

KfK 5069
Oktober 1992

**Strukturuntersuchungen zum
Ermüdungsverhalten
des 12 % Cr-Stahls 1.4914
(X 18 Cr Mo V Nb 12 1)**

R. Gersinska
Institut für Materialforschung

Kernforschungszentrum Karlsruhe

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Materialforschung

KfK 5069

**Strukturuntersuchungen zum Ermüdungsverhalten des 12% Cr-Stahls
1.4914 (X 18 Cr Mo V Nb 12 1)**

R. Gersinska

Von der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe genehmigte Dissertation

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

Als Manuskript gedruckt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

Kurzfassung

Das Ermüdungsverhalten des vergüteten Stahls X18 Cr Mo V Nb 12 1 wurde bei unterschiedlichen Temperaturen, Dehnungsamplituden und Verformungsgeschwindigkeiten untersucht. Der Einfluß der Martensitlattenstruktur sowie der Ausscheidungen und Versetzungen auf die Verfestigungsmechanismen wurde analysiert. Eine plastische Verformung resultiert in einer Bildung von Gleitbändern an der Probenoberfläche und in einer Versetzungszellenstruktur im Probeninneren. Mehrfachgleitprozesse sind für die Zellentstehung verantwortlich. Dieses sogenannte wellige Gleiten wird durch thermisch aktivierte Gleitprozesse kontrolliert. Planare Strukturen, wie persistente Gleitbänder in austenitischen Stählen, wurden nicht beobachtet. Die Zellgröße ist bei niedriger Temperatur von der ehemaligen Martensitlattenstruktur abhängig. Bei höheren Temperaturen sind nur geringe Einflüsse der Martensitlattenstruktur sichtbar. Höhere Temperaturen führen im Sättigungszustand zu größeren Zellen, größere Dehnungsamplituden zu kleineren Zellen. Die Entwicklung der Zellen wurde in unterbrochenen Experimenten untersucht. Mitteldehnungen führen zu einer Relaxation der Mittelspannung. Eine reduzierte Verformungsgeschwindigkeit verursacht bei höheren Temperaturen kleinere Spannungsamplituden und größere Zellen. Bei niedrigen Temperaturen ist der Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit klein. Ermüdungsmechanismen sind auch bei kleinen Verformungsgeschwindigkeiten dominant. REM-Untersuchungen der Probenoberfläche zeigen die Entwicklung von Rissen an Gleitbändern. Die Risse beginnen stets an der Probenoberfläche und sind transkristallin. Der Einfluß der Anlaßtemperatur wurde untersucht. Eine reduzierte Anlaßtemperatur von 600°C resultiert in einer höheren Versetzungsdichte und einem kleineren Lattenabstand im unverformten Material. Die zyklische Entfestigung wird nicht beeinflusst. Es sind jedoch höhere Spannungen notwendig, um das mit 600°C angelassene Material bei gleichen Versuchsparametern zu verformen. Die kleineren Lattenabstände und kleineren Zellen erklären die höheren Werkstoffwiderstände. Der Einfluß der dynamischen Reckalterung auf das Ermüdungsverhalten ist ebenfalls von Interesse. Reckalterungseffekte wurden erstmals in diesem Werkstoff in Zugversuchen beobachtet. Der Einfluß der dynamischen Reckalterung auf die mechanischen Eigenschaften und die Mikrostruktur des vergüteten Stahls 1.4914 wurde untersucht. Eine Korrelation der mechanischen und mikrostrukturellen Daten wurde durchgeführt. Die wesentlichen Beiträge zur Sättigungsspannung resultieren aus der gegenseitigen Wechselwirkung von Gleitversetzungen und der Wechselwirkung von Gleitversetzungen mit Versetzungzellengrenzen. Legierungsatome und Ausscheidungen führen nur zu kleinen Verfestigungsbeiträgen. Die Bildung einer Versetzungszellenstruktur mit reduzierter Versetzungsdichte im Zellinneren ist für die zyklische Entfestigung maßgebend.

Microstructural investigations of fatigued 12% Cr-Steel 1.4914 (X 18 Cr Mo V Nb 12 1)

Abstract

The low cycle fatigue properties of a tempered steel X18 Cr Mo V Nb 12 1 (DIN 1.4914) have been investigated at different temperatures, strain amplitudes, mean strains and strain rates. The role of martensite lath structure and of precipitates and dislocations on the strengthening mechanisms and fatigue damage have been analysed. Plastic deformation results in a slip band formation on the surface and in a cellular dislocation structure in the interior of the specimens. Multiple slip processes are responsible for the cell formation. This so-called wavy slip is controlled by thermally activated processes. No planar structures, like persistent slip bands in austenitic steels, have been observed. The cell size depends on the prior martensite lath structure at low temperatures. At higher temperatures there are only small influences of the prior structure visible. Higher temperatures are leading to an increased cell size at saturation, higher strain amplitudes, in turn, to lower cells. The development of cells has been investigated in interrupted experiments. Mean strains are leading to a relaxation of the mean stress. A reduced strain rate is causing lower stress amplitudes and greater cells at higher temperatures. At lower temperatures the influence of strain rate is small. Fatigue mechanisms are soon dominant at lower strain rates. REM-investigations of the specimen surfaces are revealing the development of cracks at slip bands. The cracks start always at the surfaces of the specimen, and they are transcrystalline in nature. The influence of the ageing temperature has been investigated. A reduced ageing temperature of 600°C results in a higher dislocation density and a lower martensite lath distance in the undeformed material. The cyclic softening is not influenced, although higher stresses are necessary to deform the 600°C aged material with otherwise the same experimental parameters. The lower lath distances and smaller cells account for the higher material resistance. Another point of interest is the influence of dynamic strain ageing on the low cycle fatigue behaviour. Strain ageing was initially observed in tensile experiments. The influence of dynamic strain ageing on the mechanical properties and the microstructure of tempered steel 1.4914 is investigated. A correlation of mechanical and microstructural data has been performed. The main contributions to saturation stresses result from interactions of moving dislocations with dislocations and subcell boundaries. The contribution of solute atoms and precipitates is small. The development of a cell structure with reduced dislocation density in the cell interior is responsible for the softening of the tempered steel 1.4914.

1. Einleitung	1
2. Grundlagen der Wechselverformung	3
2.1 Versuchsführung und Verlauf der zeitabhängigen Variablen $\sigma=f(N)$ bzw. $\epsilon=f(N)$	4
a) Totaldehnungskontrollierte Wechselverformung	4
b) Spannungskontrollierte Wechselverformung	6
c) Mitteldehnungsbehaftete Wechselverformung	6
d) Mechanisches Verhalten im Sättigungszustand	8
3. Kenntnisstand des mikrostrukturellen Verhaltens metallischer Werkstoffe	10
3.1 Mikrostrukturelles Verhalten von kfz Metallen	10
3.2 Mikrostrukturelles Verhalten von krz Metallen	13
3.3 Rißentstehung und Rißverlauf	15
3.4 Statische und dynamische Reckalterung	17
4. Werkstoff	19
4.1 Werkstoffcharakterisierung	19
4.2 Vergütung	21
4.3 Mechanische Kenngrößen des Zugversuchs und Kerbschlageigenschaften	22
5. Experimentelles	26
5.1 Mechanische Untersuchungsmethoden	26
a) Beschreibung der Probenform und Herstellungsverfahren	26
b) Versuchseinrichtung	27
c) Versuchsmatrix	28
5.2 Metallographische Untersuchungen	31
5.3 Rasterelektronenmikroskopische (REM) Untersuchungen	33
5.4 Transmissionselektronenmikroskopische (TEM) Untersuchungen	34
5.5 Auswertung elektronenmikroskopischer Bilder	37
6. Ergebnisse mitteldehnungsfreier Wechselverformung	39
6.1 Einfluß der Dehnung und der Temperatur auf das mechanische Verformungsverhalten	39
a) Einfluß von ϵ_{at} , σ_a und T auf die Mikrostruktur gebrochener Proben	49
b) Mikrostrukturelle Entwicklung während eines Ermüdungsexperimentes	64
7. Mitteldehnungsbehaftete Wechselverformung	79
7.1 Mechanisches Verformungsverhalten	79
7.2 Mikrostrukturelle Untersuchungen	81

8. Untersuchung der dynamischen Reckalterung	83
8.1 Mechanisches Verformungsverhalten und mikrostrukturelle Untersuchungen	83
8.2 Einfluß der Anlaßtemperatur auf das Verformungsverhalten und die Mikrostruktur	92
9. Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit auf das Ermüdungsverhalten	101
10. Untersuchungen zur Ribbildung und zum Ribverlauf	110
10.1 Analyse der Probenaußenflächen	110
10.2 Analyse der Bruchflächen	120
11. Diskussion	127
11.1 Mechanisches Ermüdungsverhalten	127
11.2 Mikrostrukturelle Entwicklung	128
11.3 Dynamische Reckalterung	130
11.4 Korrelation der mikrostrukturellen Daten mit den mechanischen Eigenschaften	133
a) Wechselwirkung zwischen Gleitversetzungen und Ausscheidungen	133
b) Wechselwirkung zwischen Gleitversetzungen und Fremdatomen	134
c) Gegenseitige Wechselwirkung von Gleitversetzungen	134
d) Wechselwirkung von Gleitversetzungen mit Zellgrenzen bzw. Subkorn­grenzen	135
11.5 Verlauf der Streckgrenze und Sättigungsspannungsamplitude	138
11.6 Korrelation der REM- und TEM-Untersuchungen mit dem mechanischen Verhalten	142
12. Zusammenfassung	144
13. Literaturverzeichnis	147

1. Einleitung

Der vergütete 12% Cr-Stahl X 18 CrMoVNb 12 1 (DIN 1.4914) kombiniert einen hohen Widerstand gegen Porenschwellen und eine geringe Tendenz zu strahlungsinduzierter He-Versprödung mit einer hohen thermischen Leitfähigkeit und einem guten Widerstand gegen Wasser- und Flüssigmetallkorrosion /1,2,3/. Dieser Stahl wurde daher als möglicher Werkstoff für die erste Wand und als Strukturmaterial für zukünftige Fusionsreaktoren ausgewählt /4/. Er ist in den Reaktoren -neben anderen Belastungen- periodisch wiederkehrenden thermischen Belastungen ausgesetzt, die sekundäre Zug-Druck-Spannungen erzeugen. Diese Belastungen können durch isotherme, dehnungskontrollierte Ermüdungsexperimente oder durch thermische Ermüdungsexperimente simuliert werden. Untersuchungen zum Ermüdungsverhalten des Werkstoffs DIN 1.4914 sind daher von besonderem Interesse /5/. In der vorliegenden Arbeit werden die mikrostrukturellen Entwicklungen während der isothermen Ermüdung untersucht und mögliche Erklärungen für das spezifische Verhalten dieses Materials gegeben.

Das Verhalten des Werkstoffs bei Zug-, Kerbschlagzähigkeits- und Kriechbeanspruchung wurde bereits untersucht /6,7/. Die im Rahmen eines allgemeinen Forschungsprogramms für das Projekt Kernfusion durchgeführten isothermen, dehnungs- bzw. spannungsgesteuerten Ermüdungsexperimente zeigten im untersuchten Parameterbereich generell Entfestigung des Werkstoffes. Deren Ursachen sollten in der vorliegenden Arbeit mit Hilfe von mikrostrukturellen Untersuchungen aufgeklärt werden. Dabei ist von allgemeinem Interesse, welchen Einfluß die spezifische Substruktur der 12% Cr-Stähle (Martensitlattenstruktur) sowie die Ausscheidungs- und Versetzungsstrukturen auf die Verformungsmechanismen und die Ermüdungsschädigung ausüben. Weiter wurden die Wirkung äußerer Einflußgrößen wie Temperatur, Dehnungsamplitude, Mitteldehnung und Verformungsgeschwindigkeit auf das Ermüdungsverhalten des Werkstoffs mit Hilfe von metallographischen, raster- und transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen (REM, TEM) verfolgt. Eine veränderte thermische Vorbehandlung des Werkstoffs resultiert im unverformten Werkstoff in einer veränderten Ausgangsstruktur, deren Einfluß auf das zyklische Verformungsverhalten und die mikrostrukturelle Entwicklung untersucht wurde.

Die Beobachtung der Probenoberflächen mit rasterelektronenmikroskopischen Methoden geben Aufschlüsse über die vorherrschende Bruchart und den Rißfortschritt in Abhängigkeit von den Testbedingungen. Aus der Analyse der Bruchflächen können Ergebnisse über die Zahl der initiierten Risse und deren Ausbreitung unter vorgegebenen Bedingungen gewonnen werden. Weitergehende Informationen zur Rißinitiierung auch von Verformungsstrukturen, die dieser vorangehen können aus Experimenten gewonnen werden, bei denen unter sonst gleichen Versuchsbedingungen Lastspielzahlen zwischen 1 und 75% der Bruchlastzahl erreicht und das Experiment unterbrochen wird.

Die mikrostrukturelle Entwicklung im Werkstoff DIN 1.4914 wurde schwerpunktmäßig mit quantitativen TEM-Untersuchungen sowohl an gebrochenen Proben als auch an solchen mit Lastspielzahlen zwischen 1 und 75% der Bruchlastzahl durchgeführt. Damit kann die Entwicklung der Verformungsstrukturen im anrißfreien Wechselverformungsstadium wie in den nachfolgenden Phasen der Rißinitiierung und -ausbreitung verfolgt werden. Bei Wechselbelastung findet ein Übergang von einer lattenartigen Ausgangsstruktur zu Versetzungszellen statt, deren Größe, Dicke der Zellwände und innere Versetzungsdichte stark von der Testtemperatur und der gewählten Dehnungsamplitude bzw. der beobachteten Sättigungsspannung abhängt. Die Zellgrößen und die Konzentration der gleitfähigen Versetzungen wurden quantitativ bestimmt und durch die Anwendung von Verfestigungsmodellen mit den mechanischen Eigenschaften Streckgrenze und Sättigungsspannung korreliert. Aufgrund der elastischen Wechselwirkung bewegter Versetzungen mit Gleithindernissen werden verschiedene Verfestigungsmechanismen wirksam, die Beiträge zur Fließspannung des Werkstoffs liefern. Die Einflüsse dieser Verfestigungsmechanismen auf das mechanische Verhalten werden in der vorliegenden Arbeit diskutiert.

Eine weitere Zielsetzung war die Untersuchung des Einflusses der dynamischen Reckalterung auf die Wechselverformung des Werkstoffs. Reckalterungseffekte, die durch eine elastische Wechselwirkung zwischen Gleitversetzungen und diffundierenden Legierungsatomen entstehen, wurden erstmals bei diesem Werkstoff in Zugversuchen beobachtet /8,9/. Durch Variation des Vorbehandlungszustandes, der Dehngeschwindigkeit und der Versuchsführung (spannungs - dehnungskontrollierte Experimente) sollte der Reckalterungseinfluß auf das Ermüdungsverhalten näher untersucht werden.

Hauptziel der vorliegenden Arbeit war es, über systematische Strukturuntersuchungen das beobachtete Ermüdungsverhalten zu verstehen und aus der Analyse der Daten einen Beitrag zum Verständnis des Verformungsverhaltens über die Kenntnis der mikrostrukturellen Vorgänge zu leisten.

2. Grundlagen der Wechselverformung

Ermüdungsschädigungen eines Werkstoffs treten unter wiederholten zyklischen Belastungen, z. B. unter Zug-Druck-Beanspruchungen auf. Das lebensdauerorientierte Ermüdungsverhalten eines Werkstoffs wird abhängig von der Belastungsart in Spannungs- oder Dehnungswöhlerkurven beschrieben /10/. Abb. 2.1 zeigt in einer Dehnungswöhlerkurve den Zusammenhang zwischen der angelegten totalen Dehnungsamplitude und der gemessenen Bruchlastspielzahl in einer doppellogarithmischen Darstellung. Die Wöhlerkurven belegen, daß die Ermüdungslebensdauer, ausgedrückt durch die Bruchlastspielzahl N_B , mit abnehmender Totaldehnungsamplitude ϵ_{at} wächst. Es gibt zwei mögliche Typen von Wöhlerkurven /11/. Beim Typ I tritt oberhalb der Wechseldehnungsgrenze ϵ_w Werkstoffversagen durch Bruch bei N_B auf. Unterhalb dieser Dehnungsamplitude ist die Lebensdauer unendlich groß. Beim Typ II der Dehnungswöhlerkurven existiert keine Wechseldehnungsgrenze.

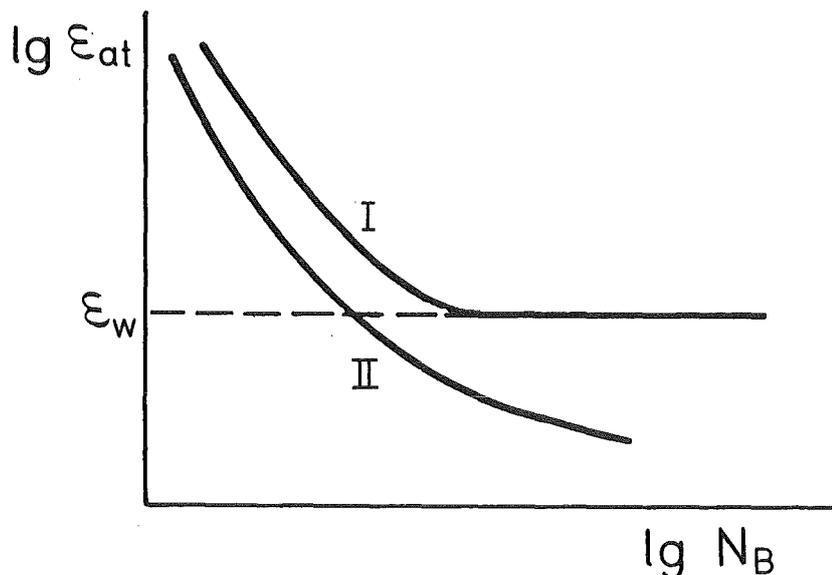


Abb. 2.1 Dehnungswöhlerkurven

Der Zusammenhang zwischen der zyklischen plastischen Dehnungsamplitude ϵ_{ap} und der Bruchlastspielzahl N_B wurde durch das Manson-Coffin-Gesetz erstmals empirisch beschrieben /12,13/.

$$(2.1) \quad N_B^c \cdot \epsilon_{ap} = \epsilon_f = \text{konst.}$$

c ist der Ermüdungsduktilitätsexponent, ϵ_f der Ermüdungsduktilitätskoeffizient. Bei doppellogarithmischer Auftragung von ϵ_{ap} über N_B ergibt sich eine Gerade.

Für kleine Verformungen fand Basquin /14/ einen analogen Zusammenhang zwischen der elastischen Dehnungsamplitude ϵ_{ae} und der Bruchlastspielzahl N_B

$$(2.2) \quad N_B^d \cdot \epsilon_{ae} = \frac{\sigma_f}{E} = \text{konst.}$$

d ist der Ermüdungsfestigkeitsexponent, E ist der Elastizitätsmodul und σ_f die Zugfestigkeit. Der Ermüdungsbruch ist eine Folge wiederholter plastischer Dehnungen während der zyklischen Verformung /15/. Die plastische Dehnungsamplitude ϵ_{ap} ist somit mehr als die Spannungsamplitude σ_a als entscheidende Lastvariable zu betrachten /16,17/. Die meisten wissenschaftlichen Ermüdungsexperimente werden daher dehnungskontrolliert gefahren. Prinzipiell gibt es jedoch mehrere Möglichkeiten ein Ermüdungsexperiment zu steuern. Sie werden im folgenden Abschnitt näher beschrieben.

2.1 Versuchsführung und Verlauf der zeitabhängigen Variablen $\sigma=f(N)$ bzw. $\epsilon=f(N)$

a) Totaldehnungskontrollierte Wechselverformung

Bei dieser Art der Versuchsführung erfolgt die zyklische Verformung bei konstanter Dehnungsamplitude mit sinus- oder dreieckförmigen Signalen. Im allgemeinen werden dreieckförmige Sollwertsignale für die Dehnung vorgegeben (Abb. 2.2). Dadurch werden konstante Verformungsgeschwindigkeiten während eines Zyklus ermöglicht.

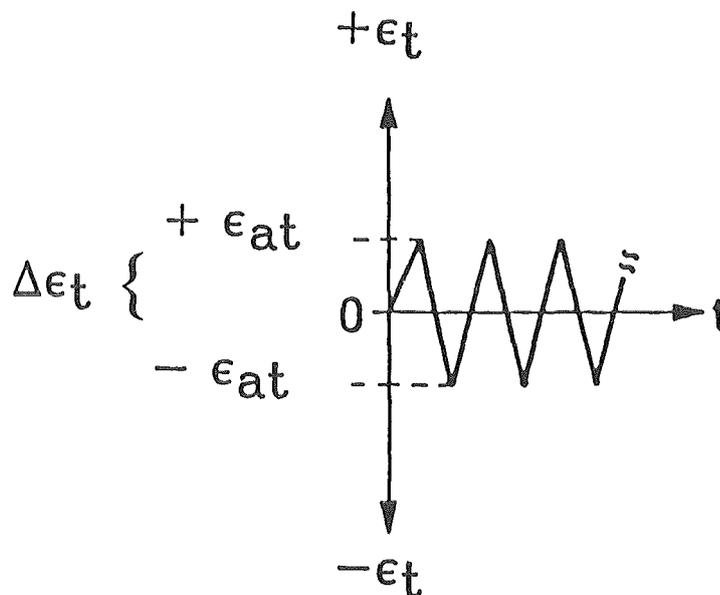


Abb. 2.2 Verlauf der totalen Dehnung als Funktion der Zeit

Die Spannungen werden bei jedem Zyklus gemessen und die Spannung über der Dehnung in einer Hysteresekurve aufgetragen. Bei elastischem Verhalten des Werkstoffs ergibt sich eine Gerade (Abb. 2.3). Die Schwingbreite der Dehnung $\Delta\epsilon_t$ entspricht der doppelten Dehnungsamplitude ϵ_{at} , die Schwingbreite der Spannung $\Delta\sigma$ entsprechend der doppelten Spannungsamplitude σ_a .

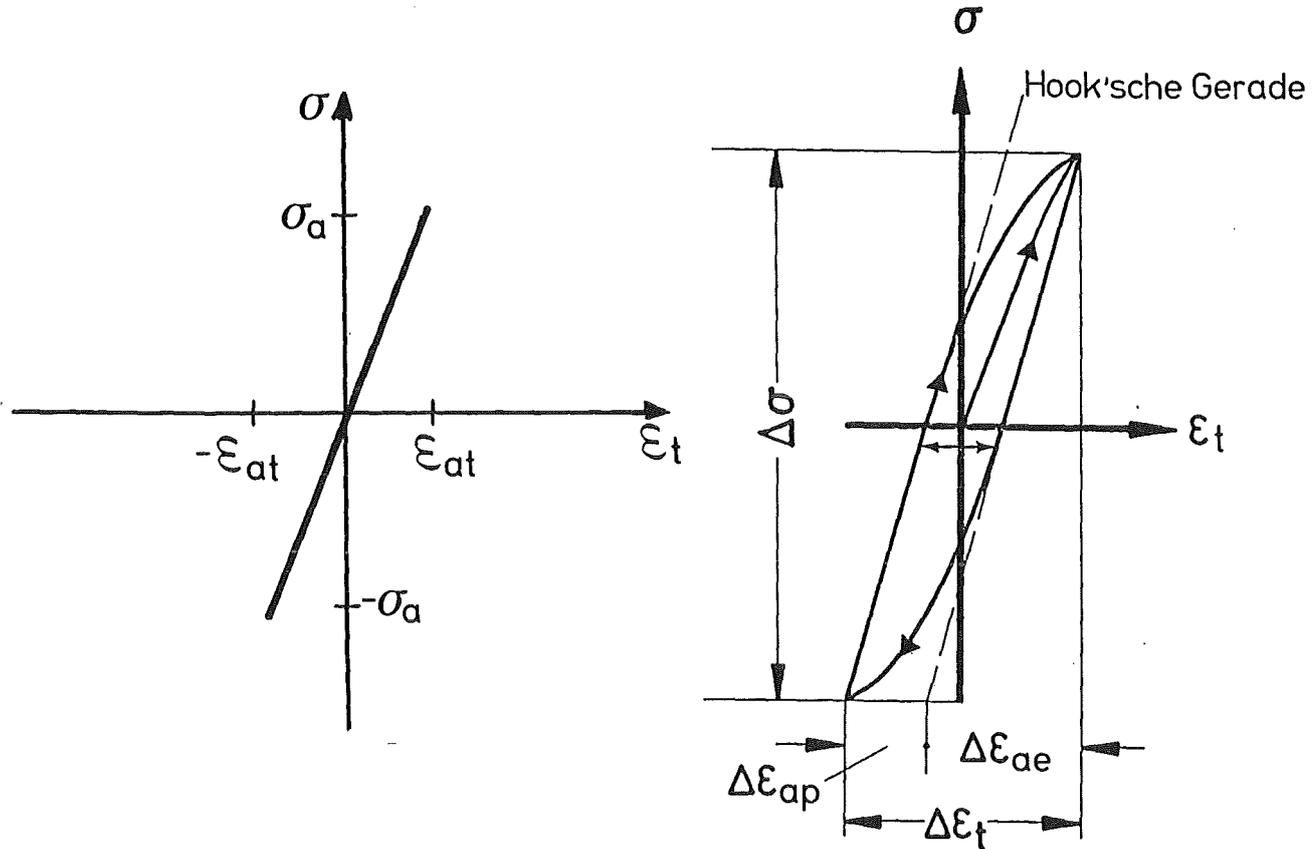


Abb. 2.3 Elastisches Verhalten und offene Hysteresekurve

Ein elastisch-plastisches Verhalten des Werkstoffs führt zu einer offenen Hysteresekurve (Abb. 2.3), die sowohl elastische als auch plastische Verformungen beinhaltet [18/]. Der elastische und der plastische Anteil an der Totaldehnung kann jeweils der Hysteresekurve entnommen werden (Abb. 2.3). Die Breite der Hystereseschleife bei der Spannung $\sigma=0$ entspricht der doppelten plastischen Dehnungsamplitude ϵ_{ap} . Die elastische Dehnungsamplitude ist gegeben durch

$$(2.3) \quad \epsilon_{ae} = \frac{\sigma_a}{E}$$

E ist der Elastizitätsmodul. Die plastische Dehnungsamplitude ϵ_{ap} ist gegeben durch

$$(2.4) \quad \epsilon_{ap} = \epsilon_{at} - \frac{\sigma_a}{E}$$

Materialversagen durch Ermüdung findet nur bei auftretenden plastischen Dehnungen statt.

Während der Anfangsphase der zyklischen Verformung kann es, abhängig vom Werkstoff, zu zyklischen Ver- oder Entfestigungsvorgängen kommen /19,20/. Verfestigungsvorgänge sind durch einen Anstieg der gemessenen Spannungsamplituden bei aufeinanderfolgenden Zyklen gekennzeichnet, Entfestigungsvorgänge entsprechend durch eine Reduzierung der Spannungsamplituden. Ver- und Entfestigungsvorgänge können deshalb durch einen Vergleich von Hysteresekurven bei verschiedenen Zyklen festgestellt werden. Verfestigungsvorgänge führen zu Hysteresekurven, die mit wachsender Zyklenzahl schmaler und höher werden. Dies entspricht einer Abnahme der plastischen Dehnungsamplitude und einer Zunahme der Spannungsamplitude während eines Zyklus. Entfestigungsvorgänge führen zu Hysteresekurven, die mit der Zyklenzahl breiter und flacher werden. Dies entspricht einer Zunahme der plastischen Dehnungsamplitude und einer Abnahme der Spannungsamplitude.

b) Spannungskontrollierte Wechselverformung

Diese Art der Versuchsführung hat seit Manson und Coffin viel von ihrer Bedeutung eingebüßt. Die zyklische Verformung des Werkstoffs erfolgt mit einer konstanten Spannungsamplitude. Bei jedem Zyklus werden die Dehnungsamplituden gemessen und über der Zyklenzahl aufgetragen. Eine Auftragung der Spannungsamplitude über der Dehnungsamplitude ergibt wieder eine Hysteresekurve. Auch diesen Kurven können die plastischen Dehnungsamplituden, wie bereits beschrieben, entnommen werden.

Bei spannungsgesteuerten Experimenten ist eine Verfestigung des Materials durch eine Abnahme der gemessenen Dehnungsamplituden charakterisiert. Entsprechend führt eine Entfestigung zu einer Zunahme der Dehnungsamplituden. Ver- und Entfestigungsvorgänge werden wiederum durch einen Vergleich aufeinanderfolgender Hysteresekurven sichtbar. Verfestigungsvorgänge sind durch eine Abnahme, Entfestigungsvorgänge durch eine Zunahme der Breite der Hysteresekurven gegeben. Dies entspricht einer Abnahme bzw. Zunahme der plastischen Dehnungsamplitude.

c) Mitteldehnungsbehaftete Wechselverformung

Thermische Belastungen im zyklischen Betrieb eines geplanten Fusionsreaktors können zu komplexen Spannungsverteilungen in der ersten Wand führen /21/. Im selben Bauteil können an einer Stelle Druckspannungen und an einer anderen Stelle Zugspannungen auftreten. Diese Erscheinungen werden durch positive bzw. negative Mitteldehnungen (Abb. 2.4a und b) während des Ermüdungsexperimentes simuliert. In Abb. 2.4 sind die totalen Dehnungsamplituden als Funktion

der Zeit und die gemessene Hysteresekurve für den Fall einer positiven Mitteldehnung (2.4c) schematisch dargestellt.

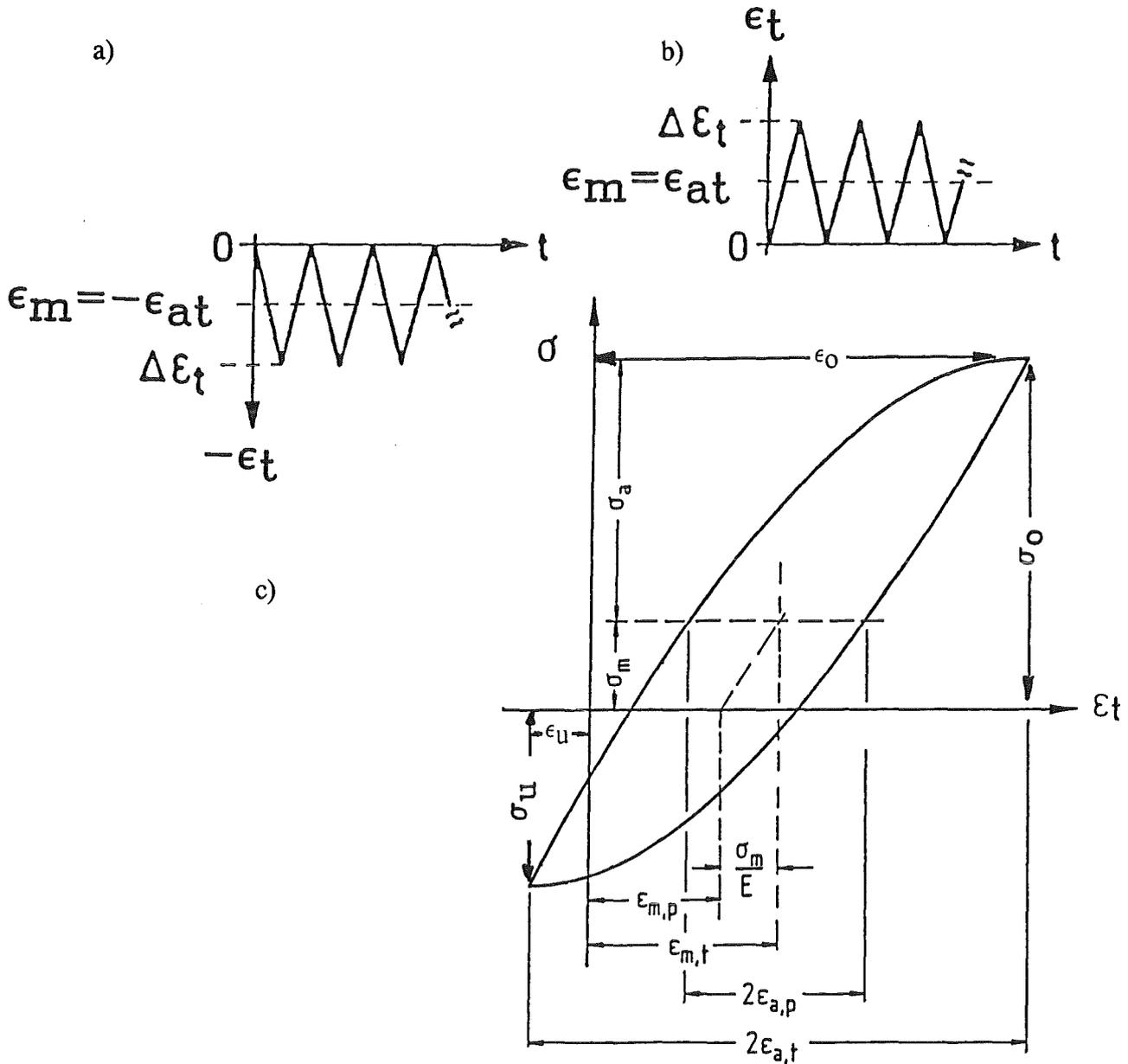


Abb. 2.4 Totale Dehnungen als Funktion der Zeit und Hysteresekurve in Abhängigkeit von der Mitteldehnung

Die Mitteldehnungen berechnen sich entsprechend Abb. 2.4c zu

$$(2.5) \quad \epsilon_m = \frac{\epsilon_0 + \epsilon_U}{2}$$

und die Dehnungsamplituden zu

$$(2.6) \quad \epsilon_{at} = \frac{\epsilon_o - \epsilon_u}{2}$$

In den durchgeführten Experimenten ist bei positiven Mitteldehnungen $\epsilon_m = \epsilon_{at}$ bzw. bei negativen Mitteldehnungen $\epsilon_m = -\epsilon_{at}$. Für die Mittelspannungen ergibt sich

$$(2.7) \quad \sigma_m = \frac{\sigma_o + \sigma_u}{2}$$

und für die Mittel Spannungsamplituden

$$(2.8) \quad \sigma_a = \frac{\sigma_o - \sigma_u}{2}$$

Abhängig von der Dehnungsamplitude kann es zu einer zyklischen Relaxation der Mittelspannung kommen.

d) Mechanisches Verhalten im Sättigungszustand

In den meisten Werkstoffen kommt es im Anschluß an die Anfangsphase der zyklischen Verformung zu einem mehr oder weniger stark ausgeprägten Sättigungsbereich. Die Spannungsamplitude bzw. Dehnungsamplitude bleibt nun über einen größeren Bereich der Lastspielzahl konstant. Im Anschluß an den Sättigungsbereich erfolgt eine Reduzierung der Spannungsamplituden aufgrund der instabilen Rißausbreitung und dem einsetzenden Ermüdungsbruch. Die instabile Rißausbreitung ist durch einen Anstieg der Rißfortschrittsgeschwindigkeit gekennzeichnet.

Im Sättigungszustand stellt sich eine stabile Hystereseurve ein, die charakteristisch für das zyklische Verformungsverhalten des Werkstoffs ist. Abb. 2.5 zeigt eine Zusammenstellung von Hysteresekurven des Sättigungszustandes, die bei verschiedenen Dehnungsamplituden ϵ_{at} bei gleicher Temperatur gewonnen wurden. Durch Verbinden der Spitzen der Hysteresekurven erhält man eine zyklische Spannungs-Dehnungskurve (ZSD-Kurve) /22/.

Landgraf et al. /23/ zeigten durch einen Vergleich von ZSD-Kurven und aus Zugversuchen gewonnenen Spannungs-Plastische-Dehnungskurven die zyklische Verfestigung bzw. Entfestigung (Abb. 2.6). Liegen die zyklischen Spannungs-Plastische-Dehnungskurven unter den zügigen Kurven, so entfestigt das Material zyklisch. Liegen die zyklischen über den zügigen Kurven, so verfestigt das Material zyklisch. Manson et al. /24,25/ stellten fest, daß viele anfänglich harte und feste Werkstoffe zyklisch entfestigen, während anfänglich weiche Materialien verfestigen. Ver-

antwortlich für das mechanische Werkstoffverhalten ist das mikrostrukturelle Verhalten des Werkstoffs, auf das im nachfolgenden Abschnitt näher eingegangen wird.

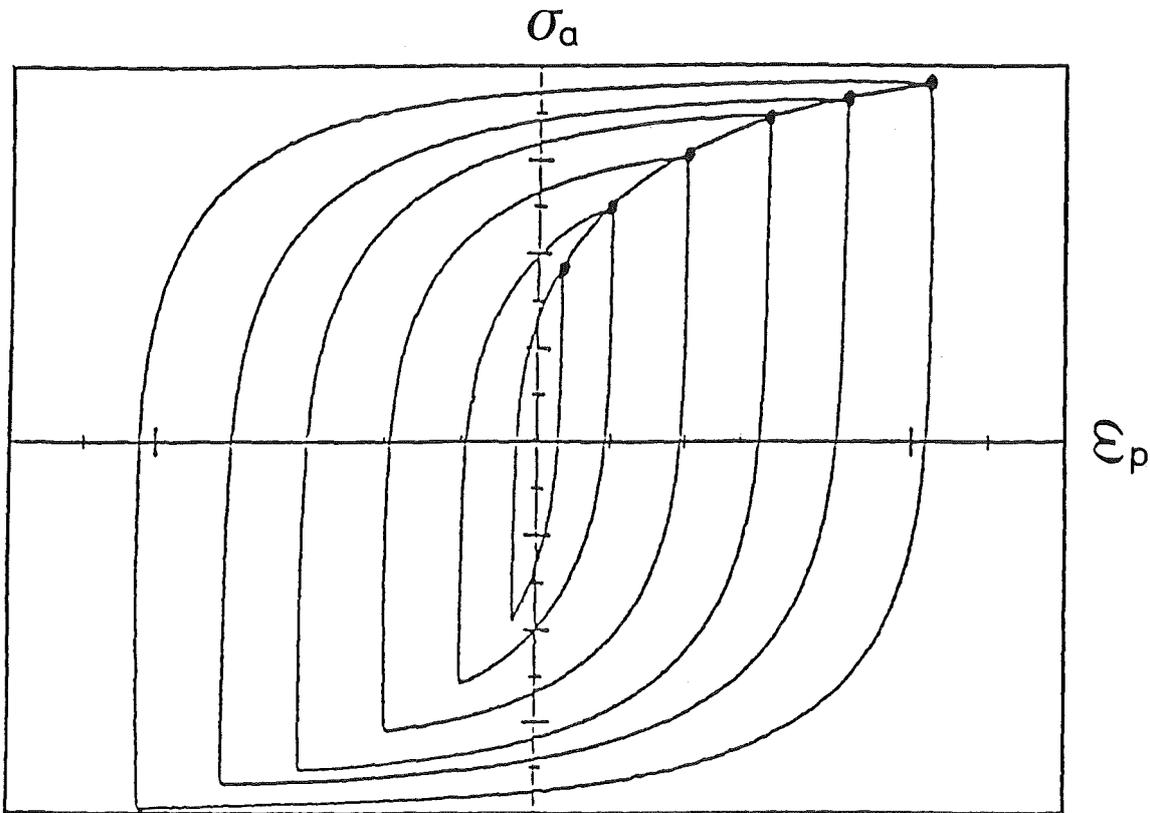


Abb. 2.5 Zyklische Spannungs-Dehnungskurven

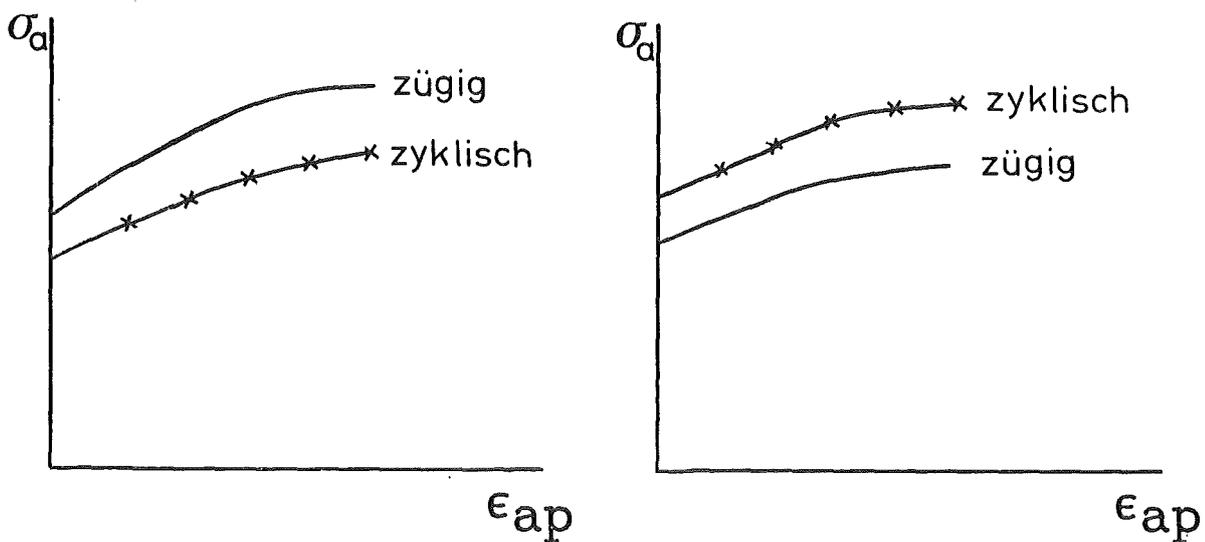


Abb. 2.6 Vergleich von zügigen und zyklischen Spannungs-Plastische-Dehnungskurven

3. Kenntnisstand des mikrostrukturellen Verhaltens metallischer Werkstoffe

Während der zyklischen Verformung finden innerhalb eines jeden Lastwechsels plastische Verformungen statt. Diese verursachen Veränderungen der Mikrostruktur. Das mechanische Verhalten des Werkstoffs wie Entfestigung, Verfestigung oder Sättigung wird somit durch mikrostrukturelle Vorgänge bestimmt. Versetzungen die Träger der plastischen Verformung sind, sind sie bei allen mikrostrukturellen Veränderungen beteiligt /26,27,28/. Diese können Vervielfachungen von Versetzungen, Wechselwirkungen von Versetzungen miteinander, mit Korngrenzen, Ausscheidungen oder gelösten Fremdatomen sein. Möglich ist ferner eine Auflösung von Versetzungen entgegengesetzten Vorzeichens (Annihilation) und eine Umordnung oder Neuordnung von Versetzungen zu charakteristischen Strukturen /29,30,31,32/. Es wird auch über Veränderungen in der Ausscheidungsstruktur berichtet /33,34,35,36/.

Die größten Veränderungen finden in der Anfangsphase der zyklischen Verformung statt /19/. In der Regel ist eine Veränderung der Mikrostruktur nicht mehr zu beobachten, sobald der Sättigungsbereich der Wechselverformungskurven erreicht ist. Prinzipiell können zwei unterschiedliche Grenzfälle für das mikrostrukturelle Verhalten von Werkstoffen bei Ermüdungsbeanspruchung auftreten. Einerseits zeigen kubisch flächenzentrierte (kfz) Metalle unter bestimmten Voraussetzungen die Ausbildung von Persistenten Gleitbändern (PGB) /37/. Der Name Persistente Gleitbänder beruht auf der Tatsache, daß nach einem elektrolytischen Polieren der Probenoberfläche, d. h. nach Glätten der Oberfläche, die PGB bei weiterer Verformung an derselben Stelle erneut auftreten /38/. Andererseits sind mikrostrukturelle Veränderungen durch die Ausbildung von Versetzungszellstrukturen möglich /39,40/. Hierzu sind wellige Gleitvorgänge notwendig. Welliges Gleiten erfolgt bei erleichtertem Quergleiten von Schraubenversetzungen, also bevorzugt bei großen Stapelfehlerenergien.

3.1 Mikrostrukturelles Verhalten von kfz Metallen

Feltner und Laird /41/ faßten die möglichen Versetzungsstrukturen bei der Ermüdung von kfz Metallen in Abhängigkeit von drei Parametern schematisch zusammen. Diese drei Parameter sind die Bruchlastspielzahl, bestimmt durch die plastische Dehnungsamplitude, die Stapelfehlerenergie SFE und die Temperatur T. Kfz Metalle können in Metalle mit großer SFE /42,43,44,45/ und Metalle mit niedriger SFE /46/ unterteilt werden. Da die Aufspaltungsweite von Versetzungen in Teilversetzungen der SFE umgekehrt proportional ist, treten in Materialien mit kleiner SFE Abstände von einigen 10 bis 20 Burgersvektoren auf /47/. In Materialien mit großer SFE treten dagegen Abstände kleiner als 1 Burgersvektor auf, so daß nur eine geringe Spannung für das Zusammenbringen der Teilversetzungen notwendig ist. Durch Quergleiten verursachtes welliges

Gleiten setzt somit bereits bei geringeren Spannungen und Temperaturen ein. Die Mikrostruktur von kfz Metallen ist in Abb. 3.1 abhängig von den oben genannten Parametern dargestellt.

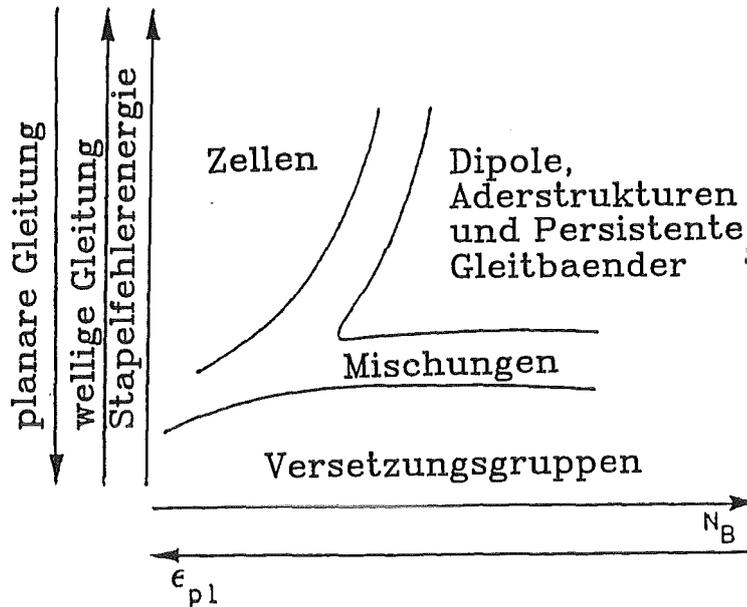


Abb. 3.1 Schematische Übersicht der Mikrostruktur von kfz Metallen (nach /41/)

In austenitischen Stählen liegt die SFE abhängig von den Legierungselementen zwischen 18 und 94 mJ/m^2 /48/. Planares Gleiten erfolgt bevorzugt bei niedrigen Dehnungsamplituden und tiefen Temperaturen, welliges Gleiten bei hohen Dehnungsamplituden und hohen Temperaturen, sodaß im selben Werkstoff beide Vorgänge beobachtbar sein können /36/. Versetzungen können bei planaren Gleitvorgängen ihre Gleitebene aufgrund einer erschwerten Quergleitung nur unter großem energetischen Aufwand verlassen. Es bilden sich bei niedrigen Verformungsamplituden Versetzungsguppen und -aufstauungen aus. Bei höheren Amplituden sind Versetzungsdickichte, Multipolbündel, PGB oder langgestreckte Zellstrukturen sichtbar. PGB sind eine Besonderheit von kfz Metallen, die planar gleiten. Es handelt sich um längliche Strukturen mit hoher Gleitaktivität. Sie liegen parallel zu den aktiven primären Gleitebenen. In transmissionselektronenmikroskopischen Bildern unterscheiden sie sich deutlich von der sie umgebenden Matrix. PGB sind im Probeninneren gekennzeichnet durch Wand- oder Leiterstrukturen. Auf aktiven $\{111\}$ -Hauptgleitebenen entstehen Versetzungsstränge senkrecht zum primären Burgersvektor, der in der $\langle 110 \rangle$ -Richtung des kfz Gitters liegt. Die Stränge werden gebildet von Stufenversetzungen in Dipol- oder Multipollagen /49,37/. Nach dem Erreichen der Sättigung entwickelt sich aus der Strangstruktur eine Leiterstruktur, die entsteht wenn zwei senkrecht aufeinanderstehende Gleitsysteme aktiviert werden. Wände, die die $\{112\}$ -Ebene durchdringen, haben Ähnlichkeit mit den Sprossen einer Leiter. Diese Strukturen führen an der Probenoberfläche zu den PGB.

Außerhalb der Stränge sind Schraubenversetzungen für die Verformung des Werkstoffs verantwortlich. Materialien, in denen planare Gleitvorgänge überwiegen, zeigen in der Regel eine anfängliche zyklische Verfestigung die in eine Sättigung übergeht /50,51/. Die Sättigung ist mikrostrukturell durch die Ausbildung von PGB gekennzeichnet. Bei großen Spannungen oder bei hohen Temperaturen werden in diesen Materialien ebenfalls wellige Gleitvorgänge mit einer Ausbildung von Versetzungszellen beobachtet /52/. Ermöglicht wird dies durch zunehmende Gleitprozesse in sekundären Gleitsystemen.

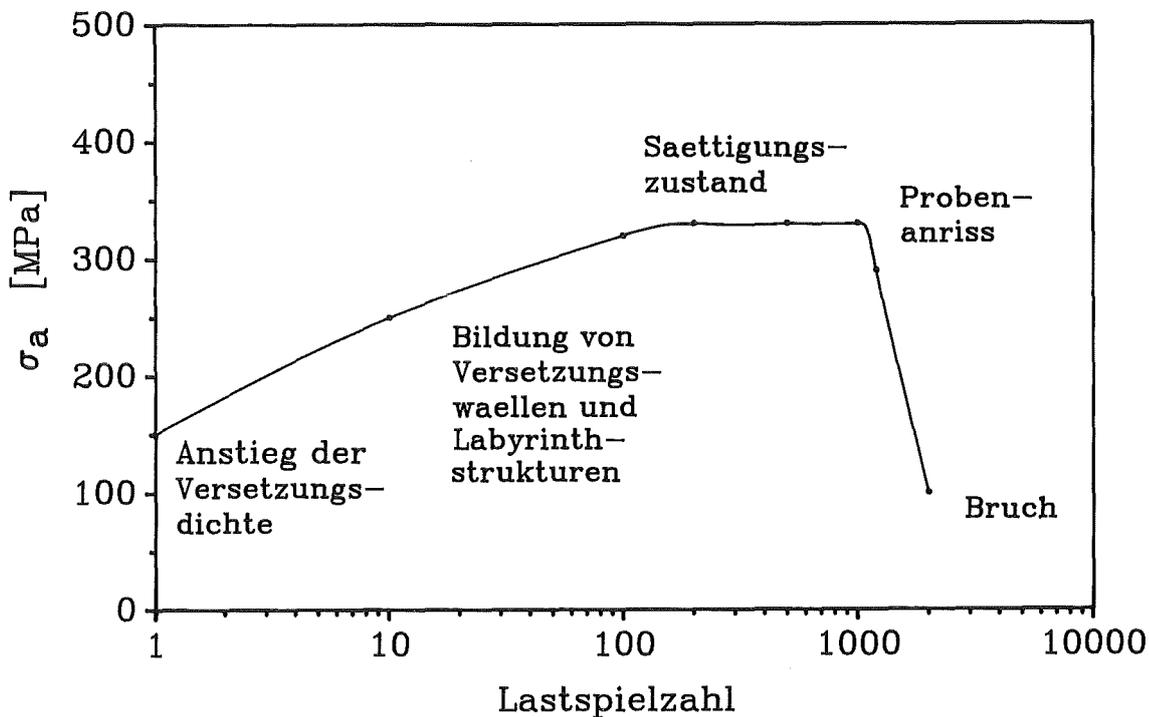


Abb. 3.2 Zyklisches Verformungsverhalten und Entwicklung der Versetzungsstruktur des austenitischen Stahls 316 L (nach /53/)

Abb. 3.2 zeigt schematisch das zyklische Verformungsverhalten und die Entwicklung der Versetzungsstruktur des austenitischen Stahls 316 L in Abhängigkeit von der Zyklenzahl (nach /53/). Ungetestete Proben besitzen im lösungsgeglühten Zustand nur eine geringe Versetzungsdichte. Mit zunehmender zyklischer Verformung erfolgt eine Verdichtung der Versetzungsanordnung. Bis zum 100. Zyklus steigt dabei die Spannungsamplitude für jeden Zyklus an, um die vorgegebene Dehnungsamplitude zu erreichen, d. h. das Material verfestigt sich. Die Ursache für die bei austenitischen Werkstoffen typischerweise beobachtete Verfestigung liegt in einer behinderten Versetzungsbewegung durch die zunehmende Versetzungsdichte und der damit verbundenen gegenseitigen Wechselwirkung der Versetzungen während der Verformung. Zwischen dem 100. und dem 1000. Zyklus wird ein Sättigungszustand erreicht, bei dem sich die Spannungsamplituden

bis zum Probenanriß relativ wenig ändern. Im Anschluß daran fällt die Spannungsamplitude innerhalb weniger Zyklen bis zum Bruch rapide ab. Zwischen dem 100. Zyklus und dem Endzustand setzt eine Konzentration der Versetzungen auf immer schärfer abgegrenzte Bereiche ein, wobei dazwischen Felder mit ausgesprochen geringer Versetzungsdichte gebildet werden. Dieser Befund deckt sich mit dem Verlauf der zyklischen Verfestigungskurve, der einen Anstieg der Spannungsamplitude bis zum 100. Zyklus anzeigt. Die Ausprägung der Versetzungswälle bis zur Bildung einer ausgesprochenen Labyrinthstruktur findet also im Bereich maximaler Verfestigung statt.

3.2 Mikrostrukturelles Verhalten von krz Metallen

Die Versetzungsbewegung erfolgt in kristallographischen Ebenen. Bei krz Metallen sind bevorzugte Gleitebenen die $\{110\}$, $\{112\}$ oder $\{123\}$ -Ebenen und bevorzugte Gleitrichtungen die $\langle 111 \rangle$ -Richtungen. Das mikrostrukturelle Verhalten von krz Metallen wird aufgrund relativ großer SFE ausgeprägt von der Quergleitung von Schraubenversetzungen beeinflusst. Dieses Quergleitvermögen kann im Gegensatz zu kfz Metallen jedoch nur qualitativ angegeben werden /54/. Eine erleichterte Quergleitung von Schraubenversetzungen ermöglicht den Versetzungen Hindernisse durch Verlassen ihrer Gleitebene zu umgehen. Hieraus ergibt sich ein niedrigeres Verfestigungspotential. Mikrostrukturell sind diese Vorgänge gekennzeichnet durch mehrdimensionale Versetzungsanordnungen wie Versetzungszellen oder Subkörner. Über die Mikrostruktur zyklisch verformter krz Metalle liegen in der Literatur einige Erkenntnisse vor /55/. Als Beispiele werden Arbeiten an α -Fe Einkristallen /56/ und Polykristallen /57/ sowie an dem vergüteten Werkstoff 42 CrMo 4 /58/ kurz zusammengefaßt.

Das mechanische Verhalten von reinem α -Fe zeigt einen großen Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit und der Temperatur. Die aufzubringende Fließspannung setzt sich additiv aus einem athermischen Spannungsanteil σ^a und einem thermischen Anteil σ^t zusammen /59/.

$$(3.1) \quad \sigma = \sigma^a + \sigma^t$$

Der athermische Anteil σ^a wird benötigt, um Versetzungen auszuwölben und im elastischen Verzerrungsfeld benachbarter Versetzungen zu bewegen. σ^a steht daher in Zusammenhang mit der Versetzungsdichte. Der thermische Anteil σ^t ist aufzubringen, um thermisch aktivierte Versetzungsgleitung bei vorgegebener Temperatur T und Dehnrates $\dot{\epsilon}$ zu ermöglichen.

$$(3.2) \quad \sigma^t = f(\dot{\epsilon}, T)$$

Bei einphasigen krz Metallen beruht σ^t auf der thermisch aktivierten Bewegung der Schraubenversetzungen über das Peierlspotential /60/. Unterhalb einer kritischen Temperatur T_0 ($T_0 = 0,1$ bis $0,2 \cdot T_S$, T_S =Schmelztemperatur [K]) nimmt σ^t stark mit abnehmender Temperatur zu, oberhalb von T_0 wird σ^t vernachlässigbar klein. T_0 hängt von der Dehnrates ab. Bei α -Eisen liegt T_0 bei niedrigen Dehnrates ($\dot{\epsilon}=10^{-5}\text{s}^{-1}$) bei Raumtemperatur. Die Fließspannung ist somit hauptsächlich durch σ^a gegeben. Bei größeren Dehnrates von 10^{-3}s^{-1} liegt T_0 oberhalb der Raumtemperatur. Bei zyklischen Verformungen unterhalb von T_0 können Schraubenversetzungen nur erschwert quergleiten, so daß die Verformung im wesentlichen von Versetzungen ohne Schraubencharakter getragen werden. Planare Gleitvorgänge überwiegen /51/.

Bei größeren plastischen Dehnungsamplituden (höhere Spannungen bzw. höhere Temperaturen) können Schraubenversetzungen quergleiten. Mikrostrukturell ist dies durch eine zunehmende Zellbildung gekennzeichnet. Quergleitende Schraubenversetzungen können mit Schraubenversetzungen entgegengesetzten Vorzeichens annihilieren. Stufenversetzungsanteile sind dagegen an Gleitebenen gebunden und bilden als Teilstücke die Zellwände. Im Zellinneren überwiegen Schraubenversetzungen. PGB sind in α -Fe nicht beobachtet worden. Zyklische Verformungsexperimente von α -Fe Vielkristallen mit 30 Gew. ppm Kohlenstoff zeigen ebenfalls nur die Ausbildung von Versetzungszellen und keinerlei Anzeichen von Persistenten Gleitbändern.

Der vergütete Werkstoff 42 CrMo 4 (AISI 4140) zeigt im Anschluß an eine quasi-elastische Initialphase eine kontinuierliche zyklische Entfestigung. Die plastischen Deformationsvorgänge sind dabei extrem inhomogen und mit der Ausbildung von sogenannten Ermüdungszonen verbunden. Mikrostrukturell ist dies gekennzeichnet durch eine Umordnung der Versetzungsstruktur. Es entstehen Versetzungszellen mit relativ hoher Versetzungsdichte in den Zellwänden und niedriger Versetzungsdichte im Zellinneren. Die geringere Versetzungsdichte im Zellinneren ermöglicht größere Versetzungslaufwege /61,62/. Dies ist mit einem Abbau von inneren Spannungen verbunden /63,64,65,66/. Die neue Versetzungsanordnung bildet einen geringeren Widerstand gegen plastische Verformungen.

Mikrostrukturelle Untersuchungen an vergüteten 12% Cr-Stählen beschränken sich auf die Untersuchung des Ausgangszustandes /67,68,69/ und in geringem Umfang auf das zyklische Verformungsverhalten bei Raumtemperatur /39/ und höheren Temperaturen /70/. Die beobachteten zyklischen Entfestigungsvorgänge werden qualitativ durch eine Versetzungszellbildung erklärt.

Schubert untersuchte das Verformungsverhalten des Stahls 10 Cr Mo 9 10 im vergüteten Zustand /71/. Bei Raumtemperatur und kleinen Amplituden beobachtete er ebenes Gleiten von Versetzungen auf bevorzugten Ebenen ohne Zellbildung. Einfaches Gleiten erfolgte in niedrig indizierten Ebenen z. B. in $\langle 111 \rangle$ -Richtung in der $\{110\}$ -Ebene. Mit zunehmender Sättigungsspannung wurden mehr Versetzungszellen gefunden. Höhere Spannungsamplituden erleichtern

das Quergleiten von Schraubenversetzungen. Dabei traten deutlich ausgebildete Versetzungszellen auf. Einzelversetzungslinien wurden senkrecht zur Längsachse der Zellen beobachtet. Der mittlere Zellwandabstand nahm mit steigender Sättigungsspannung ab. Versetzungen wurden durch größere Karbide und Versetzungsanhäufungen aufgehalten. Eine thermische Aktivierung von Schraubenversetzungen führte zur Betätigung mehrerer Gleitsysteme. Der Wandabstand gestreckter Zellen sank mit steigender Dehnungsamplitude, da Schraubenversetzungslinien senkrecht zu den Wänden entstanden.

Blum und Straub /72/ erklärten in Anlehnung an Eggeler und Ilschner /73/ das bei Kriechversuchen beobachtete Subkornwachstum durch eine Rekombination bereits existierender Subkorn Grenzen. Diese Rekombination wird entweder durch die Bewegung individueller Versetzungen, die von einer Subkorn Grenze emittiert werden und zur benachbarten Grenze wandern oder durch eine Bewegung der Grenzen selbst ermöglicht. Dieses Modell wurde von Eggeler zur Interpretation von zyklischen Verformungsexperimenten eines martensitischen 12% Cr-Stahls bei höheren Temperaturen angewendet /70/. Er deutete die gemessene Entfestigung durch ein Wachstum bereits vorhandener Subkörner. Im Subkorninneren tragen Schraubenversetzungen zur Verformung bei, während die Subkorn Grenzen durch Stufenversetzungen aufgebaut werden.

3.3 Rißentstehung und Rißverlauf

Zyklische Verformungen führen zur Ausbildung von Gleitbändern und zu Topographieänderungen an der Oberfläche. Besonders ausgeprägte Erhebungen und Vertiefungen werden als Extrusionen und Intrusionen bezeichnet /74/. Ex- und Intrusionen verlaufen im Gegensatz zu Gleitbändern über mehrere Körner hinweg. Dieser Vorgang ist mit der Bildung von Mikrorissen verbunden, die sich unter ca. 45° zur Richtung der äußeren Zugspannung und damit zur Oberfläche transkristallin ausbreiten /11/. Die Entstehung von Dauerbrüchen wird durch Unregelmäßigkeiten an der Oberfläche stark erleichtert. Mögliche Ausgangspunkte für Risse sind neben den Gleitbändern auch Einschlüsse an oder dicht unter der Oberfläche der Probe. Rißentstehungsorte sind auch Kerben, die durch die Bearbeitung bzw. Herstellung der Probe entstehen. Abhängig vom Werkstoff, der Verformungsamplitude und der Temperatur sind als Rißentstehungsorte auch Korngrenzen möglich (Kriechermüdung bei austenitischen Werkstoffen mit interkristallinem Rißverlauf).

Die Zunahme der Spannungskonzentration vor der Rißspitze betätigt mehrere Gleitsysteme und die Rißausbreitungsrichtung verläuft nach wenigen Korndimensionen senkrecht zur angelegten Last. Dieser Abschnitt der Rißausbreitung beinhaltet den größten Anteil der Lebensdauer.

Der letzte Abschnitt der Riausbreitung ist gekennzeichnet durch einen abschließenden instabilen Gewaltbruch. Bei tieferen Temperaturen zeigt die Bruchflche bei duktilen Werkstoffen charakteristische Waben, die sich an Einschlssen oder Ausscheidungen bilden. Bei sprden Werkstoffen treten dagegen hufig Spaltbruchflchen auf.

Kriechschdigungen treten in der Regel erst oberhalb von $0,4 \cdot T_S$ auf (T_S = Schmelztemperatur [K]). Der Ribeginn bei Kriechschdigungen kann an Einschlssen im Probeninneren oder an Korngrenzen erfolgen /73/.

3.4 Statische und dynamische Reckalterung

In Kohlenstoffsthlen wird das Verformungsverhalten durch Reckalterungseffekte beeinflusst. Sie entstehen durch eine elastische Wechselwirkung zwischen diffundierenden Legierungsatomen und Versetzungen /11,78/. Eine Reckalterung nach der Verformung wird als statische Reckalterung, eine Alterung whrend der Verformung als dynamische Reckalterung bezeichnet. Reckalterungsvorgnge werden bei der Verformung von Metallen hufig beobachtet /79,80,32,81,82/. Mechanische Untersuchungen konzentrieren sich bei krz Metallen auf die Wirkung interstitieller Legierungsatome und bei kfz Metallen auf die von Substitutionsatomen /83/.

Die statische Reckalterung bewirkt im Zugversuch eine erhhte Fliespannung, eine erhhte Zugfestigkeit und eine geringere Duktilitt. Magebend sind dafr die Verankerung von Versetzungen durch diffundierende Fremdatomwolken (Cottrellwolken /84/), die durch Diffusion der Fremdatome zu den Versetzungslinien entstehen /11/. Die plastische Verformung setzt dadurch erst bei hheren Fliespannungen ein.

Die dynamische Reckalterung ist im Zugversuch durch eine erhhte Fliespannung, strkere Verfestigungsraten, hufig verbunden mit gezacktem Spannungs-Dehnungs-Verlauf und inhomogener Verformung (Portevin - Le Chatelier-Effekt) gekennzeichnet /11/. Die Ursache liegt in einem abwechselnden Verankern und Losreien von Versetzungen von Fremdatomwolken. Diese Vorgnge sind mit einer lokalisierten Versetzungsmultiplikation verbunden und fhren zu inhomogenen Verformungen (Ludersbndern) /85/. Diese Erscheinungen treten dann auf, wenn die Versetzungsgeschwindigkeit kleiner oder gleich gro ist, wie die Diffusionsgeschwindigkeit der sie hervorrufenden Legierungsatome.

Die dynamische Reckalterung kann bei einer zyklischen Verformung, ähnlich wie im Zugversuch, zu gezackten Spannungs-Dehnungs-Hysteresen führen. Dies ist jedoch nicht zwingend erforderlich. Beobachtet werden ferner inverse Abhängigkeiten der zyklischen Sättigungsspannungsamplitude von der Dehnrates ($\Delta\sigma_a/\Delta\dot{\epsilon} < 0$) und eine Erhöhung der zyklischen Sättigungsspannungsamplitude im Temperaturbereich der Reckalterung. Damit verbunden ist eine Abnahme der plastischen Dehnungsamplitude. Erhöhte Bruchzyklenzahlen können streng nur bei kraftgeregelten Versuchen als Anzeichen für Reckalterungseffekte gewertet werden /36/.

Reckalterungseffekte wurden bei der Wechselverformung der Kohlenstoffstähle Ck45 und Ck80 beobachtet /32/. Das Ermüdungsverhalten des austenitischen Stahls X3 CrNi 18 9 zeigt ebenfalls einen Einfluß der dynamischen Reckalterung /36/.

4. Werkstoff

4.1 Werkstoffcharakterisierung

Der Stahl X18 Cr Mo V Nb 12 1 (DIN 1.4914) gehört zur Klasse der 12% Cr-Stähle. Er wurde durch Zugabe von Nb (zur Stabilisierung der Korngrenzen) und Reduzierung des Kohlenstoffgehalts (zur Verbesserung der Schweißbarkeit) modifiziert. Eine Analyse der chemischen Zusammensetzung ist Tabelle 4.1 zu entnehmen. Eine erste Abschätzung der Konstitution des Stahls 1.4914 ermöglicht eine von Schneider /86/ modifizierte Version des Schaefflerdiagramms /87/ (Abb. 4.1). Die entsprechenden Chrom- und Nickeläquivalente wurden mit den Gleichungen von Briggs und Parker /88/ berechnet. Nach dieser Abschätzung ist der Werkstoff 1.4914 nach hinreichend rascher Abkühlung aus dem Austenitgebiet vollmartensitisch. Nach dem Diagramm liegt der Werkstoff jedoch nahe an der Grenze zum Bereich des δ -Ferrits. Da Gehalte von δ -Ferrit $>5\%$ einen schädigenden Einfluß auf die Kerbschlagübergangstemperatur ausüben, wurde der Werkstoff 1.4914 metallographisch und rasterelektronenmikroskopisch untersucht. Die Charge 53645 (=MANET 1) des Stahls 1.4914 ist im Rahmen der Meßgenauigkeit δ -Ferrit frei und voll martensitisch /67/.

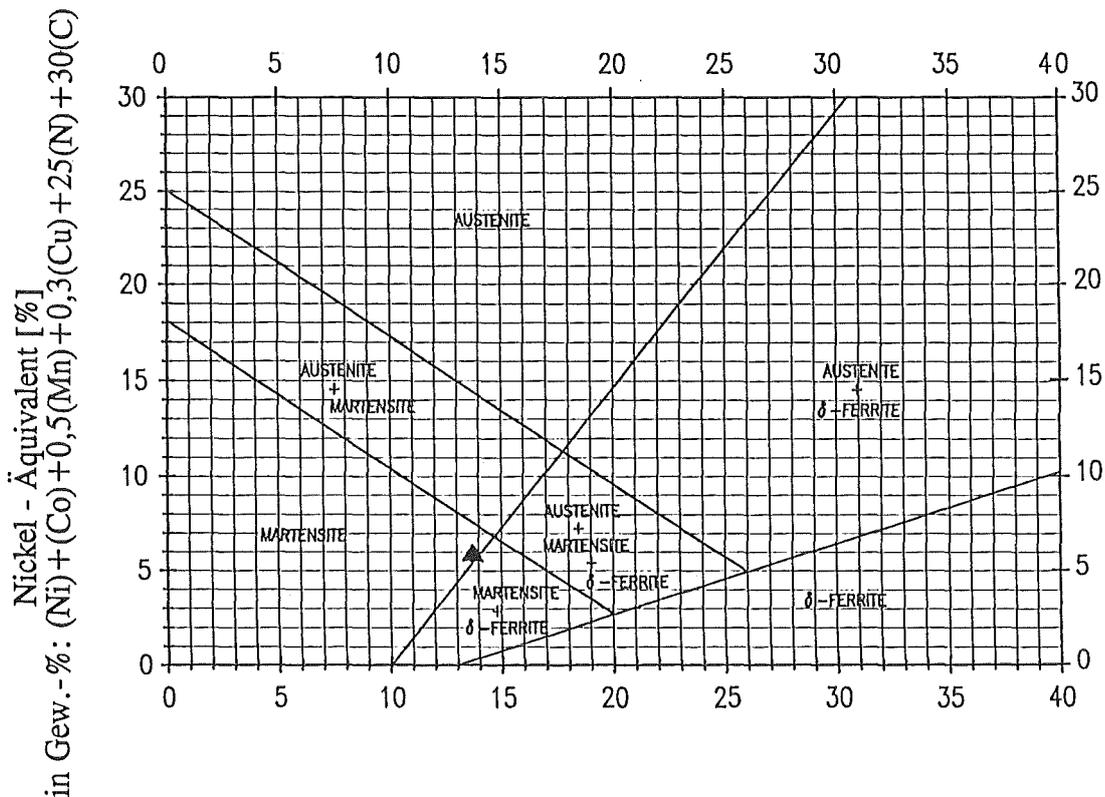


Abb. 4.1 Modifiziertes Schaefflerdiagramm

Element	Gew.-%
C	0,13
Cr	10,6
Ni	0,87
Mo	0,77
V	0,22
Nb	0,16
Si	0,37
Mn	0,82
S	0,004
P	0,005
B	0,0085
N	0,02
Zr	0,053
Al	0,054
Co	0,01
Cu	0,015

Tabelle 4.1 Chemische Zusammensetzung des Werkstoffes 1.4914, Charge 53645

Der 12% Cr-Stahl X18 Cr Mo V Nb 12 1 (DIN 1.4914) wurde von der Firma Saarstahl (vorm. Arbed-Röchling) durch Erschmelzung im Vakuum-Induktionsofen und Umschmelzen im Vakuum-Lichtbogenofen hergestellt. Angeliefert wurden Stangen mit 105 mm Durchmesser und Flachstäbe der Abmessung 40 x 210 mm. Durch Warmwalzen und Kaltumformung wurden Halbzeuge in Form von Blechen und Rundstäben in unterschiedlichen Abmessungen hergestellt. Die einzelnen Bearbeitungsschritte sind an anderer Stelle ausführlich beschrieben /89/. Für die Ermüdungsproben wurde Rundmaterial bei 1075° C warmgewalzt. Anschließend erfolgte eine Kaltumformung (Kaltwalzen) auf 18 mm Durchmesser. Die Proben wurden aus diesen Stangen herausgedreht. Eine metallisch blanke Oberfläche wurde durch Schleifen erzielt.

