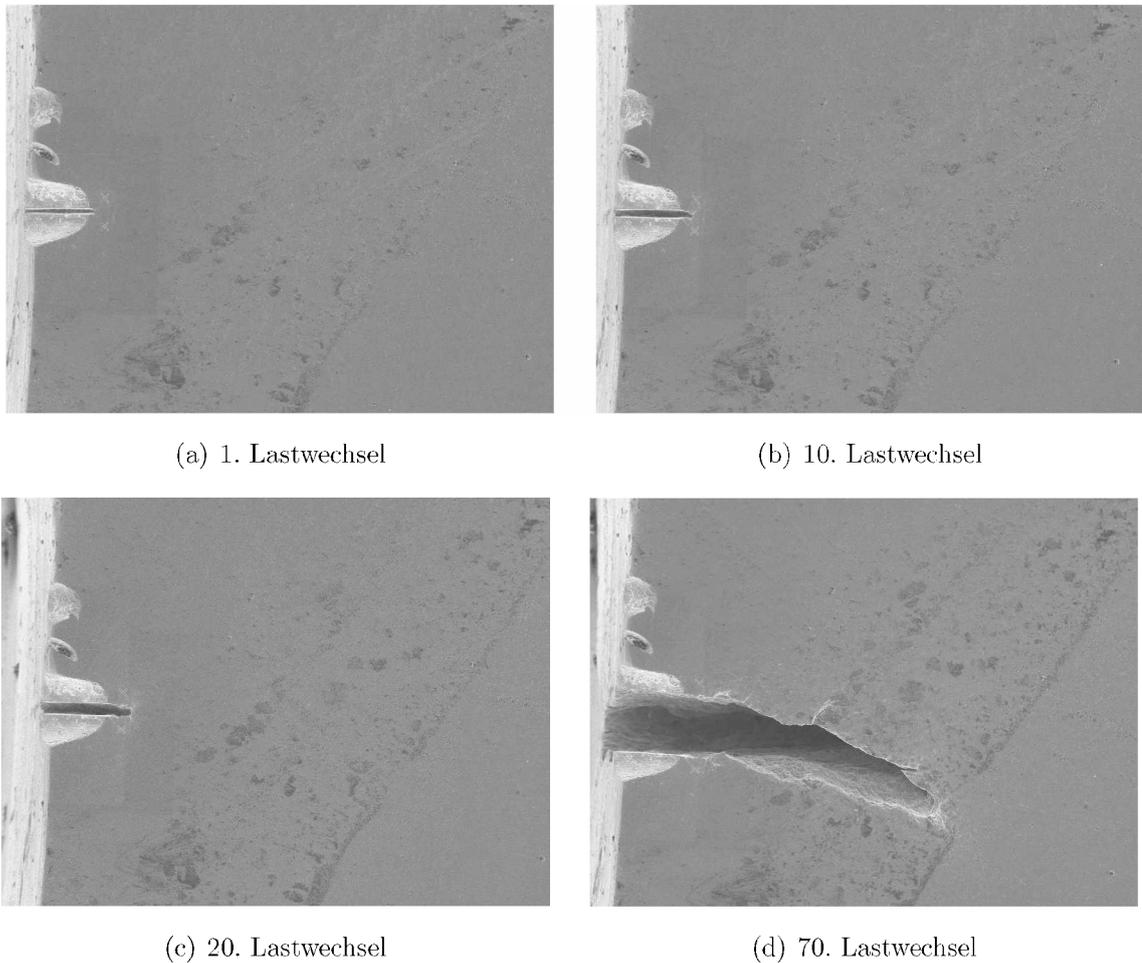


Abbildung 4.6: Die Abbildungen zeigen den Riss nach 1, 10, 20 und 70 Lastwechseln jeweils unter maximaler Zuglast, bei einer 300-fachen Vergrößerung. Wie die Striationauswertung 4.5 belegt, kann man in den Abbildungen 4.6 bereits erkennen, daß der Riss mit steigender Anzahl an Lastwechseln immer schneller zu wachsen beginnt.

Im Vergleich zur Rissfortschrittsbestimmung im Probeninneren mittels Striationauswertung welche erst nach dem Experiment erfolgte, kann das CTOD schon während des Versuches beobachtet werden. Dazu wird ein rechtwinkliges, gleichschenkliges Dreieck in die Risspitze gelegt und die Länge der Hypotenuse gemessen (Abb.: 4.7). Es gäbe auch noch andere Möglichkeiten das CTOD zu messen; im Laufe dieser Arbeit kam jedoch die oben beschriebene Methode zum Einsatz.

Der Grund für die geringe Anzahl an Messpunkten ist, dass die nach der Überlast erfolgten Lastwechsel nicht in diesem Diagramm aufscheinen. Bei den folgenden Versuchen mit längeren Anfangsrissen wurden jedoch wesentlich mehr Datenpunkte gewonnen.

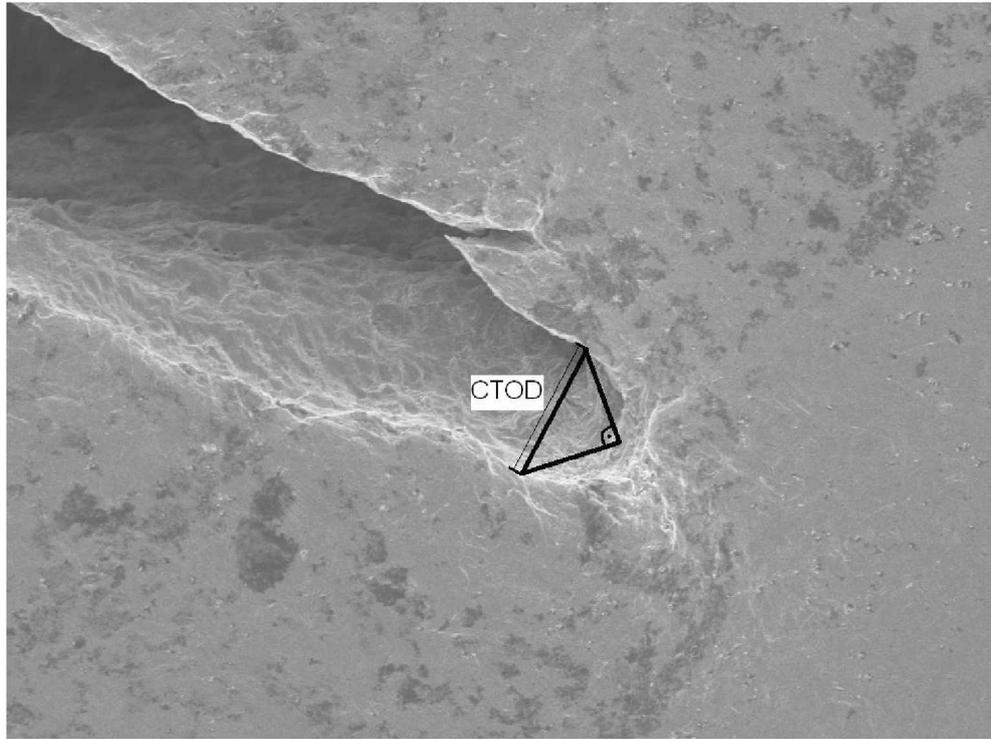


Abbildung 4.7: Ein Beispiel für die Messung des CTOD, wobei die Länge der Hypotenuse des Dreiecks dem CTOD entspricht.

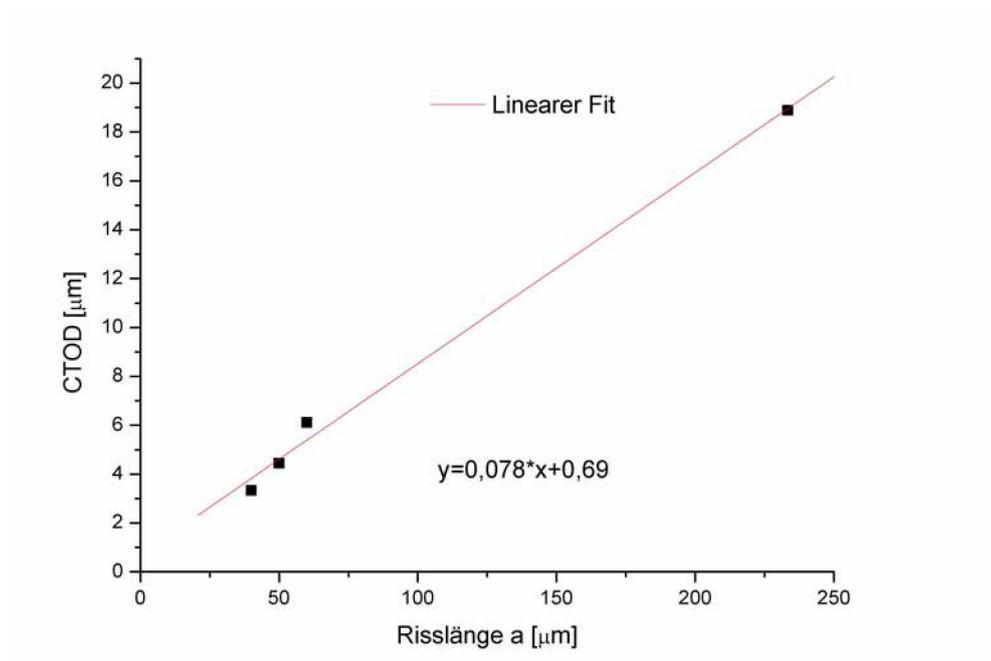


Abbildung 4.8: CTOD als Funktion der Risslänge a, in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $40 \mu m$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet.

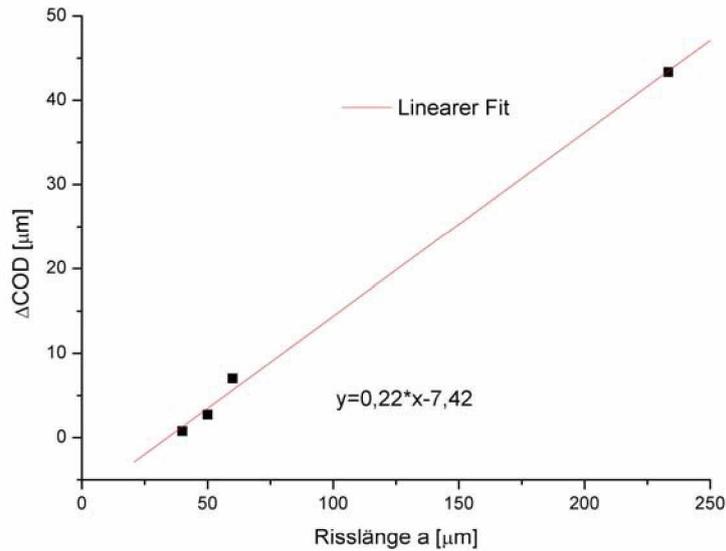


Abbildung 4.9:  $\Delta\text{COD}$  als Funktion der Risslänge  $a$ , in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $40\ \mu\text{m}$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet.

Wie das CTOD, kann das  $\Delta\text{COD}$  auch bereits während des Versuches gemessen werden. Dies geschieht nicht unmittelbar in der Nähe der Risspitze sondern an zwei mit dem FIB erzeugten Markierungen (Abb.: 4.10). Diese befinden sich ober- und unterhalb des Anfrisses. Ihr Abstand wird vor Beginn des Experimentes bestimmt und mit jedem Lastwechsel der dokumentiert wird, neu vermessen.

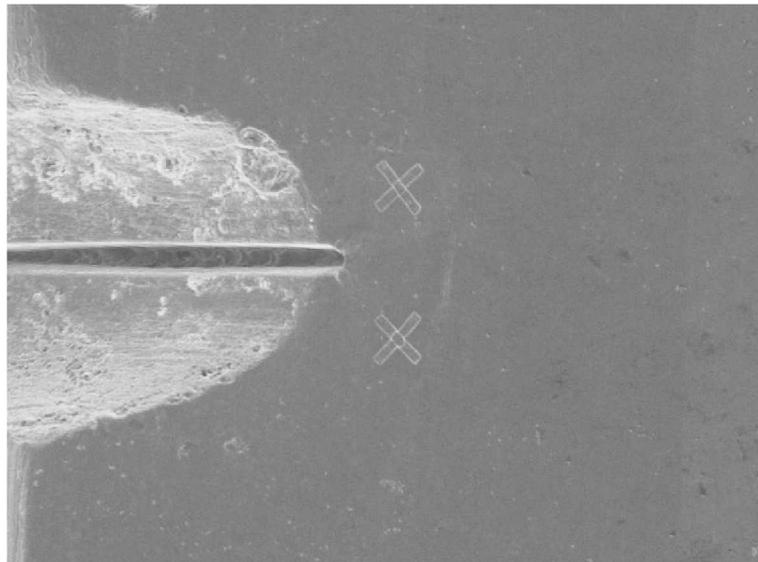
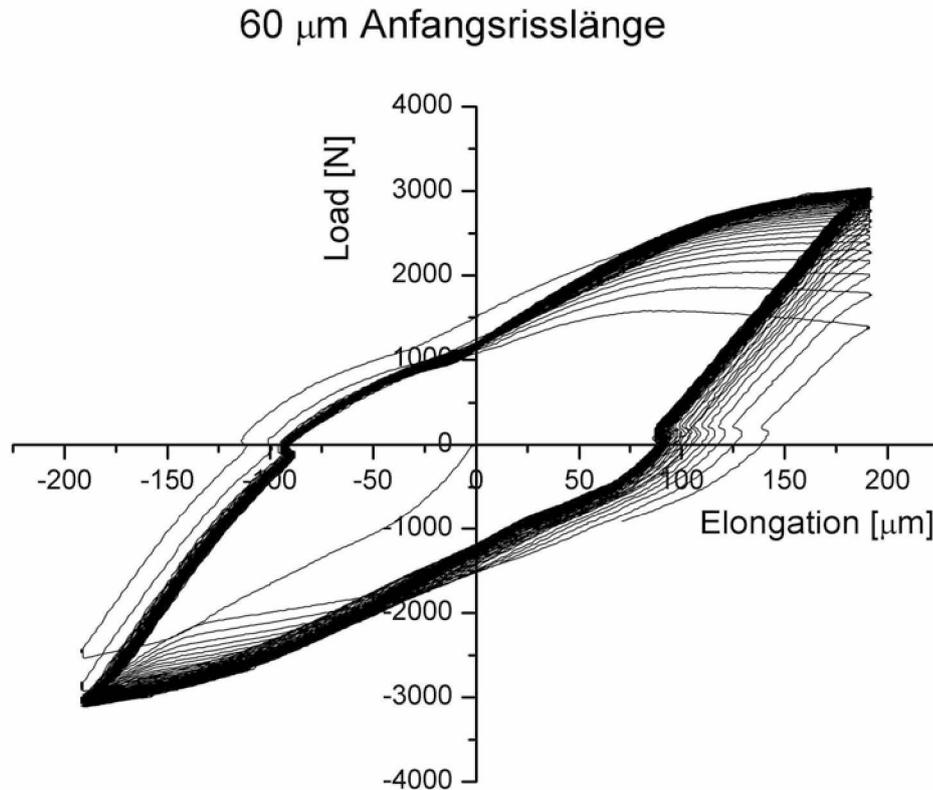


Abbildung 4.10: Die beiden X sind die mittels FIB erzeugten Markierungen, deren Abstand zur Bestimmung des  $\Delta\text{COD}$ -Wertes gemessen wird

4.1.2 60  $\mu\text{m}$  AnfangsrislängeAbbildung 4.11: Kraft-Verschiebungskurve der Probe mit  $60 \mu\text{m}$  langem Anfangsris

Die maximale Kraft in der Kraft-Verschiebungskurve wurde im Zuge des Experimentes immer kleiner. Die zyklisch plastische Verschiebung bei Last Nullnahme durch die vorgegebenen Verschiebungsamplitude etwas zu. Verantwortlich hierfür war der stetig schneller wachsende Riss, der zur Probenentfestigung und somit auch zur Kraftabnahme führte. Trotz Rissverzweigungen - die in Abbildung 4.12 zu erkennen sind - wächst der Riss normal zur Belastungsrichtung. Da es sich bei diesen Rissverzweigungen scheinbar um Oberflächeneffekte handelt, haben sie keinen direkten Einfluss auf das Risswachstum. Allerdings können sie die  $\Delta\text{COD}$ - bzw.  $\text{CTOD}$ -Messung verzerren.

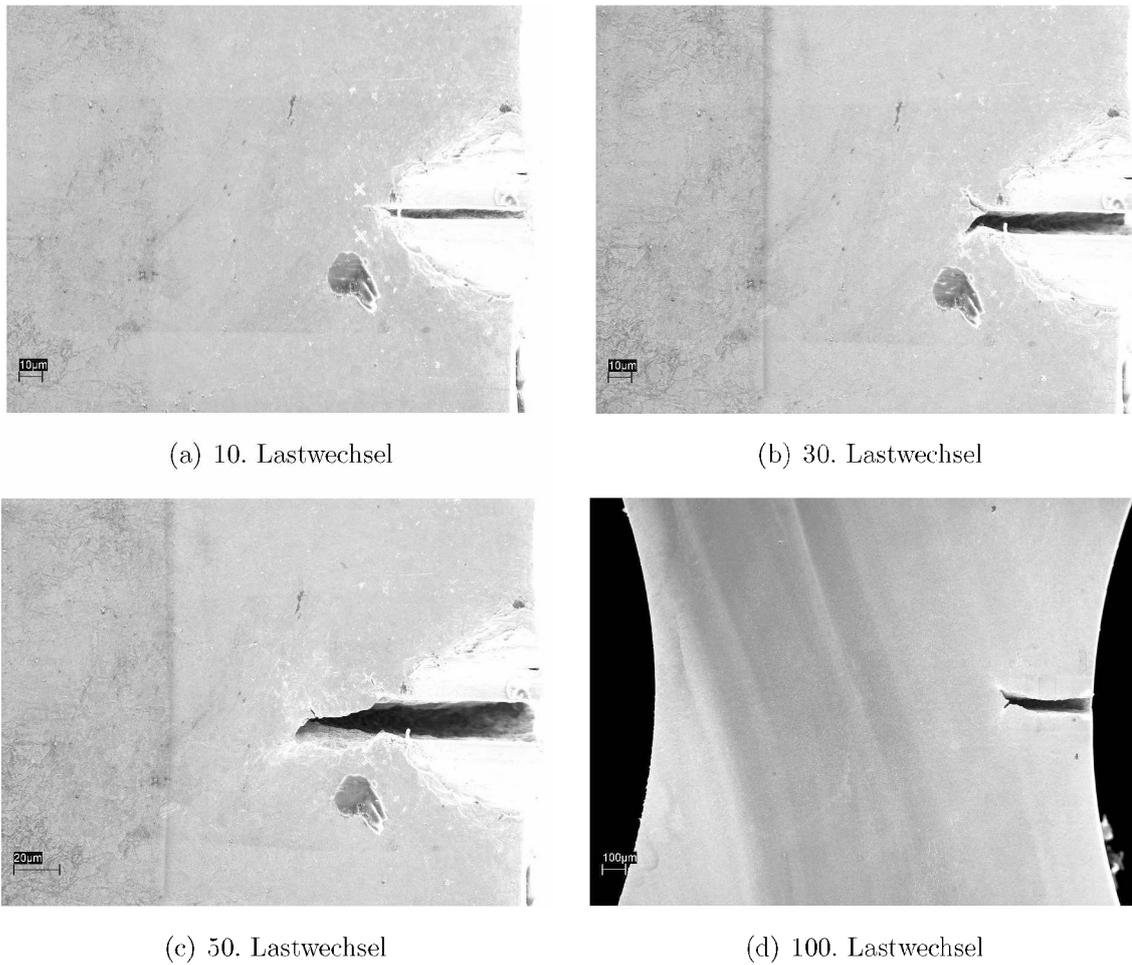


Abbildung 4.12: Die Abbildungen zeigen REM-Aufnahmen des Risses nach 10, 30, 50 und 100 Lastwechseln jeweils unter maximaler Zuglast. Die Aufnahmen (a), (b) und (c) erfolgten bei 500-facher Vergrößerung. Das Bild (d) entstand bei 50-facher Vergrößerung.

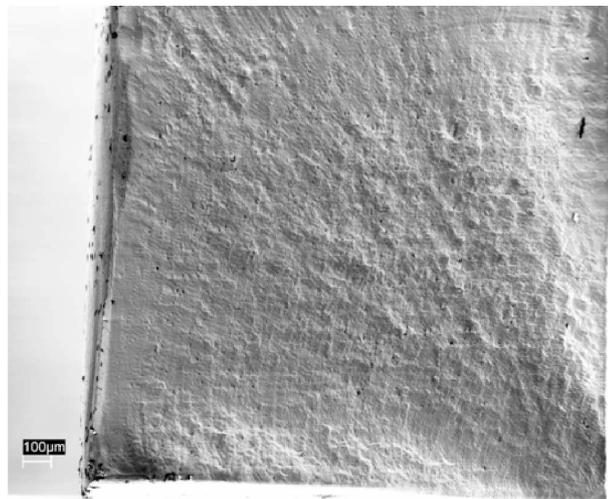


Abbildung 4.13: Die Bruchfläche des Versuches mit  $60 \mu\text{m}$  langem Anfangsriß

Bei diesem Versuch ging der Ermüdungsbruch vom rechten unteren Eck aus (Abb.: 4.13). Dabei geschieht dasselbe wie im Versuch mit  $40\ \mu\text{m}$  langem Anfangsriss. Die ursprünglich gerade Rissfront beginnt sich auszubauchen und wächst dann viertelkreisförmig bis zum Probenversagen.

Auffallend ist die recht geringe Gewaltbruchfläche, sowie die nicht ebene Bruchfläche. Die Auswertung dieser Bruchfläche erfolgte mit derselben Methode wie beim Versuch mit der Anfangsrisslänge von  $40\ \mu\text{m}$ . Dies geschah da die Striations vielerorts zu deformiert waren um aus ihrem Abstand den Rissfortschritt direkt bestimmen zu können. Deshalb wurden wieder einige Bereiche mit mehreren deutlich erkennbaren Striations gewählt, deren Abstand untereinander und deren Abstand zum Rissursprung(rechte untere Ecke) bestimmt. Daraus wurde dann der Rissfortschritt  $da/dN$  berechnet und im Diagramm 4.14 aufgetragen.

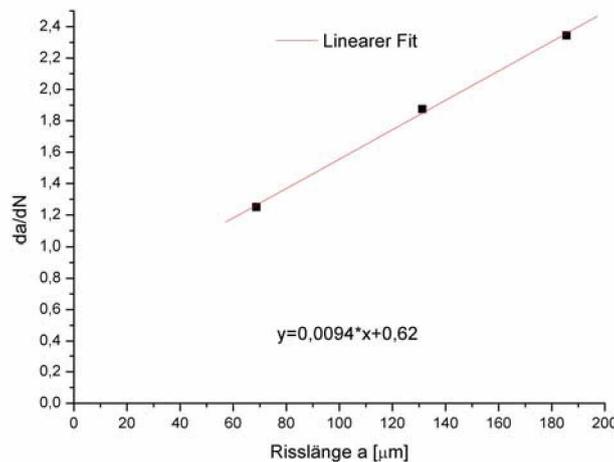


Abbildung 4.14: Rissfortschritt,  $da/dN$ , als Funktion der Risslänge  $a$ , in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $60\ \mu\text{m}$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet.

Nach der Analyse der Bruchfläche erfolgte der Schritt des Verformungsmatchens. Die Abbildungen 4.15 zeigen die Ergebnisse nach der jeweiligen Anzahl von Lastwechseln. Beim Vergleich der Bilder für den 1. und 10. Lastwechsel erkennt man, daß die Dehnungskonzentration stark zunimmt. Zwischen 1 und 10 Lastwechsel könnte dies auf das Ausbauchen des Risses im Probeninneren zurückzuführen sein. In den folgenden 10 Lastwechseln vergrößert sich die dehnungsarme Zone (blau) da der Riss nicht nur im Probeninneren sondern auch an der Oberfläche zu wachsen beginnt. Nach 50 Lastwechseln ist dieser Bereich weiter gewachsen. Die Dehnung hat sich um so mehr, auf die unter  $45^\circ$  von der Waagrechten von der Risspitze weglaufenden Bereiche konzentriert.

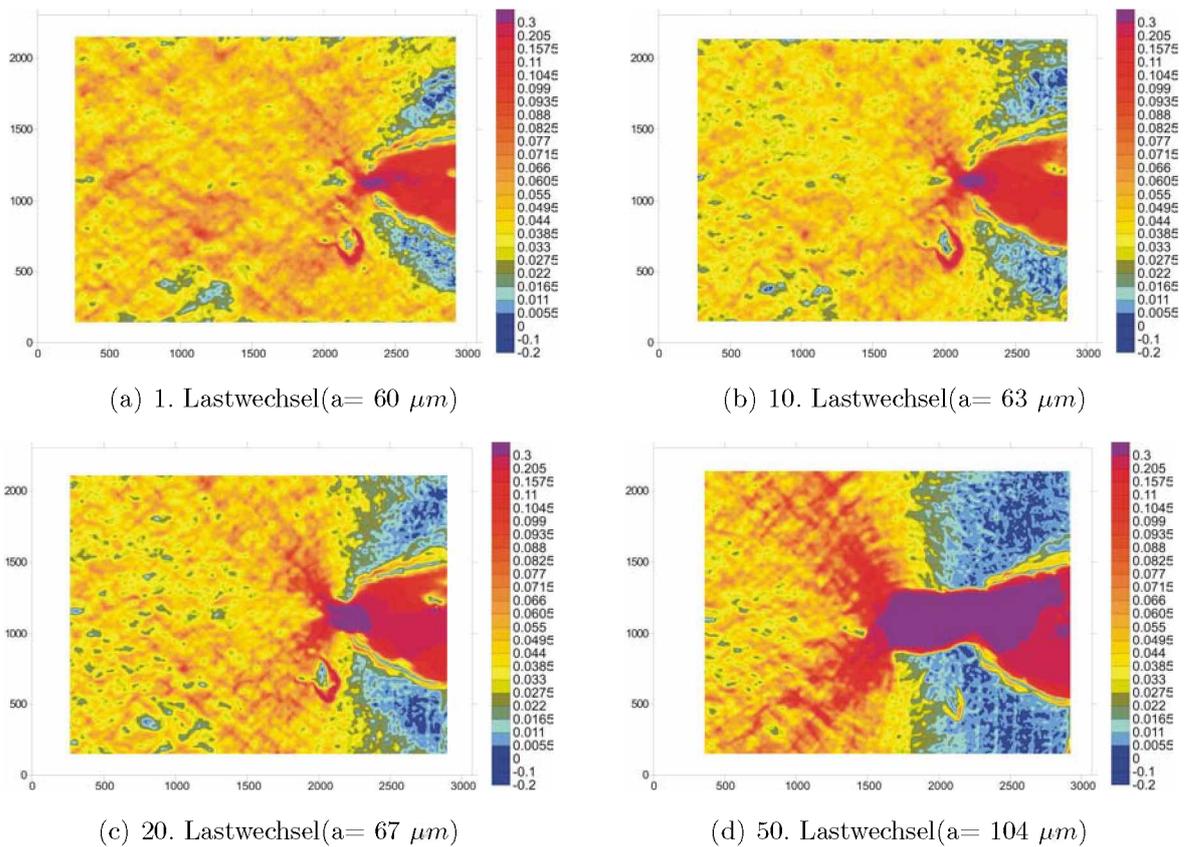


Abbildung 4.15: Die Abbildungen zeigen die Vergleichsdehnung zwischen Minimal- und Maximallast - dargestellt mit Hilfe der Software Surfer - nach der jeweiligen Anzahl von Lastwechseln (LW).

