

Diplomarbeit

**Einfluss der Hochverformung auf das
Ermüdungsverhalten eines austenitischen
Stahls**

Oliver Renk



Department Materialphysik an der
Montanuniversität Leoben

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Datum

Unterschrift

Danksagung

Besonderer Dank gilt meinem Betreuer Univ.-Prof. Dr. Reinhard Pippan für die Vergabe sowie der ausgezeichneten Betreuung während der Durchführung dieser Arbeit. Neben der wissenschaftlichen Betreuung auf den Gebieten der Ermüdung und Hochverformung durfte ich mit ihm auch die besten Klettergebiete der Steiermark kennenlernen - ich kann ihn als Betreuer nur weiterempfehlen!

Bei Herrn Dr. Anton Hohenwarter möchte ich für die Betreuung und den zahlreichen hilfreichen Diskussionen während dieser Arbeit bedanken.

Herrn Mr. HPT DI Peter Kutleša möchte ich für die helfende Hand danken, die die Hochverformung aber auch die Durchführung der Ermüdungsversuche wesentlich vereinfachten.

Den Herren aus der Werkstatt, Franz Hubner und Christian Scheiner danke ich für die rasche, gewissenhafte und oftmals bevorzugte Durchführung der Arbeiten, aber auch für die höchst wissenschaftlichen Besprechungen um 16:00 Uhr.

Frau Gabriele Moser gilt mein Dank für die sorgfältige Präparation der Ermüdungsproben.

Bei allen Kollegen des Erich-Schmid-Institutes möchte ich mich für die angenehme Atmosphäre und die gemeinsamen Unternehmungen bedanken.

Ein Dankeschön gebührt auch meiner Freundin Marlene Kapp, die mich vor allem im Studienendspurt großartig unterstützte und motivierte. Danke!

Schlussendlich möchte ich mich bei meinen Eltern und meinem Großvater bedanken, die mir das Studium in Leoben ermöglichten und mir stets den notwendigen Rückhalt gaben.

Leoben, im Dezember 2011

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Probenvorbereitung und Präparation	3
2.1	Eine kurze Einführung in die Hochverformung	3
2.2	Verwendete Hochverformungstechnik	4
2.3	Mikrostrukturen im A220	7
2.4	Herstellung und Präparation der Ermüdungsproben	11
3	Experimentelle Untersuchungen	13
3.1	Härteprüfung	13
3.2	Zugversuche	16
3.2.1	Plastisches Verformungsverhalten bei monotoner Belastung	16
3.2.2	Schädigung und Bruchverhalten bei monotoner Belastung	24
3.3	Kurzzeitermüdungsversuche	27
3.3.1	Allgemeines	27
3.3.2	Probleme bei der Durchführung der Kurzzeitermüdungsversuche	33
3.3.3	Kurzzeitermüdungsexperimente mit händischer Nachregelung	43
3.3.4	Schädigung und Bruchverhalten bei zyklischer Belastung	59
3.4	Langzeitermüdungsversuche/Dauerfestigkeit	62
4	Zusammenfassung	69
	Literaturverzeichnis	iv

Kapitel 1

Einleitung

Bedingt durch ihre exzellenten Eigenschaften sind submikro- und nanokristalline¹ Materialien in den letzten Jahrzehnten zunehmend in den Blickpunkt der Materialwissenschaft gerückt. Hier sind vor allem deutlich gesteigerte Zugfestigkeit bei moderater Duktilität, oder die verbesserte Dauerfestigkeit gegenüber den normalkörnigen Materialien zu nennen. Durch die kleine Korngröße tritt Superplastizität auch bei geringeren Temperaturen und/oder höheren Dehnraten auf.

Während der Fokus für lange Zeit auf der Herstellung und Charakterisierung der Strukturentwicklung solcher Materialien lag, wurden in den letzten Jahren vermehrt die mechanischen Eigenschaften solcher feinkörnigen Werkstoffe untersucht. Dies wurde vor allem durch die größeren Probenabmessungen möglich, die mit den Verfahren der Hochverformung heute hergestellt werden können. Neben der Kenntnis von Festigkeit oder Zähigkeit sind für potentielle technische Anwendungen submikro- oder nanokristalliner Werkstoffe vor allem deren Ermüdungseigenschaften von Relevanz. Speziell in den letzten zehn Jahren war eine verstärkte Aktivität auf diesem Gebiet zu verzeichnen z.B. [1], [2].

Bei der Untersuchung der Ermüdungseigenschaften hochverformter Materialien wurde in den meisten Studien, auf ECAP (Equal-Channel-Angular-Pressing) verformtes Material zurückgegriffen. Nur wenige Arbeiten untersuchten die Ermüdungseigenschaften von HPT (High-Pressure-Torsion) verformtem Material, zum Beispiel Langzeitermüdungsverhalten von HPT verformtem Kupfer [3]. Dabei ist speziell bei schwer verformbaren Materialien die Einstellung einer Sättigungsmikrostruktur durch ECAP kaum möglich, was zu einer erhöhten Anzahl

¹Materialien mit Korngrößen kleiner als 100 nm

an Kleinwinkelkorngrenzen bzw. geringer Kornfeinung führt. Direkte Vergleiche von ECAP und HPT verformtem Material sind daher nur bedingt möglich. Selbst Vergleiche zwischen ECAP hergestellten Proben sind nicht ohne weiteres möglich, da die mechanischen Eigenschaften sehr stark von Textur, Korngrößenverteilung, Reinheit des Materials oder dem Anteil an Großwinkelkorngrenzen abhängt [2].

In den bisher durchgeführten Studien zum Ermüdungsverhalten hochverformter Materialien finden sich bisher kaum Daten über Stähle, insbesondere von höher legierten oder austenitischen Stählen. Weiters sind die bisher untersuchten Korngrößen hochverformter Materialien deutlich größer als 100 nm. Demzufolge wurden noch kaum nanokristalline bzw. nanostrukturierte Massivmetalle untersucht. In dieser Arbeit soll erstmalig der Einfluss der Hochverformung mittels HPT auf einen austenitischen Stahl, Marke A220 der Firma Böhler Edelstahl, untersucht werden. Basierend auf der Dissertation von S. Scheriau [4], der die Verformungsmechanismen und Strukturentwicklung des Werkstoffes A220 bei der Hochverformung untersucht hat, wurden in dieser Arbeit mittels HPT-Verformung unterschiedliche nanokristalline Mikrostrukturen eingestellt. Für diese wurde sowohl das Kurzzeitermüdungsverhalten als auch die Dauerfestigkeit charakterisiert und mit dem Ausgangsmaterial von 10 μm Korngröße verglichen.

Die unterschiedlichen Strukturen sollen dabei ein besseres Verständnis des Struktureinflusses auf das Ermüdungsverhalten ermöglichen. Größere Scheibendurchmesser der HPT Proben für die Hochverformung und damit gesteigerte Probengröße sollen eine direkte Dehnungsmessung an der Probenoberfläche während der Ermüdungsversuche möglich machen. Die Ergebnisse einer aktuellen Arbeit [5] mit einem austenitischen Stahl ähnlicher Zusammensetzung (316L), der allerdings ECAP verformt wurde, sollen ebenfalls diskutiert werden.

Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Bruchflächen und der geschädigten Probenoberfläche sollen Rückschlüsse über die unterschiedlichen Schädigungsmechanismen im normalkörnigen und hochverformten Werkstoff erlauben.

Kapitel 2

Probenvorbereitung und Präparation

2.1 Eine kurze Einführung in die Hochverformung

Für die Herstellung nano- und submikrokristalliner Materialien kommen grundsätzlich zwei Ansätze in Frage. Einerseits bottom-up Verfahren, wo das feinkörnige Material Struktureinheit für Struktureinheit aufgebaut wird, andererseits top-down Verfahren, wo das Korn makroskopischer Proben gefeint wird.

Die am häufigsten verwendeten Verfahren zur Herstellung nano- und submikrokristalliner Materialien, die sich im Laufe der letzten 30 Jahre entwickelt haben, sind [6]:

- Inertgasphasenkondensation
- Mechanisches Legieren
- Kristallisation amorpher Materialien
- Elektrolytische Abscheidung
- Hochverformung

Im Vergleich zu den anderen Verfahren erlaubt es die Hochverformung (Severe-Plastic-Deformation, SPD), relativ große Proben ohne Porosität herzustellen. Speziell für die Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften solcher nanokristallinen Materialien ist ein gewisses Probenvolumen nötig. Die gängigsten Verfahren der Hochverformung sind

High-Pressure-Torsion (HPT), Equal-Channel-Angular-Pressing (ECAP) und Accumulative-Roll-Bonding (ARB).

Bei der Hochverformung mittels ECAP wird ein Probe wiederholt durch einen Kanal gepresst (siehe Abbildung 2.1(a)). Durch die Richtungsänderung, die das Material im Kanal erfährt, wird eine Scherverformung realisiert, die zur gewünschten Kornfeinung führt. Nach dem ersten Durchgang kann die Probe zum Beispiel um 90° gedreht werden, bevor sie erneut durch den Kanal gepresst wird. Dadurch ergeben sich unterschiedliche Verfahrensrouten. Eine Übersicht darüber findet sich zum Beispiel in [7]. ARB ist, wie der Name schon sagt, ein akkumulierter Walzprozess, bei dem das Material nach jedem Walzschrift zusammengefaltet und erneut gewalzt wird (siehe Abbildung 2.1(b)). Dieses Verfahren würde sich vor allem zur Herstellung von Bandmaterial eignen.

In dieser Arbeit wurde das Probenmaterial durch High-Pressure-Torsion verformt. Bei diesem Verfahren wird eine scheibenförmige Probe zwischen zwei Stempel gepresst und tordiert. Sandstrahlen von Stempel und Probenoberfläche vor der Verformung erhöht die Rauigkeit der Stirnflächen und verhindert ein Durchrutschen der Probe. Neben diesen drei Verfahren der Hochverformung, die sehr häufig genutzt werden, gibt es eine Vielzahl an weiteren Verfahren, wie zum Beispiel multiaxiales Schmieden oder zyklisches Extrudieren und Stauchen, auf die hier aber nicht näher eingegangen wird.

Im Gegensatz zu den anderen Verfahren bietet HPT einige Vorteile. Hohe Verformungen von einigen tausend Prozent können verhältnismäßig einfach aufgebracht werden. Weiters sind auch hochfeste oder relativ spröde Werkstoffe wie zum Beispiel legierte Stähle oder Chrom selbst bei geringen Temperaturen gut zu verformen, was für andere Methoden ein Problem darstellen würde. Die gewünschte Kornfeinung wird durch die hohe Scherverformung realisiert [8].

2.2 Verwendete Hochverformungstechnik

Die verwendete Anlage am Erich-Schmid-Institut hat eine maximale Druckkraft von 4 MN und ein maximales Drehmoment von 13 kNm, was bei Reinmetallen wie Kupfer die Verformung von bis zu 50 mm großen Scheiben erlaubt. Für den in dieser Arbeit verwendeten austenitischen Stahl A220 war der Probendurchmesser auf 35 mm limitiert. Die Limitierung

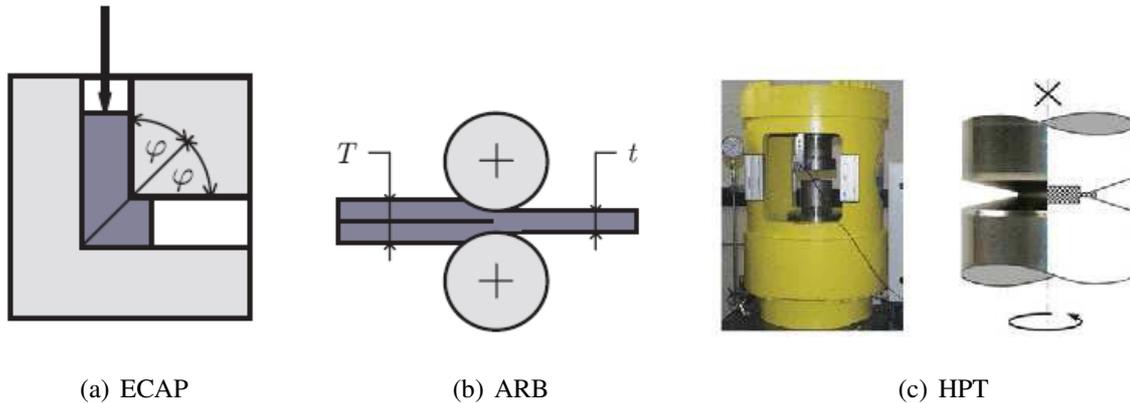


Abbildung 2.1 Gängige Methoden der Hochverformung und die verwendete HPT Anlage am ESI

der Probengröße ist damit begründet, dass der Radius in das Widerstandsmoment gegenüber Torsion mit der dritten Potenz eingeht und für größere Proben das maximale Drehmoment der Anlage nicht mehr ausreicht. Die Beschränkung der Probengröße und der radienabhängige Umformgrad (vgl. Gleichung 2.1) stellen somit die größten Nachteile von High-Pressure-Torsion dar. Um das benötigte Drehmoment etwas abzusenken wurden die abgeschrägten Bereiche der Probe mit Molybdänsulfid geschmiert um die Reibung in diesen Bereichen herabzusetzen. Da diese Bereiche ohnehin eine möglichst kleine Reibzahl aufweisen sollten, kann man annehmen, dass die Schmierung keinerlei Auswirkung auf den Umformprozess hat. Härtemessungen an geschmierten und ungeschmierten Scheiben bestätigten dies.

Mittels induktiver Erwärmung können am ESI Proben auch bei erhöhter Temperatur umgeformt werden, mit einem entsprechenden Behältnis um die Stempel sind auch Umformvorgänge unter flüssigem Stickstoff möglich. Abbildung 2.1(c) zeigt die verwendete HPT-Anlage und das Prinzip der Hochverformung über HPT.

Für die Untersuchungen wurde der austenitische Stahl A220 der Firma Böhler Edelstahl GmbH verwendet. Dieser Stahl ist in seiner Zusammensetzung dem Standard Austenit 316L sehr ähnlich. Die chemische Zusammensetzung des Stahls A220 kann der Tabelle 2.1 entnommen werden. Um das vorliegende grobe Gussgefüge zu feinen, wurden dem Gussblock entnommene Platten 125 % kaltverformt und anschließend auf 950 °C aufgeheizt und abgekühlt. Dadurch stellte sich ein vollständig rekristallisiertes Gefüge mit einer Korngröße von etwa 10 μm ein.

Aus diesen Platten wurden Scheiben mit 35 mm Durchmesser und 11 mm Höhe gefertigt, die

C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	N	Fe
max. 0,03	0,30	1,70	17,50	2,70	14,50	0,07	Rest

Tabelle 2.1 Chemische Zusammensetzung A220 in Massenprozent (Böhler Handbuch 2006)

im Anschluss daran hochverformt wurden. Um verschiedene Strukturen einzustellen, wurde der austenitische Stahl sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 450 °C hochverformt. Um die Stempel nicht zu lange der hohen Temperatur auszusetzen, wurde bei der Verformung dieser Scheiben die Umformgeschwindigkeit erhöht und auch der Druck vermindert, siehe Tabelle 2.2. Der Druck von 3,30 GPa war aber zu gering, weshalb es zu Verformungslokalisierung und der Ausbildung von Rissen kam. Jedoch führte auch eine Erhöhung des Druckes auf 3,60 GPa wie bei der Raumtemperatur Verformung zu keiner Verbesserung. Eine Übersicht über die gewählten Umformparameter ist in Tabelle 2.2 zusammengestellt.

	Druck [GPa]	Geschwindigkeit [U/min]	Umdrehungen [-]
RT	3,60	0,2	15
450 °C	3,30 / 3,60	1,0	15

Tabelle 2.2 Übersicht über die Umformparameter

Eine Abschätzung des Umformgrades unter Einbeziehung eines Vergleichsdehnungskriteriums, z. B. von Mises, kann mit folgender Gleichung getroffen werden, sofern das Verhältnis von Scheibendicke zu Durchmesser kleiner als 1/10 ist [8]:

$$\epsilon = \frac{2nr\pi}{\sqrt{3}t} \quad (2.1)$$

Dabei ist n die Anzahl der Umdrehungen, r der Radius und t die Probendicke. Aus Gleichung 2.1 ist ersichtlich, dass der Umformgrad vom Radius abhängig ist und somit in Richtung Scheibenrand zunimmt. Wird das Material allerdings sehr hoch verformt, so stellt sich eine Sättigungsstruktur über die gesamte Scheibe ein - eine weitere Kornfeinung ist dann nicht mehr möglich. In jedem Fall resultiert aus dem HPT-Prozess eine Scher- oder Torsionstextur.

In dieser Arbeit wurden alle Scheiben weit über den Sättigungsbereich verformt, um eine

homogene Mikrostruktur und damit gleichmäßige Eigenschaften über den gesamten Durchmesser zu garantieren. Die 15 Umdrehungen führen nach Gleichung 2.1 für einen Radius $r = 16 \text{ mm}$ auf eine Verformung von $\epsilon = 118$. Im Bereich der Sättigung kommt es zu keiner Verfestigung mehr, was sich in einem konstanten benötigten Drehmoment widerspiegelt. In diesem steady-state Bereich muss damit die Anzahl der generierten und ausgelöschten Defekte (Versetzungen, Leerstellen) identisch sein. Die Sättigungsstruktur und die Sättigungskorngröße sind dabei unabhängig von der Korngröße des Ausgangsmaterials. Ist das Korn des Ausgangsmaterials bereits feiner als die Sättigungsstruktur, was zum Beispiel durch elektrolytische Abscheidung möglich wäre, so vergrößert das Material in Richtung Sättigungskorngröße. Die Sättigungskorngröße, aber auch die benötigte Verformung zum Erreichen der Sättigung, wird durch Temperatur und Legieren beeinflusst. Ein Absenken der Temperatur oder die Zugabe von Fremdatomen verringert üblicherweise die erreichbare Korngröße, da die Ursache für die Limitierung der Kornfeinung in der Korngrenzbeweglichkeit liegt. Oben genannte Faktoren, wie geringere Umformtemperatur oder Fremdatome, wirken dieser Beweglichkeit entgegen, was zu einer feineren Struktur des Gefüges führt. Eine weitere Möglichkeit, die Limitierung der Kornfeinung zu umgehen, wäre das gezielte Einbringen von Phasengrenzen, zum Beispiel das Verformen von Kompositwerkstoffen. Mit Metall-Metall-Kompositwerkstoffen wie zum Beispiel Cu-Cr oder Cu-W, sind Korngrößen von rund 10 nm erzielbar, was um etwa eine Größenordnung unter jener der Reinmetalle liegt [8].

In [8] konnte auch gezeigt werden, dass die erreichbare Sättigungskorngröße unabhängig von der Art der Verformung ist. Während bei ECAP und HPT hohe Scherverformungen aufgebracht werden, liegt bei ARB eine Zug-Druckumformung, das heißt ein Walzprozess vor. Erreichbare Korngrößen von verformtem Nickel sind jedoch um rund eine Größenordnung geringer als bei ECAP oder HPT Verformung. Dies ist nicht das Resultat der unterschiedlichen Verformungspfade, vielmehr ist bei ARB infolge des Walzprozesses die Möglichkeit der Oxidation gegeben. Diese Oxide wirken der Korngrenzbewegung entgegen und ermöglichen somit viel kleinere Korngrößen [9].

2.3 Mikrostrukturen im A220

Um ein besseres Verständnis des Struktureinflusses auf das Ermüdungsverhalten hochverformter Werkstoffe zu bekommen, wurden durch Variation der Umformtemperatur sowie nachfolgende Glühbehandlung drei unterschiedliche submikro- und nanokristalline Gefüge einge-

stellt. Des Weiteren wurden auch Proben aus dem grobkörnigen Material gefertigt, um einen direkten Vergleich der mechanischen Eigenschaften zwischen Ausgangsmaterial und hochverformtem Material zu ermöglichen.

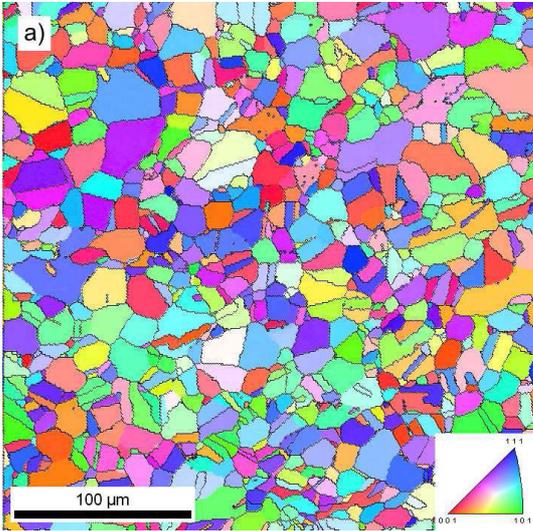
Neben den ohne nachfolgende Glühbehandlung bei RT und 450 °C HPT verformten Proben wurde zusätzlich bei Raumtemperatur verformtes Material im Anschluss bei 700 °C für 30 min gegläht. Dieser Zustand wird im Weiteren als "shock annealed" bezeichnet. Die durch Variation der Umformparameter und der Glühbehandlung eingestellten Strukturen sind in Abbildung 2.2 dargestellt. Es sei darauf hingewiesen, dass die einzelnen Abbildungen unterschiedliche Vergrößerungen aufweisen.

Die Aufklärung der Verformungsvorgänge und der Strukturentwicklung bei der Hochverformung und unterschiedlichen Wärmebehandlungen wurden für den austenitischen Stahl A220 schon in der Arbeit von S. Scheriau [4] untersucht. An dieser Stelle soll ein kurzer Überblick darüber gegeben werden.

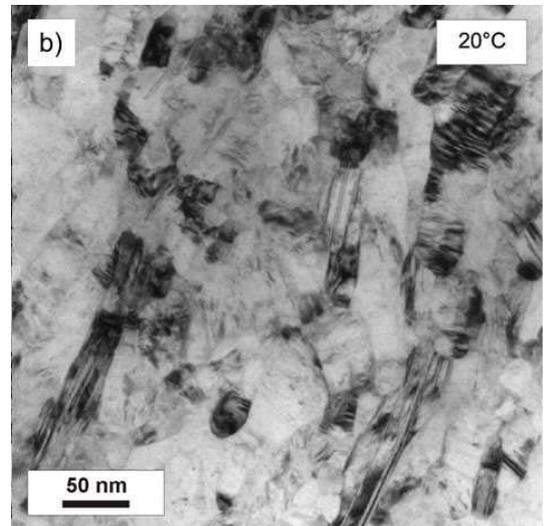
Wird dieser Stahl bei Raumtemperatur hochverformt, so stellt sich eine Sättigungskorngröße von etwa 50 nm ein. Die Verformung wird dabei zunächst durch mechanische Zwillingsbildung und Scherbandbildung dominiert. Dadurch entsteht eine lamellare Anordnung, bestehend aus einigen hundert Nanometern großen Verformungszwillingen und Matrix. Die Lamellen sind dabei parallel zur Scherebene orientiert. Bei weiterer Verformung wird diese lamellare Anordnung weiter fragmentiert und bildet letztlich die nanokristalline Sättigungsstruktur aus. Diese Nanokristallite haben oftmals eine Substruktur, bestehend aus Versetzungen und Verformungszwillingen, sowie eine leicht gestreckte Kornform, wie aus Abbildung 2.2(b) hervorgeht. Mittels XRD-Analysen konnte gezeigt werden, dass dehnungsinduzierte Martensitbildung bei der Raumtemperaturverformung nicht auftritt, sehr wohl aber bei Umformvorgängen bei -196 °C.

Eine HPT-Verformung bei 450 °C führt zu Korngrößen von etwa 100 nm. Weiters enthalten nur wenige Körner Verformungszwillinge. Im Gegensatz zur Verformung bei Raumtemperatur haben die Körner auch klar ersichtliche Korngrenzen und ein geringeres Aspektverhältnis das heißt überwiegend globulare Kristallite. Dies kann auf Erholungs- und Rekristallisationsvorgänge, die bei diesen Temperaturen eine stärkere Rolle spielen, zurückgeführt werden, siehe 2.2(c).

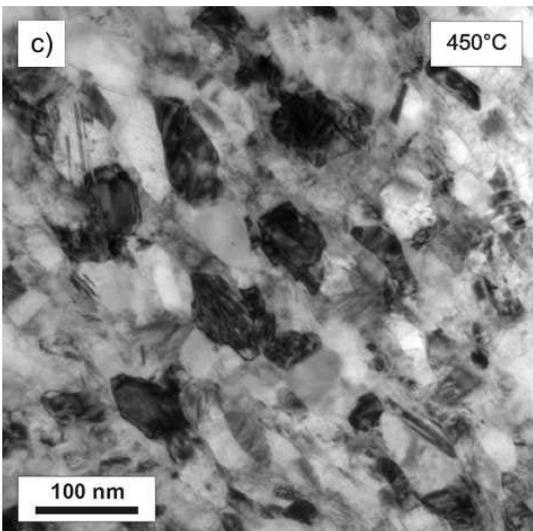
Durch die Wärmebehandlung im Anschluss an die Hochverformung bei Raumtemperatur



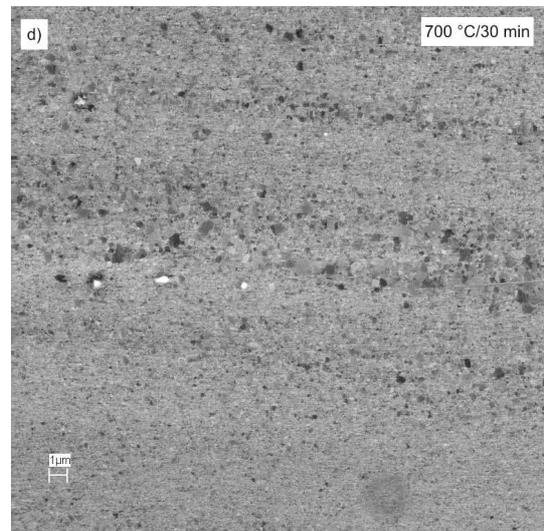
(a) Orientierungskarte des unverformten Ausgangsmaterials



(b) TEM Aufnahme des Zustandes HPT RT



(c) TEM Aufnahme des Zustandes HPT 450 °C



(d) REM Aufnahme des Zustandes shock annealed

Abbildung 2.2 Mikrostruktur des austenitischen Stahls A220 im Ausgangszustand sowie im hochverformten Zustand

(700 °C, 30 min) erhält man ein bimodales, zeiliges Gefüge, das aus alternierenden Reihen grober und feiner Körner besteht (siehe Abbildung 2.2(d)). Die Zeilen sind dabei parallel zur Scherebene angeordnet. Die groben Körner haben Korngrößen von 300 nm bis zu 1 μm . Die feinen Körner sind zwar ebenfalls rekristallisiert, es kommt aber zu keiner nennenswerten Vergrößerung [4].

Im Rahmen dieser Diplomarbeit konnte mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) gezeigt werden, dass die Chrom-, Molybdän- sowie Nickelgehalte in den feinkörnigen Bereichen deutlich höher sind und zur Unterdrückung des Kornwachstums führen. Die Bereiche mit kleinerem Korn müssten demnach ursprünglich Gebiete zwischen den Dendriten gewesen sein. Zwischen diesen kommt es beim Erstarren des Gussblocks zu einer Anreicherung der Restschmelze an Elementen wie Chrom oder Molybdän. Diese regelmäßige Variation der chemischen Zusammensetzung führt im Falle der Glühbehandlung nach der Hochverformung zur alternierenden Anordnung von groben und feinen Körnern.

Abbildung 2.3 zeigt eine Übersicht der Positionen, an denen EDX-Spektren aufgenommen wurden. Die ermittelte chemische Zusammensetzung dieser Analysen in Massenprozent sind in Tabelle 2.3 zusammengefasst. Die Anteile an Eisen ergeben sich jeweils aus der Differenz auf 100 %. Die Positionen 3, 4 und 5 liegen in den feinkörnigen Bereichen, die übrigen Stellen (Positionen 1 und 2) in den Bereichen größerer Körner. Wie schon vorher erwähnt ist aus Tabelle 2.3 ersichtlich, dass in den feinkörnigen Bereichen durch die höheren Gehalte an Molybdän, Chrom und Nickel das Kornwachstum durch die damit geringere Korngrenzmobilität unterdrückt wird.

