

Quantifizierung des Korngrenzenwiderstandes gegen Gleittransfer von Versetzungen in fcc Metallen

Dissertation

zur Erlangung des Grades
des Doktors der Ingenieurwissenschaften
der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät
der Universität des Saarlandes

von

Florian Schäfer

Saarbrücken

2018

Tag des Kolloquiums: 7. November 2018
Dekan: Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Guido Kickelbick
Berichterstatter: Univ.-Prof. Dr. mont. Christian Motz
Univ.-Prof. Dr.-Ing. Frank Mücklich
Univ.-Prof. Dr.-Ing. Ulrich Krupp
Vorsitz: Univ.-Prof. Dr. phil. Eduard Arzt
Akad. Mitarbeiter: PD Dr.-Ing. Dr. rer. nat. Anne Jung

Meinen Eltern Doris und Gilbert Schäfer.

Kurzfassung

Die mechanische Antwort eines Materials auf plastische Verformung sowie die Betriebsfestigkeit eines Werkstoffes werden maßgeblich durch die Wechselwirkung von Versetzungen mit Korngrenzen bestimmt. Gleichzeitig beeinflusst dieses Gleittransferverhalten die Lebensdauer eines Materials bei Ermüdung wesentlich und ist bislang nur ansatzweise verstanden. Mit dem Ziel einer verbesserten Lebensdauerabschätzung und einer gezielten Optimierung von Gefügen hinsichtlich Ermüdungsfestigkeit (sog. grain boundary engineering) sind daher quantifizierende, experimentell validierte Modelle für den Gleittransfer unabdingbar. Die Rolle der Korngrenzen kann jedoch ambivalent sein; eine Korngrenze kann durch Kurzrissblockade für ein Bauteil lebensdauererhöhend wirken oder durch Gleitblockade Rissinitiierung beschleunigen. Diese Arbeit hat das Ziel, die vorhandenen Konzepte zum Gleittransferwiderstand an Korngrenzen auf Basis geometrischer sowie Spannungs- und Energiebetrachtungen zu einem gemeinsamen Konzept zusammenzuführen und Aufschluss darüber zu geben, ob es möglich ist, aus Kenntnis der geometrischen Beziehungen der Korngrenze einen experimentell überprüften Gleittransferwiderstand zu quantifizieren. Hierzu werden unter anderem zwei- und dreidimensionale mikroskopische Abbildungs- und Untersuchungsverfahren mit makro- und mikroskopischer *in situ*-Belastung und -Ermüdung kombiniert um die komplexen dreidimensionalen Wechselwirkungsmechanismen von Versetzungen mit Korngrenzen vorhersagbar zu machen.

Abstract

The interaction of dislocations with grain boundaries determines essentially the mechanical response of a material to plastic deformation and its fatigue lifetime. At the same time, this slip transfer behavior affects the fatigue strength of a material significantly and has only been partially understood yet. Therefore, quantitative and experimentally validated models for the slip transfer resistance are necessary to ensure an improved lifetime prediction and enable grain boundary engineering. But, the role of grain boundaries can be ambivalent: a grain boundary can increase the lifetime of a component by blocking short fatigue cracks, but it may also support crack initiation by slip blockade. The aim of this work is now to combine the existing concepts of slip transfer resistance at grain boundaries on the basis of geometrical, stress and energy considerations into a common concept and to determine if it is possible to quantify an experimentally verified slip transfer resistance only knowing the geometric parameters of a grain boundary. Inter alia, two- and three-dimensional microscopic techniques and methods combined with macro- and microscopic *in situ*-loading and fatigue are used to make those complex three-dimensional dislocation processes predictable.

Danksagung

"Nur Namen stehen hier, und nicht einmal Erwähnung des Verdiensts, dem sie den Platz auf dieser Tafel danken - und was ist vergesslicher, als Dankbarkeit?"

aus *Friedrich Schiller, Don Carlos*

In den vergangenen dreieinhalb Jahren gab mir mein Doktorvater Prof. Dr. Christian Motz die Möglichkeit, die von mir unter seinem Vorgänger Prof. Dr. Horst Vehoff begonnene Arbeit an seinem Lehrstuhl fortzusetzen. Er ließ mir stets viel Freiraum und förderte so meine Kreativität. Dabei hatte er dennoch jederzeit ein offenes Ohr, um mir in vielen Diskussionen wertvolle Denkanstöße zu geben. Ich möchte mich an dieser Stelle für seine Förderung und für die Unterstützung während dieser Zeit bedanken. Mein besonderer Dank gilt meinem Ansprechpartner PD Dr. Michael Marx, der mich durch kollegiale Zusammenarbeit und durch seine freundschaftliche Art schon seit dem ersten Tag am Lehrstuhl unterstützte und dessen Engagement mir immer Inspiration war. Durch kritische Fragen und viele Anregungen hat Michael Marx zum Erfolg dieser Arbeit unverzichtbar beigetragen. Ohne die Unterstützung meiner Betreuer Christian Motz und Michael Marx wäre es mir während meiner Zeit als Doktorand nicht möglich gewesen, eine Familie zu gründen. Hierfür empfinde ich große Dankbarkeit und stehe tief in ihrer Schuld.

Mein wichtigster Partner bei dieser Arbeit war mein Mann Tobias. Er hat es über die vergangenen Jahre unzählige Male verstanden, wenn der Feierabend erst in der Nacht lag.

Diese Dissertation ist die Arbeit eines Teams. Zu diesem Team gehören auch meine Masteranden/-innen, meine Bachelorarbeiter/-innen und Hilfswissenschaftler/-innen: B.Sc. Raphaëlle Belchi, Christina Kreutzer, B.Sc. Mark Laub, Dominik Perius, B.Sc. Jonas Rauber und B.Sc. Philipp Weiler. Unter diesen möchte ich meinen Mitautoren M.Sc. Michael Bick, M.Sc. Lena Eisenhut, B.Sc. Laura Weiter und B.Sc. Eric Lang besonders danken. Ich möchte mich nicht zuletzt bei B.Sc. Patrick Grünewald bedanken, mit dem ich seit dem ersten Tag dieser Arbeit viel gemeinsam lernen durfte.

Meinem Vorgänger und dem Betreuer meiner Diplomarbeit Dr. Alain Knorr gilt großer Dank. Für ihn leitete sich der Titel ‚Doktor‘ nicht nur wörtlich vom lateinischen ‚docere‘ für ‚lehren‘ ab, sondern er setzte dies jeden Tag in die Tat um. Ich habe versucht, mir dies zum Vorbild zu nehmen. Von ihm durfte ich aber auch lernen, dass eine Doktorarbeit viel Freude mit sich bringt und dass man auch so machen experimentellen Rückschlag mit einem Lachen besser durchsteht.

Ich möchte mich bei meinen Kollegen Dipl.-Ing. Matthias Thielen, M. Sc. Lena Eisenhut und Dipl.-Ing. Kai Dominic Rathmann für ihre Freundschaft bedanken. Unsere Kaffeerunden, Dienstreisen und Freizeitaktivitäten boten immer eine gute Möglichkeit zur gegenseitigen kritischen Hinterfragung unserer Ergebnisse und zur Ideenfindung und -entwicklung. Ich danke Dipl.-Ing. Jorge Rafael Velayarce und Dr. Mohammad Za-

manzade für die freundschaftliche Zusammenarbeit und die enge Unterstützung bei so manch einer Herausforderung.

M.A. Isabelle Wagner möchte ich nicht nur für ihre freundliche Art, sondern auch für ihre Hilfe bei so einigen sprachlichen Problemen danken. Ebenso schulde ich Peter Limbach, Rita Maron und Andreas Kirsch Dank für ihre Hilfestellung. Stefan Schmitz möchte ich besonders dafür danken, dass sein Blick von außen, viele Herausforderung zu einem Klacks gemacht hat.

Den Kollegen Dipl.-Ing. Christoph Pauly und Dipl.-Ing. Jörg Schmauch danke ich für die vielen Stunden ihrer Zeit, die sie für ihre lehrstuhlübergreifende Unterstützung aufgebracht haben.

Nicht zuletzt möchte ich meinen Eltern danken. Sie haben mich immer gefördert, haben mir viele Impulse gegeben, und stets Verständnis gezeigt. Sie standen und stehen mir immer helfend zur Seite.

*Wo warst du, als ich die Erde gründete? Sage mir 's, wenn du so klug bist! Weißt du,
wer ihr das Maß gesetzt hat oder wer über sie die Messschnur gezogen hat?*

(Hiob 38, 4-5 Gottes Rede aus dem Sturm)

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Stand der Forschung	4
2.1	Wechselwirkungsmechanismen und Energiekonzept	5
2.1.1	Struktur von Korngrenzen	5
	Kleinwinkelkorngrenze - LAGB	5
	Coincidence Site Lattice (CSL)	7
	Zwillingskorngrenze	9
	Großwinkelkorngrenze - HAGB	10
2.1.2	Wechselwirkungsmechanismen von Versetzungen mit Korngrenzen	11
	Zwillingskorngrenzen	15
	Allgemeine Korngrenzen	15
	Versetzungsnukleation an der Korngrenze	22
2.1.3	Energiekonzept für den Korngrenzenwiderstand gegen Versetzungstransfer	22
2.1.4	Zusammenfassende Bewertung zu den molekulardynamische Simulationen (MD-Simulationen)	25
2.2	Geometrieconzepte für den Korngrenzenwiderstand gegen Versetzungstransfer . .	26
	Anwendbarkeit der Geometrieconzepte	27
2.3	Spannungskonzept für den kritischen Korngrenzenwiderstand	28
3	Konzeptkombination und Ergebnisse	34
3.1	Überblick	34
3.2	Veröffentlichung I	35
3.3	Veröffentlichung II	38
3.4	Veröffentlichung III	40
3.5	Veröffentlichung IV	43
3.6	Veröffentlichung V	45
3.7	Veröffentlichung VI	47
3.8	Zusammenfassender Überblick	48
4	Diskussion	49
4.1	Notwendigkeit von makroskopischen Versuchen zum Gleittransfer	49
4.2	Messgenauigkeit der Bestimmung der Versetzungsdichteverteilung und des kritischen mikroskopischen Spannungsintensitätsfaktors ΔK_m^c	52
4.2.1	Einfluss des Materialverhaltens auf die Messgenauigkeit bei der Bestimmung der Versetzungsdichteverteilung	53
	CMSX-4 [®] - zweiphasige Einkristalle und Versetzungen	53
	Elastische Anisotropie	58
	Rissspannungsfeld im elastisch-anisotropen Medium	58
	Versetzungen in elastisch-anisotropen Materialien	62
	Inkompatibilitätsspannungen an Korngrenzen	63
	Ideal-plastisches Materialverhalten	65
4.2.2	Einflüsse der Abweichung von 1D-Modell- und 3D-Experimentgeometrie . .	66

4.2.3	Alternative Ansätze zur Ermittlung der Versetzungsdichteverteilung . . .	66
4.2.4	Abschließende Bewertung der Messung von ΔK_m^c	67
4.3	Geometrieconzepte	67
4.4	Rissinitiierungsvalidierungsansatz	70
4.5	Abschließende Wertung	71
5	Zusammenfassung und Ausblick	73
Anhang		I

Abbildungsverzeichnis

2.1	Versetzungswechselwirkung mit $\Sigma 57$ -Kleinwinkelkorngrenze	6
2.2	TEM-Abb. einer Kleinwinkeldrehkorngrenze in Au	7
2.3	Korngrenzenenergie für ausgewählte Korngrenzen in Nickel	7
2.4	Statische Korngrenzenenergie	8
2.5	Korngrenzenstruktur von Σ -Korngrenzen	10
2.6	Struktur einer allgemeinen Großwinkelkorngrenze	11
2.7	Gleittransfer durch $\Sigma 3$ -Korngrenze	12
2.8	Wechselwirkungsmechanismen mit Korngrenzen	14
2.9	HRTEM-Abbildung des Gleittransfers an Zwillingskorngrenze	16
2.10	MD-Simulation der Versetzungswechselwirkung mit Zwillingskorngrenze	17
2.11	Gleittransfer durch $\Sigma 3$, $\Sigma 7$ und $\Sigma 11$ -Korngrenze	18
2.12	QC-Simulation des Gleittransfers durch symmetrische Kippkorngrenzen	20
2.13	Korngrenzengeometrieschema	21
2.14	Versetzungsnukleation an Korngrenzen	23
2.15	Versetzungsnukleationsenergie und Energiebarriere	24
2.16	Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)-Tomographie	27
2.17	Gleittransfer nach Überschreiten der kritischen Spannung	29
2.18	Vergleich der Versetzungsdichteverteilungen an der Korngrenze	31
3.1	Energiebarriere der Korngrenze gegen Gleittransfer vs. b_R	41
3.2	Gleitaktivität an Korngrenzen vs. Restburgersvektor der Gleitsystemkopplung	46
4.1	<i>in situ</i> -TEM-Biegedeformation an $\Sigma 5$ und Kleinwinkelkorngrenze	49
4.2	Kupfermikropillardruckversuche	50
4.3	Versetzungstransfer und Disclinations	50
4.4	Disclinations in Korngrenzen gemessen mit Elektronenrückstreubeugung (Electron Backscatter Diffraction) (EBSD)	51
4.5	TEM-Aufnahme des γ/γ' -Gefüges	54
4.6	Korngrenze in CMSX-4 [®]	55
4.7	Superversetzung in CMSX-4 [®] im TEM	56
4.8	Schneidprozess in CMSX-4 [®]	56
4.9	Versetzungsaufstau an Ausscheidungen	57
4.10	Schneiden von Ausscheidungen in CMSX-4 [®]	57
4.11	Vergleich der Risschubspannungsfelder elasisch-isotrop/anisotrop	60
4.12	Vergleich der berechneten und gemessenen Tresca-Vergleichsspannung	62
4.13	Frank-Read-Quelle in Si	62
4.14	Ergebnisse der Finite Elemente Methode (FEM)-Simulation	64
4.15	Spannungs-Dehnungsdiagramm von CMSX-4 [®]	65
4.16	ΔK_m^c vs. $\frac{da}{dN}$	68
4.17	Schmidfaktor des aktiven Gleitsystems vs. Transferfaktor nach Werner & Prantl	68
4.18	Rissinitiierungsansatz - Gleittransferansatz	69
4.19	Vergleich von α und dem Winkel zwischen den Gleitebenen	70
4.20	Gegenüberstellung von ΔK_m^c , $\Delta \frac{da}{dN}$ und $1 - \cos\alpha\cos\beta$	71

5.1	Polfiguren und Misorientierungsverteilungen generierter Bikristalle	75
0.2	Versetzungen (Dislocations) und Disclinations nach Volterra [1]	I

Tabellenverzeichnis

2.1	MD-Simulationsmethoden	13
3.1	Veröffentlichungen-Überblick	34
3.2	Fazit der Veröffentlichungen-Überblick	48
4.1	Überblick über Anisotropiefaktoren und elastische Konstanten	59

Mathematische Symbole

a	Gitterparameter des Kristallgitters, Risslänge
A	(Zener-)Anisotropiefaktor
α	Winkel zwischen Gleitebenen auf der Korngrenze
α^D	Nye-/Versetzungsdichtetensor
\mathbf{b}	Burgersvektor
\mathbf{b}_R	Restburgersvektor
β	Winkel zwischen Gleitrichtungen
β^D	Disclinationstensor
γ	plastischer Gleittensor
\mathbf{C}	Steifigkeitstensor/-matrix
c	Länge der plastischen Zone
$CTSD_{pl}$	plastische Rissspitzenverschiebung (Crack Tip Sliding Displacement)
d	Korngröße
$D(x)$	Versetzungsdichteverteilung
δ	Oberflächenspurwinkel der Korngrenze
δ_{ij}	Kronecker-Delta
E	E-Modul/Young'scher Modul
e	Länge der versetzungsfreien Zone (DFZ)
\mathbf{e}	Levi-Civita-Symbol
ϵ	Dehnungstensor
η	Tiefenkippwinkel der Korngrenze
F	Deformationsgradient
H	Verschiebungsgradient
k_{HP}	Hall-Petch-Koeffizient
ΔK	Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors
K_m^c	kritischer mikroskopischer Spannungsintensitätsfaktor
κ	Krümmungstensor
λ	1. Lamé-Konstante
M	Gleittransferfaktor
μ	Schubmodul
N	Anzahl
ν	Poissonzahl
R	Rotationstensor
ρ	Winkel zwischen Riss und Zugachse
Σ	Anteil der Koinzidenzplätze

σ	angelegte Spannung
σ_c od. τ_c	Quellaktivierungsspannung der Versetzungsquelle
σ_f od. τ_f	Reibspannung des Kristallgitters
σ_y	Fließspannung
τ^*	kritische Spannung für Gleittransfer
τ_{rSS}	resolved shear stress
Θ	Misorientierungsvektor
U	Strecktensor
u	Verschiebung
X	Ortsvektor in der Referenz-/Ausgangskonfiguration
x	Ortsvektor in der Momentankonfiguration
ω	geometrischer Gleittransferwiderstandsparameter
ω	Frankvektor
ω^R	linearisierter Rotationstensor

Abkürzungen

APS	Advanced Photon Source
AFM	Rasterkraftmikroskopie (Atomic Force Microscopy)
CAC	Concurrent Atomistic Continuum
CADD	Coupled Atomistic & Discrete Dislocation
CSL	Coincidence Site Lattice
CT	Computertomographie
DAXM	Differential Aperture μ -Laue X-ray Diffraction Microscopy
DDD-Simul.	Discrete-Dislocation-Dynamics-Simulation
DFZ	Versetzungsfreie Zone (Dislocation-free Zone)
DCT	Diffraction Contrast Tomography
DIC	Digitale Bildkorrelation (Digital Image Correlation)
DSC-Gitter	Displacement Shift Complete Gitter
EAM	Embedded Atom Method
EBSD	Elektronenrückstreubeugung (Electron Backscatter Diffraction)
ESRF	European Synchrotron Radiation Facility
fcc	kubisch-flächenzentriert (Face-centered Cubic)
FEM	Finite Elemente Methode
FIB	Focused Ion Beam
FFT	Fast Fourier Transform
HRTEM	hochauflösende (High-Resolution) Transmissionselektronenmikroskopie
MD-Simulation	molekulardynamische Simulation
QC	Quasi-Continuum
REM	Rasterelektronenmikroskop
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
WBDF	Weak Beam Dark Field

1 Einleitung

*„Il est évident encore que pareille chose doit arriver quand, cette action étant seulement intermittente, les alternatives d’extension ou de compression sont suffisamment répétées; et c’est ce qui fait dire quelquefois aux ouvriers que les ressorts les plus parfaits sont, à la longue, susceptibles de se **fatiguer**.“*¹ [2].

Jean-Victor Poncelet führte während einer Vorlesung bereits 1839 an der Militärschule in Metz (Frankreich) den Begriff der Materialermüdung von Metallen ein [3]. In obigem Zitat aus seinem Werk „Introduction à la mécanique industrielle (dt. Einführung in die industrielle Mechanik)“ aus dem Jahre 1841 beschreibt er, dass unter wiederholter Expansion und Kompression selbst perfekte Federn ermüdungsanfällig werden, also versagen können.

Materialermüdung kann, wie die Erfahrung leider zeigt, zu fatalen Unfällen führen. Stephens et al. [4] geben an, dass mindestens die Hälfte aller mechanisch bedingten Ausfälle auf Ermüdung zurückzuführen sind. Obwohl glücklicherweise der größte Teil dieser Schadfälle ohne Todesopfer bleibt, so gibt es bedauerlicherweise doch dramatische Katastrophen, bei denen das Gegenteil der Fall ist. Exemplarisch seien hier große Flugzeugabstürze aufgrund von Bauteilermüdung (El-Al-Flug 1862 mit Absturz in einem Amsterdamer Wohngebäude 1992, China Airlines Flug 611 2002) sowie das Zugunglück von Eschede 1998, bei dem der Bruch eines Radreifens zu 101 Todesopfern führte, genannt. Bereits 1875 führte ein gebrochener Radreifen an der Lokomotive Amstetten zum Eisenbahnunfall von Timelkam. Die anschließende Untersuchung des Unglücks erfolgte durch August Wöhler und Johann Bauschinger. Die im Zuge der Untersuchung von Wöhler 1877 verfasste „Denkschrift über die Einführung einer staatlich anerkannten Classification von Eisen und Stahl“ [5] gilt als Auftakt der modernen Materialprüfung. Obwohl jene Unfälle allein schon beachtlich sind, so sind die mit dem Ziel der Un- und Ausfallvermeidung verbundenen Kosten von Wartung und Kontrolle sicherheitsrelevanter Bauteile enorm. Die relativen Kosten der Materialermüdung belaufen sich in den USA auf etwa 4 % des Bruttoinlandsproduktes der US-Wirtschaft [4]. Byron et al. [6] beschreiben, dass die Kosten der Wartung einen nicht unerheblichen Anteil an den Gesamtbetriebskosten haben. In einem Wartungsplan werden Risikobewertung und Kosten der Wartung, das heißt die Periodizität der Wartung bzw. die Wartungsintervalle und die Intensität der Wartung, gegenübergestellt [7]. Ein vertiefteres Verständnis der Materialermüdung kann hier nicht nur zur Verminderung der Versagenswahrscheinlichkeit von Bauteilen und damit zur Vermeidung katastrophaler Schadfälle, sondern durch Vermin-

¹ Es versteht sich von selbst, dass Folgendes passieren muss, auch wenn dies nur gelegentlich erfolgt, nämlich, falls die Wechsel von Expansion und Kompression nur ausreichend wiederholt werden; daher sagen die Arbeiter manchmal, daß auch die vollkommensten Federn auf Dauer *ermüden* können. (frei übersetzt)

derung der Notwendigkeit häufiger Kontrollen zu einer signifikanten Kostenreduktion beitragen.

Aber Materialermüdung kommt auch im Privathaushalt vor. Als nichtgewichtsoptimierter Fahrradfahrer, der an seinem alten Mountainbike hängt, ist mir die Gefahr von Ermüdungsbrüchen allzeit gegenwärtig. Im Gegensatz zu Stahlrahmen sind Aluminiumrahmen sehr ermüdungsanfällig und in Ermüdungsversuchen mit starker Streuung belegt. Dauerfestigkeit kann bei der üblicherweise eingesetzten Legierung AA6061-T6 nur schwer statistisch abgesichert werden [8]. So bleibt mir nichts anderes übrig, als regelmäßig den lackierten Rahmen meines Rades auf Auffälligkeiten am Lack, die auf darunterliegende Ermüdungsrisse hindeuten, zu überprüfen und darauf zu vertrauen, dass der Konstrukteur an Redundanzen gedacht hat, so dass beispielsweise bei einem Bruch einer Gabelscheide die andere Gabelscheide mir noch erlaubt, sicher zum Stehen zu kommen.

„Dislocations [...] enable us to understand how fracture may be initiated and how all plastic relaxation phenomena associated with the presence of cracks and microscopic inhomogeneities take place.“ [9].

