

**Bildung von Mikrorissen an  
Korngrenzen – Einfluss der Orientierung auf  
lokale Oberflächenspannungen und auf die  
Ermüdungsrissbildung**

Dissertation

zur Erlangung des Grades des Doktors der Ingenieurwissenschaften  
der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät III  
Chemie, Pharmazie, Bio- und Werkstoffwissenschaften  
der Universität des Saarlandes

von

**Markus Theodor Welsch**

Saarbrücken

2011



# Formation des micro fissures aux joints de grains – influence de l'orientation sur les contraintes locales et sur la formation des micro fissures

Cotutelle de thèse

Pour l'obtention du grade de  
Docteur de l'Université Paul Verlaine de Metz  
Specialité: Mécanique

présentée par

**Markus Theodor Welsch**

Saarbrücken

2011

Tag des Kolloquiums: 04.11.2011

Dekan: Prof. Dr. W. F. Maier

Berichterstatter: Prof. Dr. H. Vehoff, Universität des Saarlandes  
Prof. Dr. M. Berveiller, Université Paul Verlaine de Metz, i. R.  
Prof. Dr. X. Feaugas, Université de La Rochelle  
Prof. Dr. W. Arnold, Fraunhofer IZFP Saarbrücken, i. R.  
Dr. S. Berbenni, Université Paul Verlaine de Metz

Vorsitzender: Prof. Dr. R. Hempelmann, Universität des Saarlandes

Akad. Mitarbeiter: Dr. F. Aubertin, Universität des Saarlandes

*Für meine Frau Christine,  
unsere Tochter Hanna und unseren Sohn Elias*

*„Das Wort Fortschritt bedeutet nichts, solange es noch unglückliche Kinder gibt.“*

*„Le mot progrès n'aura aucun sens, si longtemps qu'il y aura des enfants malheureux.“*

Albert Einstein



# Vorwort

Mein Dank gilt insbesondere Herrn Prof. Dr. rer. nat. Horst Vehoff für das technisch und wissenschaftlich interessante Thema dieser Arbeit und seine Unterstützung. Besonderer Dank geht auch an Herrn Dr.-Ing. Michael Marx für die konstruktive und effiziente Hilfestellung bei der Betreuung dieser Arbeit. Außerdem haben seine Diskussionsbereitschaft und sein unermüdlicher Einsatz wesentlichen Anteil daran, dass diese Dissertation zu einem erfolgreichen Ende gebracht werden konnte.

Herrn Prof. Dr. Marcel Berveiller und Herrn Dr. Stéphane Berbenni danke ich sehr herzlich für die Diskussion insbesondere des französischen Teils der Arbeit. Herrn Prof. Dr. Walter Arnold gilt Dank für seine Unterstützung und sein Engagement im Rahmen des Deutsch-Französischen Graduiertenkollegs.

Die Dissertation wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft als Forschungsprojekt sowie im Rahmen des Deutsch-Französischen Graduiertenkollegs CDEFA-06-09 von der Deutsch-Französischen Hochschule DFH-UFA unterstützt. Ich bedanke mich herzlich dafür.

Ich danke dem beteiligten Studien- und Diplomarbeiter Herrn Dipl.-Ing. Daniel Kupka, sowie den HiWis Philip Molitor und Georg Seiler für ihre Hilfe bei Probenpräparation und Durchführung zahlreicher und umfangreicher Untersuchungen.

Auch den Technikern Frau Rita Maron, Herrn Rolf Kiefer und Herrn Andreas Kirsch möchte ich meinen Dank für die stets geduldige Hilfestellung, zu jeder Zeit vorhandene Unterstützung und die Erweiterung meines theoretischen Blickwinkels in Richtung

---

der praktischen Durchführung ausdrücken. Mein Dank gilt auch den Meistern der Werkstatt, Herrn Stefan Schmitz, Herrn Peter Limbach und Herrn Horst Vogel-Knels für die schnelle und präzise Anfertigung von Proben und die Realisierung von Spezialanfertigungen alleine aus einer Idee. Frau Elisabeth Ohm gilt größter Dank für die stets wunderbar funktionierende Informationsführung und die Abwicklung aufwändiger und notwendiger Verwaltungsangelegenheiten.

Ich danke den Doktoranden, Diplomanden und studentischen Mitarbeitern des Lehrstuhls für ihre ständige Hilfsbereitschaft und die Diskussion vielfältiger Fragen. Herrn Dr.-Ing. Mark Henning danke ich für die Unterstützung bei den OIM-Messungen und für die zur Verfügung gestellten Programme. Herrn Dr.-Ing. Afrooz Barnoush für weitreichende Diskussionen und Hilfestellung im Bereich der Rastersondenmikroskopie und Nanoindentation. Herrn Dipl.-Ing. Wolfgang Schäfer danke ich für zahlreichen themenübergreifende Diskussionen, für die Zeit als Zimmernachbar und seine Hilfsbereitschaft. Frau Dipl.-Ing. Kerstin Schüler gilt Dank für die Unterstützung bei der französischen Zusammenfassung. Herrn Dipl.-Ing. Camille Perrin, Frau Dipl.-Ing. Nousha Kheradmand, Herrn Dipl.-Ing. Tao Qian, Herrn Dr.-Ing. Bo Yang und Herrn Dipl.-Ing. Jürgen Braun danke ich für die Kollegialität und viele gemeinsame Momente.

Mein außerordentlicher Dank gilt nicht zuletzt meiner Ehefrau Christine, die mich ausdauernd unterstützt und ermutigt hat. Außerdem danke ich unseren Kindern Hanna und Elias, die durch ihr Lachen so viel Freude in unser Leben zaubern.

Saarbrücken, im November 2011

Markus Theodor Welsch



# Inhaltsverzeichnis

<b>Vorwort</b>	<b>vii</b>
<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>xiii</b>
<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>xvii</b>
<b>Kurzzusammenfassung</b>	<b>xix</b>
<b>Résumé</b>	<b>xxi</b>
<b>Abstract</b>	<b>xxiii</b>
<b>1 Einleitung und Problemstellung</b>	<b>1</b>
<b>2 Stand der Forschung</b>	<b>7</b>
2.1 Versetzungsaktivität . . . . .	7
2.2 Biegung . . . . .	8
2.3 Materialermüdung . . . . .	13
2.4 Ermüdungsfestigkeit . . . . .	14
2.5 Ermüdungsversuch . . . . .	15
2.6 Untersuchungen an Einkristallen . . . . .	15
2.7 Anisotropie-Effekte . . . . .	17
2.8 Schädigungsmechanismen . . . . .	18
2.9 Persistente Gleitbänder . . . . .	22
2.10 Korngrenzen . . . . .	27
2.11 Vergleich unterschiedlicher kfz-Metalle . . . . .	31
2.12 Dehnungslokalisierung . . . . .	37

<b>3</b>	<b>Lokale Charakterisierungsmethoden</b>	<b>43</b>
3.1	Digitalkamera . . . . .	44
3.2	Lichtmikroskopie (DIC) . . . . .	45
3.3	Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI) . . . . .	48
3.4	EBSD und OGM . . . . .	53
3.5	Finite Elemente Methode (FEM) . . . . .	62
3.6	Magnetische Rasterkraftmikroskopie (MFM) . . . . .	64
3.7	Nanoindentierende Rasterkraftmikroskopie (NI-AFM) . . . . .	69
<b>4</b>	<b>Probenpräparation und experimenteller Aufbau</b>	<b>73</b>
4.1	Präparation von Fe-3%Si . . . . .	74
4.2	Versuchsapparatur für die Biegung . . . . .	76
4.3	Präparation von Ni . . . . .	78
4.4	Versuchsapparatur für die Ermüdung . . . . .	80
<b>5</b>	<b>Ergebnisse</b>	<b>85</b>
5.1	Biegeversuche . . . . .	85
5.1.1	Simulierte Biegelinie und Biegespannungen . . . . .	86
5.1.2	Experimentelle Biegelinie . . . . .	88
5.2	Ermüdungsversuche . . . . .	93
5.2.1	Schädigungsentwicklung . . . . .	93
5.2.2	Zusammenhang mit OGM . . . . .	109
5.2.3	MFM Messungen . . . . .	121
5.2.4	NI-AFM Messungen . . . . .	123
<b>6</b>	<b>Diskussion</b>	<b>131</b>
6.1	Beurteilung der Charakterisierungsmethoden . . . . .	132
6.2	Simulation der Biegelinie und -spannungen . . . . .	135
6.3	Experimentell bestimmte Biegelinie . . . . .	146
6.4	Vergleich ECCI – Simulation . . . . .	154
<b>7</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>165</b>
<b>8</b>	<b>Résumé substantiel</b>	<b>171</b>
8.1	Introduction et objectifs . . . . .	171

8.2	Méthode expérimentale . . . . .	173
8.2.1	Méthodes de caractérisation locale . . . . .	174
8.2.2	La préparation des échantillons et le montage expérimental . . . . .	184
8.3	Résultats et discussion . . . . .	186
8.3.1	Essais de flexion . . . . .	186
8.3.2	Essais de fatigue . . . . .	201
8.4	Conclusions et perspectives . . . . .	212
<b>A</b>	<b>Kommentiertes Python-Script</b>	<b>219</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>229</b>



# Abbildungsverzeichnis

2.1	Geometrie des Biegebalkens. . . . .	9
2.2	Geometrie des Vierpunkt-Biegeaufbaus. . . . .	11
2.3	Berechnete elastische Biegelinie . . . . .	12
2.4	Ermüdungskurve. . . . .	16
2.5	Zyklische Spannungs-Dehnungskurve (CSSC), schematisch. . . . .	17
2.6	Orientierungsabhängigkeit der Versetzungsstrukturen. . . . .	21
2.7	Leiterstruktur innerhalb der PSBs. . . . .	23
2.8	Orientierungsabhängiges Plateauverhalten. . . . .	30
2.9	Schema von PSBs auf unterschiedlichen Größenskalen. . . . .	34
2.10	ECCI von vier Körnern mit ihrer Versetzungsstruktur. . . . .	42
3.1	Digitalkamera-Aufnahme während des Biegeversuchs. . . . .	45
3.2	Prinzip des DIC . . . . .	46
3.3	Vergleich lichtmikroskopischer Aufnahmen ohne und mit DIC . . . . .	47
3.4	Lichtmikroskopisches Bild der Gesamtproben. . . . .	48
3.5	Schema der ECCI-Bedingung. . . . .	50
3.6	Schema der ECCI-Technik. . . . .	52
3.7	Prinzip der Entstehung von Kikuchi-Pattern. . . . .	55
3.8	Prinzip der Entstehung eines EBSD-Bandes. . . . .	56
3.9	Schema der Eulerwinkel. . . . .	58
3.10	Schema der OGM-Berechnung. . . . .	60
3.11	Prinzip der MFM-Messung. . . . .	66
3.12	Schema Lift Mode. . . . .	67
4.1	Geometrie der Fe-3%Si Biegeproben. . . . .	74
4.2	Probenhalter für die Elektropolitur der Fe-3%Si Biegeproben. . . . .	77

---

4.3	Biegemodul für Biegeversuche. . . . .	78
4.4	Schema des 4-Punkt-Biege-Aufbaus. . . . .	79
4.5	Geometrie der Ni Ermüdungsproben. . . . .	79
4.6	Ermüdungskurve. . . . .	83
5.1	Beschreibung der Geometrie der Bikristalle. . . . .	87
5.2	Ausgangsdaten für die Simulation. . . . .	88
5.3	Veranschaulichung der simulierten Biege-Geometrie. . . . .	89
5.4	Messpfade entlang des Biegebalkens. . . . .	89
5.5	Seitenansicht der Biegeprobe. . . . .	91
5.6	$F - d$ -Kurven bei inkrementeller Erhöhung der Durchbiegung. . . . .	92
5.7	Einfluss einer Korngrenze auf Versetzungsstruktur und Spannung. . . . .	96
5.8	Veränderungen der Versetzungsstruktur. . . . .	98
5.9	Spannungsanzeichen an aufeinandertreffenden Korngrenzen. . . . .	98
5.10	Entstehung von PSBs. . . . .	99
5.11	Bildung von PSBs und Rissen an Korngrenzen. . . . .	101
5.12	Rissausbreitung innerhalb eines Korns. . . . .	102
5.13	Wechselwirkung Riss – Korngrenze. . . . .	103
5.14	Verläufe von Rissen über Korngrenzen. . . . .	106
5.15	Kristallographischer Verlauf von langen Rissen. . . . .	108
5.16	Mehrfach aufgespaltener Riss. . . . .	109
5.17	Anwendung der Methoden nach 0 Lastspielen (Ausgangszustand). . . . .	112
5.18	Anwendung der Methoden nach 20 000 Lastspielen. . . . .	113
5.19	Anwendung der Methoden nach 30 000 Lastspielen. . . . .	114
5.20	Riss entlang Zwillingskorngrenze (EBSD, OGM). . . . .	115
5.21	Charakteristische Bereiche entlang der Zwillingskorngrenze. . . . .	116
5.22	Entwicklung von EBSD und OGM während 10 000 Lastspielen. . . . .	118
5.23	Massive Verformung in EBSD, OGM und ECCI. . . . .	119
5.24	OIM Analysis Orientierungs-Gradienten. . . . .	120
5.25	Charakterisierte Probenstellen für die MFM-Untersuchung. . . . .	126
5.26	Vergleich der Abbildung von Nanoindrücken . . . . .	127
5.27	MFM-Abbildungen von Leiterstrukturen der PSBs. . . . .	127
5.28	MFM-Abbildungen von Leiterstruktur, Korngrenze und <i>Flämmchen</i> . . . . .	128
5.29	Vergleich der Abbildung von Nanoindrücken. . . . .	128

---

5.30	E-Modul-Messung aus dem NI-Experiment. . . . .	129
5.31	Härtemessung aus dem NI-Experiment. . . . .	129
5.32	Nanoindrücke und gemessene Härtekarte. . . . .	130
6.1	Durchbiegung entlang des Probenpfades. . . . .	137
6.1	(Fortsetzung) Durchbiegung entlang des Probenpfades. . . . .	138
6.1	(Fortsetzung) Durchbiegung entlang des Probenpfades. . . . .	139
6.1	(Fortsetzung) Durchbiegung entlang des Probenpfades. . . . .	140
6.2	Biegespannung entlang des Probenpfades. . . . .	141
6.2	(Fortsetzung) Biegespannung entlang des Probenpfades. . . . .	142
6.2	(Fortsetzung) Biegespannung entlang des Probenpfades. . . . .	143
6.2	(Fortsetzung) Biegespannung entlang des Probenpfades. . . . .	144
6.3	Biegelinien des inkrementellen Biegeversuchs. . . . .	147
6.4	Zur Erläuterung der <i>gebogenen</i> EBSD-Karten. . . . .	148
6.5	EBSD der unterschiedlichen Durchbiegungen. . . . .	149
6.6	OGM (GradMag4) der unterschiedlichen Durchbiegungen. . . . .	151
6.6	(Fortsetzung) OGM der unterschiedlichen Durchbiegungen. . . . .	152
6.7	Ansicht der Probenkante. . . . .	153
6.8	Anordnung der Auflager beim Biegeversuch. . . . .	154
6.9	Eingangsdaten Simulation für reale Probengeometrie . . . . .	155
6.10	Ergebnis der Simulation der Probe aus Abb. 6.9. . . . .	157
6.11	Übereinstimmung von ECCI und Simulation an Korngrenze . . . . .	159
6.12	ECCI und Simulation an Korngrenze ohne Übereinstimmung . . . . .	160
6.13	ECCI und Simulation in Abhängigkeit der Zyklen und Amplituden. . . . .	161
8.1	Photo de l'essai de flexion 4 points. . . . .	175
8.2	Microscopie optique en utilisant la DIC. . . . .	176
8.3	Schéma de la technique ECCI. . . . .	177
8.4	Schéma de calcul d'OGM. . . . .	179
8.5	Principe de la mesure MFM. . . . .	182
8.6	Geometries des essais de flexion. . . . .	188
8.7	Flèche de deformation le long de l'échantillon. . . . .	189
8.7	(Continuation) Flèche de deformation le long de l'échantillon. . . . .	190
8.7	(Continuation) Flèche de deformation le long de l'échantillon. . . . .	191

8.7	(Continuation) Flèche de deformation le long de l'échantillon. . . . .	192
8.8	Contraintes de flexion le long de l'échantillon. . . . .	194
8.8	(Continuation) Contraintes de flexion le long de l'échantillon. . . . .	195
8.8	(Continuation) Contraintes de flexion le long de l'échantillon. . . . .	196
8.8	(Continuation) Contraintes de flexion le long de l'échantillon. . . . .	197
8.9	Essai de flexion incrémental. . . . .	199
8.10	EBSD des flèches de deformation différentes. . . . .	200
8.11	Vue vers le bord de l'échantillon. . . . .	201
8.12	Changement des structures dislocations. . . . .	204
8.13	Indication des contraintes au joints de grains. . . . .	205
8.14	Formation des BGPs et fissures aux joints de grains. . . . .	206
8.15	Propagation d'une fissure dans un grain. . . . .	206
8.16	Interaction entre fissure et joint de grains. . . . .	208
8.17	Courses des fissures à travers les joints de grains. . . . .	209
8.18	Cours cristallographique de fissures longue. . . . .	210
8.19	Fissure fractionnée multiple. . . . .	211
8.20	Corrélation entre ECCI et calcul à joint de grains . . . . .	216
8.21	Comparison entre ECCI et MFM . . . . .	217

# Tabellenverzeichnis

2.1	Auftreten von PSBs in wechselverformtem Cu, nach [LK03]. . . . .	24
2.2	Stapelfehlerenergie und PSB-Bildung. . . . .	32
2.3	Vergleich mechanischer und geometrischer Größen von kfz-Metallen. .	36
4.1	Mechanische Präparation für Fe-3%Si. . . . .	75
4.2	Elektropolierrezept für Fe-3%Si. . . . .	76
4.3	Mechanische Eigenschaften der Ni-Proben. . . . .	80
4.4	Mechanische Präparation für Nickel. . . . .	81
4.5	Elektropolierrezept für Nickel. . . . .	82



# Kurzzusammenfassung

Bei der Schädigung bedingen die lokalen Orientierungsunterschiede an Grenzflächen und das anisotrop-elastische Materialverhalten durch elastische Fehlpassungen Zusatzspannungen. Diese können als zusätzliche treibende Kraft für die lokalen Schädigungsvorgänge wirken. Die Stärke der Zusatzspannungen hängt stark von der Lage der Korngrenze in Bezug zur Belastungsrichtung und dem Orientierungsunterschied der angrenzenden Körner ab.

Der Einfluss von Inhomogenitäten auf die lokalen Spannungen im Bereich der Grenzflächen bei Biegung und Ermüdung wurde mittels Experimenten und Simulationen an Proben aus Fe-3%Si und Ni untersucht. Die Lage der Korngrenzen wurde durch Lichtmikroskopie (LM) und die lokale kristallographische Orientierung durch Electron Backscatter Diffraction (EBSD) gemessen. Die Nutzung dieser Daten für dreidimensionale Finite-Elemente-Methode-(FEM)-Rechnungen der lokalen Spannungen realitätsnaher Proben ergibt als Ergebnis die Orte mit den höchsten Inkompatibilitätsspannungen an Korngrenzen an. Mittels Electron Channelling Contrast Imaging (ECCI) konnten an diesen Orten Besonderheiten in den Versetzungsstrukturen festgestellt werden, und der Schädigungsverlauf bis zum Risswachstum nachvollzogen werden.

Als weitere lokale Charakterisierungsmethoden wurden die Nanoindentierung (NI) und erstmals die magnetische Rasterkraftmikroskopie (MFM) eingesetzt. Dies hat zum Ziel einen Beitrag zum Verständnis der Rissentstehung und der Rissausbreitung zu leisten.



# Résumé

La plupart des matériaux métalliques sont par nature anisotropes (élastiques, plastiques). Ces anisotropies peuvent présenter des directions favorables ou peuvent au contraire détériorer les propriétés mécaniques des polycristaux. Dans le second cas, les anisotropies des propriétés mécaniques entraînent des déformations élastiques, des contraintes internes, ainsi que des rotations élastiques locales supplémentaires. Ces contraintes additionnelles sont à l'origine de dommages locaux, comme par exemple des porosités ou la propagation de microfissures. L'amplitude de ces contraintes est fortement dépendante à la fois de l'alignement des joints de grains avec la direction des sollicitations mécaniques et de la désorientation entre grains.

Dans ce travail, l'influence des hétérogénéités microstructurales sur les contraintes internes dans les zones proches des joints de grains après des essais de fatigue (en traction et en flexion) ont été étudiées expérimentalement et théoriquement. Pour cette étude, nous avons choisi d'étudier des tôles de nickel pur et de Fe-3%Si. Ces matériaux sont connus pour leurs facteurs d'anisotropie élastique élevés.

L'utilisation d'un microscope optique a permis la détermination de l'alignement des joints de grains. L'orientation cristallographique locale est déterminée par EBSD. Ces données expérimentales sont la base d'un modèle élément fini 3D en élasticité. Ces simulations ont permis la détermination de fortes contraintes internes dans les zones proches des joints de grains. Nous avons d'ailleurs observé expérimentalement que des microfissures apparaissent dans ces zones. L'utilisation d'un microscope électronique à balayage équipé du système ECCI («Electron Channelling Contrast Imaging») permet d'observer les structures de dislocation formées au cours de la déformation dans les zones proches des joints de grains. Par exemple après un essai de fatigue, on

observe que les structures de dislocation ne sont pas uniformément réparties dans les grains.

En parallèle, la nano-indentation a été utilisée pour déterminer localement les différences de propriétés mécaniques causées par le durcissement local. Le microscope à force magnétique s'avère également une méthode efficace pour observer les structures de dislocation dans le nickel.

Le but de toutes ces caractérisations est de contribuer à la compréhension de la formation des fissures et des mécanismes de propagation de fissure et aussi de prédire la position des fissures.

# Abstract

For the case of damaging the anisotropic elastic material behaviour causes additional stresses due to elastic misalignments and the local orientation differences at boundary surfaces. These additional stresses can act as additional driving force for the local damage process. The amount of these additional stresses is strongly dependent on the alignment of the grain boundary with respect to the loading direction and the orientation difference between the two adjacent grains.

The influence of microstructural inhomogeneities on the local stresses within the boundary areas during bending and fatigue was investigated by experiments and simulations of Fe-3%Si and Ni specimen. The alignment of the grain boundaries was measured by optical microscopy (LM) and the local crystallographic orientations by electron backscatter diffraction (EBSD). The use of this data for three-dimensional finite element method calculations (FEM) for specimens close to reality obtained as a result, the places with the highest incompatibility stresses at grain boundaries. The use of electron channelling contrast imaging (ECCI) enables to observe characteristics in the dislocation structures at these specific positions and permits to reproduce the damage evolution up to the crack propagation.

The nanoindentation technique (NI) and for the first time the magnetic force microscopy (MFM) were both adopted in addition to the local characterization with the objective to contribute to the understandings of crack initiation and crack propagation.



# 1 Einleitung und Problemstellung

Technische und wirtschaftliche Gründe erfordern eine leichte und materialsparende Auslegung von Bauteilen, wie es an den Trends des Leichtbaus, der near-net-shape Fertigung, aber auch der Miniaturisierung deutlich erkennbar ist. Um die Zuverlässigkeit und die Einsatzsicherheit dennoch zu gewährleisten oder gar zu verbessern, werden abgesicherte Kriterien zum Ausschluss einer Schädigung benötigt. Um solche Schädigungsparameter festzulegen, sind möglichst exakte Kenntnisse der Versagensmechanismen nötig.

In allen drei zuvor genannten Fällen, besonders aber bei der Miniaturisierung, werden Bauteilabmessungen erreicht, die in der Größenordnung der Mikrostruktur der Bauteile liegen. Dies führt nicht nur zu einer komplexeren prozesstechnischen Handhabung, sondern vielmehr zum Auftreten von Größen- und Mikrostruktureffekten, also einer zusätzlichen Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften durch die Bauteilabmessung. Dadurch, dass sich zum einen bei der Miniaturisierung das Verhältnis von Volumen zu Grenzfläche (Oberfläche) statistisch zugunsten der Grenzfläche ändert und zweitens sich bei gleichzeitiger Verringerung der Korngröße (wie es im Extremfall bei nanokristallinen Werkstoffen der Fall ist) der Werkstoff sich in gleicher Weise verhält, lässt sich erkennen, welchen Einfluss diese Größenänderungen auf die mechanischen Eigenschaften hat. Klassische kontinuumsmechanische Ansätze scheitern beim Versuch, das Verformungsverhalten der Werkstoffe vorherzusagen. Die Werkstoffe zeigen durch ihre verstärkte globale Anisotropie mechanische Effekte, die bei Bauteilen mit einer feinen Mikrostruktur, verglichen mit den Abmessungen der Bauteile (global isotrop), außer bei Vorliegen einer massiven herstellungsbedingten Textur, nicht auftreten.

Schon für die elastische Verformung solcher Werkstoffe werden die Materialmodelle durch die Berechnung auf Basis von repräsentativen Volumenelementen der Mikromechanik komplex. Die Simulationsrechnungen werden bei plastischer Verformung zusätzlich dadurch erschwert, dass sich die lokalen Eigenschaften durch lokale Verfestigung an jedem Ort ständig ändern. Die Verformung des Werkstoffs ist nicht länger homogen, es treten lokale Abweichungen im Verformungsverhalten auf. Um dies zu berücksichtigen, müssen in die Konstitutivgleichungen neben den Dehnungen auch deren Gradienten einfließen.

Dass die plastische Verformung in Metallen von Versetzungen getragen wird, ist bekannt und akzeptiert. Das unterschiedliche lokale Verhalten bei plastischer Verformung kann darauf basierend auf Unterschiede im Versetzungsverhalten zurückgeführt werden, was mit Versetzungsmodellen und Simulationen nachgewiesen wurde. Dem gegenüber existieren nur wenige experimentelle Daten über die lokale Plastizität, die zur Untermauerung oder Weiterentwicklung der Modelle genutzt werden können.

Das lokale Verformungsverhalten während der plastischen Verformung durch einen Zugversuch an grobkörnigem Fe-3%Si wurde von Henning [Hen07] vorgestellt. Als Ursache für die Dehnungslokalisation stellte er heraus, dass sich einige wenige Körner überproportional schnell verformen, während sich die restlichen Körner im Vergleich dazu nur noch wenig verformen. Zudem sind die Körner, die sich zu Beginn des Zugversuchs am stärksten verformen, nicht unbedingt diejenigen, die später auch zum Versagen führen. Aufgrund von lokalen Unterschieden in der Verfestigung kann das stark verformte Korn verfestigen und andere Körner tragen die weitergehende Verformung. In den unterschiedlichen Stadien der Verformung waren unterschiedliche Körner die Träger der plastischen Verformung. Auch wird die anisotrope plastische Verformung der Körner in diesen Versuchen sichtbar.

Die Untersuchung der Anisotropie und elastischen Inkompatibilität an Grenz- und Oberflächen soll mit dieser Arbeit weitergeführt werden. Anhand von Biegeversuchen soll überprüft werden, inwieweit plastische Verformung bei komplexeren Verformungsmoden als dem einachsigen Zugversuch lokalisiert ist. Hierbei handelt es sich zwar immer noch um einen einsinnigen Versuch, jedoch treten bei der Versuchsfüh-

---

rung global Zug- und Druckspannungen innerhalb der Probe auf. Deren Auswirkung auf die lokale Verformung ist von besonderem Interesse. Es treten Dehnungsgradienten auf Grund der Geometrie der Verformung auf. Dabei soll untersucht werden, ob die Proben lokale Inhomogenitäten der plastischen Verformung aufweisen. Derartige Effekte liefern Anhaltspunkte für die Mechanismen, die bei der Verformung ablaufen, um Werkstoffmodelle für die Simulation zu verfeinern. Dies ist speziell für den produktionstechnisch wichtigen Prozess des Tiefziehens, bei dem eine Kombination aus Zug- und Biegebelastung auftritt, von Bedeutung. Dort treten insbesondere starke Biegungen an den Kanten auf.

Darüber hinausgehend ist die zyklische Beanspruchung ein weiterer Faktor, der Simulationsrechnungen bezüglich der Rechenzeit verkompliziert bzw. Vereinfachungen fordert. Jedoch spielen gerade die durch Ermüdung entstandenen Schädigungen technisch eine große Rolle. So sind die meisten aller Schadensfälle auf die Ermüdung zurückzuführen, finden dementsprechend bei zyklischen Belastungen unterhalb der für einsinnige Belastungen geltenden Streckgrenze statt. Von besonderem Interesse sind hier die Orte der Rissentstehung, die sich je nach Belastung an Korngrenzen oder an persistenten Gleitbändern befinden. Hierbei tritt eine erhöhte Anfälligkeit für Korngrenzen mit bestimmten Ausrichtungen zur Lastrichtung aber auch für solche mit bestimmten Orientierungsunterschieden zwischen den angrenzenden Körnern auf [VN03].

Die lokalen Orientierungsunterschiede an Grenzflächen führen zusammen mit dem vorliegenden anisotrop-elastischen Materialverhalten zu elastisch und plastisch verformenden Zusatzspannungen, die als zusätzliche treibende Kraft für die lokalen Schädigungsvorgänge (Poren- oder Risswachstum) wirken können. Dies tritt insbesondere bei der Ermüdung auf, da diese Spannungen in jedem Zyklus wieder aufgebaut werden. An freien Oberflächen werden diese Spannungen sogar singular, wobei die Stärke der Singularität von der Lage der Korngrenze und der Orientierung der angrenzenden Körner abhängt.

In der modernen Werkstoffforschung sollen anhand von einfachen Messergebnissen oder Gefügedaten die mechanischen Eigenschaften wie Festigkeit und Zähigkeit, aber auch dynamische Größen wie Kriech- und Ermüdungsfestigkeit und schließlich auch

die Rissentstehung vorherzusagen sein. Dies funktioniert mit kontinuumsmechanischen Modellen in Verbindung mit Finite Elemente Rechnungen im Allgemeinen recht gut. Liegt jedoch das Gefüge in der Größenordnung der Bauteilabmessungen, ist die Berücksichtigung der elastisch-plastischen Materialeigenschaften in diesen Modellen noch nicht mit hinreichender Genauigkeit möglich. Eine Vorhersage der Lebensdauer ist beim Auftreten kritischer Gefügeinhomogenitäten damit ebenfalls nicht möglich. Um diese Modelle an den Werkstoff anpassen zu können, sind Untersuchungen der plastischen Vorgänge auf Gefüge- und Versetzungsstrukturebene erforderlich. Dies ist insbesondere dann wichtig, wenn die lokalen Zustände lebensdauerbestimmend sind.

Im Rahmen dieser Arbeit werden als Modellwerkstoffe Fe-3%Si und Ni eingesetzt. Durch die Wahl dieser relativ einfachen Werkstoffe können zunächst die grundlegenden aktiven Prozesse betrachtet werden, ohne dass zu viele Einflussfaktoren ins Spiel kommen, die nur noch schwer voneinander zu trennen sind. Als weiteres Auswahlkriterium dient der relativ hohe Anisotropiefaktor, der erwarten lässt, dass die erwarteten Effekte bei den gewählten Modellwerkstoffen besonders stark hervortreten. Eine Mikrostruktur in der Größenordnung der Bauteilabmessung wird durch eine Grobkornglühung erzielt, wodurch Körner erzeugt werden, deren Korngröße mindestens im Bereich der Probendicke liegt. Demnach findet keine Miniaturisierung der Proben, sondern eine Vergrößerung der Mikrostruktur statt. Dies hat, neben der besseren Handhabbarkeit, sowohl für die verwendeten Rasterelektronenmikroskopie-Methoden einen Vorteil bezüglich der besseren Detektierbarkeit als auch für die Simulation durch die Reduzierung der Anzahl der zu simulierenden Körner.

Zur Untersuchung werden zwei Belastungsarten ausgewählt, zum einen die Vierpunktbiegung – als einsinnige Belastung – bei der Zug- und Druckspannungen auftreten, zum anderen – als dynamische Belastung – die Ermüdung. Bei den Biegeversuchen treten Veränderungen der Biegekurve als Inkompatibilitäts-Effekt, basierend auf der unterschiedlichen Orientierung von Nachbarkörnern, innerhalb der Biegeprobe auf. Die ermüdeten Proben zeigen deutlich eine Dehnungslokalisation, die sich in unterschiedlich gearteten Versetzungsstrukturen äußert. Die Körner sind nicht einheitlich mit Versetzungsstrukturen gefüllt, sondern besitzen in der Nähe von Korngrenzen Säume mit im Vergleich zur Matrix abweichenden Strukturen, die unterschiedliche

---

Breiten besitzen. Diese korrelieren mit den berechneten Inkompatibilitätsspannungen und sollen miteinander verglichen werden.

Als Untersuchungsmethoden wird auf spezielle Methoden der Rasterelektronenmikroskopie (REM) und der Rastersondenmikroskopie (SPM) zurückgegriffen. Die im REM eingesetzte ECCI-Technik ermöglicht die lokale Abbildung von Versetzungsstrukturen, persistenten Gleitbändern und Versetzungsinhomogenitäten. Gegenüber der üblicherweise für Versetzungsabbildung eingesetzten Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) besitzt sie hierbei den entscheidenden Vorteil, dass die Proben nach der Untersuchung weiter wechselbeansprucht werden können und nicht durch eine Folien-Präparation zerstört werden. Die Auflösung liegt zwar leicht unter der im TEM, ist aber für die Untersuchungen gut geeignet. Die Untersuchung der Kornstruktur erfolgte mit der EBSD-Technik, mit der die lokalen Orientierungen über die komplette Probe vermessen wurde. Diese Orientierungsdaten dienen zusammen mit den lichtmikroskopisch ermittelten Lagen der Korngrenzen als Eingangsdaten für die durchgeführten FEM-Simulationen. Die Magnetische Rasterkraftmikroskopie (MFM) als auch die Nanoindentierende Rasterkraftmikroskopie (NI-AFM) liefern als SPM-Methoden weitere aufschlussreiche Ergebnisse für die Untersuchung. So kann mittels MFM die magnetische Struktur der ermüdeten Proben offengelegt werden, in der die PSBs ebenfalls sichtbar sind. Die NI-AFM ermöglicht eine lokale Bestimmung der mechanischen Eigenschaften, die insbesondere die unterschiedlichen Eigenschaften in den PSBs und der Kornmatrix darlegt.

Aus der Ermittlung der lokalen Eigenschaften, den auf diesen Daten von realen Proben basierten Eingangsdaten für FEM-Rechnungen und der Abbildung der realen Vorgänge innerhalb der Probe ergibt sich ein geschlossenes Bild über die Schädigungsvorgänge. Das weitergehende Ziel ist die Entwicklung eines Algorithmus, der aus der Orientierungsverteilung die Ortsabhängigkeit der Rissbildungswahrscheinlichkeit und die daraus resultierende Gefügeabhängigkeit der Dauerfestigkeit (Gefährlichkeit von ungünstig orientierten Körnern kritischer Größe) liefert.



## 2 Stand der Forschung

Selbst bei global elastisch aufgebrachter Belastung kann aufgrund von Inkompatibilitäts-Effekten lokalisiert Plastizität auftreten. Dieses plastische Verformungsverhalten basiert auf der Versetzungsaktivität und tritt sowohl bei statischer Belastung im Zug- oder Biegeversuch, aber auch bei zyklischer Belastung während der Ermüdung auf. Die Ausprägung ist jedoch für die verschiedenen Versuche unterschiedlich. Werden Proben in einem Intervall nahe der globalen Fließspannung belastet, ohne diese zu überschreiten, sollten die lokalen Inhomogenitäten zu lokaler plastischer Verformung und damit zur Schädigung der Proben führen. Die Inhomogenitäten können mit Hilfe von FEM-Simulationen berechnet werden, der experimentelle Nachweis lokaler Plastizität in Metallen gelingt im wesentlichen mit Elektronenbeugungsmethoden.

### 2.1 Versetzungsaktivität

Die Plastizität von Metallen weit unterhalb ihrer theoretischen Streckgrenze wird erst durch Versetzungsbewegungen ermöglicht, die auftretenden Phänomene basieren dementsprechend auf den Eigenschaften der Versetzungen. Diese Liniendefekte sind während des Kristallwachstums oder durch Versetzungsmultiplikation bei Belastung (Frank-Read-Quelle) entstanden. Versetzungen erzeugen Spannungsfelder um den Versetzungskern. Da die Spannungsfelder um Versetzungen auch untereinander wechselwirken, können auch die Versetzungen selbst dazu benutzt werden, die Festigkeit von Werkstoffen zu steigern. Der Hall-Petch-Effekt zur Festigkeitssteigerung durch Kornfeinung und Kaltumformung beruht ebenfalls auf diesen Effekten. Die Versetzun-

gen werden an Hindernissen (Korngrenzen, Ausscheidungen) aufgestaut, so dass ihre Spannungsfelder die weitere Versetzungsbewegung behindern.

Es existieren verschiedene Modelle, die versuchen, die Auswirkung der Existenz von Versetzungen in Werkstoffen theoretisch zu fassen, die zu umfangreich sind, um hier genau erläutert werden zu können. Hierzu wird auf die Veröffentlichung von Anantha-krishna [Ana07] verwiesen, in der viele Phänomene, die auf Versetzungen und Versetzungsstrukturen basieren, beschrieben werden. Versetzungsstrukturen können als sehr unregelmäßige Strukturen vorliegen, was besonders bei starker einsinniger plastischer Deformation der Fall ist. Bei Ermüdungsversuchen hingegen entstehen durch irreversible Versetzungsbewegungen auch regelmäßige Versetzungsstrukturen wie persistente Gleitbänder oder die Versetzungsstrukturen der Kornmatrix.

## 2.2 Biegung

Mit seiner makroskopisch einachsig anliegenden Kraft ist der Zugversuch der verbreitetste Versuch bei der Bestimmung makroskopischer mechanischer Eigenschaften. Auf mikroskopischer Ebene sind jedoch, insbesondere bei Vorhandensein von Inkompatibilitäten, lokal mehrachsige Spannungszustände vorzufinden. So modellierte Henning [Hen07] die Zugprobe als Kette, deren schwächstes Kettenglied (das mit dem geringsten Arbeitsaufwand für die Verformung) als lokaler Ausgangspunkt für die Verformung anzusehen ist. Dabei wurden als Fließkriterium lokale Taylor-Faktoren verwendet, Verfestigungseffekte konnten bei der Betrachtung des Fließortes qualitativ berücksichtigt werden. In diesem Rahmen wurde ebenfalls versucht, die Modellierung auf das Tiefziehen zu übertragen, was makroskopisch mehrachsige Belastung bedeutet. Ein erster Schritt in diese Richtung kann die Biegebelastung sein, bei der der Komplexitätsgrad der Verformung allein schon durch das gleichzeitige Auftreten von Zug- und Druckbelastung deutlich erhöht ist.

Eine charakteristische Eigenschaft der Biegung ist die inhomogene (uneinheitliche) Art der Verformung. Daher sind in einer gebogenen Probe die Dehnung und die Spannung an einem gegebenen Punkt abhängig vom Ort des Punktes bezüglich der

neutralen Achse der Querschnittsfläche der Probe. In Fällen wo das aufgebrachte Biegemoment entlang der Probenlänge variiert (wie bei der Drei-Punkt-Biegung) sind die Dehnungen und Spannungen ebenfalls von dem axialen Ort abhängig. Aufgrund dieser Inhomogenitäten ist eine vollständige Beurteilung der Dehnungs- und Spannungsverteilungen von äußerster Wichtigkeit bei Biegeuntersuchungen und Berechnungen.

Bei der Balkenbiegung betrachtet man ein stabförmiges Bauteil, dessen Querschnittsabmessungen sehr viel kleiner sind als seine Länge und das senkrecht zu seiner Längsachse belastet ist. Unter der Wirkung der äußeren Lasten deformiert sich der ursprünglich elastische Balken – man spricht von einer Biegung des Balkens. In den Querschnitten treten dabei verteilte innere Kräfte – die Spannungen – auf, deren Resultierende die Querkraft  $Q$  und das Biegemoment  $M$  sind. Mit Hilfe der Balkentheorie können Gleichungen zur Berechnung der Spannungen und Deformationen aufgestellt werden.

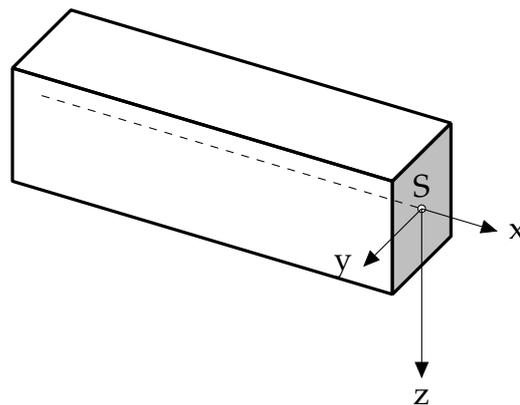


Abbildung 2.1: Geometrie des Biegebalkens.

FIGURE 2.1: *Géométrie de flèche.*

Wir betrachten einen Balken mit einfach-symmetrischem Querschnitt und führen ein Koordinatensystem ein (Abbildung 2.1). Die  $x$ -Achse (Balkenachse) zeigt in Balkenlängsrichtung und geht durch die Flächenschwerpunkte  $S$  aller Querschnitte. Die  $z$ -Achse zeigt nach unten, und  $y$  bildet mit  $x$  und  $z$  ein Rechtssystem. Der Balken ist so belastet, dass als einzige Schnittgröße ein Biegemoment  $M$  auftritt, so dass er auf *reine Biegung* beansprucht wird. So ist der Biegebalken bei der Vier-Punkt-Biegung zwischen den beiden inneren Auflagern mit den dort angreifenden Kräften

$F$  auf reine Biegung beansprucht. In einem solchen Fall wirken in den Querschnitten nur Normalspannungen  $\sigma_x$  in  $x$ -Richtung. Sie sind linear über den Querschnitt verteilt.

Das Biegemoment  $M$  ist äquivalent zum Moment der verteilten Normalspannungen bezüglich der  $y$ -Achse. Es ergibt sich zu

$$M = \int z\sigma \, dA. \quad (2.1)$$

Das Flächenträgheitsmoment  $I$  ergibt sich allgemein aus

$$I = \int z^2 \, dA \quad (2.2)$$

und für den Fall der in dieser Arbeit verwendeten Probengeometrie werden die Flächenträgheitsmomente für einen rechteckigen Probenquerschnitt (Breite  $b$ , Höhe  $h$ ) betrachtet. Bezüglich der seitenparallelen Achsen  $y$  und  $z$  durch den Schwerpunkt  $S$  ergibt sich (Abbildung 2.1):

$$I_y = \frac{bh^3}{12}. \quad (2.3)$$

Damit ergibt sich für die Normalspannungen im Balkenquerschnitt:

$$\sigma = \frac{M}{I} z. \quad (2.4)$$

Wie man aus 2.4 ablesen kann, hängt die Spannung an einer beliebigen Stelle  $z$  nicht nur vom Moment  $M$ , sondern auch vom Flächenträgheitsmoment  $I$  ab. Letzteres ist eine geometrische Größe des Querschnitts, die bei der Biegung eine wesentliche Rolle spielt.

Der Momentenverlauf über die Probenlänge  $l$  mit dem Abstand  $a$  der inneren Auflager zum Probenende und dem Abstand  $c$  der inneren Auflager (Abbildung 2.2) ergibt sich

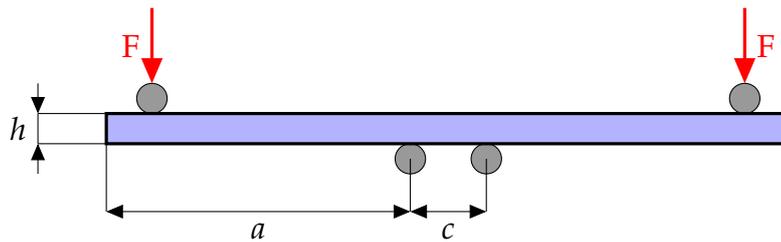


Abbildung 2.2: Geometrie des Vierpunkt-Biegeaufbaus.

FIGURE 2.2: Géométrie d'essai de flexion 4 points.

zu

$$M(x) = \left\{ \begin{array}{lll} F \cdot x & \text{für } 0 \leq x \leq a & \text{Bereich I} \\ F \cdot a = M_z & \text{für } a \leq x \leq a + c & \text{Bereich II} \\ F \cdot (l - x) & \text{für } l - a \leq x \leq l & \text{Bereich III} \end{array} \right\}. \quad (2.5)$$

Der Momentenverlauf im Bereich III ist hierbei symmetrisch zum Bereich I der Biegelinie, weshalb im Folgenden nur noch die Bereiche I und II betrachtet werden. Wenn der Verlauf des Momentes  $M$  und die Biegesteifigkeit  $EI$  bekannt sind, kann aus der Differentialgleichung der Biegelinie

$$w'' = \frac{M}{EI} \quad (2.6)$$

durch Integration die Neigung  $w'(x)$  und Durchbiegung  $w(x)$  (Biegelinie) bestimmt werden ( $w''$  ist die Krümmung der Biegelinie). Betrachtet man die elastische Biegung symmetrisch um den Mittelpunkt der Probenlänge  $l$ , lässt sich die Biegelinie unter vier Randbedingungen formulieren:

- Die Durchbiegung bei  $x = 0$  ist Null:  $w_I(0) = 0$ .
- Die Durchbiegung bei  $x = a$  muss stetig sein:  $w_I(a) = w_{II}(a)$ .
- Die Neigung an der Stelle  $x = a$  muss stetig sein:  $w'_I(a) = w'_{II}(a)$ .
- Die Neigung muss in der Mitte der Probe ( $x = \frac{l}{2}$ ) Null sein:  $w'_{II}(\frac{l}{2}) = 0$ .

Das Gleichungssystem lässt sich lösen, und es ergeben sich die Durchbiegungen und Neigungen für die Bereiche I und II zu

$$w'_I \cdot EI = -\frac{F}{2}x^2 + \frac{Fa}{2}(a+l) \quad (2.7)$$

$$w_I \cdot EI = -\frac{F}{6}x^3 + \frac{F}{2}ax(a+l) \quad (2.8)$$

$$w'_{II} \cdot EI = Fa \left( \frac{l}{2} - x \right) \quad (2.9)$$

$$w_{II} \cdot EI = -\frac{Fa}{2}x^2 + \frac{Fal}{2}x + \frac{Fa}{2}(l-a). \quad (2.10)$$

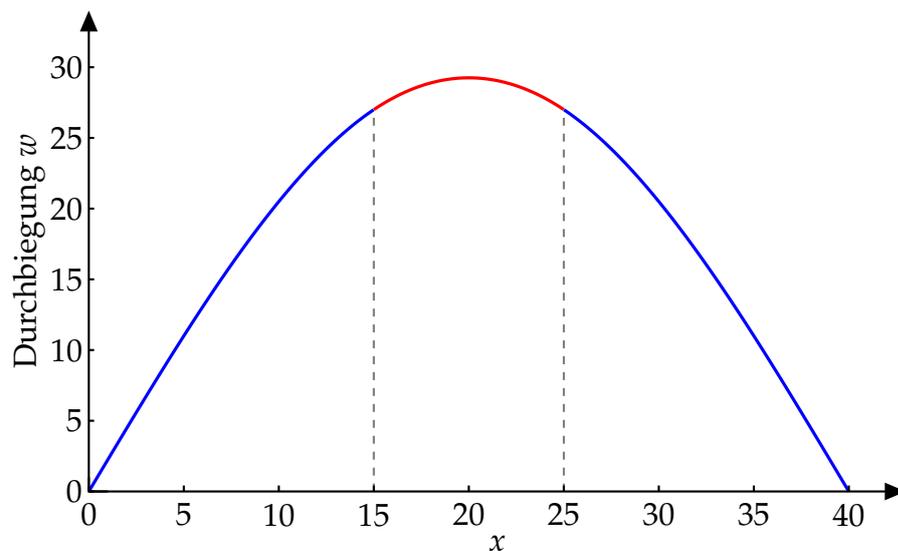


Abbildung 2.3: Berechnete elastische Biegelinie. Die inneren Auflager befinden sich bei  $x = 15$  und  $x = 25$ .

FIGURE 2.3: *Ligne flexion calculée élastique.*

## 2.3 Materialermüdung

Zum Verständnis der Schädigungsentwicklung durch Ermüdung wurden seit vielen Jahren umfangreiche Untersuchungen durchgeführt. In den 1950ern wurde grundsätzlich erkannt, dass eine detaillierte systematische Studie des gesamten Prozesses und der Eigenschaften der Ermüdungsschädigungs-Mechanismen nötig ist, um ein grundlegendes Verständnis für die Grundprozesse der Ermüdung auf der Mikroskala zu erhalten. Basierend auf dieser Feststellung trugen in den letzten 40 Jahren, speziell in den 1970ern und 1980ern, viele Forscher zum fortschreitenden Verständnis der Mechanismen der Ermüdungsschädigung bei.

Die breiteste Basis an Ergebnissen wurde durch Versuche an hochreinen Werkstoffen erhalten, speziell von kubisch flächenzentrierten (kfz) Cu-Einkristallen [Mug78]. Die bedeutendsten Ergebnisse wurden von Basinski zusammengefasst [BB92]. Die interessanten Punkte beziehen sich auf die Etablierung der zyklischen Spannungs-Dehnungskurven (CSSC), die Beobachtung von persistenten Gleitbändern (PSB) und ihrer entsprechenden Versetzungsstruktur sowie der Bildung von Ermüdungsrissen. Neben den zuvor genannten Punkten erscheint die Bildung von Verformungsbändern (deformation bands, DB) als weiterer wichtiger Punkt, der durch die zyklische Verformung hervorgerufen wird [LLL<sup>+</sup>02, ZWS01]. Diese wichtigen Aspekte sollen im Folgenden zusammen mit Simulationen des Schädigungsverhaltens und dem dabei zu beachtenden Einfluss der Inkompatibilitäten beschrieben werden.

Unter dem Begriff der Materialermüdung versteht man einen langsam voranschreitenden Schädigungsprozess in Werkstoffen unter mechanischer Wechselbeanspruchung. Zusätzlich zur rein mechanischen Beanspruchung können wechselnde Temperaturen (thermo-mechanische Ermüdung) oder korrosive Medien auf den Schädigungsprozess einwirken. Bei dieser Belastung genügt meist eine im statischen Experiment unkritische Belastung ( $< R_m, < R_{p0,2}$ ), die zyklisch aufgebracht zum Versagen, d. h. zur Ermüdungsrissbildung oder gar zum Ermüdungsbruch eines Bauteils führt.

## 2.4 Ermüdungsfestigkeit

Meist bilden sich in oberflächennahen Werkstoffbereichen PSBs aus, die dann Extrusionen und Intrusionen an der Bauteiloberfläche bilden. Diese wirken wie scharfe Kerben und initiieren Mikrorisse, die parallel zu den Gleitbändern verlaufen. Bei Erreichen einer bestimmten Risslänge spricht man dann von Makrorissen oder so genannten technischen Anrissen, die sich in Abhängigkeit von der Rissgeometrie, der Beanspruchungsart (Rissmoden) und der Beanspruchungshöhe ausbreiten. Erreicht der Anriss die so genannte kritische Risslänge, versagt das Bauteil durch instabile Rissausbreitung (Gewaltbruch) im Restquerschnitt.

Daher ist die Ermüdungsfestigkeit des eingesetzten Werkstoffs für die Auslegung zyklisch belasteter Komponenten von großer Bedeutung. Die Lebensdauer eines Bauteils unter Wechselbeanspruchung hängt dabei von Art und Gefügestand des Werkstoffs, den auftretenden Spannungs- (Dehnungs-) Amplituden und der Umgebung ab. Des Weiteren sind konstruktions- und materialbedingte Spannungskonzentrationen zu berücksichtigen. Als Grundlage bei der Auslegung dient meist die Wöhlerkurve für Langzeitermüdung (High Cycle Fatigue, HCF), in der die Spannungsamplitude gegen die Zyklenzahl bis zum Eintritt des Bruchs ( $N_f$ ) aufgetragen wird.

Im Kurzzeitermüdungs-Bereich (Low-Cycle-Fatigue-Bereich, LCF), also etwa im Bereich von 1 bis  $10^5$  Schwingspielen, wird die Lebensdauer durch die plastische Dehnungsamplitude bestimmt. Hier kann der Verlauf der Dehnungswöhlerlinie phänomenologisch durch die Coffin-Manson-Beziehung beschrieben werden. Die starke Beanspruchung in diesem Bereich führt dazu, dass in jedem Zyklus plastische Verformungen im Bauteil auftreten, im Einzelzyklus also entsprechend eine Spannungs-Dehnungs-Hysterese zu beobachten ist. Lebensdauerbestimmend ist laut Coffin und Manson [Man54] im LCF-Bereich im Wesentlichen die plastische Dehnungsamplitude:

$$N_f \cdot \epsilon_{pl}^m = \text{const.} \quad (2.11)$$

Daraus resultiert die übliche Vorgehensweise bei der Versuchsdurchführung zur Untersuchung von Werkstoffermüdungsvorgängen durch die Regelung einer konstanten plastischen Dehnungsamplitude. Auf die experimentelle Durchführung dieser Versuche und die daraus ermittelten Messgrößen soll im Folgenden eingegangen werden.

## 2.5 Ermüdungsversuch

In Abbildung 2.4 ist der schematische Verlauf der Spannungsamplitude über der Zyklenzahl bei plastischer Dehnungsregelung für die gesamte Ermüdungslebensdauer aufgetragen. Das Ermüdungsleben lässt sich anhand dieses Graphen in drei Bereiche einteilen. Nach einer schnellen zyklischen Verfestigung (*I*) kommt es zur Bildung persistenter Gleitbänder und demzufolge zu einer Entfestigung, die in einen Bereich der quasistationären Ermüdung (*II*) mündet. In diesem Bereich erfolgt die Rissinitiation und das Wachsen kurzer Risse, die sich im darauf folgenden Bereich (*III*) ausbreiten und schließlich zum Bruch führen. Im Rahmen dieser Arbeit ist insbesondere der Bereich der Verfestigung und der Bildung von PSBs von Interesse und soll an dieser Stelle genauer betrachtet werden.

## 2.6 Untersuchungen an Einkristallen

Von Cu-Einkristallen sind PSBs mit leiterartigen Strukturen gut bekannt, die während der zyklischen Verformung auftreten. Die damit zusammenhängenden Mechanismen wurden weitgehend erforscht [BB92]. Zuerst wurde ein Zweiphasen-Modell (PSBs und Adern) vorgeschlagen, um die plastische Dehnungslokalisation in ermüdeten Kristallen zu erklären. Hierauf stellte Mughrabi die bedeutende zyklische Spannungs-Dehnungs Kurve (CSSC, Abbildung 2.5) von Cu-Einkristallen, die für Einfachgleitung orientiert waren, auf [Mug78]. Die bedeutendste und interessanteste Erkenntnis in der CSSC ist, dass ein Plateaubereich existiert, der mit dem Auftreten von PSBs zusammenhängt. Dieses Plateau erstreckt sich für Cu über etwa zwei Größenbereiche

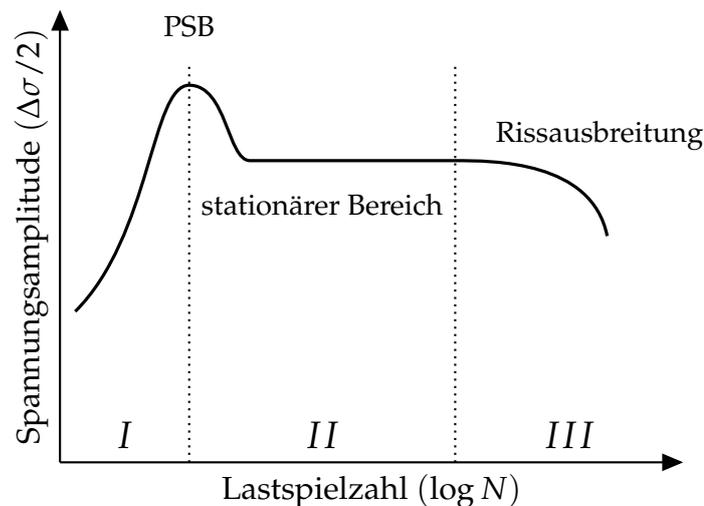


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung des Spannungsverlaufs bei einer dehnungs-geregelten zyklischen Belastung (Ermüdungskurve).

FIGURE 2.4: *Courbe de fatigue.*

( $6 \cdot 10^{-5} < \gamma_{pl} < 7,5 \cdot 10^{-3}$ ) und entsteht durch die inhomogene Verformung, die in Gleitbändern lokalisiert ist. Innerhalb dieses Bereichs ist die Schubspannung im Hauptgleitsystem  $\tau_s$  nahezu unabhängig von der plastischen Abgleitamplitude  $\gamma_{pl}$  und entspricht der zur Verformung in den PSBs notwendigen Spannung. Bei niedrigerem  $\gamma_{pl}$  werden keine PSBs gebildet, in diesem Bereich herrscht Primärgleiten vor, bei höherem  $\gamma_{pl}$  gewinnt die Sekundärgleiten an Bedeutung. In beiden Bereichen läuft die Verformung im Vergleich zum Plateaubereich homogener ab. Dort wird die Bildung der PSBs mit zunehmendem  $\gamma_{pl}$  durch weitreichende innere Spannungen zunehmend erleichtert.

Um die Entwicklung der PSBs weiter offenzulegen, erforschte Neumann den Zerfall der Ader-Struktur und die Bildung der Wand-Struktur, basierend auf dem Diamant-Modell des Taylor-Gitters [Neu86]. Er fand in numerischen Rechnungen viele regelmäßige Stufenversetzungs-Anordnungen, die bei Wegnahme der aufgetragenen Spannung stabil sind und eine Abgrenzung gegen eine versetzungsfreie Umgebung besitzen. Dies bildet das Modell der Ader-Struktur in ermüdeten reinen Metallen. Ab einem gewissen Abstand  $y$  der benachbarten Versetzungen sind wandartige Anordnungen stabiler als die gleichachsigen Konfigurationen des Adern-Typs. Unter der Annahme eines bestimmten minimalen Annihilations-Abstandes  $y$  zwischen be-

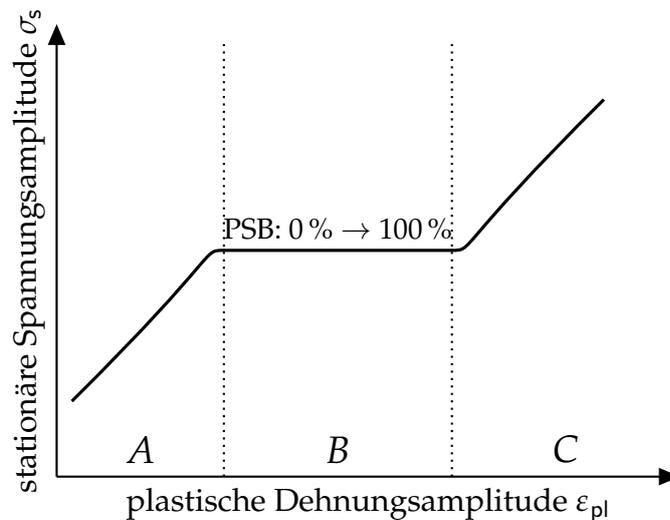


Abbildung 2.5: Zyklische Spannungs-Dehnungskurve, (CSSC), schematisch.  
 FIGURE 2.5: *Courbe cyclique contrainte-déformation*

nachbarten Stufenversetzungen wird die Umwandlung von der Ader-Struktur in die Leiter-Struktur in ermüdeten reinen Metallen plausibel.

Die Dipol- und Quadrupol-Wände haben einen Gleichgewichts-Abstand, der in etwa ihrer Höhe entspricht, was mit den experimentellen Beobachtungen der Leiter-Struktur übereinstimmt. Des Weiteren sind die versetzungsfreien Bereiche sowohl in der Ader-Struktur als auch in der Leiter-Struktur in der Größenordnung des Orowan-Abstandes, denn dies ist die Mindestgröße für die Versetzungs-Multiplikation durch Auswölbung. Die plastische Dehnung in der Ader-Struktur ist viel kleiner als in der Leiter-Struktur, da die Ränder der Adern unerschöpfliche Fallen für Versetzungen in den Kanälen sind. Die Wände der Leiter-Struktur jedoch sind endliche Versetzungsfallen.

## 2.7 Anisotropie-Effekte

Der Prozess der Ermüdung beginnt mit lokalen Versetzungsbewegungen, die bereits bei von außen aufgebrachten (globalen) Spannungen unterhalb der Streckgrenze auftreten. Makroskopisch typische Orte sind Querschnittsübergänge und Oberflächen-

kerben an der Bauteiloberfläche sowie Werkstoffinhomogenitäten wie Einschlüsse, Poren, Ausscheidungen etc. im Volumen, wo lokale Zusatzspannungen durch anisotropiebedingte Inkompatibilität auftreten. Mikroskopisch liefert auch das Gefüge durch die unterschiedlichen Orientierungen und die damit verbundene, und in den meisten Werkstoffen vorhandene, aus der elastische Anisotropie entstehenden Inkompatibilitäten, Beiträge zu den Spannungsüberhöhungen. Handelt es sich um ein feines Gefüge (kleine Korngröße), so ist dieses Gefüge global meist isotrop, d. h. die Orientierungen sind statistisch verteilt. Dementsprechend werden die Spannungsüberhöhungen gering, weil die lokalen Spannungen ebenfalls isotrop sind und sich in globaler Sicht aufheben.

Ist das Gefüge jedoch grobkörnig, liegen im Vergleich zur Bauteilgröße nur wenige Körner vor, deren Gefüge nicht mehr als isotrop bezeichnet werden kann. Dementsprechend können die entstehenden Spannungsüberhöhungen nicht mehr durch entgegen gerichtete aufgehoben werden und es entstehen hierfür mikroskopisch typisch Orte. Speziell bei Werkstoffen mit hohem Anisotropiefaktor ( $A = 2 \frac{S_{11} - S_{22}}{S_{44}}$ ) macht sich dieser Effekt deutlich bemerkbar.

An diesen Orten bilden sich statistisch unregelmäßig verteilte Bereiche lokaler plastischer Verformungen (Dehnungslokalisierung) innerhalb verschiedener Körner. Im weiteren Verlauf der Beanspruchung bilden sich daraus Versetzungskonfigurationen, die schädigende Wirkung durch Konzentration plastischer Verformungen auf sehr kleine Bereiche haben können. Das weitere Verhalten unter zyklischer Beanspruchung ist stark vom Werkstoff (insbesondere seiner Gitterstruktur) und seiner Vorgeschichte abhängig.

## 2.8 Schädigungsmechanismen

Die bei zyklischer Beanspruchung entstehenden persistenten Gleitbänder können bereits im optischen Mikroskop sichtbar gemacht werden, wobei die oberflächlich auftretende Erscheinung auch als persistente Gleitmarkierungen (PSM, persistent slip marking), persistente Verformungsbänder (PDB, persistent deformation bands) oder

adiabatische Scherbänder (ASB, adiabatic shear bands) bezeichnet werden [WMSP09, Buq01, LYLZ06]. Entfernt man die Oberflächenschicht der Probe und setzt die Probe erneut zyklischer Beanspruchung aus, so treten die Gleitbänder wieder an gleicher Stelle auf, daher die Bezeichnung *persistent*. Untersuchungen mit dem Rasterelektronenmikroskop mittels Electron Channeling Contrast Imaging-Technik (ECCI) und dem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) zeigen leiterähnliche Versetzungsstrukturen mit versetzungsreichen Gebieten als Leitersprossen und versetzungsarme Gebiete in den Zwischenräumen innerhalb der PSBs (Abbildung 2.7).

Die PSBs tragen einen Großteil der plastischen Deformation während eines Ermüdungsvorgangs, die plastische Dehnung wird dort lokalisiert (siehe 2.12). Tatsächlich ist die lokale plastische Dehnungsamplitude an diesen Orten um etwa das hundertfache größer als in der sie umgebenden Matrix. Die Bildung der PSBs in Abhängigkeit von der anliegenden Dehnungsamplitude wird an der zyklischen Spannungs-Dehnungs-Kurve (Cyclic Stress Strain Curve, CSSC, Abbildung 2.5) deutlich. Sie setzt sich aus den Sättigungswerten der Spannungsamplituden vieler zuvor beschriebener Ermüdungsversuche (siehe Abbildung 2.4) zusammen, die bei unterschiedlichen plastischen Dehnungsamplituden ermittelt wurden, wobei die Lastspielzahl im stationären Bereich (*II*) liegen muss.

Die zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurve in Abbildung 2.5 zeigt schematisch den Anstieg im Bereich kleiner Dehnungsamplituden. Im darauf folgenden Bereich bleibt die stationäre Spannung konstant, obwohl die Dehnungsamplitude erhöht wird. Dies ist auf die dort entstehenden und in zunehmendem Anteil vorhandenen PSBs zurückzuführen, der in den Körnern beobachtet werden kann. Ab einem bestimmten Maß sind die Körner der Probe an PSBs gesättigt, und die Spannungsamplitude steigt mit steigender plastischer Dehnungsamplitude weiter an.

Versuche zur Wechselverformung wurden für Cu-Einkristalle unter anderem von Mughrabi durchgeführt [Mug78]. Er stellte fest, dass viele Hauptmerkmale der zyklischen Verformung von Cu-Einkristallen auf grundlegende Versetzungsmechanismen zurückzuführen sind. Eine besondere Bedeutung sprach er den Parametern für die Entwicklung von PSBs, d. h. den inneren Spannungen, den Versetzungsmechanismen in der Matrix und in den PSBs und insbesondere der Abhängigkeit dieser Merkmale von

der plastischen Verformungsamplitude zu, die sich unter anderem in der CSSC äußert. Das Ermüdungsverhalten von kfz-Einkristallen wurde in einer Vielzahl von Studien untersucht, meist an Cu [LZ07, LWL<sup>+</sup>98, LWL99b, LWL99a, LK01, ZWS01, LYLZ06], aber auch an Ni [Buq01].

Mit dem Verhalten speziell orientierter Kupfer-Bikristalle befassten sich Hu und Wang [HW97, HW98]. Die  $[\bar{3}45]/[\bar{1}17]$  Bikristalle zeigten sehr hohe Sättigungsspannungen und kein offensichtliches Plateau, sondern eine klare Beule in der CSSC. Es wurde herausgefunden, dass die Kurve nahe der von grobkörnigen Cu-Polykristallen liegt. Als verantwortlich für die Besonderheiten der CSSC des Bikristalls wurde das Auftreten von Mehrfachgleitung, das aus der Randbedingung der Korngrenze resultierte, angenommen. Die Versetzungs-Mikrostrukturen in den vorliegenden Bikristallen erwiesen sich als ähnlich denen in ermüdeten Polykristallen und Kupfer-Einkristallen mit Mehrfachgleitung. Die Versetzungsstrukturen in den zwei Kristalliten erwiesen sich als recht unterschiedlich. Bei niedrigen Dehnungsamplituden zeigen die Versetzungsstrukturen der beiden Kristallite ein ähnliches Aussehen (die vorherrschende Struktur war eine unregelmäßige Labyrinth-Struktur, vgl. Abbildung 2.6). Doch mit zunehmender Dehnung entwickelte sich in der  $[\bar{3}45]$ -Komponente die Zellstruktur, während eine gut entwickelte Labyrinth-Struktur in der  $[\bar{1}17]$ -Komponente gebildet wurde. Die Bildung der Labyrinth-Struktur kann der Wechselwirkung von Versetzungen mit einem senkrechten Paar von Burgersvektoren zugeordnet werden.

Die Korngrenze wird als ein Hindernis für die Bewegung der Versetzungen betrachtet. Es besteht kein erkennbarer Unterschied in der Versetzungsstruktur zwischen der Nähe der Korngrenze und der Region fernab von Korngrenzen. Die versetzungsfreien Bereiche, die neben den Korngrenzen in ermüdeten Kupfer-Polykristallen beobachtet wurden, konnten in den Bikristallen dieser speziellen Orientierungskombination nicht gefunden werden.

Die Ermüdungs-Schädigung von polykristallinem Cu bei Belastung mit unterschiedlichen Dehnungsamplituden wurde von Huang und Ho [HH00] mittels optischer Mikroskopie, REM und TEM untersucht. Sie konnten feststellen, dass bei hohen Dehnungsamplituden Ermüdungsrisse an Korngrenzen initiieren, wohingegen bei niedrigen Dehnungsamplituden die Initiierung an PSBs stattfindet, wobei die Korn-

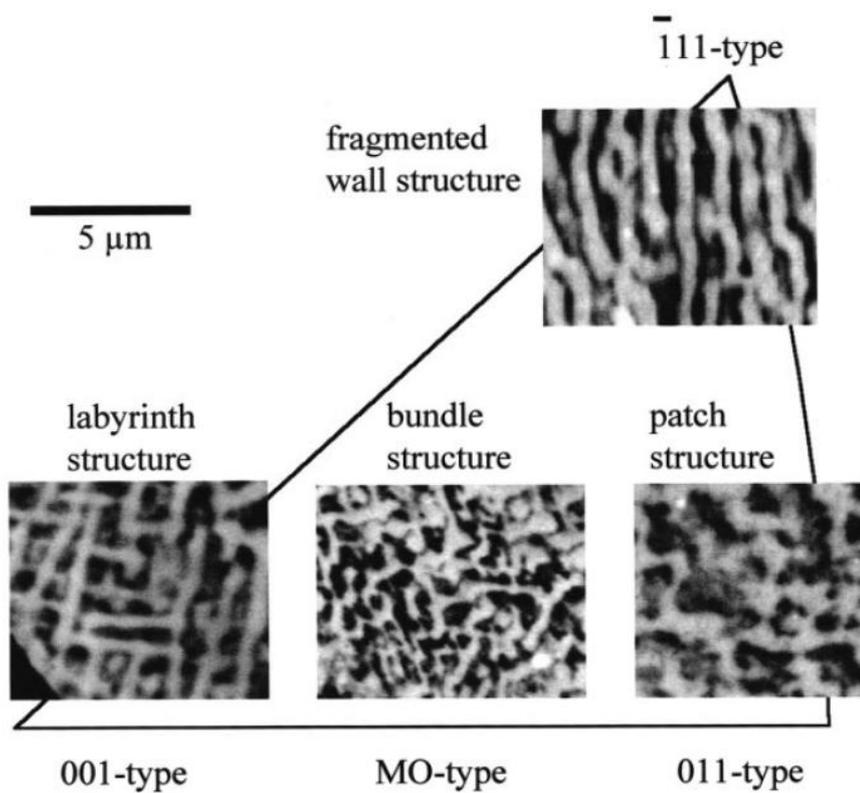


Abbildung 2.6: Versetzungsstrukturen in Abhängigkeit von der Orientierung bezüglich der Belastungsachse bei zyklischen Versuchen, nach: [BBSH01].

FIGURE 2.6: *La dépendance des structures de dislocations de l'orientation.*

grenze immer noch ein bevorzugte Ort der Rissentstehung bleibt. Eine Abhängigkeit des Rissentstehungsortes von der Dehnungsamplitude und der Lastspielzahl wurde gefunden. So bilden sich bei hohen Dehnungsamplituden (0,2–0,4 %) und dementsprechend geringen Lastspielzahlen ( $< 10^4$ ) die Risse bevorzugt an Korngrenzen. Bei plastischen Dehnungsamplituden unterhalb von 0,1 % und den zugehörigen Lastspielzahlen ( $> 5 \cdot 10^4$ ) werden die PSBs als Rissinitiationsorte bevorzugt. Im Dehnungsamplitudenbereich bzw. Lastspielzahlbereich dazwischen finden sich an beiden Initiationsorten etwa gleich viele Risskeime.

Das lokale Verformungsverhalten von Polykristallen bei statischer Belastung in mehreren Schritten wurde an Cu durch in situ Zugversuche im REM untersucht [TK04]. Durch REM-Aufnahmen und EBSD-Messungen konnte gezeigt werden, dass sehr starke Heterogenitäten in der Dehnung und in der lokalen Gitterdrehung innerhalb der einzelnen Körner vorhanden sind. An einigen Korngrenzen werden sehr hohe Gitterrotationen beobachtet. Sogar weit entfernt von der Korngrenze kann sich die Aktivierung der Gleitsysteme sehr unterscheiden. Auf der Probenoberfläche müssen mehr als drei unabhängige Gleitsysteme in einigen Korngrenzenregionen aktiviert werden, um den Einfluss des Nachbarkorns zu berücksichtigen. In den meisten Regionen des Korninneren scheinen drei Gleitsysteme zu genügen.

## 2.9 Persistente Gleitbänder

Die bei der Wechselverformung ablaufenden mikroskopischen Vorgänge besitzen eine große Auswirkung auf die Mikrostruktur innerhalb der Körner (insbesondere im Vergleich zur einsinnigen Belastung). Während der zyklischen Verfestigung (Bereich I in Abbildung 2.4) bildet sich eine typische Versetzungsstruktur aus. TEM-Untersuchungen von Proben im Bereich des starken Anstiegs der Spannungsamplitude in der Verfestigungskurve zeigen dichte Bündel von primären Stufendipolen, die mit Bereichen geringerer Versetzungsdichte abwechseln. Der Volumenanteil beider Bereiche ist in etwa gleich. Mit zunehmender kumulierter Dehnung nimmt auch die Dichte und Ausprägung der Strukturen zu. Wird eine kritische Schubspannung überschritten, so wird in günstig orientierten Kristalliten diese Struktur lokal instabil und

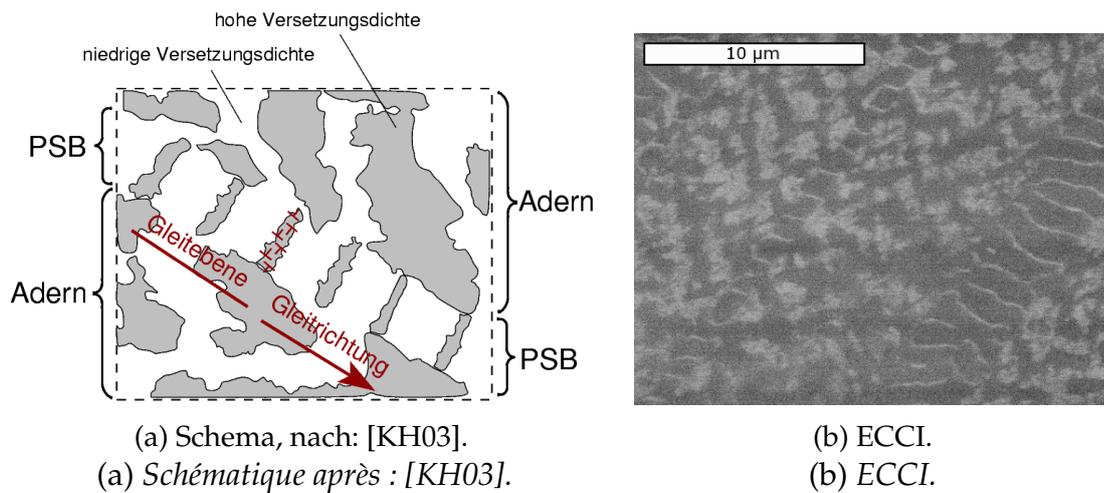


Abbildung 2.7: Leiterstruktur innerhalb der PSBs.

FIGURE 2.7: Structure d'échelle dans les BGP.s.

zerfällt in ca. 1 µm dicke Lamellen, die parallel zur Gleitebene verlaufen. Innerhalb der PSBs bildet sich eine leiterähnliche Struktur mit versetzungsreichen Wänden aus Stufendipolen und Multipolen und Zwischenräumen mit deutlich geringerer Versetzungsdichte [Win74, Mug78, Neu86]. In dieser Anordnung und Dichte können Versetzungsstrukturen schon im REM mit der ECCI-Technik sichtbar gemacht werden (Abbildung 2.7).

Die PSBs sind leichter verformbar als die umgebende harte Matrix, daher tragen die PSBs einen Großteil der Verformung [BH59]. Die PSBs repräsentieren Zonen der zyklischen Dehnungslokalisation, in denen die plastischen Dehnungsamplituden 100mal höher sind als in der umgebenden Matrix [LK01]. Das Verhalten der PSBs bildet die Basis für das Problem der Ermüdungsrissbildung, wohingegen die Verfestigung der Matrix in Bezug auf Versetzungstheorien bei der Verformung von Metallen von Interesse ist. Die Verfestigung läuft auf zwei Wegen ab: Versetzungen können festgehalten werden, so dass ihre initiale Bewegung schwierig ist, und Hindernisse können in ihren Weg gesetzt werden, so dass eine fortgesetzte Bewegung schwierig ist. Speziell in den frühen Ermüdungsstadien muss es eine erhebliche Versetzungsbewegung und Multiplikation geben, so dass viele solcher Wechselwirkungen auftreten. Es wird angenommen, dass Punktdefekte einen wesentlichen Beitrag zur Ermüdungs-Verfestigung liefern, indem sie das Blockieren von Versetzungen begünstigen und Hindernisse für

die Versetzungsbewegung bilden.

Das Auftreten von PSBs für den Fall von Cu wird in Tabelle 2.1 nach [LK03] zusammengefasst. Sie definieren ein PSB als eine Zone in der drei Bedingungen erfüllt sind:

- Es liegt eine zyklische Gleitlokalisierung in dieser Zone vor.
- Die Versetzungsstruktur unterscheidet sich von der in der umgebenden Matrix.
- In Einkristallen und Oberflächenkörnern von Polykristallen endet die Zone an der Probenoberfläche in Form von Intrusionen und Extrusionen.

