

Martensitische Umwandlung und Ermüdung austenitischer Edelstähle, Gefügeveränderungen und Möglichkeiten der Früherkennung von Ermüdungsschädigungen

Von der Fakultät für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie
der Technischen Universität Bergakademie Freiberg

genehmigte

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor-Ingenieur

Dr.-Ing.

vorgelegt

von: Dipl.-Ing. Volker Schoß

geboren am 18.04.1972 in Dresden

Gutachter: Prof. Heinrich Oettel, Freiberg
Prof. Dietmar Eifler, Kaiserslautern
Prof. Erich Tenckhoff, Erlangen

Freiberg, den 20.06.2001

Vorwort

Diese Arbeit entstand in der Zeit von 1996 bis 2000 im Rahmen meiner Tätigkeit am Forschungs- und Entwicklungsprojekt „Ermüdungsfrüherkennung und Restlebensdauer“ bei Siemens, Bereich KWU, in Erlangen. Sie ist in der herkömmlichen Rechtschreibung verfaßt.

Den Kollegen, Freunden und Familienmitgliedern, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben, schulde ich großen Dank.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Professor Heinrich Oettel für die Übernahme der wissenschaftlichen Betreuung und die vielen wohlwollenden Hinweise zu der Arbeit. Ebenso möchte ich mich bei der Siemens AG, KWU NT1, für die Bereitstellung und Finanzierung des Forschungsthemas und bei allen Kollegen, die mir hilfreich zur Seite standen, bedanken. Für besondere Unterstützung möchte ich an dieser Stelle Herrn Dr. Frederick De Backer hervorheben, der durch Ideen und Initiativen den Fortschritt des Projektes vorantrieb und Herrn Gerd Maußner, der die Arbeiten über all die Jahre begleitete. Herrn Professor Dietmar Eifler und Herrn Professor Erich Tenckhoff danke ich für die Übernahme der Gutachten.

Auf keinen Fall sollen die Kollegen der Walz- bzw. Schmiedewerke vergessen werden, die die Forschungsarbeiten durch die Bereitstellung von Material und Informationen förderten und somit wortwörtlich den „Stoff“ für diese Studie lieferten. Ich bedanke mich bei Herrn Naundorf (Sächs. Edelstahlwerke GmbH, Freital), Herrn Niederau (Schmidt + Clemens GmbH+Co., Lindlar) und Herrn Ufer (Gebr. Höver GmbH+Co., Lindlar).

Außerdem möchte ich den zahlreichen Kollegen von verschiedenen Institutionen danken, die mit der Durchführung von Messungen bzw. der Bereitstellung von Apparaturen zu dieser Arbeit beitrugen. Stellvertretend möchte ich Herrn Olaf Kahlen, Uni Magdeburg, und Herrn Dr. Ludwig Bär, Siemens ZT Erlangen, nennen.

Ich bedanke mich bei meiner Familie, die mir zu der Kraft und Ausdauer verhalf, diese Arbeit fertigzustellen. Ganz besonders hervorheben möchte ich an dieser Stelle meine Frau Susanne und mich für Ihr Verständnis und Ihre Hilfe bedanken. Vielen Dank an meinen Bruder Hansgeorg, der mir auch fachlich zur Seite stand.

Schließlich danke ich allen nicht namentlich genannten Freunden und Kollegen, die mich unterstützt und konstruktiv durch den Lebensabschnitt als Doktorand begleitet haben.

Duisburg im Juli 2001

Volker Schoß

Inhalt

1	Einleitung	1
2	Grundlagen	3
2.1	Werkstoffermüdung	3
2.1.1	Ursachen und Auftreten der Ermüdung	3
2.1.2	Verlauf der Ermüdungsschädigung und deren Erscheinungsformen	5
2.1.3	Modelle zur Beschreibung von Ermüdungsbelastung und Lebensdauer	6
2.2	Martensitische Phasenumwandlung in Stahl	10
2.2.1	Phasen und thermodynamische Triebkräfte	10
2.2.2	Mechanismus der martensitischen Umwandlung	11
2.2.3	Kinetik der dehnungsinduzierten Transformation	14
2.2.4	Quantitative Beschreibung der Transformationsanfälligkeit	15
3	Kenntnisstand zur Ermüdung von austenitischem Stahl	17
3.1	Bildung und Anordnung von Defekten	17
3.2	Wechseldehnungsinduzierte Martensitumwandlung	19
3.3	Zerstörungsfreie Prüfung von Schädigungen in Anlagen	20
3.4	Zielsetzung der Arbeit	22
4	Experimentelles - Proben und Versuche	23
4.1	Probematerialien	23
4.1.1	Chemische Zusammensetzung	23
4.1.2	Wärmebehandlung, Gefüge und Eigenschaften im Ausgangszustand	24
4.2	Probenformen	27
4.2.1	Druckversuche	27
4.2.2	Reckversuche und Ermüdungsversuche	27
4.3	Wärmebehandlung	28
4.4	Versuche mit einsinniger Belastung	29
4.4.1	Druckversuch	29
4.4.2	Reckversuch	29
4.5	Versuche mit Wechselbelastung - Ermüdungsversuche	30
4.5.1	Dehnungsgesteuerter Ermüdungsversuch	30
4.5.2	Spannungsgesteuerter Ermüdungsversuch	32
4.5.3	Block- und Randomversuch	34
4.6	Versuchsplan – Zusammenstellung der mechanischen Experimente und der zugehörigen Versuchsbedingungen	34

4.7	Tiefkühlversuch	35
4.8	Auslagerungsversuch	35
5	Experimentelles - Untersuchungstechniken, verwendete Methoden und Apparaturen	37
5.1	Probentrennung und Untersuchungspositionen	37
5.2	Metallographische Untersuchungen	37
5.3	Röntgenographische Untersuchungen	37
5.3.1	Diffraktometrie	38
5.3.2	Phasenanalyse	38
5.3.3	Texturmessung	40
5.4	Elektronenmikroskopie	41
5.4.1	Transmissionselektronenmikroskopie	41
5.4.2	Rasterelektronenmikroskopie	43
5.5	Ultraschalltechniken	44
5.6	Untersuchungen auf der Grundlage von Wirbelstrom und magnetischen Wechselwirkungen	45
5.6.1	Grundlegendes	45
5.6.2	Ferritscope	47
5.6.3	Schwingprobenmagnetometer	48
5.6.4	EMAG – Analysator	49
5.6.5	Koerzimat	50
5.6.6	Magnet- und Atomkraftmikroskopie	50
5.6.7	SQUID - Magnetometrie	51
5.6.8	Konventionelle Wirbelstromuntersuchungen	54
5.6.9	MWM – Sensor	54
6	Austenitstabilität	57
6.1	Ergebnisse der Tiefkühlversuche	57
6.2	Ergebnisse der Druck- und Reckversuche	58
6.3	Tiefkühlen verformter Zustände	61
6.4	Thermische Auslagerung von Verformungsmartensit	62
6.5	Bewertung und Diskussion der Ergebnisse	63
7	Ergebnisse der Wechsellastversuche	67
7.1	Dehnungsgesteuerte Ermüdungsversuche	67
7.2	Spannungsgesteuerte Ermüdungsversuche	69
7.3	Block- und Randomversuche	72

7.4 Analyse des Belastungs - Lebensdauer - Zusammenhangs	74
8 Gefügeuntersuchungen an ermüdeten Zuständen	79
8.1 Metallographische Untersuchungsergebnisse	79
8.2 Ergebnisse der Elektronenmikroskopie	83
8.2.1 Rasterelektronenmikroskopie (REM)	83
8.2.2 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)	85
8.3 Ergebnisse der Ultraschalluntersuchungen	88
8.4 Ergebnisse röntgenographischer Untersuchungen	92
8.5 Ergebnisse magnetischer und magnetinduktiver Untersuchungen	94
8.5.1 Magnetische Anzeige	94
8.5.2 MFM - Flächenintensitätsanteil	96
8.5.3 Sättigungspolarisierung	99
8.5.4 Koerzitivfeldstärke	100
8.5.5 Magnetische Suszeptibilität	100
8.5.6 Barkhausenrauschen	101
8.5.7 Magnetischer Fluß (DC-SQUID)	102
8.5.8 Wirbelstromimpedanz (AC-SQUID und Konventionelle Magnetometrie)	103
9 Diskussion der Ergebnisse	107
9.1 Verformungsinduzierte Martensitbildung	107
9.1.1 Chargenabhängigkeit	107
9.1.2 Amplitudeneinfluß	108
9.1.3 Einfluß der kumulierten plastischen Dehnung	109
9.1.4 Einfluß der Versuchssteuerung	112
9.1.5 Einfluß der Versuchstemperatur	113
9.1.6 Aussagekraft und Anwendbarkeit verschiedener Nachweismethoden und -größen, weitere Einflußfaktoren	113
9.2 Versetzungsanordnung	117
9.3 Verfestigungsverhalten	118
9.4 Oberflächenverhalten	122
10 Anwendung der Erkenntnisse	123
10.1 Möglichkeiten für die zerstörungsfreie bzw. zerstörungsarme Prüfung	123
10.2 Schema zur Bewertung des Ermüdungszustandes	125
10.3 Anwendung bei der Diagnostik von Schadensfällen	127
11 Abschließende Diskussion	131

12 Zusammenfassung	133
13 Literatur	135
14 Alphabetischer Index der verwendeten Symbole	145
15 Anhang	
Anlage A: Formeln zur Berechnung von Stabilitätskriterien	149
Anlage B: Vollständige chemische Analyse der untersuchten Werkstoffe	151
Anlage C: Versuchsplan - Überblick der mechanischen Experimente und der zugehörigen Versuchsbedingungen	153
Anlage D: Probenentnahmeplan und Untersuchungspositionen	155
Anlage E: Metallographische Präparations- und Untersuchungstechniken	157
Anlage F: Quantitative Phasenanalyse mittels Röntgendiffraktometrie	159
Anlage G: Präparation von Metallfolien für die Transmissionselektronenmikroskopie	161
Anlage H: Einordnung der vorliegenden Chargen in das Schaeffler - Diagramm bzw. Zuordnung von Stabilitätsfaktoren	163
Anlage I: Ergebniswerte der Wechsellastversuche	165
Anlage J: Ergebnisse der Regression von Versuchsdaten mit Manson-Coffin-, Basquin- und gemischter Gleichung	167
Anlage K: Berechnung der Stapelfehlerenergie	169

1 Einleitung

Die Nutzung komplexer, großtechnischer Anlagen, z.B. von Kraftwerken, bewirkt durch mechanische, thermische, chemische und / oder Strahlenbelastung die Alterung des Gesamtsystems und seiner Komponenten. Dabei führen Schädigungsprozesse, wie Kriechen, thermische Alterung, Ermüdung, Strahlenversprödung, Verschleiß und Korrosion zur Veränderung des Werkstoffgefüges und damit der physikalischen Werkstoffeigenschaften, was die Schwächung von Bauteilen verursacht oder insgesamt die Lebensdauer der Anlage begrenzt. Ein Lebensdauermanagement, das sowohl den sicherheitstechnischen als auch ökonomischen Aspekten angemessen ist, setzt bereits beim Anlagendesign an und begleitet die Anlage in Bau-, Inbetriebsetzungs- und Betriebsphase. Den physikalischen Schädigungsprozessen und entsprechenden werkstofftechnischen Analyse-, Präventions-, oder Reparaturmaßnahmen ist darin eine große Bedeutung zuzuordnen. Die Aufgabe der Werkstoffwissenschaft besteht hierbei vor allem in der Aufklärung der Schädigungsprozesse und der Qualifizierung geeigneter Gegenmaßnahmen.¹

Wenn die im Design ausgelegte Lebensdauer einer derartigen Anlage überschritten ist, stellt sich die Frage, ob und mit Hilfe welcher Maßnahmen die Anlage wirtschaftlich weiter betrieben werden kann. Da das Design normalerweise Sicherheitsbeiwerte enthält und bei der Berechnung außerdem von den ungünstigsten Belastungsfällen ausgegangen werden muß, sind für eine Lebensdauererweiterung durchaus Reserven erkennbar. Diese müssen, schon allein aus Sicherheitsgründen, in einer umfassenden Bewertung nachgewiesen werden bzw. in ökonomisch vertretbarem Rahmen hergestellt werden können. Bild 1 zeigt ein allgemeines Schema zum Anlagenmanagement im Hinblick auf die Lebensdauererweiterung.²

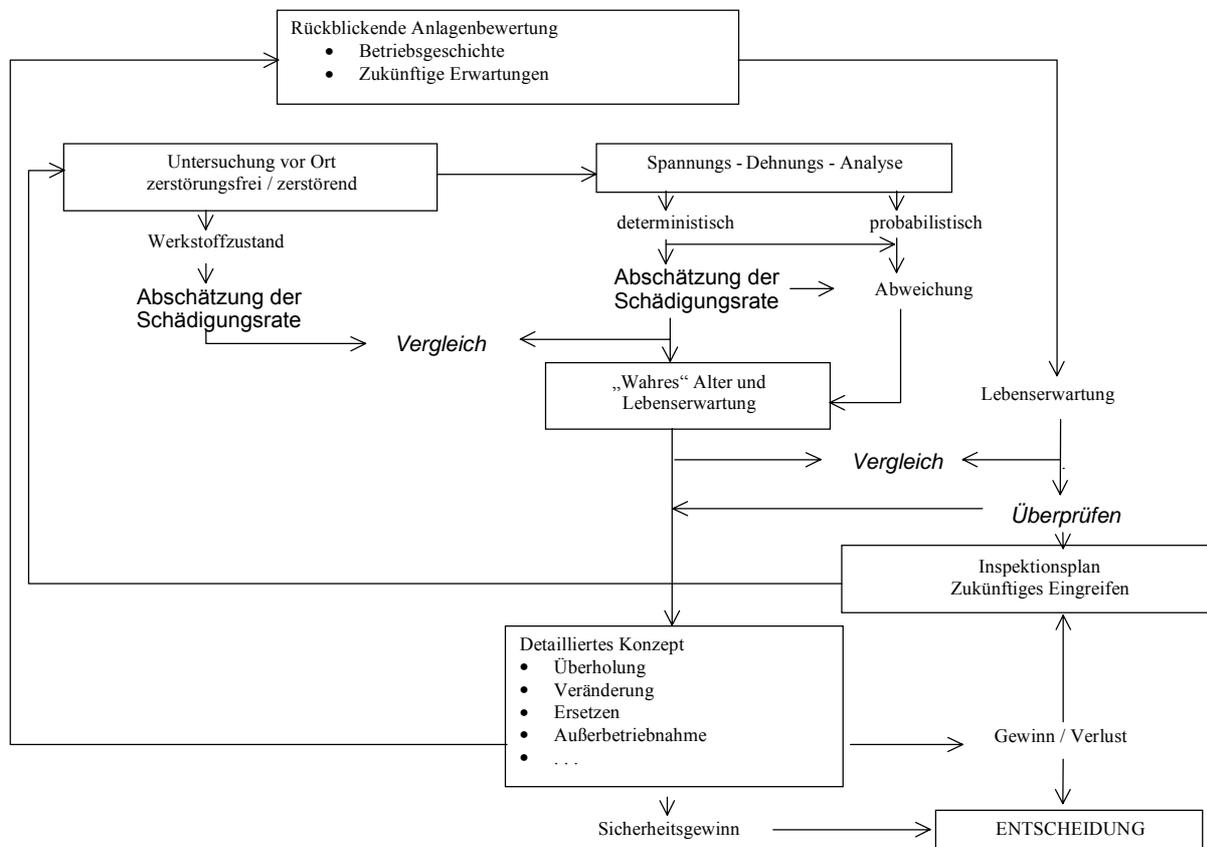


Bild 1 Schema zum Anlagenmanagement hinsichtlich Lebensdauererweiterung, nach ²

¹ ERVE-1999

² PENNY-1999

2 Grundlagen

2.1 Werkstoffermüdung

2.1.1 Ursachen und Auftreten der Ermüdung

Unter der Ermüdung wird im allgemeinen der Sammelbegriff für die im Werkstoff ablaufenden Prozesse bei mechanischer oder thermischer Wechselbeanspruchung, beziehungsweise deren Überlagerung, verstanden, die zur Beeinträchtigung der Funktionstüchtigkeit des Bauteils im Verlauf der Beanspruchung führen. Die Konstruktion sicherheitsrelevanter Baugruppen muß unter diesem Aspekt entweder nach dem Prinzip der *lebensdauersicheren* Konstruktion, d.h. kein Versagen während eines festgelegten Betriebs- bzw. Inspektionszeitraums, ausgeführt werden, oder nach dem *ausfallsicheren* Konstruktionsprinzip, d.h. mögliches Bauteilversagen wird von der Gesamtkonstruktion durch inhärente Redundanz oder Diversität abgefangen, so daß innerhalb des festgelegten Betriebs- bzw. Inspektionszeitraums eine Beeinträchtigung der Funktionstüchtigkeit ausgeschlossen werden kann.⁸

Für Ermüdungsschäden ist typisch, daß sie scheinbar unerwartet entstehen. Die schadensauslösenden Ursachen können in folgende Gruppen eingeteilt werden:⁸

- die Konstruktion wurde der Betriebsbeanspruchung nicht gerecht,
- Konstruktion anhand unzutreffender Belastungen (Betriebsbelastung war unbekannt),
- Einsatz von ungeeigneten Werkstoffen,
- falsche technologische Behandlung bei der Fertigung,
- unsachgemäße Fertigung und Montage (Plastifizierung, Eigenspannungen) und Überlagerung mit Wechselbelastung,
- unzulässige Überbeanspruchungen im Betrieb,
- unsachgemäße Reparaturen (Eigenspannungen, Festigkeitsminderung),
- unzureichender Oberflächen- bzw. Korrosionsschutz, beschleunigte Schädigung in Verbindung mit Wechselbelastung,
- vorgegebene Betriebs- bzw. Inspektionszeit wurde überschritten.

Die Höhe der zum Bruch führenden Wechselbeanspruchung kann dabei wesentlich kleiner als eine unter statischen Bedingungen ertragbare Last sein. Die Lebensdauer eines Bauteils ist unter gleichen Belastungsbedingungen sehr großen Streuungen unterworfen.⁸

Eine häufige Ursache für die Auslösung von Wechselbelastungen sind Temperaturänderungen an thermisch beanspruchten Bauteilen. Diese Erscheinungsform wird als thermische Ermüdung bezeichnet. Dabei sind in der Regel nicht die Temperaturänderung selbst, sondern die in ihrer Folge entstehenden mechanischen Spannungen Ursache der Materialschädigung. Wärmespannungen treten nach Temperaturänderungen auf, wenn Wärmedehnungen konstruktionsbedingt behindert werden (Einspannungen), wenn ungleichmäßige Temperaturverteilungen im Bauteil vorliegen, die es in sich selbst verspannen, oder wenn Bauteile aus Werkstoffen mit unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten bestehen.

Bezogen auf den Betrieb von Kernkraftwerksanlagen resultieren hieraus im wesentlichen zwei Probleme:

⁸ SCHOTT-1997 (S.11-22)

- I. Zyklen mit hoher Amplitude aber geringer Lastwechselzahl durch das An- und Abfahren der Anlagen,
- II. Ausbildung von Temperaturschichtungen oder schockartige Temperaturwechsel bei der Vermischung verschiedener Volumenströme während des Betriebes, z.B. in Einspeisebereichen.

Der Fall I. ist in Bild 3 illustriert. Trotz gleichmäßiger Erwärmung des dargestellten Bogens, erfährt dieser lokal unterschiedliche Spannungen, während die Innenseite unter Druckspannung gerät, wird die Außenseite des Bogens durch die behinderte Wärmedehnung mit einer Zugspannung beansprucht.⁹

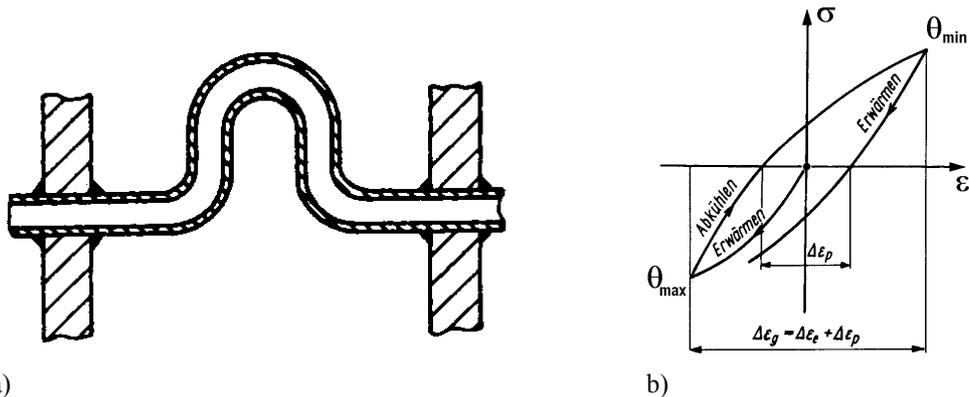


Bild 3 Entstehung der thermischen Ermüdung⁹
 a) Wärmespannungen an einem starr eingespannten Rohrbogen
 b) Spannungs - Dehnungsbeziehung bei Temperaturwechselbelastung

Mit geringerer Amplitude aber höherer Häufigkeit können thermische Lastwechsel auch während des Anlagenbetriebes vorkommen. Bild 4a) zeigt die Schichtenbildung (stratification), die sich unter dem Einfluß der thermohydraulischen Bedingungen an einer Volumenausgleichsleitung zwischen Druckhalter und Hauptkühlmittelleitung bilden können. Zur Erfassung der lokalen Temperaturwechsel ist eine örtliche Instrumentierung, Bild 4b), erforderlich. Aus den an der Rohraußenwand bei verschiedenen Positionen gemessenen Temperaturen kann, z.B. mit der FAMOS - Überwachung¹⁰, auf die Temperaturverteilung an der Innenoberfläche, auf wirkende Spannungen und letztendlich, als Langzeitüberwachung, auf die kumulierte Ermüdungsschädigung geschlossen werden.⁴

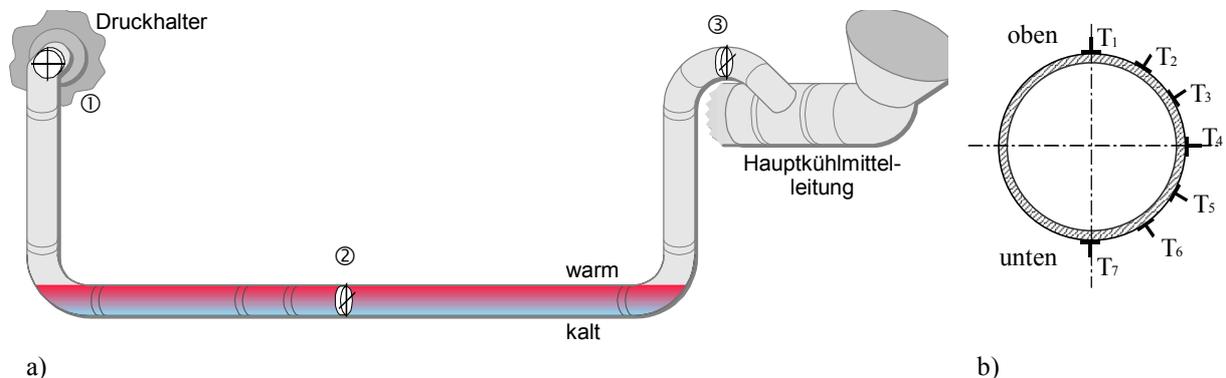


Bild 4 Schichtenbildung als Ursache der thermischen Ermüdung⁴
 a) Schichtenbildung an der Volumenausgleichsleitung zwischen Druckhalter und Hauptkühlmittelleitung einer Druckwasseranlage, thermische Instrumentierung bei Position ① bis ③
 b) Aufbau der thermischen Instrumentierung bei vertikal symmetrischer Temperaturverteilung

⁹ SCHOTT-1997 (S.169-184)

¹⁰ Siemens - FAMOS = fatigue monitoring system

2.1.2 Verlauf der Ermüdungsschädigung und deren Erscheinungsformen

Der Ermüdungsvorgang metallischer Werkstoffe wird in der Literatur¹¹ in folgende Phasen unterteilt

1. zyklische plastische Verformung
2. Rißbildung
3. vorkritische Rißausbreitung
4. Restbruch

Insbesondere in der englischsprachigen Literatur werden diese Stadien mit Ermüdungsschädigung, Rißinitiierung, Rißwachstum und Ermüdungsbruch umschrieben.¹²

In der Phase der zyklischen plastischen Verformung zu Beginn der Ermüdung erfolgt eine Veränderung von Dichte und Anordnung der Gitterbaufehler (Leerstellen, Versetzungen), die in Abhängigkeit von den Werkstoffeigenschaften und der Amplitude mehr oder weniger stark im Materialvolumen ausgeprägt sind. Diese Prozesse können anhand der Änderung physikalischer Eigenschaften (z.B. elektrische und thermische Leitfähigkeit, Dämpfung mechanischer Wellen) verfolgt werden. Die stärksten Änderungen treten bereits im Anfangsstadium der Ermüdung auf. Durch die Wechselbelastung wird in den Werkstoff Energie eingetragen, die zum Teil in Wärme umgewandelt wird, zum anderen Teil wird sie bei strukturmechanischen Vorgängen im Kristall gebunden. In Abhängigkeit von Ausgangszustand, Verhalten und Struktur des Werkstoffs wird durch die Bildung und Ordnung von Versetzungen eine Ver- oder Entfestigung bewirkt. Dabei ist es typisch, daß sich die Versetzungen zunächst in Adern oder Bündeln anordnen, während Frank-Read-Quellen neue Versetzungen liefern. Bei kleinen plastischen Dehnungsamplituden kann sich ein stationärer Zustand einstellen, für große Dehnungsamplituden kommt es zur Bildung lokalisierter Gleitbänder. Bei sehr hohen Dehnungsamplituden erfolgt der Aufbau einer räumlichen Zellstruktur. Die persistenten Gleitbänder (PGB) sind Verformungsbänder mit hoher Gleitaktivität. Charakteristisch ist ihre Leiterstruktur. Die plastische Verformung wird nahezu ausschließlich durch Abgleitvorgänge in den PGB getragen. Ihr Austreten an der Oberfläche erzeugt Rauheitsprofile in Form von Intrusionen und Extrusionen. Eine Grundlagenstudie von Kuhlmann-Wilsdorf und Laird¹³ gibt eine anschauliche Beschreibung der Versetzungsmechanik während der Ermüdung. Die Bildung solcher Topographien ist in reinen Metallen Voraussetzung und Vorstufe der Rißbildung, die in den meisten Fällen von der Oberfläche ausgeht. Die Phase der Rißbildung am Ende der zyklischen plastischen Verformung, bei der aus kleinen Rissen wachstumsfähige Makrorisse gebildet werden, leitet die Rißausbreitungsphase ein. Dabei haben die Qualität der Oberfläche und das umgebende Medium entscheidenden Einfluß auf den Zeitpunkt der Rißinitiierung. Für austenitische Stähle wurde festgestellt, daß die Rißbildung bei niedrigen Amplituden (HCF) an Zwillingsgrenzen bevorzugt auftritt.¹⁴ Wenn der zum Bruch führende Hauptriß gebildet ist, wird die Rißausbreitung zunächst durch die Nennbelastung und nach der Herausbildung des Rißspitzenfeldes auch durch die Rißgröße gesteuert. Die Rißgeschwindigkeit, d.h. der Rißfortschritt pro Lastwechsel, siehe Bild 5a), wird in Abhängigkeit von der Spannungsintensitätsbreite ΔK in einen Bereich niedriger (A), linearer (B) und hoher (C) Geschwindigkeit unterteilt. Im Bereich B besteht entsprechend der Paris-Erdogan - Gleichung (1) ein logarithmisch - linearer Zusammenhang.¹¹

¹¹ SCHOTT-1997 (S.87-128)

¹² NISHIWAKI-1979

¹³ KUHLMANN-1977

¹⁴ HEINZ-1992

$$\frac{da}{dN} = C \cdot (\Delta K)^m \quad (1)$$

Der Fortschritt des Ermüdungsrisses hinterläßt auf der Rißflanke, d.h. auch auf der Bruchfläche, charakteristische Spuren. Entsprechend der schrittweisen Verschiebung der Rißspitze zeichnen sich Schwingungstreifen ab, Bild 5b), die senkrecht zur örtlichen Rißausbreitungsrichtung liegen. Dieses Bruchflächenbild (REM) wurde an dem Schadensfall einer Kraftwerksarmatur (austenitischer Stahl 1.4550) aufgenommen, die wegen Undichtheit Thermowechselbeanspruchungen ausgesetzt war.¹⁵

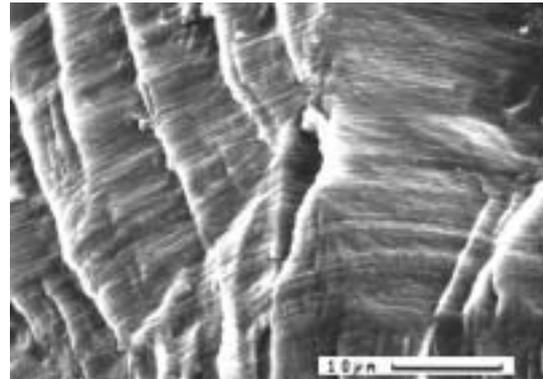
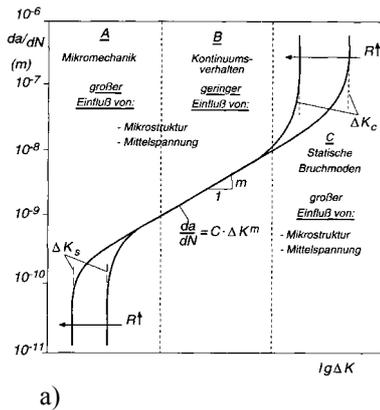


Bild 5 Ermüdungsrißausbreitung

- a) Rißwachstumskurve, Rißgeschwindigkeit als Funktion der Spannungsintensitätsbreite¹¹
 b) Transkristalliner Ermüdungsbruch mit Schwingstreifen, austenitischer Stahl 1.4550¹⁵

2.1.3 Modelle zur Beschreibung von Ermüdungsbelastung und Lebensdauer

Die anschaulichste Informationsquelle zum Belastungs - Lebensdauer - Zusammenhang eines Werkstoffs ist das zugehörige Wöhler - Diagramm. Darin ist die Häufigkeit dargestellt, mit der vom Werkstoff die Lastwechsel der Spannungsamplitude σ_a ertragen werden können, siehe Bild 6. Beim Vergleich der Wirkung verschiedener Spannungsamplituden werden die übrigen Beanspruchungsbedingungen (Mittelspannung, Temperatur, Medium . . .) beibehalten.

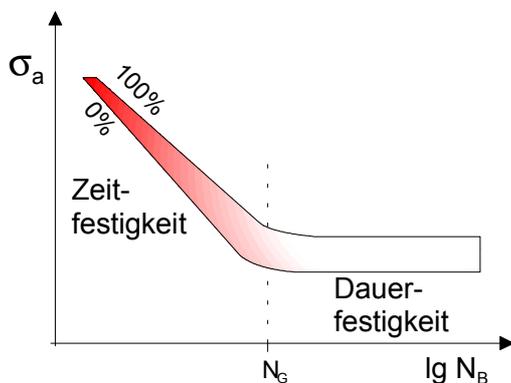


Bild 6 Schematisches Wöhler - Diagramm

Das Wöhler - Diagramm bietet einen umfassenden Überblick über einen weiten Amplituden- bzw. Lebensdauerbereich. Der in der schematischen Darstellung eingezeichnete statistische Streubereich bei einer bestimmten Spannungsamplitude erstreckt sich von der 0%-Linie (noch

¹⁵ KWU-1996-B

keine Probe gebrochen) bis zur 100%-Linie (alle Proben gebrochen). Die Einflußfaktoren auf die Streuung der Anrißlastwechselzahl sind in einer Arbeit von Tyron¹⁶ untersucht worden. Grundsätzlich enthält das Wöhler - Diagramm zwei Bereiche: das Zeitschwingfestigkeitsgebiet (hohe Belastungsamplituden) und das Dauerschwingfestigkeitsgebiet (niedrige Amplituden). Der Übergang zur Dauerschwingfestigkeit, in dem der Werkstoff beliebig große Lastwechselzahlen erträgt, ist vor allem für kfz - Metalle nicht so charakteristisch ausgeprägt, wie im Schema dargestellt. Es ist daher üblich, für die Bestimmung der Dauerschwingfestigkeit eine Grenzlastwechselzahl ($N_G = 2 \cdot 10^6 - 10^7$ für Stähle) festzulegen.

Der Zusammenhang zwischen Lebensdauer (Bruchlastwechselzahl N_B) und Beanspruchungsamplitude (σ_a, ϵ_a) wird für die hochzyklische Ermüdung (HCF) durch die Basquin - Gleichung (2) beschrieben. Im Fall der Kurzzeitermüdung (LCF) ist der Manson - Coffin - Zusammenhang (3) gültig.¹⁷ Beide Gleichungen basieren auf der Erkenntnis, daß die Veränderung der Beanspruchungsgröße einen exponentiellen Einfluß auf die Lebensdauer ausübt. Experimentelle Studien haben gezeigt, daß die Ermüdungsfestigkeitsexponenten im Bereich von $b \approx -0,1$ und die Ermüdungsduktilitätsexponenten im Bereich von $c \approx -0,6$ liegen.¹⁷ Die Ermüdungsfestigkeits- bzw. Ermüdungsduktilitätskoeffizienten, σ'_f bzw. ϵ'_f , sind näherungsweise wahre Bruchspannung und -dehnung¹⁷ und somit werkstoffspezifische Größen.

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

$$\epsilon_{a,pl} = \frac{\Delta\epsilon_{pl}}{2} = \epsilon'_f \cdot (2N_B)^c \quad (3)$$

Erweitert man Gleichung (3) um einen elastischen Anteil, gelangt man zur Darstellung der Gesamtdehnungsamplitude $\epsilon_{a, ges}$ nach Gleichung (4) als gemischte Basquin - Manson - Coffin - Darstellung mit spezifischen Exponenten und Koeffizienten, die durch empirische Zusammenhänge aus den statischen Werkstoffeigenschaften (Zugversuch) abgeleitet werden können.¹⁸ Für hochfeste Federstähle wurden von Li¹⁸ die Zusammenhänge und Parameter (5) und (6) herausgefunden. Baudry⁶ fand an einem austenitischen Stahl Parameter von $b'' \approx -0,2$ und $-0,4 < c'' < -0,2$.

$$\epsilon_{a, ges} = \frac{\sigma''_f}{E} (2N_B)^{b''} + \epsilon''_f \cdot (2N_B)^{c''} \quad (4)$$

$$\text{mit } \sigma''_f = 1,17E^{0,17} \frac{R_m^{0,83}}{2b''+1} \quad b'' = -0,09 \quad \epsilon''_f = 0,027 \frac{\epsilon_f^{0,16}}{2c''+1} \left(\frac{R_m}{E} \right)^{-0,53} \quad c'' = -0,56 \quad (5)$$

$$\epsilon_f = \ln(1 - Z)^{-1} \quad (6)$$

Für die Bewertung des Werkstoffschädigungszustandes nach Wechselbeanspruchung, insbesondere bei unterschiedlichen Lastamplituden, ist die Kenntnis der Schädigungsakkumulation als Kriterium für die bereits verbrauchte Lebensdauer notwendig. Zunächst wurde die nach Palmgren und Miner benannte lineare Schädigungsregel (Linear Damage Rule, LDR) aufgestellt und in zahlreichen Arbeiten belegt.¹⁹ Der Erschöpfungsgrad D , Gleichung (7), ergibt sich aus dem Verhältnis der durchlaufenen Zyklen und der Bruchlastwechselzahl, bzw. für unterschiedliche Amplituden aus der Summe dieser Verhältnisse für die i Belastungsamplituden, Gleichung (8). Für die Berechnung ist die Kenntnis der Wöhler - Kurve und der Belastungsgeschichte notwendig, dabei werden nur Laststufen mit Amplituden oberhalb der

¹⁶ TRYON-1998

¹⁷ MUGHRABI-1996

¹⁸ LI-1998

¹⁹ HALFORD-1997

Dauerschwingfestigkeit einbezogen. Außerdem ist das Verfahren an die Voraussetzung gebunden, daß sich das Spannungsverhältnis bzw. die Mittelspannung nur unwesentlich ändert. Ist diese Bedingung nicht erfüllt, muß eine Bewertung der einzelnen Laststufen anhand von mittelspannungsspezifischen bzw. angepaßten Wöhlerkurven erfolgen.²⁰

$$D = \frac{N}{N_B} \quad (7)$$

$$D = \sum \frac{N_i}{N_{i,B}} \quad (8)$$

Diese lineare Summenregel stellt auch die Grundlage für die Ermüdungsanalyse an kerntechnischen Anlagen nach dem KTA - Regelwerk²¹ dar. Bei diesem Bewertungsformalismus wird zwischen elastischem und elastisch-plastischem Materialverhalten nach dem $3S_m$ - Kriterium unterschieden. Der Festigkeitsparameter S_m wird für austenitische Werkstoffe nach Gleichung (9) aus statischen Kenngrößen ermittelt. Wenn die Vergleichsspannungsschwingbreite $\Delta\sigma_V = S_n = 2S_a$ unter dem Wert $3 \cdot S_m$ liegt, kann nach (8) auf elastischer Basis gerechnet werden, wobei die zulässigen Lastwechselzahlen $N_{i,B}$ für die verschiedenen Spannungen aus Normkurven²¹ zu entnehmen sind, dabei muß der temperaturabhängige E-Modul berücksichtigt werden. Werte zwischen den tabellierten Stützstellen sind durch doppelt logarithmische Interpolation zu berechnen. Derartige internationale Ermüdungskurven bestehen ebenfalls nach ASME²², siehe Bild 7a). Die KTA - Kurve liegt geringfügig unterhalb der Kurve nach ASME und ist somit konservativer, d.h. mit höherem Sicherheitsbeiwert versehen. Überschreitet die Vergleichsspannungsschwingbreite das $3S_m$ - Kriterium, muß elastisch-plastisch gerechnet werden. Das nun verwendete vereinfachte Verfahren basiert ebenfalls auf (8), jedoch werden Spannungsschwingbreiten $S_n > 3S_m$ um den Faktor K_e erhöht, bevor aus den Normkurven die zulässigen Lastwechselzahlen $N_{i,B}$ für das entsprechende Spannungsniveau ermittelt werden. Der Faktor K_e wird nach (10) errechnet, die Materialparameter für austenitischen Stahl sind $m = 1,7$ und $n = 0,3$.²¹

$$S_m = \left\{ \frac{R_{p0,2RT}}{1,5}, \frac{R_{p0,2T}}{1,1}, \frac{R_{mT}}{2,7}, \frac{R_{mRT}}{3} \right\}_{\min.} \quad (9)$$

$$K_e = 1 + \frac{(1-n)}{n \cdot (m-1)} \cdot \left(\frac{S_n}{3 \cdot S_m} - 1 \right) \quad \text{für } 3S_m < S_n < m \cdot 3S_m \quad (10)$$

$$K_e = \frac{1}{n} \quad \text{für } S_n \geq m \cdot 3S_m$$

Zwischen den nach dem Modell der linearen Schädigungsakkumulation ermittelten Erschöpfungsgrad und experimentellen Daten können erhebliche Abweichungen auftreten, die um so größer werden, je breiter der Bereich der angewendeten Amplituden ist. Besonders bei Lastkombinationen, deren Einzellebensdauer über mehrere Größenordnungen (LCF - HCF) variieren, treten große Abweichungen von der Linearität auf.¹⁹ Außerdem tritt in der Praxis ein Reihenfolgeeffekt auf, dem durch verschiedene Modifikationen der Miner - Regel, z.B. das Folge-Wöhler-Kurven-Konzept, Rechnung getragen werden soll.²⁰ Neben der existierenden Vielzahl von nichtlinearen Modellen²³ zur Akkumulation von Ermüdungsschädigung wird von Halford¹⁹ eine Schädigungskurvenannäherung (Damage Curve Approach, DCA) vorgeschlagen. Dieses Modell erweitert die lineare Schädigungsregel (7) um eine Exponenten-

²⁰ SCHOTT-1997 (S.209-225)

²¹ KTA-1984

²² ASME-1995

²³ FATEMI-1998

funktion $g(N_B)$, siehe Gleichung (11) bzw. Bild 7b). Dem Ausschöpfungsgrad D kann nun eine versagensauslösende physikalische Bedeutung, z.B. die bezogene Rißlänge (a/a_f), zugeordnet werden.^{19, 23}

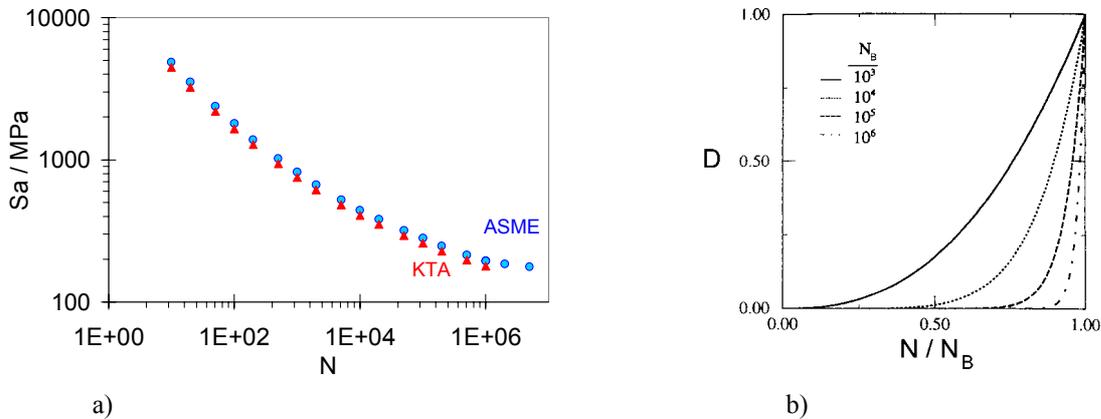


Bild 7 Ermüdungskurven

- a) Auslegungskurve (Spannungsamplitude - zulässige Lastwechselzahl) nach KTA²¹ bzw. ASME²²
- b) Schematische Schädigungszuwachskurve für verschiedene Lastwechselbereiche (DCA - Modell)¹⁹

$$D = \left(\frac{N}{N_B} \right)^{g(N_B)} \tag{11}$$

Zur Beurteilung der vom Werkstoff aufgenommenen Deformationsenergie als Beanspruchungs- und Schädigungsgröße können kumulierte plastische Dehnung $\epsilon_{pl, kum}$ bzw. die dissipierte Energie ΔW als integrale Größen herangezogen werden. Unter der Annahme additiver Wirkung von Hin- und Rückbewegung summiert sich die plastische Dehnung nach N Lastwechseln entsprechend Gleichung (12).

$$\epsilon_{pl, kum} = 2 \cdot \int_0^N \Delta \epsilon_{pl}(N) dN \tag{12}$$

$$\Delta W = \int_0^N \int_{-\epsilon_a}^{\epsilon_a} \sigma(\epsilon, N) d\epsilon dN \tag{13-1}$$

$$\Delta W = \int_0^N \int_{-\sigma_a}^{\sigma_a} \epsilon(\sigma, N) d\sigma dN \approx 2\sigma_a \cdot \int_0^N \Delta \epsilon_{pl}(N) dN = \sigma_a \cdot \epsilon_{pl, kum} \tag{13-2}$$

Unter der dissipierten Energie ist die von der mechanische Hysteresekurven $\sigma(\epsilon)$ eingeschlossene Fläche, aufsummiert über N Belastungszyklen, zu verstehen. In Anwendung auf experimentelle Techniken, siehe auch Abschnitt 4.5, kann die Bestimmung von ΔW für die unterschiedlichen Belastungsmodi konkretisiert werden. Für dehnungsgesteuerte Versuche gilt (13-1) und für spannungsgesteuerte Versuche (13-2), wobei ΔW als Näherungslösung aus der kumulierten plastischen Dehnung abgeleitet werden kann.

2.2 Martensitische Phasenumwandlung in Stahl

2.2.1 Phasen und thermodynamische Triebkräfte

Die Gefügeausbildung, d.h. Umwandlung, Anteil und Anordnung der Phasen, hängt von der Legierungszusammensetzung ab. Für austenitische rostfreie Stähle (V2A) wird das Gefüge nach einer Standardwärmebehandlung (Lösungsglühen: 1050°C / Abschrecken) in Abhängigkeit von der chemischen Analyse (Chrom, Nickel) durch das Maurer - Diagramm, Bild 8, beschrieben. Für niedrige Chrom- und Nickelgehalte ist das Gefüge ferritisch - perlitisch, mit steigendem Nickelgehalt wird das Gefüge zunächst martensitisch - perlitisch dann martensitisch - austenitisch und schließlich rein austenitisch. Bei höheren Chromgehalten (> 18 %) tritt in zunehmendem Umfang (primärer) δ -Ferrit auf.²⁴

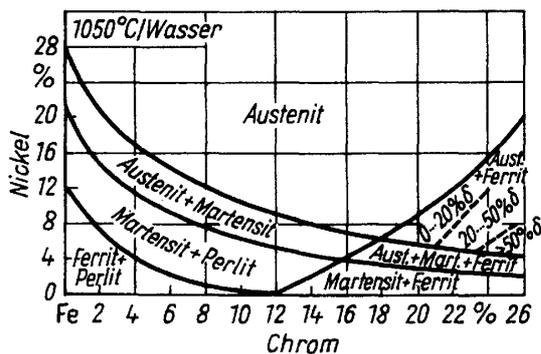


Bild 8 Gefügeausbildung der Chrom-Nickel-Stähle²⁴

Infolge der Abschreckbehandlung handelt es sich bei der Gefügebildung nach Bild 8 um einen gleichgewichtsfernen, d.h. metastabilen Zustand. Grundsätzlich sind stabile Zustände solche, die ein Minimum an freier Enthalpie G aufweisen. Wenn die freie Enthalpie eines metastabilen Systems durch eine Phasenumwandlung verringert werden kann, wirkt die freie Enthalpie - Differenz ΔG zwischen den Phasen als Triebkraft der Transformation. Bild 9 zeigt schematisch den temperaturabhängigen Verlauf der freien Enthalpie von Austenit G^γ und Martensit G^α nach²⁵. Am Schnittpunkt der Funktionen bei T_0 weisen beide Phasen gleiche Stabilität auf, oberhalb T_0 ist Austenit und unterhalb Martensit die thermodynamische stabile Phase. Bei der Phasenumwandlung (Austenit \rightarrow Martensit) müssen Keime gebildet und kinetische Hemmnisse überwunden werden. Der hierfür notwendige Enthalpiebetrag ΔG muß von der Triebkraft, d.h. durch Unterkühlung unterhalb T_0 , bereitgestellt werden, bevor die Umwandlung bei der Temperatur M_s beginnen kann. In Stählen ist M_s etwa um 200 K niedriger als T_0 .²⁵

Die freie Enthalpie des Austenits $G^\gamma(T)$ wird von der mechanischen Arbeit, die durch plastische Deformation (Kaltverformung) in den Werkstoff eingebracht wurde, beeinflusst. Die hieraus resultierende Erhöhung von G^γ bewirkt eine Verschiebung der Enthalpiekurve, siehe Strichlinie in Bild 9. Der für das Auslösen der Umwandlung nötige Enthalpiebetrag ΔG (blauer Pfeil), ist genau so groß wie im nicht verformten Zustand, er kann aber nun bereits bei geringerer Unterkühlung unter T_0 aufgebracht werden. Die Umwandlungsstarttemperatur M_s erhöht sich und wird als M_d , d.h. Martensitstarttemperatur bei Deformation, bezeichnet.

²⁴ SCHUMANN-1991 (S.592-604)

²⁵ LLEWELLYN-1997

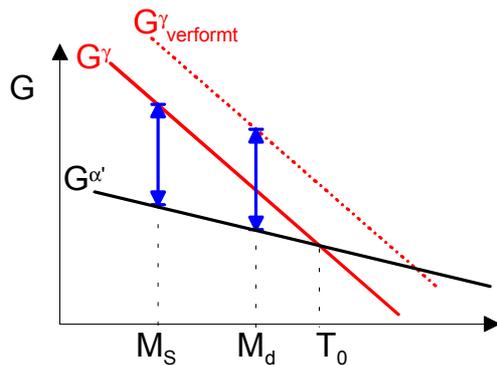


Bild 9 Freie Enthalpie von Martensit (—), Austenit (—) und verformtem Austenit (---) schematisch als Funktion der Temperatur nach²⁵

Das Produkt der martensitischen Umwandlung ist vorzugsweise der raumzentrierte α' - Martensit. Unter bestimmten Bedingungen (hoher Mangengehalt²⁶, tiefe Temperaturen²⁷) kann auch eine hexagonale ϵ - Martensitphase entstehen, wobei diese Phase sowohl als intermediäre Phase²⁸, siehe Abschnitt 2.2.2, als auch als Endprodukt beobachtet wird. Die ϵ - Phase hat, bezogen auf Bild 9, eine spezifische Enthalpiekurve, was konsequent betrachtet, zu separaten Umwandlungstemperaturen $M_S^{\alpha'}$ und M_S^{ϵ} führt.²⁷

2.2.2 Mechanismus der martensitischen Umwandlung

Die martensitische Umwandlung ist vom Charakter her ein diffusionsloser Umklappprozeß, eine kooperative Scherung des Gitters, bei dem die Atome ihre Nachbarn behalten. Grundsätzlich unterscheidet man dabei zwei Prozesse:

- I. die gittervariante Scherung
- II. die gitterinvariante Scherung

Die Phasenumwandlung, d.h. die Veränderung der Kristallstruktur erfolgt durch eine gitterverändernde Scherung, siehe Bild 10a-b). Aufgrund der unterschiedlichen Packungsdichten von Austenit und dem entstehenden Gitter kommt es bei der Umwandlung zu einer Volumenänderung und somit auch zu einer Gestaltänderung, die aus Gründen der Kompatibilität durch eine weitere Verformung kompensiert werden muß. Das geschieht durch die gitterinvariante Scherung des Martensits, welche durch Abgleiten, Bild 10c), oder Zwillingsbildung Bild 10d) realisiert wird. Welcher der beiden Prozesse dominierend einsetzt, hängt u.a. von der Stapelfehlerenergie des Werkstoffs und somit von der chemischen Zusammensetzung ab und ist ausschlaggebend für die Morphologie des Martensits (Platten- oder Lattenmartensit).²⁹

Die Transformation von Austenit zu Martensit in Stählen kann durch Unterkühlung oder Verformung bewirkt werden. Der Verformungsmartensit ist in zwei Kategorien zu unterteilen: spannungsgestützt und dehnungsinduziert. Spannungsgestützte Umwandlung erfolgt während der Verformung, wenn das Spannungsniveau genügend hoch ist, um die Enthalpie für die spontane Transformation des Austenits bereitzustellen (z.B. „Formgedächtnis“ - Werkstoffe).

²⁶ TJONG-1988

²⁷ HELLER-1981

²⁸ VANINI-1985

²⁹ HAASEN-1984

Die spontane Umwandlung (Keimbildung und Wachstum) führt zu Plattenmartensit, so wie er beim thermischen Abschrecken von Austenit entsteht. Dehnungsinduzierter Martensit entsteht jedoch unter der direkten Einwirkung von plastischer Verformung. Er unterscheidet sich in seiner morphologischen Ausprägung, die in Stählen durch eine lattenartige Gestalt gekennzeichnet ist.³⁰

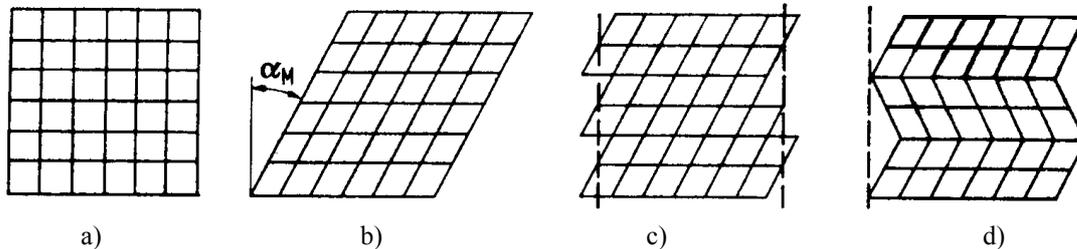


Bild 10 Martensitische Umwandlung²⁹

- a) → b) Gittervariante Scherung
 c) gitterinvariante Scherung durch Gleitung
 d) gitterinvariante Scherung durch Zwillingsbildung

Bei der kristallographischen Beschreibung der Transformation müssen zunächst die Produkte bzw. mögliche intermediäre Umwandlungszustände unterschieden werden. In der Literatur^{24, 27} werden für austenitische CrNi - Stähle folgende Transformationswege angegeben:

- a) Austenit $\gamma \rightarrow$ Martensit α' (krz)
 b) Austenit $\gamma \rightarrow$ Martensit ε (hdp)
 c) Austenit $\gamma \rightarrow$ Martensit ε (hdp) \rightarrow Martensit α' (krz)

Die direkte Umwandlung vom Typ a) kann nach dem Modell von Bain sehr anschaulich anhand des Zusammenhangs zwischen den Gittertypen, Bild 11a), beschrieben werden. Danach ist zwischen zwei zusammenhängenden kfz - Elementarzellen bereits eine raumzentrierte Zelle mit tetragonaler Verzerrung präformiert. Diese Zelle, Bild 11b), steht mit dem Ausgangsgitter in folgendem Orientierungszusammenhang:

$$(001)_{\gamma} \parallel (001)_{\alpha'} \quad [1\bar{1}0]_{\gamma} \parallel [100]_{\alpha'}$$

Für die Überführung in die krz - Elementarzelle des α' - Martensits ist lediglich eine Deformation des Gitters nach der Matrix (η) durchzuführen. Auf diese Weise können drei Orientierungsvarianten entstehen.

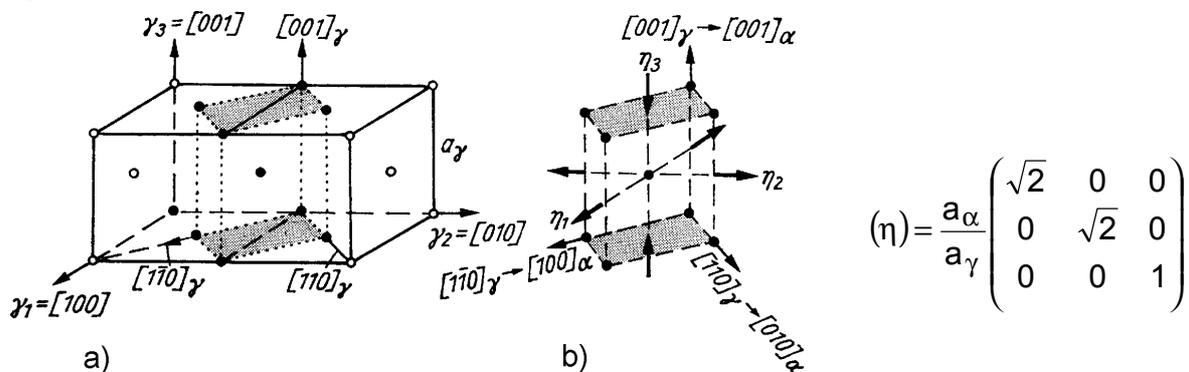


Bild 11 Modell nach Bain³¹

- a) tetragonal raumzentrierte Zelle im kfz - Gitter
 b) Orientierungsbeziehung der Gitter und Deformation der Zelle um (η)

³⁰ TETERUK-1998

³¹ SCHUMANN-1980

Der Orientierungszusammenhang nach Bain kommt jedoch selten vor. Häufig ist statt dessen die Orientierungsbeziehung nach Nishiyama

$$(111)_\gamma \parallel (011)_{\alpha'} \parallel [1\bar{1}0]_\gamma \parallel [100]_{\alpha'}$$

zu beobachten. Die Gitterumwandlung wird erreicht, indem die tetragonale Zelle, Bild 11b), zunächst durch reine Deformation in krz - Form überführt wird. Um die Parallelität der dichtest gepackten Ebenen $(111)_\gamma \parallel (011)_\alpha$ zu erreichen, muß der γ - Kristall noch um einen Winkel von $\approx -9,74^\circ$ um die $[1\bar{1}0]_\gamma$ - Achse gedreht werden. Es sind 12 Orientierungsvarianten für den entstehenden α' - Kristall möglich.

Am häufigsten tritt bei der γ/α - Umwandlung der Orientierungszusammenhang nach Kurdjumov - Sachs:

$$(111)_\gamma \parallel (011)_{\alpha'} \parallel [10\bar{1}]_\gamma \parallel [11\bar{1}]_{\alpha'}$$

auf. In diesem Fall werden die nach Nishiyama orientierten Kristalle einer zusätzlichen Drehoperation des γ - Gitters um $\approx -5,26^\circ$ um die $[111]_\gamma$ - Achse unterzogen. Auf diese Weise ergeben sich 24 Orientierungsvarianten des erzeugten Martensits zum Austenit.³¹

Der Transformationspfad b), d.h. die direkte Umwandlung $\gamma \rightarrow \epsilon$, ist vor allem für manganreiche Stähle typisch. Die beiden Gitter kfz und hdp weisen kristallographische Ähnlichkeit auf, sie unterscheiden sich in ihrer Stapelfolge. Das kristallographische Modell dieser martensitischen Umwandlung geht davon aus, daß dünne Plättchen von je zwei Oktaederebenen $(111)_\gamma$ um $1/6[11\bar{2}]_\gamma$ verschoben werden, so daß die Stapelfolge .. ABC .. des Austenitgitters in die Stapelfolge .. AB .. des hdp - Gitters überführt wird. Das entspricht einer Scherung um $19^\circ 28'$.³² Der Orientierungszusammenhang zwischen beiden Gittern ist:

$$(111)_\gamma \parallel (0001)_\epsilon \parallel [10\bar{1}]_\gamma \parallel [11\bar{2}0]_\epsilon$$

Diese Umwandlung wird stark von äußeren Spannungen und Deformationen beeinflusst.

Für den Transformationspfad c), d.h. Umwandlung über $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$, schließen sich Verschiebungen der Basisebene um $1/6[12\bar{3}0]_\epsilon$ und der $(\bar{1}100)_\epsilon$ - Prismenebene als Aufweitung um $\approx 8,9\%$ an. Anschließend wird eine Scherung zwischen den Kanten durchgeführt, so daß der Winkel zwischen $[11\bar{2}0]_\epsilon$ und $[01\bar{1}0]_\epsilon$ von 60° auf $70^\circ 32'$ vergrößert wird. Im letzten Schritt werden die Atomabstände gleichmäßig gemäß der Gitterkonstanten a_α korrigiert. Der Orientierungszusammenhang zwischen ϵ und α' - Gitter ist gegeben mit:

$$(0001)_\epsilon \parallel (011)_{\alpha'} \parallel [11\bar{2}0]_\epsilon \parallel [11\bar{1}]_{\alpha'}$$

Eine anschauliche Darstellung der drei Zellen und ihr Übergang bei den Transformationsschritten nach Schumann³¹ ist in Bild 12 dargestellt. Für alle aufgeführten Gitterumwandlungen ist charakteristisch, daß dichtest gepackte Ebenen als solche (Habitus Ebenen) erhalten bleiben.

³² SCHUMANN-1974

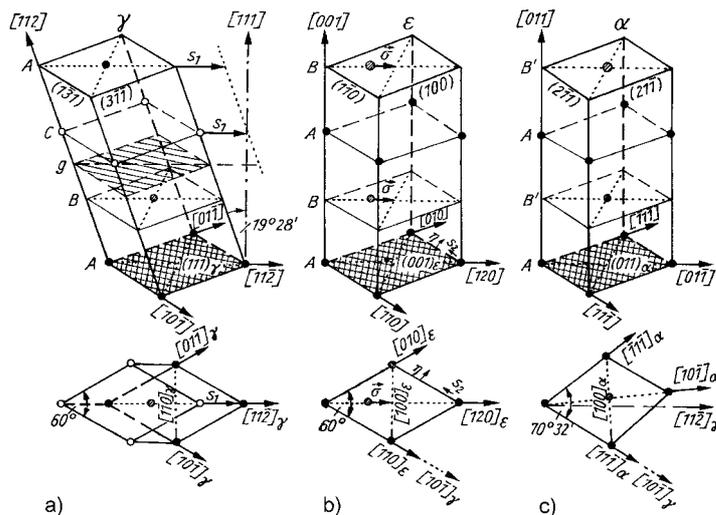


Bild 12 Kristallographie der martensitischen Transformation $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ ³¹

- a) γ - Zelle
- b) ϵ - Zelle
- c) α' - Zelle

2.2.3 Kinetik der dehnungsinduzierten Transformation

Die Keimbildung für die martensitische Umwandlung erfolgt an verzerrten Atomanordnungen im Austenit, die dem Gitter des Martensits ähneln, z.B. in der Nähe von Schraubenversetzungen.²⁹ Für rostfreie austenitische Stähle ist belegt, daß Überschneidungen von Scherbändern - erzeugt durch ϵ -Martensitplättchen, Zwillinge oder Gleitbänder bevorzugte Stellen für die Bildung von α' -Martensit sind.^{6, 7}

Vanini²⁸ hat für einen Austenit (0,1 % C, 18 % Cr, 9 % Ni) gezeigt, daß die ϵ -Phase unter kryogenen Bedingungen in der frühen Phase eines Zugversuches ($\leq 7\%$ Dehnung) gebildet wird, Bild 13a). Mit fortschreitender Dehnung wird der ϵ -Martensit in α' -Phase umgewandelt, wobei diese Transformation bereits vor dem Eintreten des Bruches abgeschlossen ist. Für Raumtemperatur wird ein verminderter Phasenanteil von α' beobachtet, ϵ tritt in diesem Fall nicht auf.

Für eine Charge mit 8 % Ni wird auch bei Raumtemperatur eine Phasenumwandlung mit Anteilsentwicklungen entsprechend Bild 13a) festgestellt. Die Bildung von ϵ -Phase wird jedoch begünstigt durch niedrige Temperaturen und geringe Dehnung, außerdem ist zu beachten, daß eine Rückumwandlung $\epsilon \rightarrow \gamma$ bereits ab 70°C erfolgen kann.³³

³³ BECKER-1986

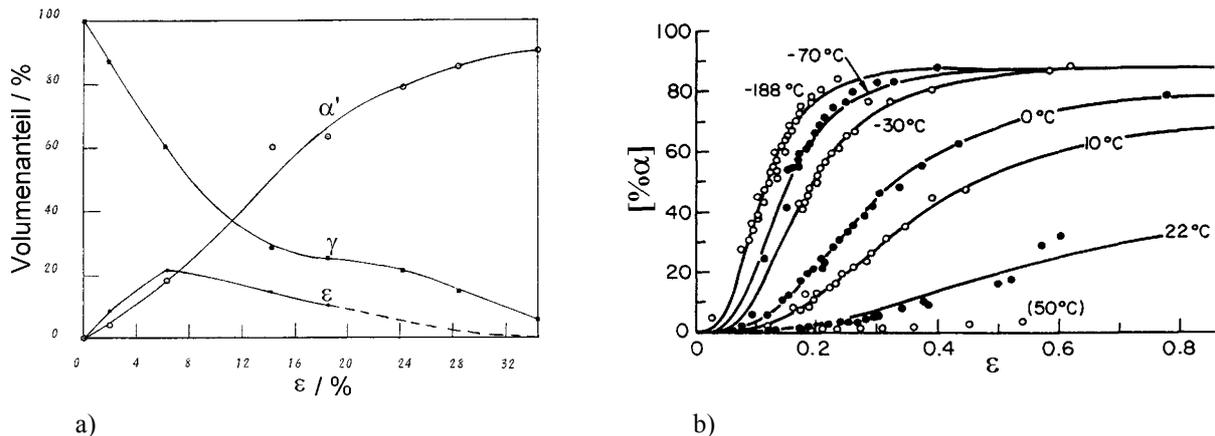


Bild 13 Dehnungsbezogene Umwandlungskinetik der Martensittransformation (Zugversuch)

a) Phasenanteile von α' , γ , ϵ für einen Stahl CrNi189 bei -196°C nach Vanini²⁸b) Phasenanteile von α' für AISI 304 in Abhängigkeit von der Temperatur nach Olsen - Cohen³⁴

Aus dem Modell der Martensitkeimbildung an Scherbandüberschneidungen leiten Olsen und Cohen³⁴ eine dehnungsbezogene Umwandlungskinetik entsprechend Gleichung (14) ab. Unter der Voraussetzung, daß sich die Triebkraft der Umwandlung linear mit der Temperatur und die Wahrscheinlichkeit der Wirksamkeit einer Scherbandüberschneidung als Martensitkeim entsprechend einer Gauß - Funktion verhalten, steigt der Volumengehalt an α' - Martensit mit der Dehnung ϵ an. In die Gleichung gehen außerdem der Geometrieparameter β und der Kristalldefektparameter α ein, die jeweils temperaturabhängig sind. Für einen austenitischen Stahl AISI 304 wurde experimentell ein Exponent $n = 4,5$ bestimmt.³⁴ Der sigmoidale Verlauf des Martensitgehaltes in Abhängigkeit von der Dehnung, nach Gleichung (14), ist besonders im kryogenen Temperaturbereich, siehe Bild 13b), auffällig ausgeprägt. Bei höheren Temperaturen, d.h. etwa ab RT, weisen die experimentellen Daten keinen Sättigungsbereich auf.

$$[\% \alpha'] = 1 - e^{-\beta(1 - e^{-\alpha\epsilon})^n} \quad (14)$$

Untersuchungen von Hecker et al.³⁵ bestätigen diese Kinetik und beschäftigen sich zusätzlich mit dem Einfluß von Dehnungszustand (Mehrachsigkeit) und Dehnungsgeschwindigkeit.

2.2.4 Quantitative Beschreibung der Transformationsanfälligkeit

Die Gefügeausbildung von Chrom - Nickel - Stählen in Abhängigkeit vom Chrom- und Nickelgehalt nach üblicher Wärmebehandlung wird bereits durch das Maurer - Diagramm, siehe Bild 8, beschrieben. Auch andere Legierungs- und Begleitelemente üben durch ihre ferrit- bzw. austenitstabilisierende Wirkung Einfluß auf das Phasengleichgewicht aus. Um diesem Umstand Rechnung zu tragen, werden die Legierungselemente, entsprechend ihrer Wirkung, durch das Chrom- bzw. Nickeläquivalent zusammengefaßt. Die Werte berechnen sich nach empirisch gefundenen Gleichungen aus der chemischen Werkstoffanalyse.³⁶

Als Hilfsmittel zur Beurteilung der Stabilität des Austenits wird häufig das Schaeffler - Diagramm herangezogen³⁷, das ursprünglich für die Einschätzung der Bildung von δ -Ferrit infolge von Schweißprozessen bestimmt wurde.³⁶ Wenn der Stickstoffgehalt bekannt ist, kann das

³⁴ OLSEN-1975³⁵ HECKER-1982³⁶ FOLKHARD-1984 (S.84-109)³⁷ BASSLER-1997

nach De Long modifizierte Diagramm angewendet werden. Es liegen umfangreiche Arbeiten von Hull³⁸ zur Wirkung von Legierungselementen vor, die durch die Modifizierung von Chrom- und Nickeläquivalent Berücksichtigung finden.

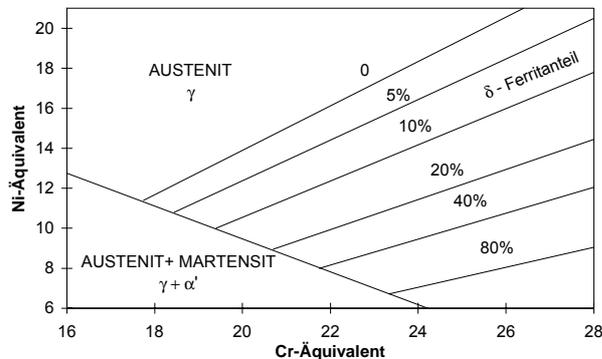


Bild 14 Ausschnitt aus dem Schaeffler - Diagramm nach ³⁶

Für die Einschätzung einer Charge hinsichtlich ihrer Anfälligkeit gegenüber verformungsinduzierter Martensittransformation anhand der Äquivalente, Gleichungen (15) und (16), und anhand des Schaeffler - Diagramms (Bild 14) gelten grundsätzlich folgende Aussagen: liegt die Charge im $[\gamma]$ - Feld (Ni-Äquivalent hoch), ist die Martensitbildung unwahrscheinlich, ebenso bei hohem Cr-Äquivalent im $[\gamma+\delta]$ - Feld. Liegt die Legierung jedoch im oder nahe dem $[\gamma+\alpha']$ - Feld, tritt die martensitische Umwandlung unter geeigneten Bedingungen bevorzugt auf.

$$\text{Cr-Äquivalent} = \%Cr + \%Mo + 1,5\%Si + 0,5\%Nb + 2\%Ti \quad (15)$$

$$\text{Ni-Äquivalent} = \%Ni + 30\%C + 0,5\%Mn \quad (16)$$

Austenitstabilität bzw. Martensitbildungsneigung können eindeutiger anhand der M_S - Temperatur oder daraus abgeleiteten Stabilitätskriterien eingeschätzt werden. Hierzu wurden in einer Vielzahl von Arbeiten empirische Gleichungen aufgestellt, um aus der Legierungszusammensetzung die M_S - Temperatur, die M_d - Temperatur oder anders definierte Stabilitätskriterien zu berechnen. Eine Aufstellung verschiedener Formeln aus der Literatur^{33, 36} befindet sich in Anlage A. Unter M_{d30} versteht man dabei die Temperatur, bei der nach einer Verformung von 30% insgesamt 50% des Werkstoffvolumens martensitisch umwandelt. Als Voraussetzung dieser Formeln wird angenommen, daß die Legierungselemente linear, additiv und unabhängig voneinander wirken. Neben dem Einfluß der Legierungselemente wird von Nohara in der Formel (A-11) auch die Korngröße berücksichtigt, wobei M_d bzw. M_S mit abnehmender Korngröße sinkt.³³

Je höher die M_S - bzw. M_d - Temperaturwerte sind, um so instabiler ist die Austenitphase. Entgegen der Beurteilung der Austenitstabilität anhand von Chrom- und Nickeläquivalent wirken die Legierungs- und Begleitelemente fast ausschließlich senkend auf M_S bzw. M_d , d.h. sowohl Ferrit- als auch Austenitbildner stabilisieren das Austenitgefüge.

³⁸ HULL-1973

3 Kenntnisstand zur Ermüdung von austenitischem Stahl

3.1 Bildung und Anordnung von Defekten

Am Beginn der Ermüdungsschädigung steht das Stadium der zyklischen plastischen Verformung, siehe Abschnitt 2.1.2, die von einer werkstoff- und belastungsspezifischen Ausprägung von Defektstrukturen geprägt ist. Für austenitisch - rostfreien Stahl (AISI 304) wurde anhand von Lebensdauer- und Linienparametermessungen mit Positronen beobachtet, daß die Dichte kleiner Leerstellencluster zunächst stark ansteigt und nach ~ 100 Lastwechseln sättigt. Der weitere Verlauf wird durch die kontinuierliche Bildung von Leerstellenclustern und deren Wechselwirkung mit Versetzungen getragen.¹²

Die mechanische Wechselbelastung wirkt sich auf die Dichte und Anordnung von Versetzungen aus. Bei rekristallisiertem Ausgangsgefüge steigt die Versetzungsdichte in den ersten Lastwechseln rapide an, um so stärker, je höher die Belastungsamplitude ist. Das führt zu einer Anfangsverfestigung des Werkstoffs. Nach wenigen Zyklen ($10 - 10^2$) strebt die Versetzungsdichte einem Sättigungswert zu. Anschließend wird das Ver- und Entfestigungsverhalten vor allem von Versetzungsumordnungen und Versetzungsreaktionen bestimmt.^{39, 40}

Das zyklische Verhalten ist vor allem von zwei mikrostrukturell bedingten Materialeigenschaften abhängig: dem zyklischen Gleitverhalten und der Stabilität des Gefüges bei zyklischer Beanspruchung.⁴¹ Da die betrachteten austenitischen Stähle zunächst einphasig und zyklisch stabil sind, ist hier das zyklische Gleitverhalten maßgeblich. Man unterscheidet wellige und planare Gleitung. Entscheidend für das Gleitverhalten ist die Stapelfehlerenergie γ_{SFE} . Ist γ_{SFE} hoch, sind die Versetzungen nicht aufgespalten - Quergleitung ist leicht möglich, wodurch sich welliges Gleitverhalten einstellt. Bei niedriger γ_{SFE} liegen mehr Versetzungen aufgespalten vor. Durch die Aufspaltungsweite der Partialversetzungen ist die Quergleitung erschwert. Da die Versetzungen somit an ihre Gleitebene gebunden sind, tritt der planare Gleitungstyp auf.⁴¹ Im Ergebnis wiederholter Beanspruchung, d.h. mikroplastischer Zug - Druck - Wechselverformungen, bilden sich in kubisch flächenzentrierten metallischen Werkstoffen in Abhängigkeit von Beanspruchungsamplitude und Lastwechselzahl charakteristische Versetzungsanordnungen heraus. Bei kleinen Belastungsamplituden und welligem Gleitverhalten findet man Versetzungsdipolanordnungen, die im wesentlichen durch Einfachgleitung entstehen. Bei höheren Amplituden treten Versetzungszellstrukturen auf, die durch Mehrfachgleitung gebildet werden. Dagegen ordnen sich bei planarer Gleitung ebene Versetzungsgruppen an. Die Tendenz zur Einfachgleitung geht erst bei hohen Amplituden verloren. Der Zusammenhang von Versetzungsanordnung, Bruchlastwechselzahl (d.h. Amplitude) und Stapelfehlerenergie (d.h. Gleitverhalten) ist in Bild 15a) schematisch dargestellt. Dabei werden von verschiedenen Autoren^{41, 40} Zonen mit Zellbildung, ebenen Anordnungen und Debrisstruktur bzw. entsprechend gemischte Anordnungen unterschieden, die Lage der Zonen weicht jedoch ab.

Die Stapelfehlerenergie selbst hängt stark von der chemischen Zusammensetzung ab. Der Einfluß der Legierungselemente wurde in verschiedenen Arbeiten untersucht. Martinez et al.⁴² stellten fest, daß Niob die Stapelfehlerenergie senkt. Stickstoff wirkt nach Müllner et al.⁴³ ebenfalls senkend auf γ_{SFE} . Durch seine festigkeitssteigernde Wirkung (interstitielle Mischkristallhärtung) bewirkt höherer Stickstoffgehalt außerdem ein zeitigeres Einsetzen der Mehr-

³⁹ SCHOTT-1985 (S.39-41)

⁴⁰ MAUERAUCH-1972

⁴¹ MUGHRABI-1985

⁴² MARTINEZ-1992

⁴³ MÜLLNER-1993

fachleitung und einen höheren Deformationsanteil der Zwillingsbildung.⁴³ Arbeiten von Rhodes⁴⁴ und Llewellyn²⁵ enthalten empirische Formeln zur Bestimmung von γ_{SFE} in rostfreien Stählen anhand ihrer chemischen Zusammensetzung, siehe auch Anlage K.

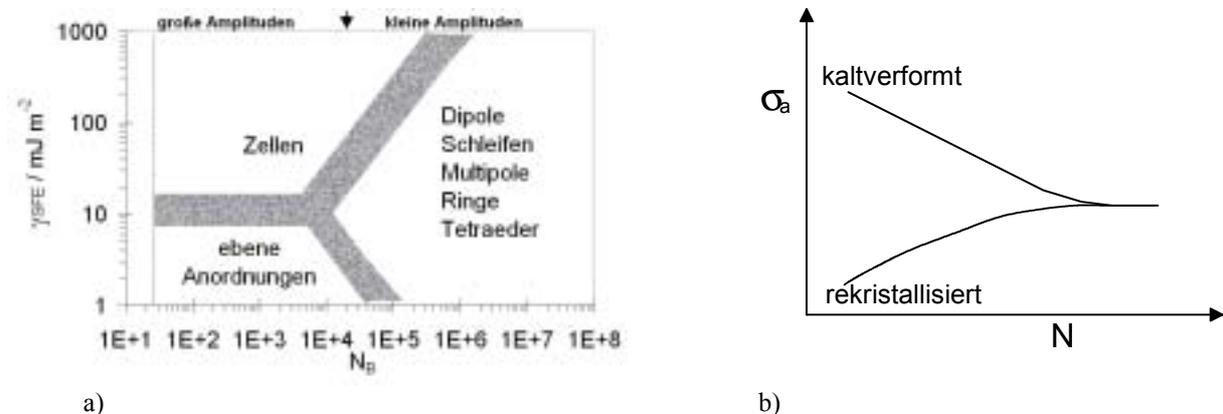


Bild 15 Einfluß von Stapelfehlerenergie und Amplitude auf Versetzungsanordnung und Verfestigung nach⁴⁰
 a) Einfluß von Stapelfehlerenergie und Bruchlastwechselzahl auf die Versetzungsanordnung
 b) Auswirkung auf die Verfestigung in Abhängigkeit vom Anfangszustand (dehnungsgest. Versuch)

Infolge der sich ausbildenden Versetzungsanordnungen ver- bzw. entfestigt der Werkstoff, Bild 15b). Während bei rekristallisiertem Ausgangszustand der Werkstoff durch Bildung und Anordnung der Versetzungen verfestigt bevor er einer Sättigungsspannung zustrebt, entfestigt ein kaltverformter Ausgangszustand durch die Versetzungsumordnung und Versetzungsreaktionen bis zum Erreichen der Sättigungsspannung. Das Zusammenlaufen der Wechselverformungskurven für die beiden Ausgangszustände, Bild 15b), tritt nur bei hoher Stapelfehlerenergie auf.⁴⁰

Bei welliger Gleitung treten als wesentliches Merkmal der Versetzungsanordnung im Bereich niedriger bis mittlerer Amplituden die sogenannten persistenten Gleitbänder (PGB) auf. Die PGB sind Lamellen hoher Gleitaktivität, die parallel zur primären Gleitebene $\{111\}$ verlaufen und meist eine typische Dicke von $1\ \mu\text{m}$ aufweisen. Sie zeichnen sich durch ihre typische Leiterstruktur aus, die im Probeninneren transmissionselektronenmikroskopisch beobachtet wird und mitunter auch an der Probenoberfläche ein markantes Rauigkeitsprofil erzeugt. Die PGB entstehen aus den in der Anfangsphase der Wechselverformung gebildeten Dipolstrukturen (Bündel aus vorwiegend Stufenversetzungen), die lokal instabil werden und sich zur charakteristischen Leiterstruktur der PGB umlagern. Die Leiterstruktur besteht aus dichten, äquidistanten Versetzungsmultipolwänden, die senkrecht zum Burgersvektor des primären Gleitsystems stehen. Die PGB werden in ermüdeten Vielkristallen vor allem in bevorzugt orientierten Körnern an der Oberfläche beobachtet.⁴¹ Bei hohen Belastungsamplituden bilden sich Versetzungszellstrukturen bzw. Subkörner. Die Zellgröße nimmt mit wachsender Belastungsamplitude ab.³⁹ Voraussetzung dafür ist das Vorliegen einer hinreichend großen Stapelfehlerenergie.⁴⁰

Für die Ausbildung von Versetzungsanordnungen und ihre Beobachtbarkeit ist die inhomogene Verteilung und Wirkung der Dehnung von Bedeutung. Im Vergleich zu den Verformungen bei einsinniger Belastung sind diese kumulativen Dehnungen, Gleichung (12), die bei Ermüdung in den Werkstoff eingebracht werden, sehr groß. Die lokal kumulierte plastische Dehnung ist in Bereichen, an denen sich Ermüdungsrisse bilden, noch um bis zu zwei Größenordnungen höher.⁴¹ Ursache hierfür ist, daß bei Ermüdungsbeanspruchung meist keine homogene Dehnungsverteilung, sondern Dehnungslokalisierung vorliegt. Entsprechend der

⁴⁴ RHODES-1977

lokal unterschiedlichen mikroplastischen Dehnungen sind auch die beobachteten Gefügemerkmale inhomogen, was insbesondere bei Verwendung hochauflösender Untersuchungstechniken an kleinen Probenvolumina, z.B. TEM, zu berücksichtigen ist.

An das Stadium der zyklischen plastischen Verformung schließt sich die Rißbildung an. Während der Dauerschwingbeanspruchung entwickeln sich an der Probenoberfläche Rauigkeitsprofile, verursacht durch die aufgeführten mikrostrukturellen Vorgänge, siehe Abschnitt 2.1.2. Die Rauigkeiten an der Oberfläche führen zu lokalen Spannungskonzentrationen und begünstigen so die Bildung von Ermüdungsrissen, die letztlich den Bruch der Probe einleiten.⁴¹ Rißbildung tritt hauptsächlich an Gleitbändern teilweise auch an Korn- oder Zwillingsgrenzen auf.¹²

Kleine Oberflächenrisse werden für duktile Werkstoffe schon in relativ frühen Ermüdungsstadien gebildet, die anschließend wachsen und sich verbinden und so zum Versagensriß führen. Lindstedt et al. fanden mittels Replica - Technik heraus, daß für LCF - Ermüdung nach etwa 10% der Lebensdauer kleine Oberflächenrisse auftreten. Die Phase der Rißbildung, d.h. ein Anstieg der Oberflächenrißdichte, hält bis ca. $0,5 \cdot N_B$ an und stagniert anschließend (Avrami - Kinetik), die mittlere Rißlänge wächst jedoch kontinuierlich. Längsschliffuntersuchungen haben gezeigt, daß die Risse ausschließlich von der Oberfläche ausgehen und etwa halbkreisförmig ausgebildet sind.⁴⁵

3.2 Wechseldehnungsinduzierte Martensitumwandlung

In verschiedenen experimentellen Arbeiten^{6, 7, 28, 37} wurde festgestellt, daß an metastabilen austenitischen Stählen auch bei Wechselverformung, d.h. Ermüdungsbelastung, martensitische Phasenumwandlung auftreten kann. Die Aktivierung der martensitischen Phasentransformation als Verformungsmechanismus und ihr Wirkungsumfang im Ermüdungsprozeß hängt von sehr vielen Einflußgrößen ab. Für ihr Vorkommen ist es dabei notwendig, daß der Austenit thermodynamisch metastabil, siehe 2.2.1, ist. Diese notwendige Bedingung unterliegt der wechselseitigen Abhängigkeit von chemischem und thermischem Aspekt, d.h. den in der Matrix gelösten Legierungselementen und der Beanspruchungstemperatur.

Martensitbildung bei Ermüdung tritt sowohl an „niedrig legierten“ Austeniten (CrNi 18 8)^{7, 28}, als auch an höher legierten, stabilisierten⁴⁶ Chargen (CrNiNb/Ti 18 10)³⁷ auf. Bei letztgenannten Qualitäten wirkt sich der niedrige nominelle Kohlenstoffgehalt und dessen zusätzliche Abbindung in Stabilisierungskarbiden, z.B. für die Werkstoffe 1.4550 und 1.4541, durch die Erhöhung der „chemischen Unterkühlung“, begünstigend für die Martensitumwandlung aus. Diese empfindliche Abhängigkeit der Martensitbildungsneigung von der wirksamen Legierungszusammensetzung erklärt den deutlichen Einfluß der individuellen Charge, ihrer Vorgeschichte und Wärmebehandlung. An höher legierten Sorten, z.B. AISI 316L: ~2% Mo, kommt dehnungsinduzierte Martensitbildung nicht vor.⁴⁷ Grundsätzlich sind die Aussagen zur Austenitstabilität, Abschnitt 2.2, auch für Wechseldehnung zutreffend.