Dieses Zitat von B. A. Bilby and J. D. Eshelby zeigt, dass für ein vertieftes Verständnis der Ermüdung in Materialien eine Untersuchung von Versetzungsprozessen unerlässlich ist. Versetzungen wurden schon seit der Aufstellung der Versetzungstheorie im Jahr 1834 durch Taylor [10], Orowan [11] und Polanyi [12] zur Beschreibung der Ermüdung herangezogen [13]. Weertmann [14] beschreibt, dass jeder Riss eine Verteilung von Versetzungen auf einer Gleitebene ist bzw. als solche betrachtet werden kann, wobei im Falle elastisch plastischen Materialverhaltens jene Versetzungen in der plastischen Zone berücksichtigt werden müssten. Insbesondere in der Phase der Rissinitiierung, die im Bereich der Dauerfestigkeit von Werkstoffen lebensdauerbestimmend ist [15], ist eine detaillierte Untersuchung der Versetzungswechselwirkungen untereinander, aber insbesondere auch mit inneren Grenzflächen wie Korngrenzen, die zur Rissinitiierung führen können, unverzichtbar.

*„The topic of **interfaces** in materials is a very broad one: indeed, if one excludes single crystal research, one could claim that the balance of the field of metallurgy relates to interfacial properties.“ [16]*

Zu den von J. P. Hirth angeführten Grenzflächen, welche die Metalleigenschaften maßgeblich bestimmen, gehören als wesentlichste Materialgrenzfläche die Korngrenzen. Die Rolle der Korngrenzen ist dabei ambivalent. Korngrenzen führen auf der einen Seite zwar zu einer Verbesserung der Materialeigenschaften, da sie einen nicht zu vernachlässigenden Beitrag zu Streckgrenze und Zugfestigkeit von Metallen leisten [17; 18], sie können aber als Rissinitiierungsorte auch die mechanischen Eigenschaften gegenteilig beeinträchtigen.

Versetzungswechselwirkungen mit Korngrenzen sind aber nicht nur für die Untersuchung

der Rissinitiierung von Interesse. Das Gleittransferverhalten, also die Wechselwirkung von Versetzungen mit Korngrenzen, bestimmt wesentlich das Ausbreitungsverhalten kurzer, der sogenannten mikrostrukturell kurzen, Ermüdungsrisse.

Die im folgenden vorgestellten und zusammenfassend diskutierten Arbeiten, befassen sich mit eben diesem Gleittransferverhalten an Korngrenzen. Erste Arbeiten zu diesem Themenkreis, gibt es bereits seit vielen Jahrzehnten. Einige Autoren sehen die Korngrenze als geometrische Barriere für den Versetzungstransfer [19; 20; 21], andere Autoren versuchten den Gleittransferwiderstand durch MD-Simulationen mit der statischen Energie spezieller Korngrenzen in Verbindung zu bringen [22] und andere Autoren lieferten wiederum Ansätze zur Bestimmung einer Durchbruchspannung [23; 24] oder einer kritischen Spannung zum Gleittransfer durch Aktivierung von Versetzungsquellen im Nachbarkorn [25]. Eine detaillierte Quantifizierung des Korngrenzenwiderstandes gegen Gleittransfer durch Verknüpfung der Konzepte fehlt bislang jedoch.

Diese Arbeit widmet sich der Fragestellung, inwieweit die vorhandenen Konzepte zu einem gemeinsamen Konzept zusammengeführt werden können und ob es möglich ist, aus Kenntnis der geometrischen Beziehungen der Korngrenze einen experimentell überprüften Gleittransferwiderstand zu quantifizieren.

2 Stand der Forschung

Plastische Verformung erfolgt durch Versetzungsnukleation, Versetzungsmultiplikation und Versetzungsmigration [26], wobei in kubisch-flächenzentrierten (fcc) Materialien die Versetzungen mit Burgersvektor $a/2\langle 110 \rangle$ aus energetischen Gründen als zwei aufeinanderfolgende Shockley-Partialversetzungen vom Typ $a/6\langle 121 \rangle$ und $a/6\langle 211 \rangle$ auftreten, die von einem Stapelfehler getrennt werden. Dabei wird die Aufspaltungsweite von der Stapelfehlerenergie γ_{SF} bestimmt.

In kubisch-flächenzentrierten (Face-centered Cubic) (fcc) Metallen gleiten die Versetzungen auf $\{111\}$ -Ebenen mit jeweils 3 Gleitrichtungen. Es gibt also in jedem Kristallit 12 mögliche aktive Gleitsysteme. Welches Gleitsystem aktiv ist, wird dabei von der auf dem Gleitsystem wirkenden Schubspannung τ_{rss} verglichen zur Reibspannung τ_f bestimmt, die die Versetzungsbewegung hemmt. τ_{rss} hängt dabei innerhalb des Kristallits von der Orientierung des Gleitsystems zur angelegten Spannung ab (Schmid'sches Schubspannungsgesetz [27]).

Hindernisse für die Versetzungsmigration sind neben anderen Versetzungen, bedingt durch Wechselwirkungen von Versetzungen untereinander, vor allem innere Grenzflächen. Dabei kommt den Korngrenzen eine wesentliche Rolle zu.

Der erste Unterabschnitt widmet sich zunächst der Struktur einer Korngrenze (Unterkapitel 2.1.1). Darauf aufbauend wird ein Überblick über TEM-Untersuchungen zum Transfermechanismus von Versetzungen an der Korngrenze und den Stand der atomistischen Simulationen zur Fragestellung gegeben (Unterkapitel 2.1.2). Hierbei wird insbesondere in einem eigenen Abschnitt auf die Anwendbarkeit des von Sangid et al. mittels MD-Simulationen erarbeiteten Energiekonzepts eingegangen (Abschnitt 2.1.3).

Daran anschließend werden die beiden Konzepte

- Geometriekonzept
- Spannungskonzept

dargestellt, die im Rahmen dieser Arbeit zu einem geschlossenen Konzept zusammengeführt werden sollen. Dabei liegt ein Schwerpunkt auf der Vereinbarkeit der Konzepte untereinander und mit den Ergebnissen aus atomistischen Simulationen (Energiekonzept) und TEM-Untersuchungen. Der Ansatz der Konzeptkombination und die experimentelle Durchführung werden in den Folgekapiteln erläutert.

2.1 Wechselwirkungsmechanismen und Energiekonzept

2.1.1 Struktur von Korngrenzen

Korngrenzen trennen Bereiche unterschiedlicher Kristallgitterorientierungen, also unterschiedliche Kristallite, voneinander ab. Eine Korngrenze wird dabei durch 8 Parameter eindeutig bestimmt:

- 3 Freiheitsgrade der Rotation, die die Orientierungsunterschiede zwischen beiden Kristallgittern wiedergeben. Üblich sind hier Darstellungen in Form von Eulerwinkeln oder als Axis-Angle-Paar (oft in Form eines Dreh- oder Kippwinkels).
- 2 Freiheitsgrade für die Orientierung der Korngrenze relativ zu beiden Kristallgittern (2 Lagewinkel oder als Korngrenzennormale).
- 3 Freiheitsgrade der Translation für die Lage der Korngrenze relativ zu beiden Kristallgittern.

Während die Rotationsbeziehung zwischen den Kristalliten experimentell in der Regel leicht zugänglich ist (z.B. durch EBSD), so ist die Orientierung der Korngrenzebene nur tomographisch und die Lage der Korngrenze mit atomarer Auflösung bis auf wenige Ausnahmen, bei denen man sich hochauflösende (High-Resolution) Transmissionselektronenmikroskopie (HRTEM) bedienen kann, nicht bestimmbar.

Es können vier wesentliche Gruppen von Korngrenzen unterschieden werden:

- Kleinwinkelkorngrenzen mit Misorientierungswinkel unter 15°
- allgemeine Großwinkelkorngrenzen
- CSL-Korngrenzen
- (kohärente) Zwillinge (symmetrische $\Sigma 3$ -Korngrenzen)

Kleinwinkelkorngrenze - LAGB Bereits von W. G. Burgers [28] wurde der Ansatz eingeführt, dass Korngrenzen aus Versetzungen aufgebaut sein können. Bei diesem Modell von Kleinwinkelkorngrenzen geht man davon aus, dass die Korngrenzebene selbst aus einer Anordnung von Versetzungen, sogenannten primären Korngrenzenversetzungen mit vollständigem Burgersvektor, besteht, deren überlagerte und gemeinsame Verschiebungsfelder die Rotation bzw. die Misorientierung zwischen beiden Kristalliten erzeugen. Die einfachste Konfiguration ist eine Reihe von übereinander angeordneten Stufenversetzungen, die eine Kippkorngrenze erzeugen (Abb. 2.1) oder Schraubenversetzungen, die eine Drehkorngrenze erzeugen (Abb. 2.2).

Der Misorientierungswinkel der Korngrenze ist dabei näherungsweise umgekehrt proportional zum Abstand der Versetzungen. Dies begrenzt die Anwendbarkeit des Modells auf Korngrenzen mit Misorientierungswinkeln kleiner als 15° . Dieses Modell konnte durch TEM-Untersuchungen und MD-Simulationen bestätigt werden [30; 29] und findet auch

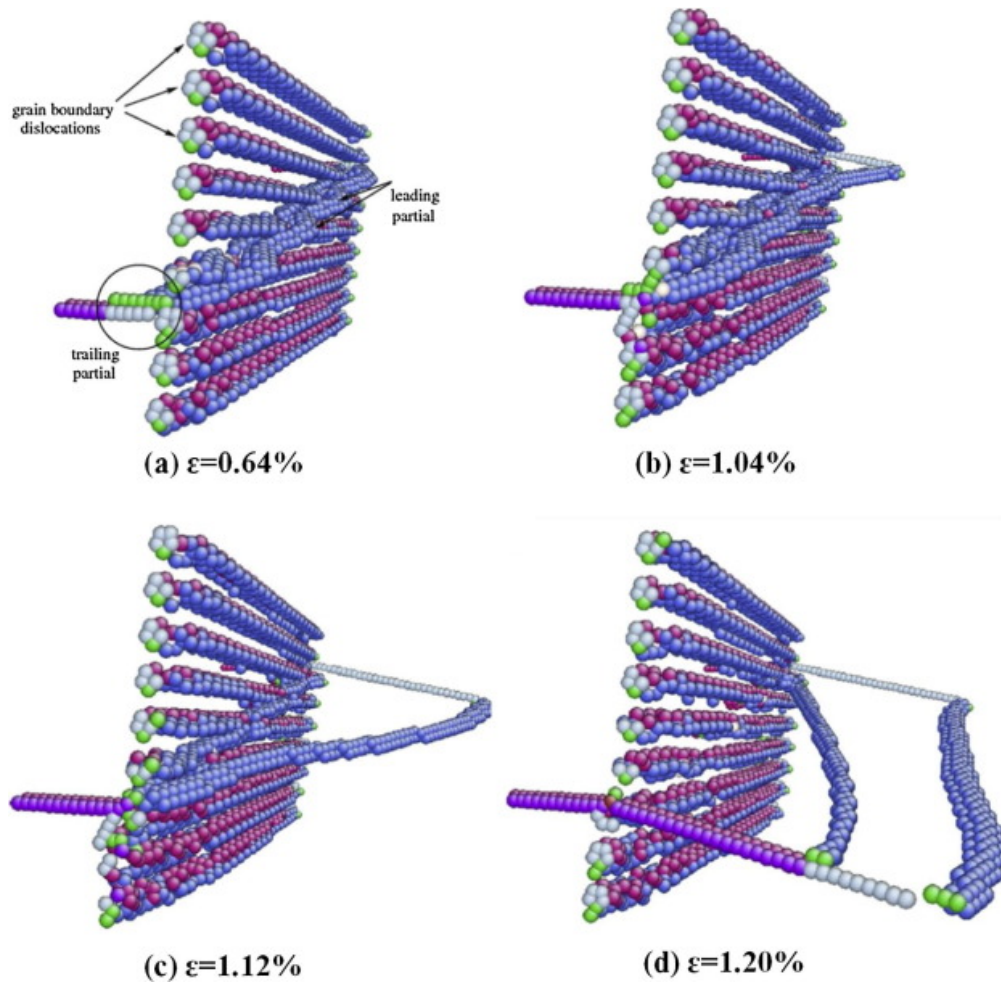


Abb. 2.1: Verschiedene Interaktionsschritte einer Versetzung mit einer symmetrischen $\Sigma 57$ -Kleinwinkelkippkorngrenze mit einem Misorientierungswinkel von $13,17^\circ$. Man erkennt, dass die Korngrenze aus einer Reihe von Versetzungen aufgebaut ist (Es werden nur Atome gezeigt, die nicht in ihren fcc-Koordinaten liegen). Zunächst wird die führende Partialversetzung absorbiert während die folgende Partialversetzung (markiert mit einem Kreis) zunächst blockiert scheint (a), anschließend erfolgt bei höheren Dehnungen die Transmission und Ausbreitung der führenden Partialversetzung ins Nachbarkorn (b,c) und schließlich der Transfer der folgenden Partialversetzung ins Nachbarkorn (d).[29]

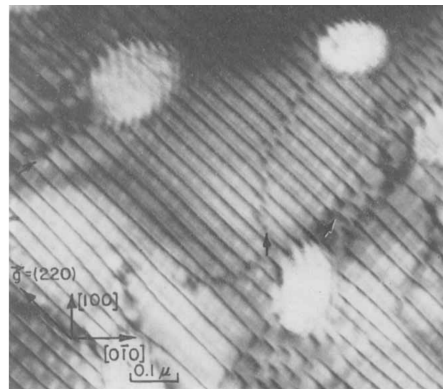


Abb. 2.2: TEM-Hellfeldabbildung einer Kleinwinkeldrehkorngrenze in Gold. Der Misorientierungswinkel beträgt etwa $2,5^\circ$. [30]

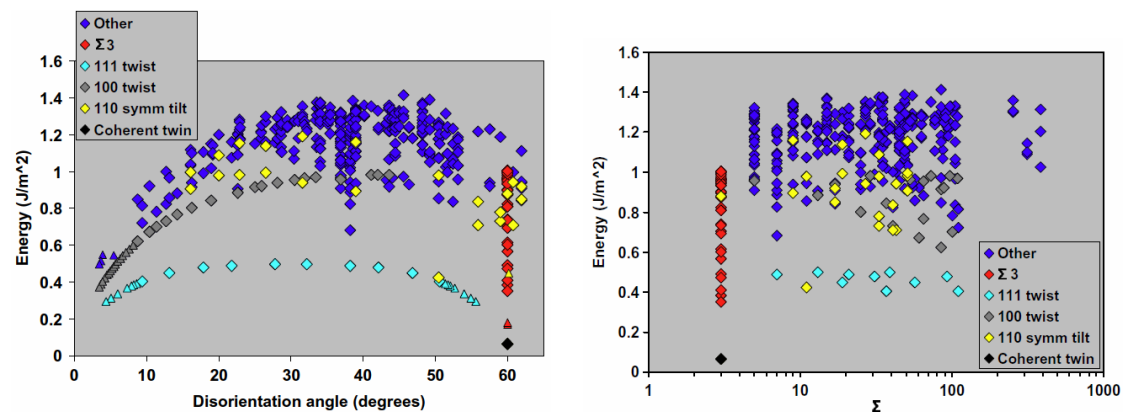


Abb. 2.3: Korngrenzenenergie für ausgewählte Korngrenzen in Nickel aus atomistischen Simulationen mittels EAM-Potential; links: Abhängigkeit der Korngrenzenenergie vom Misorientierungswinkel; rechts: Abhängigkeit der Korngrenzenenergie vom CSL- Σ -Wert ([33]). Man erkennt deutlich, dass die Korngrenzenenergie neben dem Σ -Wert stark von der Lage der Korngrenzenebene relativ zu den benachbarten Kristalliten abhängt.

im Bereich der Simulation der Wechselwirkung von Versetzungen und Korngrenzen Anwendung [31].

Coincidence Site Lattice (CSL) Zwei Kristallgitter, die einander virtuell durchdringen, bilden stets ein Gitter mit gemeinsamen Gitterpunkten, das sogenannte Koinzidenzgitter (engl. Coincidence Site Lattice (CSL)). Treffen nun zwei Kristallite mit ihren zugehörigen Kristallgittern an einer Korngrenzenebene aufeinander, so finden sich somit Koinzidenzgitterpunkte.

Der Anteil der gemeinsamen Gitterpunkte wird über den Σ -Wert einer Korngrenze angegeben. Bei einer $\Sigma 5$ Korngrenze ist beispielsweise jeder fünfte Gitterpunkt ein gemeinsamer Gitterpunkt. In der Praxis werden nur jene Korngrenzen als Σ - oder CSL-Korngrenzen bezeichnet, deren Σ -Wert kleiner als 59 ist. Die Σ -Korngrenzen haben eine typische Axis-Angle-Paarung [32], wobei hier nur die Relativbeziehung der Gitterorientierungen angegeben wird. Anzumerken ist, dass die Lage der Korngrenzenebene durch Angabe des Σ -Wertes nicht bestimmt ist.

Da die Energie einer Korngrenze im Wesentlichen durch ihren atomaren Aufbau be-

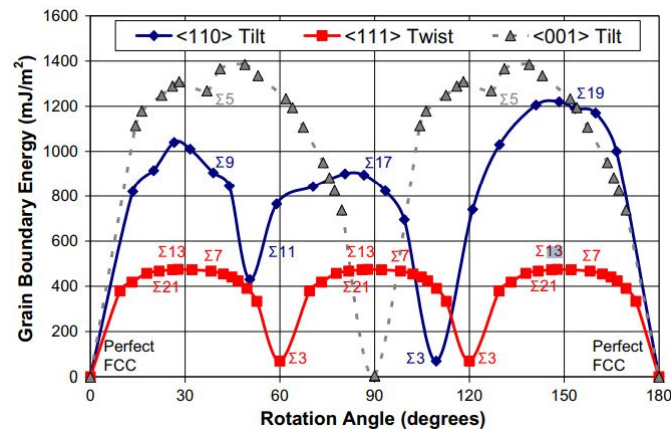


Abb. 2.4: Abhängigkeit der statischen Korngrenzenenergie vom Misorientierungswinkel für Korngrenzen ausgewählter Kipp- oder Drehachsen, wobei spezielle Σ -Korngrenzen markiert sind. [22]

stimmt wird, kann ihre Struktur und ihre statische Korngrenzenenergie mittels MD-Simulationen untersucht werden. Bei den klassischen MD-Simulationen werden die Kräfte zwischen Atomen und deren resultierende Auslenkung sowie deren Geschwindigkeit iterativ berechnet. Zunächst wird im zu simulierenden Volumenelement eine Equilibrierung durchgeführt, d.h. das System wird in einen Gleichgewichtszustand gebracht. Zuvor wurde das System mit Atomen besetzt und Annahmen über die Wechselwirkung der Atome wurden festgelegt. Hierzu gehört insbesondere die Auswahl und Festlegung des interatomaren Potentials (in der Regel EAM-Potential). Die Kräfte zwischen den Atomen werden berechnet und die Atome in kleinen Schritten bewegt. Nach wenigen Zeitschritten soll das System dann in einen Zustand thermischen Gleichgewichtes gelangen. Gegebenenfalls folgt noch ein weiterer Relaxationsschritt über eine Temperaturerhöhung und -absenkung. Anschließend kann eine mechanische Belastung des Systems iterativ erfolgen und die sich einstellenden Atompositionen werden berechnet. Der Rechenaufwand ist verglichen mit quantenmechanischen Simulationen geringer, dennoch sind die simulierbaren Volumenelemente sehr klein. In der Regel werden feste oder periodische Randbedingungen an den Rändern der Simulationszelle vorgegeben. Versetzungen werden in der Regel an Poren [22] oder Rissen [34] nukleiert.

Olmsted et al. [33] konnten im Rahmen atomistischer MD-Simulationen mittels EAM-Potentials die Vorhersagen des Versetzungsmodell der Kleinwinkelkorngrenze bestätigen und feststellen, dass die Korngrenzenenergie stark von der Lage der Korngrenze relativ zu den beiden Kristallgittern abhängt. So kann man in Abb. 2.3 (links) sehen, dass eine $\Sigma 3$ -Korngrenze je nach Lagewinkel der Korngrenzebene zu den nieder- oder hochenergetischen Korngrenzen gehören kann. Gleichzeitig wird in Abb. 2.3 (rechts) gezeigt, dass allein aus dem Σ -Wert der Korngrenze keine Aussage über die Korngrenzenenergie gemacht werden kann. Sangid et al. [22] zeigten, dass symmetrische Korngrenzen immer eine niedrigere Energie aufwiesen als asymmetrische Korngrenzen gleicher Misorientierung (Abb. 2.4). Dies zeigt die große Bedeutung der Korngrenzebenenlage.

Rittner und Seidman [35] konnten mittels MD-Simulationen zeigen, dass Großwinkel-

korngrenzen immer aus regelmäßigen Anordnungen von Struktureinheiten bestehen (Abb. 2.5 (oben)), wobei der Abstand der einzelnen Struktureinheiten mit zunehmender Misorientierung abnimmt. Je simpler dabei die Defektstruktur der Korngrenze ist bzw. umso größer der Anteil einfacher Defektstruktureinheiten ist, umso geringer ist die Korngrenzenenergie [36; 37].

Die Lage der Korngrenzebestimmte Ebene bestimmt dabei maßgeblich, welche Struktureinheiten beteiligt sind und in welchen Anteilen sie auftreten. Asymmetrische Korngrenzen zerfallen in nanoskalige niederenergetische Facetten [37] (s. Abb. 2.14). Tschopp und McDowell [38] konnten zeigen, dass $\Sigma 3$ -Korngrenzen grundsätzlich aus zwei Struktureinheiten aufgebaut sind:

- coherent twin boundary (CTB) - Struktureinheiten
- symmetric incoherent twin boundary (SITB) - Struktureinheiten

Im Falle der SITB-Struktureinheiten ist die Korngrenzebestimmte Ebene bezüglich der Zwillingsenebene (CTB-Struktureinheit) um 90° geneigt. Eine asymmetrische $\Sigma 3$ -Korngrenze besteht lediglich aus diesen beiden Struktureinheiten (Abb. 2.5 (rechts)).

Das Gitter aller Gitterpunkte der beiden an der Korngrenze aufeinander treffenden Kristallite wird als Displacement Shift Complete Gitter (DSC-Gitter) bezeichnet. Wird an der Korngrenze ein Atom um einen Gittervektor des DSC-Gitters verschoben, so kann das Atom von einer Gitterposition des einen Kristallits zu einer Gitterposition des anderen Kristallits wechseln; die Korngrenze verschiebt sich somit lokal um den Vektor des DSC-Gitters. Jene Versetzungen, die in der Korngrenze mit einem Burgersvektor des DSC-Gitters liegen, werden als DSC- oder sekundäre Korngrenzenversetzungen bezeichnet.

Zwillingskorngrenze Von HRTEM-Aufnahmen ist bekannt, dass eine Zwillingskorngrenze eine atomar scharfe Korngrenze ist (s. Abb. 2.9). Zwillingskorngrenzen sind symmetrische $\Sigma 3$ -Korngrenzen und verfügen somit trotz des hohen Misorientierungswinkels von 60° über eine geringe Korngrenzenenergie.

