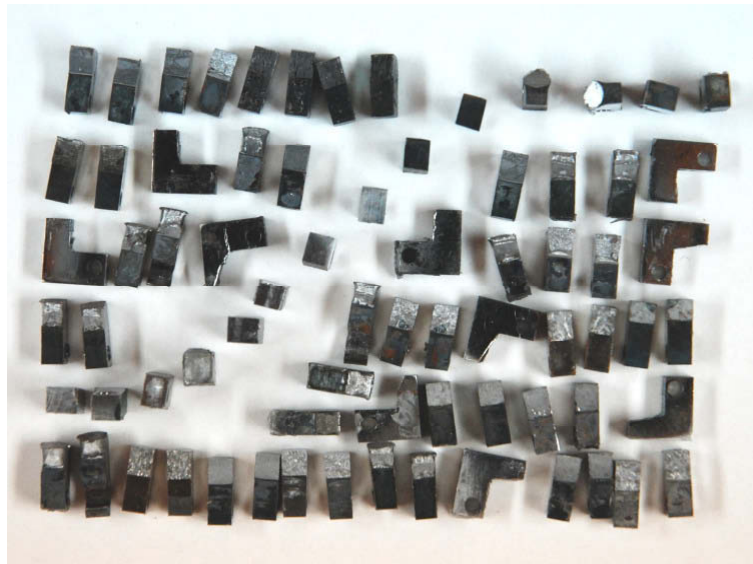


Spröd-duktil-Übergang von ultra-feinkörnigem Eisen

Diplomarbeit



Oktober 2009

Verfasst von Christoph Kammerhofer am
Institut für Materialphysik der Montanuniversität Leoben

Ich bin, was ich tue.

- Reinhold Messner

*In die Natur hineingehen und in dieser Natur ein- und ausatmen
und in dieser Natur nichts als tatsächlich und für immer Zuhause zu sein,
das empfände er als das größte Glück.*

- der Burgschauspieler in Thomas Bernhards "Holzfällen"

*Ziel soll es sein, die Jahre mit Leben zu füllen
und nicht das Leben mit Jahren.*

Danksagung

Die hier vorliegende Arbeit wäre wohl nicht möglich gewesen, hätte ich nicht die Unterstützung aller MitarbeiterInnen des Erich-Schmid-Instituts gehabt! Ihnen allen gebührt mein Dank! Die angenehme Atmosphäre war ein wichtiger Bestandteil für das Gelingen dieser Diplomarbeit!

Im Folgenden möchte ich einigen wenigen meinen besonderen Dank aussprechen.

An erster Stelle bedanke ich mich bei Univ. Prof. Dr. Reinhard Pippan für die Vergabe der Diplomarbeit. Die Möglichkeit, vollkommen selbständig zu arbeiten und das dadurch entgegengebrachte Vertrauen, sowie die ständige Diskussionsbereitschaft, sind bei weitem nicht selbstverständlich! Auch die Gelegenheit, am NFN Workshop auf der Planneralm teilzunehmen, hat mir große Freude bereitet und gleichzeitig für zusätzliche Motivation gesorgt.

Ebenso gilt mein Dank meinem Betreuer, Dipl. Ing. Anton Hohenwarter, der mich bei den praktischen Arbeiten tatkräftig unterstützt hat und mir bei Problemen stets zur Seite gestanden ist! Seine humorvolle und ungezwungene Art waren der Ausgangspunkt für die gute Zusammenarbeit.

Dipl. Ing. Peter Kutlesa gebührt ebenfalls mein Dank, der mir – auch wortwörtlich – unter die Arme gegriffen hat, um mir die bei den Versuchen auftretenden Hindernisse aus dem Weg zu räumen!

Dem Werkstättenteam, und hier gleichermaßen Herrn Günter Aschauer und Herrn Franz Hubner, danke ich für die rasche und gewissenhafte Probenfertigung, sowie für die Chance, dass ich selbst Hand an einige Maschinen legen konnte! In weiterer Folge möchte ich mich auch bei den Damen aus der Metallographie, und hier vor allem bei Frau Edeltraud Haberz, bedanken, die sich sehr liebevoll um meine unzähligen Bruchzähigkeitsproben gekümmert hat!

Der CD-Gesellschaft sei für ihre finanzielle Unterstützung gedankt!

Es freut mich, dass ich mich bei dieser Gelegenheit bei meiner Freundin Jacqueline für die schöne Zeit mit ihr bedanken kann!

Abschließend will ich noch meinen Eltern danken, auf die ich mich immer verlassen kann, und die großes Verständnis für meinen langen Studienweg aufgebracht haben!

Aufgabenstellung

Kubisch-raumzentrierte Metalle zeigen einen Spröd-duktil-Übergang. Unter einer bestimmten Temperatur versagen diese Metalle durch einen energiearmen Spaltbruch, darüber durch einen mikroduktilen und in der Folge relativ zähen Bruch. Durch Verringerung der Korngröße kann man üblicherweise diese Übergangstemperatur zu tieferen Werten verschieben.

Im Rahmen dieser Arbeit soll das Bruchverhalten von Reineisen in Abhängigkeit von der Korngröße und der Temperatur untersucht werden.

Das Interesse liegt dabei bei Korngrößen im Submikrometer- bzw. unteren Mikrometerbereich. Mittels Hochverformung und anschließender Wärmebehandlung werden Korngrößen zwischen 200nm und 5µm eingestellt.

Ziel ist es zu untersuchen, inwieweit die Vorstellung für den Spröd-duktil-Übergang auch auf diese Korngrößen übertragbar ist.

Bruchzähigkeitsversuche werden im Temperaturbereich von -196°C bis 200°C durchgeführt und die Messergebnisse durch fraktographische Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop ergänzt.

Auch gilt es zu untersuchen, inwiefern die durch die Hochverformung verursachte mechanische Anisotropie das Bruchverhalten beeinflusst.

1	Einführung	1
2	Grundlagen	3
3	Probenherstellung und Präparation	12
	3.1 Herstellung des Ausgangsmaterials	12
	3.1.1 HPT-Umformung.....	15
	3.1.2 Wärmebehandlung.....	16
	3.2 Bruchzähigkeitsproben	18
4	Bruchzähigkeitsversuche	20
	4.1 Auswertung.....	21
5	Versuchsergebnisse	24
	5.1 Scherrichtung.....	25
	5.1.1 SPD-Serie.....	26
	5.1.2 300nm-Serie	31
	5.1.3 1µm-Serie	35
	5.1.4 5µm-Serie	39
	5.2 Axialrichtung	42
	5.2.1 SPD-Serie.....	43
	5.2.2 300nm-Serie	48
	5.2.3 1µm-Serie	53
	5.2.4 5µm-Serie	59
	5.3 Radialrichtung.....	62
	5.3.1 SPD-Serie.....	65
	5.3.2 300nm-Serie	68
	5.3.3 1µm-Serie	72
	5.3.4 5µm-Serie	78

6	Diskussion und Interpretation.....	81
6.1	Spröd-duktil-Übergang.....	81
6.2	Anisotropie.....	85
7	Zusammenfassung.....	89
8	Abbildungs- und Tabellenverzeichnis.....	91
8.1	Abbildungsverzeichnis	91
8.2	Tabellenverzeichnis	94
9	Abkürzungsverzeichnis	95
10	Quellennachweis	98
11	Anhang	100

1 Einführung

Eisen als Hauptbestandteil von Stahl ist weltweit das am meisten verwendete Metall und sein Einsatz als Strukturwerkstoff in der Technik ist aufgrund seiner weiten Verfügbarkeit, der ausgezeichneten Formbarkeit und hervorragenden mechanischen Eigenschaften, wie Festigkeit oder Duktilität nicht mehr wegzudenken.

Der Umstand, dass Eisen und ferritische Stähle ein kubisch-raumzentriertes Gitter haben, führt dazu, dass ihre Zähigkeitseigenschaften sehr stark von der Temperatur abhängen (Metalle oder Legierungen mit einem kubisch-flächenzentrierten Gitter, wie zum Beispiel Aluminium, Kupfer, oder austenitische Stähle zeigen diesen unerwünschten Effekt nicht).

So ist der Risswiderstand von kubisch-raumzentrierten Metallen bei tiefen Temperaturen sehr gering, weswegen der Bruch nahezu verformungslos erfolgt. Das Materialverhalten wird in diesem Fall als spröde bezeichnet. Mit steigender Temperatur nimmt der Risswiderstand jedoch zu und innerhalb eines Temperaturbereiches steigt dieser sprunghaft an. Eine weitere Erhöhung der Temperatur führt nur zu einem unwesentlichen Anstieg der Risszähigkeit. Das Versagen erfolgt hier unter großen plastischen Verformungen und darum wird das Materialverhalten als zäh bzw. duktil bezeichnet.

Demzufolge gibt es eine charakteristische Temperatur – die Spröd-duktil-Übergangstemperatur – unterhalb der sprödes bzw. darüber duktilen Materialverhalten vorliegt. Für den Einsatz dieser Werkstoffe ist es nun von entscheidender Wichtigkeit, dass die Umgebungs- bzw. Betriebstemperatur auf jeden Fall oberhalb der Spröd-duktil-Übergangstemperatur liegt, da ansonsten das Bauteilversagen ohne Vorankündigung eintreten würde.

Eine Möglichkeit, die Spröd-duktil-Übergangstemperatur deutlich abzusenken, stellt der Mechanismus der Kornfeinung dar.

Konventionelle metallurgische Maßnahmen, wie zum Beispiel kontrollierte plastische Verformung, gezielte Wärmebehandlung oder Mikrolegieren, limitieren die minimale Korngröße auf etwa $1\mu\text{m}$, weswegen auch die in der Literatur verzeichneten Untersuchungen auf diese untere Korngröße beschränkt sind.

Mithilfe Methoden der Hochverformung – auch bekannt unter dem Begriff "*Severe Plastic Deformation*", kurz SPD – ist es nun möglich, bulk-Materialien mit Korngrößen bis 200nm herab herzustellen. Sie werden in der Literatur als UFG – Ultra Fine Grained – bezeichnet.

Die Fragestellung, die zugleich Motivation für das Verfassen dieser Diplomarbeit ist, lautet nun, ob sich für Materialien mit Korngrößen kleiner $1\mu\text{m}$ der Trend fortsetzt und sich die Spröd-duktil-Übergangstemperatur zu noch tieferen Temperaturen verschiebt oder ob Mechanismen zum Tragen kommen, die diesem wünschenswerten Effekt entgegenwirken. Da, wie eingangs erwähnt, Eisen als Hauptelement von Stahl einen besonderen Stellenwert als Strukturwerkstoff einnimmt, soll in der vorliegenden Arbeit das Spröd-duktil-Verhalten für Reineisen untersucht werden.

2 Grundlagen

Bedingt durch die große Anzahl von unerwarteten technischen Schadensfällen und deren katastrophalen Folgen in den Bereichen Maschinenbau, Brückenbau oder Schifffahrt begann man sich intensiv mit den Ursachen für das Versagen dieser Konstruktionen auseinanderzusetzen. Es entwickelte sich die Disziplin der Bruchmechanik, die untrennbar mit dem Namen *G.R.Irwin* verbunden ist [1].

Zum Bruch kommt es ohne das Auftreten sichtbarer plastischer Verformung, deshalb wird dieser Bruchtypus auch als Sprödbbruch oder energiearmer Bruch bezeichnet [2]. Daraus hat sich die *Linear Elastische Bruchmechanik (LEBM)* gebildet und auf diese soll im Folgenden kurz eingegangen werden. Bei vielen Materialien kommt es vor dem Bruch zu geringen plastischen Verformungen, was zum Teilgebiet der *LEBM mit Kleinbereichsfließen* führt. Der Vorgang *Bruch* umfasst die Vorgänge *Rissinitiierung* und *-ausbreitung*.

Die Bruchmechanik geht davon aus, dass ein Material bereits rissbehaftet ist. Zur Beschreibung, unter welchen Umständen sich ein Riss ausbreitet, sind zwei Konzepte entwickelt worden:

- Das Energiekonzept besagt, dass ein Riss wachsen wird, wenn bei einer infinitesimalen Verlängerung mehr elastisch gespeicherte Energie frei wird als für die Schaffung neuer Rissfläche notwendig ist. Die Ausbreitung wird zudem instabil, wenn die auf die Risslänge bezogene Energiefreisetzungsrates den Risswiderstand erreicht, $G_c = R_c$. In den Risswiderstand geht auch der Energieanteil für plastische Verformung mit ein. Dieser ist normalerweise um viele Größenordnungen höher als der Oberflächenterm.

- Das Spannungskonzept beschreibt die Spannungsverteilung um die Risspitze mittels eines einzigen Parameters, nämlich der Spannungsintensität K . Wenn die Spannungsintensität einen materialabhängigen, kritischen Wert K_c erreicht, breitet sich der Riss aus und führt zum Bruch: $K = K_c$.

Beide Konzepte haben ihre Gültigkeit und sind ineinander überführbar. Es gelten die bekannten Gleichungen:

$$K = \sigma_{\infty} \cdot \sqrt{\pi \cdot a} \cdot Y \quad (2.1)$$

$$K = \sqrt{\frac{G \cdot E}{1 - \nu^2}} \quad (2.2)$$

σ_{∞} ...äußere Spannung
 Y ...Geometriefaktor
 E ...E-Modul

a ...Risslänge
 G ...Energiefreisetzungsrate
 ν ...Poisson'sche Querkontraktionszahl

In spröden Werkstoffen erfolgt die Rissausbreitung überwiegend transkristallin, manchmal jedoch auch interkristallin, wenn die größte auftretende Normalspannung σ_{yy} die Spaltbruchspannung σ_f übersteigt. Der **Spaltbruch** (*Cleavage*) erfolgt durch Aufbrechen atomarer Bindungen innerhalb ausgezeichneter kristallographischer Ebenen, in denen die Packungsdichte am geringsten ist. So sind dies {100} Ebenen im kubisch-raumzentrierten (krz) Gitter.

Die meisten Werkstoffe besitzen einen polykristallinen Aufbau, weswegen die energetisch günstigsten Spaltbruchebenen von Korn zu Korn auch unterschiedlich orientiert sind. Aus diesem Grund kommt es beim Überschreiten einer Korngrenze zur lokalen Änderung der Rissausbreitungsrichtung: Anfangs kommt es zu einer Aufspaltung in Teilrisse, die auf mehreren, parallel zueinander liegenden Ebenen laufen und durch Stufen miteinander verbunden sind. Ebenfalls aus energetischen Gründen findet jedoch kontinuierlich ein Zusammenschluss der Teilrisse zu einem Hauptriss statt, was auf der Bruchfläche als so genannte *River patterns* zu erkennen ist. Mithilfe solcher *River patterns* kann die (lokale) Rissausbreitungsrichtung bestimmt werden [2].

Interkristalliner Bruch, auch **Korngrenzenbruch** genannt, tritt im Allgemeinen dann auf, wenn das Korninnere sich wesentlich in seinen Eigenschaften von dem Korngrenzen-nahen-Bereich unterscheidet, so z.B. in mechanischer oder in elektrochemischer Hinsicht. Mechanisch gesehen kann der Korngrenzenbereich duktiler oder weniger duktil als das Innere sein, im letzteren Fall bleibt plastische Verformung an den Korngrenzen aus. Dies äußert sich im Bruchbild zum Beispiel dahingehend, dass keine Waben an den Korngrenzen zu sehen sind.

Kommt es vor Eintritt des Gewaltbruches durch Spalten der Körner oder Korngrenzen zur Porenbildung durch plastische Verformung in mikroskopischen Bereichen nahe der Rissspitze, so spricht man von **mikroduktilen Bruch**.

Kennzeichnend für diesen Bruchtyp sind auf der Bruchfläche sichtbare Waben – auch *Dimples* genannt – deren Ursache meist im Vorhandensein von Teilchen einer zweiten Phase oder Einschlüssen liegt. Diese Teilchen unterscheiden sich in ihren Festigkeits- und Verformungseigenschaften von dem Grundwerkstoff, sodass sie bei Belastung entweder brechen oder von der Matrix abgelöst werden. Beiden Vorgängen ist gemeinsam, dass es zur Bildung von Hohlräumen bzw. Poren kommt, die in weiterer Folge wachsen und durch Vereinigung mit dem bestehenden Riss zu einer Rissverlängerung führen [3].

Eine Möglichkeit der plastischen Verformung stellt das *Gleiten von Versetzungen* dar. Bei Erreichen einer kritischen Belastung werden Versetzungen von der Rissspitze und Rissspitzen-nahen Quellen emittiert und als Folge Spannungsspitzen abgebaut (Abbildung 2.1).

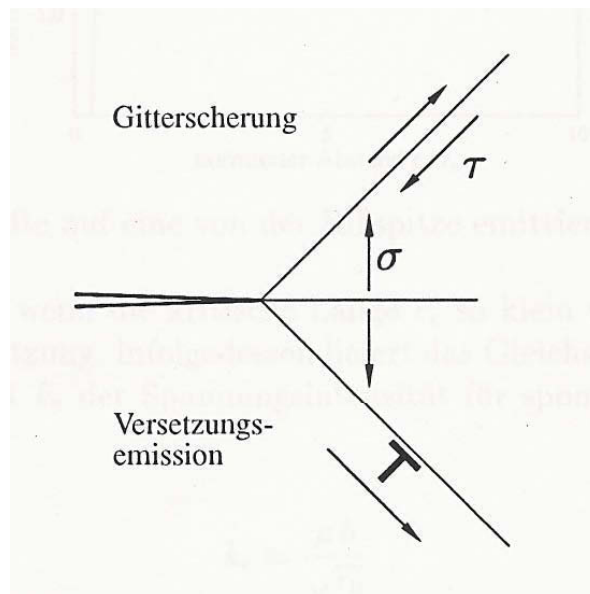


Abbildung 2.1: Versetzungsemission an der Rissspitze

Bei anhaltender Versetzungsemission kommt es zu einer Abstumpfung der Rissspitze, was auch *Blunting* genannt wird [4]. Dieses Ausrunden ist auf der Bruchfläche als gestreckte Zone – *Stretched Zone* – erkennbar, deren Weite ein Maß für die bei der Rissausbreitung geleistete Arbeit ist.

Aus dieser Überlegung heraus haben **Rice** und **Thomson** 1974 ein Modell entwickelt [5], in welchem sie die plastische Verformung der Rissspitze dem Rissfortschritt durch Spaltbruch gegenüberstellen. Kommt es zur Emission von Versetzungen, bevor der Bruch erfolgt, dann wird das Material als duktil bezeichnet, ist dies nicht der Fall, dann als spröd.

Während der Verformungsbruch im Prinzip weitgehend verstanden ist, können auf experimentellem Weg nur sehr wenige Erkenntnisse gewonnen werden, die den Vorgang des Spaltbruches zu erklären imstande sind. Aus diesem Grund sind Modelle zu dessen Beschreibung entwickelt worden:

Das Modell von **Ritchie, Knott und Rice** [6] aus dem Jahr 1973 geht davon aus, dass der Spaltbruch nicht direkt an der Rissspitze initiiert wird, sondern davor:

Diese Behauptung stützten sie auf Ergebnisse aus Bruchzähigkeitsversuchen und darauf folgende fraktographische Untersuchungen an gewöhnlichen Kohlenstoffstählen. Ihrer Meinung nach erfolgt der Bruch dann, wenn die größte Normalspannung σ_{yy} über eine charakteristische Distanz x_c , welche mit der Korngröße bzw. mit dem mittleren Abstand von Karbiden in Zusammenhang steht, die Spaltbruchspannung σ_f übersteigt (Abbildung 2.2).

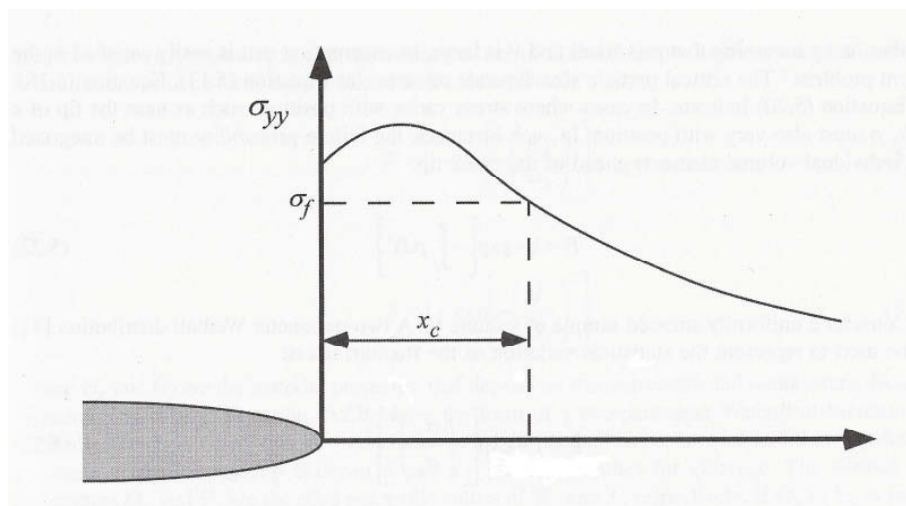


Abbildung 2.2: Spannungsverlauf vor einer Rissspitze in einem plastisch verformbaren Material

Der in Abbildung 2.2 skizzierte Anriss führt bei äußerer Belastung zu örtlichen Spannungs- und Dehnungskonzentrationen. Ein im Abstand x_c von der Rissspitze befindlicher *Risskeim* – etwa ein Karbid – bricht, da er an der plastischen Verformung der umgebenden Matrix nicht teilhaben kann, wobei von diesem *Mikroriss* in weiterer Folge der Spaltbruch ausgeht.

In jüngerer Zeit haben **Chen und Mitarbeiter** ebenfalls Versuche an Stählen mit dem Ziel durchgeführt, die Ursachen des Spaltbruches weiter zu erforschen. Ihre Ergebnisse weichen jedoch in wesentlichen Punkten von dem *RKR-Modell* ab, weswegen sie ein eigenes Modell vorgeschlagen haben [7]:

Damit es zum Spaltbruch kommt, müssen gleichzeitig **drei Kriterien** – ein Dehnungskriterium und zwei Spannungskriterien – zumindest an einem Ort vor der Risspitze erfüllt sein:

1) Zur Bildung eines *Risskeims* – ein Teilchen einer zweiten Phase in einer Matrix könnte einen solchen darstellen – kommt es, wenn die plastische Verformung lokal einen kritischen Wert erreicht.

$$\varepsilon_p \geq \varepsilon_{pc} \quad (2.3)$$

2) Damit es zu keinem *Blunting* des neu gebildeten Risses kommt, muss der dort vorherrschende dreiachsige Spannungszustand ebenfalls einen kritischen Wert T_c erreichen.

$$\frac{\sigma_m}{\sigma_e} \geq T_c \quad (2.4)$$

3) Dieser Riss breitet sich aus, wenn die größte Normalspannung die Bruchspannung erreicht.

$$\sigma_{yy} \geq \sigma_f \quad (2.5)$$

Chens Versuche haben zu der Erkenntnis geführt, dass es einen Bereich mit einem *Mindestabstand* x_f zwischen Ermüdungsanriss und dem Ort des Spaltbruchursprungs gibt, wobei mit fallender Temperatur x_f kleiner wird.

Dieser Mindestabstand ist sowohl materialabhängig (ε_{pc} , T_c , σ_f) als auch abhängig von der Probengeometrie (ε_p , σ_m/σ_e , σ_{yy}) und deshalb physikalisch begründbar.

Innerhalb dieses Bereichs ist nur das Dehnungskriterium erfüllt, sodass es lediglich zur Abrundung der neu gebildeten Risspitze kommt.

Der Grundgedanke der zuvor beschriebenen Modelle besteht darin, dass sich einem mit einem scharfen Anriss versehenen Material prinzipiell zwei Möglichkeiten bieten, auf eine äußere Belastung zu reagieren: Entweder kommt es zur Plastifizierung des Rissspitzenbereiches oder zum Rissfortschritt durch Spaltbruch, wobei die wichtigen Parameter hierfür die Streckgrenze und die Spaltbruchspannung sind.

Die wichtigsten Einflussgrößen auf die Streckgrenze sind die Korngröße, die absolute Temperatur und die Beanspruchungsgeschwindigkeit, während die Spaltbruchspannung weitgehend unabhängig von der Beanspruchungsgeschwindigkeit [8] ist (dies wird zumindest angenommen), sondern hauptsächlich von der Temperatur und der Korngröße des Werkstoffes abhängt.

Der **Einfluss der Korngröße auf die Streckgrenze** wird durch die *Hall-Petch-Beziehung* beschrieben, die in weiterer Folge zum Mechanismus der Feinkornhärtung führt:

$$\sigma_y = \sigma_P + k_y \cdot d^{-\frac{1}{2}} \quad (2.6)$$

Cottrell und Petch haben eine ähnliche Gleichung für die Abhängigkeit der Spaltbruchspannung von der Korngröße entwickelt:

$$\sigma_f \approx \frac{4G_s \cdot \gamma_m}{k_y} \cdot d^{-\frac{1}{2}} \quad (2.7)$$

Diese Abhängigkeit wird in der Weise beschrieben, dass Korngrenzen für Risse ein effektives Hindernis darstellen, was dazu führt, dass die Ausbreitung an der Grenzfläche zeitweilig gestoppt wird. Da die bevorzugte Spaltbruchfläche im benachbarten Korn sehr wahrscheinlich anders orientiert ist, kommt es kurzfristig zu einer Änderung der Rissausbreitungsrichtung, was Energie kostet, bis der Riss an der nächsten Grenzfläche zu stehen kommt [9].

Die angelegte Spannung wächst und bevor der Spaltbruch erfolgt, kommt es zu plastischer Verformung.

Je kleiner also die Korngröße ist, desto größer ist der Korngrenzenanteil und desto höher ist σ_f . Ob dies auch für sehr kleine Korngrößen gilt, soll in dieser Arbeit untersucht werden.

Mehrere Verfahren [10] erlauben es heute, Materialien mit Korngrößen im Nanometerbereich ($KG < 100\text{nm}$) herzustellen, wozu mechanische Umformprozesse wie HPT und ECAP zählen. Diese Materialien werden in der Literatur häufig *UFG-materials* (Ultra Fine Grained) betitelt, siehe z.B. [11-15]. Aus diesen Arbeiten geht hervor, dass es infolge des hohen Verformungsgrades zu einer Fragmentierung der ursprünglichen Kornstruktur kommt, deren Ursache im Speichern von Versetzungen in zellartigen Strukturen liegt. Durch Generierung von Versetzungen und deren Umlagerung entstehen separate Zellen mit niedriger Versetzungsdichte im Inneren und sehr hoher Dichte an den Zellwänden, auch als "Ungleichgewichtsgrenzflächen" [16] bezeichnet.

Die **Abhängigkeit der Fließspannung in krz-Metallen von der Temperatur** kann folgendermaßen erklärt werden:

Für Versetzungen gibt es stabile Positionen im Kristallgitter. Damit sich eine Versetzung um einen Burgersvektor b weiterbewegt, muss Arbeit aufgewendet werden, um sie von einer stabilen Position in die nächste zu schieben. Dabei muss sie einen Zustand höherer potentieller Energie überwinden, was schließlich zu einer Reibspannung oder *Peierls-Spannung* σ_p (die aus der Ableitung des *Peierls-Potentials* folgt) führt. Diese Spannung hängt neben dem Schubmodul von kristallographischen Parametern, wie dem Burgersvektor und dem Netzebenenabstand ab und ist somit für verschiedene Kristallsysteme bzw. -gitter unterschiedlich hoch.

So ist σ_p für Schraubenversetzungen in Werkstoffen mit krz-Gitter um mehrere Größenordnungen höher als für jene mit einem kfz-Gitter.

Eine Versetzung bewegt sich also erst, wenn die resultierende Schubspannung, entsprechend dem *Schmid'schen-Schubspannungsgesetz*, gleich der Reibspannung ist.

Diese Energiebarriere kann jedoch auch thermisch aktiviert überwunden werden. Bei höheren Temperaturen wandert nicht die gesamte Versetzungslinie auf einmal über den Potentialberg sondern anfangs nur ein Teil davon. Dieser Mechanismus wird *Doppelkinkenbildung* genannt, der Temperaturbeitrag kann mittels eines *Boltzmann-Ansatzes* beschrieben werden. Bei höheren Temperaturen setzt somit bereits bei niedrigeren Schubspannungen Versetzungsgleiten ein. Bei niedrigeren Temperaturen versagt jedoch dieser Mechanismus aufgrund mangelnder Beweglichkeit von Schraubenversetzungen [17].

Wegen ihrer intrinsisch hohen *Peierls-Spannung* ist es nun verständlich, dass *krz-Metalle* besonders bei niedrigen Temperaturen eine starke Tendenz zu Spaltbruch zeigen. Obwohl der Spaltbruch von krz-Metallen nicht genau verstanden ist, dürfte er eng mit der Beweglichkeit der Schraubenversetzung zu tun haben.

Es gibt somit für krz-Metalle eine **Übergangstemperatur T_D** bzw. ein *Temperaturintervall ΔT* , wo es zu einem Wechsel von spaltflächigem zu duktilem Bruch kommt (eine feine Mikrostruktur (UFG) fördert den Korngrenzenbruch), was in der Abbildung 2.3 dargestellt ist. Des Weiteren ist aus dieser Abbildung zu erkennen, dass die Spaltbruchspannung σ_f weitaus empfindlicher auf die Korngröße reagiert als die Streckgrenze σ_y , sodass Kornfeinung die Übergangstemperatur nach unten verschiebt.

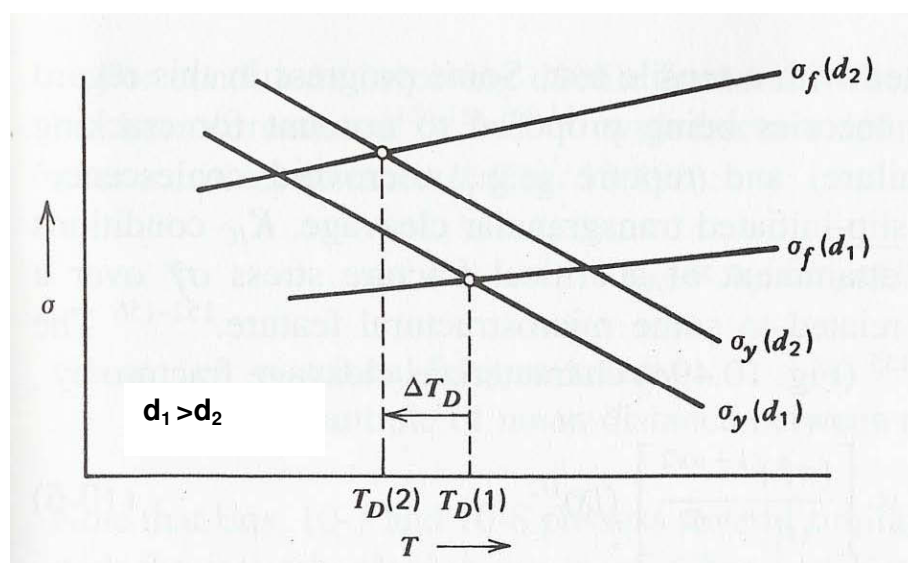


Abbildung 2.3: Abhängigkeit der Fließspannung σ_y und der Spaltbruchspannung σ_f von der Temperatur, dargestellt für zwei unterschiedliche Korngrößen d_1 und d_2 . Kornfeinung führt zu einer Erniedrigung der spröde-duktilen Übergangstemperatur T_D .

3 Probenherstellung und Präparation

Ziel dieser Arbeit war es, Bruchzähigkeitsversuche für den Werkstoff **ARMCO-Eisen** durchzuführen. Das Rohmaterial lag in Stangenform mit einem Durchmesser von 40mm vor.

Die Probenherstellung erfolgte derart, dass das Rohmaterial zuerst mittels HPT-Verfahren umgeformt wurde und in weiterer Folge daraus Bruchzähigkeitsproben gefertigt wurden.

3.1 Herstellung des Ausgangsmaterials

Im Rahmen dieser Diplomarbeit sollten verschiedene Mikrostrukturen auf ihr Bruchverhalten untersucht werden. Grob unterteilen lassen sie sich in **a)** ein *hochverformtes Gefüge* und in **b)** ein *hochverformtes und anschließend wärmebehandeltes Gefüge*. Der wesentliche Unterschied besteht in der mittleren Korn- bzw. Strukturgröße, was zu unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften – gemäß der *Hall-Petch-Beziehung* – führt.

Da das Rohmaterial mittels HPT – High Pressure Torsion – umgeformt wurde, erscheint es sinnvoll, dieses Verfahren kurz zu beschreiben.

Das Prinzip von HPT ist in Abbildung 3.1 schematisch dargestellt:

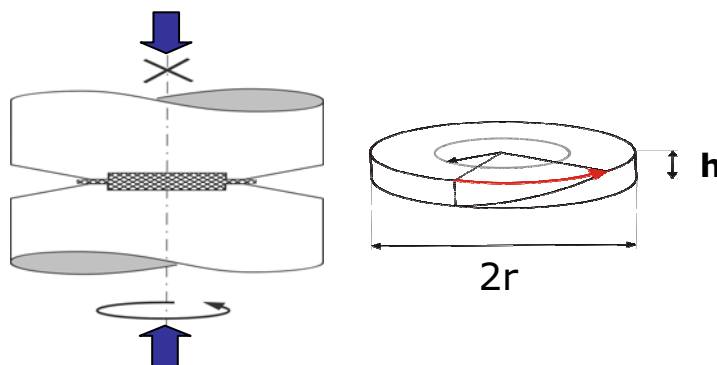


Abbildung 3.1: Prinzip des HPT-Verfahrens

Eine scheibenförmige Probe wird zwischen zwei zylindrische Stempel gelegt und unter hohem hydrostatischen Druck verdreht. Durch diese Scherverformung lässt sich eine ausgeprägte Kornfeinung erzielen. Die Gesamtverformung kann unter Berücksichtigung des *von Mises-Kriteriums* folgendermaßen berechnet werden:

$$\epsilon_{vM} = \frac{2\pi \cdot r \cdot n}{h \cdot \sqrt{3}} \quad (3.1)$$

Aus Gleichung 3.1 ist ersichtlich, dass die Gesamtverformung linear vom Radius r abhängt und es somit zu einem Verformungsgradienten innerhalb der Probe kommt. Ist die Verformung jedoch hinreichend groß, so erhält man ein homogenes Gefüge, welches weitgehend unabhängig von r ist [18]. Bereits durchgeführte Versuche haben ergeben, dass eine Umdrehungsanzahl von $n=10$ hierfür ausreichend ist, somit wurde dieselbe Anzahl für diese Arbeit gewählt. Im Anschluss an die HPT-Versuche durchgeführte Mikrostrukturuntersuchungen bei verschiedenen Radien sowie die Aufnahme von Härteprofilen ließen erkennen, dass ein homogenes Gefüge erzielt wurde.

Die Versuche wurden an der HPT-Anlage des Erich-Schmid-Instituts durchgeführt, die in Abbildung 3.2 zu sehen ist. Die verwendeten Stempelpaare hatten Probenwannen von 1,5 bzw. 3,5mm Tiefe und einen Durchmesser von 30mm.



Abbildung 3.2: HPT-System am Erich-Schmid-Institut

Für ARMCO-Eisen wurde der Einfluss der Probenlage auf das Bruchverhalten untersucht. Die unterschiedlichen Probenlagen sind in Abbildung 3.3 dargestellt.

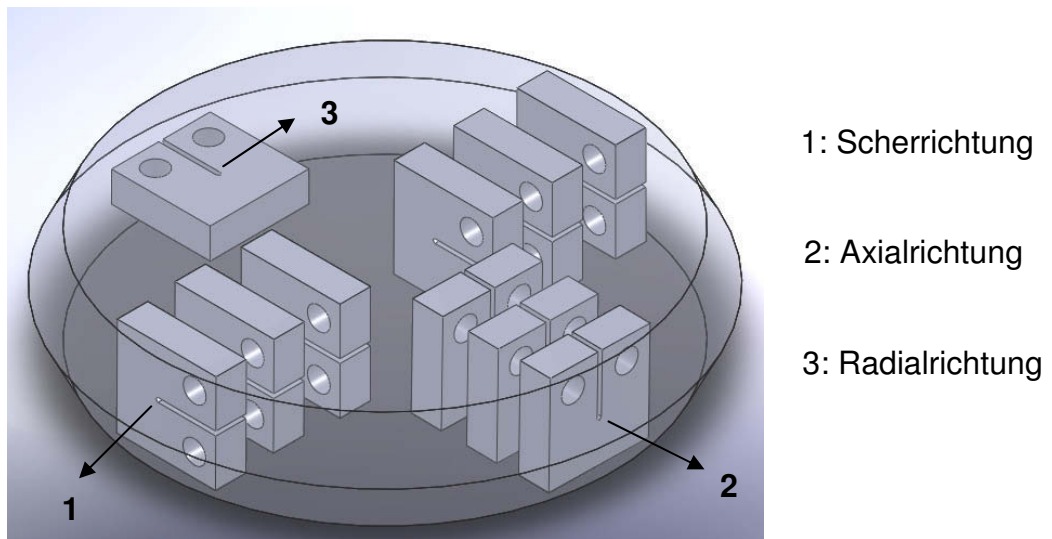


Abbildung 3.3: Skizze der Probenorientierungen in der HPT-Scheibe

Die Bezeichnung der Proben mit Scher-, Axial- und Radialrichtung bezieht sich auf die Rissausbreitungsrichtung. Laut ASTM-Norm E399 [19] müsste bei Rundmaterial jedoch folgende Angabe für die hier skizzierten Probenlagen erfolgen:

Die Scherrichtung entspricht der L-C Lage, die Axialrichtung der C-L Lage und die Radialrichtung der C-R Lage.

In weiterer Folge werden immer die erstgenannten Begriffe verwendet und folgendermaßen abgekürzt:

S für Proben entsprechend der L-C Lage

A für Proben entsprechend der C-L Lage

R für Proben entsprechend der C-R Lage

Aus Abbildung 3.3 ist weiters ersichtlich, dass für Proben in Scher- und Axialrichtung höhere Scheiben notwendig sind als in Radialrichtung. Somit wurden aus dem Rohmaterial Scheiben vom Durchmesser $d=30\text{mm}$ und Höhe $h=10\text{mm}$ bzw. $h=4,5\text{mm}$ herausgearbeitet, wobei anschließend die Oberflächen planparallel geschliffen wurden.

3.1.1 HPT-Umformung

Vor dem eigentlichen Umformvorgang wurde die Ausgangsprobe zuerst aufgestaucht, um die Probengeometrie des jeweiligen HPT-Stempels zu erzielen. Der nun folgende Umformvorgang bei einem Druck von 2,5 GPa fand immer bei Raumtemperatur statt. Die nachfolgende Tabelle soll die wichtigsten Proben- und Prozessparameter zusammenfassen:

Probenlage	h_A [mm]	t_{Stempel} [mm]	h_0 [mm]	Ausglühen	ρ_{HPT} [GPa]	h_{mittel} [mm]
S und A	10	3,5	8,8	700 °C/1h	2,5	7,0
R	4,5	1,5	4,4	700 °C/1h	2,5	3,7

Tabelle 3.1: Proben- und Prozessparameter von ARMCO-Eisen für das HPT-Verfahren

Die durch den HPT Prozess eingestellte Mikrostruktur, in weiterer Folge als **SPD** - *Severely Plastically Deformed* - Gefüge bezeichnet, weist eine im Vergleich zum Ausgangsgefüge stark reduzierte Korn- bzw. Strukturgröße auf, die in etwa bei 200nm liegt und in Abbildung 3.4 zu sehen ist.

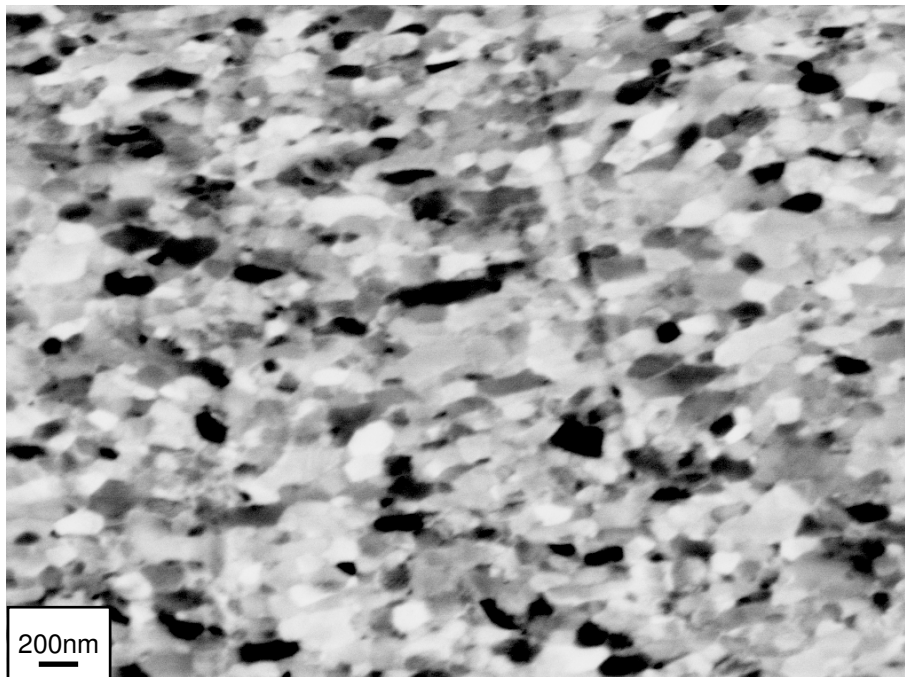


Abbildung 3.4: Die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme im BSE-Modus zeigt die Mikrostruktur von HPT-verformtem ARMCO-Eisen in Radialrichtung. Die mittlere Korngröße beträgt in etwa 200nm.

Bedingt durch die starke Kornfeinung im Zuge des HPT-Prozesses kommt es zu einer gewaltigen Festigkeitssteigerung, die sich in einem Härteanstieg auf 400 HV1 bemerkbar macht. Im Vergleich dazu hatte das Ausgangsgefüge eine mittlere Korngröße von 40µm und eine durchschnittliche Härte von 200 HV1.