Ganesh et al.⁴⁸ haben gezeigt, daß die Austenitkorngröße den in Martensit umgewandelten Volumenanteil beeinflussen, bei größerem Korn entsteht mehr Martensit. Die Tendenz des

⁴⁵ LINDSTEDT-1998

⁴⁶ stabilisiert gegen interkristalline Korrosion infolge Chromausscheidung und -verarmung der Matrix

⁴⁷ ALAIN-1997

⁴⁸ GANESH-1994

Korngrößeneinflusses stimmt mit dem empirisch definierten Kriterium M_{d30} nach Nohara, Formel (A-11), überein.

Einen entscheidenden Einfluß auf die dehnungsinduzierte Martensitbildung bei Wechselverformung übt die Beanspruchungstemperatur aus. Tiefe Temperaturen fördern die Transformation. Unter kryogenen Bedingungen (-196°C) können sehr hohe Phasenanteile umgewandelt werden⁷, außerdem besteht die Möglichkeit, daß ϵ -Martensit als Übergangsphase entsteht.²⁸ Mit steigender Temperatur verringert sich unter ansonst gleichen Bedingungen der transformierte Phasenanteil, bei ausreichend hoher Temperatur (chargenspezifisch) wird die Umwandlung vollständig unterdrückt. Bassler³⁷ und Lang⁴⁹ wiesen an einem X6CrNiTi 18 10 die Bildung von α' -Martensit durch Ermüdung bei 300°C mit empfindlichen magnetischen Methoden nach. SQUID-Systeme werden unter solchen Bedingungen in mehreren Arbeiten als geeignete Nachweismittel demonstriert.^{50, 51}

In verschiedenen Arbeiten^{37, 52} wurde gezeigt, daß die Kinetik der Umwandlung (Martensitanteil in Abhängigkeit von der Lastwechselzahl) bei Ti- oder Nb-stabilisierten rostfreien Stählen eine Inkubationsphase und anschließend eine Wachstumsphase aufweist. Neben den bereits erwähnten chargenspezifischen Einflüssen von Legierungszusammensetzung und Temperatur, bestimmen auch Höhe und Charakter (ϵ_a oder σ_a) der Beanspruchungsamplitude über die Ausprägung dieser beiden Umwandlungsphasen, d.h. deren Länge und Anstieg. Bei höheren Spannungsamplituden sind größere Anstiegswerte in der Wachstumsphase und höhere Endwerte des Martensitgehaltes typisch.^{25, 28} Diese grundsätzliche Tendenz hat vor allem auch Auswirkungen auf die lokal inhomogenen Verhältnisse im beanspruchten Werkstoff (Dehnungslokalisierung - siehe Abschnitt 3.1). An Positionen bevorzugter Dehnungskumulierung, z.B. den Zonen späterer Ribbildung und -ausbreitung, wird ein sehr viel höherer Martensitgehalt als im Probenvolumen erreicht.⁵³

3.3 Zerstörungsfreie Prüfung von Schädigungen in Anlagen

Entsprechend der Zielsetzung ist die zerstörungsfreie Diagnose von Ermüdungsschädigungen in Bauteilen ein Schwerpunkt dieser Arbeit. Um hierfür Hinweise und Ansatzpunkte zu suchen, sollen zunächst die Verfahren betrachtet werden, die bereits etabliert sind und die vor Ort in den Anlagen Einsatz finden.

Kerntechnische Anlagen unterliegen in besonderem Umfang der Pflicht zur Prüfung und Überwachung sicherheitsrelevanter Bauteile und Systeme. Für Komponenten des Primärkreises von Leichtwasserreaktoren gelten in Deutschland die sicherheitstechnischen Regeln des KTA⁵⁴. Hierin sind auch die Positionen der zu prüfenden Komponenten und mögliche Fehlerlagen, die zu verwendenden Prüfverfahren, die Häufigkeiten und die Zuständigkeiten von Betreibern und Sachverständigen festgelegt. Die von der zuständigen Kontrollbehörde überwachten wiederkehrenden Prüfungen im Rahmen von Revisionen der Anlage bedienen sich verschiedener Standardverfahren zur zerstörungsfreien Prüfung. Tabelle 1 gibt einen Überblick der in KTA 3201.4 vorgesehenen Prüfarten, -verfahren und -techniken.

⁴⁹ LANG-1997A-C

⁵⁰ NAGAYA-1994

⁵¹ OTAKA-1995

⁵² SCHOSS-1995

⁵³ RAJANNA-1996

⁵⁴ KTA-1999

Im Fall von Anzeigen bei den zerstörungsfreien Prüftechniken werden diese in der Praxis durch zerstörungsarme Methoden (Bauteilmetallographie) zur Bewertung hinsichtlich einer Einordnung als Fehler bzw. zur Ursachenermittlung unterstützend begleitet. Von besonderer Bedeutung sind dabei metallographische Abdrucktechniken (Replica, siehe auch Anlage E-IV), Bauteilhärtemessungen und spektroskopische (z.B. Funkenemission) Analysemethoden.

Tabelle 1 Prüfarten, -verfahren und -techniken nach KTA 3201.4⁵⁴

Art	Prüfverfahren	Prüftechnik
<i>Prüfung der Oberflächen</i>	magnetische Streuflußverfahren (MRV)	Magnetpulverprüfung (MP), Streuflußprüfung
	Eindringverfahren (FE)	z.B. Farbeindringprüfung
	Ultraschallprüfverfahren (US)	z.B. Oberflächenwellen, Modenumwandlung, SEL-Prüfköpfe, elektromagnetisch erzeugte Ultraschallwellen
	Wirbelstromprüfverfahren (WS)	Einfrequenztechnik, Mehrfrequenztechnik
	Durchstrahlungsprüfverfahren (DS)	Röntgentechnik, Isotopentechnik
	Gezielte Sichtprüfung (SP)	mit / ohne optische Hilfsmittel
<i>Volumenprüfung</i>	Ultraschallprüfverfahren (US)	z.B. Einkopftechnik mit Senkrecht- oder Schrägeinschallung, Tandemtechnik, Modenumwandlung
	Durchstrahlungsprüfverfahren (DS)	Röntgentechnik, Isotopentechnik
	Wirbelstromprüfverfahren für dünne Wandungen (WS)	Einfrequenztechnik, Mehrfrequenztechnik
<i>Integrale Prüfung</i>	Integrale Sichtprüfung	-
	Druckprüfung	-
	Funktionsprüfung	-

Zur Gewährleistung der Anlagensicherheit ist neben der Durchführung wiederkehrender Prüfungen auch die Betriebsüberwachung unentbehrlich. Bezogen auf die Werkstoffermüdung gibt die KTA⁵⁴ vor, daß einer Instrumentierung für die Schwingungsmessung bereits bei der Inbetriebnahme erfolgen muß und so anzubringen ist, daß die Messungen während des Anlagenbetriebes durchgeführt werden können. Außerdem ist sicherzustellen, daß zeitlich und örtlich ermüdungsrelevante Temperaturänderungen durch ein ausreichend dichtes Meßstellen-netz erfaßt werden. Bei möglicher Temperaturschichtung sind die Temperaturmeßstellen so vorzusehen, daß alle maßgeblichen Belastungsgrößen über dem Rohrleitungsquerschnitt und entlang des Rohrleitungsstranges registriert werden.

3.4 Zielsetzung der Arbeit

Der dargestellte Kenntnisstand zur Ermüdung von austenitischen Stählen umfaßt vielfältiges Wissen zum Auftreten und Verlauf der Materialschädigung sowie praktische Algorithmen für die Auslegung bzw. die rechnerische Zustandsermittlung ermüdungsbelasteter Konstruktionen.

Die Ausbildung von charakteristischen Gefügeveränderungen ist in der Literatur für individuelle Chargen mit definierten Ausgangszuständen untersucht worden. Insbesondere die Entstehung von Verformungsmartensit wurde, z.B. durch Bassler⁵⁵, bei einer Vielzahl von Beanspruchungsbedingungen beschrieben.

Hieraus ableitend stellt sich die Frage, inwieweit diese Erkenntnisse auf andere Chargen oder gar Sorten innerhalb der Werkstoffgruppe angewendet werden können. Welchen Einflüssen unterliegt die Martensitbildungsneigung und anhand welcher Kriterien kann sie für eine bestimmte Charge ermittelt werden? Dieser Fragestellung soll mit diversen mechanischen und thermischen Experimenten, Wärmebehandlungen und rechnerischen Bewertungen an einer Vielzahl von Chargen (verschiedene Sorten / Hersteller) nachgegangen werden.

Ein wesentliches Ziel dieser Arbeit ist es, Zusammenhänge zwischen Ermüdungsbelastung und Restlebensdauer anhand von Veränderungen des Gefüges und Subgefüges bzw. der resultierenden Eigenschaftsveränderungen herzustellen. Dabei sollen Vorkommen und Anordnung von Gitterdefekten, z.B. die Ausbildung von Versetzungszellstrukturen, in austenitischen rostfreien Stählen mit metallkundlichen Methoden erfaßt werden.

Insbesondere die Bildung von Verformungsmartensit, die eine starke Veränderung der magnetischen Eigenschaften bewirkt, soll eingehend bewertet und mit Hilfe verschiedener zerstörungsfreier Prüfmethode analysiert, sowie deren Empfindlichkeit verglichen werden.

Zu diesem Zweck sollen Laborproben bei verschiedenen Lastamplituden bis zu definierten Erschöpfungsgraden beansprucht werden, wodurch Ermüdungszustände in einem weiten Bereich von LCF bis HCF entstehen und Eigenschaftscharakterisierungen in einem umfangreichen Parameterfeld erlauben.

Die Experimente sind unter möglichst praxisnahen Bedingungen durchzuführen, das schließt die anzuwendenden Temperaturen (Raumtemperatur bis 300°C), die Oberflächenqualität (geschliffen) und die Materialauswahl innerhalb der Werkstoffgruppe der austenitischen rostfreien Stähle (Schwerpunkt: Werkstoff 1.4550 und 1.4541) ein. Ebenso sollen die Erkenntnisse aus den einstufigen Experimenten durch Versuche mit variablen Belastungsamplituden verifiziert werden.

Besonders im Hinblick auf die praktische Anwendung besteht eine wichtige Zielstellung dieser Arbeit in der Aufstellung einer Vorgehensweise, um aus (möglichst zerstörungsfrei) gemessenen Eigenschaften eines Bauteils dessen Restlebensdauer systematisch zu ermitteln. Das wirtschaftliche und sicherheitstechnische Potential einer solchen Methode wurde in Kapitel 1 aufgezeigt.

⁵⁵ BASSLER-1999

4 Experimentelles - Proben und Versuche

4.1 Probematerialien

4.1.1 Chemische Zusammensetzung

Entsprechend der Zielsetzung dieser Arbeit wurden verschiedene anlagerelevante Stähle aus der Werkstoffgruppe der *Nichtrostenden Stähle*⁵⁶ ausgewählt. Dabei wurden in Zusammenarbeit mit den Qualitätsstellen⁵⁷ verschiedener Hersteller⁵⁸ Chargen herausgesucht, die hinsichtlich ihrer chemischen Zusammensetzung an den oberen bzw. unteren Grenzwerten der Norm liegen, um somit ein möglichst großes Spektrum des zu erwartenden Werkstoffverhaltens unter gleichzeitiger Verwendung technischer Legierungen vorfinden zu können. Insgesamt liegen 13 Chargen von vier verschiedenen Herstellern vor. In diesem Bestand befinden sich sechs verschiedene Güten (Tabelle 2), die nach deutscher Norm⁵⁶ spezifiziert sind.

Tabelle 2 Werkstoffbezeichnung und normgerechte Einordnung der verwendeten Güten⁵⁹

Stahlmarke	Deutsche Werkstoffnummer	entsprechende Amerikanische Norm
X5CrNi18 10	1.4301	AISI 304
X5CrNi18 12	1.4303	AISI 305L
X2CrNiMo18 16 4	1.4438	AISI 317L
X2CrNiMo18 15 3	1.4441	-
X6CrNiTi18 10	1.4541	AISI 321
X6CrNiNb18 10	1.4550	AISI 347

Die Hersteller⁵⁸ stellten die Schmelzanalysen für die Chargen zur Verfügung. An den Halbzeugen wurde eine Verwechslungsprüfung mit einem Funken - Emissionsspektrometer⁶⁰ durchgeführt, um die Zuordnung der Zeugnisse zu den entsprechenden Chargen sicherzustellen. In Tabelle 3 sind die Gehalte der wichtigsten Legierungselemente, die z.B. in die Stabilitätsberechnungen eingehen, dargestellt. Die vollständigen Schmelzanalysen der einzelnen Chargen sind in Anlage B angegeben. Die Chargen erhielten eine Bezeichnung (Stempelung), die sich aus einem selbst vergebenen Kürzel für den Hersteller⁵⁸ und der deutschen Werkstoffnummer⁵⁶ zusammensetzt.

Tabelle 3 Chemische Analyse (Auszug) der untersuchten Chargen

Charge (Hersteller ⁵⁸ / Wst.-Nummer ⁵⁶)	%C	%Si	%Mn	%Cr	%Mo	%Ni	%Ti	%N	%Nb
GHO 1.4301	0,02	0,51	0,70	17,55	0,42	8,75	0,01	0,06	0,00
SEW 1.4301	0,02	0,48	0,69	17,45	0,41	8,70	0,01	0,05	0,00

⁵⁶ DIN EN 10088-3 ehemals DIN 17440

⁵⁷ Hr. Naundorf (Sächs. Edelstahlwerke GmbH, Freital), Hr. Niederau (Schmidt + Clemens GmbH+Co., Lindlar) und Hr. Ufer (Gebr. Höver GmbH+Co., Lindlar) sei für die Unterstützung dieser Stelle herzlich gedankt

⁵⁸ SEW = Sächs. Edelstahlwerke GmbH, Freital | S&C = Schmidt + Clemens GmbH+Co., Lindlar | GHO = Gebr. Höver GmbH+Co., Lindlar

⁵⁹ WEGST-1998

⁶⁰ Arc-Met 930, Metorex GmbH, Schwalbach

Fortsetzung Tabelle 3 Chemische Analyse (Auszug) der untersuchten Chargen

Charge (Hersteller ⁵⁸ / Wst.-Nummer ⁵⁶)	%C	%Si	%Mn	%Cr	%Mo	%Ni	%Ti	%N	%Nb
SEW 1.4303	0,04	0,50	1,64	17,00	0,26	11,60	0,16	0,02	0,00
GHO 1.4438	0,02	0,34	1,21	18,00	3,10	16,13	0,00	0,00	0,00
S&C 1.4438	0,02	0,65	1,19	18,25	3,12	14,10	0,00	0,09	0,00
SEW 1.4441	0,02	0,30	1,43	18,35	2,88	14,35	0,01	0,06	0,00
GHO 1.4541	0,04	0,40	1,47	17,10	0,28	10,40	0,40	0,01	0,00
SEW 1.4541	0,02	0,37	1,28	17,66	0,37	10,05	0,20	0,02	0,01
S&C 1.4541	0,04	0,62	1,13	17,29	0,00	10,65	0,23	0,02	0,00
A0P 1.4550	0,03	0,68	1,65	17,18	0,47	9,19	0,00	0,04	0,67
GHO 1.4550	0,03	0,62	1,62	17,73	0,00	10,27	0,00	0,04	0,32
SEW 1.4550	0,03	0,24	1,91	17,55	0,04	9,20	0,01	0,03	0,43
S&C 1.4550	0,05	0,67	1,07	18,46	0,00	10,49	0,00	0,03	0,59

4.1.2 Wärmebehandlung, Gefüge und Eigenschaften im Ausgangszustand

Die zur Verfügung stehenden 13 Chargen lagen im Anlieferzustand als Halbzeuge verschiedener Form, Umformung und mit unterschiedlichen Wärmebehandlungen vor. Die Angaben der Hersteller sind in Tabelle 4 zusammengestellt.

Tabelle 4 Halbzeugeigenschaften der vorliegenden Chargen

Charge (Hersteller ⁵⁸ / Wst.-Nummer ⁵⁶)	Profil (Maß in mm)	Umformung	Wärmebehandlung
GHO 1.4301	60 x 60	geschmiedet	aus der Schmiedehitze abgekühlt
SEW 1.4301	Ø 21	gewalzt	lösungsgeglüht
SEW 1.4303	Ø 124	gewalzt	lösungsgeglüht
GHO 1.4438	60 x 60	geschmiedet	aus der Schmiedehitze abgekühlt
S&C 1.4438	Ø 58	geschmiedet, 55-fach	lösungsgeglüht 1100°C 1,5h, Wasser
SEW 1.4441	Ø 46,5	gewalzt	lösungsgeglüht
GHO 1.4541	69 x 50	geschmiedet	aus der Schmiedehitze abgekühlt
SEW 1.4541	Ø 35	gewalzt	lösungsgeglüht
S&C 1.4541	118 x 127	geschmiedet, 8,5-fach	abgeschreckt, 1050°C 2h, Wasser
A0P 1.4550	k.A.	k.A.	lösungsgeglüht, 1050°C 1h, N ₂ -Gas
GHO 1.4550	79 x 79	geschmiedet	aus der Schmiedehitze abgekühlt
SEW 1.4550	Ø 50	gewalzt	lösungsgeglüht
S&C 1.4550	Ø 150	geschmiedet, 40-fach	abgeschreckt aus der Schmiedehitze, 1000°C, Wasser

Eine Beurteilung von Gefüge und Eigenschaften der Chargen im Anlieferzustand wurde zunächst mit metallographischen Methoden (siehe Kapitel 5.1) durchgeführt. Die Gefüge der verschiedenen Stähle weisen starke Unterschiede auf. Die Korngrößen differieren um mehrere Grade (Korngrößennummern), siehe Bild 16a) bis c). Hierin widerspiegeln sich vor allem die unterschiedlichen Umformverfahren, Verformungsgrade und Umformtemperaturen bei der Herstellung der Halbzeuge, aber auch die abschließende Wärmebehandlung.

Die Werkstoffgruppe der nichtrostenden austenitischen Stähle erfährt nach DIN EN 10088-3 als Abschlußwärmebehandlung eine Lösungsglühung (AT: Glühung bei 1000 bis 1120°C, Abschrecken in Wasser oder ausreichend schnell in Luft). Für diesen Wärmebehandlungszustand ist ein rekristallisiertes Gefüge mit polygonaler Kornform, wie in Bild 16a) dargestellt, typisch.

Als Festigkeitsgröße der Probematerialien wurde die Mikrohärtigkeit bestimmt. Die vorliegenden Chargen zeigen im Anlieferzustand unterschiedliche Härtewerte. Die gemessene Härte ist tendenziell für feinkörnige Zustände höher als bei grobkörnigeren Chargen, was auch den Erwartungen gemäß der Hall-Petch-Beziehung entspricht.

Der für die weiteren Versuche und Untersuchungen bedeutsame Volumengehalt an magnetischer Phase wurde magnetinduktiv mittels Ferritscope (siehe Kapitel 5.6.1) bestimmt. Hierbei werden die Volumenanteile aller ferromagnetischen Gefügebestandteile, also δ -Ferrit und α' -Martensit, summarisch erfaßt. Insbesondere an den geschmiedeten Stählen, z.B. S&C 1.4550 [Bild 16c)], wird im Gefüge δ -Phase beobachtet. Im Querschliff erscheint die δ -Phase in Form von Inseln globularer Gestalt, im Längsschliff erkennt man jedoch, daß es sich um Zeilen handelt, die entlang der Hauptverformungsrichtung ausgebildet sind.

Alle Untersuchungsergebnisse zur Charakterisierung des Anlieferzustandes sind in Tabelle 5 zusammengestellt.

Tabelle 5 Korngröße, Mikrohärtigkeit und Magnetische Anzeige der Chargen im Anlieferzustand

Charge (Hersteller ⁵⁸ / Wst.-Nummer ⁵⁶)	Korngröße		Mikrohärtigkeit HV0,3	Magnetische Anzeige %[δ + α']
	DIN-Nr.	d / μm nach (E-3)		
GHO 1.4301	5-6	53	176	0,07
SEW 1.4301	6-7	38	161	0
SEW 1.4303	5-6	53	150	0
GHO 1.4438	8-9	19	229	0
S&C 1.4438	2-3	151	130	0
SEW 1.4441	6-8	33	173	0
GHO 1.4541	7-8	27	210	0,001
SEW 1.4541	7-8	27	175	0,08
S&C 1.4541	3-5	94	138	0,112
A0P 1.4550	7-8	27	166	0,56
GHO 1.4550	7-8	27	205	0,31
SEW 1.4550	7-8	27	203	0,24
S&C 1.4550	5-6	53	172	3,2

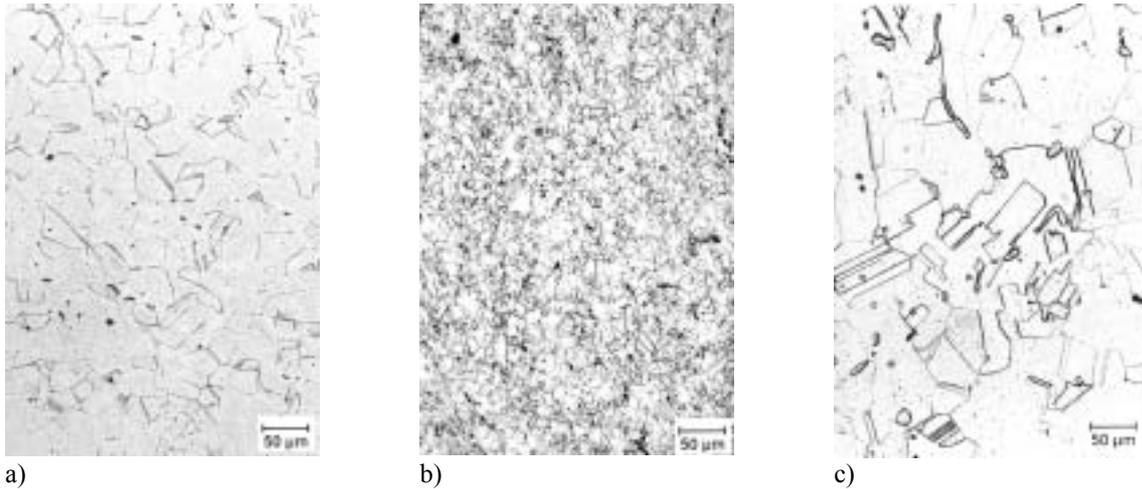


Bild 16 Anlieferungszustand, metallographischer Schliff in Hellfeldabbildung
 a) SEW 1.4441, feinkörniges Gefüge vollständig rekristallisiert
 b) GHO 1.4438, sehr feinkörniges, verformtes Gefüge
 c) S&C 1.4550, grobkörniges Gefüge mit δ -Ferrit

Die Untersuchung der Anlieferungszustände im Transmissionselektronenmikroskop (Abschnitt 5.4.1) mit höheren Vergrößerungen ermöglicht eine Beschreibung der Gefüge im Größenbereich von Gitterdefekten, insbesondere Versetzungen und Ausscheidungen wurden erfasst.

Für die Anlieferungszustände (lösungsgeglüht) der untersuchten Werkstoffe sind die Versetzungen unregelmäßig in den Körnern verteilt oder bilden Cluster, die an Karbidausscheidungen verankert sind. Bild 17a) zeigt den Werkstoff A0P 1.4550, dessen Ausgangszustand in einer vorlaufenden Studie⁵² ausführlich charakterisiert wurde. In Bild 17b) ist der feinkörnige Werkstoff SEW 1.4550 dargestellt, die Karbide sind häufig in Zeilen oder perlschnurartig aufgereiht, die Versetzungsdichte ist höher als in A0P 1.4550. In S&C 1.4541, Bild 17a), wird außerdem eine hohe Dichte von Stapelfehlern und Versetzungsaufstauungen (pile ups) beobachtet.

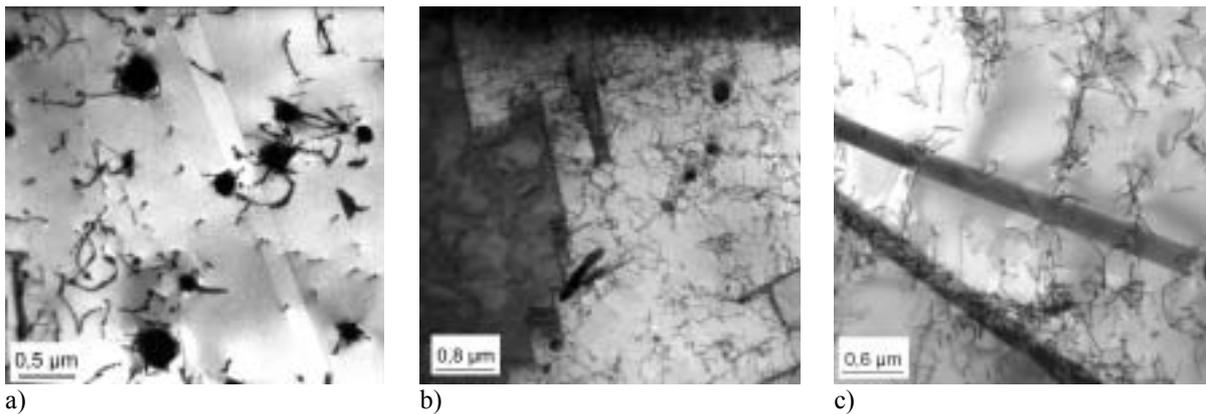


Bild 17 Anlieferungszustand, TEM, Beugungskontrast im Hellfeld
 a) A0P 1.4550, Ausscheidungen und Versetzungen
 b) SEW 1.4550, Ausscheidungen, Versetzungen und Korngrenze
 c) S&C 1.4541, Versetzungen, Korngrenze und Stapelfehler

4.2 Probenformen

Für die mechanischen Versuche wurden aus den vorliegenden Halbzeugen Proben gefertigt, wobei die Probenachse längs der Hauptverformungsrichtung der Halbzeuge gelegt und die Proben etwa auf der Hälfte im Bereich zwischen Oberfläche und Kern der Profile entnommen wurden. Mit der Probenherstellung wurde die Firma Mechanik Center⁶¹ beauftragt.

4.2.1 Druckversuche

Für die Druckversuche kamen zylindrische Proben (Bild 18) mit Durchmesser 10 mm und Höhe 15 mm zum Einsatz. Gegenüber den anderen verwendeten Probenformen zeichnen sich diese Zylinderproben durch ihren geringen Herstellungsaufwand (Material und Kosten) aus.

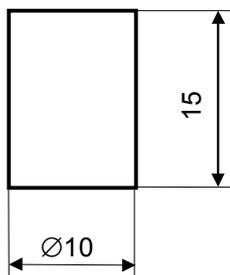


Bild 18 Druckprobe

4.2.2 Reckversuche und Ermüdungsversuche

Bei den Ermüdungsversuchen fanden zwei Geometrien von Rundproben mit 6 mm Durchmesser und 15 mm paralleler Meßlänge, sowie eine Probengeometrie mit 18 mm Durchmesser und 55 mm paralleler Meßlänge Anwendung.

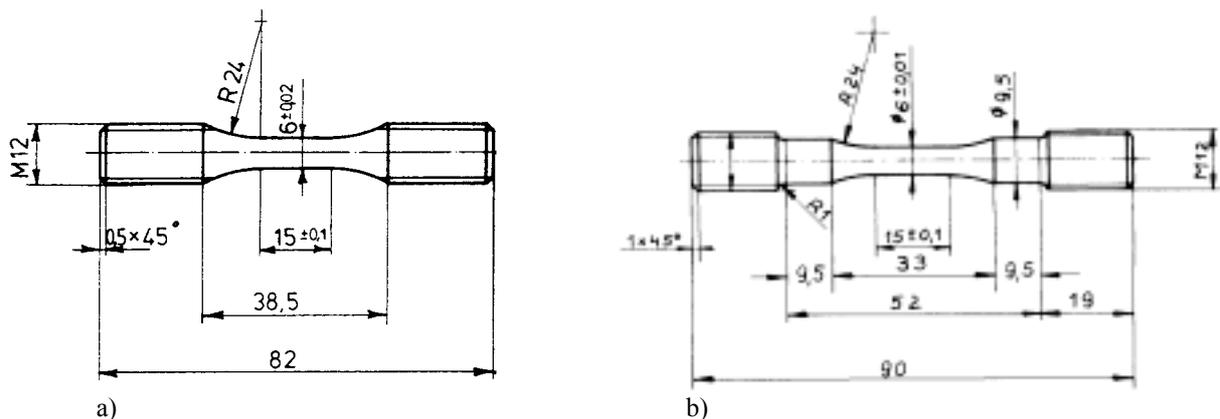


Bild 19 LCF - Proben mit $\varnothing 6$

- a) LCF-1, langes Gewinde
- b) LCF-2, zusätzlicher Absatz zum Anbringen des induktiven Wegaufnehmers

⁶¹ Mechanik Center GmbH, Erlangen

Bei der in Bild 19a) dargestellten Probe mit der Bezeichnung LCF-1 folgt dem parallelen Dehnschaft ein konischer Übergangsbereich, an den das Einspanngewinde unmittelbar anschließt. Die in Bild 19b) gezeigte Probenform LCF-2 verfügt zusätzlich über einen zylindrischen Absatz zwischen Übergangsbereich und Einspanngewinde, auf dem ein induktives Wegmeßsystem angebracht werden kann. Über einen solchen Absatz verfügt auch die Probengeometrie LCF-3 mit Durchmesser 18 mm (Bild 20).

Die Raumtemperatur - Reckversuche wurden ebenfalls an den LCF - Proben nach Bild 19 durchgeführt. Für die Reckversuche bei erhöhter Temperatur kam die Geometrie LCF-2 zum Einsatz, wobei die parallele Meßlänge zum Anbringen eines speziellen Wegmeßsystems auf 30 mm verlängert und der zylindrische Absatz entsprechend verkürzt wurde.

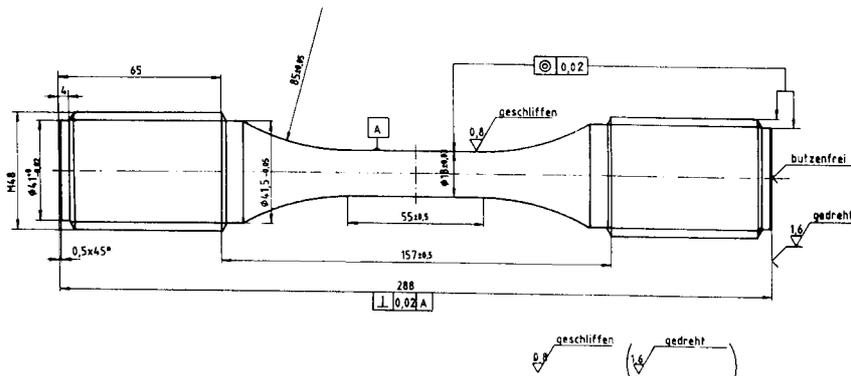


Bild 20 LCF-3, Probe mit $\varnothing 18$

Sämtliche Proben haben eine fein geschliffene Oberfläche (Rauhtiefe $r_a \leq 0,3 \mu\text{m}$ für LCF-1 und LCF-2 bzw. $r_a \leq 0,8 \mu\text{m}$ für LCF-3). Diese Oberflächengüte wurde entsprechend der Aufgabenstellung gewählt, um bauteilnahe Bedingungen zu schaffen, wobei die Untersuchung der Gefügeveränderungen im Probenvolumen im Vordergrund steht.

4.3 Wärmebehandlung

Die verwendeten austenitischen Werkstoffe erhalten gewöhnlich eine Lösungsglühung als Abschlußwärmebehandlung. Wenn nicht anders angegeben, wurden die Werkstoffe daher im Anlieferzustand eingesetzt. Im Fall einer unbekanntenen Wärmebehandlung im Anlieferzustand oder beim Vorliegen von inhomogenem Ausgangsgefüge wurden an den fertig gearbeiteten Proben Lösungsglühungen (1050°C , 1h) in einem speziellen Vakuum - Hochtemperaturofen⁶² vorgenommen. Abschließend werden die Proben (im Ofen) abgeschreckt durch gasförmigen Stickstoff, der durch eine Turbine angetrieben wird und so mit hohem Massenstrom eine ausreichend große Abkühlgeschwindigkeit ($\sim 1,4\text{K/s}$) ermöglicht.

Die Wärmebehandlung der Versuchsreihe, die zur Untersuchung des Lösungszustandes von Kohlenstoff und Stickstoff dient, wurde mit der gleichen Technik und Fahrweise bei entsprechend angepaßter Temperatur und Haltezeit durchgeführt.

Durch die gewählte Ofenatmosphäre und eine vorlaufende, sorgfältige Reinigung der Probenoberflächen von Schmiermitteln und organischen Rückständen (mit Azeton), vermeidet man unerwünschte Veränderungen der Randzonen (Aufkohlung, Anlaufen). Die Proben haben nach der Wärmebehandlung blanke Oberflächen.

⁶² Physitherm, Stein Heurtey, Seyssinet (Frankreich)

Um einer Beeinträchtigung der Probengeometrie durch wärmebehandlungsbedingten Verzug vorzubeugen, wurden die Proben in einer speziellen Vorrichtung axial frei hängend im Ofen befestigt.

4.4 Versuche mit einsinniger Belastung

4.4.1 Druckversuch

Für die Druckversuche stand eine spindelgetriebene, mechanische Wolpert - Prüfmaschine⁶³ zur Verfügung, die ausgestattet mit einer entsprechenden Druckplatte, Prüfkräfte von bis zu 200 kN auf die Probe übertragen kann. Die in Bild 18 im Versuch dargestellte Zylinderprobe wird zwischen Maschinentisch und Druckplatte mit einer mittleren Geschwindigkeit $\dot{\epsilon} = 1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ um ca. 50% gestaucht und der Kraft - Maschinenweg - Verlauf durch einen Meßschreiber protokolliert. Sämtliche Druckversuche fanden bei Raumtemperatur statt, durch die niedrige Dehnungsgeschwindigkeit wurde eine Erwärmung der Proben vermieden.

Mit dem Ferritscope wurden vergleichende Messungen an den unbelasteten und den gestauchten Proben durchgeführt.

4.4.2 Reckversuch

Zugversuche mit schrittweiser Dehnung und Entlastungsphasen werden als Reckversuche bezeichnet. Die Reckversuche bei Raumtemperatur wurden mit einer mechanischen Zwick - Prüfmaschine⁶⁴ an LCF-1 bzw. LCF-2 - Proben (Bild 19) durchgeführt. Dabei wird die Dehnung in Schritten von 5 % aufgebracht, dazwischen wird vollständig entlastet und der plastische Dehnungsanteil sowie die magnetische Anzeige an markierten Meßpunkten auf dem Dehnschaft bestimmt.

Die Versuchsführung bei erhöhter Temperatur (100 - 200°C) gleicht dem beschriebenen Vorgehen bis auf wenige Besonderheiten. Es kam eine mit Mantelheizung ausgestattete, mechanische Wolpert - Prüfmaschine⁶³ zum Einsatz. Die Dehnungsmessung erfolgt über ein Gestänge, das die Längenänderung auf dem Dehnschaft abgreift, aus der erwärmten Zone herausführt und auf das Wegaufnehmersystem der Maschine überträgt. Das benutzte Übertragungsgestänge machte es, wie in 4.2.2 beschrieben, erforderlich, die Gleichmaßlänge der Proben auf $l_0 = 30 \text{ mm}$ zu erweitern. Während der Aufheiz- bzw. Abkühlphase des Systems wird der Kraftschluß zwischen Zugstange und Maschinenquerhaupt unterbrochen, so daß überlagerte Spannungen infolge der thermischen Längenänderung unterdrückt werden. Nachdem die vorgegebene Solltemperatur an der Probe stabil eingestellt und der Kraftschluß gewährleistet ist, wird um die vorgesehene Längenänderung gedehnt. Nach dem Entlasten wird das System im kraftlosen Zustand mechanisch entkoppelt und bis auf Raumtemperatur abgekühlt. Erst jetzt erfolgt die Messung der magnetischen Anzeige mit dem Ferritscope. Die Belastungsschritte sind mit 10 - 20 % Dehnung größer als bei Raumtemperatur, da die Versuchsführung durch die lange Gesamtdauer (Aufheizen, Belasten, Abkühlen, Messen) einer Prüfsequenz sehr zeitaufwendig ist.

⁶³ ehemals Wolpert GmbH, jetzt Instron-Wolpert GmbH, Darmstadt

⁶⁴ Zwick GmbH & Co., Ulm

In den Belastungsschritten der Reckversuche wurde eine mittlere Dehnungsgeschwindigkeit von $\dot{\epsilon} = 1,7 - 6,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ erreicht. Die Verläufe Kraft - Maschinenweg und Kraft - Verlängerung werden mit Meßschreibern kontinuierlich protokolliert.

4.5 Versuche mit Wechselbelastung - Ermüdungsversuche

4.5.1 Dehnungsgesteuerter Ermüdungsversuch

Der kennzeichnende Versuchsparameter des dehnungsgesteuerten Ermüdungsversuches ist eine vorgewählte Dehnungsamplitude, die als Regelgröße in jedem Lastwechsel gezielt angefahren und bei deren Erreichen die Beanspruchungsrichtung umkehrt wird. In der Regel wird die Dehnungsamplitude im Verlauf eines Versuches konstant gehalten.

Grundsätzlich kann die plastische Dehnungsamplitude oder die Gesamtdehnungsamplitude als Regelgröße benutzt werden. Aufgrund der größeren Nähe zu betriebsrelevanten Belastungsfällen, aber auch wegen der versuchstechnisch unkomplizierteren Handhabung fand die gesamtdehnungsgesteuerte Versuchsvariante Anwendung.

Entsprechend der Aufgabenstellung ist das Verhalten der Werkstoffe 1.4550 (Niob - stabilisiert) und 1.4541 (Titan - stabilisiert) bei Ermüdung zu untersuchen. Aus dem vorhandenen Material wurden die Chargen AOP 1.4550, SEW 1.4550 und S&C 1.4541, d.h. zwei Güten von drei unterschiedlichen Herstellern, ausgewählt und Wechsellastversuchen unterzogen.

Feindehnungsgesteuerte Fahrweise

Eine präzise Einstellung der Dehnungsamplitude ist mit Hilfe eines Feindehnungsmessers (FDM) möglich, dessen Meßschneiden im kraftlosen Zustand mit einer definierten Bezugslänge l_0 am Dehnschaft der Probe befestigt werden, (siehe Bild 21a). Eine Längenänderung der Probe und somit die Abweichung von l_0 bewirkt eine lineare Veränderung des elektrischen Widerstandes des FDM. Bei der Belastung der Probe ergibt sich die Dehnung direkt aus der gemessenen Längenänderung bezogen auf l_0 und kann kontinuierlich und unmittelbar als Meß- und Steuerungsgröße benutzt werden.

Der feindehnungsgesteuerten Versuchsführung sind durch die Lastwechselfrequenz Grenzen gesetzt, da eine zu hohe Frequenz ($> 1\text{Hz}$) zur Zerstörung des Wegaufnehmers führt. Außerdem stellen die Meßschneiden des FDM eine Kerbwirkung im Bereich der Gleichmaßlänge dar, die insbesondere bei hochzyklischen Versuchen zu einer frühzeitigen Rißinitiierung führen kann.

Positionsgesteuerte Fahrweise

Ein berührungsloses Verfahren zur Bestimmung der Dehnung ist die induktive Wegmessung. Sie wird realisiert über Spulen und Spulenkern, die fest mit der Probe verbunden, gegeneinander jedoch verschiebbar sind, (Bild 21b). Eine Relativbewegung von Spule und Spulenkern, verursacht durch eine Dehnung der Probe, bewirkt eine lineare Veränderung von Spuleninduktivität und -widerstand, die als kontinuierliche Meß- und Steuergröße verwendet werden kann.

Aufgrund seiner Größe, aber auch zur Vermeidung von Kerbwirkungen im zu prüfenden Bereich der Probe wird das induktive Wegmeßsystem außerhalb der Gleichmaßlänge auf der

Probe angebracht. Daraus ergibt sich gleichzeitig das Problem, daß die Bezugslänge l_0 wegen des ungleichmäßigen Probenquerschnitts zwischen den Auflagepunkten des Wegmeßsystems, siehe Bild 21b), nicht mit dieser Abgrifflänge a gleich gesetzt werden kann. Eine Korrekturberechnung für l_0 ist schwierig, da neben den inbegriffenen Querschnittswechslen (Gleichmaßbereich, konischer Übergangsbereich, zylindrischer Absatz) auch unterschiedliche elastisch - plastische Dehnungsanteile in diesen Abschnitten vorliegen, die sich im Verlauf des Ermüdungsversuches durch Ver- und Entfestigung zusätzlich verändern können.

Statt dessen wird durch feindehnungsgesteuerte Fahrweise in den ersten Lastwechseln des Versuches die Wegänderung am induktiven Wegaufnehmer $\Delta l_{\text{induktiv}}$ zur vorgegebenen Dehnungsamplitude nach (17) und der Ersatzwert l_0^* für die unbekannte Bezugslänge nach (18) experimentell ermittelt.

$$\Delta \varepsilon_{\text{ges}} = \left[\frac{\Delta l}{l_0} \right]_{\text{FDM}} = \left[\frac{\Delta l}{l_0^*} \right]_{\text{induktiv}} \quad (17)$$

$$l_0^* = \frac{\Delta l_{\text{induktiv}}}{\Delta \varepsilon_{\text{ges}}} \quad (18)$$

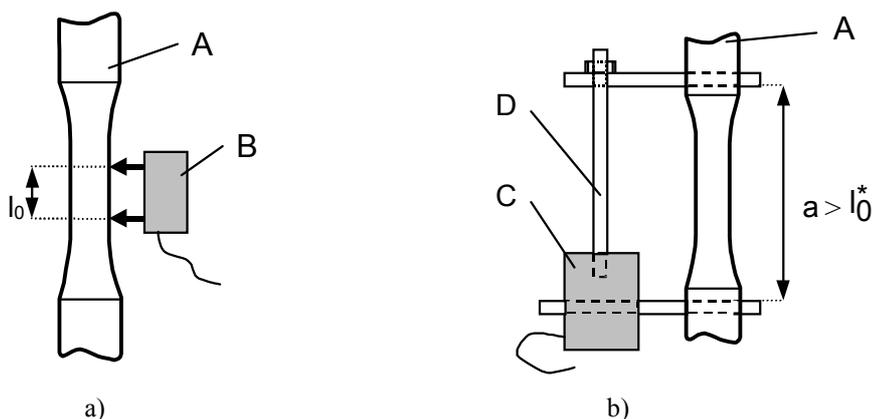


Bild 21 Angewendete Prinzipien zur Wegsteuerung einer Prüfmaschine
 a) Feindehnungssteuerung (A: Probe, B: Feindehnungsmesser)
 b) Positionssteuerung (C: Induktionsspule, D: Spulenkern)

Eine weitere Vereinfachung der Versuchssteuerung ist möglich, indem anstelle des zusätzlich aufgetragenen induktiven Wegmessers die maschineninterne Wegmessung (Kolben- bzw. Traversenweg) verwendet wird. In diesem Fall ist neben der erforderlichen Genauigkeit der Maschinenwegmessung zu beachten, daß ein großer Teil des kraftübertragenden Systems (Probe, Einspannungen, Kraftmeßdose, Zugstangen usw.) mit zu dem gemessenen Weg beiträgt, der Wert für l_0^* ist entsprechend größer.

Bei positionsgesteuerter Fahrweise ist zu berücksichtigen, daß der Ersatzwert für die Bezugsmeßlänge von Ver- und Entfestigung des Werkstoffs beeinflusst wird, wodurch sich elastischer und plastischer Dehnungsanteil in der Probe verschieben.

Versuchsbedingungen

Die dehnungsgesteuerten Ermüdungsversuche wurden mit servohydraulischen Prüfmaschinen der Bauart *Instron 8503*⁶⁵ und *Wolpert U20*⁶³, sowie mit einer mechanischen Prüfmaschine

⁶⁵ Instron-Wolpert GmbH, Darmstadt

Schenck-Trebel⁶⁶ an den verschiedenen LCF-Proben (Bild 19 und 20) durchgeführt.

Die Wechselbelastung erfolgte sinusförmig, symmetrisch in Zug - Druck ($R_e = -1$) mit einer Frequenz von 0,1 Hz. Je nach Dehnungsamplitude lag die mittlere Dehnungsgeschwindigkeit im Bereich von $\dot{\epsilon} = 0,9 - 1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Beim Versuchsstart wurde zuerst in Zugrichtung belastet. Ein Teil der Proben wurde bis zum Bruch ermüdet, außerdem wurde eine Serie teilermüdeten Zustände hergestellt.

Während der Versuche wurde der Kraftverlauf (Maximum und Minimum eines Lastwechsels) als zyklische Antwort des Werkstoffs diskontinuierlich auf Meßschreibern protokolliert. Ebenso wurde der Kraft - Weg - Verlauf innerhalb ausgewählter Lastwechsel (mechanische Hysterese) erfaßt.

Bei einigen Versuchen erfolgte die Wechselbelastung blockweise, d.h. bei definierten Lastwechselzahlen wurde der Versuch unterbrochen, um Messungen (z.B. magnetische Anzeige) durchzuführen. Dabei wird die Wechselbelastung so angehalten, daß der letzte Lastwechsel aus dem Druckbereich kommend geschlossen wird und das System im kraftlosen Zustand anhält.

Ermüdungsversuch bei erhöhter Temperatur

Die bei erhöhter Temperatur ($\leq 300^\circ\text{C}$) geprüften Proben wurden unter ansonst gleichen Bedingungen wie die Raumtemperaturproben in der mechanischen Schenck - Trebel - Prüfmaschine⁶⁶ ermüdet, die mit einer Mantelheizung ausgestattet ist. Die in drei Zonen regelbare Heizung umschließt die Probe und gewährleistet während des Versuches stabil - isotherme Bedingungen.

4.5.2 Spannungsgesteuerter Ermüdungsversuch

Der bestimmende Beanspruchungsparameter dieser Versuchssteuerung ist die Spannungsamplitude. Der vorgewählte Amplitudenwert wird während des Versuches konstant gehalten.

Die Proben wurden in einer mechanischen Prüfmaschine der Bauart *Rumul Mikrotron K*⁶⁷ geprüft, dabei sind sie mit einem induktiven Wegaufnehmersystem nach dem Grundaufbau von Bild 21b) instrumentiert. Das hier verwendete System besteht aus zwei induktiven Meßstellen (Spule-Kern-Paare), die sich auf gegenüberliegenden Umfangspositionen der Probe befinden. Durch eine Mittelwertschaltung wird eine mögliche, geometrische Dejustierung der Meßstellen kompensiert.

Aus der kontinuierlich gemessenen Wegdifferenz läßt sich die Dehnung bestimmen. Das ist möglich, da die Ersatz - Bezugslänge l_0^* mit Hilfe eines zusätzlich angebrachten Feindehnungsmessers, entsprechend Bild 21a), am Versuchsbeginn ermittelt wurde. Es gelten prinzipiell die Gleichungen (17) und (18). Da sowohl plastische Dehnungsschwingbreite $\Delta\epsilon_{pl}$ als auch Gesamtdehnungsschwingbreite $\Delta\epsilon_{ges}$ während des Versuches veränderlich sein können und nur indirekt eine Kopplung der Größen besteht, werden für die plastische Dehnung und die Gesamtdehnung separat Ersatz - Bezugslängen $l_{0,pl}^*$ bzw. $l_{0,ges}^*$ entsprechend Gleichung (19) bzw. (20) bestimmt.

⁶⁶ ehemals Schenck-Trebel, Ratingen

⁶⁷ Russenberger Prüfmaschinen AG, Schaffhausen (Schweiz)

$$I_{0,pl}^* = \frac{\Delta I_{pl,induktiv}}{\Delta \epsilon_{pl}} \quad (19)$$

$$I_{0,ges}^* = \frac{\Delta I_{ges,induktiv}}{\Delta \epsilon_{ges}} \quad (20)$$

Die ersten Lastwechsel werden unter quasistatischen Bedingungen mit einer mittleren Dehnungsgeschwindigkeit von $\dot{\epsilon} = 3,4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ gefahren, wobei die Spannungsamplitude innerhalb von 6 bis 10 Belastungszyklen auf den Sollwert gesteigert wird. Anschließend wird die zyklische Belastung dynamisch mit einer Frequenz von 1,6 Hz sinusförmig aufgebracht. Dabei werden Dehnungsgeschwindigkeiten im Bereich von $\dot{\epsilon} = 3,5 \cdot 10^{-3} - 1,5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ erreicht. Bei hochzyklischen Versuchen (bis $N = 10^7$) mit entsprechend kleiner Dehnungsamplitude wurde die Frequenz im Verlauf des Versuches bis auf 6 Hz erhöht, ohne dabei den genannten Bereich der Dehnungsgeschwindigkeit zu überschreiten. Für die Wahl der Dehnungsgeschwindigkeit, einschließlich des quasistatischen Anfahrens, war ausschlaggebend, daß sich die Probe nicht über 30°C erwärmt.

Als zyklische Antwort des Werkstoffs wurde der dynamische Kraft - Weg - Verlauf (mechanische Hysterese) für ausgesuchte Lastwechsel auf Meßschreibern erfaßt. Aus diesen Kurven lassen sich die Dehnungsschwingbreiten (plastisch $\Delta \epsilon_{pl}$ und gesamt $\Delta \epsilon_{ges}$) ermitteln.

Beim Erreichen definierter Lastwechselzahlen wurde der Versuch angehalten und mit einem vollständigen Lastwechsel quasistatisch belastet, so daß die Probe, aus dem Druckbereich kommend, in den kraftlosen Zustand gebracht wird. Außerdem wurde I_0^* durch Feindehnungsmessung bei einem weiteren quasistatischen Lastwechsel rekaliibriert.

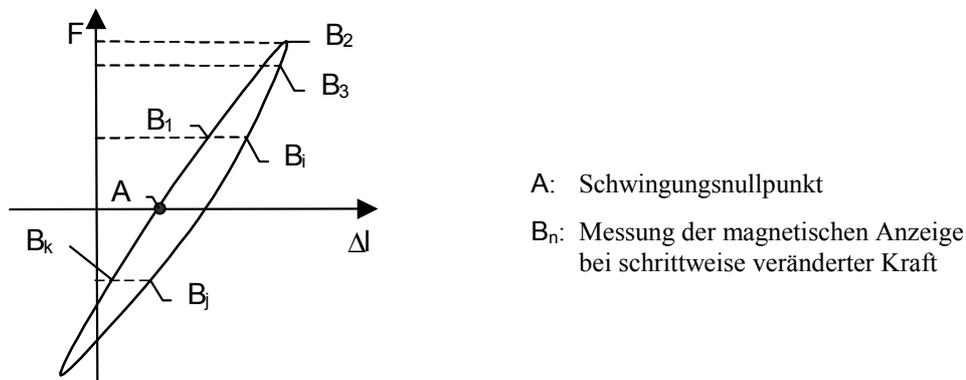


Bild 22 Kraft - Weg - Verlauf eines Lastwechsels, Haltepunkte für Messungen bei definiertem Spannungs - Dehnungs - Zustand

Im kraftlosen Zustand am Schwingungsnullpunkt A , siehe Bild 22, wurde an markierten Positionen die magnetische Anzeige gemessen. Bei verschiedenen Proben wurde die magnetische Anzeige zusätzlich im Verlauf eines quasistatischen Lastwechsels, d.h. bei schrittweise veränderten Kräften gemessen (B_n in Bild 22) und kann in Abhängigkeit von Spannung und Dehnung analysiert werden.

4.5.3 Block- und Randomversuch

Unter dem Begriff Blockversuch ist ein mehrstufiger Ermüdungsversuch zu verstehen, bei dem die Probe mit Lastkollektiven unterschiedlicher Belastungsamplitude und Lastwechselzahl in bestimmter Reihenfolge beansprucht wird. Kennzeichnend für einen Lastblock sind Spannungsamplitude, Lastwechselzahl und Mittelspannung. Die Folge verschiedener Blocks wird Lastkollektiv genannt.

Ziel der Blockversuche ist es einerseits, Wechselwirkung und Überlagerung der Effekte zu studieren, die in den Ein - Amplituden - Versuchen beobachtet werden. Andererseits dienen Blockversuche auch dazu, komplexe Lastfolgen an einem Bauteil vereinfacht auf eine Laborprobe zu übertragen. Durch geeignete Reduzierung einer gemessenen bzw. errechneten Bauteilgeschichte auf Lastblöcke und -kollektive läßt sich die tatsächliche Beanspruchung im Experiment realistischer simulieren als durch den Versuch mit konstanter Amplitude.

Die Blockversuche wurden mit spannungsgesteuerter Fahrweise an Maschinen der Bauart Rumul Mikrotron K⁶⁷ und Schenk - Trebel⁶⁶ durchgeführt. Mit Ausnahmen der Blockcharakteristik fanden diese Experimente unter ansonst gleichen Bedingungen wie die spannungsgesteuerten Versuche (4.5.2) statt.

Ebenso ist der Randomversuch ein spannungsgesteuertes Experiment mit variabler Amplitude. Im Gegensatz zum Blockversuch ist die Reihenfolge nacheinander angewendeter Spannungsamplituden zufällig, ihre Werte sind wahlweise diskret oder mit definierter Häufigkeit kontinuierlich aus einem Spannungsintervall entnommen. Im Vergleich zum Blockversuch kann dieses Experiment eine weitere Annäherung an in der Praxis auftretende Betriebsbeanspruchungen sein. Die Randomversuche wurden an der digital gesteuerten Prüfmaschine Instron 8503⁶⁵ in Verbindung mit einem speziell an diese Prüfaufgabe angepaßten Computerprogramm umgesetzt.

4.6 **Versuchsplan – Zusammenstellung der mechanischen Experimente und der zugehörigen Versuchsbedingungen**

Die mechanischen Experimente werden im ausführlichen Versuchsplan in Anlage C dargestellt und die Versuchsbedingungen erklärt. Folgende Versuchsgruppen sind enthalten:

Reckversuche - Werkstoffe A0P 1.4550 , S&C 1.4541 und SEW 1.4550, RT bis 200°C

Druckversuche - alle verfügbaren Chargen (im Anlieferzustand),
wärmebehandelte Zustände von S&C 1.4541 und SEW 1.4550

Teilermüdete Zustände - Werkstoff A0P 1.4550,
RT, $\Delta\varepsilon=1,2\%$, $N_B/256 \leq N \leq N_B/2$

LCF - dehnungsgesteuert bei RT - Werkstoffe A0P 1.4550, S&C 1.4541 und SEW 1.4550
RT, $0,9 \leq \Delta\varepsilon \leq 1,5\%$

LCF - bei erhöhter Temperatur - Werkstoff A0P 1.4550, $100^\circ\text{C} \leq \vartheta \leq 300^\circ\text{C}$,
dehnungsgesteuert $\Delta\varepsilon=1,2\%$

LCF - HCF spannungsgesteuert bei RT - Werkstoffe A0P 1.4550, S&C 1.4541 SEW 1.4550,
 $185 \leq \sigma_a \leq 303\text{MPa}$

Block- und Randomversuche - Werkstoff SEW 1.4550, RT,
 $174 \leq \sigma_a \leq 276 \text{MPa}$, $0 \leq \sigma_m \leq 125 \text{MPa}$

4.7 Tiefkühlversuch

Zur Bewertung des Austenits hinsichtlich thermischer Martensitbildung wurden an allen vorliegenden Chargen (Anlieferungszustand) Tiefkühlversuche durchgeführt. Aus den vorhandenen Profilen, bzw. aus Reststücken der Rundprobenfertigung (4.2), wurden zu diesem Zweck Probenquader mit einer Kantenlänge von ca. 10 mm herausgetrennt (Bild 23).

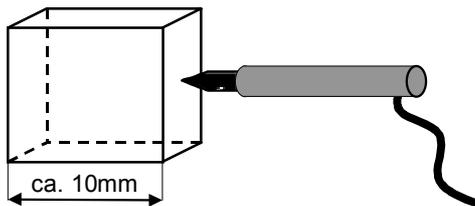


Bild 23 Tiefkühlprobe für den Anlieferungszustand, Ferritscope - Messung

Diese Probenquader wurden in ein mit flüssigem Stickstoff befülltes Dewar - Gefäß gegeben und nach 20 Minuten Tiefkühlung bei -196°C wieder entnommen. Nachdem sich die Proben wieder auf Raumtemperatur erwärmt haben, wurde die magnetische Anzeige mit dem Ferritscope (5.6.2) gemessen (Bild 23).

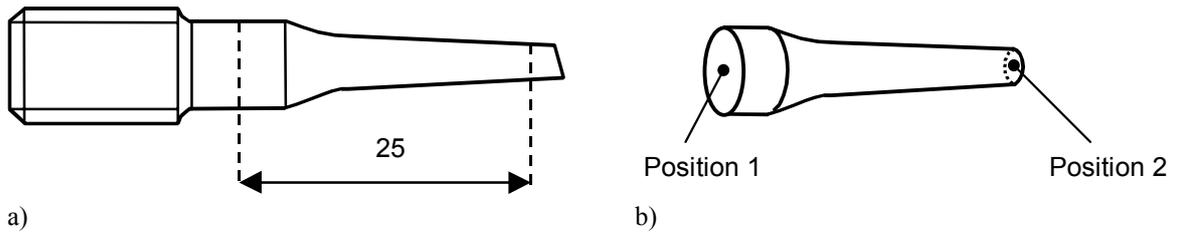
Zur Untersuchung des Dehnungseinflusses auf die thermische Austenitstabilität wurden aus den Reckversuchsproben Stücke, siehe Bild 24a), herausgetrennt und unter den oben genannten Bedingungen tiefgekühlt. An den Meßpositionen 1 und 2 in Bild 24b) wurde die magnetische Anzeige im unverformten bzw. verformten Zustand vor und nach der Tiefkühlung erfaßt.

4.8 Auslagerungsversuch

Beim Auslagerungsversuch wurden Proben über eine bestimmte Zeitspanne bei einer definierten Temperatur ($100 - 900^\circ\text{C}$) isotherm gehalten. Hierfür wurde ein Ofen⁶⁸ mit präziser Temperatursteuerung ($\pm 2 \text{K}$) benutzt und die Probentemperatur durch ein an der Oberfläche anliegendes Thermoelement erfaßt und per Schreiber protokolliert.

Die im Auslagerungsversuch verwendeten Proben wurden als Sekundärproben aus den geprüften Reckproben (siehe 4.4.2) entnommen. Die Proben wurden quer aus Dehnschaft und Übergangsbereich herausgetrennt und tiefgekühlt (siehe 4.7). Die Meßstellen für die magnetische Anzeige, siehe Bild 24b), liegen auf den Stirnflächen der zylindrischen Körper, Position 1 befindet sich in einem fast unverformten, Position 2 in einem stark verformten Bereich der Reckprobe.

⁶⁸ Linn ElektroTherm, Bad Frankenhausen



a)
Bild 24 Einachsige verformte Tiefkühl- und Auslagerungsprobe
a) Lage und Trennung aus den Reckproben
b) Positionen für die Ferritscope - Messungen

Um im Verlauf der Auslagerung Messungen durchführen zu können, entnahm man die Proben aus dem Ofen und kühlte sie im Wasserbad auf Raumtemperatur ab. Nach der jeweiligen Messung wurden die Proben zügig wieder in den Ofen gebracht und erreichten rasch (innerhalb von 5 - 10 Minuten) wieder den Temperatur - Sollwert der Auslagerungsglühung.

5 Experimentelles - Untersuchungstechniken, verwendete Methoden und Apparaturen

5.1 Proben-trennung und Untersuchungspositionen

Für verschiedene Untersuchungsmethoden war es erforderlich, die geprüften Laborproben zu teilen, um den Methoden angepaßte Sekundärproben zu erhalten bzw. um bestimmte Positionen erfassen zu können. Die Proben-trennung erfolgte mit einer Feintrennmaschine der Bauart *Cuto I*⁶⁹, durch ständige Kühlung, geringen Vorschub ($\leq 1 \text{ mm/min}$) und geeignete Trennscheiben (SiC, 0,5 mm Dicke) mit hoher Drehzahl (3000 min^{-1}) wurde eine geringe Deformationstiefe erreicht. Ein Probenentnahmeplan ist in Anlage D angegeben.

5.2 Metallographische Untersuchungen

Die metallographische Präparation, lichtoptische Untersuchung und Mikrohärtmessung an Schliffen, die aus getesteten Proben bzw. angelieferten Profilen entnommenen wurden, erfolgte nach den herkömmlichen Verfahren und ist in Anlage E geschildert.

Außerdem wurden bauteilmetallographische Untersuchungen an verschiedenen Belastungszuständen durchgeführt, wobei an präparierten Probenoberflächen (poliert, geätzt) nach bestimmten Beanspruchungszyklen Gefügeabdrücke (Replica) abgenommen und in bedampftem Zustand lichtoptisch betrachtet wurden (Anlage E).

5.3 Röntgenographische Untersuchungen

Für Röntgenfeinstrukturuntersuchungen stand ein Gerät der Bauart *Siemens D 500*⁷⁰ mit dem Programmpaket *Diffac/AT* zur Verfügung. Es wurde mit Co K_α - Strahlung ($U_B=35 \text{ kV}$, $I=14 \text{ mA}$) ohne Monochromator betrieben. Die Registrierung der Strahlintensitäten erfolgte mit einem Szintillationszähler. Im Primärstrahlengang befindet sich zur Verbesserung der Strahlparallelität und zur Abgrenzung der bestrahlten Probenfläche ein Kollimator ($\varnothing 3 \text{ mm}$, $l=98 \text{ mm}$). Außerdem verfügt das Gerät über ein Texturgoniometer (geschlossene Euler - Wiege), dieser Meßzusatz begrenzt den Glanzwinkelbereich auf $2\theta < 105^\circ$.

Die röntgenographisch zu untersuchenden Probenbereiche sind im Probenentnahmeplan, siehe Anlage D, dokumentiert. Die Messungen an den senkrecht zur Probenachse aus den Ermüdungsproben entnommenen Zylindern wurden an verschiedenen Positionen (Mantelfläche, Bruchfläche, Volumen) durchgeführt. Für die Messung auf den Bruch- und Mantelflächen der Proben war eine Präparation nicht erforderlich bzw. nicht möglich. Für die Messung am Probenvolumen wurde die Querschnittsfläche (Trennfläche) metallographisch präpariert. Für die Handhabung bei der Präparation wurden die Zylinderproben in eine spezielle Vorrichtung (Schliffklammer mit Bohrungen $\varnothing 6 \text{ mm}$) eingespannt. Die Proben werden so genau senkrecht zur Probenachse präpariert und lassen sich nach der abschließenden OPS-Politur sofort aus der Vorrichtung entnehmen.

⁶⁹ Wirtz-Buehler GmbH, Düsseldorf

⁷⁰ ehemals Siemens AG, Karlsruhe, jetzt Bruker AXS GmbH, Karlsruhe

Alle Untersuchungen erfolgen in Reflexion. Die Eindringtiefe t der Röntgenstrahlung ist entsprechend Gleichung (21) abhängig von Glanzwinkel θ und dem Schwächungskoeffizienten $\bar{\mu}$ der Legierung. Dieser wird aus den wellenlängenspezifischen Massenschwächungskoeffizienten $(\mu_i/\rho_i)_\lambda$ nach ⁷¹, den Dichten ρ_i und den Massenanteilen α_i der i Legierungselemente mit Gleichung (22) ermittelt.

Für den untersuchten Glanzwinkelbereich werden Eindringtiefen t im Bereich von 2 bis 4 μm berechnet.

$$t = \frac{\sin(\theta)}{2\bar{\mu}} \quad (21)$$

$$\bar{\mu} = \sum_i \alpha_i \cdot \left(\frac{\mu_i}{\rho_i} \right)_\lambda \cdot \rho_i \quad (22)$$

5.3.1 Diffraktometrie

Die Messung der radialen Intensitätsverteilung in Form von $2\theta - \omega$ - Scans basiert auf dem fokussierenden Reflexionsverfahren mit Strahlengang nach BRAGG - BRENTANO⁷².

Folgende Meßparameter wurden gewählt: Meßbereich $45^\circ \leq 2\theta \leq 105^\circ$, Schrittweite $\Delta\theta = 0,1^\circ$ und Meßzeit $5 \leq t_\theta \leq 10$ s. Hierdurch ist gewährleistet, daß alle im Meßbereich liegenden Ebenen erfaßt werden, eine entsprechende Zählstatistik als auch eine für die Phasenanalyse ausreichend hohe Winkelauflösung gewährleistet ist. Blenden im Sekundärstrahlengang (HDB 1° und $0,6^\circ$) begrenzen die Divergenz des in den Detektor einfallenden Strahls. Die registrierte Intensität der Strahlung wird in Abhängigkeit vom Glanzwinkel, siehe Bild 25b), dargestellt.

5.3.2 Phasenanalyse

Für die untersuchten Werkstoffe sind folgende kristallographischen Phasen grundsätzlich möglich:

γ -Austenit (kubisch flächenzentriert, $a_0=3,5911\text{\AA}$, ASTM: 33-397⁷³)

α' -Martensit (kubisch raumzentriert, $a_0=2,8664\text{\AA}$, ASTM: 6-696⁷³)

ε -Martensit (hexagonal dichtest gepackt, $a_0=2,532\text{\AA}$ $c_0=4,114\text{\AA}$ ^{74, 31})

$a_0=2,536\text{\AA}$ $c_0=4,142\text{\AA}$ ²⁸)

Die angegebenen Gitterparameter beziehen sich auf Standards, die den beobachteten Phasen vom Strukturtyp entsprechen und die ihnen von der chemischen Zusammensetzung nahe kommen. Die Netzebenenabstände und Winkellagen für die verwendete Röntgenwellenlänge der nach den Auswahlregeln möglichen Reflexe sind in Tabelle 6 aufgeführt.

⁷¹ SAGEL-1958

⁷² WASSERMANN-1962 (S.58-61)

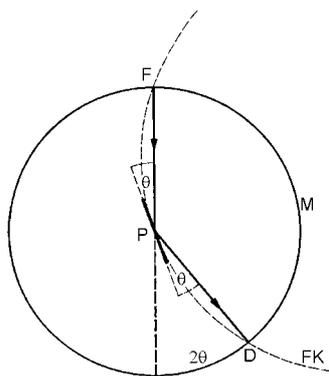
⁷³ ICCD -1991

⁷⁴ MARSHALL-1984

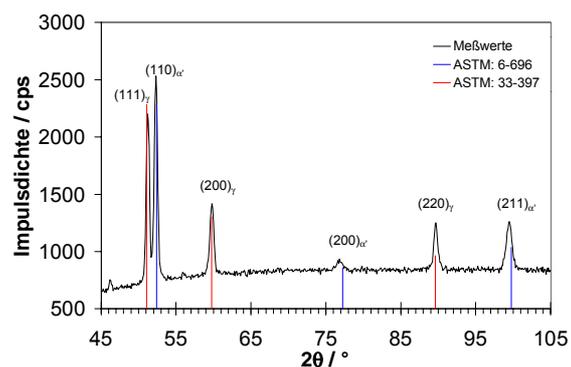
Tabelle 6 Netzebenenabstände nach den Standards und Winkellagen von γ , α' und ϵ - Phase

	(h k l)	d / Å		2 θ / ° für Co K α	
γ -Austenit ASTM: 33-397 ⁷³	(1 1 1) $_{\gamma}$	2,075		51,08	
	(2 0 0) $_{\gamma}$	1,796		59,75	
	(2 2 0) $_{\gamma}$	1,270		89,60	
	(3 1 1) $_{\gamma}$	1,083		111,43	
α' -Martensit ASTM: 6-696 ⁷³	(1 1 0) $_{\alpha'}$	2,027		52,39	
	(2 0 0) $_{\alpha'}$	1,433		77,25	
	(2 1 1) $_{\alpha'}$	1,170		99,73	
	(2 2 0) $_{\alpha'}$	1,013		123,97	
ϵ -Martensit ^{74 28}	(1 0 0) $_{\epsilon}$	2,193	2,197	48,15	48,06
	(0 0 2) $_{\epsilon}$	2,057	2,071	51,55	51,18
	(1 0 1) $_{\epsilon}$	1,935	1,941	55,06	54,89
	(1 0 2) $_{\epsilon}$	1,500	1,507	73,20	72,82
	(1 1 0) $_{\epsilon}$	1,266	1,268	89,90	89,71
	(2 $\bar{1}$ 0) $_{\epsilon}$	1,266	1,268	89,90	89,71
	(1 0 3) $_{\epsilon}$	1,163	1,169	100,58	99,85

Die in den Diffraktogrammen, wie z.B. Bild 25b), gemessenen Peaks können den aufgeführten Standards zweifelsfrei zugeordnet werden. Es wurden ausschließlich die γ und α' -Phase beobachtet. Allerdings ist zu beachten, daß ϵ - Martensit wegen der Überlappung seiner intensitätsstarken Reflexe mit den Linien der Matrix (γ) nur erschwert nachweisbar ist. Für die gemessenen Peaks wurden neben den Winkellagen auch Intensitäts- und Linienparameter bestimmt.



a)



b)

Bild 25 Röntgendiffraktometrie

 a) Strahlengang nach Bragg-Brentano⁷², D: Detektor, F: Röhrenfokus, FK: Fokussierungskreis, M: Meßkreis, P: Probe

b) Diffraktogramm eines Ermüdungszustandes (Probe: SEW 1.4550-11, Volumen), Zuordnung von Standards und Indizierungen

Anhand der Intensitätsverteilungen, wie in Bild 25b) dargestellt, ist eine quantitative Phasenanalyse möglich. Da nur zwei Phasen vorliegen, vereinfacht sich die Quantifizierung erheblich, es wurde die bei der Restaustenitbestimmung in Werkzeugstählen häufig benutzte Me-

thode der festen Flächenverhältnisse (*Fixed Area*) angewendet. Die Grundlagen und das Vorgehen bei der quantitativen Bestimmung nach diesem Verfahren sind in Anlage F aufgezeigt.

5.3.3 Texturmessung

Bei der Texturmessung wird die Verteilung der Kristallorientierung ermittelt. Dabei erfaßt man bei fest eingestelltem Beugungswinkel 2θ die Intensität eines Reflexes (hkl) in Abhängigkeit von Kippung (α) und Drehung (β), siehe Bild 26a). Die gemessenen Intensitäten $I_{\text{mess}}^{(\alpha,\beta)}$ werden nach (23) und (24) mit dem Untergrund und der Defokussierung $c_{(\alpha)}$ normiert und in Form von Polfiguren, Bild 26b), dargestellt. Anhand der Poldichteverteilungen $P(\alpha, \beta)$ von Reflexen kann auf die Orientierungsverteilung in der Probe geschlossen werden.

$$P(\alpha, \beta) = \frac{(I_{\text{mess}}^{(\alpha,\beta)} - I_{\text{Untergrund}}^{(\alpha,\beta)})}{\bar{i}} \cdot \frac{1}{c_{(\alpha)}} \quad (23)$$

$$\bar{i} = \sum_{\alpha, \beta} I_{\text{mess}}^{(\alpha,\beta)} \cdot \cos(\alpha) \quad (24)$$

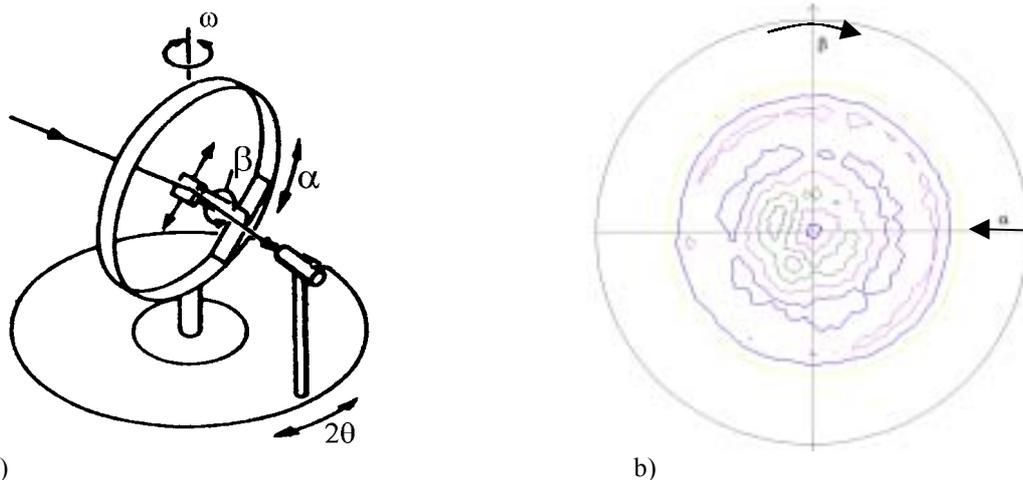


Bild 26 Röntgenographische Texturbestimmung

- a) schematischer Aufbau des Texturgoniometers, Messung in Reflexion nach Schulz⁷² in Abhängigkeit der Winkel β (Drehung) und α (Verkipfung)
 b) Polfigur am Beispiel von Probe A0P 1.4550-8, $(211)_{\alpha}$, Poldichte und Lagewinkel α und β

Die genauen Beugungswinkel ($2\theta_{hkl}$) für die zu messenden Reflexe sind durch die vorlaufende Messung im Diffraktometerbetrieb bekannt. Als Meßparameter für die Texturmessung wurden Drehwinkel im Bereich $0 \leq \beta \leq 360^\circ$ und Kippwinkel im Bereich $0 \leq \alpha \leq 70^\circ$ (begrenzt durch die Defokussierung) mit Schrittweiten von je 5° bei einer Meßzeit $5 \text{ s} \leq t \leq 10 \text{ s}$ pro Meßpunkt gewählt. Die Untergrundkorrektur erfolgt anhand von Messungen außerhalb des Reflexes (hkl), die für alle Verkipfungswinkel aufgenommen wurden.

Aufgrund der kleinen Probenabmessung wurde eine Verbesserung der Präparatstatistik mittels Integration durch Probenpendelung verworfen, da das Auftreffen der Primärstrahlung auf die Meßfläche ($\varnothing \leq 6 \text{ mm}$), insbesondere bei starker Verkipfung, nicht gesichert ist.

5.4 Elektronenmikroskopie

5.4.1 Transmissionselektronenmikroskopie

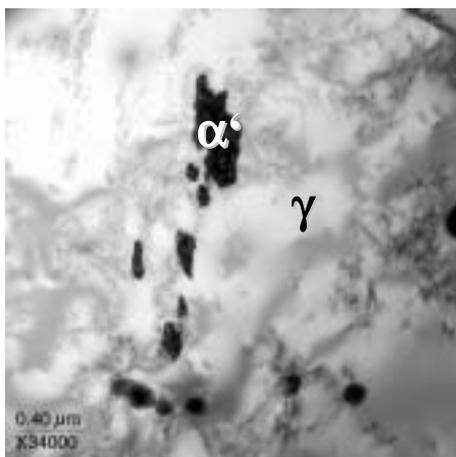
Die aus den LCF - Proben, bzw. aus den angelieferten Profilen, entnommenen Präparate (Positionen siehe Anlage D) durchliefen den zur Herstellung durchstrahlbarer Metallfolien üblichen mechanisch - elektrochemischen Präparationsweg, der in Anlage G dargestellt ist.

Für die Untersuchungen standen Transmissionselektronenmikroskope (TEM) der Bauart *EM 400T*⁷⁵ (100 kV) und *CM 200*⁷⁵ (200 kV), jeweils mit thermischer Emissionskatode (LaB₆) zur Verfügung. Die Untersuchung von Gefüge und Gitterdefekten wurde hauptsächlich im Hellfeld - Abbildungsmodus durchgeführt. Die Abbildung von Versetzungen erfolgte unter Ausnutzung des Verzerrungskontrastes, der von der Orientierung zwischen Versetzung (Burgersvektor *b*) und reflektierender Netzebenenschar (Beugungsvektor *g*) entsprechend dem *g • b* - Kriterium, siehe (25), abhängt.⁷⁶

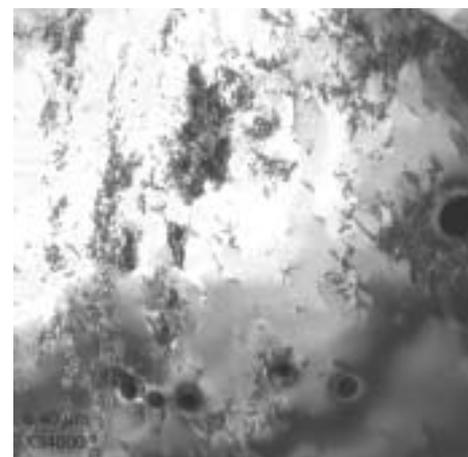
$$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = n \quad (25)$$

Setzt man die exakte Erfüllung des Zweistrahlfalles, d.h. Bildentstehung durch den nicht abgelenkten Primärstrahl und einen Beugungsreflex, voraus, ergibt sich aus (25) für das skalare Produkt der Sonderfall *n* = 0 und somit kein Kontrast, wenn beide Vektoren senkrecht zueinander liegen. Die in diesem Fall unsichtbaren Versetzungen können abgebildet werden, indem die Lage des Kristalls durch Kippung des Präparates mit der Goniometerhalterung verändert wird. Zur Kontrastierung solcher Versetzungen sind meist nur geringe Verkippungen notwendig.⁷⁶ Die Erfüllung der Kontrastbedingung und des Zweistrahlfalles war experimentell durch das Arbeiten mit einem einachsigen Goniometer (Einfachkipphalter) begrenzt. Der einstellbare Winkelbereich wird gerätetechnisch durch die Objektivlinse beschränkt und ist mit ±45° sehr groß.

Das Vorliegen zweiphasiger Gefüge, Austenitmatrix (*γ*) und Verformungsmartensit (*α'*), ist in der Regel bereits in der Hellfeldabbildung anhand von Morphologie und Versetzungsdichte erkennbar, wobei die Verkippung der Probe, wie oben genannt, von entscheidender Bedeutung ist. Während sich beispielsweise in Bild 27a) der Verformungsmartensit flächig abzeichnet (Inseln), erscheint diese Phase an der gleichen Präparatstelle bei leichter Verkippung diffus, siehe Bild 27b).



a)



b)

Bild 27 Hellfeldabbildung von Austenitmatrix (*γ*) und Verformungsmartensit (*α'*)

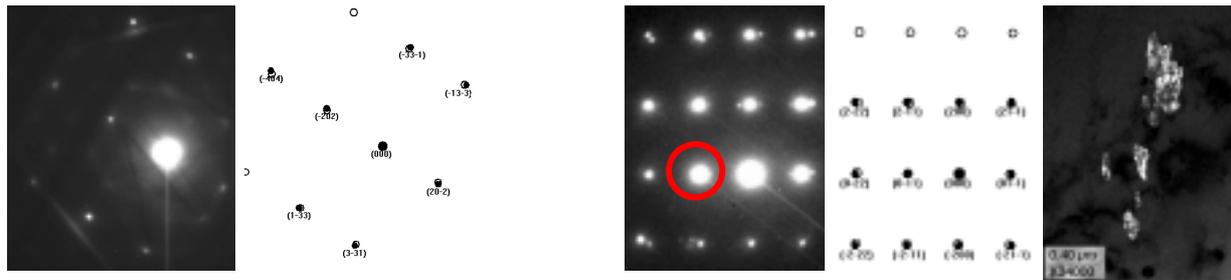
a) Abbildung am Beispiel von Probe SEW 1.4550-2

b) Hellfeldabbildung wie a), bei veränderter Verkippung der Probe

⁷⁵ Philips - Elektronenoptik, Eindhoven (Niederlande)

⁷⁶ HEIMENDAHL-1970 (S.148-161)

Die eindeutige Identifizierung der Phasen ist letztendlich durch die Aufnahme von Beugungsbildern (Feinbereichsbeugung) möglich. An den mit der Selektorblende ausgewählten Objekt-details [Beschriftungen in Bild 27a)] entstehen im Beugungsmodus die in Bild 28a) bzw. Bild 29a) dargestellten Interferenzmuster. Deren Auswertung und Indizierung erfolgte anhand der zwischen den Punkten vermessenen Abstände und Winkel nach den allgemeinen kristallographischen Gleichungen⁷⁷ mit Hilfe des Auswertungsprogrammes *Eldisca*⁷⁸. Dabei werden die Meßwerte mit den Punktrastern verglichen, die sich aus bekannten Standards, siehe Tabelle 6, ergeben. Können gemessenes und berechnetes Punktraster im Rahmen der Meßgenauigkeit in Übereinstimmung gebracht werden, Bild 28b) bzw. Bild 29b), wird dieser Standard der zu identifizierenden Phase zugeordnet.



a) Bild 28 Feinbereichsbeugung Position γ in Bild 27
 a) Beugungsabbildung, Kameralänge 620 mm,
 $\lambda \cdot L = 29,51 \text{ mm}\text{\AA}$
 b) Überlagerung der Meßpunkte (\circ) und der
 aus Standard 33-397 (Tabelle 6) berech-
 neten Punkte (\bullet), Zonenachse: [3 4 3]

a) Bild 29 Feinbereichsbeugung Position α' in Bild 27
 a) Beugungsabbildung, Kameralänge 620 mm,
 $\lambda \cdot L = 29,51 \text{ mm}\text{\AA}$
 b) Überlagerung der Meßpunkte (\circ) und der
 aus Standard 6-696 (Tabelle 6) berechneten
 Punkte (\bullet), Zonenachse: [0 $\bar{1}$ 1]
 c) Dunkelfeld mit exzentrischer Objektiv-
 blende im Lichte des Reflexes (0 $\bar{1}$ 1), siehe
 Bild 29a)

Um die Zuordnung des Beugungsbildes zu dem ausgewählten Objekt-detail sicherzustellen, wurde zusätzlich eine Dunkelfeldabbildung angefertigt, siehe Bild 29c), wobei die gebeugte Phase durch die exzentrische Verschiebung der Objektivblende im Lichte ihres Beugungsreflexes, Markierung in Bild 29a), erscheint.

Die Dokumentation der TEM - Abbildungen wurde mit Fotoplatten, vorzugsweise jedoch mit einer Multiscan - Digitalkamera⁷⁹ vorgenommen, wobei mit Gerätevergrößerungen im Bereich von 4 600 bis zu 78 000 gearbeitet wurde.

Bei den TEM - Untersuchungen besteht außerdem die Möglichkeit, das durch den Elektronenstrahl im Präparat angeregte Röntgenspektrum energiedispersiv zu analysieren (EDX) und hieraus auf die chemische Zusammensetzung des angeregten Präparatbereiches zu schließen.⁸⁰ Durch diese semiquantitative, chemische Analyse können Ausscheidungen klassifiziert (z.B.; Nb- oder Ti - Stabilisierungskarbide), oder auch chemische Inhomogenitäten in der Matrix erfaßt werden.

Die magnetischen Eigenschaften des untersuchten Präparates beeinflussen das Mikroskopieren am TEM. Ferromagnetische Proben lenken den Elektronenstrahl beim Verkippfen ab, die exakte Einstellung der euzentrischen Position und eine möglichst rotationssymmetrische Probengeometrie reduzieren diesen unerwünschten Einfluß.