Tabelle 2.1: Auftreten von PSBs in wechselverformtem Cu, nach [LK03].

Eigenschaft	Ja	Nein
Dehnungs- oder Spannungsamplitude	Niedrige und mittlere	Sehr niedrige (Gigacycle Region) und hohe (LCF Region)
Asymmetrie des Lastspiels	Symmetrische Wechselbeanspruchung	Asymmetrische Wechselbeanspruchung
Orientierung der Einkristalle	Einfachgleitung	Einige Mehrfachgleitungs-Orientierungen
Korngröße von Polykristallen	Oberhalb einiger $\mu\text{m}$	Unterhalb einiger $\mu\text{m}$
Temperatur	Unterhalb $\sim 0,5 T/T_m$	Oberhalb $\sim 0,5 T/T_m$

Sind genügend viele PSBs gebildet worden, um die von außen aufgeprägte Dehnungsbelastung zu tragen, so ist der Bereich der zyklischen Verfestigung beendet. Die Verfestigung in der Matrix wird also in den PSBs kompensiert, und häufig wird im Anschluss sogar eine leichte Entfestigung festgestellt.

Die persistenten Gleitbänder und ihre Auswirkungen auf das Ermüdungsverhalten wurden vielfach untersucht. Insbesondere wurden die Orte untersucht, an denen die Gleitbänder auf die Werkstoffoberfläche oder auf Korngrenzen treffen. Es wurde gezeigt, dass diese Orte bevorzugte Rissinitiationsbereiche sind [HH00, EGM81]. Die Bedingungen für die Rissinitiation wurden von Lukáš und Kunz [LK04] formuliert: Der Rissinitiiierung geht immer eine Lokalisierung der plastischen Verformung voraus. Die Art dieser Lokalisierung wird durch den Werkstoff und die Belastungsart bestimmt. Mikrorisse entstehen, wenn folgende Punkte erfüllt sind:

- Die Probenoberfläche weist eine ausgeprägte, durch Extrusionen und Intrusionen verursachte Topographie auf,
- An der Basis der Intrusionen ist die Dehnung lokal erhöht,
- Die Versetzungsanordnung unterhalb der Oberflächen-Intrusionen ist günstig für die Entstehung von Rissen.

Experimentell und zusätzlich über analytische Rechnungen wurde auch die interne Struktur der PSBs zugänglich. Mughrabi formulierte ein Modell der Schubspannungsverteilung innerhalb der PSBs [Mug87]. Es basiert auf einem einfacheren Modell, welches in den Versetzungswänden auf Grund der größeren Versetzungsdichte eine erhöhte Schubspannung annimmt. Die Wände der PSBs sind (ebenso wie die Adern der Matrix) aus länglichen Stufenversetzungs-Dipol-Schleifen aufgebaut, die eine hohe lokale Versetzungsdichte von  $10^{15} \text{ m}^{-2}$  besitzen. In den so genannten Kanälen (Channels) zwischen den Dipolwänden liegt die Versetzungsdichte im Vergleich dazu wesentlich niedriger bei  $(1 \text{ bis } 2) \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$  und die Versetzungen haben Schraubenscharakter [Mug87].

Diese Versetzungsverteilung resultiert aus einem dynamischen Gleichgewicht zwischen Versetzungsmultiplikation und -annihilation. In den Kanälen werden die Versetzungen durch die Ausbauchung von Stufensegmenten ausgehend von den Versetzungswänden gebildet. Wenn ein Stufensegment den Kanal überquert, produziert es zwei Schraubensegmente mit entgegengesetzten Vorzeichen, die sich von Wand zu Wand erstrecken und zu Stufensegmenten an den Wänden entlang gehören. Das Hin-und-her-Gleiten der Schraubensegmente in den Kanälen führt zu häufigen Be-

gegnungen gegensätzlicher Schraubensegmente auf eng benachbarten Gleitebenen und die Annihilation dieser gegensätzlichen Schraubenversetzungen durch Quergleiten. Im Falle der Stufenversetzungen in den Wänden geschieht ebenfalls eine gegenseitige Annihilation der von eng benachbarten gegensätzlichen Stufenversetzungen.

Durch die starke Krümmung der Versetzungssegmente in der Nähe der Wände und der schwächeren Krümmung in der Mitte der Kanäle kann darauf geschlossen werden, dass langreichweitige interne Spannungsfelder vorhanden sind mit der Folge, dass die Schubspannung von der Mitte der Kanäle in Richtung der Wände stark ansteigt. Beim Übergang in die Kanäle (versetzungsarme Bereiche) ändert sich die Spannung unstetig auf einen kleineren konstanten Wert. Die Verbesserung des Modells beruht auf der Form der Versetzungslinie im Kanal. Dadurch wird eine elliptische Verteilung der Schubspannung in den Kanälen errechnet.

Die zyklische Fließspannung von PSBs kann mit Hilfe des Modells als zusammengesetzt aus den Anteilen der Wände und der Kanäle betrachtet werden. Die mittlere Schubspannung der Kanäle ergibt sich zu  $\langle \hat{\tau}_c(x) \rangle \approx 21,3$  MPa und die mittlere Schubspannung der Wände zu  $\hat{\tau}_w \approx 48,1$  MPa, was experimentellen Werten (aus Fraunhoferbeugungs-Mustern [Woo73]) innerhalb einer gewissen Streuung, die auf verschiedene Ursachen zurückzuführen ist, entspricht.

Messungen mit Hilfe von Röntgenbeugungsverfahren zeigten in Ni-Einkristallen Spannungen von bis zu 120 MPa in den Versetzungswänden, bei angelegten Spannungen von 50 MPa auf [HTH97]. Diese Messungen fanden bei plastischen Dehnungsamplituden im Bereich des Plateaus der CSSC statt, wobei von verschiedenen Punkten der Hysteresekurve entlastet wurde. Die Analyse der Asymmetrie des Profils, ermöglicht die Bestimmung der langreichweitigen inneren Spannungen auf denen die Mechanismen der plastischen Verformung innerhalb der PSBs basiert. Diese Spannungsüberhöhung von über 100 % sowie die bevorzugte Initiation von Rissen an persistenten Gleitbändern macht deutlich wie wichtig die Betrachtung lokaler plastischer Deformation für die Werkstoffschädigung ist.

## 2.10 Korngrenzen

Jedoch existieren noch weitere bevorzugte Initiationsorte für Risse: die Korngrenzen. Sie spielen eine entscheidende Rolle dadurch, dass sie die mechanischen Eigenschaften von Werkstoffen bestimmen, indem sie die Bewegung von Versetzungen hemmen, an denen die Spannungsüberhöhungen aufgrund der Inkompatibilität auftreten, und dadurch das plastische Verhalten der verformten Werkstoffe beeinflussen. Gerade dies kann aber unter Umständen dazu führen, dass sie als Ursprung für Ermüdungsrisse dienen und im Weiteren zum Risspfad in polykristallinen Werkstoffen werden. Um die Rolle von Korngrenzen bei der plastischen Verformung von Metallen und Legierungen zu ermitteln, werden weit verbreitet Bikristalle mit ausgewählten Einzelkörnern als Modellwerkstoffe verwendet [HW97]. Besonders zu erwähnen sind hierbei bikristalline Mikropillars, die in modernen Experimenten untersucht werden. Durch die Korngrenzen kommen zusätzliche Einflussfaktoren wie die Inkompatibilität der unterschiedlich orientierten Körner und die Wechselwirkung zwischen den PSBs und den Korngrenzen zur Problematik hinzu.

### Bikristalle

Die meist mit Cu-Bikristallen durchgeführten Versuche zeigen deutlich eine Wechselwirkung von Gleitbändern mit Korngrenzen, die mittels ECCI-Technik im REM in der Nähe von Korngrenzen untersucht wurden [ZW03a, ZW03b]. Die Mechanismen der interkristallinen Ermüdungsrissbildung können in 3 Typen klassifiziert werden: Kleinwinkelkorngrenzen, zufällige Großwinkelkorngrenzen und Großwinkelkorngrenzen mit koplanarem Gleitsystem.

Ein interessanter Aspekt ist, dass durch die zyklische Verformung keine Ermüdungsrisse an Kleinwinkelkorngrenzen eingeleitet werden. Stattdessen bilden sich die Risse an aktivierten PSBs und breiten sich entlang dieser aus, unabhängig davon, ob die Kleinwinkelkorngrenze senkrecht oder parallel zur Lastachse orientiert ist. PSBs können die Kleinwinkelkorngrenzen übertreten und es entsteht kein Aufstau von Versetzungen, da der Orientierungsunterschied zwischen den einzelnen Körnern sehr gering ist. Als

Umkehrschluss dazu kann man die Diskontinuität der PSBs an der Korngrenze als wichtige Ursache für die interkristalline Rissbildung ansehen.

Alle Großwinkelkorngrenzen werden bei entsprechender Belastung zu bevorzugten Rissinitiationsorten, unabhängig von dem Wechselwirkungswinkel zwischen Korngrenzen-Ebene und Belastungsachse. Die zugrunde liegenden Effekte sind der Extrusionen-Intrusionen Mechanismus und der Versetzungsaufstau an den Großwinkelkorngrenzen. Beide Modelle basieren auf der Versetzungsbewegung in ermüdeten Kristallen.

In Cu-Bikristallen mit Großwinkelkorngrenze und einem koplanaren Gleitsystem können die Oberflächengleitbänder die Korngrenze auf allen vier Seiten der Bikristall-Probe überwinden, was anzeigt, dass die Korngrenze die Gleitverformungseigenschaften des Bikristalls nicht beeinflusst. Jedoch zeigen die leiterartigen PSBs Diskontinuitäten an der Korngrenze, sowohl an der Probenoberfläche als auch auf der gemeinsamen Gleitebene der beiden Körner. Eine versetzungsbeeinflusste Zone (dislocation affected zone, DAZ) oder ein Aufstau von Versetzungen wurde nahe der Korngrenze gefunden, was darauf hinweist, dass die PSBs nicht vollständig durch die Korngrenze laufen können. Die Ursache liegt hier in unterschiedlichen Gleitrichtungen, die nur zu einer partiellen Durchlässigkeit der Korngrenze für Versetzungen führen.

Zum besseren Verständnis der Ermüdungsrissbildungs-Mechanismen des Bikristalls wurden die Versetzungen und die Wechselwirkungen der PSBs mit der Korngrenze sorgfältig mittels ECCI-Technik betrachtet. In beiden Körnern war die leiterartige PSB- und die Ader-Struktur zu finden. Die leiterartigen Strukturen sind diskontinuierlich über die Korngrenze. Im einen Korn enden die leiterartigen PSBs an der Korngrenze, im anderen Korn zeigen die Versetzungen keine leiterartige Struktur. Bei genauer Betrachtung kann festgestellt werden, dass ein Aufstau von Versetzungen an Korngrenzen existiert. Dies weist darauf hin, dass die Versetzungsstruktur innerhalb der PSBs zwischen den beiden Körnern unterschiedlich ist. Schneidet man die Probe und betrachtet die gemeinsame Gleitebene, sieht man, dass die Versetzungsstrukturen entlang der Korngrenze ebenfalls diskontinuierlich sind und eine versetzungsbeeinflusste Zone (DAZ) mit 10  $\mu\text{m}$  Breite nahe der Korngrenze erscheint (Saum). Diese ist der

versetzungsfreien Zone (dislocation free zone) DFZ, die im TEM beobachtet wird, sehr ähnlich.

Diese Ergebnisse werden so gedeutet, dass interkristalline Rissbildung stärker von der Wechselwirkung zwischen PSBs und Korngrenzen in ermüdeten Kristallen als von der Korngrenzenstruktur selbst abhängt [ZW03a].

## Polykristalle

In realen polykristallinen Werkstoffen sind die kristallographischen Orientierungen der einzelnen Körner zufällig verteilt. Viele dieser Körner liegen in allen möglichen Mehrfachgleitungs-Orientierungen vor, und speziell in den Regionen um die Korngrenzen tritt aufgrund der elastischen und plastischen Dehnungsinkompatibilität angrenzender Körner Mehrfachgleitung auf. Daher ist es nicht zielführend, einfach das Verformungsverhalten von für Einfachgleitung orientierten Kristallen auf Polykristalle zu übertragen, in denen Mehrfachgleitung ein allgemeines Phänomen ist. Das Studium des zyklischen Verformungsverhalten von für Mehrfachgleitung orientierten Einkristallen ist offensichtlich von besonderer Bedeutung für ein besseres Verständnis des zyklischen Verformungsverhaltens in Polykristallen.

Diesbezüglich wurden Messungen der Sättigungsschubspannung  $\tau_s$  von verschiedenen Cu-Einkristallen innerhalb des stereographischen Standarddreiecks durchgeführt (einschließlich solcher mit Orientierungen nahe der drei Umrandungen des stereographischen Dreiecks). Es konnte festgestellt werden, dass die Sättigungsschubspannung  $\tau_s$  aller Kristalle bei  $\sim 28$  MPa liegt. Es bestand die Behauptung, dass die Sättigungsschubspannung  $\tau_s$  und der Plateau-Bereich in der CSSC nicht von den kristallographischen Orientierungen abhängt.

Li et al. [LWL<sup>+</sup>98, LWL99b, LWL99a, LZ07] befassten sich systematisch mit dem Wechselverformungsverhalten von Cu-Einkristallen, speziell für Kristalle mit typischer Doppelgleitungs- oder Mehrfachgleitungs-Orientierung auf den drei Kanten zwischen [001],  $[\bar{1}11]$  und [011] des stereographischen Standarddreiecks. In kfz-Kristallen sind gerade diese Orientierungen [001],  $[\bar{1}11]$  und [011] typische Orientierungen für

Mehrfachgleitung. Die Orientierung beeinflusst das zyklische Verformungsverhalten der oben genannten Orientierungen und das Auftreten oder Nichtauftreten eines Plateaus in ihren CSSCs. Dies und die zugehörige Sättigungsspannung sind untrennbar verbunden mit den in den Kristallen betätigten aktiven Gleitsystemen und der Art und der Intensität der Versetzungswechselwirkung zwischen diesen Gleitsystemen [LWL<sup>+</sup>98, LWL99b].

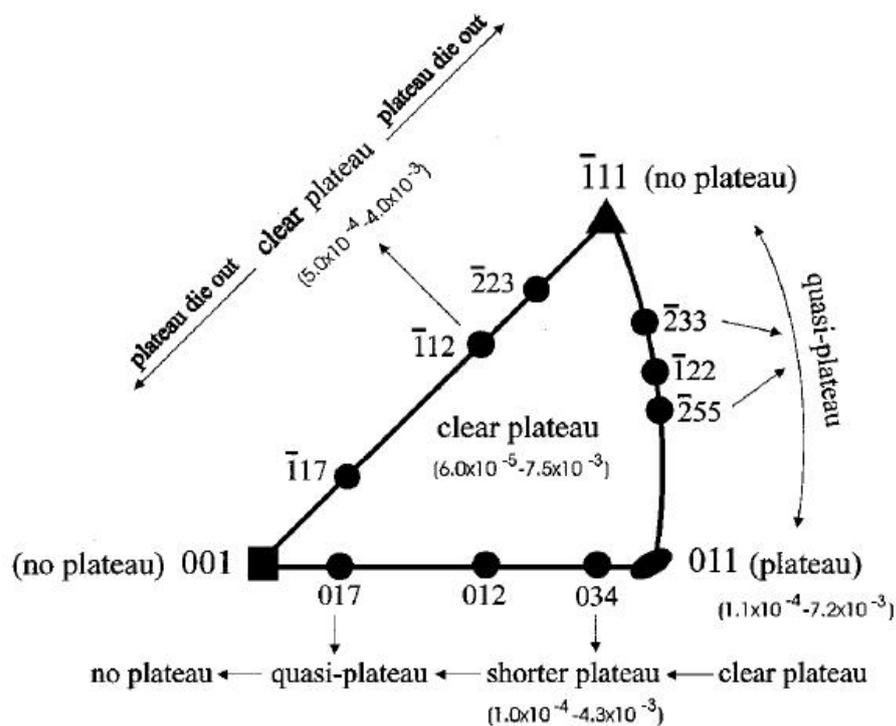


Abbildung 2.8: Stereographisches Standarddreieck mit dem Plateauverhalten der unterschiedlich orientierten Cu-Kristalle [LWL99b].

FIGURE 2.8: *Comportement plateau dépendante de l'orientation.*

Die Orientierung der Abhängigkeit des Plateau-Verhaltens von Kupfer-Einkristallen sind schematisch in Abb. 2.8 zusammengefasst. Für Kristalle auf verschiedenen Seiten des stereographischen Dreiecks ist das offensichtlich unterschiedliche zyklische Spannungs-Dehnungs-Verhalten vor allem abhängig von den unterschiedlichen Moden und Intensitäten der Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und in den Kristallen aktiven Gleitsysteme. Kristalle, die sich an verschiedenen Positionen auf der gleichen Seite des stereographischen Dreiecks befinden, besitzen ebenfalls ein unterschiedliches Plateauverhalten. Hier liegen die Unterschiede aber hauptsächlich

in unterschiedlichem Gleitverformungsverhalten, induziert durch die verschiedenen geometrischen Beziehungen zwischen den Orientierungen und ihren entsprechenden Gleitsystemen für diese Kristalle.

Die physikalischen Mechanismen der plastischen Verformung in polykristallinen kfz-Metallen, insbesondere im Hinblick auf die Heterogenität der Verformung auf intragranularer Ebene, während zügiger und zyklischer Belastung wurde von Feaugas und Pilvin [FP09] zusammengefasst. Sie stellten ein Modell auf, das die Entwicklung von Versetzungsdichten beschreibt, wodurch die zügige und zyklische Verfestigung konsistent beschrieben wird, ebenso wie die Irreversibilität der plastischen Dehnungen während der fortschreitenden Schädigung. Gerade auf der Abbildung der intragranularen Heterogenitäten liegt ein Fokus dieser Arbeit.

## 2.11 Vergleich unterschiedlicher kfz-Metalle

Zusätzlich zu den Untersuchungen an Cu-Kristallen wurde auch das Ermüdungsverhalten anderer kfz-Metalle und Legierungen, wie z. B. Ni, Al und CuAl untersucht [LZLW08]. Insbesondere Ni-Einkristalle sollen in ihrem zyklischen Verformungsverhalten und den Versetzungsstrukturen im gesättigten Zustand sehr ähnlich zu den Cu-Einkristallen sein [Hol04].

In Tabelle 2.2 sind die grundlegenden Daten unterschiedlicher Werkstoffe wie der Schubmodul  $G$ , die Stapelfehlerenergie  $\gamma_{sf}$  und Burgersvektor  $b$  dargestellt. Nach dieser Auflistung scheint es eine Bedingung für die PSB-Bildung zu sein, dass das Verhältnis von  $G/\gamma_{sf}$  zwischen 1 und 2 liegt [LZLW08], was im Folgenden dargelegt werden soll. Diese Faustformel scheint jedoch nicht für alle kfz-Metalle zu gelten, da z. B. Si mit einem Verhältnis von 1,15 keine Leiterstrukturen besitzt, wohingegen von Al ( $G/\gamma_{sf} = 0,125 - 0,167$ ) berichtet wird, dass dort Leiterstrukturen auftreten können, was aber nicht allgemein bestätigt wird.

Bei einer gegebenen Schubspannungsamplitude  $\gamma_{pl}$ , sind bei Erreichen der zyklischen Sättigung die Volumenanteile  $f_M$  und  $f_{PSB}$  an Matrix und PSBs konstant. Die plastischen Dehnungsamplituden, die von den PSBs und der Matrix getragen werden, sind dementsprechend  $\gamma_{PSB}$  und  $\gamma_M$ . Daraus ergibt sich die mittlere plastische Schubspannungsamplitude zu

$$\gamma_{pl} = \gamma_{PSB}f_{PSB} + \gamma_M f_M. \quad (2.12)$$

Dadurch lässt sich das makroskopische (globale) Verhalten beschreiben. Um eine Erklärung zu erhalten, wie sich die PSBs bilden und Versetzungskonfigurationen entstehen, muss man die PSBs auf mesoskopischer oder gar mikroskopischer Ebene betrachten. Auf mesoskopischer Skala kann die Struktur in Dipol-Wände und Kanäle gegliedert werden. Die Dipol-Wände besitzen hohe Versetzungsdichten  $\rho_w$  und die Kanäle niedrige Versetzungsdichten  $\rho_c$ . Die geometrischen Parameter der einzelnen PSBs sind die mittlere Wanddicke  $d_w$  und die mittlere Kanaldicke  $d_c$  sowie die mittlere Höhe  $h_{PSB}$  des PSBs.

Tabelle 2.2: Zusammenhang zwischen Stapelfehlerenergie  $\gamma_{sf}$ , Schubmodul  $G$  und PSB-Bildung, nach [LZLW08].

Metall	SFE $\gamma_{sf}$ in mJ/m <sup>2</sup>	$G$ in GPa	Burgers- Vektor $b$ in Å	PSB-Leiter- struktur Bildung	$G/\gamma_{sf}$ in 10 <sup>12</sup> m <sup>-1</sup>
Al	166–200	25–28	2,86	Nein	1/6–1/8
Ni	80–128	75–80	2,49	Ja	1–2
Cu	40–78	40–75	2,55	Ja	1–2
Ag	16–22	19–44	2,50	Ja	1–2
Cu-10 at% Al	10	35–41	—	Nein	3,5–4
Cu-16 at% Al	6	35–41	—	Nein	6–7

Auf mikroskopischer Skala ist bekannt, dass die Versetzungsbewegung in kfz-Metallen durch aufgespaltene Versetzungen beherrscht wird. In den Dipol-Wänden, auf mikroskopischer Ebene, ist jede ausgedehnte Versetzung zusammengesetzt aus zwei aufgespaltenen Partialversetzungen. Unter der Annahme, dass die ausgedehnte Versetzung in der Dipol-Wand den regelmäßigen und eng begrenzten Bereich einnimmt, kann der Abstand  $w_s$  zwischen den aufgespaltenen Versetzungen aus der Versetzungsdichte der Dipolwand ( $10^{15-16} \text{ m}^{-2}$ ) berechnet werden. Die Ergebnisse zeigten, dass der Abstand ( $\sim 5 \text{ nm}$ ) und die Breite ( $3 - 5 \text{ nm}$ ) der ausgedehnten Versetzungen als nahezu gleich angesehen werden kann. Dementsprechend setzt sich jede stabile Struktur aus zwei Paaren von Dipolen mit Positiv-negativ-Stufen-Partialversetzungen und einer ausgedehnten Versetzung zusammen. Daher wurde vorgeschlagen, dass eine solche stabile Struktur benannt durch den Einheits-Dipol näherungsweise einem gleichseitigen Dreieck entspricht, was in den folgenden Berechnungen ausgenutzt wird.

Da das PSB als zusammengesetzt aus weichen Kanälen und harten Wänden betrachtet werden kann, sollte die Plateauspannung  $\tau_s$  eine Funktion der Fließspannungen der Kanäle  $\tau_c$  und der Wände  $\tau_w$  in Form der Mischungsregel sein

$$\tau_s = f_w \tau_w + (1 - f_w) \tau_c. \quad (2.13)$$

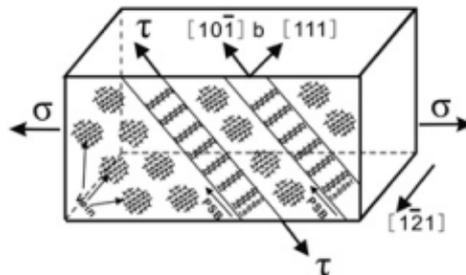
Hierbei ist  $f_w$  der Flächenanteil der Wände. Die lokale Spannung  $\tau_c$  der Kanäle sollte der Spannung entsprechen, die nötig ist, um Schraubenversetzungen herauszubiegen. Für Schraubenversetzungs-Abschnitte ausgedehnt über den gesamten Kanal führt der Ansatz der Linienspannung auf

$$\tau_c = \alpha Gb/d_c + \tau_c^F, \quad (2.14)$$

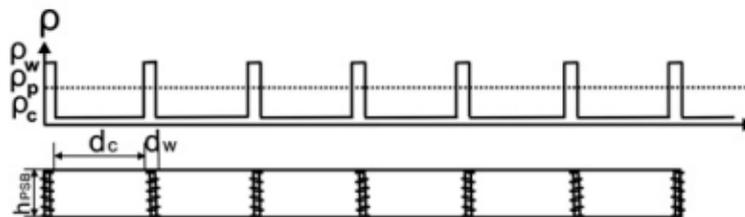
wobei  $\alpha$  ein Geometriefaktor ist,  $G$  bezeichnet das Schubmodul und  $\tau_c^F$  ist die Reibspannungs-Komponente, die sich aus der Wechselwirkung der Schraubenversetzungen mit den Gleithindernissen ergibt.

Um die lokale Fließspannung in den Wänden zu berechnen, kann man dem experimentellen Ergebnis folgen, dass  $\tau_w$  proportional zur mittleren Dipolhöhe  $y_h$  und zur Dipoldichte  $\rho_d$  ist [ED96]. Durch die zusätzliche Addition der Reibspannung erhält

**(a) macroscopic scale**



**(b) mesoscopic scale**



**(c) microscopic scale**

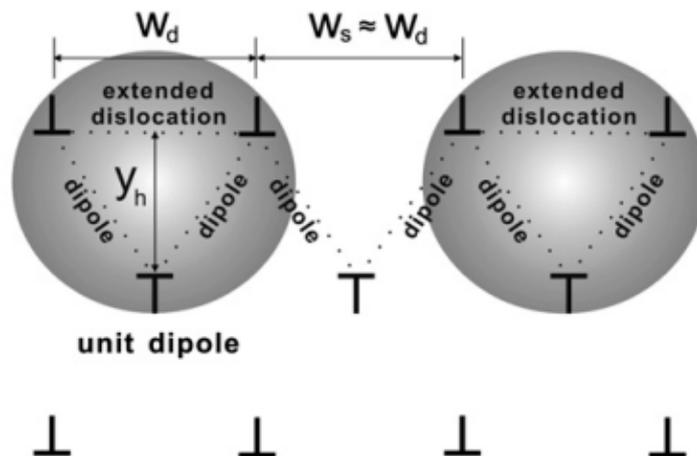


Abbildung 2.9: Schema der typischen Sättigungs-Versetzungsstruktur in zyklisch beanspruchten kfz-Kristallen auf a) makroskopischer, b) mesoskopischer und c) mikroskopischer Skala [LZLW08].

FIGURE 2.9: Schéma des structures dislocation typique de la saturation dans les cristaux affecté cycliquement sur graduation a) macroscopique, b) mesoscopique et c) microscopique.

man

$$\tau_w = D^* y_h \rho_d + \tau_w^F, \quad (2.15)$$

wobei  $D^* = 1,25Gb/[\pi(1-\nu)]$  und  $\nu$  die Poison-Zahl bezeichnet ( $\nu = 0,32$ ).

Durch die Gleichungen 2.14 und 2.15 sind die Fließspannungen der einzelnen Komponenten gegeben, und durch Einsetzen in 2.13 kann die Sättigungsschubspannung  $\tau_s$  erhalten werden. Jedoch müssen zunächst die Werte der Reibspannungen  $\tau_c^F$  und  $\tau_w^F$  bestimmt werden. Nach der Analyse von Bretschneider et al. [BHT97] ergibt sich  $\tau_c^F \approx 0,25\tau_c$ ,  $\tau_w^F \approx 0,25\tau_w$  und  $\alpha = 2,0$ , wodurch Gleichung 2.14 vereinfacht werden kann zu

$$\tau_c = \frac{8Gb}{3d_c}. \quad (2.16)$$

Wegen den fehlenden experimentellen Daten für die mikroskopischen Parameter  $y_h$  und  $\rho_d$  kann Gl. 2.15 schlecht benutzt werden. Daher wurde die Skalierungsbeziehung  $\rho_d \cdot y_h^2 \approx 1/30$  eingeführt [TBH97]. Im Zusammenhang mit Abbildung 2.9 kann das Verhältnis umgeschrieben werden zu  $\rho_d y_h w_d = n$ , wobei  $w_d$  die Breite der ausgedehnten Versetzungen ist und zugrunde legt, dass die stabile Struktur von Dipolen das Verhältnis von  $w_d/y_h \approx 1,5$  erfüllt. Dann kann gefolgert werden

$$\rho_d \cdot y_h \approx 1/20w_d \quad (2.17)$$

Durch das Einsetzen von Gleichung 2.17,  $D^* = 1,25Gb/[\pi(1-\nu)]$  und  $w_d = (2-\nu)Gb^2/[(1-\nu)8\pi\gamma_{sf}]$  in Gleichung 2.15 ergibt sich die Fließspannung  $\tau_w$  zu

$$\tau_w = \frac{2\gamma_{sf}}{3(2-\nu)b}. \quad (2.18)$$

Schließlich kann basierend auf den Gleichungen 2.16 und 2.18 die Gleichung 2.13 geschrieben werden als

$$\tau_s = f_w \frac{2\gamma_{sf}}{3(2-\nu)b} + (1-f_w) \frac{8Gb}{3d_c}. \quad (2.19)$$

Um die Sättigungsschubspannung daraus zu ermitteln, müssen die geometrischen Strukturdaten der PSBs bekannt sein. Typische Werte in Cu und Ag Einkristallen sind Kanal-Breiten  $d_c$  von  $1 \pm 0,2 \mu\text{m}$ , Wanddicken  $d_w$  von  $0,12 \mu\text{m}$  und PSB Höhen  $h_{\text{PSB}}$  von etwa  $2 - 3 \mu\text{m}$ . In ermüdetem Cu, Ag und Ni treten ähnliche Parameter auf, die in Tabelle 2.3 zusammengefasst sind.

Betrachtet man die Konstanten  $\gamma_{\text{sf}}$ ,  $G$  und  $b$  in Tabelle 2.2 und die experimentellen Werte  $d_c$  und  $f_w$  in Tabelle 2.3, so kann man den theoretischen Wert der Sättigungsschubspannung  $\tau_s^T$  für Ni, Cu und Ag berechnen. Diese theoretischen Werte sind in guter Übereinstimmung mit den experimentellen Werten  $\tau_s^E$ . Nimmt man Ni als Beispiel, so sind die Fließspannungen  $\tau_c$  und  $\tau_w$  sehr unterschiedlich, nämlich  $\tau_c \approx 41,7 \text{ MPa}$  und  $\tau_w \approx 127 \text{ MPa}$ . Daraus ergibt sich nach Gleichung 2.13 die Sättigungsschubspannung am Plateau zu  $\tau_s^T \approx 51 \text{ MPa}$ , was sehr nahe am experimentellen Wert liegt.

Tabelle 2.3: Sättigungsspannung und geometrische Parameter von PSBs in unterschiedlichen kfz-Metallen [LZLW08].

Metall	$\tau_s^E$ in MPa	$d_c$ in $\mu\text{m}$	$d_w$ in $\mu\text{m}$	$h_{\text{PSB}}$ in $\mu\text{m}$	$f_w = d_w / (d_c + d_w)$	$\tau_s^T$ in MPa
Ni	50	1,2	$0,15 \pm 0,02$	$\sim 4$	$\sim 10\%$	$\sim 51$
Cu	26	$1 \pm 0,2$	$0,12 \pm 0,02$	$\sim 3$		$\sim 29$
Ag	18	$1 \pm 0,2$	$0,12 \pm 0,02$	$\sim 2$		$\sim 20$

Dividiert man im Weiteren beide Seiten der Gleichung 2.19 durch  $G$  kann folgendermaßen vereinfacht werden

$$\tau_s/G = \frac{M}{G/\gamma_{\text{sf}}} + \frac{N}{d_c} \quad (2.20)$$

wobei die zwei Konstanten mit  $M = \frac{2f_w}{3(2-\nu)b}$  und  $N = \frac{8(1-f_w)b}{3}$  gegeben sind. Demnach besteht die gesamte Gleichung aus den Komponenten  $\tau_s/G$ ,  $G/\gamma_{sf}$  und  $d_c$ . Hierbei bezeichnet  $\tau_s/G$  den Schwierigkeitsgrad für Gleitung;  $G/\gamma_{sf}$  zeigt die Fähigkeit der Anhäufung von Stapelfehlern und  $d_c$  kennzeichnet die geometrische Struktur der PSBs. Bei Raumtemperatur bleibt  $d_c$  nahezu unverändert, somit wird die Gleichung hauptsächlich durch die ersten beiden Terme bestimmt. Wenn das Gleitvermögen stark genug ist, sind die Versetzungen, die sich ansammeln, instabil und werden weiter aufgebrochen und können daher keine stabile Versetzungskonfiguration bilden, wie es bei Al der Fall ist. Ist das Gleitvermögen zu schwach, kann die Ansammlung nicht komplettieren und gleichermaßen keine Versetzungskonfigurationen bilden, wie bei Cu-Al. Nur wenn Gleitvermögen und Ansammlung angemessen sind, ist die klassische PSB-Leiterstruktur im Stande aufzutreten, wie es Ni, Cu und Ag mit  $G/\gamma_{sf} = 1 - 2$  zeigen.

## 2.12 Dehnungslokalisierung

Lokale Änderungen der inneren Spannungen in der Oberflächenschicht von Nickel-Kristallen, die bis zu ihrem Sättigungsstadium zyklisch bei RT verformt wurden, untersuchten Buque et al. [BTH96] mittels Messungen des Barkhausenrauschens (BN). Sie fanden heraus, dass makroskopische innere Druckspannungen in den PSBs existieren, die ihr Vorzeichen während des Belastungshalbzyklus nicht umkehren. Außerdem treten zyklische Veränderungen der inneren Spannungen auf, die jedoch im Vergleich mit der mittleren Druckspannung klein sind. Mit dem Anwachsen der Riss-Population wird die zyklische Veränderung der BN Signal-Verteilung und demnach die inneren Spannungen in der Oberflächenschicht geringer und verschwindet schließlich völlig. Durch die entstehenden Risse werden somit die inneren Spannungen abgebaut.

Innere Spannungen entstehen infolge der heterogenen plastischen Verformung, verbunden mit der nicht-homogenen Versetzungsverteilung. Es wird allgemein angenommen und wurde auch experimentell bewiesen, dass nach der Entlastung von der Spannungsspitze einer Hystereseschleife Rest-Mikrospannungen im PSB verbleiben,

die in den Kanälen entgegengesetzt der außen anliegenden Spannung und in den Wänden in Richtung der aufgetragenen Spannung wirken. Während jedes Halbzyklus sollten diese inneren Spannungen ihr Vorzeichen umkehren. Es wird erwartet, dass die restlichen Mikrospannungen in der Matrix klein sind. Das PSB im Gesamten kann sich auch in einem Rest-Spannungs-Zustand auf makroskopischer Skala befinden.

Entsprechend spezieller Gleitmodelle können die Bänder unter Zug oder Druck sein, unabhängig davon, ob die Probe von der Zug- oder Druckbewegung entlastet wird. Es gibt auch Modelle von PSB-Gleitprozessen, die eine zyklische Alternierung der makroskopischen inneren Spannungen voraussagen. Aufgrund des Mangels an experimentellen Daten, die sich mit Stärke, Wellenlänge und zyklischer Änderung der inneren Spannungen im PSB-Matrix-Verbund befassen, ist es jedoch schwierig, diese theoretischen Ideen zu beweisen.

Es ist bekannt, dass innere oder aufgetragene Spannungen das Barkhausenrauschen, das durch ruckartige Änderungen der Magnetisierung eines ferromagnetischen Werkstoffs unter einem aufgetragenen magnetischen Wechselfeld erzeugt wird, beeinflussen. Das Barkhausenrauschen reagiert hochempfindlich auf solche innere/aufgetragene Spannungen, daher bietet die Detektion und Auswertung des BN ein geeignetes Werkzeug, um die Spannungszustände in ermüdeten ferromagnetischen Kristallen zu analysieren.

Unterschiedliche Parameter können verwendet werden, um das BN zu beschreiben und auszuwerten. Im einfachsten Fall wird der mittlere BN-Pegel oder integrale BN (iBN) während des Magnetisierungszyklus bestimmt. In einer aussagefähigeren Methode kann die Verteilung des BN-Betrags entlang der gesamten Magnetisierungshalbschleife, das heißt die einhüllende Kurve des BN (ecBN), detektiert werden.

Für Nickel wurde gezeigt, dass bei RT der Energie-Beitrag der Kristallanisotropie zur Magnetisierungsenergie sehr klein wird, so dass schon kleine aufgetragene oder innere Spannungen die Vorzugsrichtung der Magnetisierung bestimmen. Unter Berücksichtigung der negativen Magnetostruktionskonstanten von Nickel ist die Magnetisierungs-

richtung in einer magnetischen Domäne notwendigerweise parallel zur Richtung der Druckspannung und senkrecht zur Richtung der Zugspannung im Koordinatensystem der prinzipiellen Achsen.

Tatsächlich zeigen letzte Untersuchungen, dass während der elastischen Verformung einer ferromagnetischen Probe der mittlere BN-Wert sowie die umhüllende Kurve  $ec_{BN}$  von der angelegten Spannung in der erwarteten Art und Weise abhängen. Im Falle von Ni wird ein Abfall des  $i_{BN}$  beobachtet mit abfallender Druckspannung und ansteigender Zugspannung, wie zuvor angenommen. Für Eisen wurde der gegenteilige Effekt gefunden, was das entgegengesetzte Vorzeichen der Magnetostriktion zwischen Ni und Fe widerspiegelt. Startet man von der Sättigung der Magnetisierung, beginnt wie erwartet das BN bei Ni bei niedrigeren äußeren Magnetfeldern, wenn die Druckspannung abfällt und die Zugspannung ansteigt.

Weidner et al. [WMSP09] beschreiben die Gleitlokalisierung im frühen Stadium der Ermüdungsschädigung an austenitischem rostfreiem Stahl. Die Lokalisierung plastischer Dehnungen als ein typisches Merkmal bei der Ermüdung kristallinen Materials wird begleitet von Veränderungen der Versetzungsstrukturen während der zyklischen Verformung. Der Schädigungsprozess beginnt an den Orten der zyklischen Dehnungslokalisierung, üblicherweise PSBs genannt, und resultiert in der Ausbildung von scharfen Gleitmarken (persistent slip markings - PSMs). PSMs bestehen aus Extrusionen und Intrusionen, die sich auf der ursprünglich flachen Oberfläche bei der Entstehung von PSBs ausbilden.

Da die Ermüdungsrissbildung eine direkte Folge der temporären irreversiblen in PSBs lokalisierten Gleitaktivität ist, sind detaillierte Kenntnisse über die Gleitaktivität und Versetzungsstruktur von PSBs und deren Entwicklung während der Ermüdung essentiell für das Verständnis der fundamentalen Mechanismen der Oberflächenreliefbildung und Ermüdungsrissbildung und zum Prüfen der theoretischen Modelle der Ermüdungsrissbildung. Die Versetzungsanordnung in der Matrix und in den PSBs ebenso wie das resultierende Oberflächenrelief der PSMs wird stark durch die Art der Gleitung beeinflusst. Die Ebenheit der Gleitung in Metallen und Legierungen hängt von der Stapelfehlerenergie (stacking fault energy, SFE) ebenso wie von der Nahordnung (short range order, SRO) der Versetzungen ab. Abhängig vom Wert

der SFE können kfz-Metalle und kfz-Legierungen in zwei Gruppen eingeteilt werden: wellenartig gleitende Metalle (hohe SFE) und eben gleitende Metalle (niedrige SFE). Das Quergleiten von Versetzungen ist leichter für höhere SFE, was wellenartige Gleitung zur Folge hat. Des Weiteren erhöht es die Wechselwirkung zwischen Versetzungen, was auf einen Anstieg der Verfestigung hinausläuft. Jedoch verhindern Zwischengitteratome wie Stickstoff (N) als Legierungselement beispielsweise in austenitischen korrosionsbeständigen Stählen das Quergleiten und begünstigen ebene Gleitung. Es wurde gezeigt, dass N die SFE nicht beeinflusst oder nur geringfügig verringert. Stattdessen wurde gezeigt, dass die ebene Verteilung von Versetzungen einer Nahordnungszone zugeschrieben wird.

Experimentelle Daten zu der ebenen Gleitung von kfz-Metallen zeigen ein deutlich weniger klares Bild. Im Gegensatz zum klaren Nachweis der zyklischen Gleitlokalisierung, die durch die aktuellen Oberflächenuntersuchungen von scharfen Oberflächengleitspuren erzielt wurden, gibt es eine Ungewissheit über die innere Struktur der jeweiligen PSBs. Versetzungsstrukturen wurden mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) untersucht, meist für den Fall von Einkristallen aus Cu-Zn und Cu-Au Legierungen.

Systematische rasterkraftmikroskopische (AFM) Untersuchungen der Oberflächenreliefentwicklung von 316L Stahl gezykelt mit einer konstanten plastischen Dehnungsamplitude ergeben eine sehr frühe Lokalisierung der zyklischen plastischen Dehnung. Mit den primären Gleitsystemen übereinstimmende PSMs wurden in der Mehrzahl der Körner schon nach 10 Zyklen detektiert und sind nach 1 000 Zyklen gut ausgeprägt.

Eine Abbildungstechnik im REM, die unterschiedliche Sektoren mit entgegengesetztem Verstärkungsgrad, wie bei einem Vierquadrantendetektor benutzt, ist besonders geeignet, um zwischen Gleitstufen und wirklichen Extrusionen zu differenzieren. Während Gleitstufen an der Oberfläche auf entgegengesetzte Sektoren entweder hellen oder dunklen Kontrast zeigen, zeigen Extrusionen eine Kombination von hellem und dunklem Kontrast für eine Beleuchtungsrichtung. Der Kontrast kehrt sich für die entgegengesetzte Richtung komplett um (invertiert).

Aus intensiven Studien von kfz-Werkstoffen mit mittlerer bis hoher SFE ist gut bekannt, dass die zyklische Gleitlokalisierung mit einer charakteristischen Entwicklung der Versetzungsstruktur stark korreliert ist. Daher wird erwartet, dass mittels ECC-Technik eine charakteristische Versetzungsstruktur im 316L Stahl bei 1 000 Zyklen beobachtet werden kann. Untersuchungen der Versetzungsstrukturen im frühen Ermüdungsstadium ( $N=1\ 000$ ) unter Benutzung der ECCI-Technik wurden von Weidner et al. [WMSP09] durchgeführt. Sie zeigen, dass sich bis zu 1 000 Zyklen keine erweiterten Wände, Bündel oder Adern bilden. Sehr lokal tritt die erste Verdichtung/Lokalisierung von Versetzungen auf. Das ist ein klarer Unterschied zu wellenförmig gleitenden Werkstoffen. In Ni bilden sich beim Zykeln bis 1 000 Lastspielen mit  $\epsilon_{pa} = 5 \cdot 10^{-4}$  viele feine Gleitmarken (Stufen), zwischen denen einige einzelne Extrusionen schon entwickelt sind. Zusätzlich zeichnet sich eine gut entwickelte Versetzungs-Wand-Struktur ab.

In diesem frühen Stadium der Ermüdung besteht die Versetzungsstruktur in 316L hauptsächlich aus einzelnen Versetzungen. Dies tritt durch die experimentelle Entdeckung, dass eine leichte Verkipfung der Probe um die Belastungsachse (x-Achse) die Versetzungen außer Kontrast bringt, zu Tage. Dieser experimentelle Befund ist in guter Übereinstimmung mit früheren TEM-Ergebnissen. In diesem Ermüdungsstadium sind die ausgebildeten Versetzungsstrukturen vergleichbar zu solchen in Einkristallen, die aus ebenen Feldern von Stufenversetzungen in der Form von einem Gewirr auf der primären Gleitebene bestehen. Lokal, vornehmlich in der Nähe von Korngrenzen, beginnen sich auch Wandstrukturen auszubilden was aufgrund der Mehrfachgleitung typisch für 316L Polykristalle ist.

Es muss angemerkt werden, dass das konventionelle REM unzureichend ist, um die beginnende Evolution der ebenen Versetzungsstrukturen im frühen Ermüdungsstadium zu untersuchen. Im Gegensatz zur Wolfram-Kathode besitzt die Shottky-Feldemissionskathode aufgrund ihrer sehr kleinen Spot-Size ( $< 10\ \text{nm}$ ) eine höhere Auflösung. Die Auflösung von ECC-Bildern unter Verwendung eines FE-REMs ist vergleichbar zu Versetzungsstruktur-Aufnahmen im TEM. FE-REM in der Kombination mit einem Vierquadranten-Rückstreudetektor und großen Aperturen bietet die Möglichkeit, die Versetzungs-Anordnungen früh in der Ermüdungslebensdauer abzubilden und ihre Entwicklung zu studieren. So können, wie in Abbildung 2.10

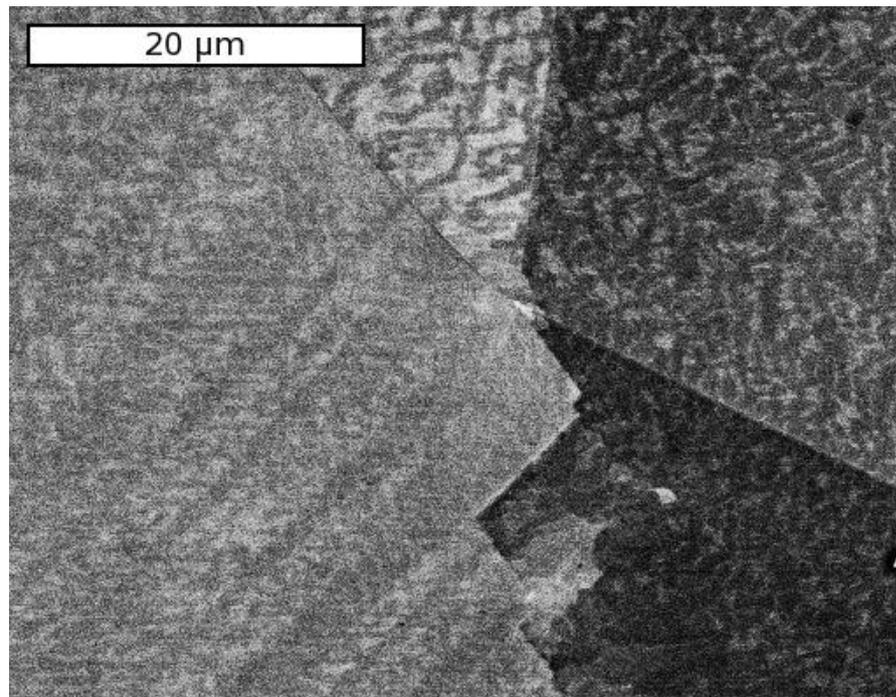


Abbildung 2.10: ECCI einer ermüdeten Probe im Bereiche eines Tripelpunktes. Alle vier aneinandergrenzenden Körner zeigen gleichzeitig ihre Versetzungsstruktur. Normalerweise kann durch Verkippen der Probe jeweils nur ein Korn in optimalen Kontrast gebracht werden.

FIGURE 2.10: *ECCI de quatre grains avec leur structures de dislocations.*

sichtbar, die durch die zyklische Belastung entstehenden Versetzungsstrukturen sehr deutlich und über einen großen Bereich dargestellt werden.

## 3 Lokale Charakterisierungsmethoden

In der Materialwissenschaft und Werkstofftechnik existieren eine Vielzahl von Charakterisierungsmethoden. Mit den meisten erhält man jedoch globale Daten der Proben. Da im Rahmen dieser Arbeit das Verständnis lokaler Vorgänge, deren Zusammenhang mit globalen Eigenschaften und der Vergleich von Simulation und Experiment im Mittelpunkt stehen, müssen auch lokale Messmethoden angewendet werden. Zusätzlich zur Lokalität müssen die verwendeten Verfahren noch weitere Anforderungen erfüllen. Da die Versuche schrittweise durchgeführt werden, müssen die Verfahren zerstörungsfrei sein. Zudem darf kein Verfahren zu einer Veränderung der zu untersuchenden Eigenschaft führen. Die Verfahren müssen miteinander vereinbar sein, um sie auf dieselbe Probe mehrmals anwenden zu können.

Da die untersuchten Proben grobkörnig sind und der Werkstoff aus anisotropen Einkristallen aufgebaut ist, verhalten sich die Proben nicht homogen wie feinkörnige, quasi-isotrope Proben. Es ist somit nicht ausreichend, einen Teilbereich der Probe zu charakterisieren und diesen als repräsentativ für die gesamte Probe anzunehmen. Es wird die komplette Messlänge der Probe charakterisiert, da im Vorhinein nicht klar ist, an welcher Stelle der Probe die Inkompatibilitäts-Effekte besonders stark auftreten. Daher reicht es ebenfalls nicht aus, ein einzelnes Korn lokal zu charakterisieren und dies in einer späteren Simulation in einer isotropen Umgebung zu untersuchen. Auch die angrenzenden und umliegenden Körner können die Randbedingungen verändern [Kup08] und daher nicht mit den globalen Eigenschaften der gesamten Probe angenähert werden.

Lokale Messverfahren sind in der Regel dazu ausgelegt, kleine Probenbereiche zu charakterisieren. Bei der Untersuchung großer Messbereiche kann das zu Problemen bezüglich der Abbildungsgenauigkeit führen. In den folgenden Abschnitten werden die verwendeten Verfahren erläutert.

## 3.1 Digitalkamera

Eine Digitalkamera mit Makro-Objektiv bietet die Möglichkeit, die zu untersuchenden Proben vor, während und nach einem Versuch schnell abzubilden. Hilfreich ist dies insbesondere bei den Biegeversuchen (Abschnitt 5.1.2), um die Biegelinie bei unterschiedlichen Belastungen für eine spätere Auswertung festzuhalten.

Die Digitalkamera wird hierzu parallel zur Prüfeinrichtung, dem Biegemodul, platziert, um eine Verzerrung des Bildes zu vermeiden. Die Blickrichtung ist auf die Kante der Biegeprobe gerichtet, so dass die in der Biegelinie ermittelte Durchbiegung aufgenommen werden kann (Abbildung 3.1). Die Bilder der Probenkante werden bei den jeweiligen Maximalwerten der Belastung und nach der Entlastung aufgenommen. Zur Übertragung der Pixelwerte der Digitalfotos in Messwerte der Durchbiegung wird eine Kalibration durchgeführt. Hierzu werden bekannte Distanzen im Foto auf deren Pixelwerte bezogen und somit eine Normierung auf Längeneinheiten erzielt. Als bekannte feste Distanz konnte etwa der Abstand der beiden inneren Auflager verwendet werden. Die Genauigkeit der Ermittlung dieser Werte hängt durch die Benutzung der Digitalkamera-Aufnahmen stark von der verwendeten Auflösung ab.

Die Auswertung erfolgt mittels Bildbearbeitungssoftware (von Hand), wobei die Pixelwerte für die obere und untere Begrenzung der Probenkante bestimmt und die anschließend normiert werden. Der Mittelwert der y-Koordinate der oberen und unteren Kante ergibt in den Messungen den Verlauf der Biegelinie der neutralen Faser, da für eine Detektion der Mittellinie auf der Probenkante keine Anhaltspunkte gegeben sind. Diese Technik funktioniert relativ gut, es können jedoch gelegentlich auch Probleme bei der Detektion der Kanten aufgrund der starken Reflektion der polierten Oberfläche

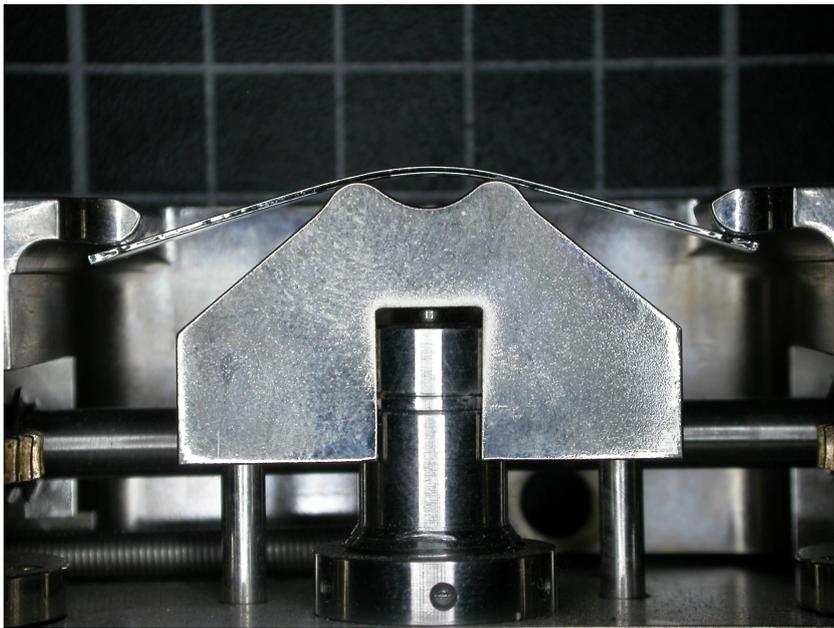


Abbildung 3.1: Digitalkamera-Aufnahme während des Biegeversuchs.  
FIGURE 3.1: *Enregistrement de la caméra numérique lors d'essai de flexion.*

auftreten. Eine weitere Herausforderung besteht darin, die Probenkante auf den Fotos scharf zu stellen, da sich die Fokussierung aufgrund der geringen Ausdehnung der Probe in y-Richtung schwierig gestaltet. Durch die Fokussierung auf die Flächen der inneren Auflager konnte diese Schwierigkeit gelöst werden.

## 3.2 Lichtmikroskopie (DIC)

Die Lichtmikroskopie besitzt als grundlegendes Verfahren zur Erstbeurteilung bei materialwissenschaftlichen Fragestellungen eine große Bedeutung [Hun95]. Im üblichen Lichtmikroskop entsteht der Kontrast durch unterschiedliches Reflexionsvermögen von verschiedenen Phasen eines Werkstoffs. Im Normalfall kann die Oberflächentopographie nicht abgebildet werden. Benutzt man jedoch den Differentiellen Interferenz Kontrast (differential interference contrast, DIC) wird die Oberflächentopographie sichtbar (Abbildung 3.2).

Der DIC basiert darauf, dass bei der Reflexion von polarisiertem Licht an einer relief-behafteten Probenoberfläche die Wellenfront des Lichts deformiert wird. Nach Einbringen eines Polarisationsinterferometers (z. B. Wollastonprisma) in den Strahlengang wird diese Wellenfront in zwei kohärente Wellenfronten aufgespalten, die in der Bildebene zur Interferenz gelangen. Die beiden Teilwellen führen zu einer lateralen Bildaufspaltung (Shearing-Verfahren, Abbildung 3.2), deren Bildverschiebung etwa der Auflösungsgrenze des Objektivs entspricht. Der resultierende Gangunterschied entspricht der Differenz des Gangunterschieds der zu den verschobenen Bildern gehörenden Wellenfronten. Die im Bild erkennbare Verteilung von Farb- oder Helligkeitsänderungen entspricht jeweils einem bestimmten Gangunterschiedsgradienten des Objektes (Neigung der Objektfläche). Phasenstufen (Reliefkanten) erscheinen als schmale Linien mit anderer Farbgebung oder Helligkeit als ihre Umgebung.

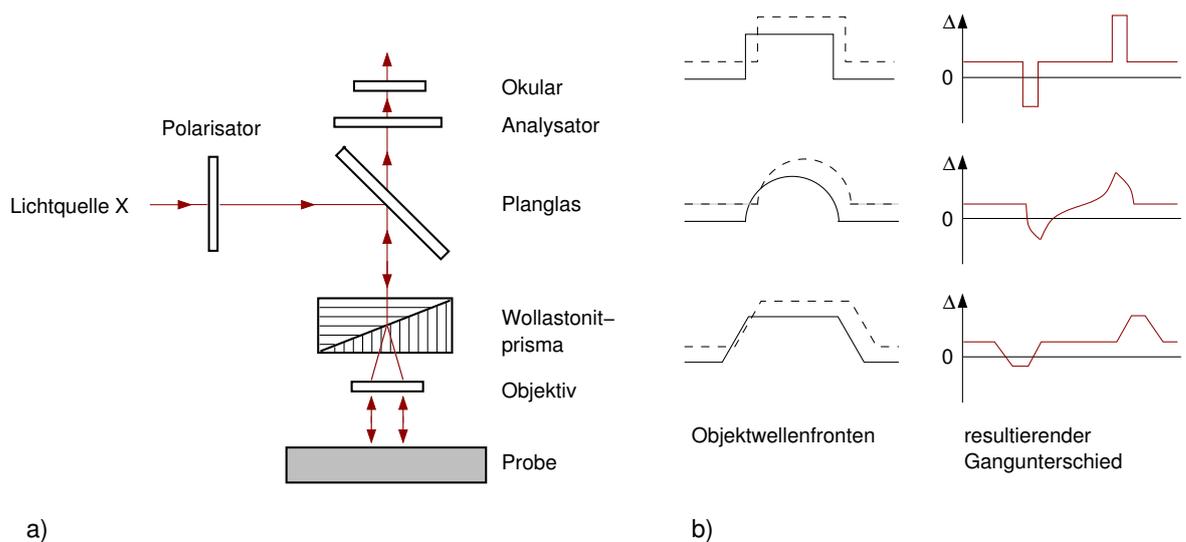


Abbildung 3.2: Prinzip des differentiellen Interferenzkontrastes nach Nomarski (a); Shearing-Verfahren mit differentieller Bildaufspaltung (b), links: Objektwellenfronten, rechts: resultierender Gangunterschied. Nach [Hun95].

FIGURE 3.2: *Principe de contraste d'interférence différentiel, après [Hun95].*

Der DIC erhöht die Sichtbarkeit von Oberflächen-Details, wodurch die Topographie der Probenoberfläche abgebildet werden kann. Dies ist notwendig, um Gleitbänder in den Ermüdungsproben sichtbar zu machen. Einen Vergleich des konventionellen

lichtmikroskopischen Kontrastes mit dem DIC zeigt Abbildung 3.3. Das im DIC aufgenommene Bild zeigt deutlich mehr Details.

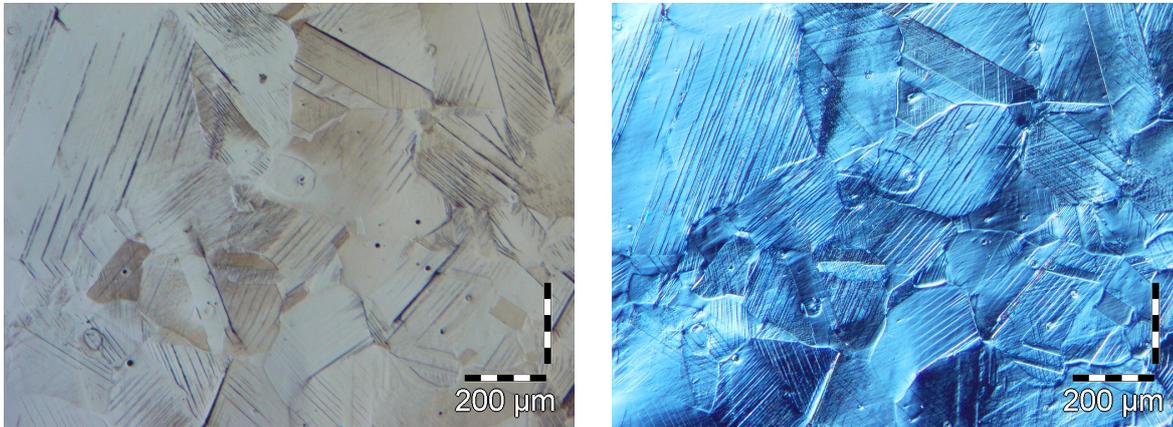


Abbildung 3.3: Vergleich lichtmikroskopischer Aufnahmen ohne (links) und mit DIC (rechts).

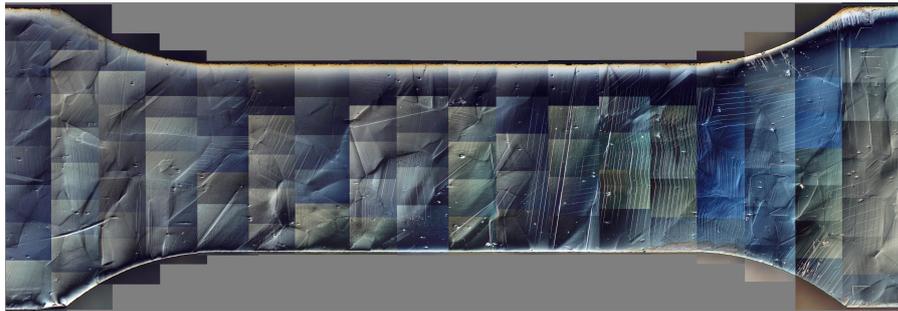
FIGURE 3.3: *Comparaison des images microscopiques optiques, avec et sans contraste d'interférence différentiel.*

Die an das Lichtmikroskop angeschlossene CCD-Kamera erlaubt in der Abbildung der niedrigsten Vergrößerungsstufe ( $50\times$ ) eine Auflösung von etwa  $1,5\ \mu\text{m}/\text{Pixel}$ . Dadurch können Oberflächenrauheit, Korngrenzen und Gleitstufen abgebildet werden. Da der Kontrast im DIC aus lokalen Änderungen des Winkels zwischen Oberflächennormale und Lichteinfallrichtung entsteht, schwankt bei großen betrachteten Probenbereichen die Farbgebung, die Helligkeit und der Kontrast.

In den Untersuchungen wurden Bereiche von bis zu  $20\ \text{mm} \times 5\ \text{mm}$  in Einzelbildern von etwa  $1\ \text{mm} \times 1\ \text{mm}$  aufgenommen. Dabei stand kein automatischer Probenstisch zur Verfügung, so dass manuell verfahren werden musste. Daraus ergibt sich wiederum, dass die Verfahrenswege zwischen den einzelnen Aufnahmen stark variierten. Zur späteren Bildmontage wurden die Bilder überlappend aufgenommen. Um die Montage möglichst exakt durchzuführen, wurde auf das in einer früheren Arbeit [Hen07] entwickelte Programm PICTUREPASTER zurückgegriffen. Damit erfolgt mittels Korrelationsanalyse die Bildmontage halbautomatisch. Zusätzlich werden vollautomatisch die Helligkeit und der Kontrast korrigiert. Dadurch ergibt sich ein



(a) Biegeprobe.  
(a) *Échantillon de flexion.*



(b) Ermüdungsprobe.  
(b) *Échantillon de fatigue.*

Abbildung 3.4: Lichtmikroskopische Abbildung mittels DIC an den verschiedenen Proben.

FIGURE 3.4: *Microscopie optique du total des échantillons.*

einheitliches Bild der Gesamtprobe, bei dem die Oberflächendetails klar zu erkennen sind (Abbildung 3.4).

### 3.3 Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI)

Neben den bisher beschriebenen Methoden bietet die Rasterelektronenmikroskopie vielfältige Möglichkeiten bei der Untersuchung der Mikrostruktur von Werkstoffen. Im REM können nicht nur die Oberflächenstruktur und -morphologie, sondern auch die zugrunde liegende Kristallstruktur und darin befindliche Defekte detektiert werden. Die Durchführbarkeit solcher Untersuchungen wurde von Hirsch et al. [HHW62] bereits 1962 vorhergesagt und von Duncumb [Dun62] erstmals beobachtet. Sie zeigten, dass die Röntgenstrahl-Erzeugung und die Intensität der Rückstreuelektronen einer

dünnen Probe empfindlich auf die Orientierung des Kristallgitters zum einfallenden Elektronenstrahl reagieren.

Die starke Orientierungs-Abhängigkeit von hoch energetischen Rückstreuielektronen wurde 1967 von Coates [Coa67] an halbleitenden Einkristallen (GaAs, Ge, Si) beobachtet. Durch Großbereichsabbildungen (10-fache Vergrößerung) zeigte er symmetrische Muster von breiten hellen Bändern mit schwachem Kontrast, die dem topographischen Bild überlagert waren. Wegen ihrer Ähnlichkeit zu den aus dem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) bekannten Kikuchi-Pattern wurden sie zunächst als „Kikuchi-like Reflection Pattern“ bezeichnet. Diese Methode ermöglicht die Orientierungsbestimmung an Einkristallen wobei die Probe gleichzeitig beobachtet werden kann.

Eine Bestätigung der Untersuchungen und eine theoretische Interpretation des Phänomens lieferten Booker et al. [Boo70]. Diese basiert auf der Blochwellenbeschreibung der dynamischen Beugungstheorie [HW61, HW62]. Danach setzte sich die Bezeichnung als Electron Channeling Pattern (ECP) durch. Die weitere Möglichkeit, ausgewählte Bereiche von der Größe des Strahldurchmessers, also auf mikrostruktureller Skala, zu untersuchen – die heutigen Selected Area Channeling Pattern (SACP) – wurden ebenfalls schon früh erkannt [Coa67, BSWH67]. Durch den weit verbreiteten Einsatz der EBSD-Technik konnten sich diese beiden Techniken jedoch nicht zur Standardanwendung durchsetzen und werden nur zu einigen Spezialuntersuchungen eingesetzt.

In diesem Abschnitt soll die ECCI-Technik kurz beschrieben werden, für eine detailliertere Darstellung der Technik wird auf [Wel04] verwiesen.

Die ECCI-Technik basiert, wie auch die ECP- und SACP-Techniken, auf dem *Electron Channeling Effekt*. Dieser besagt, dass die Rückstreuintensität stark von dem Winkel zwischen einfallendem Elektronenstrahl und den Netzebenen des Kristallgitters abhängt. Beim ECCI wird das REM bei hohen Vergrößerungen (200× bis 5000×) und geringem Arbeitsabstand (um 15 mm) betrieben. Daher kann die Einfallsrichtung des Elektronenstrahls als nahezu senkrecht über den gesamten abgebildeten Probenbereich angenommen werden, die Verkipfung des Strahls ist somit vernachlässigbar

(Abbildung 3.5). Dies ist der wesentliche Unterschied von ECCI im Vergleich zu den ECP- und SACP-Techniken, wo über die gezielte Strahlkipfung ein Kontrast in Form eines Orientierungs-Patterns erzeugt wird.

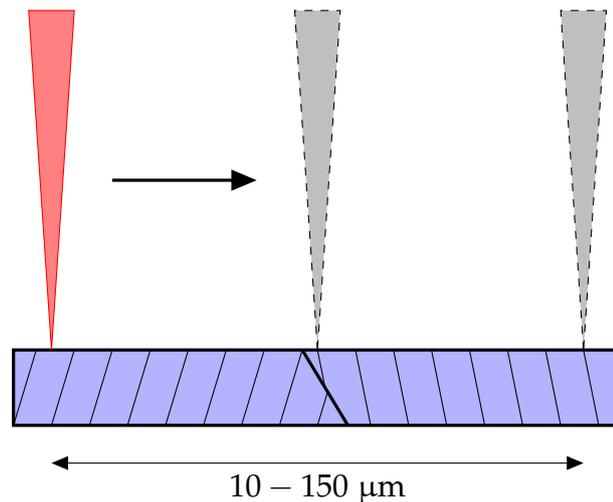


Abbildung 3.5: Schematische Darstellung der Ablenkung des Elektronenstrahls unter ECCI-Bedingungen [Sti01].

FIGURE 3.5: Schéma des conditions ECCI.

Die Kontrastunterschiede bei der Rückstreuелеktronenabbildung werden somit durch Orientierungsunterschiede zwischen einzelnen Körnern oder durch lokale Verkippung infolge einer Anhäufung von Gitterdefekten, Versetzungsbündeln oder Subkorn Grenzen verursacht. Sie ergeben sich aufgrund der elastischen Gitterverzerrung um Versetzungen oder Versetzungsbündel, wodurch sich der Winkel zwischen einfallendem Elektronenstrahl und Netzebenen lokal ändert. Damit sind auch die Bedingungen für die Rückstreuung innerhalb kleiner Probenbereiche unterschiedlich.

Unter bestimmten Umständen ist es sogar möglich, einzelne Versetzungen abzubilden [CSN01, Cri06, WMSP09]. Dies erfordert als Elektronenquelle eine Feldemissionskathode, die eine solche Helligkeit (hoher Richtstrahlwert) aufweist, dass Sondendurchmesser und Divergenzwinkel  $2\alpha$  sehr klein gehalten werden können. Die Abbildung einzelner Versetzungen ist hierdurch zwar theoretisch möglich aber sehr schwierig. Deshalb werden in dieser Arbeit Versetzungsanhäufungen

untersucht, bei denen geringere Anforderungen an die Strahlbedingungen gestellt werden.

Bei den Untersuchungen von Gitterdefekten mit der ECCI-Technik gilt entsprechend den TEM-Untersuchungen das  $\vec{g} \cdot \vec{b}$ -Auslöschungskriterium für die Sichtbarkeit von Versetzungen ( $\vec{g}$  - Abbildungsvektor,  $\vec{b}$  - Burgersvektor). Das heißt, der Burgersvektor darf nicht senkrecht zum Abbildungsvektor sein, um die Versetzungen abbilden zu können.

Wegen der Wechselwirkung des Elektronenstrahls (Beschleunigungsspannung  $U_B = 25$  kV) mit der Probe beträgt die Informationstiefe über das Kristallgitter nach [Sti01] jedoch nur etwa 20 bis 100 nm. Die erste Einschätzung der geeigneten elektronenoptischen Bedingungen wurde von Booker [Boo70] angegeben, der erkannte, dass die lokale Verkipfung der Netzebenen aufgrund der Versetzung in der Größenordnung von  $10^{-3}$  rad bei 30 nm Abstand von der Versetzung ist und auf  $10^{-4}$  rad bei 300 nm abfällt. Dadurch ist es nötig, sowohl die Strahldivergenz als auch den Sonden-durchmesser gering zu halten. Der begrenzte Kontrast beruht auf dem Signal-Rausch-Verhältnis und führt zu Einschränkungen bezüglich der Qualität der Abbildung. Auch aus diesem Grund wird der Arbeitsabstand gering gehalten, um eine bessere Rückstreuelektronen-Ausbeute zu erhalten.

Des Weiteren beeinflussen mechanische Oberflächenschädigungen oder Oxidschichten die Bildqualität beträchtlich. Eine auf der Probenoberfläche vorhandene Topographie kann, aufgrund ihres stärkeren Kontrasts, die auf den Orientierungsänderungen basierenden Kontraste leicht überstrahlen. Solche Abbildungen setzen also eine Probenpräparation voraus, bei der die Oberflächen frei von solchen Beeinflussungsfaktoren sind.

Die grundlegende Idee, den Channeling Contrast zur Versetzungsabbildung zu verwenden, wurde von Booker et al. [BSWH67] in ihrer frühen Veröffentlichung vorgelegt. Sie erklärten, dass es *nur* nötig sei, den Kristall in Bragg-Position zu orientieren, und die lokale Verbiegung der kristallographischen Ebenen, wo die Versetzungen an der Oberfläche hervortreten, sollte den erforderlichen Kontrast liefern. Diese Idee ist in Abbildung 3.6 dargestellt. Sie zeigt einen einfallenden Strahl, der über einen Kristall, der eine

Versetzung nahe der Probenoberfläche besitzt, gerastert wird.

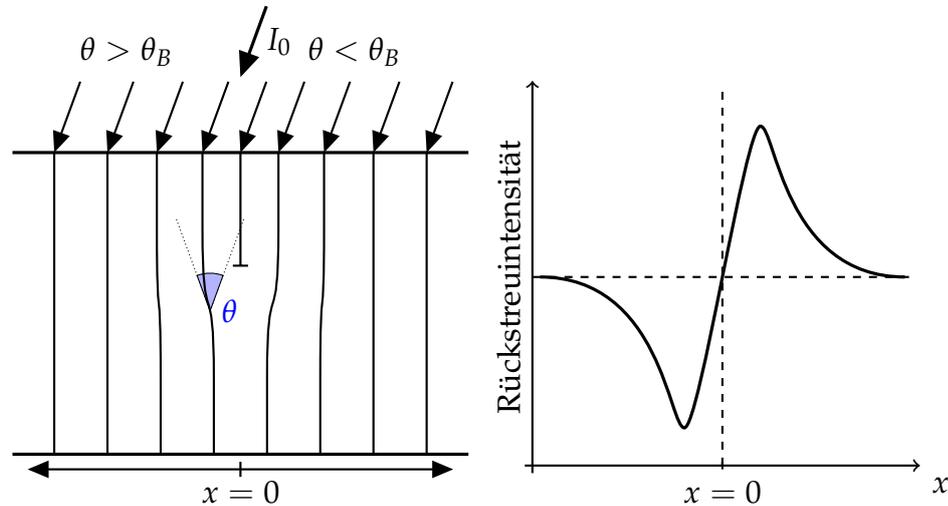


Abbildung 3.6: Schematische Darstellung der ECCI-Technik. Gezeigt ist, wie die lokale Verkippung der Gitterebenen in der Nähe einer Versetzung eine Modulation der Rückstreuintensität verursacht, die es erlaubt, den Defekt abzubilden [AWR99].

FIGURE 3.6: *Schéma de la technique ECCI.*

Der einfallende Strahl erfüllt die Bragg-Bedingung für den ungestörten Kristall weit entfernt von der Versetzung. Wird der Strahl jedoch nahe an die Versetzung heran gebracht, ergibt die Gitterebenen-Kippung links der Versetzung lokal positive Abweichungen von der Bragg-Bedingung, und wir erwarten aus Abbildung 3.6, dass die Rückstreuintensität lokal reduziert ist. Umgekehrt führt die Verkippung der Netzebenen rechts der Versetzung zu negativen Abweichungen von der Bragg-Bedingung und demnach zu einem lokalen Anstieg der Rückstreuintensität (Abbildung 3.6). Der Sinn oder die Richtung des Kontrasts ist bestimmt durch den Burgers-Vektor der Versetzung und kann, wie anfänglich von Booker et al. [BSWH67] beschrieben, zur Defektcharakterisierung benutzt werden.

Die ECCI-Bilder zeigen eine hohe Empfindlichkeit in Bezug auf Abweichungen von der Bragg-Bedingung. Dementsprechend können Versetzungen abgebildet werden, deren Verzerrungsfeld zu lokalen kleinen Änderungen der Netzebenenabstände und somit zu geringfügigen Abweichungen von der Bragg-Bedingung führt. Im Bild wird bei kleinen Drehungen von wenigen mrad weg vom Bragg-Winkel ein stark abfallender

Kontrast deutlich. Eine Folge mit wichtigen praktischen Auswirkungen ist, dass die endliche Strahldivergenz das Bild über einen Bereich von Einfallswinkeln mittelt und dadurch den Bildkontrast reduziert.

### 3.4 Elektronenrückstreuung (EBSD) und Orientierungsgradienten-Mapping (OGM)

Die Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Technik ist die am weitesten verbreitete Methode, um ortsaufgelöst kristallographische Informationen von Proben im REM zu erhalten. Der Elektronenstrahl trifft auf die gekippte kristalline Probe, und die gebeugten Elektronen erzeugen ein Beugungsbild (Pattern) auf einem fluoreszierenden Schirm. Dieses Beugungsbild ist charakteristisch für die Kristallstruktur am Ort der Probe, wo es erzeugt wird. Da das Beugungsbild aus den oberflächennahen Bereichen der Proben stammt, wird es von der Oberflächenqualität (Schleifriefen, Verformungen) stark beeinflusst. Das Beugungsbild kann zur Messung der Kristallorientierung, zur Messung der Missorientierung an Korngrenzen sowie zur Unterscheidung unterschiedlicher Werkstoffe eingesetzt werden und liefert zusätzlich Informationen über lokale Gitterstörungen. Hierzu kann zusätzlich zum Beugungsbild die Patternqualität (Schärfe) ausgenutzt werden.

Beim Einstrahlen von Elektronen der Intensität  $I_0$  in einen kristallinen Werkstoff tritt unter den stattfindenden Wechselwirkungen auch die elastische Rückstreuung der Elektronen auf, die für die Orientierungsbestimmung von Bedeutung ist. Die eingestrahnten Elektronen werden quasi elastisch in alle Richtungen gleich gestreut. Diese sich ausbreitenden Elektronenwellen (Blochwellen) werden zur Vereinfachung als von einer Quelle im Material ausgehend betrachtet. Die von dieser Quelle ausgehenden Elektronen werden an den Netzebenen des Kristallgitters des Materials gebeugt, wenn die Beugungsbedingung (Gl. 3.1) für eine Ebenenschar erfüllt ist. Da die Elektronen in alle Richtungen gestreut werden, gibt es zu jeder Ebenenschar Elektronen, welche die Beugungsbedingung erfüllen

$$n\lambda = 2d_{\{hkl\}} \sin \theta_B. \quad (3.1)$$

Nur die Strahlen der Wellenlänge  $\lambda$ , welche die Bragg-Bedingung (Gl. 3.1) für die Beugung an einer bestimmten Netzebenenschar  $\{hkl\}$  mit Abstand  $d_{\{hkl\}}$  erfüllen, werden reflektiert. Aufgrund der räumlichen Anordnung liegen die Strahlen auf einem Kegelmantel (Kossel-Kegel). Der Beugungswinkel  $\theta_B$  ist sehr klein, wodurch der Kegel einen dementsprechend großen Öffnungswinkel besitzt. Mittels Phosphorschirm können die gebeugten Strahlen abgebildet werden, wobei sich aufgrund des großen Öffnungswinkels Geraden ergeben, die Kikuchi-Linien.