3.1.2 Wärmebehandlung

Um nun Proben verschiedener Korngrößen herzustellen, wurden in Luftatmosphäre Wärmebehandlungen am verformten Material durchgeführt.

Mittlere Korngrößen von **300nm**, **1µm** und **5µm** konnten eingestellt werden, wobei mit steigender Korngröße die Härte sukzessive abnimmt.

In Tabelle 3.2 sind die entsprechenden Wärmebehandlungen sowie die daraus resultierenden Härtewerte angeführt.

Die durch die Wärmebehandlung eingestellten Mikrostrukturen sind in den Abbildungen 3.5 bis 3.7 zu sehen.

Korngröße	Wärmebehandlung	Härte
200nm - SPD	-	400 HV 1
300nm	350 °C/1h	320 HV 1
1µm	450 °C/2h	200 HV 1
5µm	650 °C/1h	100 HV 1

Tabelle 3.2: Korngröße sowie Mikrohärtigkeit der eingestellten Mikrostrukturen

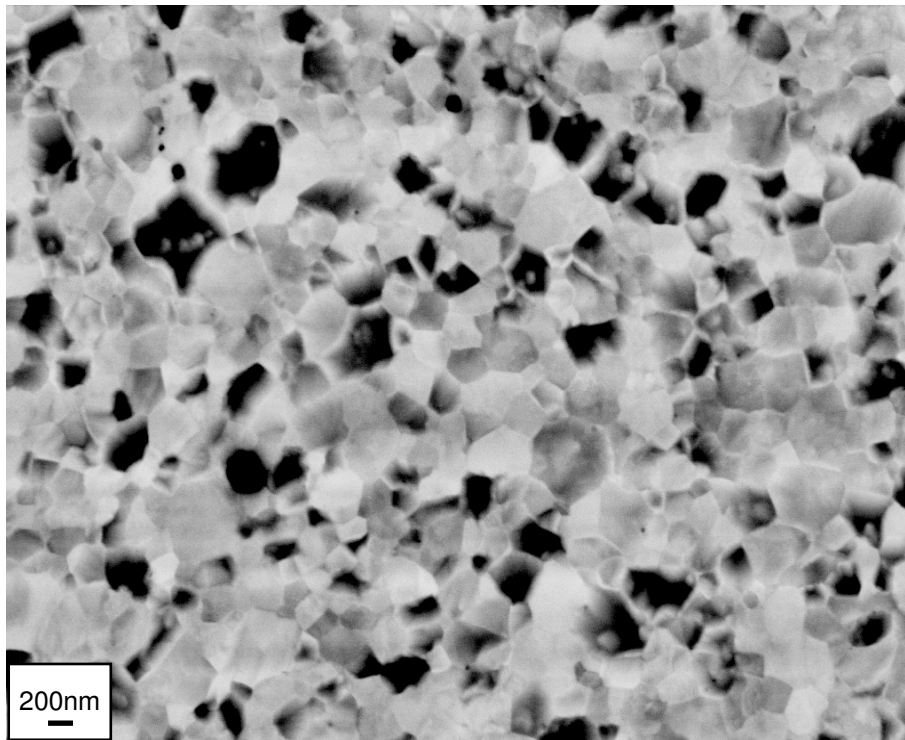


Abbildung 3.5: Die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme im BSE-Modus zeigt die Mikrostruktur in Radialrichtung von HPT-verformtem ARMCO-Eisen, das anschließend eine Stunde bei 350 °C in Luftatmosphäre gegläht wurde. Die mittlere Korngröße beträgt 300nm.

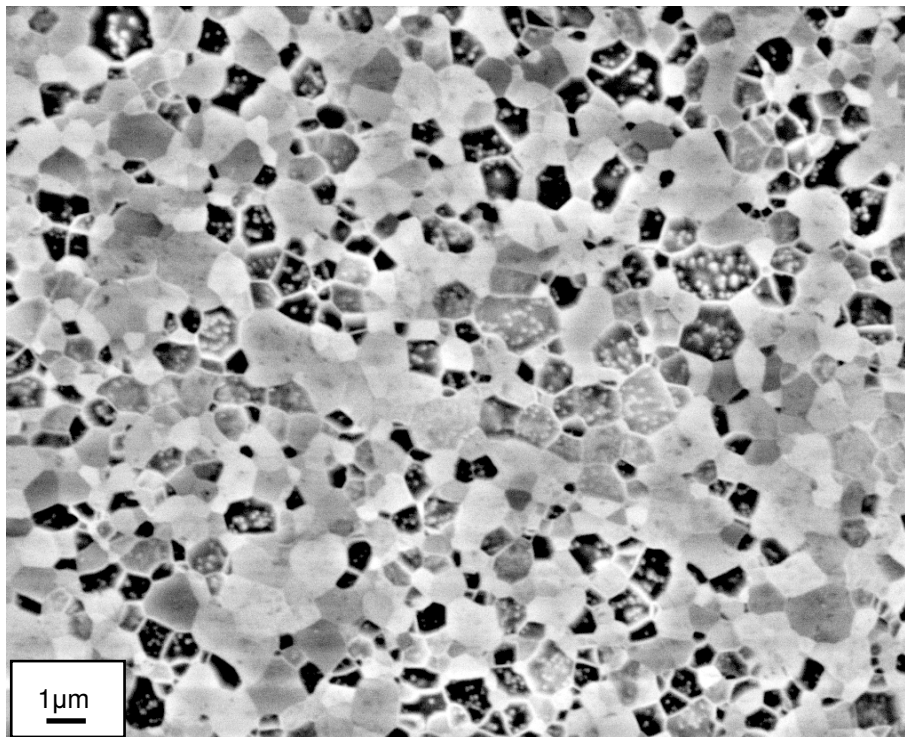


Abbildung 3.6: Die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme im BSE-Modus zeigt die Mikrostruktur in Radialrichtung von HPT-verformtem ARMCO-Eisen, das anschließend zwei Stunden bei 450 °C in Luftatmosphäre gegläht wurde. Die mittlere Korngröße beträgt 1µm.

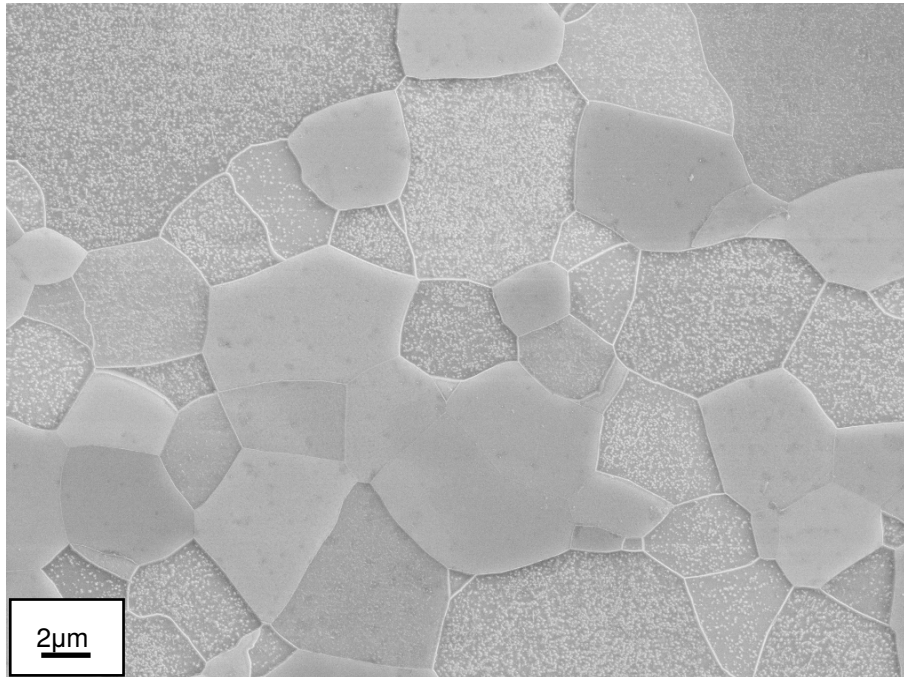


Abbildung 3.6: Die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme im BSE-Modus zeigt die Mikrostruktur in Radialrichtung von HPT-verformtem ARMCO-Eisen, das anschließend eine Stunde bei 650 °C in Luftatmosphäre geglüht wurde. Die mittlere Korngröße beträgt 5 µm.

3.2 Bruchzähigkeitsproben

Zur Ermittlung der Bruchzähigkeit wurden **CT-Proben** - Compact Tension - in Anlehnung an ASTM-Norm E399 gefertigt. Die in der Norm vorgeschriebenen Probendimensionen konnten nicht vollständig eingehalten werden, da der Lochdurchmesser größer war als der vorgegebene Wert von 0,255·W.

Der Grund für die Wahl eines größeren Durchmessers bestand darin, dass es bei normgerechter Ausführung vermehrt zum Bruch der Bolzen während des Versuches kam.

Aus der verformten HPT-Scheibe wurde in der mechanischen Werkstätte eine Vorform gefräst, welche bereits die erforderlichen Bohrungen enthielt. Diese Vorform wurde im Anschluss daran auf das jeweilige Endmaß plangeschliffen: Im Fall von Scher- und Axialproben betrug das Endmaß 6,5mm, bei Radialproben 2,7mm.

Die Radialproben wurden bewusst mit leichtem Übermaß versehen, da die beiden Querschnittsflächen in weiterer Folge feingeschliffen und mechanisch poliert wurden, um den später eingebrachten Druckermüdungsanriss besser erkennen zu können.

Aus Abbildung 3.3 ist zudem ersichtlich, dass aus einer HPT-Scheibe 12 Scher- bzw. Axialproben, jedoch nur vier Radialproben entnommen werden können.

Die einzelnen CT-Proben wurden mittels einer Diamantdrahtsäge der Firma "well" aus der Vorform herausgeschnitten und anschließend auf das Endmaß geschliffen. Ebenso wurde der grobe **Kerb** mit derselben Säge eingebracht, deren Drahtdurchmesser 0,4mm betrug. Die Kerbtiefe wurde mittels einer Rasierklinge und Diamantpaste weiter erhöht, gleichzeitig verringerte sich dabei auch der Kerbradius. Die Gesamtkerbtiefe wurde sodann im Lichtmikroskop ausgemessen.

Um bruchmechanische Versuche überhaupt durchführen zu können, ist es notwendig, dass ein **scharfer Anriss** existiert. Dazu wurde eine elektrodynamische Prüfmaschine der Firma "Rumul" verwendet. Die gekerbten Proben wurden einer Belastung ausgesetzt, die im *Druckschwellbereich* lag. Das verwendete Spannungsverhältnis R war 20 und ein Lastblock hatte $3 \cdot 10^5$ Schwingspiele.

Nach jedem Lastblock wurde im Lichtmikroskop kontrolliert, ob sich ein Anriss ausgebildet hatte. Falls dies nicht der Fall war, wurde die Belastung sukzessive gesteigert bis es zu einem Anriss kam, dessen Länge in etwa der beabsichtigten Korngröße entsprach. Die endgültige Risslänge ergab sich als Mittelwert der Anrisse an beiden Probenoberflächen.

Bei den Proben in Axialrichtung zeigte es sich, dass sich der Ermüdungsanriss senkrecht zum Kerb ausbildete. Um diesen unerwünschten Effekt so gering wie möglich zu halten, fand bei den Axialproben die entsprechend vorhergesehene Wärmebehandlung vor der Risseinbringung statt. Bei allen anderen Proben erfolgte die Wärmebehandlung, nachdem sich der Riss gebildet hatte.

Eine detaillierte Zusammenstellung der einzelnen CT-Proben ist dem Anhang zu entnehmen.

4 Bruchzähigkeitsversuche

Die Versuche zur Bestimmung der Risszähigkeit fanden an einer Zugprüfmaschine der Firma Zwick, Modell 7025/2 statt, wobei unter Mode I geprüft wurde. Die Prüfgeschwindigkeit betrug $400\mu\text{m}/\text{min}$, für die Kraftmessung wurde eine 10kN-, in zwei Fällen eine 1kN-Kraftmessdose, verwendet. Lediglich bei Raumtemperatur konnte mittels eines geeigneten Dehnungsaufnehmers die Verschiebung v gemessen werden. Sowohl bei den Niedrig- als auch bei den Hochtemperaturversuchen war dies nicht möglich, hier wurde die Prüfzeit t für die Auswertung verwendet. Der Kraftverlauf wurde mittels angeschlossenen Computer aufgenommen.

Die Prüftemperaturen können grob in drei Bereiche unterteilt werden:

- a) Temperaturen unterhalb der Raumtemperatur bis zu einer minimalen Temperatur von -196°C
- b) Raumtemperatur RT
- c) Temperaturen oberhalb der Raumtemperatur bis zu einer maximalen Temperatur von 200°C

Für die Niedrigtemperaturversuche wurde die Versuchsanordnung dahingehend modifiziert, dass ein Edelstahlbehälter installiert und in den das Kühlmedium – flüssiger Stickstoff mit einer absoluten Temperatur von 77K – eingebracht wurde. Bei der Minimaltemperatur befanden sich die CT-Probe sowie die Probenaufnehmer vollständig im Stickstoffbad. Im Temperaturintervall von -196°C bis RT war die CT-Probe oberhalb des Stickstoffbades. Die Kühlung erfolgte einerseits durch Wärmeableitung über das Probengestänge in das Stickstoffbad und andererseits durch Konvektion. Zur Ermittlung der Prüftemperatur diente ein Pt100-Widerstandsthermometer.

Die Hochtemperaturversuche wurden in einer Heizkammer der Firma "Brabender" durchgeführt. Für die Temperaturmessung wurde ein Thermoelement vom Typ K verwendet.

4.1 Auswertung

Die Auswertung der aufgenommenen Kraft-Verschiebungs- bzw. Kraft-Zeit Kurven erfolgte in Anlehnung an ASTM-Norm E399.

An anderer Stelle wurde bereits angemerkt, dass die gefertigten CT-Proben nicht vollständig der Norm entsprachen. Deswegen konnte streng genommen kein gültiger K_{IC} - Wert (*plane-strain fracture toughness*) ermittelt werden.

Die Norm unterscheidet drei Haupttypen von Kraft-Verschiebungskurven, die in Abbildung 4.1 dargestellt sind.

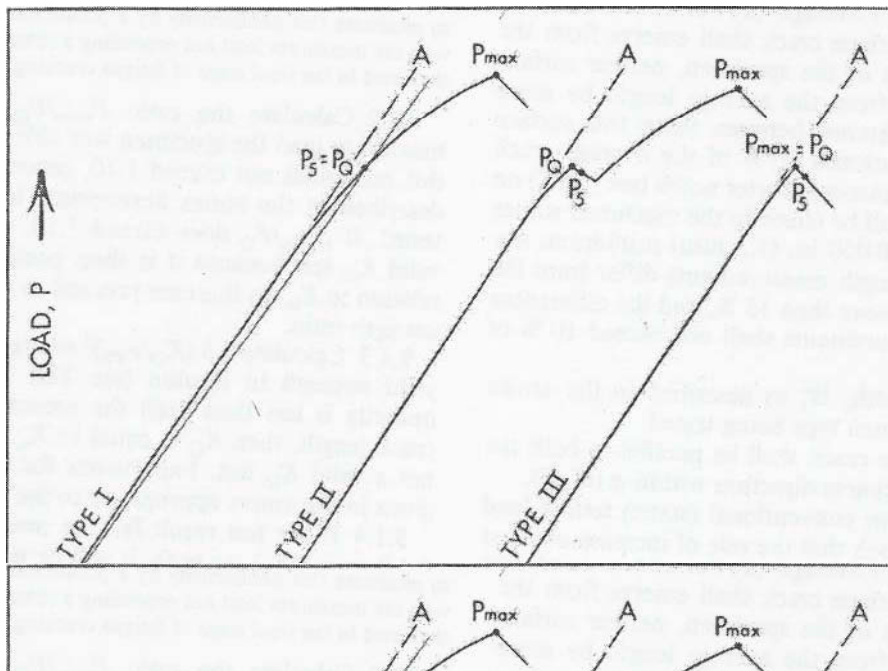


Abbildung 4.1: Haupttypen von Kraft-Verschiebungskurven laut ASTM-E399

Nachdem die aufgenommene P-v Kurve einem der drei Haupttypen zugeordnet wird, kann P_Q entsprechend dem Kapitel 9 "Calculation and Interpretation of results" der ASTM-Norm E399 ermittelt werden.

Eine vorläufige, noch zu qualifizierende Risszähigkeit K_Q kann nach folgender Gleichung berechnet werden:

$$K_Q = \frac{P_Q}{B \cdot \sqrt{W}} \cdot f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (4.1)$$

- P_Q ... aus der Kraft-Verschiebungskurve ermittelte Kraft
 a ... Risslänge
 W ... Probenbreite
 B ... Probendicke

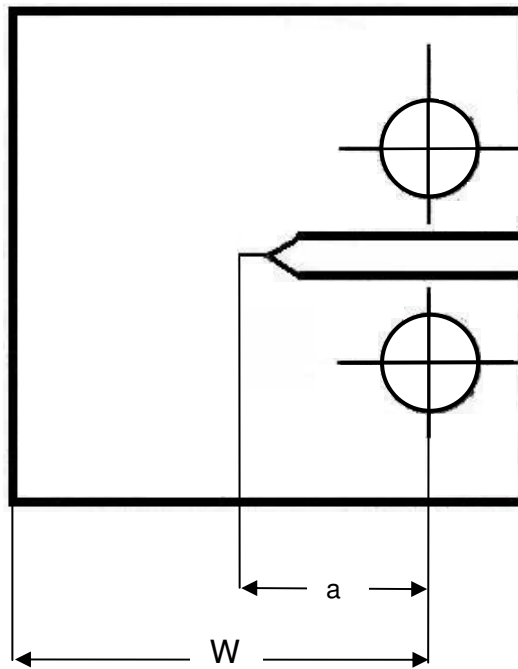


Abbildung 4.2: Querschnitt einer CT-Probe

Für CT-Proben ist die Geometriefunktion $f\left(\frac{a}{W}\right)$: (4.2)

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{\left(2 + \frac{a}{W}\right) \cdot \left(0.886 + 4.64 \cdot \frac{a}{W} - 13.32 \cdot \frac{a^2}{W^2} + 14.72 \cdot \frac{a^3}{W^3} - 5.6 \cdot \frac{a^4}{W^4}\right)}{\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{\frac{3}{2}}}$$

Damit sichergestellt ist, dass die Versuchsergebnisse in Einklang mit der LEBM sind, muss ein überwiegend ebener Dehnungszustand vorherrschen, der bedingt, dass die Größe der plastischen Zone klein im Vergleich zu den Probenabmessungen ist.

Folgende zwei Gleichungen müssen dafür erfüllt sein:

$$B, a \geq 2,5 \cdot \frac{K_Q^2}{\sigma_y^2} \quad (4.3)$$

$$\frac{P_{\max}}{P_Q} \leq 1,10 \quad (4.4)$$

Erst dann kann der K_Q -Wert als gültiger K_{IC} -Wert gemäß ASTM-E399 angesehen werden.

5 Versuchsergebnisse

Die Ergebnisse in diesem Kapitel werden derart aufbereitet, dass für Zustände einer Orientierung das Bruchverhalten in Abhängigkeit von der Korngröße und innerhalb einer Serie gleich bleibender Korngröße in Abhängigkeit von der Temperatur beschrieben wird.

Zu Beginn jedes der drei Unterkapitel wird die Bruchzähigkeit über der Temperatur in einem Diagramm graphisch dargestellt, wobei alle Korngrößen gemeinsam eingezeichnet werden. Dies soll die Beurteilung des Spröd-duktil-Überganges erleichtern und bereits einen ersten Überblick verschaffen. Anschließend werden die Bruchzähigkeitswerte in einer Tabelle zusammengefasst.

Ohne den Ergebnissen vorgreifen zu wollen, scheint der nächste kurze Absatz dennoch notwendig, um mögliche Unklarheiten bereits im Vorhinein zu beseitigen:

Mit steigender Korngröße nimmt die Ausdehnung der plastisch verformten Zone gemäß der Hall-Petch-Beziehung ebenfalls zu, sodass aufgrund der beschränkten Probengröße die Anwendung der *LEBM* unter Berücksichtigung des Kleinbereichfließens an ihre Grenzen stößt. Generell ist ab einer Korngröße von $1\mu\text{m}$ die Streckgrenze bereits so niedrig, dass bei entsprechender Temperatur gewaltige plastische Verformungen auftreten und sich die CT-Probe ähnlich einer duktilen Zugprobe einschnürt. Diese Tatsache widerspricht den Vorstellungen eines vorwiegend elastischen Probenverhaltens, von dem das "K-Konzept" ausgeht.

Vollständigkeitshalber werden die aus der Maximalkraft der Kraft-Verschiebungskurve errechneten Spannungsintensitäten in das *Bruchzähigkeit-Temperatur-Diagramm* eingetragen, jedoch gesondert markiert.

5.1 Scherrichtung

In der Abbildung 5.1 sind die aus der Kraft-Verschiebungskurve ermittelten Bruchzähigkeiten in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt. Die errechneten Bruchzähigkeitswerte sind außerdem in der Tabelle 5.1 zusammengefasst.

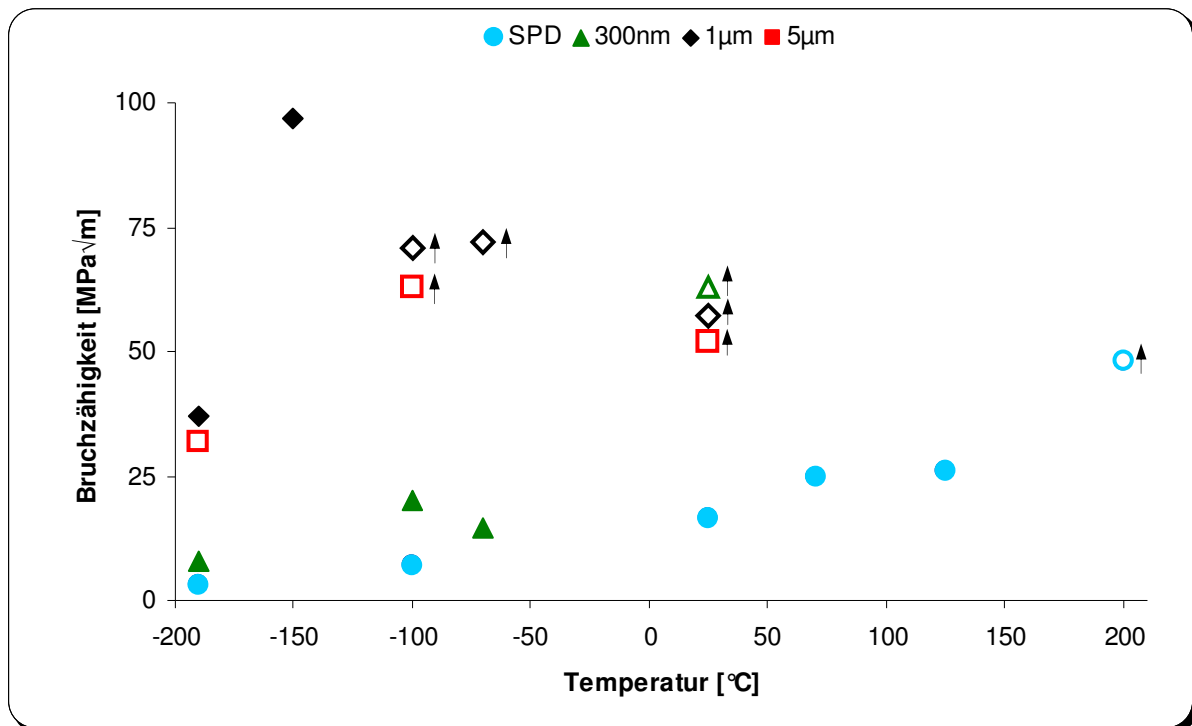


Abbildung 5.1: Bruchzähigkeit – Temperatur – Diagramm für die Scherrichtung

Die gültigen Werte sind durch volle Symbole dargestellt, die nicht ausgefüllten zeigen an, dass die ermittelten Bruchzähigkeiten nicht den Gültigkeitskriterien der ASTM-E399 entsprechen.

Ein Pfeil neben einem Symbol zeigt an, dass der errechnete Wert den wahren Wert unterschätzt und in Wirklichkeit viel höher liegt.

	-196 °C	-150 °C	-100 °C	-70 °C	25 °C	70 °C	125 °C	200 °C
SPD	5		7		17	25	26	48 ^d
300nm	7		20	14	61 ^d			
1µm	37	97	71 ^d	72 ^d	56 ^d			
5µm	32\41 ^p		68 ^d		52 ^d			

Tabelle 5.1: Auflistung der Bruchzähigkeit [MPa√m] in Abhängigkeit der Korngröße bei den verschiedenen Prüftemperaturen für die Scherrichtung

Der Index "p" deutet an, dass es während des Bruchzähigkeitsversuches zu einem *Pop-in* gekommen ist. Der Wert vor dem Schrägstrich "\ " entspricht der nach dem Typ II der ASTM-E399 ermittelten Bruchzähigkeit, der Wert nach dem Schrägstrich der aus der Maximalkraft ermittelten maximalen Spannungsintensität. Der Index "d" deutet an, dass die Probe duktil gebrochen ist und demnach nicht den Gültigkeitsbedingungen der ASTM-E399 genügt.

5.1.1 SPD-Serie

Die SPD Serie wurde im Bereich zwischen Flüssigstickstofftemperatur und 200°C untersucht.

Die bei einer Temperatur von **-196°C** getestete Probe weist die niedrigste Bruchzähigkeit ($K_{IC}=5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) aller untersuchten auf. Makroskopisch, wie auch mikroskopisch können keine Anzeichen von Plastifizierung festgestellt werden.

Abbildung 5.2 zeigt die Gesamtbruchfläche.

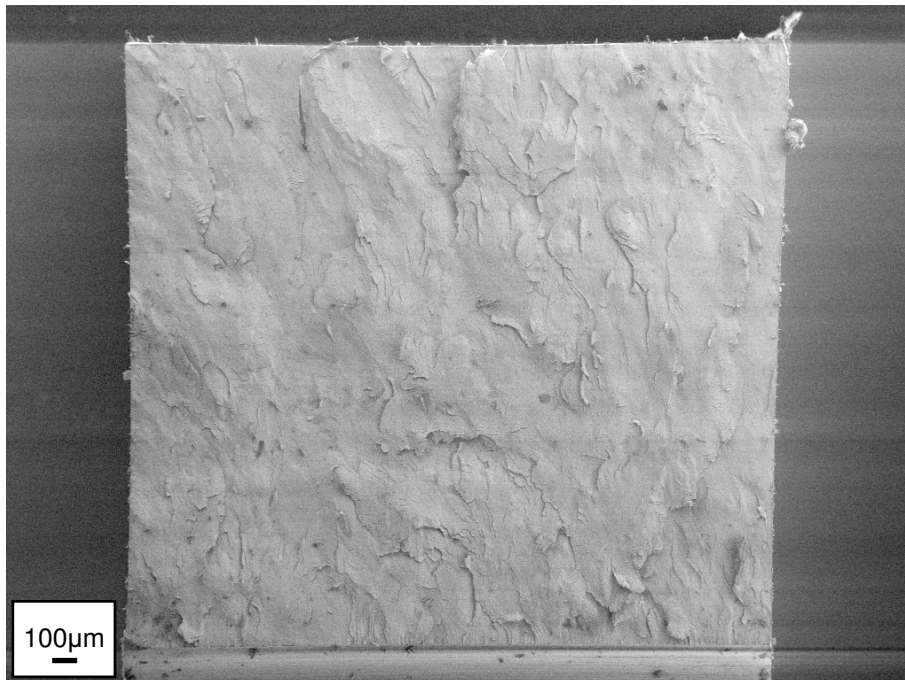


Abbildung 5.2: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der Gesamtbruchfläche. Die SPD-Probe aus der Scherrichtung wurde bei -196°C geprüft. Es sind keine beachtlichen plastischen Verformungen zu erkennen ($K_{IC}=5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).

Dasselbe Bruchbild zeigen die Proben sowohl bei **-100°C** als auch bei **Raumtemperatur**. Die Bruchzähigkeit steigt jedoch an und beträgt bei Raumtemperatur $16 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, wobei keine größeren Anzeichen von Plastifizierung feststellbar sind und die Gewaltbruchfläche nahtlos an den eingebrachten Ermüdungsanriss anschließt (Abbildung 5.3). Der Restbruch hat in allen Fällen völlig **interkristallinen Charakter**.

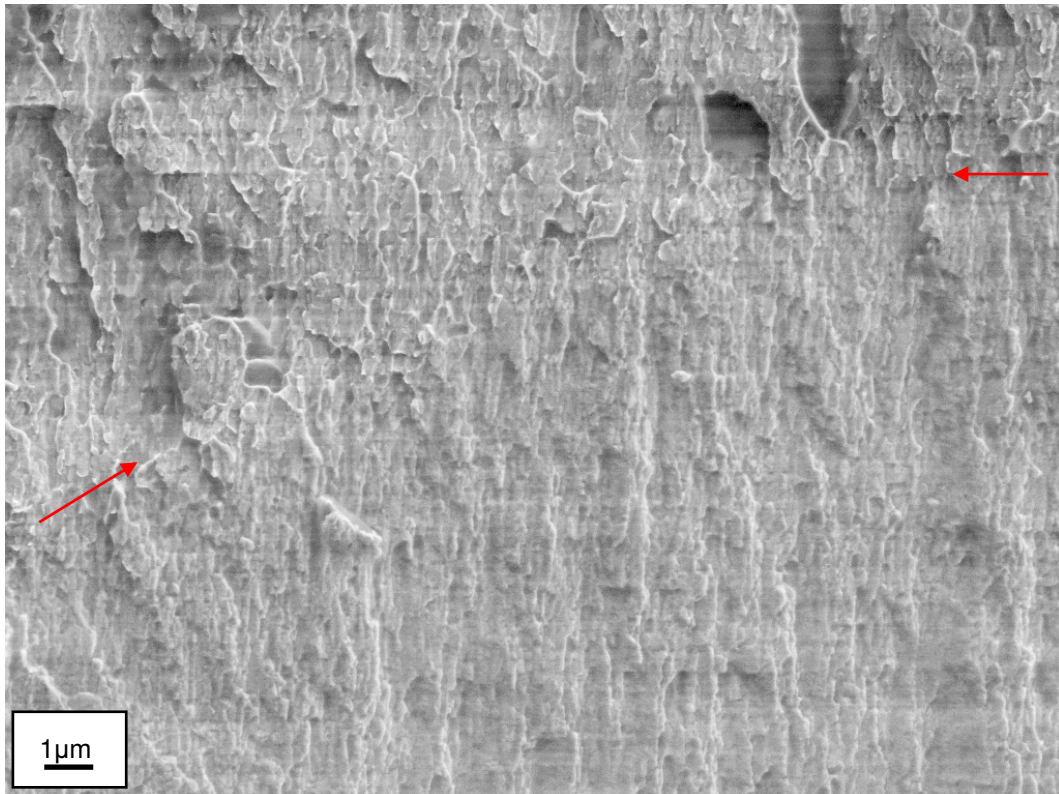


Abbildung 5.3: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme, die den Übergang vom Ermüdungsanriss zum Gewaltbruch zeigt. Dieser ist rot markiert. Die SPD-Probe aus der Scherrichtung wurde bei Raumtemperatur geprüft. ($K_{IC}=16\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)

Ab einer Versuchstemperatur von **70 °C** ändert sich das Bruchbild insofern, als es zu einem merklichen *Blunting* der Rissspitze kommt (Abbildung 5.4):

Unter dem Elektronenmikroskop betrachtet folgt die Gewaltbruchfläche nicht unmittelbar der druckermüdeten Zone. Dazwischen befindet sich ein Übergangsbereich, die so genannte *Stretched-zone*, dessen Ausdehnung in etwa $5\mu\text{m}$ beträgt

Aus dieser Abbildung ist ebenfalls zu erkennen, dass an die *Stretched-zone* keine mikroduktile Zone anschließt, sondern sofort der interkristalline Restbruch folgt.

Eine weitere Auffälligkeit, die die Probe bei **125°C** zeigt, sind so genannte *Tear-ridges*. Diese verbinden angrenzende Bruchbereiche unterschiedlicher Höhe miteinander und haben ein bergrückenartiges Aussehen, wobei lokale plastische Verformungen für die Aufwölbungen verantwortlich sind. Das Auftreten der *Tear-ridges* wird von Rosenfield [20] als dominierender Energie verzehrender Mechanismus während der Rissausbreitung angesehen (Abbildungen 5.5, 5.6).

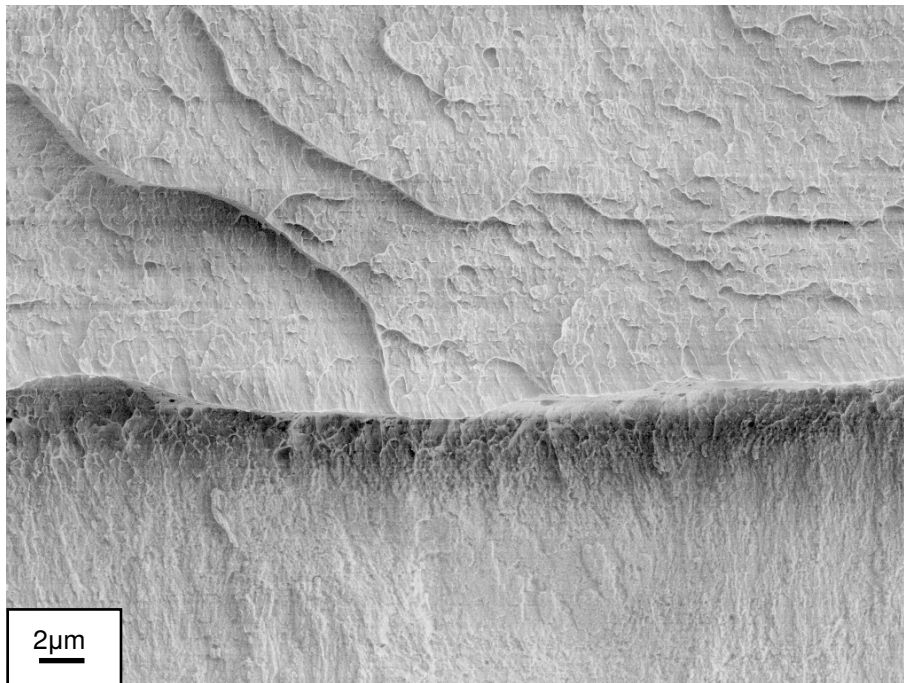


Abbildung 5.4: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme, die die *Stretched-zone* im Anschluss an den Ermüdungsanriss zeigt. Die SPD-Probe aus der Scherrichtung wurde bei 70°C geprüft ($K_{IC}=25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

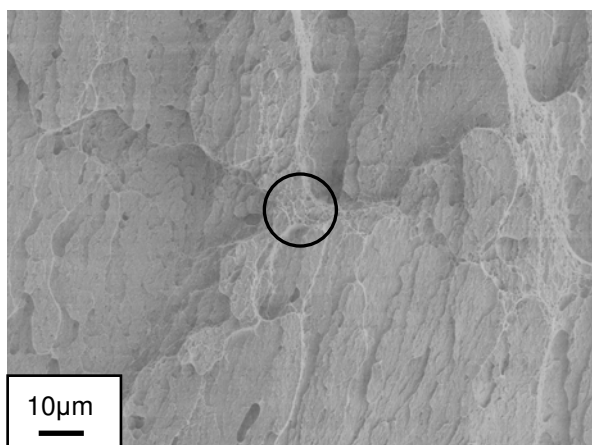


Abbildung 5.5: Diese REM-Aufnahme zeigt einen Ausschnitt der Restbruchfläche der SPD-Probe aus der Scherrichtung, die bei 125°C geprüft wurde. Unterschiedliche Rissebenen sind durch so genannte *Tear-ridges* miteinander verbunden, welche in der Abbildung schwarz markiert sind.

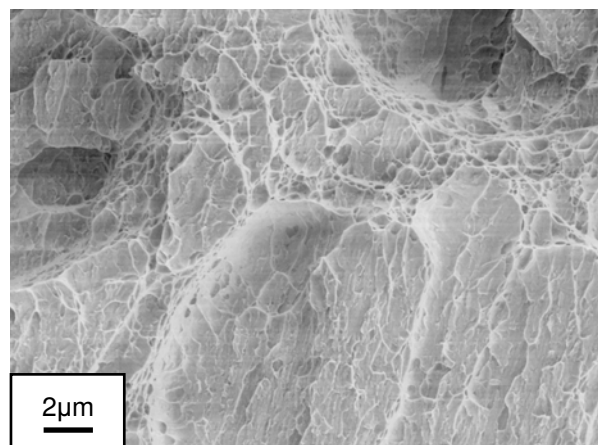


Abbildung 5.6: REM-Aufnahme des in Abb. 5.5 markierten Bereichs. Hier ist besonders gut zu sehen, dass es auf mikroskopischer Ebene zu beachtlichen lokalen plastischen Verformungen kommt.

Die mikroplastischen Vorgänge führen zu einem Ansteigen der Bruchzähigkeit auf 25 bzw. 26 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ bei **70 °C** bzw. **125 °C**. Es sind weder Einschnürung noch Scherlippen feststellbar, sodass daraus schlussgefolgert werden kann, dass makroskopisch betrachtet der Bruch weiterhin verformungsarm erfolgt.

Ebenso deutet der lineare Verlauf der Kraft-Verschiebungskurve darauf hin.

Beachtliche plastische Verformungen treten erst bei einer Versuchstemperatur von **200 °C** auf, die sich - wenn auch nur geringfügig - als Abweichung vom linearen Verlauf in der Kraft-Verschiebungskurve äußern und zu einer maximalen Spannungsintensität $K_{\text{max}}=48 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ führen.

Betrachtet man die Probe im Mikroskop, so fallen auf den ersten Blick die stark zerklüftete Bruchfläche, sowie Scherbruchanteile auf (Abbildung 5.7).

Höhere Vergrößerungen zeigen, dass es im Anschluss an die *Stretched-zone* zur Ausbildung einer mikroduktilen Zone kommt (Abbildung 5.8).

In weiterer Folge wird das Gefüge plastisch verformt, bis der Gewaltbruch eintritt. Aus dem Aussehen der in Abbildung 5.9 dargestellten Körner ist abzulesen, dass dies unter Zugbelastung erfolgt.



Abbildung 5.7: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme, die die Gesamtbruchfläche der SPD-Probe aus der Scherrichtung bei einer Prüftemperatur von 200 °C zeigt. Auf der Bruchfläche sind beachtliche Scherlippen als Zeichen großer plastischer Verformung erkennbar. Die aus der Kraft-Verschiebungskurve errechnete Bruchzähigkeit beträgt $48 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, ist in Wirklichkeit jedoch weit größer.

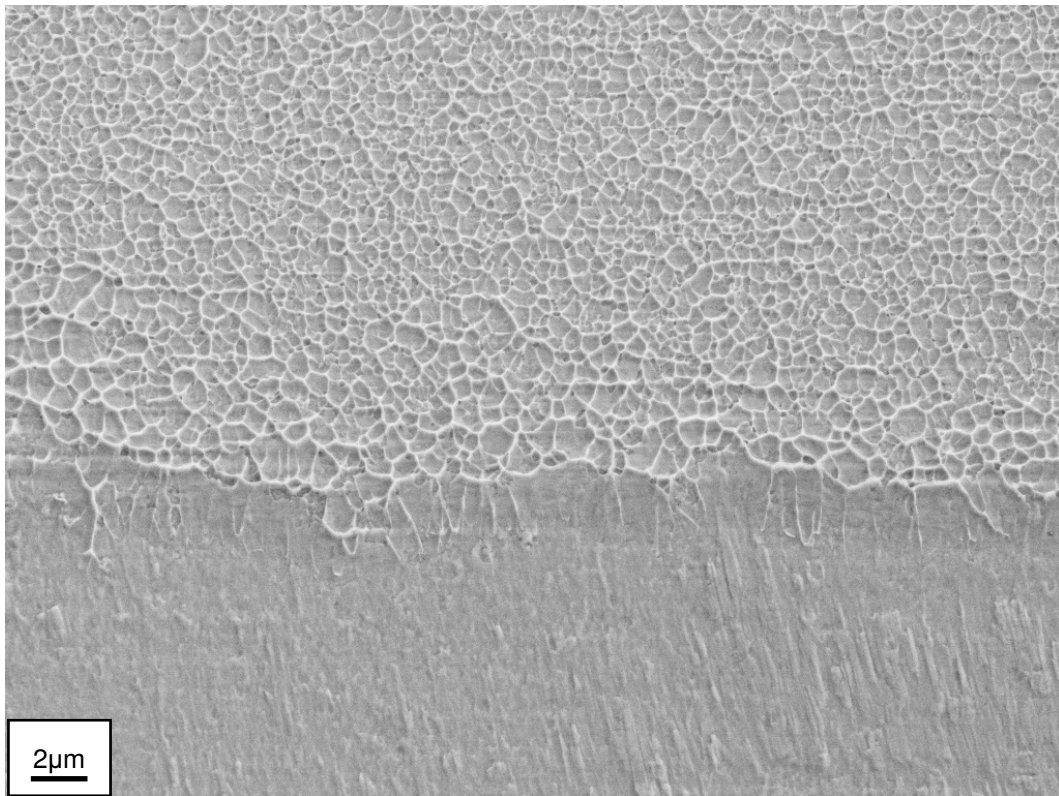


Abbildung 5.8: Den Übergang vom Ermüdungsanriss zur mikroduktilen Zone zeigt diese REM-Aufnahme. Ebenfalls ist ein *Blunting* der Rissspitze zu erkennen. Die SPD-Probe aus der Scherrichtung wurde bei 200 °C geprüft.