4.2 Vergütung

Der Werkstoff wurde einer in Abbildung 4.2 dargestellten Wärmebehandlung unterzogen, die aus zwei Austenitisierungs- und einer Anlaßbehandlung besteht. Die Austenitisierungsbehandlung I wurde zur Homogenisierung des Werkstoffs auferlegt. Die zweite Austenitisierungstemperatur (bei II) wurde so gewählt, daß während der raschen Abkühlung an Luft eine vollständige Härtung erfolgt. Die Optimierung der Austenitisierungstemperatur erfolgt dabei aus der Forderung nach einer möglichst kleinen Kerbschlagübergangstemperatur. Letztere wird jedoch mit zunehmender Korngröße größer. Sie wächst also mit der Austenitisierungstemperatur an. Deshalb wird dem Werkstoff Nb zugesetzt, das die Korngrenzen stabilisiert. Somit wird eine niedrigere Übergangstemperatur garantiert. Primäre NbC-Ausscheidungen reduzieren dabei das Kornwachstum während der Austenitisierung. Eine Austenitisierungstemperatur zwischen 975°C und 1150°C führt nach dem Abschrecken zu einer vollmartensitischen und δ -ferritfreien Matrix. Für die Austenitisierung wurde daher eine mittlere Temperatur von 1075°C gewählt. Nach der Abkühlung liegt ein mit Kohlenstoff übersättigtes martensitisches Gefüge vor mit hoher Festigkeit und geringer Duktilität. Die anschließende Anlaßbehandlung III überführt dieses Gefüge in einen stabileren Zustand. Während der Anlaßbehandlung bilden sich Karbide an ehemaligen Martensitlattengrenzen und Austenitkorn Grenzen. Mit wachsender Anlaßtemperatur und -dauer erhöht sich die Gleichgewichtslöslichkeit des Kohlenstoffs. Bei einer reduzierten Anlaßtemperatur von 600°C stellt sich dabei innerhalb von zwei Stunden kein Gleichgewichtszustand ein, so daß nach einer Luftabkühlung der Anteil des freien Kohlenstoffs sogar höher sein kann als in dem mit $750^{\circ}\text{C}/2\text{h}$ angelassenen Material. Die genaue Konzentration ist dabei nicht exakt bestimmbar. Sie liegt zwischen der Löslichkeit des Kohlenstoffs bei Raumtemperatur ($<10^{-4}\%$) und der entsprechenden Löslichkeit bei der Anlaßtemperatur (ca. $0,02\%$ bei 750°C).

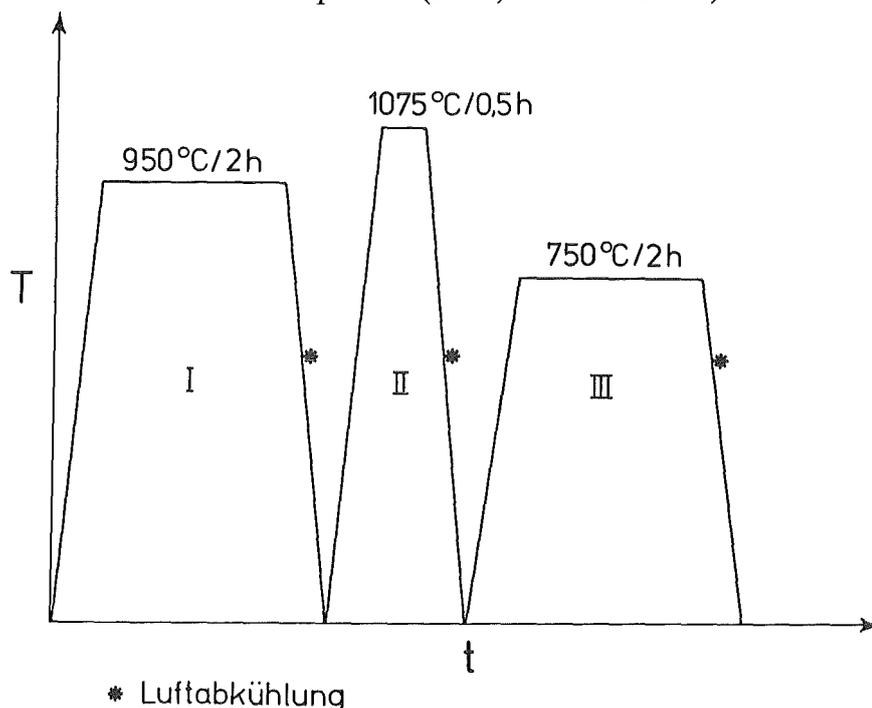


Abb. 4.2 Schematische Darstellung der Wärmebehandlung

Die Versetzungsdichte wird mit wachsender Anlaßtemperatur kleiner. Als Folge treten kleinere Werkstoffwiderstände (Festigkeiten) und größerer Verformbarkeiten auf. Bei genauerer Betrachtung des Anlaßverhaltens können im vorliegenden Werkstoff vier Anlaßtemperaturbereiche unterschieden werden. Zwischen Raumtemperatur und 450° C erfolgt keine ausgeprägte Änderung der Festigkeit. Die ursprüngliche Struktur der Martensitlatten mit einer hohen Versetzungsdichte bleibt unverändert. In der Matrix sind primäre NbC-Ausscheidungen und orientierte M_2X -Ausscheidungen vorhanden. Zwischen 450° C und 550° C erfolgt eine Zunahme der Festigkeit aufgrund einer forcierten Bildung von Sekundärkarbiden (hauptsächlich M_2X). Zwischen 550° C und 750° C wird die Härte aufgrund von Ausscheidungsvergrößerungen und einer Abnahme der Versetzungsdichte erniedrigt. Dabei findet eine ausgeprägte Bildung von $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen an den ehemaligen Martensitlatten- und Austenitkorn Grenzen statt. Gleichzeitig lösen sich die M_2X -Karbide auf. Bei 750° C setzt bereits eine Teilrekristallisation ein. Oberhalb von 780° C nimmt die Festigkeit wieder zu, da eine Rücktransformation in die austenitische Phase erfolgt, die bei Abkühlung auf 20° C erneut zu Martensit führt. Um eine Optimierung zwischen Festigkeit/Duktilität und Kerbschlagübergangstemperatur zu erzielen, wurde eine zweistündige Anlaßglühung bei 750° C im Vakuum gewählt.

4.3 Mechanische Kenngrößen des Zugversuchs und Kerbschlageigenschaften

Die mechanischen Eigenschaften des martensitischen Stahls DIN 1.4914 wurde bereits systematisch untersucht /7/. An dieser Stelle werden daher nur kurz die Zugfestigkeits- und Kerbschlageigenschaften dargestellt. Die Zugversuchsergebnisse in Abhängigkeit von der Anlaß- und Prüftemperatur sind in Abb. 4.3 graphisch dargestellt. Diese Kenngrößen nehmen mit wachsender Prüftemperatur ab. Die verminderte Abnahme der 0,2-Dehngrenze und der Zugfestigkeit R_m zwischen 300° C und 400° C wurde bisher nicht erklärt. Dieser Effekt wird mit abnehmender Anlaßtemperatur immer deutlicher. Wie zusätzliche Experimente /8/ belegen, kann dies dem Einfluß der dynamischen Reckalterung zugeschrieben werden. Im Temperaturbereich zwischen 275° C und 350° C zeigt Abb. 4.4 die für die Reckalterung typischen gezackten Kraft-Verlängerungskurven (Portevin Le-Chatelier-Effekt). Die Auswertung dieser Experimente gab Anlaß, den Einfluß der dynamischen Reckalterung auf das zyklische Verformungsverhalten des Werkstoffs MANET 1 eingehender zu untersuchen.

Kerbschlagversuche wurden zwischen - 80° C und + 120° C für den Werkstoffzustand 1075° C/ 0,5 h und 700° C/ 2 h mit ISO-V-Proben durchgeführt. Abb. 4.5 zeigt für verschiedene Proben in einem Kerbschlagzähigkeits-Diagramm die Kerbschlagarbeit A_V und den Anteil am kristallinen Fleck in Abhängigkeit von der Prüftemperatur. Die Bruchflächenbewertung führte zu einer Kerbschlagübergangstemperatur (FATT) von + 16° C bzw. + 27° C bei einer Anlaßtemperatur von 720° C (50% FATT = Fracture Appearance Transition Temperature = 50 % kristalliner Bruchanteil).

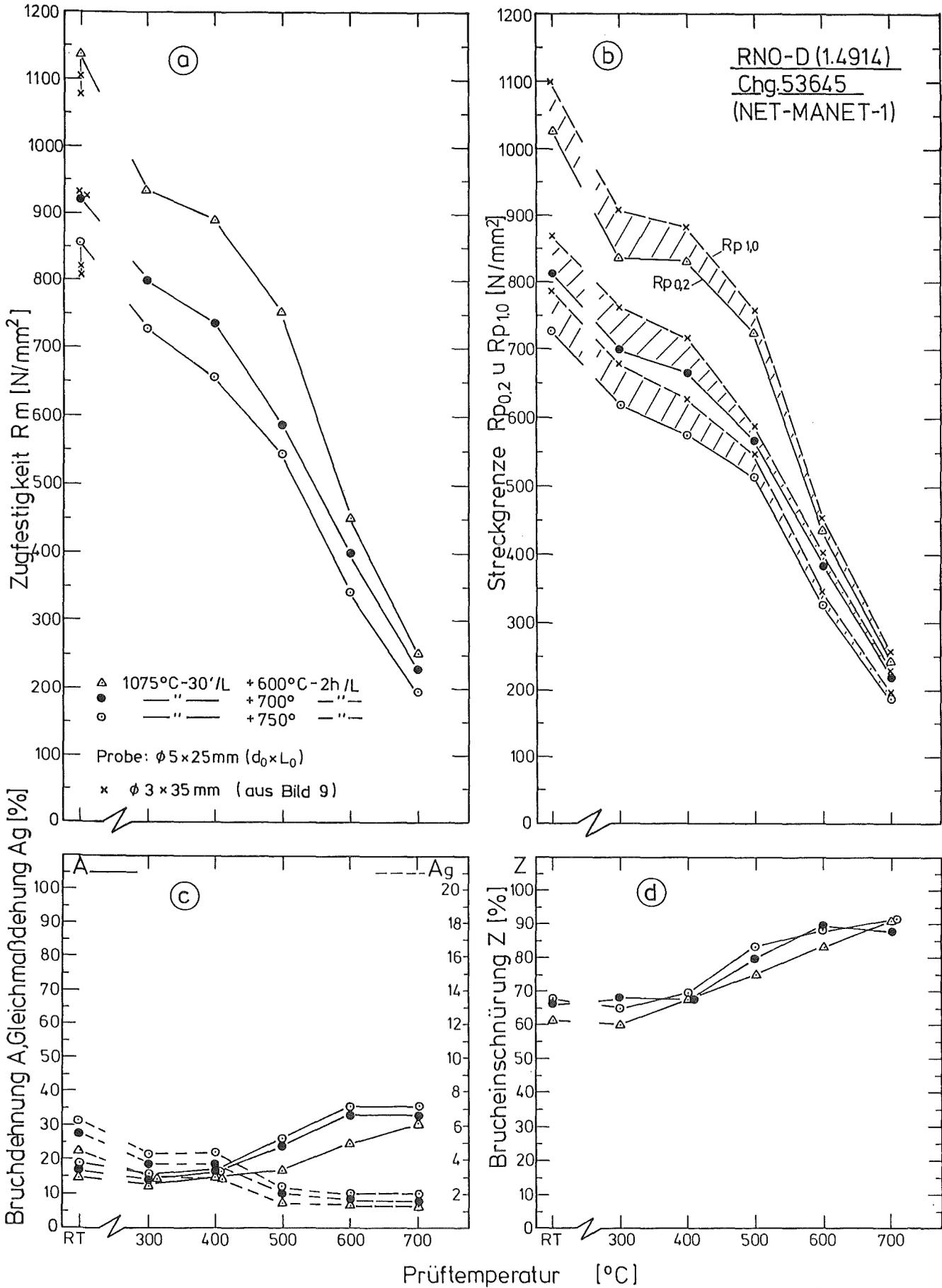


Abb. 4.3 Zugversuchsergebnisse in Abhängigkeit von der Anlaß- und der Prüftemperatur

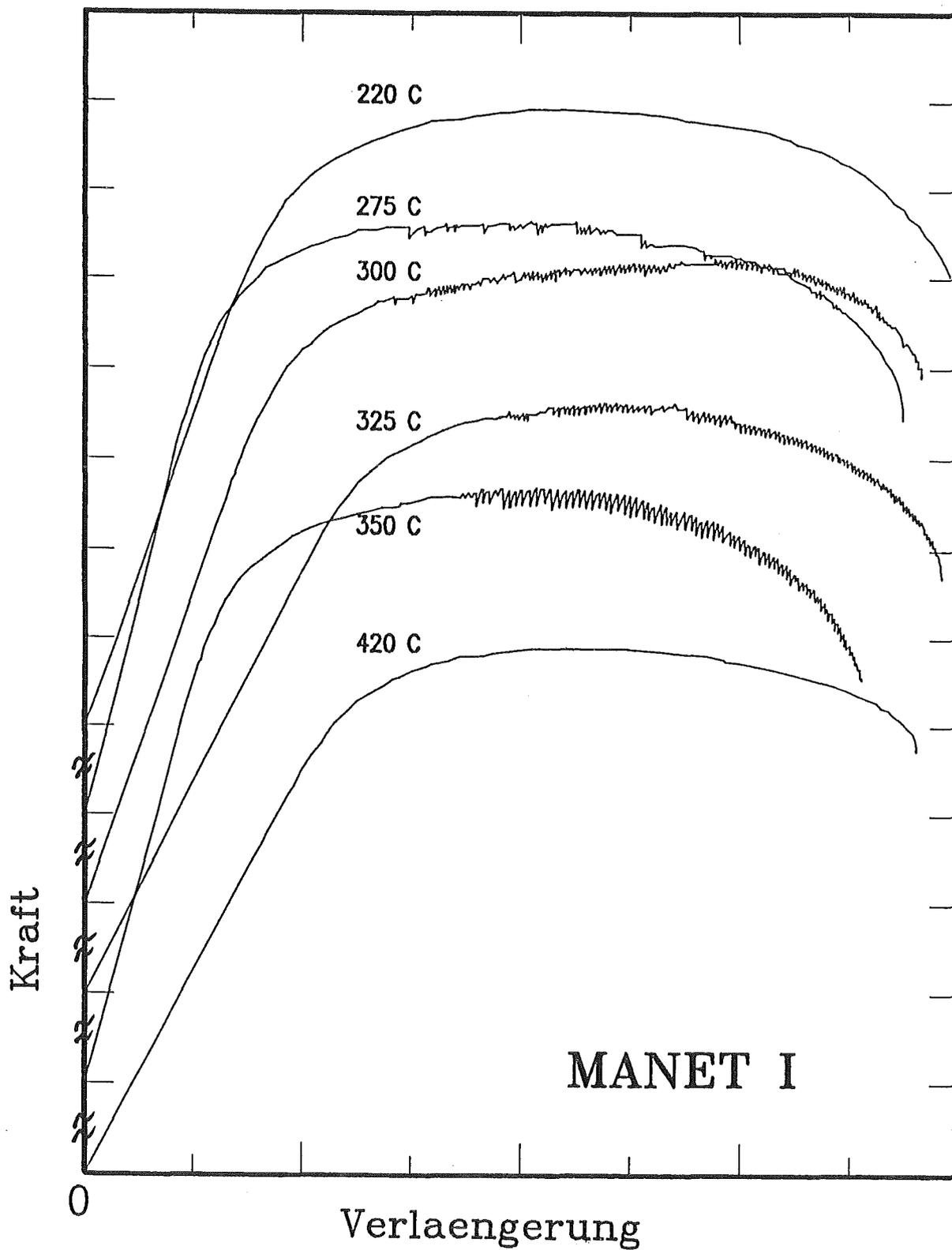


Abb. 4.4 Zügige Kraft-Verlängerungskurven (zur besseren Darstellung der Ergebnisse ist die Ordinate des Diagramms mehrfach unterbrochen)

RNO-D (1.4914) Chg. 53645 (NET-MANET-1)

- 1075°30'/L + 750°2h/L ISO-V-Querproben (Schäfer)
- " " " " " " (Schirra)
- ◆ 1075°30'/L, Öl, W + " " " " (Pierantoni)
- " " " + 700°2h/L " " (Pierantoni)
- x 1075°30'/Öl + 720°2h/L ISO-V-Längsproben (aus 30 mm) (Saarstahl)

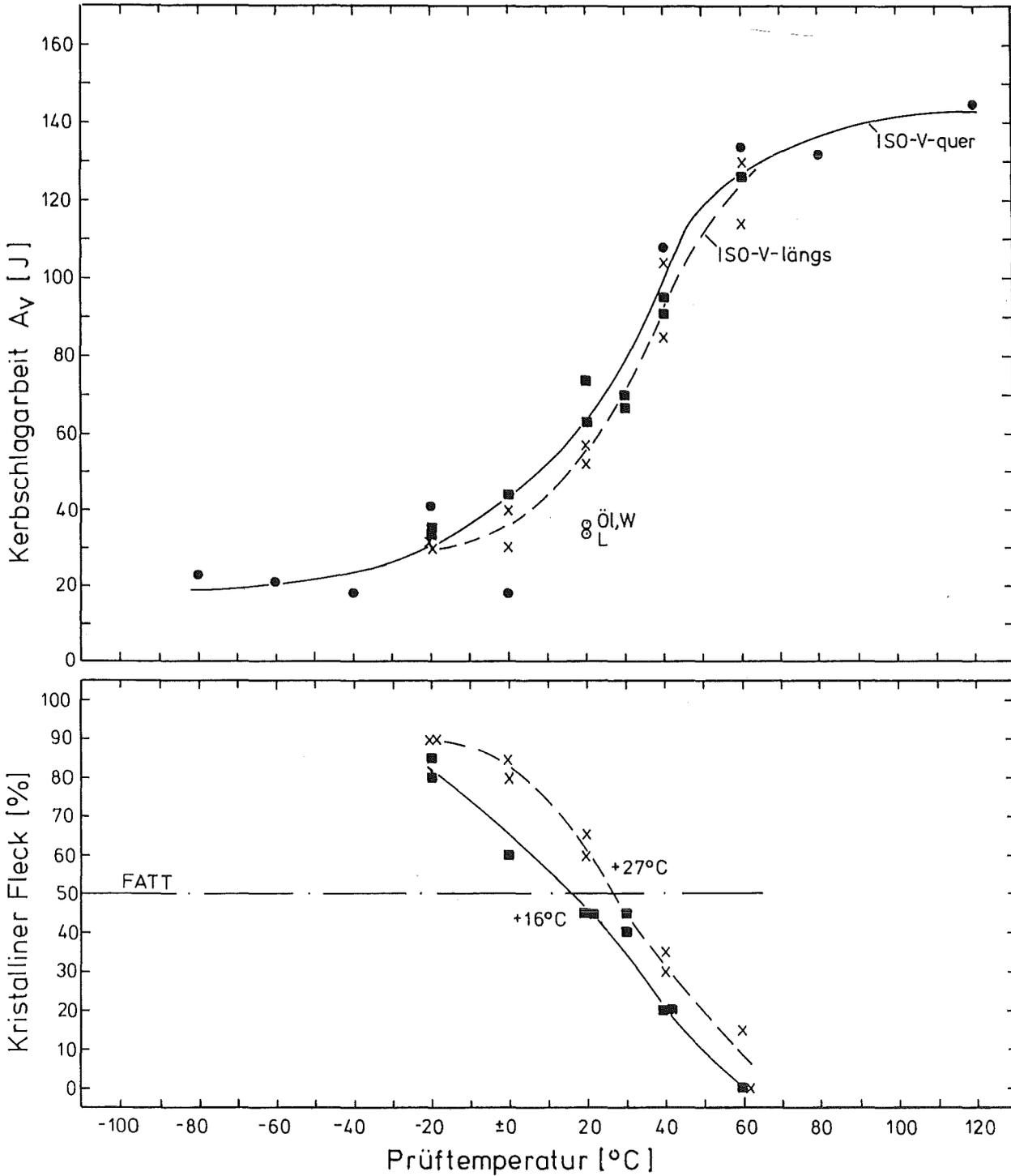


Abb. 4.5 Kerbschlagzähigkeits-Diagramm

5. Experimentelles

5.1 Mechanische Untersuchungsmethoden

a) Beschreibung der Probenform und Herstellungsverfahren

Die in Abb. 5.1 dargestellte GRIM-Vollprobe* ist 77 mm lang. Zur Befestigung von Dehnungsaufnehmern dienen zwei Meßkragen, die eine Meßlänge von 21 mm begrenzen. Die Probe ist in der Mitte "Sanduhr"-förmig ausgebildet mit einem Radius von 100 mm. Damit wird die Hauptverformung im Gegensatz zu herkömmlichen zylindrischen Proben auf eine schmale Materialzone in der Probenmitte beschränkt, so daß der Bruch in der Probenmitte auftritt. Der Durchmesser in der Mitte der Probe beträgt 8,8 mm. Diese taillierte Probenform mit ihrem variablen Querschnitt weist bei mechanischer Belastung keine konstante Spannungsverteilung auf. Dies muß bei der Entnahme von Präparaten für elektronenmikroskopische Untersuchungen berücksichtigt werden.

Die Probenaußenflächen der Proben, bei denen die Ribbildung genauestens untersucht werden sollte, wurden vor der zyklischen Verformung nach dem Bollmann-Verfahren /90/ elektrolytisch poliert, um Herstellungsspuren zu beseitigen. Ein geeigneter Elektrolyt wurde ausgewählt und die Betriebsparameter wurden optimiert. Sie sind in Tabelle 5.1 wiedergegeben. Die mechanisch beanspruchten Oberflächenschichten wurden dabei abgetragen. Nachteilig erwies sich jedoch, daß größere Ausscheidungen, die dicht unter der Oberfläche lagen, durch das elektrolytische Polieren freigelegt wurden. Diese Ausscheidungen können als Ribentstehungsorte wirken.

* Die Bezeichnung GRIM entstammt aus einer Zusammenarbeit im Rahmen des Projektes Schneller Brüter zwischen GfK-Karlsruhe (heute KFK), RCN-Petten (heute ECN), Interatom-Köln und Metaalstituut TNO-Apeldoorn.

Elektrolyt	25 g Cr ₂ O ₃ 230 ml H ₃ PO ₄ 12,5 ml H ₂ SO ₄
Spannung	12 V
Stromstärke	17 A

Tabelle 5.1 Elektrolyt und Betriebsparameter des Bollmann-Verfahrens zum Polieren von Proben

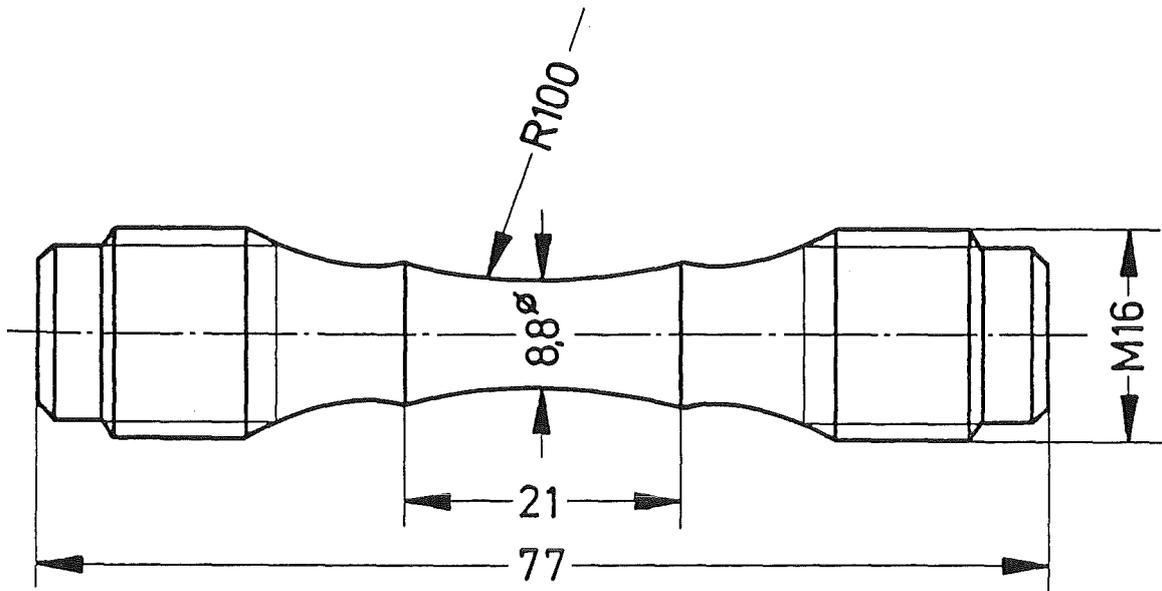


Abb. 5.1 Abmessungen der für die Ermüdungsexperimente verwendeten GRIM-Vollprobe

b) Versuchseinrichtung

Die zyklischen Verformungsexperimente wurden im Rahmen eines allgemeinen Untersuchungsprogrammes (Projekt Kernfusion) des Instituts für Materialforschung des Kernforschungszentrums Karlsruhe durchgeführt. Die Belastung des Werkstoffs in zukünftigen Fusionsreaktoren wird durch isotherme, dehnungskontrollierte Ermüdungsexperimente oder durch thermische Ermüdungsexperimente simuliert. In der vorliegenden Arbeit wurden Proben aus dehnungskontrollierten Versuchen systematisch untersucht.

Die isothermen Ermüdungsexperimente wurden auf einer servohydraulischen Prüfmaschine gefahren, die mit einer elektronischen Steuerung und Regelung ausgestattet ist. Die Versuche erfolgten an Laborluft. Ein Strahlungsofen diente zur schnellen Erhitzung der Proben bis maximal 650° C. Ein Computer erzeugte die Sollwert-Signale für die aufzubringende Kraft bei vorgegebener totaler Dehnung. Während des Versuches wurden die minimalen und maximalen Werte der Spannung und totalen Dehnung in vorher definierten Zyklusabständen und ebenso die Anzahl der Zyklen abgespeichert. Nach Versuchsende wurden die Werte im Rahmen eines Meßprotokolls ausgedruckt. Die Spannungs-Dehnungs-Hysteresen wurden auf einem X-Y-Schreiber aufgezeichnet. Die Dehnungen wurden an den Meßkragen der Proben mit Hilfe von Axial-Hochtemperatur-Extensometern abgegriffen. Das Meßprinzip beruht auf einer resistiven Brückenschaltung.

Die Genauigkeit der gemessenen Bruchlastspielzahlen und Spannungen wird wie folgt angegeben /91/. Die Meßgenauigkeit der Bruchlastspielzahl ist abhängig von der angelegten totalen Dehnungsamplitude. Bei 550°C und $\epsilon_{at}=0,5\%$ ergibt sich für die Bruchlastspielzahl eine Standardabweichung $<5\%$. Bei kleineren Dehnungsamplituden treten größere Abweichungen auf. Für die gemessenen Spannungsamplituden ergeben sich Standardabweichungen $<2,5\%$.

c) Versuchsmatrix

Die Ermüdungsexperimente wurden mit einer Standarddehnungsgeschwindigkeit von $\dot{\epsilon}=3\cdot 10^{-3}\text{s}^{-1}$ gefahren. Das Sollwertsignal war in allen Experimenten eine Dreiecksfunktion. Die Prüftemperaturen lagen zwischen Raumtemperatur und 650°C . Den Proben wurden Totaldehnungsamplituden zwischen $0,25\%$ und $0,75\%$ auferlegt. Die ursprüngliche Versuchsmatrix ist in Tabelle 5.2a aufgelistet.

T [$^{\circ}\text{C}$]	ϵ_{at} [%]
20	0,25
"	0,3
"	0,5
"	0,75
250	0,25
"	0,3
"	0,5
"	0,75
300	0,25
"	0,75
350	0,25
"	0,75
400	0,25
"	0,75
450	0,25
"	0,3
"	0,5
"	0,75
550	0,2
"	0,25
"	0,3
"	0,5
"	0,75
650	0,25
"	0,75

Tabelle 5.2a Ursprüngliche Versuchsmatrix

Der Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit auf das Ermüdungsverhalten wurde in Versuchen mit der Totaldehnungsamplitude 0,75% und reduzierten Dehnraten von $3 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$ und $3 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$ untersucht. Bei kleinen Dehnraten und totalen Dehnungsamplituden ergibt sich eine große Versuchsdauer. Bei den kleineren Dehnraten stehen daher nur wenig experimentelle Ergebnisse zur Verfügung. Die Versuchsparameter der untersuchten Proben können Tabelle 5.2b entnommen werden.

T [° C]	ϵ_{at} [%]
20	0,75
250	0,75
550	0,75

Tabelle 5.2b Untersuchungen zur Verformungsgeschwindigkeit ($\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$)

Mehrere Versuchsreihen (Tabelle 5.2c) wurden bei unterschiedlichen Dehnungsamplituden und Temperaturen vorzeitig bei definierten Lastspielzahlen abgebrochen. Die mikrostrukturellen Veränderungen an der Probenaußenfläche und im Probeninneren konnten somit abhängig von der Zyklenzahl untersucht werden.

T [° C]	ϵ_{at} [%]	% N _B
250	0,25	5
"	"	25
"	"	50
"	"	75
250	0,75	0,3
"	"	1
"	"	5
"	"	25
"	"	50
"	"	75
550	0,25	1
"	"	5
"	"	25
"	"	50
"	"	75
550	0,75	1
"	"	5
"	"	25
"	"	50
"	"	75

Tabelle 5.2c Übersicht der unterbrochenen Versuchsreihen

Um das zyklische Relaxationsverhalten des Werkstoffs zu untersuchen, wurden weitere Experimente mit Mitteldehnungen in der Zug- bzw. Druckphase durchgeführt. Mitteldehnungen von $\epsilon_m = -0,25\%$ und $\epsilon_m = +0,25\%$ wurden bei Versuchen mit der totalen Dehnungsamplitude $\epsilon_{at} = 0,25\%$ auferlegt. Auch hier wurden Experimente vorzeitig abgebrochen, um die mikrostrukturelle Entwicklung während der Verformung zu untersuchen (Tabelle 5.2d)

T [° C]	ϵ_{at} [%]	ϵ_m	Zyklen
450	0,25	-0,25	100
"	"	0	"
"	"	+0,25	"
450	0,25	-0,25	1000
"	"	0	"
"	"	+0,25	"
450	0,25	-0,25	N _B
"	"	0	"
"	"	+0,25	"

Tabelle 5.2d Versuchsparemeter der Experimente mit Mitteldehnungen

Der Einfluß der Anlaßtemperatur auf das zyklische Verformungsverhalten wurde an verschiedenen Proben untersucht (Tabelle 5.2e). Die Prüftemperaturen lagen bei 250° C, 350° C und 450° C. Die totalen Dehnungsamplituden betragen bei allen Experimenten 0,75 %. Ferner wurde der Einfluß der Reckalterung auf die mechanischen Eigenschaften und die Mikrostruktur an diesen Proben untersucht.

T [° C]	ϵ_{at} [%]
250	0,75
350	0,75
450	0,75

Tabelle 5.2e Versuchsparemeter der Experimente mit reduzierter Anlaßtemperatur ($T_A = 600^\circ \text{C}$)

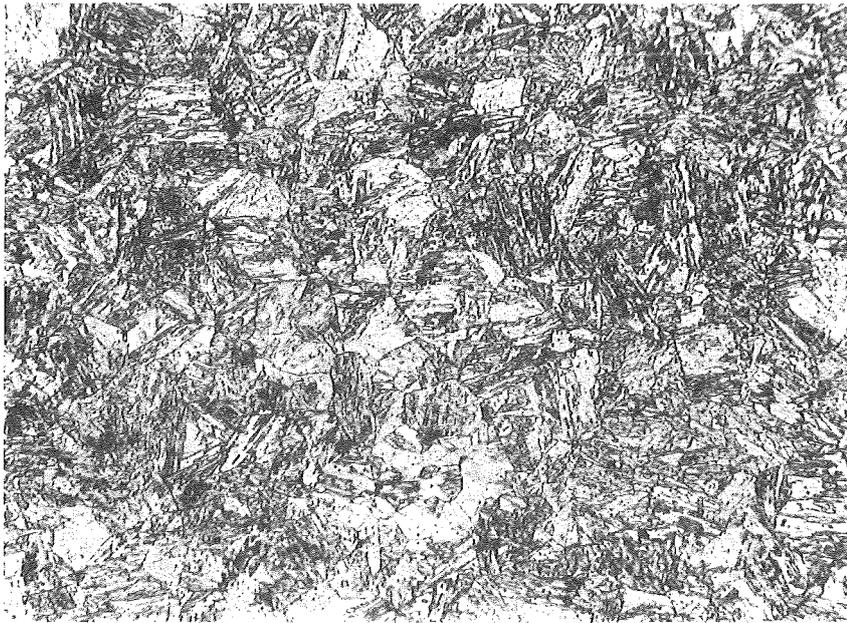
5.2 Metallographische Untersuchungen

Die Mikrostruktur des angelassenen Martensits wurde im Institut für Materialforschung (IMF) des Kernforschungszentrums Karlsruhe bereits systematisch abhängig von der Austenitisierungs- und Anlaßtemperatur analysiert /67/. Die Ausscheidungen der Proben wurden mit Extraktionsreplikas über Beugungsaufnahmen und EDX-Analysen untersucht. Zusätzlich wurde an chemischen Rückstandsanalysen die prozentualen Gewichtsanteile der Karbide bestimmt und röntgenographisch und energiedispersiv analysiert. Folgende Grössen wurden bestimmt: Austenitkorngröße, Lattenbreite, Ausscheidungen (Typen, Orientierung und Menge) sowie die chemische Zusammensetzung und Menge der Rückstände. Die chemische Zusammensetzung der Ausscheidungen können Tabelle 5.3 /92/ für die Anlaßzustände $T_A=600^\circ\text{C}/2\text{h}$ und $T_A=750^\circ\text{C}/2\text{h}$ entnommen werden.

Element	$T_A=600^\circ\text{C}/2\text{h}$	$T_A=750^\circ\text{C}/2\text{h}$
Al	0,8	0,5
Si	2,3	0,7
V	2,1	1,9
Cr	56,8	56,3
Fe	14,5	20,9
Ni	0,2	0,3
Zr	2,4	1,4
Nb	12,2	9,9
Mo	8,9	8,1
*	1,9	2,2

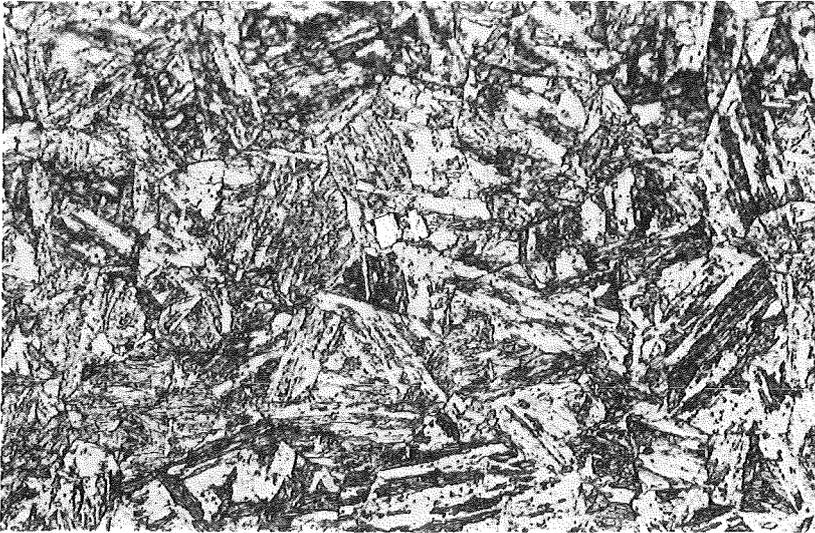
Tabelle 5.3 Chemische Zusammensetzung der Extraktionen in Gew.-% an dieser Legierung (* mittlere relative Anteil der Ausscheidungen in %)

Metallographische Aufnahmen zeigen nach dem Härten die typische Martensitlattenstruktur (Abb. 5.2). Mehrere Lattenbündel sind innerhalb eines ehemaligen Austenitkorns sichtbar. Diese Martensitlattenstruktur ist nach der Anlaßbehandlung bei 750°C nur noch teilweise vorhanden (Abb. 5.3). Nach der oben beschriebenen dreistufigen Wärmebehandlung mit der Anlaßtemperatur 750°C stellt sich eine mittlere Austenitkorngröße von 29,5µm und eine mittlere Martensitlattenbreite von 0,38µm ein. Die Mikrostruktur ist im wesentlichen gekennzeichnet durch eine ausgeprägte Karbidbelegung der ehemaligen Austenitkorn Grenzen und Martensitlattengrenzen. Bei diesen Karbiden handelt es sich um chromreiche $M_{23}C_6$ mit Anteilen an Eisen und Molybdän. Ferner befinden sich statistisch verteilte Primärausscheidungen vom Typ NbC und Zr(C,N) im Gefüge. In metallographischen Schliffen sind die größeren Zr(C,N)-Ausscheidungen bereits sichtbar (Abb. 5.3 Mitte) /93/.



←-----▶ 20 µm

Abb. 5.2 Metallographisches Schliffbild nach dem Härten



←----▶ 20 μm

Abb. 5.3 Metallographisches Schlibfbild nach dem Anlassen

5.3 Rasterelektronenmikroskopische (REM) Untersuchungen

Die Untersuchungen der Bruchflächen und der Probenaußenflächen zyklisch verformter Proben erfolgten in einem Rasterelektronenmikroskop (SEM 505 der Firma Philips) unter Ausnützung des Sekundärelektronenkontrasts. Die Beschleunigungsspannung betrug 30 kV. Dieses REM ist mit einem energiedispersiven Röntgenanalysesystem (EDX) der Firma EDAX /94/ ausgestattet.

Die Rißenstehung und der Rißverlauf wurde insbesondere an den Außenflächen der Proben aus unterbrochenen Ermüdungsexperimenten untersucht. Die Bruchflächen aller ermüdeten Proben wurde ebenfalls hinsichtlich des Bruchverlaufs und der Bruchart untersucht. Die Brüche wurden hierzu ca. 1mm unterhalb der Bruchfläche abgetrennt und vor der REM-Untersuchung in einem Ultraschallbad in Ethanol gereinigt. Die chemische Zusammensetzung der beobachteten Primärausscheidungen wurde quantitativ mit Hilfe des EDX-Systems analysiert. Die Breite von Schwingungstreifen wurde an den REM-Aufnahmen mit Hilfe einer Lupe vermessen.

5.4 Transmissionselektronenmikroskopische (TEM) Untersuchungen

Die Verteilung und Konzentration der Versetzungen wurde quantitativ in TEM-Untersuchungen am Ausgangszustand und an den wechselverformten Proben bestimmt. Durch Beugungsaufnahmen konnten Überstrukturen analysiert werden. Die Konstitution und die chemische Zusammensetzung der Ausscheidungen wurde sowohl in metallischen Folien als auch in Extraktionsreplikas untersucht.

Ein elektrolytisches Jet-Düsenverfahren diente zur Herstellung dünner Objektfolien für TEM Untersuchungen /95,96/. Scheiben der Dicke 800 μm wurden vor dem elektrolytischen Dünnen mit einer ölgekühlten Isomet-Niedertourensäge /97/ möglichst nahe zur Bruchfläche herausgesägt. Durch das Schneiden mit niedriger Geschwindigkeit (ca. 30 U./min.) ließen sich zusätzliche Verformungen vermeiden. Die Entnahme der Präparate erfolgte senkrecht und quer zur angelegten Last. Dadurch konnte die Mikrostruktur aus paralleler und senkrechter Sicht zur angelegten äußeren Spannung untersucht werden. Die herausgesägten Scheiben wurden von Hand mit Sandpapier der Körnung 180 - 800 auf einer Drehscheibe unter Wasserkühlung bis auf 200 μm vorgedünnt. Proben mit Durchmesser 2,3 mm und 3 mm wurden ausgestanzt und elektrolytisch gedünnt, so daß in der Mitte der Probe eine kleine Öffnung entstand. Der Rand dieser Öffnung hat einen V-förmigen Querschnitt mit einer maximal durchstrahlbaren Dicke von ca. 300 nm. Dieser Bereich ist im TEM bei 200 kV Beschleunigungsspannung durchstrahlbar und damit für mikrostrukturelle Untersuchungen geeignet.

Die Proben wurden in einem automatischen Gerät der Firma Struers (Tenupol 3) elektrolytisch gedünnt. Nach diesem Verfahren wird die Probe zwischen zwei Düsen angebracht, die sich unter dem Elektrolytniveau befinden. Von einem Pumpensystem strömt Elektrolyt durch die Düsen gegen die Probe. Ein elektrischer Gleichstromkreis wird so geschaltet, daß eine Kathode im Elektrolyt angebracht ist und die Probe als Anode angeschlossen wird. Bei anliegender Spannung wird Material von der Probe elektrolytisch abgetragen, so daß eine kleine Öffnung in der Mitte der Probe entsteht. Das durch diese Öffnung fallende Licht einer IR-Lampe wird von einem infraroten Detektorsystem wahrgenommen, das den Vorgang automatisch stoppt. Die Empfindlichkeit des Detektorsystems kann justiert werden, so daß die Größe der Öffnung steuerbar ist. Dies ist von besonderem Vorteil, da im vorliegenden Werkstoff große Primärausscheidungen vom Typ $\text{Zr}(\text{C},\text{N})$ die Präparation erschwerten. Oft fielen diese Ausscheidungen während des elektrolytischen Dünnens heraus, so daß eine Öffnung ohne durchstrahlbaren Rand entstand. Die Wahl einer entsprechend groben Empfindlichkeit führte zur Lösung dieser Problematik.

Für die elektrolytische Präparation wurde eigens ein neuer Elektrolyt entwickelt, der sich durch ungefährlichere Handhabung von den bisher üblichen perchlorsäurehaltigen Elektrolyten aus-

zeichnet. Es handelt sich um einen Elektrolyten, der zu 20% aus Schwefelsäure und zu 80% aus Methanol besteht. Die Betriebsparameter können Tabelle 5.4 entnommen werden.

Elektrolyt	20 % H ₂ SO ₄ 80 % Methanol
Spannung	15 - 17 V
Fotoempfindlichkeit	3
Strömungsgeschw.	5
Temperatur	15° C

Tabelle 5.4 Elektrolyt und Betriebsparameter zur Herstellung von TEM-Folien

Da die Materialien stark ferromagnetisch sind, war eine Minimalisierung der zu untersuchenden Massen notwendig, um den Einfluß der magnetischen Ablenkung im TEM zu verringern. Die durchstrahlbaren Bereiche wurden hierzu mit einer 1mm Stanze herausgetrennt.

Zur Analyse der Ausscheidungsverteilung wurden zusätzlich Extraktionsreplikas hergestellt. Das angewandte Verfahren ist in /98/ beschrieben. Zur Herstellung dieser Extraktionsreplikas wurden Schiffe des Werkstoffs zur Freilegung der Ausscheidungen in einer Pikrinsäurelösung (1g Pikrinsäure, 5 ml HCl, 100 ml Ethanol) 20s geätzt und anschließend in einer Kohle-Bedampfungseinrichtung (Firma Balzers) mit Kohle bedampft. Die Kohleschicht wird in einem Elektrolyten bestehend aus 10% HCl und 90% Methanol mit einer Spannung von ca. 7V abgelöst. Diese abgelösten Stücke der Kohleschicht werden mit Cu-Netzchen aufgefangen und in destilliertem Wasser durch Eintauchen gewaschen. Es empfiehlt sich dem destillierten Wasser einen Tropfen eines chemischen Reinigungsmittels beizugeben, um die Oberflächenspannung des Wassers herunterzusetzen. Ein Zerreißen der Kohleschichten beim Aufbringen auf die Wasseroberfläche wird dadurch vermieden. Die Kohleabdrücke der Schiffe des Werkstoffs enthalten im Idealfall alle Ausscheidungen, die an der Schliffoberfläche liegen. Ziel dieser Präparation ist es, die Ausscheidungen von der Matrix zu lösen, ohne ihr Lage zu verändern. Die in der Kohlefolie enthaltenen Ausscheidungen können ohne störende Matrixeinflüsse im TEM analysiert werden.

Die mikrostrukturellen Untersuchungen an Extraktionsreplikas und metallischen Objektfolien wurden in einem Transmissionselektronenmikroskop der Firma JEOL (JEM-2000 FX, 200 kV Beschleunigungsspannung) durchgeführt. Dieses Gerät ist mit einer energiedispersiven Röntgenanalyse (EDX) der Firma Tracor /99/ ausgestattet, die eine Charakterisierung der chemischen Zusammensetzung der Karbide ermöglicht. Energiedispersive Messungen sind mit einem Fehler

von ca. $\pm 10\%$ behaftet. Eine Goniometervorrichtung erlaubt ein Kippen der Proben um $\pm 25^\circ$. Neben den konventionellen Hellfeldabbildungen wurden Beugungsbildern aufgenommen. Mit Hilfe dieser Aufnahmen wurde die kristallographische Orientierung bestimmter Mikrostrukturen festgestellt.

Eine flächenmäßige Kontamination der Proben durch Kohlenwasserstoffdämpfe aus der Diffusionspumpe und dem Vakuum-Fett war nicht zu beobachten. Für die Messung der Probendicke metallischer Objektfolien ist es jedoch besonders vorteilhaft, Kontaminationsflecke zu benutzen. Der Elektronenstrahl wird auf wenige nm focussiert und jeweils ein Kontaminationsfleck auf den gegenüberliegenden Präparataußenflächen eingebrannt /100/. Durch das Kippen der Probe um einen definierten Winkel verschieben sich diese beiden Flecke (Abb. 5.4). Aus der entstehenden Verschiebung kann die Probendicke bestimmt werden. Die Probendicke t ergibt sich aus dem Kippwinkel φ und der Verschiebung der Kontaminationsflecke a zu:

$$(5.1) \quad t = \frac{a}{\sin \varphi}$$

Das Verfahren wurde an interessanten Bereichen jeweils an 3 Stellen angewandt. Die Dicke kann durch dieses Verfahren mit einer Genauigkeit von $\pm 30\text{nm}$ bestimmt werden /101/. Bei der Ermittlung der Probendicke wurde darauf geachtet, daß innerhalb der interessierenden Bereiche keine Extinktionskonturen aufgrund veränderter Probendicke auftreten. In diesem Fall kann innerhalb der Extinktionslänge von einer konstanten Probendicke ausgegangen werden. Die Kenntnis dieser Dicke ist zur Ermittlung der Versetzungsdichte erforderlich.

Die Versetzungsdichte wurde mit einem Linienschnittverfahren an elektronenmikroskopischen Aufnahmen durch Auszählen der Schnittpunkte von Versetzungen mit einem Meßnetz ermittelt /101/. Sie ergibt sich aus der Probendicke t , der Vergrößerung V , der Anzahl der Schnittstellen N und der Gesamtlänge der Meßlinien l zu:

$$(5.2) \quad \rho = \frac{2 N V}{l t}$$

Die Versetzungsdichte wurde nach diesem Verfahren im Ausgangsmaterial und in allen ermüdeten Proben bestimmt.

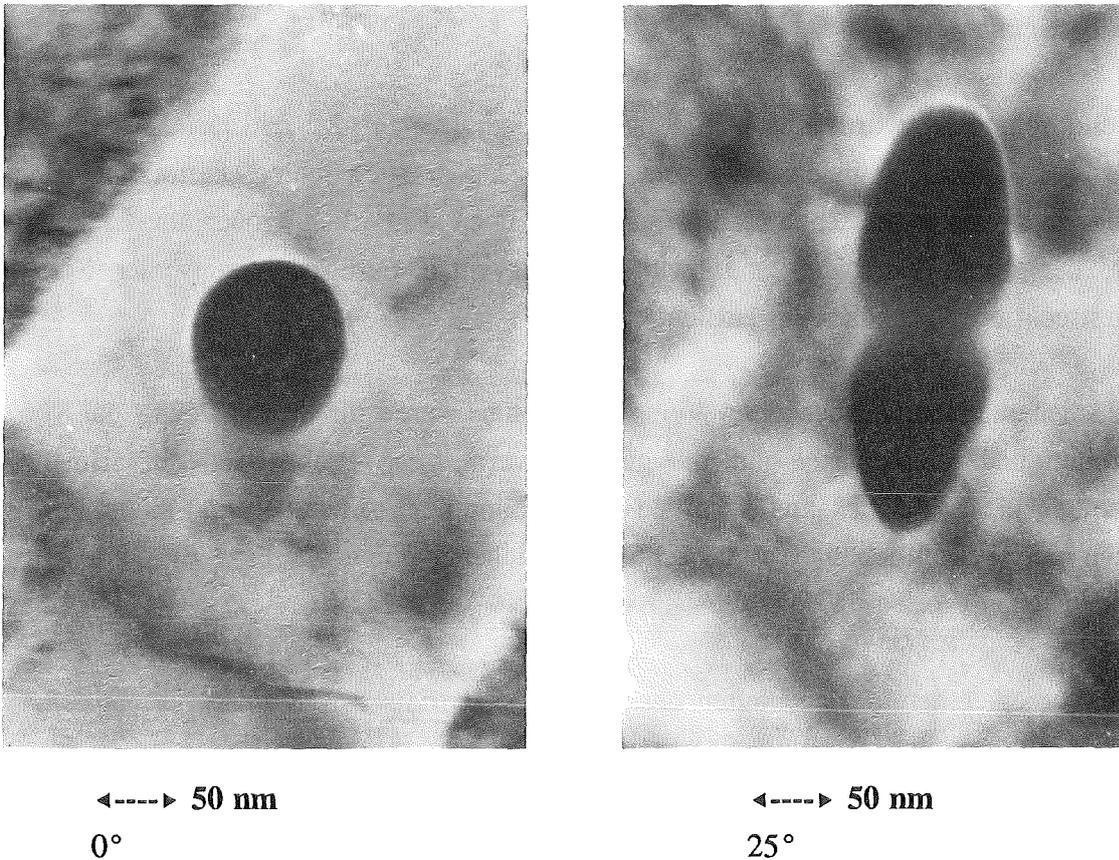


Abb. 5.4 TEM-Aufnahmen eines Kontaminationsflecks bei 0° und 25° Kippwinkel

5.5 Auswertung elektronenmikroskopischer Bilder

Die Auswertung elektronenmikroskopischer Bilder wurde an einem automatischen Bildverarbeitungssystem der Firma Soft-Imaging Software GmbH /102/ durchgeführt. Dieses Bildverarbeitungs- und Analysesystem besteht aus einer Kombination von Hard- und Software, die eine vielfältige Anwendungsmöglichkeit bietet. Eine Videokamera ermöglicht das Aufnehmen und Einlesen von Bildern in einen Bildspeicher. Ein Softwarepaket steuert die Bilderfassung und gestattet die Verarbeitung und Analyse. Die digitalisierten Bilder und die erhaltenen Daten können archiviert werden.

Zur Bestimmung der Versetzungszellgröße bzw. Subkorngröße wurden je Probe zwischen 30 und 50 TEM-Aufnahmen ausgewertet. Je nach Zellgröße wurden somit zwischen 100 und 300 Versetzungszellen bzw. Subkörner je Probe vermessen. Die Fläche jeder einzelnen Zelle wurde von Hand mit Hilfe eines Cursors umfahren und registriert. Ein Statistikprogramm berechnete die mittlere Zellfläche. Es wurden große statistische Schwankungen der Zellgröße in den einzelnen

Proben festgestellt. Die Zellfläche konnte mit diesem Verfahren mit einer Genauigkeit von ca. $\pm 70\%$ bestimmt werden.

Der Zelldurchmesser wurde durch Bildung der Quadratwurzel der Zellfläche berechnet. Da die Versetzungszellen nicht gleichachsig sind, ist dieses Vorgehen fehlerbehaftet. Die statistischen Schwankungen der gemessenen Zellflächen sind jedoch wesentlich größer als der systematische Fehler, der durch einfache Quadratwurzelbildung ohne Berücksichtigung der Zellenstruktur (langgestreckt oder gleichachsig) entsteht.

Der Flächenanteil der beobachteten Versetzungszellen wurde durch den Bezug der von Versetzungszellen bedeckten Fläche auf die gesamte vermessene Probenfläche berechnet. Bei der Bestimmung dieser Flächenanteile wurden Randgebiete der Aufnahmen und nichtdurchstrahlbare Bereiche nicht berücksichtigt. Die tatsächlichen Flächenanteile dürften ca. 10% - 20% größer als die angegebenen Werte sein.

Der Durchmesser der Martensitlatten des Ausgangsmaterials wurde an mehreren Latten gemessen. Er konnte mit einer Genauigkeit von ca. $\pm 10\%$ bestimmt werden.

Die mittlere Größe D (bzw. Radius $r=D/2$) und der mittlere Abstand l der Ausscheidungen wurde an den Aufnahmen von Extraktionsreplikas mit Hilfe des Bildanalyseystems ermittelt. Der Volumenanteil der nahezu kubischen Ausscheidungen wurde wie folgt berechnet:

$$(5.3) \quad V = \frac{D^3}{l^3}$$

6. Ergebnisse mitteldehnungsfreier Wechselverformung

6.1 Einfluß der Dehnung und der Temperatur auf das mechanische Verformungsverhalten

Zyklische Verformungsexperimente sind bei verschiedenen Versuchstemperaturen (20°C, 250°C, 350°C, 450°C, 550°C, 650°C) und Dehnungsamplituden (0,25%, 0,3%, 0,5%, 0,75%) totaldehnungskontrolliert durchgeführt worden (s. Tabelle 5.2a). Die Standarddehnrate betrug dabei $\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

In Abb. 6.1 bis 6.3 sind die zyklischen Verformungskurven für ausgewählte Temperaturen und Totaldehnungsamplituden zusammengestellt /103/. Es sind jeweils die gemessenen Spannungsamplituden σ_a der einzelnen Zyklen über der Lastspielzahl aufgetragen. Die Verformungskurven zeigen bei $T=250^\circ\text{C}$ (Abb. 6.1) für $\epsilon_{at} \geq 0,5\%$ mit Ausnahme kleiner Lastspielzahlen eine ausgeprägte zyklische Entfestigung aufgrund abnehmender Spannungsamplituden. Bei der Dehnungsamplitude 0,3% ist diese Entfestigung weniger deutlich. Bei der kleinsten Dehnungsamplitude 0,25% wurde keine Entfestigung gemessen. Bei 450°C (Abb. 6.2) ist eine nennenswerte Entfestigung ebenfalls nur für $\epsilon_{at} \geq 0,5\%$ festzustellen. Erst bei Temperaturen $T \geq 550^\circ\text{C}$ (Abb. 6.3) tritt auch bei den kleineren totalen Dehnungsamplituden eine meßbare Entfestigung auf. Nur bei einigen Experimenten ($T \leq 450^\circ\text{C}$) ist während den ersten Zyklen ein geringfügiger Anstieg der Spannungsamplitude festzustellen.

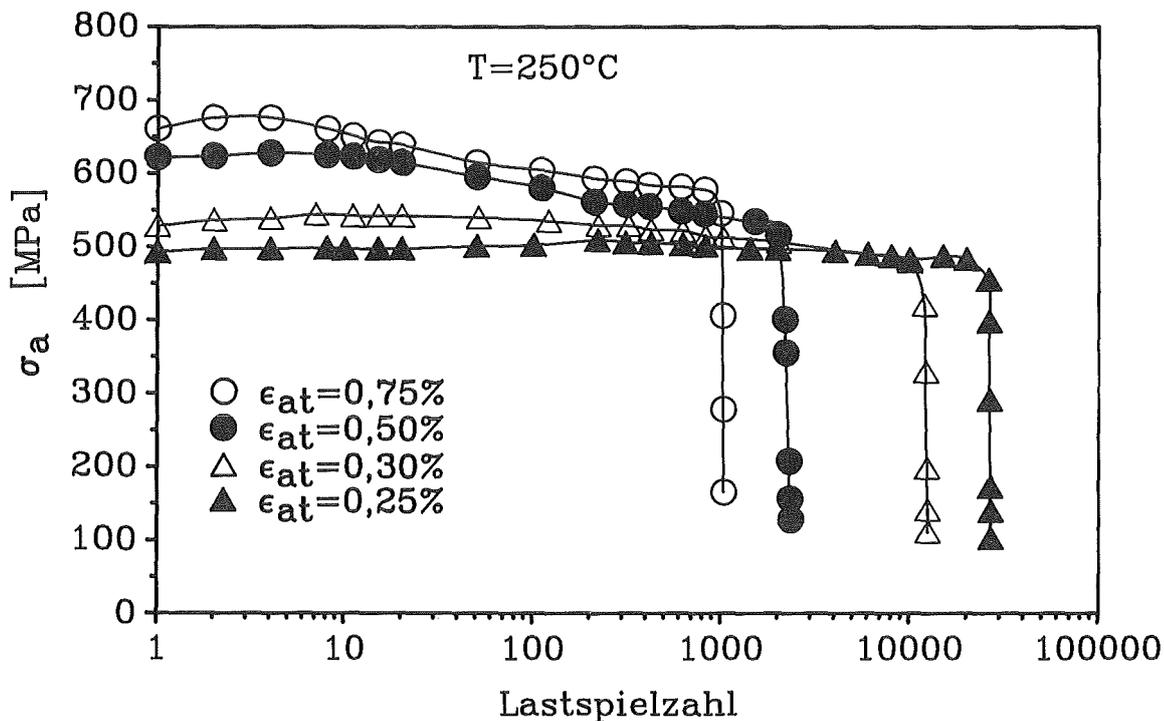
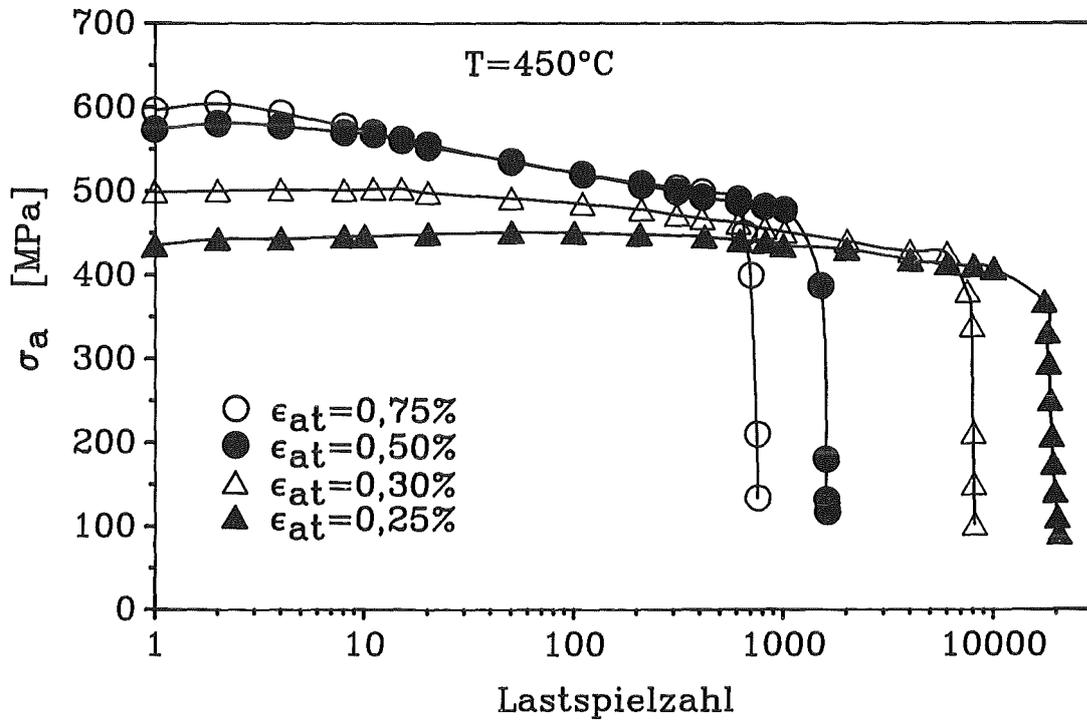
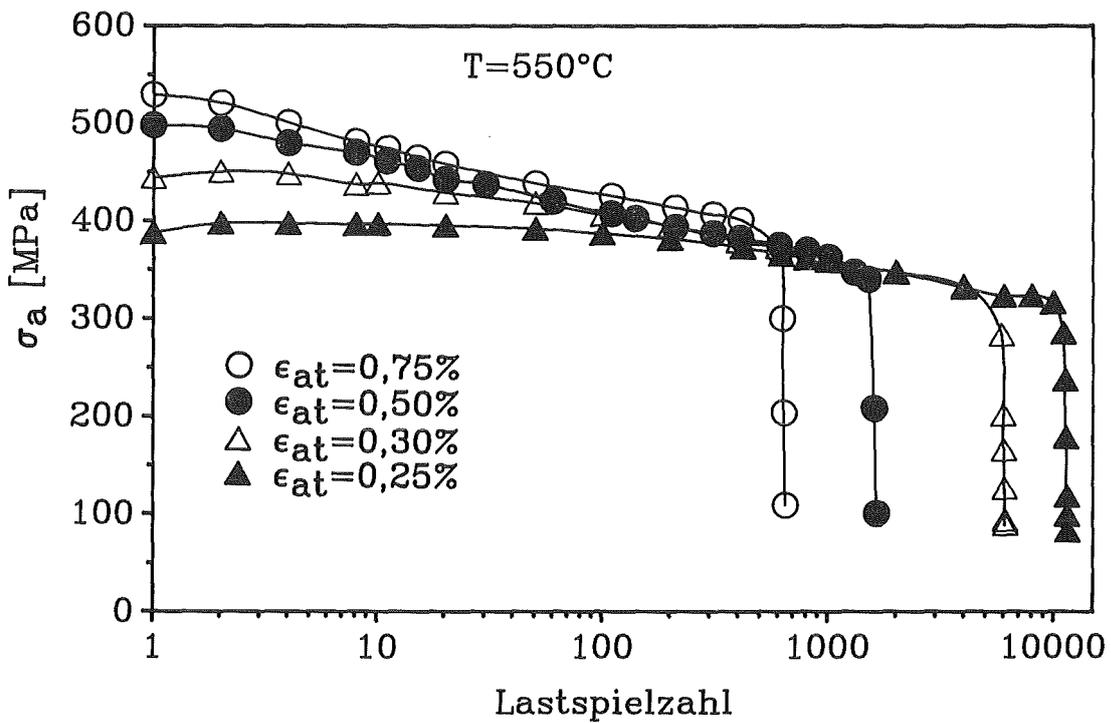


Abb. 6.1 Zyklische Verformungskurven bei $T=250^\circ\text{C}$

Abb. 6.2 Zyklische Verformungskurven bei $T=450^{\circ}\text{C}$ Abb. 6.3 Zyklische Verformungskurven bei $T=550^{\circ}\text{C}$

Die Bruchlastspielzahlen nehmen mit ansteigender Totaldehnungsamplitude ab. Dies ist in den in Abb. 6.4 dargestellten Dehnungs-Woehlerkurven wiedergegeben. Dabei ist ersichtlich, daß bei gleicher Beanspruchung, also konstanter Totaldehnungsamplitude, die Bruchlastspielzahl in der Regel mit wachsender Temperatur kleiner wird.

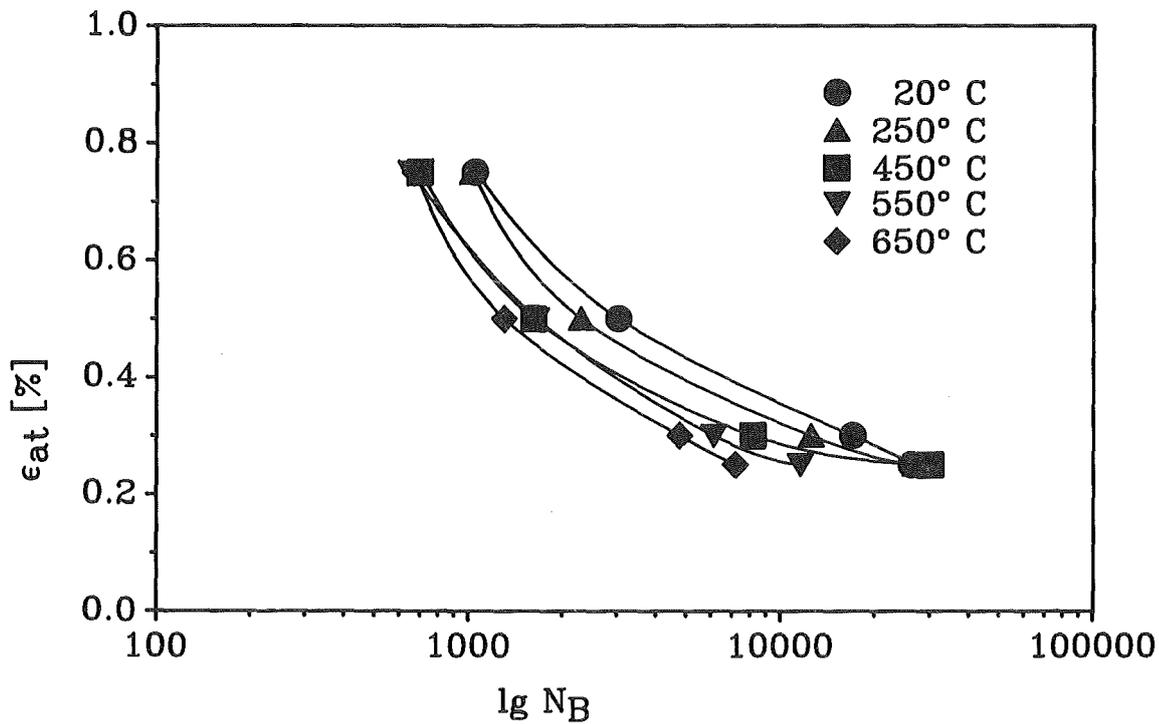


Abb. 6.4 Totaldehnungs-Woehlerkurven für verschiedene Temperaturen

Trägt man dagegen die plastischen Dehnungsamplituden über der Bruchlastspielzahl auf, so ergibt sich der in Abb. 6.5 dargestellte Zusammenhang. Alle Daten lassen sich unabhängig von der Versuchstemperatur durch eine gemeinsame Kurve beschreiben. Die Abnahme der Bruchlastspielzahlen bei konstanter totaler Dehnungsamplitude wird durch die prinzipiell mit der Temperatur steigenden plastischen Dehnungsamplituden verursacht. Eine Ausnahme bildet der Temperaturbereich von 250°C bis 450°C in dem dynamische Reckalterungseffekte die plastischen Dehnungsamplituden reduzieren. Dies wird in der nachfolgenden Abb. 6.6 besonders deutlich.

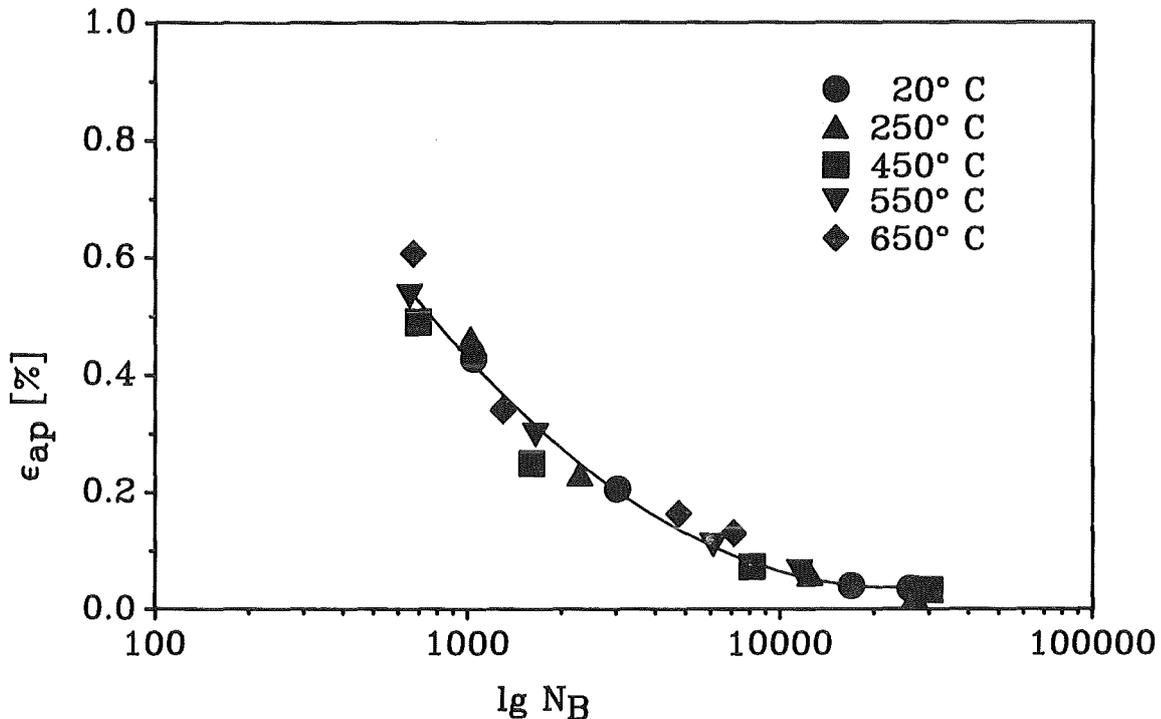


Abb. 6.5 Plastische Dehnungs-Woehlerkurve für verschiedene Temperaturen

Abb. 6.6 zeigt die plastischen Dehnungsamplituden als Funktion der logarithmischen Lastspielzahl für $\epsilon_{at}=0,25\%$ in Abhängigkeit von der Verformungstemperatur. Für alle Temperaturen sind die plastischen Dehnungsamplituden während der gesamten Lebensdauer kleiner als 0,2%, d. h. die Belastungen liegen unterhalb der zügigen 0,2-Dehngrenze. Für $T \leq 450^\circ\text{C}$ liegt ein nahezu elastisches Verformungsverhalten vor. Die plastischen Dehnungsamplituden sind kleiner als 0,05%. Auffallend ist, daß die plastische Dehnungskurve bei 250°C unterhalb der bei Raumtemperatur und 350°C gemessenen Kurven liegt. Dieser Effekt kann durch Reckalterungseinflüsse verursacht werden. Bei höheren Versuchstemperaturen ($T \geq 550^\circ\text{C}$) treten größere plastische Dehnungsamplituden als 0,05% auf. Die Proben zeigen während der Verformung eine zyklische Entfestigung durch einen Anstieg der plastischen Dehnungsamplituden. Wie die in Kapitel 11 beschriebenen Untersuchungen zur Rißbildung zeigen, ist der starke Anstieg der plastischen Dehnungsamplituden gegen Ende des Experimentes auf eine instabile Ermüdungsrißausbreitung zurückzuführen.