⁷⁷ HORNBOGEN-1971 (S.91-99)

⁷⁸ THOMAS-1998

⁷⁹ Gatan GmbH, München

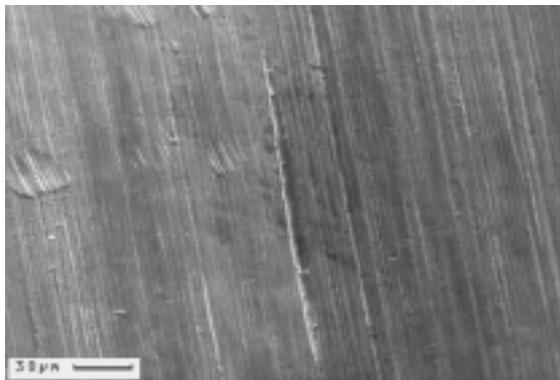
⁸⁰ HUNGER-1983

Grundsätzlich ist eine Abbildung ferromagnetischer Domänen im TEM mit Hilfe der Lorentz - Mikroskopie möglich.⁸¹ An den zur Verfügung stehenden Mikroskopen ließ sich dieser Ab bildungsmodus nur sehr eingeschränkt und bei kleinen Gerätevergrößerungen (LM - Bereich, $\leq 1350 \times$) verwirklichen. Oberhalb dieses Vergrößerungsbereiches schaltet die Objektivlinse zu, die magnetischen Domänen im Präparat werden von ihrem starken Magnetfeld überlagert und ausgerichtet, der Kontrast aufgrund lokal unterschiedlicher Magnetisierungsrichtungen verschwindet.

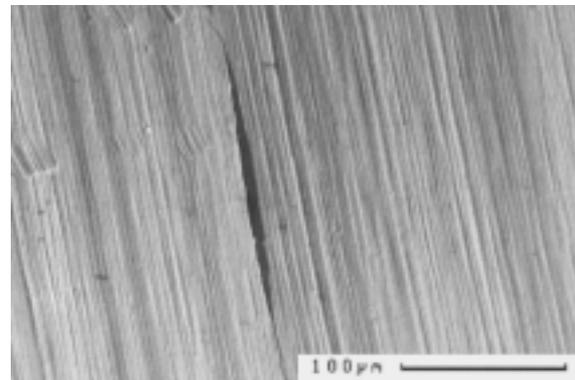
5.4.2 Rasterelektronenmikroskopie

Für die Untersuchung von Probenoberflächen hinsichtlich des Auftretens von Anrissen und Oberflächendefekten sowie zur Charakterisierung von Bruchflächen stand ein Raster elektronenmikroskop (REM) der Bauart *CamScan*⁸² zu Verfügung.

Die Sekundärelektronenabbildung eignet sich hervorragend, um das Relief einer Oberfläche, Bild 30a), mit Bearbeitungsspuren (Schleifriefen) von der Probenfertigung, Kratzern und einem Riß, darzustellen. Bild 30b) zeigt das gleiche Probendetail, nutzt jedoch Rückstreu elektronen zur Bildentstehung. Die Stärke dieses Abbildungsmodus liegt in der Darstellung chemischer Unterschiede durch den Ordnungszahlkontrast. Das Oberflächenrelief wird nicht so kontrastreich gezeichnet wie beim Sekundärelektronenbild. Zum Suchen von Rissen, die deutlich als dunkle Streifen erscheinen, eignet sich die Abbildung mit Rückstreu elektronen jedoch sehr gut.



a)



b)

Bild 30 REM - Abbildung einer Probenoberfläche, Anriß am Beispiel von Probe SEW 1.4550-6

- a) Sekundärelektronenbild (SE)
- b) Rückstreuerelektronenbild (BSE)

Am REM ist außerdem ein energiedispersiver Mikroanalysezusatz (EDX) vorhanden.⁸⁰ Die Analyse der chemischen Zusammensetzung wurde zur Verwechslungsprüfung von Werkstoffen, sowie zur Identifizierung von oberflächlichen Verunreinigungen oder Einschlüssen (MnS), insbesondere bei der Untersuchung von Bruchflächen, angewendet.

⁸¹ HORNBÖGEN-1971 (S.117-125)

⁸² CamScan Electron Optics Ltd, Waterbeach Cambs (Großbritannien)

5.5 Ultraschalltechniken

Zur Bewertung der Anwendbarkeit von Ultraschall als zerstörungsfreie Prüfmethode hinsichtlich der Ermüdung, wurden Messungen an den LCF-3 - Ermüdungsproben (Bild 20), bzw. an aus deren Kern gefertigten Sekundärproben (Anlage D) durchgeführt. Die Messungen an ermüdeten und unbelasteten (Referenz-) Zuständen ermöglichen es, Eigenschaftsänderungen (Schallschwächung, Schallgeschwindigkeit) durch den direkten Vergleich der Werte zu ermitteln.

Es wurde mit handelsüblichen Ultraschallprüfköpfen⁸³ (Longitudinalwellen) nach dem Puls - Echo - Verfahren im Frequenzbereich 1,5 bis 10 MHz gearbeitet. Dabei kamen zwei unterschiedliche Prüfanordnungen zur Anwendung. Während das in Bild 31a) abgebildete Verfahren den Ultraschall über eine Vorlaufstrecke im Wasserbad in die Probe einträgt, wird der Prüfkopf in Bild 31b) direkt auf die planparallelen Stirnflächen der Probenzylinder aufgesetzt und mit einem Hilfsmittel (Gel) angekoppelt.

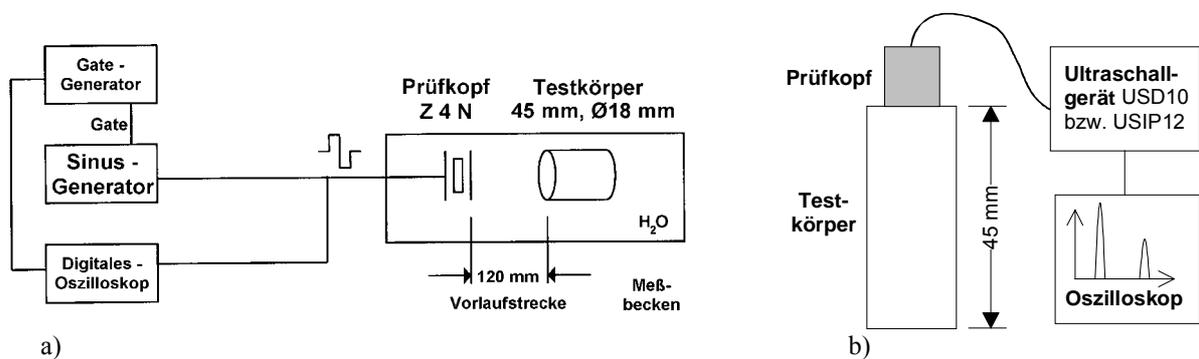


Bild 31 Ultraschall - Prüfanordnungen

- a) Ankopplung des Ultraschallprüfkopfes über eine Vorlaufstrecke im Wasserbecken
 b) Direkte Ankopplung des Ultraschallprüfkopfes mit Gel an Luft

Die laufzeitabhängige Verteilung der Ultraschallechos wurde an Oszilloskopen dargestellt, wobei als Meßgrößen und Zeitdifferenzen zwischen den Probenrückwandechos und deren Amplituden erfaßt wurden. Die Schallschwächung α in dB/m wurde aus den Amplituden des zweiten (A_2) und dritten (A_3) Rückwandechos berechnet. Für die Meßvariante a) kam Gleichung (26) zur Anwendung, wobei die Absolutwerte der Amplituden, der Grenzflächenreflexionsfaktor R ($R_{\text{Stahl/Wasser}} = 0,94$) und die Probenlänge L einzusetzen sind.

$$\alpha = -20 \cdot \log \left(\frac{1}{R} \cdot \sqrt{\frac{A_3}{A_2}} \right) \cdot \frac{1}{L} \quad (26)$$

$$\alpha = \frac{A_2 - A_3}{2 \cdot L} \quad (27)$$

Für Meßvariante b) liegen die Amplitudenmeßwerte bereits in dB vor und der Reflexionsfaktor wird mit $R = 1$ angenommen, so daß sich die Berechnung der Schallschwächung nun zu Gleichung (27) reduziert. Die Berechnung der Schallgeschwindigkeit c aus der Zeitdifferenz Δt zwischen zwei Rückwandechos und der Probenlänge L erfolgte nach Gleichung (28).

$$c = \frac{2 \cdot L}{\Delta t} \quad (28)$$

⁸³ Krautkrämer GmbH & Co., Hürth

Das Prüfverfahren an Luft (Bild 31b) wurde außerdem an ungetrennten LCF-3 - Ermüdungsproben durchgeführt. Die sich entlang der Probenachse ausbreitenden Schallwellen durchlaufen in diesem Fall den ermüdeten Kernbereich und die nicht beanspruchten Einspannbereiche.

5.6 Untersuchungen auf der Grundlage von Wirbelstrom und magnetischen Wechselwirkungen

5.6.1 Grundlegendes

Mechanische und thermische Belastungen können im paramagnetischen Austenit eine martensitische Umwandlung auslösen, siehe Abschnitt 2.2. Da die Umwandlung von einer markanten Veränderung der magnetischen Eigenschaften begleitet wird, sind durch magnetische Untersuchungsverfahren umfassende Möglichkeiten zur Charakterisierung der belasteten Zustände gegeben. Im folgenden werden die benutzten Begriffe und Zusammenhänge magnetischer Größen und Vorgänge in ferromagnetischen Werkstoffen zusammenfassend als Grundlage für die Beschreibung der anschließend erklärten Untersuchungstechniken dargestellt.⁸⁴

In ferromagnetischen Materialien sind die Spinmomente der Atome nicht regellos verteilt, sondern sie richten sich für eine Vielzahl benachbarter Atome parallel aus. Unterschiedlich ausgerichtete Elementarbereiche, Weißsche Bezirke, werden durch schmale Grenzschichten, den Blochwänden, voneinander getrennt. Der Magnetisierungsvektor innerhalb der Blochwand dreht sich schraubenförmig zwischen den Magnetisierungsrichtungen der aneinander grenzenden Weißschen Bezirke. Die spontane Magnetisierung erfolgt in der Richtung der leichtesten Magnetisierbarkeit, die für das krz - Gitter des Eisens in der kristallographischen $\langle 100 \rangle$ - Richtung (Würfelkanten) liegt. Der zwischen zwei Weißschen Bezirken bestehende Orientierungsunterschied beträgt aus diesem Grund entweder 90° oder 180° , man unterscheidet 90° oder 180° - Blochwände. Durch Anlegen eines äußeren magnetischen Feldes mit der Feldstärke H werden die Weißschen Bezirke ausgerichtet. Die Elementarprozesse und der Verlauf der Magnetisierung an einem zuvor nicht magnetisierten Zustand (Neukurve) sind in Bild 32 dargestellt. Durch reversible und irreversible Blochwandverschiebungen und Drehprozesse wachsen die in Richtung des äußeren Feldes orientierten Weißschen Bezirke bzw. werden in seine Richtung gedreht, die magnetische Flußdichte B steigt mit wachsender Feldstärke an.

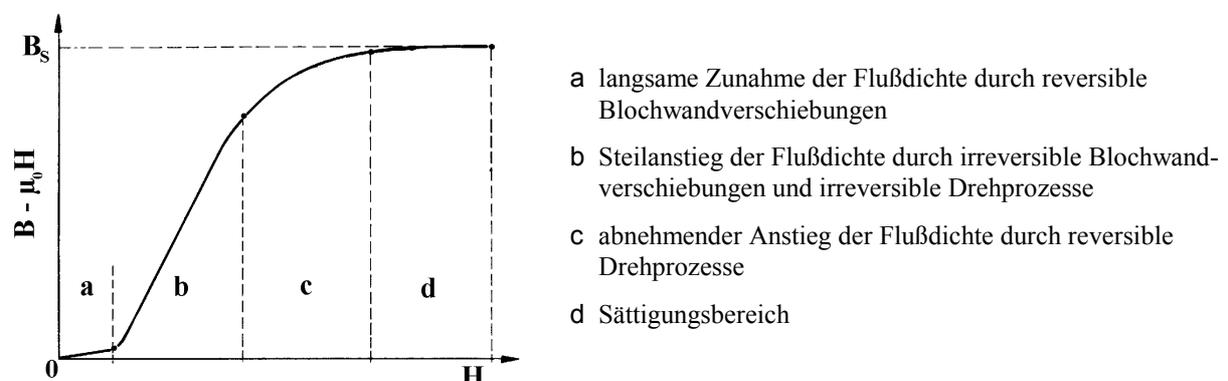


Bild 32 Magnetisierungskurve und Elementarprozesse von vielkristallinen Ferromagnetika⁸⁵

⁸⁴ HECK-1975 (S.29-45)

Das steile Ansteigen im Abschnitt **b** der Kurve wird durch irreversible Drehprozesse bewirkt, welche diskontinuierlich, sprunghaft verlaufen. Dabei klappen die magnetischen Dipole in diejenige kristallographische Vorzugsrichtung, die der Richtung des äußeren Feldes am nächsten kommt. Diese Vorgänge werden Barkhausensprünge bzw. Barkhausenrauschen genannt.⁸⁵

Bereits durch das Vorhandensein der genannten Richtungen leichtester Magnetisierbarkeit wird ein magnetisch anisotropes Verhalten deutlich. Neben dieser Kristallanisotropie bestehen weitere Einflüsse durch die Formanisotropie (Probengeometrie), Spannungsanisotropie (Zug / Druck) und die Austauschanisotropie (Wechselwirkung magnetischer Bereiche).⁸⁶ Ebenso ist die Wechselwirkung von Magnetfeldern auf mechanische Spannungen bzw. Abmessungen der Probe (Magnetostriktion) und umgekehrt (Villari - Effekt) zu beachten.⁸⁷

Die Einwirkung eines Magnetfeldes H erzeugt einen magnetischen Fluß Φ . Die Flußdichte B ergibt sich nach (29) aus dem flächenbezogenen (A) Fluß. Sie wird gegenüber der Flußdichte an Luft ($\mu_0 \cdot H$) durch die magnetische Polarisation J des Materials, siehe (30), verstärkt. Die Polarisation ist der magnetischen Suszeptibilität χ proportional. Als Werkstoffkenngröße für Ferromagnetika wird die relative Permeabilität μ_r , siehe (31), eingeführt. Die relative Permeabilität ist der Anstieg der Flußdichte mit der Feldstärke, vergleiche auch Bild 32. Bei der Angabe der Permeabilität wird nach dem Magnetisierungsstadium (z.B. Anfangspermeabilität) unterschieden. Als Magnetisierung M bezeichnet man die nach (32) auf die magnetische Feldkonstante μ_0 bezogene Polarisation.⁸⁴

$$B = \Phi / A \quad (29)$$

$$B = \mu_0 \cdot H + J = \mu_0 \cdot H + \chi \cdot \mu_0 \cdot H = (1 + \chi) \cdot \mu_0 \cdot H = \mu_r \cdot \mu_0 \cdot H \quad (30)$$

$$\mu_r = 1 + \chi \quad (31)$$

$$M = J / \mu_0 \quad (32)$$

Bei Vorliegen eines zeitlich veränderlichen Magnetfeldes bekommt die Flußdichte - Feldstärke - Kurve die Gestalt einer Hystereseschleife, siehe Bild 33. Legt man zunächst ein Feld an einen zuvor nicht magnetisierten Zustand an und steigert es bis zur Sättigung, erhält man die oben erklärte Neukurve (Bild 32). Nach dem Abschalten des Feldes sinkt die Flußdichte, ein Restbetrag - die Remanenz B_r - bleibt zurück. Um einen flußlosen Zustand zu erreichen, muß ein Gegenfeld der Feldstärke H_C (Koerzitivfeldstärke) aufgebaut werden.

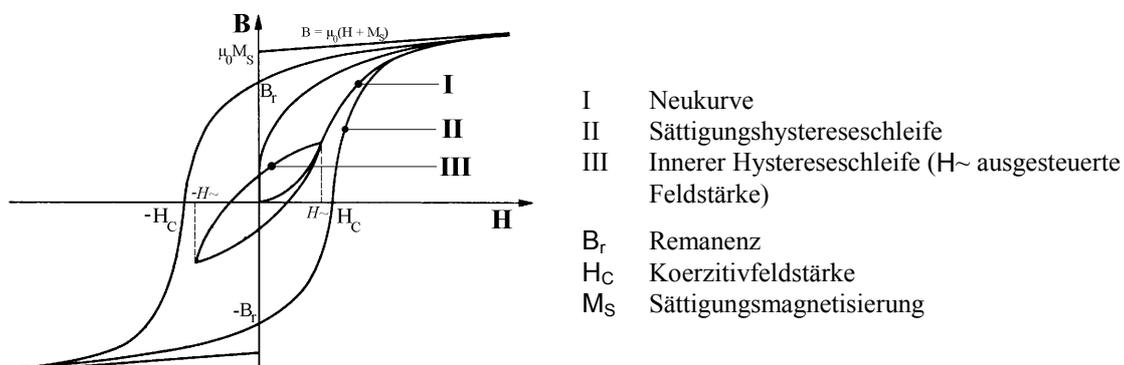


Bild 33 Magnetische Hysteresekurven $B = f(H)$ nach⁸⁸

⁸⁵ HECK-1975 (S.105-114)

⁸⁶ HECK-1975 (S.94-101)

⁸⁷ KABELITZ-1994

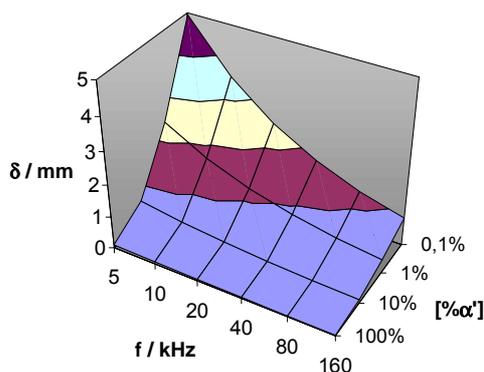
⁸⁸ KOHLRAUSCH-1985 (S.432)

Erhöht man dieses Feld weiter bis zur Sättigung in der Gegenrichtung, erhält man nach Abschalten des Feldes und erneuter Feldrichtungsumkehr einen symmetrischen Ast der Hysteresekurve. Die Beträge für Remanenz und Koerzitivfeldstärke sind annähernd gleich, jedoch mit entgegengesetztem Vorzeichen (Bild 33 II). Variiert man die Feldstärke in einem Bereich weit unterhalb der Sättigung mit einem Maximum $|H_{\sim}| < |H_C|$ (Bild 33 III), erhält man die innere Hystereseschleife. Sie hat die Gestalt von zwei Parabelästen, die bei weiterer Verringerung der Spitzenfeldstärke H_{\sim} zu Geraden durch den Nullpunkt entarten.

Beim Arbeiten mit Wechselfeldern hoher Frequenz treten oberflächennahe Wirbelströme auf (Skin - Effekt). Die Eindringtiefe δ der Wirbelströme und somit die Informationstiefe verschiedener Meßverfahren berechnet sich nach (33). Neben der Frequenz gehen die elektrische Leitfähigkeit σ_{el} und die relative Permeabilität μ_r als variable Größen ein.^{89,90}

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi \cdot \sigma_{el} \cdot f \cdot \mu_0 \cdot \mu_r}} \quad (33)$$

Setzt man ein zweiphasiges Gefüge (Austenit + Martensit) voraus, wobei sich elektrische Leitfähigkeit und relative Permeabilität entsprechend den Phasenanteilen verhalten, kann die Eindringtiefe nach (33) als Funktion von Frequenz und Martensitgehalt dargestellt werden (Bild 34).



Angenommene Eigenschaften für Austenit (γ) und Martensit (α'):

$$\begin{aligned} \sigma_{el,\gamma} &= 1,37 \text{ m } \Omega^{-1} \text{ mm}^{-2} \\ \sigma_{el,\alpha'} &= 10,5 \text{ m } \Omega^{-1} \text{ mm}^{-2} \\ \mu_{r,\gamma} &= 1 \\ \mu_{r,\alpha'} &= 500 \end{aligned}$$

Bild 34 Wirbelstromeindringtiefe $\delta = f(f, [\% \alpha'])$ nach (33) und zugrunde gelegte Eigenschaftswerte

5.6.2 Ferritscope

Zur Bestimmung des Gehalts an Verformungsmartensit anhand seiner ferromagnetischen Eigenschaften wurde ein Gerät der Bauart *Feritscope MP3C*⁹¹ benutzt. Haupteinsatzgebiet dieses Meßverfahrens ist die Ferritgehaltbestimmung in Schweißnähten bzw. in Duplex - Stählen. Das Meßprinzip⁹² beruht auf der magnetinduktiven Bestimmung der Permeabilität. Dabei wird ein von Meß- und Erregerspulen umschlossener, ferromagnetischer Meßstift auf die Probenoberfläche aufgesetzt, (siehe Bild 35a). Durch das magnetische Wechselfeld der Sonde wird die Hystereseschleife im Bereich der Anfangspermeabilität angesteuert. Die Permeabilität ist abhängig vom Gehalt an magnetischer Phase in der Probe, je höher der Gehalt ist, um so größer ist die Permeabilität, vergleiche Bild 35b) und c). Abhängig davon ist die in den Meßspulen induzierte SONDENSPIGUNG. Die anhand eines Kalibrierprobensatzes (Kalibriernormale) normierte SONDENSPIGUNG liefert den Volumengehalt an magnetischer Phase.

⁸⁹ WITTIG-1988

⁹⁰ KOHLRAUSCH-1985 (S.436, 448)

⁹¹ Helmut Fischer GmbH & Co., Sindelfingen

⁹² NEUMAIER-1989

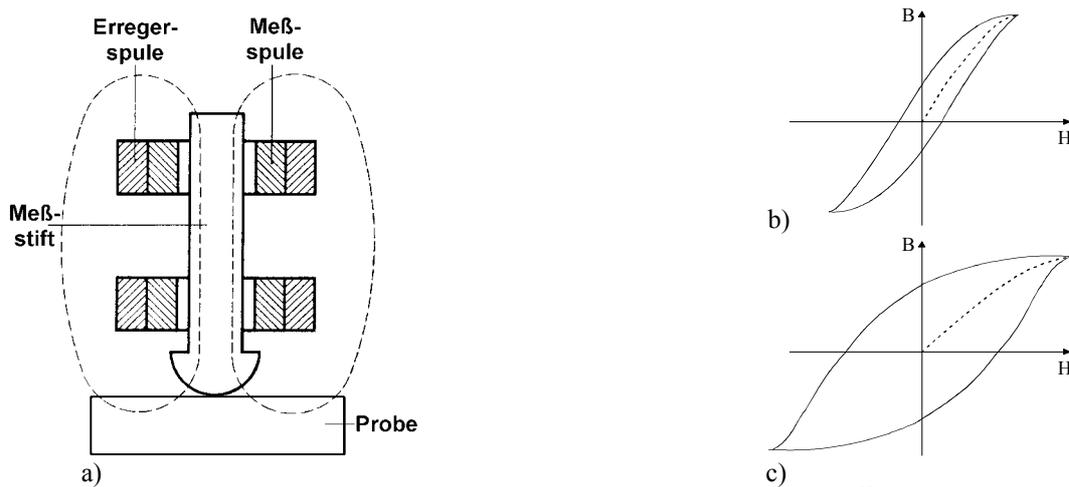


Bild 35 Aufbau des Ferritscopes als permeabilitätsbasierendes Verfahren nach ⁹²

- a) Schematischer Aufbau der Meßsonde
- b) Permeabilität bei hohem magnetischen Anteil
- c) Permeabilität bei niedrigem magnetischen Anteil

Da alle ferromagnetischen Gefügebestandteile summarisch, ohne Unterscheidung von δ -Ferrit oder α' -Martensit, erfaßt werden, bezeichnet man den gemessenen Wert als magnetische Anzeige [% α'].

Die Form der Hystereseschleife und somit auch Permeabilität und magnetische Anzeige unterliegen verschiedenen Einflüssen. Die Anordnung bzw. Ausbildung der magnetischen Phase, die Temperatur und mechanische (Eigen-) Spannungen können eine Scherung der Hystereseschleife bewirken und müssen durch geeignete Prüfbedingungen bzw. eine angepaßte Kalibriernormale kompensiert werden. Das Ergebnis wird außerdem durch eine gekrümmte Meßfläche oder die Nähe der Sonde zum Prüfteilrand beeinflusst, diese Einflüsse hängen auch vom Gehalt an magnetischer Phase selbst ab und können mit Hilfe von Kalibrierkurven des Geräteherstellers⁹³ korrigiert werden. Die Eindringtiefe und somit auch das Meßvolumen wird vom Anteil an magnetischer Phase beeinflusst, und wird vom Hersteller mit $3 \text{ mm} \leq t \leq 1 \text{ mm}$ für $0 \leq [\% \alpha'] \leq 40\%$ und der systematische Meßfehler mit $\pm 0,2 [\% \alpha']$ angegeben.

Die Temperatur des zu testenden Bauteils ist aus gerätetechnischen Gründen auf $\vartheta < 60^\circ\text{C}$ eingeschränkt, die magnetische Anzeige wurde deshalb ausschließlich bei Raumtemperatur gemessen.

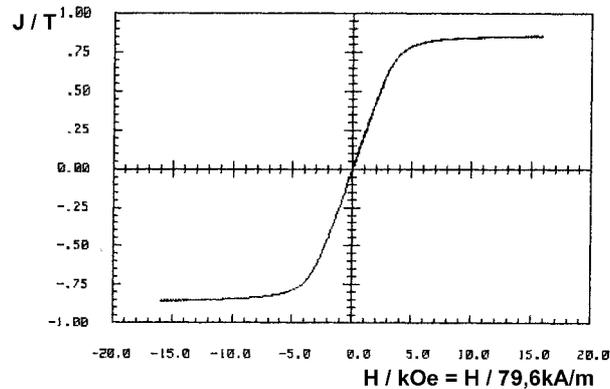
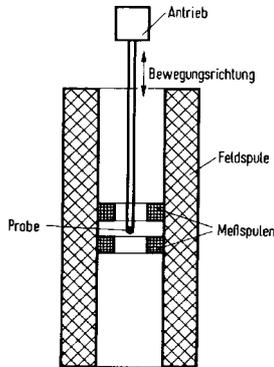
5.6.3 Schwingprobenmagnetometer

Das Schwingprobenmagnetometer, als Aufbauvariante des Vibrationsmagnetometers, ist die Umsetzung eines periodischen Verfahrens zur Messung magnetischer Stoffeigenschaften. Der Meßaufbau nach Foner⁹⁴, siehe Bild 36a), besteht aus der Feldspule, dem Meßspulensystem und dem flexibel gelagerten Prüfkörper, der im homogenen magnetischen Gleichfeld im Inneren der Feldspule mit hoher Frequenz (kHz-Bereich) bewegt wird. Die Bewegung wird durch ein Lautsprechersystem realisiert. Im Meßspulensystem, das starr mit der Feldspule in deren Inneren verbunden ist, wird eine Wechselspannung induziert, die proportional zur Suszeptibilitätsdifferenz von Probe und umgebendem Medium (Luft) ist. Dieses weiterverarbeitete Meßsignal erlaubt eine genaue Bestimmung der Magnetisierung. Durch die langsame Veränderung

⁹³ FISCHER-1994

⁹⁴ KOHLRAUSCH-1985 (S.430-445)

des Magnetfeldes wird eine Überlagerung mit Wirbelstromeffekten vermieden. Außerdem bietet das Schwingprobenmagnetometer - Verfahren die Vorteile, daß der Magnetisierungszustand unmittelbar angezeigt wird, nur eine geringe Menge an Probensubstanz benötigt wird und daß die Geometrien von Probe und Meßspule zur Verbesserung der Empfindlichkeit aufeinander abgestimmt werden können.



a) Das Schwingprobenmagnetometer
 Bild 36 Das Schwingprobenmagnetometer
 a) Schematischer Aufbau⁹⁴
 b) Polarisationsmessung $J = f(H)$ am Beispiel von Probe AOP 1.4550-8

5.6.4 EMAG – Analysator

Das Elektromagnetische Analysiergerät (EMAG) ist ein vom IzfP⁹⁵ entwickeltes Verfahren für die Mikromagnetische Multiparameter Mikrostruktur und Spannungsanalyse (3MA).^{96,97} Die Methode findet vor allem Anwendung bei der zerstörungsfreien Messung von Eigenspannungen. Für quantitative Messungen müssen aufgrund vielfältiger Einflüsse (Härte, Gefüge, Vorgeschichte) werkstoffspezifische Kalibriersätze zur Korrektur herangezogen werden.⁹⁸ Bei dem Verfahren wird das magnetische Wechselfeld mit der tangentialen Feldstärke H_t über ein Joch angelegt. Als Sensor für das magnetische Rauschen dienen Luftspulen auf der Oberfläche des magnetisierten Probenbereiches, die unter dem Magnetisierungsjoch angebracht sind. Mit dieser Anordnung werden die Barkhausenrauschereignisse (Amplitude M_A) in einem Analysierfrequenzbereich von 20 bis 300 kHz in Abhängigkeit von der Feldstärke H_t erfaßt. Die Koerzitivfeldstärke H_{cM} , die im Bereich der höchsten Barkhausenrauschamplitude M_{max} liegt⁹⁷, kann bei der Messung ebenfalls erfaßt werden. Die Frequenz des Erregerfeldes ist im Bereich von 20 Hz bis 110 kHz wählbar, wobei im Bereich von 30 Hz gearbeitet wurde. Die Verstärkung des Meßsignals und die Amplitude des Erregerfeldes sind der Probenkonfiguration anzupassen. Die Anwendbarkeit des Verfahrens ist durch die Gesamtlänge des Sensors (ca. 80 mm) eingeschränkt bzw. seine Handhabung ist hierdurch erschwert.

Die Messungen wurden bei unterschiedlichen Belastungszuständen an einer vollständigen LCF-3 - Probe durchgeführt, deren zylindrische Länge auf 110 mm erweitert war.

⁹⁵ Fraunhofer – Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren, Saarbrücken

⁹⁶ THEINER-1984

⁹⁷ PITSCH-1988

⁹⁸ JÄGER-1994

5.6.5 Koerzimat

Für die Bestimmung der Koerzitivfeldstärke H_C wurde ein Gerät der Bauart *Koerzimat 1095*⁹⁹ benutzt. Die Probe wird durch das magnetische Gleichfeld im Kern einer Spule bis in den Sättigungsbereich 10 s lang magnetisiert. Nach dem Abschalten dieses äußeren Feldes ist die Probe remanent magnetisiert. Die remanente Magnetisierung wird durch ein Gegenfeld bis zur Magnetisierung null kompensiert (Restfeldstärke ≤ 10 A/m), die Stärke des Gegenfeldes (H_C) wird mit einer probenumschließenden Innensonde gemessen. Der Meßvorgang wird in beiden Magnetisierungsrichtungen durchgeführt, die Koerzitivfeldstärke ergibt sich aus dem Mittel beider Meßwerte. Als Meßbereiche wurden am Gerät 2 kA/m bzw. 20 kA/m und eine Meßzeit von 5 s vorgewählt. Die Messungen wurden an zylinderförmigen Proben A, siehe Trennschema in Anlage D, bei drei verschiedenen Orientierungen (längs, quer, hochkant) ausgeführt.

5.6.6 Magnet- und Atomkraftmikroskopie

Für die hochauflösende Untersuchung physikalischer Werkstoffeigenschaften wurden Rasterkraftmikroskope der Bauart *TMX 2010 Discoverer* und *TMX 1010 Explorer*¹⁰⁰ eingesetzt. Durch die Kombinationen von Magnet- und Atomkraftmikroskopie (MFM/AFM) wird sowohl die topographische Oberflächenabbildung (AFM) bis hin zum atomaren Maßstab, als auch die Abbildung magnetischer Streufelder in Oberflächennähe (MFM) realisiert. Hiermit ist es möglich, magnetische Mikrostrukturen mit hoher lateraler Auflösung (< 100 nm) abzubilden, sowie vergleichend qualitativ und quantitativ zu bewerten.

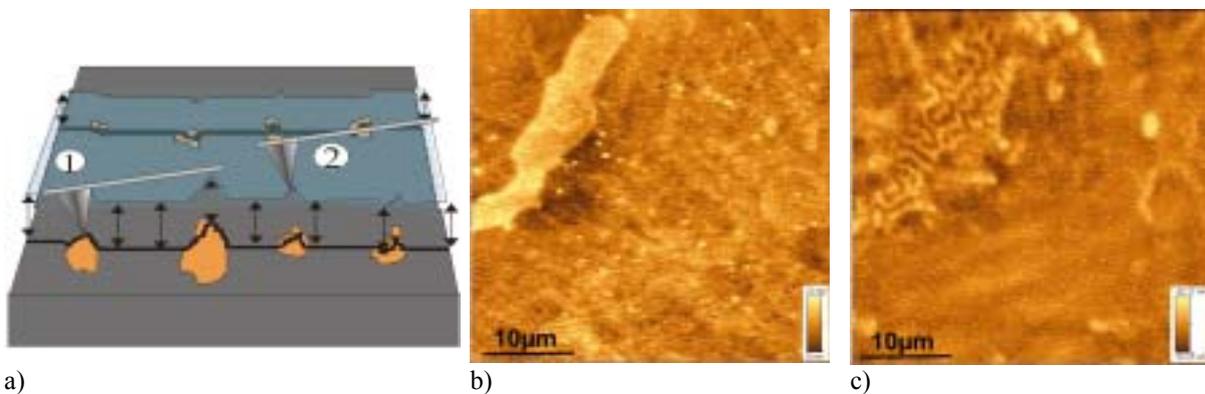


Bild 37 Atom- und Magnetkraftmikroskopie
 a) Schematischer Meßaufbau: (1) Topographieerfassung (2) Magnetische Kraftdetektion¹⁰¹
 b) Topographiebild am Beispiel von SEW 1.4550-10
 c) Magnetkraftbild, gleiche Position wie b)

Als Sonde dient ein mikroskopisch kleiner Biegebalken ($220 \mu\text{m} \times 35 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$), an dessen Ende sich eine Tastspitze befindet, die mit einer dünnen Beschichtung (20 - 50 nm) aus hartmagnetischem CoCrTa versehen ist. Im ersten Meßschritt wird die Topographie durch Abtastern der Probenoberfläche im Kontaktmodus, siehe ① in Bild 37a), erfaßt.¹⁰² Die dabei gewonnene Aufnahme, Bild 37b) als Beispiel für Probe SEW 1.4550-10, stellt das Relief anhand von Helligkeitsverteilungen dar. Zur Erfassung magnetischer Streufelder im zweiten Meßschritt [MFM-Modus, ② in Bild 37a)], wird die Tastspitze in einen definierten Abstand

⁹⁹ Institut Dr. Friedrich Förster, Prüfgerätebau GmbH & Co. KG, Reutlingen

¹⁰⁰ TopoMetric Corporation, Santa Clara (USA)

¹⁰¹ KAHLEN-1999

¹⁰² WIESENDANGER-1994

(~100 nm) von der Oberfläche gebracht. Dort erfährt sie eine Kraftwirkung, die zur Verbiegung des Federbalkens führt, welche über ein Detektorsystem erfaßt wird. Bild 37c) zeigt eine solche MFM - Aufnahme, wobei helle Bereiche Zonen mit hoher magnetischer Kraftwirkung darstellen. Außerdem ist die Anordnung magnetischer Domänen, oben links im Bild, sichtbar.

Um die Kraftauflösung des Systems zu erhöhen, wird es im Kraftgradientenmodus betrieben. Dazu wird der Biegebalkensensor in Resonanzschwingung versetzt und die magnetische Kraft - Wechselwirkung über die Verschiebung der Resonanzkurve der Biegebalkenfeder bestimmt.¹⁰³ Oberflächentopographie und Magnetkraftabbildung können im selben Meßvorgang aufgenommen werden, so daß eine Zuordnung von magnetischen Wechselwirkungen zu Oberflächendetails, siehe herausragendes, ferromagnetisches Plateau oben links in Bild 37b) und c), möglich ist.

Besonders vorteilhaft ist die hohe Ortsauflösung des MFM - Verfahrens, allerdings ist der Beobachtungsbereich auf $150 \mu\text{m} \times 150 \mu\text{m}$ begrenzt.

Die Untersuchungen wurden an metallographisch präparierten Quer- und Längsschliffproben, siehe Anlage D, durchgeführt. Die Endpräparation der Proben erfolgte durch elektrolytisches Polieren (*Polectrol*¹⁰⁴). Bei einem Teil der Proben lieferte jedoch die herkömmliche Technik (Anlage E, abschließende OPS - Politur) ebenere Oberflächen, da durch die elektrochemischen Prozesse Ausscheidungen, z.T. in erheblichem Umfang, herausgelöst werden.

5.6.7 SQUID - Magnetometrie

Das SQUID - Magnetometer (Superconducting Quantum Interference Device) ist ein Verfahren auf der Basis supraleitender Flußdetektoren und bietet die höchste Auflösung für alle auf Quanteneffekten beruhenden magnetischen Meßverfahren. Es kann als hochauflösender Sensor für den magnetischen Fluß eingesetzt werden. Das SQUID besteht aus einem supraleitenden Ring mit mindestens einer Engstelle (Josephson - Kontakt). Der von dem supraleitenden Ring umfaßte, magnetische Fluß Φ_B bleibt konstant, auch wenn sich das umgebende Magnetfeld ändert. Dabei wird ein Abschirmstrom i_S initiiert. Dieser kann bis zu einem kritischen Wert i_K ansteigen, der im wesentlichen von geometrischen Faktoren (Ringinduktivität L) abhängt. Aufgrund der Quantentheorie ist Φ_B ein ganzzahliges Vielfaches des magnetischen Flußquants Φ_0 , siehe (34). Beim Erreichen von i_K durchläuft ein Flußquant Φ_0 das SQUID (Flußsprung), so daß sich i_S bei veränderlichem Außenfeld nach (35) periodisch verhält (Josephson -Effekt). Die Anzahl der k Flußsprünge und i_S dienen als Meßgrößen für die Änderung des Flusses. Durch die Einkopplung in einen Resonanzkreis (RF-SQUID) wird der Aufbau optimiert und die Meßgröße in eine Wechselspannung gewandelt.¹⁰⁵

$$\Phi_0 = h / 2e = 2,07 \cdot 10^{-15} \text{Vs} \quad (34)$$

$$\Phi_B = k \cdot \Phi_0 + L \cdot i_S \quad (k = \pm 0, 1, 2, \dots) \quad (35)$$

Wegen der Verwendung von Flußantennen im Meßsystem können bei den verwendeten Versuchsanordnungen mit Hochtemperatur - SQUID's (YBCO, N_2 liquid $\Rightarrow T = 77 \text{K}$) magnetische Felder von weniger als 1 pT aufgelöst werden. Die Auflösungsgrenze unter magnetisch gut abgeschirmten Laborbedingungen wird mit etwa 20 fT angegeben. Für die Anwendung des

¹⁰³ ZEISS-1997

¹⁰⁴ Struers GmbH, Willich-Schiefbahn

¹⁰⁵ KOHLRAUSCH-1985 (S.414-415)

SQUID's in der zerstörungsfreien Werkstoffprüfung, d.h. vor Ort am Bauteil, muß jedoch von Untergrundfeldern im Bereich von 100 pT ausgegangen werden. Der Einfluß dieser meist homogenen Störfelder kann durch die differentielle Anordnung der Flußantennen reduziert werden. Neben der hohen Empfindlichkeit und einem hervorragenden Signal - zu - Rausch - Verhältnis ist das SQUID außerdem in einem breiten Frequenzband (DC bis 10 MHz) einsetzbar.¹⁰⁶ Die hier verwendeten Versuchsanordnungen wurden bei spontaner Magnetisierung der Probe (DC) bzw. im hochfrequenten Wechselfeld betrieben.

SQUID - Messung im remanenten Gleichfeld (DC) der Proben

Die DC - Messungen wurden an zwei unterschiedlichen SQUID - Systemen durchgeführt. Der in Bild 38a) dargestellte Versuchsaufbau wurde ebenfalls von der Arbeitsgruppe Bassler, Lang, et. al.³⁷ benutzt. Die Probe wird in dem magnetisch abgeschirmten System mit Hilfe eines x-y - Verfahrtes gescannt, dabei wird das remanente Magnetfeld der Probe durch den mit Abstand d im Kryostaten (N_2 liquid) befindlichen SQUID - Chip erfaßt. Das computergesteuerte Meßsystem registriert dabei die Anzahl der Flußquantensprünge Φ_0 .⁴⁹ Folgende Meßparameter wurden gewählt: Abstand Probe - SQUID $d = (40 \pm 10)$ mm, Scan - Punkt - abstand $\Delta x = 0,5$ mm, Zeilenabstand $\Delta y = 3$ mm und eine Scangeschwindigkeit von 30 cm s^{-1} . Vor dem Meßvorgang werden die Proben in einer Spulenordnung durch ein Gleichfeld ($B \sim 1\text{T}$) eine Minute lang magnetisiert, um die Remanenz des Materials auszuschöpfen. Die Messung an den zylinderförmigen Proben (Position A in Anlage D) erfolgte in zwei, 90° um die Probenachse gedrehten Orientierungen.

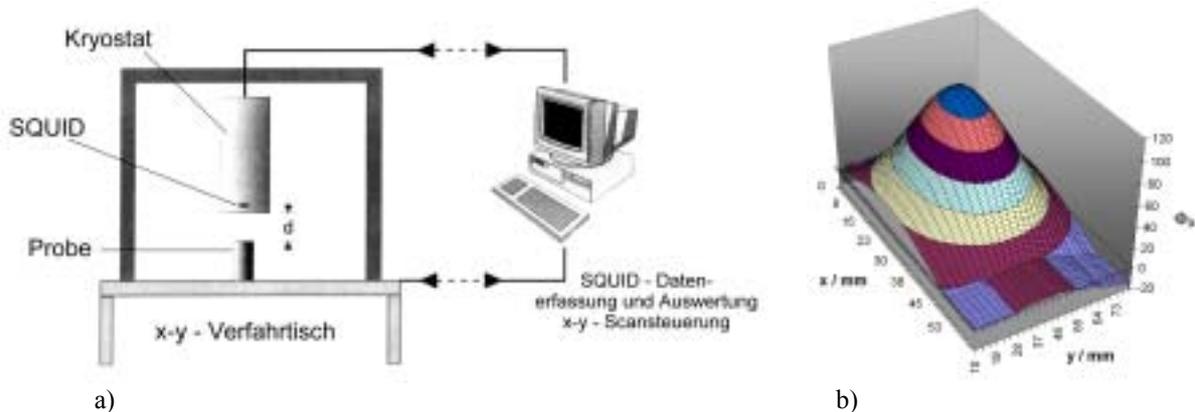


Bild 38 Abgeschirmtes DC-SQUID - System

a) Aufbau des computergesteuerten Meßsystems^{37, 49}

b) 2D-Scan (x-y) der Flußquantenzahl Φ_0 , Darstellung am Beispiel von Probe A0P 1.4550-3

Bild 38b) zeigt eine typische Messung anhand von Probe A0P 1.4550-3. Bei der Auswertung dieser Meßdaten wird die Zeile (y - Position) ermittelt, die größte und kleinste Φ_0 - Werte enthält. Aus der Differenz von Maximum und Minimum ergibt sich nach der Mittelung über beide vermessenen Probenorientierungen (0° und 90°) der $\Delta\Phi_0$ - Wert, welcher zwischen den Proben, als auch mit der Messung an Luft verglichen wird.

Die zweite Versuchsanordnung ist der von Bild 38a) ähnlich. Sie arbeitet jedoch ohne magnetische Abschirmung, mit analoger Steuerung / Datenerfassung (Plotter) und die Messung erfolgt eindimensional (Scan entlang einer Linie). Außerdem wird das SQUID mit einer Gradiometerantenne¹⁰⁷ betrieben. Durch eine Kompensationsschaltung wird verhindert, daß es von Flußquanten Φ_0 durchlaufen wird, wodurch man das SQUID stabil in seinem Arbeitspunkt hält. Vor der Messung wurden die Proben mit einem Permanentmagneten magnetisiert.

¹⁰⁶ BÄR-1998

¹⁰⁷ BÄR-1996

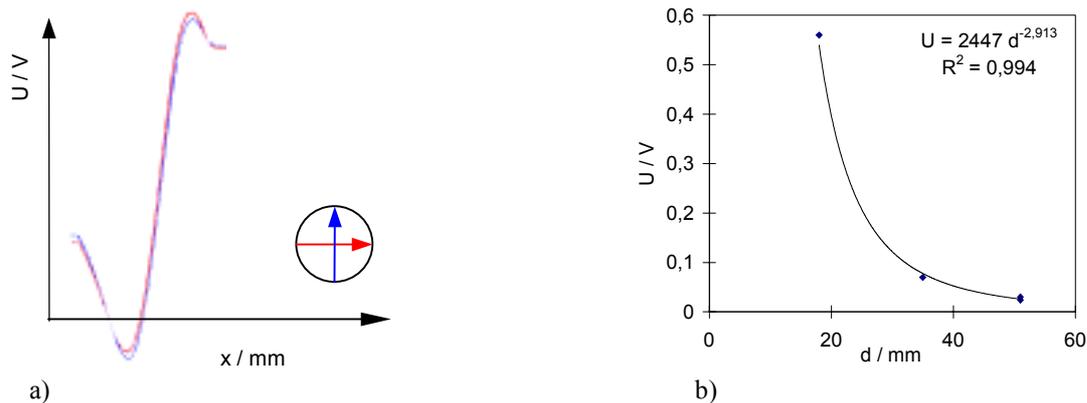


Bild 39 DC-SQUID - Gradiometer ohne magnetische Abschirmung
 a) Messung an Probe A0P 1.4550-3 bei zwei Orientierungen, $d = 51$ mm
 b) Einfluß des Abstandes d , gemessen an Probe A0P 1.4550-6

Bild 39a) zeigt am Beispiel von Probe A0P 1.4550-3 den typischen Verlauf einer Messung mit dem nicht abgeschirmten SQUID - Gradiometer. Als Meßgröße wurde die Spannungsdifferenz zwischen Maximum und Minimum bestimmt und für die zwei vermessenen Probenorientierungen gemittelt. Der Abstand d zwischen SQUID - Sensor und Probe ist hierbei von großem Einfluß auf das Ergebnis. Die Meßgröße nimmt in etwa mit der dritten Potenz von d ab, siehe Datenreihe und Regression in Bild 39b). Anhand dieser gefundenen Abhängigkeit werden die Ergebnisse auf den Abstand normiert, indem die gemessene Spannungsdifferenz mit Potenz 2,91 von d multipliziert wird.

Messung im Wechselfeld (AC)

Der Aufbau des SQUID - Wechselfeld - Systems ist in Bild 40a) dargestellt. Kern der Apparatur ist der im Kryostaten ($N_{2, \text{liquid}}$) befindliche SQUID - Chip. Die Meßsonde wird über eine Flußantenne eingekoppelt. Die Sonde ist im Probenhalter integriert, unter Probe und Referenz befinden sich Folienspulen (Erreger- und Empfängerwicklungen). Die Wicklungen der Empfängerspulen von Probe und Referenz sind in Differenz geschaltet. Hierdurch wird der Unterschied des angeregten magnetischen Feldes zwischen den zwei Zuständen (Probe und Referenz) erfaßt. Das Meßsignal ist dem Impedanzunterschied der verglichenen Zustände proportional. Die angeschlossene Elektronik hält das SQUID entgegen dem Fluß, der über die Antenne eingekoppelt wird, in seinem Arbeitspunkt. Das Signal (Spannung) wird über einen Lock - In - Verstärker verarbeitet. Letztendlich erhält man für jede Messung zwei Spannungswerte, die um einen Phasenwinkel von 90° gegeneinander verschoben sind.

Die gemessenen Spannungspaare werden in der Scheinwiderstandsebene, Bild 40b), aufgetragen. Der komplexe Widerstand Z_1 ist hierbei die Differenzmessung von zwei Referenzproben (unbeanspruchte Zustände). In Z_1 gehen geometrische Fehlpassungen der Sonde (z.B. azentrische Anordnung Probe - Spule) ein. Der Vektor Z_1 gibt den neuen Ursprung der Scheinwiderstandsebene vor, welche als Basis für eine vergleichende Darstellung der Differenzmessungen zwischen Probe und Referenz, Z_2 , dient. Die Meßgrößen werden als Polarkoordinaten (R : Betrag des Scheinwiderstandes, θ : Phasenwinkel) erfaßt.

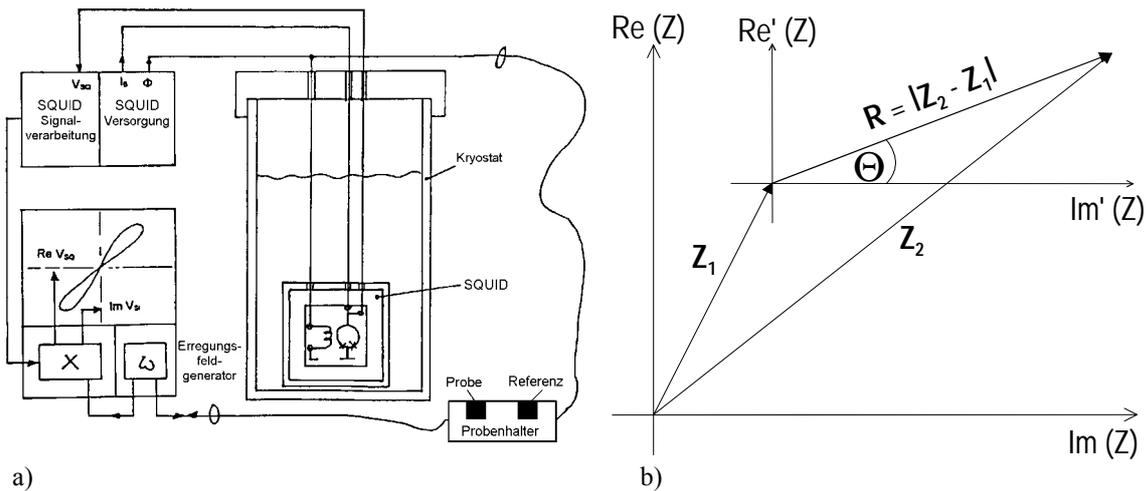


Bild 40 AC - SQUID - Messung mit einer durch Antennenspulen eingekoppelten Differenzsonde
 a) Schematischer Aufbau des Meßsystems nach¹⁰⁸
 b) Darstellung der Meßgrößen in der Scheinwiderstandsebene

Die Messungen wurden an den polierten Stirnflächen der Probenkörper A (Anlage D) durchgeführt, wobei jeweils über mehrere Einzelmessungen (Drehung der Proben im Probenhalter) gemittelt wurde. Zusätzlich wurden Proben- und Referenzposition in der Sonde getauscht und nach entsprechender Drehung der Phasenebene mit berücksichtigt. Die Messungen wurden bei einer Erregerfrequenz von 110 kHz ausgeführt. Um die Empfindlichkeit der Methode auszunutzen, wurde der Erregerstrom für jede Probenserie anhand der Probe mit höchster Impedanz auf die obere Grenze des SQUID - Arbeitsbereiches (Übersteuern) eingestellt.

5.6.8 Konventionelle Wirbelstromuntersuchungen

Mit Hilfe eines handelsüblichen Gerätes der Bauart *Elotest PLE*¹⁰⁹ wurden Wirbelstrommessungen durchgeführt, wobei Sonde und Meßdatenauswertung, dem in 5.6.7 vorgestellten AC-SQUID - Verfahren entsprechen. Der wesentliche Unterschied dieses Versuchsaufbaus besteht in der Verstärkung des Meßsignals mit konventioneller Elektronik.

Es wurde der Frequenzbereich von $10 \text{ kHz} \leq f \leq 500 \text{ kHz}$ erprobt, wobei der Schwerpunkt der Messungen bei 100 kHz lag.

5.6.9 MWM – Sensor

Das MWM - Verfahren (Meandering Winding Magnetometer) ist ein von der Firma JENTEK Sensors¹¹⁰ entwickeltes Wirbelstromverfahren. Es arbeitet mit mäanderförmigen Primärwindungen, die beidseitig von Sekundärwindungen umgeben sind, siehe Bild 41a). Aufgrund umfangreicher Parameterstudien (Frequenz f , Windungslänge λ)¹¹¹ und Modellentwicklungen¹¹² kann von den Wirbelstrommessungen auf physikalische Eigenschaften (elektrische Leitfähig-

¹⁰⁸ DAALMANS-1997

¹⁰⁹ Rohmann GmbH, Frankenthal

¹¹⁰ JENTEK Sensors, Inc., Watertown (USA)

¹¹¹ GOLDFINE-1993

¹¹² GOLDFINE-1998

keit, magnetische Suszeptibilität) des untersuchten Werkstoffs geschlossen werden. Durch eine patentierte Grid - Methode¹¹² wird der Einfluß des Abstandes zwischen Sonde und elektrisch leitfähiger Probe (Lift-off) auf die gemessene Werkstoffeigenschaft kompensiert. Für die zerstörungsfreie Prüfung der Oberflächen von Metallen, Beschichtungen und Verbundwerkstoffen hinsichtlich Ermüdungsschädigungen eignet sich dieses Verfahren, da die verwendeten Sensoren an die zu prüfende Bauteilgeometrie angepaßt werden können. Außerdem ist es möglich, den gemessenen Eigenschaftsänderungen anhand von Referenzzuständen eine Lebensdauer zuzuordnen. Für austenitischen Stahl (AISI 304) bestehen für diesen Eigenschafts - Lebensdauer - Zusammenhang, siehe Bild 41b), bereits Erkenntnisse.

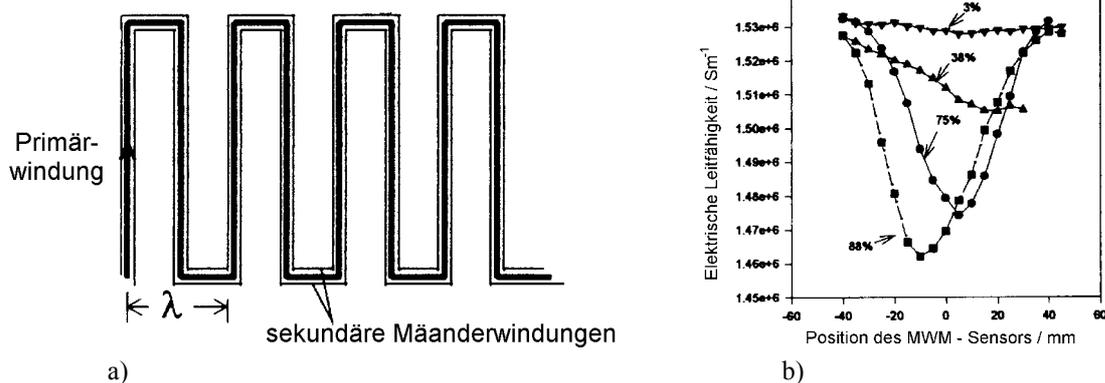


Bild 41 MWM - Verfahren

- a) Grundsätzlicher Aufbau der Sonde, primäre und sekundäre Windungen, Windungslänge λ ¹¹³
 b) Ortsauflösende Messung der elektrischen Leitfähigkeit an ermüdeten Austenitproben (AISI 304) mit unterschiedlichen Erschöpfungsgraden¹¹⁴

Mit dem MWM - Verfahren wurden ortsauflösende Messungen an vollständigen LCF-3 - Proben (Bild 20) im unbelasteten und ermüdeten Zustand durchgeführt, wobei mit einer Sonde der Größe $12,7\text{ mm} \times 12,7\text{ mm}$ entlang der Probenachse und an verschiedenen Umfangspositionen gemessen wurde.

¹¹³ GOLDFINE-1997A¹¹⁴ GOLDFINE-1997B

6 Austenitstabilität

6.1 Ergebnisse der Tiefkühlversuche

An allen vorliegenden Chargen wurden im Anlieferzustand die in Abschnitt 4.7 beschriebenen Tiefkühlversuche durchgeführt. Die magnetische Anzeige (Ferritscope - Messung, Abschnitt 5.6.2) ermöglicht Aussagen über die Bildung von α' - Martensit und wurde vor und nach der Behandlung bei -196°C gemessen. Ihre Veränderung stellt Bild 42a) als Funktion des chargen-abhängigen Nickel - Äquivalentes, siehe Abschnitt 2.2.4, dar. Das Verhalten der Chargen unterscheidet sich deutlich. Bei vier Nb - bzw. Ti - stabilisierten Chargen wird ein Ansteigen der magnetischen Anzeige beobachtet, die anderen Chargen zeigen nur geringen bzw. keinen Zuwachs. Nur an einer Charge (S&C 1.4550), die einen hohem δ - Ferritgehalt ($> 3\%$) im Ausgangszustand aufweist, wird eine Verringerung der magnetischen Anzeige gemessen. Dieses Phänomen ist auf den Einfluß des mechanischen Spannungszustandes auf die Messung, siehe Villari - Effekt in Abschnitt 9.1.6, zurückzuführen.

Bemerkenswert ist, daß sich sowohl die Chargen mit hohem Nickeläquivalent (z.B. 1.4438), als auch die unstabilisierten Sorten mit geringem Nickeläquivalent (z.B. 1.4301) umwandlungsträge verhalten. Die Bildung der hexagonalen ϵ - Phase wurde röntgenographisch für keine Charge nachgewiesen.

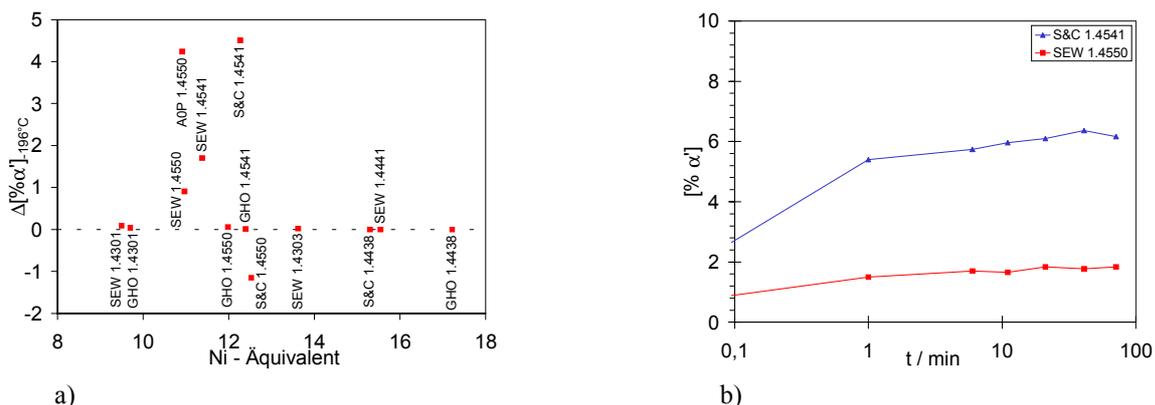
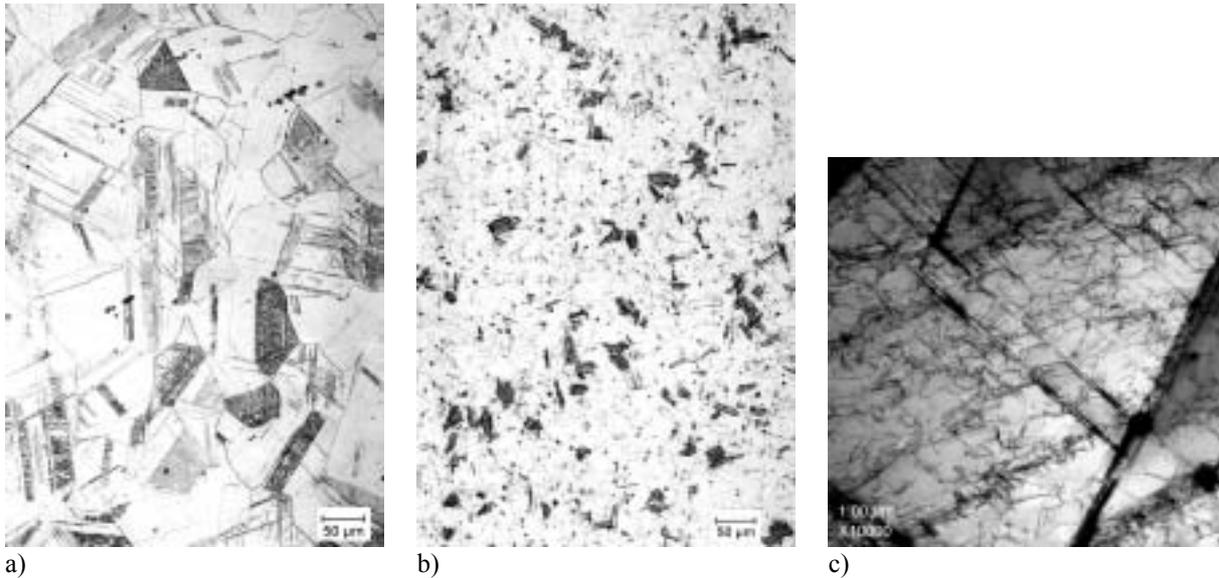


Bild 42 Ergebnisse der Tiefkühlversuche (-196°C)

- Veränderung der magnetischen Anzeige nach Tiefkühlung gegen das Nickeläquivalent, 13 Chargen
- Zeitlicher Verlauf der Umwandlung am Beispiel von zwei Chargen (S&C 1.4541, SEW 1.4550)

Der zeitliche Verlauf der Umwandlung hängt im wesentlichen nur von der Unterkühlungsgeschwindigkeit ab, welche durch die starke Gasblasenbildung des Stickstoffs an der Probenoberfläche begrenzt wird. Bild 42b) zeigt den zeitlichen Verlauf der gemessenen magnetischen Anzeige für zwei transformationsfreudige Chargen. Die Umwandlung verläuft sprunghaft, bereits eine Minute nach Beginn der Unterkühlung sind jeweils $\sim 80\%$ des Gesamtzuwachses der magnetischen Anzeige erreicht.

Tritt die martensitische Phasentransformation durch die Unterkühlung auf, ist sie im Gefüge deutlich sichtbar. Die Größe und Verteilung des gebildeten Martensits hängt in starkem Maße vom Ausgangsgefüge ab, siehe Bild 43a) und b). Die vergleichsweise groben Gefügemerkmale können mit dem TEM, Bild 43c), leicht aufgelöst werden.



a) Bild 43 Gefüge martensitisch - umwandlungsfreudiger Chargen nach dem Tiefkühlen
 a) S&C 1.4541 Metallographisches Schliffbild, Hellfeld, Gerätevergrößerung 200:1
 b) SEW 1.4541 Metallographisches Schliffbild, Hellfeld, Gerätevergrößerung 200:1
 b) S&C 1.4541 TEM, Hellfeld, Gerätevergrößerung 10 000:1

Der verfestigende Einfluß, bereits bei geringen Gehalten von thermischem Martensit, wurde in einer vorangegangenen Studie⁵² gezeigt. Bei der Charge A0P 1.4550 bewirkt ein Anstieg der magnetischen Anzeige um 4,8 % eine mittlere Erhöhung der Mikrohärtigkeit um 24 ± 22 HV_{0,1}.

6.2 Ergebnisse der Druck- und Reckversuche

Um die Wirkung plastischer Verformung auf die Austenitstabilität für den einachsigen - einseitigen Fall zu prüfen, wurden Druck- und Zugversuche, siehe Abschnitt 4.4.1 bzw. 4.4.2., angewendet. Der Vorteil der Druckversuche besteht in der einfachen Probengeometrie und Versuchsdurchführung und wurde deshalb an allen vorliegenden Chargen durchgeführt. Die Reckversuche, d.h. Zugversuche mit gestaffelter Belastung, haben den Vorteil, daß Meßwerte für den Verlauf der Dehnung aufgenommen werden können. Wegen des größeren experimentellen Aufwandes wurden nur ausgewählte Chargen diesem Test unterzogen.

Im Ergebnis der Druckversuche lagen um 50 % gestauchte Probenzylinder vor. Die bei den Versuchen erreichten Fließgrenzen $\sigma_{FL, D}$ sind in Bild 44a) in Abhängigkeit von der Mikrohärtigkeit im Ausgangszustand, siehe Tabelle 5, dargestellt. Erwartungsgemäß steigt $\sigma_{FL, D}$ tendenziell mit der Anfangshärte an, aufgrund anderer Einflüsse weichen verschiedene Chargen, z.T. stark davon ab. Um bei den Ferritscope - Messungen vergleichbare Ergebnisse zu erhalten und die Inhomogenität der Verformung, sowie unterschiedliche Oberflächenbeschaffenheiten zu eliminieren, wurden die Proben längs der Zylinderachse in symmetrische Teile getrennt und die magnetische Anzeige an definierten Positionen auf den polierten Trennflächen gemessen. Bild 44b) zeigt den Zuwachs der magnetischen Anzeige, gemessen in der Probenmitte nach 50 % Stauchung, dargestellt gegen das Nickel - Äquivalent. Es ist deutlich erkennbar, daß der Martensitanteil mit steigendem Ni - Äquivalent schroff abfällt. Die Nb - bzw. Ti - stabilisierten Chargen verhalten sich bei vergleichbarem oder geringerem Ni - Äquivalent umwandlungsfreudiger als die ungestabilisierten Schmelzen (z.B. GHO 1.4301).

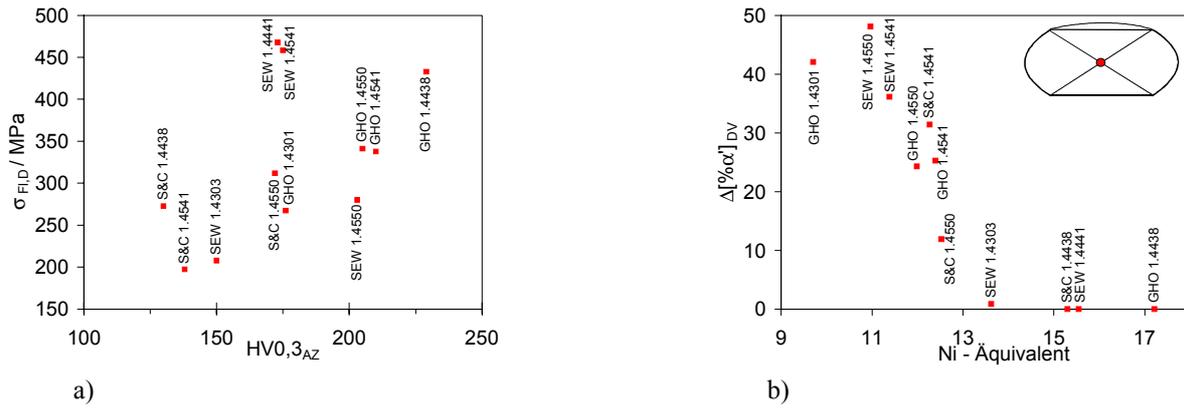


Bild 44 Ergebnisse der Druckversuche $\epsilon_D \sim 50\%$, elf Chargen
 a) Fließgrenze bei Druck $\sigma_{FL,D}$ gegen die Mikrohärtung im Anlieferungszustand
 b) Änderung der magnetischen Anzeige nach der Stauchung gegen das Nickeläquivalent

Anhand von Reckversuchen wurde die Entwicklung der magnetischen Anzeige als Funktion der einsinnig eingebrachten Zugdehnung an ausgewählten Chargen beobachtet. Die drei Kurvenverläufe in Bild 45a) weisen eine gleichartige Gestalt auf. Einer Inkubationsphase ohne nennenswerten Zuwachs folgt nach Überschreiten einer kritischen Dehnung ϵ_{krit} ein linearer Anstieg der magnetischen Anzeige mit der plastischen Dehnung entsprechend (36). Diese Beschreibung des Umwandlungsverhaltens ist eine Vereinfachung der Kinetik nach Olsen und Cohen³⁴, siehe Abschnitt 2.2.3. Sie trägt dem nur teilweise sigmoidalen Kurvenverlauf (kein Sättigungsbereich) Rechnung und stimmt mit den experimentellen Befunden dieser Arbeit³⁴ bei Raumtemperatur überein. Im Bereich der Gleichmaßdehnung steigt die magnetische Anzeige, wie auch von Becker³³ beobachtet, zunächst homogen im Dehnschaft an. Nach Überschreiten der Gleichmaßdehnung findet ein Zuwachs der magnetischen Anzeige vor allem im Bereich der Einschnürung statt. Bei hohen Dehnungen weicht die Kurve vom zuvor beobachteten linearen Verlauf ab, siehe S&C 1.4541 in Bild 45a). Je nach Lage der Meßpunkte kann kurz vor dem Bruch sowohl steilerer als auch flacherer Kurvenverlauf auftreten.

$$[\% \alpha'] = a \cdot \epsilon_{pl} + b \tag{36}$$

Das mechanische Verhalten der drei Chargen Bild 45b) ist ebenfalls gleichartig und von einer ausgeprägten Verformbarkeit gekennzeichnet. Die Festigkeitswerte liegen auf unterschiedlichen Niveaus im Bereich der Norm⁵⁶.

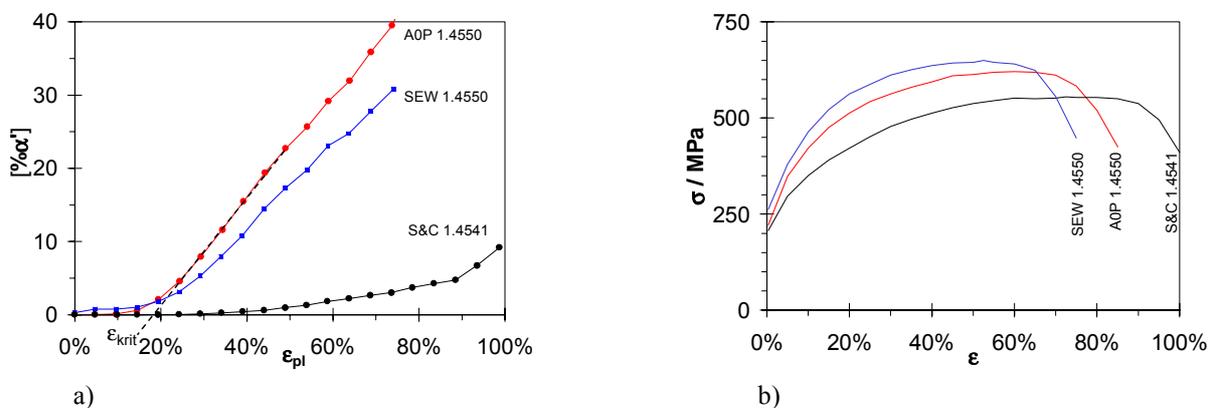


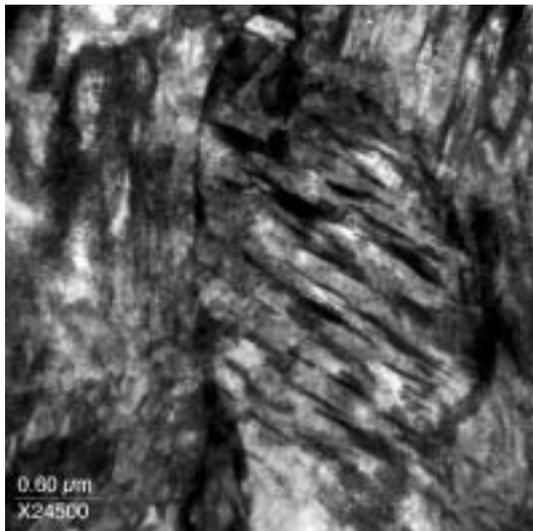
Bild 45 Reckversuche bei Raumtemperatur für AOP 1.4550-11, SEW 1.4550-1, S&C 1.4541-1
 a) Entwicklung der magnetischen Anzeige in Abhängigkeit von der plastischen Zugdehnung
 b) Spannungs - Dehnungs - Verlauf, Verfestigung

Der Betrag der kritischen Dehnung, der Anstieg im linearen Teil und die magnetische Anzeige bei Einsetzen der Einschnürung bzw. beim Bruch sind chargenspezifisch und unterscheiden sich beträchtlich. Die Meßwerte sind in Tabelle 7 neben den mechanischen Kenngrößen und den errechneten Parametern für den linearen Kurvenabschnitt angegeben.

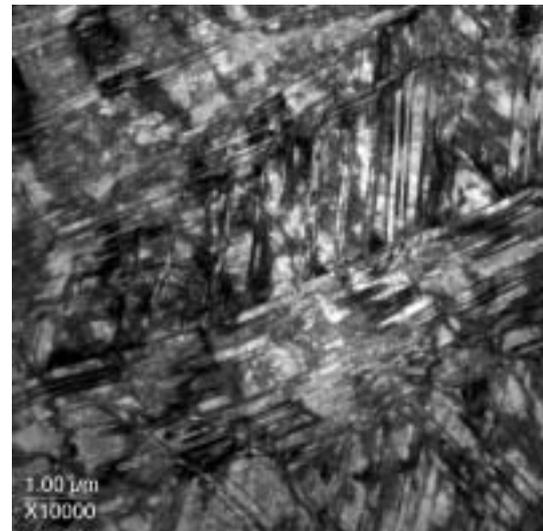
Tabelle 7 Mechanische Kenngrößen und Endwert der magnetischen Anzeige beim Reckversuch, RT

Probe	$R_{P0,2}$	R_m	A	$[\% \alpha']$	$[\% \alpha']$	errechnete Parameter (36)		
	/ MPa	/ MPa	/ %	bei Gleichmaßdehnung	bei Bruch	a	b	ϵ_{krit} / %
A0P 1.4550-11	221	621	86	29,1	46,7	70,39	- 11,87	17
SEW 1.4550-1	262	649	77	19,7	30,8	57,90	- 11,34	20
S&C 1.4541-1	207	555	102	3,0	9,2	6,83	- 2,07	34

Die Gefüge der gereckten Proben sind von der plastischen Verformung deutlich gekennzeichnet. Sowohl die Bildung von nadelförmigem Martensit, Bild 46a), als auch die Abgleitung in einer Vielzahl von Gleitsystemen, Bild 46b), werden mit dem TEM beobachtet.



a)



b)

Bild 46 Gefüge im Dehnschaft der Reckproben bei Raumtemperatur, TEM Hellfeld

a) SEW 1.4550-1, Gerätevergrößerung 24 500 : 1

b) S&C 1.4541-1, Gerätevergrößerung 10 000 : 1

Die bei erhöhten Temperaturen durchgeführten Reckversuche weisen ein anderes Verhalten auf, Bild 47 zeigt die Entwicklung der magnetischen Anzeige. Bei erhöhten Versuchstemperaturen sind die erreichten Martensitgehalte deutlich geringer als bei Raumtemperatur, siehe Tabelle 8. Der Zuwachs der magnetischen Anzeige ist um Größenordnungen kleiner, die Kurvenverläufe sind mitunter nicht monoton, siehe Abschnitt 9.1.6.

ϵ -Martensit wurde in keiner der verformten Proben festgestellt.

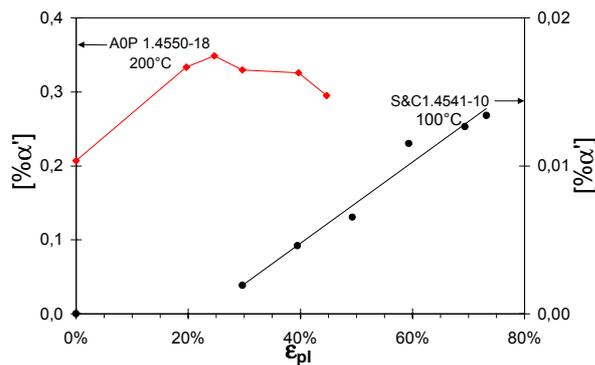


Bild 47 Entwicklung der magnetischen Anzeige bei erhöhter Temperatur für AOP 1.4550-18 (200°C), S&C 1.4541-10 (100°C)

Tabelle 8 Zuwachs der magnetischen Anzeige

	$\vartheta / ^\circ\text{C}$	$\Delta[\% \alpha']$
AOP 1.4550-18	200	0,1
SEW 1.4550-12	150	0,05
S&C 1.4541-10	100	0,01

6.3 Tiefkühlen verformter Zustände

Wenn die umwandlungsauslösenden Belastungen kombiniert werden, z.B. Tiefkühlen einer deformierten Probe, wäre entsprechend dem Modell der Aktivierungsenergieabsenkung, Abschnitt 2.2.3, ein Ansteigen des Martensitgehaltes für die umwandlungsfreudigen Chargen zu erwarten. Die Messungen an verformten und unterkühlten Proben zeigen, daß dieses Verhalten nur sehr eingeschränkt zu beobachten ist und eine differenzierte Betrachtung von umwandlungsfördernden und -hemmenden Faktoren vorgenommen werden muß.

Geprüfte Reckproben weisen eine starke Verformung auf, die mit der Entfernung von der Einschnürung über Dehnschaft und konischen Bereich hin abnimmt, im Einspannungsbereich erreicht sie letztendlich null. Längs entlang ihrer Achse aufgeteilte und untersuchte Reckproben weisen charakteristische Eigenschaftsveränderungen auf, entsprechend der inhomogenen Geometrie werden die drei Bereiche: Dehnschaft (I), konischer Übergangsbereich (II) und Einspannung (III) unterschieden.

Die punktierten Linien in Bild 48a) zeigen den axialen Verlauf von Mikrohärtigkeit und magnetischer Anzeige über die im Hintergrund schematisch dargestellte Probe. Es handelt sich hierbei um eine bei erhöhter Temperatur (200°C) verformte Probe, die stark verfestigt, obwohl nur ein geringer Teil an Verformungsmartensit entsteht. Maxima um ~300 HV_{0,2} werden im Bereich I ($x \leq 0$) gemessen. Im Bereich II nehmen beide Meßgrößen ab und erreichen im Bereich III etwa den Wert des Anlieferzustandes (Tabelle 5).

Unterzieht man dieses Längsschliffpräparat der Tiefkühlbehandlung, siehe Abschnitt 4.7, verändern sich weder magnetische Anzeige noch Mikrohärtigkeit im stark verformten ($A = 47\%$) Bereich I, d.h. es findet keine α' -Martensitumwandlung statt. Die Bildung von ϵ -Martensit in bemerkenswertem Umfang kann aufgrund röntgenographischer Untersuchungen ebenfalls ausgeschlossen werden. Am Übergang der Bereiche II und III hingegen zeigen die Meßgrößen ein beachtliches Ansteigen über ein örtlich eng begrenztes Maximum. In dieser weniger deformierten Zone entsteht durch die Unterkühlung α' -Martensit, der die Mikrohärtigkeit durch seine verfestigende Wirkung erhöht. Im Bereich III fallen die Meßgrößen und erreichen etwa die Werte der Tiefkühlversuche im Anlieferzustand. Gleichartiges Verhalten mit weniger stark ausgeprägtem Maximum im Bereich II wurde für weitere Reckversuche bei erhöhter Temperatur (S&C 1.4541-10, SEW 1.4550-12) an anderen Chargen beobachtet.

Führt man derartige Experimente an Raumtemperatur - Reckproben, z.B. A0P 1.4550-11 durch, so ist festzustellen, daß sich magnetische Anzeige und Mikrohärtigkeit auf einem höheren Niveau (Maxima: $\sim 380 \text{ HV}_{0,2} / [\alpha'] \sim 42\%$) befinden und auch im Bereich I eine inhomogene Verteilung aufweisen. Daher erscheint es zweckmäßig, nicht die Absolutwerte der Messungen sondern ihre ortsabhängig erfaßten Änderungen zu betrachten. Bild 48b) zeigt die Änderung der Meßgrößen nach dem Tiefkühlversuch. Die Mikrohärtigkeit im Bereich I erfährt keinen Zuwachs, meist wird sogar eine Verringerung in diesem Probenbereich gemessen. Ebenso verhält sich die magnetische Anzeige - diese Beobachtung wird als Absenkung der Eigenspannung durch die thermische Wechselbelastung und die damit verbundene Änderung mechanischer und magnetischer Eigenschaften, siehe Abschnitt 9.1.6 (Villari - Effekt), jedoch nicht als Verringerung des Martensitanteils interpretiert. Im Bereich II steigen beide Meßgrößen an und laufen über ein Maximum hinweg und nähern sich im Bereich III den Werten des tiefgekühlten Anlieferzustandes an.

Im Hinblick auf die Streuung der Meßwerte ist zu beachten, daß beide Verfahren bedingt durch ihre Reichweite ($\text{HV}_{0,2} \Rightarrow 50 \mu\text{m} / [\alpha'] \Rightarrow \text{mm}$) verschiedene Volumina erfassen, obwohl am selben Ort gemessen wurde. Für die Mikrohärtigkeit resultiert hieraus außerdem eine zusätzliche Unsicherheit der lokal im inhomogenen Gefüge gemessenen Eigenschaft.