	Si [wt-%]	Mo [wt-%]	Cr [wt-%]	Ni [wt-%]
Position 1	0,59	2,46	16,76	13,55
Position 2	0,66	3,41	16,71	13,25
Position 3	0,72	4,10	18,28	14,78
Position 4	0,75	3,53	18,27	14,83
Position 5	0,79	4,29	18,21	14,80

Tabelle 2.3 EDX Analyse des Zustandes shock annealed. Die Lage der Analysepositionen ist in Abbildung 2.3 ersichtlich

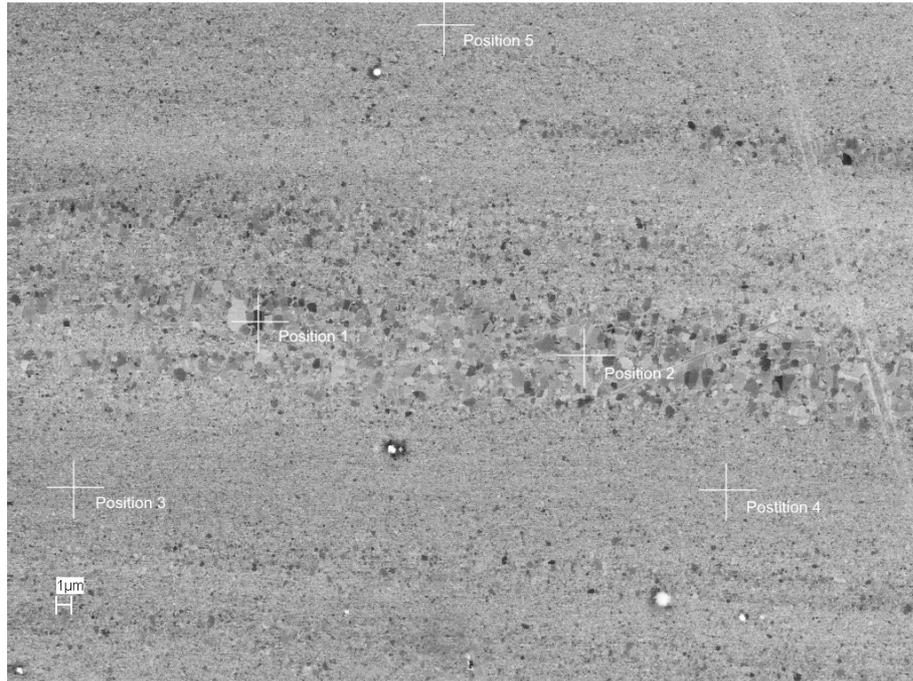
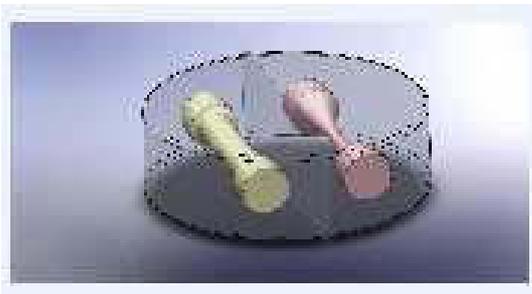


Abbildung 2.3 Lage der Positionen der EDX Analysen in einer shock annealed Probe

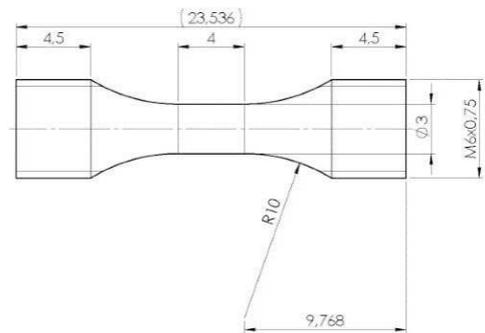
2.4 Herstellung und Präparation der Ermüdungsproben

Aus den hochverformten Scheiben wurden im Abstand von 6 mm vom Mittelpunkt in tangentialer Richtung zwei Stangen herausgeschnitten (siehe Abbildung 2.4(a)), aus denen anschließend die Ermüdungsproben CNC gedreht wurden. Für Radius $r = 6 \text{ mm}$ ergibt sich nach Gleichung 2.1 eine Verformung von $\epsilon = 40$.

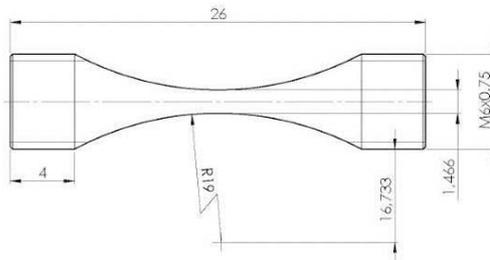
Für die Zugversuche und die Kurzzeitermüdungsversuche (low cycle fatigue, LCF) wurden Rundproben (Abbildung 2.4(b)), für die Ermittlung der Dauerfestigkeit hour-glass Proben gefertigt (Abbildung 2.4(c)). Die Radien der Proben wurden entsprechend der ASTM Norm für LCF Prüfung gewählt (ASTM E606-92). Da Drehriefen die Initiierung eines Ermüdungsrisses beschleunigen können und somit zu einer Verfälschung der Messergebnisse führen, wurden die Ermüdungsproben nach der Fertigung noch mechanisch und elektrolytisch poliert. Durch das elektrolytische Polieren kann die durch das Bearbeiten und Schleifen entstandene Verformungsschicht sauber abgetragen werden. Dabei wurde der Elektrolyt A2 der Firma Struers verwendet. Die anliegende Spannung betrug 17 - 20 V, der Strom 80 mA. Im Anschluss wurden die Proben mit Alkohol und Wasser abgespült.



(a) Probenentnahme aus der HPT Scheibe



(b) Proben für die Kurzzeitermüdungsversuche



(c) Proben für die Langzeitermüdungsversuche

Abbildung 2.4 Probenentnahme und Probenskizzen für die LCF und HCF Versuche

Kapitel 3

Experimentelle Untersuchungen

Die nachfolgenden Kapitel geben einen Überblick über die durchgeführten Experimente dieser Arbeit. Um den Einfluss der Hochverformung auf die mechanischen Eigenschaften, insbesondere der Ermüdungseigenschaften zu untersuchen, wurden alle Experimente sowohl an Proben mit den submikro- und nanokristallinen Strukturen aus Abbildung 2.2, wie auch am grobkörnigen Ausgangsmaterial mit $10\ \mu\text{m}$ Korngröße, durchgeführt.

3.1 Härteprüfung

An den hochverformten Proben wurden nach dem HPT Prozess Härteprofile über den Durchmesser aufgenommen, um zu verifizieren, ob sich tatsächlich über den gesamten Bereich eine Sättigungsmikrostruktur eingestellt hatte. Dies würde sich in einem konstanten Härteverlauf widerspiegeln. Weiters korreliert die gemessene Härte mit der Festigkeit eines Materials, weshalb aus dieser einfachen Messung schon eine Abschätzung über das mechanische Verhalten der einzelnen Zustände gegeben werden konnte. Für die Messungen wurde aus der Mitte der HPT-Scheibe ein schmaler Streifen entnommen, poliert und anschließend mit einem Vickersindenter mit 500 g Prüflast bei Raumtemperatur geprüft. In Abbildung 3.1 sind die Härteverläufe für die unterschiedlichen Zustände ersichtlich. Radius $r = 0\ \text{mm}$ ist dabei der Scheibenmittelpunkt. Die gemessenen Härteverläufe sind in 3.1 nur bis Radius $r = -4\ \text{mm}$ dargestellt, verlaufen aber symmetrisch bezüglich des Nullpunkts, also der Scheibenmitte.

Wie zu erwarten, kommt es durch die Hochverformung zu einer bemerkenswerten Steigerung der Härte auf etwa das Doppelte gegenüber dem Ausgangsmaterial (240 HV). Durch die

Glühung des Zustandes shock annealed fällt die Härte von etwa 520 HV (HPT RT) auf etwa 475 HV ab. Die höchsten Härtewerte ergeben sich überraschender Weise für den bei 450 °C umgeformten Zustand. Dies ist insofern interessant, da die Probe, die bei 450 °C umgeformt wurde geringfügig größere Körner besitzt (100 nm), als die bei Raumtemperatur verformte Probe mit 50 nm Korngröße. Es ist zu erwarten, dass dieser Zustand auch die größeren Festigkeiten liefert. Eine Begründung für dieses Verhalten kann zum jetzigen Zeitpunkt allerdings nicht angeführt werden.

Es ist zu erkennen, dass nahezu über die gesamte Scheibe konstante Härtewerte ermittelt wurden. Durch die große Anzahl an Umdrehungen und der damit einhergehenden hohen Verformung auch bei kleinen Radien (vgl. Gleichung 2.1), konnte offensichtlich über den gesamten Durchmesser eine Sättigungsstruktur eingestellt werden. Einzig die Härtemessungen bei den bei 450 °C hochverformten Proben zeigen im Gegensatz zu den Raumtemperatur verformten Proben einen kleinen Abfall der Härtewerte Richtung Scheibenmitte. Der Hauptgrund für die unterschiedlichen Härteverläufe der bei Raumtemperatur und bei 450 °C verformten Proben dürfte wohl in der unterschiedlichen Strukturentwicklung liegen.

Bei 450 °C liegt eher das bei einphasigen Materialien normale Verformungsverhalten vor. Dabei kommt es zunächst zur Zell- und Zellblockbildung, einer kontinuierlichen Verkleinerung dieser Strukturelemente und mit zunehmender Verformung auch zu einer Zunahme der Orientierungsunterschiede zwischen benachbarten Strukturelementen. Schlussendlich liegt eine polykristalline Struktur mit nanokristallinen Körnern vor. Läuft die Kornfeinung nach diesem Schema ab werden dafür relativ hohe Verformungen von $\epsilon = 10 - 20$ benötigt. Damit muss eine große Anzahl an Umdrehungen durchgeführt werden, um die benötigte Verformung auch bei kleinen Radien zu garantieren (vgl. Gleichung 2.1).

Bei Raumtemperatur werden durch mechanische Zwillingsbildung sehr rasch große Orientierungsunterschiede aufgebaut. Daher sind auch die benötigten Verformungen um eine Sättigungshärte zu erreichen deutlich geringer.

Da die Ermüdungs- und Zugproben aber bei einem Radius $r = 6 \text{ mm}$ entnommen wurden, spielt der Abfall der Härtewerte bei kleinen Radien für die weiteren Versuche keine Rolle.

Wie die Härtemessungen in Abbildung 3.1 belegen, ist es möglich, durch ausreichende Verformung eine Homogenität der Scheibe bezüglich ihrer Struktur bzw. Härtewerte zu erreichen. Für kleinere Verformungen, d.h. keine Sättigung über den gesamten Durchmesser, würde man

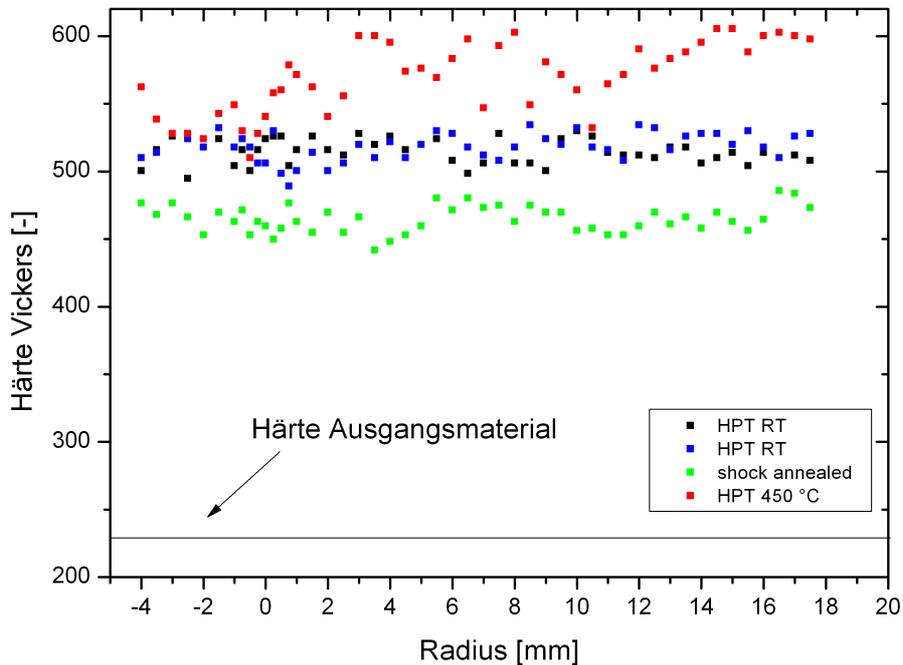


Abbildung 3.1 Härteverläufe in den HPT verformten und wärmebehandelten Proben

nach Gleichung 2.1 erwarten, dass in Richtung Probenmitte bedingt durch den kleineren Umformgrad auch niedrigere Härtewerte zu verzeichnen sind, wie z.B. auch bei den bei 450 °C umgeformten Proben. Dies muss, wie in einer Arbeit [10] gezeigt wurde, aber nicht immer der Fall sein.

Für Materialien mit einer hohen Stapelfehlerenergie γ_{SFE} , wie z.B. Reinaluminium, wurde in [10] nach einer HPT Verformung von nur einer Umdrehung in der Scheibenmitte ein höherer Härtewert gemessen als am Probenrand. Nach weiterer Verformung wurde aber auch in dieser Arbeit eine gleichmäßige Härte über den Scheibendurchmesser gemessen. Dieses auf den ersten Blick ungewöhnliche Verhalten kann durch rasch ablaufende Erholungsvorgänge in Materialien mit hoher γ_{SFE} begründet werden. In den bereits nach einer Umdrehung hoch verformten Randbereichen können, bedingt durch die hohe Triebkraft (Reduzierung der großen Defektdichte) und die hohe Stapelfehlerenergie γ_{SFE} in Reinaluminium, Erholungsvorgänge im Randbereich sehr rasch ablaufen, während dies im Inneren nicht der Fall ist. Daraus resultiert dann auch die höhere Härte in der Scheibenmitte bei einer geringen Anzahl von Umdrehungen im HPT-Prozess.

3.2 Zugversuche

3.2.1 Plastisches Verformungsverhalten bei monotoner Belastung

Vor den Ermüdungsversuchen wurden an den Rundproben Zugversuche durchgeführt um einen ersten Eindruck von den mechanischen Eigenschaften des hochverformten Materials zu erhalten. Weiters kann mit einem Zugversuch auch das Ermüdungsverhalten abgeschätzt werden. So ist für ein optimales Kurzzeitermüdungsverhalten ausreichende Duktilität des Werkstoffes nötig, während für gute Dauerfestigkeit bzw. Langzeitermüdungseigenschaften hohe Festigkeiten nötig sind (siehe 3.3.1 oder [11]).

Die Zugversuche wurden an einer Zwick Universalprüfmaschine durchgeführt. Die Dehnung wurde dabei direkt an der Probe mit einem Dehnungsaufnehmer (Clip Gage) der Firma Epsilon Technology, Modell 3442, gemessen. Die Messlänge betrug dabei nur 3 mm. Alle Versuche wurden bei Raumtemperatur und konstanter Querhauptgeschwindigkeit von 300 $\mu\text{m}/\text{min}$ durchgeführt. Dies entspricht einer anfänglichen Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 1,67 \cdot 10^{-3} \text{ 1/s}$. Abbildung 3.2 zeigt die ermittelten technischen Spannungs-Dehnungskurven des Ausgangsmaterials sowie der feinkörnigen Strukturen. Die dazugehörigen mechanischen Kennwerte sind Tabelle 3.1 zu entnehmen. CG 10 μm steht dabei für das grobkörnige Ausgangsmaterial (coarse grained), die Ziffern nach der Bezeichnung des Zustandes für die Scheibenummer aus der die Probe entnommen wurde. Wie bereits in Kapitel 2.2 erwähnt, konnte der Werkstoff A220 bei 450 °C nicht ohne Rissbildung umgeformt werden. Die Härtemessungen (Abbildung 3.1) und die gemessenen maximalen Bruchspannungen von etwa 1800 MPa lassen aber auf deutlich höhere Festigkeiten als beim Zustand HPT RT schließen.

Zustand	Gleichmaßdehnung [%]	Bruchdehnung [%]	Zugfestigkeit [MPa]
CG 10 μm	47,4	105,0	622
HPT RT_2	2,2	11,1	1849
HPT RT_3	2,0	24,4	1865
shock annealed_4	0,6	2,3	1606
shock annealed_5	0,6	8,5	1493

Tabelle 3.1 Mechanische Kennwerte A220 im Ausgangszustand und im hochverformten Zustand aus dem Zugversuch

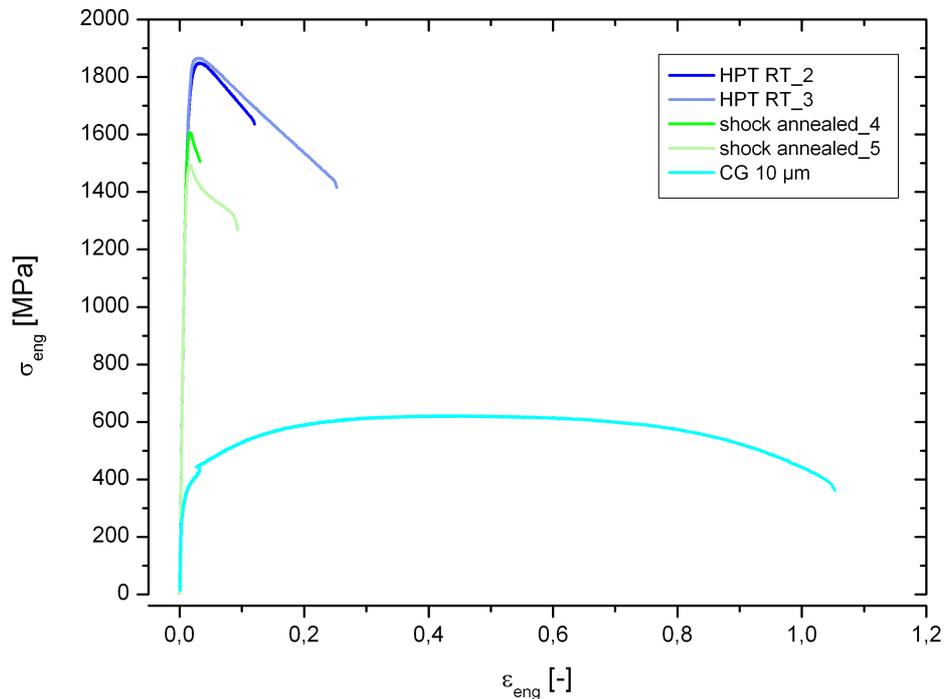


Abbildung 3.2 Technisches Spannungs-Dehnungsdiagramm der unterschiedlichen Zustände des austenitischen Stahls A220

Während das Ausgangsmaterial ein für einen normalkörnigen, duktilen Werkstoff typisches Verfestigungsverhalten vor Erreichen der Zugfestigkeit zeigt, steigt die Spannung bei den hochverformten Strukturen sehr stark an und die Zugfestigkeit wird bereits bei Dehnungen im Prozentbereich erreicht. Streckgrenze und Zugfestigkeit der hochverformten Proben ($R_m = 1865 \text{ MPa}$ für HPT RT) liegen um ein Vielfaches höher, als die des Ausgangsmaterials mit etwa 600 MPa Zugfestigkeit. Aus dem Diagramm in Abbildung 3.2 ist ersichtlich, dass dieser Anstieg, bedingt durch die Hochverformung, zu einer etwa dreimal so hohen Festigkeit für den Zustand HPT RT führt. Durch die Glühbehandlung liegt die Festigkeit des Zustands shock annealed mit rund 1500 MPa unter diesen Werten. Außerdem fällt die Bruchdehnung trotz der Wärmebehandlung auf etwa die Hälfte des Zustands HPT RT ab.

Auf die Angabe der Brucheinschnürung in Tabelle 3.1 wurde verzichtet, da die hochverformten Zustände infolge von Scherbandbildung versagten. Dieses Scherband liegt dabei innerhalb des eingeschnürten Probenbereichs (siehe Kapitel 3.2.2). Die Brucheinschnürung des 10 μ m körnigen Ausgangsmaterials betrug 81 %.

Dieser Anstieg von Zugfestigkeit und Streckgrenze ist nicht überraschend, nachdem Kornfeinung und Kaltverformung auch bei grobkörnigen, technischen Legierungen mit Korngrößen im μm Bereich zu einer Festigkeitssteigerung führen [12]. Bei der Kaltverformung und der damit verbundenen Erhöhung der Versetzungsdichte des Materials ist die Steigerung der Streckgrenze proportional der Wurzel aus der Gesamtversetzungsdichte.

Die sogenannte Hall-Petch Beziehung, Gleichung 3.1, beschreibt die Zunahme der Fließspannung σ_y die durch eine Kornfeinung realisiert werden kann. σ_0 und k sind dabei materialabhängige Konstanten, und d die Korngröße. Auch wenn Kaltverformung und Kornfeinung auf den ersten Blick den großen Festigkeitsanstieg bei hochverformten Materialien erklären können, muss trotzdem betont werden, dass die klassische metallphysikalische Erklärung der beiden Effekte (Versetzungsaufstau an Korngrenzen sowie Behinderung der Versetzungsbewegung innerhalb des Korns) nicht direkt auf die hochverformten Metalle umgelegt werden kann. In diesen Materialien sind die Versetzungen zu einem überwiegenden Teil an den Korngrenzen angeordnet, während das Korninnere relativ versetzungsarm ist. Außerdem ist die Korngröße der hochverformten Strukturen häufig kleiner, als die Größe typischer Versetzungsstrukturen, die sich in normalkörnigen Metallen einstellen würden. Dies bedeutet, dass sich diese Strukturen nicht ausbilden können und damit nicht mehr Versetzungsstrukturen, sondern die Korngrenzen selbst Hindernisse für die Versetzungsbewegung darstellen [13].

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (3.1)$$

Trotz dieser geänderten Bedingungen gegenüber den grobkörnigen Materialien wurde in der Literatur ein Festigkeitsanstieg mit sinkender Korngröße auch für nanokristalline Materialien (Korngrößen bis zu 15 - 20 nm) dokumentiert [6]. In vielen Fällen ergaben sich jedoch andere Steigungen in einem Hall-Petch-Plot ($\sigma_y = f(\frac{1}{\sqrt{d}}$), was ebenfalls ein Indiz für die veränderten Bedingungen gegenüber den grobkörnigen Materialien ist [14]. Erst bei sehr kleinen Körnern, typischerweise im Bereich von 15 nm Korngröße (materialabhängig!) können Korngrenzmechanismen (zum Beispiel Korngrenzgleiten) für die plastische Verformung dominierend werden, was zu einer Abnahme der Festigkeit führen würde. Man spricht in diesem Zusammenhang daher oftmals vom inversen Hall-Petch-Effekt, da dann die Festigkeit mit sinkender Korngröße abnimmt. Demnach existiert eine kritische Korngröße, bis zu der durch Kornfeinung die Festigkeit eines Werkstoffes erhöht werden kann. Dieser Effekt wurde bisher aber nur in MD Simulationen beobachtet, experimentelle Beobachtungen dazu stehen noch aus [6]. In dieser Arbeit wurden Korngrößen von 50 nm bis zu 10 μm untersucht, man ist also von

solch einer kritischen Korngröße weit entfernt, was auch die Ergebnisse aus dem Zugversuche belegen (Abbildung 3.2).

Aus Abbildung 3.2 ist ersichtlich, dass die Zugfestigkeit der ultrafeinkörnigen Zustände bereits bei sehr geringen Dehnungen, je nach Zustand bei etwa 1 - 2 %, erreicht wird. Damit lokalisiert die Verformung bereits bei sehr geringen Dehnungen. Das grobkörnige Ausgangsmaterial kann eine Verformungslokalisation und damit vorzeitige Schädigung durch starke Verfestigung verhindern.

Dieser Zusammenhang kann mathematisch in Gleichung 3.2 formuliert werden, wobei F die Kraft, A die Fläche, ϵ und σ die Dehnung und Spannung sind. Der Index w steht für wahre Spannung und wahre Dehnung.

$$\frac{dF}{d\epsilon_w} = A \frac{d\sigma_w}{d\epsilon_w} + \sigma_w \frac{dA}{d\epsilon_w} \quad (3.2)$$

Die Kraftänderung je Inkrement an Verformung ist nach Gleichung 3.2 die Summe aus Kraftänderung durch Verfestigung (1. Summand) und geometrischer Entfestigung (Querschnittsverringerung, 2. Summand). Es gibt demnach eine kritische Dehnung (Gleichmaßdehnung), bei der die Verfestigung kleiner, als die Entfestigung wird. Mit Überschreitung dieses Punktes wird die Verformung instabil, sie lokalisiert. Wie schon erwähnt kann dieser Punkt durch starke Verfestigung verzögert werden. Etwas umgeformt findet man Gleichung 3.2 auch als Considère Kriterium in der Literatur [12].

Die Verfestigung, die für eine signifikante Gleichmaßdehnung nötig wäre, ist bei den hochverformten Strukturen nur wenig ausgeprägt. Ähnlich wie bei stark kaltverformten Metallen existiert auch bei den ultrafeinkörnigen Materialien keine nennenswerte Verfestigung vor Erreichen der Zugfestigkeit.

Es ist jedoch bemerkenswert, dass die Einschnürdehnung der hochverformten Strukturen in Abbildung 3.2, (in etwa der Bereich von Zugfestigkeit bis zum Bruch der Probe), annähernd gleich groß wie beim grobkörnigen Ausgangsmaterial ist. Die geringe Gleichmaßdehnung aufgrund der fehlenden Verfestigung erklärt demnach die deutlich verschlechterte Bruchdehnung der ultrafeinkörnigen Zustände gegenüber dem $10 \mu\text{m}$ körnigen Ausgangsmaterial. Für Materialien mit solch hohen Festigkeiten ist die erreichte Bruchdehnung von etwa 20 % ($\approx \frac{1}{4}$ des Ausgangsmaterials) wie für die bei Raumtemperatur hochverformte Probe, aber dennoch relativ hoch. Die extrem hohe Bruchdehnung des Ausgangsmaterials von etwa 100 % kann auf die

mit 3 mm sehr kleine Messlänge der Probe zurückgeführt werden, da die Einschnürdehnung sehr stark von der Messlänge der Probe abhängt. Auch die starke Streuung der Bruchdehnungswerte von bis zu 50 % zwischen Zugversuchen gleichartiger Materialzustände könnte aufgrund der kleinen Messlänge zustande kommen. Liegt in einer Probe ein größerer Defekt vor, oder lokalisiert die Verformung etwas früher, wirkt sich dies durch die kleine Messlänge besonders stark auf die Einschnürdehnung und in weiterer Folge auf die gesamte Bruchdehnung aus. Die Werte für Gleichmaßdehnung und Zugfestigkeit bei Zugversuchen gleichen Zustands sind nämlich nahezu ident (vgl. Tabelle 3.1).

Die rasche Lokalisierung der Verformung auch in Hinblick auf Anwendungen, wo möglicherweise weitere Umformschritte nötig sind, ist ein entscheidender Nachteil der hochverformten Metalle. Eine Erklärung für die fehlende Verfestigung liefert der Vergleich zwischen der Verformung von normalkörnigen, unverformten Proben mit jener von ultrafeinkörnigen, hochverformten Proben. Auch bei den ultrafeinkörnigen Metallen ist die plastische Verformung nach wie vor durch Versetzungen getragen, obwohl große Unterschiede zu den normalkörnigen Materialien vorliegen. Erst unterhalb einer kritischen Korngröße können Korngrenzenmechanismen dominierend werden. Abbildung 3.3 aus [15], zeigt einen Überblick über Verformungsmechanismen in unterschiedlichen Korngrößenbereichen.

