

*Ermüdungseigenschaften ultrafeinkörniger kubisch raumzentrierter Werkstoffe*  
– Einfluss der Mikrostruktur

zur Erlangung des akademischen Grades eines  
DOKTORS DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN (Dr.-Ing.)  
der Fakultät für Maschinenbau  
der Universität Paderborn

genehmigte  
DISSERTATION

von  
Dipl.-Ing. Thomas Niendorf  
aus Gütersloh

Tag des Kolloquiums: 15.Juli 2010  
Referent: Prof. Dr.-Ing. H.J. Maier  
Korreferent: Prof. Dr. rer. nat. Dr.-Ing. E.h. H. Mughrabi







1	Einleitung und Zielsetzung.....	1
2	Theoretische Grundlagen .....	4
2.1	Ultrafeinkörnige Werkstoffe .....	4
2.2	Verfahrensablauf im ECAP Prozess .....	9
2.3	Mikrostrukturelle Entwicklung beim ECAP .....	14
2.4	Monotone mechanische Eigenschaften von UFG Werkstoffen .....	18
2.5	Ermüdungseigenschaften von UFG Werkstoffen .....	23
3	Experimentelle Methoden .....	36
3.1	Materialien .....	36
3.2	Prüfsysteme und Proben.....	37
4	Ergebnisse und Diskussion.....	44
4.1	Mikrostrukturelle Entwicklung in Abhängigkeit der ECAP Route .....	44
4.2	Mikrostrukturelle Stabilität bei einer Wärmebehandlung.....	50
4.3	Monotone mechanische Eigenschaften .....	58
4.4	Dehnratenabhängiges Verformungsverhalten .....	62
4.5	Schädigungsverhalten unter Verformung im Druckbereich.....	65
4.6	Verformungseigenschaften bei erhöhter Temperatur.....	67
4.7	Ermüdungseigenschaften im LCF Bereich .....	69
4.7.1	Eigenschaftsoptimierung durch gezielte Wärmebehandlung.....	79
4.7.2	Einfluss der Textur .....	89
4.7.3	Einfluss einer Mittelspannung.....	94
4.7.4	Einfluss erhöhter Temperaturen .....	101
4.7.5	Einfluss der ECAP Route .....	107
4.7.6	Schädigungsentwicklung.....	117
4.8	Ermüdungseigenschaften im HCF Bereich - Kerbeinfluss .....	125
4.9	Rissfortschrittsverhalten.....	135
5	Modellierung .....	144
5.1	Monotones Spannung-Dehnung Verhalten .....	144
5.2	Abschätzung der zyklischen Spannung-Dehnung Kurve über das Masing-Verhalten .....	147
5.3	Bestimmung der Lebensdauer über das zyklische J-Integral .....	148
6	Zusammenfassung und Ausblick .....	154
7	Zusammenfassung / Summary .....	159
8	Literatur .....	161



## 1 Einleitung und Zielsetzung

Neue technische Produkte werden in der heutigen Zeit wie auch in der Vergangenheit unter anderem basierend auf neu entwickelten oder optimierten Werkstoffen entworfen. Als Beispiel aus früheren Epochen ist hier die erstmalige Verwendung von Kupfer- und Eisenlegierungen zu nennen, welche zu erheblichen Vorteilen bei der Herstellung von Waffen und somit zu militärischer Dominanz geführt hat.

In der heutigen Gesellschaft sind sicherlich Ressourceneffizienz und Mobilität zwei der meist diskutierten Themenbereiche. Gefordert wird eine hohe individuelle Mobilität bei möglichst hoher Energieeffizienz. Um beiden Forderungen gleichzeitig gerecht zu werden, ist es erforderlich moderne Transportmittel mit einer hohen Materialeffizienz zu konstruieren, d.h. entsprechend moderner Leichtbaukonzepte umzusetzen. Neben rein konstruktiven Maßnahmen, wie z.B. durch Geometrieoptimierungen, kann u.a. auch durch den Einsatz hoch- und höchstfester Werkstoffe erheblich an Fahrzeugmasse eingespart werden. Realisiert wird diese Gewichtsreduktion durch eine Verringerung der Wandstärken der verwendeten Halbzeuge, wobei die Gesamtbauteilfestigkeiten aufgrund der höheren Werkstofffestigkeiten unverändert bleiben.

Der dominierende Werkstoff im Automobilsektor ist weiterhin aufgrund seiner guten Verfügbarkeit, seines geringen Preises und seiner ausgewogenen Eigenschaften der Stahl. Die im Zuge des Leichtbaus einzusetzenden aktuell verfügbaren hochfesten Stahlgüten weisen jedoch einige inhärente Nachteile auf. Mit den hohen Festigkeiten geht bei diesen Werkstoffen zumeist eine stark reduzierte Duktilität einher. Bauteile müssen aus diesem Grund in aufwendigen Warmformprozessen hergestellt werden, wobei dies hohe Prozesskosten verursacht. Des Weiteren sind die hochfesten Stahlgüten durch hohe Legierungsanteile gekennzeichnet. Einige der verwendeten Legierungselemente sind am Weltmarkt rar, so dass die hohen Legierungsanteile hohe Kosten nach sich ziehen.

Ein im Sinne der Ressourcen- und Kosteneffizienz optimaler Konstruktionswerkstoff zeichnet sich durch folgende Aspekte aus:

- eine hohe Festigkeit, um das Bauteilgewicht möglichst gering halten zu können
- eine hohe Duktilität, um Bauteile bei Raumtemperatur umformen zu können und eine hohe Energieaufnahme im Falle eines Crashes zu gewährleisten
- einen möglichst geringen Gehalt an teuren Legierungselementen.

Bisher ist am Markt kein Material verfügbar, das die oben genannten Forderungen erfüllt. Die bereits kommerziell verfügbaren TRIP (TRansformation Induced Plasticity) und TWIP (TWinning Induced Plasticity) Stähle sind zwar gekennzeichnet durch die Kombination hoher Festigkeit und hoher Duktilität, beide sind jedoch hoch legiert.

Bereits seit den 80er Jahren des 20ten Jahrhunderts wird an so genannten nanokristallinen oder auch submikrometer-skaligen Werkstoffen geforscht [Gle89, Seg95, Val00]. Diese Werkstoffe, gekennzeichnet durch eine Korngröße im Bereich von wenigen Nanometern bis zu einem Mikrometer (UFG: UltraFine-Grained), beziehen ihre Festigkeit primär aus der Reduzierung der Korngröße, d.h. selbst Reinstoffe können auf diese Weise verfestigt werden. Hergestellt werden diese Werkstoffe über massive plastische Verformung (SPD: Severe Plastic Deformation) mittels verschiedener Verfahren, oftmals wird das sogenannte ECAP (equal channel angular pressing) Verfahren eingesetzt. Durch erhebliche Fortschritte vor allem bei der ECAP Prozessführung ist es mittlerweile auch möglich, Stähle mit einer UFG Mikrostruktur herzustellen. Diese UFG Stähle sind sowohl gekennzeichnet durch hohe Festigkeit und gute Duktilität als auch durch einen äußerst geringen Gehalt an Legierungselementen, erfüllen also im Wesentlichen die Forderungen an den optimalen Konstruktionswerkstoff.

Für einen kommerziellen Einsatz dieser neuen Stähle ist jedoch allein die Kenntnis der monotonen mechanischen Eigenschaften nicht ausreichend, da die Werkstoffe in dem anvisierten technischen Einsatzfeld oftmals durch zyklische Belastungen geschädigt werden. Bei den UFG Werkstoffen der ersten Generation (Reinkupfer und Reinaluminium) hat sich gezeigt, dass unter zyklischer Belastung Prozesse ablaufen, die bei den grobkörnigen Pendants nicht auftreten. So kommt es z.B. zu dynamischer Rekristallisation bei der Raumtemperaturermüdung von UFG Kupfer [Höp01, Höp02, Mug03].

Für die neuen UFG Stähle ist es daher unbedingt erforderlich das Ermüdungsverhalten unter verschiedenen Umgebungsbedingungen zu untersuchen und auf mikrostruktureller Ebene zu verstehen, um die Einsetzbarkeit der UFG Stähle in einem technischen Umfeld aufzuzeigen. Durch die Untersuchung verschiedener Einflussgrößen soll eine unter zyklischer Belastung optimale Mikrostruktur aufgezeigt werden, welche dann zukünftig durch eine gezielte Prozessführung eingestellt werden kann.

Die vorliegende Dissertation ist entstanden im Rahmen der Arbeiten der dislozierten Forschergruppe „Mechanische Eigenschaften und Grenzflächen ultrafeinkörniger Werkstoffe“, welche von der DFG (Deutsche Forschungsgemeinschaft) gefördert wird. Durch

die Projektpartner in Aachen, Bochum, Düsseldorf und Erlangen werden dabei ergänzend andere Aspekte der mikrostrukturellen Entwicklung von UFG Werkstoffen untersucht.

## 2 Theoretische Grundlagen

### 2.1 Ultrafeinkörnige Werkstoffe

Ultrafeinkörnige (UFG) Werkstoffe zeichnen sich durch eine mittlere Korngröße von 100 nm bis zu 1  $\mu\text{m}$  aus und heben sich somit eindeutig von den nanokristallinen (NC) Werkstoffen ab, die eine maximale Korngröße von 100 nm aufweisen [Gle89, Gle00, Val00]. In den Fokus des wissenschaftlichen Interesses sind beide Werkstoffklassen im späten 20ten Jahrhundert gerückt, einhergehend mit der Entwicklung geeigneter Verfahren zu ihrer Herstellung [Gle89, Seg95, Val00]. Die zur Anwendung kommenden Herstellungsverfahren unterscheiden sich erheblich. Nanokristalline Werkstoffe werden zumeist über sog. „bottom-up“ Verfahren hergestellt [Gle89, Hao04], bei den UFG Werkstoffen werden sog. „top-down“ Prozesse verwendet [Val00, Val06]. Bei den „bottom-up“ Verfahren wird ausgehend von einzelnen Atomen, z.B. aus einer Gas- oder Flüssigphase, oder kleinsten Festkörpern, z.B. einem pulverförmigen Ausgangsmaterial, ein Festkörper geschaffen. Als verwendete Verfahren können beispielhaft die Elektropuls-Deposition [Nat03] oder auch die Konsolidierung von Nanopartikeln genannt werden [Hao04]. Die erwähnten Verfahren sind zwar in der Lage, Werkstoffe mit Körnern minimaler Dimensionen zu erzeugen, also im Sinne der Feinkornhärtung optimaler Strukturen, jedoch limitieren prozessbedingte Effekte, z.B. Verunreinigungen oder Porosität, die Einsetzbarkeit der NC Werkstoffe [Koc05, Mey06]. Des Weiteren ist vor allem bei den auf Abscheidungsvorgängen basierten Prozessen die in gegebener Zeit erzeugbare Materialmenge äußerst limitiert, so dass bisher in keinerlei Weise absehbar ist, in wie weit diese NC Werkstoffe in einem industriellen Maßstab produziert werden können.

Die „top-down“ Verfahren unterscheiden sich hinsichtlich der prozessierbaren Materialmengen aber auch der Güte der finalen Halbzeuge erheblich von den zuvor geschilderten „bottom-up“ Verfahren [Val00, Val06, Raa04]. Alle Prozesse aus der Gruppe der „top-down“ Verfahren bedienen sich großer plastischer Verformungen (z.B. einer Scherung von  $\gamma = 420$  [Vor04]), werden daher auch als SPD Verfahren (SPD: Severe Plastic Deformation) bezeichnet. Eine entscheidende Rolle kommt bei allen Verfahren dem in der Probe eingestellte Spannungszustand zu: die Umformung des Materials unter hohen aufgeprägten Druckspannungen ermöglicht die Erreichung der hohen Umformgrade ohne ein zuvor auftretendes Versagen des Werkstoffs [Val06]. Als wichtigste Vertreter aus der Gruppe

der SPD Verfahren sind „High Pressure Torsion“ (HPT) [Vor04, Zhi03], Accumulative Roll Bonding (ARB) [Höp04, Tsu99] und vor allem „Equal Channel Angular Pressing“ (ECAP)<sup>1</sup> zu nennen [Seg95, Val00, Val06b]. Letzteres Verfahren wird ausführlich in Kapitel 2.2 behandelt, daher sollen an dieser Stelle vor allem die beiden erstgenannten Verfahren beleuchtet werden. Das HPT und das ARB Verfahren (Abbildung 2.1) bilden hinsichtlich der erreichbaren Korngrößen und des Materialdurchsatzes, entscheidend für eine spätere industrielle Nutzung des Materials, die Extreme bei den standardisierten SPD Verfahren ab.

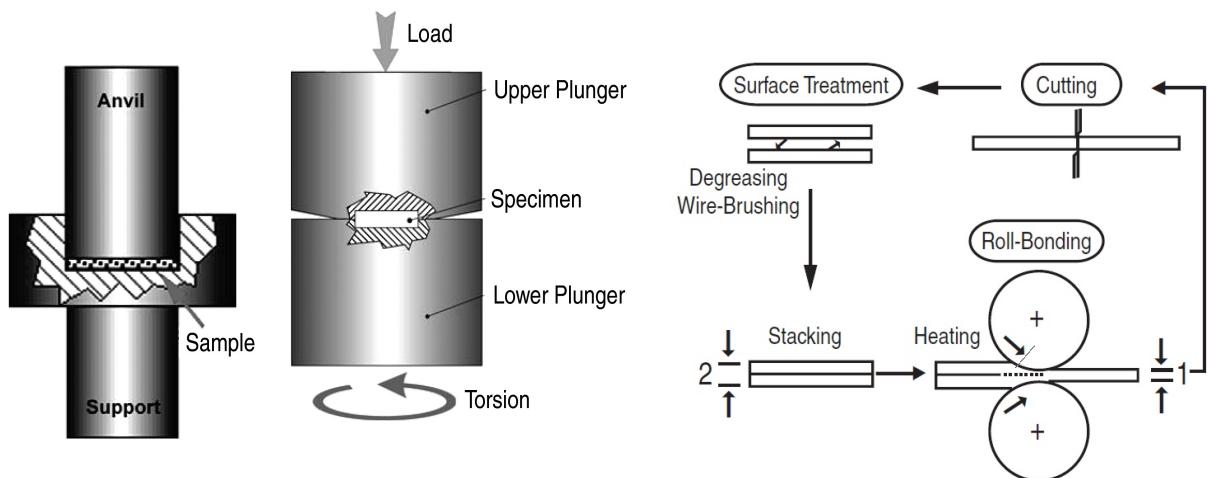


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung von HPT und ARB [Sai99, Val06]

Beim HPT wird eine rotationssymmetrische Scheibe unter hohem axialen Druck torquiert. die erreichbaren Umformgrade und somit die erreichbare Kornfeinung sind enorm groß, das umformbare Volumen ist aber sehr stark begrenzt [Vor04, Zhi03]. Äußerst nachteilig im Hinblick auf eine spätere technische Anwendung der mittels HPT umgeformten UFG Werkstoffe ist neben dem geringen Materialumsatz der in den Scheiben vorliegende inhomogene Verformungszustand. Im Mittelpunkt der Scheibe wird das Material nahezu nicht umgeformt, zum Rand der Scheibe hin nimmt der Umformgrad zu [Vor04]. Beim ARB Prozess werden Blechhalbzeuge mittels eines Standardwalzwerks mehrfach umgeformt, dabei werden nach jedem Prozessschritt die Bleche gefalzt um im nächsten Prozessschritt wieder miteinander gewalzt zu werden [Höp04, Top09, Tsu99]. Dabei ist es von außerordentlicher Wichtigkeit die Blechoberflächen nach jedem Walzschritt zu säubern, um ein anschließendes Verschweißen der Blechoberflächen im Walzprozess zu ermöglichen [Tsu99]. Die beim ARB Prozess erreichbaren maximalen Umformgrade sind begrenzt, nach Überschreiten einer

<sup>1</sup> ECAP wird auch als „Equal Channel Angular Extrusion“ (ECAE) bezeichnet.

kritischen Anzahl an Walzvorgängen kommt es zu erheblichen Schädigungen an den Blechkanten [Sai99]. Hierdurch ist dem Grad der Kornfeinung ein Limit gesetzt. Außerdem ist bedingt durch die einsinnige Walzrichtung die Kornmorphologie von gelängter Struktur, so dass eine Richtungsabhängigkeit der finalen mechanischen Eigenschaften der mittels ARB umgeformten Bleche zu erwarten ist. Im Hinblick auf eine spätere industrielle Nutzung ist jedoch von erheblichem Vorteil, dass der Prozess einfach in bereits vorhandene Prozessstraßen zu integrieren sein wird [Sai99].

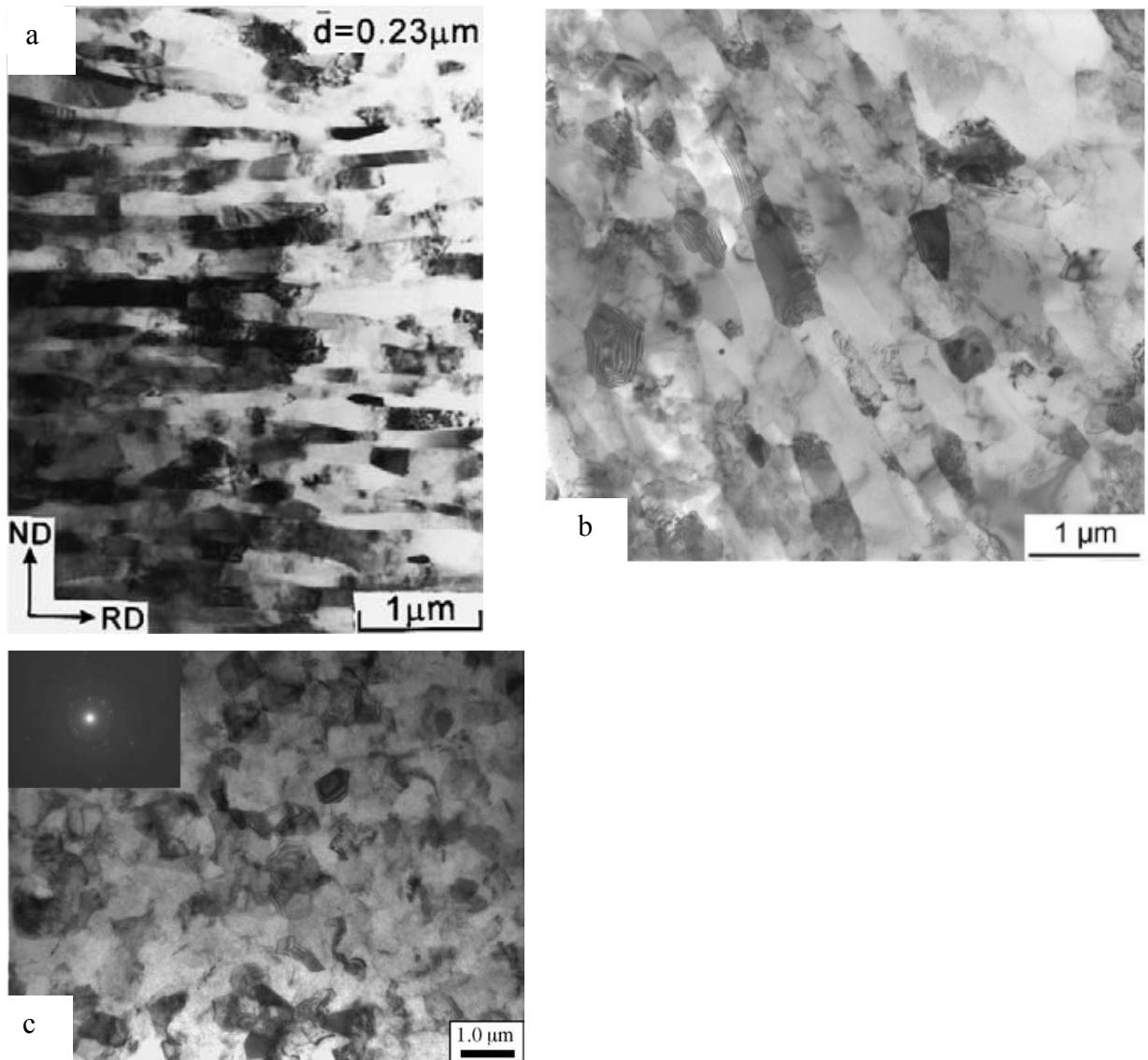


Abbildung 2.2: Mikrostruktur von UFG Aluminium (verschiedener technischer Reinheiten) umgeformt mittels a) ARB [Lee02], b) ECAP [May08] und c) HPT [Zhi05] (TEM-Holzfeldaufnahmen).

Die mittels ARB erzielbare Strukturfeinung ist bereits erheblich, reicht jedoch nicht an die mittels ECAP und HPT erzielbare Größenordnung heran, wie deutlich in Abbildung 2.2 erkennbar ist. Aus der maximal erzielbaren Feinung der Mikrostruktur resultieren die mechanischen Eigenschaften, so dass von optimalen Eigenschaften eher bei UFG Werkstoffen, welche mittels ECAP oder HPT umgeformt wurden, auszugehen ist [Hal51, Pet53]. Der Grad der Feinung der Mikrostruktur ist jedoch nicht die allein entscheidende Einflussgröße hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften, auch die Verteilung der Orientierungsunterschiede an den Korngrenzen oder aber auch die chemische Zusammensetzung des Materials spielen eine entscheidende Rolle [Kun06, Val06b], worauf in den Kapiteln 2.4 und 2.5 näher eingegangen werden wird.

Die Entwicklung der UFG Mikrostruktur ist unabhängig vom angewendeten SPD Verfahren immer ähnlich. Die massive plastische (Scher-)Verformung sorgt bei den ersten Umformschritten für die Entstehung hoher Versetzungsdichten und großer neuer Anteile an Kleinwinkelkorngrenzen (KWKGs). Die Versetzungsdichte erreicht ihr Maximum bereits nach wenigen Zyklen des Gesamtprozesses, so z.B. beim ECAP nach 4 Prozessschritten, ähnliches gilt für den Anteil an KWKGs [Mai06, Val96]. Nach dem Einbringen eines höheren Umformgrades ändern sich die Orientierungsunterschiede an den neu entstandenen Korngrenzen, so dass aus den KWKGs sukzessive immer höhere Anteile an Großwinkelkorngrenzen (GWKGs) entstehen. Letztere sind die entscheidende Größe für das mechanische Verhalten der UFG Werkstoffe, so dass ein hoher Anteil an GWKGs generell anzustreben ist [Val06b]. Eine schematische Übersicht zur Entstehung der UFG Mikrostruktur zeigt Abbildung 2.3 [Val96]. Die durch die Verformung stark erhöhte Anzahl an Versetzungen konzentriert sich zuerst in Zellwänden. Durch Polygonisation entstehen im folgenden KWKGs und später GWKGs.

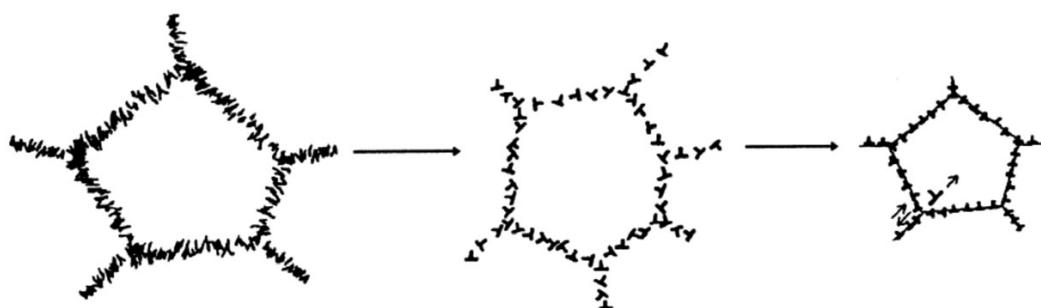


Abbildung 2.3: Entwicklung der UFG Mikrostruktur nach Valiev [Val96]

Nahezu jedes verfügbare Material kann mittlerweile in eine UFG Struktur überführt werden, selbst hochfeste Materialien wie z.B. metastabile austenitische Stähle und Nickel-Titan oder eher spröde Materialien wie Wolfram oder Titan sind mittels SPD umgeformt worden [Dob07, Kar03, Wei06, Yap06]. Dies wird ermöglicht durch die bereits vorhandenen fortgeschrittenen Kenntnisse bezüglich der SPD Prozessführung. Die ersten Versuche UFG Materialien herzustellen wurden an hochreinen kubisch flächenzentrierten (kfz) Materialien, zumeist Kupfer und Aluminium unternommen, welche durch ihre außerordentliche Duktilität und geringe Festigkeit im grobkörnigen Zustand gekennzeichnet sind [Val06b]. Mittels der Untersuchungen an UFG Kupfer und UFG Aluminium konnten tiefgreifende Kenntnisse bezüglich der Prozessführung und der resultierenden Werkstoffeigenschaften gewonnen werden, wie in den folgenden Kapiteln 2.3 bis 2.5 dargestellt werden wird. Die Wechselwirkung von Prozessparametern und resultierenden mechanischen Eigenschaften stand fast immer im Mittelpunkt der Untersuchungen (siehe Kapitel 2.4 und 2.5), jedoch wurden auch bereits das Erholungs- bzw. Rekristallisationsverhalten sowie die Korrosionsbeständigkeit von kfz UFG Werkstoffen untersucht [Mol08, Val00, Val06b, Vin99]. Beide Aspekte sind sicherlich im Hinblick auf einen industriellen Einsatz der UFG Werkstoffe von entscheidender Bedeutung, so dass sie im Folgenden kurz dargestellt werden. Bei der UFG Mikrostruktur handelt es sich um eine massiv (kalt-)verformte Struktur, einen Zustand im thermodynamischen Ungleichgewicht [Val00, Val06b]. Eine derartige Struktur neigt zu Erholung bzw. Rekristallisation sobald eine kritische Energiemenge zugeführt wird. Arbeiten an UFG Kupfer und UFG Aluminium sowie entsprechenden UFG Legierungen konnten zeigen, dass sich die UFG Materialien wie traditionell kaltverformte Werkstoffe verhalten. Daher sind Legierungen aufgrund ihrer stabilisierenden Legierungselemente thermisch stabiler [Mol08]. Zu betonen ist, dass es sich bei der vielfach beobachteten Vergrößerung der UFG Mikrostruktur um eine statische Rekristallisation handelt. Der oftmals in der Literatur erwähnte Aspekt der Kornvergrößerung schließt sich aus, da dieser sich durch eine andere Krümmung der sich bewegenden Korngrenzen auszeichnet. Neben der zuvor erwähnten stabilisierenden Wirkung von Legierungselementen kann auch eine vorgeschaltete Erholungswärmebehandlung die mikrostrukturelle Stabilität der UFG Strukturen erheblich erhöhen [Mol08]. Die Rekristallisation ist diskontinuierlich, so dass durch eine entsprechende Wärmebehandlung eine bimodale Korngrößenverteilung eingestellt werden kann [Mol08, Mug03]. Das Korrosionsverhalten der UFG Werkstoffe ist erst in geringem Maße untersucht worden. Es konnte jedoch für einige UFG Werkstoffe eindeutig gezeigt werden, dass sich zentrale Größen der Korrosion, wie das Ruhepotential und die Stromdichte im Ruhepotential,

nicht entscheidend ändern verglichen mit den grobkörnigen (CG: Coarse Grained) Pendants [Vin99, Had07]. Da ein korrosiver Angriff primär an Korngrenzen stattfindet, waren diese Ergebnisse aufgrund des wesentlich höheren Volumenanteils von Korngrenzen in den UFG Werkstoffen nicht zu erwarten. Der korrosive Angriff stellt sich sogar in entsprechenden Medien auf einer UFG Oberfläche wesentlich gleichmäßiger dar [Miy08], so dass im Hinblick auf spätere Anwendungen von einer Verbesserung des Korrosionsverhaltens auszugehen ist. Betont werden muss, dass ein Großteil der bisher veröffentlichten Erkenntnisse zu den UFG Werkstoffen auf den kfz Metallen bzw. kfz Legierungen basiert. In wie weit sich kubisch raumzentrierte (krz) UFG Werkstoffe oder auch hexagonal dichtest gepackte (hdp) Werkstoffe im SPD Prozess verhalten und welche Eigenschaften aus einer entsprechenden UFG Mikrostruktur sich in diesen Werkstoffen ergeben, ist erst in den letzten Jahren im Detail untersucht worden, unter Anderem im Rahmen der hier vorliegenden Dissertation. Durch die auf der Gitterstruktur basierenden Unterschiede im Verformungsverhalten der Werkstoffe ergeben sich wie erwartet Unterschiede in den Prozess-Eigenschafts-Wechselwirkungen [u.a. Li07, Nie06, Yap06]. Für einen ausgewählten krz Werkstoff, den UFG IF Stahl, werden diese neuen Erkenntnisse im Detail in Kapitel 4 aufgezeigt werden.

## 2.2 Verfahrensablauf im ECAP Prozess

Das ECAP Verfahren ist das derzeit meist genutzte Verfahren zur Herstellung von UFG Werkstoffen. Diese weite Verbreitung hat es gefunden, da es verschiedene Vorteile in sich vereint. Einerseits sind mittels ECAP hochwertige UFG Mikrostrukturen zu erzeugen, gekennzeichnet durch eine geringe mittlere Korngröße, homogene Kornmorphologien und hohe Anteile an GWKGs [Val06b]. Andererseits erlaubt ECAP die Umformung von mittleren bis großen Halbzeugen [Hoc09, Val06b], so dass mit einem Prozessdurchlauf große Mengen an UFG Material hergestellt werden können. Im Hinblick auf eine industrielle Verwendung von UFG Werkstoffen ist es zudem wichtig zu erwähnen, dass Verfahren zur kontinuierlichen ECAP Umformung in den vergangenen Jahren vorgeschlagen worden sind [Raa04, Xu10], sich aber aktuell noch in einem frühen Entwicklungsstadium befinden.

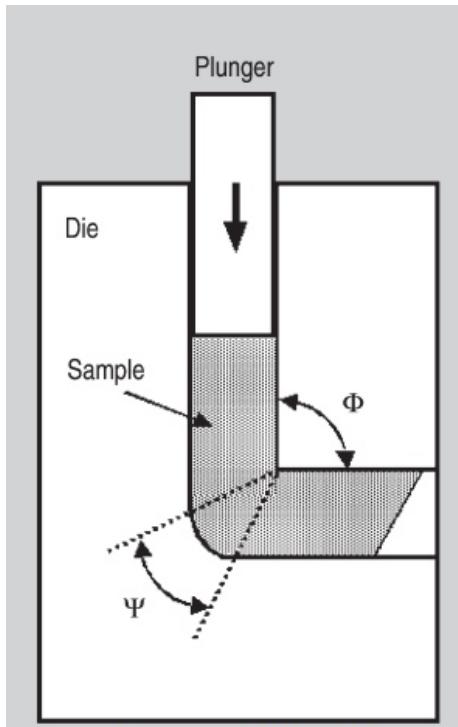


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung eines ECAP Gesenks [Val06].

Beim ECAP Prozess wird das Material durch ein Werkzeuggesenk gepresst, welches sich durch einen Ein- und Ausgangskanal auszeichnet, wobei beide Kanäle sich unter einem bestimmten Winkel ( $\phi$ ) treffen [Val06, Val06b]. Schematisch ist ein solches Gesenk in Abbildung 2.4 veranschaulicht. Der Winkel zwischen den Kanälen kann variieren, üblicherweise werden Gesenke mit einem Winkel von  $120^\circ$  und  $90^\circ$  verwendet [Val06b]. Die für den ECAP Prozess entscheidende Zone wird durch den Winkel vorgegeben. In der entsprechenden Winkelebene wird das umzuformende Material einer massiven Scherverformung unterzogen [Seg95, Val06b]. Bei einer Pressung ergibt sich nach Iwahashi et al. [Iwa96] ein Dehnungäquivalent  $\varepsilon$  von 1,05 (für ein ECAP Gesenk mit einem Winkel von  $90^\circ$  zwischen Eingangs- und Ausgangskanal ( $\phi$ ) sowie einen äußeren Winkel ( $\psi$ ) von  $20^\circ$ ) entsprechend Gleichung 2.1:

$$\varepsilon = \frac{2 \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \psi \cdot \cos \operatorname{ec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)}{\sqrt{3}} \quad (2.1)$$

Da Eingangs- und Ausgangskanal eines Gesenks einen identischen Querschnitt aufweisen<sup>2</sup>, kann nach einem vollständig durchgeföhrten Pressvorgang (im Folgenden als Pass bezeichnet) das Material wieder in den Eingangskanal eingeführt werden [Val06b]. Zwischen

<sup>2</sup> Aufgrund der elastischen Dehnungen im Materialstück muss entweder das Aufmaß aufgrund der Rückfederung entfernt werden oder aber der Ausgangskanal einen etwas geringeren Querschnitt aufweisen.

den einzelnen ECAP Pässen kann das zu prozessierende Material beliebig um seine Längsachse verdreht werden, es ergeben sich bei UFG Materialien mit mehr als einem Umformschritt also verschiedene Verfahrensvarianten, die als sogenannte „Routen“ bezeichnet werden [Bar04, Val06b]. In der Literatur gibt es zwei verschiedene Bezeichnungskonventionen für diese Routen, beide sind in Tabelle 2.1 aufgeführt.

Tabelle 2.1: Bezeichnung verschiedener ECAP Routen<sup>3</sup> [Bar04, Val06b]

Nach Valiev	Nach Segal	Verdrehung zwischen den einzelnen Pässen
A	A	Keine Verdrehung
B <sub>A</sub>	B	90° alternierend (0, 90, 0, 90, ...)
B <sub>C</sub>	C'	90° fortlaufend (0, 90, 180, 270, ...)
C	C	180° fortlaufend (0, 180, 360, ...)
E	E	Hybridroute 2C x 2C (0, 180, 270, 450, ...)

Um einen UFG Materialzustand zu kennzeichnen, ist die Angabe der Route allein nicht ausreichend, sondern die Gesamtzahl der Pässe ist ebenfalls anzugeben. Somit setzt sich die Bezeichnung eines ECAP UFG Materials aus einer Ziffer und dem Buchstaben für die Route zusammen [Val06b]: ein UFG Material mit der Kennzeichnung 8B<sub>C</sub> ist also achtmal verpresst worden und dabei zwischen den einzelnen Pässen jeweils 90° um seine Längsachse verdreht worden.

Die Wahl der Route hat einen entscheidenden Einfluss auf die mikrostrukturelle Entwicklung eines mittels ECAP umgeformten UFG Materials. Ursache hierfür ist die Lagebeziehung der einzelnen ECAP Scherebenen jedes Prozessdurchlaufs [Val06b, Zhu00]. Diese Lagebeziehung ist in Abbildung 2.5 dargestellt [Zhu00].

---

<sup>3</sup> Im Rahmen der vorliegenden Dissertation wird die Nomenklatur nach Valiev verwendet, in Abbildungen kann abhängig von der Quelle jedoch auch die Nomenklatur nach Segal vorkommen.

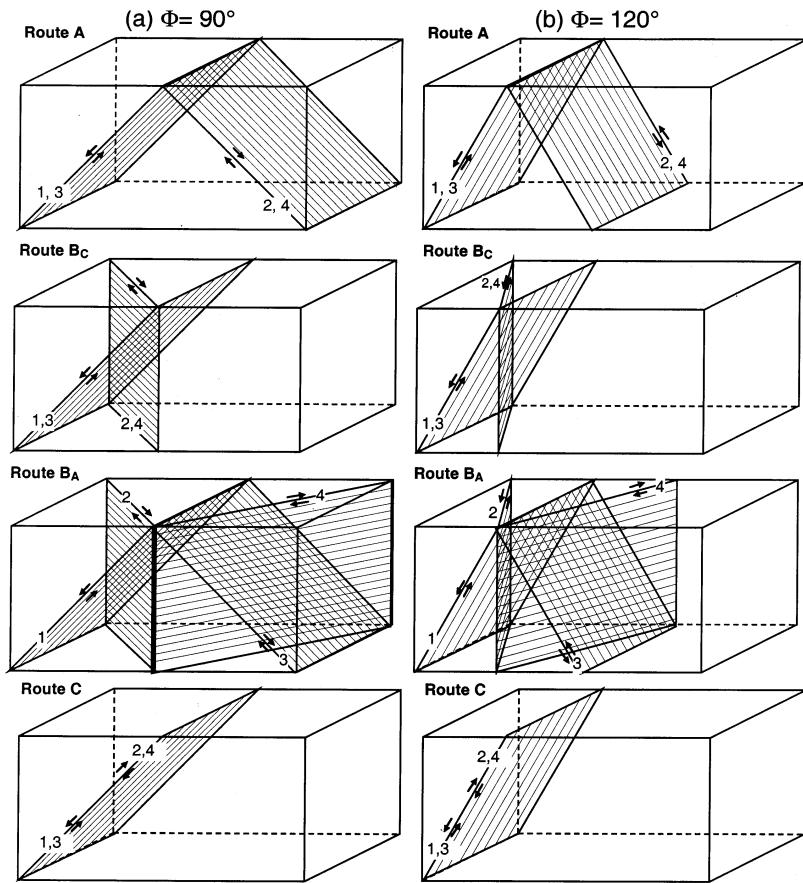


Abbildung 2.5: Routenabhängige Scherebenenlage beim ECAP Prozess [Zhu00]

Wie aus Abbildung 2.5 zu entnehmen ist, stellen die Routen C und B<sub>C</sub> die Extreme bezüglich der Orientierungsunterschiede der Scherebenen im ECAP Prozess dar. Bei der Route C findet die Scherung immer auf der gleichen Ebene statt, bei der Route B<sub>C</sub> werden ständig neue Scherebenen aktiviert [Zhu00]. Die Lage der Scherebenen bei der Route E ist vergleichbar mit der bei der Route B<sub>C</sub>, da auch hier nach jedem dritten Prozessschritt eine Verdrehung des Materialstückes um 90° stattfindet [Bar04].

Die Wahl der Route im ECAP Prozess hat einen erheblichen Einfluss auf die mikrostrukturelle Entwicklung im UFG Material. Detailliert wird dieser Aspekt in Kapitel 2.3 dargestellt.

Für UFG Material, welches mittels ECAP umgeformt worden ist, ist zu beachten, dass nicht das gesamte Materialstück homogen umgeformt werden kann. Nur das Material, das in jedem Prozessschritt die Scherebene des Gesenks durchlaufen hat, ist optimal prozessiert und somit nutzbar. Wie Abbildung 2.6 zeigt, sind Anfangs- und Endzone eines Materialstückes nach einem Pass nicht nutzbar, für Routen mit höheren Passzahlen ergeben sich entsprechend geometrisch anders geformte nicht nutzbare Bereiche [Bar04]. Einen hohen Volumenanteil an nutzbarem Material auch nach einer großen Anzahl an Pässen weisen die Routen C und E auf.

Dagegen ist die Materialausbeute der Routen A und B<sub>A</sub> vor allem nach einer hohen Anzahl an Pässen eher gering [Bar04].

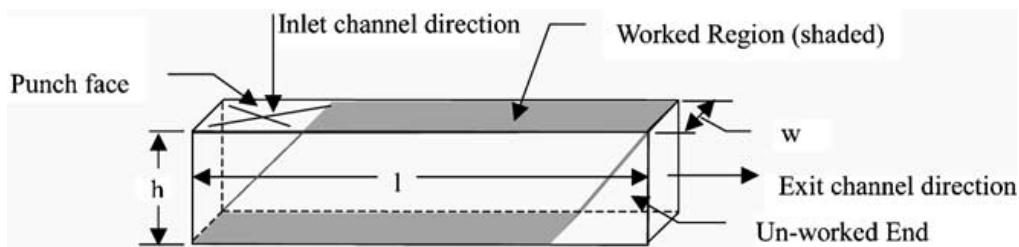


Abbildung 2.6: Homogen umgeformter Bereich beim ECAP [Bar04]

Die Mikrostruktur eines mittels ECAP umgeformten Materials weist generell bedingt durch die Dominanz des letzten Umformschritts eine gewisse Vorzugsrichtung auf [Zhu00], welche besonders deutlich bei den Materialien mit einer geringen Anzahl an Umformungen entlang der Routen A und C deutlich wird, jedoch auch bei allen anderen Routen noch zu finden ist. Diese Art einer gerichteten Mikrostruktur führt zu richtungsabhängigen Eigenschaften des untersuchten UFG Materials, so dass es wichtig ist, die Lage der entnommenen Proben in dem mittels ECAP umgeformten Stück eindeutig zu kennzeichnen. Daher wird in der vorliegenden Dissertation die Probenlage entsprechend der in Abbildung 2.7 gezeigten Nomenklatur gekennzeichnet. In der Abbildung kennzeichnet F die „Flow Plane“, L die „Longitudinal Plane“ und T die „Transverse Plane“.

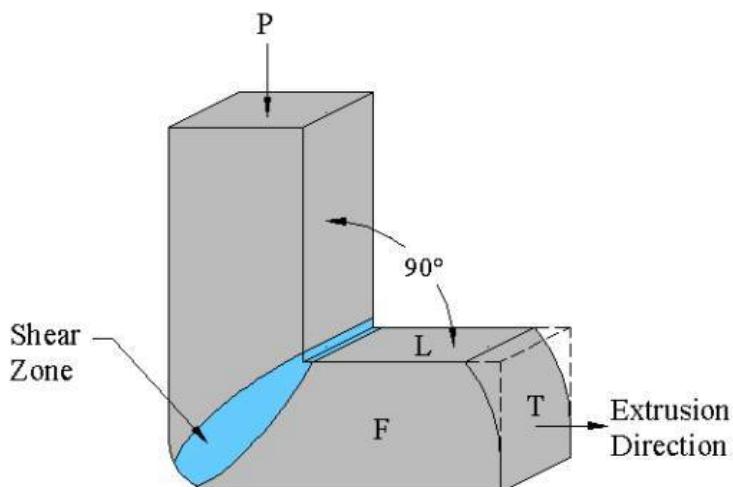


Abbildung 2.7: Nomenklatur der verschiedenen Werkstückebenen beim ECAP [nach Yap09]

### 2.3 Mikrostrukturelle Entwicklung beim ECAP

Die mikrostrukturelle Entwicklung eines reinen Werkstoffes beim ECAP ist im Wesentlichen geprägt durch die Anzahl der Pässe und die gewählte Route [Val06b, Zhi06]. Werden verschiedene Legierungen mittels ECAP verpresst, spielt außerdem der Gehalt an Legierungselementen eine entscheidende Rolle [Fur01, Val06b]. Höhere Legierungselementgehalte stabilisieren jede Art von erzeugten Strukturen, so dass höher legierte Werkstoffe unter konstanten ECAP Bedingungen (Passzahl, Routen) durch eine geringere Korngröße und eine höhere Versetzungsdichte im Korninneren gekennzeichnet sind [Fur01, Iwa98]. May konnte die oben genannten Zusammenhänge in seinen Arbeiten an verschiedenen UFG Aluminium Legierungen (Al 99,5 und verschiedene Aluminium-Magnesium (AlMg) Legierungen) eindrucksvoll zeigen [May07, May08]. Daher sollen hier primär die Ergebnisse seiner Arbeit gezeigt werden. Die Mikrostrukturen der verschiedenen AlMg Legierungen nach 8 Pässen mittels der Route 8B<sub>C</sub> sind in Abbildung 2.8 gegenübergestellt.

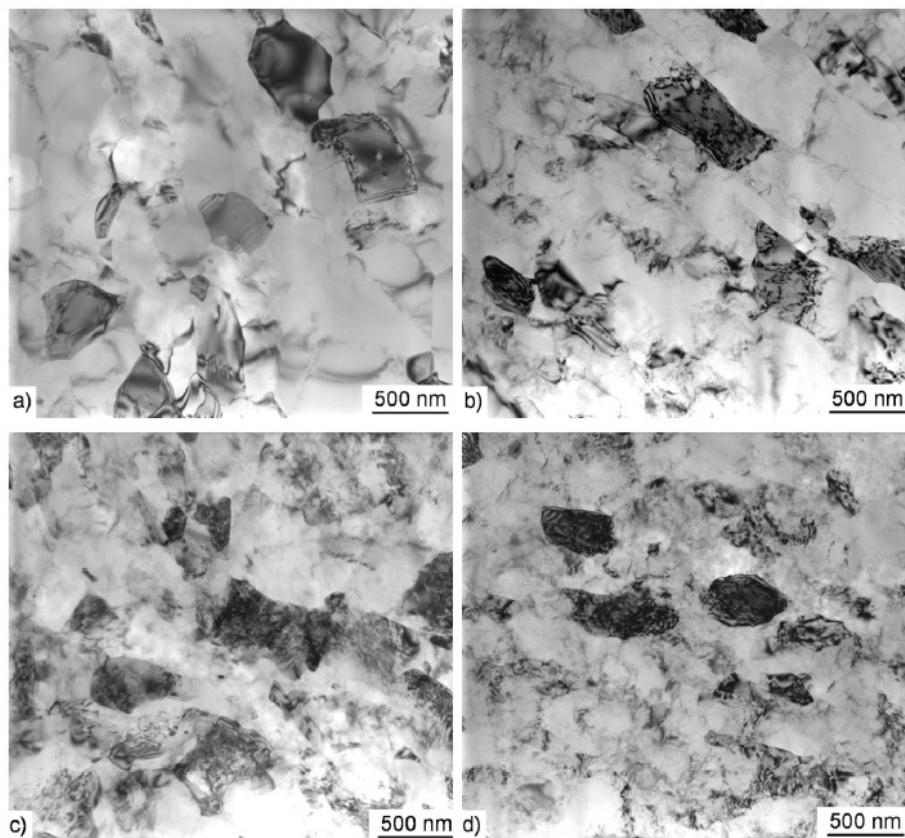


Abbildung 2.8: TEM Hellfeldaufnahmen von UFG AlMg Legierungen nach 8 Pässen entsprechend der Route 8B<sub>C</sub> mit Magnesiumgehalten (in Masse-%) von a) 0,5, b) 1, c) 1,5, und d) 2 [May07].

Um den Effekt der ECAP Route bzw. der Anzahl an ECAP Pässen isoliert untersuchen zu können, ist es folglich zwingend erforderlich, den Effekt an demselben Material zu studieren. Der Einfluss der ECAP Route wurde durch May jeweils anhand von Al 99,5 und einer AlMg1,5 Legierung untersucht [May08]. In der Literatur finden sich zudem Versuchsreihen an diversen anderen Werkstoffsystemen [Mis05, Zhi06]. Im Falle des UFG Al 99,5 nach jeweils acht ECAP Pässen der Routen A und B<sub>C</sub> zeigt sich, dass das UFG Material der Route A größer und stärker elongiert ist. Die jeweiligen Mikrostrukturen sind in Abbildung 2.9 gezeigt. Dem gegenüber zeigen sich beim UFG AlMg1,5 keine signifikanten Unterschiede hinsichtlich der mikrostrukturellen Ausprägung, das heißt Korngröße und -morphologie sind nahezu gleich [May08]. Die Effektivität der ECAP Route scheint somit auch abhängig vom prozessierten Material zu sein, so dass allgemeingültige Aussagen bisher nicht zu treffen sind.

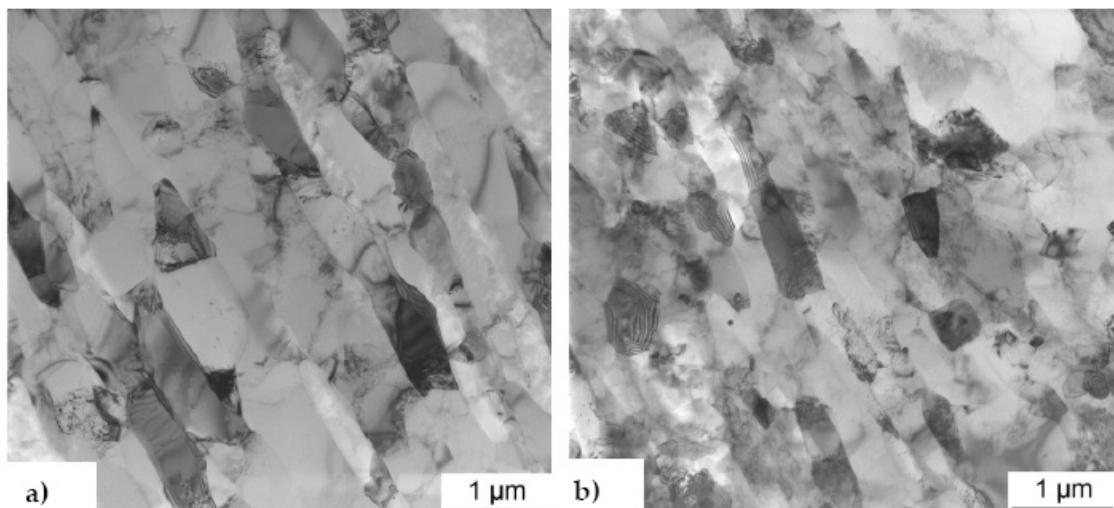


Abbildung 2.9: TEM Hellfeldaufnahmen von UFG Al 99,5 nach 8 Pässen entsprechend der Routen a) A und b) B<sub>C</sub> [May08]

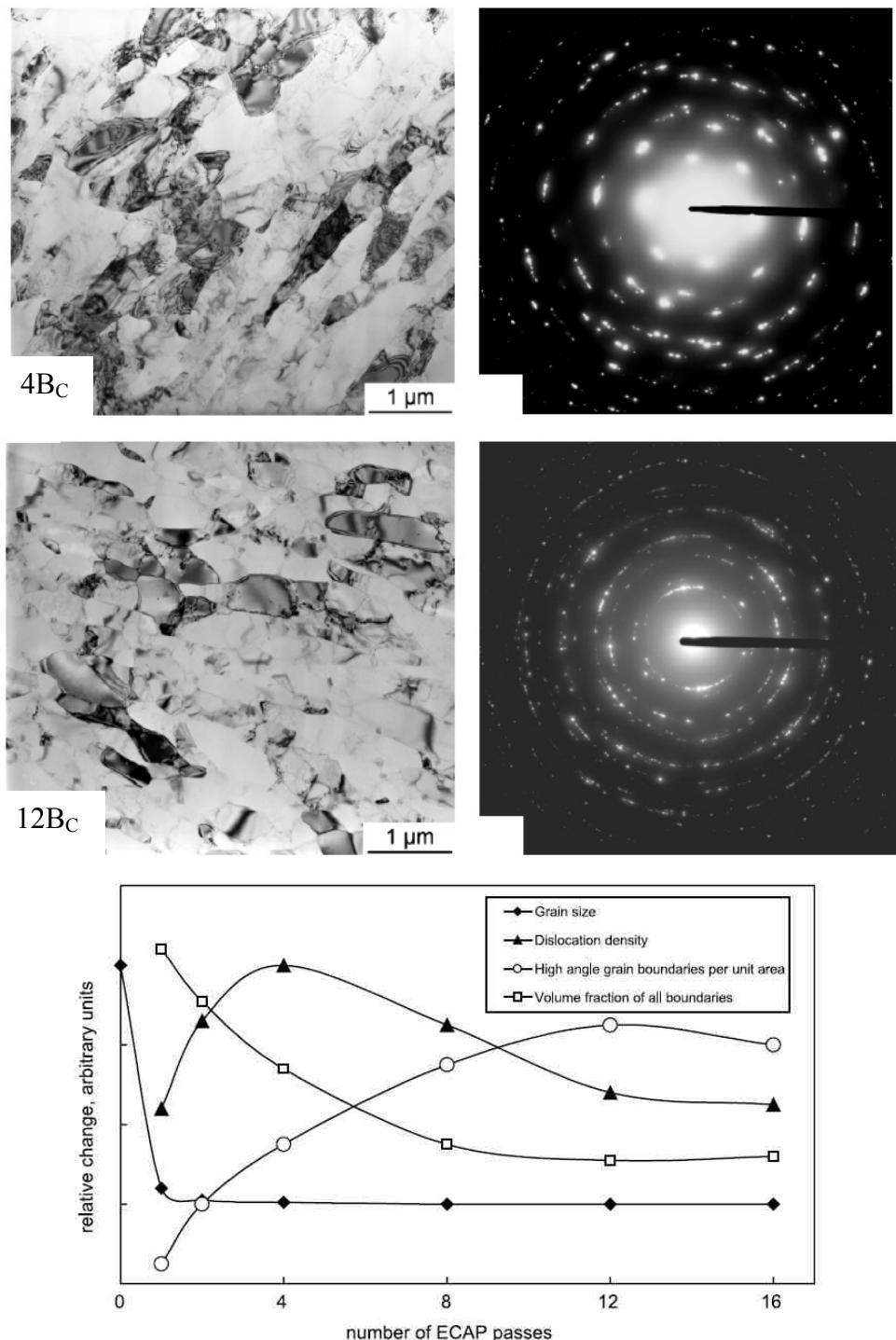


Abbildung 2.10: Mikrostruktur (TEM) nach 4 und 12 Pässen entsprechend der Route B<sub>C</sub> sowie eine zusammenfassende Darstellung zur Entwicklung wichtiger mikrostruktureller Größen in Abhängigkeit von der Passanzahl [Mai06, May08]

Der Einfluss der Anzahl an ECAP Pässen stellt sich dagegen eindeutig dar [Mai06, Kaw09, Val06b]. In Abbildung 2.10 ist die Mikrostruktur von UFG AlMg0,5 nach 4 bzw. 12 Pässen entsprechend der Route B<sub>C</sub> visualisiert [May08]. Die Mikrostruktur nach 12 Pässen wirkt im Vergleich zur Struktur nach 4 Pässen weniger stark elongiert und die Versetzungsichte

scheint geringer zu sein. Letzteres deutet dabei auf prozessinduzierte Erholungsprozesse hin, welche wie bereits im ersten Teil dieses Kapitels dargestellt, eher bei niedriglegierten Werkstoffen auftreten [Fur01, May08, Kaw09]. Die in Abbildung 2.10 dargestellten SAD-Diagramme (SAD: Selected Area Diffraction) weisen nach 4 Pässen ein eher punkuelles Muster auf, deuten also auf eine recht starke Texturierung hin. Hingegen lässt sich nach 12 Pässen, veranschaulicht durch das eher geschlossene ringförmige Muster, eine eher schwache Texturierung vermuten. Es ist daher davon auszugehen, dass sich die in der TEM Hellfeldaufnahme sichtbaren Körner hinsichtlich ihrer Orientierungsunterschiede erheblich unterscheiden, d.h. dass es sich bei den sichtbaren Korngrenzen im Falle des UFG AlMg0,5 eher um KWKGs handelt und dass die Legierung nach 12 Pässen eher durch GWKGs dominiert ist [May08]. Untersuchungen mittels EBSD (Electron BackScatter Diffraction) auch in Arbeiten anderer Forscher konnten diese Ergebnisse bestätigen [Kaw09]. Die Übersicht in Abbildung 2.10 stellt die Entwicklung verschiedener mikrostruktureller Größen in Abhängigkeit von der Anzahl an ECAP Pässen in verallgemeinerter Form dar. Es zeigt sich, dass bereits nach einer eher geringen Anzahl von 4 ECAP Pässen die Korngröße<sup>4</sup> nicht mehr abnimmt, sondern dass vielmehr der Charakter der Korngrenzen, d.h. KWKG oder GWKG, sich ändert [Mai06].

Nicht in allen Bereichen des mittels ECAP umgeformten UFG Materials bildet sich im Falle von Aluminium Legierungen die in den Abbildungen 2.8 bis 2.10 dargestellte homogene Mikrostruktur aus. Lokal kommt es selbst nach einer hohen Anzahl von Pässen zu Inhomogenitäten durch dynamische Rekristallisation oder durch ineffiziente Umformung, d.h. es entstehen Bereiche, die primär durch KWKGs geprägt sind [Kaw09, May08]. Zudem ist das Vorhandensein von Scherbändern in der UFG Mikrostruktur direkt nach dem ECAP Prozess beobachtet worden. In diesen Bändern hoher lokaler Dehnungskonzentration weicht die Mikrostruktur z.T. erheblich von der umgebenden Struktur ab [May08].

Untersuchungen der ECAP induzierten Mikrostrukturen konnten aufzeigen, dass sich eine bevorzugte Ausrichtung der Körner unter Winkellagen von 26° ergibt [May08, Zhu00], in [Zhu00] wird in diesem Sinne der Begriff „grain elongation plane“ verwendet. Eine mögliche Erklärung für eine derartige Strukturentwicklung kann die resultierende Orientierung eines in einem 90° (φ) Gesenk deformierten Volumenelementes sein [Sha99]. Abweichungen in der Strukturentwicklung können dabei durch die im realen ECAP Prozess im Gesenk auftretende Reibung erklärt werden [Böh09].

<sup>4</sup> Oftmals wird in der Literatur die Korngröße eines Werkstoffes anhand von TEM Aufnahmen ermittelt, wobei hierbei nicht zwischen KWKGs und GWKGs unterschieden wird, so dass die ermittelte Korngröße die Größe der Substrukturen, nicht der wirklichen Körner, angibt.

## 2.4 Monotone mechanische Eigenschaften von UFG Werkstoffen

Zur Steigerung der Festigkeit bzw. der Härte eines Werkstoffes ist es erforderlich die Beweglichkeit der Versetzungen, der Träger der plastischen Verformung, zu reduzieren. Es bestehen vier Möglichkeiten die Versetzungsbewegung zu erschweren:

- Mischkristallverfestigung
- Teilchenverfestigung
- Versetzungsverfestigung
- Korngrenzenverfestigung.

Im Fall der drei erstgenannten Mechanismen geht mit der Festigkeitssteigerung gleichzeitig eine Abnahme der Duktilität einher, so dass ein Werkstoff, der sich dieser Mechanismen bedient, entweder hochfest oder sehr duktil ist, aber niemals beide genannten Eigenschaften gleichzeitig aufweisen kann. Einzig der Mechanismus der Korngrenzenverfestigung kann die Festigkeit eines Werkstoffes steigern ohne die Duktilität merklich zu reduzieren.

Mit zunehmender Minimierung der Korngröße ergibt sich dabei ein sehr hohes Verfestigungspotential, welches durch die Hall-Petch Gleichung (2.2) beschrieben wird:

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (2.2)$$

Dabei ist  $\sigma$  die Spannung, die zur Versetzungsbewegung erforderlich ist,  $\sigma_0$  und  $k$  sind Materialkonstanten und  $d$  ist der mittlere Korndurchmesser. Bis zu welchen Korngrößen herab die Hall-Petch Beziehung gültig ist, wird aktuell noch untersucht und diskutiert [Mey06], jedoch scheint für UFG Werkstoffe die Gleichung ihre Gültigkeit in vollem Umfang zu behalten [Blu09, Jia03].

Abbildung 2.11 zeigt das Potential von UFG Werkstoffen hinsichtlich ihrer monotonen Eigenschaften auf. Im dargestellten Diagramm sind für verschiedene Werkstoffe die jeweiligen Festigkeiten und die Bruchdehnungen aufgetragen [Val02, Val04, Val06b]. Offensichtlich können die traditionellen Werkstoffe eine asymptotische Hüllkurve nicht überschreiten, einzig die nanostrukturierten Werkstoffe weisen zugleich eine hohe Festigkeit und gute Bruchdehnung auf.

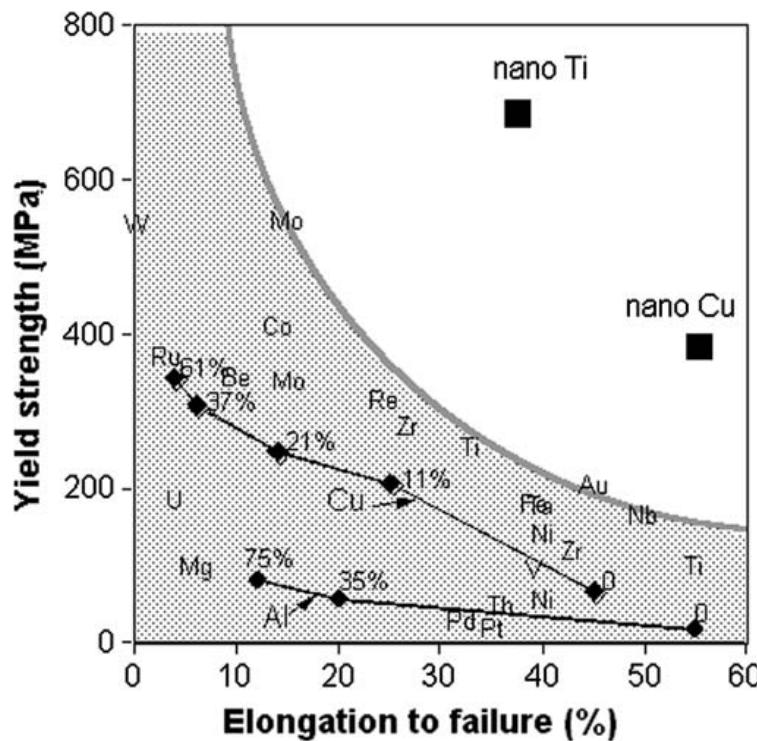


Abbildung 2.11: Monotone mechanische Eigenschaften verschiedener reiner Werkstoffe [Val06b]

Die monotonen Eigenschaften der UFG Werkstoffe hängen dabei stark von der gewählten Prozessroute sowie der Anzahl an Pässen ab. Abbildung 2.12 zeigt das monotone Spannung-Dehnung Verhalten von UFG Kupfer, welches mittels ECAP umgeformt wurde. Einerseits ist für eine konstante Route der Effekt verschiedener Anzahlen von ECAP Pässen erkennbar, andererseits wird der Einfluss verschiedener Routen bei konstanter Passzahl deutlich [Mai06]. Es zeigt sich somit, dass nicht allein die Korngröße des UFG Materials, sondern auch die Korngrenzencharakteristik (Anteile der KWKGs und GWKGs) von entscheidender Bedeutung hinsichtlich der monotonen mechanischen Eigenschaften ist [Mai06, Val06b].

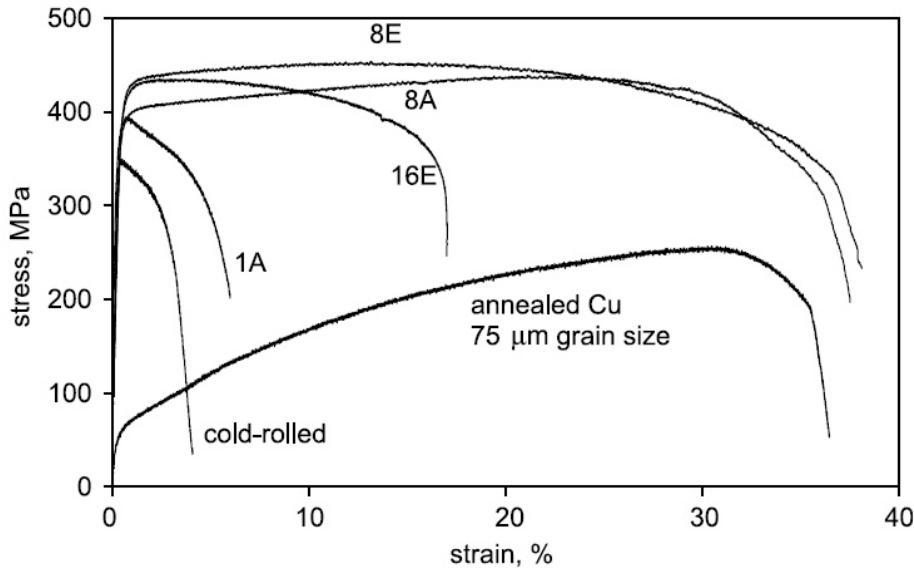


Abbildung 2.12: Einfluss der ECAP Prozessführung auf das monotone Spannung-Dehnung Verhalten von UFG Kupfer [Mai06]

Ein bei verschiedenen kfz UFG Werkstoffen beobachtetes Phänomen ist das dehnratenabhängige Verformungsverhalten [Blu09, May05, Wei09]. Die in Zugversuchen auftretende Einschnürung der Proben und hierdurch hervorgerufene Effekte können die dehnratenabhängigen Effekte überlagern, so dass vielfach Druckversuche zur Untersuchung dieser Phänomene eingesetzt wurden [May05, May08]. Zumeist werden dabei bei verschiedenen Temperaturen Druckversuche durchgeführt bei denen die Dehnrate mehrfach gewechselt wird. Für die Auswertung der Versuche ist es wichtig, dass auf jedem Dehnratenniveau das Spannung-Dehnung Verhalten eine Sättigung aufweist. Ist dies nicht der Fall, muss das aufgenommene Verhalten hin zu einer Sättigung extrapoliert werden [May05, May08]. Zur Beschreibung des dehnratenabhängigen Verhaltens wird die sog. Dehnratenabhängigkeit  $m$  verwendet, welche wie folgt definiert ist (Gleichung 2.3):

$$m = \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln(d\varepsilon / dt)} \quad (2.3)$$

Dabei ist  $\sigma$  die bereits beschriebene Sättigungsspannung bei gegebener Dehnrate  $d\varepsilon/dt$ . Untersuchungen an verschiedenen kfz UFG Werkstoffen konnten zeigen, dass sich im Vergleich zu den CG Varianten eine erheblich erhöhte Dehnratenabhängigkeit einstellt. Abbildung 2.13 zeigt die Ergebnisse von Versuchen mit Dehnratenprüfungen für den Werkstoff Al99,5 [May05].

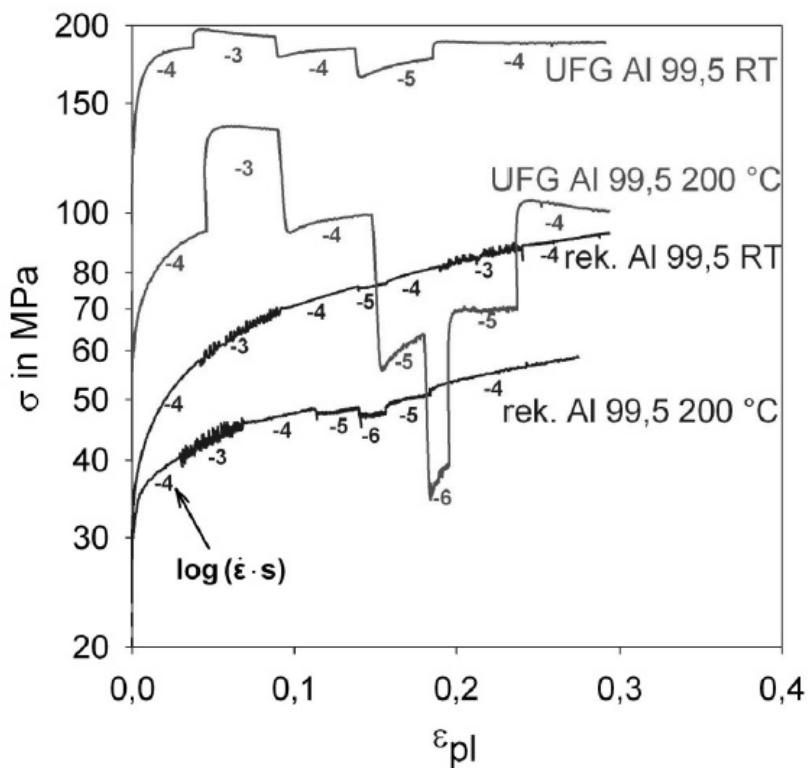


Abbildung 2.13: Druckversuche mit wechselnden Dehnraten an UFG Al99,5 [May05]

Offensichtlich zeigt das CG Al99,5 kein ausgeprägtes dehnrateabhängiges Verhalten (Abb. 2.13), jedoch ist bei den höheren Dehnraten ein unruhiger Kurvenverlauf zu beobachten, welcher als Indiz für das Auftreten von dynamischer Reckalterung zu werten ist. Letzterer Aspekt wird untermauert durch die Ergebnisse weiterer Versuchsreihen an verschiedenen AlMg Legierungen, welche bei den Dehnratewechseltests nach einer Absenkung der Dehnrate nach anfänglicher Abnahme des Spannungsniveaus zu einer erneuten Verfestigung neigen [May08]. Deutlich zu erkennen bei der Betrachtung der Daten in Abbildung 2.13 ist, dass bei erhöhter Temperatur die Festigkeit des an sich höherfesten UFG Al99,5 unter das Niveau des CG Zustands fällt, wenn die Dehnrate sehr stark abnimmt. Hierbei handelt es sich jedoch nicht um eine massive Veränderung in der Mikrostruktur unter den gewählten Versuchsbedingungen, wie z.B. extremes Kornwachstum, was anhand der mechanischen Antwort des Werkstoffes an bereits zuvor gewählten höheren Dehnraten erkennbar ist: das Spannungssättigungsniveau ist für gleiche Dehnraten gleich [May05, May08]. Als Ursache für den beobachteten Effekt wird in der Literatur der massiv erhöhte Anteil des Volumenanteils an Korngrenzen angeführt, bezüglich der konkret auftretenden Mechanismen gibt es jedoch verschiedene Erklärungsansätze [Blu09, May05, May08, Wei09]. Der erhöhte Anteil von Korngrenzen führt zu einer gesteigerten Diffusion (durch erhöhte Korngrenzendiffusionsanteile) in den UFG Werkstoffen. Dieses führt jedoch nicht zu den

vielfach postulierten Änderungen der dominierenden Verformungsmechanismen [Koz04, Tej08]. Untersuchungen an mit einem Gittermuster markierten, definiert verformten Proben deuten darauf hin, dass zumindest bei Raumtemperatur für die UFG Werkstoffe immer noch allein Versetzungsbewegungen die Verformung dominieren, d.h. dass Mechanismen wie das Korngrenzengleiten noch keinen signifikanten Einfluss auf das mechanische Verhalten ausüben [Haf07]. In [Li04, May08] wird daher der Mechanismus der thermisch aktivierten Annihilation von Versetzungen in den Korngrenzen oder mit korngrenznahen Versetzungen als dominierend beschrieben. Inwieweit die an den kfz Werkstoffen gewonnenen Erkenntnisse auf die Gruppe der krz Werkstoffe übertragen werden können, wird in diversen Publikationen zwar ebenfalls kurz diskutiert [May08, Tej08, Wei09], ist aber bisher aufgrund einer nicht ausreichenden Parametervarianz noch nicht hinlänglich erklärt, so dass entsprechende Untersuchungen Gegenstand der vorliegenden Dissertation sind (vgl. Kapitel 4.4).

Durch den Effekt des dehnratenabhängigen Verformungsverhaltens ergibt sich für manche UFG Werkstoffe die Möglichkeit des superplastischen Umformens [Fig09, Ser00, Val07]. Im Vergleich zu den jeweiligen CG Varianten ist das Prozessfenster dabei zu geringeren Temperaturen und höheren Dehnraten verschoben, so dass ein entsprechender Umformvorgang technisch interessant wird [Ser00, Val07]. Über Gleichung 2.4 kann besagter Zusammenhang beschrieben werden [Val07]:

$$d\epsilon/dt = A \frac{DGb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \quad (2.4)$$

Dabei sind  $D$  der Korngrenzendiffusionskoeffizient,  $G$  der Schubmodul,  $b$  der Burgers Vektor,  $k$  die Boltzmann Konstante,  $T$  die Versuchstemperatur,  $d$  die Korngröße,  $p$  der Korngrößenexponent (in der Regel 2),  $\sigma$  die Fließspannung und  $n$  der Spannungsexponent. Die erzielbaren maximalen Dehnungen sind dabei werkstoffabhängig und betragen bis zu weit mehr als 2000% für eine ZK60 Magnesium-Legierung, vgl. Abbildung 2.14 [Fig08, Fig09]. Für eine möglichst große maximal erzielbare Dehnung ist es entscheidend, dass die Korngrenzen nicht durch entsprechende Legierungselemente stabilisiert werden [Moh01]. Inwieweit die Dehnbarkeit von UFG IF Stahl durch die Wahl entsprechender Prozessparameter gesteigert werden kann, ist bisher aus der Literatur nicht ersichtlich und wurde daher im Rahmen der vorliegenden Arbeit ebenfalls untersucht (vgl. Kapitel 4.6).

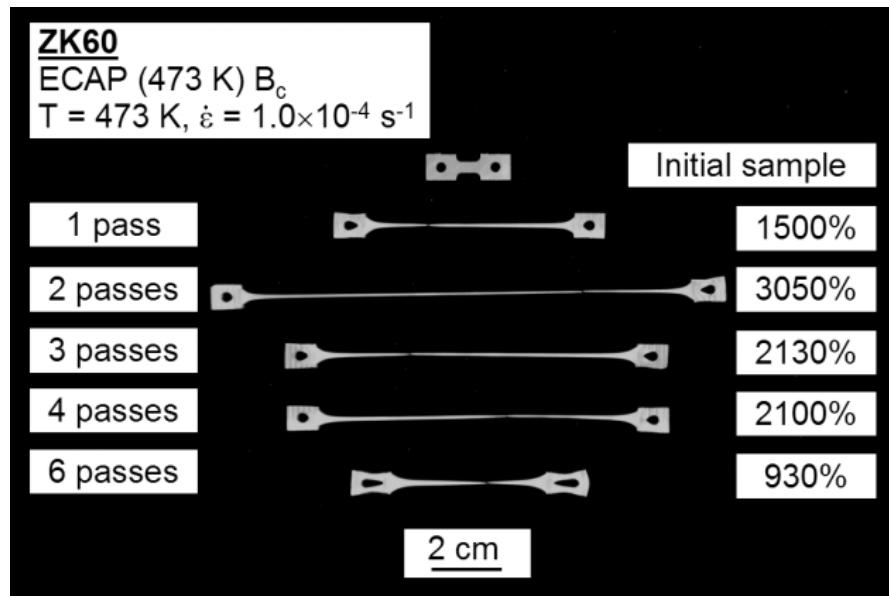


Abbildung 2.14: Superplastisch umgeformte UFG Magnesium Proben unterschiedlicher mikrostruktureller Charakteristik [Fig08]

## 2.5 Ermüdungseigenschaften von UFG Werkstoffen

### Konzepte der Ermüdung

Zyklisch belastete Bauteile sind einer (Teil-)Schädigung in jedem einzelnen Zyklus unterworfen, so dass ein Werkstoffversagen weit unterhalb der statischen Festigkeiten eintreten kann. Je nach Art und Höhe der Belastung wird dabei unterschieden in die Bereiche Low-Cycle Fatigue (LCF) und High-Cycle Fatigue (HCF). Die schädigungsrelevante Größe ist in beiden Bereichen formal unterschiedlich, im Bereich HCF ist hier die Spannungsamplitude zu nennen, im Bereich LCF dagegen die plastische Dehnungsamplitude. Beide Größen sind in einer Hysterese, wie sie in Abbildung 2.15 dargestellt ist, direkt abzulesen.