Die Aufnahmen der Oberfläche wurden nicht nur zum Verformungsmatchen herangezogen sondern konnte aus ihnen direkt das CTOD sowie das  $\Delta\text{COD}$  gemessen werden. Das CTOD wurde fast direkt an der Risspitze, das  $\Delta\text{COD}$  hingegen näher des Rissursprungs, anhand zweier mit dem FIB erzeugten Markierungen, gemessen. Die folgenden Diagramme 4.16 und 4.17 zeigen die Ergebnisse.

Es wurde bewußt ein linearer Fit gewählt, da vorallem zu Beginn der Riss hauptsächlich im Probeninneren wächst. Dadurch kommt es anfänglich zu einem wesentlich Anstieg von CTOD und  $\Delta\text{COD}$ , wobei die Risslänge sich kaum ändert. Erst nach ca. 10 bis 20 Lastwechsel stellt sich ein annähernd lineares Wachstum ein.

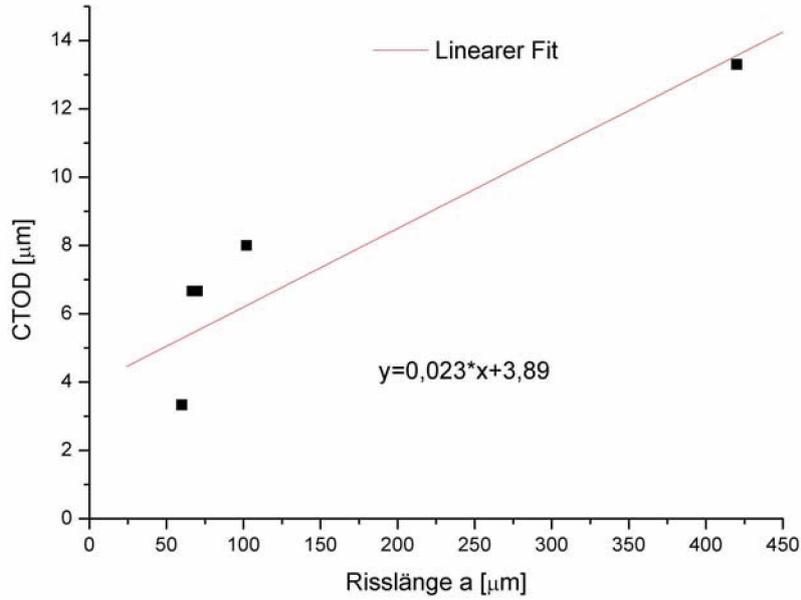


Abbildung 4.16: CTOD als Funktion der Risslänge a, in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $60 \mu\text{m}$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet.

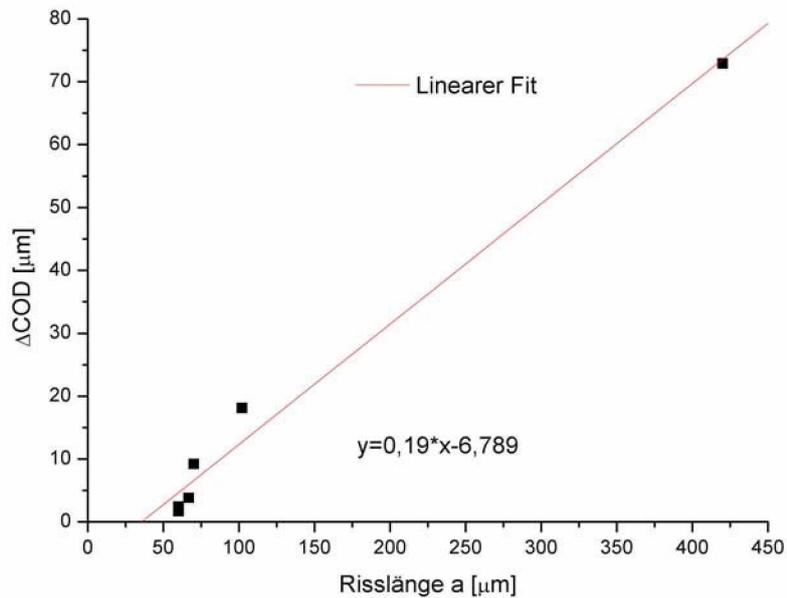
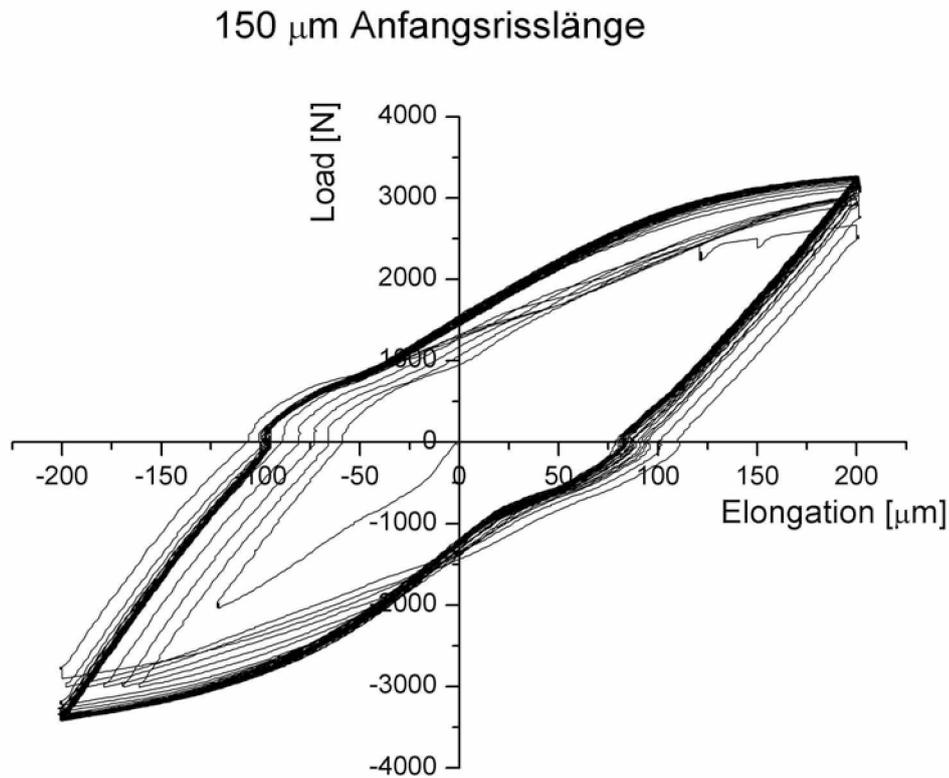


Abbildung 4.17:  $\Delta\text{COD}$  als Funktion der Risslänge a, in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $60 \mu\text{m}$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet.

4.1.3 150  $\mu\text{m}$  AnfangsrislängeAbbildung 4.18: Kraft-Verschiebungskurve der Probe mit 150  $\mu\text{m}$  langem Anfangsris

Kraft-Verschiebungskurve dieses Experimentes zeigt die anfänglichen (ersten 4 Lastwechsel) falsch gewählten Einstellungen der Steuerungssoftware für das K&W Zug-Druckmodul. Da die Versuche immer weggesteuert durchgeführt wurden und die Proben der vorigen Experimente einen etwas geringeren Querschnitt hatten, wurde der eingestellte Grenzwert für die Druckkraft nicht erreicht. Bei diesem Versuch jedoch hatte die Probe einen etwas größeren Querschnitt, wodurch für die gleiche Verschiebung höhere Kräfte benötigt wurden. Dadurch wurde der Grenzwert für die Druckkraft erreicht und die Software begann automatisch mit der Entlastung, obwohl die vorgegebene Verschiebung noch nicht erreicht war.

Die Bruchfläche (Abb.: 4.19) dieser Probe weist dieselben Merkmale wie die vorigen auf. Die ursprünglich gerade Rissfront beginnt auszubauchen und danach breitet sich der Riss viertelkreisförmig aus. Wie schon bei den Versuchen zuvor wurden die Striations ziemlich zerdrückt, wodurch die Auswertung nur in einigen beschränkten Bereichen erfolgen konnte.

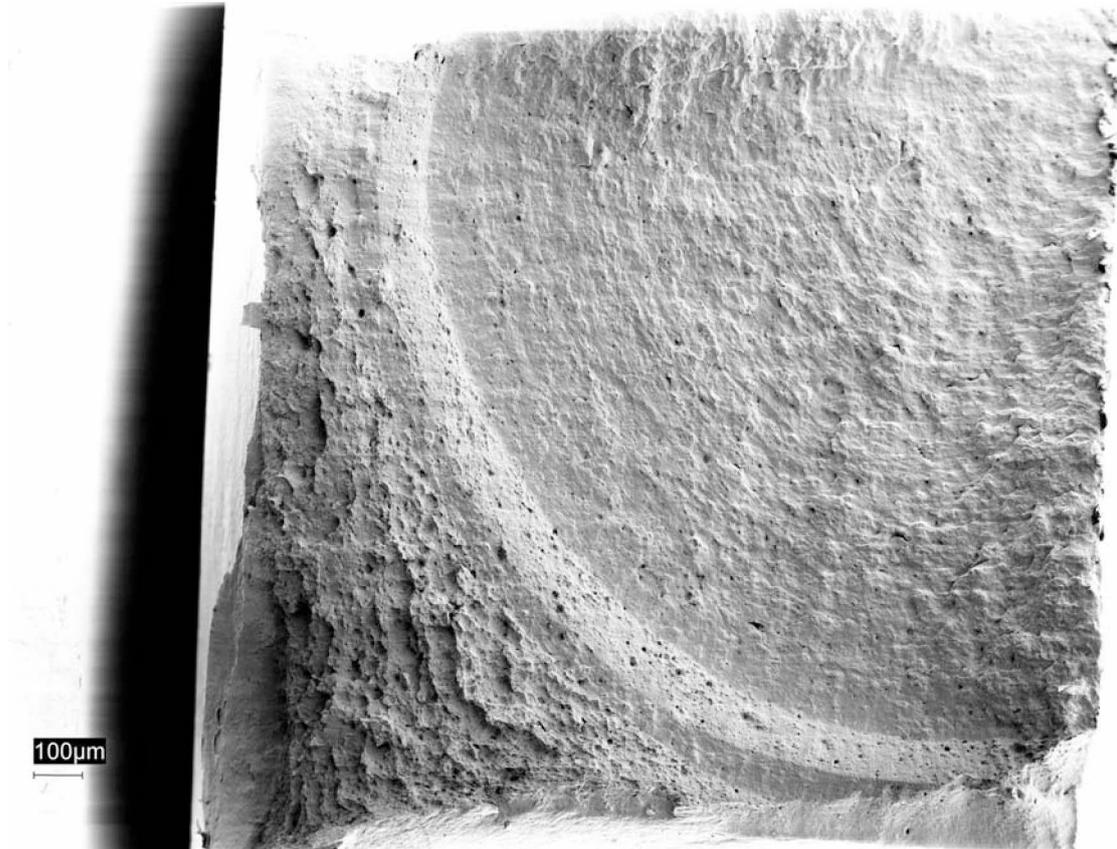


Abbildung 4.19: Die Bruchfläche des Versuches mit 150 µm langem Anfangsriß

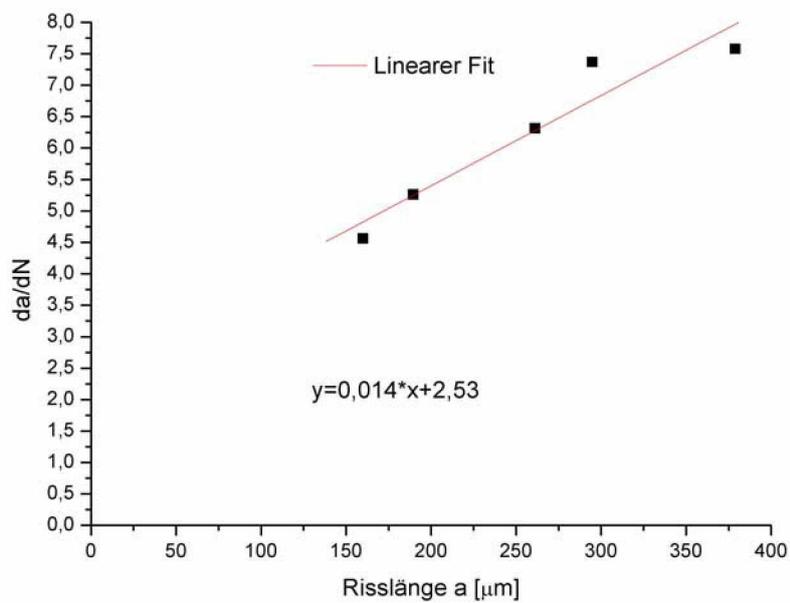


Abbildung 4.20: Rissfortschritt,  $da/dN$ , als Funktion der Risslänge  $a$ , in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von 150 µm. Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet.

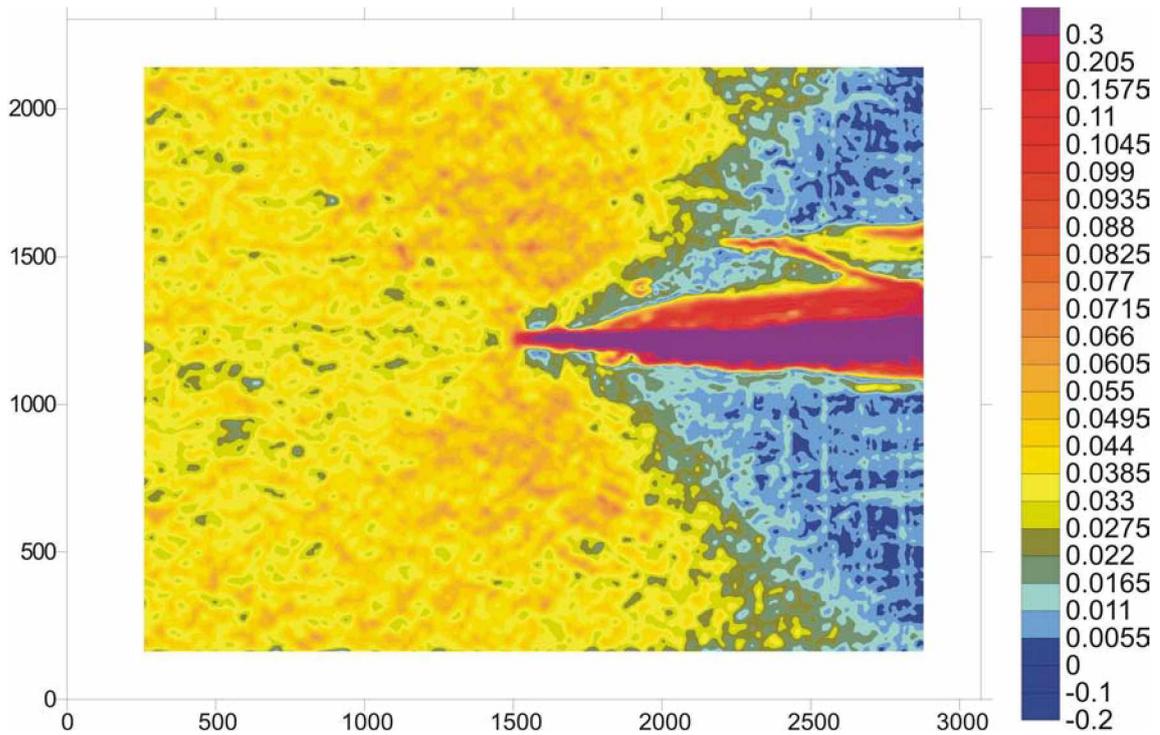


Abbildung 4.21: Die Abbildung zeigt die Vergleichsdehnung zwischen Minimal- und Maximallast - dargestellt mit Hilfe der Software Surfer - beim 1. Lastwechsel (Aufgrund der Steuerungsfehler ist die Dehnungsamplitude etwas geringer als bei späteren Lastwechseln!).

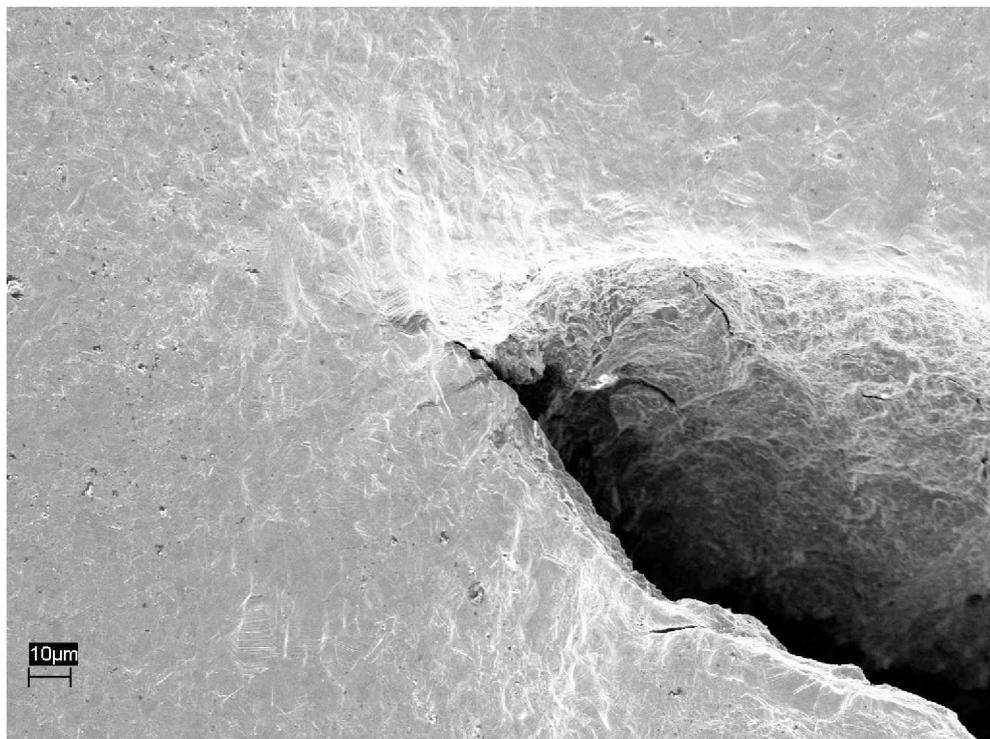


Abbildung 4.22: Der Riss beim 60. Lastwechsel bei maximaler Zuglast. Dabei ist die Mikrostruktur stellenweise gut zu erkennen.

Nach der Untersuchung der Bruchfläche wurden die Oberflächenaufnahmen des Risses verformungsgematcht. Nur beim 1. Lastwechsel (Abb.: 4.21) konnte ein anschauliches Bild berechnet werden. Trotz diverser Parameteränderungen der Software Mex wurden keine Verbesserungen erreicht. Der Grund dafür dürfte in der nicht optimalen Probenpräparation liegen. Wahrscheinlich wurde die Probe nicht lange genug geätzt um für die Software ausreichend erkennbare homologe Punkte zu erzeugen. Ein weiterer Grund könnte die ausgeprägtere (als in den Versuchen zuvor) Reliefbildung an der Probenoberfläche (Abb.: 4.22) sein.

Aus den Aufnahmen der Oberfläche wurden das CTOD und  $\Delta$ COD gemessen und in den Diagrammen 4.23 und 4.23 über der Risslänge aufgetragen.

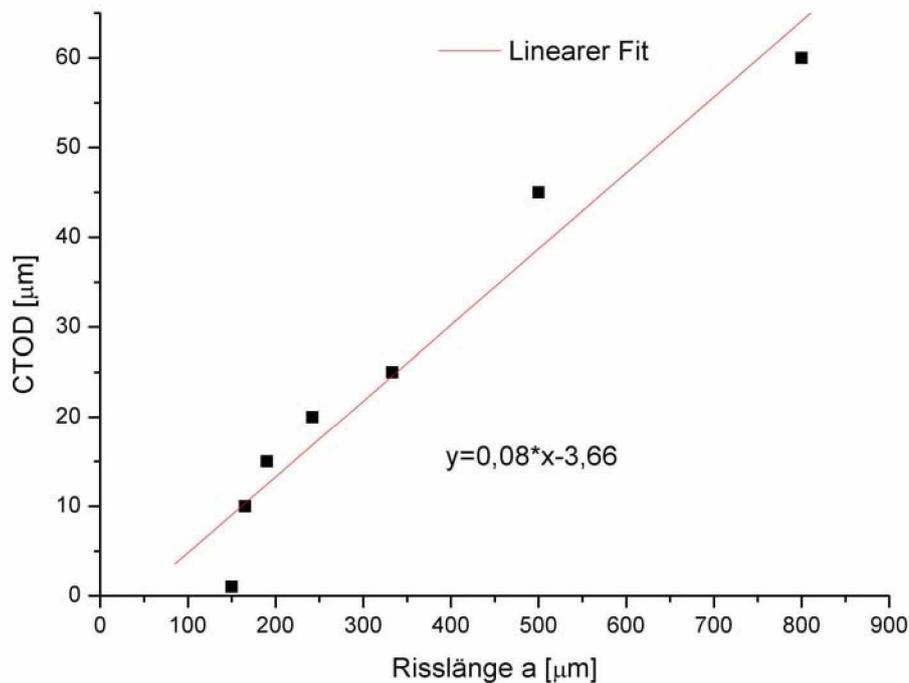


Abbildung 4.23: CTOD als Funktion der Risslänge a, in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $150 \mu\text{m}$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet.

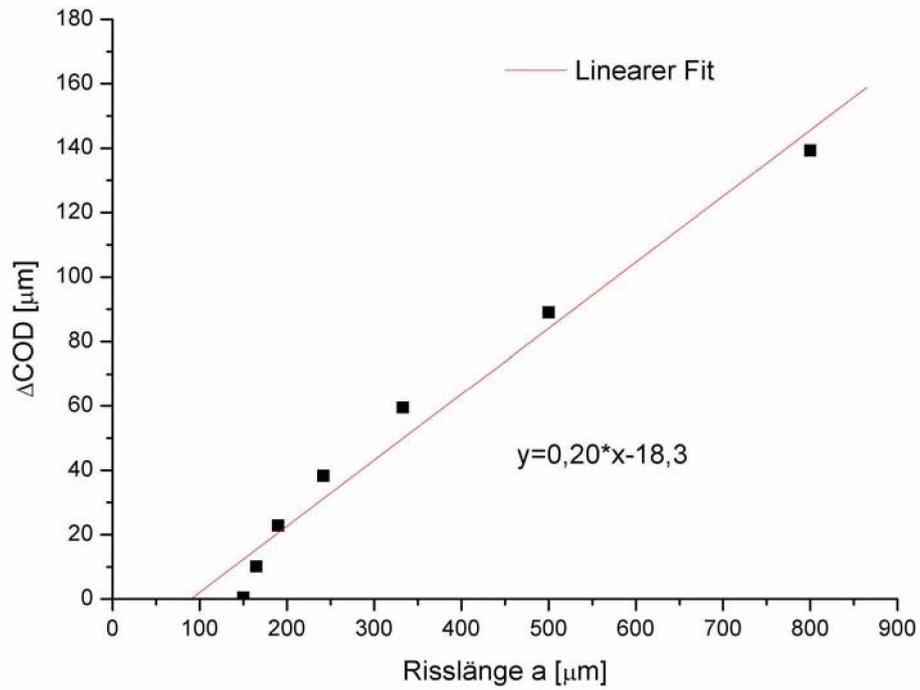


Abbildung 4.24:  $\Delta\text{COD}$  als Funktion der Risslänge  $a$ , in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $150 \mu\text{m}$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet.

#### 4.1.4 Das Überlastexperiment

Wie bereits erwähnt wurde beim Versuch mit  $40\ \mu\text{m}$  tiefen Kerb zusätzlich ein Überlastexperiment durchgeführt. Der 70. Lastwechsel wurde mit einer 20 % höheren Verschiebung durchgeführt, woraus sich eine Drucküberlast von 106 % ergibt. Darauf folgte der 71. Lastwechsel mit einer 20 % höheren Verschiebung bei Zuglast. Dies entspricht 105 % der Normallast. Die nachfolgenden Lastwechsel (wieder bei ursprünglicher Belastungsamplitude) wurden genauer beobachtet um feststellen zu können, wie ein Riss nach einer Überlast weiterwächst.

Durch Vergleiche mit der Länge des Risses an der Oberfläche konnte der 70. Lastwechsel auf der Bruchoberfläche genau lokalisiert werden (die Pfeile in der Abbildung 4.4 deuten auf die Striation dieses Lastwechsel hin).