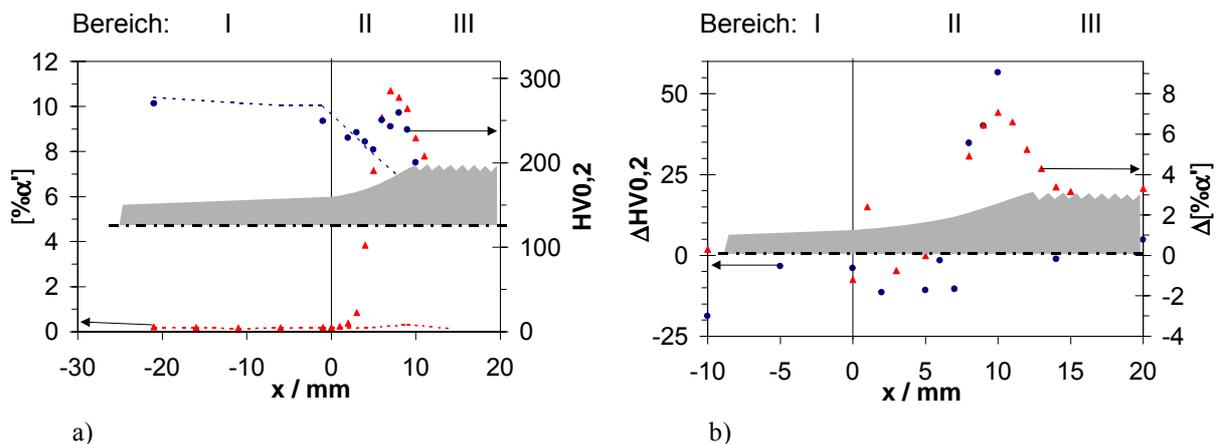
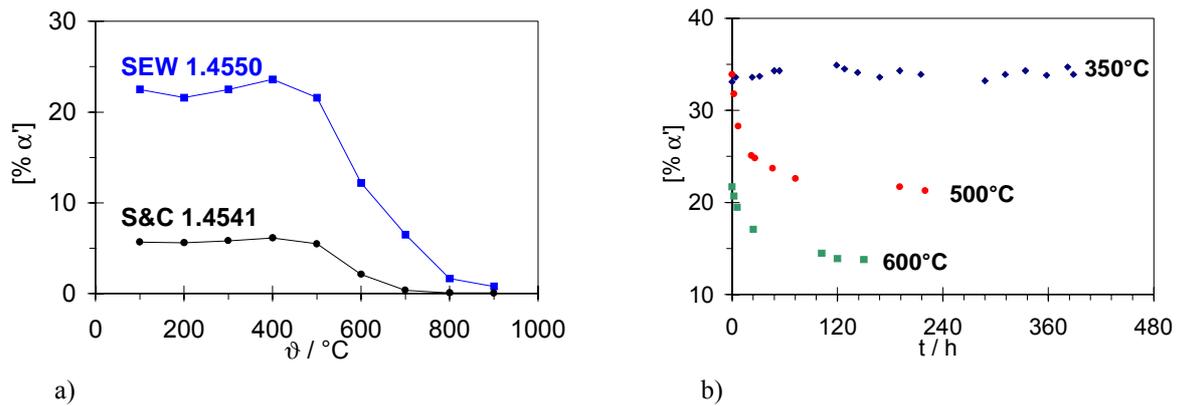


Bild 48 Reckproben, Messungen von magnetischer Anzeige (▲) und Mikrohärtigkeit (●) am Längsschliff entlang der Probenachse (x) nach dem Tiefkühlversuch, Bereiche: I Schaft, II kon. Übergang, III Einspannung
 a) A0P 1.4550-18, Reckversuch bei 200°C, punktierter Verlauf: Zustand vor dem Tiefkühlen
 b) A0P 1.4550-11, Reckversuch bei RT, Änderung von [%α'], HV_{0,2} infolge der Tiefkühlbehandlung

6.4 Thermische Auslagerung von Verformungsmartensit

Der durch Verformung von Austenit erzeugte Martensit ist für die untersuchten Werkstoffe bei Raumtemperatur beständig. Der Einfluß einer Erwärmung auf die Stabilität dieser zwei-phasigen Gefüge wurde durch thermische Auslagerungsexperimente, siehe Abschnitt 4.8, untersucht. Bild 49a) zeigt die Veränderung der magnetischen Anzeige in Abhängigkeit von der Auslagerungstemperatur für zwei Chargen. Eine wesentliche Verringerung der magnetischen Anzeige tritt erst oberhalb 500°C auf. Lagert man verformungsmartensithaltige Proben in Langzeitversuchen bei 350°C (Auslegungstemperatur für Leichtwasserkernkraftwerke) aus, bleiben die gemessenen Werte im Rahmen der Meßgenauigkeit konstant [Bild 49b)].



a)
 Bild 49 Auslagerungsversuche an SEW 1.4550-1 und S&C 1.4541-1, jeweils Position 2 (siehe Bild 24)
 a) Magnetische Anzeige in Abhängigkeit der Auslagerungstemperatur, jeweils nach 1,5 h
 b) Magnetische Anzeige bei isothermer Auslagerung an SEW 1.4550-1 Pos.2, $\vartheta = 350 \mid 500 \mid 600^\circ\text{C}$

6.5 Bewertung und Diskussion der Ergebnisse

Zunächst kann man aus den Werkstoffanalysen und den Bewertungshilfsmitteln, siehe 2.2.4, eine theoretische Einschätzung der Austenitstabilität vornehmen. Anlage H zeigt die Einordnung der vorliegenden Chargen in das Schaeffler - Diagramm bzw. errechnete Stabilitätskriterien. In der Darstellung der Werkstoffe im Schaeffler - Diagramm, Bild H-1a), lassen sich deutlich die drei Gruppen: nickelreiche, Nb- bzw. Ti-stabilisierte und unstabilisierte Chargen unterscheiden. Bei den zugeordneten Stabilitätskriterien, Bild H-1b) bis d), zeigt sich die austenitstabilisierende Wirkung der Legierungselemente, vor allem von Nickel. Die vorliegenden Chargen belegen danach einen weiten Stabilitätsbereich. Die errechneten Werte für M_s bzw. M_d erreichen für stabile Chargen z.T. Temperaturen unterhalb von -273°C . Diese Werte haben keine physikalische Bedeutung, können jedoch als Vergleichsgrößen zur Abschätzung der Austenitstabilität herangezogen werden. Auffällig ist außerdem, daß die für eine Charge errechneten Werte einen starken Streubereich besitzen, die Unsicherheit in der Stabilitätsberechnung ist allein schon durch die Vielzahl der Modelle und Formeln ersichtlich.³³

Vergleicht man nun die berechneten Stabilitätskriterien mit den tatsächlich durch die Experimente erzeugten Martensitgehalte, beobachtet man folgendes: An den um 50 % gestauchten Druckproben, siehe Bild 50a), werden für hohe M_d - Temperaturen, je nach Modell: $M_d > -100$ bzw. 0°C , erhebliche Volumenanteile in Martensit umgewandelt. Dabei folgt der Gehalt den zugeordneten M_d - Werten mit einem sprunghaften Anstieg. Die qualitative Aussage der verschiedenen Modelle ist vergleichbar, die Absolutwerte für M_d - differieren jedoch beträchtlich. Innerhalb eines Modells ist die Streubreite zwischen den unterschiedlichen Chargen verhältnismäßig gering. Lediglich die gekennzeichnete Charge (SEW 1.4303) weicht für alle Modelle systematisch von der ansteigenden Trendlinie ab. Für die nickelreichen Stähle ($> 14\% \text{ Ni}$) werden sehr niedrige M_d - Temperaturen berechnet, es tritt keine Martensitbildung auf. In der gleichen Weise können die Reckversuche bei Raumtemperatur betrachtet werden, Bild 50b) zeigt den Zuwachs der magnetischen Anzeige bei Beginn der Einschnürung in Abhängigkeit von der M_d - Temperatur, die nach verschiedenen Modellen errechnet wurde. Die berechneten M_d - Werte für die drei untersuchten Chargen liegen dicht beieinander im Bereich des Steilanstieges, siehe Bild 50a), der umwandlungsfreudiges Verhalten kennzeichnet.

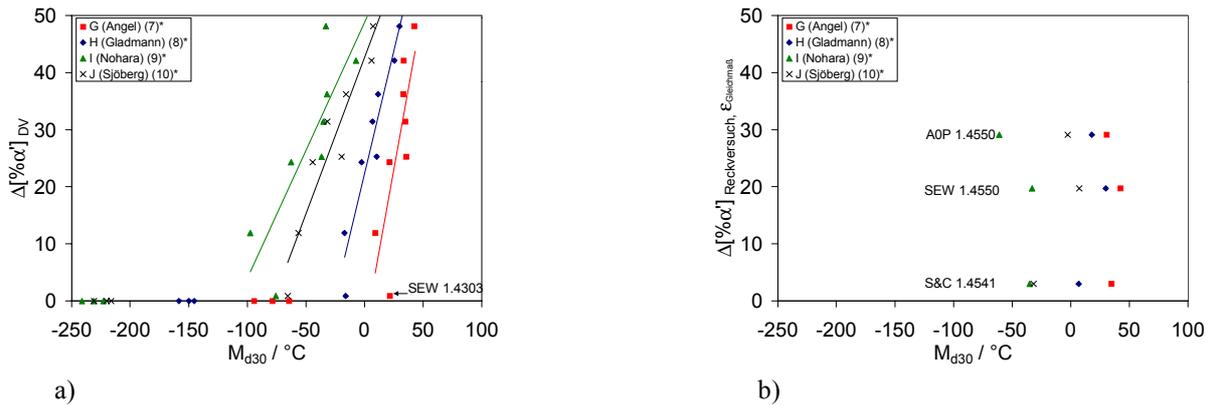


Bild 50 Vergleich von berechneten Größen (*... Anlage A) und Meßwerten aus den mechanischen Versuchen
 a) Druckversuch: gemessener Anstieg der magnetischen Anzeige (siehe auch Bild 44) in Abhängigkeit von der M_{d30} -Temperatur nach verschiedenen Modellen, elf Chargen
 b) Reckversuch: gemessener Anstieg der magnetischen Anzeige am Ende der Gleichmaßdehnung in Abhängigkeit von der M_{d30} -Temperatur nach verschiedenen Modellen, drei Chargen

Je nach Modell liegt M_{d30} für die drei Chargen innerhalb eines Intervalls von 10 bis 40 K. Daß eine Vorhersage des gebildeten Martensitvolumens anhand eines Stabilitätskriteriums unsicher ist, zeigt Bild 50b) deutlich - die zu Beginn der Einschnürung gemessene magnetische Anzeige differiert um eine Größenordnung. Ihre Rangfolge entspricht nicht der, die M_{d30} erwarten läßt. Zu vergleichbaren Aussagen gelangt man ebenso für andere Dehnungszustände der Reckversuche, siehe auch Bild 45.

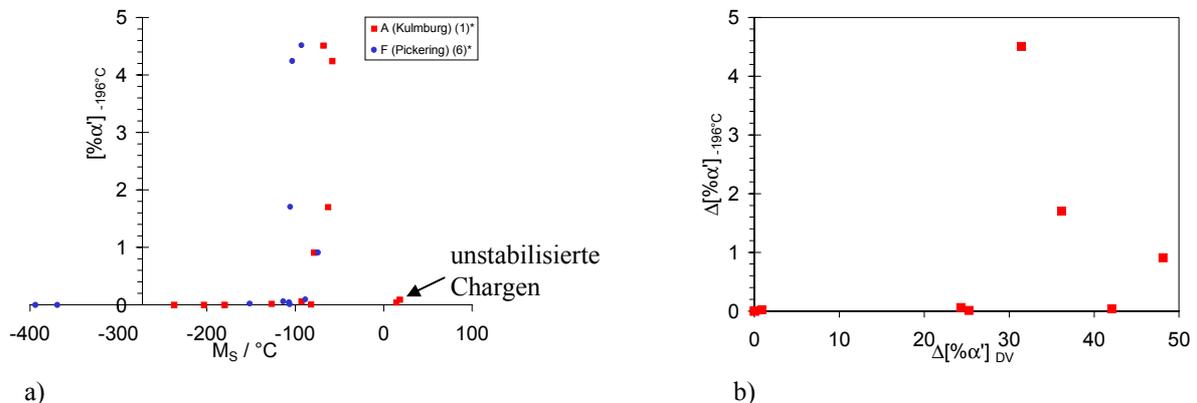


Bild 51 Vergleich von berechneten Größen und Meßwerten
 a) Tiefkühlversuch: gemessener Anstieg der magnetischen Anzeige (siehe auch Bild 42) in Abhängigkeit von der M_s -Temperatur nach zwei Modellen (*... Anlage A)
 b) Gegenüberstellung des gemessenen Anstieges der magnetischen Anzeige von Druck- ($\Delta[\% \alpha']_{DV}$) und Tiefkühlversuch ($\Delta[\% \alpha']_{-196^\circ C}$)

Ein Zuwachs der magnetischen Anzeige infolge der Tiefkühlbehandlung, Bild 51a), ist für berechnete M_s -Temperaturen über $-100^\circ C$ zu beobachten, wobei der umgewandelte Phasenanteil tendenziell mit M_s ansteigt. Lediglich die drei unstabilisierten Chargen (1.4301 und 1.4303) weichen von diesem Trend ab und bilden trotz hoher M_s -Werte nur geringe Martensitgehalte. Eine Ursache für dieses, von den stabilisierten Stählen abweichende Verhalten ist die indirekte Wirkung der Stabilisierungselemente. Nb bzw. Ti binden den Kohlenstoff der Legierung nahezu vollständig und erhöhen hiermit die Martensitbildungsneigung der Matrix, ohne daß dieser Umstand in den M_s -Formeln Berücksichtigung findet. Für niedrigere M_s -Werte (bis hin zu Werten $< -273^\circ C$, die als reine Vergleichsgrößen ohne physikalische Aussagekraft zu verstehen sind) wird keine nennenswerte Martensitbildung beobachtet. Vergleicht

man nun den Anstieg der magnetischen Anzeige durch mechanisch und thermisch ausgelöste Martensitbildung, siehe Bild 51b), ist eine Trendübereinstimmung - so wie in der Literatur²⁹ beschrieben - nicht zu ersehen.

Eine Beurteilung der Austenitstabilität anhand von Kriterien, die nur aus der chemischen Zusammensetzung der Legierung resultieren, erweist sich als tendenziell richtig, ist jedoch im Einzelfall mit großer Unsicherheit belastet. Bereits angesprochen wurde der Aspekt, welcher Teil der Legierungselemente aus der nominellen Angabe der Werkstoffzusammensetzung tatsächlich in Lösung und somit wirksam für die Austenitstabilität ist. Anhand von Wärmebehandlungen und anschließenden Druckversuchen wurde der Einfluß des Lösungszustandes auf die Bildung von Verformungsmartensit anhand von zwei Chargen demonstriert.

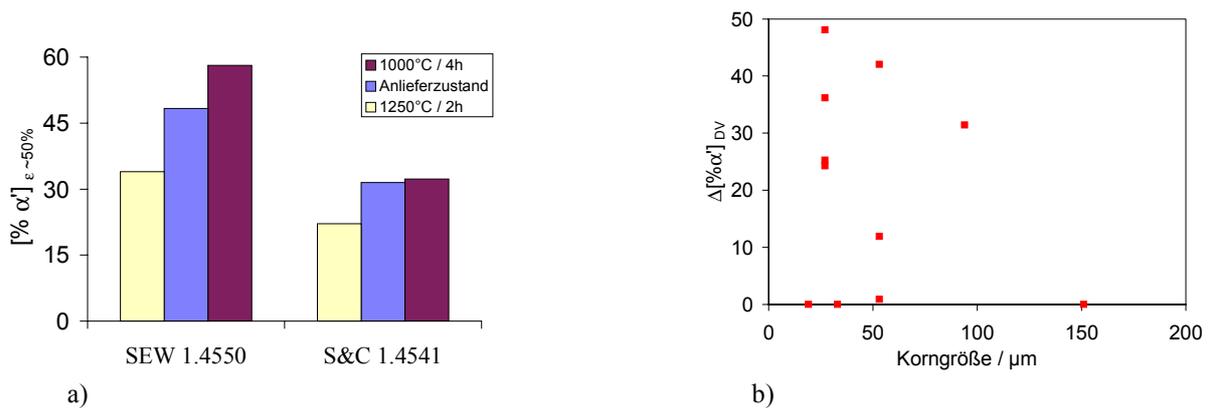


Bild 52 Einflüsse auf die Bildung von Verformungsmartensit durch eine Stauchung von $\varepsilon_D \sim 50\%$

a) Einfluß verschiedener Wärmebehandlungen

b) Darstellung des Martensitzuwachses in Abhängigkeit von der Ausgangskorngröße nach (E-3)

Durch eine Glühung von 1250°C über 2 Stunden und anschließend rasche Abkühlung, siehe Abschnitt 4.3, werden Karbide und Nitride aufgelöst. Kohlenstoff und Stickstoff gelangen in Lösung, durch die schnelle Abkühlung wird die Rekombination mit den Stabilisierungselementen Nb bzw. Ti vermieden. Durch ihren interstitiellen Einbau in das Austenitgitter entfalten die zwangsgelösten Elemente ihre Wirkung auf die Stabilität des Austenits, der Martensitgehalt nach dem Druckversuch sinkt gegenüber dem Vergleichszustand (Druckversuch am Anlieferzustand) deutlich ab. Eine Glühung bei 1000°C über vier Stunden bewirkt dagegen ein Wachstum der vorhandenen Karbid- und Nitridausscheidungen, der Kohlen- und Stickstoffgehalt in der Austenitmatrix sinkt. Infolge dessen wird die Stabilität des Austenits reduziert, was sich im Ansteigen des Martensitgehaltes nach dem Druckversuch bemerkbar macht. Allein durch Wärmebehandlungsschritte ist eine beträchtliche Variation des Martensitanteils nach Verformung zu bewirken, siehe Bild 52a). Bei den Chargen SEW 1.4550 und S&C 1.4541 beträgt diese Variation 50% bzw. 30%, bezogen auf das Verhalten im Anlieferzustand. Bemerkenswert ist, daß der Zuwachs bei S&C 1.4541 durch die 1000°C - Glühung gering ausfällt. Die Ursachen hierfür sind in der Wärmebehandlung im Anlieferzustand (1050°C, 2h), siehe Tabelle 4, und der durch das grobe Korn dieser Charge eingeschränkten Diffusionsfähigkeit zu suchen.

Steigender Austenitkorngröße wird in der Literatur³³ ein umwandlungsfördernder Einfluß zugeordnet. Eine solche Tendenz wird für die umwandlungsfreudigen Chargen beim Druckversuch, Bild 52b), nicht ausgemacht. Die Ausgangskorngröße hat, verglichen mit den anderen Einflußgrößen für die Transformation, nur einen geringen Effekt auf den erreichten Martensitzuwachs und kommt deshalb beim direkten Vergleich der verschiedenen Chargen nicht zum Tragen.

Für Beanspruchungszustände der Reckversuche (Bild 48) wird der plastisch stark deformierte Bereich I durch eine nachfolgende Tiefkühlbehandlung nicht, bzw. nicht weiter martensitisch umgewandelt. Ursache dieses, zunächst von den Erwartungen abweichenden Verhaltens ist die starke Verfestigung des Austenits während des Reckversuches, die den gittervarianten Scherprozeß der Martensitumwandlung zunehmend behindert, wobei ein Einfluß des Härtungsmechanismus (Kaltverfestigung oder vorangegangene Martensitbildung) nicht zu beobachten ist. Im Bereich II ist die verformungsbedingte Verfestigung rückläufig, wenn die Mikrohärtigkeit den Wert von etwa 230 HV_{0,2} (für A0P 1.4550) unterschreitet, setzt beim Tiefkühlen die Martensitbildung ein. Höchster Martensitgehaltzuwachs wird an verformten Zuständen mit 200 bis 210 HV_{0,2} erzielt. Mit weiter abnehmender Verformung (<190 HV_{0,2} am Beginn von Bereich III) sinkt der thermisch umgewandelte Martensitanteil allmählich auf den Wert des tiefgekühlten Anlieferungszustandes (Ende Bereich III). Als wesentliches Ergebnis ist also festzustellen, daß nur relativ niedrige Verformungen eine Förderung der thermischen Martensitbildung bewirken - in diesem Verformungsbereich entstehen jedoch höchste Martensitgehalte.

Die Behinderung der thermischen Martensitbildung durch verformungsbedingte Verfestigung wurde auch an den Druckproben beobachtet. Die Tiefkühlbehandlung an den gestauchten Probenhälften, siehe 6.2, bewirkte bei keiner Charge eine Erhöhung der magnetischen Anzeige. In der Literatur wurde ebenfalls von einer Absenkung der M_S - Temperatur durch Warmumformung bei einer NiTi - Legierung¹¹⁵ berichtet. An einer FeNi - Legierung stellten Günther et al.¹¹⁶ fest, daß durch Unterkühlen ein Umwandlungsmaximum im Bereich von 9 - 15% Verformung auftritt. Dieses Verhalten wird mit der Erhöhung der Anzahl präformierter Keime bei niedrigen Verformungsgraden interpretiert. Bei hohen Verformungsgraden bewirkt die erhöhte Versetzungsdichte im Austenit und Druckspannungen durch den entstehenden Martensit eine zunehmende Behinderung des Martensitkeimwachstums. In diesem Zusammenhang wird verdeutlicht, daß die M_S - Temperatur nicht als Materialkonstante aufzufassen ist, sondern von den Realstrukturverhältnissen im Werkstoff abhängt.¹¹⁶

Wenn α' - Verformungsmartensit gebildet wurde, verhält sich dieser im Bereich niedriger Temperaturen (RT bis 350°C) stabil, und der Phasenanteil bleibt zunächst konstant. Eine Verringerung des Martensitgehaltes durch athermische Rückumwandlung (diffusionsloser Rückklapprozeß) wurde nicht beobachtet. Im Bereich von 400°C steigt der Gehalt sogar leicht an, diese Beobachtung steht in Einklang mit den Ergebnissen von Marschall⁷⁴. Der Effekt kommt zustande durch die Ausscheidung von gelöstem Kohlenstoff aus der Matrix, dem damit verbundenen Ansteigen der M_S - Temperatur und einer nachfolgenden Martensittransformation (beim Abkühlen auf RT). Die Auslagerung oberhalb von 500°C, wie auch in^{33, 74} beobachtet, bewirkt eine thermische Auflösung des Martensits, der diffusionsgesteuert in Austenit umwandelt. Dieser temperaturabhängige Rückumwandlungsvorgang verläuft nach einem exponentiellen Zeitgesetz der Art (37), siehe auch Bild 49b). Nach einer Auslagerungsglühung bei 900°C über 1,5 h sinkt der Martensitgehalt unter ein Prozent.

$$[\% \alpha']_p(t) \sim a \cdot e^{-bt} \quad (37)$$

Weitere Untersuchungen haben gezeigt, daß thermisch erzeugter Martensit (-196°C) das gleiche Verhalten hinsichtlich seiner temperaturabhängigen Beständigkeit (Starttemperatur der Martensitauflösung und Zerfallskinetik) wie Verformungsmartensit aufweist.

¹¹⁵ HORNBOGEN-1999

¹¹⁶ GÜNTHER-1974

7 Ergebnisse der Wechsellastversuche

7.1 Dehnungsgesteuerte Ermüdungsversuche

Sämtliche dehnungsgesteuerten Ermüdungsversuche (Abschnitt 4.5.1) wurden als Zug - Druck - Wechselversuche im LCF - Bereich, d.h. $N_B < 50000$, durchgeführt. Bei den Raumtemperatur - Versuchen wurden nur drei LCF-1 - Proben ($\varnothing 6$ mm) mit unterschiedlichen Dehnungsschwingbreiten bis zum Bruch belastet. An weiteren Proben wurden teilermüdete Zustände durch die Belastung bei konstanter Dehnungsschwingbreite über definierte Lastwechselzahlen hergestellt, siehe Bild 53a). Mit sinkender Dehnungsamplitude steigt die Lastwechselzahl bis zum Bruch. Bei der Bewertung der in Anlehnung an das Wöhler - Diagramm dargestellten Versuchsergebnisse ist jedoch die Streuung der Bruchlastwechselzahl zu beachten.¹⁶ Die Werte zu den Versuchen sind in Anlage I tabelliert.

Außerdem wurden LCF-3 - Proben ($\varnothing 18$ mm) mit verschiedenen Dehnungsamplituden geprüft. Die Versuchsdurchführung gestaltete sich hierbei schwierig, da die Maschinenkräfte sehr hohe Werte (bis 150 kN) erreichten und die Werkstoffverfestigung das Einhalten der vorgegebenen Dehnungsamplitude bei positionsgesteuerter Fahrweise erschwerte. Die bis zum Anriß ermüdeten Proben wurden feindehnungsgesteuert belastet, die Instrumentierung im Dehnschaftbereich verursacht jedoch durch ihre Kerbwirkung ein deutlich früheres Versagen als bei den $\varnothing 6$ mm - Proben, Bild 53a). Ein Vergleich von angerissenen und teilermüdeten LCF-3 - Proben ist deshalb nur bedingt möglich.

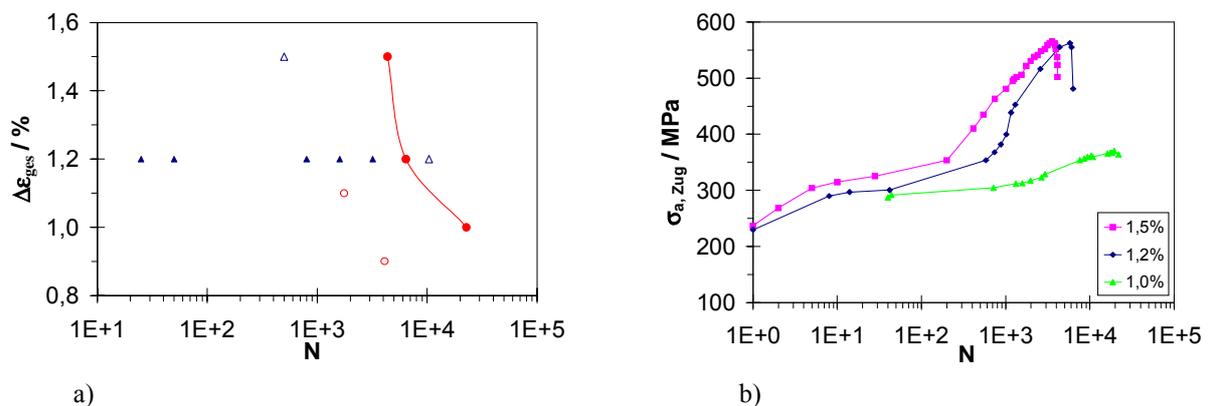


Bild 53 Dehnungsgesteuerte Ermüdungsversuche an A0P 1.4550 bei RT

- Darstellung der Dehnungsschwingbreite gegen die Lastwechselzahl als Dehnungs - Wöhler - Diagramm für $\varnothing 6$ mm - Proben [gebrochen (●) und teilermüdet (▲)] und $\varnothing 18$ mm - Proben [angerissen (○) und teilermüdet (△)]
- Spannungsamplitude (Zug) in Abhängigkeit von der Lastwechselzahl bei verschiedenen Dehnungsschwingbreiten $\Delta \epsilon$ als zyklische Antwort des Werkstoffs für gebrochene $\varnothing 6$ mm - Proben

Bei vorgegebener, konstant gehaltener Dehnungsamplitude äußert sich die Ver- bzw. Entfestigung des Werkstoffs in einer Veränderung der Spannungsamplitude. Die symmetrische Zug - Druck - Wechseldehnung als Beanspruchungsgröße bewirkt ein gleichartiges Verhalten hinsichtlich der Spannungsamplituden in Zug- und Druck. Bild 53b) zeigt Spannungsverläufe vom Beginn des Ermüdungsversuchs bis hin zum Bruch für unterschiedliche Dehnungsschwingbreiten. Die Spannungsamplitude steigt für die drei aufgeführten Belastungen von Versuchsbeginn an. Dieser bis zur Rißeinleitung ansteigende Verlauf wird durch eine kontinuierliche Verfestigung des Werkstoffs bewirkt, welche entsprechend den ihr zugrundeliegenden Mechanismen, siehe Abschnitt 9.3, für höhere Dehnungsamplituden deutlicher auftritt. Nach der Rißeinleitung und der damit verbundenen Verringerung der Querschnittsfläche sinkt die

nominelle Spannungsamplitude bis zum Erreichen des Bruches. Die Lebensdauer zwischen berechnetem Anriß (1 % Kraftabnahme) und Bruch lag für die beobachteten Werkstoffe und Amplituden im Bereich von 50 bis 900 Lastwechsel.

Mit dem Ansteigen der Spannungsamplitude durch die Verfestigung geht eine Verringerung des plastischen Anteils der eingetragenen Wechseldehnung, der plastischen Dehnungsschwingbreite, einher. Bild 54a) stellt diesen Zusammenhang, der für dehnungsgesteuerte LCF - Versuche charakteristisch ist, am Beispiel von A0P 1.4550 MP-5 dar.

Durch weitere Versuche an Proben von S&C 1.4541 und SEW 1.4550 wurde nachgewiesen, daß das mechanische Verhalten hinsichtlich der Verfestigung im Versuchsverlauf auch für andere Chargen gleichartig ist, die Werte selbst hängen in starkem Maße von der Vorgeschichte des Werkstoffs und seinen statischen Eigenschaften ab. Bild 54b) zeigt den LCF - Spannungsverlauf für Proben der Chargen S&C 1.4541 und SEW 1.4550, die nachfolgend ebenfalls zum Vergleich mit den spannungsgesteuerten LCF-HCF Probenserien, siehe 7.2, herangezogen wurden.

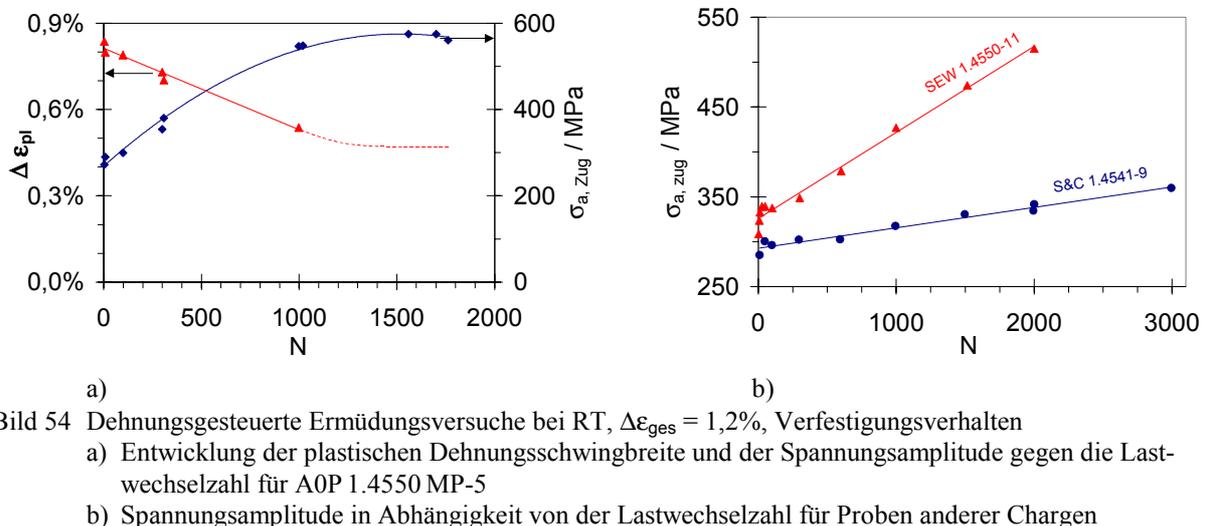


Bild 54 Dehnungsgesteuerte Ermüdungsversuche bei RT, $\Delta \epsilon_{ges} = 1,2\%$, Verfestigungsverhalten

- Entwicklung der plastischen Dehnungsschwingbreite und der Spannungsamplitude gegen die Lastwechselzahl für A0P 1.4550 MP-5
- Spannungsamplitude in Abhängigkeit von der Lastwechselzahl für Proben anderer Chargen

Weitere Ermüdungsversuche wurden mit konstanter Dehnungsschwingbreite ($\Delta \epsilon_{ges} = 1,2\%$) bei erhöhten Temperaturen durchgeführt. Bild 55a) zeigt, daß die Bruchlastwechselzahl mit der Temperatur gegenüber dem Raumtemperaturverhalten sinkt. Ein lebensdauerverkürzender Einfluß ansteigender Temperatur (an Luft) ist in der Literatur ebenfalls beschrieben^{117, 47}. Lediglich die 200°C - Probe (A0P 1.4550-16) weist eine höhere Bruchlastwechselzahl auf, als es die Tendenz der anderen Proben erwarten läßt. Diese Abweichung ist mit der erwähnten Streuung der Versuchsergebnisse, siehe Abschnitt 2.1.3, beim Vergleich von statistisch nicht abgesicherten Werten (Einzelversuche) zu erklären.

Ebenso wie bei den Raumtemperaturversuchen steigt die Spannungsamplitude, Bild 55b), im Verlauf der Ermüdung an. Die Verfestigung ist jedoch sehr viel niedriger als bei Raumtemperatur und sinkt mit steigender Temperatur. Die Ursachen für die Verringerung der Spannungsamplitude sind einerseits die direkte Veränderung der mechanischen Eigenschaften (E , $R_{P0,2}$) in Abhängigkeit von der Temperatur. Bild 56 zeigt die Verringerung von Elastizitätsmodul und Dehngrenze mit steigender Temperatur, die anhand von DIN⁵⁶ und Literaturangaben⁴⁷ berechnet und auf der Grundlage der gemessenen Raumtemperaturkennwerte an den Stahl A0P 1.4550 angepaßt wurde.

¹¹⁷ SRINIVASAN-1991

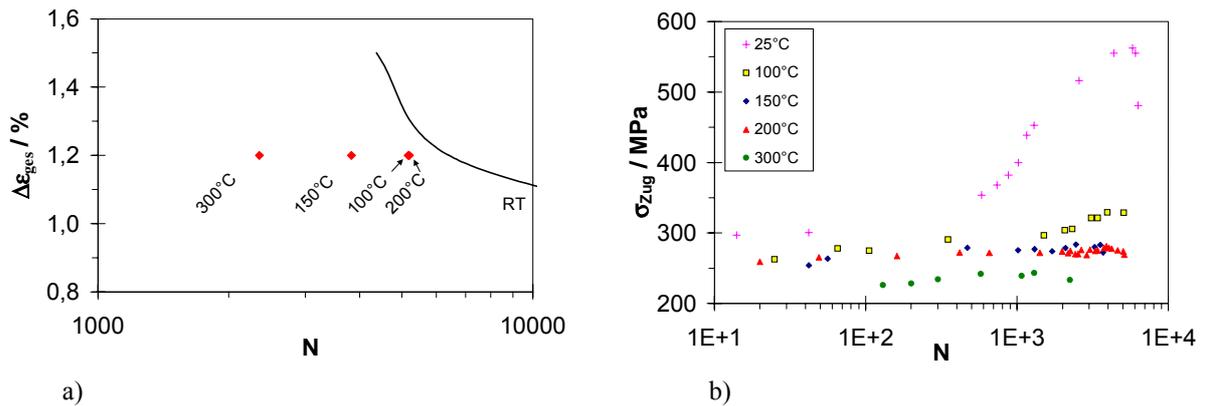


Bild 55 Dehnungsgesteuerte Ermüdungsversuche $\Delta\epsilon = 1,2\%$ an A0P 1.4550 bei erhöhten Temperaturen und im Vergleich zum Verhalten bei RT
 a) Darstellung der Bruchlastspielzahl bei erhöhten Temperaturen (♦)
 b) Spannungsamplitude in Abhängigkeit von der Lastwechselzahl als zyklische Antwort des Werkstoffs bei verschiedenen Temperaturen

Andererseits steigt durch Temperaturerhöhung die Stabilität des Austenits gegenüber martensitischer Phasenumwandlung, so daß der umgewandelte Phasenanteil und somit auch seine verfestigende Wirkung im Verlauf der Ermüdung mit steigender Versuchstemperatur rapide abnehmen. Dieser Zusammenhang wird in Abschnitt 9.3 gesondert untersucht.

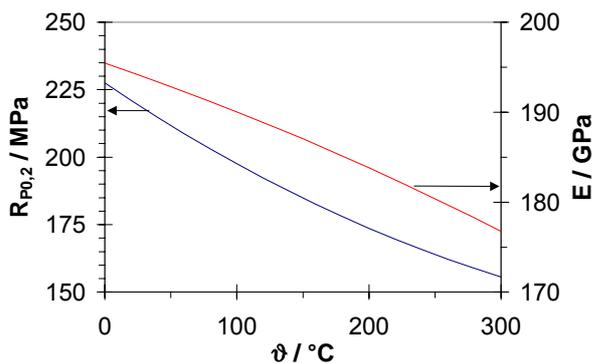


Bild 56 Berechnetes Verhalten von E-Modul und 0,2%-Dehngrenze in Abhängigkeit von der Temperatur für A0P 1.4550

7.2 Spannungsgesteuerte Ermüdungsversuche

Durch die Wahl geeigneter Belastungsamplituden konnten bei den spannungsgesteuerten Experimenten Ermüdungszustände im Bereich von 10^4 bis 10^7 Lastwechsel erzeugt werden. Bild 57 zeigt die Versuchsergebnisse für a) SEW 1.4550 und b) S&C 1.4541 im Wöhler - Diagramm, wobei neben der Spannungsamplitude auch die im Versuch maximal erreichte Gesamtdehnungsschwingbreite eingetragen ist, die einen Vergleich mit den dehnungsgesteuerten Experimenten, Bild 53a), gestattet. Die zugehörigen plastischen Dehnungsschwingbreiten ($\Delta\epsilon_{pl}$) weisen einen gleichartigen Verlauf auf niedrigerem Niveau auf. Die Darstellungen zeigen, in welchem Maß eine Verringerung der Spannungsamplitude die Gesamtdehnung reduziert und letztendlich die Bruchlastspielzahl anhebt. Trägt man die Ersatzstreckgrenze $R_{p0,2}$ der Chargen in das zugehörige Wöhler - Diagramm, erhält man Bruchlastspielzahlen im Bereich von 1 bis $2 \cdot 10^5$. Bei den Proben mit Lastwechselzahlen $\geq 10^7$ handelt es sich um Versuche ohne Bruch, d.h. Durchläufer.

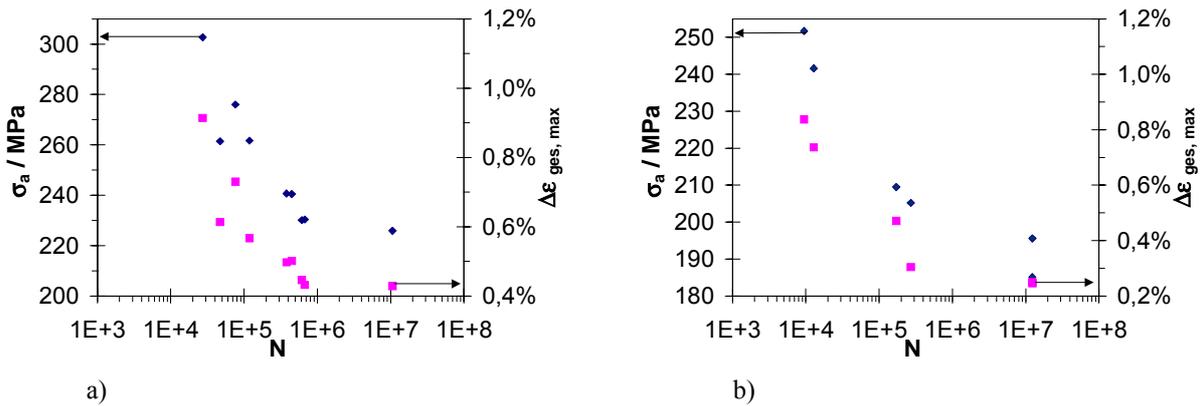


Bild 57 Spannungsgesteuerte Ermüdungsversuche bei RT, Darstellung von Spannungsamplitude (◆) und maximaler Gesamtdehnungsschwingbreite (■) im Wöhler - Diagramm

- a) Charge SEW 1.4550
b) Charge S&C 1.4541

Als Antwort des Werkstoffs auf die zyklische Wechselbeanspruchung mit konstanter Spannungsamplitude wurde die Entwicklung der Dehnungsschwingbreite (gesamt und plastisch) während des Versuches registriert. Entsprechend dieser Meßwerterfassung wird das zyklische Ver- und Entfestigungsverhalten ebenfalls anhand der Dehnungsschwingbreite dargestellt, wohingegen in der Literatur³⁷ häufig die Dehnungsamplitude benutzt wird, die unter den angewendeten Versuchsbedingungen als halbe Dehnungsschwingbreite aufzufassen ist. Bild 58 zeigt typische Verläufe der Gesamtdehnungsschwingbreite für die beiden näher untersuchten Chargen bei verschiedenen Spannungsamplituden. Die Darstellungen offenbaren ein nicht monotonen Werkstoffverhalten, das sowohl amplituden- als auch chargenabhängig ist. Ausgehend vom Anfangszustand bewirkt eine größere Spannungsamplitude auch eine höhere Dehnungsamplitude. Im Gegensatz zu den dehnungsgesteuerten Versuchen wird das Ansteigen der Antwortgröße ($\Delta\epsilon_{\text{ges}}$) im Versuchsverlauf durch eine Werkstoffentfestigung bewirkt.

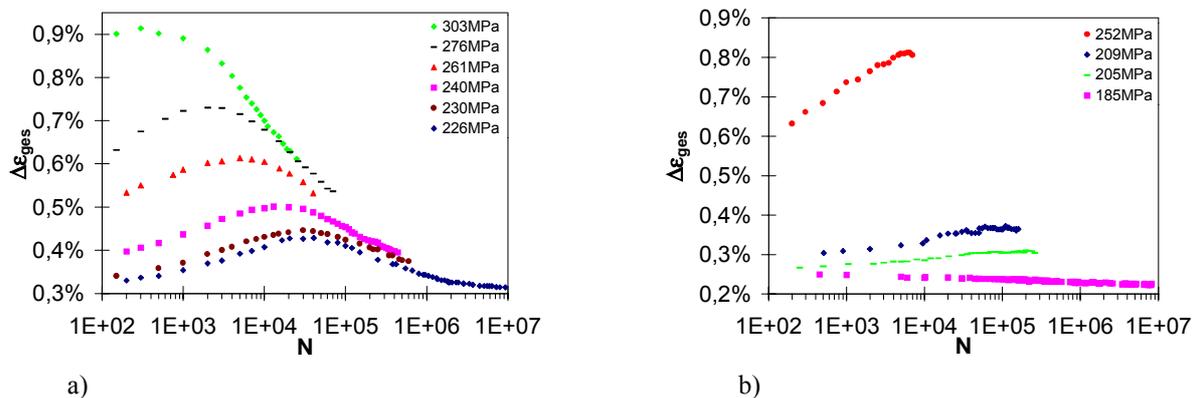


Bild 58 Spannungsgesteuerte Ermüdungsversuche bei RT, Entwicklung der Gesamtdehnungsschwingbreite bei verschiedenen Spannungsamplituden

- a) Charge SEW 1.4550, Proben 2, 4, 5, 6, 8, 9
b) Charge S&C 1.4541, Proben 4, 5, 7, 8

Bei dem Werkstoff SEW 1.4550, Bild 58a), können grundsätzlich folgende Abschnitte unterschieden werden, die auch in anderen Arbeiten³⁷ beobachtet wurden:

- I. Absinken von $\Delta\epsilon_{\text{ges}}$ während der ersten Lastwechsel - Verfestigung,
- II. Ansteigen von $\Delta\epsilon_{\text{ges}}$ bis hin zu einem Maximum - Entfestigung,
- III. Absinken von $\Delta\epsilon_{\text{ges}}$ nach Überschreiten des Maximums - Sekundäre Verfestigung.

Die primäre Verfestigung im Abschnitt I im Bereich $1 \leq N \leq 10 \dots 30$ (nicht dargestellt aus versuchstechnischen Gründen, siehe Abschnitt 4.5.2), die übereinstimmend in verschiedenen Arbeiten^{45, 37} festgestellt wird, kommt durch die Bildung neuer Versetzungen infolge der plastische Deformation, durch Versetzungsmultiplikation und -reaktionen und durch die Behinderung der Versetzungsbewegung nach dem Ansteigen der Versetzungsdichte zustande. Die Entfestigung in Abschnitt II geschieht aufgrund von Annihilations- und Umordnungsprozessen¹¹⁸ und der Verringerung der Anzahl mobiler Versetzungen^{12, 48, 119}. In Abschnitt III kommt es zur Bildung von dehnungsinduziertem Martensit (Abschnitt 9.1 und 9.3), wodurch eine sekundäre Verfestigung ausgelöst wird.

Für steigende Spannungsamplituden verkürzt sich Abschnitt II, das Maximum der Dehnungsschwingbreite ist stärker ausgeprägt und ihr Wert sinkt bis hin zum Bruch, teilweise deutlich unter den primär verfestigten Zustand (Ende Abschnitt I).

Der Werkstoff A0P 1.4550 zeigt im spannungsgesteuerten Versuch (A0P 1.4550-19) ein ebenso ausgeprägtes zyklisches Ver- und Entfestigungsverhalten wie die Charge SEW 1.4550.

Das zyklische Spannungs - Dehnungs - Verhalten des Werkstoffs S&C 1.4541, Bild 58b), unterscheidet sich von dem zuvor geschilderten. Die Ausprägung der Abschnitte ist hier anders gewichtet. Die primäre Verfestigung, Abschnitt I (nicht dargestellt) tritt ebenfalls auf. Die Entfestigungsphase, Abschnitt II, tritt besonders bei hohen Amplituden auf, niedrige Amplituden (Durchläuferproben) bewirken statt dessen eine weitere Verfestigung. Auslösend für diese Änderung ist möglicherweise das zyklische Gleitverhalten unter dem Einfluß der Stapelfehlerenergie. Abschnitt III, die sekundäre Verfestigung, ist nur bei den Versuchen mit hoher Amplitude und nur im beginnenden Stadium erkennbar, ein weiteres Ansteigen der Dehnung wird hierdurch gestoppt. Das Einsetzen von Abschnitt III wurde außerdem anhand der begleitenden Ferritscope - Messungen identifiziert, eine Betrachtung dieser Ergebnisse findet in Abschnitt 9.3 statt.

Betrachtet man die Entwicklung der Gesamtdehnungsschwingbreite (Bild 58) unterteilt in plastischen und elastischen Anteil (Bild 59), wird deutlich, daß die Gesamt- und plastische Dehnungsschwingbreite einen gleichartigen Verlauf zeigen. Daraus folgt, daß eine Änderung der Gesamtdehnungsschwingbreite praktisch ausschließlich auf Kosten des plastischen Anteils stattfindet.

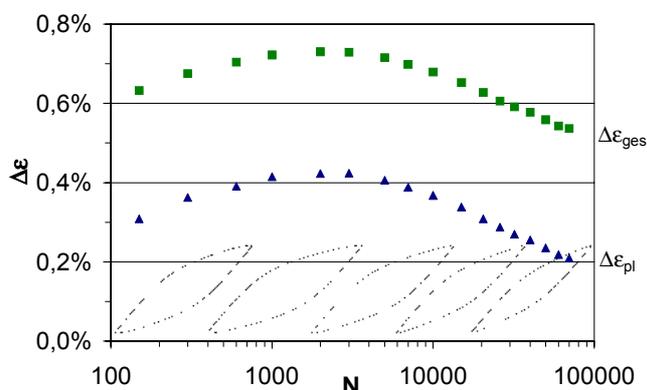


Bild 59 Entwicklung der mechanischen Hysteresekurve und der Dehnungsschwingbreiten (■ gesamt / ▲ plastisch) am Beispiel von SEW 1.4550-8, $\sigma_a = 276$ MPa

¹¹⁸ MAIER-1993A, B

¹¹⁹ PETERSMEIER-1998

Bereits in der Literatur ist vermerkt, daß die gemessene plastische Dehnung (bei $\sigma = 0$) von dem Differenzbetrag der Gesamtdehnung und der elastischen Dehnung abweichen kann, wobei dieser Effekt einer bereits vor dem Nulldurchgang stattfindenden Rückverformung zugeordnet wird.¹¹ In dem schwingenden, d.h. dynamischen System ist ebenfalls mit dem Einfluß des anelastischen Verhaltens zu rechnen. Stellt man die während der Versuche gemessenen plastischen und Gesamtdehnungsschwingbreiten gegeneinander dar, ist festzustellen, daß die Entwicklung beider Größen linear gekoppelt ist, siehe Bild 60a). Eine Betrachtung dieser Regressionsparameter in Bild 60b) zeigt, daß der Anstieg mit der Spannungsamplitude ansteigt. Das Absolutglied, welches den elastischen Anteil enthält, erreicht ab einer Spannungsamplitude in Höhe der 0,2-Dehngrenze einen Sättigungswert.

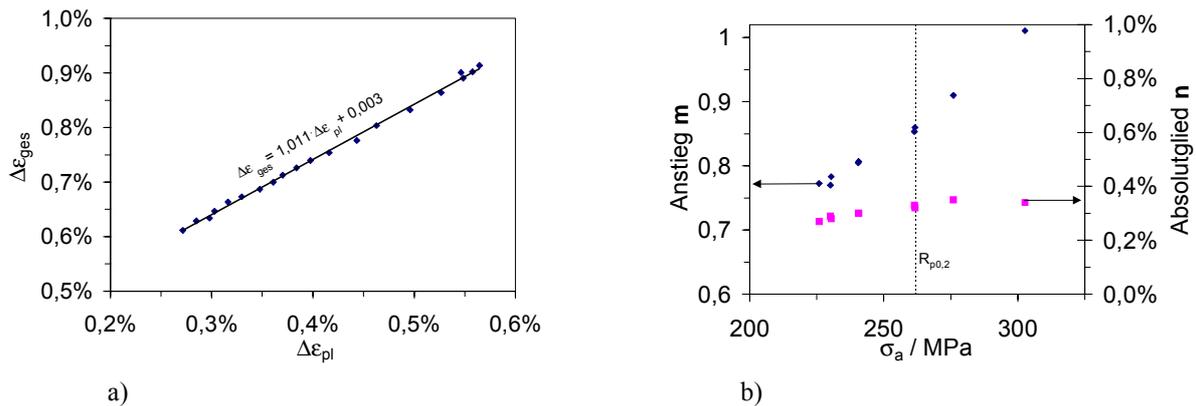


Bild 60 Relation von Gesamtdehnung und plastischer Dehnung

a) lineare Abhängigkeit in der Form $\Delta \epsilon_{ges} = m \cdot \Delta \epsilon_{pl} + n$ am Beispiel von SEW 1.4550-10

b) Anstieg und Absolutglied entsprechend a) in Abhängigkeit der Spannungsamplitude für SEW 1.4550 im Vergleich zur 0,2-Dehngrenze

Die im Versuchsverlauf kontinuierlich erfaßten Dehnungen (induktiver Wegaufnehmer) müssen wegen des starken Ver- und Entfestigungsverhaltens korrigiert werden, siehe Abschnitt 4.5.2. Das hat vor allem Einfluß auf die Versuchsdurchführung. Die Ersatz - Bezugslängen $l_{0,pl}^*$ bzw. $l_{0,ges}^*$ für die plastische bzw. die Gesamtdehnungsmessung vergrößern sich im Versuchsverlauf, besonders für hohe Spannungsamplituden, um bis zu 20 % für $l_{0,pl}^*$ und 13 % für $l_{0,ges}^*$. Die Auswertung der Dehnungsverläufe hat außerdem gezeigt, daß die Mitteldehnung bei symmetrischen Zug - Druck - Wechsellastversuchen zunächst leicht in den Zugbereich wandert (Versuchsstart in Zugrichtung) und sich dort stabilisiert, je nach Spannungsamplitude im Bereich bis 0,15%.

7.3 Block- und Randomversuche

Die Beanspruchung einer Probe durch eine Sequenz von Lastwechselblöcken mit unterschiedlichen Amplituden kann als Annäherung der Prüfbelastung an ein in der Praxis auftretendes Spektrum, siehe Abschnitt 4.5.3, betrachtet werden. Proben der Charge SEW 1.4550 wurden mit drei Lastblocktypen beansprucht, deren Parameter (σ_a , N siehe Tabelle 9) aus der Kenntnis der Einstufenversuche so gewählt wurden, daß sich Bruchlastwechselzahlen 10^5 bis 10^6 ergeben. Die Größe der einzelnen Blöcke wurde mit 16 % der Bruchlastwechselzahl des Einstufenversuches $N_{Block} = N_{B,\sigma_a} / 6$ festgelegt, so daß der Bruch der Probe unter der Annahme einer linearen Schädigungsakkumulation entsprechend der Miner - Regel, siehe Abschnitt 2.1.3, nach zweimaligem Durchlaufen der drei Blöcke zu erwarten ist.

Tabelle 9 Lastblockparameter für SEW 1.4550

Lastblocktyp	I	II	III
Amplitude σ_a / MPa	230	240	276
Blockgröße N	107 000	68 900	12 700

Die in Bild 61a) dargestellte Blockfolge II-I-III mit mittlerer Lastamplitude zu Versuchsbeginn, ergibt, blockweise betrachtet, das Ent- und Verfestigungsverhalten, wie es die Einstufenversuche, Bild 58a), erwarten lassen. Der Entfestigungsphase mit steigenden Dehnungswerten (im wesentlichen im ersten Lastblock) folgt die Verfestigung, bei der die Dehnungswerte, jeweils bezogen auf das Spannungsniveau eines Lastblocktyps, abnehmen.

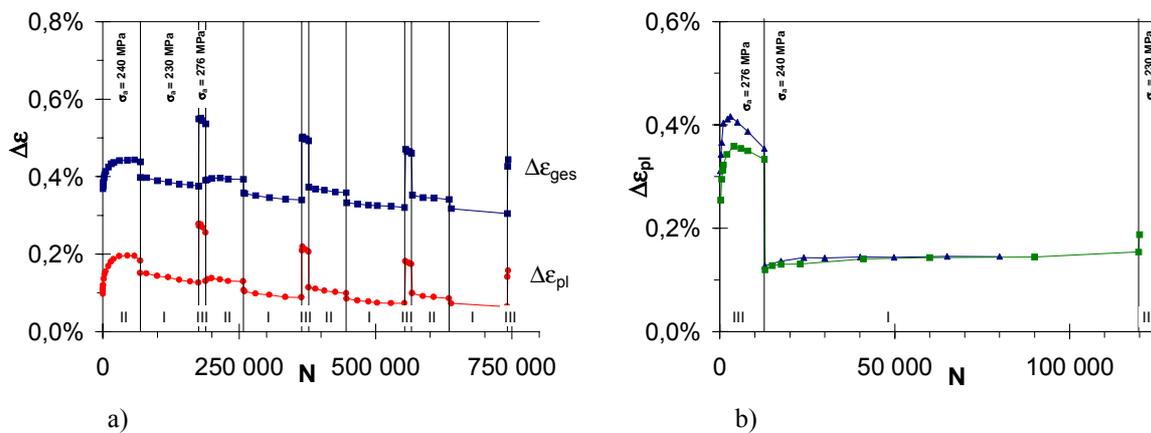


Bild 61 Blockversuch, Dehnungsschwingbreiten in Abhängigkeit von Lastwechselzahl und Lastblocktyp
a) Entwicklung von plastischer und gesamter Dehnungsschwingbreite, SEW 1.4550-14 (Folge II-I-III)
b) Entwicklung der plast. Dehnungsschwingbreite, SEW 1.4550-13(▲) und -15(■) (Folge III-I-II)

Wird die Versuchsführung durch eine geänderte Reihenfolge der Lastblöcke, nämlich III-I-II, variiert, ändert sich die Schädigungsakkumulation gravierend, was insbesondere in der verringerten Bruchlastwechselzahl, aber auch bei den gemessenen physikalischen Eigenschaften Ausdruck findet. Wird bereits zu Versuchsbeginn mit hoher Spannungsamplitude (III) belastet, siehe Bild 61b), ist die maximale Entfestigung bereits bei ca. 3000 Lastwechseln überschritten und eine starke Verfestigung schließt sich bis zum Ende des Blocks an. Die anschließende Ermüdung bei der niedrigen Lastamplitude (I) führt nach einem leichten Ansteigen der Dehnungswerte zur Stabilisierung auf konstantem Niveau bis hin zum Bruch bzw. bis zum Beginn des nächsten Lastblocks. Auffällig ist, daß bei dieser Blockfolge die Bruchlastwechselzahl um den Faktor 5 bis 10 sinkt. Verglichen mit dem Einstufenversuch bei hoher Amplitude [Block I \leftrightarrow SEW 1.4550-8, Bild 58a)], ist die Restlebensdauer nach einer Beanspruchung mit $16\% \cdot N_{B, 276 \text{ MPa}}$ und folgender niedriger Belastung bei $\sigma_a = 230 \text{ MPa}$ bzw. 240 MPa nur wenig höher (15 bis 60%), als im durchgängigen Einstufenversuch bei 276 MPa. Dieser Befund wurde in mehreren Experimenten bestätigt. Als Ursache des starken Reihenfolge - Einflusses muß die Entwicklung der Ver- und Entfestigung sowie der Gitterdefekte und ihre Auswirkung auf nachfolgende Lastblöcke betrachtet werden. Im Fall der Lastfolge II-I-III, Bild 61a), erfährt der Werkstoff zunächst eine Verfestigung durch akkumulierte Kaltverformung und Martensitbildung (siehe auch Bild 113) durch zwei Lastblöcke mit Amplituden unterhalb der (statischen) 0,2% - Dehngrenze, die bezogen auf die Einstufenversuche jeweils 16% der Lebensdauer umfassen. Der anschließend einwirkende Lastblock (Typ III, $\sigma_a = 276 \text{ MPa}$) findet einen bereits verfestigten Zustand vor. Die nun erreichten Maximalwerte

der plastischen Dehnungsamplitude sind um ca. 30 % niedriger als im entsprechenden Einstufenversuch bzw. im Blockversuch mit der Lastfolge III-I-II, vergleiche Bild 61a) und b). Block III wirkt weiter verfestigend, so daß die Dehnungsamplituden nachfolgender Blöcke I und II ebenfalls weiter absinken. Die behutsame Wechselverfestigung zu Versuchsbeginn, zunächst mit kleinen Amplituden, wirkt lebensdauererweiternd durch die Erhöhung der Festigkeitswerte und die damit verbundene Reduzierung der Dehnungsamplituden. Bezogen auf die lineare Schädigungsakkumulation nach (7) erreicht SEW 1.4550-14 eine Lebensdauer von fast 200 %. Demgegenüber bewirkt die primäre Ermüdung mit hoher Amplitude (III) neben der Werkstoffverfestigung bereits nach einem Bruchteil der Lebensdauer eine derart starke Ausbildung wachstumsfähiger Schädigungskeime, daß sogar eine nachfolgende Beanspruchung bei kleinen Spannungsamplituden (I, II) zu einem fast unvermindert schnellem Versagen (Bruch bei 20-30 % der erwarteten Lebensdauer) führen. Diese Hypothese zum Reihenfolgeeinfluß wird bestätigt durch Randomversuche, bei denen die Amplituden I, II, III mit gleicher Häufigkeit, jedoch zufällig wechselnd folgen. Die Lebensdauer ist geringer (SEW 1.4550-21) als nach der linearen Kumulierungsregel vorhergesagt (~40%), aber größer als für die Blockversuche mit hoher Lastamplitude zu Versuchsbeginn (III-I-II).

7.4 Analyse des Belastungs - Lebensdauer - Zusammenhangs

Für die Beschreibung bzw. Bewertung von Lebensdauer und Ermüdungsbeanspruchung existiert eine Vielzahl von Modellen, einige von ihnen wurden im Abschnitt 2.1.3 vorgestellt.

Zunächst wird das Werkstoffverhalten bei zyklischer Belastung durch die Anpassung der parameterisierten Modelle [Manson - Coffin (3), Basquin (2), gemischte Darstellung (4)] an die in den Wöhler - Darstellungen, Bild 57, gezeigten Versuchsergebnisse beschrieben. Bei der Regression nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate wurde die Datenmenge durch Hinzunahme dehnungsgesteuerter Datensätze bzw. Reduzierung um extrem abweichende Daten (Ausreißer) oder Durchläufer variiert. Trotz des insgesamt geringen Umfangs an Datensätzen konnten für die betrachteten Chargen SEW 1.4550 (Bild 62) und S&C 1.4541 (Bild 63) Parameter für die drei Modelle gefunden werden, die das im Experiment gezeigte Werkstoffverhalten gut beschreiben. Die angefitzten Parameter sind in Tabelle 10 zusammengefaßt, eine vollständige Angabe der Ergebnisse befindet sich in Anlage J.

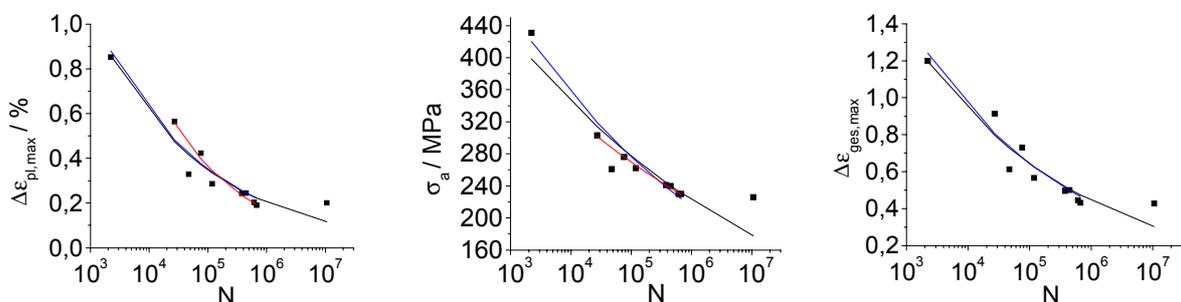


Bild 62 Regression der Versuchsdaten für SEW 1.4550 nach verschiedenen Probenumfang

a) Manson - Coffin - Plot, $\Delta \varepsilon_{pl, max} = f(N_{(B)})$ nach (3)
b) Basquin - Plot, $\sigma_a = f(N_{(B)})$ nach (2)
c) gemischte Darstellung, $\Delta \varepsilon_{ges, max} = f(N_{(B)})$ nach (4)

— alle Proben
— ohne Durchläufer und Ausreißer [4, 6]
— ohne Durchläufer und Ausreißer und $\Delta \varepsilon$ - Versuch [4, 6, 11]

Tabelle 10 Zusammenfassung der Regressionsergebnisse nach den Gleichungen (2), (3) und (4) für die Chargen SEW 1.4550 und S&C 1.4541 (vollständig in Anlage J)

Parameter		Manson - Coffin - Plot (3)		Basquin - Plot (2)		Gemischte Darstellung (4)	
		ϵ'_f	c	σ'_f	b	ϵ''_f	c''
SEW 1.4550	Minimum	3,1276	-0,3291	763,3	-0,110	2,334	-0,172
	Maximum	10,1136	-0,2366	1061,2	-0,085	2,619	-0,163
S&C 1.4541	Minimum	9,5544	-0,3917	449,37	-0,0987	4,381	-0,279
	Maximum	13,6626	-0,3597	716,33	-0,0586	6,686	-0,235

Bei SEW 1.4550 wurden für die Manson - Coffin - Gleichung Ermüdungsduktilitätskoeffizienten von $3 < \epsilon'_f < 11$ und Ermüdungsduktilitätsexponenten im Bereich $-0,23 > c > -0,33$ ermittelt. Die Regression nach der Basquin - Gleichung ergibt Ermüdungsfestigkeitsexponenten im Bereich von $-0,08 > b > -0,11$ und Ermüdungsfestigkeitskoeffizienten von $760 < \sigma'_f < 1060$. Die Regression nach der gemischten Gleichung (4) mit zwei freien Parametern liefert eine Beschreibung der Daten mit $\epsilon''_f \approx 2,5$ und $c'' \approx -0,17$.

Für S&C 1.4541 werden bei Anwendung der Manson - Coffin - Gleichung Koeffizienten bzw. Exponenten von $9 < \epsilon'_f < 14$ und $-0,35 > c > -0,40$ ermittelt. Die Regression nach der Basquin - Gleichung ergibt Parameter im Bereich von $-0,05 > b > -0,1$ und $450 < \sigma'_f < 720$, wobei die angefitzten Kurvenzüge hier sehr starke Abweichungen von den experimentellen Daten zeigen, Bild 63b). Die Regression nach der gemischten Gleichung (4) ergibt Parameter von $\epsilon''_f \approx 5,5$ und $c'' \approx -0,26$.

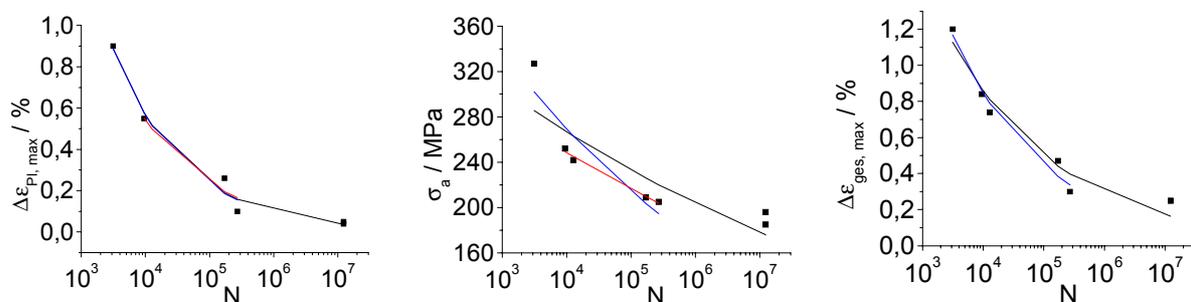


Bild 63 Regression der Versuchsdaten für S&C 1.4541 nach verschiedenen Modellen, jeweils mit verschiedenem Probenumfang

- a) Manson - Coffin - Plot, $\Delta\epsilon_{pl, max} = f(N_{(B)})$ nach (3)
- b) Basquin - Plot, $\sigma_a = f(N_{(B)})$ nach (2)
- c) gemischte Darstellung, $\Delta\epsilon_{ges, max} = f(N_{(B)})$ nach (4)

— alle Proben
— ohne Durchläufer [5, 6]
— ohne Durchläufer und Ausreißer und $\Delta\epsilon$ - Versuch [5, 6, 9]

Die Auswertung der Versuchsdaten zeigt, daß sich die Zunahme der Lebensdauer bei abnehmender Belastung durch die im Abschnitt 2.1.3 vorgestellten klassischen Modelle beschreiben läßt. Da die Mehrzahl der Experimente im Lastwechselzahlbereich $N_B < 10^6$ durchgeführt wurde, liefert die Manson - Coffin Gleichung (3) beste Übereinstimmung. Für die Ermüdungsduktilitätsexponenten c werden bei der Regression deutlich größere Werte bestimmt, als in der Literatur¹⁷ vorgeschlagen. Die Ursache dieser Abweichung ist in der Anwendung des dehnungsbasierten Modells auf Experimente mit spannungsgesteuerter Versuchsführung zu suchen. Aufgrund der während des Versuches durch Ver- und Entfestigungsprozesse verän-

derlichen Dehnungswerte, wurde bei der Auswertung die maximale plastische Dehnungsamplitude als charakteristische Versuchsgröße ausgewählt, eine direkte Vergleichbarkeit mit den in der Literatur aufgeführten Experimenten mit konstanter plastischer Dehnungsamplitude ist nicht möglich. Von Baudry⁶ wurden für Austenit bei Raumtemperatur Ermüdungsduktilitäts-exponenten c im gleichen Bereich gefunden und mit der Instabilität des Austenits in Verbindung gebracht. Die Ermüdungsduktilitätskoeffizienten ϵ'_f zeigen, daß der Stahl S&C 1.4541 eine größere Plastifizierbarkeit besitzt, wie es bereits bei den Zugversuchen (Abschnitt 6.2) beobachtet wurde. Die Beschreibung der Ergebnisse mit der Basquin - Gleichung ergibt, wie in der Literatur¹⁷ beobachtet, Ermüdungsfestigkeitsexponenten um $b \approx -0,1$. Im Vergleich dazu sind die von Baudry⁶ ermittelten Werte etwa doppelt so groß. Die deutlich höheren Werte des Ermüdungsfestigkeitskoeffizienten σ'_f bei SEW 1.4550 zeigen das höhere Festigkeitsniveau dieser Charge an.

In den Gleichungen (5) und (6) werden Zusammenhänge zwischen Ermüdungsfestigkeits- bzw. Ermüdungsduktilitätskoeffizienten und statischen Werkstoffeigenschaften (Zugversuch) hergestellt. Für den Ermüdungsfestigkeitskoeffizienten stimmen die angefitzten Parameter der gemischten Gleichung (4) und die rückgerechneten Werte recht gut überein. Die starke Abweichung zwischen zurückgerechneten und angefitzten Ermüdungsduktilitätskoeffizienten ist einerseits in der o.g. Dehnungsauswertung spannungsgesteuerter Versuche begründet, andererseits beziehen sich die aus der Literatur entnommenen Zusammenhänge und Parameter auf einen hochfesten Federstahl.

Anhand der Spannungs - Dehnungs - Verläufe, die während der Ermüdungsversuche registrierten wurden, können kumulierte plastische Dehnung und die dissipierte Energie bis zum Probenbruch, bzw. bis zum Versuchsende, berechnet werden. Bild 64 zeigt diese berechneten Größen als Funktion von der Spannungsamplitude für Experimente an zwei Chargen, wobei dehnungsgesteuerte Versuche anhand der mittleren Spannungsamplitude, $\sigma_a(0,5-N_B)$ in den Vergleich mit einbezogen wurden. Zunächst fällt auf, daß beide Parameter im untersuchten Amplitudenbereich (HCF bis LCF) in ihren Werten um mehrere Größenordnungen variieren, mit steigender Amplitude (Tendenz LCF) sinkt die bis zum Bruch integral eingetragene Energie bzw. plastische Dehnung. Die dissipierte Energie beinhaltet sowohl den strukturmechanisch wirksamen Anteil (gespeicherte Energie), als auch die in Wärme umgewandelte plastische Arbeit. Das Verhältnis der Anteile ist von mehreren Einflußgrößen abhängig und aus den mechanischen Daten allein nicht zu ermitteln. Grundsätzlich ist die gespeicherte Energie für kleine Deformationen am größten, während bei höheren plastischen Dehnungen der Wärmeanteil überwiegt.

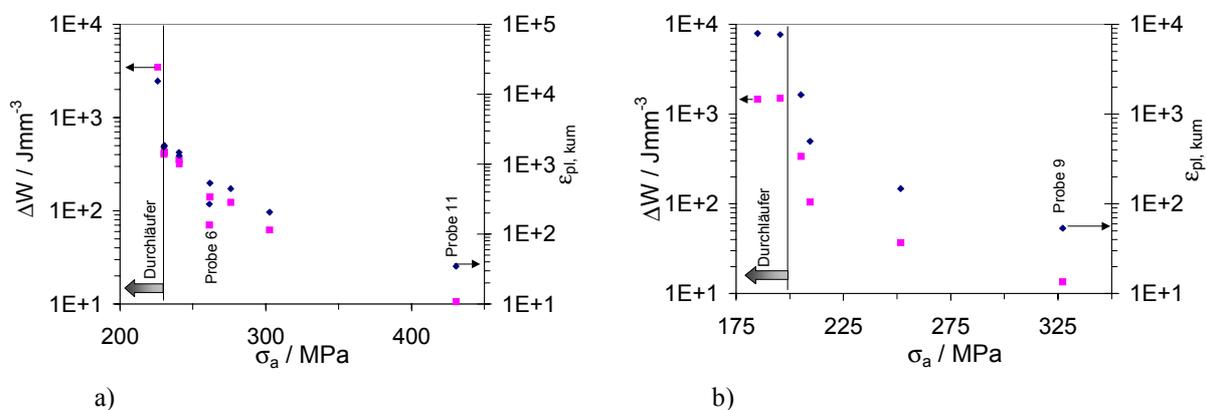


Bild 64 Kumulierte plastische Dehnung $\epsilon_{pl, kum}$ (●) (12) und dissipierte Energie ΔW (■) (13) bis zum Versuchsende als Funktion von der Spannungsamplitude σ_a , dehnungsgesteuerte Versuche anhand mittlerer σ_a
a) SEW 1.4550, Ausreißer: Probe SEW 1.4550-6, dehnungsgesteuertes Experiment: SEW 1.4550-11
b) S&C 1.4541, dehnungsgesteuertes Experiment: S&C 1.4541-9

Für die Charge A0P 1.4550 liegen die integral eingetragene Energie bzw. plastische Dehnung vergleichsweise zu Bild 64 im gleichen Bereich, für HCF werden Werte $500 \leq \epsilon_{pl, kum} \leq 1500$ und $100 \leq \Delta W \leq 450 \text{ Jmm}^{-3}$, bzw. für LCF (dehnungsgesteuert) $\epsilon_{pl, kum} \sim 50$ bei $\Delta W \sim 15 \text{ Jmm}^{-3}$ erreicht. Festzustellen ist außerdem, daß die Versuchstemperatur (bis 300°C) im LCF - Bereich keinen signifikanten Einfluß auf diese Parameter ausübt.

Eine Bewertungsmöglichkeit für die Versuchsergebnisse ist der Vergleich mit der KTA-Ermüdungskurve²¹ zur Auslegung kerntechnischer Bauteile, siehe Abschnitt 2.1.3. Trägt man zunächst die Spannungsamplituden (elastische Ermüdungsanalyse, gefüllte Symbole in Bild 65) gegen die Bruchlastwechselzahlen der Versuche auf, ist zu erkennen, daß die experimentellen Daten deutlich flacher verlaufen als die KTA - Kurve. Liegen die experimentellen Daten oberhalb bzw. rechts von der Kurve, ist die Auslegung konservativ, d.h. ein Versagen erfolgt später als berechnet. Bei Versuchen mit kleinen Amplituden trifft das zu. Nähert sich die Amplitude der Streckgrenze (horizontale Linie in Bild 65) und überschreitet diese, liegen die Versuchsdaten links der Kurve, d.h. im nicht konservativen Bereich. Für derartig hohe Belastungsamplituden ist die Bewertung der erreichten Ermüdungslebensdauer gemäß dem $3 \cdot S_m$ - Kriterium nach dem elastisch - plastischen Modell vorzunehmen. Nach diesem vereinfachten Modell wird die Spannungsamplitude S_a um einen Faktor K_e erhöht, Gleichung (9) und (10). Der Vergleich mit der KTA - Kurve zeigt nun, daß sich bis auf eine Probe (SEW 1.4550-6), die sich auch in anderen Bewertungen und Messungen als Ausreißer verhielt, alle Ermüdungsversuche an diesem Werkstoff im konservativen Bereich befinden. Für den Stahl S&C 1.4541, der eine niedrige Festigkeit aufweist, liegen die Versuchsdaten nach der elastisch - plastischen Korrektur nahe der KTA - Kurve, vor allem bei Amplituden in der Umgebung der Dehngrenze liegen sie jedoch z.T. im nicht konservativen Bereich.

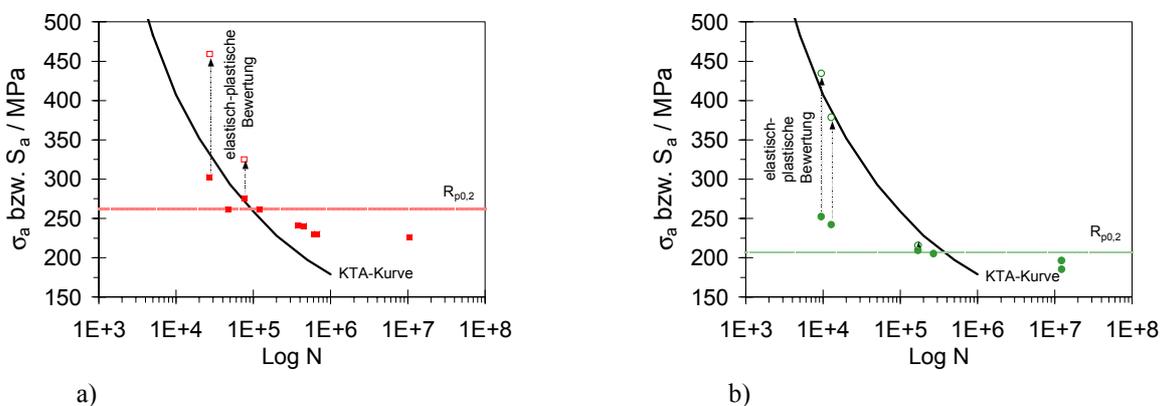


Bild 65 Vergleich der spannungsgesteuerten Ermüdungsversuche mit KTA-Kurve²¹ und 0,2-Dehngrenze
 a) SEW 1.4550, ■ elastisch (σ_a) und □ elastisch-plastisch (S_a) bewertete Versuchsergebnisse
 b) S&C 1.4541, ● elastisch (σ_a) und ○ elastisch-plastisch (S_a) bewertete Versuchsergebnisse

Die elastische und elastisch-plastische Bewertung der spannungsgesteuerten Ermüdungsversuche anhand der KTA - Kurve²¹ führt zu Lebensdauerangaben (N_B) in der richtigen Größenordnung, die meist Konservativität enthalten. Diese Aussage bestätigt die Gültigkeit des vereinfachten technischen Modells, Gleichungen (8) bis (10), zur Lebensdauerabschätzung nach Wechselbelastung.

8 Gefügeuntersuchungen an ermüdeten Zuständen

8.1 Metallographische Untersuchungsergebnisse

Die metallographische Untersuchung von ermüdeten Proben zeigt gegenüber dem Ausgangszustand (lösungsgeglüht, siehe Abschnitt 4.1.2) eine Veränderung des Gefüges, vor allem hinsichtlich der Dichte von Zwillingen, Gleitbändern und Verformungsmartensitzonen. Die Ausprägung dieser Effekte und ihr Einfluß auf die Mikrohärtigkeit ist neben der einwirkenden Ermüdungsbeanspruchung (Erschöpfungsgrad D , Amplitude, Temperatur) auch abhängig vom Werkstoff (Charge, Vorgeschichte), sowohl in ihrer Deutlichkeit als auch in ihrer Homogenität bzw. Inhomogenität.

Betrachtet man anhand der dehnungsgesteuerten Versuche, Serie A0P 1.4550-2 bis 8, die Entwicklung des Gefüges mit fortschreitendem Erschöpfungsgrad, sind deutliche Veränderungen gegenüber dem Ausgangszustand zu erkennen. Bild 66 zeigt verschiedene Zustände aus dieser LCF - Probenserie, die mit vergleichsweise hoher Dehnungsamplitude ermüdet wurden. Einerseits ist die Zunahme der Gleitband- und Zwillingsdichte zu beobachten, andererseits treten mit steigendem Erschöpfungsgrad Zonen auf, die anhand physikalischer Messungen (siehe 8.4 und 8.5) als Verformungsmartensit identifiziert werden. Außerdem wurde festgestellt, daß die metallographische Kontrastierung durch verschiedene Ätzmethoden mit steigendem Erschöpfungsgrad (und damit steigender Deformation) erheblich erschwert wird.

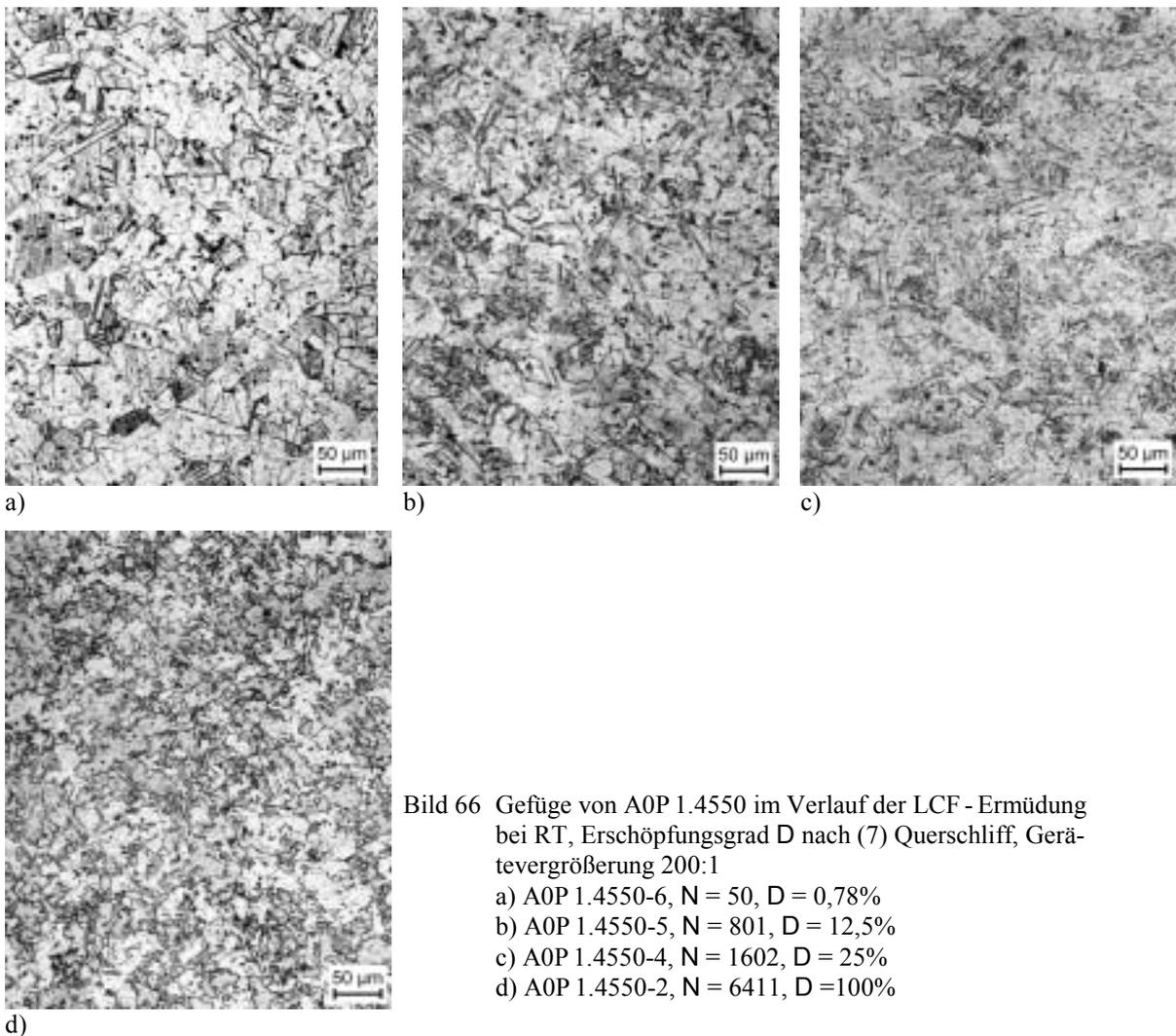


Bild 66 Gefüge von A0P 1.4550 im Verlauf der LCF - Ermüdung bei RT, Erschöpfungsgrad D nach (7) Querschliff, Gerätevergrößerung 200:1

- a) A0P 1.4550-6, $N = 50$, $D = 0,78\%$
- b) A0P 1.4550-5, $N = 801$, $D = 12,5\%$
- c) A0P 1.4550-4, $N = 1602$, $D = 25\%$
- d) A0P 1.4550-2, $N = 6411$, $D = 100\%$

Eine ähnliche Zunahme der Defektdichte zeigen die Gefügebilder der anderen beiden Chargen für die gebrochenen Proben der dehnungsgesteuerten LCF - Versuche SEW 1.4550-11 und S&C 1.4541-9, Bild 67a) bzw. b). Diese Schliffbilder zeigen deutlich den Einfluß des Ausgangsgefüges auf die Ausprägung der Merkmale. Während in dem feinkörnigen SEW 1.4550 die Gleitbänder, Zwillinge und Verformungsmartensit kaum aufgelöst werden können, weist die Charge S&C 1.4541 mit grobkörnigem Ausgangszustand auch eine gröbere Ausprägung der genannten Merkmale auf. Die ermüdungsbedingte Veränderung des Gefüges ist hierdurch deutlicher erkennbar, siehe Bild 67b), insbesondere große Pakete aus Martensitlatten fallen auf.

Der Temperatureinfluß auf die Ausprägung der Gefügemerkmale nach Ermüdung wurde anhand der Charge AOP 1.4550 untersucht. Grundsätzlich treffen auch hier die Feststellungen zu, die für Raumtemperaturversuche getroffen wurden. Es ist jedoch zu beachten, daß eine Erhöhung der Versuchstemperatur zu einer starken Verringerung der Martensitbildung führt, 100°C siehe Bild 67c), bzw. deren vollständige Unterdrückung bewirkt, 300°C siehe Bild 67d).