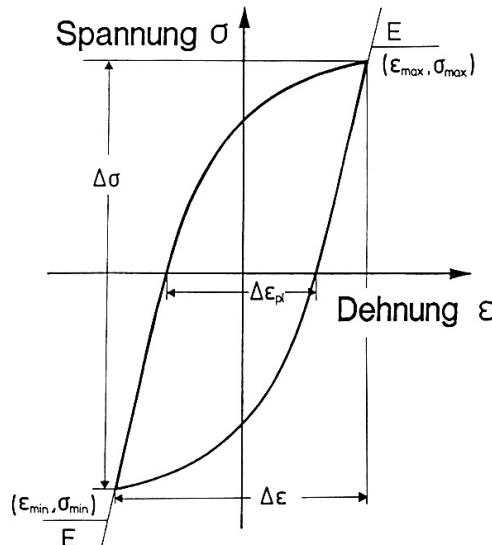


Abbildung 2.15: Schematische Darstellung einer Spannung-Dehnung-Hysterese [Chr91]

Zur Reduktion der Datenmenge von Ermüdungsversuchen und zur Fokussierung auf spezielle Aspekte, wie z.B. die zyklische Stabilität oder die Lebensdauer eines Materials, werden verschiedene Auftragungsformen verwendet. Abbildung 2.16 stellt eine sogenannte Wechselverformungskurve dar, in der die Entwicklung der Spannungsamplitude (bei vorgegebener Dehnungsamplitude) über der Zyklenzahl aufgetragen ist. Drei typische Bereiche sind zu erkennen: Ein anfänglich transientes Verhalten (abhängig von der Werkstoffvorgeschichte) geht über in ein Sättigungsplateau, welches einen zyklisch stabilen Werkstoff kennzeichnet, final wird die Kurve von einem weiteren transienten Bereich abgeschlossen, in dem sich die Ausbreitung eines makroskopischen Risses zeigt. Die Ausprägung der einzelnen Bereiche kann in realen Werkstoffen von diesem idealisierten Verhalten abweichen, die entsprechenden drei Bereiche sind jedoch meist auszumachen.

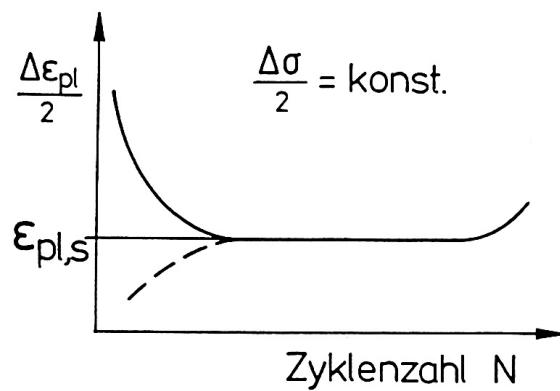


Abbildung 2.16: Wechselverformungskurve für einen zyklisch verfestigenden Werkstoff [Chr91]

In manchen industriellen Anwendungen ist eine detaillierte Beschreibung des Werkstoffverhaltens nicht notwendig, die Kenntnis allein der Lebensdauer unter vorgegebenen Belastungsbedingungen ist ausreichend. Abhängig von der Höhe der Belastung, d.h. im HCF oder im LCF Bereich, kommen verschiedene Konzepte zum Einsatz, welche der dominierenden Schädigungsgröße Rechnung tragen. Im Falle der HCF Belastung wird das sog. Wöhlerdiagramm (Abbildung 2.17) verwendet, welches mathematisch im Zeitfestigkeitsbereich durch die Basquin-Gleichung (Gleichung 2.5) beschrieben wird.

$$\frac{\Delta\sigma}{2} = \sigma'_B \cdot (2N_B)^b \quad (2.5)$$

$\sigma'_B$  ist der sog. Ermüdungsfestigkeitskoeffizient,  $b$  der zugehörige Ermüdungsfestigkeitsexponent. In Abbildung 2.17 wird deutlich, dass im Rahmen des Wöhlerdiagramms sich das Verhalten von Aluminium Legierungen und Stählen merklich unterscheidet. Während für erstere keine Spannungsamplitude auf Dauer ertragbar ist, sind letztere durch eine sog. Dauerfestigkeit gekennzeichnet.

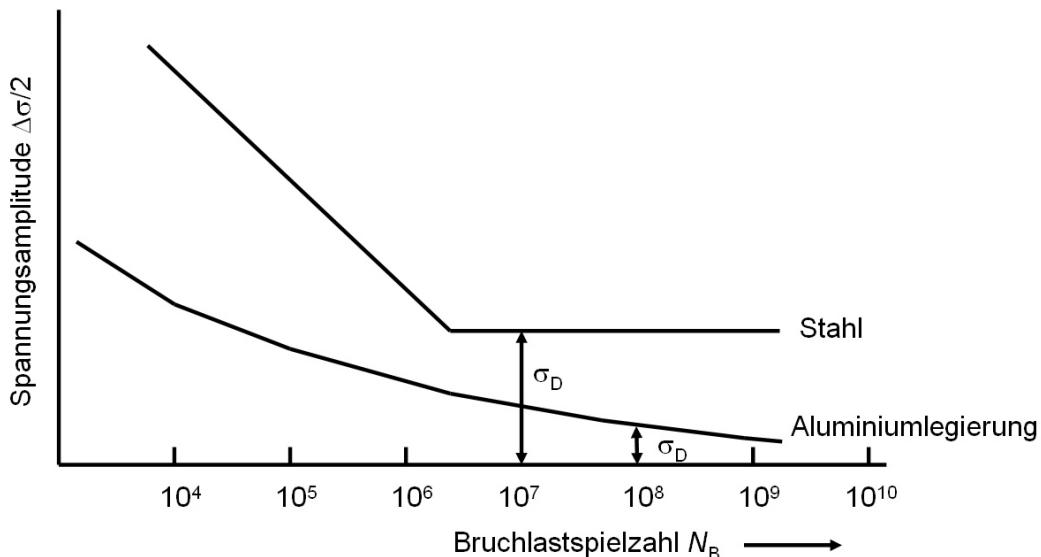


Abbildung 2.17: Schematische Darstellung des Wöhlerdiagramms für verschiedene Werkstoffe [Chr98]

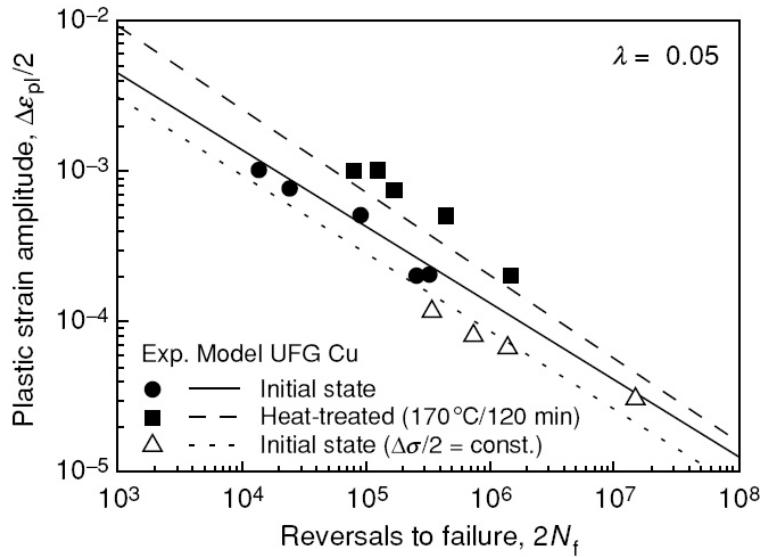


Abbildung 2.18: Coffin-Manson Diagramm für verschiedene Kupferwerkstoffe [Din02]

Im Falle einer Belastung im LCF Bereich, also bei größeren Dehnungsamplituden, werden die auftretenden plastischen Dehnungen über der Zyklenzahl aufgetragen. Das sog. Coffin-Manson Diagramm (Abbildung 2.18) wird mathematisch durch die Coffin-Manson Gleichung (Gleichung 2.6) beschrieben:

$$\frac{\Delta \varepsilon_{pl}}{2} = \varepsilon'_B \cdot (2N_B)^c \quad (2.6)$$

$\varepsilon'_B$  ist hierbei der Ermüdungsduktilitätskoeffizient und  $c$  der Ermüdungsduktilitätsexponent. Neben diesen rudimentären Lebensdauerdiagrammen gibt es weitere Auftragungsformen, die eine weite Verbreitung gefunden haben. In diesen weiteren Diagrammen wird zumeist ein empirischer Schädigungsfaktor über der Zyklenzahl aufgetragen. Einer der bekanntesten Schädigungsparameter ist sicherlich der Schädigungsparameter nach Smith, Watson und Topper [Smi70]. Der Schädigungsparameter wird nach Gleichung 2.7 berechnet.

$$P_{SWT} = \sqrt{\left(\frac{\Delta \sigma}{2} + \sigma_m\right) \cdot E \cdot \frac{\Delta \varepsilon}{2}} \quad (2.7)$$

Beim Schädigungsparameter nach Smith, Watson und Topper wird neben der Spannungs- und Dehnungsamplitude die wirkende Mittelspannung berücksichtigt, so dass dieser Parameter beim Auftreten einer solchen Mittelspannung, welche einen erheblichen Einfluss auf die Ermüdungslebensdauer hat [Smi70, Sur98], den anderen Konzepten vorzuziehen ist.

Alle bisher aufgezeigten Konzepte beruhen auf der Annahme, dass die untersuchte Probe / das untersuchte Bauteil frei von Defekten ist. Unter dem Begriff Defekt ist in diesem Sinne nur bedingt das Vorhandensein von konstruktiven Kerben zu verstehen, welche über

entsprechende Kerbfaktoren berücksichtigt werden können, vielmehr ist das Vorhandensein von ideal scharfen Rissen angesprochen. Unter Annahme des Vorhandenseins eines solchen Risses sind obige Lebensdauerkonzepte nicht mehr anwendbar, vielmehr muss das Wachstumsverhalten des Risses unter zyklischer Last untersucht und beschrieben werden. Die linear-elastische Bruchmechanik [Par61, Par63, Ric09] beschreibt das Ausbreitungsverhalten eines makroskopischen Risses unter Verwendung des sog. zyklischen Spannungsintensitätsfaktors, welcher in Gleichung 2.8 definiert ist.

$$\Delta K = \Delta\sigma \cdot \sqrt{\pi \cdot a} \cdot Y(a) \quad (2.8)$$

Neben der wirkenden Spannungsschwingbreite  $\Delta\sigma$  ist die Risslänge  $a$  sowie ein rissgeometrieabhängiger Faktor  $Y(a)$  zur Berechnung des zyklischen Spannungsintensitätsfaktors  $\Delta K$  zu berücksichtigen. Wird die Rissfortschrittsrate  $da/dN$  über dem zyklischen Spannungsintensitätsfaktor aufgetragen, ergibt sich die sog. „S-Kurve“ der Bruchmechanik, wie sie beispielhaft in Abbildung 2.19 veranschaulicht ist.

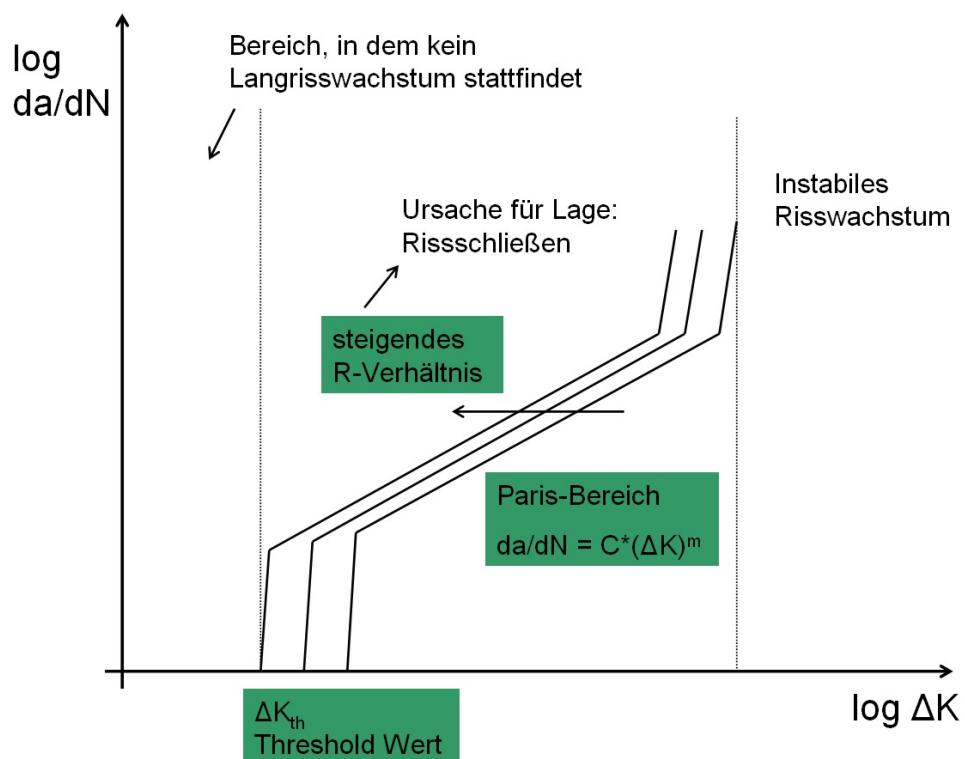


Abbildung 2.19: Schematische Darstellung des Rissfortschrittsverhaltens

Im Bereich der S-Kurve kommt es zu einem stabilen Risswachstum im Material. Das Werkstoffverhalten einer (lang)rissbehafteten Probe lässt sich anhand weniger aussagekräftiger Kennwerte beschreiben. Der sog. Thresholdwert  $\Delta K_{th}$  kennzeichnet den

zyklischen Spannungsintensitätsfaktor unterhalb dessen kein Langrisswachstum mehr stattfindet, bei Überschreitung des kritischen zyklischen Spannungsintensitätsfaktors  $\Delta K_c$  kommt es zur instabilen Rissausbreitung. Zudem kann der lineare Bereich der Kurve, der sog. Paris Bereich, mittels zweier Parameter, C und m, entsprechend Gleichung 2.9 beschrieben werden.

$$\frac{da}{dN} = C \cdot (\Delta K)^m \quad (2.9)$$

Die im Paris Bereich ermittelten Parameter sind für die Berechnung von Restlebensdauern angerissener Bauteile/Proben von entscheidender Bedeutung. Eine Integration der Gleichung 2.9 im Intervall zwischen Anfangsrisslänge und kritischer Risslänge führt zur Restlebensdauer der zu untersuchenden Komponente.

### ***Ermüdungseigenschaften von kfz UFG Werkstoffen***

Wie im Falle der Charakterisierung des monotonen mechanischen Verformungsverhaltens sind für zyklisch belastete Proben bisher primär die kfz UFG Werkstoffe untersucht worden, da diese einerseits früh prozesssicher herstellbar waren und andererseits das Verformungsverhalten der CG Varianten hinreichend untersucht und verstanden ist [Höp06, Sur98, Val06b, Vin99b]. Besonders gilt dies für den Modellwerkstoff Kupfer (hochreine Güten), welcher hinsichtlich seines Ermüdungsverhaltens bereits intensiv untersucht wurde [Höp01, Luk05, Mai06, Mug03, Vin99b]. Es konnte von diversen Gruppen eindeutig gezeigt werden, dass sich im Falle des UFG Kupfers eine Verbesserung der HCF Ermüdungseigenschaften ergibt, im Bereich LCF jedoch erhebliche Defizite gegenüber dem CG Zustand zu verzeichnen sind [Mug01, Mug09]. Ersteres geht eindeutig mit der im monotonen Zugversuch beobachteten Steigerung der Festigkeit des UFG Kupfers einher, im Falle der zyklischen Belastung werden hier unter der Annahme gleicher Spannungsamplituden bzw. Totaldehnungsamplituden diese Belastungen nahezu rein elastisch aufgenommen (d.h. plastische Dehnungen treten nahezu nicht auf), so dass sich weniger Werkstoffschädigung in den einzelnen Zyklen ergibt [Sur98]. In diesem Bereich ist die Mikrostruktur des UFG Kupfer nahezu perfekt stabil, d.h. es ergeben sich keine Transienten in der Werkstoffantwort (d.h. in der plastischen Dehnungsamplitude bzw. dem Spannungsniveau). Im Bereich dieser Belastungsgrößen ist das UFG Kupfer seinem CG Pendant hinsichtlich der erzielbaren Lebensdauern weit überlegen [Höp01, Luk05, Mug09], wie dies in Abbildung 2.20 in Form eines Wöhlerdiagramms veranschaulicht ist.

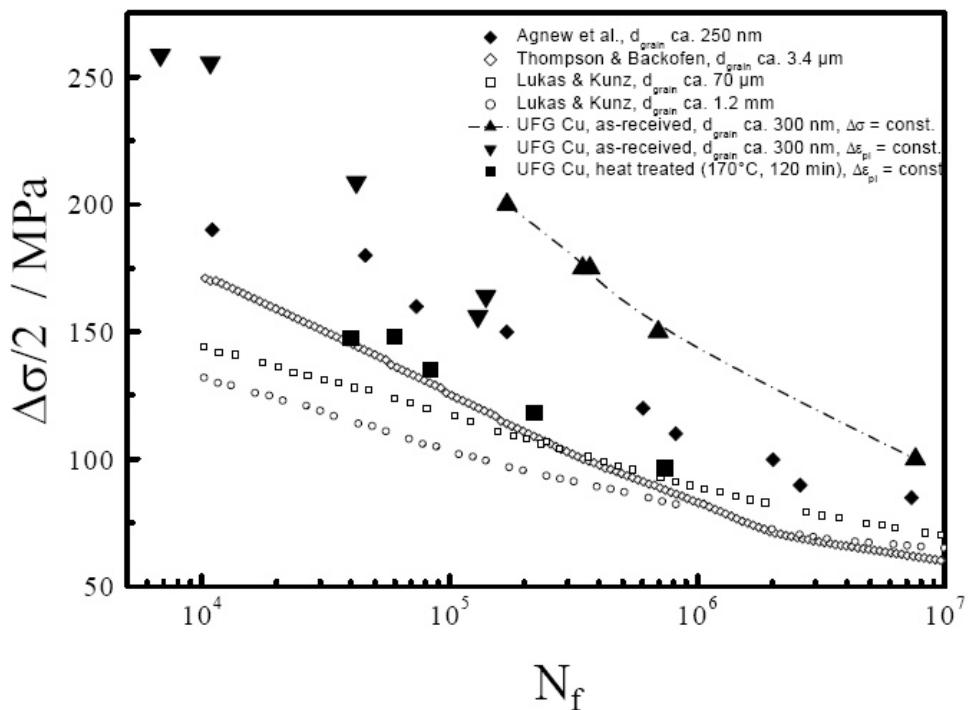


Abbildung 2.20: Wöhlerkurven für verschiedene Kupferwerkstoffe [Höp01]

Wird jedoch die Belastung erheblich gesteigert, d.h. wird im LCF Bereich ermüdet, ergeben sich wesentliche Veränderung im Werkstoffverhalten. In diesem Bereich hoher auftretender plastischer Dehnungssamplituden ist die UFG Mikrostruktur nicht mehr stabil, d.h. es kommt zu zyklischer Entfestigung, welche verursacht wird durch eine dynamische Kornvergrößerung/Rekristallisation [Agn98, Höp01, Höp02, Mug03]. Bedingt ist diese mikrostrukturelle Instabilität durch den Charakter der Korngrenzen, welche durch einen enormen Ungleichgewichtszustand gekennzeichnet sind [Höp01, Mug03, Val06b]. Verursacht durch die mikrostrukturelle Instabilität kommt es dabei zu lokализierten Schädigungsprozessen [Mai05, Mai06, Mug01, Mug09], was konsequenterweise mit einer erheblichen Abnahme der Lebensdauer des betreffenden Werkstoffes einhergeht.

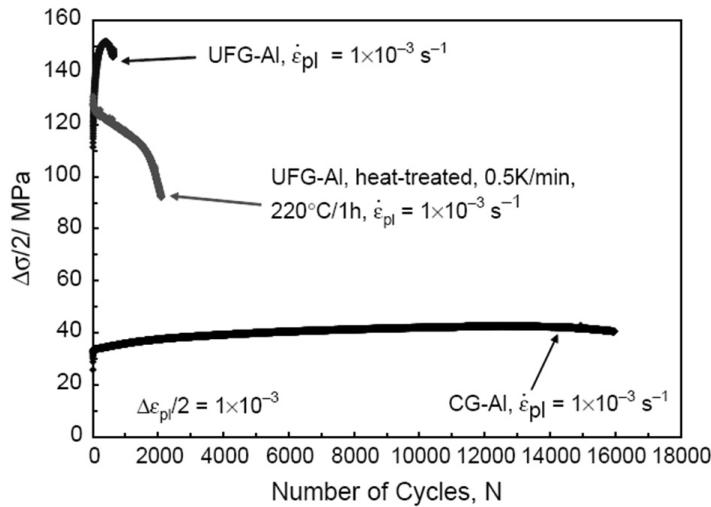


Abbildung 2.21: Wechselverformungskurven von Aluminium verschiedener mikrostruktureller Charakteristik [Höp06]

Abbildung 2.21 zeigt Wechselverformungskurven von UFG, wärmebehandeltem UFG und CG Aluminium [Höp06]. Offensichtlich ist die UFG Mikrostruktur instabil, gekennzeichnet durch eine stetige Abnahme der Spannungsantwort im (plast.) dehnungsgeregelten Versuch. Die Lebensdauer der UFG Varianten ist zudem gegenüber dem CG Zustand erheblich verkürzt. Im Coffin-Manson Diagramm wird dies sehr anschaulich dargestellt. Bei vorgegebener plastischer Dehnung ist die Lebensdauer der UFG Werkstoffe erheblich reduziert. Als Ursache ist die reduzierte Duktilität der UFG Werkstoffe zu nennen [Mug01, Sur98]. Bei der Betrachtung der Gesamtdehnungswöhlerline ergibt sich somit für die kfz UFG Werkstoffe ein Überkreuzen der entsprechenden Kurven für die jeweiligen Werkstoffzustände, wie dies in Abbildung 2.22 veranschaulicht ist [May08, Mug01, Mug09].

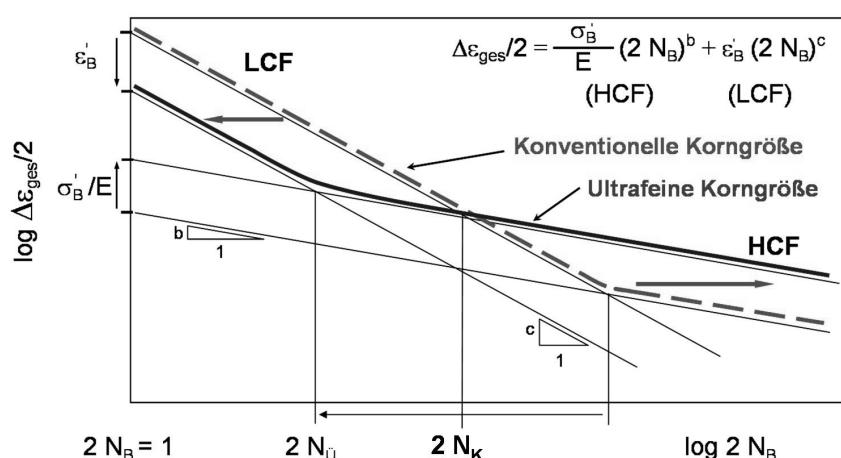


Abbildung 2.22: Dehnungswöhlerlinien zum Vergleich der Ermüdungslebensdauern von CG und UFG Werkstoffen im Bereich der LCF und HCF Ermüdung [Mug01, Mug09]

Die Entwicklung und das Wachstum der schädigungsrelevanten Strukturen ist bisher nicht eindeutig geklärt. Im UFG Kupfer wurden oftmals makroskopische Scherbänder entdeckt, welche im Laufe der Belastung entstehen und die Dehnungen auf sich konzentrieren. In [Mug01, Mug09] werden zwei mögliche Mechanismen für die Entstehung dieser Scherbänder aufgezeigt. Die Scherbänder breiten sich demnach von anfänglich vergröberten Bereichen aus oder ein gegenüber der ECAP Umformung geänderter Verformungsmodus verursacht eine Scherinstabilität. Des Weiteren wurde vielfach aufgezeigt, dass Ermüdungsrisse parallel zur letzten ECAP Scherebene<sup>5</sup> verlaufen [Fan07]. Eine mögliche Ursache für dieses Phänomen könnte die Ansammlung von nanoskaligen Defekten entlang der letzten Scherebene sein, wobei diese bisher erst in Ansätzen gezeigt werden konnten [Lap09].

Ziel der Untersuchungen des Ermüdungsverhaltens von UFG Werkstoffen in den letzten Jahren war es, u.a. aufzuzeigen, in wie weit das Ermüdungsverhalten dieser Werkstoffe im LCF Bereich zu verbessern ist, d.h. wie die UFG Mikrostruktur gezielt stabilisiert werden kann, um lokalisierte Dehnungseffekte und die ermüdungsbedingte Entfestigung zu vermeiden [Gab07, Mai06, Mug03, Mug09]. Sowohl für Kupfer als auch für Aluminium konnte gezeigt werden, dass ein gezielter Zusatz von Legierungselementen (wie z.B. in AlMg-Legierungen und CuZr) oder aber auch die Verwendung von technisch reinen Werkstoffen (z.B. Cu99,9 und Al99,5) zu einer wesentlichen Erhöhung der mikrostrukturellen Stabilität führt [Gab07, Kun06, May08, Mug09]. Beispielhaft ist in Abbildung 2.23 für verschiedene AlMg Legierungen dieser zunehmende stabilisierende Effekt des erhöhten Mg Gehalts gezeigt.

---

<sup>5</sup> Aufgrund der fast ausschließlichen Verwendung des Begriffs ECAP Scherebene in der Literatur wird dieser im Rahmen der vorliegenden Arbeit auch dann verwendet, wenn Bezug auf die Ebene des Materialfluss beim ECAP („grain elongation plane“ [Zhu00]) genommen wird.

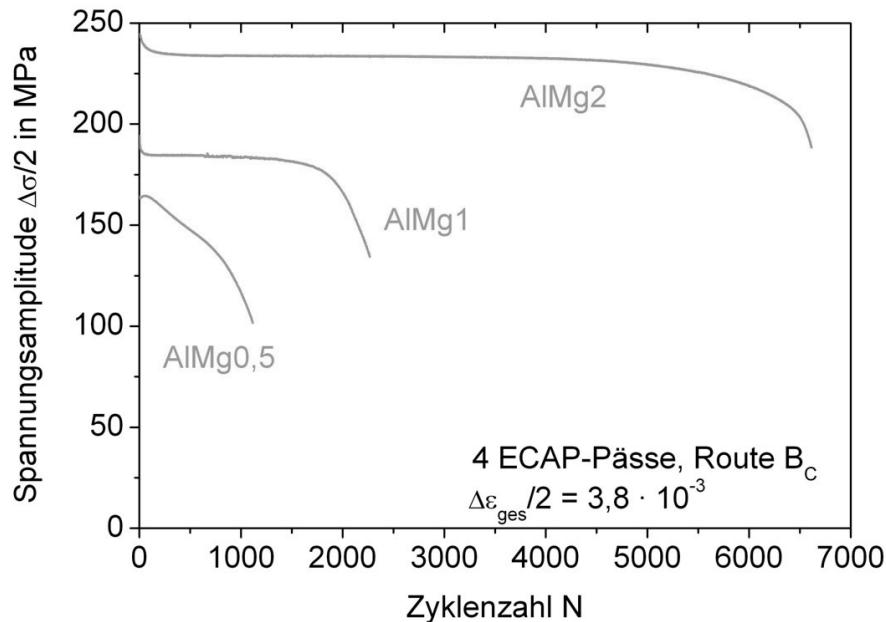


Abbildung 2.23: Wechselverformungskurven von UFG AlMg der Route 4B<sub>C</sub> mit unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen [May08]

Neben der Stabilisierung der Mikrostruktur durch Verunreinigungen bzw. Legierungselemente hat sich ein weiterer Aspekt zur Steigerung der Ermüdungslaufzeit zumindest von UFG Kupfer ergeben. Durch eine Wärmebehandlung ist die Einstellung einer sog. bimodalen Mikrostruktur möglich, d.h. durch partielle Rekristallisation bilden sich in der UFG Matrix neue (größere) Körner [Höp01, Höp06, Mug03]. Diese neu gebildeten großen Körner erhöhen merklich die Duktilität des UFG Kupfers, wobei die UFG Matrix immer noch für eine gegenüber dem CG Zustand gesteigerte Festigkeit sorgt. Bei Betrachtung der resultierenden Werkstoffeigenschaften ist offensichtlich, dass die bimodale Kupfer-Variante die Lebensdauereigenschaften selbst des CG Zustands übertrifft (vgl. Abbildung 2.24) [Mug04].

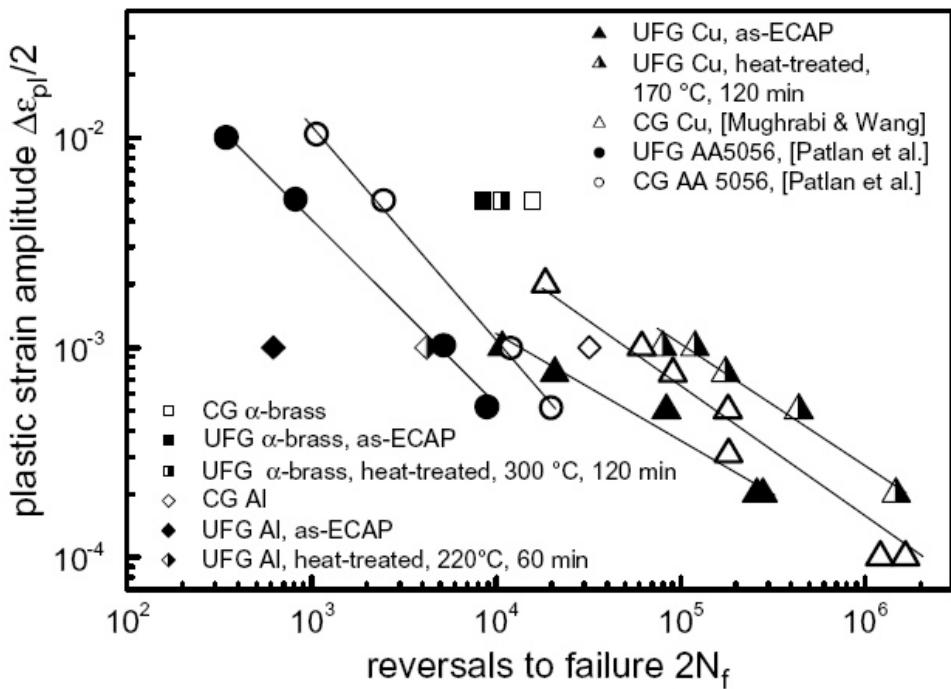


Abbildung 2.24: Coffin-Manson Diagramm für verschiedene Kupfer- und Aluminiumwerkstoffe [Mug04]

Die Rekristallisationseigenschaften von Aluminium unterscheiden sich erheblich im Vergleich zum Kupfer (die Neigung zur Erholung ist wesentlich stärker ausgeprägt), so dass bisher allein Ergebnisse zu den mechanischen Eigenschaften von erholttem UFG Aluminium verfügbar sind, da es bisher nicht gelungen ist, eine bimodale Mikrostruktur im Aluminium einzustellen [Höp06, Mug04, Mug09].

Da hochreine UFG Werkstoffe bereits bei Raumtemperatur unter zyklischer mechanischer Belastung nicht stabil sind, wurden an diesen Werkstoffen keine Ermüdungsuntersuchungen bei erhöhten Temperaturen unternommen. Für bei Raumtemperatur stabile UFG Legierungen ist jedoch die Kenntnis eines temperaturabhängigen Stabilitätslimits außerordentlich wichtig, so dass in dem Bereich erhöhter Temperaturen Untersuchungen vorgenommen wurden [Can08]. Abbildung 2.25 zeigt beispielhaft Wechselverformungskurven verschiedener UFG AlMg Proben.

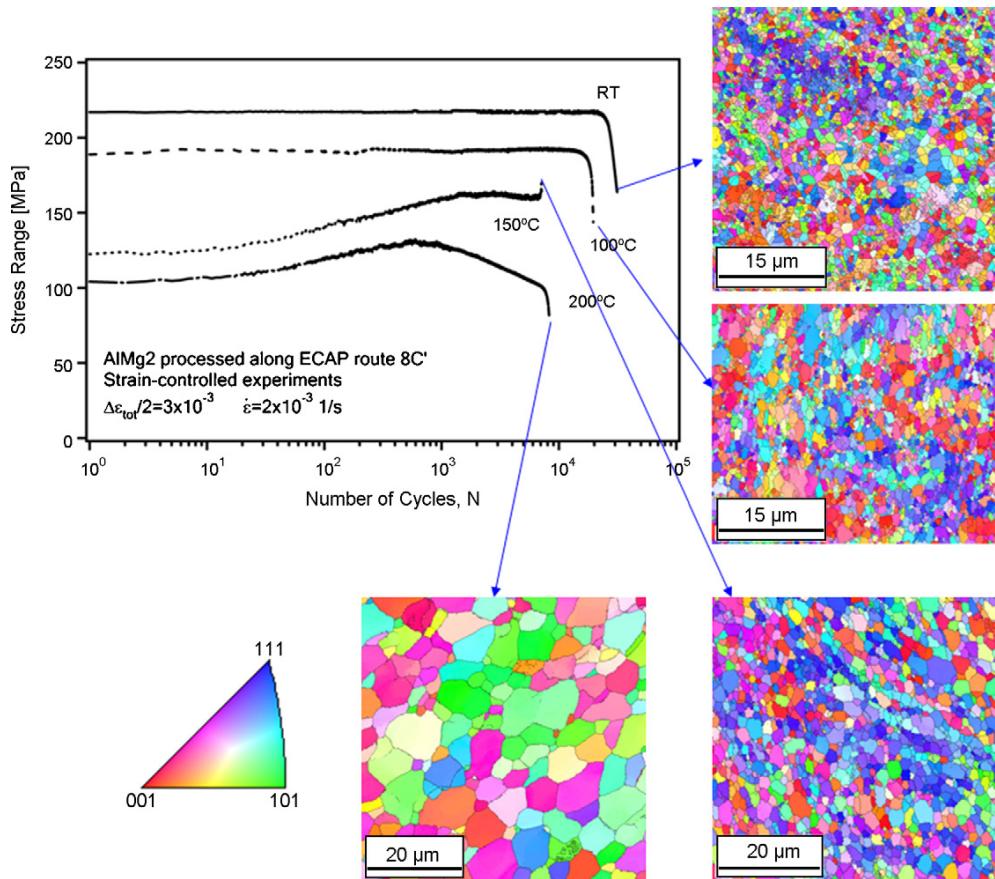


Abbildung 2.25: Wechselverformungskurven von UFG AlMg im Bereich erhöhter Versuchstemperaturen sowie EBSD Aufnahmen zur Charakterisierung der mikrostrukturellen Entwicklung [Can08]

Offensichtlich bewirkt eine Erhöhung der Temperatur auf Werte von über 150 °C im Falle der UFG AlMg2 Legierung eine erhebliche Abnahme der Lebensdauer im Vergleich zu Versuchen bei Raumtemperatur. Mikrostrukturelle Untersuchungen im Rahmen der gleichen Studie konnten aufzeigen, dass bei Überschreiten einer kritischen Temperatur, welche abhängig vom Legierungsgehalt ist, eine erhebliche Kornvergrößerung stattfindet, welche zu rascher Entfestigung und somit erhöhter Plastizität führt [Can08]. Da die Vergrößerung der Mikrostruktur in großen Bereichen der Probe und nicht stark lokalisiert erfolgt, ist die Abnahme in der Lebensdauer dabei aber nicht extrem ausgeprägt.

Bei einer bruchmechanischen Betrachtung der Eigenschaften schneiden die UFG Werkstoffe klar schlechter als ihre CG Pendants ab [Cav09, Hüb07, Vin07]. Vor allem der Schwellenwert  $\Delta K_{th}$  ist in den UFG Werkstoffen merklich reduziert. Abbildung 2.26 zeigt die Lage der „S-Kurven“ für CG und UFG Kupfer im Vergleich.

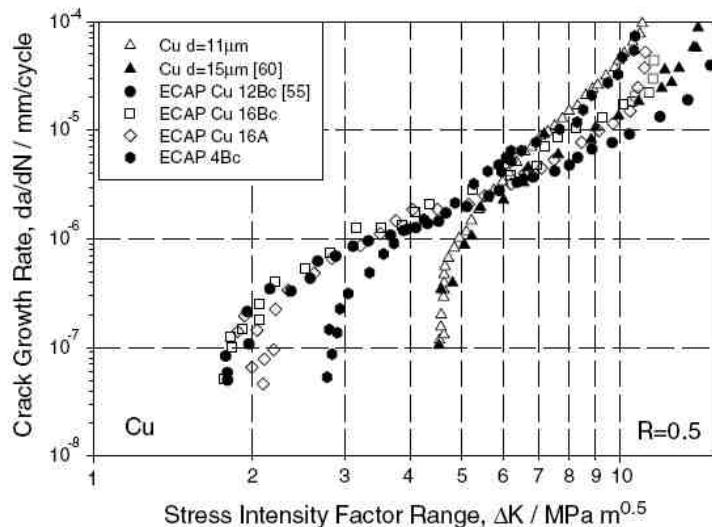


Abbildung 2.26: Bruchmechanisches Rissfortschrittsverhalten für CG und UFG Cu verschiedener mikrostruktureller Charakteristik [Vin07]

Mikrostrukturelle Untersuchungen konnten aufzeigen, dass in den UFG Materialien der Risspfad wesentlich weniger gewunden ist, d.h. durch einen wesentlich geringeren Energieaufwand für den Rissfortschritt gekennzeichnet ist [Cav09, Hüb07, Vin07]. Des Weiteren scheint es kein merkliches Risseschließen zu geben. Dieser Umstand hat ebenfalls ein beschleunigtes Risswachstum zur Folge, da der entscheidende Faktor für den Rissfortschritt, d.h. der effektive Spannungsintensitätswert  $\Delta K_{\text{eff}}$  Wert, größer ist [Hüb07].

Lediglich für die kfz UFG Werkstoffe besteht eine ausreichende Datenbasis, um verschiedene Einflussparameter zu bewerten und kritische Randbedingungen hinsichtlich der Ermüdungseigenschaften aufzuzeigen. Sowohl für die krz als auch für die hdp Werkstoffe gab es bis zum Zeitpunkt der Durchführung der vorliegenden Dissertation nur eine spärliche Anzahl an Veröffentlichungen, so dass eine systematische Untersuchung des Verhaltens dieser Gruppe von UFG Werkstoffen die Motivation für die vorliegende Arbeit war. Besonders im Hinblick auf die Unterschiede im Verformungsverhalten von kfz und krz/hdp Werkstoffen ist eine Untersuchung des Einflusses einer UFG Mikrostruktur von entscheidender Bedeutung für das tiefer gehende Verständnis der Ermüdungseigenschaften dieser neuen Klasse von Werkstoffen.

## 3 Experimentelle Methoden

### 3.1 Materialien

Die Untersuchungen der vorliegenden Arbeit wurden an zwei verschiedenen krz UFG Werkstoffen durchgeführt. Zur Verfügung standen eine kommerziell verfügbare Stahlgüte, ein sog. IF (interstitial free) Stahl<sup>6</sup> sowie eine Niob-Zirkonium (NbZr) Legierung. Die chemischen Zusammensetzungen der beiden Werkstoffe sind in Tabelle 3.1 angegeben.

Tabelle 3.1: Chemische Zusammensetzung der untersuchten Werkstoffe [Nie06, Nie07]

IF Stahl								
Element	C	Al	S	N	O	Ti	Nb	Fe
Ma.-%	0,0023	0,05	0,0077	0,0018	0,002	0,065	0	Rest
NbZr								
Element	Zr	Ta	O	N	H	Fe	C	Nb
Ma.-%	1	0,06	0,02	0,006	0,0003	0,0035	0,006	Rest

Beide Werkstoffe sind kommerziell verfügbar, weisen aber jeweils nur sehr geringe Anteile an Verunreinigungen auf (vgl. Tabelle 3.1). Die Legierungskonzepte der beiden Werkstoffe zielen dabei auf unterschiedliche Effekte ab. Beim IF Stahl wird Titan zulegiert, um den im Material vorhandenen Kohlenstoff auf den Korngrenzen in Form von Titankarbiden abzubinden. Des weiteren besteht die Möglichkeit zur Ausscheidungshärtung mittels entsprechender Wärmebehandlung [Gho06]. Im Falle des NbZr dient das Zirkonium allein der Mischkristallverfestigung, die maximale Löslichkeit des Zirkoniums in Niob beträgt 15,2 Ma.-%. Somit ergibt sich in der gegebenen Zusammensetzung des NbZr nicht die Möglichkeit der Bildung von Ausscheidungen [Smi92].

Die mechanischen Eigenschaften des IF Stahls sind gekennzeichnet durch eine geringe Fließgrenze sowie Zugfestigkeit und eine hohe Duktilität. Einsatz findet der IF Stahl in Produkten, die bei Raumtemperatur hohe Umformgrade verlangen, wie z.B. tiefgezogene Bauteile im Automobil. Das NbZr ist in seiner grobkörnigen Variante ebenfalls durch geringe Festigkeiten und hohe Duktilität gekennzeichnet. Da sich das Niob durch eine hohe Neutroneneinfangfläche auszeichnet, findet dieser Werkstoff aktuell eher im Reaktorbau

<sup>6</sup> In der DIN EN ist mit der Güte DC06 ein dem IF Stahl vergleichbarer Stahl aufgeführt

Verwendung, aufgrund seiner hohen Korrosionsbeständigkeit und ausgezeichneten Biokompatibilität ist aber ein Einsatz als Implantatwerkstoff (unter der Voraussetzung gesteigerter Festigkeit) zukünftig denkbar [Mat01, Sad07].

Die in Tabelle 3.1 aufgeführten Werkstoffe wurden mittels ECAP entlang verschiedener Routen bei Raumtemperatur umgeformt. Die Herstellung des krz UFG Materials wurde dabei vollständig durch einen amerikanischen Projektpartner, der Fachgruppe von Professor I. Karaman (Department of Mechanical Engineering) an der Texas A&M University, durchgeführt. Das verwendete Gesenk, welches als spezielles Merkmal bewegte Seitenwände aufweist, um die Reibung im Kanal zu reduzieren ("sliding walls concept" [Seg95b]), weist einen Querschnitt von  $25\text{ mm} \times 25\text{ mm}$  auf. Um eine möglichst große Breite verschiedener UFG Mikrostrukturen untersuchen zu können, wurden die Materialien entsprechend verschiedener ECAP Routen (Spektrum von 1A bis 16E) umgeformt. In den Untersuchungen wurde nur das UFG Material aus der homogen umgeformten Zone, welche eine Funktion der ECAP Prozessroute ist, verwendet (siehe Kap. 2.2 und [Bar04]).

## 3.2 Prüfsysteme und Proben

In Rahmen der Untersuchungen wurde eine Reihe von Messapparaturen verwendet, welche im folgenden kurz vorgestellt werden sollen. Dabei wird das Hauptaugenmerk auf der jeweiligen Probenvorbereitung und den Versuchsrandbedingungen liegen. Auf eine detaillierte Dokumentation der jeweiligen Anlagen wird zumeist verzichtet, da die jeweiligen Funktionsprinzipien als bekannt vorausgesetzt werden. Wenige Versuchsaufbauten werden detailliert beschrieben, da ihre Konzeption im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführt wurde.

### Verwendete Probenformen

Für die diversen Untersuchungen wurden verschiedene Probengeometrien verwendet. Allen Probengeometrien war gemein, dass diese nicht einer Norm entsprechen, so dass Vergleiche zwischen verschiedenen Werkstoffzuständen immer nur auf Versuchsreihen mit gleicher Probengeometrie basieren. In Abbildung 3.1 sind die in dieser Arbeit verwendeten Probengeometrien dargestellt.

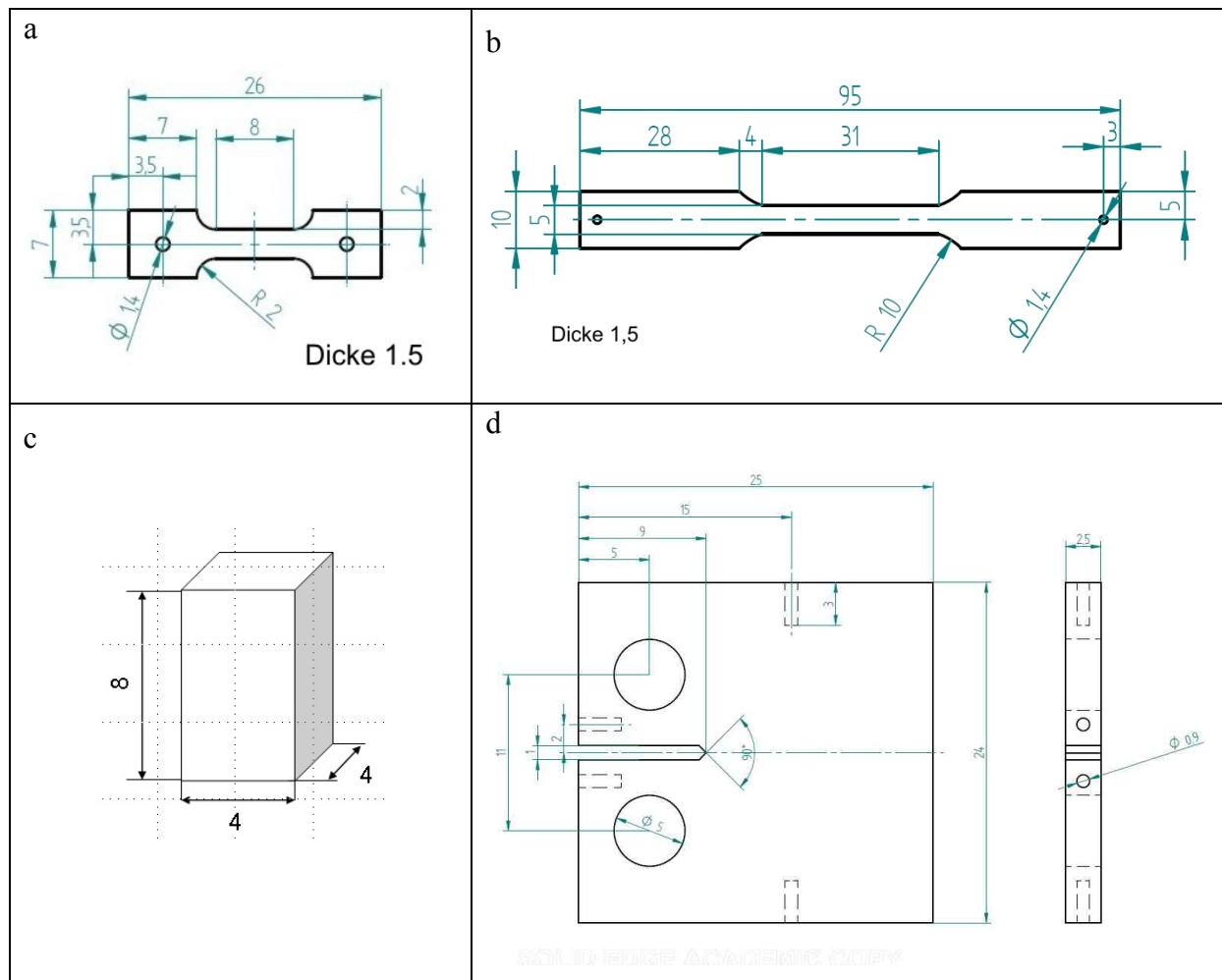


Abbildung 3.1: Verwendete Probengeometrien (weitere spezielle Probengeometrien werden in Kapitel 4.8 dargestellt), a) Miniaturprobe LCF, b) Probe für Versuche bei erhöhter Temperatur, c) Druckprobe, d) Miniatur CT (Compact Tension) Probe

Alle Probengeometrien waren auf höchste Materialeffizienz hin optimiert, d.h. es wurden jeweils die für die vorhandenen Prüfsysteme minimal möglichen Abmessungen gewählt. Dieser Weg der maximal möglichen Miniaturisierung wurde gewählt, da a) die ECAP Prozessführung (gerade bei den Werkstoffen Stahl und NbZr) immer noch sehr komplex ist und somit die insgesamt vorhandene Menge an UFG Material limitiert war, b) nur bei der Verwendung von Miniaturproben die Untersuchung des Effekts von richtungsabhängigen Eigenschaften überhaupt möglich war (ECAP Gesenk: 25 mm × 25 mm) und c) eine Miniaturisierung der Proben aufgrund der mikrostrukturellen Größen als unkritisch betrachtet werden konnte (d.h. Probengröße  $\gg$  Korngröße). Zumeist wurden die Proben so gefertigt, dass die Belastungsrichtung in den Versuchen der Extrusionsrichtung im ECAP Prozess entsprach. Bei anders entnommenen Proben wird in den jeweiligen Kapiteln darauf hingewiesen werden. Alle Proben wurden mittels Drahterdieren gefertigt und im Anschluss

wurde durch mechanisches Schleifen die Randschicht entfernt, um einen Einfluss des Erodierens auf die ermittelten Eigenschaften ausschließen zu können. Details zu der finalen Präparation für die einzelnen Versuche werden im Folgenden dargestellt.

### ***Servohydraulische und Elektromechanische Prüfmaschinen***

Die in dieser Arbeit durchgeführten Zugversuche wurden zumeist mit servohydraulischen Prüfmaschinen in Dehnungs- bzw. Kraftregelung durchgeführt. Ergänzende Versuche mit sehr geringen Dehnraten bei erhöhten Temperaturen wurden in Wegregelung in einer elektromechanischen Prüfmaschine durchgeführt. Die servohydraulischen Prüfmaschinen waren ausgestattet mit Kraftmessdosen, die bis zu einer maximalen Kraft von 100 kN bzw. 15 kN belastbar waren. Zudem waren verschiedene Extensometer vorhanden. Für Messungen der Dehnungen an den Miniaturproben stand ein Miniaturextensometer mit einer Messbasis von 3 mm zur Verfügung, welches direkt an der Probe befestigt wurde. Für Messungen bei erhöhten Temperaturen wurde ein Extensometer mit keramischen Schneiden verwendet. Letzteres wurde durch eine externe Federkraft auf den Proben angebracht, die Messbasis betrug 12 mm.

Die meisten Versuche wurden an Laborluft bei Raumtemperatur durchgeführt. Für die Versuche bei erhöhter Temperatur (maximal bis 440 °C) wurden entweder ein geregelter Miniaturstrahlungsofen, eine induktive Heizung oder geregelte Heißluftströme verwendet. Die Temperaturen wurden jeweils mittels eines Thermoelements vom Typ K bestimmt, welches im Messbereich der Proben angebracht war.

Vor allen mechanischen Untersuchungen wurden die Proben durch mechanisches Schleifen mit Silizium-Karbid Nassschleifpapier (Körnung von bis zu 5 µm) geschliffen, um eine definierte Oberflächengüte einzustellen. Die Probenquerschnitte wurden mittels einer Bügelmessschraube erfasst und erlaubten die Berechnung der wirksamen Spannungen.

### ***Prüfstand für bruchmechanische Untersuchungen***

Zur Untersuchung des Rissausbreitungsverhaltens in UFG Materialien erfolgte an sog. CT-Proben (vgl. Abbildung 3.1), den für diese Art der Untersuchungen gebräuchlichen Standardproben [AST08]. Hierzu war der Aufbau eines entsprechenden Systems an einer der servohydraulischen Prüfmaschinen erforderlich. Die Messung der Risslänge sollte dabei mittels des sog. Elektro-Potentialverfahrens erfolgen. Bei diesem Verfahren wird die Probe mit einem konstanten Strom beaufschlagt, wobei die über den Riss bestimmte Potentialänderung (durch die Änderung des elektrischen Widerstands des Restprobenquerschnitts) bei Risswachstum erfasst und über die Verwendung einer Kalibrierkurve in eine Risslänge umgerechnet wird. Die Abmaße der in der vorliegenden

Arbeit verwendeten Proben sind bereits im Abschnitt *Verwendete Probenformen* dargestellt worden. Die Probengeometrie war angelehnt an die in der ASTM Norm vorgegebenen Abmessungen (die Maße der UFG Proben waren limitiert durch die Größe des ECAP Kanals) [AST08], unterschritt jedoch das in den älteren Normen vorgegebene Dickenkriterium. Die Dicke der Proben musste im Fall der miniaturisierten CT Proben unbedingt limitiert werden, da sonst die Einspannungen zu hoch belastet und somit ein Versagen in den Einspannungen wahrscheinlich gewesen wäre. Des Weiteren limitierte der kleine Probenquerschnitt die Höhe des möglichen Stromes und somit die Größe des aufgenommenen Messsignals, da eine zu hohe Stromstärke zu einer unzulässigen Probenerwärmung geführt hätte. Die erwähnten Randbedingungen erforderten somit den Aufbau eines CT-Proben Prüfstands, der sich durch sehr kleine elektrische Größen auszeichnete. Die verwendete Stromquelle lieferte eine maximale Stromstärke von 10 A, das Voltmeter zur Bestimmung der Potentialänderung hatte eine Auflösung von 1 nV.

Die Berechnung der Risslänge erfolgte mittels eines in LabView implementierten Programmes, die Regelung der Versuche in  $\Delta K$ -Regelung erfolgte durch die servohydraulische Prüfmaschine.

### ***Härteprüfung***

Als eine weitere Möglichkeit zur mechanischen Prüfung der UFG Werkstoffe verschiedener Zustände stand ein Vickers-Mikrohärteprüfer zur Verfügung, welcher mit einer Digitalkamera und einer entsprechenden digitalen Auswerteeinheit ausgestattet war. Je nach untersuchtem Aspekt (z.B. Entwicklung der Gesamtstruktur oder der Randschicht) variierten die Prüflasten in einem Bereich von 0,1 N bis 10 N (HV0,01 bis HV1).

### ***Dehnungsmessung mittels digitaler Bildkorrelation (DIC)***

Zur Auswertung lokaler Dehnungen auf den Oberflächen verschiedener Proben wurde das Verfahren der digitalen Bildkorrelation angewendet. Zur Vorbereitung dieser Versuche wurden die Proben elektropoliert (vgl. Abschnitt *Rasterelektronenmikroskop*) und dann mit einem zufälligen Punktemuster versehen. Dieses mikroskalige Punktemuster wurde mittels eines handelsüblichen Airbrush-Sets aufgetragen. Als Farbe wurden ein schwarzer Hochtemperatlack und in Isopropanol gelöste feine Siliziumpartikel verwendet. Ein typisches Erscheinungsbild einer entsprechend markierten Probe zeigt Abbildung 3.2. Zur Dehnungsanalyse wertete eine entsprechende DIC Software, im Falle der in dieser Arbeit vorgestellten Ergebnisse das Programm "VIC-2D" von Limess-Messtechnik, letztendlich die Verschiebungsfelder markanter Punkte, d.h. der mikroskaligen Farbpunkte, auf der Oberfläche der zu untersuchenden Probe aus (zu messtechnischen Details siehe [Aba02, Kir07]). Für die

mikroskopischen Aufnahmen stand ein digitales Mikroskop zur Verfügung. Das Mikroskop war ausgerüstet mit einem Weitbereichsobjektiv (Arbeitsabstand 85 mm) und hatte eine Auflösung von  $1200 \times 1400$  Pixeln, die maximale Vergrößerung betrug 500x. Für die Aufnahmen wurde in regelmäßigen Abständen die zyklische Belastung der untersuchten Proben in den servohydraulischen Maschinen gestoppt, unter (statischer) definierter Last die Oberfläche aufgenommen und anschließend wieder mit der zyklischen Belastung fortgefahren. Nach einer Konvertierung der Farbaufnahmen in Graustufenbilder wurden diese mittels der DIC Software hinsichtlich der lokalen Dehnungen ausgewertet. Ausgewertet wurde jeweils der gesamte im Bildbereich befindliche Probenausschnitt. Dabei wurden die für die Auswertung der Dehnungen wichtigen Größen des lokal ausgewerteten Bereichs (Subsets) und der Überlappung dieser Bereiche bei der Auswertung (Stepsize) so gewählt, dass eine möglichst hohe Auflösung der lokalen Dehnungen zu erreichen war. Die mittels DIC bestimmten Werte wurden jeweils mit globalen Dehnungswerten, welche durch einen auf den Proben applizierten DMS-Messstreifen bestimmt wurden, verglichen, um die DIC Werte zu verifizieren.

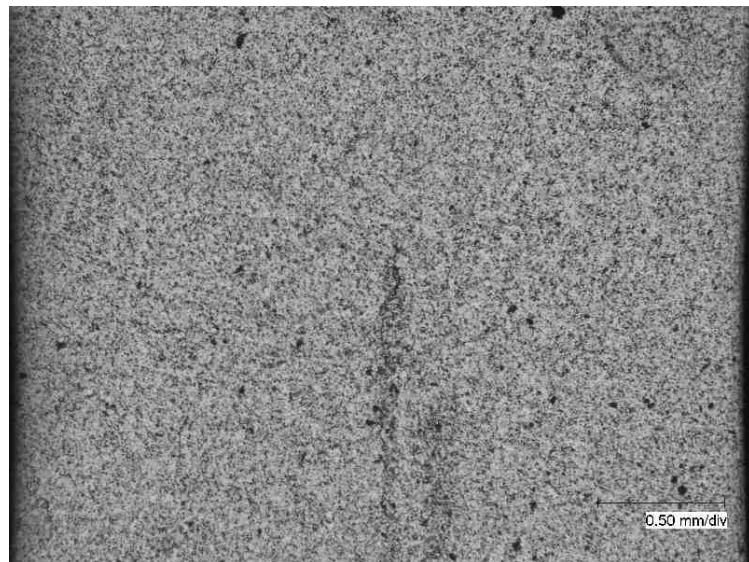


Abbildung 3.2: Probe mit zufälligem Markierungsmuster für die DIC Untersuchungen

#### ***Rasterelektronenmikroskop (REM) mit EBSD (Electron Backscatter Diffraction) Einheit***

Das REM wurde mit Beschleunigungsspannungen im Bereich von 12 kV bis zu 30 kV betrieben. Zur Auswertung verschiedener mikrostruktureller Aspekte wies es neben einem Sekundärelektronendetektor (SE) einen RückstreuElektronendetektor (BSE), einen energiedispersiven Röntgendetektor (EDX) sowie einen EBSD Detektor auf. Die Bruchflächenuntersuchungen ermüdeter Proben erfolgten ohne vorhergehende Präparation,

für EBSD war ein Elektropolieren der zu untersuchenden Oberfläche zwingend notwendig. Der IF Stahl wurde bei einem Potential von 30 V bei -40 °C mittels 5%iger Perchlorsäurelösung (gelöst in Ethanol) elektropoliert, das NbZr wurde mittels einer Lösung von 600 ml Methanol, 340 ml Butanol und 60 ml Perchlorsäure elektropoliert. Per EBSD wurde auf Flächen verschiedener Größen gescannt (abhängig von der jeweiligen Strukturgröße), minimal wurde eine Fläche von 30 µm × 30 µm bei einer Schrittweite von 0,15 µm gewählt.

### ***Transmissionselektronenmikroskop (TEM)***

Das TEM wurde bei einer Nennspannung von 200 kV betrieben. Die TEM Proben wurden zumeist mittels Schleifen und elektrolytischem Dünnen hergestellt. Dazu wurden zuerst Scheiben von 3 mm Durchmesser auf eine Dicke von 0,15 mm geschliffen und dann in einer Dünneinheit beidseitig elektrolytisch abgetragen bis eine elektronentransparente Schicht entstand. Dazu wurden verschiedene Elektrolyte und Einstellungen verwendet: Für den IF Stahl wurde 5%ige Perchlorsäurelösung (gelöst in Ethanol) verwendet, die Prozesstemperatur betrug bei einem Potential von 25 V -40 °C; das NbZr wurde mittels einer Lösung von 600 ml Methanol, 340 ml Butanol und 60 ml Perchlorsäure bei einem Potential von 70 V und bei -25 °C gedünnt. Im Falle einer zwingend erforderlichen Zielprobenpräparation, d.h. einer exakten Entnahme der Probe an einer zuvor bestimmten Position (Größenordnung µm), wurden die TEM Proben mittels der Focused Ion Beam (FIB)-Technik (durch einen Projektpartner, die Arbeitsgruppe von Professor Eggeler an der Ruhr-Universität Bochum) gefertigt.

### ***Rasterkraftmikroskop (Atomic Force Microscope (AFM))***

Das AFM wurde bei Raumtemperatur in Laborluft genutzt. Zur Untersuchung der Topographie verschiedener Probenzustände wurden die Oberflächen verschiedener Proben im sog. "Tapping" Modus untersucht, d.h. die Nadelspitze der durch einen Piezoaktor angeregten Messsonde berührte die Probenoberfläche zeitweise. Bei den zu untersuchenden Probenzuständen handelte es sich einerseits um rein elektropolierte Proben oder auch um ermüdeten Proben, die jedoch vor der mechanischen Belastung ebenfalls elektropoliert worden waren (die verwendeten Elektrolyte sind im Abschnitt *Rasterelektronenmikroskop* aufgeführt).

### ***Röntgendiffraktometer (XRD)***

Das XRD, welches mit einer Kupferröhre ausgestattet war und mit 40 kV und 50 mA betrieben wurde, diente der Bestimmung der Textur der UFG Materialien nach dem ECAP und in ermüdeten Zuständen. Die Proben waren jeweils mechanisch geschliffen (min.

Körnung 5  $\mu\text{m}$ ). Beim IF Stahl wurden zur Auswertung die Ebenen<sup>7</sup>  $<110>$  (44,568),  $<200>$  (64,910) und  $<211>$  (82,303) herangezogen, beim NbZr die Ebenen  $<110>$  (38,464),  $<200>$  (55,594) und  $<211>$  (69,526). Die Auswertung erfolgte mittels der frei zugänglichen Software "popLA" [Kal91].

### ***Laser-Konfokalmikroskop***

Zur Charakterisierung der Entwicklung der Oberflächentopographie wurde ein Laser-Konfokalmikroskop eingesetzt. Die Messungen erfolgten auf den Oberflächen von UFG IF Stahl Proben, welche vor der zyklischen Belastung mittels SiC-Schleifpapier (bis zu einer Körnung von 5  $\mu\text{m}$ ) geschliffen wurden. Die Wellenlänge des verwendeten Lasers betrug 408 nm (violett-Laser), und bei allen Messungen wurde hochauflösend (Auflösung in z-Richtung  $\sim 0,05 \mu\text{m}$ ) gescannt.

---

<sup>7</sup> Die Winkellagen der Ebenen sind in 2 Theta [°] angegeben.

## 4 Ergebnisse und Diskussion

### 4.1 Mikrostrukturelle Entwicklung in Abhangigkeit der ECAP Route

Bei den krz UFG Werkstoffen ist die mikrostrukturelle Entwicklung wie auch schon im Fall der kfz UFG Werkstoffe (vgl. Kap. 2.3) stark abhangig von der Anzahl der ECAP Passe und vor allem von der gewahlten Route. Die Wahl der Prozessbedingungen beim ECAP hat dabei auf verschiedene mikrostrukturelle Charakteristiken einen unterschiedlich ausgepragten Einfluss. Die Abbildungen 4.1 bis 4.4 zeigen den Einfluss der ECAP Parameter auf die mikrostrukturelle Entwicklung fur den IF Stahl. In Abbildung 4.1 sind inverse Polfiguren (XRD) fur IF Stahl im grobkornigen Zustand, nach 2 Passen entsprechend der Route A und nach 16 Passen entsprechend der Route E dargestellt. Offensichtlich scheinen die Intensitaten in den entsprechenden Diagrammen mit der Anzahl an Passen zu steigen. Vergleiche mit an dieser Stelle nicht gezeigten inversen Polfiguren weiterer UFG Varianten konnen jedoch keinen offensichtlichen Trend bezuglich der Intensitat aufzeigen. Aus Abbildung 4.1 geht jedoch klar hervor, dass sich die Auspragung der Textur zwischen den einzelnen IF Stahl Varianten nicht wesentlich unterscheidet. Die maximalen Intensitaten sind im Falle aller hier gezeigten Varianten fur die {001} und die {111} Ebenen in der 3-Richtung (entspricht in diesem Fall der Extrusionsrichtung beim ECAP) zu finden, wobei ebenfalls bei allen Varianten die {111} Ebene in 1- und 2-Richtung minimale Intensitatswerte annimmt. Es lsst sich somit festhalten, dass die Art der ECAP Prozessfuhrung im Falle des IF Stahls nur einen untergeordneten Einfluss auf die Art und die Hohe der finalen Textur hat. Die im grobkornigen Zustand vorhandene Walztextur bleibt also auch nach einer hohen Anzahl an ECAP Schritten vorhanden, somit kann ausgeschlossen werden, dass Prozesse wie z.B. eine dynamische Rekristallisation, welche eine Texturanderung bewirken wurde, wahrend der ECAP Verformung in hohem Mae auftreten.

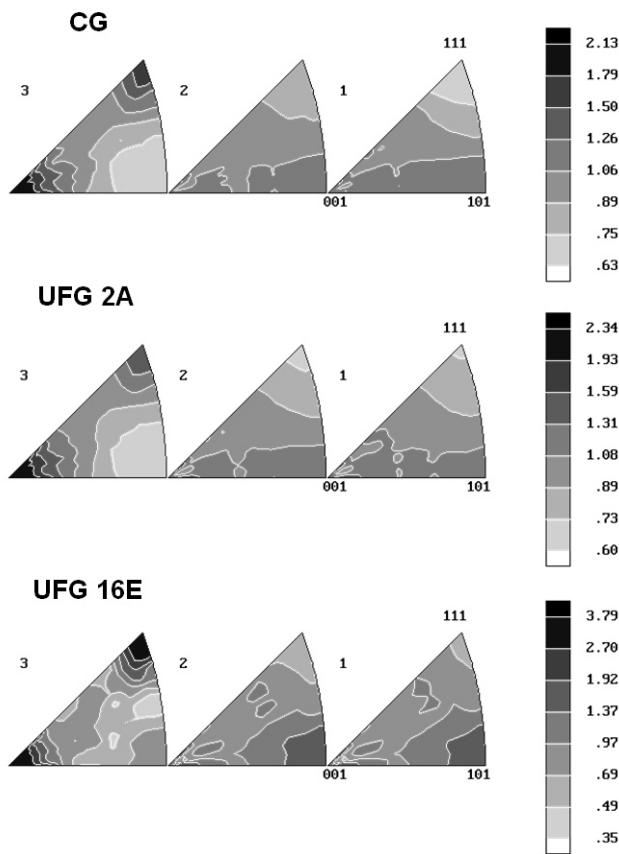


Abbildung 4.1: Texturentwicklung in UFG IF Stahl (CG (As-Received=Anlieferungszustand), 2A, 16E)

Einen erheblich größeren Einfluss hat die Art der ECAP Prozessführung auf den Parameter Korngröße, wie dies in Abbildung 4.2 anhand von TEM Hellfeldaufnahmen gezeigt wird. Die Korngröße bezieht sich in diesem Falle nicht allein auf die flächige Ausdehnung der Körner, vielmehr spielt auch die Kornmorphologie eine entscheidende Rolle. Abbildung 4.2a zeigt die mikrostrukturelle Ausprägung des CG IF Stahls. Die mittlere Korngröße von  $400 \mu\text{m}$  ist natürlich nicht mittels der TEM Aufnahme zu erfassen, daher ist hier lediglich die Versetzungsanordnung an Korngrenzen und im Korn beispielhaft gezeigt. Nach ECAP entsprechend der Route 2A (Abbildung 4.2b) ist die Korngröße bereits erheblich reduziert, weist aber eindeutig eine richtungsabhängige Größe auf, was durch die Strecken 1 und 2 beispielhaft für ein Korn aufgezeigt wird. Diese Art der gelängten Struktur tritt in diesem Ausmaß nur bei den Routen 1A und 2A auf, kann jedoch lokal auch in anderen UFG Varianten gefunden werden (vgl. Kapitel 4.9). Neben der Kornfeinung tritt auch eine erhebliche Erhöhung der Versetzungsichte im Korninneren auf, wobei die Versetzungsichte für verschiedene Körner nicht als konstant angesehen werden kann. Weitere Verformung mittels ECAP sorgt für eine weitergehende Feinung der Mikrostruktur. Abbildung 4.2c zeigt

die Mikrostruktur eines  $4B_C$  IF Stahls. Im Vergleich zum IF Stahl der Route 2A ist offensichtlich, dass die Körner nicht mehr in dem Maße gelängt sind und die Versetzungsdichte nochmals erheblich gesteigert ist. Nach einer weiteren Erhöhung der Passzahl auf 8 Pässe unter Beibehaltung der Route ( $B_C$ ) scheint die Korngröße auf einem ähnlichen Niveau zu sättigen (Abbildung 4.2d), im Vergleich zur Route  $4B_C$  scheinen diese Körner nun aber nahezu globular zu sein und dabei eine wesentlich geringere Versetzungsdichte aufzuweisen. Die Korngrenzen im  $8B_C$  Material scheinen zu großen Teilen dabei wesentlich schärfer umrissen zu sein, was auf einen veränderten Charakter dieser Korngrenzen hindeutet. Mittels TEM ist dieser Aspekt aber nur sehr aufwändig zu untersuchen, so dass die entsprechende Charakterisierung von Korngrenzen generell mittels EBSD durchgeführt wurde (vgl. Abbildung 4.3).

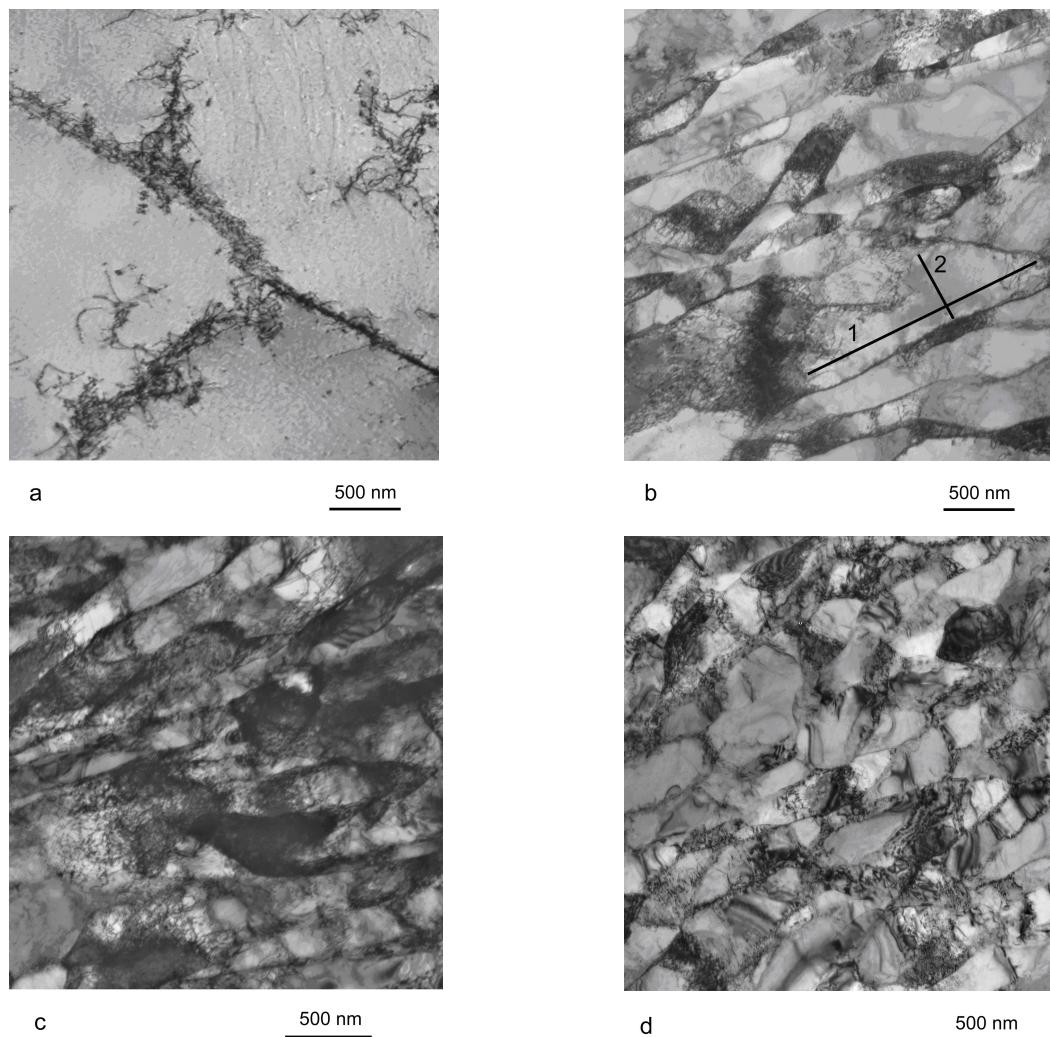


Abbildung 4.2: TEM Hellfeldaufnahmen von UFG IF Stahl in verschiedenen Zuständen, a) CG, b) 2A, c)  $4B_C$ , d)  $8B_C$  [Nie06]

Im Vergleich zu den TEM Aufnahmen erscheint die mittels EBSD erfasste Mikrostruktur oftmals anders (für einen direkten Vergleich siehe Kapitel 4.7.5). Primär ist die Korngröße in den TEM Aufnahmen gegenüber der Korngröße in den EBSD Diagrammen reduziert, was auf die unterschiedlichen Kontrast bildenden strukturellen Größen zurückzuführen ist [Nie07b]. Das TEM ist in der Lage auch kleinste Orientierungsunterschiede von unter einem Prozent zu erfassen, das EBSD System erfasst nur Unterschiede von mehr als einem Prozent, somit erscheinen die Strukturen in ersterem Falle wesentlich feiner. Da zur Beschreibung der Korngrenzenverteilungscharakteristik (WKGs und GWGs) im Hinblick auf die mechanischen Eigenschaften vor allem die Korngrenzen mit großen Orientierungsunterschieden wichtig sind, ist die Charakterisierung mittels EBSD für diesen Aspekt besser geeignet. Abbildung 4.3 zeigt die mikrostrukturelle Ausprägung von UFG IF Stahl, welcher entsprechend der Routen 4C bzw. 4E umgeformt worden ist.