Bei der Untersuchung der Gleittransfervorgänge an Korngrenzen kommt den Zwillingskorngrenzen eine besondere Rolle zu. Wie in unserer Veröffentlichung IV „*Crack initiation at twin boundaries due to slip system mismatch*“ in Scripta Materialia [40] gezeigt, zeichnen sich Zwillingskorngrenzen oder kohärente $\Sigma 3$ -Korngrenzen durch folgendes aus:

- Die Korngrenzebestimmte Ebene ist eine gemeinsame Gleitebene. Daraus resultiert, dass Korngrenzenversetzungen mobil sein können.
- Die Lage der Korngrenze ist im dreidimensionalen aus Kristallorientierungsmessungen (z.B. EBSD) über die Kenntnis der Lage der Gleitebene bestimmbar. Daher kann bei Experimenten auf aufwendige tomographische Untersuchungen verzichtet werden.

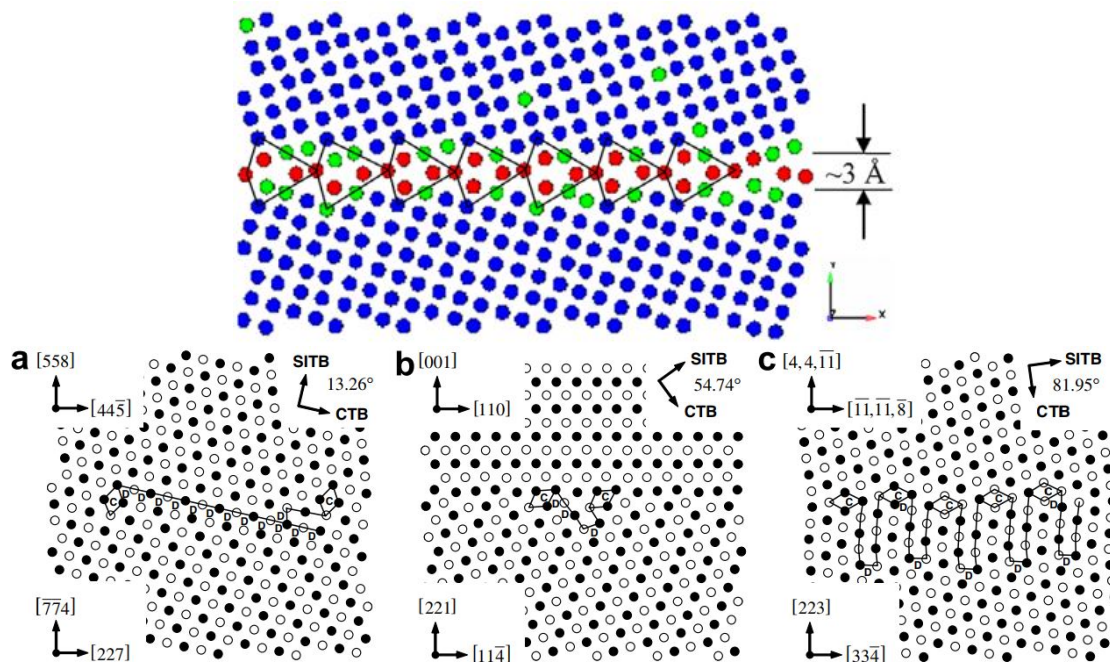


Abb. 2.5: MD-Simulation einer symmetrischen $\Sigma 5$ -Korngrenze in Kupfer [39] (oben); unten: Facettierung einer asymmetrischen $\Sigma 3$ -Kippkorngrenze mit Misorientierungswinkel $70,53^\circ$ um die $[\bar{1}\bar{1}0]$ -Achse in Kupfer bei zunehmendem Neigungswinkel der Korngrenzenlage zur Kippachse für $13,26^\circ$, $54,74^\circ$ und $81,95^\circ$, wobei 0° eine Zwillingskorngrenze und 90° eine symmetrische inkohärente Zwillingskorngrenze darstellt. [38]

- Es besteht eine geringe Anzahl wohldefinierter Kopplungen von Gleitsystemen aus beiden Kristalliten: Crossslip mit und ohne Restburgersvektorabsorption in der Korngrenze, Absorption eingehender Versetzungen auf die Korngrenzebene, Gleitung auf der Korngrenzebene (s. Unterkapitel 2.1.2).

Großwinkelkorngrenze - HAGB Auch allgemeine Großwinkelkorngrenzen sind Σ -Korngrenzen, wobei der Anteil an Koinzidenzgitterpunkten gering ist. Dennoch weisen auch Großwinkelkorngrenzen mit hohen Σ -Werten ebenfalls Regionen hoher Ordnung mit geringer Fehlpassung zwischen beiden Kristalliten auf [41] (s. Abb. 2.6). Defektstruktureinheiten wie im vorhergegangenen Unterabschnitt beschrieben, sind seltener als bei Korngrenzen mit kleinerem Σ -Wert. Die lokale Korngrenzenstruktur basiert auf einer lokalen Energieminimierung der Korngrenze durch Relaxation der Atompositionen an der Grenzfläche.

Verglichen mit CSL- Σ -Korngrenzen mit kleinerem Σ -Wert ist die Anzahl der Arbeiten mit atomistischen Simulationen zu diesen Korngrenzen gering. Eine experimentelle Strukturaufklärung im TEM ist nicht möglich. Dennoch spielen diese Korngrenzen aufgrund ihres großen Anteils an den Korngrenzen in Metallen für die plastische Verformung in Polykristallen eine maßgebliche Rolle.

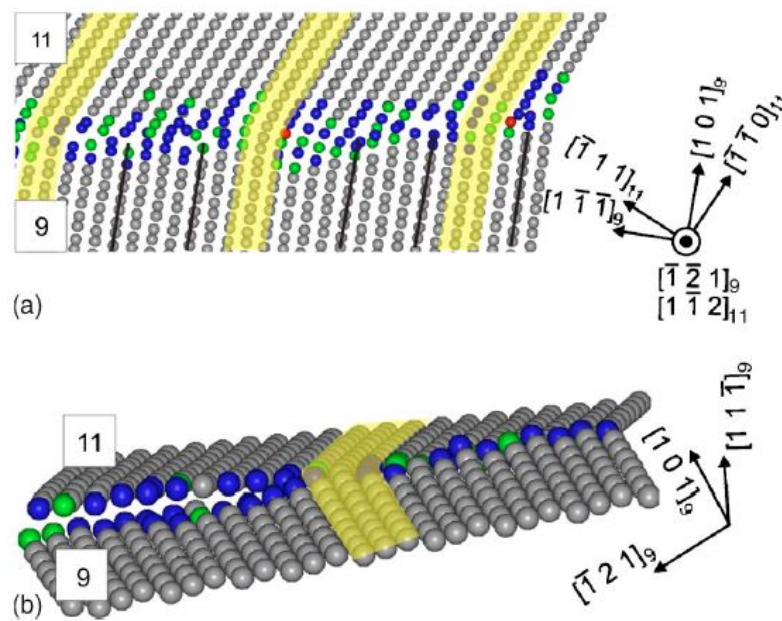


Abb. 2.6: MD-Simulation einer allgemeinen Großwinkelkorngrenze in Aluminium [41]. Die Kohärenzregionen, innerhalb derer die Gleitrichtungen kontinuierlich ihre Richtung ändern (gelb markiert) wechseln sich mit Misfitregionen ab. oben: Blick entlang der Kippachse, unten: Der Drehanteil der Korngrenze wird sichtbar.

2.1.2 Wechselwirkungsmechanismen von Versetzungen mit Korngrenzen

Obwohl HRTEM-Aufnahmen und *in situ*-Experimente einen tiefen Einblick in die Versetzungsinteraktion an und mit der Korngrenze liefern können, so bleiben doch die komplexen dreidimensionalen atomaren Prozesse an der Korngrenze selbst eine nicht experimentell untersuchbare Blackbox [42; 43; 44] (s. Abb. 2.7).

Atomistische, sogenannte MD-Simulationen können auch hier quantitative Informationen über den Gleittransfer liefern. Dabei können sowohl der Versetzungstransfer selbst, als auch die heterogene Versetzungsnukleation an der Korngrenze untersucht werden.

Atomistische Simulationen, obwohl prädestiniert zur Strukturaufklärung von Korngrenzen und der Untersuchung der Wechselwirkung von Korngrenzen mit Versetzungen, sind jedoch begrenzt durch die Größe des simulierbaren Volumens. Der Gleittransfer ist jedoch ein Prozess, der nicht nur von den lokalen atomistischen Mechanismen bestimmt wird, sondern beispielsweise auch durch langreichweitige Spannungsfelder eines Versetzungsaufstaus. Um dieser Fragestellung nachzugehen bedient man sich Simulationstechniken auf mehreren Skalen. Hierzu zählen die Quasi-Continuum (QC)-Methode, die Coupled Atomistic & Discrete Dislocation (CADD)- und die Concurrent Atomistic Continuum (CAC)-Simulationen.

Die QC-Methode, im Jahr 1996 von E. B. Tadmor entwickelt [45], ist eine gemischte kontinuumsmechanische und atomistische Methode und basiert auf einer Reduktion der zu berechnenden kinematischen Freiheitsgrade des Systems durch die Einführung repräsentativer Atome. Die Anzahl der repräsentativen Atome ist deutlich niedriger als die Anzahl der am Problem beteiligten Atome, wobei in Bereichen großer Deformationen die

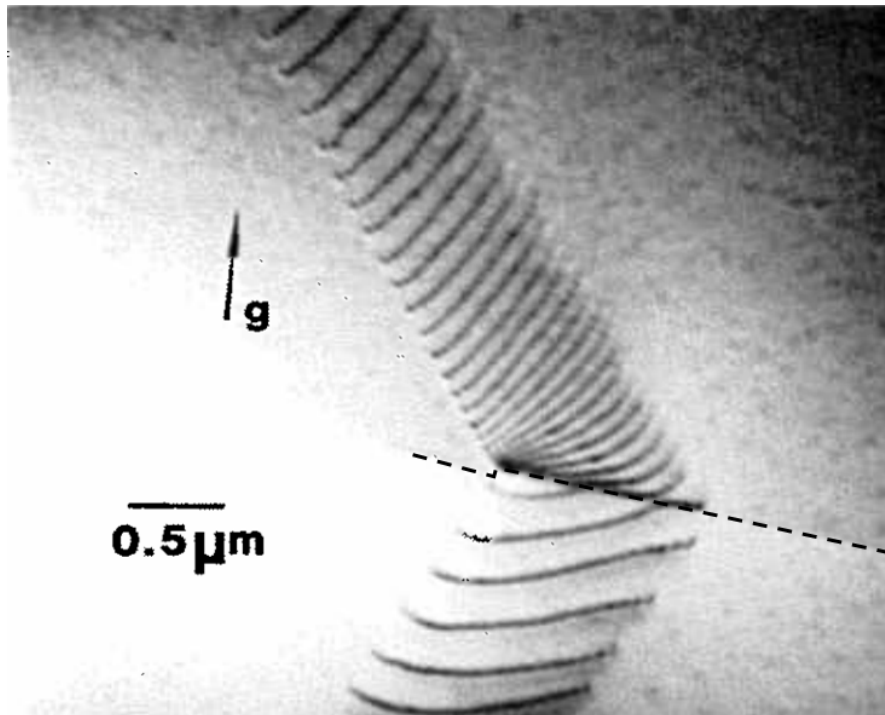


Abb. 2.7: TEM-Hellfeldabbildung des Gleittransfers durch $\Sigma 3$ -Korngrenze [20]. Die atomistischen Vorgänge an der Korngrenze können bei Hellfeldabbildungen nicht aufgelöst werden, lediglich eine Korngrenzentranslation nach dem Gleittransfer ist am linken Rand des Versetzungstransfers sichtbar

Dichte repräsentativer Atome höher ist als in Bereichen niedriger Deformation. Die Positionen der übrigen Atome folgen aus Interpolation der Positionen der repräsentativen Atome, die als Knoten eines FEM-Netzes betrachtet werden. Damit erlaubt die Methode die Simulation größerer Volumina als die reine molekulardynamische Simulation, so beispielsweise das Deformationsverhalten von Polykristallen und Rissen.

Dewald und Curtin bedienen sich der CADD-Methode. Die CADD-Simulation kann in vier Teilgebiete zerlegt werden [46]:

- eine atomistische Region entsprechend klassischer MD-Simulation,
- eine Kontinuumsregion mit diskreten Versetzungen,
- einem Algorithmus, der die Versetzungen an der Grenzfläche zwischen beiden Regionen detektiert und
- der die Versetzungen von einer Region in die andere transferiert.

Xu et al. [47] nutzen die in ihrer Gruppe um McDowell entwickelte CAC-Methode unter anderem für die Simulation der Wechselwirkung mehrerer Versetzungen mit Korngrenzen. Hier wird die Korngrenze wie bei allen Methoden notwendigerweise mit atomistischer Auflösung simuliert, während die äußere Region mittels FEM simuliert wird, wobei die Bewegung von Versetzungen durch das Gitter durch Verschiebungsdiskontinuitäten zwischen den einzelnen Elementen zugelassen wird und als Konstitutivgleichung an Stelle

	group literature	grain boundary type	dislocation character	conclusion	
<i>CAC</i>	McDowell et al. [47]	twin & symm. $\Sigma 11$ -tilt	mixed dislocation	influence of EAM-Potential	
<i>CADD</i>	Dewald & Curtin [51; 52]	twin & symm. $\Sigma 9/\Sigma 11$	screw 60° mixed dislocation	transm. via absorption and re-emission	
<i>QC</i>	Shimokawa et al. [42]	$\langle 112 \rangle$ asymm. tilt with different misorientation	edge dislocation	transm. via absorption and re-emission	
	Yu & Wang [57; 58; 59]	symm. $\Sigma 11$ -tilt boundary	edge dislocation	transfer resistance governed by Burgers vector direction	
<i>classical MD</i>	Sangid et al. [22; 53; 60]	$\langle 111 \rangle$ twist $\langle 110 \rangle$ & $\langle 001 \rangle$ tilt twin boundary	mixed dislocations multiple types	residual Burgers vect. magnitude correlated with resistance effect	
	Bachurin et al. [29]	symm. $\Sigma 11$ -tilt boundary	edge dislocation	transfer resistance governed by Burgers vector direction	
	Gumbsch et al.	Jin et al. [56]	twin boundary	screw dislocation	dissociation & absorpt. or crossslip
		[26]	twin boundary	60° mixed dislocation	sessile disloc. form. at grain boundary if slip transfer incompl.
	Chassagne et al. [55]	twin boundary	screw dislocation	10 EAM-potentials tested	

Tabelle 2.1: MD-Simulationsmethoden und Arbeitsgruppen: Anwendungs- und Ergebnisübersicht

der klassischen Gleichgewichtsgleichungen der Kontinuumsmechanik Gleichgewichtsformulierungen treten, die den Verlauf des interatomaren Potentials [48] widerspiegeln. Die Verschiebungsfelder von Versetzungen werden zu Zwischenelementdiskontinuitäten verschmiert [49]. Eine genaue Beschreibung der Methode findet sich in [50].

Die Vielzahl der Arbeiten (s. Tabelle 2.1) beschränkt sich dabei im Wesentlichen auf folgende Korngrenzentypen:

- Zwillingskorngrenzen (symmetrische $\Sigma 3$ -Korngrenzen) [26; 47; 51; 52; 53; 54; 55; 56]
- symmetrische $\Sigma 9$ -, $\Sigma 11$ -Kippkorngrenzen [51; 52; 57; 58; 59]
- asymmetrische Kippkorngrenzen mit variablem Misorientierungswinkel [29; 42]
- spezielle CSL- Σ -Korngrenzen mit reinem Dreh- oder reinem Kippanteil [22; 36; 60]

Folgende Wechselwirkungsmechanismen sind denkbar:

- Korngrenzen können Quellen und Senken für Versetzungen sein, sowie
- durch Versetzungsaufstau deren Bewegung behindern oder
- einen Gleittransfer zulassen.

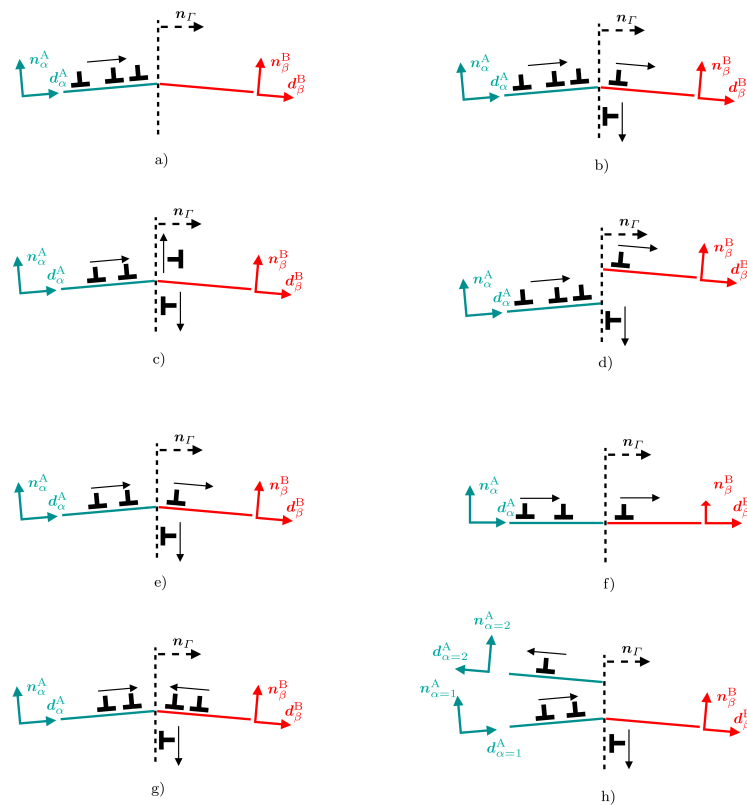


Abb. 2.8: Übersicht über mögliche Wechselwirkungsmechanismen von Versetzungen und Korngrenzen [61]

Während die erstgenannten Prozesse vor allem das Verformungsverhalten von nanokristallinen Materialien dominieren, wo mit sinkender Korngröße zunehmend weniger aktive Versetzungsquellen in den Körnern sind, so beeinflussen der Aufstau von Versetzungen und der Gleittransfer ggf. in Verbindung mit Versetzungsabsorption das Materialverhalten klassischer fein- bis grobkörniger Metalle [42]. Im Rahmen dieser Wechselwirkungen sind lokale Translationen der Korngrenze möglich und je nach Fall auch notwendig.

Aus diesen grundsätzlichen Mechanismen, lassen sich folgende Wechselwirkungen (s. Abb. 2.8) ableiten, wobei die Mechanismen (i)-(iv) von Shen et al. [20] im TEM gefunden wurden.

- (i) Nukleation aus der Korngrenze im Spannungsfeld eines Versetzungsaufstaus (nicht zwingend am gleichen Ort) ggf. mit Absorption der Verschiebungsinkompatibilität zwischen einlaufender und auslaufender Versetzung als Restburgersvektor in die Korngrenze (Abb. 2.8 (b) und (d))
- (ii) Versetzungstransfer ggf. mit Absorption der Verschiebungsinkompatibilität zwischen einlaufender und auslaufender Versetzung als Restburgersvektor in die Korngrenze (Abb. 2.8 (e) und (f))
- (iii) Absorption und Emission (nicht zwingend am gleichen Ort, auch als Reflexion ins Ausgangskorn, ggf. mit Absorption der Verschiebungsinkompatibilität zwischen

einlaufender und auslaufender Versetzung als Restburgersvektor in die Korngrenze) (Abb. 2.8 (h))

- (iv) Absorption (Abb. 2.8 (c)), ggf. mit Dissoziation
- (v) Aktivierung einer Versetzungsquelle im Nachbarkorn und (Teil-)Annihilation der Versetzungen an der Korngrenze, wobei auch hier eine Korngrenzenversetzung mit Restburgersvektor entstehen kann (Abb. 2.8 (g)). Dieser Fall kann in seinem Ergebnis von (ii) nicht unterschieden werden.

Die sich durch die Korngrenzenversetzung einstellende Verschiebung/Stufe in der Korngrenze (Abb. 2.9, Abb. 2.10 und Abb. 2.11) an der Stelle der Korngrenzenversetzung mit Restburgersvektor \mathbf{b}_R kann mobil oder immobil sein. Sofern die Korngrenzenversetzung mobil ist (insb. reine sekundäre bzw. DSC-Korngrenzenversetzung), sieht die nächste einlaufende Versetzung eine unveränderte Korngrenze vor sich. Diese Mechanismen hinterlassen bis auf wenige Ausnahmen, bei denen zwischen beiden Körnern keine Verschiebungsinkompatibilität zurückbleibt, immer eine Korngrenzenversetzung in der Korngrenze.

Wie diese Mechanismen im Detail ablaufen, ist in der Regel nur mit MD-Simulationen [42] und bei Zwillingskorngrenzen und symmetrischen Kippkorngrenzen neben MD-Simulationen [53; 56] mittels TEM untersuchbar [44].

Zwillingskorngrenzen Li et al. fanden ebenso wie Lim und Raj [62; 63] bei HRTEM Untersuchungen von Zwillingskorngrenzen die oben beschriebenen Mechanismen; nach dem Gleittransfer verblieben Restburgersvektoren in Form einer lokalen Translation der Korngrenze in der Korngrenze (s. Abb. 2.9).

Poulat et al. [64] konnten basierend auf den Arbeiten von Nazarov et al. [65] durch eine Verknüpfung von Weak Beam Dark Field (WBDF)-Abbildungen im TEM und spezieller Bildanalyse zeigen, dass der Prozess der Versetzungstransmission durch eine $\Sigma 3$ -Korngrenze nicht direkt, sondern über eine zwischengelagerte Dissoziation der absorbierten einlaufenden Versetzung in DSC-Versetzungen und eine Emission durch Relaxation des Korngrenzenversetzungsnetzwerkes erfolgt.

Jin et al. [56] (s. Abb. 2.10) zeigten mittels klassischer MD-Simulation, dass eine dissoziierte Schraubenversetzung, die unter $70,53^\circ$ in klassischer Crossslip-Konfiguration auf eine Zwillingskorngrenze trifft, entweder absorbiert oder transmittiert wird (s. Abb. 2.10). Es konnte gezeigt werden, dass es im Fall von Aluminium mit seiner höheren Stapelfehlerenergie energetisch günstiger ist, einen Stapelfehler in der Korngrenze zu erzeugen, also absorbiert zu werden, als im Fall von Nickel und Kupfer, bei denen ein Stapelfehler im Kristallgitter aufgrund niedrigerer Stapelfehlerenergie energetisch günstiger ist.