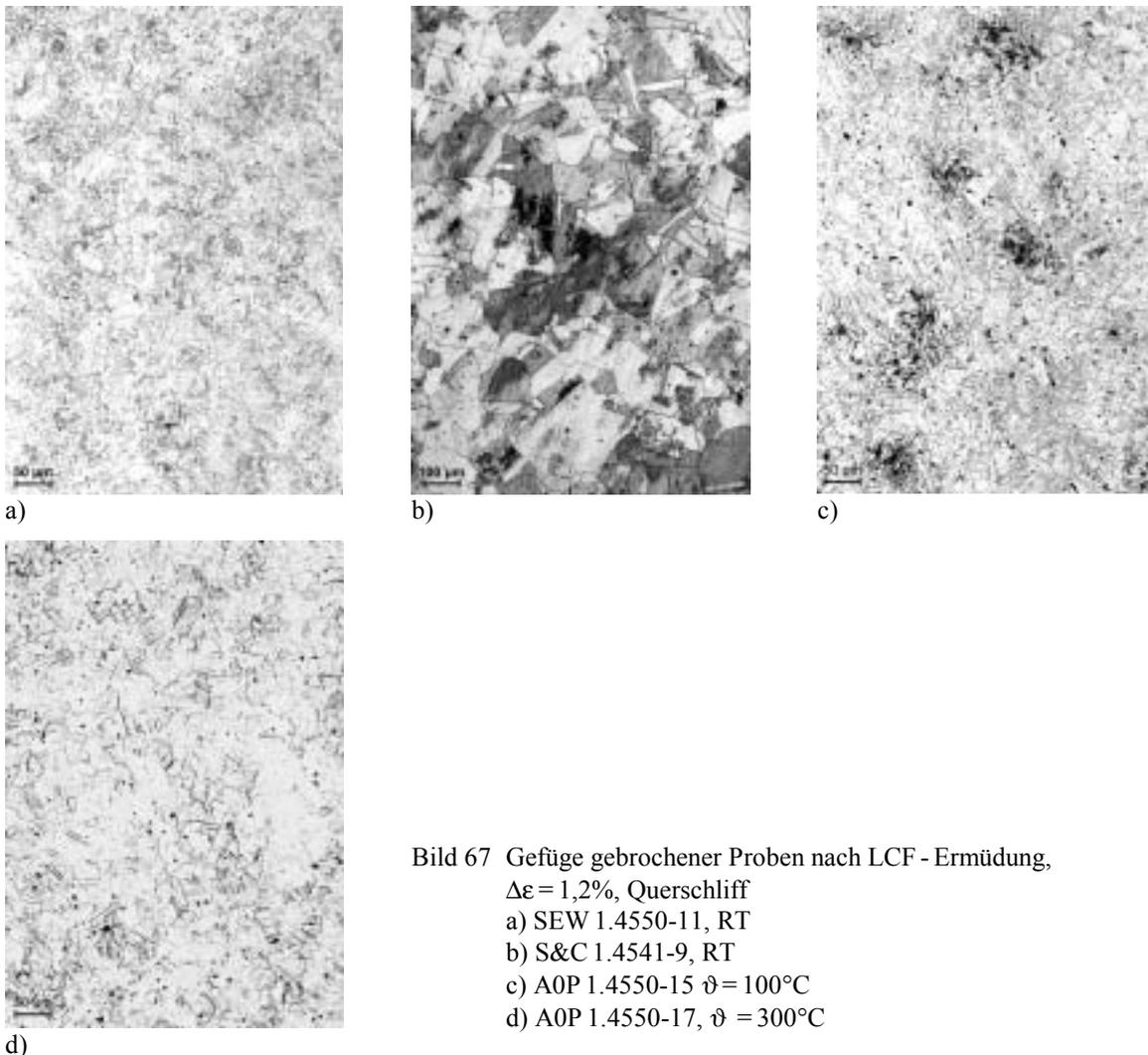


Bild 67 Gefüge gebrochener Proben nach LCF - Ermüdung,

$\Delta\varepsilon = 1,2\%$, Querschliff

a) SEW 1.4550-11, RT

b) S&C 1.4541-9, RT

c) AOP 1.4550-15 $\vartheta = 100^\circ\text{C}$

d) AOP 1.4550-17, $\vartheta = 300^\circ\text{C}$

Die spannungsgesteuerten Experimente decken einen Belastungsbereich von LCF bis HCF ab. Dabei unterscheiden sich die Gefüge der LCF - Versuche qualitativ nicht von den dehnungsgesteuerten Versuchen. Jedoch verringert sich die Ausprägung der Merkmale im Werkstoffvolumen mit steigender Bruchlastwechselzahl, um so weiter man in den HCF - Bereich ge-

langt. Im Gegensatz zur LCF - Ermüdung, Bild 68a), wird die Deformation mit Erhöhung der Bruchlastwechselzahl zunehmend an bruchauslösenden Defekten und an der Oberfläche kumuliert, diese Tendenz ist in Längsschliffen erkennbar. Stark verformte Körner treten unmittelbar in der Nähe der Bruchfläche als direkte Folge des Ribfortschritts auf, Bild 68b). Sekundäre Risse, die von der Oberfläche ausgehend transkristallin und senkrecht zur Probenachse in die Probe hinein wachsen, Bild 68c), werden vor allem bei Proben des grobkörnigen S&C 1.4541 und LCF - Ermüdung beobachtet.

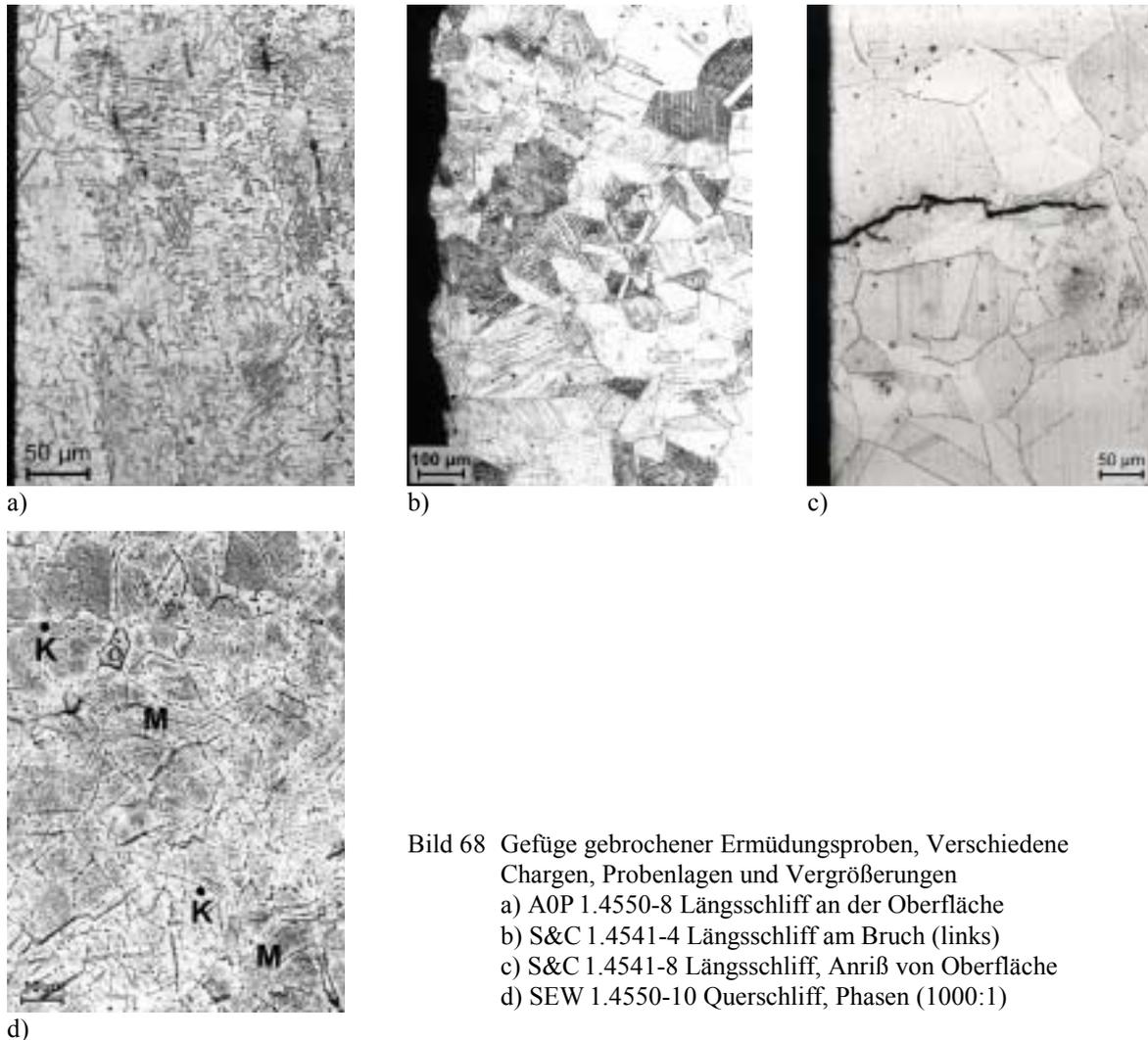


Bild 68 Gefüge gebrochener Ermüdungsproben, Verschiedene Chargen, Probenlagen und Vergrößerungen
 a) AOP 1.4550-8 Längsschliff an der Oberfläche
 b) S&C 1.4541-4 Längsschliff am Bruch (links)
 c) S&C 1.4541-8 Längsschliff, Anriß von Oberfläche
 d) SEW 1.4550-10 Querschliff, Phasen (1000:1)

Der Anteil an Verformungsmartensit im Gefüge hängt neben den Belastungsbedingungen auch vom Werkstoff selbst ab. Die Kontrastierung dieser, mit der Matrix chemisch identischen Phase, ist jedoch kompliziert und eine zweifelsfreie Unterscheidung von Gleitbädern oder Mikrozwillingen ist anhand der Schlibfbilder allein nicht möglich. Bild 68d) zeigt die Gefügebestandteile (M: Martensit, K: Stabilisierungskarbide, δ : Delta-Ferrit) am Beispiel der Probe SEW 1.4550-10 bei hoher Vergrößerung.

Bauteilmetallographische Untersuchungen während des Versuches, siehe Anlage E, wurden aufgrund des Platzbedarfes für die Präparation ausschließlich an Proben der Geometrie LCF-3 (Bild 20) durchgeführt. In Abhängigkeit vom Erschöpfungsgrad wurde das Gefüge an mehreren Positionen per Replica -Technik abgebildet, eine direkte Vergleichbarkeit der abgebildeten Zustände wurde durch eine Markierung sichergestellt. Eine Gegenüberstellung der Oberflächengefüge für die untersuchten Erschöpfungsgrade zeigte jedoch keine bemerkenswerten

Veränderungen bis zur Anrißbildung, weder für die Methode einmaliger Kontrastierung des Gefüges (vor Versuchsbeginn), noch bei Präparation und Kontrastierung nach jeder weiteren Belastungssequenz. Replica, die bei angelegter Lastamplitude (in Zugrichtung) genommen wurden, zeigen entgegen Befunden aus der Literatur keine Zunahme der Rißdichte⁴⁵ oder wechselverformungsbedingter Defekte an der Oberfläche oder im Gefüge¹²⁰.

Die Entwicklung der Mikrohärtigkeit, gemessen als Mittelwert über den Querschliff der Raumtemperatur - Versuchsserie AOP 1.4550-2 bis 7, Bild 69a), zeigt das charakteristische Verfestigungsverhalten des Werkstoffs im Verlauf der LCF - Ermüdung unter dehnungsgesteuerten Bedingungen. Das stetige Ansteigen der Härtewerte mit der Lastwechselzahl korreliert mit der kontinuierlichen Verfestigung des Werkstoffs im Verlauf der Ermüdung, die bereits durch den Verlauf der Spannungsamplitude, Bild 53b), gezeigt wurde. Im Bruchzustand beträgt die mittlere Mikrohärtigkeit 280 HV_{0,1} im Probenvolumen, das entspricht einem Zuwachs von ca. 100 HV_{0,1} zum Ausgangszustand bei $\Delta\varepsilon = 1,2\%$. Mit sinkender Dehnungsschwingbreite reduziert sich der Zuwachs, bei $\Delta\varepsilon = 1,0\%$ (AOP 1.4550-13) beträgt er noch 60 HV_{0,1}. Ebenso wirkt sich eine Erhöhung der Versuchstemperaturen (AOP 1.4550-14 bis 17) aus, der Anstieg der Mikrohärtigkeit im Probenvolumen sinkt mit steigender Temperatur, bei 300°C beträgt der Zuwachs noch 60 HV_{0,1}.

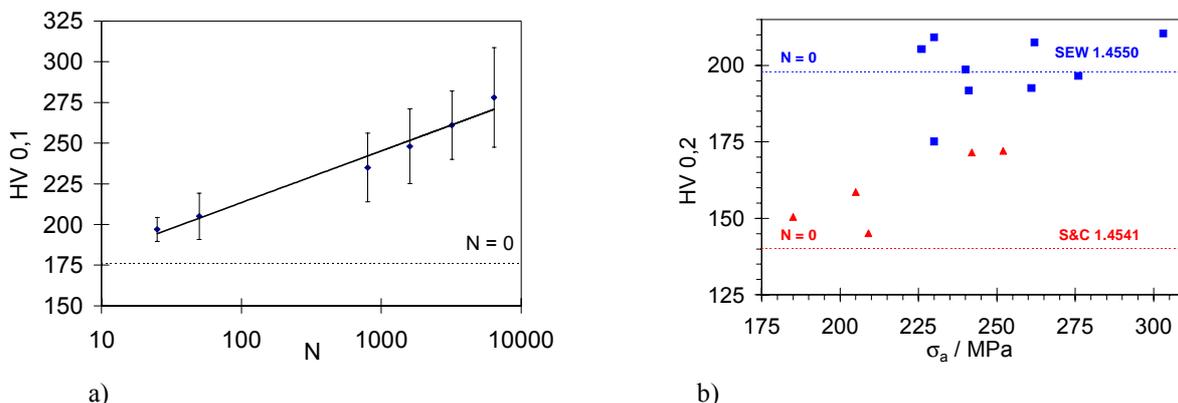


Bild 69 Entwicklung der Mikrohärtigkeit und Vergleich zum Anlieferzustand (Strichlinie), gemessen am Querschliff
a) als Funktion der Lastwechselzahl, AOP 1.4550-2 bis 7, $\Delta\varepsilon = 1,2\%$, RT
b) als Funktion der Spannungsamplitude, S&C 1.4541 und SEW 1.4550

Für SEW 1.4550 und S&C 1.4541 wurde die Mikrohärtigkeit aufgrund der Versuchsführung nur an vollständig ermüdeten Zuständen (Bruch) bestimmt. Bild 69b) stellt die mittleren Mikrohärtigkeitswerte für die Ermüdungsversuche beider Chargen in Abhängigkeit von der Spannungsamplitude dar. Für beide Versuchsserien steigt die gemessene Mikrohärtigkeit tendenziell mit der Spannungsamplitude, für SEW 1.4550 sind jedoch starke Abweichungen und Meßwerte, z.T. unterhalb des Anlieferzustandes, zu verzeichnen. Verglichen mit den dehnungsgesteuerten LCF - Versuchen, z.B. AOP 1.4550 in Bild 69a), ist die Streuung der Meßwerte innerhalb einer Probe deutlich größer. Betrachtet man den inhomogenen Verlauf der Mikrohärtigkeit am Querschliff, fällt besonders für HCF - Experimente ein Ansteigen der Werte in Oberflächennähe auf. Bild 70a) verdeutlicht typische Verläufe für LCF und HCF am Beispiel von S&C 1.4541. Für LCF bzw. hohe Belastungsamplituden ist die Mikrohärtigkeit in der Probenmitte ($r=0$) am höchsten, für HCF nimmt sie unmittelbar an der Oberfläche zu. Bei den gezeigten radialen Profilen, Bild 70a), ist zu beachten, daß die Messung nahe der Oberfläche ($r = 2,95$ mm) mit reduzierter Prüflast (HV_{0,1}) ausgeführt wurde, um den Randeinfluß zu eliminieren. Durch die Lastabhängigkeit des Verfahrens unter den verwendeten Bedingungen, liefert die HV_{0,1} -

¹²⁰ SEIBOLD-1991A

Messung systematisch größere Werte (ca. 5-10 HV), der Anstieg im Oberflächenbereich ist jedoch auch nach Abzug dieser Meßdifferenz markant und für unterschiedliche HCF - Proben reproduzierbar. Weitere Messungen, die auf den physikalischen Hintergrund (Abschnitt 8.5.1) des Verfestigungseffektes schließen, bestätigen das inhomogene und abweichende Verhalten von LCF und HCF.

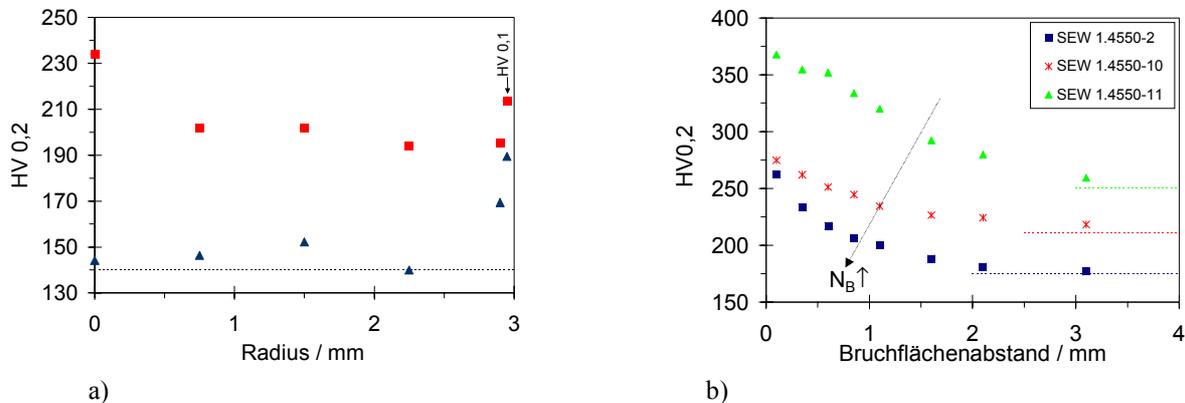


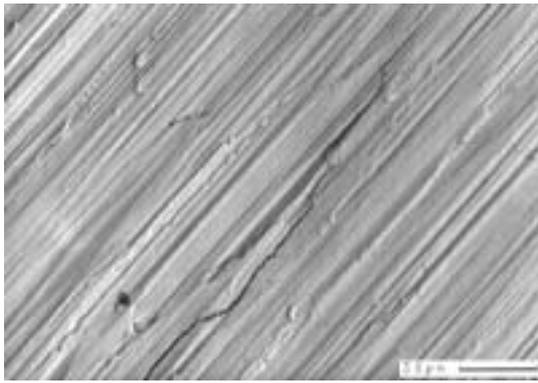
Bild 70 Mikrohärteverlauf und Vergleich zum Anlieferungszustand bzw. Mittelwert im Probenvolumen
 a) radiales Profil am Querschliff für S&C 1.4541 LCF (-9) und HCF (-5) Vergleich zum Anlieferungszustand (Strichlinie)
 b) Bruchflächenabstandsprofil an Längsschliffen von SEW 1.4550 (-11) für LCF, (-10) für LCF-HCF, (-2) für HCF und zugehörige Mittelwerte im Probenvolumen (Strichlinie)

Typische axiale Mikrohärteprofile, gemessen an Längsschliffen gebrochener SEW 1.4550 - Proben in Abhängigkeit des Bruchflächenabstandes zeigt Bild 70b). Ein deutliches Ansteigen des Härtewertes bei Annäherung an die Bruchfläche ist bei allen Proben der untersuchten Werkstoffe zu beobachten, der gemessene Höchstwert (nahe der Bruchfläche) ist stark von der Lastamplitude abhängig, für spannungsgesteuerte Versuche werden bis zu 290 HV_{0,2} und für dehnungsgesteuerte Versuche sogar bis zu 370 HV_{0,2} gemessen. Entfernt man sich von der Bruchfläche, fällt die Mikrohärte ab und erreicht ab ca. 2,5 mm Abstand einen nahezu konstanten Wert, der in etwa dem am Querschliff gemessenen Mittelwert [Strichlinien in Bild 70b)] entspricht. Dieser Abstand, der sich einstellende Mittelwert im Probenvolumen und auch der Höchstwert der Mikrohärte steigen mit der Lastamplitude im Ermüdungsversuch. Der im Diagramm eingetragene Pfeil verdeutlicht die Veränderung der Kurvenlage beim Übergang LCF - HCF schematisch.

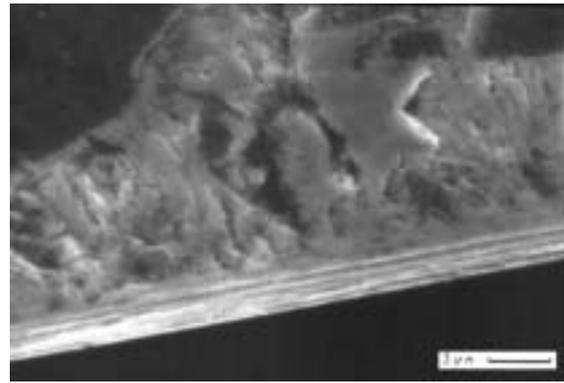
8.2 Ergebnisse der Elektronenmikroskopie

8.2.1 Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Die Oberflächen der ermüdeten Proben wurden im REM entsprechend Abschnitt 5.4.2 geprüft. Neben den Versagensrissen konnten vor allem an LCF-belasteten Proben sekundäre Rißbildungen beobachtet werden. Bei großen Spannungsamplituden bilden sich häufig Scharen von kurzen Rissen aus, die am Versuchsende aufgezogen werden, weshalb sie in der BSE-Abbildung durch ihre aufklaffende Erscheinung leicht sichtbar sind. Für dehnungsgesteuerte Experimente, z.B. S&C 1.4550-9, werden zusätzlich Risse im konischen Probenbereich ($d > 6$ mm) beobachtet, welche durch die verfestigungsbedingte Dehnungsverschiebung, siehe Abschnitt 9.3, verursacht werden.



a)



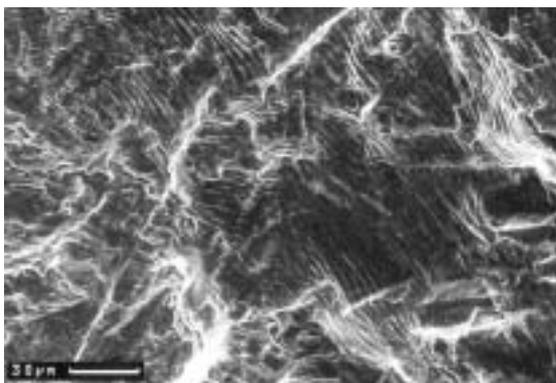
b)

Bild 71 REM - Aufnahmen an SEW 1.4550-9, $N_B = 118\,570$

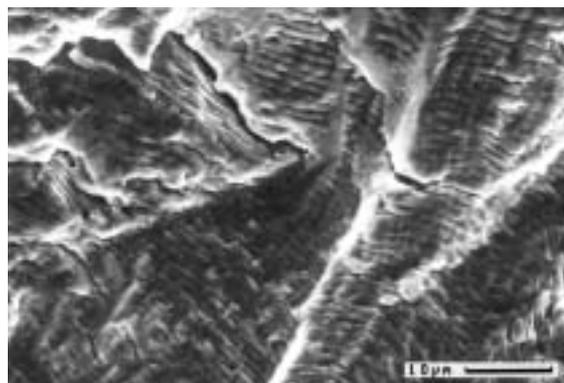
a) Sekundärer Ri an der Oberflche, BSE-Aufnahme

b) Bruchflchenkante, Anristart an einer Schleifriefe, SE-Aufnahme

Fr geringere Lastamplituden (bergang LCF-HCF) treten sekundre Risse nur selten auf, diese sind jedoch meistens lnger, Bild 71a), als im Fall der Kurzzeitermdung, vergleiche Bild 30. Typisch fr diese relativ geschlossenen Risse ist auch der Wechsel der Rifortschrittsebene, der an der technisch bearbeiteten Oberflche (Schleifriefen) offensichtlich ist. Die meisten HCF - Proben zeigen hingegen nur den Ri, der nach Initiierung und Wachstum zum Bruch der Probe gefhrt hat. Die Untersuchung der Bruchflchen zeigt die typischen Bruchmerkmale der Ermdung, sofern die feinen Merkmale nicht durch den weitere Wechselbelastung zerdrckt („verhmmert“) wurden. Da die Versuche im Zug - Druck - Bereich ($R=-1$) gefahren wurden, trifft das fr einen groen Teil der Bruchflchen zu, obwohl der Ermdungsanteil an der Gesamtbruchflche aufgrund des duktilen Werkstoffverhaltens sehr hoch ist. Der Anri startet in allen Fllen von der Oberflche, wobei als Ausgangspunkte ausschlielich die Spuren der mechanischen Probenbearbeitung (Schleif- bzw. frhere Drehriefen) festgestellt wurden, siehe Bild 71b). Da alle Proben diesen, der Aufgabenstellung der Arbeit entsprechenden Oberflchenzustand besitzen, ist eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse gewhrleistet. Die zahlreich an der Oberflche vorhanden Kratzer, verursacht durch verschiedene Messungen whrend des Versuches (Dehnung, Magnetische Anzeige), wurden in keinem Fall als Ausgangspunkt eines Versagensrisses ermittelt, auch nicht fr HCF - Proben.



a)



b)

Bild 72 REM - Aufnahmen, Bruchflche von S&C 1.4541-3, $N_B = 12\,790$

a) Fraktographische Merkmale des Ermdungsbruchs: Bruchbahnen und Schwingstreifen

b) Detail aus Bild 72a)

In Bild 72 sind Aufnahmen von Bruchflchen mit den ermdungstypischen fraktographischen Merkmalen dargestellt. Der Rifortschritt erfolgt entlang der sich abzeichnenden Bruchbahnen (im Bild: von links unten nach rechts oben), senkrecht dazu erkennt man die Schwing-

streifen, die den Rißfortschritt innerhalb eines Lastwechsels markieren und für die Berechnung der Rißfortschrittsgeschwindigkeit da/dN angewendet werden können. Die Bruchflächenanalyse für die abgebildete LCF-Probe (S&C 1.4541-3) ergab einen Schwingstreifenabstand im Bereich von 1 bis 3 μm . Rechnet man diesen Rißfortschritt pro Lastwechsel auf den Ermüdungsanteil der Gesamtbruchfläche ($a_B = 4 \text{ mm}$) hoch, erhält man näherungsweise die Rißwachstumsdauer (Wachstum des Anrisses bis zum Bruch) von 4000 bzw. 1333 Lastwechseln, d.h. die Phase des Rißfortschritts umfaßt, bezogen auf die Bruchlastwechselzahl ($N_B = 12790$), einen Anteil von 10 bis 30 % der Gesamtlebensdauer. Diese Abschätzung führt zu der Schlußfolgerung, daß wachstumsfähige Ermüdungsanrisse erst nach etwa 80 % Lebensdauer gebildet werden und stimmt mit Angaben aus der Literatur bzw. aus Regelwerken⁵⁴ überein.

8.2.2 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

Der Ausgangszustand der untersuchten Werkstoffe wurde zu Beginn der Arbeiten mit dem TEM charakterisiert, siehe Abschnitt 4.1.2. Dieser zeichnet sich durch eine unregelmäßige Anordnung der vorliegenden Versetzungen aus, außerdem sind die Gefüge (abgesehen von den Karbidausscheidungen) einphasig austenitisch.

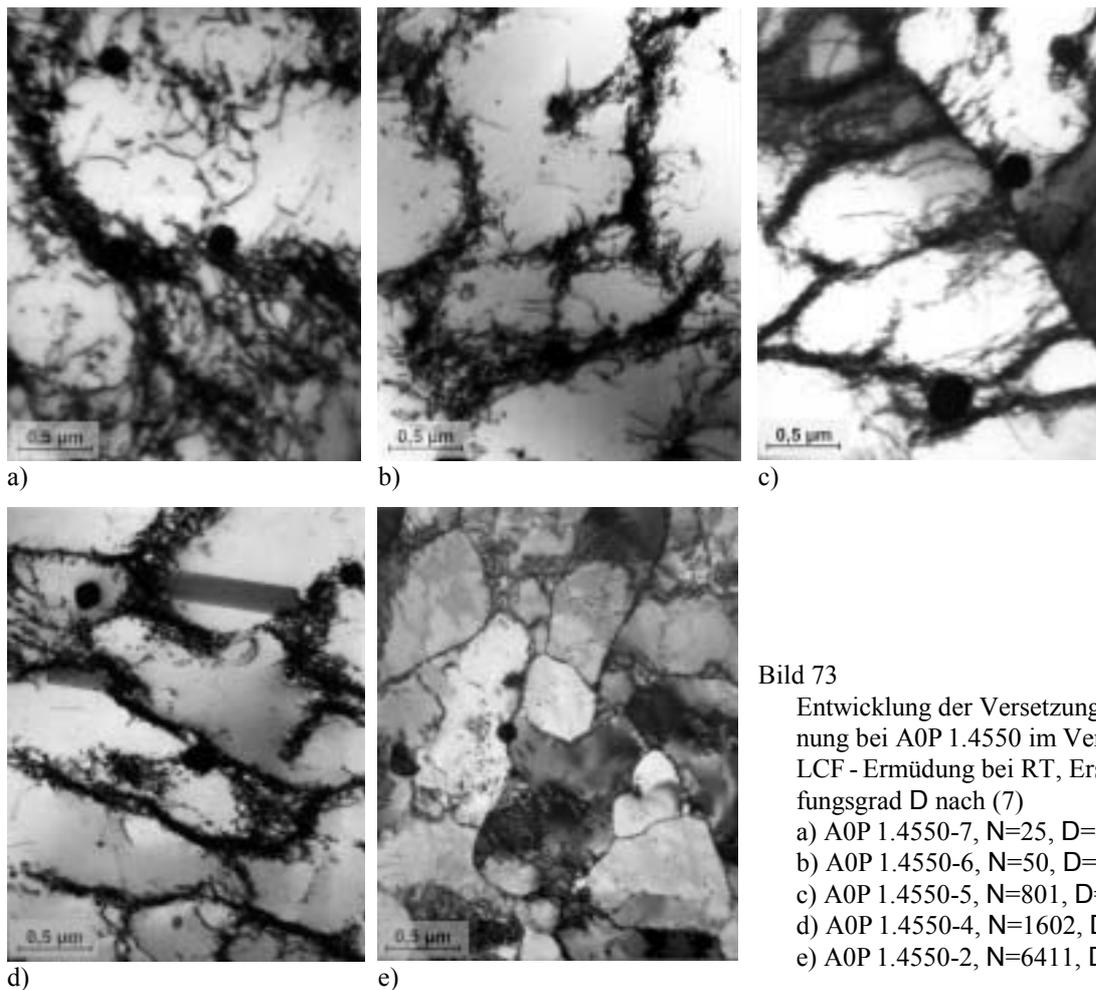


Bild 73

Entwicklung der Versetzungsanordnung bei A0P 1.4550 im Verlauf der LCF - Ermüdung bei RT, Erschöpfungsgrad D nach (7)

- a) A0P 1.4550-7, $N=25$, $D=0,39\%$
- b) A0P 1.4550-6, $N=50$, $D=0,78\%$
- c) A0P 1.4550-5, $N=801$, $D=12,5\%$
- d) A0P 1.4550-4, $N=1602$, $D=25\%$
- e) A0P 1.4550-2, $N=6411$, $D=100\%$

Demgegenüber verändert sich die Erscheinung der Gefüge unter dem Einfluß von Ermüdungsbelastung erheblich. Während der Ermüdung findet eine Neubildung und Umordnung der Versetzungen statt, wobei mehr oder weniger regelmäßige Anordnungen im Verlauf der Lebensdauer gebildet werden. Für AOP 1.4550, siehe Bild 73, wurde die Versetzungsanordnung für verschiedene Erschöpfungsgrade bei konstanter Belastungsamplitude analysiert.

Bereits nach 25 Lastwechseln findet man im Gefüge zu Bändern ausgerichtete Versetzungen, nach 50 Lastwechseln sind bereits geschlossene Zellanordnungen sichtbar. Die Zellwände sind in diesem Stadium z.T. noch so unscharf, daß einzelne Versetzungen erkennbar sind. Die Abgrenzung von Zellwänden und Zellinnerem nimmt im weiteren Verlauf der Ermüdung zu und führt zu einer Ausbildung von Subkörnern. Der Zelldurchmesser (0,5 - 1,5 µm) verringert sich mit zunehmender Lastwechselzahl nur geringfügig, die Zellform tendiert von globular hin zu elliptisch. Bild 73e) zeigt ein charakteristisches Beispiel für eine vollständig ausgebildete Subkornstruktur nach Ermüdungsbruch im LCF - Bereich. Das abgegrenzte Erscheinungsbild der Versetzungszellen (versetzungsreiche Zellwände / versetzungsarmes Zellinneres) ist bei erhöhten Versuchstemperaturen ganz ähnlich.

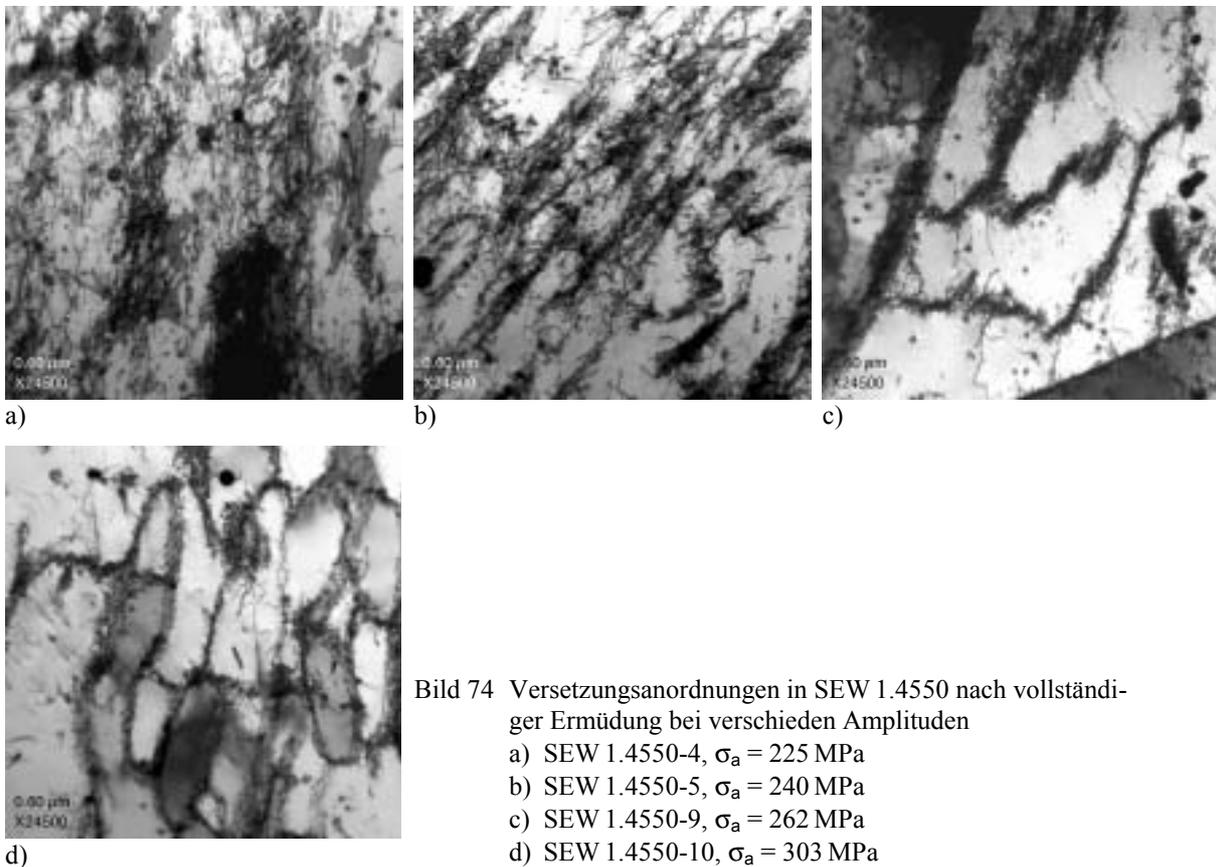


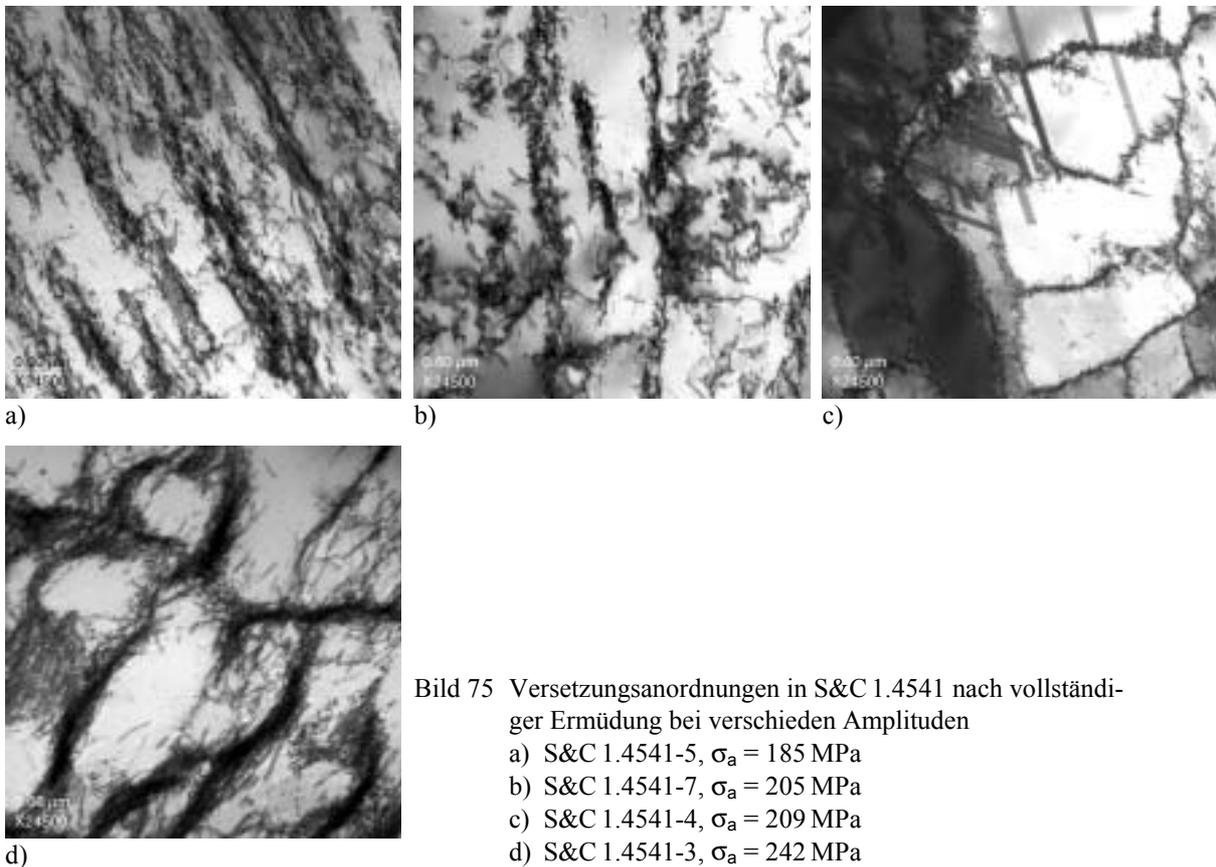
Bild 74 Versetzungsanordnungen in SEW 1.4550 nach vollständiger Ermüdung bei verschiedenen Amplituden

- a) SEW 1.4550-4, $\sigma_a = 225$ MPa
- b) SEW 1.4550-5, $\sigma_a = 240$ MPa
- c) SEW 1.4550-9, $\sigma_a = 262$ MPa
- d) SEW 1.4550-10, $\sigma_a = 303$ MPa

Im Ergebnis der spannungsgesteuerten Ermüdungsversuche an SEW 1.4550 und S&C 1.4541 liegen vollständig, jedoch mit unterschiedlichen Amplituden, ermüdete Zustände vor. Die Bilder 74 und 75 zeigen für beide Werkstoffe charakteristische Gefügaufnahmen bei Steigerung der Beanspruchungsamplitude, d.h. dem Übergang von HCF - zu LCF - Ermüdung. Die Anordnung der Versetzungen im Austenit besitzt eine ausgeprägte Amplitudenabhängigkeit. Für hohe Lastamplituden, Bilder 74 bzw. 75d), werden Versetzungszellanordnungen beobachtet, sowie für die dehnungsgesteuerten Ermüdungsversuche, siehe Bild 73. Für die LCF - Ermüdung ist die Ausprägung der Gefügemerkmale verhältnismäßig homogen, d.h. die TEM -

Untersuchung verschiedener Bereiche in einem Präparat bzw. verschiedener Präparate einer Probe liefert vergleichbare Ergebnisse.

Die Ausbildung solcher wohldefinierter Versetzungszellanordnungen geschieht nur oberhalb definierter Lastamplituden. Für SEW 1.4550 und S&C 1.4541 entstehen derartige Versetzungskonfigurationen, wenn die angelegte Spannungsamplitude 262 MPa bzw. 205 MPa übersteigt. Diese beobachteten Grenzwerte stimmen recht genau mit den Streckgrenzen der beiden Werkstoffe $R_{P0,2}$, siehe Tabelle 7, überein. Für niedrigere Lastamplituden wird eine planare Anordnung der Versetzungen in Venen oder Wellen beobachtet. Diese Tendenz für steigende Bruchlastwechselzahlen ist auch in den dehnungsgesteuerten Versuchen A0P 1.4550-2 / -8 / -13 anhand abnehmender Ausprägung der Zellen zu beobachten. Bemerkenswert ist, daß für Durchläuferproben mit $N_B > 10^7$, siehe Bilder 74 bzw. 75a), parallel in den Körnern verlaufende Versetzungsvenen auftreten. Dieser Befund zeigt deutlich, daß im Werkstoff Gefügeveränderungen gegenüber dem Anlieferungszustand auftreten, noch bevor Risse initiiert werden. Die Ausprägung dieser für HCF typischen Merkmale ist sehr inhomogen, häufig sind sie auf einzelne Körnern konzentriert, in denen die Versetzungsgleitung aufgrund ihrer Orientierung (Schmidt - Faktor) offenbar bevorzugt stattfindet.



Die ermüdeten Zustände von S&C 1.4541 weisen, bedingt durch den Ausgangszustand, eine hohe Stapelfehlerdichte auf, siehe Bild 75c).

Außerdem werden in verschiedenen Zuständen α' -Martensitbereiche beobachtet und im TEM durch Beugung (SAD) identifiziert. Grundsätzlich kann in allen drei untersuchten Chargen derartiger Verformungsmartensit auftreten, siehe Bild 76. Phasenanteil, Größe der Bereiche, Verteilung und Anordnung sind einerseits von den Versuchsbedingungen (Versuchsführung, Amplitude, Temperatur) abhängig, andererseits ist jedoch eine starke Inhomogenität der beobachteten Merkmale festzustellen. Der Phasenanteil an Verformungsmartensit, der mit TEM -

Untersuchungen nur qualitativ beurteilt werden kann, ist vor allem chargen- und temperaturabhängig. Mit steigender Versuchstemperatur nimmt der Phasenanteil rapide ab. Höhere Amplituden und dehnungsgesteuerte Versuchsführung vergrößern den Martensitanteil, tendenziell ist die Martensitphase in diesen Fällen auch gleichmäßiger im Gefüge verteilt. Da die Größe einzelner Martensitbereiche innerhalb eines Zustandes breit variiert, konnten Abhängigkeiten mit Belastungsparametern nicht festgestellt werden. Feine Martensitlatten werden häufig in Korngrenznähe, siehe Bild 76a) und b), beobachtet. Bei hoher Vergrößerung ist teilweise der Einfluß ihrer magnetischen Polarisierung auf die Abbildung in Form geschlossener, konzentrischer Konturen, Bild 76b), sichtbar. Diese Konturen beschreiben einzelne Martensitbereiche nach dem Modell magnetischer Feldlinien als Elementarmagneten. Um die Domänenstruktur der Martensitlatten im spontan magnetisierten Zustand mit Hilfe der Lorentz - Mikroskopie abzubilden, ist ihre Größe unter den gegebenen gerätetechnischen Bedingungen, siehe Abschnitt 5.4.1, zu gering.

Vereinzelt liegen auch sehr große Martensitbereiche (bis 10 μm) vor, ein typisches Beispiel zeigt Bild 76c), gemeinsam mit Beugungsbild und Detailaufnahme. Die Verformungsmartensitzonen sind elektronenoptisch kaum auflösbar, gelingt eine kontrastreiche Abbildung (siehe Detailaufnahme), ist nur Versetzungsdichte, bedingt durch die sehr hohe Versetzungsdichte mit teilweiser Überlappung der Kontrastbreite einzelner Versetzungen, als Feinstrukturmerkmal sichtbar.

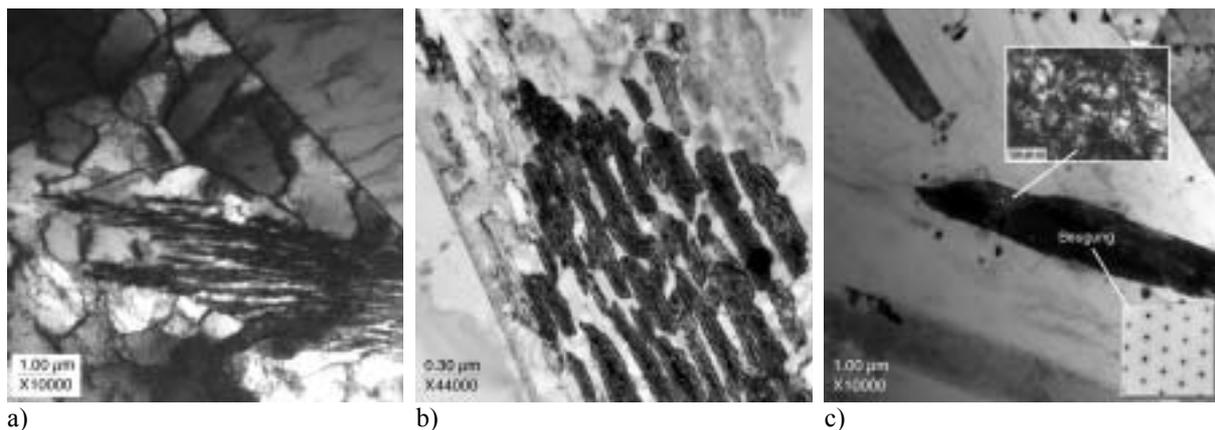


Bild 76 Verformungsmartensit im Gefüge ermüdungsbeanspruchter Proben
a) S&C 1.4541-4, Martensitlatten von Korngrenze ausgehend, Versetzungszellen
b) SEW 1.4550-8, feine Martensitlatten bei erhöhter Vergrößerung, „magnetischer Kontrast“
c) SEW 1.4550-6, großer Martensitbereich mit Detailaufnahme und Beugungsbild

8.3 Ergebnisse der Ultraschalluntersuchungen

Die Ultraschallmessungen an ermüdeten Zuständen wurden mit der in Abschnitt 5.5 beschriebenen Vorgehensweise durchgeführt, zunächst an vollständigen Proben der Geometrie LCF-3 (Bild 20), später an Sekundärproben, die aus den Gleichmaßbereichen der Proben gefertigt wurden¹²¹. Für die Schallschwächung im Vergleich zum Ausgangszustand ergeben sich für die verschiedenen Ermüdungszustände die in Bild 77 dargestellten Veränderungen für die vollständigen bzw. die sekundären Zylinderproben.

Für die vollständigen Proben findet ausschließlich eine Erhöhung der Schallschwächung nach der Ermüdungsbelastung statt (um 10 bis 50%), der Einfluß der Prüffrequenz ist sehr gering.

¹²¹ Hr. J. Ritter (Siemens NDT GmbH & Co. KG, Erlangen) und Hr. Dr. B. Granz (Siemens AG, ZT EN5, Erlangen) sei für die Durchführung der Messungen an diese Stelle recht herzlich gedankt

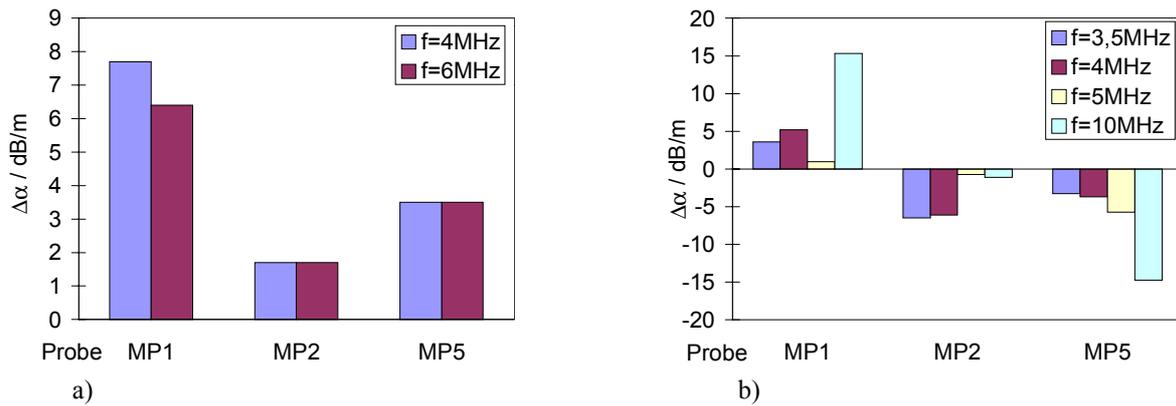


Bild 77 Ergebnisse der Ultraschallmessungen an der Probenserie AOP 1.4550 MP, Veränderung der Schallschwächung, Meßaufbau nach Bild 31b)
 a) an vollständigen Proben, Veränderung gegenüber dem Ausgangszustand der einzelnen Probe
 b) an sekundären Probenzylindern, Veränderung gegenüber dem Ausgangszustand (Referenzprobe)

Die stärksten Veränderungen weist AOP 1.4550 MP1 auf, die Probe erfuhr jedoch während des Versuches eine Gestaltänderung (leichtes Ausknicken), so daß dieser Effekt zumindest teilweise von geometrischen Einflüssen geprägt ist. Die separate Untersuchung der ermüdeten Probenbereiche (Sekundärproben) mit verschiedenen Ultraschallfrequenzen zeigt hingegen andere Tendenzen, siehe Bild 77b). Lediglich an der deformierten Probe wird eine Erhöhung der Schallschwächung gemessen. Für die anderen Zustände wird Verringerung der Schallschwächung beobachtet, die stark frequenzabhängig ist, jedoch keinen direkten Zusammenhang mit den Beanspruchungsgrößen der Ermüdung oder anderen Meßwerten (Magnetische Anzeige, Mikrohärtigkeit . . .) aufweist.

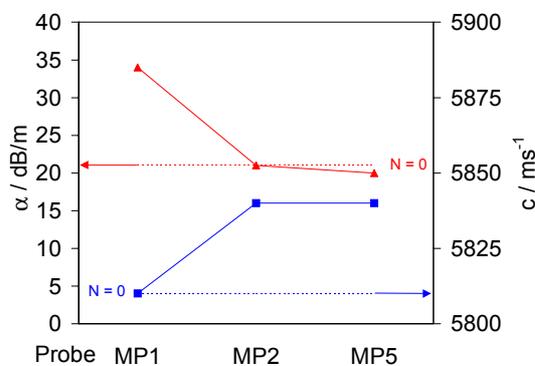


Bild 78 Ultraschallmessungen nach Bild 31a), f=4MHz, Veränderung von Schallschwächung (rot) und Geschwindigkeit (blau) gegenüber dem Ausgangszustand (Strichlinie)

Untersuchungen mit der Prüfanordnung nach Bild 31a), d.h. eine Unterwassermessung mit Vorlaufstrecke, liefern die in Bild 78 dargestellten Schallschwächungen und -geschwindigkeiten. Die Veränderungen dieser beiden Eigenschaften gegenüber dem Anfangszustand sind für die ermüdeten Zustände gering. Die Schallschwächung ist nur für die deformierte Probe (AOP 1.4550 MP1) nennenswert angestiegen, die Schallgeschwindigkeit ist für die beiden Zustände mit größerem Erschöpfungsgrad (AOP 1.4550 MP2 bzw. 5) erhöht. Eine vergleichende Betrachtung der mit unterschiedlichen Methoden und Frequenzen ermittelten Schallschwächungskoeffizienten α zeigt zunächst, daß Ermüdungsbeanspruchung diese Eigenschaft verändert. Da aber gegenüber dem Ausgangszustand sowohl Zunahme als auch Abnahme von α beobachtet werden, ist eine detaillierte Betrachtung der verschiedenen Einflüsse vorzunehmen.

Grundsätzliche Probleme bei der Zuordnung gemessener Schallschwächungen werden bei Papadakis¹²² diskutiert. Neben Absorption [A] und Streuung [S] geht auch die geometrische Strahlverbreiterung [B] mit ein, siehe Gleichung (38). Während B im wesentlichen von der Probenanisotropie und dem Ultraschall - Prüfkopf abhängt, beschreiben A und S die Wechselwirkung des Ultraschalls mit dem Gefüge / Subgefüge der Probe.

$$\alpha \sim B + A + S \quad (38)$$

Von entscheidendem Einfluß auf Streuung und Absorption ist dabei die Prüffrequenz des Schallkopfes, welche die Wellenlänge λ im Material vorgibt. Der Beitrag der Absorption zur Schallschwächung besitzt einen quadratischen Frequenzeinfluß, die Streuung der Wellen unterliegt einer exponentiellen Wirkung [n] der Frequenz und der Streuzentrengröße [m], wobei diese Exponenten jeweils Funktionen des D/λ - Verhältnisses sind, siehe Gleichung (39). Hierin sind a und b Koeffizienten, die Exponentenfunktionen haben nach^{122, 123} Werte von $0 \leq m(D/\lambda) \leq 4$ und $-1 \leq n(D/\lambda) \leq 3$.

$$\alpha \sim a \cdot f^2 + b \cdot D^{m(D/\lambda)} \cdot f^{n(D/\lambda)} \quad (39)$$

Durch den Vergleich der Wellenlänge λ mit der Größe der Streuzentren (z.B. Korngröße D), werden drei Bereiche unterschieden: $\lambda \gg D$: Rayleigh - Bereich, $\lambda \sim D$: stochastischer Bereich und $\lambda \ll D$: diffusiver Bereich.¹²³

Den verwendeten Ultraschallfrequenzen von 3,5 bis 10 MHz sind in Austenit Wellenlängen von 1,7 bis 0,6 mm zuzuordnen. Die Wellenlängen sind somit erheblich größer als die Streuzentren, die durch ermüdungsbedingte Gefügeveränderungen (Versetzungszellen $\sim 0,1 - 1 \mu\text{m}$, Martensit - „Ausscheidungen“: $\sim 1 - 10 \mu\text{m}$) entstehen, d.h. die Messungen finden im Rayleigh - Bereich statt. In diesem Bereich ist der Einfluß der Frequenz f und der Streuzentrengröße D auf die Streuung durch den Zusammenhang $S \sim D^{3f^4}$ gegeben, d.h. die Schallschwächung durch Streuung sollte mit der Prüffrequenz steigen.¹²³ Dieser Erwartung entsprechen die Versuchsergebnisse an den ermüdeten Kernstücken, siehe Bild 77b), nicht. Die Schallschwächung steigt mit der Frequenz nur für eine Probe mit geometrischen Abweichungen an, für die anderen Proben sinkt die Schallschwächung sogar, wobei ein eindeutiger Frequenzeinfluß nicht erkennbar ist. Eine Ursache hierfür ist möglicherweise die in der Literatur beschriebene Beobachtung, daß die Martensitumwandlung in Stahl eine Verringerung der Streuung um bis zum Faktor 100 bewirken kann.¹²² Diese Beobachtung geht einher mit der Feststellung, daß die Schallschwächung mit zunehmender Härte sinkt.¹²⁴ Außerdem kann ein Einfluß unterschiedlicher Meßaufbauten, insbesondere der verschiedener Prüfköpfe, angenommen werden. Das belegen auch die Ergebnisse der Messung mit Wasser - Vorlaufstrecke, hier tritt nur eine geringfügige Veränderung gegenüber dem Ausgangszustand auf. Bild 79a) stellt die für unterschiedliche Meßanordnungen und -frequenzen ermittelten Schwächungskoeffizienten, berechnet aus dem 2. und 3. Rückwandecho, als Funktion des Martensitanteils (magnetische Anzeige) dar. Obwohl kein eindeutiger Einfluß des Martensitgehaltes zugeordnet werden kann, scheint die Schallschwächung mit dem Martensitgehalt zu sinken, insbesondere bei höheren Frequenzen.

Eine Zunahme der Schallschwächung kann, neben geometrischen Effekten (Probe A0P 1.4550 MP1), auch durch die ermüdungsbedingten Gefügeveränderungen im Austenit (Versetzungsbildung und -umordnung) bewirkt werden. Das belegen die Messungen an den kompletten Proben, Bild 77a), bei denen insgesamt ein größeres Probenvolumen erfaßt wird, das auch weniger intensiv ermüdete Bereiche mit geringem Martensitgehalt (konische Übergangsbereiche, Einspannung) enthält.

¹²² PAPADAKIS-1984

¹²³ PAPADAKIS-1965

¹²⁴ THOMPSON-1996

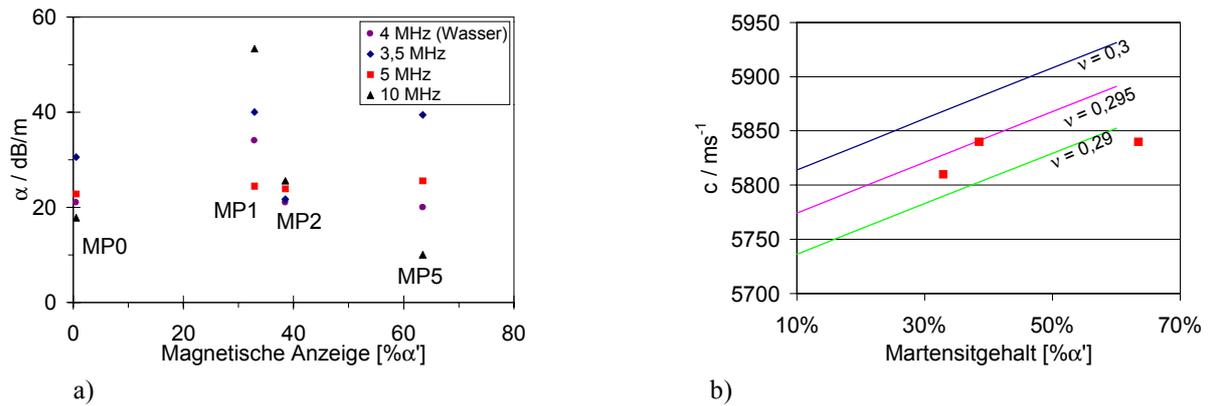


Bild 79 Ultraschallmeßgrößen als Funktion der magnetischen Anzeige [% α'] im Volumen A0P 1.4550 MP
 a) Schwächungskoeffizienten (aus 2. und 3. Echo) für verschiedene Frequenzen und Meßanordnungen
 b) Ultraschallgeschwindigkeit bei $f = 4 \text{ MHz}$, ■ Unterwassermessung nach Bild 31a) und berechnete (40), (41) Geschwindigkeiten¹²⁶ für verschiedene Querkontraktionszahlen ν

Eine zuverlässige Ultraschall - Geschwindigkeitsmessung konnte nur für den Unterwasser - Meßaufbau, Bild 31a), vorgenommen werden, wobei eine leichte Erhöhung für die intensiver ermüdeten Proben beobachtet wurde, siehe Bild 78. Trägt man die Geschwindigkeitswerte gegen den in den Proben gemessenen Martensitgehalt auf, Bild 79b), ist festzustellen, daß erhöhte Geschwindigkeiten bei großen Martensitgehalten auftreten. Die Schallgeschwindigkeit c steht mit den elastischen Eigenschaften des Werkstoffs in Zusammenhang. Gleichung (40)¹²⁵ zeigt den Einfluß von Elastizitätsmodul E , Dichte ρ und Querkontraktionszahl ν , wobei isotropes Materialverhalten und große Probenabmessung im Verhältnis zur Wellenlänge vorausgesetzt werden. Setzt man in diese Gleichung die tabellierten Werte für ρ und ν ein und berechnet den E -Modul des zweiphasigen Gefüges nach einer linearen Mischungsregel, Gleichung (41), kann ein systematisches Ansteigen der Schallgeschwindigkeit mit dem Martensitgehalt belegt werden, die Kurven in Bild 79b)¹²⁶ zeigen den Verlauf in Abhängigkeit vom Parameter ν .

$$c = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \cdot \sqrt{\frac{1-\nu}{(1+\nu) \cdot (1-2\nu)}} \quad (40)$$

$$\bar{E} = [\% \alpha'] \cdot E_{\alpha'} + (1 - [\% \alpha']) \cdot E_{\gamma} \quad (41)$$

Aus dem Vergleich von gemessenen und nach Gleichungen (40) bzw. (41) berechneten Werten wird geschlußfolgert, daß die Schallgeschwindigkeit in erwarteter Weise vom Martensitgehalt abhängt, jedoch wird gleichzeitig ein starker Einfluß der nicht im Detail bekannten Querkontraktionszahl ν auf die Berechnung, (siehe Bild 79b)), festgestellt. Außerdem begrenzt die Auflösung bei der Laufzeitmessung die Genauigkeit der Geschwindigkeitsbestimmung, welche jedoch durch eine geeignete Kalibrierung verbessert werden kann.

¹²⁵ SCHIRKEWITSCH-1987

¹²⁶ Hierin wurde angenommen: $\rho = 7,79 \text{ g/cm}^3$, $E_{\gamma} = 194 \text{ GPa}$, $E_{\alpha'} = 210 \text{ GPa}$

8.4 Ergebnisse röntgenographischer Untersuchungen

Röntgenographische Untersuchungen wurden entsprechend den in Abschnitt 5.3 geschilderten Techniken ausgeführt. Im Rahmen dieser Arbeit hat vor allem die Methode der Phasenanalyse (qualitativ / quantitativ) besonderen Stellenwert.

Die Messungen an den unterschiedlich stark ermüdeten Proben wurden, wenn möglich, an verschiedenen Positionen durchgeführt. Die Messung in der Mitte der präparierten Trennfläche (Anlage D) erfaßt das Volumen der Probe. Sie wurde für alle Zustände durchgeführt und erzielt wegen der hohen Meßflächengüte (präpariert) beste Ergebnisse. Meßpositionen auf der Bruchfläche bzw. längs auf der Oberfläche (Mantelfläche) führen durch ihre Rauigkeit bzw. Unebenheit und möglichen Versatz zum Meßfehlern, die sich in den Diffraktogrammen vor allem durch Intensitätsminderung, aber auch durch Verschiebung der Winkellagen äußern.

Neben den Reflexen für die Austenitmatrix treten an bestimmten Ermüdungszuständen auch Reflexe für α' - Martensit auf. Besonders für die Charge AOP 1.4550, bei der durch eine systematische Herstellung verschiedener Erschöpfungsgrade die fortschreitende Ermüdung unter LCF - Bedingungen untersucht werden konnte, siehe Bild 80a), treten hohe Martensitanteile auf. Ab einem Erschöpfungsgrad von 12,5% wurde Martensit nachgewiesen, der Gehalt steigt mit dem Erschöpfungsgrad kontinuierlich an.

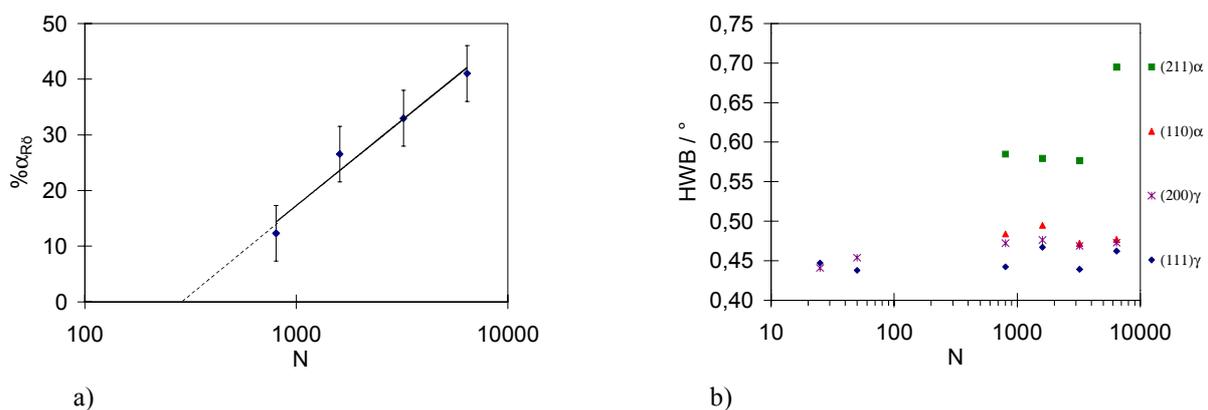


Bild 80 Röntgendiffraktometrie an ermüdeten Proben AOP 1.4550-2 bis 7, RT, Position: Volumen
 a) quantitative Phasenanalyse: Martensitgehalt in Abhängigkeit von der Lastwechselzahl
 b) Linienbreite (HWB) für ausgewählte Austenit- und Martensitreflexe in Abhängigkeit von der Lastwechselzahl

Betrachtet man die Linienbreiten der beobachteten Reflexe mit zunehmendem Erschöpfungsgrad, Bild 80b), wird folgendes festgestellt: die Breite der Austenitreflexe nimmt gegenüber dem Ausgangszustand beim Beginn der Wechselbelastung leicht zu. Bis zum Einsetzen der Verformungsmartensitbildung nimmt ihre Breite weiter zu und bleibt anschließend in etwa konstant. Die beobachteten Reflexe der Martensitphase zeigen keine systematischen Entwicklungen mit dem Erschöpfungsgrad.

Einen entscheidenden Einfluß auf den während der Ermüdung gebildeten Martensitanteil übt die Versuchstemperatur aus. Bild 81a) zeigt das schroffe Abfallen des röntgenographisch ermittelten Martensitgehaltes mit steigender Temperatur. Mit dieser Methode kann für die Charge AOP 1.4550 bis 150°C Martensit nachgewiesen werden. Auf der Bruchfläche, die aufgrund des Rißfortschritts und des mechanischen Verhämmerns in der Rißausbreitungsphase wesentlich höhere Verformungen erfährt, ist der Verformungsmartensitanteil größer. Hier wird für das 200°C - Experiment noch reichlich Martensit nachgewiesen, bei 300°C Versuchstemperatur tritt hingegen kein Martensit mehr auf.

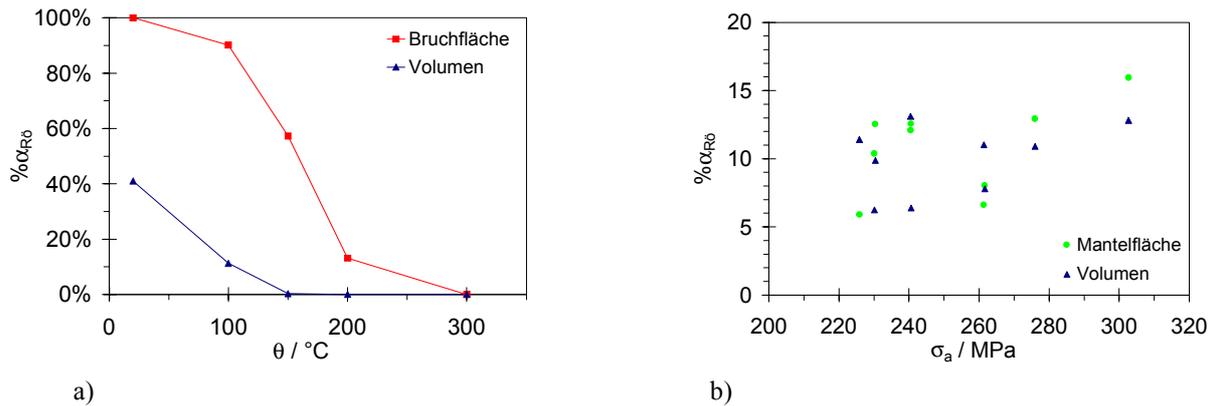


Bild 81 Quantitative Phasenanalyse an vollständig ermüdeten Proben, verschiedene Positionen
 a) an A0P 1.4550-2 und 14 bis 17 in Abhängigkeit von der Versuchstemperatur
 b) an SEW 1.4550-2 bis 10 in Abhängigkeit von der Spannungsamplitude

Die Proben der Chargen S&C 1.4541 und SEW 1.4550 wurden bei Raumtemperatur unter Beanspruchungsbedingungen von LCF bis HCF ermüdet. Die röntgenographische Phasenanalyse an verschiedenen Probenpositionen führt zu folgenden Ergebnissen: An den Positionen Volumen und Mantelfläche der S&C 1.4541 - Proben sind die registrierten Martensitreflexe zu schwach, um den Phasenanteil quantifizieren zu können. Bei SEW 1.4550 sind die Reflexe der Martensitphase ausgeprägter, eine quantitative Auswertung ist unter bestimmten Einschränkungen möglich. Für die Positionen Volumen und Mantelfläche steigt der Martensitgehalt mit der Spannungsamplitude des Ermüdungsversuches an, Bild 81b), die ermittelten Martensitanteile weisen jedoch starke Streuungen auf, verglichen mit den Ergebnissen anderer Untersuchungsverfahren, vergleiche Abschnitt 8.5.1, liefert die röntgenographische Phasenanalyse signifikant höhere Ergebnisse. Dieser Meßeffect beruht einerseits auf der willkürlichen Wahl der Umfangsposition und der gekrümmte Oberfläche der untersuchten Mantelflächen. Andererseits sind, besonders bei niedrigen Martensitgehalten, weniger Reflexe für die Berechnung verwendbar, da die geringe Intensität von standardmäßig schwachen Peaks, z.B. für $(200)_{\alpha'}$, keine zuverlässige Untergrundabtrennung erlaubt. Hieraus ergibt sich ein systematischer Fehler in den Ergebnissen. Außerdem wird offensichtlich, daß die verwendete Methode gegenüber dem Auftreten von Texturen anfällig ist. Da diese Einflüsse unter den gegebenen Bedingungen nicht korrigierbar waren, werden die für SEW 1.4550 ermittelten Phasenanteile ausschließlich qualitativ und anhand ihrer Entwicklung bewertet.

Die auf den Bruchflächen bestimmten Martensitgehalte sind innerhalb jeder untersuchten Charge unabhängig von der Lastamplitude, für SEW 1.4550 werden Werte im Bereich von 80 bis 90 % ermittelt. In einer entsprechenden Arbeit von Rajanna⁵³ wurden vergleichbare Martensitanteile festgestellt, die als sehr dünne Schichten ($\leq 20 \mu m$) in Bruchflächenähe vorkommen, deren Martensitgehalt mit der Tiefe schroff sinkt.

In einer vorangegangenen Studie⁵² wurde an ermüdeten A0P 1.4550 - Proben eine Überprüfung der kristallographischen Phasen hinsichtlich des Vorkommens von Vorzugsorientierungen vorgenommen. Die röntgenographischen Texturuntersuchungen ergaben, daß eine schwache Fasertextur im Martensit vorliegt, welche ausschließlich bei Proben mit hohem Erschöpfungsgrad, d.h. mit hohem Martensitgehalt, beobachtet wird. Für derartige Martensitumwandlungen sind in der Literatur¹²⁷ ebenfalls Fasertexturen (mehrlagig, mit irrationalen Indizes) beschrieben worden. Die Austenitphase weist unabhängig vom Beanspruchungszustand, keine markante Textur auf. An den bei erhöhter Temperatur ermüdeten Proben, wie auch an

¹²⁷ WASSERMANN-1962 (S.400-404)

den Proben der beiden anderen näher betrachteten Chargen, d.h. Zustände mit niedrigem Martensitgehalt, ergaben die Texturmessungen keine bemerkenswerten Vorzugsorientierungen.

8.5 Ergebnisse magnetischer und magnetinduktiver Untersuchungen

8.5.1 Magnetische Anzeige

An ermüdeten Zuständen und auch im Verlauf der Wechsellastexperimente wurden umfangreiche Meßreihen mit dem Ferritscope, siehe Abschnitt 5.6.2, aufgenommen. Da alle ferromagnetischen Gefügebestandteile erfaßt werden und auch Einflüsse durch den vorliegenden Spannungs - Dehnungszustand, siehe Abschnitt 9.1.6, auftreten können, wird das Meßergebnis zunächst als *magnetische Anzeige* bezeichnet.

Für die Versuchsserie A0P 1.4550 wird durch Mehrprobentechnik das Umwandlungsverhalten über die gesamte Lebensdauer verfolgt, sowohl an der Oberfläche als auch im Querschnitt der Proben, siehe Bild 82a). Bei diesen dehnungsgesteuerten LCF - Versuchen steigt die magnetische Anzeige nach Überschreiten einer Inkubationsphase (~ 300 Lastwechsel) bis zum Bruch stetig an, der Kurvenverlauf ist annähernd linear. Für beide untersuchten Positionen wird eine gleichartige Entwicklung der Meßwerte mit der Lastwechselzahl festgestellt, die Absolutwerte unterscheiden sich jedoch. Trotz Krümmungskorrektur der Mantelflächenmeßwerte hat die magnetische Anzeige im Kern der Proben (Volumen) etwa den 1,5-fachen Wert. Die am Probenquerschnitt gemessene magnetische Anzeige ist spürbar inhomogen und zum Probenrand hin zunehmend.

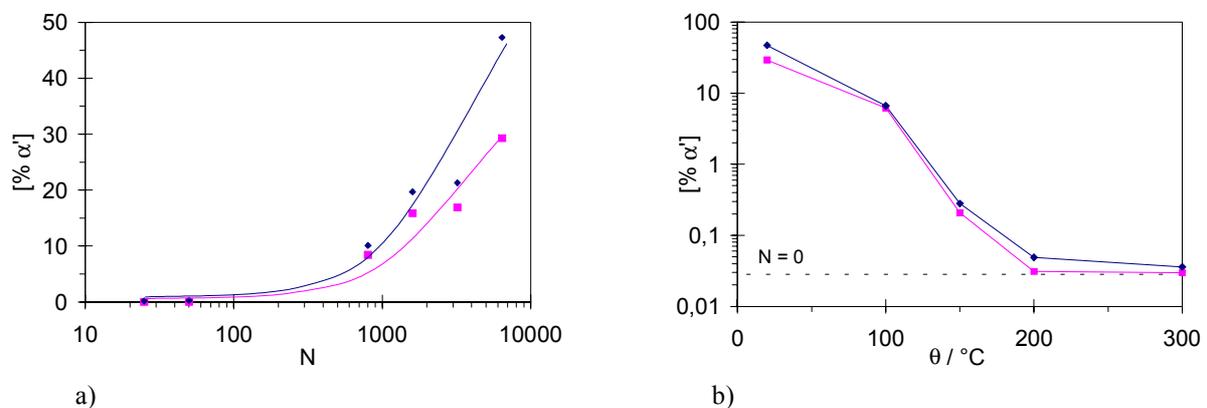


Bild 82 Magnetische Anzeige, Charge A0P 1.4550, Meßpositionen: ■ Mantelfläche, ◆ Volumen
 a) als Funktion der Lastwechselzahl, Raumtemperaturexperimente A0P 1.4550-2 bis 7
 b) als Funktion der Versuchstemperatur, Bruchzustand, Proben A0P 1.4550-2 und 14 bis 17

Bei Erhöhung der Versuchstemperatur sinkt der während der Ermüdungslebensdauer erreichte Zuwachs der magnetischen Anzeige rapide, Bild 82b) zeigt den Temperaturverlauf der gemessenen magnetischen Anzeige deshalb mit logarithmischer Ordinatenkalierung. Für 150°C wird sowohl auf der Oberfläche als auch im Volumen der Proben ein deutlicher Anstieg der magnetischen Anzeige gemessen, die für 200 und 300°C festgestellten Zuwächse haben einen so geringen Betrag, daß sie in der Unsicherheit des Meßverfahrens und der Eigenschaftsstreuung untergehen und nicht zuverlässig auf die Bildung von Verformungsmartensit zurückgeführt werden können. Die Messungen am Querschnitt ergeben für diese Proben ebenfalls größere Werte als auf den Mantelflächen.

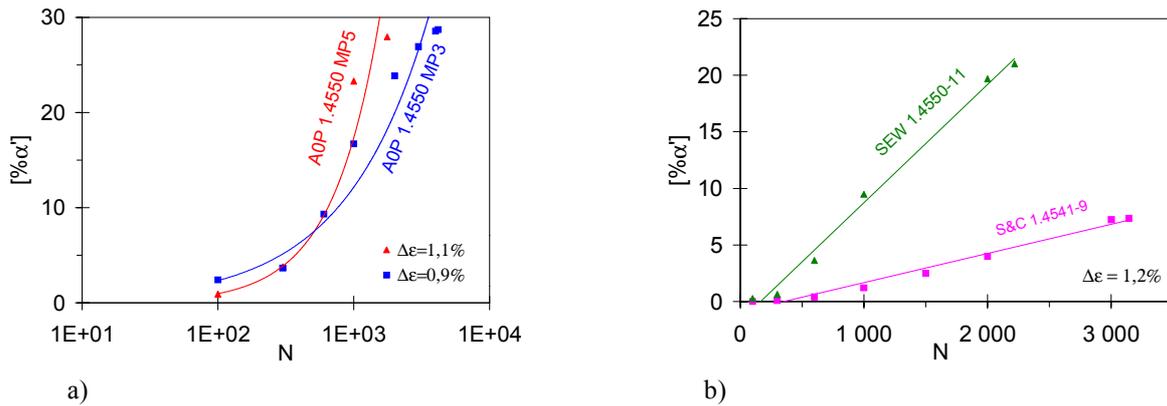


Bild 83 Magnetische Anzeige als Funktion der Lastwechselzahl bei dehnungsgesteuerten Versuchen, RT, Meßposition: Mantelfläche
 a) Versuche mit unterschiedlichen Dehnungsamplituden, Proben: AOP 1.4550 MP3 und 5
 b) Versuche bei $\Delta\varepsilon = 1,2\%$ an anderen Chargen, Proben: SEW 1.4550-11 und S&C 1.4541-9

Die zyklische Umwandlungskinetik und die Gesamtmenge des entstandenen Martensits wird auch von der Lastamplitude beeinflusst. Bild 83a) zeigt die Entwicklung der magnetischen Anzeige an LCF-3 ($\varnothing 18\text{ mm}$) - Proben bei verschiedenen Dehnungsschwingbreiten im Versuchsverlauf. Eine höhere Dehnungsamplitude verkürzt die Inkubationsphase und erhöht den Anstieg der magnetischen Anzeige in der Zuwachphase. Außerdem ist das Umwandlungsverhalten stark chargenabhängig, Bild 83b) zeigt das lineare Ansteigen der magnetischen Anzeige mit fortschreitender Ermüdung für die beiden umwandlungsträgeren Chargen SEW 1.4550 und S&C 1.4541. Verglichen mit der Charge AOP 1.4550, Bild 82a), sind die zu Versuchsende (Bruch) erreichten Martensitgehalte für diese Werkstoffe niedriger, die Inkubationsphase hat etwa die gleiche Dauer.

Bei den spannungsgesteuerten Experimenten wird durch Variation der Beanspruchungsamplitude ein weiterer Lebensdauerbereich ($10^3 < N_B \leq 10^7$) erfaßt. Ebenso starke Unterschiede hinsichtlich zyklischer Kinetik und Gesamtanteil der Martensitumwandlung werden zwischen den Proben anhand von Meßreihen der magnetischen Anzeige festgestellt. Mit steigender Spannungsamplitude verkürzt sich für SEW 1.4550, Bild 84a), die Inkubationsphase, Kurvenanstieg und gemessener Endwert wachsen an. Eine ähnliche Entwicklung zeigt S&C 1.4541, Bild 84b). Die hier erreichten magnetischen Anzeigen sind jedoch um mehr als eine Größenordnung geringer, die Inkubationsphasen sind, bezogen auf die Lebensdauer, länger als bei SEW 1.4550.

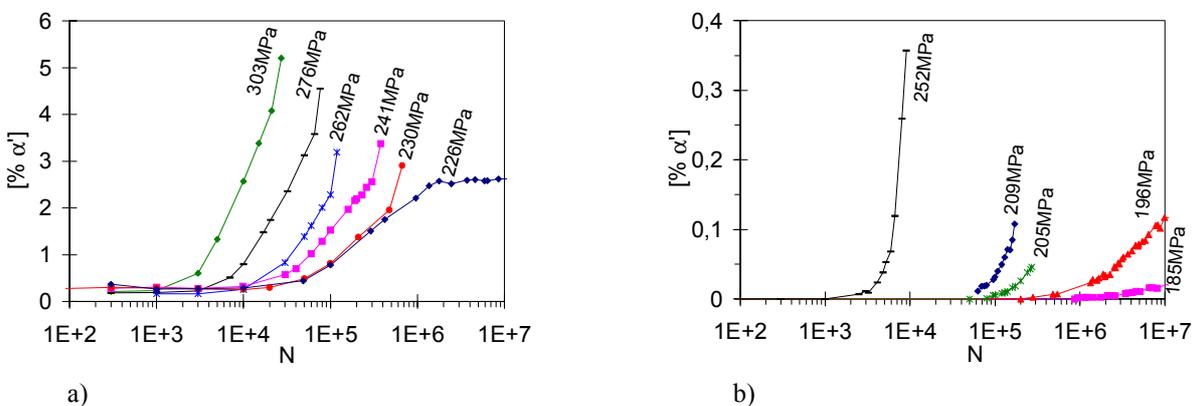


Bild 84 Magnetische Anzeige als Funktion der Lastwechselzahl während spannungsgesteuerter Versuche mit unterschiedlichen Spannungsamplituden, RT, Meßposition: Mantelfläche
 a) Proben: SEW 1.4550-3, 4 und 7 bis 10, $226\text{MPa} \leq \sigma_a \leq 303\text{MPa}$
 b) Proben: S&C 1.4541-4 bis 8, $185\text{MPa} \leq \sigma_a \leq 252\text{MPa}$

Betrachtet man die magnetischen Anzeigen während des Versuches für die verschiedenen Spannungsamplituden, Bild 84, sind mit der Amplitude steigende Meßwerte zu beobachten. Dieser Zusammenhang ist für verschiedene Meßpositionen (nach Versuchsende) in Bild 85 dargestellt. Für die Charge SEW 1.4550 tritt tendenziell eine Erhöhung des Endwertes mit wachsender Spannungsamplitude auf. Lediglich Probe 6 zeigt, wie auch bei anderen Meß- und Bewertungsverfahren, große Abweichungen von diesem Trend. Die Unterschiede zwischen oberflächennah und im Probenkern gemessener magnetischer Anzeige ist relativ gering. Dennoch wird systematisch beobachtet, daß der Meßwert für höhere Spannungsamplituden im Probenkern größer ist als an der Oberfläche. Für niedrige Lastamplituden kehrt sich diese Tendenz um. Die größenordnungsmäßig niedrigeren Meßwerte von S&C 1.4541 steigen ebenfalls mit der Spannungsamplitude. Die an der Oberfläche gemessenen Werte sind hier durchgängig höher als im Probenkern, wobei sich diese im Bereich der Nachweisgrenze des Meßgerätes befinden.