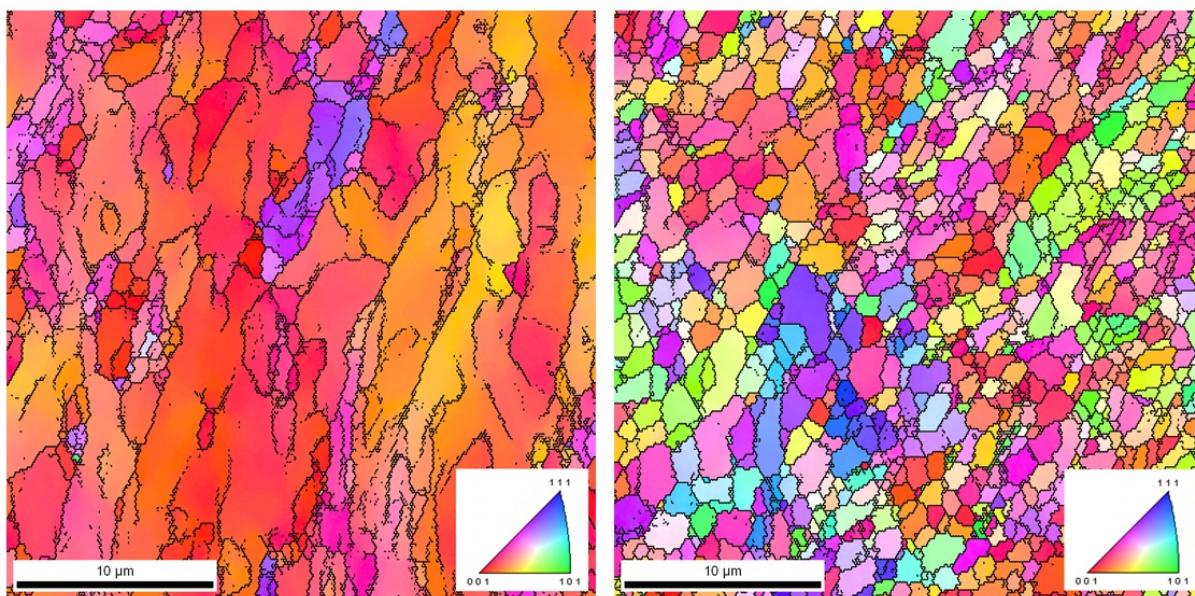


Abbildung 4.3: EBSD Aufnahmen (Inverse Polfiguren, IPF) von UFG IF Stahl der Routen 4C (links) und 4E (rechts), nach [Nie07b]

Beim Vergleich der in Abbildung 4.3 gezeigten Mikrostrukturen ist direkt ersichtlich, dass die mikrostrukturelle Entwicklung des UFG IF Stahls eine Funktion der ECAP Prozessroute ist. Die Route C führt zur Ausbildung von länglichen Kornstrukturen mit hohen Anteilen an WKGs, ist aber bezüglich einer optimierten Kornfeinung, d.h. kleiner durchschnittlicher Korngrößen und hoher Anteile an GWGs, eher ineffizient. Zu erkennen ist dies an den gleichmäßig gefärbten Bereichen in der EBSD Darstellungsform „Inverse Polfigur“. In dieser Darstellungsform kennzeichnet die Farbe eines einzelnen Bereichs seine Orientierung, diese

ist mittels der Angaben im Standarddreieck direkt auswertbar. Gleich bzw. ähnlich gefärbte Bereiche haben somit eine ähnliche Orientierung, was bei einem Farbverlauf wie in Abbildung 4.3 (links) das Vorhandensein von großen Anteilen von KWKGs anzeigt (dies sind die schwarz markierten Grenzen, welche farblich ähnliche Bereiche trennen). Abbildung 4.3 (rechts) zeigt dagegen eine Mikrostruktur, in der die durch die Korngrenzen getrennten Bereiche oftmals unterschiedlich farblich kodiert sind, d.h. die entsprechenden Korngrenzen weisen somit große Missorientierungen auf. Die Route E (wie auch die Route B<sub>C</sub>) führt somit zu optimierten Mikrostrukturen, diese Routen sind folglich im Hinblick auf optimierte Materialeigenschaften vorzuziehen, da diese Eigenschaften vornehmlich eine Funktion des Anteils an GWKGs sind [Val06b].

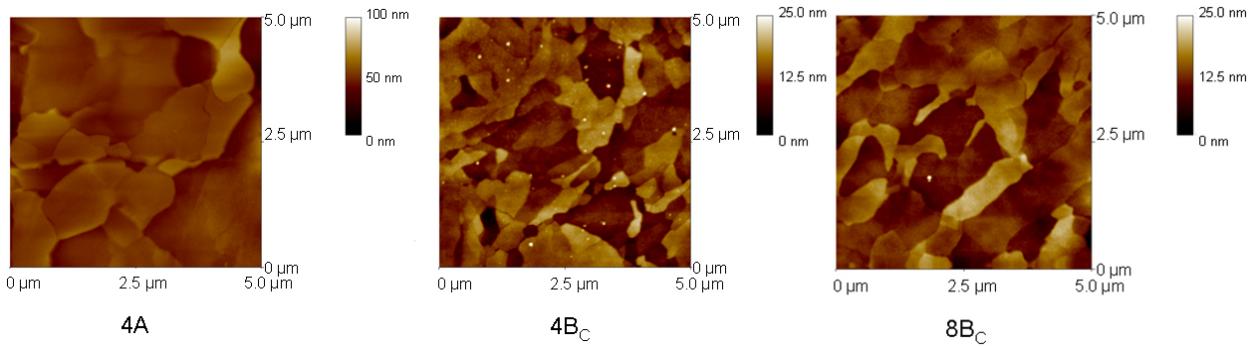


Abbildung 4.4: AFM Aufnahmen von UFG IF Stahl der Routen 4A, 4B<sub>C</sub> und 8B<sub>C</sub> [Nie09b]

Eine weitere Methode zur Charakterisierung der Mikrostruktur ist die Untersuchung mittels AFM. Das laterale Auflösungsvermögen des AFM entspricht in etwa der Auflösung des EBSD Systems. Vorteilhaft ist jedoch, dass Informationen zur Oberflächentopographie direkt quantitativ bestimmbar sind und somit eine Untersuchung der Topographieentwicklung in Abhängigkeit der Belastung möglich ist (vgl. Kapitel 4.7.6). Abbildung 4.4 zeigt mikrostrukturelle Details von UFG IF Stahl der Routen 4A, 4B<sub>C</sub> und 8B<sub>C</sub>. Offensichtlich ist die Kornfeinung bei der Route 4A weniger effektiv, die zu beobachtenden Korngrößen sind größer als die der Routen 4B<sub>C</sub> und 8B<sub>C</sub>. Letztere Routen unterscheiden sich nur marginal hinsichtlich ihrer Erscheinungsform, die Korngrößen sind ähnlich und beide Varianten scheinen eine leichte Richtungsabhängigkeit aufzuweisen. Somit zeigen die in Abbildung 4.4 vorgestellten Ergebnisse eindeutig, dass auch bei den sog. optimierten ECAP Routen (d.h. min. 4 Pässe entlang der Routen B<sub>C</sub> oder E) lokal immer noch gelängte Strukturen auftreten können.

Die mikrostrukturelle Entwicklung des ebenfalls krz NbZr beim ECAP unterscheidet sich im Wesentlichen nicht von der Entwicklung des IF Stahls. Wie aus Abbildung 4.5 ersichtlich

wird, sind die maximalen Textur-Intensitätswerte wie auch im Falle des IF Stahls nicht stark ausgeprägt. Auffällig ist jedoch, dass sich die Ausprägung der Textur im Falle verschiedener NbZr Varianten etwas stärker unterscheidet als im Falle des IF Stahls. Die Ursache für diese unterschiedliche Entwicklung ist unklar, jedoch können die homologe Temperatur  $T_h$ <sup>8</sup> ( $T_h = 0,11$  (NbZr) bzw.  $T_h = 0,16$  (IF Stahl)) während des ECAP und damit verbundene Unterschiede im Fließverhalten als eine Möglichkeit angesehen werden [Val06b]. Im Falle der beiden optimierten ECAP Prozessrouten 8B<sub>C</sub> und 16E ist die Ausprägung jedoch wieder sehr ähnlich, so dass der Einfluss der Textur auf das mechanische Verhalten im Vergleich dieser beiden Routen im Falle des UFG NbZr als eher gering angesehen werden kann.

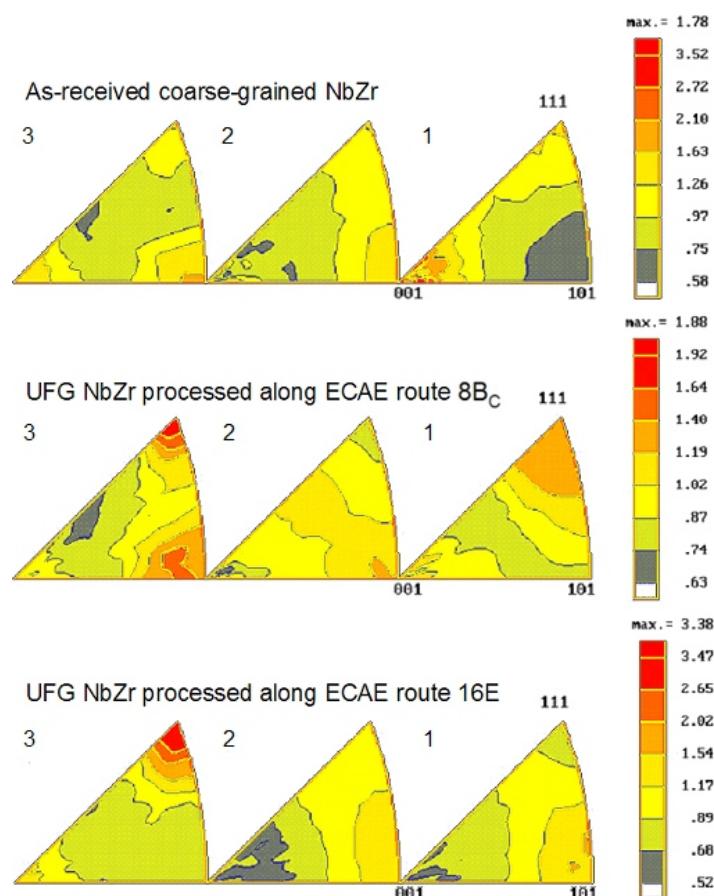


Abbildung 4.5: Texturentwicklung in UFG NbZr (CG (AsRec), 8B<sub>C</sub>, 16E) [Nie07]

<sup>8</sup> Die homologe Temperatur ist definiert als der Quotient der Temperatur und des Schmelzpunkts eines Materials.

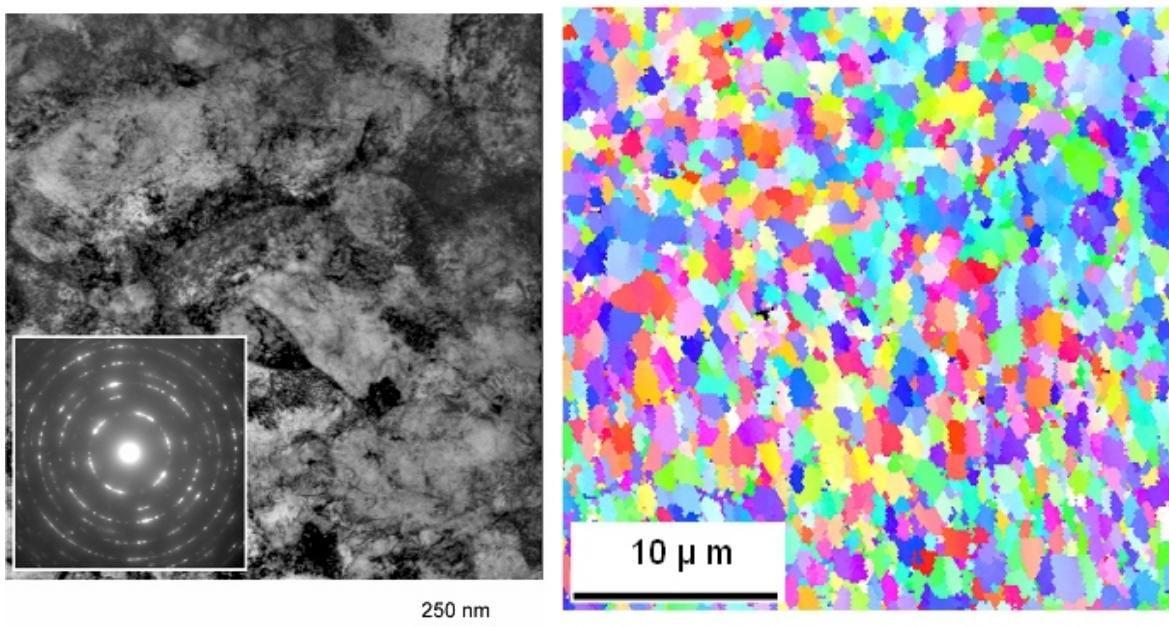


Abbildung 4.6: TEM Hellfeldaufnahme (links) und EBSD Aufnahme (IPF, rechts) von NbZr der Route 16E [Nie07]

Die Entwicklung der mikrostrukturellen Größen wie der Korngröße und der Korngrenzencharakteristik ist ebenfalls der Entwicklung beim IF Stahl sehr ähnlich. Die Korngröße nach 16 Pässen entsprechend der Route E liegt mit 300 nm etwas unter der Korngröße des IF Stahls bei gleichen Umformbedingungen, die Mikrostruktur ist wie beim IF Stahl dominiert von GWKGs (Abbildung 4.6 rechts). Die geringere Korngröße im Verhältnis zum IF Stahl ist begründet in der niedrigeren homologen Temperatur bei der Umformung des NbZr. Hierdurch wird eine dynamische Erholung während des ECAP verhindert, so dass neben der geringeren Korngröße auch eine erhöhte Versetzungsichte (vgl. Abb. 4.2), wie dies die TEM Aufnahme zeigt, resultiert. Das in der TEM Aufnahme eingeblendete Beugungsbild zeigt offensichtlich, dass selbst in dem kleinen untersuchten Bereich primär GWKGs dominieren.

## 4.2 Mikrostrukturelle Stabilität bei einer Wärmebehandlung

Eine weitere Eingriffsmöglichkeit in die Mikrostrukturentwicklung stellt eine Wärmebehandlung im Anschluss an den ECAP Prozess dar. Da es sich bei mittels ECAP hergestelltem Material um eine hochverformte Struktur handelt, neigt die Mikrostruktur zu thermisch induzierter Instabilität. Im Falle des UFG Kupfer konnte in diversen Arbeiten aufgezeigt werden, dass sich durch eine gezielte Wärmebehandlung und eine hierdurch

eingestellte bimodale Mikrostruktur im Falle einer zyklischen Belastung eine wesentliche Eigenschaftsverbesserung ergibt [Höp01, Höp06, Mug03, Mug04]. Um auch für die krz UFG Werkstoffe den Einfluss einer Wärmebehandlung auf die Ermüdungseigenschaften untersuchen zu können, mussten in einem ersten Schritt die thermische Stabilität und das Erholungs-/ Rekristallisationsverhalten untersucht werden. Der Einfluss auf das Ermüdungsverhalten ist dann in Kapitel 4.7.1 dargestellt.

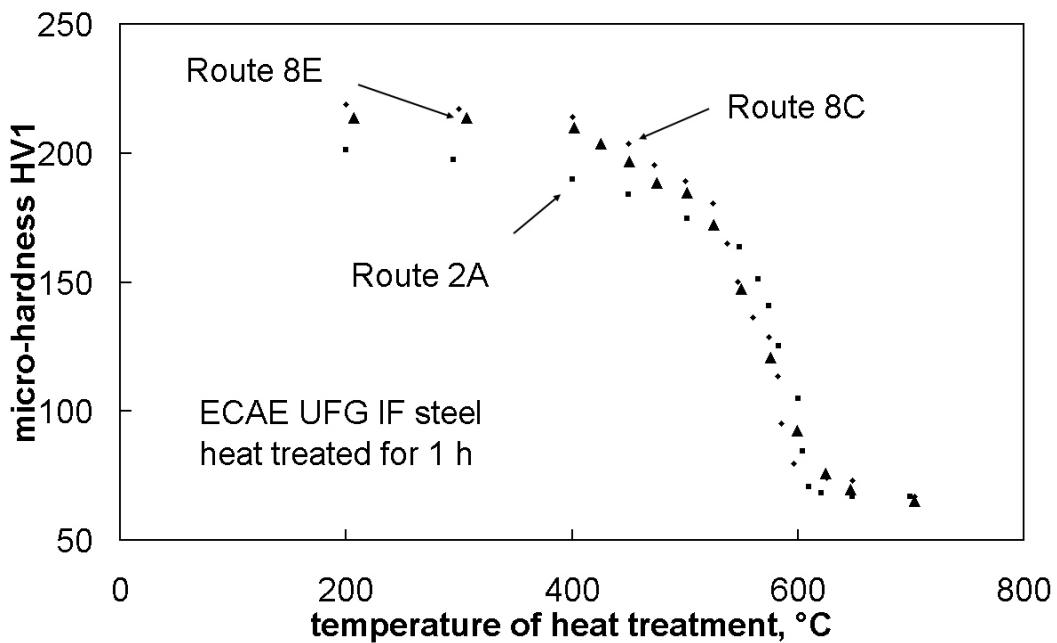


Abbildung 4.7: Härteverlaufskurven für UFG IF Stahl verschiedener ECAP Routen nach einstündigen Wärmebehandlungen [Nie08, Nie09c]

In Abbildung 4.7 sind Härteverlaufskurven für UFG IF Stahl verschiedener ECAP Prozessrouten dargestellt. Alle Wärmebehandlungen wurden bei der angegebenen Temperatur bei einer Temperaturhaltezeit von einer Stunde durchgeführt. Die Mikrohärtemessungen erfolgten mittels eines Mikrohärteprüfers unter Aufbringung einer Prüflast von 9,81 N. Klare Unterschiede ergeben sich eindeutig für die Härtewerte des ursprünglichen UFG Zustandes, d.h. die maximale Härte des UFG IF Stahls der Route 2A ist geringer als die Härte der beiden Routen mit 8 Pässen. Als Ursache für diese Unterschiede in der Härte der verschiedenen UFG Zustände ist in der in Kapitel 4.1 dargestellten unterschiedlichen Ausprägung der jeweiligen Korngrößen und Versetzungsdichten zu sehen. Offensichtlich ist jedoch die Form des Härteverlaufs über der Wärmebehandlungstemperatur nahezu unabhängig von der ursprünglichen UFG Mikrostruktur. Eine signifikante Abnahme der Härte ist ab einer Wärmebehandlungstemperatur von 450 °C zu sehen und ab einer Temperatur von 600 °C

zeigt sich das Auftreten eines Sättigungsniveaus. Der erste Bereich (RT bis 430 °C) der Härteverlaufskurven ist somit primär auf eine Erholung der Mikrostruktur zurückzuführen. Die in großem Maße in der Mikrostruktur vorhandenen Versetzungen sind in diesem Temperaturbereich beweglich, so dass sich die Möglichkeit zur Neustrukturierung der Versetzungsanordnung an den Korngrenzen ergibt, einhergehend mit einer Abnahme der Versetzungsichte im Korninneren und einer letztendlich moderaten Abnahme der Härte. Zu einer Kornvergrößerung kommt es dabei nicht [Mol08, Mug03, Mug04]. Der Temperaturbereich von 450 °C bis 600 °C ist gekennzeichnet durch eine stetige starke Abnahme der Härtewerte für alle UFG Zustände. Dieser Verlauf deutet eindeutig auf einen Wechsel der in der Mikrostruktur ablaufenden Prozesse hin. Eine derartig betonte Abnahme der Härte kann nicht mehr allein durch Erholungsprozesse begründet sein, somit kann nur das Einsetzen von statischer Rekristallisation als ursächlich angesehen werden [Bel05, Mol08, Sam97]. Mit steigender Temperatur ist die Rekristallisationskinetik beschleunigt, so dass sich nach konstanter Wärmebehandlungszeit ein erhöhter Volumenanteil an rekristallisiertem Material einstellt. Nach Erhöhung der Wärmebehandlungstemperatur auf eine Temperatur von mehr als 600 °C kommt es zu einer vollständigen Rekristallisation des UFG IF Stahls. Die ermittelten Härtewerte entsprechen ab diesem Punkt den Härtewerten des CG IF Stahls, d.h. des Materials vor der ECAP Umformung. Zur Einstellung einer bimodalen Mikrostruktur mit einer möglichst optimalen Kombination von duktilen vergrößerten Volumenanteilen und hochfesten UFG Volumenanteilen in der Mikrostruktur kann also nur das Temperaturintervall mit partieller Rekristallisation verwendet werden. Die folgenden Abbildungen 4.8 bis 4.10 zeigen die mikrostrukturelle Entwicklung in Abhängigkeit von der gewählten Wärmebehandlungstemperatur auf.

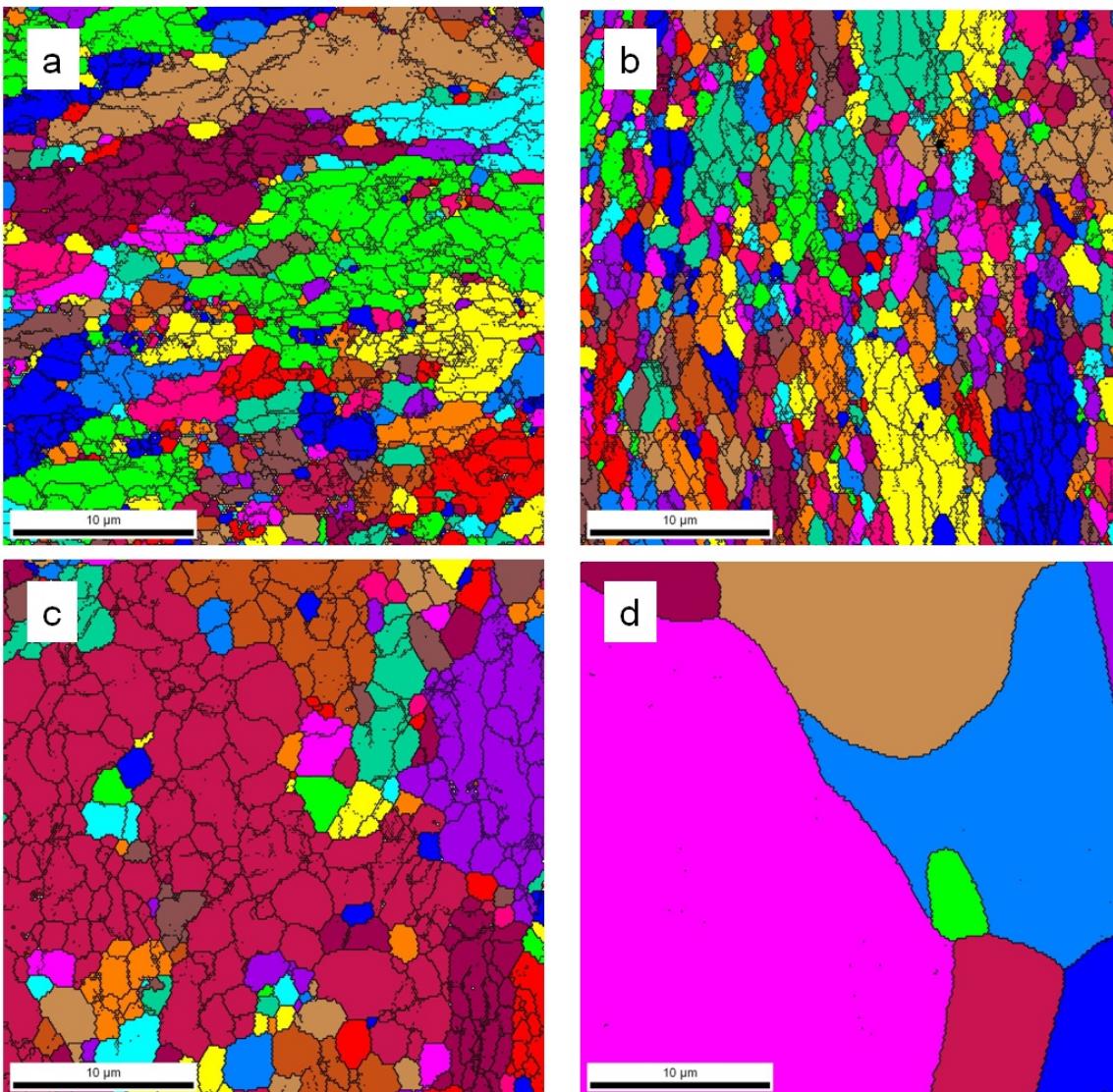


Abbildung 4.8: EBSD Aufnahmen (Grain Maps) für UFG IF Stahl der Route 8C a) vor der Wärmebehandlung, b) nach 1 h bei  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ , c) nach 1 h bei  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ , d) nach 1 h bei  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Die maximale Misorientierung eines einfarbigen Bereichs beträgt  $5^{\circ}$ , die Grenzen (schwarze Linien) haben eine minimale Misorientierung von  $1^{\circ}$  [Nie08]

Abbildung 4.8 zeigt die mikrostrukturelle Entwicklung des UFG IF Stahls der Route 8C nach einer einstündigen Wärmebehandlung bei  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Abb. 4.8b),  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Abb. 4.8c) und  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Abb. 4.8d). In den EBSD Korndarstellungen sind Korngrenzen mit einer Misorientierung von  $> 1^{\circ}$  als schwarze Linien dargestellt. Bereiche unterschiedlicher farblicher Kodierung weisen einen Orientierungsunterschied von mehr als  $5^{\circ}$  auf. Der UFG IF Stahl der Route 8C ist vor der Wärmebehandlung durch eine mittlere Korngröße von  $\sim 1\text{ }\mu\text{m}$  gekennzeichnet, jedoch sind bereits in diesem Zustand gröbere Bereiche ( $> 2\text{ }\mu\text{m}$ ) in der EBSD Darstellung zu erkennen (vgl. Abb. 4.8a und 4.9a). Diese Bereiche sind auf die Verwendung der ECAP Route C zurückzuführen, welche wie in Kapitel 4.1 erwähnt, nicht zu

einer optimalen Mikrostrukturausbildung führt, d.h. Korngrenzen mit einer Misorientierung von  $< 1^\circ$  treten in großen Volumenanteilen auf (entsprechende Korngrenzen sind im TEM sichtbar, vgl. Abb. 4.10a) und der Anteil an KWKGs ist somit relativ hoch. Nach einer Wärmebehandlung bei einer Temperatur von  $300\text{ }^\circ\text{C}$  stellt sich keine per EBSD detektierbare Veränderung der Mikrostruktur ein (Abb. 4.8b), die Korngröße bleibt unverändert, es kommt nicht zur Rekristallisation. Abbildung 4.8c zeigt dagegen bereits deutliche mikrostrukturelle Veränderungen. Der Eindruck einer UFG Mikrostruktur bleibt zwar erhalten, aber nach der Wärmebehandlung bei einer Temperatur von  $550\text{ }^\circ\text{C}$  zeigt sich eine partielle Vergrößerung der Mikrostruktur. Bei weiterer Steigerung der Wärmebehandlungstemperatur auf  $600\text{ }^\circ\text{C}$  ist der IF Stahl dann vollständig rekristallisiert (Abb. 4.8d), die durchschnittliche Korngröße steigt auf  $\sim 30\text{ }\mu\text{m}$ . Wie Abbildung 4.9 nochmals zusammenfassend verdeutlicht, ist die Korngrößenverteilung mittels einer Wärmebehandlung gezielt einstellbar. Nach einer Wärmebehandlung bei einer Temperatur von  $550\text{ }^\circ\text{C}$  entwickelt sich aus der ursprünglichen UFG Mikrostruktur mit primär submikrometerskaligen Körnern (Abbildung 4.9a) ein IF Stahl mit in etwa bimodaler Korngrößenverteilung (Abbildung 4.9 b).

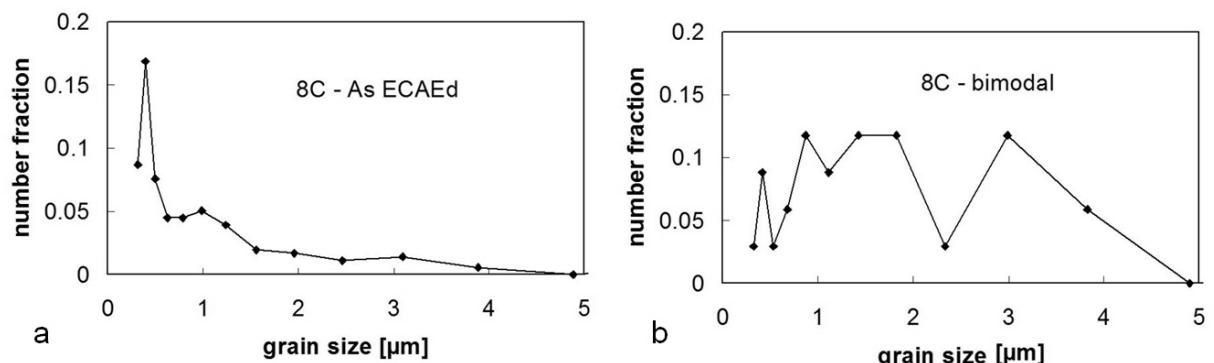


Abbildung 4.9: Korngrößenverteilung vor (links) und nach einer Wärmebehandlung von 1 h bei  $550\text{ }^\circ\text{C}$  (rechts) für UFG IF Stahl der Route 8C [Nie08]

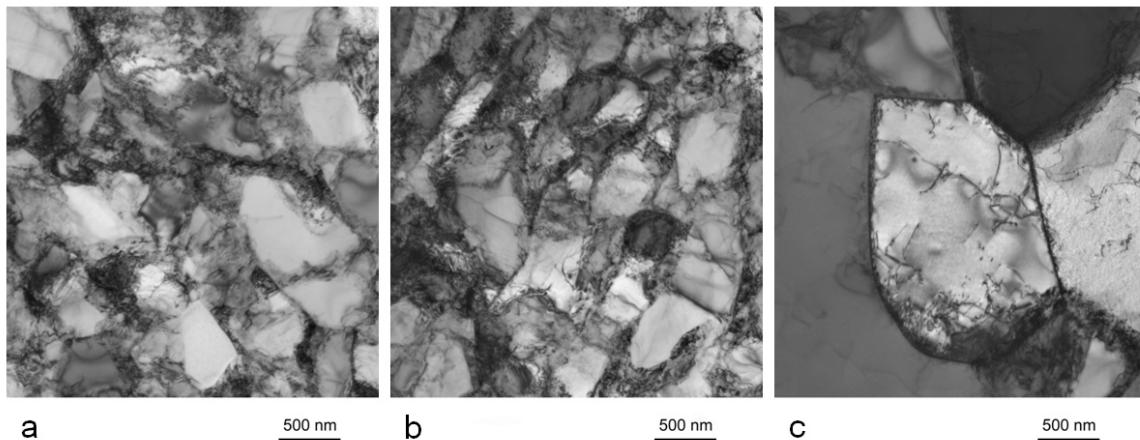


Abbildung 4.10: TEM Hellfeldaufnahmen von UFG IF Stahl der Route 8C in verschiedenen wärmebehandelten Zuständen, a) nicht wärmebehandelt, b) nach 1 h bei 300 °C, c) nach 1 h bei 550 °C [Nie08]

Die Untersuchung der mikrostrukturellen Entwicklung des UFG IF Stahls mittels TEM untermauert die Ergebnisse der EBSD Untersuchungen, stellt dabei aber noch vertiefend weitere Effekte heraus. Der Vergleich des UFG IF Stahl direkt nach dem ECAP und des bei 300 °C wärmebehandelten erholten Zustandes erlaubt keinen Rückschluss auf eine Veränderung irgendeiner Art (vgl. Abbildungen 4.10a und 4.10b), die anhand der Härteverlaufskurven postulierte Abnahme der Versetzungsichte im Korninneren durch die Wärmebehandlung ist also mittels TEM nicht direkt nachweisbar. Beim Vergleich der beiden UFG Zustände mit der bimodalen Struktur in Abbildung 4.10c zeigen sich aber signifikante Veränderungen. Nach der Wärmebehandlung bei 550 °C hat sich nicht allein die Korngrößenverteilung geändert, die Korngrenzen sind wesentlich schärfer umrissen und haben somit ihren Charakter verändert.

Eine Wärmebehandlung des UFG NbZr führt, unter der Voraussetzung, dass die Temperatur wiederum für eine Stunde gehalten wird und dass im Falle des NbZr die Wärmebehandlung im Vakuum durchgeführt wird, bei gleichen homologen Temperaturen zu einer ähnlichen Mikrostrukturentwicklung [Nie07, Rub09]. Bei einer Wärmebehandlung in Laborluft ergeben sich erhebliche Unterschiede, wie im Folgenden dargestellt wird.

Das System NbZr neigt bei einer Wärmebehandlung in sauerstoffhaltiger Atmosphäre zur internen Oxidation [Cor91, Dou95, Wag59]. Primäre Voraussetzungen für die interne Oxidation sind einerseits das Vorhandensein eines stark sauerstoff-affinen Elements (in nur geringen Anteilen) in einer reaktionsträgeren Matrix sowie andererseits eine hinreichende Diffusionsrate des Sauerstoffs in dem Matrix-Material [Cor91, Dou95, Wag59]. Das System NbZr erfüllt diese Randbedingungen in hervorragender Weise. Der Diffusionskoeffizient des

Sauerstoffs in Niob ist oberhalb einer Temperatur von  $\sim 500$  °C ausreichend hoch, um in einer technisch vertretbaren Wärmebehandlungszeit eine ausreichende Eindiffusion in die Randschicht einer Probe zu gewährleisten. Außerdem ist das Zirkonium hochgradig sauerstoff-affin, bei der Reaktion bildet sich monoklines Zirkoniumoxid ( $\text{ZrO}_2$ ) (vgl. Abb. 4.12). Problematisch bei der Wärmebehandlung des NbZr ist die Neigung zur Verzunderung der Probenoberfläche, es bilden sich große Volumenanteile Nioboxid. Einhergehend mit dieser Verzunderung kommt es lokal zu einer tiefreichenden Schädigung der Oberfläche, welche auf die lokale Bildung niedrigschmelzender Eutektika zurückführbar sein kann, bisher aber nicht eindeutig geklärt ist [Nie08b]. Im Hinblick auf eine Optimierung der mechanischen Eigenschaften des NbZr waren die beiden letztgenannten Effekte weitestgehend zu eliminieren. Durch Variation der Wärmebehandlungstemperaturen und der jeweiligen Verweilzeiten im Ofen konnte ein optimaler Parametersatz gefunden werden, der eine ausreichende Einhärtung bei minimaler Schädigung der Probenoberfläche liefert. Als weiterer Parameter zur Optimierung des Prozesses wurde der Sauerstoffpartialdruck identifiziert, entsprechende Untersuchungen wurden im Rahmen der vorliegenden Dissertation aber nicht unternommen, sind aber Bestand aktueller Forschungsaktivitäten [Rub09].

In Abbildung 4.11 ist der Effekt der internen Oxidation auf die Randschicht von UFG NbZr zu erkennen. Im oberen Teil der Abbildung ist ein Ausschnitt einer Bruchfläche einer ermüdeten Probe gezeigt, es lassen sich zwei Bereiche gut unterscheiden. Im oberen Bereich der REM Aufnahme ist das typische Gewaltbruchverhalten eines metallischen Werkstoffs, ein sog. duktiler Grübchenbruch, zu erkennen, im unteren Bereich der Probe zeigt sich dagegen ein verformungsloser Spaltbruch. Letzterer ist typisch für hochfeste, spröde Werkstoffe. Im Falle des wärmebehandelten UFG NbZr kann er als Maß für die Dicke der gehärteten Randschicht herangezogen werden. Für die hier untersuchten Probe, welche 1 h bei 600 °C wärmebehandelt wurde, zeigt sich somit eine Einhärtetiefe von  $\sim 60$  µm, welche einer abgeschätzten Eindringtiefe des Sauerstoffs in Niob unter der Verwendung der temperaturabhängigen Diffusionsrate des Sauerstoffs in Niob entspricht (Berechnung über  $x = (Dt)^{1/2}$  mit  $D = 10^{-8}$  cm<sup>2</sup>/s). Eine entsprechende Einhärtetiefe zeigen auch die Ergebnisse von Mikrohärtemessungen, welche an eingebetteten Proben im Randschichtbereich mit einer Prüflast von 0,098 N durchgeführt wurden. Wie der untere Teil der Abbildung 4.11 veranschaulicht, zeigen alle untersuchten NbZr Varianten eine entsprechende Aufhärtung der Randschicht, jedoch ist bei gleicher Temperatur die Aufhärtung der Randschicht des UFG NbZr im Vergleich zum CG NbZr erheblich stärker ausgeprägt. Beim Vergleich der beiden vorgestellten Wärmebehandlungsstrategien ist auffällig, dass eine nur einstündige

Wärmebehandlung bei 600 °C die Randschicht des NbZr mindestens genauso effizient steigert, wie die wesentlich längere Wärmebehandlung (6 h) bei 560 °C. Da jedoch bei 600 °C die zuvor bereits geschilderte lokale Schädigung der Probenoberfläche auftritt, wurde zur Behandlung der Ermüdungsproben die 560 °C Wärmebehandlung verwendet, welche eine entsprechende Schädigung nicht mehr zeigt.

Abbildung 4.12 zeigt TEM Aufnahmen aus der Randschicht von UFG und CG NbZr nach einer Wärmebehandlung bei 600 °C. In beiden Zuständen sind  $\text{ZrO}_2$  Teilchen sichtbar, jedoch unterscheiden sich diese erheblich in ihrer Größe. Im Falle des CG NbZr (Abb. 4.12b) bilden sich Teilchen mit einem durchschnittlichen Durchmesser von  $\sim 30$  nm, die Teilchen im UFG NbZr sind zumeist  $< 10$  nm (Abb. 4.12a). Diese feineren und auch besser verteilten nanoskaligen Teilchen im UFG NbZr sorgen für die in den Härteverlaufskurven auffallenden größeren Steigerungen beim UFG NbZr und lassen sicherlich auch in Hinblick auf die weiteren mechanischen Eigenschaften erhebliche Verbesserungen erwarten (vgl. Kapitel 4.7.1).

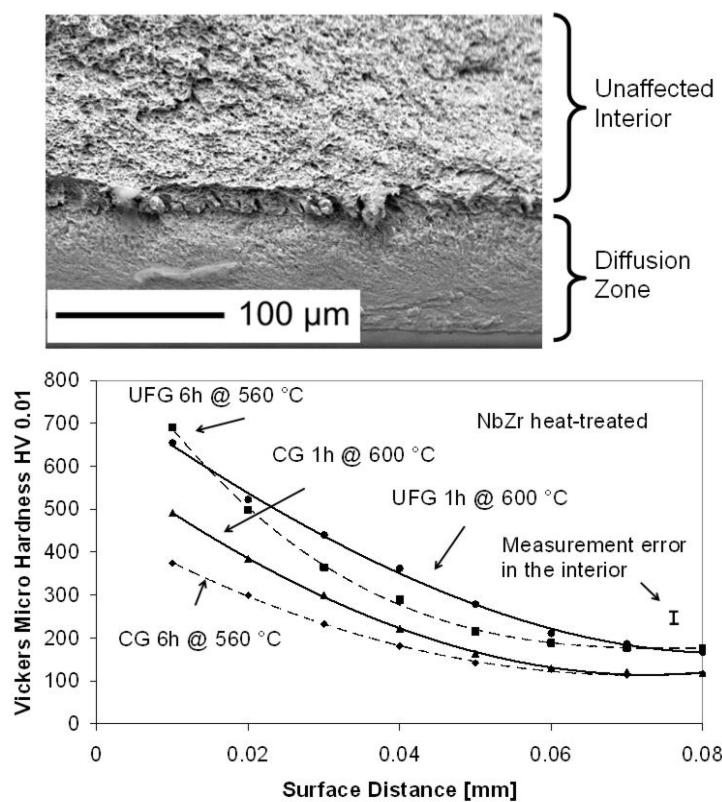


Abbildung 4.11: Entwicklung der Randschichthärte in CG und UFG NbZr nach verschiedenen Wärmebehandlungen sowie eine REM Aufnahme der Bruchfläche einer wärmebehandelten Probe [Nie08b]

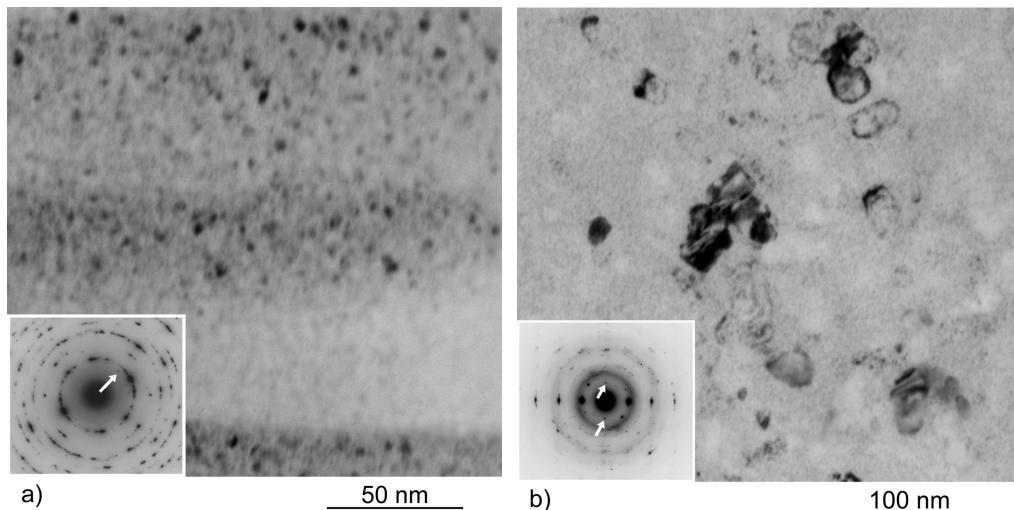


Abbildung 4.12: TEM Aufnahmen zur Visualisierung der Teilchen in NbZr nach der Wärmebehandlung a) in UFG NbZr, b) in CG NbZr. Die eingefügten SAD Aufnahmen zeigen das Vorhandensein von Zirkoniumoxid [Nie08b]

### 4.3 Monotone mechanische Eigenschaften

Die im ECAP Prozess verwendete Route hat im Falle des IF Stahls einen wesentlichen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften im Zugversuch wie Abbildung 4.13 aufzeigt. Neben den Kurven für verschiedene UFG IF Stahl Varianten ist auch die wahre Spannung-wahre Dehnung Kurve für das CG Material („As-Received“) abgebildet. Der CG IF Stahl ist durch eine sehr geringe Streckgrenze und eine sehr hohe Bruchdehnung gekennzeichnet. Zudem ist das Verfestigungspotential recht hoch, so dass sich ein großes Zugfestigkeits-Streckgrenzenverhältnis ergibt. Das mechanische Eigenschaftsprofil prädestiniert den IF Stahl zur Verwendung in Tiefzieh-Applikationen, wie diese häufig z.B. im Bereich Automobilbau zu finden sind. Für die Durchführung des ECAP Prozesses ist das Eigenschaftsprofil sehr gut geeignet, da eine signifikante Steigerung der Festigkeit durch ECAP möglich ist, gleichzeitig jedoch die bei Raumtemperatur maximal auftretenden Presskräfte keine kritischen Grenzen (in Bezug auf das ECAP Werkzeuggesenk) erreichen.

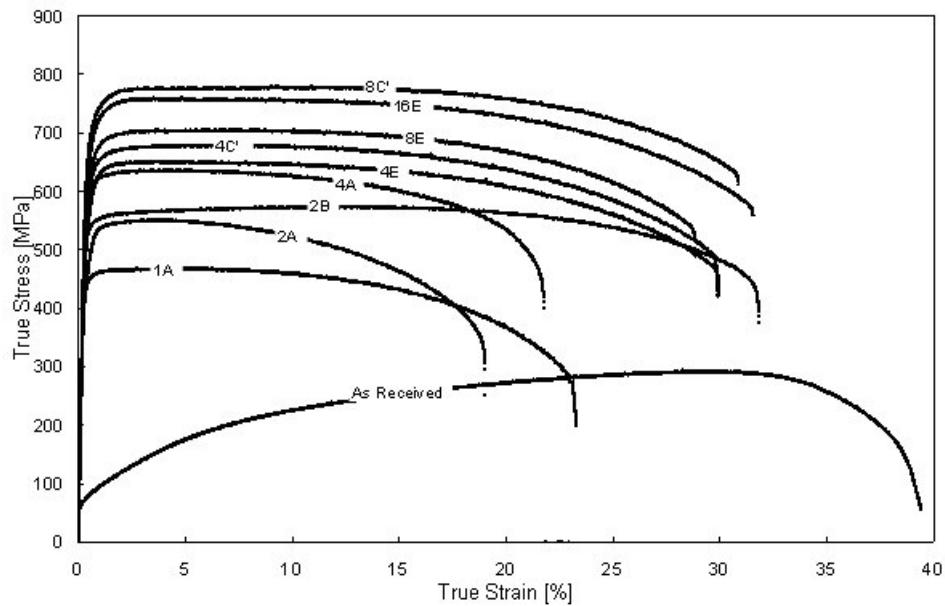


Abbildung 4.13: Monotoner Spannung-Dehnung Verlauf von UFG IF Stahl verschiedener ECAP Prozessrouten [Nie06]

Nach einem ECAP Pass ergibt sich bereits eine massive Steigerung der Streckgrenze des IF Stahls (siehe Kurve „1A“ in Abb. 4.13), diese übersteigt bereits die Zugfestigkeit des CG Materials. Das mechanische Verhalten ist jedoch nicht als optimiert zu bezeichnen, da sich eine erhebliche Reduktion der Bruchdehnung ergibt. Ein weiterer ECAP Prozessschritt entsprechend der Route A (Kurve „2A“ in Abb. 4.13) verstärkt diese Entwicklung nochmals erheblich. Eine ECAP Umformung entsprechend der Route B (Kurve „2B“ in Abb. 4.13) resultiert dagegen in einem deutlich anderen Spannung-Dehnung Verhalten. Die Streckgrenze ist in diesem Falle im Vergleich zum IF Stahl der Route 2A nahezu identisch, die Bruchdehnung ist aber wesentlich gesteigert und nähert sich der ursprünglichen Bruchdehnung des CG IF Stahls an. Ursächlich hierfür ist die routenabhängige mikrostrukturelle Entwicklung des IF Stahls, wie sie in Kapitel 4.1 aufgezeigt worden ist. Die mit der ECAP Route A einhergehende richtungsabhängige Mikrostruktur (d.h. mit gelängten Körnern) ist hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften ungünstig, da es zu frühzeitigem Versagen der IF Stahl Proben führt. Auch bei einer erhöhten Anzahl an ECAP Pässen (vgl. Kurve „4A“ in Abb. 4.13) bleibt das mechanische Verhalten des IF Stahls dieser Route ähnlich, d.h. die Duktilität ist weiterhin reduziert.

Die Erhöhung der Anzahl an ECAP Pässen erhöht, wie aus Abbildung 4.13 zu entnehmen ist, stetig die Streckgrenze und die Zugfestigkeit des IF Stahls, ohne dabei die Duktilität des Materials signifikant zu reduzieren (mit Ausnahme der Route A). Hierbei ist jedoch zu beachten, dass auch die ECAP Route weiterhin einen erheblichen Einfluss auf die

resultierenden monotonen mechanischen Eigenschaften hat. So liegen z.B. die Festigkeitswerte des UFG IF Stahls der Route 8B<sub>C</sub> (Kurve „8C“ in Abb. 4.13) über denen der Route 16E. Ursächlich hierfür ist die routen- und passanzahlabhängige Entwicklung in der Mikrostruktur, wie sie in Kapitel 4.1 aufgezeigt ist. Mit steigender Anzahl an Pässen unter Beibehaltung der Prozessroute nimmt der Anteil an GWKGs stetig zu, so dass der Einfluss der Korngrenzen auf die Versetzungsbewegung intensiviert wird.

Die optimierten ECAP Routen, d.h. die Routen 8E, 16E und 8B<sub>C</sub> sorgen für eine Steigerung der Streckgrenze des IF Stahls (im Verhältnis zum CG Zustand) um einen Faktor > 6, der Zugfestigkeit um einen Faktor > 2 bei einer minimalen Abnahme der Bruchdehnung auf einen Wert von 30%. Somit wird deutlich, dass das Energieaufnahmevermögen der optimierten UFG IF Stähle im Verhältnis zu dem CG IF Stahl wesentlich gesteigert ist, was für eine zukünftige Nutzung der UFG IF Stähle z.B. in crashrelevanten Strukturen von wesentlicher Bedeutung ist.

Charakteristisch für das Spannung-Dehnung Verhalten aller UFG IF Stahl Varianten ist der im Verhältnis zum CG IF Stahl deutlich veränderte Kurvenverlauf zu sehen. Streckgrenze und Zugfestigkeit liegen sehr nah beieinander, d.h. der Bereich der Gleichmaßdehnung scheint im traditionellen Sinne sehr klein zu sein (im Falle des CG IF Stahls charakterisiert der Bereich der stetigen Verfestigung bis zur Zugfestigkeit den Bereich der Gleichmaßdehnung). Eine optische Kontrolle der Proben bei den Zugversuchen sowie die nach dem Erreichen der Zugfestigkeit gemessenen großen Dehnungswerte legen nahe, dass sich hier das Verhalten der UFG IF Stähle wesentlich von traditionellen Stählen unterscheidet. Die optische Kontrolle zeigte, dass es zu keiner Einschnürung der Proben nach Erreichen der Zugfestigkeit in den Proben kommt, dennoch nimmt ab diesem Punkt die wahre Spannung stetig leicht ab. Die Ergebnisse der Forschungsaktivitäten anderer Gruppen zeigen zwar, dass bei Verformung von UFG Nickel bei Raumtemperatur noch kein Korngrenzengleiten oder andere vergleichbare Mechanismen auftreten [Haf07], dieses kann aber im Hinblick auf das in Abbildung 4.13 dargestellte Verhalten angezweifelt werden. Es muss bei Raumtemperatur neben der traditionellen Versetzungsbewegung bei diesen großen aufgeprägten Dehnungen noch zum Auftreten weiterer (korngrenzenbasierter) Verformungsmechanismen kommen [Tej08], welche für den UFG IF Stahl jedoch nicht näher untersucht wurden. Dass sich das Verformungsverhalten von UFG IF Stahl im Verhältnis zum grobkörnigen IF Stahl zumindest bei erhöhten Temperaturen erheblich unterscheidet, wird in Kapitel 4.4 gezeigt.

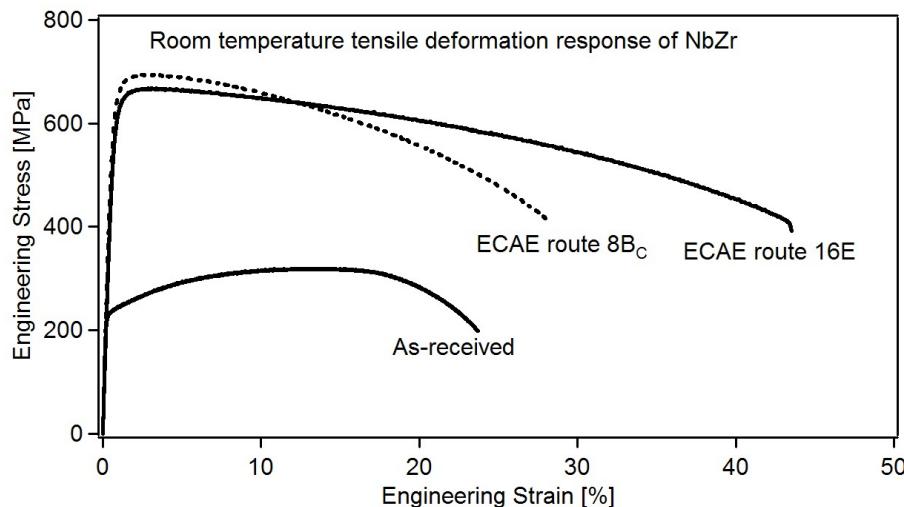


Abbildung 4.14: Monotoner Spannung-Dehnung Verlauf von UFG NbZr verschiedener ECAP Prozessrouten [Nie07]

Abbildung 4.14 zeigt das technische Spannung-Dehnung Verhalten von NbZr unterschiedlicher mikrostruktureller Charakteristik. Im Rahmen dieser Auftragsform ist das stark entfestigende Verhalten der UFG Varianten wesentlich deutlicher erkennbar als im Falle der Auftragung der wahren Dehnung, vgl. Abbildung 4.13 (für den IF Stahl). Deutlich zu erkennen ist, dass CG NbZr durch eine sehr geringe Festigkeit gekennzeichnet ist, somit aber gleichzeitig auch per ECAP bei Raumtemperatur umgeformt werden kann. Mittels der optimierten ECAP Routen 8B<sub>C</sub> und 16E ergibt sich wie im Falle des UFG IF Stahls eine erhebliche Steigerung der Streckgrenze, in diesem Fall um den Faktor  $\sim 3$ , und der Zugfestigkeit (Faktor  $\sim 2$ ). Zudem erhöhen sich nach der ECAP Umformung die Bruchdehnungen, im Falle des NbZr der Route 16E sogar erheblich, wobei der größte Anteil der Dehnung nach dem Erreichen der Zugfestigkeit umgesetzt wird. Wie auch bereits für den UFG IF Stahl lässt sich somit vermuten, dass zusätzliche Verformungsmechanismen eine Rolle spielen.

In Abbildung 4.15 ist die Festigkeit verschiedener Niob-Legierungen über der Quadratwurzel der Korngröße aufgetragen. Dabei weist unabhängig von der Korngröße das hochreine Niob stets die geringsten Festigkeiten auf. Verunreinigungen (im Falle des kommerziell reinen Nb) und gezielte Legierungsmaßnahmen steigern durch den Effekt der Mischkristallverfestigung (unabhängig von der Korngröße) die Festigkeit in einem gewissen Maße. Die stetig gesteigerte Festigkeit durch eine stetige Minimierung der Korngröße kann bei der gewählten Auftragsform jeweils durch eine Gerade beschrieben werden (Hall-Petch Beziehung, vgl. Kapitel 2.4). Offensichtlich ist, dass für die drei gewählten Nb-Werkstoffe die Steigung der Geraden ähnlich ist. Unter Berücksichtigung der Tatsache, dass verschiedene

Charakterisierungsmethoden verschiedene Korngrößen liefern, ergeben sich verschiedene Steigungen für die Gerade. Die Breite der mittels EBSD, XRD und TEM ermittelten Korngrößen ist daher zur Beurteilung des Einflusses in Abbildung 4.15 angegeben, die Punkte zur Ermittlung der Hall Petch Geraden wurden dabei mittels TEM ermittelt. Diese mittels TEM bestimmten Korngrößen scheinen im Hinblick auf die monotonen mechanischen Eigenschaften relevant zu sein, da auch KWKGs mit minimalen Misorientierungen unter dieser Belastung als Hindernisse für gleitende Versetzungen wirken. Erst in Korngrößenbereichen kleiner als 25 nm scheint die Hall Petch Gleichung ihre Gültigkeit zu verlieren [Mey06], mittels ECAP sind derartige Korngrößen jedoch nicht erzielbar, so dass für mittels ECAP umgeformte Werkstoffe die Gültigkeit der Hall Petch Gleichung vorausgesetzt werden kann und somit gefolgert werden kann, dass traditionelle Verformungsmechanismen das Werkstoffverhalten zumindest bis zum Erreichen der Streckgrenze dominieren.

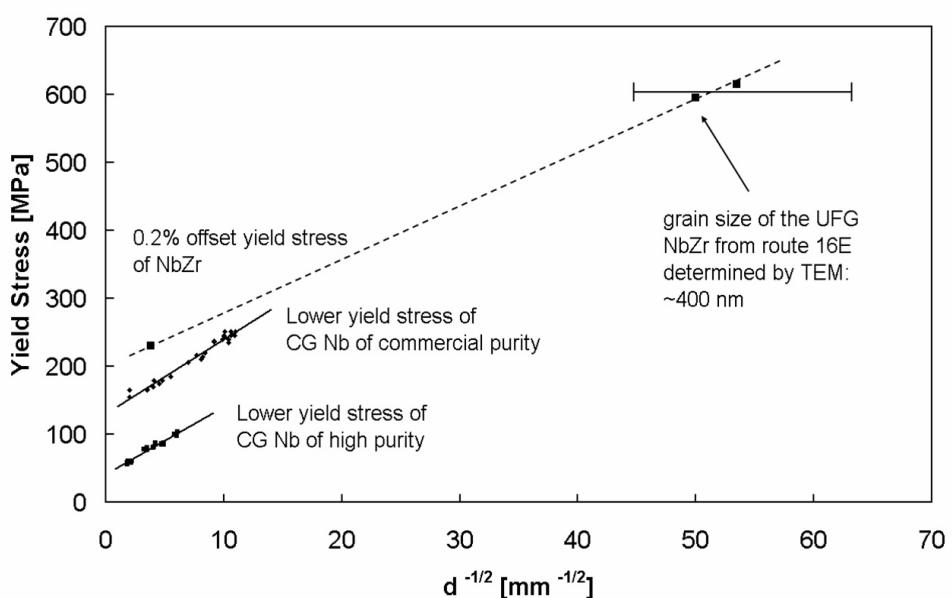


Abbildung 4.15: Hall Petch Beziehung für NbZr verschiedener Charakteristik (Korngröße und chemische Zusammensetzung) [Nie07]

#### 4.4 Dehnrateabhängiges Verformungsverhalten

Im Falle der UFG Werkstoffe wurde bereits an vielen Metallen und Legierungen eine gesteigerte Dehnratensensitivität festgestellt. Für krz Legierungen existiert jedoch bisher

keine umfassende Studie. In [Din09, May08, Tej08] werden verschiedene Stahlwerkstoffe nur bei Raumtemperatur bzw. Reineisen in einem stark eingeschränkten Temperaturbereich untersucht. Technisch interessant ist eine gesteigerte Dehnratensensitivität in Hinblick auf eine verbesserte Umformbarkeit (siehe Kapitel 4.6) des Werkstoffes. In sich einschnürenden Bereichen steigt die Dehnrate an, das erforderliche örtliche Spannungsniveau steigt und verlagert somit die Dehnung auf andere Bereiche. Die Abbildungen 4.16 und 4.17 zeigen die Ergebnisse von Druckversuchen mit Dehnratenwechseln an CG und UFG IF Stahl bei verschiedenen Temperaturen. Alle Versuche wurden unter Druckbelastung durchgeführt, da hier der Effekt einer Einschnürung nicht auftreten kann und somit nicht zusätzlich in das mechanische Verhalten einspielt [May08]. Offensichtlich hat ein Dehnratenwechsel im Falle des CG IF Stahls nur einen geringen Einfluss im Temperaturbereich von RT bis 400 °C (Abbildung 4.16), die Spannung-Dehnung Kurve stellt sich nahezu als einzügige Kurve dar. Dagegen zeigen sich im Falle des UFG IF Stahls der Route 8 B<sub>C</sub>, also im Falle einer optimierten ECAP Route, erhebliche Änderungen im Spannungsniveau nach einer Änderung der Dehnrate, vor allem im Bereich der hohen Temperaturen (Abbildung 4.17). Das in Abbildung 4.17 gezeigte Verhalten weist dabei trotz des extrem geringen Kohlenstoffgehalts auf das Vorhandensein des Effekts der dynamischen Reckalterung hin. Nach der Absenkung der Dehnrate sinkt das Spannungsniveau erst deutlich, um anschließend wieder anzusteigen. Dieses Verhalten zeigt, dass es zu Wechselwirkungen zwischen den sich bewegenden Versetzungen und diffundierenden Atomen kommt, so dass dies zu einer Verfestigung des IF Stahls auf einem Dehnratenniveau führt [May08]. Bei der anfänglich gewählten Dehnrate von  $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  ist das Niveau der Fließgrenze im Falle des UFG IF Stahls gegenüber dem Niveau des CG IF Stahls noch erheblich erhöht, bei den extrem geringen Dehnraten fällt das Spannungsniveau jedoch unter das Niveau des CG IF Stahls, wie dies Abbildung 4.18 deutlich zeigt. Die mit steigender Temperatur einhergehende Dehnratensensitivität eröffnet dabei die Möglichkeit zu einer verbesserten Verformungsstrategie, wie sie in Kapitel 4.6 beschrieben wird. Die in Abbildung 4.18 gezeigte Abnahme des Spannungsniveaus des UFG IF Stahls bei einer Temperatur von 400 °C und geringer Dehnrate ist nicht zurückzuführen auf eine einsetzende Kornvergrößerung. Dies geht direkt aus den Druckversuchen hervor. Eine Erhöhung der Dehnrate nach dem Spannungsminimum im Kurvenverlauf führt bei gleicher (wieder erhöhter) Dehnrate auf das gleiche Sättigungsspannungsniveau. Dies wäre im Falle einer Kornvergrößerung nicht zu beobachten. Zudem konnten EBSD Untersuchungen [Nie09] an allen UFG IF Stahl Proben nach den Druckversuchen eindeutig zeigen, dass die

Korngrößenverteilung auch nach den Versuchen bei 400 °C konstant geblieben ist (die lastfreie Rekristallisation des UFG IF Stahl setzt ab ~ 430 °C ein, vgl. Kapitel 4.2).

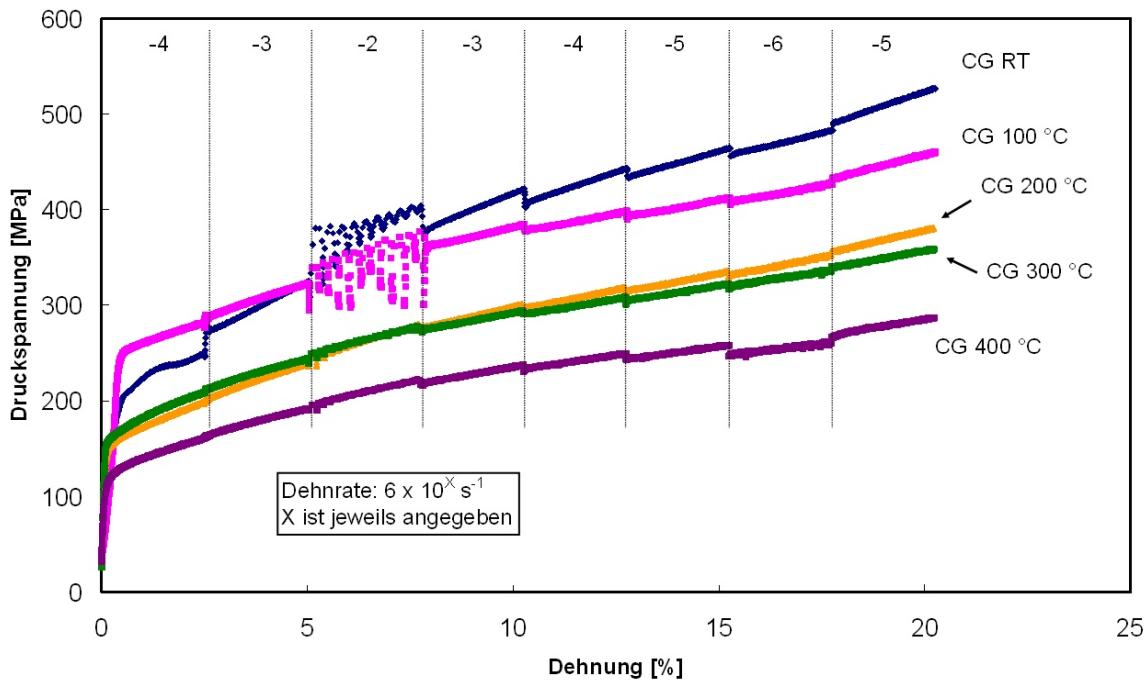


Abbildung 4.16: Versuche mit Dehnratenwechseln bei verschiedenen Temperaturen für CG IF Stahl

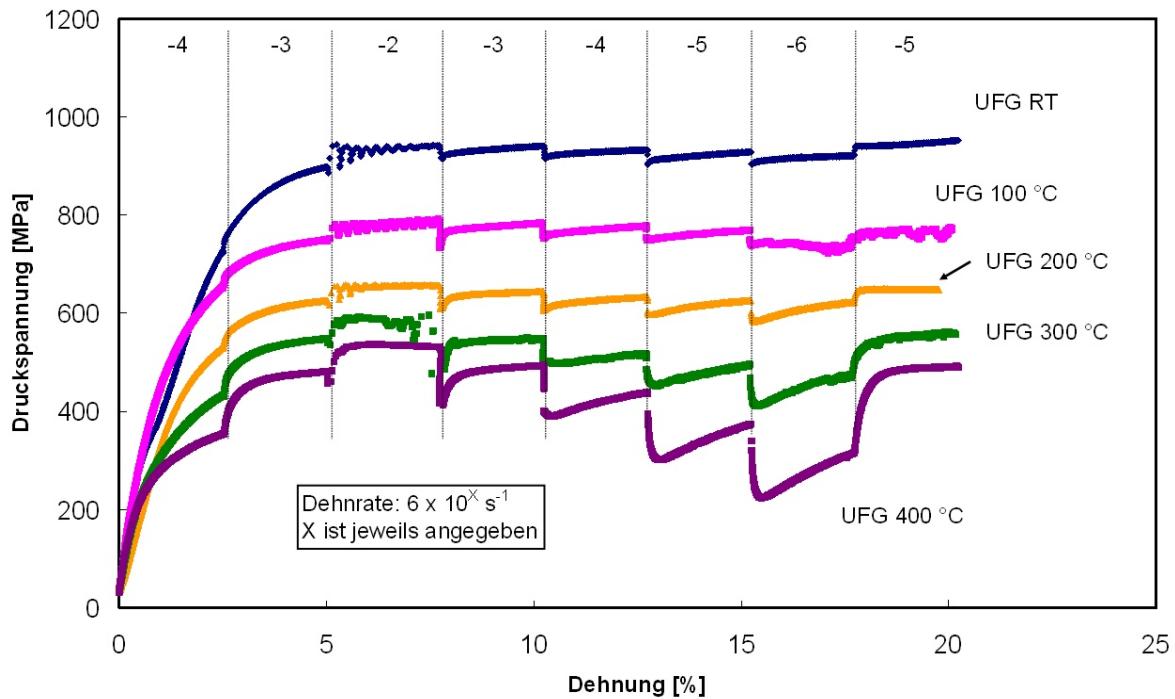


Abbildung 4.17: Versuche mit Dehnratenwechseln bei verschiedenen Temperaturen für UFG IF Stahl

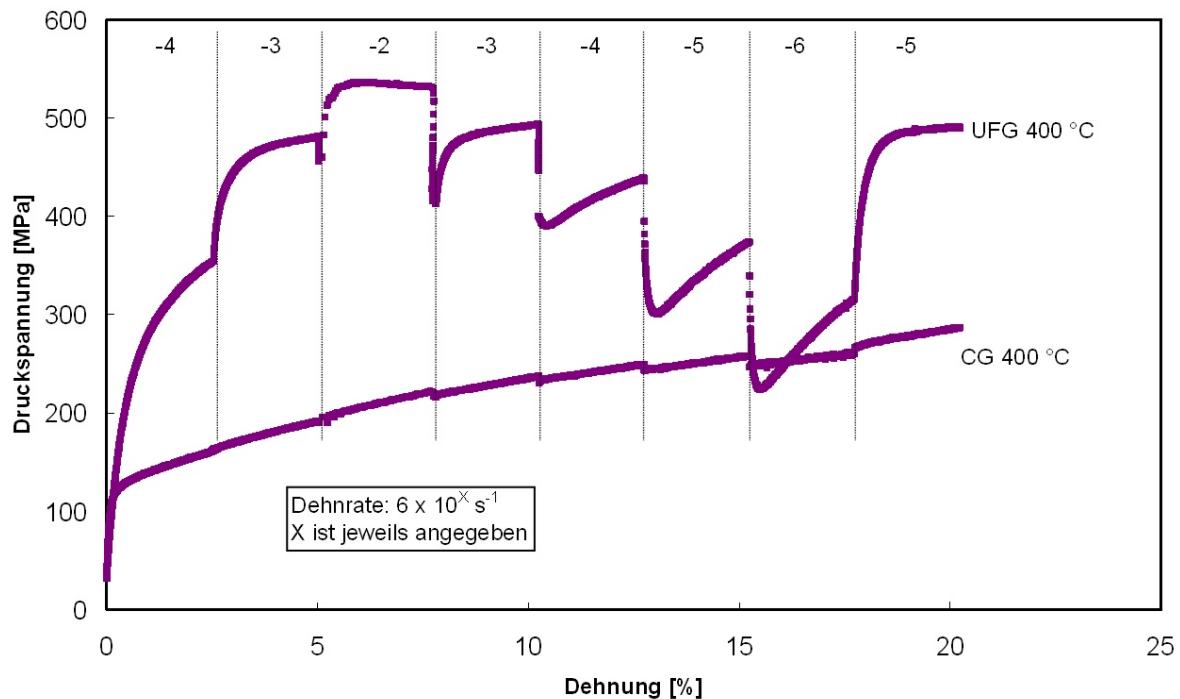


Abbildung 4.18: Vergleich des mechanischen Verhaltens von CG und UFG IF Stahl bei Verformung mit verschiedenen Dehnraten bei einer Temperatur von 400 °C

Die ausgeprägte Dehnratensensitivität des UFG IF Stahls bei erhöhten Temperaturen lässt abermals auf die Aktivierung von weiteren Verformungsmechanismen neben dem Versetzungsgleiten schließen [Tej08]. Auf die Angabe von konkreten Werten für die Dehnratensensitivität  $m$  wird bewusst verzichtet, da diese nur über eine Extrapolation der Daten auf den jeweiligen Dehnratenniveaus zu bestimmen wären. Als eine Abschätzung für die Dehnratensensitivität des UFG IF Stahls bei einer Temperatur von 400 °C (den maximalen Wert) kann jedoch der Wert  $m = 0,033$  genannt werden, welcher darauf hindeutet, dass der UFG IF Stahl zu keiner ausgeprägten Superplastizität neigen wird (erforderlicher Wert:  $m \sim 0,25$  [May08]; vgl. Kapitel 4.6).

#### 4.5 Schädigungsverhalten unter Verformung im Druckbereich

In wie weit die ECAP Scherebene auf das Verformungs- und Schädigungsverhalten unter monotoner Belastung Einfluss hat, wurde mittels der UFG IF Stahl Druckproben der Route 8B<sub>C</sub> untersucht (vgl. Kapitel 4.4). Um das Verformungsverhalten bis zu sehr hohen Dehnungswerten untersuchen zu können, wurde der UFG IF Stahl im Druck verformt. Die

Aufnahmen in Abbildung 4.19 zeigen Druckproben nach einer Verformung von -21 %. Die grobkörnige IF Stahl Probe (links im Bild) zeigt das typische Verformungsbild einer Druckprobe, das heißt die Probe wölbt sich in alle Richtungen gleichmäßig tonnenförmig. Die rechts im Bild dargestellte UFG IF Stahlprobe dagegen zeigt eine ganz andersartige Verformung. Anstatt einer gleichmäßigen Verformung schert diese Probe unter einem Winkel von  $\sim 45^\circ$  ab. Die Scherebene konnte in diesem Fall eindeutig in Bezug zu der letzten ECAP Scherebene gebracht werden (vgl. Abbildung 2.5). Die Schädigungsebene ist parallel zur letzten ECAP Scherebene angeordnet. Um das Schädigungsverhalten des UFG IF Stahls genauer zu untersuchen, wurde die lokale Verformung auf der Oberfläche der Druckprobe mittels DIC ermittelt. Die lichtmikroskopische Aufnahme der unverformten Probe mit dem sehr feinen Punktemuster ist oben in Abbildung 4.19 dargestellt. Bereits nach einer eher geringen Verformung von -1,7 % zeigt das DIC System eine sich unter einem Winkel entwickelnde Schädigung an, wobei Schädigung in diesem Fall das Auftreten einer lokal betragsmäßig erhöhten negativen Dehnung in Belastungsrichtung bedeutet. Nach weiterer Verformung auf einen Wert von -5 % hat sich deutlich eine Zone stark erhöhter negativer Dehnung ausgebildet, welche eindeutig unter einem Winkel von  $45^\circ$  bezüglich der Belastungssachse im Versuch angeordnet ist. Diese Zone hat sich bezüglich der zuvor bereits bei der Dehnung von -1,7 % gezeigten Zone offensichtlich neu ausgerichtet, wobei die Ausrichtung nun der letzten ECAP Scherebene folgt. Die ursprüngliche Ausrichtung lässt sich durch das Vorhandensein von zwei Bändern, die jeweils parallel zur ECAP Scherebene ausgerichtet sind, erklären. Bei Erhöhung der globalen Dehnung auf -5 % lokalisiert sich die Dehnung auf nur noch eines der beiden Scherbänder, so dass sich der Eindruck der Schädigungsrichtung in den DIC Auswertungen ändert. Dieses eine Scherband nimmt ab diesem Punkt nahezu die gesamte weitere Dehnung lokal auf, so dass sich sehr hohe lokale Dehnungswerte einstellen. Nach weiterer Steigerung der Dehnung auf -10 % hat sich diese lokale Schädigung noch stärker ausgebildet und es werden lokal Dehnungswerte von bis zu -16 % erreicht. Durch die sehr hohen Verformungen mit einhergehender Aufrauung der Oberfläche war ab diesem Zeitpunkt die weitere Analyse der lokalen Dehnungen per DIC nicht mehr möglich. Daher ist für den Dehnungswert von -15% die weitere Verformungsentwicklung mittels einer lichtmikroskopischen Aufnahme visualisiert. Es ist offensichtlich, dass es zu einem weiteren starken Abgleiten entlang der  $45^\circ$  Ebene gekommen ist. Die durchgeführte DIC Untersuchung konnte also in diesem Fall zeigen, dass sich bereits bei eher geringen Dehnungswerten ein Bereich in der Probe ausbildet, der sich durch erhöhte lokale Dehnungen auszeichnet. Diese entwickeln sich im

Laufe der steigenden Verformung unter einem Winkel von  $45^\circ$ . Somit ergibt sich unter monotoner (Druck-)Belastung eine Entwicklung der Schädigung parallel zur letzten ECAP Scherebene.