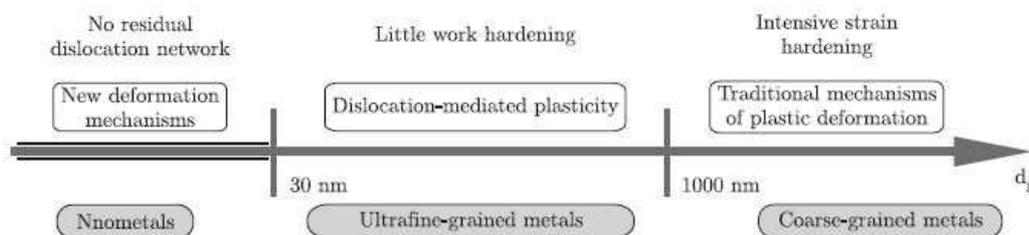


Abbildung 3.3 Verformungsmechanismen in Abhängigkeit der Korngröße [15]

Bei der Verformung der normalkörnigen Proben kommt es durch Versetzungsvervielfachung und Ausbildung von typischen Versetzungsstrukturen zu einer Behinderung der Versetzungsbewegung und damit zu einer Verfestigung. Im Fall der submikro- bzw. nanokristallinen Proben sind die Körner aber kleiner als die typische Größe solcher Versetzungsstrukturen. Der Großteil der generierten Versetzungen während des SPD Prozesses ist in Form von Korngrenzen angeordnet während im Korninneren die Versetzungsdichte gering ist. Durch dynamische Erholungsprozesse kommt es zu keiner nennenswerten Verfestigung, da im Gegensatz zu normalkörnigen Materialien innerhalb der Körner kaum Versetzungen gespeichert werden. Dadurch das Korngrenzen als Quellen und Senken für Versetzungen in Frage kommen, kann eine Versetzung nach Durchlaufen des Kornes sofort auf der nächsten Korngrenze annihilieren

oder immobilisiert werden. Bedingt durch das hohe Spannungsniveau während der Verformung ultrafeinkörniger Materialien und die kleine Korngröße weisen Versetzungen eine hohe Mobilität auf und müssen nur sehr kurze Laufwege zurücklegen. Dadurch tritt Akkumulation von Versetzungen innerhalb des Kornes nur selten auf und dementsprechend zeigt sich kaum Verfestigung des Materials [13].

Anhand dieser Überlegungen lassen sich drei mögliche Strategien ableiten, um auch in ultrafeinkörnigen Materialien Verfestigung zu erhalten [13]:

- Bimodale Korngrößenverteilung
- Verformung bei tiefen Temperaturen und/oder hohen Dehnraten
- Ausnutzung der Dehnratenempfindlichkeit ultrafeinkörniger Materialien

Im Wesentlichen beruhen diese Strategien darauf, durch Veränderung der Verformungsparameter (zum Beispiel Dehnraten oder Temperatur) dynamische Erholung zu unterdrücken und damit Versetzungsakkumulation im Korn (Verfestigung) zu erhalten. So kann die Annihilation von Versetzungen an den Korngrenzen oder thermisch aktiviertes Quergleiten durch tiefe Temperaturen minimiert werden. Es kommt zur Speicherung von Defekten im Korninneren und damit zur Verfestigung bzw. Ausbildung einer Gleichmaßdehnung. Einen ähnlichen Effekt zeigt eine Erhöhung der Dehnraten.

Weiters ist es möglich, die ausgeprägte Dehnratenempfindlichkeit ultrafeinkörniger Materialien auszunutzen und bei sehr kleinen Dehnraten $\dot{\epsilon} = 10^{-6}$ die Lokalisierung bzw. Einschnürung länger zu unterdrücken. Dieser Effekt wird auch bei der superplastischen Umformung ausgenutzt.

Eine weitere Möglichkeit das Verfestigungsverhalten teilweise zurückzugewinnen wäre eine Glühbehandlung nach erfolgter Verformung. Oftmals stellt sich bei der Wärmebehandlung von hochverformten Materialien durch sekundäre Rekristallisation ein bimodales Gefüge ein. Man nimmt an, dass die groben Körner dann für die Verfestigung und Duktilität des Materials verantwortlich sind, aus den feinen Körnern ergibt sich die nach wie vor relativ hohe Festigkeit. Es handelt sich also im Prinzip um einen Kompositwerkstoff. Entfestigende Mechanismen wie Erholung und Rekristallisation während der Wärmebehandlung führen jedoch zu einer Abnahme der Defektdichte und einem Abfall der Festigkeit. Das Maß an Duktilität und Festigkeit kann aber über Variation des Volumsgehalts (über Glüh-Temperatur!) an groben

und feinen Körnern eingestellt werden [13].

In dieser Arbeit wurden Proben nach der HPT Verformung bei RT bei 700 °C für 30 min wärmebehandelt (shock annealed). Wie erwartet, sank die Festigkeit der Proben gegenüber dem hochverformten Zustand um etwa 300 MPa ab, siehe Abbildung 3.2. Außerdem streuen bei diesem Zustand die ermittelten Werte für die Zugfestigkeit relativ stark (1500 MPa und 1600 MPa) was auf die Struktur des Zustands shock annealed zurückzuführen ist. Wie in Kapitel 2.3 beschrieben, besteht die Struktur des Zustandes shock annealed aus Zeilen von groben und feinen Körnern. Durch unterschiedliche Anteile an groben und feinen Körnern kann nun die Festigkeit einer Probe höher sein, wenn vermehrt feine Körner vorhanden sind. Umgekehrt verhält es sich mit der Duktilität, die umso größer sein wird, je höher der Anteil an groben Körnern ist.

Neben dem Absinken der Festigkeit des Zustandes shock annealed, wäre zu erwarten gewesen, dass durch die Glühbehandlung und dem durch die groben, rekristallisierten Körner wieder-gewonnenen Verfestigungspotential, auch die Duktilität des Materials gesteigert werden kann. Dies war jedoch nicht der Fall. Stattdessen lag die Bruchdehnung mit 8,5 % und 2,3 % deutlich unter jener der bei Raumtemperatur HPT verformten Proben (siehe Abbildung 3.2). Eine Glühbehandlung nach dem Hochverformungsprozess muss also nicht in jedem Fall zu einer gesteigerten Duktilität führen.

Das Problem technischer Spannungs-Dehnungskurven ist, dass mit diesen kaum eine Aussage über das tatsächliche Materialverhalten getroffen werden kann. Damit ist es auch schwierig solche Ergebnisse zu erklären. Während es für duktile, grobkörnige Metalle bis zur Gleichmaßdehnung relativ leicht ist, die tatsächlichen Spannungs- und Dehnungsverhältnisse zu berechnen, wäre mit Beginn der Verformungslokalisierung eine genaue Vermessung des Einschnürbereichs nötig. Für grobkörnige Materialien ist aber der Bereich bis zur Gleichmaßdehnung meist ausreichend, um zum Beispiel die Verfestigung zu charakterisieren. Das Problem bei ultrafeinkörnigen Materialien liegt nun darin, dass die Verformungslokalisierung bereits kurz nach Erreichen der Fließgrenze beginnt, womit wenig Information über die Vorgänge im Material bei einachsiger Belastung gewonnen wird. Ohne Kenntnis der tatsächlichen Spannungs- und Dehnungsverhältnisse bleiben aber viele Verformungs- oder Schädigungsmechanismen ultrafeinkörniger Materialien ungeklärt. In [16] wurde deshalb ein Modell entwickelt, mit dem sich bei Kenntnis des Einschnürpunktes wahre Spannungs-Dehnungs-Diagramme einfach berechnen lassen. Eine Anwendung dieses Modells in der vorliegenden Arbeit war allerdings nicht möglich, da der Zeitpunkt der Verformungslokalisierung nicht be-

kannt ist. Diese muss bei den ultrafeinkörnigen Materialien nicht unbedingt im Bereich der Zugfestigkeit liegen, wie dies bei grobkörnigen Metallen in guter Näherung der Fall ist.

Mit Hilfe der vorliegenden Messungen kann keine fundierte Begründung für die deutlich schlechtere Bruchdehnung des Zustands shock annealed gegeben werden. Aus dem technischen Spannungs-Dehnungsdiagramm (Abbildung 3.2) ist aber ersichtlich, dass beim Zustand shock annealed nach Erreichen der Zugfestigkeit ein stärkerer Spannungsabfall vorliegt als im Falle des Zustands HPT RT. Der relativ moderate Abfall bei der bei Raumtemperatur hochverformten Probe könnte rein durch geometrische Entfestigung bedingt sein. Der markante Spannungsabfall des Zustands shock annealed könnte auf eine Entfestigung des Materials zurückzuführen sein. Damit würde auch eine rasche Verformungslokalisation und Schädigung einhergehen.

Eine Erklärung für den starken Spannungsabfall könnte der anfängliche Mangel an mobilen Versetzungen sein, der durch die Wärmebehandlung im Anschluss an die Hochverformung entsteht. Während beim Zustand HPT RT aus dem Verformungsprozess offensichtlich genügend mobile Versetzungen vorhanden sind, um die auferlegte Verformung im Zugversuch zu realisieren, können durch die Glühung Versetzungen annihilieren oder sich in stabilen Netzwerken anordnen. Darüber hinaus stehen durch den hohen Anteil an Korngrenzen genügend Stellen zur Immobilisierung zur Verfügung (Senken). Um aber eine gewisse vorgegebene Verformungsgeschwindigkeit zu realisieren, müssen genügend mobile Versetzungen vorhanden sein. Wenn dies nicht möglich ist, muss die Geschwindigkeit der Versetzungen erhöht werden um die Dehnrates aufrecht zu erhalten was hohe Spannungen erfordert und den beobachteten Peak mit darauffolgendem Abfall in den Spannungs-Dehnungskurven erklären könnte. Ohne nennenswerte Verfestigung folgt aber sehr rasch die Schädigung der Probe. Gelingt es durch Verfestigung des Materials Lokalisation zu unterbinden und die Verformung auch auf andere Probenbereiche zu verteilen, könnte bei diesem Zustand in der Spannungs-Dehnungs-Kurve eine Art Lüdersdehnung auftreten. Das Auftreten von Lüdersbändern in ultrafeinkörnigen Materialien wurde bereits in einigen Arbeiten dokumentiert, zum Beispiel [14]. Verfestigung für ultrafeinkörnige Metalle kann, wie zuvor erwähnt, beispielsweise durch ein Absenken der Verformungstemperatur erreicht werden. Um dieses Verhalten zu verifizieren könnten Zugversuche am Zustand shock annealed bei flüssigem Stickstoff durchgeführt werden.

3.2.2 Schädigung und Bruchverhalten bei monotoner Belastung

Das grobkörnige Ausgangsmaterial A220 zeigt ein für duktile Metalle typisches Schädigungs- und Bruchverhalten. Etwa mit Erreichen der Zugfestigkeit (kann auch viel später oder früher auftreten) beginnen sich häufig im Probeninneren die ersten Poren durch Ablösen der Matrix von Einschlüssen zu bilden. Die Poren vergrößern sich und wachsen schließlich zusammen. Durch die Mehrachsigkeit des Spannungszustandes im Einschnürbereich ist das Porenwachstum in diesem Bereich besonders ausgeprägt. An der Probenoberfläche selbst merkt man die Verformungslokalisation an der Ausbildung eines Einschnürbereiches, der sich bei sehr reinen Metallen bis zu einer schmalen Spitze auszieht. Die Probenoberfläche erscheint durch die vielen Gleitstufen sehr rau (siehe Abbildung 3.4). Mittels dieser Gleitstufen kann auch die Korngröße abgeschätzt werden, da Gleitstufen gleicher Orientierung zum selben Korn gehören. Das grobkörnige Ausgangsmaterial kann durch die starke Verfestigung lange gleichmäßig verformen, was man anhand von Gleitstufen über die gesamte Probenlänge erkennen kann. Der Bruch erfolgt unter 90° zur Zugachse und zeigt die typische Grübchenstruktur (dimple) eines duktilen Bruchs, siehe Abbildung 3.5. In einigen der Grübchen in Abbildung 3.5 sind noch die einige μm großen Einschlüsse zu erkennen.



Abbildung 3.4 Oberfläche einer grobkörnigen Zugprobe die bis zum Bruch belastet wurde

Im Gegensatz zum grobkörnigen Ausgangsmaterial versagen sowohl die bei Raumtemperatur hochverformten Proben, als auch die des Zustands shock annealed durch Scherbandbildung.

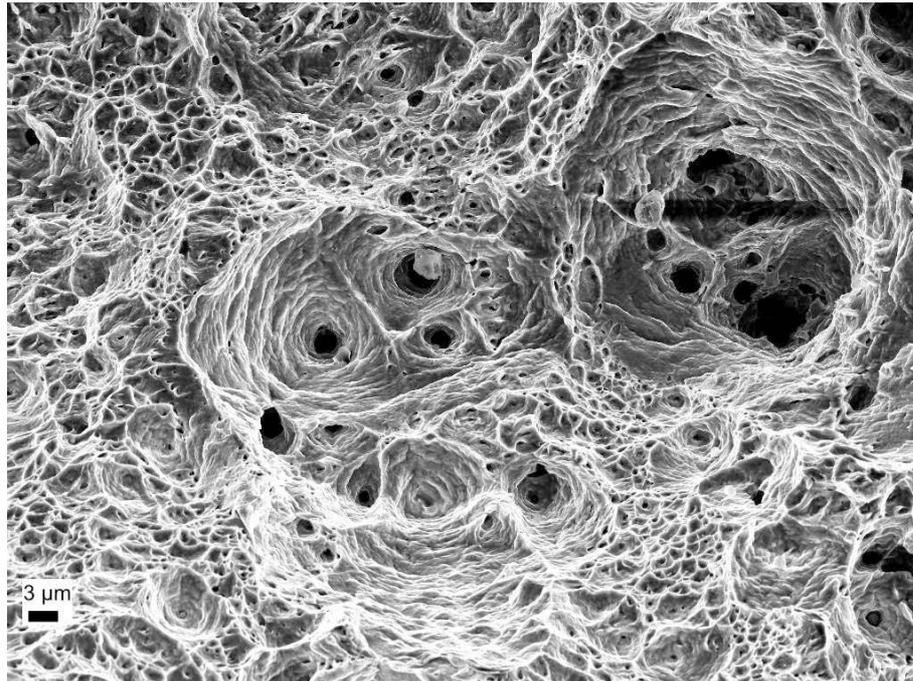


Abbildung 3.5 Duktile Bruchfläche einer grobkörnigen Zugprobe mit typischer Wabenstruktur

Das bedeutet, dass die Bruchfläche unter etwa 45° zur Zugachse verläuft. Diese Ebenen entsprechen Bereichen höchster makroskopischer Schubspannung. Betrachtet man die Probenoberfläche, so kann man erkennen, dass sich dabei neben dem bruchauslösenden Scherband weitere, kleinere Scherbänder gebildet haben, siehe Abbildung 3.6. Es ist anzumerken, dass zwar das bruchauslösende Scherband, sowie die größeren Oberflächendefekte durch Scherbandbildung die gleiche Ausrichtung haben, jedoch findet man auch Verformungsspuren und kleinere Defekte anderer Orientierung. Die Scherverformung läuft also nicht nur auf einer einzigen Ebene höchster Schubspannung ab.

Schon aus den technischen Spannungs-Dehnungs-Diagrammen war ersichtlich, dass die Verformung bei den Zuständen HPT RT und shock annealed durch die fehlende Verfestigung sehr rasch lokalisiert. Dies ist auch bei Betrachtung der Probenoberflächen ersichtlich. Während beim grobkörnigen Ausgangsmaterial über die gesamte Länge Gleitstufen zu finden sind, sind Scherbänder oder Verformungsspuren bei den ultrafeinkörnigen Proben nur in einem sehr kleinen Bereich um die Bruchfläche zu erkennen, was auf die starke Lokalisierung der Verformung hinweist. In einigem Abstand von der Bruchfläche ist die Probe nahezu unverformt, man kann keinen Unterschied zum polierten Ausgangszustand erkennen.

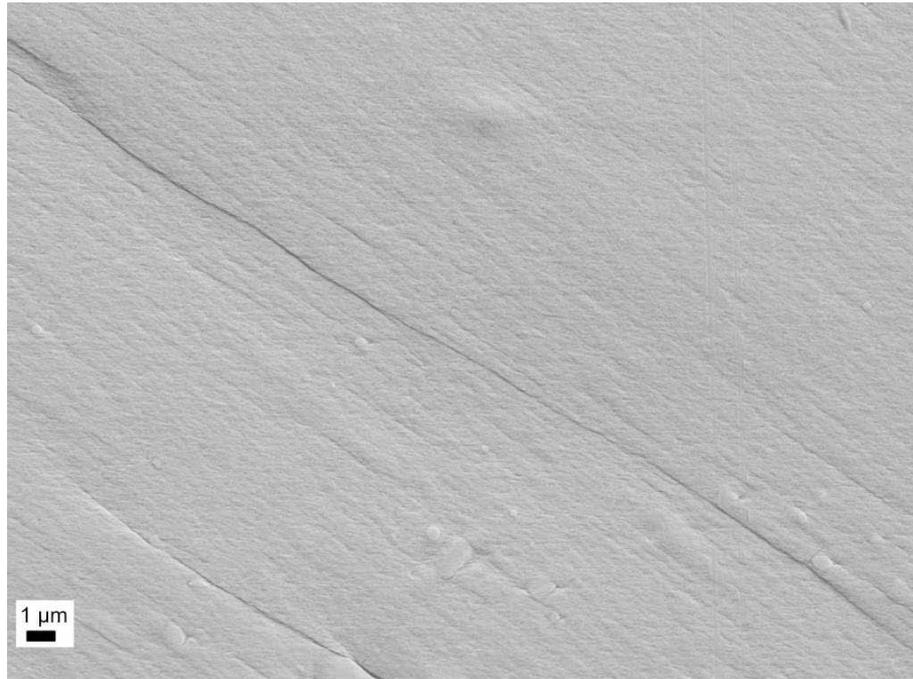


Abbildung 3.6 Scherbänder an der Oberfläche einer bis zum Bruch belasteten Zugprobe des Zustandes HPT RT

In Kapitel 3.2.1 wurde bereits kurz die relativ hohe Streuung der Bruchdehnungswerte diskutiert, die durch die kleine Messlänge der Zugproben ausgelöst worden sein könnte. Bei genauerer Betrachtung der beiden Zugproben des Zustandes HPT RT im REM war ersichtlich, dass sich in der Probe mit der kleineren Bruchdehnung weniger Oberflächendefekte durch Scherbänder ausgebildet hatten. Der Großteil der Verformung ist also sehr lokal erfolgt, was die raschere Schädigung und damit deutlich geringere Bruchdehnung ausgelöst haben könnte. Die kleine Messlänge kann dabei noch verstärkend wirken.

Neben der Scherbandbildung schnüren sich die Proben makroskopisch ein (siehe Abbildung 3.7). Da das Scherband, das zum Probenbruch geführt hat, schräg durch den eingeschnürten Bereich verläuft, war es wie erwähnt nicht möglich für die hochverformten Zustände sinnvolle Werte für die Brucheinschnürung anzugeben. Der Bruch selbst, kann als mikroduktile bezeichnet werden. Aufnahmen im REM zeigen über die gesamte Bruchfläche kleine Dimple (Abbildung 3.8).

Warum die hochverformten Zustände durch Scherbandbildung versagen ist zum jetzigen Zeitpunkt noch unklar. Das gleiche Versagensverhalten stellte sich jedoch auch bei den Ermüdungsversuchen ein. Ob die bevorzugte Scherverformung der hochverformten Strukturen ein

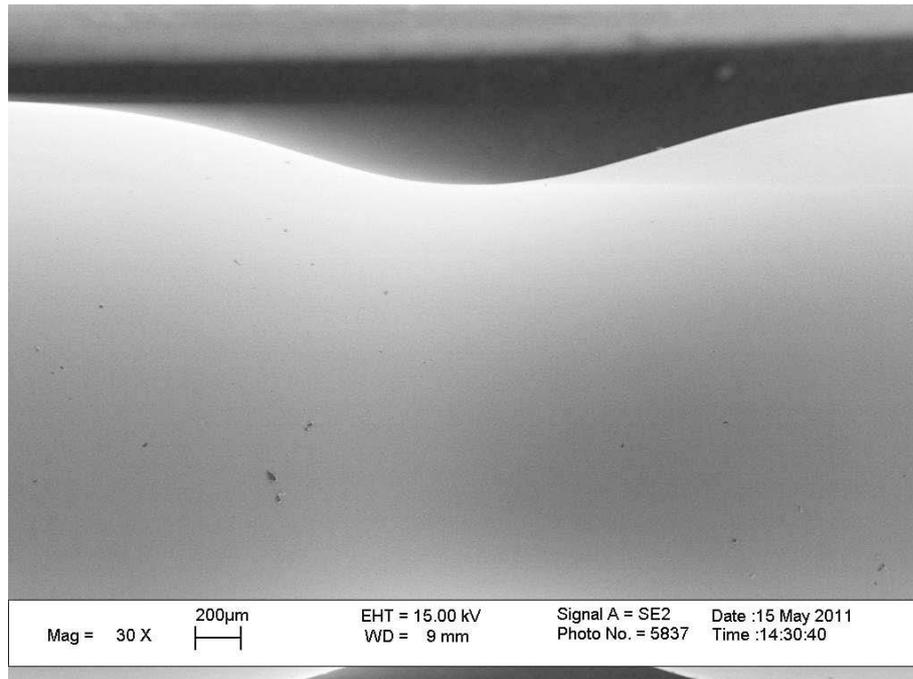


Abbildung 3.7 Einschnürung einer bei Raumtemperatur HPT verformten Zugprobe

intrinsischer Effekt der kleinen Körner ist, oder ob dies durch die im Vorhinein aufgebrachte hohe Scherverformung bedingt ist, liegt noch im Unklaren. Bei Diskussionen über die möglichen Ursachen sollte aber bedacht werden, dass hochverformte Strukturen zum Teil starke Schertexturen aufweisen und nicht immer ein globulares Korn vorliegt.

3.3 Kurzeitermüdungsversuche

3.3.1 Allgemeines

Die Kurzeitermüdungsversuche wurden unter konstanter Gesamtdehnungsamplitude $\epsilon_{a,tot}$ und einem Spannungsverhältnis von $R = -1$ an einer servohydraulischen Prüfeinheit (Fa. Schenck) durchgeführt. Die Regelgröße, in dieser Arbeit ist also die Gesamtdehnungsamplitude, welche einen sinusförmigen Verlauf hatte. Die Dehnung wurde dabei ebenfalls mit dem Dehnungsaufnehmer der Firma Epsilon Technology (Modell 3442) direkt an der Probenoberfläche gemessen und diente wie erwähnt als Regelgröße. Um eine Vorschädigung (durch Riefen) der Probe durch die Messschneiden des Dehnungsaufnehmers zu verhindern wurde an diesen Stellen auf der Probenoberfläche Klebstoff aufgebracht (UHU Sekundenkle-

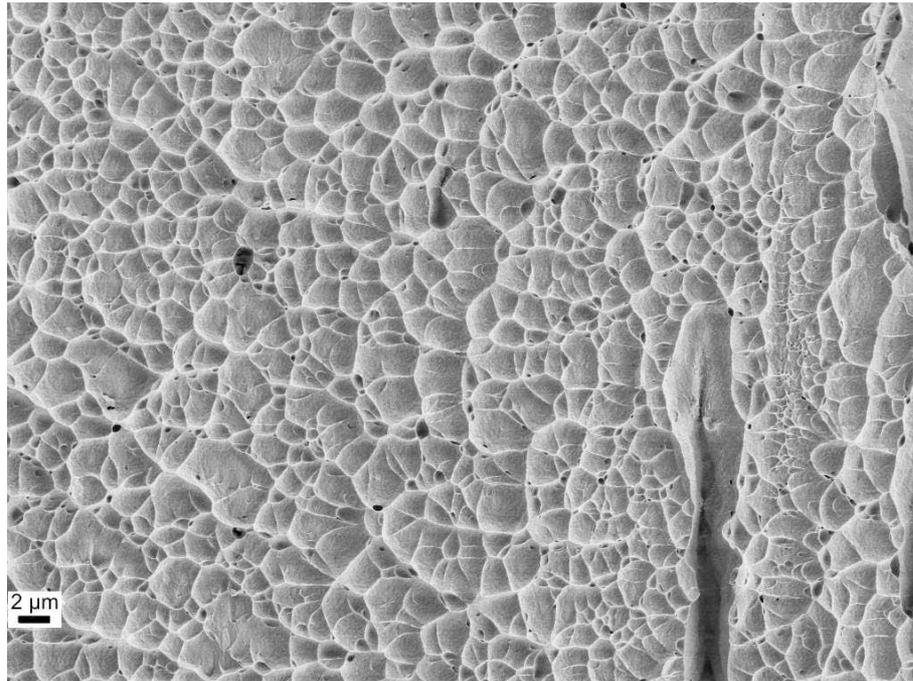
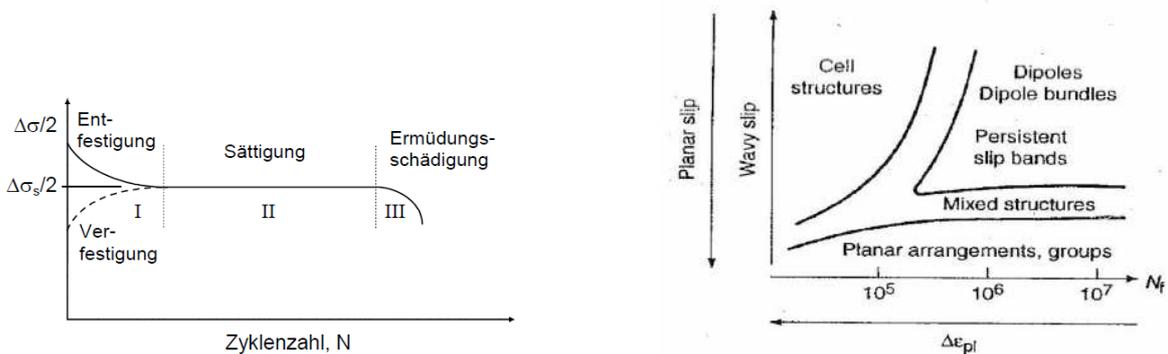


Abbildung 3.8 Mikroduktile Bruchfläche einer Zugprobe des Zustands HPT RT

ber). Solche Oberflächenschäden stellen potentielle Rissausgangspunkte dar und können so die Lebensdauer erheblich verkürzen. Abbildung 3.10 zeigt den Aufbau der LCF-Versuche in dieser Arbeit.

Meist werden Ermüdungsversuche unter LCF Bedingungen mit konstanter plastischer Amplitude $\epsilon_{a,pl}$ durchgeführt, was in dieser Arbeit nicht möglich war. Wird nun beispielsweise ein weichgeglühtes Metall zyklisch verformt, so verfestigt es, wodurch in gesamtdehnungsgeregelten Versuchen der plastische Anteil mit zunehmender Zahl an Lastwechseln immer kleiner wird ($\epsilon_{a,pl} \neq const.$). Daraus ergeben sich dann Unterschiede der Lebensdauer verglichen mit Versuchen unter konstanter plastischer Amplitude. Außerdem ist die Erstellung eines Coffin-Manson-Plots nur bedingt möglich (logarithmische Darstellung von plastischer Amplitude als Funktion der Bruchlastspielzahl), da ja die plastische Amplitude keine konstante Größe darstellt. Nachdem hochverformte Materialien aber ohnedies kaum Verfestigung zeigen (näherungsweise linear elastisch und dann ideal plastisches Materialverhalten), dürfte der Unterschied zu Versuchen mit konstanter plastischer Amplitude aber gering sein. Technisch betrachtet sind gesamtdehnungsgeregelte Versuche ebenfalls sinnvoller, da für Anwendungen, bei denen konstante Dehnungen vorliegen, (wie zum Beispiel Biegung einer Struktur um einen gewissen Winkel) immer die gesamte Dehnung aufgebracht wird!

Werden Materialien zyklisch verformt kann man die Lebensdauer bis zum Ermüdungsbruch in drei Bereiche teilen, siehe Abbildung 3.9(a) aus [17]. Zunächst ver- oder entfestigt das Material (Bereich I). Die anfängliche Verfestigung ist dabei für unverformte, grobkörnige Materialien typisch. Im Material beginnen sich Versetzungen anzuhäufen, die mit der Zeit typische Versetzungsstrukturen (Zellstrukturen, Bündel) ausbilden, die die auferlegte Verformung realisieren können. Welche Strukturen sich dabei ausbilden hängt einerseits vom Material, andererseits von der plastischen Dehnungsamplitude $\epsilon_{a,pl}$ ab (Abbildung 3.9(b) aus [18]). Bei Materialien, die vor der zyklischen Verformung stark kaltverfestigt wurden, kommt es zu einer zyklischen Entfestigung, das Spannungsniveau nimmt also mehr und mehr ab. Die Zu- oder Abnahme der Spannung (für dehnungsgeregelten Versuch) wird dabei mit zunehmender Zyklenzahl geringer bis sich eine stabile Sättigungshysterese ausgebildet hat. Dieser konstante Hystereseverlauf entsteht durch die Ausbildung einer stabilen Versetzungsstruktur, die die auferlegte Belastung realisieren kann. Der Bereich der Sättigung (Bereich II) macht im Regelfall den größten Anteil an der Lebensdauer aus [19].