Allgemeine Korngrenzen Thibault et al. zeigten an einer symmetrischen $\Sigma 9$ -Kippkorngrenze, dass unter Druckbelastung, der Misorientierungswinkel sich gegenläufig zur Winkeländerung im Zug verhält [66]. Durch HRTEM-Untersuchungen konnten sie zeigen,

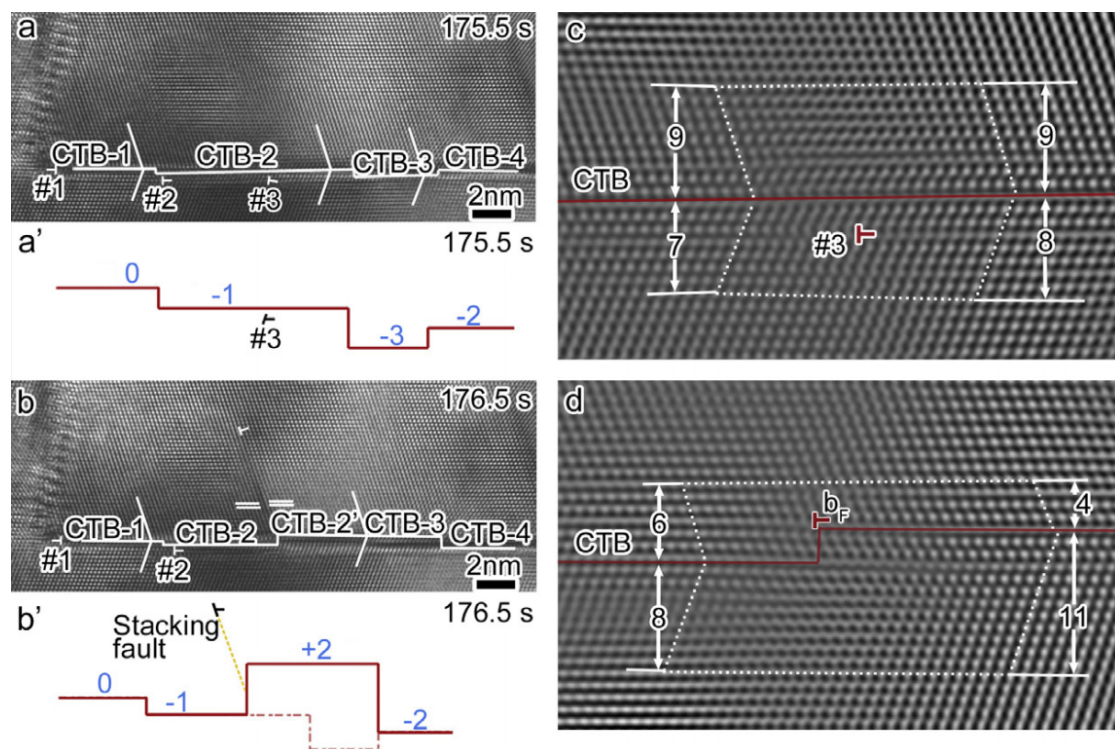


Abb. 2.9: HRTEM-Abbildungen von Versetzungen, die durch eine Korngrenze transmittieren; (a) vor der Transmission und (b) nach der Transmission mit zugehörigen Schemazeichnungen; (c) und (d) zeigen eine inverse FFT-Analyse der HRTEM-Aufnahmen; vor der Transmission ist die Korngrenze atomar flach, während nach der Transmission eine Stufe von 3 {111}-Ebenenabständen entstanden ist.[44]

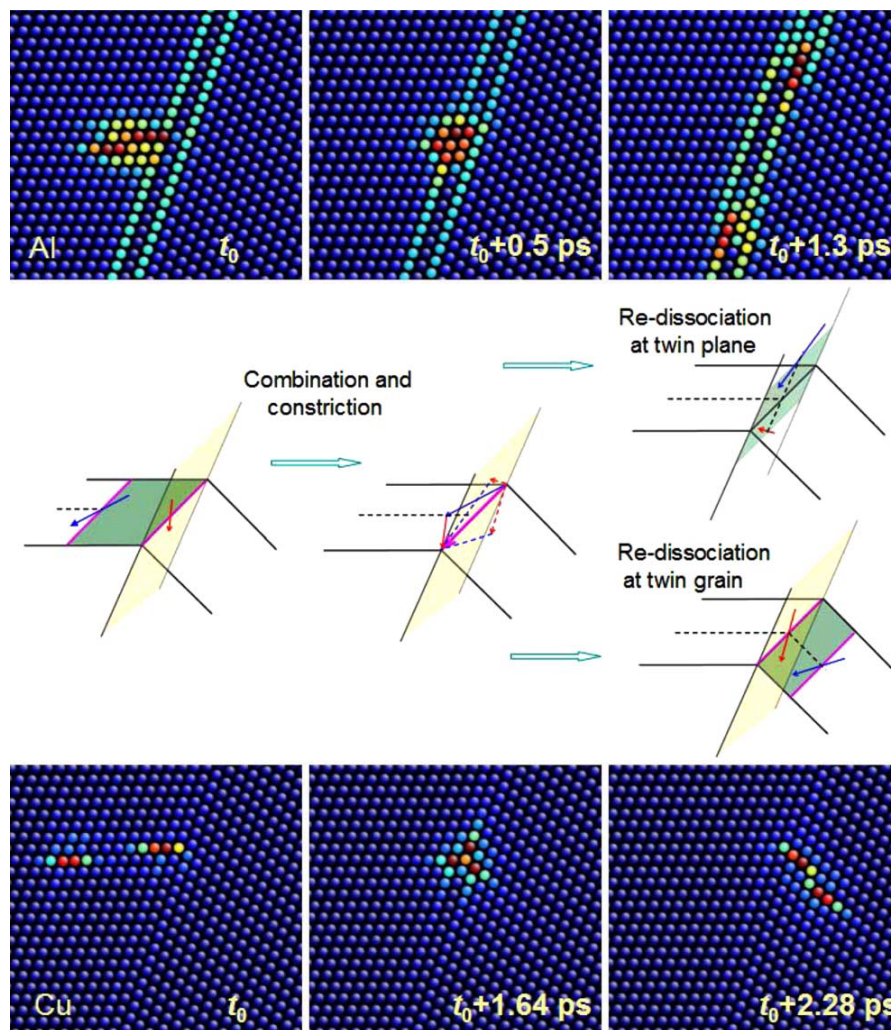


Abb. 2.10: MD-Simulation der Versetzungswechselwirkung mit einer Zwillingskorngrenze mit Schemazeichnung [56]; oberes Teilbild: Versetzungsabsorption (Re-Dissoziation auf der Korngrenzenebene); unteres Teilbild: Crossslip ohne Versetzungsabsorption

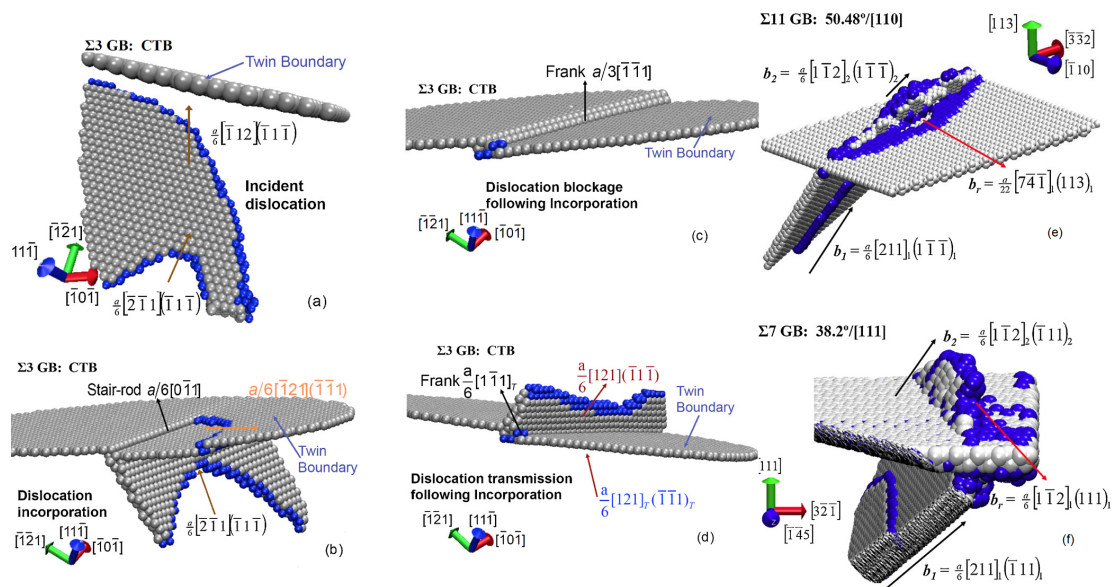


Abb. 2.11: MD-Simulation des Gleittransfers durch $\Sigma 3$, $\Sigma 7$ und $\Sigma 11$ -Korngrenze [53]: Beim Gleittransfer verbleibt eine Korngrenzenversetzung mit Restburgersvektor \mathbf{b}_R in der Korngrenze und führt im Falle der Zwillingskorngrenze zu einer Korngrenzenstufe.

dass Schraubenversetzungen die Korngrenze durch Crossslip überwinden können, dass aber die übrigen Versetzungen (Stufenversetzungen, Versetzungen mit Mischcharakter), die Korngrenze nicht überwinden können, sondern in Korngrenzenversetzungen dissoziieren, die in der Korngrenze gleiten und klettern können, um die Korngrenzenstruktur so zu relaxieren. Man muss bedenken, dass im Falle einer $\Sigma 9$ -Korngrenze, genau wie bei einer $\Sigma 3$ -Korngrenze die Shockley-Partialversetzungen aller Gleitsysteme zwingend zu den DSC-Versetzungen der Korngrenze gehören, dass die Versetzungen also in der Korngrenzebene mobil sind und lediglich zu einer kristallgitterkonformen Translation der Korngrenzebene und/oder Stufenbildung führen.

Shimokawa et al. [42] zeigten für asymmetrische Kippkorngrenzen verschiedener Kippwinkel in Aluminium, dass die Korngrenzen aus Serien zweier intrinsischer Korngrenzenstufenversetzungen aufgebaut sind, die senkrecht aufeinander stehen und keine langreichweitige Spannungsfelder erzeugen. Die Korngrenze zerfällt in Facetten aus symmetrischen Kippkorngrenzensegmenten mit den zugehörigen Stufenversetzungen, wobei die Segmente durch sekundäre/DSC-Gitterstufenversetzungen abgetrennt sind. Bei allen Kippwinkeln wird die erste Versetzung, welche die Korngrenze erreicht absorbiert, anschließend bildet sich ein Aufstau, der bei einer kritischen Spannung zur Transmission führt. Die kritische außen angelegte Spannung steigt mit dem Kippwinkel an. Gleichzeitig zeigen die Autoren, dass ein Versetzungsaufstau zu einer Spannungsüberhöhung an der ersten Versetzung an der Korngrenze führt, die in guter Übereinstimmung mit der linearen Versetzungstheorie ist und der Gleittransfer somit durch die Spannungskonzentration durch den Aufstau erfolgt. Der eigentliche Gleittransfer erfolgt durch Absorption der ersten Versetzung, Umordnung der Korngrenzenversetzungen durch Klettern mit zunehmender Spannung an der Korngrenze (bei den Großwinkelkorngrenzen auch durch Rotation der

lokalen Atomkonfiguration (also Bildung eines Disclinationsdipols, s. Anhang)) gefolgt von Emission der absorbierten Versetzung bei gleichzeitiger Neuabsorption aus dem Aufstau. Die Absorption der ersten Versetzung führt zu einer weiteren Verminderung der lokalen Ordnung der Korngrenzenstruktur, also zu einem Anstieg der Korngrenzenenergie und macht aus der Gleichgewichtskorngrenze aus der Equilibrierung der Simulation lokal eine Nichtgleichgewichtskorngrenze. Wie dieser Prozess jedoch im Detail abläuft hängt stark von der lokalen Korngrenzenstruktur ab (s. Abb. 2.12).

Untersuchungen zur Wechselwirkung von Versetzungsaufstaus und Korngrenzen wurden von Yu und Wang mittels QC-Methode durchgeführt [57; 58; 59]. Sie konnten zeigen, dass solche Korngrenzen, die einen größeren Restburgersvektor in der Korngrenze nach dem Gleittransfer haben, den Gleittransfer stärker als solche behindern, deren Restburgersvektor kleiner war [57]. Gleichzeitig unterschied sich die Wechselwirkung je nachdem, ob eine „positive“ oder eine „negative“ Stufenversetzung, also mit entgegengesetztem Burgersvektor, betrachtet wurde [58]. Der Wechselwirkungsmechanismus war dabei unabhängig vom gewählten EAM-Potential, jedoch abhängig vom untersuchten Material. Stufenversetzungen in Nickel und Kupfer neigten zur Transmission, in Aluminium zur Absorption in die Korngrenze gefolgt von späterer Transmission [59]. Die Simulationen beschränkten sich jedoch alle auf symmetrische $\Sigma 11$ Kippkorngrenzen.

J. Wang [67] konnte durch Kombination von MD-Simulation und klassischer Versetzungstheorie für eine asymmetrische $\Sigma 11$ Kippkorngrenze in Al zeigen, dass der Gleittransfer vor allem durch die Verfügbarkeit von Gleitsystemen im Nachbarkorn und durch Variation der Korngrenzenstruktur zwischen nieder- und hochenergetischer Struktur durch eben diese Struktur beeinflusst wird. Ein in die Korngrenze absorbiertes Restburgersvektor in Form einer Korngrenzenversetzung erzeugte eine lokale Verzerrung von einer niederenergetischen zu einer hochenergetischen Struktur. Bacmann et al. [68] konnten experimentell mittels Bikristallzugversuchen zeigen, dass in der Korngrenze verbleibende Verschiebungen in Form eines Restburgersvektors die Misorientierung zwischen beiden benachbarten Kristalliten erhöht.

Es zeigt sich also, dass ein direkter Versetzungstransfer nicht vorzukommen scheint, sondern vielmehr ein Transfer über Absorption und Emission geschieht. Die zu absorbierende Verschiebungsincompatibilität in Form einer Korngrenzenversetzung mit Restburgersvektor \mathbf{b}_R scheint den Korngrenzenwiderstand gegen Gleittransfer maßgeblich zu beeinflussen. Es stellt sich nun die Frage, welches Gleitsystem im auslaufenden Kristallit aktiviert wird. Durch TEM-Untersuchungen fanden Lee, Robertson und Birnbaum bereits 1990 folgende Kriterien für die Wahl des Gleitsystems im Nachbarkorn [69]:

- Der Winkel zwischen den Schnittlinien der Gleitebenen beider Kristallite und der Korngrenzebene α soll minimal sein.
- Die Schubspannung auf dem aktivierten Gleitsystem τ_{rss} im Nachbarkorn soll maximal sein.
- Die in der Korngrenze verbleibende Verschiebung, der Restburgersvektor \mathbf{b}_R , soll

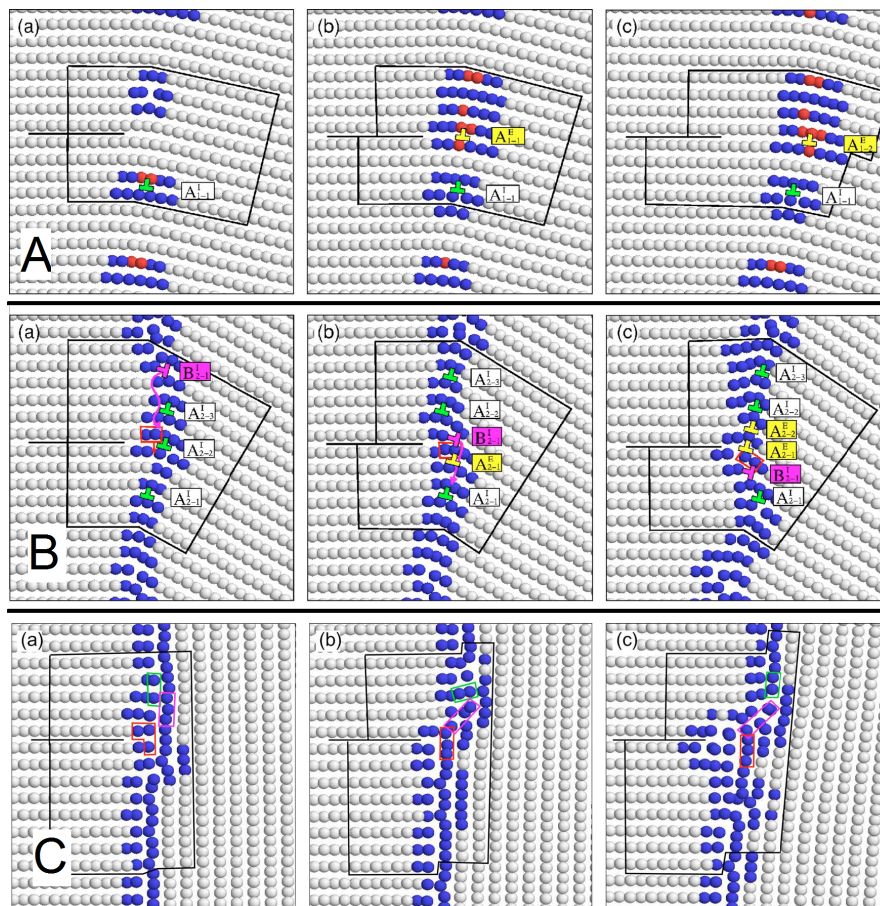


Abb. 2.12: QC-Simulation des Gleittransfers durch symmetrische $\langle 112 \rangle$ -Kippkorngrenzen in Aluminium mit Misorientierungswinkeln A- $13,0^\circ$, B- $29,5^\circ$, C- $89,3^\circ$: An der Kleinwinkelkorngrenze wird die externe Versetzung (gelb) absorbiert und nach der Absorption einer zweiten externen Versetzung wird die erste emittiert; die Korngrenzenversetzung (grün) bleibt am gleichen Ort; bei Korngrenze B erzeugt jede Absorption einer externen Versetzung eine Umordnung der mobilen Korngrenzenversetzung (magenta), im Falle der flachen Korngrenze C bleibt die Korngrenzenstruktur erhalten, die Korngrenze gleitet aber durch die Absorption der externen Versetzungen ab.[42]

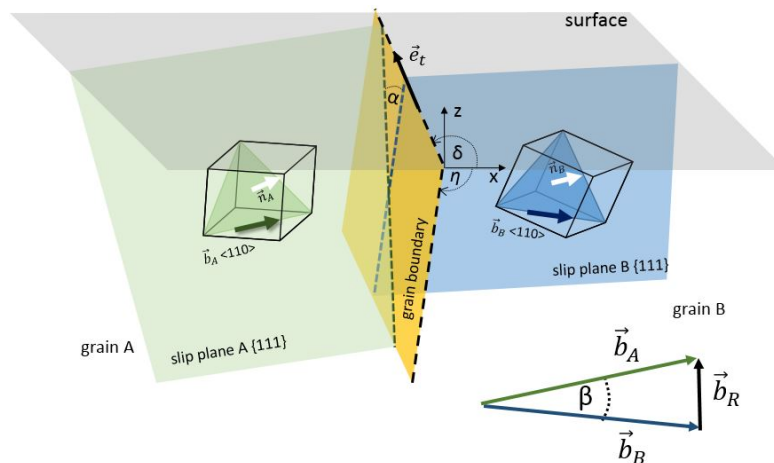


Abb. 2.13: Schema der geometrischen Beziehungen an der Korngrenze. Die Schnittlinien der Gleitebenen beider Kristallite A (grün) und B (blau) schließen auf der Korngrenzebene den Winkel α ein, die Gleitrichtungen den Winkel β , so dass β ein Maß für den Betrag des Restburgersvektor \vec{b}_R ist. Die Korngrenzenlage wird durch den Oberflächenspurwinkel δ und den Tiefenkippwinkel η bestimmt.

minimal sein.

Eine 3D-Konfiguration der Fragestellung ist in Abb. 2.13 skizziert.

Diese sogenannten LRB-Kriterien wurden insbesondere durch die Arbeiten von De Koning et al. bestätigt [34; 70]. L. C. Lim [71] konnte zeigen, dass die Auswahl des Gleitsystems im Nachbarkorn im Falle einer Zwillingskorngrenze durch die Bedingung einer Minimierung des verbleibenden Restburgersvektors bestimmt wird und nicht durch die Maximierung des Schmidfaktors im zu aktivierenden Korn.

Es bleibt aber weiterhin die Frage, wie die lokale Korngrenzenstruktur den Gleittransferwiderstand beeinflusst. R. L. Fleischer & W. A. Backofen [72] zeigten mittels Zugversuchen an Bikristallen, wobei die Korngrenzebene parallel zur Zugachse lag, dass eine asymmetrische Korngrenze deutlich höheren Widerstand gegen Gleittransfer zeigt, als symmetrische Korngrenzen, die sich im Zugversuch ähnlich Einkristallen verhielten. L. C. Lim & R. Raj [73] konnten zeigen, dass Korngrenzen, sofern Versetzungen absorbiert werden, lokal Spannungsfelder aufbauen und, dass dieser Effekt mit zunehmender Zahl absorbierter Versetzungen zunimmt. Sie konnten zeigen, dass mit zunehmendem CSL- Σ -Wert und mit zunehmender Spannung die Korngrenzenpackdichte abnimmt [71]. Bachurin et al. [29] verweisen, wie auch oben bereits erläutert, auf zwei, bezogen auf die LRB-Kriterien, zusätzliche Einflussfaktoren auf Basis atomistischer Simulationen:

- Die lokale atomistische Struktur der Korngrenze am Ort der Wechselwirkung hat einen entscheidenden Einfluss auf den Mechanismus. Diese kann natürlich nur dann Einfluss haben, wenn die Korngrenze eine nicht einheitliche Struktur hat, also nicht bei Zwillingskorngrenzen oder anderen speziellen Σ -Korngrenzen (z.B. symmetrische $\Sigma 11$ -Kippkorngrenze).
- Zusatzspannungen (z.B. Inkompatibilitätsspannungen aufgrund elastischer Anisotropie)

Im realen Bulkmaterial trifft eine Versetzungslinie die Korngrenze auf großer Länge. Gleichzeitig hat die Versetzungslinie je nach Lage der Korngrenzebene einen anderen Charakter, in der Regel aber einen Mischcharakter, so dass die Effekte der lokalen Korngrenzenstruktur auf den Gleittransferwiderstand sich im Bulkmaterial mitteln sollten. Nur spezielle Korngrenztypen, wie Zwillingskorngrenzen oder symmetrische $\Sigma 9$ -Korngrenzen, deren Korngrenzenversetzungen mobil sind, könnten abweichendes Verhalten unter Bulkbedingungen zeigen. Die Korngrenzenversetzungen, die als sekundäre oder DSC-Versetzungen die Verschiebungsinkompatibilität absorbieren, können vom Ort der Wechselwirkung weggleiten, so dass der Gleittransferwiderstand unabhängig von der Zahl der transmittierten Versetzungen bleibt. Ist die Mobilität der absorbierten Restburgersvektoren wie bei den meisten Korngrenzen eingeschränkt, sollte die Möglichkeit der Korngrenze zusätzliche Restburgersvektoren zu absorbieren vom lokalen Relaxationsvermögen der Korngrenze abhängen. Aber auch dieser Effekt hinge stark vom Betrag des zu absorbierenden Restburgersvektors ab.