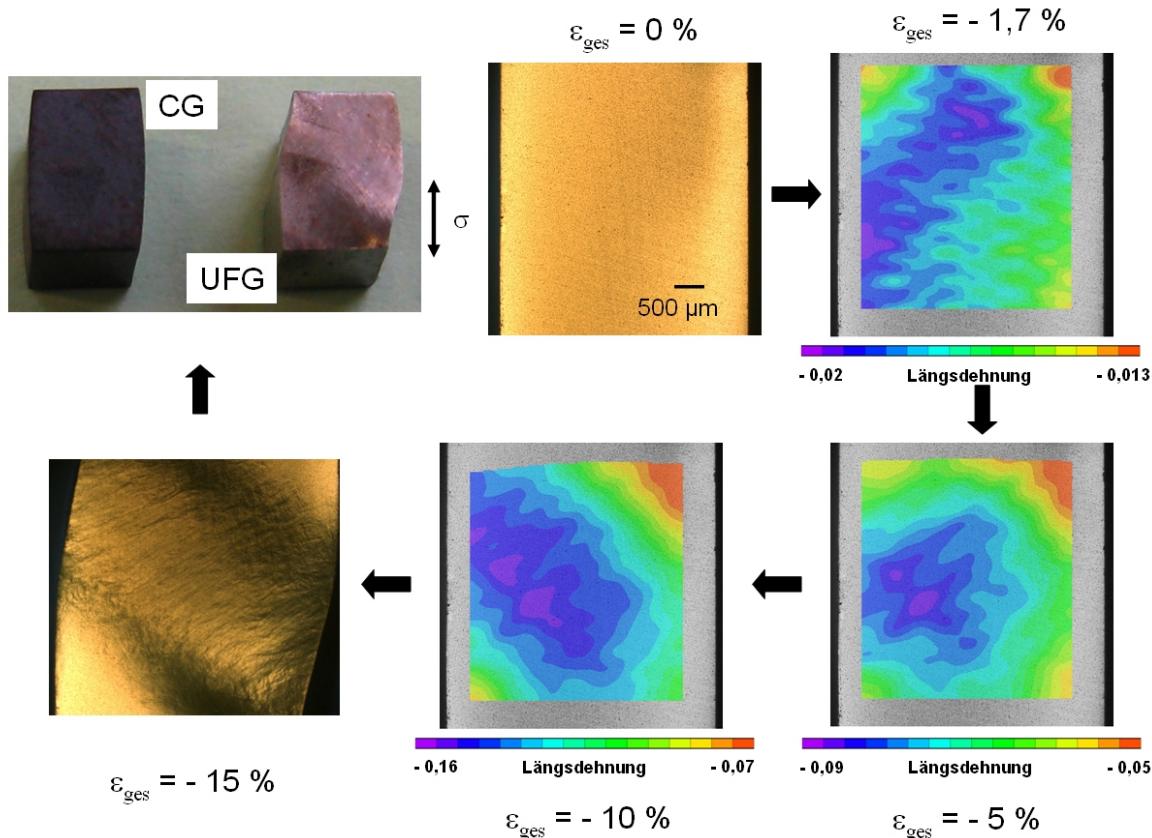


Abbildung 4.19: Vergleich der Verformungscharakteristik von CG und UFG IF Stahl im Druckversuch [Nie09d]

#### 4.6 Verformungseigenschaften bei erhöhter Temperatur

Wie bereits in Kapitel 4.4 angedeutet ist durch den Effekt der erhöhten Dehnratensensitivität in UFG IF Stahl bei erhöhter Temperatur die Möglichkeit gegeben, eine wesentliche Erhöhung der Bruchdehnung zu erreichen. Es ist weithin bekannt, dass eine Minimierung der Korngröße auch im Bereich der kommerziellen Werkstoffe (Korngröße bis herab zu 1  $\mu\text{m}$ ) bereits zum Auftreten von Superplastizität führen kann. Die erforderliche Dehnrate ergibt sich aus Gleichung 2.4. Bei einer passenden Kombination von Dehnrate (für feinkörnige Werkstoffe relativ hoch) und Temperatur (bei feinkörnigen Werkstoffen relativ gering) kommt es in den entsprechenden Werkstoffen zur Aktivierung z.B. des Korngrenzgleitmechanismus [Fig08, Fig09]. Somit kommt es im Falle der Verformung

unter den genannten Randbedingungen nicht zum Einschnüren der Proben und daher ist eine erhebliche Steigerung der Bruchdehnung möglich. Die in den Abbildungen 4.17 und 4.18 dargestellten Ergebnisse lassen somit auch für den UFG IF Stahl die Möglichkeit einer Steigerung der Bruchdehnung erwarten. Abbildung 4.20 zeigt die Ergebnisse von Versuchen an Miniaturproben (vgl. Abbildung 3.1) unter verschiedenen Versuchsbedingungen.

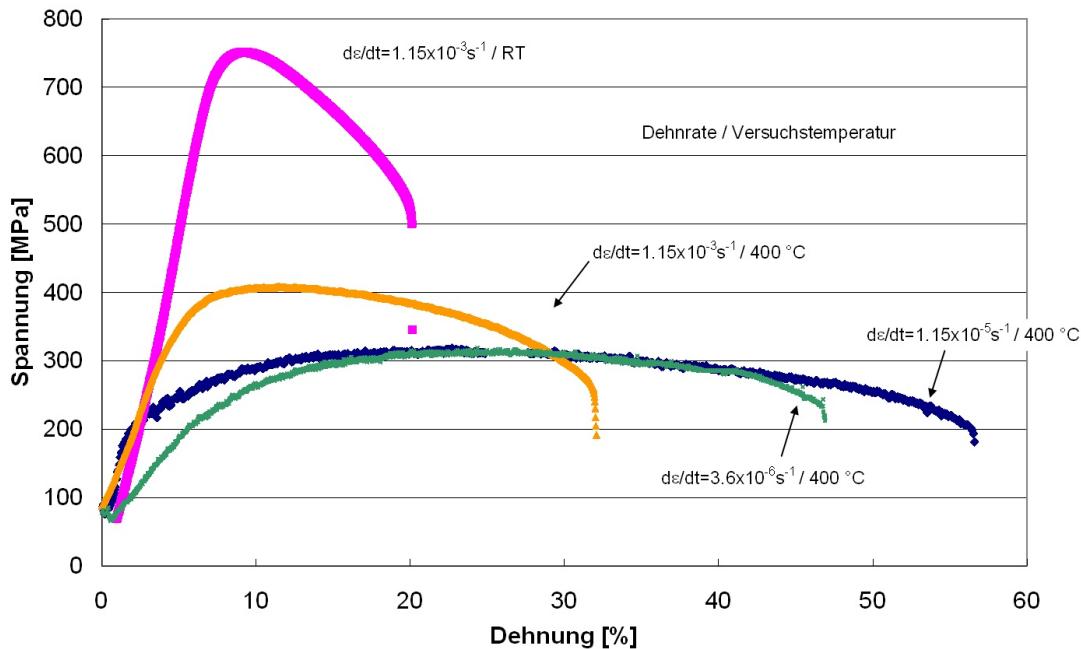


Abbildung 4.20: Erhöhte Dehnungen bei Zugversuchen mit verschiedenen Dehnraten an UFG IF Stahl bei einer Versuchstemperatur von 400 °C

Offensichtlich hat die Wahl der Prozessparameter im Zugversuch einen erheblichen Einfluss auf das mechanische Verhalten des UFG IF Stahls der Route 8B<sub>C</sub>, also einer optimierten UFG Variante. In Abbildung 4.20 ist im Vergleich zur Spannung-Dehnung Kurve bei Raumtemperatur das Verhalten des UFG IF Stahls bei 400 °C unter verschiedenen Dehnraten dargestellt. Unter Beibehaltung der Dehnrate ergibt sich zwar eine signifikante Abnahme der Fließspannung bei gleichzeitiger Zunahme der Bruchdehnung, aber eine zusätzliche Erniedrigung der Dehnrate verstärkt die geschilderten Effekte erheblich. So lässt sich durch die Verwendung einer Dehnrate von  $1,15 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  die Fließspannung noch deutlich reduzieren und dabei die Bruchdehnung nahezu verdoppeln. Durch die Kombination von hoher Prozesstemperatur und geringer Dehnrate lässt sich der Anteil von Verformungsmechanismen wie dem Korngrenzgleiten erheblich steigern, so dass sich das gezeigte mechanische Verhalten für den UFG IF Stahl ergibt. Es sind jedoch nicht die für bestimmte UFG Werkstoffe wie z.B. UFG Magnesium- oder Titanlegierungen berichteten

Bruchdehnungen von weit mehr als 2000 % möglich [Fig08, Fig09], da die Kombination von homologer Temperatur und Legierungscharakteristik die Korngrenzenstabilität auf einem zu hohen Niveau hält.

## 4.7 Ermüdungseigenschaften im LCF Bereich

Wie sich bereits im Falle der monotonen mechanischen Eigenschaften gezeigt hat (Kapitel 4.3), hat die ECAP Prozessroute einen erheblichen Einfluss auf das Spannung-Dehnung Verhalten des untersuchten IF Stahls. Dieser erhebliche Einfluss ist natürlich auch bei den Ermüdungsergebnissen deutlich sichtbar (vgl. Abbildungen 4.21 und 4.22).

Im Bereich großer Dehnungssamplituden (LCF mit Dehnungssamplituden von 0,22% bis 0,6%) zeigt sich wiederum ein signifikanter Unterschied zwischen den optimierten Routen (d.h. 8E, 8B<sub>C</sub>) und Routen, die zur Ausbildung gelängerter Kornstrukturen führen (z.B. 1A). Letztere Routen sind durch ein zyklisch instabiles Verhalten, d.h. eine Abnahme der Spannungsschwingbreite während des Versuchs, und geringe Lebensdauern gekennzeichnet (Abbildung 4.21). Die optimierten Routen dagegen zeigen die höchsten Lebensdauern und gleichzeitig ein nahezu ideal stabiles Ermüdungsverhalten, im Falle der Wechselverformungskurven in Abbildung 4.21 bei einer Dehnungssamplitude von 0,28%. Hervorzuheben für den LCF Bereich ist die im Vergleich zum CG IF Stahl erhöhte Lebensdauer der optimierten UFG IF Stahl Varianten, da bisher in der Literatur diese Art der zyklischen Belastung als die kritische für alle Arten von UFG Werkstoffen betrachtet wurde [Höp01, Mug01]. Im Falle des untersuchten IF Stahls ergeben sich einige Aspekte, die die Stabilität des UFG IF Stahls fördern. Der untersuchte IF Stahl ist eine kommerzielle Güte und weist Verunreinigungen (und auch gezielt Legierungselemente) auf, welche die Korngrenzen und somit die Mikrostruktur erheblich stabilisieren. Dieser Effekt konnte bereits anhand von Untersuchungen an verschiedenen UFG Kupfer- und Aluminium- Legierungen gezeigt werden [Gab07, May08]. Des Weiteren handelt es sich beim IF Stahl um einen krz Werkstoff, welcher sich hinsichtlich seiner Verformungsmechanismen deutlich von den kfz Werkstoffen unterscheiden kann, z.B. bei einer Verformung nahe der Übergangstemperatur [Sur98]. Letztendlich ist zudem noch die homologe Temperatur als weitere wichtige Größe zu nennen. Im Falle von hochreinem UFG Kupfer konnte gezeigt werden, dass sich ab einer bestimmten homologen Temperatur zyklische Stabilität in einer zyklisch instabilen Struktur einstellt [Höp02]. Aufgrund des höheren Schmelzpunkts von Eisen im Verhältnis zu Kupfer und Aluminium ist natürlich die homologe Temperatur bei Versuchen bei Raumtemperatur hier

die geringste ( $T_h(Fe) = 0,16$ ;  $T_h(Cu) = 0,22$ ;  $T_h(Al) = 0,32$ ) und fördert somit die zyklische Stabilität des UFG IF Stahls.

Zudem ist in Abbildung 4.21 zu erkennen, dass die Wechselverformungskurven von Proben mit einer Anzahl von 4 ECAP Pässen die Grenze zwischen zyklisch stabilen und zyklisch instabilen UFG IF Stählen darstellen. Auf die mikrostrukturellen Aspekte dieser stabil-instabil Grenze wird in Kapitel 4.7.5 näher eingegangen.

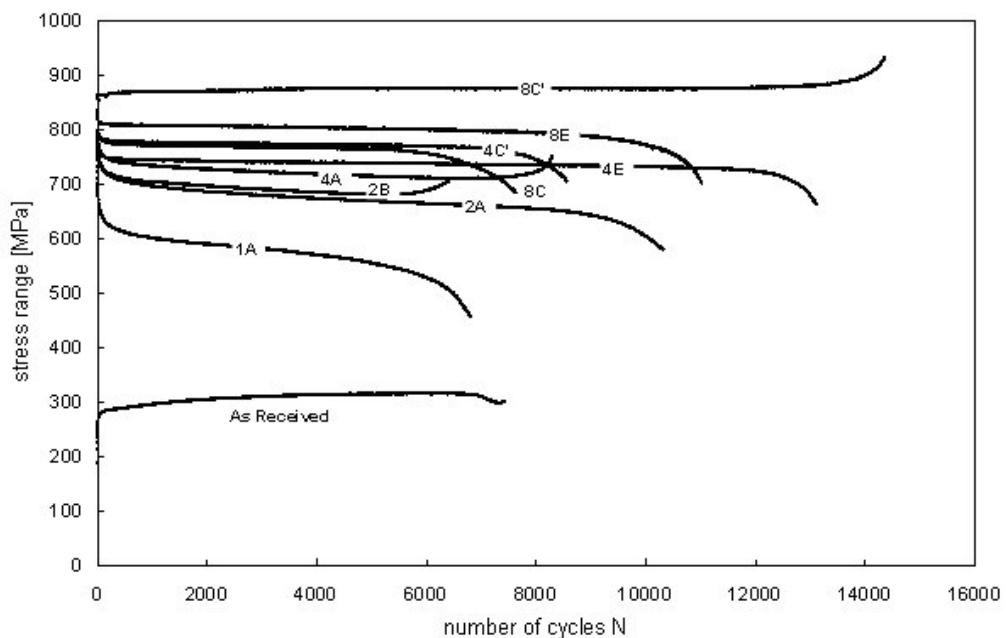


Abbildung 4.21: Wechselverformungskurven (Spannungsschwingbreite) für IF Stahl verschiedener Zustände bei konstanter Dehnrate ( $6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) sowie konstanter Dehnungsamplitude (0,28%) [Nie06]

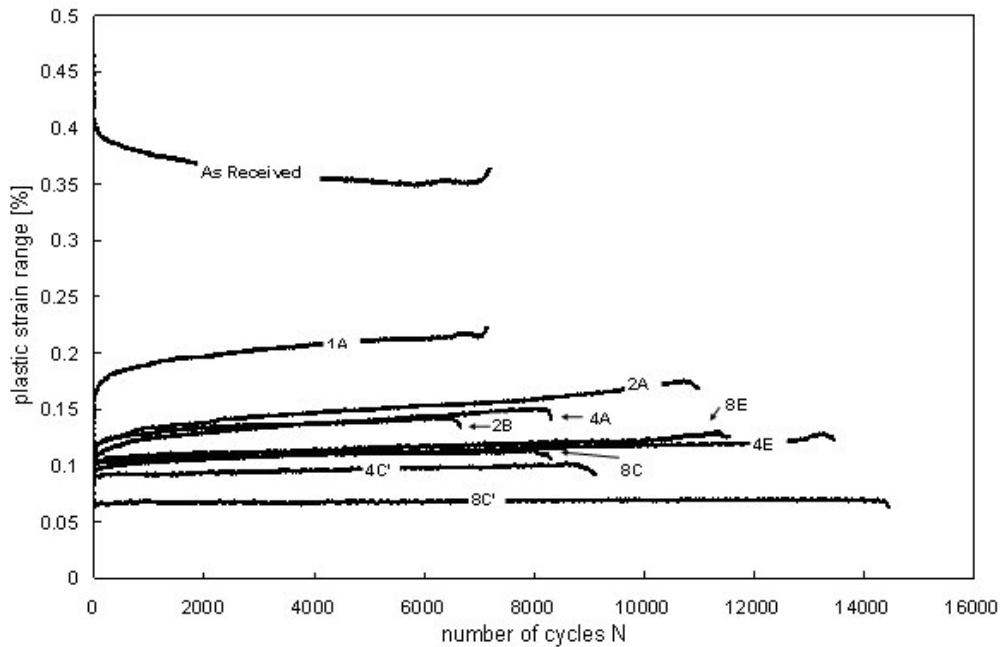


Abbildung 4.22: Wechselverformungskurven (plast. Dehnungsschwingbreite) für IF Stahl verschiedener Zustände bei konstanter Dehnrate ( $6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) sowie konstanter Dehnungsamplitude (0,28%) [Nie06]

Abbildung 4.22 zeigt die Entwicklung der während der Versuche (mit einer Dehnungsamplitude von 0,28%) auftretenden plastischen Dehnungsschwingbreite. Auch in diesem Falle ist ein deutlicher Unterschied zwischen optimierten und nicht optimierten ECAP Routen zu erkennen. Im Falle der UFG IF Stähle der Routen 4B<sub>C</sub> und 8B<sub>C</sub> (in Abb. 4.22: 4C' und 8C') ist eine perfekte zyklische Stabilität zu beobachten, die plastische Dehnungsschwingbreite ändert sich über die gesamte Lebensdauer nicht. Im Falle nicht optimierter UFG Varianten, wie z.B. der Route 1A, nimmt die plastische Dehnungsschwingbreite im Laufe des Versuchs zu, die Mikrostruktur entfestigt und ist somit mikrostrukturell nicht stabil. In Abbildung 4.22 ist zudem ein deutlicher Unterschied zum CG Zustand zu erkennen. Der CG IF Stahl ist unter den gegebenen Bedingungen als einziger in der Lage während des Versuchs zu verfestigen. Dies geschieht durch die Aktivierung von Versetzungsquellen und einer einhergehenden Erhöhung der Versetzungsichte [Sur98]. Aufgrund der massiven ECAP induzierten Vorverformung bei einer Dehnungsamplitude von 0,28% ist dies bei keiner der UFG Varianten möglich.

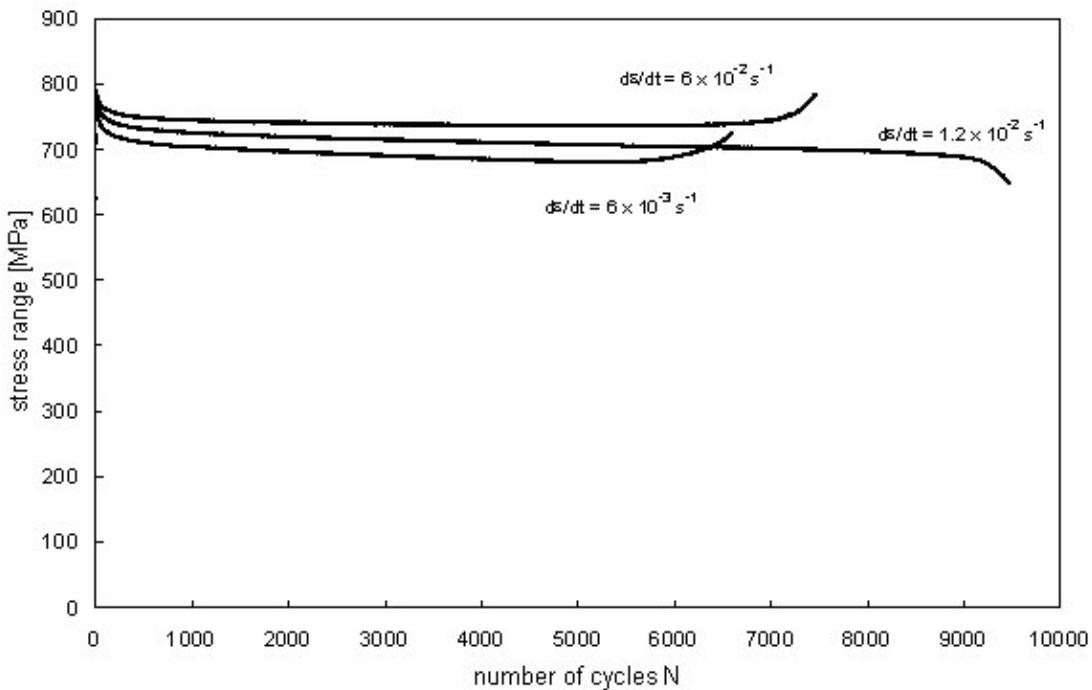


Abbildung 4.23: Wechselverformungskurven (Spannungsschwingbreite) für UFG IF Stahl der Route 2B bei konstanten Dehnungsspannweiten (0,28%) und verschiedenen Dehnraten bei Raumtemperatur [Nie06]

Wie in Kapitel 4.4 gezeigt wurde, neigt auch der UFG IF Stahl wie andere UFG Werkstoffe [May05] zur Dehnratensensitivität. Wie die in Abbildung 4.23 veranschaulichten Wechselverformungskurven jedoch zeigen, hat eine Variation der Dehnrate im Falle der LCF Ermüdung eines IF Stahls der Route 2B mit einer Dehnungsspannweite von 0,28% jedoch keinen großen Einfluss auf die Spannungsschwingbreite, die zyklische Stabilität und die Lebensdauer. Begründet ist dieses Verhalten in der eher geringen Versuchstemperatur, eine wesentlich gesteigerte Dehnratensensitivität ergab sich erst bei erhöhter Temperatur (vgl. Abb. 4.17). In Kapitel 4.7.4 wird der Effekt erhöhter Temperatur auf das Ermüdungsverhalten des UFG IF Stahls näher erläutert werden.

Einen wesentlich größeren Einfluss auf das mechanische Verhalten des UFG IF Stahls hat hingegen die Dehnungsspannweite. Wechselverformungskurven für Dehnungsspannweiten von 0,28% bis zu 0,6% sind für IF Stahl der Routen 4B<sub>C</sub> und 8B<sub>C</sub> (in Abb. 4.24: 4C' und 8C') gezeigt. Die Lebensdauer sinkt mit steigender Dehnungsspannweite, die Spannungsschwingbreiten steigen dabei gleichzeitig an. Offensichtlich ist dabei das Verhalten des UFG IF Stahls der Route 8B<sub>C</sub> hinsichtlich der Lebensdauer der Route 4B<sub>C</sub> stets überlegen. Dabei kann im Bereich der hohen Dehnungsspannweiten sogar eine Verfestigung in den Wechselverformungskurven der Route 8B<sub>C</sub> abgelesen werden. Ursächlich hierfür sind die

mikrostrukturellen Unterschiede zwischen den IF Stählen dieser beiden Routen. Wie bereits in den Kapiteln 2.3 und 4.1 gezeigt, ist der IF Stahl der Route 8B<sub>C</sub> durch einen größeren Anteil an GWKGs und eine geringere Versetzungsdichte im Korninneren im Vergleich zum Material der Route 4B<sub>C</sub> gekennzeichnet. Die geringere Versetzungsdichte gibt dem UFG IF Stahl der Route 8B<sub>C</sub> die Möglichkeit, während der zyklischen Belastung zu verfestigen, der Effekt des größeren Anteils an GWKGs wird in Kapitel 4.7.5 näher erläutert.

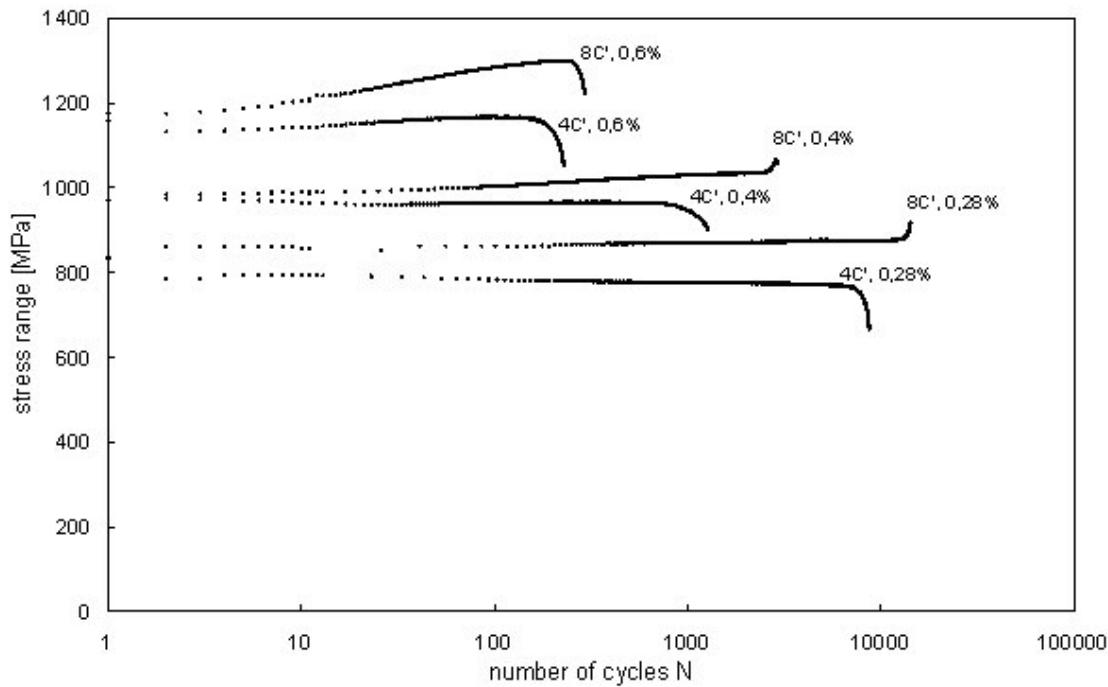


Abbildung 4.24: Wechselverformungskurven für IF Stahl der Routen 4B<sub>C</sub> und 8B<sub>C</sub> bei verschiedenen Dehnungen und konstanter Dehnrate ( $6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) [Nie06]

Eine nähere Untersuchung der Hysteresen eines mittels verschiedener Dehnungsamplituden untersuchten Werkstoffes erlaubt Rückschlüsse auf die amplitudenabhängige mikrostrukturelle Entwicklung, z.B. auf die Entwicklung von Versetzungsnetzwerken. Zeigt ein Werkstoff Masing-Verhalten, so bildet sich unabhängig von der äußeren Belastung immer die gleiche Mikrostruktur aus, was sich im Falle der Hysteresen aus verschiedenen Versuchen darin zeigt, dass die oberen Äste dieser Hysteresen bei der Darstellung in relativen Koordinaten deckungsgleich liegen. Abhängig vom Gleitcharakter (d.h. planares oder welliges Gleiten) zeigen verschiedene Werkstoffe im grobkörnigen Zustand unter Umständen Masing-Verhalten. Im Falle des IF Stahls ist ein entsprechendes Verhalten bei Raumtemperatur (oberhalb der Übergangstemperatur) nicht zu erwarten, wie dies Abbildung 4.25a auch deutlich zeigt. Dagegen zeigt der UFG IF Stahl der Route 4B<sub>C</sub> (Abbildung 4.25b) deutlich ein nahezu perfektes Masing-Verhalten, die oberen Hystereseäste sind nahezu

deckungsgleich. Die UFG Mikrostruktur scheint das mechanische Verhalten des in diesem Falle zyklisch stabilen UFG IF Stahls somit deutlich zu dominieren, eine belastungsabhängige Entwicklung von ermüdungsinduzierten Mikrostrukturen ist nicht möglich. Dieser Aspekt ist zu erklären durch die Größen der belastungsabhängigen Strukturen, wie sie z.B. von Mughrabi [Mug09] vorgestellt wurden. Die Größe von z.B. Zellwandstrukturen liegt im Submikrometerbereich und ist dementsprechend in derselben Größenordnung wie die Korngröße der UFG Werkstoffe, wodurch belastungsabhängige Strukturen in den UFG Körnern nicht mehr ausgebildet werden können.

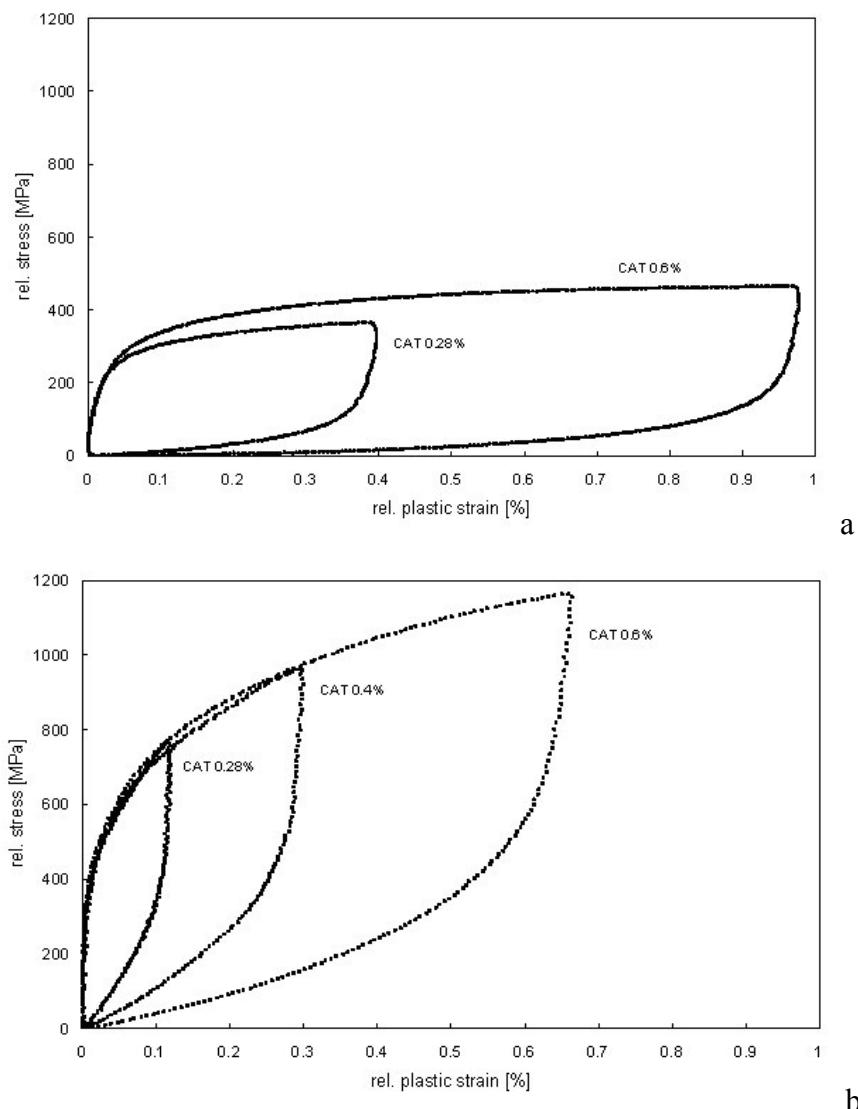


Abbildung 4.25: Nicht-Masing-Verhalten bei CG IF Stahl und Masing-Verhalten bei UFG IF Stahl der Route 4B<sub>C</sub>, die Hysteresen von verschiedenen Einstufenversuchen (CAT) sind in relativen Koordinaten dargestellt [Nie06]

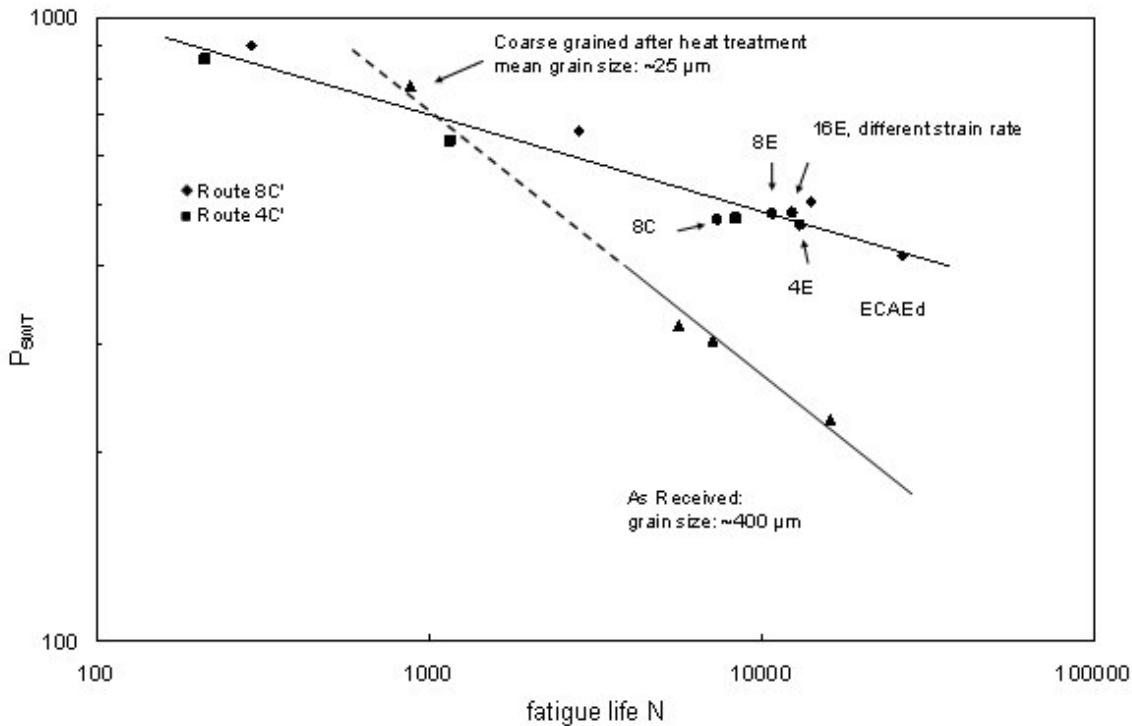


Abbildung 4.26: Smith-Watson-Topper Diagramm für CG und UFG IF Stahl [Nie06]

Zur Beschreibung der Lebensdauern können verschiedene Konzepte herangezogen werden. Für den UFG IF Stahl wurde zumeist der Parameter nach Smith, Watson und Topper verwendet, da er den Einfluss von Mittelspannungen berücksichtigt. Wie in Kapitel 4.7.3 dargestellt werden wird, treten diese im Fall des untersuchten UFG IF Stahls deutlich in Erscheinung. Beim Vergleich der beiden Geraden für den CG und den UFG IF Stahl (Abbildung 4.26) fällt sofort auf, dass die Steigung dieser Geraden sehr unterschiedlich ist. Die Gerade, welche die Eigenschaften der stabilen UFG IF Stahl Varianten beschreibt, ist durch eine geringe Steigung gekennzeichnet. Die Steigung der CG IF Stahl Geraden ist wesentlich höher, ein Schnittpunkt beider Geraden ergibt sich im Bereich einer Lebensdauer von  $\sim 1000$  Zyklen. Im Bereich sehr geringer Zyklenzahlen, also sehr großer auftretender plastischer Dehnungsspitzen ist der CG IF Stahl dem UFG IF Stahl also deutlich überlegen, was in seiner höheren Duktilität begründet liegt [Sur98, Mug01]. Im technisch interessanten Bereich hoher Lastwechselzahlen ist der UFG IF Stahl dagegen seinem CG Pendant weitaus überlegen, ursächlich hierfür ist die gesteigerte Festigkeit des UFG IF Stahls, welche dafür sorgt, dass große Anteile der Belastung rein elastisch aufgenommen werden können. Der bei  $\sim 1000$  Zyklen liegende Schnittpunkt zeigt, dass der UFG IF Stahl sogar weit bis in den LCF Bereich klare Vorteile hinsichtlich der Lebensdauer bietet, was in diesem Falle der hohen zyklischen Stabilität des UFG IF Stahls zuzuschreiben ist.

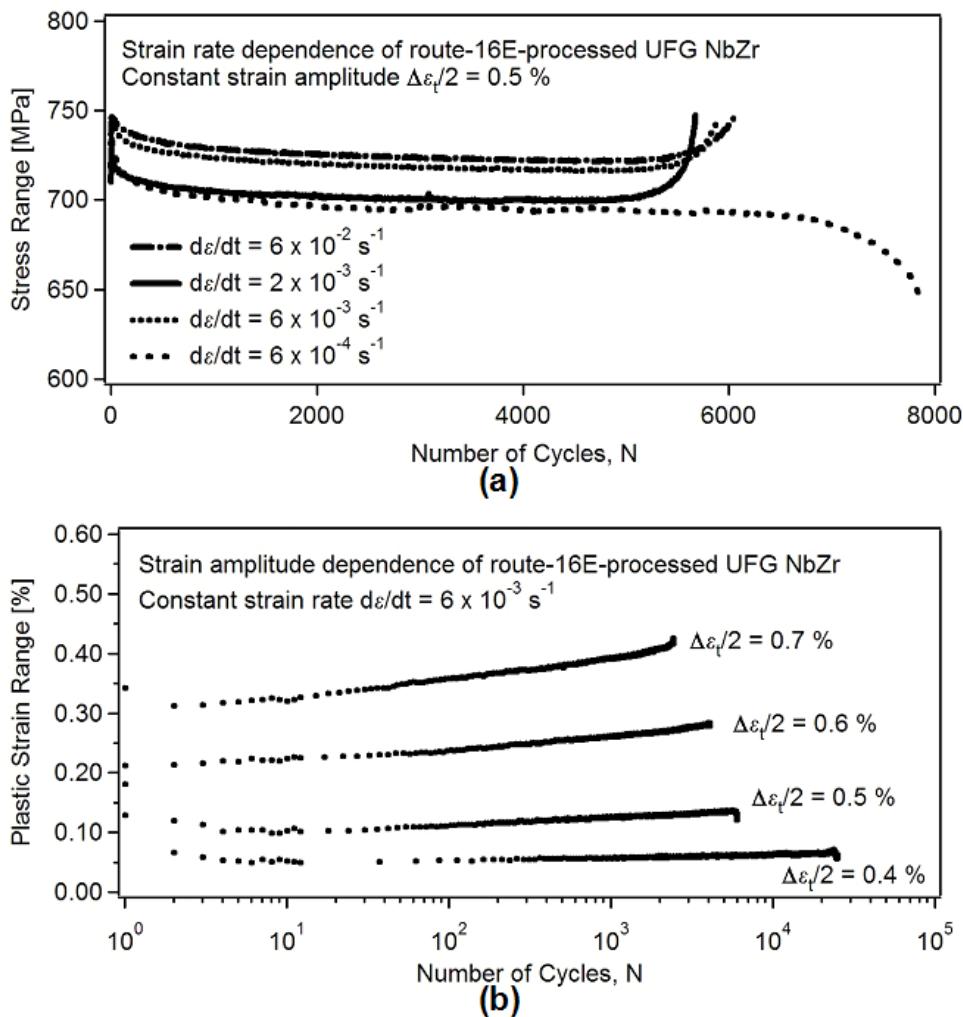


Abbildung 4.27: Wechselverformungskurven von UFG NbZr der Route 16E, a) bei konstanter Dehnungssamplitude und b) bei konstanter Dehnrate und variierender Dehnungssamplitude [Nie07]

Abbildung 4.27 zeigt Wechselverformungskurven von UFG NbZr der Route 16E unter einerseits Variation der Dehnrate bei konstanter Dehnungssamplitude (a) und bei konstanter Dehnrate sowie stetig gesteigerter Dehnungssamplitude (b). Offensichtlich spielt wie im Falle des UFG IF Stahls die Dehnrate bei Versuchen bei Raumtemperatur keine erhebliche Rolle, sowohl Spannungsschwingbreiten als auch die Lebensdauern sind sehr ähnlich. Im Falle des NbZr ist die homologe Temperatur im Verhältnis zum IF Stahl nochmals erheblich gesenkt ( $T_h$  (Nb) = 0,11), so dass unter Annahme ähnlicher Temperatur-Dehnratensensitivität Wechselwirkungen ein derartiges Verhalten zu erwarten ist. In Abbildung 4.27b zeigt sich abermals, dass der Effekt steigender Dehnungssamplituden bei weitem stärker ausgeprägt ist. (Anmerkung: Die Dehnungssamplituden sind im Vergleich zu den Versuchen an UFG IF Stahl

erhöht (vgl. Abbildung 4.24), da ähnliche plastische Dehnungsschwingbreiten eingestellt werden sollten und diese aufgrund des geringeren Elastizitätsmoduls (IF Stahl:  $\sim 210$  GPa; NbZr:  $\sim 105$  GPa) des NbZr nur bei gesteigerter Gesamtdehnungsamplitude zu erreichen sind.) Mit steigender Amplitude steigt die plastische Dehnungsschwingbreite erheblich an, gleichzeitig nimmt die Lebensdauer ab. Das zyklisch stabile Verhalten des UFG NbZr bei geringer Dehnungsamplitude entwickelt sich hin zu einem leicht zyklisch entfestigenden Verhalten. Aufgrund der geringeren homologen Temperatur bei den Raumtemperaturversuchen bedarf dieses auf den ersten Blick überraschende Ergebnis einer Erklärung. Das NbZr der Route 16E weist eine dem UFG IF Stahl der Route 8B<sub>C</sub> vergleichbare mikrostrukturelle Beschaffenheit auf. Das heißt es sind hohe Anteile an GWKGs (vgl. Abbildung 4.28) und gleichförmige Körner mit einer durchschnittlichen Größe von  $\sim 400$  nm zu erkennen. Die Versetzungsichte im Korninneren scheint jedoch höher zu sein, was vermutlich auf die Durchführung des ECAP Prozesses bei einer geringeren homologen Temperatur und somit einen geringeren prozessinduzierten Erholungsgrad zurückzuführen ist. Diese erhöhte Versetzungsichte direkt nach dem ECAP verhindert in jedem Fall eine Verfestigung während der zyklischen Belastung, erklärt jedoch noch nicht das Auftreten der zu beobachtenden Entfestigung. Diese kann auf die Legierungscharakteristik des NbZr zurückgeführt werden, da Zirkonium in hohen Anteilen vollständig im Niob lösbar ist, so dass es nicht wie im Falle des UFG IF Stahls zur Bildung von Ausscheidungen kommt, welche die Mikrostruktur zusätzlich stabilisieren. Wie jedoch die TEM und EBSD Aufnahmen in Abbildung 4.28 erkennen lassen, ergeben sich vor (linke Spalte) und nach (rechte Spalte) der Ermüdung keine signifikanten Unterschiede, so dass die die Entfestigung verursachenden Mechanismen nicht eindeutig zu identifizieren sind. Es ist zu betonen, dass es zu keiner Kornvergrößerung wie im Falle der im LCF Bereich ermüdeten hochreinen UFG Werkstoffe kommt [Höp01, Höp02, Mug03], somit das UFG NbZr immer noch als ausreichend mikrostrukturell stabil betrachtet werden kann.

Abbildung 4.29 stellt die Spannungsschwingbreiten von UFG IF Stahl und UFG NbZr in einem Diagramm vergleichend dar. Neben den zuvor bereits diskutierten Aspekten der zyklischen Stabilität wird zudem deutlich, dass die Spannungsschwingbreiten im Falle des UFG IF Stahls stets oberhalb der Schwingbreiten des UFG NbZr liegen, obwohl die gewählten Dehnungsamplituden wesentlich geringer sind. Begründet werden kann dies durch die um den Faktor 2 verschiedenen elastischen Steifigkeiten der beiden Werkstoffe, wobei im Sinne einer angedachten Verwendung des NbZr im Bereich medizinischer Implantate der recht geringe Elastizitätsmodul des NbZr durchaus vorteilhaft ist.

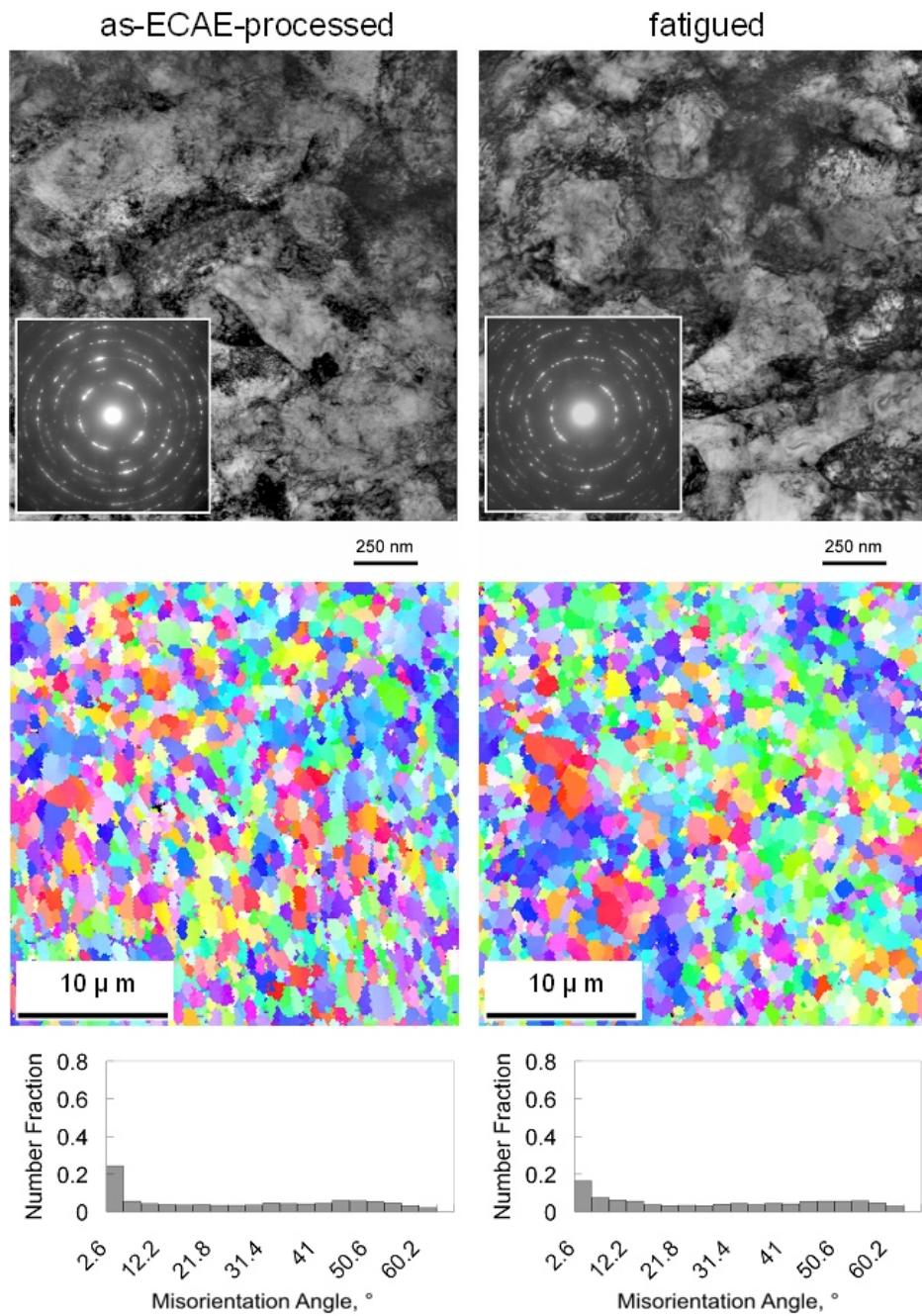


Abbildung 4.28: TEM Hellfeldaufnahmen und EBSD Aufnahmen (IPF) von UFG NbZr der Route 16E vor und nach der Ermüdung mit einer Dehnungsamplitude von 0,7 % bei einer Dehnrate von  $6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [Nie07]

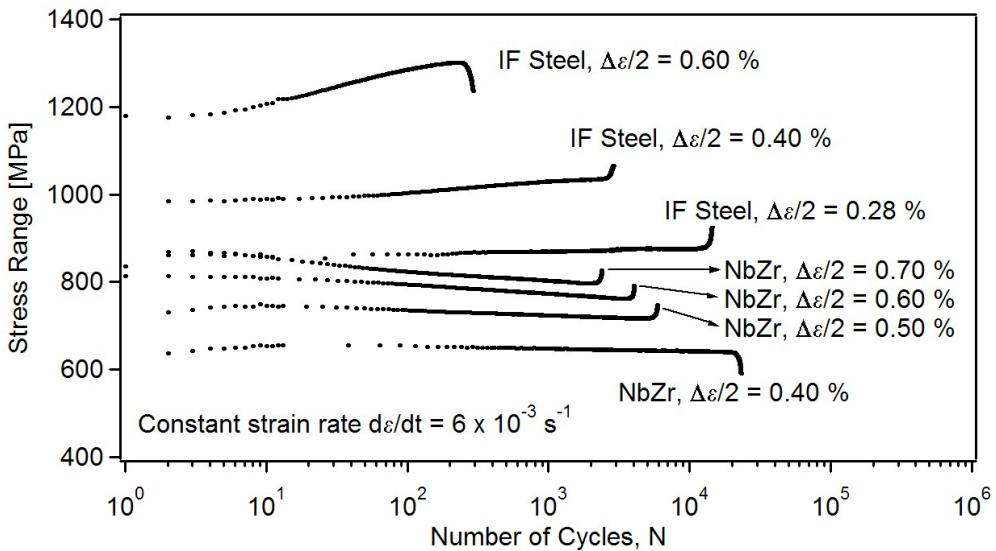


Abbildung 4.29: Vergleich von Wechselverformungskurven von UFG IF Stahl der Route 8B<sub>C</sub> und UFG NbZr der Route 16E bei verschiedenen Dehnungssamplituden [Nie07]

#### 4.7.1 Eigenschaftsoptimierung durch gezielte Wärmebehandlung

Bei Betrachtung der Ermüdungseigenschaften von IF Stahl verschiedener mikrostruktureller Beschaffenheit im Coffin-Manson Diagramm zeigt sich sofort, dass der UFG IF Stahl dem grobkörnigen Material deutlich unterlegen ist (Abbildung 4.30). Ursächlich zu begründen ist dies in der reduzierten Duktilität der hochfesten UFG Varianten, welche bei der Betrachtung allein der plastischen Dehnungssamplitude zu erheblicher Abnahme der Lebensdauer führt [Sur98, Mug01]. Für UFG Kupfer konnte durch Mughrabi et al. gezeigt werden, dass eine gezielte Wärmebehandlung mit einer resultierenden bimodalen Mikrostruktur eine erhebliche Verbesserung im Rahmen dieses Konzepts erbringt (vgl. Abbildung 2.24) [Mug03, Mug04].

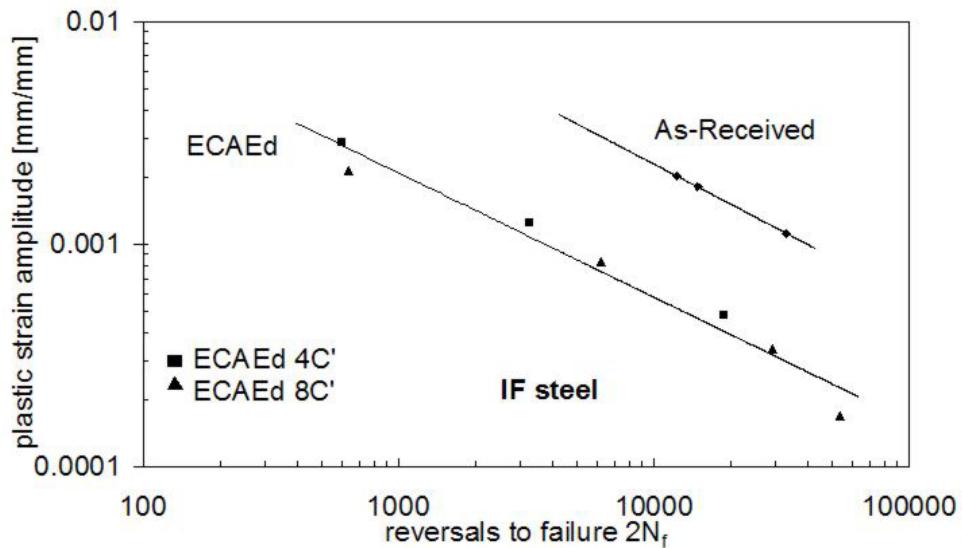


Abbildung 4.30: Coffin-Manson Diagramm für IF Stahl verschiedener Zustände [Nie08]

In Abbildung 4.31 sind Wechselverformungskurven für einen UFG IF Stahl der Route 8C sowie einen bimodalen IF Stahl veranschaulicht. Der bimodale IF Stahl wurde entsprechend der in Kapitel 4.2 vorgestellten Wärmebehandlungsstrategie 1 h bei 550 °C in Laborluft geglüht. Nach der Wärmebehandlung ist der ursprüngliche UFG IF Stahl durch die in Abbildung 4.9 gezeigte bimodale Korngrößenverteilung charakterisiert und sollte damit eine erhöhte Duktilität aufweisen aber auch immer noch von der ursprünglichen Festigkeit des UFG Zustandes profitieren. Die Wechselverformungskurven in Abbildung 4.31 zeigen, dass mit der bimodalen Struktur eindeutig die Spannungsschwingbreite abnimmt, dabei aber auch gleichzeitig die Lebensdauer reduziert ist (wie im Falle der Dehnungsamplitude von 0,23%) oder nahezu unverändert bleibt. Alle getesteten Varianten sind im gesamten Bereich nahezu zyklisch stabil, interessanterweise ist der bimodale IF Stahl auch bei hohen Amplituden nicht in der Lage zu verfestigen. Die zyklische Stabilität der Mikrostruktur ist auch wiederum den in Abbildung 4.32 gezeigten EBSD Aufnahmen zu entnehmen. Der Vergleich der bimodalen Mikrostrukturen vor (links) und nach (rechts) der Ermüdung zeigt ähnliche Korngrößenverteilungen, es kommt zu keiner ermüdungsinduzierten Kornvergrößerung.

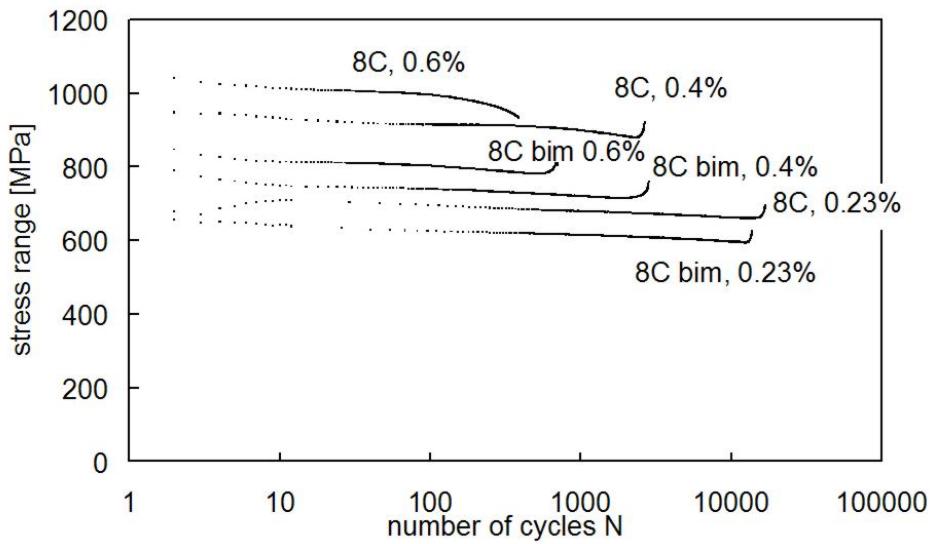


Abbildung 4.31: Wechselverformungskurven für IF Stahl der Route 8C in UFG und bimodalem Zustand [Nie08]

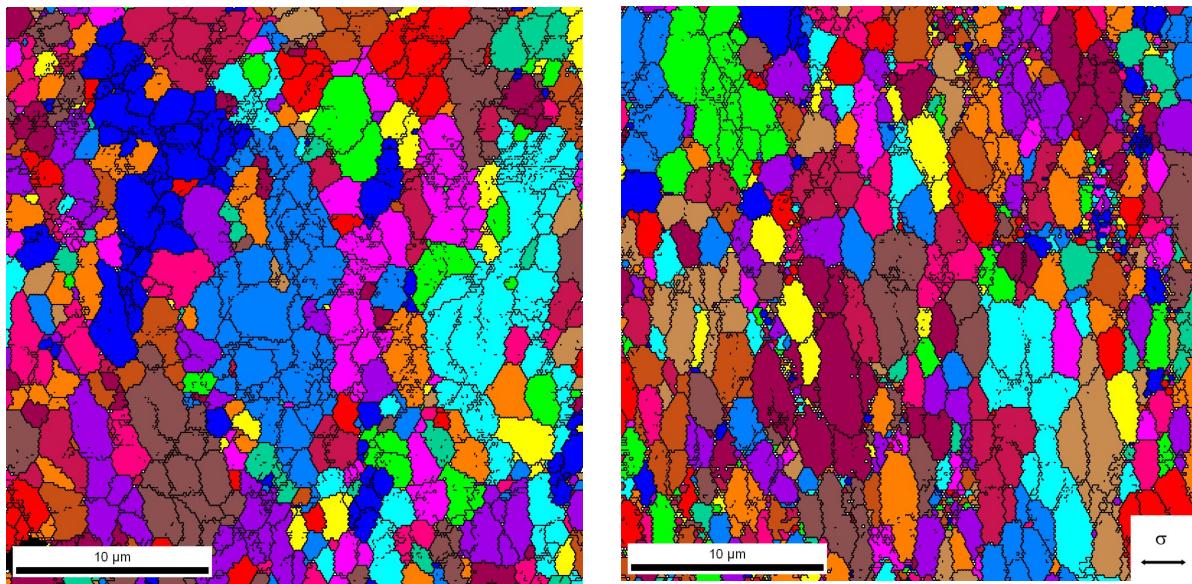


Abbildung 4.32: EBSD Diagramm (Grain Map, min. Misorientierung der Korngrenzen  $1^\circ$ ) für bimodalen IF Stahl vor und nach der Ermüdung [Nie08]

In Ergänzung zu den Versuchen an bimodalem IF Stahl wurden auch rein erholte UFG IF Stahl Varianten untersucht. Diese Varianten wurden entsprechend der in Kapitel 4.2 dargestellten Ergebnisse bei einer Temperatur von  $300\text{ }^\circ\text{C}$  für 1 h wärmebehandelt, die resultierende Mikrostruktur ist gekennzeichnet durch eine bezüglich des UFG Zustandes unveränderte Korngröße sowie eine leicht reduzierte Härte des Materials. Abbildung 4.33 zeigt für den IF Stahl der Route 8E die mittels EBSD ermittelte mikrostrukturelle Charakteristik vor und nach der Wärmebehandlung, welche eindeutig unverändert ist.

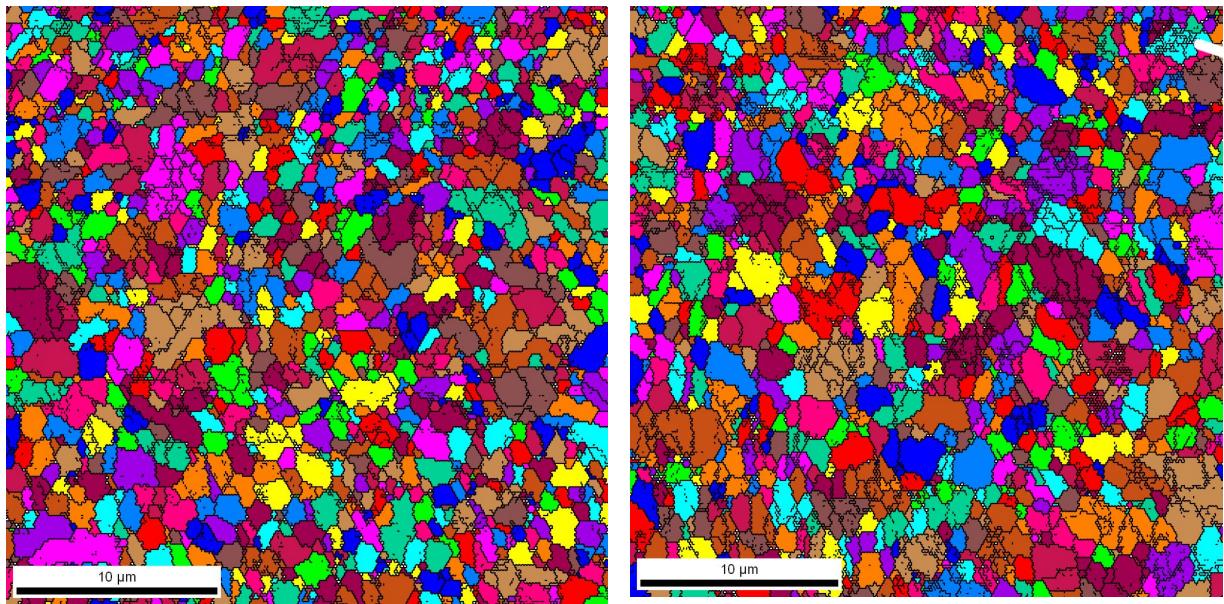


Abbildung 4.33: EBSD Diagramm (Grain Map, min. Misorientierung der Korngrenzen  $1^\circ$ ) für IF Stahl der Route 8E vor (links) und nach (rechts) der Erholungswärmebehandlung [Nie08]

Vergleichend untersucht wurden IF Stähle der Routen 8C und 8E, welche im UFG Zustand bei Raumtemperatur durch ähnliche Ermüdungseigenschaften gekennzeichnet sind (8E IF Stahl zeigt eine etwas bessere Performance). Durch die (identische) Wärmebehandlung werden die Wechselverformungskurven signifikant unterschiedlich beeinflusst (Abbildung 4.34). Während sich bei dem UFG IF Stahl der Route 8E im erholten Zustand die erhoffte Erhöhung der Lebensdauer bei gleichbleibender Spannungsschwingbreite ergibt, nimmt die Lebensdauer des erholten IF Stahls der Route 8C stark ab. Die Verbesserung des Ermüdungsverhaltens des IF Stahls der Route 8E nach der Erholung kann zurückgeführt werden auf die leicht erhöhte Duktilität dieses Zustandes. Die drastische Abnahme der Lebensdauer des erholten 8C Zustandes ist über die erwartete Entwicklung der Mikrostruktur nach der Wärmebehandlung (vgl. Kapitel 4.2) nicht zu erklären.

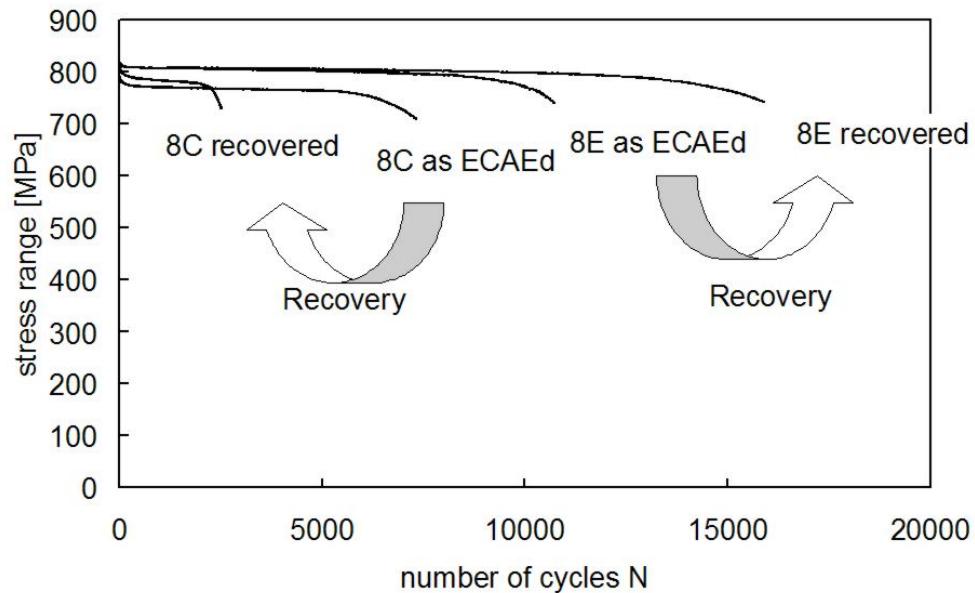


Abbildung 4.34: Wechselverformungskurven für IF Stahl der Routen 8C und 8E in UFG und erholtem Zustand für eine Dehnungssamplitude von 0,28% bei einer Dehnrate von  $6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [Nie08]

Wird die Charakteristik der Korngrenzen der Routen 8C und 8E direkt verglichen, fallen allerdings direkt signifikante Unterschiede auf. Der IF Stahl der Route 8C ist gekennzeichnet durch einen hohen Anteil an KWKGs (Abbildung 4.35 (links)), der IF Stahl der Route 8E dagegen weist eine optimierte Struktur mit hohen Anteilen an GWKGs auf (Abbildung 4.35 (rechts)). Bei einer Erholungswärmebehandlung kommt es somit im Falle des 8E Materials zu einer homogenen Erholung in der gesamten Struktur, in der Mikrostruktur des 8C Materials scheint es zu heterogenen (d.h. lokal veränderlichen) Erholungsprozessen zu kommen, welche jedoch mittels der angewendeten Untersuchungsmethoden nicht zu detektieren waren. Diese heterogene Erholung führt dann unter zyklischer Belastung zu lokalisierten Schädigungsprozessen, welche dann zu stark reduzierten Lebensdauern führen.

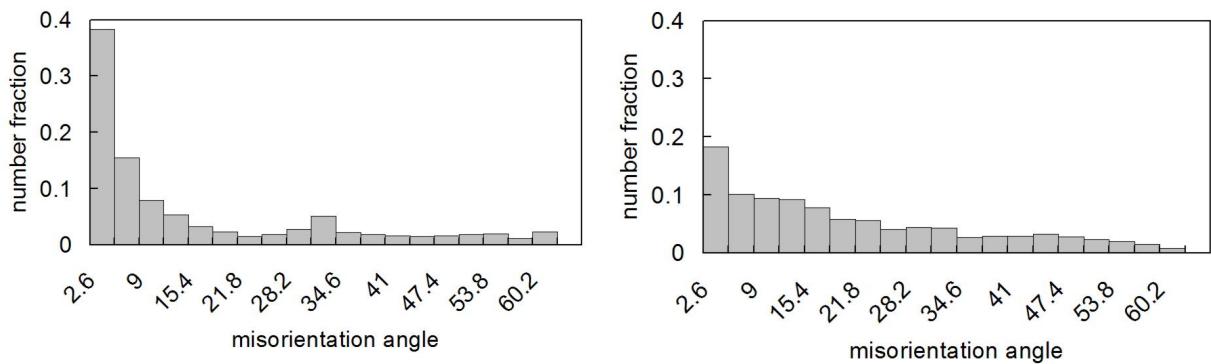


Abbildung 4.35: Mittels EBSD ermittelte Korngrenzencharakteristik von UFG IF Stahl der Routen 8C (links) und 8E (rechts) [Nie08]

Werden die Daten für die wärmebehandelten IF Stahl Zustände in das entsprechende Coffin-Manson Diagramm eingetragen (vgl. Abbildung 4.30), ergibt sich zwar eine Verbesserung gegenüber dem UFG Zustand direkt nach dem ECAP, jedoch wird keine über das Niveau des CG Zustandes reichende Verbesserung der Materialeigenschaften erzielt (vgl. Abbildung 2.24). Die durch die partielle Vergrößerung des UFG IF Stahls steigende plastische Dehnungsamplitude unter zyklischer Belastung kann nicht durch eine stark gesteigerte Duktilität überkompensiert werden, so dass die gleichen Verbesserungen wie bei (hochreinem) bimodalem Kupfer nicht erreicht werden können [Höp01, Höp06, Mug03]. Wird entsprechend der Erläuterungen in Kapitel 4.7 dagegen das Smith, Watson, Topper Diagramm zur Veranschaulichung der Ermüdungseigenschaften der verschiedenen IF Stahl Varianten verwendet (Abbildung 4.36), ergeben sich im Hinblick auf eine technische Anwendung die folgenden Konsequenzen: Der bimodale IF Stahl ist dem UFG IF Stahl in allen Lebensdauerbereichen unterlegen, so dass eine weitere Untersuchung dieses bimodalen Zustandes in technisch reinen krz Materialien als nicht zielführend angesehen werden kann. Durch eine gezielte Erholungswärmebehandlung ergeben sich jedoch im Falle optimierter Routen mit hohen Anteilen an GWKGs Möglichkeiten zur Verbesserung der Ermüdungseigenschaften, welche in Abbildung 4.36 durch eine entsprechende Beschriftung der Punkte für den IF Stahl der Route 8E hervorgehoben sind.

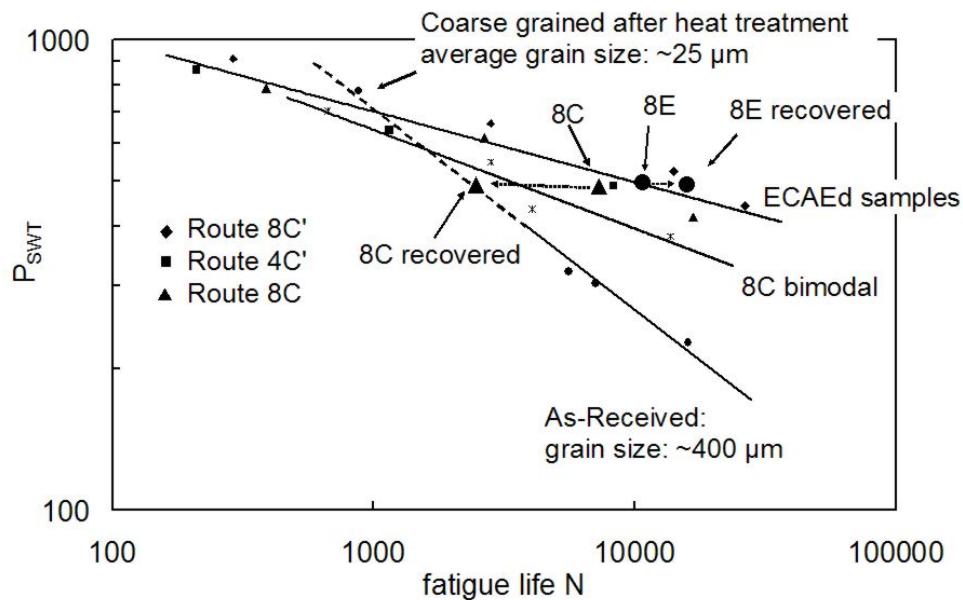


Abbildung 4.36: Erweiterung des Smith-Watson-Topper Diagramms für IF Stahl (Abbildung 4.26) um wärmebehandelte Materialzustände [Nie08]

Die Möglichkeit der Steigerung der Lebensdauer von UFG Werkstoffen durch eine gezielte Erholungswärmebehandlung ergibt sich somit für UFG Werkstoffe unterschiedlicher Gitterstrukturen oder auch chemischer Zusammensetzung, bimodale Strukturen scheinen in Werkstoffen mit nicht extrem hoher Duktilität jedoch eher kritisch zu sein. In den folgenden Abbildungen 4.37 bis 4.39 wird für das UFG NbZr sowie eine technisch reine UFG Titan Legierung der Effekt entsprechender Wärmebehandlungen verdeutlicht.

Abbildung 4.37 zeigt Wechselverformungskurven von UFG NbZr der Route 16E direkt nach der ECAP Umformung sowie von einer bei 600 °C (homologe Temperatur entsprechend der Erholungswärmebehandlung bei Stahl) für 1 h wärmebehandelten Variante. Letztere wurde im Vakuum wärmebehandelt, um den Effekt der Randschichthärtung durch interne Oxidation getrennt betrachten zu können. Offensichtlich ist der Effekt der Erholung auf die Lebensdauer im Falle des UFG NbZr etwas erhöht im Vergleich zu dem Effekt beim IF Stahl. Ursächlich hierfür ist vermutlich die erhöhte Versetzungsichte beim UFG NbZr nach ECAP, welche somit stärkere Veränderungen in der Mikrostruktur erlaubt, die aber wiederum nicht eindeutig nachweisbar sind (vgl. TEM Aufnahmen des UFG NbZr vor und nach der Wärmebehandlung in Abbildung 4.37). Des Weiteren ist der Effekt von ECAP induzierten Eigenspannungen, welche sich als Mittelspannungen im Ermüdungsversuch äußern können, sicherlich nicht zu vernachlässigen, wie in Kapitel 4.7.3 im Detail dargestellt werden wird.