(a) Wechselverformungskurve eines dehnungsgeregelten Versuchs

(b) Ausbildung typischer Versetzungsstrukturen bei zyklischer Belastung - Einfluss von plastischer Amplitude und Stapelfehlerenergie

Abbildung 3.9 Typischer Verlauf einer Wechselverformungskurve und Ausbildung von Versetzungsstrukturen bei zyklischer Verformung nach [17],[18]

Die Anzahl der Zyklen, die das Material benötigt, um den Sättigungszustand zu erreichen, hängt im Wesentlichen von zwei Faktoren ab. Dies sind die Stapelfehlerenergie γ_{SFE} und die Höhe der plastischen Dehnung $\epsilon_{a,pl}$. Für hohe plastische Verformungen wird sich eine stabile Hysterese bzw. Versetzungsstruktur viel rascher einstellen, nachdem die Treibkraft infolge des hohen Anteils an zugeführter mechanischen Energie viel höher ist, oder anders gesagt, die Anzahl der erzeugten Versetzungen viel größer ist. Analog wirkt sich eine hohe Stapelfehlerenergie aus. Dadurch können Versetzungen einfacher quergleiten, was die Ausbildung von

Versetzungsstrukturen beschleunigt. Im dritten Bereich kommt es durch die Ausbreitung des Ermüdungsrisses zu einer geometrischen Entfestigung des Materials und letztlich zum Bruch der Probe [19].

Die Größe der sich einstellenden Versetzungsstrukturen, zum Beispiel der Zellen ist dabei invers proportional der angelegten Spannung. Für ein hohes Lastniveau ergeben sich also kleine Strukturen entsprechend anders bei kleinen Spannungen, wo sich große Versetzungsstrukturen einstellen. Die Größe d solcher Versetzungszellen kann über Gleichung 3.3 abgeschätzt werden [2].

$$d = \frac{KGb}{\sigma} \quad (3.3)$$

G ist dabei der Schubmodul des Materials ($G \approx 70 \text{ GPa}$ für austenitische Stähle), b der Burgersvektor ($b \approx 2 * 10^{-10} \text{ m}$), k eine Konstante mit typischen Werten von 10 und σ die angelegte Spannung. Würde man diese Rechnung nun für das höchst mögliche Spannungsniveau im hochverformten austenitischen Stahl von $\sigma = 1850 \text{ MPa}$ (Zugfestigkeit) durchführen, käme man auf Größen der charakteristischen Versetzungsstrukturen von mindestens 100 nm. Die Abmessungen sind damit aber in jedem Fall größer, als die Korngröße des hochverformten Materials A220. Als Konsequenz wird zyklische Ver- oder Entfestigung als Folge des Aufbaus von Versetzungsstrukturen im Korninneren bei submikro- und nanokristallinen Metallen nicht auftreten. Damit werden in diesen ultrafeinkörnigen Materialien nicht die Versetzungsstrukturen Hindernisse für Versetzungen darstellen, sondern die Korngrenzen selbst. Für bimodale Korngrößenverteilungen, wo bis zu $1 \mu\text{m}$ große Körner vorliegen gilt dies natürlich nicht mehr. In diesen Fällen können sich in den groben Körnern sehr wohl typische Versetzungsstrukturen ausbilden. [2].

Damit ist klar, dass zyklische Ver- oder Entfestigung in submikro- oder nanokristallinen Materialien nicht wie in normalkörnigen Materialien durch die Anordnung von Versetzungen in charakteristischen Strukturen erklärt werden kann. Weiters stellt sich die Frage, ob es bei hochverformten Materialien überhaupt zyklische Ver- oder Entfestigung gibt und falls dies der Fall ist, welche Mechanismen dafür verantwortlich sind.

Nach Gleichung 3.4 kann die Gesamtdehnungsamplitude einer Ermüdungsprobe in ihren elastischen und plastischen Anteil aufgeteilt werden (Morrow-Gleichung). σ'_f ist dabei der Ermüdungsfestigkeitskoeffizient, E der Elastizitätsmodul, b der Ermüdungsfestigkeitsexponent,

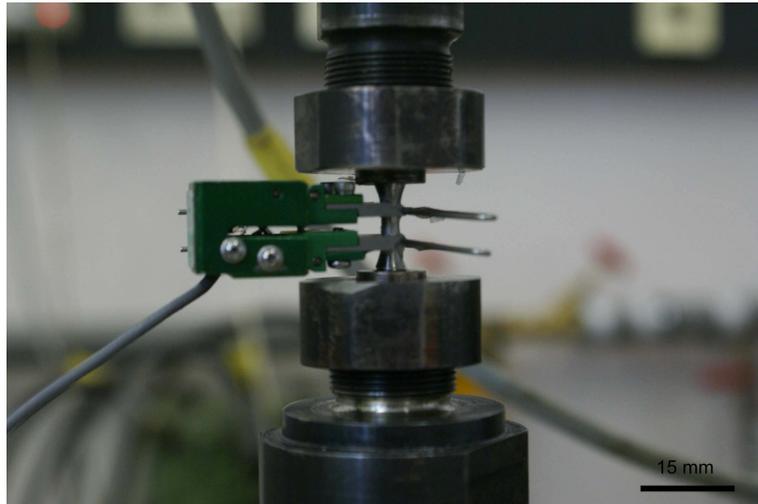


Abbildung 3.10 Versuchsaufbau für die LCF-Versuche

N_f die Bruchlastspielzahl, ϵ'_f der Ermüdungsduktilitätskoeffizient und c der Ermüdungsduktilitätsexponent [19]. Für metallische Werkstoffe nimmt c dabei typische Werte von -0,5 bis -0,7 an, der Exponent b Werte von etwa -0,1.

$$\epsilon_{a,tot} = \epsilon_{a,el} + \epsilon_{a,pl} = \frac{\sigma'_f}{E} (2N_f)^b + \epsilon'_f (2N_f)^c \quad (3.4)$$

Trägt man nun in doppellogarithmischer Darstellung die Gesamtdehnungsamplitude $\epsilon_{a,tot}$ als Funktion der doppelten Bruchlastspielzahl $2N_B$ auf, so erhält man die sogenannte Dehnungswöhlerlinie, deren Asymptoten jeweils durch einen der beiden Summanden aus Gleichung 3.4 beschrieben werden können. Für kleine Lebensdauern und damit großen plastischen Amplituden (elastischer Anteil gegen 0), ist dies die Coffin-Manson-Gleichung, für kleine Amplituden, also überwiegend elastischem Materialverhalten, erhält man die sogenannte Basquin-Gleichung. Mit diesen Gleichungen kann die Lebensdauer im LCF-Bereich (Coffin-Manson) und im HCF-Bereich (Basquin) beschrieben werden.

Als Trennung zwischen Kurz- und Langzeitermüdung definiert man meist die Übergangslastspielzahl N_t , bei der plastischer und elastischer Anteil gerade gleich groß sind. Für duktile, normalkörnige Werkstoffe liegt diese typischerweise bei einigen 10^4 Lastwechseln.

Für ein gutes Kurzzeitermüdungsverhalten muss der Werkstoff wiederholt hohe plastische Amplituden ertragen können, er muss möglichst duktil sein, das heißt der Koeffizient ϵ'_f soll möglichst hoch sein. Umgekehrt ist für die Langzeitermüdung oder die Dauerfestigkeit eines

Werkstoffes aber die Festigkeit eines Werkstoffes entscheidend, also der Koeffizient σ'_f . Die Koeffizienten σ'_f und ϵ'_f sind direkt proportional zur wahren Bruchspannung und zur wahren Bruchdehnung. Damit kann aus einem einfachen Zugversuch bereits das Verhalten von Werkstoffen bei zyklischer Beanspruchung abgeschätzt werden. Nachdem die Parameter b und c in Gleichung 3.4 Materialkonstanten darstellen, ist die Steigung des Coffin-Manson-Plots und des Basquin-Plots vorgegeben. Die Lage dieser Geraden wird also allein durch ϵ'_f und σ'_f bestimmt, die aber wiederum von Festigkeit und Duktilität eines Werkstoffs abhängen. Nachdem die hochverformten Zustände hohe Festigkeiten aber geringere Duktilität aufweisen, das grobkörnige Ausgangsmaterial aber niedrige Festigkeit und hohe Duktilität aufweist, ist anzunehmen, dass sich die Dehnungswöhlerkurven der hochverformten Zustände mit jener des Ausgangsmaterials schneiden [2]. Die Verläufe der Dehnungswöhlerkurven von grobkörnigen und hochverformten Materialien sind in Abbildung 3.11 schematisch dargestellt.

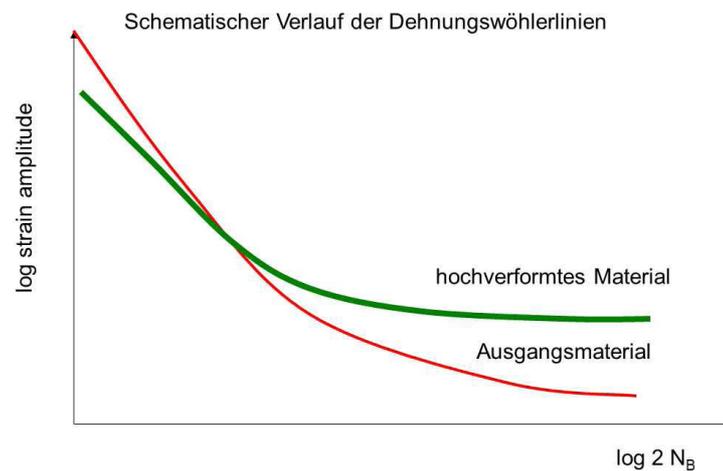


Abbildung 3.11 Schematische Darstellung der Verläufe der Dehnungswöhlerlinien für normal-körnige und hochverformte Metalle

Um das Kurzzeitermüdungsverhalten des Werkstoffs A220 im Ausgangszustand und im hochverformten Zustand zu untersuchen wurden in dieser Arbeit zunächst alle Zustände mit jeweils drei unterschiedlichen Gesamtdehnungsamplituden belastet. Dabei traten aber einige Probleme auf, die in Kapitel 3.3.2 kurz beschrieben werden.

3.3.2 Probleme bei der Durchführung der Kurzzeitermüdungsversuche

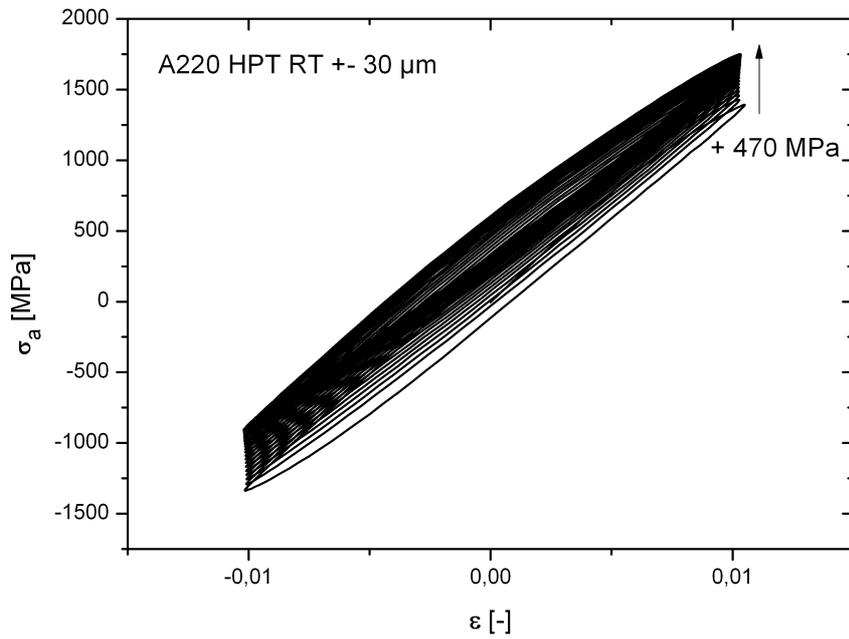
Bedingt durch die kleine Messlänge der Proben und die hohe Festigkeit der hochverformten Zustände ergaben sich bei der Durchführung der Kurzzeitermüdungsversuche einige Probleme.

In den ersten Versuchen an bei Raumtemperatur HPT verformtem Material zeigte sich, dass sich beginnend mit den ersten Lastwechseln eine relativ hohe Zugmittelspannung aufbaute, das heißt, die Hysteresekurve verschob sich mehr und mehr in Richtung Zugspannung, bis die Probe letztlich ähnlich wie im Zugversuch versagte (siehe Abbildung 3.12(a)). Ein solcher Aufbau von (Zug)Mittelspannungen während der Belastung kann durch Eigenspannungen in der Probe hervorgerufen werden, die beispielsweise durch Biegung, herstellungsbedingte Eigenspannungen oder Texturen entstehen. Abbildung 3.12(a) zeigt einen dieser Versuche an bei Raumtemperatur verformtem Material mit einer Gesamtdehnungsamplitude von $\epsilon_{a,tot} = 1\%$. Dabei baute sich während der ersten 30 Zyklen eine Zugmittelspannung von $\sigma_m = 470\text{ MPa}$ auf.

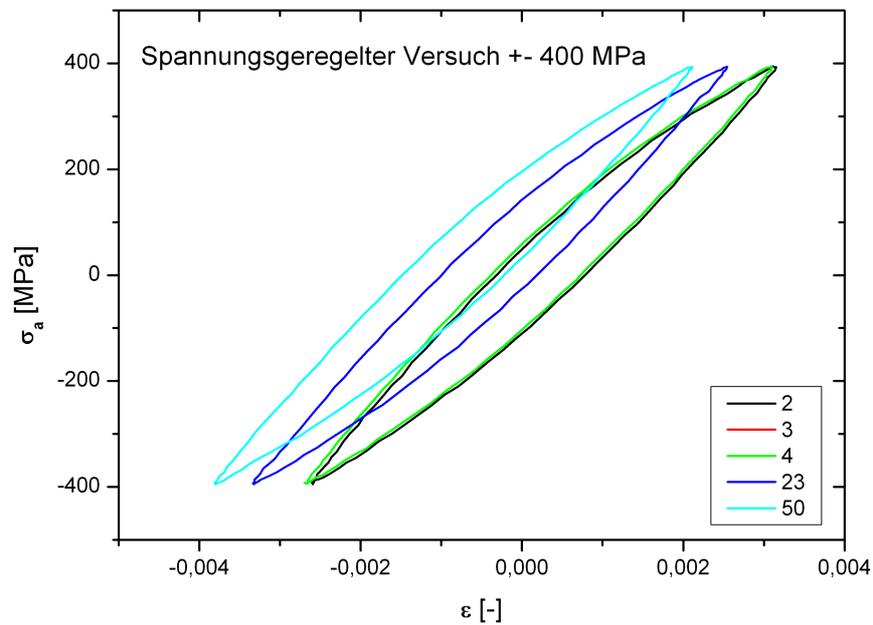
In weiterer Folge wurde der Versuchsaufbau nochmals überarbeitet um die Achsparallelität sicherzustellen und Biegung der Probe auf ein Minimum zu reduzieren. Weiters wurde die Messlänge der Probe von anfänglich 5 mm auf 4 mm verkürzt um plastisches Knicken zu vermeiden. Trotz dieser Anstrengungen bauten sich auch bei den danach durchgeführten Versuchen neuerlich Zugmittelspannungen auf. LCF-Versuche am grobkörnigen Ausgangsmaterial bei gleicher Gesamtdehnungsamplitude von $\epsilon_{a,tot} = 1\%$ zeigten dieses Verhalten nicht. Im Gegensatz zu den hochverformten Zuständen befindet sich das grobkörnige Ausgangsmaterial bei diesen Belastungen aber schon im vollplastischen Zustand. Damit kann noch nicht auf einen Materialeffekt bei den hochverformten Zuständen geschlossen werden.

Durch die hohen Zugmittelspannungen wird die Lebensdauer der Ermüdungsproben erheblich verkürzt. Um trotz dieser Probleme die tatsächlichen Ermüdungseigenschaften des hochverformten Materials messen zu können, wurde beschlossen die weiteren Versuche spannungsgeregelt durchzuführen und die Dehnung mit dem Dehnungsaufnehmer mitzumessen. Damit wäre es nicht möglich, dass sich die Hysteresekurve während der Prüfung in Richtung Zug verschiebt.

Um zu sehen, wie stabil die Regelgröße im spannungsgesteuerten Modus ist, wurde ein Test-



(a) Erste Versuche mit deutlicher Mittelspannungsentwicklung am Zustand HPT RT bei einer Gesamtdehnungsamplitude $\epsilon_{a,tot} = 1\%$



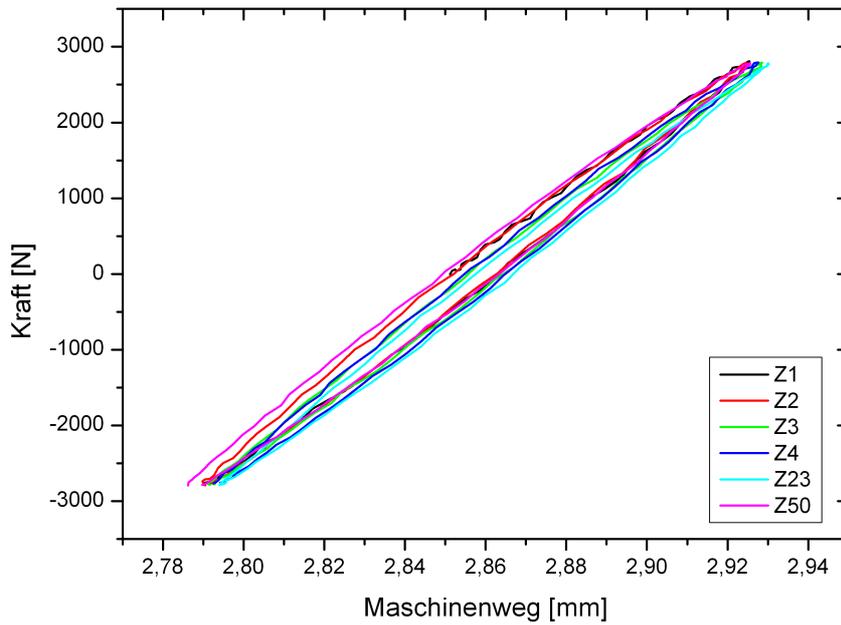
(b) Spannungsgeregelter Versuch am grobkörnigen Ausgangsmaterial mit einer Spannungsamplitude von $\sigma_a = 400\text{ MPa}$

Abbildung 3.12 Darstellung der unerwünschten Mittelspannung und Mitteldehnungsverschiebung in gesamtdehnungs- und spannungsgeregeltem Modus

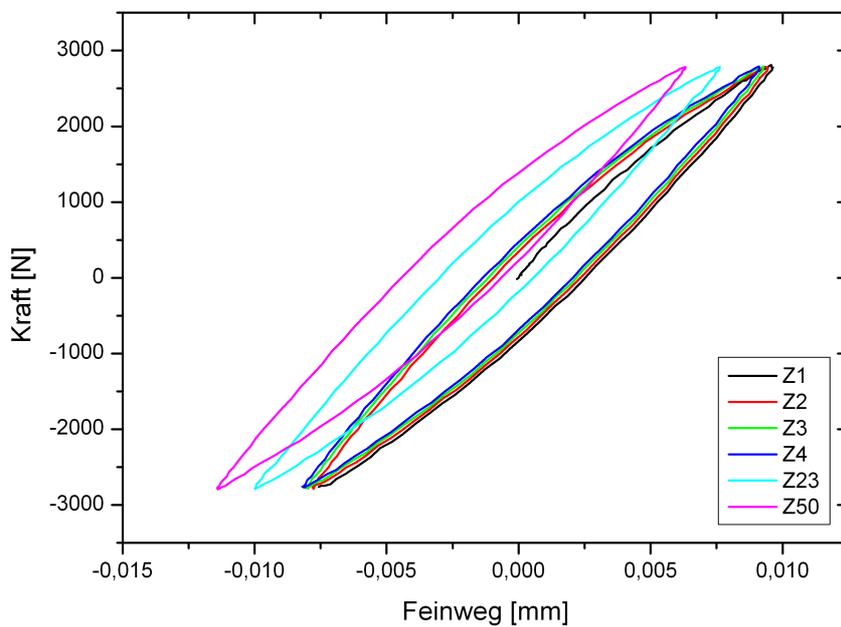
versuch an einer grobkörnigen austenitischen Probe durchgeführt. Es zeigte sich, dass zwar das Kraftsignal (= Regelgröße) stabil ist, jedoch verschob sich die Hysteresekurve mit fortlaufender Versuchsdauer zu negativen Dehnungswerten, siehe Abbildung 3.12(b). Dies würde bedeuten, dass die Probe durch die zyklische Verformung kürzer geworden ist. Eine ähnliche Verschiebung von Hysteresekurven erhält man, wenn man Materialien in spannungsgeregelten Versuchen mit einem Spannungsverhältnis $R \neq -1$ also bei Vorliegen einer Mittelspannung zyklisch verformt. Dadurch wird das Material entweder mehr gezogen oder gestaucht und mit fortschreitender Zyklenzahl entsteht eine gerichtete plastische Dehnung, man spricht in diesem Zusammenhang auch von zyklischem Kriechen oder Ratchetting [20]. Nachdem die Probe im Testversuch aber ohne Mittelspannung beaufschlagt wurde, kann man ein Ratcheten der Probe ausschließen. Es handelt sich damit nicht um einen Materialeffekt, was darauf hin deutet, dass es Probleme mit der Dehnungsmessung auf der Probe geben muss.

Bestätigt wird dies durch den folgenden Versuch: Wenn man für einen spannungsgeregelten Versuch die Kraft als Funktion des Maschinenweges des Pulsers (induktive Messung des Kolbenhubes) aufträgt, erhält man eine stabile Hysteresekurve ohne Verschiebung bezüglich der Dehnungsachse. Trägt man allerdings das Kraftsignal des gleichen Versuchs als Funktion des Dehnungssignals des Clip Gage auf, so verschiebt sich die Kurve zu negativen Dehnungswerten (ähnlich Abbildung 3.12(b)). Wäre die Verschiebung durch einen Materialeffekt hervorgerufen worden, so müsste man auch bei Auftragung über den Maschinenweg eine äquivalente Verschiebung erhalten. Die Ergebnisse des Experiments sind in Abbildung 3.13 dargestellt.

Die Frage war nun, ob der Grund für die Verfälschung des Wegsignals im Grundrauschen des Clip Gage, zeitabhängigen Verformungseffekten der Klebestellen oder schlicht in einem Verrutschen des Dehnungsaufnehmers liegt. Um dies zu verifizieren wurden Proben mit etwas größerem Durchmesser (rund 3,90 mm) als in Abbildung 2.4 aus einem Warmarbeitsstahl W720 der Fa. Böhler gefertigt und bei 480 °C für drei Stunden und anschließender Luftabkühlung ausgehärtet. Dadurch kann laut Böhler Edelstahlhandbuch eine 0,2 % Dehngrenze von 1815 MPa erzielt werden. Der Grund für die Auswahl dieses Werkstoffes lag darin, dass die daraus gefertigten Proben das bei der zyklischen Verformung der hochverformten Zustände auftretende Belastungsniveau von rund 15 kN überwiegend elastisch ertragen. Durch rein elastische Verformung können sich aber keine Eigenspannungen aufbauen. Da diese Testversuche an den W720 Proben mit einem Spannungsverhältnis von $R = -1$ durchgeführt wurden kann auch kein Ratchetting auftreten. Damit können jegliche Materialeffekte ausgeschlossen werden und als Signal muss eine immer wieder durchlaufende Gerade erhalten werden. Außerdem wurde der Clip Gage nochmals kalibriert und das Grundrauschen des Signals des



(a) Darstellung des Kraftverlaufs als Funktion des Maschinenwegs



(b) Darstellung des Kraftverlaufs als Funktion des Signals des Dehnungsaufnehmers

Abbildung 3.13 Vergleich eines spannungsgeregelten Versuchs an einer grobkörnigen Probe bei Auftragung über unterschiedliche Wegsignale

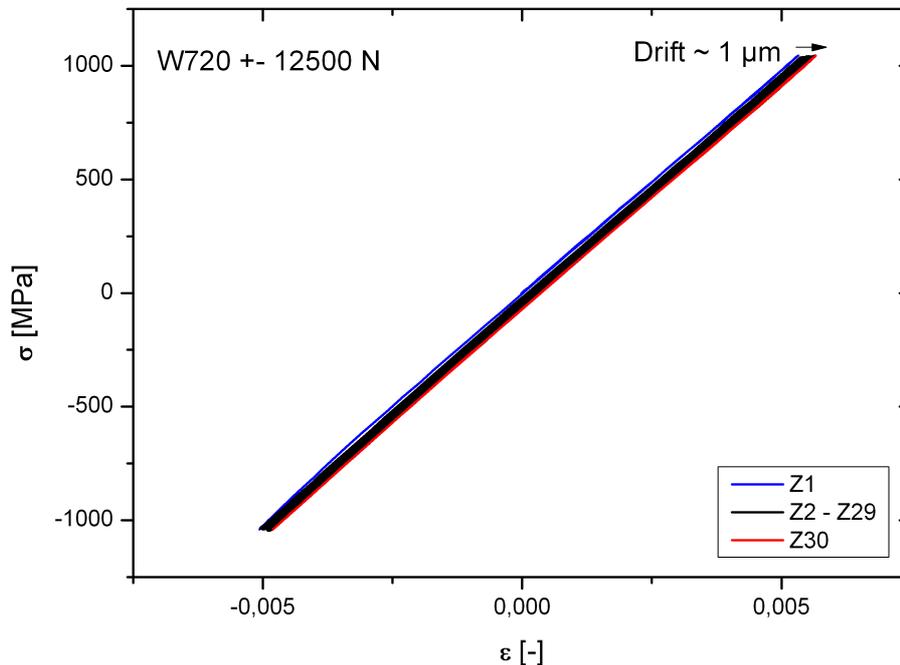


Abbildung 3.14 Drift der elastischen Geraden in einem spannungsgeregelten Versuch einer Testprobe aus W720

Dehnungsaufnehmers analysiert. Diese Ungenauigkeit ist jedoch vernachlässigbar klein.

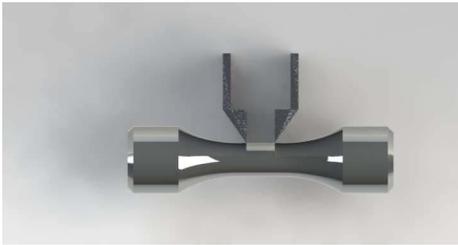
In zahlreichen Versuchen mit Proben aus dem hochfesten Stahl W720 wurden nun unterschiedliche Klebstoffe, diverse Geometrien der Messschneiden sowie verschiedenste Fixierungen des Clip Gage an der Probe (zum Beispiel Gummiringe, Federn) ausprobiert. In allen Fällen verschob sich jedoch die elastische Gerade in den 30 - 50 Testzyklen bei Lastniveau von etwa 12 - 15 kN (entspricht den auftretenden Kräften bei den LCF-Versuchen an den hochverformten Proben) im μm Bereich mehr oder weniger stark, weil sich die Messschneiden zusammen ziehen oder auseinander bewegen, siehe Abbildung 3.14.

Ziehen sich nun die Klingen im dehnungsgeregelten Modus mehr und mehr zusammen, muss, um die Regelgröße im Zug zu erreichen, entsprechend weiter verformt werden um das Zusammenziehen zu kompensieren und die gewünschte Regelgröße zu erreichen. Dies führt zur beschriebenen Verschiebung der Hysterese in Richtung Zug. Diese Testversuche am Material W720 wurden sowohl in spannungsgesteuertem, als auch gesamtdehnungsgesteuertem Modus durchgeführt wobei aber keine Unterschiede festgestellt werden konnten.

Neben dem bereits erwähnten UHU Sekundenkleber wurde auch ein zwei Komponentenkleber (UHU Endfest 300) ausprobiert, jedoch führte auch dies weder zu einer Verbesserung noch zu einer Verschlechterung des Ergebnisses. Ein Einfluss des Klebers auf die Verschiebung der Hysteresekurve durch zeitabhängige Verformungsvorgänge, kann demnach mit ziemlicher Sicherheit ausgeschlossen werden. In einer Dissertation an der Universität Erlangen kam man zum gleichen Schluss, dass die Klebestellen keinerlei Einfluss auf die Messung haben [17]. Damit muss die Ungenauigkeit in der Wegmessung an einem Rutschen des Clip Gage selbst liegen. Er sei aber erwähnt dass dieses Rutschen auf der Probe nur wenige μm beträgt, wie auch in Abbildung 3.14 ersichtlich. Um die Reibung des Dehnungsaufnehmers an der Probenoberfläche zu erhöhen wurde weiters auf Messschneiden mit V-Kerb zurückgegriffen, siehe Abbildung 3.15(d). Damit erreicht man eine größere Auflagefläche (zumindest zwei Punkte) auf der Probe, als mit geraden Messschneiden (im Idealfall nur Einpunktauflage) und kann damit unter Umständen ein Verrutschen des Clip Gage durch die vergrößerte Reibung minimieren.