Wie im Unterkapitel 2.1.3 beschrieben, reicht die Datenlage jedoch zum aktuellen Zeitpunkt nicht aus, um diese Ergebnisse vollständig in die Gleittransfermodelle aufzunehmen. Gleichzeitig stellt sich die Frage, inwieweit bestimmt wird, ob eine Korngrenze zum Versetzungstransfer oder zur Absorption neigt. Die Simulationsergebnisse deuten hier auf einen starken Einfluss der Stapelfehlerenergie. Gegenstand dieser Arbeit ist jedoch allein der Gleittransferwiderstand.

Versetzungsnukleation an der Korngrenze Wesentliche Arbeiten zur Versetzungsnukleation an der Korngrenze stammen von Spearot, Tschopp und McDowell sowie von Sangid et al. [38; 39]. Die Autoren untersuchten mittels atomistischer MD-Simulationen den Prozess der Versetzungsnukleation aus der Korngrenze und konnten zeigen, dass die Nukleation an Korngrenzenkanten erfolgt (s. Abb. 2.14). Es zeigte sich, dass die Versetzungsnukleation erst bei sehr hohen angelegten Spannungen von mehreren GPa erfolgt (s. Abb. 2.15), also bei einem Spannungsniveau, das mit dem anzulegenden Spannungsniveau für den Versetzungstransfer in reinen MD-Simulationen konkurrieren kann. Das Niveau der angelegten Spannung ist aber im Fall eines Gleittransfers durch Versetzungsaufstau und Transmission niedriger, weil der Gleittransfer aufgrund der Spannungsüberhöhung an der Spitze des Versetzungsaufstaus bereits bei deutlich niedrigeren angelegten Spannungen einsetzt.

2.1.3 Energiekonzept für den Korngrenzenwiderstand gegen Versetzungstransfer

M.D. Sangid et al. postulierten in ihrer Veröffentlichung „*Energy of slip transmission and nucleation at grain boundaries*“ [22] ein Energiekonzept für den Widerstand von Korngrenzen gegen Versetzungstransfer auf Basis von klassischen MD-Simulationen. Verschiedene CSL- Σ -Korngrenzen in Form von $\langle 111 \rangle$ -Dreh- und $\langle 110 \rangle$ - sowie $\langle 001 \rangle$ -Kippkorngrenzen wurden auf ihren Versetzungstransferwiderstand und auf Versetzungs-

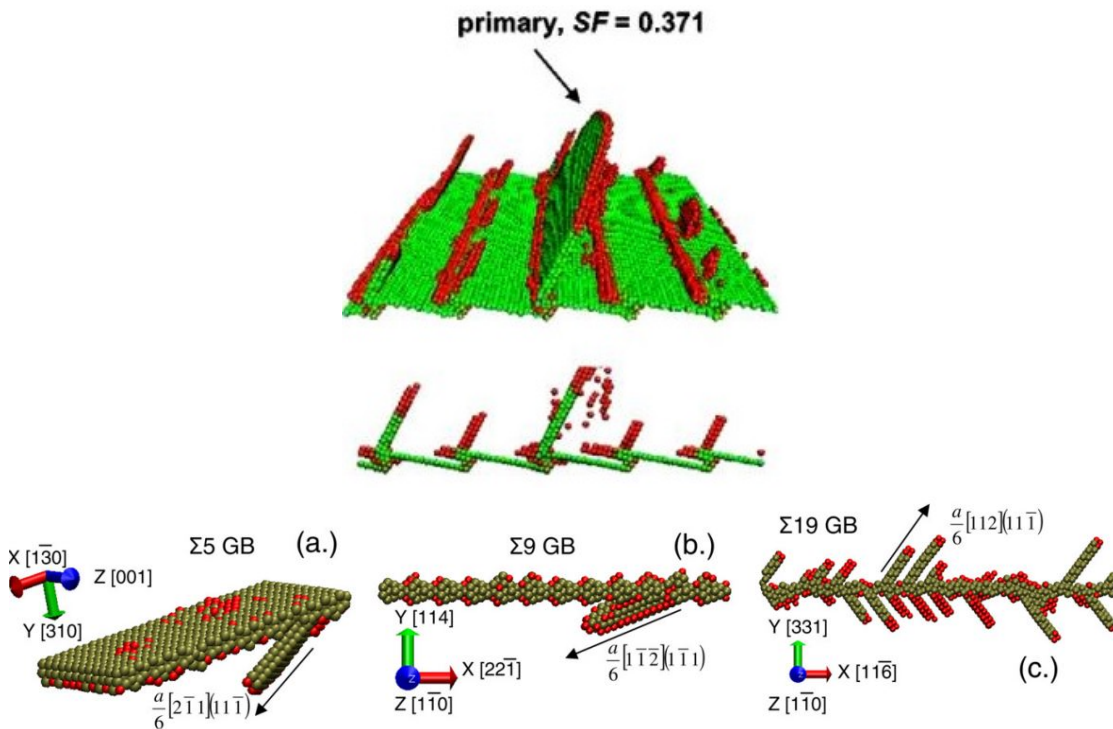


Abb. 2.14: links: Partialversetzungsnukleation an den Kanten einer asymmetrischen $\Sigma 3$ -Korngrenze [38]; rechts: Versetzungsnukleation $\Sigma 5$ -, $\Sigma 9$ - und $\Sigma 19$ - Korngrenzen [22]

nukleation aus der Korngrenze untersucht (Abb. 2.4). Die Simulation nutzte ein Foiles-Hoyt EAM-Potential für Nickel, da die Stapelfehlerenergie durch dieses Potential in guter Übereinstimmung mit experimentellen Ergebnissen ist. Es wurden Sandwichstrukturen unter uniachsigem Zug mit periodischen Randbedingungen untersucht, bei der ein Korn mit der zu untersuchenden Korngrenze zwischen zwei gleichen Körnern implementiert wurde. Die Einzelversetzungen, deren Interaktion mit der Korngrenze untersucht wurde, wurden an einer Pore nukleiert.

Nach der Relaxation des Systems wurden die statische Korngrenzenenergie und die Barriereenergie der Korngrenze sowie die Energie zur Versetzungsnukleation aus der Korngrenze gegenübergestellt (s. Abb. 2.15). Die Energiebarriere wird dabei als volumenspezifische Zusatzenergie der Atome in der Umgebung der Versetzungskorngrenzenwechselwirkung unter Last verglichen zur Ruheenergie der Atome in der relaxierten Position bestimmt. Es zeigte sich, dass der Zusammenhang zwischen Korngrenzenenergie und Barriere-/sowie Nukleationsenergie umgekehrt proportional ist, wobei die Energie zur Versetzungsnukleation bei jeder Korngrenze größer als jene zum Versetzungstransfer ist. Als Ursache für diesen Zusammenhang zwischen Korngrenzenenergie und der Barriereenergie wurde angenommen, dass die Defektstruktur der Korngrenze den Transferwiderstand bestimmt. Jene Korngrenzen mit hoher innerer Ordnung haben eine niedrige statische Energie bei hohem Gleittransferwiderstand, da ein Versetzungstransfer in seiner Folge die Ordnung stören würde, während Korngrenzen mit hoher statischer Energie aufgrund ihrer geringen Ordnung einen einfachen Gleittransfer ermöglichen.

Obwohl diese Untersuchung ein Modell für ein Energiekonzept vorschlug, werden zentrale

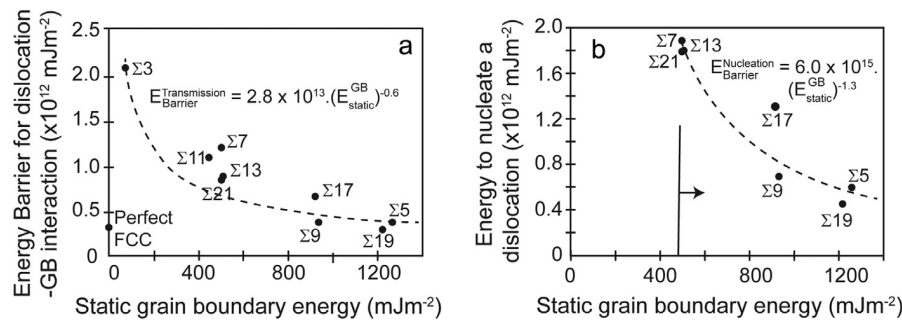


Abb. 2.15: Gegenüberstellung der Energiebarriere für die Versetzungstransmission durch und die Versetzungsnukleation an der Korngrenze für Nickel [22]

Fragen nicht abschließend beantwortet:

- Inwieweit beeinflusst die Wahl des EAM-Potentials den Mechanismus des Versetzungstransfers und den Mechanismus der Versetzungsnukleation? Xu et al [47] zeigten, dass die Wahl des EAM-Potentials maßgeblich bestimmt, ob eine Versetzung absorbiert oder transmittiert wird.
- Das EAM-Potential beschreibt als Näherung den Verlauf des interatomaren Potentials. Ist ein solches Potential noch geeignet die Korngrenzenstrukturen zu beschreiben, bei denen der Abstand der Atome deutlich größer oder kleiner als der Gleichgewichtsabstand sein kann?
- Sangid et al. benutzten Stufenversetzungen oder Versetzungen mit primärem Stufencharakter. Diese zeigen in MD-Simulationen immer eine Tendenz zur Transmission während Versetzungen mit Schraubencharakter zur Absorption neigen [26; 51; 52]. Ist das Modell also für alle Versetzungstypen anwendbar?
- Ist das Verhalten von Versetzungen im untersuchten Volumen übertragbar auf deren Verhalten in Bulkmaterialien? Es wurde ein Volumenelement mit einer Kantenlänge von weniger als $1 \mu\text{m}$ gewählt. In diesem Volumen agiert eine einzelne Versetzung mit einer Korngrenze. Die notwendige Spannung, um die Versetzung über die Korngrenze zu treiben, liegt im Bereich einiger GPa. Im Bulkmaterial liegt die betrachtete Versetzung an der Spitze eines Versetzungsaufstaus. Obwohl nur wenige MPa an die Probe angelegt werden, wirken an der Spitze des Aufstaus Spannungen im GPa-Bereich. Diese wirken jedoch nur lokal und nicht entlang der gesamten Korngrenze, wie dies durch periodische Randbedingungen bei der Simulation der Fall ist.
- Es wurden nur $\langle 111 \rangle$ -Dreh- sowie $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 001 \rangle$ -Kippkorngrenzen untersucht. Wie verhält sich der Gleittransferwiderstand bei einer allgemeinen Großwinkelkorngrenze? Reicht diese Datenlage aus, um ein Modell für alle Korngrenzen zu entwickeln? Brandl et al. [41] zeigten, dass der Wechselwirkungsmechanismus im Falle von allgemeinen Großwinkelkorngrenzen vom Ort der Wechselwirkung und der lokalen Korngrenzenstruktur abhängig ist.

Das Energiekonzept von Sangid et al. stellt somit, obwohl der Ansatz vielversprechend ist, bezüglich der zugrundeliegenden Simulationsmodelle und der untersuchten Korngrenzen noch keine vollständige und unbeschränkt anwendbare Theorie dar.

2.1.4 Zusammenfassende Bewertung zu den MD-Simulationen

Die Vielzahl von Simulationsarbeiten zur Wechselwirkung von Versetzungen und Korngrenzen darf nicht darüber hinwegtäuschen, dass

- eine reine MD-Simulation der Fragestellung nicht gerecht werden kann, da die Spannungen, die für den Gleittransfer notwendig sind, in der Größenordnung der Energiebarriere für die Versetzungsnukleation sind. In einem Versetzungsaufstau ist die Spannung an der Korngrenze jedoch nur im Bereich der Aufstauspitze in dieser Größenordnung, während der Rest der Korngrenzebene eine deutlich niedrigere Spannung erfährt. Somit wird Versetzungsnukleation unwahrscheinlich.
- die Ergebnisse der Arbeiten je nach Wahl des EAM-Potentials variieren. Dies folgt nicht letztlich daraus, dass der Verlauf des interatomaren Potentials von grundlegender Bedeutung für den atomistischen Transfermechanismus an der Korngrenze ist, da hier nicht das Verhalten der Atome im Gleichgewicht, sondern eben in der Ungleichgewichtslage maßgeblich ist.
- die Arbeiten sich bis auf wenige Ausnahmen auf symmetrische oder asymmetrische spezielle Σ -Korngrenzen beschränken.

Für einige spezielle Korngrenzentypen und Versetzungskonfigurationen konnte bei gegebenem EAM-Potential ein Energiekonzept erarbeitet werden. Allerdings sind, wie Arbeiten von Xu et al. [47] zeigen, die Ergebnisse der Untersuchungen von Versetzungskorngrenzenwechselwirkungen in einigen Fällen grundsätzlich abhängig von der Wahl des EAM-Potentials. Aufgrund teils widersprüchlicher Ergebnisse, sowie der unzureichenden Anzahl von untersuchten Korngrenzentypen ist aktuell kein geschlossenes Energiekonzept verfügbar, auch wenn die bisherigen atomistischen Simulationen dennoch Aufschluss über die komplexen atomaren Prozesse an der Korngrenze liefern konnten. Es ist weiterhin nicht eindeutig geklärt, welchen Einfluss die Korngrenzenenergie auf den Versetzungstransfer hat. Hier sind mehrere Deutungen möglich:

- Ist die Korngrenze eine perfekte Senke für Versetzungen (Zwillingskorngrenze, symmetrische $\Sigma 9$ -Korngrenze, oberflächennahe Vorgänge mit der Möglichkeit zum freien Abgleiten der Korngrenze) oder verbleibt kein Restburgersvektor in der Korngrenze (Zwillingskorngrenze beim Crossslip), so ist die Korngrenzenenergie nach dem Transfer unverändert.
- Geordnete Korngrenzen zeigten einen höheren Widerstand gegen Versetzungstransfer [22], weil die Absorption von Versetzungen die Ordnung stört und eine Relaxation schwieriger verglichen zu einer ungeordneten Korngrenze ist, sofern keine

Möglichkeit zur Bildung von DSC-Korngrenzenversetzungen vorliegt, da diese lediglich zu einer Translation der Korngrenze führen. Inwieweit sich die Energie der Korngrenze (Kantenbildung) ändert und wie groß der Widerstand gegen weiteren Versetzungstransfer ist, dürfte von der notwendigen Energie zur Kantenbildung abhängen.

- Verbleibt bei jedem Versetzungstransfer ein Restburgersvektor in der Korngrenze, so muss die Korngrenze diese zusätzliche Verschiebung absorbieren. Die Möglichkeit weitere Versetzungen aufzunehmen und zu emittieren dürfte somit von der Fähigkeit der Korngrenze zur Relaxation bestimmt sein. Diese Fähigkeit zur Relaxation wird sowohl durch die lokale Ordnung der Korngrenze, die Energie zur Kantenbildung an der Korngrenze, als auch durch die Mobilität der absorbierten Versetzungen in der Korngrenze bestimmt sein.

Eine experimentelle Bestimmung der letztgenannten Eigenschaften ist mit wenigen Ausnahmefällen für die meisten Korngrenzen aktuell kaum möglich, so dass atomistische oder MD-Simulationen zur Zeit die einzige Möglichkeit der Untersuchung dieser Vorgänge sind.

„Remember that all models are wrong; the practical question is how wrong do they have to be to not be useful.“ (George E. P. Box, [74])

2.2 Geometrieconzepte für den Korngrenzenwiderstand gegen Versetzungstransfer

Selbst mit HRTEM und aufwendigen Kontrastsimulationen für TEM-Abbildungen bleibt wie oben gezeigt der atomistische Vorgang beim Gleittransfer bis auf wenige Ausnahmen an der Korngrenze nicht mikroskopisch auflösbar. Aufwendige TEM-Tomographien und -Abbildungen können uns lediglich zeigen, welche Gleitsysteme im Nachbarkorn gewählt wurden und ob lokal eine Translation der Korngrenze stattgefunden hat (s. Abb. 2.9 und 2.16). Basierend auf der Kenntnis der aktivierten Gleitsysteme konnte ein Geometrieconzept des Korngrenzenwiderstandes entwickelt werden:

Bereits in den 1950er Jahren erarbeiteten Livingston und Chalmers [19] ein erstes Geometrieconzept für den Gleittransfer an Korngrenzen, bei dem die Winkel zwischen den beteiligten Gleitebenen und die Gleitrichtungen kreuzweise gegenübergestellt wurden. Werner & Prantl [21], sowie Luster und Morris [75] stellten die Winkel zwischen den beteiligten Gleitebenen (als worst-case-Abschätzung) für den Winkel α und den Winkel zwischen den Gleitrichtungen β der koppelnden Gleitsysteme als Maß für den beim Gleittransfer zu absorbierenden Restburgersvektor in den Fokus. Da deren Parameter experimentell durch 2D-Oberflächenmessungen leicht zugänglich ist, findet er sich als Näherung für den Transferparameter M von Shen et al. [20; 76] in vielen Arbeiten [77; 78; 79].

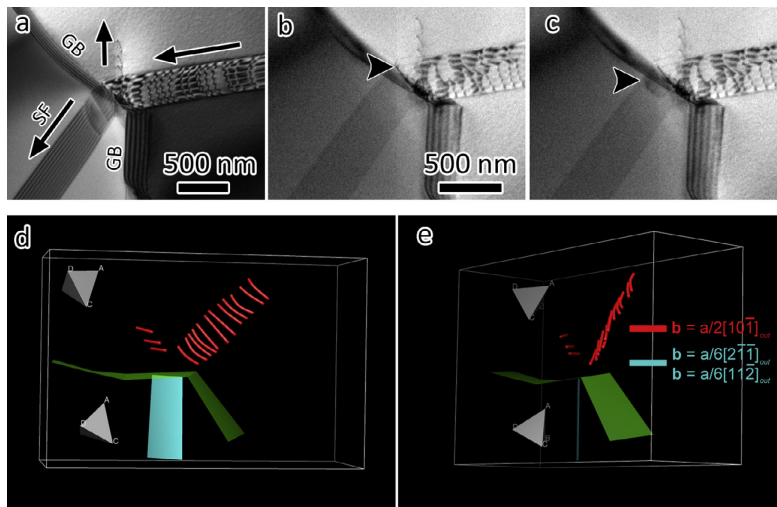


Abb. 2.16: (a) Hellfeldabbildung des Gleittransfers an einer Korngrenze in V2A-Edelstahl, (b)-(c) Transfer einer Versetzung durch die Korngrenze (markiert mit Pfeil), wobei beide Abbildungen im Abstand von 0,1 s während eines *in situ*-Dehnungsexperimentes aufgenommen wurden, (d)-(e): TEM-Tomographie der Wechselwirkung eines Versetzungsaufstaus (rot) mit einer Korngrenze (grün) und Stapelfehler (blau) auf Basis von Hellfeldabbildungen [44]

Basierend auf den LRB-Kriterien, die, wie im Unterkapitel 2.1.2 gezeigt, in allen sich mit der Fragestellung beschäftigenden MD-Simulationsveröffentlichungen für die Wahl des ausgehenden Gleitsystems bestätigt wurden, erarbeiteten Shen et al. einen Transferparameter M , der auf den Winkeln α und β basiert [20; 76]. Für den Transferfaktor gilt:

$$M = \cos(\alpha)\cos(\beta) \quad (2.1)$$

Eine detaillierte Beschreibung verschiedener Geometriefaktoren findet sich in unserer Veröffentlichung III „*Quantifying the grain boundary resistance against slip transfer by experimental combination of geometric and stress approach using stage-I-fatigue crack*“ im Philosophical Magazine.

Anwendbarkeit der Geometrieconzepte Im Gegensatz zum Gleittransfer- und Gleit-systemkompatibilitätsparameter von Werner und Prantl ist der Parameter M nach Clark et al. wegen der Abhängigkeit vom Winkel α auch stark von der Korngrenzenlage abhängig. Da der Korngrenzentiefenwinkel η in der Regel nur tomographisch zugänglich ist, bedarf es hier zur experimentellen Prüfung des Parameters aufwendiger Methoden:

- Makrobikristallversuche [19]
- Mikrobikristallversuche [80]
- TEM-Tomographien [43; 44]
- Serienschmitttomographie [81]
- Focused Ion Beam (FIB)-Tomographie und -Crosssectioning [82; 83; 84], sofern das zu tomographierende Probenvolumen ausreichend klein ist

- Röntgentomographie, sofern die Korngrenze einen Massendickenkontrast zeigt, was bei einphasigen Materialien in der Regel nicht der Fall ist
- Diffraction Contrast Tomography (DCT) an der European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) oder als LabDCT™ der Firma Zeiss an Computertomographie (CT)-Geräten im Labor. Die Technik kombiniert Bildrekonstruktion wie bei klassischer Röntgentomographie in Verbindung mit Orientierungsmessung mittels Röntgendiffraktion [85]. Dieses Verfahren nutzt für die Mikrostrukturekonstruktion einen Algorithmus, der insbesondere bei Hinterschneidungen im Gefüge fehleranfällig ist. Eine weitere Synchrotronmethode ist die Differential Aperture μ -Laue X-ray Diffraction Microscopy (DAXM) an der Advanced Photon Source (APS). Hierbei wird mittels μ -Lauediffraktion eine Röntgentomographie und eine 3D-Orientierungsmessung mit höchster Winkelauflösung durchgeführt. Guo et al. [86] konnten hiermit einen Versetzungsaufstau an einer Korngrenze 3D sichtbar machen.

Mikroproben- und Dünnschichtversuche im TEM können aufgrund kleinen Probenvolumens vom makroskopischen Bulkverhalten abweichendes Materialverhalten zeigen [87]. DCT und DAXM sind ungeeignet für große Messreihen, die zur Überprüfung eines Transferparameters durch Variation von α und β notwendig sind, da diese Methoden nur an Synchrotronen und speziellen Labor-CTs zur Verfügung stehen und die Messzeit dort zu begrenzt ist.

Ohne Kenntnis der 3D-Orientierung der Korngrenze ist M nicht bestimmbar. Die Abschätzung nach Werner & Prantl kann den Transmissionsfaktor erheblich unterschätzen wie in [81] gezeigt. In manchen Fällen sagt der Parameter nach Werner & Prantl eine schlechte Gleitsystempassung und damit einen hohen Gleittransferwiderstand voraus, obwohl bei genauer Kenntnis der Korngrenzenlage der Widerstand nach Clark et al. und Knorr et al. [40; 80] gering ist.

Darüber hinaus ist anzumerken, dass insbesondere M für eine Korngrenze nur dann konstant ist, wenn die Korngrenzebene nicht gekrümmt, sondern eben ist.