Für jede Netzebenenschar tritt eine Kikuchi-Linie auf, wobei diese Linienpaare (Bänder) aus dunklen und hellen Linien sind (Abbildung 3.7). Der Entstehung dieser Linienpaare liegt die Winkelabhängigkeit der Rückstreuintensitäten zugrunde. Den beidseitig auf eine Netzebene auftreffenden Elektronenstrahlen können unterschiedliche Rückstreuwinkel  $\alpha$  und  $\beta$  zugeordnet werden. Mit zunehmendem Rückstreuwinkel sinkt die Intensität der rückgestreuten Strahlung. Der Verlauf der Rückstreuintensität in Abhängigkeit vom Rückstreuwinkel kann anhand der Wahrscheinlichkeitsbetrachtung (3.2) berechnet werden

$$P(\phi) \propto I(\phi) \propto \frac{1}{E_0^2 \cdot \sin^4 \phi}. \quad (3.2)$$

Dabei ist  $P(\phi)$  die Wahrscheinlichkeit für die Rückstreuung im Winkel  $\phi$  und  $E_0$  die als konstant angenommene Energie der Primärelektronen. Mit zunehmendem Rückstreuwinkel nimmt die Rückstreuintensität ab.

Die wirkliche Intensität auf dem Phosphorschirm erhält man als Summe aller auftreffenden Intensitäten. Die Ebene  $(hkl)$  bildet die Symmetrieebene für die beiden Strahlenkegel der rückgestreuten und gebeugten Strahlung. Sind  $\alpha$  und  $\beta$  die Rückstreuwinkel, die zu den Beugungskegeln gehören, dann gilt für den Punkt, an dem die Strahlung unter dem kleineren Rückstreuwinkel  $\alpha$  auftrifft:

$$I_{\text{hell}} = f \cdot I_\alpha - f \cdot I_\beta \quad (3.3)$$

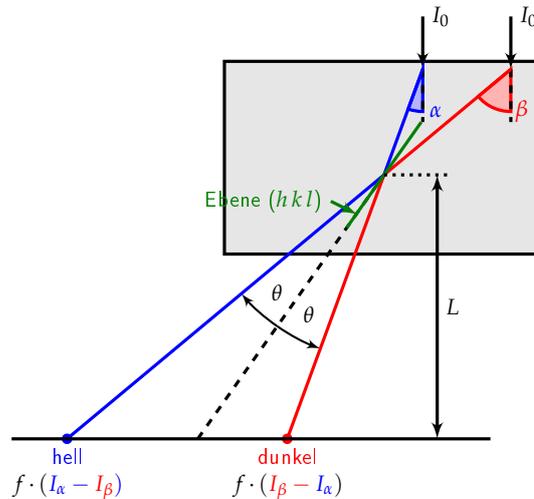


Abbildung 3.7: Prinzip der Entstehung von Kikuchi-Pattern. Für die Intensitäten gilt  $I_\alpha > I_\beta$ . Am Auftreffort von  $I_\alpha$  fehlt  $I_\beta$  weil dieser Strahl von der Ebene  $(hkl)$  weggebeugt wird. Entsprechendes gilt am Auftreffort von  $I_\beta$ .

FIGURE 3.7: *Principe de la formation de motifs Kikuchi.*

und analog für den Auftreffort der Strahlung mit dem zugehörigen größeren Rückstreuwinkel  $\beta$ :

$$I_{\text{dunkel}} = f \cdot I_\beta - f \cdot I_\alpha. \quad (3.4)$$

Der Koeffizient  $f$  ist dabei ein konstanter Quotient zwischen gebeugter und Primärstrahlintensität ( $0 \leq f < 1$ ). Unter der Bedingung, dass  $I_\alpha > I_\beta$  (d. h.  $\alpha < \beta$ ) ist, erkennt man, dass die Intensität am Auftreffort der zum Rückstreuwinkel  $\alpha$  gehörenden Strahlung erhöht ist, während die zu  $\beta$  gehörende Strahlung eine erniedrigte Intensität zeigt. Da der Abstand zwischen der hellen und der dunklen Linie für ein Band nur vom Beugungswinkel  $\theta$  abhängt, ist die Bandbreite ein Maß für den Abstand der kristallographischen Ebenen.

Im REM werden die rückgestreuten Elektronen benutzt, um EBSD-Pattern aufzunehmen. Um möglichst große Intensitäten der rückgestreuten Strahlung zu detektieren, wird die Probe, um  $70^\circ$  gegen die Horizontale geneigt, in das REM eingebaut. Die im Werkstoff in alle Richtungen gestreuten Elektronen treffen auf die Netzebenen und werden an ihnen gebeugt (Abbildung 3.8). Ihre Detektion erfolgt auf einem

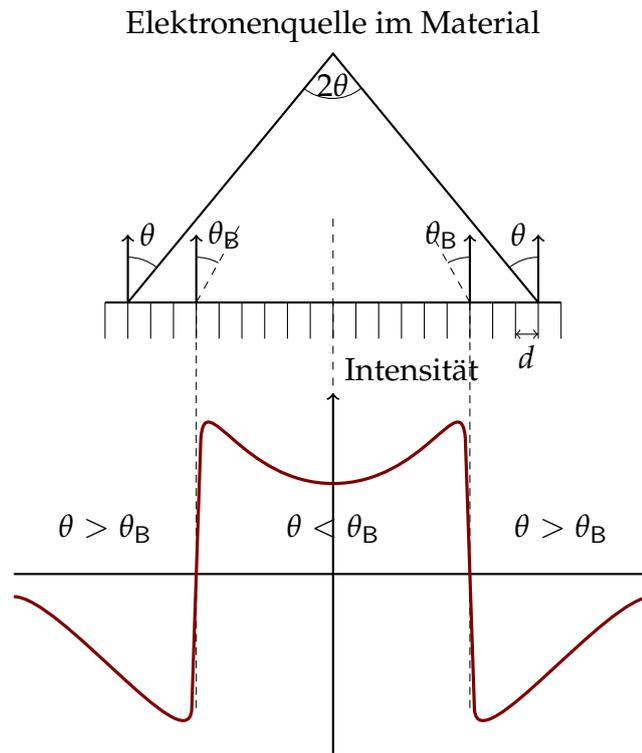


Abbildung 3.8: Prinzip der Entstehung eines EBSD-Bandes. Die von der Quelle im Werkstoff ausgehenden Elektronen werden von den Netzebenen zurückgestreut. Im Bereich des Beugungswinkels  $\theta_B$  fällt die Rückstreuung stark ab [JND82].

FIGURE 3.8: *Principe de la formation d'une bande EBSD.*

Phosphorschirm.

Betrachtet man die Arbeitsweise eines EBSD-Systems im REM, so werden die auf dem Phosphorschirm angezeigten Pattern mit Hilfe einer Hochgeschwindigkeitskamera aufgenommen und an einen Rechner übertragen. Dieser Rechner kann mit Hilfe bekannter Pattern eine Indizierung der gemessenen Pattern vornehmen. Die Grundlage hierfür ist die Ermittlung kristallographischer Zonen und der zugehörigen Zonenachsen. Die Normale jeder Ebene (bzw. Ebenenschar), die zu einer Zone gehört, steht senkrecht auf der Zonenachse. Folglich schneiden sich die Bänder der zugehörigen Ebenen in einem Punkt des Phosphorschirms, der mit der Zonenachse identifiziert werden kann. Aus der Lage der Zonenachsen kann mit Hilfe der

so genannten Hough-Transformation die Orientierung des Kristalls bestimmt werden [Hou62].

Ohne Kenntnis des untersuchten Werkstoffs ist es im Allgemeinen schwierig zu bestimmen, um welche Zone es sich handelt. Man vergleicht daher die aufgenommenen Pattern mit schon bekannten Daten vergleichbarer Einkristalle. Falls dies nicht möglich ist, kann aus den Winkeln zwischen den Bändern und dem Ebenenabstand die Zone ermittelt werden [Sch97]. Die Hough-Transformation wandelt die Pattern in verwertbare Daten um und ermöglicht es, die Eulerwinkel eines jeden Kristalls direkt anzugeben. Diese drücken die Orientierung des Kristallsystems bezüglich des ortsfesten Probenkoordinatensystem aus.

Mit Hilfe der drei Eulerwinkel  $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$  lässt sich die Drehung des Koordinatensystems beschreiben (Abbildung 3.9). Die Drehung um die z-Achse wird mit dem Winkel  $\varphi_1$  bezeichnet. Dadurch dreht sich auch die Lage der x-Achse zur x'-Achse, um die mit dem Winkel  $\Phi$  rotiert wird. Der Winkel  $\varphi_2$  beschreibt die darauf folgende Drehung um die z''-Achse, die wiederum durch die Drehung um die x' Achse entstanden ist. Die Drehungen lassen sich mit Hilfe der Eulermatrix (Gleichung 3.5) beschreiben.

$$\begin{pmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \Phi \sin \varphi_2 & -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \Phi \cos \varphi_2 & \sin \varphi_1 \sin \Phi \\ \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \Phi \sin \varphi_2 & -\cos \varphi_1 \cos \Phi \cos \varphi_2 + \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 & -\cos \varphi_1 \sin \Phi \\ \sin \Phi \sin \varphi_2 & \sin \Phi \cos \varphi_2 & \cos \Phi \end{pmatrix} \quad (3.5)$$

Dieser orthogonale Tensor beschreibt die Drehung eines Vektors des Probenkoordinatensystems auf den entsprechenden Vektor im lokalen (Kristall-)Koordinatensystem. Dies wird bei der Simulation mit ABAQUS ausgenutzt, um die Drehungen zu beschreiben.

Wird der Strahl über eine polykristalline Probe gerastert und dabei an jedem Punkt

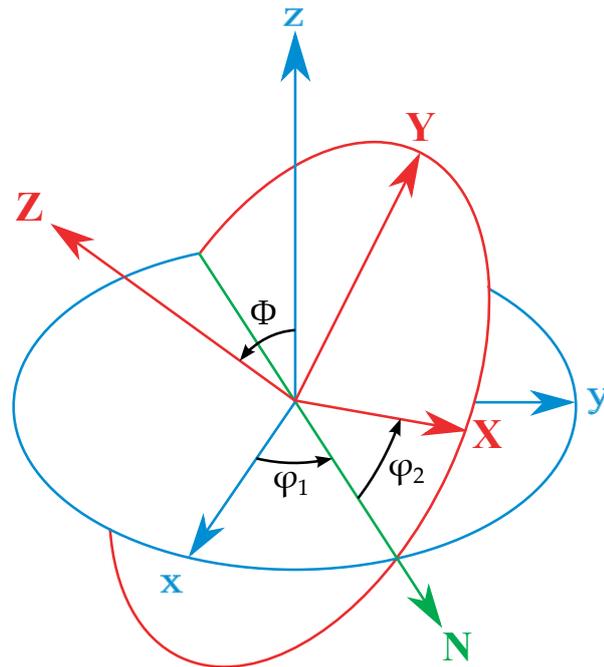


Abbildung 3.9: Schematische Darstellung der Eulerwinkel.  
FIGURE 3.9: Schéma des angles d'Euler.

die Orientierung gemessen, zeigt die daraus resultierende Karte die Kornstruktur, die Orientierungen und Korngrenzen. Diese Daten können auch dazu genutzt werden, um Texturen im Werkstoff aufzuzeigen. Die gemessenen Orientierungen werden farbkodiert dargestellt. Für kubische Werkstoffe sind dazu die Orientierungen des Standarddreiecks der inversen Polfigur ausreichend. Neben der Farbkodierung kann die Orientierung auch als Zahlenwert (z. B. Eulerwinkel) ausgegeben werden.

Bei dem verwendeten System liegt die Genauigkeit der Orientierungsmessung (Winkelauflösung) bei etwa  $0,5^\circ$  und die Ortsauflösung erreicht bis zu  $1\ \mu\text{m}$ . Aktuelle Systeme besitzen Ortsauflösungen von  $50\ \text{nm}$  und besser und ermöglichen dadurch die Untersuchung von feinkörnigem Material bis hin zu Nanowerkstoffen. Da es sich bei den untersuchten Proben um grobkörniges Material handelt, war das benutzte EBSD-System völlig ausreichend. Durch einen automatischen Scan werden die Orientierungen eines ausgewählten Bereichs Punkt für Punkt gemessen. Die Messergebnisse

werden in Orientierungskarten graphisch dargestellt, welche die farbkodierte Orientierung einer Kristallachse in Bezug zur Probenoberfläche zeigt.

Üblicherweise sind EBSD-Systeme dafür ausgelegt, bei hohen Vergrößerungen mit hoher Auflösung zu arbeiten. Da die dabei untersuchten Flächen sehr klein sind, kann in diesem Fall die Strahlverkipfung während des Rasterns vernachlässigt werden. In dieser Arbeit ist die gesamte Messlänge der Proben von Interesse. Daher müssen pro Probe mehrere EBSD-Scans aufgenommen, korrigiert und zusammengesetzt werden. Dabei waren die in einer früheren Arbeit [Hen07] von Henning erstellten Programme ANG-FILE-CORRECTOR, ANG-STITCHER und GRAINFINDER hilfreich. Ihre Funktion soll im Folgenden beschrieben und ihre Anwendung begründet werden.

Durch das Abrastern von großen Flächen bewegt sich durch die Kippung des Elektronenstrahls auch das Beugungsbild im Gegensatz zu den Messungen bei hoher Vergrößerung. Durch die Analysesoftware wird dies nicht korrigiert, sondern als Gitterdrehung fehlinterpretiert. Dieser Fehler konnte jedoch durch Kalibrierungsmessungen an Einkristallen und einer daraus erstellten Software ANG-FILE-CORRECTOR korrigiert werden.

Mit dem EBSD-System können bei der gewählten Vergrößerung Flächen der Größe von etwa 1 mm × 5 mm gemessen werden. Für die Messung der gesamten Messlänge der Proben sind somit mehrere Einzelscans nötig. Diese werden, nachdem die oben genannte Korrektur durchgeführt wurde, mit der Software ANG-STITCHER zur Gesamtmessung zusammengefügt. Dadurch erzielt man für die gemessene Probe eine Messdatei und muss bei der Auswertung nicht mit mehreren Dateien parallel arbeiten und die Ergebnisse nicht mittels Bildbearbeitung zusammenfügen.

Die Auswertung der Messdaten erfolgt mit dem Programm GRAINFINDER. Dieses bietet im Vergleich zu der mit dem System gelieferten Standardsoftware einige Vorteile. So können die einzelnen Körner einer Messung hinsichtlich ihrer mittleren Orientierung und Größe automatisch ausgewertet werden. Diese Orientierungswerte werden für die FEM-Simulation genutzt. Des Weiteren ermöglicht das Programm auch weitere Darstellungsmöglichkeiten wie Orientierungsgradienten, die nachfolgend beschrieben

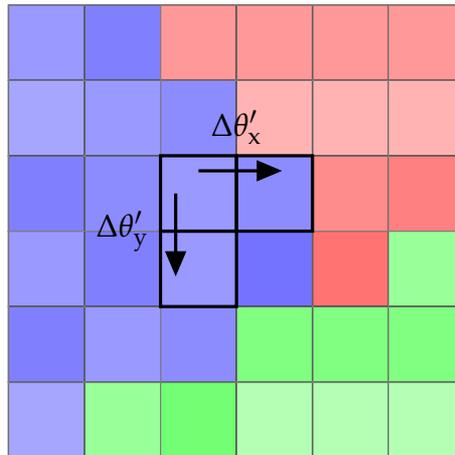


Abbildung 3.10: Schema der OGM-Berechnung.  
 FIGURE 3.10: Schéma de calcul de OGM.

werden.

Zur Auswertung von EBSD-Messungen hinsichtlich lokaler Orientierungsänderungen wird das Orientation Gradient Mapping (OGM) eingesetzt. Damit lassen sich lokale Änderungen der Kristallorientierung, die während der plastischen Verformung auftreten, auswerten. Diese Orientierungsänderungen können eine sehr wichtige Größe für das lokale Materialverhalten sein, da die Verformung auf mikrostruktureller Skala nicht homogen abläuft. Die Grundlagen der OGM-Technik sind in [Hen07] ausführlich beschrieben, Anwendungen sind bei [HV05, WHMV07] zu finden. Hier soll nur kurz auf die Auswertung eingegangen werden.

OGM greift auf die Messwerte der EBSD-Messung zurück, es ist somit keine weitere Charakterisierungsmethode erforderlich. Gängige EBSD-Systeme ermöglichen unterschiedliche Messpunkte-Anordnungen, am häufigsten wird die hexagonale Anordnung verwendet. Für die Bestimmung der nächsten Messpunkt-Nachbarn in x- und y-Richtung ist jedoch die quadratische Anordnung einfacher zu handhaben und wird im Folgenden eingesetzt.

Zu jedem EBSD-Messpunkt wird der nächste Nachbar in positiver x- und y-Richtung bestimmt (Abbildung 3.10). Aus dem Orientierungsunterschied zwischen beiden Messpunkten wird der Missorientierungswinkel und die zugehörige Rotationsachse

bestimmt. Der Betrag des Rotationswinkels wird als der Orientierungsgradient in x-Richtung  $\Delta\theta'_x$  bezeichnet. Entsprechend wird für den Orientierungsgradienten in y-Richtung  $\Delta\theta'_y$  vorgegangen. Von den in [Hen07] vorgeschlagenen drei Normen wurde die Norm  $\infty$  verwendet:

$$\Delta\theta_\infty = \max(\Delta\theta'_j) = \max(\Delta\theta'_x, \Delta\theta'_y) \quad (3.6)$$

Hierbei wird die Missorientierung von benachbarten Messpunkten vom Abstand der Messpunkte beeinflusst [KWT05, Jen97, PDTS02]. Um OGM-Messungen direkt miteinander vergleichen zu können, müssen alle Messungen mit dem gleichen Messpunkteabstand aufgenommen sein.

Eine weitere Methode um Orientierungsgradienten zu betrachten, bietet die mit dem EBSD-System gelieferte Software OIM Analysis [EDA01], sie wird im Folgenden OIM-Missorientierung genannt. Nach Festlegen eines Winkelbereichs, der für die Farbskala maßgebend ist, wird zu jedem Punkt innerhalb eines Korns der Missorientierungswinkel zu einem ausgewählten Messpunkt berechnet. Dieser wird entsprechend der gewählten Farbskala innerhalb des Korns dargestellt. Wählt man als Referenzpunkt einen Punkt in der geometrischen Mitte des Korns, so erhält man Orientierungsabweichungen an den Korngrenzen. Diese können auf die dort vorliegenden Zusatzspannungen hinweisen.

Die Verwendung der beiden vorgestellten Verfahren hängt von der jeweiligen Fragestellung ab. Sollen Orientierungsänderungen detektiert werden, die auf lokale Verformungseffekte hinweisen, wird die OGM-Technik angewandt. Die OIM-Missorientierungs-Technik könnte hier durch die falsche Wahl des Referenzpunktes das Messergebnis verfälschen. Wird jedoch speziell der Einfluss der Korngrenzen untersucht, ist die Darstellung als OIM-Missorientierung zweckmäßiger. Welche Technik bei den jeweiligen Versuchen zur Anwendung kommt, ist angegeben.

## 3.5 Finite Elemente Methode (FEM)

Die FEM ist grundsätzlich ein numerisches Verfahren zur Lösung von Differentialgleichungen, das in der Naturwissenschaft und Technik eine weite Verbreitung gefunden hat, da es dort nur in Ausnahmefällen analytische Ansätze zur Lösung dieser Problemstellungen gibt. Ein üblicher Ansatz, um komplexe Zusammenhänge zu erfassen, ist die Idealisierung eines Gesamtproblems durch Zerlegung in eine endliche Anzahl einfacher zu beschreibender Teilprobleme. Genau dieser Grundgedanke liegt der Finite-Elemente-Methode zugrunde. Die Grundlagen zum approximativen Lösen von partiellen Differentialgleichungen (PDGen) finden sich in der Variationsrechnung. Ziel ist es, eine Lösungsfunktion der PDG durch einfache Funktionen zu approximieren.

Man muss sich immer vor Augen halten, dass die FEM eine Näherungslösung für das gestellte Problem ermittelt. Dass ein feineres Netz von Elementen/Knoten auch bessere Ergebnisse liefern sollte, ist intuitiv klar. Ebenso ist klar, dass eine höhere Anzahl an Elementen sich nachteilig auf die Rechenzeit auswirkt. Es muss folglich die Frage gestellt werden, ob das erhaltene Ergebnis eine ausreichende Genauigkeit bietet. Daher sind Konvergenzuntersuchungen unerlässlich, die eine Aussage über die Güte des Ergebnisses möglich machen. Im Allgemeinen kann man zur Untersuchung der numerischen Konvergenz einer Lösung nur schwer analytische Methoden anwenden. Oft verfeinert man das Netz schrittweise und nimmt den Verlauf der zu untersuchenden Größe als Funktion der Knotenzahl oder der Anzahl der Elemente auf. Strebt die Größe bei zunehmender Knotenzahl auf einen Wert zu, so kann dieser Wert als Näherungslösung akzeptiert werden. Bei größeren Rechnungen kann die Knotenanzahl reduziert werden, indem man Grenzen für die Konvergenz festsetzt, d. h. akzeptable Abweichungen vom angenommenen Konvergenzwert. Ebenfalls zu sehr guten Ergebnissen führen Netzverfeinerungen an speziellen Stellen, z. B. Spannungskonzentrationen an Kraftangriffspunkten oder durch geometrische Gegebenheiten (Risspitze). Moderne FEM-Programme bieten meist die Möglichkeit der adaptiven Netzverfeinerung, d. h. in einem ersten Schritt wird mit einem relativ groben Netz gerechnet, das dann auf Grund von Rechenergebnissen z. B. an Stellen von Spannungskonzentrationen angepasst und somit verfeinert wird. Diese Methode hält den Rechenaufwand in Grenzen

und liefert gleichzeitig sehr gute Ergebnisse.

Das finite Elemente Programm ABAQUS ist ein relativ weit verbreitetes Programm zur Analyse verschiedenster Designprobleme. Die Möglichkeiten umfassen sowohl die Analyse mechanischer Problemstellungen als auch gekoppelte thermomechanische Probleme. Zeitdiskrete Analysen sind ebenfalls möglich. In diesem Kapitel sollen das Programm und seine Bedienung vorgestellt werden. Dazu wird zunächst die Struktur des Programms beschrieben. Dann wird die graphische Benutzerschnittstelle ABAQUS/CAE angesprochen. Schließlich verfügt das Programm über eine Kommandozeileingabe, über welche vorgefertigte Simulationen abgearbeitet werden können. Die Erstellung einer solchen Simulationsdatei soll in Grundzügen ebenfalls erläutert werden.

ABAQUS besteht aus einem Lösungsprogramm, einem Preprocessor, der es ermöglicht, die Problemstellung einzugeben, und einem Postprocessor, der die Resultate ausgibt. Als Preprocessor kann ABAQUS/CAE genutzt werden, welches eine graphische Benutzeroberfläche bietet. Damit lassen sich für die aktuelle Problemstellung die Geometrien erstellen, die Materialparameter zuweisen und letztlich die Randbedingungen vorgeben. Alternativ lassen sich diese Angaben auch über Eingabedateien erstellen. Dies hat den Vorteil, dass Parameter relativ leicht zu ändern sind und kaum Arbeit für die erneute Modellerstellung anfällt. Allerdings fehlt offensichtlich eine graphische Darstellung in Echtzeit, was eine Fehlerquelle darstellen kann. Die Eingabedaten werden an den eigentlichen Kern des Programms gegeben und ausgewertet.

Das Programm besitzt zwei Möglichkeiten der Problemlösung: ABAQUS/Standard und ABAQUS/Explizit. Probleme, die mit ABAQUS/Standard-Elementen formuliert werden, werden mittels Iterationsverfahren gelöst. Bei ABAQUS/Explizit-Elementen kommt ein explizites Verfahren zum Einsatz, d.h. die Lösung des aktuellen Rechenschritts hängt nur vom vorhergehenden Rechenschritt ab. Die Ergebnisse werden abgespeichert und können direkt mit dem ABAQUS/viewer visualisiert werden.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde allerdings auf ABAQUS/Standard zurückgegriffen,

da statische Probleme von Interesse sind. ABAQUS/Standard ist effizienter, wenn es darum geht, feste Strukturen zu simulieren, bei denen nichtlineare, im mathematischen Sinne glatte (also stetig differenzierbare) Probleme gelöst werden sollen. Für Probleme der Wellenausbreitung ist ABAQUS/Explizit die bessere Wahl. Einige Probleme können mit beiden Programmen gut simuliert werden. Dann stellt sich vor allem die Frage nach der Effektivität, d. h. wie viel Rechenzeit und Speicher benötigt werden.

## 3.6 Magnetische Rasterkraftmikroskopie (MFM)

Es ist bekannt, dass der Ermüdungsprozess metallischer Werkstoffe, ohne vorher vorhandene makroskopische Defekte in die Initiierungs- und die Wachstums-Prozesse von Rissen und schließlich den instabilen Bruch aufgeteilt werden kann. Die meisten Untersuchungen der Ermüdung wurden mit optischen Mikroskopen und Elektronenmikroskopen durchgeführt. Mit diesen konventionellen Mikroskopen können jedoch keine quantitativ dreidimensionalen Betrachtungen des Anteils der Rissbildung an der Probenoberfläche durchgeführt werden, obwohl viele Untersuchungen hinsichtlich Intrusionen und Extrusionen in Ermüdungsgleitbändern durchgeführt wurden. Dadurch, dass die Morphologie des Werkstoffes auf atomistischer Skala untersucht werden kann, ist die Rasterkraftmikroskopie (scanning atomic force microscopy, AFM) eine Technik, die einen Beitrag zur Erforschung der Mechanismen der Ermüdung und des Bruchverhaltens von Werkstoffen liefern kann.

Die magnetische Rasterkraftmikroskopie (MFM) ist eine Variante der Rasterkraftmikroskopie (AFM), bei der eine scharfe, magnetisierte Spitze eine magnetische Probe abrastert. Dabei findet eine magnetische Wechselwirkung zwischen der Spitze und der Probe statt, die dazu genutzt werden kann, die magnetische Struktur der Probe zu rekonstruieren. Die MFM kann zur Abbildung verschiedener magnetischer Strukturen, wie von Domänenwänden (Bloch- und Neelwände), abgeschlossenen Domänen, magnetischen Bits und weiterem benutzt werden. Die mit dieser Technik üblicherweise untersuchten Proben sind Dünnschichten, Nanopartikel, Festplatten und andere Speichermedien.

Die bei MFM-Messungen zwischen Spitze und Probe wirkende Kraft kann beschrieben werden als

$$\vec{F} = \mu_0 (\vec{m} \cdot \nabla) \vec{H}, \quad (3.7)$$

wobei  $\vec{m}$  das magnetische Moment der Spitze (genähert als Punkt-Dipol),  $\vec{H}$  das Magnetstrefeld der Probenoberfläche und  $\mu_0$  die magnetische Permeabilität des Freiraums dazwischen ist. Wegen der gegenseitigen Beeinflussung der magnetischen Zustände sind MFM-Abbildungen schwierig zu interpretieren, auf jeden Fall muss die Geometrie der Spitze bekannt sein. Davon abhängig können Auflösungen um 30 nm erzielt werden.

Die mit einem magnetischen Film beschichtete Spitze wird zunächst mit einem Permanentmagneten magnetisiert und in ein AFM üblicher Bauart (Digital Instruments Dimension 3000) eingebaut. Während der MFM-Messung wird das AFM zunächst im *Tapping Mode* (Hin- und Rückweg) betrieben, um die Topographie der Probe, also das Höhenprofil entlang einer Linie, zu ermitteln. Dann findet ein erneuter Scan entlang derselben Linie statt, wobei die Blattfeder (Cantilever) jetzt etwas von der Probenoberfläche abgehoben wird (lift-up), die Spitze dem zuvor aufgenommenen Höhenprofil in konstantem Abstand (lift height) folgt und die Oberfläche nicht berührt (interleave mode). Rastert die Spitze in geringem Abstand (lift height < 100  $\mu\text{m}$ ) über die Probenoberfläche, werden nicht nur magnetische Kräfte detektiert, sondern auch atomare Kräfte und elektrostatische Kräfte. Das Abheben der Blattfeder (Lift Height Method) erhöht den magnetischen Kontrast und ermöglicht, dass beim zweiten Durchlauf der Spitze das magnetische Signal detektiert werden kann.

Die Einflüsse der magnetischen Kräfte werden durch Detektion der Kraftgradienten gemessen. Ohne den Einfluss von magnetischen Kräften besitzt die Blattfeder die Resonanzfrequenz  $f_0$ , die durch die vertikalen Gradienten der magnetischen Kräfte an der Spitze um den Betrag  $\Delta f$  proportional verschoben wird. Die Verschiebungen der Resonanzfrequenz sind üblicherweise sehr klein. Typischerweise liegen sie bei 1 – 50 Hz für Blattfedern mit einer Resonanzfrequenz  $f_0 \sim 100$  kHz. Diese Frequenzänderungen können durch Phasendetektion, durch Amplitudendetektion und Frequenzmodulation ermittelt werden. Die Phasendetektion misst dazu die Phase der Oszillation der

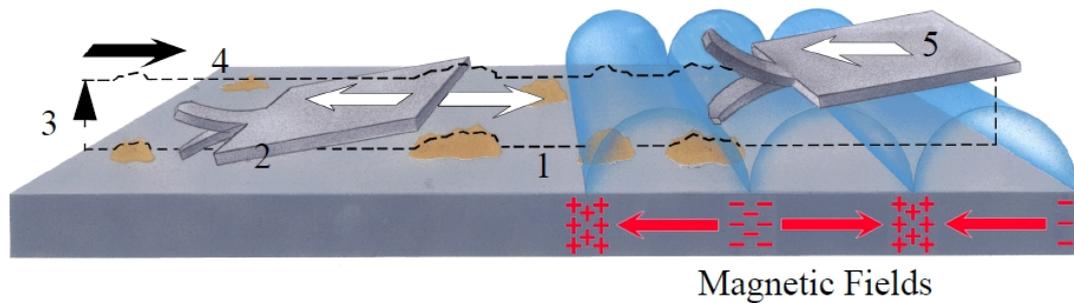


Abbildung 3.11: Prinzip der MFM-Messung. 1,2 Blattfeder folgt der Topographie beim ersten Durchlauf. 3 Anheben der Blattfeder zur angehobenen Rasterhöhe. 4,5 angehobene Blattfeder fährt die Topographie nach und reagiert dabei auf die magnetischen Einflüsse [Dig96].

FIGURE 3.11: *Principe de la mesure MFM.*

Blattfeder relativ zum Piezoantrieb, die Amplitudendetektion verfolgt Variationen der Oszillations-Amplitude und die Frequenzmodulation registriert die Änderungen der Resonanzfrequenz direkt. Die Phasendetektion und die Frequenzmodulation liefern üblicherweise bessere Ergebnisse als die Amplitudendetektion.

Die magnetostatische Energie  $U$  des Systems Spitze–Probe kann auf zwei Arten berechnet werden:

- Berechnung der Magnetisierung  $\vec{M}$  der Spitze in der Anwesenheit eines magnetischen Streufeldes  $\vec{H}$  der Probe oder
- Berechnung der Magnetisierung der Probe in der Anwesenheit des magnetischen Streufeldes der Spitze.

Die Integration des Skalarproduktes aus Magnetisierung und Streufeld über das Wechselwirkungsvolumen ergibt

$$U = -\mu_0 \int_V \vec{M} \cdot \vec{H} dV. \quad (3.8)$$

Der Gradient der Energie über die Entfernung ergibt die Kraft  $F$ , die unter der Annahme, dass die Blattfeder entlang der  $z$ -Achse ausgelenkt wird, und die Spitze entlang einer bestimmten Richtung (z. B.  $z$ -Achse) magnetisiert ist, vereinfacht werden kann

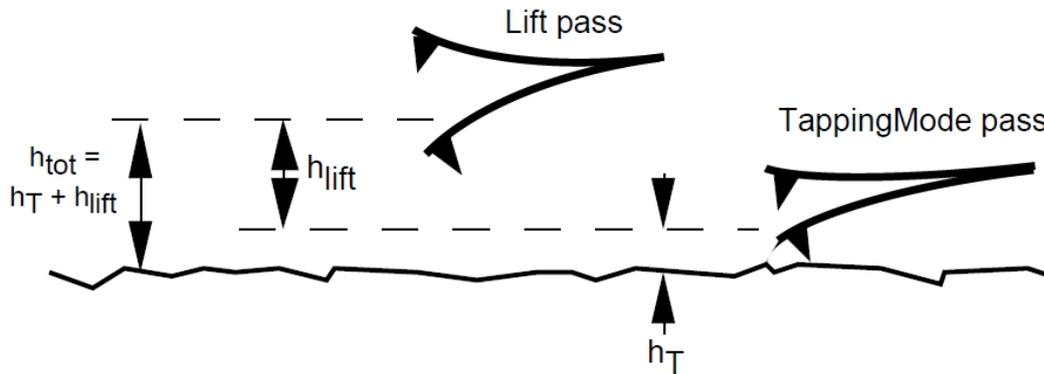


Abbildung 3.12: Veranschaulichung der Höhen der Spitze und Oszillationamplituden im Tapping Mode und Lift Mode [Dig96].

FIGURE 3.12: Schéma du mode de levage.

zu

$$F_i = \mu_0 \int_V \vec{M} \cdot \frac{\partial \vec{H}}{\partial x_i} dV. \quad (3.9)$$

Da die Spitze entlang einer bestimmten Richtung magnetisiert ist, wird sie empfindlich auf die Komponente der magnetischen Streufeldes der Probe reagieren, die in die gleiche Richtung ausgerichtet ist.

Bei der AFM entsteht die Kraft als Ergebnis lediglich aus der mechanischen Wechselwirkung zwischen zwei Oberflächen. Dagegen ist die Kraft bei der MFM die Wechselwirkung mit einem vektoriellem Kraftfeld, und als solche ist die reine Kraft, die auf die Blattfeder an der jeweiligen Position wirkt, das Ergebnis der Überlagerung vieler magnetischer Dipole, die sich sowohl auf der Probe als auch auf der Blattfeder befinden. Dadurch hängt die Kraft auf die Blattfeder stark vom Abstand zwischen der Spitze und der gerasterten Oberfläche, der lift height, ab (Abbildung 3.12). Beim Einstellen dieses Parameters muss jedoch beachtet werden, dass er nicht unbedingt zur Verbesserung der MFM-Abbildung beiträgt, sondern das magnetische Feld in einer anderen Lage in z-Richtung abtastet. Die richtige Kombination aus Oszillationsamplitude und lift height liefert das beste Ergebnis.

Da das magnetische Streufeld der Probe die Magnetisierung der Spitze beeinflusst

(und umgekehrt), ist es in den meisten Fällen sehr schwierig, quantitative Informationen aus den MFM-Messungen zu gewinnen. Hierzu müsste nämlich die Konfiguration der Spitze bekannt sein. Dennoch erhält man ein qualitativ sehr genaues Bild der magnetischen Eigenschaften der Probe. Typische Auflösungen liegen im Bereich von 30 nm. Dabei hängt die Auflösung im Wesentlichen vom Abstand des Abhebens (lift scan height). Kleinere Rasterabstände liefern bessere Auflösung, denn Merkmale, die eine Reichweite geringer als der Rasterabstand besitzen, werden nicht aufgelöst. Nahe der Oberfläche wirken auf die Spitze stärkere Felder, was das Signal zu Rausch-Verhältnis verbessert. Daneben wird die Auflösung von den Eigenschaften der Spitze einschließlich der mechanischen Schärfe und der magnetischen Struktur beeinflusst.

Der bisherige Einsatz der MFM-Technik im Bereich der Ermüdung ist sehr begrenzt. Bislang wurde nach eigenen Recherchen die MFM-Technik nur in einem Fall zur Untersuchung der Risspitze eines korrosionsbeständigen austenitischen Stahls 316L benutzt [MEH02]. Hierbei konnte ausgenutzt werden, dass die martensitischen Bereiche nach einer Magnetisierung feine magnetische Domänen zeigen, wohingegen die nicht transformierten austenitischen Bereiche paramagnetisch sind und somit nicht in Wechselwirkung mit der Spitze treten.

In dieser Arbeit soll nun keine Phasenumwandlung, die einen Einfluss auf die magnetischen Eigenschaften besitzt, ausgenutzt werden. Zudem wird die Probe selbst nicht magnetisiert, sondern der Kontrast entsteht nur aus der in der Probe vorliegenden Mikrostruktur und dabei insbesondere aus der Anhäufung und Anordnung von Versetzungen. Durch die periodische Anordnung der Versetzungen in Form der Leiterstruktur ändern sich lokal die magnetischen Eigenschaften, was zu einem gut erkennbaren Kontrast führt. Nach den Recherchen des Autors ist dies die erste Anwendung der MFM-Technik zur Abbildung von ermüdungsinduzierten Versetzungsstrukturen. Gleichermäßen könnten hiermit auch deren magnetischen Eigenschaften genauer untersucht werden.

Dass die Ermüdung und insbesondere die Ermüdungsschädigung durch ihre Gitterdefekte einen Einfluss auf die magnetischen Eigenschaften besitzt, ist seit den 1960ern bekannt [SKRT64]. Im Bereich der zerstörungsfreien Prüfverfahren haben sich Techni-

ken entwickelt, um dies zur Prüfung von Bauteilen einzusetzen. Die in der Industrie am häufigsten verwendete Technik ist das Barkhausen-Rauschen, insbesondere weil es sich bei der zerstörungsfreien Prüfung häufig um mobile Geräte zur Inspektion von großen technischen Anlagen handelt. Inzwischen hat sich auch die MFM-Technik in der Wissenschaft etabliert, die den Vorteil bietet, dass orts aufgelöst magnetische Eigenschaften ermittelt werden können [FC01].

In dieser Arbeit stehen nun nicht die magnetischen Eigenschaften selbst im Mittelpunkt der Betrachtung, sondern der Kontrast, der durch die Veränderung der magnetischen Eigenschaften entsteht. So können beispielsweise Korngrenzen in der MFM-Abbildung erkannt werden, ebenso wie die während der Ermüdung entstehenden PSBs, die charakteristisch für den Schädigungsverlauf sind. Warum gerade PSBs die Magnetisierung verändern, ist nicht geklärt. Führt man die MFM-Abbildung in einem nanoindentierenden AFM aus, das mit einer MFM-Spitze bestückt werden kann, hat man die Möglichkeit, neben den magnetischen Eigenschaften auch die mechanischen Eigenschaften zu ermitteln. Hierbei hilft die MFM-Aufnahme, die Spitze zur Indentierung entsprechend exakt zu platzieren, um die lokale Untersuchung mit einer Positioniergenauigkeit im Mikrometer-Bereich durchführen zu können. Im reinen nanoindentierenden AFM sind die PSBs nicht sichtbar, die Chance, dort dennoch ein PSB mit einem Eindruck zu treffen, kann durch den Einsatz eines möglichst feinen Rasters von Indents nur erhöht werden. Der Einsatz der beschriebenen Methode ermöglicht es, die mechanischen Eigenschaften innerhalb eines PSBs zu ermitteln, wie im nächsten Abschnitt beschrieben wird.

## 3.7 Nanoindentierende Rasterkraftmikroskopie (NI-AFM)

Härtemessungen sind häufig verwendete Prüfungen, um die mechanischen Eigenschaften von Werkstoffen zu bestimmen. Da die Prüfungen einfach handhabbar, schnell, wiederholbar und nicht teuer sind, finden sie eine breite Anwendung in der Untersuchung von Werkstoffen, wie beispielsweise in der Qualitätskontrolle. Die

Härteprüfung geht zurück auf Friedrich Mohs, der durch Ritzen unterschiedlicher Werkstoffe eine Härte-Skala aufstellte. Später entwickelten sich verschiedene Verfahren, die einen definierten Prüfkörper benutzen, der mit einer Kraft beaufschlagt wird und dadurch in den zu untersuchenden Werkstoff eindringt. Der Widerstand gegen dieses Eindringen, repräsentiert durch das Verhältnis zwischen der aufgebrauchten Kraft und der Kontaktfläche an der Probenoberfläche, ist als Härte definiert. Heute finden verschiedene Verfahren nach Brinell, Knoop, Vickers, Rockwell und anderen Anwendung, wobei diese sich im wesentlichen in der Geometrie und dem Werkstoff des Prüfkörpers unterscheiden. Gemessen wird damit im Bereich einer Makro- bis Mikro-Härte, je nach Größe von Prüfkörper, aufgebrachtener Kraft und Mikrostruktur des zu untersuchenden Probenmaterials.

Bei heutigen immer kleiner werdenden Bauteilen ist es das Bestreben, die mechanischen Eigenschaften kleiner Werkstoffvolumina zu untersuchen. Diese Größenreduktion kann das Materialverhalten im Vergleich zu einer kompakten Probe ändern. Nanoindentation (NI) als tiefenregistrierende Eindruckprüfung ermöglicht hier, lokal die Eigenschaften kleiner Volumina bis hin zu dünnen Schichten zu untersuchen. Auf der Nanometer-Ebene kann die Härte von vielen Faktoren sowohl auf der Seite der Probe als auch der Messeinrichtung beeinflusst werden. So spielt die Größe, Geometrie und das Material des Indenters auf der Seite der Instrumentierung eine große Rolle bei der Messung. Das mechanische Verhalten von kleinen Werkstoffvolumina ist empfindlicher gegenüber oft übersehenen Merkmalen, wie der Oberflächenenergie und Versetzungsdichte. Erste Versuche, NI mit ECCI zu kombinieren, um Versetzungsdichten mit dem pop-in-Phänomenen zu korrelieren, wurden kürzlich veröffentlicht [BWV10].

Während des Eindrückens eines scharfen Indenters (Diamant) wird die Verschiebung der Indenterspitze durch die aufgebrauchte Eindringkraft registriert. Die Sondenspitze hat eine sehr definierte Oberflächenfunktion, die basierend auf der Indentierungstiefe eine Berechnung der Kontaktfläche aus der Verschiebung ermöglicht. Mit dieser Messtechnik sind so geringe Belastungen wie zehntel Mikro-Newton und kleine Tiefen wie Bruchteile von Nanometern messbar. Durch die Analyse der Kraft-Eindring- ( $F - h$ )-Kurven, die beim Indentieren erfasst werden, ist es möglich, die Härte zu messen und zusätzlich den E-Modul der untersuchten Probe zu bestimmen, ohne

den Indent abzubilden. Darüber hinaus können mechanische Eigenschaften, wie Kontaktsteifigkeit, Kratzfestigkeit, Film-Substrat-Adhäsion, Eigenspannungen, zeitabhängiges Kriechen und Relaxations-Eigenschaften, Bruchzähigkeit und Ermüdung durch Nanoindentationsverfahren, basierend auf der elastischen Kontakt-Theorie und Last-Verschiebungs-Daten gemessen werden. Das erfolgreichste und am weitesten verbreitete Modell für Nanoindentation ist eines, in dem für die Entlastungs-Daten ausgegangen wird, dass sie von einem rein elastischen Kontakt entstehen (Hertzscher Kontakt).

Dass die Härte mit zunehmender Indentierungsgröße abnimmt, ist als *indentation size effect* (ISE) bekannt, der in zahlreichen Nanoindentierungsexperimenten von verschiedenen Werkstoffen beobachtet worden ist. Dieser Rückgang ist vermutlich mit den geometrisch notwendigen Versetzungen (GNDs) verbunden, die durch aufgeprägte Dehnungsgradienten induziert werden. Jedoch sind viele Fragen auf diesem Gebiet bis heute offen und noch nicht geklärt. Ein weiterer Effekt, der bei der Nanoindentation kristalliner Werkstoffe mit glatter Oberfläche auftritt, ist ein plötzliches Auftreten von plastischer Verformung. Diese Deformation ist an Sprüngen, so genannten *pop-ins*, in der Kraft-Eindringkurve erkennbar. Untersuchungen vor und nach der Indentierung zeigen, dass bis zu einer kritischen Last die Verformung rein elastisch erfolgt.

Die Probe beeinflusst die Messung dahingehend, dass die Oberflächenpräparation, die Position des Eindrucks und die Oberflächenorientierung maßgeblich sind. An den beiden letztgenannten Punkten ist erkennbar, dass auch hier Inkompatibilitäts-Effekte eine Rolle spielen können bzw. im Umkehrschluss mit dieser Methode auch diese Effekte nachgewiesen werden können.

Die Vorteile der heutigen Nanoindenter sind, dass abwechselnd ein topographisches AFM-Bild aufgenommen und dann ein Eindruck gesetzt werden kann und dabei die Positionen sehr genau festgelegt werden können (obwohl die eigentliche Indentierung keine Abbildung benötigt). Dadurch kann der interessierende Bereich ausgewählt und exakt an der gewünschten Position eine Indentierung erfolgen, die im Anschluss nochmals kontrolliert werden kann. Des Weiteren kann ähnlich der EBSD-Messung ein Mapping erfolgen, indem ein Netz von Indentierungspunkten festgelegt wird, dessen

Punkte nacheinander angefahren werden. Das Ergebnis ist dann eine Härtekarte ähnlich der Orientierungskarte bei EBSD. Bei der Untersuchung eines Polykristalls zeigen die Körner aufgrund ihrer unterschiedlichen Orientierung unterschiedliche Härte-  
werte und auch die Korngrenzen zeigen wiederum eine veränderte Härte, wodurch die Karten aus NI und EBSD außer der Farbskala je nach der gewählten Schrittweite sehr ähnlich sein sollten. Des Weiteren hat die Versetzungsdichte bei NI-Messungen einen großen Einfluss auf die Härte-  
werte, wodurch die Chance besteht, versetzungsreiche Bereiche wie die bei der Ermüdung entstehenden PSBs abbilden zu können.

## 4 Probenpräparation und experimenteller Aufbau

Die verwendeten Analysemethoden stellen besondere Anforderungen an die Probenpräparation. So benötigen sowohl die ECCI- als auch die EBSD-Technik sehr glatte und verzerrungsfreie Oberflächen. Die gründliche Vorbehandlung der Proben ist bei ECCI nötig, um alle anderen Kontraste bei der Abbildung im REM auszuschalten, die den Channeling-Kontrast überstrahlen würden. Durch die Materialwahl von reinem Nickel und Fe-3%Si ist der Materialkontrast (Z-Kontrast) insofern eliminiert, als zumindest bei der jeweils verwendeten Vergrößerung keine Kontrastunterschiede aufgrund von Ordnungszahlunterschieden auftreten. Durch gründliches Schleifen und Polieren mit anschließendem elektrolytischem Polieren erreicht man zudem, dass die Oberflächentopographie beseitigt wird und kein Topographiekontrast mehr sichtbar ist.

Des Weiteren wird eine möglichst spannungs- und verzerrungsfreie Oberfläche sowohl für ECCI als auch für EBSD vorausgesetzt. In der Oberflächenschicht vorliegende Eigenspannungen führen zu leichten Veränderungen der Gitterstruktur. Da diese Gitterverzerrungen im Laufe der Versuche gemessen werden, muss die Ausgangsprobe möglichst frei davon sein. Die Messung der verwendeten Methoden basiert gerade auf der Detektion von Gitterveränderungen, sie erzeugen bei ECCI den Kontrast bzw. bei EBSD die Orientierungsänderung. Von der Präparation stammende Einflüsse auf die Messungen würden diese verfälschen.

ECCI und EBSD stellen ähnliche Anforderungen an die Probenpräparation. Somit kann für beide Verfahren dieselbe Präparationsmethode benutzt werden. Die unter-

schiedliche Vorgehensweisen bei der Probenpräparation sind nur durch die unterschiedlichen Probenwerkstoffe und hierbei insbesondere durch die Korrosionsanfälligkeit von Fe-3%Si in Wasser erforderlich und werden im Folgenden beschrieben.

### 4.1 Präparation von Fe-3%Si

Bei den Biegeversuchen werden Proben der Legierung Fe-3%Si eingesetzt. Wegen der schon angesprochenen Korrosionsanfälligkeit erfolgt die Präparation wasserfrei, und die Proben werden im Exsikkator gelagert. Probenbleche mit einer Dicke von 1 mm werden mittels Laser aus dem Ausgangsblech geschnitten. Die Probengeometrie ist in Abbildung 4.1 angegeben.

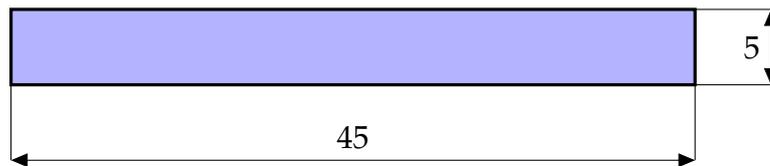


Abbildung 4.1: Geometrie der Fe-3%Si Biegeproben.  
FIGURE 4.1: Géométrie des échantillons de flexion Fe-3%Si.

Das Schleifen kann aufgrund der guten Oberfläche des Bleches bei feinen Körnungen beginnen, was hier wiederum die in die Oberfläche eingebrachte Verformung minimiert. Zur Kühlung und Schmierung wird hierbei Ethanol eingesetzt. Beim Polieren bis 1  $\mu\text{m}$  wird mit einem Lubrikant auf Öl-Basis gearbeitet. Die detaillierten Schleif- und Polierschritte sind der Tabelle 4.1 zu entnehmen.

Im Anschluss an die mechanische Präparation erfolgt eine Wärmebehandlung im Ofen unter Vakuum bei 1100 °C für variable Zeiten und Ofenabkühlung, um eine geeignete Korngröße einzustellen. Durch längere Zeiten kann dabei ein grobkörnigeres Gefüge mit durch die Blechdicke hindurchgehenden Körnern erzielt werden. Bei der Glühung werden die Proben mit Keramikplättchen abgedeckt, um ein Abdampfen des Materials zu verhindern. Durch Weglassen der Keramikplättchen konnten dünnere Blechdicken erzielt werden. Nach dem Glühen wird die Probe auf der nahezu

Tabelle 4.1: Mechanische Präparation für Fe-3%Si.

Schritt	Poliertuch	Körnung	Lubrikant	Zeit
1	SiC-Papier	1200	Ethanol	bis plan
2	SiC-Papier	4000	Ethanol	10 – 15 min
3	mittelhartes Kunstseidentuch	6 µm Diamant	Ölbasis	10 – 15 min
4	mittelhartes Kunstseidentuch	3 µm Diamant	Ölbasis	10 – 15 min
5	feinfloriges Synthetiktuch	1 µm Diamant	Ölbasis	10 – 15 min

gesamten Probenoberfläche elektropoliert. Dadurch werden die durch das Schleifen und Polieren eingebrachten Oberflächenverformungen beseitigt. Das Rezept für die Elektropolitur ist in Tabelle 4.2 angegeben.

Da eine Elektropolitur der nahezu gesamten Probenoberfläche nötig ist, muss sie in einem externen Bad durchgeführt werden und kann aufgrund der Probenabmessungen nicht mit den Standardmasken erfolgen. Dazu wurde ein U-förmiger Probenhalter aus PVC angefertigt. Er besteht aus zwei L-förmigen Teilen, die mit einer Bohrung zur Durchführung eines Platindrahtes versehen und mit einem Metallstück verbunden sind. Die Kontaktierung der Probe erfolgt mit Platinplättchen, die am unteren Ende verklebt sind. Der Anschluss an die Spannungsquelle ist über Schrauben und Krokodilklemmen realisiert.

Der Probenhalter wird mit eingesetzter und eingespannter Probe in das Bad gehängt, wie auch in definiertem Abstand die Kathode. Um die Durchmischung des Elektrolyten zu gewährleisten, wird er mittels Magnetrührer während des Prozesses durchmischt. Der Aufbau ist in Abbildung 4.2 zu sehen.

Tabelle 4.2: Elektropolierrezept für Fe-3%Si.

Elektrolyt	Substanz	chem. Formel	Menge in mL
	Methanol	CH <sub>3</sub> OH	1000
	Schwefelsäure	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	53,3
Kathode	Edelstahl		
Temperatur	RT		
Polierzeit	120 s		
Spannung	12 V		

## 4.2 Versuchsapparatur für die Biegung

Der Biegeversuch ist eine Methode der zerstörenden Werkstoffprüfung. Er wird vornehmlich bei metallischen, synthetischen (Kunststoff) und keramischen Werkstoffen durchgeführt. Es gibt verschiedene Arten des Biegeversuches, deren Ablauf ähnlich ist und die sich nur durch die Prüfvorrichtung (Auflager) unterscheiden. Beim Biegeversuch wird die Probe durch (quasi-)statischen Druck beansprucht. Aus dem Spannungs-Dehnungs-Diagramm werden die verschiedenen Kennwerte ermittelt. Für die Biegung wird hier die Vier-Punkt-Biegeanordnung verwendet. Dieser Versuchsanordnung wird wegen des größeren Messbereichs mit konstantem Biegemoment der Vorzug vor der auch gebräuchlichen Drei-Punkt-Biegevorrichtung gegeben.

Die Biegeversuche werden in einem Biegemodul der Firma Kammrath & Weiss GmbH mit 200 N Kraftmessdose durchgeführt (Abbildung 4.3). Die Steuerung erfolgt mit einer in einer früheren Arbeit [Hen01] selbst erstellten Software.

Das Biegemodul ist konzipiert, um auch in situ Untersuchungen im REM oder AFM zu ermöglichen. Bei diesen Untersuchungen ist es erforderlich, dass die Betrachtungsebene (Probenoberseite) möglichst während des gesamten Versuches in der Fokusebe-

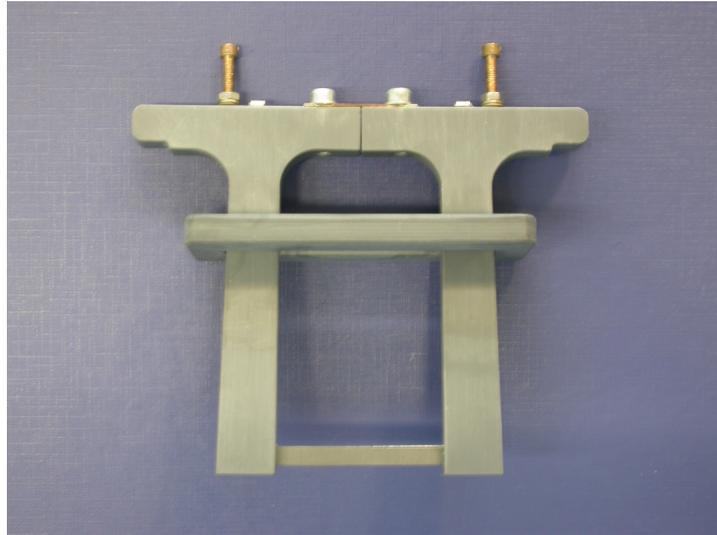


Abbildung 4.2: Probenhalter für die Elektropolitur der Fe-3%Si Biegeproben.

FIGURE 4.2: *Porte-échantillon pour l'électro-polissage des échantillons de flexion Fe-3%Si.*

ne bleibt. Um das zu erreichen, fahren bei dem Versuch die beiden äußeren Druckpunkte (Auflager) von oben auf die Probenenden herunter und die beiden Druckauflagen in der Mitte (innere Auflager) bleiben stehen. Beim Drei-Punkt-Biegeversuch ist somit die Probenoberfläche immer in der Fokusebene, beim Vier-Punkt-Biegeversuch bewegt sich die Probenmitte geringfügig (jedoch nur ein Bruchteil der gesamten Biegebewegung) nach oben. Von der Belastung her entspricht der Versuch exakt dem klassischen Biegeversuch, bei dem die Belastung durch sich bewegende innere Auflager aufgebracht wird.

Das Biegemodul verfügt über verschiedene Ambosse (Aufsätze für die inneren Auflager) für die Durchführung von Drei-Punkt- bzw. Vier-Punkt-Biegeversuchen. Dieser Amboss wird auf die in der Mitte des Aufbaus befindliche Kraftmessdose aufgesetzt. Es wurde der Amboss mit einem Auflagerabstand von 10 mm gewählt, so dass sich der in Abbildung 4.4 bemaßte Aufbau ergibt.

Die untersuchten Proben werden inkrementell bis zur maximalen Durchbiegung von 5 mm gebogen. Während der Biegung werden die aktuellen Werte des Verfahrweges der äußeren Auflager und der an den inneren Auflagern angreifenden Kraft gemessen und von der oben genannten Software gespeichert. Nach den einzelnen

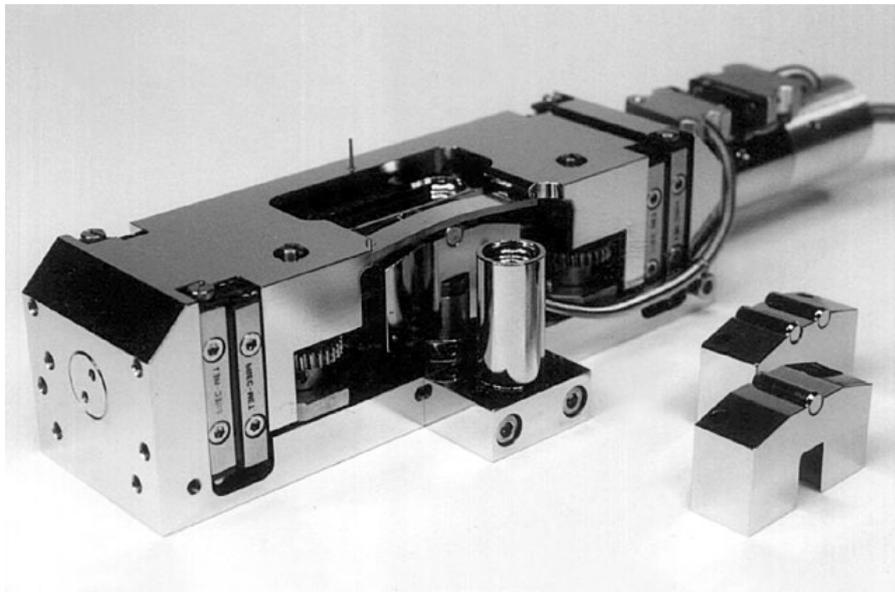


Abbildung 4.3: Biegemodul der Firma Kammrath & Weiss GmbH mit den Auflagern für die Drei-Punkt- und Vier-Punkt-Biegung (rechts).  
FIGURE 4.3: *Module de flexion pour les essais de flexion.*

Be- und Entlastungsschritten werden Digitalkamera-Bilder von der Vorderkante der Biegeprobe aufgenommen, um die jeweils resultierenden Durchbiegungskurven auszuwerten.

### 4.3 Präparation von Ni

Die für Ermüdungsversuche eingesetzten Proben bestehen aus technisch reinem Nickel (kfz) mit den in Tabelle 4.3 angegebenen Eigenschaften. Mittels Drahterosion werden aus Nickelblechen Flachzugproben mit den in Abbildung 4.5 angegebenen Abmessungen und einer Dicke von 3 mm geschnitten.

Die Drahterosion hat den Vorteil, dass im Vergleich zum konventionellen mechanischen Schneiden (Fräsen) keine weitreichende Modifizierung des Werkstoffs durch einen hohen Verformungsgrad oder hohe Temperatur eintritt. Die Oberfläche ist zudem sehr glatt, was eine Reduzierung der Schleifschritte ermöglicht. Dies und der

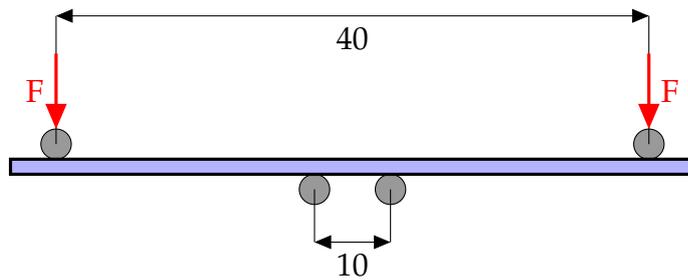


Abbildung 4.4: Schema des 4-Punkt-Biege-Aufbaus.  
 FIGURE 4.4: Schéma de la configuration des essais de flexion 4 points.

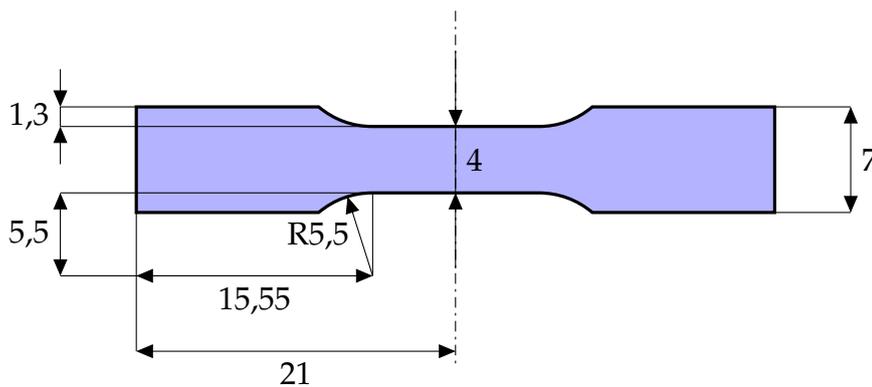


Abbildung 4.5: Geometrie der Ni Ermüdungsproben.  
 FIGURE 4.5: Géométrie des échantillons de fatigue de Ni.

Beginn mit einer relativ feinen Körnung bewirkt, dass sich die durch das Schleifen in die Probenoberfläche eingebrachte Verformung verringert. Nach der Drahterosion werden zunächst die Blechkanten bis zu einer Körnung von 4000 geschliffen und bis  $1\ \mu\text{m}$  poliert. Anschließend folgt das Schleifen und Polieren nach den in Tabelle 4.4 angegebenen Schritten.

Die Einstellung der Korngröße erfolgt anschließend im Ofen unter Vakuum bei einer Temperatur von  $1100\ ^\circ\text{C}$  und Glühzeiten von 4 Stunden; die Abkühlung erfolgt langsam im Ofen. Eventuell durch das Drahterodieren, Schleifen und Polieren eingebrachte Oberflächenverformungen werden durch das Glühen beseitigt. Dies ist im Besonderen dadurch zu erkennen, dass die EBSD-Pattern der Ausgangsproben sehr scharf sind. Bereits nach wenigen Lastspielen während der Ermüdungsversuche ist mit bloßem Auge zu erkennen, dass die Oberfläche nicht mehr glatt ist. Nach 20000

Tabelle 4.3: Mechanische Eigenschaften der Ni-Proben.

Eigenschaft	Wert
Dichte $\rho$	8908 kg m <sup>-3</sup>
Kristallstruktur	kfz
Schmelztemperatur	1455 °C
Elastizitätsmodul $E$	$\approx$ 200 GPa
elastische Streckgrenze $R_{p0,2}$ (geglüht)	$\approx$ 35 MPa
Zugfestigkeit $R_m$	$\approx$ 170 MPa
$C_{11}$	247 GPa
$C_{44}$	122 GPa
$C_{12}$	153 GPa

Lastspielen zeigt die Probenoberfläche eine starke Topographie. In diesem Zustand ist die Probe aus den oben genannten Gründen nicht mehr für eine Untersuchung mittels ECCI und nur noch eingeschränkt für EBSD-Messungen geeignet. Ein erneuter Schleif- und Poliervorgang und die damit verbundenen Oberflächenverformungen würde jetzt auch die zu untersuchenden Strukturen verfälschen oder zumindest beeinflussen. Durch Elektropolieren kann eine wiederum glatte Oberfläche erzielt werden. Der hierfür verwendete Elektrolyt und die benutzten Parameter sind der Tabelle 4.5 zu entnehmen.

#### 4.4 Versuchsapparatur für die Ermüdung

Die periodischen Probenbelastungen erfolgen in einer servohydraulischen sowie einer spindelgetriebenen Universalprüfmaschine der Firma Instron. Diese wurden mit

Tabelle 4.4: Mechanische Präparation für Nickel.

Schritt	Poliertuch	Körnung	Lubrikant	Zeit
1	SiC-Papier	1200	H <sub>2</sub> O	bis plan
2	SiC-Papier	4000	H <sub>2</sub> O	10 – 15 min
3	mittelhartes Seidentuch	3 µm Diamant	Wasserbasis	10 – 15 min
4	mittelhartes Seidentuch	1 µm Diamant	Wasserbasis	10 – 15 min

unterschiedlichen Kraftmessdosen ausgestattet, um unterschiedliche aufzubringende Belastungen zu ermöglichen. Dabei wurden die Versuche sowohl dehnungs- als auch kraftgeregelt durchgeführt. Die Belastungsfunktion ist jeweils sinusförmig um die Mittelspannung  $\sigma_m = 0$  (Spannungsverhältnis  $R = -1$ ).

Die dehnungskontrollierten Ermüdungsversuche wurden bei plastischen Dehnungen von  $\epsilon_{pl} \approx 3 \cdot 10^{-4}$  durchgeführt und nach fortschreitenden Lastspielzahlen immer wieder unterbrochen, um den Beginn und den Verlauf der Schädigung festzustellen. Bei diesen dehnungsgesteuerten Versuchen konnte auch der typische Verlauf einer Ermüdungskurve (Abbildung 4.6) qualitativ beobachtet werden.

Im ersten Bereich (*I*) von Lastspielen steigt die Spannungsamplitude durch zyklische Verfestigung aufgrund von Versetzungsmultiplikation. Am Maximum der Spannungsamplitude entstehen persistente Gleitbänder. Diese werden leichter verformt als die sie umgebende Matrix. Daher kommt es im weiteren Verlauf der Kurve zu einem Abfall der Spannungsamplitude. Im Bereich des Abfalls (*II*) und der Sättigungsamplitude findet die Verformung hauptsächlich in den Gleitbändern statt. An den Orten, an denen die Gleitbänder auf die Werkstoffoberfläche treffen, entstehen lokale Erhebungen. Im letzten Abschnitt der Kurve (*III*) führt die Ausbreitung der Risse, die aus den PSBs entstanden sind, schließlich zu einer Absenkung der Kraft und zum Versagen des Werkstoffs.

Tabelle 4.5: Elektropolierrezept für Nickel.

Elektrolyt	Substanz	chem. Formel	Menge in mL
	Methanol	CH <sub>3</sub> OH	1000
	Schwefelsäure	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	53,3
Kathode	Edelstahl		
Temperatur	RT		
Polierzeit	30 s		
Spannung	30 V		

Während eines Ermüdungsversuch wird im stationären Bereich die plastische Verformung durch die PSBs getragen – die plastische Dehnung ist demnach lokalisiert. Die plastische Dehnungsamplitude ist an diesen Orten um etwa das hundertfache größer als in der umgebenden Matrix.

Das Ziel der lastkontrollierten Ermüdungsversuche ist es, den Inkompatibilitäts-Effekt zu verdeutlichen. Es wurde eine Belastungsamplitude gewählt, innerhalb derer die globale Verformung rein elastisch verläuft. Lokal kommt es jedoch nach den Simulationen [Kup08] zu Spannungsüberhöhungen von bis zu 40 %. Dies hat den Effekt, dass an diesen Orten die Verformung schon plastisch verläuft, also dort schon Versetzungsstrukturen und auch PSBs entstehen können. Diese können dann an diesen bevorzugten Orten zur Rissbildung führen.

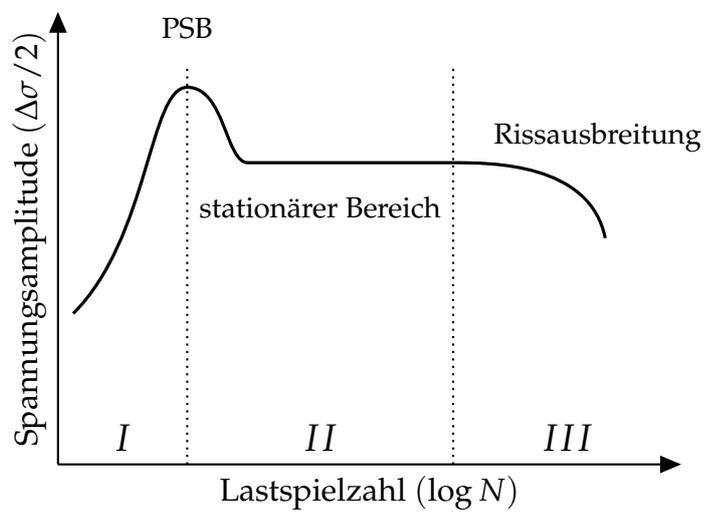


Abbildung 4.6: Schematische Darstellung des Spannungsverlaufs bei einer dehnungs-geregelten zyklischen Belastung (Ermüdungskurve).

FIGURE 4.6: Schéma d'une courbe de fatigue.



# 5 Ergebnisse

Die Auswirkung von infolge von Anisotropie entstehender Inkompatibilitäten auf die lokale plastische Verformung infolge zyklischer als auch statischer Last wurde untersucht. Dabei wurden die in Kapitel 3 beschriebenen lokalen Charakterisierungsmethoden je nach Bedarf zur Untersuchung von Proben aus Fe-3%Si und Ni eingesetzt. Zunächst werden die Biegeversuche mittels Simulationen und Experimenten unter die Lupe genommen und die dabei aufgrund der Inkompatibilität auftretenden Phänomene dargestellt und bewertet. Im Anschluss daran wird die während eines Ermüdungsversuch stattfindende Schädigungsentwicklung durch ECC-Abbildungen betrachtet und der Verlauf der Schädigung in verschiedene Schritte eingeteilt. Ein Vergleich mit rein elastisch-anisotropen FEM-Rechnungen zeigt die Möglichkeiten der Vorhersage der Schädigungsorte. Als alternative und quantifizierbare Technik wird OGM eingesetzt, wobei die dadurch erzielten Ergebnisse mit den ECCI-Messungen verglichen werden. Auch erste Ergebnisse von Untersuchungsmethoden, die bislang wenig in Zusammenhang mit Ermüdung in Erscheinung getreten sind, und dennoch ein großes Potential bei der Erforschung der vorliegenden Effekte besitzen, wie MFM und NI-AFM, werden präsentiert.

## 5.1 Biegeversuche

Zur Auswertung der Biegeversuche werden die während des Biegeversuchs aufgezeichneten Verschiebungs- und Kraftwerte sowie die mit Digitalkamera-Bildern aufgezeichneten Biegelinien benutzt. Diese sollen im Folgenden mit der analytischen Be-

rechnung der Biegelinie nach der Balkentheorie und numerischen FEM-Simulationen verglichen werden.

### 5.1.1 Simulierte Biegelinie und Biegespannungen

Mit Hilfe der Finite Elemente Software ABAQUS wurde der Verlauf der Biegelinie für verschiedene Situationen von der homogenen Probe bis zum inhomogenen Polykristall simuliert. Durch die rein elastisch-anisotrope Berechnung in den beispielhaft gerechneten Bikristallen und dem Polykristall werden die Orte deutlich, an denen Zusatzspannungen auftreten. Diese Orte erfahren zuerst eine plastische Verformung, die schließlich zu einer Verfestigung an diesen Positionen führt. Durch die Kornanordnung in den Proben lokalisiert sich die plastische Verformung deutlich unterschiedlich, was dargestellt wird. Bei diesen Untersuchungen werden folgende Fälle unterschieden:

- homogener Biegebalken, entspricht einem feinkörnigen Polykristall
- Bikristall aus Ni und Cu mit zentrischer gerader Korngrenze (unterschiedliche E-Moduln links und rechts der Korngrenze)
- Bikristall (Ni) mit zentrischer gerader Kippkorngrenze
- Bikristall (Ni) mit exzentrischer gerader Kippkorngrenze
- Bikristall (Ni) mit zentrischer schiefer Kippkorngrenze
- Bikristall (Ni) mit exzentrischer schiefer Kippkorngrenze
- realer Polykristall (Ni), dessen Modell aus einer lichtmikroskopisch aufgenommenen Kornkarte ermittelt wird.

Zu besserer Vergleichbarkeit der Ergebnisse wurden gleiche Kipp- und Drehwinkel bei den Bikristallen gewählt. Zur Veranschaulichung sind die variierten Winkel in

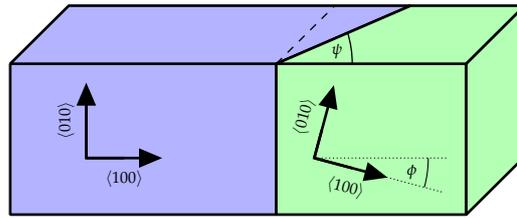


Abbildung 5.1: Prinzipielle Geometrie der untersuchten Bikristalle; die farbigen Bereiche sind unterschiedlich orientierte Kristallite.  $\phi$  wird im Folgenden als Orientierungswinkel bezeichnet.  $\psi$  ist der Inklinationwinkel (für eine senkrechte Korngrenze  $90^\circ$ ).

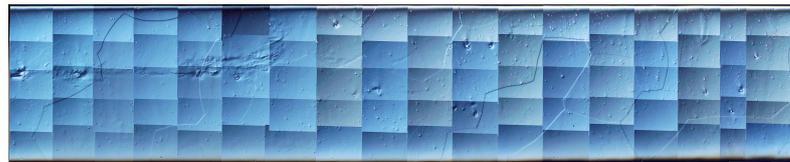
FIGURE 5.1: *Description de la géométrie des bicristaux.*

Abbildung 5.1 dargestellt. Für den Orientierungswinkel wird  $\phi = 30^\circ$  verwendet, der Inklinationwinkel beträgt  $\psi = 60^\circ$  bzw.  $90^\circ$  im senkrechten Fall.

Die Simulation des elastisch-anisotropen Biegeverhaltens eines realen Polykristalls erfolgte basierend auf Ergebnissen der Lichtmikroskopie und der EBSD-Technik. Aus den lichtmikroskopischen Untersuchungen werden die Positionen der Korngrenzentrifelpunkte und daraus die Geometrie der Kornstruktur ermittelt. Diese Geometrie beinhaltet die in den anderen Fällen auftretenden Inklinationwinkel und Korngrenzenverschiebungen (Exzentrizität). Die EBSD-Messung liefert die Kristallorientierungen der einzelnen Körner, die für die Inkompatibilität entscheidend sind. Die Korngeometrie und EBSD-Karte der simulierten Probe sind in Abbildung 5.2 dargestellt. Die Weiterverarbeitung dieser Daten innerhalb der Rechnung sind in Form des Skripts in Anhang A dargestellt.

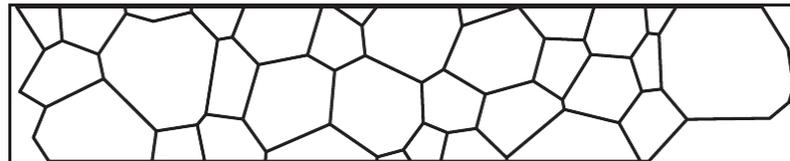
Bei der Simulation des elastisch-anisotropen Verhaltens der Biegelinien und Spannungen werden die Verläufe der Oberkante, der Unterkante und der geometrisch neutralen Faser (geometrische Mitte zwischen Ober- und Unterkante) der Probe betrachtet, die auch bei den zugehörigen Versuchen im folgenden Abschnitt ermittelt werden können (siehe Abbildung 5.4).

Entlang dieser Messpfade wurden FEM-Simulationen mit elastisch-anisotropen Randbedingungen zur Bestimmung der Durchbiegung  $y$  und der an den jeweiligen Orten vorliegenden Spannungen  $\sigma_{11}$  durchgeführt. Dargestellt ist jeweils der Bereich zwischen den beiden inneren Auflagern, wo von der Versuchsführung her ein konstantes



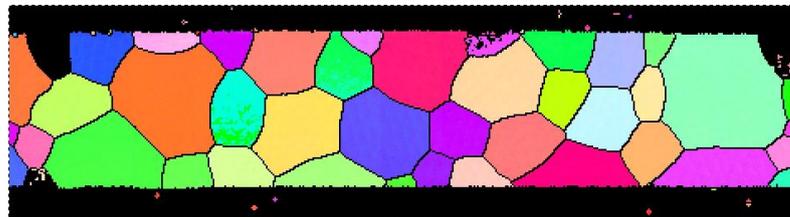
(a) Lichtmikroskopische Aufnahme.

(a) *Micrographie optique.*



(b) Aus (a) bestimmte Kornstruktur.

(b) *Structure de grains déterminée à partir de (a).*



(c) EBSD-Karte.

(c) *Carte EBSD.*

Abbildung 5.2: Ausgangsdaten für die Simulation.

FIGURE 5.2: *Les données pour la simulation.*

Moment angreift. Die Biegung wurde in der Simulation entsprechend der Bedingungen im Biegeversuch durch Verschiebung der äußeren Auflager bei fest stehenden inneren Auflagern aufgebracht.

### 5.1.2 Experimentelle Biegelinie

Anhand der Digitalkameraaufnahmen während des Biegeversuchs nach den einzelnen Biegeschritten kann die experimentelle Biegelinie bestimmt werden. Zur Gewährleistung der Vergleichbarkeit der Bilder müssen auf den Bildern Fixpunkte bestimmt werden, die sich auf allen Bildern in der gleichen Position befinden. Dazu können die Auflager der Biegeapparatur dienen, da deren Abstand paarweise immer konstant

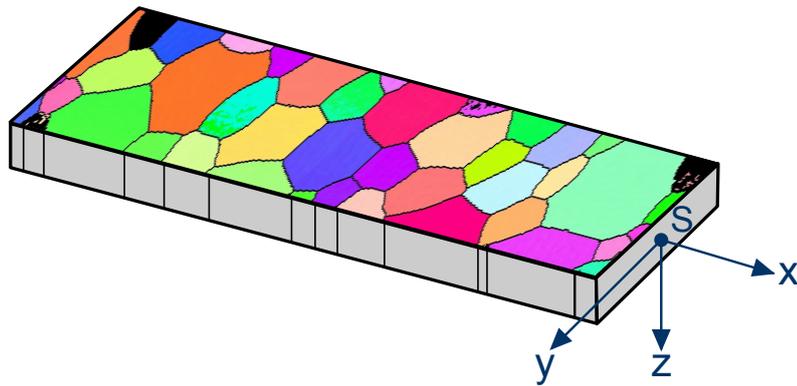


Abbildung 5.3: Veranschaulichung der simulierten Biege-Geometrie.  
 FIGURE 5.3: D'illustrer la géométrie de flexion simulée.