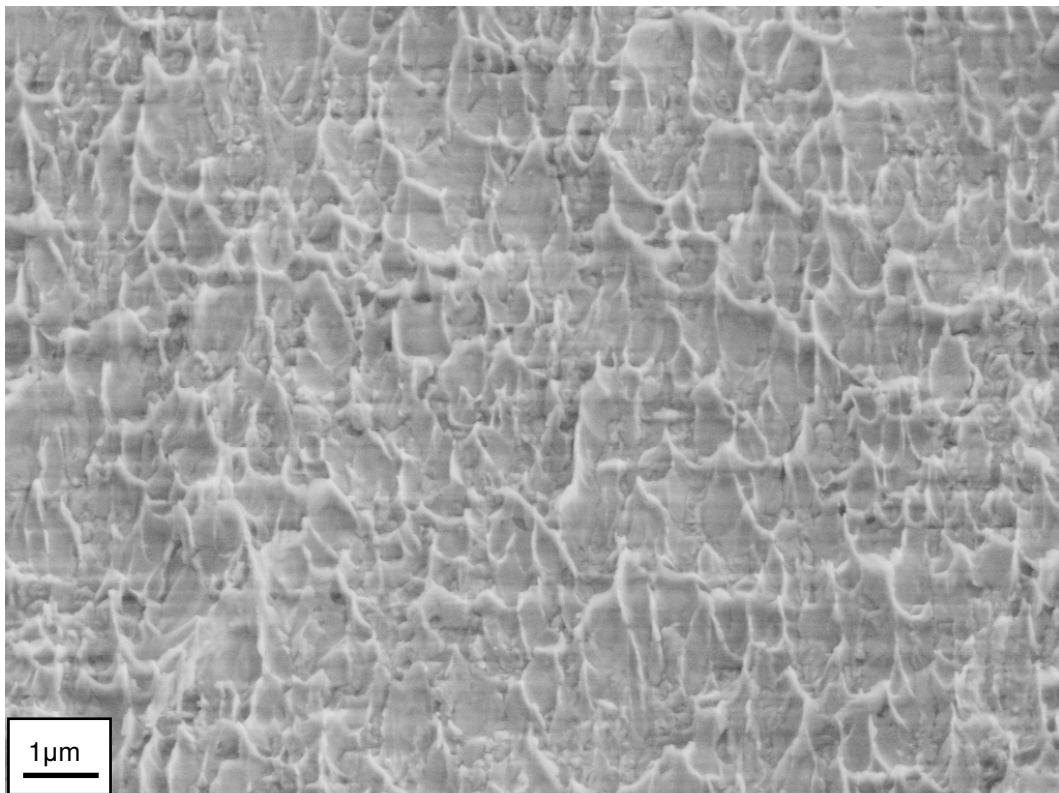


Abbildung 5.9: Ein Ausschnitt der Restbruchfläche derselben Probe ist hier dargestellt. Die REM-Aufnahme zeigt, dass die Körner unter Zugspannungen plastisch verformt wurden bis es zum Bruch kam.

5.1.2 300nm-Serie

Die Serie mit einer Korngröße von 300nm wurde im Temperaturbereich zwischen Flüssigstickstoff- und Raumtemperatur untersucht.

Bei **-196°C** zeigt das Material ideal sprödes Verhalten: Sowohl makroskopisch als auch mikroskopisch sind keine Anzeichen von plastischer Verformung erkennbar. Der unmittelbar an den Ermüdungsriss anschließende Bereich zeigt weder *Blunting* noch mikroduktile Verformung (Abbildung 5.10).

Der Bruch selbst erfolgt **interkristallin**, wobei auch hier keine plastische Verformung an den Korngrenzen sichtbar ist (Abbildung 5.11). Der niedrige Wert der Bruchzähigkeit von $7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und der Verlauf der Kraft-Verschiebungskurve sprechen für den energiearmen Bruch.

Das Materialverhalten bei **-100°C und -70°C** ändert sich dahingehend, dass es zur Ausbildung einer *Stretched-zone* kommt (Abbildungen 5.12, 5.13), deren Weite sehr gering ist und nur ungefähr $1\mu\text{m}$ beträgt. Auch sind *Tear-ridges* gut zu erkennen (Abbildung 5.14).

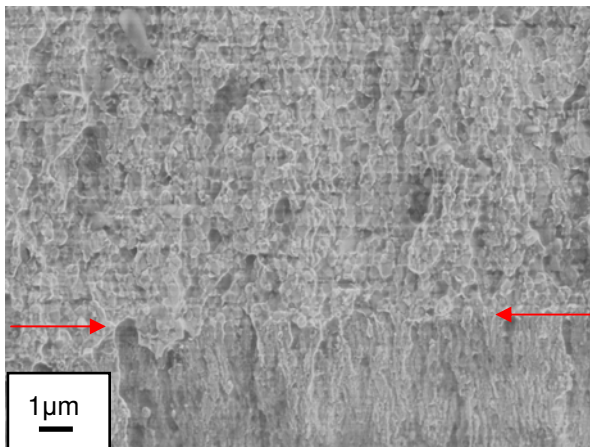


Abbildung 5.10: Diese REM-Aufnahme zeigt den Übergang von Ermüdungsanriss zur Restbruchfläche der 300nm-Probe der Scherrichtung bei -196°C . Der Übergang ist in der Abbildung mit Pfeilen rot markiert. Es sind keine beachtlichen plastischen Verformungen zu erkennen.

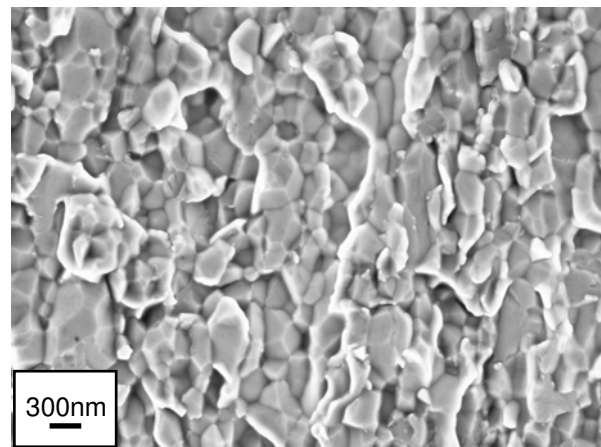


Abbildung 5.11: Diese REM-Aufnahme zeigt einen Ausschnitt der Restbruchfläche nahe des Ermüdungsanrisses derselben Probe. Der Restbruch erfolgt zur Gänze interkristallin, selbst erkennbare plastische Verformungen an den Korngrenzen bleiben aus ($K_{IC}=7\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

Demzufolge steigt auch die Spannungsintensität bei Bruch an. Bemerkenswert ist jedoch, dass die Bruchzähigkeit bei $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ mit $20\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ höher liegt als bei $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($K_{IC}=14\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).

Der Restbruch erfolgt erneut **interkristallin** ohne markante Verformung an den Korngrenzen.

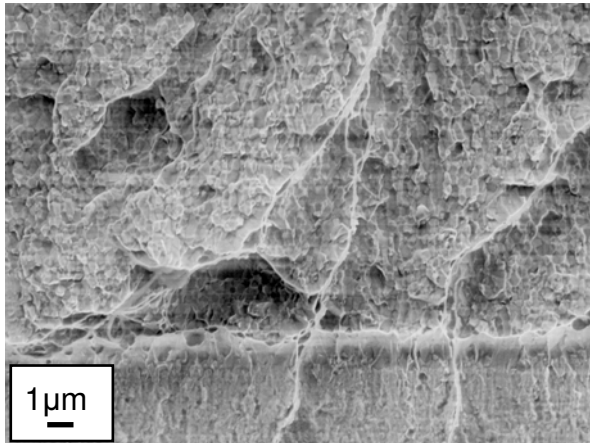


Abbildung 5.12: Diese REM-Aufnahme zeigt die *Stretched-zone*, sowie den Beginn der Restbruchfläche. Die 300nm-Probe aus der Scherrichtung wurde bei $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ geprüft ($K_{IC}=20\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).

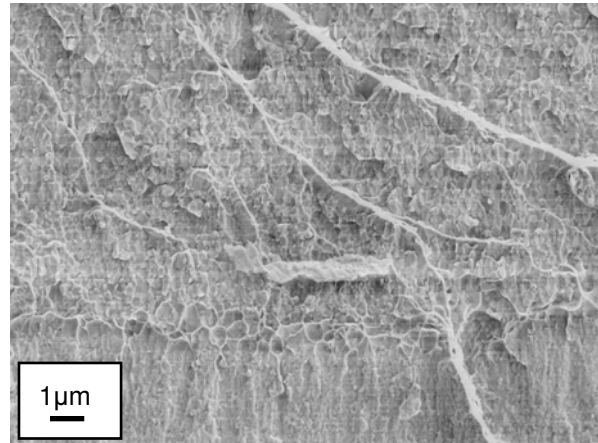


Abbildung 5.13: Diese REM-Aufnahme zeigt ebenfalls die *Stretched-zone* als Übergangsbereich zwischen Ermüdungsanriss und Restbruchfläche, jedoch bei einer Prüftemperatur von $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($K_{IC}=14\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).

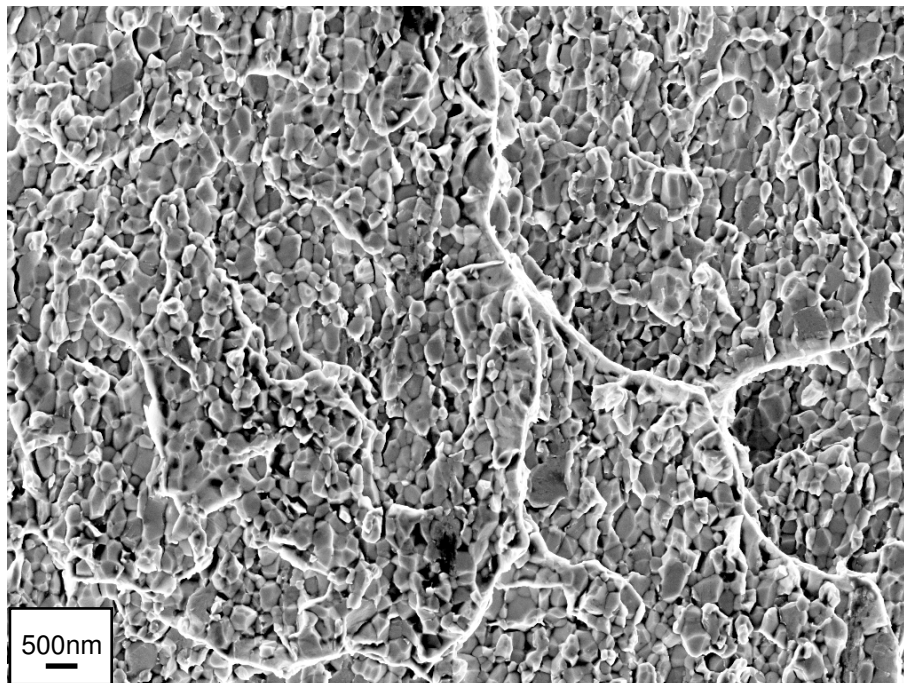


Abbildung 5.14: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme, die die Restbruchfläche der 300nm-Probe aus der Scherrichtung zeigt, die bei $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ geprüft wurde. Der Bruch erfolgte **interkristallin**, des Weiteren zeigt die Bruchfläche die Ausbildung von *Tear-ridges*.

Die Prüfung bei **Raumtemperatur** führt zu makroskopisch plastischen Verformungen, deutlich erkennbar als Scherlippen, die bereits bei niedriger Vergrößerung (Abbildung 5.15) zu sehen sind.

Im Anschluss an die *Stretched-zone* kommt es zu mikroduktiler Rissausbreitung, die sich im Bruchbild als bekannte Wabenstruktur zeigt (Abbildung 5.16).

Infolgedessen verringert sich laufend der Probenquerschnitt bis schließlich der duktile Restbruch auf die Weise erfolgt, dass die Probe auseinander gerissen wird (Abbildung 5.17), was in der Literatur als *Tensile tearing* bekannt ist [2].

Weiters deutet die Abweichung von der Linearität in der Kraft-Verschiebungskurve auf das duktile Verhalten hin. Die aus der Maximalkraft berechnete maximale Spannungsintensität K_{\max} beträgt $61 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, wobei das Verhältnis von P_{\max} zu P_Q mit 1,4 erheblich über dem von der Norm geforderten Wert von 1,1 liegt.

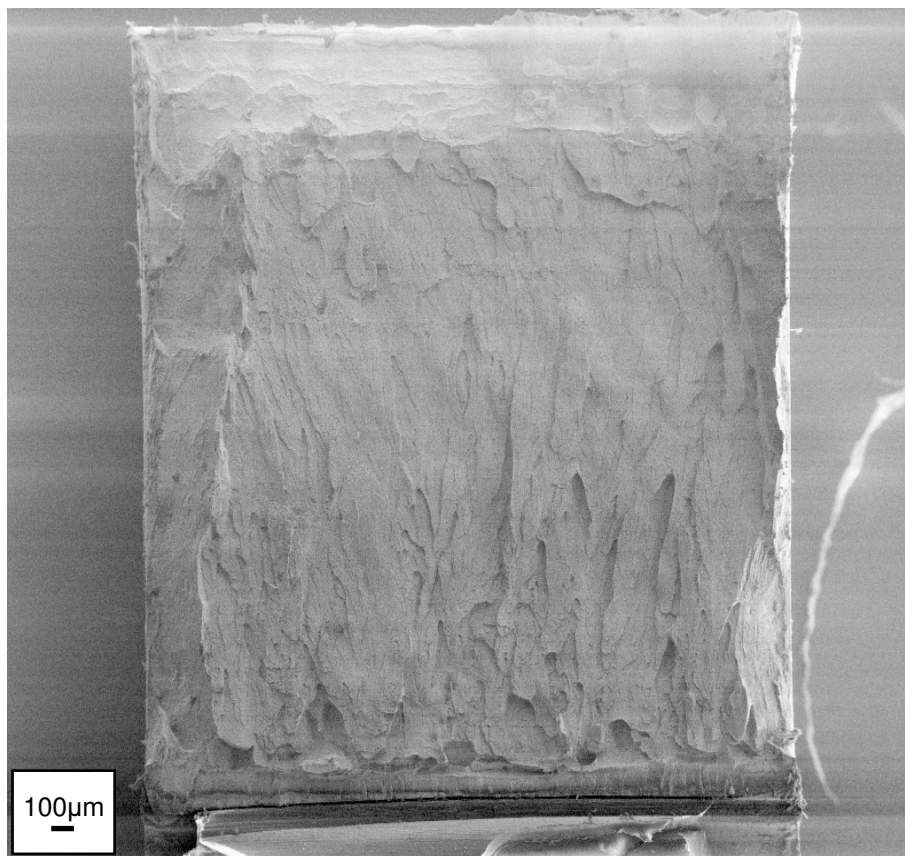


Abbildung 5.15: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der 300nm Probe aus der Scherrichtung, die bei Raumtemperatur geprüft wurde. Die Aufnahme zeigt die Gesamtbruchfläche, auf der beachtliche Scherlippen erkennbar sind. Die aus der Kraft-Verschiebungskurve errechnete Bruchzähigkeit beträgt $61 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, ist in Wirklichkeit jedoch weit größer.

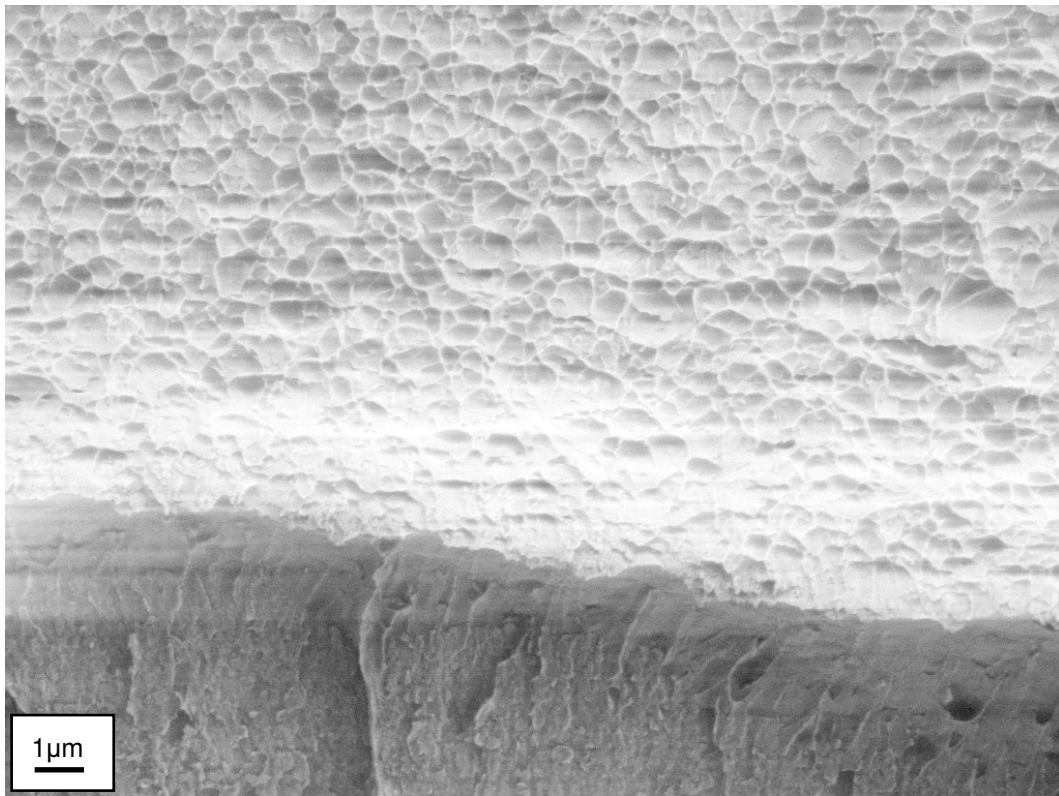


Abbildung 5.16: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt den Übergang vom Ermüdungsanriss zu mikroduktiler Rissausbreitung für die 300nm-Probe aus der Scherrichtung, die bei Raumtemperatur geprüft wurde. Ebenfalls gut zu erkennen ist die beachtliche Ausrundung der Risspitze.

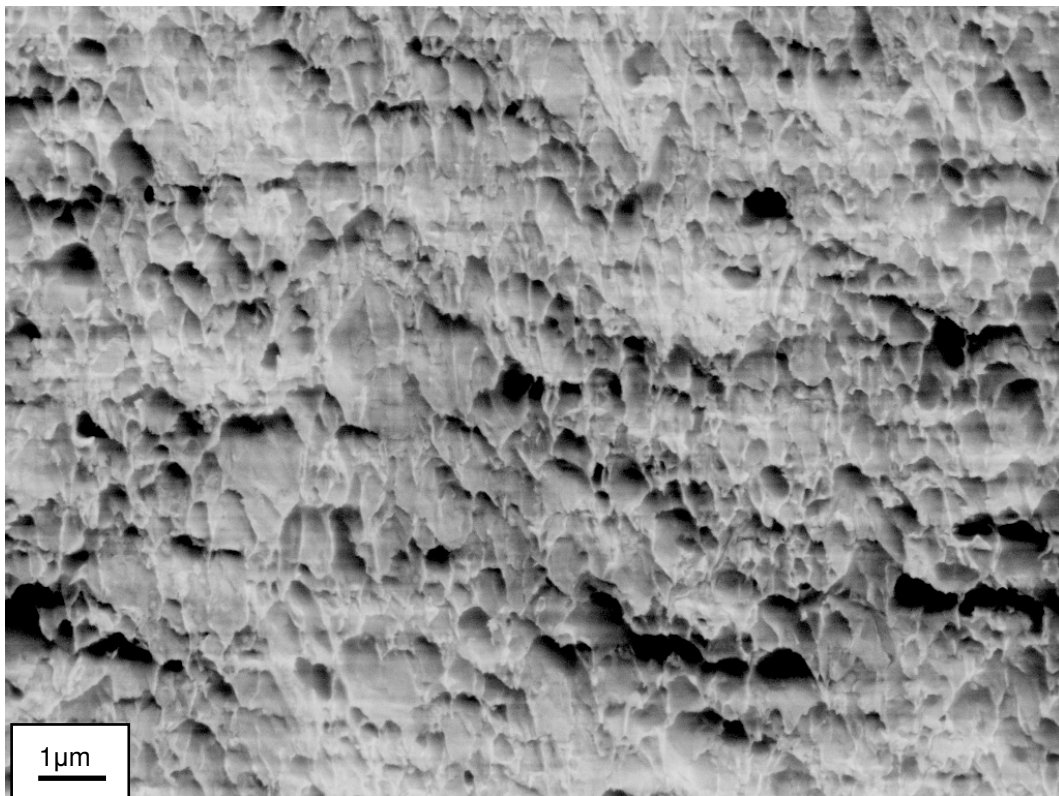


Abbildung 5.17: Die REM-Aufnahme zeigt einen Ausschnitt der Restbruchfläche derselben Probe, wobei der Bruch unter großer plastischer Verformung erfolgt ist.

5.1.3 1 μ m-Serie

Die Serie mit einer Korngröße von 1 μ m wurde im Temperaturbereich zwischen Flüssigstickstoff- und Raumtemperatur untersucht.

Bereits bei **-196°C** kommt es zu einer geringen Ausrundung der Rissspitze, sodass die *Stretched-zone*, deren Weite etwa 2 μ m beträgt, deutlich zu sehen ist – der Beginn ist in Abbildung 5.18 mit roten Pfeilen markiert.

Mikroductile Rissausbreitung bleibt jedoch aus, sodass unmittelbar daran der verformungsarme Restbruch folgt (Abbildung 5.19).

Die Tatsache, dass der Bruch weitgehend verformungsarm erfolgt, wird zusätzlich durch den linearen Verlauf der Kraft-Verschiebungskurve bestätigt, wobei der Bruchtyp eine **Mischung aus Korngrenzen- und Spaltbruch** ist (Abbildung 5.20).

Durch das größer werdende Korn nimmt der Anteil an Grenzfläche, verglichen mit der 300nm-Serie, ab, sodass die Rissausbreitung zunehmend transkristallin erfolgt.

Die Verformungen im Rissspitzenbereich führen jedoch bereits zu einem relativ hohen Wert der Bruchzähigkeit von 37 MPa \sqrt{m} .

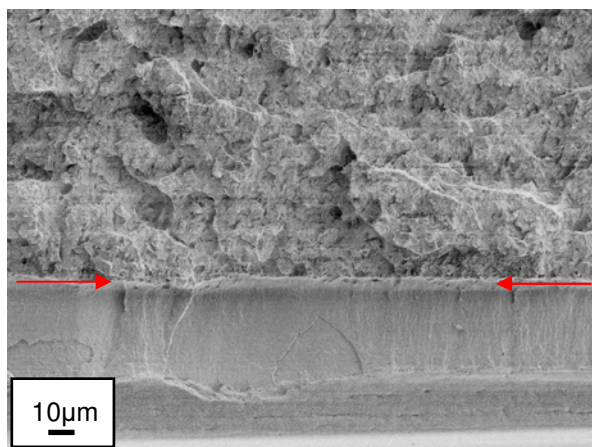


Abbildung 5.18: Diese REM-Aufnahme zeigt einen Bruchflächenausschnitt, der sowohl die Bereiche Ermüdungsanriss als auch Restbruchfläche zeigt. Mit Pfeilen rot markiert ist der dazwischen liegende Bereich der *Stretched-zone*. Die 1 μ m-Probe aus der Scherrichtung wurde bei -196°C geprüft.

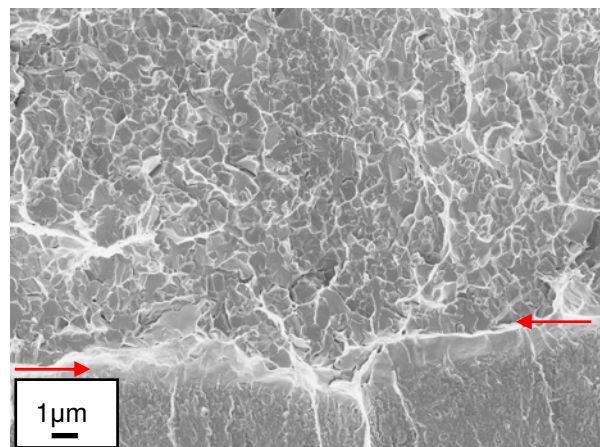


Abbildung 5.19: Es wird dieselbe Probe wie in Abb. 5.18 gezeigt, jedoch ist die *Stretched-zone* vergrößert dargestellt. Sie ist als heller Bereich erkennbar, zusätzlich noch rot markiert. Die Ausdehnung beträgt lediglich etwa 2 μ m. (K_{Ic} =37MPa \sqrt{m})

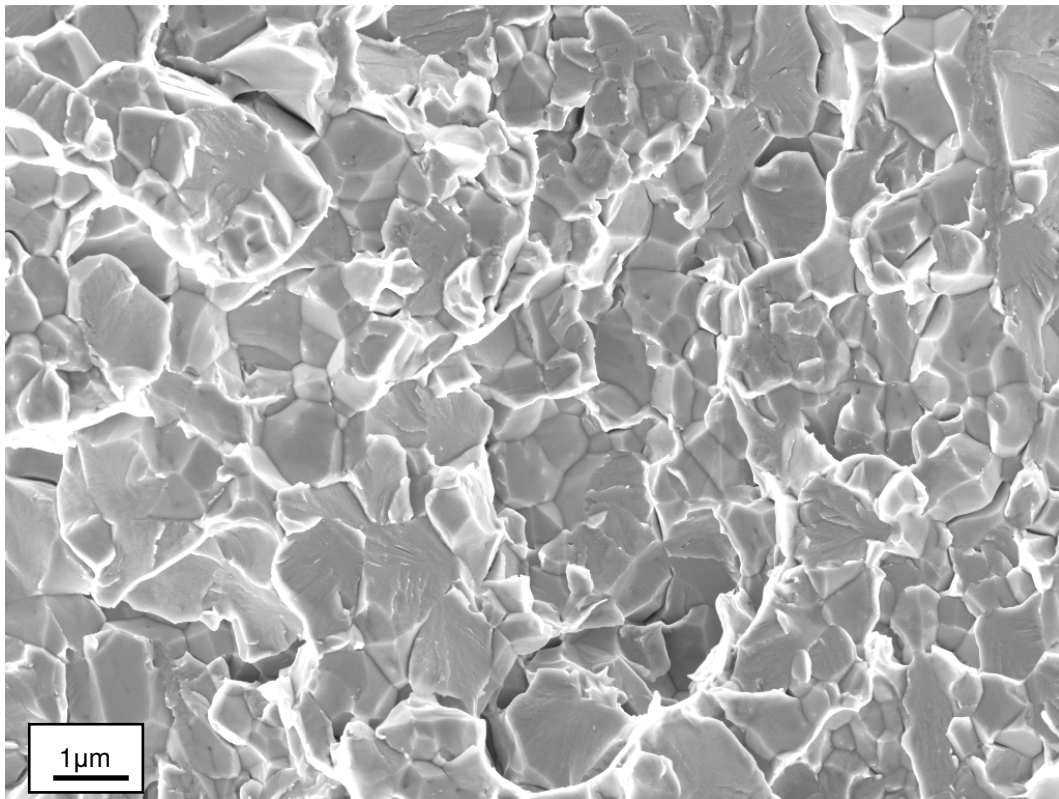


Abbildung 5.20: Die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt die Restbruchfläche der 1µm-Probe aus der Scherrichtung, die bei -196°C geprüft wurde. Die Bruchfläche zeigt sowohl Anteile von Korngrenzen- als auch von Spaltbruch.

Wird die Prüfung bei **-150°C** durchgeführt, so ist auf der Bruchoberfläche eine mikroduktiler Zone, deren Ausdehnung ungefähr 80µm beträgt, im Anschluss an die *Stretched-zone* sichtbar (Abbildung 5.21, 5.22).

Danach kommt es zum Gewaltbruch, der wiederum Anteile von **Spalt-** als auch **Korngrenzenbruch** aufweist. Die Plastifizierungen im Rissspitzenbereich führen dazu, dass die Spannungsintensität bei Bruch beachtlich auf $97\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ansteigt.

Die plastische Verformung deutet sich auch in der Kraft-Verschiebungskurve als Abweichung von der Linearität an.

Neben *Tear-ridges* sind vereinzelt auch schon Sekundärrisse – in Abbildung 5.24 rot eingefasst – die interkristallin verlaufen, erkennbar (Abbildung 5.23, 5.24.). Diese beiden Merkmale tragen ebenfalls zur hohen Bruchzähigkeit bei [21].

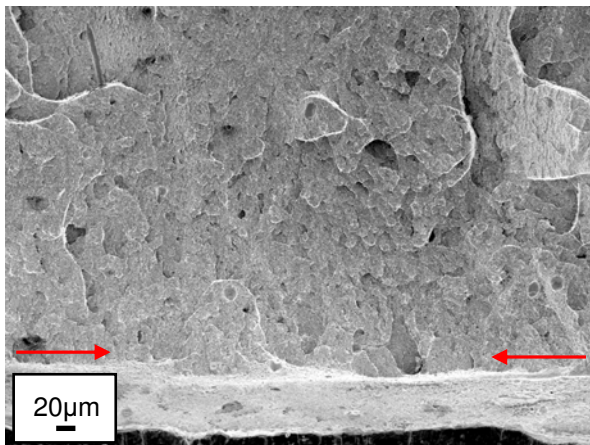


Abbildung 5.21: Diese REM-Aufnahme zeigt einen Ausschnitt der Bruchfläche der 1 μ m-Probe aus der Scherrichtung. Die Probe wurde bei -150 $^{\circ}$ C geprüft. Es sind die mikroduktile Zone, sowie der Beginn der Restbruchfläche zu sehen, wobei der Übergang mit Pfeilen rot markiert ist.

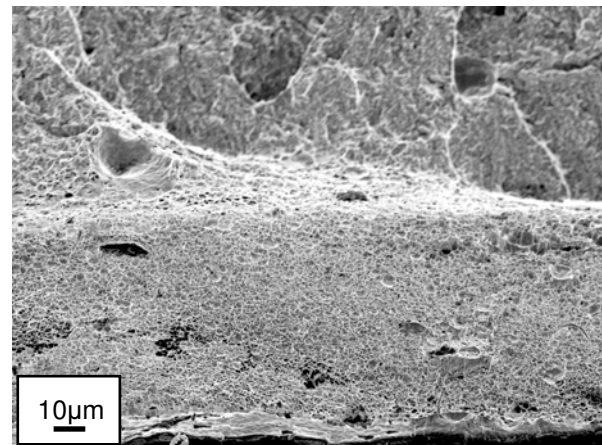


Abbildung 5.22: Eine vergrößerte Darstellung der mikroduktilen Zone zeigt diese Abbildung. Deren Ausdehnung beträgt in etwa 80 μ m. Diese relativ starken Plastifizierungen führen zu einer vergleichsweise hohen Bruchzähigkeit. ($K_{IC}=97\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)

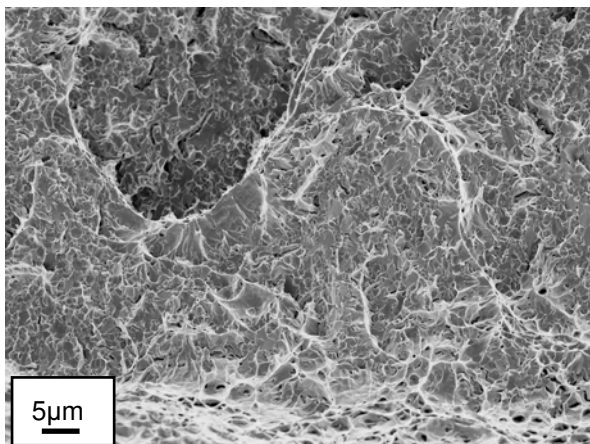


Abbildung 5.23: Diese REM-Aufnahme zeigt den Übergang zum Restbruch, wobei die hellen Bereiche *Tear-ridges* darstellen und gelegentlich lokal plastisch verformte Bereiche als *Dimples* zu erkennen sind.

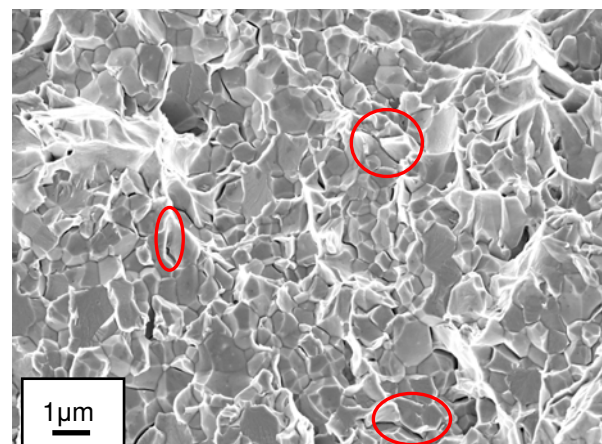


Abbildung 5.24: Schlussendlich zeigt diese REM Aufnahme einen Ausschnitt der Restbruchfläche, die sowohl Anteile von Korngrenzen- als auch von Spaltbruch aufweist. Rot markiert sind Sekundärrisse. Die hellen, glänzenden Bereiche deuten bereits eine gewisse Restduktilität an.

Bei den Proben, die zwischen **-100°C** und **Raumtemperatur** getestet worden sind, ist bereits mit bloßem Auge das duktile Verhalten erkennbar (Abbildung 5.25, 5.26). Höhere Vergrößerungen zeigen die **wabenförmige Bruchfläche** noch deutlicher, wobei es zu massivem Porenwachstum gekommen ist (Abbildung 5.27). In einigen Fällen ist im Porengrund noch das bruchauslösende Partikel (Abbildung 5.28) zu erkennen. Die aus der Maximalkraft ermittelte Spannungsintensität K_{\max} hat bei -100°C einen Wert von 71 MPa \sqrt{m} und beträgt bei Raumtemperatur 56 MPa \sqrt{m} .

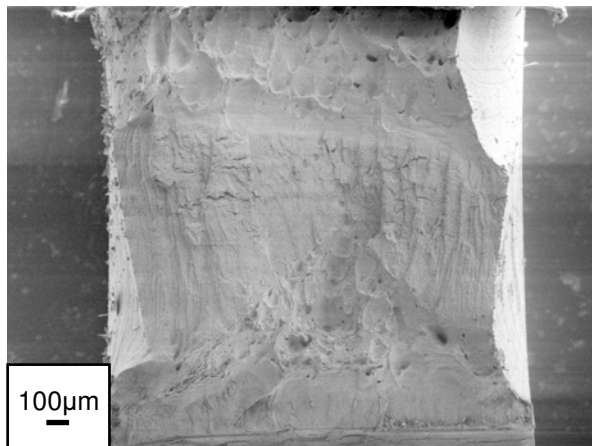


Abbildung 5.25: Die REM-Aufnahme zeigt die Gesamtbruchfläche der 1 μ m-Probe aus der Scherrichtung, die bei -100°C geprüft wurde. Bereits bei einer geringen Last beginnt sich die Probe zu plastifizieren und sich beachtlich einzuschnüren. Das duktile Materialverhalten ist deutlich zu sehen. Die aus der Maximalkraft der P-v Kurve errechnete Spannungsintensität beträgt 72MPa \sqrt{m} .

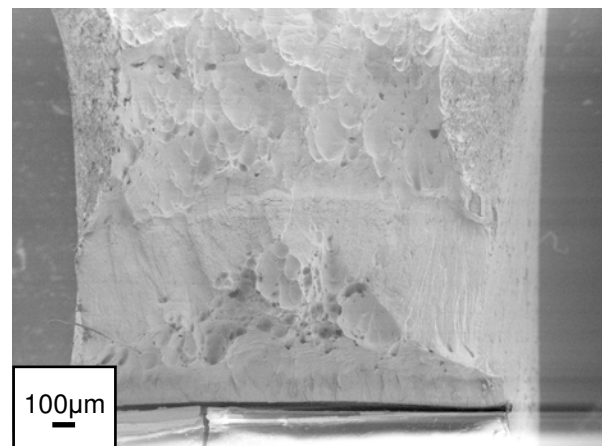


Abbildung 5.26: Die 1 μ m-Probe aus der Scherrichtung wurde bei Raumtemperatur geprüft. Die REM-Aufnahme lässt auch hier deutlich das duktile Materialverhalten erkennen: beachtliche Einschnürung, sowie Wabenstruktur. Aufgrund der Temperaturabhängigkeit der Streckgrenze ist bei Raumtemperatur die maximale Spannungsintensität niedriger und beträgt 56MPa \sqrt{m} .

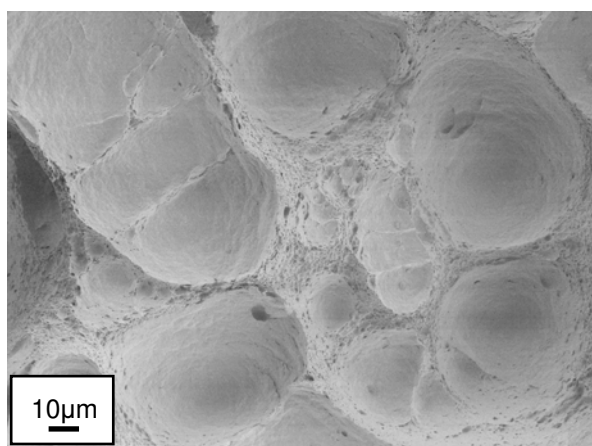


Abbildung 5.27: REM-Aufnahme, die einen Ausschnitt der stark plastisch verformten Bruchfläche zeigt. Die *Dimples* erreichen eine Größe bis 50 μ m. Die 1 μ m-Probe aus der Scherrichtung wurde bei -70°C geprüft.

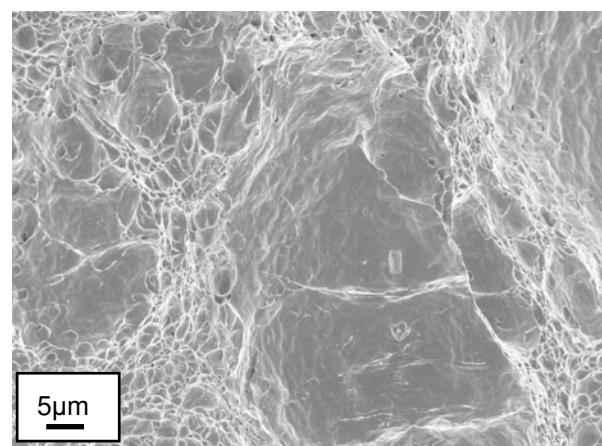


Abbildung 5.28: Detailaufnahme eines plastisch verformten Bruchbereiches derselben Probe. Im Porengrund ist noch das bruchauslösende Partikel zu sehen. Das aus der Maximalkraft der P-v Kurve errechnete K_{\max} beträgt 72MPa \sqrt{m} .

5.1.4 5µm-Serie

Die Serie mit einer Korngröße von 5µm wurde im Temperaturbereich zwischen Flüssigstickstoff- und Raumtemperatur untersucht.

Lediglich bei der Prüftemperatur von **-196°C** bricht die Probe infolge der monotonen Beanspruchung, jedoch kommt es zu so genannten *Pop-in*-Effekten. Unter *Pop-in* versteht man vorkritisches Risswachstum, was bedeutet, dass sich der Riss eine gewisse Distanz instabil ausbreitet, bevor er gestoppt wird. Für die Bestimmung der Bruchzähigkeit ist aber der erste Lastabfall entscheidend.

Für diese Probe ergibt sich eine kritische Spannungsintensität von $K_{Q}=32 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Das Verhältnis von P_{max} / P_{Q} liegt mit 1,25 jedoch über dem von der ASTM-Norm geforderten Wert und kann somit rein formell nicht als Bruchzähigkeitswert angesehen werden.

Wie bei der 1µm Probe bildet sich im Anschluss an den Ermüdungsriss eine – jedoch weitaus größere – *Stretched-zone* aus, deren Weite ungefähr 15µm beträgt (Abbildung 5.29).

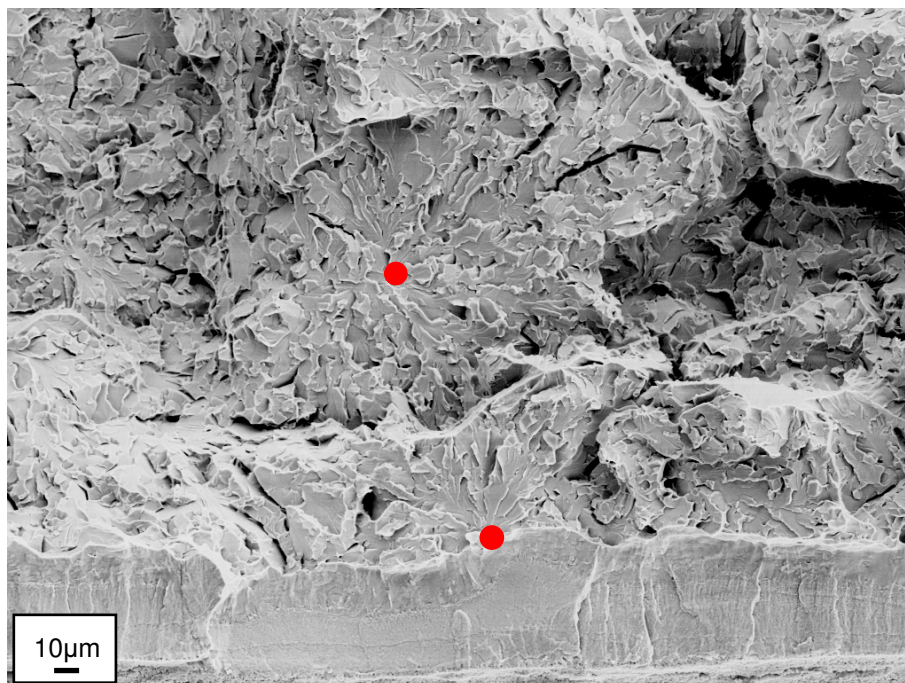


Abbildung 5.29: Die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen Bruchflächenausschnitt der 5µm-Probe aus der Scherrichtung, die bei -196°C geprüft wurde. Es ist der Übergang von *Stretched-zone* zur Restbruchfläche zu sehen. Die zwei möglichen Ausgänge für den Spaltbruch sind in der Abbildung rot markiert.