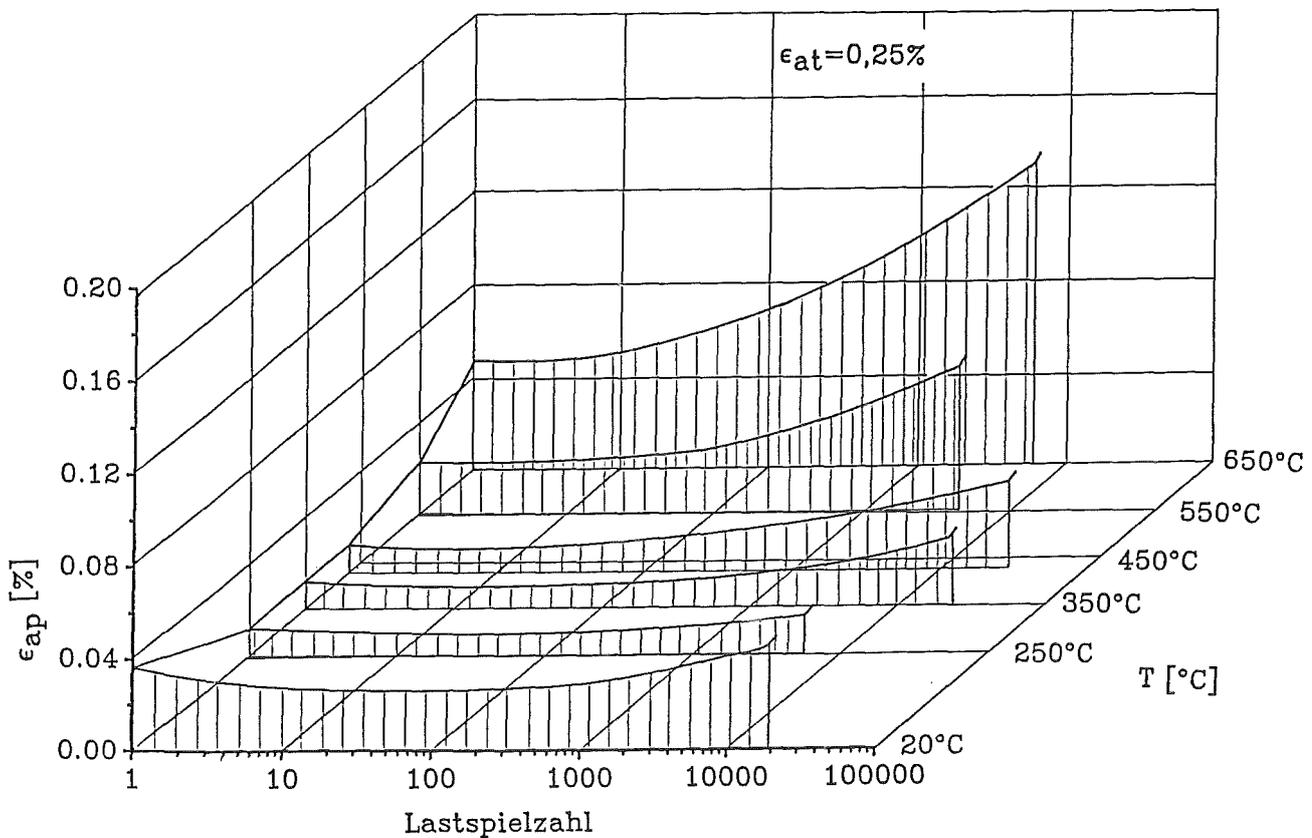


Abb. 6.6 Plastische Dehnungsamplituden als Funktion der logarithmischen Lastspielzahl für $\epsilon_{at}=0,25\%$ in Abhängigkeit von der Verformungstemperatur.

Abb. 6.7 ist die Abhängigkeit der plastischen Dehnungsamplitude ϵ_{ap} von der Versuchstemperatur bei der Spannung σ_{am} sowie der Spannung σ_{as} für $\epsilon_{at}=0,25\%$ zu entnehmen. σ_{am} ist die größte gemessene Spannungsamplitude der zyklischen Verformungskurven. σ_{as} ist die bei 50% N_B gemessene Spannungsamplitude, die als Sättigungsspannungsamplitude definiert wird. Das nahezu elastische Verhalten für $T \leq 450^\circ\text{C}$ wird in dieser Auftragung ebenfalls sichtbar. Die gemessenen Dehnungsamplituden bei den Sättigungsspannungsamplituden σ_{as} sind für $T \leq 450^\circ\text{C}$ kleiner als 0,05%. Die zyklische Verformung erfolgt daher mit einer nahezu elastischen Belastung.

Die Abnahme der plastischen Dehnungsamplituden bei σ_{as} im Temperaturbereich von 250°C bis 300°C ist ein mögliches Anzeichen von Reckalterungseffekten. Die plastische Dehnungsamplitude bei σ_{am} zeigt im selben Temperaturbereich ebenfalls ein schwaches Minimum, das aufgrund des Maßstabs jedoch nicht so deutlich zu sehen ist.

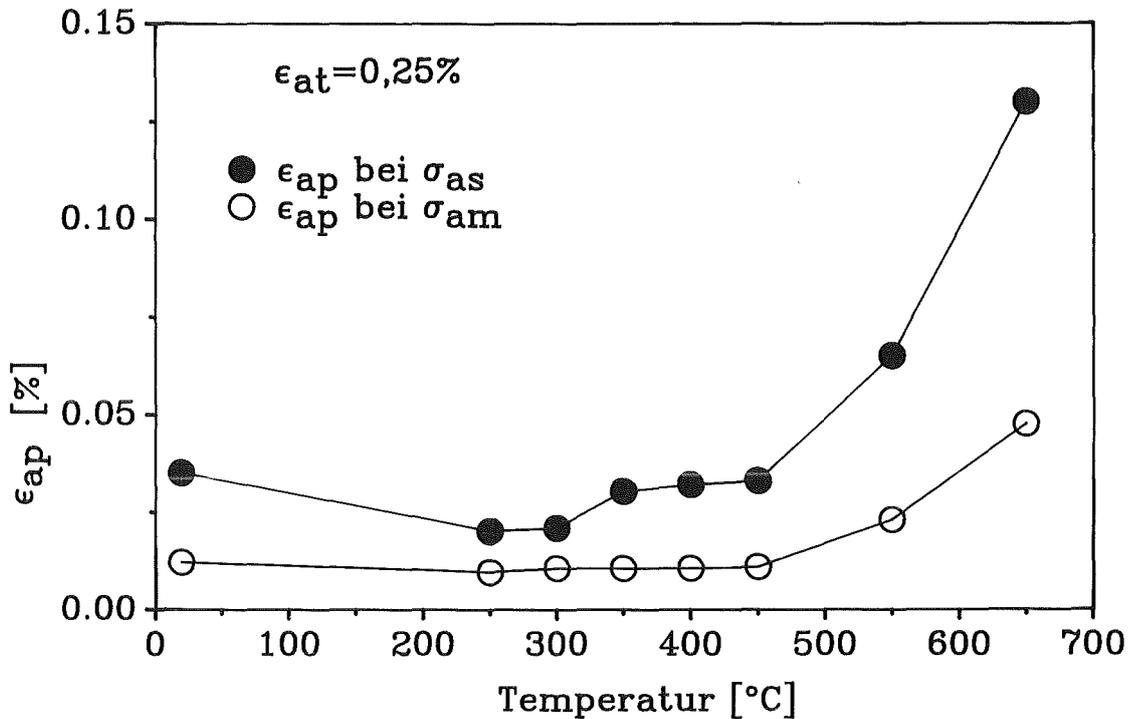


Abb. 6.7 Abhängigkeit der plastischen Dehnungsamplitude von der Versuchstemperatur bei der Maximalspannungsamplitude σ_{am} sowie der Sättigungsspannungsamplitude σ_{as} für $\epsilon_{at} = 0,25\%$

Für $\epsilon_{at} = 0,75\%$ ist der Verlauf der plastischen Dehnungsamplituden als Funktion der logarithmischen Lastspielzahl in Abhängigkeit von der Versuchstemperatur in Abb. 6.8 aufgetragen. Es treten plastische Dehnungsamplituden $> 0,2\%$ auf, d. h. die Proben werden bereits beim 1. Zyklus mit Belastungen oberhalb der zügigen 0,2-Dehngrenze verformt. Das Verformungsverhalten ist gekennzeichnet durch die typische Entfestigung, sichtbar im Anstieg der plastischen Dehnungsamplituden. Nur bei $T = 350^\circ\text{C}$ ist eine anfängliche geringe Verfestigung zu beobachten.

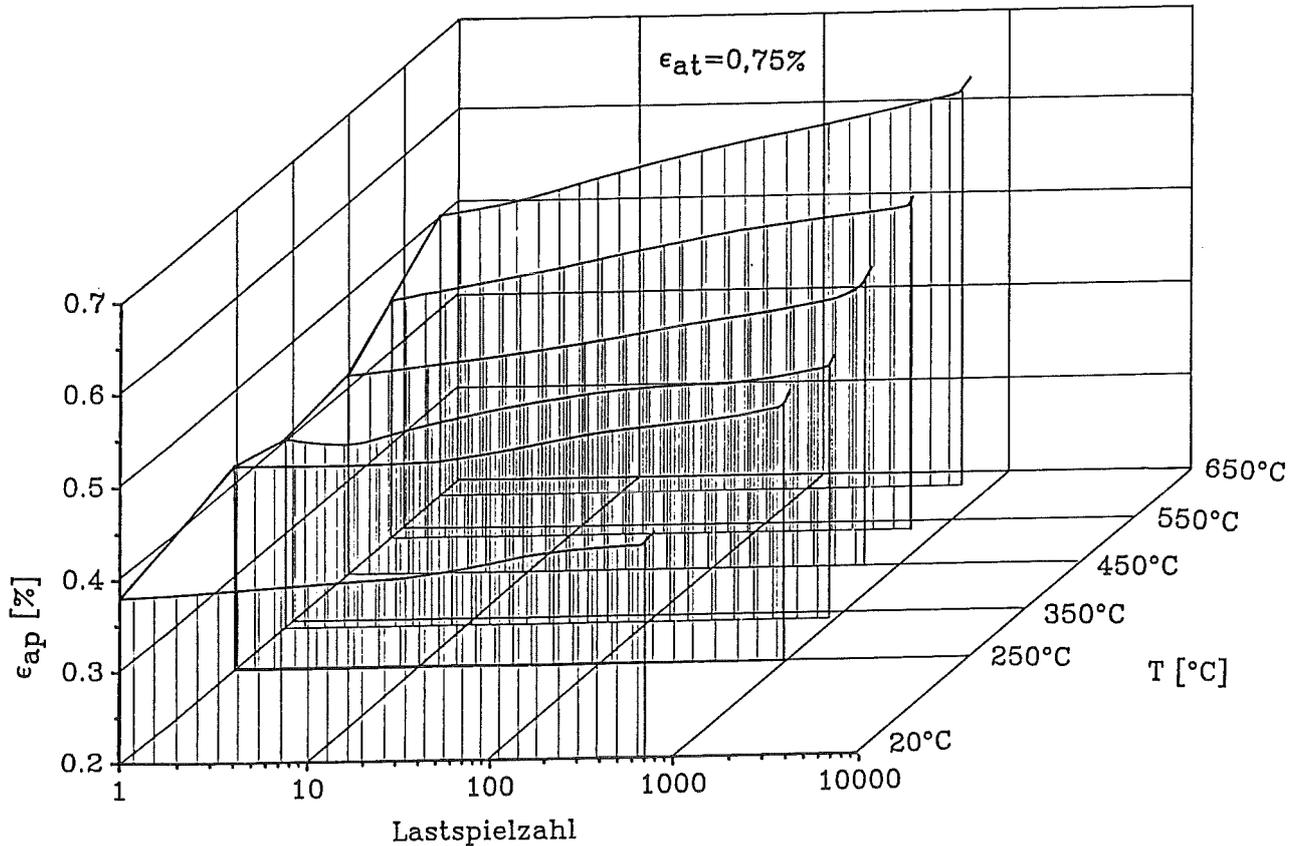


Abb. 6.8 Verlauf der plastischen Dehnungsamplituden als Funktion der logarithmischen Lastspielzahl in Abhängigkeit von der Versuchstemperatur für $\epsilon_{at} = 0,75\%$

Abb. 6.9 zeigt für $\epsilon_{at} = 0,75\%$ den Verlauf der plastischen Dehnungsamplitude bei der Maximalspannungsamplitude σ_{am} und der Sättigungsspannungsamplitude σ_{as} in Abhängigkeit von der Temperatur. Hier tritt ein Minimum der plastischen Dehnungsamplitude bei $T = 350^\circ\text{C}$ auf. Dies ist eventuell auf mögliche Reckalterungseinflüsse zurückzuführen.

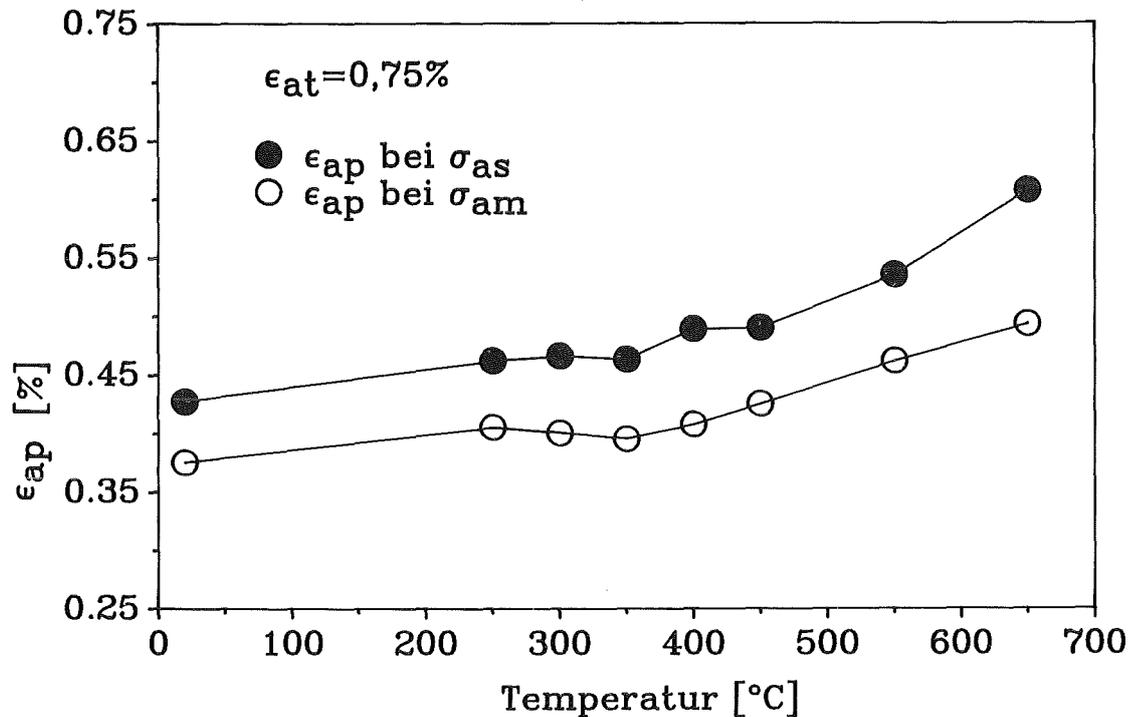


Abb. 6.9 Verlauf der plastischen Dehnungsamplitude bei der Maximalspannungsamplitude σ_{am} und der Sättigungsspannungsamplitude σ_{as} in Abhängigkeit von der Temperatur für $\epsilon_{at}=0,75\%$

Der Einfluß der Temperatur auf das zyklische Verformungsverhalten kann Abb. 6.10 entnommen werden. Diese Abbildung zeigt die bei unterschiedlichen Temperaturen gemessenen Verformungskurven für Belastungen mit der Totaldehnungsamplitude 0,75%. Die Spannungsamplituden werden dabei mit wachsender Temperatur kleiner aufgrund größerer plastischer Anteile an der vorgegebenen Totalverformung. Mit ansteigender Temperatur ergeben sich kleinere Bruchlastspielzahlen. Dies korreliert mit den mit der Temperatur ansteigenden plastischen Anteilen an der totalen Dehnungsamplituden. Dieser Zusammenhang geht auch aus den plastischen Dehnungs-Wehlerkurven (Abb. 6.5) hervor.

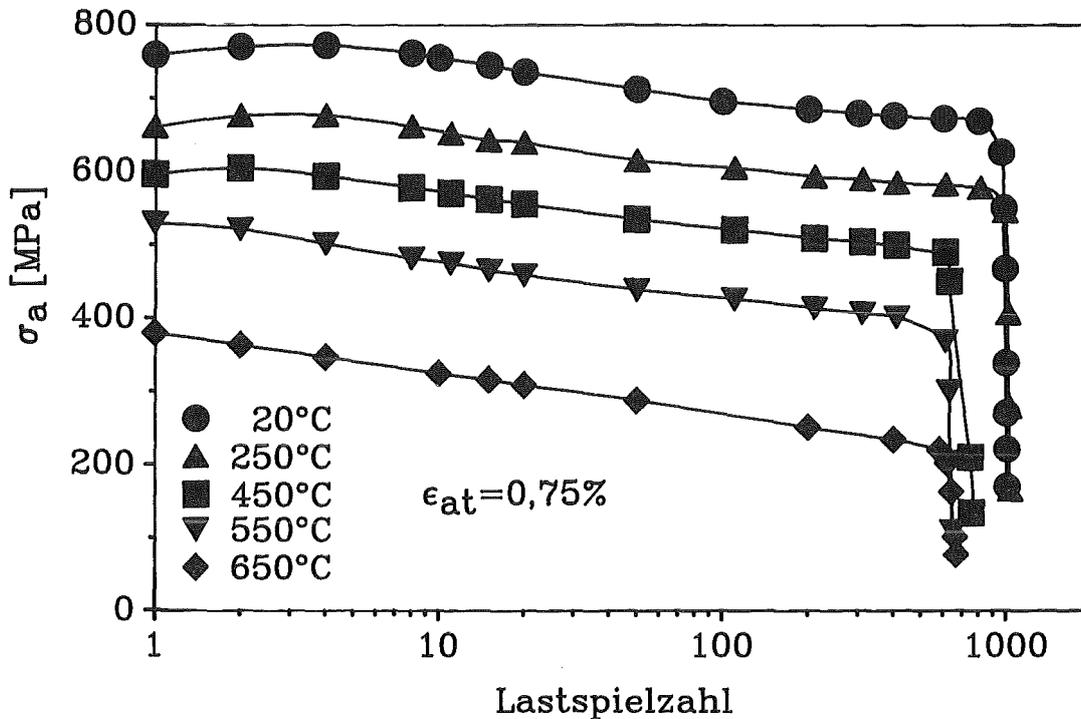


Abb. 6.10 Einfluß der Temperatur auf das zyklische Verformungsverhalten

Aus den gemessenen Hysteresekurven wurden, wie in Kapitel 2 beschrieben, zyklische Spannungs-Dehnungskurven (ZSD) gewonnen. Da die Spannungsamplituden nicht wie bei austenitischen Stählen einen Sättigungswert erreichen, ist es notwendig willkürlich eine Lastspielzahl festzulegen, bei der die Spannungs- und Dehnungsamplituden entnommen werden. In der Literatur werden dazu häufig die Spannungsamplituden bei 50% der Bruchlastspielzahl N_B verwendet. Es ist auch naheliegend die Spannungsamplitude vor dem Steilabfall der Wechselverformungskurve, also vor dem Beginn einer stabilen Rißausbreitung, zu verwenden. Ein Vergleich dieser beiden Werte zeigt beim Werkstoff MANET 1 nur geringfügige Unterschiede. Zur Ermittlung der ZSD-Kurven wurden daher die Spannungs- und Dehnungsamplituden bei 50% N_B aus den Hysteresen gewonnen. Die Abb. 6.11 zeigt einen Vergleich der zyklischen und zügigen Spannungs-Dehnungskurven für die Untersuchungstemperaturen 250°C und 550°C. Die zyklischen Kurven liegen unterhalb der zügigen und weisen somit auf die zyklische Entfestigung hin. Aus den ZSD-Kurven können ferner temperaturabhängige zyklische Streckgrenzwerte bestimmt werden. Die zyklischen Spannungs-Dehnungskurven werden dazu bis zur plastischen Dehnung Null extrapoliert und die extrapolierte Spannungsamplituden als zyklische Streckgrenze definiert. In Tabelle 6.1 sind die zyklischen Streckgrenzwerte für die verschiedenen Temperaturen aufgelistet. Für

Beanspruchungen, die nur wenig über diesen zyklischen Streckgrenzen liegen, treten nur geringe Veränderungen der Spannungsamplitude während der gesamten Lebensdauer auf. Dies ist für die totale Dehnungsamplitude $\epsilon_{at}=0,25\%$ und Temperaturen $T \leq 450^\circ\text{C}$ der Fall. Für größere totale Dehnungsamplituden oder höhere Temperaturen werden Belastungen auferlegt, die oberhalb der zyklischen Streckgrenzen liegen. Das Verformungsverhalten ist entsprechend durch eine zyklische Entfestigung gekennzeichnet.

T [$^\circ\text{C}$]	20	250	450	550	650
R _{Zykl.} [MPa]	520	470	400	320	200
R _{Züg.} [MPa]	650	570	530	420	235

Tabelle 6.1 Zyklische und zügige Streckgrenzen

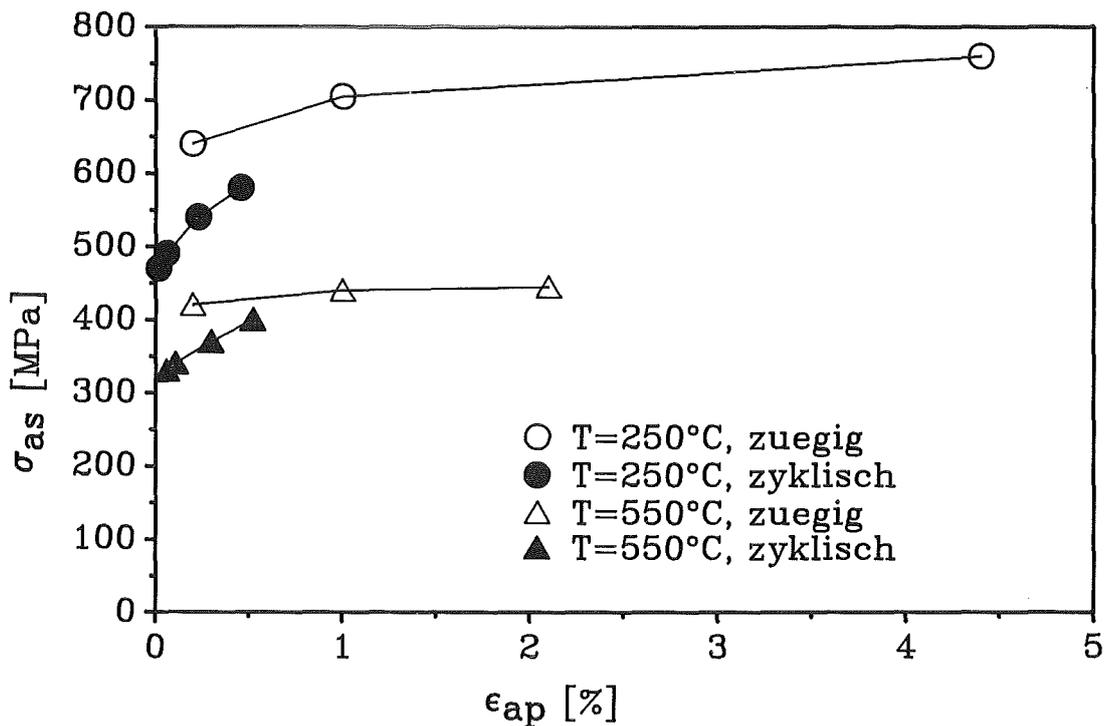


Abb. 6.11 Vergleich der zyklischen und zügigen Spannungs-Dehnungskurven für die Untersuchungstemperaturen 250°C und 550°C

Das Verhalten des untersuchten Werkstoffs ist bei zyklischer Verformung im gesamten Temperatur- und Dehnungsbereich durch Entfestigungsvorgänge gekennzeichnet. Bei Verformungen mit plastischen Dehnungsbereichen $< 0,05\%$ ist diese Entfestigung weniger deutlich ausgeprägt.

6.2 Mikrostrukturelle Untersuchungen

In diesem Kapitel wird zunächst in Abschnitt a) über die Untersuchungen der Mikrostruktur gebrochener Proben berichtet. Im anschließenden Abschnitt b) werden die mikrostrukturellen Veränderungen während eines Ermüdungsexperimentes analysiert.

a) Einfluß von ϵ_{at} , σ_a und T auf die Mikrostruktur gebrochener Proben

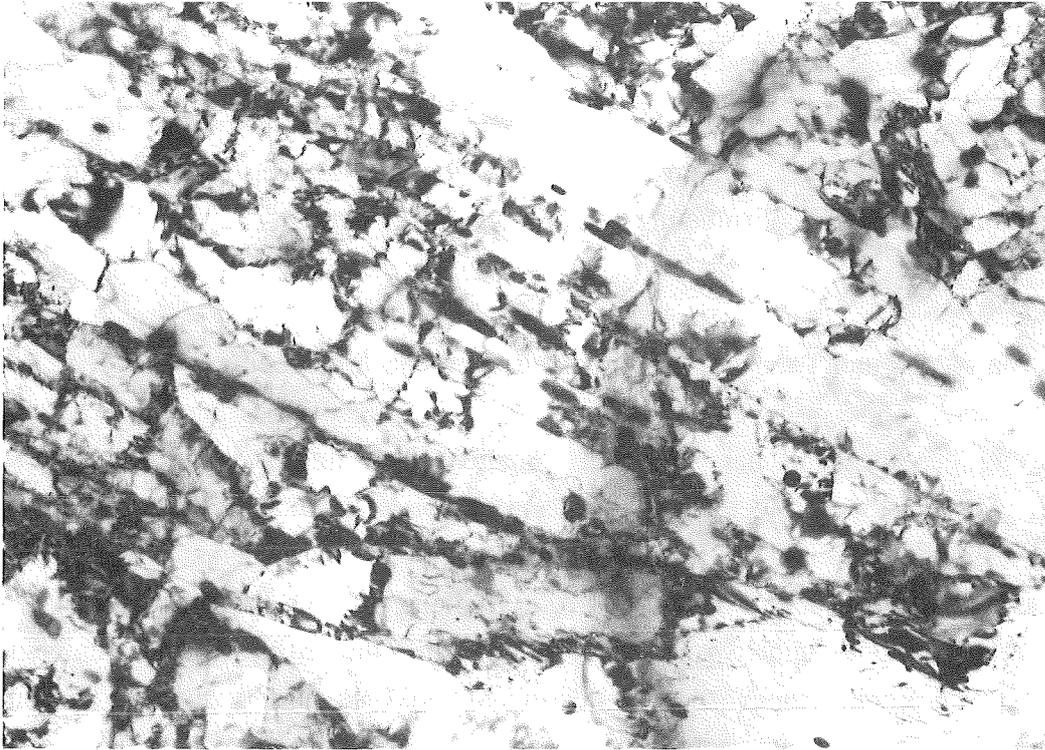
Zur Erklärung des mechanischen Werkstoffverhaltens sind mikrostrukturelle Untersuchungen notwendig. Dabei ist von allgemeinem Interesse, welchen Einfluß die Martensitlattenstruktur sowie die Ausscheidungs- und Versetzungsstrukturen auf die Verformungsmechanismen und die Ermüdungsschädigung ausüben. Weiter wird die Wirkung äußerer Einflußgrößen wie Temperatur, Dehnungsamplitude und Spannungsamplitude auf die Mikrostruktur untersucht. Die mikrostrukturellen Veränderungen des Werkstoffs MANET 1 wurden zunächst an den bis zum Bruch verformten Proben untersucht. Die Verformungsexperimente wurden bei verschiedenen Temperaturen (20°C bis 650°C) isotherm gefahren (s. Tabelle 5.2a). Die auferlegten Totaldehnungsamplituden betragen 0,25%, 0,3%, 0,5% und 0,75%. Den Totaldehnungsamplituden entsprechen abhängig von der Temperatur plastische Dehnungsamplituden von 0,012% bis 0,61%.

Die Versetzungskonfiguration des Ausgangsmaterials und der wechselverformten Proben wurde quantitativ in TEM-Untersuchungen an metallischen Objektfolien bestimmt. Die Konfiguration und die chemische Zusammensetzung der Ausscheidungen wurden sowohl in den metallischen Folien als auch in Extraktionsreplikas untersucht.

Die martensitische Phase entsteht durch Schervorgänge, verbunden mit Volumenaufweitung und Rotation, aus der austenitischen Phase. In Stählen mit Kohlenstoffgehalten $< 0,4\%$ entsteht bei dieser Transformation eine Martensitlattenstruktur (siehe metallographische Untersuchungen in Kapitel 4). Die Latten sind in Lattenbündeln angeordnet. Mehrere Lattenbündel liegen mit unterschiedlicher Orientierung in einem ehemaligen Austenitkorn. Die Lattengrenzen bestehen aus Großwinkelkorngrenzen. Es existiert ein spezifischer Orientierungszusammenhang zwischen der Martensit- und der Austenitphase. Dabei sind die dichtest gepackten Ebenen und Richtungen in beiden Gittern parallel. Dieser Zusammenhang wird in der Kurdjumov-Sachs Beziehung erfaßt /104/. Sie lautet in einer möglichen Variante:

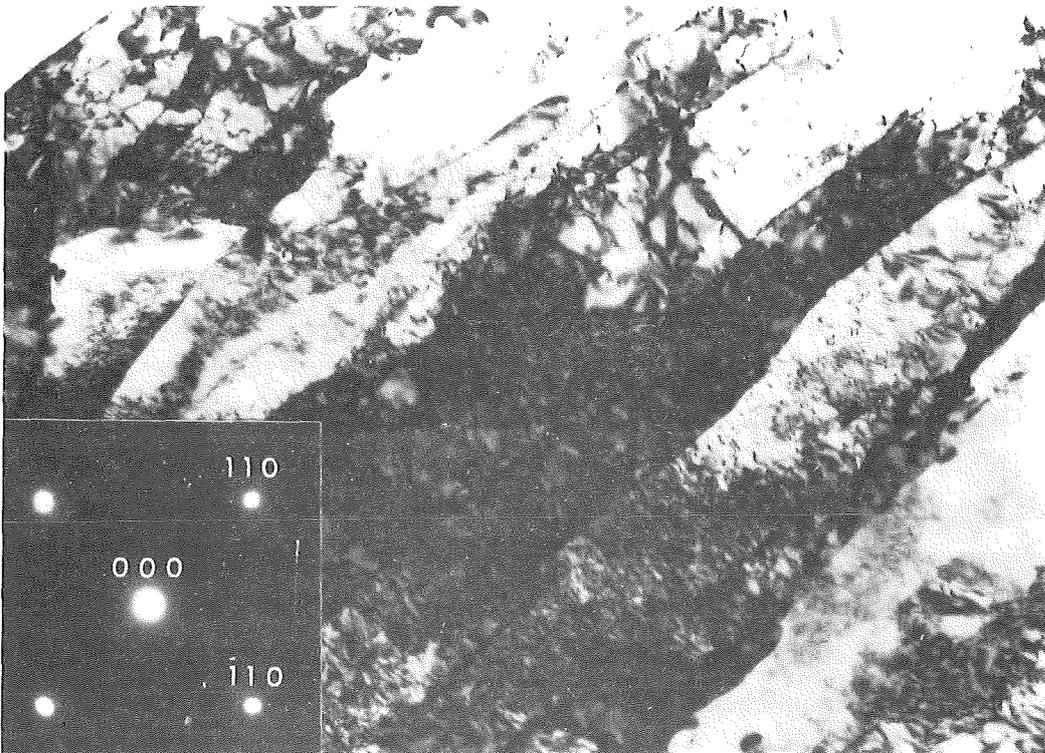
$$(111)_\gamma // (011)_\alpha, \quad [\bar{1}0\bar{1}]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$$

Als Konsequenz gilt, daß Martensitkristalle keine Austenitgrenzen überqueren.



←-----▶ 500 nm

Abb. 6.12 Übersichtsaufnahme der Mikrostruktur des Ausgangsmaterials ($T_A = 750^\circ\text{C}$)



←----▶ 200 nm

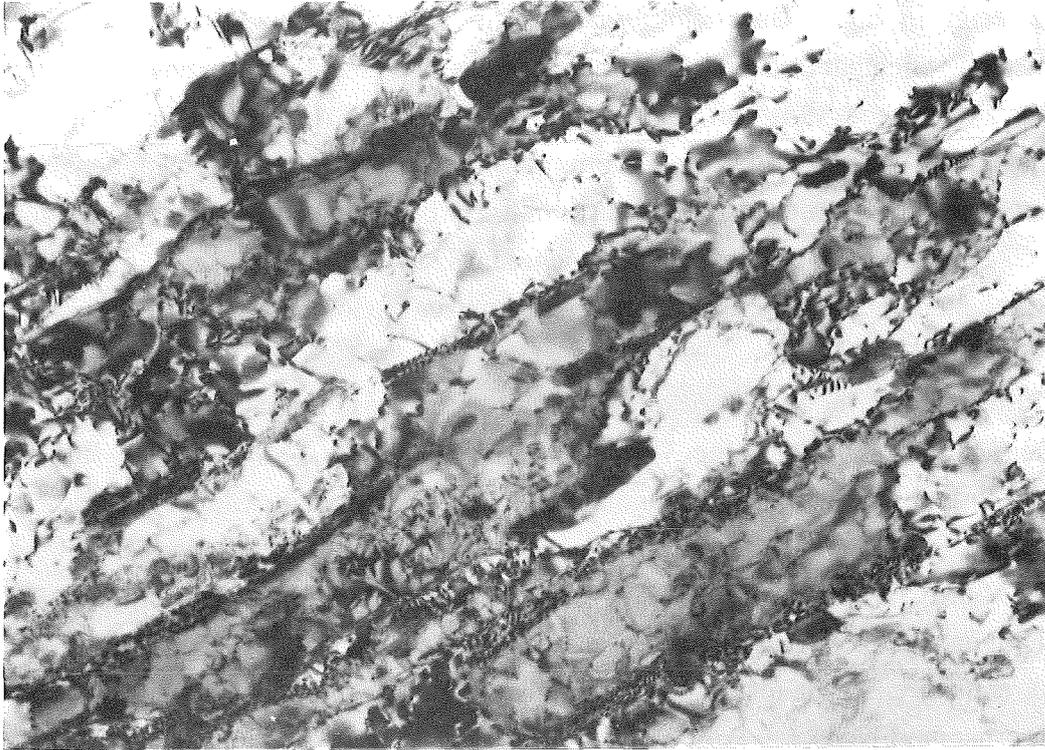
Abb. 6.13 In diesem Fall entspricht die Spur der (110)-Ebenen dem Verlauf der Lattengrenzen, (Einstrahlrichtung in [001]-Richtung)

Abb. 6.12 zeigt in einer Übersichtsaufnahme die Mikrostruktur des Ausgangsmaterials im Referenzzustand. Sichtbar ist ein Lattenbündel, das aus mehreren parallelen Martensitlatten besteht. Der angelassene Martensit zeigt eine perlschnurartige Aufreihung von $M_{23}C_6$ -Karbiden auf den ehemaligen Latten- und Austenitkorngrenzen. Der mittlere Martensitlattenabstand wurde durch Ausmessen verschiedener Latten bestimmt. Er beträgt $0,38\mu\text{m}$ bei der Anlaßtemperatur $T_A=750^\circ\text{C}$. Dieser Abstand ist größer als nach dem Härten bzw. nach $T_A=600^\circ\text{C}$, da sich bei der hohen Anlaßtemperatur bereits Martensitlattengrenzen auflösen.

Beugungsaufnahmen ermöglichen die Zuordnung von kristallographischen Richtungen. Der angelassene Martensit besitzt eine krz Gitterstruktur. $\langle 111 \rangle$ -Richtungen sind bevorzugte Gleitrichtungen und die $\{110\}$, $\{112\}$ und $\{123\}$ -Ebenen bevorzugte Gleitebenen des krz Gitters. Die Orientierung der Martensitlatten ist in dem mit 600°C angelassenen Werkstoff besonders gut sichtbar. In Abb. 6.13 entsprechen den Spuren der Martensitlatten Spuren von (110)-Ebenen. Die Einstrahlrichtung des Elektronenstrahls ist eine $[001]$ -Richtung, d. h. die Beugungsaufnahme gibt einen Blick entlang einer Hauptachse des Kristallsystems auf die von den beiden anderen Hauptachsen aufgespannte Fläche.

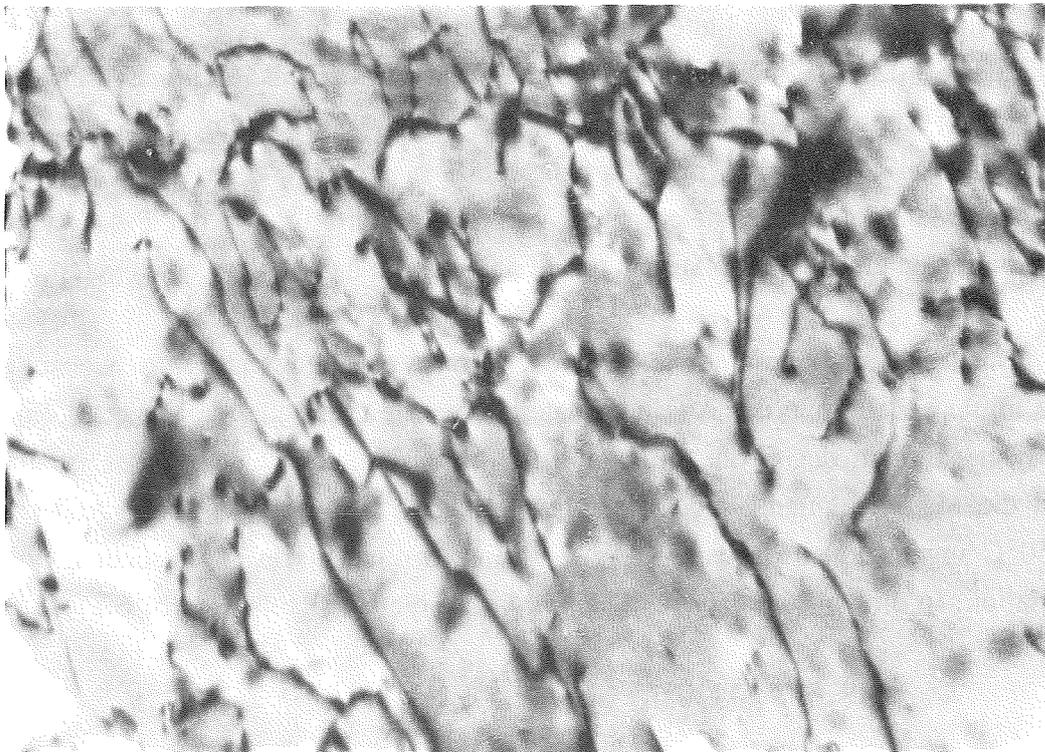
Innerhalb der einzelnen Martensitlatten (Abb. 6.14) existieren Gebiete mit hoher Versetzungsdichte wie Zellwände und Anhäufungen von Versetzungen an Lattengrenzen und in Netzwerken (Abb. 6.15). Dazwischen befinden sich Gebiete mit niedriger Versetzungsdichte. Die mittlere Versetzungsdichte zwischen den Lattengrenzen des mit 750°C angelassenen Materials wurde experimentell zu $1,8 \pm 0,8 \cdot 10^{14} \text{m}^{-2}$ bestimmt. Dieser Wert stimmt mit Ergebnissen aus einer anderen Untersuchung überein /105/. Bei der Anlaßtemperatur 600°C wurde eine höhere Versetzungsdichte von $\rho = 2,7 \pm 1,0 \cdot 10^{14} \text{m}^{-2}$ festgestellt. Die großen Fehler beruhen nicht auf der Meßgenauigkeit, sondern auf der heterogenen Versetzungskonfiguration der Probe. Generell treten starke Kontrastunterschiede im Ausgangsmaterial auf, die die Analyse erschweren.

Im Ausgangsmaterial sind ferner erste Anzeichen von Versetzungszellen zu beobachten (Abb. 6.16). Die mittlere Zellgröße des Ausgangsmaterials wurde ermittelt. Sie beträgt $0,45\mu\text{m}$. Diese Zellgröße liegt somit in der Größenordnung des Martensitlattenabstandes. Dies ist auch zu erwarten, da die Martensitlatten Hindernisse für gleitfähige Versetzungen sind. Andere Bereiche des mit 750°C angelassenen Martensits zeigen bereits Anzeichen von thermischer Erholung bzw. Rekristallisation. In diesen Bereichen sind keine Martensitlatten sichtbar (Abb. 6.17).



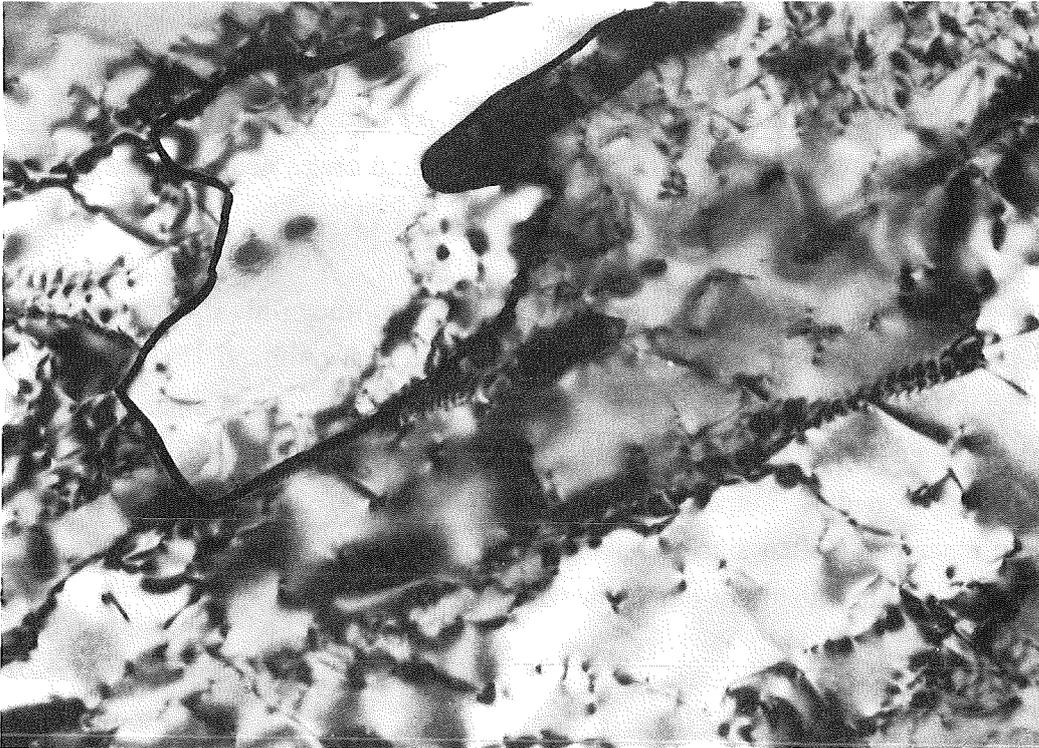
◄-----► 200 nm

Abb. 6.14 Heterogene Versetzungsverteilung des Ausgangsmaterials



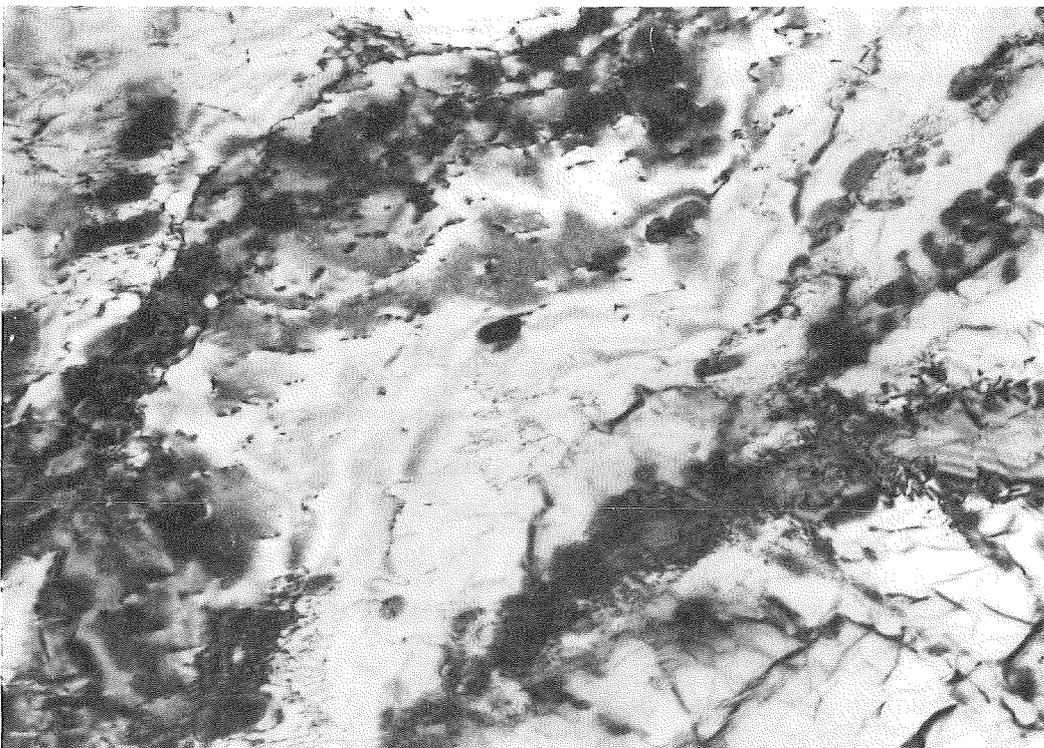
◄-----► 50 nm

Abb. 6.15 Versetzungsnetzwerke im Ausgangsmaterial



←-----▶ 100 nm

Abb. 6.16 Erste Anzeichen von Versetzungszellen im Ausgangsmaterial



←-----▶ 200 nm

Abb. 6.17 Anzeichen von thermischer Erholung im Ausgangsmaterial

Proben, die mit kleineren plastischen Dehnungsamplituden als 0,05% zyklisch verformt wurden, zeigen im Vergleich mit dem Ausgangsmaterial keine ausgeprägten mikrostrukturellen Veränderungen. Bei Belastungen mit diesen kleinen plastischen Amplituden sind nur geringfügig größere Zellen als im Ausgangsmaterial sichtbar. Die Zellwände sind etwas deutlicher zu erkennen als im Ausgangsmaterial.

In allen Proben, die mit größeren plastischen Dehnungsamplituden als 0,05% verformt wurden, sind deutliche mikrostrukturelle Veränderungen festzustellen (Abb. 6.18). Die Mikrostruktur dieser ermüdeten Proben ist ebenfalls heterogen. Sie wird dominiert von einer Versetzungszellenstruktur mit geringen Versetzungsdichten im Zellinneren. Die Versetzungsdichten in den Zellen betragen abhängig von der Temperatur zwischen $2 \cdot 10^{13} \text{m}^{-2}$ (650°C) und $1 \cdot 10^{14} \text{m}^{-2}$ (20°C). Zwischen den einzelnen Zellen sind Bereiche mit einer höheren Versetzungsdichte festzustellen. Diese Versetzungsdichte entspricht der Versetzungsdichte im Ausgangszustand des angelassenen Martensits ($1,8 \cdot 10^{14} \text{m}^{-2}$).

Der Anteil der Zellen an der Gesamtfläche aller untersuchten Proben wurde bestimmt. Dazu wurde die von Versetzungszellen bedeckte Fläche durch die Gesamtfläche dividiert. Der Flächenanteil der Zellen beträgt abhängig von der Versuchstemperatur und der totalen Dehnungsamplitude zwischen ca. 20% (20°C , 0,25%) und ca. 50% (650°C , 0,75%).

Der Einfluß der Martensitlatten auf die Zellenstruktur ist bei Verformungstemperaturen $< 450^\circ\text{C}$ dominant. Die Zellen sind langgestreckt und die Zellwände orientieren sich an den mit M_{23}C_6 -Ausscheidungen belegten Martensitlatten. Abb. 6.19 zeigt den Einfluß der ehemaligen Martensitlatten in einer Übersichtsaufnahme. Deutlich sind langgestreckte Strukturen sichtbar, die von der ehemaligen Lattenstruktur bestimmt werden. Häufig sind Ausscheidungen in die Zellwände integriert (Abb. 6.20). Die anfängliche Martensitlattenstruktur wird während der zyklischen Verformung somit zu einer gleichachsigen Subzellenstruktur umgeformt. Die Zellen sind nicht wesentlich größer als der ursprüngliche Martensitlattenabstand. Doch können sich in während der Anlaßbehandlung (bei 750°C) erhalten Bereichen bereits bei diesen niedrigen Versuchstemperaturen größere Zellen ausbilden. Dies erklärt die großen statistischen Schwankungen der Zellgröße von ca. $\pm 70\%$.

Die Zellgröße, die sich während der Ermüdung einstellt, ist abhängig von der Versuchstemperatur und der Dehnungsamplitude. Mit wachsender Versuchstemperatur werden die Zellwände dünner und unregelmäßiger und bilden schließlich für $T \geq 550^\circ\text{C}$ eine Polygonstruktur, die keine bevorzugte Orientierung aufweist (siehe Abb. 6.18). Diese Struktur entsteht durch eine Anihilation der einzelnen Versetzungen der Zellwände. Die Martensitlatten verlieren an Einfluß. Die Zellwände dieser Polygonstruktur werden bei höheren Versuchstemperaturen immer dünner (Abb. 6.21) und ähneln Kleinwinkelkorngrenzen.

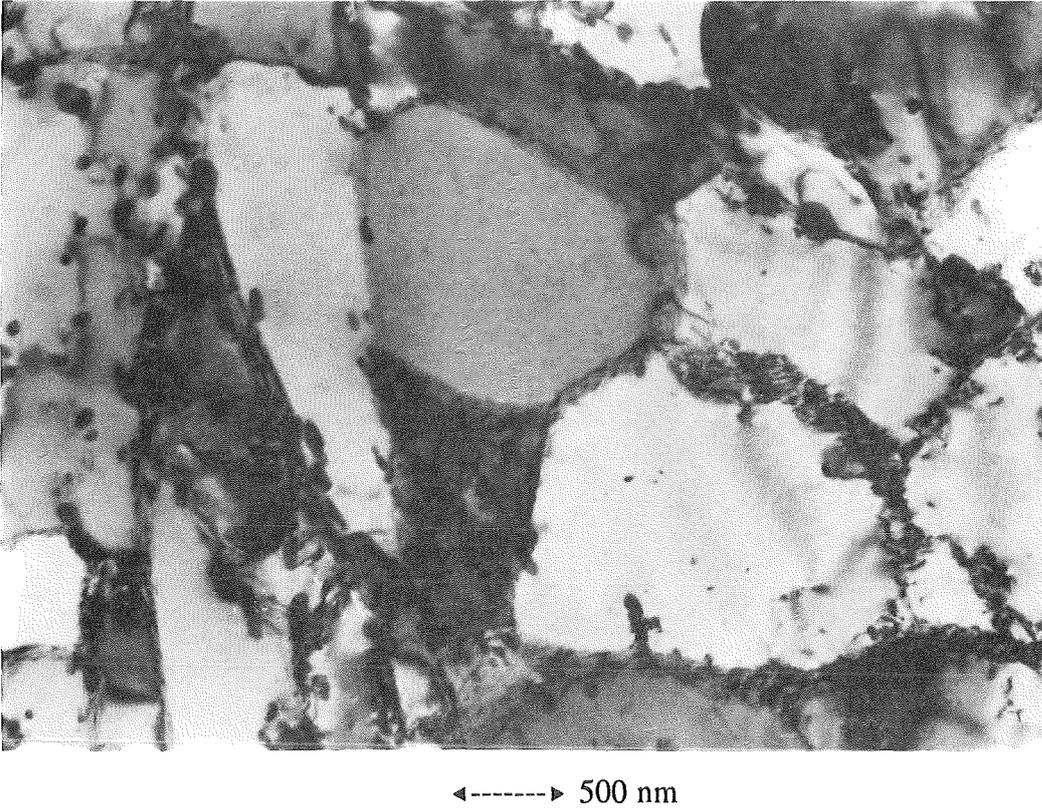


Abb. 6.18 Mikrostruktur einer bei $T=550^{\circ}\text{C}$ mit $\epsilon_{\text{at}}=0,75\%$ ermüdeten Probe

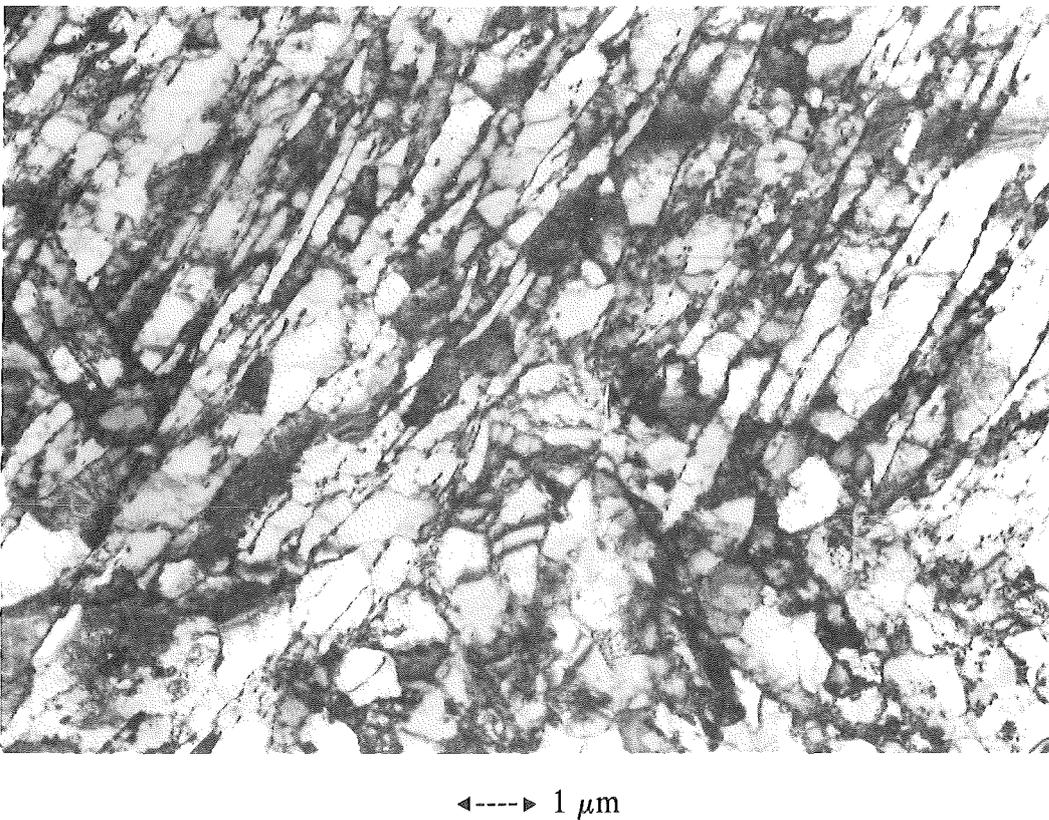
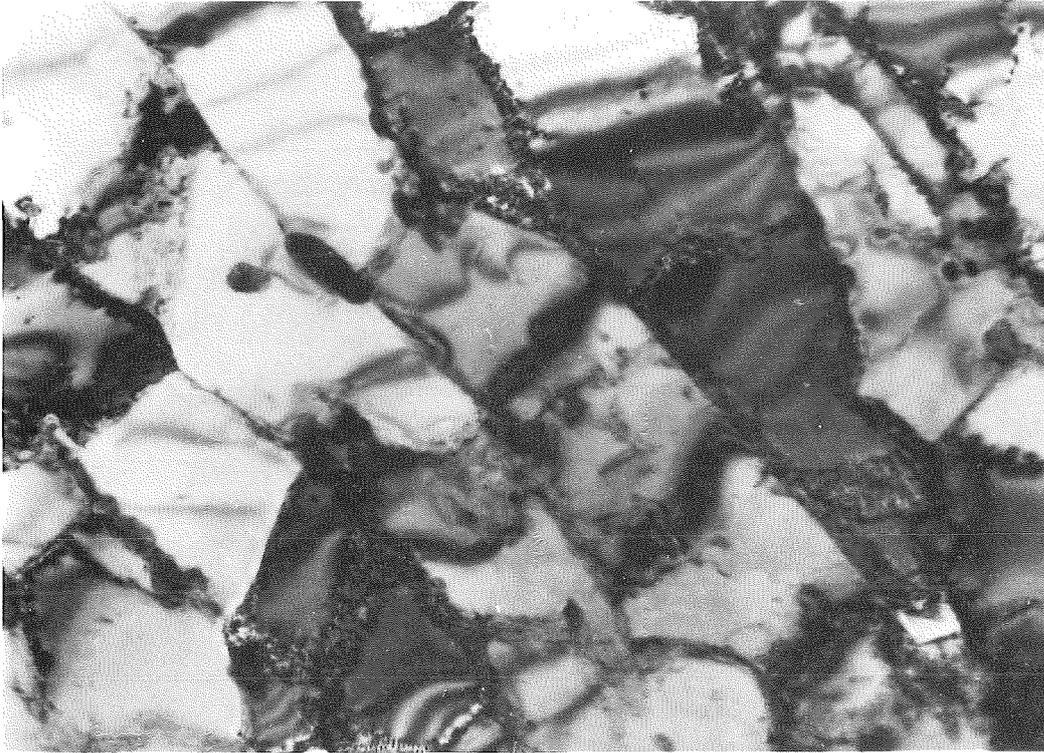


Abb. 6.19 Übersichtsaufnahme einer bei $T=250^{\circ}\text{C}$ mit $\epsilon_{\text{at}}=0,75\%$ ermüdeten Probe



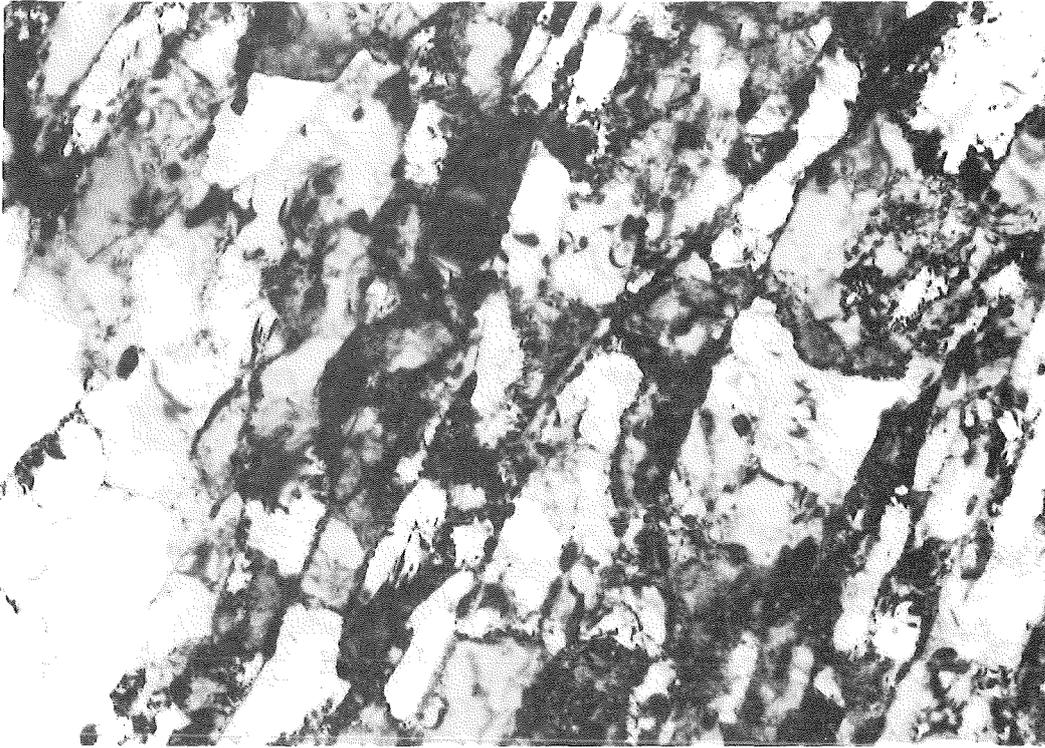
←-----▶ 200 nm

Abb. 6.20 Zellwände mit integrierten $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen ($T=250^{\circ}C$, $\epsilon_{at}=0,75\%$)



←-----▶ 100 nm

Abb. 6.21 Subkorngrenze einer bei $T=650^{\circ}C$ mit $\epsilon_{at}=0,25\%$ verformten Probe



20°C

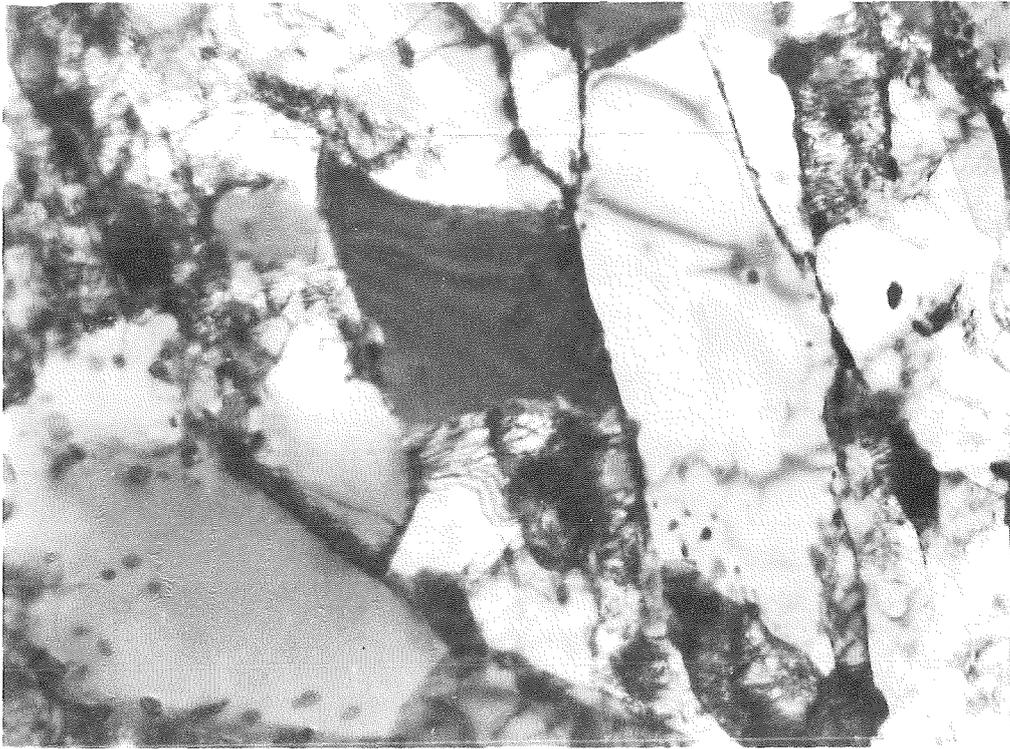
←-----→ 500 nm



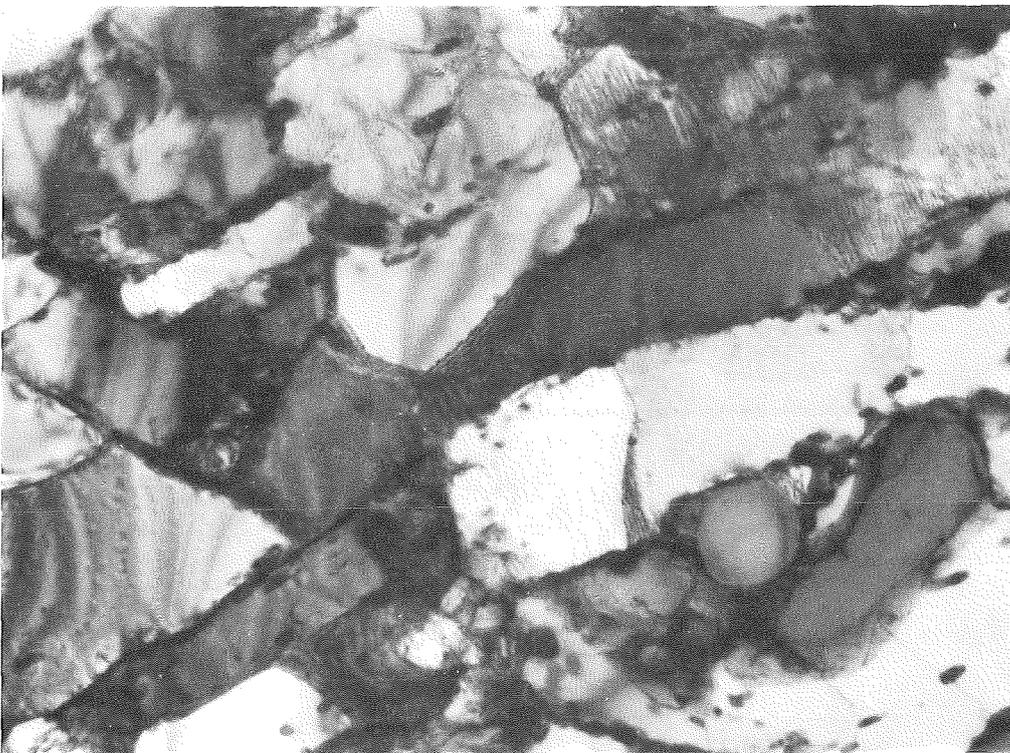
650°C

←-----→ 500 nm

Abb. 6.22 Anstieg der Zellgröße mit der Temperatur bei $\epsilon_{at}=0,25\%$



0,25% ◀-----▶ 500 nm



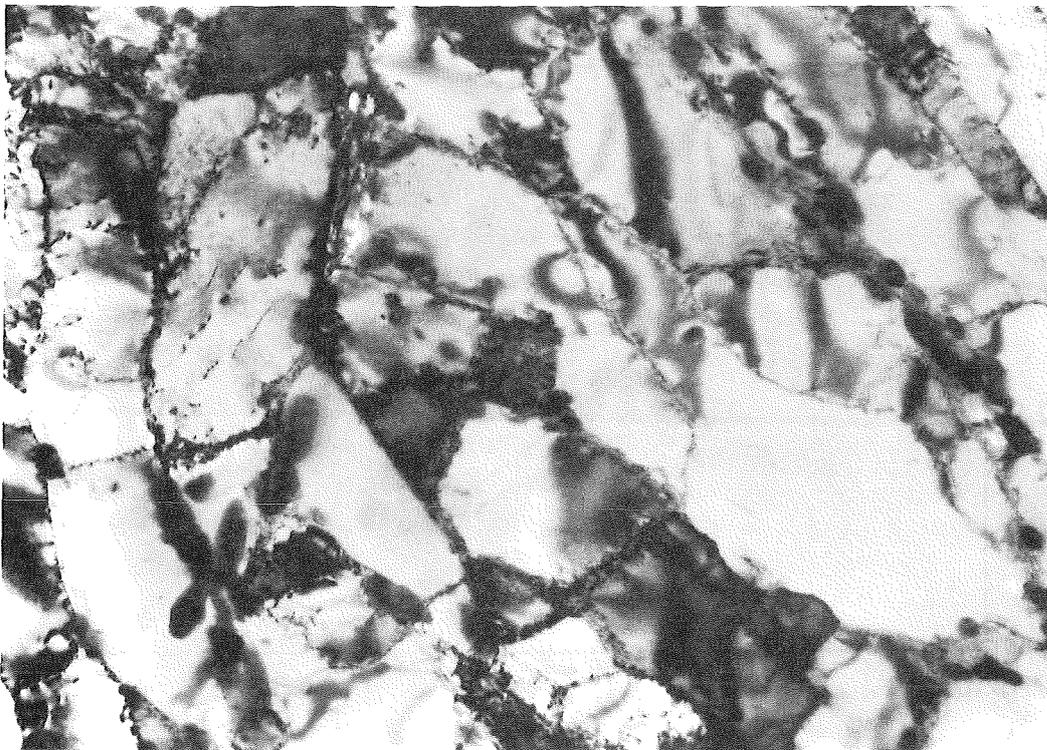
0,75% ◀-----▶ 500 nm

Abb. 6.23 Abnahme der Zellgröße mit wachsender Dehnungsamplitude bei 550°C

Der Einfluß der Karbide als Hindernisse für die Versetzungsbewegung nimmt mit steigender Temperatur ab. Karbide sind bei höheren Temperaturen häufig im Zellinneren sichtbar. Mit steigender Temperatur nimmt der mittlere Zelldurchmesser zu. Dies läßt sich durch thermisch aktivierte Gleitprozesse erklären, die ein Umgehen der Karbide ermöglichen. Abb. 6.22 zeigt den Anstieg der Zellgröße für $\epsilon_{at}=0,25\%$ und verschiedene Temperaturen.

Mit größer werdender Dehnungsamplitude verringert sich der Zelldurchmesser (Abb. 6.23). Für stärkere Verformungen ist eine höhere Versetzungsdichte erforderlich. Dies führt zu einer Abnahme der Zellgröße, da sich mehr Zellwände bilden als bei kleineren Dehnungsamplituden.

Es sind keine mikrostrukturellen Unterschiede von parallel bzw. senkrecht zur äußeren Last entnommenen Präparaten festzustellen. Abb. 6.24 zeigt eine Aufnahme einer parallel zur Belastungsrichtung entnommenen Objektfolie. In dieser Aufnahme ist die gleiche Versetzungszellenstruktur wie in den bisher gezeigten, senkrecht zur Last entnommenen Präparaten, zu beobachten.