Da sich die Hysterese in spannungsgeregelten Versuchen immer in Richtung negativer Dehnung, bei gesamtdehnungsgeregelten Versuchen entsprechend in Richtung Zug verschob, wurde überprüft, ob durch ein Umdrehen der Messschneiden oder des Clip Gage um 180° ein genau gegenteiliges Verhalten erreicht werden kann, siehe Abbildung 3.15(b). Zwei gegengleich montierte Messschneiden (Abbildung 3.15(c)) hätten dann mitunter zu einer Kompensation der Verschiebung und einer stabilen Hysterese geführt. Anhand durchgeführter Experimente, in denen die Anordnung der Messschneiden entsprechen Abbildung 3.15 variiert wurde, konnte aber kein stabiles Verhalten festgestellt werden.

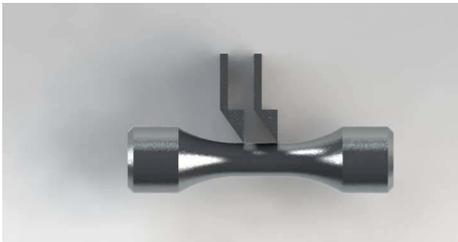
Am Beispiel eines weiteren Experiments kann die Empfindlichkeit des Messaufbaus gezeigt werden. Dabei wurde die obere Befestigungsspanne des Clip Gage so montiert, dass die obere Messschneide bewusst fester an die Probe gedrückt wurde als die untere und in einem weiteren Versuch genau umgekehrt. Dadurch erhielt man einmal Geraden, die sich in Richtung negativer Dehnung verschieben, einmal Geraden die sich in Richtung positiver Dehnungen verschieben. Abbildung 3.16 zeigt die Kraft-Verschiebungs-Kurven dieser Experimente. Die Geraden in Rot stellen dabei den ersten und 20. Zyklus (= letzter Testzyklus) dar. Die Pfeile weisen auf die Verschiebungsrichtung bezüglich der Dehnungsrichtung hin. Diese Versuche wurden an bei Raumtemperatur hochverformtem Material in spannungsgeregeltem Modus ($\pm 2000\text{ N}$) durchgeführt. 2000 N entsprechen bei diesem Zustand einer Spannung von etwa 300 MPa , die Probe verformt überwiegend elastisch. Wird die obere Messschneide bewusst fester an die Probe gepresst, so verschiebt sich die Probe gemäß Abbildung 3.16(b) zu positiven Dehnun-



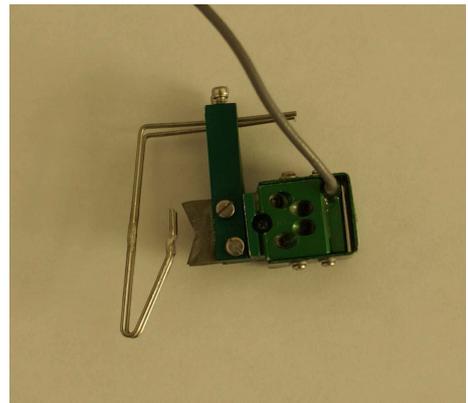
(a) Normale Anordnung der Messschneiden



(b) Messschneiden in umgedrehter Anordnung



(c) Gegengleiche Anordnung der Messschneiden



(d) Clip Gage mit V-Kerb Messschneiden und Spangen zur Befestigung an der Probe

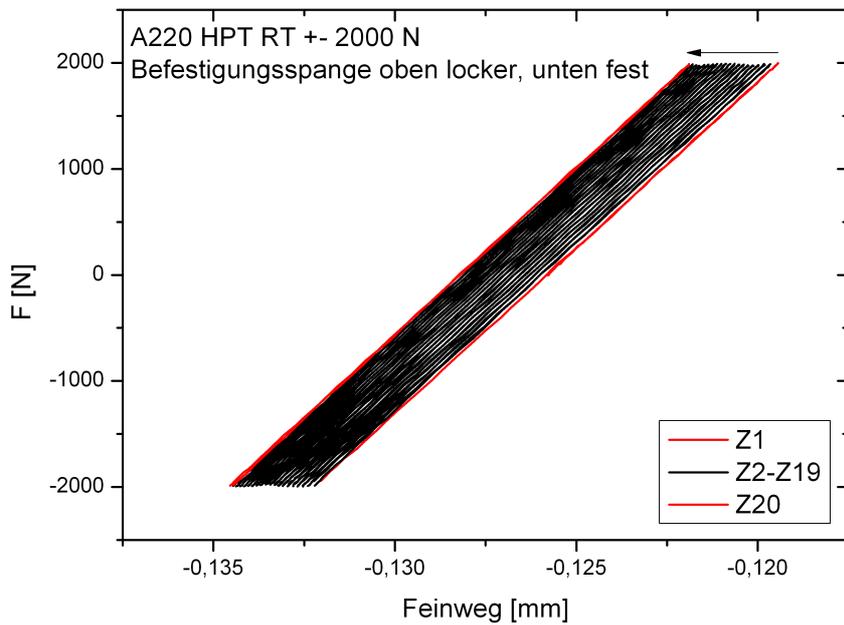
Abbildung 3.15 Verschiedene Anordnungen der Messschneiden an der Probenoberfläche

gen, bei Umkehr der Anpresskräfte kommt es zu einem Drift in entgegengesetzte Richtung (negative Dehnungsrichtung, Abbildung 3.16(a)).

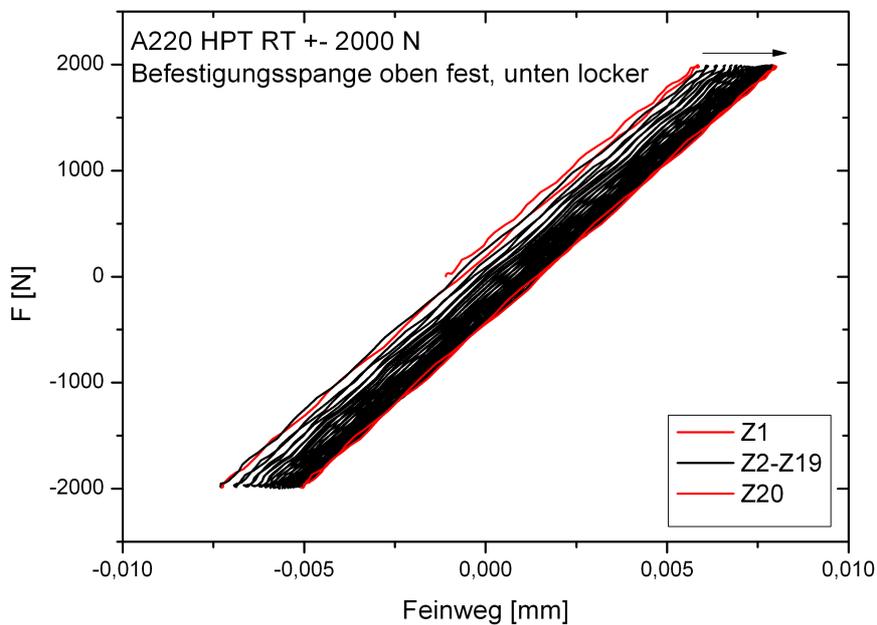
Durch unterschiedliche Anpressdrücke an oberer und unterer Messschneide kann es also zu Relativbewegungen der Schneiden auf der Probenoberfläche kommen. Ein weiteres Problem gegenüber normalkörnigen Proben ist, dass das Messschneidenmaterial etwa die gleiche Härte wie das hochverformte Probenmaterial besitzt. Die Messschneiden können sich damit kaum in die Probenoberfläche drücken und so den Aufbau stabilisieren, wie dies beim grobkörnigen Ausgangszustand der Fall war. Praktisch ist es aber kaum möglich beide Befestigungsspannen so zu justieren, dass die Anpresskräfte des Dehnungsaufnehmers an die Probe oben und unten gleich groß sind. Diese Empfindlichkeit des Messaufbaus konnte in keinem Versuch komplett unterbunden werden.

Die besten Ergebnisse, also eine relativ stabile Hysteresekurve erhielt man mit Klebestellen von UHU Sekundenkleber auf der Probenoberfläche und der Verwendung der Messschneiden mit V-Kerb und der Befestigungsspannen anstatt den Gummiringen oder Federn (Abbildung 3.15(d)). Zusätzlich wurde darauf geachtet, dass die Anpresskraft beider Messschneiden in etwa gleich groß war. Weiters wurden die Befestigungsspannen möglichst parallel zu den Messschneiden ausgerichtet und durch erneutes Aufbringen von UHU Sekundenkleber fixiert (Verklebung von Spange und Probe).

Mit dieser Kombination konnte bei den Testproben aus W720 aber auch an Testversuchen an bei Raumtemperatur HPT verformtem Material die Verschiebung der Hysterese auf rund $0,2 - 0,5 \mu\text{m}$ je 30 Lastwechsel verringert werden. In diesen Versuchen war die Verformung allerdings überwiegend elastisch. Bei Versuchen mit größeren Amplituden war auch die Verschiebung der Messschneiden wieder etwas größer. Die Relativbewegung der Messschneiden ist zwar sehr gering, hat aber bei den hochverformten Proben einen großen Einfluss. Bedingt durch die hohe Festigkeit dieser Proben und dem sehr raschen Anstieg der Spannung, siehe Abbildung 3.2 resultiert bereits aus sehr kleinen Dehnungsänderungen $\Delta\epsilon$ eine starke Spannungsänderung. Ein Beispiel soll dies verdeutlichen: Verschiebt sich die Dehnung für den Zustand HPT RT nur um $\Delta\epsilon = 0,001$, also $0,1 \%$, würde dies bei den hochverformten Zuständen bereits eine Spannungsänderung von ca. $150 - 200 \text{ MPa}$ bedeuten! Bei der kleinen Messlänge von 3 mm entspricht eine Dehnungsänderung von $\Delta\epsilon = 0,1 \%$ aber einer Verschiebung von nur $3 \mu\text{m}$! Ziehen sich nun die Messschneiden um diesen Betrag geringfügig zusammen, so muss in Zugrichtung natürlich viel weiter verformt werden, um die Regelgröße zu erreichen, was einen Spannungsanstieg von $150 - 200 \text{ MPa}$ zur Folge hat.



(a) Spannungsgeregelter Versuch mit lockerer oberer und fester unterer Messschneide an einer Probe des Zustandes HPT RT



(b) Spannungsgeregelter Versuch mit fester oberer und lockerer unterer Messschneide an einer Probe des Zustandes HPT RT

Abbildung 3.16 Spannungsgeregelte Versuche mit unterschiedlicher Anpresskraft der Messschneiden an Proben des Zustandes HPT RT

Aus diesen Vorversuchen können folgende Schlussfolgerungen gezogen werden. Das geringfügige Verschieben der Messschneiden im μm Bereich in Verbindung mit der kleinen Messlänge und den hochfesten Proben führte zu den Problemen bei der Versuchsdurchführung. Im Gegensatz zu den hochverformten Proben trat dieses Problem beim grobkörnigen Ausgangsmaterial nicht auf, da dort eine kleine Dehnungsänderung kaum eine Spannungsänderung zur Folge hat (vgl. technische Spannungs-Dehnungs-Diagramme in Abbildung 3.2). Des Weiteren ist es beim grobkörnigen Ausgangsmaterial möglich, dass sich die Messschneiden etwas in die Probenoberfläche drücken und so den Aufbau stabilisieren.

Wie erwähnt gelang es trotz aller Anstrengungen nicht, stabile Hysteresekurven zu erhalten. Allerdings konnte die Verschiebung der Hysterese in Richtung Zugspannungen deutlich vermindert werden. Abbildung 3.17 zeigt die Verbesserung der Entwicklung der maximalen Zugkraft als Funktion der Zyklenzahl.

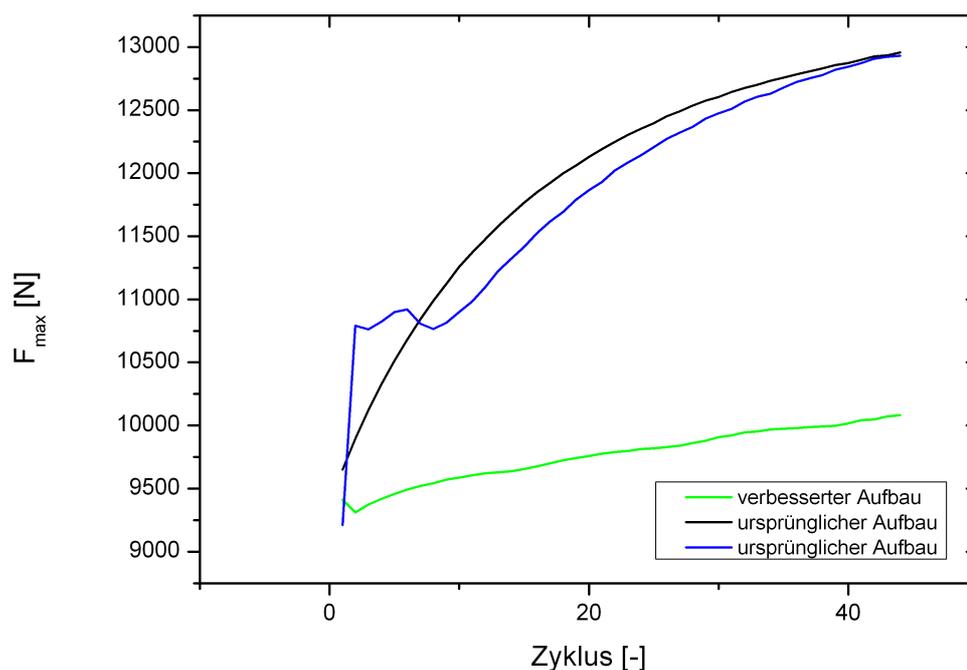


Abbildung 3.17 Verringerung der auftretenden Verschiebung der Maximalkraft über die Versuchsdauer durch den geänderten Versuchsaufbau

Es ist ersichtlich, dass sich mit fortschreitender Versuchsdauer die Hysterese mehr und mehr in Richtung Zug verschoben hat (höhere Maximalkraft im Zug). Jedoch konnte allein durch den veränderten Aufbau und die verbesserte Fixierung des Dehnungsaufnehmers die Höhe der

Verschiebung minimiert werden. Alle Versuche in Abbildung 3.17 wurden dabei an bei Raumtemperatur hochverformtem Material und einer Gesamtdehnungsamplitude von $\epsilon_{a,tot} = 1 \%$ durchgeführt. Dies ist ein weiteres Indiz dafür, dass der Mittelspannungsaufbau während des Versuchs kein Materialeffekt sein kann. Wäre dies so, müsste die Verschiebung in Richtung Zug bei allen drei Versuchen nahezu identisch sein.

Um eine Verminderung der Lebensdauer durch den Aufbau dieser Zugmittelspannungen zu unterbinden wurde die Verschiebung der Hysteresekurve in den nachfolgenden Versuchen durch händische Nachregelung kompensiert, das heißt, die entstehende Zugmittelspannung wurde von Zeit zu Zeit durch Adaptierung der Regelgröße korrigiert. Dadurch erscheinen die Wechselverformungskurven etwas verrauscht und die Hysteresekurven etwas versetzt. Es konnten aber auf diese Weise, im Gegensatz zu den ersten Versuchen, die tatsächlichen Ermüdungseigenschaften bei $R = -1$ charakterisiert werden. In den in Kapitel 3.3.3 beschriebenen Versuchen wurde die Verschiebung der Hysterese durch Korrektur der Regelgröße um jeweils etwa $10 - 15 \mu\text{m}$ (entspricht einer Dehnungsänderung von $\Delta\epsilon = 0,3 - 0,5 \%$) verhindert. Bei den Versuchen am grobkörnigen Ausgangsmaterial war dies nicht nötig.

Eine andere Möglichkeit wäre, die Dehnung optisch zu messen. Weiters könnte man am Clip Gage halbkreisförmige Messschneiden anbringen, die die Probe zur Hälfte umfassen, und so durch die größere Auflagefläche und Reibung das Verrutschen minimieren können. Aus Zeitgründen wurde dies allerdings nicht mehr versucht. Über die Funktionalität dieser Messmethoden können demnach keine Angaben gemacht werden.

3.3.3 Kurzzeitermüdungsexperimente mit händischer Nachregelung

Zur Charakterisierung des Kurzzeitermüdungsverhaltens wurden für alle Materialzustände Versuche mit drei verschiedenen Gesamtdehnungsamplituden als Regelgröße durchgeführt. Die Regelgröße war dabei ein sinusförmiges Signal. Die Gesamtdehnungsamplituden $\epsilon_{a,tot}$ betragen dabei $1,5 \%$, 1% und $0,8 \%$, was Regelsignalen von $\pm 45 \mu\text{m}$, $\pm 30 \mu\text{m}$ und $\pm 25 \mu\text{m}$ Längenänderung der Proben entspricht. Darüber hinaus wurden für jeden Zustand auch noch Versuche mit kleinen Dehnungen durchgeführt. Der Großteil der Versuche wurde mit einer Frequenz von $\nu = 0,1 \text{ Hz}$ ausgeführt. Einzig Versuche mit kleineren Amplituden und demnach hohen Bruchlastspielzahlen wurden aus Zeitgründen mit höheren Frequenzen

durchgeführt. Tabelle 3.2 gibt einen Überblick über die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Versuche. Dabei steht wie schon bei den Zugversuchen die Zahl in der Spalte Probenbezeichnung für die Scheibenummer aus der die Probe entnommen wurde. Weiters können der Tabelle 3.2 Probendurchmesser, Regelgröße s , Frequenz ν , Bruchlastspielzahl N_B , Spannungsamplitude σ_a , Gesamtdehnungsamplitude $\epsilon_{a,tot}$, elastische und plastische Dehnungsamplitude $\epsilon_{a,el}$ und $\epsilon_{a,pl}$ sowie die akkumulierte plastische Dehnung $\epsilon_{pl,akk}$ der Kurzzeitermüdungsversuche entnommen werden.

Beim Versuch mit der Probe 9_1 HPT RT, mit *) markiert, entspricht die angegebene Zahl der Lastwechsel nicht der Bruchlastspielzahl N_B . Bei diesen Versuchen mit kleinen Amplituden ging es nur darum, zu sehen wie groß der plastische Anteil der Dehnung ist und wie die Hysteresekurve verläuft. Die angegebene Zahl für N_B entspricht in diesen Fällen der Anzahl der durchgeführten Lastwechsel bei dieser Amplitude.

Die in Tabelle 3.2 angegebene Spannungsamplitude σ_a wurde bei halber Bruchlastspielzahl nach Gleichung 3.5 ermittelt, da die Spannungsamplitude bei dieser Lastspielzahl mit ziemlicher Sicherheit bereits der Sättigungsamplitude entspricht. F_{max} bzw. F_{min} sind dabei in Gleichung 3.5 die maximal und minimal auftretende Kraft und A die Querschnittsfläche. Die akkumulierte plastische Dehnung $\epsilon_{pl,akk}$ ergibt sich durch Aufsummierung der doppelten Breite der Hysteresekurve über die gesamte Lebensdauer. Für Versuche mit konstanter plastischer Dehnungsamplitude würde $\epsilon_{pl,akk}$ gerade $4 * \epsilon_{a,pl} * N_B$ entsprechen. Die in Tabelle 3.2 angeführte plastische Amplitude $\epsilon_{a,pl}$ wurde aus der halben Hysteresebreite bei halber Bruchlastspielzahl ermittelt.

$$\sigma_a = \frac{F_{max} - F_{min}}{2A} \quad (3.5)$$

Abbildung 3.18 zeigt die erhaltene Hysteresekurve des grobkörnigen Ausgangsmaterials bei einer Gesamtdehnungsamplitude $\epsilon_a = 1\%$ (+- 30 μm Verlängerung). Die Bruchlastspielzahl betrug dabei 2381 Lastwechsel. Man kann erkennen, dass die benötigte Kraft und damit die Spannung in den ersten Zyklen mehr und mehr zunimmt, der Werkstoff verfestigt zyklisch (in Abbildung 3.18 mit einem Pfeil markiert) wie schon in Kapitel 3.3.1 beschrieben. Diese Zunahme der Spannung wird aber zunehmend geringer, nach etwa 10 Zyklen bleibt die Hysteresese für den Rest der Lebensdauer konstant. Erst in den letzten Zyklen vor dem Ermüdungsbruch ist ein Lastabfall zu erkennen, was aber bereits auf die Ausbreitung des steifigkeitsrelevanten Ermüdungsrisses (geometrische Entfestigung) zurückzuführen ist.

Bezeichnung	\varnothing [mm]	s [μm]	ν [Hz]	N_B [-]	σ_a [MPa]	$\epsilon_{a,tot}$ [-]	$\epsilon_{a,el}$ [-]	$\epsilon_{a,pl}$ [-]	$\epsilon_{pl,akk}$ [%]
9_1 HPT RT	2,95	+ - 16 μm	0,1	11*)	842	$5,26 * 10^{-3}$	$5,18 * 10^{-3}$	$8,76 * 10^{-5}$	0,36
9_1 HPT RT	2,95	+ - 18 μm	0,1	16*)	940	$5,92 * 10^{-3}$	$5,82 * 10^{-3}$	$9,78 * 10^{-5}$	0,60
9_1 HPT RT	2,95	+ - 25 μm	0,1 - 0,4	7851	1226	$8,22 * 10^{-3}$	$8,06 * 10^{-3}$	$1,68 * 10^{-4}$	536,56
10_2 HPT RT	2,98	+ - 30 μm	0,1	602	1403	$9,87 * 10^{-3}$	$9,49 * 10^{-3}$	$3,81 * 10^{-4}$	99,56
9_2 HPT RT	3,16	+ - 45 μm	0,1	132	1796	$1,48 * 10^{-2}$	$1,25 * 10^{-2}$	$2,31 * 10^{-3}$	107,94
21_2 shock annealed	2,97	+ - 25 μm	0,1 - 0,2	3793	1142	$8,22 * 10^{-3}$	$7,21 * 10^{-3}$	$1,01 * 10^{-3}$	1731,01
18_2 shock annealed	2,96	+ - 30 μm	0,1	1008	1374	$9,87 * 10^{-3}$	$7,88 * 10^{-3}$	$1,99 * 10^{-3}$	804,48
17_1 shock annealed	2,92	+ - 45 μm	0,1	56	1589	$1,48 * 10^{-2}$	$9,26 * 10^{-3}$	$5,54 * 10^{-3}$	116,46
21_1 shock annealed	2,97	+ - 45 μm	0,1	159	1425	$1,48 * 10^{-2}$	$8,61 * 10^{-3}$	$6,19 * 10^{-3}$	391,37
CG_6 10 μm	2,98	+ - 4 μm	0,1	14*)	271	$1,32 * 10^{-3}$	$1,11 * 10^{-3}$	$2,06 * 10^{-4}$	1,28
CG_6 10 μm	2,98	+ - 7 μm	0,1	21*)	324	$2,30 * 10^{-3}$	$1,46 * 10^{-3}$	$8,45 * 10^{-4}$	7,05
CG_6 10 μm	2,98	+ - 15 μm	1	6616	399	$4,93 * 10^{-3}$	$1,34 * 10^{-3}$	$3,59 * 10^{-3}$	9444,29
CG_4 10 μm	2,97	+ - 25 μm	0,5	2770	447	$8,22 * 10^{-3}$	$2,05 * 10^{-3}$	$6,17 * 10^{-3}$	6236,77
CG_3 10 μm	2,97	+ - 30 μm	0,1	2381	458	$9,87 * 10^{-3}$	$2,90 * 10^{-3}$	$6,97 * 10^{-3}$	6579,48
CG_1 10 μm	2,99	+ - 45 μm	0,1	436	581	$1,48 * 10^{-2}$	$2,82 * 10^{-3}$	$1,20 * 10^{-2}$	2096,12
CG_2 10 μm	2,96	+ - 45 μm	0,1	458	529	$1,48 * 10^{-2}$	$2,65 * 10^{-3}$	$1,22 * 10^{-2}$	2235,24

Tabelle 3.2 Übersicht über die Versuchparameter der Kurzzeitermüdungsversuche

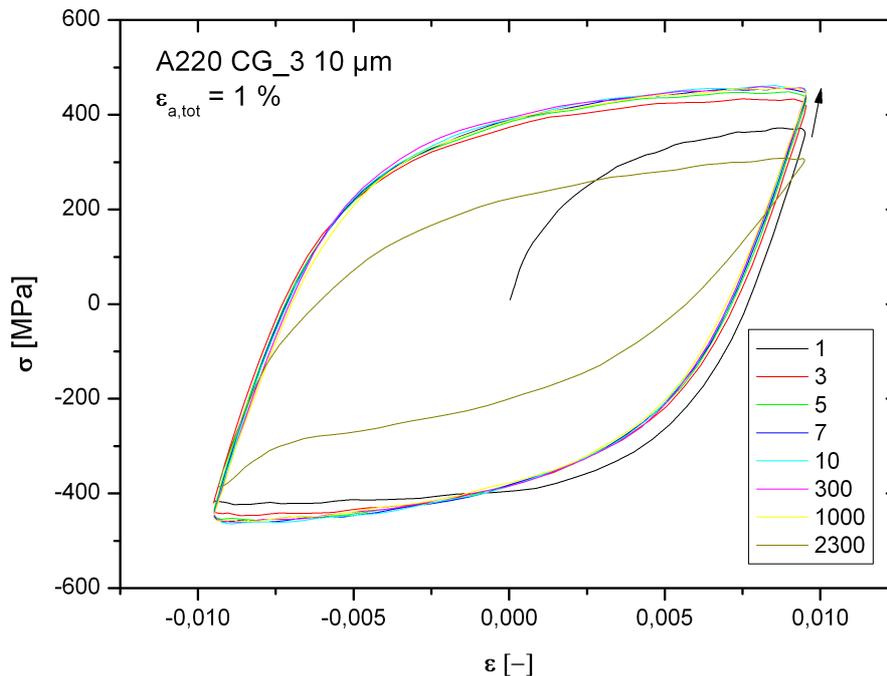
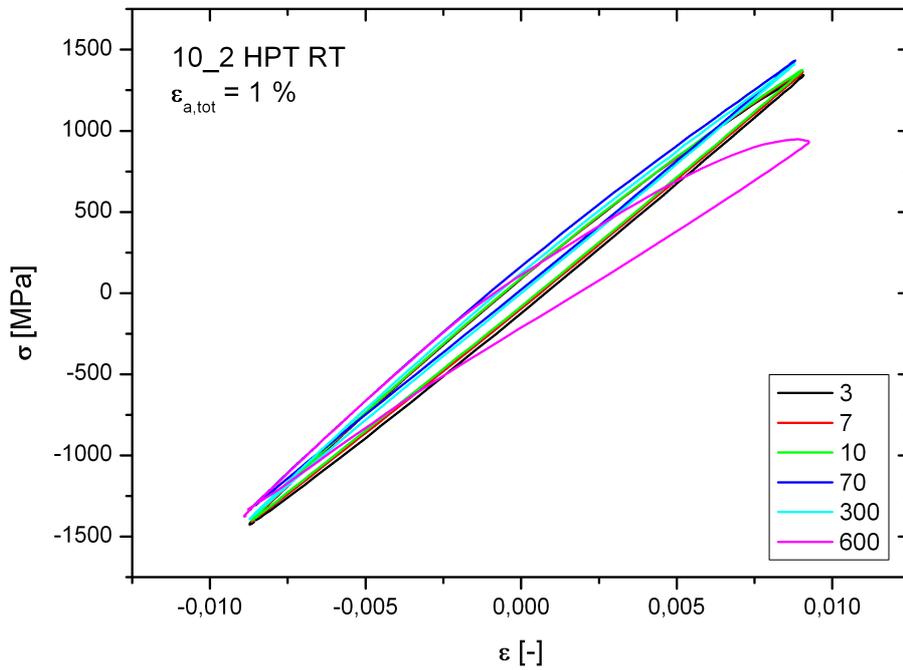


Abbildung 3.18 Hysteresekurve für das grobkörnige Ausgangsmaterial bei einer Gesamtdehnungsamplitude von $\epsilon_{a,tot} = 1\%$

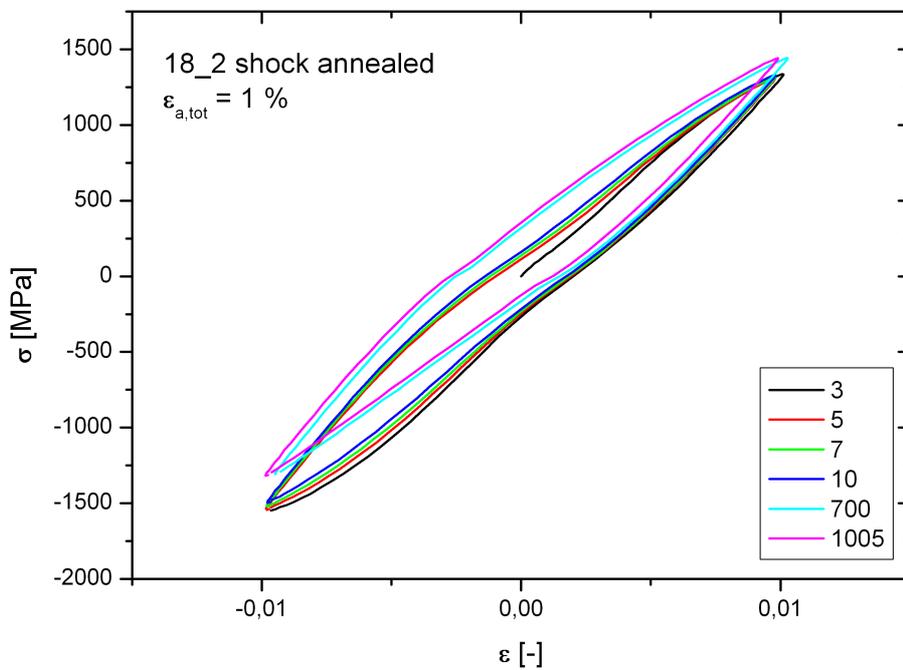
Abbildung 3.19 zeigt die Hysteresekurve der Zustände HPT RT (A220 hochverformt bei Raumtemperatur) und shock annealed bei einer Gesamtdehnungsamplitude von $\epsilon_{a,tot} = 1\%$.