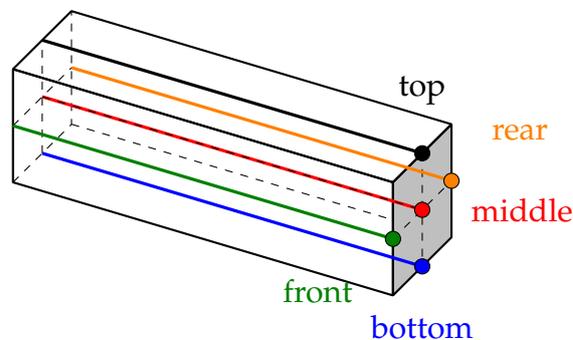


Abbildung 5.4: Messpfade entlang des Biegebalkens.  
 FIGURE 5.4: Chemins de mesure le long du cantilever.

bleibt. Auf die Position und den Abstand der Auflager werden die Positionen der Biegelinie normiert. Dadurch sind alle Kurven unterschiedlicher Durchbiegungen miteinander vergleichbar und zugleich in mm darstellbar.

Da sich in der verwendeten Biegeapparatur die äußeren Auflager nach unten bewegen und die inneren Auflager stationär sind, bietet es sich an, diese inneren als Referenzpunkte festzulegen, wie in Abbildung 5.5, 6.3 zu sehen. Nachteilig ist hierbei, dass die dargestellte Durchbiegung  $y$  nicht dem maximalen Durchbiegungswert entspricht, der Betrag des Anteils der Durchbiegung zwischen den äußeren und inneren Auflagern (im Diagramm als negative Zahl dargestellt) noch hinzugerechnet werden muss. Legt man sich auf die äußeren Auflager als Referenzpunkte fest, so ist die komplette Durchbiegung direkt ablesbar, die Bearbeitung der Fotos wird durch die Betrachtung einzelner Pixel über diese große Strecke aber schwieriger. Dies führt im dargelegten

Fall zu größeren Ungenauigkeiten.

In den Digitalkameraaufnahmen der einzelnen Durchbiegungen (Abbildung 5.5) werden die Pixelwerte der Oberkante und der Unterkante der Probe manuell bestimmt, der Wert der geometrisch neutralen Faser berechnet sich als Mittelwert daraus. Durch die Schärfe des Bildes, die begrenzte Auflösung der Kamera und das Auge des Auswertenden wird die Qualität der Biegelinie bestimmt. Die Genauigkeit mit der die Ober- bzw. Unterkante in diesen Bildern getroffen wird kann mit 2 Pixel abgeschätzt werden, wobei 1 Pixel in diesen Fällen zwischen 23 und 68  $\mu\text{m}$  liegt. Eine Erhöhung der Genauigkeit kann hierbei durch eine Beleuchtung zur Erhöhung des Kontrastes und durch den Einsatz einer hochauflösenden Kamera erzielt werden. Die Verbesserung der Auflösung erhöht hierbei gleichermaßen den Zeitaufwand der Auswertung. Dieser könnte wiederum durch eine automatisierte Auswertung verringert werden, wobei gleichzeitig die Verlässlichkeit der Daten erhöht würde.

In Abbildung 5.5 (a)–(j) ist eine komplette Serie an Digitalkameraaufnahmen nach den einzelnen Be- und Entlastungsschritten des Biegeversuchs dargestellt. In der Linken Spalte finden sich die Aufnahmen am jeweiligen Maximum der Belastung, rechts davon die dazugehörige Aufnahme nach Wegnahme der Last. Der Unterschied zwischen den Durchbiegungen im belasteten und entlastenden Zustand entspricht also dem elastischen Biegeanteil. Im Fall der Durchbiegung in Höhe von 1 mm (i) ist die Durchbiegung rein elastisch, was daran erkennbar ist, dass die entlastete Probe (j) wieder ihre gerade Ausgangsform annimmt. Sobald plastische Anteile zur Biegung hinzukommen, geht die Probe durch die Entlastung nicht mehr in ihren Ausgangszustand zurück, es verbleibt ein gewisses Maß der Formänderung durch Biegen. Bei der dargestellten Probe ist dies ab der Stufe von 2 mm der Fall (g), (h).

Die während diesen Einzelversuchen gemessenen Kraft-Durchbiegungskurven sind in Abbildung 5.6 gezeigt. Es ist auch hier deutlich sichtbar, dass die erste Belastung bis 1 mm rein elastisch verläuft, denn die Kurve des nächsten Belastungsschrittes (2 mm) liegt in ihrem Verlauf bis 1 mm deckungsgleich zu dieser Kurve. Erst bei Belastungen  $> 1$  mm beginnt die Plastifizierung. Der Betrag des plastischen Anteils kann auf der x-Achse als Differenz der Durchbiegung bei Maximalkraft und dem Startpunkt des nächsten Durchbiegungsschrittes ermittelt werden.



(a) 5 mm belastet.  
(a) 5 mm *chargés*.



(b) 5 mm entlastet.  
(b) 5 mm *déchargés*.



(c) 4 mm belastet.  
(c) 4 mm *chargés*.



(d) 4 mm entlastet.  
(d) 4 mm *déchargés*.



(e) 3 mm belastet.  
(e) 3 mm *chargés*.



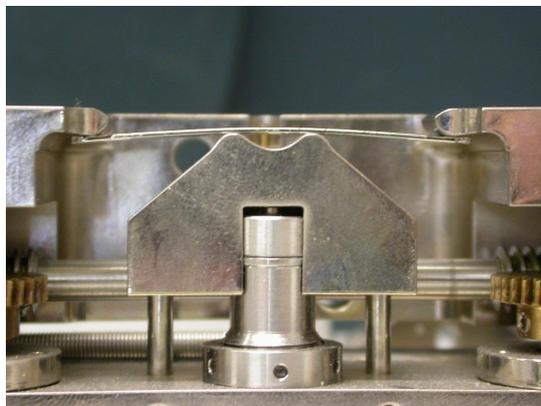
(f) 3 mm entlastet.  
(f) 3 mm *déchargés*.



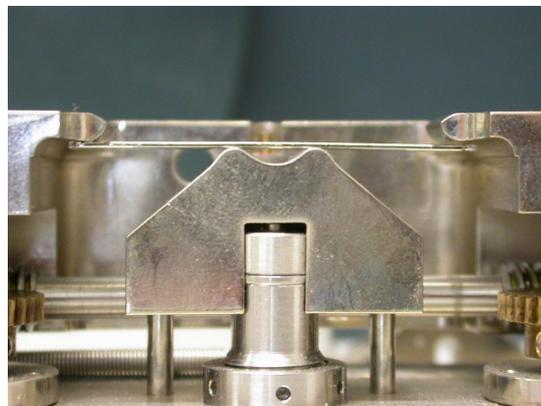
(g) 2 mm belastet.  
(g) 2 mm *chargés*.



(h) 2 mm entlastet.  
(h) 2 mm *déchargés*.



(i) 1 mm belastet.  
(i) 1 mm *chargés*.



(j) 1 mm entlastet.  
(j) 1 mm *déchargés*.

Abbildung 5.5: Seitenansicht der Biegeprobe während des Versuchs zur Bestimmung der Biegelinie.

FIGURE 5.5: *Vue de côté d'échantillon de flexion.*

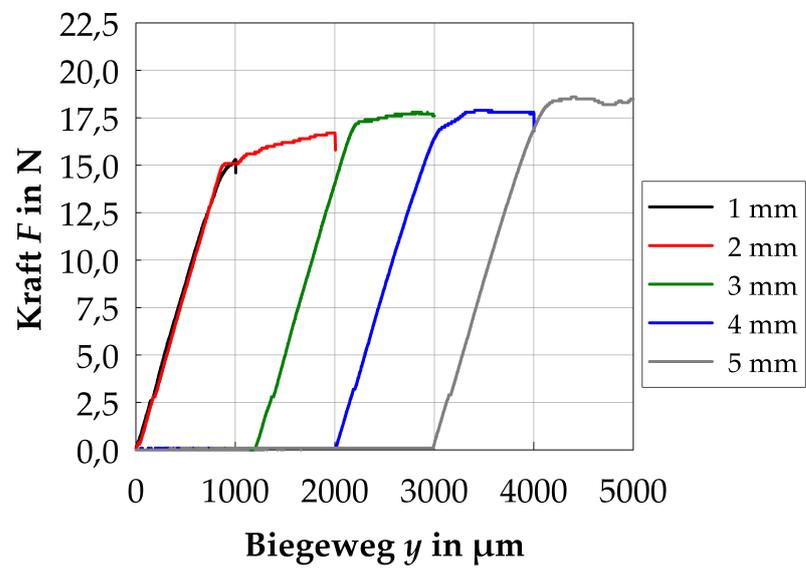


Abbildung 5.6: Kraft-Durchbiegungskurven bei inkrementeller Erhöhung der Durchbiegung.

FIGURE 5.6:  $F - d$  courbes à augmentation progressive de la déflexion.

## 5.2 Ermüdungsversuche

Die Ermüdungsversuche haben im Wesentlichen zwei Ziele: Zum Einen soll der Einfluss von Inkompatibilitätsspannungen auf die Orte der Schädigung nachgewiesen, zum Anderen die Entwicklung der plastischen Verformung bis zur Entstehung und Ausbreitung von Rissen aufgezeigt werden. Durch die Untersuchung der Art und Weise und des Ortes können Aussagen über die Mechanismen, die vor der Rissentstehung wirken, getroffen werden. Der Ort wird im Wesentlichen von der vorliegenden Inkompatibilität bestimmt, d. h. die im einzelnen Korn wirkende Spannung ist abhängig von der kristallographischen Orientierung des Korns. Dies wurde in Experimenten und Simulationen von Bikristallen ermittelt [VN03, Kup08]. Diese Ergebnisse aus Simulationen des rein elastischen Verhaltens sollen nun mit den Ergebnissen der rastelektronenmikroskopischen Untersuchung ermüdungsbelasteter Proben verglichen werden.

### 5.2.1 Schädigungsentwicklung

Wegen seiner hohen elastischen Anisotropie zeigt das in den Ermüdungsversuchen eingesetzte Nickel einen charakteristischen Verlauf der plastischen Verformung während der Ermüdung. Den Effekt der durch die Anisotropie bedingten Inkompatibilitätsspannungen kann man sich bei der Untersuchung des Schädigungsverlaufs zu Nutze machen. Dadurch, dass stark lokalisiert jeweils unterschiedliche Überspannungen auftreten, kann man annehmen, dass in einer einzelnen ermüdeten Probe verschiedene Schädigungsstufen anzutreffen sind. In diesem Fall ist die Lastspielzahl für alle Körner der Probe gleich, aber die lokal zu ertragende Belastung unterschiedlich. Die zeitliche Veränderung der Belastung während des Zykelns (durch Verfestigung bzw. Entfestigung), die in der Realität auftritt, soll hier vernachlässigt werden. Dies ist ein wichtiger Punkt, der zu Differenzen zwischen Simulation und Experiment führen kann, denn in der Simulation findet nur ein einziger elastischer Belastungsschritt statt.

Verursacht durch die lokal unterschiedlichen Spannungen bilden sich abhängig von der Orientierung des betrachteten Kornes unterschiedliche Versetzungsstrukturen wie Labyrinth-, Fragmented Wall-, Patch- und Bündelstrukturen aus [BBSH01]. Für die plastische Verformung entscheidend sind hierbei auch die meistens in Körnern mit Bündelstruktur auftretenden Leiterstrukturen von PSBs.

Bei kleinen plastischen Dehnungsamplituden findet die Rissinitiierung bevorzugt an Korngrenzen, bei hohen plastischen Dehnungsamplituden bevorzugt im Innern der Körner statt. Demnach spielen im Fall von kleinen plastischen Dehnungsamplituden Inkompatibilitäts-Effekte eine Rolle, wohingegen sie im zweiten Fall von hohen Amplituden offensichtlich nicht von Bedeutung sind. Um eine Spannungskonzentration an den Korngrenzen aufgrund der Anisotropie zu erhalten, die zur dortigen Entstehung von Rissen führt, wurden die Dehnungsamplituden entsprechend niedrig gewählt (HCF-Bereich). Die Probe verformt sich dadurch global elastisch und nur die Inkompatibilitäten führen lokal zu einer plastischen Verformung.

Zu der Entwicklung der Schädigung während der Ermüdung sollen folgende Aspekte genauer betrachtet werden:

- Lokalisierung von Inkompatibilitätsspannungen
- Erzeugung von Versetzungsstrukturen mit lokalen Unterschieden
- Ausbildung von PSBs
- Entstehung von Rissen
- Risswachstum innerhalb eines Kornes
- Wechselwirkung des Risses mit der Korngrenze
- Ausbreitung des Risses über Korngrenzen
- Spezielle Rissanordnungen
- Unterbrochene Risse.

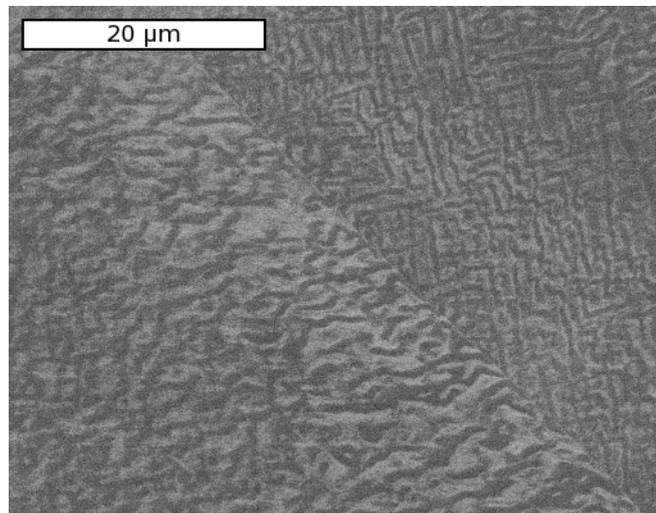
### Lokalisierung von Inkompatibilitätsspannungen

Obwohl die Versetzungsstrukturen stark von der Kornorientierung zur Lastrichtung abhängen, sind sie in den einzelnen Körnern nicht homogen verteilt. Häufig differiert die Ausprägung der Versetzungsstrukturen am Rand der Körner von der in der Kornmitte. Da die Strukturen durch die Ermüdung entstanden sind, liegt es nahe, dass an den Orten unterschiedlicher Versetzungsstrukturen während der Ermüdung unterschiedliche Spannungen gewirkt haben müssen. Die Spannung muss also als richtungsabhängiger Zustand betrachtet werden.

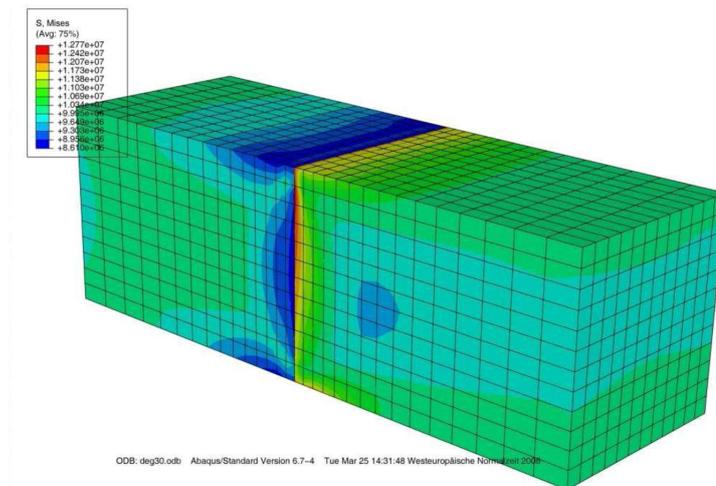
In Abbildung 5.7 (a) ist ein ECCI gezeigt, in dem eine Korngrenze von links oben nach rechts unten verläuft. Man erkennt deutlich, dass sich die Versetzungsstruktur in beiden Körnern in einem gewissen Abstand zur Korngrenze ändert. Bewegt man sich also senkrecht zur Korngrenze von links unten nach rechts oben, erkennt man verschiedene Aufweitungen und Verdichtungen der Versetzungsstrukturen. Die im linken Korn sichtbare Bündelstruktur ist in der Nähe der Korngrenze kontrastreicher und besitzt größere und definiertere helle Bereiche im Vergleich zur Kornmitte. Dies deutet auf eine stark geordnete Versetzungsanhäufung in diesem Bereich hin, also eine Versetzungskonzentration an der Korngrenze. Ähnliches ist auf der rechten Seite zu finden. Die dort vorliegende Labyrinthstruktur besitzt in der Nähe der Korngrenze sehr regelmäßige Wandrichtungen und einen guten Kontrast. Im Korninneren schwimmt die Struktur ab einem gewissen Abstand zur Korngrenze. Es ist nicht generell der Fall, dass die Struktur in der Nähe der Korngrenze ausgeprägter ist als in der Kornmitte. Es wurden ebenfalls Fälle gefunden, in denen die Versetzungsstruktur im Korninneren geordneter ist.

Zum Vergleich ist in Abbildung 5.7 (b) der Spannungszustand an einer Korngrenze für den Fall eines Bikristalls gezeigt. Der Orientierungsunterschied beider Körner beträgt  $30^\circ$  und die Simulation des rein elastische-anisotropen Materialverhaltens zeigt Spannungsüberhöhungen an der Korngrenze in der Größenordnung von 27%. Je nach Orientierungsbeziehung kann die Inkompatibilitätsspannung bis zu 40% betragen [Kup08]. Zudem erkennt man an der simulierten Spannungsverteilung, dass diese Überspannung einen gewissen Bereich neben und parallel zur Korngrenze einnimmt. Dessen Ausdehnung kann jedoch aufgrund der nicht vorhandenen absoluten Größen

und der reinen Verwendung von Größenverhältnissen bei der FEM nicht quantifiziert werden.



(a) ECCI der Versetzungsstruktur, die sich mit dem Abstand zur Korngrenze verändert.  
(a) *ECCI de la structure de dislocations, qui varie avec la distance entre le joint de grain.*



(b) FEM-Rechnung eines Bikristalls mit  $30^\circ$  Orientierungsunterschied zeigt die inhomogene Verteilung der von Mises Vergleichsspannung mit zusätzlichen Inkompatibilitätsspannungen von 27 % an der Korngrenze.  
(b) *MEF calculation d'un bicristal avec une différence de  $30^\circ$  dans l'orientation montre la distribution hétérogène de stress Mises équivalent du stress supplémentaire d'une incompatibilité avec 27 % de la limite de grain.*

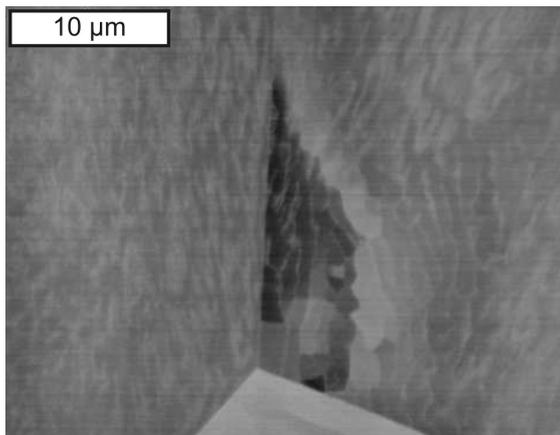
Abbildung 5.7: Einfluss einer Korngrenze auf Versetzungsstruktur und Spannung.  
*FIGURE 5.7: Influence des joints de grains sur la structure de dislocations et sur le stress.*

Vergleicht man nun das ECCI mit dem Ergebnis der Simulationsrechnung, so ist es plausibel, dass die in der Simulation gezeigten Spannungserhöhungen zu den Effekten bei den Versetzungsstrukturen führen. Insbesondere das Erscheinungsbild zeigt deutliche Übereinstimmungen, insbesondere, dass die Versetzungsstruktur-Änderungen als Säume auf beiden Seiten der Korngrenze auftreten wie auch die Spannung über einen gewissen Bereich parallel zur Korngrenze erhöht ist.

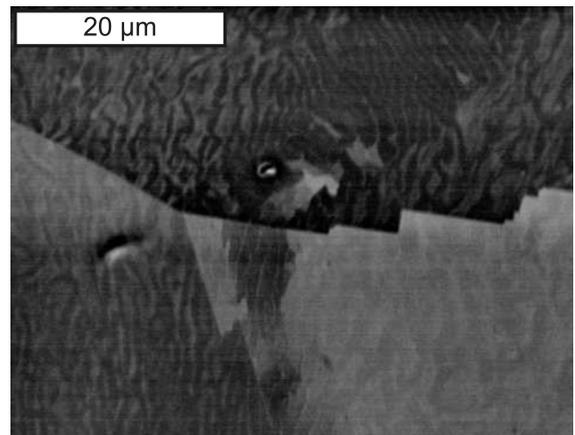
Die Simulation basiert hier auf dem einfachen Fall einer geraden Korngrenze zwischen nur zwei Körnern bei rein elastisch-anisotroper Rechnung. Trotzdem ergibt sich eine gute Übereinstimmung. In der Realität und so auch bei den Proben in den Experimenten liegen Polykristalle vor, mit dem Effekt, dass ein Korn von vielen anderen umgeben ist, die zusammen mit den dazwischen liegenden Korngrenzen die Spannungsverhältnisse zusätzlich beeinflussen.

### **Erzeugung von Versetzungsstrukturen mit lokalen Unterschieden**

Speziell an Tripelpunkten wird die Spannungsverteilung wesentlich komplizierter. Durch die Auswirkungen auf das Kristallgitter kann man mittels ECCI die Bereiche mit solchen Zusatzspannungen sichtbar machen (Abbildung 5.8). Es bilden sich sowohl direkt an den Tripelpunkten selbst als auch an Korngrenzen in der Nähe von Tripelpunkten charakteristische Strukturen mit einem deutlichen räumlichen Ausmaß aus. Noch lokalisierter sieht man im ECCI Kontraste an Orten, wo Korngrenzen aufeinandertreffen (Abbildung 5.9). In der Verlängerung von Zwillingskorngrenzen sind im Nachbarkorn häufig *Flämmchen* zu finden. Diese weisen auf die dort vorliegenden Spannungsüberhöhungen durch die Interaktion der beiden Korngrenzen hin. Ein weiteres Phänomen ist die Störung der Versetzungsstrukturen an Tripelpunkten bei spitzwinkligen Körnern, was ebenfalls durch die dort vorliegenden Spannungszustände erklärbar ist.

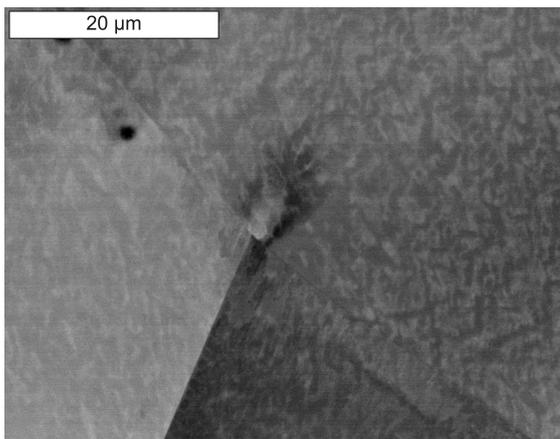


(a) Lokalisierung an Tripelpunkten.  
(a) *Localisation aux points triples.*

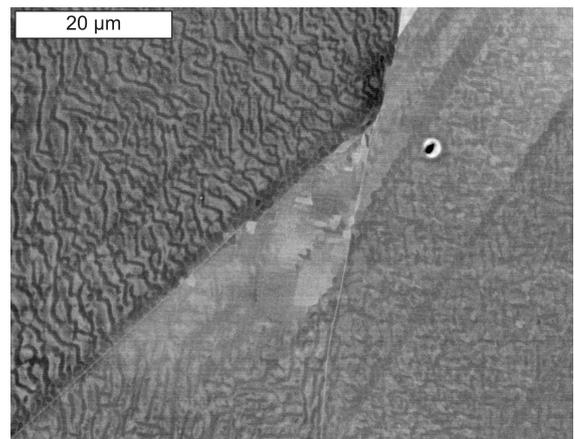


(b) Lokalisierung an Korngrenzen.  
(b) *Localisation aux joints de grains*

Abbildung 5.8: Veränderungen der Versetzungsstruktur.  
FIGURE 5.8: *Changements dans la structure de dislocation.*



(a) Schnittpunkt Zwillingskorngrenze –  
Korngrenze.  
(a) *Intersection joint de grain macle – joints  
de grain.*



(b) Tripelpunkt mit PSB-Ausbildung.  
(b) *Point triple avec la formation de BGPs.*

Abbildung 5.9: Flämmchen als Anzeichen einer Spannungsinhomogenität an aufeinander-  
treffenden Korngrenzen.

FIGURE 5.9: *Les signes de tensions se heurter joints de grains.*

### Ausbildung von PSBs

Neben den Versetzungsstrukturen entstehen während der Ermüdung auch PSBs. Diese bilden sich entlang der Gleitebenen, im kfz-Gitter  $\{111\}$ -Ebenen aus, die Gleitrichtung ist  $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ . Da im kfz-Gitter die Zwillings Ebenen ebenfalls  $\{111\}$ -Ebenen sind, verlaufen PSBs häufig parallel zu Zwillingskorngrenzen. Es finden sich daher sowohl PSBs im Korninneren als auch an den entsprechend orientierten Zwillingskorngrenzen, wie in Abbildung 5.9 erkennbar ist.

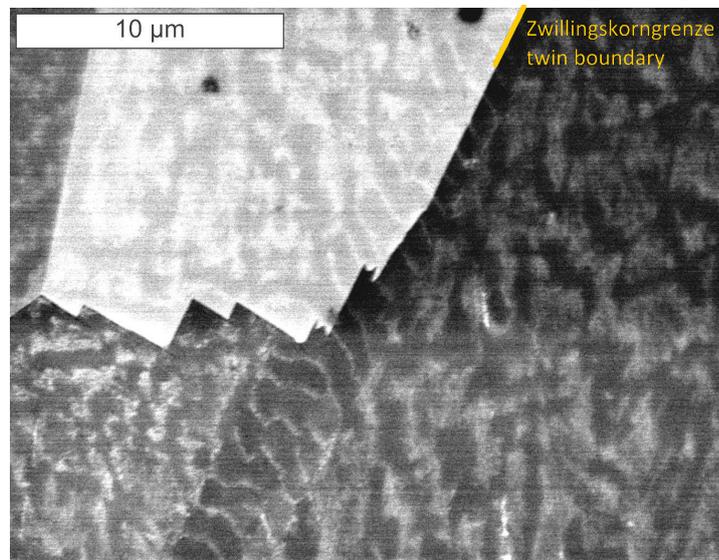


Abbildung 5.10: Entstehung von PSBs an Zwillingskorngrenzen.

FIGURE 5.10: *Formation des BGP.*

Noch deutlicher ist es in Abbildung 5.10 zu erkennen. Die Leiterstruktur des PSBs verläuft nicht nur im Korn, sondern setzt sich an der Zwillingskorngrenze, die in gleicher Richtung verläuft, fort. An dieser Detailaufnahme ist erkennbar, dass sich die Leiterstruktur auf beiden Seiten der Zwillingskorngrenze befindet. Im Korn ist die Bündelstruktur deutlich zu erkennen, die bevorzugt von der Leiterstruktur durchsetzt ist.

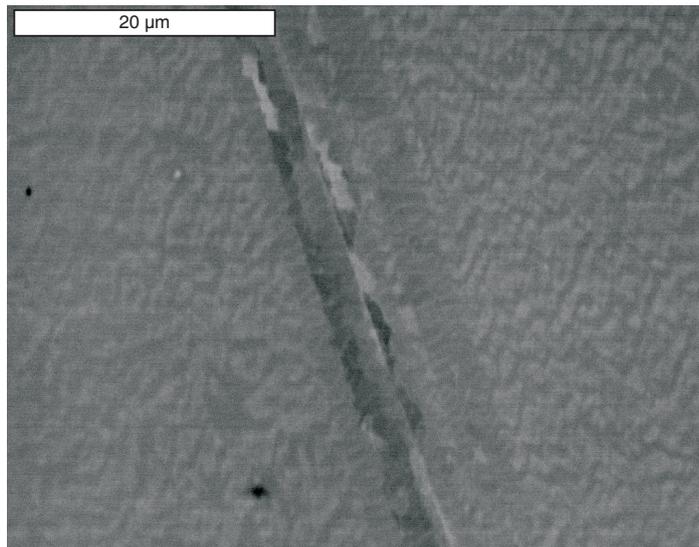
## Entstehung von Rissen

Gleich zu Beginn der Schädigung bilden sich die schon zuvor beschriebenen Änderungen in den Versetzungsstrukturen, die auf Spannungskonzentrationen an den bevorzugten Orten zurückzuführen sind. Speziell an Zwillingskorngrenzen bilden sich, ausgehend von den Abweichungen der Versetzungsstruktur, die Leiterstrukturen der PSBs aus. Diese Leiterstrukturen können sich verbreitern (Abbildung 5.11 (a)) woraus die ersten Risse entstehen (Abbildung 5.11 (b)). An der Risspitze und den Rissflanken bilden sich außerdem die aus den späten Stadien der Ermüdung bekannten Zellstrukturen.

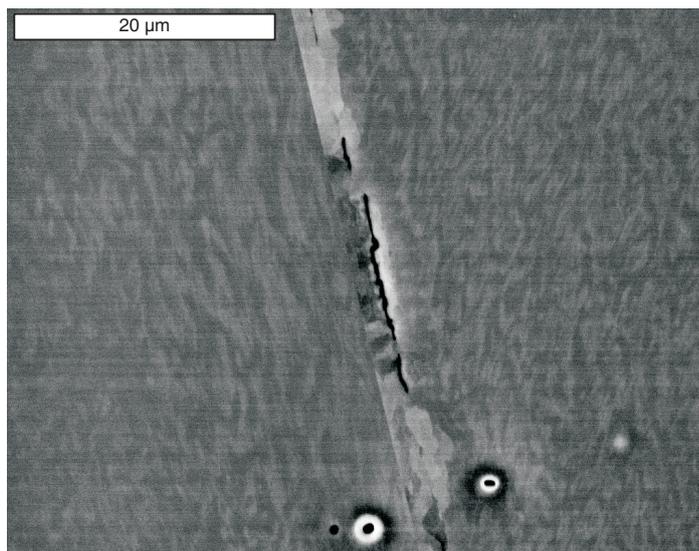
In beiden in Abbildung 5.11 gezeigten Fällen handelt es sich um dieselbe Zwillingskorngrenze bei derselben Anzahl von Lastspielen. Während an der einen Seite der Korngrenze die in (a) gezeigte Versetzungsstruktur vorliegt, hat sich an anderer Stelle schon ein Riss gebildet, wie in (b) gezeigt. Das charakteristische ist, dass der Riss und insbesondere die Risspitze zunächst von der Zellstruktur umgeben ist, weiter außen von leiterartigen Strukturen und schließlich von der Versetzungsstruktur der Matrix. Dies lässt darauf schließen, dass der Riss sofort nach seiner Entstehung diese ihn umgebenden Zellstrukturen initiiert. Dieser Aufbau wird sich in den folgenden Abbildungen wiederfinden.

## Ausbreitung von Rissen innerhalb eines Korns

Die sich an den Zwillingskorngrenzen bildenden Risse verlaufen nicht strikt entlang dieser Grenzflächen, sie können sich beispielsweise bei Richtungsänderungen der Korngrenze ins Korn ausbreiten (Abbildung 5.12 (a)). Seltener bilden sich auch Risse direkt im Korninneren (Abbildung 5.12 (b)). Hierbei ist deutlich zu erkennen, dass sich im Bereich der plastischen Zone sowohl an der Risspitze als auch an den Rissflanken Zell-Strukturen befinden, die wiederum von leiterartigen Strukturen umrahmt werden. Des Weiteren verlaufen die Risse wiederum parallel zu den PSBs.

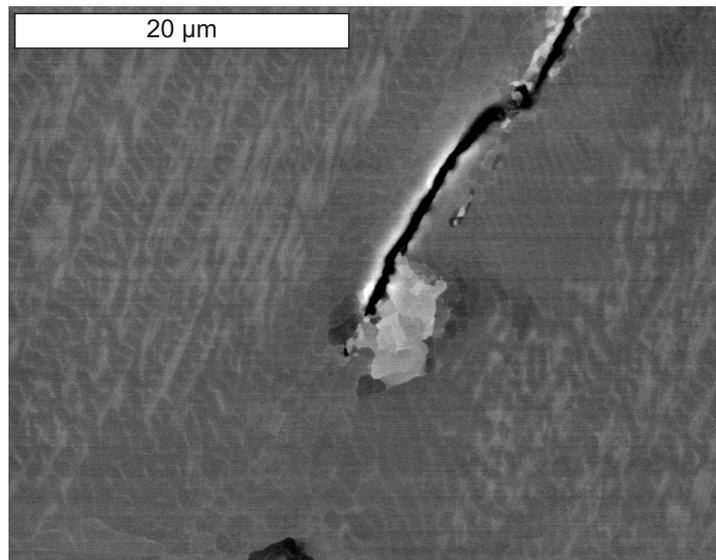


(a) PSBs und Zellstrukturen an einer Zwillingskorngrenze vor der Rissbildung.  
(a) *BGPs et structures cellulaire au joint de grain macle avant la formation de fissures.*

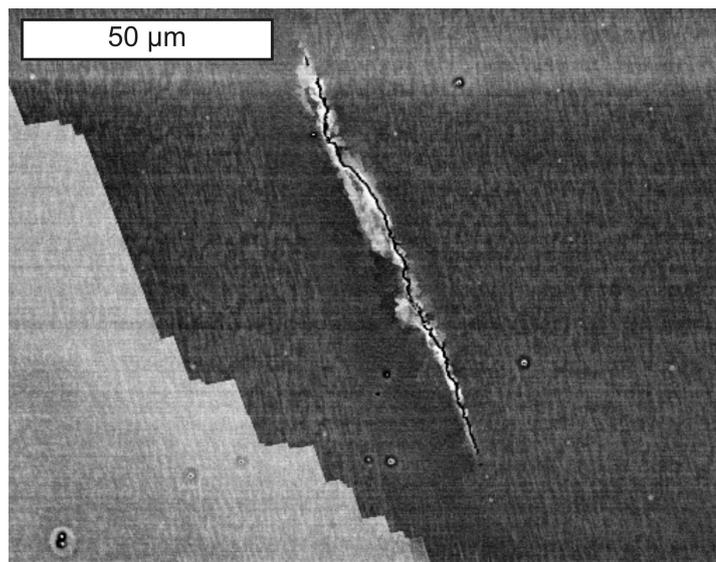


(b) Rissentstehung an der gleichen Zwillingskorngrenze.  
(b) *L'initiation de fissure sur le joint de grain macle.*

Abbildung 5.11: Bildung von PSBs und Rissen an Korngrenzen.  
FIGURE 5.11: *Formation des BGPs et fissures sur les joints de grains.*



(a) An Zwillingskorngrenze (außerhalb der Abb.) entstandener Riss.  
(a) *Fissure formé à la joint de grain macle (en dehors de la figure).*



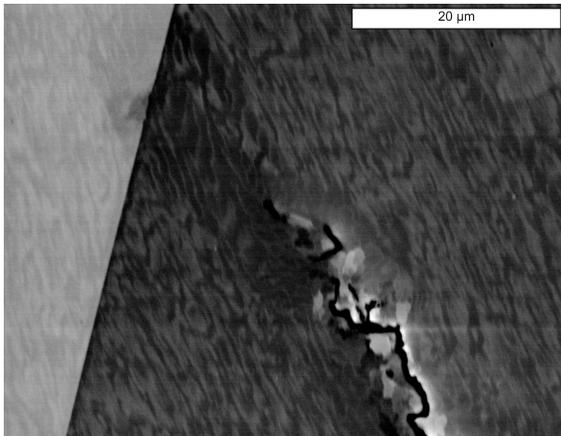
(b) Im Korninnern entstandener Riss.  
(b) *Fissure formées dans l'intérieur du grain.*

Abbildung 5.12: Rissausbreitung innerhalb eines Korn.  
FIGURE 5.12: *La propagation des fissures dans un grain.*

### Wechselwirkung von Rissen mit Korngrenzen

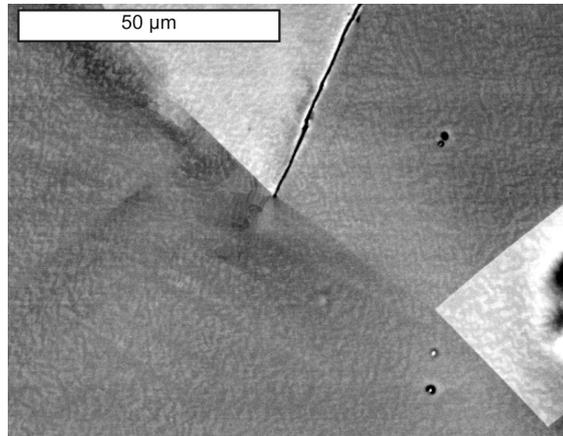
Im weiteren Schädigungsverlauf treffen die sich ausbreitenden Risse auf Korngrenzen. Abbildung 5.13 zeigt die dabei eintretenden Situationen und Auswirkungen von

Rissen, die sich kurz vor der Korngrenze befinden, an der Korngrenze stehen und gerade die Korngrenze übertreten haben.



(a) Leiterstruktur zwischen Rissspitze und Korngrenze.

(a) *Structure d'échelle entre la pointe de fissure et le joint de grain*



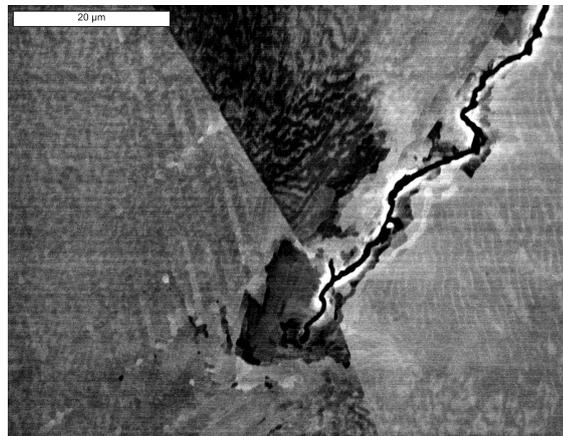
(b) Riss erzeugt Flämmchen im Nachbarkorn.

(b) *Fissure forme une petite "flamme" au grain voisin*



(c) Verformungsband im Nachbarkorn.

(c) *Bande de déformation au grain voisin*



(d) Erzeugung einer plastischen Zone im Nachbarkorn.

(d) *Formation d'une zone plastique au grain voisin*

Abbildung 5.13: Wechselwirkungen von Rissen mit Korngrenzen. Risse mit unterschiedlichen Abständen zur Korngrenze und dementsprechend unterschiedlichen plastischen Zonen.

FIGURE 5.13: *Interaction fissure – joint de grain*

Die Risspitze befindet sich im ersten Fall (Abbildung 5.13 (a)) ca. 20  $\mu\text{m}$  vor der Korngrenze, die Änderung der Versetzungsstruktur vor der Risspitze hat die Korngrenze erreicht. Bei genauer Betrachtung sieht man, dass auf der anderen Seite der Korngrenze schon der Einfluss des Risses in Form eines *Flämmchens* zu sehen ist. Der Riss befindet sich also in etwa in einem Abstand zur Korngrenze, in dem er durch die Anwesenheit der Korngrenze beeinflusst wird.

Im zweiten Fall (Abbildung 5.13 (b)) steht der Riss mit seiner Spitze direkt an der Korngrenze. Im Nachbarkorn ist bereits ein Bereich zu sehen, in dem der Kontrast von dem des eigentlichen Korninneren abweicht. Dieser Bereich wird bereits durch den Riss beeinflusst.

Überschreitet der Riss die Korngrenze, so kann er, wie in Abbildung 5.13 (c) zu sehen, auf ein dort schon vorhandenes Verformungsband treffen bzw. dieses ausbilden. Vor der Risspitze findet sich wiederum die Zellstruktur umrandet von leiterähnlichen Strukturen.

Ist im Nachbarkorn kein Verformungsband vorhanden bzw. kann sich durch eine ungeeignete Orientierung dort keins ausbilden, bildet sich, wie in Abbildung 5.13 (d) zu sehen ist, eine ausgeprägte plastische Zone.

In allen Fällen ist erkennbar, dass der Riss nicht exakt geradlinig (weder auf der Korngrenze noch entlang eines Gleitbandes) verläuft. Wahrscheinlich hängt dieses Verhalten mit der Charakteristik der Ausbreitung des Risses zusammen. An den Risspitzen bilden sich Zellstrukturen, die wiederum aufreißen und somit den Rissfortschritt verursachen. Die im Rissverlauf erkennbaren Stufen könnten dieser zuvor vorhandenen Struktur folgen. An der Korngrenze entsteht aus kristallographischen Gründen eine Abweichung der Ausbreitungsrichtung, meist spaltet sich der Riss dort auf, wie es in späteren Beispielen noch deutlicher zu sehen sein wird.

### Ausbreitung des Risses über Korngrenzen

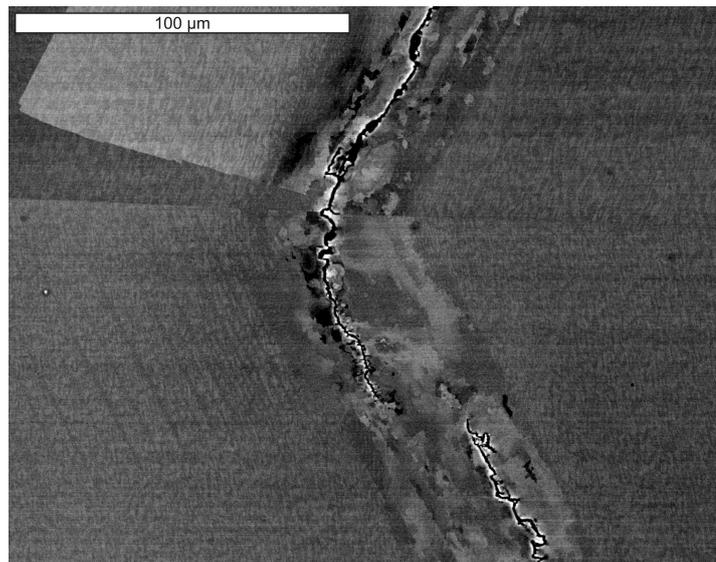
Wachsen Risse über die Korngrenze hinweg ins Nachbarkorn, erfolgt ihre Ausbreitung, je nach der Orientierung und dadurch vorhandenen Gleiteignung des Nachbarkorns, in zwei charakteristischen Formen:

- Risse mit Bändern
- Risse mit massiver plastischer Verformung

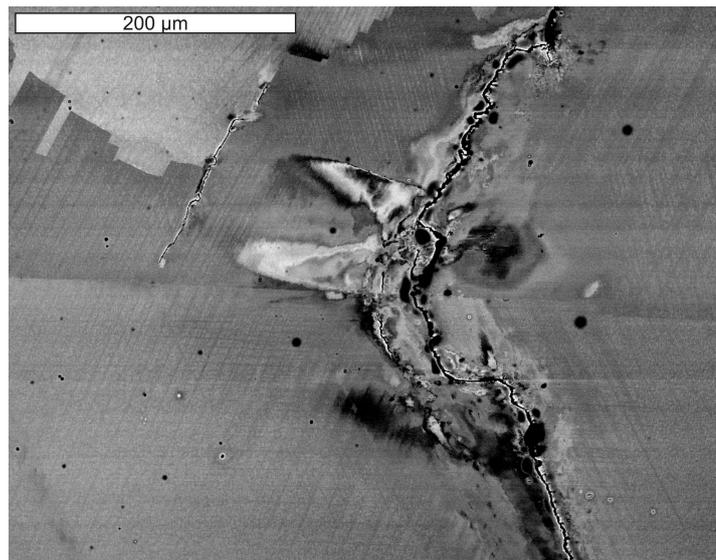
Im ersten Fall (Abbildung 5.14 (a)) ist der Riss von einem von der plastischen Verformung erzeugten Band umgeben, das in jedem einzelnen Korn eine konstante Breite besitzt. Die Breite der Verformungsbänder unterscheidet sich von Korn zu Korn. Diese Unterschiede könnten ebenfalls durch die unterschiedlichen Orientierungen der Einzelkörner entstehen.

In jedem Korn ist die Ausbreitung relativ geradlinig entlang von kristallographischen Richtungen. Oft finden sich PSBs, die parallel zu den Rissen verlaufen. Charakteristisch ist wiederum der Bereich um die Korngrenze. Dort besitzt der Riss nicht etwa einen Knick, sondern verläuft kurvenartig, um seine Orientierung von der des einen Korns zu der des anderen zu ändern. Deutlich wird ebenso der Widerstand, den die Korngrenze dem Übertritt des Risses entgegengesetzt, wenn man die Auffächerung des Risses an der Korngrenze betrachtet. Eine starke Auffächerung weist auf einen großen Widerstand hin, wohingegen ein geringes Ausmaß auf einen geringen Widerstand deutet. Diese Ausbreitungsform ist bei den meisten Rissen zu finden, so bei dem in Abbildung 5.14 (a) gezeigten relativ regelmäßig verlaufenden Riss.

Weniger regelmäßig ist der Übergang über die Korngrenze im zweiten Fall (Abbildung 5.14 (b)). Es erscheinen hier besonders an der Korngrenze aber auch an Knickstellen des Risses deutliche Kontraste. Diese indizieren die an diesen Orten vorliegenden besonderen Spannungsverhältnisse und die dadurch entstehenden plastischen Vorgänge. Es ist deutlich sichtbar, dass sowohl die Korngrenze als auch die mehrfach vorhandenen Knickstellen mit der dort vorliegenden plastischen Verformung korreliert sind. Größere Knicke verursachen große Verformungsbereiche, während



(a) Kurvenförmiges Verformungsband über Korngrenze.  
(a) *Bandes de déformation incurvées à travers le joint de grain.*



(b) Massive plastische Verformung an der Korngrenze.  
(b) *Déformation plastique massive au joint de grain.*

Abbildung 5.14: Verläufe von Rissen über Korngrenzen.  
FIGURE 5.14: *Cours des fissures à travers des joints de grains*

sich kleine Stufen in der Rissausbreitungsrichtung in kleineren plastischen Zonen äußern. Verläuft der Riss wiederum nahezu gerade wie im unteren Bereich der Abbil-

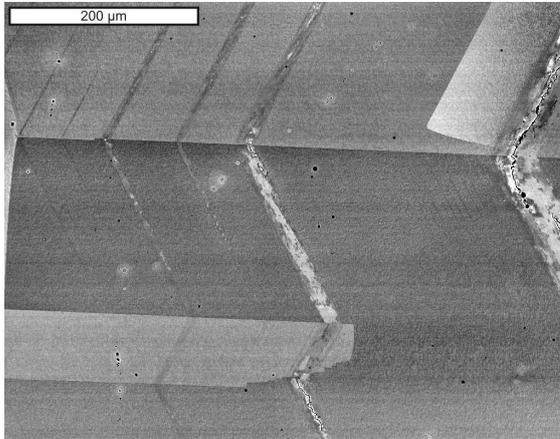
dung 5.14 (b), ist wiederum eine kleine plastische Zone konstanter Ausdehnung um den Riss herum zu erkennen, was dafür spricht, dass die besonderen Ausdehnungen der anderen Stellen durch die dort vorliegenden Inhomogenitäten entstanden sein müssen.

Interessanterweise treten diese zwei so unterschiedlichen Ausbreitungsverhalten an derselben Zwillingskorngrenze auf. Die Euler-Winkel des oberen Kornes sind  $\phi_1 = 111,2$ ;  $\Phi = 42,2$ ;  $\phi_2 = 285,7$ , wohingegen die des unteren Kornes bei  $\phi_1 = 240,6$ ;  $\Phi = 36,3$ ;  $\phi_2 = 78,6$  liegen, was einer Rotation von ziemlich exakt  $60^\circ$  entspricht. Die Ausrichtung der Korngrenze in die Tiefe ist an dieser Stelle durch die Zwillingssebene ebenfalls eindeutig festgelegt. Die Ursache für das deutlich unterschiedliche Erscheinungsbild kann nun an lokalen Inhomogenitäten (Einschlüsse, Verunreinigungen) oder Unterschiede in der 3D Korngometrie liegen. So könnte in diesem Fall ein darunterliegendes Korn den Spannungs- und Dehnungszustand beeinflussen. Ebenso ist eine Einwirkung durch benachbarte Körner, die zu beiden Rissen unterschiedliche Abstände haben, denkbar. Dass die 3D-Geometrie des Risses und des umgebenden Kornes einen großen Einfluss auf die Rissausbreitung hat, konnte durch Untersuchungen mit dem Focussed Ion Beam Mikroskop (FIB) [Sch11] nachgewiesen werden.

### Spezielle Rissanordnungen

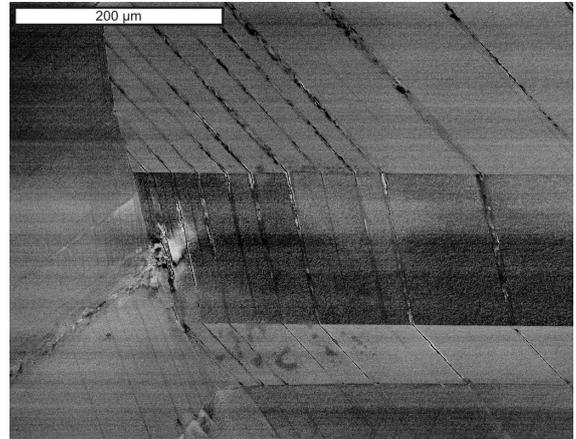
Die in den gewählten Ni-Proben vorhandenen Zwillinge stellen für die Rissausbreitung offensichtlich meistens keine Hindernisse dar. An Zwillingskorngrenzen wechseln die Risse von der Gleitrichtung des einen Kornes auf die des anderen und an der nächsten Zwillingskorngrenze wieder zurück (Abbildung 5.15). Da die Gleitbänder offensichtlich leichte Orte der Rissentstehung sind, können sich in einem Korn auch mehrere parallele Risse bilden. Diese wachsen parallel zur Gleitrichtung und wechseln ihre Orientierung schlagartig an der Zwillingskorngrenze. Während in vielen Körnern die Abstände dieser Risse relativ konstant sind (Abbildung 5.15 (a)), wird in anderen Körnern die Rissdichte in einer Richtung des Kornes größer (Abbildung 5.15 (b)). Da der Rissabstand hier am Rand des Kornes wesentlich geringer als im Innern des Kornes ist, spricht dies wiederum für eine Spannungsüberhöhung an dieser Korngrenze mit

hoher Rissdichte. Ein weiteres Indiz dafür ist die an der Korngrenze vorhandene plastische Zone.



(a) Zickzack-förmiger Verlauf von Rissen unterschiedlicher Länge über Zwillingskorngrenzen.

(a) *Cours zigzag des fissures d'une longueur différente à travers des joints de macles.*



(b) Zickzack-förmiger Verlauf mit Bereich hoher Rissdichte in der Nähe einer Korngrenze.

(b) *Cours zigzag dans la région avec une densité de fissure haute près d'un joint de grains.*

Abbildung 5.15: Kristallographischer Verlauf von langen Rissen über Korn- und Zwillingskorngrenzen.

FIGURE 5.15: *Cours cristallographique de fissures longue à travers joints de grains et joints de macles.*

### Unterbrochene Risse

In den zuvor gezeigten Abbildungen ist häufig zu sehen, dass die Risse nicht perfekt geradlinig verlaufen, sondern ihre Richtung häufig ändern. Dies ist sowohl bei Rissen innerhalb von Körnern der Fall als auch bei Rissen, die entlang von Korngrenzen verlaufen, aber nie exakt der Korngrenze folgen. Die Entstehung eines solchen Risses kann in Abbildung 5.16 zumindest für manche solcher Risse nachvollzogen werden. Der Riss bildet sich an verschiedenen Stellen und wächst dann zusammen. Die Größe der Abschnitte mit gleicher Ausrichtung ist dabei stark abhängig von der Größe der Zellen der Versetzungsstruktur. Das kleinste Rissegment besitzt genau die Länge einer Kante einer Zellstruktur, da die Risse zwischen den Versetzungszellen hindurch-

wachsen. Die Breite der den Riss umgebenden plastischen Zone hängt hier wiederum von der Ausbreitung des Teilrisses in Bezug zu der Hauptausbreitungsrichtung des Risses ab. Ist der Teilabschnitt nahezu senkrecht zur Hauptrichtung, so ist im ECCI besonders viel plastische Verformung zu sehen. Diese erscheinen als helle Bereiche neben dem Riss.

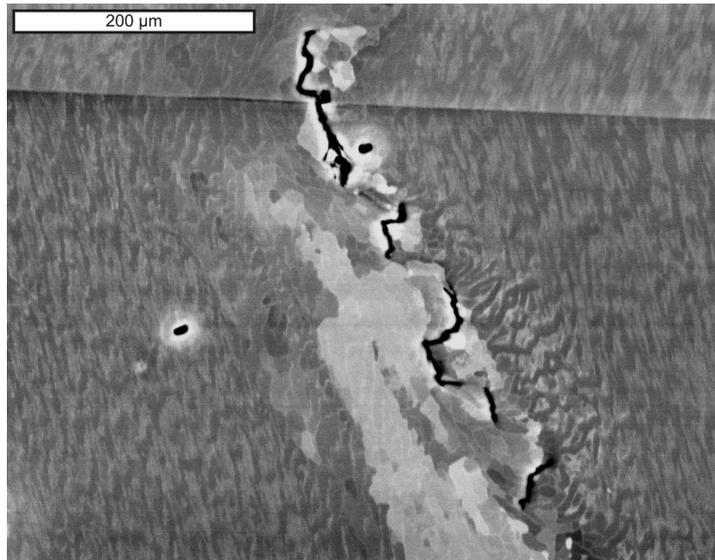


Abbildung 5.16: Mehrfach aufgespaltener Riss.  
FIGURE 5.16: *Fissure fractionnée multiple*.

### 5.2.2 Zusammenhang mit OGM

Der Schädigungsverlauf äußert sich ebenfalls in den Orientierungsmessungen. Durch die wiederholte zyklische Kraft-/Dehnungseinwirkung können sich Orientierungen lokal ändern. Dies wird im Zusammenhang mit den topographischen lichtmikroskopischen Aufnahmen im DIC-Kontrast dargestellt, auf denen sich die Deformation in Gleitlinien äußert.

Zur Betrachtung des Schädigungsverlaufs mittels EBSD und OGM sind im Folgenden (Abbildungen 5.17, 5.18 und 5.19) die Ergebnisse im Ausgangszustand und nach 20 000 bzw. 30 000 Lastspielen mit einer plastischen Dehnungsamplitude von  $\epsilon_{pa} = 3 \cdot 10^{-4}$  dargestellt. In der zusätzlich zum Vergleich dargestellten lichtmikroskopischen Auf-

nahme im DIC ist anhand der Oberflächenausbildung die fortschreitende Schädigung deutlich erkennbar. In den hochaufgelösten Aufnahmen der gesamten Probe, die aus einer Vielzahl von Einzelaufnahmen einzelner Probenbereiche zusammengesetzt ist, werden die Details gut sichtbar. Die unterschiedlichen Körner werden durch ihre unterschiedlich starke Verformung und die damit einhergehende Neigung der betrachteten Oberfläche zunehmend erkennbar. Schon in der Abbildung nach 20 000 Lastspielen, aber besonders deutlich nach 30 000 Lastspielen, treten die Gleitlinien in nahezu allen Körnern zu Tage.

Die EBSD-Abbildungen ([100] und [010]) sind ebenfalls, aufgrund der Probengröße, aus mehreren Einzelmessungen zusammengesetzt. Aus diesen Orientierungskarten können während des Ermüdungsprozesses nur wenige Veränderungen erkannt werden. In einzelnen Körnern ändert sich die Orientierung leicht, was durch eine leichte Änderung der Farbschattierung sichtbar wird. Dies muss allerdings nicht unbedingt an einer Orientierungsänderung aufgrund der Verformung innerhalb eines Kornes liegen. Zu dieser Farbänderung kann es ebenso durch eine leichte Verkipfung beim Einbau der Probe ins REM kommen, die trotz größter Sorgfalt nie völlig ausgeschlossen werden kann. Auch die jeweiligen Strahlbedingungen haben einen Einfluss auf die Patternqualität und damit auf die Indizierungsgenauigkeit. Diese Strahlbedingungen ändern sich im Verlauf der Lebensdauer der Wolfram-Haarnadel-Kathode des REMs (also auch während einer Messung) und variieren selbst zwischen neuen Kathoden, was zwar korrigiert wird aber dennoch minimal sichtbar bleiben kann. Eine lokale Änderung der Orientierung, wie sie bei einer lokalen Schädigung zu erwarten ist, wurde im Fall dieser Probe nicht gefunden. Der direkte Vergleich der Messergebnisse für die Orientierungen nach den einzelnen Ermüdungsstadien ist, aufgrund der oben beschriebenen Gründe, nicht möglich. Jedoch können Orientierungsgradienten innerhalb einzelner Messungen und Änderungen in den Orientierungsgradienten im Vergleich zwischen Messungen der verschiedenen Ermüdungsstadien zur Auswertung herangezogen werden.

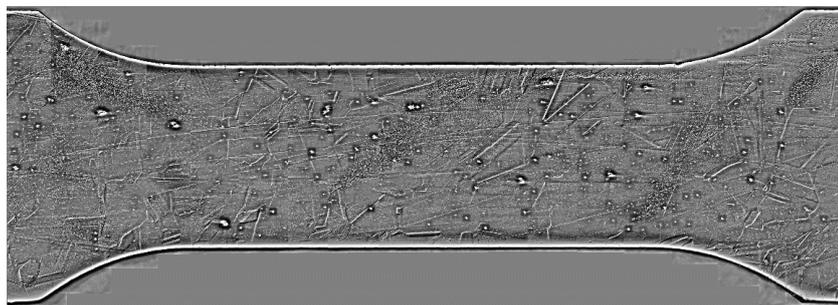
Für die Detektion dieser lokalen Orientierungsänderungen ist die OGM-Technik durch ihren Vergleich der Orientierung mit der des nächsten Nachbarn eigentlich prädestiniert. Dennoch erscheint in diesem Fall nur eine leichte Veränderung der Farbschattierung und somit der Orientierung, die nicht über ein Rauschen hinausgeht. Deutlich

erkennbar sind die Korngrenzen, an denen naturgemäß große Orientierungsänderungen vorliegen. Verschiedene Orte, an denen ein leichter Kontrast im OGM sichtbar ist, wurden mittels ECCI untersucht, wobei an diesen Orten keine Auffälligkeiten gefunden werden konnten. Der Grund hierfür kann in den Einschränkungen der Methode liegen, die am Ende dieses Abschnittes ausführlich erläutert werden sollen.

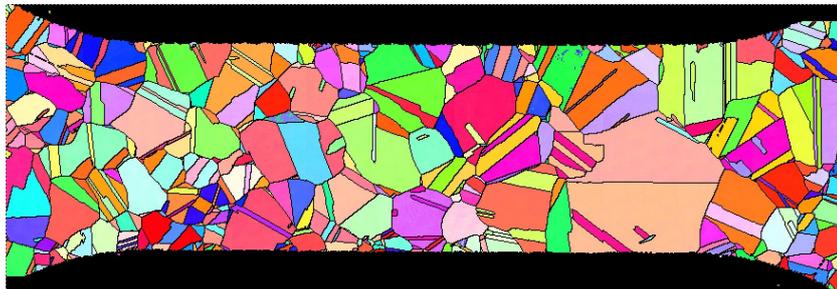
Ein möglicher Grund liegt aber auch in der Probe selbst, wie es in Abbildung 5.20 sichtbar wird. Diese Abbildung zeigt einen Ausschnitt der schon in den Abbildungen 5.17 bis 5.19 vorgestellten Probe. In der durch EBSD und OGM dargestellten Probenlage befindet sich an einer Zwillingskorngrenze ein im ECCI deutlich sichtbarer Riss, der entlang der gesamten Zwillingskorngrenze verläuft. Genau dies ist die Ursache dafür, dass diese Schädigung weder im EBSD noch im OGM erkannt wird. An der Korngrenze wird immer eine große Abweichung der Orientierung zwischen aneinander angrenzenden Körnern detektiert. Dadurch können die leichten Abweichungen der Orientierung in der plastischen Zone, die in diesem Fall sehr schmal ist, nicht detektiert werden. Betrachtet man die vergrößerte Darstellung der charakteristischen Risspositionen in Abbildung 5.21, so kann man eine Breite der plastischen Zone von maximal ca. 20  $\mu\text{m}$  ermitteln. Die Schrittweite, also der laterale Abstand zwischen den einzelnen Orientierungsmessungen, lag in diesem Fall bei 15  $\mu\text{m}$ , was bedeutet, dass sich im Idealfall zwei Messpunkte innerhalb der plastischen Zone befinden können. Dies ist nicht ausreichend, um die plastische Zone von der Korngrenze zu separieren.

Befinden sich also stark verformte Bereiche in direkter Umgebung entlang von Korngrenzen und sind in ihrer Ausdehnung im Bereich der Schrittweite der EBSD-Messung, so sind die Chancen gering, diese zu detektieren. Liegen diese Bereiche mit den induzierten Orientierungsänderungen an anderen Orten, so ist ihre Detektion durchaus möglich, wie in den Abbildungen 5.22 und 5.23 deutlich wird.

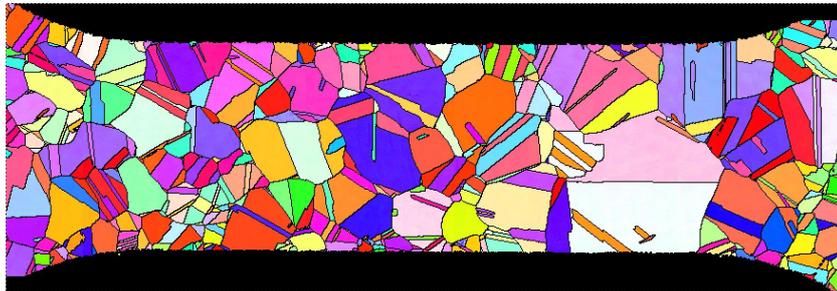
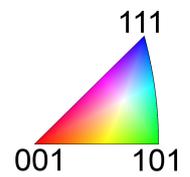
Bei dieser Probe ist in den OGM-Abbildungen, aber auch schon in den EBSD-Bildern, eine stärkere lokale Orientierungsänderung, resultierend aus einer höheren Last beim Ermüdungsversuch, erkennbar. Diese im OGM gelb und grün angezeigten Bereiche, die für eine Orientierungsänderung im Bereich von 2 bis 3,5° stehen, wurden wie-



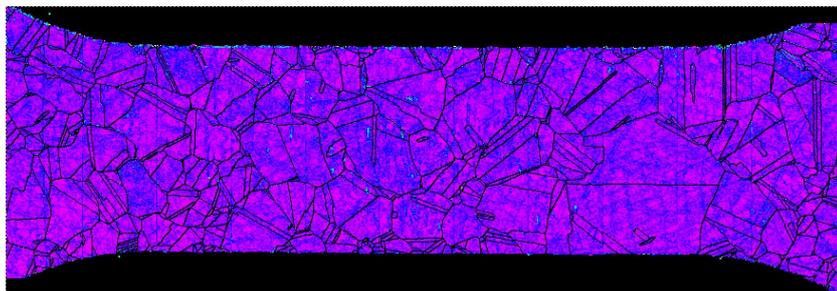
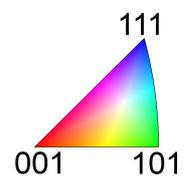
(a) LM-DIC.



(b) EBSD [100].



(c) EBSD [010].



(d) OGM GradMag4.

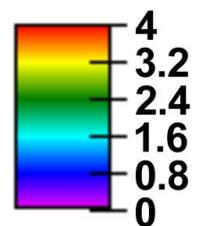
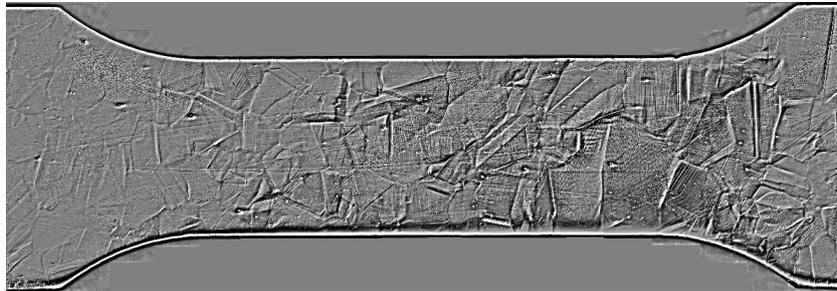
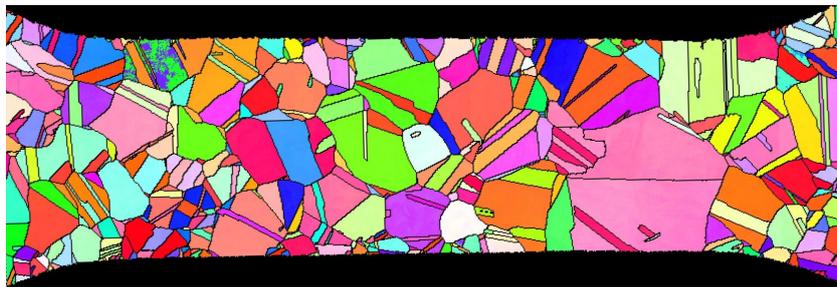


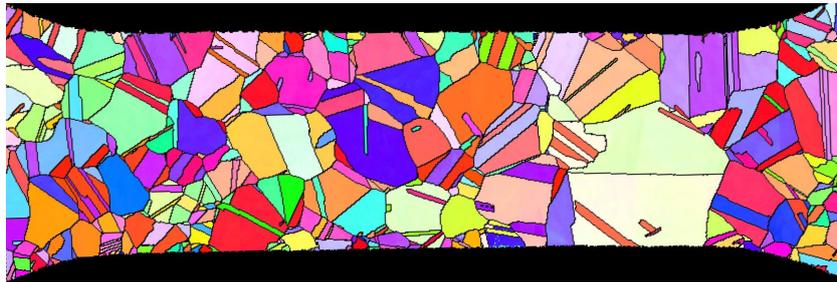
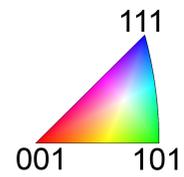
Abbildung 5.17: Anwendung der Methoden nach 0 Lastspielen (Ausgangszustand).  
FIGURE 5.17: Application des techniques après 0 cycles.



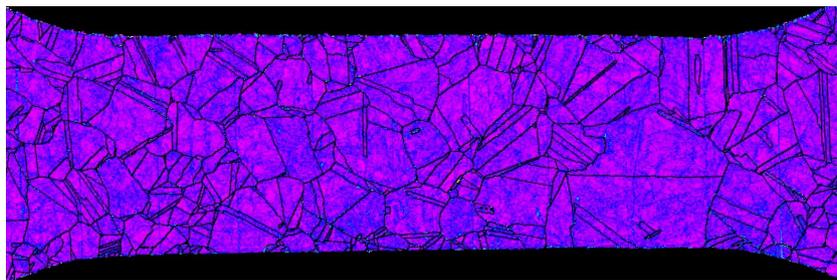
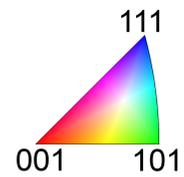
(a) LM-DIC.



(b) EBSD [100].

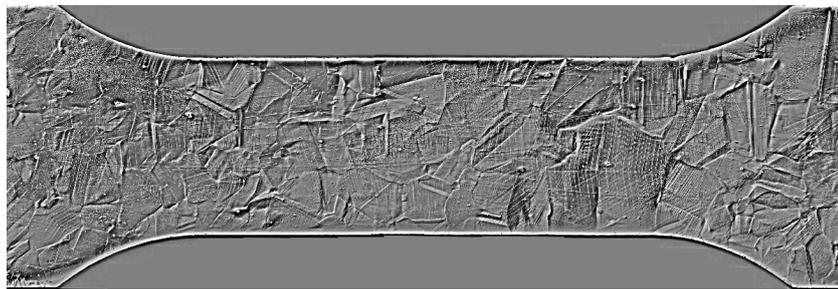


(c) EBSD [010].

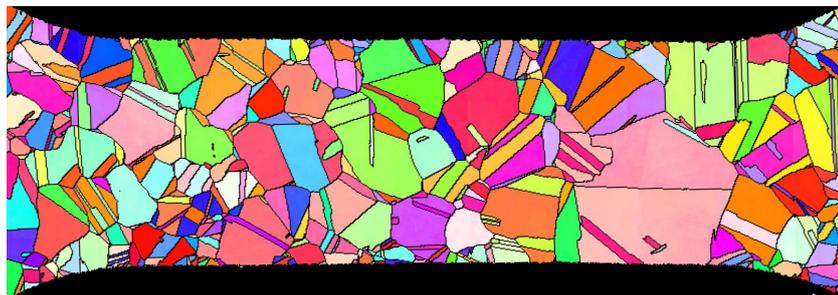


(d) OGM GradMag4.

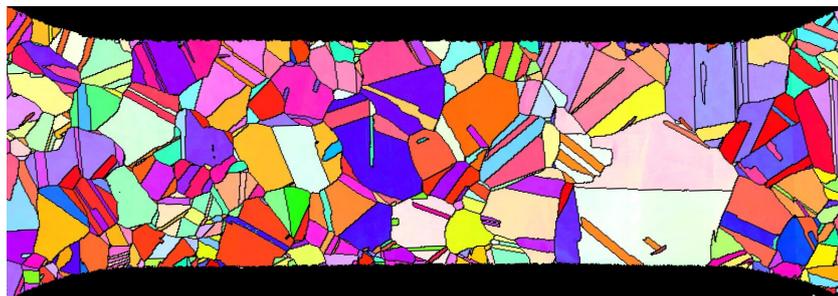
Abbildung 5.18: Anwendung der Methoden nach 20 000 Lastspielen.  
 FIGURE 5.18: Application des techniques après 20 000 cycles.



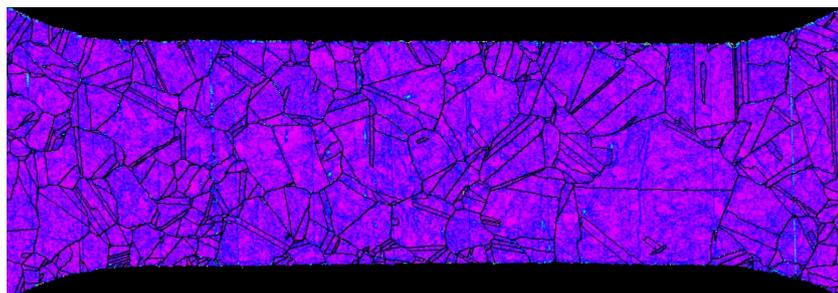
(a) LM-DIC.



(b) EBSD [100].



(c) EBSD [010].



(d) OGM GradMag4.

Abbildung 5.19: Anwendung der Methoden nach 30 000 Lastspielen.  
FIGURE 5.19: Application des techniques après 30 000 cycles.

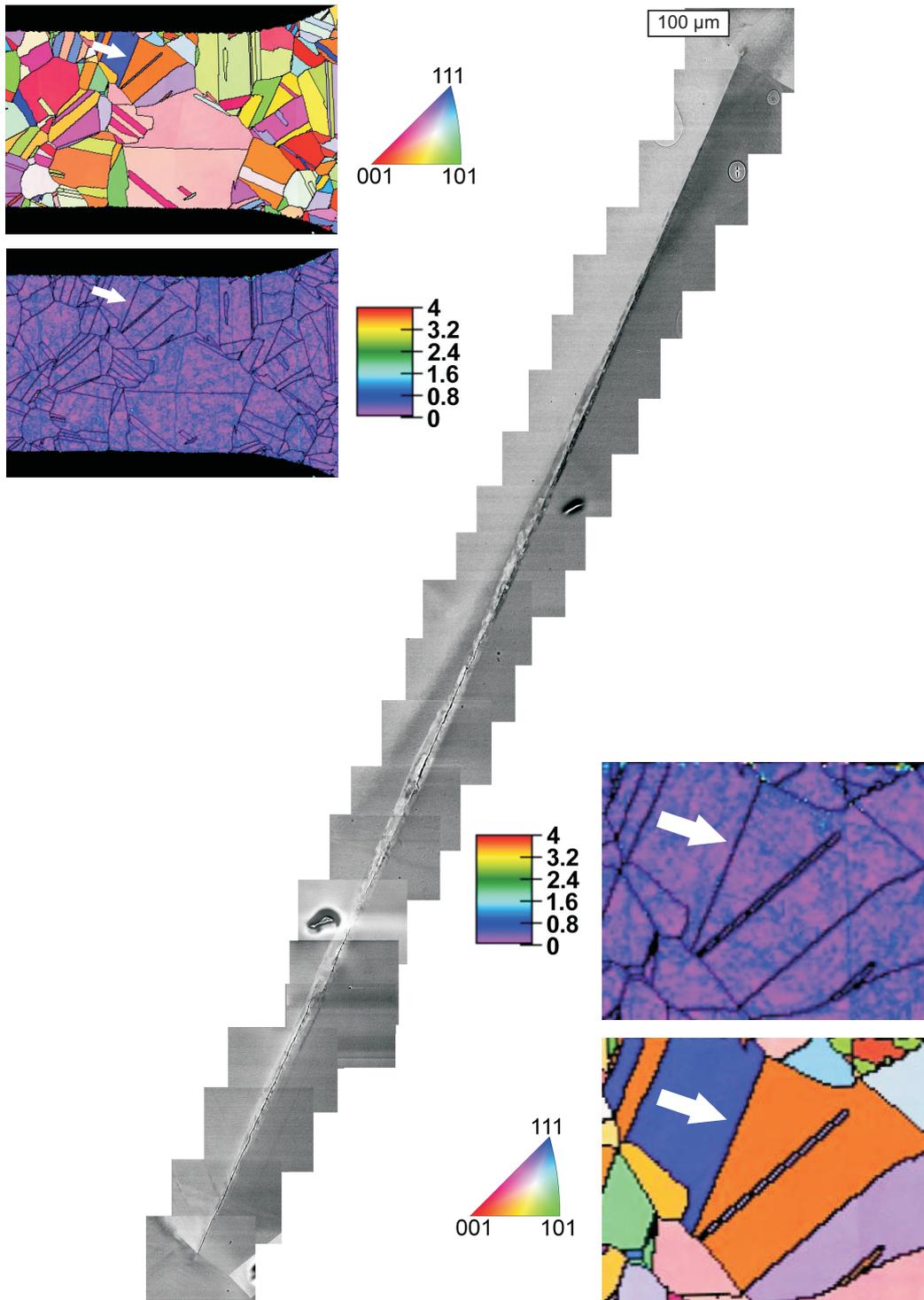
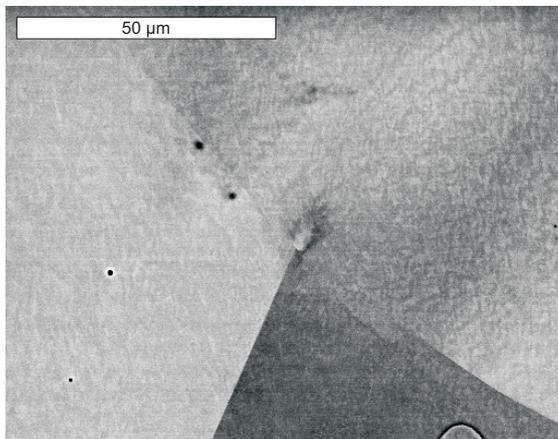
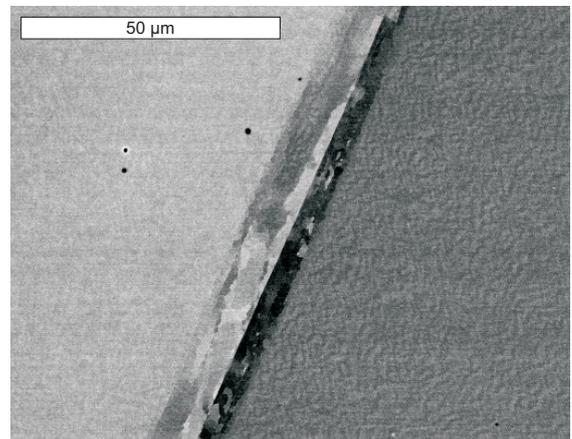


Abbildung 5.20: Riss entlang Zwillingsskorngrenze in der in Abbildung 5.17 bis 5.19 gezeigten Probe mit den zugehörigen vergrößerten Ausschnitten der EBSD und OGM-Bilder.