←----▶ 200 nm

Abb. 6.24 Aufnahme einer parallel zur Last entnommenen Folie

Abb. 6.25 zeigt eine Zusammenfassung aller bisher erfaßten Zellgrößen der bei $20^{\circ}\text{C} \leq T \leq 650^{\circ}\text{C}$ mit $0,25\% \leq \epsilon_{at} \leq 0,75\%$ bis zum Bruch gefahrenen Proben. Der dargestellte Zusammenhang zwischen der gemessenen Zellgröße und der Sättigungsspannungsamplitude ist für die Erklärung der zyklischen Verformungsexperimente von fundamentaler Bedeutung. Er beinhaltet sowohl eine Temperaturabhängigkeit als auch eine Dehnungsabhängigkeit. Alle Daten lassen sich jedoch durch eine einzige Kurve beschreiben. Im vorliegenden Werkstoff findet bei Wechselbelastung ein Übergang von einer lattenartigen Ausgangsstruktur zu einer zellartigen Versetzungsstruktur statt, d. h. die Verformung läuft wellig ab, ist also durch thermisch aktivierte Gleitprozesse gesteuert. Die Zellgröße, die sich während der Ermüdung einstellt, ist abhängig von der Temperatur und Dehnungsamplitude. Mit steigender Temperatur nimmt der mittlere Zelldurchmesser zu. Die Zellwände werden dünner und Subkorn Grenzen immer ähnlicher. Mit größer werdender Dehnungsamplitude verringert sich der Zelldurchmesser. Für stärkere Verformungen ist eine höhere Versetzungsdichte erforderlich. Dies führt zu einer Abnahme der Zellgröße, da sich mehr Zellwände bilden als bei kleineren Dehnungsamplituden.

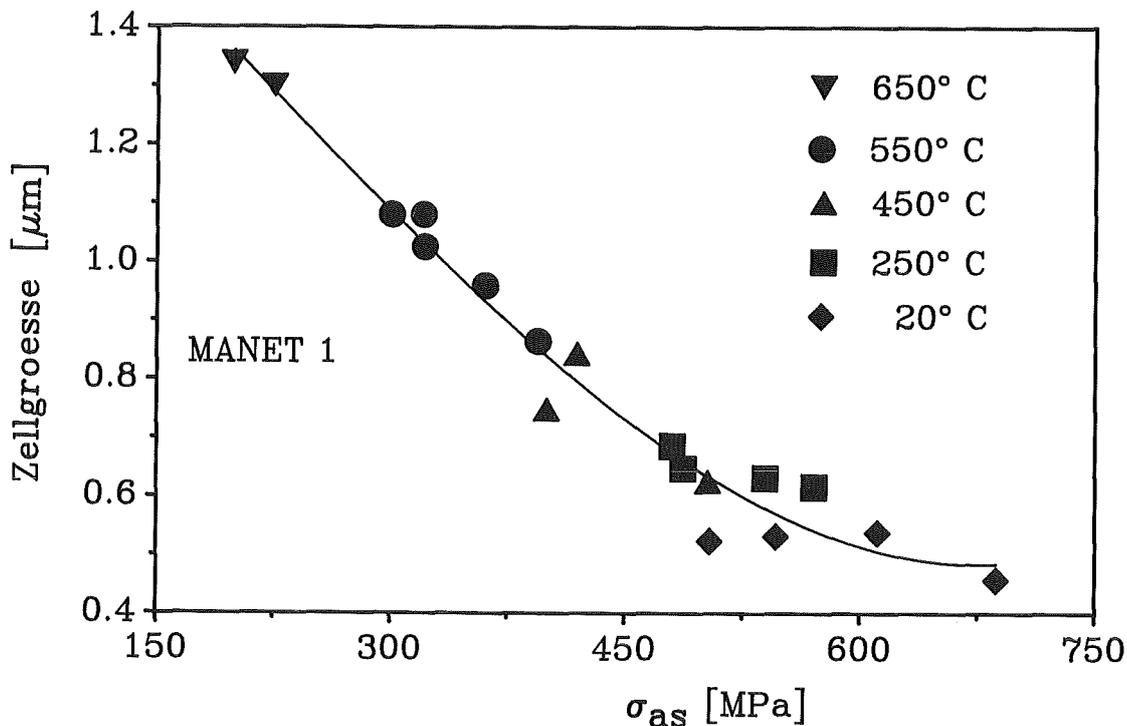


Abb. 6.25 Zusammenhang zwischen der gemessenen Zellgröße und der Sättigungsspannungsamplitude σ_{as}

Ausscheidungen können von Versetzungen abhängig von ihrer Größe und Struktur geschnitten oder umgangen werden. Im Werkstoff MANET 1 wurden in den durchgeführten TEM-Untersuchungen keine Schneidprozesse von Ausscheidungen beobachtet. Die vorliegenden $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen behindern die Versetzungsbewegung. Sie beeinflussen, insbesondere bei niedrigen Versuchstemperaturen ($<450^\circ\text{C}$), die Zellgröße sowie die Orientierung der Zellwände. Eine Analyse der Ausscheidungsstruktur des Ausgangsmaterials zeigt statistisch verteilte Primärkarbide vom Typ NbC und Zr(C,N) sowie die während der Anlaßglühung entstandenen Karbide von Typ $M_{23}C_6$. Letztere sind an den Martensitlattengrenzen und an den ehemaligen Austenitkorn Grenzen aufgereiht. Abb. 6.26 zeigt eine Aufnahme eines Extraktionsreplikas. Das Verfahren zur Herstellung dieser Replikas ist in Kapitel 5.4 beschrieben. Die Aufreihung der Karbide entlang der ehemaligen Austenitkorn Grenzen ist sichtbar. Im oberen Teil der Aufnahme ist ein Tripelpunkt ehemaliger Austenitkorn Grenzen abgebildet. Abb. 6.27 zeigt die Aufreihung der Karbide entlang der ursprünglichen Martensitlattengrenzen. Die Konfiguration und die chemische Zusammensetzung der Karbide wurde durch EDX-Analysen an den Extraktionsreplikas ermittelt. In Tabelle 6.2 ist die chemische Zusammensetzung der chromreichen $M_{23}C_6$ -Karbide des Ausgangsmaterials aufgeführt. Die eigenen Messungen stimmen innerhalb der Fehlergrenzen mit vorhergehenden chemischen Rückstandsanalysen (Tab. 5.3) überein /106/. An mehreren mit unterschiedlichen Temperaturen (250°C und 550°C) und Dehnungsamplituden (0,25% und 0,75%) zyklerten Proben wurden EDX-Analysen der $M_{23}C_6$ -Karbide an metallischen Folien vorgenommen. Eine Veränderung in ihrer Zusammensetzung und Konfiguration durch die Verformung ist nicht festzustellen. Der mittlere Abstand und die mittlere Größe der Ausscheidungen wurde mit Hilfe des bereits beschriebenen Bildanalyse Systems ermittelt. Ihre mittlere Größe beträgt $D=0,1\mu\text{m}$ und ihr mittlerer Abstand $l=0,38\mu\text{m}$. Zur Bestimmung dieser Daten wurden jeweils ca. 500 Karbide vermessen. Der Volumenanteil der Ausscheidungen beträgt ca. 1,8% (siehe Kap. 5.5). Dieser Wert entspricht dem Volumenanteil der Ausscheidungen der in vorhergehenden Rückstandsanalysen bestimmt wurde (Tabelle 5.3).

Element	Fe	Cr	Mo
Gew.-%	$26,2 \pm 2,8$	$60,0 \pm 3,8$	$13,8 \pm 4,9$

Tabelle 6.2 Ergebnis der EDX-Analyse an Extraktionsreplikas

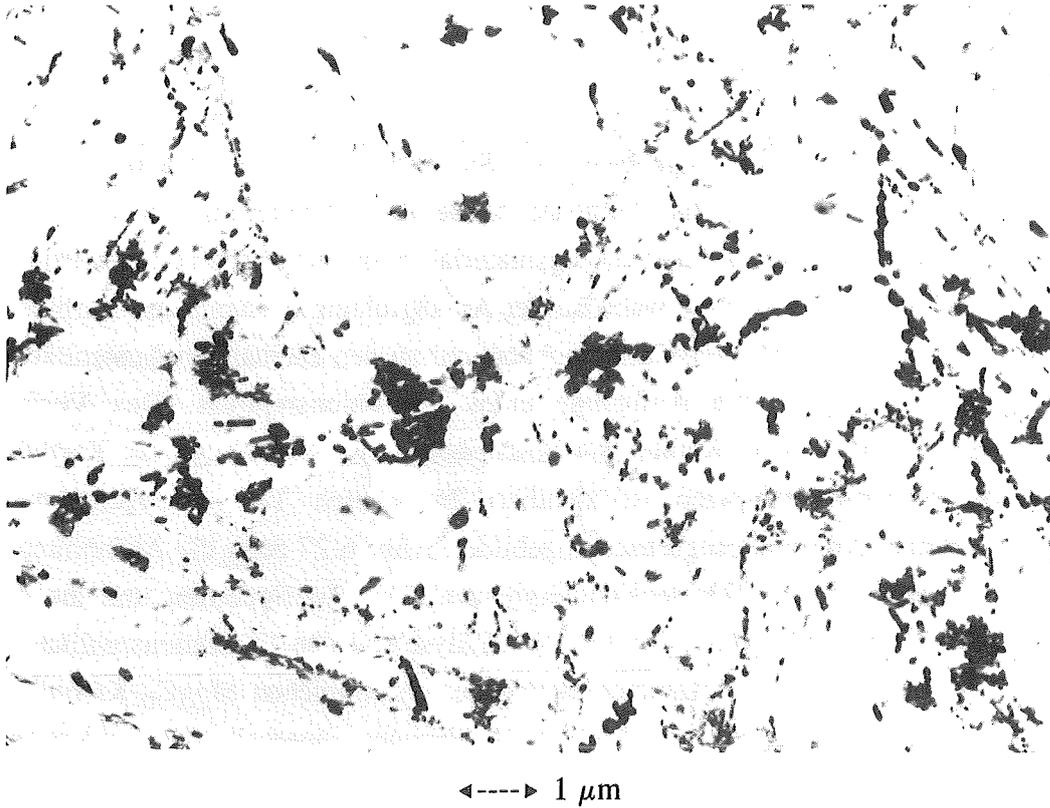


Abb. 6.26 Aufreihung der $M_{23}C_6$ -Karbide entlang ehemaliger Austenitkorn Grenzen

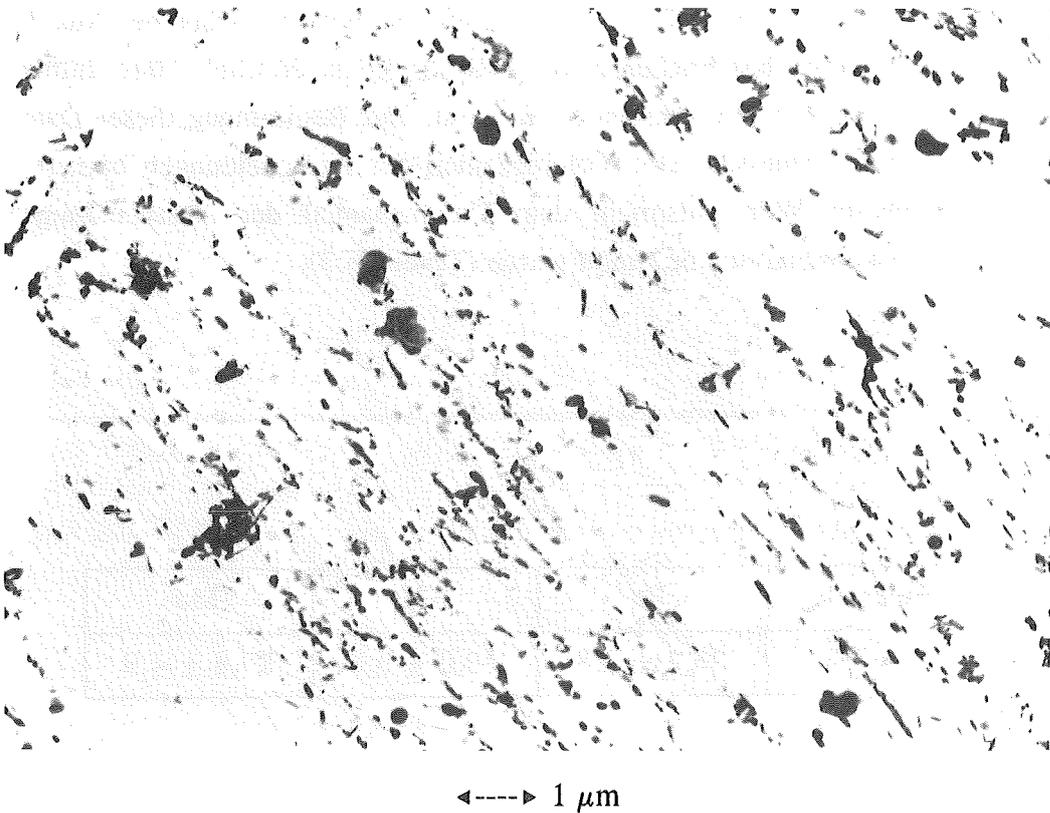
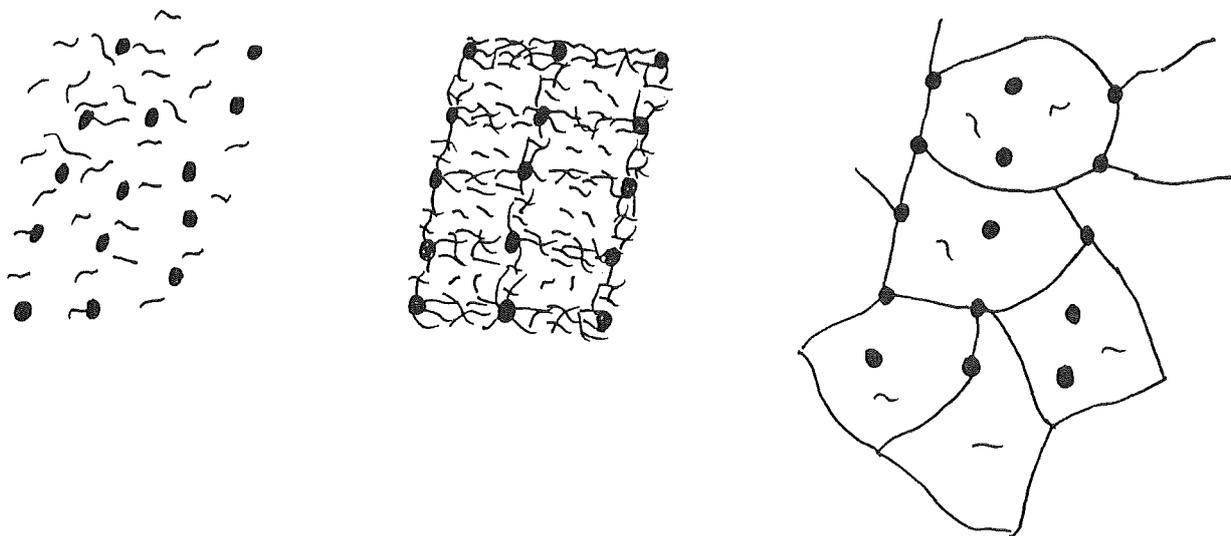


Abb. 6.27 Aufreihung der $M_{23}C_6$ -Karbide entlang ehemaliger Martenitlattengrenzen

Während den zyklischen Verformungsexperimenten ist eine deutliche Veränderung der Versetzungsstruktur festzustellen. Diese Veränderungen sind durch die Auflösung der anfänglichen Martensitlattenstruktur zugunsten einer dreidimensionalen Subzellenstruktur gekennzeichnet. Die neu gebildete Mikrostruktur bietet größere mittlere freie Versetzungslaufwege, die für die Entfestigung des Werkstoffs MANET 1 verantwortlich sind. In dieser neuen Struktur ist die Mehrheit der Versetzungen in den Zellgrenzen lokalisiert. Im Zellinneren ist die Versetzungsdichte wesentlich kleiner als im Ausgangszustand der Martensitlatten. Die mikrostrukturellen Vorgänge, die zu diesem Ergebnis führen, sind in Abb. 6.28 schematisch dargestellt. Aus der statistischen Versetzungsverteilung des Ausgangsmaterials (Teil a) bildet sich bei niedrigen Temperaturen durch Umordnung und Annihilation von Versetzungen eine Versetzungszellenstruktur (Teil b). Die ursprüngliche Martensitlattenstruktur mit ihrer spezifischen Ausscheidungsstruktur ist von großem Einfluß. Die Zellen sind langgestreckt und orientieren sich an den Lattengrenzen. Häufig sind Ausscheidungen in die Zellwände integriert. Die mittlere freie Weglänge der Versetzungen wird durch die Zellgröße bestimmt. Die Zellwände werden bei höheren Versuchstemperaturen durch weitere Annihilationsprozesse immer dünner, bis sich schließlich eine Subkornstruktur entwickelt (Teil c).



a) Ausgangsmaterial

b) Versetzungszellenstruktur
bei niedrigen Temperaturenc) Subkornstruktur bei
höheren Temperaturen

Abb. 6.28 Schematische Darstellung der mikrostrukturellen Vorgänge

b) Mikrostrukturelle Entwicklung während eines Ermüdungsexperimentes

Im vorhergehenden Abschnitt wurde die Mikrostruktur der bis zum Bruch gefahrenen Proben beschrieben. Es stellt sich nun die Frage wie diese Mikrostruktur entsteht. Die Entwicklung der Versetzungszellen wurde daher in vier Versuchsreihen an Proben, die bei unterschiedlichen Temperaturen ($T=250^{\circ}\text{C}$ und $T=550^{\circ}\text{C}$) und totalen Dehnungsamplituden ($\epsilon_{\text{at}}=0,25\%$ und $\epsilon_{\text{at}}=0,75\%$) zyklisch verformt wurden, untersucht. Die Ermüdungsexperimente wurden bei 1%, 5%, 25%, 50% und 75% der Bruchlastspielzahl N_{B} unterbrochen und die Proben mikrostrukturell analysiert. Der Werkstoff MANET 1 zeigt bei zyklischer Verformung eine moderate Entfestigung ohne signifikante Maxima oder Minima im Verlauf der Spannungsamplitude über der Zyklenzahl. Es ist daher ein fließender Übergang in der mikrostrukturellen Entwicklung der Versetzungsstrukturen zu erwarten.

250°C - Daten

Die Abb. 6.29 zeigt für $\epsilon_{\text{at}}=0,25\%$ und $T=250^{\circ}\text{C}$ den Verlauf der gemessenen Spannungsamplitude in Abhängigkeit von der prozentualen Zyklenzahl in einer linearen Auftragung. Bei der zyklischen Verformung mit den gewählten Versuchsparametern entfestigt der Werkstoff nur geringfügig. Die dabei auftretende Abnahme der Spannungsamplitude korreliert mit einer Zunahme der gemessenen Zellgröße (Abb. 6.30).

Die Abhängigkeit der plastischen Dehnungsamplitude von der Zyklenzahl ist in Abb. 6.31 in einer linearen Auftragung für denselben Fall dargestellt. Die plastische Dehnungsamplitude steigt ebenfalls nur geringfügig an und ist bei Versuchsende noch $<0,025\%$. Die Belastung liegt weit unter der 0,2-Dehngrenze zügiger Versuche (570 MPa) im Bereich der zyklischen Streckgrenze (470 MPa). Die Verformung erfolgt also nahezu elastisch. In TEM-Aufnahmen sind nur in wenigen Probenbereichen Versetzungszellen sichtbar, die sich stark an der ursprünglichen Lattenstruktur orientieren. Die Zellgröße ($0,4\mu\text{m}$ bis $0,6\mu\text{m}$) liegt in der Größenordnung der Lattenabstände ($0,38\mu\text{m}$), d. h. die ursprüngliche Lattenstruktur übt einen großen Einfluß auf die Zellbildung aus. Die Versetzungsdichte beträgt im Zellinneren $9 \cdot 10^{13} \text{m}^{-2}$. Die Zellwände sind oft nur undeutlich erkennbar.

Abb. 6.32 zeigt den Flächenanteil der Zellen in Abhängigkeit von der Zyklenzahl. Bei $T=250^{\circ}\text{C}$ steigt dieser Flächenanteil innerhalb von 50% N_{B} an und erreicht dann einen Sättigungsbereich. Es werden bei der Verformung mit 0,25% totaler Dehnungsamplitude maximal ca. 25% der Probenfläche von Versetzungszellen belegt. Der restliche Probenbereich zeigt eine heterogene Mikrostruktur, die von der hohen Versetzungsdichte des Ausgangsmaterials bestimmt wird.

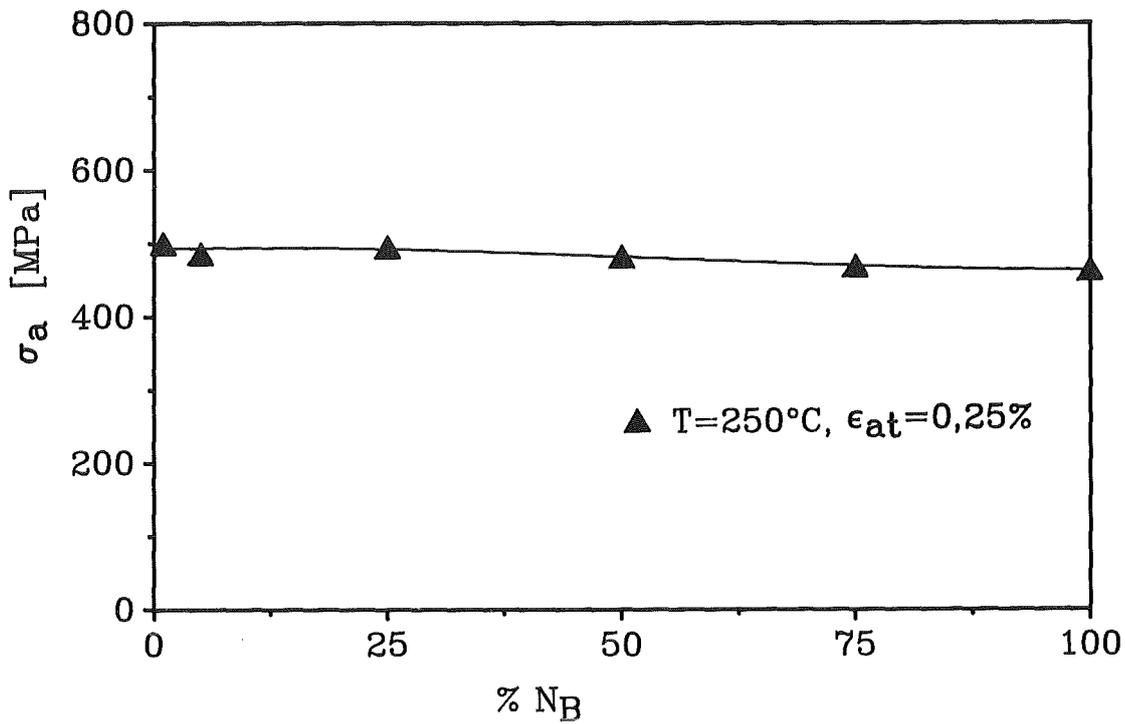


Abb. 6.29 Verlauf der gemessenen Spannungsamplitude in Abhängigkeit von der prozentualen Zyklenzahl bei 250°C und $\epsilon_{at}=0,25\%$

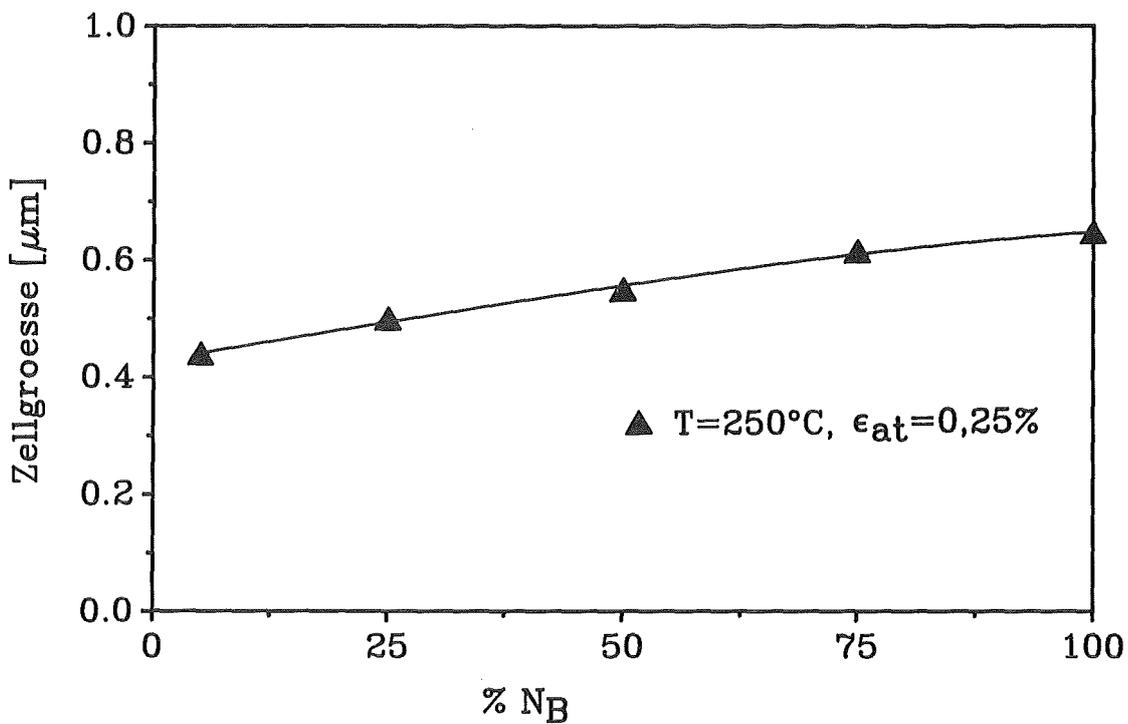


Abb. 6.30 Verlauf der gemessenen Zellgröße in Abhängigkeit von der prozentualen Zyklenzahl bei 250°C und $\epsilon_{at}=0,25\%$

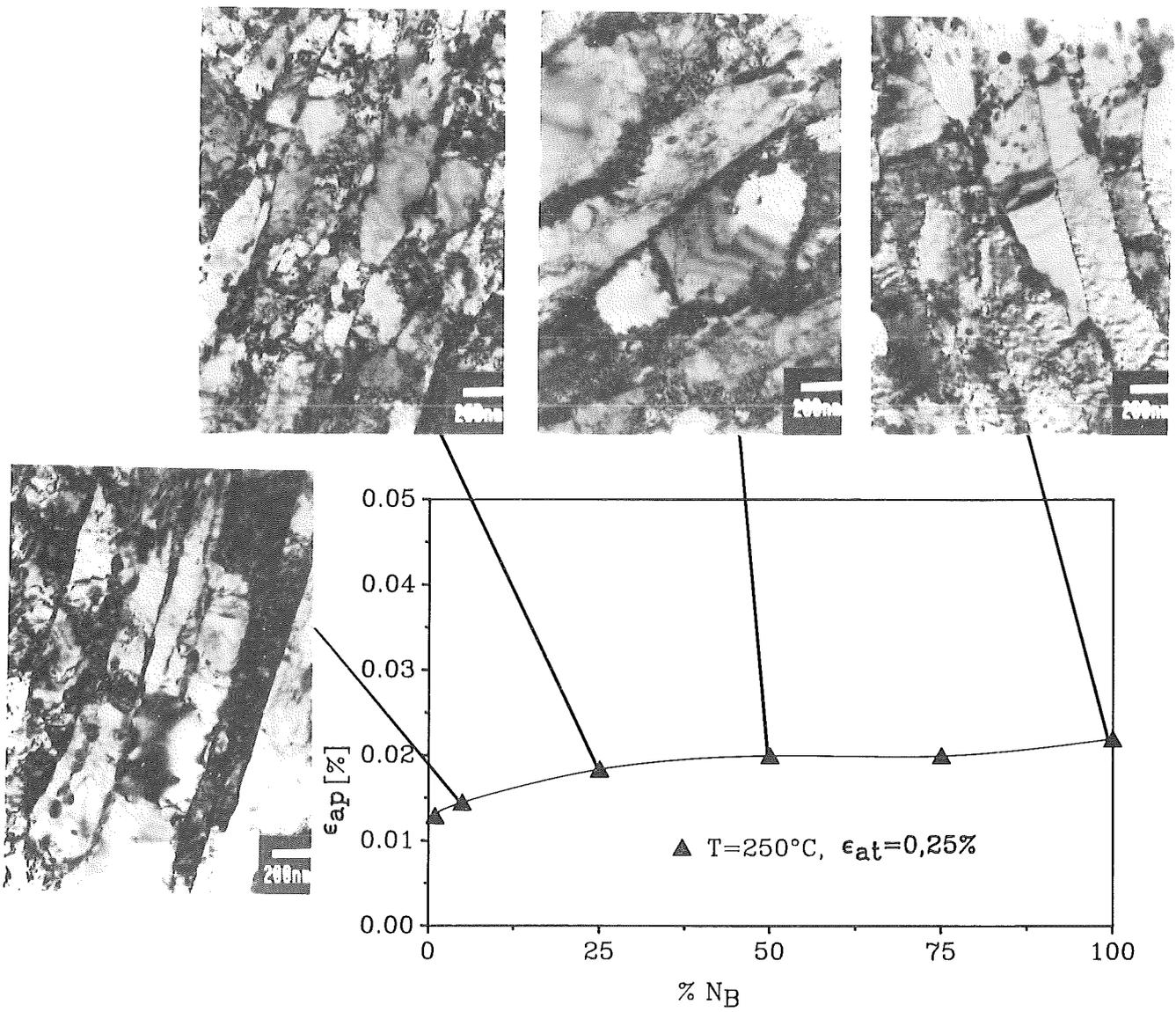


Abb. 6.31 Verlauf der plastischen Dehnungsamplitude und Entwicklung der Mikrostruktur bei 250°C und $\epsilon_{at}=0,25\%$.

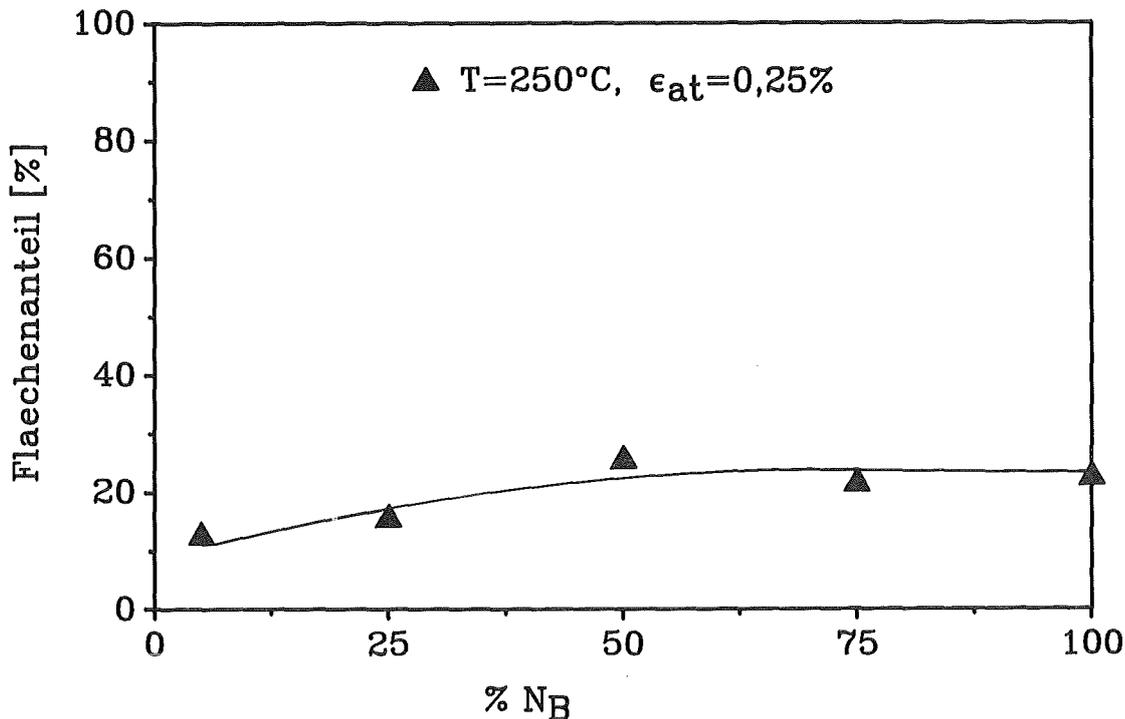


Abb. 6.32 Flächenanteil der Zellen in Abhängigkeit von der Zyklenzahl bei 250°C und $\epsilon_{at}=0,25\%$.

In Abb. 6.33 ist für $\epsilon_{at}=0,75\%$ und $T=250^\circ\text{C}$ der Verlauf der Spannungsamplitude über der Zyklenzahl dargestellt. Dieser Verlauf zeigt die für den Werkstoff bei den genannten Versuchsparametern typische Entfestigung, die mit einer entsprechenden Zunahme der Zellgröße korreliert (Abb. 6.34). Abb. 6.35 zeigt den Anstieg der plastischen Dehnungsamplitude mit wachsender Zyklenzahl. Die plastische Dehnungsamplitude liegt bereits beim ersten Zyklus oberhalb von 0,4%, d. h. die Belastung des Werkstoffs liegt oberhalb der zyklischen Streckgrenze und der zügigen 0,2-Dehngrenze. In TEM-Aufnahmen sind Versetzungszellen in größeren Probenbereichen sichtbar. Ein Einfluß der Martensitlatten auf die Zellgröße ist bei der niedrigen Verformungstemperatur von 250°C noch vorhanden.

Abb. 6.36 zeigt den Flächenanteil der Zellen in Abhängigkeit von der Zyklenzahl bei $T=250^\circ\text{C}$ und $\epsilon_{at}=0,75\%$. Dieser Flächenanteil steigt innerhalb von 50% N_B an und erreicht dann einen Sättigungsbereich. Es werden maximal ca. 30% der Probenfläche von Versetzungszellen belegt.

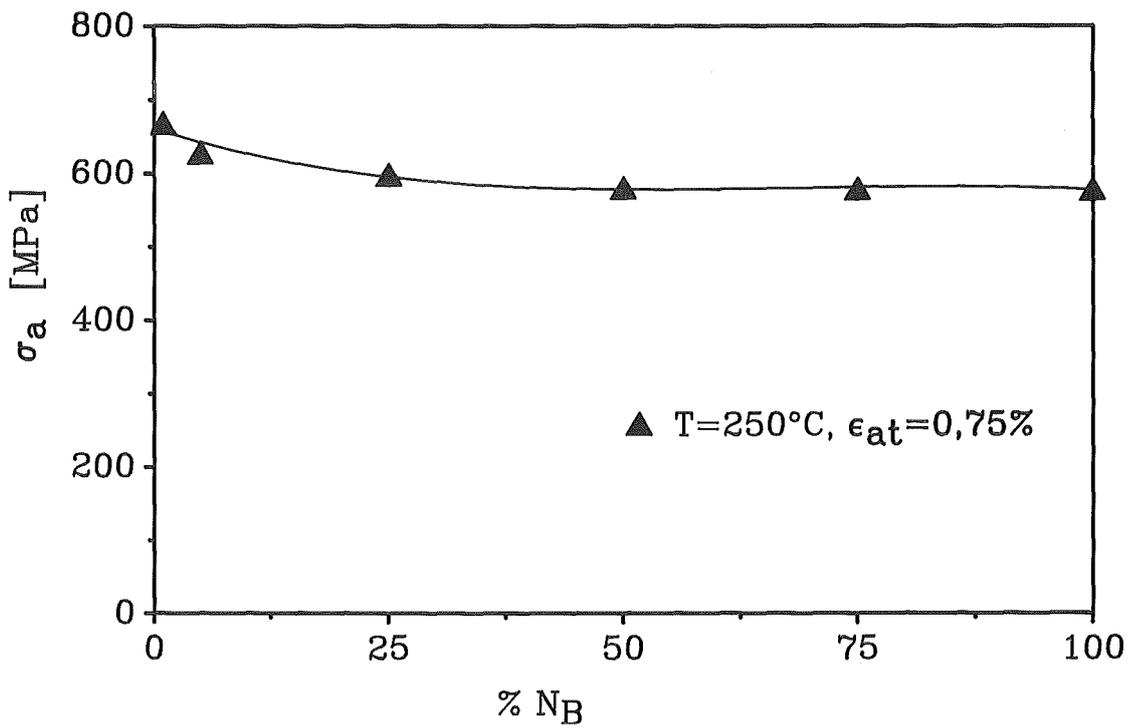


Abb. 6.33 Verlauf der gemessenen Spannungsamplitude in Abhängigkeit von der prozentualen Zyklenzahl bei 250°C und $\epsilon_{at}=0,75\%$

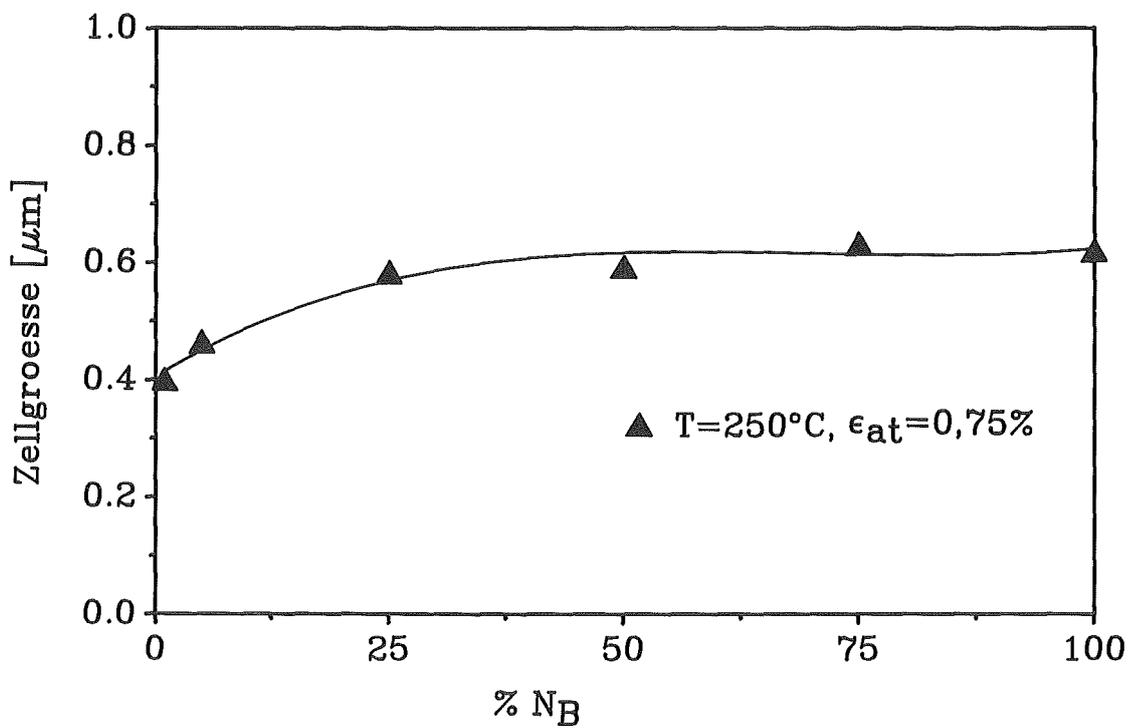


Abb. 6.34 Verlauf der gemessenen Zellgröße in Abhängigkeit von der prozentualen Zyklenzahl bei 250°C und $\epsilon_{at}=0,75\%$

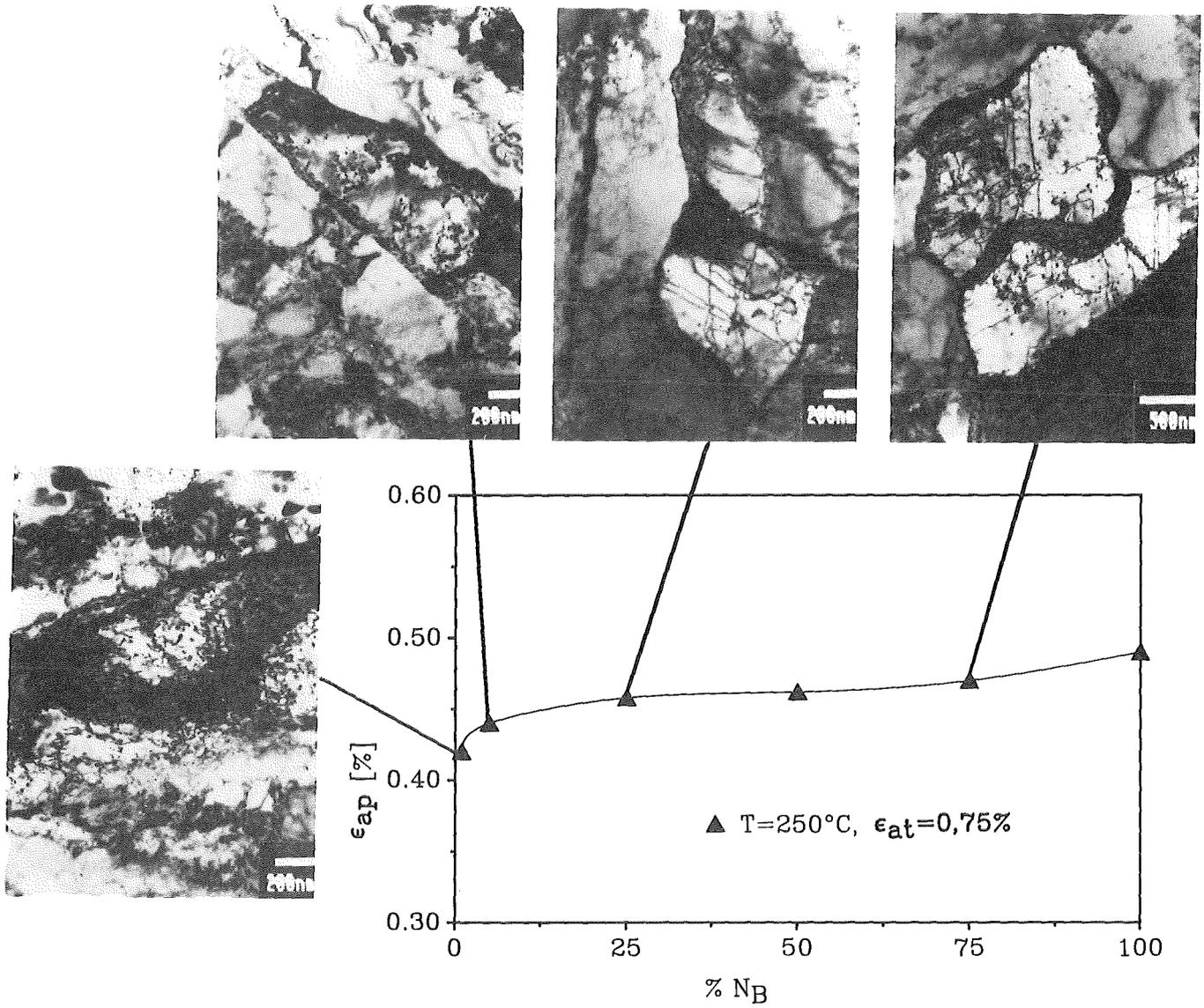


Abb. 6.35 Verlauf der plastischen Dehnungsamplitude und Entwicklung der Mikrostruktur bei 250°C und $\epsilon_{at}=0,75\%$.

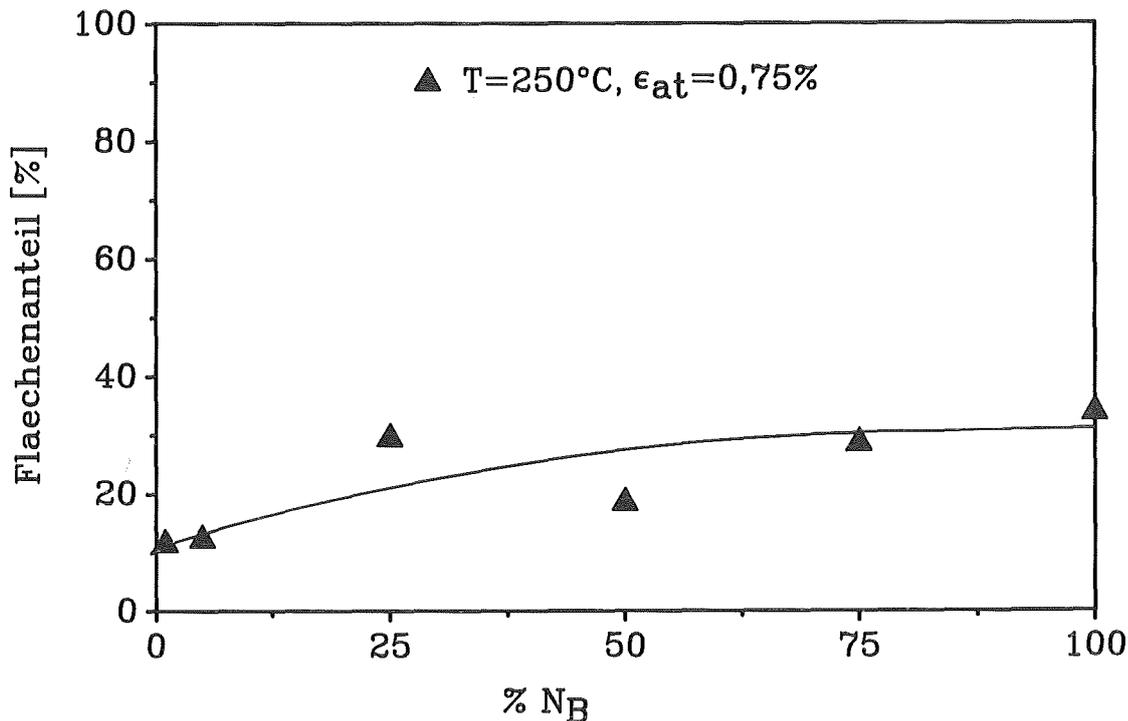


Abb. 6.36 Flächenanteil der Zellen in Abhängigkeit von der Zyklenzahl bei 250°C und $\epsilon_{at}=0,75\%$.

550°C - Daten

Der Verlauf der Spannungsamplitude ist in Abb. 6.37 für $\epsilon_{at}=0,25\%$ und $T=550^\circ\text{C}$ aufgetragen. Bei der höheren Versuchstemperatur ist eine merkliche Entfestigung meßbar, die mit einem entsprechenden Anstieg der Zellgröße korreliert (Abb. 6.38). Die Größe der Zellen (bis $1\mu\text{m}$) steigt im Vergleich zur Verformung bei 250°C deutlich an. Die ursprüngliche Lattenstruktur verliert bei der höheren Verformungstemperatur offenbar wesentlich an Einfluß.

Die plastische Dehnungsamplitude (Abb. 6.39) zeigt, daß die Belastung (anfänglich 400 MPa) noch unter der zügigen 0,2-Dehngrenze (420 MPa) aber oberhalb der zyklischen Streckgrenze (320 MPa) liegt. Ein Anstieg der plastischen Dehnungsamplitude ist deutlich sichtbar. Mikrostrukturelle Untersuchungen (Abb. 6.39) zeigen eine Ausbildung von Versetzungszellen in großen Probenbereichen. Die Versetzungsdichte im Zellinneren beträgt $6 \cdot 10^{13} \text{m}^{-2}$. Der Flächenanteil der Zellen (Abb. 6.40) erreicht Werte von maximal ca. 30%.

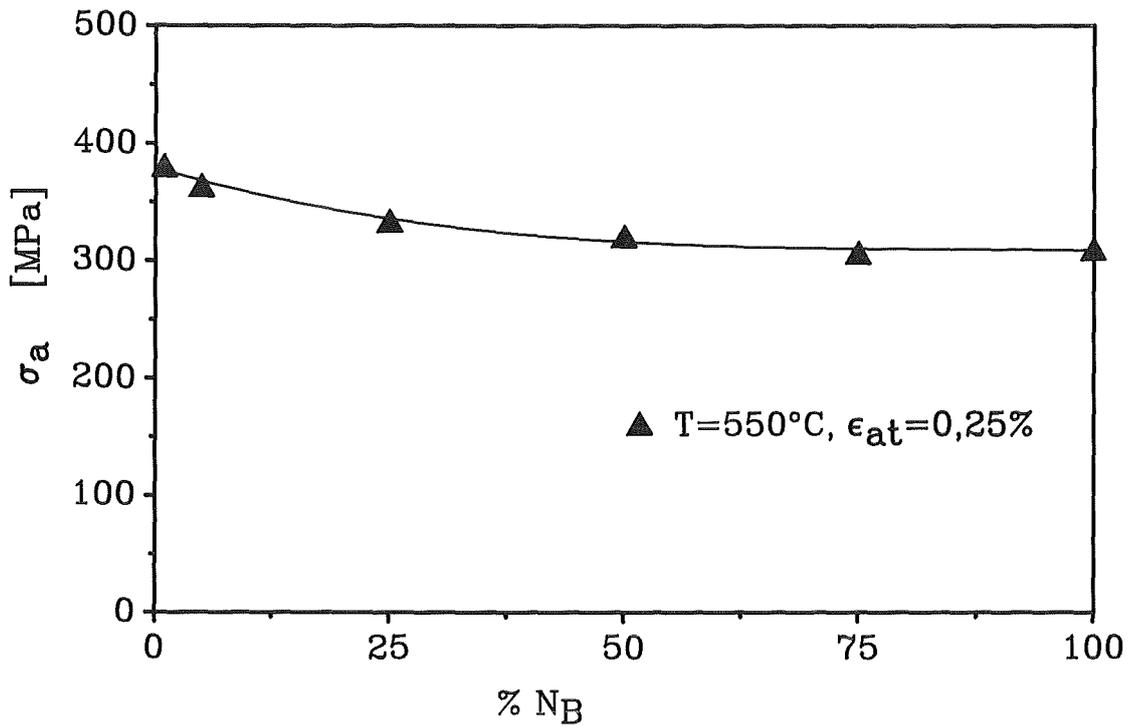


Abb. 6.37 Verlauf der gemessenen Spannungsamplitude in Abhängigkeit von der prozentualen Zyklenzahl bei 550°C und $\epsilon_{at}=0,25\%$

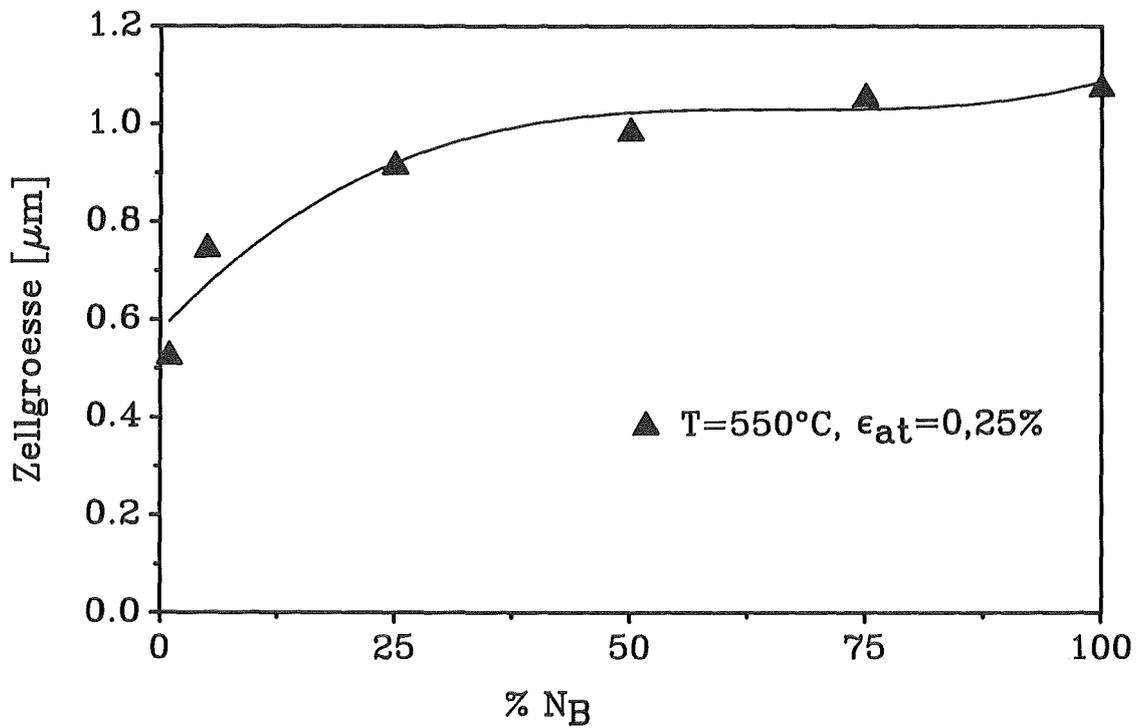


Abb. 6.38 Verlauf der gemessenen Zellgröße in Abhängigkeit von der prozentualen Zyklenzahl bei 550°C und $\epsilon_{at}=0,25\%$

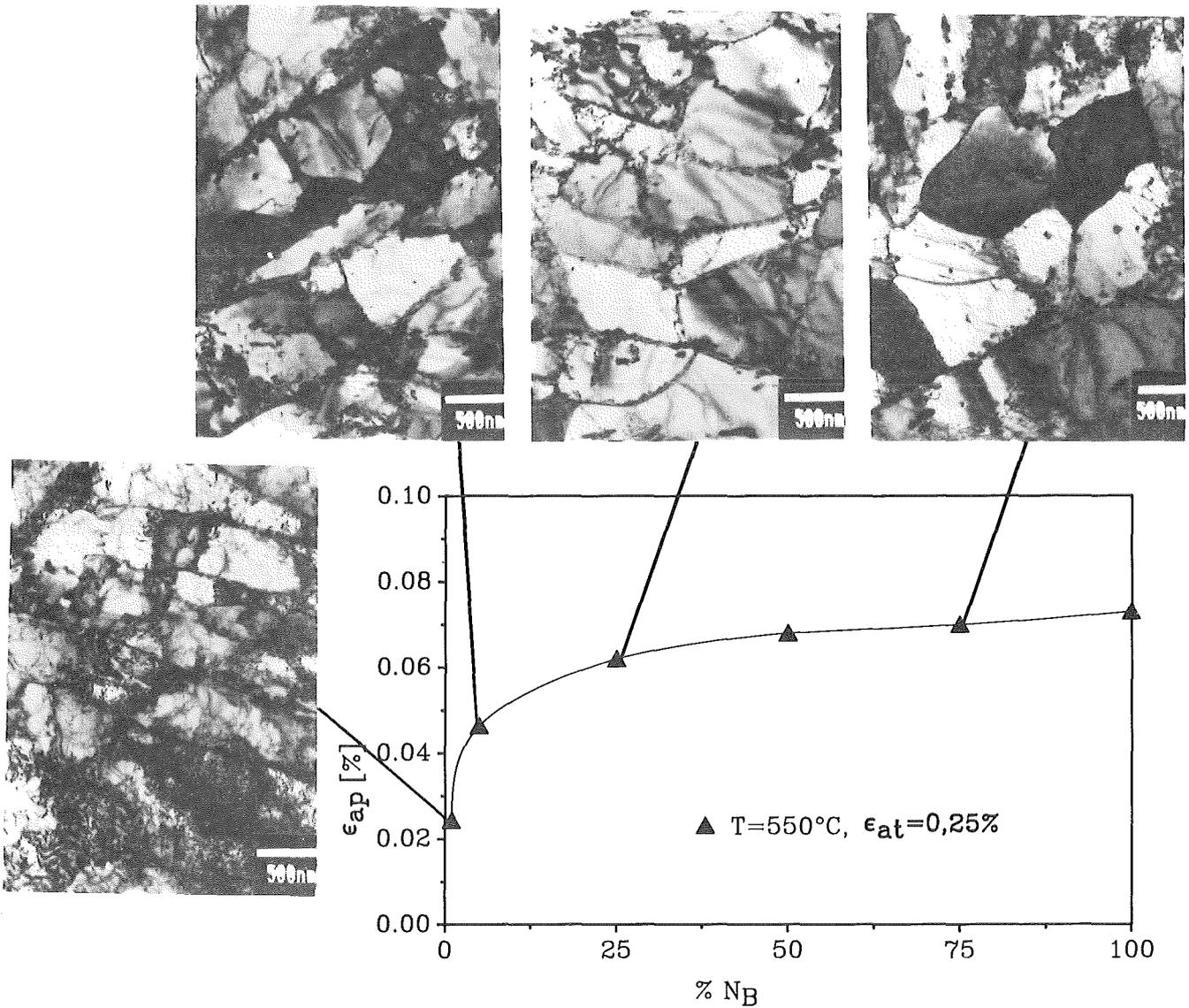


Abb. 6.39 Verlauf der plastischen Dehnungsamplitude und Entwicklung der Mikrostruktur bei 550°C und $\epsilon_{at}=0,25\%$.

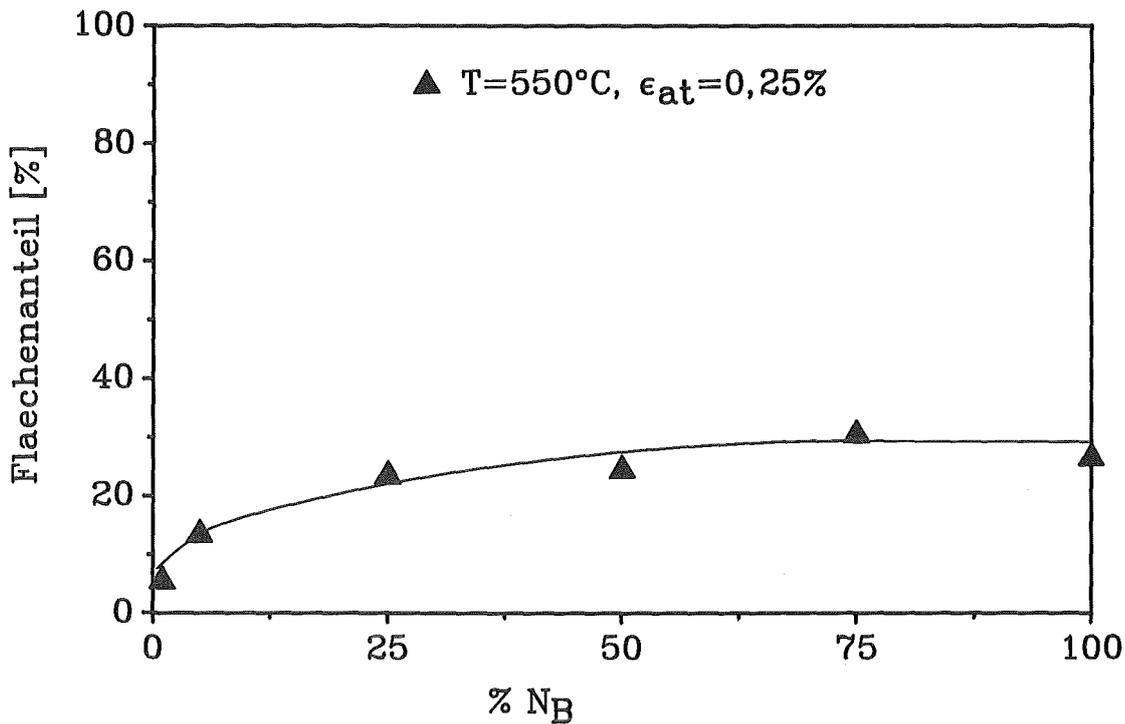


Abb. 6.40 Flächenanteil der Zellen in Abhängigkeit von der Zyklenzahl bei 550°C und $\epsilon_{at}=0,25\%$.

Für $\epsilon_{at}=0,75\%$ und $T=550^\circ\text{C}$ zeigt Abb. 6.41 den Verlauf der Spannungsamplituden, der wieder mit dem Verlauf der Zellgröße (Abb. 6.42) korreliert. Die plastische Dehnungsamplitude (Abb. 6.43) belegt, daß die Belastung weit oberhalb der zügigen 0,2-Dehngrenze liegt. Diese große plastische Dehnungsamplitude führt zu ausgeprägten mikrostrukturellen Veränderungen. Bereits bei 1% N_B sind Versetzungszellen deutlich sichtbar. Die Zellen wachsen wieder mit ansteigender Zyklenzahl und belegen einen großen Flächenanteil des Präparates. Der Anstieg des Flächenanteils der Zellen an der gesamten untersuchten Probenfläche für $T=550^\circ\text{C}$ und 0,75% ist Abb. 6.44 zu entnehmen. Dieser Flächenanteil erreicht im Gegensatz zur Verformung bei niedrigeren Temperaturen (250°C) insgesamt größere Maximalwerte von ca. 40%.

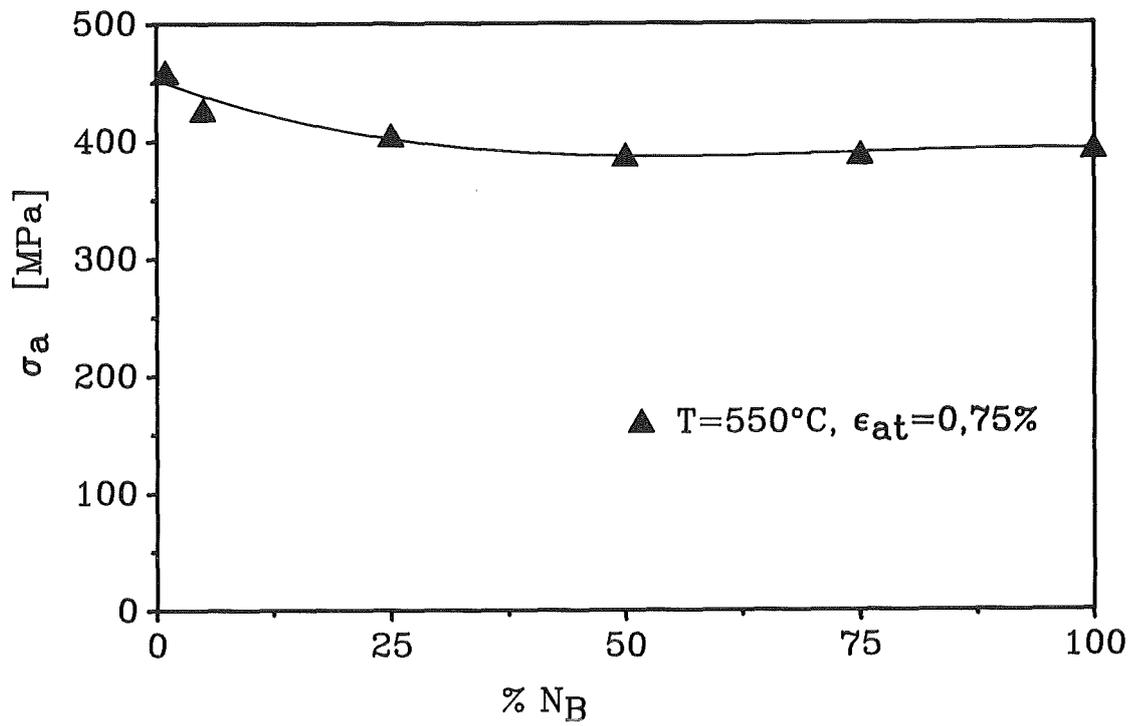


Abb. 6.41 Verlauf der gemessenen Spannungsamplitude in Abhängigkeit von der prozentualen Zyklenzahl bei 550°C und $\epsilon_{at}=0,75\%$

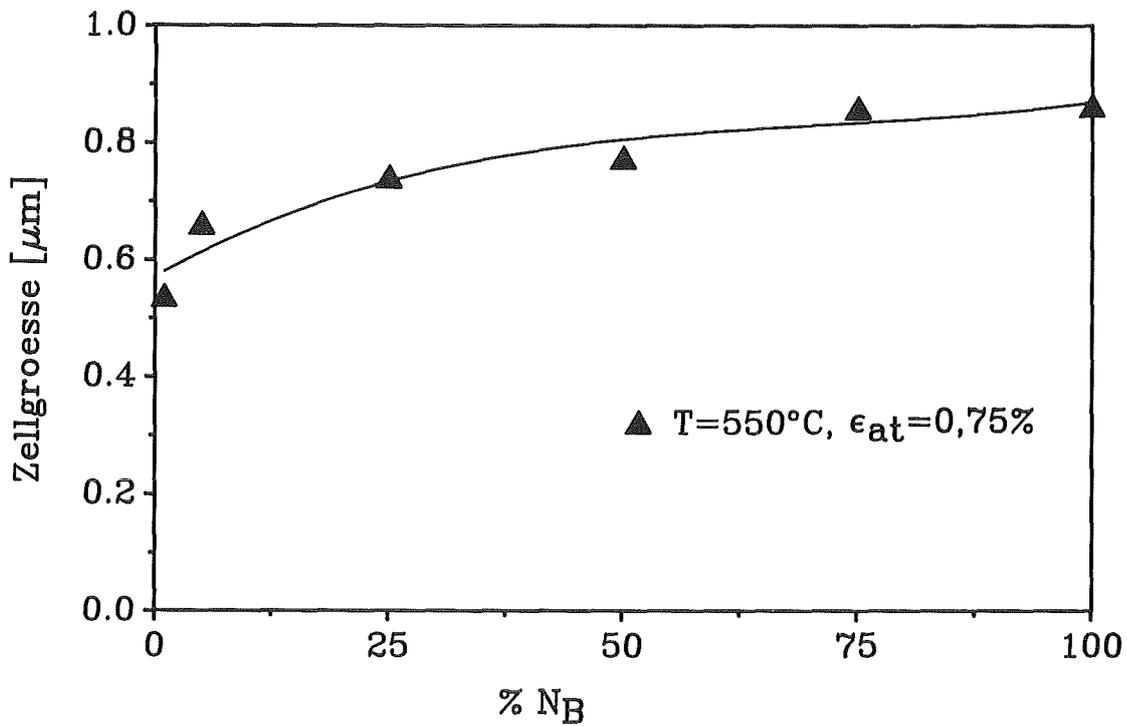


Abb. 6.42 Verlauf der gemessenen Zellgröße in Abhängigkeit von der prozentualen Zyklenzahl bei 550°C und $\epsilon_{at}=0,75\%$

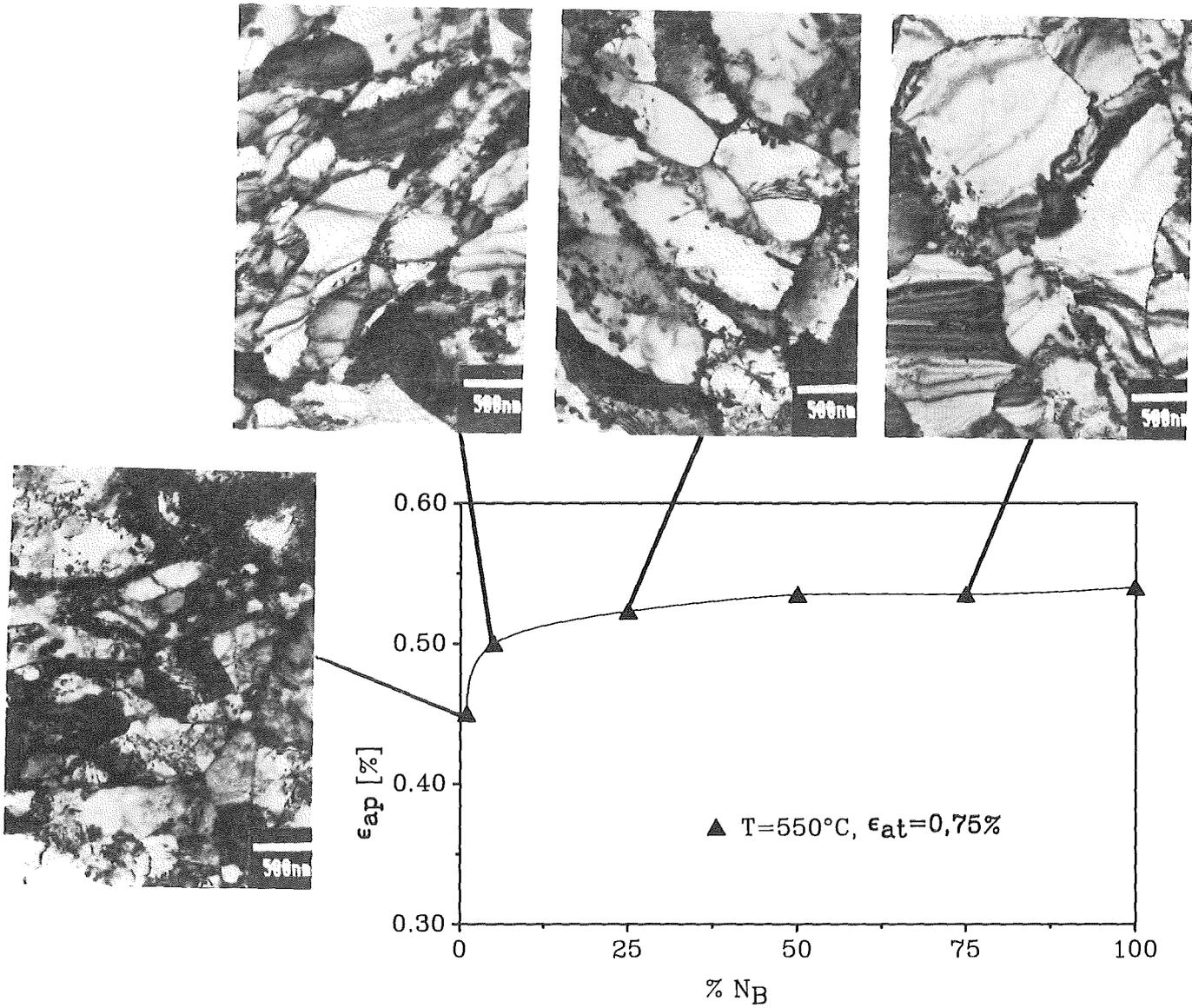


Abb. 6.43 Verlauf der plastischen Dehnungsamplitude und Entwicklung der Mikrostruktur bei 550°C und $\epsilon_{at}=0,75\%$.

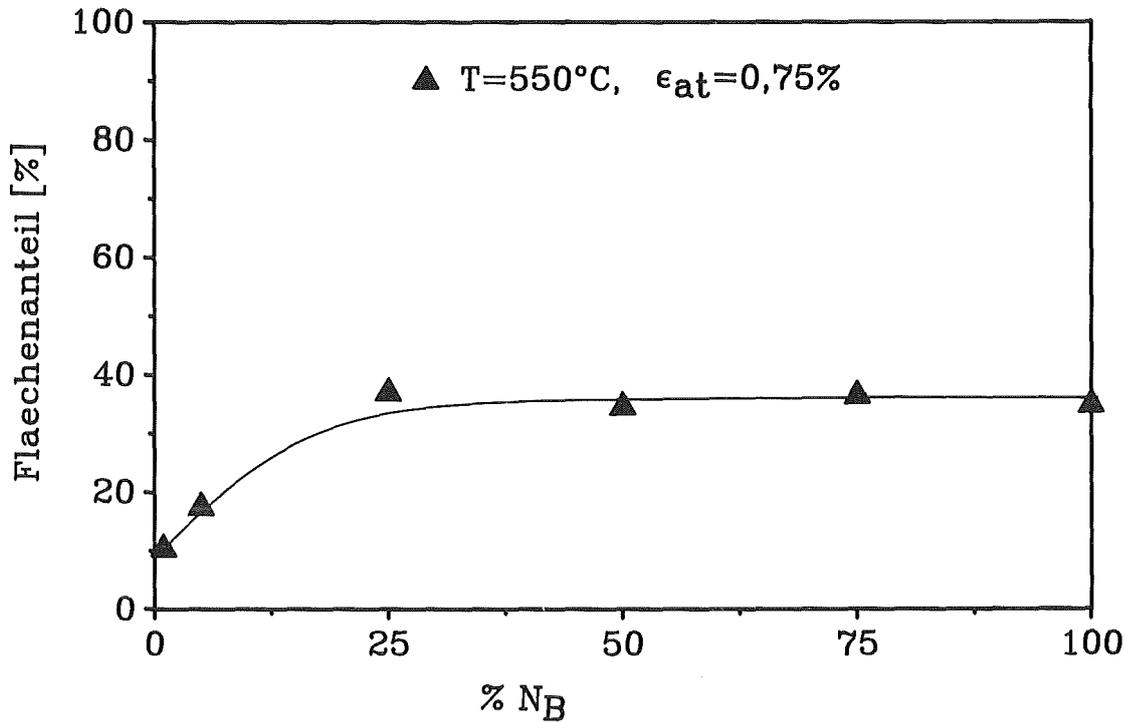


Abb. 6.44 Flächenanteil der Zellen in Abhängigkeit von der Zyklenzahl bei 550°C und $\epsilon_{at}=0,75\%$.