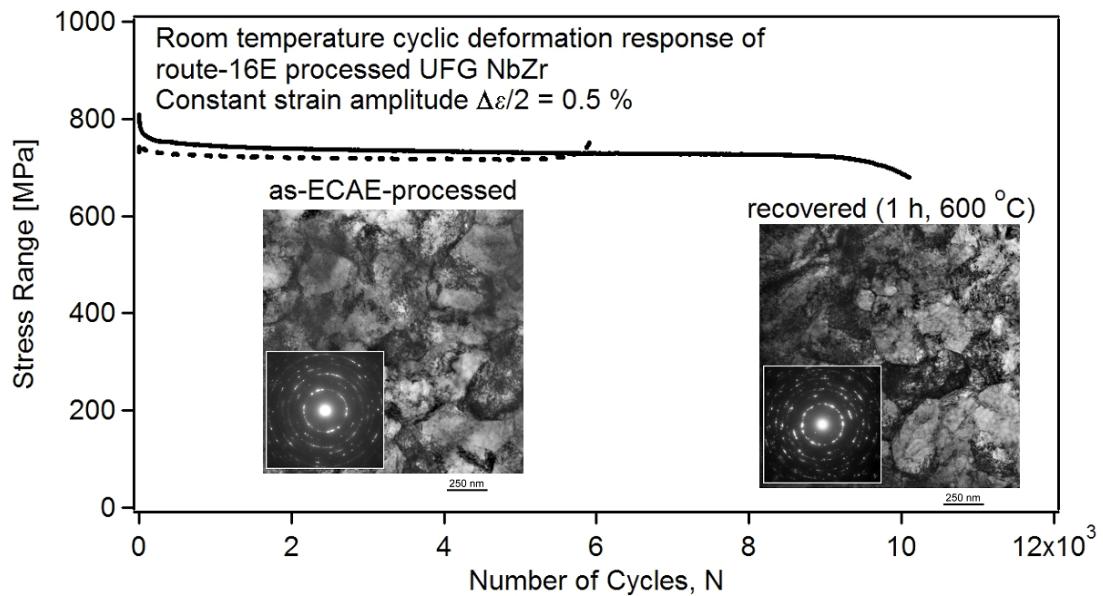


Abbildung 4.37: Einfluss einer Erholungswärmebehandlung in Vakuum auf die Wechselverformungskurve von NbZr bei konstanter Dehnungsamplitude sowie Dehnrate, die TEM Aufnahmen zeigen die vor und nach der Wärmebehandlung nahezu unveränderte Mikrostruktur [Nie07]

Wird die Wärmebehandlung bei einer ähnlichen Temperatur (d.h. reduziert auf 560 °C, vgl. Kapitel 4.2) für 1 h an Laborluft durchgeführt, kommt es zu einem Anstieg der Randschichthärte bis auf Werte von ~700 HV (vgl. Abbildung 4.11). In dieser extrem harten Randschicht ist die Rissinitiierung wesentlich erschwert solange eine kritische Dehnung nicht überschritten wird. Beim Auftreten einer entsprechenden kritischen Dehnung reißt die Randschicht sehr schnell auf. Abbildung 4.38 zeigt Wechselverformungskurven von UFG NbZr in einem Zustand direkt nach ECAP sowie in der wärmebehandelten randschichtgehärteten Variante. Offensichtlich ist die Lebensdauer der randschichtgehärteten UFG NbZr Variante erheblich gesteigert, bei einer Dehnungsamplitude von 0,4% kam es nicht zum Versagen der Probe. Erst nach einer Erhöhung der Dehnungsamplitude auf einen Wert von 0,5% versagte die Probe, die Lebensdauer auf diesem Belastungshorizont war gegenüber dem nicht randschichtgehärteten Zustand aber immer noch erhöht. Die in Abbildung 4.38 gezeigten Hysteresen (jeweils nach 12500 Zyklen) zeigen, dass neben der gesteigerten Randschichthärte ein weiterer Aspekt zur Verlängerung der Lebensdauer beiträgt. In dem nicht wärmebehandelten UFG NbZr baut sich im Laufe der zyklischen Belastung eine positive Mittelspannung auf, welche sich negativ auf die Lebensdauer auswirkt. Diese positive Mittelspannung ist nach der Wärmebehandlung nicht mehr messbar, so dass dies sicherlich lebensdauerverlängernd wirken wird. Wie aber die Ergebnisse der im

Vakuum erholten UFG NbZr Probe zeigen (vgl. Abb. 4.37), kann dieser Effekt allein nicht zu der in Abbildung 4.38 gezeigten massiven Steigerung der Lebensdauer führen. Wie sich eine Mittelspannung auf das Ermüdungsverhalten von UFG Werkstoffen im Allgemeinen auswirkt, wird in Kapitel 4.7.3 diskutiert.

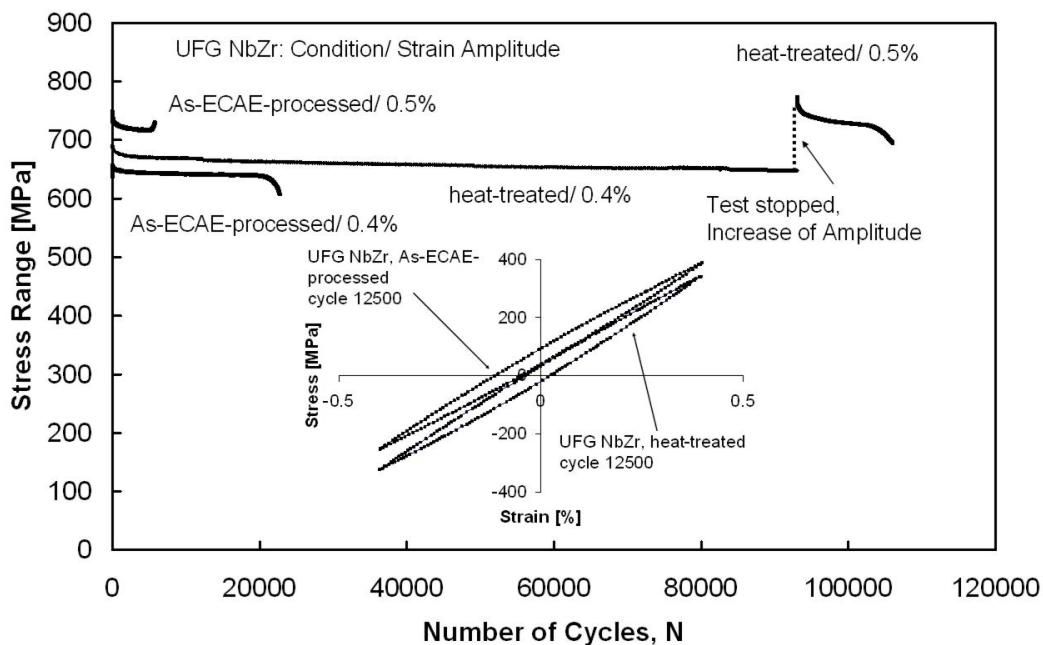


Abbildung 4.38: Einfluss einer Erholungswärmebehandlung in Luft auf die Wechselverformungskurve von NbZr sowie die Entwicklung der Hysteresen für einen Ermüdungszustand nach jeweils 12500 Zyklen [Nie08b]

Der Effekt einer bimodalen Struktur auf das Ermüdungsverhalten eines Werkstoffes, welcher durch eine sehr geringe Duktilität im CG Zustand gekennzeichnet ist, wurde anhand einer Titanlegierung (Reinheitsklasse CP2) charakterisiert. Abbildung 4.39 zeigt die Hysteresen bei halber Lebensdauer (a) und die entsprechenden Wechselverformungskurven (b). Offensichtlich weist das UFG Titan die größte Lebensdauer auf, die bimodale Titanvariante dagegen fällt sogar noch unter das Niveau des CG Titan. Wie auch schon im Falle des UFG IF Stahl nimmt nach der Wärmebehandlung in der bimodalen Mikrostruktur die plastische Dehnung zu, im Falle des Titan sind die grobkörnigen Bereiche jedoch nicht durch eine gestiegene Duktilität gekennzeichnet. Somit kommt es im bimodalen Titan zu einer stark lokalisierten Schädigung, die vergrößerten Bereiche sind zwar weniger fest aber nicht duktiler. Es kann somit gefolgert werden, dass eine bimodale Mikrostruktur im Falle nicht extrem duktiler Werkstoffe zu einer Verschlechterung der Ermüdungseigenschaften führt.

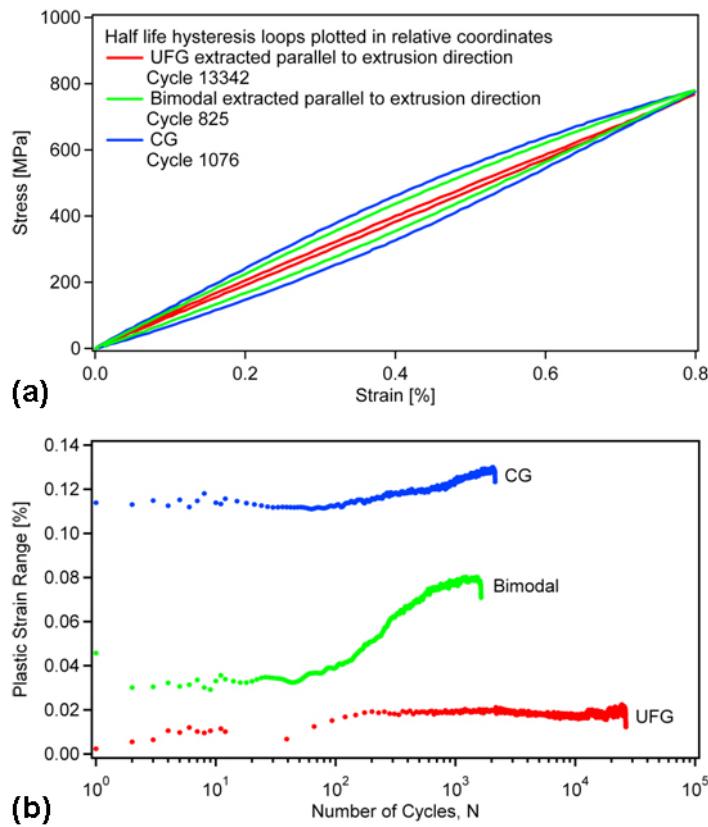


Abbildung 4.39: Einfluss einer Wärmebehandlung auf a) die Hysteresen bei halber Lebensdauer sowie b) die Wechselverformungskurven (plastische Dehnungsschwingbreiten) von Ti verschiedener mikrostruktureller Charakteristik bei konstanter Dehnrate von  $6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  und einer Dehnungsamplitude von 0,4% [Nie09e]

Abbildung 4.40 zeigt einerseits die Mikrostruktur bzw. Korngrößenverteilung des Titan nach einer Wärmebehandlung von 1 h bei 450 °C, andererseits wird die ungünstige mikrostrukturelle Konfiguration in der schematischen Darstellung nochmals deutlich aufgegriffen. Liegt im Falle von mäßig duktilen UFG Werkstoffen eine derartige Korngrößenverteilung vor, kommt es zu einer frühen Schädigung und somit zu geringen Lebensdauern. Neben der Konzentration der plastischen Dehnung in den weniger festen vergrößerten Bereichen kommt es an der Grenzfläche feinkörnig/grobkörnig zu deutlichen Spannungüberhöhungen, so dass dieser Mechanismus eine frühe Rissinitiierung in diesen Bereichen begünstigt. In den Kapiteln 4.7.6 und 5.1 wird im Detail auf die Schädigungsentwicklung und ihre mikrostrukturellen Ursachen eingegangen.

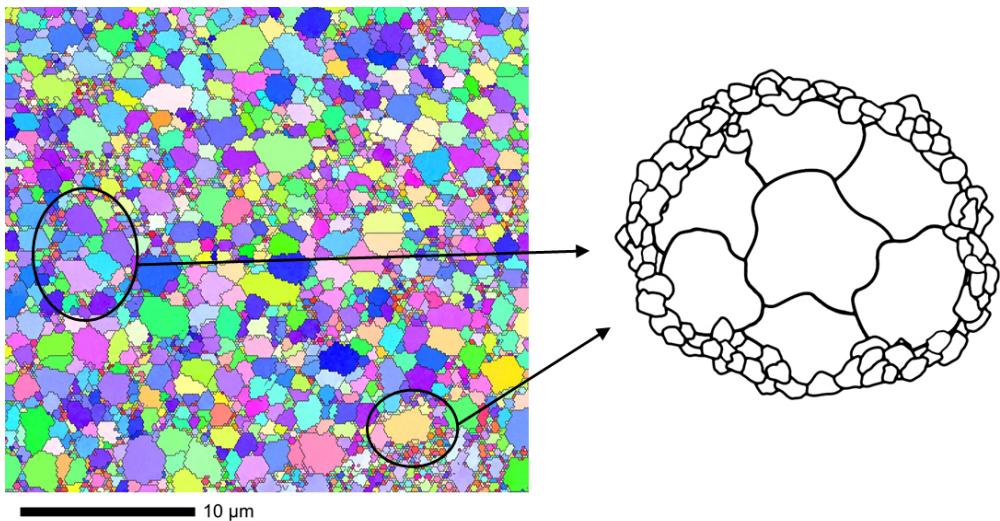


Abbildung 4.40: Schematische Darstellung (rechts) der schädigungsrelevanten mikrostrukturellen Ausprägung sowie eine EBSD Darstellung (IPF) für bimodales Ti, welche eben diese Strukturen zeigt [Nie09b, Nie09e]

#### 4.7.2 Einfluss der Textur

Um den Einfluss der Textur auf das Ermüdungsverhalten von UFG IF Stahl charakterisieren zu können, wurden Proben aus einer ECAP Route verwendet. Zwar zieht die Umformung mittels verschiedener ECAP Routen auch die Entwicklung verschiedener Texturen nach sich, gleichzeitig werden jedoch auch andere wichtige Kenngrößen wie die Korngröße, der Eigenspannungszustand und der Korngrenzcharakter massiv beeinflusst (vgl. Kapitel 4.1). Daher wurden alle Proben aus einem Materialstück der Route 8E entnommen, Abbildung 4.41 zeigt die gewählten Probeentnahmerichtungen.

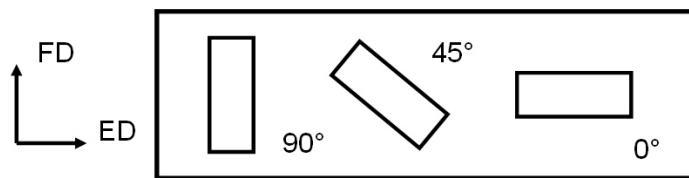


Abbildung 4.41: Darstellung der Probeentnahmerichtungen [Nie08c]

Wie bereits in Kapitel 4.1 gezeigt worden ist, ist auch der UFG IF Stahl optimierter Routen texturiert, so dass die Entnahme der Proben in verschiedene Richtungen (entsprechend

Abb. 4.41) zu unterschiedlich texturierten Proben mit aber sonst identischen mikrostrukturellen Eigenschaften führt. Zu beachten ist jedoch, dass nur ein IF Stahl einer ECAP Route verwendet werden kann, welche zur Ausbildung von gleichachsigen Körnern (vgl. Abbildung 4.2) führt, wie dies bei der Route 8E der Fall ist.

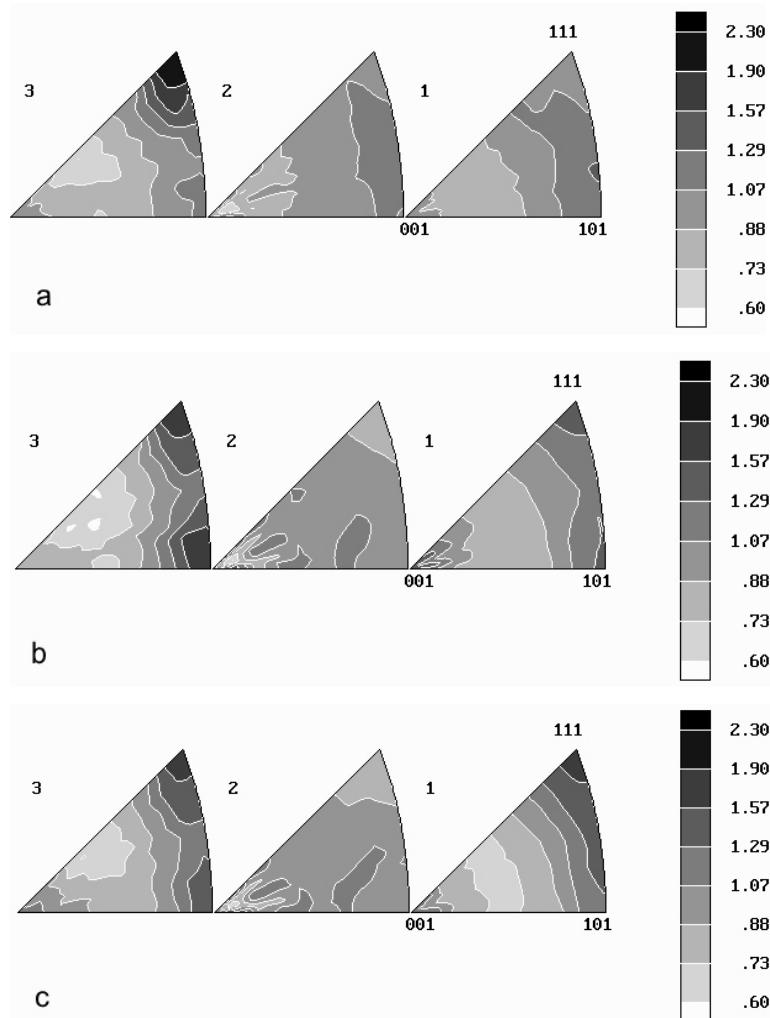


Abbildung 4.42: Textur der UFG IF Stahl Proben der Route 8E aus den verschiedenen Entnahmerichtungen a)  $0^\circ$ , b)  $45^\circ$  und c)  $90^\circ$  [Nie08c]

Abbildung 4.42 zeigt die Ergebnisse von XRD Texturmessungen an den unterschiedlich entnommenen Proben. Dabei ist in (a) eine inverse Polfigur für die sog.  $0^\circ$  Probe (Probenlängsachse parallel zur Extrusionsrichtung) aufgeführt, in (b) die entsprechende Polfigur für die sog.  $45^\circ$  Probe (Probenlängsachse unter  $45^\circ$  zur Extrusionsrichtung) und in (c) die Polfigur für die sog.  $90^\circ$  Probe (Probenlängsachse unter  $90^\circ$  zur Extrusionsrichtung). In allen drei Fällen zeigt die mit 1 bezeichnete inverse Polfigur die Texturierung in der Probenlängsachse, also die für Unterschiede in der Spannung-Dehnung Antwort

entscheidende Größe. Ein Vergleich der Texturen in der entscheidenden Richtung zeigt, dass die Intensität des {111} Pols von der  $0^\circ$  Probe zur  $90^\circ$  Probe stetig steigt. Aufgrund der elastischen Anisotropie des Eisens mit einem maximalen E-Modul für die  $<111>$  Richtung ist somit ein Einfluss auf das Ermüdungsverhalten des UFG IF Stahls zu erwarten.

Abbildung 4.43 zeigt Wechselverformungskurven für die aus verschiedenen Richtungen entnommenen UFG IF Stahl Proben der Route 8E. Unabhängig von der Dehnungsamplitude stellt sich für die  $0^\circ$  Probe generell die geringste Spannungsschwingbreite ein, gleichzeitig ist die Lebensdauer für die Proben dieser Entnahmerichtung maximal. Für die  $90^\circ$  Probe ist die Lebensdauer dagegen stets minimal, die Spannungsschwingbreite aufgrund der {111} dominierten Textur stets maximal. Die  $45^\circ$  Probe liegt mit ihren Eigenschaften immer zwischen den beiden anderen Varianten, was bereits durch die Ausprägung der Textur in Abbildung 4.42b zu erwarten ist. Weitere Auffälligkeiten in der Mikrostruktur konnten im Falle der optimierten Route 8E nicht gefunden werden, entsprechende Ergebnisse zur Mikrostruktur sind in Kapitel 4.7.1 dargestellt.

Die auftretenden plastischen Dehnungen sind im Falle aller Proben nahezu identisch, die Abnahme der Lebensdauer hin zur  $90^\circ$  Probe ist somit bedingt durch die pro Zyklus umgesetzte Energie, die aufgrund der höheren Spannung für die  $90^\circ$  Probe maximiert ist.

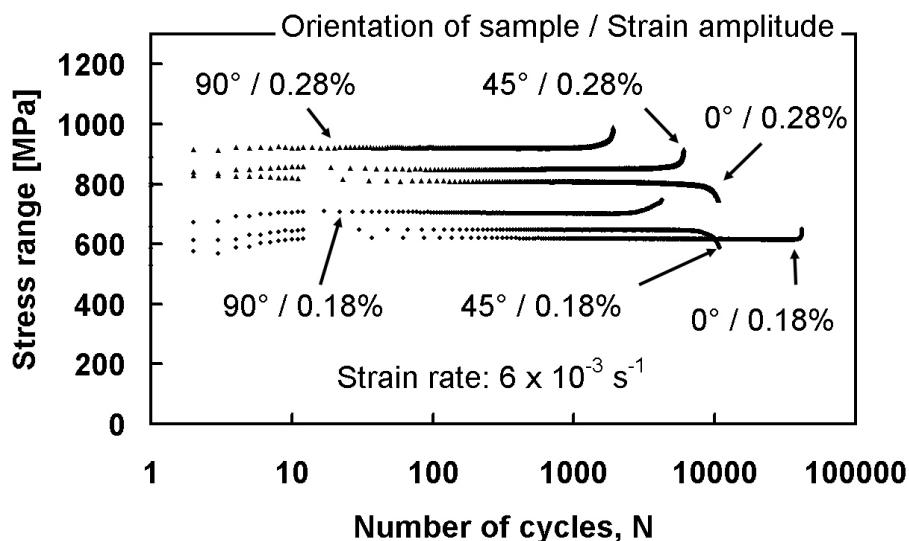


Abbildung 4.43: Wechselverformungskurven der verschiedenen entnommenen UFG IF Stahl Proben der Route 8E bei konstanter Dehnrate für zwei verschiedene Dehnungsamplituden [Nie08c]

In wie weit die Texturierung Einfluss auf die Ermüdungseigenschaften anderer UFG Werkstoffe hat, wurde zum Vergleich an einer Titanlegierung (Reinheitsgrad CP2) untersucht. Aufgrund seines Verformungsverhaltens ist beim Titan ein wesentlich größerer

Einfluss der Textur zu erwarten. Abbildung 4.44 zeigt die Textur einer  $0^\circ$  Probe (parallel zur Extrusionsrichtung) vor und nach der Ermüdung. Die als 1 bezeichnete inverse Polfigur ist wiederum die zur Probenlängsachse gehörige. Auf die Darstellung der Polfiguren für die weiteren Probenentnahmerichtungen (vgl. Abbildung 4.45) wurde verzichtet, da sie aus Gründen der Kristallsymmetrie bereits aus der gezeigten Darstellung ableitbar sind.

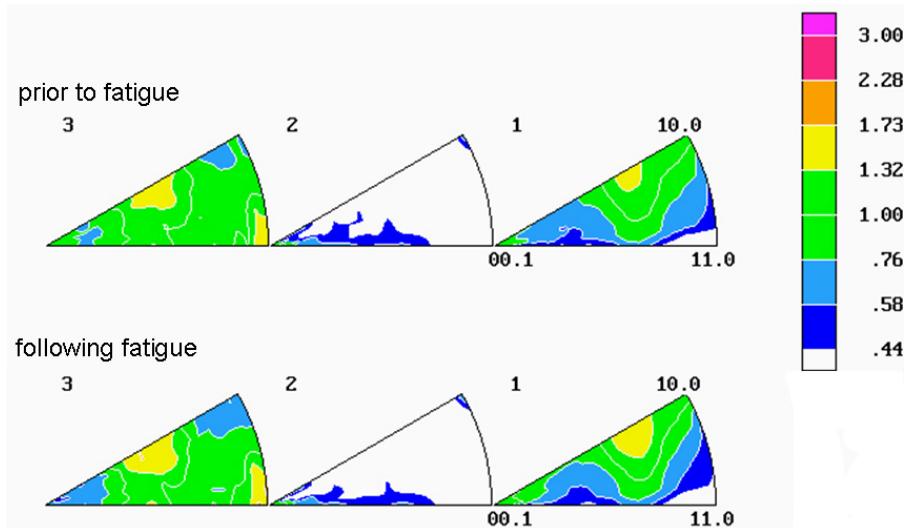


Abbildung 4.44: Textur von UFG Titan für eine Probe der Entnahmerichtung parallel zur Extrusionsrichtung [Nie09e]

Wie Abbildung 4.45 zeigt, hat die in Abbildung 4.44 gezeigte Texturierung der Titanproben der Route 8B<sub>C</sub> einen erheblichen Einfluss auf die Ermüdungseigenschaften, sowohl Spannungsschwingbreite als auch Lebensdauer sind von der Entnahmerichtung und somit der Textur abhängig. Im Falle des UFG Titan ist zudem bereits im Falle monotoner Zugversuche festgestellt worden, dass es zu einer erheblichen Anisotropie der Spannung-Dehnung Kurven kommt [Yap06], was neben der Textur auf Basis gerichteter KWKGs und GWKGs erklärt wurde. Die hiermit verbundenen Unterschiede in der freien Weglänge der Versetzungen werden also auch einen gewissen Einfluss auf das Ermüdungsverhalten des UFG Titan haben.

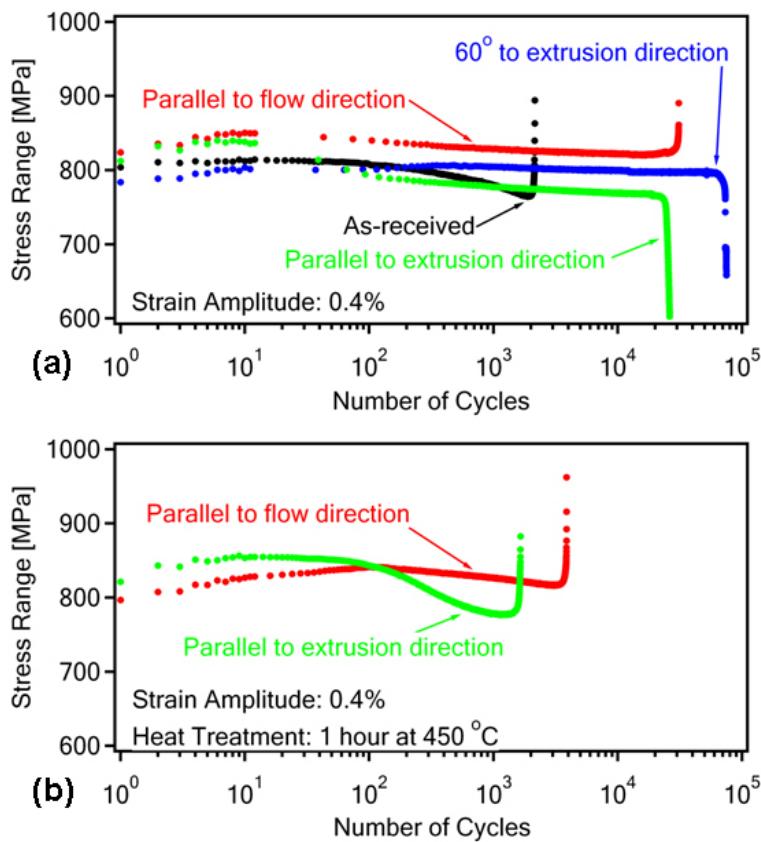


Abbildung 4.45: Wechselverformungskurven (Spannungsschwingbreiten) von Ti Proben verschiedener mikrostruktureller Charakteristik sowie verschiedenen entnommenen UFG Ti-Proben bei einer konstanten Dehnrate von  $6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  a) nach ECAP und b) in einem wärmebehandelten Zustand [Nie09e]

Nach einer Wärmebehandlung verbunden mit der Einstellung einer bimodalen Mikrostruktur (vgl. Kapitel 4.2 und 4.7.1) ist der Einfluss der Entnahmerichtung noch immer zu erkennen, obwohl sich große Bereiche der Mikrostruktur neu ausgebildet haben. Die Lebensdauer ist dabei im Vergleich zu den UFG Varianten erheblich reduziert, zurückzuführen ist dies auf stark lokalisierte Schädigungsprozesse (vgl. Kapitel 4.7.1). Texturuntersuchungen haben gezeigt, dass sich die Textur während der Wärmebehandlungen nicht signifikant ändert, so dass die in Abbildung 4.44 gezeigten Polfiguren noch immer für die wärmebehandelte 0° Probe („Parallel to extrusion direction“) Gültigkeit besitzen. Da sich die lokale Schädigung auf die neu gebildeten vergrößerten Strukturen konzentriert, welche nicht durch gerichtete Strukturen (gerichtete KWKGs und GWKGs) dominiert wird (vgl. Abbildung 4.40 und [Yap06]), ist eher von einem dominierenden Einfluss der Textur auf das Ermüdungsverhalten (d.h. vor allem die Lebensdauer) auszugehen.

### 4.7.3 Einfluss einer Mittelspannung

Wie bereits in Kapitel 4.7.1 im Falle des wärmebehandelten UFG NbZr gezeigt, ist es möglich, dass sich im Laufe der zyklischen Belastung in Dehnungsregelung eine Mittelspannung in den UFG Materialien aufbaut. Dieser Aufbau einer Mittelspannung ist an sich ungewöhnlich, aber auch im Falle des UFG IF Stahl erkennbar wie Abbildung 4.46 zeigt.

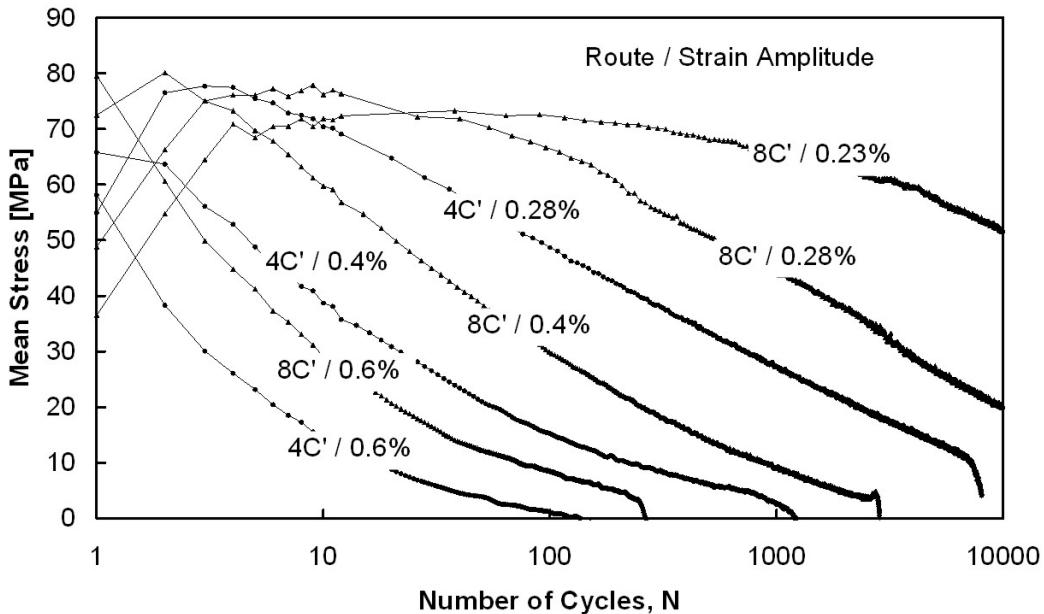


Abbildung 4.46: Entwicklung von Mittelspannungen bei Versuchen in Dehnungsregelung mit konstanter Dehnrate von  $6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  und verschiedenen Dehnungssamplituden (vgl. Kapitel 4.7) [Nie08d]

Bei Betrachtung der Verläufe der Mittelspannungen über die Gesamtlebensdauer ist direkt auffällig, dass die Mittelspannungen generell im Laufe des Zyklierens abgebaut werden. Dieser Prozess läuft jedoch abhängig von der gewählten Dehnungssamplitude unterschiedlich schnell ab. Im Falle kleinerer Dehnungen ist der Abbau der Mittelspannung wesentlich weniger betont, so wurde z.B. für die Probe der Route 8B<sub>C</sub> ermüdet mit einer Amplitude von 0,23% die Mittelspannung nach 10000 Zyklen nur unwesentlich abgebaut. Bei den großen Dehnungssamplituden (0,6%) dagegen ist bereits nach 100 Zyklen die Mittelspannung nahezu vollständig abgebaut. Zurückzuführen ist dies auf die effektivere Einflussnahme der erhöhten zyklischen plastischen Dehnung auf mikrostrukturelle Anordnungen, welche für den Aufbau der Mittelspannungen verantwortlich sind. Sehr auffällig ist der Unterschied in der Entwicklung der Mittelspannung der beiden verschiedenen UFG IF Stahl Zustände. So ist die Entwicklung im Falle des 4B<sub>C</sub> Materials gegenüber dem 8B<sub>C</sub> generell beschleunigt, was auf

eine geringere zyklische Stabilität der Mikrostruktur im Falle des 4B<sub>C</sub> IF Stahls schließen lässt. Dies wurde auch bereits in einem anderen Zusammenhang in Kapitel 4.7 diskutiert. Die absolute Größe der sich in den ersten Zyklen aufbauenden Mittelspannung ist abhängig von der Materialvorgeschichte, d.h. einerseits von der ECAP Prozessroute, aber auch von einer nachträglichen Wärmebehandlung. So reduziert eine Erholungswärmebehandlung die Höhe der Mittelspannung bereits erheblich. Wird eine bimodale Struktur eingestellt, so liegt das Mittelspannungsniveau bei Null [Nie09].

Die sich entwickelnden Mittelspannungen sind zwar einfach in den Ermüdungsergebnissen zu zeigen, doch ihre Ursache ist bisher nicht direkt nachgewiesen worden. Da sowohl die ECAP Prozessroute als auch eine Wärmebehandlung nach dem ECAP Prozess Einfluss auf die Höhe der Mittelspannungen haben, scheint es sich um ECAP induzierte Effekte zu handeln. Es ist durchaus denkbar, dass nach dem ECAP Prozess Eigenspannungen in der Mikrostruktur vorliegen, welche aber bisher nicht mittels XRD Messungen zu ermitteln waren. Somit scheinen diese Eigenspannungen eher von lokaler Natur zu sein, so dass ein mittelndes Verfahren wie es XRD ist, diese Eigenspannungen nur schwer nachweisen kann.

Zur konkreten Untersuchung des Einflusses der Mittelspannungen auf das Ermüdungsverhalten von UFG IF Stahl wurde ein IF Stahl der Route 8E spannungskontrolliert ermüdet. Entsprechend der in den dehnungsgeregelten Versuchen mit einer Amplitude von 0,28% auftretenden Spannungsschwingbreite wurde die Spannungsamplitude in dem mittelspannungsfreien Versuch gewählt. Wie sich in Abbildung 4.47 zeigt, erreicht die Probe ohne Mittelspannung (bezeichnet als 0 MPa) eine nahezu identische Lebensdauer wie im dehnungsgeregelten Versuch (vgl. Abb. 4.21). Entsprechend der in diesem Versuch gewählten Belastung wurden mittels der Gleichung nach Goodman [Rad07] Mittelspannungs/Spannungsamplituden-Paare ermittelt, die in eine ähnliche Lebensdauer münden sollten. Die entsprechenden Werte sind in Tabelle 4.1 aufgelistet.

Tabelle 4.1: In den Untersuchungen zum Mittelspannungseinfluss gewählte Belastungsparameter [Nie08d]

Mittelspannung [MPa]	Spannungsamplitude [MPa]	R-Verhältnis
0	400	-1
25	390	-0.88
50	380	-0.77
75	380	-0.67
100	380	-0.58
200	350	-0.27
-75	380	-1.49

Wie Abbildung 4.47 zeigt, haben die nach der Goodman-Näherung errechneten Belastungsgrößen im Falle mittlerer bis geringer Mittelspannungswerte tatsächlich zu ähnlichen Lebensdauern geführt. Lediglich für die negative Mittelspannung von -75 MPa sowie die beiden Mittelspannungsniveaus  $> 100$  MPa sind erhebliche Abweichungen zu erkennen. Die in Abbildung 4.47 gezeigten Verläufe zur Entwicklung der plastischen Dehnungsschwingbreite in den spannungsgeregelten Versuchen zeigen, dass für alle Mittelspannungsniveaus  $< 100$  MPa die Entwicklung der plastischen Dehnungsschwingbreite nahezu identisch ist. In diesen Versuchen ist der UFG IF Stahl der Route 8E nahezu perfekt zyklisch stabil, lediglich eine leichte Tendenz zur Entfestigung ist erkennbar. Wird das Mittelspannungsniveau auf hohe positive Werte gesteigert ( $> 100$  MPa) kommt es zu einer stark beschleunigten Entfestigung, sichtbar in der schnell zunehmenden plastischen Dehnungsschwingbreite. Zu beachten ist in diesem Fall, dass aufgrund der Abschätzung über die Goodman-Gleichung die Spannungsamplitude im Versuch mit einer Mittelspannung von 200 MPa reduziert ist, so dass das anfängliche Niveau der plastischen Dehnungsschwingbreite geringer ausfällt. Doch auch unter dieser Randbedingung scheint die Mikrostruktur des mit 200 MPa Mittelspannung beaufschlagten UFG IF Stahls schnell zu kollabieren, dynamische Rekristallisation scheint dabei die Hauptursache zu sein (vgl. Abbildung 4.51).

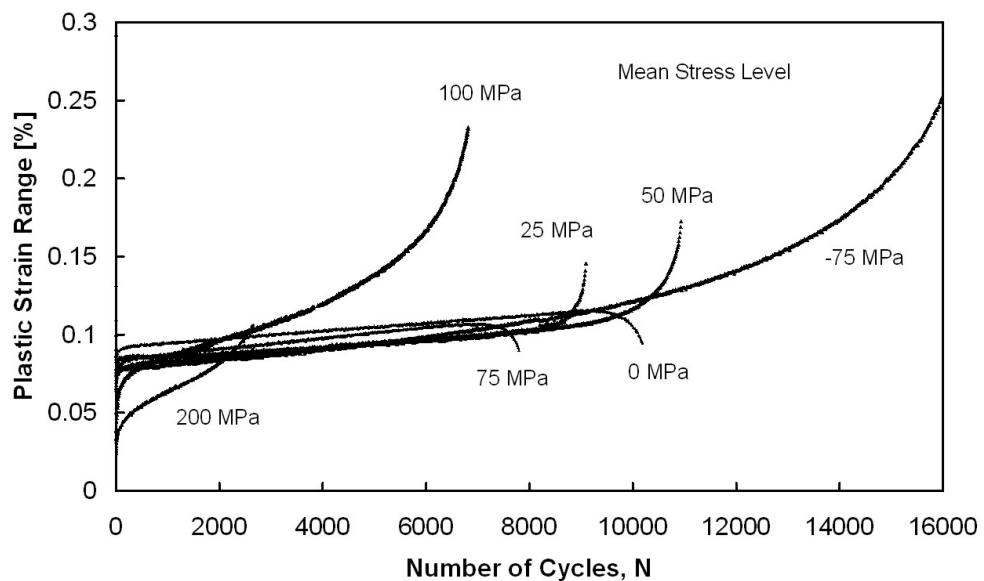


Abbildung 4.47: Entwicklung der plastischen Dehnung in UFG IF Stahl der Route 8E in spannungsgeregelten Versuchen mit unterschiedlichen Mittelspannungsniveaus bei konstanter Versuchsfrequenz von 0,5 Hz [Nie08d]

Wird die Entwicklung der Mitteldehnung betrachtet, wie dies in Abbildung 4.48 der Fall ist, zeigt sich deutlich, dass der Einfluss verschiedener Mittelspannungsniveaus in drei Gruppen

eingeteilt werden kann. Der in Abbildung 4.48 mit (2) gekennzeichnete Bereich zeigt, dass bei kleinen bis mittleren Mittelspannungen ein stabiles Verhalten des UFG IF Stahls verzeichnet werden kann. Im Falle einer Mittelspannung von 0 MPa entwickelt sich eine kleine negative Mitteldehnung, bei 25 MPa Mittelspannung ist der Aufbau einer Mitteldehnung nicht nachzuweisen. Der Aufbau einer positiven Mittelspannung im Falle von mitteldehnungsfreien dehnungsgeregelten Versuchen und der Aufbau einer negativen Mitteldehnung für mittelspannungsfrei spannungsgeregelte Versuche scheinen dabei durchaus auf Basis von ECAP induzierten Eigenspannungen, die durch die Belastung umgelagert werden, erklärbar zu sein. Neben der stabilen Mikrostruktur des UFG IF Stahls im Bereich (2) der Abbildung 4.48 gibt es zwei Bereiche, welche eine signifikante Entwicklung einer Mitteldehnung zeigen und somit Mittelspannungsniveaus festlegen, bei denen die UFG Mikrostruktur nicht mehr stabil ist. Bei Belastung der Probe mit einer negativen Mittelspannung (Bereich (3)) kommt es zu einem stetigen Aufbau einer negativen Mitteldehnung, es stellt sich keine Sättigung ein. Auch bei den hohen positiven Mittelspannungen (Bereich (1)) kommt es zu einer schnell voranschreitenden Entwicklung der Mitteldehnung (hin zu positiven Werten) ohne dass ein Sättigungsniveau erreicht wird. Da für die beiden Proben in diesem Bereich die plastischen Dehnungsamplituden sehr groß sind (Abb. 4.47), schreitet die mikrostrukturelle Entwicklung sehr schnell voran, so dass die Proben das anvisierte Ziel von 10000 Zyklen nicht erreicht haben (welches unter der Annahme einer zyklisch stabilen Mikrostruktur errechnet wurde). Nicht nur die reduzierten Lebensdauern dieser Proben, sondern auch die Hysteresen bei halber Lebensdauer (Abbildung 4.49) zeigen, dass sich die Mikrostrukturen bei der Ermüdung mit unterschiedlichen Mittelspannungswerten verschieden entwickeln. Masing-Verhalten, wie es in dehnungsgeregelten Versuchen im Falle des Materials der Route 8E zu beobachten ist, stellt sich nicht ein, die mit einer Mittelspannung von 200 MPa belastete Probe weist einen veränderten Kurvenverlauf auf (Abbildung 4.49).

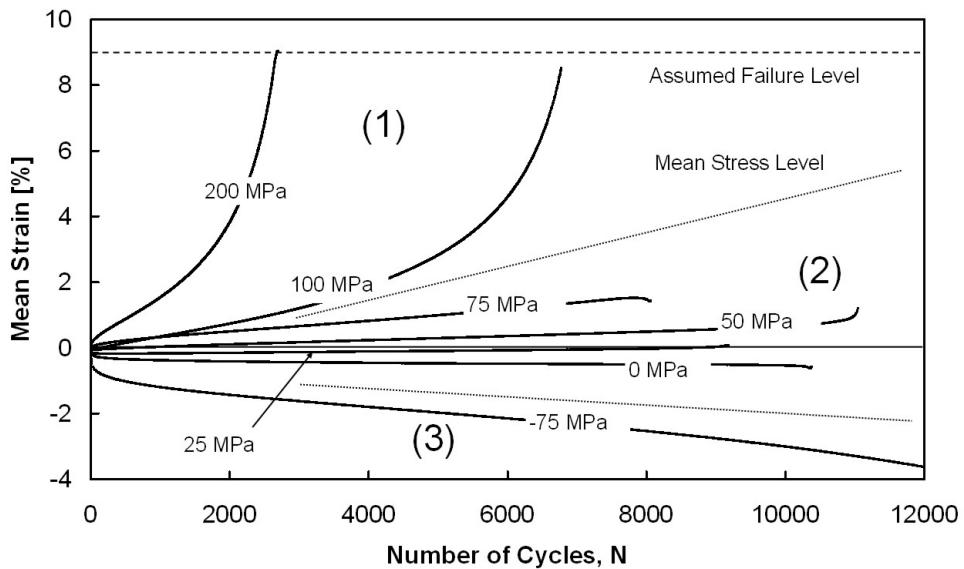


Abbildung 4.48: Entwicklung der Mitteldehnungen in UFG IF Stahl der Route 8E in spannungsgeregelten Versuchen mit unterschiedlichen Mittelspannungsniveaus [Nie08d]

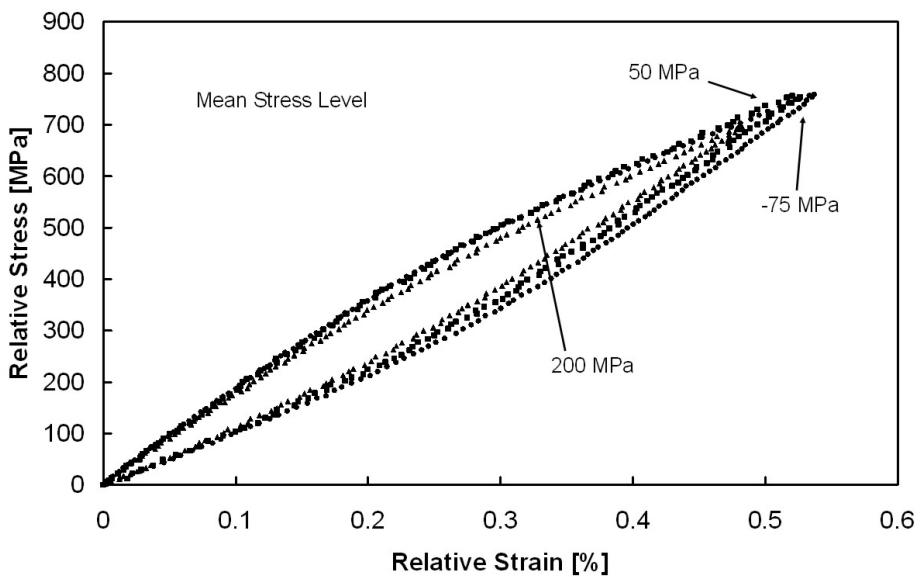


Abbildung 4.49: (Nicht-)Masing-Verhalten für UFG IF Stahl der Route 8E im Falle verschieden großer aufgeprägter Mittelspannungen [Nie08d]

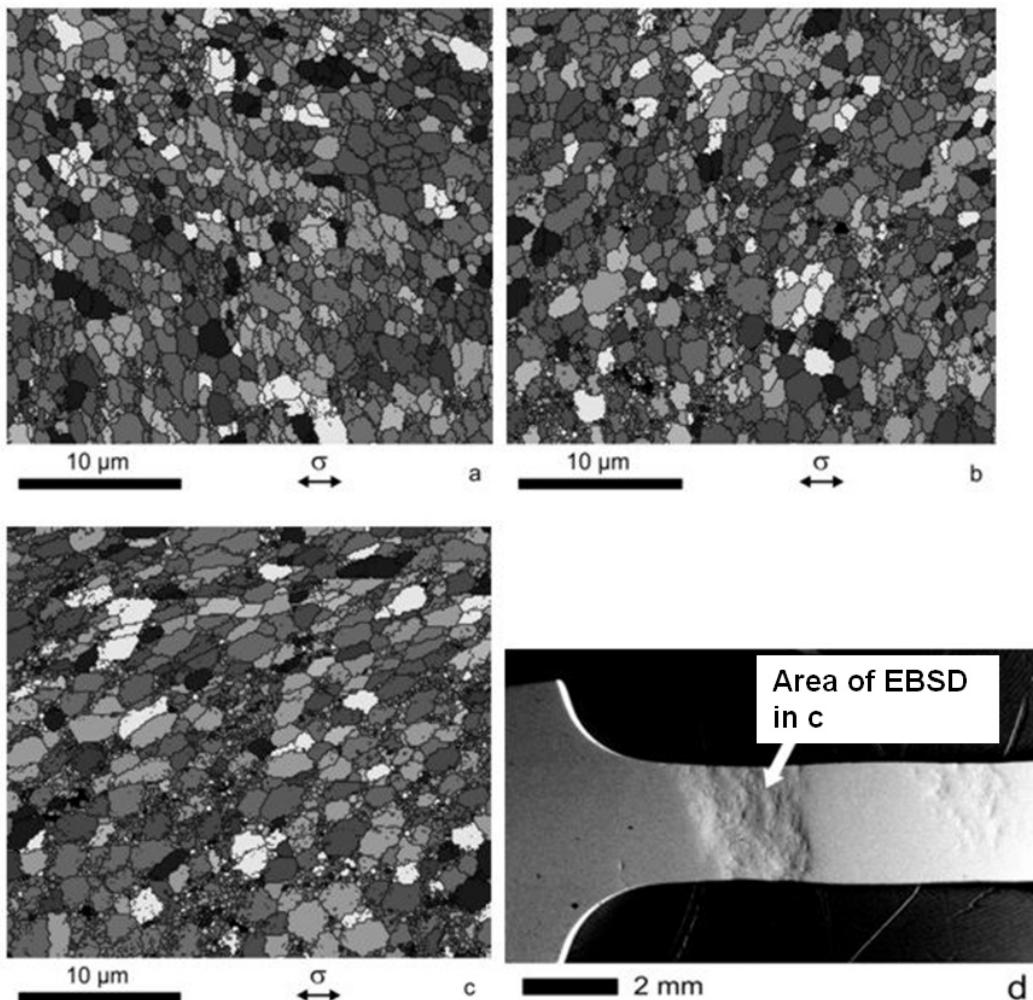


Abbildung 4.50: Mikrostrukturelle Entwicklung (EBSD, REM) von UFG IF Stahl der Route 8E ermüdet unter verschiedenen Mittelspannungen, a) 0 MPa, b) -75 MPa, c) und d) 200 MPa [Nie08d]

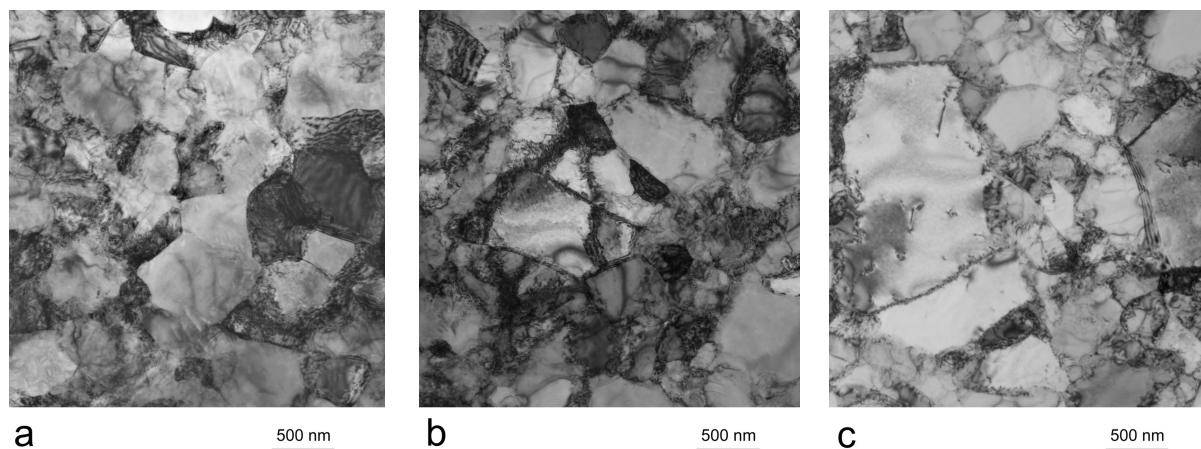


Abbildung 4.51: Mikrostrukturelle Entwicklung (TEM-Hellfeldaufnahmen) unter verschiedenen Belastungen, a) direkt nach dem ECAP, b) ermüdet mit einer Mittelspannung von 0 MPa, c) ermüdet mit einer Mittelspannung von 200 MPa [Nie08d]

Die Ergebnisse von elektronenoptischen Untersuchungen (REM, EBSD, TEM) an unter verschiedenen Belastungsbedingungen ermüdeten Proben des UFG IF Stahls sind in den Abbildungen 4.50 und 4.51 zusammengefasst. Abbildung 4.50a zeigt dabei die Mikrostruktur des UFG IF Stahls der Route 8E nach einer zyklischen Belastung mit einer Mittelspannung von 0 MPa, welche sich nicht von der Mikrostruktur direkt nach dem ECAP unterscheidet (vgl. Abb. 4.33). Auch die Mikrostruktur nach der Ermüdung mit einer Mittelspannung von -75 MPa zeigt sich unverändert in der EBSD Aufnahme in Abbildung 4.50b, die Ursache für den stetigen Aufbau der negativen Mitteldehnung ist also mikroskopisch nicht aufzuklären. Für die mit einer Mittelspannung von 200 MPa ermüdete Probe ergeben sich jedoch signifikante Hinweise auf eine Instabilität der Mikrostruktur. Die EBSD Aufnahme in Abbildung 4.50c zeigt deutliche Anzeichen einer gelängten Mikrostruktur, welche im Falle des untersuchten UFG Materials der Route 8E unerwartet ist und in keiner anderen ermüdeten Probe (d.h. in dehnungs- oder spannungsgeregelten Versuchen) beobachtet wurde. Abbildung 4.50d zeigt eine REM Aufnahme der Probe nach der Ermüdung. Im Bereich der EBSD Messung (Abb. 4.50c) zeigt sich eine deutliche Schädigung der Oberfläche, die Probe scheint in diesem Bereich lokal stark geschädigt zu sein. Einen tiefer gehenden Einblick in die mikrostrukturelle Entwicklung der verschiedenen Proben erlauben die TEM Aufnahmen in Abbildung 4.51. Die Mikrostruktur des UFG IF Stahls der Route 8E direkt nach dem ECAP (Abb. 4.51a) und im ermüdeten Zustand (Abb. 4.51b), mit einer Mittelspannung von 0 MPa, d.h. im Bereich (2) der Abbildung 4.48) unterscheiden sich hinsichtlich mikrostruktureller Kenngrößen, wie der Korngröße oder der Versetzungsichte nicht signifikant. Im Falle der Untersuchung der mikrostrukturellen Gegebenheiten im Bereich des in Abbildung 4.50d markierten stark geschädigten Bereichs ergibt sich jedoch eine deutliche Veränderung sowohl der Korngröße als auch der Versetzungsichte (Abb. 4.51c). Die massive Vergrößerung der Struktur bei gleichzeitiger Abnahme der Versetzungsichte zeigt eindeutig, dass die Mikrostruktur des UFG IF Stahls unter den gewählten Randbedingungen nicht mehr stabil ist und somit eindeutig eine Einsatzgrenze für das Material auch im Falle einer optimierten Route vorhanden ist. Vergleichbare Ergebnisse zu anderen UFG Werkstoffen sind bisher nicht veröffentlicht, so dass eine Einordnung dieses Stabilitätslimits nicht möglich ist. Ursächlich für diese lokalisierte Instabilität könnten leichte Inhomogenitäten in der Mikrostruktur sein (vgl. Kapitel 4.7.5 und 4.7.6). Diese auch in den optimierten Routen vorhandenen Inhomogenitäten können lokale Erholungsprozesse unter geeigneten Randbedingungen begünstigen, somit zu einer lokalen Abnahme der Festigkeit und damit zu lokaler plastischer Instabilität führen. Eine Untersuchung dieser ursächlichen Strukturen vor dem Versagen der

Probe ist aufgrund ihrer Größe äußerst aufwendig, eine mögliche Methode wird in Kapitel 4.7.6 vorgestellt.

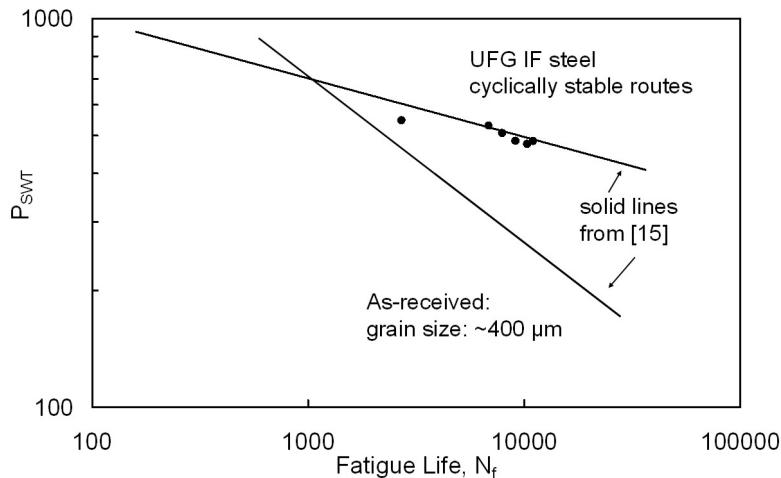


Abbildung 4.52: Smith-Watson-Topper Diagramm (vgl. Abb. 4.26) erweitert um die Ergebnisse der mittelspannungsbehafteten Versuche [Nie08d]

Abbildung 4.52 zeigt deutlich, dass auch die Ermüdungseigenschaften der in spannungsgeregelten Versuchen mit verschiedenen Mittelspannungsniveaus ermüdeten UFG IF Stahl Proben sehr gut mittels des Parameters nach Smith, Watson und Topper abgebildet werden. Die Messpunkte für die zyklisch stabilen UFG IF Stahl Proben liegen alle auf der Geraden, die auch das Verhalten der zyklisch stabilen Varianten in den nahezu mittelspannungsfreien dehnungsgeregelten Versuchen beschreibt (vgl. Kapitel 4.7). Da der empirische Parameter explizit für die Beschreibung mittelspannungsbehafteter Versuche entwickelt wurde [Smi70], ist dieser Aspekt natürlich so erwartet. Deutlich fällt jedoch auf, dass das Verhalten des Versuchs mit einer Mittelspannung von 200 MPa verändert ist, der Messpunkt liegt nicht mehr auf der zuvor geschilderten Gerade. Somit ist der Parameter nach Smith, Watson und Topper nicht mehr für den UFG IF Stahl anwendbar, wenn dieser zyklische Instabilität zeigt.

#### 4.7.4 Einfluss erhöhter Temperaturen

Anhand der Untersuchungen an verschiedenen UFG Werkstoffen hat sich gezeigt, dass die UFG Mikrostruktur hinsichtlich ihrer Stabilität unter thermischer oder auch kombinierter thermisch-mechanischer Belastung erhebliche Defizite aufweisen kann [May08, Mol08, Mug01]. Da es sich bei jeder Art von UFG Mikrostruktur um eine massiv kaltverformte

Struktur handelt, ist die Triebkraft für eine Vergrößerung durch statische oder auch dynamische Rekristallisation sehr groß [May08, Mol08, Mug01]. Durch Verwendung technisch reiner Werkstoffe oder aber auch durch gezielte Legierungsmaßnahmen kann die Stabilität der UFG Mikrostruktur im Vergleich zu reinen UFG Metallen erheblich gesteigert werden, wie dies z.B. für UFG CuZr oder aber auch UFG AlMg gezeigt werden konnte [Can08, Gab07, May08]. In Kapitel 4.2 wurde bereits veranschaulicht, dass im Falle einer lastfreien Wärmebehandlung die Rekristallisation beim UFG IF Stahl ab einer Temperatur von 450 °C einsetzt. Zudem wurde in Kapitel 4.7 gezeigt, dass bei einer zyklischen Belastung bei Raumtemperatur (unter Verwendung einer optimierten ECAP Route) der UFG IF Stahl zyklisch stabil ist. In diesem Falle konnten bei mikrostrukturellen Untersuchungen vor und nach der Ermüdung keine signifikanten Veränderungen festgestellt werden. Bis zu welchem Temperaturniveau diese zyklische und somit mikrostrukturelle Stabilität des UFG IF Stahls einer optimierten ECAP Route erhalten bleibt, wurde anhand von Versuchen im Temperaturbereich bis 440 °C gezielt untersucht. Alle Versuche wurden in Dehnungsregelung mit einer Dehnungsspannweite von 0,28% durchgeführt. Zur Verwendung kamen dabei aufgrund der geometrischen Randbedingungen des Versuchsaufbaus Miniaturproben mit einer leicht veränderten Geometrie (vgl. Kapitel 3.2). Um einen Einfluss der Probengeometrie auf das temperaturabhängige Schädigungsverhalten exakt erfassen zu können, wurde auch der Versuch an Raumtemperatur mit dieser veränderten Probengeometrie durchgeführt.

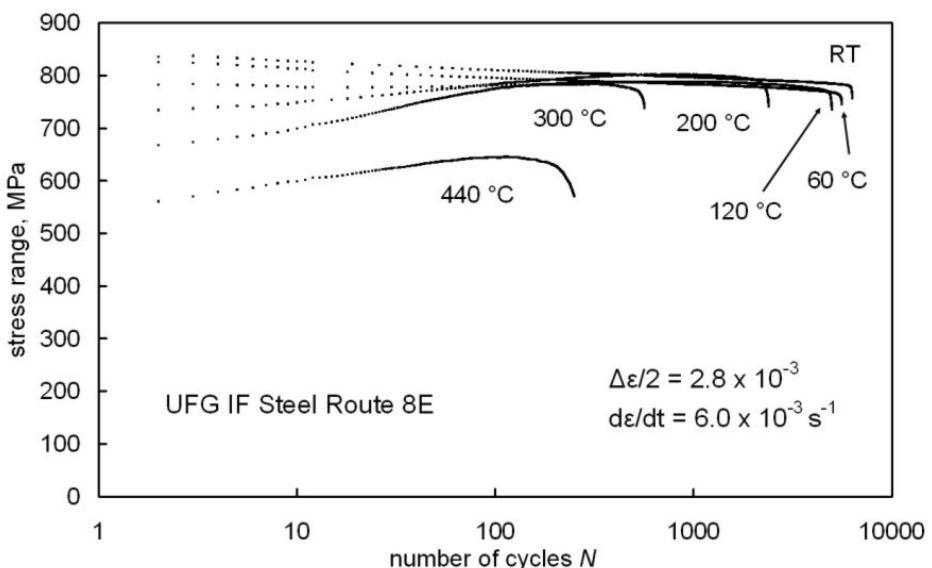


Abbildung 4.53: Wechselverformungskurven von UFG IF Stahl der Route 8E im Falle konstanter Dehnrate und Dehnungsspannweite bei verschiedenen erhöhten Temperaturen [Nie09c]

Abbildung 4.53 zeigt Wechselverformungskurven von bei verschiedenen Temperaturen ermüdeten UFG IF Stahl Proben der Route 8E. Dehnungsamplitude und Dehnrate waren in allen Versuchen konstant. Es ist deutlich zu erkennen, dass bis zu einer Temperatur von 120 °C das Spannungsniveau (über die gesamte Versuchslaufzeit) und die Lebensdauer des UFG IF Stahls sehr ähnlich sind. Erst bei einer Temperatur von 200 °C sinkt die Lebensdauer signifikant ab, um dann bei höheren Temperaturen sehr stark abzunehmen (Faktor > 10). Die Temperatur von 200 °C ( $T_h = 0.26$ ) kennzeichnet für eine zyklische Belastung des UFG IF Stahls somit ein weiteres Stabilitätslimit. Bis auf die bei 440 °C ermüdete Probe erreichen alle Proben nach einer Zyklenzahl von ~300 das gleiche Spannungsniveau, d.h. die bei geringen Temperaturen ermüdeten Proben entfestigen in den ersten Zyklen und die bei den höheren Temperaturen ermüdeten Proben sind in der Lage zu verfestigen, was so nicht zu erwarten war. Welche mikrostrukturellen Mechanismen für das Spannung-Dehnung Verhalten des UFG IF Stahl unter den gegebenen Randbedingungen verantwortlich sind, ist in den Abbildungen 4.54 und 4.55 dargestellt.

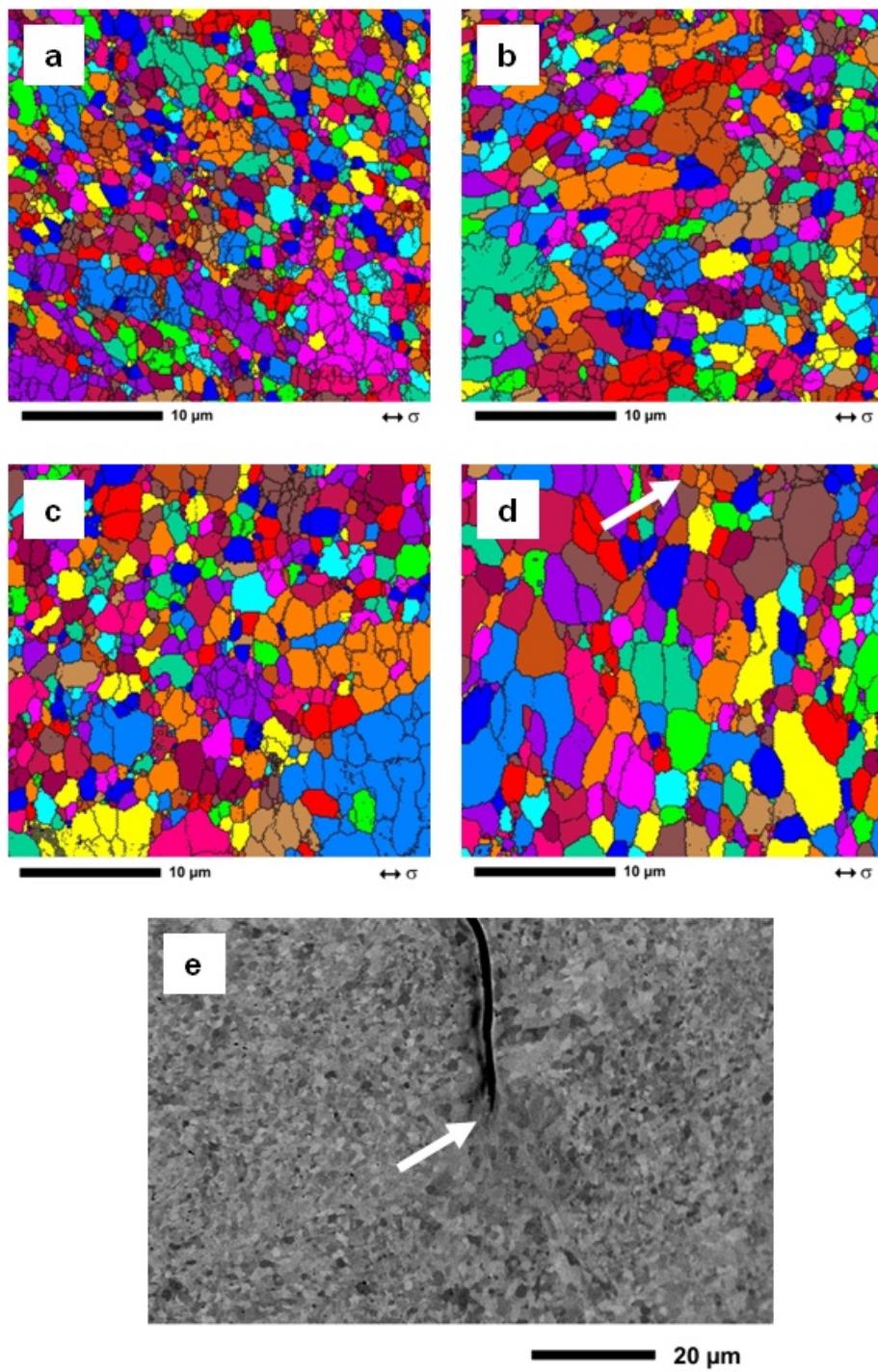


Abbildung 4.54: Mikrostrukturelle Entwicklung nach der Ermüdung von UFG IF Stahl bei verschiedenen Temperaturen (EBSD Grain Maps mit min. Misorientierungen von  $1^\circ$  sowie REM BSE) für a) RT, b)  $200\text{ }^\circ\text{C}$ , c)-e)  $440\text{ }^\circ\text{C}$ . Der weiße Pfeil zeigt jeweils auf die Rissspitze [Nie07c, Nie09c]

Abbildung 4.54 zeigt die Ergebnisse einer kombinierten REM/EBSD Studie an den bei verschiedenen Temperaturen ermüdeten UFG IF Stahl Proben der Route 8E. Der Vergleich zwischen der Mikrostruktur der bei Raumtemperatur ermüdeten Probe (welche der

Mikrostruktur der Route 8E direkt nach ECAP entspricht, vgl. Kapitel 4.7.1) und der bei 200 °C ermüdeten Probe zeigt nur minimale Unterschiede, die Mikrostruktur der 200 °C Probe scheint lediglich leicht vergröbert zu sein. Die Mikrostruktur der bei 440 °C ermüdeten Probe ist in zwei verschiedenen EBSD Aufnahmen dargestellt. Wie die REM Aufnahme (Rückstreu-Elektronen Kontrast) in Abbildung 4.54 zeigt, unterscheidet sich die Mikrostruktur vor der Rissspitze und an den Rissflanken erheblich von der Mikrostruktur in anderen Bereichen der Probe. Ausschließlich im Bereich des Risses scheint die Mikrostruktur erheblich vergröbert zu sein. Die beiden EBSD Aufnahmen zu der bei 440 °C ermüdeten Probe verdeutlichen dies. Die linke Aufnahme (Abb. 4.54c) zeigt die Mikrostruktur in einem Bereich weit entfernt vom dem in der REM BSE Aufnahme dargestellten Riss. Zu erkennen ist im Vergleich zu den Mikrostrukturen nach der Ermüdung bei geringeren Temperaturen zwar eine stärkere Vergrößerung der Mikrostruktur, diese erreicht aber bei Weitem noch nicht die Ausmaße der Vergrößerung vor der Rissspitze (Abb. 4.54d). In letzterem Bereich sind primär Körner mit Korngrößen weit über 5 µm dominierend, dieser Bereich ist im Gegensatz zu den umliegenden Bereichen also von erheblich geringerer Festigkeit. Die starke Abnahme der Lebensdauer bei den Versuchen bei erhöhten Temperaturen ist somit auf lokalisierte Schädigungsprozesse zurückzuführen. Lokale Inhomogenitäten in der UFG Mikrostruktur führen zur Rissinitiierung unter den gegebenen Randbedingungen. Nach der Rissinitiierung kommt es dann zu einer erhöhten Plastizität im Bereich des Risses, welche eine lokale dynamische Rekristallisation begünstigt und somit zu einer lokalen Abnahme der Festigkeit führt. Diese wiederum erhöht die lokale Plastizität nochmals erheblich. Dieser sich selbst verstärkende Mechanismus verringert die Lebensdauer konsequenterweise signifikant.

Ein weiterer in Abbildung 4.53 herausgestellter Aspekt, das Erreichen eines temperaturunabhängigen Spannungsniveaus bei den Ermüdungsversuchen, konnte mittels der Ergebnisse der EBSD Untersuchungen nicht erklärt werden. Daher wurde in diesem Falle das TEM verwendet. In Abbildung 4.55 sind drei verschiedene Probenzustände dargestellt. Die Mikrostruktur der Route 8E nach dem ECAP ist in Abbildung 4.55a dargestellt, die Mikrostruktur in der Abbildung 4.55b Aufnahme zeigt die Mikrostruktur der bei Raumtemperatur bis zum Bruch ermüdeten Probe. Abbildung 4.55c ist die Mikrostruktur einer bei 300 °C ermüdeten Probe dargestellt, wobei diese Probe nicht bis zum Bruch ermüdet wurde, sondern der Versuch nach Erreichen des maximalen Spannungsniveaus gestoppt wurde. Im Vergleich der verschiedenen Mikrostrukturen fällt auf, dass sich die Mikrostrukturen der beiden ermüdeten Varianten sehr stark ähneln. Beide scheinen durch eine geringe Versetzungsichte und wohl definierte Korngrenzen charakterisiert zu sein. Dagegen

wirken die Korngrenzen des Zustandes direkt nach ECAP eher unscharf [Mol08, Val06b], die Versetzungsdichte ist eher hoch. Das Erreichen des nahezu gleichen Spannungsniveaus auch bei erhöhten Versuchstemperaturen scheint somit auf mikrostrukturelle Erholungsprozesse zurückzuführen zu sein, wobei in diesem Falle das Wort Erholung nicht mit einer Abnahme der Festigkeit verbunden sein soll. Die Schärfung der Korngrenzen scheint im hier dargestellten Zusammenhang die Wechselwirkungen zwischen neuen Versetzungen und eben diesen Korngrenzen zu intensivieren, so dass eine leichte Verfestigung in den ersten Ermüdungszyklen die Konsequenz ist. Zudem hat sich in den Untersuchungen zur Dehnrateempfindlichkeit (vgl. Kapitel 4.4) gezeigt, dass der Effekt der dynamischen Reckalterung bei erhöhter Temperatur in dem UFG IF Stahl auftritt, so dass auch dieser Effekt zur beobachteten Verfestigung beitragen kann. Der nachfolgende schnelle Abfall der Spannung im Versuch geht einher mit der im obigen Teil dieses Kapitels beschriebenen lokalisierten Schädigung (vgl. Abbildung 4.54) und ist somit unabhängig zu betrachten.