FIGURE 5.20: *Fissure le long un joint de grain macle.*



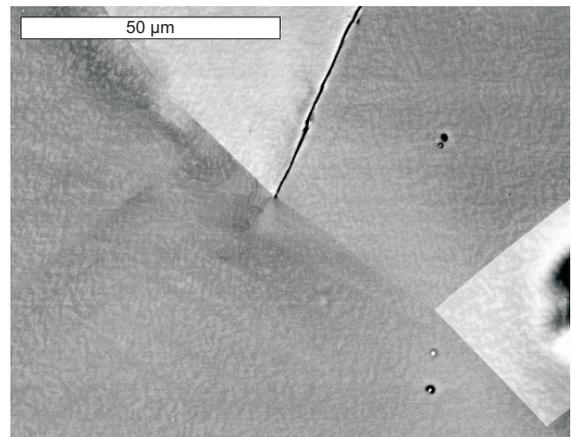
(a) *Flämmchen* im oberen angrenzenden Korn.  
(a) *Flamme* dans le grain adjacent supérieur.



(b) *Ausgeprägte Zellstruktur.*  
(b) *Distinctes structure cellulaire.*



(c) *Risspitze* mit umgebender Zellstruktur.  
(c) *Pointe de fissure* avec une structure cellulaire environnant.



(d) *Unteres Ende* an Korngrenze.  
(d) *L'extrémité inférieure* des joints de grains.

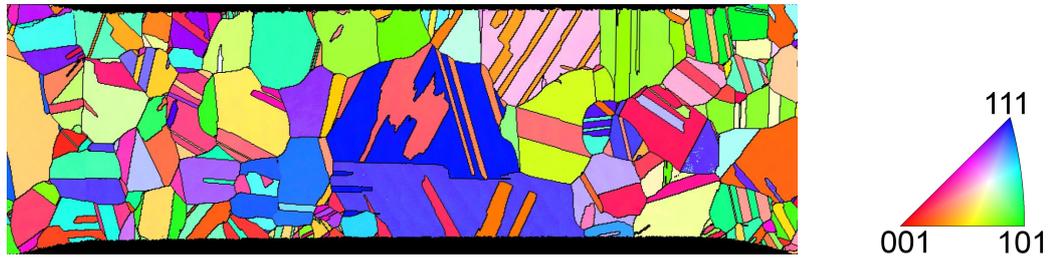
Abbildung 5.21: Charakteristische Bereiche entlang der Zwillingskorngrenze der in (Abbildung 5.20) gezeigten Probe.

FIGURE 5.21: *Zones caractéristique* le long du joint de grain macle.

derum mittels ECCI untersucht. Dabei konnte an der in Abbildung 5.23 dargestellten Position der schon früher gezeigte massive Riss gefunden werden. Genau an dieser Position befindet sich in der EBSD-Karte ein deutlicher Bereich anderer Färbung (Abbildung 5.23 (a)). In diesem Bereich treten auch schwarze Messpunkte auf, die anzeigen, dass an den entsprechenden Positionen keine Messung bzw. Ermittlung der Orientierung möglich ist. Dies spricht aber ebenfalls dafür, dass in diesem Bereich eine starke Verformung stattgefunden hat. Eine zunehmende Verformung führt nämlich zu einer Verminderung der Patternqualität und dadurch zu einer schwierigeren bis unmöglichen Indizierbarkeit. Da die OGM-Bilder aus den EBSD-Messwerten errechnet werden, befinden sich auch dort diese nicht indizierbaren Messpunkte, hier nun umgeben von Punkten, die auf unterschiedlich starke Orientierungsänderungen in Bezug auf das Nachbarkorn hindeuten (Abbildung 5.23 (b)). Betrachtet man das zugehörige ECCI (Abbildung 5.23 (c)), so erkennt man direkt, dass die Abmessungen der plastischen Zonen deutlich größer sind als im Fall der Abbildung 5.21, was zu der Detektierbarkeit mit einer Schrittweite von auch hier  $15\ \mu\text{m}$  führt.

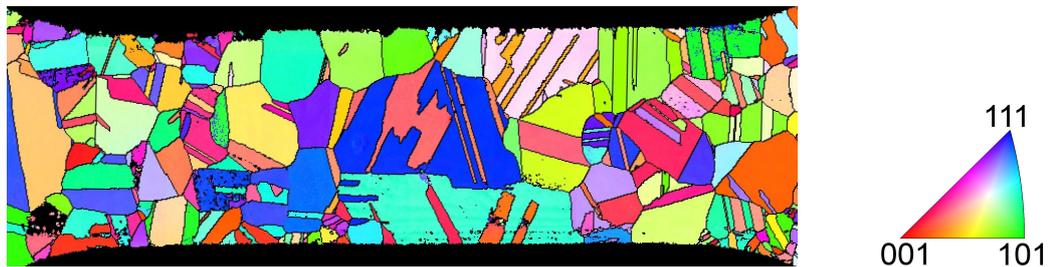
Die Vorteile und Einschränkungen der OGM-Methode lassen sich anhand der zuvor präsentierten Beispiele folgendermaßen zusammenfassen:

- Die Schrittweite beeinflusst die Messung und deren Darstellung nachhaltig. Eine große Schrittweite führt zwar zu einer kürzeren Messzeit, liefert aber eine Karte, auf der bestimmte Details nicht sichtbar sind. Eine kleine Schrittweite verlängert die Messzeit maßgeblich (Halbierung der Schrittweite führt zu einer Vervierfachung der Messzeit), ermöglicht die detailliertere Darstellung und damit das Auffinden sehr lokaler Prozesse. Wird die Schrittweite jedoch zu gering gewählt, können Kontraste auch wieder verschwinden, da dann zwischen den Einzelpunkten nur geringe Orientierungsabweichungen vorliegen, wobei in der Summe eine große Orientierungsänderung vorhanden ist. Die Frage nach einer idealen Schrittweite und möglichen Veränderungen des Verfahrens werden in Abschnitt 6.1 diskutiert.
- Risse entlang der Korngrenze (ohne ausgedehnte plastische Zonen) sind nicht messbar, da dort durch die Orientierungsänderung von Korn zu Korn ein Kontrast entsteht, der den eventuell dort vorhandenen Riss überdeckt. Üblicherweise



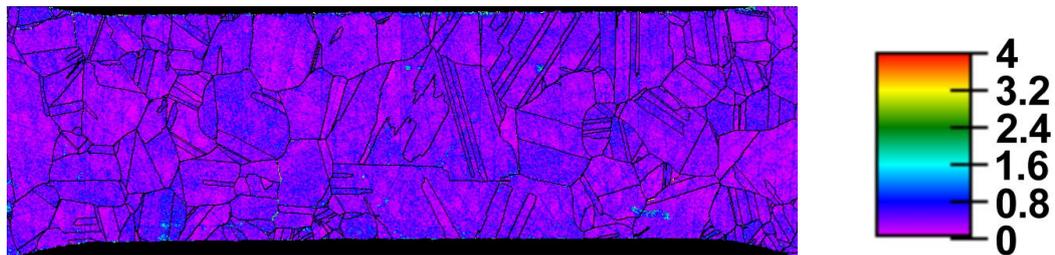
(a) EBSD [100], 0 Lastspiele.

(a) *EBSD [100], 0 cycles.*



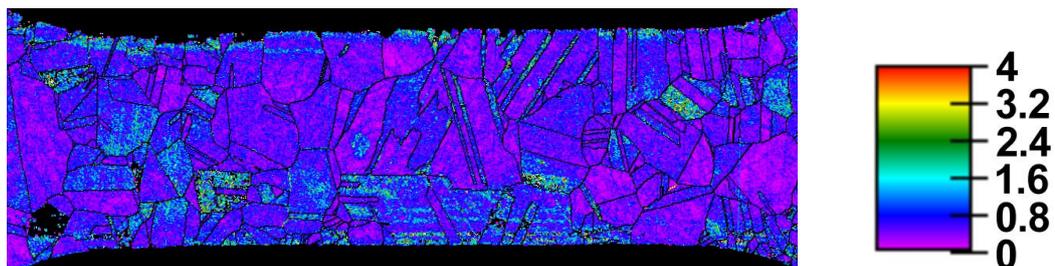
(b) EBSD [100], 10 000 Lastspiele.

(b) *EBSD [100], 10 000 cycles.*



(c) OGM GradMag4, 0 Lastspiele.

(c) *OGM GradMag4, 0 cycles.*

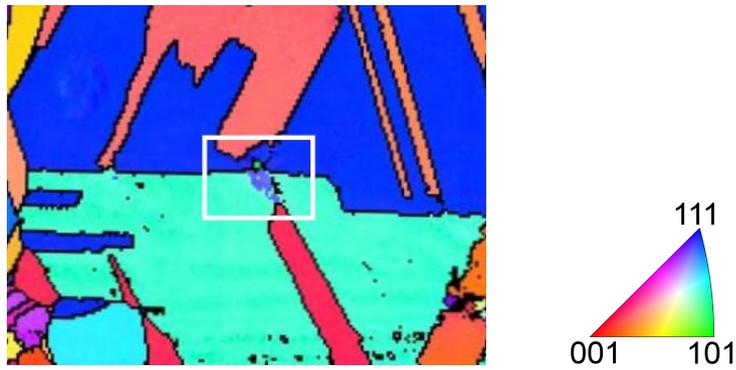


(d) OGM GradMag4, 10 000 Lastspiele.

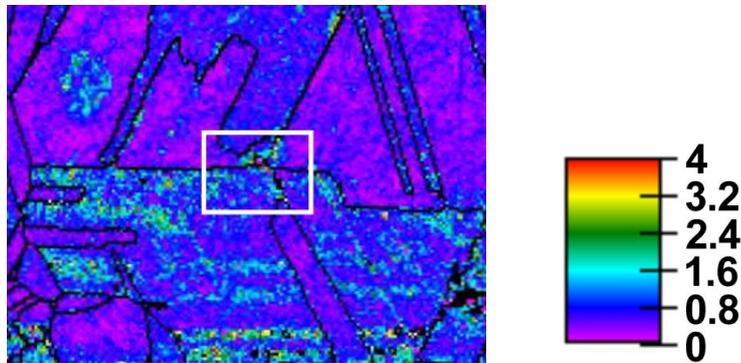
(d) *OGM GradMag4, 10 000 cycles.*

Abbildung 5.22: Entwicklung von EBSD und OGM während 10 000 Lastspielen.

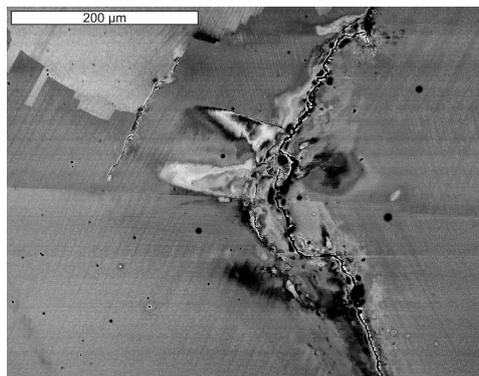
FIGURE 5.22: *Evolution de EBSD et OGM pendant 10 000 cycles.*



(a) EBSD [100], 10 000 Lastspiele.  
 (a) EBSD [100], 10 000 cycles.



(b) OGM GradMag4, 10 000 Lastspiele.  
 (b) OGM GradMag4, 10 000 cycles.



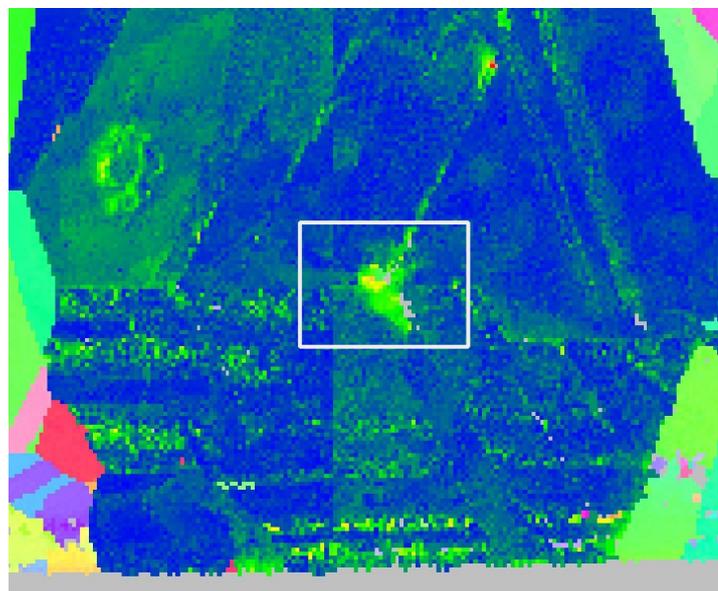
(c) ECCL, 10 000 Lastspiele.  
 (c) ECCL, 10 000 cycles.

Abbildung 5.23: Detaillierte Darstellung eines Bereichs mit Orientierungsänderungen und zugehöriges ECCL.

FIGURE 5.23: Déformation massive imagé par EBSD, OGM et ECCL.

haben die Risse eine geringe plastische Zone entlang der Korngrenze, so dass nur mit einer extrem kleinen Schrittweite eine Separierung möglich wird.

- Der Probeneinbau und die Justierung der Probe und des Probenwinkels erfolgt von Hand und liefert dadurch leichte Abweichungen zwischen den einzelnen Messungen. So liegt schon zwischen der Probe im Ausgangszustand nun nach dem ersten Zykeln eine Ungenauigkeit vor, die auch durch größte Sorgfalt nicht vermieden werden kann. Es gibt kein System, das die Probe auf dem Proben-tisch exakt reproduzierbar positionieren lässt. Dies führt zusammen mit dem veränderlichen Elektronenstrahl des Wolfram-Haarnadel-REMs zu Variationen, die möglichst gering gehalten werden müssen. Jedoch spielt dies nur bei Vorher-nachher-Vergleichen eine Rolle, wirkt sich nur auf die Absolut-Werte aus. Ein relativer Vergleich der Orientierungsgradienten innerhalb eines Zustandes ist möglich, ebenso wie ein Vergleich der Änderung der Gradienten zwischen verschiedenen Zuständen.



600.0  $\mu\text{m}$  = 40 steps IPF [001]

Abbildung 5.24: OIM Analysis Orientierungs-Gradienten.  
FIGURE 5.24: *Gradients d'orientation après OIM Analysis*

Generell wäre zur Messung einer Schädigungsentwicklung eine Methode zu bevorzugen, die ausgehend von der Messung des Ausgangszustandes alle Änderungen bezüglich dieses Ausgangszustandes ermittelt. Dazu müsste die Probe so exakt positioniert werden, dass jeder Messpunkt auf der gezykelten Probe derselben Referenzposition auf der Ausgangsprobe entspricht. Eine solche Positioniergenauigkeit von Probe und Elektronenstrahl im Mikrometer-Bereich ist nicht realisierbar. Daher bietet der Vergleich mit den Nachbarwerten einen guten Kompromiss, um die lokal am stärksten verformten Bereiche sichtbar zu machen. Absolutwerte der lokalen Orientierungsänderung können nicht gemessen werden.

Die mit dem EBSD-System ausgelieferte Auswerte-Software OIM-Analysis bietet ebenfalls die Möglichkeit einer Gradientendarstellung (Abbildung 5.24). Hierbei werden die Orientierungsunterschiede im Vergleich zu einem festgelegten Referenzpunkt in einem Korn dargestellt. Die Darstellung zeigt den Ort des massiven Risses deutlich an (gelb), jedoch kann auch hier die Ausdehnung der plastischen Zone nicht ermittelt werden. Zudem wird die Methode stark von der Wahl des Referenzpunktes beeinträchtigt, so dass sich die Kontraste bei Festlegung zweier unterschiedlicher Referenzpunkte stark unterscheiden können. Eine eindeutige Messung ist dadurch nicht möglich, die Genauigkeit der Messung hängt vielmehr vom Durchführenden ab.

### 5.2.3 MFM Messungen

Neben den zuvor beschriebenen Methoden zur Abbildung von Versetzungsstrukturen lassen sich diese mikrostrukturellen Charakteristika auch mittels der Rasterkraftmikroskopie abbilden. Benutzt man eine magnetische Spitze, so treten durch die magnetischen Eigenschaften des Nickels die Orte der persistenten Gleitbänder deutlich hervor. Gerade dort liegen starke Unterschiede zwischen den versetzungsreichen Leitersprossen und den versetzungsarmen Zwischenräumen vor, die offensichtlich auch die magnetischen Eigenschaften maßgeblich beeinflussen. Soweit bekannt ist, wurden bislang PSBs noch nie mittels MFM abgebildet.

Um diese Möglichkeit der Abbildung nachzuweisen, wird eine polykristalline Nickelprobe ermüdet und elektrolytisch poliert. Die in der Probe durch Ermüdung erzeugten Versetzungsstrukturen werden mit den bekannten Methoden (EBSD, ECCI und LM) charakterisiert (Abbildung 5.25). Durch eine ECCI-Untersuchung konnten die Positionen von ausgeprägten PSBs lokalisiert werden, die auf der Oberfläche im Lichtmikroskop als Gleitspuren schwach sichtbar waren. Diese Gleitspuren wurden zum späteren Auffinden im AFM mit Mikrohärt-Eindrücken markiert, die Positionen mittels LM-DIC nochmals kontrolliert (Abbildung 5.25 (c)). Eine erneute ECCI-Aufnahme zeigt die Positionen der Leiterstrukturen zwischen diesen Härteeindrücken (Abbildung 5.25 (b), (d)). Durch das Markieren der Probenstelle mittels Mikrohärt-Eindrücken kann der untersuchte Bereich der Probe schnell wiedergefunden werden. Des Weiteren besteht dadurch die Möglichkeit der Korrelation und des Vergleichs der Abbildungen unterschiedlicher Techniken.

In dem untersuchten Bereich wurden ebenfalls die im nächsten Abschnitt vorgestellten Nanoindentierungsversuche durchgeführt, wodurch auf der Probe neben den Mikrohärt-Eindrücken auch Nanoindrücke zu finden sind. Diese sind wie in Abbildung 5.26 sowohl im ECCI als auch in der MFM-Messung deutlich sichtbar. Bei der MFM-Technik erscheinen die Nanoindrücke durch dunkle Punkte oder Dreiecke, die von helleren Zwischenräumen umgeben sind. Im rechten unteren Bereich dieser Abbildung ist auch schon eine Leiterstruktur zu sehen, auf die später noch näher eingegangen wird. Die Markierungen durch die vorhandenen Nanoindents ermöglichen es, dass die Leiterstrukturen leicht wiedergefunden werden können.

Neben den Eindrücken selbst, die Bereiche starker plastischer Verformung mit deutlicher Topographie darstellen, bilden auch weniger stark plastisch verformte Bereiche (die zudem durch das vorangegangene elektrolytische Polieren keine Topographie zeigen) im MFM einen deutlichen Kontrast zur Umgebung aus. Diese liegen auf den Positionen, auf denen in den ECCIs die Leiterstrukturen der PSBs erkennbar sind. Daraus lässt sich schließen, dass dieser Kontrast im MFM-Bild der typische Kontrast für Leiterstrukturen im MFM ist (Abbildung 5.27). Wiederum sind auf der Abbildung helle und dunkle Linien zu sehen, die senkrecht in einem Band verlaufen. Sie stellen die Veränderungen der magnetischen Eigenschaften dar, die durch den Wechsel von versetzungsreichen Leitersprossen und versetzungsarmen Zwischenräumen auftritt.

Eine direkte Korrelation zwischen MFM-Kontrast und versetzungsreichen bzw. versetzungsarmen Bereichen kann jedoch nicht getroffen werden. Dazu sind weitere höher aufgelöste Messungen nötig, die noch höhere Anforderungen an die Präparation aber auch an das Messinstrument stellen. Dennoch lässt sich in beiden Fällen abschätzen, dass der Abstand der Leitersprossen bei ca. 500 nm liegt.

Die MFM-Technik ermöglicht auch die Darstellung weiterer für die Mikrostrukturbeschreibung wichtiger Charakteristika. So treten auf Abbildungen auch die Korngrenzen zwischen den unterschiedlich kristallographisch orientierten Körnern deutlich hervor (Abbildung 5.28). Neben der dunkel erscheinenden Korngrenze ist am Kreuzungspunkt von PSB und Korngrenze im Nachbarkorn eine der in den ECCIs gefundenen *Flämmchen*-Strukturen erkennbar. Dies lässt darauf schließen, dass auch Strukturen mit weniger starken Versetzungsdichtegradienten als Leiterstrukturen auch mittels MFM-Technik abgebildet werden können. Die Versetzungsstrukturen vom Labyrinth-Typ, Fragmented Wall-Typ, Patch-Typ und Bündel-Typ sollten alle im MFM-Bild eine andere Erscheinungsform besitzen. Durch die geringeren Gradienten muss die Messung jedoch wesentlich empfindlicher sein und die Auswirkungen von weiteren Störeinflüssen müssen weiter reduziert werden.

#### 5.2.4 NI-AFM Messungen

Die im vorangehenden Abschnitt auf den MFM-Abbildungen deutlich sichtbaren Nano Härteeindrücke liefern neben dem deutlichen magnetischen Kontrast noch weitere Informationen. Durch die während des Eindrückens der Nanospitze aufgenommene Kraft-Eindring-Kurven können die mechanischen Eigenschaften lokal gemessen werden. Dies kann die Bestimmung der lokal unterschiedlichen Festigkeiten aufgrund der Ausbildung von Versetzungsstrukturen ermöglichen. Selbst bei geringen Korngrößen können die unterschiedlichen Härten und E-Moduln der unterschiedlich kristallographisch orientierten Körner bestimmt werden.

Im vorliegenden Fall handelt es sich jedoch um Makrokristalle, an denen Unterschiede der mechanischen Eigenschaften nicht ausschließlich durch die unterschiedliche kristallographische Orientierung, sondern außerdem aufgrund der Variation der Ver-

setzungsdichte innerhalb eines Korns auftreten. Dies wurde, soweit bekannt ist, vorher noch nicht untersucht.

Durch eine Nachuntersuchung nach dem Indentieren mittels ECCI konnten die Positionen der Eindrücke in Bezug zur darunter liegenden Mikrostruktur bestimmt werden (Abbildung 5.29 (a)). Eine zusätzliche AFM-Messung liefert die Lage der einzelnen Eindrücke zueinander (Abbildung 5.29 (b)). Dabei ist im ECCI deutlich erkennbar, dass sich einige Nanoindents im Bereich der Leiterstruktur befindet. Dort sollte also mit veränderten Werten der Härte oder des E-Moduls zu rechnen sein.

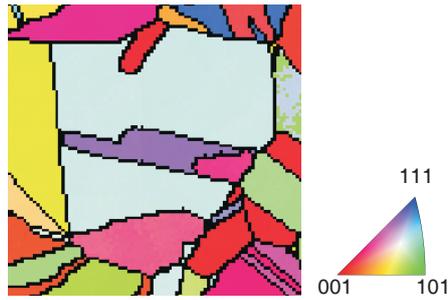
Neben der reinen Abbildung der Nanohärteeindrücke können auch die Messgrößen Härte oder E-Modul ausgewertet werden. Für jeden Punkt der Messrasters liegt eine Kraft-Eindring-Kurve vor, durch die diese Werte bestimmt werden können. E-Modul- und Härte-Verläufe der in Abbildung 5.29 gezeigten Probe sind in den Abbildungen 5.30 und 5.31 zu sehen. Die Indents sind entsprechend ihrer Nummerierung in 3 Spalten mit je 10 Eindrücken aufgeteilt und werden dementsprechend in den Diagrammen dargestellt. Die Messwerte der einzelnen Spalten sind aus Gründen der Übersichtlichkeit mit gepunkteten Linien verbunden. In Grün ist der jeweilige Mittelwert aus allen gezeigten 30 Messungen dargestellt. Der grau hinterlegte Bereich, der die Indent-Nummern 4 bis 6 umfasst, entspricht im Groben dem Bereich der im ECCI sichtbaren Leiterstruktur. Da die Messung jedoch nicht senkrecht zur Richtung der Leiterstruktur verläuft, liegen nicht alle gleich nummerierten Punkte aller Spalten unbedingt in dieser charakteristischen Zone.

Die Verläufe der Messwerte E-Modul und Härte weisen keine besonderen Unterschiede auf, die Extrema stimmen im Wesentlichen überein. Daher soll die Beschreibung anhand der Härte-Messung erfolgen, ist aber in ähnlicher Weise auf die E-Modul-Messung übertragbar. Auffällig ist, dass die Werte in der grau hinterlegten Zone unterhalb des Mittelwertes oder nur knapp darüber liegen. Außerhalb der Zone erscheinen sie eher darüber, wobei starke Streuung auftritt. Das absolute Härte-Minimum wird im Indent 1-5 erreicht, der nach dem ECCI im Bereich der Leiterstruktur zwischen zwei Leitern liegt. Dies entspricht den Erwartungen, dass dort eine geringere Härte vorliegen soll, wohingegen die Härte der Leitersprossen selbst höher ist. Eine vergleichbare Position in der Zone mit Leiterstruktur hat der Indent 3-4, wobei seine

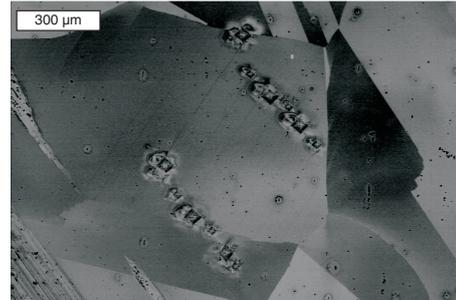
Härte dennoch leicht oberhalb des Mittelwertes aller Messungen liegt. Eine Tendenz dafür, dass die Härte in der Leiterstruktur unter der in der Bündelstruktur-Matrix liegt, ist erkennbar. Die starke Streuung zusammen mit der geringen Anzahl an Messwerten ist verantwortlich dafür, dass dies nicht eindeutig hervortritt.

Trägt man die Härte-Werte bezüglich ihrer Koordinaten auf und interpoliert zwischen diesen gemessenen Punkten, erhält man die in Abbildung 5.32 dargestellte Härtekarte (b), die von dem im ECCI gezeigten Probenbereich (a) gemessen wurde. In diesem Fall wurde ein Abstand der einzelnen Nanoindentierungen von  $3\ \mu\text{m}$  bei einer abgerasterten Fläche von  $22\ \mu\text{m} \times 27\ \mu\text{m}$  gewählt. In der Härtekarte sind (farbkodiert) deutliche lokale Unterschiede in den mechanischen Eigenschaften (Härte) der Probe erkennbar. Die Skala umfasst den Bereich von 3,5 bis 7,1 GPa, was eine enorme Bandbreite darstellt. Im unteren Bereich der Härtekarte erscheint ein fast durchgehendes Band geringerer Härte (blau), das sich mit der Leiterstruktur im ECCI korrelieren lässt. Der höhere Härtewert an einer Position darüber lässt sich eventuell mit dem dort vorhandenen Einschluss in Verbindung bringen.

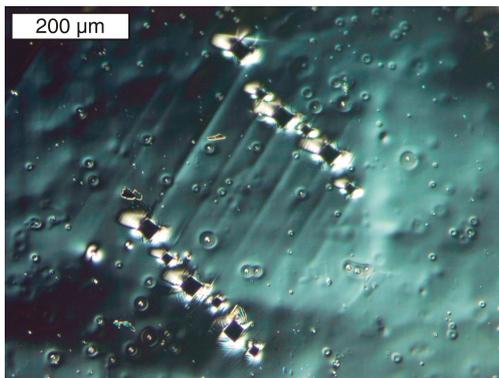
Dennoch lassen sich keine eindeutigen Strukturen erkennen, wie sie im ECCI sichtbar sind. Es gibt ebenfalls Punkte geringerer oder höherer Härte an Orten, die im ECCI nicht auffällig sind. Die im Vergleich zum ECCI geringe laterale Auflösung liegt vorwiegend an dem gewählten Messpunktabstand. Verringert man diesen auf die Abmessungen einer Leiterstruktur von etwa  $1\ \mu\text{m}$  Sprossenabstand bei  $1\ \mu\text{m}$  Sprossenbreite, sollten die Leitern deutlich sichtbar sein, sofern die Nanoeindrücke so gewählt sind, dass sie sich nicht gegenseitig beeinflussen. Diese Messungen sind sowohl präparations- als auch untersuchungstechnisch sehr aufwändig und werden mit geringer werdendem Messpunkteabstand sehr zeitintensiv. Durch ihre wertvollen Erkenntnisse der mechanischen Eigenschaften auf mikrostruktureller Ebene wären sie aber absolut lohnenswert.



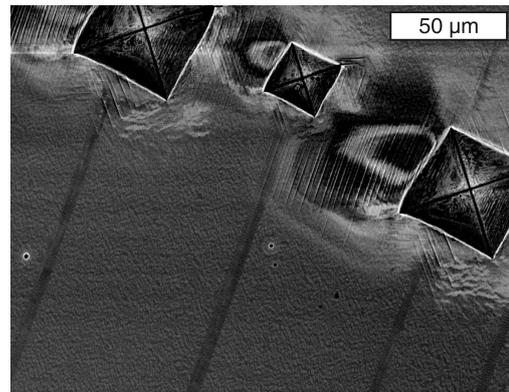
(a) EBSD-Karte der Probenstelle.  
(a) Carte EBSD du lieux d'échantillon.



(b) ECCI der markierten Gleitbänder.  
(b) ECCI des bandes glissement marqué.



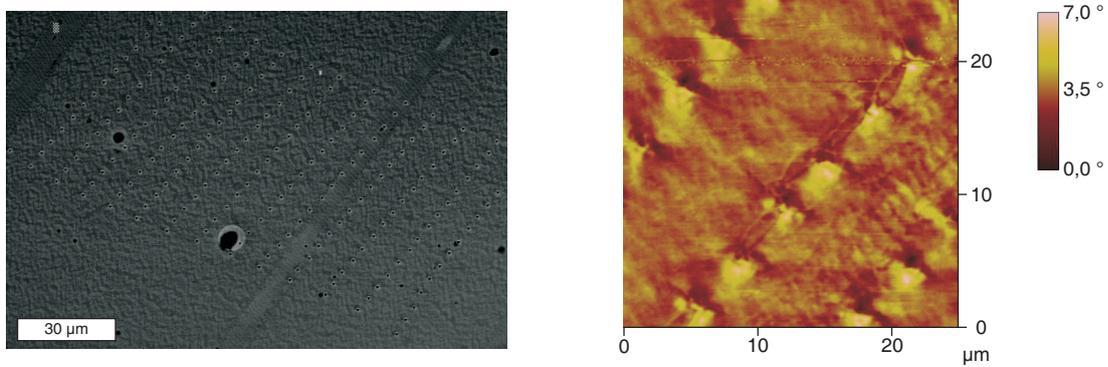
(c) LM-DIC Übersicht.  
(c) Aperçu LM-DIC



(d) ECCI Detailaufnahme.  
(d) Détail ECCI

Abbildung 5.25: Charakterisierte Probenstellen für die MFM-Untersuchung und Markierung der PSBs mittels Mikrohärteeindrücken.

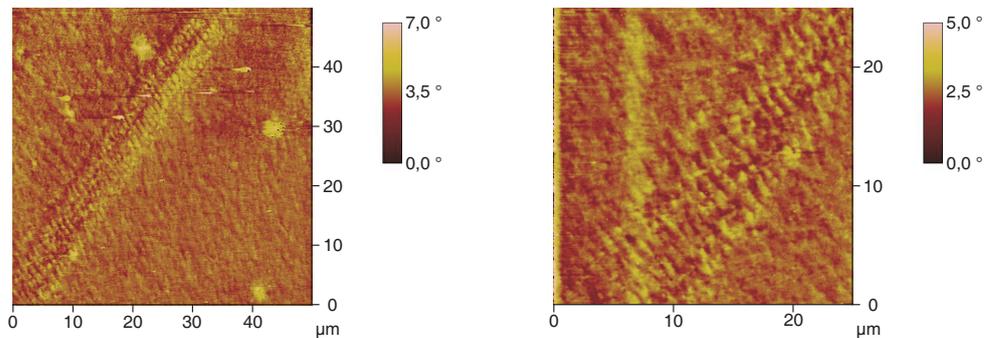
FIGURE 5.25: Lieux d'échantillos caractérisés pour l'étude MFM.



(a) ECCI der Nanoindrücke.  
 (a) *ECCI des nanoempreintes.*

(b) MFM-Messung mit Nanoindrücken.  
 (b) *Mesure MFM avec nanoempreintes.*

Abbildung 5.26: Vergleich der Abbildung von Nanoindrücken  
 FIGURE 5.26: *Comparaison de l'imagerie des nanoempreintes*



(a) MFM eines PSBs – Übersicht.  
 (a) *MFM d'une BGP – Aperçu*

(b) MFM eines PSBs – Detail.  
 (b) *MFM d'une BGP – Détail*

Abbildung 5.27: MFM-Abbildungen von Leiterstrukturen der PSBs.  
 FIGURE 5.27: *MFM des structures d'échelles des BGPs.*

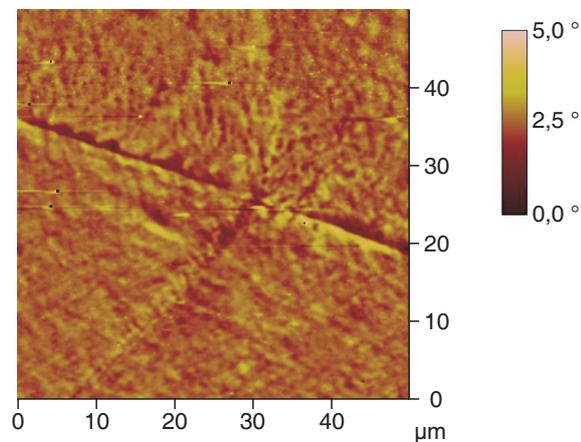
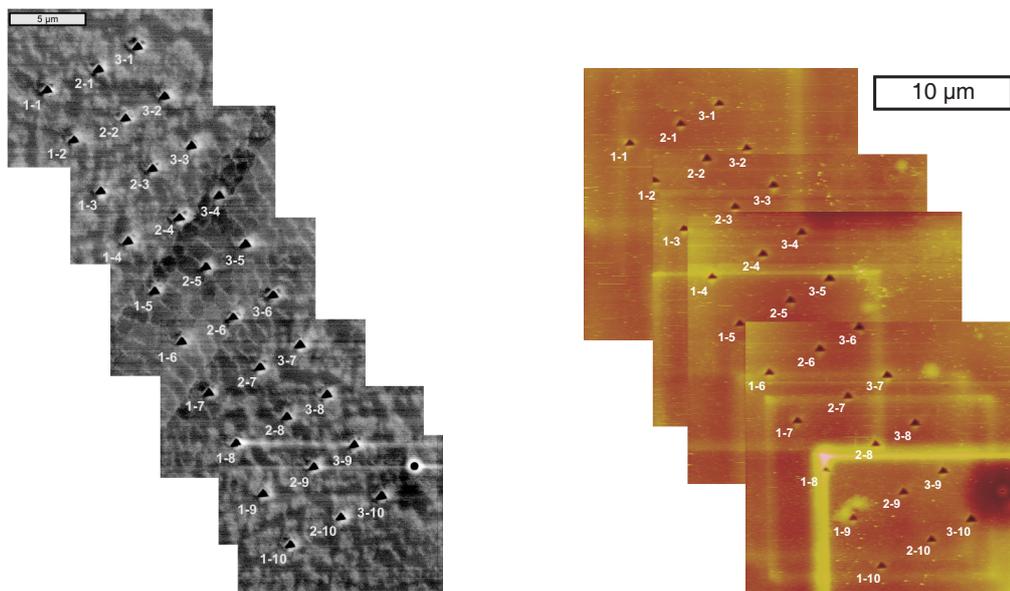


Abbildung 5.28: MFM-Abbildungen von Leiterstruktur (von unten links nach rechts), Korngrenze (von links nach rechts) und *Flämmchen* (in der Verlängerung der Leiterstruktur auf der anderen Seite der Korngrenze).

FIGURE 5.28: *MFM d'une structure d'échelles, d'un joint de grain, et d'une petite "flamme".*



(a) ECCI mit Nanoindrücken und PSBs.  
(a) *ECCI avec des nanoempreintes et des BGP*

(b) AFM-Messung des Probenbereichs.  
(b) *Mesure AFM d'une région d'échantillon.*

Abbildung 5.29: Vergleich der Abbildung von Nanoindrücken.

FIGURE 5.29: *Comparaison d'imagerie des nanoempreintes.*

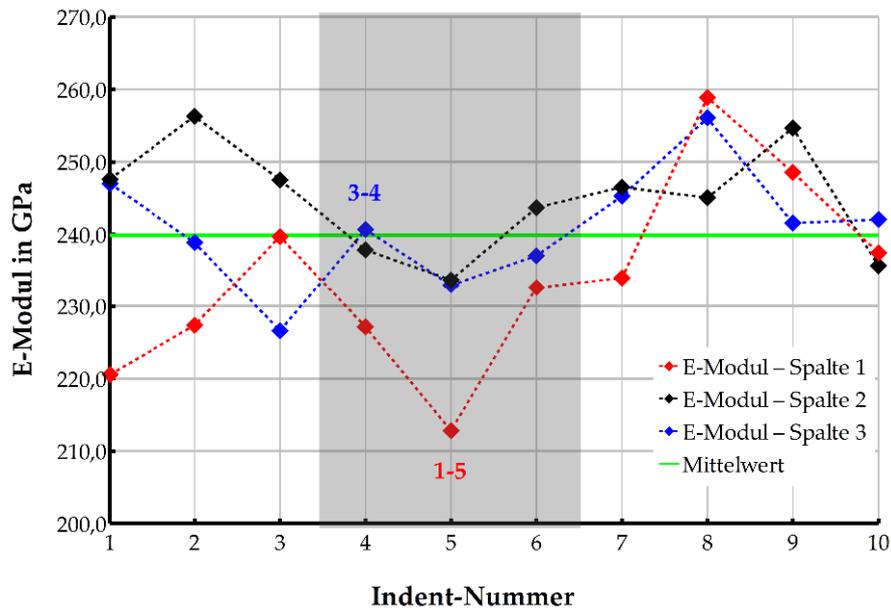


Abbildung 5.30: E-Modul-Messung aus dem NI-Experiment.  
 FIGURE 5.30: Mesure de modul d'Young, mesurée dans l'expérience NI.

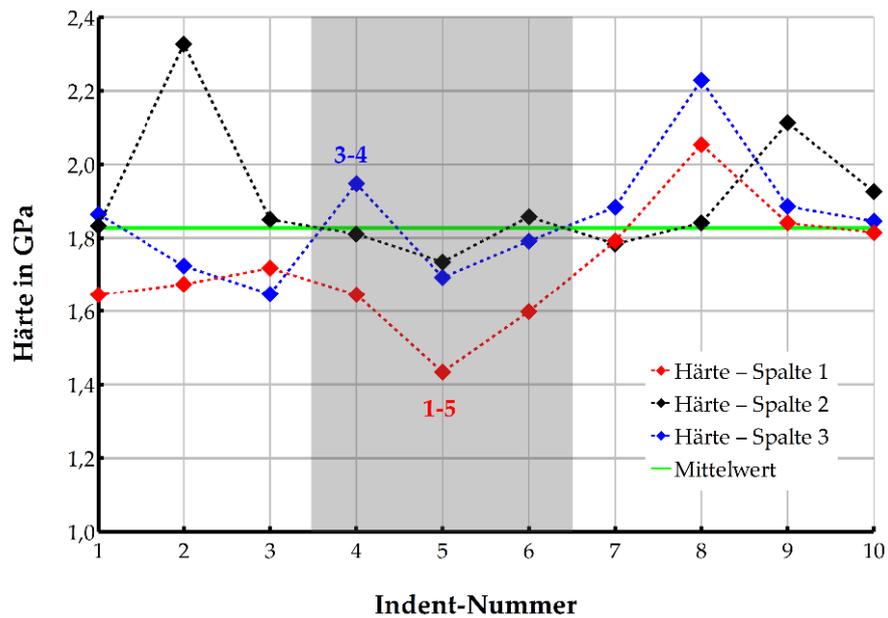
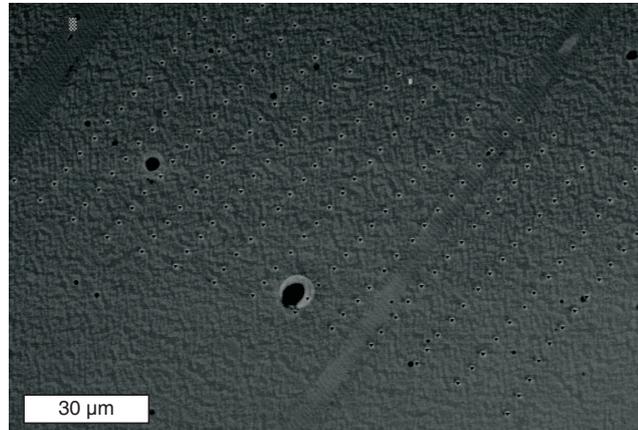
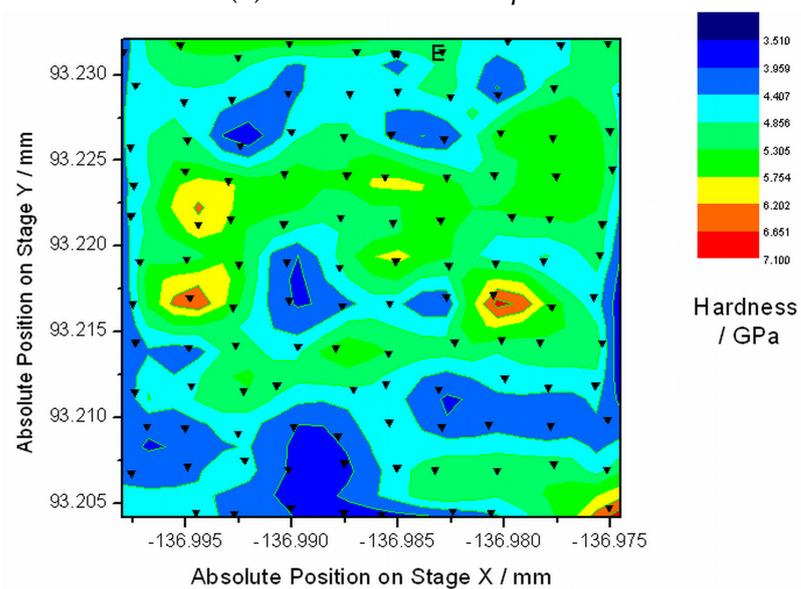


Abbildung 5.31: Härtemessung aus dem NI-Experiment.  
 FIGURE 5.31: Mesure de la dureté, mesurée dans l'expérience NI.



(a) ECCI der Nanoindrücke.  
(a) *ECCI des nano empreintes*



(b) Härtekarte.  
(b) *Carte de la dureté*

Abbildung 5.32: Nanoindrücke und gemessene Härtekarte.  
FIGURE 5.32: *Nanoempreintes et carte de dureté mesurée.*

## 6 Diskussion

Geht es darum, neue Erkenntnisse des Einflusses von lokalen Zusatzspannungen aufgrund der elastischen Anisotropie auf die Schädigungsmechanismen zu gewinnen, kann auf verschiedene lokale Charakterisierungsmethoden zurückgegriffen werden. Die hinsichtlich ihrer Qualität und Aussagekraft unterschiedlichen Methoden können in ihrer Kombination neue Erkenntnisse liefern, die in ihrer Summe über die Ergebnisse der Einzelmessungen hinausgehen. In diesem Kapitel sollen die mit den verschiedenen lokalen Messverfahren gewonnenen Ergebnisse bewertet werden. Die Einsatzmöglichkeiten, Vorteile und Einschränkungen der verwendeten lokalen Charakterisierungsmethoden werden diskutiert und Möglichkeiten der Weiterentwicklung vorgestellt.

Die rechnerisch ermittelten Durchbiegungs- und Biegespannungskurven zeigen bei der Betrachtung verschiedener Probenkonstellationen unterschiedlicher Komplexität (von homogen isotrop bis zur realen Probe) deutlich, welchen Einfluss die Inhomogenität in diesem Kontext spielt. Die Ergebnisse daraus werden denen des Experiments gegenübergestellt, diskutiert und Optimierungen des Biegeversuchs dargelegt.

Ein Vergleich simulierter und gemessener Daten kann auch bei den zyklisch beanspruchten Ni-Proben gezogen werden. Die mittels ECCI aufgenommenen Bereiche mit auffälliger Ermüdungsschädigung werden mit entsprechenden Orten in der Rechnung gegenübergestellt. Schließlich wird diskutiert, wo Inkompatibilitäts-Effekte auftreten und in welchen Größenordnungen sie sich abspielen.

## 6.1 Beurteilung der Charakterisierungsmethoden

Das Anforderungsprofil an die lokalen Charakterisierungsmethoden wurde bereits in Kapitel 3, vor der Beschreibung der einzelnen Methoden, definiert. Die ersten dort beschriebenen Verfahren der Digitalfotografie und der Lichtmikroskopie werden im wesentlichen zur Unterstützung der anderen Methoden benutzt, z. B. für Übersichtsaufnahmen der Proben oder um die Lage der Korngrenzen für die Simulationsrechnungen bereitzustellen, aber auch – wie im Fall der Biegeversuche – um die Biegelinie zu ermitteln. Bei beiden Verfahren muss somit Wert auf die Genauigkeit der Messung gelegt werden, die im Wesentlichen von der erzielbaren Auflösung abhängt. Je höher die Auflösung, desto höher die Genauigkeit der Position, wobei eine gleichmäßige Beleuchtung der Probenoberfläche ohne starke Reflexionen ebenso wichtig ist. Eine höhere Auflösung bedingt aber gleichermaßen einen höheren Zeitaufwand bei der späteren Auswertung (auch Rechenzeit).

Durch ECCI lassen sich sehr viele Effekte insbesondere nach zyklischer Beanspruchung erkennen. Nach zügiger Beanpruchung ist die Beurteilung schwieriger, ein deutlicher Kontrast lässt sich nach massiven Verformungen erkennen. Mitunter ist ein Verkippen der Proben notwendig, um die maximale Reichweite der Verformungszonen sichtbar zu machen [Wel04, WHMV07]. Die Methode ist sehr sensibel auf Anhäufungen von Gitterfehlern, was sich an Korngrenzen, Tripelpunkten oder weiteren charakteristischen Orten durch Phänomene wie beispielsweise *Flämmchen* oder andere deutliche Kontraste äußert. Besonderes Merkmal dieser Technik ist die Darstellbarkeit der unterschiedlichen Versetzungsstrukturen und PSBs, über die auch ein grober Rückschluss auf die Orientierungen des betrachteten Ausschnitts erhalten werden kann [BBSH01].

Ein großer Anteil des Schädigungsverlaufs konnte mittels ECCI untersucht werden. So konnten Säume an den Korngrenzen mit sich ändernden Versetzungsstrukturen erkannt werden, die auf die dort vorliegenden Inkompatibilitätsstressspannungen hinweisen. Die Breite dieser Bereiche liegt bei 15 – 20  $\mu\text{m}$ . Es kann davon ausgegangen werden, dass dieser Kontrast auf Gitterverzerrungen zurückzuführen ist, da ECCI

sehr empfindlich darauf reagiert. Dies ist auch bei den sich ausbildenden Zonen im Bereich von Korngrenzen oder Tripelpunkten, den *Flämmchen* und den Leiterstrukturen erkennbar. So konnten Verformungsbereiche um Risse bei ihrer Ausbreitung dargestellt werden, mit der Erkenntnis, dass die sich ausbildende Zellstruktur sowohl ursächlich für die Rissbildung ist als auch die spätere Rissausbreitung maßgeblich bestimmt. Die Risse ändern ihre Richtung vorzugsweise entlang der Zellstrukturgrenzen. Eine kleinere Rissabschnittslänge als die Zellstrukturdimension ist nicht zu finden.

Eine Einschränkung der Methode bildet nun die Tatsache, dass in den eingestellten REM-Bildern nicht immer gleich ein Kontrast zu sehen ist. Selbst wenn ein Kontrast sichtbar ist, muss das nicht das vollständige Ausmaß z. B. der Verformung sein. Meist ist es nötig, die Probe zu kippen, um den Kontrast optimal einzustellen, d. h. die Beugungsbedingung zu erfüllen. Dabei kann es passieren, dass an einer anderen Stelle des Bildes Informationen verloren gehen.

Die Nutzbarkeit der OGM-Daten ist stark von der ihr zugrunde liegenden EBSD-Technik abhängig. Die Orientierungsbestimmung wird beeinflusst von Messrauschen, das aufgrund der Präparation der Proben und der sich ändernden Strahlbedingungen im REM (Abnutzung der Kathode) entsteht, und sich in einer geringeren Pattern-Qualität äußert. Eine geringe Pattern-Qualität führt zwangsläufig zu einem größeren Fehler bei der Orientierungsbestimmung. Eine gute Präparation mit einer glatten Oberfläche kann zur Pattern-Qualität beitragen. Die zunehmende Verformung verschlechtert aber wiederum die Oberflächenqualität und bringt Verzerrungen in die Oberfläche, was zu schlechten Pattern führt. Dies kann an den schrittweise gebogenen und nach jedem Biegeschritt aufgenommenen Proben deutlich erkannt werden.

Zur Abbildung der Verformung wurde bei der OGM-Methode die Maximums-Norm (GradMag) bei allen Abbildungen verwendet, um die Vergleichbarkeit zu gewährleisten. Des Weiteren muss die Schrittweite der EBSD-Messung festgeschrieben werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Schrittweite auf 5  $\mu\text{m}$  festgelegt, um einen guten Kompromiss zwischen Messzeit und Genauigkeit zu erreichen. Eine geringere Schrittweite führt neben dem rapiden Ansteigen der Messzeit auch dazu, dass die

Orientierungsunterschiede zwischen den betrachteten benachbarten Messpunkten geringer werden. Dadurch wird der lokale Kontrast schwächer und zusätzlich stärker vom Messrauschen beeinflusst. Dies ist auch der Grund dafür, dass lokale Effekte, die sich genau in der Größenordnung  $5\ \mu\text{m}$  abspielen, deutlich angezeigt werden. Sind die Orientierungsunterschiede jedoch langreichweitiger und erfolgen demnach in kleinen Schritten zwischen den aufeinanderfolgenden Messpunkten, so wird dieser Effekt durch die reine Berücksichtigung direkter Nachbarschaftsbeziehungen nicht deutlich sichtbar sein.

Generell sind die Kontraste aufgrund der relativ schwachen Verformung bei der Biegung auch relativ gering. Es sind nur teilweise scheinbare Orientierungsgradienten sichtbar, bei denen jedoch nicht eindeutig unterschieden werden kann, ob diese Differenz wirklich vorhanden ist oder durch den Versuch oder die Messung an sich beeinflusst werden. Zu nennen sind hier zum einen die starken Kontrastierungen an den Überlappungsstellen, an denen die Einzelmessungen zusammengesetzt werden. Zum anderen finden sich auch in den Bereichen der Probe die weit von der Mitte entfernt sind, Effekte, die dadurch zu begründen sind, dass sich dort die Ausrichtung bei der Messung durch die sukzessive Biegung deutlich ändert. Die Verformung findet bei den aufgetragenen Dehnungen nicht lokalisiert statt, sondern sehr gleichmäßig, selbst wenn große Körner vorliegen.

Bei den Ermüdungsversuchen findet insbesondere bei der Rissbildung eine starke Lokalisierung der Verformung und schließlich der Schädigung statt. An vielen Stellen, in denen Risse oder Verformungsmerkmale anzutreffen sind, kann man auch im OGM einen Hinweis darauf finden. Auch hier spielt wiederum die Schrittweite eine wesentliche Rolle. Die gewählten  $5\ \mu\text{m}$  zeigen sich als gut geeignet für massive Verformungen. Für geringere Vorschädigungen könnte eine geringere Schrittweite zielführend sein.

Die OIM-Analysis-Orientierungs-Gradienten wurden als vergleichbare Technik exemplarisch an einem Fall angewendet. Auch sie zeigt einen starken Kontrast bei Vorliegen einer massiven Schädigung, jedoch ist ihr Ergebnis von verschiedenen, nicht immer steuerbaren Faktoren abhängig. Dargestellt wird die Orientierungsdifferenz zu einem frei gewählten Punkt innerhalb eines Kornes. Ein Problem ist dabei die Festlegung

des Referenzpunktes. Es stellt sich die Frage, wie dieser festgelegt wird. Die Mitte des Kornes ist sicherlich in den meisten Fällen eine gute Wahl, jedoch können auch dort durch Messrauschen (schlechte Pattern-Qualität) Fehler entstehen. Zudem ist es teilweise schwierig, die Darstellung zu reproduzieren. Eine weitere Einschränkung ist zudem, dass die Software die Korngrenzen erkannt haben muss, damit diese Analyse durchgeführt werden kann. Ist dies nicht der Fall, so können wahllos verschiedene Bereiche der Probe eingefärbt werden, ohne dass die Farbgebung einen Sinn ergibt. Wünschenswert wäre eine Software, die durch Bestimmung der mittleren Orientierung eines Kornes den Referenzpunkt festlegt und in Bezug zu diesem dann die Orientierungsgradienten berechnet.

Der Einsatz der MFM und NI-Technik, war der Versuch die beobachteten Strukturen auch mit anderen Verfahren abzubilden bzw. auch quantifizierbar zu machen. Die MFM-Technik lieferte dabei bei einem ersten Test Bilder, die mit ECCI-Abbildungen vergleichbar waren (PSB und *Flämmchen*). Im Zusammenspiel mit der NI könnten die mechanischen Eigenschaften extrem lokal gemessen, d. h. auch in PSBs gemessen werden. Jedoch sind beide Techniken momentan noch nicht reproduzierbar einsetzbar, dass diese Bestimmung von durch Verfestigungsmechanismen beeinflussten Daten möglich ist. Hierzu muss das Messraster der Nanoindentierung deutlich verringert werden. In diesem Bereich könnten weitere Arbeiten sehr interessant sein.

## 6.2 Simulation der Biegelinie und -spannungen

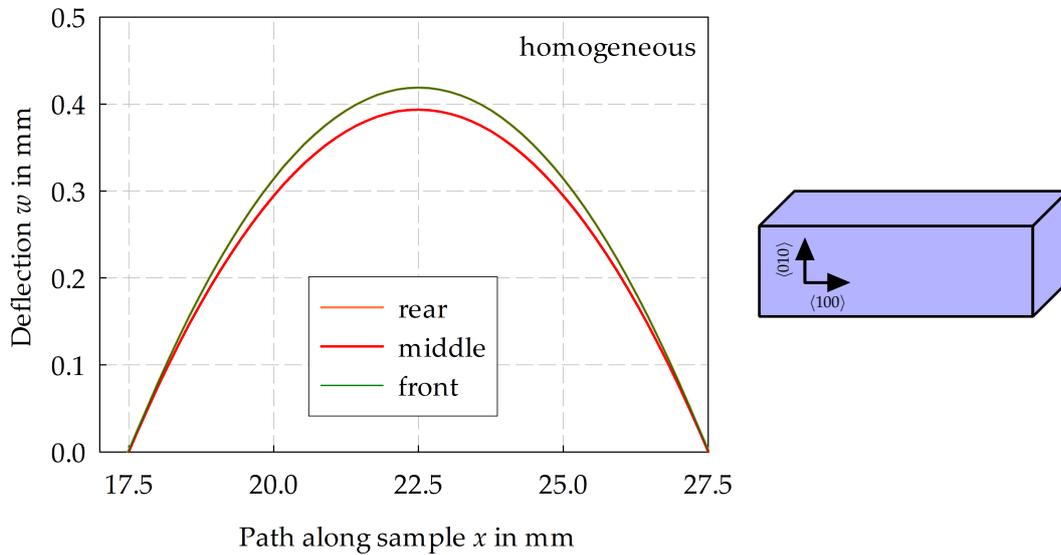
Die Durchbiegungs- und Spannungskurven von Biegeproben wurden mittels elastischer Rechnungen bestimmt. Dadurch können die Orte ermittelt werden, an denen die Plastizität zunächst einsetzt und zur Verfestigung führt. Betrachtet man eine homogene Biegeprobe (Einkristall), so befindet sich das Maximum der Biegelinie in der Mitte zwischen beiden inneren Auflagern, und die Biegelinien verlaufen symmetrisch um diesen Mittelpunkt (Abbildung 6.1 (a)). Dies gilt für alle betrachteten Pfade entlang

der Probe, die gemäß Abbildung 5.4 gekennzeichnet sind. Die Durchbiegungen der hinteren und vorderen Kanten sind identisch, jedoch liegt die des mittleren Messpfades leicht darunter. Dies ist darauf zurückzuführen, dass in der Mitte ein ebener Dehnungszustand, vorliegt wohingegen an den Rändern ebene Spannungszustände vorliegen. Dieser Effekt der niedrigeren Durchbiegungen des mittleren Messpfades ist bei allen dargestellten Durchbiegungskurven zu finden. Die Durchbiegungskurven der Ober- und Unterkanten entsprechen der Kurve der Mitte, weshalb aus Gründen der Übersichtlichkeit auf das Einzeichnen verzichtet wurde.

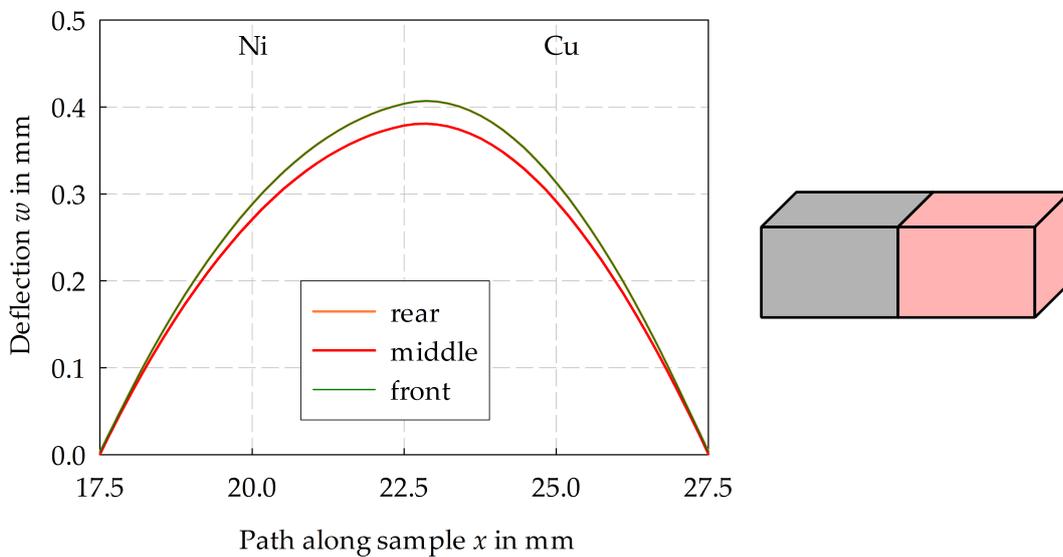
Ist die Biegeprobe ein Bikristall aus unterschiedlichen Werkstoffen (mit unterschiedlichen E-Moduln), wie in Abbildung 6.1 (b) für den Fall eines Ni-Cu-Bikristalls gezeigt, verschiebt sich das Maximum der Biegelinie in Richtung des *weicheren* Werkstoffs. Auch die Symmetrie verschwindet. Den gleichen Effekt bewirkt die Inkopatibilität an der Korngrenze, wenn ein Bikristall gleichen Werkstoffs mit unterschiedlichen Orientierungen simuliert wird (Abbildung 6.1 (c)). Das Maximum verschiebt sich hier leicht nach links, wiederum zur *weicheren* Orientierung. Wird die Korngrenze nunmehr als exzentrisch (Verschiebung um 2,5 mm nach rechts) angenommen (Abbildung 6.1 (d)), verschiebt sich auch das Maximum entsprechend des Betrags der Verschiebung nach rechts.

Die Einführung eines Inklinationswinkels  $\phi$  der Korngrenze bewirkt, dass die Durchbiegungen der vorderen und hinteren Kanten nicht mehr deckungsgleich sind, da dort die Korngrenzen an anderen Positionen  $x$  bezüglich des Messpfades liegen. Die gezeigten Fälle (Abbildung 6.1 (e) und 6.1 (f)) zeigen wiederum Verschiebungen des Maximums aufgrund des Orientierungsunterschiedes und der Exzentrizität, jedoch für Vorder- und Hinterkante unterschiedlich stark.

Die Simulation des elastisch-anisotropen Verhaltens bei der Durchbiegung eines Polykristalls zeigt alle zuvor beschriebenen Merkmale (Abbildung 6.1 (g)). Die Durchbiegungskurven der Vorderkante, Mitte und Hinterkante liegen deutlich weiter auseinander, da sie in diesem Fall nicht durch eine einzelne Verschiebung oder Verkipfung einer Korngrenze beeinflusst werden, sondern mehrere Korngrenzen mit unterschiedlichen Inklinationswinkeln auftreten können, welche die Effekte entweder verstärken oder abschwächen können. Durch die unterschiedlichen Lagen der Korngrenzen verschiebt



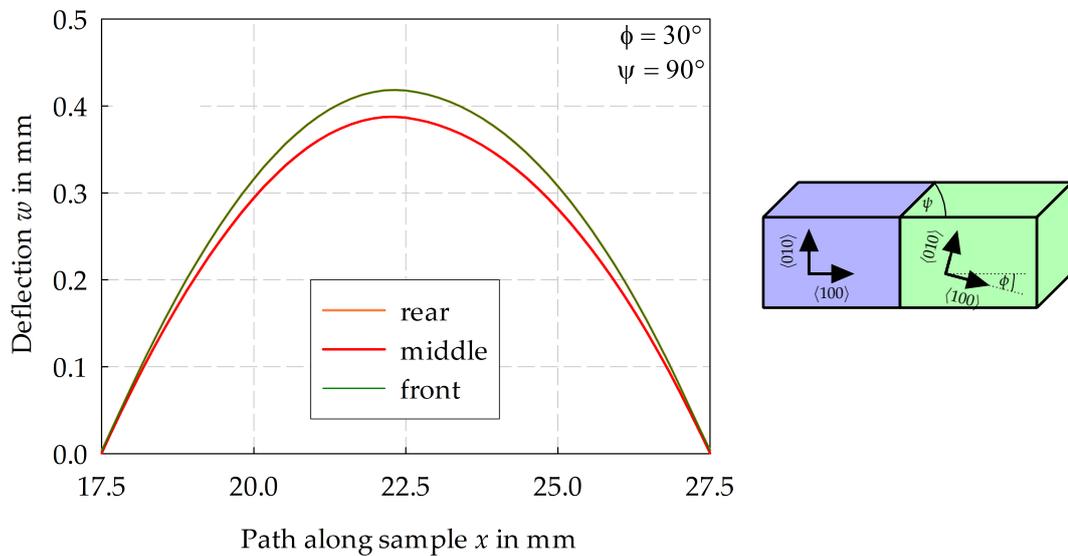
(a) Homogene Bedingungen.  
(a) *Conditions homogènes (sinusoïdale).*



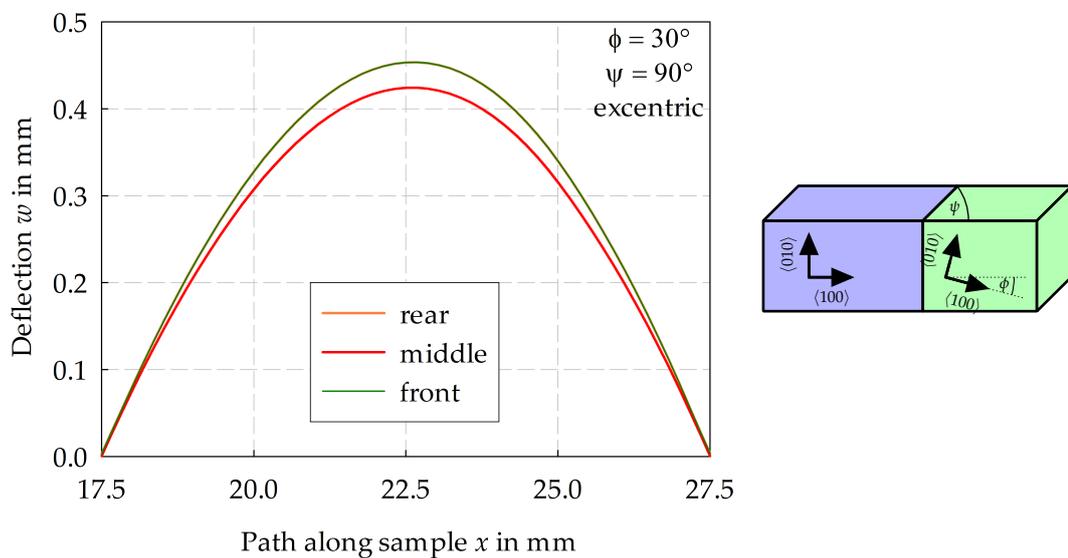
(b) Zwei unterschiedliche Werkstoffe Ni und Cu.  
(b) *Deux matériaux différents : Ni et Cu.*

Abbildung 6.1: Durchbiegung  $w$  entlang des Probenpfades zwischen den inneren Auflagern unterschiedlicher Probenmodelle.

FIGURE 6.1: *Flèche de déformation le long de l'échantillon.*

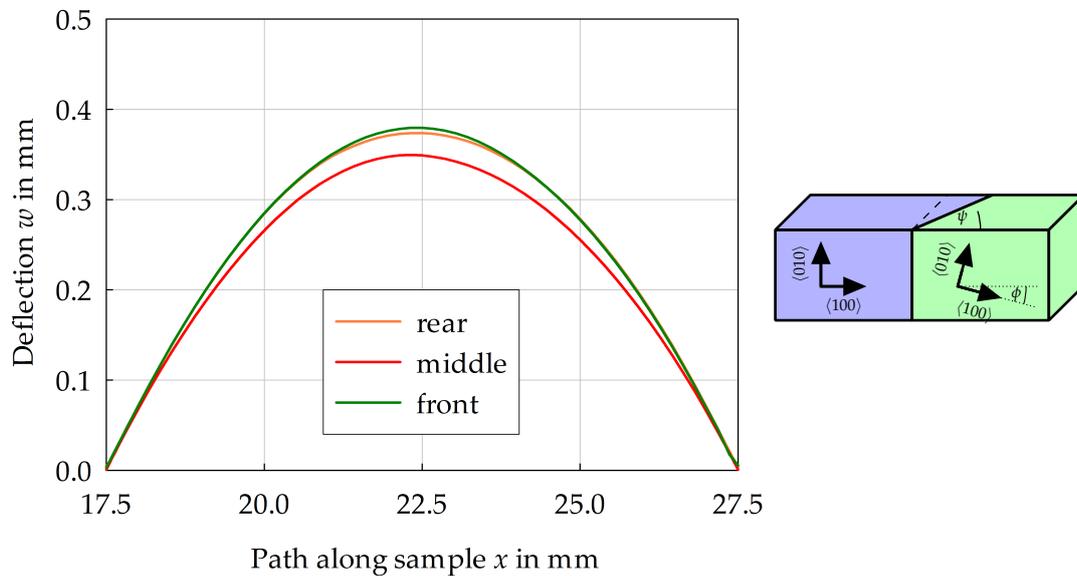


- (c) Senkrechte Korngrenze (Inklinationswinkel  $\psi = 90^\circ$ ) und Orientierungsunterschied von  $\phi = 30^\circ$ .  
 (c) *Joint de grains perpendiculaire (angle d'inclination  $\psi = 90^\circ$ ) et différence en orientation de  $\phi = 30^\circ$ .*

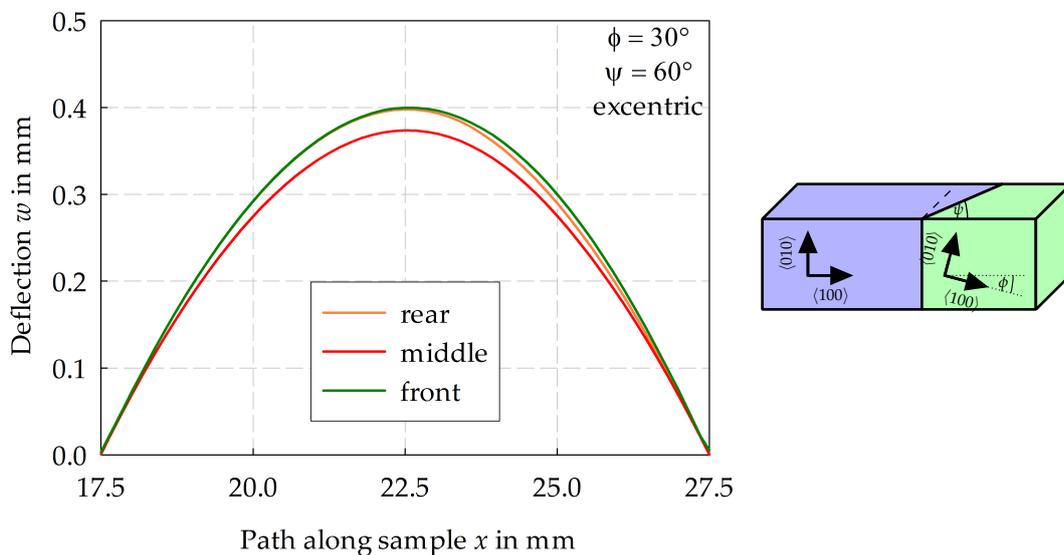


- (d) Senkrechte exzentrische Korngrenze (Inklinationswinkel  $\psi = 90^\circ$ ) und Orientierungsunterschied von  $\phi = 30^\circ$ .  
 (d) *Joint de grains perpendiculaire excentrique (angle d'inclination  $\psi = 90^\circ$ ) et différence en orientation de  $\phi = 30^\circ$ .*

Abbildung 6.1: (Fortsetzung) Durchbiegung  $w$  entlang des Probenpfades zwischen den inneren Auflagern unterschiedlicher Probenmodelle.

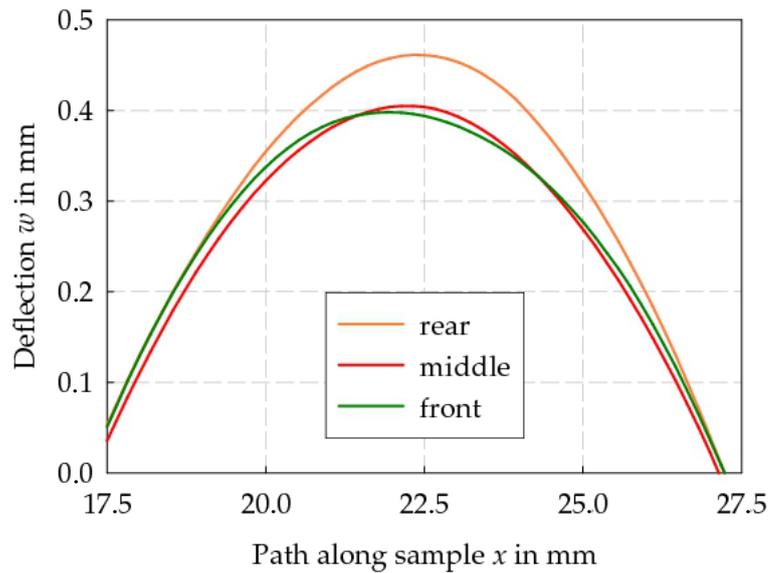


- (e) Korngrenze mit Inklinationswinkel  $\psi = 60^\circ$  und Orientierungsunterschied von  $\phi = 30^\circ$ .  
 (e) Joint de grains avec un angle d'inclination  $\psi = 60^\circ$  et différence en orientation de  $\phi = 30^\circ$ .



- (f) Exzentrische Korngrenze mit Inklinationswinkel  $\psi = 60^\circ$  und Orientierungsunterschied von  $\phi = 30^\circ$ .  
 (f) Joint de grains excentrique avec un angle d'inclination  $\psi = 60^\circ$  et différence en orientation de  $\phi = 30^\circ$ .

Abbildung 6.1: (Fortsetzung) Durchbiegung  $w$  entlang des Probenpfades zwischen den inneren Auflagern unterschiedlicher Probenmodelle.



(g) Realer Polykristall.  
(g) *Polycristal réel.*

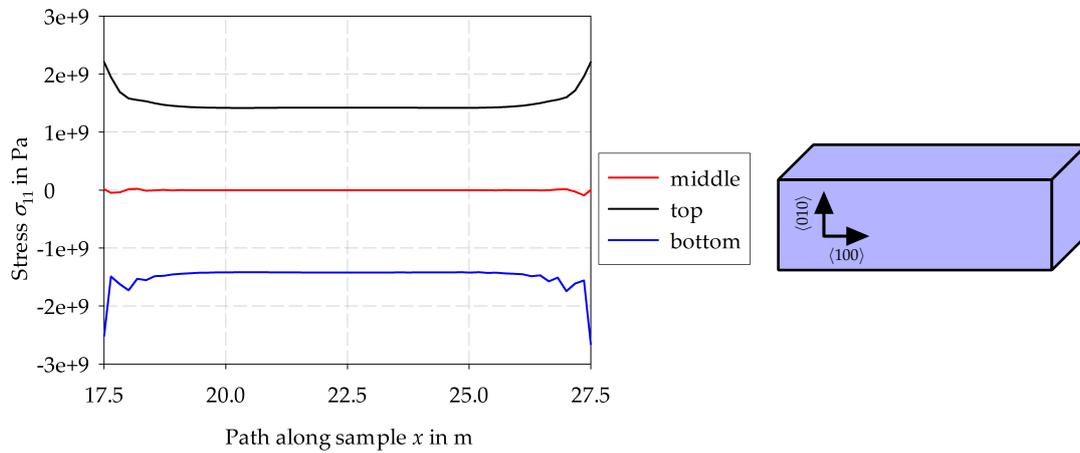
Abbildung 6.1: (Fortsetzung) Durchbiegung  $w$  entlang des Probenpfades zwischen den inneren Auflagern unterschiedlicher Probenmodelle.

FIGURE 6.1: (Continuation) Flèche de déformation le long de l'échantillon.

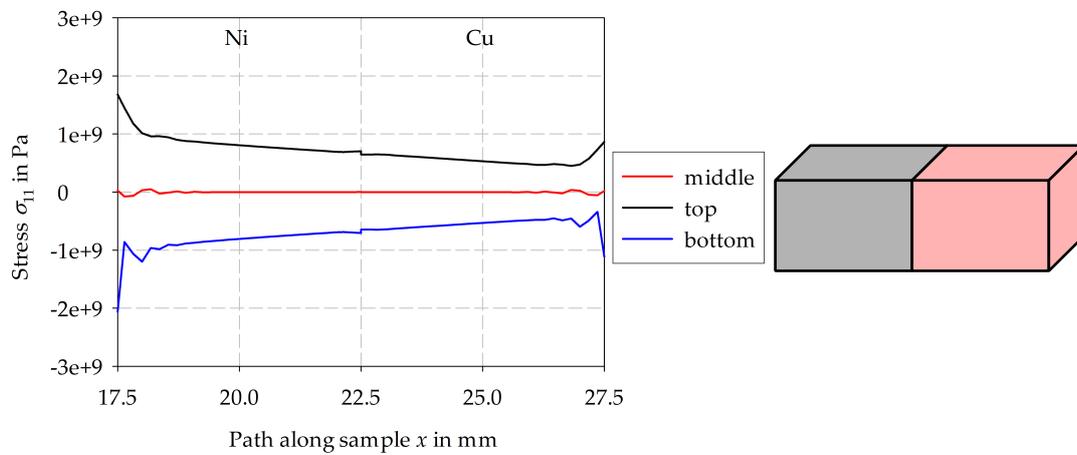
sich das Maximum der betrachteten Pfade unterschiedlich stark und auch die Kurven weichen unterschiedlich stark von ihrer symmetrischen Form ab.

Die Korngröße des simulierten realen Polykristalls ist relativ groß, wodurch diese Effekte deutlich erkennbar sind. Bei Verkleinerung der Korngröße ist zu erwarten, dass diese Effekte aufgrund der gegenseitigen Auslöschung immer kleiner werden.

Zur Betrachtung des Spannungsverlaufs sollen nun die Messpfade auf den Ober- und Unterkanten sowie der mittlere Messpfad benutzt werden. Die Spannungskurven der vorderen und hinteren Kanten sind in den Fällen mit senkrechten Korngrenzen deckungsgleich zum mittleren Messpfad und werden zur besseren Übersicht weggelassen. In den Fällen von nicht senkrechten Korngrenzen variieren die vorderen und hinteren Spannungsverläufe von den mittleren aufgrund der jeweils anderen Position  $x$  der Korngrenze. Diese Spannungskurven sind dementsprechend zusätzlich in die Diagramme eingezeichnet.