Als abschließender Vergleich sind die gemessenen Zellgrößen der vier Versuchsreihen über der logarithmischen Zyklenzahl in Abb. 6.45 zusammengefaßt. Die logarithmische Auftragung wurde gewählt, um die Änderung der Zellgröße bei kleinen Zyklenzahlen ebenfalls sichtbar zu machen. Bei 250°C erfolgen keine ausgeprägten Vergrößerungen der Zellgrößen im Vergleich zum Ausgangsmaterial (der Lattenabstand $0,38\mu\text{m}$ ist als Linie eingezeichnet). Bei der höheren Versuchstemperatur (550°C) wird dagegen ein deutlicher Anstieg der Zellgröße gemessen. Nach ca. 50% N_B stellt sich der Sättigungszustand ein, der in der logarithmischen Auftragung jedoch nicht sichtbar wird (vgl. Abb. 6.34). Der Einfluß der Temperatur auf die gemessenen Flächenanteile der Zellen über der logarithmischen Zyklenzahl ist in Abb. 6.46 für die vier Versuchsreihen dargestellt. Bei höheren Temperaturen und identischen Dehnungsamplituden sind die von Versetzungszellen bedeckten Flächenanteile größer. Die Beweglichkeit der Versetzungen steigt bei höheren Temperaturen an. Dies erklärt sowohl die größeren Zellen, als auch die größeren Flächenanteile der Zellen. Bei größeren Dehnungsamplituden werden insgesamt jedoch kleinere Zellen gemessen, da für die Verformung mehr Versetzungen erforderlich sind und sich daher mehr Zellwände bilden.

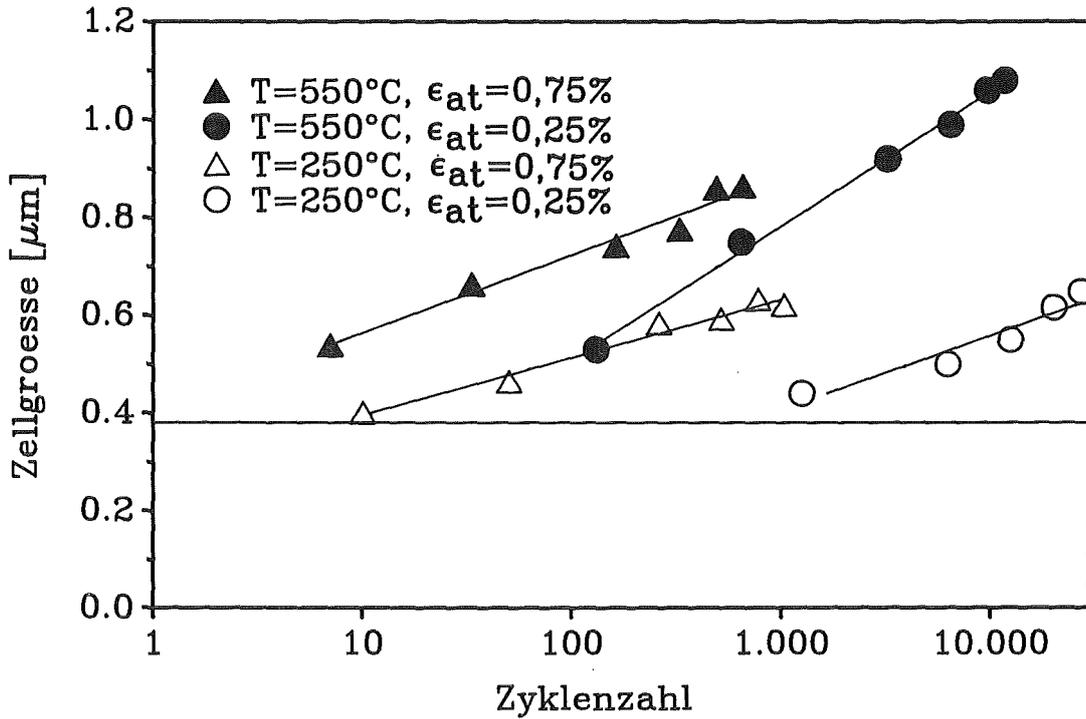


Abb. 6.45 Vergleich der gemessenen Zellgrößen der vier Versuchsreihen (Die Ausgangsgröße ist bei $0,38 \mu\text{m}$ als Gerade eingezeichnet)

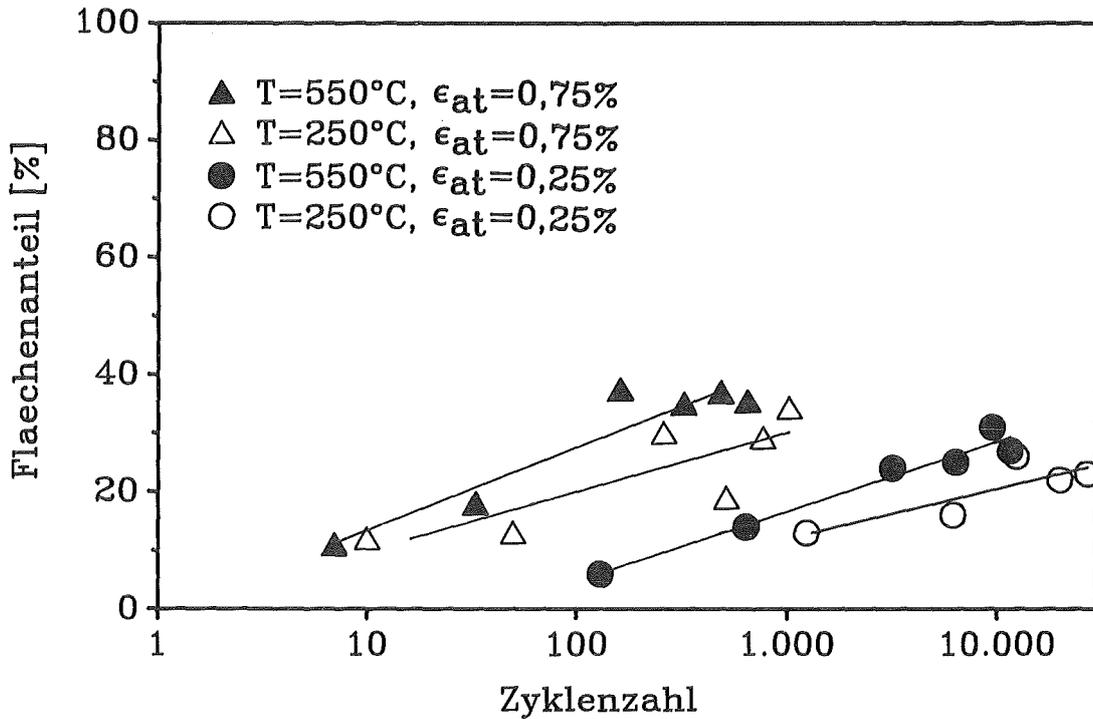


Abb. 6.46 Vergleich der gemessenen Flächenanteile der vier Versuchsreihen

Abschließend wird festgestellt, daß die Versetzungsstruktur bei zyklischer Belastung des Werkstoffs mit plastischen Dehnungsamplituden größer als 0,05% von Anfang an zu einer Zellbildung tendiert. Der Anteil der beobachteten Zellen an der gesamten untersuchten Probenfläche ändert sich nur zu Beginn der Verformung. Bereits nach 1% der Bruchlastspielzahl N_B sind erste Zellen beobachtbar. Nach 25%-50% N_B ist die Anzahl der Zellen nahezu konstant und es ändert sich nur noch der Zelldurchmesser. Dieser nimmt mit wachsender Zyklenzahl zu. Die Zunahme der Zellgröße korreliert mit einer Abnahme der gemessenen Spannungsamplitude bei konstanter angelegter Totaldehnungsamplitude. Nach 50% bis 75% der Bruchlastspielzahl treten nur noch geringfügige Änderungen der Versetzungszellgröße auf. Diese mikrostrukturelle Beobachtung korreliert mit der Tatsache, daß makroskopische Veränderungen der Spannungsamplitude in diesem Bereich ebenfalls in Sättigung gehen. Bei Wechselbelastung findet ein Übergang von einer lattenartigen Ausgangsstruktur zu einer zellartigen Versetzungsstruktur statt, d. h. die Verformung läuft wellig ab, ist also auch durch thermisch aktivierte Gleitprozesse gesteuert.

7. Mitteldehnungsbehaftete Wechselverformung

7.1 Mechanisches Verformungsverhalten

Zur Untersuchung des Einflusses einer Mitteldehnung wurden Experimente bei $T=450^{\circ}\text{C}$ und $\epsilon_{at}=0,25\%$ mit positiver und negativer Mitteldehnung $\epsilon_m=\pm 0,25\%$ gefahren (siehe Tabelle 5.2d). Bei positiver Mitteldehnung erfolgt die Beanspruchung im Zugschwellbereich, bei negativer Mitteldehnung im Druckschwellbereich. Die Verformungsgeschwindigkeit betrug bei allen Experimenten $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Die gemessenen Wechselverformungskurven, einschließlich der Referenzkurve ohne Mitteldehnung, sind in Abb. 7.1 dargestellt. Aufgetragen sind jeweils die Spannungsamplituden über der Zyklenzahl. Unabhängig von der Mitteldehnung ist eine schwache Entfestigung festzustellen. Dabei treten bei negativen Mitteldehnungen die größten Spannungsamplituden auf. Die Referenzkurve ohne Mitteldehnungen ist durch die kleinsten Spannungsamplituden gekennzeichnet. Die Mitteldehnung besitzt jedoch nur einen geringen Einfluß auf die Wechselverformungskurven. Mitteldehnungen führen im Vergleich zur Beanspruchung ohne Mitteldehnung zu geringfügig kleineren Bruchlastspielzahlen.

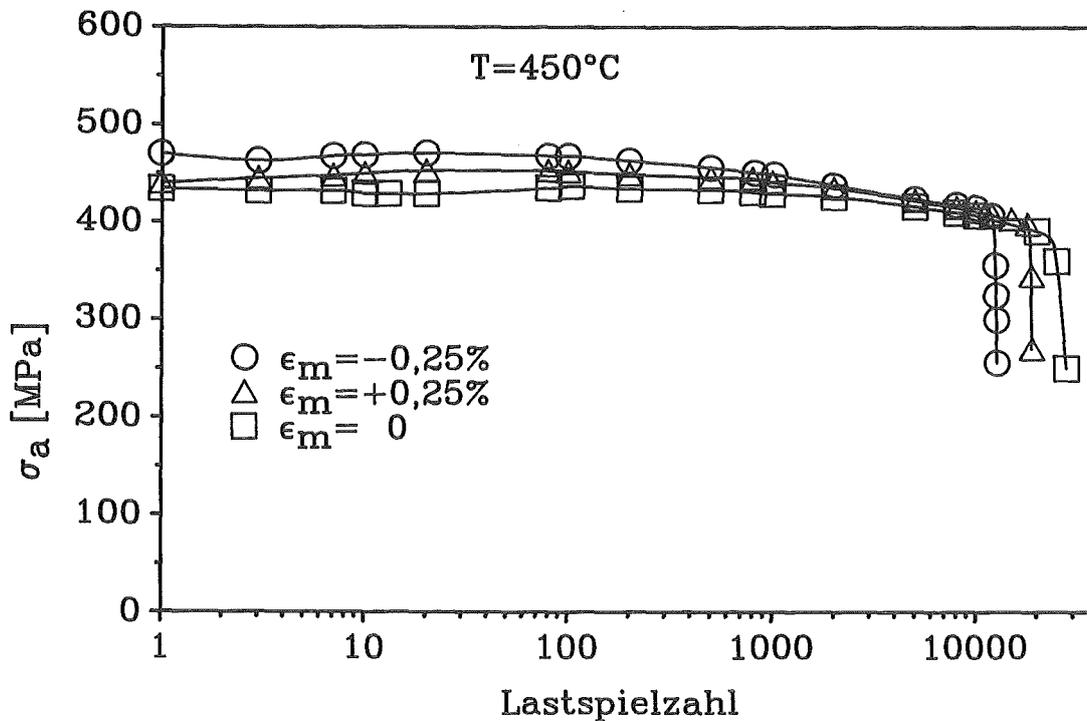


Abb. 7.1 Zyklische Verformungskurven in Abhängigkeit von der Mitteldehnung ϵ_m ($T=450^{\circ}\text{C}$)

Abb. 7.2 zeigt den Verlauf der Mittelspannungen σ_m in Abhängigkeit von der Zyklenzahl für die verschiedenen Mitteldehnungen. Dieser Auftragung ist, wie auch Abb. 7.1, zu entnehmen, daß die gemessenen Spannungsamplituden für die mit unterschiedlichen Mitteldehnungen belasteten Proben bei Erreichen der Bruchlastspielzahl übereinstimmen. Die Mittelspannung relaxiert vollkommen bis zum Bruch.

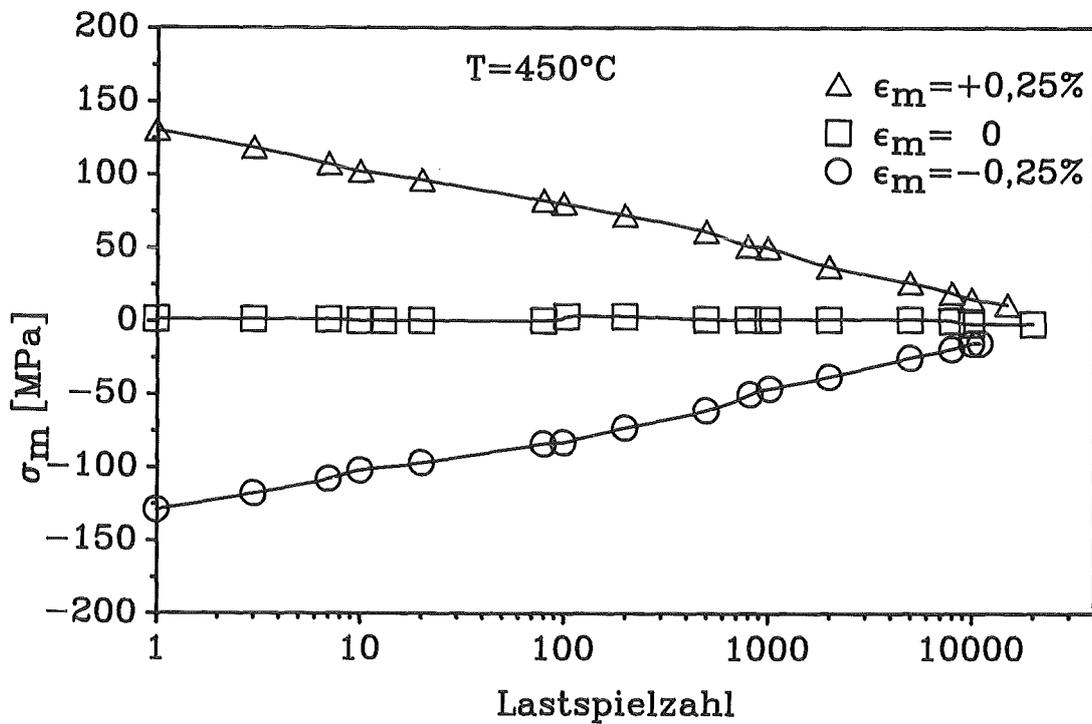


Abb. 7.2 Mittelspannungen σ_m in Abhängigkeit von der Zyklenzahl bei verschiedenen Mitteldehnungen

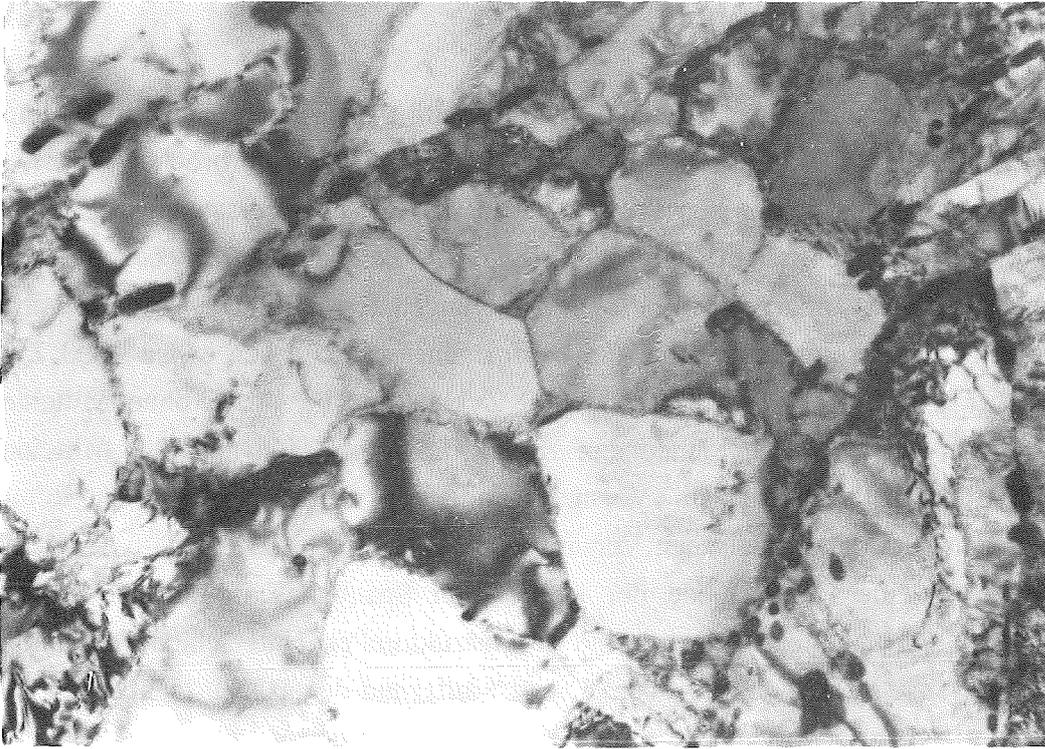
7.2 Mikrostrukturelle Untersuchungen

Mikrostrukturelle Untersuchungen wurden an den bis zum Bruch gefahrenen Proben und an Proben, bei denen das Experiment bei $N=100$ und $N=1000$ Zyklen unterbrochen wurde, durchgeführt. Die bis zum Bruch gefahrenen Proben zeigen die typische Versetzungszellbildung (Abb. 7.4a bis c) mit nahezu identischen Zellgrößen ($0,75\mu\text{m}$). Bei den unterbrochenen Experimenten wurden nur geringfügige mikrostrukturelle Veränderungen festgestellt. Dies ist auf die kleinen plastischen Dehnungsamplituden, die bei der Verformung während den ersten 1000 Zyklen auftreten, zurückzuführen. Sie betragen nach 1000 Zyklen für die Probe ohne Mitteldehnungen $\epsilon_{ap}=0,017\%$, für positive Mitteldehnungen $\epsilon_{ap}=0,029\%$ und für negative Mitteldehnungen $\epsilon_{ap}=0,023\%$. Bei den vorliegenden Versuchsparametern werden die Proben somit nahezu elastisch verformt. Bei einer zyklischen Verformung mit positiven bzw. negativen Mitteldehnungen werden nur kleine Unterschiede der gemessenen Spannungsamplituden festgestellt. Die durchgeführten Untersuchungen zeigen keine mikrostrukturellen Unterschiede der mit verschiedenen Mitteldehnungen verformten Proben. Dies ist aufgrund der nahezu identischen Sättigungsstressamplituden zu erwarten. Die festgestellte Relaxation der Mittelspannung ist in Einklang mit der Aussage, daß für eine zyklische Mittelspannungsrelaxation eine entsprechende plastische Verformung notwendig ist [107].



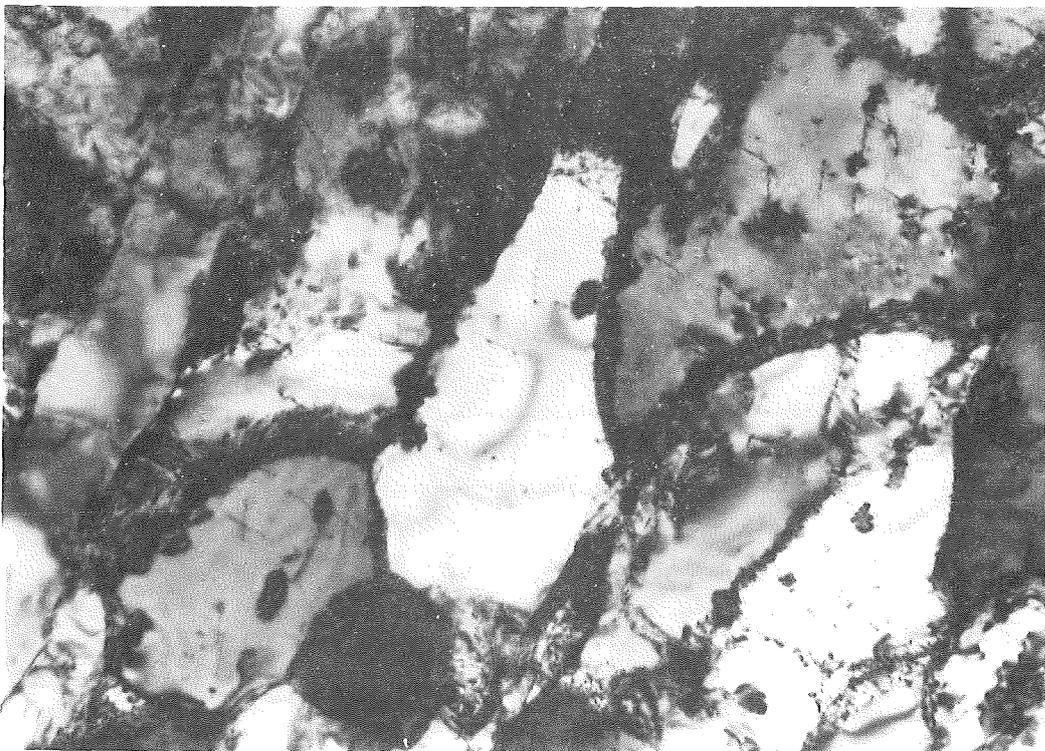
←---▶ 200nm

Abb. 7.4a Mikrostruktur einer mit $\epsilon_m = +0,25\%$ bei 450°C verformten Probe ($d=0,76\mu\text{m}$)



←---▶ 200 nm

Abb. 7.4b Mikrostruktur einer mit $\epsilon_m=0$ bei 450°C verformten Probe ($d=0,75\mu\text{m}$)



←---▶ 200 nm

Abb. 7.4c Mikrostruktur einer mit $\epsilon_m=-0,25\%$ bei 450°C verformten Probe ($d=0,74\mu\text{m}$)

8. Untersuchung der dynamischen Reckalterung

8.1 Mechanisches Verformungsverhalten und mikrostrukturelle Untersuchungen

Die in Kapitel 4.3 beschriebenen mechanischen Kenngrößen des Zugversuches zeigen eine verminderte Abnahme der 0,2-Dehngrenze und der Zugfestigkeit R_m zwischen 300°C und 400°C. Die Duktilitätskennwerte Dehnung (A, Ag) und Einschnürung (Z) zeigen im selben Temperaturbereich eine Erniedrigung, die als Anzeichen eines Einflusses der dynamischen Reckalterung (DRA) gewertet werden kann (siehe Abb. 4.3). In zusätzlichen zügigen Experimenten wurde im Temperaturbereich zwischen 275°C und 350°C der für die Reckalterung typische Portevin Le-Chatelier-Effekt beobachtet (siehe Abb. 4.4). Diese Experimente gaben Anlaß, den Einfluß der dynamischen Reckalterung auf das zyklische Verformungsverhalten des Werkstoffs MANET 1 zwischen 250°C und 450°C durch zusätzliche isotherme dehnungs- und spannungsgesteuerte zyklische Experimente zu untersuchen.

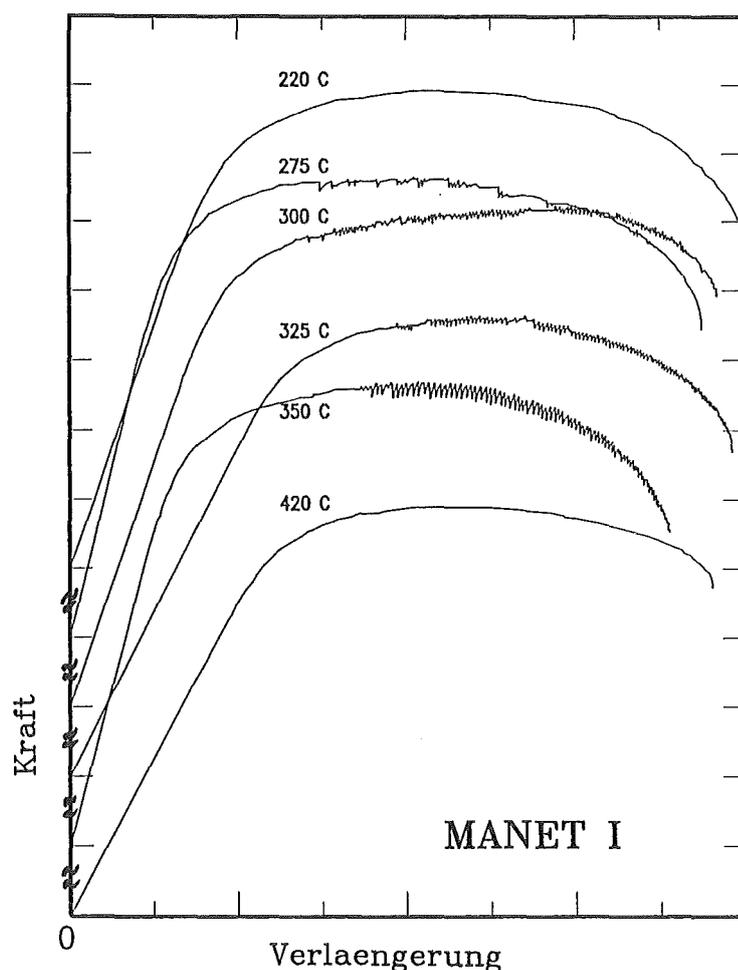


Abb. 4.4 Zügige Kraft-Verlängerungskurven

Der Einfluß der DRA auf das zyklische Verformungsverhalten hängt dabei von der Versuchsführung ab (siehe Abb. 8.1) /55,108/. Bei spannungskontrollierter Versuchsführung ($\sigma_a = \text{konst.}$) bewirkt die DRA eine kleinere plastische Dehnungsamplitude und damit eine Lebensdauererhöhung. Bei einer totaldehnungskontrollierten Versuchsführung ($\epsilon_{at} = \text{konst.}$) erfolgt eine Zunahme der Spannungsamplitude und eine Reduzierung der plastischen Dehnungsamplitude. Die Auswirkung der DRA auf die Bruchlastspielzahl hängt vom Einzelfall ab. Eine kleinere plastische Dehnungsamplitude bewirkt eine erhöhte Bruchlastspielzahl während eine erhöhte Spannungsamplitude die Bruchlastspielzahl reduziert. Generell sind die Auswirkungen der DRA bei $\epsilon_{at} = \text{konst.}$ auf das zyklische Verformungsverhalten nicht so stark ausgeprägt. In Versuchen mit konstanter plastischer Dehnungsamplitude ($\epsilon_{ap} = \text{konst.}$) führt die Zunahme der Spannungsamplitude durch die DRA zu einer Erniedrigung der Bruchlastspielzahl. Im allgemeinen treten diese Effekte gleichzeitig auf wobei, mit Ausnahme des Portevin Le-Chatelier-Effektes, ein Kriterium allein nicht als eindeutiger Beleg für Reckalterungseffekte gewertet werden kann.

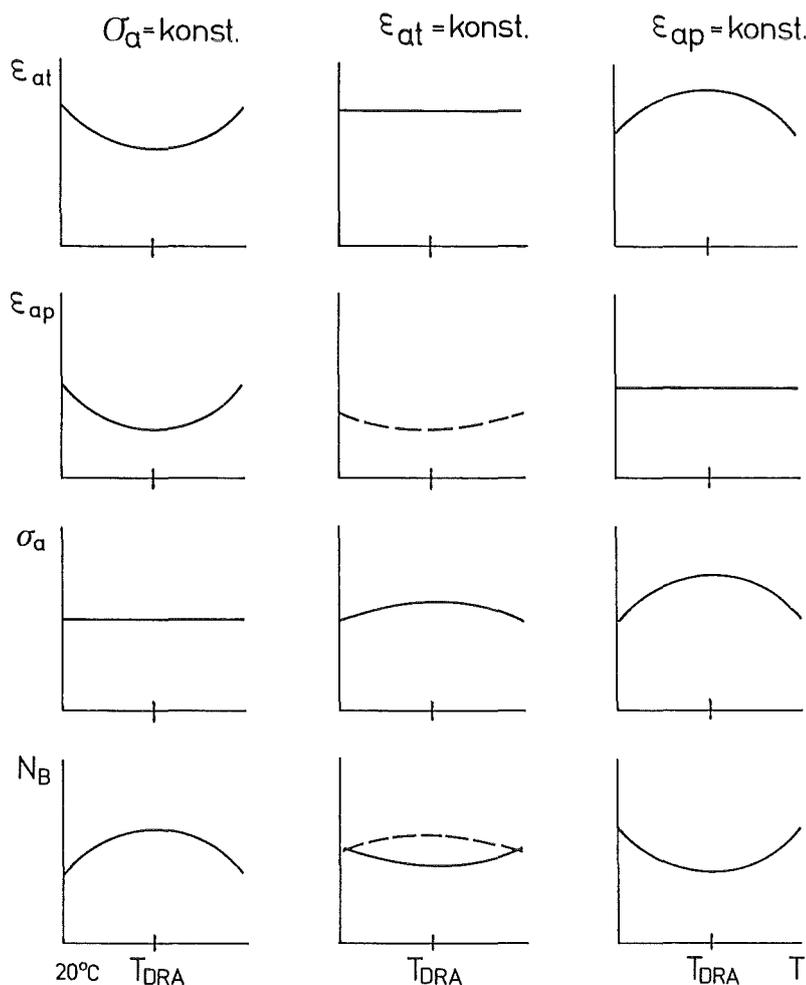


Abb. 8.1 Einfluß der DRA auf das zyklische Verformungsverhalten in Abhängigkeit von der Versuchsführung

Die Abb. 8.2 zeigt die zyklischen Verformungskurven am Werkstoff MANET 1 für 350°C bei Dehnungsamplituden von 0,25% und 0,75%. Das zyklische Verformungsverhalten ist bei $\epsilon_{at}=0,75\%$ durch die typische Entfestigung des Materiales gekennzeichnet. Bei $\epsilon_{at}=0,25\%$ ist anfänglich eine schwache Verfestigung sichtbar, die nach ca. 100 Zyklen in eine Entfestigung übergeht. Dies läßt sich jedoch nicht eindeutig als Reckalterungseffekt deuten.

Die Abhängigkeit der Maximalspannungsamplituden σ_{am} und der Sättigungsspannungsamplituden σ_{as} von der Versuchstemperatur bei $\epsilon_{at}=0,25\%$ ist in Abb. 8.3 dargestellt. Maxima der Spannungsamplituden lassen sich nicht eindeutig feststellen. Bei 250°C und für Versuchstemperaturen $T > 300^\circ\text{C}$ erfolgt jedoch eine verminderte Spannungsabnahme. Bei $\epsilon_{at}=0,75\%$ (Abb. 8.4) erfolgt eine verminderte Abnahme der Spannungsamplituden zwischen 300°C und 450°C. Dies kann ebenfalls als mögliches Anzeichen für Reckalterungseffekte gewertet werden.

Der Zusammenhang zwischen der plastischen Dehnungsamplitude und der Versuchstemperatur wurde bereits in Kapitel 6.1 beschrieben. Bei zyklischen Versuchen mit der totalen Dehnungsamplitude von 0,75% wurde bei $T=350^\circ\text{C}$ ein Minimum in der plastischen Dehnungsamplitude festgestellt (siehe Abb. 6.8). Versuche mit $\epsilon_{at}=0,25\%$ führten im Bereich von 250°C - 300°C zu kleineren plastischen Dehnungsamplituden in ihrer Abhängigkeit von der Temperatur (siehe Abb. 6.7).

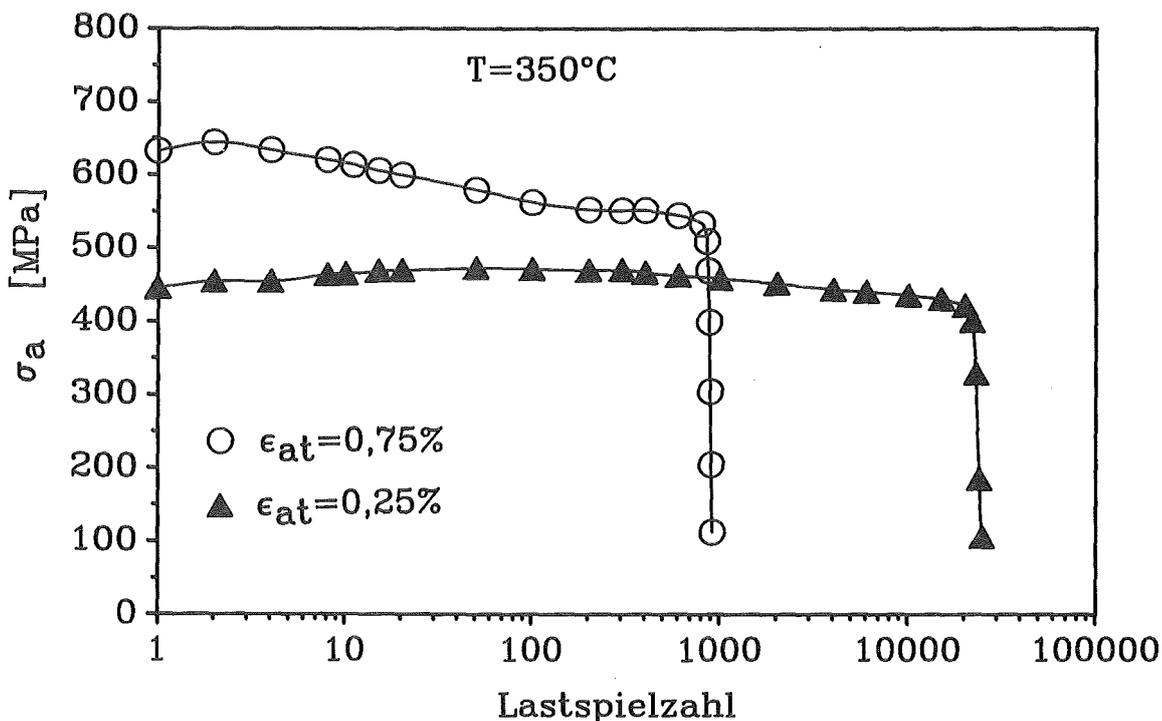


Abb. 8.2 Zyklische Verformungskurven bei $T=350^\circ\text{C}$ und $\epsilon_{at}=0,25\%$ bzw. $0,75\%$

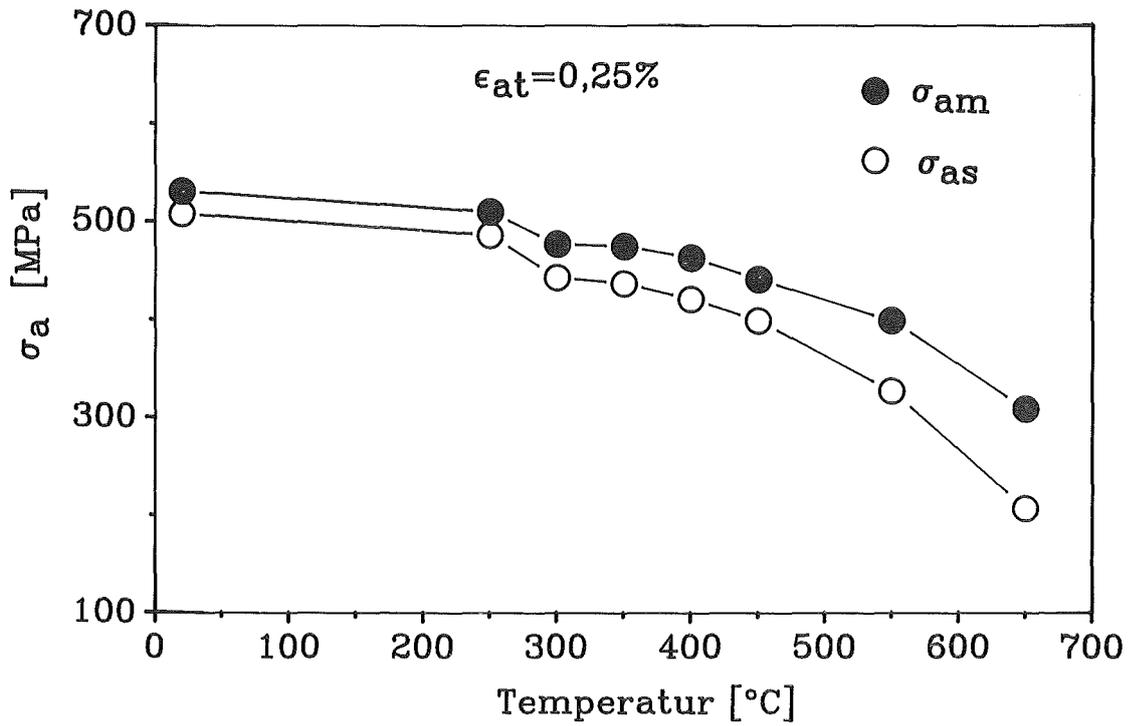


Abb. 8.3 Abhängigkeit der Maximalspannungsamplitude σ_{am} und Sättigungsspannungsamplitude σ_{as} von der Versuchstemperatur bei $\epsilon_{at} = 0,25\%$

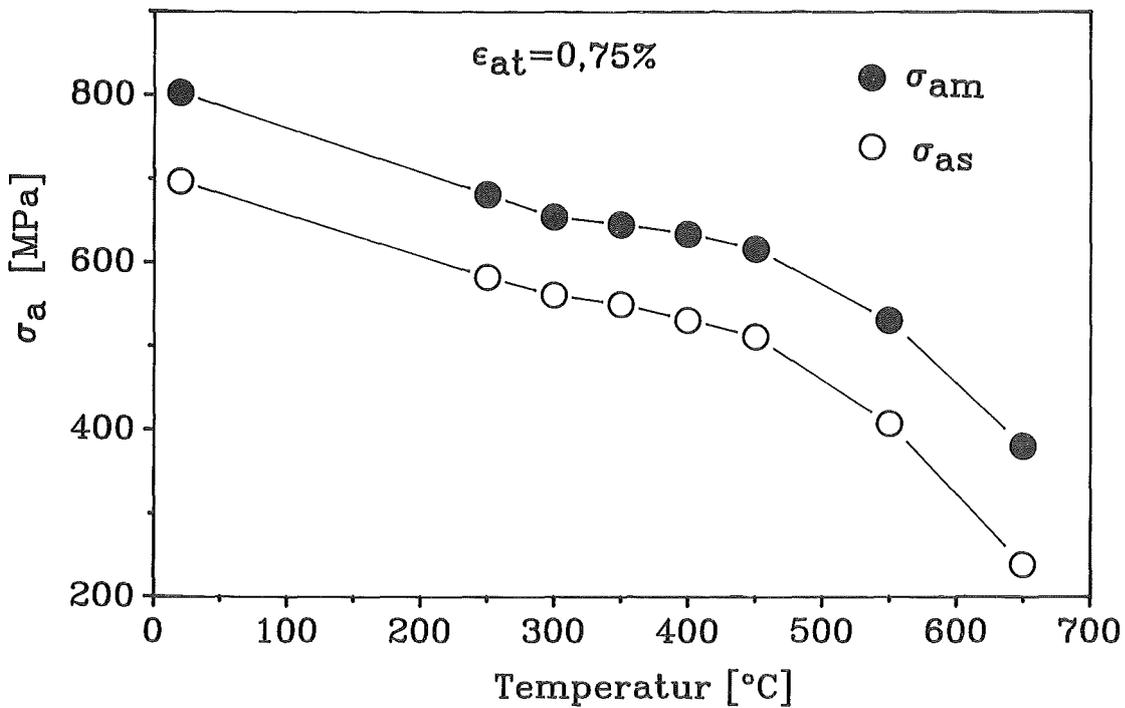


Abb. 8.4 Abhängigkeit der Maximalspannungsamplitude σ_{am} und Sättigungsspannungsamplitude σ_{as} von der Versuchstemperatur bei $\epsilon_{at} = 0,75\%$

In Abb. 8.5 ist die Abhängigkeit der Bruchlastspielzahl von der Versuchstemperatur bei $\epsilon_{at}=0,25\%$ aufgetragen. Zwischen 250°C und 450°C ist ein geringfügiger Anstieg der Bruchlastspielzahlen festzustellen. Dieser Anstieg im Temperaturbereich der Reckalterung läßt sich durch die geringeren plastischen Dehnungsamplituden erklären (siehe Abb. 6.7). In Abb. 8.6 ist die entsprechende Abhängigkeit der Bruchlastspielzahlen von der Temperatur bei $\epsilon_{at}=0,75\%$ dargestellt, die dem in Abb. 8.5 gezeigten Verlauf ähnlich ist.

Im Verlauf der Hysteresekurven wurden nur bei $\epsilon_{at}=0,75\%$ und 400°C geringfügige Diskontinuitäten festgestellt. Abb. 8.7 zeigt bei verschiedenen Zyklenzahlen gemessene Hysteresekurven in einer Auftragung der Spannung über der Dehnung. Bei verschiedenen Zyklenzahlen treten unregelmäßige σ - ϵ -Verläufe auf.

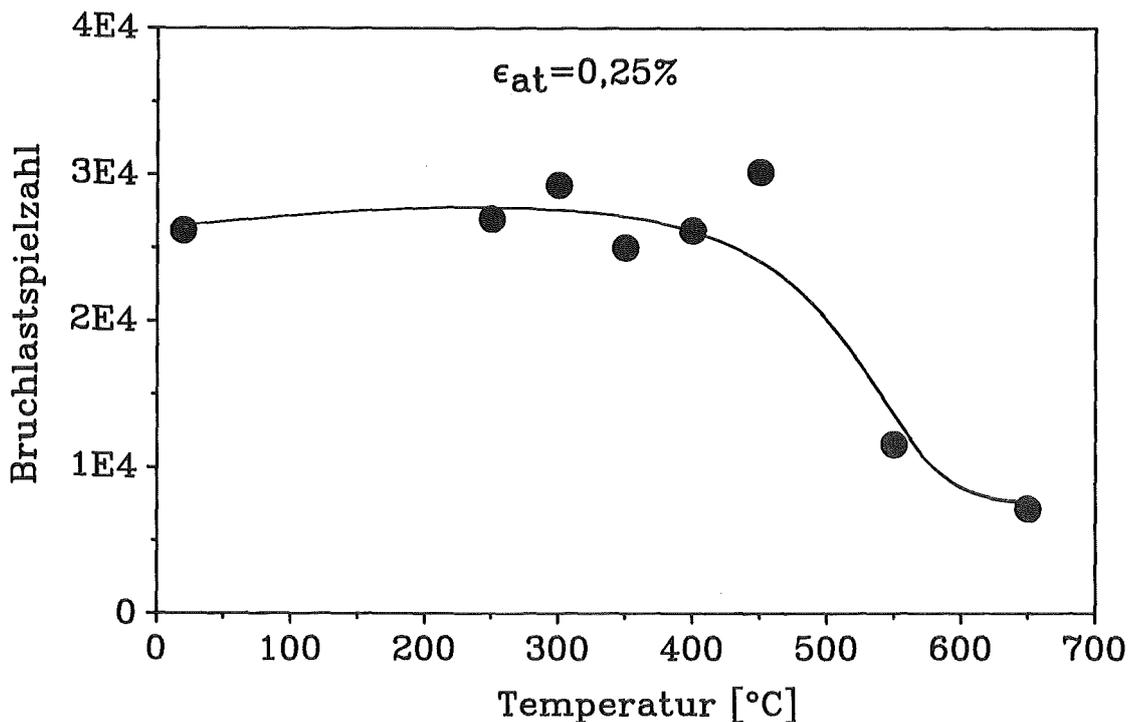


Abb. 8.5 Abhängigkeit der Bruchlastspielzahl von der Versuchstemperatur bei $\epsilon_{at}=0,25\%$

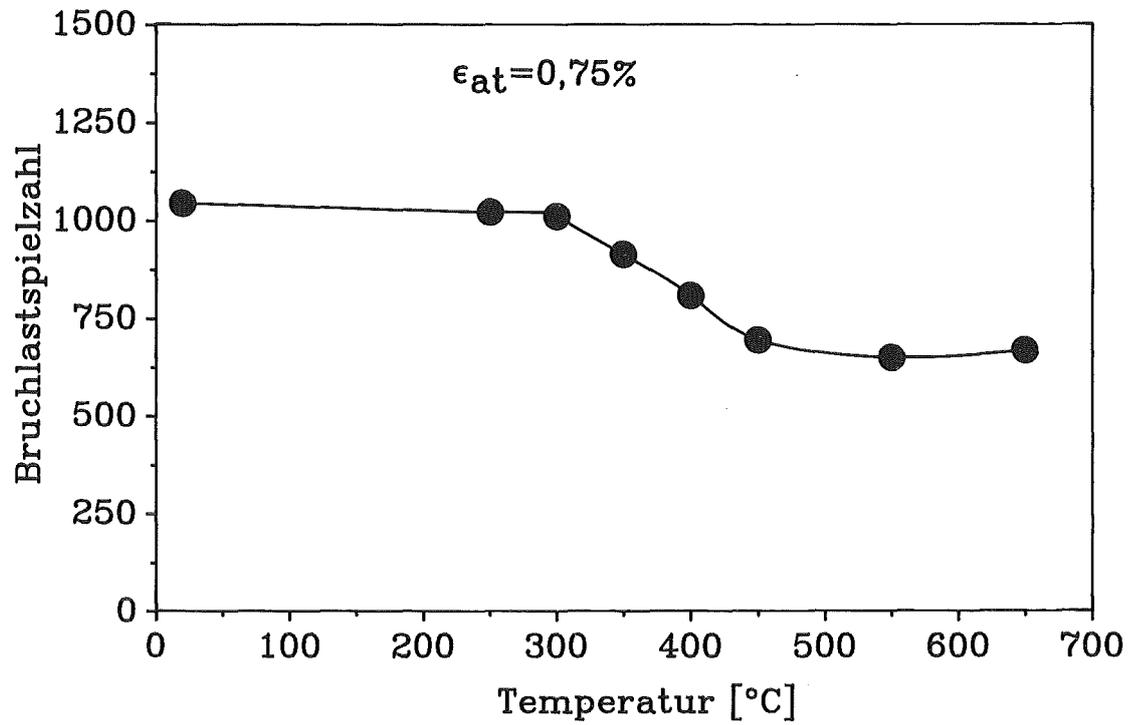


Abb. 8.6 Abhängigkeit der Bruchlastspielzahl von der Versuchstemperatur bei $\epsilon_{at} = 0,75\%$

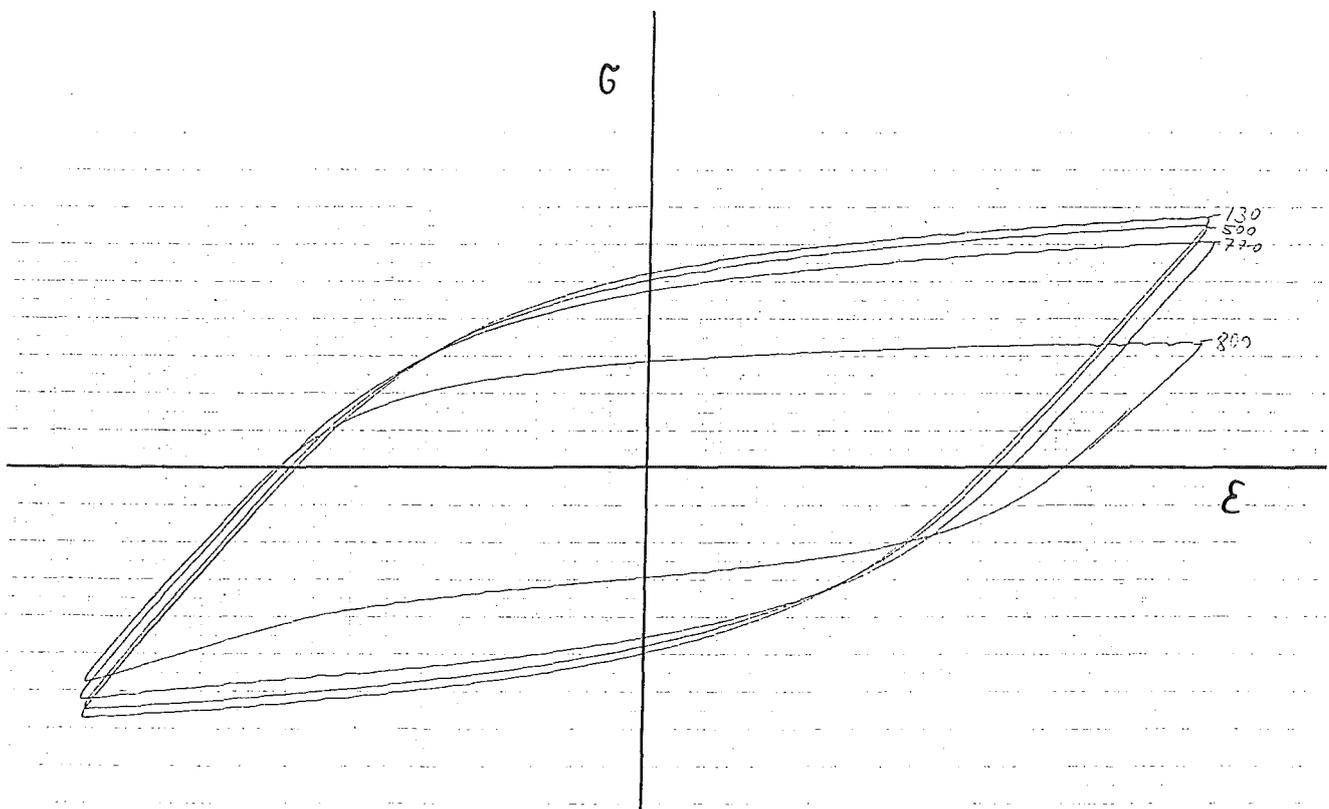


Abb. 8.7 Hysteresekurven bei $\epsilon_{at} = 0,75\%$ und $T = 400^\circ\text{C}$

Mehrere Anzeichen deuten somit auf eine Einwirkung der dynamischen Reckalterung auf das zyklische Verhalten im Temperaturbereich zwischen 250°C und 450°C hin. Insbesondere im Zusammenhang mit den in Kapitel 4.3 beschriebenen zügigen Experimenten können die zyklischen Versuchsergebnisse als Auswirkungen der dynamischen Reckalterung gewertet werden. Die dynamische Reckalterung übt jedoch einen geringeren Einfluß auf das zyklische Verformungsverhalten des Werkstoffs MANET 1 aus, als aufgrund der zügigen Verformungsexperimente zu erwarten war.

Da die durchgeführten dehnungskontrollierten Experimente nur geringe Einflüsse der dynamischen Reckalterung auf das zyklische Verformungsverhalten zeigen und in spannungskontrollierten Experimenten Reckalterungseffekte stärkere Auswirkungen auf das Verformungsverhalten ausüben sollten /32/, wurden zusätzliche Experimente spannungskontrolliert mit $\sigma_a = 500$ MPa bei 20°C, 250°C und 350°C gefahren. Die gemessene totale Dehnungsamplitude lag bei ca. 0,25%. Die zyklischen Verformungskurven sind bei allen Experimenten durch eine zyklische Entfestigung gekennzeichnet. Es zeigen sich keine Abnahmen der plastischen Dehnungsamplituden bzw. anomale Erhöhungen der Bruchlastspielzahlen über der Temperatur (Abb. 8.8). Bei diesen spannungskontrollierten zyklischen Experimenten konnte kein Einfluß der Reckalterung auf das mechanische Verformungsverhalten beobachtet werden.

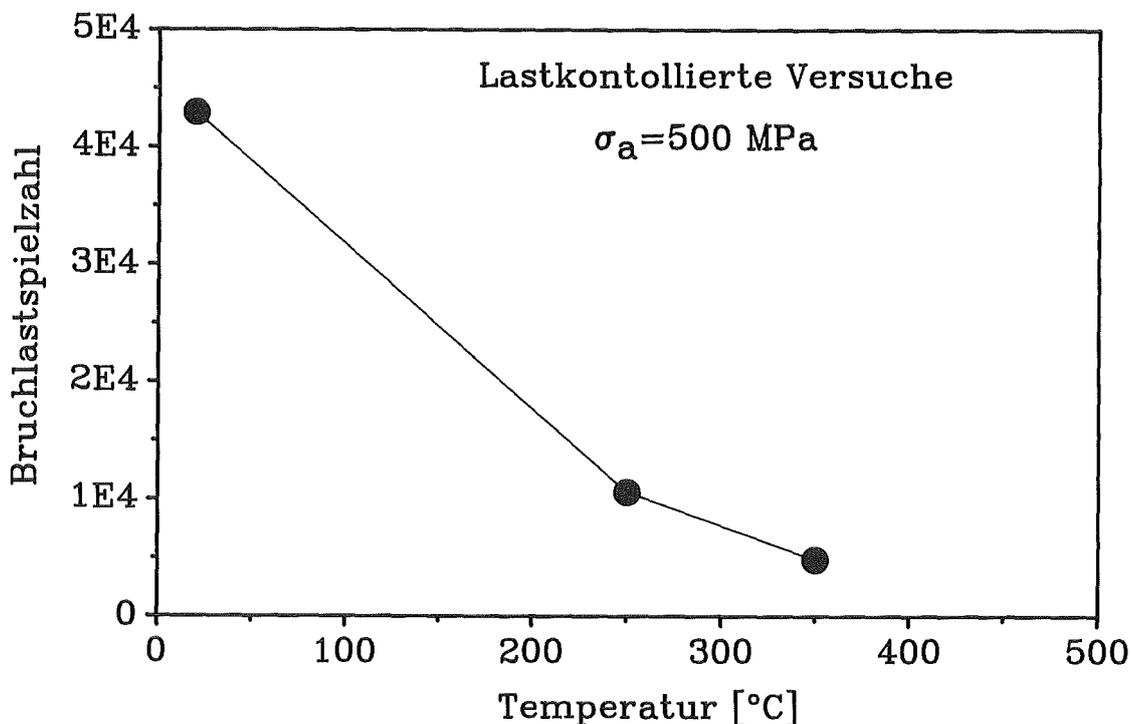


Abb. 8.8 Abhängigkeit der Bruchlastspielzahlen von der Versuchstemperatur bei spannungskontrollierten zyklischen Experimenten

Die zyklisch verformten Proben wurden mikrostrukturell untersucht. In Abb. 8.9 sind für $\epsilon_{at}=0,25\%$ die gemessenen Zellgrößen über der Versuchstemperatur aufgetragen. Die dynamische Reckalterung führt bei 350°C zu kleineren Versetzungszellen. Die kleineren Zellen lassen sich durch die reduzierte Beweglichkeit der Versetzungen im Temperaturbereich der Reckalterung erklären. Abb. 8.10a zeigt eine TEM-Aufnahme der bei 350°C mit $\epsilon_{at}=0,25\%$ verformten Probe mit der typischen Versetzungszellenstruktur. In anderen Bereichen sind die Zellen langgestreckt und werden stark von der ursprünglichen Lattenstruktur beeinflusst (Abb. 8.10b). Die Zellenstruktur kann sich in während der Anlaßbehandlung erhaltenen Bereichen ungehindert ausbilden, während in den restlichen Bereichen die Versetzungsbewegung durch die M_{23}C_6 -Karbide und die Martensitlattengrenzen eingeschränkt wird.

Bei $\epsilon_{at}=0,75\%$ ergibt sich ein ähnlicher Verlauf für die Abhängigkeit der Zellgröße von der Temperatur (Abb. 8.11). Kleinere Zellen treten jedoch bei einer um 100°C höheren Versuchstemperatur auf.

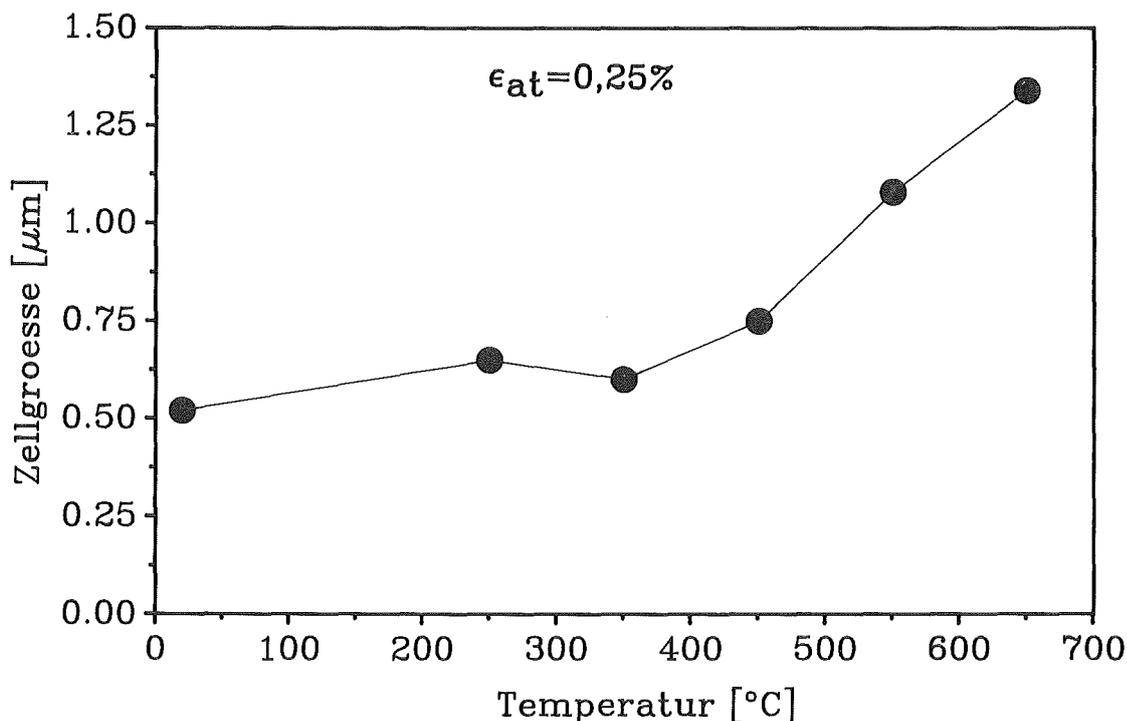
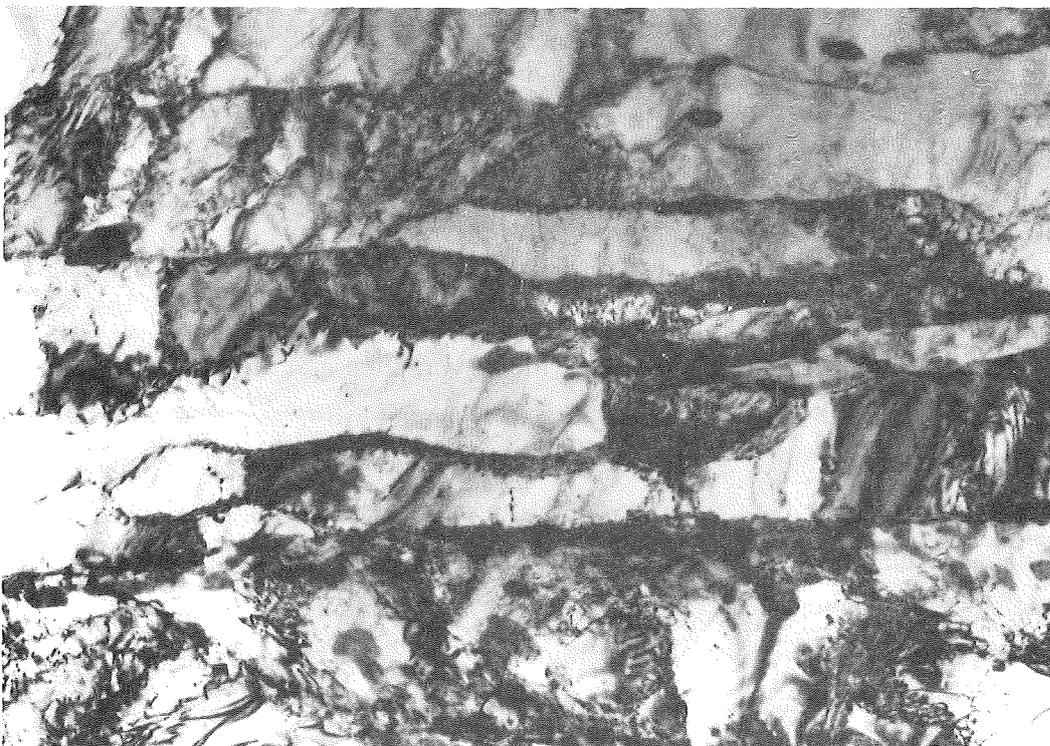


Abb. 8.9 Gemessene Zellgröße über der Versuchstemperatur bei $\epsilon_{at}=0,25\%$



←---→ 200 nm

Abb. 8.10a Versetzungszellenstruktur einer bei $T=350^{\circ}\text{C}$ mit $\epsilon_{\text{at}}=0,25\%$ verformten Probe



←---→ 200 nm

Abb. 8.10b Einfluß der Lattenstruktur in anderen Bereichen derselben Probe

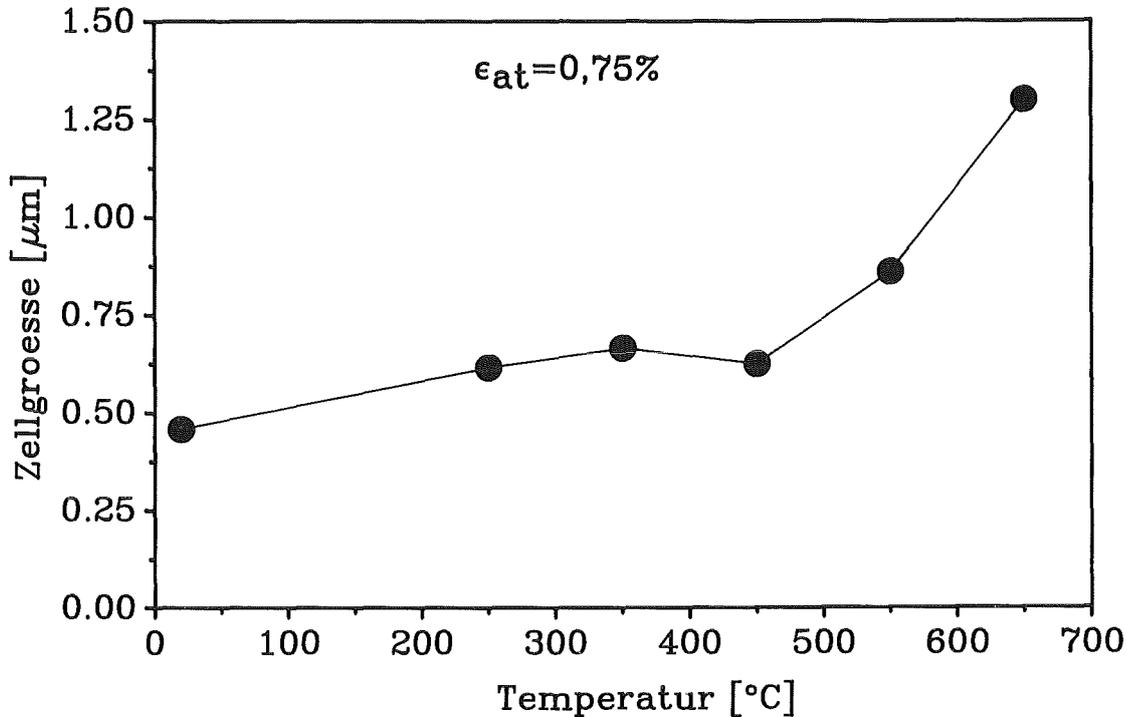


Abb. 8.11 Gemessene Zellgröße über der Versuchstemperatur bei $\epsilon_{\text{at}} = 0,75\%$

8.2 Einfluß der Anlaßtemperatur auf das Verformungsverhalten und die Mikrostruktur

Nach der Austenitisierungsglühung und dem anschließenden Abkühlen liegt ein mit Kohlenstoff übersättigtes martensitisches Gefüge vor. Durch die anschließende Anlaßbehandlung wird dieses Gefüge in einen stabileren Zustand überführt. Die Anlaßglüfung verringert die Härte des Martensits bei gleichzeitiger Steigerung der Zähigkeit. Mit wachsender Anlaßtemperatur und -dauer bilden sich zunehmend Karbide an den Martensitlattengrenzen und ehemaligen Austenitkorngrenzen. Der gelöste Gehalt an Kohlenstoff ist nach der anschließenden Abkühlung auf Raumtemperatur nicht exakt bestimmbar. Er liegt zwischen der Gleichgewichtslöslichkeit (0,02% bei 750°C) und der Löslichkeit des Kohlenstoffs bei Raumtemperatur ($< 10^{-4}\%$). Nach einer zweistündigen Anlaßglüfung bei 600°C sind jedoch Unterschiede in der Mikrostruktur (Versetzungsdichte, Lattenabstand) zu erwarten.

In Abb. 8.12 sind die zyklischen Verformungskurven der Proben, die mit $T_A=600^\circ\text{C}$ angelassen wurden, aufgetragen. Die Prüftemperaturen lagen bei 250°C , 350°C und 450°C . Die totalen Dehnungsamplituden betragen bei allen Experimenten $0,75\%$. Die zyklischen Verformungskurven zeigen das für den vorliegenden Werkstoff typische Entfestigungsverhalten. In Abb. 8.13 werden die Maximalspannungsamplituden σ_{am} und die Sättigungsspannungsamplituden σ_{as} der mit 600°C und 750°C angelassenen Proben miteinander verglichen. σ_{am} und σ_{as} bei $T_A=600^\circ\text{C}$ sind wesentlich größer als die entsprechenden Spannungsamplituden bei $T_A=750^\circ\text{C}$. Diese Spannungsunterschiede lassen sich durch die mikrostrukturellen Unterschiede der beiden Ausgangszustände erklären [109]. Mit wachsender Anlaßtemperatur wurde bereits im Ausgangszustand eine reduzierte Festigkeit beobachtet. Mit steigender Anlaßtemperatur erfolgt eine Auflösung der bis $T_A=550^\circ\text{C}$ dominierenden M_2X Ausscheidungen und eine Dekoration der Martensitlatten mit $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen. Gleichzeitig wird die Versetzungsdichte erniedrigt und bei $T_A=750^\circ\text{C}$ setzt eine Rekristallisation ein. Hieraus geht zwangsläufig das Entfestigungsverhalten auf unterschiedlichen Spannungsniveaus hervor.

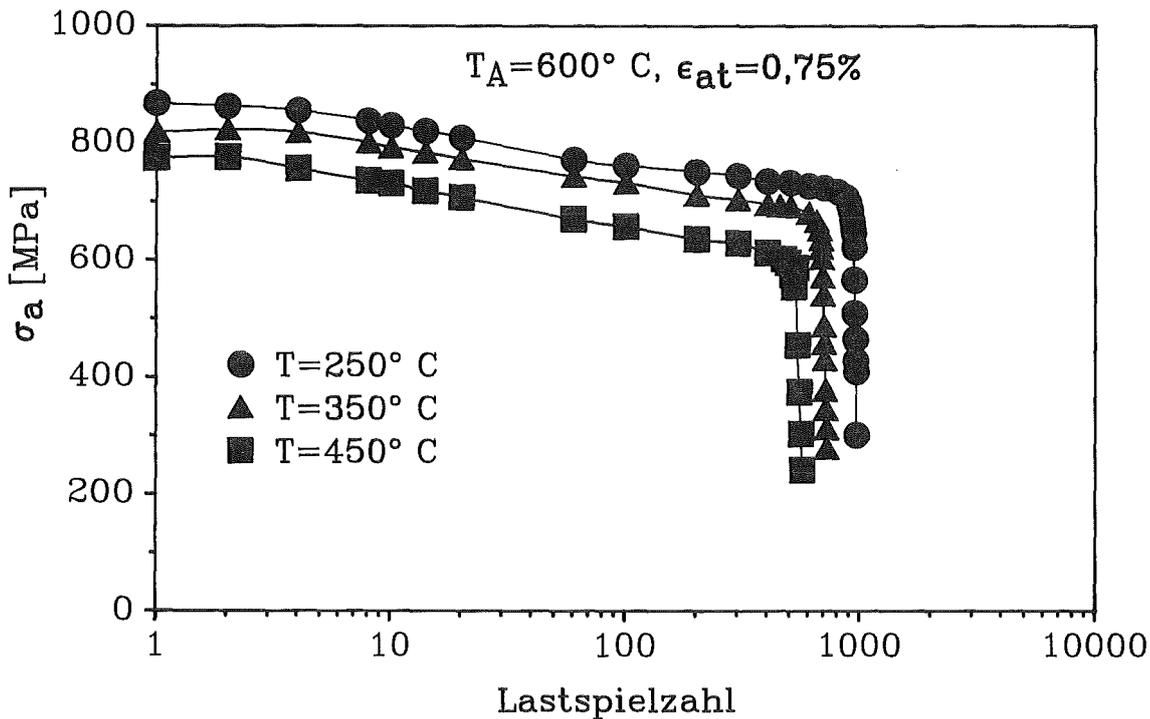


Abb. 8.12 Zyklische Verformungskurven der mit 600°C angelassenen Proben

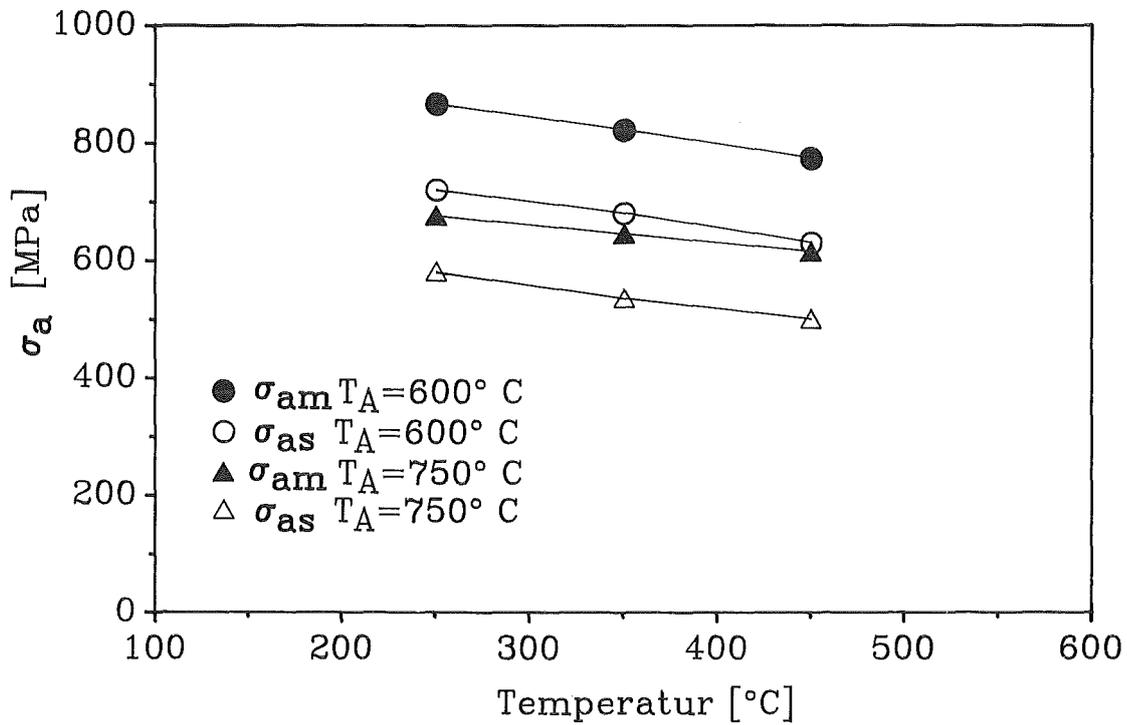


Abb. 8.13 Vergleich der Maximalspannungsamplituden σ_{am} und Sättigungsspannungsamplituden σ_{as} der mit 600°C bzw. 750°C angelassenen Proben

Die mechanischen Kenngrößen bei zügiger Beanspruchung sind in Abb. 8.14 in Abhängigkeit von der Anlaßtemperatur dargestellt. Die niedrigere Anlaßtemperatur von 600°C bewirkt gegenüber dem mit 750°C angelassenen Material eine größere Zugfestigkeit R_m , eine größere 0,2-Dehngrenze und kleinere Bruchdehnungen.