Aus Abbildung 3.19 erkennt man klar, dass das Lastniveau der Zustände HPT RT und shock annealed bei gleicher Gesamtdehnung um einen Faktor 3 höher liegt, als beim grobkörnigen Ausgangsmaterial ($\approx 500 \text{ MPa}$), siehe Abbildung 3.18. Nachdem der plastische Anteil der zyklischen Verformung bei diesen Zuständen mit $\epsilon_{a,pl} = 3,81 \cdot 10^{-4}$ für HPT RT und $\epsilon_{a,pl} = 1,99 \cdot 10^{-3}$ für shock annealed relativ klein ist, erscheinen die Hysteresekurven sehr spitz. Im Gegensatz zum grobkörnigen Ausgangsmaterial ist aber aus den Hysteresekurven keine markante zyklische Ver- oder Entfestigung zu bemerken. In beiden Fällen ist die Hysterese von höheren Lastspielzahlen (z. B. 100. Zyklus) gegenüber den ersten Zyklen verschoben. Dieser Versatz ist durch die händische Nachregelung zu erklären, siehe Kapitel 3.12.

Die ungewöhnlich eckige Form der Hysterese des Zustandes shock annealed lässt sich qualitativ durch die Struktur dieser Probe erklären. Man kann diesen Zustand, der ja aus groben (bis $1 \mu\text{m}$ Korngröße) und sehr feinen Körnern (ca. 100 nm Korngröße) als Kompositwerk-



(a) Hysterese des Zustandes HPT RT bei einer Gesamtdehnungsamplitude von $\epsilon_{a,tot} = 1\%$



(b) Hysterese des Zustandes shock annealed bei einer Gesamtdehnungsamplitude von $\epsilon_{a,tot} = 1\%$

Abbildung 3.19 LCF-Versuche mit 1 % Gesamtdehnungsamplitude an den hochverformten Zuständen

stoff betrachten. Dieser besteht aus Komponente A (feine Körner) und Komponente B (grobe Körner). Während die groben Körner bei viel geringeren Spannungen plastisch verformen, als die feinen Körner ertragen die feinen Körner die Verformung relativ lange nahezu elastisch. Fasst man Komponente A nun als linear elastisches Material und Komponente B als ideal plastisches Material auf, so kann man sich vorstellen, dass man eine solch eckige Hysterese als Materialantwort bei der Verformung des Komposits erhält.

Die Lebensdauern für die Gesamtdehnungsamplitude $\epsilon_{a,tot} = 1 \%$ betragen 602 Lastwechsel für den Zustand HPT RT und 1008 Lastwechsel für den Zustand shock annealed. Dies ist verglichen mit dem grobkörnigen Ausgangsmaterial ($N_B = 2381 LW$) deutlich geringer. Dies ist aber aufgrund der geringeren Duktilität der beiden hochverformten Zustände verglichen mit dem Ausgangsmaterial nicht verwunderlich und nach Abbildung 3.11 zu erwarten. Erstaunlich ist jedoch, dass der Zustand shock annealed trotz des größeren plastischen Anteils der Verformung die höhere Lebensdauer aufweist. Durch die geringere Festigkeit des Zustands shock annealed (vgl. Spannungs-Dehnungsdiagramm in Abbildung 3.2) ist es zwar klar, dass bei gleicher Gesamtdehnung der plastische Anteil größer ist, warum dieser Zustand aber trotzdem eine fast doppelt so hohe Lebensdauer aufweist ist unklar. Noch dazu weist der Zustand shock annealed im Zugversuch deutlich geringere Duktilitäten als der Zustand HPT RT auf und wird für 1 % Gesamtdehnungsamplitude nahezu bis zur Zugfestigkeit ($\approx 1500 MPa$) belastet.

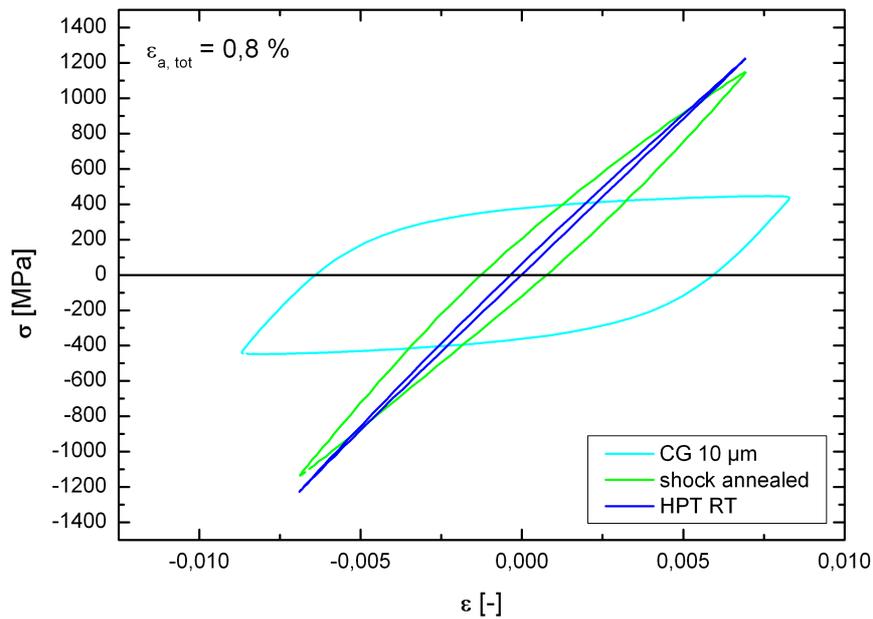
Abgesehen von den höheren Dehnungsamplituden und einem höheren Spannungsniveau erhält man ähnliches Verhalten auch für die Versuche mit einer Gesamtdehnungsamplitude von $\epsilon_{a,tot} = 1,5 \%$. Auch bei dieser Amplitude ist die Lebensdauer des grobkörnigen Ausgangsmaterials mit $N_B = 581 LW$ am höchsten. Für den Zustand shock annealed wurden bei der Gesamtdehnungsamplitude von $\epsilon_{a,tot}$ zwei Proben geprüft. Die Lebensdauer, die Spannungsamplitude und der plastische Anteil der Dehnung waren dabei signifikant unterschiedlich (vgl. 3.2). Dies ist, wie die Streuung der Werte bei den Zugversuchen, durch die Struktur dieses Zustandes bedingt. Der Zustand mit dem vermutlich geringeren Anteil an groben Körnern (Probe 17 in 3.2) weist für die hohe Dehnungsamplitude eine geringere Lebensdauer und ein höheres Spannungsniveau auf. Für die Probe 21 des Zustands shock annealed (vermutlich vermehrt gröbere Körner, $N_B = 159 LW$) ist wieder trotz der höheren plastischen Dehnungsanteile gegenüber dem Zustand HPT RT ($N_B = 132 LW$) die Lebensdauer höher. Die zugehörigen Hysteresekurven bei halber Bruchlastspielzahl zeigt Abbildung 3.20(b). In dieser Abbildung wird die Probe des Zustands shock annealed mit dem höheren Lastniveau und der geringeren Lebensdauer als "shock annealed hard" bezeichnet.

Erst bei der kleinen Gesamtdehnungsamplitude von $\epsilon_{a,tot} = 0,8 \%$ ist die Lebensdauer der hochverformten Strukturen signifikant besser. Die Hysteresekurven für die Dehnungsamplitude $\epsilon_{a,tot} = 8 * 10^{-3}$, ermittelt bei halber Bruchlastspielzahl, sind in Abbildung 3.20(a) dargestellt. Die geringfügig unterschiedliche Gesamtdehnung ist auf absichtliche Frequenzänderungen während des Versuchs zurückzuführen, wodurch die PID Einstellungen des Reglers nicht mehr passend waren (P-Teil zu klein). Dadurch konnte das Regelsignal nicht mehr komplett erreicht werden. Für diese Belastung ist die Lebensdauer des Zustandes HPT RT am höchsten ($N_B = 7851 LW$). Dies ist darauf zurückzuführen, dass die hochverformten Zustände (besonders der Zustand HPT RT), diese Belastung schon überwiegend elastisch ertragen, während das grobkörnige Ausgangsmaterial noch einen Großteil der Dehnung plastisch erträgt. Für diese Amplitude ist auch die Lebensdauer des Zustands HPT RT höher, als für den Zustand shock annealed, der auch für diese Gesamtdehnungsamplitude den größeren plastischen Dehnungsanteil aufweist.

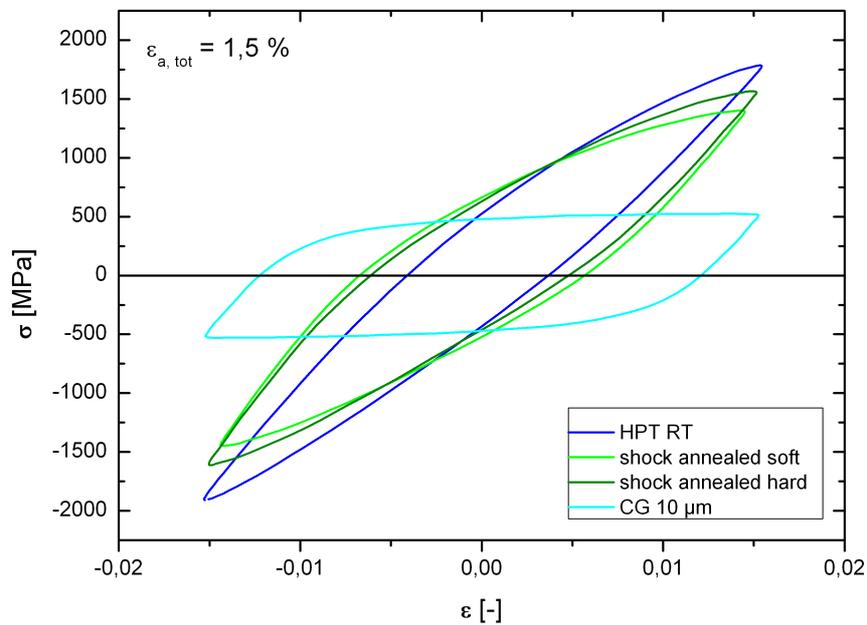
Für diese Dehnungsamplitude wurde also der Schnittpunkt zwischen den Dehnungswöhlerlinien des Ausgangsmaterials und der hochverformten Zustände erreicht, wie dies in 3.11 schematisch dargestellt ist. Es existiert demnach eine kritische Gesamtdehnungsamplitude, ab der die Lebensdauer der hochverformten Zustände für Dehnungsamplituden kleiner der kritischen, immer größer als die des grobkörnigen Ausgangsmaterials ist.

Eine Begründung für die deutlich höhere Lebensdauer des Zustands shock annealed, trotz größerem plastischen Dehnungsanteil bei den beiden höheren Gesamtdehnungsamplituden von $\epsilon_{a,tot} = 1 \%$ und $\epsilon_{a,tot} = 1,5 \%$, kann nicht gegeben werden. Für diese beiden Amplituden scheint aber die Initiierung des Ermüdungsrisses im Zustand HPT RT trotz verringerter plastischer Dehnung deutlich rascher zu erfolgen.

Betrachtet man die Hysteresekurven der hochverformten Zustände und des Ausgangsmaterials, so fällt auf, dass bei den hochverformten Zuständen die Entlastung zu einem hohen Grad inelastisch (Nichtlinearität) erfolgt, während beim grobkörnigen Ausgangsmaterial die Entlastung nahezu elastisch abläuft. Dieses Verhalten wurde auch in Be- und Entlastungszugversuchen bei kleiner plastischer Verformung beobachtet [17]. Daraus kann geschlossen werden, dass die Verformung in ultrafeinkörnigen Metallen sehr hohe Rückspannungen hervorruft, die bei der Entlastung zum erwähnten inelastischen Verhalten führen. Die hohen Rückspannungen werden dabei durch die starke Wechselwirkung der Versetzungen mit den Spannungsfeldern der Korngrenzen hervorgerufen [2].



(a) Hysteresekurven bei einer Gesamtdehnungsamplitude von $\epsilon_{a,tot} = 0,8\%$ - die Unterschiede in der Gesamtdehnung sind auf Frequenzänderungen zurückzuführen



(b) Hysteresekurven bei einer Gesamtdehnungsamplitude von $\epsilon_{a,tot} = 1,5\%$

Abbildung 3.20 Hysteresekurve bei halber Bruchlastspielzahl ermittelt am grobkörnigen Ausgangsmaterial und an den hochverformten Zuständen für unterschiedliche Gesamtdehnungsamplituden

In Abbildung 3.21(a) ist die Dehnungswöhlerkurve und die herkömmliche Spannungs-Wöhlerdarstellung (Abbildung 3.21(b)) für die durchgeführten Experimente dargestellt. Dabei wurden auch schon die spannungsgeregelten Versuche berücksichtigt. Bei der klassischen Wöhlerauftragung entspricht die Spannungsamplitude σ_a bei $N_B = 0,25 LW$ der Zugfestigkeit. Jene Proben die die "Dauerfestigkeit" von 10^7 Lastwechseln erreicht haben wurden in Abbildung 3.21(b) mit einem Pfeil markiert.

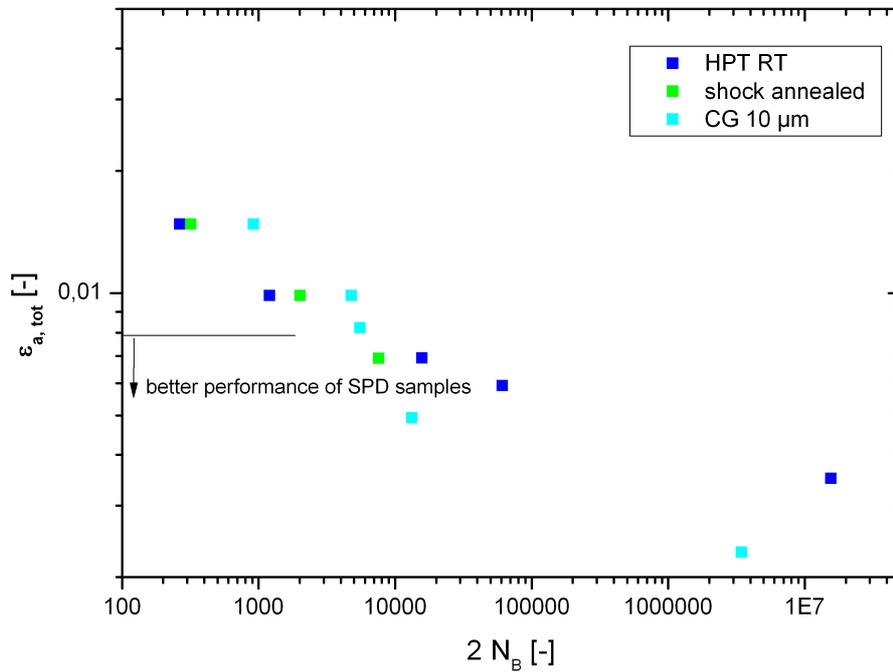
Aus diesen Auftragungen sieht man, dass durch die Hochverformung für spannungsgeregelte Versuche (siehe Abbildung 3.21(b)) immer höhere Lebensdauern erzielt werden können, als für das grobkörnige Ausgangsmaterial. Dabei kann eine Probe für gleiche Bruchlastspielzahl N_B mit etwa dreimal so hohen Spannungsamplituden σ_a beaufschlagt werden. Bei gleicher Spannung wird das ultrafeinkörnige Material in jedem Fall mit einem geringeren plastischen Dehnungsanteil belastet.

Wird hingegen die Dehnungsamplitude $\epsilon_{a,tot}$ vorgegeben (siehe 3.21(a)), so hängt es von der Höhe der Belastung ab, welcher Materialzustand die höhere Lebensdauer erzielt. Für sehr hohe plastische Anteile der Dehnung oder eben großen Gesamtdehnungen wird das grobkörnige Ausgangsmaterial aufgrund seiner besseren Duktilität höhere Bruchlastspielzahlen aufweisen. Je kleiner der plastische Anteil, also je weiter man in Richtung Langzeitermüdungsverhalten geht, desto besser wird die Performance des hochverformten Materials, das dann die auferlegte Dehnung schon zum Großteil elastisch erträgt. Dieser Übergang zu einer besseren Performance der hochverformten Zustände ist in Abbildung 3.21(a) markiert und entspricht dem Schnittpunkt der Dehnungswöhlerlinien in der schematischen Darstellung, Abbildung 3.11.

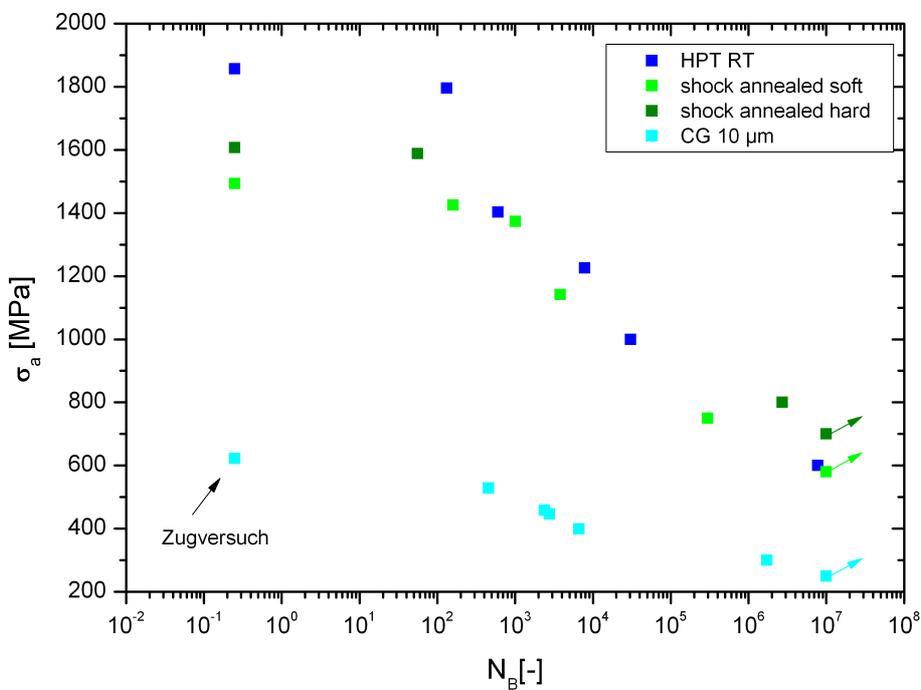
Aus Abbildung 3.21 lässt sich weiters feststellen, dass auch die ultrafeinkörnigen Zustände HPT RT und shock annealed übliche Verläufe für die Wöhlerkurve und Dehnungswöhlerkurve zeigen. Der Abfall der ertragbaren Spannungsamplitude σ_a in Richtung Dauerfestigkeit σ_D ist jedoch deutlich ausgeprägter.

Wie in Kapitel 3.3.1 beschrieben können die Lebensdauern im LCF Bereich und im HCF Bereich durch die Manson-Coffin-Gleichung und die Basquin-Gleichung beschrieben werden.

Für einen Manson-Coffin-Plot wird in doppellogarithmischer Darstellung die plastische Dehnungsamplitude $\epsilon_{a,pl}$ als Funktion der (doppelten) Bruchlastspielzahl N_B aufgetragen. Die Steigung der Geraden entspricht dem Ermüdungsduktilitätsexponenten c . Dafür wurde in dieser Arbeit auf die plastischen Dehnungsanteile in Tabelle 3.2 zurückgegriffen. Diese plastische



(a) Datenpunkte der Dehnungswöhlerkurve für die unterschiedlichen Materialzustände des Austenits A220



(b) Datenpunkte der Wöhlerlinie für die unterschiedlichen Materialzustände des Austenits A220

Abbildung 3.21 Klassische Spannungs-Wöhlerlinie und Dehnungswöhlerkurve für die hochverformten Zustände und das Ausgangsmaterial

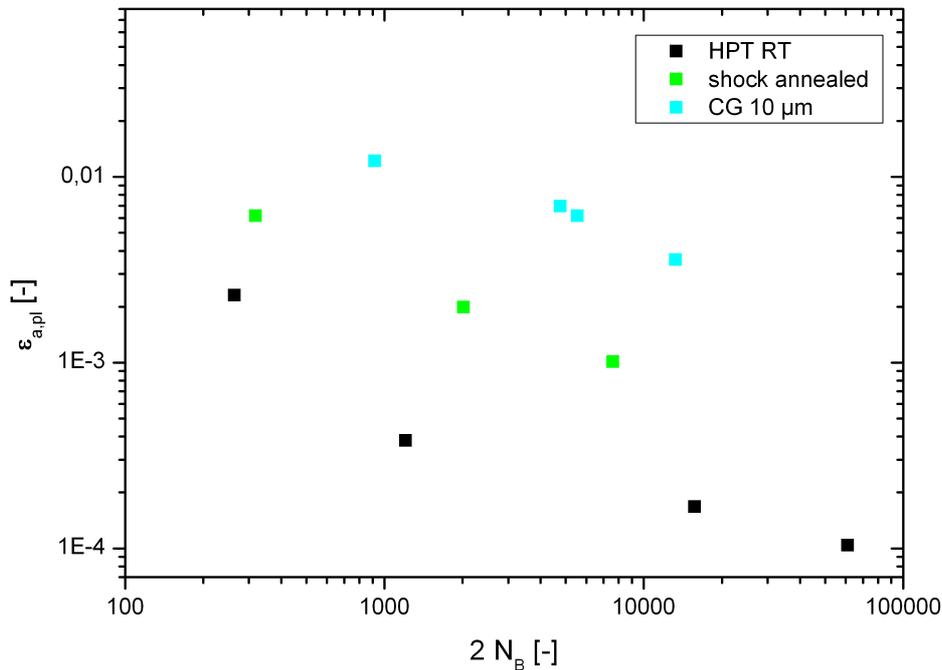


Abbildung 3.22 Darstellung der Versuchsergebnisse in einem Manson-Coffin-Plot

Amplitude wurde wie erwähnt nicht konstant gehalten, womit auch der Manson-Coffin-Plot, in Abbildung 3.22 nur als Näherung angesehen werden kann. Auch in dieser Darstellung sieht man das Problem der hochverformten Zustände, plastische Dehnungen zu ertragen - bei gleicher plastischer Dehnungsamplitude ergeben sich in jedem Fall geringere Bruchlastspielzahlen. Der Ermüdungsduktilitätsexponent c (Steigung der Geraden) ist aber für alle Zustände nahezu ident.

In den meisten Arbeiten in der Literatur zum LCF Verhalten hochverformter Metalle wird als Erklärung für die geringere Lebensdauer dieser Metalle meist auf deren verringerte Duktilität verwiesen, was natürlich berechtigt ist (vgl. Gleichung 3.4). Im Rahmen dieser Diplomarbeit wäre geplant gewesen, eine bruchmechanische Erklärung für dieses Verhalten zu liefern. Dafür wären in-situ LCF Versuche im Rasterelektronenmikroskop sowohl am grobkörnigen Ausgangsmaterial wie auch an den hochverformten Zuständen vorgesehen gewesen. Aus Zeitgründen und Problemen mit dem in-situ Zug-Druck-Modul für das REM konnten diese aber nicht durchgeführt werden. In diesen Versuchen sollten Vorversuche bestätigt werden, die zeigten, dass bei gleicher Rissöffnungsverschiebung $\Delta CTOD$ die Risswachstumsgeschwindigkeit $\frac{da}{dN}$ für die hochverformten Strukturen größer ist, als für den grobkörnigen Austeniten. Abbildung

3.23 zeigt das zu erwartende Verhalten schematisch für das grobkörnige Ausgangsmaterial und für ultrafeinkörnige Strukturen.

Eigentlich wäre ein genau gegenteiliges Verhalten zu erwarten. Aus Abbildung 3.23 ist ersichtlich, dass die Risswachstumsgeschwindigkeit $\frac{da}{dN}$ proportional der Rissöffnungsverschiebung $\Delta CTOD$ ist. $\Delta CTOD$ kann nach Gleichung 3.6 aber auch über das zyklische J-Integral ΔJ und die Fließspannung σ_y bestimmt werden, womit bei den hochverformten Zuständen, bedingt durch die deutlich höhere Fließspannung, eine verringerte Risswachstumsrate $\frac{da}{dN}$ zu erwarten wäre.

$$\frac{da}{dN} \propto \Delta CTOD \propto \frac{\Delta J}{\sigma_y}, \text{ wobei } \Delta J = \Delta J_{el} + \Delta J_{pl} \quad (3.6)$$

Warum dies dennoch nicht der Fall ist, kann auf drei mögliche Gründe zurückgeführt werden. Einerseits ist die kritische Rissöffnungsverschiebung $\Delta CTOD_{crit}$ für hochverformte Metalle (allgemein hochfeste Metalle) deutlich verringert, was auch in Abbildung 3.23 schematisch dargestellt ist. Zum zweiten stumpft sich die Rissspitze bei hochfesten Materialien nicht mehr so stark ab wie dies bei grobkörnigen Materialien der Fall ist. Außerdem könnte für die ultrafeinkörnigen Zustände ΔJ_{el} dominieren oder zumindest in der gleichen Größenordnung wie ΔJ_{pl} sein (vgl. Gleichung 3.6). Wie erwähnt stehen experimentelle Daten zur Überprüfung dieser Überlegungen aber noch aus.

Mehr Information über das zyklische Materialverhalten als aus den Hysteresekurven erhält man aus sogenannten Wechselverformungskurven. In diesen Wechselverformungskurven ist im Falle von dehnungsgesteuerten Versuchen die Entwicklung der Spannungsamplitude σ_a als Funktion der Lastspielzahl aufgetragen. Bei spannungsgesteuerten Versuchen würde man analog dazu die Dehnungsamplitude $\epsilon_{a,pl}$ als Funktion der Zyklenzahl auftragen. Man erhält damit Information über die Entwicklung des Ver- bzw. Entfestigungsverhalten oder die Stabilität eines zyklisch belasteten Werkstoffes über seine Lebensdauer. Vergleicht man unterschiedliche Werkstoffe miteinander, so ist es günstig die Spannungsamplitude σ_a als Funktion der akkumulierten plastischen Dehnung $\epsilon_{pl,akk}$ aufzutragen.