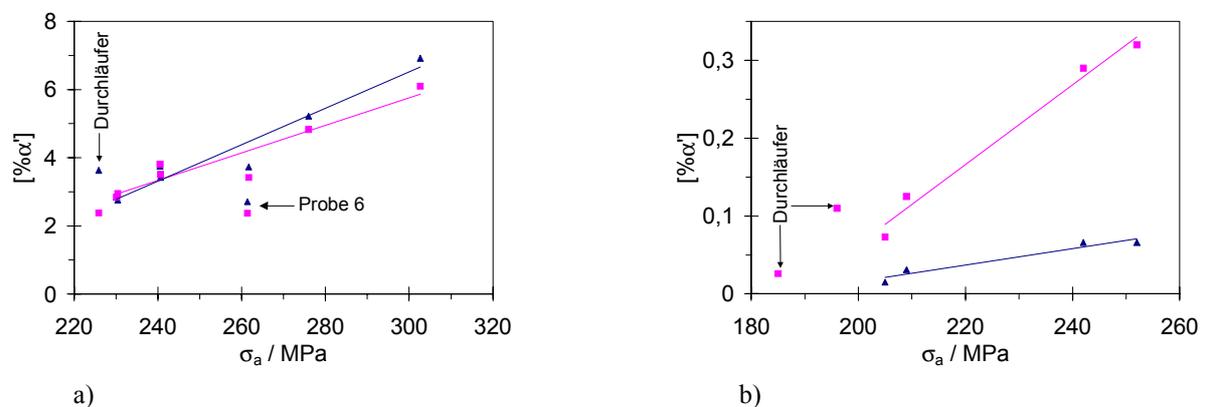


Bild 85 Magnetische Anzeige nach Versuchsende als Funktion von der Spannungsamplitude, Meßposition:

■ Mantelfläche, ▲ Volumen

a) Proben: SEW 1.4550-2 bis 10

b) Proben: S&C 1.4541-3 bis 8

8.5.2 MFM - Flächenintensitätsanteil

Zur Abbildung von Anordnung und Verteilung des Verformungsmartensits im Gefüge, bietet die Rastersondenmikroskopie im Magnetkraft - Modus (MFM) interessante Möglichkeiten. Bei Untersuchungen am Magnetkraftmikroskop, Abschnitt 5.6.6, werden die Gefüge anhand ihrer magnetischen Kraftwirkung auf die Sonde (Meßspitze) hochauflösend abgebildet.¹²⁸

Die beim rasterförmigen Abfahren der Probenoberfläche erhaltenen Intensitäten werden anschaulich als Helligkeitsverteilungen dargestellt (Bild 86). Ferromagnetische Zonen (hell), d.h. auch α' - Martensit, heben sich durch ihre starke Wechselwirkung von der paramagnetischen Austenitmatrix (dunkel) ab.

Für eine vergleichend - quantitative Bewertung der MFM - Bilder wird der Flächenintensitätsanteil $\% \alpha_{\text{MFM}}$ der ferromagnetischen Phase definiert als prozentualer Anteil an der Bildfläche, der oberhalb eines bestimmten Helligkeitsschwellwertes liegt. Da dieser Schwellwert für jede Aufnahme anhand des Leistungsspektrums individuell festgelegt werden muß, haben die Flächenintensitätsanteile nur vergleichend quantitativen Aussagewert.^{129, 130}

¹²⁸ Hr. O. Kahlen (IWW, Uni Magdeburg) sei für die Durchführung der Messungen recht herzlich gedankt

¹²⁹ KAHLLEN-1997

¹³⁰ SCHOSS-1997

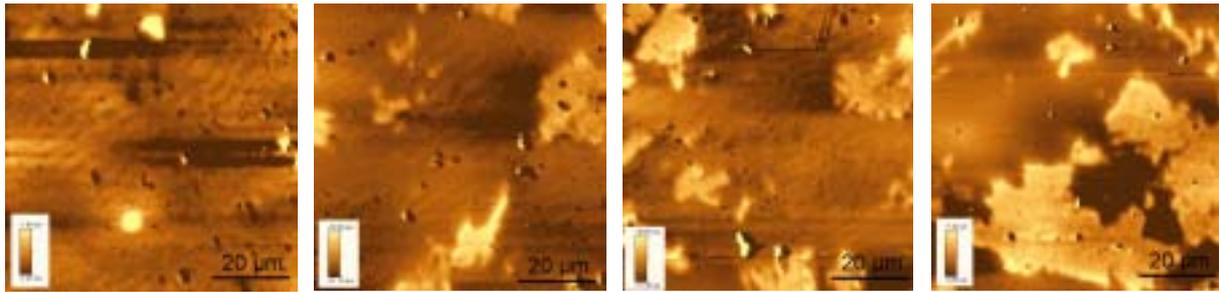


Bild 86 Magnetkraftabbildungen der Charge AOP 1.4550 für verschiedene Erschöpfungsgrade D nach (7)
 a) AOP 1.4550-6, N = 50, D = 0,78%
 b) AOP 1.4550-5, N = 801, D = 12,5%
 c) AOP 1.4550-4, N = 1602, D = 25%
 d) AOP 1.4550-3, N = 3205, D = 50%

Bereits in frühen Ermüdungsstadien, Bild 86a), sind kleine Bereiche ($\sim 5 \mu\text{m}$) mit hoher magnetischer Wechselwirkung vorhanden. Mit fortschreitender Ermüdung wächst die Größe dieser Zonen, Bild 86b) bis d), und ihr Flächenintensitätsanteil, siehe Bild 87a). Die gemessenen Flächenintensitätsanteile korrelieren sehr gut mit der magnetischen Anzeige der ermüdeten Zustände, siehe Bild 87b).

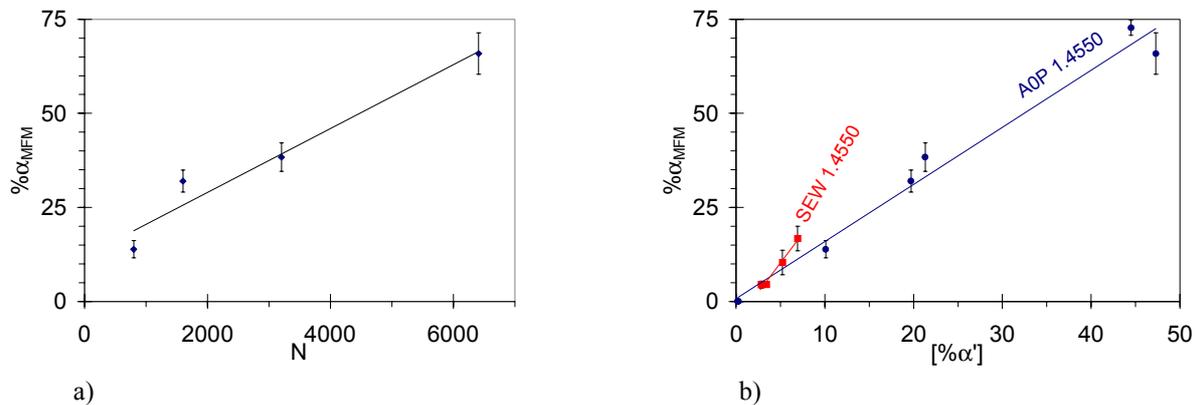


Bild 87 Flächenintensitätsanteil $\% \alpha_{\text{MFM}}$ an ferromagnetischer Phase, Magnetkraftmikroskop
 a) als Funktion der Lastwechselzahl, $\Delta \epsilon = 1,2\%$ für AOP 1.4550-2 bis 5
 b) als Funktion der magnetischen Anzeige für AOP 1.4550-2 bis 5, 8 und SEW 1.4550-2, 7, 8 und 10

Die Flächenintensitätsanteile sind höher als die Werte der magnetischen Anzeige, für die Charge AOP 1.4550 etwa Faktor 1,5 und für die SEW 1.4550 - Proben etwa Faktor drei. Insbesondere für geringe magnetische Anzeigen werden vergleichsweise hohe Flächenintensitätsanteile bestimmt. Die Ursachen dieses Phänomens sind einerseits der vergleichend - quantitative Charakter des Meßverfahrens und die flächenbezogene Messung von dreidimensionalen magnetischen Streufeldern. Andererseits offenbaren die Flächenintensitätsmessungen starke lokale Unterschiede und den Einfluß der Probenlage. Die Untersuchungen an ungeätzten Längs- und Querschliffen haben die unterschiedlichen Ausdehnungen der ferromagnetischen Bereiche gezeigt. In den Querschliffen (Bild 86) sind die Zonen zumeist globular bis ellipsoid, wohingegen sie in den Längsschliffen ein sehr langgestrecktes Erscheinungsbild haben. Daraus kann geschlossen werden, daß sich der Verformungsmartensit in entlang der Probenachse ausgedehnten Zonen anordnet und somit die Richtung der zyklischen Zug- und Druckspannung annimmt.

Bei näherer Betrachtung der Magnetkraftbilder (Bild 86) zeigen sich kleine ($\sim 1 \mu\text{m}$), runde, meist dunkle Bilddetails. Anhand der zugehörigen topographischen Aufnahmen wurde geschlossen, daß es sich hierbei um Ausscheidungen (Karbide) handelt, die z.T. bei der Präpa-

ration herausgelöst wurden. Besonders bemerkenswert ist, daß sie in einigen Fällen von hellen Säumen (hohe magnetische Kraftwirkung) umgeben sind. Ein solches Detail ist in Bild 88 veranschaulicht. Die Profillinie der Kraftwirkung in Teilbild a) steigt vor der Annäherung an einen Partikel steil an, bevor sie in den magnetischen Potentialkrater einer Ausscheidung stürzt. Bild 88b) verdeutlicht dieses Phänomen durch eine dreidimensionale Darstellung.

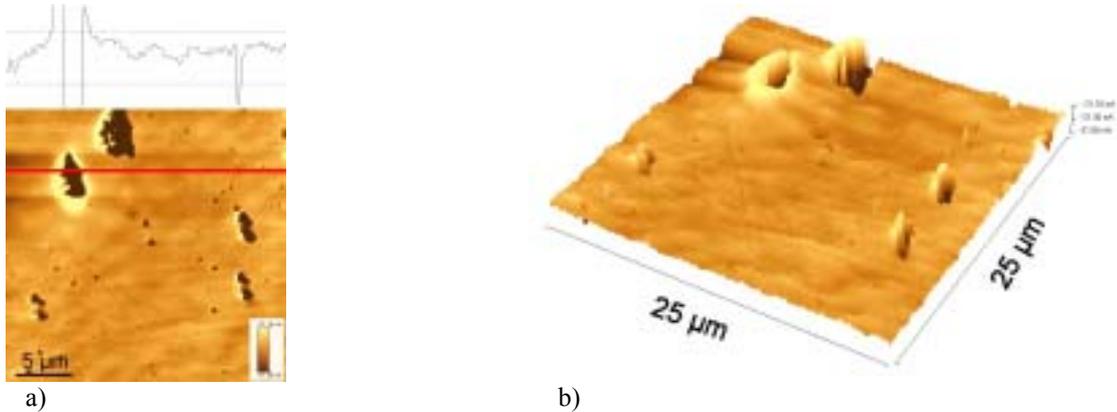


Bild 88 Magnetkraftabbildung an Probe A0P 1.4550-6, Detail in verschiedenen Darstellungsvarianten
 a) 2D-Darstellung mit horizontaler Linienauswertung, Profil des Meßstroms als relative Änderung
 b) 3D-Darstellung, „Erhebungen und Krater“ des Meßsignals im Bereich von Ausscheidungen

Derartige ferromagnetische Bereiche in der direkten Umgebung von Ausscheidungen werden an vielen Zuständen, vor allem in frühen Ermüdungsstadien, beobachtet. Mögliche Schlußfolgerungen hieraus sind, daß durch Bildung und Wachstum von Karbiden bzw. Karbonitriden eine Kohlenstoff bzw. Stickstoff - Verarmung in der Umgebung der Ausscheidungen entsteht. Da sowohl Kohlenstoff als auch Stickstoff austenitstabilisierend wirken, siehe Abschnitt 6, führt eine Konzentrationsabsenkung zu einer gesteigerten Martensitbildungsneigung. Andererseits entsteht wegen der Inhomogenität der mechanischen Eigenschaften von Austenitmatrix und Ausscheidung bei der Belastung der Probe ein überlagertes Spannungsfeld im Bereich der Phasengrenzflächen, das eine Martensittransformation fördern kann. In der Literatur¹³¹ finden sich Ansätze zur Modellierung derartiger lokaler Spannungsfelder mit Hilfe von FEM. Die MFM - Untersuchungsergebnisse sprechen dafür, daß die Umgebung von Ausscheidungen als mögliche Keimbildungsorte der Martensitumwandlung bevorzugt auftreten.^{129, 130} Da die in Bild 88 gezeigte Probe durch elektrolytisches Polieren präpariert wurde, ist die Entstehung der martensitischen Höfe als Präparationsartefakt (Herausreißen der Ausscheidungen) praktisch auszuschließen.

Die MFM - Abbildung ermöglicht mitunter die Auflösung magnetischer Domänen der martensitischen Bereiche, wie schon in Bild 37c) demonstriert. Für Proben mit niedrigem Anteil und kleinen Bereichen des Martensits sind Domänen nicht sichtbar. Je größer die martensitischen Zonen sind, um so deutlicher ist eine magnetische Feinstruktur der spontan magnetisierten Zustände erkennbar, siehe Bild 89. Eine Größenbestimmung hat gezeigt, daß die Domänenbreite mit steigendem Martensitgehalt zunimmt, Bild 89c). Steigende Domänenbreiten werden häufig bei wachsender Dicke der ferromagnetischen Bereiche registriert.¹³²

Vergleicht man die Anordnung der Domänen, werden als mögliche Zustände entweder geschlossene [Bild 37c)] oder verzweigte [Bild 89b)] Strukturen beobachtet. Geschlossene Anordnungen minimieren die Energie des magnetischen Streufeldes durch das Einschließen des Flusses im ferromagnetischen Gebiet. Dagegen kommen verzweigte Anordnungen (domain

¹³¹ LIPPMANN-1995

¹³² KAHLEN-2000

branching) mit geöffneten Rändern wegen einer senkrechten Ausrichtung der Magnetisierungskomponenten zur Oberfläche zustande, was durch kristallographische Anisotropie (Richtung leichtester Magnetisierbarkeit) oder magnetischen Anisotropien (Abschnitt 5.6.1) und deren Wechselwirkung mit mechanischen Spannungen verursacht werden kann. Letzgenannter Prozeß übt auch Einfluß auf permeabilitätsbasierende Meßverfahren im makroskopischen Maßstab (magnetische Anzeige) aus.¹³²

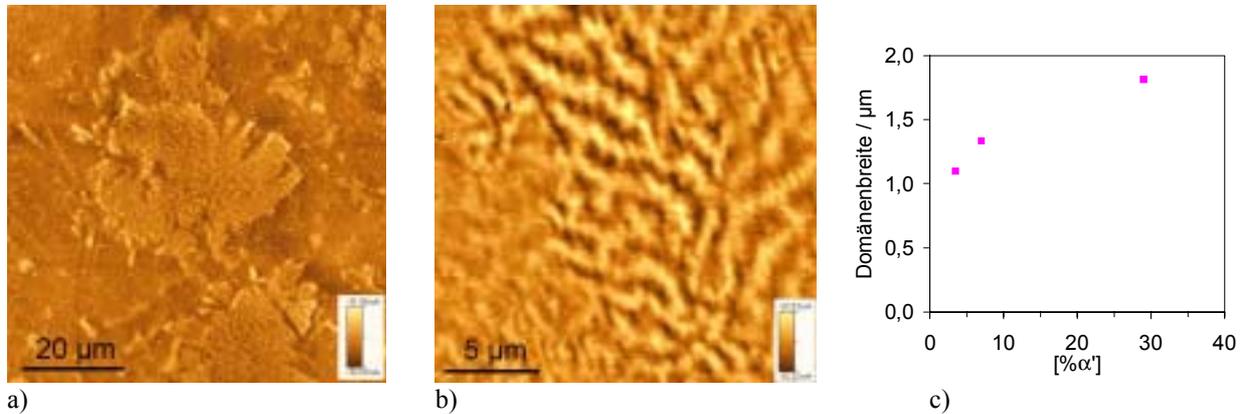


Bild 89 Abbildung magnetischer Domänen im MFM
 a) Martensitische Zonen in Probe SEW 1.4550-10 mit Domänenstruktur
 b) magnetische Feinstruktur in martensitischen Bereichen der Probe SEW 1.4550-11
 c) Domänenbreite für Proben der Charge SEW 1.4550 mit unterschiedlicher magnetischer Anzeige

8.5.3 Sättigungspolarisierung

Am Schwingprobenmagnetometer, Abschnitt 5.6.3, wurde die magnetische Hystereseschleife $J = f(H)$ mit einer Magnetisierung bis in den Sättigungsbereich (Typ II in Bild 33) aufgenommen. Die Proben der Charge A0P 1.4550 zeigen bei den Messungen ein sehr weichmagnetisches Verhalten, d.h. schmale Hystereseschleifen, deren Koerzitivfeldstärke mit dieser Technik kaum auflösbarer ist, siehe Bild 36b). Als Vergleichsgröße wurde die magnetische Polarisierung der Proben bei 796 kA/m, d.h. im Sättigungsbereich (Bild 90), herangezogen. Teilbild a) zeigt, daß die Sättigungspolarisierung mit der Lastwechselzahl ansteigt, der Zuwachs korreliert sehr gut mit der magnetischen Anzeige, siehe Bild 90b).

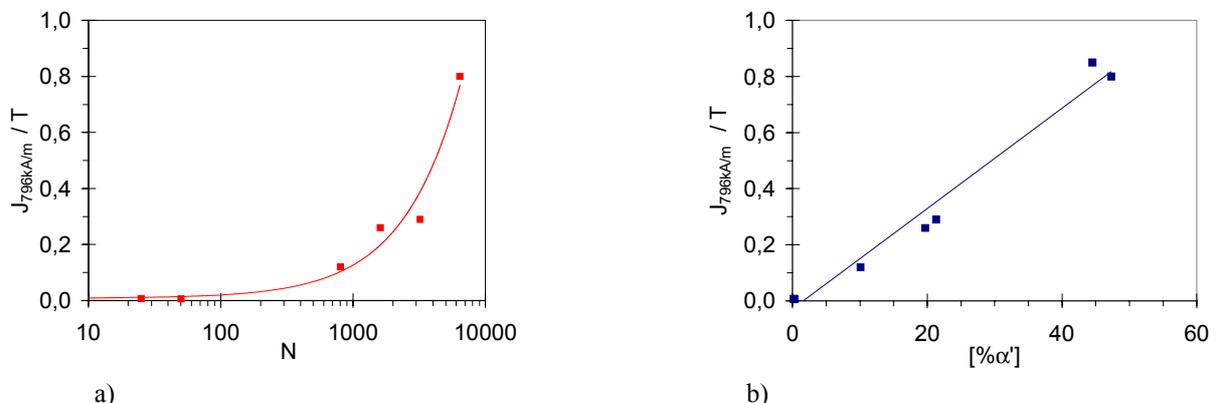


Bild 90 Messung der magnetischen Sättigungspolarisierung $J_{796 \text{ kA/m}}$, Charge A0P 1.4550
 a) als Funktion von der Lastwechselzahl bei $\Delta\varepsilon = 1,2\%$, Proben A0P 1.4550-2 bis 7
 b) als Funktion von der magnetischen Anzeige, Proben A0P 1.4550-2 bis 8

8.5.4 Koerzitivfeldstärke

Bei den Messungen am Koerzimat, Abschnitt 5.6.5, wurden verschiedene Zustände der Charge A0P 1.4550 in mehreren Probenorientierungen untersucht. Dabei ist festzustellen, daß die mittlere Koerzitivfeldstärke mit der Lastwechselzahl fällt, Bild 91a). Trägt man diese Meßwerte gegen die magnetisch Anzeige auf, Bild 91b), wird ein Absinken bei Zunahme der magnetischen Anzeige beobachtet. Auffällig ist außerdem, daß die Koerzitivfeldstärke bereits in frühen Ermüdungszuständen (25 Lastwechsel) gegenüber dem Ausgangszustand (Strichlinie) erheblich absinkt, obwohl die Martensitbildung und damit die Erhöhung der magnetischen Anzeige noch nicht in bemerkenswertem Umfang eingesetzt hat. Die Streuung der Meßwerte zwischen den untersuchten Probenorientierungen ist besonders groß für die Proben mit niedrigem Erschöpfungsgrad.

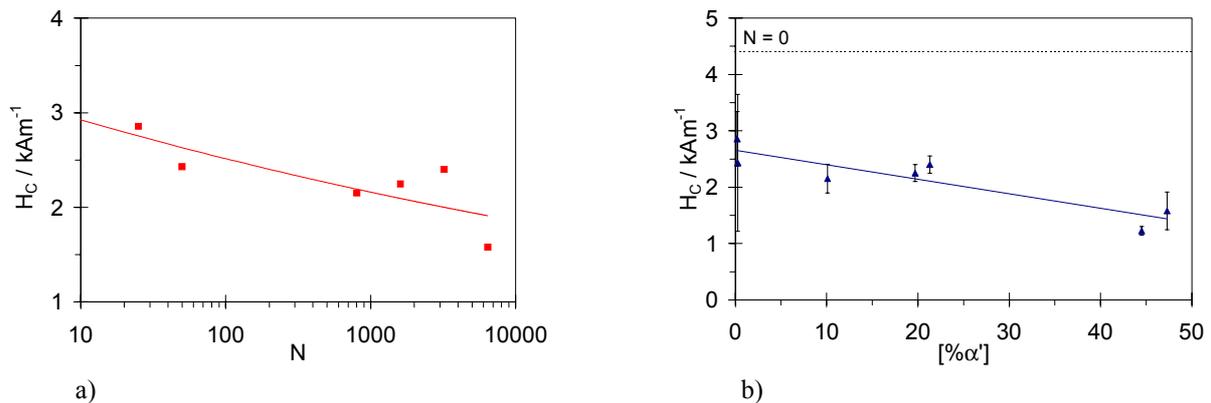


Bild 91 Koerzitivfeldstärke H_C für Zustände der Charge A0P 1.4550

a) als Funktion von der Lastwechselzahl bei $\Delta\varepsilon = 1,2\%$, Proben A0P 1.4550-2 bis 7

b) als Funktion von der magnetischen Anzeige, Proben A0P 1.4550-2 bis 8 und Ausgangszustand

8.5.5 Magnetische Suszeptibilität

In einer Versuchsreihe wurde die Anwendbarkeit der MWM-Technik, Abschnitt 5.6.9, an vollständigen LCF-3 - Proben demonstriert¹³³. Die für verschiedene Probenzustände, Umfangspositionen und Sensororientierungen entlang der Probenachse gemessene magnetische Suszeptibilität ist in Bild 92a) dargestellt. Für den Ausgangszustand (blaue Symbole) werden keine axialen Inhomogenitäten der Meßgröße beobachtet. Nach dem Ermüdungsversuch ist wegen bauteilmetallographischer Präparationen (wiederholtes Polieren und Ätzen) während des Tests, eine leicht vertiefte Zone in der Probenoberfläche von A0P 1.4550 MP2 zu erkennen. In der Umgebung dieses Bereiches werden, bedingt durch die Reduzierung des tragenden Querschnitts und somit erhöhte Beanspruchung, die höchsten Suszeptibilitätswerte detektiert. Die Meßspur der Umfangsposition 2 (schwarze Symbole) führt über dieses Maximum. Eine weitere Meßreihe (Position 1, rote Symbole) wurde auf einer Oberflächenspur ohne äußerlich erkennbare Inhomogenität, 135° von Position 2 entfernt, aufgenommen.

Aus den Messungen kann geschlossen werden, daß sich die Suszeptibilität des Werkstoffs infolge der Ermüdungsbelastung erhöht. Besonders im zylindrischen Bereich der Probe ($35\text{mm} \leq x \leq 90\text{mm}$) wird ein inhomogenes Ansteigen beobachtet. Die Meßwerte sind bei senkrechter Orientierung der Mäanderwindungen zur Probenachse verfahrensbedingt (größere angekoppelte Windungslänge) höher.

¹³³ Hr. Dr. N. Goldfine (JENTEK Sensors Inc., Watertown) sei für die Durchführung der Messungen gedankt

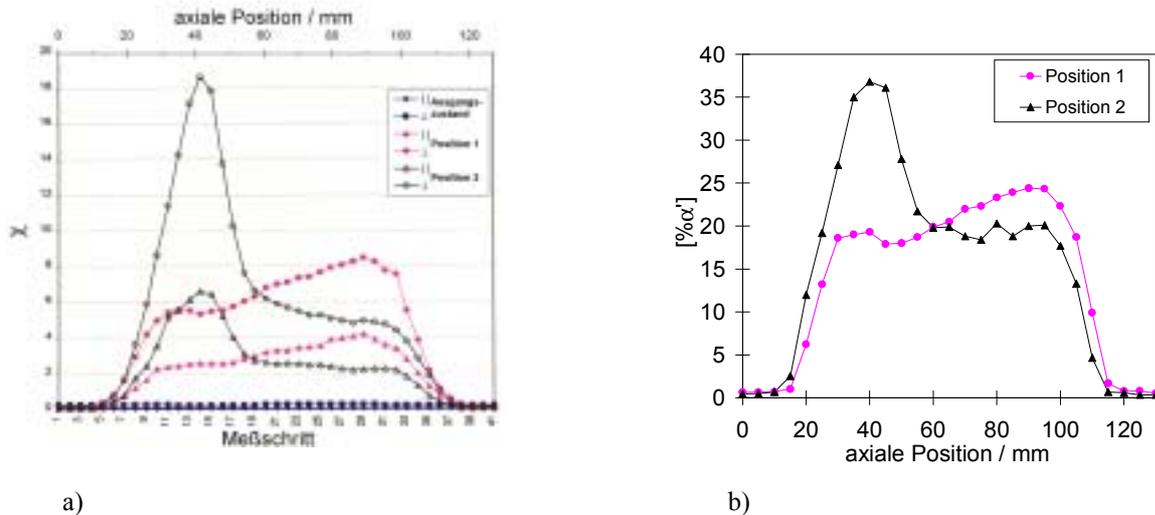


Bild 92 Messung der Suszeptibilität χ mit MWM - Sensor - Technik¹¹⁰ an Probe A0P 1.4550 MP2
 a) axial in 1/8"- Schritten für Ausgangszustand und zwei Umfangspositionen des ermüdeten Zustands, jeweils Messung mit paralleler (||) und senkrechter (⊥) Orientierung der Mäanderwindungen¹³⁴
 b) Vergleichsmessung der magnetischen Anzeige im ermüdeten Zustand, Positionen wie in a)

Magnetische Suszeptibilität und Permeabilität sind nach Gleichung (31) voneinander abhängig. Um eine Bewertung über Reproduzierbarkeit und Empfindlichkeit des MWM - Sensors vornehmen zu können, wurden an beiden Umfangspositionen Vergleichsmessungen mit dem Ferritscope (permeabilitätsbasierend) durchgeführt, siehe Bild 92b). Für beide Positionen haben sowohl Ferritscope- als auch MWM - Meßergebnisse qualitativ fast einen identischen axialen Verlauf. Ein quantitativer Vergleich von Maxima- und Minimawerten (Tabelle 11) für beide Meßmethoden zeigt, daß die MWM - Technik durch eine höhere Auflösung die Veränderungen der magnetischen Eigenschaften empfindlicher nachweisen kann. Die gemessenen Absolutwerte der Suszeptibilität sind, anteilig verglichen mit ferritischem Stahl (10^2 bis 10^3), gering.

Tabelle 11 Quantitativer Vergleich von Ferritscope- und MWM - Ergebnissen

	Umfangsposition	Meßwerte [%α'] bzw. χ		$\frac{[\%α']_{\max}}{[\%α']_{\min}}$ bzw. $\frac{\chi_{\max}}{\chi_{\min}}$	
		Maximum	Minimum		
Ferritscope	Position 1	24,4	17,9	1,3	
	Position 2	36,8	18,4	2,0	
MWM - Sensor	Position 1	8,5	5,5	1,6	
	Position 2	18,5	5	3,7	

8.5.6 Barkhausenrauschen

Mit dem EMAG - Analysator, Abschnitt 5.6.4, wurde die Amplitude des magnetischen Rauschens (M_{\max}) und die Koerzitivfeldstärke (H_C) an der Probe A0P 1.4550 MP1 bei verschiedenen Lastwechselzahlen (RT, $\Delta\epsilon = 1,5\%$) gemessen. Dabei wurde auf der Oberfläche des zylindrischen Probenabschnittes ein Meßraster (axiale Position von der Probenmitte und Um-

¹³⁴ Originalmessungen bei JENTEK Sensors Inc., April 1998

fangsposition) festgelegt und zusätzlich für jeden Meßpunkt die magnetische Anzeige bestimmt.

Bild 93 zeigt die Entwicklung der untersuchten Größen an einem Meßpunkt im Verlauf der Ermüdung. Mit steigender Lastwechselzahl erhöht sich die magnetische Anzeige und die Koerzitivfeldstärke sinkt, ein Zusammenhang, der auch bei den Koerzimat - Messungen (Abschnitt 8.5.4) beobachtet wurde. Die Amplitude des magnetischen Rauschens steigt mit der Lastwechselzahl.

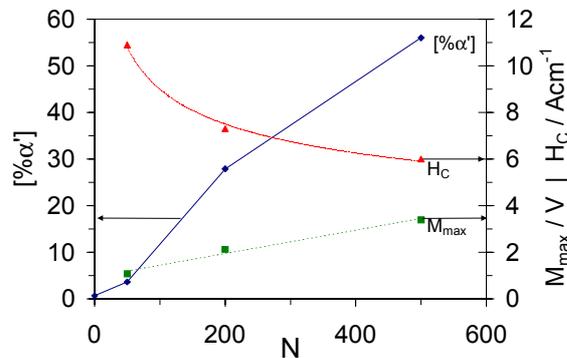


Bild 93 EMAG (Koerzitivfeldstärke H_c , magn. Rauschamplitude M_{\max}) und magnetische Anzeige als Funktion von der Lastwechselzahl AOP 1.4550 MP1, Position: 0 mm | 180°

Die Messungen mit dem EMAG - Sensor erwiesen sich unter den gegebenen Versuchsbedingungen als sehr problematisch. Einerseits ist das Meßergebnis einem starken Einfluß der Geräteeinstellungen (Verstärkung, Erregerfeldamplitude) unterworfen, andererseits sind die Eigenschaftsänderungen im Werkstoff so groß, daß die Geräteparameter für verschiedene Ermüdungszustände angepaßt werden müssen. Ein direkter Vergleich mit dem Ausgangszustand ist daher nicht möglich. Außerdem wurde eine außerordentlich hohe Streuung bei den EMAG - Meßgrößen beobachtet. Deren Ursachen sind in der magnetischen Ankoppelung an einer gekrümmten Oberfläche mit einer langen Einkoppelstrecke (~53 mm) des Magnetjoches in der magnetisch inhomogenen Probe bei gleichzeitig schwieriger Handhabung (Sondengröße) begründet. Zusätzlich beeinflusste eine inhomogene Verfestigung, die zum Ausknicken der Probe führte, das mechanische Experiment und die elektromagnetische Messung.

8.5.7 Magnetischer Fluß (DC-SQUID)

Das magnetische Streufeld (remanent magnetisiert) von ermüdeten Proben wurde mit zwei SQUID - Systemen, siehe Abschnitt 5.6.7, untersucht. Für das abgeschirmte System¹³⁵ ist das SQUID - Signal die maximale Flußquantendifferenz $\Delta\Phi_0$ innerhalb der Messung. Für das Gradiometersystem ohne Abschirmung wird die auf den Meßabstand normierte SONDENSANSPANNUNG U_n betrachtet¹³⁶ (Bild 94). Für beide Systeme bleibt das SQUID - Signal Bild 94a) in frühen Ermüdungszuständen ($N \leq 50$) etwa auf dem Niveau des Ausgangszustandes (Strichlinie), bevor es bei höheren Lastwechselzahlen erheblich ansteigt. Trägt man diese Meßwerte gegen die magnetische Anzeige der Proben auf, tritt ein ausgeprägter Zuwachs bei Martensitbildung in bemerkenswertem Umfang ($[\%α'] \sim 10\%$) auf, siehe Bild 94b). Bei weiterer Erhö-

¹³⁵ Dem Fh-IzfP (EADQ Dresden) sei für die Bereitstellung des Systems gedankt

¹³⁶ Hr. Dr. L. Bär (Siemens AG, ZT MF1, Erlangen) sei für die Unterstützung der Messungen und konzeptionelle Ideen an diese Stelle recht herzlich gedankt

ung der magnetischen Anzeige steigt das SQUID - Signal deutlich flacher, mit der Tendenz zur Sättigung, an.

Abweichend von den übrigen Proben zeigt A0P 1.4550-8 (Probe 8) ein geringeres SQUID - Signal als erwartet. Die Ursache hierfür kann man in der räumlichen Darstellung der Messung (2D-Scan), vergleiche Bild 38b), erkennen. Während bei achsenparalleler Ausrichtung des Feldvektors in der Probe ein parabolisches Profil des remanenten Streufeldes beobachtet wird (konzentrische Iso - Φ_0 - Linien), zeigt Probe 8 ein asymmetrisches Profil. Daraus kann geschlossen werden, daß eine Desorientierung zwischen dem remanenten Magnetfeld und der Richtung der erzwungenen Magnetisierung vorliegt, d.h. der Vektor der remanenten Feldstärke und die Probenachse schließen einen Winkel (~ 10 bis 20°) ein. Aufgrund dieser Desorientierung, die wahrscheinlich an die Ausrichtung des entstandenen Verformungsmartensits gebunden ist, arbeitet die zweidimensionale (x - y) Messung im Abstand d in einer anderen Schnittebene des magnetischen Streufeldes. Der erfaßte Magnetfluß ist daher nicht direkt vergleichbar mit den anderen Ermüdungszuständen dieser Versuchsreihe.

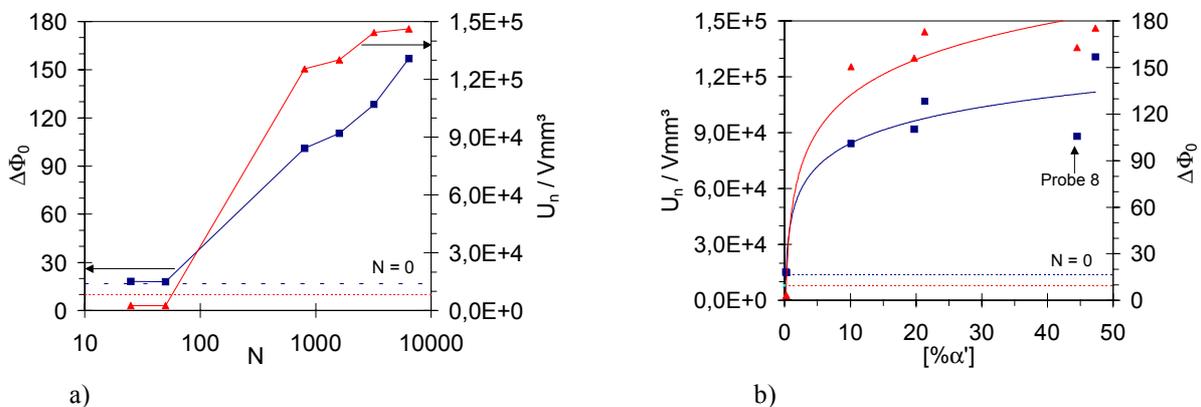


Bild 94 DC-SQUID - Signal für Ermüdungszustände und Ausgangszustand der Charge A0P 1.4550, RT, (■ abgeschirmter Aufbau, ▲ Gradiometeraufbau ohne Abschirmung, siehe 5.6.7)
a) als Funktion von der Lastwechselzahl bei $\Delta\varepsilon=1.2\%$, Proben A0P 1.4550-2 bis 7
b) als Funktion von der magnetischen Anzeige, Proben A0P 1.4550-2 bis 8

8.5.8 Wirbelstromimpedanz (AC-SQUID und Konventionelle Magnetometrie)

Das Meßsignal bei der AC-SQUID- (Abschnitt 5.6.7) und der Elotest- (Abschnitt 5.6.8) Methode kann als Vektor in der Scheinwiderstandsebene, Bild 40b), aufgefaßt werden. Der Vektor wird gekennzeichnet durch die Vektorlänge R und den Phasenwinkel θ , einer Phasenwinkelabweichung, die zwischen Probe und Referenz gemessen wird.

Die Bilder 95 bis 97 zeigen die Entwicklung der Vektorparameter beider Meßverfahren¹³⁶ als Funktion der Belastungsgrößen (Lastwechselzahl bzw. Spannungsamplitude) für die drei näher untersuchten Chargen. Für die dehnungsgesteuerte Versuchsreihe A0P 1.4550 (Bild 95) steigt der relative Vektorbetrag R für beide Meßverfahren mit fortschreitender Ermüdung deutlich an. Die zugehörigen Phasenwinkelwerte verlaufen für die SQUID - Messung in gleicher Weise. Für die Elotest - Messung ist kein so deutlicher Trend für den Phasenwinkel auszumachen, bei frühen Ermüdungszuständen werden höchste Werte gemessen.

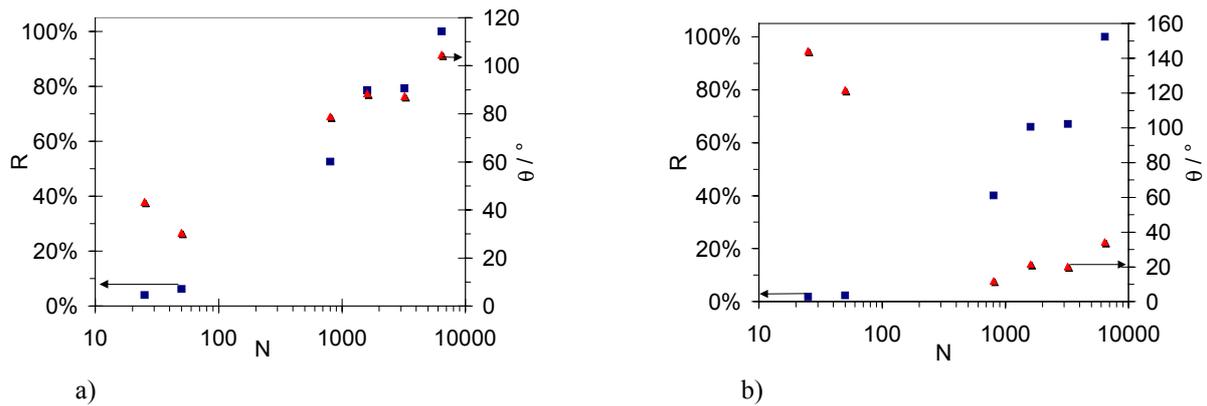


Bild 95 Wirbelstromimpedanz, Betrag R (■) und Phase θ (▲) des Scheinwiderstandes für A0P 1.4550-2 bis 7
 a) mit AC-SQUID, als Funktion von der Lastwechselzahl
 b) mit Elotest, als Funktion von der Lastwechselzahl

Für die Charge SEW 1.4550 (Bild 96) steigt der relative Vektorbetrag im gesamten Lastspektrum mit der Spannungsamplitude an. Abweichend von diesem Trend verhält sich Probe 6 (SEW 1.4550-6), die bereits bei anderen Meß- und Bewertungsverfahren systematisch als Ausreißer aufgefallen ist (Abschnitt 8.5.1 bzw. 7.4). Für den Phasenwinkel ist bei diesen Proben eine ansteigende Tendenz zu beobachten, die jedoch mit beachtlicher Streuung, bzw. mit Sättigung bei großen Lastamplituden (> 260 MPa) behaftet ist.

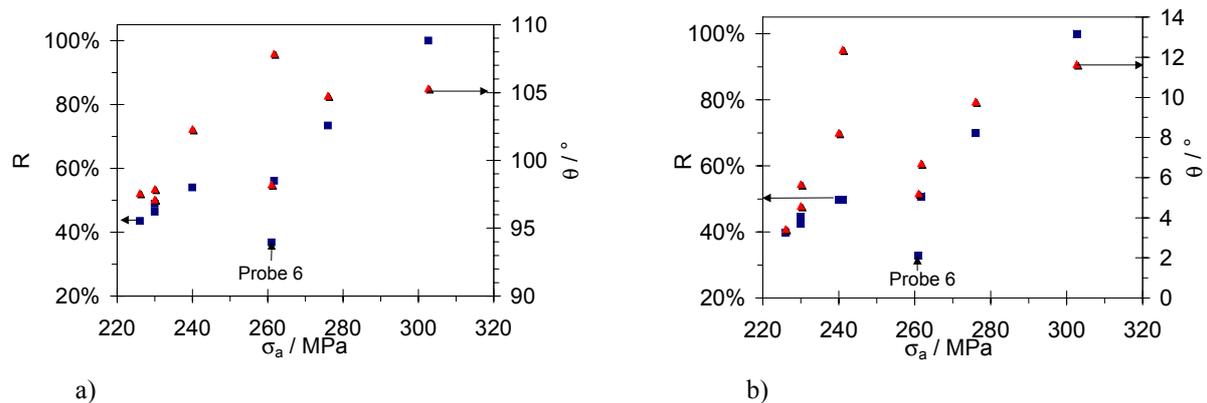


Bild 96 Wirbelstromimpedanz, Betrag R (■) und Phase θ (▲) des Scheinwiderstandes für SEW 1.4550-2 bis 10
 a) mit AC-SQUID, als Funktion von der Lastwechselzahl
 b) mit Elotest, als Funktion von der Lastwechselzahl

Die Parameter R und θ für die Charge S&C 1.4541 sind in Bild 97 dargestellt. Alle untersuchten Zustände dieser Charge fallen durch wenig ausgeprägtes ferromagnetisches Verhalten auf und zeigen keinen Zusammenhang zwischen Vektorbetrag und Spannungsamplitude. Dagegen steigt der Phasenwinkel für die SQUID - Messung, Bild 97a), monoton an. Für die Elotest - Messung weist keiner der beiden Parameter eine systematische Entwicklung auf.

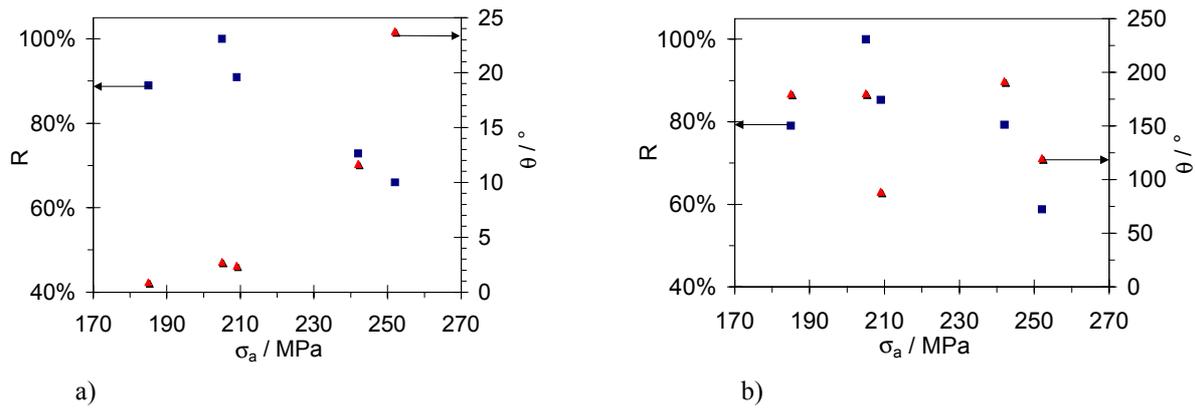


Bild 97 Wirbelstromimpedanz, Betrag R (■) und Phase θ (▲) des Scheinwiderstandes für S&C 1.4541-2 bis 5, 7, 8
 a) mit AC-SQUID, als Funktion von der Lastwechselzahl
 b) mit Elotest, als Funktion von der Lastwechselzahl

Die Empfindlichkeit der SQUID - Methode kann durch möglichst hohen Erregerstrom ausgeschöpft werden. Der Erregerstrom I wird durch das Übersteuern des Systems begrenzt und wird dementsprechend auf die Probe mit höchstem Signal eingestellt. Durch die Skalierung der Messung (Erhöhung von I) auf Proben mit geringerer Signalhöhe können frühe Ermüdungsstadien bzw. Zustände mit wenig ausgeprägten ferromagnetischen Eigenschaften empfindlicher untersucht werden, siehe Bild 98a).

Vergleicht man die gemessenen Wirbelstromparameter mit anderen Meßwerten der Proben, wird beobachtet, daß der Vektorbetrag mit der magnetischen Anzeige steigt, Bild 98b). Der Phasenwinkel nimmt tendenziell mit der magnetischen Anzeige zu, weist jedoch Sättigung oder starke Streuung auf. Für sehr niedrige magnetische Anteile [S&C 1.4541, < 0,5 % siehe Bild 85b)] besteht keine gesicherte Korrelation zu den Wirbelstromparametern.

Die Ergebnisse beider Verfahren zeigen keine signifikanten Unterschiede, die gemessenen Scheinwiderstandsbeträge haben vergleichbare Werte. Grundsätzlich sättigt der am Elotest gemessene Phasenwinkel bereits bei geringerer magnetischer Anzeige ($[\% \alpha'] \cong 1\%$) als beim SQUID - Verfahren.

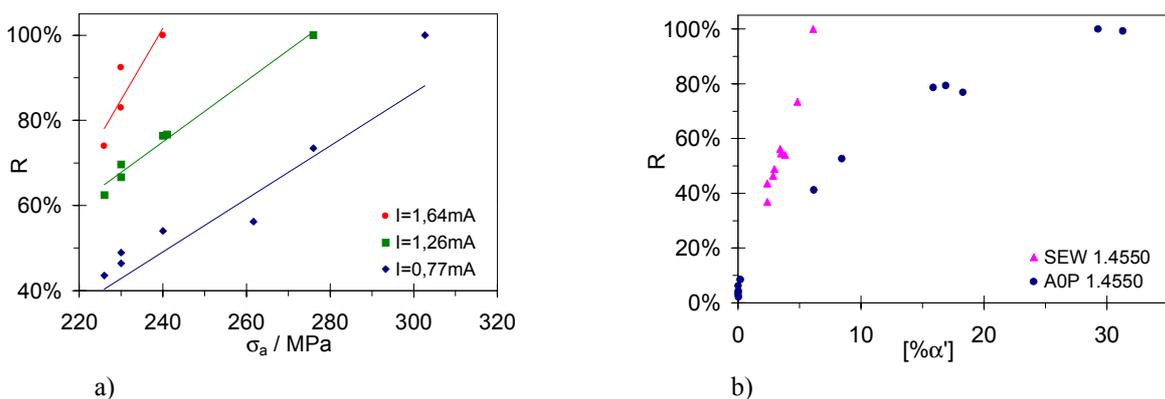


Bild 98 Betrag des Scheinwiderstandes (Vektorlänge) R bei der AC-SQUID-Messung
 a) als Funktion von der Lastamplitude, Einfluß des Erregerstroms für Proben von SEW 1.4550
 b) als Funktion von der magnetischen Anzeige (Mantelfläche) für Proben von A0P 1.4550, SEW 1.4550

9 Diskussion der Ergebnisse

9.1 Verformungsinduzierte Martensitbildung

9.1.1 Chargenabhängigkeit

Die Neigung der metastabilen austenitischen Chargen zur verformungsinduzierten Martensitumwandlung unter quasistatisch - einsinnigen Bedingungen wurde in Kapitel 6 vorgestellt. Besonders anschaulich läßt sich das chargenabhängige Verhalten anhand von dehnungs-kinetischen Parametern (Inkubationsphase, Anstiegsphase) quantifizieren, die z.B. aus Reckversuchen bestimmt werden. Der infolge definierter Deformationen erreichte Zuwachs des Martensitgehaltes ist ebenfalls ein geeigneter Parameter, um die Transformationsanfälligkeit einer Charge zu charakterisieren.

Auch bei der Wechselverformung durch Ermüdungsversuche wird die martensitische Transformation nachgewiesen, wobei eine Abhängigkeit von den zyklischen Versuchsgrößen (Spannung, Dehnung, Lastwechselzahl) besteht. Für die drei näher betrachteten Chargen werden bei vergleichbarer Ermüdungsbelastung über mehrere Größenordnungen variierende Martensitanteile erzeugt.

Vergleicht man die Resultate von quasistatischen und zyklischen Versuchen, werden die gleichen grundlegenden Entwicklungstrends analysiert, sowohl hinsichtlich der Bildungskinetik als auch der umgewandelten Phasenmenge. Die Umwandlungskinetik bei den zyklischen Versuchen weist, ebenso wie bei den quasistatischen Experimenten, deutlich voneinander unterscheidbare Inkubations- und Wachstumsphasen auf, die in allen Belastungsvarianten der drei Chargen zu erkennen sind, vergleiche Bild 82a) bis 84. Auch die quasistatisch - quantitativen Aussagen sind recht gut auf die zyklischen Experimente übertragbar. Unter ansonsten gleichen Belastungsbedingungen wird bei Ermüdungsversuchen eine Rangfolge der Chargen hinsichtlich kürzester Inkubationsphase und höchstem umgewandelten Phasenanteil von: A0P 1.4550, SEW 1.4550 und S&C 1.4541 festgestellt, wie es die quasistatischen Versuchsergebnisse, vergleiche Tabelle 12, erwarten lassen. Die Absolutwerte hängen jedoch sehr empfindlich ab von den Belastungsbedingungen, siehe Abschnitt 9.1.2 bis 9.1.5.

Die verschiedenen Methoden zum Nachweis des Martensits, siehe Abschnitt 9.1.6, zeigen weitgehende Korrelation der quantitativen Resultate. Dabei gibt es optimale Arbeitsbereiche bzw. Grenzbereiche der Anwendbarkeit, die jeweils für eine Technik spezifisch sind. Sobald Martensitumwandlung auftritt, kann der Martensitgehalt aufgrund der Vielfalt von Arbeitstechniken in jedem Konzentrationsbereich zuverlässig nachgewiesen werden.

Die Vorhersage des Auftretens von Martensitbildung bzw. des nach Wechselverformung umgewandelten Phasenanteils allein aus der Chargenzusammensetzung (chemische Analyse) anhand von Stabilitätsformeln, ist - wie schon in Abschnitt 6.5 für quasistatische Bedingungen gezeigt - sehr problematisch. Für zyklische Belastung kommt als weiteres Problem hinzu, daß die effektiv martensitbildungswirksame Deformation nur schwer zugänglich ist.

Bild 99a) stellt die nach LCF - Ermüdung erreichten Martensitgehalte einem errechneten Stabilitätskriterium gegenüber. Nach der Stabilitätsbewertung anhand verschiedener Modelle, siehe Anlage A, liegen die drei Chargen dicht beieinander. Tendenziell nimmt der Martensitanteil mit sinkender Stabilität (M_D steigt) zu. Da jedoch im Detail starke Streuung auftritt, siehe auch Abschnitt 6.5, ist eine quantitative Nutzung der Berechnungsergebnisse fraglich.

Versucht man die zu erwartende Transformationsanfälligkeit einer Charge anhand von Tiefkühltests, Bild 99b), abzuschätzen, käme es durch die beobachtete Diskrepanz zwischen me-

chanischer und thermischer Umwandlung zu großen Unsicherheiten bei der Vorhersage von Martensitbildung durch die Ermüdung. Die in der Abbildung gezeigten Datenpaare belegen, daß beispielweise die Charge S&C 1.4541 und AOP 1.4550 annähernd gleiche Zuwächse durch Unterkühlung besitzen, hingegen unterscheidet sich ihr Martensitgehalt nach Wechselverformung etwa um Faktor 5.

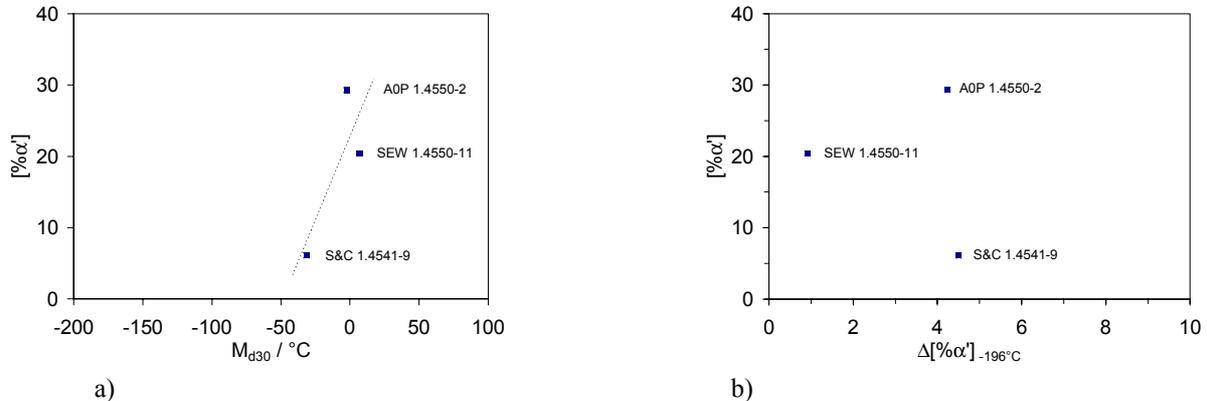


Bild 99 Vergleich des Martensitgehaltes nach LCF - Ermüdung, AOP 1.4550-2, SEW 1.4550-11, S&C 14541-9
 a) mit der nach Sjöberg (A-10) errechneten M_{D30} - Temperatur als Stabilitätskriterium
 b) mit dem Martensitgehaltszuwachs $\Delta[\% \alpha']_{-196^\circ\text{C}}$ nach Tiefkühlung

Brauchbare Vorhersagen, ob und in welchem Umfang eine metastabile Charge Verformungsmartensit bilden kann, liefern ausschließlich mechanische Experimente, z.B. Reckversuche entsprechend Bild 45, bei denen durch die Messung von Zuwachsraten nach definierter Verformung sowohl Mindestverformung als auch Anstieg und Maximalwert des Martensitgehaltes als charakteristische Parameter resultieren. Für die Übertragung dieser Stabilitätskriterien auf Wechselbelastungsbedingungen müssen verschiedene Belastungsfaktoren der Ermüdung (Temperatur, Amplitude usw. - siehe folgende Abschnitte) Berücksichtigung finden.

9.1.2 Amplitudeneinfluß

An ermüdeten Proben wird anhand verschiedener Untersuchungen der Martensitphase festgestellt, daß der bis zum Bruch gebildete Verformungsmartensitgehalt mit steigender Belastungsamplitude wächst. Dieser Zusammenhang ist durch die Meßresultate für SEW 1.4550 und S&C 1.4541 in Bild 85, 96 bis 98 belegt und wird tendenziell auch für AOP 1.4550 beobachtet. Durch die geringe Anzahl von bis zum Bruch belasteten Proben ist hier jedoch nur ein kleiner Amplitudenbereich erfaßt.

Auch in anderen Studien^{137, 25, 28} wurde gezeigt, daß der Martensitanteil mit der Dehnungsamplitude ansteigt. Bassler¹³⁷ beobachtete außerdem, daß der finale Martensitgehalt im LCF - Bereich ein Maximum besitzt und für extrem hohe Amplituden wieder sinkt. Dieser Effekt wird dem frühzeitigen Bruch ($N_B \sim 10^2$) und der dadurch gesunkenen kumulierten plastischen Dehnung zugeschrieben. Nach den Erkenntnissen über den Einfluß der Temperatur, Abschnitt 9.1.4, hat jedoch der Temperaturanstieg bei hohen Verformungen (d.h. hohen Amplituden), der in dieser Arbeit ebenfalls betrachtet wird ($\Delta T \leq 100 \text{ K}$), zumindest einen Anteil am Abfallen des Martensitgehaltes bis zum Probenversagen.

¹³⁷ BASSLER-1998

Die Endwerte des Martensitgehaltes (Bruchzustand, Bild 85) zeigen eine Amplitudenabhängigkeit um den Faktor 2 bis 4 beim Übergang von HCF zu LCF. Bezogen auf die Anwendung dieses Meßwertes als Indikatorgröße der Werkstoffermüdung folgt, daß es im Bereich der untersuchten Lastamplituden keinen Grenzwert gibt, der als Versagenskriterium herangezogen werden könnte. Statt dessen kann aus den Meßwerten ein lastamplitudenabhängiger Zusammenhang für den [% α'] - Endwert hergestellt werden.

Die dehnungsbezogene Umwandelungskinetik unterliegt ebenfalls einem Amplitudeneinfluß. Die Verläufe der magnetischen Anzeige an den einzelnen Proben, Bild 84, weisen für die unterschiedlichen Spannungsamplituden verschieden lange Inkubationsphasen auf. Mit steigender Lastamplitude sinkt die Lastwechselzahl bis zur Inkubation ($N_{\text{Inkubation}}$), siehe Bild 100.

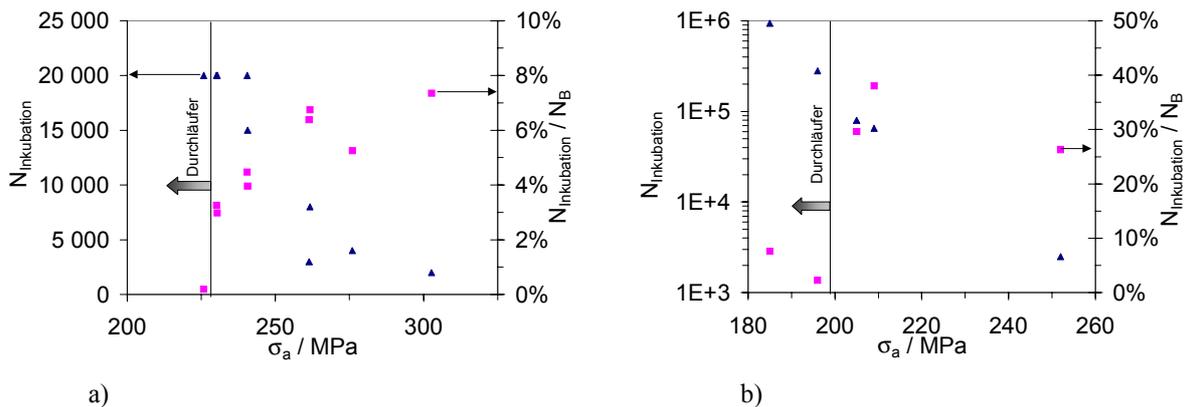


Bild 100 Länge der Inkubationsphase (\blacktriangle) absolut und (\blacksquare) relativ zur Bruchlastwechselzahl in Abhängigkeit von der Lastamplitude
 a) Charge SEW 1.4550
 b) Charge S&C 1.4541

Bezieht man $N_{\text{Inkubation}}$ auf die Lastwechselzahl bis zum Bruch, liegt diese Relation in einem chargenspezifisch recht engen Bereich. Mit Ausnahme der Durchläuferproben, die lediglich als ∞ -Tendenzpunkte in Bild 100 aufgeführt sind, beläuft sich die Inkubationsphase für SEW 1.4550 bei $\cong 5\% N_B$, wobei mit der Spannungsamplitude ein leicht ansteigender Trend ausgemacht werden kann. Für S&C 1.4541 umfassen die festgestellten $N_{\text{Inkubation}}$ ein breiteres Intervall [Bild 100b) - Ordinate logarithmisch skaliert]. Außer den Durchläuferproben hat die Inkubationsphase auch hier im Verhältnis zur Bruchlastwechselzahl einen etwa konstanten Wert, welcher für S&C 1.4541 $\cong 30\% N_B$ beträgt.

9.1.3 Einfluß der kumulierten plastischen Dehnung

Das Einsetzen und die Kinetik der martensitischen Transformation in Abhängigkeit der eingebrachten Dehnung wurde in Abschnitt 6.2 für einsinnige Verformung (Reckversuch) untersucht. Für alle drei Chargen wird nach Überschreiten einer Inkubationsphase ein näherungsweise lineares Ansteigen des Martensitgehaltes mit der plastischen Dehnung festgestellt. Um einen derartigen Zusammenhang auch für die Ermüdungsversuche betrachten zu können, müssen zunächst die Verläufe der kumulierten plastischen Dehnung nach (12) berechnet werden. Trägt man die gemessene magnetische Anzeige gegen die plastische Dehnung bzw. gegen die kumulierte plastische Dehnung auf, erhält man sowohl für die Reckversuch als auch für den Ermüdungsversuch einen gleichartigen Verlauf, dargestellt in Bild 101a) anhand von SEW 1.4550. Nach Überschreiten einer Inkubationsphase steigen die [% α'] - Meßwerte mit

guter Korrelation linear an. Aufgrund der über mehrere Größenordnungen variierenden Dehnungswerte ist die Abszisse logarithmisch skaliert. Der ausgeprägte Größenordnungsunterschied der Dehnungswerte (Inkubations- und Anstiegsphase) von Reck- und LCF - Ermüdungsversuch ergibt sich aus der physikalischen Wirkung der orientierten Dehnungszinkremente und der vereinfachten summarischen Beschreibung durch Gleichung (12). Hierin finden u.a. reversible Prozesse aufgrund der Hin- und Rückbewegung (Bauschinger - Effekt) keine Berücksichtigung. Würde man zusätzlich einen HCF - Ermüdungsversuch dieser Charge in Bild 101a) eintragen, erhöhen sich die Dehnungswerte weiter, gleichzeitig sinken der Anstieg des Kurvenverlaufes und der erreichte $[\% \alpha']$ - Endwert (Amplitudeneinfluß 9.1.2). Die Zweiphasen - Charakteristik tritt aber auch hier auf.

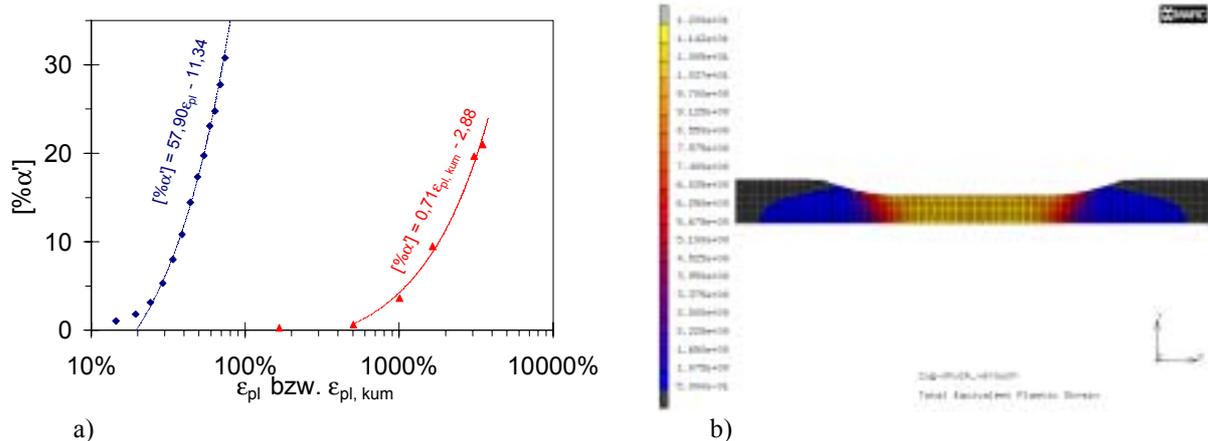


Bild 101 Einfluß der plastischen Dehnung auf die Entwicklung des Martensitgehaltes
 a) für den Reckversuch SEW 1.4550-1(♣) und für den LCF - Ermüdungsversuch SEW 1.4550-11(♣)
 b) Verteilung der kumulierten plastischen Dehnung, FEM - Simulation (2D, axialsymmetrisch geteilte Probe) nach 2000 Lastwechseln unter den Randbedingungen von Versuch SEW 1.4550-11¹³⁸

Bild 101b) zeigt in einer numerischen Simulationsrechnung, die Verteilung der kumulierten plastischen Dehnung eines dehnungsgesteuerten Wechsellastversuches mit den Randbedingungen von SEW 1.4550-11 nach 2000 Lastwechseln. Der zylindrische Dehnschaft wird relativ homogen verformt. Konischer Übergang und Einspannungsbereich erfahren jedoch ebenfalls eine beträchtliche Wechselverformung, welche die Versuchsdurchführung der positions-gesteuerten Versuche beeinflusst. Vorgehen und Technik der verwendeten FEM - Simulation sind in der Literatur¹³⁹ dargelegt.

In Abschnitt 7.4 wurde die Amplitudenabhängigkeit der integral über die Lebensdauer eingebrachten plastischen Dehnung bzw. dissipierten Energie aufgezeigt. Mit gleichem Vorgehen können kumulierte plastische Dehnung bzw. dissipierte Energie bis zum Einsetzen der Martensitumwandlung, d.h. zum Überwinden der Inkubationsphase, gewonnen werden. Die Inkubationslastwechselzahl wird aus den probenspezifischen Entwicklungskurven der magnetischen Anzeige, entsprechend Bild 82a) bis 84, entnommen. Grundsätzlich ist zu verzeichnen, daß die Inkubationsbeträge beider Summengrößen mit steigender Belastungsamplitude, Bild 102, abnehmen. Ein solches Verhalten wurde auch in anderen Arbeiten^{6,7} beobachtet. Eine nähere Betrachtung der Zahlenwerte offenbart den deutlich höheren Verformungs- bzw. Energieeintragsbedarf der Ti - stabilisierten Charge, Teilbild b) bis zum Einsetzen der Martensitbildung. Die Werte für die Nb - stabilisierte Charge, Bild 102a), verlaufen auf deutlich niedrigerem Niveau und weichen (mit Ausnahme von Ausreißerprobe 6) nur geringfügig von einem regelmäßigen Kurvenverlauf ab.

¹³⁸ Hr. H. Schoß sei für die Ausführung der FEM - Simulation gedankt

¹³⁹ LEMKE-1997

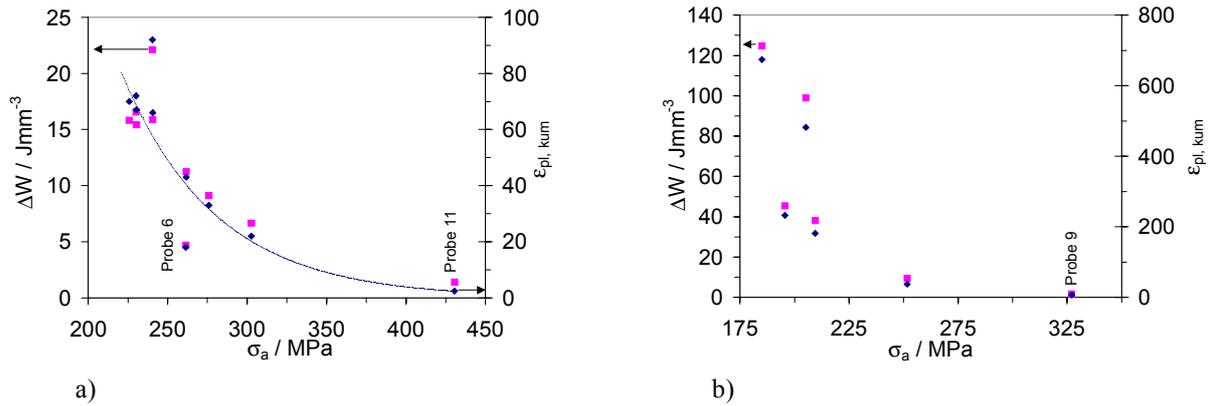


Bild 102 Kumulierte plastische Dehnung $\epsilon_{pl, kum}$ (◆) (12) und dissipierte Energie ΔW (◆) (13) bis zum Einsetzen der Martensitbildung als Funktion von der Spannungsamplitude σ_a
 a) SEW 1.4550, Ausreißer: Probe SEW 1.4550-6, dehnungsgesteuertes Experiment: SEW 1.4550-11
 b) S&C 1.4541, dehnungsgesteuertes Experiment: S&C 1.4541-9

Die chargenspezifischen Inkubationswerte von kumulierter Verformung bzw. Energie unterliegen einem nicht proportionalen Einfluß des Belastungsbereiches. Für LCF - Belastung liegt die dissipierte Inkubationsenergie für die drei Chargen etwa in der gleichen Größenordnung, siehe Bild 103a). Die Differenz der Beträge belegt die unterschiedliche Transformationsfreudigkeit der Chargen, die für kleinste Energiebeträge (AOP 1.4550) am höchsten ist. Im Fall von HCF - Belastung, Bild 103b), bleibt die Rangfolge der Chargen gleich - die Betragsunterschiede haben sich jedoch vergrößert. Insbesondere für die transformationsträge Charge S&C 1.4541 ist der Energiebedarf bis zum Einsetzen der Martensitbildung überproportional im Vergleich zu den anderen beiden Stählen angestiegen und für Ermüdung im HCF - Bereich etwa um eine Größenordnung höher.

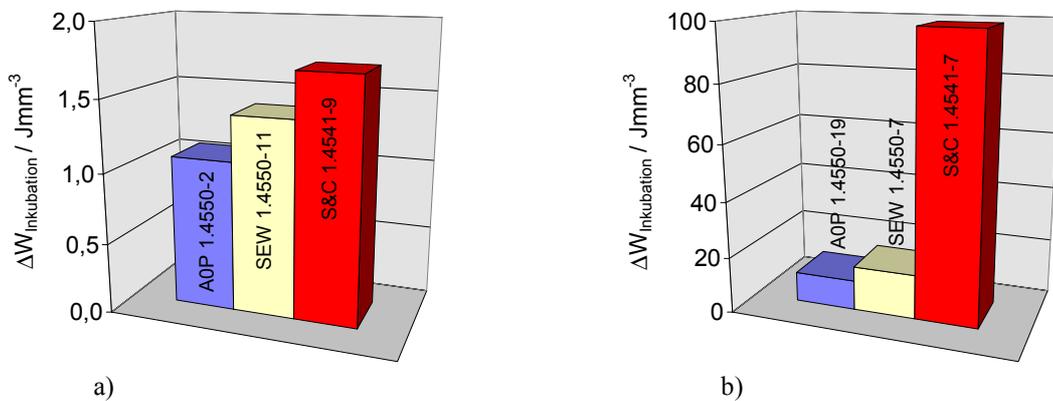


Bild 103 Dissipierte Energie bis zum Einsetzen der Martensitbildung $\Delta W_{Inkubation}$ an drei Chargen
 a) für dehnungsgesteuerte LCF - Versuche, $\Delta\epsilon = 1,2\%$
 b) für spannungsgesteuerte HCF - Versuche, $N_B \sim 0,34 \cdot 10^6$

Die Ursache für das markant unterschiedliche Verhalten von LCF und HCF läßt sich anhand der Amplitudenabhängigkeit von Dehnung bzw. Energie des einzelnen Lastwechsels und seiner kumulierten Wirkung veranschaulichen. Zunächst geht man davon aus, daß eine Mindestenergie (ϵ_{krit} - effektive plastische Verformung) zum Auslösen der Martensitbildung überschritten werden muß. Diese setzt sich zusammen aus dem wirksam kumulierten Anteil der Dehnungsamplituden $\epsilon_{pl, kum}^*$, d.h. nach Abzug reversibler Beiträge, und der plastischen Dehnungsamplitude $\epsilon_{a, pl}(N_{Inkubation})$ bei merklichem Einsetzen der Phasenumwandlung, siehe

Gleichung (42). Der wirksame Anteil $\epsilon_{pl,kum}^*$ ist dabei sehr viel kleiner als die nach Gleichung (12) berechnete kumulierte Wechseldehnung, er ist jedoch nicht ohne weiteres erfaßbar.

$$\epsilon_{krit} = \epsilon_{pl,kum}^*(N_{Inkubation} - 1) + \epsilon_{a,pl}(N_{Inkubation}) \quad (42)$$

$$\text{wobei } \epsilon_{pl,kum}^*(N) \ll \epsilon_{pl,kum}(N)$$

Die plastische Dehnungsamplitude eines Lastwechsels steigt mit der angelegten Spannungsamplitude und hat in der Phase bis zum Einsetzen der Martensitbildung (Ende Abschnitt II - Entfestigung) die höchsten Werte, siehe Bild 58. Für kleine Lastamplituden (HCF - Bedingungen) wird ϵ_{krit} durch den wirksam kumulierten Dehnungsanteil $\epsilon_{pl,kum}^*$ dominiert. Für steigendes Spannungsniveau, d.h. Tendenz LCF, gewinnt der Dehnungsbeitrag einzelner Lastwechsel zum Erreichen von ϵ_{krit} an Bedeutung. Somit verschiebt sich in (42) das Verhältnis vom effektiv kumuliertem Dehnungsanteil zum Dehnungsbeitrag des einzelnen Lastwechsels. Die errechnete kumulierte plastische Dehnung (12) bzw. dissipierte Energie (13) bis zum Einsetzen der Martensitbildung sinkt deshalb mit steigender Belastungsamplitude.

9.1.4 Einfluß der Versuchssteuerung

Die Entwicklung des Martensitanteils in spannungs- oder dehnungsgesteuerten Ermüdungsversuchen ist unterschiedlich. Der Verlauf weist in beiden Fällen grundsätzlich zwei Entwicklungsperioden auf: der Inkubationsphase folgt der Abschnitt ununterbrochener Erhöhung des [% α'] - Anteils bis zum Bruch. Die Menge des bis zum Bruch gebildeten Martensits kann bei dehnungsgesteuerten Versuchen, Tabelle 12, merklich größer sein und dem in quasistatischen Versuchen erreichten Niveau nahe kommen. Die Resultate der Versuche sind wegen der unterschiedlichen Dehnungszustände nicht unmittelbar vergleichbar. Auffällig ist jedoch, daß am Ende dehnungsgesteuerter LCF - Versuche für alle Chargen recht genau 2/3 des beim Reckversuch gemessenen Martensitanteils vorliegen.

Tabelle 12 Magnetische Anzeige für spannungs- und dehnungsgesteuerte Ermüdungsversuche (#) im LCF - Bereich beim Bruch, Maximalwerte an der Oberfläche, Vergleich mit quasistatischen Experimenten (+)

Charge	spannungsgesteuert [#]	dehnungsgesteuert [#]	Reckversuch ⁺	Druckversuch ⁺
A0P 1.4550	6,2 % ¹⁴⁰	29,3 %	46,7 %	-
SEW 1.4550	6,1 %	20,4 %	30,8 %	48,8 %
S&C 1.4541	0,3 %	6,1 %	9,2 %	31,5 %

Dehnungsgesteuerte Bedingungen sind kritischer für die martensitische Umwandlung, weil durch die konstant gehaltene Dehnungsamplitude die Spannung infolge der Verfestigung ansteigt. Die Phasenumwandlung, die selbst ein bedeutender Träger der Verfestigung ist, bewirkt daher keine Selbsthemmung. Hingegen bleibt die Spannungsamplitude bei spannungsgesteuerten Versuchen konstant, gleichzeitig nimmt die Dehnung wegen der Verfestigung ab, der reversible Dehnungsanteil steigt. Man kann unter diesen Bedingungen von einer Selbsthemmung der martensitischen Transformation sprechen, die sich in einem flacheren Anstieg der Entwicklungskurven, Bild 82a) bis 84, bemerkbar macht.

Dieser Vergleich zeigt, daß der absolute Wert des magnetischen Anteils wegen des Einflusses der Belastungsverhältnisse für sich allein kein aussagekräftiger Bewertungsparameter ist.

¹⁴⁰ Probe A0P 1.4550-19 ($N_B=4 \cdot 10^5 \cong$ unterer HCF - Bereich), da σ - gesteuerte LCF - Versuche nicht verfügbar

9.1.5 Einfluß der Versuchstemperatur

Der Einfluß der Umgebungstemperatur auf die Martensitbildung wurde bereits in Reckversuchen unter quasistatischen Bedingungen, siehe Bild 47 in Abschnitt 6.2 getestet. Dabei wurde für alle Chargen festgestellt, daß der bis zum Bruch gebildete Martensitanteil mit steigender Temperatur gravierend sinkt. Bei isothermen Ermüdungsversuchen (bis 300°C) an A0P 1.4550 wird diese Abhängigkeit des Umwandlungsverhaltens reproduziert, siehe Bild 81. Das belegt, daß man durch Reckversuch das Umwandlungsverhalten für LCF recht gut vorhersagen kann. Für die Martensitbildung selbst folgt hieraus, daß die größere Stabilität des Austenits bei erhöhter Temperatur zu einer deutlichen Verringerung des umgewandelten Phasenanteils führt. Unter diesen Bedingungen kann im Probenvolumen Martensit bis 150°C und auf der Bruchfläche bis 200°C nachgewiesen werden.

Es ist bekannt, daß die Stabilität des Austenits bei einer bestimmten Temperatur unter anderem sehr empfindlich von der Legierungszusammensetzung abhängt. Deshalb muß die Stabilität für jede Charge separat bewertet werden. In anderen Arbeiten wurde bei erhöhter Temperatur eine stärkere Martensitbildung als bei den hier untersuchten Proben beobachtet. Daß Bassler et al.¹³⁷ in einem Ti - stabilisierten Stahl, der bei 300°C ermüdet wurde, magnetische Anteile zwischen 1 und 4% fanden, belegt die starke Chargenabhängigkeit des Temperatureinflusses.

Für die praktische Anwendung bei Experimenten folgt hieraus, daß eine sensible Temperaturüberwachung einschließlich der Erwärmung durch die Wechseldehnung (Frequenz- und Amplitudeneinfluß) erfolgen muß, um das verformungsinduzierte Umwandlungsverhalten korrekt zu beschreiben.

Für Charakterisierung der Ermüdungsschädigung an Bauteilen folgt aus dem ermittelten Temperatureinfluß zusätzlich, daß die Anwendung auf einen relativ niedrigen Temperaturbereich eingeschränkt ist. Andererseits treten höhere Belastungen oft bei niedrigeren Temperaturen von Kraftwerksbauteilen auf. Spannungsberechnungen von Golembiewski et.al.⁴, die auf Temperaturmessungen an einer Ausgleichsleitung basieren, haben gezeigt, daß die höchsten Belastungen infolge Schichtungsbildung während transientser Betriebszustände bei den tiefsten Temperaturen vorkommen.

Daß ein Rückumwandlung des Martensits erst bei relativ hohen Temperaturen (> 400°C) erfolgt, wurde in Experimenten (Abschnitt 6.4) gezeigt und ist auch in der Literatur⁷⁴ belegt. Trotz einer Erwärmung (Anlagenbetrieb) oberhalb des Temperaturbereiches, in dem Martensit gebildet wird, bleibt der bei tieferen Temperaturen (An- und Abfahren der Anlage) erzeugte Martensit erhalten und kann zur Bewertung des Bauteils herangezogen werden.

9.1.6 Aussagekraft und Anwendbarkeit verschiedener Nachweismethoden und -größen, weitere Einflußfaktoren

Die Bildung von α' -Martensit wird von einer Änderung der Kristallstruktur und der physikalischen Eigenschaften begleitet. Für die Erfassung des Verformungsmartensits ist das von großem Vorteil, da sowohl die Beugung elektromagnetischer Wellen als auch eine Vielzahl magnetischer Verfahren für Nachweis und Quantifizierung in Frage kommen. Dabei sind sowohl der Phasenanteil als auch die Eigenschaften des Martensits (magnetische Kenngrößen, Textur, Spannungszustand ...) als ermüdungsbeeinflusste Größen von Interesse. Aufgrund der physikalischen Hintergründe und gerätetechnischer Randbedingungen existieren für die getesteten Untersuchungsverfahren unterschiedliche Empfindlichkeiten und günstige Anwendungs-

bereiche hinsichtlich des nachzuweisenden Gehaltes. Bild 104 zeigt eine Gegenüberstellung der Meßgrößen (skaliert auf ihren Höchstwert), die für LCF-Ermüdung an Charge A0P 1.4550 mit den verschiedenen Verfahren bei fortschreitendem Erschöpfungsgrad D ermittelt wurden. Mit Ausnahme der Koerzitivfeldstärke steigen alle Meßgrößen mit D . Anhand der Kurvenverläufe können für die verschiedenen Ermüdungsstadien, d.h. entsprechende Martensitgehalte, Untersuchungsverfahren nach ihren optimalen Arbeitsbereichen zugeordnet werden.

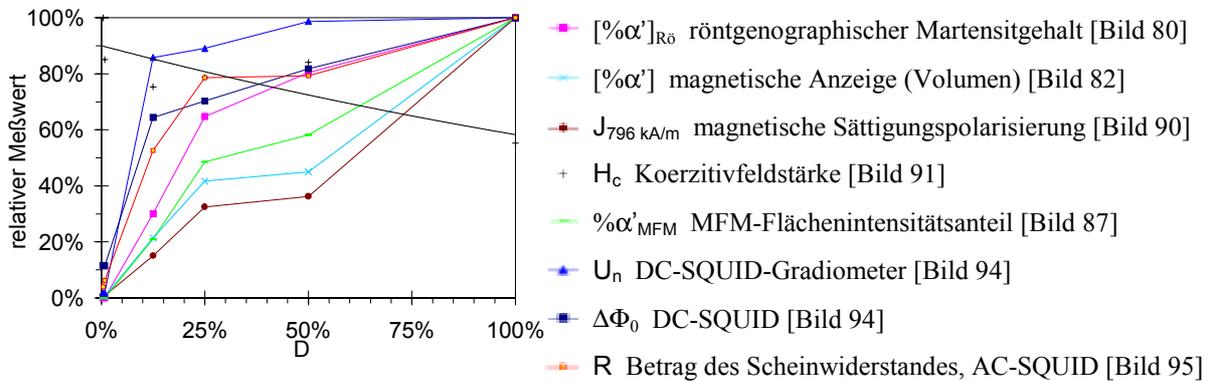


Bild 104 Vergleich von Untersuchungsverfahren basierend auf der Bildung von Martensit, Entwicklung der relativen Meßwerte (bezogen auf Maximalwert) im Verlauf der Ermüdung, Probe A0P 1.4550-2 bis 7

Vergleicht man die Kurvenverläufe in Bild 104, sind zwei Grenzfälle zu unterscheiden, zwischen denen alle erprobten Verfahren einzuordnen sind:

- I.) überproportionales Verhalten (Anstieg zu Beginn $\gg 1$)
- II.) proportionales Verhalten (Anstieg ≈ 1)

Verfahren der Art I.), wie z.B. die DC- und AC-SQUID - Methoden, sprechen bereits bei kleinsten Martensitgehalten bzw. in frühen Ermüdungsstadien empfindlich an, wohingegen sich ihr Signal für höhere Martensitgehalte sättigt. Nahezu proportionales Verhalten der Art II.), d.h. gleichmäßige Signalerhöhung über die gesamte Lebensdauer zeigt vor allem die magnetische Anzeige. Gleichartig zu diesem permeabilitätsbasierenden Verfahren verhält sich der MFM - Flächenintensitätsanteil (remanenzbasierend) und die Sättigungspolarisierung. Daß die Sättigungsmagnetisierung (FONER - Magnetometer) linear mit dem Volumenanteil an Martensit ansteigt, ist in der Literatur¹⁴¹ belegt. Die Koerzitivfeldstärke ist ebenfalls als Merkmal der Art II.) einzustufen, sie hat jedoch einen negativen Anstieg.

Zwischen den beiden Grenzfällen liegt die röntgenographische Phasenanalyse, die als einziges der hier verglichenen Verfahren auf den kristallographischen Eigenschaften des Martensits beruht. Hierbei ist zu beachten, daß die untere Nachweisgrenze (Mindestgehalt) bei ca. $[\% \alpha']_{R0} \approx 2\%$ liegt, durch entsprechende Präzisionsgeräte läßt sich diese Einschränkung jedoch verringern.

Die realisierbare Eindringtiefe (verfahrensspezifisch) in Bezug auf die in der praktischen Anwendung tatsächlich zu prüfenden Bereiche und die Störungsanfälligkeit unter technischen Bedingungen sind weitere Auswahlkriterien für das Verfahren.