RNO-D (1.4914) Chg.53645 (MANET-1)

gehärtet 1075°-30'/L Prüftemperatur: RT
 Probe: $\phi 3 \times 35\text{mm}$ ($d_0 \times L_0$) $V_M = 0,5\text{mm/min}$

- Zugfestigkeit R_m
- 0,2 - Grenze $R_{p0,2}$
- Bruchdehnung A
- ⊗ Gleichmaßdehnung A_g

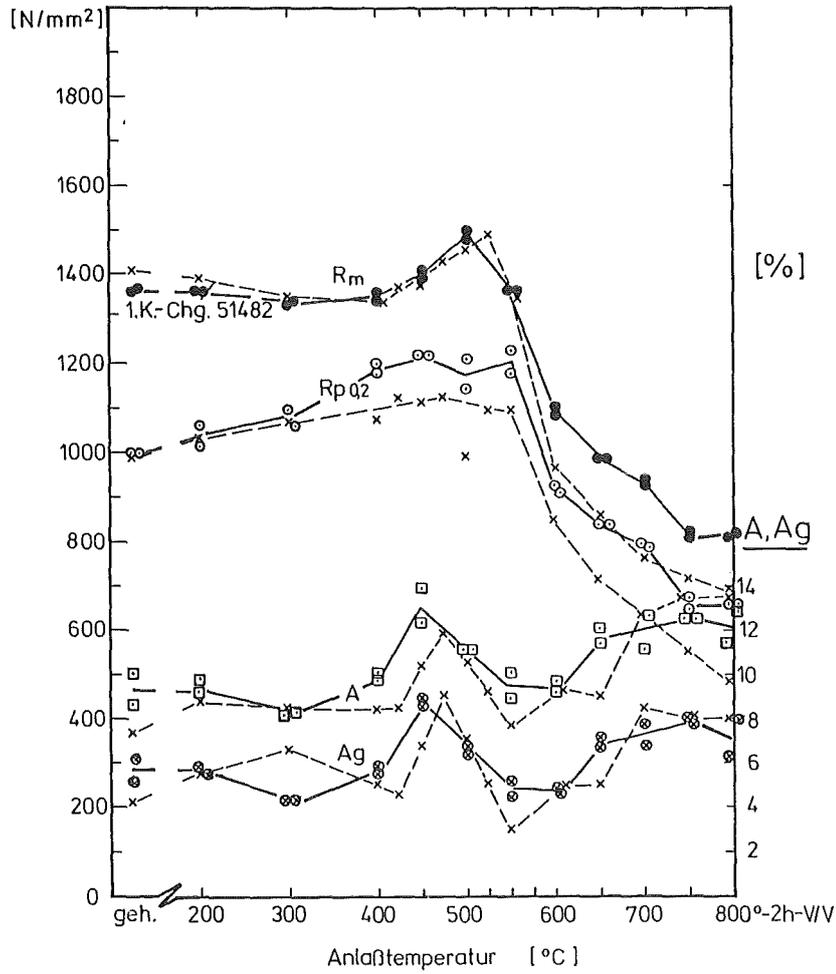


Abb. 8.14 Mechanische Kenngrößen in Abhängigkeit von der Anlaßtemperatur

Bei der zyklischen Verformung der mit 600°C angelassenen Proben werden bei gleichen Versuchsparametern größere Spannungsamplituden als in dem mit 750°C angelassenen Werkstoff gemessen. Dies zeigt Abb. 8.15 in einem Vergleich der zyklischen Verformungskurven der beiden Anlaßzustände für die Prüftemperatur 350°C und $\epsilon_{at}=0,75\%$. Die größeren gemessenen Spannungsamplituden werden durch kleinere plastische Dehnungsamplituden bei vorgegebenen konstanter Totaldehnungsamplitude verursacht. Das mechanische Entfestigungsverhalten wird prinzipiell nicht verändert.

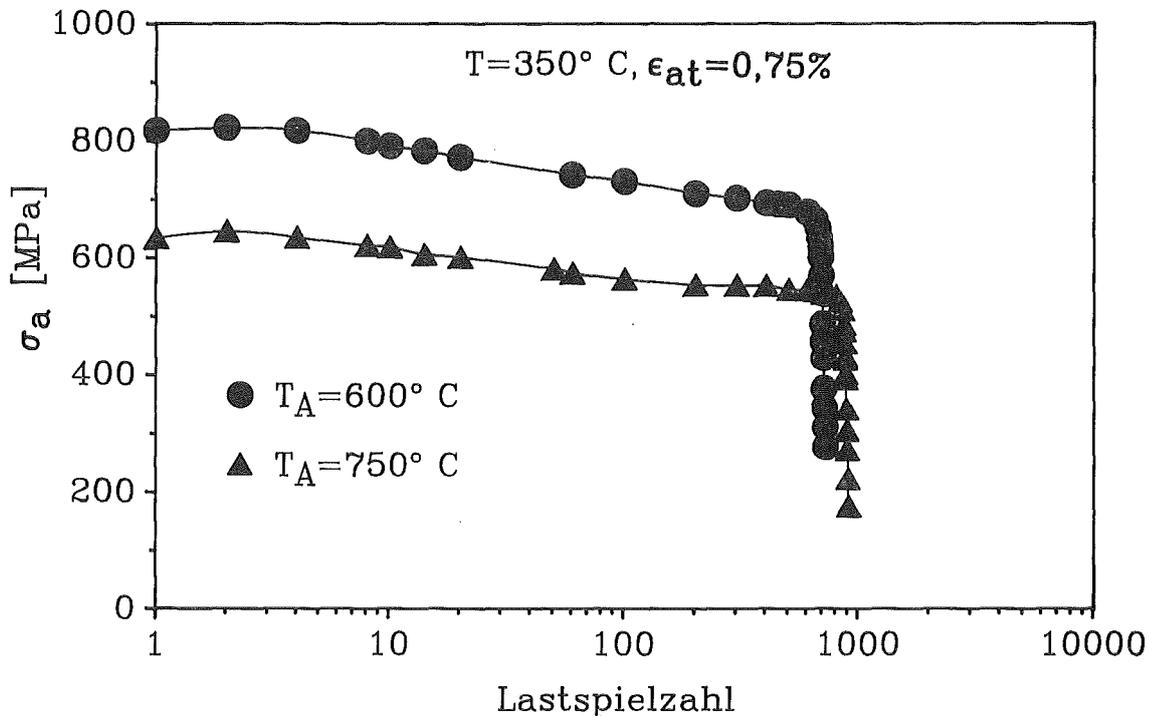


Abb. 8.15 Vergleich der zyklischen Verformungskurven der beiden Anlaßzustände bei $T=350^\circ\text{C}$ und $\epsilon_{at}=0,75\%$

Mikrostrukturelle Untersuchungen wurden sowohl an dem mit 600°C angelassenen Werkstoff als auch an den ermüdeten Proben durchgeführt. Im Ausgangszustand zeigt der bei 600°C angelassene Werkstoff im Vergleich mit dem bei 750°C angelassenen eine höhere Versetzungsdichte ($\rho = 2,7 \pm 0,5 \cdot 10^{14} \text{m}^{-2}$). Die Martensitlattenstruktur bleibt bei $T_A = 600^\circ\text{C}$ in stärkerem Maße erhalten als bei $T_A = 750^\circ\text{C}$ (Abb. 8.16). Der mittlere Durchmesser der Martensitlatten beträgt $0,28 \mu\text{m}$ und die mittlere Austenitkorngröße $24,4 \mu\text{m}$ [67]. Der mittlere Teilchenradius von $r = 0,025 \mu\text{m}$ ist nur halb so groß wie der Radius der Ausscheidungen nach der Anlaßglühung mit 750°C . Der mittlere Abstand der Ausscheidungen beträgt $l = 0,26 \mu\text{m}$. Dieser Abstand ist nahezu identisch mit dem mittleren Durchmesser der Martensitlatten. Die höhere Versetzungsdichte und die kleineren Martensitlatten des mit $T_A = 600^\circ\text{C}$ angelassenen Werkstoffs verursachen die höheren Spannungsamplituden bei zyklischer Verformung.



←----▶ 200 nm

Abb. 8.16 Mikrostruktur des mit 600°C/2h angelassenen Ausgangsmaterials

Eine Anomalie in der Temperaturabhängigkeit der Sättigungsspannungsamplitude σ_{as} des bei 600°C angelassenen Werkstoffs aufgrund von Reckalterungseinflüssen wurde nicht beobachtet. Der verfestigende Einfluß der Reckalterung wird durch die mikrostrukturell beobachtete Versetzungszellbildung in zyklisch verformten Proben überkompensiert (Abb. 8.17). Die mittlere Versetzungszellgröße wurde experimentell bestimmt. Die Zellen, die bei der zyklischen Verformung des bei 600°C angelassenen Werkstoffs gebildet werden, sind kleiner als Zellen des bei 750°C angelassenen und mit identischen Versuchsparametern verformten Werkstoffs (Tab. 8.1). Die mikrostrukturellen Untersuchungen zeigen neben der typischen Versetzungszellbildung auch große Bereiche in denen die ursprüngliche Martensitlattenstruktur dominiert (Abb. 8.18).

In Übereinstimmung mit anderen Arbeiten an vergüteten Werkstoffen bewirkt im Werkstoff MANET 1 eine niedrigere Anlaßtemperatur von 600°C im Vergleich zu 750°C eine größere Festigkeit /7,110/. Dies ist durch die kleineren Martensitlattenabstände und die höhere Versetzungsdichte erklärbar. Die zyklische Entfestigung wird durch die reduzierte Anlaßtemperatur nicht beeinflusst. In den mikrostrukturellen Untersuchungen ist die typische Zellbildung mit einer reduzierten Versetzungsdichte im Zellinneren festzustellen.

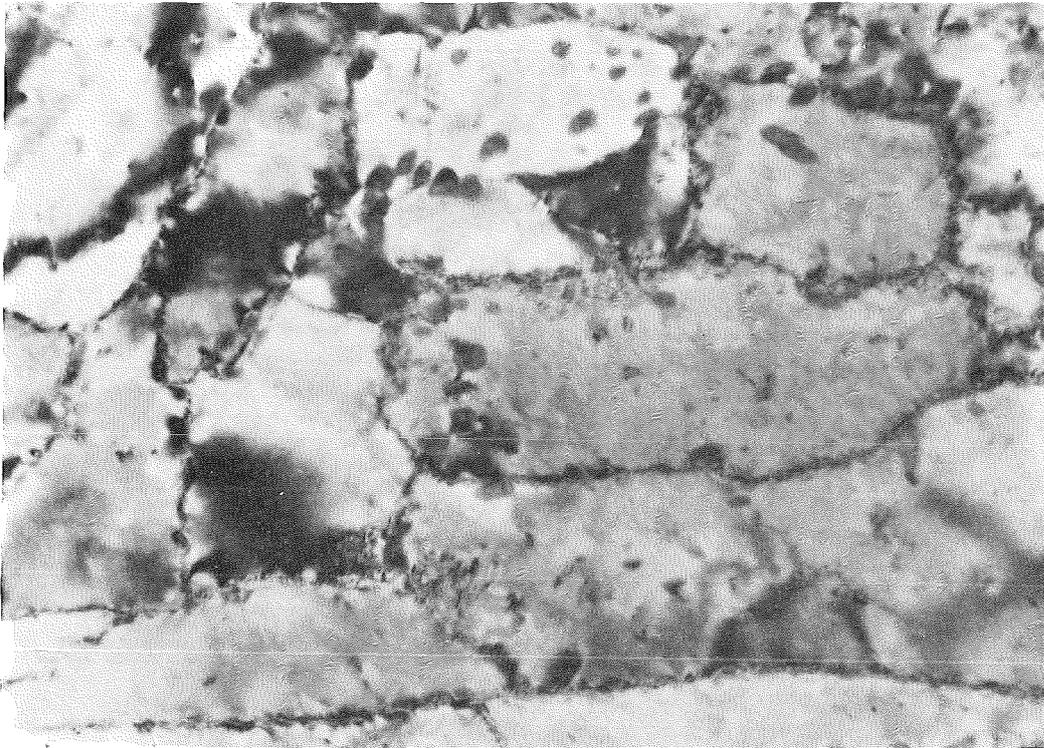
$T_A = 750^\circ \text{C}$

$T_{\text{exp}} [^\circ\text{C}]$	$\sigma_{as} [\text{MPa}]$	$d [\mu\text{m}]$
250	580	0,616
350	540	0,666
450	500	0,625

$T_A = 600^\circ \text{C}$

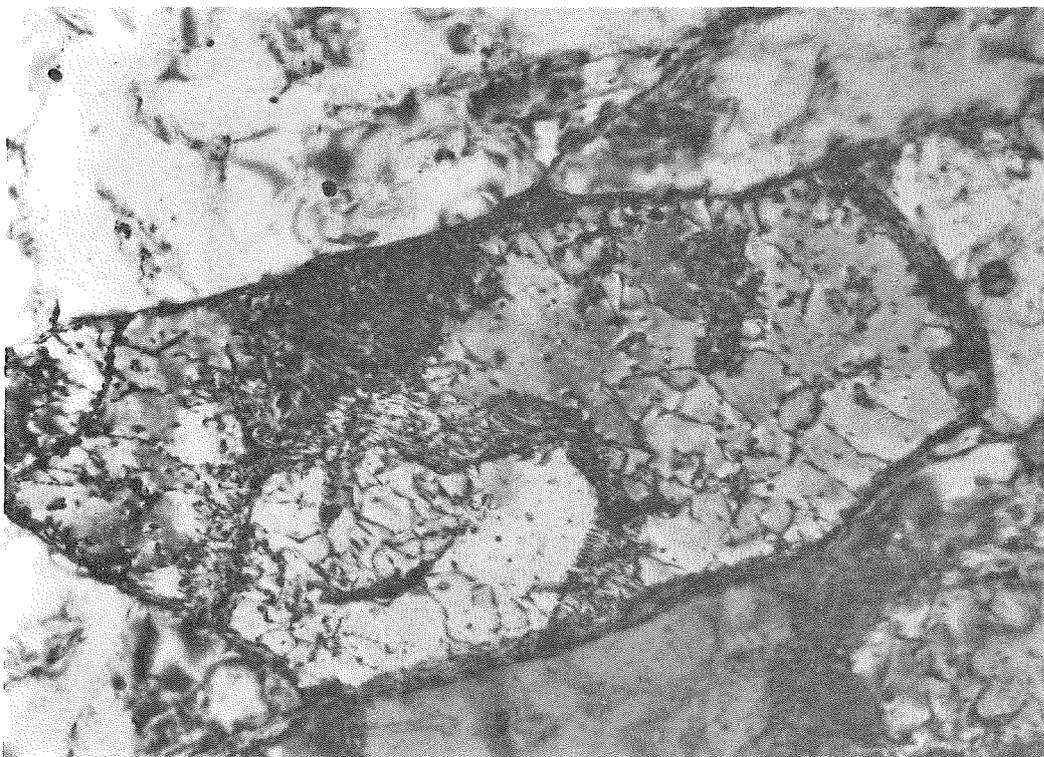
$T_{\text{exp}} [^\circ\text{C}]$	$\sigma_{as} [\text{MPa}]$	$d [\mu\text{m}]$
250	720	0,446
350	680	0,475
450	600	0,453

Tabelle 8.1 Vergleich der Sättigungsspannungsamplituden σ_{as} und der Zellgrößen d für $T_A = 750^\circ \text{C}$ und $T_A = 600^\circ \text{C}$ ($\epsilon_{at} = 0,75 \%$)



$T=250^{\circ}\text{C}$

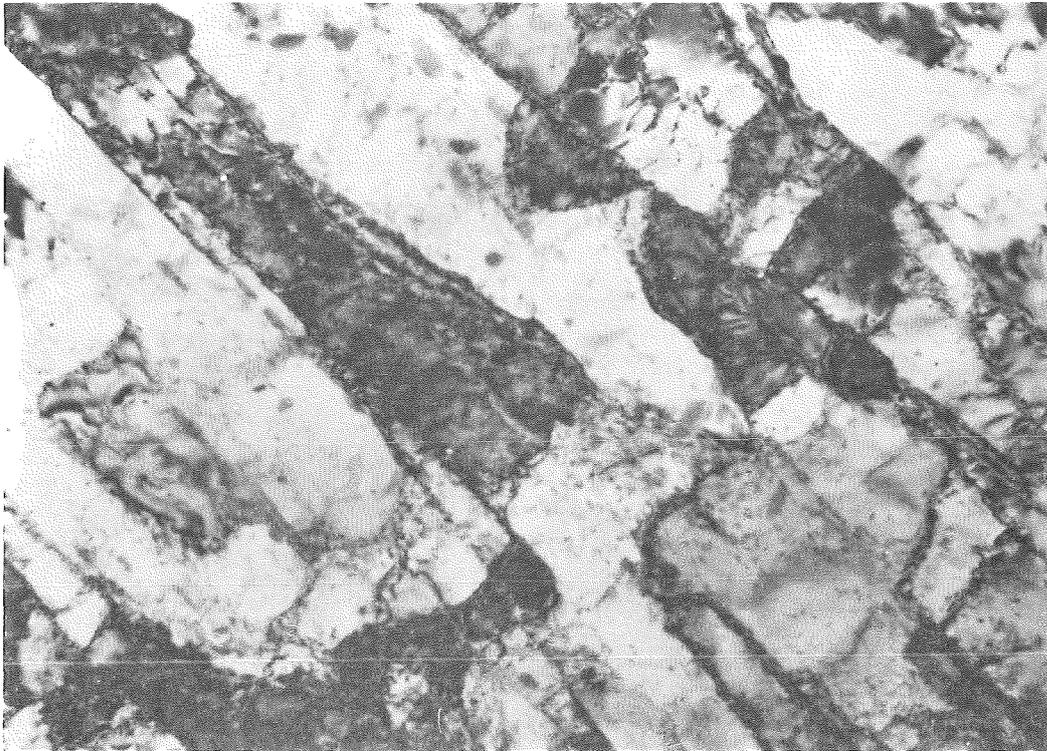
←-----→ 200 nm



$T=450^{\circ}\text{C}$

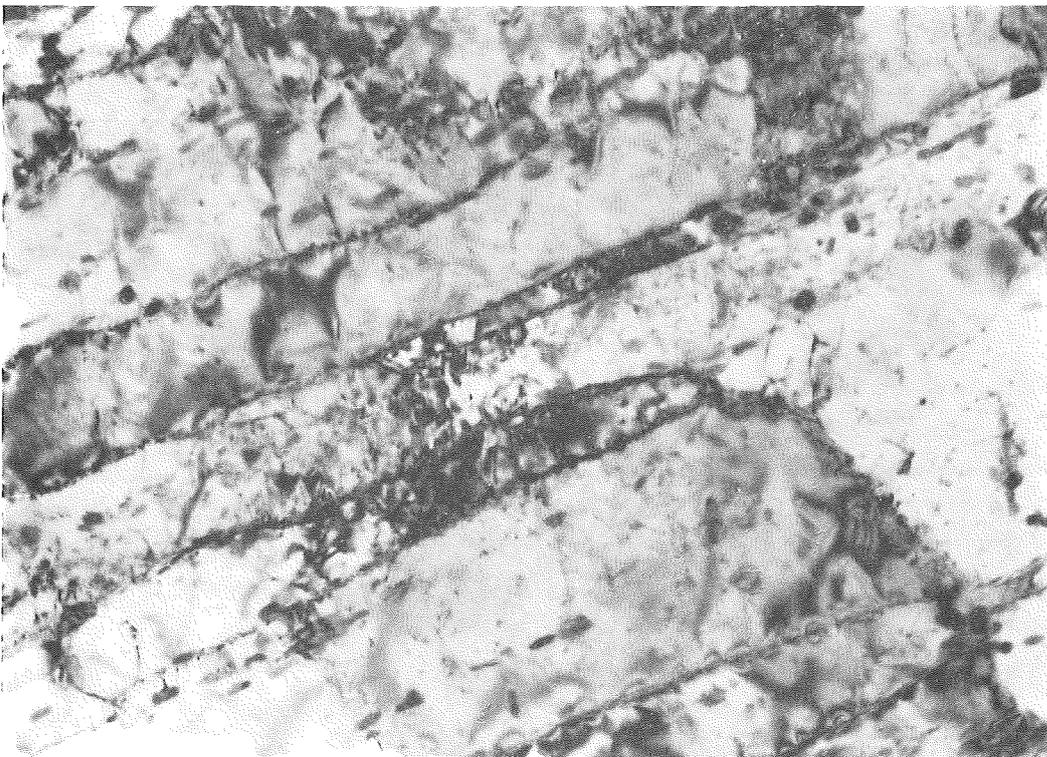
←----→ 200 nm

Abb. 8.17 Versetzungszellenstruktur der bei unterschiedlichen Versuchstemperaturen zyklerten Proben ($T_A=600^{\circ}\text{C}$)



$T=250^{\circ}\text{C}$

◄----► 200 nm



$T=450^{\circ}\text{C}$

◄----► 200 nm

Abb. 8.18 Einfluß der Lattenstruktur der bei unterschiedlichen Versuchstemperaturen zyklerten Proben ($T_A=600^{\circ}\text{C}$)

9. Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit auf das Ermüdungsverhalten

Da in Zugversuchen bzw. Zeitstandversuchen mit steigender Versuchstemperatur Kriecheinflüsse beobachtet werden, die oberhalb von ca. 400°C deutlich ausgeprägt sind /7/, ist bei einer zyklischen Verformung bei höheren Versuchstemperaturen und hinreichend kleinen Frequenzen bzw. Verformungsgeschwindigkeiten mit zusätzlichen Kriecheinflüssen zu rechnen. Bei niedrigen Versuchstemperaturen sind jedoch keine Auswirkungen von Kriecheinflüssen auf das Ermüdungsverhalten zu erwarten.

Zyklische Verformungsexperimente wurden deshalb mit verschiedenen Verformungsgeschwindigkeiten ($\dot{\epsilon}=3\cdot 10^{-3}\text{s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}=3\cdot 10^{-4}\text{s}^{-1}$ und $\dot{\epsilon}=3\cdot 10^{-5}\text{s}^{-1}$) bei unterschiedlichen Temperaturen ($20^{\circ}\text{C}\leq T\leq 650^{\circ}\text{C}$) totaldehnungskontrolliert mit $\epsilon_{\text{at}}=0,75\%$ gefahren. Abb. 9.1 zeigt den Verlauf der gemessenen Spannungsamplituden über der Zyklenzahl in Abhängigkeit von der Verformungsgeschwindigkeit bei 250°C. Das zyklische Entfestigungsverhalten wird durch eine Variation der Verformungsgeschwindigkeit bei 250°C nur unwesentlich beeinflusst, ebensowenig die Bruchlastspielzahl. Bei 250°C ist wie erwartet kein Kriecheinfluß auf das Ermüdungsverhalten festzustellen.

Die zyklischen Verformungskurven bei 550°C sind in Abb. 9.2 dargestellt. Bei beiden $\dot{\epsilon}$ -Werten ist das zyklische Entfestigungsverhalten auch bei dieser höheren Temperatur dominant. Es werden jedoch bei $\dot{\epsilon}=3\cdot 10^{-5}\text{s}^{-1}$ kleinere Spannungsamplituden gemessen als bei $\dot{\epsilon}=3\cdot 10^{-3}\text{s}^{-1}$. Das unterschiedliche Spannungsniveau wird offenbar durch die Überlagerung eines Kriechanteiles bei reduzierten Dehnraten und höheren Temperaturen verursacht.

In Abb. 9.3 wird die Abhängigkeit der bei der Maximalspannungsamplitude (beim 1. Zyklus) gemessenen plastischen Dehnungsamplituden von der Temperatur für verschiedene Verformungsgeschwindigkeiten gezeigt. Ein größerer Anstieg der plastischen Dehnungsamplituden tritt für $T\geq 550^{\circ}\text{C}$ auf. Dies ist auf einsetzende Kriecheinflüsse zurückzuführen.

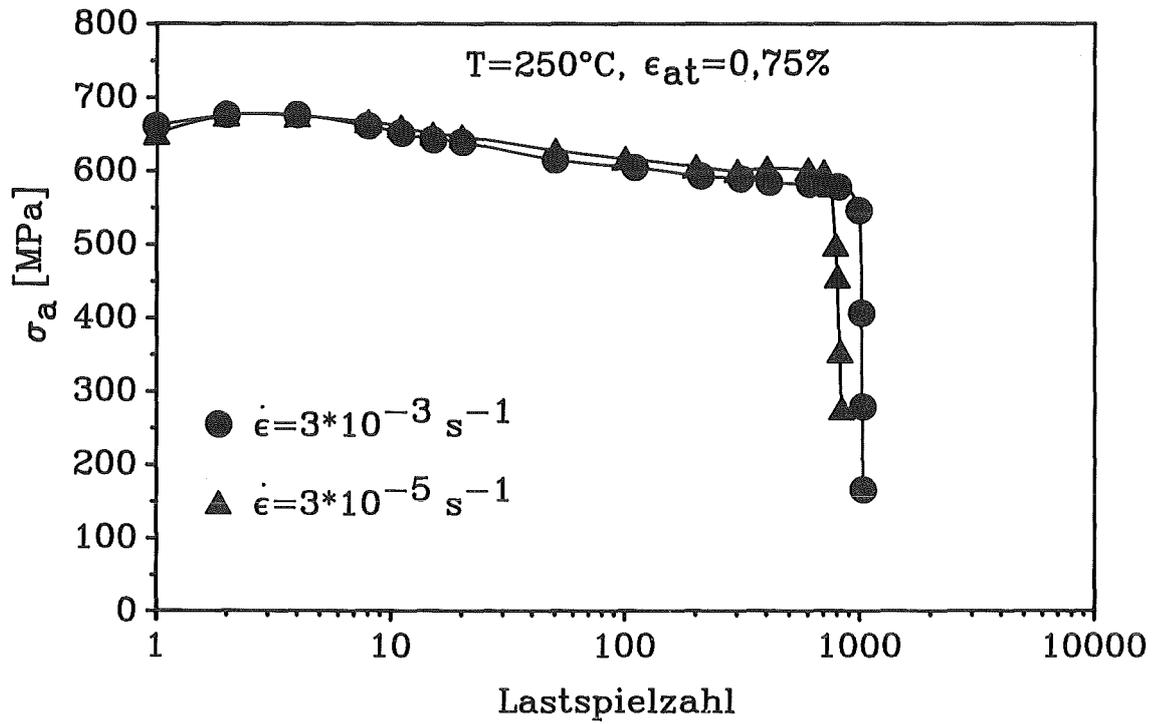


Abb. 9.1 Zyklische Verformungskurven bei $T=250^\circ\text{C}$, $\epsilon_{at}=0,75\%$ und unterschiedlichen Verformungsgeschwindigkeiten

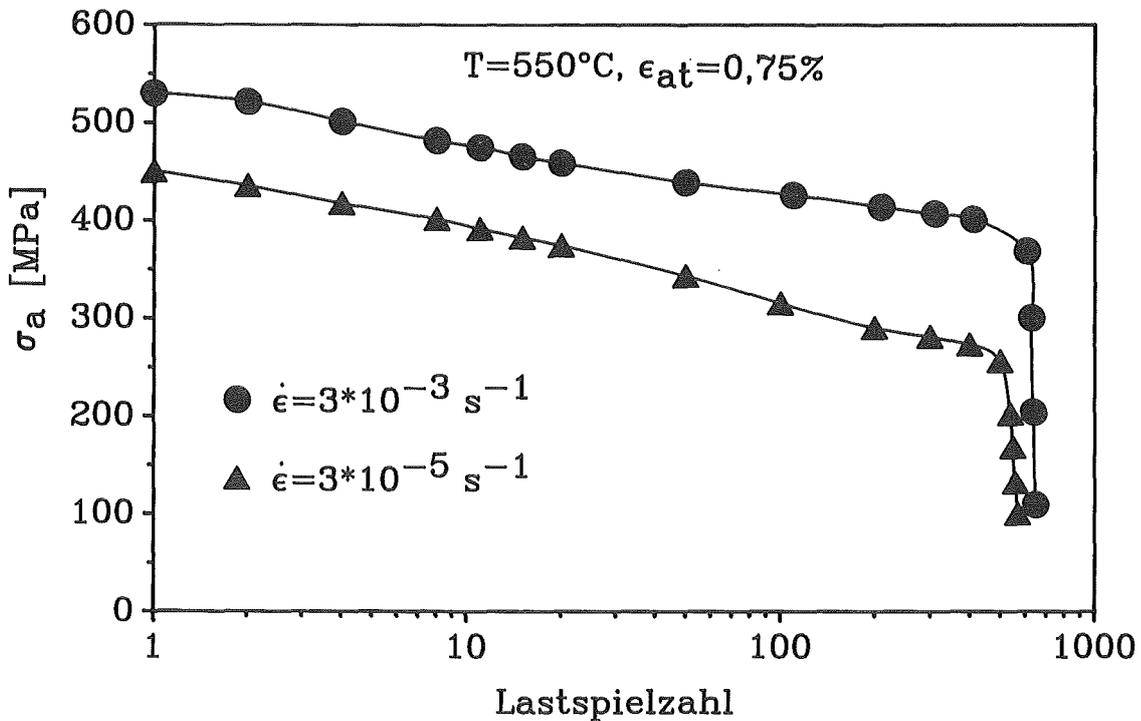


Abb. 9.2 Zyklische Verformungskurven bei $T=550^\circ\text{C}$, $\epsilon_{at}=0,75\%$ und unterschiedlichen Verformungsgeschwindigkeiten

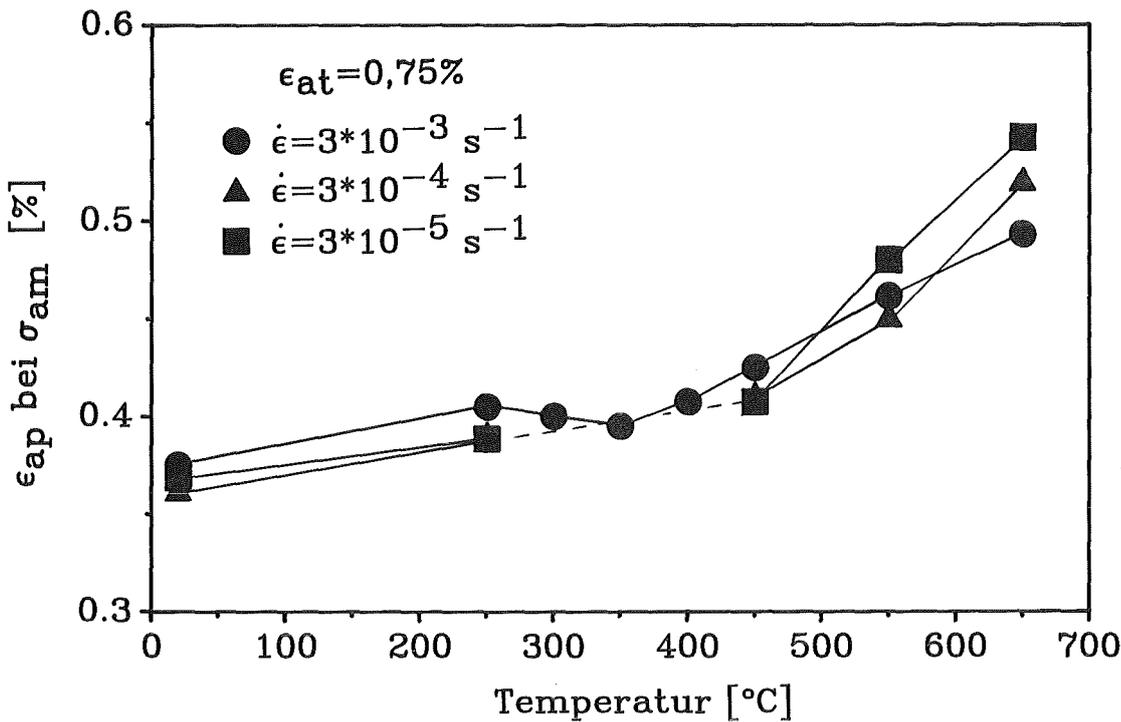
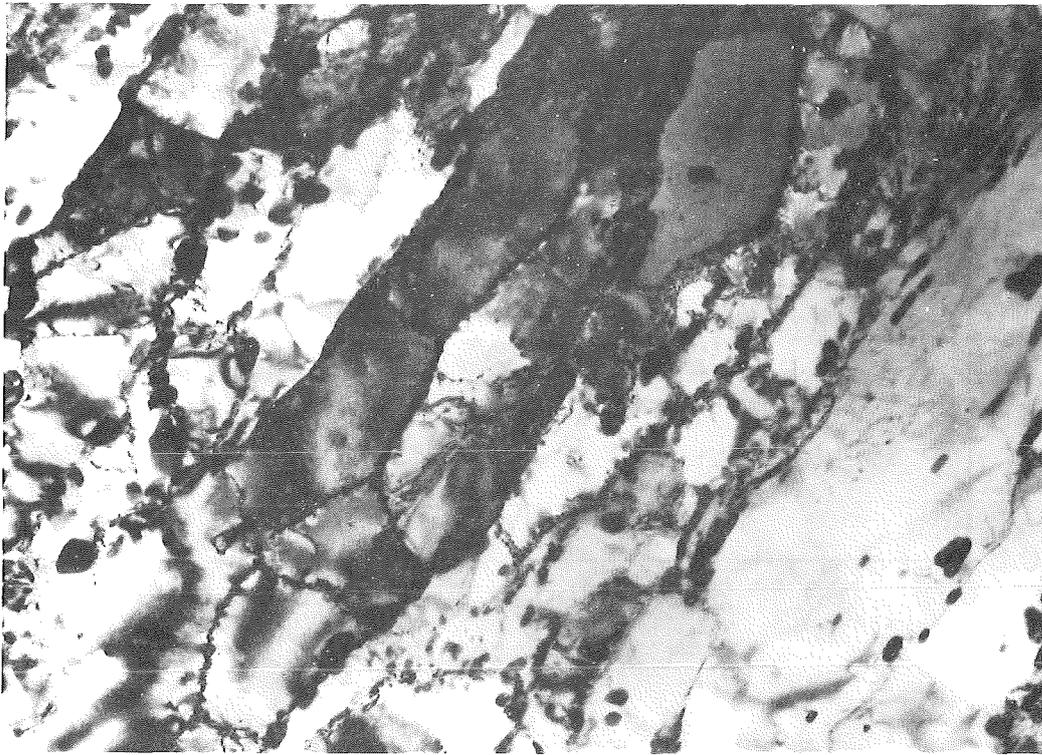


Abb. 9.3 Temperaturabhängigkeit der bei der Maximalspannungsamplitude gemessenen plastischen Dehnungsamplitude bei verschiedenen Verformungsgeschwindigkeiten

Zur Erklärung des mechanischen Verformungsverhaltens wurden mikrostrukturelle Untersuchungen an den zyklisch verformten Proben durchgeführt. Der Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit auf die Mikrostruktur wurde an den mit der Verformungsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ bei 250°C und 550°C verformten Proben untersucht.

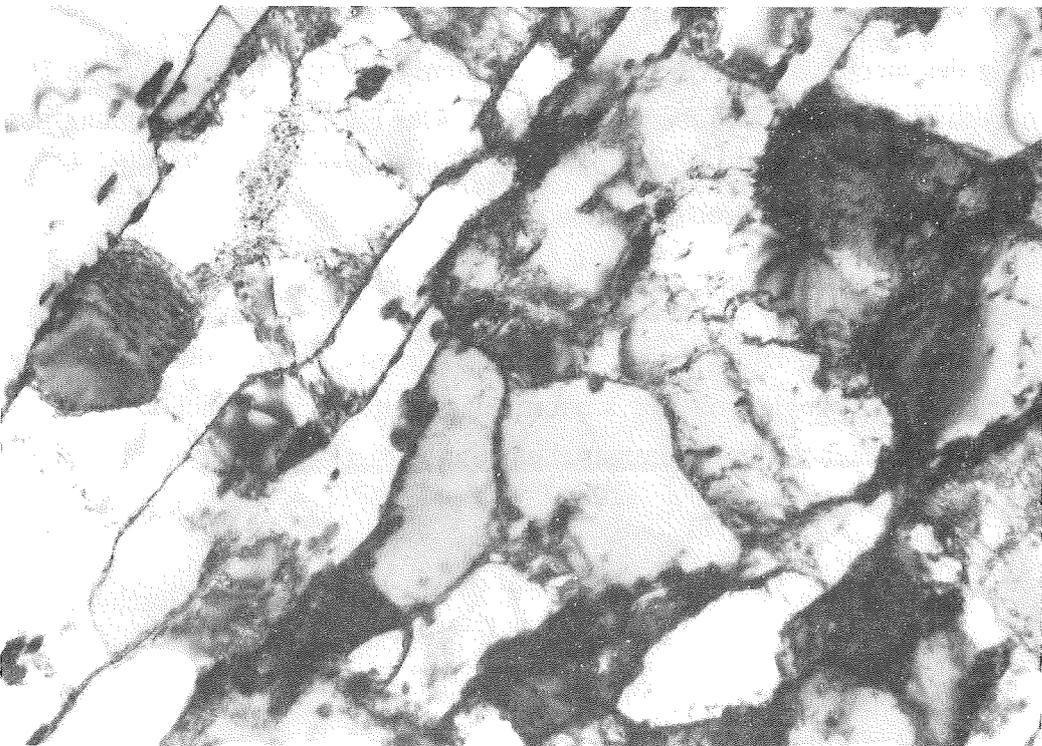
TEM-Aufnahmen der bei 250°C mit $\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ und $\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ verformten Proben sind in Abb. 9.4 zusammengestellt. Die typische Versetzungszellenstruktur mit ihrer Orientierung an den Martensitlatten ist unabhängig von der Verformungsgeschwindigkeit sichtbar. Bei 250°C sind keine Unterschiede in der Zellgröße festzustellen. Sie beträgt bei beiden Verformungsgeschwindigkeiten ca. $0,6 \mu\text{m}$.

Die Abb. 9.5 zeigt TEM-Aufnahmen der bei 550°C mit verschiedenen Geschwindigkeiten verformten Proben. Die Mikrostruktur ist wieder von der typischen Versetzungszellenstruktur geprägt. Bei 550°C und der kleineren Verformungsgeschwindigkeit treten deutlich größere Zellen als bei der hohen Verformungsgeschwindigkeit auf. Für $\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ beträgt die mittlere Zellgröße $1,48 \mu\text{m}$ im Gegensatz zu $0,86 \mu\text{m}$ für $\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Bei nahezu gleichen Bruchlastspielzahlen wird die Versuchsdauer bei der kleineren Verformungsgeschwindigkeit um einen Faktor 100 vergrößert. Dem Ermüdungsexperiment wird daher bei reduzierten Verformungsgeschwindigkeiten eine ausgeprägte Kriechermüdung überlagert.



$$\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$$

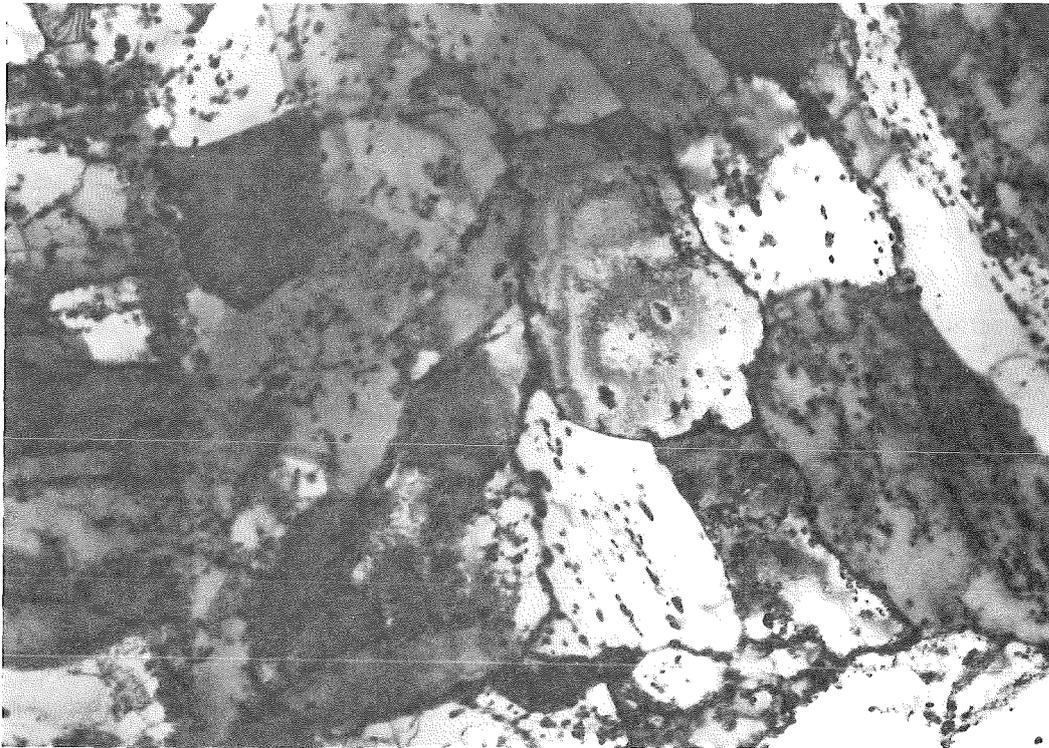
←-----▶ 500nm



$$\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$$

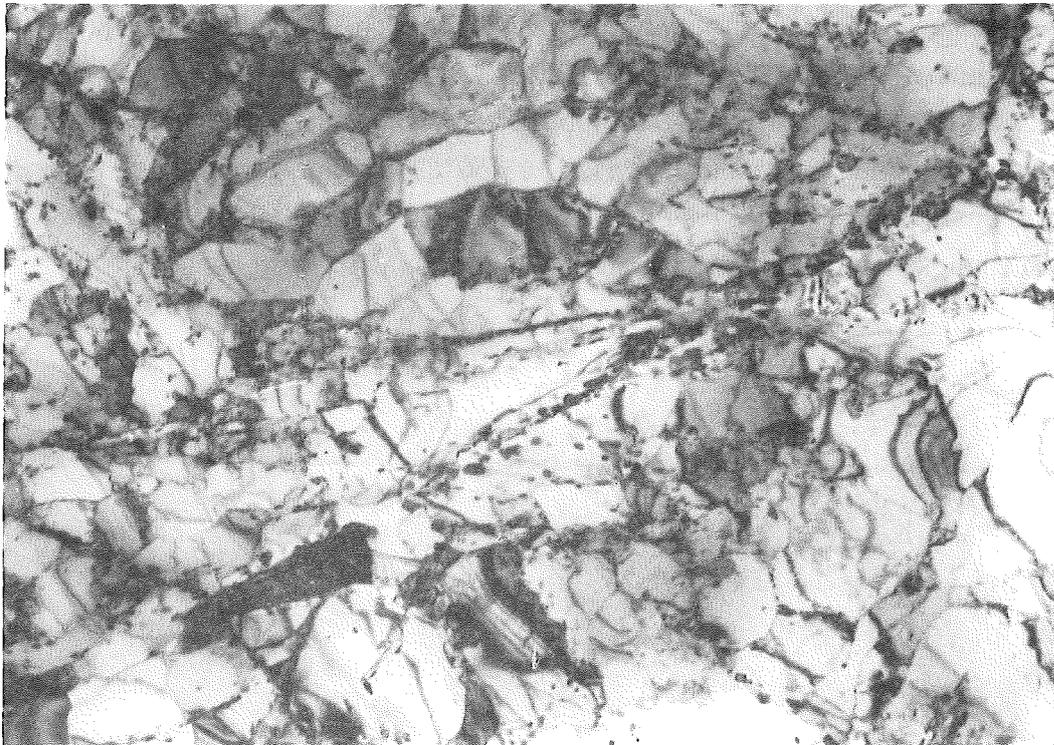
←-----▶ 500nm

Abb. 9.4 Versetzungszellenstruktur bei $T=250^{\circ}\text{C}$, $\epsilon_{\text{at}}=0,75\%$ und unterschiedlichen Verformungsgeschwindigkeiten



$$\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$$

←----▶ 1 μm



$$\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$$

←----▶ 1 μm

Abb. 9.5 Versetzungszellenstruktur bei $T=550^\circ\text{C}$, $\epsilon_{\text{at}}=0,75\%$ und unterschiedlichen Verformungsgeschwindigkeiten

Bei niedrigen Temperaturen ($T \leq 250^\circ\text{C}$) bewirkt eine Variation der Verformungsgeschwindigkeit somit nur geringe Unterschiede im mechanischen Verhalten und der Mikrostruktur des Werkstoffs MANET 1. Hohe Temperaturen ($T \geq 550^\circ\text{C}$) führen bei kleinerer Verformungsgeschwindigkeit zu kleineren Spannungsamplituden und größeren Versetzungszellen. Bei 250°C liegen im Gegensatz zu den bei 550°C verformten Proben mehr gleichachsige Zellen vor. Bei niedrigen Temperaturen ist ein stärkerer Einfluß der ursprünglichen Latten- bzw. Ausscheidungsstruktur auf die Zellbildung zu beobachten (siehe Kapitel 6). Um den Kriecheinfluß bei höheren Temperaturen eingehender zu analysieren, wurde eine Zeitstandprobe mikrostrukturell untersucht. Die Versuchstemperatur betrug 550°C , die Belastung 220 MPa und die Standzeit 2741 Stunden. Die Mikrostruktur dieser Probe ist wie bei Ermüdungsproben durch eine Versetzungszellenstruktur gekennzeichnet. Die gemessene Zellgröße betrug $d = 0,92 \pm 0,7 \mu\text{m}$. Diese Zellgröße ist kleiner als die einer mit vergleichbarer Sättigungsspannungsamplitude zyklisch verformten Probe ($d = 1,3 \mu\text{m}$). Ein Zusammenhang der Form $\sigma \approx 1/d$ wie er beim Kriechen gilt, wurde nicht festgestellt. Bei 550°C setzen zwar erste Kriecheinflüsse ein, die Ermüdungsschädigung dominiert aber immer noch.

Die Abhängigkeit der Maximalspannungsamplitude (i. allg. Spannungsamplitude des 1. Zyklus) von der Temperatur ist in Abb. 9.6 für verschiedene Verformungsgeschwindigkeiten aufgetragen. Bei Raumtemperatur und $T \geq 550^\circ\text{C}$ werden bei reduzierten Verformungsgeschwindigkeiten niedrigere Spannungsamplituden gemessen. Dies läßt sich durch die größeren plastischen Dehnungsamplituden erklären, wobei dieser Effekt bei den höheren Temperaturen durch einsetzende Kriecheinflüsse verstärkt wird. Der Abb. 9.7 ist die entsprechende Abhängigkeit der Sättigungsspannungsamplituden zu entnehmen. Bis zu 450°C sind nur geringfügige Änderungen der Spannungsamplituden sichtbar. Für $T \geq 550^\circ\text{C}$ treten bei kleineren Verformungsgeschwindigkeiten reduzierte Spannungsamplituden auf.

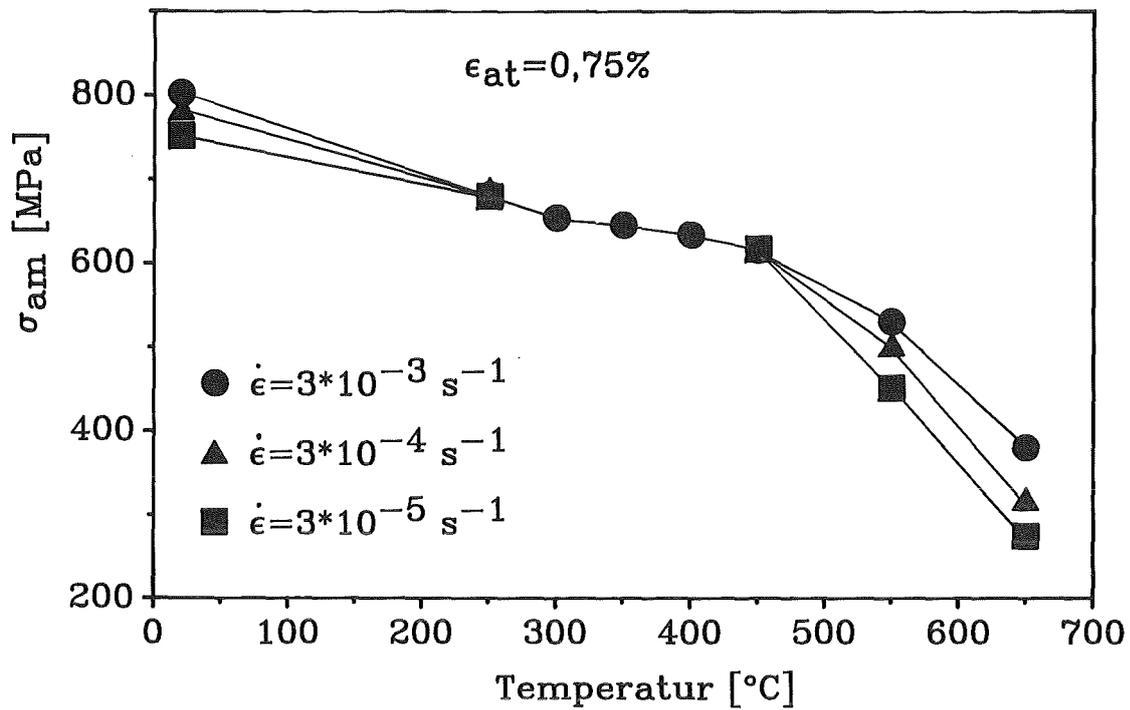


Abb. 9.6 Temperaturabhängigkeit der Maximalspannungsamplitude bei verschiedenen Verformungsgeschwindigkeiten

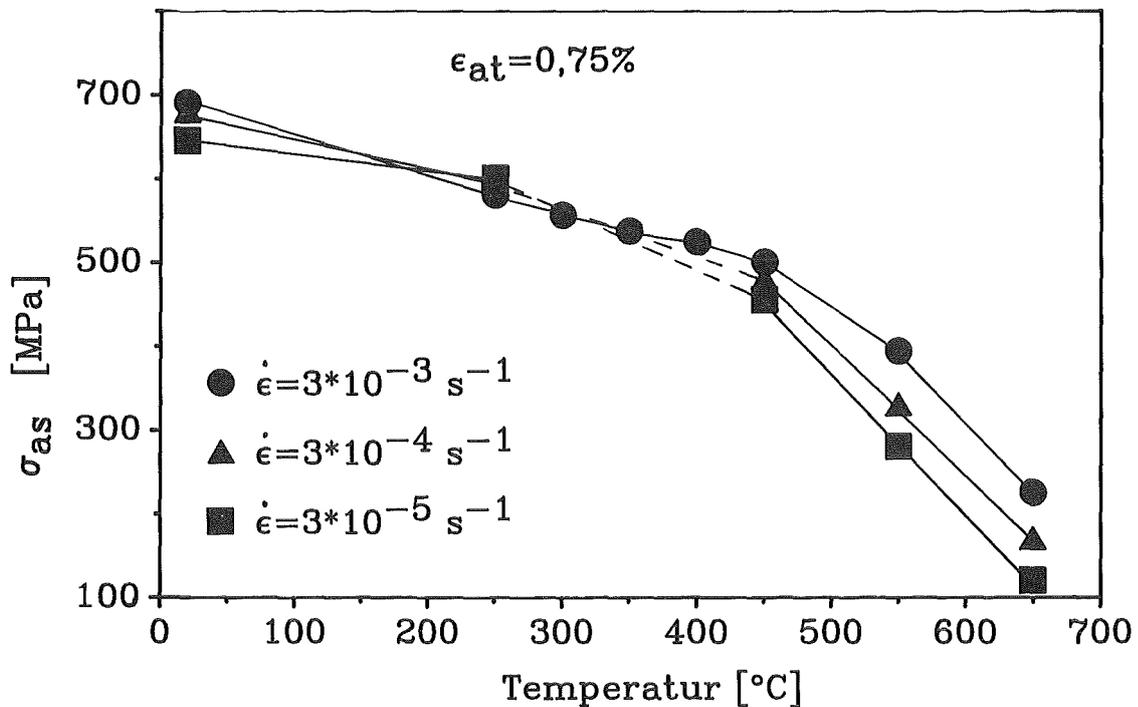


Abb. 9.7 Temperaturabhängigkeit der Sättigungsspannungsamplitude bei verschiedenen Verformungsgeschwindigkeiten

Abb. 9.8 zeigt die Abhängigkeit der Bruchlastspielzahl von der Temperatur für verschiedene Verformungsgeschwindigkeiten. Bei Variation der Verformungsgeschwindigkeit um einen Faktor 100 unterscheiden sich die Bruchlastspielzahlen unabhängig von der Versuchstemperatur um ca. 20%. Die Beobachtung, daß bei höheren Temperaturen kleinere Bruchlastspielzahlen gemessen werden, läßt sich auf die größeren plastischen Dehnungsamplituden zurückführen. Die Lebensdauer der Proben wird bei den reduzierten Verformungsgeschwindigkeiten erhöht, da sich die Zyklendauer um einen Faktor 10 (für $3 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$) bzw. 100 (für $3 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$) verlängert. Ein starker Einfluß einer reduzierten Verformungsgeschwindigkeit auf die Bruchlastspielzahl, wie er bei austenitischen Stählen /111/ beobachtet wurde, ist im vorliegenden Werkstoff MANET 1 nicht festzustellen. Die im nächsten Kapitel beschriebenen Bruchflächenuntersuchungen zeigen, daß auch bei reduzierten Verformungsgeschwindigkeiten im Werkstoff MANET 1 ein transkristalliner Bruch vorliegt. Ein Übergang zu einem interkristallinen Bruch, wie er in austenitischen Stählen bei reduzierten Verformungsgeschwindigkeiten beobachtet wurde, findet nicht statt. Dies erklärt das moderate Verhalten des vorliegenden Werkstoffs bei höheren Temperaturen hinsichtlich seiner Bruchlastspielzahl.

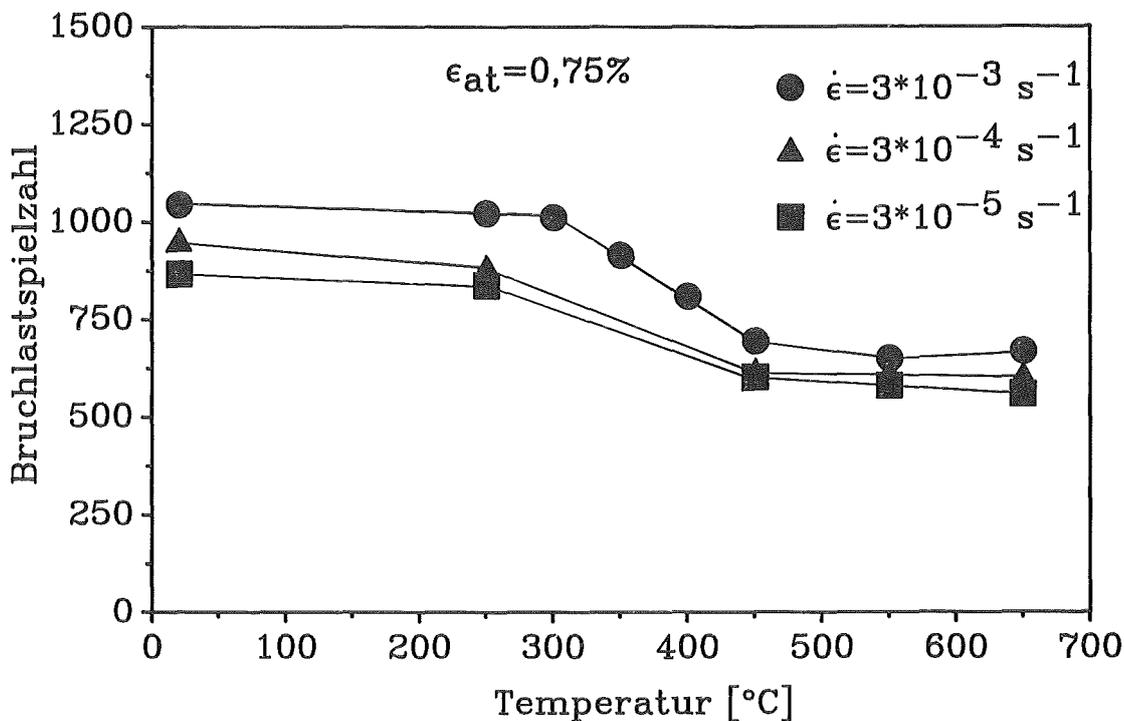


Abb. 9.8 Temperaturabhängigkeit der Bruchlastspielzahl bei verschiedenen Verformungsgeschwindigkeiten

Eine veränderte Verformungsgeschwindigkeit zeigt nur geringe Auswirkungen auf die dynamische Reckalterung. Die reduzierten plastischen Dehnungsamplituden bei $\dot{\epsilon}=3\cdot 10^{-5}\text{s}^{-1}$ und 250°C bzw. 450°C können möglichen Reckalterungseinflüssen zugeschrieben werden.

Bei niedrigen Versuchstemperaturen (250°C) werden keine Kriechanteile an der zyklischen Verformung festgestellt. Bei Temperaturen $T\geq 550^{\circ}\text{C}$ setzen Kriecheinflüsse ein, die einen Anstieg der plastischen Dehnungsamplituden und eine damit verbundene Abnahme der Spannungsamplituden bewirken. Mikrostrukturelle Untersuchungen zeigen bei vergleichbaren Versuchsparametern und reduzierten Verformungsgeschwindigkeiten größere Versetzungszellen. Die Bruchlastspielzahl wird durch die reduzierten Verformungsgeschwindigkeiten nicht beeinflusst. Die Ermüdungsschädigung ist daher auch bei höheren Temperaturen der lebensdauerbestimmende Faktor.

Eine Variation der Verformungsgeschwindigkeit führt im vorliegenden Werkstoff nur zu geringen Änderungen des zyklischen Verformungsverhaltens. Insbesondere die zyklische Entfestigung wird nicht beeinflusst. Die Bruchlastspielzahlen nehmen bei einer Verformung mit kleinen Verformungsgeschwindigkeiten nur geringfügig ab. Das ist ein Indiz dafür, daß auch bei reduzierten Verformungsgeschwindigkeiten die Ermüdungsschädigung dominiert. Nur bei höheren Temperaturen ($T>450^{\circ}\text{C}$) werden kleinere Spannungsamplituden gemessen. Dies ist ein Anzeichen für Kriechermüdung, das insgesamt aber nicht von wesentlicher Bedeutung für das zyklische Verformungsverhalten ist.

10. Untersuchungen zur Ribbildung und zum Ribverlauf

10.1 Analyse der Probenaußenflächen

In rasterelektronenmikroskopischen (REM) Untersuchungen wurde die Entwicklung der Verformungsspuren an der Außenfläche von Proben aus unterbrochenen Versuchsreihen verfolgt. Die Proben wurden vor der zyklischen Verformung elektrolytisch poliert, um Bearbeitungsspuren zu beseitigen (siehe Kapitel 5.1). Die Verformungsgeschwindigkeit betrug $3 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$. Bei zwei Temperaturen (250°C und 550°C) sowie zwei Dehnungsamplituden (0,25% und 0,75%) wurden die Verformungsexperimente jeweils nach 1%, 5%, 25%, 50% und 75% N_B unterbrochen und die Probenaußenflächen untersucht. Das Auftreten von Gleitspuren sowie die Anzahl und Länge der Risse, ihr Charakter und die Ribentstehungsorte wurden analysiert. Risse kleiner als $100\mu\text{m}$ werden dabei als Mikrorisse und Risse größer als $100\mu\text{m}$ als Makrorisse definiert [112].

In Abb. 10.1 sind REM-Aufnahmen der mit $\epsilon_{at}=0,25\%$ und 250°C zyklisierten Proben zusammengestellt. Die Spannungsrichtung ist eingezeichnet. Tiefere Drehriefen wurden durch das elektrolytische Polieren nicht beseitigt. Sie sind durch einen extrem linearen Verlauf über einen größeren Probenbereich gekennzeichnet. Bei den gewählten Versuchsparametern werden die Proben nur mit kleinen plastischen Dehnungsamplituden ($<0,025\%$) verformt. Erste Gleitbänder treten bei 5% N_B auf. Im allgemeinen sehen die Gleitbänder bei 250°C eher planar aus. Die Gleitbänder verlaufen meist unter einem Winkel von 45° zur angelegten Last in Richtung maximaler Scherspannung. Bei 25% N_B sind wenige Mikrorisse an den Gleitbänder sichtbar. Da die Risse an den Gleitbänder entstehen, verlaufen sie ebenfalls unter 45° zur angelegten Last. Gleitbänder treten nach 50% N_B häufiger auf, während die Anzahl der Risse klein ist. Nach 75% N_B sind Makrorisse beobachtbar.

An der Außenfläche von Proben, die mit $\epsilon_{at}=0,75\%$ und 250°C verformt wurden, sind bereits bei 1% N_B erste Gleitbänder festzustellen (Abb. 10.2). Die Verformung erfolgt bereits bei dem ersten Zyklus mit größeren plastischen Dehnungsamplituden als 0,35%. Nach 5% N_B zeigen sich mehr Gleitbänder und nach 25% erste Mikrorisse. Die eher planaren Gleitbänder beschränken sich dabei auf einzelne Körner, während größere Extrusionen und Intrusionen Korngrenzen überqueren. Der Abstand einzelner Gleitbänder liegt in der Größenordnung des ehemaligen Lattenabstandes. Im Vergleich zu den Proben, die mit $\epsilon_{at}=0,25\%$ verformt wurden, bilden sich wesentlich mehr Gleitbänder und Mikrorisse aus. Bereits nach 50% N_B sind Makrorisse sichtbar.

Bei der Versuchstemperatur 550°C und $\epsilon_{at}=0,25\%$ (Abb. 10.3) erfolgt die Verformung mit größeren plastischen Dehnungsamplituden als 0,05%. Es dominiert eine Mehrfachgleitung, die nach 1% N_B zu welligen Gleitspuren führt. Nach 25% N_B bilden sich erste Mikrorisse. Bei der höheren Verformungstemperatur von 550°C wachsen die Risse schneller als bei 250°C .

Eine Verformung mit 550°C und $\epsilon_{\text{at}}=0,75\%$ führt ebenfalls zu welligen Verformungsspuren (Abb. 10.4). Die plastischen Dehnungsamplituden liegen bereits beim 1. Zyklus oberhalb $0,4\%$. Es treten wieder wesentlich mehr Gleitspuren und Mikrorisse als bei der Verformung mit $\epsilon_{\text{at}}=0,25\%$ auf. Bei 550°C wirken größere $\text{Zr}(\text{C},\text{N})$ -Ausscheidungen ebenfalls als Rißentstehungsorte (Abb. 10.5). Diese ca. $5\text{-}15\mu\text{m}$ großen $\text{Zr}(\text{C},\text{N})$ -Ausscheidungen führen während der Verformung zu Spannungserhöhungen aufgrund des unterschiedlichen Verhaltens der Matrix und der Ausscheidungen. Die Ausscheidungen werden nicht oder nur schwer plastisch verformt und lösen sich von der Matrix. Aus Zugversuchen bei höheren Temperaturen [113] ist bekannt, daß auch die an der Lattenstruktur orientierten kleineren M_{23}C_6 -Ausscheidungen als Rißkeime wirken. Eine Karbid/Matrixtrennung wurde verstärkt an Ausscheidungen auf Lattenpakettripelpunkten beobachtet. M_{23}C_6 -Karbide konnten in den entstandenen Bruchwaben nachgewiesen werden. In den eigenen REM-Untersuchungen an den ermüdeten Proben wurden jedoch keine M_{23}C_6 -Karbide in den Mikrorissen gefunden. Beim Ermüdungsbruch werden keine Bruchwaben beobachtet, da die Risse an Gleitbänder bzw. Ex-/Intrusionen entstehen. M_{23}C_6 -Karbide können aber ebenfalls als Rißinitiatoren wirken.

Das nahezu planare Aussehen bei 250°C bzw. das wellige Aussehen der Gleitbänder bei 550°C ist besonders hervorzuheben. Zur Deutung dieser Unterschiede können die in Kapitel 6 beschriebenen TEM-Untersuchungen herangezogen werden. Dort wird bei 250°C ein ausgeprägter Einfluß der Martensitlattenstruktur auf die Versetzungszellenbildung beobachtet. Die Zellen sind gleichachsig und orientieren sich an den Lattengrenzen. Diese Orientierung der Zellen im Probeninneren spiegelt sich in dem quasiplanaren Verlauf der Gleitbänder an der Probenoberfläche bei 250°C wieder. Die Gleitbanddicke liegt in derselben Größenordnung wie die Versetzungszellgröße. Es ist anzunehmen, daß Gleitbänder durch ein Hervortreten des weichen Zellinneren aus der Oberfläche entstehen. TEM-Untersuchungen zeigen bei 550°C eine aus Versetzungszellen gebildete Polygonstruktur. Eine ausgeprägte Orientierung der Zellen an Martensitlattengrenzen wird nicht beobachtet. Dies erklärt die wellige Struktur der Gleitbänder, die durch ein Hervortreten des weicheren Zellinneren aus der Oberfläche entstehen.