Zur Auswertung konnten nur die Aufnahmen der Oberfläche, also das CTOD, herangezogen werden, da die Striations nach der Überlast zu unkenntlich und inhomogen waren.

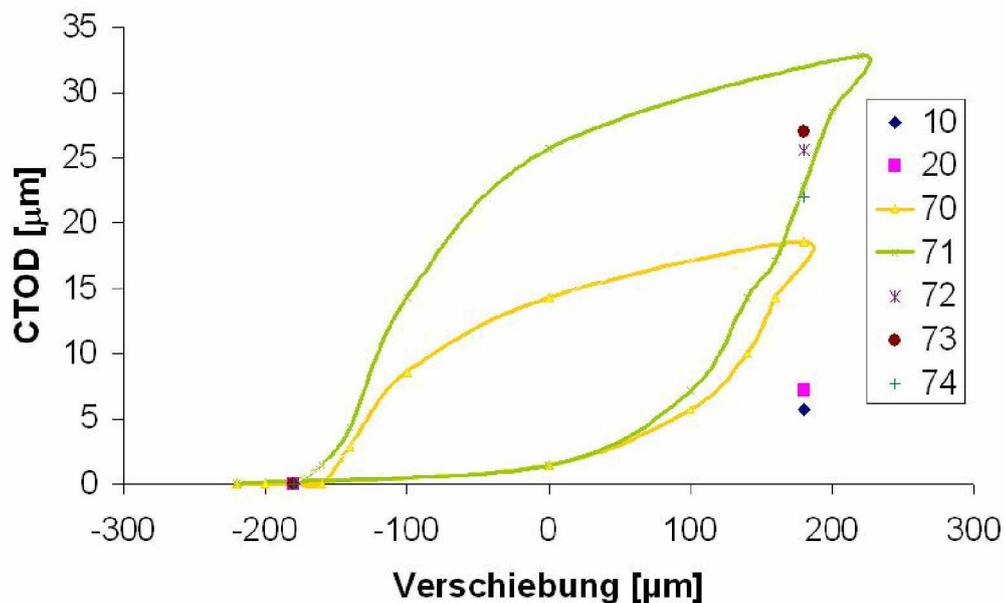


Abbildung 4.25: Die Überlast-Lastwechsel 70 und 71 im Vergleich zu den Normallast-Lastwechsel

Die Lastwechsel der unmittelbar auf den Zugüberlast-Lastwechsel folgen (72,73,74) weisen ein höheres CTOD auf als der 70. Lastwechsel auf.

Zur besseren Veranschaulichung der Vorgänge an der Rissspitze wurden die zahlreichen SEM-Aufnahmen des 70. und 71. Lastwechsels gemacht. Die folgenden Abbildungen zeigen die Ergebnisse. Sie sind wie folgt gegliedert:

- Rissöffnen
- Riss schließen
- Überlast

Zur besseren Überschaubarkeit der folgenden Ergebnisse dient Abbildung 4.26. Die blauen Ziffern stehen für die jeweilige Aufnahme. Da beim Matchen zwei Aufnahmen miteinander verglichen werden, stehen die Buchstaben für den Bereich zwischen den zwei Aufnahmen. Weiters können diese Buchstaben den folgenden Abbildungen (4.27, 4.28, 4.29) zugeordnet werden; rote Buchstaben für das Rissöffnen, grüne für das Riss schließen und magentafarbene für die Überlast.

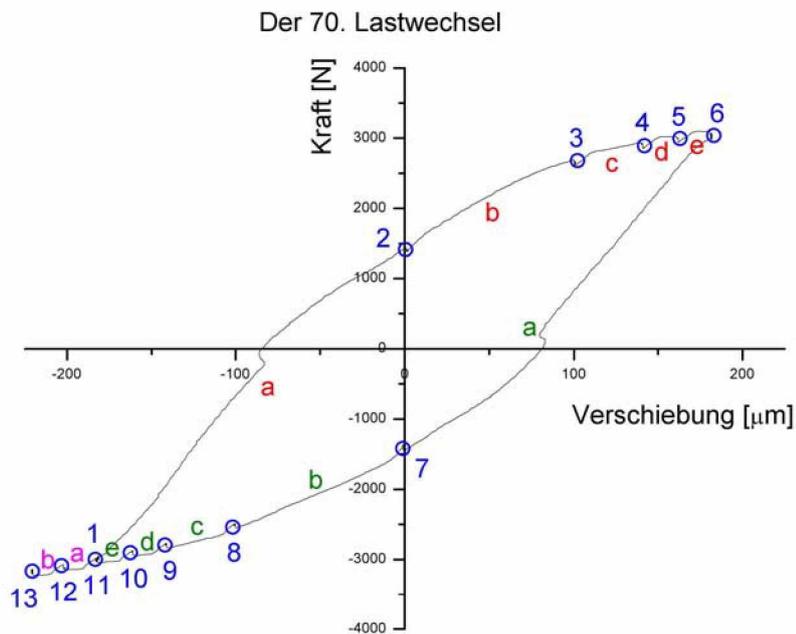


Abbildung 4.26: Die blauen Ziffern zeigen, wo das Experiment angehalten wurde um Aufnahmen zu machen. Die Buchstaben stehen für den Bereich der Kraft-Verschiebungskurve über den gematcht wurde sowie die Bezeichnung der folgenden Abbildungen 4.27, 4.28, 4.29 (rote Buchstaben für das Rissöffnen, grüne für das Riss schließen und magentafarbene für die Überlast).

## Das Rissöffnen beim 70. Lastwechsel

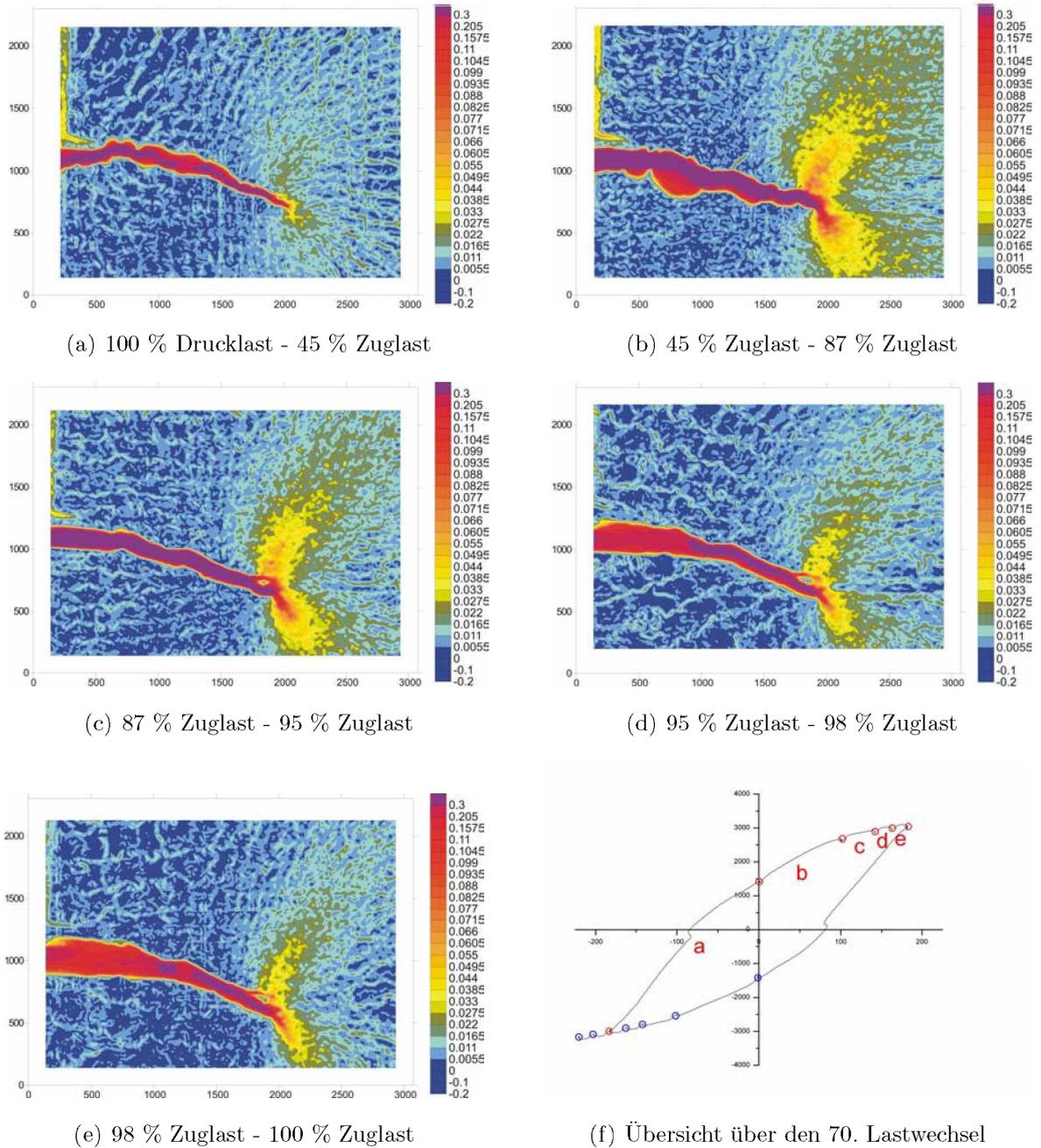


Abbildung 4.27: Die Abbildungen (a) bis (e) zeigen Dehnungskarten des Rissöffnens beim 70. Lastwechsel. Dargestellt ist die Vergleichsdehnung. Die hohen Dehnungen an der Position des Risses sind nicht real, denn sie ergeben sich durch die Rissöffnung. Die Zuglast betrug 3050 N bzw -3020 N bei der Drucklast.

Die Abbildung 4.27 a zeigt, dass der Riss bei ca. 80 % der Maximallast beginnt sich zu öffnen (erste Anzeichen einer plastischen Zone vor der Risspitze (gelber Bereich)). Dies verdeutlicht auch die Hysteresekurve (Abb.: 4.1) die erst ab einem Wert von ca. 2700 N

beginnt abzuflachen. Das belegt wiederum, dass das Material sich nicht mehr elastisch sondern plastisch verformt.

Weiters kann man in diesen Abbildungen das Entstehen der plastischen Zone (gelb-oranger Bereich vor der Risspitze) erkennen. Durch die immer kürzeren Abstände hin zur Maximallast in denen die REM-Aufnahmen gemacht und gemacht wurden, vermitteln die Surfer-Plots den Anschein als würde die plastische Zone kleiner werden. Dies ist aber nicht der Fall.

## Das Risschließen beim 70. Lastwechsel

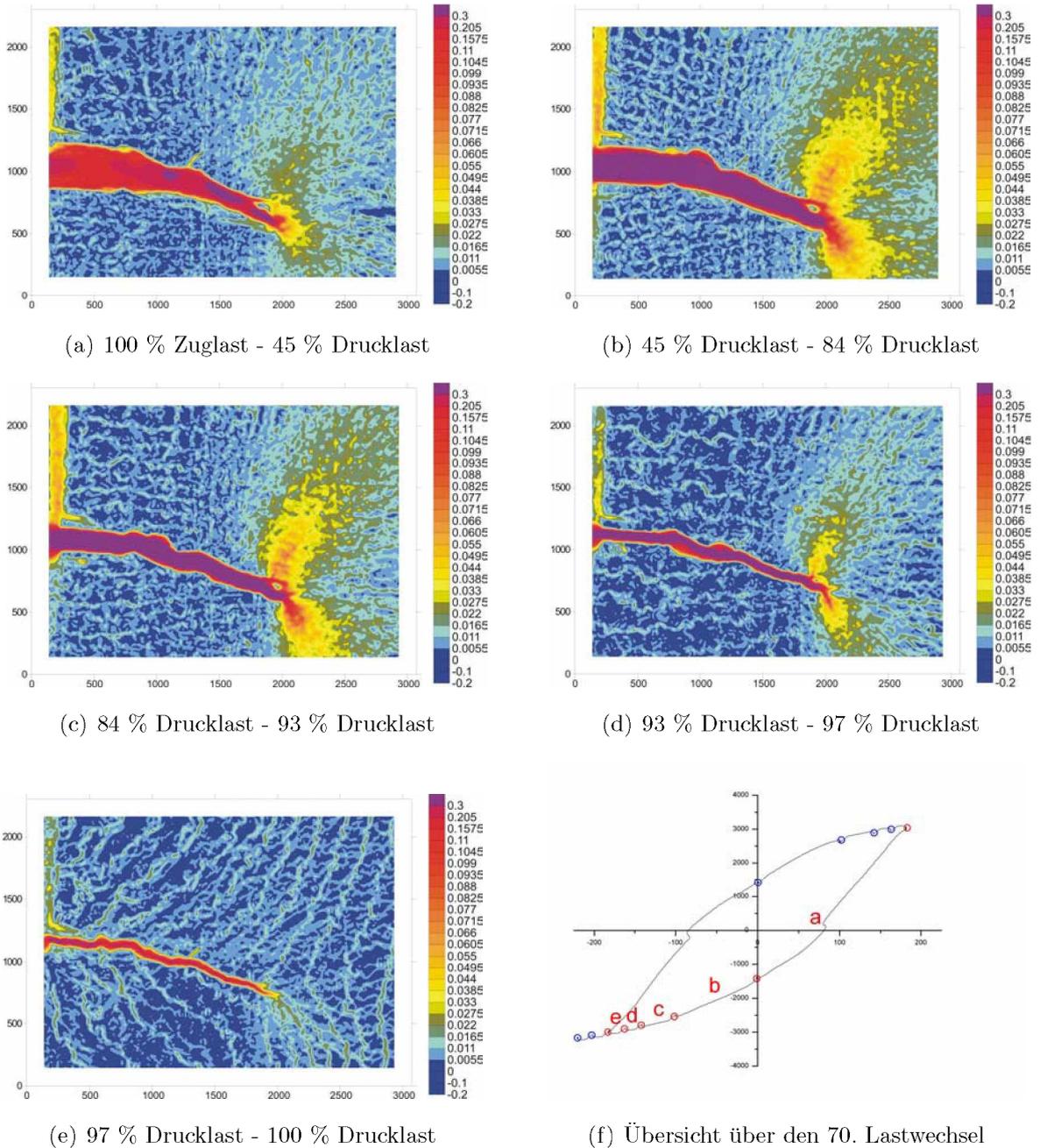


Abbildung 4.28: Dehnungskarten des Risschließens beim 70. Lastwechsel. Dargestellt ist die Vergleichsdehnung.

Wie bereits beim Rissöffnen geschieht beim Risschließen bis etwa 80 % der maximalen Drucklast wenig. Dann bildet sich die plastische Zone aus und der Riss beginnt sich zu schließen. Auch hier entsteht der Eindruck als würde sich die plastische Zone nach anfänglichem Wachstum zurückbilden. Dies ist abermals zurückzuführen auf die unterschiedlichen Zeitpunkte der Aufnahmen der miteinander verglichenen Bilder. Ein normaler Lastwechsel würde nach diesen Abbildungen(4.28) enden.

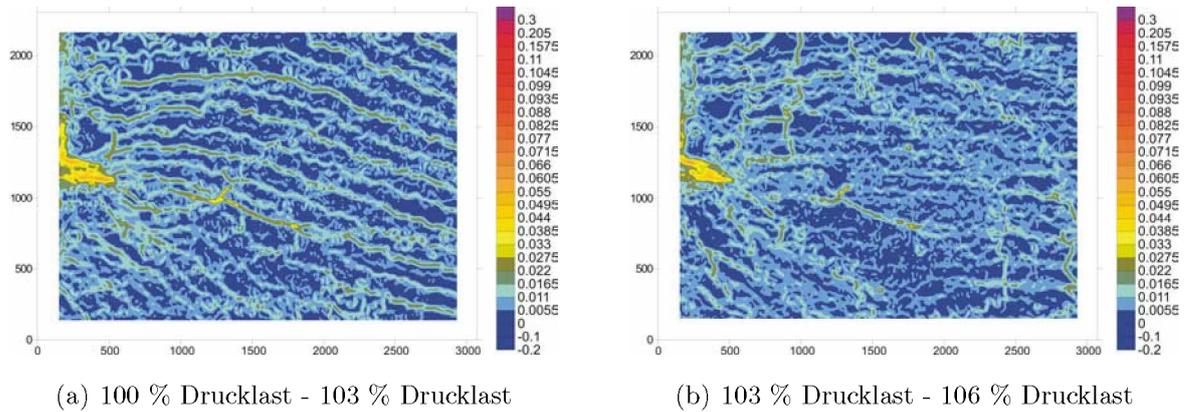


Abbildung 4.29: Dehnungskarten der Drucküberlast beim 70. Lastwechsel. Dargestellt ist die Vergleichsdehnung.

## Die Drucküberlast beim 70. Lastwechsel

Die Abbildungen 4.29 täuschen ein fast völliges Verschwinden des Risses vor. In Wirklichkeit berühren sich nun beide Rissflanken, wodurch sich die Verformung homogen auf die ganze Probe verteilt und sich nicht im Bereich der Risspitze konzentriert.

Um einen Überblick über die Abbildungen(4.31 ,4.32 ,4.33) geben zu können, wurde gezielt der 71. Lastwechsel der Kraft-Verschiebungs-Kurve entnommen und dargestellt(Abbildung 4.30). Die blauen Kreise unter den blauen Ziffern markieren die Bereiche in welchen das Experiment angehalten wurde um REM-Aufnahmen zu machen. Die Buchstaben können einerseits den Bereichen der Last-Verschiebungskurve über welchen gemacht wurde, andererseits den folgenden Abbildungen 4.31 ,4.32 und 4.33 zugeordnet werden. Rote Buchstaben stehen für das Rissöffnen, magentafarbene für die Drucküberlast und grüne für das Riss schließen. Da dieser Lastwechsel im Drucküberlastbereich begann und die darauffolgenden Lastwechsel wieder bei Normallast erfolgten schließt sich diese Hystereseurve nicht ganz.

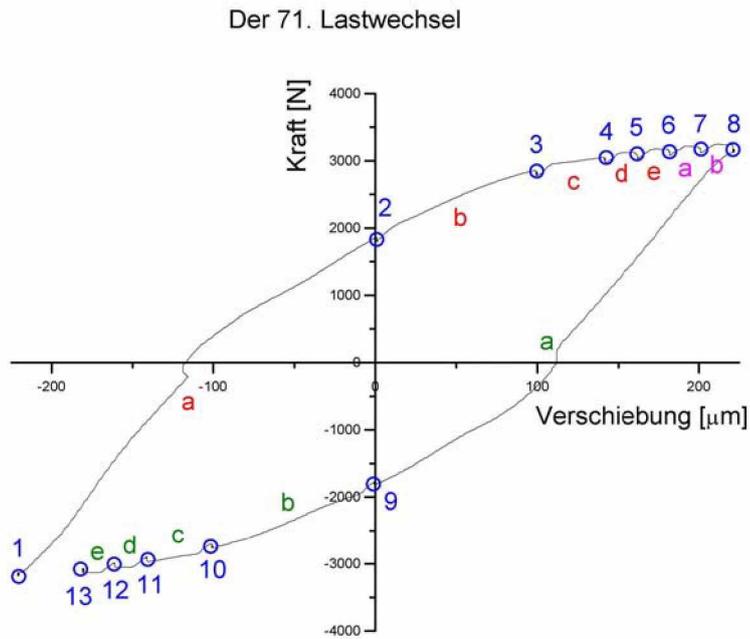


Abbildung 4.30: Die blauen Ziffern zeigen, wo das Experiment angehalten wurde um Aufnahmen zu machen. Die Buchstaben stehen für den Bereich der Last-Verschiebungs-Kurve über den gematcht wurde sowie die Bezeichnung der folgenden Abbildungen 4.31 ,4.32 ,4.33 (rote Buchstaben für das Rissöffnen, grüne für das Riss schließen und magentafarbene für die Überlast).

## Das Rissöffnen beim 71. Lastwechsel

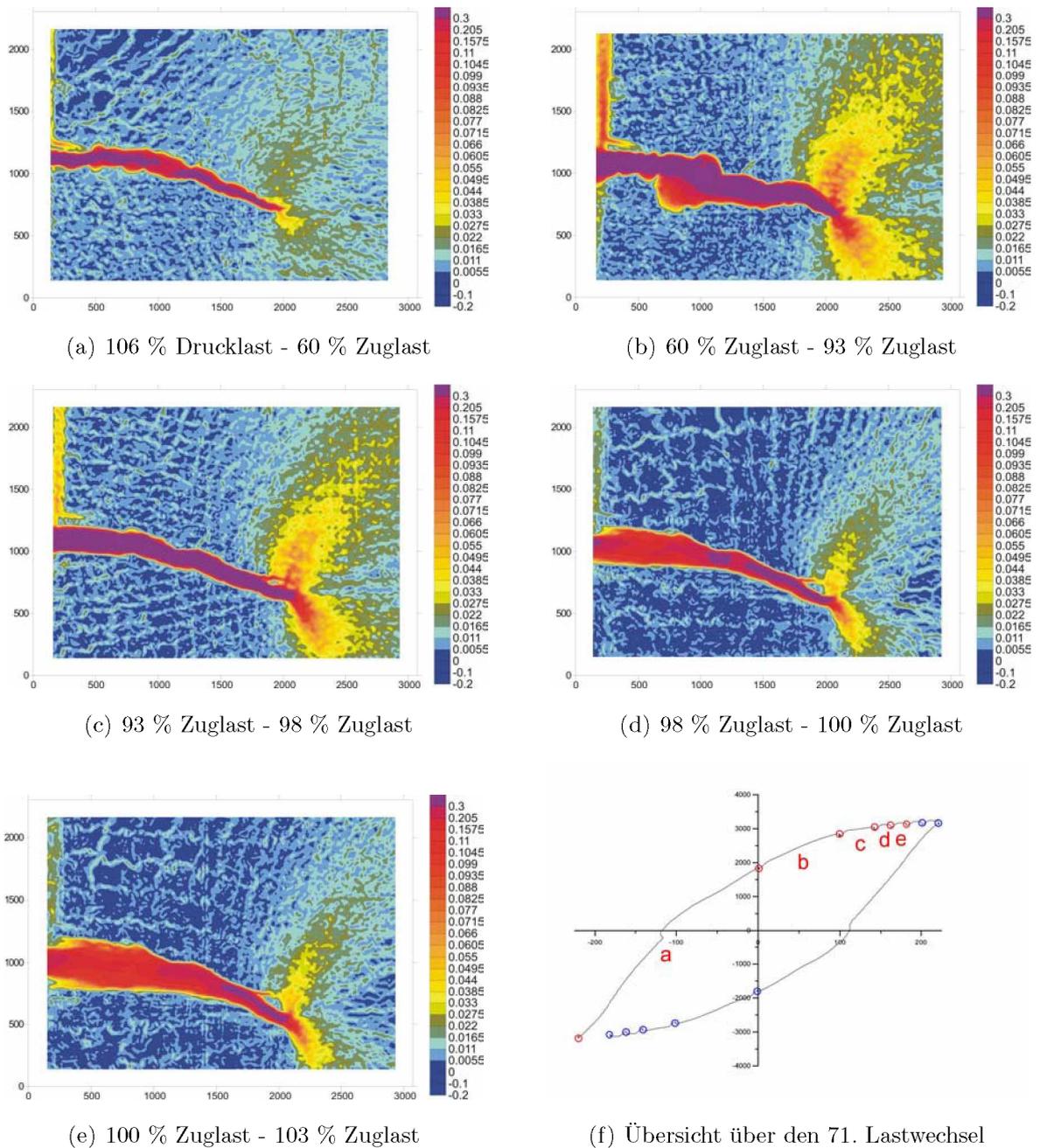


Abbildung 4.31: Dehnungskaten des Rissöffnens beim 71. Lastwechsel. Dargestellt ist die Vergleichsdehnung.

Als Folge der Drucküberlast beginnt sich die plastische Zone früher auszubilden. Sämtliche Versuche wurden weggesteuert durchgeführt und die REM-Aufnahmen immer bei vorher festgelegten Querhauptverschiebungen gemacht. Nach der Drucküberlast wurden 103 % der Normallast - das entspricht 3130 N - benötigt um die selbe Querhauptverschiebung zu erreichen wie beim Lastwechsel zuvor (Abb.: 4.31 e).

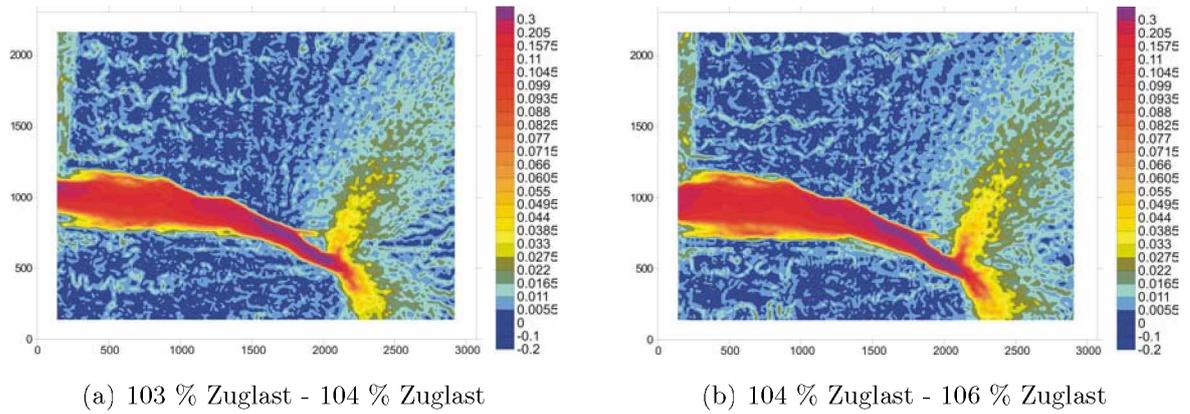


Abbildung 4.32: Dehnungskarten der Zugüberlast beim 71. Lastwechsel. Dargestellt ist die Vergleichsdehnung.