Aus Abbildung 5.29 lassen sich zwei mögliche Positionen als Ausgangspunkte des Spaltbruches ableiten, diese sind rot markiert.

Zum einen könnte der Bruch direkt im Anschluss an die *Stretched-zone* seinen Ausgang genommen haben, zum anderen ist es auch denkbar, dass es zum Spaltbruch etwa 100µm vor der ausgerundeten Rissspitze gekommen ist.

Der Riss breitet sich jedenfalls vollständig **transkristallin** aus, in Abbildung 5.30 sind die Spaltbruchflächen deutlich zu sehen. Ebenfalls sind auch Sekundärrisse erkennbar, die sowohl durch duktiles Aufreißen (*Ductile tearing*) als auch durch Spaltung entstanden sind – in Abbildung 5.30 rot markiert.

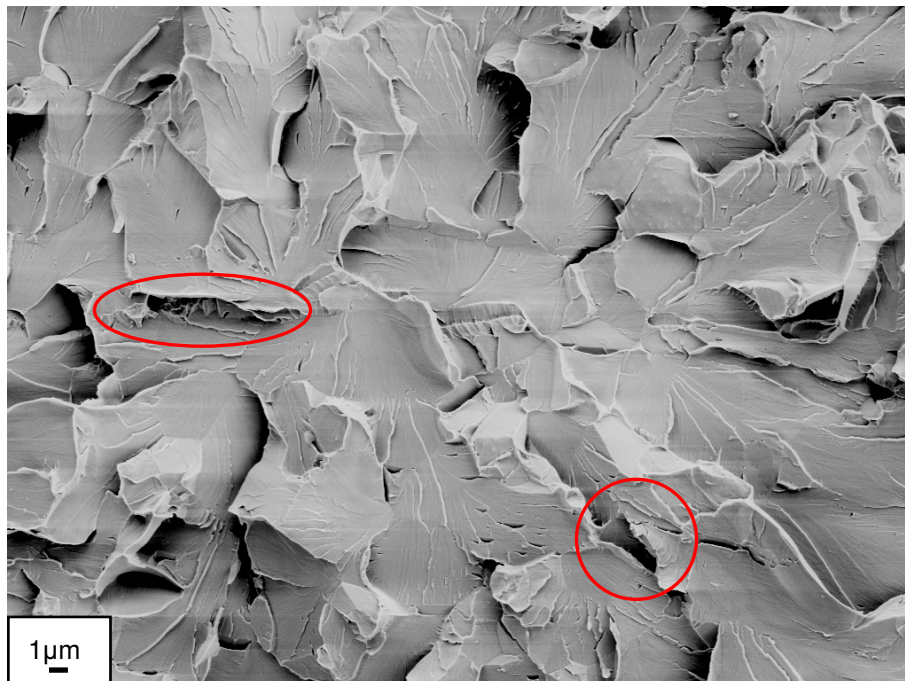


Abbildung 5.30: Diese REM-Aufnahme zeigt die Restbruchfläche der 5µm Probe aus der Scherrichtung, die bei -196°C geprüft wurde. Der Bruch erfolgte gänzlich durch Kornspaltung. In der Abbildung sind ebenfalls Sekundärrisse zu sehen, die rot markiert sind.

Aus dem Verlauf der *River patterns* kann die Art der Korngrenze festgestellt werden: Laufen *River patterns* ohne Unterbrechung im Nachbarkorn weiter, so ist die vorliegende Korngrenze eine Kippkorngrenze. Bei einer Drehkorngrenze hingegen entstehen *River patterns* an der Grenzfläche [2]. Ein weiteres Indiz für eine Drehkorngrenze sind so genannte *Feather markings*. Die Spitzen dieser fächerartigen Muster weisen zum lokalen Bruchausgang hin. Die soeben beschriebenen Merkmale sind in Abbildung 5.31 ersichtlich.

Die Versuche bei den Prüftemperaturen **-100°C** und bei **Raumtemperatur** wurden wie bei den 1µm-Proben ebenfalls vorzeitig gestoppt, da aus dem Verlauf der Kraft-Verschiebungskurve klar war, dass vollkommen duktiles Verhalten vorlag. Die beiden Proben wurden bis zum endgültigen Bruch ermüdet, wobei die Abbildungen 5.32 und 5.33 die durchplastifizierten Bruchflächen zeigen.

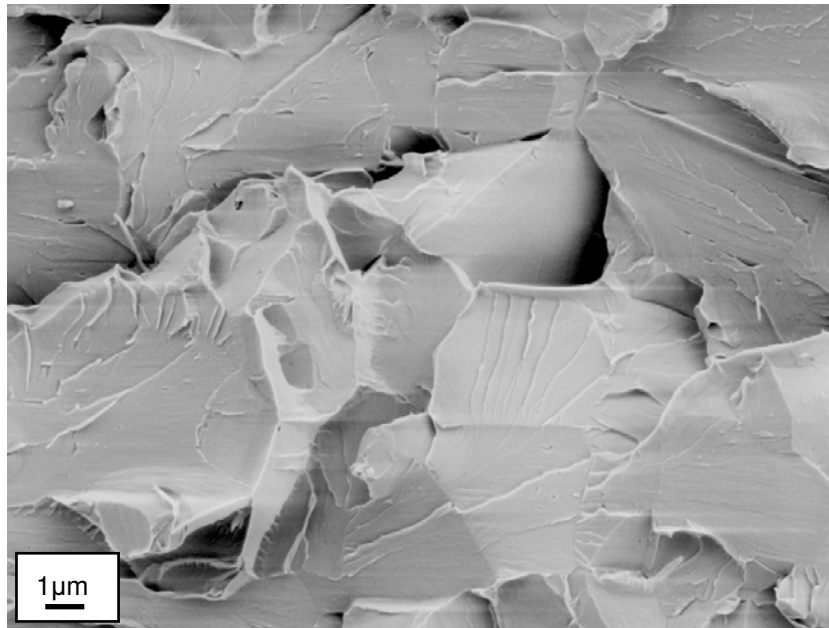


Abbildung 5.31: Diese REM-Aufnahme der bei -196°C geprüften 5µm-Probe aus der Scherrichtung zeigt ebenfalls einen Ausschnitt der Restbruchfläche. Charakteristische Merkmale des Spaltbruchs, nämlich *River patterns* und *Feather markings*, sind in dieser Abbildung zu sehen.

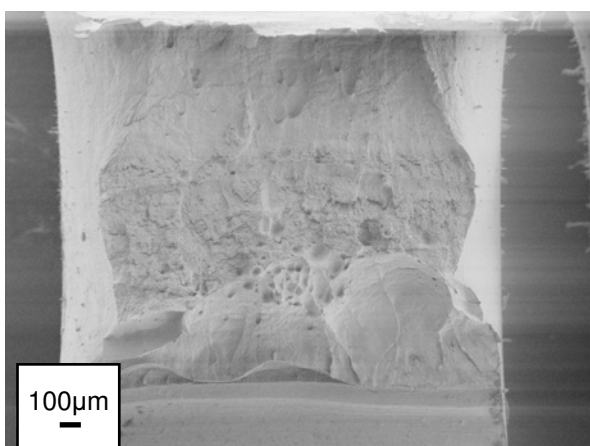


Abbildung 5.32: Diese REM-Aufnahme zeigt die Gesamtbruchfläche der 5µm-Probe aus der Scherrichtung, die bei -100°C geprüf wurde. Die niedrige Streckgrenze bewirkt, dass sich die Probe bereits bei geringer Last einschnürt und es zu massivem Porenwachstum kommt ($K_{max}=68\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

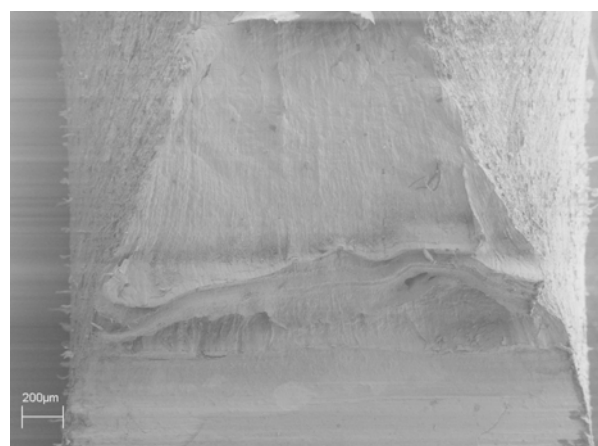


Abbildung 5.33: Im Prinzip dasselbe Materialverhalten wie Abb.5.32 zeigt die 5µm-Probe der Scherrichtung, wenn bei Raumtemperatur geprüf wird. Wegen der Temperaturabhängigkeit der Streckgrenze setzt die plastische Verformung bereits bei einer niedrigeren Last ein, sodass auch das K_{max} niedriger ist ($K_{max}=52\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

5.2 Axialrichtung

In der Abbildung 5.34 sind die aus der Kraft-Verschiebungskurve ermittelten Bruchzähigkeiten in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt. Die errechneten Bruchzähigkeitswerte sind außerdem in der Tabelle 5.2 zusammengefasst.

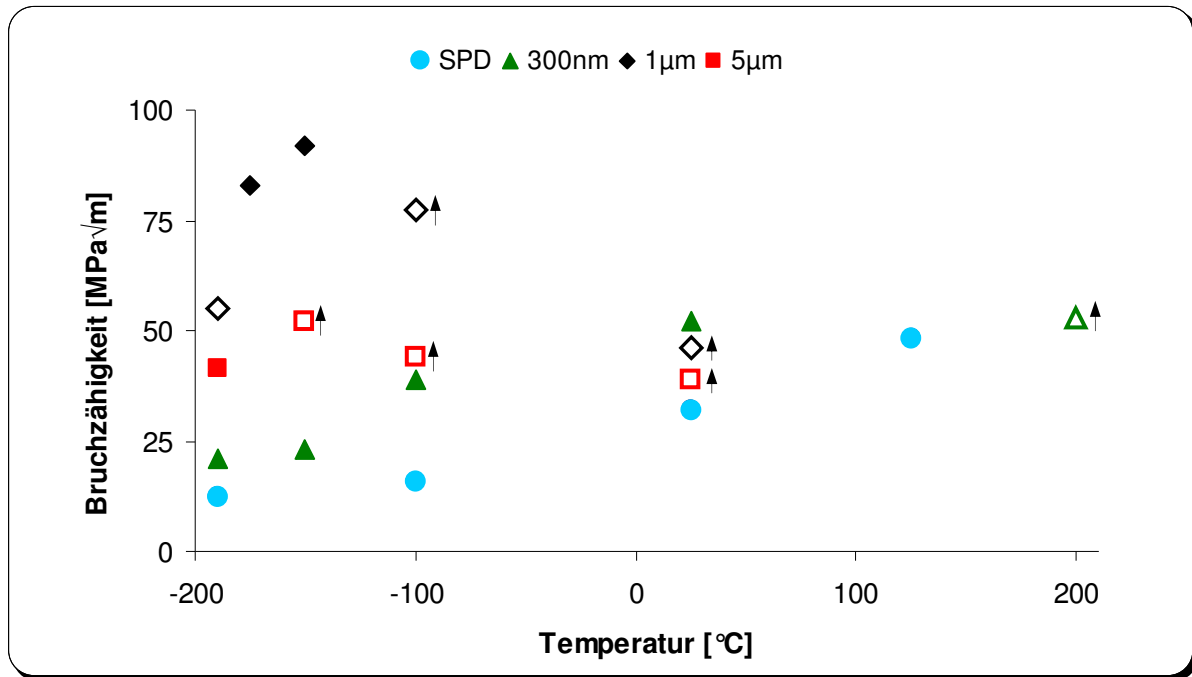


Abbildung 5.34: Bruchzähigkeit – Temperatur – Diagramm für die Axialrichtung

Die gültigen Werte sind durch volle Symbole dargestellt, die nicht ausgefüllten zeigen an, dass die ermittelten Bruchzähigkeiten nicht den Gültigkeitskriterien der ASTM-E399 entsprechen. Ein Pfeil neben einem Symbol zeigt an, dass der errechnete Wert den wahren Wert unterschätzt und in Wirklichkeit viel höher liegt.

	-196 °C	-175 °C	-150 °C	-100 °C	25 °C	125 °C	200 °C
SPD	12			16	34	48	
300nm	21		23	39	50		52 ^d
1µm	55\84 ^p	83\84 ^p	92	77 ^d	44 ^d		
5µm	41		52 ^d	44 ^d	41 ^d		

Tabelle 5.2: Auflistung der Bruchzähigkeit in Abhängigkeit der Korngröße bei den verschiedenen Prüftemperaturen für die Axialrichtung

Der Index "p" deutet an, dass es während des Bruchzähigkeitsversuches zu einem *Pop-in* gekommen ist. Der Wert vor dem Schrägstrich "/" entspricht der nach dem Typ II der ASTM-E399 ermittelten Bruchzähigkeit, der Wert nach dem Schrägstrich der aus der Maximalkraft ermittelten maximalen Spannungsintensität. Der Index "d" deutet an, dass die Probe duktil gebrochen ist und demnach nicht den Gültigkeitsbedingungen der ASTM-E399 genügt.

5.2.1 SPD-Serie

Das Bruchverhalten der Axialproben wird sehr stark von der Verformungsstruktur beeinflusst. Während der Hochverformung werden die Körner in der Scherebene gestreckt und erhalten so eine Ausrichtung.

Die Rissausbreitung erfolgt – ähnlich wie bei einem Walzgefüge – entlang der Korngrenzen der längsgestreckten Körner.

Durch eine nachfolgende Wärmebehandlung kann diese Struktur jedoch wieder aufgelöst werden, wie effizient dies erfolgt, hängt von der Wärmebehandlung ab.

Bei der SPD-Serie folgt auf die Hochverformung keine Wärmebehandlung, weswegen die Verformungsstruktur weiterhin besteht.

Die SPD-Proben sind im Temperaturbereich zwischen -196°C und 125°C untersucht worden, wobei es im gesamten Prüfbereich zu einer Ablenkung des Risses aus der Axialebene heraus kommt, das heißt, die tatsächliche Rissausbreitung weicht von der erwünschten ab. Die Abbildungen 5.35 und 5.36 sollen dies veranschaulichen.



Abbildung 5.35: Die Probe links in der Abbildung ist eine Axialprobe, bei der es während des Bruchzähigkeitsversuches zu einer globalen Rissablenkung kommt. Zum Vergleich ist rechts eine Scherprobe abgebildet, bei der der Rissausbreitungspfad wie erwartet erfolgt.

Makroskopisch betrachtet zeigt das Bruchaussehen bei **-196 °C** keine Anzeichen von Plastifizierung (Abbildung 5.37), auch hat die Bruchzähigkeit mit $12 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ einen relativ niedrigen Wert.

Dem Ermüdungsanriss schließt sich der **interkristalline Restbruch** an, wobei diese beiden Bereiche durch eine Stufe voneinander getrennt sind, deren Ursache wahrscheinlich in der globalen Rissablenkung liegt (Abbildung 5.38).

Auch die Probe bei **-100 °C** zeigt dasselbe Verhalten, die Bruchzähigkeit liegt jedoch mit $16 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ etwas höher. Bei Flüssigstickstofftemperatur beträgt der Winkel zwischen beabsichtigtem und tatsächlichem Rissfortschritt 90° , bei -100°C ist er deutlich größer und macht etwa 120° aus.

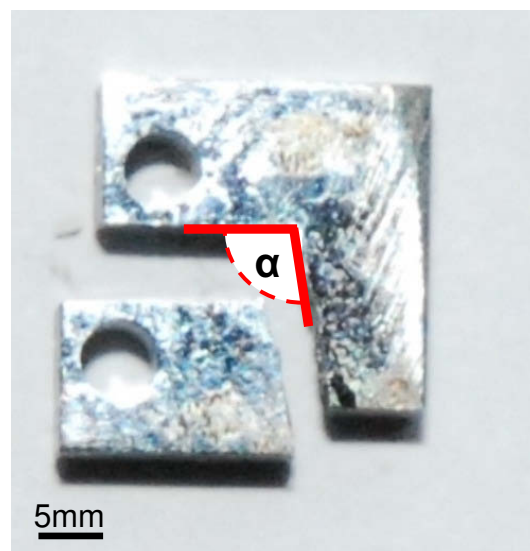


Abbildung 5.36: Während des Bruchzähigkeitsversuches kommt es bei Proben aus der Axialrichtung zu einer Rissablenkung. Der Winkel α zwischen beabsichtigter und tatsächlicher Rissausbreitung ist hier dargestellt.

Die Bruchfläche der bei **Raumtemperatur** getesteten Probe zeigt Abbildung 5.39. Genauere Untersuchungen (Abbildung 5.40) zeigen, dass sich die Rissfront nicht streng in einer Ebene sondern in mehreren Ebenen ausgebreitet hat.

Des Weiteren kommt es zur Ausrundung der Risspitze, sowie zu mikroplastischen Verformungen, sodass sich der Riss für eine kurze Strecke von etwa $10\mu\text{m}$ mikroduktil ausbreitet, bevor der **interkristalline Restbruch** erfolgt (Abbildung 5.41).

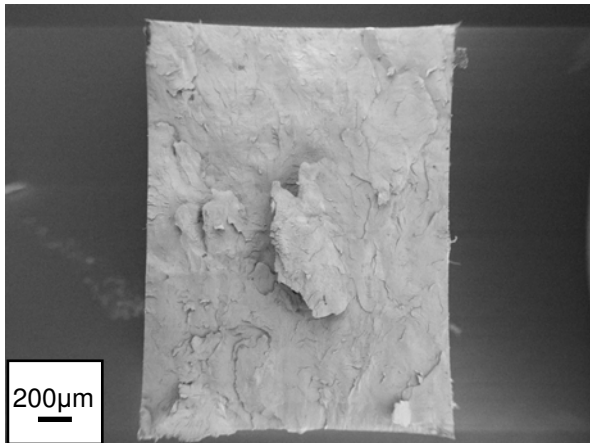


Abbildung 5.37: Diese REM-Aufnahme zeigt die Gesamtbruchfläche der SPD-Probe aus der Axialrichtung, die bei -196°C Geprüft wurde. Es werden keine makroskopischen Verformungen beobachtet ($K_{IC}=12\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

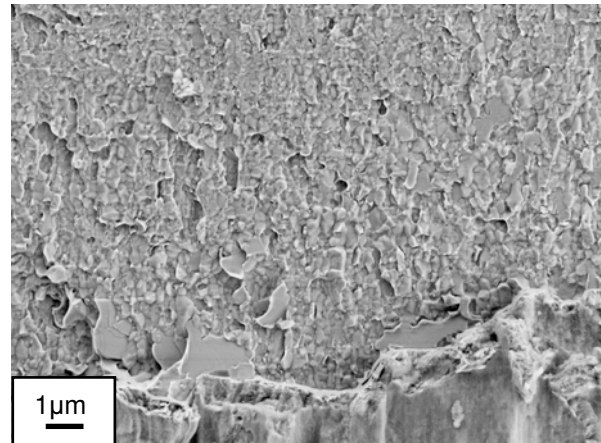


Abbildung 5.38: Den Übergangsbereich zwischen Ermüdungsanriss und Restbruchfläche zeigt diese REM-Aufnahme. Auch auf mikroskopischer Ebene sind keine markanten plastischen Verformungen zu erkennen. Der interkristalline Restbruch ist hier deutlich zu sehen.

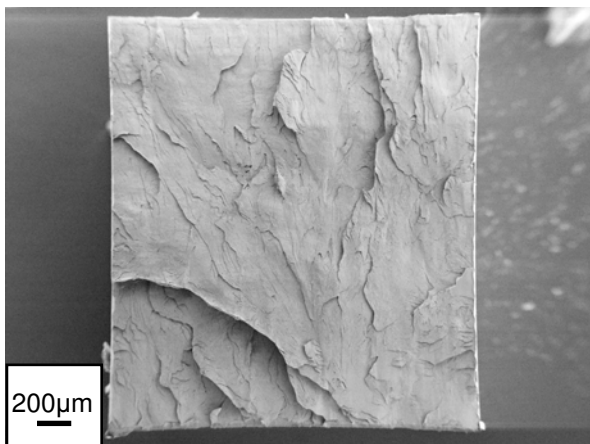


Abbildung 5.39: Diese REM-Aufnahme zeigt eine Übersicht der Bruchfläche der SPD-Probe aus der Axialrichtung, die bei Raumtemperatur geprüft wurde. Es sind bereits einige Stufen auf der Bruchfläche zu sehen, die eine erhöhte Bruchzähigkeit vermuten lassen ($K_{IC}=34\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

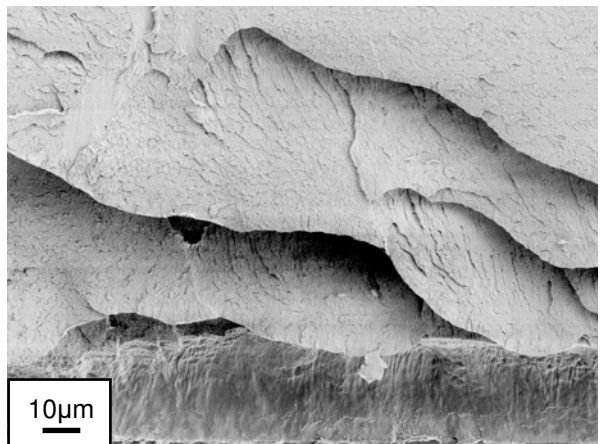


Abbildung 5.40: Diese Detailaufnahme zeigt den Übergang vom Ermüdungsanriss zur Restbruchfläche. Neben einem *Blunting* der Risspitze sind auch mehrere Stufen zu erkennen, die die einzelnen Rissausbreitungsebenen miteinander verbinden.

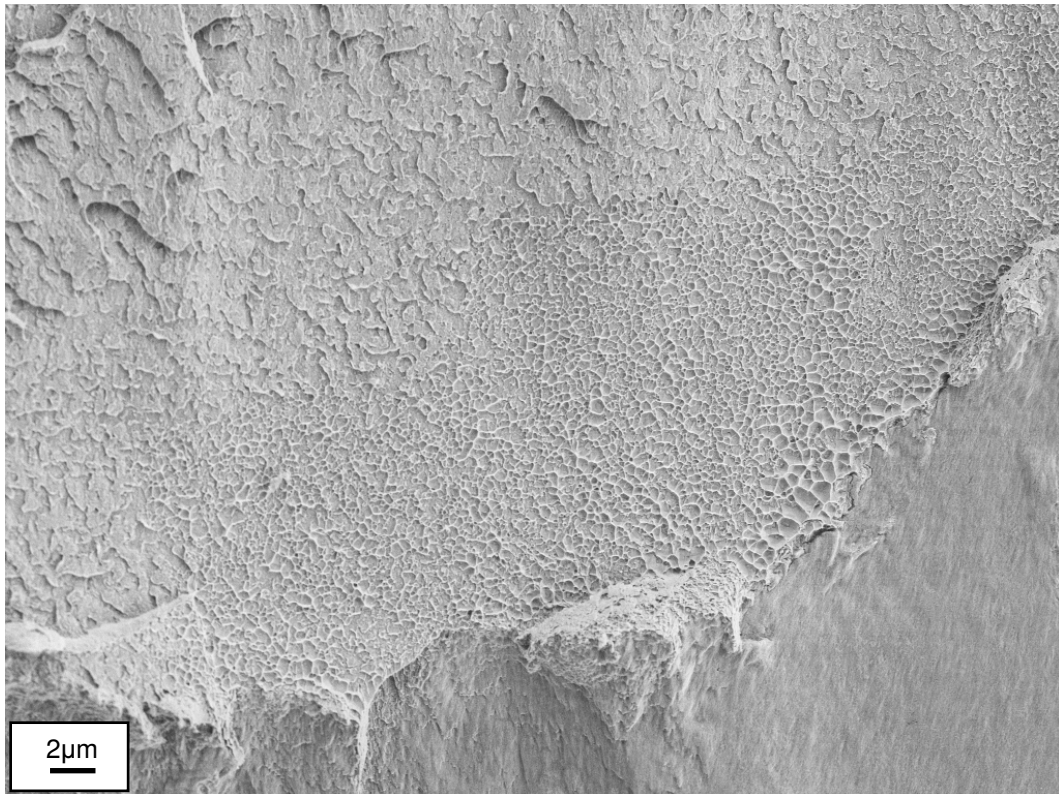


Abbildung 5.41: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen Bruchflächenausschnitt der SPD-Probe aus der Axialrichtung, die bei Raumtemperatur geprüft wurde. Es sind die Bruchbereiche *Stretched-zone*, mikroduktile Zone und Beginn der Restbruchfläche zu sehen. Die Ausdehnung der mikroduktilen Zone beträgt in etwa $10\mu\text{m}$ ($K_{IC}=34\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

Diese mikroplastischen Verformungen führen zu einem beachtlichen Anstieg der Bruchzähigkeit auf $34\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Aus der Kraft-Verschiebungskurve ist jedoch das eben beschriebene Verhalten nicht abzulesen, sie hat einen linearen Verlauf, was auf die sehr lokalen plastischen Verformungen zurückzuführen ist.

Zu einer geringen Abweichung vom linearen Verlauf in der Kraft-Verschiebungskurve kommt es bei **125°C**, deren Ursache in mikroduktiler Rissausbreitung und der größeren plastischen Verformung liegt. Verursacht wird dies durch die höhere Bruchzähigkeit von $48\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. Im Vergleich zu Raumtemperatur kann sich der Riss für eine längere Strecke, nämlich knapp $100\mu\text{m}$, stabil ausbreiten, bevor es zu **interkristallinem Restbruch** kommt (Abbildung 5.42, 5.43).

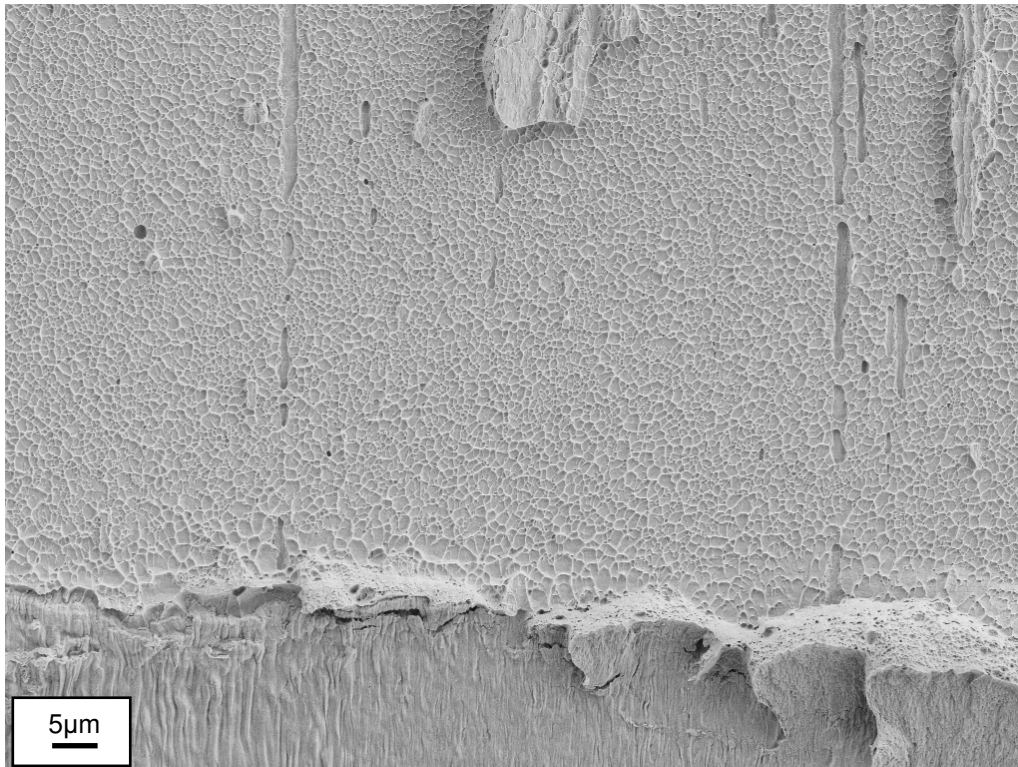


Abbildung 5.42: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen Bruchflächenausschnitt der SPD-Probe aus der Axialrichtung, die bei 125 °C geprüft wurde. Es ist der Übergang von *Stretched-zone* zu mikroduktiler Zone zu sehen. Die Ausdehnung der mikroduktilen Zone beträgt in etwa 100µm, wobei in dieser Abbildung nur deren Beginn zu sehen ist ($K_{IC}=48\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

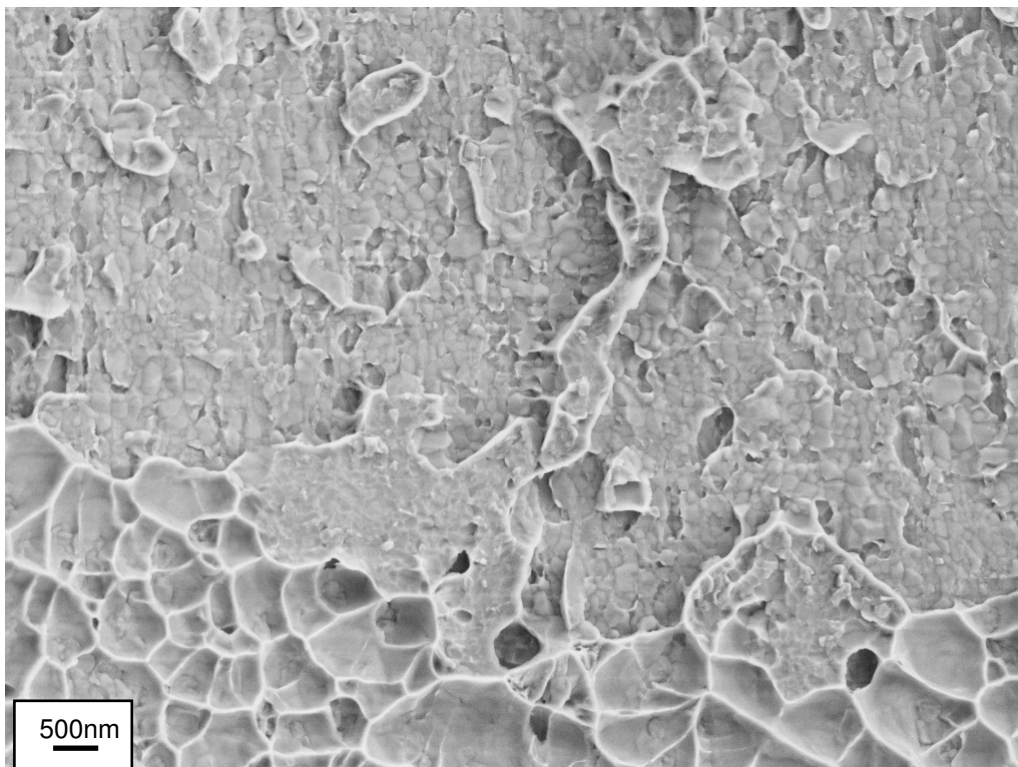


Abbildung 5.43: REM-Aufnahme der SPD-Probe aus der Axialrichtung bei einer Prüftemperatur von 125 °C. Die Aufnahme zeigt den Übergang von der mikroduktilen Zone zur interkristallinen Restbruchfläche. In dieser Abbildung ist gut zu erkennen, dass die *Dimple*-Größe einem Vielfachen der Korngröße entspricht.

5.2.2 300nm-Serie

Die Serie mit einer Korngröße von 300nm wurde im Bereich zwischen Flüssigstickstofftemperatur und 200°C untersucht.

Zwischen **-196°C** und **Raumtemperatur** sehen die Bruchflächen bei niedriger Vergrößerung annähernd gleich aus (Abbildung 5.44, 5.45) und machen mit bloßem Auge betrachtet einen größtenteils verformungsarmen Eindruck.

Auch mikroduktiler Bruch wird bei der bei **-196°C** untersuchten Probe nicht beobachtet, sodass der Bruch verformungsarm erfolgt und rein **interkristallinen Charakter** besitzt.

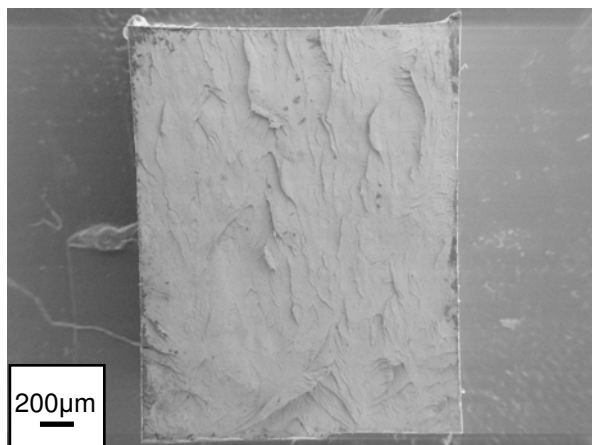


Abbildung 5.44: Einen Überblick der Gesamtbruchfläche der 300nm-Probe aus der Axialrichtung, die bei -196°C geprüft wurde, gibt diese REM-Aufnahme. Es sind vereinzelt bereits Stufen auf der Bruchfläche zu erkennen. Die Bruchzähigkeit beträgt $21\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

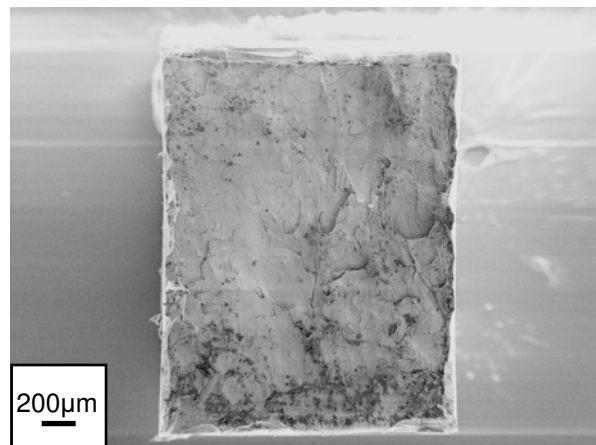


Abbildung 5.45: Diese REM-Aufnahme zeigt die Bruchfläche der 300nm-Probe der Axialrichtung, die bei Raumtemperatur geprüft wurde. Die Bruchzähigkeit ist deutlich angestiegen und beträgt nun $50\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Gut zu erkennen ist, dass der Bruch von mehreren Punkten ausgegangen ist und sich die jeweiligen Rissfronten trichterförmig ausgebreitet haben (Abbildung 5.46). Ein solcher Ausgangspunkt ist in Abbildung 5.46 mit einem roten Kreis markiert. Trifft nun eine Rissfront auf eine andere, so führt das Zusammentreffen zur Bildung von gratartigen Formationen, was ebenfalls in dieser Abbildung zu erkennen ist. Es zeigt sich auch, dass sich eine Rissfront nicht streng in einer Ebene, sondern in mehreren ausbreitet, wobei die lokal unterschiedlichen Niveaus durch Stufen miteinander verbunden sind (Abbildung 5.47). Sowohl die Interaktion unterschiedlicher Rissfronten als auch die lokale Ausbreitung auf unterschiedlichen Ebenen bewirken, dass die Bruchzähigkeit einen relativ hohen Wert von $21\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ besitzt.



Abbildung 5.46: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt den Bruchausgang der 300nm-Probe aus der Axialrichtung bei einer Prüftemperatur von -196°C . Der Bruchausgang ist in der Abbildung rot markiert, wobei sich der Riss in weiterer Folge trichterförmig ausgebreitet hat ($K_{IC}=21\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

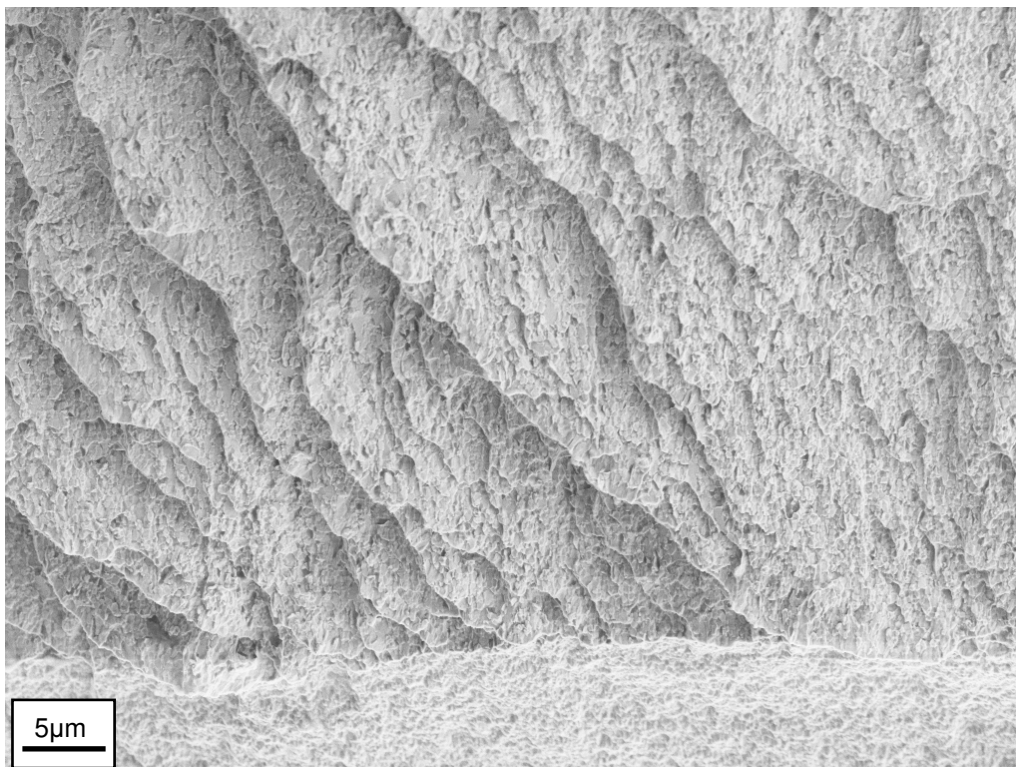


Abbildung 5.47: Diese REM-Aufnahme zeigt einen Bruchflächenausschnitt der 300nm-Probe aus der Axialrichtung bei -196°C . Es ist der Übergang vom Ermüdungsriss zur Restbruchfläche zu sehen. Die Rissausbreitung erfolgt nicht in einer sondern in mehreren Ebenen, die durch Stufen miteinander verbunden sind.

Bei **-100°C** sind bereits erste Anzeichen von plastischer Verformung in der Form von mikroduktilem Bruch im Elektronenmikroskop zu erkennen. Dies macht sich auch in einem Anstieg der Bruchzähigkeit auf $39 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ bemerkbar.

Der Riss kann sich für eine Länge von $5\mu\text{m}$ mikroduktil ausbreiten, bevor es zum interkristallinen Restbruch kommt (Abbildung 5.48). Der Winkel, den die tatsächliche Rissausbreitungsrichtung mit dem Ermüdungsanriss bildet, beträgt 135° , wohingegen er bei Flüssigstickstofftemperatur 90° beträgt.

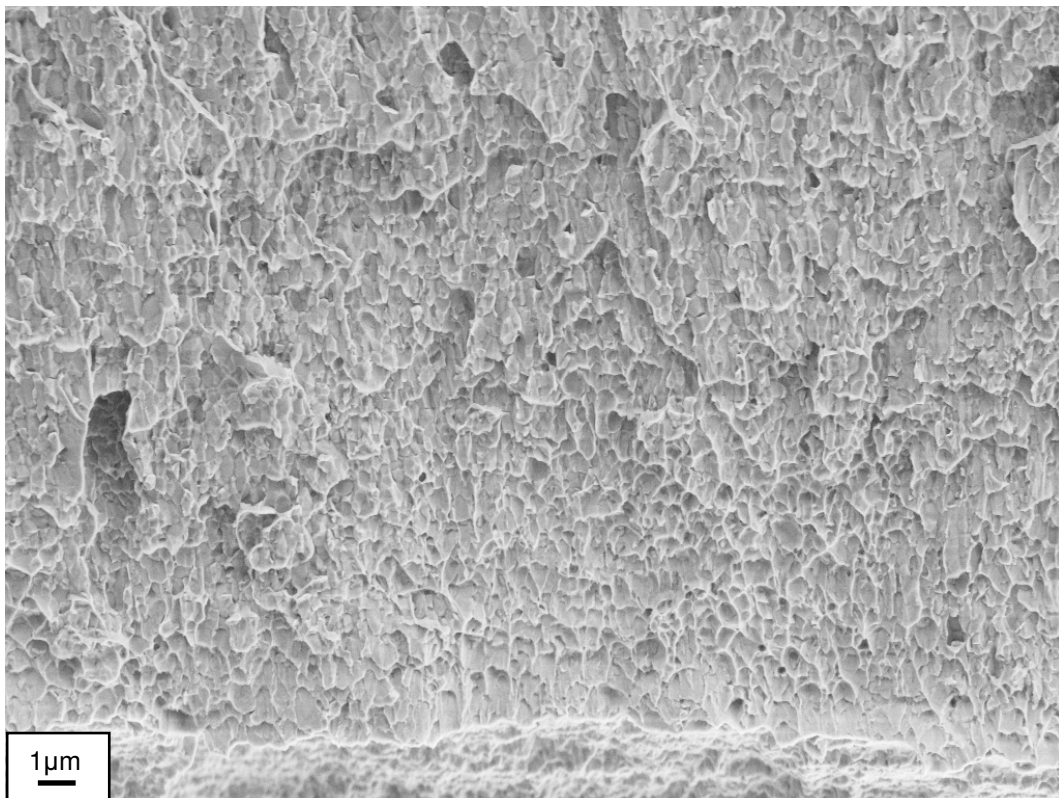


Abbildung 5.48: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen Bruchflächenausschnitt der 300nm-Probe aus der Axialrichtung, die bei -100°C geprüft wurde. Es ist der Übergang von mikroduktiler Rissausbreitung zu interkristallinem Restbruch zu sehen. Die Ausdehnung der mikroduktilen Zone beträgt in etwa $5\mu\text{m}$ ($K_{\text{IC}}=39\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

Zu einer weiteren Steigerung der Bruchzähigkeit auf $50 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ kommt es bei **Raumtemperatur**. Auch bei dieser Probe bildet sich im Anschluss an den Ermüdungsanriss eine *Stretched-zone* aus. Des Weiteren kommt es für etwa $10\mu\text{m}$ zu mikroduktiler Rissausbreitung, wobei die Körner unter Scherbelastung brechen. Der darauf folgende Gewaltbruch ist wiederum interkristallin und die Rissablenkung beträgt nun wieder exakt 90° .