2.3 Spannungskonzept für den kritischen Korngrenzenwiderstand

Hall und Petch [17; 18] zeigten, dass die Fließspannung eines Metalls mit der Korngröße korreliert ist. Die Hall-Petch-Beziehung lautet:

$$\sigma_y = \sigma_f + \frac{k_{HP}}{\sqrt{d}} \quad (2.2)$$

Dieses Verhalten wird in der Literatur damit erklärt, dass das Einsetzen des Gleittransfers in Polykristallen die makroskopische Fließspannung bestimmt. Steigt die auf einem Gleitsystem wirkende Schubspannung τ_{rss} an, so multiplizieren sich Versetzungen

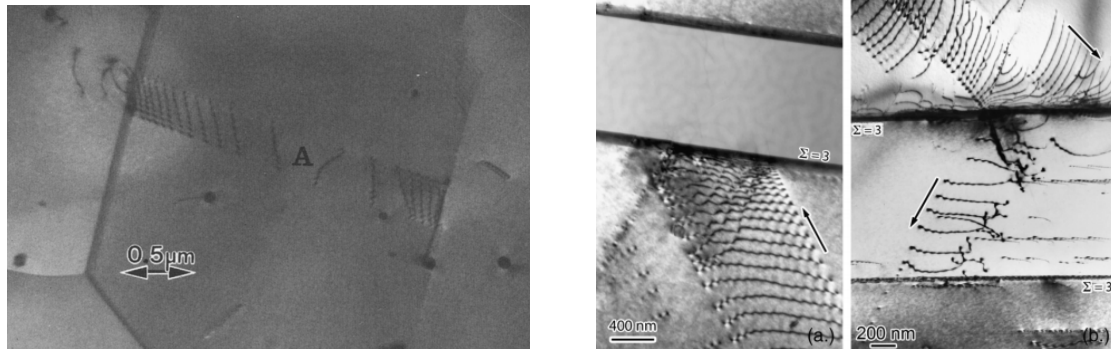


Abb. 2.17: TEM-Abbildungen des Gleittransfers an Korngrenzen; links: Versetzungstransfer an $\Sigma 3$ -Korngrenze (links) und -aufstau an $\Sigma 75$ -Großwinkelkorngrenze (rechts) [89]. Die Lage der Versetzungsquelle in der Kornmitte ist deutlich erkennbar, wobei die Quelle A nicht innerhalb der Probe liegt. rechts: Ein Versetzungsaufstau an einer $\Sigma 3$ -Korngrenze (linkes Teilbild) führt bei weiterer Lasterhöhung (rechtes Bild) zum Gleittransfer [22]

im Kristallinneren und bilden einen Aufstau an der Korngrenze. Dort steigt die lokale Spannung mit jeder hinzukommenden Versetzung an. Die auf die Versetzung an der Aufstauspitze wirkende Schubspannung ist dabei $N \cdot \tau_{rss}$, wobei N die Anzahl der Versetzungen im Aufstau beschreibt. Übersteigt die Spannung auf die Spitzenversetzung die kritische Spannung der Korngrenze τ^* , so setzt Gleittransfer ein [88] (s. Abb. 2.17). Für die Anzahl der Versetzungen im Aufstau gilt:

$$N = \frac{(1 - \nu)l\tau_{rss}}{\mu b} \quad (2.3)$$

wobei $l/2$ die Länge des Aufstaus beschreibt. Die Anzahl der Versetzungen im Aufstau ist dabei durch die Korngröße d begrenzt. In großen Körnern, können sehr lange Versetzungsaufstaus entstehen, während in kleineren Körnern die Aufstaulänge und damit die Anzahl der Versetzungen N durch die Korngröße stark limitiert ist. Der Druck der führenden Versetzung auf die Korngrenze steigt aber mit Zahl von Versetzungen im Aufstau linear an, so dass Gleittransfer bei großen Körnern schon bei niedrigeren Spannungen einsetzt.

J. W. Wyrzykowski & W. Grabski [90] zeigten durch Untersuchung von Aluminiumproben mit unterschiedlicher Textur, dass der Vorfaktor σ_f in Gleichung 2.2 die Reißspannung des Kristallgitters beschreibt, also jenen Widerstand des Kristallgitters gegen Versetzungsbewegung, während der k_{HP} -Faktor nicht wie von Hall & Petch postuliert ein Materialparameter ist, sondern von der Textur abhängt. Sie konnten zeigen, dass k_{HP} direkt mit dem Korngrendiffusionskoeffizienten verknüpft ist. Texturen mit vielen „mobile“ Korngrenzen, also solchen mit hohem Diffusionskoeffizienten, hatten hohe Werte von k_{HP} , solche Texturen mit hohem Anteil an niedrigem Diffusionskoeffizienten hatten niedrige Werte von k_{HP} . Unter der Annahme, dass der k_{HP} -Faktor die Fähigkeit des Gefüges beschreibt, Spannungskonzentrationen an der Korngrenze zu widerstehen, d.h. hohe Transferwiderstände mit hohem Relaxationsvermögen (hohe Korngrendiffusionskoeffizienten) einhergehen, und der Korngrendiffusionskoeffizient mit der lokalen

Korngrenzenstruktur verknüpft ist, zeigt sich hier in Übereinstimmung mit den Ergebnissen der MD-Simulationen in Unterkapitel 2.1.3 eine deutliche Tendenz dazu ab, dass der Gleittransferwiderstand ein intrinsisches Charakteristikum der Korngrenze ist.

Die Frage nach der Versetzungsnukleation im Nachbarkorn:

Wie bereits oben gezeigt, gibt es nach heutigem Stand keine Möglichkeit, experimentell den Gleittransferprozess aufzulösen. Es besteht also neben der Versetzungsnukleation aus der Korngrenze heraus und dem Versetzungstransfer noch die Möglichkeit einer Versetzungsnukleation im Spannungsfeld des Aufstaus im Nachbarkorn. Die Spannung am Ort der Versetzungsquelle hinge aber hier vom Abstand zur Korngrenze ab. In einem solchen Fall, wäre der Transferwiderstand der Korngrenze zwar immer noch von der Höhe des Aufstaus abhängig, die Messergebnisse unterlägen aber einer starken Streuung. Dies widerspräche grundsätzlich den Folgerungen von Hall und Petch.

Der Ansatz nach Gleichung 2.3 basiert wie die folgenden Ansätze im Spannungskonzept auf folgenden Annahmen:

- Elastische Medien sind linear und isotrop.
- Infinite, parallele, ungekrümmte Versetzungen liegen auf derselben Gleitebene, wodurch das Modell eindimensional sein kann.
- Diskrete Versetzungen werden durch eine kontinuierliche Dichtefunktion $D(x)$ beschrieben.

Friedman et al. [91] erweiterten den Kontinuumsansatz für die Bildung eines Versetzungsaufstaus an Korngrenzen nach Hirth [16] um eine Versetzungsquelle in der Kornmitte, die eine Quellaktivierungsspannung τ_c [92] aufweist und um den Einfluss der Reibspannung τ_f , die im Korninneren der auf dem Gleitsystem wirkenden Schubspannung τ_{rss} entgegen wirkt und so die freie Versetzungsbewegung behindert. In der Hall-Petch-Beziehung findet sich die Reibspannung lediglich als empirischer Faktor, nicht jedoch in der Herleitung der Versetzungsverteilung im Versetzungsaufstau an der Korngrenze.

Will man nun den Gleittransfer in Abhängigkeit der Korngrenzengeometrie gezielt untersuchen, muss bekannt sein, welches Gleitsystem die Korngrenze penetriert und welches Gleitsystem an der Spitze des Versetzungsaufstaus im Nachbarkorn aktiv wird. Um sicherzustellen, dass nur ein Gleitsystem im Ausgangskorn aktiv ist, kann man sich spezieller Gitterorientierungen unter Beachtung der Schmidfaktorverteilung (sog. Single-Slip-Orientierungen) in Bikristallstudien bedienen. Allerdings kann es zur Aktivierung von sekundären Gleitsystemen kommen, bevor der Gleittransfer unter Spannungserhöhung einsetzt, so dass eine eindeutige Zuordnung der Gleitsysteme in eingehendes und auslaufendes System nicht mehr möglich ist. Eine alternative und von uns angewandte Strategie besteht in der gezielten Aktivierung eines Gleitsystems durch Spannungskonzentration an Rissen und Kerben, ähnlich wie dies in MD-Simulationen implementiert wird.

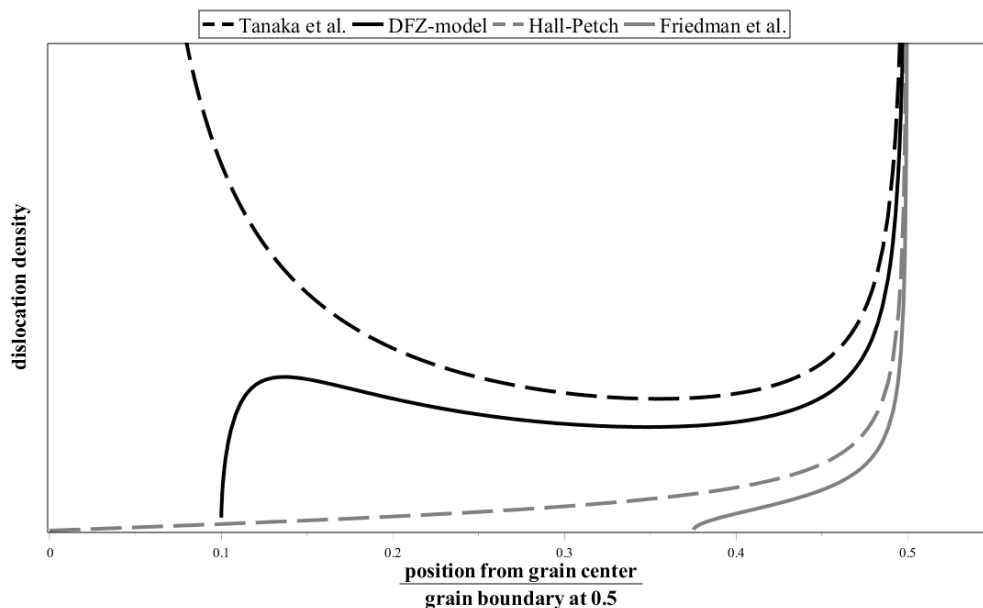


Abb. 2.18: Vergleich der Versetzungsdichteverteilungen $D(x)$ von der Versetzungsquelle bzw. dem Riss in der Kornmitte (mit Risspitze bei Position 0) bis zur Korngrenze nach dem Ansatz von Hall & Petch [16], der Erweiterung nach Friedman et al. unter Berücksichtigung der Quellaktivierungsspannung σ_c und der Reibspannung τ_f [91], dem Tanakamodell für eindimensionale Risse (Stadium-I-Risse) [23] und dem DFZ-Modell nach Chang & Ohr für Stadium-I-Risse [94]

Ist man in der Lage den Versetzungsaufstau zu charakterisieren, so kann man die kritische Spannung im Moment des Gleittransfers aus der Versetzungsdichteverteilung $D(x)$ ableiten. Es gilt für die Spannungsverteilung $\tau(x)$ außerhalb der plastischen Zone nach G. Leibfried [9; 93]:

$$\tau(x) = \int_{D(x') \neq 0} \frac{AD(x')}{x - x'} dx' \quad (2.4)$$

mit $A = \frac{\mu b}{1-\nu}$ und der Normierungsbedingung:

$$N = \int_{-\infty}^{\infty} D(x') dx' \quad (2.5)$$

Eine Messung der Versetzungsdichteverteilung im Vollmaterial ist grundsätzlich mittels Rasterkraftmikroskopie (Atomic Force Microscopy) (AFM), EBSD oder μ -Laue-Röntgendiffraktometrie möglich. Hierbei wird die Verschiebung oder Rotation durch geometrisch notwendige Versetzungen genutzt. Jedoch ist die laterale und/oder die Winkelauflösung dieser Messmethoden für die Bestimmung der Versetzungsdichteverteilung im Vollmaterial in der direkten Umgebung der Korngrenze nicht ausreichend. Somit muss man sich Ansätzen bedienen, die $D(x)$ unter gegebenen Randbedingungen an der Korngrenze modellieren. Hierfür sind aktuell nur eindimensionale analytische Modelle oder numerische Lösungen bspw. mittels Discrete-Dislocation-Dynamics-Simulation (DDD-Simul.) verfügbar. Wie stark die Form der Versetzungsdichteverteilung von den Randbedingungen abhängt, ist in Abb. 2.18 gezeigt.

Für die Versetzungsdichteverteilung $D(x)$ zwischen Rissen und Korngrenzen stehen im wesentlichen zwei Modelle zur Diskussion:

- Modell nach Tanaka et al. [23] basierend auf dem BCS-Rissmodell von Bilby et al. [95]
- DFZ-Modell (Modell der versetzungsfreien Zone) nach Chang et al. [94; 96] und in seiner Erweiterung für den Fall eines an einer Korngrenze geblockten Gleitbandes nach Shiue et al. [97]

Bei diesen Modellen geht man immer von isotropen Eigenschaften aus. Diese analytischen Modelle sind eindimensional und modellieren einen freigleitenden Riss ($\tau_f = 0$ innerhalb des Risses) im elastisch-ideal-plastischen Medium ($\tau_f = \text{const.}$) unter auf einem Gleitsystem wirkender Schubspannung τ_{rss} . Die Versetzungsdichteverteilung erzeugt eine Rückspannung (engl. back stress τ_b), die auf die Risspitze wirkt und dort die Aktivität des Risses als Versetzungsquelle bestimmt. Für das Spannungsgleichgewicht im Kristall gilt:

$$\tau_b = A \cdot \int_{x_1}^{x_2} \frac{D(x')}{x - x'} dx' = \tau_{rss} - \tau_f \quad (2.6)$$

Das Modell nach Tanaka et al. löst die Spannungsgleichgewichtsbedingung gemäß Gleichung 2.6 für einen symmetrischen, frei gleitenden Riss mit plastischer Zone zwischen Risspitze und Korngrenze (Gleichung 2.7). Beim Modell der versetzungsfreien Zone (DFZ-Modell) wird als Erweiterung dieses Modells angenommen, dass sich zwischen dem Riss der Risslänge $2a$ von $-a$ bis a und plastischer Zone der Länge $c - a$, also von $-c$ bis $-a$ sowie von a bis c , ein Bereich von $-c$ bis $-e$ sowie von e bis c , der Länge $e - a$ befindet, in dem keine Versetzungen stehen, die versetzungsfreie Zone (DFZ). Diese DFZ wurde vor Risspitzen in *in situ*-Zugversuchen in TEM-Aufnahmen von Ohr et al. [98; 99; 100] gefunden und von Chang et al. analog zu den Arbeiten von Bilby, Cottrell und Swinden [95] für einen Riss ohne Limitierung der plastischen Zone durch eine Korngrenze analytisch modelliert. Eine detaillierte Beschreibung der Modelle findet sich in unserer Veröffentlichung I [101]. Gleichung 2.7 gilt für einen Riss nach Bilby et al. [95], kann aber durch die Randbedingung $c = d$ auf das Tanakamodell angewandt werden.

$$-A \cdot \left(\int_{-c}^{-a} + \int_{-a}^a + \int_a^c \frac{D(x')}{x - x'} dx' \right) = \begin{cases} \tau, & -a < x < a \\ \tau - \tau_f, & -c < x < -a \ \& \ a < x < c \end{cases} \quad (2.7)$$

Für das DFZ-Modell wird der Ansatz aus Gleichung 2.7 dahingehend erweitert, dass die Integrationsgrenzen angepasst werden und zwischen der Risspitze und der plastischen Zone lediglich ein Bereich mit $D(x)=0$, die Versetzungsfreie Zone (Dislocation-free Zone) (DFZ), angenommen wird.

Um diese Modelle experimentell nachzubilden, bedienen wir uns Stadium-I-Ermüdungsrissen, die an FIB-Kerben initiiert werden und in guter Näherung auf einem Gleitsystem wachsen, so dass eine lineare plastische Zone vor der Rissspitze auf eine Korngrenze trifft und die Versetzungen aus der plastischen Zone des Risses mit der Korngrenze wechselwirken. Da das Tanaka-Modell die Versetzungsaufstaubildung qualitativ gut beschreibt, konnte es von Schäfer et al. [102] bereits erfolgreich auf Stadium-I-Riss-Wechselwirkung mit Korngrenzen angewandt werden.

Während das DFZ-Modell lange Zeit als TEM-Dünnschichtartefakt [103] galt, gab es durch Thome et al. [104] durch Auswertung des Polierspurversatzes aufgrund der Ausbildung der plastischen Zone vor einem Stadium-II-Riss in NiAl mittels AFM eine erste qualitative Validierung des Modells im Bulkmaterial. Hierfür wurde allerdings die DFZ-Modellerweiterung nach [105] für Mode-I-Risse verwendet.

Im folgenden Kapitel 3 werden die Veröffentlichungen, die Teil dieser Arbeit sind, vorgestellt sowie in die experimentelle Methodik zur Untersuchung der Versetzungs-Korngrenzenwechselwirkung unter Zuhilfenahme von Stadium-I-Rissen eingeführt (insb. in Veröffentlichung I). Im darauffolgenden Kapitel 4 werden die Ergebnisse dieser Veröffentlichungen in Hinblick auf die zuvor formulierte Fragestellung diskutiert, inwieweit diese Spannungs- und Geometrie-Konzepte zu einem gemeinsamen Konzept mit dem Ziel, allein aus Kenntnis der geometrischen Beziehungen der Korngrenze einen experimentell überprüften Gleittransferwiderstand zu quantifizieren, zusammengeführt werden können. Besonderes Augenmerk liegt hierbei auf der Anwendbarkeit der eindimensionalen Modelle für die Versetzungsdichteverteilung an der Korngrenze auf eine komplexe dreidimensionale Fragestellung in einem realen Material und Gefüge.

3 Konzeptkombination und Ergebnisse

3.1 Überblick

In diesem Kapitel werden die sechs referierten Veröffentlichungen, die Teil dieser Arbeit sind mit einem Überblick eingeführt. Tabelle 3.1 fasst die Fragestellungen und die verwendeten Methoden dieser Veröffentlichungen zusammen:

Nr.	zentrale Fragestellung	Methodik
I	Welches Modell ist geeignet die Versetzungsdichteverteilung $D(x)$ für einen Stadium-I-Riss in der Nickelbasissuperlegierung CMSX-4 [®] quantitativ zu beschreiben?	Stadium-I-Rissinitiierung an FIB-Kerbe; da/dN -Kurve aus Replikamethode, Gleitlinienhöhenprofilmessung mittels AFM, eigenes Maple-Auswertetool
II	Kann der Retardationseffekt der Korngrenze auf das Stadium-I-Risswachstum quantifiziert werden und kann dies mit dem Korngrenzenwiderstandsparameter ΔK_m^c nach dem DFZ-Modell in einen funktionalen Zusammenhang gebracht werden?	Stadium-I-Riss in CMSX-4 [®] , Auswertung der da/dN -Kurve aus Replikamethode
III	Steht der Korngrenzenwiderstandsparameter ΔK_m^c in einem funktionalen Zusammenhang zur Korngrenzengeometrie bzw. zur Gleitsystemkompatibilität an der Korngrenze? Welcher Korngrenzenwiderstandsparameter nach dem Geometrie-Konzept ist geeignet, ΔK_m^c und damit den Retardationseffekt der Korngrenze (s. Veröffentlichung II) sowie daher auch den Gleittransferwiderstand zu beschreiben?	Stadium-I-Riss in CMSX-4 [®] , Auswertung der da/dN -Kurve aus Replikamethode, Gleitlinienhöhenprofilmessung mittels AFM, eigenes Maple-Auswertetool
IV	Kann die Wahrscheinlichkeit interkristalliner Rissinitiierung an Zwillingskorngrenzen (aus 2D-EBSD bekannte Korngrenzengeometrie) aus der Gleitsystemkompatibilität abgeleitet werden?	Ermüdung oligokristalliner Nickelproben, eigenes Excel-Auswertetool
V	Können bei bekannter Korngrenzengeometrie Korngrenzen hinsichtlich Ihrer Anfälligkeit für interkristalline Ermüdungsrissinitiierung quantifiziert werden allein unter der Annahme, dass Ermüdungsrissinitiierung eine Folge von hoher Aktivität auf einem Gleitsystem bei gleichzeitiger Gleittransferblockade an der Korngrenze aufgrund hoher geometrischer Gleitsysteminkompatibilität ist?	Ermüdung oligokristalliner Aluminiumproben, Rissdetektion über Probensteifigkeit und REM, FIB-Crosssectioning zur Messung der Korngrenzenlage im Probenvolumen, eigens MATLAB-Auswertetool
VI	Können Ermüdungsrisse in Mikrobiegeproben initiiert und da/dN -Kurven mittels <i>in situ</i> -Compliance-Methode im REM aufgenommen werden, so dass Inkompatibilitätsspannungen und die dreidimensionale Korngrenzenlage vereinfacht zugänglich sind?	<i>in situ</i> -Ermüdung von CMSX-4 [®] Mikroproben, präpariert mittels FIB, FEM-Simulation (Probensteifigkeit, Geometriefaktor zur Bestimmung von ΔK)

Tabelle 3.1: Überblick über die Veröffentlichungen dieser Arbeit mit der jeweiligen zentralen Fragestellung und der verwendeten experimentellen Methodik

3.2 Veröffentlichung I

Stage-I fatigue crack studies in order to validate the dislocation-free zone model of fracture for bulk materials

Schaefer, F., Marx, M., Knorr, A. F., Vehoff, H.

Philosophical Magazine 95(8), 2015

DOI: <http://doi.org/10.1080/14786435.2015.1008067>

Um die Durchbruchspannung oder einen vergleichbaren Parameter der Korngrenze zu messen, bedarf es wie in Kapitel 2 gezeigt, eines Modells zur Beschreibung der Versetzungsdichteverteilung $D(x)$ an der Korngrenze. Gleichzeitig gibt die Notwendigkeit der eindeutigen Zuordnung des gemessenen Widerstandswertes zu einer der 12 x 12 Gleitsystemkopplungen an einer Korngrenze im fcc-Gitter vor, dass im Ausgangskorn nur ein Gleitsystem aktiviert werden darf. Um dies zu gewährleisten, bedienen wir uns Stadium-I-Ermüdungsrisse.

Ziel unserer ersten Veröffentlichung war die Auswahl eines geeigneten Modells, das für unser Experiment die Versetzungsdichteverteilung mit hoher Übereinstimmung modelliert. Zur Disposition standen hier das BCS-Modell und das DFZ-Modell mit ihren Erweiterungen auf den Fall eines blockierten Gleitbandes im Polykristall. Zunächst wurden die Modelle in Abwesenheit einer Korngrenzen im Einkristall untersucht.

Unsere Veröffentlichung beginnt mit einem detaillierten Überblick über die analytischen Modelle auf Basis kontinuierlich verteilter Versetzungen im Einkristall und die jeweilige Adaption der Modelle für Ermüdungsrisse (Veröffentlichung I-Kapitel 2). Besonderer Schwerpunkt liegt hierbei auf der jeweils zu erwartenden plastischen Verschiebung $CTSD_{pl}$ in der plastischen Zone vor der Risspitze. Auffälligstes Unterscheidungsmerkmal der Modelle ist, dass das BCS-Modell einen starken Abfall der plastischen Verschiebung direkt an der Risspitze aufgrund des inversen Versetzungsaufbaus dort vorhersagt, während ein Riss, der durch das DFZ-Modell beschrieben würde, im Bereich der plastischen Zone ein Plateau aufgrund der verschwindenden Versetzungsdichte in der DFZ zeigen würde (Veröffentlichung I - Figure 2).