## Die Zugüberlast beim 71. Lastwechsel

Bei Zugüberlast wird der Riss weiter, als bei einem unter Normallast durchgeführten Versuch, geöffnet. Dadurch wird auch der Bereich an der Position des Risses größer, an welchen die Dehnungen nicht real sind. Sie ergeben sich durch die Rissöffnung. Zur besseren Überschaubarkeit wurde bei den Dehnungskarten 30 % als obere Grenze gewählt wodurch selbst höhere Werte in der selben Farbe(lila) eingezeichnet sind.

## Das Risschließen beim 71. Lastwechsel

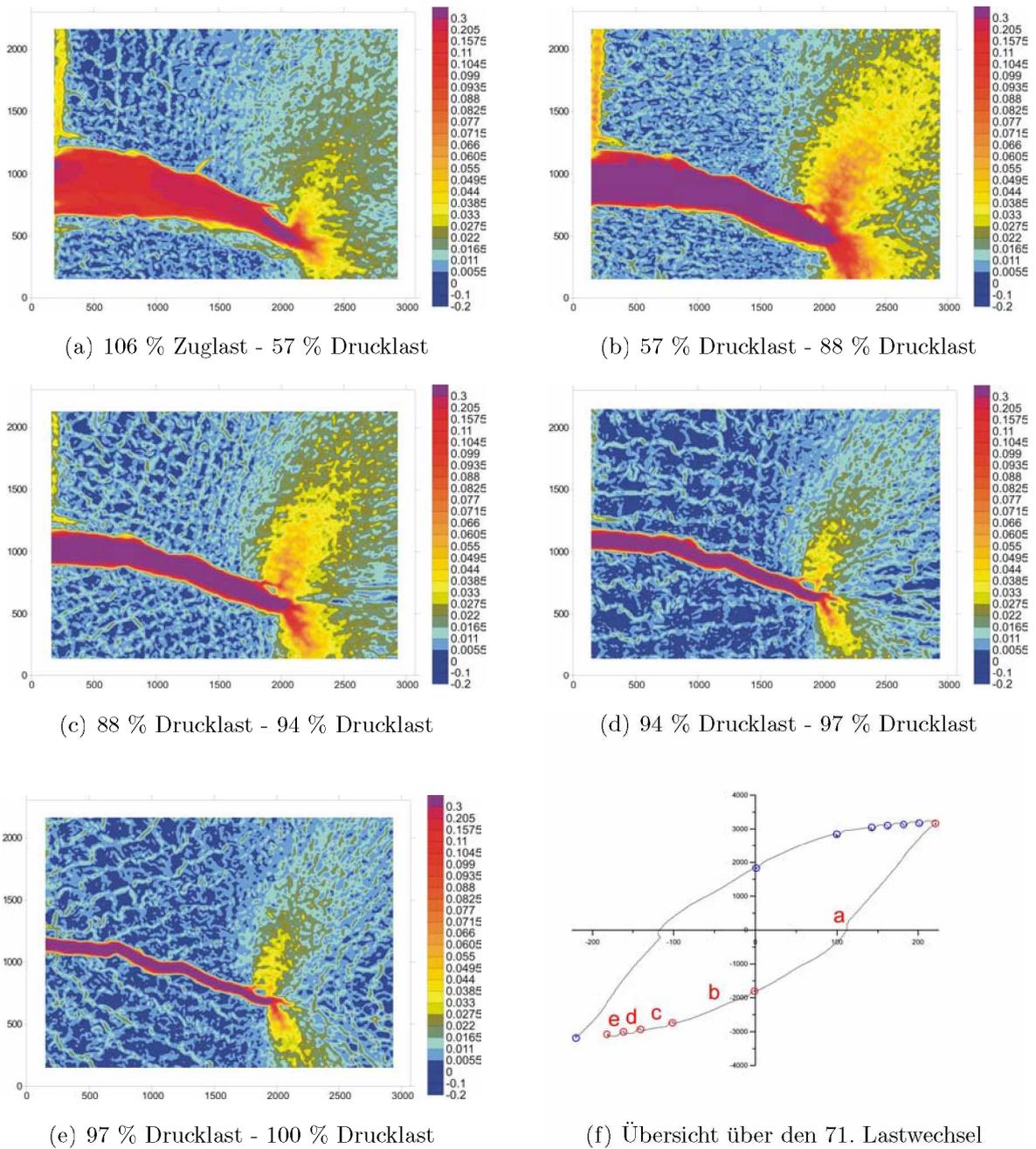


Abbildung 4.33: Dehnungskarten des Risschließens beim 71. Lastwechsel. Dargestellt ist die Vergleichsdehnung.

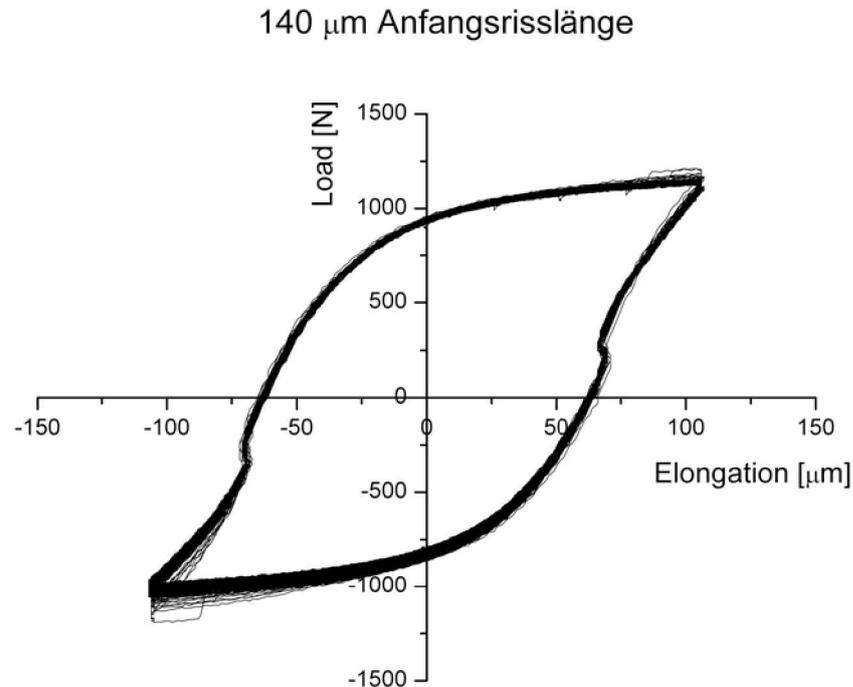
Für das Risschließen nach der Zugüberlast gilt ähnliches als zuvor für das Rissöffnen nach der Drucküberlast: Die plastische Zone entsteht früher. Am Ende des Lastwechsels, also bei maximaler Drucknormallast, bleibt der Riss weiter geöffnet als die Lastwechsel zuvor.

## 4.2 Kurzrissexperimente im Grobkörniges Material

Mit diesen Gefügestand wurden wesentlich mehr Versuche durchgeführt; hauptsächlich, weil es größere Komplikationen mit sich brachte als die anderen Materialzustände. Im folgenden Kapitel werden nur ausgewählte Anfangsriszlängen genauer dargestellt (die Aufnahmen und Kraft-Verschiebungskurven der restlichen Versuche befinden sich auf der beigelegten DVD):

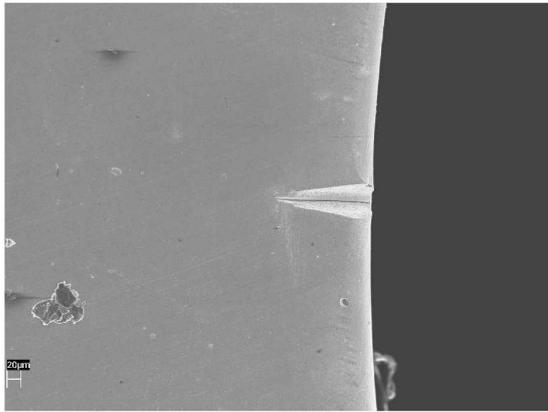
- 55  $\mu m$
- 105  $\mu m$
- 125  $\mu m$
- 140  $\mu m$

Der Grund weshalb dieser Versuch mit 140  $\mu m$  langem Anfangsriß als erstes angeführt wird ist, dass sämtliche anderen Versuche mit grobkörnigen Material nicht an der gewünschten Stelle brachen. Dies kann einerseits an der Ermüdung zum Endgültigen Aufbrechen mit der Rumul liegen (da dabei die Proben eventuell verbogen wurden) andererseits an der lokalen Materialentfestigung. Diese konnte zwar durch Wärmebehandlung reduziert, aber nicht beseitigt werden.

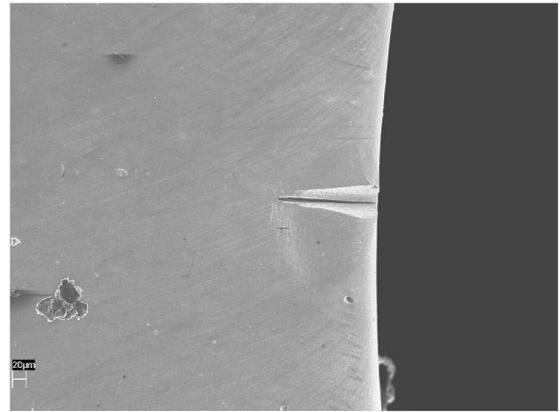
4.2.1 140  $\mu\text{m}$  AnfangsrisslängeAbbildung 4.34: Kraft-Verschiebungskurve der Probe mit 140  $\mu\text{m}$  langem Anfangsriss

Vergleicht man diese Hysteresekurve mit einer Hysteresekurve eines Versuches mit feinkörnigem Material, so fällt die unterschiedliche Steigung auf. Dies ist auf den veränderten Gefügestand sowie die unterschiedliche Maximallast zurückzuführen.

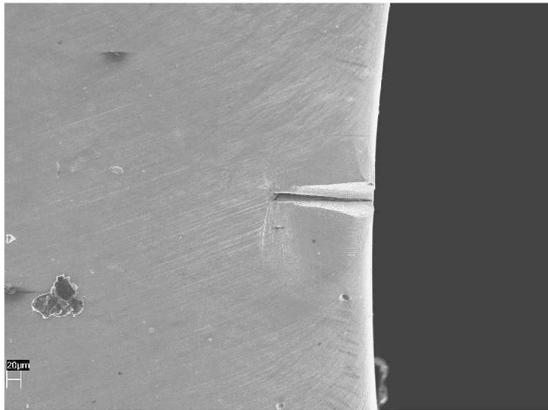
Die Ausbauchungen der Kurve, welche bei sämtlichen anderen Versuchen im Kraftnulldurchgang liegen, bei diesem Experiment aber von diesen abweichen, dürften durch das Spindelspiel des K&W Zug-Druckmoduls entstanden sein. Nach diesem Versuch konnte dieses Problem dank der Wartung des Modules durch einen Techniker beseitigt werden. Die Versuche in dieser Arbeit sind nicht chronologisch ihrer Durchführung sondern nach Anfangsrisslängen sortiert dargestellt. Deshalb kann ein ähnliches Problem in der Hysteresekurve des Versuches mit 105  $\mu\text{m}$  langen Anfangsriss beobachtet werden, denn dieser wurde ebenfalls noch vor der Wartung durchgeführt.



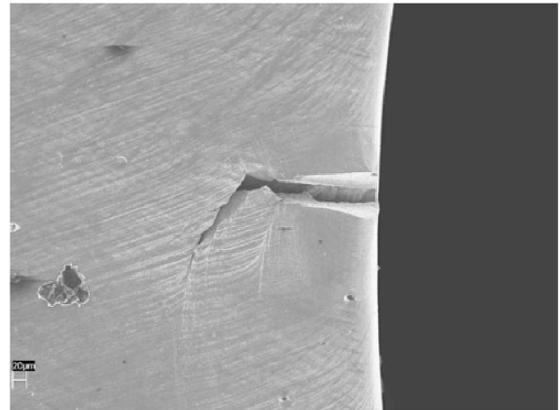
(a) 1. Lastwechsel



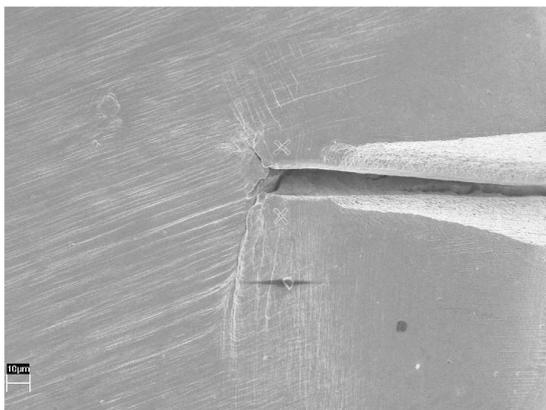
(b) 80. Lastwechsel



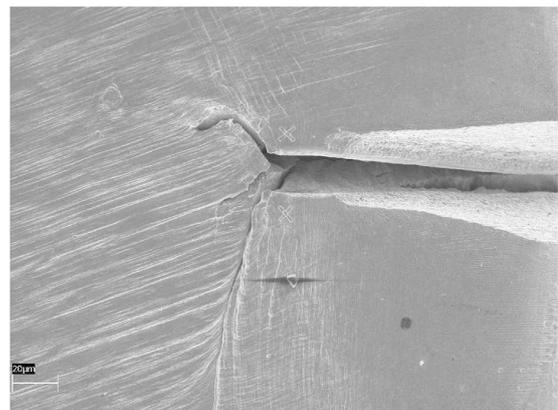
(c) 150. Lastwechsel



(d) 450. Lastwechsel



(e) Detail beim 150. Lastwechsel



(f) Detail beim 250. Lastwechsel

Abbildung 4.35: REM-Aufnahmen des Risses bei der jeweiligen Anzahl an Lastwechsel bei maximaler Zuglast. Die Bilder (a) bis (d) entstanden bei 150-facher, (e) und (f) bei 500-facher Vergrößerung. Obwohl der Riss gewachsen ist führte ein anderer - an einer Korngrenze entstandener - Riss zum Probenversagen.

Die Abbildungen 4.35 (a) und (b) zeigen, daß der Riss nach 80 Lastwechseln kaum in der

Länge, sondern in die Tiefe gewachsen ist. Die Gleitspuren an der Oberfläche werden mit steigender Anzahl an aufgetragenen Lastwechseln immer ausgeprägter. Nach weiteren 70 Lastwechseln ist der Riss um insgesamt  $17 \mu\text{m}$  länger geworden. Der Riss beginnt sich an der Oberfläche aufzuspalten (Abb.: 4.35 (e)). Wie die Auswertung des Rissfortschrittes  $da/dN$  an der Oberfläche als Funktion der Risslänge  $a$  zeigt (Abb.: 4.38), wächst der Riss nach 80 Lastwechseln immer schneller. Dies ist darauf zurückzuführen, dass im Verlauf der ersten 80 Lastwechsel im Bereich des FIB-Schnittes der Riss an mehreren Stellen wächst, ehe diese Rissfronten zu einer zusammenwachsen.

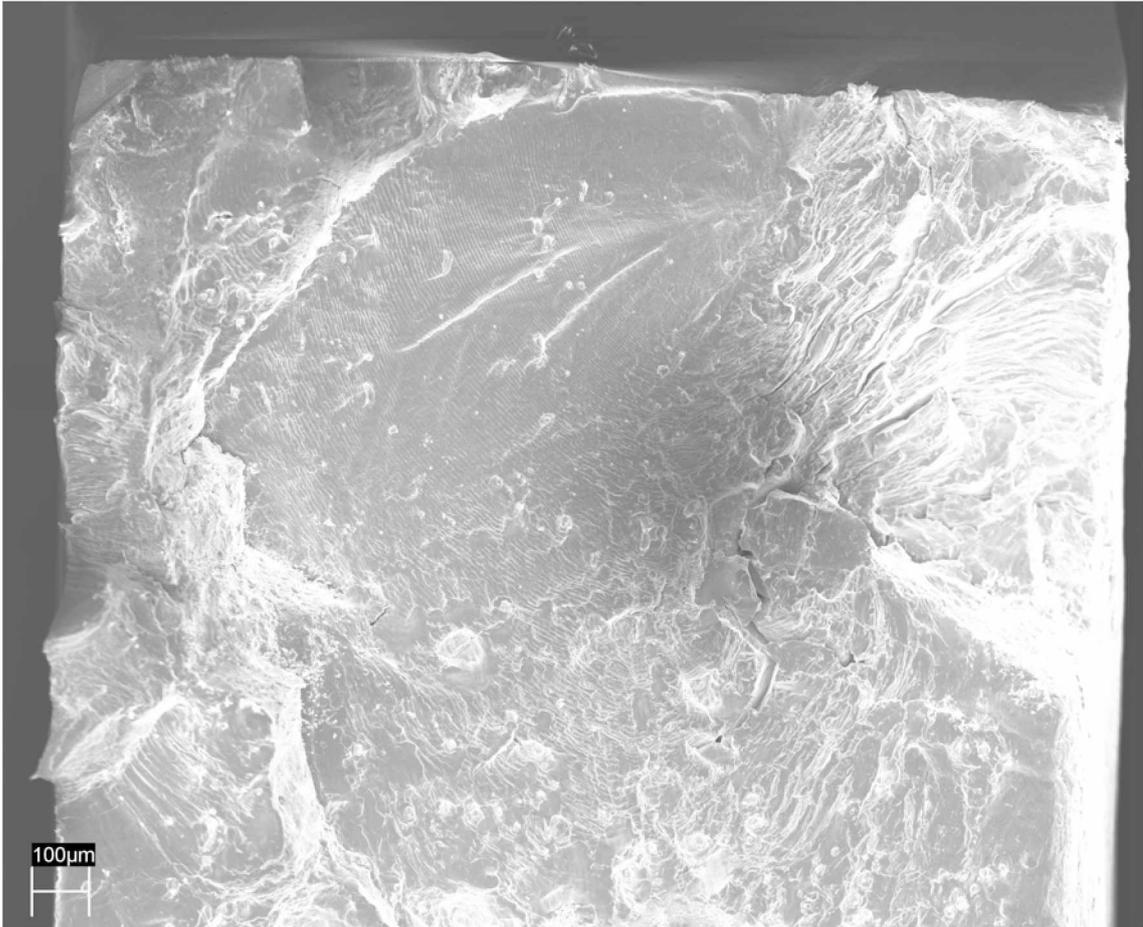


Abbildung 4.36: Die Bruchfläche des Versuches mit  $140 \mu\text{m}$  langem Anfangsriß. Dabei ging der zum Versagen führende Riss nicht von dem mittels FIB eingebrachten Kerb (linkes oberes Eck) - sondern von einer Korngrenze - aus. Die Auswertung der Bruchfläche bezüglich Rissfortschritts  $da/dN$  als Funktion der Risslänge  $a$  erfolgt in Abb.: 4.37.

Für diesen Versuch gibt es - als einzigen Versuch mit grobkörnigen Material - auswertbare Aufnahmen der Bruchfläche. Allerdings brach auch diese Probe nicht ganz an der erwarteten Stelle. Der Riss ging von einer Korngrenze aus, ehe er mit dem eingebrachten Ermüdungsriß (links oben) zusammenwuchs. Die Anfangsrißlänge wurde nachträglich

aus der Aufnahme der Bruchfläche bestimmt.

Allerdings konnte der Rissfortschritt mit Hilfe der gut erkennbaren Striations auf der Bruchfläche gemessen werden (Abb.: 4.37). Zum Vergleich wurde der Rissfortschritt an der Probenoberfläche ebenfalls bestimmt (Abb.: 4.38).

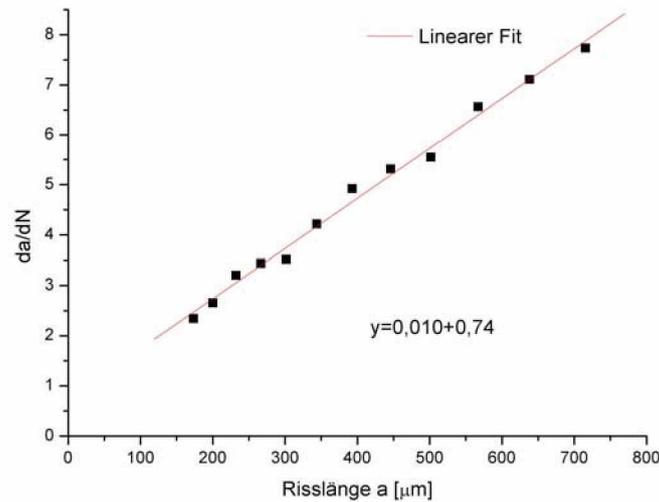


Abbildung 4.37: Rissfortschritt,  $da/dN$  als Funktion der Risslänge  $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $140 \mu m$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet.

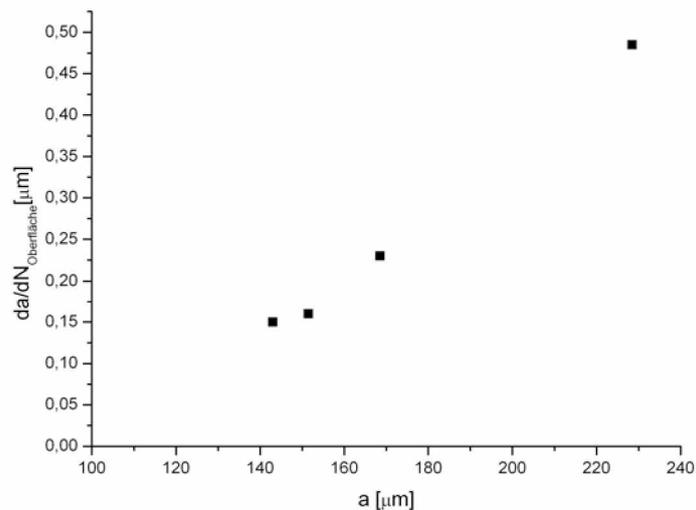


Abbildung 4.38: Rissfortschritt,  $da/dN$  als Funktion der Risslänge  $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $140 \mu m$ . Die Werte für  $da/dN$  wurden an der Probenoberfläche und nicht wie in 4.37 an der Bruchfläche gemessen.

Da der zum Versagen führende Riss, in dieser Probe nicht von dem von mir eingebrachten Kerb ausging, kann nicht exakt bestimmt werden bei welchem Lastwechsel der Riss von der Korngrenze aus zu wachsen begann. Der von mir eingebrachte Riss wuchs aber ebenfalls, weshalb das Diagramm  $\Delta\text{COD}$  über Risslänge  $a$  der Vollständigkeit halber angegeben wird (Abb.:4.39).

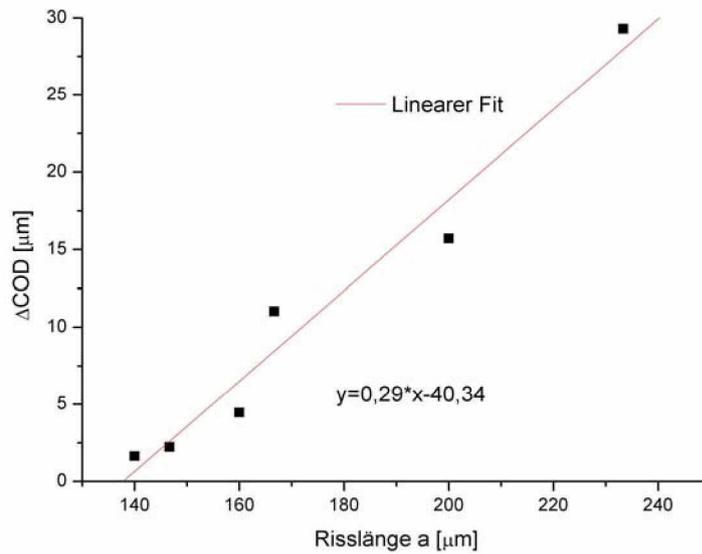
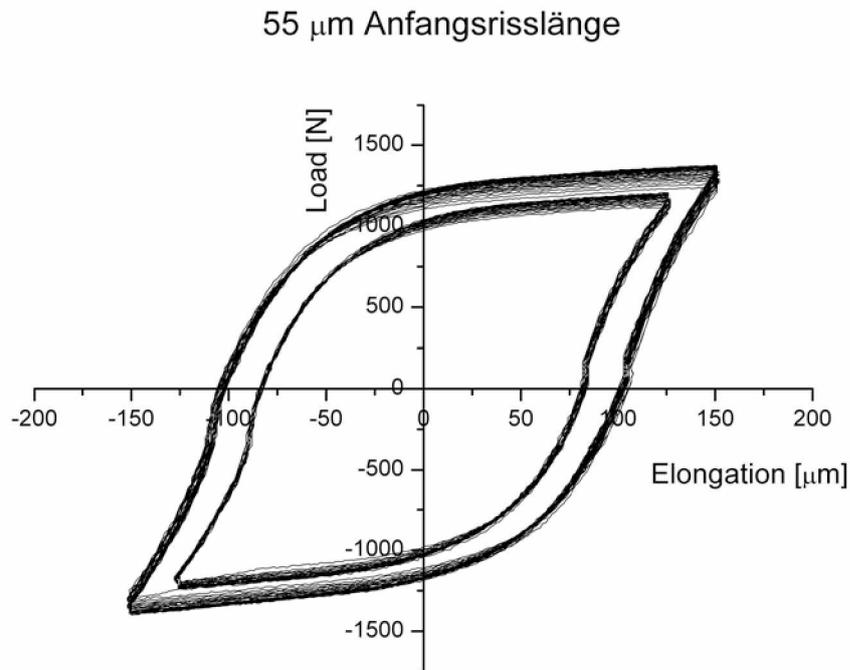
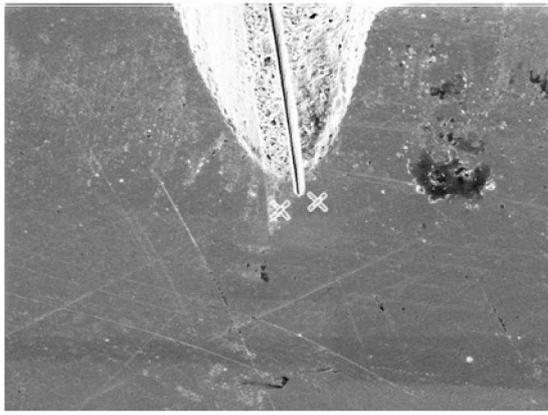


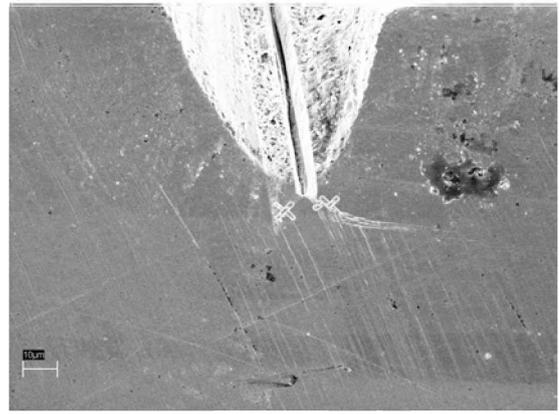
Abbildung 4.39:  $\Delta\text{COD}$  als Funktion der Risslänge  $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $140 \mu\text{m}$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet.