Der Risspfad der bei **200 °C** getesteten Probe ist in diesem Fall ein grundlegend anderer: Die Rissausbreitung findet grob betrachtet ausnahmslos in axialer Richtung statt. Ebenfalls mit bloßem Auge sichtbar sind beachtliche Scherbruchanteile.

Höhere Vergrößerungen zeigen jedoch ein stufenförmiges Muster, das heißt, dass der Riss über eine gewisse Distanz – der Stufenhöhe – in der Scherebene gelaufen ist. Abbildung 5.49 gibt einen Überblick der Bruchfläche.

Sieht man sich die axialen „Plateaus“ näher an, so kann man auch hier Stufen erkennen, wenngleich diese bedeutend niedriger sind. Der Riss breitet sich durchgehend stabil aus, was an der wabenförmigen Struktur erkennbar ist.

Auch werden die Mikrostrukturen duktil ausgezogen, die am Stufenende wie Hälse aussehen (Abbildung 5.50).

Die Bruchzähigkeit beträgt bei dieser Temperatur $52 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und ist annähernd so groß wie bei Raumtemperatur, was auf den veränderten Bruchmechanismus zurückzuführen ist.



Abbildung 5.49: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt die Bruchfläche der 300nm-Probe aus der Axialrichtung bei einer Prüftemperatur von 200°C. In dieser Aufnahme sind die beachtlichen Scherbruchanteile als Kennzeichen für duktilen Versagen deutlich zu sehen ($K_{IC}=52\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).



Abbildung 5.50: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen Bruchflächenausschnitt derselben Probe. Es ist ein Teilbereich einer axial-orientierten Bruchfläche zu sehen, wobei *Dimples* als auch ausgezogene Mikrostrukturen als Kennzeichen von duktilem Versagen zu erkennen sind.

5.2.3 1 μm -Serie

Die Serie mit einer Korngröße von 1 μm wurde im Bereich zwischen Flüssigstickstoff- und Raumtemperatur untersucht.

Bereits bei **-196 °C** breitet sich der Riss unter 135° zur Axialebene aus. Im Anschluss an den Ermüdungsriss kommt es zur Ausbildung einer *Stretched-zone*, deren Weite etwa 10 μm beträgt (Abbildung 5.51, 5.52).

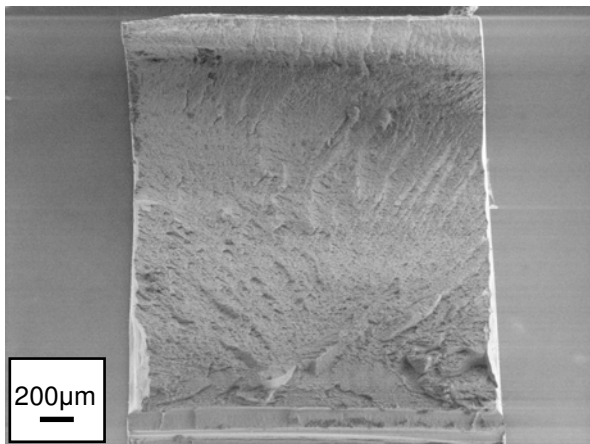


Abbildung 5.51: Die REM-Aufnahme zeigt die Gesamtbruchfläche der 1 μm -Probe aus der Axialrichtung, die bei -196 °C geprüft wurde. Schön zu erkennen ist, dass sich der Riss fächerförmig ausgebreitet hat. Für diesen Zustand kann die Bruchzähigkeit nur abgeschätzt werden, da nicht alle Kriterien der ASTM-E399 erfüllt werden ($K_S=55\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

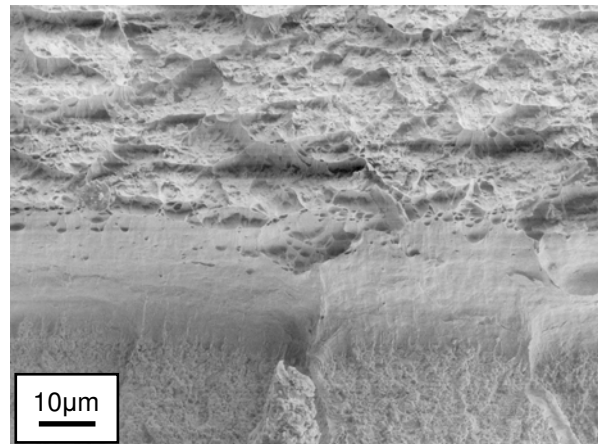


Abbildung 5.52: Den Bruchbereich vor dem Ermüdungsanriss zeigt diese Detailaufnahme. Neben einer *Stretched-zone* ist zu erkennen, dass sich der Riss stufenförmig ausgebreitet hat. Gelegentlich sind *Dimples* als Zeichen von plastischer Verformung zu erkennen.

Aus der Kraft-Verschiebungskurve ist abzulesen, dass es zu mehreren *Pop-in's* kommt, wobei deren Auftreten mit den unterschiedlichen Bereichen der Bruchfläche in direktem Zusammenhang steht.

Anfangs breitet sich der Riss stufenförmig aus, wobei er für eine kurze Strecke (der jeweiligen Stufenhöhe) in Scherrichtung läuft (Abbildung 5.53). Diese "Stufenbildung" ist von plastischer Deformation begleitet, die dazu führt, dass die beteiligten Körner unter Zug plastisch verformt werden, wobei am Ende einer Stufe sich gelegentlich ausgezogene Waben als Zeichen dafür finden.

Dazwischen gibt es aber immer Bereiche, wo die Körner verformungsarm brechen, sei es durch Spaltung oder durch Bruch an den Korngrenzen.

Der stufenförmige Bereich geht in einen Abschnitt über, wo die Körner stark duktil ausgezogen werden (Abbildung 5.54). Dennoch gibt es immer wieder Körner, die verformungsarm brechen. Auch der Restbruch besitzt sowohl Anteile von Spalt- als auch von Korngrenzenbruch (Abbildung 5.55). Gelegentlich treten auch Sekundärrisse auf.

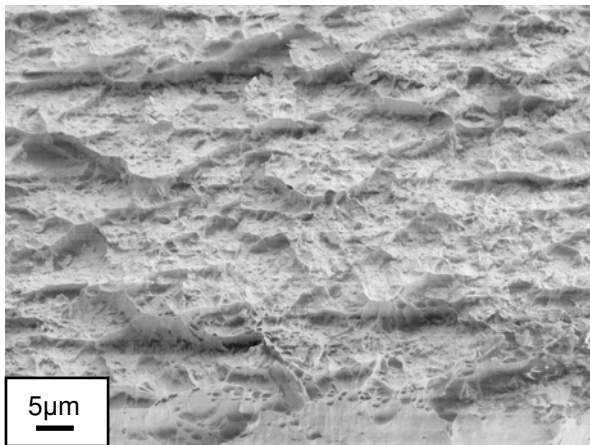


Abbildung 5.53: Die stufenförmige Rissausbreitung für die 1µm-Probe der Axialrichtung bei einer Prüftemperatur von -196 °C ist hier im Detail dargestellt. Die REM-Aufnahme lässt weiters *Dimples* am Stufenende erkennen.

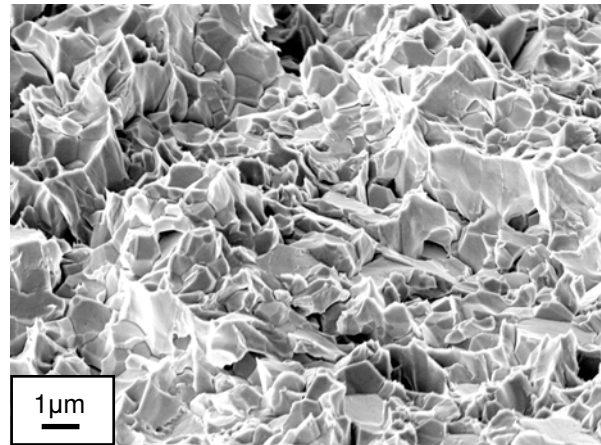


Abbildung 5.54: Diese REM-Aufnahme zeigt einen Bruchbereich, der sich mehrere 100µm vor der Risspitze befindet. Die hellen Bereiche zeigen durch starke plastische Verformung gebrochene Körner, dazwischen sind verformungsarm gebrochene zu sehen.

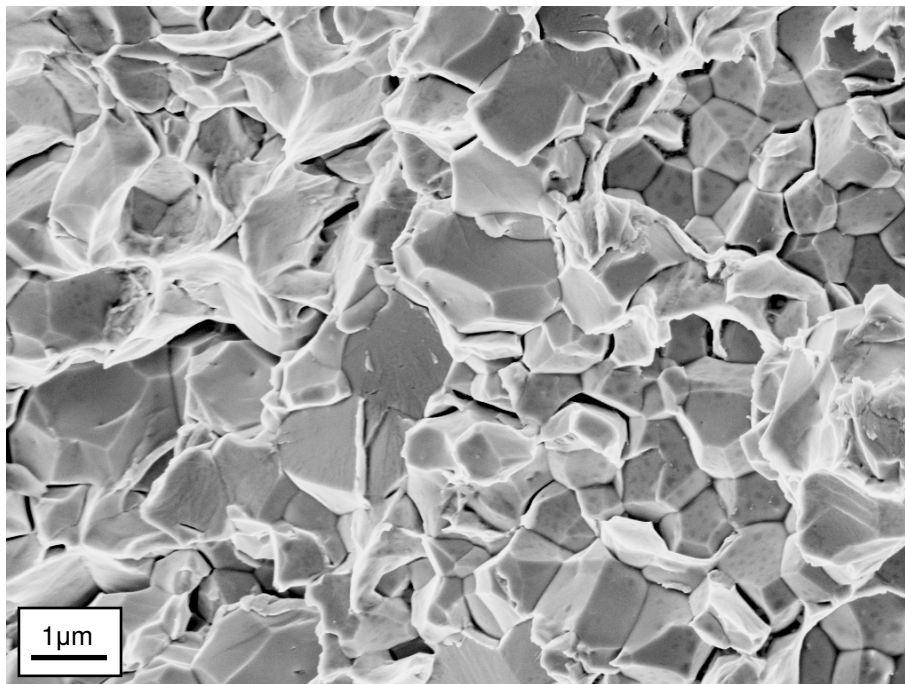


Abbildung 5.55: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen Ausschnitt der Restbruchfläche derselben Probe. In dieser Abbildung ist zu erkennen, dass die Bruchfläche sowohl Anteile von Spalt- als auch Korngrenzenbruch aufweist.

Da sowohl die Stufenbildung als auch das Ausziehen der Körner einen erhöhten Energieaufwand erfordern, verwundert es nicht, dass die Bruchzähigkeit einen hohen Wert erreicht:

Die im Falle eines *Pop-in* maßgebliche Bruchzähigkeit beträgt 55 MPa \sqrt{m} . Das Verhältnis zwischen Maximalkraft und Kraft beim ersten Lastabfall ist 1,5.

Laut ASTM-Norm ist der K_{Ic} -Wert nicht mehr gültig und somit die errechnete Bruchzähigkeit nur als Schätzwert zu sehen.

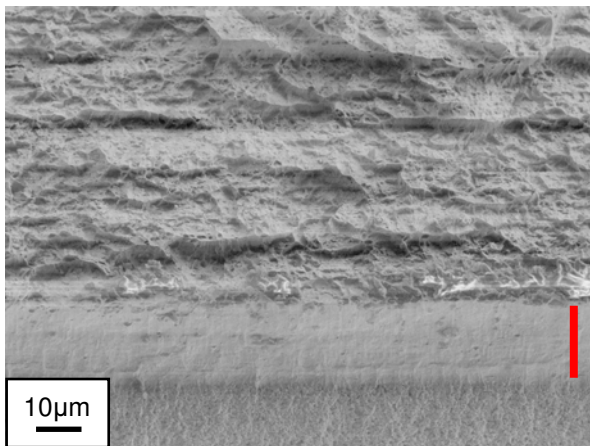


Abbildung 5.56: Diese REM-Aufnahme zeigt noch einmal den Bereich vor der Risssspitze für die 1 μ m-Probe der Axialrichtung bei -196°C. Der rote Balken markiert die Ausdehnung der *Stretched-zone*. Die durch den Rissfortschritt entstandenen Stufen haben eine maximale Höhe von etwa 10 μ m.

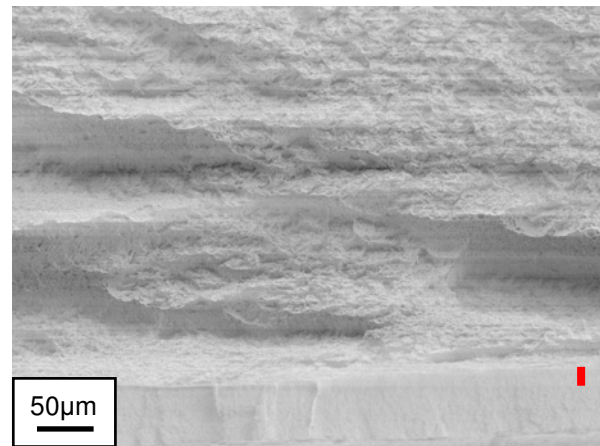


Abbildung 5.57: Ein ähnliches Bruchaussehen zeigt die REM-Aufnahme für dieselbe Probe bei einer Prüftemperatur von -175°C. Auch hier deutet der rote Balken die Ausdehnung der *Stretched-zone* an. Bei -175°C ist die Stufenhöhe jedoch größer und beträgt zumindest 40 μ m.

Die bei einer Temperatur von **-175°C** getestete Probe zeigt im Prinzip dasselbe Verhalten. Es kommt wieder zu einem *Pop-in*, wobei die Auswertung der Kraft-Verschiebungskurve zu einem formell gültigen Bruchzähigkeitswert von 83 MPa \sqrt{m} führt.

Bei dieser Probe kann der plötzliche Lastabfall in der Kraft-Verschiebungskurve sehr schön aus der Ausbildung der Bruchfläche interpretiert werden:

Anfangs breitet sich der Riss unter 135° aus, beim *Pop-in* ändert er schlagartig seine Ausbreitungsrichtung und verläuft für 900 μ m in axialer Richtung, bevor er erneut in die ursprüngliche Richtung wechselt und es dann zum Restbruch kommt, der dasselbe Aussehen hat wie bei der Probe zuvor.

Die Stufenhöhe ist aber etwas höher als bei jener Probe, die unter flüssigem Stickstoff geprüft worden ist. Die beiden Abbildungen 5.56 und 5.57 zeigen dies.

Ein anderes Bruchverhalten weist die Probe bei **-150°C** auf: Der Riss läuft ebenfalls unter einem Winkel von etwa 135° durch die Probe, wobei der Bruch vom rechten unteren Eck in Abbildung 5.58 ausgegangen ist und sich in weiterer Folge trichterförmig ausgebreitet hat.

Weiters kann man mit bloßem Auge feststellen, dass es zu einer Aufspaltung der Rissfront gekommen ist, mit dem Ergebnis, dass der Rissfortschritt auf unterschiedlichen Ebenen gleichzeitig stattfindet. Die einzelnen Bruchbereiche sind durch Stufen voneinander getrennt.

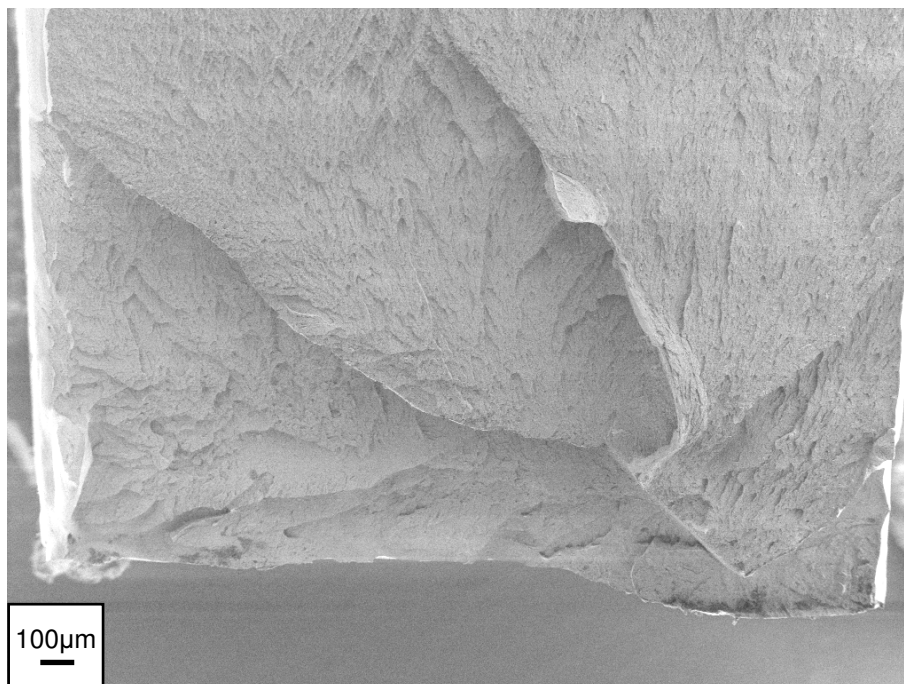


Abbildung 5.58: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen Bruchflächenausschnitt der 1 μ m-Probe aus der Axialrichtung bei -150°C. Der Bruch ist vom rechten unteren Eck in dieser Abbildung ausgegangen. Weiters ist zu sehen, dass sich der Riss in mehreren Ebenen ausgebreitet hat, die durch Stufen miteinander verbunden sind ($K_{IC}=92\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

Dass es zu beachtlicher plastischer Verformung, zumindest auf mikroskopischer Ebene, gekommen ist, zeigt Abbildung 5.59. Aus dem Aussehen der *Dimples* kann abgeleitet werden, dass sowohl Zug- als auch Scherbelastungen vorhanden waren. Dieser plastisch verformte Bereich geht in weiterer Folge in den Restbruchbereich über, der Korngrenzen- und Spaltbruchanteile aufweist, wobei bereits erste Anzeichen von duktilem Restbruch zu sehen sind (Abbildung 5.60). Die zuvor genannten plastischen Verformungen führen zu einem hohen Wert der Bruchzähigkeit von $92\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

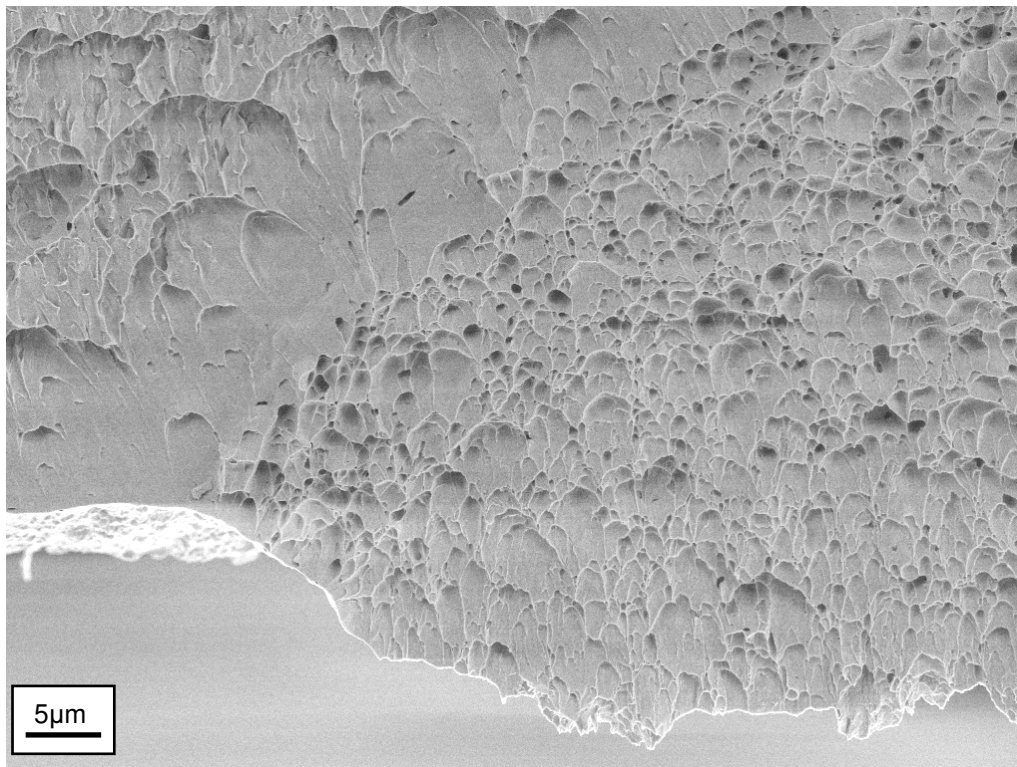


Abbildung 5.59: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt eine Detailaufnahme des Bruchausganges der 1µm-Probe aus der Axialrichtung bei -150°C. Gut zu erkennen sind die durch plastische Verformung entstandenen *Dimples*.

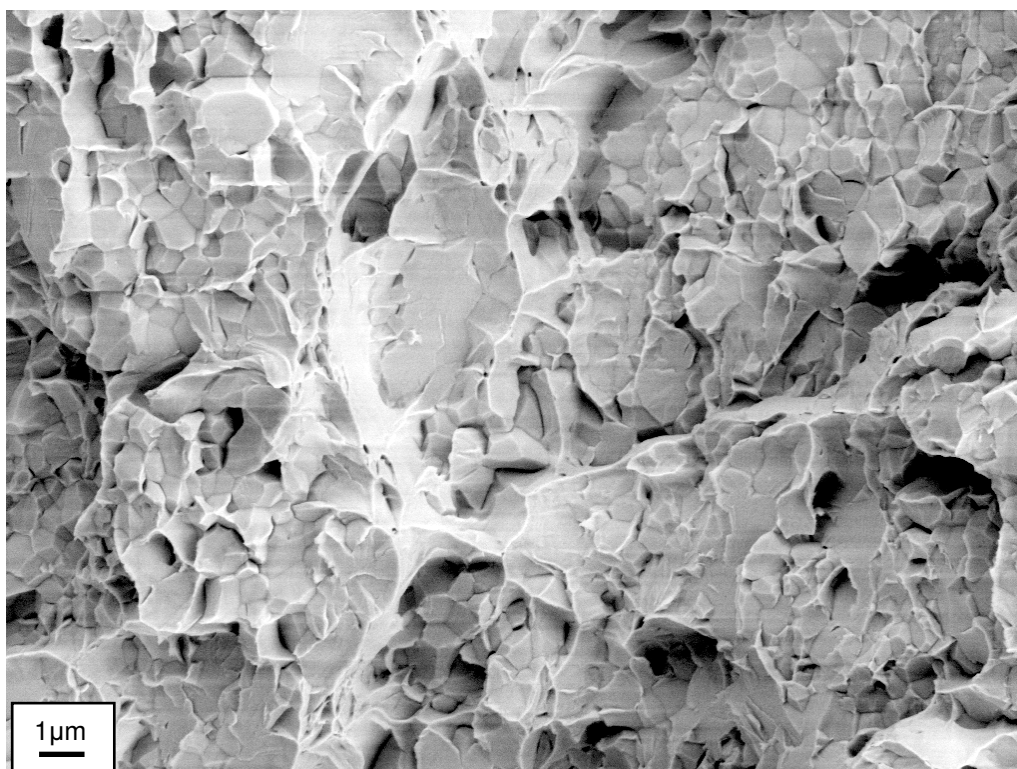


Abbildung 5.60: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen Ausschnitt der Restbruchfläche der 1µm-Probe aus der Axialrichtung bei einer Prüftemperatur von -150°C. Die Bruchfläche zeigt vermehrt Anteile von Korngrenzenbruch, jedoch sind vereinzelt auch Spaltbruchflächen zu erkennen. Weiters sind bereits kleine plastisch verformte Bereiche – sie haben ein helles, glänzendes Aussehen – zu sehen.

Ab einer Prüftemperatur von **-100°C** ist das Bruchverhalten bereits duktil. Merkliche Einschnürung im Bruchbild, sowie die Tatsache, dass nach Erreichen der Maximalkraft in der Kraft-Verschiebungskurve die Kraft nicht plötzlich auf null zurückgeht, sondern nur sehr langsam abnimmt, führen zu diesem Schluss. Die Abbildungen 5.61 und 5.62 zeigen die beiden Bruchflächen.

Die aus der Maximalkraft der Kraft-Verschiebungskurve berechnete entsprechende Spannungsintensität erreicht bei -100°C einen Wert von $77\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ und beträgt bei Raumtemperatur $44\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. Diese Werte sind nur als untere Schranken anzusehen. Die wirklichen Werte sind deutlich größer.

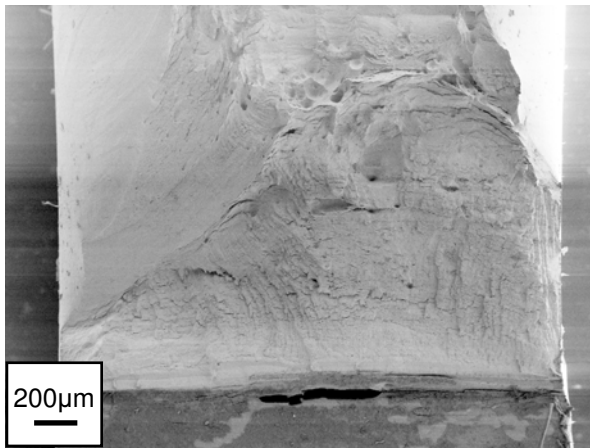


Abbildung 5.61: Die Bruchfläche der 1 μ m-Probe der Axialrichtung bei -100°C zeigt diese REM Aufnahme. Einschnürung, sowie eine gewaltige Wabenstruktur sind die deutlich zu sehenden Merkmale für den duktilen Bruchcharakter. ($K_{\text{max}}=77\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

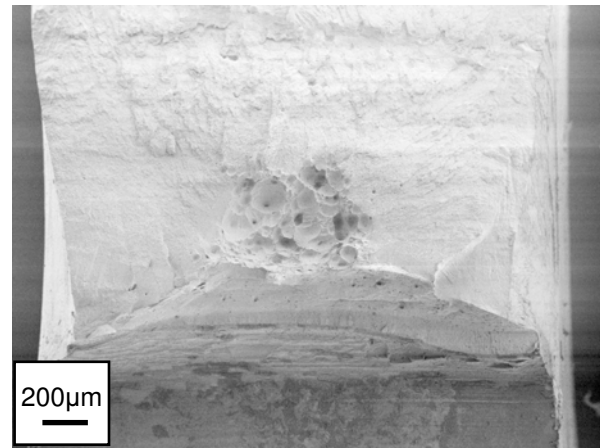


Abbildung 5.62: Die REM-Aufnahme zeigt die Bruchfläche desselben Probenzustandes, wenn bei Raumtemperatur geprüft wird. Die charakteristischen Merkmale für den duktilen Bruch sind ebenfalls dieselben ($K_{\text{max}}=44\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

5.2.4 5µm-Serie

Die Serie mit einer Korngröße von 5µm wurde zwischen Flüssigstickstoff- und Raumtemperatur untersucht.

Bei allen getesteten Proben breitet sich der Riss makroskopisch gesehen in axialer Richtung aus.

Lediglich die Probe bei **-196°C** bricht infolge der monotonen Belastung. Für alle anderen gilt, dass nach Erreichen der Maximalkraft kein spontaner Kraftabfall auf null folgt, sondern dass die Last kontinuierlich abnimmt. Deshalb wurde der Versuch gestoppt und die Proben bis zum Bruch einer Zugschwellbeanspruchung ausgesetzt.

Bereits mit bloßem Auge feststellbar sind zwei Hauptbruchbereiche, in Abbildung 5.63 mit den Ziffern "1" und "2" markiert.

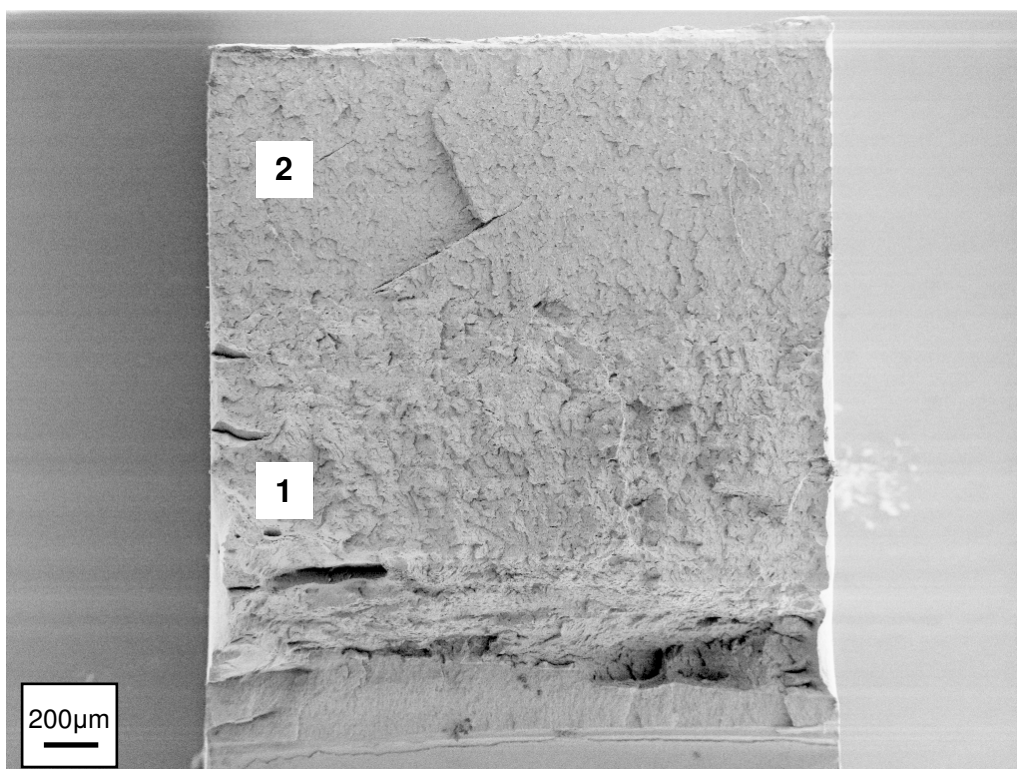


Abbildung 5.63: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt die Gesamtbruchfläche der 5µm-Probe aus der Axialrichtung, die bei -196°C geprüft wurde. Die in die Abbildung eingefügten Felder "1" und "2" weisen auf die zwei Hauptbruchbereiche hin. Jeder dieser Bereiche hat eine Ausdehnung von etwa 1mm. Die beiden Bereiche lassen sich optisch aufgrund ihrer Oberflächenbeschaffenheit unterscheiden, wobei der Bereich "1" eine vergleichsweise rauere Struktur hat ($K_{IC}=41\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

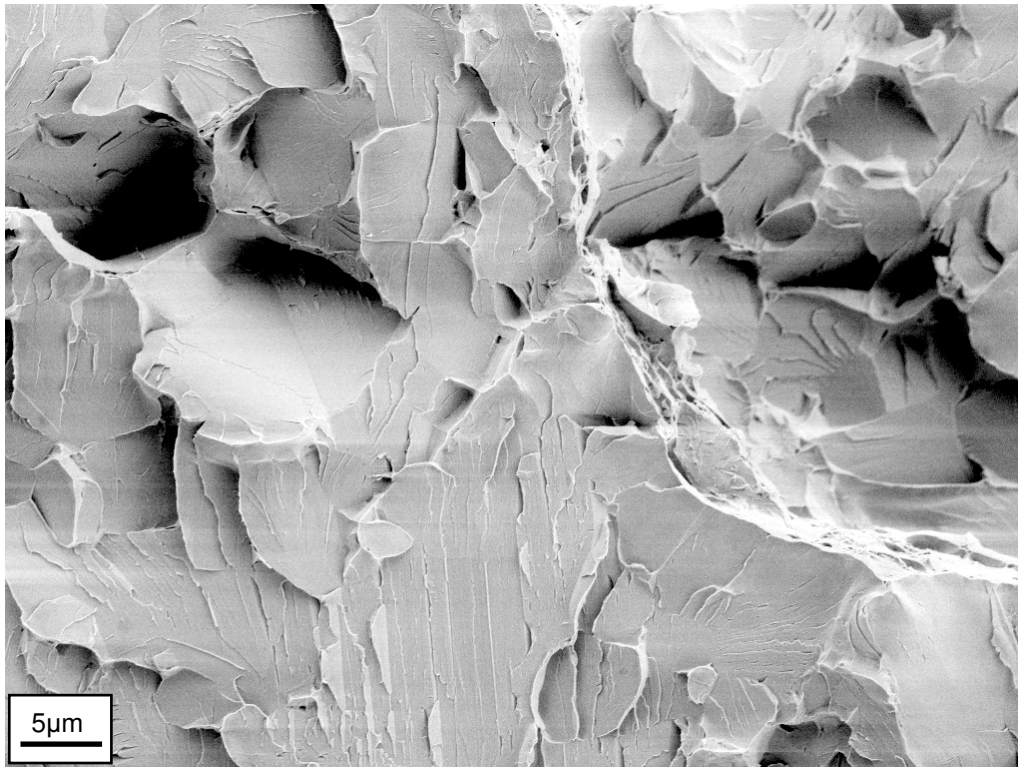


Abbildung 5.64: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen Bruchflächenausschnitt des **Bereichs "1"** der 5µm-Probe aus der Axialrichtung bei -196°C. Es sind vorwiegend spaltflächig gebrochene Körner zu sehen, jedoch auch – wenn in nur sehr geringem Ausmaß – duktil gebrochene, die an ihrem hellen Aussehen erkennbar sind.

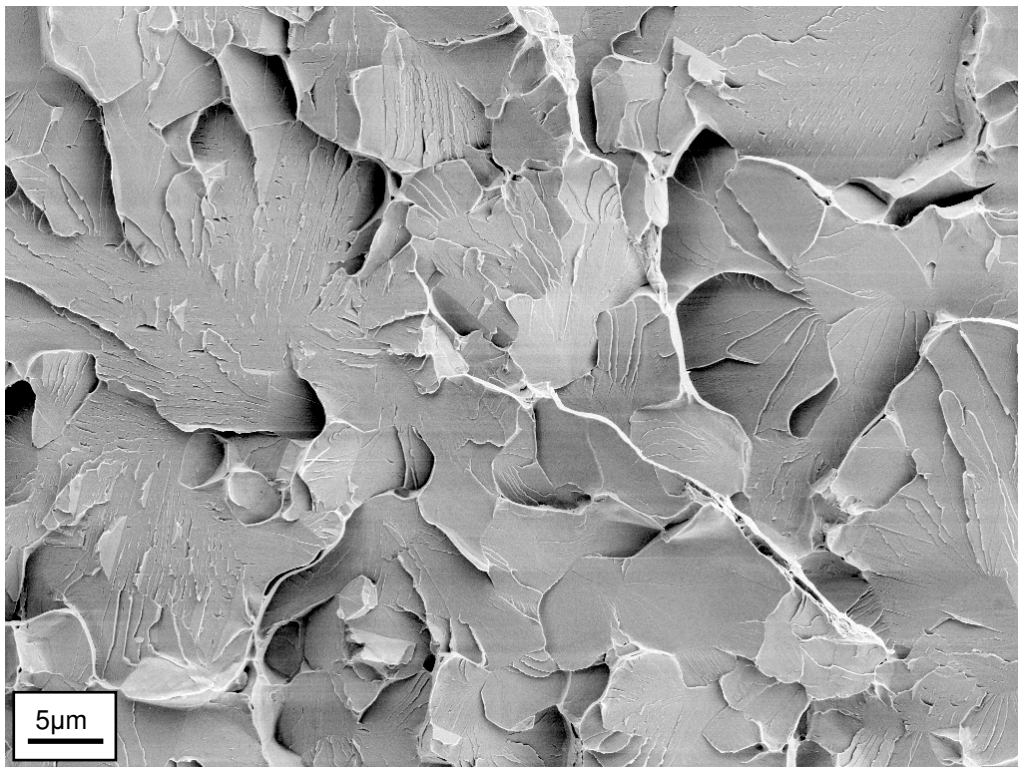


Abbildung 5.65: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen Ausschnitt des **Bereichs "2"** – der Restbruchfläche – der 5µm-Probe aus der Axialrichtung bei -196°C. Die Bruchfläche zeigt durchwegs durch Kornspaltung gebrochene Körner. Vereinzelt sind auch Sekundärrisse zu sehen.

Nach der *Stretched-zone* schließt sich der *Bereich "1"* an, der ein mattes, dunkles Aussehen und eine raue Oberflächenstruktur hat. Sieht man sich diesen Bereich im Detail an, so zeigt die Bruchfläche sowohl gespaltene als auch durch plastische Verformung gebrochene Körner (Abbildung 5.64). Diesem Mischbruchbereich von 1mm Weite schließt sich nahtlos der ebenso weite *Bereich "2"* – der Restbruch – an (Abbildung 5.65), der eine glänzende, helle, sowie ebene Bruchfläche hat.

Der Restbruch erfolgt nahezu ausschließlich durch Spaltung, wobei wiederum vereinzelt Sekundärrisse zu sehen sind. In der Kluft der Sekundärrisse sind gelegentlich Rissbrücken zu beobachten, die auf Restverformung schließen lassen. Studiert man die *River patterns* etwas genauer, so kann man erkennen, dass auch hier sowohl Kipp- als auch Drehkorngrenzen vorliegen.

Die plastischen Verformungen im Bereich "1" sind für den hohen Wert der Bruchzähigkeit von $41 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ verantwortlich.

Ab einer Prüftemperatur von -150°C liegt duktile Verhalten vor. Mit steigender Temperatur setzt plastische Verformung bei niedrigeren Spannungen ein, sodass die maximale Spannungsintensität K_{max} ebenso kontinuierlich von $52 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ bei -150°C auf $41 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ bei Raumtemperatur abnimmt.

Die Abbildungen 5.66 und 5.67 zeigen die Bruchflächen bei -150°C bzw. bei Raumtemperatur.

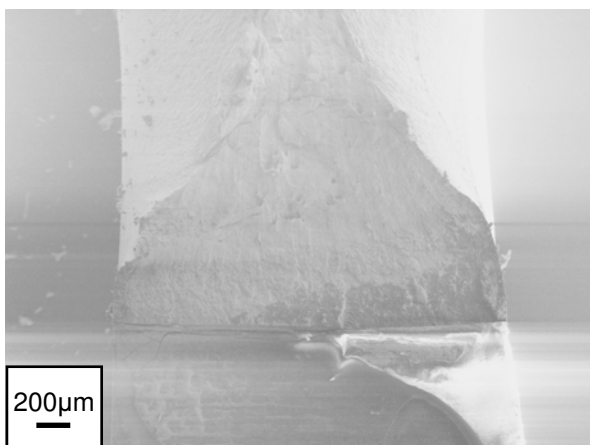


Abbildung 5.66: Das duktile Bruchverhalten zeigt die REM-Aufnahme für die $5\mu\text{m}$ -Probe aus der Axialrichtung bei -150°C . Wenngleich auch die Wabenstruktur nicht so deutlich ausgeprägt ist, so ist die gewaltige Probeneinschnürung deutlich zu sehen ($K_{\text{max}}=52\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

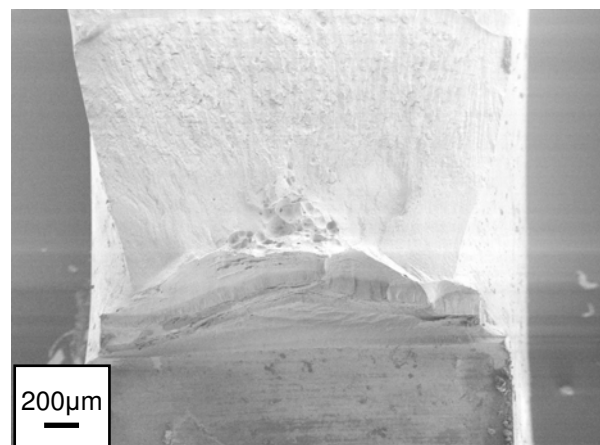


Abbildung 5.67: Die REM-Aufnahme zeigt die Bruchfläche bei einer Prüftemperatur von 25°C . Wabenstruktur und Probeneinschnürung sind kennzeichnend für das duktile Bruchverhalten ($K_{\text{max}}=41\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

5.3 Radialrichtung

In der Abbildung 5.68 sind die aus der Kraft-Verschiebungskurve ermittelten Bruchzähigkeiten in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt. Die errechneten Bruchzähigkeitswerte sind außerdem in der Tabelle 5.3 zusammengefasst.