Bei der Messung der ferromagnetischen Eigenschaften des Martensits wurde außerdem festgestellt, daß ein z.T. stark ausgeprägter Einfluß des mechanischen Spannungs - Dehnungszustandes auf die gemessenen Größen besteht. Veränderungen der Magnetisierung durch mechanische Dehnung sind in der Literatur als Villari - Effekt oder inverse Magnetostriktion

¹⁴¹ BOTSHEKAN-1997

bekannt. Als Modellvorstellung dieses Phänomens bewirkt die Belastung mit einer mechanischen Spannung eine Verzerrung (Scherung) der magnetische Hystereseschleife, wodurch sich die Permeabilität verändert.^{142, 143} Infolge dessen ist die mit dem Ferritscope gemessene magnetische Anzeige nicht nur vom tatsächlichen magnetische Phasenanteil (Martensitgehalt), sondern auch vom aktuellen Spannungs - Dehnungszustand abhängig. Die Änderungen der magnetischen Eigenschaften können sich asymmetrisch unter Zug und Druck verhalten.¹⁴⁴ Hecker et al.³⁵ stellten fest, daß die Sättigungsmagnetisierung unter dem Einfluß der Dehnung (Zug) einen größeren Anstieg als die Permeabilität aufweist.

Im Hinblick auf die Beeinflussung der Martensitgehaltsbestimmung mit dem Ferritscope aber auch auf eine Eignung des Änderungsbetrages als charakteristischen Parameter wurde dieses Phänomen (Villari - Effekt) näher untersucht. Bei magnetinduktiven Messungen, die Ermüdungsversuche begleiteten, wurde das Meßsignal unter dem Einfluß kontrollierter quasi-statischer Spannungs - Dehnungszustände, nach Bild 22, über den gesamten Lebensdauerbereich erfaßt. Hierdurch wird der mechanischen Hystereseschleife eine magnetische Dimension zugeordnet, die in Bild 105a) als magnetomechanische Hysterese - Kurve dargestellt ist. Die räumliche Abbildung, hier am Beispiel einer SEW 1.4550 - Probe bei HCF, beinhaltet eine Vielzahl von Informationen. Die magnetische Anzeige steigt beim Übergang von Druck nach Zugspannung (rot - blauer Farbverlauf der Symbole), wobei eine Sättigung oder sogar ein Abfallen bei Erreichen der Zugspannungsamplitude auftritt. Betrachtet man zunächst eine Projektion der Werte auf die Basisfläche ($\sigma - \varepsilon$), findet man die typische mechanische Hysterese für diesen Belastungsbereich, deren Entwicklung auch in Bild 59 gezeigt ist. Die Projektion der Meßpunkte auf die Diagrammwände, d.h. in die $[\% \alpha'] - \sigma$ bzw. $[\% \alpha'] - \varepsilon$ - Ebene, zeigt, daß der Verlauf der magnetischen Anzeige sehr eng an die Dehnung gekoppelt ist (schmale Kurve), hingegen weist der Spannungsverlauf dieses Meßwerts, entsprechend der eingebrachten plastischen Dehnung, eine breite Hysterese auf.

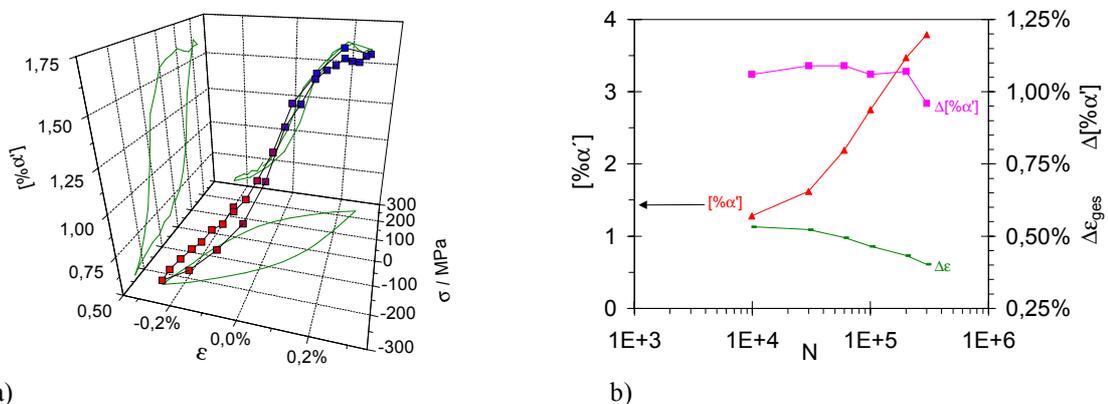


Bild 105 Villari - Effekt für kleine Dehnungen (HCF), SEW 1.4550-7 Position 5

- a) Magnetomechanische Hystereseschleife für $N = 30\,000$, Meßwerte von Druck (■) bis Zug (■) und Projektionen (grün) der Größen
 b) Entwicklung von magnetischer Anzeige bei $\sigma = -0$ (▲), ihrer maximalen Änderung (■) und der Dehnungsschwingbreite (■) im Lastwechsel

Erfaßt man den gemessenen Villari - Effekt, d.h. die maximale Änderung der magnetischen Anzeige $\Delta[\% \alpha']$ über die gesamte Lebensdauer, z.B. Bild 105b), ist festzustellen, daß der Wert zu Versuchsbeginn und mit steigendem Martensitgehalt zunächst wächst. Mit fortschreitender Ermüdung sinkt die Dehnungsschwingbreite (plastisch und gesamt) aufgrund der

¹⁴² BURKE-1986

¹⁴³ SABLİK-1987

¹⁴⁴ SABLİK-1997

Verfestigung, siehe Abschnitt 9.3, die Verringerung der Dehnung bei steigendem Martensitgehalt wird von dem Parameter $\Delta[\% \alpha']$ nachvollzogen. In besonders guter Übereinstimmung verlaufen die Kurven für kleine Dehnungen, d.h. im HCF - Bereich. In experimentellen Arbeiten von Kaleta^{145, 146} werden Ansätze für die Nutzung des Villari - Effektes zur Verfolgung des Ermüdungsprozesses, auch im System $\gamma - \alpha'$, untersucht.

Für höhere Dehnungen tritt, wie bereits in Bild 105a) ansatzweise erkennbar, eine Trendänderung auf. Im Zugbereich läuft die magnetische Anzeige über ein Maximum und sinkt bei weiterer Erhöhung von Spannung bzw. Dehnung. Je stärker die Belastung gesteigert wird, um so ausgeprägter ist dieser Effekt, Bild 106. Bei Experimenten im unteren LCF - Bereich ist der Meßwert bei anliegender Zugamplitude sogar das absolute Minimum im Lastwechsel. Während der Entlastung steigt $[\% \alpha']$. Im Druckbereich sinkt die magnetische Anzeige erwartungsgemäß, jedoch sind die Werte wegen der Veränderungen im Zugbereich verschoben. Der Parameter $\Delta[\% \alpha']$ hat für diesen Beanspruchungsbereich keine eindeutige physikalische Bedeutung, da die verglichenen Extremwerte in nicht definierten Lastzuständen (Zug / Druck) auftreten, welche sich auch im Verlauf der Ermüdung verlagern können. Andererseits ist ein sehr dichtes Meßraster, günstigstenfalls kontinuierliche Meßweise, notwendig, um die tatsächlichen Extremwerte erfassen zu können. Die errechneten Werte für $\Delta[\% \alpha']$ ergeben deshalb hier, über die Lebensdauer betrachtet, keine konsistenten Verläufe.

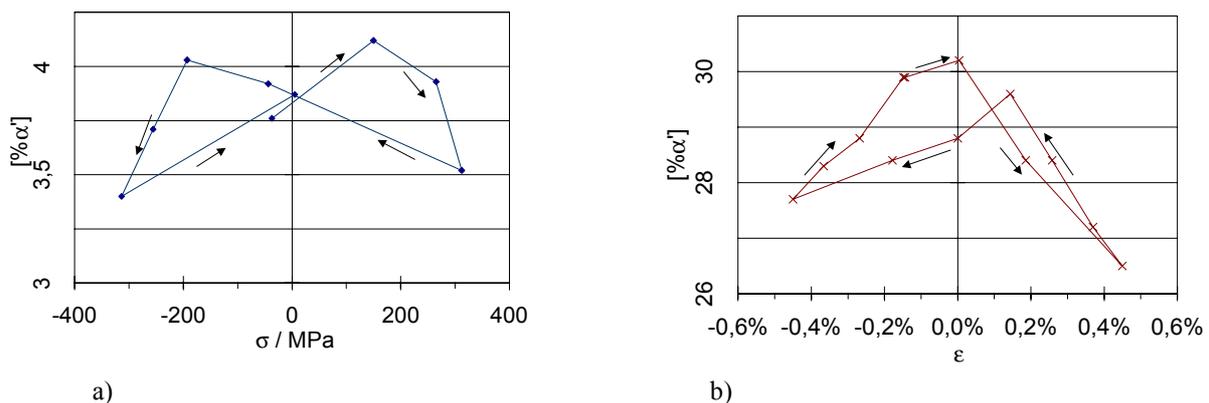


Bild 106 Villari - Effekt für große Dehnungen (LCF), Magnetische Anzeige in Abhängigkeit
a) von der Spannung für Probe S&C 1.4541-9, N = 2 000, Position ②
b) von der Dehnung für Probe A0P 1.4550-MP3, N = 4 000, Position ③

Die Änderung der magnetischen Anzeige und ihr asymmetrisches Verhalten steht unter dem Einfluß verschiedener Effekte:

- I. Der Martensitgehalt (Volumenanteil) erfährt innerhalb eines Lastwechsels keine (reversible) Veränderung in bemerkenswertem Umfang, Neutronenbeugungsexperimente von Taran et al.¹⁴⁷ haben gezeigt, daß eine Zunahme des Martensitgehaltes erst bei sehr hohen Spannungen ($> 400 \text{ MPa}$) auftritt.
- II. Die Permeabilität ist aufgrund der Spannungsanisotropie, Abschnitt 5.6.1, abhängig von der mechanischen Belastung

Dabei wird die Permeabilität (II.) durch die Kombination aus Last- und Eigenspannungen während der Wechselbeanspruchung in einem zweiphasigen Gefüge (spezifische mechanische Kenngrößen der beiden Phasen) komplex beeinflusst und führt zu dem z.T. beobachteten asymmetrischen Verhalten, von dem auch in der Literatur¹⁴⁴ berichtet wird. Der Einfluß von

¹⁴⁵ KALETA-1996

¹⁴⁶ KALETA-1998

¹⁴⁷ TARAN-2000

lokalen Spannungen (in Martensit / Austenit) kann an der Entwicklung der Meßwerte direkt nach Umkehr der Belastungsrichtung erkannt werden. Auch bei „kleinen“ Dehnungen, siehe Bild 105a), wird nach der Entlastung (von der Zugspannungsamplitude her kommend) ein Ansteigen von $[\% \alpha']$, bzw. ein Plateau auf hohem Niveau, systematisch beobachtet.

Für die praktische Anwendung (am Bauteil) von Prüfverfahren auf der Grundlage der magnetischen Permeabilität folgt aus dem Villari - Effekt, daß mechanische Belastungen zu berücksichtigen sind. Für niedrige magnetische Anteile ($<1\%$) ist der Einfluß gering, für höhere magnetische Anteile wurden jedoch beträchtliche Effekte beobachtet. Um zuverlässige und vergleichbare Ergebnisse zu erzielen, müssen Messungen bei gleichem Spannungs - Dehnungszustand durchgeführt werden, bzw. muß dessen Wirkung unter den konkreten Bedingungen bekannt sein, um die Messung korrigieren zu können.

9.2 Versetzungsanordnung

Aus der Literatur ist bekannt, daß sich durch Wechselbelastung charakteristische Anordnungen der Versetzungen im Austenit einstellen, die von den Werkstoffeigenschaften und den Ermüdungsbedingungen abhängen, siehe Abschnitt 3.1. Die Ergebnisse der TEM - Gefügeuntersuchungen an ermüdeten Proben (Abschnitt 8.2.2) sind mit diesen Erkenntnissen zur Ausbildung von zellularen, ebenen bzw. offenen Anordnungen vergleichbar. Bild 107 zeigt die schematische Einordnung beobachteter Zustände in das Modell nach Bild 15a). Dabei wurde die Stapelfehlerenergie nach verschiedenen Formeln für die drei eingehend untersuchten Werkstoffe berechnet, siehe Anlage K. Die aus den Analysedaten für AOP 1.4550, SEW 1.4550 und S&C 1.4541 bestimmten γ_{SFE} liegen dicht beieinander. Größere Unterschiede zwischen den Werten lassen sich weder zwischen den Modellen noch den Chargen ausmachen, γ_{SFE} befindet sich auf einem Niveau von ca. $30 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$, welches in Bild 107 als Streuband (■) dargestellt ist. Dieser γ_{SFE} - Linie sind die Gefüge verschiedener Chargen und Belastungen zugeordnet. Klar erkennbar ist, daß sich für niedrige Bruchlastwechselzahlen, d.h. hohe Amplituden, geschlossene Versetzungsanordnungen (Zellstruktur) bilden.

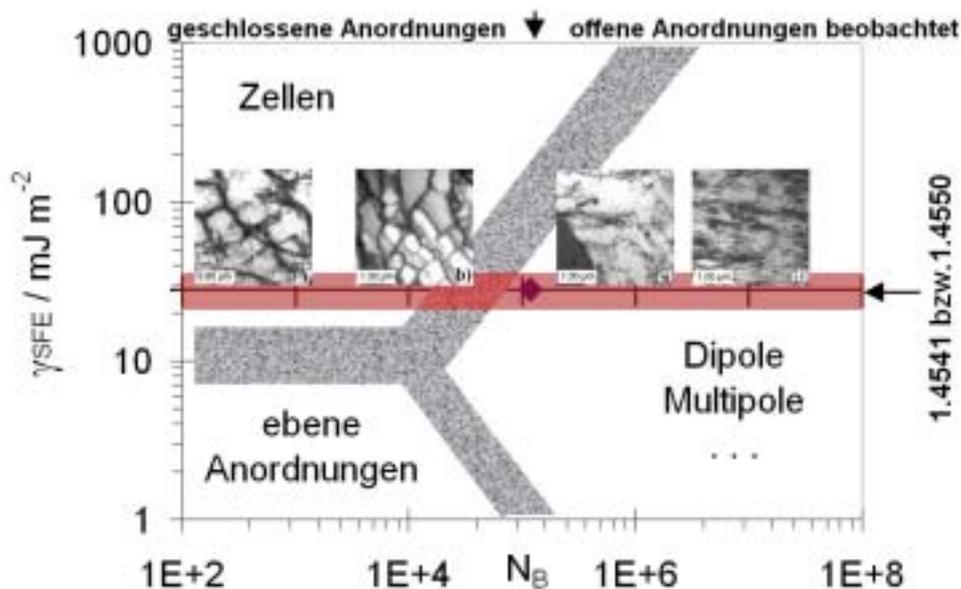


Bild 107 Ausbildung der Versetzungsanordnung unter dem Einfluß von Lastwechselzahl und Stapelfehlerenergie mit Einteilung (■) der Bereiche nach ⁴⁰, berechnete γ_{SFE} (■, siehe Anlage K), Gefügebilder: a) SEW 1.4550-11 b) S&C 1.4550-8, c) SEW 1.4550-3 und d) SEW 1.4550-4, Grenzbereich (◆) für die Beobachtung geschlossener Anordnungen

Die Ausbildung von solchen wohldefinierten Versetzungszellanordnungen, die vergleichbar auch an AISI 304 beobachtet wurden¹⁴⁸, geschieht nur oberhalb bestimmter Lastamplituden. Für SEW 1.4550 und S&C 1.4541 entstehen derartige Versetzungskonfigurationen, wenn die angelegte Spannungsamplitude 262 MPa bzw. 205 MPa übersteigt. Diese beobachteten Grenzwerte fallen sehr genau mit den 0,2-Dehngrenzen $R_{p0,2}$ der beiden Werkstoffe, siehe Tabelle 7, zusammen. Vergleicht man die zugehörigen Bruchlastwechselzahlen dieses Grenzbereiches (• in Bild 107) mit dem aus der Literatur⁴⁰ entnommenen Schema, ist recht gute Übereinstimmung zu verzeichnen. Mit $N_B \approx 2 \cdot 10^5$ liegt der Grenzwert etwas höher, was neben dem chargenspezifischen Verhalten auch der Beobachtungsmethode (Schwellwert für σ_a unterhalb dem Zellanordnung verschwindet) und der statistischen Absicherung des Wertes (geringe Versuchsanzahl) zuzuordnen ist.

Für hohe Bruchlastwechselzahlen, d.h. für HCF, sind dagegen nur offene Versetzungsanordnungen festzustellen. Bemerkenswert ist, daß für Durchläuferproben mit $N_B > 10^7$, siehe Bilder 74 bzw. 75a), parallel in den Körnern verlaufende Versetzungsvenen auftreten. Dieser Befund zeigt anschaulich, daß im Werkstoffvolumen Gefügeveränderungen gegenüber dem Anlieferzustand auftreten, noch bevor Rißbildungs- und Rißwachstumsphase dominieren. Die Ausprägung dieser für HCF typischen Merkmale ist jedoch sehr inhomogen und auf einzelne Körner konzentriert (Dehnungslokalisierung)⁴¹.

Die Tendenz zu offenen Versetzungsanordnungen für steigende Bruchlastwechselzahlen ist auch in den dehnungsgesteuerten Versuchen AOP 1.4550-2/-8/-13 bei abnehmender Ausprägung der Zellen zu beobachten.

9.3 Verfestigungsverhalten

Die Erfassung der zyklischen Spannungs - Dehnungs - Entwicklung, siehe Abschnitt 7.1 und 7.2, zeigt für fortgeschrittene Ermüdung (Phase III) eine Verfestigung des Werkstoffs. Träger dieses Verfestigungsverhaltens ist vor allem die verformungsinduzierte Bildung von Martensit. Überlagert man für die unterschiedlichen Experimente die Entwicklung der mechanischen Antwortgröße und der magnetische Anzeige (Bild 108), offenbart sich der verfestigende Einfluß des Verformungsmartensits. Das Teilbild a) zeigt für zwei Spannungsamplituden, daß sich die Dehnungsschwingbreite $\Delta\varepsilon$ reduziert, sobald die Bildung von Verformungsmartensit einsetzt. Mit dem Ansteigen des Martensitgehaltes nimmt die Dehnungsschwingbreite weiter ab. Auch in anderen Arbeiten^{37, 49} wurde die Koinzidenz von sekundärer Verfestigung und Martensitbildung für die untersuchte Werkstoffgruppe beobachtet. Für eine Charge mit deutlich niedrigeren Festigkeitswerten und geringer Neigung zur Martensitbildung, Bild 108b), wird ebenfalls eine umwandlungsbedingte Verfestigung festgestellt. Mit dem Einsetzen der Martensittransformation wird die Dehnungsschwingbreite stabilisiert und steigt nicht weiter an. Aufgrund des geringen Phasenanteils an Martensit hat die Verfestigung ein sehr geringes Ausmaß, so daß es nicht zu markantem Sinken der Dehnungsschwingbreite kommt. Bemerkenswert für diesen Stahl ist, daß bei kleinen Spannungsamplituden ($\ll R_{p0,2}$) eine kontinuierliche Verfestigung auftritt, die vom Aufbau planarer Versetzungsanordnungen getragen und durch die Bildung des Verformungsmartensits zusätzlich verstärkt wird.

¹⁴⁸ ALTENBERGER-1999

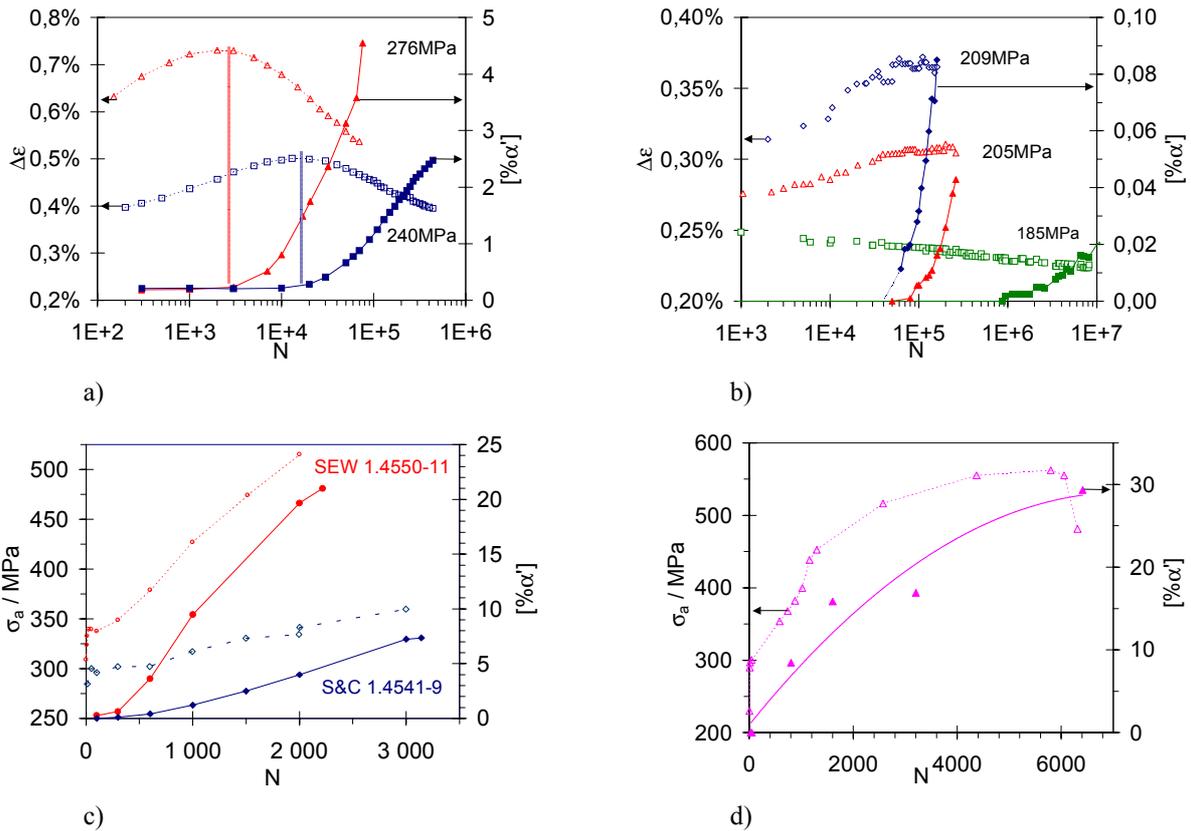


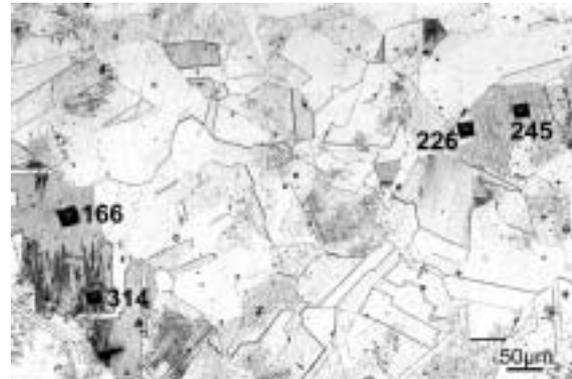
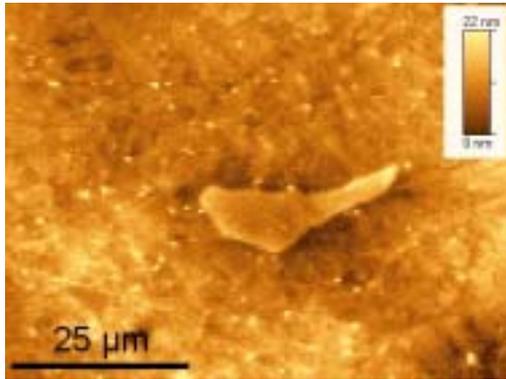
Bild 108 Gegenüberstellung: Entwicklung von mechanischer Antwort $\Delta\epsilon$ bzw. σ_a (Strichlinie, offene Symbole) und der magnetischer Anzeige an der Oberfläche (durchgehende Linie, gefüllte Symbole) für spannungsgest. Versuche a) SEW 1.4550-5 und 8 bei $\sigma_a = 240$ (blau) bzw. 276 MPa (rot) b) S&C 1.4541-4, 5 und 7, $\sigma_a = 209$ (blau), 185 (grün) bzw. 205 MPa (rot) dehnungsgest. Versuche c) SEW 1.4550-11 (rot) und S&C 1.4541-9 (blau) bei $\Delta\epsilon = 1,2\%$ d) AOP 1.4550-2 bis 7 bei $\Delta\epsilon = 1,2\%$

Der direkte Einfluß des Martensitgehaltes auf die Verfestigung kann durch eine lineare Darstellung von Martensitgehalt und zyklischer Antwort anhand der dehnungsgesteuerten LCF - Experimente demonstriert werden, Bild 108c) und d). Die Kurve der Spannungsamplitude folgt sehr eng der Entwicklung des Martensitgehaltes. Im Anschluß an die Inkubationsphase ($N \sim 500$) zeigen beide Chargen, Bild 108c) ein annähernd lineares Ansteigen des Martensitgehaltes mit der Lastwechselzahl, ebenso steigt die Spannungsamplitude an. Für die Versuchsreihe AOP 1.4550 ist eine vergleichbare Entwicklung auszumachen, für höhere Lastwechselzahlen weichen Martensitgehalt und Spannungsamplitude negativ von der Linearität ab, was auf eine Dehnungsverschiebung [außerhalb des zylindrischen Meßbereiches - siehe auch Bild 101b)] bei positionsgesteuerter Versuchsdurchführung zurückzuführen ist.

Durch die martensitische Phasentransformation im Zuge der Wechselverformung muß der austenitische Stahl als ein zweiphasiges Gefüge betrachtet werden. Vernachlässigt man die bereits im quasi - einphasigen Ausgangszustand vorliegenden Ausscheidungen (Karbide, Nitride) und eventuell auftretende δ -Phase, besteht das Gefüge aus der „weichen“ Austenit-Matrix und „hartem“ Martensit. Die Zuordnung von *hart* und *weich* stützt sich auf die phasen-selektive Ermittlung von Festigkeitseigenschaften, die einerseits durch die feindisperse Verteilung der Martensitphase und andererseits durch ihre erschwerte Kontrastierbarkeit behindert wird. Betrachtet man mechanisch polierte Proben ermüdeter Zustände mit dem Atomkraftmikroskop (MFM / AFM), zeigen sich im Topographiebild häufig leicht herausragende Plateaus, Bild 109a), welche durch die zugehörige Magnetkraftabbildung als Martensit identifiziert werden. Beim mechanischen Poliervorgang wird demnach der Verformungsmartensit

weniger stark abgetragen als die umgebende Austenit - Matrix. Die Höhe der herausragenden Gebiete, siehe auch Bild 37b), liegt typischerweise im Bereich von 5 bis 25 nm.

Mikrohärtemessungen an Proben mit guter Unterscheidbarkeit der Phasen, siehe Bild 109b), belegen, daß der Martensit deutlich härter ist als die Matrix, deren Meßwerte auf dem Niveau des Anlieferzustandes liegen. Die Werte in den martensitischen Bereichen sind zwar um bis zu 200 HV_{0,1} höher, verglichen mit Abkühlungsmartensit in vergütbaren Kohlenstoff - Stählen sind sie jedoch gering.



a)

b)

Bild 109 Unterschiedliche mechanische Eigenschaften von Austenit und Martensit

a) AFM - Topographieabbildung, nach Politur herausragendes Martensitplateau, SEW 1.4550-10

b) HV_{0,1} - Eindrücke und Meßwerte, verschiedene Bereichen am Querschliff, S&C 1.4541-9

Daß sich die anhand der zyklischen Antwort, Bild 108, beobachtete Verfestigung auch in einem Ansteigen der Mikrohärtigkeit (Mittelwerte) ausdrückt, belegt Bild 110a). Entwickeln sich bei den dehnungsgesteuerten Versuchen (AOP 1.4550) hohe Spannungsamplituden σ_a , so werden auch hohe Mikrohärtigkeiten gemessen.

Für die Analyse verschiedener Ursachen der Verfestigung und ihrer quantitativen Beiträge wird Gleichung (43) als konstitutives Modell verwendet. In diesem vereinfachten Modell tragen Härteanstieg durch Kaltverformung (ΔHV_{KV}) und durch Martensitbildung ($\Delta HV_{[\alpha']}$) rein additiv zur Mikrohärtigkeit des Anlieferzustandes HV_{AnlZ} und ohne Wechselwirkung untereinander bei. Die Meßwerte zeigen einen starken Einfluß der Versuchsparameter (N, T, Amplitude), der aufgrund der Gefügeuntersuchungen auch für die beiden Zuwachskomponenten unterstellt werden kann, Gleichung (44) und (45). Von chargenspezifischem Verhalten ist grundsätzlich auszugehen.

$$HV = HV_{AnlZ} + \Delta HV_{KV} + \Delta HV_{[\alpha']} \quad (43)$$

$$\Delta HV_{KV} = f(N, T, \text{Amplitude}) \quad (44)$$

$$\Delta HV_{[\alpha']} = f([\% \alpha']) \quad \text{mit} \quad [\% \alpha'] = f(N, T, \text{Amplitude, Werkstoff} \dots) \quad (45)$$

$$\Delta HV_{[\alpha']} = 0,985 \cdot [\% \alpha'] \quad (\text{in HV}_{0,1} / \text{für AOP 1.4550}) \quad (45-1)$$

Trägt man zunächst die Mikrohärtigkeit gegen den magnetinduktiv ermittelten Martensitgehalt auf, Bild 110b) fällt für Charge AOP 1.4550 ein linearer Verlauf auf. Der bei der Regression anhand dieser Datensätze (Proben mit merklicher Martensitbildung) erhaltene Anstieg in Höhe von $0,985 HV_{0,1} \cdot \% \alpha'^{-1}$ konkretisiert den martensitbasierten Mikrohärtigkeitszuwachs in Form der Gleichung (45-1). Von gleichartigen Beobachtungen an Nickelmartensit wird in der Literatur³³ berichtet. Das positive Absolutglied in Höhe von 229 HV_{0,1} ist nach (43) als $(HV_{AnlZ} + \Delta HV_{KV})$ zu verstehen. Für eine Separierung der beiden Zuwachsanteile ΔHV_{KV} und $\Delta HV_{[\alpha']}$ sind in Bild 110c) die Meßwerte der Temperaturversuche aufgetragen.

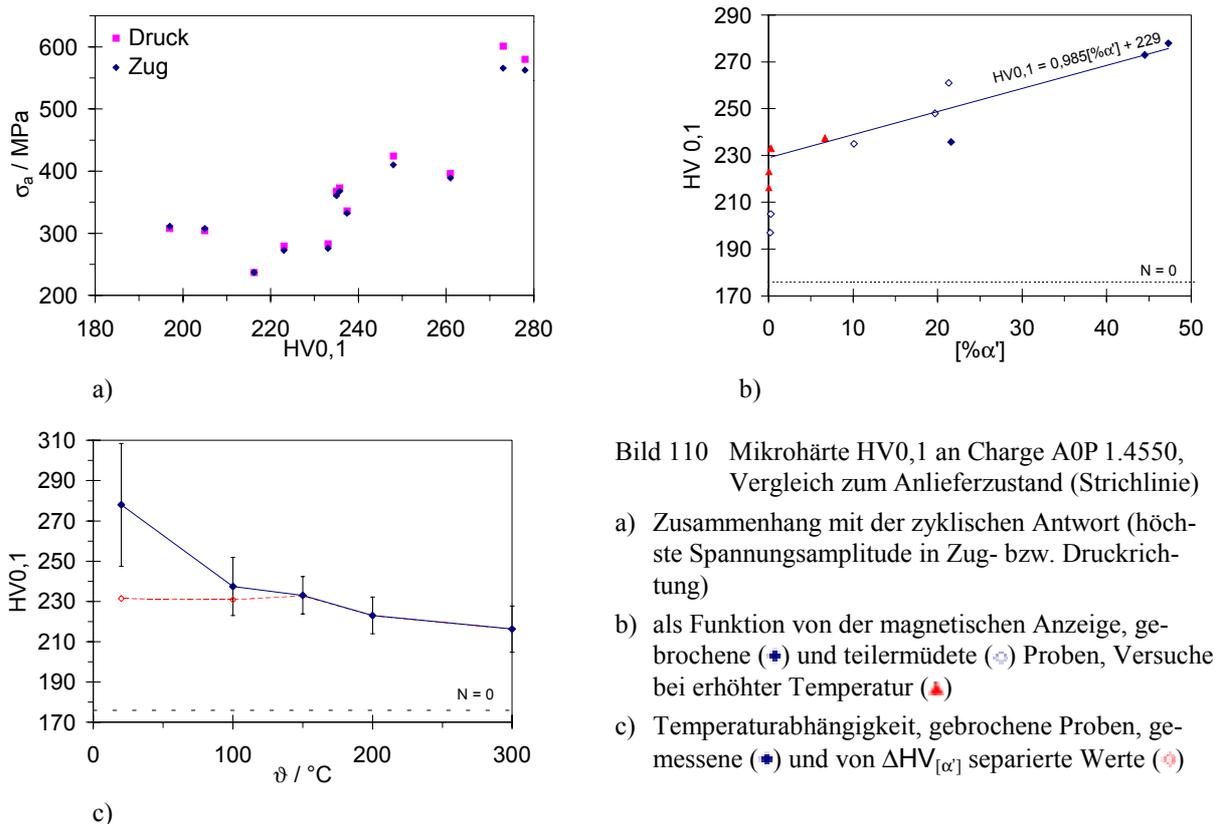


Bild 110 Mikrohärtung HV0,1 an Charge A0P 1.4550, Vergleich zum Anlieferzustand (Strichlinie)

- Zusammenhang mit der zyklischen Antwort (höchste Spannungsamplitude in Zug- bzw. Druckrichtung)
- als Funktion von der magnetischen Anzeige, gebrochene (◆) und teilermüdete (◇) Proben, Versuche bei erhöhter Temperatur (▲)
- Temperaturabhängigkeit, gebrochene Proben, gemessene (◆) und von $\Delta HV_{[\alpha']}$ separierte Werte (◇)

Korrigiert man die gemessenen HV0,1 - Werte um den martensitbasierten Anteil nach (45-1), erhält man einen flachen Temperaturverlauf (rote Symbole). Der kaltverformungs-basierte Mikrohärtewachstum ΔHV_{KV} beträgt 40 - 60 HV0,1 gegenüber dem Anlieferzustand (Strichlinie) und fällt mit steigender Versuchstemperatur leicht ab. Hierbei ist jedoch auch vom Einfluß der abnehmenden Lebensdauer und der damit sinkenden Wechseldehnung, die bis zum Bruch kumuliert wird, auszugehen.

Für die zyklische Kinetik der Verfestigung kann aus den Meßwerten der teilermüdeten Zustände, Bild 110b), geschlossen werden, daß die Komponente ΔHV_{KV} bereits im Anfangsstadium der Wechselverformung den Hauptteil ihres Betrages hinzugewinnt. Bei den Raumtemperaturexperimenten wird durch die Kumulierung mechanischer Energie die Martensitbildung aktiviert, welche bei weiter fortschreitender Ermüdung die dominierende Verfestigungskomponente $\Delta HV_{[\alpha']}$ liefert. ΔHV_{KV} erreicht einen stationären Zustand. Für Experimente bei erhöhter Temperatur setzt die $\Delta HV_{[\alpha']}$ - dominierte Phase später und mit verminderter Intensität ein bzw. wird bei ausreichend hoher Temperatur (hier $\geq 200^\circ\text{C}$) gar nicht erreicht.

Der Einfluß der Belastungsamplitude auf die Auslösung der Verformungsmartensitbildung und die umgewandelte Phasenmenge wurde in Abschnitt 9.1.2 vorgestellt. Der Verfestigungsbeitrag $\Delta HV_{[\alpha']}$ ist hieran direkt gebunden. Die Komponente ΔHV_{KV} befindet sich für große Dehnungsamplituden ($\geq 0,6\%$) auf hohem Niveau (~ 55 HV0,1) und fällt für niedrigere Amplitudenwerte mit ähnlichem Verlauf wie bei steigender Temperatur ab.

Eine Übertragung dieser Erkenntnisse auf die Chargen SEW 1.4550 und S&C 1.4541, siehe Bild 69b), ist nur bedingt möglich. Qualitativ ist die Entwicklung der Verfestigung (und ihrer Mechanismen) vergleichbar. Die bei den spannungsgesteuerten Versuchen erreichten Mar-

tensitgehalte sind jedoch deutlich geringer, so daß eine Separierung der Verfestigungsbeiträge aufgrund der geringen Ausprägung bei gleichzeitig hoher Varianz der Werte nicht gelingt. Die dehnungsgesteuerten Experimente an diesen beiden Chargen bewirken höhere Martensitgehalte (Faktor 5 - 10), siehe auch Abschnitt 9.1.4. Nimmt man die Wirkung des Martensitgehaltes auf die Verfestigung gemäß (45-1) an, erhält man für die Kaltverformungskomponente ΔHV_{KV} Werte von 25 HV_{0,2} (für SEW 1.4550-11) bis 60 HV_{0,2} (für S&C 1.4541-9). Der Verfestigungsbeitrag ΔHV_{KV} ist für die grobkörnige, umwandlungsträge Charge am höchsten, in Anbetracht der unterschiedlichen Ausgangsgefüge verhalten sich die drei betrachteten Chargen durchaus gleichartig.

Die Verfestigung erfolgt inhomogen. Betrachtet man Härtemessungen an Querschliffen im Zusammenhang mit ortsauflösenden Martensitgehaltsmessungen (Ferritscope bzw. röntgenographische Phasenanalyse), können Konzentrationsunterschiede als Ursache für inhomogene Verläufe radialer Härteprofile, siehe Bild 70a), zugeordnet werden. Für LCF - Proben ist der Martensitgehalt, d.h. auch die Verfestigung, im Kern der Proben höher als an der Oberfläche. Im HCF - Bereich wird ein umgekehrtes Verhalten beobachtet, höchste Martensitgehalte werden an der Oberfläche gemessen.

Aufgrund der insgesamt hohen Verfestigungsrate ist vor allem für dehnungsgesteuerte Experimente das Phänomen der axialen Dehnungsverschiebung in den konischen Probenbereich festzustellen. Der Effekt kann zu Rißbildung und Versagen in diesem Bereich führen oder die Versuchsführung beeinflussen und ist vor allem für positionsgesteuerte Experimente zu berücksichtigen.

9.4 Oberflächenverhalten

Die Probenoberflächen wurden hinsichtlich ermüdungsbedingter Veränderungen mit optischen Methoden, direkt (Mikroskop, REM) und indirekt (Replica im Lichtmikroskop bzw. REM), untersucht. Entsprechend der Aufgabenstellung haben die Proben eine technische Oberflächengüte (feingeschliffen), nur für Anwendung von Gefügeabdrucktechniken lagen polierte Bereiche vor.

Die Oberflächenuntersuchungen mit verschiedenen Arbeitstechniken haben ergeben, daß feine, für Ermüdungsschädigung typische Oberflächenmerkmale, wie In- und Extrusionen oder Gleitbänder, unter den gegebenen Voraussetzungen nicht feststellbar sind.

Die Untersuchung hinsichtlich des Auftretens von Rissen haben gezeigt, daß neben den Versagensrissen vor allem in LCF - belasteten Proben sekundäre Rissen auftreten. Eine kontinuierliche Entwicklung von Rißdichte und -länge im Verlauf der Ermüdung, so wie von Lindstedt et. al.⁴⁵ beobachtet, konnte nicht nachgewiesen werden. Für die Beobachtbarkeit von Rissen muß auch das Belastungsverhältnis R berücksichtigt werden. Während für den Zug - Schwellbereich ($R \geq 0$) klaffende Risse zu erwarten sind, liegen sie im Zug - Druck - Wechselbereich ($R = -1$) eher geschlossen vor.

Eine quantitative Bewertung von Ermüdungsschädigung und Restlebensdauer anhand von oberflächenabbildenden Methoden wird für technische Oberflächenqualitäten als ungeeignet eingestuft.

10 Anwendung der Erkenntnisse

10.1 Möglichkeiten für die zerstörungsfreie bzw. zerstörungsarme Prüfung

Entsprechend der Aufgabenstellung besteht das vorrangige Ziel dieser Arbeit darin, die Veränderung von Gefüge und Eigenschaften in Abhängigkeit von Werkstoff- und Belastungsparametern zu erfassen. Dabei sind meßbare Eigenschaften zu identifizieren, deren Größe sich in einer derart charakteristischen Weise im Verlauf der Ermüdungslebensdauer ändert, damit sie als Indikatoren für die Restlebensdauer angewendet werden können. Die Möglichkeit der zerstörungsfreien Messung solcher Indikatorgrößen könnte die bewährten Verfahren, siehe Abschnitt 3.3, unterstützen, sowohl bei der Festlegung kritischer Positionen am Bauteil (qualitativ) als auch bei der Ermittlung der Restlebensdauer (quantitativ). In diesem Hinblick weisen von den Untersuchungsergebnissen, Kapitel 8, vor allem die *verformungsinduzierte Martensitbildung* und *Versetzungsanordnungsphänomene*, das physikalische Potential für die Anwendung als derartige Indikatorgrößen zur Ermüdungsfrüherkennung auf.

Die martensitische Umwandlung zieht zwei direkte, physikalische Eigenschaftsänderungen nach sich, die den Effekt der Verformungsmartensitbildung als zerstörungsfrei meßbare Indikatorgröße der Ermüdung sehr attraktiv machen. Einerseits tritt eine sehr starke Änderung der magnetischen Eigenschaften auf und bietet durch eine Vielzahl von Meßgrößen- und Verfahren breite meßtechnische Möglichkeiten. Charakteristische Entwicklungen bei unterschiedlichsten Bedingungen, Abschnitt 8.5, belegen das Anwendungspotential dieses Effektes.

Andererseits ist Transformation des Kristallgitters ein möglicher Ansatzpunkt für die Anwendung von Beugungstechniken mit elektromagnetischen Wellen, deren Einsatz in den Abschnitten 8.2.2 bzw. 8.4 demonstriert wurde.

Zu diesen direkten, bzw. direkt nachweisbaren Auswirkungen der Martensitbildung kommen zusätzlich indirekte Effekte. Es wurde gezeigt, daß die Ermüdung zu mechanischen Eigenschaftsverschiebungen führt, zunehmender Martensitanteil sorgt für eine Verfestigung. Unmittelbar kann dieser Effekt als Härteanstieg zerstörungsarm gemessen werden (Abschnitt 8.1 bzw. 9.3). Er wirkt sich jedoch auch auf die Ausbreitung mechanischer Wellen aus (Schallgeschwindigkeit, Dämpfung), wobei der Einfluß hier komplex^{122, 124} ist, siehe Abschnitt 8.3. Die Feststellung von Verformungsmartensit anhand von Mikrohärtmessungen gelingt erst oberhalb eines kritischen Volumenanteils (ausreichende Verfestigung), der unter den hier vorliegenden Bedingungen [% α'] $\approx 10\%$ beträgt.

Weitere Möglichkeiten zur Nutzung magnetomechanischer Phänomene^{145, 146} (Villari - Effekt, Abschnitt 9.1.6) und die damit verbundenen Schwierigkeiten wurden aufgezeigt.

Bei der Betrachtung von Austenitstabilität bzw. Martensitbildungsneigung hat sich herausgestellt, daß eine zufriedenstellende Bewertung der Umwandlungsneigung einer Charge mit empirischen Modellen nicht vorgenommen werden kann. Vielmehr gelingt die Vorhersage anhand einer Vergleichskurve, welche durch Messungen an einfachen mechanische Experimenten aufgenommen wird. Dieses Verhalten ist strikt chargenspezifisch, weshalb für das zu bewertende Bauteil eine Referenzprobe der Charge zur Verfügung stehen muß. Eine weitere Schwierigkeit bei der Einschätzung des Ermüdungszustandes anhand des gebildeten Martensitanteils ist der starke Temperatureinfluß. Durch die gesteigerte Austenitstabilität bei hohen Temperaturen kann die Methode ohnehin nur unterhalb einer Grenztemperatur (ϑ_G) angewendet werden, welche ebenfalls chargenabhängig ist. Erfolgt die Wechselbelastung bei Temperaturen oberhalb der Grenztemperatur, die bei den hier untersuchten Chargen im Bereich von $100 < \vartheta_G < 200^\circ\text{C}$ liegt, wird die martensitische Umwandlung unterdrückt, und eine Betrachtung

tung des Ermüdungszustandes mit Hilfe dieser Indikatorgröße ist folglich nicht möglich. Ist die Temperatur kleiner als ϑ_G muß bei diesem Vorgehen der martensitbildungsmindernde Einfluß von erhöhten Temperaturen berücksichtigt werden. Die genaue Kenntnis des Belastungs - Temperaturverlaufes, wie beispielsweise durch die FAMOS - Instrumentierung⁴ - siehe auch Bild 4, ist demzufolge unabdingbare Voraussetzung, um aus Martensitgehaltmessungen Aussagen zum Ermüdungszustand gewinnen zu können. Weitere Probleme, die bei der Anwendung dieser Bewertungsmethode an technischen Anlagen möglicherweise zu beachten sind, können unzureichend qualifizierter Ausgangszustand, konstruktionsbedingte Eigenschaftsänderungen, z.B. durch Schweißnähte, oder herstellungsbedingte Inhomogenitäten (gegossene oder geschmiedete Teile) sein. Außerdem sind beim Einsatz empfindlichster, magnetischer Methoden die Einflüsse von Anlagenbedingungen (keine Abschirmung, Störfelder) zu berücksichtigen. Durch die Vielfalt möglicher Untersuchungstechniken bzw. der zugrundeliegenden physikalischen Prinzipien, ist eine Variierung der Eindringtiefe, d.h. definierte Meßpositionen, möglich. Während z.B. mit röntgenographischen Techniken oberflächennahe Bereiche untersucht werden können, gestattet die höhere Eindringtiefe den magnetinduktiven Techniken auch Einblick in tieferliegende Bereiche.

Eine für die Ermüdung typische Gefügeveränderung ist die charakteristische Anordnung von Versetzungen. Die Entwicklung derartiger Phänomene hängt von den Belastungsbedingungen und dem Werkstoff ab, die Ausprägung wurde systematisch nachgewiesen in Abschnitt 8.2.2. Eine direkter Nachweis der Versetzungsanordnung ist zunächst nicht zerstörungsfrei möglich. Da für TEM - Untersuchungen nur kleinste Probenvolumen benötigt werden, ist eine zerstörungsarme Entnahme von Schiffchen - Proben denkbar. Hierbei ist besonders wichtig, daß die Entnahmeposition tatsächlich an einer relevanten Bauteilstelle liegt. Außerdem muß berücksichtigt werden, daß die beobachteten Merkmale inhomogen ausgeprägt sind, um so stärker, je niedriger die Beanspruchungsamplitude ist. Für die qualitative Zuordnung von Ermüdungszustand und beobachtetem Gefüge ist das Vorliegen eines Gefügeatlasses mit Berücksichtigung von Werkstoff und Ausgangszustand erforderlich. Eine quantitative Analyse (z.B. Zellgröße, Desorientierung) ist denkbar, jedoch experimentell sehr aufwendig. In diesem Zusammenhang wird auch das Potential der TEM - Analysetechnik für eine (nachträgliche) Diagnostik von Ermüdungsschäden deutlich.

Für den Nachweis von Versetzungskonfigurationen als Fehlordnung des Kristallgitters kommen ebenfalls topographische Analysemethoden in Betracht. Umfangreiche Studien der Mikrodehnungen mit Hilfe verschiedener Beugungstechniken (Röntgenstrahlen, Neutronen) an ermüdeten Austenitproben (1.4541) haben gezeigt, daß insbesondere die Austenitmatrix für HCF eine charakteristische Entwicklung der Mikrodehnung zeigt, dagegen stabilisiert sich die Meßgröße für die Martensitphase und im Fall von LCF für beide Phasen bereits kurz nach Beginn der Ermüdung.¹⁴⁹ Im Rahmen dieser Arbeit konnten die erforderlichen Arbeitstechniken jedoch nur ansatzweise berücksichtigt werden, Bild 80b).

Das Ansteigen der Versetzungsdichte und die Ausbildung charakteristischer Anordnungen übt Einfluß auf die mechanischen Werkstoffeigenschaften aus und erlaubt so einen indirekten Nachweis. Die Veränderung der (Mikro-)Härte ist eine unmittelbare Meßgröße für dieses Phänomen. Allerdings ist zu berücksichtigen, daß der Meßparameter ebenso dem Einfluß der zuvor beschriebenen Martensitbildung unterliegt. Die verfestigende Wirkung der beiden Phänomene kann aus einer Messung allein nicht separiert werden, sondern muß über Vergleichszustände erfolgen, siehe Abschnitt 9.3. Außerdem ist ein indirekter Nachweis der Versetzungsanordnung anhand der Ausbreitung mechanischer Wellen denkbar, insbesondere deren Dämpfung an den Gitterbaufehlern erscheint als geeignete potentielle Meßgröße. Jedoch

¹⁴⁹ TARAN-1999

sind auch diese Untersuchungsmethoden, z.B. Ultraschall, durch die überlagerte Wirkung von Versetzungsanordnung und Verformungsmartensit beeinflusst. Besonders schwierig ist die Trennung der beiden Komponenten, da ihr Einfluß auf die Meßgröße komplex und ihre Wirkung möglicherweise entgegengesetzt ist. Entsprechende Ultraschallmeßreihen, Abschnitt 8.3, liefern keine eindeutigen Ergebnisse.

10.2 Schema zur Bewertung des Ermüdungszustandes

Ausgehend von dem Ansteigen des magnetischen Phasenanteils während der Ermüdung, wird ein Bewertungsschema¹⁵⁰ vorgeschlagen, um die restliche Lebensdauer eines ermüdungsbeanspruchten austenitischen Bauteils einzuschätzen. Bild 84 zeigt, daß alle Kurvenverläufe des magnetischen Anteils während der Ermüdung mit konstanter Amplitude bei Raumtemperatur die gleiche Gestalt aufweisen. Einer Inkubationszeit folgt ein kontinuierlicher Anstieg, wobei der Endwert des magnetischen Anteils und die Lastwechselzahl bis zum Bruch von der Belastungsamplitude abhängen, Bild 85. Das wird besonders deutlich, wenn man die Darstellung normiert, indem die Meßwerte des magnetischen Anteils auf den entsprechenden Wert bei Versuchsende ($\alpha_{rel} = [\% \alpha'] / [\% \alpha'_B]$) und die Lastwechselzahl auf die jeweilige Bruchlastwechselzahl ($\%N_B = N / N_B$) bezogen werden. Die normierte Bruchlastwechselzahl $\%N_B$ entspricht dem Erschöpfungsgrad D nach Gleichung (7) bzw. (8).

In Bild 111a) ist ersichtlich, daß die Kurven aus den verschiedenen Experimenten für eine bestimmte Charge, hier SEW 1.4550, recht gut übereinstimmen. Abweichend verhält sich die Durchläuferprobe, welche zum Vergleich mit in das Diagramm eingetragen wurde. Ihr Kurvenverlauf zeigt nach $\approx 20\%$ der Versuchsdauer eine Sättigung, danach bleibt $[\% \alpha']$ in etwa konstant. Die Länge der Inkubationsphase beträgt bei den anderen Proben übereinstimmend $\approx 5\%N_B$. Anschließend erfolgt ein annähernd lineares Wachstum von α_{rel} , deren Anstieg bei ca. $30\%N_B$ leicht abflacht. Kurz vor Eintreten des Bruches ($> 80\%N_B$) steigt α_{rel} nochmals sprunghaft an. Dieser finale Anstieg kann der zunehmenden Rißausbreitung und der damit verbundenen inhomogenen Deformation des Restquerschnittes zugeordnet werden. Der Zeitpunkt des Anrisses wird bei Experimenten in der Größenordnung von $\approx 80\%N_B$ festgestellt und auch in Regelwerken⁵⁴ angenommen.

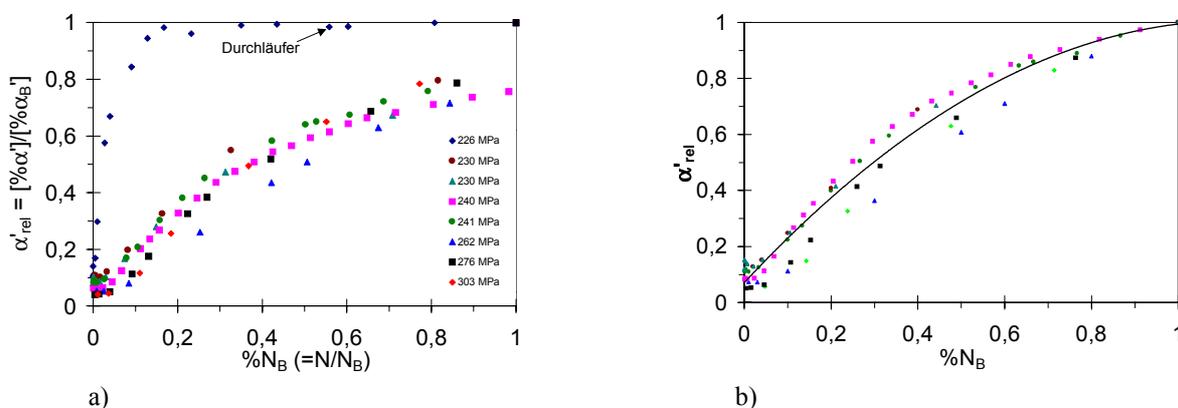


Bild 111 Bewertungskennlinie (BKL), normierte Darstellung von $[\% \alpha']$ und N für SEW 1.4550
a) Daten für alle spannungsgesteuerten Experimente, bezogen auf das Versuchsende (Bruch)
b) Daten für gebrochene Proben und gemittelte BKL, bezogen auf letzte Messung vor dem Bruch

¹⁵⁰ DE BACKER-1999

Wegen des sprunghaften, jedoch inhomogenen Anstieges von α'_{rel} in der Rißausbreitungsphase empfiehlt es sich, gerade für eine Anwendung des Bewertungsschemas auf technische Anlagen, den Anrißbeginn anstelle des (durchgängigen) Ermüdungsbruches als Bruch- bzw. Versagenskriterium festzulegen. Die Daten aus den Ermüdungsversuchen, d.h. sowohl α'_{rel} als auch $\%N_B$, werden deshalb auf die jeweils letzte Messung während des Versuches normiert, siehe Bild 111b). Aus allen Datenreihen wird eine Kurve gemittelt und als Bewertungskennlinie (BKL) des Werkstoffs bezeichnet. Mit der beschriebenen Vorgehensweise wurden auch die BKL der beiden anderen Werkstoffe bestimmt, Bild 112a). Die BKL der beiden ni-obstabilisierten Chargen liegen dicht beieinander, das Verhalten von AOP 1.4550 und SEW 1.4550 ist sehr ähnlich. Die BKL für S&C 1.4541 weist eine deutliche andere Gestalt auf. Ursache hierfür ist die niedrigere Neigung des Stahls zur verformungsinduzierten Bildung von Martensit, in deren Folge sich die Transformation erst bei höheren $\%N_B$ und mit kleinerem Phasenanteil einstellt. Diese werkstoffspezifische BKL bildet die Grundlage des in Bild 112b) vorgestellten Bewertungsschemas für die relative Lebensdauer eines Bauteiles, das einer Wechselbelastung mit konstanter Amplitude ausgesetzt ist.

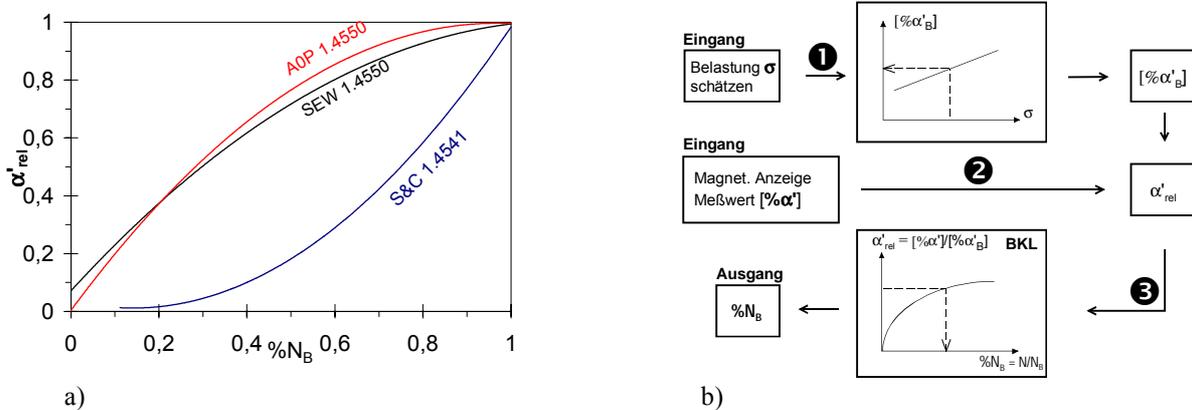


Bild 112 Bewertungsschema

- a) BKL als Basiskurve, Vergleich der Chargen: SEW 1.4550, AOP 1.4550, S&C 1.4541
 b) Vorgehen und Schritte des Bewertungsschemas

Als Voraussetzung für dieses Bewertungsschema muß die BKL des betreffenden Werkstoffs bekannt sein. Folgende Vorgehensweise wird vorgeschlagen: Zunächst muß die Belastung am Bauteil (σ_a) in Schritt ① abgeschätzt werden. Aus der Kenntnis des Amplitudeneinflusses auf die Meßgröße, siehe auch Bild 85, kann man daraus ihren theoretischen Endwert ermitteln. In Arbeitsschritt ② ist der aktuelle Meßwert, z.B. magnetische Anzeige, zu bestimmen und mit dem zuvor ermittelten Endwert ins Verhältnis zu setzen. Mit diesem Verhältnis α'_{rel} geht man in Schritt ③ in die BKL und kann die bereits verbrauchte, relative Lebensdauer $\%N_B$ direkt ablesen.

Die Anwendung des Bewertungsschemas auf Ermüdungsversuche zeigt gute Übereinstimmung der anhand von Meßwerten getroffenen Vorhersagen mit den experimentellen Daten. Für die Anwendung des Bewertungsschemas unter Praxisbedingungen stellt sich als nächstes die Frage, ob die gefundenen Zusammenhänge auch bei variablen Belastungsamplituden gültig sind. Als grundlegende Fragestellungen müssen dabei die Gültigkeit der BKL und die Amplitudenkennlinie des theoretischen Endwertes $[\% \alpha'_B]$ verifiziert werden.

In erster Linie stellt sich die Frage, ob die Zunahme des magnetischen Anteils auch bei variablen Amplituden einem ähnlichen Pfad folgt, wie in Bild 111. Zur Überprüfung dieses Verhaltens wurden Versuche mit variablen Amplituden in verschiedenen Blöcken durchgeführt, siehe Abschnitt 7.3. Bild 113 zeigt, daß sich die Zunahme des magnetischen Anteils innerhalb

der Versuchsblöcke nur annähernd wie in Versuchen mit konstanter Amplitude entwickelt. Es existiert ein deutlicher Einfluß eines voranlaufenden Blockes auf den Verlauf des magnetischen Phasenanteils zu Beginn eines neuen Blockes. Man beobachtet, daß bei einem Lastblock niedriger Amplitude (σ_{a1}), der einem Block mit höherer Belastung (σ_{a2}) folgt, eine erneute Inkubationsperiode zu überwinden ist. Eine Erklärung hierfür ist die beträchtliche Verfestigung des Materials durch den Lastblock mit hoher Amplitude (σ_{a2}), in deren Folge sich die dynamische Streckgrenze erhöht. Gleichzeitig sinkt die plastische Dehnungsamplitude für σ_{a1} nach einem Block der Belastung σ_{a2} , gegenüber einem Versuch, bei dem ausschließlich mit σ_{a1} belastet wird, siehe Bild 61.

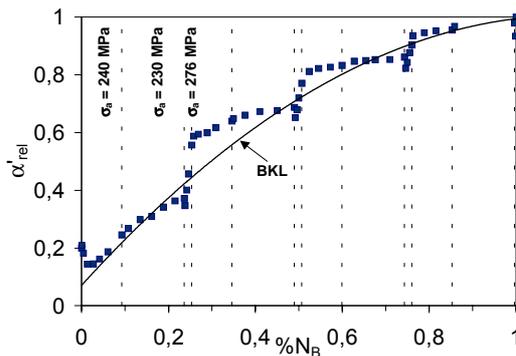


Bild 113 BKL und Blockversuch SEW 1.4550-14

Blockversuche von Teteruk et al. zeigten, daß der Martensitgehalt von der Belastungsgeschichte abhängt und daß eine lineare Kumulationsregel für Martensitbildung nur in bestimmten Fällen gültig ist.³⁰ Die BKL kann dennoch in erster Annäherung für den Fall variabler Amplituden benutzt werden. Es ist auch wahrscheinlich, daß die Entwicklung des magnetischen Anteils für eine Belastungsgeschichte mit zufälliger Folge unterschiedlicher Amplituden dem Verlauf der BKL näher kommt, da die verfestigende Wirkung hoher Lastamplituden durch die unterbrochene Folge nicht so deutlich zum Tragen kommt wie bei durchgängigen Blocks.

Ein zweites Problem ist, daß der theoretische Endwert des magnetischen Anteils nicht direkt, z.B. nach Bild 85, ermittelt werden kann. Falls das Belastungsspektrum der Probe oder des Bauteiles bekannt ist, wird folgende Abschätzung vorgeschlagen: für jede Belastung wird der theoretische Endwert des magnetischen Anteils mit Hilfe von Bild 85 bestimmt. Es wird angenommen, daß sich der theoretische Endwert für das zugrunde liegenden Belastungsspektrum aus dem nach der Häufigkeit der Einzelbelastungen gewichteten Mittelwert ergibt. Da die Beziehung zwischen der Belastung und dem theoretischen Endwert des magnetischen Anteils von SEW 1.4550 im untersuchten Lastbereich linear ist, kann der theoretische Endwert [% α'_B] ebenso anhand des häufigkeitsgewichteten Mittelwertes der Belastung bestimmt werden.

10.3 Anwendung bei der Diagnostik von Schadensfällen

Die Entwicklung von Versetzungsanordnungen nach Wechselbelastung wurden an Laborproben gezeigt. Nun soll überprüft werden, inwiefern diese Phänomene auch bei Schadensfällen an technischen Anlagen auftreten.

Am vorliegenden Schadensfall an der Austrittsstutzenkante eines Regenerativ - Wärmetauschers, Bild 114a), sind Rißanzeigen in 3⁰⁰Uhr - Position¹⁵¹ festgestellt worden. Die Wassertemperatur am Eintrittsstutzen des Wärmetauschers (Werkstoff 1.4550) liegt im Bereich von 270°C, das Auftreten schockartiger Temperaturwechsel durch Wartungsarbeiten als Belastung ist bekannt.¹⁵² Die beobachteten Risse, Bild 114b), verlaufen z.T. netzartig. Fraktographische Untersuchungen der aufgebrochenen Rißflächen haben einen transkristallinen Rißverlauf mit schwacher Ausprägung der Schwingstreifen gezeigt. Der Verlauf der Bruchbahnen legt die Vermutung nahe, daß die Rißausbreitung vom Wärmetauscher - Behälter ausgehend in Richtung Austrittsstutzen erfolgte, die beobachteten Risse enden jedoch in dem dazwischenliegenden Schweißgut, Bild 114c).

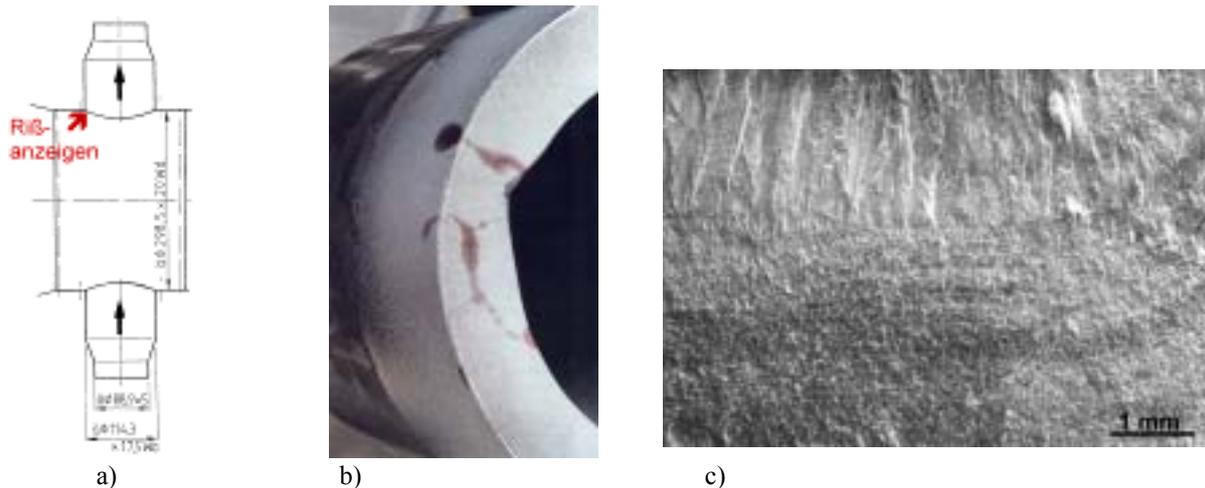


Bild 114 Schadensfall an der Kante des Austrittsstutzens eines Regenerativ - Wärmetauschers
 a) Überblick des beschädigten Bauteils, Position der Rißanzeigen an der Austrittsstutzenkante¹⁵³
 b) Rißanzeigen in 3⁰⁰-Position, Farbeindringprüfung¹⁵³
 c) REM - Abbildung eines aufgebrochenen Risses, Rißfortschritt vom Behälterwerkstoff (unten) in das Schweißgut (oben) hinein

Im TEM wurden Metallfolien untersucht, die unmittelbar aus den Rißflächen präpariert wurden. Im untersuchten Materialvolumen liegen die Versetzungen meist geordnet in einer Zellstruktur vor, dabei ist die Zellgröße, -ausprägung und -form vergleichbar mit den Beobachtungen an den Laborproben, siehe Abschnitt 8.2.2. Besonders auffällig ist die recht homogene Ausbildung der Merkmale, d.h. fast jedes Korn ist von Versetzungszellen durchsetzt. Das Erscheinungsbild ist teilweise „verhämmer“, was für unmittelbare Bruchflächennähe typisch ist.

In einer vorlaufenden Studie¹⁵³ wurde das Ermüdungsverhalten am Schadensteil in der Nähe der Rißanzeigen durch Experimente getestet, aus dem Material wurden sowohl im Bereich des Behälter- als des Stutzenwerkstoffs Folien für TEM - Untersuchungen genommen. Bild 115 zeigt, daß auf beiden Seiten der Schweißnaht die typische Zellanordnung auftritt. Bemerkenswert ist außerdem, daß sich die Zellanordnung durch eine Lösungsglühbehandlung (1050°C, 30') nicht auflöst, sondern ihre Abgrenzung weiter zunimmt.

¹⁵¹ Position auf halber Höhe der wagerecht verlaufenden Röhre

¹⁵² WESSELING-1996

¹⁵³ KWU-1996A

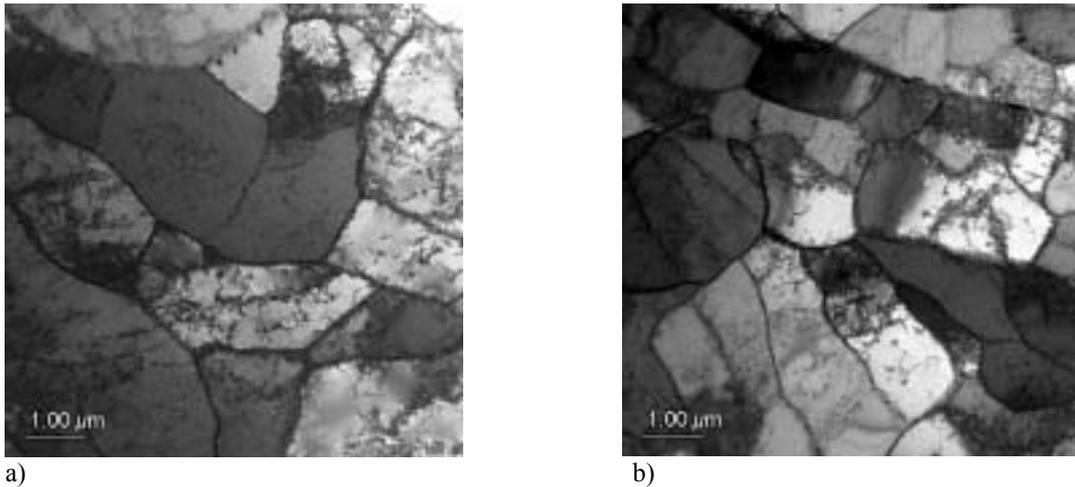


Bild 115 TEM - Untersuchungen im Bereich festgestellter Anrisse in 3^{00} -Position¹⁵¹
a) Behälterwerkstoff
b) Stützenwerkstoff

Die Untersuchungen hinsichtlich verformungsinduzierter Martensitbildung blieben ohne Erfolg. Weder magnetinduktiv noch mit Beugungstechniken (TEM, Röntgenographie) ist Martensit nachweisbar. Aufgrund des hohen Temperaturniveaus der Wechselbelastung (bis 270°C) wird die martensitische Umwandlung unterdrückt. Andererseits ist die Martensitbildungsneigung der beiden vorliegenden Chargen 1.4550, wie sie z.B. mit Standardversuchen am Ausgangszustand ermittelbar ist (BKL, Abschnitt 10.2), nicht näher bekannt.

Da die Martensitbildung praktisch nicht auftritt, wird ein Beitrag zur Erhöhung der Mikrohärtigkeit nach Gleichung (43) nicht beobachtet. Entsprechende Mikrohärtigkeitsprofilmessungen weisen keinen markanten Anstieg in Rißnähe auf. Da kein Vergleichszustand (unbeanspruchter Werkstoff) vorliegt, ist der Kaltverfestigungsbeitrag in Gleichung (43) ebenfalls nicht erfassbar.

Aufgrund der unterdrückten Martensitbildung kann das vorgeschlagene Bewertungsschema, Abschnitt 10.2, nicht zur Beurteilung dieses Schadensfalls eingesetzt werden. Das verdeutlicht den eingeschränkten Anwendungsbereich dieses meßwertbasierten Bewertungsalgorithmus für Ermüdungsschädigung. Jedoch zeigt die charakteristische Versetzungsanordnung das Wirksamwerden der Wechselbeanspruchung und ermöglicht eine Zuordnung des Bauteilschadens zur Werkstoffermüdung. Dieses Gefügemerkmal kann insbesondere zur Diagnostik von Schadensfällen genutzt werden, wenn zerstörende Methoden (Probenentnahme) im Rahmen von Reparaturmaßnahmen zulässig sind oder die Außerbetriebnahme des Bauteils ohnehin vorgesehen ist.

11 Abschließende Diskussion

Unter dem Einfluß von Wechseldehnungen stellen sich im Gefüge von austenitischem Stahl charakteristische Merkmale ein, die material- und beanspruchungsspezifisch sind.

Markante Anordnungen der Versetzungen treten insbesondere bei hohen Lastamplituden, also im Fall von LCF, auf. Erhöhte Temperaturen, im Rahmen des Versuchsprogramms bis 300°C, bewirken ebenso ein abgegrenzteres Erscheinungsbild der Zellstruktur, d.h. die Zellen sind deutlich gegeneinander desorientiert, haben ein versetzungsarmes Zellinneres und schmale Zellwände, innerhalb der sich einzelne Versetzungen mittels TEM nicht mehr auflösen lassen. Dieses Verhalten für erhöhte Temperaturen kommt durch die Veränderung der mechanischen Eigenschaften zustande. Bereits eine Temperaturerhöhung um 200 K verursacht ein Abfallen der Fließgrenze um bis zu 30 %²⁵, wodurch die Versuchsbedingungen weiter in den LCF - Bereich verschoben werden.

Für kleine Beanspruchungsamplituden, d.h. für HCF - Belastung, treten ebenfalls typische Versetzungsanordnungen auf. Selbst für Durchläuferproben ($N_B > 10^7$) wurden ebene Konfigurationen festgestellt, deren Ausprägung ist aber nicht so markant wie die LCF - Merkmale und außerdem sehr inhomogen im Gefüge.

Für die Erkennbarkeit von Ermüdungsschädigung anhand der Versetzungsanordnung kann geschlußfolgert werden, daß eine qualitative Bewertung anhand von Gefügeabbildungen möglich ist. Voraussetzungen dafür sind jedoch ein hinreichend qualifizierter Ausgangszustand, die Kenntnis der chargenspezifischen Einflüsse von Amplitude und Temperatur auf die Ausbildung der Versetzungsanordnung (anhand von Vergleichszuständen) und die Probenentnahme für den zu beurteilenden Zustand an einer relevanten (höchstbelasteten) Stelle des Bauteils. Eine indirekte Bewertung des Ermüdungszustandes auf Grundlage der Versetzungsanordnung, d.h. anhand ihrer Wirkung auf Werkstoffeigenschaften, z.B. Dämpfung von Ultraschall, erscheint schwierig. Einerseits sind die erreichten Änderungen der Eigenschaften im Vergleich zur Streuung im unbeanspruchten Material gering, andererseits tritt eine Überlagerung mit anderen Beanspruchungswirkungen (Verformungsmartensitbildung) auf.

Die wechseldehnungsinduzierte Martensitbildung, die für die beiden untersuchten stabilisierten Konstruktionswerkstoffe während Wechselverformung in bemerkenswertem Umfang stattfindet, bietet für die Bewertung des Ermüdungszustandes vielfältige Möglichkeiten. Da diese Phasentransformation mit einer Veränderung der magnetischen, kristallographischen und mechanischen Eigenschaften einhergeht, können unterschiedliche Meßprinzipien angewendet und aus weiten Bereichen (Position der Schädigung \leftrightarrow Eindringtiefe des Untersuchungsverfahrens) Informationen gewonnen werden. Die charakteristischen Verläufe der gemessenen Parameter als Funktionen des Ermüdungszustandes wurden nachgewiesen und als Basis für ein Bewertungsschema herangezogen. Dabei wurde gezeigt, daß sich dieses Bewertungsschema auch an kompliziertere Beanspruchungsbedingungen, z.B. variable Amplituden anpassen läßt. Es ist jedoch festzustellen, daß sich das Ausmaß der Martensitumwandlung und somit die quantitativen Verläufe der Meßparameter ausgeprägt chargenspezifisch verhalten. Eine befriedigend genaue Bestimmung der Martensitbildungsneigung kann nicht anhand rechnerischer Modelle gewonnen werden, sondern sollte anhand mechanischer Versuche an Proben der zu bewertenden Charge, z.B. durch einen Reckversuch, ermittelt werden.

Ein wesentliches Problem für die Anwendung der Verformungsmartensitbildung, d.h. der damit zusammenhängenden Eigenschaftsänderungen, für die Bewertung des Ermüdungszustandes ist der starke Temperatureinfluß. Mit steigender Temperatur nehmen Martensitbildungsneigung und umgewandelter Phasenanteil rapide ab. Mit empfindlichen Nachweis-

methoden (z.B. SQUID) können auch geringe Phasenanteile von α' - Martensit erfaßt werden. Allerdings kommt es bei ausreichend hohen Temperaturen (chargenabhängig, hier $> 200^\circ\text{C}$) zum völligen Erliegen der Verformungsmartensitbildung, wodurch den beschriebenen Eigenschaftsänderungen (Magnetismus, Kristallstruktur, Verfestigung) die Grundlage entzogen wird.

Hierin offenbart sich der Kern des Problems: Martensitbildung tritt als Begleiterscheinung der Ermüdung auf und kann wegen seiner signifikanten Auswirkungen auf verschiedene Eigenschaften hervorragend als Indikatorgröße für die Schädigung benutzt werden. Jedoch widerspiegelt die Martensitbildung nicht die eigentliche Schädigungsursache. Für die Wirkung des Verformungsmartensits auf die Ermüdungslebensdauer werden von Ganesh et al.⁴⁸ verschiedene Dehnungsamplitudenbereiche unterschieden. Bei hohen Amplituden ist der Rißfortschritt, bei niedrigen Amplituden die Rißbildung bestimmend für die Gesamtlebensdauer. Verschiedene Arbeiten^{6, 154} kommen zu dem Schluß, daß Verformungsmartensit im austenitischen Stahl die Rißausbreitung bei hohen Amplituden beschleunigt. Infolge der verfestigenden Wirkung des Verformungsmartensits und des Aufbaus von Druckspannungen^{154, 155} kann aber das vorangehende Stadium der zyklischen plastischen Verformung im Bereich kleiner Amplituden verlängert und somit die Gesamtlebensdauer erhöht werden. Die technische Anwendung und Optimierung dieses Verfestigungseffektes an austenitischem Stahl wurde in Arbeiten von Maier¹¹⁸, Myeong¹⁵⁶ und Altenberger¹⁴⁸ untersucht. Von Botschekan¹⁴¹ wurde gezeigt, daß kleine Risse, vor allem in frühen Ermüdungsstadien, von inselartigen Martensitbereichen aufgehalten werden können.

Verläßt man dagegen durch Wegnahme der thermodynamischen Triebkraft (Abschnitt 2.2.1), entweder infolge erhöhter Temperatur oder beim Einsatz von Chargen mit höherer Stabilität, die notwendigen Bedingungen für die dehnungsinduzierte Martensitumwandlung, läuft die Ermüdungsschädigung ohne Martensitbildung ab. Die Wechselverformung findet nun auf der Basis anderer Mechanismen (Gleitung, Zwillingsbildung) statt, welche das Ermüdungsverhalten (Verfestigung, Lebensdauer) beeinflussen. Letztendlich kommt es zum Bauteilversagen (Riß bzw. Bruch), ohne daß Martensit entsteht, der als Indikator des Ermüdungszustandes verwendet werden kann. Hierdurch wird die Anwendbarkeit des vorgeschlagenen Bewertungsschemas eingeschränkt, gleichzeitig verdeutlicht sich darin die entscheidende Rolle von Materialqualifizierung (Austenitstabilität) sowie Erfassung und Berücksichtigung der Belastungsbedingungen (Amplituden und jeweilige Temperaturen). Da entsprechende Instrumentierungs- und Auswerteinrichtungen in Kraftwerksanlagen^{4, 5} bereits technisch realisiert sind, Wechselbelastungen mit hohen Amplituden an bestimmten Komponenten durch Temperaturminima auftreten und einmal erzeugter Verformungsmartensit bei Betriebstemperatur beständig bleibt, ist die Beurteilung des Ermüdungszustandes jedoch anhand von Verformungsmartensitgehalt und Bewertungsschemas unter bestimmten Rahmenbedingungen möglich.

¹⁵⁴ KHAN-1996

¹⁵⁵ MEI-1990

¹⁵⁶ MYEONG-1997

12 Zusammenfassung

Die Untersuchungsergebnisse zeigen, daß die betrachteten Werkstoffe infolge der Wechselbelastung charakteristische Veränderungen des Gefüges, der mechanischen und physikalischen Eigenschaften erfahren, deren Verlauf mit der Ermüdungsbeanspruchung korreliert werden kann.

Besonders TEM - Untersuchungen geben Aufschluß über ermüdungsbedingte Gefügeveränderungen. Es treten typische Versetzungsanordnungen auf, deren Charakter und Ausprägung von den Belastungsbedingungen, vor allem von der Belastungsamplitude und der Lastwechselzahl, abhängig sind. Eine Beurteilung des Ausschöpfungsgrades anhand definierter Vergleichszustände (Gefügeatlas) ist nur für bekannte Belastungsbedingungen möglich.

Erhöhte Temperaturen bewirken eine Lebensdauerverringerung. Typische Versetzungsanordnungen treten für diese Ermüdungszustände sehr deutlich in Erscheinung. Für Versuche mit variabler Amplitude ist sowohl die Lebensdauer als auch die Ausprägung der ermüdungsbedingten Gefügeveränderungen stark abhängig von der Reihenfolge der Lastblöcke mit unterschiedlich großen Amplituden.

Bei Raumtemperatur wird Verformungsmartensit gebildet, der zerstörungsfrei mit empfindlichen magnetischen Sensoren nachgewiesen werden kann. Die treffendste Einschätzung der verformungsinduzierten Martensitbildungsneigung einer Charge kann anhand einfacher mechanischer Reckversuche vorgenommen werden. Die Chargenabhängigkeit kommt vor allem durch den Einfluß der Legierungselemente auf die Austenitstabilität und deren wirksamer, d.h. in der Matrix gelöster, Konzentration zustande. In dieser Hinsicht spielt auch die Ausgangswärmebehandlung, insbesondere die Konzentration von gelöstem oder ausgeschiedenem Kohlenstoff/ Stickstoff, eine Rolle für die Martensitbildungsneigung einer Charge. Es wurde gezeigt, daß der Gehalt an Verformungsmartensit bei erhöhten Temperaturen stark abnimmt.

Martensit kann durch Unterkühlung oder Verformung entstehen, wobei die Umwandlungsneigungen einer Charge für mechanische und thermische Transformation in keinem direkten Zusammenhang stehen. Bei der Unterkühlung von verformten Zuständen wird der umgewandelte Phasenanteil nur für kleine Verformungsgrade erhöht. Hohe Vorverformungen hemmen durch eine Behinderung des Keimwachstums die Martensitbildung auf thermischem Weg.

In Abhängigkeit von Charge, Temperatur, Amplitude und Lastwechselzahl kann während der Ermüdungsbeanspruchung eine Verformungsmartensitbildung stattfinden. Tritt diese Transformation auf, besteht zwischen dem Volumenanteil an Martensit und der Lebensdauer ein Zusammenhang. Aus der Analyse des Amplitudeneinflusses erhält man materialspezifische Kennlinien für die konstant gehaltene Beanspruchungstemperatur. Der Temperatureinfluß kann auf ähnlich Weise analysiert werden. Auf der Grundlage dieser Kennlinien und Martensitgehaltmessungen wird ein Bewertungsschema zur Abschätzung der Restlebensdauer vorgeschlagen. Für dessen Anwendung sind neben der sogenannten Bewertungskennlinie und der Messung des magnetischen Anteils auch die Kenntnis der Belastung (Amplitudenspektrum und Temperatur) erforderlich.

Es ist also möglich, anhand der zerstörungsfrei mit dem Ferritscope ermittelten Martensitgehalte für einen bestimmten Stahl auf die Restlebensdauer zu schließen, wenn die Belastungsbedingungen bekannt sind. Die gleiche Aussage trifft auf die Röntgendiffraktometriemessungen zu, wenn der Martensitgehalt ausreichend hoch (für die hier verwendete Technik > 10%) ist.

Beim Vorliegen geringer Martensitanteile ist die Identifizierung des Ermüdungszustandes mit Hilfe von SQUID oder konventionellen Wirbelstrommessungen (Elotest) möglich, wenn der

Verformungsmartensitgehalt größer als 1% ist. Für geringere Anteile kann die Veränderung des Phasenwinkels als Meßgröße herangezogen werden.