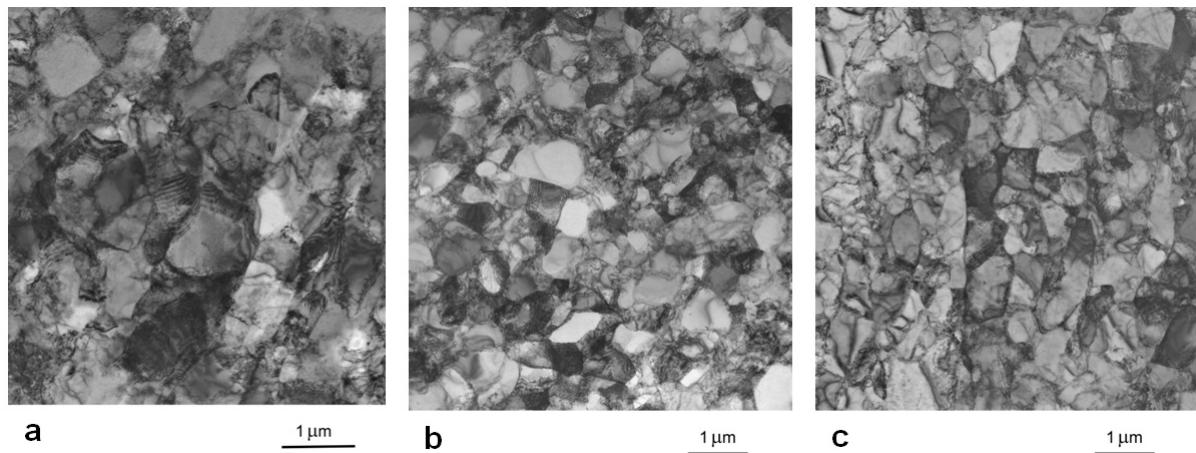


Abbildung 4.55: Mikrostrukturelle Entwicklung von UFG IF Stahl der Route 8E zu unterschiedlichen Zeitpunkten der Ermüdung bei verschiedenen Temperaturen (TEM-Hellfeldaufnahmen), a) nach ECAP (nicht ermüdet), b) RT gebrochen, c) 300 °C bei Erreichen des in Abbildung 4.53 auftretenden max. Spannungsniveaus [Nie07c]

Wie in Arbeiten an UFG Kupfer gezeigt werden konnte [Mol08], kann die Neigung der UFG Mikrostruktur zur Rekristallisation durch eine gezielte Wärmebehandlung nach dem ECAP Prozess, die eine Erholung der UFG Mikrostruktur zum Ziel hat, erheblich verringert werden. Daher wurde der UFG IF Stahl der Route 8E nach dem ECAP Prozess bei einer Temperatur von 300 °C für 1 h wärmebehandelt (vgl. Kapitel 4.2). Die anschließende Ermüdung bei einer Temperatur von 200 °C erbrachte jedoch keine großen Änderungen im Vergleich zum nicht wärmebehandelten Zustand (Abbildung 4.56). Das bei der nicht wärmebehandelten Probe

anfänglich zu beobachtende transiente Verhalten ist in der wärmebehandelten Probe nicht vorhanden, beide Proben erreichen nach 50 Zyklen nahezu das gleiche maximale Spannungsniveau. Die Mikrostruktur der wärmebehandelten Probe entspricht also wiederum den in Abbildung 4.55 (b und c) gezeigten Strukturen. Auch hinsichtlich der Schädigungsentwicklung haben sich keine Veränderungen eingestellt, da die Lebensdauern beider Proben nahezu identisch sind. Somit ist auch in der wärmebehandelten Variante der UFG IF Stahl immer noch anfällig gegenüber der dynamischen Rekristallisation bei einer homologen Temperatur von 0,26, d.h. die in [Mol08] aufgezeigten Verbesserungen greifen unter den hier zugrundeliegenden Randbedingungen (zyklisch mechanische Belastung bei erhöhter Umgebungstemperatur) nicht.

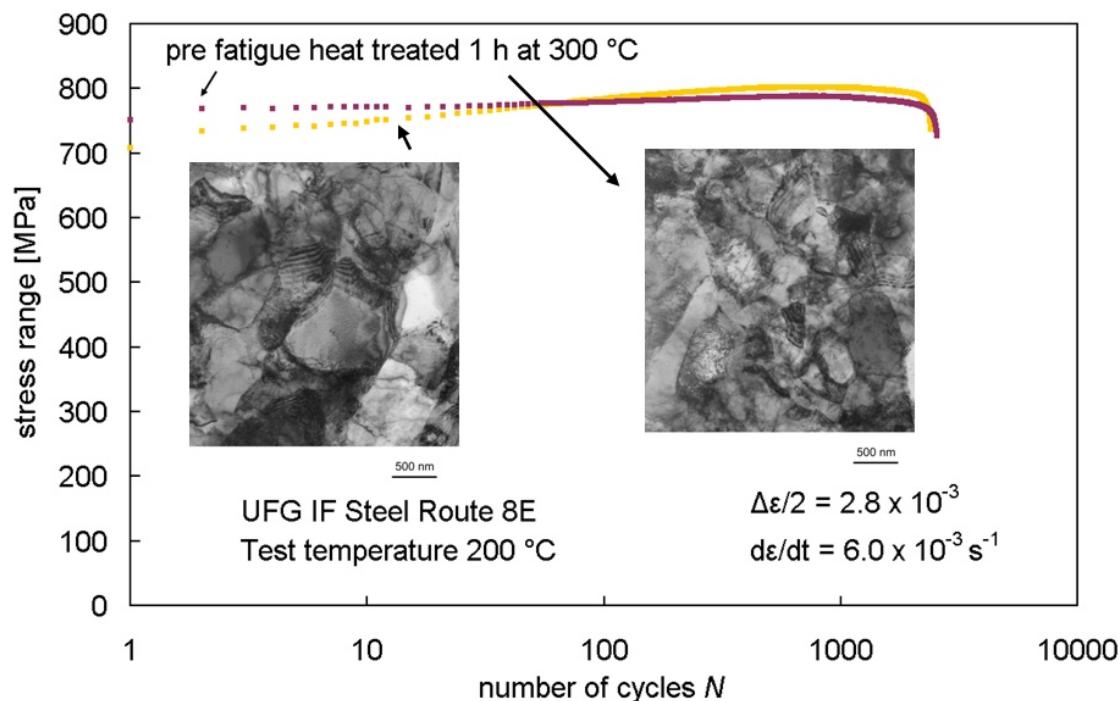


Abbildung 4.56: Einfluss einer vor der Ermüdung durchgeföhrten Wärmebehandlung bei 300 °C auf das Ermüdungsverhalten einer UFG IF Stahl Probe der Route 8E im Falle der Ermüdung bei einer Temperatur von 200 °C [Nie07c]

#### 4.7.5 Einfluss der ECAP Route

Wie bereits in Kapitel 4.7 aufgezeigt wurde, muss im Falle der Ermüdung von UFG IF Stahl verschiedener ECAP Routen bei Raumtemperatur bereits zwischen zyklisch stabilen und

zyklisch instabilen Routen unterschieden werden (vgl. Abbildung 4.21). In den dehnungsgeregelten Versuchen mit einer Dehnungsamplitude von 0,28% konnte bereits eine Änderung im Stabilitätsverhalten des UFG IF Stahl im Bereich der Varianten mit 4 Pässen aufgezeigt werden, wobei deutlich ein Effekt der Route zu beobachten war. Um auf die mikrostrukturellen Ursachen der zyklischen Stabilität schließen zu können, wurde im Rahmen der vorliegenden Dissertation ein experimenteller Ansatz gewählt, der die mikrostrukturelle Untersuchung mittels EBSD (in verschiedenen Ermüdungsstadien) mit der Ermüdung an Laborluft kombinierte. Um die Degradation der elektropolierten Probenoberfläche mit der Zeit während der Ermüdungsexperimente zu minimieren, wurde für die dehnungsgeregelten Versuche eine erhöhte Dehnungsamplitude von 0,4% gewählt. EBSD Messungen wurden an einer stabilen (Route 4E) und einer instabilen (Route 4C) UFG IF Stahl Variante vor der Ermüdung und zu in Abbildung 4.57 gekennzeichneten Zeitpunkten vorgenommen. Die EBSD Messungen erfolgten immer auf den gleichen Flächen der jeweiligen Proben, zur Markierung dieser Flächen diente ein während der ersten EBSD Messung aufgebrachter Kohlenstofffilm (vgl. Abbildung 4.61), der während der kurzen Verweildauer an Laborluft während des Versuchs unverändert bestehen blieb. Der Kohlenstofffilm entsteht beim EBSD durch das Aufbrechen von im Prozessraum befindlichen Restmolekülen durch den hochenergetischen Elektronenstrahl, er hat keine signifikante Auswirkung auf die Signalintensität bei der EBSD Messung. Das Ermüdungsverhalten (Dehnungsamplitude 0,4%) aller untersuchten Proben mit jeweils vier Pässen entsprechend verschiedener ECAP Routen ist in Abbildung 4.57 dargestellt. Offensichtlich lässt sich auch hier zwischen den stabilen Routen 4B<sub>A</sub>, 4B<sub>C</sub> und 4E sowie den instabilen Routen 4A und 4C unterscheiden. Die Proben der Routen 4C und 4E wurden an den markierten Stellen mittels EBSD charakterisiert, im Falle der Probe der Route 4C ergab sich durch das Unterbrechen des Ermüdungsversuchs einer kleiner Sprung in der Wechselverformungskurve, welcher jedoch keinen Einfluss auf die zyklische Stabilität des Materials hat, die Steigung der Wechselverformungskurve ist vor und nach dem Sprung identisch.

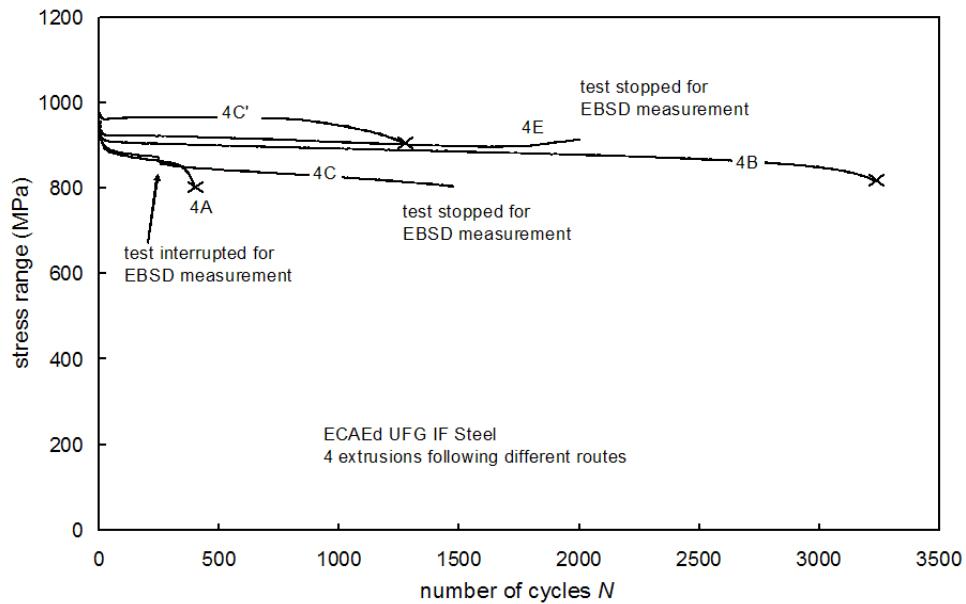


Abbildung 4.57: Wechselverformungskurven für verschiedene UFG IF Stahl Varianten mit jeweils 4 Pässen bei konstanter Dehnrate ( $6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) und konstanter Dehnungsspannweite von 0,4% [Nie07b]

Zur Charakterisierung der Mikrostruktur und der Korngröße von UFG Werkstoffen wird oftmals allein das TEM herangezogen [Fur01, Zhi05]. Abbildung 4.58 zeigt TEM Aufnahmen von UFG IF Stahl der Routen 4C und 4E. Auffällig hierbei ist, dass sich die Mikrostrukturen dieser beiden Proben in den gezeigten Aufnahmen nur marginal unterscheiden. Somit lässt eine Untersuchung mittels TEM keine Rückschlüsse auf das deutlich unterschiedliche Ermüdungsverhalten dieser beiden UFG IF Stahl Varianten zu. Ursächlich hierfür ist das Vermögen des TEM auch kleinste Orientierungsunterschiede in der Mikrostruktur auflösen zu können. Wie bereits in Kapitel 4.1 aufgezeigt, ist eine Unterscheidung zwischen Korngrenzen großer und kleiner Misorientierung dabei nur schwer möglich (d.h. sehr aufwändig in der Realisierung). Da jedoch der Korngrenzencharakter einen erheblichen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes hat [Val06b], ist im Hinblick auf die Untersuchungen der zyklischen Stabilität ein Verfahren, welches direkt die Misorientierung der einzelnen Korngrenzen liefert, eindeutig zu bevorzugen. Somit wurde zur Charakterisierung der Mikrostrukturen der UFG IF Stahl Routen 4C und 4E primär das EBSD Verfahren eingesetzt.

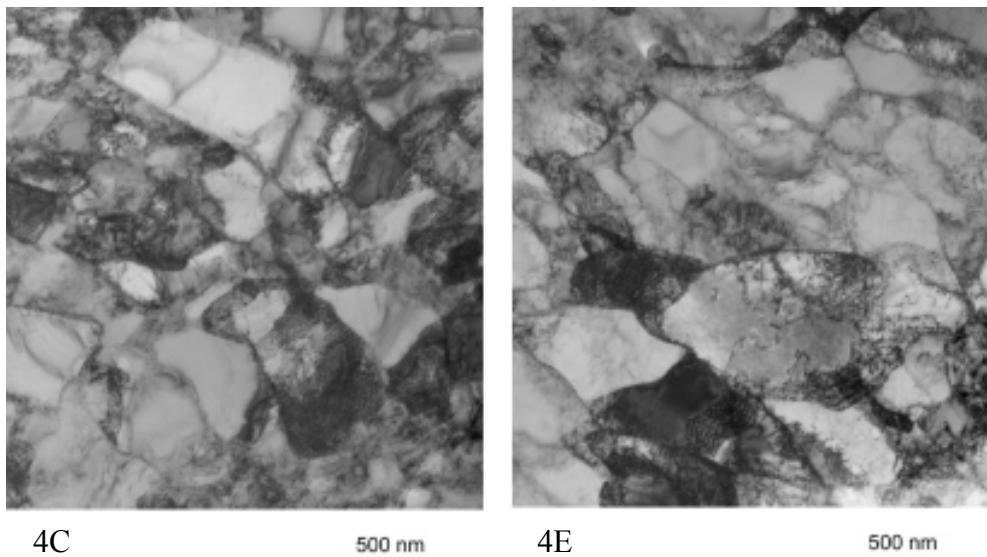


Abbildung 4.58: Mikrostruktur von UFG IF Stahl der Routen 4C und 4E direkt nach dem ECAP (TEM-Hellfeldaufnahmen) [Nie07b]

Im Vergleich der Aufnahmen in den Abbildungen 4.58 und 4.59 fällt direkt auf, dass die mittels EBSD ermittelten Korngrößen das Niveau der in den TEM Aufnahmen gezeigten Körner teils bei Weitem überschreiten, was ursächlich in der geringeren Sensitivität des EBSD im Falle kleiner Misorientierungen zu sehen ist. Die in Abbildung 4.59 gezeigten EBSD Darstellungen visualisieren neben den Korngrenzen mit einer minimalen Misorientierung von  $1^\circ$  (schwarze Linien) auch direkt die Orientierungen der einzelnen Körner durch eine farbliche Kodierung, wie sie in dem eingefügten Dreieck angegeben ist (Darstellungsform: Inverse Polfigur). Der eingefügte weiße Pfeil dient in den folgenden EBSD Darstellungen, welche die ermüdete Mikrostruktur der jeweiligen Proben zeigen, als Orientierungshilfe (Abbildung 4.60).

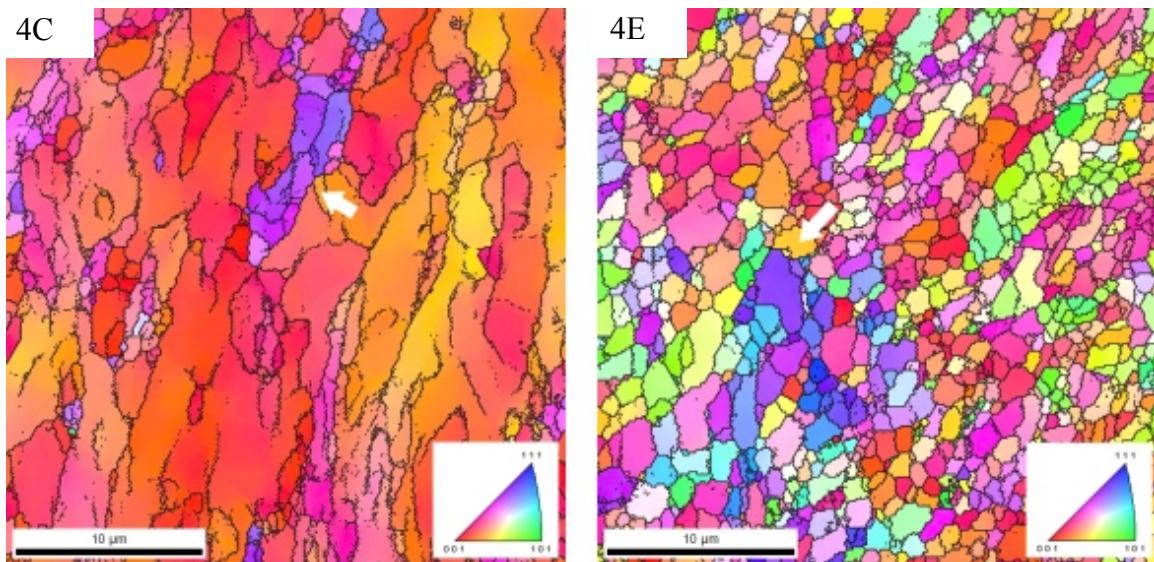


Abbildung 4.59: Mikrostruktur von UFG IF Stahl der Routen 4C und 4E (EBSD IPF) in Anlehnung an Abb. 4.3, der weiße Pfeil dient der einfacheren Auffindbarkeit der Strukturen in Abbildung 4.60 [Nie07b]

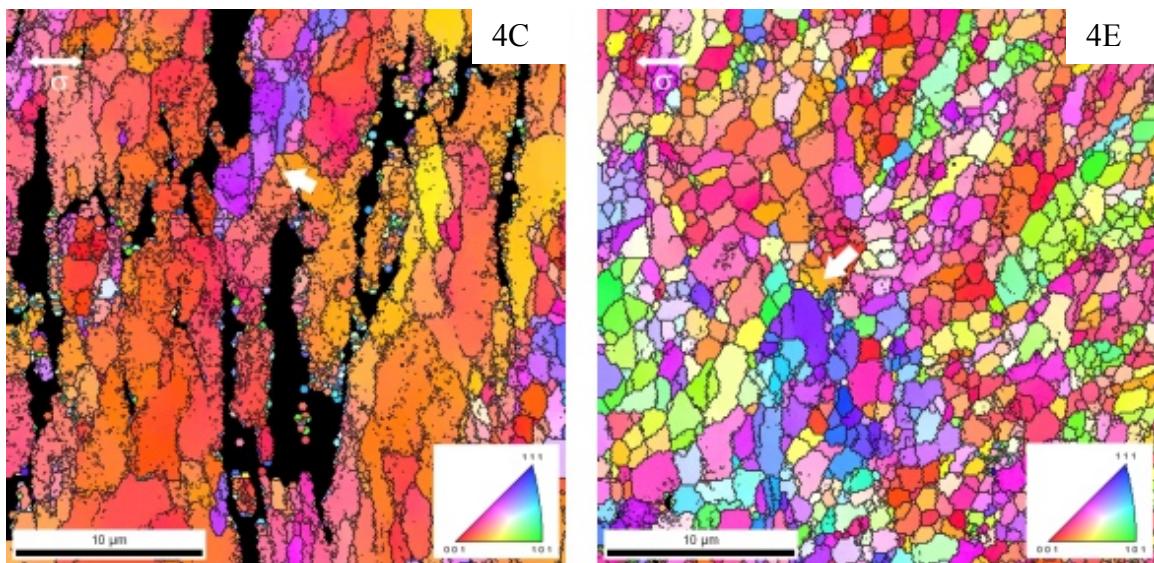


Abbildung 4.60: Mikrostruktur von UFG IF Stahl der Routen 4C und 4E nach der Ermüdung mit einer Dehnungsamplitude von 0,4% (EBSD IPF) [Nie07b]

Die Mikrostruktur des UFG IF Stahls der Routen 4C und 4E unterscheidet sich bereits direkt nach dem ECAP erheblich (Abbildung 4.59). Die Mikrostruktur der Probe der Route 4C (Abb. 4.59 (links)) ist primär dominiert durch KWKGs (d.h. Grenzen zwischen ähnlich orientierten/gefärbten Körnern), die Körner sind gleichzeitig deutlich gelängt. Der UFG IF Stahl der Route 4E (Abb. 4.59 (rechts)) dagegen weist globulare Körner auf, die Korngrenzen

sind zumeist von hoher Misorientierung (d.h. die Korngrenzen trennen deutlich unterschiedlich orientierte/gefärzte Körner).

Nach der Ermüdung (Abbildung 4.60) ergeben sich im Falle der Probe der Route 4E (Abb. 4.60 (rechts)) keine signifikanten Unterschiede, die Mikrostruktur scheint unverändert, der UFG IF Stahl der Route 4E somit zyklisch stabil zu sein. Eine erhebliche Evolution der Mikrostruktur ist dagegen im Falle des UFG IF Stahls der Route 4C (Abb. 4.60 (links)) zu erkennen. Einige Bereiche waren durch das EBSD System nicht mehr zu indizieren (zu erkennen durch die schwarze Farbgebung), in den anderen Bereichen scheint die Mikrostruktur sehr stark zerrüttet zu sein. Bei der Ermüdung mit einer Dehnungsamplitude von 0,4% bei Raumtemperatur scheint die UFG Mikrostruktur der Route 4C somit zyklisch nicht stabil zu sein, wie dies bereits die Wechselverformungskurve in Abbildung 4.57 nahe gelegt hat. Korngrenzen in den nur durch KWKGs dominierten Bereichen haben sich neu orientiert, neu entstandene Grenzanordnungen können dabei aber auch auf eine lokal schlechte Indizierung der Struktur in diesen Bereichen zurückzuführen sein. Interessanterweise sind in der EBSD Aufnahme der Route 4C die wenigen Bereiche mit erhöhten Anteilen an GWKGs noch immer deutlich auszumachen, diese Strukturen scheinen also nicht so stark wie die umgebenden Bereiche geschädigt zu werden. Inwieweit diese Bereiche die Schädigungsentwicklung beeinflussen wird im Detail in Kapitel 4.7.6 dargestellt. Die Ursache für die schwarzen, nicht indizierten Bereiche in der EBSD Aufnahme der Route 4C liegen in einer sehr stark entwickelten Oberflächentopographie in dem Bereich der Messung begründet, wie dies sehr deutlich durch die REM Aufnahme in Abbildung 4.61 (links) gezeigt wird. Das EBSD Verfahren ist für eine erfolgreiche Indizierung einzelner Punkte auf eine hohe Oberflächengüte angewiesen. Die Informationstiefe ist mit  $\sim 200$  nm sehr gering, eine erhebliche Aufrauung der Probenoberfläche sorgt u.a. für Abschattungseffekte und macht eine Messung schließlich unmöglich.

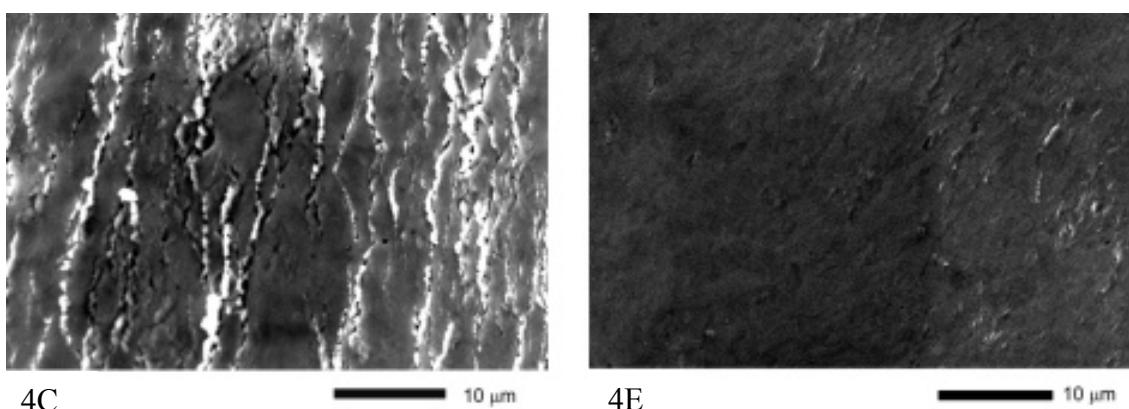


Abbildung 4.61: Oberflächen von UFG IF Stahl der Routen 4C und 4E nach der Ermüdung mit einer Dehnungsamplitude von 0,4% (REM) [Nie07b]

Im Vergleich zu der durch eine sehr hohe lokale Extrusionsdichte charakterisierten Oberfläche der Probe der Route 4C (Abbildung 4.61 (links)) wirkt die Oberfläche der Probe der Route 4E (Abb. 4.61 (rechts)) auch nach der Ermüdung noch poliert, signifikante Extrusionsmale sind nicht zu erkennen. Zur näheren Charakterisierung der Oberflächen und der unter der Ermüdungsbelastung gebildeten Extrusionen wurden die Oberflächen der ermüdeten Proben mittels AFM vermessen. Das AFM ist in der Lage neben den qualitativen Daten zur Extrusionsdichte auch quantitative Daten zur Extrusionsgröße und zur Oberflächenbeschaffenheit im Allgemeinen zu liefern. Abbildung 4.62 zeigt die AFM Aufnahmen aus den Bereichen der EBSD Messungen (bei identischer Skalierung der z-Achse). Die bereits anhand der REM Aufnahmen (Abbildung 4.61) zu erkennenden qualitativen Unterschiede werden hier nochmals deutlich hervorgehoben. Für den UFG IF Stahl der Route 4E (Abb. 4.62 (rechts)) ergibt sich eine Topographie mit Rauhigkeiten im nm-Maßstab, die Probenoberfläche unterscheidet sich also nicht wesentlich von der einer polierten Fläche. Im Falle des Materials der Route 4C (Abb. 4.62 (links)) ergeben sich dagegen Extrusionshöhen von mehr als  $1 \mu\text{m}$ , dabei werden eindeutig Materialblöcke mit einer Breite von  $\sim 20 \mu\text{m}$  aus der Probenoberfläche herausgedrückt. Somit ist die Größenordnung der heraus gescherten Bereiche weit jenseits der Korngröße in dem untersuchten UFG IF Stahl der Route 4C. Es kann somit gefolgert werden, dass in der Mikrostruktur der Route 4C zyklisch besonders instabile Bereiche/Grenzstrukturen existieren, welche das in den Abbildungen 4.60 – 4.62 gezeigte Schädigungsbild herbeiführen. Welche Rolle dabei die gelängten Strukturen oder aber auch die KWKGs und GWKGs spielen, wird nochmals detailliert in Kapitel 4.7.6 dargestellt.

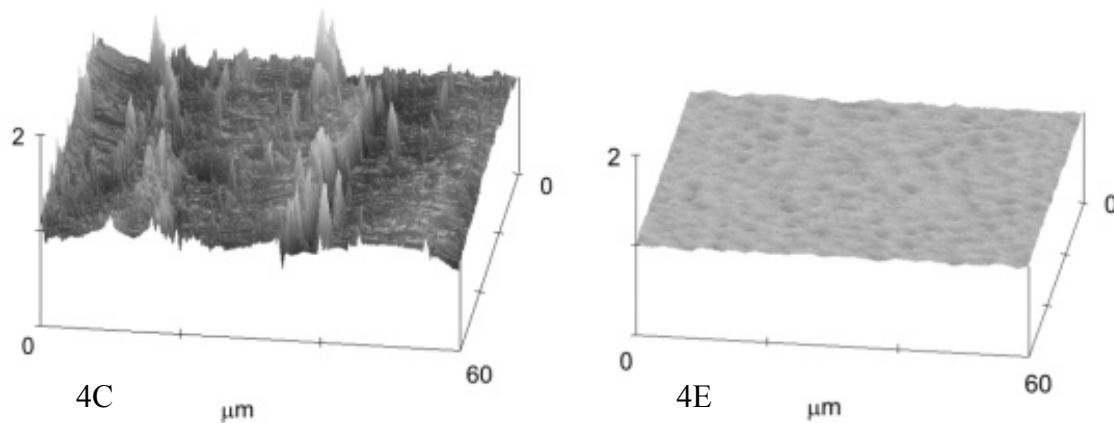


Abbildung 4.62: Oberfläche von UFG IF Stahl der Routen 4C (links) und 4E (rechts) nach der Ermüdung mit einer Dehnungsamplitude von 0,4% (AFM Topographie) [Nie07b]

Eine weitergehende Analyse der mikrostrukturellen Entwicklung in dem UFG IF Stahl der Routen 4C und 4E ist anhand der Auswertung der Entwicklung der Misorientierungsverteilung der Korngrenzen vorgenommen worden. Dazu wurden die EBSD Daten der in den Abbildungen 4.59 und 4.60 dargestellten inversen Polfiguren entsprechend ausgewertet und zusätzlich mit den Daten einer EBSD Messungen im Probeninneren (nach einem entsprechenden Schleifen der Proben) verglichen, um in letzterem Fall Oberflächeneinflüsse auf die Ergebnisse auszuschließen.

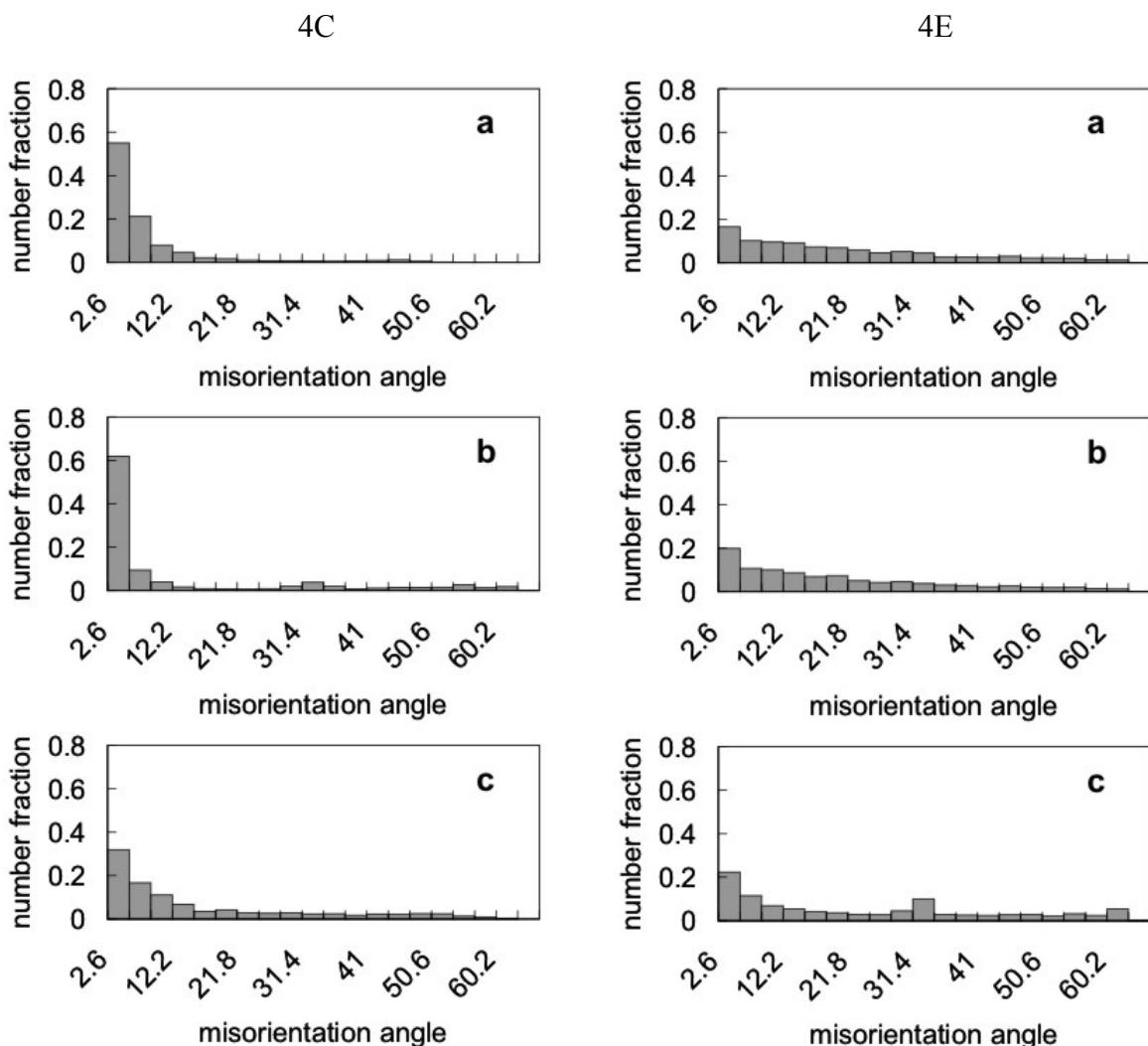


Abbildung 4.63: Korngrenzencharakteristik von UFG IF Stahl der Routen 4C (linke Spalte) und 4E (rechte Spalte) in verschiedenen Zuständen, a) vor der Ermüdung, b) nach der Ermüdung (Dehnungssamplitude 0,4%) auf der Probenoberfläche, c) nach der Ermüdung (Dehnungssamplitude 0,4%) im Probeninneren [Nie07b]

Abbildung 4.63 (rechte Spalte) zeigt eindeutig, dass es im Falle des Materials der Route 4E zu keiner signifikanten Änderung in der Misorientierungsverteilung kommt, der UFG IF Stahl

der Route 4E ist somit mikrostrukturell unter der gewählten zyklischen Belastung stabil. Im Falle des Materials der Route 4C Abbildung 4.63 (linke Spalte) kommt es dagegen zu erheblichen ermüdungsbedingten Veränderungen. Abbildung 4.63a zeigt die Misorientierungsverteilung direkt nach dem ECAP, offensichtlich dominieren Korngrenzen mit sehr kleinen Orientierungsunterschieden die Mikrostruktur. Nach der Ermüdung erhöht sich sogar scheinbar der Anteil dieser KWKGs nochmals (Abbildung 4.63b), was aber in diesem Falle zurückzuführen ist auf die schlechte Indizierung durch das EBSD System aufgrund der erheblichen Oberflächenzerrüttung in dem untersuchten Bereich (vgl. Abb. 4.61). Die EBSD Messung im Probeninneren, welche aufgrund der Probenpräparation nicht durch eine Schädigung der Oberfläche beeinflusst wird zeigt dagegen deutlich auf, dass der Anteil an KWKGs erheblich abnimmt (Abbildung 4.63c). Die großen Unterschiede sind dabei nicht durch lokale Schwankungen der jeweiligen Anteile im Probenvolumen zu begründen (die Probe wurde aus dem homogen umgeformten Bereich entnommen), es muss sich folglich um eine ermüdungsinduzierte Änderung handeln. Somit wird deutlich, dass die zyklische Instabilität des UFG IF Stahls der Route 4C (und somit auch der weiteren instabilen Routen, vgl. Abbildung 4.21) auf die Instabilität von KWKGs zurückzuführen ist, welche sich durch eine ermüdungsbedingte Umordnung bzw. auch einen Abbau dieser Art von Korngrenzen ergibt. Abbildung 4.64 stellt nochmals die wichtigen mikrostrukturellen Unterschiede stabiler und instabiler UFG IF Stahl Varianten dar. Der UFG IF Stahl der Route 8E weist durch einen hohen Anteil an GWKGs und globulare Körner eine zyklisch stabile Mikrostruktur auf. Der UFG IF Stahl der Route 4C dagegen ist zyklisch nicht stabil. Wie die TEM Aufnahme nach der Ermüdung zeigt, kann es sogar zu lokaler Kornvergrößerung durch den Abbau von KWKGs kommen. Somit lässt sich als ein weiteres Stabilitätslimit (in Ergänzung zu Kapitel 4.7.3 und 4.7.4) für den UFG IF Stahl formulieren: Ist die gewählte ECAP Prozessroute nicht geeignet einen hohen Anteil an GWKGs in der Mikrostruktur zu etablieren, werden also Routen mit einer Passzahl  $< 4$  oder ineffiziente Routen wie die Routen A und C verwendet, wird sich keine zyklisch stabile Materialantwort einstellen.

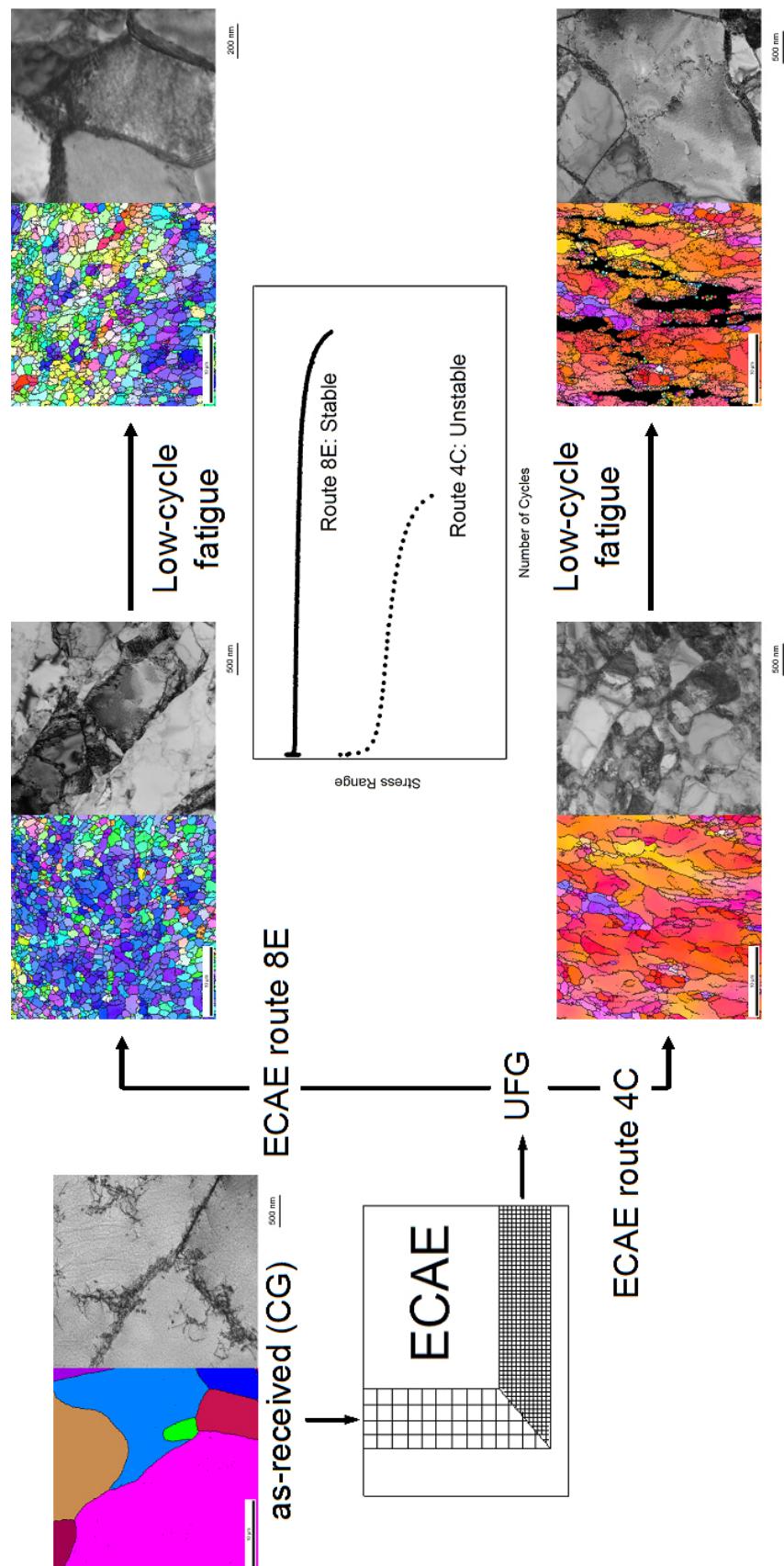


Abbildung 4.64: Schematische Darstellung zur mikrostrukturellen Stabilität von krz UFG Werkstoffen, die TEM-Hellfeldaufnahmen sowie die EBSD IPF Darstellungen zeigen die wesentlichen mikrostrukturellen Unterschiede [Nie07]

#### 4.7.6 Schädigungsentwicklung

Wie bereits im vorangegangenen Kapitel 4.7.5 gezeigt werden konnte, hat die ECAP Prozessführung durch sich routenabhängig einstellende Mikrostrukturen einen erheblichen Einfluss auf die Schädigungsinitiierung. Der Einfluss der ECAP induzierten Strukturen hat jedoch nicht nur einen Einfluss auf die Rissinitiierungsphase, auch das Rissausbreitungsverhalten ist erheblich beeinflusst durch den ECAP Prozess. Abbildung 4.65 zeigt die Schädigungsausbreitung auf den Probenflanken von UFG IF Stahl Proben der Route 8E, welche in Dehnungsregelung mit einer Amplitude von 0,28% ermüdet wurden. Alle Proben entstammen der gleichen Prozessroute, jedoch wurden sie in verschiedenen Richtungen bezüglich der ECAP Extrusionsrichtung entnommen (vgl. Kapitel 4.7.2). Die in Abbildung 4.65 (b) und (c) gezeigten Proben (Probenlängsachse unter 45° und 90° bezüglich der Extrusionsrichtung) weisen das erwartete Schädigungsverhalten auf, der Riss wächst senkrecht zur Belastungsrichtung. Dagegen ist das Rissausbreitungsverhalten in der Probe, deren Längsachse parallel zur Extrusionsrichtung angeordnet ist, ungewöhnlich. Eine Entwicklung unter ~45° ist für eine Ermüdungsbelastung nicht erwartet, kann aber im Falle der ermüdeten Probe direkt mit der Scherebene im letzten ECAP Prozessschritt korreliert werden. Es ist somit davon auszugehen, dass die ECAP induzierten Strukturen einen erheblichen Einfluss auf das Schädigungsentwicklungsverhalten in den zyklisch belasteten Proben ausüben. Da eine Untersuchung der mikrostrukturellen Details (d.h. eine Untersuchung der Bruchflächen und anschließende weitere Charakterisierung) nach dem Probenversagen im Falle der UFG Werkstoffe aufgrund der extrem kleinen schädigungsauslösenden Strukturen nicht zielführend war, wurde eine neue in-situ Technik zur Untersuchung der Rissinitiierung eingesetzt (vgl. Kapitel 3.2). Die DIC Technik erlaubt die Berechnung und Visualisierung lokaler Dehnungsfelder. Benötigt werden lediglich Aufnahmen einer mit einem Markierungsmuster versehenen Probenoberfläche in verschiedenen Ermüdungsstadien.

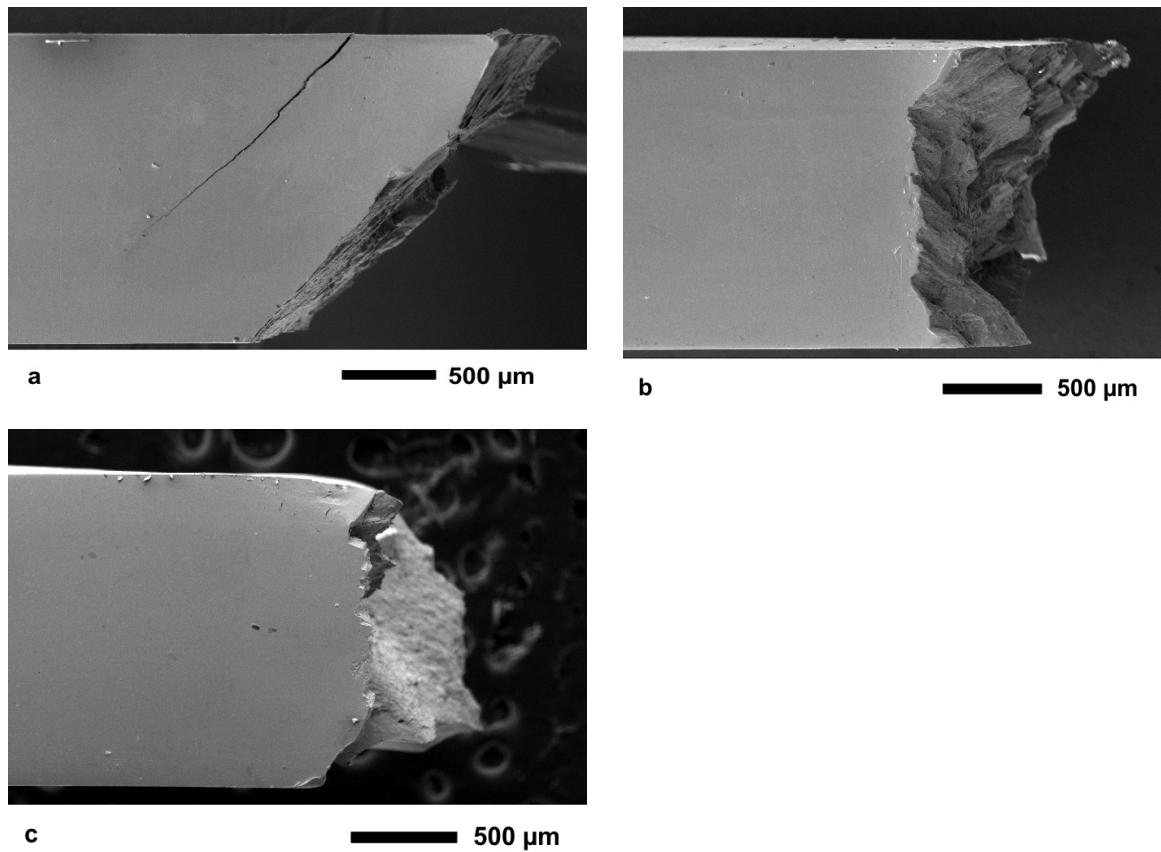


Abbildung 4.65: Schädigung in verschiedenen UFG IF Stahl Proben nach der Ermüdung (Dehnungsamplitude 0,28%) bei Variation der Probenentnahmerichtung, a) 0° Probe, b) 45° Probe, c) 90° Probe (vgl. Kapitel 4.7.2) [Nie08c]

Da im Falle der Untersuchungen mittels DIC kein Extensometer an den Proben anzubringen war, da dieses mit seinen Befestigungsfedern die Probenoberfläche verdeckt und somit die für die Bildkorrelation notwendigen Aufnahmen verhindert hätte, wurden alle DIC Versuche in Spannungsregelung (mit einer Mittelspannung von 0 MPa) durchgeführt (zur Messung der globalen Dehnungswerte wurde ein in der Messlänge applizierter DMS verwendet). Aufgrund der Spannungsregelung ist bei der Bewertung der mittels DIC ermittelten Dehnungswerte stets zu berücksichtigen, dass sich im Versuchsverlauf eine negative Mitteldehnung aufbaut, wie dies in Abbildung 4.66 gezeigt ist und auch bereits in Kapitel 4.7.3 diskutiert wurde. Wie Abbildung 4.66 zudem zeigt, ist der Aufbau der Mitteldehnung im Falle der Probe der Route 4A wesentlich stärker ausgeprägt als im Material der Route 8B<sub>C</sub>, was auf die geringere zyklische Stabilität des UFG IF Stahls der Route 4A zurückzuführen ist (vgl. Kapitel 4.7.5). In Abbildung 4.66 ist zudem für einen Zyklus veranschaulicht, auf welchen Belastungsniveaus mikroskopische Aufnahmen der Probenoberfläche aufgezeichnet wurden. Bei maximaler und minimaler Spannung sowie auf den Null-Niveaus nach den jeweiligen

Extremwerten wurden die Aufnahmen angefertigt, wobei dieser Zyklus jeweils nach 500 Zyklen eingestreut wurde.

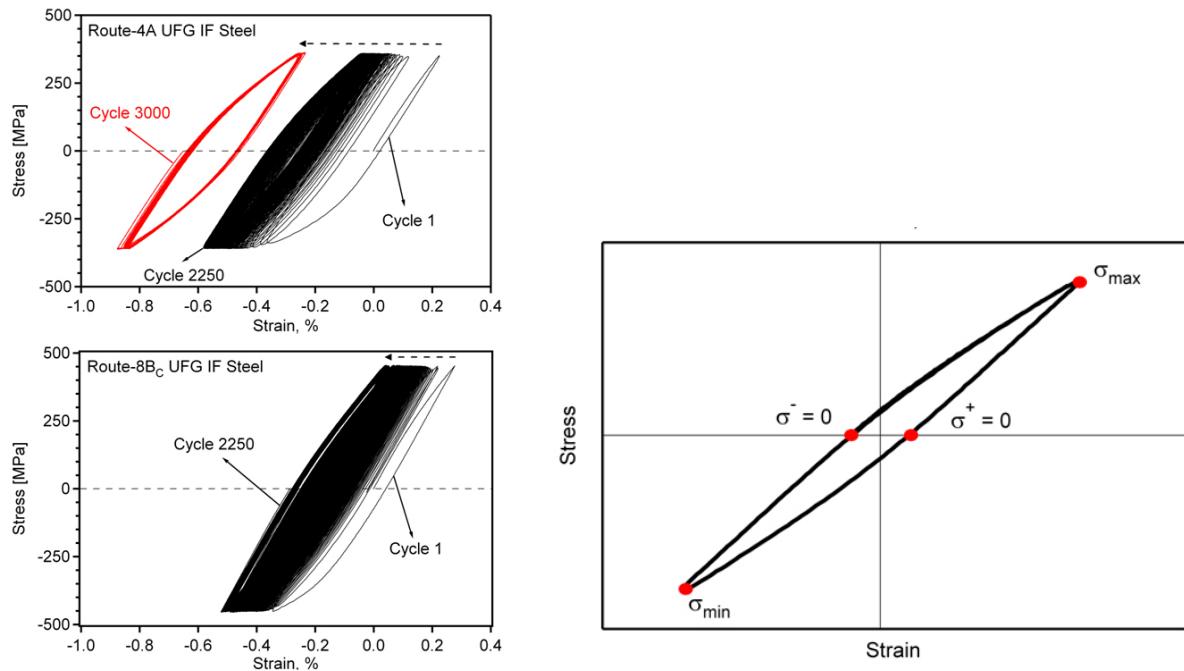


Abbildung 4.66: Schematische Darstellung zur Versuchsführung in den DIC gestützten Untersuchungen. Die linke Spalte zeigt die Entwicklung der Mitteldehnung in den spannungsgeregelten Versuchen (vgl. Kapitel 4.7.3), die rechte Spalte zeigt die unterschiedlichen Spannung-Dehnung Zustände zu den Zeitpunkten der Aufnahmen [Nie09b]

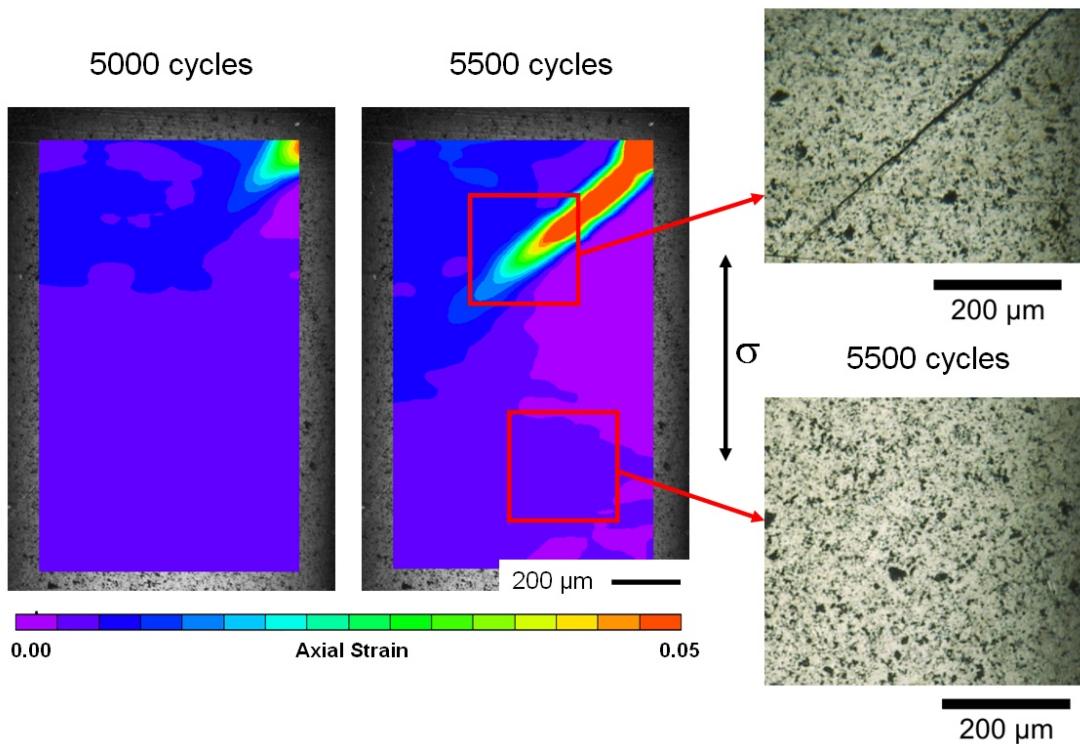


Abbildung 4.67: Rissausbreitung auf der Probenflanke eines UFG IF Stahls der Route 8B<sub>C</sub> ermüdet in Spannungsregelung mit einer Amplitude von 450 MPa. Die Visualisierung lokaler Dehnungen erfolgte mittels DIC. Die mikroskopischen Aufnahmen zeigen die Probenoberfläche in dem gestörten sowie ungeschädigten Bereichen der Probe [Nie09b]

Wie Abbildung 4.67 zeigt, ist die fortschreitende Schädigung auf der Probenflanke einer UFG IF Stahl Probe der Route 8B<sub>C</sub> gut erfassbar. Die ungewöhnliche Schädigungsentwicklung unter  $\sim 45^\circ$  zur Belastungssachse und somit parallel zur letzten ECAP Scherebene (vgl. Abb. 4.65) wird gezielt detektiert, die mit dem Risswachstum einhergehenden großen lokalen Dehnungswerte werden sicher erfasst. Die DIC Auswertung zeigt deutlich, dass es im Falle des optimierten Materials der Route 8B<sub>C</sub> nur an einer Stelle zur Rissinitiierung kommt. Der auf der rechten Probenoberfläche entstandene Riss wächst nach seiner Initiierung sehr schnell unter einem Winkel von  $\sim 45^\circ$ , weitere Risse sind nicht detektierbar. Die mikroskopischen Aufnahmen zeigen einerseits den auf der untersuchten Fläche gewachsenen Riss, andererseits eine durch die Ermüdung nicht beeinflusste schädigungsfreie Zone. Es stellt sich somit eindeutig dar, dass es im Falle der optimierten UFG IF Stahlvarianten zu einer stark lokalisierten Schädigung kommt, ausgehend von einem Ort der Rissinitiierung, welcher durch einen bestimmten mikrostrukturellen Charakter geprägt ist, wie die folgenden Abbildungen zeigen werden.

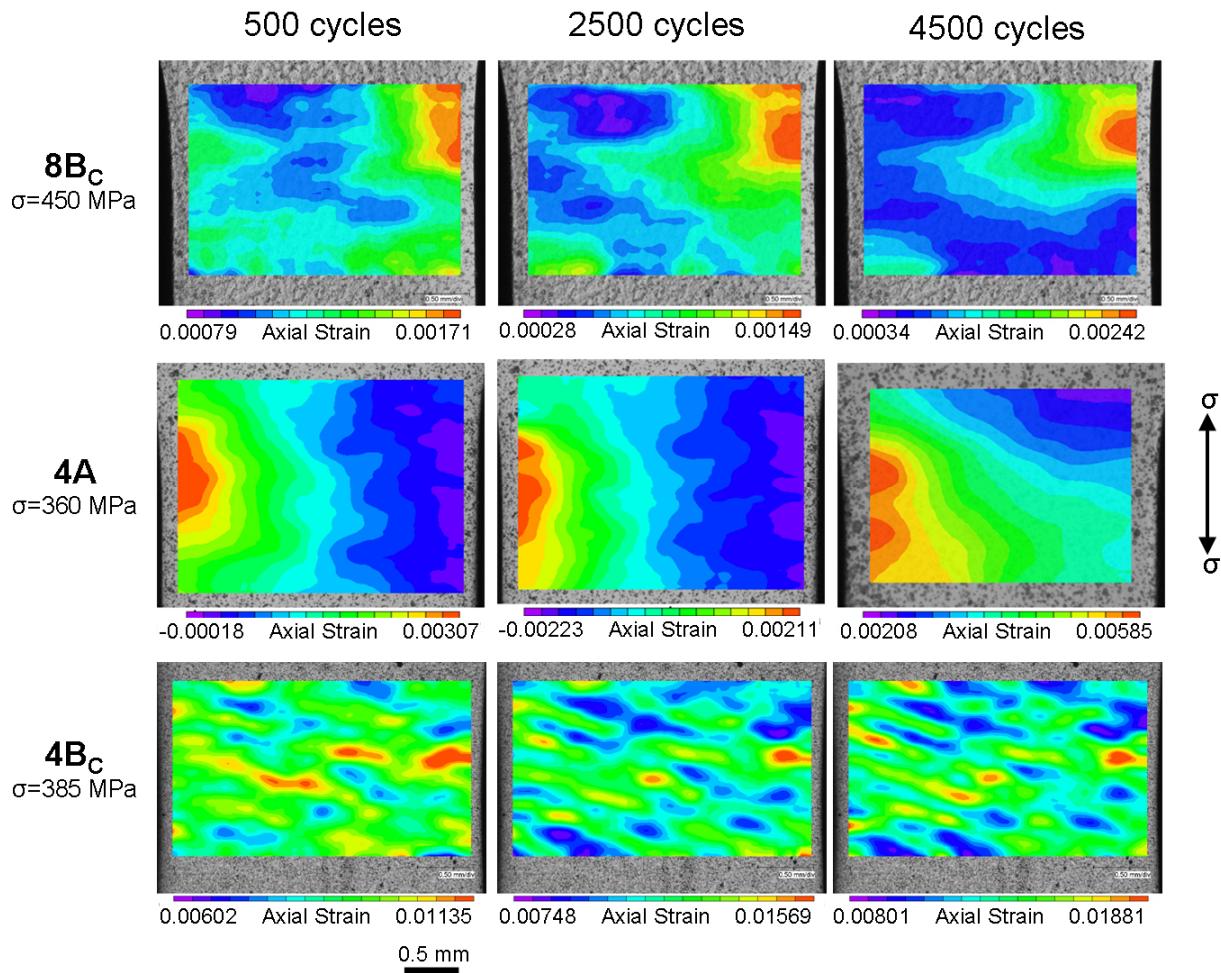


Abbildung 4.68: Entwicklung der lokalen Dehnung in verschiedenen UFG IF Stahl Proben unter verschiedenen Belastungsniveaus (zur Erläuterung siehe Haupttext) nach jeweils 500, 2500 und 4500 Zyklen [Nie09b]

In Abbildung 4.68 ist die Entwicklung lokaler Dehnungsfelder für UFG IF Stahl der Routen 4A, 4B<sub>C</sub> und 8B<sub>C</sub> dargestellt. Alle Versuche wurden spannungsgeregt durchgeführt, die jeweilige Spannungsamplitude wurde so gewählt, dass sich für alle Proben eine ähnliche Dehnung pro Zyklus einstellt (die Spannungen wurden entsprechend der sich einstellenden Sättigungsspannungen in den dehnungsgeregelten Versuchen gewählt, vgl. Kapitel 4.7). Im Falle aller untersuchten UFG IF Stahl Varianten stellt sich eine inhomogene Dehnungsverteilung ein. Die Darstellungen in Abbildung 4.68 stellen immer die Dehnungsverteilung unter maximaler Spannung dar. Zu beachten ist, dass gleiche Farben in diesem Falle nicht gleiche Dehnungswerte kodieren, die dynamische Skalierung wurde gewählt, um die Inhomogenitäten in der Dehnungsverteilung klar herausstellen zu können. Im Vergleich der untersuchten UFG IF Stahl Varianten gibt es sowohl Gemeinsamkeiten als auch signifikante Unterschiede. Bei allen Proben ändert sich der generelle Eindruck der

Dehnungsverteilung im Laufe der 4500 Zyklen nicht, Bereiche die nach 4500 Zyklen eine auffällige Dehnungsakkumulation zeigen, zeigen diese bereits nach einer geringen Zyklenzahl von 500 Zyklen. Dagegen ist bei allen Proben die Verteilung der Dehnungen signifikant unterschiedlich. Nach 4500 Zyklen zeigt sich im Falle der Probe der Route 8B<sub>C</sub> eine Konzentration der Dehnung in einem einzigen Bereich, bei der Probe der Route 4A in zwei Bereichen und im Falle der Probe der Route 4B<sub>C</sub> kommt es zu einer diffusen Verteilung verschiedener Bereiche hoher Dehnungen. In wie weit diese Bereiche mit einer Rissinitiierung zu verknüpfen sind und welchen mikrostrukturellen Größen eine entscheidende Rolle zukommt zeigen die Abbildungen 4.69 bis 4.71.

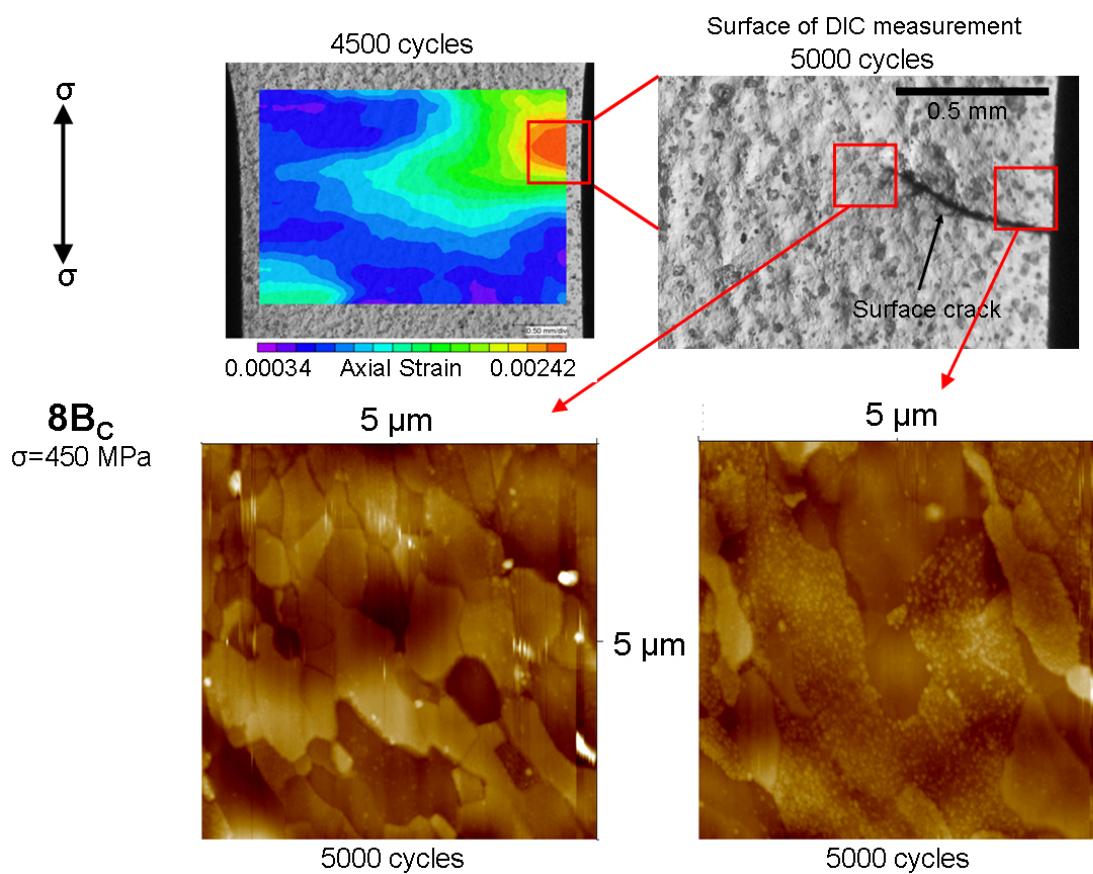


Abbildung 4.69: Untersuchung des Rissinitiierortes im Falle des UFG IF Stahls der Route 8B<sub>C</sub>, die DIC Aufnahme nach 4500 Zyklen liefert Hinweise auf den Riss der nach 5000 Zyklen deutlich zu sehen ist (mikroskopische Aufnahme), die AFM Aufnahmen zeigen die Mikrostruktur nahe des Rissinitiierortes sowie an der Rissspitze [Nie09b]

Wie Abbildung 4.69 eindeutig zeigt, ist nach 5000 Zyklen in dem Bereich, welcher zuvor in den DIC Aufnahmen durch eine erhöhte lokale Dehnung aufgefallen war, ein Riss initiiert. Bis zu einer Zyklenzahl von 4500 Zyklen war dieser Riss in den mikroskopischen Aufnahmen

(unter maximaler Zugbelastung) nicht zu entdecken. Wie zudem bereits in verschiedenen Quellen aufgezeigt wurde [Hüb07, Vin07] sind UFG Werkstoffe im Allgemeinen sehr anfällig gegenüber Risswachstum, so dass davon auszugehen ist, dass der Kurzriss in Abbildung 4.69 erst wenige hundert Zyklen zuvor entstanden ist. Die DIC Technik hat jedoch bereits nach 500 Zyklen den schädigungsrelevanten Bereich eindeutig herausgehoben, ein Fakt, der das Potential dieser Technik zur sehr frühen Schädigungsdetektion aufzeigt. Vorteilhaft in Bezug auf die Klärung der mikrostrukturellen Versagensursachen ist in diesem Zusammenhang die Möglichkeit hochauflösende Untersuchungsmethoden an noch nicht massiv geschädigten Probenbereichen anwenden zu können, was erhebliche Vorteile im Vergleich zur post-mortem Studie bietet. AFM Untersuchungen konnten im Bereich des Initiierungsorthes des Kurzrisses sowie im Bereich der Rissspitze eindeutig aufzeigen, dass gelängte Strukturen in diesen Bereichen stark gehäuft vorkommen. In wie weit diese Körner noch Subkorngrenzen mit sehr kleinen Misorientierungen aufweisen ist zerstörungsfrei nicht zu klären. Unabhängig von der möglichen Präsens dieser Subkorngrenzen ist entsprechend der Erkenntnisse in Kapitel 4.7.5 jedoch davon auszugehen, dass diese gelängten Strukturen mechanisch als ein Korn agieren und somit das lokale Schädigungsverhalten deutlich beeinflussen wie in Kapitel 5.1 gezeigt werden wird.

Die mikrostrukturellen Untersuchungen an dem UFG IF Stahl der Probe 4A (Abbildung 4.70) erbrachten ähnliche Ergebnisse wie für das Material der Route 8B<sub>C</sub>. Im Unterschied zu den in Abbildung 4.69 gezeigten Ergebnissen wurden jedoch in diesem Falle EBSD Untersuchungen anstelle der AFM Untersuchungen unternommen, da letzteres Verfahren nicht in der Lage ist, die langreichweitigen Inhomogenitäten des IF Stahls der Route 4A in geeigneter Weise zu erfassen. Die EBSD Messungen wurden bereits nach 3000 Zyklen in verschiedenen Bereichen der Probe durchgeführt, also weit bevor es zur Rissinitiierung nach 5300 Zyklen kam. Die Mikrostruktur in verschiedenen Bereichen unterscheidet sich erheblich, wie in den gezeigten EBSD Aufnahmen (Inverse Polfiguren mit farblicher Kodierung der Kornorientierung; die Verwendung einer großen Schrittweite in den Messungen verhindert die Auflösung feinster Details) ersichtlich wird. In dem Bereich erhöhter plastischer Dehnungswerte in den DIC Aufnahmen ist die Mikrostruktur durch gelängte Strukturen (welche ein Konglomerat von vielen nur durch KWKGs getrennten Körnern darstellen) dominiert, in den anderen Probenbereichen sind diese Anhäufungen ähnlich orientierter Körner eher von globularer Form. In wie weit diese gelängten Strukturen das Spannung-Dehnung Verhalten und somit die Schädigungsentwicklung beeinflussen wird in Kapitel 5.1 dargestellt.

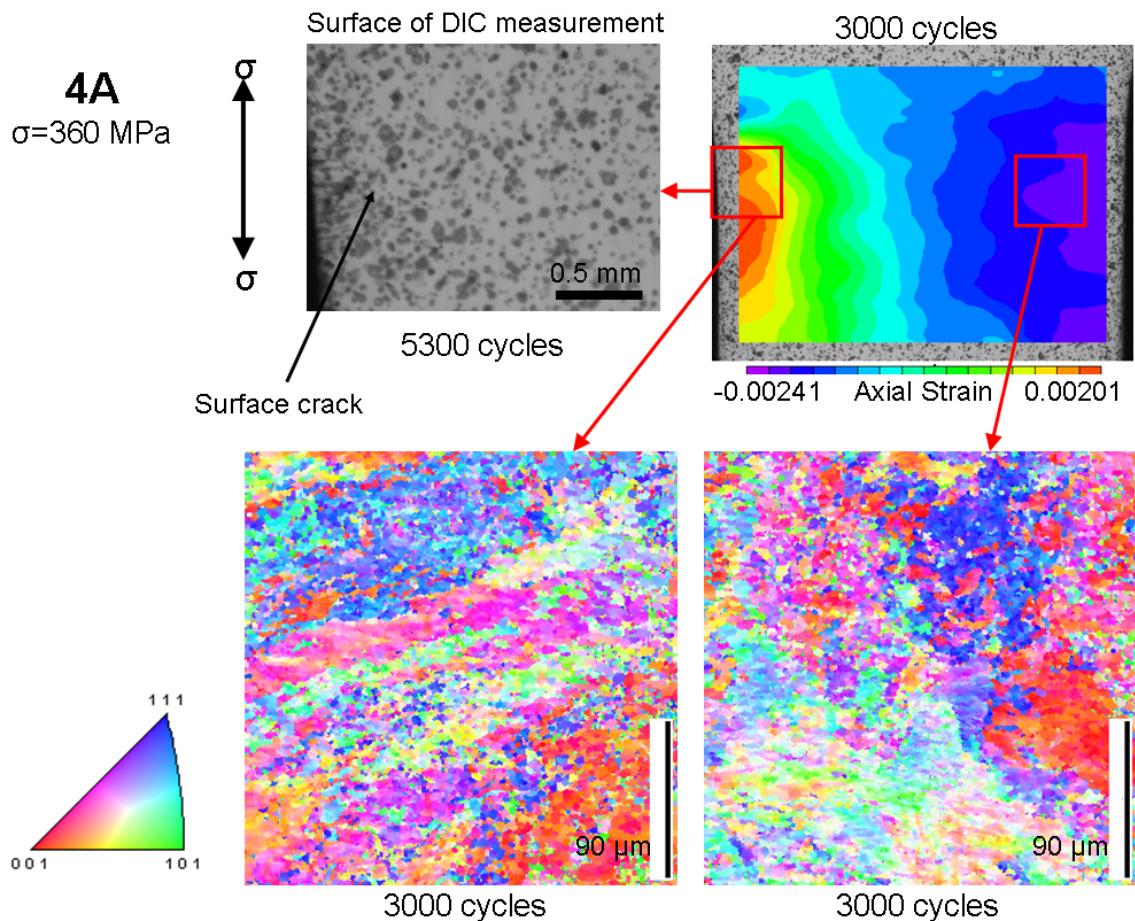


Abbildung 4.70: Untersuchung des Rissinitiierortes im Falle des UFG IF Stahls der Route 4A, die DIC Aufnahme nach 3000 Zyklen liefert Hinweise auf mehrere Rissinitiierortsorte. Die Risse sind nach 5300 Zyklen in der mikroskopischen Aufnahme erst schwer auszumachen. Die EBSD Aufnahmen (IPF) zeigen die Mikrostruktur an den Rissinitiierorten sowie in einem nicht geschädigten Referenzbereich [Nie09b]

Auch die Ergebnisse der Untersuchungen an der Probe der Route 4B<sub>C</sub> deuten auf einen identischen Schädigungsverlauf hin (Abbildung 4.71). Es kommt in dieser Probe zur Entwicklung von mehreren Bereichen erhöhter Dehnung, die Untersuchung in diesen Bereichen zeigen jedoch wieder das Vorhandensein großer gelängter Strukturen, wie diese auch bereits im Material der Route 4A zu finden waren (vgl. Abb. 4.70). Abseits der Bereiche mit hohen Dehnungen wirkt die Mikrostruktur homogen, entspricht also der der optimierten ECAP Routen. Die nach 5000 Zyklen durchgeführten EBSD Untersuchungen konnten das Vorhandensein von diversen Mikrorissen aufzeigen, welche in der REM Aufnahme in Abbildung 4.71 gezeigt sind. Diese Risse waren zu diesem Zeitpunkt nicht in den lichtmikroskopischen Aufnahmen zu finden. EBSD Messungen in diesen Bereichen konnten eindeutig aufzeigen, dass es zur Rissinitiierung entlang der großen nur durch

KWKGs dominierten Bereiche kommt, diese also schädigungsrelevant sind. Welcher Mechanismus die Schädigungsentstehung entlang dieser Strukturen begünstigt, wird in Kapitel 5.1 dargestellt.