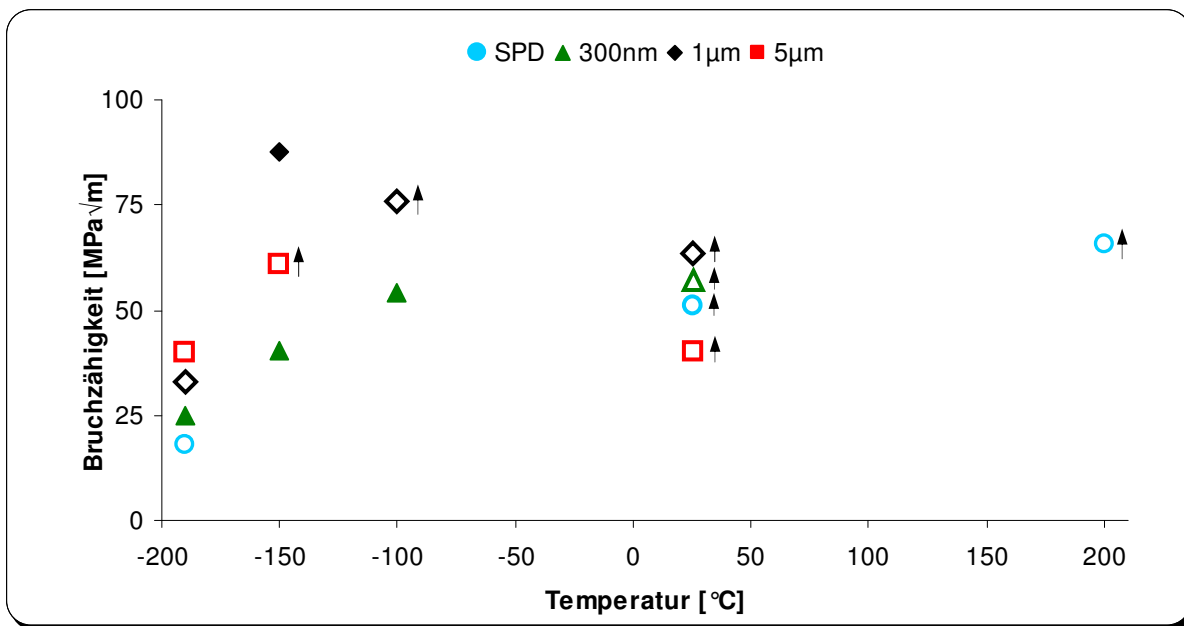


Abbildung 5.68: Bruchzähigkeit – Temperatur – Diagramm für die Radialrichtung
 Die gültigen Werte sind durch volle Symbole dargestellt, die nicht ausgefüllten zeigen an, dass die ermittelten Bruchzähigkeiten nicht den Gültigkeitskriterien der ASTM-E399 entsprechen.
 Ein Pfeil neben einem Symbol zeigt an, dass der errechnete Wert den wahren Wert unterschätzt und in Wirklichkeit viel höher liegt.

	-196 °C	-150 °C	-100 °C	25 °C	200 °C
SPD	22\43 ^p			57\64 ^p	65 ^d
300nm	24	40	54	58 ^d	
1µm	35\60 ^p	87	76 ^d	59 ^d	
5µm	39\59 ^p	61 ^d		40 ^d	

Tabelle 5.3: Auflistung der Bruchzähigkeit in Abhängigkeit der Korngröße bei den verschiedenen Prüftemperaturen für die Radialrichtung
 Der Index “p” deutet an, dass es während des Bruchzähigkeitsversuches zu einem *Pop-in* gekommen ist. Der Wert vor dem Schrägstrich “\” entspricht der nach dem Typ II der ASTM-E399 ermittelten Bruchzähigkeit, der Wert nach dem Schrägstrich der aus der Maximalkraft ermittelten maximalen Spannungsintensität. Der Index “d” deutet an, dass die Probe duktil gebrochen ist und demnach nicht den Gültigkeitsbedingungen der ASTM-E399 genügt.

Bei den Proben in Radialrichtung fällt wie bei den Axialproben die gewünschte Rissausbreitungsebene nicht mit der Scherebene zusammen. Im Gegensatz zu den Axialproben kommt es jedoch zu keiner globalen Änderung der Rissausbreitungsrichtung, der Riss läuft makroskopisch betrachtet in radialer Richtung. Mikroskopisch gesehen startet die Materialtrennung durch einen Vorgang, der *Delamination* [9] genannt wird. Der endgültige Bruch erfolgt dann entweder durch Abscheren der "freistehenden Lamine" oder durch den Prozess von *Porenbildung – Einschnürung – duktiles Versagen* derselben.

Einen Ausschnitt einer *delaminierten* Bruchfläche zeigt Abbildung 5.69.

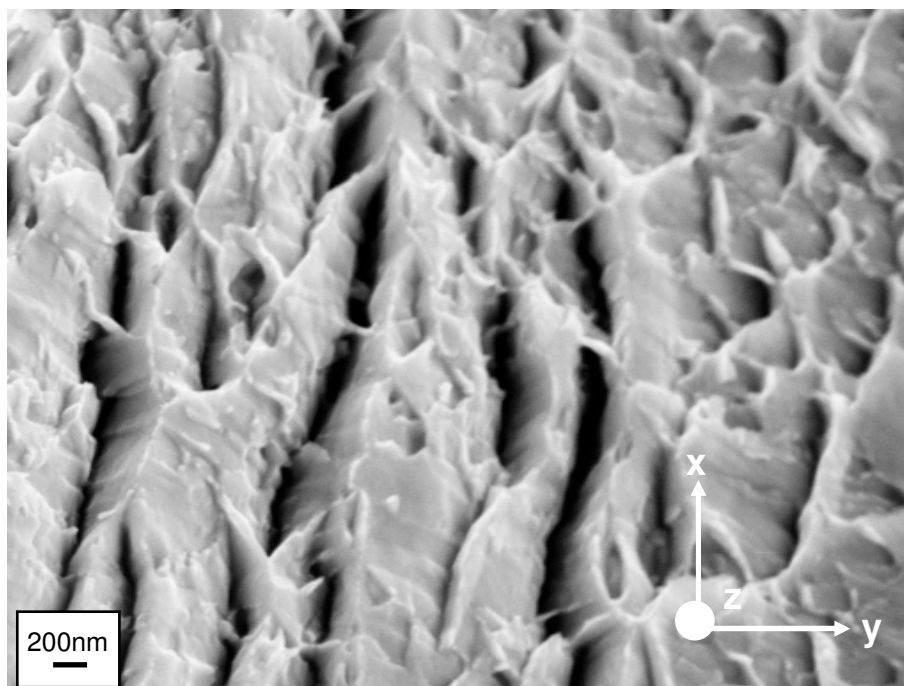


Abbildung 5.69: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen Ausschnitt einer mikro-delaminierten Bruchfläche. Aufgrund der niedrigen Korngrenzflächenzähigkeit kommt es zu einer immensen Aufspaltung des Hauptrisses in Teilrisse, welche in dieser Abbildung gut zu sehen sind. Diese Teilrisse sind gelegentlich durch Rissbrücken miteinander verbunden. Auch dies ist der Abbildung zu entnehmen.

Die x-Achse des in Abbildung 5.69 eingefügten Koordinatensystems entspricht der globalen Rissausbreitungsrichtung, die Scherebene liegt in der x-z Ebene.

Es sei hier nochmals erwähnt, dass bei HPT-verformten Proben die Grenzflächen der gestreckten Körner, die in der Scherebene liegen, den bevorzugten Risspfad darstellen. Mit steigender Belastung wird zuerst die Grenzflächenzähigkeit überschritten, sodass es dort zur Rissbildung kommt.

Wenn man bedenkt, dass diese Grenzflächen einen mittleren Abstand von einigen Hundert Nanometer haben, so kommt es zu einer gewaltigen Aufspaltung des Risses. Gleichzeitig wird durch das Aufreißen freie Oberfläche geschaffen, was gut in Abbildung 5.69 zu sehen ist. Diese freie Oberfläche führt dazu, dass in y -Richtung keine Kräfte mehr übertragen werden können und somit die Spannung in dieser Richtung auf null abfällt, womit sich der durch den scharfen Anriss hervorgerufene dreiachsige Spannungszustand zu einem ebenen reduziert.

Bildlich gesprochen zerfällt – *delaminiert* – die ursprünglich dicke, mit einem ebenen Dehnungszustand behaftete, Probe in eine Serie dünner Proben, denen ein ebener Spannungszustand innewohnt.

Diese Änderung des Spannungszustandes ist ausschlaggebend für die hohe Bruchzähigkeit.

5.3.1 SPD-Serie

Die SPD-Serie wurde im Bereich zwischen Flüssigstickstofftemperatur und 200°C untersucht.

Bei **-196°C** erfolgt der Bruch durch den zuvor beschriebenen Mechanismus der *Delamination*, wobei vor dem Gewaltbruch mehrere *Pop-in's* auftreten.

Detaillierte Aufnahmen der Bruchfläche zeigen die Abbildungen 5.70 und 5.71.

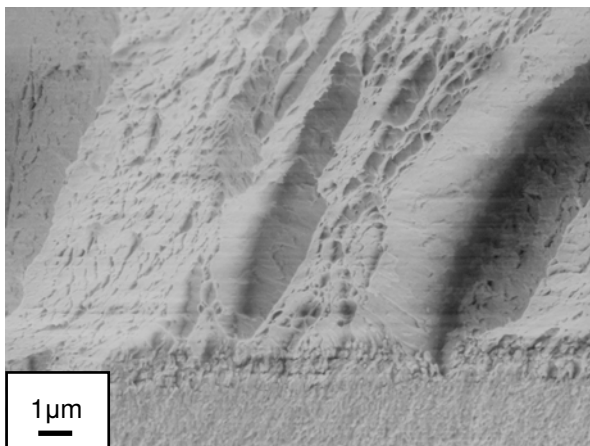


Abbildung 5.70: Die REM-Aufnahme zeigt die Bereiche des Ermüdungsanrisses und der Gewaltbruchfläche für die SPD-Probe aus der Radialrichtung bei -196°C. Die errechnete Bruchzähigkeit von $22\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ist nur als Schätzwert anzusehen, da nicht alle Kriterien der ASTM E399 erfüllt sind.

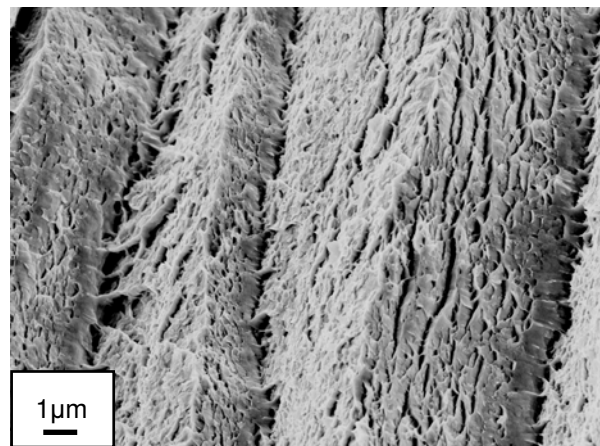


Abbildung 5.71: Eine Detailaufnahme des Bruchbereichs im Anschluss an den Ermüdungsanriss zeigt diese Abbildung. Es ist ein *delaminierter* Bereich dargestellt. Gelegentlich sind noch Rissbrücken im Delaminationsbereich zu erkennen.

Der Übergang vom Ermüdungsrisse zum Gewaltbruch erfolgt ohne ausgeprägtes *Blunting*, jedoch sind vereinzelt plastisch verformte Körner zu erkennen.

Makroskopisch betrachtet unterscheidet sich das Bruchaussehen bei **Raumtemperatur** nicht wesentlich von jenem bei -196°C (Abbildung 5.73), auch hier sind mehrere Lastabfälle in der Kraft-Verschiebungskurve zu erkennen.

In beiden Fällen kann die aus dem ersten Lastabfall errechnete Bruchzähigkeit unter Berücksichtigung der ASTM-Norm nur als Schätzwert herangezogen werden, da wiederum das Verhältnis von P_{max}/P_Q größer als 1,1 ist.

Dieser Schätzwert beträgt bei Raumtemperatur $57\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ und ist wesentlich höher als jener bei -196°C, der bei $22\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ liegt.

Studiert man die Bruchfläche genauer, so erkennt man, dass neben *delaminierten* Bereichen auch *Dimples* zu sehen sind (Abbildung 5.72).

Ganz entscheidend ändert sich der Bruchvorgang bei **200 °C**, wo es nicht mehr zu *Delaminationen* sondern zu duktilem Aufreißen unter einem Winkel von 45° zur beabsichtigten Rissausbreitungsebene kommt.



Abbildung 5.72: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen Bruchflächenausschnitt der SPD-Probe aus der Radialrichtung bei Raumtemperatur. Der abgebildete Bereich befindet sich in etwa 20µm vor dem Ermüdungsanriss, wobei neben Delaminationen auch *Dimples* zu sehen sind, die auf plastische Verformung – wenn auch nur in mikroskopischem Ausmaß – schließen lassen. Die für diese Probe errechnete Bruchzähigkeit von $57\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ist nur als Schätzwert anzusehen.

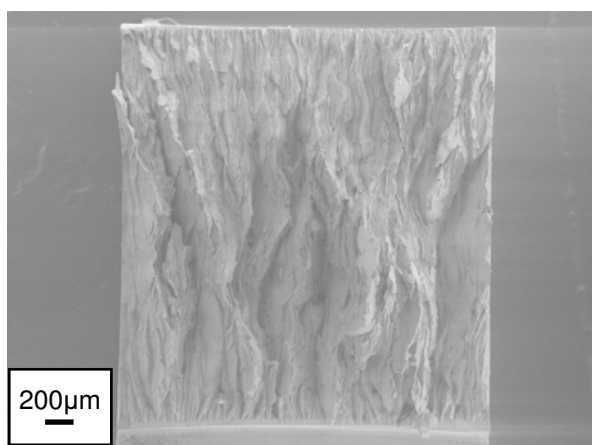


Abbildung 5.73: Die Gesamtbruchfläche der SPD-Probe der Radialrichtung, die bei 25 °C geprüft wurde, zeigt diese REM-Aufnahme. Der Bruch wurde durch den Vorgang der *Delamination* eingeleitet ($K_S=57\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

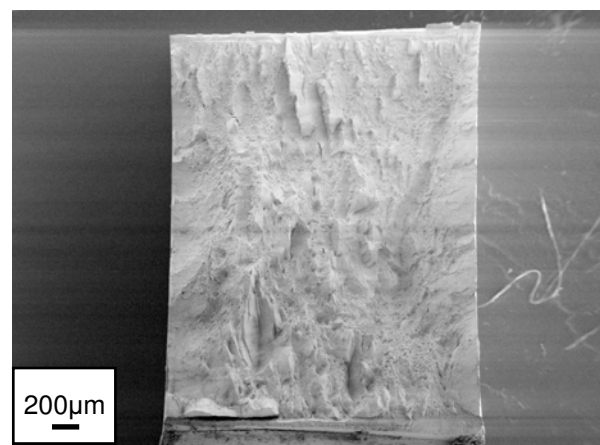


Abbildung 5.74: Dargestellt ist die Bruchfläche derselben Probe, wenn die Prüfung bei 200 °C erfolgt. Neben Scherlippen ist ansatzweise eine Wabenstruktur zu erkennen, die das duktile Bruchverhalten kennzeichnet ($K_S=65\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

In Abbildung 5.74 sind auch Scherlippen als Kennzeichen des duktilen Verhaltens erkennbar. Sieht man sich die Bruchfläche unter hoher Vergrößerung an, zeigen sich durchgehend die unter Zug plastisch verformten Körner (Abbildung 5.75).

Es bleibt auch die maximale Spannungsintensität mit $K_{\max}=65 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ annähernd konstant. Auch für diese Probe gilt, dass der Wert der Bruchzähigkeit in Wirklichkeit um vieles höher liegt.

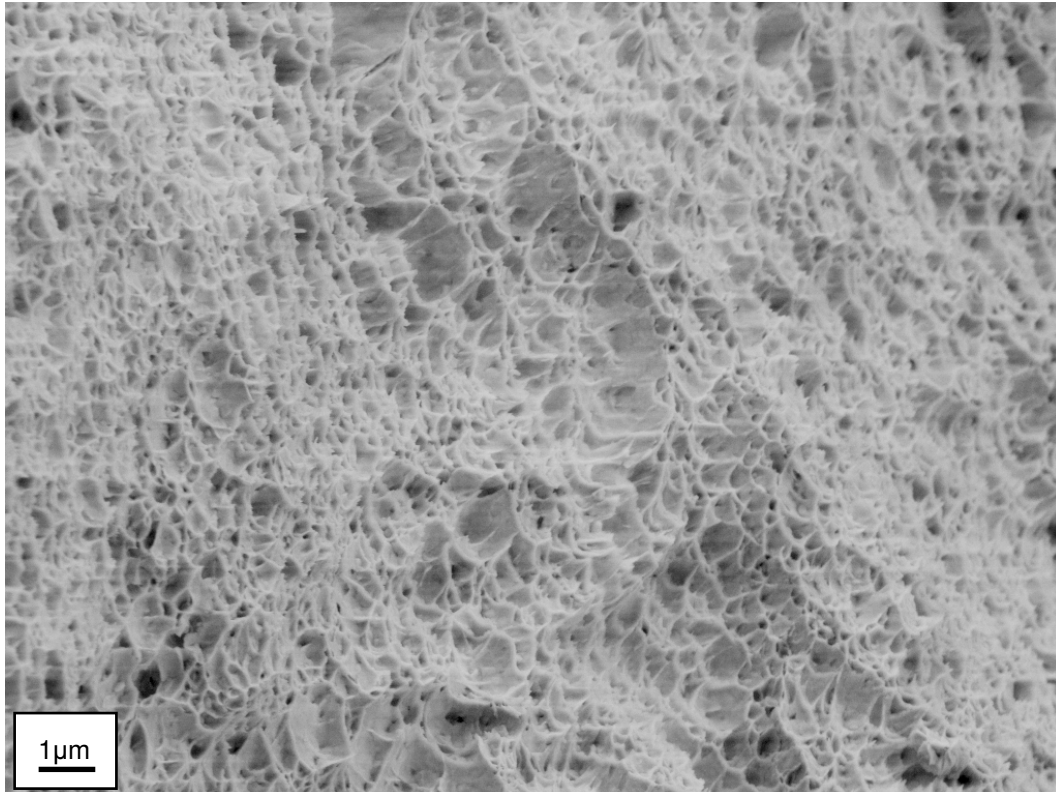


Abbildung 5.75: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen Bruchflächenausschnitt der SPD-Probe aus der Radialrichtung geprüft bei 200 °C. In der Abbildung ist die mikroductile Bruchfläche deutlich zu sehen. Die aus der Maximalkraft der P-v-Kurve errechnete Spannungsintensität beträgt $65 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

5.3.2 300nm-Serie

Die Serie mit einer Korngröße von 300nm wurde im Bereich zwischen Flüssigstickstoff- und Raumtemperatur untersucht.

Bei **-196°C** bricht die Probe unter einem Winkel von 135° zur beabsichtigten Rissausbreitungsebene. Die Bruchfläche sieht makroskopisch betrachtet verformungsarm aus, doch kommt es im Anschluss an den Ermüdungsriss zu plastischer Verformung der Körner (Abbildung 5.76). Neben diesen duktilen Bereichen können auch *Delaminationen* beobachtet werden. Diese plastischen Vorgänge führen zu einer Bruchzähigkeit von $24 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

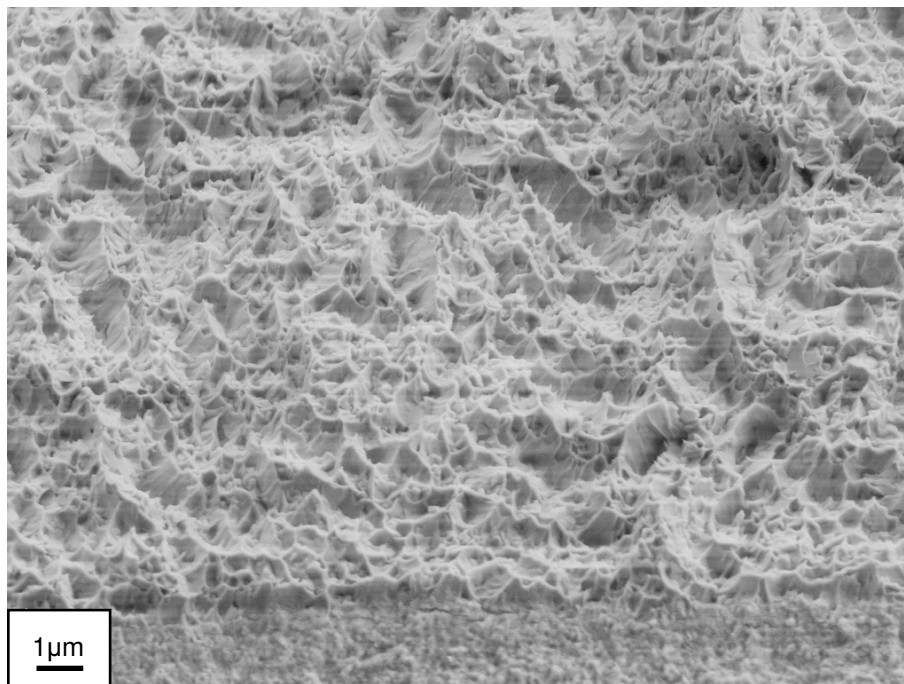


Abbildung 5.76: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen mikroduktilen Bruchbereich im Anschluss an den Ermüdungsanriss für die 300nm-Probe aus der Radialrichtung bei einer Prüftemperatur von -196°C. An diese mikroduktilen Zone, die sich für etwa 20µm erstreckt, schließt ein delaminierter Bereich an ($K_{IC}=24\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

Ein gänzlich anderes Bruchverhalten zeigt die Probe bei **-150°C**. Nach dem Ermüdungsanriss bildet sich eine *Stretched-zone* aus, deren Weite etwa 70µm beträgt. Dieser Zone schließt sich ein Bereich an, der in Abbildung 5.77 gezeigt ist. Die Werkstofftrennung erfolgt hier hauptsächlich durch **Korngrenzenbruch**, dazwischen sind wabenförmige Vertiefungen mit einem Durchmesser bis zu 30µm sichtbar (Abbildung 5.78). Die plastischen Verformungen, die das große *Blunting* verursacht, führen dazu, dass die Bruchzähigkeit markant auf 40 MPa√m ansteigt.

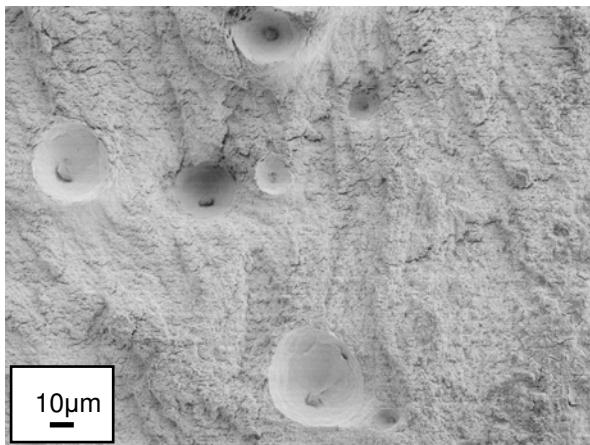


Abbildung 5.77: Die REM-Aufnahme zeigt einen Bruchflächenausschnitt etwa 100µm vor der Risspitze. Gut zu erkennen sind wabenförmige Vertiefungen bis zu einer Größe von 30µm. Die 300nm-Probe aus der Radialrichtung wurde bei -150°C geprüft ($K_{IC}=40\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

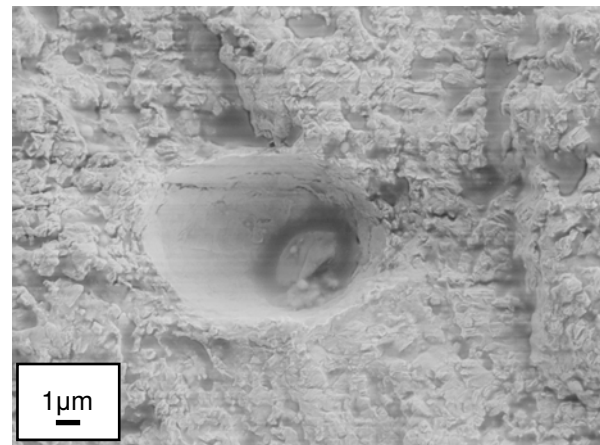


Abbildung 5.78: Eine wabenförmige Vertiefung unter höherer Vergrößerung zeigt diese REM Aufnahme. Im Grund ist noch das bruchauslösende Teilchen zu erkennen. Die Bereiche um die Vertiefung sind interkristallin gebrochen.

Eine Erhöhung der Prüftemperatur auf **-100°C** führt dazu, dass sich auch vermehrt Bereiche um die wabenförmigen Vertiefungen plastisch verformen (Abbildung 5.79), was einen Anstieg der Bruchzähigkeit auf 54 MPa√m bewirkt. Trotzdem sind immer noch Bereiche auszumachen, wo es zu interkristallinem Bruch kommt (Abbildung 5.80). Des Weiteren sind Delaminationen zu erkennen, auch hat die Ausrundung der Risspitze weiter zugenommen und ist als Stufe mit einer Höhe von ungefähr 50µm zu sehen.

Höhere Vergrößerungen zeigen, dass es nach dem *Blunting* der Risspitze zu plastischer Verformung der unter Zug stehenden Körner kommt (Abbildung 5.83), wobei diese mikroduktilen Zone in einen Bereich übergeht, wo die Werkstofftrennung durch *Delamination* erfolgt (Abbildung 5.84) und es schlussendlich zum verformungsreichen Restbruch kommt.

Zu makroskopisch plastischem Verhalten kommt es bei **Raumtemperatur**, was sich in Abbildung 5.81 als Einschnürung widerspiegelt, während es bei tieferen Temperaturen zur Delamination (Abbildung 5.82) gekommen ist. Auch bei dieser Serie kommt es zu einem Wechsel im Bruchmechanismus, der bewirkt, dass die Bruchzähigkeit nicht weiter ansteigt – bei Raumtemperatur beträgt sie $58 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ – sondern einen Sättigungswert erreicht.

Man muss jedoch bedenken, dass mit zunehmender Temperatur die Fließspannung abnimmt und damit die Abweichungen von der *LEBM* immer größer werden.

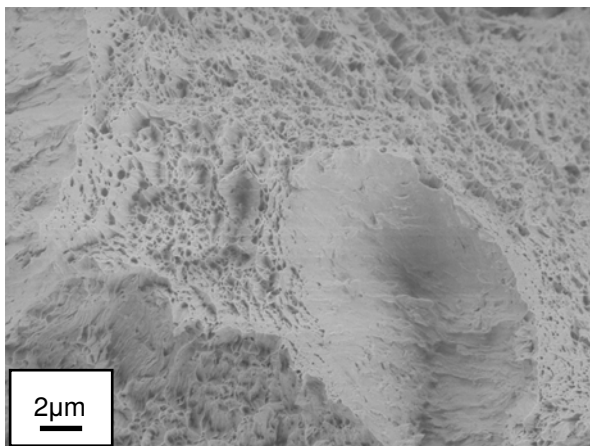


Abbildung 5.79: Die REM-Aufnahme zeigt einen Bruchflächenausschnitt etwa $150\mu\text{m}$ vor der Risspitze. Die 300nm-Probe aus der Radialrichtung wurde bei -100°C geprüft. Bei dieser Temperatur verformen sich bereits Bereiche um die wabenförmigen Vertiefungen plastisch.

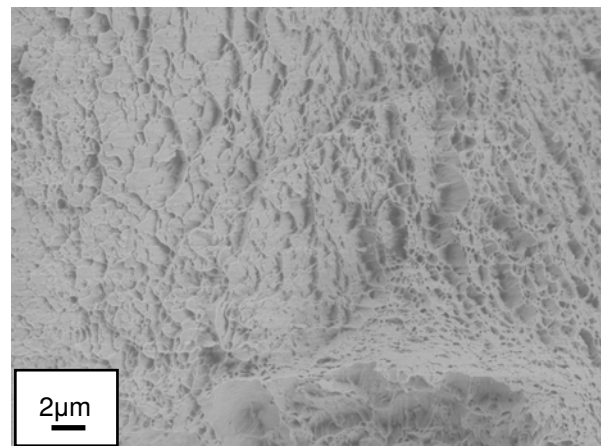


Abbildung 5.80: Einen Bruchflächenbereich nahe einer Wabe zeigt diese REM-Aufnahme. Obwohl sich angrenzende Bereiche zunehmend plastisch verformen, vorwiegend mikroduktil, kann teilweise Korngrenzenbruch beobachtet werden ($K_{IC}=54\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

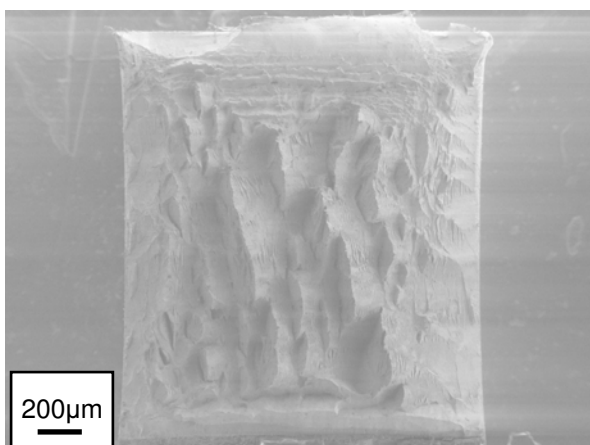


Abbildung 5.81: Die REM-Aufnahme zeigt die Gesamtbruchfläche der 300nm-Probe aus der Radialrichtung, die bei Raumtemperatur geprüft wurde. Die Probenseinschnürung als Zeichen des duktilen Versagens ist deutlich zu sehen. ($K_{\text{max}}=58\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

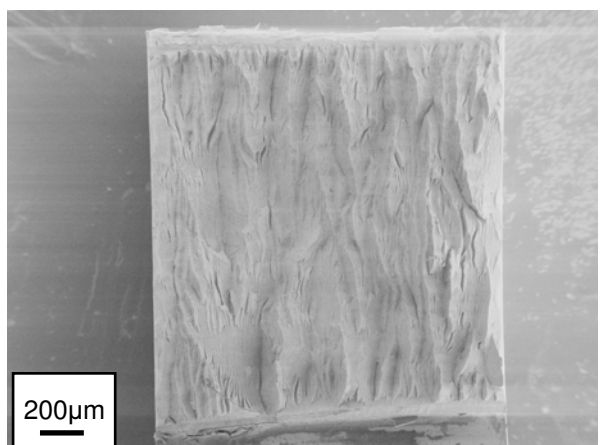


Abbildung 5.82: Die 300nm-Probe aus der Radialrichtung wurde bei -100°C geprüft. Das Aussehen der Bruchfläche ist vollkommen anders, verglichen mit der Probe bei 25°C . Der Bruch wird hier über den Vorgang des *Delaminierens* eingeleitet ($K_{IC}=54\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

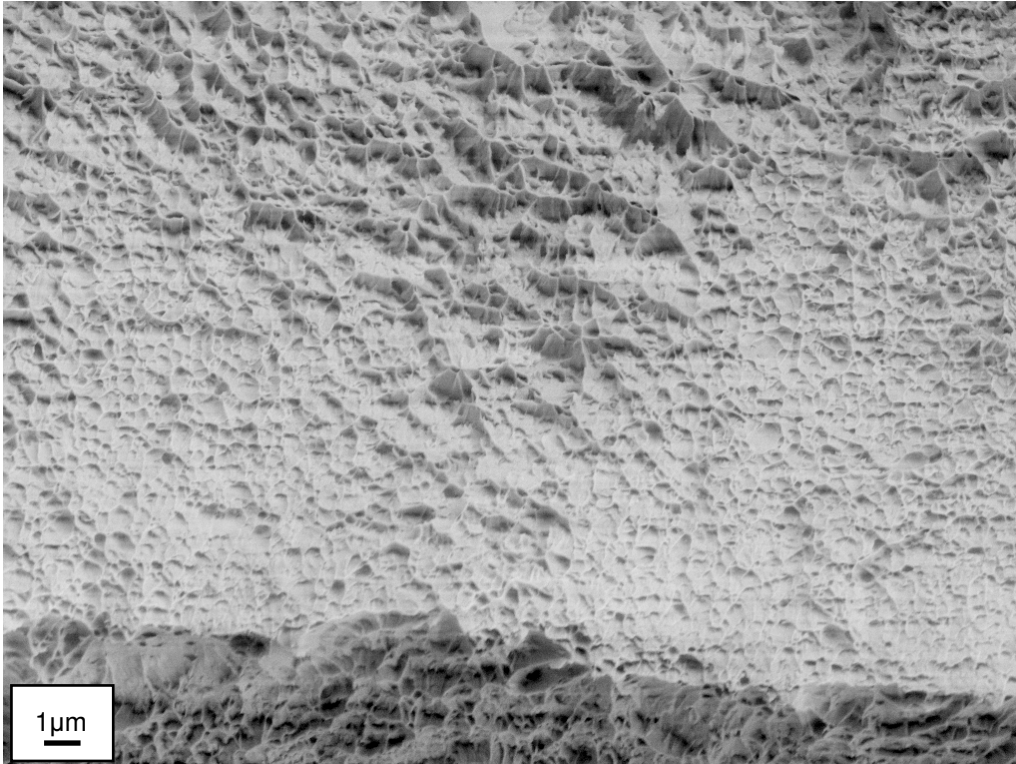


Abbildung 5.83: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt den Beginn der mikroduktilen Zone für die 300nm-Probe aus der Radialrichtung bei Raumtemperatur an. Das Versagen erfolgt hier durch erhebliche plastische Verformung, was an der *Dimple*-Struktur gut zu erkennen ist.

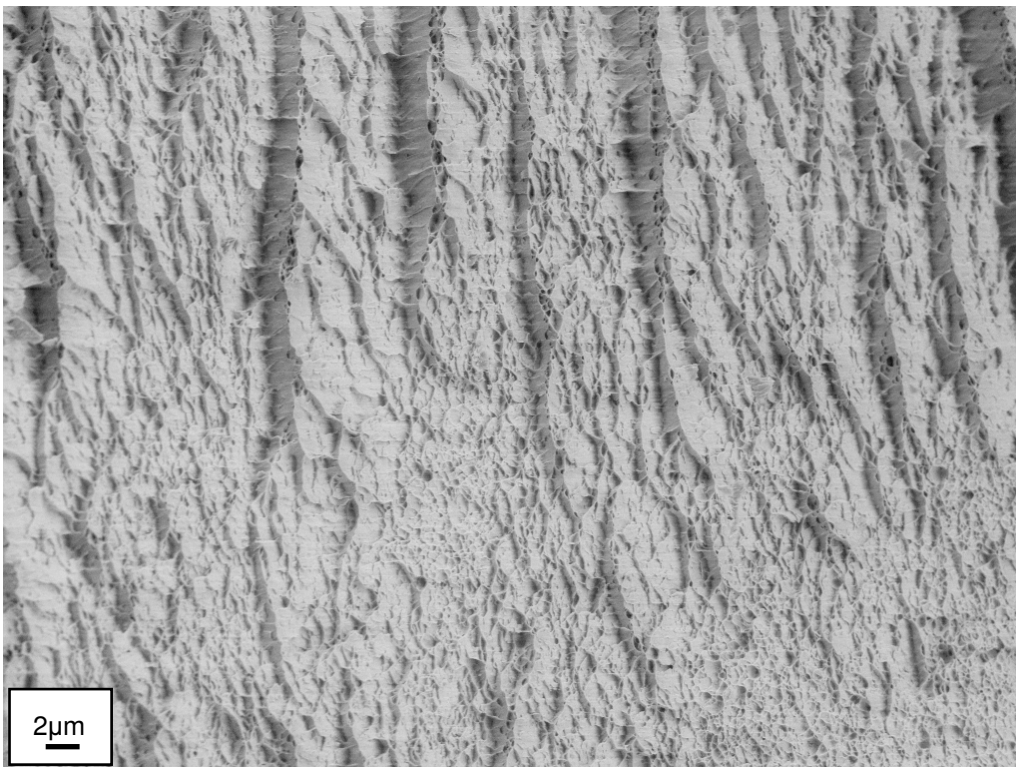


Abbildung 5.84: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt den Übergang von mikroduktiler Zone – ihre Größe beträgt etwa $150\mu\text{m}$ – zu einem Bereich, der von einer beginnenden *Delaminationen* gekennzeichnet ist. Die 300nm-Probe aus der Radialrichtung wurde bei Raumtemperatur geprüft.

5.3.3 1 μ m-Serie

Die Serie mit einer Korngröße von 1 μ m wurde im Bereich zwischen Flüssigstickstoff- und Raumtemperatur untersucht.

Bereits bei **-196 °C** zeigt die Probe mehrere Anzeichen von duktilem Verhalten:

Zum einen ist auf der Bruchfläche ein geringer Scherbruchanteil feststellbar (Abbildung 5.85) und zum anderen bildet sich eine *Stretched-zone* (Abbildung 5.86) im Anschluss an den Ermüdungsriss aus.

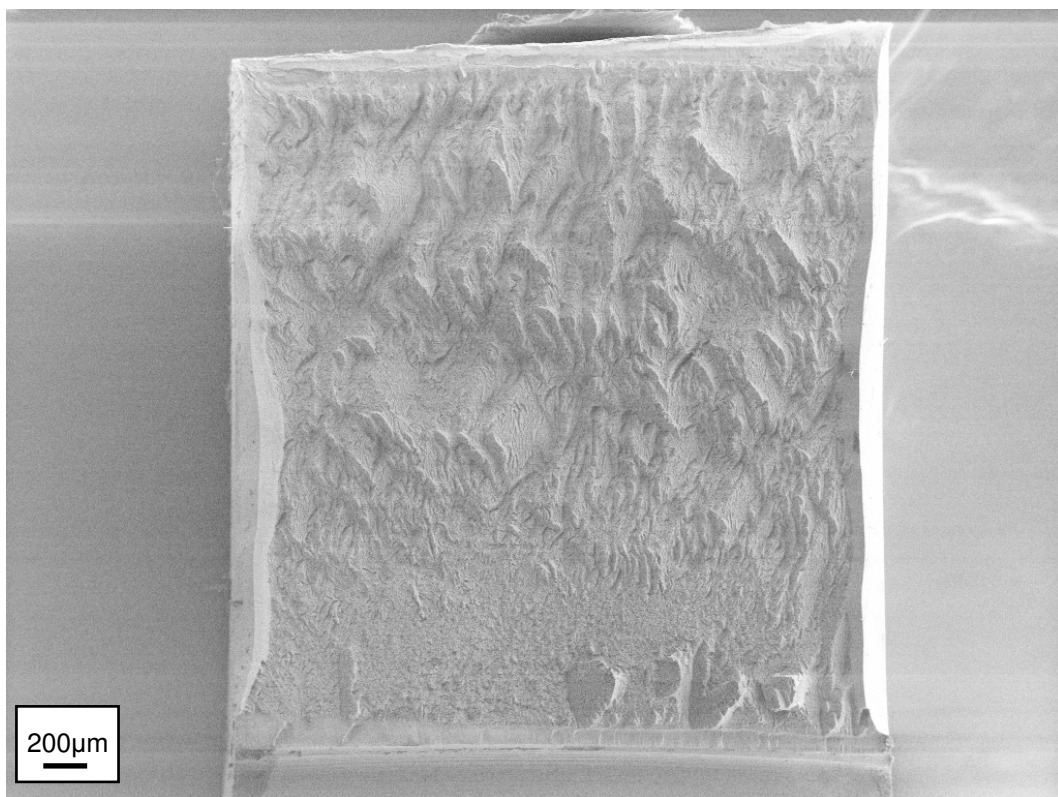


Abbildung 5.85: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt die Gesamtbruchfläche der 1 μ m-Probe aus der Radialrichtung, die bei -196 °C geprüft wurde. Die Bruchfläche weist unterschiedlich strukturierte Bereiche auf, die mit dem Bruchverlauf in direktem Zusammenhang stehen. Die aus der P-v Kurve errechnete Bruchzähigkeit von 35MPa \sqrt{m} ist lediglich als Schätzwert anzusehen.

Der *Stretched-zone* folgt ein Bereich, in dem sowohl spaltflächig (vereinzelt auch interkristallin) gebrochene als auch unter Zug plastisch verformte Gefügeelemente vorliegen. Dazwischen verbinden *Tear-ridges* Bruchbereiche unterschiedlicher Höhe. Aus der Kraft-Verschiebungskurve ist abzulesen, dass es während des Versuchs zu zweimaligem *Pop-in* gekommen ist, bevor die Probe endgültig gebrochen ist.

Beide Lastabfälle haben annähernd denselben Wert. Die aus der Kraft P_Q vor dem ersten Lastabfall berechnete Bruchzähigkeit ergibt $35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, wobei dieser Wert rein formell ungültig ist, da das Verhältnis von P_{max} zu P_Q mit 1,7 nicht mehr der ASTM-Norm entspricht.

In der Bruchfläche in Abbildung 5.85 sind unterschiedlich strukturierte Bereiche auszumachen, die direkt mit den Lastabfällen in Verbindung stehen.

Man kann sich den Bruchvorgang derart vorstellen, dass sich der Riss nach dem *Blunting* in der zuvor beschriebenen Art ausbreitet. Bei dem *Pop-in* ändert sich schlagartig der Versagensmechanismus und es kommt zur *Delamination* (Abbildung 5.87). Das *Delaminieren* hält jedoch nicht an und der damit verbundene spontane Lastabfall stoppt und die Last steigt mit derselben Steigung wieder an. Dass der Riss erneut in ursprünglicher Weise gewachsen ist, zeigt sich im Bruchbild anhand sowohl verformungsarm gebrochener als auch plastisch verformter Körner.

Genau dieselben Vorgänge finden ein zweites Mal statt, bis der Bruch schlussendlich durch *Delamination* erfolgt.