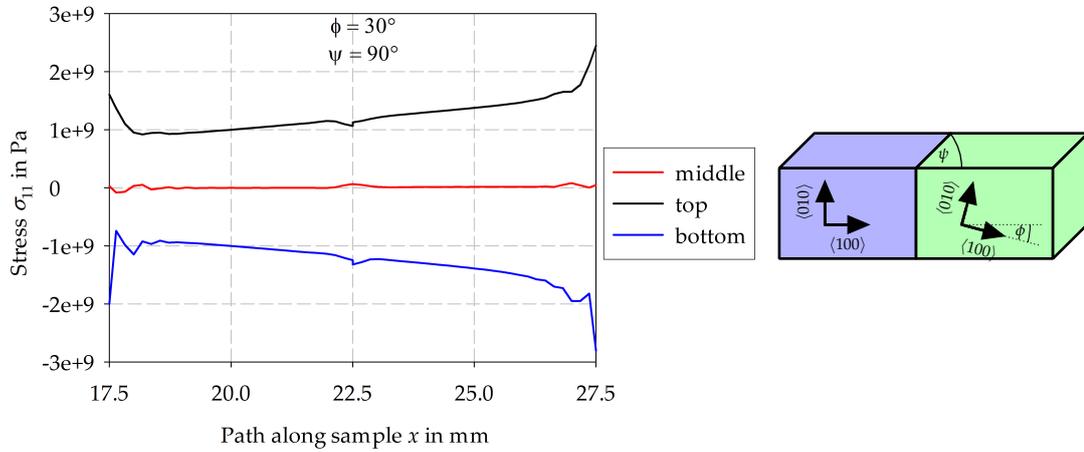
(a) Isotrope Bedingungen.  
 (a) *Conditions homogènes.*



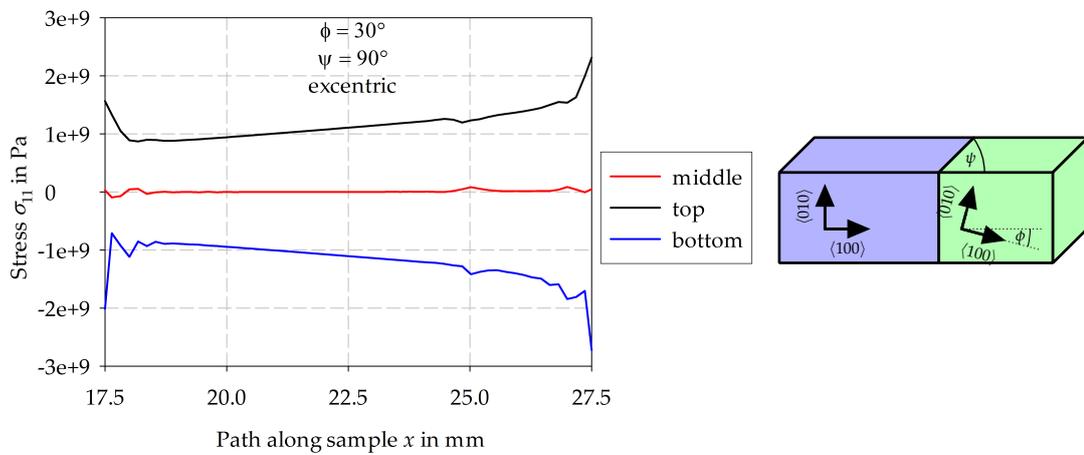
(b) Zwei unterschiedliche Werkstoffe Ni und Cu.  
 (b) *Deux matériaux différent : Ni et Cu.*

Abbildung 6.2: Spannung  $\sigma_{11}$  entlang des Probenpfades zwischen den inneren Auflagern.

FIGURE 6.2: *Contraintes de flexion le long de l'échantillon.*



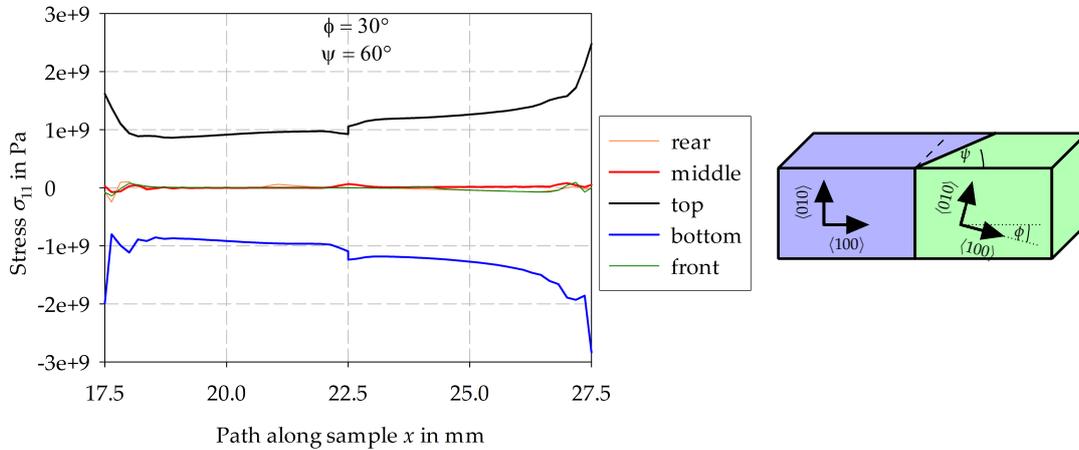
- (c) Senkrechte Korngrenze (Inklinationswinkel  $\psi = 90^\circ$ ) und Orientierungsunterschied von  $\phi = 30^\circ$ .
- (c) Joint de grains perpendiculaire (angle d'inclination  $\psi = 90^\circ$ ) et différence en orientation de  $\phi = 30^\circ$ .



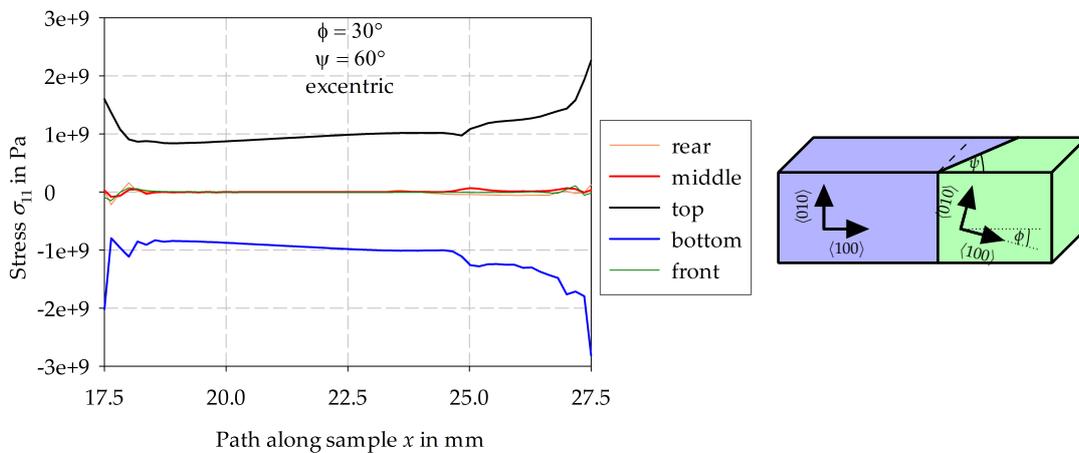
- (d) Senkrechte exzentrische Korngrenze (Inklinationswinkel  $\psi = 90^\circ$ ) und Orientierungsunterschied von  $\phi = 30^\circ$ .
- (d) Joint de grains perpendiculaire excentrique (angle d'inclination  $\psi = 90^\circ$ ) et différence en orientation de  $\phi = 30^\circ$ .

Abbildung 6.2: (Fortsetzung) Spannung  $\sigma_{11}$  entlang des Probenpfades zwischen den inneren Auflagern.

FIGURE 6.2: (Continuation) Contraintes de flexion le long de l'échantillon.



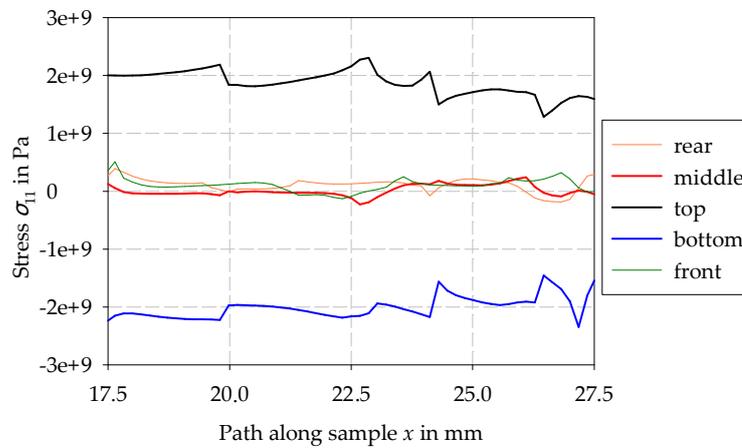
(e) Bikristall mit Inklinationswinkel  $\psi = 60^\circ$  und Orientierungsunterschied von  $\phi = 30^\circ$ .  
 (e) *Joint de grains avec un angle d'inclination  $\psi = 60^\circ$  et différence en orientation de  $\phi = 30^\circ$ .*



(f) Bikristall mit exzentrischer Korngrenze mit Inklinationswinkel  $\psi = 60^\circ$  und Orientierungsunterschied von  $\phi = 30^\circ$ .  
 (f) *Joint de grains excentrique avec un angle d'inclination  $\psi = 60^\circ$  et différence en orientation de  $\phi = 30^\circ$ .*

Abbildung 6.2: (Fortsetzung) Spannung  $\sigma_{11}$  entlang des Probenpfades zwischen den inneren Auflagern.

FIGURE 6.2: (Continuation) Contraintes de flexion le long de l'échantillon.



(g) Realer Polykristall.

(g) *Polycristal réel.*

Abbildung 6.2: (Fortsetzung) Spannung  $\sigma_{11}$  entlang des Probenpfades zwischen den inneren Auflagern.

FIGURE 6.2: (Continuation) *Contraintes de flexion le long de l'échantillon.*

Die Simulation einer homogenen Biegeprobe ergibt eine Spannungsverteilung, die zwischen den beiden inneren Auflagern sowohl für die Ober- und Unterkanten als auch den mittleren Messpfad konstant verläuft (Abbildung 6.2 (a)). Die Abweichungen in der direkten Umgebung der inneren Auflager entstehen durch die dortige Einbringung der Last. Wie es bei einem Biegeversuch zu erwarten ist, herrschen an der Oberkante der Probe Zugspannungen ( $\sigma_{11}^{\text{top}} > 0$ ) und an der Unterkante Druckspannungen ( $\sigma_{11}^{\text{bottom}} < 0$ ). Auf dem mittleren Pfad ist  $\sigma_{11}^{\text{middle}} = 0$ , dort liegt demnach die neutrale Faser.

Betrachtet man nun den Bikristall mit den mechanischen Eigenschaften von Ni und Cu (Abbildung 6.2 (b)), fällt auf, dass nur noch der mittlere Pfad die konstante Spannung der neutralen Faser ( $\sigma_{11} = 0$ ) besitzt. Diese ist über den kompletten Bereich zwischen den inneren Auflagern konstant. Die Spannungen an der Ober- und Unterkante nehmen vom Betrag her vom Ni zum Cu nahezu linear ab. Hier ist an der Position der Korngrenze ( $x = 22,5$  mm) eine Stufe zu finden. Das *weichere* Cu erfährt eine betragsmäßig geringere Spannung, um die aufgebrachte Biegung zu erreichen. Dies ist konsistent mit dem Verlauf der Durchbiegung, die eine Verschiebung des

Biegemaximums zum Cu und einen kleineren Krümmungsradius im Cu zeigt (Abbildung 6.1 (b)).

Im Bikristall zweier unterschiedlicher Orientierungen, die senkrecht aufeinander treffen (Abbildung 6.2 (c)), ist das gleiche Phänomen zu finden. Der *weichere* linke Bereich erfährt die betragsmäßig geringeren Spannungen. Der Vergleich mit derselben Orientierungsanordnung aber einer exzentrischen Korngrenze (Abbildung 6.2 (d)) zeigt, dass dort die Peaks in den Spannungen zur Position der Korngrenze (von 22,5 zu 25 mm) verschoben ist.

Die Änderung des Inklinationswinkels  $\psi$  bewirkt einen stärkeren Spannungssprung an der Position der Korngrenze (Abbildung 6.2 (e) und (f)). Des Weiteren sind, wie schon erwähnt, die Kurven der Vorder- und Hinterkante aufgrund der jeweils unterschiedlichen Position der Korngrenze nicht mehr deckungsgleich zum mittleren Pfad.

Betrachtet man den realen Polykristall, wie in der Orientierungskarte in Abbildung 5.2 (c) gezeigt, so treten alle beschriebenen Effekte gleichzeitig auf (Abbildung 6.2 (g)). An den Orten der Korngrenzen befinden sich Spannungsspitzen, die sich je nach Lage der Korngrenzen (an der Vorderkante, in der Mitte oder an der Hinterkante) verschieben. Da alle Körner einen gewissen Inklinationswinkel besitzen, sind diese deutlich zu erkennen. Die Höhe der an den Korngrenzen vorliegenden Spannungssprünge ist signifikant höher als bei allen zuvor berechneten Bikristallkombinationen. Insbesondere zeigen auch die Vorder- und Hinterkante (front, rear) eine deutliche Abweichung der Spannung in Bezug zur geometrisch neutralen Faser (middle). Dies lässt sich durch das Vorhandensein von Tripelpunkten und die in unterschiedlichen Richtungen auftreffenden Korngrenzen erklären. Dadurch wird die Geometrie der Probe im Vergleich zu den Modell-Bikristallen um einiges komplexer. Dies begründet wiederum die Schädigungsanfälligkeit von Korngrenzen aufgrund der dort vorliegenden Spannungsüberhöhungen.

Vergleicht man nun die Diagramme der Durchbiegung und der Biegespannungen der Modellgeometrien und des realen Polykristalls miteinander, fallen deutliche Unterschiede auf. Die Biegelinien unterscheiden sich für die verschiedenen Fälle nur

durch leichte Verlagerungen der einzelnen betrachteten Durchbiegungspfade. Auf die Lage der vorhandenen Korngrenzen kann durch die Durchbiegungsdiagramme kein Hinweis erhalten werden. Die Korngrenzenposition lässt sich jedoch direkt aus den Diagrammen der Biegespannungen ablesen. Insbesondere der Polykristall zeigt an den Korngrenzen deutliche Spannungssprünge, die auf die dort vorliegenden Inkompatibilitätsspannungen hinweisen.

### 6.3 Experimentell bestimmte Biegelinie

Die gemessenen Biegelinien mit Auftragung der Durchbiegung  $w$  gegen den Abstand zur Probenmitte  $d$  sind in Abbildung 6.3 dargestellt. Eingezeichnet sind die Biegelinien der fünf inkrementellen Biegeschritte von 1 bis 5 mm bei der Maximaldurchbiegung im belasteten Zustand. Die Linie stellt jeweils die Mittelwertskurve (geometrisch neutrale Faser) der beiden als Punkte dargestellten Messungen von Ober- und Unterkante der Biegeprobe dar. Die Normierung auf die Position der inneren Auflager zeigt sich dadurch, dass sich alle Kurven an diesen beiden Positionen ( $d = -5$  und  $d = 5$  mm) schneiden.

Durch die spezielle geometrische Anordnung der Probe in Bezug auf den Elektronenstrahl und den Detektorschirm bei der EBSD-Messung ergibt sich bei den Ergebnissen ein Effekt in der Darstellung der Ergebnisse, der mitberücksichtigt werden muss (Abbildung 6.4). Die Probe befindet sich weder senkrecht zum Detektorschirm noch zum einfallenden Elektronenstrahl, sondern sitzt auf einem Probenhalter, der einen Neigungswinkel von  $70^\circ$  aufweist. Dies beeinflusst die gemessene Geometrie bei flachen Proben nicht, führt jedoch bei gebogenen Proben dazu, dass sie auch in der zugehörigen EBSD-Karte (Abbildungen 6.5 und 6.6) gebogen aussehen. Es wird (soweit nicht speziell angemerkt) jeweils die Probenoberfläche dargestellt (nicht die Kante), die bei senkrechter Betrachtung ihre rechteckige Ausgangsform bei der Biegung behält, jedoch durch die  $20^\circ$  Neigung in Blickrichtung eine visuelle Verzerrung erfährt. Dieser auf den EBSD-Bildern deutlich zu erkennende Effekt ist rein makroskopisch geometrisch, muss entsprechend bei der Auswertung der Daten ignoriert werden.

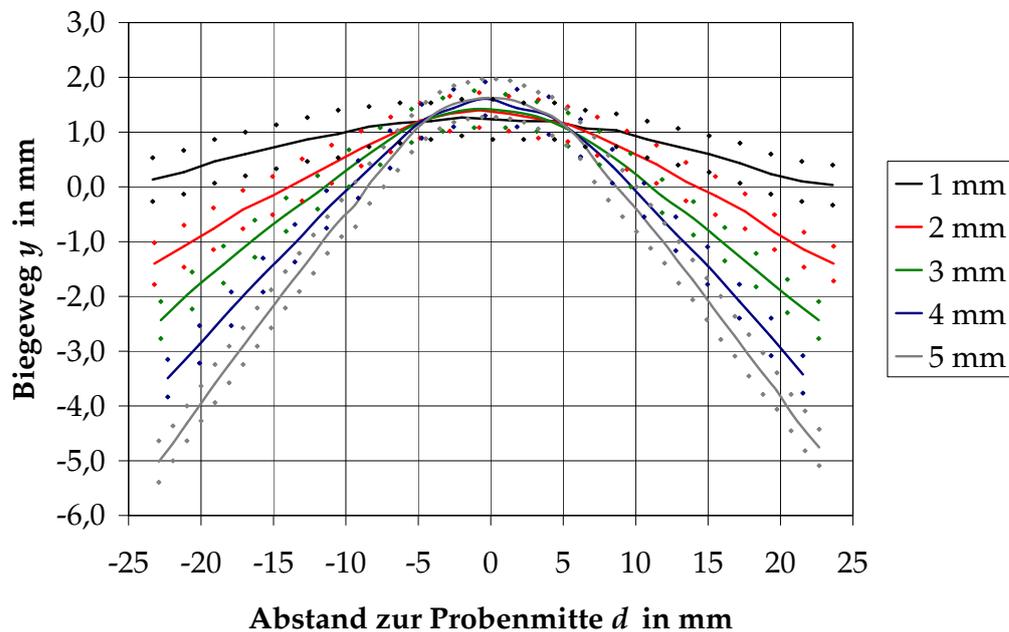
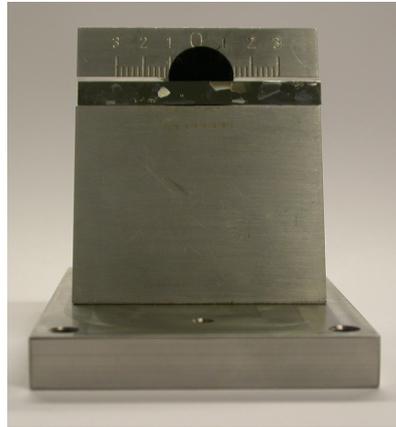


Abbildung 6.3: Aus Abb. 5.5 ermittelte Biegelinien nach den inkrementellen Biegeschritten.

FIGURE 6.3: *Lignes de flexion du test incrémental de flexion.*

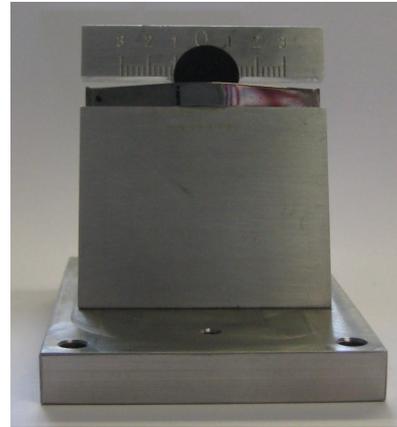
Die Orientierungskarten (Abbildung 6.5 (a)–(l)) ändern sich während des Biegens nur unwesentlich. Ausgehend von der Probenmitte treten Änderungen der Farbgebung, die auf Orientierungsänderungen der Körner basieren, im linken und rechten äußeren Bereich auf. Dort ist alleine durch die geometrischen Gegebenheiten einer gebogenen Probe – montiert auf einem  $70^\circ$  EBSD-Probenhalter – eine Änderung der Orientierung zu erwarten. Durch diese geometrischen Verhältnisse werden auch die äußeren Körner am stärksten verzerrt dargestellt. Diese Verzerrung ist in diesem Bereich nicht auf eine plastische Formänderung zurückzuführen.

Dass sich die Orientierung nicht ändert, wie es farblich anhand der Bilder zunächst anzunehmen ist, kann anhand der OGM-Aufnahmen (Abbildung 6.6) bestätigt werden. Einer Änderung der Orientierung in einem Korn müsste hier eine lokale Orientierungsänderung im Korn vorausgehen, was bei keinem Biegeschritt der Fall ist. Befinden sich im OGM eines Biegeschritts Orientierungsgradienten in einem Korn, so ist bei der Mes-



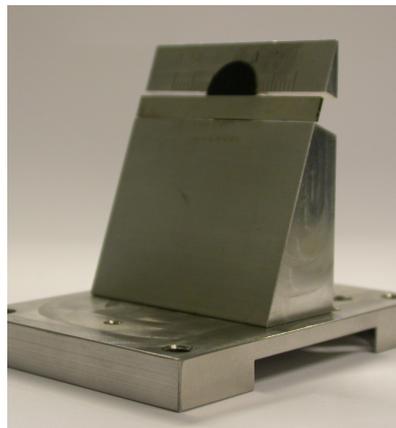
(a) gerade Probe in Frontalansicht.

(a) *Échantillon en ligne en vue de face.*



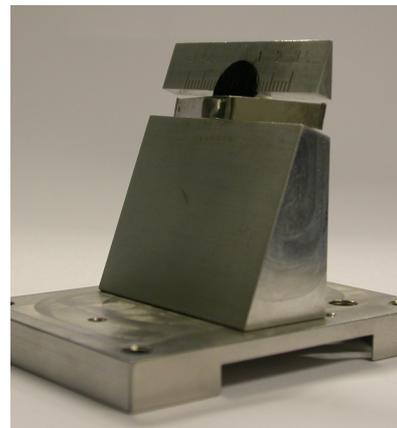
(b) gebogene Probe in Frontalansicht.

(b) *Échantillon plié en vue de face.*



(c) gerade Probe in Seitenansicht.

(c) *Échantillon en ligne en vue de côté.*

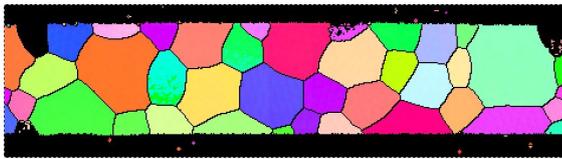


(d) gebogene Probe in Seitenansicht.

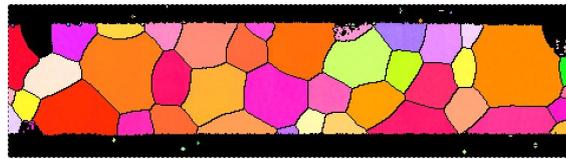
(d) *Échantillon plié en vue de côté.*

Abbildung 6.4: Zur Erläuterung der gebogenen EBSD-Karten.

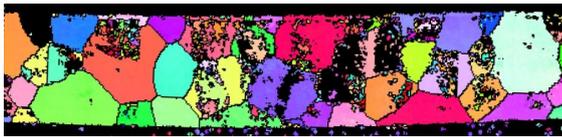
FIGURE 6.4: *Pour expliquer les cartes EBSD courbée.*



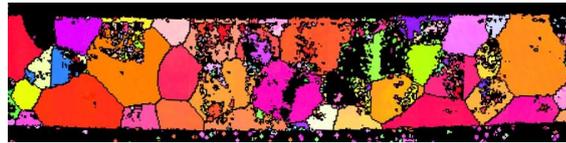
(a) EBSD [100], 0 mm.



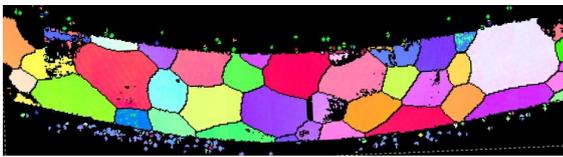
(b) EBSD [010], 0 mm.



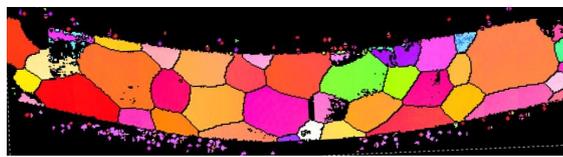
(c) EBSD [100], 1 mm.



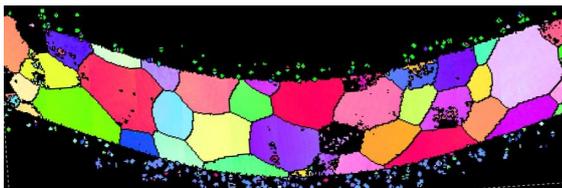
(d) EBSD [010], 1 mm.



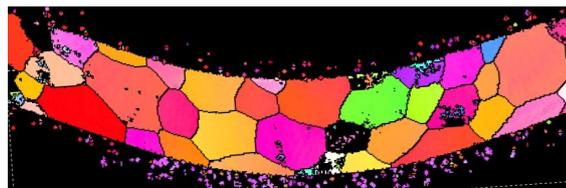
(e) EBSD [100], 2 mm.



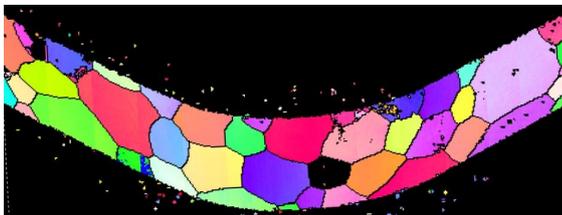
(f) EBSD [010], 2 mm.



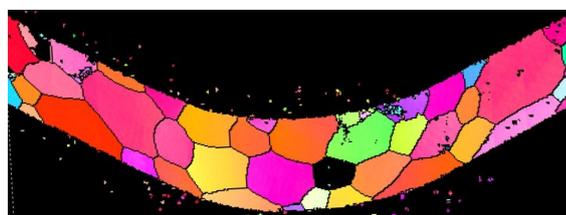
(g) EBSD [100], 3 mm.



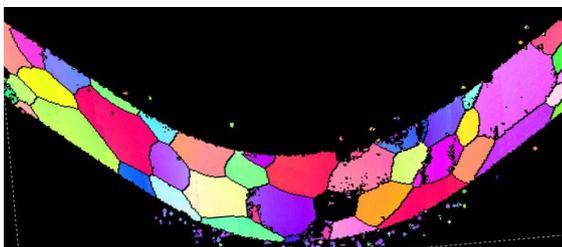
(h) EBSD [010], 3 mm.



(i) EBSD [100], 4 mm.



(j) EBSD [010], 4 mm.



(k) EBSD [100], 5 mm.



(l) EBSD [010], 5 mm.

Abbildung 6.5: EBSD der unterschiedlichen Durchbiegungen.

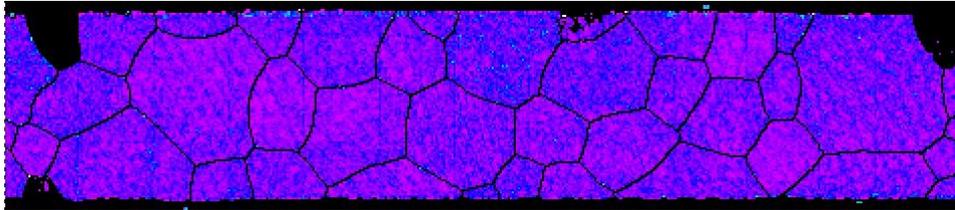
FIGURE 6.5: EBSD des flèches différents.

sung des darauf folgenden Biegeschritts dieser Hinweis auf besonders ausgeprägte plastische Verformung an völlig anderen Stellen zu finden.

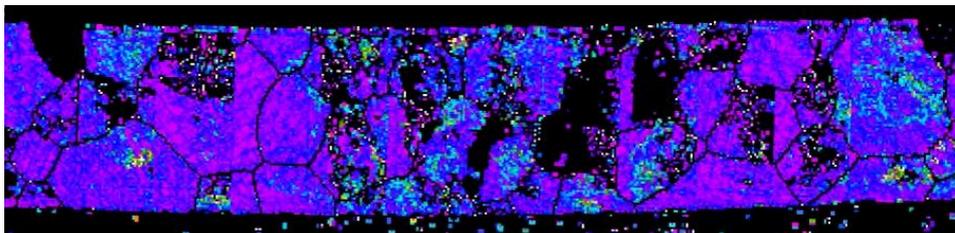
Auffällig anhand dieser Messungen ist auch, dass die Qualität der EBSD-Messungen ein wesentlicher Aspekt ist. So ist die EBSD-Messung nach 1 mm Durchbiegung (Abbildung 6.5 (c), (d), 6.6 (b)) stark gestört, was sich in einer höheren Anzahl an Orten mit Orientierungsgradienten, aber auch einer höheren Zahl nicht messbarer Orte äußert. Dass bei der stärksten Durchbiegung in den OGM-Messungen (Abbildung 6.6 (f)) regelmäßige Muster von Orientierungsgradienten auftreten, die in keiner Weise mit der Kornstruktur korrelieren, lässt sich auf die Erstellung dieser Bilder zurückführen. Die Gesamtmessung ist, aufgrund der Messung der kompletten Probenoberfläche, aus 14 Einzelmessungen, die miteinander verbunden werden, aufgebaut. Bei diesem überlappenden Verbinden der Messdaten können durch Schwankungen beim REM-Betrieb Änderungen auftreten, die zu den sichtbaren streifenartigen Artefakten führen.

Prinzipiell entspricht dieser Versuch der OGM-Untersuchung des Zugversuchs in [Hen07], da auf der betrachteten Oberfläche der Biegeprobe eine Zugspannung herrscht. Dennoch sind die hier bei der Biegung zu beobachtenden Effekte im Vergleich zum Zugversuch so gering, dass im OGM keine Kontraste erkennbar sind. Dies liegt im Wesentlichen daran, dass die mit dem Biegemodul erzielbaren plastischen Dehnungen sehr gering sind. Nach [Bra06] sind mindestens 5 % Verformung nötig, um mittels OGM deutliche Kontraste erkennen zu können. Der Verfahrensweg der äußeren Auflager ist auf maximal 5 mm beschränkt, wodurch der erzielbare Biegeradius und damit die plastische Dehnung beschränkt ist. Konstruktive Änderungen an dem Biegeaufbau können diese Problematik überwinden, wie in [Kup09] gezeigt wird.

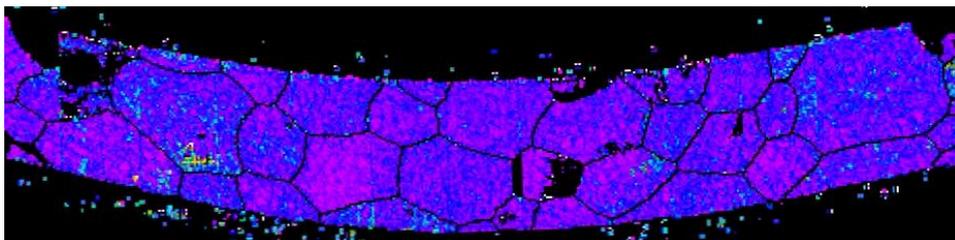
Der Blick mittels EBSD auf die Probenkante nach einer maximalen Durchbiegung von 5 mm ist in Abbildung 6.7 zu sehen. Deutlich erkennbar ist, dass die Korngrenzen (wie gewünscht) nahezu senkrecht durch die Biegeprobendicke verlaufen. Es existieren Orte, an denen farbliche Änderungen in den EBSD-Aufnahmen (Abbildung 6.7 (a), (b)) und den Orientierungsgradienten (Abbildung 6.7 (c)) auftreten. Dies ist hier offensichtlich insbesondere in den größeren Körnern der Fall. An den kleinen Körnern, die



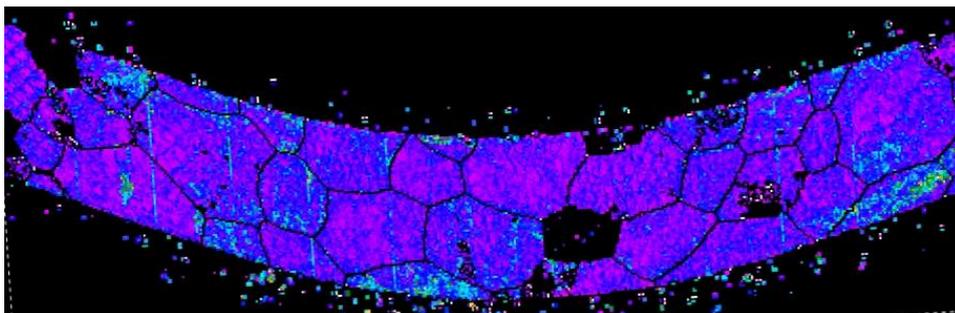
(a) 0 mm.



(b) 1 mm.



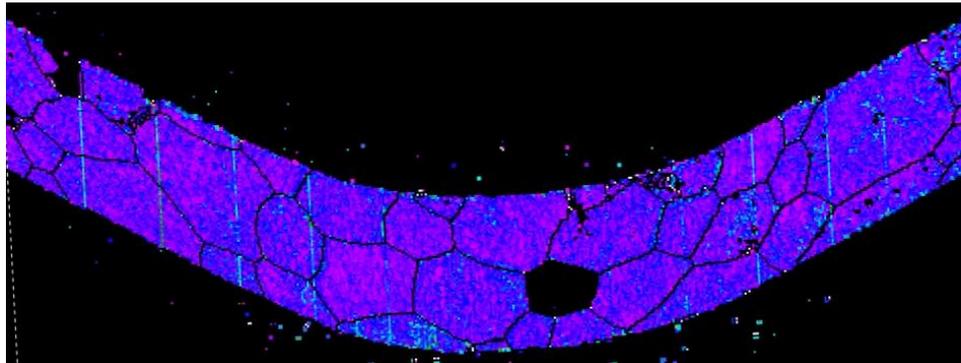
(c) 2 mm.



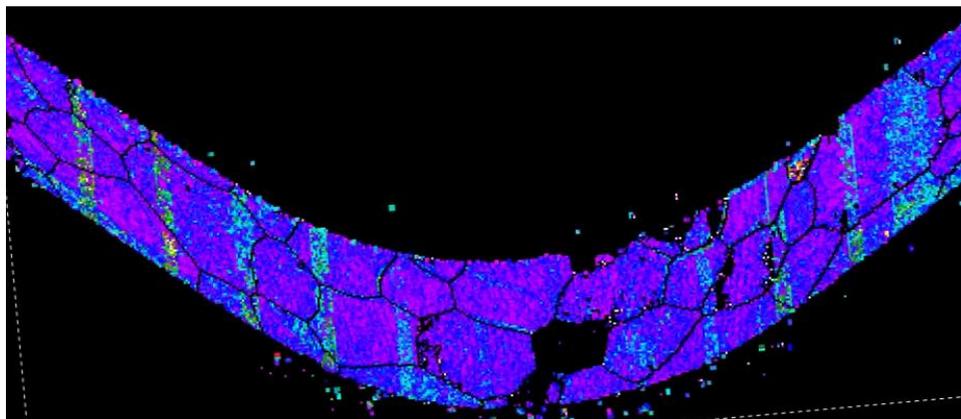
(d) 3 mm.

Abbildung 6.6: OGM (GradMag4) der unterschiedlichen Durchbiegungen.

FIGURE 6.6: OGM (GradMag4) des flèches différents.



(e) 4 mm.



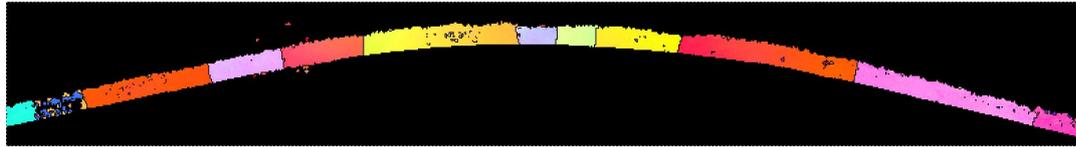
(f) 5 mm.

Abbildung 6.6: (Fortsetzung) OGM (GradMag4) der unterschiedlichen Durchbiegungen.

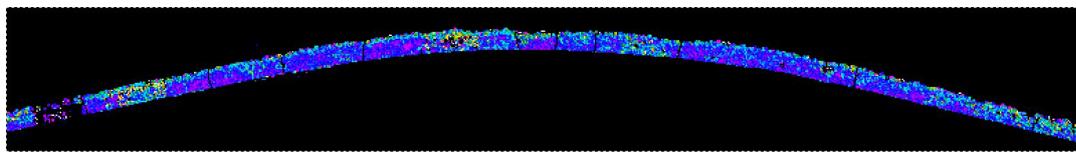
FIGURE 6.6: (Continuation) OGM (GradMag4) des flèches différents.



(a) EBSD [100], 5 mm.



(b) EBSD [010], 5 mm.



(c) GradMag3, 5 mm.

Abbildung 6.7: Ansicht der Probenkante.  
 FIGURE 6.7: *Vue sur le bord de l'échantillon.*

sich in der Mitte der Probe, also im Bereich der maximalen Durchbiegung befinden, ändert sich nichts. In diesem Fall können die Orientierungsänderungen nicht auf die veränderte Lage auf dem EBSD-Probenhalter zurückgeführt werden. Die betrachtete Kante ist hier gleichmäßig um den typischen  $70^\circ$  Winkel geneigt.

Als weiterer Einflussfaktor kann auch die Kraftaufbringung durch die Auflager ausgeschlossen werden. Wie in Abbildung 6.8 deutlich erkennbar ist, liegen die inneren Auflager im Vergleich zu den Orten der Orientierungsänderung etwas weiter außen.

Daraus kann trotz der relativ geringen aufgebrauchten Dehnungen ein Hinweis darauf gefunden werden, dass im Biegeversuch ähnliche Phänomene wie im Zugversuch anzutreffen sind. Auch hier scheint die Plastizität in den großen Körnern zu beginnen. Genauere Aussagen sind jedoch nur möglich, wenn man zu größeren Verformungen übergeht.

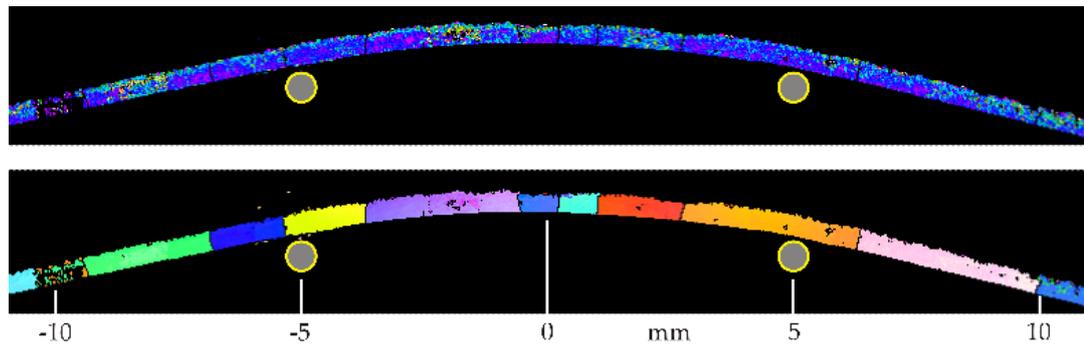
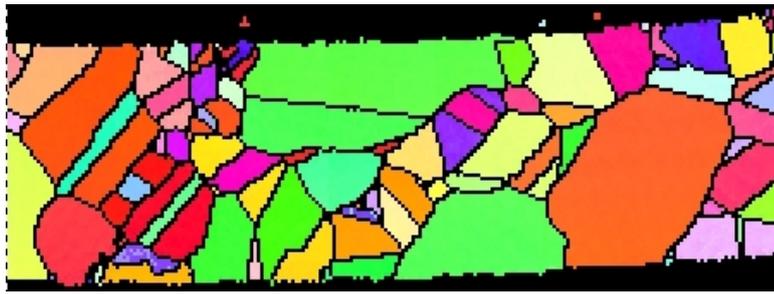


Abbildung 6.8: Anordnung der Auflager beim Biegeversuch.  
FIGURE 6.8: Arrangement des supports dans l'essai de flexion.

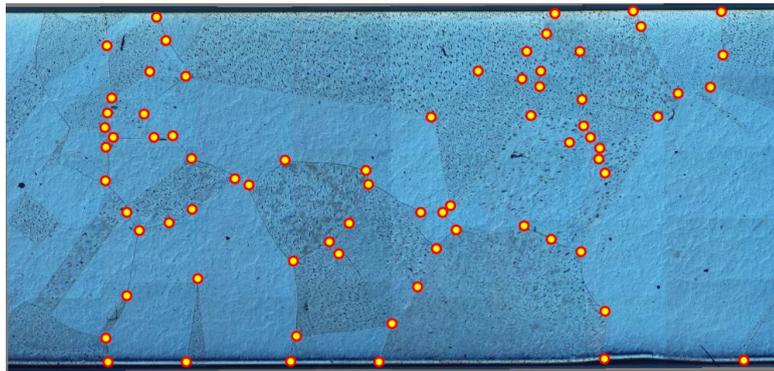
## 6.4 Vergleich ECCI – Simulation

Im Rahmen dieser Arbeit wurde der durchaus komplexe Vorgang der Ermüdungsschädigung durch ein möglichst einfaches und dadurch schnelles Simulationskonzept abgebildet. Während die Belastung stark vereinfacht in die Simulationen eingeht, wurde bei der Probengeometrie auf möglichst exakte Wiedergabe der Realität geachtet. In den Simulationen des rein elastisch-anisotropen Materialverhaltens wurden die von Mises Vergleichsspannungen ausgewertet, um die Inkompatibilitätsspannungen an realitätsnahen Proben zu berechnen. Diese Invariante des Spannungstensors ist ein Maß für die in das Material eingebrachte elastische Gestaltänderungsenergie. Plastisches Fließen tritt am wahrscheinlichsten dort auf, wo diese Energie besonders groß wird.

Die Kornstruktur der Grobkorn-geglühten Nickel-Proben lässt sich nach dem Glühen mit bloßem Auge erkennen. Zur Ermittlung einer Kornkarte würde eine Digitalkamera-Aufnahme geeigneter Auflösung ausreichen. Jedoch ist es aufgrund der Reflektivität der Probe nahezu unmöglich, eine Digitalkameraaufnahme zu erhalten, die gleichmäßig ausgeleuchtet ist und auf der alle wichtigen Merkmale zu finden sind. Aus diesem Grund und zum Erzielen einer optimalen Genauigkeit wird die Messfläche an der Oberseite der Probe mit dem Lichtmikroskop im DIC-Kontrast aufgenommen. Für eine Oberfläche der Probe ist die Aufnahme vieler Bildausschnitte nötig, die anschließend mit der Software PICTUREPASTER zusammengesetzt werden. Durch den DIC-Kontrast



(a) [EBSD [100]].



(b) Lichtmikroskopie (DIC) mit Markierung der Tripelpunkte.

Abbildung 6.9: Eingangsdaten zur Erzeugung einer realen Probengeometrie zur Simulation.

FIGURE 6.9: *Données d'entrée de simulation pour la géométrie de l'échantillon réel.*

sind die Korngrenzen gut sichtbar, und die Bilder lassen sich anhand überlappender in beiden Bildern vorhandenen Charakteristika kombinieren. Diese Bilddatei dient als Grundlage für die Erstellung einer Kornkarte mit DEFMEASURE.

Die wesentlichen Daten, die aus den lichtmikroskopischen Aufnahmen in die Simulationen eingehen, sind die Tripelpunkte und deren Kornzugehörigkeit. Mittels DEFMEASURE werden diese Positionen und die Zuordnung ausgewertet (Abbildung 6.9 (b)). Daraus erhält man dementsprechend eine geometrische Kornkarte.

Für das FEM-Modell werden weiterhin die Orientierungen der Körner benötigt, die mittels EBSD bestimmt werden. Aus der gemessenen Orientierungskarte (Abbildung 6.9 (a)) können die Euler-Winkel in DEFMEASURE eingetragen werden. Da es sich bei den Messungen um grobkörnige Proben handelt, sind Schrittweiten bei

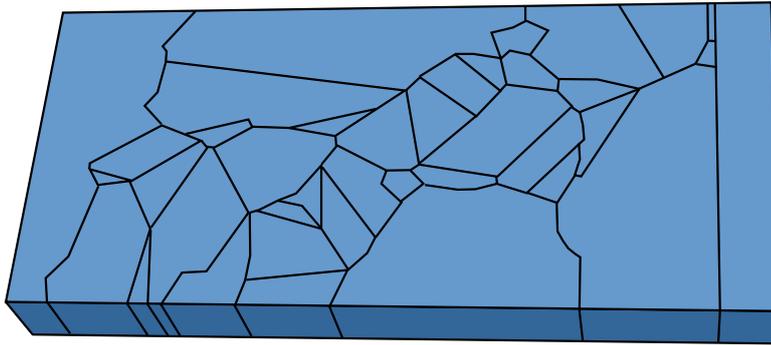
der EBSD-Messung von 30  $\mu\text{m}$  normalerweise ausreichend, um alle Körner der Probe zu erfassen. Der Messbereich ist durch die Messung der gesamten Probenoberfläche wiederum sehr groß, so dass die Messung aus mehreren Einzelmessungen besteht, deren Orientierungswerte mittels ANG\_STITCHER zusammengefügt werden und die Orientierungskarte der gesamten Probe ergibt.

Die in der Orientierungsmessung gemessenen Euler-Winkel werden für jedes erkannte Korn gemittelt und an ein Programm zur Erstellung eines Python-Skripts übergeben. Hinzu kommen die Korngrenzen, die als Korngrenzenliste als Python-Skript aus DEFMEASURE exportiert werden. Das daraus kombinierte fertige Python-Skript wird dann innerhalb von ABAQUS/CAE ausgeführt.

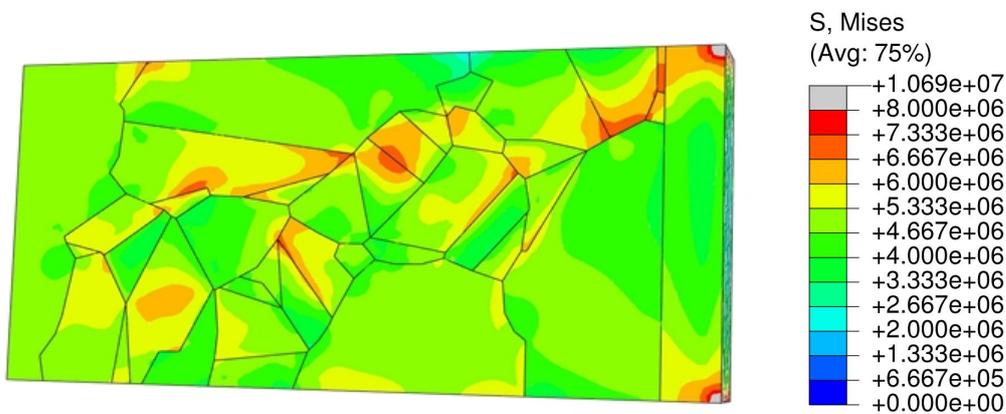
Nach der Ausführung des Skriptes liegt die Probe vollständig vernetzt in der ABAQUS/CAE vor (Abbildung 6.10 (a)), wobei die Netzgröße der Korngröße angepasst ist, aber auch noch manuell veränderbar ist. Die 2D-Karte wird zu einem 3D-Modell durch Ausweitung in Dickenrichtung unter Annahme senkrechter Korngrenzen durch die Probendicke. Die grundlegenden Bedingungen für die Simulation sind elastisches Materialverhalten und verankerte Korngrenzen.

Als Belastung wird eine statische Zugbelastung in Probenlängsrichtung aufgebracht, indem die Probe auf einer Seite als eingespannt betrachtet wird und an der gegenüberliegenden Seite mit 10 MPa gezogen wird. Das daraus resultierende inhomogene Spannungsfeld zeigt dann die Orte, an denen die elastischen Spannungen im Vergleich zur angelegten Spannung erhöht bzw. reduziert sind (Abbildung 6.10 (b)).

Die starke Vereinfachung der Wahl einer statischen Zugbelastung rein elastischer Proben zur Simulation von Ermüdungsversuchen lässt sich folgendermaßen erklären: Die angelegte Spannung liegt unter der Fließspannung der untersuchten Proben. Die Simulation gibt somit die Spannungsverhältnisse in der nicht plastifizierten Probe während des ersten Lastspiels wieder. Verformt sich die Probe lokal, so geschieht dies an den Orten großer Spannungsüberhöhungen. Diese Orte können dann mittels ECCI abgebildet werden. Wenn die angelegte Spannung die globale Fließspannung nicht überschreitet, plastifiziert die Probe nur an Orten, an denen Spannungsüberhö-



(a) Geometrisches 3D-Modell.  
(a) 3D modèle géométrique.



(b) Von Mises-Vergleichsspannung unter Zugbeanspruchung in horizontaler Richtung.  
(b) *Contrainte équivalente von Mises sous tension dans le sens horizontal.*

Abbildung 6.10: Ergebnis der Simulation der Probe aus Abb. 6.9.  
FIGURE 6.10: *Résultat de la simulation de l'échantillon de la figure 6.9.*

hungen auftreten. Die Spannungsüberhöhungen werden im Folgenden als Verhältnis der von Mises Vergleichsspannung zur angelegten Spannung in Prozent angegeben.

Wie erwartet wurde, zeigten sich in den Simulationen folgende Ergebnisse:

- Das berechnete elastische Spannungsfeld ist inhomogen. In der Umgebung von Korngrenzen und Tripelpunkten treten Spannungsüberhöhungen oder aber Spannungserniedrigungen auf.

- Im Inneren von großen Körnern treten keine Inhomogenitäten im Spannungsfeld auf.
- Das Spannungsfeld ist nicht symmetrisch hinsichtlich der Vorder- und Rückseite der Probe.
- Die Inhomogenitäten zeigen Spannungsüberhöhungen in der Größenordnung von 30 bis 50 %. An den Korngrenzen sind häufig Singularitäten zu finden.

Die Spannungsamplitude bei dem Ermüden der Proben wurde so gewählt, dass die Fließspannung der Grobkorn-geglühten Proben nicht überschritten wurde. Die periodische Belastung erfolgte somit also global elastisch aber durch die Spannungsüberhöhungen lokal plastisch. Diese Stellen sollten in der Simulation mit der Darstellung der von Mises Vergleichsspannung hervortreten.

An mehreren Korngrenzen, die besonders große lokale Spannungsüberhöhungen zeigen, konnten auch Kontraste im ECCI erkannt werden. Beispielhaft dafür steht die Abbildung 6.11, in der die Aufnahmen mittels ECCI unter verschiedenen Winkeln dem Simulationsergebnis gegenübergestellt sind. Die Probe wurde zuvor 50 000 Lastspiele bei einer Spannungsamplitude von 20 MPa ermüdet. Während an Korngrenzen häufig Kontraste mittels ECCI gefunden werden konnten, sind im Korninneren keine Kontraste zu finden. Dies deckt sich mit den Simulationen, die ebenfalls keine Spannungsüberhöhungen in der Kornmitte prognostizieren.

Jedoch nicht an allen Korngrenzen kann dieses Verhalten reproduziert werden, d. h. die Simulation stimmt nicht immer mit dem experimentellen Befund überein. Man erkennt in Abbildung 6.12 oberhalb der Korngrenze einen Bereich, der in sich nicht homogen ist. Unterhalb der Korngrenze ist ein solcher Bereich nicht zu finden. Die größere Spannungsüberhöhung tritt jedoch nach der Simulation im unteren Korn auf. Die möglichen Ursachen hierfür liegen in den Randbedingungen, die für die Rechnungen gewählt wurden. Da es sich bei dem betrachteten Bildausschnitt um kleinere Körner handelt, ist es anzunehmen, dass diese nicht durch die gesamte Probendicke durchgängig sind oder zumindest keine ideal senkrechte Korngrenze durch die Probendicke besitzen. In der Simulation wurde eine senkrechte Korngrenze durch die Probendicke angenommen, wie sie bei großen Körnern auch vorliegt.

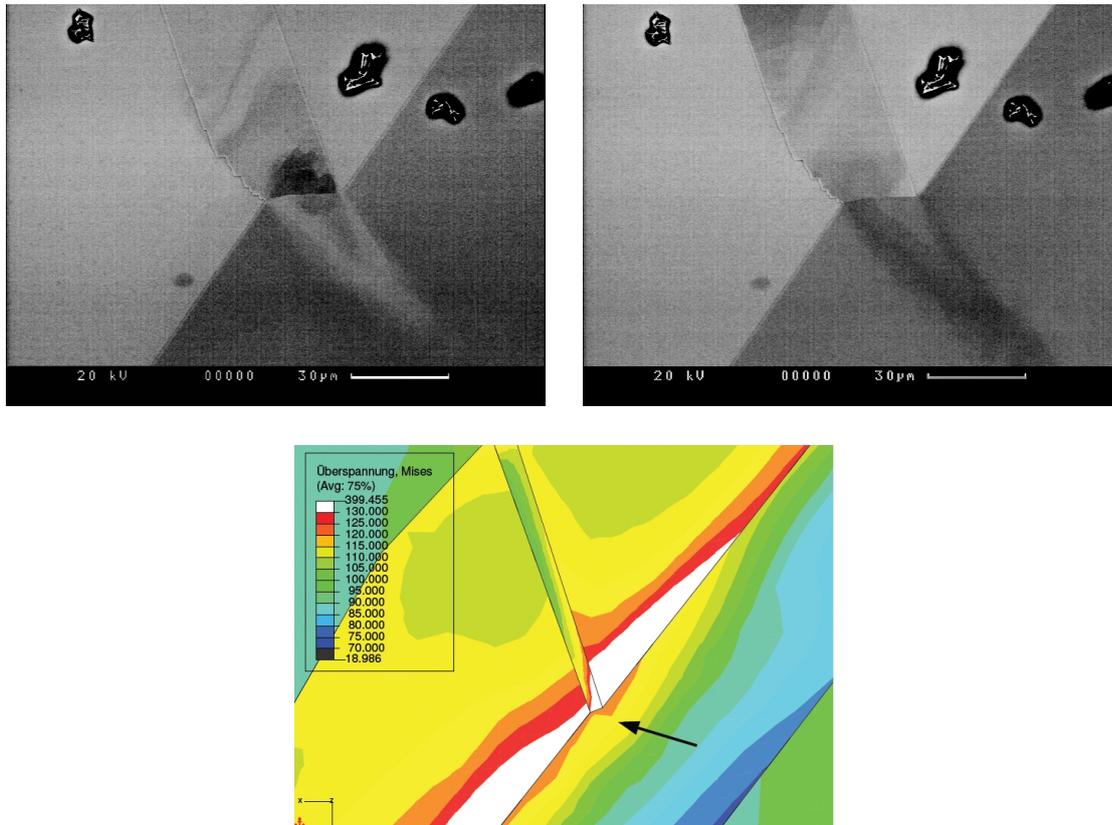


Abbildung 6.11: ECCI einer Korngrenze mit großer Spannungsüberhöhung (unter verschiedenen Kippungswinkeln der Probe aufgenommen) und Simulationsergebnis für diese Stelle.

FIGURE 6.11: *Convergence entre ECCI et simulation aux joints de grains*

Die im ECCI sichtbaren Kontraste werden nicht von der Topographie erzeugt. Die Probenoberfläche ist durch das elektrolytische Polieren bestmöglich glatt, was auch durch REM-Aufnahmen im SE-Kontrast nachgewiesen werden kann. Daher liegt die Ursache der hier beobachteten Kontraste in lokalen Gitterverzerrungen. Diese Gitterverzerrungen entstehen gewöhnlich durch Schwankungen der Versetzungsdichte, wie sie bei plastischer Verformung auftreten. Die begrenzten kontrastierten Bereiche können daher als Gebiete lokaler plastischer Verformung identifiziert werden. Da innerhalb der Körner keine oder nur abgeschwächte derartige Strukturen nachgewiesen werden konnten, findet die lokale plastische Verformung bei der gewählten äußeren Spannung vorwiegend in der Umgebung der Korngrenzen statt. Dies ist konform mit den Berechnungen, bei denen die Spannungsüberhöhungen oder -erniedrigungen

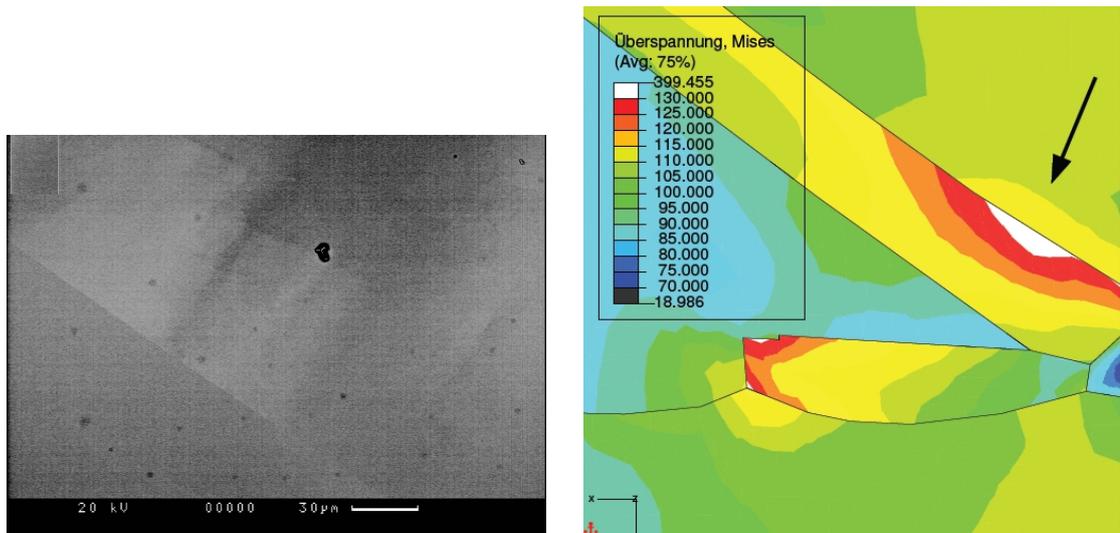
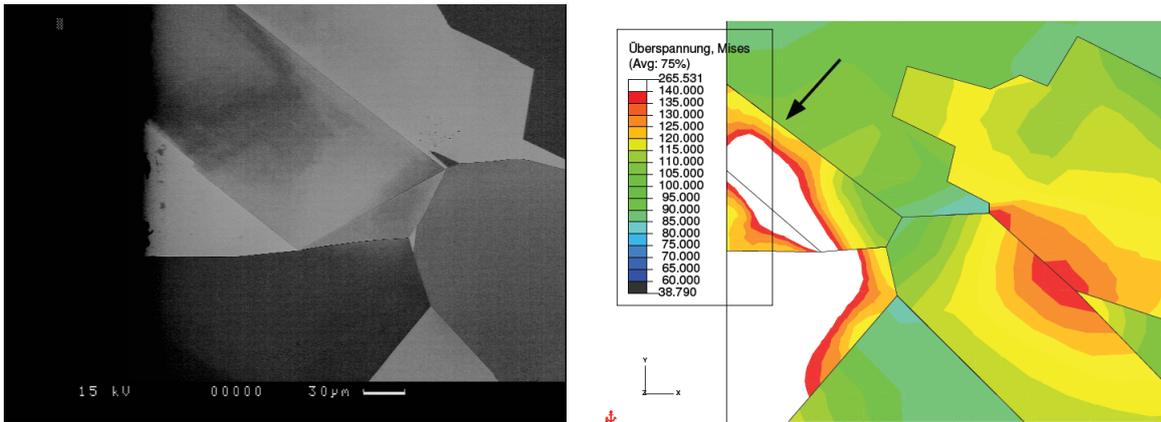


Abbildung 6.12: Korngrenze mit Versetzungsstruktur, die nicht mit der durch die Simulation vermuteten Struktur korreliert.

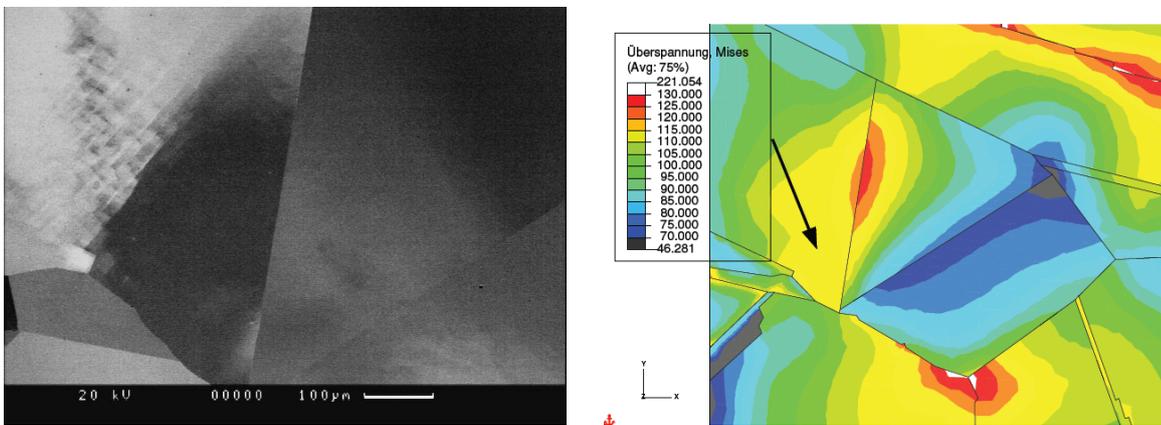
FIGURE 6.12: *ECCI et simulation des joints de grains sans convergence.*

immer an Korngrenzen lokalisiert sind.

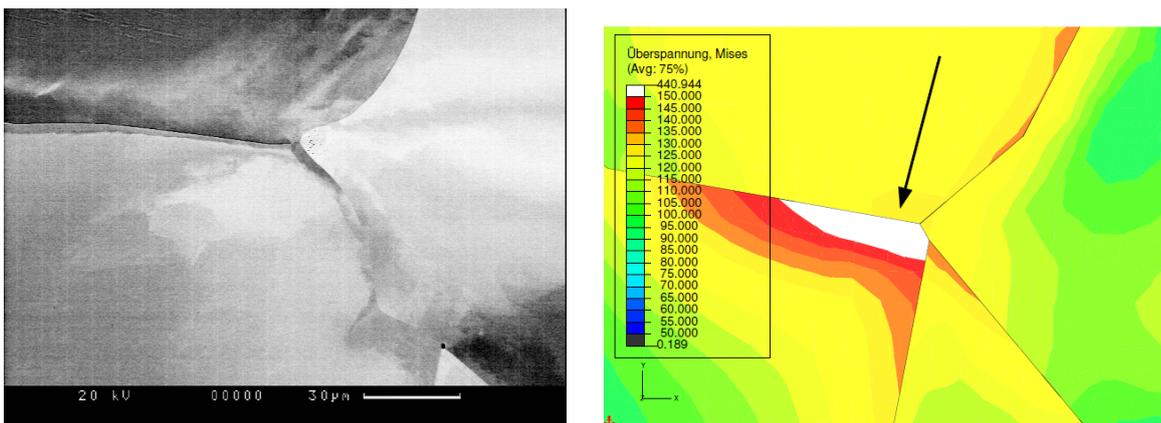
Weitere Versuche und Simulationen wurden von Kupka [Kup08] durchgeführt, um den Einfluss der Zyklenzahl und der Spannungsamplitude zu verifizieren. Dabei zeigten sich nach einer Verdoppelung der Lastspielzahl im ECCI ähnliche Kontraste, die im Allgemeinen besser sichtbar sind und sich schärfer von der Matrix abgrenzen lassen. Der Einfluss der Lastspielzahl kann jedoch als gering eingestuft werden. Die Versetzungsstrukturen waren nach 100 000 Lastspielen deutlicher ausgeprägt, ändern aber nicht ihre Ausdehnung (Abbildung 6.13 (a)). Wahrscheinlich wird die laterale Ausdehnung der Versetzungsstrukturen durch die Reichweite des Spannungsfeldes bestimmt. Im betrachteten Lastspielzahlbereich ist die laterale Ausdehnung wenig von der Lastspielzahl abhängig. Die Versetzungen bewegen sich nur in Bereichen, in denen auch ein Spannungszustand herrscht, der plastische Verformung bewirkt. Zudem wird durch die Lastumkehr bei der Ermüdung die Bewegungsrichtung in gleich bleibenden Grenzen vielfach wiederholt. Dadurch handelt es sich bei der schärferen Struktur bei doppelter Lastspielzahl um eine energetisch günstige Anordnung, die durch die Wechselbeanspruchung induziert wurde. Der Werkstoff *kennt* diesen Verformungsablauf schon und passt sich an ihn an.



(a) 100 000 Lastspiele,  $\sigma_A = 20$  MPa.  
 (a) 100 000 cycles,  $\sigma_A = 20$  MPa.



(b) 50 000 Lastspiele,  $\sigma_A = 25$  MPa.  
 (b) 50 000 cycles,  $\sigma_A = 25$  MPa.



(c) 100 000 Lastspiele,  $\sigma_A = 30$  MPa.  
 (c) 100 000 cycles,  $\sigma_A = 30$  MPa.

Abbildung 6.13: ECCI und Simulationsergebnis nach bei unterschiedlichen Lastspielzahlen und Lastamplituden.

FIGURE 6.13: ECCI et résultat de simulation après différents cycles et amplitudes.

Eine um 25 % erhöhte Spannungsamplitude führte zu einer deutlicheren Versetzungsstruktur und damit zur Kontrastverbesserung im ECCI (Abbildung 6.13 (b)). Teilweise konnten sogar starke innere Abgrenzungen und regelmäßige Strukturen gefunden werden. Die Simulationen dieser stärker belasteten Proben zeigen besonders deutlich, dass auch Spannungserniedrigungen berechnet werden können. An diesen Stellen war im ECCI kein Kontrast zu finden. Die höhere von außen angelegte Spannung führte bei den Versuchen zu einer stärkeren lokalen plastischen Deformation und dadurch zu einer verstärkten Emission von Versetzungen. Auch die Reichweite der Versetzungsstrukturen nahm zu. Wird die Spannung innerhalb der Simulation erhöht, so bleibt die Form des Spannungsfeldes der elastischen Rechnung in etwa gleich. Die Spannungsüberhöhung als Verhältnis der von Mises Spannung zur angelegten Spannung ändert sich nicht. Bei erhöhter äußerer Spannung wird jedoch der Maximalwert der lokalen Spannung ebenfalls größer und der Bereich, in dem das Material plastisch verformt wird, reicht weiter in die Kristallite hinein.

Eine Kombination aus Lastspielzahl- und Spannungserhöhung (Abbildung 6.13 (c)) zeigte die stärksten Kontraste im ECCI. In Bereichen großer berechneter Spannungsüberhöhungen konnten starke Kontraste im ECCI nachgewiesen werden. Diese Bereiche lassen häufig deutliche innere Strukturen erkennen.

Die Simulationsergebnisse stützen die Aussagen über Orte, an denen lokale Plastizität gefunden wird, sowie die Form dieser Inhomogenitäten im plastischen Verhalten. Die stärkste Ausprägung der Inhomogenitäten wird im Spannungsfeld der Korngrenzen gefunden. Teilweise werden an Korngrenzen Singularitäten des Spannungsfeldes berechnet, die dort bei rein elastischem Materialverhalten zu unendlich hohen Spannungen führen würden. Daher sollte die Probe bei der Ermüdung unterhalb der Fließspannung zunächst an den Korngrenzen plastisch verformt werden. Im Innern der Körner, fernab der Korngrenzen, werden keine Spannungsüberhöhungen berechnet, wodurch dort keine lokale Plastifizierung zu erwarten ist. Die für die Darstellung der Simulationsergebnisse gewählte von Mises Vergleichsspannung ist ein Maß für die Gestaltänderungsenergie, die in das Material eingebracht wird. Die Abschätzung der Orte großer Überspannungen und damit lokaler Plastizität ist durch diese Wahl möglich.

Eine Abschätzung ergab, dass ca. 50 bis 70 % der Strukturen an Korngrenzen mit Hilfe der vorgestellten Simulation auf Basis der von Mises Vergleichsspannung korrekt vorhergesagt werden können. Es waren einige Orte zu finden, an denen Überspannungen berechnet wurden, aber keine Anzeichen lokaler plastischer Verformung sichtbar waren. Ebenso traten lokal plastisch verformte Bereiche an Orten auf, wo Spannungserniedrigungen angezeigt wurden. Als Ursachen für diese Fehleinschätzung kommen in Frage:

- *Die Korngrenzen verlaufen in der Realität nicht senkrecht zur Probenoberfläche, wie es in den Simulationen angenommen wurde.*

In den Nickel-Proben treten (insbes. nach dem Grobkornglühen) viele Zwillinge auf, deren Grenzflächenenergie eine Größenordnung geringer ist als die von Großwinkelkorngrenzen. Die Lage der Zwillingskorngrenzen ist in erster Linie von der Orientierung der Körner abhängig. Daher weicht die Lage der Korngrenzen teilweise von der Senkrechten ab, was bei den Simulationen aus Vereinfachungsgründen vernachlässigt wird.

- *Einige Gleitsysteme sind besonders günstig orientiert, so dass die Versetzungsbewegung erleichtert wird.*

Der Einfluss günstig orientierter Gleitsysteme auf die plastische Verformung wurde von Henning [Hen07] nachgewiesen. Bei den vorliegenden Simulationen wurden allein die von Mises Vergleichsspannung herangezogen, die Lage der Gleitsysteme wurde nicht berücksichtigt. Bei geeigneter Konstellation kann auch an Orten geringerer Spannungsüberhöhungen Versetzungsbewegung initiiert werden.

- *Das Gefüge ist nicht vollständig oder exakt genug wiedergegeben.*

Auch durch die sorgfältige Bestimmung des Gefüges mit Hilfe der lichtmikroskopischen Aufnahmen kann das Gefüge nicht vollständig exakt wiedergegeben werden. Im Bereich von Korngrenzentrifelpunkten zeigen sich im Rückstreuungskontrast häufig kleine verzwilligte Bereiche. Dadurch, dass diese im Lichtmikroskop nicht erkannt wurden, werden sie auch nicht bei den anschließenden Simulationen berücksichtigt. Dies ist eine Fehlerquelle bei der Berechnung des inhomogenen Spannungsfeldes.

- *Die Struktur der Korngrenzen selbst hat einen ähnlich großen Effekt auf die Versetzungsemission wie die Spannungsüberhöhung.*

Die Korngrenzen werden innerhalb der elastischen Rechnung mit der Übergangsbedingung eines stetigen Verschiebungsfeldes definiert. Der Einfluss der Struktur der Korngrenze ist somit unbekannt.

Neben diesen Einschränkungen spielt auch die Vereinfachung der Rechnung eine wesentliche Rolle. In der rein elastischen Rechnung einer einmaligen Belastung fehlen typische Merkmale einer Ermüdungsbelastung. So verändern sich während der Ermüdung die Werkstoffeigenschaften durch lokale plastische Verformung (Verfestigung). Dies wird in der Rechnung nicht berücksichtigt. Die Rechnung ist nicht in der Lage, das genaue Verhalten des Werkstoffs und die Bildung von Versetzungsstrukturen vorauszusagen. Je stärker die Probe lokal plastisch verformt wird, desto ungenauer wird die Rechnung, da die Änderung der Werkstoffeigenschaften durch Verfestigung das Spannungsfeld beeinflusst. Dennoch erhält man auch mit dieser vereinfachten Rechnung eine gute Abschätzung der Verhältnisse für die Anfangsphase der Ermüdung.

## 7 Zusammenfassung und Ausblick

Gefüge-Inhomogenitäten haben Einfluss auf die lokalen Spannungen und Dehnungen in der Umgebung von Grenzflächen. Es bilden sich bevorzugt an Korngrenzen Spannungsüberhöhungen, und die Schädigung tritt an den Orten mit den größten Inkompatibilitätsspannungen auf. In Biegeversuchen äußert sich dies durch die Änderung der Biegekurve, in Ermüdungsversuchen durch die Orte der Rissbildung. Anhand von relativ einfachen 3D FE-Rechnungen des anisotrop-elastischen Verhaltens können potentielle Schädigungsorte vorausberechnet werden, die mittels ECCI im REM auch experimentell erfasst werden können. Der Einfluss der Inkompatibilitäten und der damit verbundenen inhomogenen Spannungsverteilung auf die Schädigungsentwicklung kann am deutlichsten durch die ECCI-Messungen gezeigt werden. Die Mikrostruktur hat einen erheblichen Einfluss auf die Ausbildung von Versetzungsstrukturen, wie durch lokale Messungen gezeigt wird.

Die Simulationen zur Vierpunktbiegung zeigen den Einfluss der Inhomogenitäten auf die Durchbiegung und den an den entsprechenden Probenpositionen vorliegenden Spannungen. Während bei Betrachtung einer homogenen Probe die Durchbiegung und Spannung symmetrisch und glatt über die Probenlänge verläuft, kommt es bei den veränderten Parametern Inklinationwinkel und Exzentrizität zu merklichen Änderungen. Das Vorhandensein unterschiedlicher E-Moduln, simuliert durch einen Bikristall aus Ni und Cu, führt ebenfalls zu einer deutlichen Änderung, wie einer Verschiebung der maximalen Durchbiegung zum Werkstoff mit geringerem E-Modul und zu einem unterschiedlich starken Spannungsverlauf in den beiden Komponenten. Führt man alle Einflussfaktoren zusammen, erhält man die Durchbiegungskurve eines Polykristalls, in der die Kurven entlang der einzelnen Pfade entlang der Probe (hinten, Mitte, vorne) stark voneinander abweichen, sowohl in ihrer Höhe als auch in

der Position der maximalen Durchbiegung. Ähnliches ist auch bei dem simulierten Spannungsverlauf zu finden. Es befinden sich in der Kurve viele Stufen, die durch den Einfluss der Korngrenzen entstehen und die Niveaus dazwischen liegen unterschiedlich hoch, da sie von den mechanischen Eigenschaften basierend auf der Orientierung beeinflusst werden. Dies konnte bei der Messung der Durchbiegung im Experiment bestätigt werden. Auch dort war die maximale Durchbiegung immer leicht aus der Mitte verlagert.

Die Verformung innerhalb der Biegeproben ist insgesamt relativ gering, weshalb auch eine gesicherte Aussage mittels OGM nicht möglich ist. Um die in der Probe vorliegenden Spannungen zu erhöhen, sollte in zukünftigen Versuchen auf dickere Proben zurückgegriffen werden. Auch ein veränderter Biegeaufbau, in dem eine stärkere Durchbiegung realisiert werden kann, wäre dazu geeignet.

Bei den Ermüdungsversuchen hängt der Versetzungsstruktur-Typ (Labyrinth-, Fragmented Wall-, Patch-, Zell- und Bündelstruktur) und die Versetzungsstruktur-Dichte prinzipiell von der Orientierung des Korns zur Lastrichtung und von der Höhe der angelegten Last ab. Dennoch sind die Versetzungsstrukturen nicht homogen in den einzelnen Körnern verteilt. Es kommt im Verlaufe der Ermüdung zu einer Lokalisierung von Inkompatibilitätsspannungen, die sich in Bereichen mit unterschiedlich starker Ausbildung der Versetzungsstruktur, den Versetzungsstruktursäumen äußern. Teilweise wird die vorliegende Versetzungsstruktur nicht nur hinsichtlich ihrer Dichte verändert, es finden sich sogar Übergänge zu einer komplett anderen Struktur. Die Größe der Versetzungsstruktursäume liegt in einem Bereich von 10 – 20  $\mu\text{m}$ , was gut mit der Reichweite der simulierten Spannungsüberhöhungen übereinstimmt.

Die unterschiedlichen Orientierungen der Körner in einem Polykristall führt zusammen mit der Lokalisierung der Spannung dazu, dass innerhalb einer Probe an unterschiedlichen Orten unterschiedliche Belastungsbedingungen auftreten. Dadurch sind innerhalb einzelner Proben gleichzeitig, abhängig vom Ort, unterschiedliche Ermüdungsstadien auffindbar. Besonders starke Lokalisierungen können sich an Tripelpunkten befinden. Trifft eine Korngrenze nahezu senkrecht auf eine zweite Korngrenze, so ist in der Verlängerung der endenden Korngrenze häufig eine Zellstruktur zu finden, ein *Flämmchen*. Ist der Schnittwinkel deutlich kleiner als  $90^\circ$ , so sind die

---

spitzwinkligen Ecken meist mit einer im Vergleich zur restlichen Fläche veränderten Versetzungsstruktur versehen. Dass diese Spannungsconfiguration zur späteren Rissbildung führt, konnte nicht gefunden werden.

Während der Ermüdung lokalisiert sich die Dehnung in Gleitebenen, in denen sich PSBs ausbilden. Neben den Korngrenzen sind diese PSBs bevorzugte Rissinitiationsorte, insbesondere bei hoher plastischer Dehnungsamplitude. Im kfz-Gitter sind sowohl die Gleitebenen als auch die Zwillings Ebenen  $\{111\}$ -Ebenen, was dazu führt, dass PSBs häufig parallel zu und teilweise sogar entlang von Zwillingskorngrenzen verlaufen. Bei fortschreitender Ermüdung verbreitern sich die PSBs entlang der Zwillingskorngrenzen, und es bildet sich eine Zellstruktur aus. Dies sind Orte, an denen Rissbildung nachgewiesen werden kann. Diese Risse mitsamt der umgebenden plastischen Zone können mittels ECCI sehr schön wiedergegeben werden.

Während der fortschreitenden Schädigung kommt es in der nächsten Stufe mikrostrukturell bedingter Vorgänge zum Zusammentreffen zwischen Riss und Korngrenze. Beim Übergang eines Risses über die Korngrenzen können deutliche Unterschiede in der Ausdehnung der plastischen Zone festgestellt werden. Die Größe der Ausbauchung der plastischen Zone kann als Widerstand der Korngrenze gegen die Rissausbreitung interpretiert werden, was aber noch nicht quantitativ erfasst wurde. Gerade in der Erscheinungsform unterscheiden sich die entstehenden Risse stark, so gibt es unter anderem Sprünge senkrecht zur Ausbreitungsrichtung, Unterbrechungen und unterschiedlich ausgeprägte plastische Zonen. Dies weitergehend quantitativ bezüglich der vorliegenden Orientierungen und Spannungszustände auszuwerten, wäre eine interessante weitergehende Fragestellung.