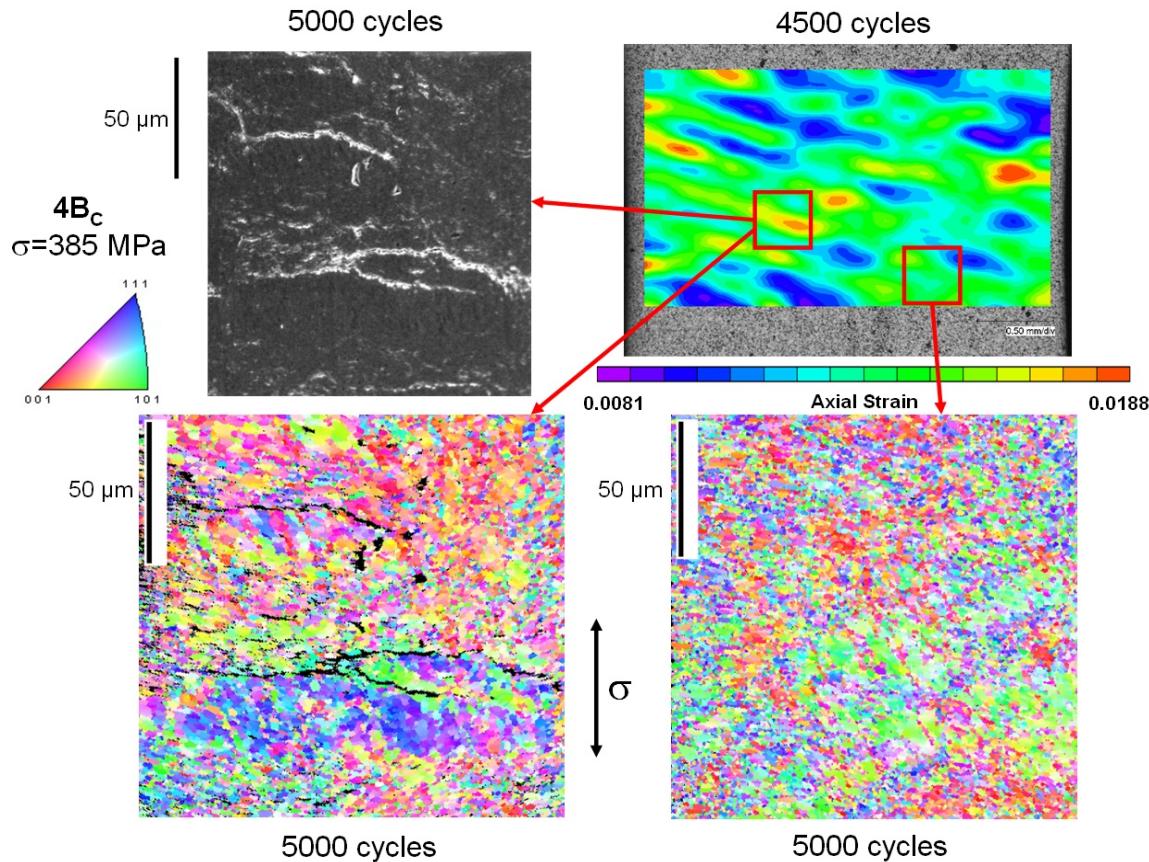


Abbildung 4.71: Untersuchung des Rissinitiierungsorates im Falle des UFG IF Stahls der Route 4B<sub>C</sub>, die DIC Aufnahme nach 4500 Zyklen liefert Hinweise auf mehrere Rissinitiierungsorates, die nach 5000 Zyklen im REM gut zu sehen sind. Die EBSD Aufnahmen (IPF) zeigen die Mikrostruktur an einem der Rissinitiierungsorates sowie in einem nicht geschädigten Referenzbereich [Nie09b]

## 4.8 Ermüdungseigenschaften im HCF Bereich - Kerbeinfluss

Zur Ermittlung der Ermüdungseigenschaften im HCF Bereich wurden Versuche in Spannungsregelung an Proben vorgenommen, die sich durch verschiedene Kerbgeometrien auszeichneten. Ziel war es einerseits den Einfluss der Kerben auf das Ermüdungsverhalten im HCF Bereich zu untersuchen, da dieser dort stark ausgeprägt ist, und andererseits die Dauerfestigkeit des UFG IF Stahls an einer ungekerbten Probengeometrie zu bestimmen. Dazu wurde die ursprüngliche Geometrie der Miniaturprobe um drei weitere Varianten

erweitert. Abbildung 4.72 zeigt die verschiedenen Geometrien sowie ihre Abmaße im Vergleich.

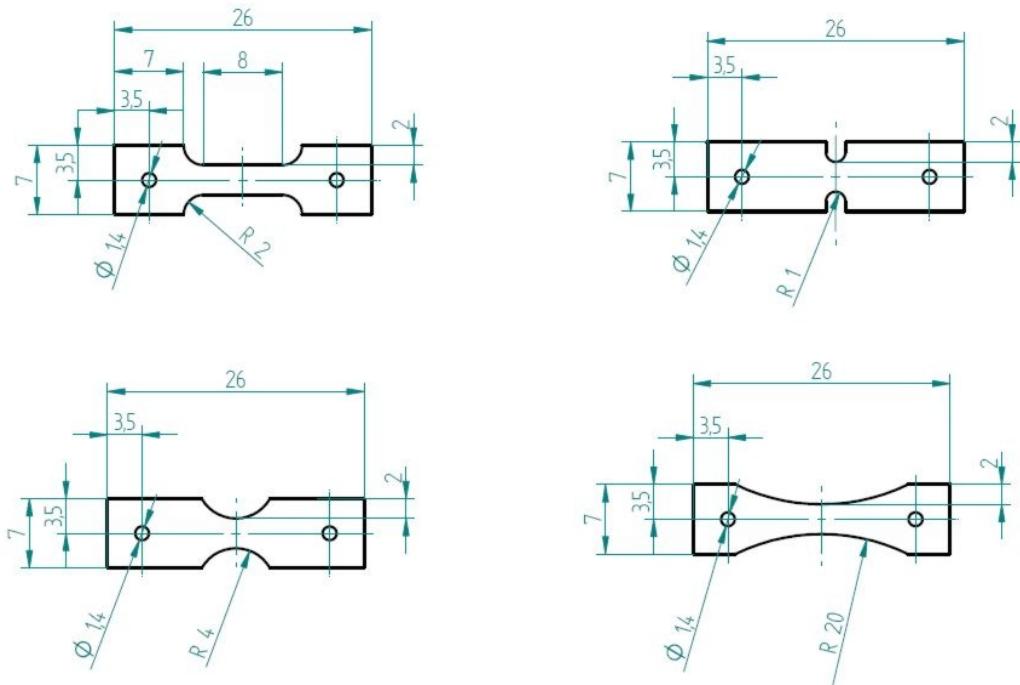


Abbildung 4.72: Darstellung der zur Untersuchung der Kerbempfindlichkeit verwendeten Probengeometrien

Die im LCF Bereich verwendete Miniaturprobe mit einem Radius R2 wurde somit um Proben erweitert, welche einerseits einen schärferen Kerbradius R1 aufwiesen, andererseits jedoch auch erhebliche günstigere Radien R4 und R20 (vgl. Abbildung 4.72). Inwieweit sich diese verschiedenen Kerbradien auf die Spannungsverteilung in der jeweiligen Probe auswirken, wurde mittels der Finite Elemente Methode (FEM) berechnet. Die Geometrie der Probe wurde in I-DEAS implementiert und vernetzt, die Definition der Randbedingungen sowie die Berechnung der Spannungsverteilung erfolgte durch die kommerzielle ABAQUS Software (beide Arbeitsschritte wurden in der Fachgruppe Angewandte Mechanik der Universität Paderborn durchgeführt [Nie09f]). Da die Spannungsverteilung an den Kerben in der einfachen Flachprobengeometrie mittels einer zweidimensionalen Berechnung bereits berechenbar war, wurde dabei auf die Verwendung von Volumenmodellen verzichtet, um den Rechenaufwand zu minimieren. Die Vernetzung erfolgte mit Hilfe von Dreieckselementen, die auf einem linearen Verschiebungsansatz beruhten, das Werkstoffverhalten wurde als rein elastisch angenommen. Um einen Einfluss der Einspannungsrandbedingungen auf die Spannungsverteilung im Bereich der Kerben zu verhindern, wurden Proben mit einer extrem

großen Gesamtprobenlänge modelliert, so dass sich oberhalb und unterhalb der betrachteten Kerben eine homogene Spannungsverteilung über den Querschnitt einstellte. Die simulierten Ergebnisse zur Spannungsverteilung an den verschiedenen Kerben zeigen die Abbildungen 4.73 und 4.74.

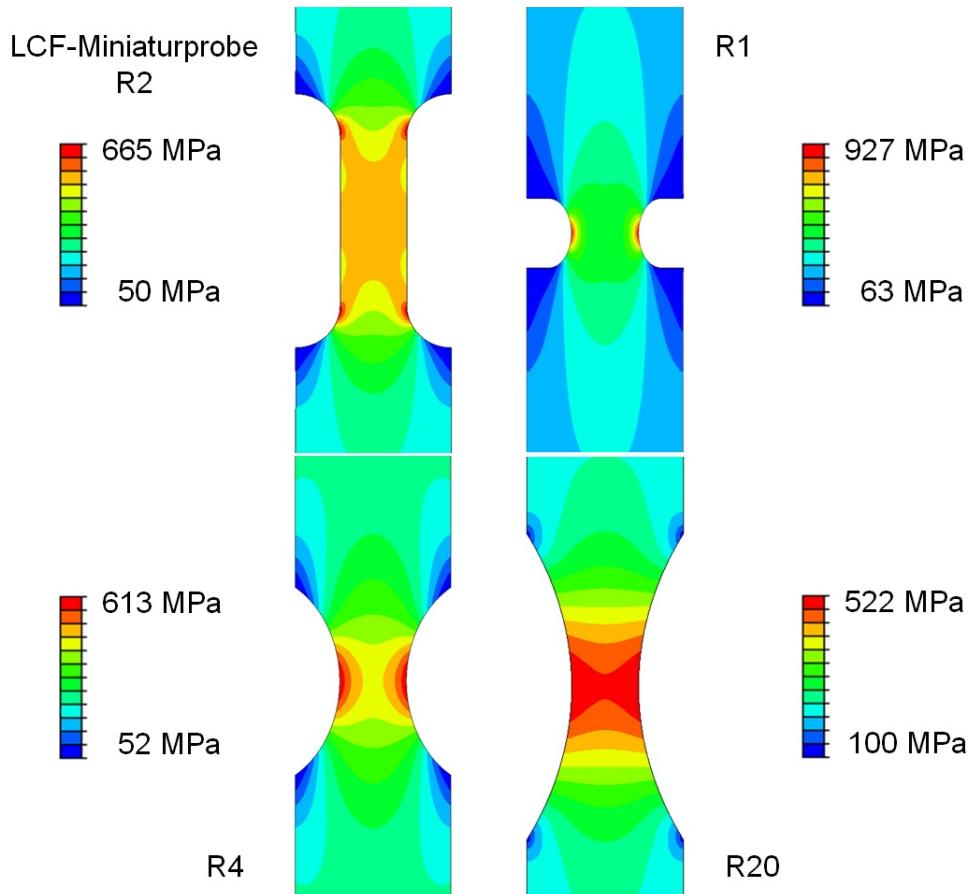


Abbildung 4.73: FEM-Berechnungen zur Spannungsverteilung in den Proben verschiedener Geometrien, angegeben ist jeweils die Spannungskomponente in Probenlängsrichtung [Nie09f]

Abbildung 4.73 zeigt die Spannungsverteilung in der Messlänge der unterschiedlich gekerbten Proben. Die Farbskalierung ist im Falle der gezeigten Aufnahmen dynamisch skaliert, einen quantitativen Vergleich der Spannungswerte zeigt Abbildung 4.74. Es wird offensichtlich, dass die Spannungsverteilung in den verschiedenen Kerben qualitativ und quantitativ wesentliche Unterschiede aufweist. Im Falle der Proben mit den Radien R1 und R4 ist die Spannung direkt im Kerbgrund erwartungsgemäß stark erhöht, ein deutlicher Spannungsgradient über den Querschnitt ist vor allem bei der R1 Probe deutlich zu erkennen. Auch in der in den LCF Versuchen verwendeten Miniaturprobe ist eine deutliche Spannungsüberhöhung im Übergang des Radius in die Messlänge zu erkennen. Die Spannung

in der Messlänge ist nahezu konstant, die Probe somit gut für die Untersuchungen im LCF Bereich zu verwenden. Die Spannungsüberhöhung im Auslauf des Radius, d.h. die dortige Kerbwirkung, reduziert die Lebensdauer zwar, die Kerbwirkung ist im Falle einer LCF Belastung jedoch nicht so deutlich ausgeprägt wie im Falle einer HCF Belastung, da bereits ohne das Vorhandensein einer Kerbe eine schnelle Schädigungsinitiierung aufgrund der hohen Belastung stattfindet.

Im Hinblick auf die Untersuchungen der HCF Ermüdungseigenschaften ist jedoch die Verwendung der Proben mit einem großen Kerbradius, d.h. der R20 Proben, vorzuziehen. Wie die Ergebnisse zur Spannungsverteilung im Kerbgrund in Abbildung 4.73 eindeutig zeigen, ist die Probe nahezu frei von Spannungsgradienten, so dass sie als ungekerbte Probe behandelt werden kann. Die quantitativen Werte zur Spannungsüberhöhung an den Kerben sind in Abbildung 4.74 dargestellt. Alle FEM Rechnungen wurden mit einem Nennspannungsniveau von 500 MPa durchgeführt. Es zeigt sich deutlich, dass im Kerbquerschnitt der R20 Probe auch quantitativ nahezu keine Spannungsüberhöhung eintritt. Die maximale Randspannung beträgt hier 520 MPa, die Probengeometrie kann somit als kerbfreie Geometrie betrachtet werden. Alle anderen Probengeometrien zeigen dagegen eine deutliche Spannungsumverteilung im Kerbquerschnitt. Dabei ist zu beachten, dass die Miniaturprobe (R2) sowie die R4 Probe mit maximalen Randspannungen von 600-650 MPa sehr ähnliche Werte aufweisen. Die R1 Probe mit einer maximalen Randspannung von über 900 MPa übersteigt diese Werte nochmals erheblich, und ist somit die einzige Probengeometrie, die einen stark dominierenden Einfluss der geometrischen Kerbe erwarten lässt.

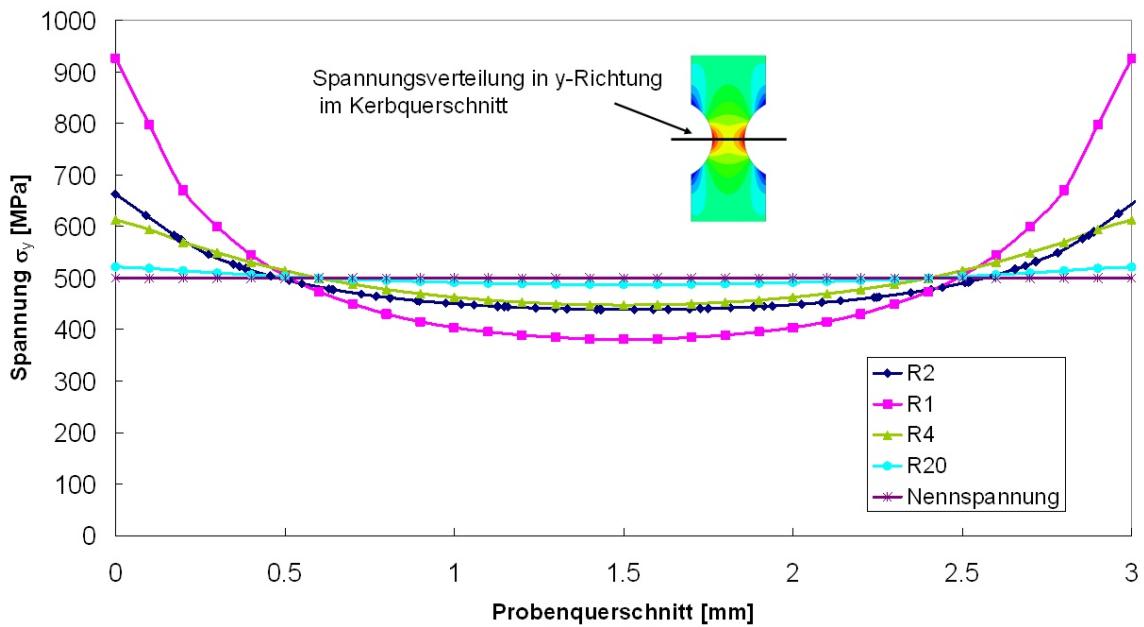


Abbildung 4.74: Spannungsverlauf über den Kerbquerschnitt für die verschiedenen gekerbten Proben berechnet mittels FEM [Nie09f]

Zur Beschreibung der Kerbwirkung einer bestimmten Geometrie ist es üblich, einen Kerbfaktor zu verwenden. Der Kerbfaktor  $\alpha$  ist definiert als:

$$\alpha = \frac{\sigma_{max}}{\sigma_{nenn}} \quad (4.1)$$

In Gleichung 4.1 ist  $\sigma_{max}$  die maximal auftretende Spannung im Kerbgrund und  $\sigma_{nenn}$  das Nennspannungsniveau im ungekerbten Probenquerschnitt. Tabelle 4.2 listet die Kerbfaktoren für die verschiedenen Probengeometrien auf.

Tabelle 4.2: Kerbfaktoren  $\alpha$  für die untersuchten Probengeometrien

Probengeometrie	R20	R4	LCF Miniturprobe (R2)	R1
$\alpha$	1,04	1,23	1,33	1,85

Wie bereits im Falle der qualitativen Betrachtung der FEM Ergebnisse herausgestellt, unterscheidet sich die R1 Probe erheblich bezüglich der Schärfe ihrer Kerbe von den weiteren Proben, so dass sie einen dominierenden Einfluss ihrer Kerbe auf das Versagensverhalten erwarten lässt.

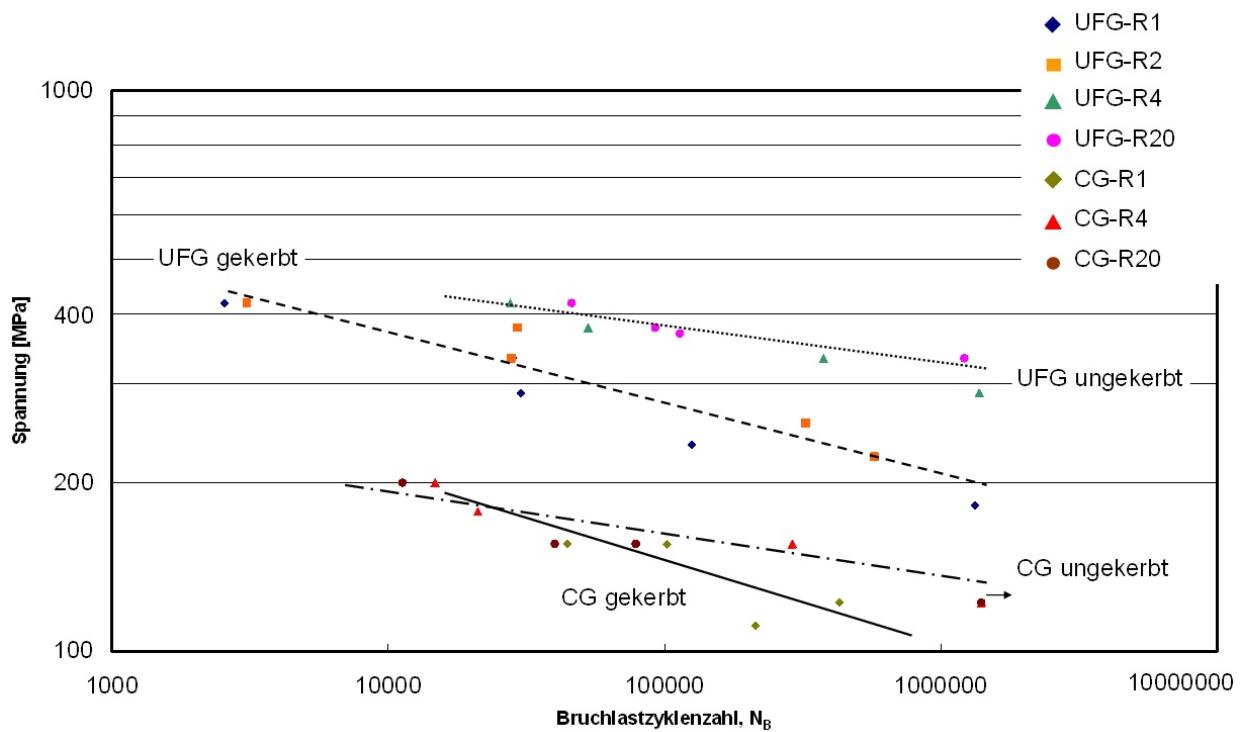


Abbildung 4.75: Wöhlerkurven für CG und UFG IF Stahl der Route 8B<sub>C</sub> für Proben verschiedener Kerbgeometrie (vgl. Abbildung 4.72), jeweils mit einer Ausgleichsgeraden für die als ungekerbt und gekerbt definierten Proben

Die in Abbildung 4.75 dargestellten Wöhlerkurven zeigen, dass sich die unterschiedlich gekerbten Proben hinsichtlich ihrer Lebensdauern im HCF Bereich erheblich unterscheiden. Untersucht wurden sowohl Proben aus UFG IF Stahl der Route 8B<sub>C</sub>, also einer optimierten Route, als auch Proben aus einer wärmebehandelten (2 h bei 600 °C, vgl. Kapitel 4.2) grobkörnigen IF Stahl Variante. Alle Proben wurden hinsichtlich der Extrusionsrichtung im ECAP Prozess in einer 0° Orientierung entnommen (Probenlängsachse parallel zur Extrusionsachse, vgl. Kapitel 4.7.2). Im Falle der wärmebehandelten Proben scheint der Einfluss der verschiedenen Kerbgeometrien nicht sehr stark ausgeprägt zu sein, daher wurde auf die Untersuchung von Proben mit einem mittleren Kerbfaktor in diesem Falle verzichtet. Im Vergleich zur optimierten UFG Variante liegen die Ergebnisse unabhängig von der gewählten Spannungsamplitude bei geringeren Lebensdauern. Dies ist mit der wesentlich geringeren Festigkeit des CG IF Stahls zu erklären. Die höhere Festigkeit des UFG Zustandes erlaubt diesem im HCF Bereich die Belastungen zu einem hohen Grad elastisch aufzunehmen, was den Schädigungseintrag einer gegebenen Belastung erheblich senkt. Bei der Charakterisierung der Wöhlerkurven für die verschiedenen Geometrien des UFG IF Stahls ergibt sich eine Aufteilung in zwei Gruppen, welche sich wesentlich hinsichtlich der

erreichten Lebensdauern auf verschiedenen Spannungsniveaus unterscheiden. Die Lebensdauer der R1 sowie der R2 Proben fällt gegenüber der Lebensdauer der R4 und R20 Probengeometrien wesentlich ab. Erstere Proben scheinen also erheblich von der Kerbwirkung beeinflusst zu werden. Die eher geringen Lebensdauerwerte der R2 Proben waren anhand der FEM Ergebnisse nicht erwartet worden, da der Kerbfaktor der R2 Proben doch eher dem der R4 Proben entsprach. Fraktographische Untersuchungen der verschiedenen Probengeometrien im REM konnten jedoch wieder eindeutig zeigen, dass einzig das Versagen der R1 Probe durch den geometrischen Kerb dominiert wird. Abbildung 4.76 zeigt REM Aufnahmen der vier untersuchten Geometrien. Das Brucherscheinungsbild der R1 Probe zeigt deutlich, dass es in beiden Kerben zu einer Rissinitiierung kam, so dass zwei dominierende Risse (einer von jeder Kerbe aus) in die Probe hineingewachsen sind und es anschließend in der Mitte der Probe zum Gewaltbruch kam. Alle weiteren dargestellten Probenformen zeigen dagegen ein anderes Bruchbild. In der R20, der R4 und der R2 Probe kam es nur auf einer Seite zu einer Rissinitiierung, welche einen dominanten ausbreitungsfähigen Riss hervorbrachte. Der Gewaltbruch in allen Proben erfolgte auf der dem Rissinitiierungsstelle gegenüberliegenden Seite, so dass gefolgert werden kann, dass im Laufe der gesamten Lebensdauer an dortiger Stelle kein Riss initiiert ist. Somit ist der Rissinitiierungsstelle nicht allein von dem geometrischen Kerb ausgegangen, eine mikrostrukturelle Kerbe muss an der entsprechenden Stelle zusätzlich vorgelegen haben. Somit untermauern die REM Aufnahmen in Abbildung 4.76 die FEM Ergebnisse hinsichtlich des Einflusses der verschiedenen Kerben. Die mikrostrukturellen Kerben sorgen für eine erhebliche Streuung der Lebensdauern im HCF Bereich.

Die Ergebnisse bezüglich der Lebensdauern der verschiedenen gekerbten Proben erlauben es, eine Kerbwirkungszahl  $\beta$  zu berechnen. Diese ist wie folgt definiert:

$$\beta = \frac{(R_D)_{ungekerbt}}{(R_D)_{gekerbt}} \quad (4.2)$$

Unter der Annahme, dass es sich bei der R20 Probe um eine ungekerbte Probe handelt ( $\alpha = 1,04$ ), lassen sich somit die in Tabelle 4.3 aufgeführten Kerbwirkungszahlen berechnen.

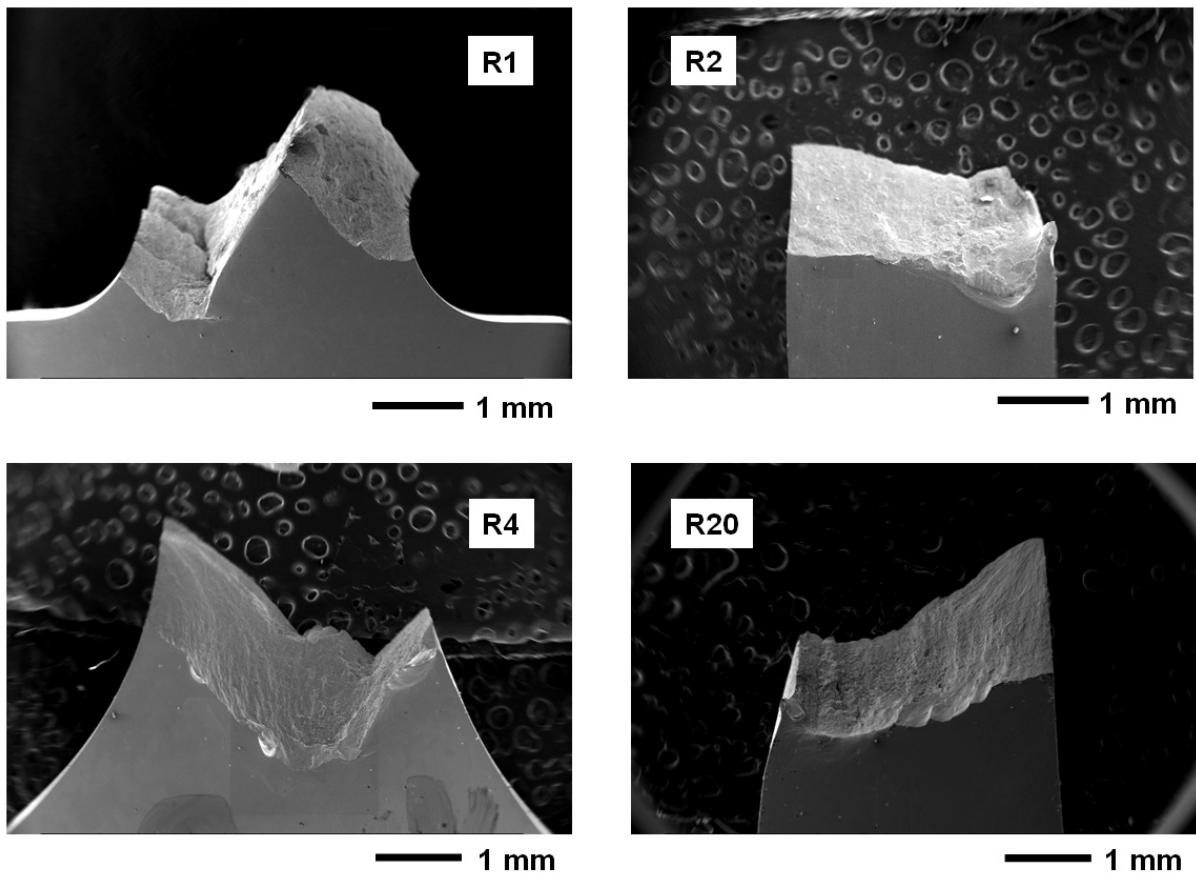


Abbildung 4.76: Brucherscheinungsbild (REM) für die verschiedenen Kerbgeometrien im Falle des UFG IF Stahl der Route 8B<sub>C</sub> nach spannungsgeregelten Versuchen im HCF Bereich

Tabelle 4.3: Kerbwirkungszahlen  $\beta$  für die verschiedenen Probengeometrien

Probengeometrie	UFG R4	UFG R1	CG R1
$\beta$	1,15	1,83	1,38

Zu Bewertung der Kerbwirkungszahlen wurde das Konzept der Stützwirkungszahl nach Siebel angewandt (Abbildung 4.77) [Rad07, Sie49]. Im Rahmen dieses Konzepts wird ein Zusammenhang zwischen dem Kerbfaktor  $\alpha$  und der Kerbwirkungszahl  $\beta$  hergestellt. Die verknüpfende Größe zwischen den beiden Werten ist die Stützziffer  $n_x$  (nach Siebel [Rad07, Sie49]), welche ein Maß für das Vermögen eines Werkstoffes darstellt, eine Spannungsspitze an einer Kerbe durch Plastifizierung abzubauen. Ein wichtiger Parameter zur Ermittlung von  $n_x$  anhand von Tabellenwerten ist das sog. bezogene Spannungsgefälle  $X$ , welches eine Funktion der Belastung sowie der Kerbgeometrie ist. In dem in Abbildung 4.77 gezeigten Diagramm zeigt sich, dass die Stützwirkung besonders hoch ist für sehr duktile Werkstoffe, wie z.B. die austenitischen Stähle. Sie nimmt dagegen Werte nahe eins für hochfeste Federstähle an. Welche Werte sich für die hochfesten und gleichzeitig duktilen UFG

Werkstoffe durch das Konzept ergeben war unbekannt. Die für die untersuchten Kerbgeometrien des UFG und CG IF Stahls errechneten Werte  $n_x$  sind in Tabelle 4.4 angegeben.

Ermittlung der Stützwirkungszahl  $n_x$  nach Siebel

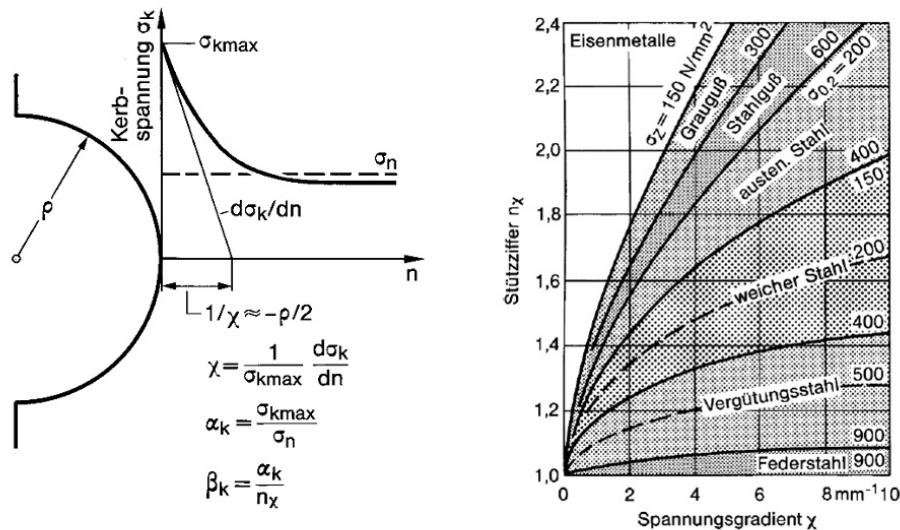


Abbildung 4.77: Stützwirkungszahl-Konzept nach SIEBEL [Rad07]

Tabelle 4.4: Stützwirkungszahl  $n_x$  für die verschiedenen Probengeometrien und IF Stahl Zustände

Probengeometrie	UFG R4	UFG R1	CG R1
$n_x$	1,07	1,01	1,34
$\chi$	0,5	2	2

Die Einordnung der in Tabelle 4.4 errechneten Werte in das entsprechende Diagramm in Abbildung 4.77 zeigt deutlich, dass sich der CG und der UFG IF Stahl hinsichtlich ihrer Stützwirkungskennzahl deutlich unterscheiden. Der CG IF Stahl reiht sich erwartungsgemäß in die Gruppe der weichen Stähle ein, der UFG IF Stahl verhält sich dagegen wie ein hochfester Federstahl. Dabei sind die errechneten Stützwirkungszahlen  $n_x$  mit einem Wert nahe eins auch im Hinblick auf den Wertebereich der Gruppe der Federstähle besonders klein. Bei der Ermüdung von gekerbten Proben kann der UFG IF Stahl somit nicht von seiner hohen Duktilität profitieren, er verhält sich vielmehr sogar auch im Vergleich mit den Eigenschaften hochfester Federstähle ungünstig. Dieser Aspekt ist im Hinblick auf eine spätere technische

Anwendung des UFG IF Stahls als sehr negativ zu bezeichnen und muss über entsprechende Maßnahmen (z.B. einer Wärmebehandlung, vgl. Kapitel 4.7.1) kompensiert werden.

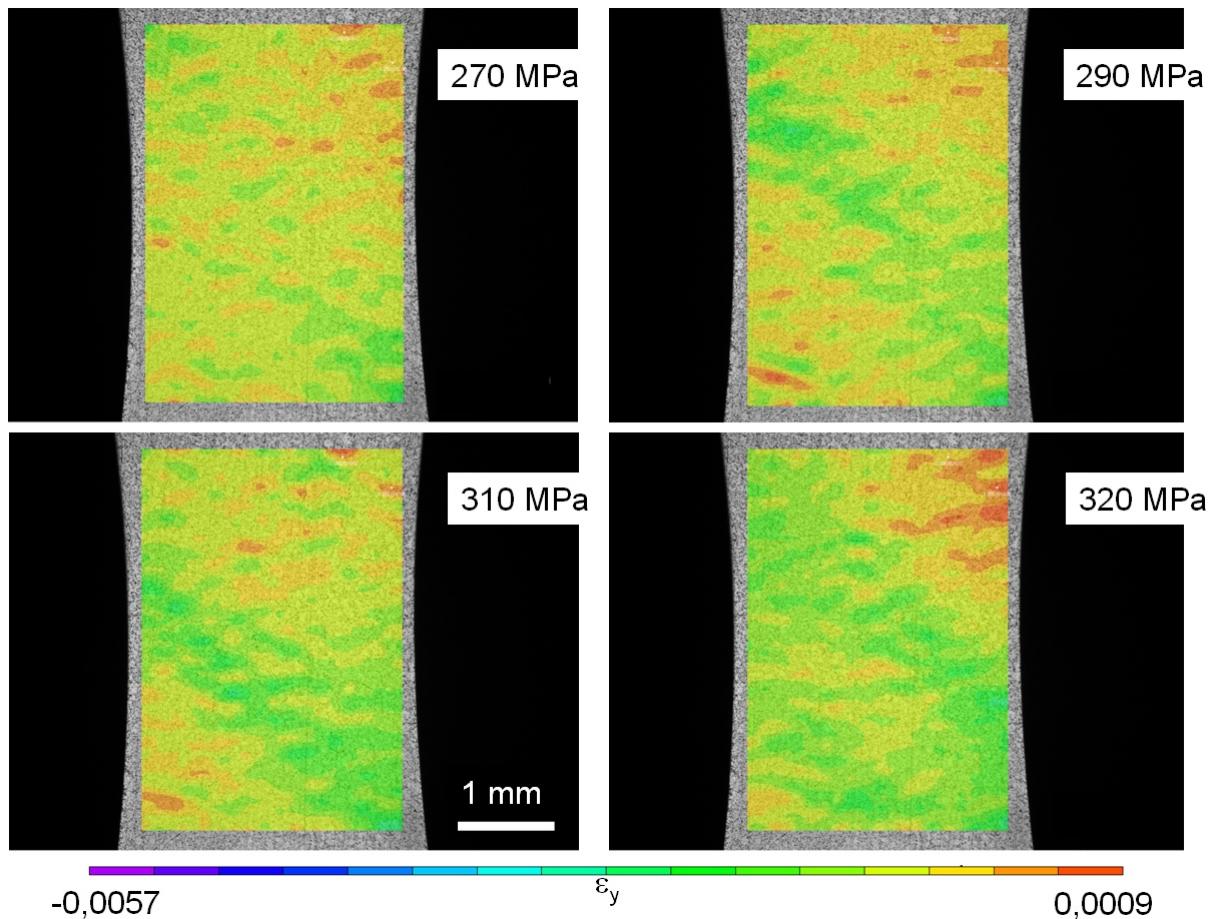


Abbildung 4.78: Versuchskonzept zur Ermittlung der Dauerfestigkeit an UFG IF Stahl der Route 8BC durch Auswertung lokaler Dehnungen (in Probenlängsachse) mittels DIC (siehe Text für Details)

Auch bei den Untersuchungen im HCF Bereich wurde das DIC Verfahren (vgl. Kapitel 4.7.6) verwendet, um die gewonnenen Erkenntnisse hinsichtlich der Schädigungsentwicklung zu untermauern. In diesem Falle sollte gezeigt werden, dass der an der R20 Probe ermittelte Wert von 330 MPa im Übergangsbereich zur Dauerfestigkeit (d.h.  $1,2 \times 10^6$  Zyklen) der eigentlichen Dauerfestigkeit im Sinne eines Stahls nahezu entspricht. Unter der Voraussetzung, dass eine Probe solange dauerfest ist wie keine lokal erhöhten plastischen Dehnungen auftreten, kann die DIC Technik in diesem Falle wertvolle Erkenntnisse liefern, da sie Auskunft über lokale Dehnungen gibt. Basis für die in Abbildung 4.78 gezeigten DIC Aufnahmen war ein treppenstufenförmiger Laststeigerungsversuch. Beginnend mit einer kleinen Lastamplitude wurde diese jeweils nach einer für 20.000 Zyklen konstanten Last um

ein Inkrement von 10 MPa erhöht. Nach der oben angegebenen Zahl an Zyklen wurde jeweils auf einem Lastniveau von 0 MPa (nach Erreichen der maximalen Amplitude) eine Aufnahme mittels des Digitalmikroskops vorgenommen, um plastische Dehnungsfelder mittels DIC sichtbar zu machen. Wie Abbildung 4.78 zeigt (die Skalierung der Dehnungen ist in dieser Abbildung einheitlich), verändert sich das Dehnungsprofil in der untersuchten Probe auch nach der Ermüdung bei 310 MPa nicht merklich, erst nach 320 MPa ist im oberen rechten Bereich der Probe eine erhöhte lokale plastische Dehnung auszumachen, somit kann das Niveau unterhalb dieser Spannungsamplitude als dauerfest bezeichnet werden. Ein Dauerfestigkeitswert von 310 MPa scheint im Hinblick auf eine auf einem Niveau von 330 MPa erreichte Lebensdauer von 1,2 Mio. Zyklen durchaus sinnvoll. Versuche zur mikrostrukturell verursachten Streuung im Bereich der Dauerfestigkeit müssen jedoch zukünftig noch durchgeführt werden.

## 4.9 Rissfortschrittsverhalten

Für verschiedene UFG Werkstoffe konnte bereits gezeigt werden, dass sie hinsichtlich ihrer bruchmechanischen Kennwerte ihren CG Varianten unter zyklischer Belastung erheblich unterlegen sind [Hüb07, Vin07]. In wie weit der fortschreitende Riss direkt mit den Mikrostrukturen der verschiedenen UFG Werkstoffe wechselwirkt ist bisher nur für den Fall der instabilen Rissausbreitung an mittels HPT verformten Material gezeigt worden [Hoh10]. Es gibt bisher primär Aussagen zu der erhöhten Risswachstumsrate, welche begünstigt wird durch den einfacheren, geraderen Rissfortschritt in den UFG Materialien und ein geringeres Maß an Rissenschließen. Die Ergebnisse wurden dabei zumeist anhand von Probengeometrien gewonnen, welche nicht der bruchmechanischen Standardprobe, der sog. Kompaktzugprobe (Compact Tension, CT), entsprechen. Zudem wurden UFG Werkstoffe untersucht, welche nicht als zyklisch stabil zu bezeichnen sind (vgl. Kapitel 2.5). Da der UFG IF Stahl, welcher im LCF Bereich zyklisch stabil ist (vgl. Kapitel 4.7), in diesem Bereich bereits einen erheblichen Einfluss von gerichteten Strukturen gezeigt hat, kann unter bruchmechanischer Belastung ein entsprechender Einfluss der ECAP Prozessroute sicherlich erwartet werden. Wie Abbildung 4.79 eindeutig zeigt, ist dieser Einfluss im Falle von CT Proben, welche senkrecht zur Extrusionsrichtung entnommen wurden (der Einfluss der ECAP Scherebene wird erst in Abb. 4.81 untersucht) auch sicher zu detektieren. Dabei sind vor allem im Bereich des sog. Threshold Wertes ( $\Delta K_{th}$ ) deutliche Unterschiede zwischen den UFG IF Stählen verschiedener Routen zu erkennen. Diese Unterschiede sind jedoch noch wesentlich

signifikanter, wenn in die Ergebnisse einbezogen wird, dass die Risse nicht in allen Proben entsprechend der üblichen Risswachstumsrichtung in CT Proben, d.h. senkrecht zur Belastungsrichtung unter einer Mode I Belastung [Ric09], gewachsen sind. Wie Abbildung 4.80 deutlich zeigt, weicht die Rissausbreitungsrichtung in den Proben der Routen 2A und 8E nicht von dieser Mode I Wachstumsrichtung ab, im Material der Route 16E dagegen wächst der Riss unter einem Winkel von  $\sim 10^\circ$  und für die Probe der Route 8B<sub>C</sub> werden sogar Abweichungen von  $\sim 30^\circ$  festgestellt. Da das verwendete Elektropotentialverfahren im Falle eines abgeknickten Risses nur die Projektion der Risslänge misst, ist die wahre Risswachstumsrate in diesem Falle sogar noch geringfügig höher. Da im Bereich der Paris Geraden alle UFG Varianten eine ähnliche Risswachstumscharakteristik aufweisen (Abbildung 4.79, unter Vernachlässigung der verschiedenen Risspfade) können für alle Zustände die gleichen Konstanten entsprechend der Paris Gleichung (Gl. 2.8) abgeleitet werden:  $C = 5,4 \times 10^{-11}$  m/Zyklus,  $m = 2,3$ .

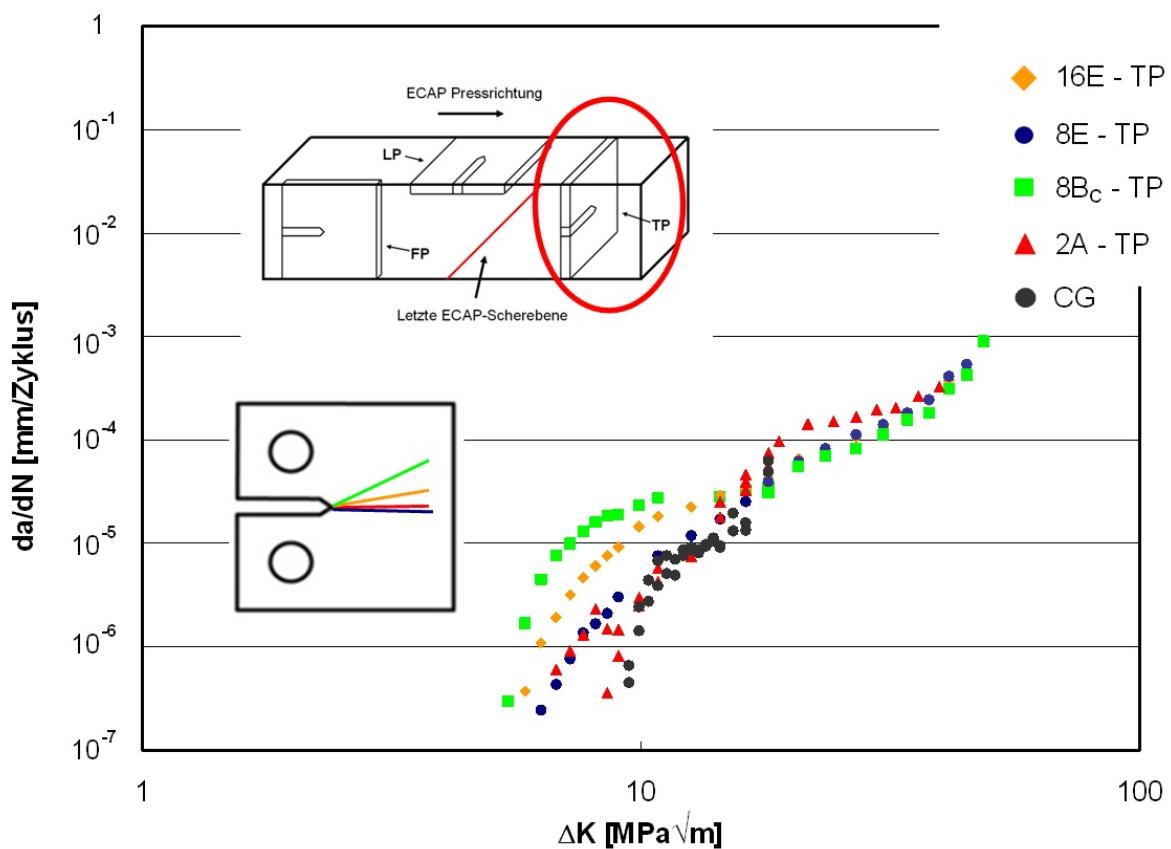


Abbildung 4.79: Rissfortschrittskurven ( $R = 0,1$ ) für CT Proben verschiedener IF Stahl Varianten bei gleichbleibender Probenentnahmerichtung (die Werte wurden nicht um einen Projektionsfaktor korrigiert, vgl. Text) [Nie09g]

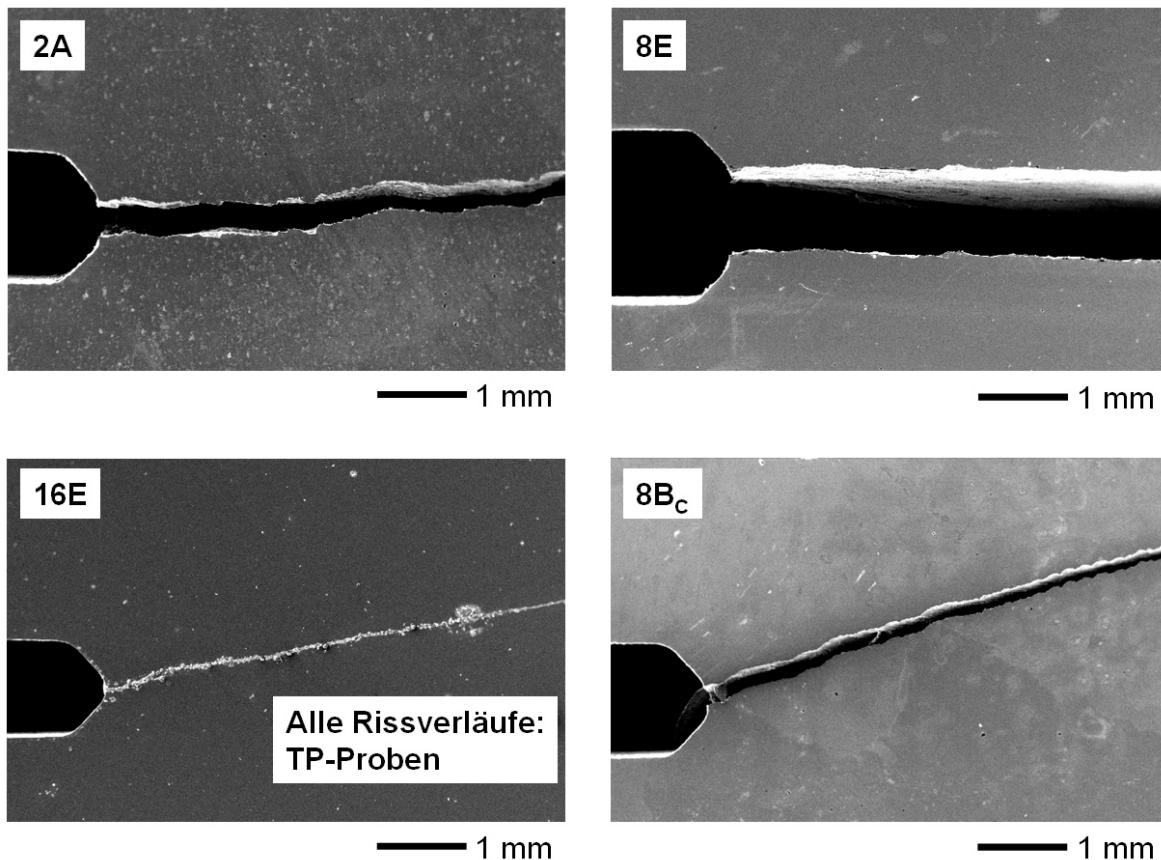


Abbildung 4.80: Rissverlauf auf der TP Ebene im Falle der verschiedenen UFG IF Stahl Routen [Nie09g]

Die Rissausbreitung ist für die UFG Werkstoffe nicht nur von der verwendeten ECAP Route abhängig, sondern auch von der Entnahmerichtung. Im Falle der Untersuchung von CT Proben der gleichen ECAP Route hat sich eindeutig gezeigt, dass dieser Parameter sowohl einen Einfluss auf die gemessenen Rissfortschrittsraten (Abbildung 4.81) als auch auf die Rissausbreitungsrichtung (Abbildungen 4.82 und 4.83) hat. Im Falle des Risswachstums auf einer Fläche, welche mit einer der letzten Scherebenen (d.h. der letzten oder auch der vorletzten Scherebene) in Einklang zu bringen ist, wächst der Riss entsprechend der Ausrichtung dieser ECAP Scherebene (Abbildung 4.82 und 4.83), aber abweichend von dem idealen Scherwinkel von  $45^\circ$ , da der Materialfluss in dem mittels ECAP umgeformten Material unter einem Winkel von  $\sim 30^\circ$  stattfindet [Zhu00, Bön09]. Diese Art von Risswachstum ist auch stets mit einer leichten Erhöhung der Risswachstumsrate verbunden. In den Abbildungen 4.79 und 4.81 ist dies jedoch nicht direkt ersichtlich, da der Korrekturfaktor zur Berücksichtigung des Effekts der abknickenden Risse nicht verwendet wurde, unter Berücksichtigung des Faktors wären die Kurven für den UFG IF Stahl der Routen 2A und 8B<sub>C</sub> bei den FP und LP Proben leicht nach oben verschoben.

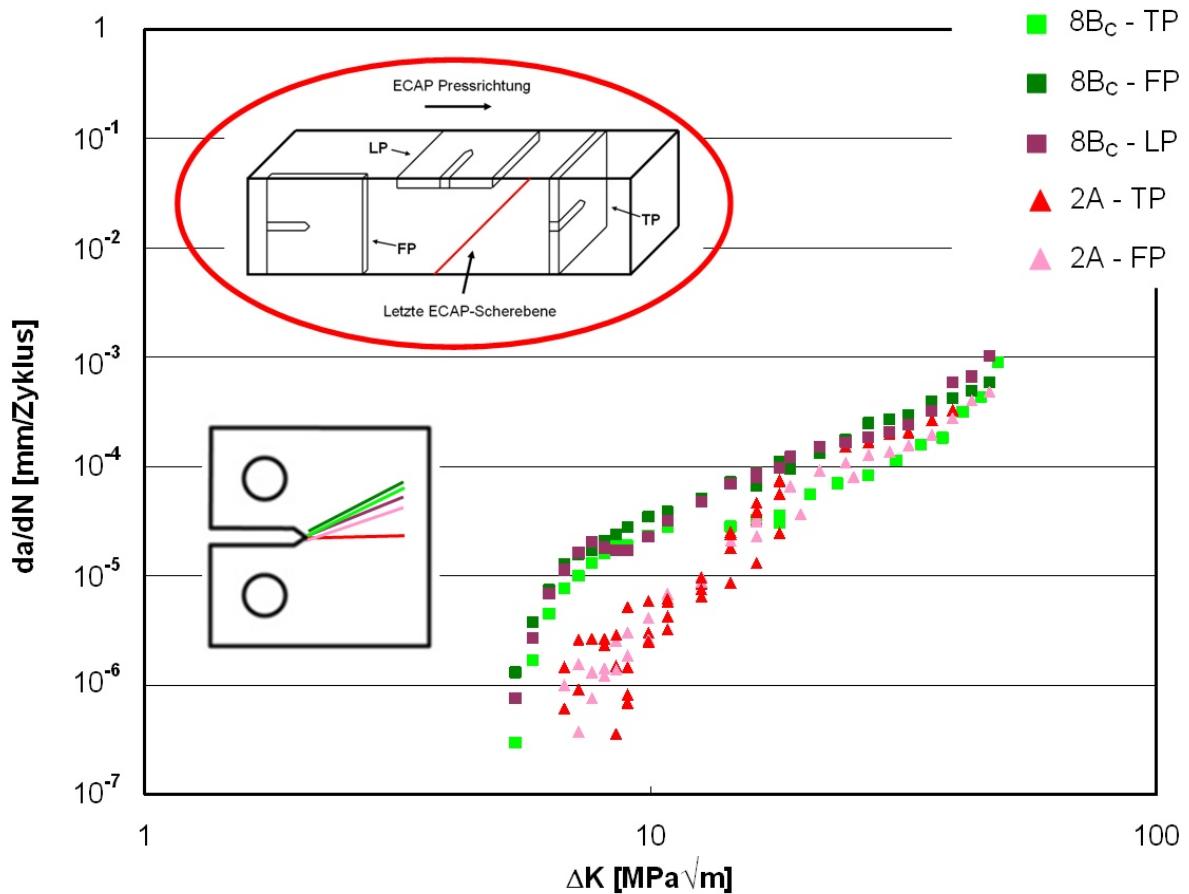


Abbildung 4.81: Rissfortschrittskurven ( $R = 0,1$ ) für UFG CT Proben verschiedener Entnahmerichtungen für die Routen 2A und 8B<sub>C</sub> (die Werte wurden nicht um einen Projektionsfaktor korrigiert, vgl. Text) [Nie09g]

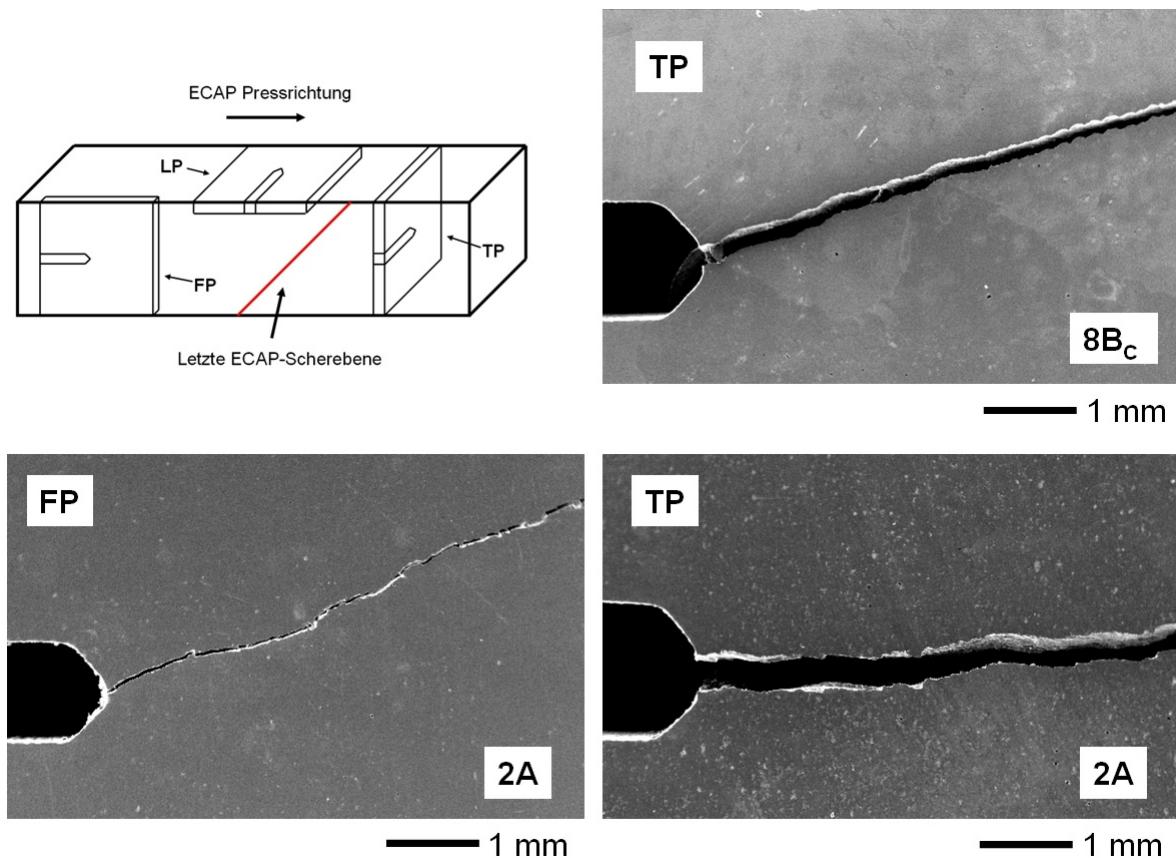


Abbildung 4.82: Rissverlauf bei verschiedenen Entnahmerichtungen für UFG IF Stahl der Routen 2A und 8B<sub>C</sub> (bei letzterer spiegelt die gezeigte TP-Probe den Rissverlauf für die drei verschiedenen Proben wieder, vgl. Abb 4.83) [Nie09g]

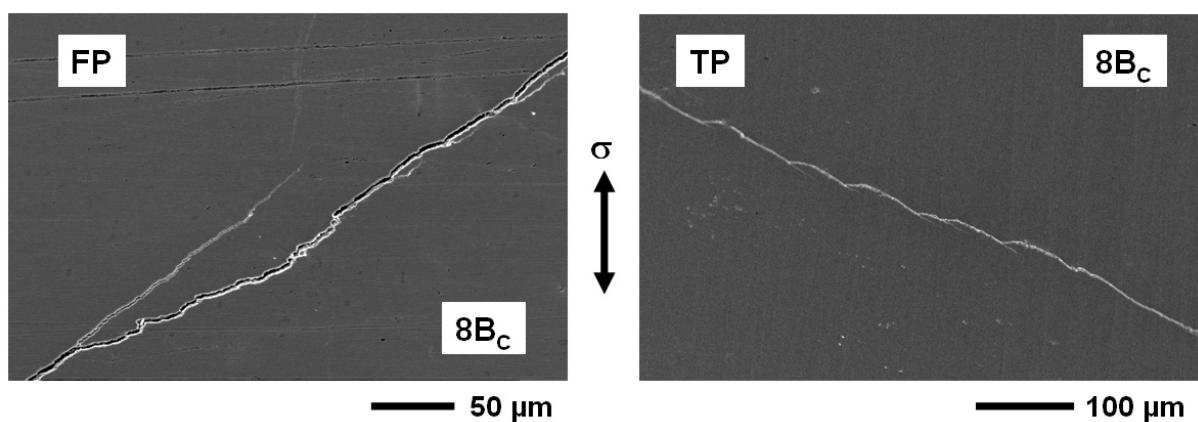


Abbildung 4.83: Hochauflöste Risspfade im REM für Material der Route 8B<sub>C</sub>, die Belastungsrichtung der Proben ist angegeben [Nie09g]

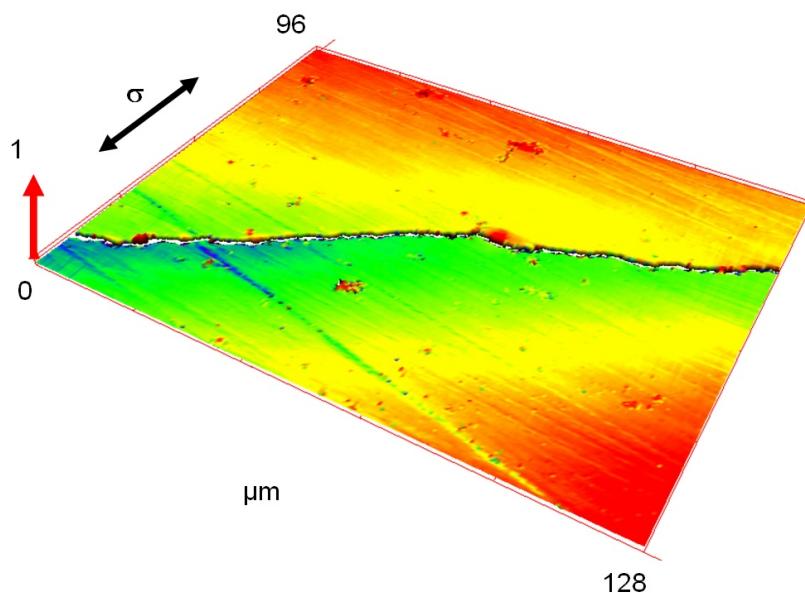


Abbildung 4.84: Konfokalmikroskopie-Aufnahme der plastischen Zone in UFG IF Stahl der Route 8B<sub>C</sub> im Bereich eines abknickenden Risses (vertikale Auflösung 1  $\mu\text{m}$ ) [Nie09g]

Bei der Betrachtung der Rissverläufe im REM (Abbildung 4.83) fällt für den Fall des UFG IF Stahls der Route 8B<sub>C</sub> deutlich auf, dass die Risse auf den verschiedenen Flächen nicht geradlinig in dem für die jeweilige Ebene typischen Winkel verlaufen, sondern dass sich eine Vielzahl von Verzweigungen oder ein treppenstufenähnliches Relief ergibt. Es ist davon auszugehen, dass mikrostrukturelle Gegebenheiten ein derartiges Muster verursachen. In wie weit Bereiche verschiedener mikrostruktureller Charakteristik (d.h. KWKGs oder GWKGs dominierte Bereiche, gelängte Strukturen, vgl. Kapitel 4.7.5 und 4.7.6) dieses verursachen ist aus den bisher vorgestellten Ergebnissen für den LCF und den HCF Bereich jedoch nicht direkt ableitbar. Daher wurden in Ergänzung zu den bruchmechanischen Versuchen eingehende Mikrostrukturuntersuchungen vorgenommen. Die Ergebnisse sind in den Abbildungen 4.84 bis 4.87 dargestellt. Die Oberflächentopographie eines ermüdeten UFG IF Stahls der Route 8B<sub>C</sub>, dargestellt in Abbildung 4.84, wurde mittels konfokaler Mikroskopie erstellt. In dem Bereich um den gewachsenen Riss ist die plastische Zone zu erkennen, in der das Material in Probendickenrichtung plastisch geflossen ist. Entlang der Rissflanke zeigen sich in weiten Bereichen keine auffälligen Merkmale, lediglich an der Stelle, an der der Riss abknickt, zeigt sich ein aus der Probenoberfläche herausgepresster Bereich. Dies ist ein Indiz für erhöhte lokale Plastizität [Nie07b].

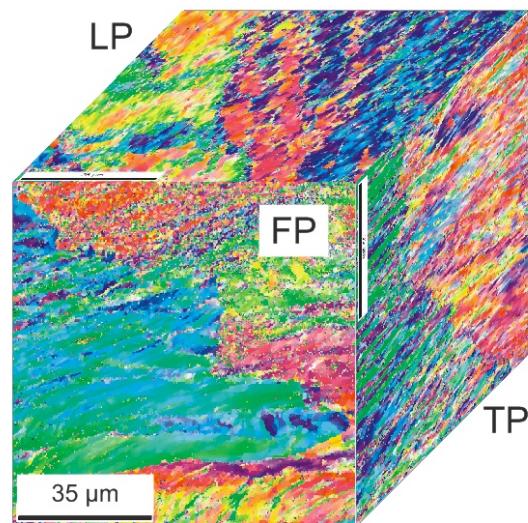


Abbildung 4.85: EBSD Ergebnisse (IPF) für die drei verschiedenen Ebenen im UFG IF Stahl der Route 2A

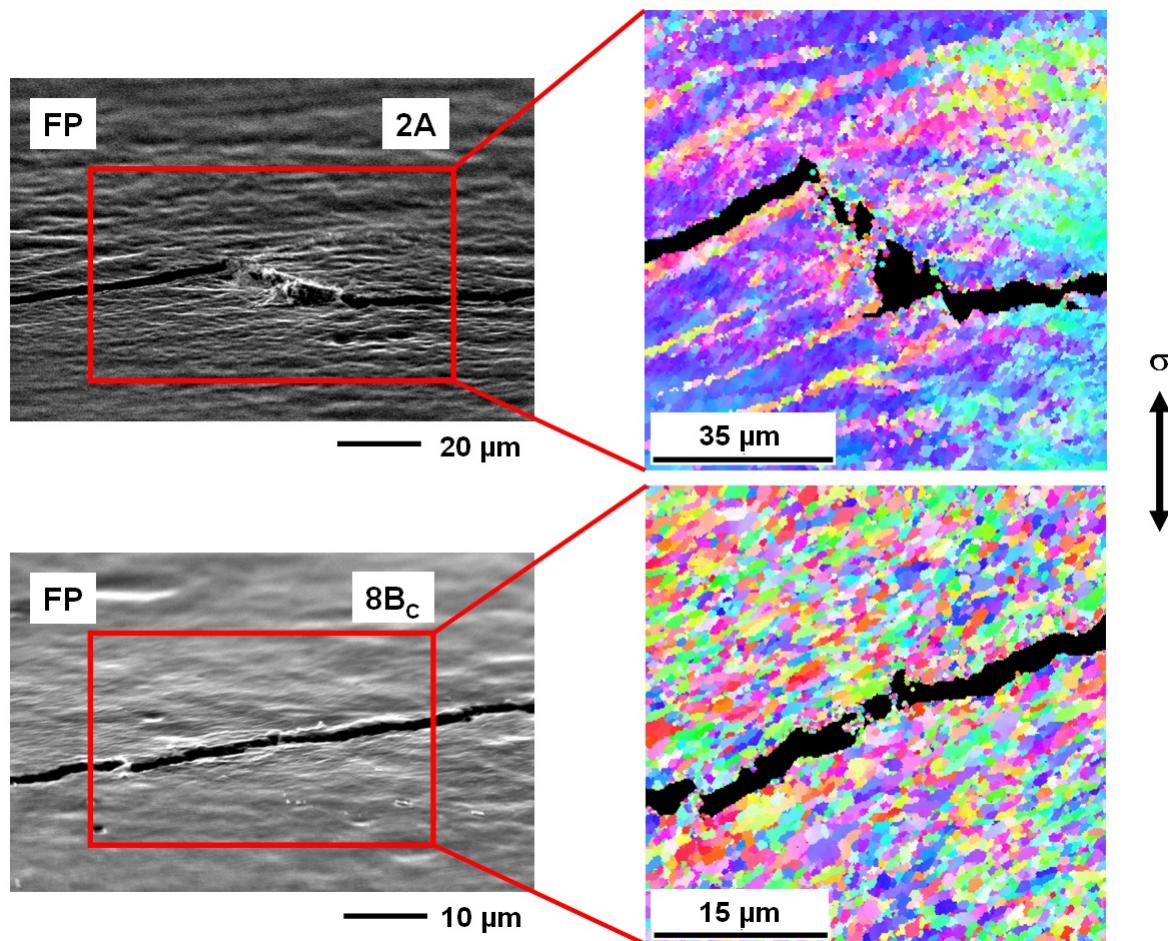


Abbildung 4.86: EBSD Aufnahmen (IPF) auf identischen Probenoberflächen (Flow Plane) von UFG IF Stahl der Routen 2A und 8B<sub>C</sub>, die REM Aufnahme zeigt jeweils den Riss unter einer Einbaurlage von 70° (erforderlich für die EBSD Messung) [Nie09g]

Die Ergebnisse der EBSD Untersuchungen zeigen vor allem im Fall des UFG IF Stahl der Route 2A deutlich den Grad der mikrostrukturellen Inhomogenität auf den verschiedenen Flächen (Abbildung 4.85). Aufgrund der optimierten Mikrostruktur zeigen sich in den EBSD Untersuchungen des UFG IF Stahls der Route 8B<sub>C</sub> keine derartigen mikrostrukturellen Unterschiede, so dass auf eine vergleichbare Darstellung verzichtet wurde.

Eine direkte Bewertung des Einflusses der Mikrostruktur auf das Risswachstumsverhalten ist jedoch nur bei EBSD Messungen im direkten Umfeld des Risses möglich, wie dies in Abbildung 4.86 veranschaulicht ist. Die REM und EBSD Aufnahmen in Abbildung 4.86 zeigen die lokalen mikrostrukturellen Gegebenheiten im Falle des UFG IF Stahls der Routen 2A und 8B<sub>C</sub>. Die Mikrostruktur an sich erscheint jeweils gelängt und gibt entsprechend die Hauptwachstumsrichtung des Risses vor. Trifft der Riss auf ungünstig orientierte Bereiche, knickt er ab. Nachdem ein entsprechender Bereich passiert ist, schwenkt der Riss wieder in seine ursprüngliche Wachstumsrichtung ein. Entlang dieser Hauptwachstumsrichtungen scheint der Rissfortschritt besonders einfach zu sein, erkennbar in dem ständigen Wiedereinschwenken in diese Richtung (Abbildungen 4.84 und 4.86) sowie in den recht hohen Rissfortschrittsraten in den Proben mit ungewöhnlichen Risswachstumsrichtungen (Abbildungen 4.79 und 4.81). Die Ursache für die hohe Anfälligkeit bestimmter Richtungen für den Rissfortschritt konnte nicht endgültig aufgeklärt werden, ist aber auf zwei Aspekte zurückzuführen. Wie bereits für die Phase der Rissinitiierung im LCF Bereich gezeigt werden konnte, führen gelängte Strukturen zu einer Spannungsüberhöhung in der Struktur (vgl. Kapitel 5.1), die den Riss entlang dieser Strukturen vorantreibt. Zudem kommt es vermutlich zu einer Art Vorschädigung konzentriert auf die Fließebenen im ECAP Prozess (z.B. Mikroporennetzwerke [Lap09]), welche sicherlich auch durch die in Abbildung 4.86 gezeigten gerichteten gelängten Strukturen repräsentiert wird. Wie Abbildung 4.87 zeigt, sind auf den Bruchflächen von UFG IF Stahl Proben der Route 8B<sub>C</sub> eindeutig Anzeichen von lokalen strukturellen Schwächen zu erkennen. Die Topographie im Bereich des noch kurzen Risses ist sehr stark ausgeprägt, es sind deutliche Stufen zu erkennen, über die verschiedene kleine Risse zu einem dominierenden Riss zusammengewachsen sind. In diesen Bereichen finden sich deutliche Zeichen von parallel zur Oberfläche verlaufenden weiteren Rissen, die Mikrostruktur scheint also parallel zur Bruchfläche schädigungsanfällig zu sein. Entsprechende Anzeichen von Ablösungen zeigen sich auch im weiteren Verlauf der Bruchfläche. Lokal scheint es unter der bruchmechanischen Belastung immer wieder zu Materialablösungen in mikrostrukturell schwachen Bereichen zu kommen. Die vorgestellten EBSD Ergebnisse (Abbildung 4.86) zeigen, dass es sich bei diesen mikrostrukturell

schwachen Bereichen um die gelängten lediglich durch KWKGs dominierten Bereiche handelt, die auch bereits im Falle der DIC Untersuchungen unter LCF Belastung versagensrelevant waren (vgl. Kapitel 4.7.6).

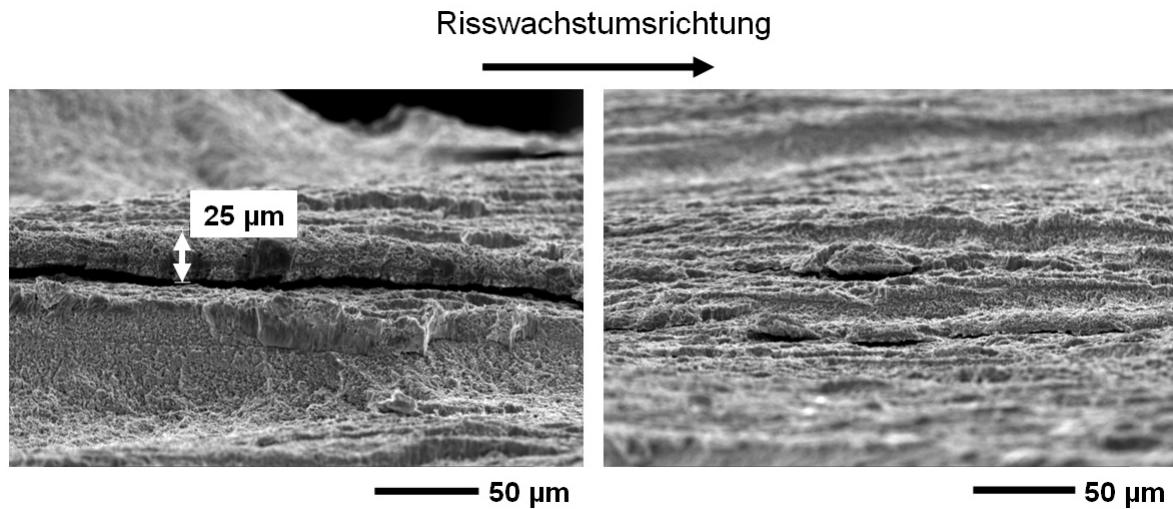


Abbildung 4.87: Bruchflächen einer CT Probe (REM) für UFG IF Stahl der Route 8B<sub>C</sub> für den Fall einer mittleren Rissfortschrittsrate im Paris Bereich (vgl. Abbildung 4.79). Zur besseren Sichtbarkeit der schädigungsrelevanten Strukturen auf der Bruchfläche ist die Probe unter einem Winkel von  $\sim 70^\circ$  im REM eingebaut [Nie09g]

## 5 Modellierung

### 5.1 Monotones Spannung-Dehnung Verhalten

Wie in den Kapitel 4.7, 4.7.1, 4.7.5, 4.7.6 und 4.9 gezeigt werden konnte, spielen zwei verschiedene mikrostrukturelle Konfigurationen eine erhebliche Rolle bei der Schädigungsinitiierung und der Schadensentwicklung in den untersuchten UFG Werkstoffen, beide sind in Abbildung 5.1 dargestellt.