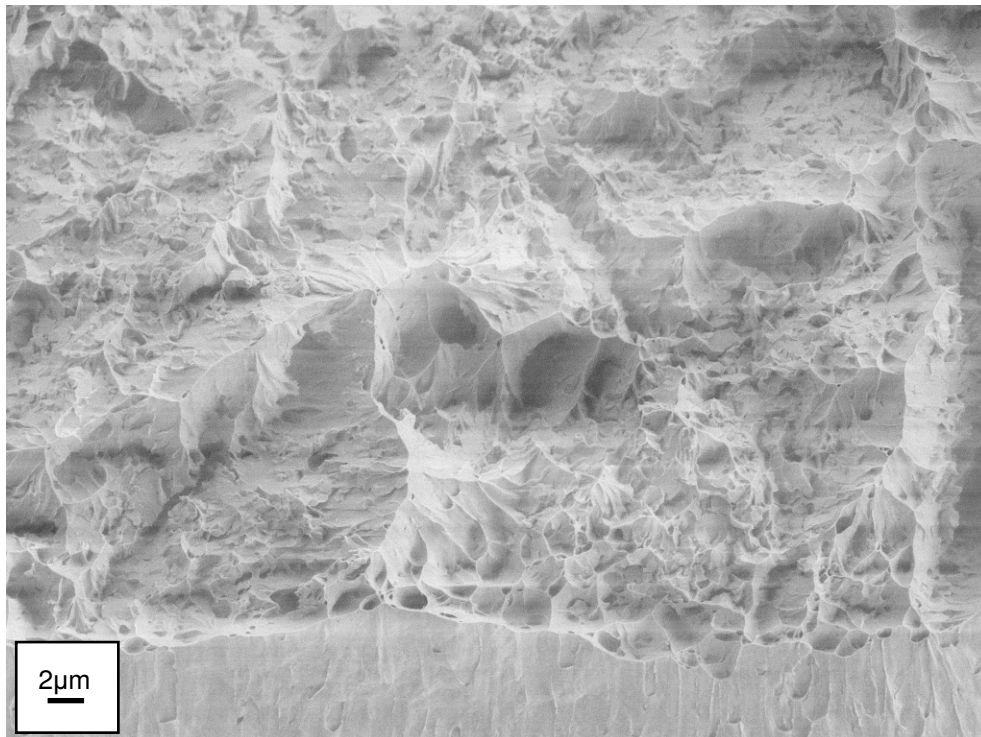


Abbildung 5.86: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt den Übergang von *Stretched-zone* zur Restbruchfläche. Die hellen Bereiche der Restbruchfläche deuten auf sehr hohe plastische Verformungen hin, wobei des öfteren *Dimples* zu sehen sind. Die 1 μ m-Probe aus der Radialrichtung wurde bei -196°C geprüft.

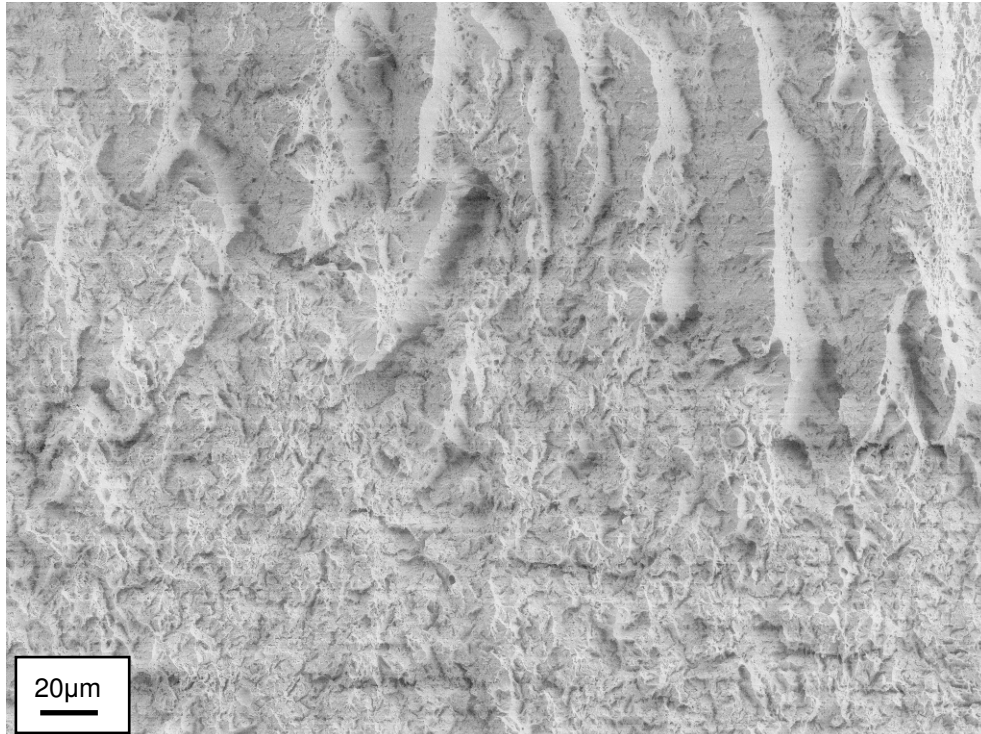


Abbildung 5.87: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen Bruchflächenausschnitt derselben Probe, wo es zu einer Änderung des Bruchverhaltens kommt, die mit dem Auftreten eines *Pop-ins* in Zusammenhang steht. Der untere Bereich in dieser Abbildung ähnelt jenem aus der Abbildung 5.86, während der obere Bereich vermehrt *delaminierte* und stark plastisch verformte Bereiche zeigt.

Ab -150°C zeigen sich makroskopisch plastische Verformungen in der Form von Einschnürungen am Probenrand (Abbildung 5.88).

Niedrige Vergrößerungen lassen außerdem eine ausgeprägte Wabenstruktur (Abbildung 5.89) im Anschluss an ein *Blunting* der Risspitze erkennen.

Die Rissausbreitung erfolgt unter plastischer Verformung der Körner bis der Restbruch eintritt, der jedoch eine verformungsarme Gestalt besitzt und sowohl Anteile von Spalt- als auch Korngrenzenbruch aufweist.

Die ausgeprägten makroskopisch- sowie mikroskopisch-plastischen Verformungen führen zu einem hohen Wert der Bruchzähigkeit von 87 MPa \sqrt{m} .

Auch die Kraft-Verschiebungskurve der bei **-100°C** getesteten Probe zeigt den bereits mehrmals beobachteten Verlauf, dass nach Erreichen der Maximalkraft die Last nur langsam abnimmt. Gleichzeitig fängt die Probe an, sich ähnlich der vorherigen Probe plastisch zu verlängern. Der Bruchzähigkeitsversuch wird deshalb ebenfalls gestoppt und die Probe mit einer Zugschwellbeanspruchung beaufschlagt, bis sie endgültig versagt.

Die über die Maximalkraft ermittelte maximale Spannungsintensität K_{max} beträgt für die bei -100°C untersuchte Probe 76 MPa \sqrt{m} .

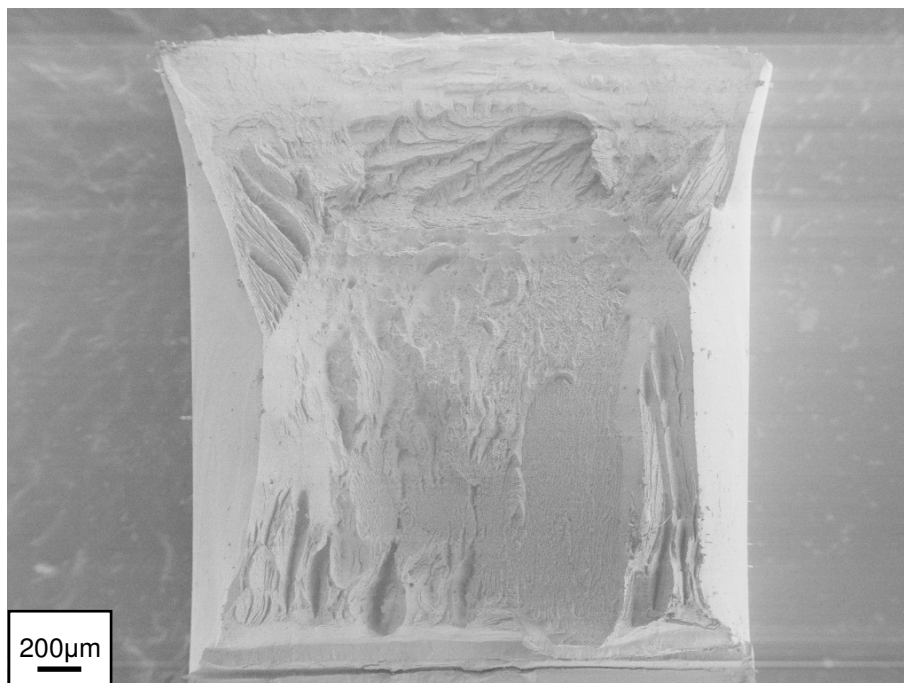


Abbildung 5.88: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt die Gesamtbruchfläche der 1 μ m-Probe aus der Radialrichtung, die bei -150°C geprüft wurde. Die Probe beginnt sich bereits bei einer sehr geringen Last voll plastisch zu verformen, weshalb es zur Probeneinschnürung kommt, die das duktile Materialverhalten widerspiegelt ($K_{max}=87\text{MPa}\sqrt{m}$).

Die Bruchflächen der Proben, die bei -100°C und bei Raumtemperatur geprüft wurden, zeigen die Abbildung 5.90 und 5.91. Die charakteristischen Merkmale für einen duktilen Bruch, nämlich seitliche Einschnürung und Wabenstruktur, sind deutlich zu erkennen.

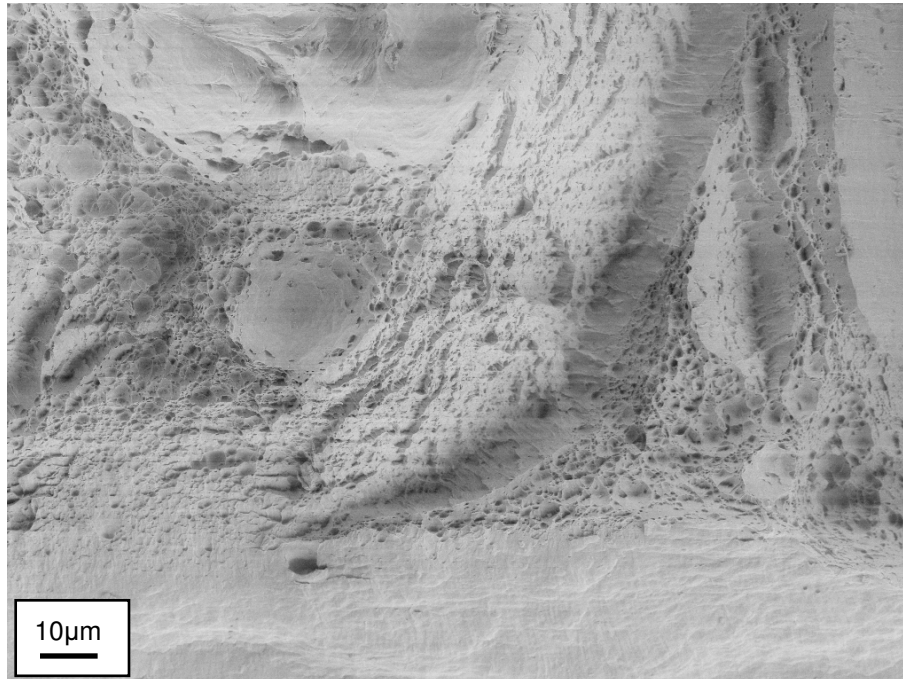


Abbildung 5.89: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen plastifizierten Bereich im Anschluss an die *Stretched-zone*. Die Größe der *Dimples* variiert zwischen etwa 1 μ m und 20 μ m, was ebenfalls auf ein ausgeprägtes duktilen Materialverhalten hindeutet. Die 1 μ m-Probe aus der Radialrichtung wurde bei -150°C geprüft.

200 μ m

100 μ m

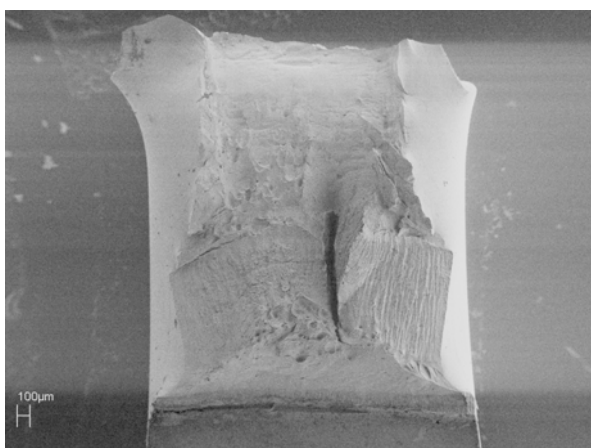


Abbildung 5.90: Die REM-Aufnahme zeigt die stark plastifizierte Bruchfläche der 1 μ m-Probe aus der Radialrichtung, die bei -100°C geprüft wurde. Die Probeneinschnürung, sowie die Ausbildung einer Wabenstruktur ist deutlich zu erkennen. Die aus der Maximalkraft der P-v Kurve errechnete Spannungsintensität beträgt 76MPa \sqrt{m} .

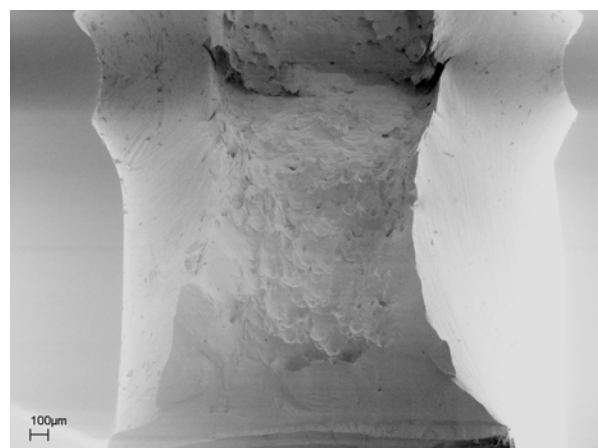


Abbildung 5.91: Die Gesamtbruchfläche desselben Probenzustandes, jedoch bei Raumtemperatur geprüft, ist hier gezeigt. Das duktile Verhalten zeigte sich schon während des Versuches, sodass vorzeitig gestoppt wurde. Charakteristische Merkmale sind auch hier die Probeneinschnürung, sowie die Wabenstruktur.

Wird bei **Raumtemperatur** geprüft, so zeigt sich ein ähnliches Bruchverhalten wie bei den beiden Proben zuvor.

Auch diese Probe bricht nicht infolge der monotonen Belastung, sondern muss ebenfalls fertig ermüdet werden. Die maximale Spannungsintensität K_{\max} für diesen Zustand beträgt 59 MPa \sqrt{m} . Auch für diese Probe gilt, dass die Bruchzähigkeit in Wirklichkeit viel höher ist.

Die Abbildung 5.92 zeigt den durchplastifizierten Restbruchbereich, der an die ausgerundete Rissspitze anschließt.

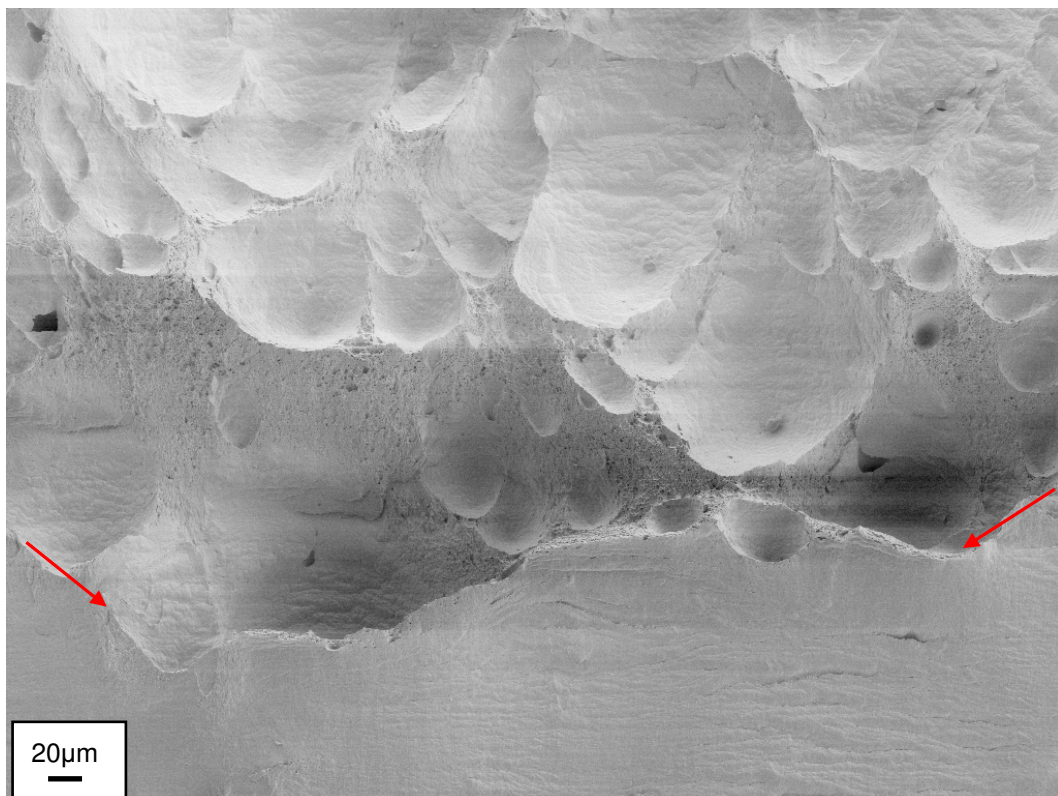


Abbildung 5.92: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen Bruchflächenausschnitt, der den Übergang von ausgerundeter Rissspitze zum Beginn des vollständig durchplastifizierten Restbruchbereiches darstellt. Mit Pfeilen rot markiert ist der Übergang. Die 1 μ m-Probe der Radialrichtung wurde bei Raumtemperatur geprüft. ($K_{\max}=59\text{MPa}\sqrt{m}$). Die ermittelte Bruchzähigkeit ist jedoch nicht gültig, in Wirklichkeit ist sie deutlich größer.

5.3.4 5µm-Serie

Die Serie mit einer Korngröße von 5µm wurde im Bereich zwischen Flüssigstickstoff- und Raumtemperatur untersucht.

Lediglich bei **-196°C** tritt der Bruch infolge der monotonen Belastung ein, wobei es während des Versuches zu mehreren *Pop-in's* kommt. Nach dem ersten Lastabfall, der eine Bruchzähigkeit von $39\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ergeben würde, steigt im folgenden die Kraft noch sehr stark an, sodass das Verhältnis von P_Q zu P_{max} mit 1,5 bereits über dem von der ASTM-Norm geforderten Wert liegt

Im Anschluss an den eingebrachten Ermüdungsanriss kommt es zur Ausbildung einer *Stretched-zone* (Abbildung 5.94), jedoch nicht zu mikroduktilen Rissfortschritt. Der darauf folgende Restbruch ist vollständig **transkristallin**.

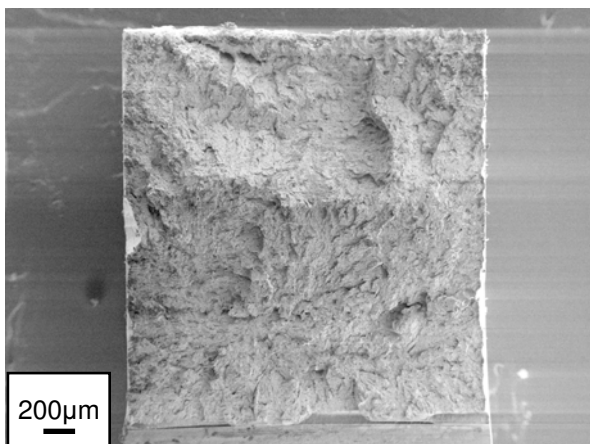


Abbildung 5.93: Die REM-Aufnahme zeigt die Bruchfläche der 5µm-Probe der Radialrichtung. Die Prüfung fand bei -196°C statt. Die errechnete Bruchzähigkeit von $39\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ist nur als Schätzwert anzusehen.

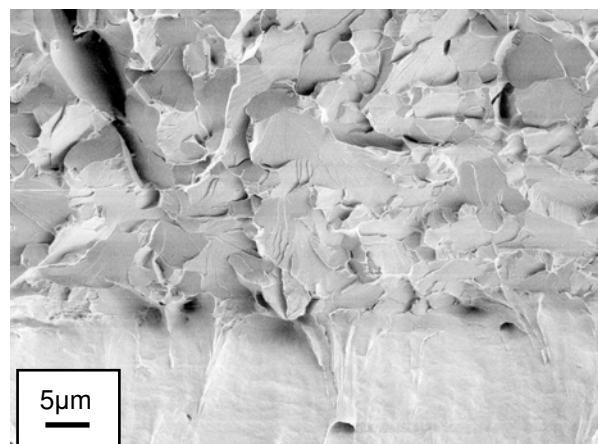


Abbildung 5.94: Den Bruchflächenausschnitt vom Ende der *Stretched-zone* zum Beginn des Restbruchs zeigt diese Detailaufnahme. Der Bruch erfolgte gänzlich durch Kornspaltung.

Der Verlauf der *River patterns* (Abbildung 5.95) lässt die Schlussfolgerung zu, dass der Spaltbruch etwa 500µm vor der Rissspitze begonnen hat – diese Stelle ist in Abbildung 5.96 mit einem roten Punkt markiert.

Im Gegensatz zu der üblichen Rissausbreitung läuft der Riss rückwärts Richtung Ermüdungsriss und vereinigt sich dort mit diesem. Nun erst findet der Rissfortschritt in Vorwärtsrichtung statt, was an der Aufwölbung – in Abbildung 5.96 strichliert eingefasst – zu erkennen ist.

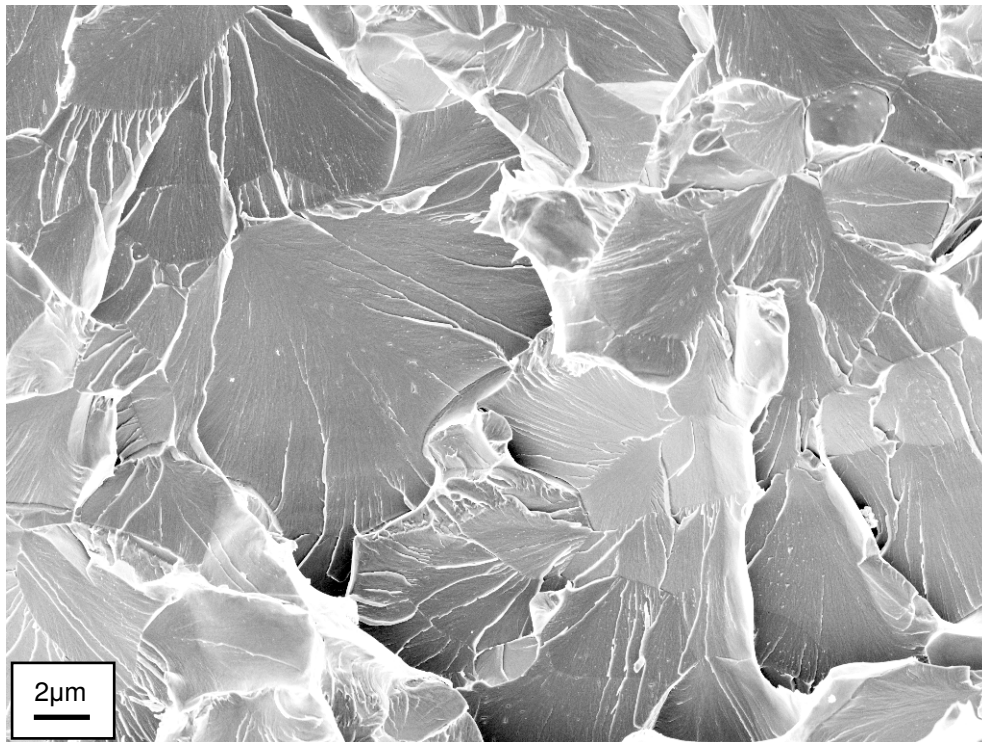


Abbildung 5.95: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt einen Bruchflächenausschnitt etwa 50µm vor dem Ermüdungsanriss. Die 5µm-Probe aus der Radialrichtung wurde bei -196°C geprüft. Der Verlauf der *River patterns* weist zum Ermüdungsanriss und deutet demnach darauf hin, dass der Bruch vor der Risspitze seinen Ausgang genommen hat.

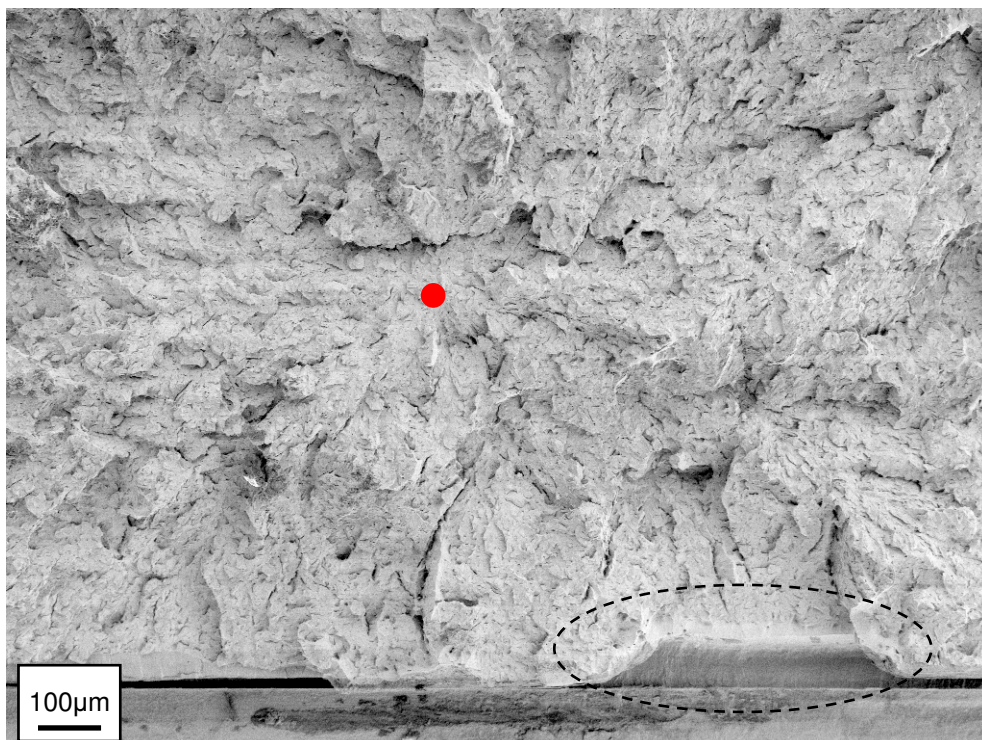


Abbildung 5.96: Diese rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt den Bruchbereich im Anschluss an den Ermüdungsanriss für die 5µm-Probe aus der Radialrichtung bei -196°C. In der Abbildung rot markiert ist der Ausgang für den Spaltbruch, der sich in etwa 500µm vor dem Ermüdungsanriss befindet. Schwarz strichliert eingefasst ist ein aufgewölbter Bereich, dessen Krümmungsverlauf darauf hindeutet, dass der Riss in Richtung Ermüdungsanriss gelaufen ist und sich dort mit dem bereits bestehenden vereinigt hat.

Ab -150°C liegt bereits makroduktiles Verhalten, das heißt markantes Einschnüren der Probe, vor. Die Abbildungen 5.97 und 5.98 zeigen die duktil gebrochenen Bruchflächen, wobei wiederum Einschnürung und Waben (Abbildung 5.99) kennzeichnend für diesen Bruchtyp sind. Bei -150°C beträgt die aus der Maximalkraft der Kraft-Verschiebungskurve ermittelte Spannungsintensität $61 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, bei Raumtemperatur $40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. In Wirklichkeit ist die Bruchzähigkeit bei diesen beiden Probenzuständen viel höher.

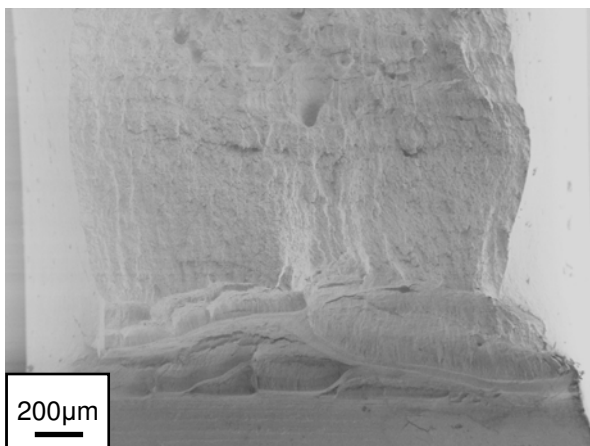


Abbildung 5.97: Die REM-Aufnahme zeigt einen Bruchflächenausschnitt der 5µm-Probe aus der Radialrichtung, die bei -150°C geprüft wurde. Die beachtliche Probeneinschnürung ist charakteristisch für das duktile Bruchverhalten. ($K_{\text{max}}=61 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).

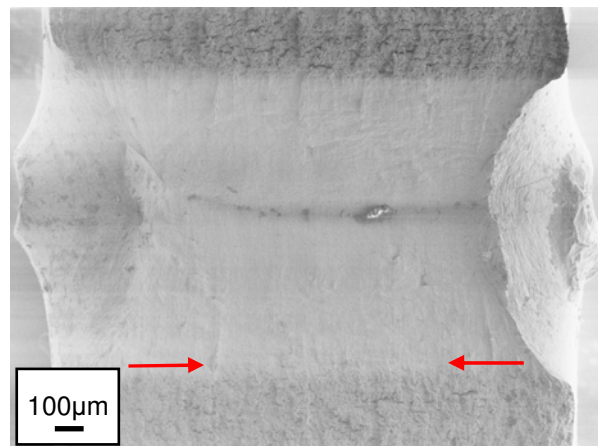


Abbildung 5.98: Die Bruchfläche desselben Probenzustands, jedoch bei Raumtemperatur zeigt diese REM-Aufnahme. Rot markiert ist der Übergang von Stretched-zone zur Restbruchfläche. Der Bruchzähigkeitsversuch wurde vorzeitig gestoppt, da das duktile Probenverhalten eindeutig zu sehen war.

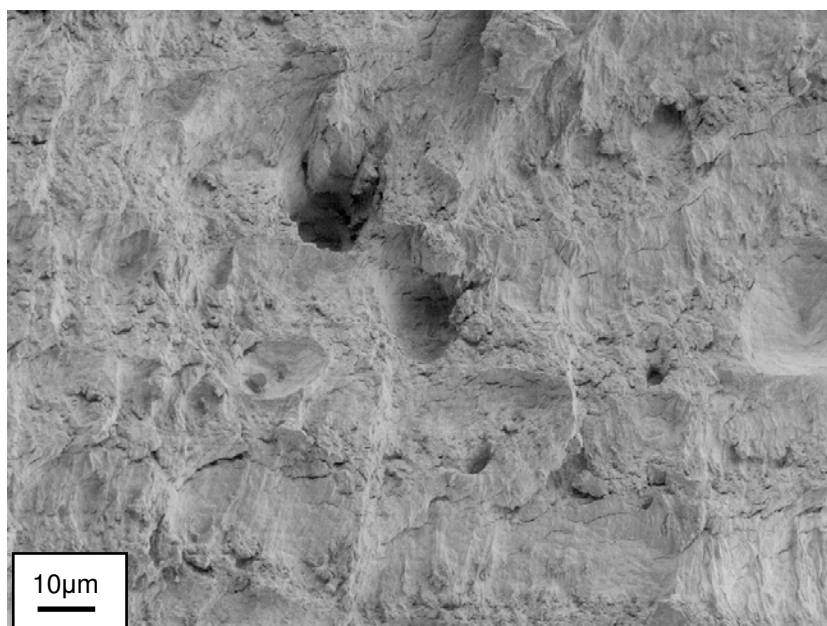


Abbildung 5.99: Diese REM-Aufnahme zeigt einen Bereich der Bruchfläche der 5µm-Probe der Radialrichtung bei -150°C, wo *Dimples* als Merkmal der plastischen Verformung zu sehen sind.

6 Diskussion und Interpretation

In diesem Kapitel werden die gewonnenen Ergebnisse derart diskutiert, dass im ersten Teil Gemeinsamkeiten aller drei Orientierungen aufgezeigt werden. Dies soll es ermöglichen, Aussagen zum Spröd-duktil-Übergang von ARMCO-Eisen in Abhängigkeit von der Korngröße zu treffen.

Im zweiten Teil soll das Anisotropieverhalten diskutiert werden. Es werden Unterschiede der einzelnen Orientierungen im Bruchverhalten analysiert.

6.1 Spröd-duktil-Übergang

Bisherige Vorstellungen [9] gehen davon aus, dass **Kornfeinung** zu einer Absenkung der Spröd-duktil-Übergangstemperatur führt (Abbildung 6.1).

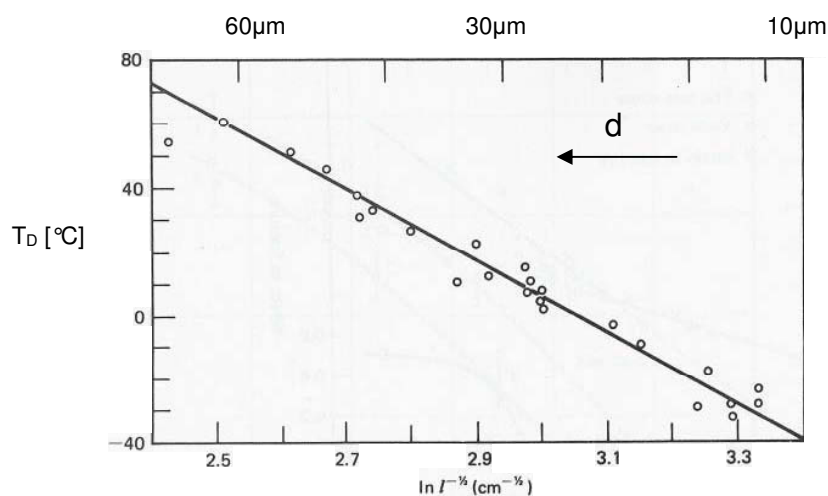


Abbildung 6.1: Es ist die Veränderung der Übergangstemperatur T_D in Abhängigkeit von der Korngröße d aufgetragen. Kornfeinung führt zur Erniedrigung der Übergangstemperatur T_D . Diese Abbildung ist N.J.Petch entnommen und wurde in der Technology Press MIT and Wiley, New York, 1959 publiziert.

Diese Vorstellung basiert auf der Annahme, dass der Bruch in der Tieflage transkristallin, also durch Spaltung erfolgt. Kornfeinung lässt die Spaltbruchspannung wesentlich stärker ansteigen als die Streckgrenze, sodass bereits bei niedrigeren Temperaturen plastische Verformungen möglich sind.

Die in dieser Arbeit gewonnenen Ergebnisse führen jedoch zu der Erkenntnis, dass sich unter 1µm Korngröße der Spröd-duktil-Übergang mit **zunehmender** Korngröße sukzessive zu niedrigeren Temperaturen verschiebt. Dies ist in Abbildung 6.2 für die Scherrichtung dargestellt.

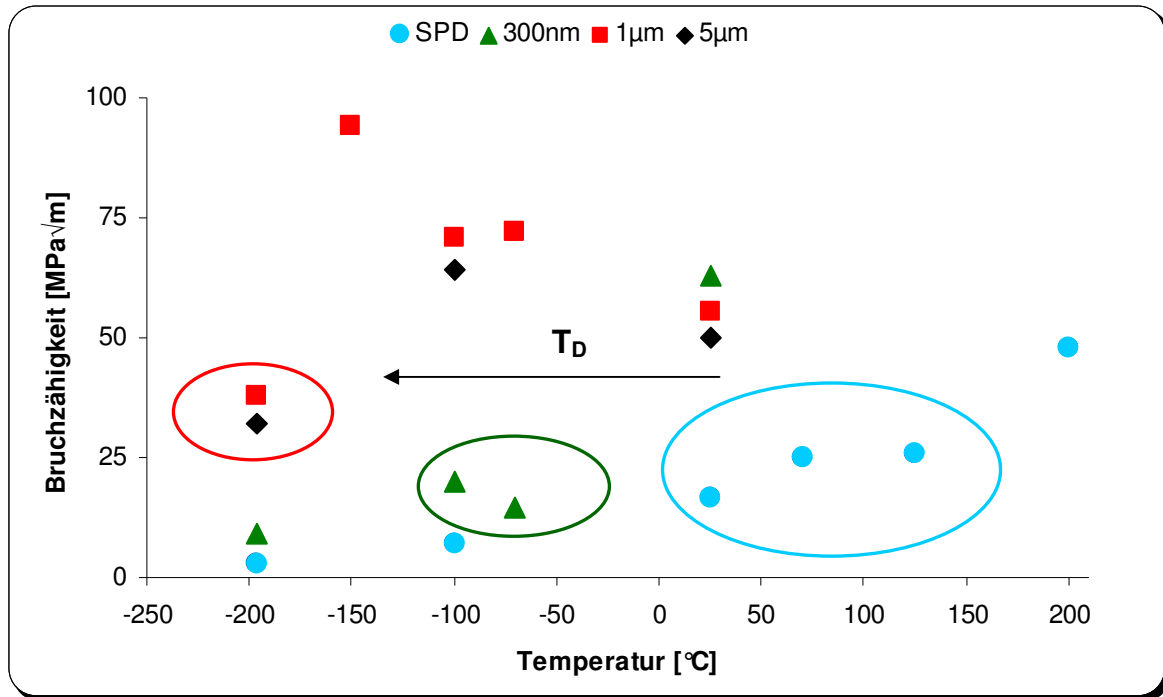


Abbildung 6.2: In dieser Abbildung ist die Bruchzähigkeit über der Temperatur für Proben aus der Scherrichtung aufgetragen. Jene Zustände, bei denen es vor dem verformungsarmen Restbruch zu größeren plastischen Verformungen im Risspitzenbereich kommt, sind zusammengefasst und stellen den Übergangsbereich von sprödem zu duktilem Verhalten dar.

Die Übergangstemperatur T_D verschiebt sich mit steigender Korngröße zu tieferen Werten

Liegt die Temperatur der Hochlage beim SPD-Zustand noch bei 200°C, so ist sie bei einer Korngröße von 300nm schon auf Raumtemperatur abgesunken. Für Proben mit einer Korngröße von 1µm wird duktileres Materialverhalten das erste Mal bei -100°C und bei den 5µm-Proben bei -150°C beobachtet.

Ganz ähnlich verhält es sich mit der Verschiebung der Tieflage, wobei sie ab einer Korngröße von 1µm bereits unter der Temperatur von Flüssigstickstoff liegt.

Eine Besonderheit stellt in dieser Beziehung die Radialrichtung dar, wo bereits beim SPD-Zustand keine Tieflage mehr im untersuchten Temperaturbereich festzustellen ist.

Im Übergangsbereich nimmt die Bruchzähigkeit mit steigender Temperatur zu, sodass in einem größeren Maße plastische Verformungen möglich sind.

In der LEBM unter Berücksichtigung des Kleinbereichfließens – in den ja der Übergangsbereich fällt – ist die Bruchzähigkeit proportional dem Produkt aus der Streckgrenze und einer Größe, die "Rissöffnungsverschiebung" – CTOD – genannt wird (CTOD steht für Crack Tip Opening Displacement).

In einem beschränkt plastisch verformbaren Material kommt es vor dem Bruch zu einer Abrundung der ursprünglich scharfen Rissspitze, die eine Verschiebung δ der beiden Rissufer bewirkt. Je größer die plastische Verformung an der Rissspitze ist, desto größer ist auch die Verschiebung δ .

Während man die Streckgrenze eher zur Beschreibung der makroskopisch plastischen Verformung verwendet, beschreibt das CTOD plastische Verformungen an der Rissspitze – also auf mikroskopischer Ebene.

Mit steigender Temperatur nimmt die Streckgrenze ab, das CTOD wird jedoch überproportional größer, sodass in Summe die Bruchzähigkeit ansteigt.

Sind im unteren Teil des Übergangsbereiches nur geringe plastische Verformungen – wie zum Beispiel ein *Blunting* der Rissspitze – zu sehen, so werden im oberen Teil des Übergangsbereiches mikroduktile Rissverlängerungen bis 100 μ m beobachtet.

Obwohl die Korngröße beim SPD- und 300nm-Zustand in etwa dieselbe ist, bestehen doch große Unterschiede im Bruchverhalten: Generell kann festgestellt werden, dass die 300nm-Proben bei derselben Prüftemperatur die höhere Zähigkeit aufweisen, was einerseits aus dem größeren Anteil an plastisch verformten Bereichen auf der Bruchfläche und andererseits aus den höheren Bruchzähigkeitswerten resultiert.

Grund dafür ist die an den 300nm-Proben im Anschluss an die Hochverformung durchgeführte Wärmebehandlung. Sie führt zu einer veränderten Kornstruktur, wobei die vormals gestreckten Körner in gleichachsige umgewandelt werden. Damit verbunden ist eine Erniedrigung der Versetzungsdichte, sodass plastische Verformungen in einem größeren Maße möglich sind.

Der **Risspfad beim verformungsarmen Bruch** wird sehr stark von der Korngröße beeinflusst:

Bei den SPD- und den 300nm-Proben wird ausnahmslos Korngrenzenbruch beobachtet. Weist der Korngrenzenbereich eine niedrigere Zähigkeit auf als das Korninnere, so ist aufgrund des hohen Anteils an Korngrenzen dieser Bruchtyp der bevorzugte.

Mit wachsender Korngröße wird der Korngrenzenanteil jedoch geringer, sodass bei den 1 μ m-Proben Korngrenzen- und Spaltbruch nebeneinander vorkommen und bei den 5 μ m-Proben der Bruch gänzlich durch Kornspaltung erfolgt.

Auch lassen sich grundsätzlich zwei Ausprägungen beim **duktilen Bruch** feststellen, die in direktem Zusammenhang mit der Korngröße stehen.

Bei den Proben mit einer Korngröße unter 1 μ m zeigen sich **Scherlippen** auf der durchgehend plastifizierten Bruchfläche, während bei den 1- und 5 μ m-Proben ausgeprägtes **Einschnüren** der Bruchflächen charakteristisch ist.

Fraktographische Untersuchungen an den SPD- und 300nm-Proben in Bereichen nahe des Ermüdungsanrisses lassen Poren erkennen, die die Folge mikroduktiler Rissausbreitung darstellen: Infolge der äußeren Belastung kommt es in einem Bereich vor der Risspitze zu Spannungs- bzw. Dehnungskonzentrationen, die zur Bildung von Risskeimen führen. Diese Risskeime wachsen und vereinigen sich schließlich mit der ausgerundeten Risspitze, sodass der Riss mikroduktil wächst. Wegen des mikroduktilen Rissfortschritts verringert sich der tragende Querschnitt der Probe, während die Belastung kontinuierlich größer wird.

Bei den 1- und 5 μ m-Proben ist über der Übergangstemperatur im Zentrum der Bruchfläche eine ausgeprägte Wabenstruktur, ähnlich duktil-gebrochenen Zugproben, zu erkennen. Gelegentlich sind im Porengrund Partikel zu erkennen, die als Bruchauslöser anzusehen sind.