4.2.2 55  $\mu\text{m}$  AnfangsrislängeAbbildung 4.40: Kraft-Verschiebungskurve der Probe mit 55  $\mu\text{m}$  langem Anfangsris

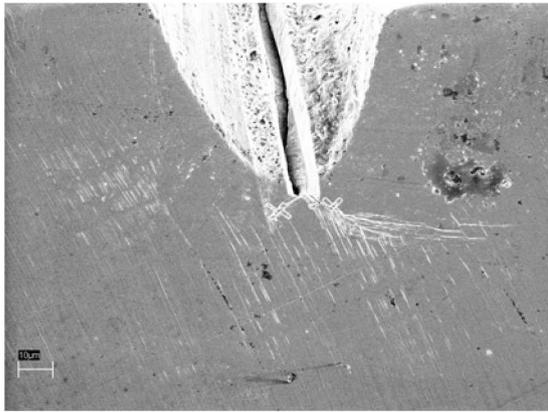
Wie schon beim Versuch mit 140  $\mu\text{m}$  langem Anfangsris scheint die Hysteresekurve steiler als bei den Versuchen mit feinkörnigem Material zu sein. Dies ist wiederum auf den geänderten Gefügestand sowie die unterschiedliche Maximallast - im Vergleich zu den Versuchen mit feinkörnigem Material - zurückzuführen. Die Kraftnulldurchgänge sind aufgrund der Neujustierung der Spindeln des K&W Zug-Druckmoduls kaum zu erkennen. Bei diesem Versuch wurden 200 Lastwechsel dokumentiert. Da sich nach 100 Lastwechseln kaum ein Rissfortschritt an der Oberfläche feststellen ließ wurde die Verschiebung und somit die auf die Probe wirkende Kraft erhöht.



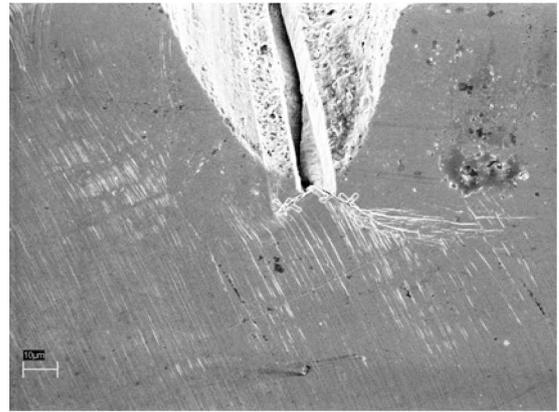
(a) 1. Lastwechsel



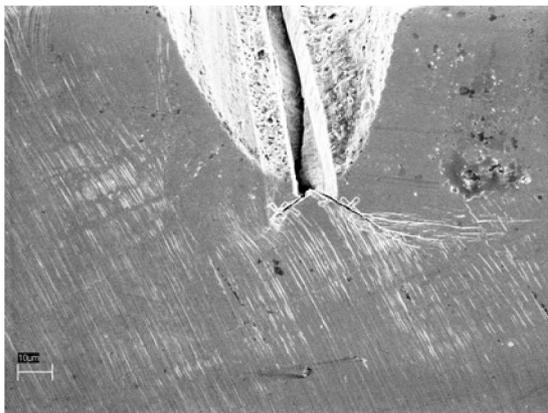
(b) 20. Lastwechsel



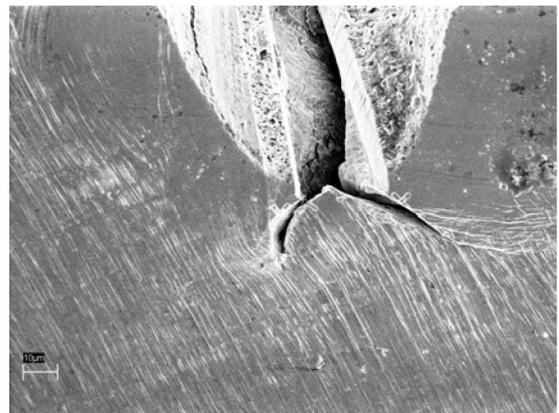
(c) 60. Lastwechsel



(d) 100. Lastwechsel



(e) 150. Lastwechsel



(f) 200. Lastwechsel

Abbildung 4.41: REM-Aufnahmen der Probe mit  $55 \mu\text{m}$  langem Anfangsriss, nach der jeweiligen Anzahl an Lastwechseln. Alle Aufnahmen entstanden bei maximaler Zuglast und 700-facher Vergrößerung.

Die Abbildungen 4.41 zeigen den im Vergleich zu den anderen Versuchen geringen Rissfortschritt an der Oberfläche nach 200 Lastwechseln. Beim Vergleich der Aufnahmen nach dem 1., 20. bzw. 60. Lastwechsel fällt auf, daß sich an der Probenoberfläche viele neue

Gleitspuren gebildet haben, die Risslänge aber nahezu unverändert blieb. Nach weiteren 40 Lastwechseln konnte an der Oberfläche immer noch keine größere Rissverlängerung festgestellt werden. Deshalb wurde die Verschiebung und die somit die auf die Probe wirkende Kraft erhöht. Auch dadurch stieg die Risswachstumsrate kaum merklich an.

Die Ursache dürfte die, für die Rissausbreitung ungünstige Kornorientierung gewesen sein. Abhilfe für dieses Problem könnten vor dem Einkerbigen durchgeführte EBSD-Scans bringen, um so ungünstig orientierte Körner zu lokalisieren. Dadurch könnte der Kerb in günstiger orientierte Körner eingebracht werden, bzw. wenn kein brauchbares Korn gefunden wird, eine andere Probe der selben Prozedur unterzogen werden. Damit wäre jedoch ein zeitlich zu aufwendiges Verfahren zu dieser Arbeit hinzu gekommen. Beim Einkristallexperiment [Kapitel: 4.3] wurde das Verfahren mittels EBSD-Scans erfolgreich durchgeführt, aber unter einfacheren Voraussetzungen, da die Orientierung eines einzelnen Korns und nicht mehrerer Körner bestimmt werden musste.

Bei diesem Versuch wurde mit dem 100. Lastwechsel die Verschiebung und somit die auf die Probe wirkende Kraft erhöht. Daher wurden für die Auswertung nur die Aufnahmen der Lastwechsel nach dem 99. Lastwechsel herangezogen. Da sich der Riss verzweigte wurden beide Risse an der Oberfläche gemessen und die Ergebnisse in den 2 folgenden Diagrammen gegenübergestellt (Indizes "1" steht für den linken Riss, "2" für den rechten). Die Messung des CTOD erfolgte  $5 \mu\text{m}$  hinter der Risspitze.

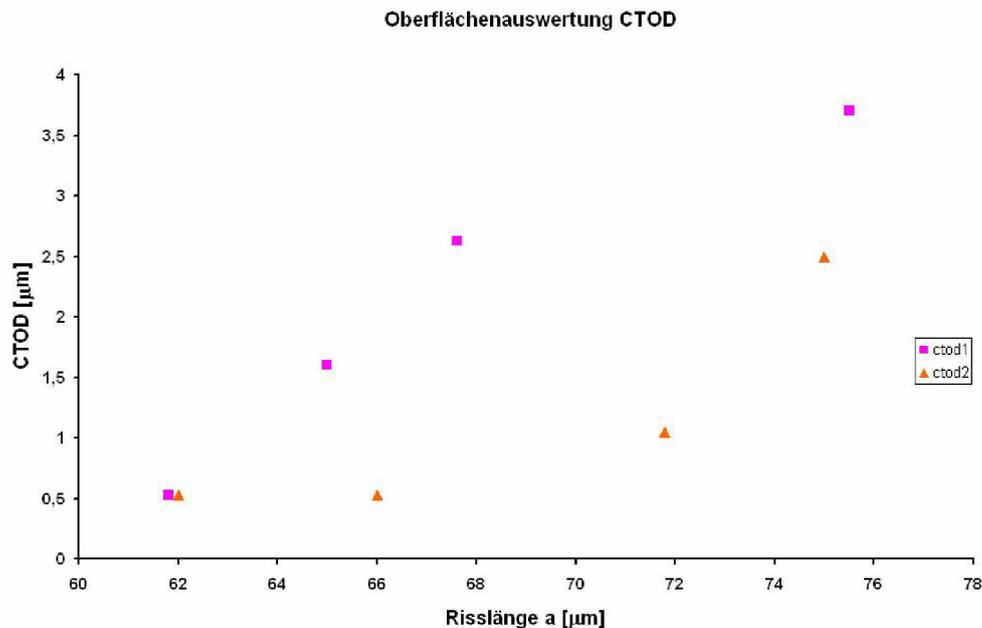


Abbildung 4.42: CTOD als Funktion der Risslänge  $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $55 \mu\text{m}$ . CTOD1 bezieht sich auf den linken Riss, CTOD2 auf den rechten.

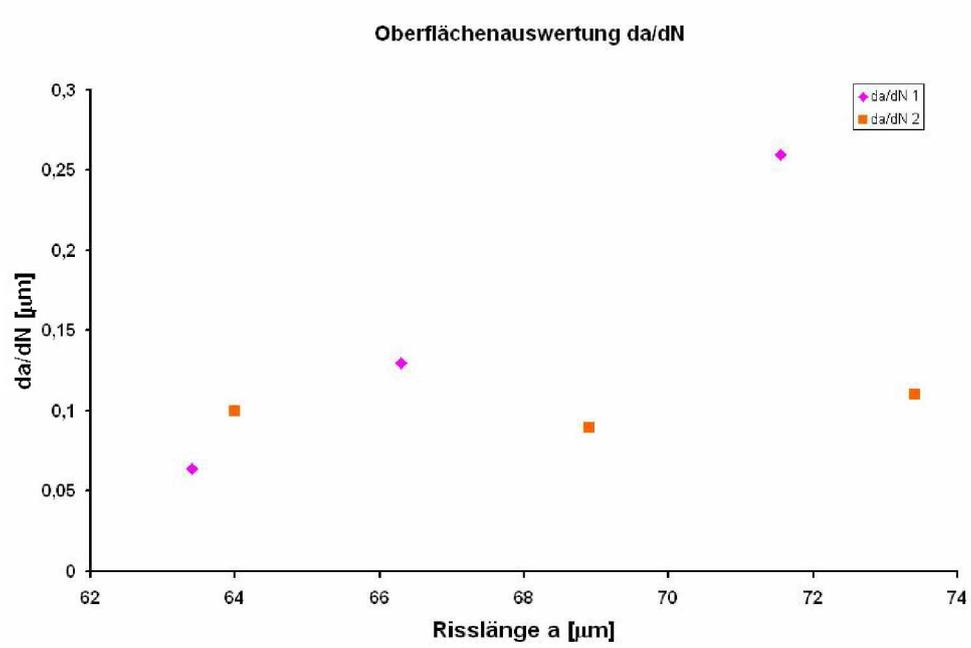
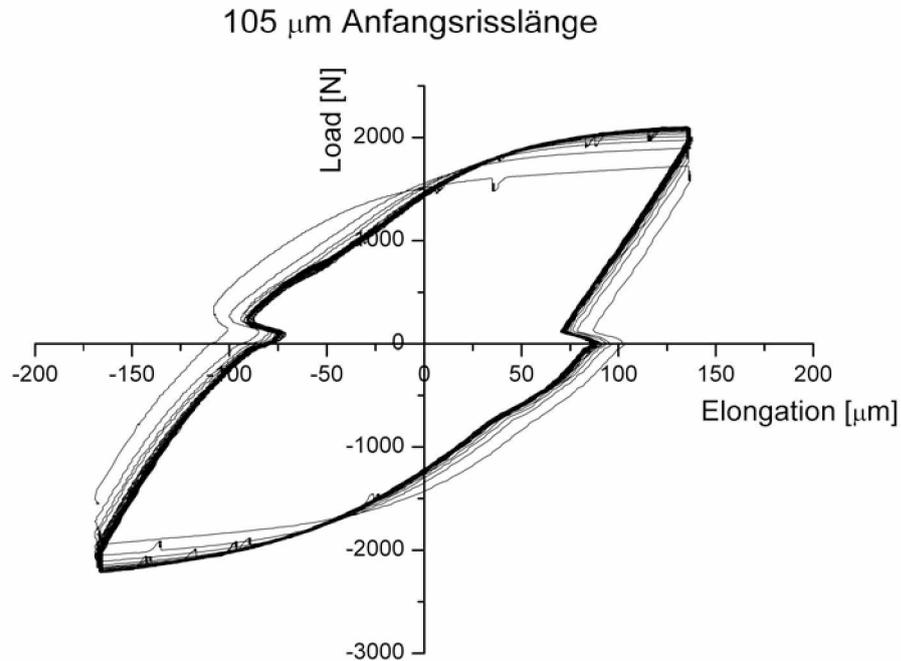
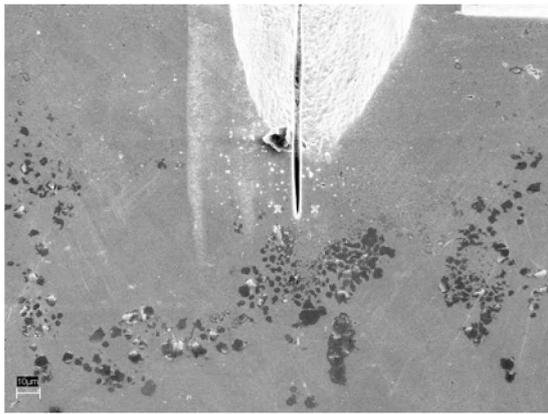


Abbildung 4.43: Der Rissfortschritt pro Lastwechsel  $da/dN$  als Funktion der Risslänge  $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $55 \mu m$ .  $da/dN1$  bezieht sich auf den linken Riss,  $da/dN2$  auf den rechten.

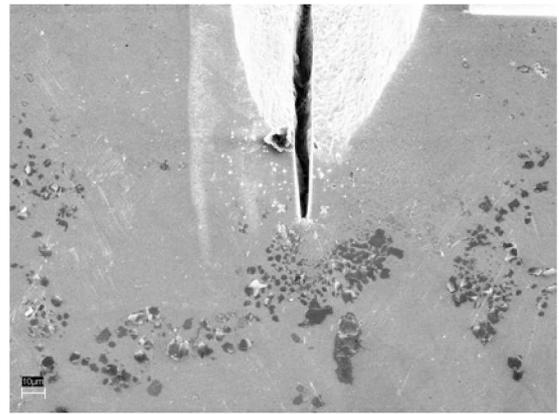
4.2.3 105  $\mu\text{m}$  AnfangsrisslängeAbbildung 4.44: Kraft-Verschiebungskurve der Probe mit 105  $\mu\text{m}$  langem Anfangsriss

Bei diesem Versuch wurde die Datenaufzeichnung ein wenig zu spät gestartet, weshalb die Kraft-Verschiebungskurve nicht im Nullpunkt beginnt. Sie beginnt bei der ersten auf die Probe aufgebrachten Drucklast (-1500 N, -170  $\mu\text{m}$ ). Folgt man der Kurve für einige Lastwechsel, ist die beim grobkörnigen Material typische Materialverfestigung erkennbar. Die Ausbauchungen der Kurve bei Kraftnulldurchgang sind auf das Spindelspiels des K&W Zug-Druckmoduls zurückzuführen.

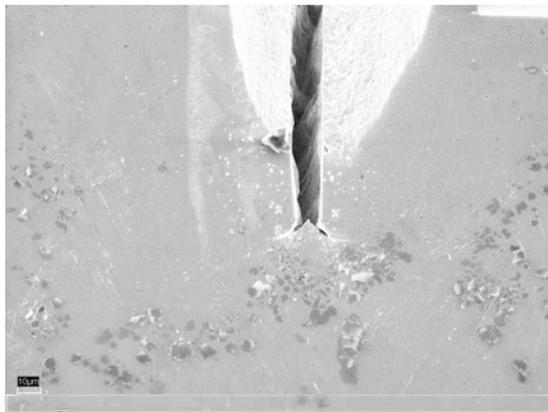
Während dieses Experiments wurde bei den ersten 45 Lastwechsel jeweils eine Aufnahme des Risses bei maximaler Drucklast sowie eine bei maximaler Zugkraft gemacht. Die Aufnahmen entstanden immer an der exakt gleichen Stelle und bei gleichbleibender Vergrößerung, wodurch es möglich war die Bilder im Nachhinein zu einem Film zusammenzufügen. Die folgenden Abbildungen zeigen Einzelbilder dieses Films. Der gesamte Film ist auf der - dieser Arbeit beigelegten - DVD enthalten.



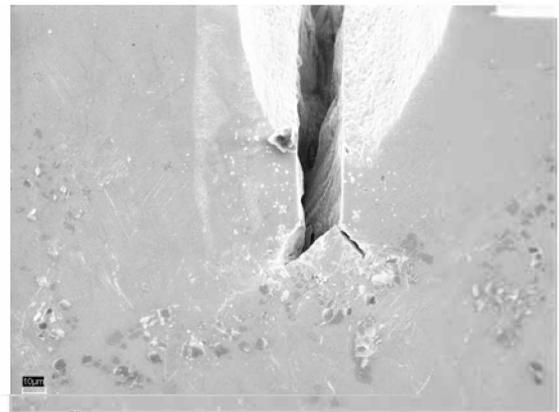
(a) 1. Lastwechsel



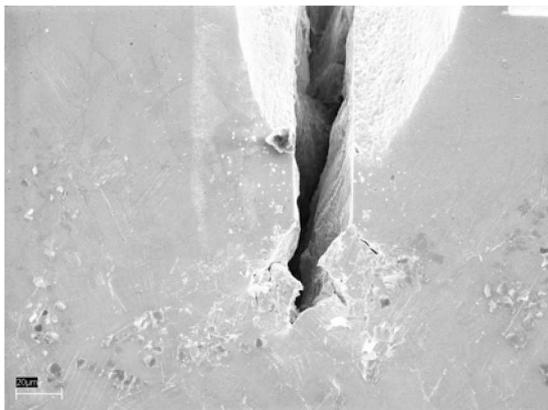
(b) 10. Lastwechsel



(c) 20. Lastwechsel



(d) 30. Lastwechsel



(e) 40. Lastwechsel



(f) 45. Lastwechsel

Abbildung 4.45: REM-Aufnahmen der Probe mit  $105 \mu\text{m}$  langem Anfangsriß, nach der jeweiligen Anzahl an Lastwechsel. Alle Aufnahmen entstanden bei maximaler Zuglast und 500-facher Vergrößerung. Die Länge des Balkens entspricht  $10 \mu\text{m}$ .

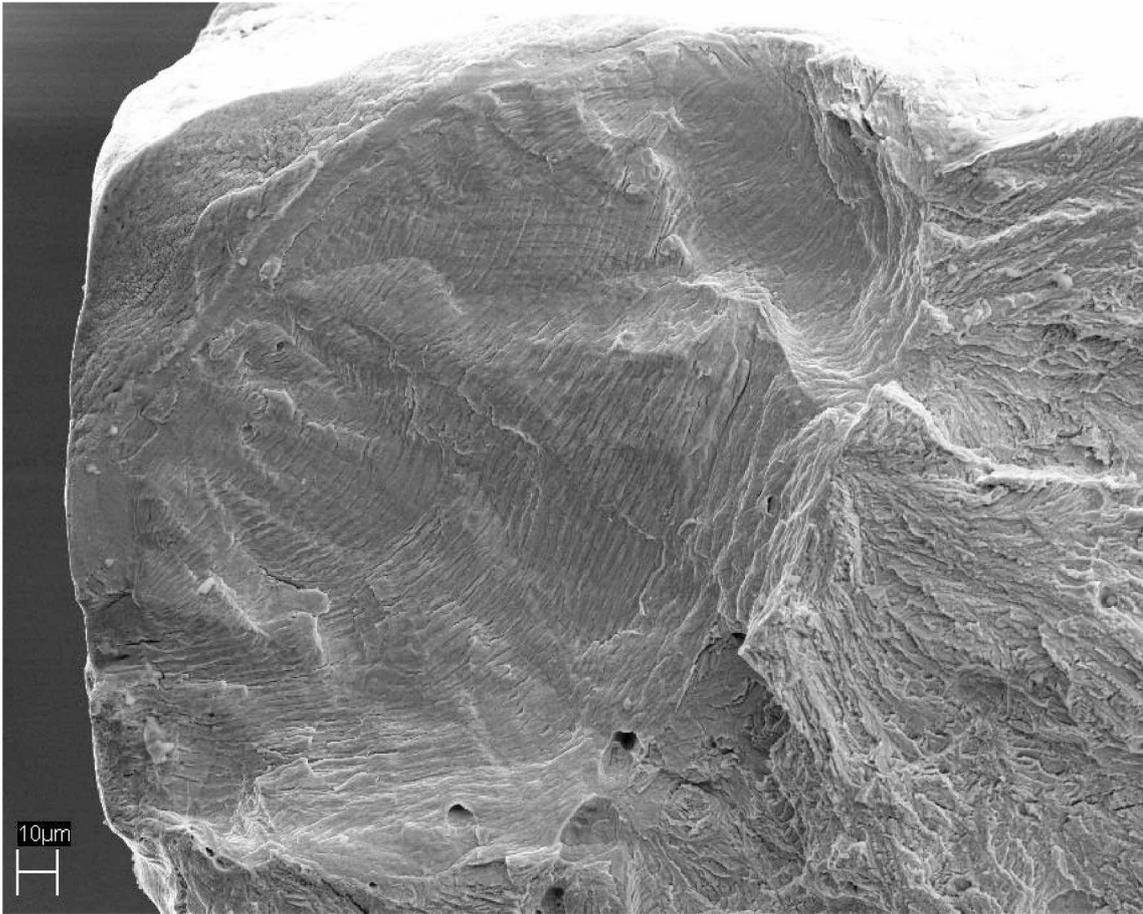


Abbildung 4.46: Die Bruchfläche des Versuches mit  $105 \mu\text{m}$  langem Anfangsriß. Der Riss hat an mehreren Stellen des FIB-Schnittes gleichzeitig begonnen zu wachsen, ehe sich alle zu einer Rissfront vereinigt haben. Aufgrund der Topografie der Bruchoberfläche war eine Auswertung des Rissfortschrittes nicht möglich.

Bei den Versuchen mit dem grobkörnigen Material führte der von mir erzeugte kurze Riss bei der nachfolgenden Ermüdung mit kleineren Lastamplituden meist nicht zum Versagen. Diese Probe brach jedoch an der gewünschten Stelle wie Abbildung 4.46 zeigt. Der Ermüdungsriß ging vom linken oberen Eck aus, genauer vom FIB-Schnitt, der als einheitlich graue und ebene Fläche erkennbar ist. Aufgrund der unterschiedlichen Tiefe des FIB-Schnittes begann der Riss an mehreren Stellen gleichzeitig zu wachsen. Erst nach vielen Lastwechseln wuchsen alle zu einer einzigen Rissfront zusammen. Dies erklärt den anfänglich geringen Wachstums des  $\Delta\text{COD}$  in Abbildung 4.49.

Die Bruchflächentopografie lässt keine exakte Auswertung der Striations zu. Quantitativ ist ein - mit fortschreitender Risslänge steigender - Rissfortschritt pro Lastwechsel ( $da/dN$ ) erkennbar.

Deshalb wurden die vom Riss gemachten REM-Bilder zur CTOD und  $\Delta\text{COD}$  Auswer-

tung herangezogen. Da die Aufnahmen der Bruchfläche nur bedingt auswertbar sind, wurden zur Bestimmung des Rissfortschrittes pro Lastwechsel  $da/dN$  ebenfalls die REM-Aufnahmen des Risses verwendet. Die Messung des CTOD erfolgte  $5 \mu m$  hinter der Risspitze.

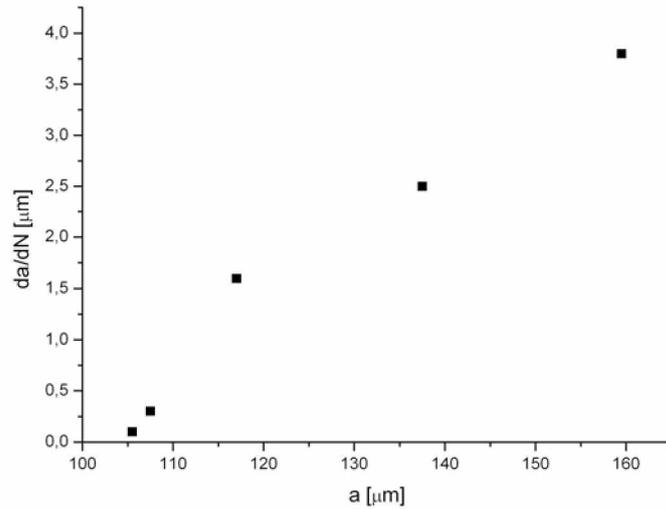


Abbildung 4.47: Der Rissfortschritt pro Lastwechsel  $da/dN$  als Funktion der Risslänge  $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $105 \mu m$ . Die Werte wurden anhand der REM-Aufnahmen der Oberfläche und nicht mittels Striationsauswertung der Bruchfläche ermittelt.