In Veröffentlichung I-Kapitel 3 wird ein Überblick über das Ermüdungsexperiment mit der Nickelbasissuperlegierung CMSX-4[®] gegeben. Die einkristalline Turbinenschaufellegierung CMSX-4[®] eignet sich zur Initiierung und Wachstumsuntersuchung von Stadium-I-Rissen mit mehreren hundert Mikrometern Länge und lag uns aus Vorversuchen in einer polykristallinen Modifikation mit geeigneter Korngröße für unsere Untersuchungen vor. Wie im Vorprojekt „*Systematische Untersuchung der Wechselwirkung mittels Focused Ion Beam initiiertes Mikrorisse mit Korngrenzen: Einfluss der Korngreneigenschaften auf die Rissausbreitung, Verbesserung der Modelle der Schädigungsmechanismen zur Lebensdauerberechnung und gezielten Variation von Korngreneigenschaften.*“ wurden Stadium-I-Ermüdungsrisse an 100 µm langen FIB-Kerben initiiert, die auf diejenige Gleit Ebene gelegt wurden, die die Gleitrichtung mit dem höchsten Schmidfaktor enthielt. Diese Stadium-I-Risse werden als radialsymmetrische Risse um die halbkreisförmige FIB-

Kerbe angenommen und können so näherungsweise durch die eindimensionalen Modelle beschrieben werden. Da das Gleitsystem auf dem der jeweilige Riss initiiert wurde, mit Abstand einen deutlich höheren Schmidfaktor hatte, als die übrigen beiden Gleitsysteme auf dieser Ebene und andere Gleitsysteme naturgemäß auf anderen Ebenen liegen müssen und dadurch andere Oberflächengleitlinien erzeugen würden, kann mit hinreichender Sicherheit davon ausgegangen werden, dass das aktivierte Gleitsystem dasjenige ist, das ausgewählt wurde.

Weiterhin wird in Veröffentlichung I-Kapitel 3 das Vorgehen bei der Rissinitiierung unter zyklischer Belastung erläutert. Das Risswachstum wurde mittels Replikatechnik überwacht und die Risswachstumsgeschwindigkeit in Anlehnung an ASTM E647 bestimmt. In Veröffentlichung I-Kapitel 4 konnte gezeigt werden dass die mittels Replikatechnik ausgewerteten Risswachstumsgeschwindigkeiten in guter Übereinstimmung mit Langrissdaten für die Legierung sind.

Die jeweiligen Kristallorientierungen wurden so gewählt, dass der Burgersvektor der aktiven Gleitrichtung eine signifikante Komponente in Richtung der Oberflächennormalen der Probe hatte, so dass eine sichtbare und gut mittels AFM-vermessbare plastische Zone vor der Rissspitze in Form einer Gleitlinie entstand. Wie in der Veröffentlichung gezeigt, ließ sich aus dem Gleitlinienprofil die Versetzungsdichteverteilung in guter Übereinstimmung mit dem DFZ-Modell bestimmen. Das Gleitlinienprofil zeigte ein deutliches Plateau vor der Rissspitze.

Mit dem Ziel die Vorhersagen der Modelle quantitativ zu prüfen (Veröffentlichung I-Kapitel 5), wurde die Reibspannung des Kristallgitters τ_f nach dem BCS- und dem DFZ-Modell am Einkristall als Inputparameter für die Modelle bestimmt. Weiterhin konnte gezeigt werden, dass das BCS-Modell die plastische Verschiebung vor der Rissspitze um fast eine Größenordnung überschätzte, während das DFZ-Modell gute Vorhersagen traf. Der Spannungsintensitätsfaktor an der Rissspitze ΔK konnte nach Bilby & Eshelby aus der Versetzungsdichteverteilung [9] in guter Übereinstimmung mit dem außen angelegten ΔK während der Ermüdung bestimmt werden (Gleichung 3.1).

$$K = A\pi\sqrt{\pi} \lim_{x \rightarrow a} \left(\sqrt{a-x} D(x) \right) \stackrel{DFZ-Modell}{=} (\tau - \tau_f) \frac{\sqrt{e^2 - a^2}}{e} F(k^2) \quad (3.1)$$

Hierbei ist $F(k^2)$ das komplette elliptische Integral der ersten Art. Es wurden somit die folgende Vorhersagen des DFZ-Modells quantitativ validiert:

- Plateau der plastischen Verschiebung vor der Rissspitze
- $CTSD_{pl}$ -Verlauf und $D(x)$
- ΔK

Im Kapitel 6 wurden die Modellerweiterungen nach Tanaka et al. [23] und Shiue et al. [97] für das BCS- bzw. das DFZ-Modell erläutert und in Veröffentlichung I-Kapitel 7 die Vorhersagen der Modelle für den Fall einer an der Korngrenze geblockten plastischen Zone überprüft. Das DFZ-Modell konnte somit für die Beschreibung der Verset-

zungsdichteverteilung $D(x)$ vor Stadium-I-Ermüdungsrissen sowie zwischen Stadium-I-Ermüdungsrissen und Korngrenzen validiert werden.

3.3 Veröffentlichung II

How to Measure a Dislocation's Breakthrough Stress to Estimate the Grain Boundary Resistance against Slip Transfer Based on the DFZ-Model of Fracture

Schaefer, F., Thielen, M., Marx, M., Motz, C.

Solid State Phenomena 258, 2017

DOI: <http://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.258.93>

Mit dem Ziel den Spannungszustand an der Korngrenze basierend auf der Versetzungsdichteverteilung $D(x)$ zu beschreiben, bedienten sich Tanaka et al. dem Ansatz von Bilby & Eshelby (s. Gleichung 3.1) [9] und führten einen mikroskopischen Spannungsintensitätsfaktor an der Korngrenze K_m ein.

$$K_m = A\pi\sqrt{\pi} \lim_{x \rightarrow c} \left(\sqrt{c-x} D(x) \right) \quad (3.2)$$

Dieser Spannungsintensitätsfaktor beschreibt den durch den Versetzungsaufstau an der Korngrenze wirkenden Spannungszustand. Die Spannung, die der Versetzungsaufstau jenseits der Korngrenze erzeugt, ist wie bereits in Kapitel 2.3 gezeigt, nach Gleichung 2.4 aus der Versetzungsdichteverteilung bestimmbar. Im Moment des Gleittransfers wird der kritische mikroskopische Spannungsintensitätsfaktor K_m^c an der Korngrenze überschritten. K_m^c charakterisiert somit den Widerstand der Korngrenze gegen Gleittransfer nach dem Spannungskonzept [23]. Für den Gleittransfer gilt also die Bedingung:

$$K_m \geq K_m^c \quad (3.3)$$

Da nun wie in Veröffentlichung I gezeigt, die Versetzungsdichteverteilung auf Basis des DFZ-Modells für unsere Stadium-I-Ermüdungsrisse ermittelt werden kann, kann für eine Korngrenze im Moment des Gleittransfers K_m^c bestimmt werden.

Der Moment des Gleittransfers wird anhand zweier Ereignisse sichtbar.

- Im ausgehenden Korn bildet sich eine Gleitlinie. Diese ist deutlich wie in der Veröffentlichung gezeigt im Lichtmikroskop (Interferenzkontrast) und auch grundsätzlich im AFM sichtbar.
- Bildet sich ein Versetzungsaufstau an der Korngrenze, bildet sich eine Rückspannung hin zum Riss aus, welche die Versetzungsemission an der Risspitze erschwert. Dies führt dazu, dass mit zunehmender Aufstaubildung an der Korngrenze das Risswachstum abnimmt. Setzt nun der Versetzungstransfer ein, nimmt die Zahl der Versetzungen im Bereich zwischen Riss und Korngrenze wieder ab, so dass die Rückspannung verringert ist und der Riss wieder beschleunigt. Allerdings erreicht im Falle eines Stadium-I-Risses der Riss die Wachstumsgeschwindigkeit vor Beginn der Aufstaubildung nicht mehr, weil sich die Rissgeometrie geändert hat und nun verschiedene Versetzungstypen in der plastischen Zone aktiv sind.

Der Abfall der Risswachstumsgeschwindigkeit kann als Maß für den Retardationseffekt der Korngrenze somit zusätzlich ein direktes Maß für den Widerstands der Korngrenze gegen Versetzungs- oder Gleittransfer sein.

Ziel der Veröffentlichung war es nun darzustellen, inwieweit der Abfall der Risswachstumsgeschwindigkeit mit dem kritischen mikrostrukturellen Spannungsintensitätsfaktor der Korngrenze korreliert ist. Es zeigte sich, dass der relative Abfall der Risswachstumsgeschwindigkeit $\Delta\left(\frac{da}{dN}\right)$ in guter Näherung proportional zu K_m^c ist.

Hierdurch konnte K_m^c als Maß für den Korngrenzenwiderstand gegen Gleittransfer nach dem Spannungskonzept für unser Experiment validiert werden.

3.4 Veröffentlichung III

Quantifying the grain boundary resistance against slip transfer by experimental combination of geometric and stress approach using stage-I-fatigue cracks

Schäfer, F., Weiter, L., Marx, M., Motz, C.

Philosophical Magazine 96(32-34), 2016

DOI: <http://doi.org/10.1080/14786435.2016.1235289>

Um der Fragestellung der Konzeptkombination von Energie- und Geometrie-Konzept mit dem Spannungskonzept näher zu kommen, muss zunächst der Zusammenhang zwischen den drei Konzepten untersucht werden. Obwohl wie im Unterkapitel 2.1.3 in Kapitel 2 gezeigt, das Energiekonzept kein vollständiges und geschlossenes Konzept darstellt, kann das Konzept durch seine intrinsische Verträglichkeit mit dem Geometrie-Konzept zusammengeführt werden:

- Das Energiekonzept basiert auf den Ergebnissen von MD-Simulationen zum Themenkreis der Versetzungs-Korngrenzenwechselwirkung. Die in Kapitel 2 angeführten Arbeiten bestätigen die Anwendbarkeit der LRB-Kriterien. Diese atomistischen Simulationen, die auch die Basis des Energiekonzeptes sind, sind somit grundsätzlich mit den Kriterien aus denen das Geometrie-Konzept hervorgeht kompatibel.
- Es ist leicht nachzuvollziehen, dass die Notwendigkeit einer Absorption eines großen Restburgersvektors den Korngrenzenwiderstand allein dadurch erhöht, dass im Falle der Transmission mehr Verschiebung in der Korngrenze verbleibt und dort eine Korngrenze zur Relaxation zwingt. Dies erhöht tendenziell die Energie der Korngrenze und erschwert weitere Transfervorgänge.
- Sangid et al. zeigten, dass der Korngrenzenwiderstand gegen Versetzungstransfer direkt mit dem Restburgersvektor \mathbf{b}_R korreliert ist, wobei der genaue Zusammenhang von der Art der Korngrenze abhängt ([53], s. Abb.3.1). Inwieweit der Korngrenzentyp und der zugehörige α -Winkel der Gleitsystemkopplung für die unterschiedlichen Steigungen und die unterschiedlichen Widerstandsniveaus verantwortlich ist, wurde nicht weiter untersucht und ist auch nicht direkt aus den veröffentlichten Daten ersichtlich.

Nun stellt sich die Frage, wie die mit Hilfe des Spannungskonzeptes in Verknüpfung der Arbeiten von Tanaka et al. und Shiue et al. gemessenen und über den Retardationseffekt des Gleittransferwiderstandes der Korngrenze geprüften Widerstandswerte der Korngrenzen aus Veröffentlichung II mit messbaren geometrischen Parametern der Korngrenze (s. Kapitel 2.1.1) zusammengeführt werden können mit dem Fernziel, den Gleittransferwiderstand allein aus der Kenntnis der Korngrenzengeometrie bestimmbar zu machen.

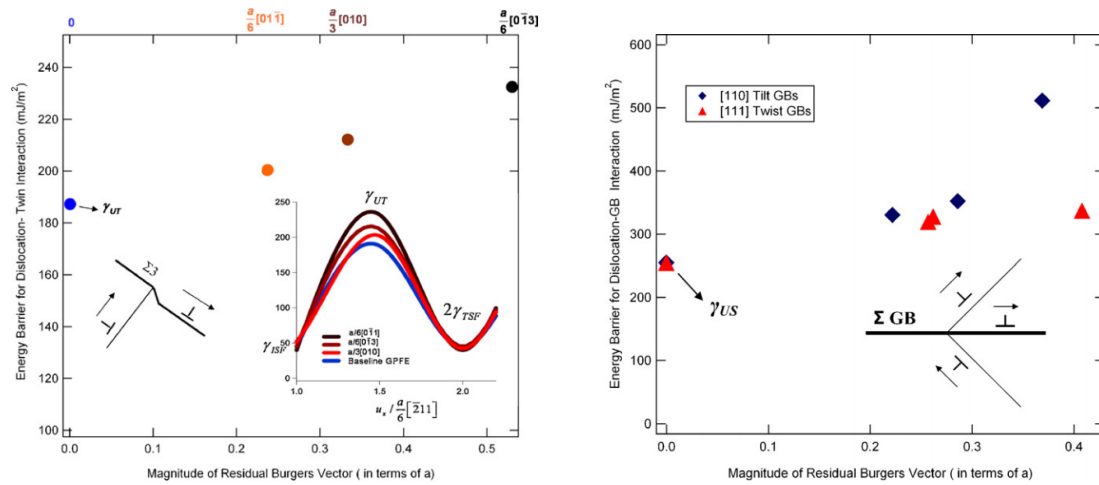


Abb. 3.1: Energiebarriere der Korngrenze in Abhängigkeit vom Restburgersvektor b_R für eine Zwillingskorngrenze (links) sowie [111]-Dreh- und [110]-Kippkorngrenzen (rechts), die Detailzeichnungen zeigen Skizzen des Gleittransfervorgangs; die zweite Detailzeichnung im linken Bild zeigt den Verlauf der Energie des Systems während eines Versetzungstransfers [53]

In unserem Ansatz gehen wir, konform mit allen verfügbaren geometrischen Modellen, davon aus, dass die 3 Freiheitsgrade der Kristallgitterorientierungsrelation sowie die 2 Freiheitsgrade der Korngrenzenorientierung den Gleittransferwiderstand hinreichend festlegen.

Veröffentlichung III gibt zunächst einen Überblick über vier bekannte und in der aktuellen Forschung benutzte Geometriemodelle für den Gleittransferwiderstand bzw. den Gleittransferfaktor:

- Misorientierungswinkel zwischen den Kristallitorientierungen
- Livingston & Chalmers [19]
- Werner & Prantl [21]
- Shen et al. [20], Clark et al. [76]
- Blockwitz et al. [106; 107]

Das Modell nach Blockwitz et al. beschreibt einen Inkompatibilitätsfaktor, der in seiner Verknüpfung mit Lastrichtung die Rissnitterungswahrscheinlichkeit durch die plastische Inkompatibilität an Korngrenzen beschreiben soll. Die Modelle werden zur besseren Vergleichbarkeit auf Widerstandswerte ω zwischen 0 und 1 normiert. Für die normierten Transferfaktoren nach Shen et al., Livingston & Chalmers sowie Werner & Prantl T gilt somit:

$$\omega = 1 - T \quad (3.4)$$

Im Folgenden wird in Veröffentlichung III die Bestimmung von ΔK_m^c erläutert. Dabei liegt der Schwerpunkt der Betrachtung auf der Identifikation des Momentes des Gleittransfers aus den $\frac{da}{dN}$ -Kurven.

Um den Widerstandsparameter nach Shen et al. zu bestimmen, bedarf es der Kenntnis des Tiefenkippwinkels η der Korngrenzebene. Hierfür wurden zwei Methoden genutzt:

- Serienschichttomographie und 3D-Rekonstruktion
- LRB-Kriterien

Die Gültigkeit der LRB-Kriterien für den Gleittransfervorgang wurde sowohl experimentell als auch im Rahmen atomistischer Simulationen belegt. Kennt man nun aus einer Gleitlinienanalyse die aktive Gleitebene im Ausgangskorn kann man unter der Annahme des Kriteriums der Restburgersvektorminimierung die aktive Gleitrichtung bestimmen. Da die Gültigkeit der LRB-Kriterien vorausgesetzt wird, kann diese Gleitsystemkopplung nur dann die kompatible sein, wenn auch der Winkel α der Kopplung an der Korngrenze minimal ist. Da α vom Tiefenkippwinkel η abhängig ist, kann hieraus abgeleitet werden, wie groß bzw. in welchem Intervall η liegen muss, damit die LRB-Kriterien erfüllt werden. Bei einigen Korngrenzen schränken die LRB-Kriterien η auf so kleine Intervalle ein, dass zur Bestimmung des geometrischen Widerstandswertes ω keine aufwendige Serienschichttomographie mit anschließender 3D-Rekonstruktion notwendig ist und somit auf diese verzichtet werden kann.

In der Gegenüberstellung der gemessenen Gleittransferwiderstände nach dem Spannungskonzept ΔK_m^c mit dem Misorientierungswinkel und den jeweiligen geometrischen Widerstandsparametern ω wird gezeigt, dass der Misorientierungswinkel, obwohl häufig zur Beschreibung des Gleittransferwiderstandes genutzt, keine Aussage zulässt. Die worst-case-Abschätzung nach Werner & Prantl für den Parameter nach Shen et al. zeigt genauso wie die Parameter nach Livingston & Chalmers und Blochwitz et al. signifikante Ausreißer. Lediglich der Parameter nach Shen et al. zeigt eine monotone Abhängigkeit von ΔK_m^c und ω , wobei der Zusammenhang nicht linear zu sein scheint (Veröffentlichung III - Figure 10-13).

Damit wurde erstmals ein quantitativer Zusammenhang zwischen gemessenen Gleittransferwiderständen einer Korngrenze im Bulkmaterial mit den geometrischen Parametern einer Korngrenze experimentell geprüft.

3.5 Veröffentlichung IV

Crack initiation at twin boundaries due to slip system mismatch

Knorr, A. F., Marx, M., Schaefer, F.

Scripta Materialia 94, 2015

DOI: <http://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2014.09.015>

Veröffentlichung IV behandelt die Frage, inwieweit Versetzungstransfer- oder Gleittransferblockade an einer Korngrenze zu interkristalliner Rissinitiierung führen kann, bzw. inwieweit unser geometrischer Ansatz dazu genutzt werden kann, potentielle Rissinitiierungsorte im Gefüge vorherzusagen.

Zunächst werden die geometrischen Konzepte nach Blochwitz et al. [106; 107] und Shen, Wagoner und Clark [20; 76] vorgestellt und analog zum Vorgehen in Veröffentlichung III zum normierten geometrischen Widerstandswert ω uminterpretiert, der die Gleitsysteminkompatibilität auf der Korngrenzeebene wiedergibt.

Der sich daraus ergebende Inkompatibilitätsfaktor ω wird um einen normierten Faktor *SFK* zum Widerstandsfaktor Ω der Gleitsystemkopplung erweitert. Diese Schmidfaktorkopplung als Produkt der Schmidfaktoren der beiden Gleitsysteme beidseitig der Korngrenze mit dem jeweils höchsten Schmidfaktor ist ein Maß für die Gleitaktivität an der Korngrenze selbst. Zhang et al. [108; 109] untersuchten die Frage der Rissinitiierung an Zwillingskorngrenzen, indem sie die Rissinitiierung auf eine große Differenz der Schmidfaktoren der beiden koppelnden, aktiven Gleitsysteme zurückführten.

$$\Omega = 4 \cdot SFK \cdot \omega \quad (3.5)$$

Unser Ansatz geht davon aus, dass es an Zwillingskorngrenzen dann zur Rissinitiierung kommt, wenn eine hohe Gleitaktivität, also eine große Schmidfaktorkopplung, mit einer hohen Gleitsysteminkompatibilität, also einem hohen geometrischen Korngrenzenwiderstand ω zusammentrifft. Dies führt zu hoher Versetzungsaktivität bei gleichzeitig hoher Gleitblockade, also hohen Versetzungsaufstaus an der Korngrenze, die wiederum zu interkristalliner Rissinitiierung führt. Dieser Fall wird für eine Gleitsystemkopplung durch einen hohen Ω -Wert ausgedrückt.

Die Besonderheiten zur Gleitsystemkopplungsbetrachtung an einer Zwillingskorngrenze werden erläutert:

- Die Korngrenze kann als flach angenommen werden und der Tiefenkippwinkel η der Korngrenzeebene ist bekannt.
- Da bei einer Zwillingskorngrenze die Korngrenzeebene nun bekannt ist, nämlich die gemeinsame Gleitebene vom Typ $\{111\}$, so kann man durch einfache geometrische Betrachtung ableiten, dass der Winkel α nur 0° oder 60° sein kann.
- Restburgersvektorabsorption kann entweder beim Gleittransfer nicht notwendig sein (CrossSlip) bzw. es können nur Restburgersvektoren der Länge $\frac{a}{\sqrt{6}}$, $\frac{a}{\sqrt{2}}$ oder

$\frac{2a}{\sqrt{6}}$ vorkommen. Die zugehörigen β -Winkel sind 0° , 34° , 60° und $71,5^\circ$.

Es wurde an einer grobkorngeglühten Nickelprobe gezeigt, dass unter Ermüdung mit plastischer Dehnungsamplitude an derjenigen Zwillingskorngrenze ein interkristalliner Ermüdungsriss initiierte, die den höchsten Ω -Wert hatte, während die übrigen 15 Zwillingskorngrenzen mit niedrigerem Ω -Wert keine Rissinitiierung zeigten (Veröffentlichung IV - Figure 4), wodurch unser Ansatz bestätigt werden konnte. Der Unterschied der Schmidfaktoren der aktiven Gleitsysteme nach Zhang et al. erwies sich als nicht aussagekräftig.

3.6 Veröffentlichung V

Assessing the intergranular crack initiation probability of a grain boundary distribution by an experimental misalignment study of adjacent slip systems

Schaefer, F., Lang, E. P. W., Bick, M., Knorr, A. F., Marx, M., Motz, C.

Procedia Structural Integrity 5, 2017

DOI: <http://doi.org/10.1016/j.prostr.2017.07.161>

Ziel der Arbeit war es nachzuweisen, dass der geometrische Gleitsystemkompatibilitätsparameter nach Shen et al. in seiner Erweiterung als geometrischer Korngrenzenwiderstand ω nicht nur geeignet ist, die interkristalline Rissinitiierung an Zwillingskorngrenzen vorherzusagen, sondern auch auf die Rissinitiierungswahrscheinlichkeit von allgemeinen Korngrenzen angewandt werden kann und die Rissinitiierungswahrscheinlichkeitsverteilung von Korngrenzen dafür zu nutzen, um im Umkehrschluss unseren Widerstandsparameter zu validieren.