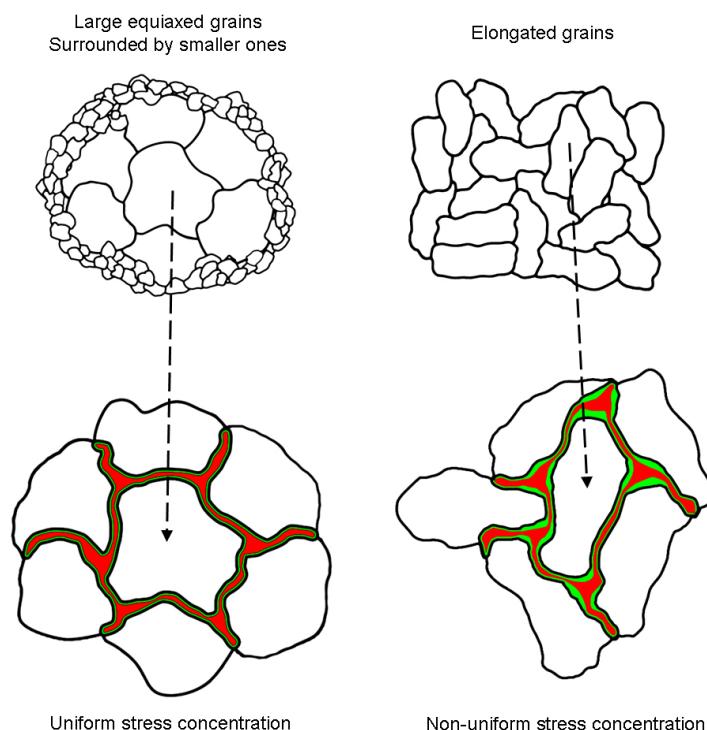


Abbildung 5.1: Schematische Darstellung zur Veranschaulichung der unter zyklischer Belastung versagenskritischen mikrostrukturellen Ausprägungen (vgl. Abb. 4.40) sowie der resultierenden Spannungsverteilungen an den Korngrenzen in UFG IF Stahl. [Nie09b]

Im Falle einer bimodalen Korngrößenverteilung liegen neben den submikrometer großen Körnern auch vergrößerte Körner vor, die im Falle des UFG IF Stahl und vor allem des UFG Titan (vgl. Kapitel 4.7.1) aufgrund der lokal reduzierten Festigkeit größeren Versetzungsaktivitäten und somit plastischen Dehnungen unterworfen sind. Dieses führt letztendlich zu erhöhter Schädigung pro Zyklus und final zu geringen Lebensdauern. In

beiden Werkstoffen ist durch die Kornvergrößerung die (lokale) Duktilität nicht in einem ausreichenden Maß erhöht, wie dies beim Kupfer der Fall ist [Mug01, Mug03].

Zudem haben sich gelängte Mikrostrukturen als besonders ungünstig für das mechanische Verhalten der untersuchten UFG Werkstoffe herausgestellt, vgl. Kapitel 4.7, 4.7.1, 4.7.5, 4.7.6 und 4.9. Es konnte gezeigt werden, dass sowohl die Rissinitiierung primär im Bereich gelängerter Strukturen stattfindet (Kapitel 4.7.5, 4.7.6) als auch das Rissfortschrittsverhalten durch die gelängten Strukturen maßgeblich beeinflusst wird (zu bewerten unter Berücksichtigung eventuell vorhandener Vorschädigungen in Richtung dieser Strukturen, Kapitel 4.9). Um den Effekt dieser gelängten Strukturen auf das Spannung-Dehnung Verhalten und somit die Schädigungsentwicklung verstehen zu können, wurden Simulationen mittels eines modifizierten VPSC (Visco Plastic Self Consistent) Modells durchgeführt [Can03, Leb93, Leb02, Nie09b]. Die Modellierung erfolgte in der Arbeitsgruppe von Professor Canadinc (Department of Mechanical Engineering, Koc University, Istanbul, Türkei). Simuliert wurde das monotone Spannung-Dehnung Verhalten der Werkstoffe, da dies einen deutlichen Effekt hinsichtlich der untersuchten Parameter versprach. Ein Übertrag der Simulationsergebnisse auf die experimentellen Ermüdungsuntersuchungen scheint sinnvoll zu sein, da die im monotonen Fall wirksamen Größen auch das mechanische Verhalten der Werkstoffe unter zyklischer Belastung stark beeinflussen. Da die Durchführung der Simulationen nicht ein konkreter Arbeitspunkt der vorliegenden Dissertation war, soll an dieser Stelle auf die Darstellung der entsprechenden Gleichungen sowie die theoretischen Grundlagen von VPSC verzichtet und auf [Nie09b] verwiesen werden. Für die Einordnung der in Abbildung 5.2 gezeigten Ergebnisse ist es jedoch wichtig, die grundlegenden Rahmenbedingungen der Simulation aufzuzeigen. Da die Form der Körner nicht direkt als Eingangsgröße in die bisher verfügbaren VPSC Modelle eingeht, wurden die gelängten Strukturen als ellipsoide Einschlüsse behandelt, deren Volumenanteil auf einen Wert von 1 gesetzt wurde. Simulationen wurden durchgeführt für zwei verschiedene mikrostrukturelle Zustände. Als ein Referenzzustand diente der in [Nie09b] untersuchte UFG IF Stahl der Route 4A, welcher sich in AFM Aufnahmen als eher von globularen Körnern dominierte Variante gezeigt hatte (vgl. Kapitel 4.7.6). Informationen zur texturellen Ausprägung dieser Route waren ebenfalls verfügbar, so dass mittels dieser Informationen das VPSC Modell so angepasst werden konnte, dass es den Verlauf der experimentell ermittelten Spannung-Dehnung Kurve wiedergibt (vgl. Abbildung 5.2 (links)). Ebenfalls unter Verwendung der Eingangsparameter Kornform und Textur wurde das experimentell ermittelte Verhalten des UFG IF Stahls der Route 8B<sub>C</sub> in VPSC abgebildet (vgl. Abbildung 5.2 (rechts)).

Nach der Implementierung des experimentellen Spannung-Dehnung Verhaltens wurden der Effekt der Textur sowie der Kornform auf das mechanische Verhalten untersucht. Für die Untersuchung des Einflusses der Textur wurde für beide UFG Varianten anstelle der experimentell ermittelten Texturdaten eine Normalverteilung für die Simulation verwendet. Zur Ermittlung des Einflusses der Kornform wurde unter Beibehaltung der experimentell ermittelten Textur die Kornform variiert (durch Veränderung des Werts für die ellipsoiden Einschlüsse).

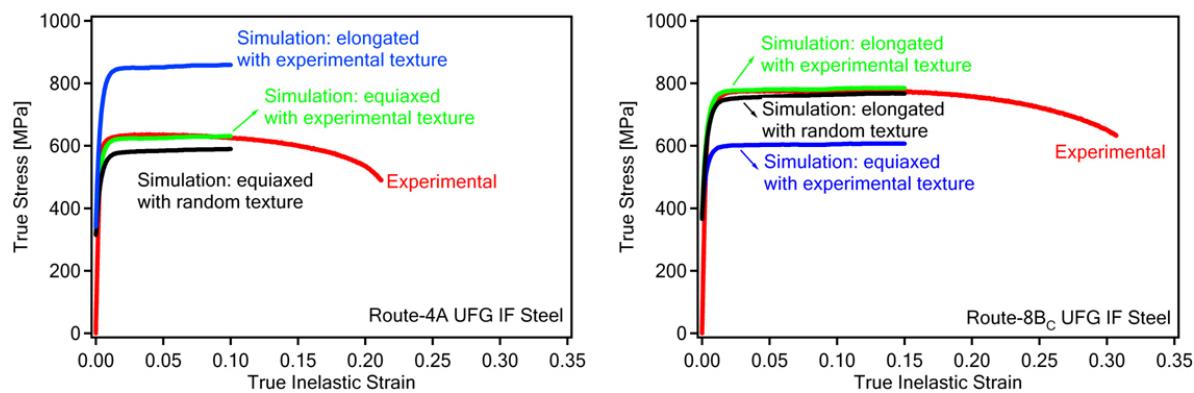


Abbildung 5.2: Gegenüberstellung von experimentell ermittelten und mittels VPSC simulierten monotonen Spannung-Dehnung Kurven für UFG IF Stahl der Routen 4A und 8B<sub>C</sub> [Nie09b]

Wie die Ergebnisse in Abbildung 5.2 deutlich zeigen, ist der Einfluss der Kornform wesentlich stärker ausgeprägt als der Einfluss der Textur. Sowohl für den UFG IF Stahl der Route 4A als auch für den der Route 8B<sub>C</sub> ergeben sich in der Spannung-Dehnung Antwort keine erheblichen Unterschiede bei der Verwendung einer (Textur-)Normalverteilung. Wird jedoch die Kornform der jeweiligen Variante verändert, ergeben sich signifikante Unterschiede. Es zeigt sich dabei eindeutig, dass sowohl das Material der Route 4A als auch das der Route 8B<sub>C</sub> jeweils in der Variante mit den gelängten Strukturen das höhere Spannungsniveau erreichen (Abbildung 5.2). Dieses ist in beiden Fällen um ~200 MPa erhöht. Da bei einer Ermüdungsbelastung die auftretenden Dehnungswerte nicht das hier simulierte Niveau erreichen, werden die Unterschiede im Spannungsniveau zwischen globularen und gelängten Bereichen in der Mikrostruktur zwar nicht so ausgeprägt sein wie in Abbildung 5.2 dargestellt, es wird jedoch in jedem Fall zu einer Spannungsüberhöhung an gelängten Strukturen kommen (vgl. Abbildung 5.2). Somit ist sowohl für den Aspekt der Rissinitiierung als auch für das Risswachstumsverhalten die Spannungsüberhöhung an den in allen UFG IF Stählen (in verschiedenen Ausprägungen und Größen) vorhandenen gelängten Strukturen als

ursächlich anzusehen. In wie weit dieser Aspekt noch durch das Vorhandensein von (prozessinduzierten) Porennetzwerken [Lap09] gefördert wird, ist über den hier gewählten Ansatz nicht zu beurteilen, da die Verteilung entsprechender Defekte nicht bekannt ist.

## 5.2 Abschätzung der zyklischen Spannung-Dehnung Kurve über das Masing-Verhalten

In Kapitel 4.7 wurde für den UFG IF Stahl der Route 4B<sub>C</sub> gezeigt, dass dieser nahezu perfektes Masing-Verhalten unter zyklischer Belastung zeigt. Auch für alle weiteren zyklisch stabilen UFG IF Stahl Varianten hat sich dieses Ergebnis bestätigt. Die extrem geringe Korngröße dominiert das mechanische Verhalten des UFG IF Stahls im Falle der zyklischen Belastung somit erheblich, so dass sich keine belastungsabhängigen Strukturen in der zyklisch stabilen Mikrostruktur einstellen können [Chr91]. Die Auswertung des mechanischen Verhaltens basiert dabei auf der Analyse der Hysteresen bei halber Lebensdauer.

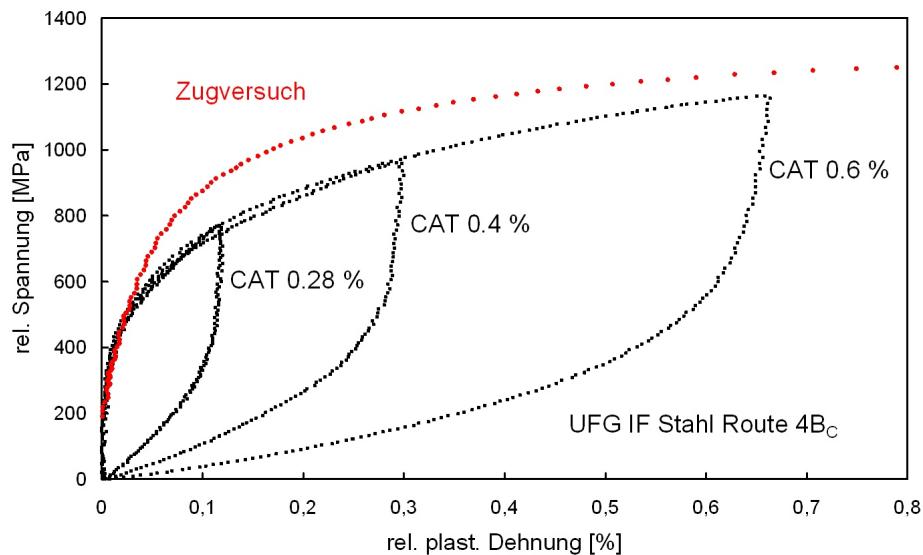


Abbildung 5.3: Vergleich des Spannung-Dehnung Verhaltens im Zugversuch und unter zyklischer Belastung von UFG IF Stahl der Route 4B<sub>C</sub>, nach [Nie06]

Allgemein gilt, dass es möglich ist für Werkstoffe, die ein nahezu perfektes Masing-Verhalten zeigen, die Kurvenverläufe der Hysteresen aus den Ermüdungsversuchen mit dem Verlauf der Kurve des monotonen Zugversuchs über einen Faktor 2 zu korrelieren [Chr91]. Unter dieser Annahme ist allein die Kenntnis des monotonen Spannung-Dehnung Verhaltens ausreichend,

um eine zyklische Spannung-Dehnung Kurve zu bestimmen und somit die Hysteresekurve einer beliebigen Belastungsamplitude abzubilden.

In Abbildung 5.3 sind die monotone Spannung-Dehnung Kurve (skaliert um den Faktor 2) und Hysteresen aus verschiedenen Einstufenversuchen für den UFG IF Stahl der Route 4B<sub>C</sub> gezeigt. Wie in den Kapiteln 4.7, 4.7.5 und 4.7.6 gezeigt werden konnte, handelt es sich bei dieser Route um eine zyklisch stabile Route, die durch eine sehr hohe Versetzungsichte im ECAP prozessierten Zustand gekennzeichnet ist. In den ersten Zyklen der Ermüdungsversuche kommt es zu einer dynamischen Erholung der Struktur, d.h. zu einer leichten zyklischen Entfestigung einhergehend mit einer Schärfung der Korngrenzen (vgl. Kapitel 4.7 und 4.7.5). Danach ist das zyklische Verhalten nahezu perfekt stabil, d.h. es gibt keine ausgeprägten Transienten in der Wechselverformungskurve. Das anfänglich transiente Verhalten dieses UFG Zustandes (sowie anderer UFG Zustände [Nie09]) führt zu den in Abbildung 5.3 sichtbaren Abweichungen zwischen den oberen Ästen der Hysteresekurven und der monotonen Spannungskurve. Letztere liegt dabei auf einem höheren Niveau, zeigt also, dass die ursprüngliche mikrostrukturelle Konfiguration des UFG IF Stahl zu einer leicht erhöhten Festigkeit führt.

Im Sinne einer durchgängigen Modellierung des Ermüdungsverhaltens von UFG IF Stahl scheint eine Bestimmung des Hysteresenverlaufs einer beliebig belasteten UFG IF Stahl Probe aus monotonen Daten jedoch durchaus sinnvoll zu sein. Soll (wie in Kapitel 5.3 gezeigt) z.B. für eine beliebige UFG IF Stahl Variante bei einer beliebigen zyklischen Belastung die Lebensdauer mittels eines energiebasierten Konzepts abgeschätzt werden, wird diese Abschätzung aufgrund der in Abbildung 5.3 aufgezeigten Lagebeziehung der zyklischen und monotonen Kurven eher konservativ sein. Somit kann z.B. eine Mindestlebensdauer unter den gegebenen Belastungen näherungsweise bestimmt werden.

### 5.3 Bestimmung der Lebensdauer über das zyklische J-Integral

Zur Berechnung der Lebensdauer zyklisch belasteter Werkstoffe hat sich in den letzten Jahrzehnten die sog. mikrostrukturbasierte Modellierung als sehr erfolgreicher Ansatz etabliert [Mai00, Neu89]. Ein bruchmechanischer Ansatz, der auf dem zyklischen J-Integral basiert [Ric68] dient der Berechnung der Lebensdauer eines Werkstoffes. Die Anfangsrisslänge wird in Abhängigkeit von der wirkenden Belastung anhand mikrostruktureller Größen, z.B. der durchschnittlichen Korngröße einer Phase, definiert. Wie im Rahmen der Bruchmechanik üblich, wird zur Berechnung der (Rest-)Lebensdauer die

Rissfortschrittskurve in den Grenzen der Anfangsrisslänge bis zur kritischen Risslänge integriert. Dabei wird davon ausgegangen, dass ein Riss bereits im ersten Zyklus entsteht und somit ist lediglich das Rissfortschrittsverhalten (des Kurz- sowie Langrisses) entscheidend für die Lebensdauer. Im Sinne des J-Integrals ist hinsichtlich des Rissfortschrittsverhaltens nicht lediglich der Spannungsintensitätsfaktor entscheidend, plastische Verformungsanteile während der zyklischen Beanspruchung sind hier nicht zu vernachlässigen [Ric68]. Daher wird das zyklische Spannung-Dehnung Verhalten des zu untersuchenden Werkstoffes auf Basis der Hysteresen hinsichtlich der pro Zyklus umgesetzten elastischen und plastischen Energien ausgewertet. Hierbei macht die letztere Größe im Bereich der LCF Ermüdung den höheren Energieanteil aus und ist somit primär schädigungsrelevant. Die zur Berechnung der Lebensdauer verwendeten Gleichungen sind im Folgenden angegeben [Mai00]:

$$N_f = \frac{(a_f)^{1-m} - (a_0)^{1-m}}{(1-m) \times C \times (Z_D)^m} + N_0 \quad (5.1)$$

In Gleichung 5.1 kennzeichnen  $a_0$  die Anfangsrisslänge und  $a_f$  die kritische Risslänge.  $C$  und  $m$  sind die Materialkonstanten aus dem Paris-Gesetz,  $Z_D$  ist ein Energieparameter, der die je Zyklus dissipierte Energie beschreibt,  $N_0$  ist die Anfangszyklenzahl, die hier stets den Wert Null annahm und  $N_f$  ist die zu bestimmende Lebensdauer der verschiedenen untersuchten Zustände.

Zur Berechnung des effektiven zyklischen J-Integrals diente die folgende Beziehung [Hei84, Mai00]:

$$\Delta J_{eff} = (2,9W_{el,eff} + 2,5W_p) \times a = Z_D \times a \quad (5.2)$$

Dabei stellen  $W_{el,eff}$  und  $W_p$  die effektiven elastischen sowie plastischen Energieanteile dar, die pro Zyklus umgesetzt werden,  $a$  ist die Risslänge. Die zur Bestimmung von  $W_{el,eff}$  benötigte Gleichung wird im Folgenden dargestellt,  $W_p$  ist direkt ermittelbar als Fläche unterhalb des oberen Hystereseastes eines Zyklus bei der Auftragung der wirkenden Spannung  $\sigma$  über der plastischen Dehnung  $\varepsilon_{pl}$ .

Bei der Ermittlung von  $W_{el,eff}$  werden über die Gleichungen 5.3 und 5.4 Rissenschließeffekte berücksichtigt [Hei84, Mai00].

$$W_{el,eff} = \frac{\Delta\sigma_{eff}^2}{2E} \quad (5.3)$$

$$\Delta\sigma_{eff} = \Delta\sigma \times 3,72 \times (3 - R)^{-1,74} \quad (5.4)$$

In obigen Gleichungen kennzeichnen  $E$  den Elastizitätsmodul des untersuchten Werkstoffes sowie  $R$  das Spannungsverhältnis bei der Ermüdung, welches im Falle des untersuchten UFG

IF Stahls stets als -1 angenommen wurde. In Kapitel 4.7.3 wurde die Entwicklung der Mittelspannung in den dehnungsgeregelten Versuchen dargestellt, welche zwar das Vorhandensein einer derartigen Mittelspannung in den Versuchen aufzeigte, aber auch im Falle aller größeren Dehnungsamplituden deren schnellen stetigen Abbau.

Für die Berechnungen der Lebensdauern wurden die Materialkonstanten des Paris Gesetzes, welches eigentlich nur das Langrisswachstum charakterisieren, angewandt, da unter den in den Proben wirkenden Belastungsbedingungen (ebene Dehnung) der folgende Zusammenhang gilt [Hei84, Mai00]:

$$\Delta J_{eff} = \Delta K_{eff}^2 \times \frac{(1-\nu^2)}{E} \quad (5.4)$$

Aufgrund des in Gleichung 5.4 angegebenen Zusammenhangs der Größen  $\Delta J$  und  $\Delta K$  sind somit die im Rahmen der linear elastischen Bruchmechanik (LEBM) ermittelten Konstanten auch im Rahmen der elastisch-plastischen Bruchmechanik (EPBM) anwendbar.

Mit Hilfe der Gleichungen 5.1 bis 5.4 und der experimentell ermittelten Daten (Kapitel 4.7 bis 4.7.6) war somit eine Berechnung der Anfangsrisslänge  $a_0$  in den verschiedenen UFG IF Stählen möglich. Dazu wurde die Anfangsrisslänge  $a_0$  in der Gleichung 5.1 unter Berücksichtigung aller weiteren Eingangsgrößen in den Gleichungen 5.1 bis 5.4 solange variiert, bis die berechnete Lebensdauer der für den jeweiligen Zustand unter gegebener Belastung ermittelten experimentellen Lebensdauer entsprach. Die so ermittelten Anfangsschädigungsgrößen für die verschiedenen UFG IF Stahl Varianten sind in den Abbildungen 5.4 und 5.5 dargestellt.

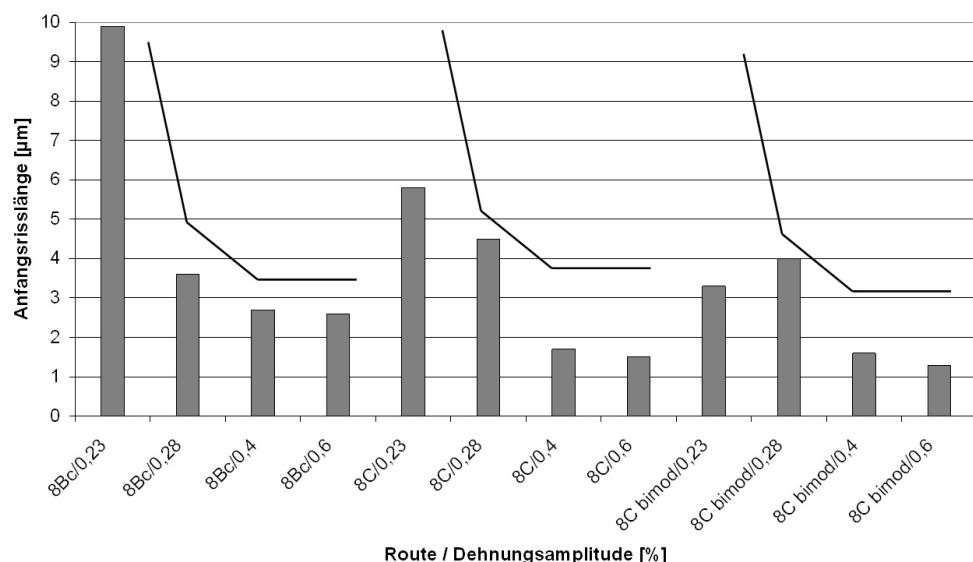


Abbildung 5.4: Berechnete Anfangsschädigungsgröße für UFG IF Stahl verschiedener Routen bei verschiedenen Dehnungsamplituden

Die in Abbildung 5.4 dargestellten errechneten Anfangsschädigungsgrößen für verschiedene Zustände des UFG IF Stahls (Route 8B<sub>C</sub>, Route 8C sowie bimodaler Zustand) zeigen eindeutig die Anwendungsgrenzen des gewählten Konzepts auf. Wie zu sehen ist, ist die Anfangsrisslänge in allen untersuchten Zuständen von der Belastungssamplitude abhängig, vor allem bei den UFG Varianten nimmt die Anfangsrisslänge stark mit sinkender Dehnungssamplitude zu. Erst ab einer Amplitude oberhalb von 0,28% stellt sich ein konstanter Wert ein. Da für die getesteten UFG IF Stahl Proben einer Route jedoch von einer gleichen mikrostrukturellen Beschaffenheit auszugehen ist, und zufällig vorhandene Defekte nicht für verschiedene Routen derart gleiche Tendenzen zeigen würden, ist von einem Versagen des Konzepts für geringe plastische Dehnungssamplituden auszugehen. Dieses Versagen kann auf die für die Untersuchungen verwendete Probenform zurückgeführt werden (Miniaturlprobe), welche wie in Kapitel 4.8 gezeigt, signifikant gekerbt ist. Bedingt durch die vorhandene geometrische Kerbe und die hohe Kerbempfindlichkeit des UFG IF Stahls unter zyklischer Belastung (der zyklische Kerbfaktor  $\beta$  entspricht dem monotonen Kerbfaktor  $\alpha$ , vgl. Kapitel 4.8) ist somit die Auswertung allein der Hysteresefläche unzureichend, da lokal eine höhere Energiemenge umgesetzt wird. Diese lokale Erhöhung des Energieumsatzes sorgt für eine verkürzte Lebensdauer, die ermittelte Anfangsrisslänge scheint somit erhöht, wenn dieser Effekt vernachlässigt wird. Da die Auswirkung von Kerben im Bereich geringerer Belastung stärker ausgeprägt ist [Sur98], steigt die ermittelte Anfangsrisslänge für die Versuche mit hohen Zyklenzahlen ( $N_f > 10000$  Zyklen, Übergang in den HCF Bereich), wie aus Abbildung 5.4 ersichtlich, an. Da der bimodale IF Stahl mit vergrößerten Strukturen eine reduzierte Kerbempfindlichkeit aufgrund der gesteigerten Duktilität aufweist (vgl. Kapitel 4.7.1), ist für diesen Zustand eine geringere Zunahme der anscheinenden Anfangsrisslänge durchaus auf Basis der oben dargestellten Zusammenhänge zu erwarten. Aber sogar in diesem Zustand sollte die mikrostrukturell ermittelte Anfangsrisslänge erst ab einer Dehnungssamplitude von 0,4% ausgewertet werden (Abbildung 5.4). Es ergeben sich laut Abbildung 5.4 Anfangsrisslängen in den untersuchten UFG Varianten mit Größen im Bereich von 1,3  $\mu\text{m}$  (bimodaler IF Stahl, geringste Größe aufgrund geringster Kerbempfindlichkeit) bis zu 2,5  $\mu\text{m}$  (UFG IF Stahl Route 8B<sub>C</sub>), die weit oberhalb der eigentlichen mittleren Korngröße der jeweiligen Routen liegen. Auch bei Betrachtung der in Abbildung 5.5 gezeigten Ergebnisse für alle 4-Pass UFG IF Stahl Varianten, die mit jeweils 0,4% ermüdet wurden, ergeben sich Anfangsschädigungsgrößen in einer ähnlichen Größenordnung von 7  $\mu\text{m}$  für das Material der Route 4A bis herab zu 2  $\mu\text{m}$  für die Routen 4B<sub>A</sub> und 4E.

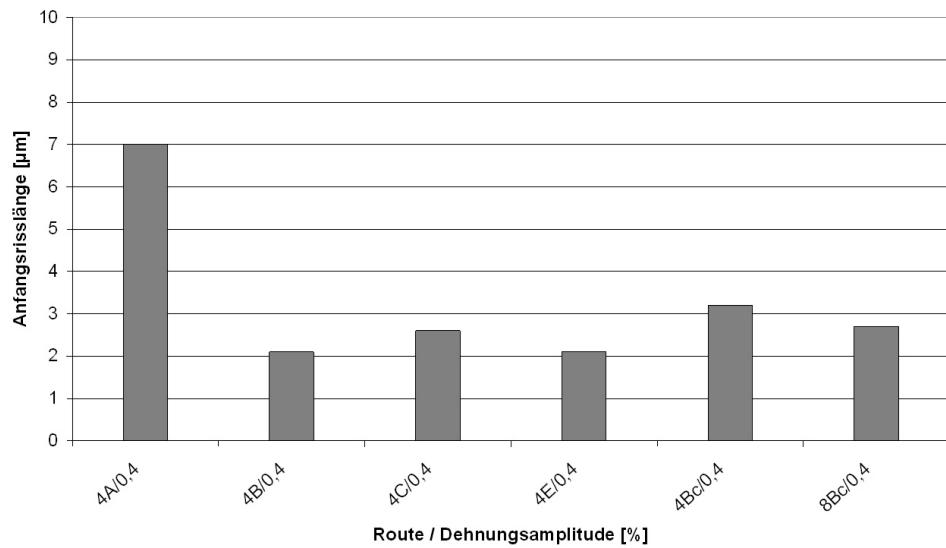


Abbildung 5.5: Berechnete Anfangsschädigungsgröße für UFG IF Stahl verschiedener Routen (mit jeweils 4 Pässen) bei gleicher Dehnungsspannungsamplitude

Wie in den Kapiteln 4.7.5 und 4.7.6 auf experimentellem Weg für verschiedene UFG IF Stahl Varianten gezeigt werden konnte, findet die Rissinitiierung tatsächlich immer in Bereichen mit gelängten Strukturen, d.h. entlang der Übergangsbereiche der gelängten Strukturen hin zu optimierten Bereichen statt. Diese gelängten Strukturen, oftmals Bereiche, welche nur durch KWKGs getrennt sind, weisen geometrische Ausdehnungen von wenigen Mikrometern bis zu mehr als 10  $\mu\text{m}$  auf, wie in den Kapiteln 4.7.5 und 4.7.6 gezeigt wurde. Somit deutet neben den experimentellen Befunden der Ansatz der mikrostrukturbasierten Modellierung eindeutig auf den entscheidenden Einfluss der gelängten, KWKGs dominierten, Bereiche auf die Schädigungsentwicklung in dem UFG IF Stahl hin. Berechnungen für UFG NbZr zeigen zudem identische Tendenzen auf [Nie09].

Ein hinsichtlich der Ermüdungseigenschaften, hierbei vor allem der Lebensdauer, optimaler Werkstoffzustand kann somit durch eine UFG Mikrostruktur abgebildet werden, die folgende Eigenschaften erfüllt: Die Körner sollten möglichst gleichachsig sein und zudem eine möglichst geringe Korngröße und somit noch weiter gesteigerte Festigkeit aufweisen. Zudem sollte der Anteil an GWKGs möglichst hoch sein, es sollten sich keine Agglomerate von nur durch KWKGs getrennten Subkörnern ergeben und die Mikrostruktur sollte durch Teilchen stabilisiert sein. Aus Literaturdaten geht hervor, dass nur mittels HPT prozessiertes Material entsprechende Eigenschaften aufweist. Bisher wurde in [Hoh10, Iva05, Tod08] jedoch nur mittels HPT verformtes Eisen untersucht. Das HPT Eisen sollte somit einen hinsichtlich der Ermüdungseigenschaften nahezu optimalen Materialzustand darstellen (es fehlen die Teilchen), entsprechende Daten sind in der Literatur aber leider noch nicht verfügbar. Da auch

die zum monotonen Spannung-Dehnung Verhalten vorhandenen Daten [Hoh10, Tod08] hinsichtlich der Mikroplastizität nicht auswertbar sind, kann der in Kapitel 5.2 vorgestellte Ansatz zur Abschätzung der zyklischen Spannung-Dehnung Kurve nicht angewandt werden. Unter den folgenden Annahmen lässt sich jedoch die zu erwartende Lebensdauer für einen mittels HPT verformten UFG Stahl abschätzen. Die durchschnittliche Korngröße nach HPT liegt für das in [Iva05] untersuchte Eisen prozessabhängig im Bereich von 130 nm bis 350 nm. Zudem konnten EBSD Messungen am HPT Eisen zeigen, dass es zu keinen großen Agglomeraten von Subkörnern kommt [Iva05], so dass bei der Berechnung der Lebensdauer über den in diesem Kapitel vorgestellten Ansatz von einer Anfangsschädigungsgröße von 350 nm ausgegangen wird. Da keine belastbaren Daten zur Mikroplastizität vorhanden sind, werden im Rahmen der Abschätzung die Spannung-Dehnung Werte für den optimierten UFG IF Stahl der Route 8B<sub>C</sub> (verformt mittels ECAP) verwendet. Da die Streckgrenze und Zugfestigkeit des HPT verformten Materials deutlich die jeweiligen Werte des per ECAP hergestellten Materials übertreffen [Hoh10, Tod08] und dies unter der Annahme von zyklischer Stabilität und Masing-Verhalten auch beim HPT Eisen im zyklischen Spannung-Dehnung Verhalten sichtbar werden wird, wird dies zu einer eher konservativen Abschätzung der Lebensdauer führen, da entsprechend der Ergebnisse in Kapitel 4.7 die in den Versuchen auftretenden Dehnungen in höherem Grade elastisch sein werden. Unter der Berücksichtigung dieser Annahmen ergeben sich für einen mittels HPT verformten UFG Stahl Lebensdauern von 3500 Zyklen bei einer zyklischen Belastung mit einer Dehnungsamplitude von 0,6 % (dehnungsgeregelt mit  $R_{\epsilon} = -1$ ) und 42000 Zyklen bei Verwendung einer Dehnungsamplitude von 0,4 %. Die Lebensdauern sind somit in beiden Belastungsfällen deutlich gesteigert (Faktor > 10, vgl. Kapitel 4.7). Eine weitere Optimierung der UFG Mikrostruktur scheint im Falle der krz UFG Werkstoffe folglich eine wesentliche Verbesserung der Ermüdungslebensdauern nach sich zu ziehen, so dass es zukünftig sehr interessant sein wird, derartige Mikrostrukturen hinsichtlich ihrer Eigenschaften zu charakterisieren, um ein mögliches Eigenschaftsoptimum aufzeigen zu können.

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Dissertation wurde das mechanische Verhalten eines kubisch raumzentrierten (krz) ultrafeinkörnigen (UFG) IF Stahls (IF = interstitial free) untersucht. Der UFG IF Stahl wurde mittels „Equal Channel Angular Pressing“ (ECAP) unter der Verwendung verschiedener Prozessrouten hergestellt, so dass sich für die Untersuchungen eine große Bandbreite verschiedener mikrostruktureller Ausprägungen des Materials ergab. Zur Optimierung des UFG IF Stahls hinsichtlich verschiedener mechanischer Eigenschaften wurden zudem verschiedene Wärmebehandlungsstrategien nach dem ECAP Prozess aufgezeigt, die die UFG Mikrostrukturen auf verschiedene Arten beeinflussen.

Alle mechanischen Untersuchungen wurden dabei von zahlreichen mikroskopischen Verfahren, so z.B. der Rasterelektronenmikroskopie (REM), Electron Backscatter Diffraction (EBSD), der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) und weiteren Verfahren zur Charakterisierung der mikrostrukturellen Ursachen für das gefundene Verhalten begleitet.

Die Untersuchungen erfolgten in einem weiten Belastungsbereich. In einem ersten Schritt wurde das mechanische Verhalten bei einer monotonen Verformung im Zug- sowie im Druckbereich sowie bei wechselnden Dehnraten untersucht. In einem weiteren Schritt wurde das Ermüdungsverhalten charakterisiert, wobei die durchgeführten Untersuchungen ein breites Lebensdauerspektrum sowie das Rissfortschrittsverhalten abdeckten. Eine Vielzahl der Versuche behandelte den Bereich „Low-Cycle Fatigue“ (LCF), da für kubisch flächenzentrierte (kfz) UFG Werkstoffe in der Literatur dieser Bereich des Ermüdungsspektrums, gekennzeichnet durch hohe Belastungssamplituden und eine einhergehende signifikante Veränderung der Mikrostruktur, bisher als sehr kritisch angesehen wurde. Des Weiteren wurde das Verhalten des UFG IF Stahls im Bereich „High-Cycle Fatigue“ (HCF) untersucht, also im Bereich eher kleiner Belastungssamplituden nahe der Dauerfestigkeit (Lebensdauer  $> 2 \times 10^6$  Zyklen), sowie das Rissausbreitungsverhalten (Linear Elastische Bruchmechanik, LEBM).

Im Falle der optimierten UFG IF Stahl Varianten 8E, 8B<sub>C</sub> und 16E zeigt der UFG IF Stahl bei einer monotonen Zugbelastung gegenüber seinem grobkörnigen (CG) Pendant eine erhebliche Steigerung der Festigkeit (Streckgrenze und Zugfestigkeit) bei nahezu gleichbleibender Bruchdehnung und aber gleichzeitig deutlich reduzierter Gleichmaßdehnung (aufgrund der fehlenden Verfestigungsmöglichkeit). Es zeigt sich dabei ein erheblicher Einfluss der ECAP Prozessroute. Bei nicht optimierter Prozessführung kommt es zu einer deutlichen Abnahme

der ursprünglichen Bruchdehnung sowie zu einer nur mäßigen Steigerung der Festigkeit. Die Untersuchung der Dehnrateempfindlichkeit zeigt, dass im Bereich erhöhter Temperaturen der UFG IF Stahl zu erhöhter Empfindlichkeit neigt, so dass bei entsprechender Wahl optimaler Prozessparameter (Temperatur und Dehnrate) eine wesentliche Steigerung der Umformbarkeit des UFG IF Stahls erreicht werden kann. Die Untersuchungen im Druckbereich bis hin zu großen Dehnungswerten konnten zudem aufzeigen, dass hier der UFG IF Stahl in der untersuchten Form zu einem ungünstigen Schädigungsverhalten neigt. Parallel zur letzten ECAP Scherebene kommt es zu einem Abgleiten des Materials, so dass eine optimierte Prozessstrategie in diesem Punkt zu entwerfen sein wird.

Im Bereich der LCF Ermüdung zeigt der UFG IF Stahl eine wesentliche Eigenschaftsverbesserung. Im Gegensatz zu vielen bisher untersuchten UFG Werkstoffen ist der UFG IF Stahl optimierter Prozessrouten selbst bei hohen zyklischen (Total-)Dehnungssamplituden mikrostrukturell stabil (dynamische Kornvergrößerung bzw. Rekristallisation ist nicht zu beobachten), so dass er sowohl hinsichtlich der Spannungsschwingbreiten als auch der Lebensdauern dem CG Zustand überlegen ist. Eine ausgeprägte Dehnrateempfindlichkeit ist bei der Raumtemperaturermüdung nicht zu verzeichnen, Masing-Verhalten stellt sich ein. Die Lebensdauer aller optimierten Routen kann mittels des Schädigungsparameters nach Smith, Watson und Topper in sehr guter Weise beschrieben werden.

Eine gezielte Wärmebehandlung des UFG IF Stahls kann die Ermüdungseigenschaften noch weiter verbessern. Es hat sich jedoch gezeigt, dass die im Falle des UFG Kupfers im Sinne der Ermüdungseigenschaften optimale bimodale Mikrostruktur beim UFG IF Stahl zu keiner Verbesserung der Ermüdungseigenschaften führt. Die gezielt vergröberten Bereiche im UFG IF Stahl unterliegen erhöhter plastischer Dehnung aufgrund ihrer reduzierten Festigkeit, dabei ist die Duktilität aber nicht wie im Falle des bimodalen Kupfers extrem gesteigert. Zu einer Steigerung der Lebensdauer führt beim UFG IF Stahl jedoch die Einstellung einer rein erholten Mikrostruktur, da in diesem Falle eine leichte Erhöhung der Duktilität bei weiterhin homogener Festigkeitsverteilung erreicht wird.

Ursächlich für die hervorragende zyklische Stabilität des UFG IF Stahls unter LCF Ermüdungsbedingungen ist neben der optimierten Mikrostruktur mit hohen Anteilen an Großwinkelkorgrenzen (GWKGs) der stabilisierende Effekt der in dem Werkstoff vorhandenen Ausscheidungen bzw. Verunreinigungen sowie die geringe homologe Temperatur bei der Ermüdung bei Raumtemperatur.

Durch gezielte Variation der Versuchspараметер konnten wichtige Einflussgrößen auf das Ermüdungsverhalten sowie diverse Stabilitätslimits des UFG IF Stahls aufgezeigt werden. So hat die Textur einen Einfluss auf das Spannung-Dehnung Verhalten sowie die Lebensdauer des UFG IF Stahls. Mittelspannungen können in dehnungsgeregelten Versuchen auftreten (Umlagerung von ECAP induzierten Eigenspannungen), werden aber in Abhängigkeit von der Höhe der Belastungsamplitude unterschiedlich schnell während des Versuchs abgebaut. Werden Mittelspannungen in spannungsgeregelten Versuchen gezielt aufgeprägt, kommt es oberhalb von kritischen Mittelspannungsniveaus zum raschen Aufbau von erheblichen Mitteldehnungen, die UFG Mikrostruktur ist in diesen Fällen zyklisch nicht mehr stabil. Als ein weiteres Stabilitätslimit für die Mikrostruktur können für den UFG IF Stahl Temperaturen oberhalb von 450 °C im lastfreien Zustand bzw. von 200 °C bei gleichzeitiger zyklischer Belastung genannt werden. In ersterem Fall setzt oberhalb einer Wärmebehandlungstemperatur von 450 °C Rekristallisation ein (mit einhergehender erheblicher Vergrößerung der Mikrostruktur). Bei gleichzeitiger Ermüdung kommt es bereits ab 200 °C zu einer lokalen Vergrößerung der Mikrostruktur durch dynamische Rekristallisation einhergehend mit stark lokalisierter Schädigung und einer erheblichen Abnahme der Lebensdauer.

Durch die im Rahmen der vorliegenden Arbeit als krz Referenzmaterial ermüdete Niob-Zirkonium (NbZr) Legierung konnte gezeigt werden, dass die Erkenntnisse hinsichtlich der Ermüdungseigenschaften des krz UFG IF Stahls als übertragbar auf andere technisch reine krz UFG Werkstoffe angesehen werden können. Besonders zu erwähnen ist zudem für das NbZr die Möglichkeit der gezielten Randschichthärtung mittels des Effekts der internen Oxidation, so dass eine weitere Optimierung der Ermüdungseigenschaften zu erreichen ist.

Da sich die Ermüdungseigenschaften des UFG IF Stahls im LCF Bereich erheblich von dem in der Literatur aufgezeigten Ermüdungseigenschaften der kfz UFG Werkstoffe (vor allem Kupfer und Aluminium) unterscheiden, wurde die Entwicklung der Schädigung unter zyklischer Belastung in UFG IF Stahl eingehend untersucht. Dabei wurden alle Stadien einer Ermüdungsschädigung charakterisiert, die Phase der Rissinitiierung ebenso wie die Phase der Rissausbreitung. Vergleiche der mikrostrukturellen Entwicklung im bei Raumtemperatur zyklisch stabilen UFG IF Stahl mit der von zyklisch nicht stabilen Varianten konnten eindeutig aufzeigen, dass der Anteil an GWKGs hier einen erheblichen Einfluss hat. Zyklisch nicht stabile UFG IF Stahl Varianten weisen große Bereiche auf, in denen lediglich Kleinwinkelkorngrenzen (KWKGs) auftreten. In diesen Bereichen kommt es bei der Ermüdung zu erheblichen Umstrukturierungen, einhergehend mit einer signifikanten

Topographieentwicklung. Dies ist ein Anzeichen für lokal erhebliche plastische Aktivitäten und somit schnelle Schädigungsentwicklung. Ermüdungsversuche begleitet von der Auswertung lokaler Dehnungsfelder mittels der Technik der digitalen Bildkorrelationen (DIC) wurden verwendet, um (über die Auswertung erhöhter lokaler Dehnungen) auch in den optimierten UFG IF Stahl Varianten die schädigungsrelevanten Bereiche herauszustellen. Auch in den optimierten UFG Strukturen der Routen B<sub>C</sub> und E sind durch die vorzeitige Kenntnis der versagensrelevanten Bereiche die kritischen Strukturen auffindbar. Die Rissinitiierung erfolgt in Bereichen, in denen gelängte Strukturen (Bereiche nur separiert durch KWKGs) an optimal ausgebildete Mikrostrukturbereiche angrenzen. Nach erfolgter Rissinitiierung kommt es dann zu einer Ausbreitung des Risses entlang eben dieser gelängten Strukturen. Durch die Art der Scherung im ECAP Prozess kommt es zu einer bevorzugten Orientierung der gelängten Strukturen nahezu parallel zur Scherebene im letzten ECAP Prozessschritt. Somit kann dies als ursächlich für die eher unübliche Art der Schädigungsausbreitung (d.h. das Auftreten von Ermüdungsrissen unter Winkeln von 30° bis 45°) in UFG IF Stahl Proben angesehen werden. Für die Schädigungsentwicklung entlang dieser gelängten Strukturen kann auf der einen Seite die mit dieser mikrostrukturellen Konfiguration einhergehende Erhöhung der lokalen Spannungen angesehen werden, aber auch mögliche Vorschädigungen entlang der letzten Scherebene sind vermutlich nicht zu vernachlässigen.

Über die durchgängige Simulation des Ermüdungsverhaltens, d.h. (a) Bestimmung des monotonen Spannung-Dehnung Verhalten mittels VPSC (Visco Plastic Self Consistent), (b) Bestimmung der zyklischen Spannung-Dehnung Werte über das Masing-Verhalten, (c) Bestimmung der Lebensdauer durch Verwendung des zyklischen J-Integrals, kann die Lebensdauer des UFG IF Stahls berechnet werden. Unter Annahme einer perfekten mikrostrukturellen Entwicklung, d.h. die Abwesenheit von gelängten Strukturen sowie von Agglomeraten von Subkörnern kann über den gewählten Modellierungsansatz abgeschätzt werden, dass eine derartige Struktur den vorliegenden UFG Varianten des IF Stahls hinsichtlich der Lebensdauer nochmals deutlich überlegen ist und stellt somit einen Grenzwert für die Optimierung des Ermüdungsverhaltens dar.

Gegenüber dem CG IF Stahl ist der UFG IF Stahl aufgrund seiner gesteigerten monotonen Festigkeit im HCF Bereich erwartungsgemäß deutlich verbessert. Im Vergleich dieser beiden Zustände zeigen sich jedoch im Falle des UFG IF Stahl hinsichtlich zweier Aspekte erhebliche Defizite auf. Die Kerbempfindlichkeit des UFG IF Stahl bei zyklischer Belastung ist sehr hoch, die (zyklische) Kerbwirkungszahl ist dem (statischen) Kerbfaktor nahezu

gleichzusetzen. Zudem ist das Rissausbreitungsverhalten, vor allem der Schwellenwert unterhalb dessen kein Langrisswachstum mehr stattfindet, im Falle der optimierten UFG IF Stahl Varianten stark reduziert. Im Hinblick auf die Verwendung des UFG IF Stahl in technischen Bauteilen sind diese beiden Aspekte sicherlich kritisch zu bewerten. Inwieweit die vorgeschlagenen Wärmebehandlungsstrategien die entsprechenden Kennwerte verbessern ist daher zukünftig unbedingt zu prüfen.

Im Hinblick auf eine technische Anwendung des UFG IF Stahls bzw. des UFG NbZr ist sicherlich auch das Korrosionsverhalten noch eingehend zu untersuchen. Korngrenzen sind bei der elektrochemischen Korrosion der bevorzugte Angriffspunkt in der Mikrostruktur. Somit lässt eine UFG Mikrostruktur mit ihrem wesentlich erhöhten Volumenanteil an Korngrenzen eine deutliche Veränderung der Korrosionseigenschaften erwarten. Erste Voruntersuchungen [Nie09] konnten jedoch bereits zeigen, dass es zu keiner signifikanten Veränderung wichtiger Kenngrößen (Stromdichte im Ruhepotential, Lage des Ruhepotentials) kommt, jedoch der Angriff an der Oberfläche sich homogener darstellt. Somit scheint das Korrosionsverhalten des UFG IF Stahls sogar im Vergleich zum CG Zustand verbessert zu sein. Letztere Aussage ist jedoch zukünftig noch mit belastbaren Daten zu untermauern.

## 7 Zusammenfassung / Summary

Das mechanische Verhalten von kubisch raumzentrierten (krz) ultrafeinkörnigen (UFG) Werkstoffen, mittels „Equal Channel Angular Pressing“ (ECAP) hergestellt, wurde untersucht. Der Schwerpunkt der Untersuchungen lag auf der Charakterisierung des Ermüdungsverhaltens dieser UFG Werkstoffe in den Bereichen „Low-Cycle Fatigue“ und „High-Cycle Fatigue“ (LCF und HCF) sowie der stabilen Rissausbreitung. In allen Bereichen wurde der Einfluss der Mikrostruktur auf das Schädigungsverhalten detailliert herausgestellt. Im LCF Bereich weisen die krz UFG Legierungen nach der Umformung entsprechend sog. effizienter ECAP Routen sehr gute Ermüdungseigenschaften auf. Die zyklische Stabilität ist zurückzuführen auf hohe Anteile an Großwinkelkorngrenzen sowie die vorhandenen Legierungselemente/Ausscheidungen. Eine (Erholungs-) Wärmebehandlung kann die Ermüdungseigenschaften sogar noch weiter verbessern. Weitere wichtige Einflussgrößen bei der Ermüdung sind Mittelspannungen und die homologe Temperatur. Die Rissinitiierung findet in allen UFG Varianten an gelängten Strukturen statt, welche zu einer Spannungserhöhung in der Mikrostruktur führen.

Im HCF Bereich weist der UFG IF Stahl deutlich verbesserte Ermüdungseigenschaften, d.h. eine erhöhte Dauerfestigkeit aufgrund seiner gesteigerten monotonen Festigkeit, auf, jedoch ist seine Kerbempfindlichkeit gegenüber dem grobkörnigen IF Stahl gesteigert. Im Falle eines vorhandenen Risses weisen die UFG Zustände mit den geringsten Korngrößen das ungünstigste Rissausbreitungsverhalten auf. Die Ausbreitung des Risses folgt wiederum den gelängten Strukturen, welche sich parallel zur Richtung des Materialflusses während des ECAP einstellen.

The mechanical behavior of body-centered cubic (bcc) ultrafine-grained (UFG) materials processed by equal channel angular pressing (ECAP) has been investigated. Focus was on the characterization of fatigue properties of UFG bcc alloys in the low-cycle and high-cycle fatigue (LCF and HCF) regimes and under crack growth conditions. Under all loading conditions the role of microstructural characteristics on the damage evolution has been examined in detail.

In the LCF regime the UFG bcc alloys processed along so called efficient ECAP routes show superior fatigue properties. Cyclic stability is found to be due to high volume fractions of high angle grain boundaries and the impurity content. A heat treatment aiming at pure recovery of the microstructure is able to improve fatigue behavior. Additional factors influencing the fatigue response are mean stress and the homologous temperature. Crack initiation can be linked to elongated structures present in the UFG microstructure eventually leading to increased local stresses.

In the HCF regime UFG IF steel shows superior properties, i.e. an increased fatigue limit, due to increased monotonic strength, but at the same time notch sensitivity is pronounced. The crack growth behavior for the UFG conditions featuring the smallest grains is inferior. The crack follows elongated structures, which are in fact aligned parallel to the direction of material flow during ECAP.

## 8 Literatur

- [Aba02] Abante-Bueno J., Lambros J.: Eng. Fract. Mech. 69 (2002) 1695-1711.
- [Agn98] Agnew S.R., Weertman J.R.: Mater. Sci. Eng. A244 (1998) 145-152.
- [AST08] ASTM: Annual Book of ASTM Standards 2008. Section 3: Metals.
- [Bar04] Barber R.E., Dudo T., Yasskin P.B., Hartwig K.T.: Scripta Mater. 51 (2004) 373-377.
- [Bel05] Belyakov A., Kimura Y., Tsuzaki K.: Mater. Sci. Eng. A403 (2005) 249-259.
- [Blu09] Blum W., Zeng X.H.: Acta Mater. 57 (2009) 1966-1974.
- [Böh09] Böhner A.: Persönliche Mitteilung, August 2009.
- [Can03] Canadinc D., Karaman I., Sehitoglu H., Chumlyakov Y.I., Maier H.J.: Metall. Mater. Trans. 34A (2003) 1821-1831.
- [Can08] Canadinc D., Maier H.J., Gabor P., May J.: Mater. Sci. Eng. A496 (2008) 114-120.
- [Cav09] Cavaliere P.: Int.J. Fatigue 31 (2009) 1476-1489.
- [Chr91] Christ H.J.: „Wechselverformung von Metallen“; Springer-Verlag, Berlin, 1991.
- [Chr98] Christ H.J.: „Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe“; Wiley-VCH, Weinheim, 1998.
- [Cor91] Corn D.L., Douglass D.L., Smith C.A.: Oxid. Met. 35 (1991) 139-173.
- [Din02] Ding H.Z., Mughrabi H., Höppel H.W.: Fat. Fract. Eng. Mater. Struct. 25 (2002) 975-984.
- [Din09] Ding Y., Jiang J., Shan A.: J. Alloys Comp. 487 (2009) 517-521.
- [Dob07] Dobatkin S.V., Rybal'chenko O.V., Raab G.I.: Mater. Sci. Eng. A463 (2007) 41-45.
- [Dou95] Douglass D.L.: Oxid. Met. 44 (1995) 81-111.
- [Fan07] Fang D., Zhang P., Duan Q., Wu S., Zhang Z., Li J., Zhao N.: Adv. Eng. Mater. 9 (2007) 860-866.
- [Fig08] Figueiredo R.B., Langdon T.G.: Adv. Eng. Mater. 10 (2008) 37-40.
- [Fig09] Figueiredo R.B., Langdon T.G.: Mater. Sci. Eng. A501 (2009) 105-114.
- [Fur01] Furukawa M., Utsunomiya A., Matsubara K., Horita Z., Langdon T.G.: Acta Mater. 49 (2001) 3829-3838.

- [Gab07] Gabor P., Canadinc D., Maier H.J., Hellwig R.J., Zuberova Z., Estrin J.: Metall. Mater. Trans. A38 (2007) 1916-1925.
- [Gho06] Ghosh P., Ray R.K., Bhattacharya B., Bhargava S.: Scripta Mater. 55 (2006) 271-274.
- [Gle89] Gleiter H.: Progr. Mater. Sci. 33 (1989) 223-315.
- [Gle00] Gleiter H.: Acta Mater. 48 (2000) 1-29.
- [Had07] Hadzima B., Janecek M., Estrin Y., Kim H.S.: Mater. Sci. Eng. A462 (2007) 243-247.
- [Haf07] Hafok M., Pippan R.: Scripta Mater. 56 (2007) 757-760.
- [Hal51] Hall E.O.: Proc. Phys. Soc. Lond. B64 (1951) 747-753.
- [Hao04] Haouaoui M., Karaman I., Maier H.J., Hartwig K.T.: Metall. Mater. Trans. A35 (2004) 2935-2949.
- [Hei84] Heitmann H.H., Vehoff H., Neumann, P.: in Valluri S.R., Tuplin D.M.R., Rao P.R., Knott J.F., Dubey R. (Ed.). Pergamon Press, Oxford, United Kingdom, (1984) 3599-3606.
- [Hoc09] Hockauf K.: Persönliche Mitteilung, November 2009.
- [Hoh10] Hohenwarter A., Pippan R.: Mater. Sci. Eng. A (2010) in Druck.
- [Höp01] Höppel H.W., Brunnbauer M., Mughrabi H., Valiev R.Z., Zhilyaev A.P.: Materials Week 2000, 25-28 September 2000, Werkstoffwoche-Partnerschaft (ed.), Frankfurt, <http://www.materialsweek.org/proceedings>, 2001.
- [Höp02] Höppel H.W., Zhou Z.M., Mughrabi H., Valiev R.Z.: Phil. Mag. A82 (2002) 1781-1794.
- [Höp04] Höppel H.W., May J., Göken M.: Adv. Eng. Mater. 6 (2004) 781-784.
- [Höp06] Höppel H.W., Kautz M., Xu C., Murashkin M., Langdon T.G., Valiev R.Z., Mughrabi H.: Int. J. of Fatigue 28 (2006) 1001-1010.
- [Hüb07] Hübner P., Kiessling R., Biermann H., Hinkel T., Jungnickel W., Kawalla R., Höppel H.W., May J.: Metall. Mater. Trans. A38 (2007) 1926-1933.
- [Iva05] Ivanisenko Y., Valiev R.Z., Fecht H.J.: Mater. Sci. Eng. A390 (2005) 159-165.
- [Iwa96] Iwahashi Y., Wang J., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G.: Scripta Mater. 35 (1996) 143-146.
- [Iwa98] Iwahashi Y., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G.: Metall. Mater. Trans. A29 (1998) 2503-2510.
- [Jia03] Jia D., Ramesh K.T., Ma E.: Acta Mater. 51 (2003) 3495-3509.

- [Kal91] Kallend J.S., Kocks U.F., Rollet A.D., Wenk H.R.: Mater. Sci. Eng. A132 (1991) 1-11.
- [Kar03] Karaman I., Karaca H.E., Maier H.J., Luo Z.P.: Metall. Mater. Trans. A34 (2003) 2527-2539.
- [Kaw09] Kawasaki M., Horita Z., Langdon T.G.: Mater. Sci. Eng. A524 (2009) 143-150.
- [Kir07] Kirugulige M.S., Tippur H.V., Denney T.S.: Applied Optics 46 (2007) 5083-5096.
- [Koc05] Koch C.C., Youssef K.M., Scattergood R.O., Murty K.L.: Adv. Eng. Mater. 7 (2005) 787-794.
- [Koz04] Kozlov E.V., Zhdanov A.N., Popova N.A., Pekarskaya E.E., Koneva N.A.: Mater. Sci. Eng. A387-389 (2004) 789-794.
- [Kun06] Kunz L., Lukás P., Svoboda M.: Mater. Sci. Eng. A424 (2006) 97-104.
- [Lap09] Lapovok R., Tomus D., Mang J., Estrin Y., Lowe T.C.: Acta Mater. 57 (2009) 2909-2918.
- [Leb93] Lebensohn R.A., Tomé C.N.: Acta Metall. Mater. 41 (1993) 2611-2624.
- [Leb02] Lebensohn R.A., Tomé C.N., Manual for Code Visco-Plastic Self-Consistent Version 5, October 2002.
- [Lee02] Lee S.H., Saito Y., Tsuji N., Utsunomiya H., Sakai T.: Scripta Mater. 46 (2002) 281-285.
- [Li04] Li Y.J., Zeng X.H., Blum W.: Acta Mater. 52 (2004) 5009-5018.
- [Li07] Li S., Gazder A.A., Beyerlein I.J., Davies C.H.J., Pereloma E.V.: Acta Mater. 55 (2007) 1017-1032.
- [Luk05] Lukas P., Kunz L., Svoboda M.: Mater. Sci. Eng. A391 (2005) 337-341.
- [Mai00] Maier H.J., Teteruk R.G., Christ H.-J.: Metall. Mater. Trans. A31 (2000) 431-444.
- [Mai05] Maier H.J., Gabor P., Karaman I.: Mater. Sci. Eng. A410-411 (2005) 457-461.
- [Mai06] Maier H.J., Gabor P., Gupta N., Karaman I., Haouaoui M.: Int. J. Fatigue 28 (2006) 243-250.
- [Mat01] Matsuno H., Yokoyama A., Watari F., Uo M., Kawasaki T.: Biomaterials 22 (2001) 1253-1262.
- [May05] May J., Höppel H.W., Göken M.: Scripta Mater. 53 (2005) 189-194.
- [May06] May J., Höppel H.W., Göken M.: Mater. Sci. For. 503-504 (2006) 781-786.

- [May07] May J., Dinkel M., Amberger D., Höppel H.W., Göken M.: Metall. Mater. Trans. A38 (2007) 1941-1945.
- [May08] May J.: Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg, 2008.
- [Mey06] Meyers M.A., Mishra A., Benson D.J.: Progress Mater. Sci. 51 (2006) 427-556.3
- [Mis05] Mishra A., Richard V., Grégori F., Asaro R.J., Meyers M.A.: Mater. Sci. Eng. A410-411 (2005) 290-298.
- [Miy08] Miyamoto H., Harada K., Mimaki T., Vinogradov A., Hashimoto S.: Corr. Sci. 50 (2008) 1215-1220.
- [Moh01] Mohamed F.A., Li Y.: Mater. Sci. Eng. A298 (2001) 1-15.
- [Mol08] Molodova X.: Dissertation, RWTH Aachen, 2008.
- [Mug01] Mughrabi H., Höppel H.W.; in: Farkas D., Kung H., Mayo M., v. Swygenhoven H. und Weertman J. (Ed.). MRS, Warrendale Vol. 634, (2001) B2.1.1.-B2.1.12
- [Mug03] Mughrabi H., Höppel H.W., Kautz R.Z., Valiev R.Z.: Z. Metallkd. 94 (2003) 1079-1083.
- [Mug04] Mughrabi H., Höppel H.W., Kautz M.: Scripta Mater. 51 (2004) 807-812.
- [Mug09] Mughrabi H., Höppel H.W.: Int. J. Fatigue (2009), in Druck.
- [Nat03] Natter H., Hempelmann R.: Electrochem. Acta 49 (2003) 51-61.
- [Neu89] Neu R.W., Sehitoglu H.: Metall. Trans. A20 (1989) 1769-1783.
- [Nie06] Niendorf T., Canadinc D., Maier H.J., Karaman I., Sutter S.G.: Int. J. Mater. Res. 97 (2006) 1328-1336.
- [Nie07] Niendorf T., Canadinc D., Maier H.J., Karaman I., Yapici G.G.: Acta Mater. 55 (2007) 6596-6605.
- [Nie07b] Niendorf T., Canadinc D., Maier H.J., Karaman I.: Metal. Mater. Trans. A38 (2007) 1946-1955.
- [Nie07c] Niendorf T.: BNM 2007, Vortrag, Ufa, Russland.
- [Nie08] Niendorf T., Canadinc D., Maier H.J., Karaman I.: Int. J. Fatigue 30 (2008) 426-436.
- [Nie08b] Niendorf T., Maier H.J., Canadinc D., Yapici G.G., Karaman I.: Scripta Mater. 58 (2008) 571-574.
- [Nie08c] Niendorf T., Marten T., Maier H.J., Karaman I.: Mater. Sci. For. 584-586 (2008) 864-869.

- [Nie08d] Niendorf T., Maier H.J., Canadinc D., Karaman I.: Key Eng. Mater. 378-379 (2008) 39-52.
- [Nie09] Niendorf T.: Unveröffentlichte Ergebnisse, Dezember 2009.
- [Nie09b] Niendorf T., Dadda J., Canadinc D., Maier H.J., Karaman I.: Mater. Sci. Eng. A517 (2009) 225-234.
- [Nie09c] Niendorf T., Maier H.J., Canadinc D., Karaman I.: Mater. Sci. Eng. A503 (2009) 160-162.
- [Nie09d] Niendorf T., Maier H.J.: Materialprüfung (2009), in Druck.
- [Nie09e] Niendorf T., Canadinc D., Maier H.J., Karaman I.: Scripta Mater. 60 (2009) 344-347.
- [Nie09f] Niendorf J.: Persönliche Mitteilung, Dezember 2009.
- [Nie09g] Niendorf T., Rubitschek F., Maier H.J., Canadinc D., Karaman I.: J. Mater. Sci. (2010) zur Veröffentlichung eingereicht.
- [Par61] Paris P., Gomez M., Anderson W.: Trend Eng. 13 (1961) 9-14.
- [Par63] Paris P., Erdogan F.: J. Basic Eng. 85 (1963) 528-534.
- [Pet53] Petch N.J.: J. Iron Steel Inst. 174 (1953) 25-28.
- [Raa04] Raab G.J., Valiev R.Z., Lowe T.C., Zhu Y.T.: Mater. Sci. Eng. A382 (2004) 30-34.
- [Rad07] Radaj D., Vormwald M.: „Ermüdungsfestigkeit“; Springer-Verlag, Berlin, 2007.
- [Ric68] Rice J.R.: Int. J. Fract. Mech. 4 (1968) 41-47.
- [Ric09] Richard H.A., Sander M.: „Ermüdungsrisse“, Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 2009.
- [Rub09] Rubitschek F.: Unveröffentlichte Ergebnisse, Dezember 2009.
- [Sad07] Sadana L., Mendez-Vilas A., Jiang L., Multigner M., González-Carrasco J.L., Pérez-Prado M.T., González-Martín M.L., Munuera L., Vilaboa N.: Biomaterials, 28 (2007) 4343-4354.
- [Sai99] Saito Y., Utsunomiya H., Tsuji N., Sakai T.: Acta Mater. 47 (1999) 579-583.
- [Sam97] Samajdar I., Verlinden B., Van Houtte P., Vanderschueren D.: Scripta Mater. 37 (1997) 869-874.
- [Seg95] Segal V.M.: Mater. Sci. Eng. A197 (1995) 157-164.
- [Seg95b] Segal V.M., Goforth R.E., Hartwig K.T.: Texas A&M University (1995), U.S. Patent No. 5.400.633.

- [Ser00] Sergueeva A.V., Stolyarov V.V., Valiev R.Z., Mukherjee A.K.: *Scripta Mater.* 43 (2000) 819-824.
- [Sha99] Shan A., Moon I.G., Ko H.S., Park J.W.: *Scripta Mater.* 41 (1999) 353-357.
- [Sie49] Siebel E., Meuth H.: *VDI-Z.* 91 (1949) 319–323.
- [Smi70] Smith K.N., Watson P., Topper T.H.: *J. Mater.* 5 (1970) 767-778.
- [Smi92] Smithells Metals Reference Book, Edited by Brandes E.A., Brook G.B.: Seventh Edition (1992), Butterworth-Heinemann, Oxford, U.K.
- [Sur98] Suresh S.: „Fatigue of Materials”; University Press, Cambridge, UK, 1998.
- [Tej08] Tejedor R., Rodríguez-Baracaldo R., Benito J.A., Caro J., Cabrera J.M.: *Scripta Mater.* 59 (2008) 631-634.
- [Tod08] Todaka Y., Miki Y., Umemoto M., Wang C., Tsuchiya K.: *Mater. Sci. For.* 584-586 (2008) 597-602.
- [Top09] Topic I., Höppel H.W., Göken M.: *Mater. Sci. Eng. A* 503 (2009) 163-166.
- [Tsu99] Tsuji N., Saito Y., Utsunomiya H., Tanigawa S.: *Scripta Mater.* 40 (1999) 795-800.
- [Val96] Valiev R.Z., Ivanisenko Y.V., Rauch E.F. Baudelet B.: *Acta Mater.* 44 (1996) 4705-4712.
- [Val00] Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V.: *Progr. Mater. Sci.* 45 (2000) 103-189.
- [Val02] Valiev R.Z., Alexandrov I.V., Zhu Y.T., Lowe T.C.: *J. Mater. Res.* 17 (2002) 5-8.
- [Val04] Valiev R.Z.: *Nature Mater.* 3 (2004) 511-516.
- [Val06] Valiev R.Z., Estrin Y., Horita Z., Langdon T.G., Zehetbauer M.J., Zhu Y.T.: *JOM* 58 (2006) 33-39.
- [Val06b] Valiev R.Z., Langdon T.G.: *Progr. Mater. Sci.* 51 (2006) 881-981.
- [Val07] Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Semenova I.P.: *Mater. Sci. Eng. A* 463 (2007) 2-7.
- [Vin99] Vinogradov A., Mimaki T., Hashimoto S., Valiev R.Z.: *Scripta Mater.* 41 (1999) 319-326.
- [Vin99b] Vinogradov A., Kaneko Y., Kitagawa K., Hashimoto S., Stolyarov V. Valiev R.: *Scripta Mater.* 36 (1997) 1345-1351.
- [Vin07] Vinogradov A.: *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 1797-1808.
- [Vor04] Vorhauer A., Pippan R.: *Scripta Mater.* 51 (2004) 921-925.
- [Wag59] Wagner C.: *Z. Elektrochem.* 63 (1959) 772-782.

- [Wei06] Wei Q., Jiao T., Ramesh K.T., Ma E., Kecske L.J., Magness L., Dowding R., Kazykhanov V.U., Valiev R.Z.: *Acta Mater.* 54 (2006) 77-87.
- [Xu10] Xu C., Schroeder S., Berbon P.B., Langdon T.G.: *Acta Mater.* 58 (2010) 1379-1386.
- [Wei09] Wie Q.: *J. Mater. Res.* 42 (2007) 1709-1727.
- [Yap06] Yapici G.G., Karaman I., Maier H.J.: *Mater. Sci. Eng. A* 434 (2006) 294-302.
- [Yap09] Yapici G.G., Tomé C.N., Beyerlein I.J., Karaman I., Vogel S.C., Liu C.: *Acta Mater.* 57 (2009) 4855-4865.
- [Zhi03] Zhilyaev A.P., Nurislamova G.V., Kim B.K., Baró M.D., Szpunar J.A., Langdon T.G.: *Acta Mater.* 51 (2003) 753-765.
- [Zhi05] Zhilyaev A.P., Oh-ishi K., Langdon T.G., McNelley T.R.: *Mater. Sci. Eng. A* 410-411 (2005) 277-280.
- [Zhi06] Zhilyaev A.P., Swisher D.L., Oh-ishi K., Langdon T.G., McNelley T.R.: *Mater. Sci. Eng. A* 429 (2006) 137-148.
- [Zhu00] Zhu Y.T., Lowe T.C.: *Mater. Sci. Eng. A* 291 (2000) 46-53.



## **Danksagung**

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Werkstoffkunde an der Universität Paderborn. Gefördert wurde das Forschungsvorhaben durch die DFG im Rahmen der Forschergruppe „Mechanische Eigenschaften und Grenzflächen ultrafeinkörniger Werkstoffe“. Viele Personen haben zum erfolgreichen Zustandekommen dieser Arbeit beigetragen, denen ich an dieser Stelle herzlich danken möchte:

- Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater, Herrn Prof. Dr.-Ing. H. J. Maier, der mich in den vergangenen Jahren optimal gefordert und gefördert hat und der sich immer die Zeit genommen hat (auch wenn er diese eigentlich nicht hatte) einzelne Ergebnisse zu diskutieren, Publikationsentwürfe kritisch zu prüfen und ...

Prof. Maier hat mit seinen Ideen und Anregungen den Verlauf meiner Arbeit maßgeblich beeinflusst und so zu seinem erfolgreichen Abschluss beigetragen. Zudem hat er mir jede erdenkliche Freiheit bezüglich meiner Forschungsaktivitäten gegeben und gleichzeitig auch dafür gesorgt, dass stets die finanziellen Mittel für die Durchführung der entsprechenden Vorhaben gegeben waren.

- Herrn Prof. Dr. rer. nat. Dr.-Ing. E.h. H. Mughrabi, einem der anerkanntesten Experten auf dem Gebiet der Ermüdung von UFG Werkstoffen, danke ich für die Übernahme des Korreferates.

Zudem danke ich Herrn Prof. Dr.-Ing. H. A. Richard für die Übernahme des Vorsitzes der Promotionskommission sowie Herrn Dr. rer. nat. T. Tröster für die Übernahme der Rolle des Beisitzenden.

- Ich danke Herrn Prof. Dr. D. Canadinc für die gute Zusammenarbeit bei der Erstellung diverser Publikationen, die aktive Unterstützung des Projektes durch seine Simulationsergebnisse sowie seine Rolle als Teilprojektantragssteller für die zweite Förderperiode der Forschergruppe. Als Zimmergenosse hat er dafür gesorgt, dass ich niemals allein im Büro arbeiten musste, sowohl zu später Abendstunde als auch an Wochenenden war er (vertieft in neue Publikationsprojekte) anzutreffen.
- Herrn Prof. Dr. I. Karaman und seiner Fachgruppe an der Texas A&M University danke ich für die Herstellung der UFG Werkstoffe und seine wertvollen Anregungen bei der Erstellung diverser Veröffentlichungen.
- Die Arbeitsatmosphäre am LWK war während der gesamten Zeit harmonisch und inspirierend. Häufige Diskussionsrunden kurz vor Feierabend haben immer wieder zu

neuen Ideen geführt, bei deren Umsetzung ich mich auf die Mithilfe der Kolleginnen und Kollegen sowie der studentischen und wissenschaftlichen Hilfskräfte verlassen konnte. Dabei konnte ich mir bei manchen Personen sogar sicher sein, dass sie zu den unmöglichsten Tageszeiten oder am Wochenende für mich die ein oder andere Messung durchgeführt haben. Allen somit vielen Dank für die hervorragende Unterstützung und die tolle Zeit.

- Allen Studentinnen und Studenten, die mich im Rahmen von Studien- oder Abschlussarbeiten unterstützt haben, kann ich nur herzlich danken. Die Qualität der Arbeiten lag generell auf einem äußerst hohen Niveau, was sicherlich in dem großen Engagement aller Studentinnen und Studenten begründet lag.
- Den Kolleginnen und Kollegen aus den weiteren Teilprojekten der UFG Forschergruppe danke ich für konstruktive Diskussionen bei diversen Forschergruppentreffen, es war immer eine große Freude zusammenzukommen.
- Ein Dank gilt zudem der Zentralwerkstatt der Fakultät, die mich immer mit Probenmaterial und Teilen für diverse Versuchsaufbauten versorgt hat.
- Meinen Eltern gilt ein herzlicher Dank, da sie es mir überhaupt erst ermöglicht haben diese Dissertation zu verfassen, indem sie mir mein Studium ermöglicht haben.
- Zu guter letzt gilt mein Dank meiner lieben Frau Janina, die sicherlich unter meinem übermütigen Forscherdrang am meisten gelitten hat. Sie musste auf so manchen freien Abend oder so manches freies Wochenende verzichten, da es mal wieder galt, einen Versuch zu betreuen oder eine Publikation zu verfassen. Da sie sich durch ihr Maschinenbaumstudium zudem qualifiziert hatte, meine Arbeiten zu durchdringen, durfte sie zudem stets die erste Korrekturphase eines jeden schriftlichen Werkes einleiten. Meinen herzlichsten Dank dafür, ich verspreche, ich werde mich revanchieren.