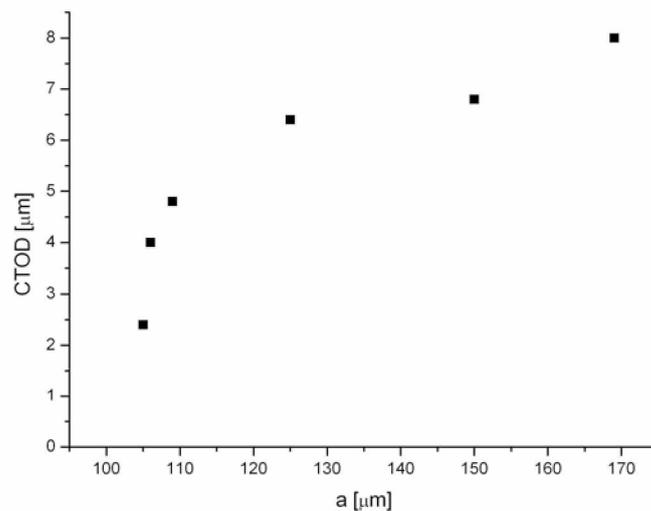


Abbildung 4.48: CTOD als Funktion der Risslänge  $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $105 \mu m$ .

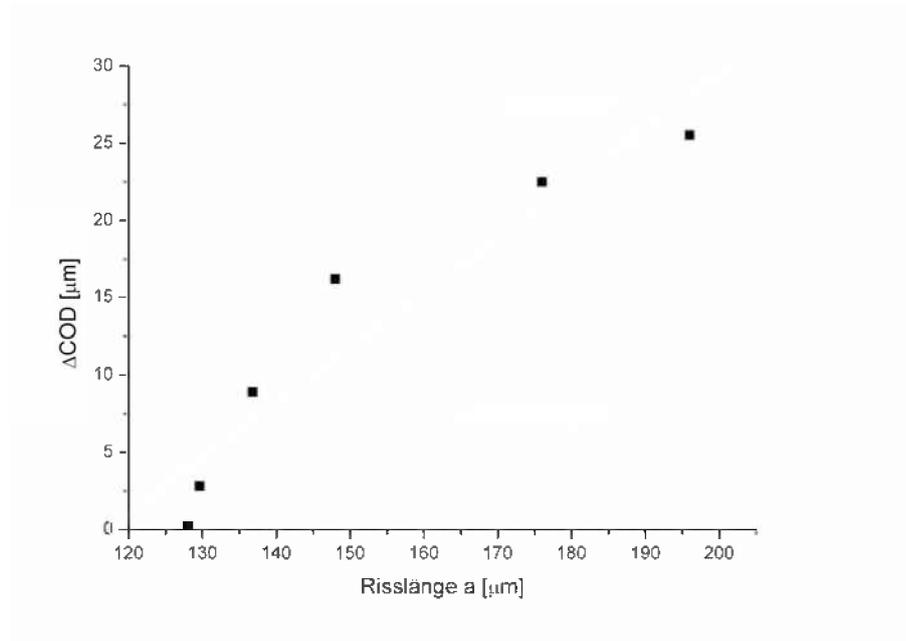
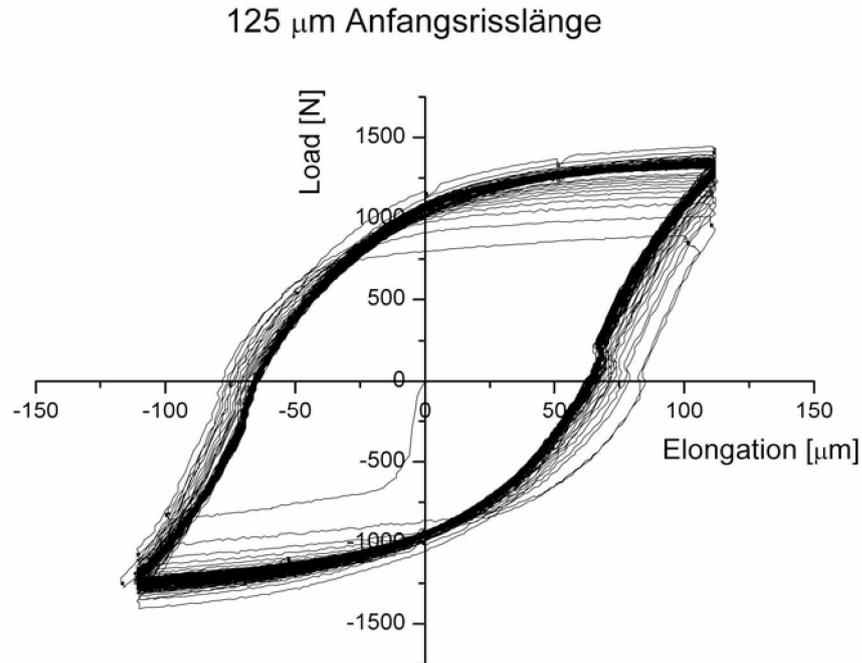
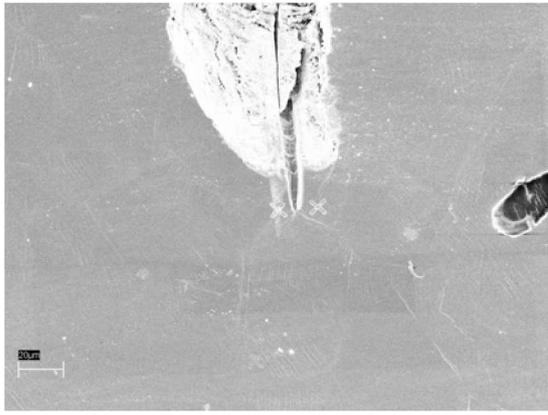


Abbildung 4.49:  $\Delta\text{COD}$  als Funktion der Risslänge  $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $105 \mu\text{m}$ . Auf den linearen Fit wurde verzichtet, da der Riss zu Beginn des Versuches aufgrund des ungleich tiefen FIB-Schnittes inhomogen wuchs.

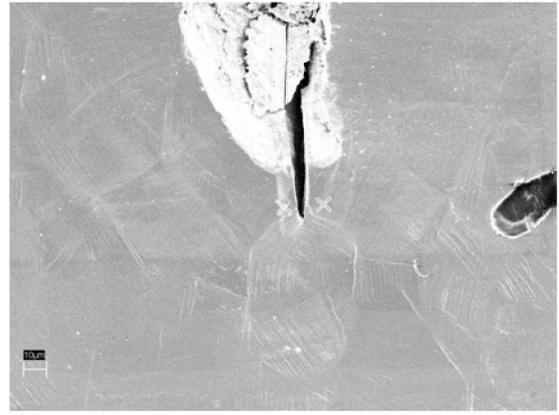
4.2.4 125  $\mu\text{m}$  AnfangsrisslängeAbbildung 4.50: Kraft-Verschiebungskurve der Probe mit 125  $\mu\text{m}$  langem Anfangsriss

Wie bei den Versuchen mit grobkörnigen Material zuvor, so lässt sich auch bei diesem, eine Materialverfestigung während der ersten Lastwechsel feststellen.

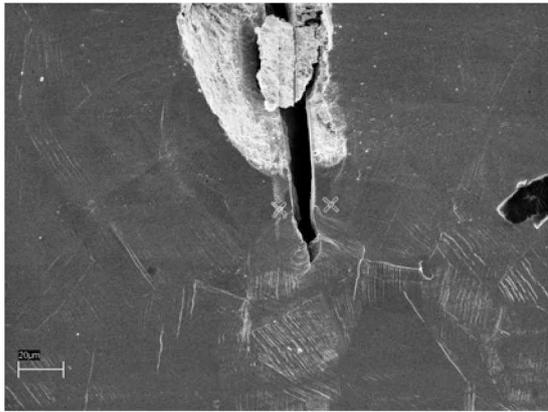
Es wurden 130 Lastwechsel In situ durchgeführt und REM-Aufnahmen alle 20 Lastwechsel gemacht. Nur am Beginn wurden die ersten Aufnahmen bereits nach 10 Lastwechseln durchgeführt, weshalb sich dieses Intervall von 20 Lastwechsel verschob. Die Abbildung 4.51 zeigt einige der Aufnahmen. Anhand der Gleitlinien die an der Probenoberfläche entstehen, sind die einzelnen 40-50  $\mu\text{m}$  großen Körner gut erkennbar. Im Probeninneren liegt ein wesentlich gröberes Gefüge vor, wie bereits im Kapitel 3.1 näher erklärt wurde. Daher dürfte es sich bei der Änderung der Risswachstumsrichtung zwischen dem 90. und 130. Lastwechsel um einen Oberflächeneffekt handeln.



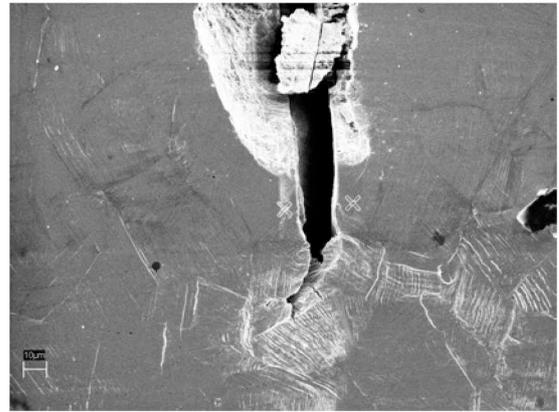
(a) 1. Lastwechsel



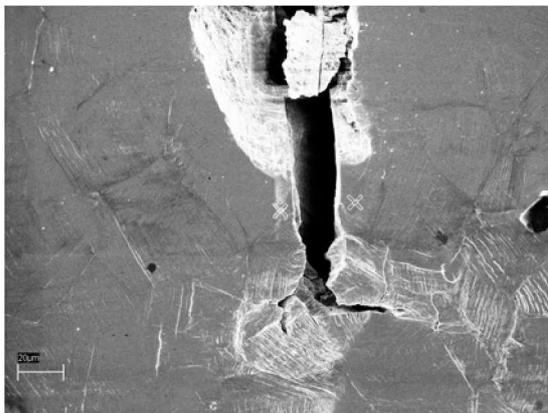
(b) 10. Lastwechsel



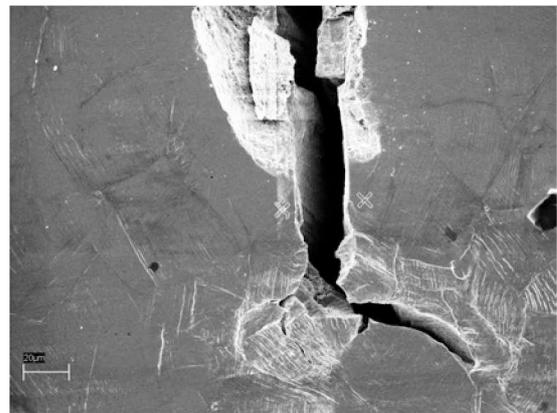
(c) 50. Lastwechsel



(d) 90. Lastwechsel



(e) 110. Lastwechsel



(f) 130. Lastwechsel

Abbildung 4.51: REM-Aufnahmen der Probe mit  $125 \mu\text{m}$  langem Anfangsriss, nach der jeweiligen Anzahl an Lastwechsel. Alle Aufnahmen entstanden bei maximaler Zuglast und 500-facher Vergrößerung.

Die Probe wurde nach den 130 Lastwechseln, welche mit dem K&W-Modul aufgebracht wurden, aus dem REM ausgebaut und bis zum Bruch ermüdet. Dabei brach die Probe nicht an der erhofften Stelle, weshalb keine auswertbaren Aufnahmen der Bruchfläche existieren.

tieren. Deshalb wurden die Aufnahmen welche während des In situ Experimentes entstanden, zur Bestimmung des CTOD,  $\Delta$ COD sowie  $da/dN$  jeweils als Funktion der Risslänge herangezogen werden (Abb.: 4.54).

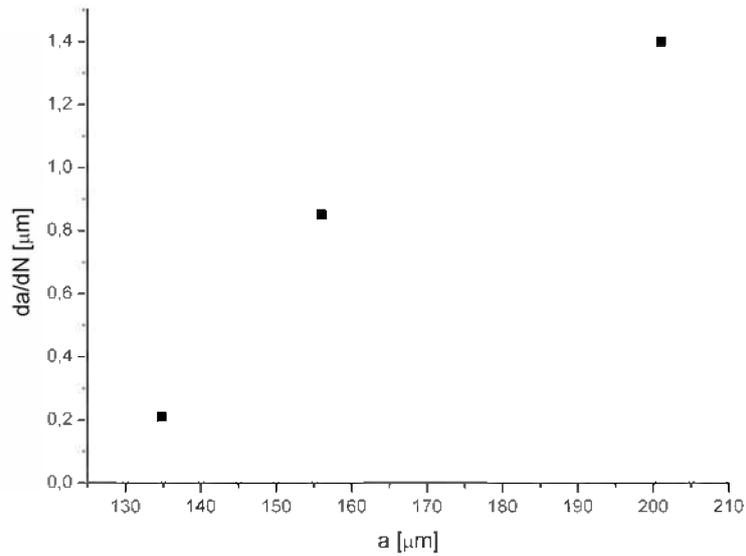


Abbildung 4.52: Der Rissfortschritt pro Lastwechsel  $da/dN$  als Funktion der Risslänge  $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $125 \mu\text{m}$ . Die Werte wurden anhand der REM-Aufnahmen der Oberfläche und nicht mittels Striationsauswertung der Bruchfläche ermittelt.

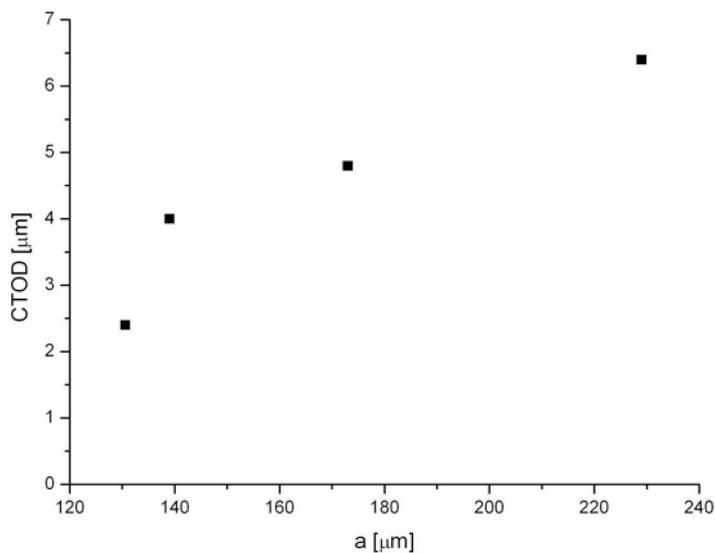


Abbildung 4.53: CTOD als Funktion der Risslänge  $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $125 \mu\text{m}$ .

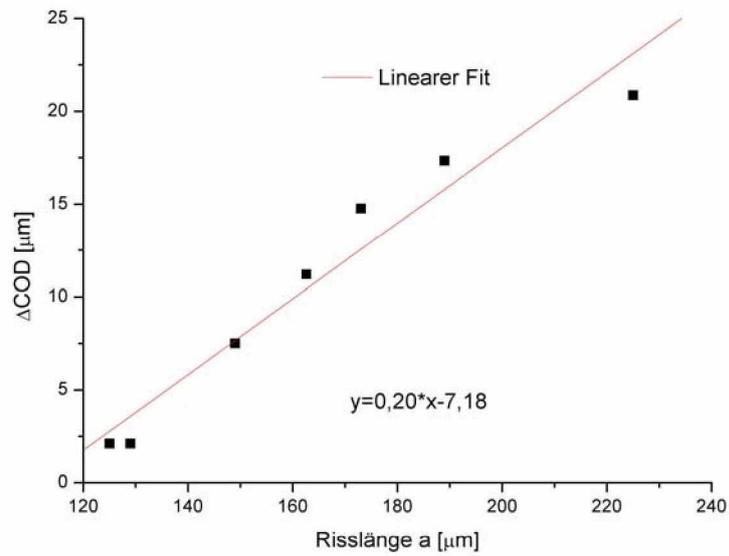


Abbildung 4.54:  $\Delta\text{COD}$  als Funktion der Risslänge  $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von  $125\ \mu\text{m}$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet.

### 4.3 Kurzrissexperimente im einkristallines Material

Das Material zur Herstellung dieser Probe stammt direkt von der von Böhler gelieferten Welle. Es wurde weder einer weiteren Verformung noch einer Wärmebehandlung ausgesetzt, wodurch die sehr großen und langgezogenen Körner (bis zu 2 cm lang und 2-3 mm breit) erhalten blieben.

Dazu wurden mehrere Platten (Länge 42 mm, Breite 13 mm und Dicke 2 mm) hergestellt und mittels V2A einer Korngrenzenätzung unterzogen. Mit Hilfe des Lichtmikroskops konnte eine Probe mit einem großen Korn in der Mitte ausgewählt werden. Nach dem elektrolytischen Polieren der Probe wurden EBSD-Spotscans durchgeführt um die Kornorientierung zu bestimmen (Abb.: 4.55).

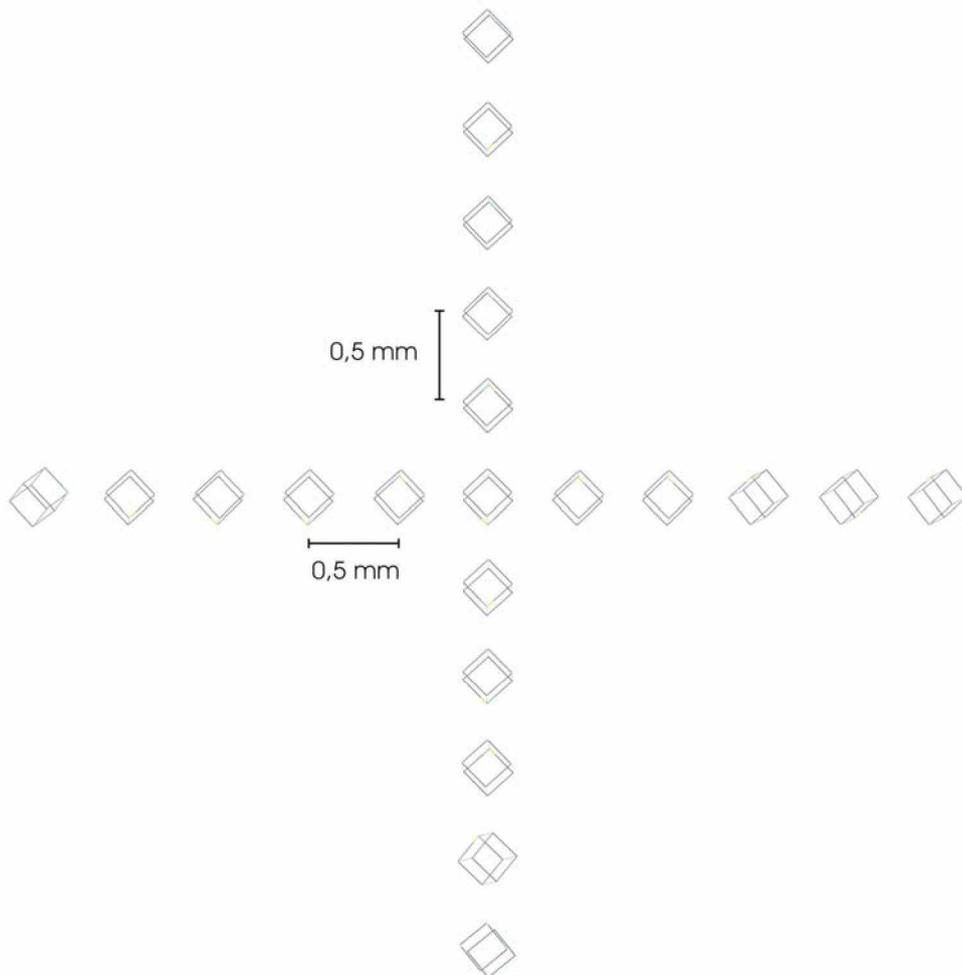


Abbildung 4.55: EBSD-Spotscans einer Platte aus der später die Probe herausgearbeitet wurde. Die gleiche Lage der Einheitszellen über den großen Bereich in der Mitte stammt von einem einzigen Korn, aus dem die Probe gefertigt wurde. Daher die Bezeichnung als Einkristallexperiment.

Dadurch konnte die optimale Lage der endgültigen Probe bestimmt und in weiterer Folge aus der Übermaßprobe herausgearbeitet werden. Die erneute Korngrenzenätzung ergab, dass der Restquerschnitt von  $4 \text{ mm}^2$  aus nur einem Korn bestand; daher auch die Bezeichnung als "Einkristallexperiment".

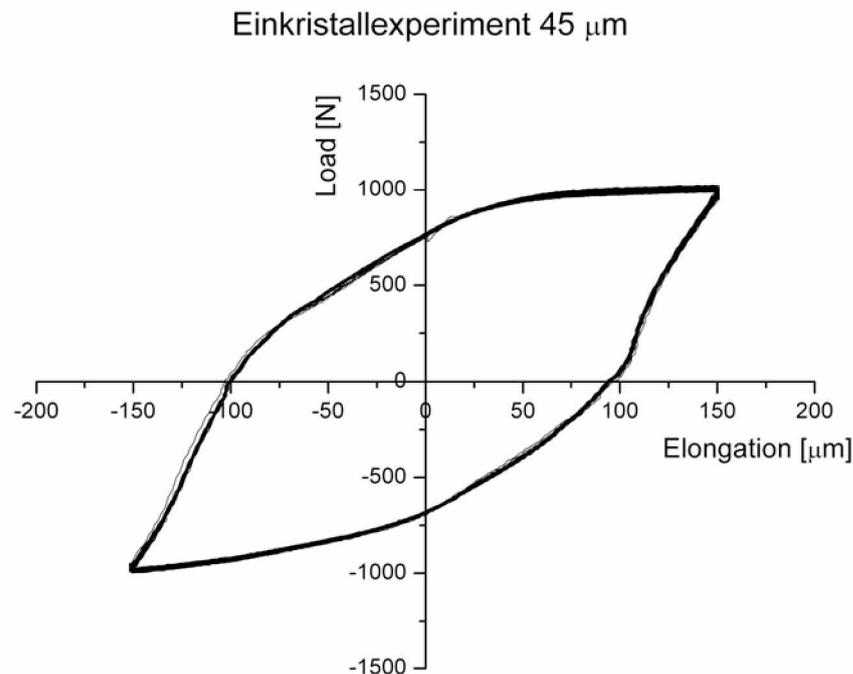


Abbildung 4.56: Kraft-Verschiebungskurve der Probe mit 2  $45 \mu\text{m}$  langen Anfangsrissen

Da die Orientierung des einzigen Korns in der Mitte der Probe bekannt war wurde versucht, den Anfangskerb direkt in eine  $[111]$  Ebene des Korns einzubringen. Aufgrund der Lage des Kristalls war es nicht möglich, diesen mittels Rastierklinge zu erzeugen. Deshalb wurde der  $45 \mu\text{m}$  lange Kerb nur mit dem FIB eingebracht (Abb.: 4.57). Zum Vergleich wurde auf der gegenüberliegenden Probenkante ein ebenfalls  $45 \mu\text{m}$  langer gerader Kerb eingeschnitten (Abb.: 4.58). Der bei beiden Kerben deutlich ersichtliche "Schatten" entstand durch die Streustrahlung der stark verschlissenen Blende der FIB-Gun. Diese Schädigungen betrafen nur die Oberfläche und hatten dadurch keinen Einfluss auf den Risswachstum.

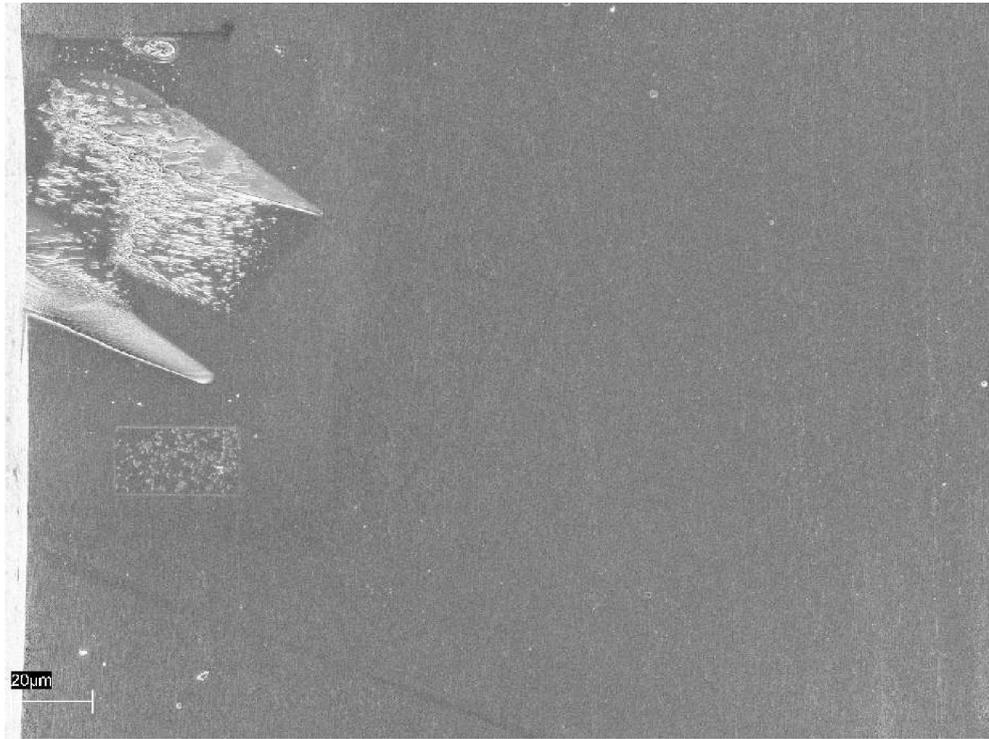


Abbildung 4.57: REM-Aufnahme des 45  $\mu\text{m}$  langen Kerbes welcher mittels FIB in eine [111] Ebene eingracht wurde.