Die Abbildungen 3.24 und 3.25 zeigen die Wechselverformungskurven der hochverformten Zustände (3.24(a) und 3.24(b)), sowie des grobkörnigen Ausgangsmaterials (Abbildung 3.25(a)). Es ist anzumerken, dass die Schwankungen dieser Kurven auf die Nachjustierung der Regelgröße und die Veränderung der Frequenz (bei Versuchen mit kleiner Amplitude)

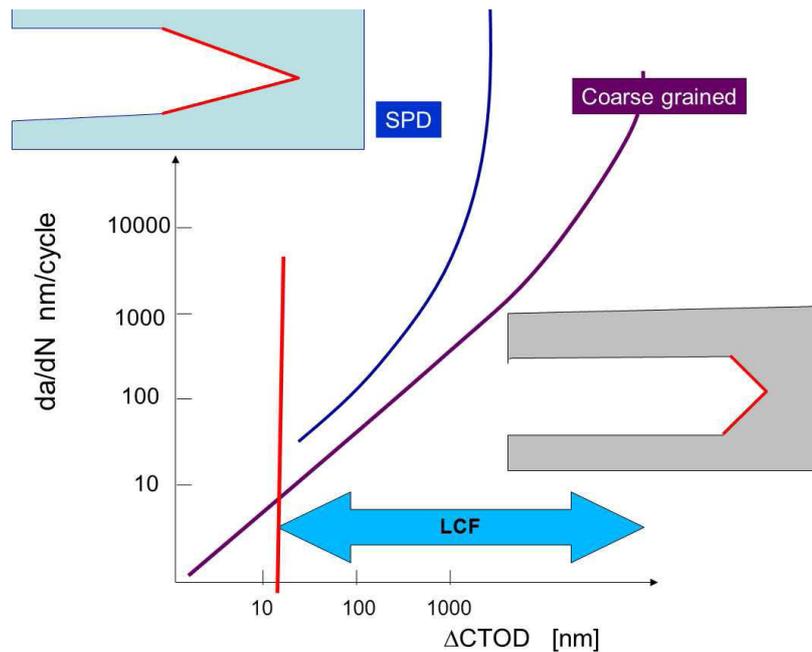
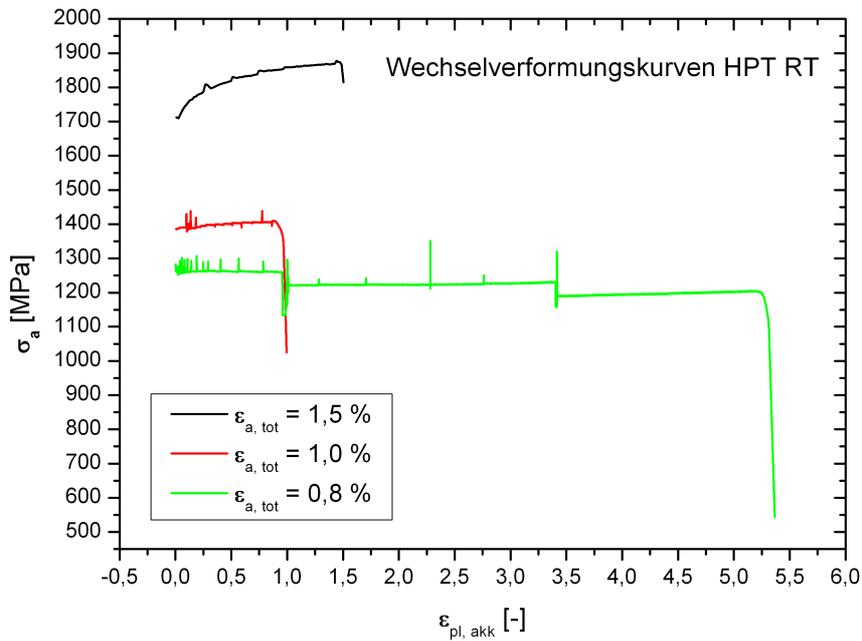


Abbildung 3.23 Bruchmechanische Erklärung für das LCF Verhalten hochverformter Strukturen nach R. Pippan. Bei gleichem $\Delta CTOD$ ist die Risswachstumsgeschwindigkeit $\frac{da}{dN}$ hochverformter Zustände größer.

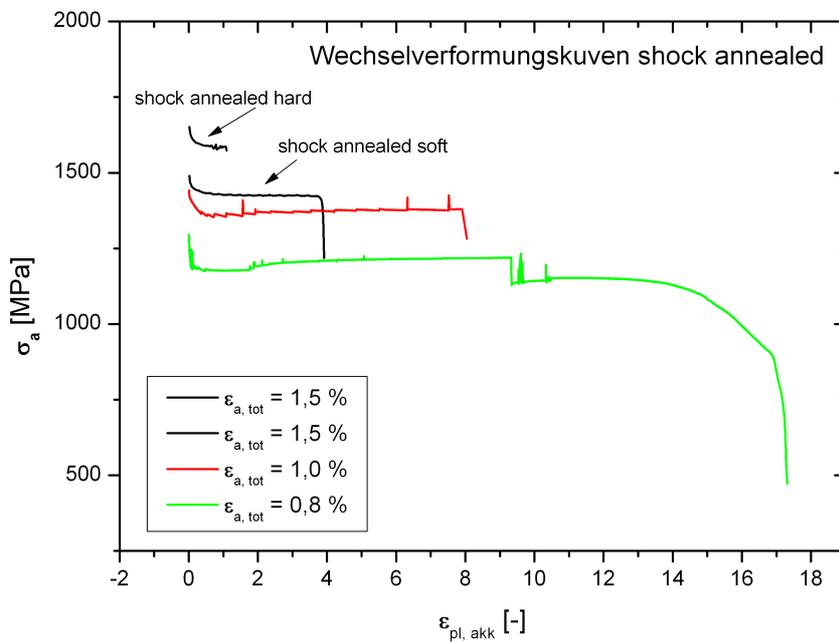
während des Versuchs zurückzuführen sind. Dennoch lassen sich einige Tendenzen über das zyklische Materialverhalten der verschiedenen Zustände ableiten.

Aus den Wechselverformungskurven ist ersichtlich, dass die über die Lebensdauer akkumulierte plastische Dehnung der hochverformten Zustände deutlich geringer ist. Wie in Kapitel 3.3.1 beschrieben zeigt das grobkörnige Material den klassischen Verlauf eines weichgeglühten Materials. In den ersten Lastwechseln steigt die Spannungsamplitude stark an, der Anstieg verlangsamt sich bis es schließlich die Sättigungsspannung erreicht wird. In den Wechselverformungskurven für das grobkörnige Material (Abbildung 3.25(a)) ist auch die Abnahme der Spannungsamplitude durch die Ausbreitung des Ermüdungsrisses ersichtlich.

Betrachtet man die Wechselverformungskurven der Zustände HPT RT und shock annealed so erkennt man, dass die Materialien über den Großteil der Lebensdauer zyklisch stabil sind. Interessant ist aber, dass der Zustand HPT RT trotz der hohen Verformung in den ersten Lastwechseln geringfügig verfestigt (siehe 3.24(a)). Die Verfestigung macht bei der mit $\epsilon_{a,tot} = 1,5\%$ verformten Probe etwa 100 MPa aus. Die Höhe der Verfestigung nimmt mit abnehmender Belastungsamplitude ebenfalls ab. Im Gegensatz dazu zeigt der Zustand shock annealed in den ersten Lastwechseln zyklische Entfestigung von etwa 70 MPa, siehe Abbildung

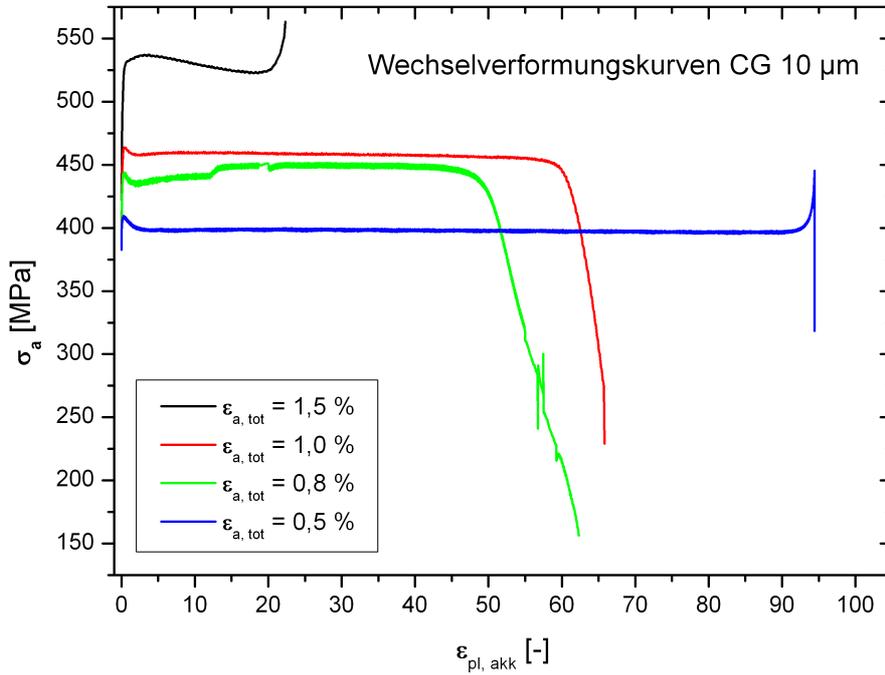


(a) Wechselverformungskurven des Zustands HPT RT bei unterschiedlichen Gesamtdehnungsamplituden - die Änderungen der Spannungsamplitude sind auf Frequenzänderungen zurückzuführen

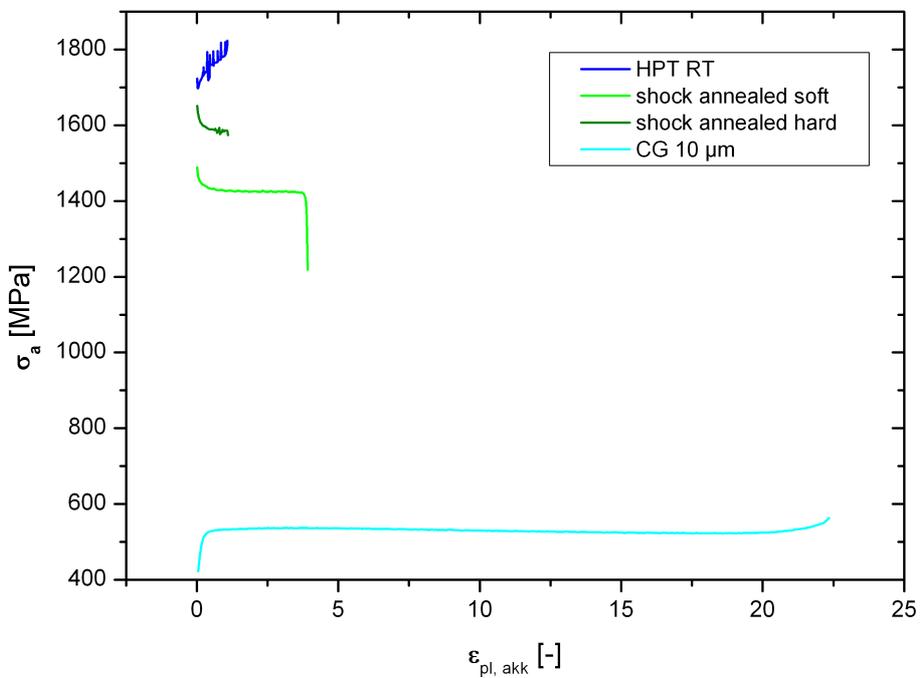


(b) Wechselverformungskurven des Zustands shock annealed bei unterschiedlichen Gesamtdehnungsamplituden - die Änderungen der Spannungsamplitude sind auf Frequenzänderungen zurückzuführen

Abbildung 3.24 Wechselverformungskurven der Zustände HPT RT und shock annealed, man beachte den Unterschied in der akkumulierten Dehnungsskala.



(a) Wechselverformungskurven des Ausgangsmaterials bei unterschiedlichen Gesamtdehnungsamplituden



(b) Wechselverformungskurven aller Zustände bei einer Gesamtdehnungsamplitude von $\epsilon_{a,tot} = 1,5 \%$

Abbildung 3.25 Wechselverformungskurven des Ausgangsmaterials und aller Zustände für eine Gesamtdehnungsamplitude von $\epsilon_{a,tot} = 1,5 \%$

3.24(b). Wie schon in Kapitel 3.3.1 erwähnt kann eine Ver- oder Entfestigung in sub- oder nanokristallinen Materialien aber nicht durch Anhäufung oder Annihilation von Versetzungen und deren Anordnung in typischen Strukturen (Sättigung) erklärt werden, da die Korngröße dieser Metalle deutlich kleiner ist als die typische Versetzungsstrukturgröße bei der Ermüdung von grobkörnigen Materialien.

Die zyklische Entfestigung hochverformter Metalle wurde in den bisherigen Arbeiten auf Scherbandbildung und/oder zyklische Kornvergrößerung zurückgeführt (vgl. [2], [17]). Die Kornvergrößerung ist dabei umso stärker ausgeprägt je höher die auferlegte Belastungsamplitude ist. Das Kornwachstum wird dabei auf dynamische Rekristallisation zurückgeführt, was auch Versuche bei tiefen Temperaturen, wo kaum oder kein Kornwachstum auftrat belegen. In einer aktuellen Arbeit an Aluminium konnte auch gezeigt werden, dass die Dicke der auftretenden Scherbänder proportional der plastischen Dehnungsamplitude ist [21]. Da in dieser Arbeit ein austenitischer Stahl untersucht wurde, sei erwähnt, dass Scherbandbildung auch an Eisenwerkstoffen beobachtet wurde [22]. In genannten Arbeiten konnte gezeigt werden, dass Scherbandbildung und Kornwachstum in ultrafeinkörnigen Materialien nicht unabhängig voneinander ablaufen. Die Matrix die die Scherbänder umgibt, ist nahezu unverändert im Vergleich zum Ausgangszustand - gröbere, leicht rotierte Körner finden sich nur in den Scherbändern. Anhand von Härtemessungen konnte auch klar gezeigt werden, dass die Härte in den Scherbändern um 20 - 30 % geringer war, als in der umgebenden Matrix, was natürlich zu beschleunigter Schädigung führen kann. Sollten Scherbänder also nicht nur oberflächennahe Phänomene sein, könnte man Scherbänder in ultrafeinkörnigen Materialien als Analogon zu den Persistenten Gleitbändern in normalkörnigen Werkstoffen sehen.

Wie und warum es in ultrafeinkörnigen Werkstoffen zu Scherbandbildung kommt ist nach wie vor unklar. Höppel und Mughrabi entwickelten aber zwei mögliche Modelle, wie es zur Ausbildung der Scherbänder und/oder der Kornvergrößerung kommen könnte. Einerseits könnte sich das Scherband durch eine lokale Kornvergrößerung, ausgelöst durch mikrostrukturelle Instabilitäten, ergeben von der sich die Verformungslokalisation ausbreitet und in ein Scherband übergeht. Die zweite Überlegung geht davon aus, dass der Wechsel der Verformungsrichtung von Scherverformung (ECAP, HPT) zu uniaxialer Verformung zur Scherbandbildung führt [2], [17].

In welchem Verhältnis Scherbandbildung und Kornvergrößerung zur zyklischen Entfestigung beitragen ist ebenfalls nicht geklärt. Nachdem für die Vergrößerung auch ausreichende Korn-grenzmobilität notwendig ist, kann eine starke Vergrößerung im Werkstoff A220 mit ziem-

licher Sicherheit ausgeschlossen werden. Es wurde versucht diese Aussage mit EBSD und BSE (Back Scattered Electron) Aufnahmen hochverformter Bereiche (Scherbänder an Oberfläche) im REM zu bestätigen. Aufgrund der Probengeometrie (Rundproben), der sehr kleinen Korngröße und eventuellen Klebstoffresten auf der Probe gelang dies allerdings nicht. Es ist aber anzunehmen, dass eine mögliche Vergrößerung nicht sehr ausgeprägt sein kann, da dieser Werkstoff zum einen mehr als 30 % Fremdatomanteil hat, zum anderen war es über den HPT-Prozess möglich den Austenit bis in die Sättigung zu verformen und so einen hohen Anteil stabiler Großwinkelkorngrenzen zu bekommen. Außerdem wurde der Werkstoff A220 mit einem Schmelzpunkt von $T_M \approx 1400 \text{ }^\circ\text{C}$, bei deutlich geringeren homologen Temperaturen geprüft als beispielsweise Kupfer oder Aluminium.

Kornvergrößerung oder/und Scherbandbildung können aber nun noch nicht die zyklische Verfestigung des Zustands HPT RT erklären. Möglicherweise laufen im Zustand HPT RT aber genau analoge Vorgänge ab, mit dem Unterschied, dass der Zustand HPT RT bei geringfügiger Vergrößerung in den Zustand HPT 450 °C "übergeht", der ja, wie in Kapitel 2.3 aus etwas größeren Körnern (20 - 30 nm größer) und kaum Substruktur besteht. Die Härtemessungen haben aber klar gezeigt, dass der Zustand HPT 450 °C die höheren Festigkeiten liefern würde. Es kann also vermutet werden, dass bei gleichen Mechanismen - Vergrößerung und Scherbandbildung - der Werkstoff in Richtung höherer Festigkeit vergrößert.

Die ausgezeichnete zyklische Stabilität des Materials in dieser Arbeit konnte in einer aktuellen Untersuchung eines äquivalenten austenitischen Stahls (316L), der über die ECAP-Route verformt wurde nicht gefunden werden. Die dort vorliegende kontinuierliche Entfestigung ist vermutlich durch strukturelle Instabilitäten begründet, da mit dem ECAP-Prozess keine Sättigungsstruktur des Austenits erreicht werden konnte. Leider wurde in der erwähnten Arbeit nicht untersucht, ob die starke Entfestigung auf Kornwachstum zurückzuführen ist [5]. Abgesehen von der geringfügigen Ver- oder Entfestigung zu Beginn der Verformung ist das Material aber zyklisch sehr stabil, was neben dem deutlich höheren Spannungsniveau ein wesentlicher Vorteil gegenüber grobkörnigen und kaltverfestigten Austeniten ist, die eine kontinuierliche Entfestigung über die Lebensdauer zeigen [23].

3.3.4 Schädigung und Bruchverhalten bei zyklischer Belastung

Ähnlich wie bei den Zugversuchen (siehe Kapitel 3.2.2) versagten die hochverformten Zustände HPT RT und shock annealed durch Scherbandbildung. Die Initiierung des Ermüdungsrissses

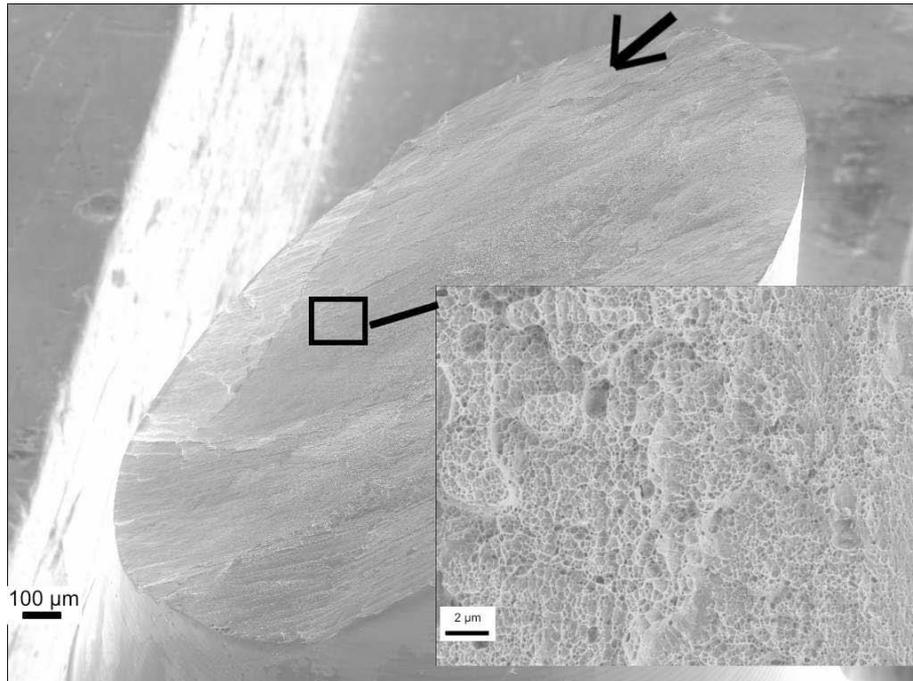


Abbildung 3.26 Übersicht der Ermüdungsbruchfläche sowie ein Detail der mikroduktilen Restbruchfläche einer Probe des Zustandes shock annealed ($\epsilon_{a,tot} = 1\%$)

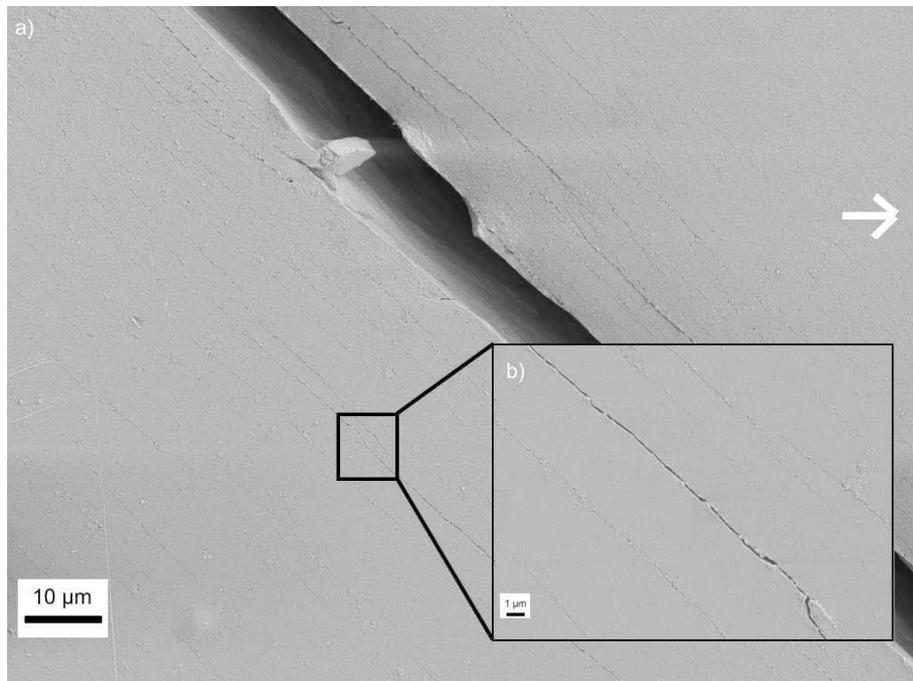


Abbildung 3.27 Verformungslokalisierung und Ermüdungsrissinitiierung an Scherbändern an der Oberfläche einer Probe des Zustandes shock annealed ($\epsilon_{a,tot} = 1,5\%$). Der Pfeil kennzeichnet die Belastungsrichtung. Bild a) zeigt den Ermüdungsriss neben dem sich zahlreiche weitere Scherbänder gebildet haben. Bild b) zeigt ein Detail eines gebildeten Scherbandes

erfolgt in einem der gebildeten Scherbänder, wo die Verformung lokalisiert. Der Ermüdungsriss verläuft dabei unter etwa 45° zur Belastungsachse, den Ebenen höchster makroskopischer Schubspannung. Dadurch liegt eine Mixed-Mode Belastung des Risses vor (Mode I und Mode II). Abbildung 3.26 zeigt eine Übersicht über die Bruchfläche einer Ermüdungsprobe des Zustands shock annealed, sowie ein Detail der mikroduktilen Restbruchfläche. In unmittelbarer Umgebung zum Ermüdungsriss sind an der Probenoberfläche weitere Schädigung an Scherbändern zu erkennen (Abbildung 3.27).

Die Scherbandbildung bei der zyklischen Verformung muss aber nicht unbedingt nach den gleichen Mechanismen wie bei monotoner Belastung ablaufen. Warum bei hochverformten Metallen häufig Verformungslokalisierung in Form von Scherbändern auftritt ist noch unklar.

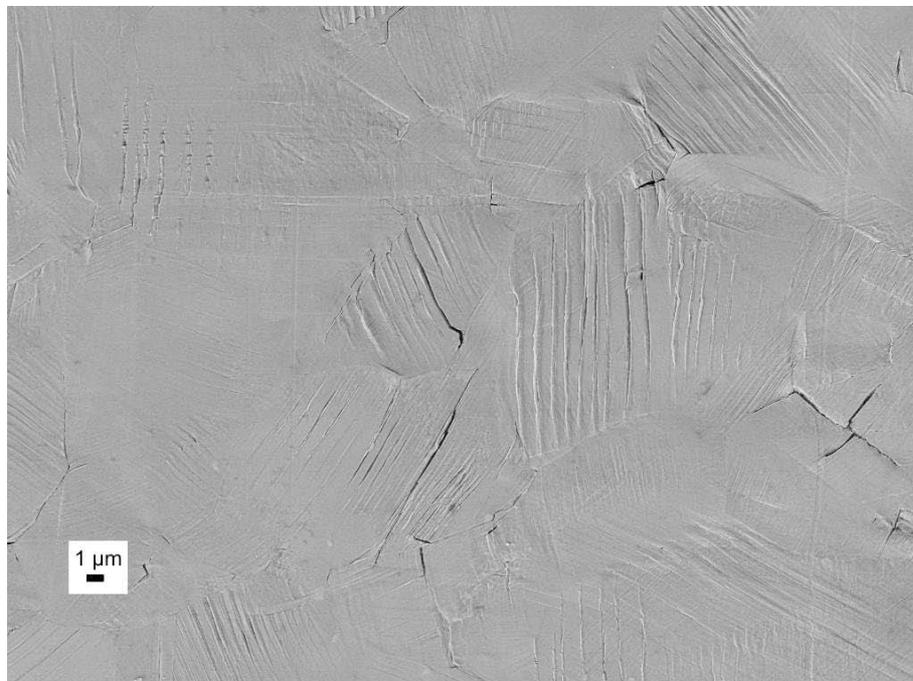


Abbildung 3.28 Ermüdungsrissinitiierung im grobkörnigen Ausgangsmaterial an Korngrenzen und Gleitbändern

Im grobkörnigen Ausgangsmaterial entstehen Risse an der Oberfläche zunächst bevorzugt an Korngrenzen oder Gleitbändern im Korn. Dies ist auch aus Abbildung 3.28 und 3.29(a) ersichtlich und in Übereinstimmung mit der Literatur [24].

In normalkörnigen Metallen wächst der Ermüdungsriss von oberflächennahen Bereichen oder direkt von der Oberfläche normal zur Belastungsrichtung (Mode I). Aufgrund der hohen Zähigkeit des Materials ist die Restbruchfläche sehr klein, speziell bei den kleineren Lastampli-

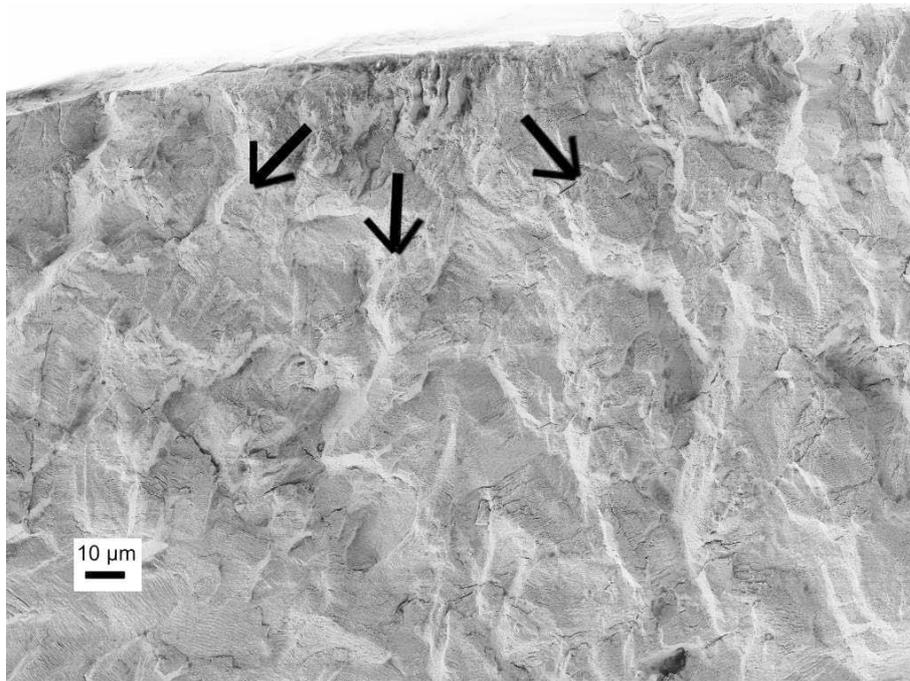
tuden wächst der Ermüdungsriss fast durch die gesamte Probe. Der Restbruch selbst ist duktil, im Bereich des Ermüdungsrisses sind die typischen Schwingungstreifen zu sehen (Abbildung 3.29(b)).