Der Vergleich der ECCI-Ergebnisse mit den dreidimensionalen Simulationsrechnungen, basierend auf gemessenen Gefügedaten realer Ermüdungsproben, zeigt, dass die in der Simulation ermittelten Spannungsüberhöhungen zu den beschriebenen Effekten bei den Versetzungsstrukturen führen. Im einfachsten Fall führt die Spannungskonzentration an der Korngrenze eines Bikristalls zu einem Versetzungsstruktursaum im ECCI. Im komplexeren Polykristall wird die Spannungsconfiguration im Einzelkorn zusätzlich noch von den umgebenden Körnern beeinflusst. Dadurch entstehen im ECCI die Versetzungsstrukturen mit lokalen Unterschieden. Nochmals

komplizierter wird die Spannungsverteilung an Tripelpunkten, die im ECCI ebenfalls als charakteristische Orte für Zusatzspannungen hervortreten. In der Mehrzahl der untersuchten Fälle korreliert das Simulationsergebnis mit den experimentell nachgewiesenen Inhomogenitäten. Abweichungen in der Simulation beruhen wahrscheinlich auf geometrischen Näherungen der Kornstruktur, da das dreidimensionale Gefüge aus einer zweidimensionalen Karte extrudiert wird. Durch eine weitere Aufnahme der Kornkarte der Probenrückseite und die Berücksichtigung des Neigungswinkels der Korngrenzen über die Dicke kann bei komplett durchgehenden Körnern eine weitere Verbesserung erzielt werden.

Auch die OGM-Messungen zeigen die Bereiche starker Verformung an. Nachteilig wirkt sich jedoch aus, dass das Ergebnis stark von dem gewählten Messraster abhängt. Zudem nimmt die Pattern-Qualität der EBSD-Messung mit zunehmender Ermüdung ab, und somit zeigt auch das OGM zunehmend Rauschen. Ein weiterer negativer Einfluss liegt in der Präparationstechnik, denn allein die Oberflächenqualität der Probe spiegelt sich undefiniert in der Patternqualität wider. Um mit dieser Technik also gesicherte und reproduzierbare Ergebnisse erzielen zu können, muss eine hohe Präzision der Probenpräparation und eine hohe Konstanz der Messeinrichtung (REM und EBSD-System) vorliegen.

Mit den vorgestellten Methoden können bislang die Orte abgeschätzt werden, an denen wahrscheinlich plastische Verformungen auftreten und demnach potentielle Orte für Rissentstehung sind. Die FE-Simulation liefert zwar einen Wert der Spannung und die EBSD-Technik die Orientierung an diesem Ort, dennoch sind dies die einzigen quantitativen Werte, die wenig Aussagekraft über die lokal vorliegenden mechanischen Eigenschaften besitzen. Zudem sind die FE-Rechnungen mit zunehmender lokaler plastischer Verformung zunehmend ungenau, da eine Änderung der Materialeigenschaften durch Verfestigung nicht berücksichtigt wird. Eine Bestimmung genau dieser lokalen mechanischen Eigenschaften und somit der lokalen Verfestigung ist jedoch mit der NI-AFM-Technik möglich. Problematisch ist hierbei, dass die Versetzungsstrukturen im Nanoindenter selbst nicht abzubilden sind. Daher muss ausgehend von einem Referenzpunkt ein ausreichend feines Messraster festgelegt werden und im Anschluss an die Messung das Ergebnis mit den aus den im ECCI

---

sichtbaren Positionen der Eindrücke in den Versetzungsstrukturen korreliert werden.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde erstmals die MFM-Technik eingesetzt, um Versetzungsstrukturen und PSBs abzubilden. Dies ermöglicht, dass die zuvor beschriebene NI-AFM-Messung durch die Nutzung des MFM-Bildes im selben Gerät gezielter ablaufen kann. Diese Messungen sollen in zukünftigen Untersuchungen geschehen, um quantitative mechanische Eigenschaften und ihre Veränderung während des Ermüdungsprozesses zu ermitteln. Diese können dann wiederum mit den vorliegenden Versetzungsstrukturen korreliert werden und als Eingangsdaten für Schädigungsrechnungen dienen. Aufgrund ihres physikalischen Prinzips ist die MFM-Technik zur Abbildung von Versetzungsstrukturen beschränkt auf ferromagnetische Werkstoffe. Eine Anwendung dieser Technik zur Untersuchung der Ermüdungsvorgänge von Cu, das weitläufig untersucht wird, wäre dementsprechend nicht möglich. Zu diesem Zweck muss dann wiederum auf ein möglichst feines NI-AFM-Raster, das mit ECCI korreliert wird, zurückgegriffen werden.

Als weitere Technik, die sich in diesem Kontext als vielversprechend herausstellen kann, ist die Barkhausenrausch- und Wirbelstrommikroskopie (BEMI) zu nennen. Mit Hilfe dieser Technik lassen sich die plastischen Zonen der Risse vermessen. So kann bei der Vermessung der Risse mit schwacher und starker Wechselwirkung aus Abbildung 5.14 (b) eine deutliche Korrelation erkannt werden. Dies soll zur Kalibrierung der relativ einfach handhabbaren Methode genutzt werden, um später mit einer hohen lateralen Auflösung Messungen des aktuellen Schädigungsstandes an hochbelasteten Bauteilen während des Betriebes zu ermöglichen.

Die Untersuchungen haben gezeigt, dass es prinzipiell möglich ist, aus lokalen Orientierungsmessungen bei kleinen Spannungsamplituden mittels 3D anisotrop-elastischen FE-Rechnungen die Positionen mit Spannungsüberhöhungen aufzuzeigen. Zusammen mit der Darstellung des Schädigungsverlaufs mittels ECCI lassen sich viele Korrelationen treffen. Die Inkompatibilität hat bei diesem Verhältnis von Korn- zu Probegröße einen deutlichen Einfluss auf das Schädigungsverhalten. Dies trifft nicht nur auf die dynamische Belastung zu, sondern ist auch bei der Biegung deutlich zu finden. Das Ziel der Materialeinsparung und Miniaturisierung erfordert also größere

Anstrengungen als einfach die Bauteilgröße herabzuskalieren. Es treten dabei Effekte auf, die großen Bauteilen – im Vergleich zu ihrer Korngröße – keine Rolle spielen. Diese müssen einbezogen werden, um die Zuverlässigkeit und Sicherheit dieser Bauteile garantieren zu können, wozu eine weitere Erforschung des Themengebietes unabdingbar ist.

# 8 Résumé substantiel

## 8.1 Introduction et objectifs

Des raisons techniques et économiques exigent lors de la conception des composants des structures un allègement et une économie de matière, tel que la tendance à la miniaturisation le montre. Des dimensions macroscopiques qui se trouvent dans l'ordre de grandeur de la microstructure des composants sont atteintes. De ce fait les dimensions de pièce atteintes sont de l'ordre de la microstructure des composants. Cet effet dimensionnel et microstructural influe sur les propriétés mécaniques des composants. L'approche classique de la mécanique des milieux continus échoue vis-à-vis de la prévision du comportement en déformation des matériaux. Les matériaux montrent, par leur anisotropie globale et hétérogénéité accrue, des effets mécaniques qui ne se produisent pas dans les composants homogènes ou possédant une microstructure fine (isotrope globale).

Les modèles de comportement mécanique des matériaux se complexifient dès la déformation élastique, à cause du calcul basé sur des éléments de volume représentatifs de la micromécanique. Au cours de la déformation plastique, les calculs de simulation sont compliqués d'autant plus par le fait que les propriétés locales sont en constante évolution en raison d'une consolidation locale à chaque site. Dorénavant la déformation de la matière n'est plus homogène, des déviations locales se produisent dans le comportement de déformation plastique. Il est connu et accepté que la déformation plastique est réalisée par les dislocations dans les métaux. Le comportement hétérogène local lors de la déformation plastique peut donc être attribué à des différences dans le comportement des dislocations, ce qui a été prouvé à travers des modèles

de dislocation et des simulations [FP09]. Par contre, peu de données expérimentales existent sur la plasticité locale, qui peuvent être utilisées pour soutenir ou développer les modèles.

Le comportement de déformation local lors de la déformation plastique dans un essai de traction sur Fe-3%Si à gros grain a été présenté par Henning [Hen07]. Comme cause de l'extension, il a souligné que quelques grains se déforment de manière démesurément rapide, alors qu'en comparaison les autres grains se ne transforment que très peu. En outre, les grains qui sont le plus déformés au début de l'essai de traction, ne sont pas nécessairement ceux qui conduisent à l'échec plus tard. En raison des différences locales dans la consolidation, le grain fortement déformé peut consolider et d'autres grains effectuent la déformation supplémentaire. Par ailleurs, la déformation plastique hétérogène des grains est rendue visible dans ces expériences.

L'étude expérimentale des effets d'incompatibilité doit être poursuivie avec ce travail. Il faut évaluer à l'aide des essais de flexion, comment la déformation plastique est localisée en cas de modes de déformation plus complexes par rapport au test de traction uniaxiale. L'essai de flexion est aussi un test unidirectionnel, mais pendant la procédure expérimentale il se produit des contraintes globales de tension et de compression dans l'échantillon. Leur impact sur la déformation locale est d'un intérêt particulier. Des gradients de contrainte se produisent en raison de la géométrie de la déformation. Il faut examiner si les échantillons développent des inhomogénéités locales de la déformation plastique. De tels effets fournissent des points de repère pour les mécanismes qui se produisent lors de la déformation, afin d'améliorer les modèles de matériaux pour la simulation. Ceci est particulièrement important pour le processus de l'emboutissage, dans lequel se produit une combinaison de charge de traction et de flexion.

Au-delà, la contrainte cyclique est un facteur additionnel qui complique les calculs de simulation en relation au temps de calcul, et qui appelle donc à la simplification. Cependant, les endommagements causés par la fatigue jouent techniquement un rôle majeur. Ainsi, la plupart des cas d'endommagement sont dus à la fatigue. Ils se produisent lors de charges cycliques en dessous de la résistance à l'allongement prévue pour des charges unidirectionnelles. Les sites d'initiation de la fissure qui se trouvent aux joints

de grains où près de bandes de glissement persistantes, en fonction de la charge, sont d'un intérêt particulier. On observe une susceptibilité accrue aux joints de grains avec des orientations spécifiques par rapport à la direction de la charge, mais également avec des différences d'orientation entre les grains voisins [VN03].

Les différences d'orientation locales au niveau des interfaces et le comportement de matériaux à élasticité anisotrope mènent à des contraintes supplémentaires de déformation élastiques et plastiques. Celles-ci peuvent agir comme forces d'entraînement supplémentaires pour les mécanismes d'endommagement locaux (pores ou fissures de croissance). Cela se produit surtout lors de la fatigue, puisque ces contraintes sont reconstituées dans chaque cycle. Sur des surfaces libres ces tensions deviennent même singulières. La force de la singularité dépend de l'emplacement du joint de grain et de l'orientation des grains adjacents.

Les caractéristiques locales indentifiées servent comme des données d'entrée d'échantillons réels pour les calculs MEF. Ces calculs MEF sont conduits sous des conditions anisotropes élastiques. Avec la représentation des processus réels dans l'échantillon, une image complète sur les processus d'endommagement est formée. La comparaison des images réelles avec les résultats MEF fournit les conditions essentielles pour la compréhension des mécanismes microstructuraux. L'objectif suivant est alors de développer un algorithme, permettant la probabilité formation de fissures en fonction de la distribution et de l'orientation des contraintes et la dépendance de la résistance des microstructures à la fatigue.

## 8.2 Méthode expérimentale

Même avec une charge globale élastique appliquée, une plasticité localisée peut se produire en raison des effets d'anisotropie et d'hétérogénéité. Ce comportement de déformation plastique est basé sur l'activité des dislocations. Il se produit sous une charge statique dans l'essai de traction ou de flexion, mais aussi sous une charge cyclique au cours de la fatigue. L'expression diffère pour les différents tests. Quand les échantillons sont chargés dans un intervalle près de la limite d'élasticité globale,

mais sans la dépasser, les inhomogénéités locales devraient causer une déformation plastique locale et en conséquence endommager les échantillons. Les positions des inhomogénéités peuvent être calculées en utilisant des simulations MEF élastiques. La preuve expérimentale d'une plasticité locale dans les métaux est réalisée essentiellement avec les méthodes de diffraction des électrons.

### 8.2.1 Méthodes de caractérisation locale

En génie des matériaux, il existe une variété de méthodes de caractérisation. Cependant, avec la plupart d'entre elles, les données globales des échantillons sont obtenues. Dans ce travail des méthodes locales sont utilisées, parce qu'il fallait comparer les opérations locales observées expérimentalement, qui sont liés aux propriétés globales, et la simulation numérique. En plus de la propriété de la localité, les méthodes utilisées doivent également respecter d'autres exigences. Comme les tests sont effectués par étapes, il faut que les procédures soient non destructives. En outre, les procédures ne doivent pas conduire à un changement de la propriété examinée. Les procédures doivent être compatibles afin que le même test soit appliqué à plusieurs reprises. Les sections suivantes décrivent les méthodes utilisées.

#### Appareil photo numérique

Un appareil photo numérique avec objectif macro offre la possibilité d'examiner rapidement l'échantillon avant, pendant et après un essai. Ceci est particulièrement utilisé dans l'essai de flexion pour enregistrer la ligne de flexion à des charges différentes pour une analyse ultérieure (figure 8.1). Les images des échantillons sont prises à pointe des valeurs maximales de la charge et après déchargement, respectivement. Pour transférer les valeurs des pixels des photos numériques aux mesures de la déviation, un calibrage est effectué. A cet effet, des distances connues dans la photo sont comparées à leurs valeurs de pixels et ainsi une normalisation des unités de longueur est réalisée.



FIGURE 8.1: Photo de l'essai de flexion 4 points.

### Microscopie optique

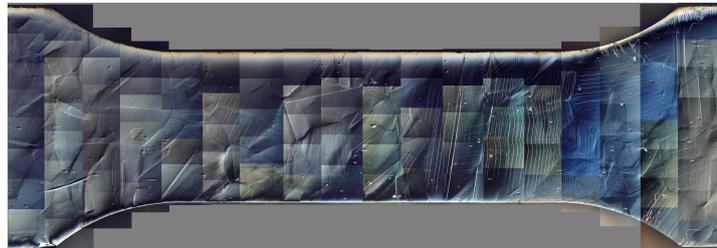
La microscopie optique représentant la principale méthode d'évaluation initiale en sciences des matériaux est d'une grande importance pour les questions scientifiques [Hun95]. L'utilisation du contraste d'interférence différentiel (DIC) augmente la visibilité des détails de la topographie de la surface (figure 8.2). Ceci est nécessaire pour visualiser les bandes de glissement aux échantillons de la fatigue. Au plus faible grossissement ( $50\times$ ) la caméra CCD du microscope optique permet une résolution d'environ  $1,5\ \mu\text{m}/\text{pixel}$ . En conséquence, il est possible d'imager la rugosité de surface, les joints de grains et les étapes de glissement. Dans cette étude des images d'une dimension de  $20\ \text{mm} \times 5\ \text{mm}$  ont été assemblées à partir d'images individuelles de la taille  $1\ \text{mm} \times 1\ \text{mm}$ .

### Electron Channelling Contrast Imaging (ECCI)

A l'aide du microscope électronique à balayage (MEB), non seulement la structure et la morphologie de la surface, mais aussi la structure cristalline sous-jacente et les défauts éventuels sont détectés par electron channeling contrast imaging (ECCI). ECCI est basée sur l'effet de canalisation d'électrons : l'intensité de la rétrodiffusion dépend fortement de l'angle entre le faisceau d'électrons incident et les plans du



(a) Echantillon de flexion.



(b) Echantillon de fatigue.

FIGURE 8.2: Microscopie optique en utilisant la DIC.

réseau cristallin. Au fort grossissement ( $200\times$  à  $5000\times$ ) et à des petites distances de travail (15 mm), on peut considérer la direction d'incidence du faisceau d'électrons presque perpendiculaire à la surface entière imagée d'échantillon. Les différences de contraste sont ainsi causées par des différences d'orientation entre les grains ou par une inclination locale due à une accumulation de défauts de réseau, aux empilements de dislocations ou aux sous-joints de grains (figure 8.3). Les différences d'orientation résultent de la distorsion élastique du réseau autour des dislocations ou autour des faisceaux de dislocations, qui localement changent l'angle entre les niveaux du faisceau incident d'électrons et réseau.

Dans les études avec la technique ECCI il faut respecter le critère de l'extinction  $\vec{g} \cdot \vec{b}$  de la visibilité des dislocations ( $\vec{g}$  - vecteur d'illustration,  $\vec{b}$  - vecteur de Burgers), qui est connu de l'investigation TEM. Pour cartographier les dislocations, le vecteur de Burgers ne doit pas être perpendiculaire au vecteur d'imagerie.

Les images ECCI montrent une grande sensibilité à des déviations de la condition de Bragg. En conséquence, des dislocations sont observées, dont le champ de déformation local conduit à des petits changements dans la distance des plans du réseau, ce qui produit des petites déviations de la condition de Bragg.

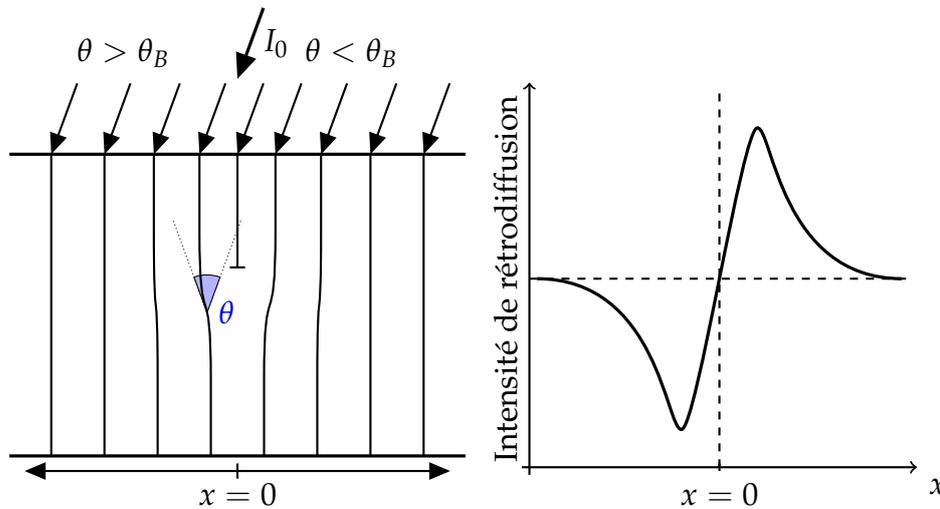


FIGURE 8.3: Schéma de la technique ECCI. L'inclinaison locale des plans du réseau proche d'une dislocation cause une modulation de l'intensité de rétrodiffusion [AWR99].

### EBSD et OGM

La diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) est la méthode la plus couramment utilisée pour obtenir une résolution spatiale des informations cristallographiques dans le MEB. Le faisceau d'électrons frappe l'échantillon cristallin incliné et les électrons diffractés forment une figure de diffraction qui est caractéristique de la structure cristalline au point d'impact. Le diagramme de diffraction peut être utilisé pour mesurer l'orientation du cristal, pour mesurer la différence de l'orientation des joints de grains, et distinguer les différents matériaux. En outre, il fournit des informations sur les distorsions de réseau local (déformations et rotations).

Au MEB, les électrons rétrodiffusés sont utilisés pour prendre un cliché EBSD. Dans le but de détecter des intensités aussi grandes que possible, l'échantillon est incliné en direction du détecteur et l'angle par rapport au faisceau d'électrons primaires est  $70^\circ$ . Les électrons dispersés dans le matériau (dans toutes les directions) frappent les plans de réseau, ou ils ont diffracté. Les clichés de diffraction montrés sur l'écran de phosphore sont enregistrés en utilisant une caméra à grande vitesse et indexés à l'aide d'un ordinateur. Cet indice précise l'orientation du système cristallographique à l'égard du système fixe des coordonnées de l'échantillon. A l'aide des trois angles d'Euler  $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$

il est possible de décrire la rotation du système de coordonnées.

Si le faisceau balaie une surface d'un échantillon polycristallin et l'orientation est mesurée à chaque point, la carte obtenue montre la structure du grain, les orientations cristallographiques et les joints de grains. L'orientation peut être exprimée par un code de couleur ou par une valeur numérique (par exemple les angles d'Euler). Dans le système utilisé, la précision de mesure d'orientation (résolution angulaire) est environ  $0,3^\circ$  et atteint une résolution spatiale d' $1\ \mu\text{m}$ . Les systèmes actuels ont une résolution spatiale inférieure à  $50\ \text{nm}$ , permettant l'investigation de matériaux à grains fins et même les nanomatériaux. Comme les échantillons étudiés ont des gros grains, le système EBSD utilisé est suffisant (résolution  $\approx 1\ \text{mm}$ ).

Les systèmes EBSD sont généralement conçus pour opérer à fort grossissement avec une haute résolution. En même temps les régions étudiées ici sont très petites. C'est pourquoi l'inclinaison du faisceau lors du balayage peut être négligée. A faible grossissement et en balayant des surfaces étendues, la situation est différente. L'inclinaison du faisceau se change alors en partant du centre vers le bord de la zone balayée. Cette erreur peut être corrigée par des mesures d'étalonnage sur des monocristaux et le logiciel ANG-FILE-CORRECTOR. En outre, dans ce travail, toute la longueur de l'ensemble des échantillons est intéressante. Par conséquent, pour chaque échantillon, il faut enregistrer plusieurs balayages d'EBSD, qui doivent être corrigés et assemblés. Les outils les plus utiles pour ce travail sont les logiciels ANG-FILE-CORRECTOR, ANG-STITCHER et GRAINFINDER créés par M. Henning [Hen07].

Pour l'analyse des mesures EBSD concernant les changements d'orientation locale la méthode de la cartographie du gradient d'orientation (OGM) est utilisée. De cette manière, on arrive à évaluer les changements locaux dans l'orientation des cristaux qui se produisent lors de la déformation plastique. Ces changements d'orientation sont un facteur très important pour le comportement local du matériau, car à l'échelle microstructurale, la déformation ne se déroule pas de façon homogène. Les bases de la technique OGM sont décrites en détail dans [Hen07], quelques applications peuvent être trouvées dans [HV05, WHMV07]. La technique OGM utilise les valeurs mesurées par la technique EBSD.

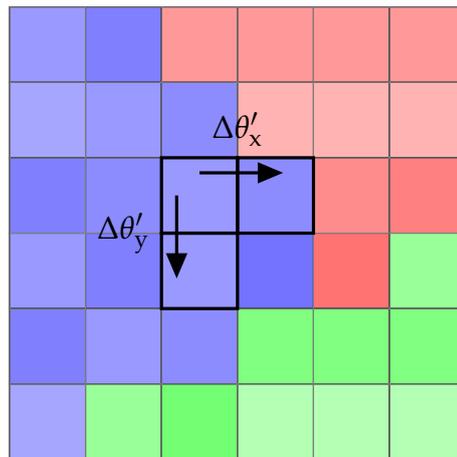


FIGURE 8.4: Schéma de calcul d'OGM.

Pour chaque point de mesure EBSD, les plus proches voisins dans les directions  $x$  et  $y$  positives sont déterminés (figure 8.4). De la différence d'orientation entre les deux points de mesure, l'angle de désorientation et l'axe de rotation associé sont déterminés. La valeur absolue de l'angle de rotation est dénommée comme l'orientation du dégradé dans la direction  $x$  ( $\Delta\theta'_x$ ). En conséquence, la procédure est appliquée aussi pour le gradient d'orientation dans la direction  $y$  ( $\Delta\theta'_y$ ). Entre les trois normes proposées par [Hen07], la norme  $\infty$  a été utilisée :

$$\Delta\theta_\infty = \max \left( \Delta\theta'_j \right) = \max \left( \Delta\theta'_x, \Delta\theta'_y \right) \quad (8.1)$$

La différence d'orientation est influencée par les points de mesure adjacents sur la distance entre les points de mesure [KWT05, Jen97, PDTS02]. Afin que les mesures OGM puissent être comparées directement, toutes les mesures sont enregistrées avec la même distance entre les points de mesure.

Une autre façon de considérer les gradients d'orientation, est intégrée dans le logiciel EBSD : OIM-Analysis [EDA01]; par la suite elle est appelée «OIMMissorientierung». Après avoir défini un intervalle d'angles, pour chaque point à l'intérieur d'un grain la différence entre son angle d'orientation et un point de mesure sélectionné fixe est calculée. Si nous choisissons un point comme point de référence dans le centre géométrique du grain, on obtient des variations d'orientation aux joints de

grains. Cela peut indiquer qu'il y a actuellement des contraintes internes supplémentaires.

### Méthode des éléments finis (MEF)

La MEF est une méthode numérique pour résoudre des équations aux dérivées partielles. Dans la science et la technologie elle est largement utilisée, parce qu'il n'y a pas des approches analytiques disponibles. Une approche commune pour décrire des relations complexes, est l'idéalisation d'un problème global par la décomposition en un nombre fini de problèmes qui sont plus faciles à résoudre. La MEF est fondée sur cette idée.

Il faut toujours considérer que le MEF n'est rien d'autre qu'une solution approchée pour résoudre un problème identifié. Il est intuitivement évident qu'un maillage plus fin devrait également obtenir de meilleurs résultats. Il est également évident qu'un nombre plus élevé d'éléments a un effet néfaste sur le temps de calcul. Il faut donc se demander si le résultat obtenu offre une précision suffisante. Par conséquent, les études de convergence sont indispensables pour connaître la qualité du résultat. Des raffinements du maillage à des endroits spécifiques, tels que les concentrations de contraintes aux points d'application ou des points de conditions géométriques spéciaux (p. e. tête de fissure), également conduisent à de très bons résultats. Des logiciels MEF modernes offrent généralement la possibilité de raffinement adaptatif de maillage. Cette méthode réduit le coût de calcul tout en offrant des très bons résultats.

Le logiciel MEF ABAQUS est un logiciel assez populaire pour l'analyse des problèmes de conception différents. Ses possibilités incluent l'analyse des problèmes mécaniques et des problèmes couplés thermomécaniques. ABAQUS consiste en un logiciel pré-processeur pour entrer le problème, d'un logiciel solveur pour calculer les solutions et d'un post-processeur pour la délivrance des résultats. En ABAQUS/CAE (pré-processeur) on arrive à créer la géométrie du problème actuel, à attribuer les propriétés au matériau et, finalement, de spécifier les conditions aux limites. Le logiciel offre deux manières différentes dans la résolution de problèmes : ABAQUS/Standard et ABA-

QUS/Explicit. Les problèmes qui sont formulés avec des éléments ABAQUS/Standard sont résolus par itération de manière implicite. Pour les éléments ABAQUS/Explicit une méthode explicite est utilisée, c'est à dire la solution de l'étape du calcul actuelle ne dépend que de l'étape de calcul précédente. Les résultats seront visualisés avec le ABAQUS/viewer (post-processeur).

Dans le cadre de ce travail ABAQUS/Standard a été utilisé car on s'intéresse aux problèmes statiques. ABAQUS/Standard est plus efficace dès qu'il s'agit de simuler des structures fixes, où des problèmes non-linéaires, au sens mathématique lisse (soit continûment différentiable) doivent être résolus. Il y a aussi des problèmes qui peuvent être bien simulés avec les deux logiciels. Dans ce cas, il se pose toute la question de l'efficacité. Il faut savoir combien de temps de calcul et de mémoire est nécessaire.

### **Microscopie à force magnétique (MFM)**

Parce que la morphologie du matériau peut être étudiée à l'échelle atomique, la microscopie à force atomique (AFM) est une technique qui peut apporter une contribution significative à la recherche sur les mécanismes de fatigue et le comportement à rupture des matériaux. La microscopie à force magnétique (MFM) est une variante de l'AFM : une pointe acérée et magnétisée balaye un échantillon magnétique (figure 8.5). Ici, il y a une interaction magnétique entre la pointe et l'échantillon qui peut être utilisée pour reconstruire la structure magnétique de l'échantillon. Le MFM peut être utilisé pour la modélisation des différentes structures magnétiques, tels que les murs de domaine (parois de Bloch et Néel), des domaines fermés, des bits magnétiques et autres. Généralement, les échantillons analysés par cette technique sont des films minces, les nanoparticules, les disques et autres supports de stockage.

Lors de la mesure MFM, l'AFM (Digital Instruments Dimension 3000) marche d'abord dans le mode tapping (aller-retour) pour déterminer la topographie de l'échantillon. Ensuite, une nouvelle analyse est effectuée le long de la même ligne, pendant laquelle le cantilever est très peu à l'écart de la surface de l'échantillon (lift-up), la pointe suit le profil enregistré précédemment à une distance constante (lift height), et la surface n'est

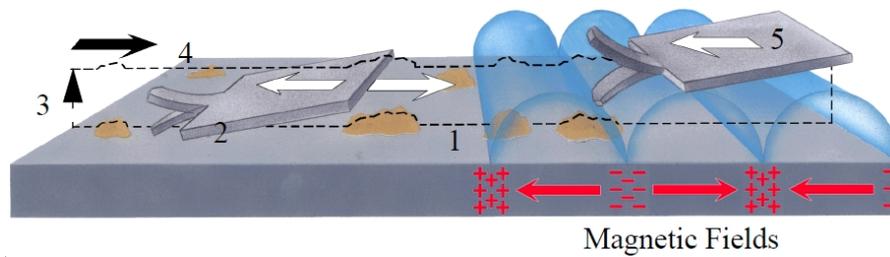


FIGURE 8.5: Principe de la mesure MFM [Dig96].

pas touchée (interleave mode). Si la pointe balaye la surface de l'échantillon à une très petite distance (lift height  $< 100 \mu\text{m}$ ) non seulement des forces magnétiques sont détectés, mais aussi des forces nucléaires et les forces électrostatiques. La levée du cantilever (Lift Height Method) augmente le contraste magnétique et permet la détection du signal magnétique pendant le deuxième passage de la pointe.

Dans le passé, l'emploi de la technique de MFM dans le domaine de la fatigue a été très limité. Jusqu'à présent, selon des propres recherches, la technique de MFM a été utilisé dans un seul cas et ce pour étudier la tête de fissure d'un 316L acier austénitique résistant à la corrosion [MEH02]. On profite de l'effet que les régions martensitiques, après être confrontées à une aimantation, montrent des fins domaines magnétiques, tandis que les régions «austénite non transformées» sont paramagnétiques et n'agissent donc pas avec la pointe. Dans cette étude on n'exploite aucune transformation de phase qui ait une incidence sur les propriétés magnétiques. En outre, l'échantillon n'est pas lui-même aimanté, mais le contraste ne provient que de la microstructure actuelle des échantillons, et surtout de l'accumulation et l'agencement des dislocations. L'arrangement périodique des dislocations dans la forme de la structure d'échelles change localement les propriétés magnétiques, ce qui entraîne un contraste très visible. Dans ce travail, selon les recherches de l'auteur, il s'agit de la première application de la technique de MFM pour l'imagerie des structures de dislocations dues à la fatigue. De la même façon leurs propriétés magnétiques pourraient également être examinées de plus près.

Dans ce travail, le centre d'intérêt ne porte pas sur les propriétés magnétiques propres, mais le contraste qui résulte de la variation des propriétés magnétiques. Par exemple, les joints de grains dans l'image MFM sont détectés, ainsi que les bandes de glissement

persistantes émergents au cours de la fatigue, qui sont caractéristiques de l'évolution de l'endommagement. Le fait que les bandes de glissement persistantes changent la magnétisation, n'est pas encore bien compris.

### **Tête de nanoindentation à microscopie à force atomique (NI-AFM)**

Les essais de dureté sont des tests qui sont utilisés fréquemment pour déterminer les propriétés mécaniques des matériaux. Comme les tests sont faciles à faire, rapide, reproductible et peu coûteux, ils sont largement utilisés dans l'étude des matériaux, tels que dans le contrôle de la qualité. Aujourd'hui les composants deviennent toujours plus petits, il faut donc savoir étudier les propriétés mécaniques de petits volumes de matériaux. Cette réduction de la taille peut changer le comportement des matériaux en comparaison à un échantillon compact.

La nanoindentation (NI) est un test de pénétration qui enrégistre la profondeur de pénétration. Cela permet d'étudier localement les propriétés de petites quantités et des couches minces. À l'échelle du nanomètre, la dureté est influencée par de nombreux facteurs, tant du côté de l'échantillon que du dispositif de mesure. Du côté de l'instrumentation, la taille, la géométrie et le matériau de l'indenteur jouent un rôle important. Le comportement mécanique des petits volumes de matériau est plus sensible aux caractéristiques souvent négligées pendant l'examen à l'échelle macro, telles que l'énergie de surface et la densité de dislocations. Les premières tentatives de combiner NI avec ECCI pour corrélérer des densités de dislocations avec les phénomènes de "pop-in" ont été récemment publiés [BWV10].

Si le nano indenteur est équipé de l'option de AFM et d'un embout de MFM, la détermination simultanée de propriétés magnétiques et des propriétés mécaniques devient possible. L'enregistrement MFM permet de placer la pointe de mesure exactement au point où l'analyse locale est accomplie, avec une précision de positionnement dans la gamme du micromètre. Par conséquent, l'utilisation de la méthode décrite permet de déterminer les propriétés mécaniques dans les bandes glissement persistants (BGPs).

### 8.2.2 La préparation des échantillons et le montage expérimental

Les méthodes d'analyse utilisées sont très exigeantes par rapport à la préparation de l'échantillon. Les deux techniques, ECCI ainsi que EBSD nécessitent des surfaces très lisses et sans distorsion. Le traitement rigoureux des échantillons est nécessaire en ECCI pour désactiver toutes les autres sources de contrastes dans l'image MEB, qui sinon éclipsent le «contrast channeling». Par le choix du matériau de nickel pur et Fe-3% Si le contraste chimique des matériaux est éliminé parce qu'en MEB il n'y a pas des différences de contraste qui se produisent à cause des différences de numéro atomique. Le prépolissage rigoureux et polissage suivi d'un polissage électrolytique permet l'élimination du relief de surface. Aucun contraste de topographie est visible.

Une surface sans contrainte, et sans distorsion, est la condition préalable non seulement pour l'ECCI mais aussi pour l'EBSD, car la présence des contraintes résiduelles dans la surface provoque des petits changements du réseau. Ces deux méthodes de mesure reposent justement sur la détection des changements de réseau. Ils produisent le contraste de l'ECCI ou le changement de l'orientation en EBSD. Les influences de la préparation déforment les mesures. Pour ECCI et EBSD, la même méthode de préparation peut être utilisée. Les différentes procédures de la préparation des échantillons ne sont limitées que par les matériaux des échantillons différents et, dans ce cas en particulier, par la sensibilité de Fe-3% Si à la corrosion dans une solution aqueuse.

Les échantillons de flexion (Fe-3% Si) sont fabriqués en utilisant la découpe au laser ; pour les échantillons de fatigue (Ni), l'érosion par fil est utilisée. Après la préparation mécanique des deux types d'échantillons, ils sont soumis à un traitement de recuit à 1100 °C dans un four sous vide. Cela permet le réglage de la taille à gros grain, ce qui élimine les déformations de la surface, causées par la rectification. Un polissage électrolytique conduit à une augmentation additionnelle de la qualité de la surface et donc de l'image MEB.

Les essais de flexion sur Fe-3% Si sont exécutés dans un module de flexion de Kammrath & Weiss GmbH avec un maximum de force mesurée de 200 N. Le contrôle se fait avec un logiciel du laboratoire créé à partir d'un travail antérieur [Hen01]. Les échantillons étudiés sont progressivement pliés à une flèche maximale de 5 mm. Pendant la flexion, les valeurs actuelles de la course du soutien extérieur et la force agissant sur les supports intérieurs sont mesurés et enregistrés par le logiciel mentionné ci-dessus. Après les étapes de décharge, les images de camera numérique du bord avant d'échantillon de flexion sont prises pour évaluer les courbes de déformation résultantes.

Les essais de fatigue sont réalisés sur une machine servo-hydraulique, et par une machine vis de Instron. Ils ont été équipés de capteurs différents qui permettent différentes charges appliquées. Ici, les expériences ont été réalisées à la fois par la commande d'extension ainsi que par la commande de force. La fonction de charge est sinusoïdale, soit à une tension moyenne  $\sigma_m = 0$  (rapport de contrainte  $R = -1$ ). Les essais de fatigue contrôlés par l'extension ont été effectués à des déformations plastiques de  $\epsilon_{pl} \approx 3 \cdot 10^{-4}$  et après des cycles de charge progressifs interrompus à plusieurs reprises par l'apparition et la progression des endommagements. Ces essais de déformation contrôlée ont également été le cadre d'une courbe de fatigue typique et peuvent être observés qualitativement.

Au cours d'un essai de fatigue et dans des applications quasi-statiques, la déformation plastique est réalisée par les BGP. La déformation plastique est en conséquence localisée. L'amplitude de la déformation plastique est plus grande dans ces endroits d'un facteur 100 par rapport à la matrice environnante.

Le but des essais de fatigue aux régulateurs de charge est d'illustrer l'incompatibilité. Nous avons décidé d'une amplitude de la déformation dans lequel s'exécute la déformation globale purement élastique. Les résultats de la simulation montrent cependant [Kup08] une augmentation des contraintes jusqu'à 40%. Cela a pour effet que, dans ces lieux se produit déjà une déformation plastique, et donc il peut même se produire une structure de dislocation et les BGP. Cela peut conduire en ces endroits privilégiés à la formation de fissures.

## 8.3 Résultats et discussion

Pendant ce travail l'effet de l'incompatibilité élastique sur la déformation plastique locale provenant des charges statiques et cycliques a été étudié. La déformation élastique globale d'un échantillon génère des déformations plastiques au niveau microstructural, qui mènent aux contraintes d'incompatibilités par exemple aux joints de grains. Ces contraintes de nouveau produisent un changement du comportement élastique, résultant dans des inhomogénéités plastiques au niveau des grains. Cela se reproduit pendant la déformation croissante. Les méthodes utilisées ont été précédemment décrites. Premièrement, les essais de flexion sont examinés au moyen de simulations et d'expériences. Des phénomènes d'inhomogénéité qui se produisant sont cependant évalués. Par la suite, l'évolution de l'endommagement, qui a lieu pendant un essai de fatigue, est considéré par ECCI et l'évolution de l'endommagement est divisé en plusieurs étapes. Une comparaison avec les calculs MEF purement élastique anisotrope montre les possibilités de prédiction du lieu de l'endommagement.

Pour acquérir de nouvelles connaissances sur les effets d'incompatibilité et d'endommagement, on peut avoir recours à diverses méthodes de caractérisation locale. Les différentes méthodes (en termes de la qualité et la validité) peuvent en combinaison fournir des nouveaux aperçus, qui dans leur intégralité améliorent les résultats des mesures séparées. Ici, à partir des différentes méthodes de mesure, les résultats obtenus localement sont évalués. Les applications, avantages et limites de l'utilisation des méthodes de caractérisation locale sont discutés ainsi que les potentialités d'un développement ultérieur.

### 8.3.1 Essais de flexion

#### Calculs mécaniques

A l'aide du logiciel d'éléments finis ABAQUS, la ligne de flexion a été simulée pour des situations différentes de l'échantillon homogène au polycristal hétérogène. Le

calcul des contraintes dans le cas purement élastique anisotrope pour des bicristaux et des polycristaux, montre les endroits où des contraintes internes supplémentaires se produisent de façon significative. Ces endroits sont soumis à une déformation plastique qui conduit ensuite à un renfort de ces positions. Dans les investigations présentées dans ce travail, les cas suivants sont considérés :

- une poutre en flexion homogène, (équivalent à un polycristal isotrope)
- un bicristal en Ni et Cu avec un joint de grain central droit (différents modules d'Young à gauche et à droite du joint de grain)
- un bicristal (Ni) avec un joint de grain central droit et incliné
- un bicristal (Ni) avec un joint de grain excentrique droit et incliné
- un bicristal (Ni) avec un joint de grain central oblique incliné
- un bicristal (Ni) avec un joint de grain excentrique oblique incliné
- un polycristal réel (Ni), dont la microstructure est déterminée à partir d'une carte des grains enregistrée par un microscope optique

Dans le cas des bicristaux une différence des angles d'orientation de  $\phi = 30^\circ$  est utilisé. L'angle d'inclinaison est choisi à  $\psi = 60^\circ$  dans le cas incliné et  $90^\circ$  dans le cas perpendiculaire. La simulation MEF pour une anisotropie élastique du comportement d'un polycristal réel en flexion est fondée sur les résultats de la microscopie optique et la technique EBSD. D'après ces études en microscopie optique, la position des joints de grains est calculée, et il en résulte la géométrie de la structure du grain (figure 5.2 (a) et (b)). Cette géométrie comprend les angles d'inclinaison et les changements de joints de grains, qui apparaissent dans les autres cas discutés (excentricité). La mesure EBSD donne les orientations des grains individuels, qui sont cruciaux pour l'incompatibilité (figure 5.2 (c)). La carte de géométrie du grain et la carte d'EBSD de l'échantillon simulé sont présentés dans la figure 8.6 (a). L'entrée et la conversion par la technique du logiciel de ces données sont détaillées dans l'annexe A.

Dans la simulation MEF élastique anisotrope des lignes de flèche de déformation et des contraintes, les courbes du bord supérieur, du bord inférieur et de l'axe géométrique neutre (centre géométrique entre les bords supérieur et inférieur) de l'échantillon sont considérés. Elles peuvent aussi être déterminés par les expériences correspondantes dans la section suivante (voir figure 8.6 (b)).

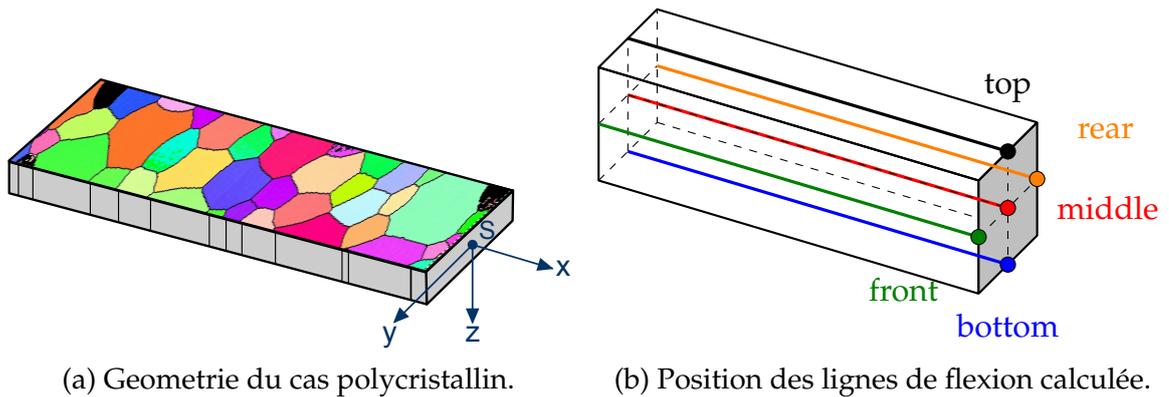
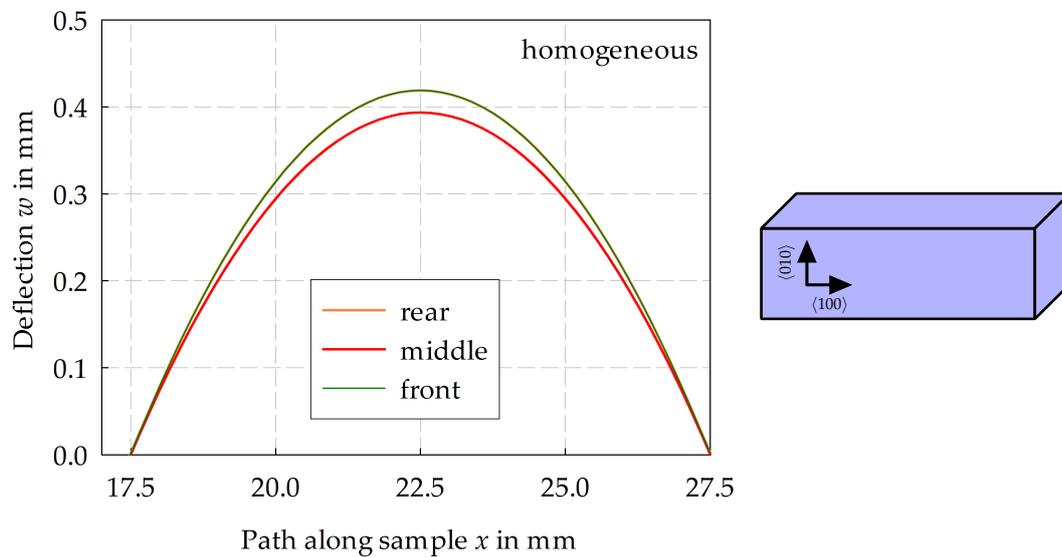


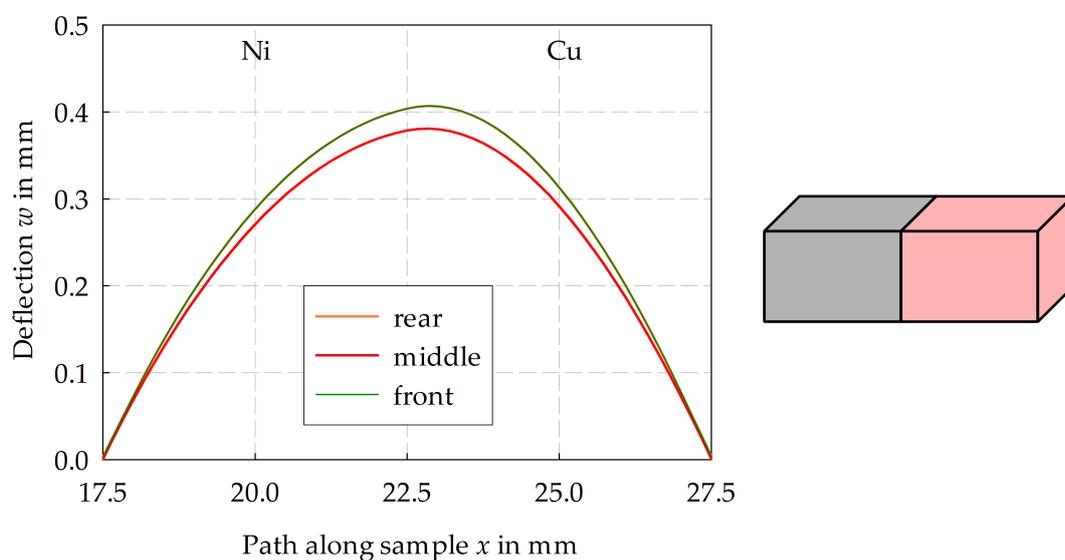
FIGURE 8.6: Geometries des essais de flexion.

Si nous considérons un échantillon de flexion homogène (monocristallin), le maximum de la flèche de déformation est situé en plein milieu des deux supports intérieurs et les lignes de flexion sont symétriquement autour de ce centre (figure 8.7 (a)). C'est vrai pour tous les chemins considérés le long de l'échantillon qui sont marqués comme le montre la figure 8.6 (b). Les déformations des bords avant et arrière sont les mêmes, mais celles du milieu du chemin de mesure sont légèrement inférieures. Cela est dû au fait qu'il y a au milieu un état de déformation plane, par contre sur les bords il y a des conditions de contrainte plane. Cet effet de la baisse des flèches sur la voie centrale de mesure apparaissent dans toutes les courbes de déflexion présentées.

Si l'échantillon de flexion est un bicristal isotrope composé de matériaux différents (avec différents modules de Young) le maximum de la ligne de flexion se déplace dans le sens du matériau le plus souple, ce qui est illustré par la figure 8.7 (b) dans le cas de bicristaux de Ni-Cu. La symétrie disparaît. L'incompatibilité produit le même effet, si un bicristal qui consiste du même matériau, est simulé avec des orientations différentes (figure 8.7 (c)). Le maximum se décale légèrement vers la gauche, encore une fois vers l'orientation la plus malléable. Si maintenant, le joint de grains

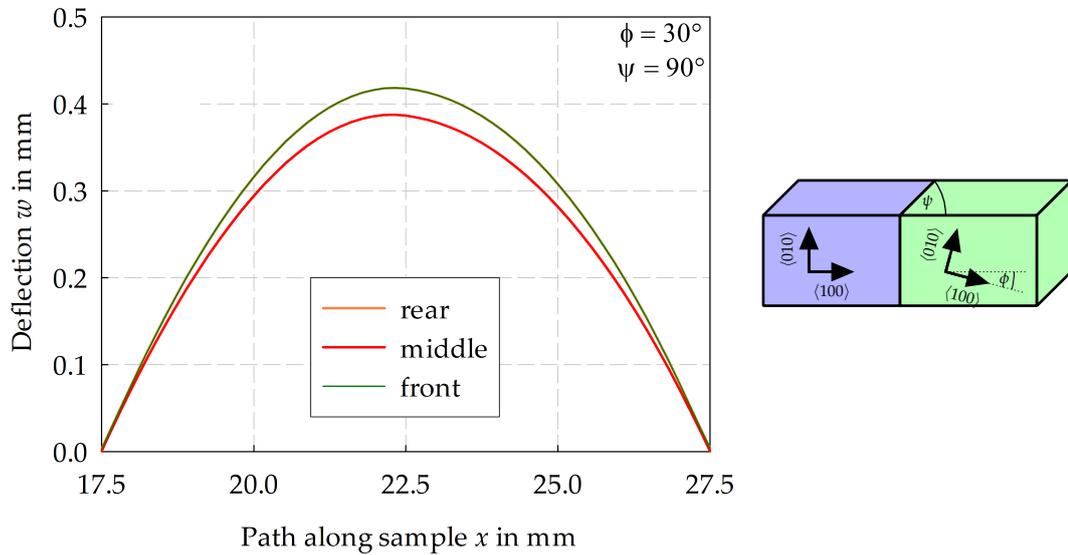


(a) Conditions homogènes (sinusoïdale).

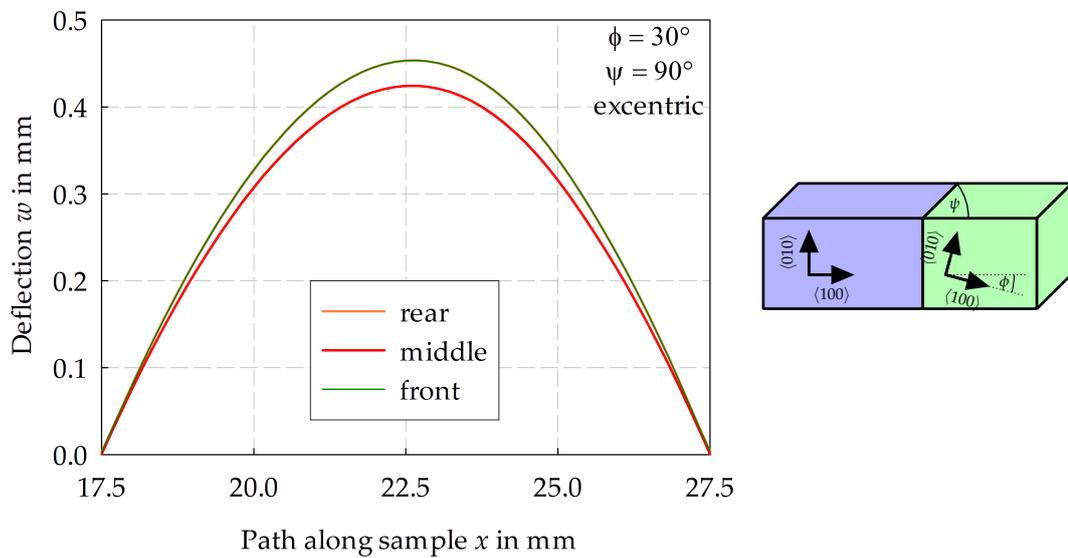


(b) Deux matériaux différents : Ni et Cu.

FIGURE 8.7: Flèche de déformation  $w$  le long de l'échantillon entre les supports inférieurs.

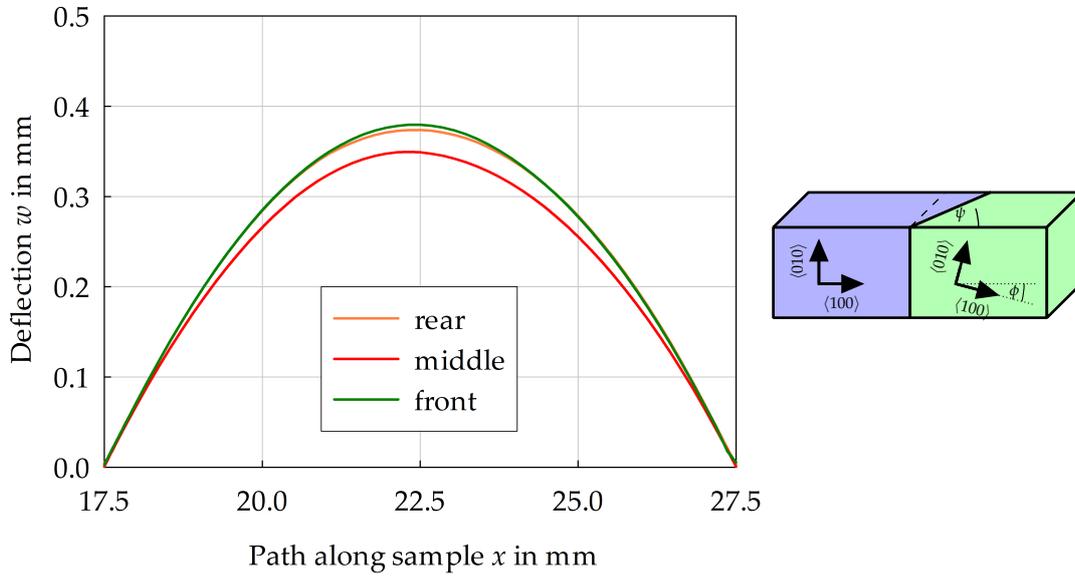


(c) Joint de grains perpendiculaire (angle d'inclinaison  $\psi = 90^\circ$ ) et différence en orientation de  $\phi = 30^\circ$ .

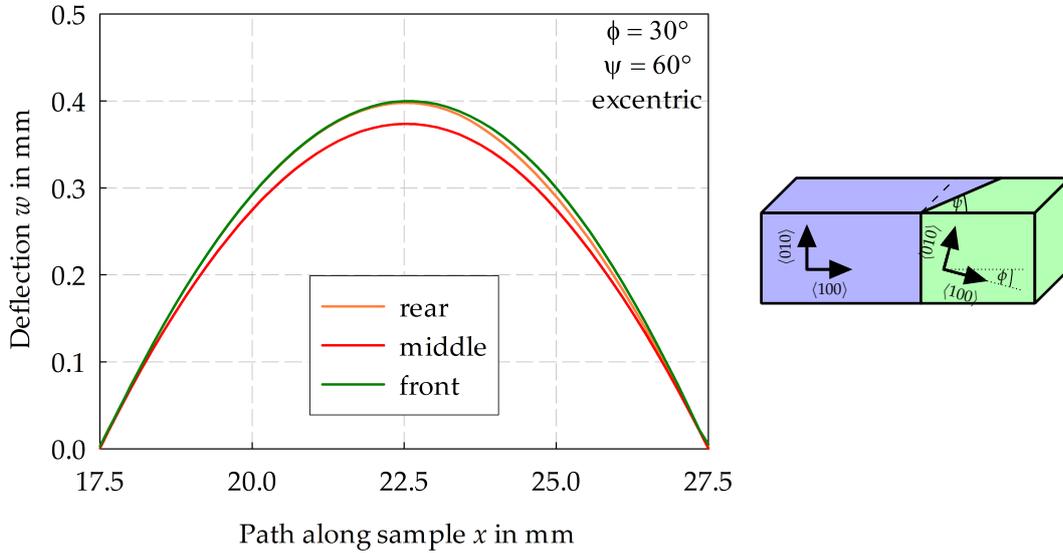


(d) Joint de grains perpendiculaire excentrique (angle d'inclinaison  $\psi = 90^\circ$ ) et différence en orientation de  $\phi = 30^\circ$ .

FIGURE 8.7: (Continuation) Flèche de deformation  $w$  le long de l'échantillon entre les supports inférieurs.

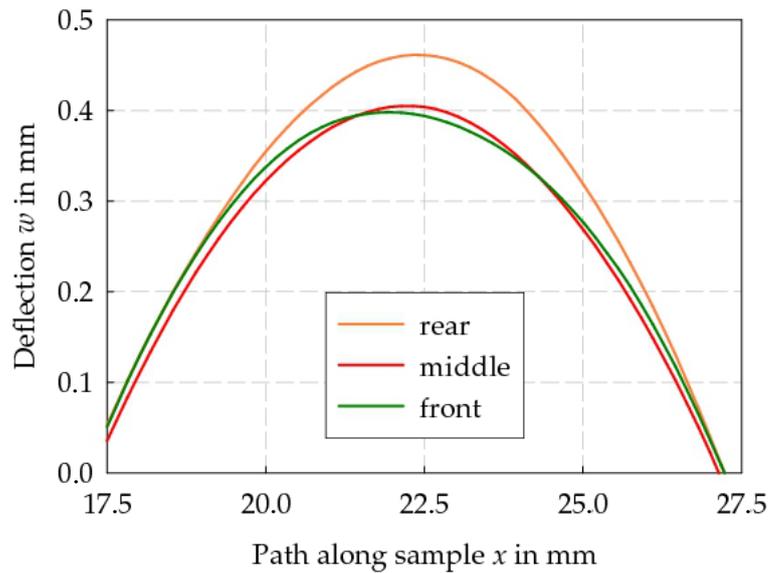


(e) Joint de grains avec un angle d'inclination  $\psi = 60^\circ$  et différence en orientation de  $\phi = 30^\circ$ .



(f) Joint de grains excentrique avec un angle d'inclination  $\psi = 60^\circ$  et différence en orientation de  $\phi = 30^\circ$ .

FIGURE 8.7: (Continuation) Flèche de déformation  $w$  le long de l'échantillon entre les supports inférieurs.



(g) Polycristal réel.

FIGURE 8.7: (Continuation) Flèche de déformation  $w$  le long de l'échantillon entre les supports inférieurs.

est supposé excentrique (déplacement par 2,5 mm à droite), aussi le maximum des changements se déplace en fonction du montant du déplacement vers la droite (figure 8.7 (d)).

L'introduction d'un angle d'inclinaison  $\psi$  du joint de grains cause une flexion des bords avant et arrière non identiques, car les joints de grains sont situés à différentes positions  $x$  par rapport au chemin de mesure. Le cas illustré (figure 8.7 (e) et (f)) montrent encore une fois les déplacements maximum à cause de la différence d'orientation et d'excentricité. Elles sont d'intensité différentes pour les bords avant et arrière.

La simulation par MEF élastique anisotrope de la flèche de déformation d'un polycristal montre toutes les caractéristiques décrites ci-dessus (figure 8.7 (g)). Mais les courbes de flèche de déformation (bord avant, le centre et bord arrière) sont beaucoup plus espacées. Dans ce cas elles ne sont pas influencées par un seul mouvement ou un basculement d'un seul joint de grains, mais ici il y a plusieurs joints de grains avec des angles d'inclinaisons différents supplémentaires. Par ceux-ci les effets peuvent

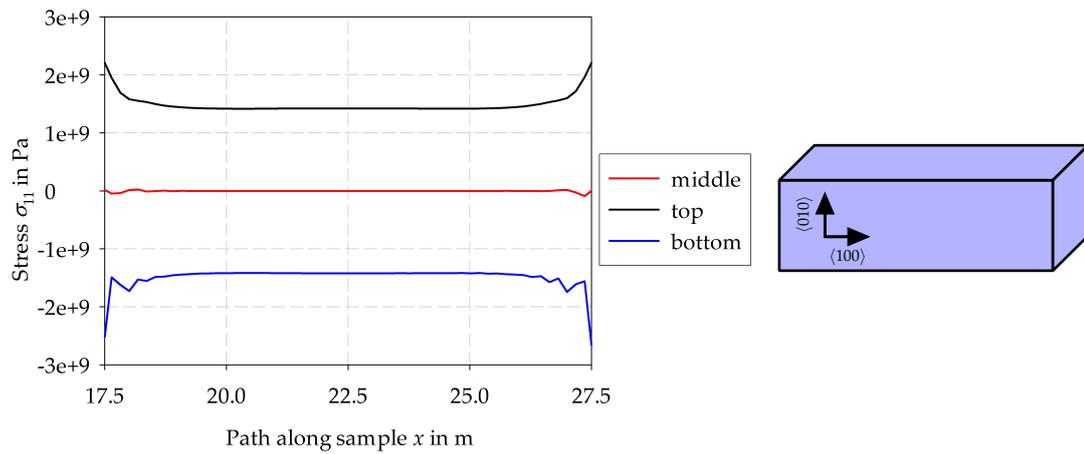
être consolidés ou affaiblis. A cause des différentes positions des joints des grains, le maximum des chemins considérés se déplace à des degrés divers et les courbes diffèrent fortement de leur forme symétrique.

La taille des grains du polycristal réel simulé est relativement élevée ce qui explique que ces effets sont clairement visibles. En réduisant la taille des grains on peut s'attendre à ce que cet effet soit moins important de part l'annihilation mutuelle.

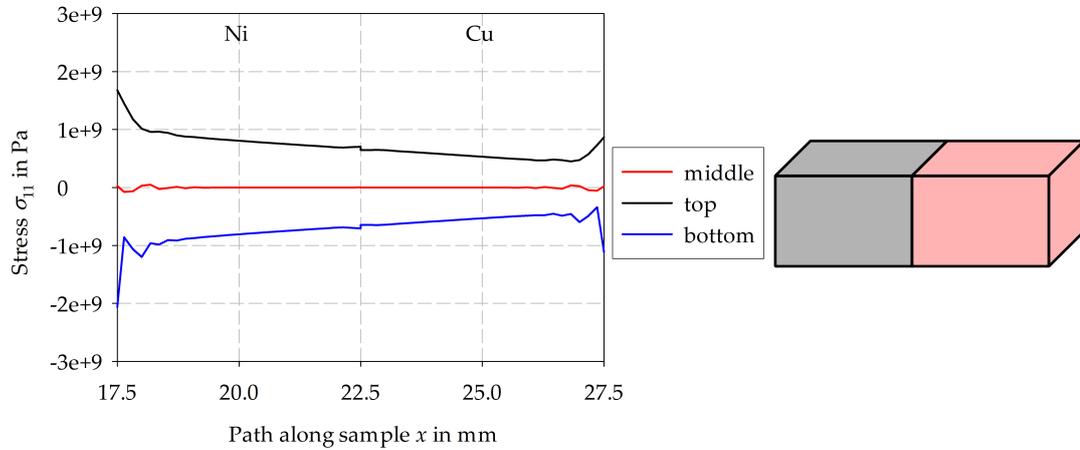
Pour l'étude du profil de tension les mêmes chemins de mesure (bord supérieur, inférieur et central) sont utilisés (figure 8.6). Les courbes de tension des bords avant et arrière sont dans le cas des joints de grains verticaux identiques à la ligne moyenne mesurée et sont omis pour plus de clarté. Dans le cas de joints de grains non perpendiculaires avant et arrière les caractéristiques de la courbe de tension varient de la moyenne en raison de l'autre position  $x$  du joint de grain. En conséquence, cette courbe de tension est tracée en plus des cartes.

La simulation par MEF d'un échantillon de flexion homogène donne des résultats de la distribution des contraintes internes qui se trouvent entre les deux supports des bords supérieurs et inférieurs et en même temps le chemin de mesure centrale est constante (figure 8.8 (a)). La différence dans le voisinage direct du support inférieur est provoquée par le transfert local de la charge. Les diagrammes montrent des discontinuités aux bords à  $x = 17,5$  mm et  $x = 27,5$  mm, générées par les positions de ces supports inférieurs. Alors, il ne faut pas les prendre en considération en regardant le processus de flexion. Comme prévu au cours d'un essai de flexion, au bord supérieur de l'échantillon il y a des contraintes de traction ( $\sigma_{11}^{\text{top}} > 0$ ) et au bord inférieur, il y a des contraintes de compression ( $\sigma_{11}^{\text{bottom}} < 0$ ). Sur la voie du milieu  $\sigma_{11}^{\text{middle}} = 0$ , de ce fait à cet endroit se trouve la fibre neutre.

En observant le bicristal avec les propriétés mécaniques de Ni et de Cu (figure 8.8 (b)), il est à noter que seulement le parcours central montre une tension constante de l'axe neutre ( $\sigma_{11} = 0$ ). Celle-ci est constante sur toute la surface entre les supports intérieurs. Les valeurs des tensions au bord supérieur et au bord inférieur baissent de Ni au Cu de façon presque linéaires. A la position du joint de grain ( $x = 22,5$  mm) se trouve un

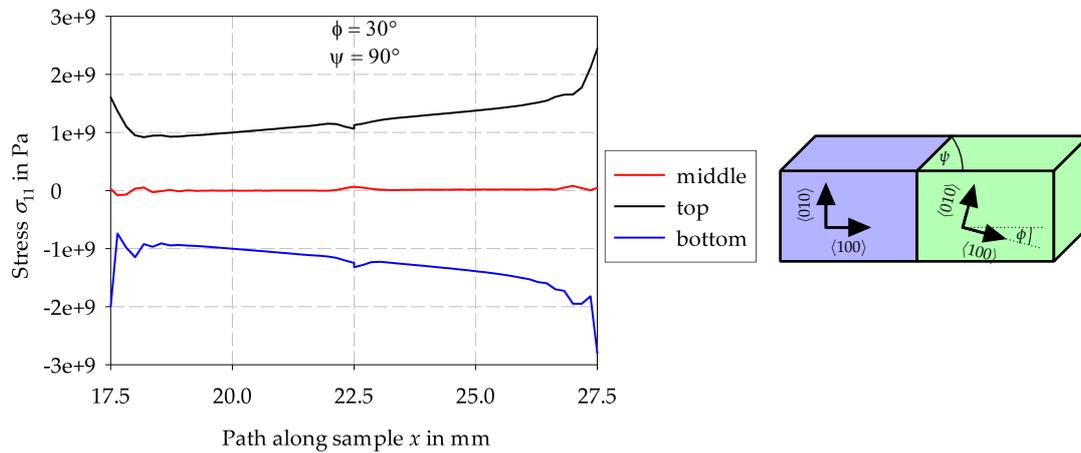


(a) Conditions homogènes.

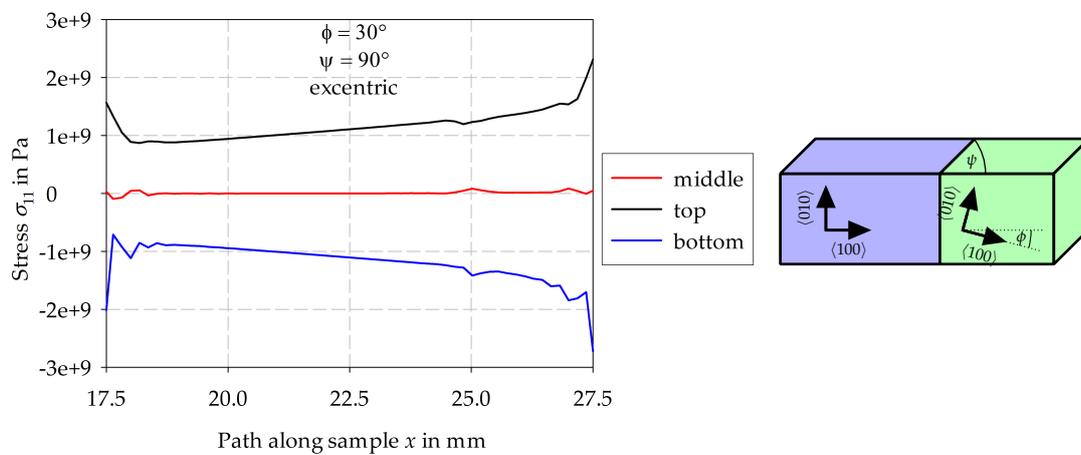


(b) Deux matériaux différents : Ni et Cu.

FIGURE 8.8: Contrainte  $\sigma_{11}$  le long de l'échantillon entre les supports inférieurs.

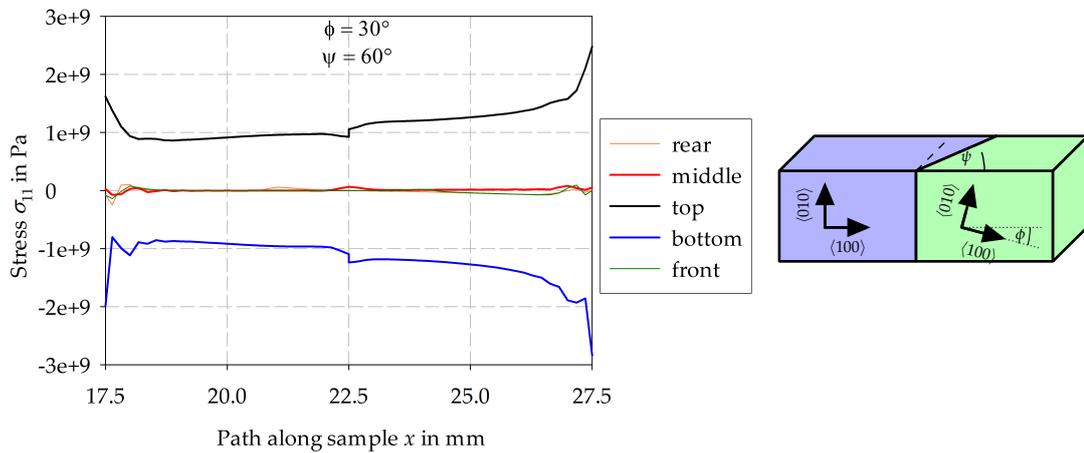


(c) Joint de grains perpendiculaire (angle d'inclinaison  $\psi = 90^\circ$ ) et différence en orientation de  $\phi = 30^\circ$ .

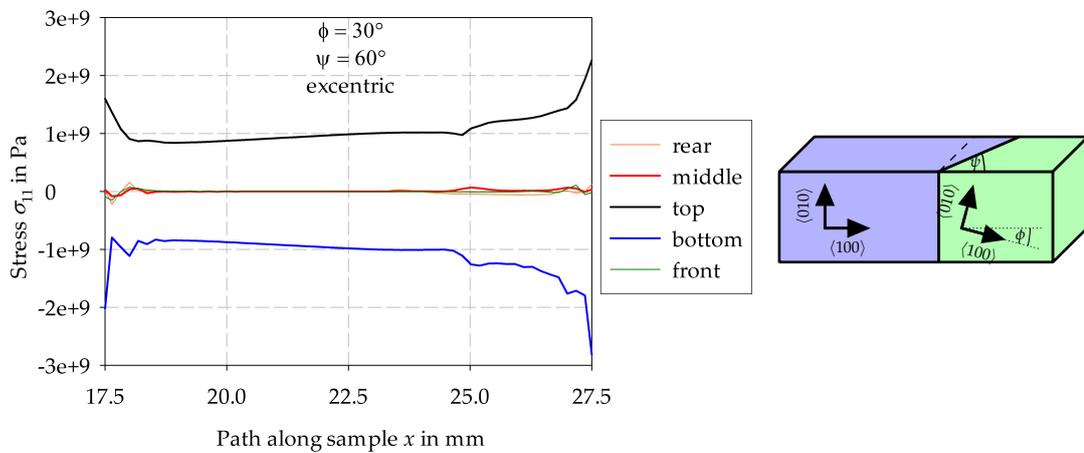


(d) Joint de grains perpendiculaire excentrique (angle d'inclinaison  $\psi = 90^\circ$ ) et différence en orientation de  $\phi = 30^\circ$ .

FIGURE 8.8: (Continuation) Contrainte  $\sigma_{11}$  le long de l'échantillon entre les supports inférieurs.

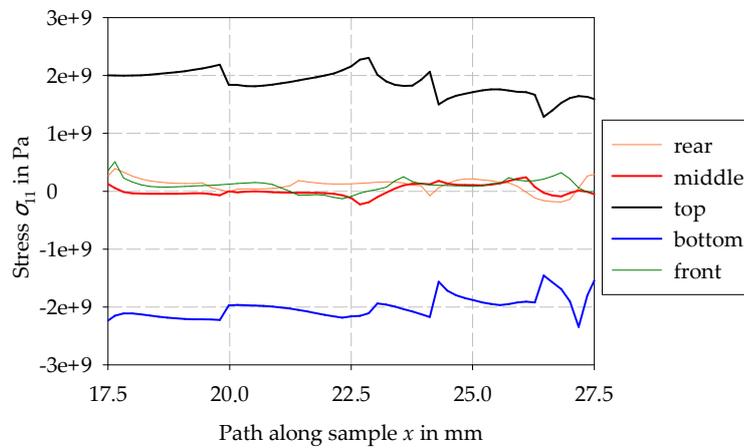


(e) Joint de grains avec un angle d'inclinaison  $\psi = 60^\circ$  et différence en orientation de  $\phi = 30^\circ$ .



(f) Joint de grains excentrique avec un angle d'inclinaison  $\psi = 60^\circ$  et différence en orientation de  $\phi = 30^\circ$ .

FIGURE 8.8: (Continuation) Contrainte  $\sigma_{11}$  le long de l'échantillon entre les supports inférieurs.



(g) Polycristal réel.

FIGURE 8.8: (Continuation) Contrainte  $\sigma_{11}$  le long de l'échantillon entre les supports inférieurs.

saut de contrainte. Le matériau plus souple Cu nécessite une amplitude plus faible de tension pour atteindre la flexion appliquée. Cela est conforme au profil de la déviation, qui montre un déplacement maximal de la flexion en direction du Cu et un plus petit rayon de courbure dans le Cu (figure 8.7 (b)). Ceci est confirmé par le bicristal avec deux orientations différentes.

La comparaison avec la même orientation, mais un arrangement excentrique des joints de grains (figure 8.8 (c) et (d)) montre qu'il existe un déplacement entre la position des pics de tensions et des joints de grains (de 22,5 à 25 mm).

Le changement de l'angle d'inclinaison supérieur provoque un saut de contrainte plus élevé à la position du joint de grains (figure 8.8 (e) et (f)) à cause d'une discontinuité. En outre, en raison de la position différente du joint de grains les courbes du bord avant et du bord arrière ne sont pas identiques à la voie du milieu.

En regardant le polycristal réel, comme il y est montré dans la carte d'orientation à la figure 8.6 (a), tous les effets décrits apparaissent simultanément (figure 8.8 (g)). À l'emplacement des joints de grains se trouvent les sauts de tension qui sont déplacés en fonction de l'emplacement de joint de grains (au bord avant, au centre ou au bord

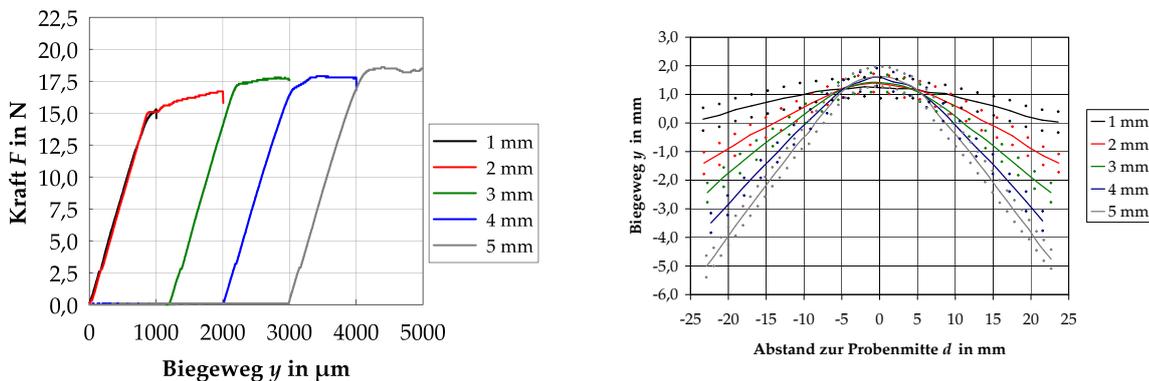
arrière). Comme tous les grains ont une certaine inclinaison, ils sont clairement visibles. La valeur de ces sauts de tension aux joints de grains est significativement plus élevée que toutes les combinaisons des bicristaux calculés précédemment. En particulier, les bords avant et arrière (front, rear) montrent un écart distinct de la tension par rapport à l'axe géométrique neutre (middle). Ceci peut être expliqué par la présence des points triples et par les joints de grains se rencontrant dans des directions différentes. C'est pourquoi la géométrie de l'échantillon est beaucoup plus complexe par rapport aux modèles des bicristaux. Ceci, de nouveau, justifie la sensibilité des joint de grains pour l'endommagements en raison des contraintes additionnelles.

En comparant le diagramme de la flèche de déformation et des contraintes de flexion des modèles de géométrie et le polycristal réel, des différences notables sont remarquées. Les flèches de déformation pour les différents cas ne diffèrent que par des décalages légers des chemins individuelles. Les schémas de flèche de déformation ne peuvent pas donner des indications sur la position des joints de grains. Pourtant la position des joints de grains peut être déduite, directement, des diagrammes des contraintes de flexion. En particulier, le polycristal montre des sauts marqués des contraintes aux joints de grains, qui indiquent l'existence de ces contraintes d'incompatibilité, dues à l'hétérogénéité élastique seule.