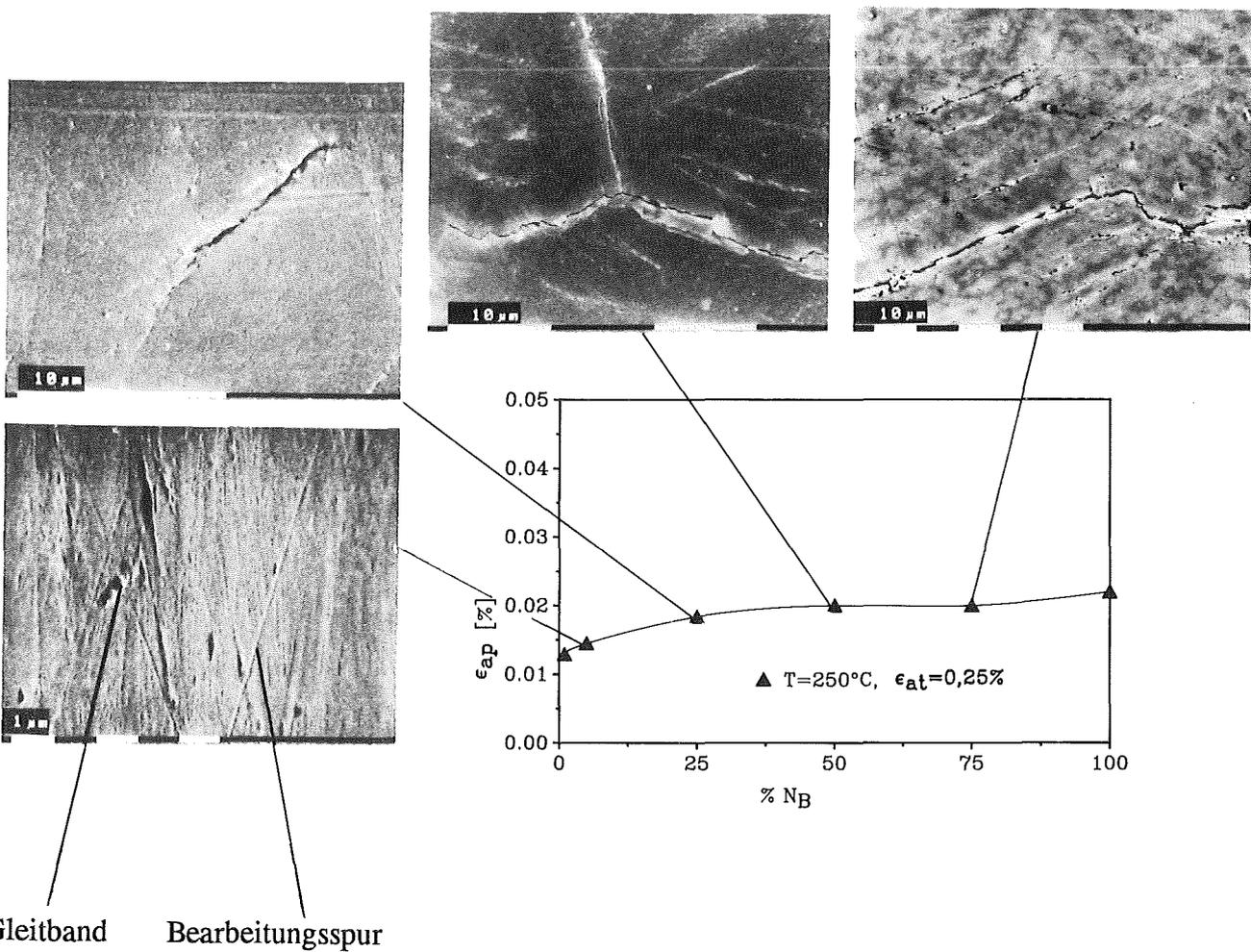
Spannungsrichtung \uparrow 

Abb. 10.1 Entwicklung der Verformungsspuren an der Probenaußenfläche in Abhängigkeit von der Zyklenzahl und plastischen Dehnungsamplituden bei $T=250^\circ\text{C}$ und $\epsilon_{at}=0,25\%$

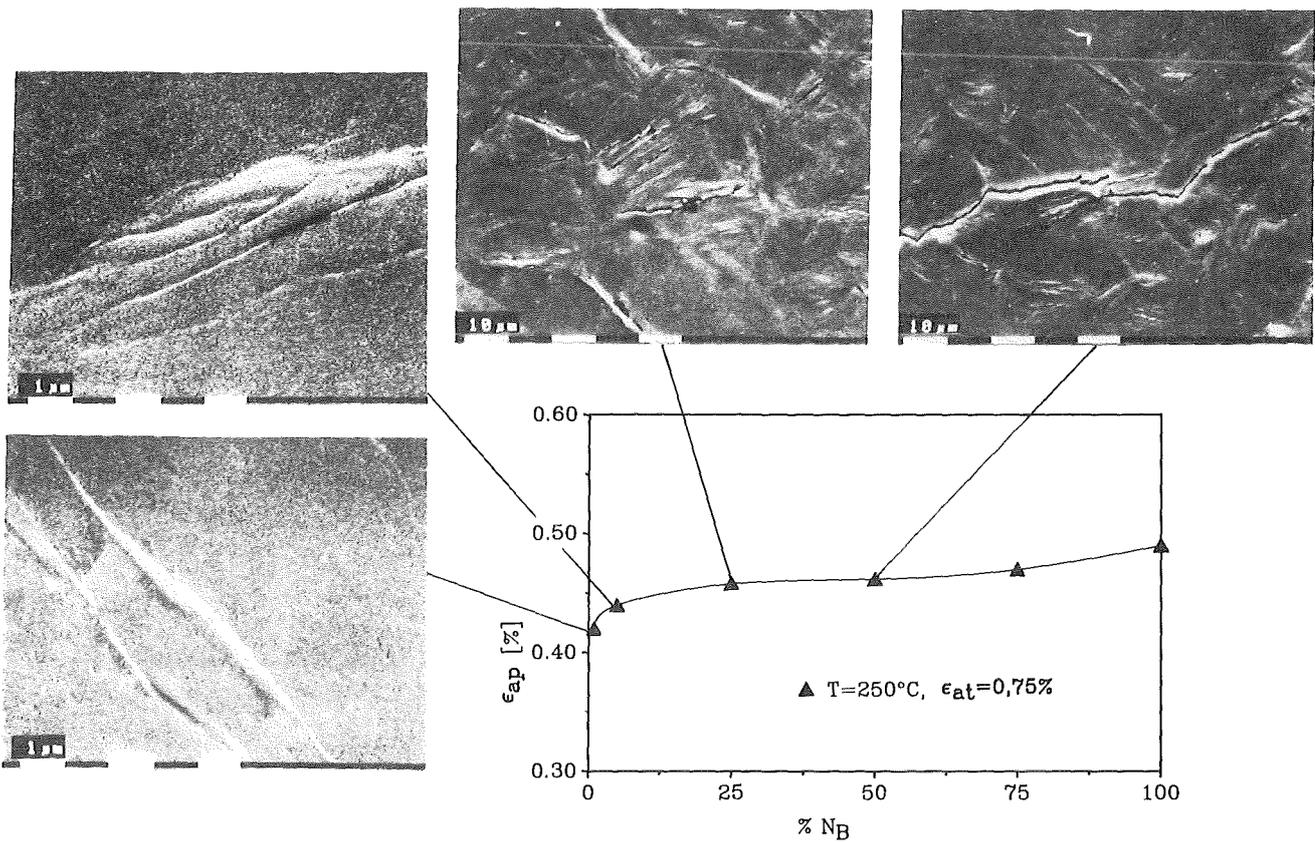
Spannungsrichtung \updownarrow 

Abb. 10.2 Entwicklung der Verformungsspuren an der Probenaußenfläche in Abhängigkeit von der Zyklenzahl und plastischen Dehnungsamplitude bei $T=250^\circ\text{C}$ und $\epsilon_{at}=0,75\%$

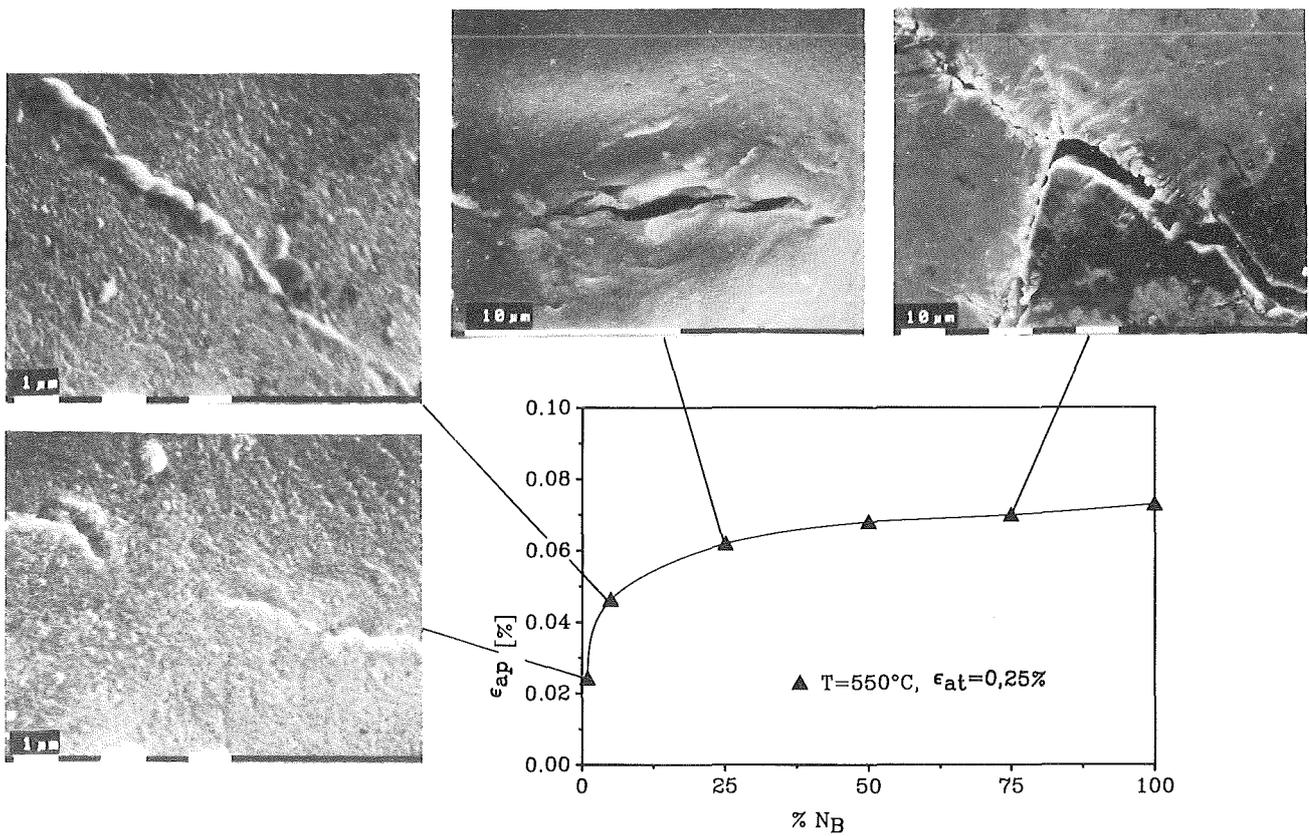
Spannungsrichtung Φ 

Abb. 10.3 Entwicklung der Verformungsspuren an der Probenaußenfläche in Abhängigkeit von der Zyklenzahl und plastischen Dehnungsamplitude bei $T=550^\circ\text{C}$ und $\epsilon_{at}=0,25\%$

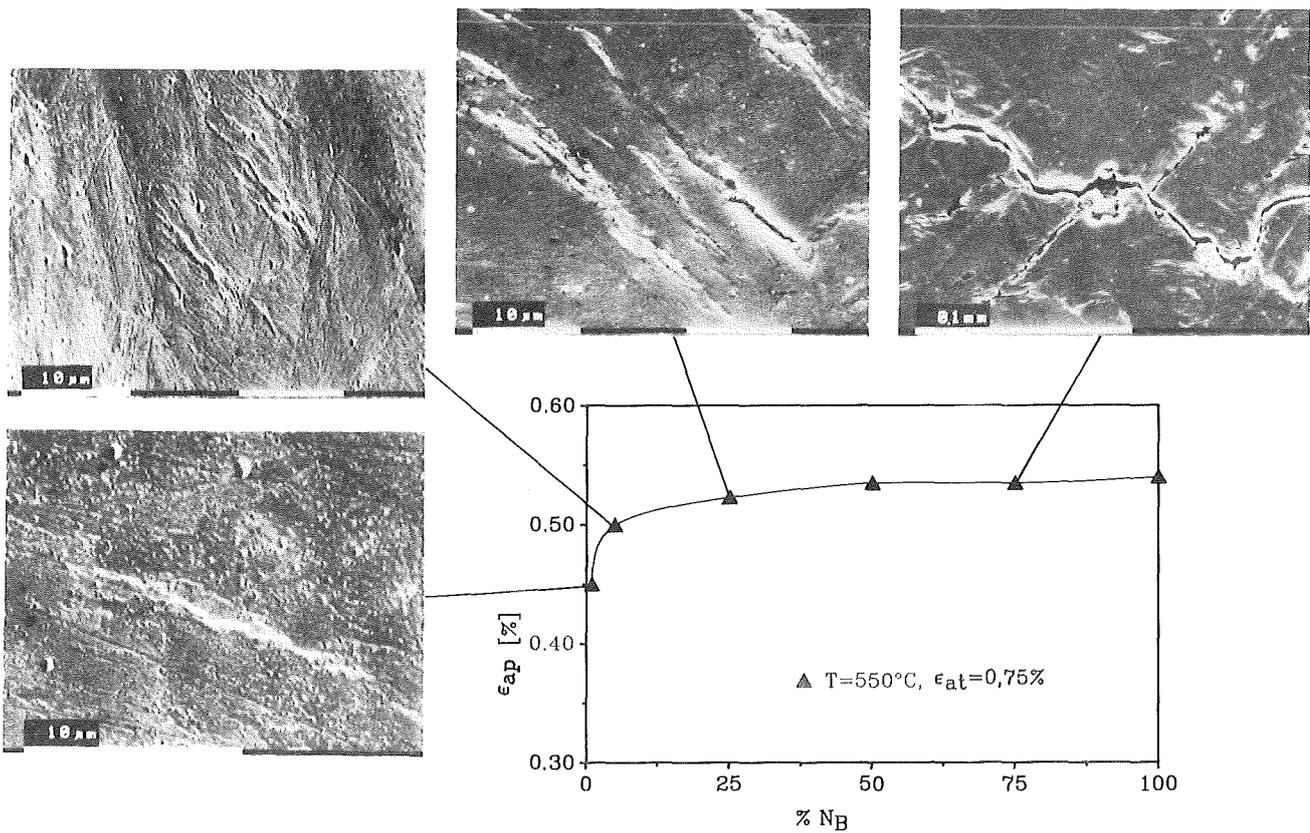
Spannungsrichtung \updownarrow 

Abb. 10.4 Entwicklung der Verformungsspuren an der Probenaußenfläche in Abhängigkeit von der Zyklenzahl und plastischen Dehnungsamplitude bei $T=550^{\circ}\text{C}$ und $\epsilon_{at}=0,75\%$

Spannungsrichtung \uparrow

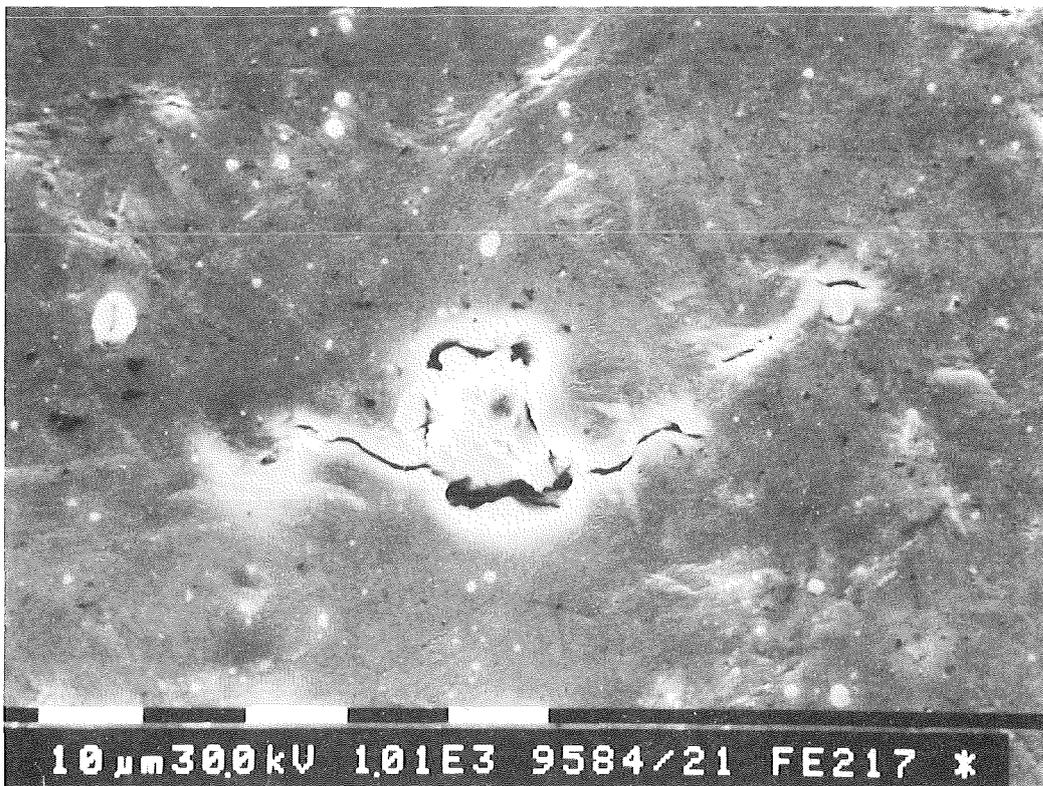


Abb. 10.5 Rißentstehung an einer Zr(C,N)-Primärausscheidung bei 550°C

Rißkeimbildung:

Bei der stärkeren Beanspruchung mit $\epsilon_{at}=0,75\%$ werden mehr Gleitspuren und Mikrorisse gebildet als bei $\epsilon_{at}=0,25\%$. Abb. 10.6 und 10.7 zeigen die Konzentration der Risse, also die Zahl der Risse pro Flächeneinheit, in Abhängigkeit von der Zyklenzahl für die verschiedenen Versuchsreihen. Größere totale Dehnungsamplituden führen zu einer größeren Anzahl an Mikrorissen. Dies läßt sich durch die hohen Spannungsamplituden erklären, die für eine entsprechende Verformung notwendig sind [113]. Aus diesen Abbildungen ist zu entnehmen, daß die Anzahl der Rißkeime nicht von der Temperatur abhängt, da die Steigungen der Geraden nahezu gleich sind. Dies ist ein weiteres Anzeichen, daß $M_{23}C_6$ -Karbide als Rißinitiatoren wirken. Da die Karbidstruktur nicht von der Versuchstemperatur beeinflusst wird, ist eine geringe Temperaturabhängigkeit der Anzahl der Rißkeime verständlich. Von besonderem Einfluß auf die Anzahl der Risse ist also die totale Dehnungsamplitude (bzw. die plastische Dehnungsamplitude), die einen starken Konzentrationsunterschied von Rißkeimen bewirkt.

Rißwachstum:

Größere totale Dehnungsamplituden führen zu einem schnelleren Wachstum der Risse (Abb. 10.8 und 10.9). Bei der größeren Dehnungsamplitude existieren wesentlich mehr Rißkeime, so daß der Rißfortschritt durch ein Zusammenwachsen von vielen Mikrorissen bestimmt wird. Bei der kleineren Dehnungsamplitude existieren nur wenige Anrisse, so daß der Rißfortschritt durch das Wachstum eines einzigen Risses getragen wird. Dieser Zusammenhang läßt sich durch eine Analyse der Bruchflächen bestätigen (siehe Kapitel 10.2). Der geknickte Verlauf der Rißlänge bei der kleineren Dehnungsamplitude (0,25%) und 550°C darf nicht überbewertet werden, da aufgrund der geringen Anzahl der Risse die statistischen Fehler groß sind. Die Rißfortschrittsgeschwindigkeit ist im allgemeinen nur wenig von der Versuchstemperatur abhängig. In allen vier unterbrochenen Versuchsreihen liegen bereits nach 50% der Bruchlastspielzahl makroskopische Risse ($> 100\mu\text{m}$) vor.

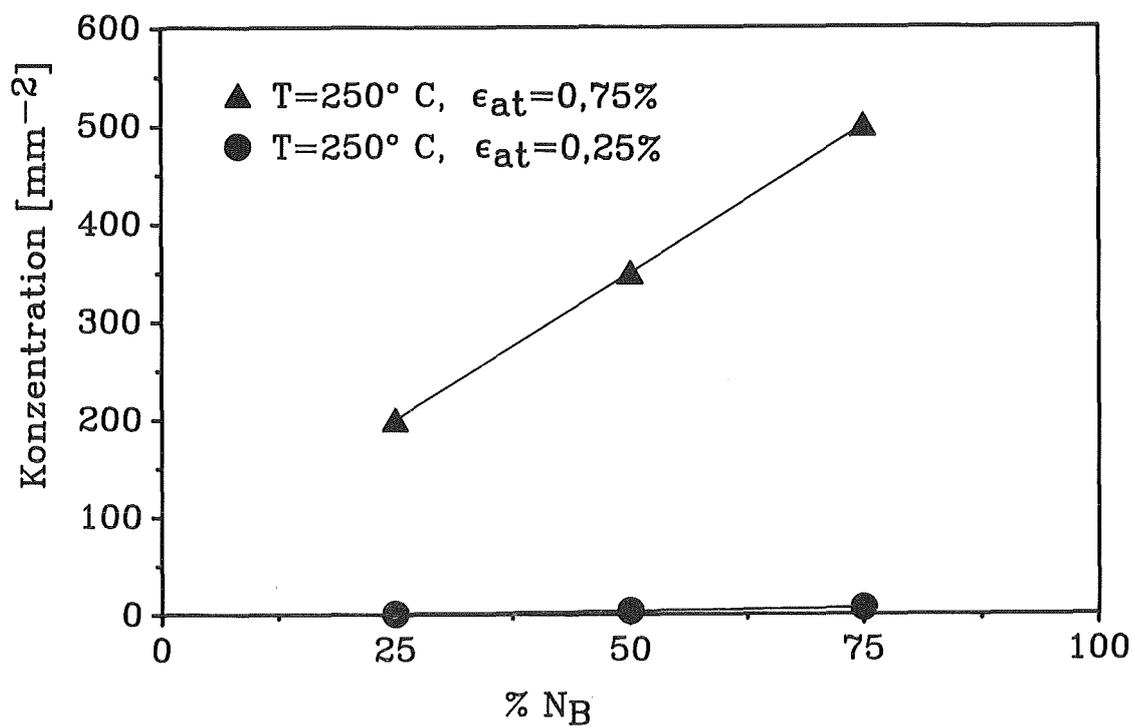


Abb. 10.6 Konzentration der Risse bei 250°C in Abhängigkeit von der Zyklenzahl und totalen Dehnungsamplitude

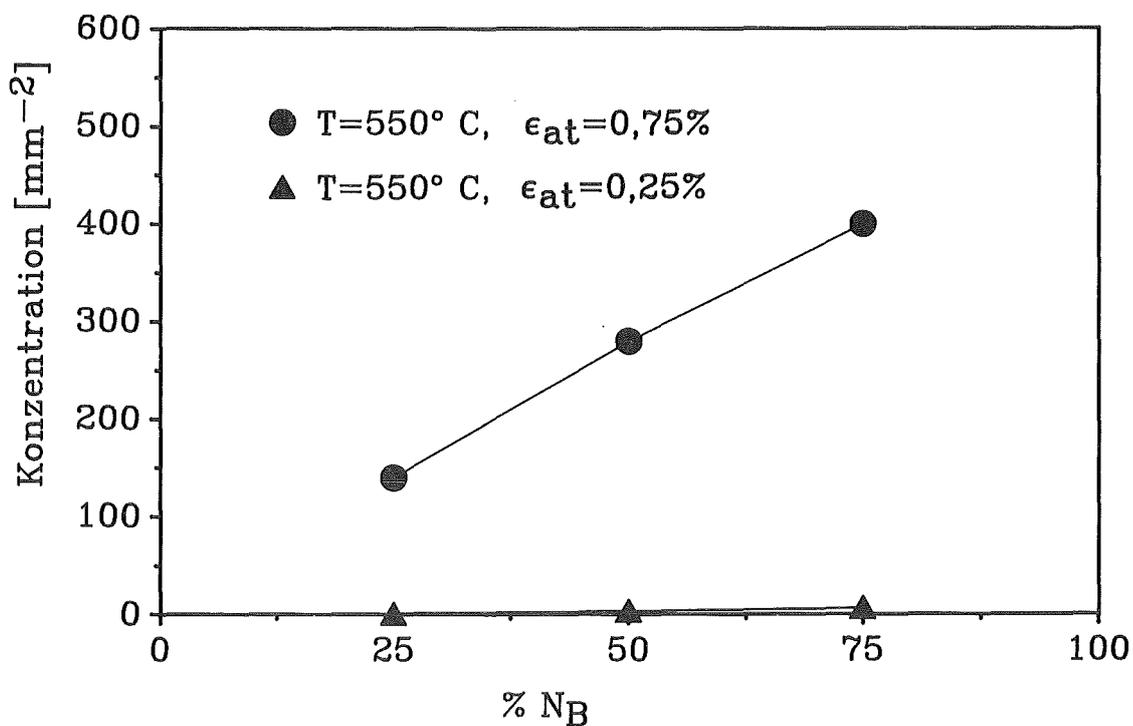


Abb. 10.7 Konzentration der Risse bei 550°C in Abhängigkeit von der Zyklenzahl und totalen Dehnungsamplitude

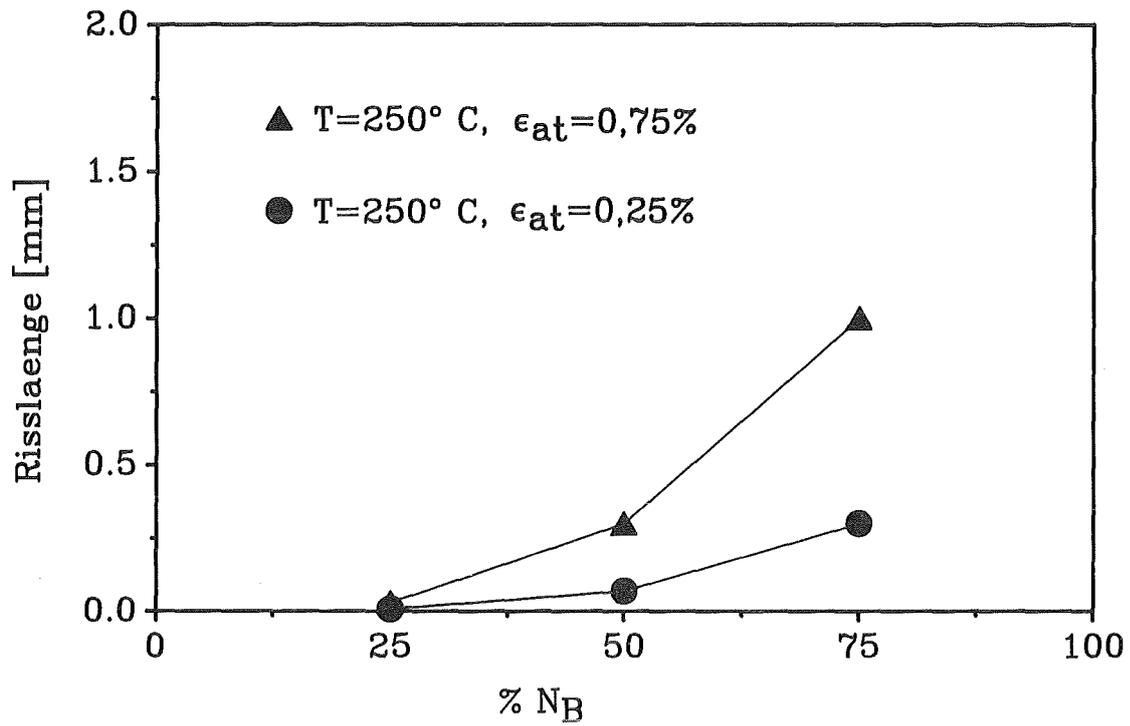


Abb. 10.8 Risslänge bei 250°C in Abhängigkeit von der Zyklenzahl und totalen Dehnungsamplitude

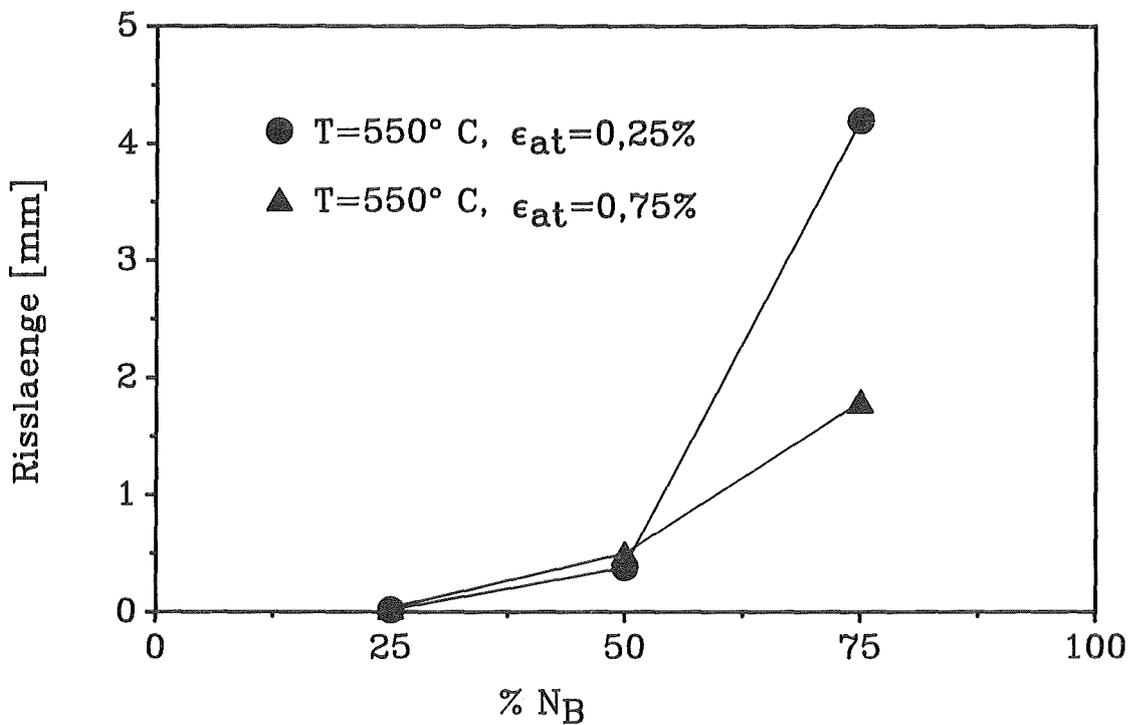


Abb. 10.9 Risslänge bei 550°C in Abhängigkeit von der Zyklenzahl und totalen Dehnungsamplitude

10.2 Analyse der Bruchflächen

Die Bruchfläche besteht aus dem zyklisch ermüdeten Anteil und dem Anteil des Restbruchs. Der Rißverlauf ist bei allen untersuchten Proben in der Ermüdungsbruchfläche duktil und transkristallin. Ein Einfluß von ehemaligen Austenitkorgrenzen auf die Rißentstehung bzw. den Rißverlauf wurde nicht beobachtet.

Bei der Verformung mit $\epsilon_{at}=0,25\%$ und 550°C geht der Bruch nur von wenigen Anrissen aus (Abb. 10.10a). Es sind drei Rißursprünge sichtbar. Diese Aussage stimmt mit der in Abb. 10.7 gemessenen Konzentration der Rißkeime überein. Der Bruchverlauf ist in Abb. 10.10b schematisch dargestellt. Den Bruchbahnen ist zu entnehmen, daß der Riß von außen nach innen verläuft. Bruchbahnen erscheinen, wenn Risse von mehreren Stellen ausgehen und sich nacheinander treffen, um eine Rißfront zu bilden. Vor dieser Vereinigung verlaufen die Risse auf unterschiedlichen Ebenen und sind durch schmale vertikale Schichten getrennt. Der helle Bereich am oberen Teil der Bruchfläche ist die Restbruchfläche.

Große totale Dehnungsamplituden ($0,75\%$) führen zu einem Anstieg der Rißentstehungsorte. In Abb. 10.11a verlaufen viele Risse von außen nach innen. Die hier zu beobachtenden Bruchbahnen führen entsprechend zu einer großen Zahl von Rißursprüngen zurück. Die Ermüdungsbruchfläche ist stark zerklüftet. Abb. 10.11b zeigt den schematischen Bruchverlauf bei einer Verformung mit großen Dehnungsamplituden.

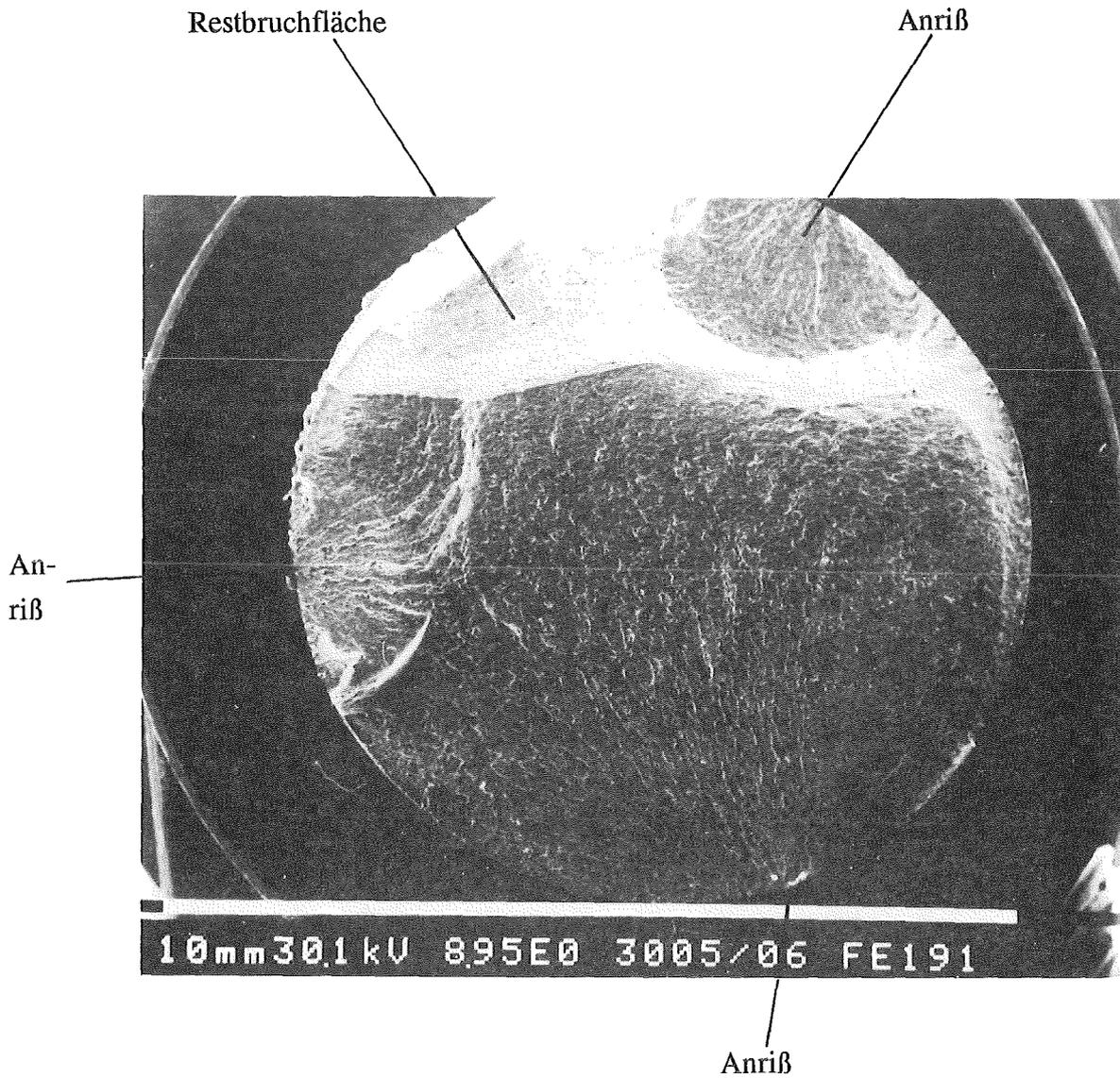


Abb. 10.10a Bruchfläche einer bei $T=550^{\circ}\text{C}$ mit $\epsilon_{\text{at}}=0,25\%$ verformten Probe

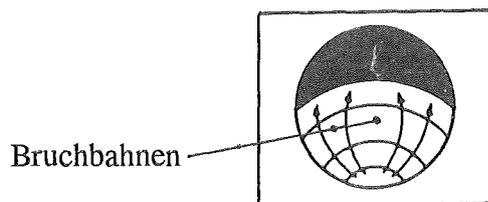


Abb. 10.10b Schematischer Bruchverlauf bei einer Verformung mit kleinen Dehnungsamplituden

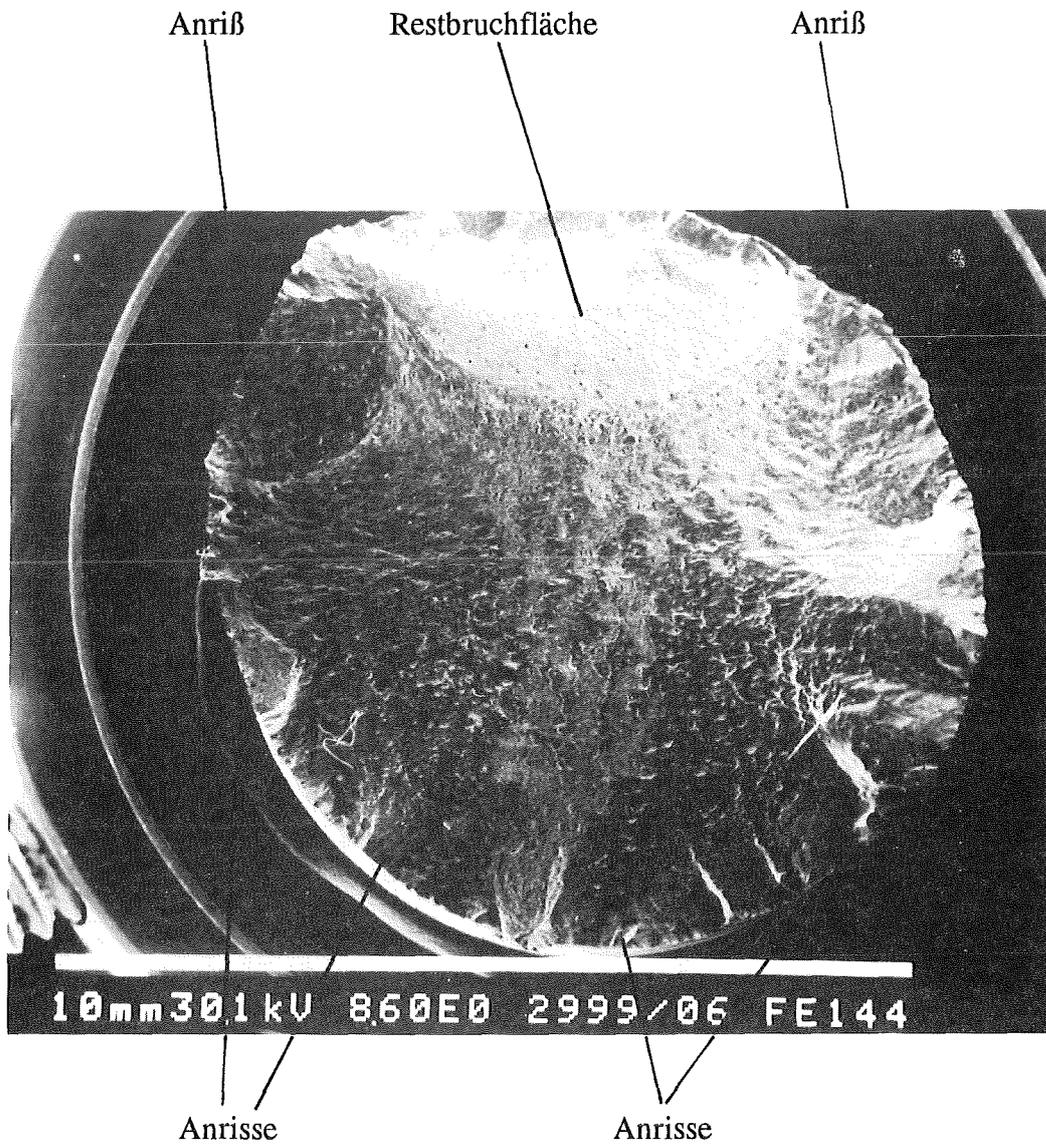


Abb. 10.11a Bruchfläche einer bei $T=550^{\circ}\text{C}$ mit $\epsilon_{\text{at}}=0,75\%$ verformten Probe

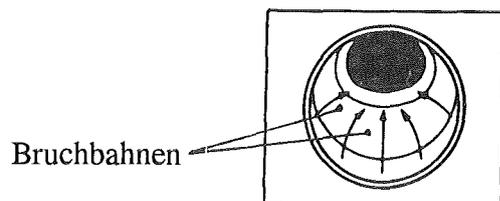


Abb. 10.11b Schematischer Bruchverlauf bei einer Verformung mit großen Dehnungsamplituden

Schwingungstreifen sind in martensitischen Stählen seltener als in austenitischen Stählen zu finden. Abb. 10.12a zeigt Schwingungstreifen einer Probe, die bei 550°C mit $\epsilon_{at}=0,75\%$ verformt wurde. Die Breite der Schwingungstreifen ($10\mu\text{m}$) korreliert mit der Bruchlastspielzahl ($N_B=650$).

Zr(C,N) Ausscheidungen sind in der Ermüdungsbruchfläche bei höheren Versuchstemperaturen ebenfalls gelegentlich sichtbar (am linken Bildrand der Abb. 10.12b). Diese Probe wurde mit der Verformungsgeschwindigkeit $3\cdot 10^{-3}\text{s}^{-1}$ zyklert. Proben, die mit kleineren Geschwindigkeiten ($3\cdot 10^{-5}\text{s}^{-1}$) verformt wurden, zeigen größere Zr(C,N)-Waben in der Bruchfläche (Abb. 10.13). Es entsteht ein gemischter Waben/Ermüdungsbruch. Dies ist durch wachsende Kriechanteile an der Ermüdung bei höheren Temperaturen ($T\geq 550^\circ\text{C}$) zu erklären. Schwingungstreifen treten nur noch am Probenrand im Bereich des Rißursprungs auf (Abb. 10.14). Interkristalline Brüche, wie sie bei austenitischen Stählen bei Verformungen mit kleinen Geschwindigkeiten auftreten, sind im martensitischen Werkstoff MANET 1 nicht zu beobachten. Der Bruchverlauf ist auch bei niedrigen Verformungsgeschwindigkeiten ($3\cdot 10^{-5}\text{s}^{-1}$) duktil und transkristallin.

Das Erscheinungsbild des Restbruchs ist für alle untersuchten Proben identisch, da die Proben erst nach der Analyse der Außenfläche bei Raumtemperatur vollständig auseinandergezogen wurden. Eine Untersuchung der Restbruchfläche zeigt eine für Zugversuche typische Wabenstruktur (Abb. 10.15). In den größeren Waben sind homogene Zr(C,N)-Ausscheidungen sowie NbC-Ausscheidungen zu analysieren.

Ein Einfluß von Mitteldehnungen bzw. eine reduzierte Anlaßtemperatur (600°C) führen in der Bruchfläche zu keinen meßbaren Veränderungen.

Erste Verformungsspuren bilden sich an der Oberfläche nach 1 - 5% N_B . Nach 25% N_B werden Mikrorisse und nach 50% N_B makroskopische Risse beobachtet. Der Anriß erfolgt an den Gleitbändern und verläuft transkristallin. Ähnliche Ergebnisse wurden in dem vergüteten Stahl 42 Cr Mo 4 festgestellt /114/. Eine Verformung mit kleinen plastischen Amplituden (bei $T=250^\circ\text{C}$ und $\epsilon_{at}=0,25\%$) führt zu eher planaren Verformungsspuren an der Probenaußenfläche. TEM-Untersuchungen zeigen im Probeninneren eine starke Orientierung der Zellen an der ursprünglichen Lattenstruktur. Dies läßt in Übereinstimmung mit der Literatur /115/ den Schluß zu, daß die Gleitspuren an der Oberfläche ebenfalls an der Lattenstruktur orientiert sind. Verformungen mit großen plastischen Amplituden (bei $T=550^\circ\text{C}$ und $\epsilon_{at}=0,75\%$) führen an der Oberfläche zu welligen Gleitspuren und im Probeninneren zu großen Versetzungszellen, die keine bevorzugte Orientierung aufweisen.

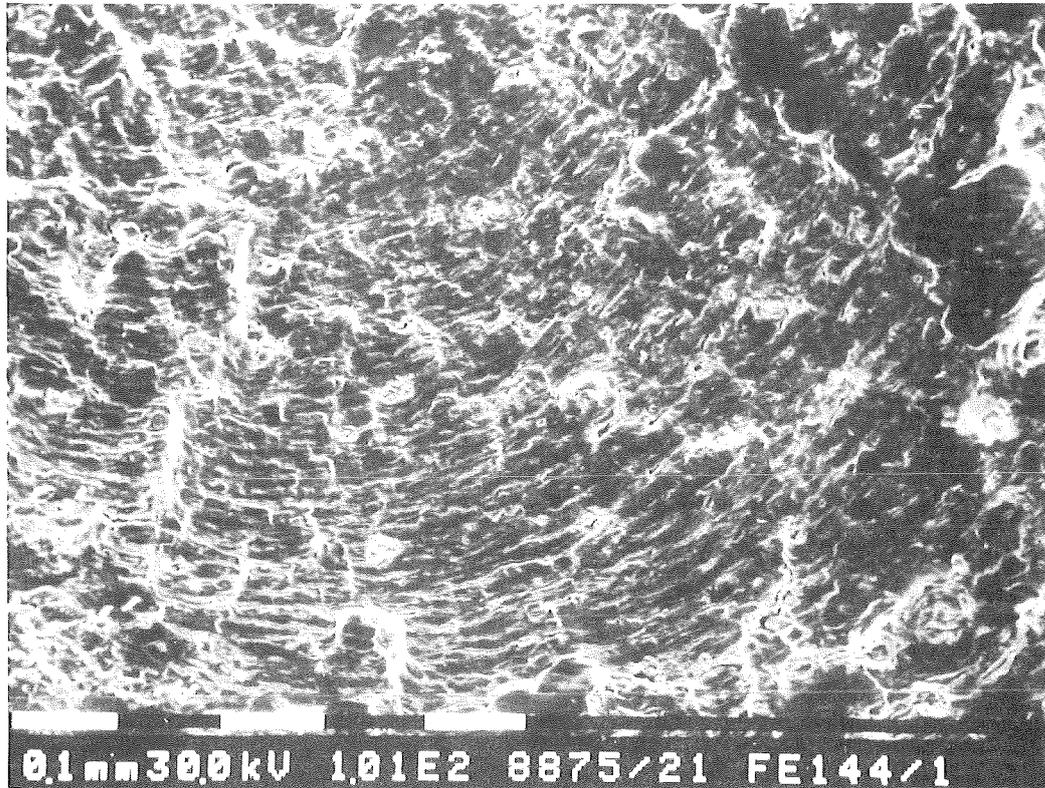


Abb. 10.12a Schwingungsstreifen auf der Bruchfläche einer bei $T=550^{\circ}\text{C}$ mit $\epsilon_{\text{at}}=0,75\%$ verformten Probe

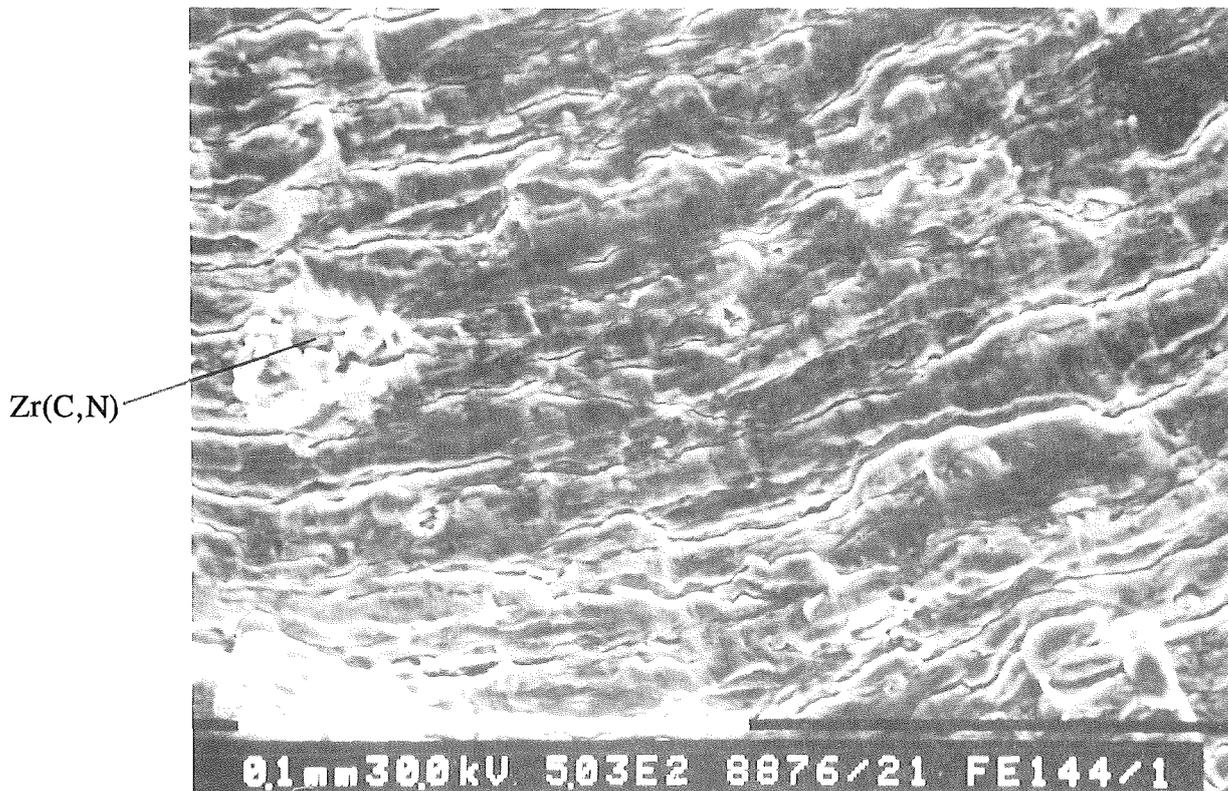


Abb. 10.12b Zr(C,N)-Ausscheidung auf der Bruchfläche derselben Probe (am linken Bildrand)

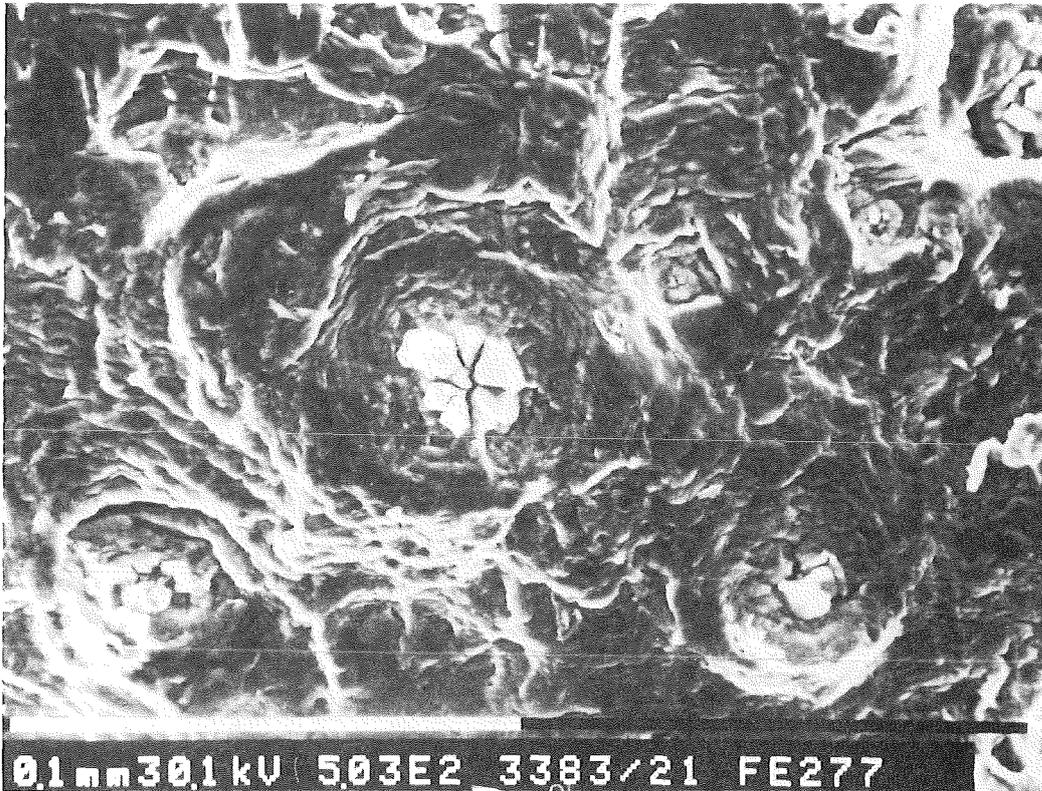


Abb. 10.13 Wabenbruch in der Bruchflächenmitte einer mit der reduzierten Dehnrates $3 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$ zyklisierten Probe mit Zr(C,N)-Ausscheidungen ($T=550^\circ\text{C}$, $\epsilon_{\text{at}}=0,75\%$)

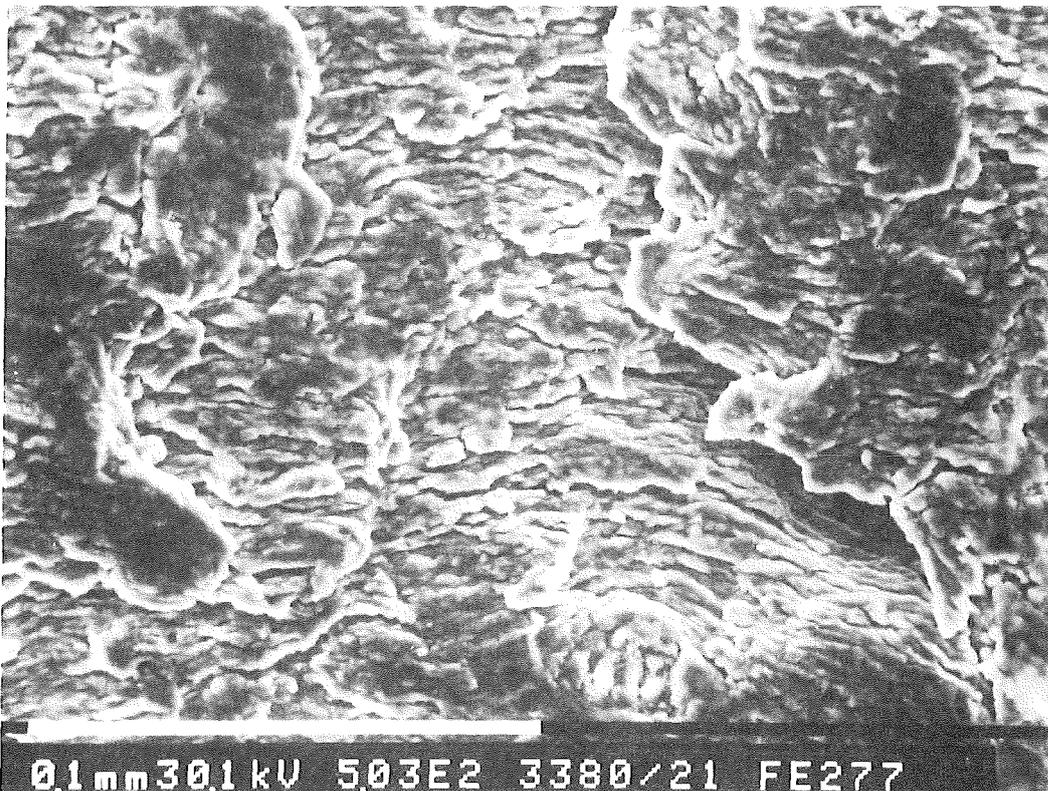


Abb. 10.14 Schwingungstreifen am Bruchflächenrand derselben Probe

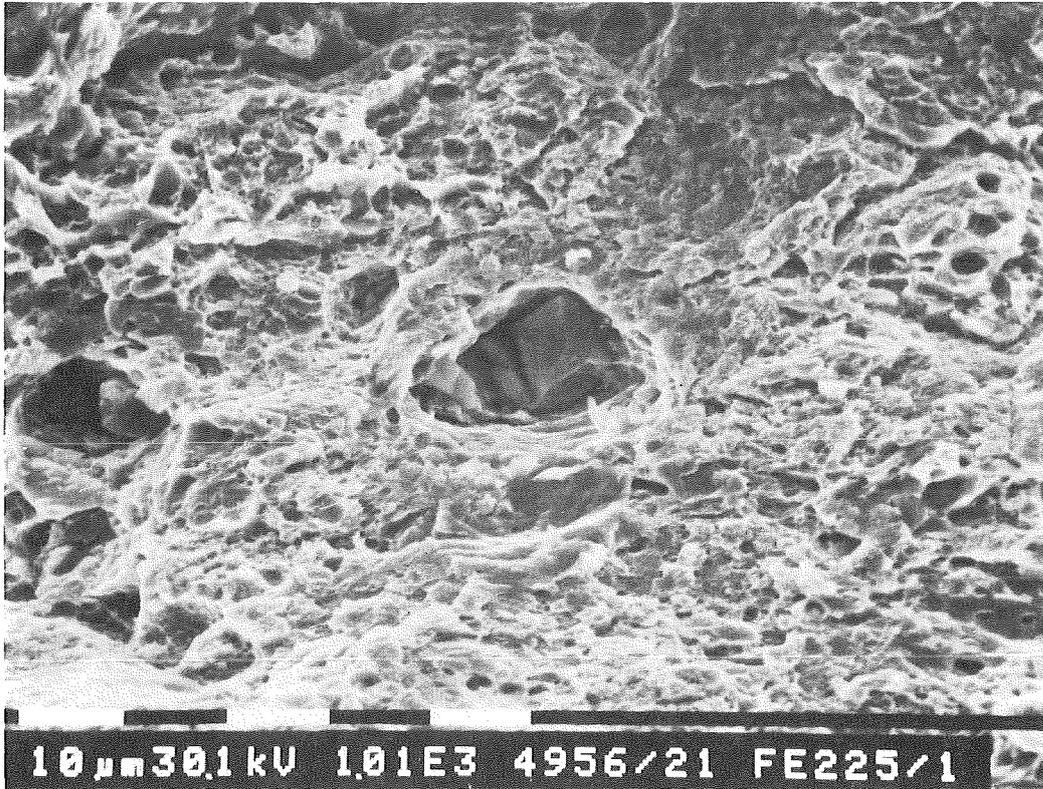


Abb. 10.15 Restbruchfläche mit Wabenstruktur und Zr(C,N)-Ausscheidungen in den größeren Waben

11. Diskussion

Das Wechselverformungsverhalten des Werkstoffs MANET 1 ist durch Entfestigungsvorgänge charakterisiert, deren physikalische Ursachen in der vorliegenden Arbeit mit Hilfe von mikrostrukturellen Untersuchungen aufgeklärt werden sollten. Dabei ist von allgemeinem Interesse, welchen Einfluß die spezifische Substruktur der 12% Cr-Stähle (Martensitlattenstruktur) sowie die Ausscheidungs- und Versetzungsstrukturen auf die Verformungsmechanismen und die Ermüdungsschädigung ausüben. Hauptziel der vorliegenden Arbeit war es, über systematische Strukturuntersuchungen das beobachtete Ermüdungsverhalten zu analysieren und zu verstehen.

Zunächst wird das mechanische Verformungsverhalten zusammengefaßt und durch die mikrostrukturellen Untersuchungen erklärt. Durch die Anwendung von Verfestigungsmodellen werden die quantitativ erfaßten mikrostrukturellen Daten mit den mechanischen Eigenschaften Streckgrenze und Sättigungsspannung bei zyklischer Verformung korreliert. Anschließend wird das mikrostrukturelle Verhalten im Probeninneren mit den Beobachtungen zur Ribbildung an der Probenaußenfläche korreliert.

11.1 Mechanisches Ermüdungsverhalten

Zyklische Verformungsexperimente wurden bei verschiedenen Versuchstemperaturen (20°C, 250°C, 350°C, 450°C, 550°C, 650°C) und Dehnungsamplituden (0,25%, 0,3%, 0,5%, 0,75%) totaldehnungskontrolliert durchgeführt (Kapitel 6). Die Standarddehnrates betrug $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Die Wirkung äußerer Einflußgrößen wie Temperatur, Dehnungsamplitude, Mitteldehnung und Verformungsgeschwindigkeit auf das Ermüdungsverhalten des Werkstoffs wurde in weiteren Experimenten verfolgt.

Das Verformungsverhalten des Werkstoffs MANET 1 ist im allgemeinen durch eine zyklische Entfestigung gekennzeichnet. Nur bei kleinen Dehnungsamplituden ist diese Entfestigung nicht so deutlich ausgeprägt. Die Bruchlastspielzahlen nehmen mit ansteigender Totaldehnungsamplitude bei konstanter Temperatur ab. Die Abnahme der Bruchlastspielzahlen mit steigender Temperatur wird durch die mit der Temperatur steigenden plastischen Dehnungsamplituden verursacht. Bei niedrigen Temperaturen ($T \leq 450^\circ\text{C}$) und kleinen totalen Dehnungsamplituden (0,25%) sind die plastischen Dehnungsamplituden während der gesamten Lebensdauer kleiner als 0,05%. Es liegt ein nahezu elastisches Verformungsverhalten vor. Erst bei höheren Versuchstemperaturen ($T \geq 550^\circ\text{C}$) treten größere plastische Dehnungsamplituden auf. Diese Proben zeigen während der Verformung eine zyklische Entfestigung durch einen Anstieg der plastischen Dehnungsamplituden. Bei größeren totalen Dehnungsamplituden ($\epsilon_{\text{at}} = 0,75\%$) treten plastische Dehnungsamplitu-

den $>0,2\%$ auf, d. h. die Proben werden bereits beim 1. Zyklus mit Belastungen oberhalb der zügigen $0,2$ -Dehngrenze verformt. Das Verformungsverhalten ist gekennzeichnet durch eine ausgeprägte Entfestigung. Der Einfluß der Temperatur auf das zyklische Verformungsverhalten wurde ebenfalls untersucht. Die bei niedrigeren Temperaturen gemessenen Verformungskurven liegen jeweils über den bei höheren Temperaturen gemessenen Kurven. Dies wird durch die bei den niedrigeren Temperaturen reduzierten plastischen Anteile an der Verformung erklärt. Zur Erzeugung einer gleichbleibenden totalen Dehnungsamplitude sind bei niedrigeren Temperaturen größere Spannungsamplituden erforderlich.

Als Ergebnis ist nochmals festzustellen, daß bei einer zyklischen Beanspruchung des vergüteten 12% Cr-Stahls MANET 1 Entfestigungsvorgänge überwiegen, analog zu den Befunden an sonstigen vergüteten Werkstoffen /58/, während austenitische Stähle zyklisch verfestigen. Dieses unterschiedliche mechanische Verformungsverhalten läßt sich durch die durchgeführten mikrostrukturellen Beobachtungen erklären.

11.2 Mikrostrukturelle Entwicklung

Zyklische Verformungsexperimente zeigen bei sehr kleinen plastischen Dehnungsamplituden ($\epsilon_{ap} < 0,05\%$ bei $\epsilon_{at} = 0,25\%$ und $T \leq 450^\circ\text{C}$) ein nahezu elastisches Verhalten. Dies ist den gemessenen Hysteresekurven zu entnehmen. Die Versetzungen bewegen sich anfangs nur wenig und nahezu reversibel um ihre Gleichgewichtslagen. Diese Versetzungen können nicht annihilieren, da das Klettern von Stufenversetzungen bei Temperaturen unterhalb von $T = 450^\circ\text{C}$ (entspricht $0,4 \cdot T_{\text{Schmelz}}$) nur langsam stattfindet und das Quergleiten von Schraubenversetzungen infolge kurzer Laufwege eingeschränkt wird /11/. Das Einsetzen einer schwachen Entfestigung bei größeren Lastspielzahlen wird durch die Versetzungszellbildung verursacht. Es bilden sich jedoch nur kleine Versetzungszellen, die sich an der ursprünglichen Lattenstruktur orientieren. Diese Zellen nehmen nur einen geringen Anteil des Probenvolumens ein.

Bei zyklischen Verformungen mit größeren plastischen Dehnungsamplituden ($\epsilon_{ap} > 0,05\%$) ist eine deutliche Veränderung der Versetzungsstruktur festzustellen. Sie wird in allen zyklisch entfestigten Proben beobachtet. Bei Wechselbelastung findet ein Übergang von einer lattenartigen Ausgangsstruktur zu einer zellartigen Versetzungsstruktur statt, d. h. die Verformung läuft wellig ab, ist also auch durch thermisch aktivierte Gleitprozesse gesteuert. Die Zellgröße, die sich während der Ermüdung einstellt, ist abhängig von der Temperatur und Dehnungsamplitude. Mit steigender Temperatur nimmt der mittlere Zelldurchmesser zu. Die Zellwände werden dünner und Subkorn Grenzen immer ähnlicher. Mit größer werdender Dehnungsamplitude verringert sich der Zelldurchmesser. Für stärkere Verformungen ist eine höhere Versetzungsdichte erforderlich.

Dies führt zu einer Abnahme der Zellgröße, da sich mehr Zellwände bilden als bei kleineren Dehnungsamplituden.

Bei der plastischen Verformung vergüteter Stähle treten Versetzungsumordnungen und -wechselwirkungen untereinander auf. Über Quergleitvorgänge initiierte Zellbildungen und Versetzungsannihilationen werden größere mittlere freie Versetzungslaufwege erzeugt, die die Entfestigung des untersuchten Werkstoffs hervorrufen. In dieser neuen Struktur ist die Mehrheit der Versetzungen in den Zellgrenzen lokalisiert. Im Zellinneren ist die Versetzungsdichte wesentlich kleiner als im Ausgangszustand der Martensitlatten. Die mit ansteigender Versuchstemperatur größer werdenden Zellen lassen sich durch die erhöhte Beweglichkeit der Schraubenversetzungen erklären /116,117/. Der hindernde Einfluß der Karbide auf die Versetzungsbewegung wird dabei reduziert und die Bildung größerer Zellen ermöglicht.

Die in austenitischen Stählen beobachteten Leiterstrukturen /118,41,119/ treten im Werkstoff MANET 1 nicht auf. Der angelassene Martensit ist durch ein anderes Gleitverhalten von Versetzungen und andere Hindernisstrukturen gekennzeichnet. An den ehemaligen Martensitlatten bilden $M_{23}C_6$ -Karbide Hindernisse für Gleitversetzungen. Diese Karbide sind nicht schneidbar und können, insbesondere bei niedrigen Verformungstemperaturen, von den Versetzungen nicht umgangen werden. Die Versetzungsbewegung wird zu Beginn der Verformung durch den geringen Durchmesser der Martensitlatten des Ausgangszustandes ($0,38\mu\text{m}$) und die hohe Versetzungsdichte ($1,8 \cdot 10^{14} \text{m}^{-2}$) bestimmt. Die mikrostrukturellen Untersuchungen (siehe Kapitel 6) zeigen, daß die Martensitlatten ebenfalls Hindernisse für die Versetzungsbewegung sind. Das wellige Gleitverhalten im vergüteten Werkstoff wird durch thermisch aktivierte Quergleitvorgänge hervorgerufen und führt bei höheren Temperaturen zu einer Subkornstruktur. Zur Ausbildung von Leiterstrukturen wäre dagegen ein planares Gleitverhalten notwendig, was bei martensitisch gehärteten Stählen nicht beobachtet wird.

11.3 Dynamische Rekalterung

Die dynamische Rekalterung (DRA) entsteht durch eine elastische Wechselwirkung zwischen Gleitversetzungen und diffundierenden Legierungsatomen. Versetzungen brechen periodisch aus den Konzentrationswolken der interstitiellen Legierungsatome (C, N) aus und werden wieder eingefangen. Die dynamische Rekalterung zeigt Auswirkungen auf das mechanische Verformungsverhalten, wenn die Versetzungsgeschwindigkeit v_V so groß ist wie die Diffusionsgeschwindigkeit v_{Diff} der interstitiellen Legierungsatome ($v_V \approx v_{Diff}$). Die Geschwindigkeit diffundierender Atome wird von den temperaturabhängigen Diffusionskoeffizienten D dieser Atome bestimmt. Dabei gilt $v_{Diff} \approx D$ und

$$(11.1) \quad D = D_0 \exp \left[- \frac{\Delta H}{k T} \right]$$

ΔH ist die Aktivierungsenthalpie der Diffusion. Sie ist bei Interstitutionsatomen bestimmt durch die Wanderungsenthalpie der Atome. k ist die Boltzmannkonstante, T die absolute Temperatur. Die Diffusionskoeffizienten für C sind für α -Eisen im Temperaturbereich von 350°C bis 850°C experimentell bestimmt worden /120/. Da α -Eisen die gleiche krz Gitterstruktur wie MANET 1 besitzt, wurde für die weitere Rechnung die Diffusionskoeffizienten von α -Eisen verwendet, wobei im vergüteten 12% Cr-Stahl eine Veränderung dieser Daten aufgrund der Wechselwirkung von Kohlenstoff mit Substitutionsatomen zu erwarten ist. Die Daten für Kohlenstoff und Stickstoff können Tabelle 11.1 entnommen werden.

Element	D_0 [cm ² /s]	ΔH [eV]
C	$6,2 \cdot 10^{-3}$	0,83
N	$7,8 \cdot 10^{-3}$	0,82

Tabelle 11.1 Diffusionsdaten von C und N in α -Fe

Die mittlere Versetzungsgeschwindigkeit v_V ist der Verformungsgeschwindigkeit gemäß der Beziehung

$$(11.2) \quad \dot{\epsilon} = \frac{1}{M} \cdot \rho_m \cdot b \cdot v_V$$

proportional. $\dot{\epsilon}$ ist die Verformungsgeschwindigkeit ($3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$), b der Burgersvektor mit dem Betrag $2,48 \cdot 10^{-10} \text{ m}$, ρ_m die Gleitversetzungsdichte, die bei einer zügigen Verformung mit

größeren plastischen Dehnungsamplituden eine Größenordnung kleiner als die Versetzungsdichte des Ausgangsmaterials ($\rho = 1,8 \cdot 10^{14} \text{m}^{-2}$) ist und M der Taylorfaktor (2,75). Die Gleitversetzungsdichte ist nicht exakt bestimmbar, kann aber aus der Versetzungsdichte in den Zellen zyklischer Experimente abgeschätzt werden ($\rho_Z = 9 \cdot 10^{13} \text{m}^{-2}$ bei 250°C , siehe Tabelle 11.2). Aus Gleichung (11.1) und (11.2) ergibt sich somit als Grundgleichung auftretender DRA

$$(11.3) \quad \dot{\epsilon}_{\text{krit}} \sim \rho_m \exp \left[- \frac{\Delta H}{k T} \right]$$

Die Temperatur- und $\dot{\epsilon}$ -abhängigkeit der DRA ist somit verständlich. Ferner ist eine Abhängigkeit der DRA von der Werkstoffstruktur über ρ_m und die Proportionalitätskonstante zu erwarten. Eine wachsende Gleitversetzungsdichte verschiebt die kritische Geschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{\text{krit}}$ bei der DRA auftritt zu tieferen Temperaturen. Bei identischer Verformungsgeschwindigkeit stimmt die Temperatur maximaler DRA bei zyklischen Versuchen mit den entsprechenden Temperaturen zügiger Experimente überein. Dies ist bei den Experimenten mit $\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ der Fall. Die Temperatur, bei der im Zugversuch erstmalig Reckalterungseffekte beobachtet wurden, beträgt $T = 270^\circ\text{C}$. Bei zyklischen Experimenten zeigen sich Anzeichen der DRA von $T = 250^\circ\text{C}$ bis 450°C . Sie beeinflusst die plastischen Dehnungsamplituden, Bruchlastspielzahlen und die Zellgröße. Sie zeigt aber kleinere Auswirkungen, als aus den Ergebnissen der Zugversuche zu erwarten ist. Bei niedrigen und hohen Temperaturen finden dagegen keine Reckalterungsvorgänge statt. Bei tieferen Temperaturen ($T < 200^\circ\text{C}$) sind die gelösten Atome nicht in der Lage, den Versetzungen zu folgen. Eine ausreichende Beweglichkeit des Kohlenstoffs ist erst ab 220°C durch eine Auflösung von Kohlenstoff-Lehrstellen-Paaren gegeben /121/. Bei höheren Temperaturen ($T > 450^\circ\text{C}$) ist die Diffusionsgeschwindigkeit der interstitiellen Atome so groß, daß sie keine Reibungskräfte auf die Versetzungen mehr ausüben /36/.

Zunächst werden für Kohlenstoff die Temperaturen berechnet, bei denen Reckalterungseinflüsse zu erwarten sind. Die Geschwindigkeit diffundierender C-Atome läßt sich aus den bekannten Diffusionskoeffizienten des Kohlenstoffs berechnen.

$$(11.4) \quad v = \sqrt{\frac{D}{t}}$$

t ist die Zeit, die für Diffusionsvorgänge zur Verfügung steht. Die Versetzungsgeschwindigkeit v_V errechnet sich zu:

$$(11.5) \quad v_V = \frac{L}{t}$$

t ist die Zeit, die für die Versetzungsbewegung zwischen zwei Hindernissen erforderlich ist. L ist die mittlere freie Weglänge der Versetzungen. Sie folgt aus der Versetzungsdichte ρ :

$$(11.6) \quad L = \frac{1}{\sqrt{\rho}}$$

Die dynamische Reckalterung wird erst möglich, wenn die Versetzungsgeschwindigkeit so groß ist wie die Diffusionsgeschwindigkeit der interstitiellen Legierungsatome. Durch Gleichsetzen der Beziehungen (11.4) und (11.5) und Berücksichtigung von (11.2) ergibt sich folgender Zusammenhang zwischen Diffusionskoeffizient und Verformungsgeschwindigkeit:

$$(11.7) \quad D = \frac{\dot{\epsilon}_{pl} M}{\rho^{3/2} b}$$

Aus dieser Beziehung wurde der Diffusionskoeffizient berechnet, bei dem die mittlere Versetzungsgeschwindigkeit genau so groß wie die Geschwindigkeit der Kohlenstoffatome ist. Aus diesem folgt direkt die Temperatur, bei der im Zugversuch mit Reckalterungseffekten zu rechnen ist. Das Ergebnis der Rechnung beträgt $T=310^{\circ}\text{C}$. Diese Temperatur stimmt mit dem Auftreten des Portevin - Le Chatelier Effektes beim untersuchten Werkstoff /8/ überein.