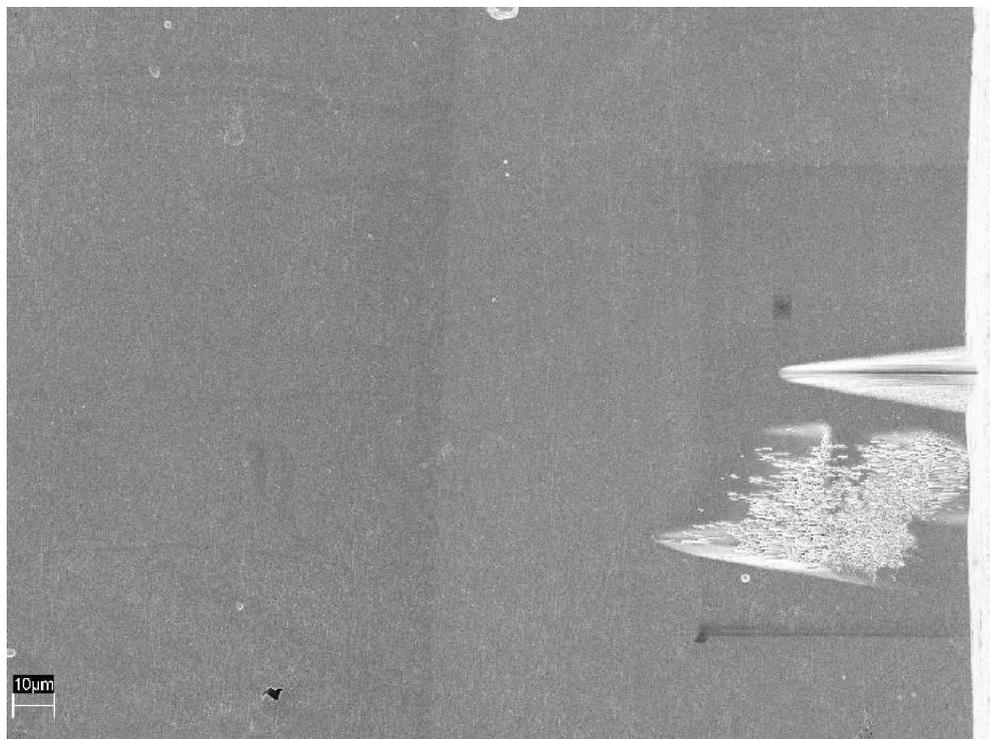
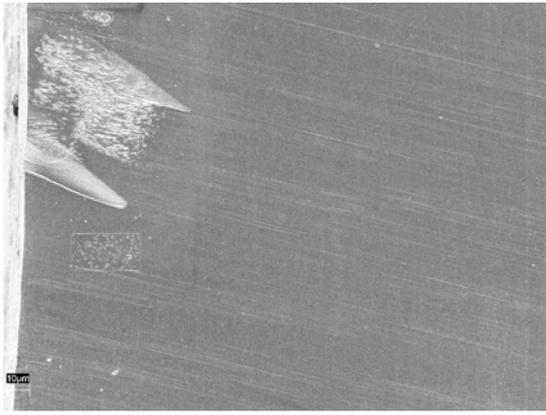
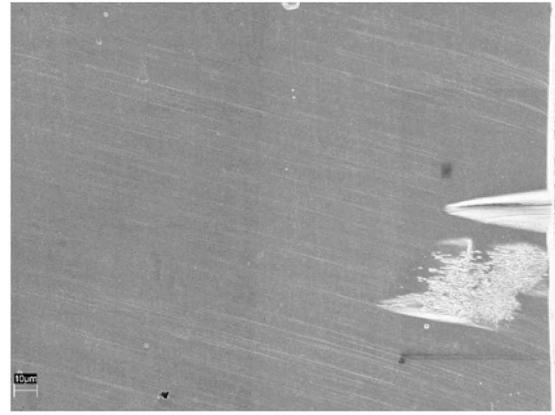


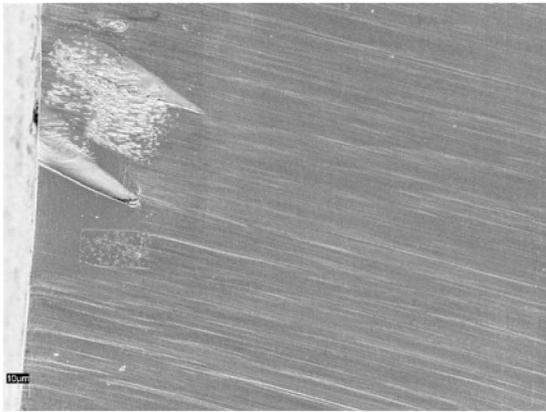
Abbildung 4.58: REM-Aufnahme des "geraden" 45  $\mu\text{m}$  langen Kerbes welcher mittels FIB erzeugt wurde.



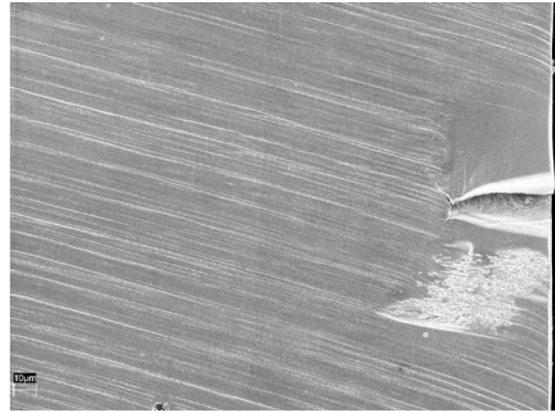
(a) 5. Lastwechsel



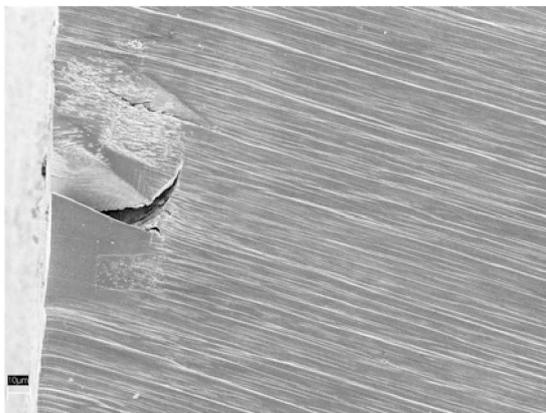
(b) 5. Lastwechsel



(c) 100. Lastwechsel



(d) 100. Lastwechsel



(e) 200. Lastwechsel



(f) 200. Lastwechsel

Abbildung 4.59: Die Abbildungen zeigen die Risse nach der jeweiligen Anzahl an Lastwechseln, bei maximaler Zuglast. Links sind die Aufnahmen des Kerbes in eine [111] Ebene, rechts die des geraden "Vergleichskerbes", jeweils bei 500-facher Vergrößerung.

Beim Vergleich der Aufnahmen in Abbildung 4.59 fällt der schnellere Wachstum des rechten Kerbes auf. Der Kerb in eine [111] Ebene wächst nicht in die erwartete Richtung und

deshalb langsamer, da er zwar in eine [111] Ebene eingebracht wurde, aber nicht in jene [111] Ebene mit dem höchsten Schmidfaktor.

Da die Probe nicht entlang der eingebrachten Risse brach, konnte keine Auswertung der Bruchfläche durchgeführt werden. Stattdessen wurden der Rissfortschritt pro Lastwechsel  $da/dN$  und CTOD für beide Risse mithilfe der REM-Aufnahmen bestimmt.

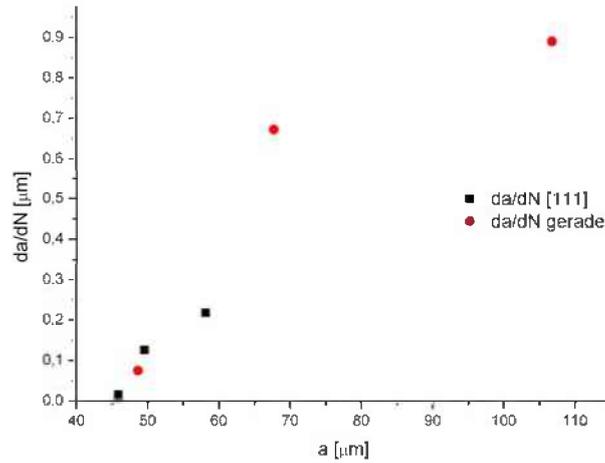


Abbildung 4.60: Der Rissfortschritt pro Lastwechsel  $da/dN$  als Funktion der Risslänge  $a$ , des Versuches mit einkristallinem Material. Aufgetragen sind die Ergebnisse für den in eine [111] Ebene des Materials eingebrachten Risses sowie des geraden Vergleichsrisse.

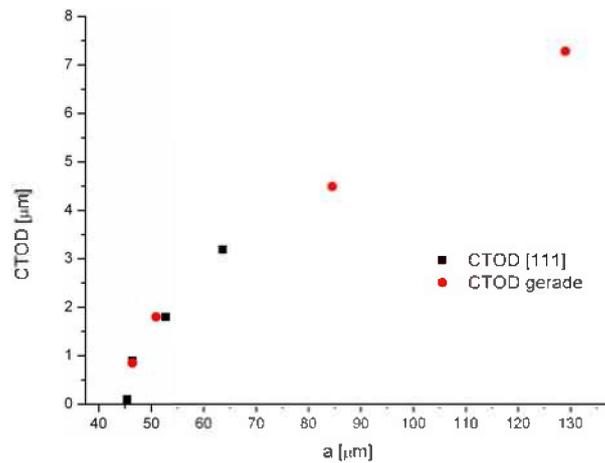


Abbildung 4.61: CTOD als Funktion der Risslänge  $a$ , des Versuches mit einkristallinem Material. Aufgetragen sind die Ergebnisse für den in eine [111] Ebene des Materials eingebrachten Risses sowie des geraden Vergleichsrisse.

# Kapitel 5

## Diskussion

Die verschiedenen zuvor beschriebenen Experimente sollen nun zusammengefasst und verglichen werden. Um die Diskussion übersichtlicher zu gestalten werden die unterschiedlichen Arten kurzer Risse einzeln diskutiert. Besonderes Augenmerk soll darauf gelegt werden, ob man eine einheitliche Darstellung für die gewonnenen Kurzrisssdaten finden kann.

### 5.0.1 Diskussion der mechanisch kurzen Risse

Die Auswertung des Rissfortschrittes der unterschiedlichen Anfangskerbtiefen erfolgte durch Vermessung der Striations der Bruchfläche. Die Abbildung 5.1 zeigt eine Gegenüberstellung der Ergebnisse. Dabei gilt es zu beachten, dass die Auswertung nicht direkt am FIB-Schnitt des Kerbes begann, sondern erst nach einigen Lastwechseln. Dadurch konnte sich die ursprünglich durch den FIB-Schnitt gerade Rissfront ausbauchen. Die Triebkraft entlang des Kerbgrundes und des Anfangsrisses ist nicht konstant entlang der Rissfront, dadurch wachsen jene Bereiche die eine höhere Triebkraft - höhere Verformung an der unmittelbaren Risspitze - auf weisen schnell, bis man schließlich bei einem annähernd viertelkreisförmigen Riss eine konstante Risswachstumsrate entlang der Rissfront erhält. Dieser Übergang wird der Einfachheit halber hier nicht betrachtet. Nach dem Ausbauchen steigt die Risswachstumsrate linear an.

Die Steigungen der einzelnen Rissfortschrittskurven sind nahezu ident. Die Ursache weshalb die Kurve des 150  $\mu\text{m}$  tiefen Kerbes um einiges höher liegt, könnte die um ca. 3 % höhere Spannung und das damit verbundene etwas höhere  $\Delta\epsilon_{pl}$  als bei den anderen Versuchen sein.

Verbindet man die Anfangswachstumsraten mit einer Geraden so erkennt man schon,

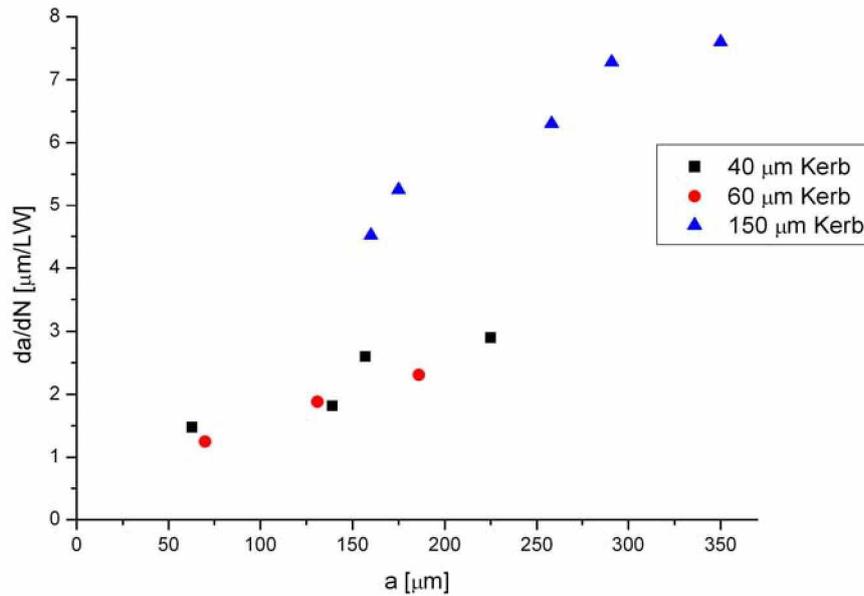


Abbildung 5.1: Gegenüberstellung der Risswachstumsraten ermittelt aus den “Striations“ als Funktion der Risslänge der Kurzrissexperimente im feinkörnigen Material.

dass diese durch den Ursprung geht. Die einzelnen Experimente liefern annähernd einen linearen Zusammenhang, diese Gerade geht nicht durch den Ursprung. solange der Riss sehr kurz ist, ist er über die ganze Dehnungsamplitude geöffnet. Mit zunehmender Dehnungsamplitude bleibt die Risspitze über einen Teil der Dehnungsamplitude geschlossen, woduurch die Risswachstumsrate auch etwas langsamer als erwartet ansteigt.

Beim Vergleich der Rissfortschrittsrate und der CTOD-Kurven in Abbildung 5.2 fällt zu Beginn die nicht lineare Steigung der CTOD-Kurven auf. Die Hauptursache für den anfänglich nicht linearen Anstieg ist der ursprünglich gerade FIB-Kerb, da die Rissfront sich während der ersten Lastwechsel erst ausbauchen muss. Die CTOD-Werte wurden an der Oberfläche bestimmt, wo die Verformung am Beginn des Versuches etwas geringer ist. Erst nach einer gewissen Rissverlängerung ist die an der Oberfläche bestimmte Verformung etwa gleich jener im Inneren der Probe. Je tiefer der Kerb am Anfang der Experimente ist desto länger dauert es bis das CTOD linear ansteigt. Der 40  $\mu\text{m}$  tiefe Kerb scheint ein anderes Verhalten zu zeigen, da das CTOD von Beginn an linear wächst. Jedoch wurden nicht alle Lastwechsel bei diesem Versuch dokumentiert, anfänglich jeder 10-te Lastwechsel, weshalb sich die Rissfront aufgrund ihrer geringen Länge wahrscheinlich bereits in den ersten 10 Lastwechseln zum Viertelkreis ausbauchen konnte.

In Abbildung 5.3 wird CTOD, welches in diesen Experimenten auch den  $\Delta\text{CTOD}$ -Werten entspricht als Funktion der mittels “Striationsabstand“ gemessenen Risswachstumsrate

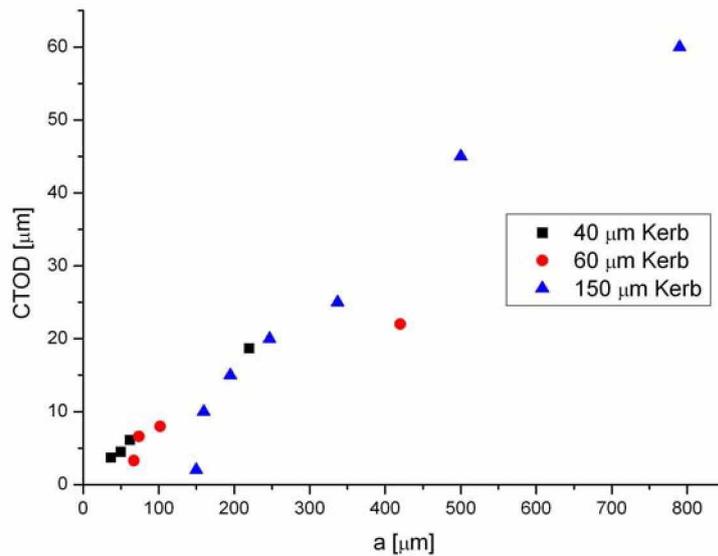


Abbildung 5.2: Vergleich der CTOD-Kurven der Kurzrissexperimente im feinkörnigen Material.

aufgetragen. Man erkennt sehr schön, dass die Risswachstumsrate etwa  $1/4$  der zyklischen Rissöffnungsverschiebung ist.

$$da/dN = 1/4 \Delta CTOD$$

Bichler Christian [12] hat im Rahmen seiner Dissertation dasselbe Material verwendet. Für lange Risse hat er für ein CTOD von  $4.3 \mu\text{m}$  eine Rissfortschrittsrate  $da/dN$  von  $1.1 \mu\text{m}$  gemessen. Diese Ergebnisse stimmen sehr gut mit dem hier gefundenen Zusammenhang überein. Das heißt wenn wir die Risswachstumsrate als Funktion von  $\Delta CTOD$  betrachten gibt es gar keinen Unterschied zwischen kurzen und langen Rissen.

## Anmerkungen zum Überlastexperiment

Der Versuch zeigt, dass nach dem Aufbringen einer Überlast einen Anstieg der Rissöffnungsverschiebung sowie des Rissfortschrittes. Danach nimmt sowohl die Rissöffnungsverschiebung als auch der Rissfortschritt wieder ab. Zu dem selben Ergebniss kam Bichler Ch. [12] im Zuge seiner Überlastexperimente mit dem selben Material. Auch Ward-Close und Ritchie [13] haben anhand von Experimenten mit  $\alpha/\beta$  Titan-Legierungen festgestellt, dass die Beschleunigung und die anschließende Verzögerung auf eine Änderung des Rissschließens zurückzuführen ist.

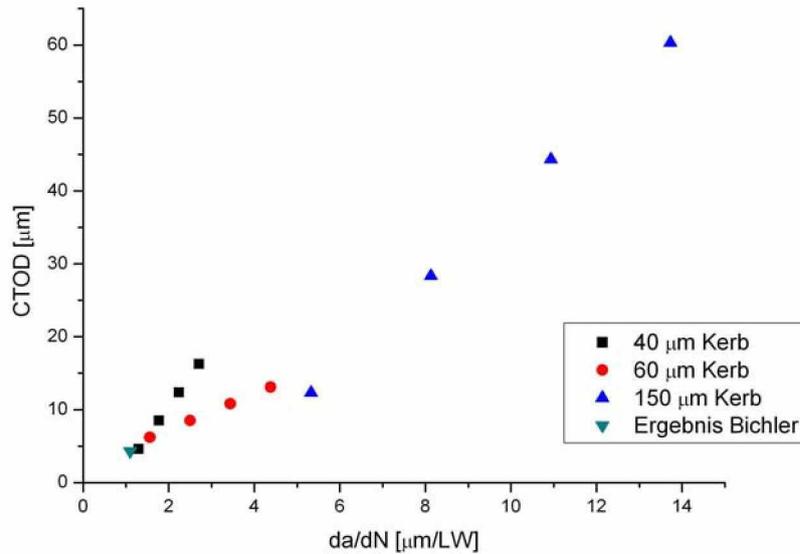


Abbildung 5.3: Der Rissfortschritt  $da/dN$  als Funktion des CTOD im feinkörnigen Material.

## 5.0.2 Diskussion der mikrostrukturell kurzen Risse

Bei diesen Versuchen gab es bereits bei der Durchführung der Experimente große Abweichungen des CTOD bei gleichen aufgebrachtten Dehnungsamplituden. Dies obwohl der Probenquerschnitt bei allen Proben nahezu ident war. In diesen Querschnitten von  $4 \text{ mm}^2$  befanden sich meist nur  $4 \div 6$  Körner. Dadurch spielte die Orientierung jedes einzelnen Kornes bezüglich plastischer Verformung und damit bezüglich dem Rissfortschritt eine größere Rolle. Dies erklärt die weite Streuung der Ergebnisse.

Im Vergleich zu den Ergebnissen der mechanisch kurzen Rissen, lässt sich bei den mikrostrukturell kurzen Rissen kein einfacher Zusammenhang zwischen Rissfortschritt und Risslänge erkennen (Abb.: 5.4). Jedoch zeigen fast alle Kurven eine Tendenz abzuflachen. Dies bedeutet dass der Einfluss des Risschließens mit dem länger werden der Risse hier ebenso zutrifft. Für das Experiment mit dem  $55 \mu\text{m}$  langen Anfangriss wurden die Kurven für beide Risse eingezeichnet. Diese Rissverzweigung könnte der Grund für die anormale Steigung des CTODs des als "55  $\mu\text{m}$  Riss 2" bezeichneten Risses sein.

Trägt man, wie in Abbildung 5.6 zu sehen, die Rissöffnungsverschiebung als Funktion der Risswachstumsrate auf, so erkennt man keinen so schönen Zusammenhang wie bei den mechanisch kurzen Rissen. Trotzdem muss angemerkt werden, dass die Beziehung  $da/dN = 1/4 \Delta\text{CTOD}$  in grober Näherung erhalten bleibt. Für die genauere Charakterisierung mikrostrukturell kurzer Risse werden zusätzliche Experimente benötigt.

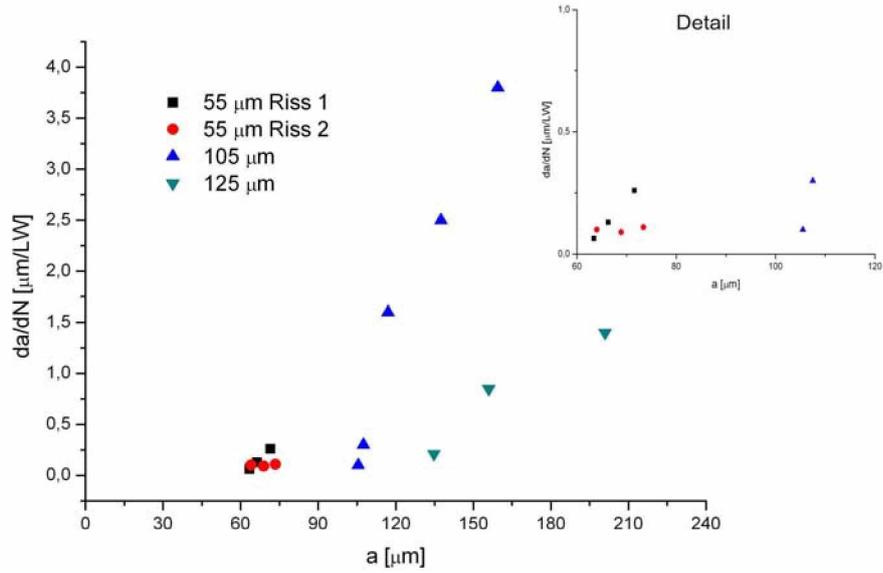


Abbildung 5.4: Gegenüberstellung der Rissfortschrittsraten ermittelt an der Probenoberfläche bei etwa gleicher plastischer Dehnungsamplitude der Kurzrissexperimente im grobkörnigen Material.

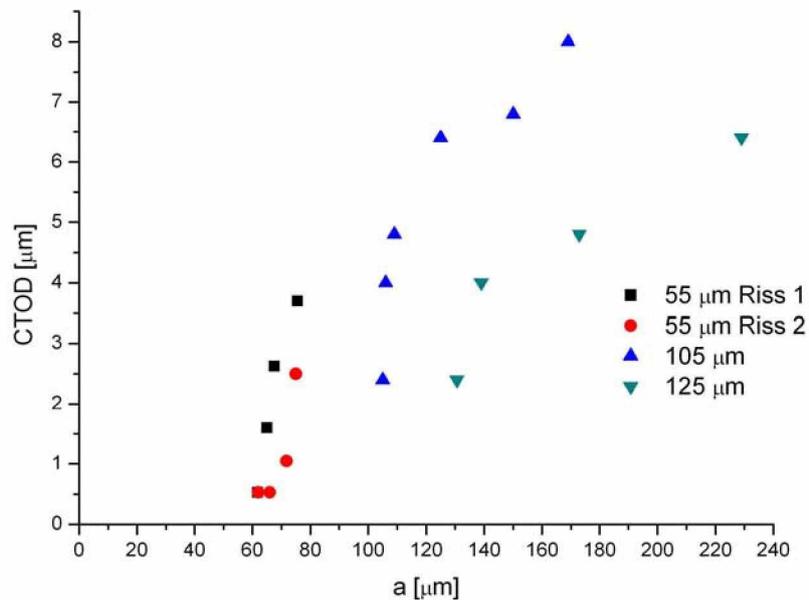


Abbildung 5.5: Vergleich der CTOD-Kurven der Kurzrissexperimente im grobkörnigen Material.