Da bei diesen Proben die Streckgrenze gemäß der Hall-Petch-Beziehung niedriger ist als bei SPD- und 300nm-Proben, kommt es bereits bei geringeren Spannungsintensitäten zu beachtlichen makroskopisch plastischen Verformungen, bevor der Bruch erfolgt.

Die gewaltige Ausdehnung der plastischen Zone stellt die Anwendbarkeit der LEBM unter Berücksichtigung des Kleinbereichfließens und damit das "K-Konzept" zur Beschreibung der Zähigkeit in Frage. Somit sind auch die ungewöhnlich niedrigen Werte der Bruchzähigkeit in der Hochlage erklärbar.

6.2 Anisotropie

Alle drei Orientierungen zeigen denselben Verlauf bezüglich des Spröd-duktil-Übergangs, jedoch treten markante Unterschiede bei den Absolutwerten der Bruchzähigkeit der SPD- und 300nm Proben auf, wobei dies exemplarisch für den SPD-Zustand in Abbildung 6.3 dargestellt ist.

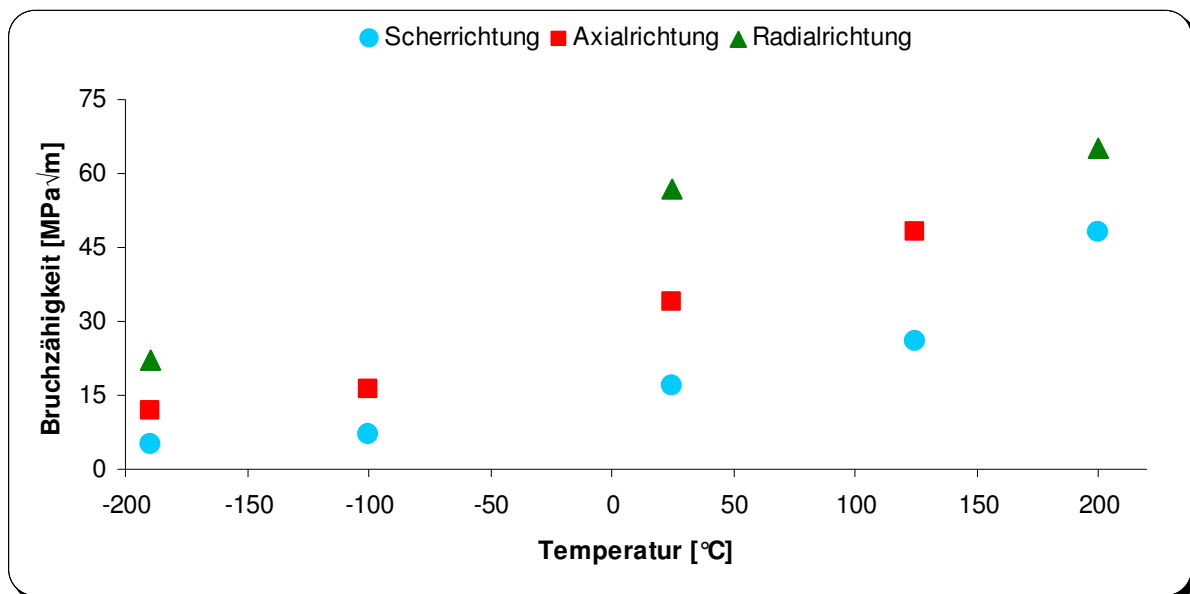


Abbildung 6.3: In dieser Abbildung ist der Bruchzähigkeit – Temperatur Verlauf für den SPD-Zustand aller drei Probenorientierungen dargestellt. Die Unterschiede in den Bruchzähigkeitswerten sind deutlich zu erkennen. Die höchsten Werte werden in Radialrichtung gemessen, die niedrigsten in Scherrichtung.

Das HPT-Verfahren führt zur Ausbildung einer **Verformungsstruktur**, wobei die anfangs globularen Körner infolge der Torsion in der Scherebene gestreckt werden. Auf diese Verformungsstruktur, die auch noch bei den 300nm-Proben wirksam ist, sind die großen Bruchzähigkeitsunterschiede zurückzuführen, da der Risspfad in starkem Maße davon beeinflusst wird.

Ab einer Korngröße von 1µm verschwindet diese Verformungsstruktur, sodass einerseits die Bruchflächen ein ähnliches Aussehen zeigen und andererseits die maximale Spannungsintensität annähernd denselben Wert hat.

Dies ist in Abbildung 6.4 für die 1µm-Proben dargestellt.

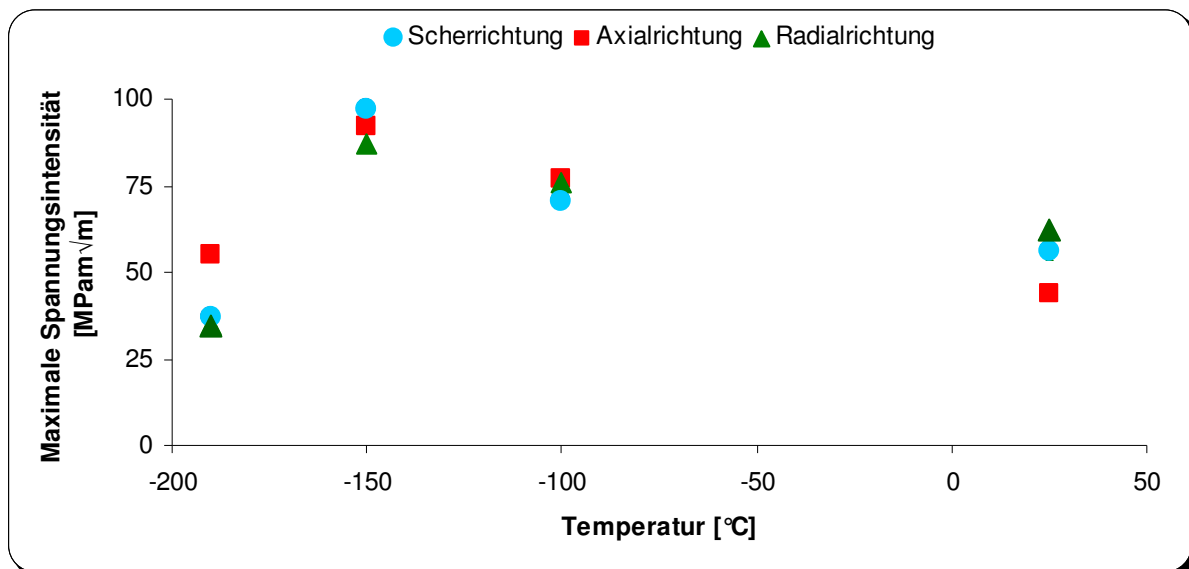


Abbildung 6.4: Für die 1 μm -Zustände aller drei Probenorientierungen ist die maximale Spannungsintensität über der Temperatur aufgetragen. Die Werte sind bei derselben Temperatur für die drei Orientierungen annähernd gleich. Daraus kann schlussgefolgert werden, dass die mechanische Anisotropie nicht mehr dominiert.

Bei den Proben in Scherrichtung fällt die Rissausbreitungsebene mit der Scherebene zusammen. Elektronenmikroskopische Untersuchungen an den Bruchflächen haben zu der Erkenntnis geführt, dass der Riss entlang der Korngrenzen der gestreckten Körner gelaufen ist. Da die Scherproben die niedrigsten Bruchzähigkeitswerte aller untersuchten aufweisen, ist dies der bevorzugte Risspfad.

Bei den Axialproben sind die Korngrenzen der gestreckten Körner bezüglich der erwarteten Rissausbreitungsebene derart orientiert, dass sich eine Konfiguration ergibt, die *Hertzberg "crack-arrester"* nennt [9].

Bruchflächenuntersuchungen zeigen, dass es jedoch nicht zur gewünschten Rissausbreitung, nämlich durch den "Schichtverbund", kommt, sondern dass der Riss global in die Scherebene ablenkt wird und wie bei den Scherproben entlang der Korngrenzen läuft. Dieses Ablenken führt dazu, dass der zähigkeitssteigernde Mechanismus des "Riss-Aufhaltens" nicht wirksam wird und somit die Bruchzähigkeit relativ niedrige Werte aufweist, diese jedoch deutlich höher liegen als bei den entsprechenden Scherproben.

Der Grund besteht darin, dass es bereits beim Einbringen des Ermüdungsanrisses aufgrund der Verformungsstruktur zu einem Ablenken jenes Ermüdungsanrisses kommt, was auch als „*abkinken*“ bekannt ist [22]. Für einen solchen „*abgekinkten*“ kurzen Riss ist nach *Kitagawa et al.* [23] die Treibkraft zur Rissausbreitung wesentlich geringer als für einen geraden, was als Ursache für die scheinbar höhere Bruchzähigkeit zu sehen ist.

Die höchsten Bruchzähigkeitswerte der SPD- und 300nm-Zustände werden bei den Radialproben gemessen.

Grund dafür ist, dass die Scher- und die Rissausbreitungsebene derart zueinander stehen, dass laut *Hertzberg* eine „*crack-divider*“ [9] Konfiguration vorliegt.

Die Rissausbreitung findet auch hier entlang der Korngrenzen der gestreckten Körner – die eine niedrige Bruchzähigkeit aufweisen – statt, was zu einer immensen Aufspaltung des Risses führt (Abbildung 6.5).

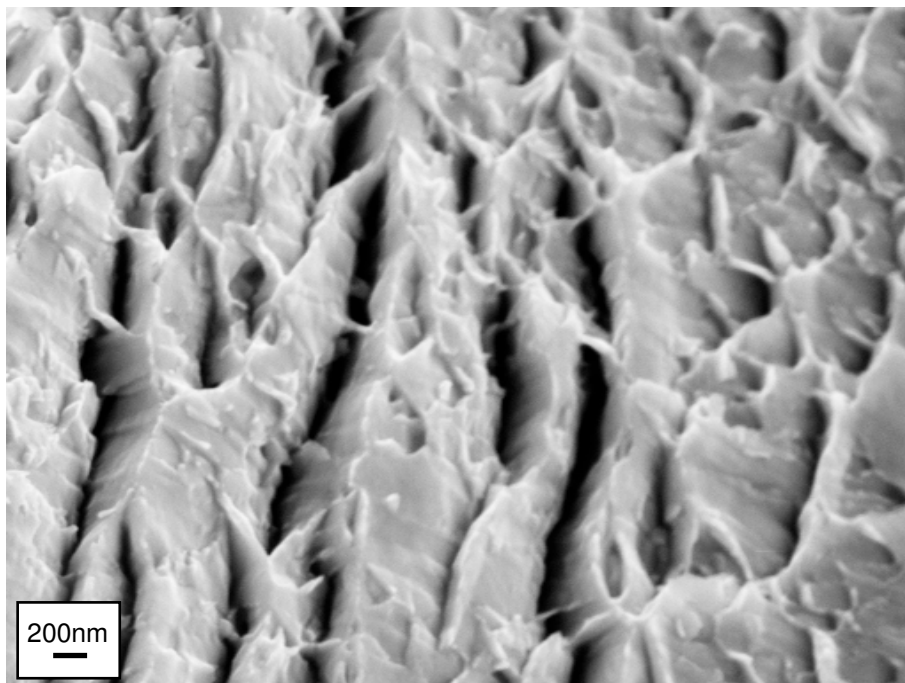


Abbildung 6.5: Die REM-Aufnahme zeigt einen Ausschnitt einer delaminierten Bruchfläche. Die Aufspaltung des Hauptrisses in eine große Zahl von Teilrisse führt zur Schaffung „freier Oberfläche“.

Die große Anzahl von Teilrissen bewirkt die Schaffung "freier Oberfläche". Senkrecht dazu können keine Kräfte mehr übertragen werden und demzufolge sinken die Spannungen in dieser Richtung auf null ab.

Ein ebener Spannungszustand erniedrigt sehr stark die Mehrachsigkeit und damit die Normalspannung. Dies ermöglicht die plastische Verformung in großem Maße, weswegen die hohe Bruchzähigkeit erreicht wird.

Bildlich gesprochen zerfällt die ursprünglich dicke mit einem ebenen Dehnungszustand behaftete Probe in eine Serie dünner Proben, denen ein ebener Spannungszustand innewohnt.

Zusammenfassend kann man nun sagen, dass rein die geometrische Anordnung zwischen Scherebene und Rissausbreitungsebene ausschlaggebend ist, ob niedrige Bruchzähigkeiten – bei Scherproben – oder hohe Zähigkeiten – bei Radialproben – erreicht werden.

7 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurden Bruchzähigkeitsversuche an kubisch-raumzentriertem ARMCO-Eisen für unterschiedliche Korngrößen in Abhängigkeit der Temperatur durchgeführt. Der untersuchte Temperaturbereich erstreckte sich von -196 °C bis 200 °C , sodass das Spröd-duktil-Verhalten erforscht werden konnte. Mittels High-Pressure-Torsion, kurz HPT, und anschließender Glühbehandlung gelang es, Proben mit Korngrößen zwischen 200 nm und $5\text{ }\mu\text{m}$ herzustellen. Während des Umformprozesses kam es zur Ausbildung einer Verformungsstruktur, die zu einer Richtungsabhängigkeit der mechanischen Eigenschaften führte, sodass auch das Bruchverhalten in Abhängigkeit der Probenorientierung untersucht werden konnte.

Die durchgeführten Bruchzähigkeitsversuche zeigen für Korngrößen kleiner $1\text{ }\mu\text{m}$ einen Anstieg der Spröd-duktil Übergangstemperatur und widersprechen somit der gegenwärtigen Vorstellung, dass Kornfeinung den Spröd-duktil-Übergang zu niedrigeren Temperaturen verschiebt.

Fraktographische Untersuchungen lassen erkennen, dass unterhalb der Übergangstemperatur der Bruch bei den Proben mit Korngrößen kleiner $1\text{ }\mu\text{m}$ entlang der Korngrenzen, also interkristallin, erfolgt, während bei Proben mit Korngrößen darüber der Risspfad transkristallin ist, also Spaltbruch vorherrscht.

Die niedrige Korngrenzenzähigkeit in Kombination mit dem hohen Korngrenzenanteil ist vermutlich der Grund für den Anstieg der Übergangstemperatur bei den Proben mit Korngrößen unter $1\text{ }\mu\text{m}$, da der Bruch bei derselben Prüftemperatur weiterhin verformungsarm entlang der Korngrenzen erfolgt, während bei Proben mit Korngrößen ab $1\text{ }\mu\text{m}$ bereits plastische Verformungen auftreten.

Der Einfluss der Richtungsabhängigkeit auf die Bruchzähigkeit ist besonders groß für Proben mit Korngrößen unter $1\mu\text{m}$, da die bestehende Verformungsstruktur den Bruchmechanismus im Wesentlichen kontrolliert. Die niedrigsten Bruchzähigkeiten werden bei den Proben in Scherrichtung, bei denen die Rissausbreitungsebene parallel zu den Korngrenzen der verformten Körner orientiert ist, gemessen.

Bei den Axialproben kommt es bereits beim Einbringen des Ermüdungsanrisses zu einer Rissablenkung in die Scherebene. Für einen so genannten „*abgekinkten*“ Riss ist die Treibkraft für den weiteren Rissfortschritt viel geringer als für einen geraden, sodass vermeintlich höhere Bruchzähigkeiten gemessen werden.

Die höchsten Bruchzähigkeiten werden bei den Proben in Radialrichtung erzielt. Der Bruch wird durch einen Vorgang eingeleitet, der „Delamination“ genannt wird und dazu führt, dass „freie Oberflächen“ erzeugt werden und die Mehrachsigkeit und damit die Normalspannung reduzieren. Vor dem endgültigen Bruch sind somit beachtliche plastische Verformungen möglich. Für diese Belastungsrichtung erhält man trotz der sehr hohen Festigkeit eine sehr hohe Bruchzähigkeit selbst bei tiefen Temperaturen.

Die durch den HPT-Prozess hervorgerufene Verformungsstruktur ist somit als extrinsisch zähigkeitssteigernder Mechanismus anzusehen, wobei die relative Lage von Rissausbreitungsebene und Scherebene zueinander entscheidend ist, ob niedrige Bruchzähigkeiten – bei den Scherproben – oder hohe Bruchzähigkeiten – bei den Radialproben – vorliegen.

Daraus lässt sich folgern, dass HPT-verformtes ARMCO-Eisen mit einer Korngröße im Submikrometerbereich neben exzellenten Festigkeitseigenschaften auch noch eine überdurchschnittlich hohe Bruchzähigkeit aufweist, wenn die Belastungsrichtung und die Scherebene derart orientiert sind, dass es bei überkritischer Belastung zu einer Rissaufspaltung – wie bei den Proben in Radialrichtung – kommt.

8 Abbildungs- und Tabellenverzeichnis

8.1 Abbildungsverzeichnis

- Abb.2.1: Versetzungsemission an der Rissspitze
- Abb.2.2: Spannungsverlauf vor einer Rissspitze
- Abb.2.3: Einfluss der Kornfeinung auf die Spröd-duktil-Übergangstemperatur T_D
- Abb.3.1: Schematische Darstellung des HPT Prozesses
- Abb.3.2: HPT-System am Erich-Schmid-Institut
- Abb.3.3: Skizze der Probenorientierungen in der HPT-Scheibe
- Abb.3.4: BSE-Aufnahme von HPT-verformtem ARMCO-Eisen
- Abb.3.5: BSE-Aufnahme von ARMCO-Eisen mit einer Korngröße von 300nm
- Abb.3.6: BSE-Aufnahme von ARMCO-Eisen mit einer Korngröße von $1\mu\text{m}$
- Abb.3.7: BSE-Aufnahme von ARMCO-Eisen mit einer Korngröße von $5\mu\text{m}$
- Abb.4.1: Haupttypen von Kraft-Verschiebungskurven laut ASTM-Norm E399
- Abb.4.2: Querschnitt einer CT-Probe
- Abb.5.1: Bruchzähigkeit – Temperatur – Diagramm für die Scherrichtung
- Abb.5.2: Scherrichtung SPD -196°C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.3: Scherrichtung SPD 25°C Ermüdungsanriss - Restbruchfläche
- Abb.5.4: Scherrichtung SPD 70°C Ermüdungsanriss - *Stretched-zone*
- Abb.5.5: Scherrichtung SPD 125°C *Tear-ridges*
- Abb.5.6: Scherrichtung SPD 125°C Detail der Abb. 5.5
- Abb.5.7: Scherrichtung SPD 200°C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.8: Scherrichtung SPD 200°C Ermüdungsanriss - mikroduktile Zone
- Abb.5.9: Scherrichtung SPD 200°C Ausschnitt der Restbruchfläche
- Abb.5.10: Scherrichtung 300nm -196°C Ermüdungsanriss - Restbruchfläche
- Abb.5.11: Scherrichtung 300nm -196°C Ausschnitt der Restbruchfläche
- Abb.5.12: Scherrichtung 300nm -100°C *Stretched-zone* - Restbruchfläche
- Abb.5.13: Scherrichtung 300nm -70°C *Stretched-zone* - Restbruchfläche
- Abb.5.14: Scherrichtung 300nm -100° Interkristalline Restbruchfläche
- Abb.5.15: Scherrichtung 300nm 25°C Gesamtbruchfläche mit Scherbruchanteilen

- Abb.5.16: Scherrichtung 300nm 25°C *Stretched-zone* – mikroduktile Zone
- Abb.5.17: Scherrichtung 300nm 25°C Ausschnitt der duktilen Restbruchfläche
- Abb.5.18: Scherrichtung 1µm -196°C Ermüdungsriss - *Stretched-zone* - Restbruch
- Abb.5.19: Scherrichtung 1µm -196°C *Stretched-zone* – Restbruchfläche
- Abb.5.20: Scherrichtung 1µm-196°C Ausschnitt der Restbruchfläche
- Abb.5.21 Scherrichtung 1µm -150°C Mikroduktile Zone – Restbruchfläche
- Abb.5.22: Scherrichtung 1µm -150°C Detail der mikroduktilen Zone
- Abb.5.23: Scherrichtung 1µm -150°C Ausschnitt der Restbruchfläche
- Abb.5.24: Scherrichtung 1µm -150°C Ausschnitt der Restbruchfläche
- Abb.5.25: Scherrichtung 1µm -100°C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.26: Scherrichtung 1µm 25°C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.27: Scherrichtung 1µm -70°C Stark verformter Bruchflächenbereich
- Abb.5.28: Scherrichtung 1µm -70°C Detail aus Abb. 5.27
- Abb.5.29: Scherrichtung 5µm -196°C *Stretched-zone* - Restbruchfläche
- Abb.5.30: Scherrichtung 5µm -196°C Ausschnitt der Restbruchfläche
- Abb.5.31: Scherrichtung 5µm -196°C Ausschnitt der Restbruchfläche
- Abb.5.32: Scherrichtung 5µm -100°C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.33: Scherrichtung 5µm 25°C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.34: *Bruchzähigkeit – Temperatur – Diagramm* für die Axialrichtung
- Abb.5.35: Gegenüberstellung Axialprobe - Scherprobe
- Abb.5.36: Rissablenkung und Winkel α bei einer Axialprobe
- Abb.5.37: Axialrichtung SPD -196°C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.38: Axialrichtung SPD -196°C Ermüdungsriss - Restbruchfläche
- Abb.5.39: Axialrichtung SPD 25°C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.40: Axialrichtung SPD 25°C Ermüdungsanriss - Restbruchfläche
- Abb.5.41: Axialrichtung SPD 25°C *Stretched-zone* – mikroduktile Zone – Restbruch
- Abb.5.42: Axialrichtung SPD 125°C *Stretched-zone* - mikroduktile Zone
- Abb.5.43: Axialrichtung SPD 125°C Mikroduktile Zone – Restbruchfläche
- Abb.5.44: Axialrichtung 300nm -196°C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.45: Axialrichtung 300nm 25°C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.46: Axialrichtung 300nm -196°C Bruchausgang
- Abb.5.47: Axialrichtung 300nm -196°C Ermüdungsanriss – Restbruchfläche
- Abb.5.48: Axialrichtung 300nm -100°C Mikroduktile Zone - Restbruchfläche
- Abb.5.49: Axialrichtung 300nm 200°C Grobe Übersicht der Bruchfläche

- Abb.5.50: Axialrichtung 300nm 200°C Detailaufnahme der Abb. 5.49
- Abb.5.51: Axialrichtung 1µm -196°C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.52: Axialrichtung 1µm -196°C *Stretched-zone*
- Abb.5.53: Axialrichtung 1µm -196°C Beginn der Restbruchfläche
- Abb.5.54: Axialrichtung 1µm -196°C Restbruchflächenausschnitt
- Abb.5.55: Axialrichtung 1µm -196°C Restbruchflächenausschnitt
- Abb.5.56: Axialrichtung 1µm -196°C Ermüdungsanriss - Restbruchfläche
- Abb.5.57: Axialrichtung 1µm -175°C Ermüdungsanriss - Restbruchfläche
- Abb.5.58: Axialrichtung 1µm -150°C Übersichtsaufnahme mit Bruchausgang
- Abb.5.59: Axialrichtung 1µm -150°C Detailaufnahme des Bruchausgangs
- Abb.5.60: Axialrichtung 1µm -150°C Restbruchfläche
- Abb.5.61: Axialrichtung 1µm -100°C Übersicht der Bruchfläche
- Abb.5.62: Axialrichtung 1µm 25°C Übersicht der Bruchfläche
- Abb.5.63: Axialrichtung 5µm -196°C Übersicht der Bruchfläche
- Abb.5.64: Axialrichtung 5µm -196°C Bruchbereich "1"
- Abb.5.65: Axialrichtung 5µm -196°C Bruchbereich "2"
- Abb.5.66: Axialrichtung 5µm -150°C Übersicht der Bruchfläche
- Abb.5.67: Axialrichtung 5µm 25°C Übersicht der Bruchfläche
- Abb.5.68: Bruchzähigkeit – Temperatur – Diagramm für die Radialrichtung
- Abb.5.69: Mikro-delaminierte Bruchfläche
- Abb.5.70: Radialrichtung SPD -196°C Ermüdungsanriss – Gewaltbruch
- Abb.5.71: Radialrichtung SPD -196°C *Delaminierte* Bruchfläche
- Abb.5.72: Radialrichtung SPD 25°C Restbruchfläche
- Abb.5.73: Radialrichtung SPD -196°C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.74: Radialrichtung SPD 200°C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.75: Radialrichtung SPD 200°C Plastifizierte Restbruchfläche
- Abb.5.76: Radialrichtung 300nm -196°C Ermüdungsanriss - Restbruchfläche
- Abb.5.77: Radialrichtung 300nm -150°C Restbruchfläche
- Abb.5.78: Radialrichtung 300nm -150°C Detailaufnahme der Abb. 5.77
- Abb.5.79: Radialrichtung 300nm -100°C Restbruchfläche
- Abb.5.80: Radialrichtung 300nm -100°C Detailaufnahme der Abb. 5.79
- Abb.5.81: Radialrichtung 300nm 25°C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.82: Radialrichtung 300nm -100°C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.83: Radialrichtung 300nm 25°C *Stretched-zone* – mikroduktiler Zone

- Abb.5.84: Radialrichtung 300nm 25 °C Mikroductile Zone – *Delaminierter* Bereich
- Abb.5.85: Radialrichtung 1µm -196 °C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.86: Radialrichtung 1µm -196 °C *Stretched-zone* – Restbruchfläche
- Abb.5.87: Radialrichtung 1µm -196 °C Ausschnitt der Restbruchfläche
- Abb.5.88: Radialrichtung 1µm -150 °C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.89: Radialrichtung 1µm -150 °C *Stretched-zone* – Restbruchfläche
- Abb.5.90: Radialrichtung 1µm -100 °C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.91: Radialrichtung 1µm 25 °C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.92 Radialrichtung 1µm 25 °C *Stretched-zone* - Restbruchfläche
- Abb.5.93: Radialrichtung 5µm -196 °C Gesamtbruchfläche
- Abb.5.94: Radialrichtung 5µm -196 °C *Stretched-zone* - Restbruchfläche
- Abb.5.95: Radialrichtung 5µm -196 °C Ausschnitt der Restbruchfläche
- Abb.5.96: Radialrichtung 5µm -196 °C Ermüdungsanriss - Restbruchfläche
- Abb.5.97: Radialrichtung 5µm -150 °C Übersicht der Bruchfläche
- Abb.5.98: Radialrichtung 5µm 25 °C Übersicht der Bruchfläche
- Abb.5.99: Radialrichtung 5µm 25 °C Restbruchfläche
- Abb.6.1: Durch Kornfeinung erreichte Erniedrigung der Übergangstemperatur T_D
- Abb.6.2: Abhängigkeit der Übergangstemperatur von der Korngröße
- Abb.6.3: Bruchzähigkeit – Temperatur Verlauf für den SPD-Zustand
- Abb.6.4: Maximale Spannungsintensität – Temperatur Verlauf für die 1µm-Proben
- Abb.6.5: Ausschnitt einer *delaminierten* Bruchfläche

8.2 Tabellenverzeichnis

- Tab.3.1: Proben- und Prozessparameter von ARMCO-Eisen für das HPT-Verfahren
- Tab.3.2: Korngröße sowie Mikrohärtigkeit der eingestellten Mikrostrukturen
- Tab.5.1: Auflistung der Bruchzähigkeit in Abhängigkeit der Korngröße bei den verschiedenen Prüftemperaturen für die Scherrichtung
- Tab.5.2: Auflistung der Bruchzähigkeit in Abhängigkeit der Korngröße bei den verschiedenen Prüftemperaturen für die Axialrichtung
- Tab.5.3: Auflistung der Bruchzähigkeit in Abhängigkeit der Korngröße bei den verschiedenen Prüftemperaturen für die Radialrichtung

9 Abkürzungsverzeichnis

a	Risslänge [mm]
a_{fatigue}	Länge des Ermüdungsanrisses [μm]
a_i	Gesamtrisslänge [mm]
a_{Kerb}	Kerblänge [mm]
ARMCO	American Rolling Mill Company
ASTM	American Society for Testing and Materials
b	Burgersvektor [nm]
B	Dicke der CT-Probe [mm]
BSE	BackScattered Electrons
γ_m	Betrag der plastischen Arbeit
CT	Compact Tension
CTOD	Crack Tip Opening Displacement
δ	Rissöffnungsverschiebung [μm]
d	Korn- / Strukturgröße [μm]
Delta K	Zyklische Spannungsintensität [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]
ϵ_p	plastische Dehnung [-]
ϵ_{pc}	kritische plastische Dehnung [-]
ϵ_{vM}	Vergleichsdehnung nach <i>von Mises</i> [-]
E	E-Modul [N/mm^2]
ECAP	Equal Channel Angular Pressing
f(a/W)	Geometriefunktion [-]
G	Energiefreisetzungsrate [N/m]
G_C	kritische Energiefreisetzungsrate [N/m]
G_s	Schubmodul [N/mm^2]
h	Höhe der HPT-Probe nach dem Umformvorgang [mm]
h_A	Ausgangshöhe vor dem Aufstauchen [mm]
h_0	Höhe nach dem Aufstauchen [mm]
HPT	High Pressure Torsion
k_y	Hall-Petch Konstante [$\text{N}/\text{mm}^{3/2}$]
K	Spannungsintensität [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]

K_C	kritische Spannungsintensität, Bruchzähigkeit [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]
K_{IC}	Bruchzähigkeit bei ebenem Dehnungszustand unter Mode I [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]
K_Q	vorläufige, noch zu qualifizierende Risszähigkeit [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]
KG	Korngröße [μm]
LEBM	Linear Elastische Bruchmechanik
n	Anzahl der Umdrehungen [-]
p_{HPT}	Stauchdruck während des Umformvorganges [GPa]
P_Q	Kritische Kraft im Kraft-Verschiebungsdiagramm [N]
P	Kraft [N]
P_{max}	Maximalkraft im Kraft-Verschiebungsdiagramm [N]
r	Verformungsradius [mm]
R	Spannungsverhältnis [-]
R_C	kritischer Risswiderstand [N/m]
REM	Rasterelektronenmikroskop
RKR	Ritchie-Knott-Rice
RT	Raumtemperatur
σ_e	Vergleichsspannung [N/mm^2]
σ_f	Spaltbruchspannung [N/mm^2]
σ_m	Mittelspannung [N/mm^2]
σ_{min}	Unterspannung [N/mm^2]
σ_{max}	Oberspannung [N/mm^2]
σ_p	Peierlsspannung [N/mm^2]
σ_y	Streckgrenze, Fließspannung [N/mm^2]
σ_{yy}	größte auftretende Normalspannung [N/mm^2]
σ^∞	die außen angelegte Spannung [N/mm^2]
SPD	Severely Plastically Deformed
t	Prüfzeit [s]
t_{Stempel}	Stempeltiefe [mm]
T_C	kritischer Wert des dreiachsigen Spannungszustands [-]
T_D	Übergangstemperatur [$^\circ\text{C}$]
$T_{\text{Glüh}}$	Glühtemperatur [K]
T_S	Schmelzpunkt [K]
UFG	Ultra Fine Grained

v	Verschiebung [μm]
v	Poisson'sche Querkontraktionszahl [-]
W	Probenbreite [mm]
x_c	charakteristische Distanz beim RKR-Modell [μm]
x_f	Mindestabstand beim Modell von <i>Chen</i> [μm]
Y	Geometriefaktor [-]

10 Quellennachweis

- [1] H.P.Rossmannith: George R. Irwin Symposium: 'Cleavage fracture' , TMS fall meeting, Indianapolis, 1997, p.3-38.
- [2] H.L.Ewalds,R.J.H.Wanhill: 'fracture mechanics' , Edward Arnold, London, 1986.
- [3] T.L.Anderson: 'Fracture mechanics: Fundamentals and Applications' , Taylor and Francis Group, Boca Raton, 2005.
- [4] G.E.Beltz,D.M.Lipkin,L.L.Fischer, Role of Crack Blunting in Ductile Versus Brittle Response of Crystalline Materials, Physical Review Letters 82 (1999) 4468-4471.
- [5] J.R.Rice, R.Thomson, Ductile *versus brittle behavior of crystals*, Phil.Mag. 29, 973 (1974).
- [6] R.O.Ritchie,J.F.Knott,J.R.Rice, On the relationship between critical tensile stress and fracture toughness in mild steel, J.Mech.Phys.Solids 41 (1973) 395-410.
- [7] J.H.Chen, Q.Wang, G.Z.Wang, Z.Li, Fracture behavior at crack tip – a new framework for cleavage mechanism of steel, Acta Materialia 51 (2003) 1841-1855.
- [8] K.H.Schwalbe. 'Bruchmechanik metallischer Werkstoffe' Carl Hanser Verlag, 1980.
- [9] R.W.Hertzberg: 'Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials' , J.Wiley & Sons, New York, 1996.
- [10] M.A.Meyers, A.Mishra, D.J.Benson, Mechanical properties of nanocrystalline materials, Progress in Materials Science 51 (2006) 427-556.
- [11] E.Ma, Instabilities and ductility of nanocrystalline and ultrafine-grained metals, Scripta Materialia 49 (2003) 663-668.
- [12] Y.M.Wang, E.Ma, Strain hardening, strain rate sensitivity and ductility of nanostructured metals, Materials Science and Engineering A 375-377 (2004) 46-52.

-
- [13] D.Jia, K.T.Ramesh, E.Ma, Effects of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on constitutive behavior and shear bands in iron, *Acta Materialia* 51 (2003) 3495-3509.
- [14] M.Danylenko, Y.Podrezov, S.Firstov, Effect of dislocation structure on fracture toughness of strained BCC-metals, *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 32 (1999) 9-14.
- [15] T.Hebesberger, H.P.Stüwe, A.Vorhauer, F.Wetscher, R.Pippan, Structure of Cu deformed by high pressure torsion, *Acta Materialia* 53 (2005) 393-402.
- [16] R.Z. Valiev, I.V. Alexandrov, Y.T.Zhu, T.C.Lowe, Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation, *Journal of Materials Research* 17 (2002) 5-8.
- [17] M.S.Duesbery, P.B.Hirsch: in 'Dislocation Dynamics', (ed. A.R.Rosenfield), McGraw-Hill, 1968, p.57-85.
- [18] S.Scheriau: 'Korngrößeneinfluss auf die Orientierungsänderung bei der plastischen Verformung' Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2006.
- [19] ASTM E399-09 Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K_{IC} of Metallic Materials, Annual Book of ASTM standards, 2009.
- [20] A.R.Rosenfield, B.S.Majumdar, A micromechanical model for cleavage crack reinitiation, *Metallurgical and materials transactions A* 18 (1987) 1053-1059.
- [21] P.Hausild, I.Nedbal, C.Berdin, C.Prioul, The influence of ductile tearing on fracture energy in the ductile-to-brittle transition temperature range, *Materials Science and Engineering A* 335 (2002) 164-174.
- [22] S.Suresh: 'Fatigue of materials', Cambridge university press, Cambridge, 1994.
- [23] H.Kitagawa, R.Yuuki, T.Ohira, Crack-morphological aspects in fracture mechanics, *Engineering fracture mechanics* 7 (1975) 515-520.

Scherproben	Mikrostruktur	Temperatur [°C]	a _{Kerb} [mm]	B [mm]	W [mm]	a/W [-]	a _{fatigue 1} [µm]	a _{fatigue 2} [µm]	Delta K [MPa√m]	a _i [mm]	a _i /W [-]	f(a/W) [-]	P ₀ [N]	K ₀ [MPa√m]
1	SPD	-196	2,84	2,6	5,2	0,55	30	50	20	2,88	0,55	11,5	90	5,5
2	SPD	-100	2,77	2,6	5,23	0,53	70	70	20	2,84	0,54	11,1	119	7,0
3	SPD	RT	2,73	2,56	5,2	0,53	100	30	20	2,80	0,54	10,9	281	16,6
4	SPD	70	2,48	2,54	5,26	0,47	160	0	20	2,56	0,49	9,3	509	25,5
5	SPD	125	2,65	2,6	5,2	0,51	100	0	22	2,70	0,52	10,3	473	25,9
6	SPD	200	2,50	2,48	5,3	0,47	50	120	23	2,58	0,49	9,3	938	48,2
7	300nm	-196	2,38	2,64	5,25	0,45	50	50	23	2,43	0,46	8,6	162	7,3
8	300nm	-100	3,01	2,6	5,2	0,58	110	30	22	3,08	0,59	13,2	285	20,1
9	300nm	-70	2,59	2,56	5,2	0,50	50	0	24	2,62	0,50	9,8	274	14,5
10	300nm	RT	2,82	2,6	5,2	0,54	140	70	28	2,92	0,56	11,9	973	61,5
11	1µm	-196	2,75	2,54	5,2	0,53	80	10	20	2,80	0,54	10,9	620	37,0
12	1µm	-150	2,56	2,56	5,19	0,49	120	140	20	2,69	0,52	10,2	1772	98,0
13	1µm	-100	2,41	2,6	5,22	0,46	100	0	24	2,46	0,47	8,9	1504	71,0
14	1µm	-70	2,77	2,5	5,2	0,53	200	0	16	2,87	0,55	11,4	1143	72,3
15	1µm	25	2,55	2,62	5,2	0,49	160	120	18	2,69	0,52	10,2	1050	56,5
16	5µm	-196	2,36	2,6	5,25	0,45	300	0	22	2,51	0,48	9,0	673	32,3
17	5µm	-100	2,62	2,54	5,2	0,50	350	100	18	2,85	0,55	11,3	1100	67,7
18	5µm	25	2,70	2,6	5,2	0,52	240	200	25	2,92	0,56	11,8	820	51,7

Axialproben	Mikrostruktur	Temperatur [°C]	a _{Kerb} [mm]	B [mm]	W [mm]	a/W [-]	a _{fatigue 1} [µm]	a _{fatigue 2} [µm]	Delta K [MPa√m]	a _i [mm]	a _i /W [-]	f(a/W) [-]	P ₀ [N]	K ₀ [MPa√m]
19	SPD	-196	2,67	2,56	5,36	0,50	100	0	18	2,72	0,51	9,9	232	12,3
20	SPD	-100	2,76	2,52	5,33	0,52	85	10	24	2,81	0,53	10,5	278	15,9
21	SPD	25	2,66	2,62	5,28	0,50	60	15	22	2,69	0,51	10,0	650	34,0
22	SPD	125	2,61	2,5	5,36	0,49	70	60	18	2,67	0,50	9,6	925	48,6
23	300nm	-196	2,55	2,62	5,32	0,48	20	40	14	2,58	0,48	9,2	450	21,7
24	300nm	-150	2,56	2,56	5,29	0,48	15	0	14	2,57	0,49	9,2	461	22,9
25	300nm	-100	2,43	2,4	5,3	0,46	64	20	14	2,47	0,47	8,7	779	38,9
26	300nm	25	2,52	2,58	5,35	0,47	30	0	14	2,54	0,47	8,9	1069	50,7
27	300nm	200	2,56	2,62	5,29	0,48	20	25	15	2,59	0,49	9,3	1057	51,8
28	1µm	-196	2,61	2,6	5,23	0,50	130	110	13	2,73	0,52	10,4	1000	55,1
29	1µm	-175	2,51	2,7	5,33	0,47	80	0	9	2,55	0,48	9,1	1807	83,0
30	1µm	-150	2,69	2,6	5,31	0,51	50	0	10	2,71	0,51	10,0	1758	92,7
31	1µm	-100	2,51	2,58	5,36	0,47	70	0	9	2,54	0,47	8,9	1640	77,6
32	1µm	25	2,57	2,55	5,36	0,48	100	0	9	2,62	0,49	9,3	885	44,3
33	5µm	-196	2,52	2,6	5,26	0,48	90	0	10	2,57	0,49	9,3	841	41,5
34	5µm	-150	2,545	2,62	5,33	0,48	220	150	6	2,73	0,51	10,0	989	51,9
35	5µm	-100	2,44	2,46	5,34	0,46	350	750	14	2,99	0,56	11,7	684	44,6
36	5µm	25	2,32	2,62	5,31	0,44	50	40	7	2,37	0,45	8,2	962	41,5

Radialproben	Mikrostruktur	Temperatur [°C]	a _{Kerb} [mm]	B [mm]	W [mm]	a/W [-]	a _{fatigue 1} [µm]	a _{fatigue 2} [µm]	Delta K [MPa√m]	a _i [mm]	a _i /W [-]	f(a/W) [-]	P ₀ [N]	K ₀ [MPa√m]
37	SPD	-196	2,43	2,6	5,2	0,47	45	0	18	2,45	0,47	8,8	472	22,3
38	SPD	25	2,45	2,52	5,11	0,48	85	70	18	2,52	0,49	9,5	1082	56,9
39	SPD	200	2,32	2,56	5,58	0,41	50	45	20	2,36	0,42	7,7	1622	65,7
40	300nm	-196	2,31	2,58	5,15	0,45	35	0	20	2,33	0,45	8,4	532	24,1
41	300nm	-150	2,33	2,6	5,11	0,46	80	0	20	2,37	0,46	8,7	864	40,3
42	300nm	-100	2,36	2,56	5,15	0,46	90	10	22	2,41	0,47	8,8	1129	53,9
43	300nm	25	2,44	2,6	5,19	0,47	120	0	20	2,50	0,48	9,1	1190	57,9
44	1µm	-196	2,36	2,56	5,07	0,46	15	120	19	2,42	0,48	9,0	706	35,0
45	1µm	-150	2,35	2,6	5,06	0,46	130	40	20	2,43	0,48	9,1	1781	87,6
46	1µm	-100	2,35	2,6	4,99	0,47	25	40	18	2,39	0,48	9,0	1552	76,4
47	1µm	25	2,52	2,6	5,05	0,50	100	15	20	2,57	0,51	9,9	1100	59,2
48	5µm	-196	2,43	2,6	5,14	0,47	45	25	28	2,47	0,48	9,1	806	39,3
49	5µm	-150	2,38	2,56	5,5	0,43	100	0	18	2,43	0,44	8,2	1422	61,1
50	5µm	25	2,47	2,56	4,56	0,54	200	100	30	2,62	0,57	12,4	570	40,7