Die Übereinstimmung der Berechnungen der Reckalterungstemperatur mit den Meßergebnissen zeigt die Richtigkeit der Annahme, daß die Diffusion der Kohlenstoffatome im Werkstoff MANET 1 für die dynamische Reckalterung bestimmend ist. Eine analoge Rechnung für Stickstoff ergibt um ca. $15-20^{\circ}\text{C}$ niedrigere Einsatztemperaturen. Da wesentlich weniger Stickstoff als Kohlenstoff in der Legierung ist, werden die beobachteten Reckalterungseffekte primär dem Kohlenstoff zugeschrieben.

11.4 Korrelation der mikrostrukturellen Daten mit den mechanischen Eigenschaften

Eine besondere Rolle bei der Verformung metallischer Werkstoffe spielen die Versetzungen. Die zur Versetzungsbewegung erforderliche Fließspannung metallischer Werkstoffe ist aus einem thermischen und einem athermischen Anteil zusammengesetzt (siehe Kap. 2). Der thermische Fließspannungsanteil ist von der Verformungsgeschwindigkeit und Temperatur abhängig /85/. Im Werkstoff MANET 1 tritt bei relativ niedrigen Verformungstemperaturen nur eine geringe Abhängigkeit der Maximal- und Sättigungsspannungsamplituden von der Verformungsgeschwindigkeit auf (Abb. 9.6 und 9.7). Der thermische Fließspannungsanteil kann daher bei der weiteren Diskussion vernachlässigt werden.

Aufgrund der elastischen Wechselwirkung bewegter Versetzungen mit Gleithindernissen ergeben sich verschiedene Verfestigungsmechanismen, deren Kenntnis für die Erklärung des mechanischen Verhaltens notwendig ist. Mehrere Verfestigungsmechanismen, die Beiträge zur Fließspannung des Werkstoffs MANET 1 liefern, werden diskutiert. Von grundlegender Bedeutung sind die gegenseitige Wechselwirkung von Gleitversetzungen, die Wechselwirkung von Gleitversetzungen mit Korngrenzen bzw. Versetzungszellgrenzen sowie die Wechselwirkung von Gleitversetzungen mit Ausscheidungen und gelösten Legierungsatomen.

a) Wechselwirkung zwischen Gleitversetzungen und Ausscheidungen

Ausscheidungen können abhängig von Typ und ihrer Größe geschnitten oder umgangen werden. Im Werkstoff MANET 1 wurden in den durchgeführten TEM-Untersuchungen keine Schneidprozesse von Versetzungen mit Ausscheidungen beobachtet. $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen beeinflussen jedoch, insbesondere bei niedrigen Versuchstemperaturen ($<450^{\circ}\text{C}$), die Zellgröße sowie die Orientierung der Zellwände. Dies wurde auch in anderen Materialien festgestellt /122/. Die Größe und der mittlere Abstand der Ausscheidungen wurden experimentell mit Hilfe von Extraktionsreplikas bestimmt. Der mittlere Teilchenradius beträgt $r=0,05\mu\text{m}$ und der mittlere Teilchenabstand $l=0,38\mu\text{m}$. Dieser Abstand ist nahezu identisch mit dem Durchmesser der Martensitlatten. Aufgrund der großen mittleren Abstände sind keine Verfestigungsbeiträge zu erwarten, da diese umgekehrt proportional zum Teilchenabstand sind.

b) Wechselwirkung zwischen Gleitversetzungen und Fremdatomen

Dieser Beitrag wird Mischkristallverfestigung genannt. Sie beruht auf der elastischen Wechselwirkung von Gleitversetzungen mit gelösten Fremdatomen und ist proportional zur Konzentration c der Fremdatome (at%) und einem werkstoffabhängigen Exponenten n .

$$(11.8) \quad \sigma_{MK} \sim G(T) c^n$$

Im hochlegierten Werkstoff MANET 1 ist eine theoretische Berechnung der Anteile aller Legierungselemente zur Mischkristallverfestigung schwierig durchführbar. Sie werden daher allgemein diskutiert. Interstitielle Legierungsatome wie Kohlenstoff und Stickstoff, die den wirksamsten Beitrag zur Verfestigung leisten, sind größtenteils in Ausscheidungen gebunden. Substitutionelles Chrom führt in ferritischen Stählen sogar zu einer Entfestigung /123/. Der Gehalt der verfestigenden Legierungselemente Kupfer, Mangan und Molybdän ist jeweils kleiner als 1 %, wobei Molybdän ebenfalls größtenteils in Karbiden gebunden ist. Dies zeigten EDX-Analysen (s. Kapitel 6). Die Mischkristallverfestigungen aller Elemente die zur Fließspannung beitragen, können mit Hilfe der Literaturstelle /124/ abgeschätzt werden. In dieser Literaturstelle wird die Variation der Streckgrenze von Eisen-Basis-Legierungen mit dem Gehalt verschiedener Legierungsatome angegeben. Für die Mischkristallverfestigung läßt sich bei Raumtemperatur ein Beitrag von ca. 50 bis 100 MPa abschätzen. Dieser nimmt mit wachsender Temperatur ab und beträgt bei 500°C nur noch die Hälfte.

c) Gegenseitige Wechselwirkung von Gleitversetzungen

Die gegenseitige Wechselwirkung von Gleitversetzungen liefert Verfestigungsbeiträge, die von der Versetzungsdichte bestimmt werden. Gleitversetzungen müssen bei ihrer Bewegung die Eigenspannungsfelder anderer Versetzungen überwinden. Der damit verbundene Fließspannungsanteil läßt sich nach

$$(11.9) \quad \sigma_V = M \alpha_1 G(T) b \sqrt{\rho}$$

berechnen /62,125,126,127/. Die Konstante α_1 ist eine Funktion der Versetzungsanordnung. In α -Fe beträgt $\alpha_1 = 0,27$ /128/. Neuere experimentelle Ergebnisse lassen darauf schließen, daß α_1 auch von der Kohlenstoffkonzentration abhängt. In den normalisierten Kohlenstoffstählen Ck45,

Ck60 und Ck80 wurden mit dem Kohlenstoffgehalt ansteigende α_1 Werte von 0,74 bis 0,99 gemessen /129/. In vergüteten martensitischen Werkstoffen sind deutlich kleinere α_1 Werte festgestellt worden. Im vergüteten martensitischen Stahl 30 Cr Ni Mo 5 5 wurde nach einer einstündigen Anlaßbehandlung bei 700°C $\alpha_1=0,27$ abgeschätzt. Da dieser Werkstoff nach der Anlaßbehandlung einen vergleichbaren Zustand wie der Werkstoff MANET 1 besitzt, wurde für die weitere Diskussion von $\alpha_1=0,3$ ausgegangen. Die mittlere Versetzungsdichte ρ wurde systematisch mit Hilfe von mikrostrukturellen Untersuchungen sowohl im Ausgangsmaterial als auch in ermüdeten Proben gemessen. Die Versetzungsdichte beträgt für das Ausgangsmaterial $\rho=1,8 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$. In allen ermüdeten Proben konnte eine Versetzungszellbildung festgestellt werden. Die Versetzungsdichte in den Zellen ist kleiner als die mittlere Versetzungsdichte im Ausgangszustand der Martensitlatten. Sie wurde jeweils an den verformten Proben bestimmt. Diese Proben entfestigten während der Ermüdung. Der Verfestigungsbeitrag der Versetzungen innerhalb der Zellen kann mit Hilfe der gemessenen Versetzungsdichten abgeschätzt werden. Die experimentell bestimmten Versetzungsdichten in den Zellen liegen zwischen $2 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$ und $1 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$. Die nach Gleichung (11.9) abgeschätzten Verfestigungsbeiträge der Versetzungen im Ausgangsmaterial ($\rho=1,8 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$) und in den Zellen können Tabelle 11.2 entnommen werden. Die Versetzungsdichte in den Zellen ist dabei unabhängig von der totalen Dehnungsamplitude ϵ_{at} .

T [°C]	20	250	350	450	550	650
$\rho_Z \text{ [m}^{-2}\text{]}$	$1 \cdot 10^{14}$	$9 \cdot 10^{13}$	$8 \cdot 10^{13}$	$7 \cdot 10^{13}$	$6 \cdot 10^{13}$	$2 \cdot 10^{13}$
$\sigma_{VZ} \text{ [MPa]}$	175	150	140	120	110	60
$\sigma_{VA} \text{ [MPa]}$	235	220	210	200	185	170

Tabelle 11.2 Verfestigungsbeiträge der Versetzungen in den Zellen σ_{VZ} (berechnet mit ρ_Z) und im Ausgangsmaterial σ_{VA} (berechnet mit $\rho=1,8 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$)

d) Wechselwirkung von Gleitversetzungen mit Zellgrenzen bzw. Subkorn Grenzen

Versetzungen können auch mit Korngrenzen, Lattengrenzen, Subkorn Grenzen und Versetzungszellgrenzen wechselwirken. In verschiedenen Materialien wurde folgender Zusammenhang für die Abhängigkeit der Fließspannung von der Subkorngröße gefunden:

$$(11.10) \quad \sigma_{GF} = M \alpha_2 G(T) b d^m$$

Dabei ist α_2 ein Proportionalitätsfaktor, der aus der Abhängigkeit der gemessenen Fließspannung von der Subkorngröße gewonnen werden kann. Die Ursache des Verfestigungsbeitrages von Subkorn Grenzen bzw. Versetzungszellgrenzen liegt in den eng begrenzten Versetzungslaufwegen und den dabei auftretenden Rückspannungen. In Eisen-Basis-Legierungen wurde der Exponent -0,5 für die Abhängigkeit der Fließspannung von der Subkorngröße beobachtet /127/. Kim und Weertman /130/ fanden für einen 9% Cr-Stahl die Beziehung $\sigma_{GF}=a \cdot d^{-0,5}$. Challenger und Moteff /131/ beobachteten den selben Zusammenhang an dem austenitischen Stahl 316. Es gibt jedoch Untersuchungen, die belegen, daß der Exponent -0,5 nur bis zu Subkorngrößen von ca. 1 μm gültig ist /127/. Für kleinere Subkörner wurde im selben Werkstoff der Exponent -1 gefunden. Blum und Straub /72/ beobachteten bei Kriechexperimenten eines vergüteten 12% Cr-Stahls den Exponenten -1. Für den Werkstoff MANET 1 wird daher ebenfalls ein Zusammenhang der Form $\sigma_{GF}=a \cdot d^m$ erwartet. Abb. 11.1 zeigt in einer doppellogarithmischen Auftragung den Zusammenhang zwischen Sättigungsspannungsamplitude und Zellgröße. Die berechnete Ausgleichsgerade hat die Steigung $m=-0,96$.

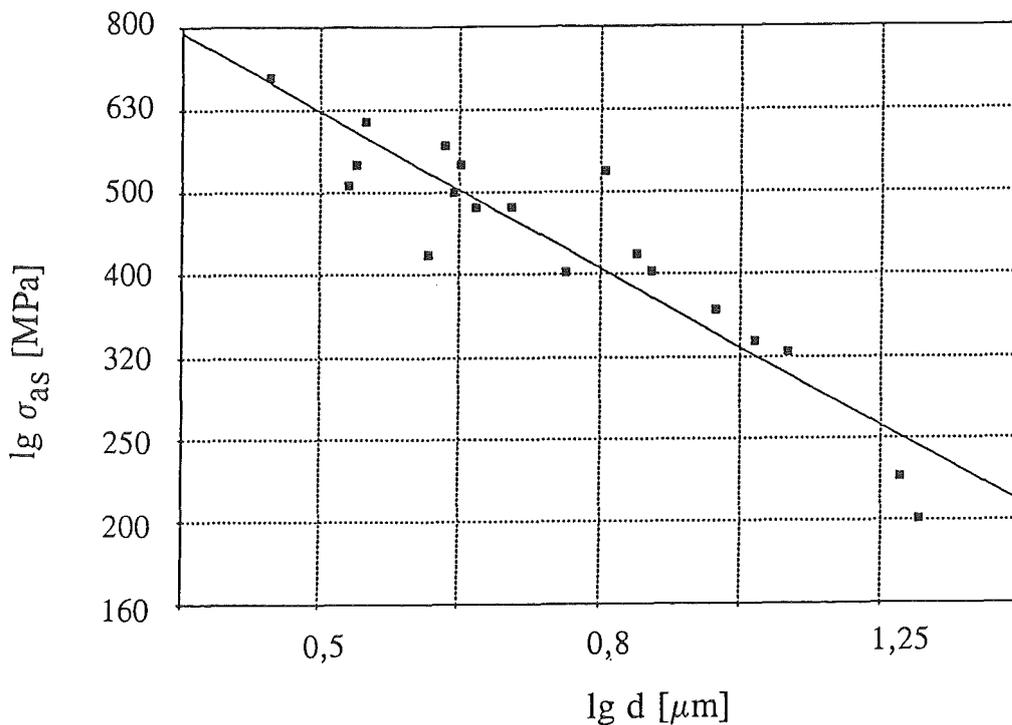


Abb. 11.1 Zusammenhang zwischen der Sättigungsspannungsamplitude σ_{as} und der Zellgröße d in doppellogarithmischer Auftragung

Dieser Zusammenhang wird von dem temperaturabhängigen Schubmodul $G(T)$ beeinflusst. Eine Division der Sättigungsspannungsamplitude durch den Schubmodul $G(T)$ führt zu einer veränderten Steigung der Ausgleichsgeraden $m=-0,64$. Die gemessene Sättigungsspannungsamplitude ist dabei nicht allein auf den Beitrag der Versetzungszellen zurückzuführen, sondern sie beinhaltet die oben diskutierten Anteile der Versetzungsverfestigung bzw. der Mischkristallverfestigung, wobei sich die Versetzungsdichte in den Zellen mit ansteigender Versuchstemperatur verändert. Nach Subtraktion der realistisch abgeschätzten Anteile der Mischkristallverfestigung und der Versetzungsverfestigung (siehe Tabelle 11.2) von der Sättigungsspannungsamplitude sowie Berücksichtigung des Schubmoduls $G(T)$ läßt sich der Zusammenhang zwischen dem verbleibenden Beitrag der Versetzungszellgrenzen σ_{GF} und der gemessenen Zellgröße d durch $\sigma_{GF}=1,65 \cdot 10^{-7} \cdot G(T) \cdot d^{-0,7}$ beschreiben (Abb. 11.2).

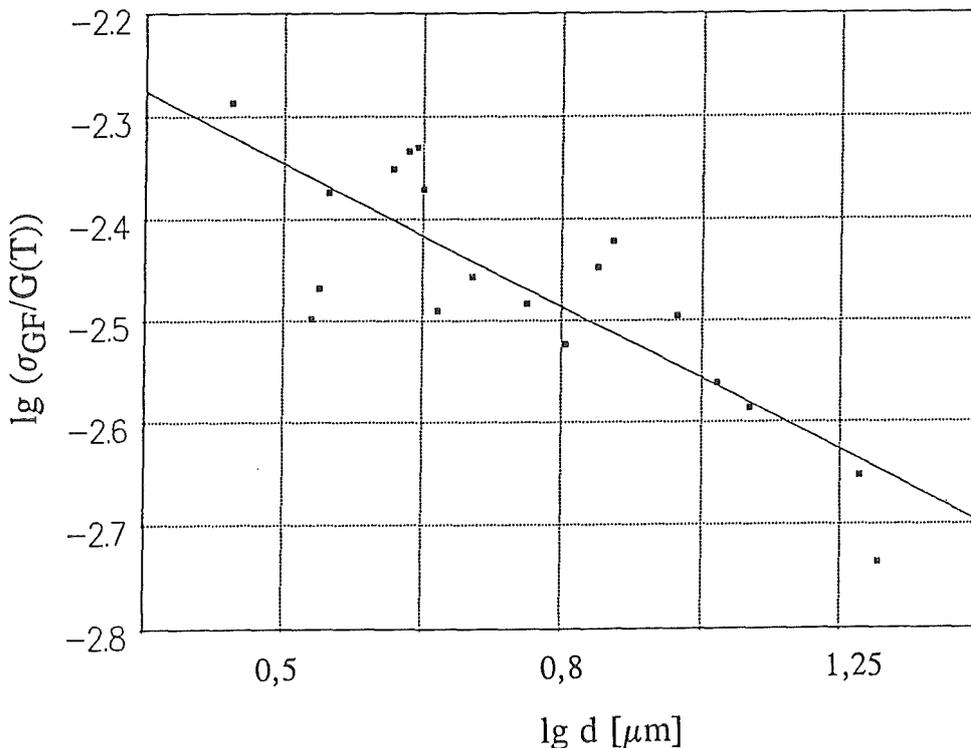


Abb. 11.2 Zusammenhang zwischen dem Verfestigungsbeitrag der Grenzflächen σ_{GF} und der Zellgröße d in doppelllogarithmischer Auftragung

11.5 Verlauf der Streckgrenze und Sättigungsspannungsamplitude

Die Streckgrenze bzw. die Sättigungsspannungsamplitude zyklischer Experimente des 12% Cr-Stahls MANET 1 wird im wesentlichen durch zwei Anteile bestimmt. Es wird dabei ein Zusammenhang der Form

$$(11.11) \quad \sigma = A + B \cdot G(T) \cdot d^m \quad \text{mit} \quad A = \sigma_{VA, VZ} + \sigma_{MK}$$

zugrundegelegt ($m = -0,7$). Der Anteil A beinhaltet die Verfestigungsbeiträge der Versetzungen zwischen den Lattengrenzen σ_{VA} bzw. in den Versetzungszellen σ_{VZ} und der Mischkristallverfestigung σ_{MK} . Laufende Versetzungen spüren die Reibungskräfte der Spannungsfelder von anderen Versetzungen und Fremdatomen. In geringem Ausmaß können bei niedrigen Temperaturen (20°C) Anteile zur Überwindung des Peierls potentials vorhanden sein. Der Anteil $B \cdot G(T) \cdot d^m = \sigma_{GF}$ wird im Ausgangsmaterial durch die Wechselwirkung zwischen Versetzungen und Lattengrenzen bestimmt. In Abb. 11.3 ist die Abhängigkeit der Streckgrenze von der Temperatur dargestellt. Die Kreise zeigen die experimentellen Daten, die durchgezogenen Linien den Verlauf der berechneten Werte. Der Spannungsanteil σ_{GF} wurde mit Hilfe der Beziehung 11.10 berechnet. Die Spannungsanteile der Versetzungen im Ausgangsmaterial σ_{VA} (siehe Tabelle 11.2) und der Mischkristallverfestigung σ_{MK} betragen ca. 50% der Streckgrenze. Bis 550°C erfolgt nur eine geringe Abnahme der Streckgrenze. Die Versetzungsdichte und die Lattengröße des Ausgangsmaterials ist nahezu konstant. Bis 550°C läßt sich die Abnahme der Streckgrenze durch die Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls erklären, wobei zwischen 270°C und 450°C eventuell Reckalterungseinflüsse überlagert sind. Die stärkere Abnahme der experimentellen Daten für $T > 550^\circ\text{C}$ wird durch Kriecheinflüsse verursacht.

Für die Korrelation von Sättigungsspannungsamplituden und mikrostrukturellen Daten wurden die selben Zusammenhänge verwendet. In Abb. 11.4 sind die experimentellen Daten (Dreiecke) und berechneten Sättigungsspannungsamplituden (durchgezogene Linie) bei $\epsilon_{at} = 0,75\%$ und verschiedenen Temperaturen aufgetragen. Der Beitrag der Versetzungen σ_{VZ} ist abhängig von der Versetzungsdichte im Zellinneren (siehe Tabelle 11.1), die nicht von der totalen Dehnungsamplitude ϵ_{at} beeinflusst wird. Die Anteile der Legierungsatome σ_{MK} bleiben während der Verformung unverändert. Die Summe dieser Anteile sind in Abb. 11.4 ebenfalls eingezeichnet. Der Anteil σ_{GF} beruht im zyklisch verformten Werkstoff auf der Wechselwirkung zwischen Versetzungen und Zellgrenzen und wurde mit Hilfe der Beziehung 11.10 berechnet. Die Zellgröße, die sich während der Ermüdung einstellt, ist abhängig von der Temperatur und der Sättigungsspannungsamplitude bzw. Dehnungsamplitude (siehe Abb. 6.25). Die mikrostrukturellen Untersuchungen zeigen bei höheren Versuchstemperaturen bzw. kleineren Dehnungsamplituden einen beträchtlichen Anstieg der Zellgröße, der in Verbindung mit Beziehung 11.11 die kleineren Sättigungsspannungsamplituden erklärt. Kriecheinflüsse an der Ermüdung, die bei $T > 550^\circ\text{C}$ zu erwarten sind, können die Spannungsamplituden ebenfalls reduzieren.

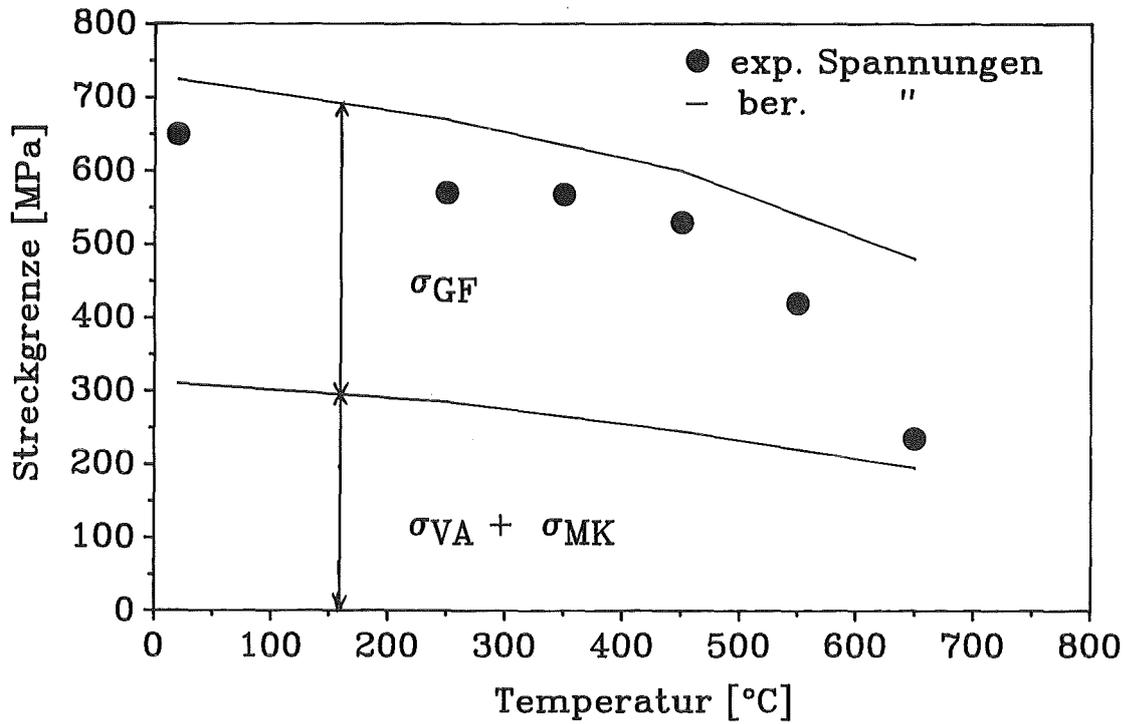


Abb. 11.3 Temperaturabhängigkeit der Streckgrenze und die verschiedenen Einzelbeiträge

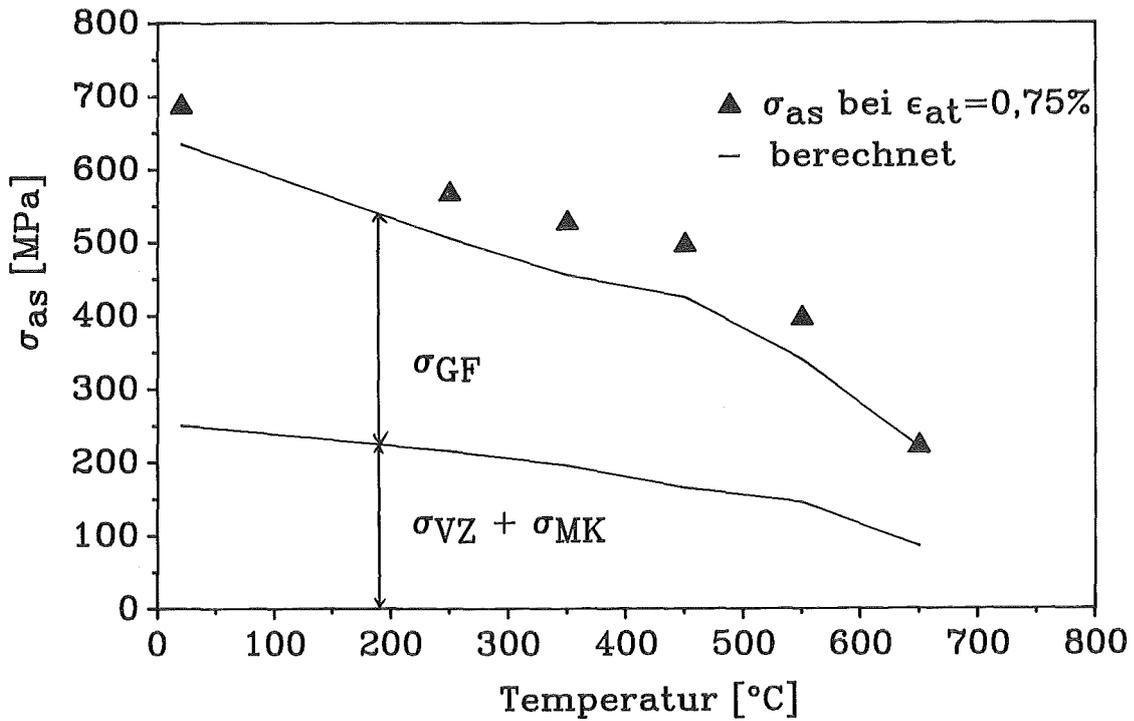


Abb. 11.4 Zusammenhang zwischen Sättigungsspannungsamplitude und Temperatur

Eine analoge Betrachtung lässt sich mit den experimentellen bzw. berechneten Daten eines Ermüdungsexperimentes durchführen (Abb. 11.5). Die Dreiecke symbolisieren die experimentellen Daten und die durchgezogene Linie den Verlauf der aus der Versetzungsdichte im Zellinneren sowie der Zellgröße mit den entsprechenden Zusammenhängen berechneten Daten. Der Beitrag der Mischkristallverfestigung wurde ebenfalls berücksichtigt. Die Abnahme der Spannungsamplitude mit steigender Zyklenzahl ist quantitativ erklärbar. Sie wird verursacht durch die Abnahme der Versetzungsdichte im Zellinneren sowie dem Anstieg der Zellgröße während der zyklischen Verformung.

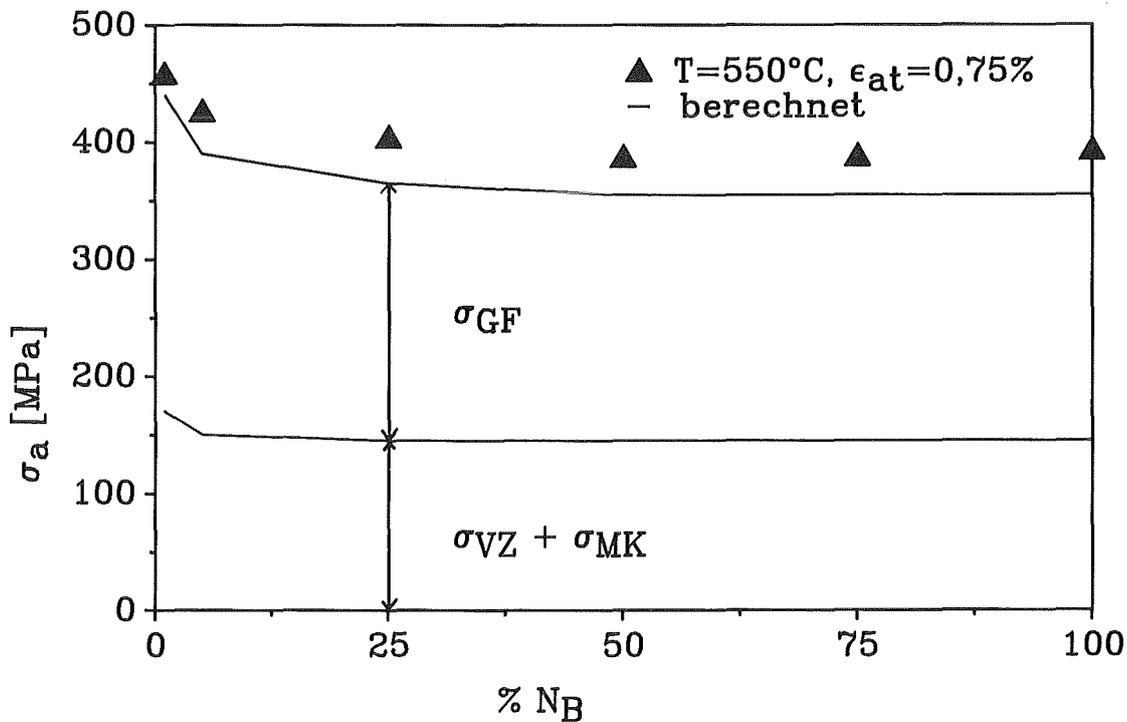


Abb. 11.5 Zusammenhang zwischen Spannungsamplitude und Lastspielzahl bei einem Experiment (T=550°C, ε_{at}=0,75%)

Eine Berücksichtigung der Probenbereiche die keine Zellbildung zeigen erscheint nicht notwendig, da die plastische Verformung in den Zellen stattfindet. Diese Zellen bilden weichere Bereiche in der härteren Matrix und bieten somit einen geringeren Widerstand gegen die Versetzungsbewegung. Diese Überlegung stimmt mit Befunden aus der Literatur überein. Beispielsweise findet in ferritisch-perlitischen Stählen die Verformung hauptsächlich in den weicheren ferritischen Bereichen statt, während die härteren perlitischen Bereiche nahezu unverformt bleiben /32/.

Abschließend wird festgestellt, daß im vorliegenden Werkstoff bei Wechselbelastung ein Übergang von einer lattenartigen Ausgangsstruktur zu einer zellartigen Versetzungsstruktur stattfindet, d. h. die Verformung läuft wellig ab, ist also durch Quergleitprozesse von Schraubenversetzungen gesteuert. Der Verfestigungsbeitrag der Ausscheidungen und der Mischkristallverfestigung zur gemessenen Sättigungsspannung ist gering. Der Einfluß der Ausscheidungen auf die Zellbildung ist jedoch nicht zu vernachlässigen, da Ausscheidungen die gleitfähigen Versetzungen behindern, die Zellentstehung erleichtern und deren Größe eventuell steuern können. Große Verfestigungsbeiträge liefern Versetzungen und Zellgrenzen. Die während der zyklischen Verformung gemessene Entfestigung entsteht aufgrund der reduzierten Versetzungsdichte im Zellinneren und den größer werdenden Zelldurchmessern. Die neu gebildete Mikrostruktur bietet gleitfähigen Versetzungen größere freie Versetzungslaufwege. Eine Korrelation der quantitativ erfaßten mikrostrukturellen Daten mit den mechanischen Eigenschaften Streckgrenze und Sättigungsspannung bei Wechselbeanspruchung ist mit Hilfe der durchgeführten Überlegungen möglich.

11.6 Korrelation der REM- und TEM-Untersuchungen mit dem mechanischen Verhalten

REM-Untersuchungen zeigen nach 1 - 5% N_B erste Verformungsspuren an der Probenaußenfläche. Nach 25% N_B werden Mikrorisse und nach 50% N_B makroskopische Risse beobachtet. Der Anriß erfolgt an Gleitbändern bzw. größeren Ex-/Intrusionen. Der Rißverlauf ist in allen untersuchten Proben transkristallin.

Die Versetzungsstruktur im Probeninneren tendiert bei zyklischer Belastung des Werkstoffs mit plastischen Dehnungsamplituden größer als 0,05% von Anfang an zu einer Zellbildung (Kapitel 6.2). Der Anteil der beobachteten Zellen an der gesamten untersuchten Probenfläche ändert sich nur zu Beginn der Verformung. Bereits nach 1% der Bruchlastspielzahl N_B werden erste Zellen beobachtet. Nach 25% bis 50% N_B ist die Anzahl der Zellen nahezu konstant und es ändert sich nur noch der Zelldurchmesser. Dieser nimmt mit wachsender Zyklenzahl zu. Nach 50% bis 75% der Bruchlastspielzahl treten nur noch geringfügige Änderungen der Versetzungszellgröße auf. Im vorliegenden Werkstoff findet bei Wechselbelastung ein Übergang von einer lattenartigen Ausgangsstruktur zu einer zellartigen Versetzungsstruktur statt, d. h. die Verformung läuft wellig ab. Sie ist durch thermisch aktivierte Quergleitprozesse von Schraubenversetzungen bzw. bei höheren Temperaturen durch Kletterprozesse von Stufenversetzungen gesteuert.

Eine Verformung mit kleinen plastischen Amplituden (bei $T=250^\circ\text{C}$ und $\epsilon_{at}=0,25\%$) führt zu eher planaren Verformungsspuren an der Probenaußenfläche (Kapitel 10.1). TEM-Untersuchungen zeigen im Probeninneren eine starke Orientierung der Zellen an der ursprünglichen Lattenstruktur. Dies läßt den Schluß zu, daß die Gleitbänder an der Oberfläche ebenfalls an der Lattenstruktur orientiert sind. Die Dicke der Gleitbänder liegt in der selben Größenordnung wie die gemessenen Zellgrößen im Probeninneren. Es ist anzunehmen, daß Gleitbänder durch ein Hervortreten des weichen Zellinneren aus der Oberfläche entstehen.

Verformungen mit großen plastischen Amplituden (bei $T=550^\circ\text{C}$ und $\epsilon_{at}=0,75\%$) führen an der Oberfläche zu welligen Gleitbänder und im Probeninneren zu einer Polygonstruktur von Versetzungszellen. In diesen Proben ist keine ausgeprägte Orientierung der Zellen an Martensitlattengrenzen beobachtbar. Dies erklärt die wellige Struktur der Gleitbänder.

Abb. 11.6 faßt in einer schematischen Übersicht die Befunde der mikrostrukturellen Untersuchungen im Probeninneren, der REM-Untersuchungen zur Ribbildung und des mechanischen Verformungsverhaltens zusammen. Gleitbänder an der Außenfläche treten gleichzeitig mit der Bildung von ersten Versetzungszellen nach ca. 1% N_B auf. Erste Mikrorisse werden nach ca. 25% N_B gebildet. In diesem Bereich der Verformung ist die Zellbildung nahezu abgeschlossen, d. h. es werden nur noch Änderungen in der Zellgröße gemessen. Die Zunahme der Zellgröße korreliert mit einer Abnahme der gemessenen Spannung bei konstanter angelegter Totaldehnungs-

amplitude. Nach 50% bis 75% der Bruchlastspielzahl treten nur noch geringfügige Änderungen der Versetzungszellgröße auf. Diese mikrostrukturelle Beobachtung korreliert mit der Tatsache, daß makroskopische Veränderungen der Spannung in diesem Bereich ebenfalls in Sättigung gehen. Es wird somit ein direkter Zusammenhang zwischen der Entwicklung von Verformungsspuren an der Probenoberfläche und den mikrostrukturellen Veränderungen im Probeninneren festgestellt.

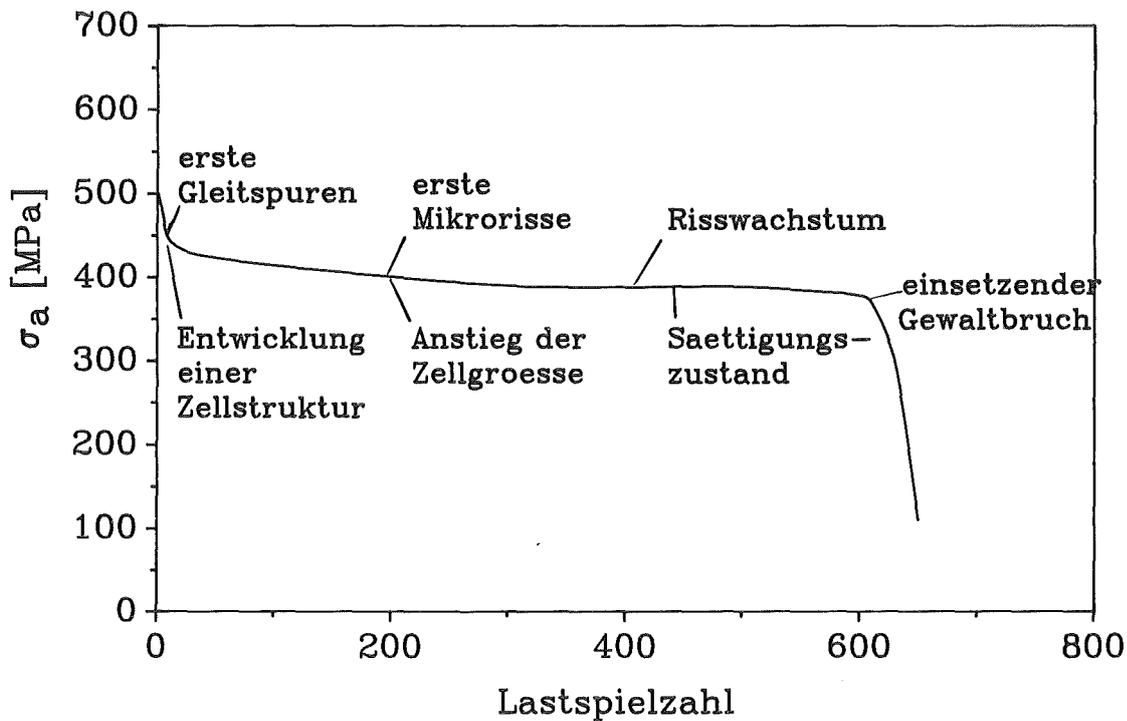


Abb. 11.6 Zyklisches Verformungsverhalten und Entwicklung der Versetzungsstruktur des vergüteten Stahls MANET 1

12. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurden die Einflüsse der spezifischen Substruktur sowie der Ausscheidungs- und Versetzungsstrukturen auf die Ermüdungsschädigung des vergüteten Stahls X 18 Cr Mo V Nb 12 1 (MANET 1) systematisch untersucht. Weiter wurden die Wirkung äußerer Einflußgrößen wie Verformungstemperatur, Dehnungsamplitude, Mitteldehnung, Verformungsgeschwindigkeit und Anlaßtemperatur auf das Ermüdungsverhalten verfolgt. Die Rißentstehung und die mikrostrukturelle Entwicklung wurde in mehreren unterbrochenen Versuchsreihen als Funktion der Lastspielzahl analysiert. Zusätzliche Experimente wurden zur Untersuchung der dynamischen Reckalterung im Temperaturbereich von 250°C bis 450°C durchgeführt.

Das Wechselverformungsverhalten des untersuchten Werkstoffs ist generell durch Entfestigungsvorgänge gekennzeichnet. Diese Entfestigung ist mit einer Abnahme der gemessenen Spannungsamplituden und einer Zunahme der plastischen Dehnungsamplituden während eines Versuches verbunden. In mikrostrukturellen Untersuchungen der bis zum Bruch beanspruchten Proben wurde eine Versetzungszellbildung mit einer relativ kleinen Versetzungsdichte im Zellinneren festgestellt. Eine wachsende Zellgröße führt zur Abnahme der Sättigungsspannungsamplitude der untersuchten Proben. Die Größe der Zellen wird bei niedrigen Versuchstemperaturen ($< 450^{\circ}\text{C}$) von der ursprünglichen Martensitlattenstruktur beeinflusst. Bei höheren Temperaturen wurde nur noch ein geringer Einfluß der Martensitlattenstruktur auf die Zellgröße festgestellt. Höhere Versuchstemperaturen führen im Sättigungszustand zu größeren Zellen, während größere totale Dehnungsamplituden kleinere Zellen hervorrufen.

Die Entstehung der Versetzungszellen wurde in mehreren Versuchsreihen untersucht. Bei zyklischer Belastung des Werkstoffs MANET 1 werden bereits nach 1% der Bruchlastspielzahl N_B erste Zellen beobachtet. Nach 25% bis 50% N_B ist die Anzahl der Zellen nahezu konstant und es ändert sich nur noch der Zelldurchmesser. Dieser nimmt mit wachsender Zyklenzahl zu. Die Zunahme der Zellgröße korreliert mit einer Abnahme der gemessenen Spannungsamplitude bei konstanter totaler Dehnungsamplitude. Nach 50% bis 75% N_B treten nur noch geringfügige Änderungen der Versetzungszellgröße auf. Diese mikrostrukturelle Beobachtung ist mit der Tatsache verbunden, daß die gemessenen Spannungsamplituden in diesem Bereich ebenfalls in Sättigung übergehen.

Mitteldehnungen, die mit der totalen Dehnungsamplitude 0,25% bei der Temperatur 450°C aufgelegt wurden, führen zu einer Mittelspannungsrelaxation. Mikrostrukturelle Unterschiede sind nicht beobachtbar. Maßgebend sind dafür die kleinen plastischen Dehnungsamplituden, die bei den gewählten Verformungsparametern während der gesamten Versuchsdauer auftreten. Für größere mikrostrukturelle Veränderungen sind größere plastische Dehnungsamplituden erforderlich, wie sie nur bei höheren Temperaturen oder großen totalen Dehnungsamplituden möglich sind.

Eine Reduzierung der Verformungsgeschwindigkeit von $3 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ auf $3 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$ führt bei höheren Versuchstemperaturen zu kleineren Spannungsamplituden und größeren Versetzungszellen. Bei niedrigen Temperaturen bewirkt eine Variation der Verformungsgeschwindigkeit nur geringe Änderungen des mechanischen Verhaltens und der Mikrostruktur des Werkstoffs. Auch bei reduzierten Verformungsgeschwindigkeiten dominiert die Ermüdungsschädigung.

Eine reduzierte Anlaßtemperatur von 600°C führt zur selben Lattengröße wie im nur gehärteten Material, während bei 750°C - der Standardanlaßtemperatur - eine teilweise Erholung der Lattenstruktur beobachtet wird. Dies resultiert im unverformten Werkstoff bei einer Anlaßtemperatur von 600°C in einem kleineren Martensitlattenabstand und einer höheren Versetzungsdichte. Das zyklische Entfestigungsverhalten wird davon prinzipiell nicht beeinflusst. Es sind jedoch höhere Spannungsamplituden nötig, um den mit 600°C angelassenen Werkstoff mit den selben Versuchsparametern zu verformen. Mikrostrukturelle Untersuchungen der ermüdeten Proben zeigen die typische Versetzungszellenstruktur und große Bereiche in denen auch bei höheren Temperaturen (bis 450°C) die ursprüngliche Lattenstruktur dominiert. Die kleineren Lattenabstände und die kleineren Versetzungszellen erklären die höheren gemessenen Werkstoffwiderstände.

Die durchgeführten Untersuchungen zur dynamischen Reckalterung zeigen eine Einwirkung auf das zyklische Verformungsverhalten im Temperaturbereich zwischen 250°C und 450°C . Sie äußert sich insbesondere für $\epsilon_{\text{at}}=0,25\%$ durch eine Abnahme der plastischen Dehnungsamplitude und einer damit verbundenen Zunahme der Bruchlastspielzahl. Mikrostrukturelle Untersuchungen zeigen im selben Temperaturbereich eine Abnahme der beobachteten Versetzungszellgröße, die das mechanische Verformungsverhalten erklärt. Insbesondere im Zusammenhang mit den zügigen Experimenten können die zyklischen Versuchsergebnisse als Auswirkungen der dynamischen Reckalterung gewertet werden. Die dynamische Reckalterung übt jedoch einen geringeren Einfluß auf das zyklische Verformungsverhalten des Werkstoffs MANET 1 aus, als aufgrund der zügigen Experimente zu erwarten war.

REM-Untersuchungen der Probenaußenfläche zeigen die Entwicklung von Rissen an Gleitbändern bzw. Extrusionen und Intrusionen. Der Riß, der zum Versagen des Werkstoffs führt, beginnt dabei stets an der Probenoberfläche und verläuft bei allen Proben transkristallin. Große Dehnungsamplituden vergrößern die Anzahl von Rißursprüngen und Mikrorissen. Die Breite der Schwingungstreifen korreliert mit der Anzahl der Lastwechsel, die zum Bruch führen. Die Entstehung der Risse wurde an mehreren Versuchsreihen untersucht, bei denen das Ermüdungsexperiment unter konstanter Temperatur und Dehnungsamplitude bei verschiedenen prozentualen Werten der Bruchlastspielzahl N_B unterbrochen wurde. Bereits nach 1% N_B entstehen erste Ermüdungsgleitbänder unter 45° zur Last in Richtung maximaler Scherspannung. Nach 25% N_B bilden sich die ersten Mikrorisse an den größeren Ermüdungsgleitbändern aus und nach 50% N_B treten makro-

skopische Risse auf. Kleinere Verformungsgeschwindigkeiten bewirken eine zunehmende Wabenbildung an größeren Zr(C,N)-Ausscheidungen, der Riverlauf bleibt jedoch transkristallin.

In der vorliegenden Arbeit wurden schlielich Verfestigungsmodelle angewandt, mit deren Hilfe eine Korrelation der quantitativ erfaten mikrostrukturellen Daten mit den mechanischen Eigenschaften Streckgrenze und Stigungsspannung bei Wechselbelastung mglich ist. Die Wechselwirkung von Gleitversetzungen mit Ausscheidungen und Legierungsatomen fhrt nur zu kleinen Verfestigungsbeitrgen. Die gegenseitige Wechselwirkung von Gleitversetzungen und die Wechselwirkung von Gleitversetzungen mit Versetzungszellgrenzen sind dagegen dominant. Die Bildung einer Versetzungszellenstruktur mit reduzierter Versetzungsdichte im Zellinneren und das Wachstum der Zellen ist fr die mit wachsender Lastspielzahl beobachtete zyklische Entfestigung magebend.

13. Literaturverzeichnis

- 1 H. Böhm und H. Hauck: Einfluss einer Phasenumwandlung auf das Auftreten der Hochtemperaturversprödung nach Neutronenbestrahlung. Investigation of radiation induced high temperature embrittlement of ferritic steels in the temperature range of the α - σ -transformation. Journal of Nucl. Materials 21 (1967) 112-113 und 29 (1969) 184-190
- 2 C. Wassilew, K. Ehrlich, K. Anderko: Post-irradiation creep rupture properties of the 12% chromium martensitic steels 1.4914 and 1.4923. Brighton, G.B., BNES, Vol. 1 (1983) 161-164
- 3 G. P. Walters, D. J. Mazey, S. M. Murphy, W. Hanks, D. E. J. Bolster, D. Kurcook, B. C. Sowden and R. I. Kimber: Radiation damage simulation studies of selected austenitic and ferritic alloys. Harwell Report AERE R 12620 (1987)
- 4 D. R. Harries: The materials requirement for NET. Radiat. Eff. 101 (1986) 3-19
- 5 A. Möslang, K. Ehrlich, D. Kaletta: Die Dual-Beam-Technik - eine Einrichtung zur Simulation der Strahlenschädigung in Fusionsreaktorwerkstoffen. KfK-Nachr. Jahrg. 19 (1987) 37-43
- 6 M. Schirra: Charakterisierende thermische und mechanische Untersuchungen zu einem Nb-legierten martensitischen 12% Cr-Stahl (W. Nr. 1.4914) mit abgesenktem Stickstoffgehalt. KfK-Bericht 3640 (1984)
- 7 M. Schirra, S. Heger, H. Meinzer, B. Ritter, W. Schweiger: Untersuchungen zum Vergütungsverhalten, Umwandlungsverhalten und der mechanischen Eigenschaften am martensitischen Stahl 1.4914 (NET-Charge MANET 1). KfK-Bericht 4561 (1989)
- 8 K. K. Bae, K. Ehrlich, A. Möslang: Tensile behaviour and microstructure of the helium and hydrogen implanted 12% Cr-steel MANET. J. Nucl. Mat. 2140A (1992) 191-194
- 9 P. Marmy, Y. Ruan, M. Victoria: The tensile and fatigue properties of type 1.4914 ferritic steel for fusion reactor applications. PSI-Bericht Nr. 37 (1989)
- 10 A. Wöhler: Bericht über die Versuche, welche auf der Königl. Niederschlesisch-Märkischen Eisenbahn mit Apparaten zum Messen der Biegung und Verdrehung von Eisenbahnwagen-Achsen während der Fahrt, angestellt wurden. Zeitschrift für Bauwesen 8 (1858) 641-652 und Versuche zur Ermittlung der auf die Eisenbahnwagen-Achsen einwirkenden Kräfte und der Widerstandsfähigkeit der Wagen-Achsen. Zeitschrift für Bauwesen 10 (1860) 583-614
- 11 E. Macherauch: Praktikum in Werkstoffkunde, 10. Auflage, Vieweg, Braunschweig (1991)
- 12 L. F. Coffin, R. P. Wesley: Apparatus for study of effects of cyclic thermal stresses on ductile metals. Trans ASME 76 (1954) 923-930
- 13 S. S. Manson: Nat. Advis. Comm. Aero, Technical Note 2933 (1954)
- 14 O. H. Basquin: The exponential law of endurance tests. Proc. Am. Soc. Test. Mater. 10 (1910) 625-630
- 15 M. Klesnil, P. Lukas: Fatigue of Metallic Materials, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam (1980)
- 16 E. Gassner, H. Lowak: Wechselverformungsverhalten metallischer Werkstoffe und Lebensdauer bauteilähnlich gekerbter Probestäbe. Materialprüfung 22 (1980) 327-332

-
- 17 H. O. Fuchs, R. I. Stephans, *Metal Fatigue in Engineering*; John Wiley & Sons, N. Y. (1980)
 - 18 D. Eifler: "Zusammenhang zwischen Mikrostruktur und Schwingfestigkeitsverhalten bei Stählen" in "Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe" von D. Munz, DGM Informationsgesellschaft (1984)
 - 19 E. Macherauch, P. Mayr: *Strukturmechanische Grundlagen der Werkstoffermüdung*. Z. f. Werkstofftechnik 8 (1977) 213-248
 - 20 E. Macherauch, O. Vöhringer: *Das Verhalten metallischer Werkstoffe unter mechanischer Beanspruchung*. Z. f. Werkstofftechnik 9 (1978) 370-391
 - 21 K. Ehrlich, K. Anderko: *Metallische Werkstoffe als Erste-Wand Materialien für zukünftige Fusionsreaktoren*. Journal of Nuclear Mat. 171 (1990) 139-149
 - 22 J. D. Morrow: *Cyclic Plastic Strain Energy and Fatigue of Metals, Internal Friction, Damping and Cyclic Plasticity*, ASTM STP 378 (1965) 45-87
 - 23 R. W. Landgraf, J. D. Morrow, T. Endo: *Determination of the cyclic stress-strain curve*. J. Mater. JMLSA, 4(1) (1969) 176-188
 - 24 R. W. Smith, M. H. Hirschberg, S. S. Manson: NASA TND-1574, NASA (April 1963)
 - 25 S. S. Manson: *Thermal stress and low cycle fatigue*. McGraw-Hill, New York (1966)
 - 26 E. Orowan: *Zur Kristallplastizität II und III*. Z. Phys. 89 (1934) 614-659
 - 27 M. Polanyi: *Über eine Art Gitterstörung, die einen Kristall plastisch machen könnte*. Z. Phys. 89 (1934) 660-664
 - 28 G. J. Taylor, Proc. Roy. Soc. 145 (1934) 362
 - 29 J. C. Grosskreutz, H. Mughrabi: *Description of the work-hardened structure at low temperature in cyclic deformation in: Constitutive Equations in Plasticity* ed. by A. S. Argon, MIT Press, Cambridge, Mass. (1975) 251-326
 - 30 C. Laird: *The application of dislocation concepts in fatigue; Dislocations in Solids*, ed. by F.R.N. Nabarro, North-Holland Publishing Comp. Vol. 6 (1983) 56-120
 - 31 P. Neumann. *Fatigue; Physical Metallurgy*, ed. by R.W. Cahn, P. Haasen, Elsevier Science Publishers BV, Vol. 2 (1983) 1553-1594
 - 32 M. Becker: *"Das Wechselverformungsverhalten von Ck45 und Ck80 im Temperaturbereich von 295 K bis 873 K"*, Dissertation, Universität Karlsruhe (1987)
 - 33 C. Laird: *The general cyclic stress-strain response of aluminum alloys*. ASTM, STP 637, 3-35
 - 34 G. Lütjering, H. Döker, D. Munz: *Microstructure and fatigue behaviour of Al-Alloys*. Proc. of 3rd Int. Conf. on the Strength of Metals and Alloys, The Microstructure and Design of Alloys, Vol 1 (1973) 427-431
 - 35 R. Roberge, H. Herman, *Fatigue Generation of Vacancies*, Nature 211 (1966) 178-179
 - 36 F. Petry: *"Ermüdungsverhalten des austenitischen Stahls X3 CrNi 18 9 bei isothermer und thermomechanischer Beanspruchung"*, Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg (1989)

-
- 37 H. Mughrabi, F. Ackermann, K. Herz: Persistent slipbands in fatigued face-centered and body-centered cubic metals. *Fatigue Mechanisms, Proc. ASTM-NBS-NSF Symb.* May 22-24 Kansas City, MO, Amer. Soc. Testing Mater. Spec. Tech. Publ. 675 (1978) 69-105
- 38 N. Thompson, N. J. Wadsworth: Metal fatigue. *Adv. Phys.* 7 (1958) 72-170
- 39 J-B. Vogt, G. Degallaix, J. Foct: Cyclic mechanical behaviour and microstructure of a 12 Cr-Mo-V martensitic stainless steel. *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, Vol. 11, No. 6 (1988) 435-446
- 40 D. Eifler: Zum Ermüdungsverhalten von Vergütungsstählen. *HTM* 39, 5 (1984) 233
- 41 C. E. Feltner, C. Laird: Factors influencing the dislocation structures in fatigued metals. *Trans. MS AIME* 242 (1968) 1253-1257
- 42 P. Lukas, M. Klesnil: Dislocation structures in fatigued single crystals of Cu-Zn System. *Phys. Stat. Sol.*, 5 (1971) 247-258
- 43 P. Lukas, M. Klesnil, J. Krejci, P. Rys: Substructure of persistent slip bands in cyclically deformed copper. *Phys. Stat. Sol.* 15 (1966) 71-82
- 44 J. T. McGrath, G. W. J. Waldron: An electron microscope study of dislocation arrangements in fatigued Al + 1% Mg Crystals. *Phil. Mag.*, 9 (1964) 249-259
- 45 P. Lukas, M. Klesnil: Dislocation structures in fatigued Cu-Zn Single Crystals. *Phys. Stat. Sol.*, 37 (1970) 833-842
- 46 P. B. Hirsch, P. Partridge, R. L. Segall: An electron microscope study of stainless steel deformed in fatigue and simple tension. *Phil. Mag.* 4 (1959) 721-729
- 47 *Physical Metallurgy*, ed. by R.W. Cahn, P. Haasen, Elsevier Science Publishers BV, (1983)
- 48 D. Peckner, I. M. Bernstein: *Handbook of Stainless Steels*, McGraw-Hill Book Company; New York (1977) 4-23
- 49 D. Kulmann-Wilsdorf, C. Laird: Dislocation behaviour in fatigue. *Mat. Sci. and Eng.* 27 (1977) 137-156
- 50 J. R. Hancock, J. C. Grosskreutz: Mechanisms of fatigue hardening in copper single crystals. *Acta Met.* 17 (1969) 77-97
- 51 H. Mughrabi, K. Herz, X. Stark: The effect of strain-rate on the cyclic deformation properties of α -iron single crystals. *Acta Met.* 24 (1976) 659-668
- 52 P. Lukas, M. Klesnil, J. Krejci: Dislocations and persistent slip bands in copper single crystals fatigued at low stress amplitude. *Phys. stat. sol.* 27 (1968) 545-558
- 53 W. Scheibe, R. Schmitt, W. Schneider, K. Ehrlich: "Einfluß der Neutronenbestrahlung auf das Ermüdungsverhalten des Stahls 316 L" in "Festschrift zur Vollendung des 65. Lebensjahres von Prof. Dr. rer. nat. Dr.-Ing. E. H. Eckard Macherauch", von P. Mayr, O. Vöhringer, H. Wohlfahrt: DGM-Verlag (1991)
- 54 C. E. Feltner, C. Laird: Cyclic stress-strain response of fcc metals and alloys. *Acta metall.* 15 (1967) 1621-1652

-
- 55 H.-J. Christ: Wechselverformung von Metallen, Habilitationsschrift, Universität Erlangen (1991)
- 56 H. Mughrabi, K. Herz, F. Ackermann: A comparison of steady-state cyclic deformation of fcc and bcc metals. Proceedings 4th International Conference on the Strength of Metals and Alloys, Nancy, France, Vol. 3. (1976) 1244-1248.
- 57 H. Mughrabi: Wechselverformung und Ermüdungsbruch von α -Eisenvielkristallen. Z. für Metallkunde, Vol. 66 (1975) 719-724
- 58 D. Eifler: "Inhomogene Deformationserscheinungen bei Schwingbeanspruchung eines unterschiedlich wärmebehandelten Stahles des Typs 42 CrMo 4", Dr.-Ing. Diss. Univ. Karlsruhe (1981)
- 59 A. Seeger: The temperature dependence of the critical shear stress and of work-hardening of metal crystals. Phil. Mag., Ser. 7, 45 (1954) 771-773
- 60 P. B. Hirsch: Some aspects of the deformation of body-centered cubic metals. Trans. Jap. Inst. Metals, 9 (1968) 30-39
- 61 D. Eifler, E. Macherauch: Defects, Fracture and Fatigue, Proc. of the Second Int. Symp. held at Mont Gabriel, Canada, May 30 - June 5, ed. by B. C. Sih, (1983), Martinus Nijhoff Publishers, The Hague (1982)
- 62 D. Holt: Dislocation cell formation in metals. J. of Appl. Phys. V41, 8 (1970) 3197-3201
- 63 S. I. Kwun, R. A. Fournelle: Low cycle fatigue behaviour of a quenched and tempered Niobium bearing HSLA steel. Met. Trans. A., Vol. 11A (1980) 1429-1437
- 64 M. Sumita, I. Uchiyama: Effect of metallurgical factors on fatigue properties in 5.5 Ni-Cr-Mo-V steel. Trans. ISIJ, Vol. 20 (1980) 406-412
- 65 P. N. Thielen, M. E. Fine, R. A. Fournelle: Cyclic stress strain relations and strain-controlled fatigue of 4140 steel. Acta Met. Vol. 24 (1976) 1-10
- 66 K. Kanazawa, K. Yamaguchi, K. Kobayashi: The temperature dependence of low cycle fatigue behaviour of martensitic stainless steels. Mat. Sci. Eng. 40 (1979) 89-96
- 67 E. Materna-Morris: Mikrostrukturelle Untersuchungen und Fraktographie an einem Nb-haltigen martensitischen 12% Chromstahl (DIN 1.4914) mit abgesenktem Stickstoffgehalt. KfK-Bericht 4288 (1989)
- 68 C. K. Elliott, G. E. Lucas, R. Maiti, G. R. Odette: Microstructures of HT-9 as a function of heat treatment. J. Nucl. Mater. V. 141-143 (1986) 439-443
- 69 J. R. Foulds: Thermal history of HT-9 weldment heat-affected zones during welding. J. Nucl. Mater. V. 141-143 (1986) 434-438
- 70 G. Eggeler: Workshop on Fatigue of Fusion Reactor Candidate Materials, Vevey, Switzerland (1991)
- 71 R. Schubert: "Verformungsverhalten und Rißwachstum bei Low Cycle Fatigue", VDI-Fortschritt-Bericht, Reihe 18, Mechanik/Bruchmechanik, Nr. 73 (1989)
- 72 W. Blum, S. Straub: Subgrain growth during creep of a tempered martensitic 12% Cr-steel. Steel Research 62, No. 2 (1991) 72-74

-
- 73 G. Eggeler, J. C. Earthman, N. Nilsvang, B. Ilschner: Microstructural study of creep rupture in a 12% Chromium ferritic steel. *Acta metall.* Vol. 37, No. 1 (1989) 49-60
- 74 J. C. Grosskreutz, ASTM STP 495, Philadelphia USA (1971)
- 75 C. D. Beachem: Microscopic fatigue fracture surface features in 2024-T3 Aluminium and the influence of crack propagation angle upon their formation. *Trans. ASM, Philadelphia, USA*, 60 (1967) 324-343
- 76 Engel-Klingele: Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen von Metallschäden Gerling Institut für Schadenforschung und Schadenverhütung GmbH Köln (1974)
- 77 C. Laird in A. Kochendörfer: Die Bruchvorgänge in Experiment und Theorie. *Zeitschrift Metallkunde*, 62 (1971) 255-269
- 78 G. Schoeck: The portevin-le chatelier effect. A kinetic theory. *Acta Met.* 32 (1984) 1229-1234
- 79 K. Pohl, P. Mayr, E. Macherauch: Cyclic deformation behaviour of a low carbon steel in the temperature range between room temperature and 850K. *Int. J. Fract.* 17 (1981) 221-233
- 80 D. Eifler, E. Macherauch: Proc. Basic Mechanisms in Fatigue of Metals, Edited by P. Lukas and J. Polak (Academia, Publishing House of the Czechoslovak Academy of Science, Prague) (1988) 215-223
- 81 K. Tsuzaki, T. Hori, T. Maki, J. Tamuro: Dynamic strain aging during fatigue deformation in typ 304 austenitic stainless steel *Mat. Sci. Eng.* 61 (1983) 247-260
- 82 K. Kanazawa, K. Yamaguchi, S. Nishijima: Mapping of low cycle fatigue mechanisms at elevated temperatures for an austenitic stainless steel. ASTM STP 942 (1988) 519-530
- 83 J. D. Baird: Dynamic strain aging in R. E. Reed-Hill: *The Inhomogeneity of Plastic Deformation*, ASM, Metals Park, Ohio (1972) 191-222
- 84 A. H. Cottrell: *Dislocations and plastic flow in crystals*, Clarendon Press, Oxford (1953)
- 85 O. Vöhringer: *Plastizität metallischer Werkstoffe*, Vorlesungsscript, Universität Karlsruhe (1989)
- 86 H. Schneider: Investment casting of high-hot-strength 12% chrome steels. *Foundry Trade Journal* (1960) 562-566
- 87 A. L. Schaeffler: Constitution diagram for stainless steel weld metal. *Metal Progress* 56 (1949) 680
- 88 J. Z. Briggs, T. D. Parker: *The Super-12% Cr-Steels*. Climax Molybdenum Company (1965) 6-7
- 89 C. Wassilew, B. Dafferner: Patent-Nr. 37 30 379, Deutsches Patentamt München (1987)
- 90 P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley, M. J. Whelan: *Electron Microscopy Of Thin Crystals*, London, Butterworths LTD (1969)
- 91 Persönliche Mitteilung der Herren Scheibe, Schmitt, Pfeifenroth, Baumgärtner: Institut für Materialforschung 2, Gruppe Technologie, Kernforschungszentrum Karlsruhe, Postfach 3640, W-7500 Karlsruhe 1

-
- 92 Persönliche Mitteilung von Frau E. Materna-Morris, IMF 1, KfK
- 93 Metallographisches Schliffbild der Metallographie des IMF 1, KfK
- 94 EDAX PV 9100 der Firma EDAX Laboratories, P.O. Box 135, Prairie View, Ill. 60069, USA
- 95 A. Glavert: Practical Methods in Electron Microscopy, North-Holland Publishing Company, Amsterdam. Vol. 1 (1972) 69-76
- 96 L. Bitzek, H. Warlimont: Experiences with a new apparatus for electrolytic thinning of specimens for transmissions electron microscopy. Prakt. Metallographie 9 (1972) 497-509
- 97 Isomet-Niedertourensäge der Firma Buehler LTD, 2120 Greenwood Street, Evanston, Illinois, 60204, USA
- 98 E. Kohlhaas, A. Fisher: The use of the carbon-extraction technique in investigations of superalloys. Prakt. Metallogr. 6, Heft 2 (1969) 291-298
- 99 Tracor Northern Inc., 2551 West Beltline Highway, Middleton, Wisconsin, WI 53562-2697, USA
- 100 E. L. Hall, Y. M. Kouh, M. R. Jackson, R. L. Mehan: Chemistry and distribution of phases produced by solid state SiC/NiCrAl reaction. Metallurg. Trans. 14 A (1983) 781-790
- 101 P. Schwaab: Sonderbände der Prakt. Metallogr., Bd. 16 (1985) 269
- 102 Soft-Imaging Software GmbH, Von-Vincke-Straße 6, W-4400 Münster
- 103 W. Scheibe, R. Schmitt: Isothermal fatigue of martensitic steel MANET 1. Workshop on Fatigue of Fusion Reactor Candidate Materials, Vevey, Switzerland (1991)
- 104 W. C. Leslie: The Physical Metallurgy of Steels, McGraw-Hill Book Company, NewYork (1981)
- 105 A. Möslang, D. Preininger, K. Ehrlich: The effect of helium and damage on strength of the martensitic 12% Cr-steel 1.4914. "All Union Conference of the Effect of Irradiation on Materials of FusionReactors": Leningrad SU, (18.-20.09.1990)
- 106 Persönliche Mitteilung von Frau E. Materna-Morris, IMF 1, KfK
- 107 J. Bergmann, S. Klee, T. Seeger: Über den Einfluß der Mitteldehnung und Mittelspannung auf das zyklische Spannungs- Dehnungs- und Bruchverhalten von St E 70, Materialprüfung 19 (1977) 10
- 108 Ying Pan, Mech. Eng., B. S. Karlsruhe, Zum Wechselverformungsverhalten unlegierter Stähle unter besonderer Berücksichtigung dynamischer Reckalterungsphänomene, Fortschritt-Berichte, VDI, Reihe 5: Grund- und Werkstoffe, Nr. 208, VDI Verlag Düsseldorf (1990)
- 109 R. G. Faulkner, G. J. Adetunji, W. E. Voice, E. Materna-Morris, K. Ehrlich, K. Anderko: "High temperature fracture of ferritic/martensitic steels and its relation to microstructure" in Materials for nuclear reactor core application. BNES, London (1987) 253-262
- 110 E. Macherauch, O. Vöhringer: Verformungsverhalten gehärteter Stähle: HTM 41 Nr. 2 (1986) 71-91

-
- 111 R. Schmitt, W. Scheibe: Effects of hold-time and irradiation on the low-cycle fatigue behaviour of 1.4948 (AISI 304) and 1.4919 (AISI 316). Transactions of the 7th International Conference on Structural Meachanics in Reactor Technologie, Chicago, Illinois, U.S.A. August 22-26, Vol. L. 10/5 (1983) 377 - 384
- 112 J. Schijve, ASTM STP 415 (1967) 415
- 113 Engel-Klinge: Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen von Metallschäden Gerling Institut für Schadenforschung und Schadenverhütung GmbH Köln (1974)
- 114 D. Eifler: Zusammenhang zw. Rißbildung und Gefügemikrostruktur von 42 Cr Mo 4 bei Umlaufbiegebeanspruchung HTM 41 (1986) 5
- 115 A. Wolf: Untersuchungen zur Anrißbildung am Vergütungsstahl 42 Cr Mo 4 in normalisiertem und vergütetem Wärmebehandlungszustand, Studienarbeit, Universität Karlsruhe (1980)
- 116 H. Mughrabi, K. Herz, X. Stark: Cyclic deformation and fatigue behaviour of α -iron mono- and polycrystals. Int. Journal of Fracture, 17 (1981) 193-220
- 117 H. Mughrabi, F. Ackermann, K. Herz: Persistent slipbands in fatigued face-centered and body-centered cubic metals. ASTM STP 675 (1979) 69-79
- 118 L. Boulanger, A. Bisson, A. A. Tavassoli: Labyrinth structure and persistent slip bands in fatigued 316 stainless steel. Phil. Mag. A, Vol. 51 No. 2 (1985) L5-L11
- 119 A. A. Tavassoli: Dislocation concepts applied to fatigue properties of austenitic stainless steels including time-dependent modes. Phil. Mag. A, Vol. 54, , No. 4 (1986) 521-538
- 120 C. J. Smithells (Hrsgb.), Metals Reference Book, 5. Auflage, (1976) Nachdruck 1978, Butterworth, London, Boston
- 121 A. Vehanen, P. Hautojärvi, J. Johansson, J. Yli-Kaupilla, P. Moser: Vacancies and carbon impurities in α -iron electron irradiation. Phys. Rev. B25 (1982) 762-780
- 122 R. Schubert: "Verformungsverhalten und Rißwachstum bei Low Cycle Fatigue", VDI-Fortschritt-Bericht, Reihe 18, Mechanik/Bruchmechanik, Nr. 73 (1991)
- 123 F. B. Pickering, T. Gladman: Strengthening mechanisms in steels. Iron and Steel Inst. Spec. Rep. No. 81 (1963) 10-15
- 124 W. C. Leslie: Iron and its dilute substitutional solid solutions. Met. Trans., 3 (1972) 5-26
- 125 A. Thompson, Substructure Strengthening Mechanisms in Met. Trans. A, Vol 8A (1977) 833-842
- 126 E. R. Bradley, D. H. Polonis: Substructure strengthening in Fe-V-Ni Alloys. Acta Metall. 36 (1988) 393-402
- 127 A. R. Buechner, H. D. Kemnitz: A detailed interpretation of stress-strain curves of bcc polycrystals. Z. Metallk. 78 (1987) 565-568
- 128 A. S. Keh, S. Weissman: "Deformation Substructure in Body-Centered Cubic Metals" in "Electron Microscopy and Strength of Crystals", edit. G. Thomas, J. Washburn, Interscience Publishers (1963)

-
- 129 F. Burgahn: Einsinniges Verformungsverhalten und Mikrostruktur ausgewählter metallischer Werkstoffe in Abhängigkeit von Temperatur und Verformungsgeschwindigkeit, Dissertation, Univ. Karlsruhe (1991)
- 130 S. Kim, J. R. Weertman: Investigation of microstructural changes in a ferritic steel caused by high temperature fatigue. Metall. Trans. A Vol 19A (1988) 999-1007
- 131 K. D. Challenger, J. Motteff: Fatigue at Elevated Temperatures, ASTM STP 520, A. E. Carden, A. J. McEvily, C. H. Wells, eds, ASTM, Philadelphia, PA (1973) 5-34