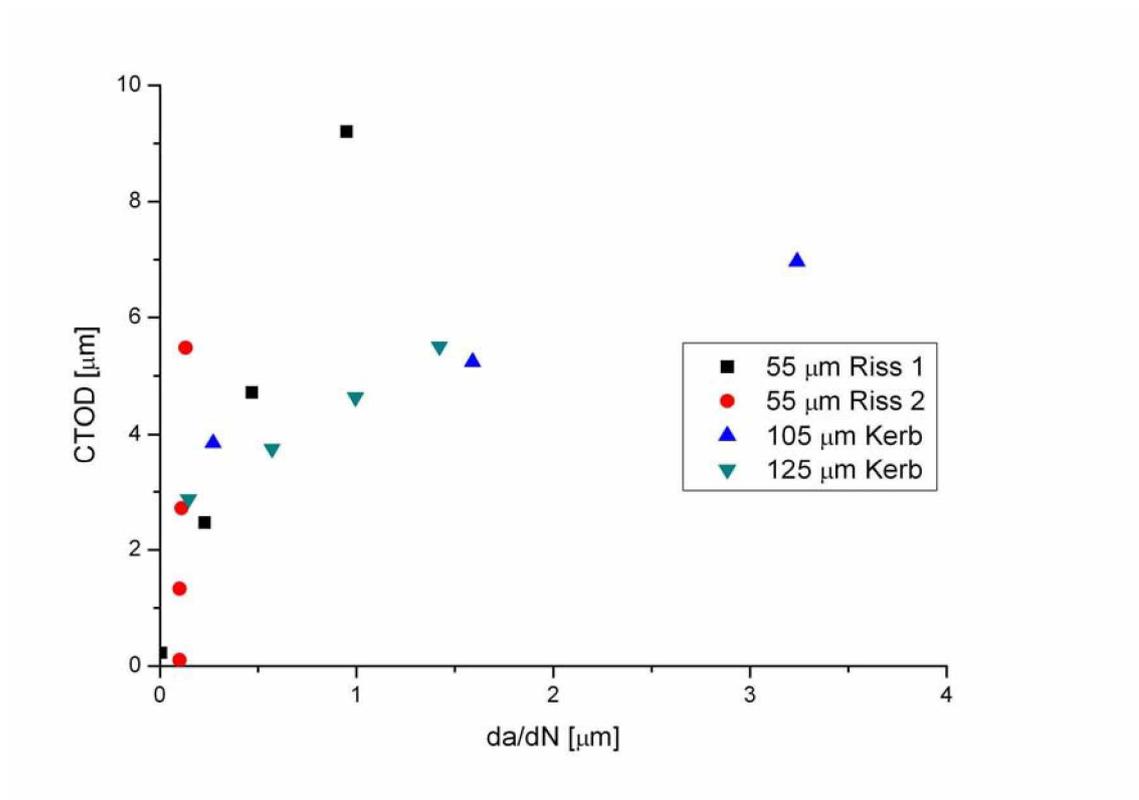


Abbildung 5.6: Der Rissfortschritt  $da/dN$  als Funktion des CTOD im grobkörnigen Material.

# Kapitel 6

## Zusammenfassung

Im Zuge dieser Diplomarbeit wurden am Institut für Materialwissenschaften zum ersten Mal In situ-Untersuchungen des Wachstums kurzer Risse mit dem Kammrath & Weiss Zug-Druckmodul im REM durchgeführt. Anfänglich galt es eine geeignete Probengeometrie zu ermitteln und den Versuchsablauf zu optimieren.

Das Versuchsmaterial war ein austenitischer Stahl(A220 der Firma Böhler) mit unterschiedlichen Gefügeständen, welche durch kaltumformen und anschließender Wärmebehandlung eingestellt wurden. Die unterschiedlichen Gefügestände (Korndurchmesser von 10  $\mu\text{m}$  bis 3 cm) wurden benötigt um alle 3 Arten von kurzen Rissen - physikalisch, mechanisch und mikrostrukturell kurze Risse - untersuchen zu können.

Die Zug-Druckproben wurden in der Werkstatt gefertigt, in der Metallografie geschliffen und anschließend poliert(bei späteren Versuchen wurde die Oberfläche zusätzlich mit V2A geätzt). Danach wurden sie mit einer Rasierklinge gekerbt und mittels FIB ein rissähnlicher Kerb eingebracht.

Mit Hilfe von In situ-Experimenten im REM wurden der Einfluss der Anfangsrisslänge, das Verhältniss der Risslänge zur Korngröße und die Entwicklung der Risswachstumsrate mit steigender Risslänge studiert. Bei mechanisch kurzen Rissen konnte schön gezeigt werden, dass die Risswachstumsrate etwa 1/4 der zyklischen Rissöffnungsverschiebung entspricht. Dieser Zusammenhang wurde zuvor für lange Risse im selben Material beobachtet, d.h. bei Betrachtung von  $da/dN$  als Funktion von  $\Delta\text{CTOD}$  gibt es keinen Unterschied zwischen mechanisch kurzen und langen Rissen.

Für mikrostrukturell kurze Risse konnte, wenn auch nicht so ausgeprägt, dieselbe Beziehung von Risswachstumsrate und zyklischer Rissöffnungsverschiebung in grober Näherung gefunden werden.

Probenübersicht:										
		Probengeometrie:								
Probe:	Bez. in DA	Höhe	Breite	Fläche	Anfangsrissslänge:	Bemerkung:		WB	LW	
		[mm]	[mm]	[mm <sup>2</sup> ]	[µm]					
V1		1,93	2,75	5,31	40	Vorversuch			15	
V2		1,91	2,75	5,25	60	Vorversuch			20	
V3		1,87	2,75	5,14	95	Vorversuch, Verformungsnetz mit FIB aufgebracht			15	
V1		1,70	2,00	3,40	94	Verformungsnetz mit FIB aufgebracht			50	
V2		1,69	1,85	3,13	80	Automatisierungsversuch mit K&W-Modul			9	
V3		1,65	2,00	3,30	50	movie			63	
V4	grob 105	1,69	2,00	3,38	105	movie	X		45	
V5		1,86	2,00	3,72	85	lokale entfestigung	X		160	
V6	grob 55	1,95	2,00	3,90	56	Rissverzweigung	X		200	
V7	grob 125	1,99	2,00	3,98	125	nur oberflächlich ReXX	X		130	
V8		1,97	2,00	3,94	225	nur oberflächlich ReXX	X		20	
V9	grob 140	1,87	2,00	3,74	140	striationsauswertung, gematcht, verschiebungsanalyse aus surfer	X		450	
V10	fein 150	1,98	2,20	4,36	152	striationsauswertung, gematcht, zusätzlich gewalzt	X		60	
V11	fein 60	1,91	2,20	4,20	58	striationsauswertung, gematcht, zusätzlich gewalzt	X		100	
V12	fein 40	1,94	2,20	4,27	41	striationsauswertung, gematcht, zusätzlich gewalzt	X		80	
V13	EinXX	1,55	1,90	2,95	45	2 Anfangsrisse (gerade und  111]), gematcht			200	

WB ... Wärmebehandlung (X bedeutet ja, 800° C für 1 Stunde)

Bez. in DA ... Bezeichnung in der Diplomarbeit

LW ... dokumentierte Lastwechsel

Probe ... entspricht Verzeichnisname auf der DVD

# Abbildungsverzeichnis

1.1	Schematische Darstellung der Rissausbreitung $da/dN$ über der Schwingbreite der Spannungsintensität $\Delta K$ für mikrostrukturell kurze und lange Ermüdungsrisse . . . . .	1
1.2	Die Abbildung zeigt eine Übersicht über den Einflussbereich der unterschiedlichen Arten von kurzen Rissen. Diese können meist nicht so exakt den unterschiedlichen Arten zugeordnet werden, denn vielfach hat man es mit einer Vermischung der verschiedenen Typen kurzer Risse zu tun. . . .	4
2.1	Kammrath & Weiss-Modul mit 10 kN-Kraftmessdose . . . . .	8
2.2	(1) FIB-Säule, (2) REM-Säule, (3) Gasinjektionssystem (GIS), (4) Optionaler EDS-Detektor, (5) Inlens-Detektor, (6) Sekundärelektronen (SE)-Detektor, (7) CCD-Kamera . . . . .	9
2.3	Zwei REM-Aufnahmen eines kurzen Risses bei unterschiedlichen Lasten. Beide Aufnahmen zeigen jeweils einen Bereich von $380 \times 290 \mu m$ . . . . .	10
2.4	Vektorielle Darstellung der Verschiebungen aus den beiden Originalaufnahmen aus Abb.(2.3). Die Angabe der Koordinaten erfolgt in Bildpunkten. Jeder Vektor entspricht der Verschiebung des jeweiligen homologen Punktes. . . . .	11
2.5	Die aus den Verschiebungsfeldern in Abb. 2.4 ermittelte Vergleichsdehnung. Die hohen Dehnungen an der Position des Risses sind nicht real, denn sie ergeben sich durch die Rissöffnung. . . . .	11
3.1	SEM Aufnahmen von Striations auf der Bruchfläche, deren Abstand zur Bestimmung des Rissfortschritts pro Lastwechsel ( $da/dN$ ) ausgemessen wurde. . . . .	12
3.2	Auf dieser Lichtmikroskopaufnahme des grobkristallinen Ausgangszustandes ist ein einzelnes Korn zu erkennen. Das Oberflächenrelief entstand durch das Ätzen mit V2A . . . . .	14
3.3	Die Abbildung zeigt das Gefüge - durchzogen von Gleitlinien - welches durch das Kaltwalzen (Verformungsgrad: 44%) entstand. . . . .	14

3.4	Ein krongrenzengeätzter Querschnitt einer Probe, die wärmebehandelt wurde. Am Rand sind die feinen Körner, welche durch die Wärmebehandlung entstanden, zu sehen. Der Grund dafür ist, daß der oberflächennahe Bereich durch die Bearbeitung stärker verformt wurde, weshalb durch die nachfolgende Wärmebehandlung dort ein ein "feinkörniges" Gefüge entstand. Im Inneren der Probe blieb das Gefüge jedoch unverändert. . . . .	15
3.5	SEM-Aufnahme der Probenoberfläche einer Probe mit feinem Gefüge. Der feinkörnige Zustand wurde durch mehrere Walzstiche und einer anschließenden Wärmebehandlung eingestellt. . . . .	15
3.6	Verwendete Probengeometrie . . . . .	16
3.7	Einbringung des Ermüdungsanrisses mittels Rasierklinge . . . . .	17
3.8	Abbildung (a) und (b) skizzieren den Einfall der Ga-Ionen auf die Probe. Die Aufnahmen (c) zeigt einen nur mittels Rasierklinge erzeugten Anfangsriss. Um einen wirklich scharfen Anriss zu erzeugen wurde der Rasserklingeneinschnitt mit dem FIB bearbeitet, Abbildung (d) . . . . .	18
3.9	Die Abbildung zeigt den Raster, welcher zur besseren Veranschaulichung der Verformung an der Probenoberfläche mittels FIB erzeugt wurde. . . .	19
4.1	Kraft-Verschiebungskurve der Probe mit 40 $\mu m$ langem Anfangsriss . . . .	22
4.2	Die Abbildungen zeigen den Riss nach 1, 10 und 20 Lastwechseln(LW) jeweils unter maximaler Drucklast bzw. maximaler Zuglast, bei einer 300-fachen Vergrößerung. Die beiden Aufnahmen beim jeweiligen Lastwechsel wurden gematcht. Die Ergebnisse zeigt Abbildung 4.3. . . . .	23
4.3	Die Abbildungen zeigen die Vergleichsdehnung zwischen Minimal- und Maximallast - dargestellt mit Hilfe der Software Surfer - nach der jeweiligen Anzahl von Lastwechseln (LW). . . . .	24
4.4	Die Bruchfläche des Versuches mit 40 $\mu m$ langem Anfangsriss. Die Pfeile markieren die Striation des 70. Lastwechsels. . . . .	25
4.5	Rissfortschritt, $da/dN$ , als Funktion der Risslänge $a$ , in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von 40 $\mu m$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet. . . . .	26
4.6	Die Abbildungen zeigen den Riss nach 1, 10, 20 und 70 Lastwechseln jeweils unter maximaler Zuglast, bei einer 300-fachen Vergrößerung. Wie die Striationauswertung 4.5 belegt, kann man in den Abbildungen 4.6 bereits erkennen, daß der Riss mit steigender Anzahl an Lastwechseln immer schneller zu wachsen beginnt. . . . .	27
4.7	Ein Beispiel für die Messung des CTOD, wobei die Länge der Hypotenuse des Dreiecks dem CTOD entspricht. . . . .	28

4.8	CTOD als Funktion der Risslänge $a$ , in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von $40 \mu m$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet. . . . .	28
4.9	$\Delta COD$ als Funktion der Risslänge $a$ , in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von $40 \mu m$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet. . . . .	29
4.10	Die beiden X sind die mittels FIB erzeugten Markierungen, deren Abstand zur Bestimmung des $\Delta COD$ -Wertes gemessen wird . . . . .	29
4.11	Kraft-Verschiebungskurve der Probe mit $60 \mu m$ langem Anfangsriss . . . .	30
4.12	Die Abbildungen zeigen REM-Aufnahmen des Risses nach 10, 30, 50 und 100 Lastwechseln jeweils unter maximaler Zuglast. Die Aufnahmen (a), (b) und (c) erfolgten bei 500-facher Vergrößerung. Das Bild (d) entstand bei 50-facher Vergrößerung. . . . .	31
4.13	Die Bruchfläche des Versuches mit $60 \mu m$ langem Anfangsriss . . . . .	31
4.14	Rissfortschritt, $da/dN$ , als Funktion der Risslänge $a$ , in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von $60 \mu m$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet. . . . .	32
4.15	Die Abbildungen zeigen die Vergleichsdehnung zwischen Minimal- und Maximallast - dargestellt mit Hilfe der Software Surfer - nach der jeweiligen Anzahl von Lastwechseln (LW). . . . .	33
4.16	CTOD als Funktion der Risslänge $a$ , in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von $60 \mu m$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet. . . . .	34
4.17	$\Delta COD$ als Funktion der Risslänge $a$ , in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von $60 \mu m$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet. . . . .	34
4.18	Kraft-Verschiebungskurve der Probe mit $150 \mu m$ langem Anfangsriss . . . .	35
4.19	Die Bruchfläche des Versuches mit $150 \mu m$ langem Anfangsriss . . . . .	36
4.20	Rissfortschritt, $da/dN$ , als Funktion der Risslänge $a$ , in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von $150 \mu m$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet. . . . .	36
4.21	Die Abbildung zeigt die Vergleichsdehnung zwischen Minimal- und Maximallast - dargestellt mit Hilfe der Software Surfer - beim 1. Lastwechsel (Aufgrund der Steuerungsfehler ist die Dehnungsamplitude etwas geringer als bei späteren Lastwechseln!). . . . .	37
4.22	Der Riss beim 60. Lastwechsel bei maximaler Zuglast. Dabei ist die Mikrostruktur stellenweise gut zu erkennen. . . . .	37

4.23	CTOD als Funktion der Risslänge $a$ , in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von $150 \mu\text{m}$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet. . . . .	38
4.24	$\Delta\text{COD}$ als Funktion der Risslänge $a$ , in der feinkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von $150 \mu\text{m}$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet. . . . .	39
4.25	Die Überlast-Lastwechsel 70 und 71 im Vergleich zu den Normallast-Lastwechsel	40
4.26	Die blauen Ziffern zeigen, wo das Experiment angehalten wurde um Aufnahmen zu machen. Die Buchstaben stehen für den Bereich der Kraft-Verschiebungskurve über den gematcht wurde sowie die Bezeichnung der folgenden Abbildungen 4.27 ,4.28 ,4.29(rote Buchstaben für das Rissöffnen, grüne für das Riss schließen und magentafarbene für die Überlast). . . . .	41
4.27	Die Abbildungen (a) bis (e) zeigen Dehnungskarten des Rissöffnens beim 70. Lastwechsel. Dargestellt ist die Vergleichsdehnung. Die hohen Dehnungen an der Position des Risses sind nicht real, denn sie ergeben sich durch die Rissöffnung. Die Zuglast betrug $3050 \text{ N}$ bzw $-3020 \text{ N}$ bei der Drucklast. . .	42
4.28	Dehnungskarten des Riss schließens beim 70. Lastwechsel. Dargestellt ist die Vergleichsdehnung. . . . .	44
4.29	Dehnungskarten der Drucküberlast beim 70. Lastwechsel. Dargestellt ist die Vergleichsdehnung. . . . .	45
4.30	Die blauen Ziffern zeigen, wo das Experiment angehalten wurde um Aufnahmen zu machen. Die Buchstaben stehen für den Bereich der Last-Verschiebungs-Kurve über den gematcht wurde sowie die Bezeichnung der folgenden Abbildungen 4.31 ,4.32 ,4.33(rote Buchstaben für das Rissöffnen, grüne für das Riss schließen und magentafarbene für die Überlast). . . . .	46
4.31	Dehnungskaten des Rissöffnens beim 71. Lastwechsel. Dargestellt ist die Vergleichsdehnung. . . . .	47
4.32	Dehnungskarten der Zugüberlast beim 71. Lastwechsel. Dargestellt ist die Vergleichsdehnung. . . . .	48
4.33	Dehnungskarten des Riss schließens beim 71. Lastwechsel. Dargestellt ist die Vergleichsdehnung. . . . .	49
4.34	Kraft-Verschiebungskurve der Probe mit $140 \mu\text{m}$ langem Anfangsriss . . .	51
4.35	REM-Aufnahmen des Risses bei der jeweiligen Anzahl an Lastwechsel bei maximaler Zuglast. Die Bilder (a) bis (d) entstanden bei 150-facher, (e) und (f) bei 500-facher Vergrößerung. Obwohl der Riss gewachsen ist führte ein anderer - an einer Korngrenze entstandener - Riss zum Probenversagen. . .	52

4.36	Die Bruchfläche des Versuches mit 140 $\mu m$ langem Anfangsriss. Dabei ging der zum Versagen führende Riss nicht von dem mittels FIB eingebrachten Kerb(linkes oberes Eck) - sondern von einer Korngrenze - aus. Die Auswertung der Bruchfläche bezüglich Rissfortschritts $da/dN$ als Funktion der Risslänge $a$ erfolgt in Abb.: 4.37. . . . .	53
4.37	Rissfortschritt, $da/dN$ als Funktion der Risslänge $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von 140 $\mu m$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet. . . . .	54
4.38	Rissfortschritt, $da/dN$ als Funktion der Risslänge $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von 140 $\mu m$ . Die Werte für $da/dN$ wurden an der Probenoberfläche und nicht wie in 4.37 an der Bruchfläche gemessen. . .	54
4.39	$\Delta COD$ als Funktion der Risslänge $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von 140 $\mu m$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet. . . . .	55
4.40	Kraft-Verschiebungskurve der Probe mit 55 $\mu m$ langem Anfangsriss . . . .	56
4.41	REM-Aufnahmen der Probe mit 55 $\mu m$ langem Anfangsriss, nach der jeweiligen Anzahl an Lastwechsel. Alle Aufnahmen entstanden bei maximaler Zuglast und 700-facher Vergrößerung. . . . .	57
4.42	CTOD als Funktion der Risslänge $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von 55 $\mu m$ . CTOD1 bezieht sich auf den linken Riss, CTOD2 auf den rechten. . . . .	58
4.43	Der Rissfortschritt pro Lastwechsel $da/dN$ als Funktion der Risslänge $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von 55 $\mu m$ . $da/dN1$ bezieht sich auf den linken Riss, $da/dN2$ auf den rechten. . . . .	59
4.44	Kraft-Verschiebungskurve der Probe mit 105 $\mu m$ langem Anfangsriss . . . .	60
4.45	REM-Aufnahmen der Probe mit 105 $\mu m$ langem Anfangsriss, nach der jeweiligen Anzahl an Lastwechsel. Alle Aufnahmen entstanden bei maximaler Zuglast und 500-facher Vergrößerung. Die Länge des Balkens entspricht 10 $\mu m$ . . . . .	61
4.46	Die Bruchfläche des Versuches mit 105 $\mu m$ langem Anfangsriss. Der Riss hat an mehreren Stellen des FIB-Schnittes gleichzeitig begonnen zu wachsen, ehe sich alle zu einer Rissfront vereinigt haben. Aufgrund der Topografie der Bruchoberfläche war eine Auswertung des Rissfortschrittes nicht möglich. . . . .	62
4.47	Der Rissfortschritt pro Lastwechsel $da/dN$ als Funktion der Risslänge $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von 105 $\mu m$ . Die Werte wurden anhand der REM-Aufnahmen der Oberfläche und nicht mittels Striationsauswertung der Bruchfläche ermittelt. . . . .	63

4.48	CTOD als Funktion der Risslänge $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von $105 \mu\text{m}$ . . . . .	63
4.49	$\Delta\text{COD}$ als Funktion der Risslänge $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von $105 \mu\text{m}$ . Auf den linearen Fit wurde verzichtet, da der Riss zu Beginn des Versuches aufgrund des ungleich tiefen FIB-Schnittes inhomogen wuchs. . . . .	64
4.50	Kraft-Verschiebungskurve der Probe mit $125 \mu\text{m}$ langem Anfangsriss . . . .	65
4.51	REM-Aufnahmen der Probe mit $125 \mu\text{m}$ langem Anfangsriss, nach der jeweiligen Anzahl an Lastwechsel. Alle Aufnahmen entstanden bei maximaler Zuglast und 500-facher Vergrößerung. . . . .	66
4.52	Der Rissfortschritt pro Lastwechsel $da/dN$ als Funktion der Risslänge $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von $125 \mu\text{m}$ . Die Werte wurden anhand der REM-Aufnahmen der Oberfläche und nicht mittels Striationsauswertung der Bruchfläche ermittelt. . . . .	67
4.53	CTOD als Funktion der Risslänge $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von $125 \mu\text{m}$ . . . . .	67
4.54	$\Delta\text{COD}$ als Funktion der Risslänge $a$ , in der grobkörnigen Probe mit einer Kerbtiefe von $125 \mu\text{m}$ . Zusätzlich zu den Messpunkten ist ein linearer Fit der Daten eingezeichnet. . . . .	68
4.55	EBSD-Spotscans einer Platte aus der später die Probe herausgearbeitet wurde. Die gleiche Lage der Einheitszellen über den großen Bereich in der Mitte stammt von einem einzigen Korn, aus dem die Probe gefertigt wurde. Daher die Bezeichnung als Einkristallexperiment. . . . .	69
4.56	Kraft-Verschiebungskurve der Probe mit 2 $45 \mu\text{m}$ langen Anfangsrissen . . .	70
4.57	REM-Aufnahme des $45 \mu\text{m}$ langen Kerbes welcher mittels FIB in eine $[111]$ Ebene eingracht wurde. . . . .	71
4.58	REM-Aufnahme des "geraden" $45 \mu\text{m}$ langen Kerbes welcher mittels FIB erzeugt wurde. . . . .	71
4.59	Die Abbildungen zeigen die Risse nach der jeweiligen Anzahl an Lastwechseln, bei maximaler Zuglast. Links sind die Aufnahmen des Kerbes in eine $[111]$ Ebene, rechts die des geraden "Vergleichskerbes", jeweils bei 500-facher Vergrößerung. . . . .	72
4.60	Der Rissfortschritt pro Lastwechsel $da/dN$ als Funktion der Risslänge $a$ , des Versuches mit einkristallinem Material. Aufgetragen sind die Ergebnisse für den in eine $[111]$ Ebene des Materials eingebrachten Risses sowie des geraden Vergleichsrisses. . . . .	73

4.61	CTOD als Funktion der Risslänge $a$ , des Versuches mit einkristallinem Material. Aufgetragen sind die Ergebnisse für den in eine [111] Ebene des Materials eingebrachten Risses sowie des geraden Vergleichsrisse. . . . .	73
5.1	Gegenüberstellung der Risswachstumsraten ermittelt aus den "Striations" als Funktion der Risslänge der Kurzrissexperimente im feinkörnigen Material.	75
5.2	Vergleich der CTOD-Kurven der Kurzrissexperimente im feinkörnigen Material. . . . .	76
5.3	Der Rissfortschritt $da/dN$ als Funktion des CTOD im feinkörnigen Material.	77
5.4	Gegenüberstellung der Rissfortschrittsraten ermittelt an der Probenoberfläche bei etwa gleicher plastischer Dehnungsamplitude der Kurzrissexperimente im grobkörnigen Material. . . . .	78
5.5	Vergleich der CTOD-Kurven der Kurzrissexperimente im grobkörnigen Material. . . . .	78
5.6	Der Rissfortschritt $da/dN$ als Funktion des CTOD im grobkörnigen Material.	79

# Literaturverzeichnis

- [1] PARIS, P.C. UND ERDOGAN, F.: *A Critical Analysis of Crack Propagation Laws*. Journal of Basic Engineering, 1963.
- [2] SURESH, S. UND RITCHIE, R.O.: *Propagation of Short Fatigue Cracks*. International Materials Review, 1984.
- [3] DÜBER, O. ET AL: *Experimental characterization and two-dimensional simulation of short-crack propagation in an austenitic-ferritic duplex steel*. International Journal of Fatigue 28, 2006.
- [4] MARX, M. UND VEHOFF, H.: *Propagation of microcracks in single crystalline nickel-based superalloys: size effects on the crack opening*. Materials Science and Engineering A 387-389, 2004.
- [5] MARX, M. ET AL: *Interaction of microcracks with selected interfaces: Focused ion beam for a systematic crack initiation*. Materials Science and Engineering A 435-436, 2006.
- [6] DOWLING, N.E. UND BEGLEY, J.A.: *Fatigue Crack Growth during Gross Plasticity and the  $J$ -integral*. Mechanics of Crack Growth, 1976.
- [7] HUTCHINSON, J.W.: *Singular Behaviour at the End of a Tensile Crack in a Hardening Material*. J. Mech. Phys. Solids Vol.16, 1968.
- [8] RICE, J.R. UND ROSENGREN, G.F.: *Plane Strain Deformation Near a Crack Tip in a Power Law Hardening Material*. J. Mech. Phys. Solids Vol.16, 1968.
- [9] PIPPAN, R.: *Ausgewählte Kapitel der Festkörpermechanik(Bruchmechanik)*. Vorlesungsskriptum.
- [10] UNTERWEGER, K.: *Das Verformungsverhalten von Metall-Matrix Verbundwerkstoffen*. Dissertation, 2004.

- [11] PELLOUX, R.M.N.: *Mechanism of Formation of Ductile Fatigue Striations*. Trans ASM 62, 1969.
- [12] BICHLER, CH.: *Rißspitzenverformung bei konstanter und variabler Belastungsamplitude*. Dissertation, 1997.
- [13] WARD-CLOSE, C.M. UND RITCHIE, R.O.: *On the Role of Crack Closure Mechanisms in Influencing Fatigue Crack Growth Following Single Tensile Overloads in a Titanium Alloy: Near Threshold Versus Higher  $\Delta K$  Behavior*. ASTM STP 982, 1988.