## Expériences

Sur la base des photos de caméra numérique enregistrées au cours de l'essai de flexion, après les différentes étapes de flexion, la ligne de flèche de déformation expérimentale peut être déterminée. Pour assurer la comparaison des images, il faut définir des points fixes sur les photos qui se trouvent sur toutes les photos à la même position. À cet effet, les supports de l'appareil de flexion sont utilisés parce que la distance entre les supports reste constante. La ligne de flèche de déformation est normalisée à cette distance entre les supports. De cette façon, toutes les courbes pour les différentes flèches de déformation deviennent comparables l'une à l'autre.

Les courbes force-flèche de déformation mesurées lors de ces expériences individuelles sont présentées à la figure 8.9 (a). Ici, également, il est clairement visible, que la

(a) Courbes  $F - d$  (Force - déplacement).

(b) Flèches de déformation.

FIGURE 8.9: Essai de flexion incrémental.

première charge reste purement élastique jusqu'à 1 mm. Cela se voit du fait d'identité de la courbe de l'étape de chargement suivant (2 mm) avec cette première courbe jusqu'à 1 mm. Si le chargement dépasse  $> 1$  mm la plastification commence. La valeur de la partie du déplacement d'origine plastique peut être déterminée sur l'abscisse.

Les lignes de flèches de déformation, mesurée avec la représentation de la déviation  $w$  vers la distance du centre de l'échantillon  $d$ , sont montrées dans la figure 8.9 (b). Le diagramme montre les lignes de flèches de déformation des étapes de flexion progressive de 1 à 5 mm sous le chargement maximal. Chaque ligne représente la courbe moyenne (axe neutre géométrique) calculée comme valeur moyenne de la courbe supérieure et inférieure. Additionnellement, les deux valeurs initiales des bords sont affichées au diagramme avec des points. Toutes les courbes convergent aux positions des supports intérieurs ( $d = \pm 5$  mm) parce qu'elles sont standardisées de cette manière.

Les cartes d'orientation (figure 8.10 (a)–(l)) changent légèrement au cours de la flexion. A partir du centre d'échantillon la couleur change en fonction des changements de l'orientation des grains, sur la région externe gauche et droite. Ce changement d'orientation est attendu, parce que les échantillons sont montés sur un cadre support incliné  $70^\circ$  : ces caractéristiques géométriques sont observées. C'est pourquoi les grains extérieurs sont représentés les plus déformés. Alors, la distorsion dans cette région

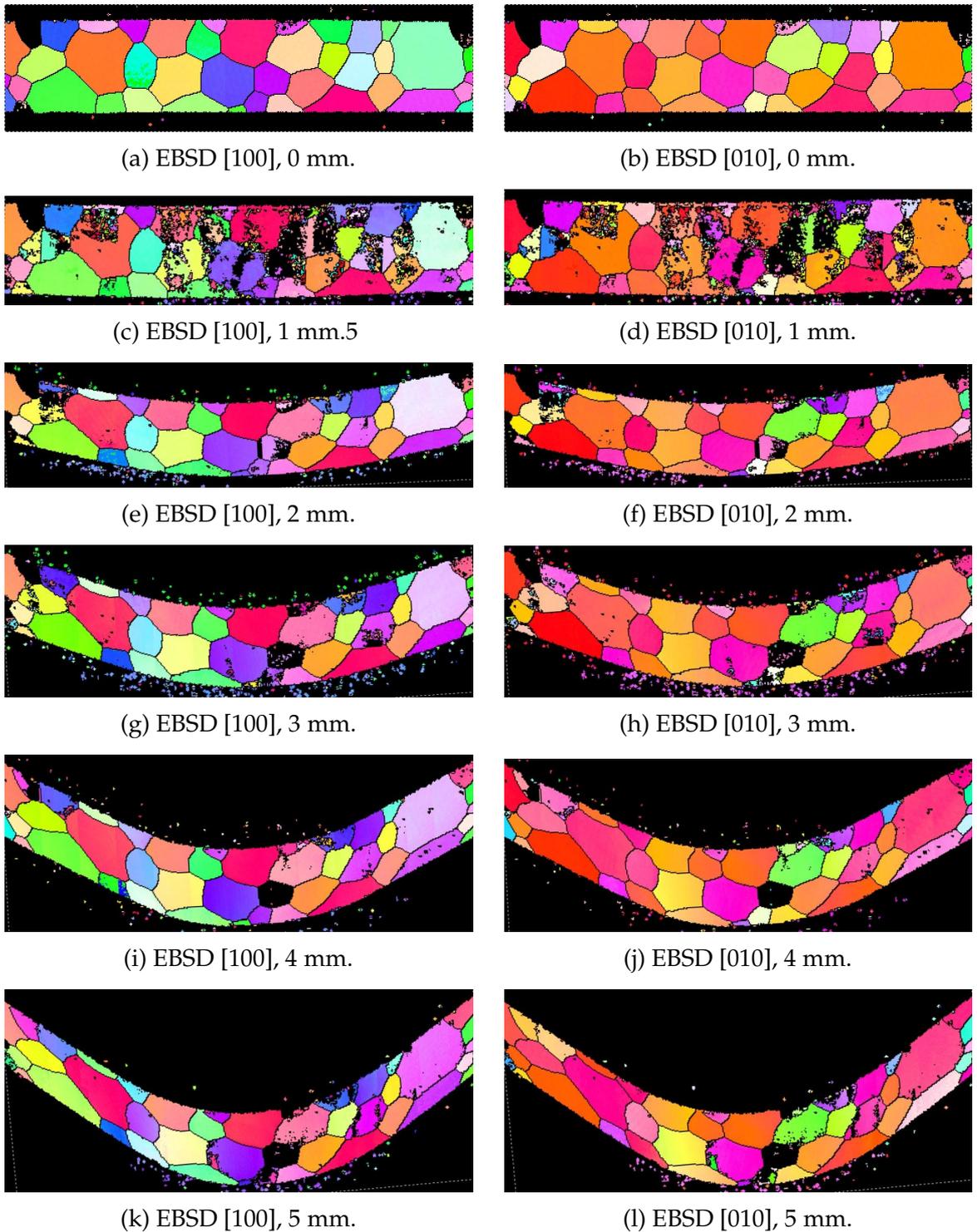


FIGURE 8.10: EBSD des flèches de déformation différentes.

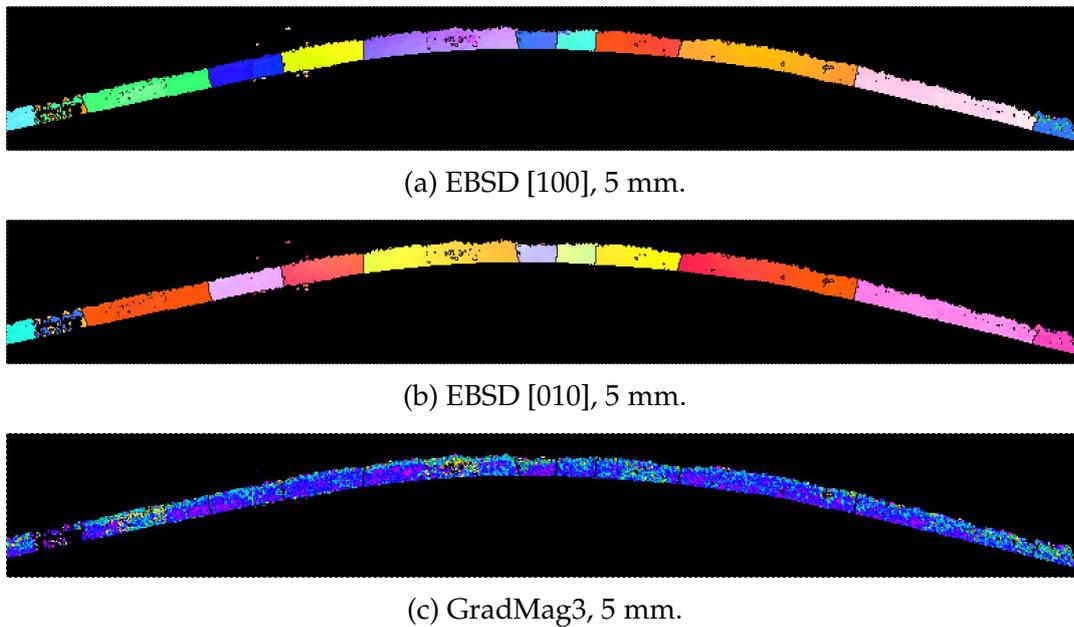


FIGURE 8.11: Vue vers le bord de l'échantillon.

n'est pas due à une déformation plastique.

La direction du regard d'EBSD au bord d'échantillon après une déviation maximale de 5 mm est montrée en la figure 8.11. Il est évident que les joints de grains traversent l'épaisseur d'échantillon flexion presque verticalement. Il y a des positions où des changements de couleur qui apparaissent non seulement dans les images EBSD (figure 8.11 (a), (b)) mais encore dans les gradients d'orientation (figure 8.11 (c)). Cela est particulièrement évident dans les grains les plus grands. Les petits grains sont dans le centre de l'échantillon ; leur déviation est maximale, il n'y a pas de changement. Dans ce cas, les changements d'orientation ne peuvent pas être attribués à la position de l'échantillon sur le cadre support d'EBSD. Le bord observé est incliné régulièrement par un angle typiquement de  $70^\circ$ .

### 8.3.2 Essais de fatigue

Les essais de fatigue ont deux objectifs importants : premièrement, détecter l'influence des contraintes d'incompatibilité sur les sites d'endommagement ; d'autre part, dé-

terminer le développement de la déformation plastique jusqu' à la formation et la propagation des fissures. Les essais sont conduits sous traction – compression ( $R = -1$ ) avec une déformation  $\epsilon_{pl} \approx 3 \cdot 10^{-4}$ , et analysés après différents nombre de cycles, pendant la déformation croissante.

### Evolution de l'endommagement

En raison de son anisotropie élastique élevée le nickel montre une évolution caractéristique de la déformation plastique pendant les essais de fatigue. L'effet des contraintes d'incompatibilité, provoquées par l'anisotropie élastique, peut être exploité pour l'étude de l'endommagement. Les différentes contraintes d'incompatibilité locales apparaissent en des lieux différents ; par conséquent, on peut supposer qu'on trouve des niveaux différents de l'endommagement dans un seul échantillon fatigué. Dans ce cas, le nombre de cycles est le même pour tous les grains de l'échantillon, mais l'intensité du chargement des grains est différente.

Causée par les différentes contraintes locales et dépendantes de l'orientation et la position du grain considéré, des structures de dislocations différentes se forment, comme la structure en labyrinthe, en mur fragmenté, en patch et sous forme du paquet [BBSH01]. Les structures en échelle qui représentent les BGPs, se trouvent dans la plupart des grains de la structure en paquet. Elles sont déterminantes pour la déformation plastique. Pour le développement de l'endommagement pendant la fatigue, l'examen des différents aspects suivants a été possible de manière détaillée :

- La localisation des contraintes d'incompatibilité
- La génération des structures de dislocations hétérogènes
- La formation des BGPs
- La formation des fissures
- La croissance des fissures à l'intérieur d'un grain

- L'interaction de la fissure avec les joints de grains
- La propagation de la fissure du travers des joints des grains
- Les arrangements spéciaux de fissures
- Les fissures discontinues

### Localisation des contraintes d'incompatibilité

Bien que les structures de dislocations dépendent fortement de l'orientation du grain par rapport à la direction du chargement, elles ne sont pas distribuées de façon homogène dans les grains individuels. Fréquemment, l'apparence des structures de dislocations est différente au bord des grains par rapport au milieu des grains. Puisque les structures sont causées par la fatigue, il est clair qu'au cours de la fatigue aux lieux des différentes structures de dislocations il y avait des contraintes différentes actives. Il faut donc considérer la contrainte comme une condition dépendante de la direction et de la position.

### Génération des structures de dislocation hétérogènes

En particulier aux points triples, la distribution des contraintes est beaucoup plus compliquée. Par son effet sur le réseau cristallin on arrive à visualiser ces zones avec ses tensions supplémentaires en utilisant l'ECCI (figure 8.12). Directement aux points triples eux-mêmes mais aussi aux joints de grains à proximité des points triples, des structures caractéristiques avec une distribution spatiale distincte se forment. Un contraste ECCI toujours plus localisé peut être trouvé aux lieux où les joints de grains se croisent (figure 8.13). Fréquemment, dans le prolongement des joints de macles à l'intérieur des grains voisins, des structures en forme des flammes sont trouvés. Ces «flammes» indiquent l'augmentation des contraintes par l'interaction de deux joints de grains. Un autre phénomène est la distorsion des structures de dislocations aux

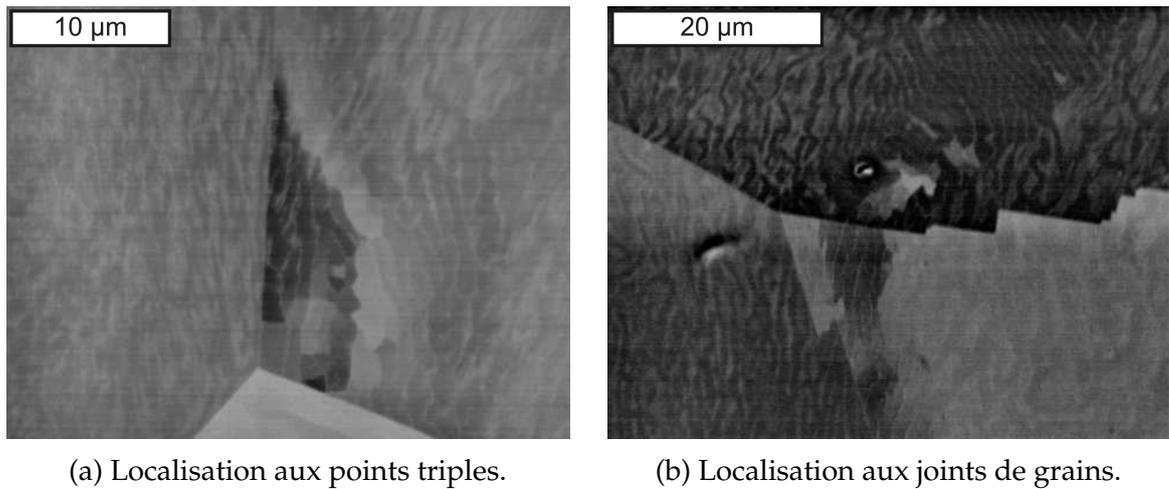


FIGURE 8.12: Changement des structures dislocations.

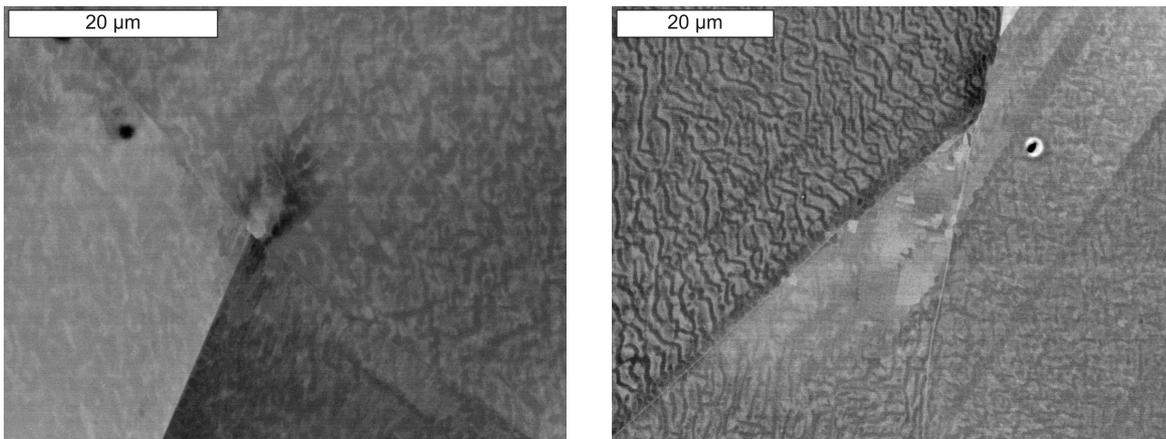
points triples dans les grains à angle aigu, ce qui s'explique aussi par les conditions de contraintes qui sont présentes.

### Formation de bandes de glissement persistante (BGP)

A côté des structures de dislocations qui se développent au cours de la fatigue des BGPs sont formées également. Elles sont constituées le long des plans de glissement, qui dans le réseau cfc sont les plans  $\{111\}$ . La direction de glissement est  $\langle 110 \rangle$ . Comme dans le réseau cfc, les plans  $\{111\}$  sont également les plans de macles, les BGPs sont souvent parallèles aux frontières des grains maclés. Donc, il y a des BGPs à l'intérieur des grains et aux joints de macles qui sont de même orientation (figure 8.13).

### Formation des fissures

Dès le début de l'endommagement les changements décrits précédemment, qui sont dus aux concentrations de contraintes qui se forment de façon préférentielle dans les structures de dislocations. Ces structures peuvent s'élargir (figure 8.14 (a)) et constituer les premières fissures (figure 8.14 (b)). A la pointe de la fissure et aux flancs de fissure



(a) Point d'intersection joint de macles – joint de grains.

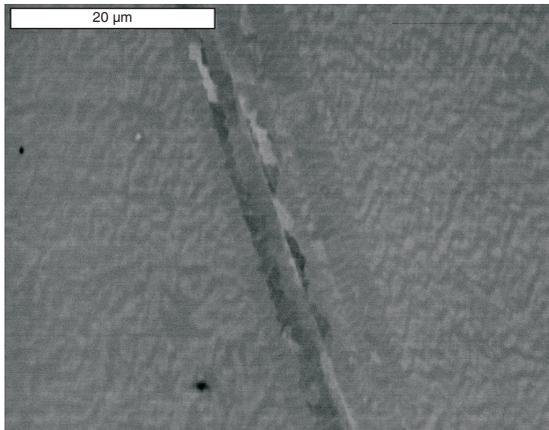
(b) Point triples avec formation du BGPs.

FIGURE 8.13: Indication des contraintes au joints de grains.

il y a des structures cellulaires, qui sont connues pendant les derniers stades de la fatigue.

### Croissance des fissures dans un grain

Les fissures qui se forment aux joints de macles ne passent pas strictement le long de ces surfaces de séparation : elles peuvent se propager dans l'intérieur du grain, par exemple, quand il y a des changements dans la direction du joint de grains (figure 8.15 (a)). Plus rarement, des fissures se forment directement à l'intérieur du grain (figure 8.15 (b)). Ici, il est clairement visible qu'il y a les structures cellulaires dans le domaine de la zone plastique non seulement à la pointe de la fissure mais encore aux bords de la fissure. Ces structures cellulaires sont à leur tour entourées par des structures en échelle. En outre, les fissures passent parallèlement aux BGPs.

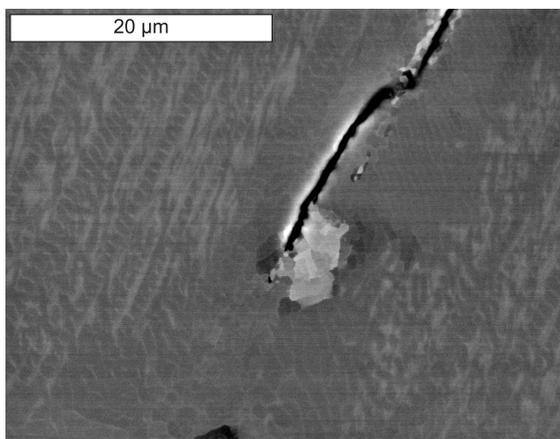


(a) BGPs et structures cellulaires au joint de macles avant l'initiation de fissure.

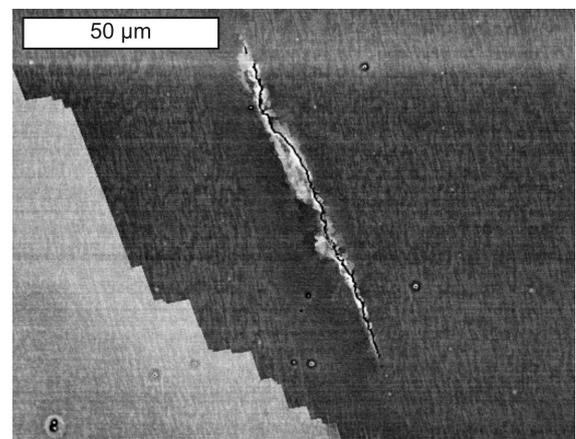


(b) L'initiation de fissure au même joint de macles.

FIGURE 8.14: Formation des BGPs et fissures aux joints de grains.



(a) Fissure initiée à une joint de macles (hors de cette figure).



(b) Fissure initiée dans l'intérieur de grain.

FIGURE 8.15: Propagation d'une fissure dans un grain.

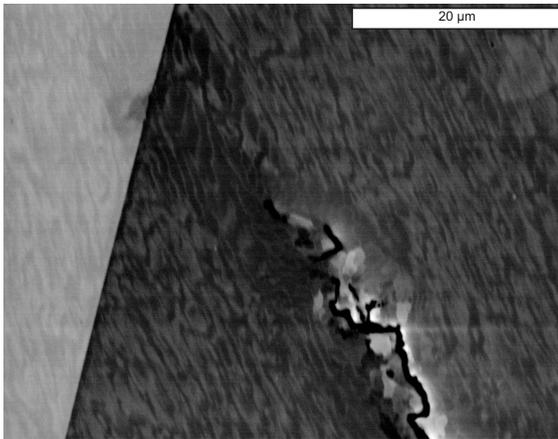
### Interaction de la fissure avec des joints de grains

Pendant la progression de l'endommagement, les fissures actives percutent des joints de grains. La figure 8.16 montre les situations qui se produisent et les effets de fissures, qui, premièrement, se trouvent près du joint de grains, puis sont verticales juste au joint de grains et troisièmement viennent de passer le joint de grains. Dans le premier cas (figure 8.16 (a)), la pointe de la fissure est à environ 20  $\mu\text{m}$  du joint de grains et le changement de la structure de dislocations en pointe de la fissure atteint déjà le joint de grains. Par une inspection plus minutieuse, on voit l'effet de la fissure sous la forme d'une petite flamme de l'autre côté de la frontière du joint de grains. La fissure se forme donc à une distance finie du joint de grains, qui influence sa progression.

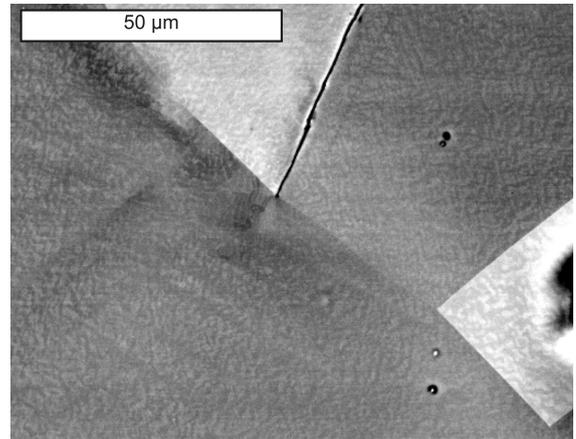
### Propagation de la fissure à travers les joints des grains

Si les fissures traversent les joints de grains et progressent dans le grain voisin, leur propagation a pour résultat deux formes caractéristiques : des fissures avec bandes et des fissures avec une déformation plastique massive. Dans le premier cas (figure 8.17 (a)), la fissure est entourée par une bande, générée par la déformation plastique, qui a dans chaque grain individuel une largeur constante. La largeur des bandes de déformation diffère de grain à grain. Ces différences pourraient également découler de l'anisotropie d'origine élastique.

Dans chaque grain la propagation est relativement linéaire le long des directions cristallographiques. Souvent il y a des BGP's qui passent parallèlement aux fissures. La zone autour du joint de grain est caractéristique. La fissure reste plane et change son orientation sous la forme d'une courbe de l'orientation d'un grain à celle de l'autre. En regardant la diversification de la fissure au joint de grains la résistance du joint du grain, qui s'oppose au passage de la fissure est clairement visible. Une forte diversification indique une résistance élevée, alors qu'un niveau faible indique une résistance faible. Cette forme de propagation se retrouve pour la plupart des fissures. Ceci est montré à la figure 8.17 (a) par une fissure avec une évolution relativement régulière.



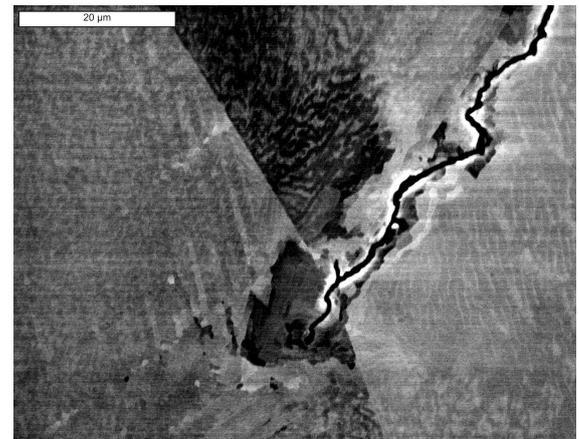
(a) Structure de l'échelle entre point de fissure et joint de grains.



(b) Fissure produit une *petite flamme* dans le grain avoisinant.

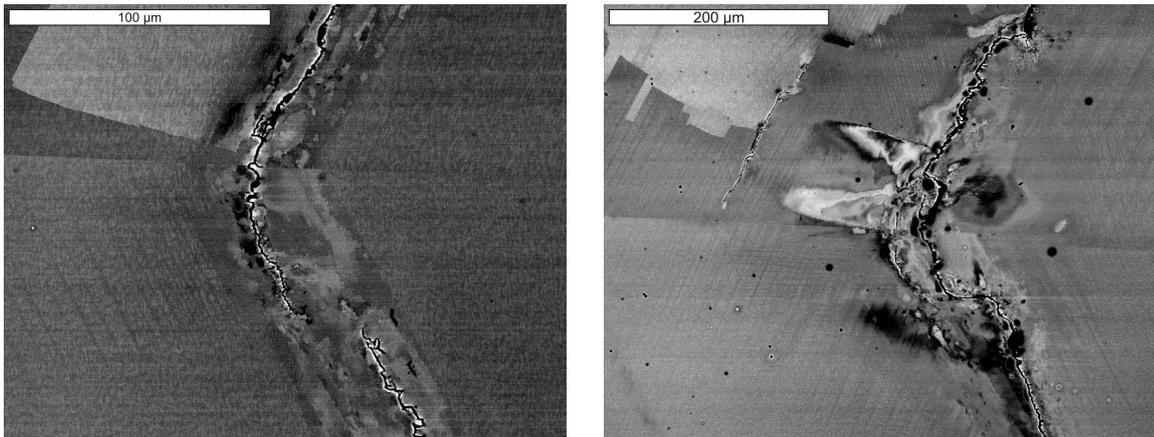


(c) Bande de deformation dans le grain avoisinant.



(d) Génération d'une zone plastic dans le grain avoisinant.

FIGURE 8.16: Interaction des fissures avec des joints de grains. Fissures à différentes distances au joint de grains et en conséquence avec des différentes zones plastiques.



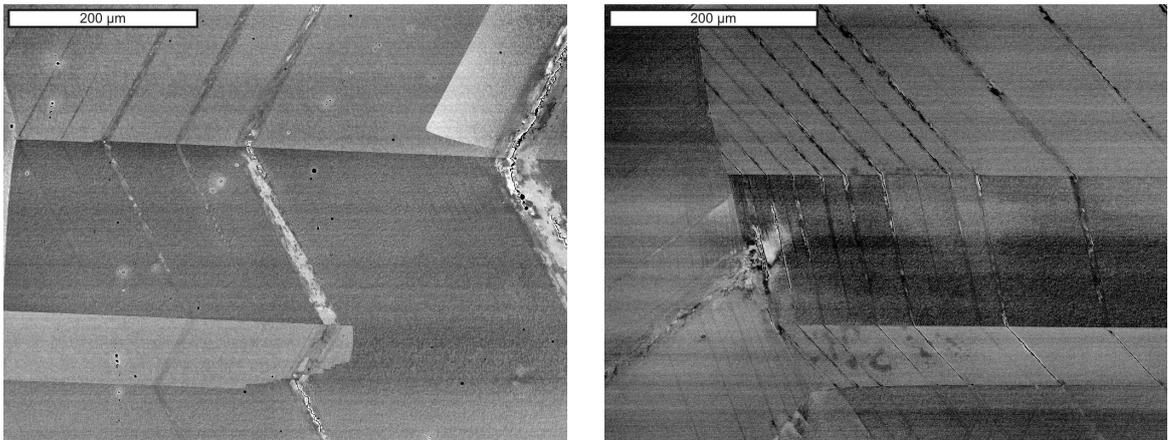
(a) Bande de déformation courbée à travers le joint de grains. (b) Déformation plastique massive au joint de grains.

FIGURE 8.17: Courses des fissures à travers les joints de grains.

La traversée du joint de grains dans le second cas (figure 8.17 (b)) se manifeste moins régulièrement. Ici des contrastes clairs apparaissent, surtout aux joints de grains, mais aussi aux «pli» de la fissure. Ces contrastes indiquent les conditions spéciales des contraintes et les activités plastiques présentes à ces lieux. On aperçoit clairement, que non seulement les deux joints de grains mais encore les positions des plis sont en corrélation avec les déformations locales. Des grands plis causent de grandes zones de déformation, alors que des petites marches dans la direction de la propagation des fissures se manifestent par des petites zones plastiques. Si la fissure avance presque en ligne droite (le bas de la figure 8.17 (b)), il y a autour de la fissure une petite zone plastique d'une dimension constante. Ceci suggère que les dimensions spécifiques des autres lieux sont causées par leurs inhomogénéités en contraintes plastiques locales.

### Arrangements spéciaux de fissures

Les grains maclés, qui sont présents dans les échantillons de Ni sélectionnés, généralement n'agissent pas comme des barrières pour la propagation des fissures. Aux joints de macles, les fissures changent la direction de leur propagation en suivant la direction de glissement (figure 8.18). Alors que les bandes de glissement sont évidemment des



(a) Cours zigzag des fissures d'une longueur différente à travers des joints de macles.

(b) Cours zigzag dans la région avec une densité de fissure haute près d'un joint de grains.

FIGURE 8.18: Cours cristallographique de fissures longue à travers joints de grains et joints de macles.

lieux faciles d'initiation de fissure, il est possible qu'à l'intérieur d'un grain une multiplicité de fissures parallèles se forme. Ces fissures croissent parallèlement par rapport à la direction de glissement et changent leur orientation brusquement au joint de macle. Alors que dans de nombreux grains l'espacement de ces fissures est relativement constant, (figure 8.18 (a)), dans d'autres grains la densité des fissures a augmentée dans une direction du grain en question (figure 8.18 (b)). Comme l'espacement des fissures est beaucoup plus petit au bord du grain que dans l'intérieur du grain, cela suggère un dépassement de contrainte aux joints de grains conduisant à une densité de fissures élevée. Un autre argument favorable provient de la zone plastique au joint de grains.

### Fissures discontinues

Fréquemment, comme cela est visible dans les illustrations ci-dessus, les fissures ne progressent pas de façon parfaitement droite, mais changent souvent leur direction. C'est le cas non seulement pour les fissures à l'intérieur des grains, mais aussi pour les fissures qui progressent le long du joint de grains, mais qui ne suivent jamais exactement le joint de grains. L'émergence d'une telle fissure peut être retracée par

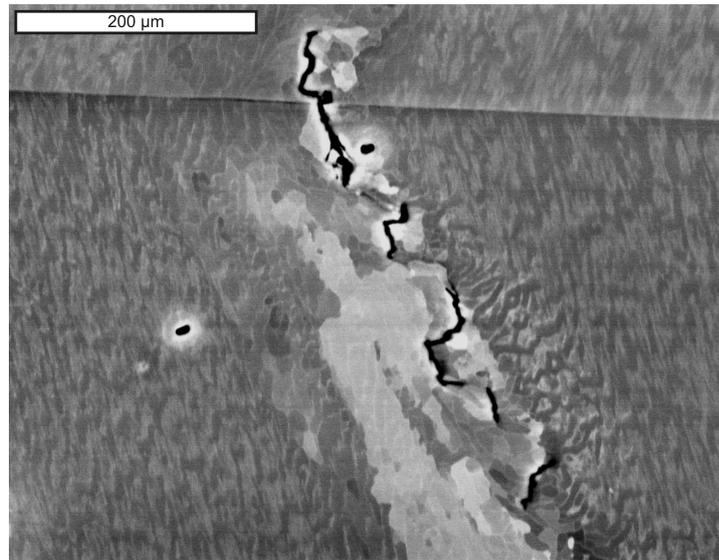


FIGURE 8.19: Fissure fractionnée multiple.

les fissures dans la figure 8.19. La fissure est initiée à différents lieux sous forme de différentes petites fissures et ensuite finit par ne former qu'une seule fissure. La taille des sections de même orientation est fortement dépendante de la taille de la structure cellulaire de dislocations. Le segment de fissure le plus petit a exactement la même longueur qu'une arête de la structure cellulaire, comme les fissures grandissent grâce au transfert entre les cellules. La largeur de la zone plastique entourant la fissure dépend aussi bien de la propagation de la fissure partielle que de la direction principale de la propagation de la fissure. Si la section de la fissure est presque perpendiculaire à la direction principale, beaucoup de déformation plastique est visible dans l'ECCI. Celle-là apparaît comme zones lumineuses à côté de la fissure.

### Comparaison ECCI – Simulation

Dans ce travail, le processus très complexe de l'endommagement par fatigue a été démontré par une approche de simulation très simple et rapide. Alors que les simulations de la charge reçue est très simplifiée, l'attention a été apportée à la géométrie de l'échantillon. Dans les simulations purement élastiques anisotropes, les contraintes de comparaison de von Mises ont été évaluées pour calculer les contraintes d'incompa-

tibilité de ces échantillons. Cet invariant du tenseur des contraintes est une mesure pour l'énergie de déformation élastique introduite dans la matière. Le fluage plastique est plus probable au lieu, où cette énergie est très grande.

## 8.4 Conclusions et perspectives

Les inhomogénéités microstructurale affectent les contraintes et les elongations locales dans le voisinage des interfaces. Des déviations des contraintes se forment de préférence aux joints de grains et l'endommagement se produit dans les lieux avec les plus grandes contraintes d'incompatibilité. Ceci est montré dans les essais de flexion, par le changement des courbes de flexion et dans les essais de fatigue par les lieux d'initiation des fissures. Par calculs MEF 3D prenant en compte l'anisotrope élastique, les lieux d'endommagements potentiels sont prévus et détectés expérimentalement par ECCI au MEB. Les calculs purement élastiques utilisés dans cette thèse, dans la majorité des cas, génèrent une prédiction fiable. Ceci est confirmé par des travaux précédents [VN03, Hen07].

L'influence de l'incompatibilité et de la distribution des contraintes non homogènes sur le développement de l'endommagement est montrée clairement par les mesures ECCI. La microstructure influence significativement la formation des structures de dislocations, comme indiquée par des mesures locales de contraste.

Les simulations de la flexion quatre points montrent l'influence de l'anisotropie élastique sur la flèche de déformation et les contraintes aux positions d'échantillons correspondant. En cas d'isotropie, les flèche de déformations et la contrainte se déroulent symétriquement sur toute la longueur de l'échantillon. Un changement des paramètres d'inclinaison ou d'excentricité conduit à des changements importants. La présence des différents modules d'Young, simulé par un bicristal en Ni et Cu conduit également à un changement significatif.

L'existence de différents modules de Young conduisent également à une évidente modification tel que un déplacement de la flèche maximale par rapport à un matériau

au module de Young inférieur. Les courbes situées de part et d'autre ainsi qu'au milieu de l'échantillon diffèrent significativement entre elles aussi bien d'un point de vue hauteur que de d'flexion maximale. On peut trouver le même effet avec les courbes de contrainte simulée.

Dans la courbe (figure 8.8 (g)) il y a de nombreux sauts, causés par l'influence des joints de grains. Entre ces sauts les niveaux des contraintes sont différemment élevés parce qu'ils sont influencés par les propriétés mécaniques, fondée sur l'orientation. Cela a été confirmé par la mesure de la flèche de déformation dans l'expérience. Également dans ce cas, la flèche de déformation maximale est toujours légèrement déplacée par rapport au centre, elle reste continue.

Une assertion sûre par OGM n'est pas possible, parce que la déformation plastique dans les essais de flexion 4 points elasto-plastique en général n'est pas significative. Pour augmenter les contraintes, qui sont présentes dans l'échantillon, il faudra utiliser des échantillons plus épais pour les futures expériences. De même une structure de flexion modifiée dans laquelle une flèche de déformation plus importante pourra être réalisée.

Dans les essais de fatigue, le type de structure de dislocation (labyrinthe, mur fragmenté, patch, la cellule et la structure faisceau) et la densité de la structure de dislocation dépendent principalement de l'orientation du grain par rapport à la direction et l'amplitude de la charge appliquée. Cependant, les structures de dislocation ne sont pas dispersées de façon homogène dans les grains individuels. Au cours de la fatigue, une localisation des contraintes d'incompatibilité se forme, qui se manifeste dans les zones à niveaux de formation de la structure de dislocation différents, les bords de la structure de dislocation. En particulier, cette structure de dislocation est modifiée non seulement en terme de densité, mais on retrouve également une transition vers une structure totalement différente. La taille des bordures de la structure de dislocation est dans le domaine de 10 – 20  $\mu\text{m}$ , ce qui s'accorde bien avec le rayon d'action de la concentration des contraintes simulées.

Les différentes orientations des grains dans un polycristal, ainsi que la localisation de la contrainte conduit à ce qu'à l'intérieur d'un échantillon des conditions de charge

différentes se produisent à différents endroits. De ce fait, on retrouve à l'intérieur de chaque échantillon différents stades de fatigue. Des localisations particulièrement fortes peuvent être trouvées à des points triples. Si un joint de grain est presque perpendiculaire à un deuxième joint de grains, on retrouve souvent dans le prolongement des joints de grains une structure cellulaire, une petite «flamme». Si l'angle de coupe est nettement inférieur à  $90^\circ$ , les coins à angle aigu sont généralement fournis avec une surface modifiée par rapport au reste de la structure de dislocation. Il n'a pas pu être constaté que cette configuration de contrainte conduit par la suite à la fissuration.

Au cours de la fatigue, la déformation est localisée dans des plans de glissement qui se forment dans les BGP. En plus des joints de grains, ces BGPs sont les lieux préférés d'initiation de fissures, surtout pour des amplitudes de déformation plastique élevée. Dans le réseau cfc, les plans de glissement et les plans de macles sont des plans  $\{111\}$ , ce qui conduit à ce que des BGPs soient fréquemment situées parallèlement aux joints de grains. Avec la fatigue progressive, les BGPs s'élargissent le long des joints de grains maclés et forment une structure cellulaire. Ce sont des lieux où les fissures peuvent être détectées. Ces fissures, ainsi que les zones plastiques les entourant sont bien reproduites par ECCI.

Pendant l'endommagement progressif et jusque à l'étape suivante, on retrouve l'interaction entre la fissure et le joint de grains. Pendant la transition d'une fissure à travers le joint de grain, des différences marquées peuvent être constatées dans l'expansion de la zone plastique. La taille de l'expansion de la zone plastique peut être interprétée comme la résistance du joint de grains à la propagation des fissures. Mais cela n'a pas encore été quantifié. Les fissures se distinguent beaucoup pendant le stade de formation. Ainsi, il y a des sauts perpendiculaires à la direction de propagation, des interruptions et des zones plastiques avec des expansions différentes. Evaluer quantitativement ces effets qui concerne les orientations actuelles et les états de contrainte, serait intéressant pour les observations futures.

La comparaison des résultats ECCI avec les calculs 3D, qui sont basés sur des données mesurées, montre que les variations détectées dans le calcul de la contrainte conduit à des structures de dislocation (figure 8.20). Dans le plus simple des cas, la

concentration des contraintes au joint de grains d'un bicristal conduit à la formation d'un bord avec une structure de dislocations dans ECCI. Dans un polycristal plus complexe, la configuration des contraintes dans un grain seul est également influencée par les grains environnants. Par conséquent, en ECCI des structures de dislocation se forment sous des contraintes locales différentes. De façon plus complexe la distribution des contraintes aux points triples apparaît comme des sites de concentration de contraintes en ECCI. Dans la majorité des cas étudiés, les résultats de calculs sont en corrélation avec les données non homogènes expérimentales. Des déviations dans la simulation sont probablement dues à des approximations géométriques de la structure du grain, car la structure 3D est extrapolée à partir d'une carte à 2D. Par une autre photo de la carte du grain de l'arrière de l'échantillon et l'examen de l'angle d'inclinaison du joints de grains sur l'épaisseur, une amélioration supplémentaire peut être obtenue.

Les mesures OGM indiquent les secteurs de forte déformation. Toutefois il est désavantageux, que le résultat dépende fortement du réseau de mesure choisie. En plus la qualité des clichés EBSD se réduit à la fatigue croissante, et donc la mesure OGM montre un bruit croissant. Un autre effet négatif est basé sur la technique de préparation, car seule la qualité de la surface de l'échantillon reflète la qualité du modèle. Pour obtenir des résultats fiables et reproductibles avec cette technique, il faut avoir une grande précision dans la préparation des échantillons et une grande stabilité du dispositif de mesure (MEB et le système EBSD).

Avec les méthodes présentées, les sites peuvent être estimés, où les déformations plastiques vont probablement apparaître et donc où sont situés les lieux potentiels pour l'initiation de fissures. Les calculs MEF donnent une valeur des contraintes et la technique EBSD l'orientation en ce lieu, mais ce sont les seules valeurs quantitatives, qui ont peu d'importance sur les propriétés mécaniques locales présentes. En outre, les calculs MEF sont plus imprécis avec la déformation plastique locale croissante, car un changement des propriétés du matériau par consolidation n'est pas pris en compte. La détermination de ces propriétés mécaniques très locale et donc la consolidation locale sont possible avec la technique NI-AFM. Le problème ici est que les structures de dislocation ne sont pas cartographiées par la NI. Par conséquent un réseau suffisamment fin à la base d'un point de référence doit être déterminé. Les mesures de ces points

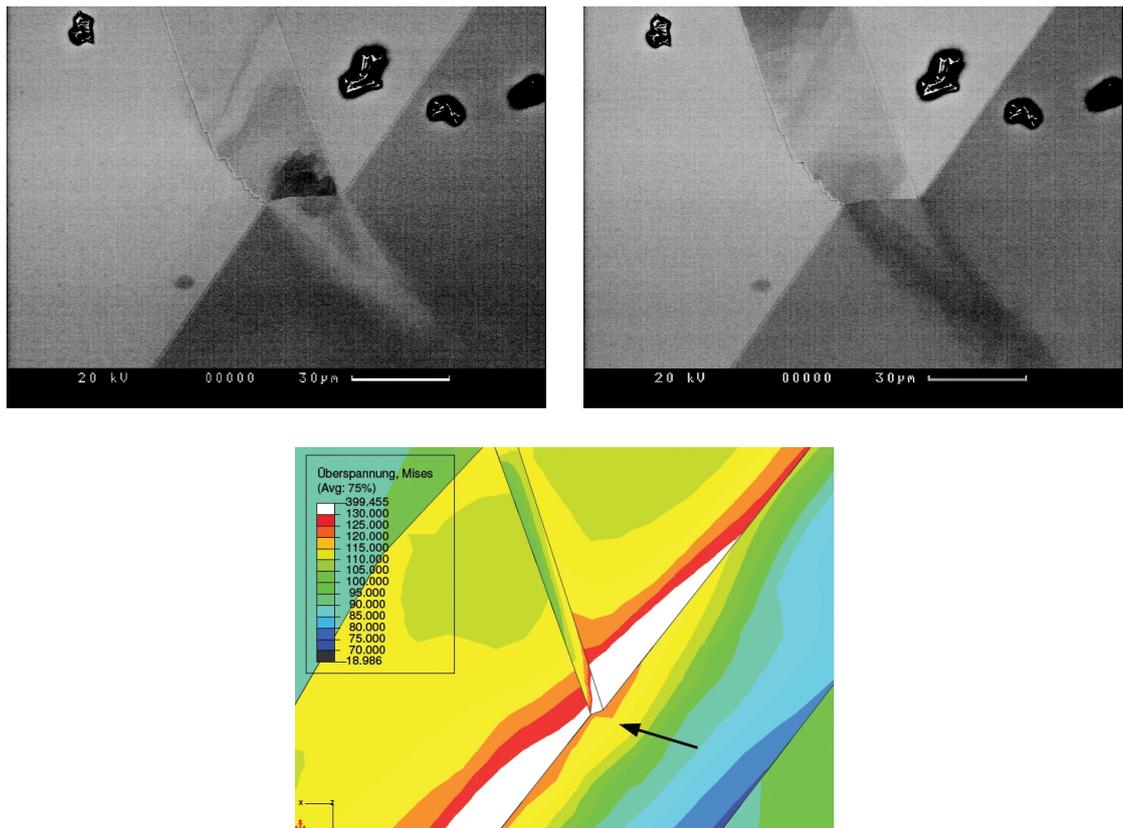
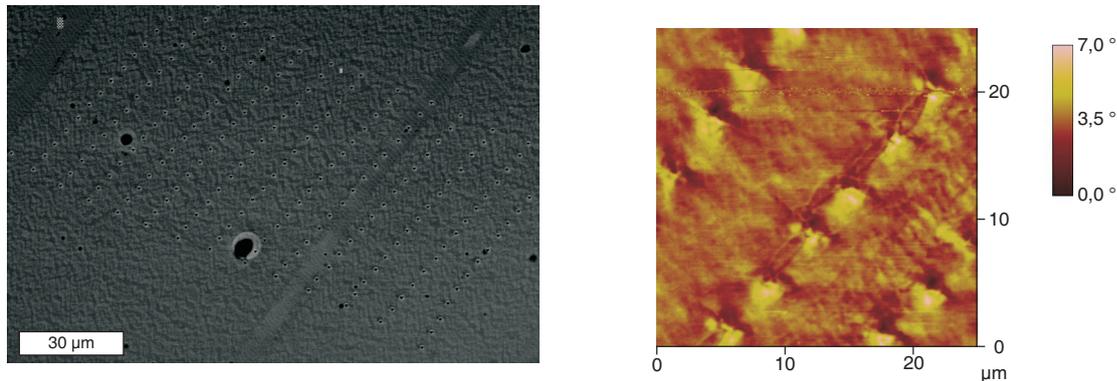


FIGURE 8.20: ECCI d'un joint de grains avec grande contraintes internes (imagé sous différents angles de basculement) et résultat de calcul élastique au lieu identique.



(a) ECCI des empreintes nano et avec une structure de l'échelle. (b) Mesure MFM avec des empreinte nano et avec une structure de l'échelle.

FIGURE 8.21: Comparison entre ECCI et MFM

de réseau doivent être corrélées avec les positions, qui sont visibles par ECCI. Les propriétés élastiques et plastiques mesurées par NI-AFM et les densités de dislocations déterminées par ECCI devraient coïncider de manière inédite.

Dans ce travail la technique de MFM a été utilisé pour la première fois pour imager les structures de dislocation et les bandes de glissement persistantes (figure 8.21). Ceci permet, que la mesure NI-AFM, décrite précédemment, puisse s'effectuer de façon plus ciblée par l'usage de l'image MFM dans le même dispositif. Ces mesures doivent être effectuées dans des futures études quantitatives pour déterminer les propriétés mécaniques et leurs évolutions au cours du processus de fatigue. Cela peut être encore une fois mis en corrélation avec ces structures de dislocations, et servir de données de départ pour les calculs d'endommagement. En raison de leur principe physique, la technique de MFM est limitée à l'illustration des structures de dislocations des matériaux ferromagnétiques. Donc, une application de cette technique pour étudier le processus de la fatigue de Cu, qui est largement étudiée, ne serait pas possible. À cette fin, on doit avoir recours à la corrélation entre ECCI et NI-AFM encore une fois puis se limiter à un réseau très fin dans la mesure NI-AFM, qui est mis en corrélation avec ECCI.

Comme autre technique pouvant se révéler prometteuse dans ce contexte, la microscopie du bruit Barkhausen de courant de Foucault (BEMI) doit être mentionnée. Cette

technique permet de mesurer les zones plastique des fissures. A l'aide de celle ci, on peut reconnaître une corrélation significative entre la mesure des fissures par interaction faible et forte dans la figure 8.17 (b). Il sera utilisé pour étalonner la méthode qui est relativement facile à manipuler, afin de permettre la mesure en haute résolution latérale de l'état actuel de l'endommagement des composants sous haute contraintes de service.

Les investigations ont montré qu'il est possible, basée sur des mesures d'orientation locale, à des amplitudes de contraintes faibles, en utilisant les calculs élastique anisotrope 3D MEF, de montrer les positions de concentration de contraintes. En collaboration avec la représentation de l'évolution des zones endommagés par ECCI on peut répondre à de nombreuses corrélations. Dans la relation actuelle entre la taille des grains et la taille de l'échantillon, l'incompatibilité a une influence significative sur le comportement du matériau endommagé. Cela est vrai non seulement pour des charges dynamiques, mais aussi en flexion. L'objectif d'économie de matière ainsi que la miniaturisation exigent plus d'efforts que de simplement diminuer la taille des composants. Cela entraîne des effets non significatifs pour les grandes pièces (par rapport à leur taille des composants). Ceux-ci doivent être inclus pour assurer la fiabilité et la sécurité de ces composants, pour lesquels une exploration plus poussée dans ce domaine est essentielle.

# A Kommentiertes Python-Skript

In dem nachfolgend angegebenen Python-Skript wird gezeigt wie eine Probe aufgebaut werden kann, wobei die Korngrenzen noch nicht enthalten sind. Das Skript wird aus den Eingabedateien für Tripelpunktkarten und Orientierungen automatisch erstellt. Für die Orientierungen müssen die Eulerwinkel in die erste und zweite Spalte der Eulermatrix umgeformt werden. Das Skript wird in ABAQUS/CAE ausgeführt, die Korngrenzen werden dann manuell definiert und die Last aufgebracht.

Kommentiertes Python-Skript (verkürzt):

```
#automatische Erstellung eines .py

# Globale Variablen definieren
SampleThickness_mm = 1.0 #Probendicke
Mesh_Size_mm = 0.2 #mittler Vernetzungsgröße

#Unterfunktion zum Erstellen von Körnern aus einer Punktliste
def CreateGrainPart(Model, PointList, PartName):

# In der Punkt-Liste müssen mindestens 3 Punkte enthalten sein, sonst
# einen Fehler zurückmelden

if len(PointList) < 3:
raise NameError, 'Too less points in PointList. Must be at least 3.'

# Importieren der nötigen Funktionen
```

## A Kommentiertes Python-Script

---

```
from part import *

# Sketch unter dem Namen '__profile__' erstellen
Model.Sketch(name='__profile__', sheetSize=200.0)

# Variable zum verkürzten Verweis auf den Sketch erstellen
Profile = Model.sketches['__profile__']

# Darstellungsoptionen setzen:
Profile.sketchOptions.setValues(
    constructionGeometry=ON,
    decimalPlaces=2,
    dimensionTextHeight=5.0,
    grid=ON,
    gridFrequency=2,
    gridSpacing=0.5,
    sheetSize=20.0)

# Nun nacheinander die einzelnen Liniensegmente zeichnen:
for i in range(len(PointList)-1):
    Profile.Line(point1=PointList[i], point2=PointList[i+1])
# Den letzten Punkt mit dem ersten verbinden
Profile.Line(point1=PointList[-1], point2=PointList[0])

# Part erstellen
Model.Part(dimensionality=THREE_D, name=PartName, type=DEFORMABLE_BODY)

# Aus Sketch Part erzeugen
Model.parts[PartName].BaseSolidExtrude(depth=SampleThickness_mm)

# Da der Sketch nur temporär benötigt wird, kann er nun gelöscht werden:
# Achtung: Es muss der Sketch ansich gelöscht werden,
# nicht die Variable Profile!
# 'del Profile' würde zu einem falschen Ergebnis führen.
del Model.sketches['__profile__']
    , sketch=Profile)
```

---

```
#
# *** END ***
#

# Vereinfachung
Model_1 = mdb.models['Model-1']

# Beschreibung für Modell setzen
mdb.models['Model-1'].setValues(
description = 'Fe-SiO6')

# Körner erstellen
#Grain:1
pList = ((0.000000,0.000000),
(1.250000,0.721688),
(1.250000,2.165064),
(0.000000,2.886751),
(-1.250000,2.165064),
(-1.250000,0.721688))

CreateGrainPart(
Model = Model_1,
PointList = pList,
PartName = 'Part-Grain_1')

#Grain:2
pList = ((2.500000,0.000000),
(3.750000,0.721688),
(3.750000,2.165064),
(2.500000,2.886751),
(1.250000,2.165064),
(1.250000,0.721688))

CreateGrainPart(
Model = Model_1,
```

## A Kommentiertes Python-Script

---

```
PointList = pList,
PartName = 'Part-Grain_2')

#Grain:3
pList = ((5.000000,0.000000),
(6.250000,0.721688),
(6.250000,2.165064),
(5.000000,2.886751),
(3.750000,2.165064),
(3.750000,0.721688))

CreateGrainPart(
Model = Model_1,
PointList = pList,
PartName = 'Part-Grain_3')

### und so weiter für alle Körner

#MATERIAL
from material import *

#Elastische Konstanten von Nickel in ein orthotropes System eintragen
Model_1.Material('Nickel')
Model_1.materials['Nickel'].Elastic(
table = ((247e9,153e9,247e9,153e9,153e9,247e9,122e9,122e9,122e9), ),
type = ORTHOTROPIC)

#Isotropes Material für Randkörner
Model_1.Material('Isonickel')

Model_1.Material('Isonickel')
Model_1.materials['Isonickel'].Elastic(
table = ((200e9, 0.3), ))

# Querschnitte (Sections) definieren:
# homogen, massiv, passendes Material zuordnen,
```

---

```

# je eine section pro Korn
from section import *

#Korn:1
Model_1.HomogeneousSolidSection(
material = 'Nickel',
name = 'Section-Grain_1',
thickness = 1.0)

#Korn:2
Model_1.HomogeneousSolidSection(
material = 'Nickel',
name = 'Section-Grain_2',
thickness = 1.0)

### und so weiter für alle Körner

# Querschnitte (Sections) mit Parts verknüpfen
#Korn:1
Model_1.parts['Part-Grain_1'].SectionAssignment(
region = Region(cells = Model_1.parts['Part-Grain_1'].cells[0:1]),
sectionName='Section-Grain_1')

#Korn:2
Model_1.parts['Part-Grain_2'].SectionAssignment(
region = Region(cells = Model_1.parts['Part-Grain_2'].cells[0:1]),
sectionName='Section-Grain_2')

### und so weiter für alle Körner

# lokale Materialorientierungen definieren
from material import *

#line1 und line2 geben die x,y-Ebene an

```

## A Kommentiertes Python-Script

---

```
#Korn1
Model_1.parts['Part-Grain_1'].DatumCsysByThreePoints(
coordSysType = CARTESIAN,
line1 = (0.969391,0.022052,0.009875),
line2 = (-0.245241,0.965572,0.086757
),
name = 'Datum csys-Grain_1',
origin = (0,0,0))

#Korn2
Model_1.parts['Part-Grain_2'].DatumCsysByThreePoints(
coordSysType = CARTESIAN,
line1 = (0.966981,-0.137184,0.029902),
line2 = (-0.254690,0.955595,0.148225
),
name = 'Datum csys-Grain_2',
origin = (0,0,0))

### und so weiter für alle Körner außer den Randkörnern

# Lokale Materialorientierungen mit Parts verknüpfen

#Korn:1
Model_1.parts['Part-Grain_1'].assignMaterialOrientation(
localCsys = Model_1.parts['Part-Grain_1'].
datums[ Model_1.parts['Part-Grain_1'].features['Datum csys-Grain_1'].id ],
region = Region(cells = Model_1.parts['Part-Grain_1'].cells[0:1]))

#Korn:2
Model_1.parts['Part-Grain_2'].assignMaterialOrientation(
localCsys = Model_1.parts['Part-Grain_2'].
datums[ Model_1.parts['Part-Grain_2'].features['Datum csys-Grain_2'].id ],
region = Region(cells = Model_1.parts['Part-Grain_2'].cells[0:1]))
### und so weiter für alle Körner außer den Randkörner
```

---

```

# Alle Parts zusammenbauen
# Die Körner werden einzeln als Instances aufgerufen

from assembly import *

Model_1.rootAssembly.DatumCsysByDefault(CARTESIAN)

#Korn:1
Model_1.rootAssembly.Instance(
name = 'Inst-Grain_1',
part = Model_1.parts['Part-Grain_1'])

#Korn:2
Model_1.rootAssembly.Instance(
name = 'Inst-Grain_2',
part = Model_1.parts['Part-Grain_2'])

### und so weiter für alle Körner

# Step erstellen um Belastung aufzubringen
from step import *
Model_1.StaticStep(
description = 'Static step - 1',
initialInc = 0.1,
name = 'Step-1',
nlgeom = ON,
previous = 'Initial')

# Feldwerte für Ausgabe definieren
# hier sind vor allem S (Spannungen) und E (Dehnungen) wichtig

Model_1.fieldOutputRequests['F-Output-1'].setValues(
variables = ('S', 'E', 'EE', 'U', 'RF', 'CSTRESS', 'CDISP'))

```

```
# Probe vernetzen

from mesh import *

Model_1.rootAssembly.seedPartInstance(
regions = (
Model_1.rootAssembly.instances['Inst-Grain_1'],
Model_1.rootAssembly.instances['Inst-Grain_2'],
.
.
.
Model_1.rootAssembly.instances['Inst-Grain_33']),
size = Mesh_Size_mm)
Model_1.rootAssembly.setMeshControls(
regions = (

Model_1.rootAssembly.instances['Inst-Grain_1'].cells[0],
Model_1.rootAssembly.instances['Inst-Grain_2'].cells[0],
.
.
.
Model_1.rootAssembly.instances['Inst-Grain_33'].cells[0]),
technique = SWEEP )

Model_1.rootAssembly.setElementType(
elemTypes = (
ElemType(elemCode = C3D8R, elemLibrary = STANDARD),
ElemType(elemCode = C3D6, elemLibrary = STANDARD),
ElemType(elemCode = C3D4, elemLibrary = STANDARD)
),
regions = (
Model_1.rootAssembly.instances['Inst-Grain_1'].cells[0:1],
Model_1.rootAssembly.instances['Inst-Grain_2'].cells[0:1],
.
.

```

---

```

.
Model_1.rootAssembly.instances['Inst-Grain_33'].cells[0:1], )

Model_1.rootAssembly.generateMesh(
regions = (
Model_1.rootAssembly.instances['Inst-Grain_1'].cells[0],
Model_1.rootAssembly.instances['Inst-Grain_2'].cells[0],
.
.
.
Model_1.rootAssembly.instances['Inst-Grain_33'].cells[0]))

# Job erstellen

# Einige Einstellungen zum Rechenverfahren wie maximaler Speicher etc.

from job import *

mdb.Job(
contactPrint = OFF, description = 'meinjob', echoPrint = OFF,
explicitPrecision = SINGLE, historyPrint = OFF, model = 'Model-1',
modelPrint = OFF, name = 'requested_job', nodalOutputPrecision = SINGLE,
numCpus = 1, preMemory = 1024.0, scratch = '', standardMemory = 1024.0,
standardMemoryPolicy = MODERATE, type = ANALYSIS, userSubroutine = '')

```

Beispiel einer Eingabedatei für die Tripelpunkte:

```

0.119284 0.0218688
0.121272 2.78728
3.22266 3.11531
5.11531 2.41551
5.11928 0.0119284
x
3.64811 5.50895

```

## A Kommentiertes Python-Script

---

```
5.11332 5.89861
5.11531 2.41551
3.22266 3.11531
x
0.131213 6.25249
1.52684 6.66998
3.64811 5.50895
3.22266 3.11531
0.121272 2.78728
x
5.13519 10.5209
5.11332 5.89861
3.64811 5.50895
1.52684 6.66998
1.45924 8.80716
3.67197 10.7992
x
```

Beispiel einer Eingabedatei für die Orientierungen:

```
0.969391 0.022052 0.009875
-0.245241 0.965572 0.086757
x
0.966981 -0.137184 0.029902
-0.254690 0.955595 0.148225
x
0.981455 0.084634 0.009131
-0.190301 0.967477 0.166655
x
0.962062 -0.075030 0.036106
-0.272079 0.941173 0.200414
x
```

# Literaturverzeichnis

- [Ana07] ANANTHAKRISHNA, G.: Current theoretical approaches to collective behavior of dislocations. In: *Physics Reports* 440 (2007), Nr. 4-6, S. 113–259
- [AWR99] AHMED, J. ; WILKINSON, A. J. ; ROBERTS, S. G.: Study of dislocation structures near fatigue cracks using electron channeling contrast imaging technique (ECCI). In: *Journal of Microscopy* 195 (1999), September, Nr. 3, S. 197–203
- [BB92] BASINSKI, Z. S. ; BASINSKI, S. J.: Fundamental aspects of low amplitude cyclic deformation in face-centred cubic crystals. In: *Progress in Materials Science* 36 (1992), S. 89–148
- [BBSH01] BUQUE, C. ; BRETSCHNEIDER, J. ; SCHWAB, A. ; HOLSTE, C.: Dislocation structures in cyclically deformed nickel polycrystals. In: *Materials Science and Engineering A* 300 (2001), Februar, S. 254–262
- [BH59] BROOM, T. ; HAM, R. K.: The Hardening of Copper Single Crystals by Fatigue. In: *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 251 (1959), Nr. 1265, S. 186–199
- [BHT97] BRETSCHNEIDER, J. ; HOLSTE, C. ; TIPPELT, B.: Cyclic plasticity of nickel single crystals at elevated temperatures. In: *Acta Materialia* 45 (1997), September, Nr. 9, S. 3775–3783
- [Boo70] Kap. Scanning Electron Microscopy - Electron Channeling Effects In: BOOKER, G. R.: *Modern Diffraction and Imaging Techniques in Materials*

*Science*. North Holland, 1970, S. 613–653

- [Bra06] BRAUN, Jürgen: *Das Verhalten von Cu-Flachzugproben bei der Skalierung von Korngröße und Blechdicke*, Universität des Saarlandes, Diplomarbeit, 2006
- [BSWH67] BOOKER, G. R. ; SHAW, A. M. B. ; WHELAN, M. J. ; HIRSCH, P. B.: Some Comments on the Interpretation of the 'Kikuchi-like Reflection Patterns' observed by Scanning Electron Microscopy. In: *Philosophical Magazine* 16 (1967), S. 1185–1191
- [BTH96] BUQUE, C. ; TIRSCHLER, W. ; HOLSTE, C.: Analysis of local variations of internal stresses in cyclically deformed nickel crystals by Barkhausen noise measurements. In: *Materials Science and Engineering A* 215 (1996), S. 168–174
- [Buq01] BUQUE, C.: Dislocation structures and cyclic behaviour of [011] and  $[\bar{1}11]$ -oriented nickel single crystals. In: *International Journal of Fatigue* 23 (2001), S. 671–678
- [BWV10] BARNOUSH, Afrooz ; WELSCH, Markus T. ; VEHOFF, Horst: Correlation between dislocation density and pop-in phenomena in aluminium studied by nanoindentation and electron channeling contrast imaging. In: *Scripta Materialia* 63 (2010), S. 465–468
- [Coa67] COATES, D. G.: Kikuchi-like Reflection Patterns obtained with the Scanning Electron Microscope. In: *Philosophical Magazine* 16 (1967), S. 1179–1184
- [Cri06] CRIMP, Martin A.: Scanning Electron Microscopy Imaging of Dislocations in Bulk Materials, Using Electron Channeling Contrast. In: *Microscopy Research and Technique* 69 (2006), S. 374–381
- [CSN01] CRIMP, M. A. ; SIMKIN, B. A. ; NG, B. C.: Demonstration of the  $g \cdot b \times u = 0$  edge dislocation invisibility criterion for electron channeling contrast imaging. In: *Philosophical Magazine Letters* 81 (2001), Nr. 12, S. 833–837

- [Dig96] Digital Instruments: *Support Note No. 229 Rev. B: Magnetic Force Microscopy (MFM)*. Rev. B. Juni 1996
- [Dun62] DUNCUMB, P.: Enhanced X-ray Emission from Extinction Contours in a Single-crystal Gold Film. In: *Philosophical Magazine* 7 (1962), S. 2101–2105
- [ED96] ESSMANN, U. ; DIFFERT, K.: Dynamic model of the wall structure in persistent slip bands of fatigued metals II. The wall spacing and the temperature dependence of the yield stress in saturation. In: *Materials Science and Engineering* 208 (1996), April, Nr. 1, S. 56–68
- [EDA01] EDAX TSL: *OIM Analysis – Users Manual*. January 3, 2001 Edition. 2001
- [EGM81] ESSMANN, U. ; GÖSELE, U. ; MUGHRABI, H.: A model of extrusions and intrusions in fatigued metals I. Point-defect production and the growth of extrusions. In: *Philosophical Magazine A* 44 (1981), August, Nr. 2, S. 405–426
- [FC01] FREEMAN, M.R. ; CHOI, B.C.: Advances in Magnetic Microscopy. In: *Science* 294 (2001), S. 1484–1488
- [FP09] FEUGAS, Xavier ; PILVIN, Philippe: A Polycrystalline Approach to the Cyclic Behaviour of f.c.c. Alloys – Intra-Granular Heterogeneity. In: *Advanced Engineering Materials* 11 (2009), Nr. 9, S. 703–709. – ISSN 1527–2648
- [Hen01] HENNING, Mark: *Erstellen einer PC-Lösung für die Steuerung der „Supermaus“ unter besonderer Berücksichtigung der Modifizierbarkeit durch Dritte*, Universität des Saarlandes, Studienarbeit, Februar 2001
- [Hen07] HENNING, Mark: *Größeneffekte auf die mechanischen Eigenschaften – Experiment und Simulation*, Universität des Saarlandes, Dissertation, 2007
- [HH00] HUANG, H. L. ; HO, N. J.: The study of fatigue in polycrystalline copper under various strain amplitude at stage I: crack initiation and propagation.

- In: *Materials Science and Engineering A* 293 (2000), November, Nr. 1-2, S. 7–14
- [HHW62] HIRSCH, P. B. ; HOWIE, A. ; WHELAN, M. J.: On the production of x-rays in thin metal foils. In: *Philosophical Magazine* 7 (1962), S. 2095–2100
- [Hol04] HOLSTE, Carl: Cyclic plasticity of nickel, from single crystals to sub-microcrystalline polycrystals. In: *Philosophical Magazine* 84 (2004), Januar-Februar, Nr. 3-5, S. 299–315
- [Hou62] HOUGH, P. C. V. *Method and means for recognizing complex patterns*. December 1962
- [HTH97] HECKER, M. ; THIELE, E. ; HOLSTE, C.: X-ray diffraction analysis of internal stresses in the dislocation structure of cyclically deformed nickel single crystals. In: *Materials Science and Engineering A* 234-236 (1997), August, S. 806–809
- [Hun95] HUNGER, Hans-Jörg (Hrsg.): *Werkstoffanalytische Verfahren: eine Auswahl*. 1. Auflage. Leipzig : Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1995
- [HV05] HENNING, M. ; VEHOFF, H.: Local mechanical behavior and slip band formation within grains of thin sheets. In: *Acta Materialia* 53 (2005), Nr. 5, S. 1285–1292
- [HW61] HOWIE, A. ; WHELAN, M. J.: Diffraction Contrast of Electron Microscope Images of Crystal Lattice Defects. II. The Development of a Dynamical Theory. In: *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 263 (1961), September, Nr. 1313, S. 217–237
- [HW62] HOWIE, A. ; WHELAN, M. J.: Diffraction Contrast of Electron Microscope Images of Crystal Lattice Defects. III. Results and Experimental Confirmation of the Dynamical Theory of Dislocation Image Contrast. In: *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* 267 (1962), Mai, Nr. 1329, S. 206–230

- [HW97] HU, Y. M. ; WANG, Z. G.: Cyclic stress-strain response and dislocation structure of a  $[\bar{3}45]$  /  $[\bar{1}17]$  copper bicrystal. In: *Acta Materialia* 45 (1997), Nr. 7, S. 2655–2670
- [HW98] HU, Y. M. ; WANG, Z. G.: Grain boundary effects on the fatigue deformation and cracking behavior of copper bicrystals. In: *International Journal of Fatigue* 20 (1998), Nr. 6, S. 463–469
- [Jen97] JENSEN, Dorte J.: Applications of orientation mapping by scanning and transmission electron microscopy. In: *Ultramicroscopy* 67 (1997), Nr. 1-4, S. 25–34. – Frontiers in Electron Microscopy in Materials Science. – ISSN 0304–3991
- [JND82] JOY, David C. ; NEWBURY, Dale E. ; DAVIDSON, David L.: Electron channeling patterns in the scanning electron microscope. In: *Journal of Applied Physics* 53 (1982), August, Nr. 8, S. R81–R122
- [KH03] KANEKO, Yoshihisa ; HASHIMOTO, Satoshi: Observation of Dislocation Structures of Fatigued Metallic Materials by Scanning Electron Microscopy. In: *Jeol News* 38 (2003), Juni, Nr. 1, S. 20–23
- [Kup08] KUPKA, Daniel: *Verwendung des FE-Programms ABAQUS zur Modellierung von Anisotropiespannungen in polykristallinem Nickel*, Universität des Saarlandes, Studienarbeit, 2008
- [Kup09] KUPKA, Daniel: *Lokale Plastizität bei Biege- und Ermüdungsversuchen*, Universität des Saarlandes, Diplomarbeit, 2009
- [KWT05] KAMAYA, Masayuki ; WILKINSON, Angus J. ; TITCHMARSH, John M.: Measurement of plastic strain of polycrystalline material by electron backscatter diffraction. In: *Nuclear Engineering and Design* 235 (2005), Nr. 6, S. 713–725. – ISSN 0029–5493
- [LK01] LUKÁŠ, P. ; KUNZ, L.: Cyclic slip localisation and fatigue crack initiation in fcc single crystals. In: *Materials Science and Engineering A* 314 (2001),

September, Nr. 1-2, S. 75–80

- [LK03] LUKÁŠ, P. ; KUNZ, L.: Small cracks – nucleation, growth and implication to fatigue life. In: *International Journal of Fatigue* 25 (2003), S. 855–862
- [LK04] LUKÁŠ, P. ; KUNZ, L.: Role of persistent slip bands in fatigue. In: *Philosophical Magazine* 84 (2004), Januar-Februar, Nr. 3-5, S. 317–330
- [LLL<sup>+</sup>02] LI, S. X. ; LI, Y. ; LI, G. Y. ; YANG, J. H. ; WANG, Z. G. ; LU, K.: The early stages of fatigue and evolution of persistent slip bands in a copper single crystal. In: *Philosophical Magazine A* 82 (2002), March, Nr. 5, S. 867–883
- [LWL<sup>+</sup>98] LI, X. W. ; WANG, Z. G. ; LI, G. Y. ; WU, S. D. ; LI, S. X.: Cyclic stress-strain response and surface deformation features of [011] multiple-slip-oriented copper single crystals. In: *Acta Materialia* 46 (1998), Nr. 13, S. 4497–4505
- [LWL99a] LI, X. W. ; WANG, Z. G. ; LI, S. X.: Influence of crystallographic orientation on cyclic strain-hardening behaviour of copper single crystals. In: *Philosophical Magazine Letters* 79 (1999), S. 869–875
- [LWL99b] LI, X. W. ; WANG, Z. G. ; LI, S. X.: Survey of plateau behaviour in the cyclic stress-strain curve of copper single crystals. In: *Philosophical Magazine Letters* 79 (1999), Nr. 9, S. 715–719
- [LYLZ06] LI, S. X. ; YANG, R. Q. ; LI, J. W. ; ZHANG, Z. F.: Shear localisation in dynamic deformation of copper single crystals. In: *Philosophical Magazine* 86 (2006), December, Nr. 36, S. 5769–5786
- [LZ07] LI, Xiao-Wu ; ZHOU, Yang: SEM-ECC observation of dislocation structures in a cyclically deformed Cu single crystal oriented for  $[\bar{2}23]$  conjugate double slip. In: *Journal of Materials Science* 42 (2007), S. 4716–4719
- [LZLW08] LI, P. ; ZHANG, Z. F. ; LI, S. X. ; WANG, Z. G.: Comparison of dislocation patterns in cyclically deformed fcc metals. In: *Scripta Materialia* 59 (2008), S. 730–733

- [Man54] MANSON, S. S.: Behavior of materials under conditions of thermal stress. In: *NACA Technical Report 1170* (1954), S. 1–34
- [MEH02] MILLER, A. ; ESTRIN, Y. ; HU, X.Z.: Magnetic force microscopy of fatigue crack tip region in a 316L austenitic stainless steel. In: *Scripta Materialia* 47 (2002), S. 441–446
- [Mug78] MUGHRABI, Haël: The cyclic hardening and saturation behaviour of copper single crystals. In: *Materials Science and Engineering* 33 (1978), May, S. 207–223
- [Mug87] MUGHRABI, H.: The long-range internal stress field in the dislocation wall structure of persistent slip bands. In: *Physica Status Solidi (a)* 104 (1987), Nr. 1, S. 107–120
- [Neu86] NEUMANN, P.: Low Energy Dislocation Configurations: A Possible Key to the Understanding of Fatigue. In: *Materials Science and Engineering* 81 (1986), S. 465–475
- [PDTS02] PENNOCK, G. M. ; DRURY, M. R. ; TRIMBY, P. W. ; SPIERS, C. J.: Misorientation distributions in hot deformed NaCl using electron backscattered diffraction. In: *Journal of Microscopy* 205 (2002), Nr. 3, S. 285–294
- [Sch97] SCHWARZER, R. A.: Automated Crystal Lattice Orientation Mapping Using a Computer-controlled SEM. In: *Micron* 28 (1997), S. 249–265
- [Sch11] SCHÄF, Wolfgang: *Über die Wechselwirkung kurzer Ermüdungsrisse mit Korngrenzen – Systematische Experimente mit Focussed Ion Beam Microscope und mikrostruktureller Tomographie*, Universität des Saarlandes, Diss., 2011
- [SKRT64] SEEGER, A. ; KRONMÜLLER, H. ; RIEGER, H. ; TRÄUBLE, H.: Effect of Lattice Defects on the Magnetisation Curve of Ferromagnets. In: *Journal of Applied Physics* 35 (1964), Nr. 3, S. 740–748

- [Sti01] STICKLER, Christian: REM-ECC Abbildungen und SAC-Diagramme – Verfahren zur zerstörungsfreien Gefügecharakterisierung und Ermittlung der globalen Versetzungsanordnung. In: *Praktische Metallographie* 38 (2001), Nr. 10, S. 566–590
- [TBH97] TIPPELT, B. ; BREITSCHNEIDER, J. ; HÄHNER, P.: The Dislocation Microstructure of Cyclically Deformed Nickel Single Crystals at Different Temperatures. In: *physica status solidi (a)* 163 (1997), Nr. 1, S. 11–26
- [TK04] TATSCHL, A. ; KOLEDNIK, O.: On the experimental characterization of crystal plasticity in polycrystals. In: *Materials Science and Engineering A* 364 (2004), S. 384–399
- [VN03] VEHOFF, H. ; NYKYFORCHYN, A.: Fatigue crack nucleation at grain boundaries - experiment and simulation. In: *Zeitschrift Metallkunde* 94 (2003), Nr. 6, S. 682–686
- [Wel04] WELSCH, Markus T.: *Anwendung von ECCI und OIM zum Studium der Wechselwirkung von Versetzungen mit Korngrenzen im Polykristall*, Universität des Saarlandes, Diplomarbeit, 2004
- [WHMV07] WELSCH, Markus T. ; HENNING, Mark ; MARX, Michael ; VEHOFF, Horst: Measuring the Plastic Zone Size by Orientation Gradient Mapping (OGM) and Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI). In: *Advanced Engineering Materials* 9 (2007), Nr. 1-2, S. 31–37
- [Win74] WINTER, A. T.: A model for the fatigue of copper at low plastic strain amplitudes. In: *Philosophical Magazine* 30 (1974), Nr. 4, S. 719–738
- [WMSP09] WEIDNER, A. ; MAN, J. ; STROTZKI, W. ; POLAK, J.: Slip Localization and Dislocation Structure at Early Stages of Fatigue Damage in Austenitic Stainless Steel (316L). In: *Proceedings of the 12th International Conference on Fracture, Ottawa, Canada, 2009*

- [Woo73] WOODS, P. J.: An optical analysis of the dislocation structure in walls formed by fatigue. In: *Philosophical Magazine* 28 (1973), Nr. 1, S. 193–202
- [ZW03a] ZHANG, Z. F. ; WANG, Z. G.: Dependence of intergranular fatigue cracking on the interactions of persistent slip bands with grain boundaries. In: *Acta Materialia* 51 (2003), S. 347–364
- [ZW03b] ZHANG, Z. F. ; WANG, Z. G.: Fatigue-cracking characteristics of copper bicrystal when slip bands transfer through the grain boundary. In: *Materials Science and Engineering A* 343 (2003), S. 308–313
- [ZWS01] ZHANG, Z. F. ; WANG, Z. G. ; SUN, Z. M.: Evolution and microstructural characteristics of deformation bands in fatigued copper single crystals. In: *Acta Materialia* 49 (2001), September, Nr. 15, S. 2875–2886