3.4 Langzeitermüdungsversuche/Dauerfestigkeit

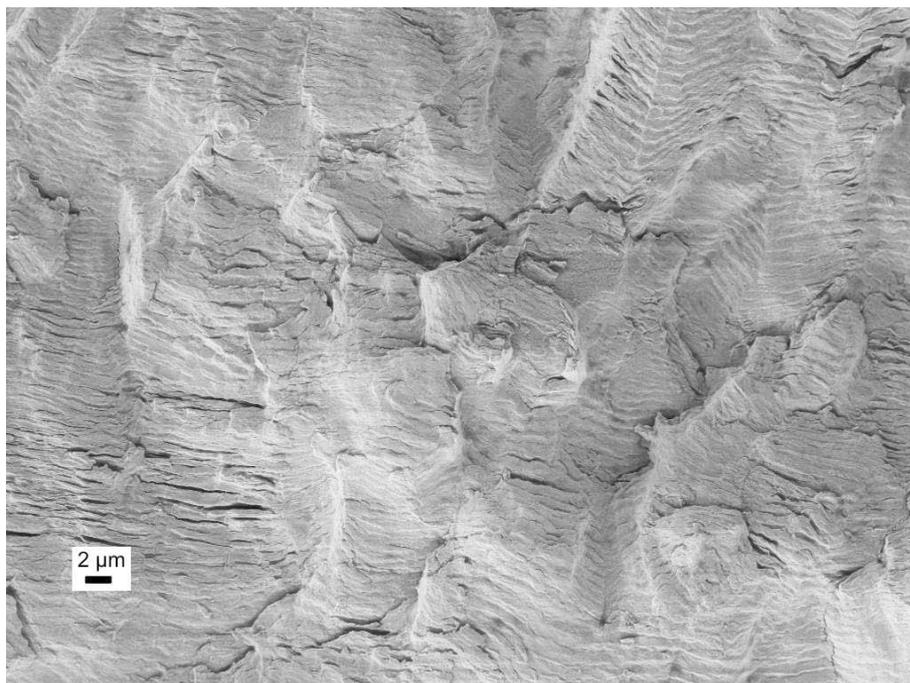
Um das Dauerfestigkeitsniveau der hochverformten Materialien zu ermitteln wurden spannungsgesteuerte Versuche mit einem Spannungsverhältnis von $R = -1$ an einer elektro-mechanischen Prüfeinheit (RUMUL) durchgeführt. Alle Versuche wurden mit einer Frequenz von 100 Hz durchgeführt. Der Versuchsaufbau war dabei äquivalent zu den Kurzzeitermüdungsversuchen, siehe Abbildung 3.10. Da die Proben aber über ihre Länge einen veränderlichen Radius hatten (hour-glass-shape), konnte die Dehnung mit dem Dehnungsaufnehmer der LCF Versuche nicht mitgemessen werden. Jedoch wurden an einigen LCF-Proben Versuche mit kleinen Dehnungsamplituden durchgeführt, die dem Spannungsniveau der HCF Versuche entsprechen. Damit sind auch für einige HCF-Versuche die vorliegende Gesamtdehnungsamplitude, sowie die plastische Amplitude bekannt.

Obwohl für kubisch flächenzentrierte Metalle keine Dauerfestigkeit σ_D im Sinne eines Plateauwertes existiert, wird sie für diese Metalle meist mit jener Spannungsamplitude σ_a definiert, bei der 10^7 Lastwechsel ohne Bruch ertragen werden können.

Um das Dauerfestigkeitsniveau σ_D der hochverformten Zustände und des Ausgangszustandes zu bestimmen, wurden Stufenversuche durchgeführt. Dabei wurde die Probe zunächst mit einer Spannungsamplitude von etwa einem Drittel der Zugfestigkeit beaufschlagt, da davon ausgegangen werden kann, dass die Probe diese Amplitude 10^7 Lastwechsel ertragen kann. War dies der Fall, so wurde die Spannungsamplitude um 100 MPa erhöht. Diese verhältnismäßig große Steigerung ist notwendig um Lastfolgeeffekte möglichst auszuschließen (Trainiereffekt). Sollte die Probe auch zu diesem Zeitpunkt noch nicht gebrochen sein, wird das Lastniveau erneut erhöht, bis die Probe schließlich bei Lastspielzahlen $< 10^7$ versagt. Damit ist in etwa der Spannungsbereich für die Dauerfestigkeit ermittelt. Mit weiteren Proben, die mit Spannungsamplituden in diesem ermittelten Bereich beaufschlagt werden lässt sich somit die Dauerfestigkeit für diesen Zustand relativ genau ermitteln. Tabelle 3.3 gibt eine Übersicht über die durchgeführten Langzeitermüdungsexperimente. In dieser Tabelle sind die Spannungsamplituden ($\sigma_{a,1}$ bis $\sigma_{a,4}$) der Stufenversuche sowie die Frequenz ν aufgeli-



(a) Ausgang des Ermüdungsrisses (mit Pfeilen markiert) für das Ausgangsmaterial



(b) Ermüdungsbruchfläche einer grobkörnigen Probe mit typischen Schwingungsstreifen (striations), Abstand vom Rissausgang $\approx 500 \mu\text{m}$

Abbildung 3.29 REM Aufnahmen der Bruchfläche einer grobkörnigen Probe belastet bei einer Dehnungsamplitude von $\epsilon_{a,tot} = 0,8 \%$

stet. Die Bruchlastspielzahl N_B bezieht sich dabei auf die letzte Belastungsamplitude, alle vorherigen Belastungen wurden 10^7 Lastwechsel ertragen. Wie schon bei den Zug- und Kurzzeitermüdungsversuchen steht die Zahl bei der Probenbezeichnung für die Scheibe aus der die HCF-Probe entnommen wurde.

Da speziell bei Langzeitermüdungsversuchen die Oberfläche der Probe einen sehr großen Einfluss auf die Lebensdauer hat, wurden die Proben ausschließlich optisch vermessen um keine Kratzer oder Riefen durch die Schiebelehre zu erzeugen. Durch Riefen kann die Initiierung des Ermüdungsrisses beschleunigt werden, die aber gerade im Langzeitermüdungsbereich der bestimmende Schritt ist.

Tabelle 3.4 können die ermittelten Dauerfestigkeiten für die einzelnen Zustände entnommen werden. Eine Übersicht über alle durchgeführten Versuche kann Tabelle 3.3 entnommen werden.

Es sei darauf hingewiesen, dass bedingt durch die kleine Anzahl an Proben, die angegebenen Daten für die Dauerfestigkeit σ_D nur als Richtwert zu sehen sind, also den Bereich in dem die Dauerfestigkeit liegt entsprechen. Speziell bei der Bestimmung der Dauerfestigkeit des Ausgangszustandes konnten nur zwei Versuche durchgeführt werden. Der Grund dafür liegt im sehr kleinen Probendurchmesser von etwa 1,35 mm. Durch die geringe Streckgrenze dieses Zustandes wurden weitere Proben bereits beim mechanischen Polieren der Oberfläche verformt. Trotzdem kann auch mit dieser geringen Anzahl an Stufenversuchen das Niveau der Dauerfestigkeit einigermaßen abgeschätzt werden.

Anhand der durchgeführten Experimente konnte gezeigt werden, dass bedingt durch die hohen Festigkeiten, auch das Dauerfestigkeitsniveau der hochverformten Strukturen mehr als doppelt so hoch liegt, wie das des normalkörnigen Materials (etwa 250 MPa). Dies kann durch die schwierigere Rissinitiierung in den hochverformten Zuständen erklärt werden, die bei diesen hohen Lastspielzahlen Lebensdauerbestimmend ist. Anhand von Rissfortschrittmessungen an hochverformten Metallen weiß man aber, dass zwar die Initiierung in diesen feinkörnigen Materialien erschwert ist, aufgrund von fehlenden Riss-schließmechanismen (Rauigkeitsriss-schließen) ist die Risswachstumsrate gegenüber den grobkörnigen Metallen aber erhöht [25].

Nachdem zwei Versuche an bei Raumtemperatur hochverformtem Material zwei Mal fast exakt die gleiche Bruchlastspielzahl ergeben haben kann angenommen werden, dass Oberflä-

Zustand	\varnothing [mm]	ν [Hz]	$\sigma_{a,1}$ [MPa]	$\sigma_{a,2}$ [MPa]	$\sigma_{a,3}$ [MPa]	$\sigma_{a,4}$ [MPa]	N_B [-]
24_1 HPT RT	1,377	106	600				7782800
11_2 HPT RT	1,370	106	600				7619100
11_1 HPT RT	1,353	106	500	550	580	600	2860000
23_2 HPT RT	1,325	106	580	1000			30500
23_2 HPT RT	1,325	106	580	1000			30500
20_1 shock annealed	1,367	106	500	600	700	800	2713900
20_2 shock annealed	1,328	106	750				298300
22_2 shock annealed	1,353	106	550	650			154300
22_1 HPT RT	1,341	106	580	750			57000
CG 10 μm	1,422	106	200	300			1720800

Tabelle 3.3 Übersicht über die durchgeführten spannungsgeregelten Langzeitermüdungsversuche

Zustand	Dauerfestigkeit σ_D [MPa]
CG 10 μm	≈ 250
HPT RT	580
shock annealed_soft	580
shock annealed_hard	≈ 750

Tabelle 3.4 Dauerfestigkeitswerte der einzelnen Zustände

cheneinflüsse oder Einflüsse der Herstellung vernachlässigbar sind. Wie erwähnt konnten am grobkörnigen Material leider nur zwei Versuche durchgeführt werden, da zwei weitere vorgeplante Proben bedingt durch den kleinen Durchmesser von etwa 1,35 mm schon beim Polieren der Oberfläche verbogen wurden. Das so ermittelte Niveau von rund 250 MPa ist aber in guter Übereinstimmung mit Daten für diesen austenitischen Stahl. Auffallend stark streuten wieder die Werte für den Zustand shock annealed, für den einmal ein Dauerfestigkeitsniveau von etwa 750 MPa ermittelt wurde, an anderen Proben nur etwa 600 MPa, was etwa dem Niveau des Zustandes HPT RT entspricht. Wie schon im Kapitel 3.2.1 angemerkt, resultiert diese Streuung aus den unterschiedlichen Anteilen von groben und feinen Körnern der Struktur, siehe Abbildung 2.2. Dies erklärt auch, warum mit einer Probe dieses Zustandes deutlich höhere Werte für die Dauerfestigkeit ermittelt wurden. Dieser Zustand wurde in Tabelle 3.4 als shock annealed_hard bezeichnet.

Erstaunlich war aber, dass bei den hochverformten Zuständen nicht der Zustand mit der höchsten Festigkeit (HPT RT) die höchste Dauerfestigkeit aufweist, sondern shock annealed im "harten" Zustand. Ein Grund dafür könnten die durch die Hochverformung in ausreichendem Maße vorliegenden mobilen Versetzungen sein, die auch bei kleinen Spannungen noch zu Mikroplastizität führen. Eine genaue Betrachtung der Zugversuchsdaten bei niedrigen Dehnungen widerlegt diese Aussage zwar nicht, dennoch müssten Mikroplastizitätszugversuche durchgeführt werden um eine fundierte Aussage treffen zu können. Für die geglähten Proben mit geringem grobkörnigem Anteil (shock annealed hard) kann man vermutlich den Bereich der Mikroplastizität zu höheren Spannungsamplituden verschieben. Für ein Optimum an Dauerfestigkeit wäre demnach ein erholtes Gefüge mit möglichst feinem Korn vorteilhaft!

Auch wenn das Dauerfestigkeitsniveau $\sigma_D = 580 \text{ MPa}$ für den Zustand HPT RT nicht so hoch wie erwartet liegt, erreicht man trotzdem Werte, die mit jenen von normalkörnigen, hochfesten Duplexstählen oder ferritischen Stählen vergleichbar sind. Auch für austenitische Stähle gibt es, wie für andere Werkstoffklassen, empirische Zusammenhänge zwischen Zugfestigkeit

und Dauerfestigkeit. In [5] findet sich ein entsprechender Wert von 0,4 für das Verhältnis von Dauerfestigkeit zu Zugfestigkeit. Dieser Wert wird für den Zustand HPT RT nicht erreicht, dennoch fanden sich auf den Bruchflächen keine Hinweise auf defektkontrolliertes Versagen. Ähnlich den LCF Proben lag die Bruchfläche auch bei den Proben der HCF Versuche etwa unter 45° zur Belastungsachse.

An LCF Proben wurden auch Versuche bei sehr kleinen Belastungsamplituden durchgeführt, die in etwa dem Spannungsniveau der Langzeitermüdungsversuche entsprechen. Ziel war es, die plastische Dehnungsamplitude $\epsilon_{a,pl}$ für diese Belastungen zu ermitteln. Abbildung 3.30 zeigt die bei diesen Belastungen ermittelten Hysteresekurven. Für den Zustand HPT RT wurde dabei ein spannungsgeregelter Versuch mit einer Amplitude von $\sigma_a = 600 \text{ MPa}$, für das Ausgangsmaterial ein dehnungsgeregelter Versuch mit einer Amplitude von $\epsilon_{a,tot} = 1,3 \cdot 10^{-3}$ durchgeführt. Für das Ausgangsmaterial wurde ein Spannungsniveau von 270 MPa, was noch etwas über dem Dauerfestigkeitsniveau liegt, erreicht.

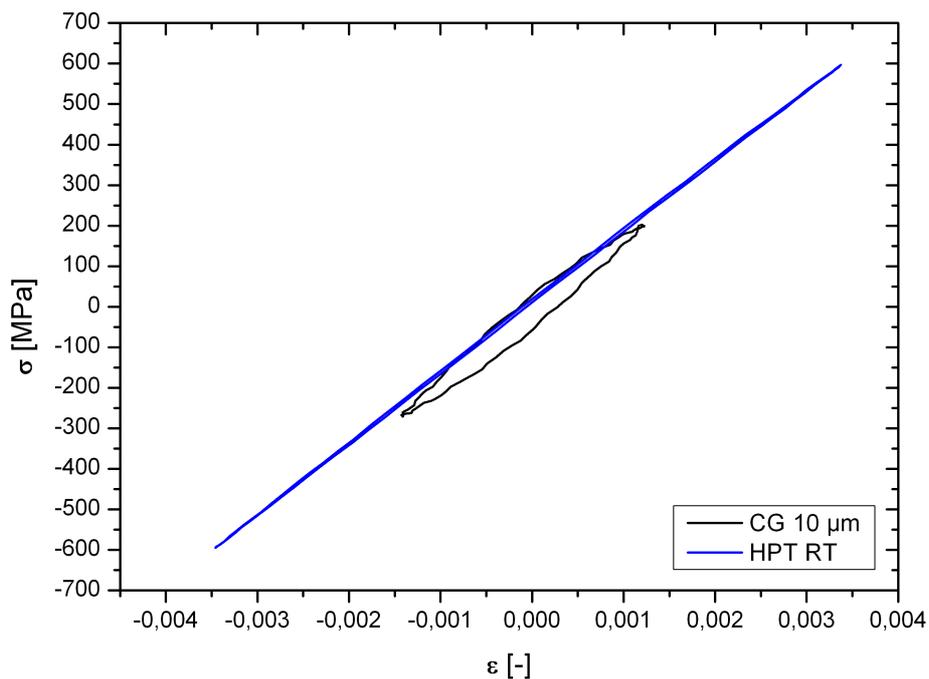


Abbildung 3.30 Hysteresekurven des Ausgangsmaterials und des Zustands HPT RT für den Bereich der Dauerfestigkeit

Die plastischen Dehnungsanteile der beiden Versuche betragen $\epsilon_{a,pl} = 2 \cdot 10^{-5}$ für den Zustand HPT RT und $\epsilon_{a,pl} = 2,06 \cdot 10^{-4}$ für den Ausgangszustand. Diese Ergebnisse stimmen

gut mit den Arbeiten von Klesnil et al. überein, wonach die Dauerfestigkeit im Bereich plastischer Dehnungsamplituden von $1 \cdot 10^{-4}$ - $1 \cdot 10^{-5}$ liegt [19]. Diese Faustregel scheint also auch für submikro- und nanokristalline Materialien zu gelten, zumindest solange plastische Verformung durch Versetzungen getragen wird.

Kapitel 4

Zusammenfassung

Ultrafeinkörnige und nanokristalline Werkstoffe, die durch Methoden der Hochverformung hergestellt werden, stellen eine neue Klasse von Werkstoffen dar. Durch die Hochverformung können die mechanischen Eigenschaften des Ausgangsmaterials über weite Bereiche verändert werden. Das Interesse an diesen neuartigen Materialien zeigt auch der steigende Anteil an Forschungsarbeiten auf diesem Gebiet. Durch größere Probenabmessungen bei der Hochverformung in den letzten Jahren wurde auch die Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften wie Zähigkeit oder Ermüdungsverhalten möglich. Für potentielle Anwendungen, beispielsweise für medizinische Implantate, sind gerade die Ermüdungseigenschaften von großer Relevanz. In den letzten Jahren wurden vor allem Studien über das Ermüdungsverhalten ultrafeinkörniger Reinelemente wie Kupfer, Titan oder Aluminium durchgeführt, um die grundsätzlichen Mechanismen der Materialermüdung an ultrafeinkörnigen Werkstoffen zu verstehen. Daten über Strukturwerkstoffe, wie zum Beispiel austenitische Stähle, sind aber rar.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden die Auswirkungen der Hochverformung auf das Ermüdungsverhalten eines austenitischen Stahles (316L) untersucht. Dabei wurden Proben über den HPT Prozess hochverformt und durch Variation der Verformungsparameter und einer nachfolgenden Glühbehandlung drei unterschiedliche Strukturen mit Korngrößen von 50 nm bis 800 nm eingestellt um auch den Struktureinfluss dieser ultrafeinkörnigen Materialien auf die Ermüdungseigenschaften besser zu verstehen.

Im Anschluss an die Hochverformung und die Probenfertigung wurden Zug- und Ermüdungsversuche an den hochverformten Zuständen und dem Ausgangsmaterial durchgeführt um einen direkten Vergleich der mechanischen Eigenschaften zwischen nanokristallinem und grobkör-

nigen Material zu ermöglichen. Trotz der limitierten Probengröße mit 3 mm Messlänge konnte mit einem kleinen Dehnungsaufnehmer die Dehnung direkt an der Probenoberfläche gemessen werden.

Die Ermüdungsversuche wurden dabei in gesamtdehnungsgeregeltem und spannungsgeregeltem Modus durchgeführt. Bereits aus den Zugversuchen war zu sehen, dass die Festigkeit der hochverformten Zustände um das Dreifache auf 1900 MPa erhöht werden konnte, jedoch verminderte sich damit auch die Duktilität deutlich. Ähnliche Ergebnisse zeigen die Ermüdungsversuche, wo im LCF Bereich eine deutlich geringere Bruchlastspielzahl ermittelt wurde. Die Dauerfestigkeit konnte mit 600 MPa gegenüber dem grobkörnigen Ausgangsmaterial mehr als verdoppelt werden. Während in spannungsgeregelten Versuchen in jedem Fall die Lebensdauer der hochverformten Zustände deutlich erhöht ist, hängt dies bei dehnungsgeregelten Versuchen stark von der Höhe der Dehnungsamplitude ab. Der größte Vorteil der untersuchten hochverformten Strukturen gegenüber stark kaltverfestigten Austeniten liegt neben dem deutlich höheren ertragbaren Spannungsniveau vor allem in der zyklischen Stabilität des Materials.

Aus Untersuchung der Bruchflächen und der Oberflächen der Proben im Rasterelektronenmikroskop war ersichtlich, dass sowohl bei zyklischer Belastung als auch im Zugversuch bei den hochverformten Strukturen andere Schädigungsmechanismen wirksam sind. In beiden Fällen ist Scherbandbildung ein wesentlicher Schädigungsmechanismus. Um zu klären, welche Mechanismen zur Entstehung dieser Scherbänder beitragen sind aber weitere Untersuchungen notwendig.

Abbildungsverzeichnis

2.1	Gängige Methoden der Hochverformung und die verwendete HPT Anlage am ESI	5
2.2	Mikrostruktur des austenitischen Stahls A220 im Ausgangszustand sowie im hochverformten Zustand	
2.3	Lage der Positionen der EDX Analysen in einer shock annealed Probe	11
2.4	Probenentnahme und Probenskizzen für die LCF und HCF Versuche	12
3.1	Härteverläufe in den HPT verformten und wärmebehandelten Proben	15
3.2	Technisches Spannungs-Dehnungsdiagramm der unterschiedlichen Zustände des austenitischen Stahls	
3.3	Verformungsmechanismen in Abhängigkeit der Korngröße [15]	20
3.4	Oberfläche einer grobkörnigen Zugprobe die bis zum Bruch belastet wurde	24
3.5	Duktile Bruchfläche einer grobkörnigen Zugprobe mit typischer Wabenstruktur	25
3.6	Scherbänder an der Oberfläche einer bis zum Bruch belasteten Zugprobe des Zustandes HPT RT	
3.7	Einschnürung einer bei Raumtemperatur HPT verformten Zugprobe	27
3.8	Mikroduktiler Bruch einer Zugprobe des Zustands HPT RT	28
3.9	Typischer Verlauf einer Wechselverformungskurve und Ausbildung von Versetzungsstrukturen bei	
3.10	Versuchsaufbau für die LCF-Versuche	31
3.11	Schematische Darstellung der Verläufe der Dehnungswöhlerlinien für normalkörnige und hochverformte	
3.12	Darstellung der unerwünschten Mittelspannung und Mitteldehnungsverschiebung in gesamtdehnungs-	
3.13	Vergleich eines spannungsgeregelten Versuchs an einer grobkörnigen Probe bei Auftragung über	
3.14	Drift der elastischen Geraden in einem spannungsgeregelten Versuch einer Testprobe aus W720	
3.15	Verschiedene Anordnungen der Messschneiden an der Probenoberfläche	39
3.16	Spannungsgeregelte Versuche mit unterschiedlicher Anpresskraft der Messschneiden an Proben d	
3.17	Verringerung der auftretenden Verschiebung der Maximalkraft über die Versuchsdauer durch den	
3.18	Hysteresekurve für das grobkörnige Ausgangsmaterial bei einer Gesamtdehnungsamplitude von ϵ	
3.19	LCF-Versuche mit 1 % Gesamtdehnungsamplitude an den hochverformten Zuständen	47
3.20	Hysteresekurve bei halber Bruchlastspielzahl ermittelt am grobkörnigen Ausgangsmaterial und an	
3.21	Klassische Spannungs-Wöhlerlinie und Dehnungswöhlerkurve für die hochverformten Zustände	
3.22	Darstellung der Versuchsergebnisse in einem Manson-Coffin-Plot	53
3.23	Bruchmechanische Erklärung für das LCF Verhalten hochverformter Strukturen nach R. Pippan.	

- 3.24 Wechselverformungskurven der Zustände HPT RT und shock annealed, man beachte den Untersc
- 3.25 Wechselverformungskurven des Ausgangsmaterials und aller Zustände für eine Gesamtdehnungs
- 3.26 Übersicht der Ermüdungsbruchfläche sowie ein Detail der mikroduktilen Restbruchfläche einer P
- 3.27 Verformungslokalisation und Ermüdungsrissinitiierung an Scherbändern an der Oberfläche einer
- 3.28 Ermüdungsrissinitiierung im grobkörnigen Ausgangsmaterial an Korngrenzen und Gleitbändern
- 3.29 REM Aufnahmen der Bruchfläche einer grobkörnigen Probe belastet bei einer Dehnungsamplitud
- 3.30 Hysteresekurven des Ausgangsmaterials und des Zustands HPT RT für den Bereich der Dauerfes

Tabellenverzeichnis

2.1	Chemische Zusammensetzung A220 in Massenprozent (Böhler Handbuch 2006)	6
2.2	Übersicht über die Umformparameter	6
2.3	EDX Analyse des Zustandes shock annealed. Die Lage der Analysepositionen ist in Abbildung 2	
3.1	Mechanische Kennwerte A220 im Ausgangszustand und im hochverformten Zustand aus dem Zu	
3.2	Übersicht über die Versuchsparameter der Kurzzeitermüdungsversuche	45
3.3	Übersicht über die durchgeführten spannungsgeregelten Langzeitermüdungsversuche	65
3.4	Dauerfestigkeitswerte der einzelnen Zustände	66

Literaturverzeichnis

- [1] A. Hohenwarter; R. Pippan. An overview on the fracture behavior of metals processed by high pressure torsion. *Materials Science Forum*, 667-669:671–676, 2011.
- [2] H. Mughrabi; H.W. Höppel. Cyclic deformation and fatigue properties of very fine-grained metals and alloys. *International Journal of Fatigue*, 32:1413–1427, 2010.
- [3] G. Khatibi et al. High cycle fatigue behaviour of copper deformed by high pressure torsion. *International Journal of Fatigue*, 32:269–278, 2010.
- [4] S. Scheriau. *Severe Plastic Deformation of Ferritic and Austenitic Steels*. Dissertation, Montanuniversität Leoben, 2009.
- [5] A. Vinogradov et al. Enhanced fatigue properties of nanostructured austenitic SUS 316L stainless steel. *Acta Materialia*, 59:7060–7069, 2011.
- [6] M. Dao et al. Toward a quantitative understanding of mechanical behavior of nanocrystalline metals. *Acta Materialia*, 55:4041–4065, 2007.
- [7] Y. Iwahashi; Z. Horita; M. Nemoto et al. The process of grain refinement in Equal-Channel-Angular-Pressing. *Acta Materialia*, 46:3317–3331, 1998.
- [8] R. Pippan et al. Saturation of fragmentation during severe plastic deformation. *Annual Review of Materials Research*, 40:319–343, 2010.
- [9] A. Bachmaier. *Generation of bulk nanocomposites by severe plastic deformation*. Dissertation, Montanuniversität Leoben, 2011.
- [10] T.G. Langdon et al. The evolution of homogeneity in processing by high-pressure torsion. *Acta Materialia*, 55:203–212, 2007.

- [11] Y. Murakami. *Metal Fatigue: Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions*. Elsevier, 2002.
- [12] G. Gottstein. *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Springer Verlag, 2007.
- [13] Y.M. Wang; E. Ma. Three strategies to achieve uniform tensile deformation in a nanostructured metal. *Acta Materialia*, 52:1699–1709, 2004.
- [14] P.W. Kao; C.Y. Yu; C.P. Chang. Transition of tensile deformation behaviors in ultrafine-grained aluminum. *Acta Materialia*, 53:4019–4028, 2005.
- [15] L. Olejnik; A. Rosochowski. Methods of fabricating metals for nano-technology. *Bulletin of the Polish Academy of Sciences*, 53:413–423, 2005.
- [16] V.M. Segal et al. Tensile testing of ultra fine grained metals. *Materials Science and Engineering A*, 422:321–326, 2006.
- [17] M. Kautz. *Lebensdauer und mikrostrukturelle Ermüdungsprozesse dauerschwingbeanspruchter ultrafeinkörniger metallischer Werkstoffe*. Technischen Fakultät der Universität Erlangen-Nürnberg, 2005.
- [18] H. Mughrabi. Fatigue, an everlasting materials problem - still en vogue. *Procedia Engineering*, 2:3–26, 2010.
- [19] M. Klesnil; P. Lukas. *Fatigue of metallic materials*. Elsevier, 1980.
- [20] H.-J. Christ. *Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe*. Wiley-VCH, 2009.
- [21] S. Malekjani; P.D. Hodgson; P. Cizek et al. Cyclic deformation response of ultrafine pure Al. *Acta Materialia*, 59:5358–5367, 2011.
- [22] A.V. Panin; A.A. Panina; Y.F. Ivanov. Deformation macrolocalisation and fracture in ultrafine-grained armco iron. *Materials Science and Engineering A*, 486:267–272, 2008.
- [23] M. Panzenböck. *Ermüdungsverhalten stickstofflegierter Cr-Mn-Austenite*. Dissertation, Montanuniversität Leoben, 1995.

- [24] K. Obrtlík; J. Polák; M. Hájek et al. Short fatigue crack behaviour in 316L stainless steel. *International Journal of Fatigue*, 19:471–475, 1997.
- [25] J. Horký; G. Khatibi; M.J. Zehetbauer et al. Role of structural parameters of ultra-fine grained Cu for its fatigue and crack growth behaviour. *Journal of Alloys and Compounds*, 509:323–327, 2011.