Im untersuchten Temperaturbereich weisen die betrachteten Chargen ein ausgeprägtes Verfestigungsverhalten für fortgeschrittene Ermüdungszustände auf. Dazu tragen sowohl Versetzungshärtung (Kaltverfestigung) als auch Verformungsmartensit - wenn während der zyklischen Deformation gebildet - bei. Der Einfluß beider Härtungsmechanismen kann separiert werden. Aus der Kenntnis der chargenspezifischen Verfestigungsverläufe können anhand von Mikrohärtmessungen Aussagen zum Ermüdungszustand eines Bauteils getroffen werden. Das ist jedoch nur möglich, wenn der Gehalt an Verformungsmartensit hoch genug ($> 10\%$) ist, so daß nicht nur in der Umgebung von Rissen, sondern auch im Materialvolumen ein signifikanter Härteanstieg bewirkt wird.

13 Literatur

- ALAIN-1997 Alain, R., Violan, P., Mendez, J.: Low cycle behavior in vacuum of a 316L type austenitic stainless steel between 20 and 600°C, Part II: Dislocation structure evolution and correlation with and cyclic behavior, *Materials Science and Engineering*, A229 (1997), pp.68-86
- ALTENBERGER-1999 Altenberger, I., Scholtes, B., Martin, U., Oettel, H.: Cyclic deformation and near surface microstructures of shot peened or deep rolled austenitic stainless steel AISI 304, *Materials Science and Engineering*, A264 (1999), pp.1-16
- ASME-1995 ASME Boiler and pressure vessel code, Section III: Rules for construction of nuclear power plant components, Division 1-Appendices
- BÄR-1996 Bär, L.R., Daalmans, G.M., Barthel, K.H. et al.: Single layer and integrated YBCO gradiometer coupled SQUIDS, *Supercond. Sci. Technol.* 9 (1996) A87-A91
- BÄR-1998 Bär, L., Daalmans, G. M., Becker, E., Lohmann, H.-P., Mück, M.: SQUID eddy current technique applying conformable eddy current probes, 7th European Conference on Non-Destructive Testing, Copenhagen, 26-29 May 1998, pp.2555-2562
- BASSLER-1997 Bassler, H.J., Eifler, D., Lang, M., Dobmann, G.: Characterization of the fatigue behaviour of austenitic steel using HTSL-SQUID, *Proceedings of the 24th Annual Review of Progress in Quantitative Non-destructive Evaluation*, San Diego, California, Jul 27 - Aug 1, 1997
- BASSLER-1998 Bassler, H.J., Eifler, D.: Characterization of plasticity-induced martensite formation during fatigue of austenitic steel, in: Rie, K.-T., Portella, P.D. (Edts.): *Low cycle fatigue and elasto-plastic behaviour of materials*, Elsevier Science Ltd, 1998, pp.285-290
- BASSLER-1999 Bassler, H.J.: Wechselverformungsverhalten und verformungsinduzierte Martensitbildung bei dem metastabilen austenitischen Stahl X6CrNiTi18 10, *Dissertation*, Kaiserslautern, 1999
- BAUDRY-1977 Baudry, G., Pineau, A.: Influence of strain-induced martensitic transformation on the low-cycle fatigue behaviour of a stainless steel, *Materials Science and Engineering*, 28, 1977, pp.229-242
- BAYERLEIN-1989 Bayerlein, M., Christ, H.J., Mughrabi, H.: Plasticity-induced martensitic transformation during cyclic deformation of AISI304L, *Materials Science and Engineering*, A114 (1989), pp.L11-L16
- BECKER-1986 Becker, H., Brandis, H., Küppers, W.: Zur Verfestigung instabil austenitischer nichtrostender Stähle und ihre Auswirkung auf das Umformverhalten von Feinblechen, *Thyssen Edelstahl Technische Berichte*, 12. Band, 1986, Heft 1, S.35-54

- BOTSHEKAN-1997 Botshekan, M., Degallaix, S., Desplanques, Y.: Influence of the martensitic transformation on the low-cycle fatigue behaviour of 316LN stainless steel at 77K, Materials Science and Engineering, A234-236, 1997, pp.436-466
- BURKE-1986 Burke, H.E.: Handbook of Magnetic Phenomena, Nostrand, ISBN 0-442-21184-8, 1986, pp.253-256
- DAALMANS-1997 Daalmans, G.: Entwicklung von HTS-SQUID-Sensoren und MRI-Antennen und deren Anwendung in magnetischen Abbildungsverfahren, BMBF-Forschungsbericht, Förderkennz. 13N6404, 1997
- DE BACKER-1999 De Backer, F., Schoß, V., Bär L., Maußner, G., Weiß, E.: Bestimmung des Ermüdungszustandes von austenitischem Stahl anhand zerstörender und zerstörungsfreier Gefügeuntersuchungen, 25. MPA-Seminar, Stuttgart, 7. und 8. Oktober 1999, Band 2, S. 37.1 - 37.18
- ENS-1999 European Nuclear Society (ENS): Kernkraftwerke der Welt, Bern, 1999
- ERVE-1999 Erve, M.: Significance of material technology for plant life management in nuclear power plants, Nuclear Engineering and Design 193 (1999), pp.337-347
- FATEMI-1998 Fatemi, A., Yang, L.: Cumulative fatigue damage and life time prediction theories: a survey of the state of the art for homogeneous materials, Internat. Journal of Fatigue, Vol.20, No.1, 1998, pp.9-34
- FISCHER-1994 Bedienungsanleitung Feritscope MP3C, Version 1.0, Helmut Fischer GmbH+Co, Sindelfingen, 1994
- FOLKHARD-1984 Folkhard, E.: Metallurgie der Schweißung nichtrostender Stähle, Springer-Verlag, Wien, 1984
- GANESH-1994 Ganesh Sundara Raman, S., Padmanabhan, K.A.: Influence of martensite formation and grain size on room temperature low cycle fatigue behaviour of AISI 304LN austenitic stainless steel, Materials Science and Technology, July 1994, Vol. 10, pp.614-620
- GOLDFINE-1993 Goldfine, N.: Magnetometers for improved materials characterization in aerospace applications, Materials Evaluation, The American Society for Nondestructive Testing, Inc., March 1992, pp.396-405
- GOLDFINE-1997A Goldfine, N.: Early stage fatigue detection with application to widespread fatigue damage assessment in military and commercial aircraft, The First Joint DOD/FAA/NASA Conference on Aging Aircraft, Ogden, Utah, July 8-10, 1997
- GOLDFINE-1997B Goldfine, N., Walrath, K.: Nondestructive coating characterization and flaw detection using a conformable meandering winding magnetometer (MWM), EPRI NDE for Damage Assessment Workshop, La Jolla, CA; October 5-7, 1997
- GOLDFINE-1998 Goldfine, N.J., Scklicker, D.E., Chepolis, W.M.: Robust, absolute property measurement for aerospace system health monitoring and manufacturing quality control, March 1998

- GOLEMBIEWSKI-1998 Golembiewski, H.-J., Kleinoeder, W.: Thermal loading phenomena and monitoring for material fatigue in nuclear power plants, Lifetime Management and Evaluation of Plant, Structures and Components, Proceedings of the Fourth International Conference Engineering Structural Integrity Assessment, Ed. J.H. Edwards, P.E.J. Flewitt, B.C. Gasper, K.A. McLarty, P. Stanley and B. Tomkins, 22-24 September 1998, EMAS Publishing, pp.441-453
- GOLEMBIEWSKI-1999 Golembiewski, H.-J., Kleinoeder, W.: Thermal loading phenomena and monitoring for material fatigue in nuclear power plants, SMIRT - 15th International Conference on Structural Mechanics in Reactor Technology, Seoul, Korea, 15.-20.08.1999
- GÜNTHER-1974 Günther, F., Höhne, K., Oettel, H., Urban, M.: Beitrag zur Martensitumwandlung in Eisen-Nickel-Legierungen, VII. Wiss.-Techn. Konferenz Röntgenstrukturanalyse in Metallurgie und Metallkunde, Gleiwitz, 1974, S.118-124
- HALFORD-1997 Halford, G.R.: Cumulative fatigue damage modeling - crack nucleation and early growth, Int. J. Fatigue Vol19, Supp. No.1, pp. S253-S260, 1997
- HAASEN-1984 Haasen, P.: Physikalische Metallkunde, 2.Auflage, Springer-Verlag, 1984, S.264 - 280
- HECK-1975 Heck, C.: Magnetische Werkstoffe und ihre Anwendung, Dr. Alfred Hüthig Verlag Heidelberg, 1975
- HECKER-1982 Hecker, S.S., Stout, M.G., Staudhammer, K.P., Smith, J. L.: Effects of strain state and strain rate on deformation-induced transformation in 304 stainless steel: Part I. Magnetic Measurements and Mechanical Behavior, Metallurgical Transactions A, Volume 13A, April 1982, pp.619-626
- HEIMENDAHL-1970 Heimendahl, M.v.: Einführung in die Elektronenmikroskopie, Verlag Friedr. Vieweg, Braunschweig, 1970
- HEINZ-1992 Heinz, A., Neumann, P.: High cycle fatigue crack initiation in stainless steels, ESIS 13, Eds. K. J. Miller and E. R. de los Ríos, 1992, Mechanical Engineering Publications, London, pp.31-54
- HELLER-1981 Heller, H.J., Herbsleb, G., Kleinfeld, F., Pfeifer, B.: Der Einfluß von Martensit auf das Korrosionsverhalten von 18Cr-10Ni Stahl, Werkstoffe und Korrosion, 32, S.157-167 (1981)
- HORNBOGEN-1971 Hornbogen, E.: Durchstrahlungselektronenmikroskopie fester Stoffe, Verlag Chemie, Weinheim, 1971
- HORNBOGEN-1999 Hornbogen, E., Rittner, K.: Thermo-mechanische Behandlung einer physiologischen NiTi - Legierung, Praktische Metallographie 36 (1999) 10, S.539-553
- HULL-1973 Hull, F.C.: Delta-ferrite and martensite formation in stainless steels, Welding Research Supplement, May 1973, pp.193s-203s

- HUNGER-1983 Hunger, H: (Hrsg.): Ausgewählte Untersuchungsverfahren in der Metallkunde, Dt. Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1983, S.173-196
- ICCD-1991 ICCD - International Centre for Diffraction Data, PDF-2, Version 2.12 a, Swarthmore, USA, 1991
- JÄGER-1994 Jäger, A.: Planung und Aufbau eines Versuchsstandes zur Aufnahme von Kalibrierkurven für die magnetische Eigenspannungsmessung bei ferritischen Werkstoffen, Diplomarbeit, Nürnberg, 1994
- KABELITZ-1994 Kabelitz, H.: Entwicklung und Optimierung magnetoelastischer Sensoren und Aktuatoren, Dissertation, Berlin, 1994
- KAHLEN-1997 Kahlen, O., Regener, D.: Topographische und physikalische Werkstoffcharakterisierung mit Hilfe der Rasterkraftmikroskopie, Werkstoffprüfung 1997, 15. Vortrags- und Diskussionstagung, VDEh, 4.-5.12.1997, Bad Nauheim, Tagungsband S.167-172
- KAHLEN-1999 Kahlen, O., Schoß, V.: Ferromagnetische Strukturen nachweisen, zur Veröffentlichung in der „Materialprüfung“
- KAHLEN-2000 Kahlen, O., Universität Magdeburg, Institut für Werkstofftechnik und Werkstoffprüfung, Persönliche Mitteilungen 1997 bis 2000
- KALETA-1996 Kaleta, J., Zembracki, J.: Application of the Villari effect in a fatigue examination of nickel, Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, Vol. 19, No.12, 1996, pp.1435-1443
- KALETA-1998 Kaleta, J., Zietek, G.: Representation of cyclic properties of austenitic steels with plasticity-induced martensitic transformation, Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, Vol. 21, 1998, pp.955-964
- KHAN-1996 Khan, Z., Ahmed, M.: Stress-induced martensitic transformation in metastable austenitic stainless steels: effect on fatigue crack growth rate, Journal of Materials Engineering and Performance, Volume 5(2), April 1996, pp.201-208
- KOHLRAUSCH-1985 Kohlrausch, F.: Praktische Physik, Bd.2, 23.Auflage, B.G.Teubner Stuttgart, 1985
- KTA-1984 KTA3201.2 Komponenten des Primärkreises von Leichtwasserreaktoren, Teil 2: Auslegung, Konstruktion und Berechnung, Fassung 3/84, S.17-27
- KTA-1999 KTA3201.4 Komponenten des Primärkreises von Leichtwasserreaktoren, Teil 4: Wiederkehrende Prüfungen und Betriebsüberwachung, Fassung 6/99
- KUHLMANN-1977 Kuhlmann-Wilsdorf, D., Laird, C.: Dislocation behavior in fatigue, Materials Science and Engineering, Vol. 27, 1977, pp.137-156
- KWU-1996A Ermüdungsversuche an den Ein- und Austrittsstützen des Regenerativ-WT, Versuchsbericht KWU/NT12/96/009, 13.02.1996

- KWU-1996B Untersuchung der Fehlerursache am Abblassteuerventilgehäuse, Werkstoff: 1.4550, Arbeitsbericht KWU/NT11/1996/158, 05.11.1996
- LANG-1997A Lang, M., Johnson, J., Bassler, H.J.: Fatigue characterization of AISI 321 austenitic steel by means of magnetic materials characterization using a HTSL-SQUID, Proceedings of the COFREND-Congress, Nantes, 1997
- LANG-1997B Lang, M., Bassler, H.J., Johnson, J.: Fatigue characterization of AISI 321 austenitic steel by means of HTC-SQUID, Proceedings of the 8th International Symposium on Non-destructive Characterisation of Materials, Boulder, Colorado, June 15-20, 1997
- LANG-1997C Lang, M., Johnson, J., Schreiber, J. Bassler, H.J. et al.: Cyclic deformation behaviour of AISI 321 austenitic steel and its characterization by means of HTSL-SQUID, Proceedings of the 7th German-Japanese Joint Seminar on Research in Structural Strength and NDE-Problems in Nuclear Engineering, Stuttgart, 29.-30.09.1997
- LEMKE-1997 Lemke, J.: Technologie und FEM-Simulation beim Universalwalzen von Profilen, Dissertation, Freiberg, 1997
- LI-1998 Li, D.M.: The role of plain tensile properties in evaluating fracture and fatigue behaviors of structural steels, Lifetime Management and Evaluation of Plant, Structures and Components, Proceedings of the Fourth International Conference Engineering Structural Integrity Assessment, Ed. J.H. Edwards, P.E.J. Flewitt, B.C. Gasper, K.A. McLarty, P. Stanley and B. Tomkins, 22-24 September 1998, EMAS Publishing, pp.311-318
- LINDSTEDT-1998 Lindstedt, U., Kalrsson, B., Nyström M.: Small fatigue cracks in an austenitic stainless steel, Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, Vol. 28, 1998, pp.85-98
- LIPPMANN-1995 Lippmann, N.: Beitrag zur Untersuchung des Bruchverhaltens von Werkzeugen aus Schnellarbeitsstählen, Dissertation, Freiberg, 1995, S.80-114
- LLEWELLYN-1997 Llewellyn, D.T.: Work hardening effect in austenitic stainless steels, Materials Science and Technology, May 1997, Vol. 13, no. 5, pp.389-400
- LÖHBERG-1982 Löhberg, R., Wesseling, U., Tenckhoff, E.: Metallographische und fraktographische Untersuchungen an Bauteilen (Abdrucktechniken und Schiffchenentnahme), VGB Kraftwerkstechnik 62, Heft 6, 1982, S.519-524
- MAIER-1993A Maier, H.J., Donth, B., Bayerlein, M., Mughrabi, H.: Strength enhancement of 304L stainless steel by fatigue-induced low-temperature martensitic transformation, Proceedings of the Congress: Fatigue '93, 5th International Conference on Fatigue and Fatigue Thresholds, Vol. 1, Montreal, Quebec, Canada, 3-7 May 1993

- MAIER-1993B Maier, H.J., Donth, B., Bayerlein, M., Mughrabi, H., Meier, B., Ke-
sten, M.: Optimierte Festigkeitssteigerung eines metastabilen
austenitischen Stahles durch wechselformungsinduzierte Marten-
situmwandlung bei tiefen Temperaturen, Z. Metallkd. 84 (1993) 12,
S.820-826
- MARSHALL-1984 Marshall, P.: Diffusionsless transformations - martensite formation,
in: Austenitic stainless steels, Microstructure and mechanical prop-
erties, Elsevier, London, 1984, pp.24-30
- MARTINEZ-1992 Martinez, L.G., Imakura, K., Padilha, A.F.: Influence of niobium on
stacking-fault energy of all-austenitic stainless steel, Steel Research
(1992) vol.63, no.5, pp.221-223
- MAUERAUCH-1972 Mauerauch, E., Mayr, P.: Strukturmechanische Grundlagen der
Werkstoffermüdung, Zeitschrift für Werkstofftechnik 8, 1972,
S.213-224
- MEI-1990 Mei, Z., Morris, J.W. jr.: Influence of deformation-induced martensite
on fatigue crack propagation in 304-Type steels, Metallurgical Trans-
actions, Vol. 21A, December 1990, pp.3137-3152
- MUGHRABI-1985 Mughrabi, H.: Mikrostrukturelle Ursachen der Ermüdungsrißbildung,
in: Munz, D., Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe, DGM
Informationsgesellschaft Verlag, Oberursel, 1985, S.7-38
- MUGHRABI-1996 Mughrabi, H.: Cyclic stress-strain behaviour, microstructure and
fatigue life, Proceedings of the Sixth International Fatigue Congress,
Berlin, Germany, 1996, pp.57-68
- MÜLLNER-1993 Müllner, P., Solenthaler, C., Uggowitzer, P., Speidel, M.O.: On the
effect of nitrogen on the dislocation structure of austenitic stainless
steel, Materials Science and Engineering, A164 (1993), no.1-2,
pp.164-169
- MYEONG-1997 Myeong, T.H., Yamabayashi, Y., Shimojo, M., Higo, Y.: A new life
extension method for high cycle fatigue using micro-martensitic
transformation in an austenitic stainless steel, International Journal of
Fatigue Vol.19, Supp.No.1, 1997, pp.S.69-S73
- NAGAYA-1994 Nagaya, S., Hirano, N., Shintomi, K., Yahara, A., Sakano, M.,
Matsui, M., Matsuba, H.: Material damage detector using SQUID
magnetometry, in: Yamafuyi K., Morishita T. (Edts.): Advances in
Superconductivity, Proceedings of the 7th International Symposium
on Superconductivity (ISS'94), Kitakyushu, Japan, 8-11 November,
1994, pp.1279-1282
- NEUMAIER-1989 Neumaier, P.: Praxisgerechte Vor-Ort-Ermittlung des Ferritgehaltes
an Anlagenteilen aus austenitischen oder Duplex-Stählen, Schweiß-
technik, Berlin 39 (1989) 12, S.545-548
- NISHIWAKI-1979 Nishiwaki, K. et al.: The study of fatigued stainless steel by positron
annihilation, Proc. 5th Int. Conf. Positron Annihilation, Japan, 1979,
pp.177-180

- OLSEN-1975 Olsen, G.B., Cohen, M.: Kinetics of strain induced martensite nucleation, Metall. Trans. 6A (1975) pp.791-795
- OTAKA-1995 Otaka, M., Hayashi, E.: Development of advanced SQUID system for nondestructive evaluation of material degradation in power plants, Proceedings of the 13th International Conference on NDE in the Nuclear and Pressure Vessel Industries, Kyoto, Japan, 22-25 May, 1995, pp.331-335
- PAPADAKIS-1965 Papadakis, E.: Revised grain-scattering formulas and tables, The Journal of the acoustical society of America, Volume37, Number 4, April 1965, pp.703-710
- PAPADAKIS-1984 Papadakis, E.: The inverse problem in materials characterisation through US-attenuation and velocity measurement, in: Non-destructive Methods for Material Property Determination, Plenum Press, New York, 1984, pp.151-160
- PENNY-1999 Penny, R.K.: Useful results from continuum damage mechanics, in Proceedings of the 5th internat. Colloquium on ageing of materials and methods for the assessment of lifetimes of engineering plant CAPE'99, Wilderness / South Africa, 1999, pp.135-146
- PETERSMEIER-1998 Petersmeier, T., Martin, U., Eifler, D., Oettel, H.: Cyclic fatigue loading and characterization of dislocation evolution in the ferritic steel X22CrMoV121, Int. J. Fatigue, Vol. 20, No. 3, 1998, pp.251-255
- PITSCH-1988 Pitsch, H., Höller, P., Jonck, R.: 3MA - Verfahrensansätze zur zerstörungsfreien Klassierung von Stählen, DGZfP-Jahrestagung, 9.-11.05.1988 in Siegen, 14, S.197-209
- RAJANNA-1996 Rajanna, K., Pathiraj, B., Kolster, B.H.: X-ray fractography studies on austenitic stainless steels, Engineering Fracture Mechanics Vol. 54 (1996), No. 1, Elsevier Science Ltd., pp.155-166
- RHODES-1977 Rhodes, C.G., Thompson, A.W.: The composition dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels, Metallurgical Transactions A, Volume 8A, December 1977, pp.1901-1906
- SABLIK-1987 Sablik, M. J., Kwun, H., Burkhardt, G.L., Jiles, D.C.: Model for the effect of tensile and compressive stress on ferromagnetic hysteresis, Journal of Applied Physics (1987) Bd.61, Nr.8 part 2B, pp.3799-3801
- SABLIK-1997 Sablik, M. J.: A model for asymmetry in magnetic property behavior under tensile and compressive stress in steel, IEEE Transactions on Magnetism, Vol. 33, No. 5, September 1997, pp.3958-3960
- SAGEL-1958 Sagel, K.: Tabellen zur Röntgenfeinstrukturanalyse, Springer-Verlag, 1958
- SCHIRKEWITSCH-1987 Schirkewitsch, K.: Elementare Physik - Definitionen, Gesetze, Tabellen, Carl Hanser Verlag München Wien, ISBN 3-446-14893-0, 1987

- SCHOSS-1995 Schoß, V.: Gefügecharakterisierung des austenitischen Stahls 1.4550 (X6CrNiNb 18 10) nach Ermüdungsbeanspruchung im LCF-Bereich, Diplomarbeit, Freiberg, 1995
- SCHOSS-1997 Schoß, V., Maußner, G., Klemm, V., Oettel, H.: Charakterisierung der Gefügeveränderungen des austenitischen Stahls 1.4550 (X6CrNiNb 18 10) nach Ermüdungsbeanspruchung im Low Cycle Fatigue-Bereich, Werkstoffprüfung 1997, 15. Vortrags- und Diskussionsstagung, 4.-5.12.1997, Bad Nauheim, Tagungsband S. 429-435
- SCHOTT-1985 Schott, G.: Werkstoffermüdung, 3. Auflage, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1985
- SCHOTT-1997 Schott, G.: Werkstoffermüdung - Ermüdungsfestigkeit, 4. Auflage, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1997
- SCHRADER-1941 Schrader, A.: Ätzheft, 3. Auflage, Verlag Gebr. Borntraeger, Berlin, 1941
- SCHUMANN-1974 Schumann, H.: Einfluß von Spannungen und Deformationen auf die martensitische Gitterumwandlung kubisch-flächenzentriert → hexagonal, Neue Hütte 19 (1974) 8 S.492-497 und 11 S.667- 670, 1974
- SCHUMANN-1980 Schumann, H.: Kristallgeometrie - Einführung in die Theorie der Gittertransformationen metallischer Werkstoffe, 1.Auflage, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1980, S.127-175
- SCHUMANN-1991 Schumann, H.: Metallographie, 13. Auflage, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1991
- SEIBOLD-1991A Seibold, A., Scheibe, A. and Assmann, H.-D.: Determination of the usage factor of components after cyclic loading by means of high-resolution microstructural examination, Nuclear Engineering and Design 130, 1991, pp.347-358
- SRINIVASAN-1991 Srinivasan, V.S., Sandhya, R., Bhanu Sankara Rao, K., Mannan, S.L., Raghavan K.S.: Effects of temperature on the low cycle fatigue behaviour of nitrogen alloyed type 316L stainless steel, International Journal of Fatigue, November, 1991, pp.471-478
- TARAN-1999 Taran, Y.V., Schreiber, J., Mikula, P., Lukas, P., Neov, D., Vrana, M.: Neutron diffraction investigation of low and high cycle fatigue austenite stainless steels, Proceedings of the 5th European Conference on Residual Stresses, Noordwijkerhout, The Netherlands, 28-30 September, 1999
- TARAN-2000 Taran, Y.V., Daymond, M.R., Schreiber, J., Wright, J.S.: In-situ mechanical characterization of fatigue austenitic steel samples under an applied load using neutron diffraction, ISIS Experimental Report Number:11007, April 2000
- THEINER-1984 Theiner, W., Willems, H.: Determination of microstructural parameters by magnetic and ultrasonic quantitative NDE, in: Non-destructive Methods for Material Property Determination, Plenum Press, New York, pp.249-258

- THOMAS-1998 Thomas, J.: Programmbeschreibung Eldisca, Version 3.1, Dresden, 1998, S.9-24
- THOMPSON-1996 Thompson, R.B.: Ultrasonic measurement of mechanical properties, IEEE Ultrasonics symposium, 1996, pp.735-744
- TETERUK-1998 Teteruk, R.G., Maier, H.J. Christ, H.-J.: Fatigue induced martensitic transformation in metastable stainless steels, in: Rie, K.-T., Portella, P.D. (Edts.): Low cycle fatigue and elasto-plastic behaviour of materials, Elsevier Science Ltd, 1998, pp.321-326
- TJONG-1988 Tjong, S.C, Ho, N.J.: Transmission electron microscopy observations of strain induced martensitic formation in fatigued Fe-21Mn-2.5Al, Materials Science and Engineering A, 102 (1988) pp.125-130
- TRYON-1998 Tryon, R.G., Cruse, T.A.: A reliability-based-model to predict scatter in fatigue crack nucleation life, Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, Vol. 21, 1998, pp.257-267
- VANINI-1985 Vanini, A.S.: Response aux Sollicitations Monotones et Cycliques de l'Acier Inoxidable Austenitique a bas Carbone Z02CN18-10, Thèse devant l'Université Pierre et Marie Curie, 1985
- VINCOUR-1999 Vincour, D., Pochmann, K.: Application of a plant monitoring system, in Proceedings of the 5th internat. Colloquium on ageing of materials and methods for the assessment of lifetimes of engineering plant CAPE'99, Wilderness / South Africa, 1999, pp.135-146
- WASSERMANN-1962 Wassermann, G., Grewen, J.: Texturen metallischer Werkstoffe, 2. Auflage, Springer-Verlag, 1962
- WEGST-1998 Wegst, C.W.: Stahlschlüssel, Wegst, 18.Aufl., 1998,
- WIESENDANGER-1994 Wiesendanger, R.: Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy, Cambridge University Press, 1994, pp.226-230, pp.251-264, pp.422-431
- WESSELING-1996 Wesseling, U.: Persönliche Mitteilungen, Siemens AG KWU NT1, Erlangen, 1996
- WITTIG-1988 Wittig, G., Thomas, H.M.: Untersuchungen zur Wirbelstromprüfung mit hohen Frequenzen an Werkstoffen mit geringer elektrischer Leitfähigkeit, DGZfP-Jahrestagung, 9.-11.05.1988 in Siegen, 14, S.189-196
- ZEISS-1997 Carl Zeiss Jena GmbH: Eine kurze Einführung in die Rasterkraftmikroskopie, Firmenschrift, 1997

14 Alphabetischer Index der verwendeten Symbole

Symbol	Beschreibung	Einheit
a	Rißlänge	μm
a_0	Gitterkonstante	\AA
A \bar{A}	Fläche mittlere Fläche	mm^2
α	Lagewinkel für Verkippung bei der Texturanalyse Schallschwächungskoeffizient	$^\circ$ dBm^{-1}
$[\% \alpha']$	magnetische Anzeige	%
α'_{rel}	Relativer Martensitgehalt, bezogen auf den Endwert = $[\% \alpha'] / [\% \alpha'_B]$	%
$\% \alpha'_{xy}$	Martensitanteil, mit Methode xy bestimmt	%
b b''	Ermüdungsfestigkeitsexponent der Basquin - Gleichung bzw. der kombinierten Basquin / Manson - Coffin - Gleichung	-
	Burgersvektor	\AA
B B_r	magnetische Flußdichte Remanenz	T
β	Lagewinkel für Drehung bei der Texturanalyse	$^\circ$
c c''	Ermüdungsduktilitätsexponent der Manson - Coffin - Gleichung bzw. der gemischten Basquin / Manson - Coffin - Gleichung, Schallgeschwindigkeit	- ms^{-1}
c_0	Gitterkonstante	\AA
$c_{(\alpha)}$	Defokussierung des Röntgenstrahls in Abhängigkeit von der Verkippung	-
d	quadratischer Korndurchmesser (nach DIN 50 601)	μm
d	Meßabstand: Probe - SQUID	mm
D	Erschöpfungsgrad, Ausnutzungsgrade, usage factor, Streuzentrengröße	- mm
δ	Eindringtiefe	mm
$\Delta \epsilon_{\text{ges}}$	Dehnungsschwingbreite = $2 \cdot \epsilon_{a, \text{ges}} = \Delta \epsilon_{\text{pl}} + \Delta \epsilon_{\text{el}}$	%
$\Delta \epsilon_{\text{el}}$	elastische Dehnungsschwingbreite	%
$\Delta \epsilon_{\text{pl}}$	plastische Dehnungsschwingbreite = $2 \cdot \epsilon_{a, \text{pl}}$	%
ΔK	Spannungsintensitätsbreite	$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
Δl	gemessene Wegänderung zur Bestimmung der Dehnung	mm
$\Delta \sigma$	Spannungsschwingbreite = $2 \cdot \sigma_a$	MPa
ΔW	dissipierte Energie infolge mechanischer Hysterese	J/mm^3
E	Elastizitätsmodul	MPa
ϵ	Dehnung	%

$\dot{\epsilon}$	Dehnungsgeschwindigkeit	s^{-1}
$\epsilon_{a, ges}$	Gesamtdehnungsamplitude bei Lastwechselversuchen	%
$\epsilon_{a, pl}$	plastische Dehnungsamplitude bei Lastwechselversuchen	%
ϵ_f	wahre Bruchdehnung in der kombinierten Basquin / Manson - Coffin - Gleichung	%
$\epsilon_f' \mid \epsilon_f''$	Ermüdungsduktilitätskoeffizient der Manson - Coffin - Gleichung bzw. der kombinierten Basquin / Manson - Coffin - Gleichung	%
ϵ_{krit}	Kritische Dehnung für das Einsetzen von Verformungsmartensitbildung	%
$\epsilon_{pl, kum}$	Kumulierte plastische Dehnung, Gesamtwechseldehnung	%
$\epsilon_{pl, kum}^*$	wirksame kumulierte plastische Dehnung	%
f	Frequenz	Hz
g	Beugungsvektor	Å
$\Phi \mid \Phi_B$	magnetischer Fluß magnetischer Fluß im SQUID magn. Flußquant	Vs
Φ_0	Stapelfehlerenergie	mJ/m ²
γ_{SFE}		
G	Korngrößenzahl (nach DIN 50 601), freie Enthalpie	- J
$H \mid H_c \mid H_t$	magnetische Feldstärke Koerzitivfeldstärke tangentielle Feldstärke	kA/m
χ	magnetische Suszeptibilität	-
i, I	Wechsel-, Gleichstrom	A
$I_{mess}^{(\alpha, \beta)}$	gemessene Röntgenintensität in Abhängigkeit der Lagewinkel	cps
J	magnetische Polarisierung	T
l_0	Bezugslänge zur Bestimmung der Dehnung	mm
l_0^*	Ersatz - Bezugslänge zur Bestimmung der Dehnung bei induktiver Wegmessung für dehnungsgesteuerte Versuche	mm
$l_{0, ges}^*$	Ersatz - Bezugslänge zur Bestimmung der Gesamtdehnung bei induktiver Wegmessung für spannungsgesteuerte Versuche	mm
$l_{0, pl}^*$	Ersatz - Bezugslänge zur Bestimmung der plastischen Dehnung bei induktiver Wegmessung für spannungsgesteuerte Versuche	mm
L	magnetische Induktivität, Probenlänge	H mm
\bar{L}	mittlere Sehnenlänge	µm
λ	Windungslänge des MWM - Sensors, Wellenlänge	mm mm
M	Magnetisierung	kA/m
M_{max}	höchste Barkhausenrauschamplitude	V
$M_s \mid M_d$	Martensitstarttemperatur Martensitstarttemperatur bei Verformung	K

μ	Schwächungskoeffizient (für Röntgenstrahlung)	-
μ_r	relative Permeabilität	-
N	Lastwechselzahl = Zahl der Beanspruchungszyklen	-
$\%N_B$	relative Bruchlastwechselzahl = N / N_B	%
$N_A N_B$	Lastwechselzahl bis zum Anriß bzw. bis zum Bruch	-
$N_{\text{Inkubation}}$	Lastwechselzahl bis zur Inkubation der Verformungsmartensitbildung	-
N_V	Versetzungsdichte	cm^{-2}
ν	Querkontraktionszahl	-
$P(\alpha, \beta)$	Poldichte (Texturanalyse)	-
r	Radius	mm
r_a	Rauhtiefe	μm
R	elektrischer Widerstand, Betrag des Scheinwiderstandes, Reflexionsfaktor für Ultraschallwellen	Ω -
$R_\epsilon R_\sigma$	Beanspruchungsverhältnis für dehnungs- ($\epsilon_{\text{min}} / \epsilon_{\text{max}}$) und spannungs- gesteuerte ($\sigma_{\text{min}} / \sigma_{\text{max}}$) Versuche	-
R_m	Zugfestigkeit	
ρ	Dichte	g/cm^3
$S_n S_a$	Vergleichsspannungsschwingbreite bzw. Amplitude nach KTA3201.2	MPa
σ	Spannung	MPa
$\sigma_a \sigma_m$	Spannungsamplitude Mittelspannung	MPa
σ_D	Dauerfestigkeit	MPa
σ_{el}	elektrische Leitfähigkeit	$\text{m}/\Omega\text{mm}^2$
$\sigma_f' \sigma_f''$	Ermüdungsfestigkeitskoeffizient der Manson-Coffin - Gleichung bzw. der kombinierten Basquin / Manson-Coffin - Gleichung	MPa
$\sigma_{\text{FL,D}}$	Fließgrenze im Druckversuch, Druckspannung die $\epsilon_{\text{pl}} = 0,2\%$ bewirkt	MPa
$\vartheta \vartheta_G$	Temperatur Grenztemperatur	$^\circ\text{C}$
θ	Glanzwinkel	$^\circ$
	Phasenwinkel in der komplexen Widerstandsebene	$^\circ$
t	Zeit, Eindringtiefe (Röntgenstrahlung)	s μm
T_0	Gleichgewichtstemperatur	K
U_B	Beschleunigungsspannung	kV
Z	Einschnürung, komplexer elektrischer Widerstand	% Ω

Anlage A: Formeln zur Berechnung von Stabilitätskriterien

M_s - Temperaturen:

- (A) Kulmburg et al.³⁶: $M_s = 492 - 125 \cdot [\%C] - 65,5 \cdot [\%Mn] - 10 \cdot [\%Cr] - 29 \cdot [\%Ni] / ^\circ C$ (A-1)
- (B) Eichelmann, Hull³³: $M_s = 75 \cdot (14,6 - [\%Cr] + 110 \cdot (8,9 - [\%Ni])) + 60 \cdot (1,33 - [\%Mn]) + 50 \cdot (0,47 - [\%Si]) + 3000 \cdot (0,068 - [\%C + \%N]) / ^\circ F$ (A-2)
- (C) Eichelmann, Hull³³: $M_s = 1350 - 1665 \cdot [\%C + \%N] - 28 \cdot [\%Si] - 33 \cdot [\%Mn] - 42 \cdot [\%Cr] - 61 \cdot [\%Ni] / ^\circ C$ (A-3)
- (D) Monkmann et al.³³: $M_s = 2160 - 66 \cdot [\%Cr] - 102 \cdot [\%Ni] - 2629 \cdot [\%C + \%N] / ^\circ F$ (A-4)
- (E) Monkmann et al.³³: $M_s = 1182 - 37 \cdot [\%Cr] - 57 \cdot [\%Ni] - 1456 \cdot [\%C + \%N] / ^\circ C$ (A-5)
- (F) Pickering³³: $M_s = 502 - 810 \cdot [\%C] - 1230 \cdot [\%N] - 13 \cdot [\%Mn] - 30 \cdot [\%Ni] - 12 \cdot [\%Cr] - 54 \cdot [\%Cu] - 46 \cdot [\%Mo] / ^\circ C$ (A-6)

M_D - Temperaturen:

- (G) Angel³³: $M_{d30} = 413 - 462 \cdot [\%C + \%N] - 9,2 \cdot [\%Si] - 8,1 \cdot [\%Mn] - 13,7 \cdot [\%Cr] - 9,5 \cdot [\%Ni] - 18,5 \cdot [\%Mo] / ^\circ C$ (A-7)
- (H) Gladmann³³: $M_{d30} = 497 - 462 \cdot [\%C + \%N] - 9,2 \cdot [\%Si] - 8,1 \cdot [\%Mn] - 13,7 \cdot [\%Cr] - 20 \cdot [\%Ni] - 18,5 \cdot [\%Mo] / ^\circ C$ (A-8)
- (I) Nohara³³: $M_{d30} = 551 - 462 \cdot [\%C + \%N] - 9,2 \cdot [\%Si] - 8,1 \cdot [\%Mn] - 13,7 \cdot [\%Cr] - 29 \cdot [\%Ni + \%Cu] - 18,5 \cdot [\%Mo] - 68 \cdot [\%Nb] / ^\circ C$ (A-9)
- (J) Sjöberg³³: $M_{d30} = 608 - 515 \cdot [\%C] - 821 \cdot [\%N] - 7,8 \cdot [\%Si] - 12 \cdot [\%Mn] - 13 \cdot [\%Cr] - 34 \cdot [\%Ni] - 6,5 \cdot [\%Mo] / ^\circ C$ (A-10)
- (K) Nohara (Korngrößenenfluß)³³: $M_{d30}^{GS} = M_{d30} - 1,42 \cdot (v - 8) = M_{d30} - 1,42 \cdot (2,63 - \log D)$ [v . . . ASTM-Nr, D . . . Korndurchmesser] (A-11)

Stabilitätsfaktoren:

- (L) Post, Eberly et al.³³: $\Delta = [\%Ni] - \{([\%Cr] + 1,5 \cdot [\%Mo] - 20) / 12 - 0,5 \cdot [\%Mn] - 35 \cdot [\%C] - 27 \cdot [\%N] - [\%Cu] + 15\}$ (A-12)
- (M) Floreen et al.³³: $S = [\%Ni] + 0,68 \cdot [\%Cr] + 0,55 \cdot [\%Mn] + 0,45 \cdot [\%Si] + 27 \cdot [\%C + \%N] + [\%Mo] + 0,2 \cdot [\%Co]$ (A-13)
- (N) Irvine et al.³⁶: $\Delta M_s = - 474 \cdot [\%C] - 11 \cdot [\%Si] - 33 \cdot [\%Mn] - 17 \cdot [\%Cr] - 17 \cdot [\%Ni] - 21 \cdot [\%Mo] - 11 \cdot [\%W]$ (A-14)
- (O) Brickner³³: $J = 37,193 - 51,248 \cdot [\%C] - 1,0174 \cdot [\%Mn] - 2,5884 \cdot [\%Ni] - 0,4667 \cdot [\%Cr] - 34,396 \cdot [\%N]$ (A-15)
- (P) Brickner³³: $\Delta Ni = [\%Ni] + [\%Cu] + 0,5 \cdot [\%Mn] + 35 \cdot [\%C + \%N] - ([\%Cr] - 20)^2 - 15$ (A-16)

Anlage B: Vollständige chemische Analyse der untersuchten Werkstoffe

Stempelung (Hersteller / Wst.- nummer)	Stahlmarke	Charge	%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Mo	%Ni	%Ti	%V	%W	%Al	%Co	%Cu	%N	%Nb
SEW 1.4301 ❶	X5 CrNi 18 10	❶ 1133271	0,02	0,48	0,69	0,03	0,01	17,45	0,41	8,70	0,01	0,04	0,10	0,01	0,12	0,32	0,05	0,00
GHO 1.4301 ❷	X5 CrNi 18 10	❷ 130 495	0,02	0,51	0,70	0,04	0,00	17,55	0,42	8,75	0,01	0,00	0,00	0,02	0,13	0,28	0,06	0,00
SEW 1.4303 ❶	X5 CrNi 18 12	❶ 1121064	0,04	0,50	1,64	0,03	0,01	17,00	0,26	11,60	0,16	0,05	0,07	0,03	0,21	0,32	0,02	0,00
S&C 1.4438 ❸	X2 CrNiMo 18 16 4	❸ 97535	0,02	0,65	1,19	0,03	0,00	18,25	3,12	14,10	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,09	0,00
GHO 1.4438 ❷	X2 CrNiMo 18 16 4	❷ 270 723	0,02	0,34	1,21	0,02	0,01	18,00	3,10	16,13	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
SEW 1.4441 ❶	X2 CrNiMo 18 15 3 /SU	❶ 1627146	0,02	0,30	1,43	0,02	0,00	18,35	2,88	14,35	0,01	0,00	0,00	0,02	0,00	0,08	0,06	0,00
SEW 1.4541 ❶	X6 CrNiTi 18 10	❶ 1133897	0,02	0,37	1,28	0,03	0,03	17,66	0,37	10,05	0,20	0,05	0,03	0,01	0,09	0,22	0,02	0,01
GHO 1.4541 ❷	X6 CrNiTi 18 10	❷ 212 360	0,04	0,40	1,47	0,03	0,03	17,10	0,28	10,40	0,40	0,00	0,00	0,02	0,17	0,26	0,01	0,00
S&C 1.4541 ❸	X6 CrNiTi 18 10	❸ 97591	0,04	0,62	1,13	0,02	0,00	17,29	0,00	10,65	0,23	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00
A0P 1.4550 ❹	X6 CrNiNb 18 10	❹	0,03	0,68	1,65	0,02	0,01	17,18	0,47	9,19	0,00	0,00	0,00	0,02	0,07	0,17	0,04	0,67
SEW 1.4550 ❶	X6 CrNiNb 18 10 /1	❶ 64045	0,03	0,24	1,91	0,02	0,01	17,55	0,04	9,20	0,01	0,06	0,00	0,01	0,11	0,18	0,03	0,43
GHO 1.4550 ❷	X6 CrNiNb 18 10	❷ 91 549	0,03	0,62	1,62	0,02	0,00	17,73	0,00	10,27	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,04	0,32
S&C 1.4550 ❸	X6 CrNiNb 18 10	❸ 96377	0,05	0,67	1,07	0,03	0,00	18,46	0,00	10,49	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,03	0,59

❶ SEW: Sächsische Edelstahlwerke GmbH, Postfach 1-64, D-01691 Freital

❷ GHO: Gebr. Höver GmbH+Co., Edelstahlwerk Kaiserau, Postfach 2180, D-51784 Lindlar - Kaiserau

❸ S&C: Schmidt+Clemens GmbH+Co., Edelstahlwerk Kaiserau, Postfach 1140, D-51779 Lindlar

❹ A0P: Material aus Lagerbeständen der Siemens AG, D-91058 Erlangen

Anlage C: Versuchsplan - Überblick der mechanischen Experimente und der zugehörigen Versuchsbedingungen

	Probenname	Versuchssteuerung	Temperatur / °C	Frequenz / Hz	Probenform
Reckversuche	A0P 1.4550-9	-	RT	-	LCF-1 (Bild 19a)
	A0P 1.4550-11	-	RT	-	LCF-1 (Bild 19a)
	A0P 1.4550-18	-	200	-	LCF-2 (Bild 19b)
	S&C 1.4541-1	-	RT	-	LCF-2 (Bild 19b)
	S&C 1.4541-10	-	100	-	LCF-2 (Bild 19b)
	SEW 1.4550-1	-	RT	-	LCF-2 (Bild 19b)
	SEW 1.4550-12	-	100	-	LCF-2 (Bild 19b)
Druckversuche	GHO 1.4301-D	-	RT	-	Bild 18
	GHO 1.4438-D	-	RT	-	Bild 18
	GHO 1.4541-D	-	RT	-	Bild 18
	GHO 1.4550-D	-	RT	-	Bild 18
	S&C 1.4438-D	-	RT	-	Bild 18
	S&C 1.4550-D	-	RT	-	Bild 18
	S&C 1.4541-D	-	RT (Anlieferzust.)		Bild 18
	S&C 1.4541-1000°-4h-D	-	RT (wärmebeh.: 1000° / 4h)		Bild 18
	S&C 1.4541-1250°-2h-D	-	RT (wärmebeh.: 1250° / 2h)		Bild 18
	SEW 1.4303-D	-	RT	-	Bild 18
	SEW 1.4441-D	-	RT	-	Bild 18
	SEW 1.4541-D	-	RT	-	Bild 18
	SEW 1.4550-D	-	RT (Anlieferzust.)		Bild 18
	SEW 1.4550-1000°-4h-D	-	RT (wärmebeh.: 1000° / 4h)		Bild 18
SEW 1.4550-1250°-2h-D	-	RT (wärmebeh.: 1250° / 2h)		Bild 18	
Teiler müdete Zustände	A0P 1.4550-3	$\Delta\epsilon$ (pos.) [*] =1,2%	RT	0,1	LCF-1 (Bild 19a)
	A0P 1.4550-4	$\Delta\epsilon$ (pos.) [*] =1,2%	RT	0,1	LCF-1 (Bild 19a)
	A0P 1.4550-5	$\Delta\epsilon$ (pos.) [*] =1,2%	RT	0,1	LCF-1 (Bild 19a)
	A0P 1.4550-6	$\Delta\epsilon$ (pos.) [*] =1,2%	RT	0,1	LCF-1 (Bild 19a)
	A0P 1.4550-7	$\Delta\epsilon$ (pos.) [*] =1,2%	RT	0,1	LCF-1 (Bild 19a)
LCF - dehnungsgesteuert bei RT	A0P 1.4550-2	$\Delta\epsilon$ (pos.) [*] =1,2%	RT	0,1	LCF-1 (Bild 19a)
	A0P 1.4550-8	$\Delta\epsilon$ (pos.) [*] =1,5%	RT	0,1	LCF-1 (Bild 19a)
	A0P 1.4550-13	$\Delta\epsilon$ (pos.) [*] =1,0%	RT	0,1	LCF-1 (Bild 19a)
	A0P 1.4550 MP-1	$\Delta\epsilon$ (FD) ⁺ =1,5%	RT	0,1	LCF-3 (abgeändert)
	A0P 1.4550 MP-2	$\Delta\epsilon$ (pos.) [*] =1,2%	RT	0,1	LCF-3 (Bild 20)
	A0P 1.4550 MP-3	$\Delta\epsilon$ (FD) ⁺ =0,9%	RT	0,1	LCF-3 (Bild 20)
	A0P 1.4550 MP-5	$\Delta\epsilon$ (FD) ⁺ =1,1%	RT	0,1	LCF-3 (Bild 20)
	S&C 1.4541-9	$\Delta\epsilon$ (FD) ⁺ =1,2%	RT	0,1	LCF-2 (Bild 19b)
	SEW 1.4550-11	$\Delta\epsilon$ (FD) ⁺ =1,1%	RT	0,1	LCF-2 (Bild 19b)

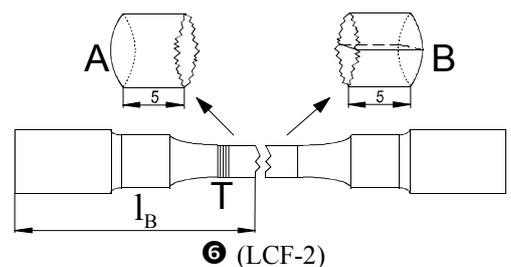
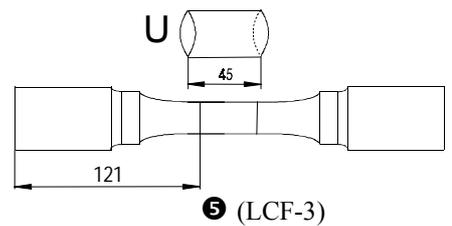
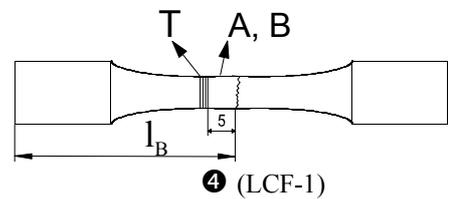
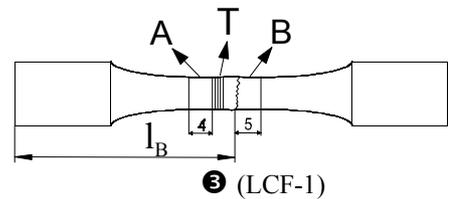
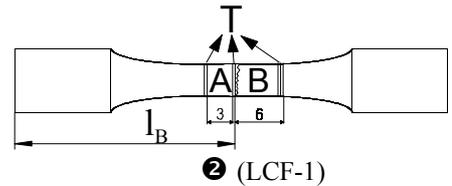
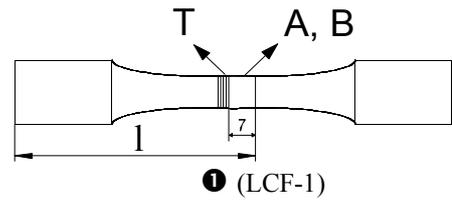
* ... positionsgesteuert nach 4.5.1

+ ... feindehnungsgesteuert nach 4.5.1

	Probenname	Versuchssteuerung	Temperatur / °C	Frequenz / Hz	Probenform
LCF -bei Temperatur	A0P 1.4550-14	$\Delta\varepsilon$ (pos.)*=1,2%	150	0,1	LCF-1 (Bild 19a)
	A0P 1.4550-15	$\Delta\varepsilon$ (pos.)*=1,2%	100	0,1	LCF-1 (Bild 19a)
	A0P 1.4550-16	$\Delta\varepsilon$ (pos.)*=1,2%	200	0,1	LCF-1 (Bild 19a)
	A0P 1.4550-17	$\Delta\varepsilon$ (pos.)*=1,2%	300	0,1	LCF-1 (Bild 19a)
LCF -HCF spannungsgesteuert bei RT	S&C 1.4541-3	$\sigma_a = 242\text{MPa}$	RT	1,6	LCF-2 (Bild 19b)
	S&C 1.4541-4	$\sigma_a = 209\text{MPa}$	RT	1,6	LCF-2 (Bild 19b)
	S&C 1.4541-5	$\sigma_a = 185\text{MPa}$	RT	1,6 - 6	LCF-2 (Bild 19b)
	S&C 1.4541-6	$\sigma_a = 196\text{MPa}$	RT	1,6 - 6	LCF-2 (Bild 19b)
	S&C 1.4541-7	$\sigma_a = 205\text{MPa}$	RT	1,6-5	LCF-2 (Bild 19b)
	S&C 1.4541-8	$\sigma_a = 252\text{MPa}$	RT	1,3	LCF-2 (Bild 19b)
	SEW 1.4550-2	$\sigma_a = 230\text{MPa}$	RT	1,6	LCF-2 (Bild 19b)
	SEW 1.4550-3	$\sigma_a = 230\text{MPa}$	RT	1,6	LCF-2 (Bild 19b)
	SEW 1.4550-4	$\sigma_a = 226\text{MPa}$	RT	1,6 - 5	LCF-2 (Bild 19b)
	SEW 1.4550-5	$\sigma_a = 240\text{MPa}$	RT	1,6	LCF-2 (Bild 19b)
	SEW 1.4550-6	$\sigma_a = 261\text{MPa}$	RT	1,6	LCF-2 (Bild 19b)
	SEW 1.4550-7	$\sigma_a = 241\text{MPa}$	RT	1,6	LCF-2 (Bild 19b)
	SEW 1.4550-8	$\sigma_a = 276\text{MPa}$	RT	1,6	LCF-2 (Bild 19b)
	SEW 1.4550-9	$\sigma_a = 262\text{MPa}$	RT	1,6	LCF-2 (Bild 19b)
	SEW 1.4550-10	$\sigma_a = 303\text{MPa}$	RT	1,6	LCF-2 (Bild 19b)
	A0P 1.4550-19	$\sigma_a = 252\text{MPa}$	RT	1,6	LCF-2 (Bild 19b)
Blockversuche	SEW 1.4550-13	$\sigma_a=(276 230) \text{MPa}$	RT	1,6	LCF-2 (Bild 19b)
	SEW 1.4550-14	$\sigma_a=(240 276 230) \text{MPa}$	RT	1,6	LCF-2 (Bild 19b)
	SEW 1.4550-15	$\sigma_a=(276 230 240) \text{MPa}$	RT	1,6	LCF-2 (Bild 19b)
	SEW 1.4550-16	$\sigma_a=(174 260) \text{MPa}$	RT	0,1	LCF-2 (Bild 19b)
	SEW 1.4550-19	$\sigma_a=(174 260) \text{MPa}$	RT	1,6	LCF-2 (Bild 19b)
	SEW 1.4550-21	$\sigma_a=(230 240 276) \text{MPa}$	RT	1,5	LCF-2 (Bild 19b)

Anlage D: Probenentnahmeplan und Untersuchungspositionen

	Probenname	$l_{(B)}$ / mm	Trennschema
Teilterm. Zustände	A0P 1.4550-3	47	❶ (LCF-1)
	A0P 1.4550-4	47	❶ (LCF-1)
	A0P 1.4550-5	47	❶ (LCF-1)
	A0P 1.4550-6	47	❶ (LCF-1)
	A0P 1.4550-7	47	❶ (LCF-1)
LCF - dehnungsge-steuert bei RT	A0P 1.4550-2	44	❷ (LCF-1)
	A0P 1.4550-8	43	❸ (LCF-1)
	A0P 1.4550-13	48	❹ (LCF-1)
	A0P 1.4550 MP-1	-	❺ (LCF-3)
	A0P 1.4550 MP-2	-	❺ (LCF-3)
	A0P 1.4550 MP-3	-	-
	A0P 1.4550 MP-5	-	❺ (LCF-3)
	S&C 1.4541-9	38	❻ (LCF-2)
SEW 1.4550-11	52	❻ (LCF-2)	
Temp.-LCF	A0P 1.4550-14	47	❷ (LCF-1)
	A0P 1.4550-15	46	❷ (LCF-1)
	A0P 1.4550-16	41	❷ (LCF-1)
	A0P 1.4550-17	40	❷ (LCF-1)
LCF -HCF spannungsgesteuert bei RT	S&C 1.4541-3	43	❻ (LCF-2)
	S&C 1.4541-4	43	❻ (LCF-2)
	S&C 1.4541-5	45	❻ (LCF-2)
	S&C 1.4541-6	-	-
	S&C 1.4541-7	45	❻ (LCF-2)
	S&C 1.4541-8	41	❻ (LCF-2)
	SEW 1.4550-2	48	❻ (LCF-2)
	SEW 1.4550-3	47	❻ (LCF-2)
	SEW 1.4550-4	45	❻ (LCF-2)
	SEW 1.4550-5	43	❻ (LCF-2)
	SEW 1.4550-6	42	❻ (LCF-2)
	SEW 1.4550-7	47	❻ (LCF-2)
	SEW 1.4550-8	47	❻ (LCF-2)
	SEW 1.4550-9	40	❻ (LCF-2)
	SEW 1.4550-10	41	❻ (LCF-2)
A0P 1.4550-19	52	❻ (LCF-2)	
Blockversuche	SEW 1.4550-13	46	-
	SEW 1.4550-14	65	❻ (LCF-2)
	SEW 1.4550-15	55	❻ (LCF-2)
	SEW 1.4550-16	54	-
	SEW 1.4550-19	52	-
	SEW 1.4550-21	52	-



Positionen: A: Ferritscope, MFM, Röntgen, SQUID
B: Querschliff, Längsschliff, HV

T: TEM
U: Ultraschalluntersuchungen

Anlage E: Metallographische Präparations- und Untersuchungstechniken

(I) Präparation

1. Einbetten in *Technovit*¹⁰⁴, eventuell Epoxidharzummantelung (Stützen, Randschärfe) oder Einspannen in spezielle Schliffklammer
2. Schleifen mit Schleifpapier (SiC, naß) stufenweise:
220 - 500 - 800 - 1200 - 2500 - (4000)
mit zwischengeschalteten Reinigungen
3. Diamantpolieren 3 µm
4. Tonerdepolieren mit TE II
5. OPS - Polieren mit *Syton W30*
6. Abschlußreinigung im Ultraschallbad (Alkohol) und Trocknung

(II) Kontrastierung¹⁵⁷

Name der Ätzung	V2A - Beize	Vilella - Ätzung	Oxalsäure - Ätzung	BERAHA I
Zusammensetzung	100 ml HCl 32% 10 ml HNO ₃ 65% 100 ml H ₂ O 1 Tropfen Sparbeize	15 ml HCl 32% 30 ml HNO ₃ 65% 45 ml C ₃ H ₈ O ₃ 87%	100 g (COOH) ₂ 900 ml H ₂ O	100 ml H ₂ O 20 ml HCL 32% 0,1 g K ₂ S ₂ O ₅ 2,4 g NH ₄ HF ₂
Temperatur	70°C	40°C	RT	RT
Bemerkung	eventuell als Wisch- ätzung	Ätzlösung zersetzt sich innerhalb we- niger Stunden	elektrolytisch, U ≈ 40 V	sehr kurze Ätz- dauer

(III) Metallographische Untersuchung

Auflichtmikroskopie: Hellfeld mit Mikroskopen der Bauart *MM 6*¹⁵⁸ und *Axiophot*¹⁵⁹ mit Fotodokumentation auf Plan- bzw. Rollfilm, bevorzugter Abbildungsmaßstab 200 : 1

Korngrößenbestimmung nach DIN 50 601 - V1 durch Vergleich mit der Bildreihentafel, die Korngrößenkennzahl *G* leitet sich aus der Anzahl von *m* Körnern pro mm² ab, mittlerer quadratischer Korndurchmesser *d*

$$m = 8 \cdot 2^G \quad (\text{E-1})$$

$$G = \frac{\lg m}{\lg 2} - 3 \quad (\text{E-2})$$

$$d = \frac{1}{\sqrt{m}} = \frac{1}{\sqrt{8 \cdot 2^G}} \quad (\text{E-3})$$

¹⁵⁷ nach SCHUMANN-1991 und SCHRADER-1941

¹⁵⁸ ehemals Leitz GmbH, Wetzlar jetzt Leica, Bensheim

¹⁵⁹ Zeiss, Oberkochen

Mikrohärteprüfung: Kleinlasthärteprüfer *Leitz 121*¹⁵⁸, Ermittlung der Vickershärte im Lastbereich HV0,01 bis HV0,5, bevorzugte Prüflasten: $100\text{g} \leq p \leq 300\text{g}$, Realisierung ortsauflösender Messungen durch Verfahrtsch

(IV) Bauteilmetallographie

Präparations- und Untersuchungsschritte, siehe auch ¹⁶⁰:

- | | |
|-------------------------------|--|
| 1. Schleifen | der Bauteil- (Proben-) oberfläche mit tragbarem Gerät ¹⁶¹ |
| 2. Polieren | mit tragbarem Gerät ¹⁶¹ und Diamant - Polierpasten bis 1 μm |
| 3. Kontrastierung | Oxalsäure - Ätzung nach (II) mit Wattebausch als Katode |
| 4. Markierung | zur erleichterten Zuordnung von Details zu späteren Wiederholungsuntersuchungen mit einem Skalpell |
| 5. Gefügeabdruck
(Replica) | Oberflächenabdruck mit <i>Bioden</i> - Folie ¹⁶² , die zuvor in Aceton oberflächlich angelöst wurde, Abziehen des Replica vom Bauteil und Befestigung auf einem Glasträger mit doppelseitigem Klebeband |
| 6. Bedampfung | des Abdrucks (vorderseitig) mit Gold |
| 7. Auflichtmikroskopie | Untersuchung / Dokumentation nach (III) |
| 8. REM | optionale Untersuchungsmöglichkeit mit erhöhter Auflösung und Tiefenschärfe |

¹⁶⁰ LÖHBERG-1982

¹⁶¹ Schnellläufer mit 7000min^{-1} , Robert Bosch GmbH, Stuttgart

¹⁶² Dr. Herr GmbH, München

Anlage F: Quantitative Phasenanalyse mittels Röntgendiffraktometrie

I. Methode der festen Flächenverhältnisse

Voraussetzung: zweiphasiges Präparat (Austenit γ , Martensit α') ohne inneren Standard

$$C_{\alpha'} + C_{\gamma} = 1 \quad \begin{array}{l} C_{\alpha'} \dots \text{Phasenanteil an Martensit} \\ C_{\gamma} \dots \text{bzw. Austenit} \end{array} \quad (F-1)$$

$$I_{\alpha'}^{(hkl)} = \text{konst.} \cdot R_{\alpha'}^{(hkl)} \cdot \frac{C_{\alpha'}^{(hkl)}}{\mu} \quad \begin{array}{l} I_{\alpha'}^{(hkl)} \dots \text{Intensität der Ebene (hkl) für} \\ I_{\gamma}^{(h'k'l')} \dots \text{Martensit bzw. Austenit} \end{array} \quad (F-2)$$

$$I_{\gamma}^{(h'k'l')} = \text{konst.} \cdot R_{\gamma}^{(h'k'l')} \cdot \frac{C_{\gamma}^{(h'k'l')}}{\mu} \quad \begin{array}{l} \text{konst.} \dots \text{Messungsabhängige Konstante} \\ \mu \dots \text{Massenabsorptionskoeffizient} \\ \text{der Probe} \end{array} \quad (F-3)$$

$$C_{\alpha'}^{(hkl)/(h'k'l')} = \frac{1}{1 + \frac{I_{\gamma}^{(h'k'l')}}{R_{\gamma}^{(h'k'l')}} \cdot \frac{R_{\alpha'}^{(hkl)}}{I_{\alpha'}^{(hkl)}}} \quad \begin{array}{l} C_{\alpha'}^{(hkl)/(h'k'l')} \dots \text{Phasenanteil an Martensit,} \\ \dots \text{berechnet anhand der Ebenen} \\ \dots \text{(hkl) und (h'k'l')} \\ R_{\alpha'}^{(hkl)} \dots \text{Reflexionsfaktoren von Mar-} \\ R_{\gamma}^{(h'k'l')} \dots \text{tensit bzw. Austenit für eine} \\ \dots \text{bestimmte Netzebene} \end{array} \quad (F-4)$$

$$\bar{C}_{\alpha'} = \frac{\sum_{i=1}^n C_{\alpha'}^{(hkl)/(h'k'l')i}}{n} \quad \bar{C}_{\alpha'} \dots \text{Phasenanteil an Martensit, ge-} \\ \dots \text{mittelt aus den n, durch Permu-} \\ \dots \text{tieren aller gemessenen Ebenen} \\ \dots \text{(hkl) und (h'k'l'), möglichen} \\ \dots \text{Verhältnissen} \quad (F-5)$$

II. Reflexionsfaktoren

theoretische Formeln: unter den gegebenen geometrischen Bedingungen (Debye-Scherrer) und ohne Temperatureinfluß

$$R = \left(\frac{1}{V_{EZ}^2} \right) \left[|F|^2 \times p \times \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \times \cos \theta} \right) \right] \quad \begin{array}{l} V_{EZ} \dots \text{Volumen der Elementarzelle} \\ \theta \dots \text{Glanzwinkel} \\ p \dots \text{Flächenhäufigkeit des Reflexes} \end{array} \quad (F-6)$$

$$F = \left(f_0 + f' + \frac{1}{2} \frac{(f'')^2}{(f_0 + f')} \right) \times N \quad \begin{array}{l} F \dots \text{Strukturfaktor} \\ f_0, f', f'' \dots \text{Atomformamplitude und Kor-} \\ \dots \text{rekturfaktoren berechnet nach}^{71} \\ N \dots \text{Atome pro Elementarzelle} \\ \text{kfz: } N = 4 \\ \text{krz: } N = 2 \end{array} \quad (F-7)$$

berechnete Reflexionsfaktoren (Co-K_α - Strahlung, Werkstoff 1.4550)

	(h k l)	R_(hkl)
Austenit	(1 1 1)	105,54
	(2 0 0)	48,06
	(2 2 0)	29,97
Martensit	(1 1 0)	141,14
	(2 0 0)	20,82
	(2 1 1)	48,70

Anlage G: Präparation von Metallfolien für die Transmissionselektronenmikroskopie

Präparationsschritte

- | | |
|-----------------------------|---|
| 1. Trennen | gemäß Probenentnahmeplan (Anlage D), Präparatdicke ~ 0,5 mm |
| 2. Dünnschleifen der Ronden | beidseitig mit <i>Discoplan</i> ¹⁰⁴ bis zu einer Präparatdicke ~ 0,12 mm |
| 3. Zwischenreinigung | mit Chloroform und Alkohol |
| 4. Ausstanzen | Standardronden (Ø 3 mm) mit einer Präzisionsstanze |
| 5. Elektrolytisches Dünnen | <p>Düsenstrahlverfahren mit <i>Tenupol 2</i>¹⁰⁴</p> <p>Elektrolyt: 1 l C₂H₄O₂ (92%)
85 ml HClO₄ (72%)</p> <p>Durchflußgeschwindigkeit: 9 (Geräteeinstellung)</p> <p>Temperatur: 10°C ≤ ϑ ≤ 11,5°C</p> <p>Spannung: 30 V ≤ U ≤ 35 V, resultierender Stromfluß
60 mA ≤ I ≤ 100 mA</p> |
| 6. Endreinigung | <p>Kaskade aus Bädern:</p> <p>Wasser - Deionat - 2 x Alkohol (vergällt) - Alkohol (rein)</p> |
| 7. Aufbewahrung | Lagerung und Transport der Präparate in Glasschälchen, Kennzeichnung zur eindeutigen Zuordnung von Folienpräparat und Untersuchungsergebnis |
| 8. TEM - Mikroskopie | Untersuchung / Dokumentation (nach 5.4.1) |

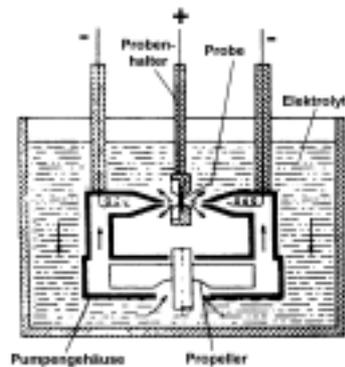


Bild G-1 Düsenstrahlverfahren

Anlage H: Einordnung der vorliegenden Chargen in das Schaeffler - Diagramm bzw. Zuordnung von Stabilitätsfaktoren

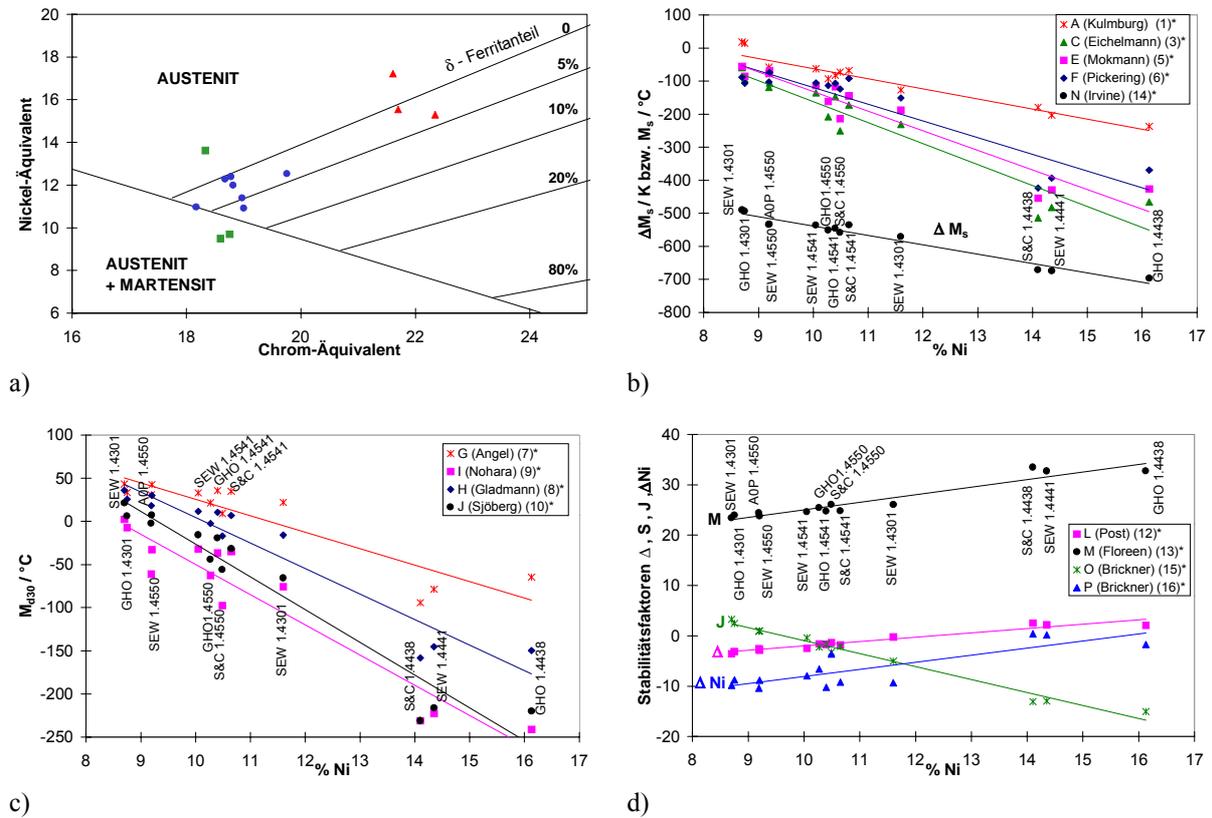


Bild H-1 Bewertung der Austenitstabilität anhand:
 a) des Schaeffler - Diagramms* [▲...nickelreiche, ■...stabilisierte, ■...unstabilisierte Chargen]
 b) berechneter Ms - Temperaturen*
 c) berechneter M430 - Temperaturen*
 d) berechneter Stabilitätsfaktoren - Temperaturen*

Tabelle H-1 Rechenwerte für Cr- und Ni-Äquivalent[#] und die Stabilitätskriterien*

Stempelung	Cr-Äquivalent (15)	Ni-Äquivalent (16)	A - Kulmburg (A-1) Ms / °C	C - Eichelmann (A-3) Ms / °C	E - Mokmann (A-5) Ms / °C	F - Pickering (A-6) Ms / °C	G - Angel (A-7) Ms / °C	H - Gladmann (A-8) Ms / °C	I - Nohara (A-9) Ms / °C	J - Sjöberg (A-10) Ms / °C	L - Post (A-12) Δ	M - Floreen (A-13) S	N - Irvine (A-14) ΔMs / K	O - Brickner (A-15) J	P - Brickner (A-16) Δ Ni
SEW 1.4301	18,6	9,5	18	-60	-56	-88	43	36	2	21	-3,57	23,38	-489	3,31	-9,83
GHO 1.4301	18,8	9,7	14	-95	-85	-107	33	26	-7	6	-3,09	23,96	-494	2,48	-8,75
AOP 1.4550	19,0	10,9	-58	-119	-76	-103	31	18	-61	-3	-2,56	24,41	-534	0,86	-10,39
SEW 1.4550	18,2	11,0	-79	-105	-68	-74	43	30	-33	7	-2,83	23,77	-534	0,99	-8,83
SEW 1.4541	19,0	11,4	-63	-136	-113	-105	33	12	-32	-16	-2,48	24,59	-536	-0,38	-7,91
GHO 1.4550	18,8	12,0	-93	-209	-161	-113	21	-2	-63	-44	-1,60	25,39	-551	-2,23	-6,62
GHO 1.4541	18,8	12,4	-82	-147	-118	-106	36	10	-37	-19	-1,69	24,71	-546	-1,66	-10,23
S&C 1.4550	19,8	12,5	-73	-251	-214	-124	9	-17	-98	-56	-1,31	26,07	-559	-3,22	-3,58
S&C 1.4541	18,7	12,3	-68	-172	-145	-93	35	7	-35	-32	-1,79	24,79	-536	-2,07	-9,20
SEW 1.4303	18,3	13,6	-127	-231	-188	-151	22	-16	-76	-66	-0,24	26,07	-571	-5,00	-9,34
S&C 1.4438	22,3	15,3	-180	-514	-454	-423	-94	-158	-231	-231	2,53	33,49	-671	-13,08	0,41
SEW 1.4441	21,7	15,5	-203	-482	-429	-394	-79	-145	-223	-216	2,17	32,75	-674	-12,94	0,17
GHO 1.4438	21,6	17,2	-237	-466	-427	-369	-65	-150	-241	-220	2,07	32,72	-697	-15,01	-1,71

* nach Anlage A

entsprechend (15) und (16)

Anlage I: Ergebniswerte der Wechsellastversuche

	Probename	Erschöpfungsgrad (Versuchsende)		Bemerkung	
		vollständig Anriß N_A	Bruch N_B		teilweise N
Teilterm. Zustände	A0P 1.4550-3	-	-	3 205	$N_B (A0P 1.4550-2) / 2$
	A0P 1.4550-4	-	-	1 602	$N_B (A0P 1.4550-2) / 4$
	A0P 1.4550-5	-	-	801	$N_B (A0P 1.4550-2) / 8$
	A0P 1.4550-6	-	-	50	$N_B (A0P 1.4550-2) / 128$
	A0P 1.4550-7	-	-	25	$N_B (A0P 1.4550-2) / 256$
LCF - dehnungsge- steuert bei RT	A0P 1.4550-2	6 057	6 411	-	
	A0P 1.4550-8	3 835	4 370	-	
	A0P 1.4550-13	21 959	22 874	-	
	A0P 1.4550 MP-1	-	-	500	Ausknicken
	A0P 1.4550 MP-2	-	-	10 400	← positionsgesteuert,
	A0P 1.4550 MP-3	-	4 108	-	Absinken von $\Delta\varepsilon(N)$
	A0P 1.4550 MP-5	-	1 762	-	
	S&C 1.4541-9	3 017	3 142	-	
	SEW 1.4550-11	2 180	2 218	-	
Temp. - LCF	A0P 1.4550-14	3 706	3 826	-	
	A0P 1.4550-15	5 065	5 171	-	
	A0P 1.4550-16	5 110	5 202	-	
	A0P 1.4550-17	2 240	2 350	-	
LCF -HCF spannungsgesteuert bei RT	S&C 1.4541-3	-	12 790	-	
	S&C 1.4541-4	-	171 020	-	
	S&C 1.4541-5	-	12 286 020	-	
	S&C 1.4541-6	-	12 340 000	-	
	S&C 1.4541-7	-	270 000	-	
	S&C 1.4541-8	-	9 470	-	
	SEW 1.4550-2	-	612 760	-	
	SEW 1.4550-3	-	670 740	-	
	SEW 1.4550-4	-	10 566 000	-	
	SEW 1.4550-5	-	447 580	-	
	SEW 1.4550-6	-	47 030	-	
	SEW 1.4550-7	-	378 510	-	
	SEW 1.4550-8	-	76 160	-	
	SEW 1.4550-9	-	118 570	-	
	SEW 1.4550-10	-	27 200	-	
	A0P 1.4550-19	-	369 880	-	
Blockversuche	SEW 1.4550-13	-	86 010	-	
	SEW 1.4550-14	-	744 300	-	
	SEW 1.4550-15	-	120 880	-	
	SEW 1.4550-16	-	50 730	-	
	SEW 1.4550-19	-	188 000	-	
	SEW 1.4550-21	-	146 453	-	

Anlage J: Ergebnisse der Regression von Versuchsdaten mit Manson-Coffin-, Basquin- und gemischter Gleichung

Datensatz		Manson - Coffin - Plot			Basquin - Plot			Gemischte Darstellung				
		$\epsilon_{a,pl,max} = \epsilon_f' \cdot (2N_B)^c$			$\sigma_a = \sigma_f' \cdot (2N_B)^b$			$\epsilon_{a, ges,max} = \frac{\sigma_f''}{E} (2N_B)^{b''} + \epsilon_f'' \cdot (2N_B)^{c''}$				
		ϵ_f'	c	χ^2	σ_f'	b	χ^2	σ_f''	ϵ_f''	b''	c''	χ^2
SEW 1.4550	— alle Daten	3,1276 ±0,760	-0,2366 ±0,0226	0,0038	885,68 ±138,8	-0,0952 ±0,095	633,2	886	2,334 ±0,462	-0,095	-0,163 ±0,017	0,00664
	— ohne Durchläufer und Ausreißer [SEW 1.4550-4, 6]	3,2978 ±0,654	-0,2399 ±0,019	0,0024	1061,2 ±72,5	-0,110 ±0,006	102,5	1060	2,619 ±0,400	-0,09	-0,172 ±0,014	0,00362
	— ohne Durchläufer, Ausreißer und $\Delta\epsilon$ - Versuch [SEW 1.4550-4, 6, 11]	10,1136 ±3,733	-0,3291 ±0,0302	0,00095	763,30 ±27,7	-0,085 ±0,003	5,19	-	-	-	-	-
S&C 1.4541	— alle Daten	13,1048 ±5,220	-0,3872 ±0,0422	0,0024	477,10 ±85,3	-0,0586 ±0,015	681,1	470	4,381 ±1,358	-0,05	-0,235 ±0,031	0,00734
	— ohne Durchläufer [S&C 1.4541-5, 6]	13,6626 ±8,177	-0,3917 ±0,0637	0,0047	716,33 ±191,0	-0,0987 ±0,025	518,7	420	6,686 ±2,076	-0,01	-0,279 ±0,032	0,00425
	— ohne Durchläufer, und $\Delta\epsilon$ - Versuch [S&C 1.4541-5, 6, 9]	9,5544 ±12,68	-0,3597 ±0,1256	0,0085	449,37 ±21,96	-0,0598 ±0,0043	8,43	-	-	-	-	-

χ^2 ... Fehlerquadrat

Anlage K: Berechnung der Stapelfehlerenergie

In umfangreichen Arbeiten^{44, 25} wurde systematisch der Einfluß verschiedener Legierungselemente auf die Stapelfehlerenergie der rostfreien austenitischen Stähle untersucht. Dabei wurde γ_{SFE} entweder mit röntgenographischer Profilanalyse oder aus TEM - Untersuchungen bestimmt und die Korrelation zur chemischen Zusammensetzung gesucht. Die Koeffizienten für die Legierungselemente in den linearen Modellen weisen beträchtliche Unterschiede auf, mitunter sogar Vorzeichenumkehrung. Als Ursachen hierfür werden einerseits die unterschiedlichen Techniken als auch die Wechselwirkung von Legierungselementen untereinander (second order) angegeben.²⁵ Aus der Literatur wurden folgende Gleichungen entnommen (K-1 und 2)⁴⁴, (K-3 bis 7)²⁵:

$$\gamma_{\text{SFE}} = 17 + 2,29 \cdot [\% \text{Ni}] - 0,9 \cdot [\% \text{Cr}] \quad (\text{K-1})$$

$$\gamma_{\text{SFE}} = 1,2 + 1,4 \cdot [\% \text{Ni}] + 0,6 \cdot [\% \text{Cr}] - 17,7 \cdot [\% \text{Mn}] - 44,7 \cdot [\% \text{Si}] \quad (\text{K-2})$$

$$\gamma_{\text{SFE}} = 4 + 1,8 \cdot [\% \text{Ni}] - 0,2 \cdot [\% \text{Cr}] + 415 \cdot [\% \text{C}] \quad (\text{K-3})$$

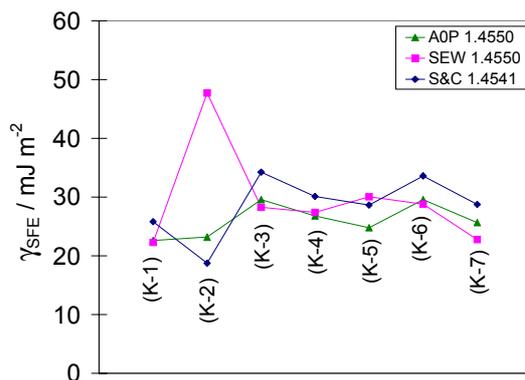
$$\gamma_{\text{SFE}} = 34 + 1,4 \cdot [\% \text{Ni}] - [\% \text{Cr}] - 76 \cdot [\% \text{C}] \quad (\text{K-4})$$

$$\gamma_{\text{SFE}} = 34 + 2,2 \cdot [\% \text{Ni}] - 1,2 \cdot [\% \text{Cr}] - 13 \cdot [\% \text{Si}] \quad (\text{K-5})$$

$$\gamma_{\text{SFE}} = 32 + 2,4 \cdot [\% \text{Ni}] - 1,3 \cdot [\% \text{Cr}] - 1,3 \cdot [\% \text{Mn}] \quad (\text{K-6})$$

$$\gamma_{\text{SFE}} = 53 + 6,2 \cdot [\% \text{Ni}] + 0,7 \cdot [\% \text{Cr}] + 3,2 \cdot [\% \text{Mn}] + 9,3 \cdot [\% \text{Mo}] \quad (\text{K-7})$$

Die aus den Analysedaten (Anlage B) für die drei Chargen A0P 1.4550, SEW 1.4550 und S&C 1.4541 berechneten γ_{SFE} liegen dicht beieinander. Größere Unterschiede der errechneten Werte lassen sich, mit Ausnahme von (K-2), weder zwischen den Modellen noch den Chargen ausmachen.



Mittelwert aller
Berechnungen: $\gamma_{\text{SFE}} = 28 \pm 6 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$

Bild K-1 Berechnete Stapelfehlerenergie für die Chargen A0P 1.4550, SEW 1.4550 und S&C 1.4541

Lebenslauf

Persönliche Daten:

Name: Volker Schoß
Geburtsdatum: 18.04.1972
Geburtsort: Dresden
Familienstand: verheiratet



Schulischer Werdegang:

1978 - 1980 Polytechnische Oberschule Dresden
1980 - 1988 Zentrale Oberschule Kurort Hartha
1988 - 1990 Erweiterte Oberschule Freital, Abschluß mit Abitur, Prädikat „sehr gut“

Studium:

WS 1990/91 Beginn des Studiums an der TU Bergakademie Freiberg, Fakultät für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie, Studienrichtung Metallkunde
SS 1992 Vordiplom, Prädikat „gut“
SS 1995 Bearbeitung des Diplomthemas: *Gefügecharakterisierung des austenitischen Stahls X10 CrNiNb 18 9 nach Ermüdungsbeanspruchung im LCF - Bereich* bei der Siemens AG
Abschluß mit dem Grad „Diplom - Ingenieur“ im Studiengang Metallurgie und Werkstoffwissenschaft
01 / 1996 - 11 / 2000 Dissertation zum Thema: *Martensitische Umwandlung und Ermüdung austenitischer Edelstähle, Gefügeveränderungen und Möglichkeiten der Früherkennung von Ermüdungsschädigungen* unter der wissenschaftlichen Betreuung durch Professor Heinrich Oettel, TU Bergakademie Freiberg
20.06.2001 Promotion zum Dr.-Ing. mit dem Prädikat „magna cum laude“

Berufliche Tätigkeit:

1996 - 2000 Bearbeitung des Forschungs- und Entwicklungsvorhabens *Ermüdungsfrüherkennung und Restlebensdauerbestimmung* für die Siemens AG, Bereich Energieerzeugung (jetzt Framatome ANP GmbH)
seit 12 / 2000 Werkstoffingenieur bei Advanced Nuclear Fuels GmbH in Duisburg