Da in der Regel fcc-Metalle starke elastische Anisotropie und in deren Folge Inkompatibilitätsspannungen, also Zusatzspannungen an der Korngrenze, aufweisen, die unsere Ergebnisse verfälschen könnten, wurde für diese Untersuchung mit grobkorngeglühten 5N-Aluminiumproben gearbeitet. Der hohe Reinheitsgrad war deshalb notwendig, um zu verhindern, dass sich während des Grobkornglühens zu schnell eine Sättigungskorngröße einstellt. Allerdings ist die Präparation des Materials aufgrund der geringen Härte und des schlechten Zerspanungsverhaltens sehr aufwendig.

Zusätzlich zum Widerstandsparameter nach Shen et al. wurde noch die Abschätzung nach Werner & Prantl [21] und eine Erweiterung des Parameters von Shen et al. auf deren Aussagekraft zur Bewertung der Rissinitiierungswahrscheinlichkeit von Korngrenzen hin untersucht.

Zhang et al. [110] konnten zeigen, dass es dann bei Ermüdung mit plastischen Dehnungsamplituden zur Rissinitiierung an Korngrenzen kommt, wenn persistente Gleitbänder auf Korngrenzen treffen und die Kopplung der Gleitrichtungen an der Korngrenze schlecht ist, also der β -Winkel der Korngrenze groß ist, also hohe Gleitaktivität auf einer bevorzugten Gleitrichtung auf hohen Gleittransferwiderstand trifft. Abuzaid et al. [111; 112] zeigten mittels Digitale Bildkorrelation (Digital Image Correlation) (DIC) und EBSD an Hastelloy X[®], dass die Gleitaktivität bzw. die lokale Dehnungsakkumulation an und über Korngrenzen hinweg unter uniachsialem Zug linear vom Restburgersvektor b_R abhängt (Abb. 3.2).

Daraus entwickelten wir einen Widerstandsparameter basierend auf dem Parameter von Shen et al., bei dem der Restburgersvektor stärker berücksichtigt wird:

$$\Omega = 4 \cdot SFK \cdot \omega \text{ mit } \omega = \frac{\beta}{90^\circ} \cdot (1 - \cos(\alpha)) \quad (3.6)$$

Die Dehnungsamplitude für die Ermüdung wurde aus einer Analyse der Verfestigungs-

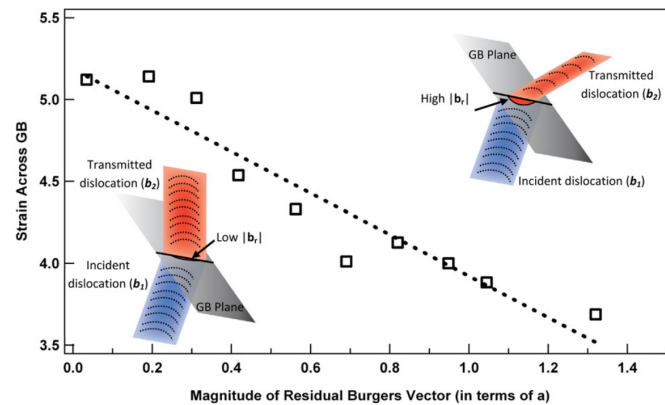


Abb. 3.2: Gleitaktivität beidseits der Korngrenze gemessen mittels DIC und Betrag des Restburgersvektors der Gleitsystemkopplung b_R [111]

koeffizienten unter uniachsaem Zug aus der wahren Spannungs-Dehnungskurve so gewählt, dass die Probe im Übergang von single-slip zu multiple-slip-Verhalten ermüdet wurde, so dass sich Ermüdungsversetzungsstrukturen und persistente Gleitbänder (PSB) ausbilden konnten. Die Rissinitiierung wurde durch eine Abnahme der Probensteifigkeit während der Ermüdung detektiert.

Um den Winkel α der Gleitsystemkopplung zu ermitteln, wurde neben einer EBSD-Messung der Oberfläche der Tiefenwinkel η der Korngrenzen dadurch bestimmt, dass etwa 10-15 μm tiefe FIB-CrossSections an allen an der Oberfläche sichtbaren Korngrenzen im Stegbereich der Ermüdungszugprobe geschnitten wurden. Der Tiefenwinkel der Korngrenzen wurde dann mangels Electron Channeling Contrast durch ioneninduzierten Sekundärelektronenkontrast im FIB vermessen.

Allein hierdurch wurde es möglich, für 56 Korngrenzen die geometrischen Korngrenzenwiderstandsparameter zu bestimmen und die Signifikanz der Parameter für die Rissinitiierung an 7 Korngrenzen zu untersuchen. Während alle drei untersuchten Parameter ein hohes Niveau an Signifikanz zeigten, bot der Parameter nach Gleichung 3.6 als einziger Parameter, dass alle gerissenen Korngrenzen identisch mit den Korngrenzen mit den höchsten Widerstandswerten waren.

3.7 Veröffentlichung VI

Effect of a dislocation pile-up at the neutral axis on trans-crystalline crack growth for micro-bending fatigue

Eisenhut, L., Schaefer, F., Gruenewald, P., Weiter, L., Marx, M., Motz, C.

International Journal of Fatigue 94, 2017

DOI: <http://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.09.015>

Diese Veröffentlichung wird im Rahmen des Ausblicks vorgestellt und diskutiert.

3.8 Zusammenfassender Überblick

Tabelle 3.2 gibt eine Übersicht über die zentralen Ergebnisse der bisher vorgestellten Veröffentlichungen. Die im Anhang aufgeführte nicht-referierte Veröffentlichung VII wird im folgenden Kapitel aufgegriffen.

Nr.	Kurzfaszit
I	Validierung des DFZ-Modells für unser Experiment zur Bestimmung der Versetzungsdichteverteilung $D(x)$ an der Korngrenze
II	Ein mikroskopischer kritischer Spannungsintensitätsfaktor ΔK_m^c kann aus der Versetzungsdichteverteilung $D(x)$ berechnet werden, der den Retardationseffekt der Korngrenze für das Ermüdungsrisswachstum widerspiegelt.
III	ΔK_m^c steht in einem funktionalen Zusammenhang zur Gleitsysteminkompatibilität an der Korngrenze. Die Gleitsysteminkompatibilität wird unter den gängigen Parametern durch den Parameter nach Shen et al. [20] in guter Näherung zutreffend beschrieben. Der genaue funktionale Zusammenhang ist nicht eindeutig feststellbar.
IV	Die Wahrscheinlichkeit für die Initiierung interkristalliner Ermüdungsrisse an Zwillingskorngrenzen kann aus der Gleitsysteminkompatibilität mittels dem Parameter nach Shen et al. und der Gleitaktivität auf dem primären Gleitsystem über den Schmidfaktor bewertet werden.
V	Die Wahrscheinlichkeit interkristalliner Ermüdungsrissinitiierung kann aus der Gleitsysteminkompatibilität an der Korngrenze und den Schmidfaktoren der primären Gleitsysteme nur unter Kenntnis der vollen Korngrenzengeometrie, dann aber zutreffend, bewertet werden.
VI	Stadium-I-Ermüdungsriss-Korngrenzenwechselwirkung kann alternativ auch an Mikroproben <i>in situ</i> im Rasterelektronenmikroskop (REM) untersucht werden.

Tabelle 3.2: Überblick über die vorgestellten Veröffentlichungen mit jeweiliger Kurzzusammenfassung

4 Diskussion

4.1 Notwendigkeit von makroskopischen Versuchen zum Gleittransfer

Die experimentellen Studien zum Versetzungs- und Gleittransfer an Korngrenzen sind umfassend, beschränken sich aber bis auf wenige Ausnahmen auf *in situ* TEM-Untersuchungen. Ein Beispiel einer neueren Arbeit mittels *in situ*-Nanoindentation im TEM ist in Abb. 4.1 gezeigt.

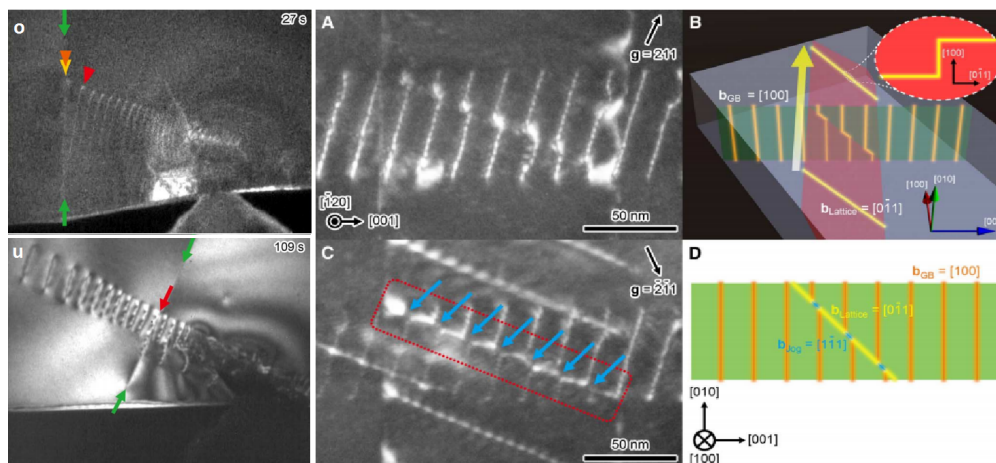


Abb. 4.1: *in situ*-TEM-Biegedeformation an $\Sigma 5$ und Kleinwinkelkorngrenze in diffusionsgeschweißtem SrTiO_3 mittels *in situ*-Nanoindentation. o: $\Sigma 5$ -Korngrenze in Dunkelfeldabbildung. Man erkennt deutlich die Bildung eines Versetzungsaufstaus an der Korngrenze (grüne Pfeile). Die ersten Versetzungen des Aufstaus sind mit den gelben, roten und orangen Pfeilen markiert; u: Kleinwinkelkorngrenze mit Gleittransfer; A: Dunkelfeldabbildung der Korngrenzenversetzungen. Man erkennt deutlich, wie durch den Gleittransfer Stufen (jogs) in der Versetzungslinie entstanden sind; B: Schemazeichnung der Stufenbildung an Korngrenzen- (jogs) und Gitterversetzungen (kinks); C: Abbildung mit anderem Beugungsvektor um die unterschiedlichen Burgersvektoren der Jogsegmente und der Korngrenzenversetzungen sichtbar zu machen. Die Gitterversetzung im roten Rechteck wird an der Korngrenze gepinnt; D: Schemazeichnung des Transfers einer Schraubenversetzung. Die Schraubenversetzung erhält einen Mischtyp aufgrund der Reaktion: $\mathbf{b}_{\text{jog}} = \mathbf{b}_{\text{lattice}} + \mathbf{b}_{\text{GB}}$ [113]

Bei TEM- und Mikroprobenuntersuchungen können jedoch Größeneffekte, sog. „Size Effects“, auftreten. Neben hohen Dehnungsgradienten („strain gradient plasticity“ [114; 115; 116]) können Spannungsgradienteneffekte [117; 118; 119] oder Oberflächeneffekte (ebener Spannungszustand) auftreten. Abb. 4.2 zeigt beispielsweise, wie in Mikroproben Korngrenzengleiten allein dadurch auftreten kann, dass in die Korngrenze aufgenommene Restburgersvektoren als Korngrenzenversetzung die Gegenwart der Probenoberfläche spüren und unter zusätzlicher Wirkung von Bildkräften die Probe verlassen. Damit kann eine Korngrenze, die im Vollmaterial die Zusatzspannungen durch Korngrenzenversetzungen in der Korngrenze allein durch lokale Umordnungsprozesse relaxieren kann, in Mikroproben und noch verstärkt in TEM-Dünnschichtproben als Senke für Versetzungen

agieren.

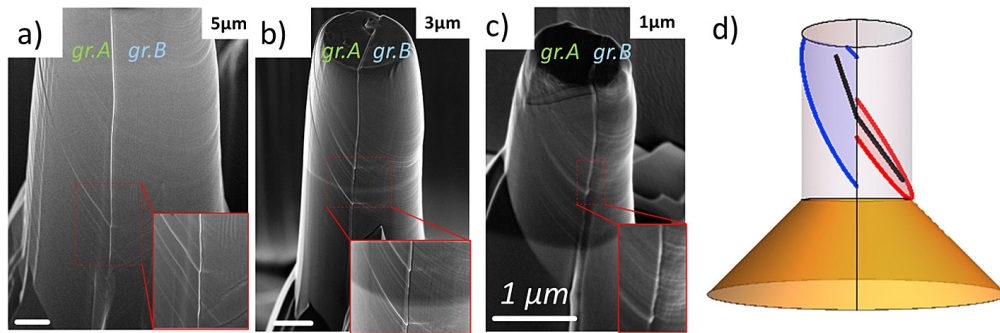


Abb. 4.2: Kupfermikropillardruckversuche an Bikristallen mit 5 μm (a), 3 μm (b) und 1 μm (c) Durchmesser und Skizze mit primären Gleitsystemen (d). Man erkennt deutlich, wie Korngrenzgleiten auftritt. [120]

Nach einem Gleittransfer verbleibt lokal in der Korngrenze eine Rotationsinkompatibilität in Form einer Disclination, die auf in der Korngrenze eingelagerte Restburgersvektoren, also auf Korngrenzenversetzungen im Zuge des Versetzungstransfers, zurückgeführt werden kann [121; 122], s. Abb. 4.3. Um zu prüfen, ob dies in Makroproben ebenfalls auftritt, wurde die Dichte an Disclinations mittels EBSD in einer Kontrollmessung geprüft. Disclinations können Aufschluss über die Lokalisierung von Korngrenzenversetzungen mit Restburgersvektoren aus erfolgtem Gleittransfer geben. Eine detaillierte Anleitung zur Messung der Dichte an Disclinations findet sich im Anhang zu dieser Arbeit.

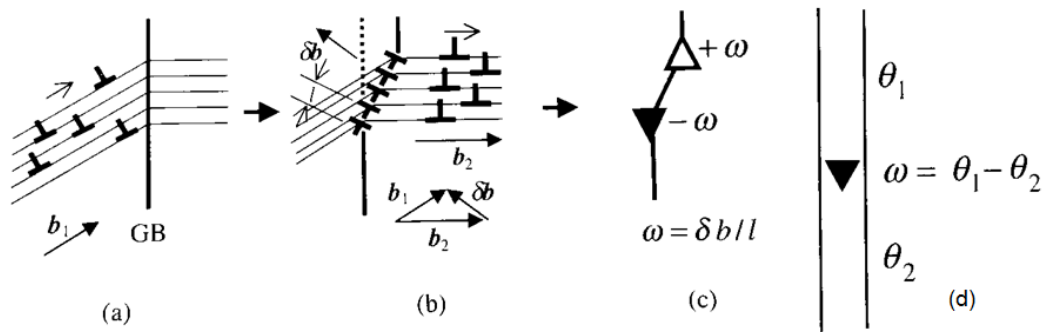


Abb. 4.3: Gleittransfer von Versetzungen an einer Korngrenze unter Verbleib von Restburgersvektoren in der Korngrenze (hier: δb) in Form von Korngrenzenversetzungen. Es entsteht an der Korngrenze ein Disclinationdipol (hier: ω) [122]. In Folge des Disclinationdipols entsteht am Ort des Dipols ein Sprung in der Misorientierung der Korngrenze zwischen den an der Korngrenze benachbarten Kristalliten (hier: Θ) [121]

Abb. 4.4 zeigt, dass Versetzungen in Makroproben, also im Voll- oder Bulkmaterial, mit Ausnahme spezieller Korngrenzen wie beispielsweise Zwillingkorngrenzen, die Probe in der Regel nicht verlassen. Die in der Korngrenze absorbierten Restburgersvektoren erscheinen stark lokalisiert, so dass die Korngrenze hier nicht als vollständige Senke agiert, sondern zumindest ein Teil der absorbierten Verschiebung durch den Gleittransfer immobil zu sein scheint. Es sei insbesondere angemerkt, dass jene Restburgersvektoren, die den Bereich des Gleittransfers verlassen haben bzw. die Probe verlassen haben, keinen Beitrag zu der sogenannten Disclinationdichte haben können, sondern in einer Translati-

on der Korngrenzeebene resultieren, die aber in diesen Untersuchungen nicht gefunden wurde, jedoch nicht ausgeschlossen werden kann.

Basierend auf der von Beausir et al. [123; 1] entwickelten Methode, um Rotationsinkompatibilitäten an Korngrenzen, sog. disclinations, mittels EBSD zu messen, wurde die Messung der Disclinationdichte hier erstmals auf die Frage der Restburgersvektordichte an der Korngrenze angewandt.

Die in Abb. 4.4 gezeigte Frobeniusnorm der 3 mit EBSD zugänglichen Komponenten des Disclinationdichtetensors kann als Abschätzung der Dichte an Disclinations wie folgt bestimmt werden:

$$\|\beta^D\| = \sqrt{(\beta_{13}^D)^2 + (\beta_{23}^D)^2 + (\beta_{33}^D)^2} \quad (4.1)$$

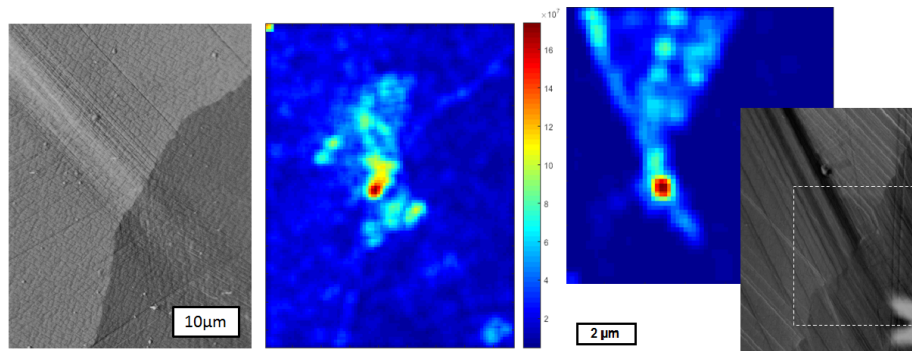


Abb. 4.4: Frobeniusnorm der mittels 2D-EBSD zugänglichen Komponenten des Disclinationstensors für den Gleittransfer in der plastischen Zone eines Stadium-I-Ermüdungsrisse an einer Großwinkelkorngrenze in CMSX-4[®] (links) sowie eines Korngrenzenausschnittes nach erfolgtem Gleittransfer in Nickel (rechts). In beiden Fällen erkennt man, dass nach dem Gleittransfer eine Disclinationdichte, also eine Inkompatibilität des Krümmungsfeldes des Kristallgitters an der Korngrenze verbleibt. Die der Berechnung des Disclinationstensors zugrundeliegenden zugänglichen Einträge des Krümmungstensors wurden mittels HR-EBSD bestimmt, s. [124], Die Auswertung erfolgte mit MATLAB

Untersuchungen zum Gleittransfer im Bereich der Makroproben gibt es bislang wenige [111; 77; 86], wobei hier die zentrale Herausforderung darin besteht, genau ein wohldefiniertes Gleitsystem im Ausgangskorn zur Gleitaktivität anzuregen und dessen Interaktion mit einer Korngrenze zu untersuchen. Bikristallanalysen im Vollmaterial basieren häufig auf speziell ausgewählten Orientierungen, bei denen ein Gleitsystem in der Regel aufgrund eines hohen Schmidfaktors dominant verglichen mit den übrigen Gleitsystemen der Kristallstruktur ist (sog. single slip-Orientierung). Setzt jedoch Kaltverfestigung ein, bevor der Gleittransfer einsetzt, so werden zusätzliche Gleitsysteme aktiviert und eine eindeutige Zuordnung der Gleitsysteme wird unmöglich. Aus der Notwendigkeit heraus, die experimentelle Untersuchung des Gleittransfers an Korngrenzen im Vollmaterial durchführen zu müssen, um valide Aussagen über das Gleitverhalten und damit die plastische Verformung kristalliner Werkstoffe auf der üblichen Skala technischer Bauteile zu erhalten, wurde die im experimentellen Teil gewählte Messstrategie mittels Stadium-I-Ermüdungsrisse entwickelt, die als wohldefinierte Versetzungsquellen agierend, diese unverzichtbare eindeutige Zuordnung des transmittierenden Gleitsystems erlauben.

4.2 Messgenauigkeit der Bestimmung der Versetzungsdichteverteilung und des kritischen mikroskopischen Spannungsintensitätsfaktors ΔK_m^c

Wie bereits in Kapitel 2.3 und im obigen Unterabschnitt 5 beschrieben, erfordert eine Bestimmung eines validen Durchbruchsspannungskennwertes einer Korngrenze wie τ^* oder ΔK_m^c die genaue Kenntnis der Versetzungsdichteverteilung insbesondere im Versetzungsaufbau an der Korngrenze. Die Versetzungsdichteverteilungen, die aus den Modellen nach Leibfried [93] und Friedman et al. [91] einen Versetzungsaufbau an der Korngrenze ausgehend von einer Versetzungsquelle im Korninneren, genauer in der Kornmitte, folgern, sind für die experimentelle Bestimmung des Gleittransferwiderstandes wie oben bereits beschrieben (Unterkapitel 2.3 und 4.1) ungeeignet, weil bei hohen Gleittransferwiderständen keine eindeutige Ermittlung desjenigen, die Korngrenze penetrierenden, Gleitsystems, das den Gleittransfer auslöst, gewährleistet ist.

Vielmehr eignet sich ein Stadium-I-Riss als wohldefinierte Versetzungsquelle. Hierfür liegen mehrere Modelle vor, welche die sich einstellende Versetzungsdichteverteilung aus der Risslänge, der Länge der plastischen Zone und der wirkenden Spannungen ableiten (basierend auf dem BCS-Modell [95] steht das Tanaka-Modell [23] und das DFZ-Modell [[94; 97]] zur Verfügung). Diese Modelle gehen jedoch alle aus von

- isotrop-elastischem Materialverhalten
- elastisch-ideal-plastischem Materialverhalten
- konstanter Reibspannung τ_f
- einer vom Belastungstyp (Mode II oder Mode III) abhängige Versetzungsart (Stufen- oder Schraubenversetzungen)
- ungekrümmten Versetzungslinien
- radialsymmetrischer Riss-Korngrenzengeometrie
- unter Vernachlässigung inhomogener Spannungsfelder (bspw. Inkompatibilitätsspannungen an Korngrenzen aufgrund von elastischer Anisotropie).

Mit Ausnahme der Veröffentlichung IV und V, die vorrangig der Validierung der Ergebnisse für den Gleittransferwiderstand der Korngrenzen dienen, wurde mit der Nickelbasis-superlegierung CMSX-4[®] in einer dreidimensionalen Riss-Korngrenzenkonfiguration unter Mixed-Mode-Belastung gearbeitet. Es ergibt sich hieraus die Notwendigkeit weiterer Betrachtung der oben angeführten Randbedingungen insbesondere für das DFZ-Modell. Allen Modellen ist dabei gemein, dass je besser das Modell den realen Riss beschreibt, also umso genauer der Einfluss derjenigen Versetzungen, die den Riss beschreiben, von jenen Versetzungen, die den Aufbau innerhalb des jeweiligen Modells beschreiben, getrennt werden kann, umso genauer kann die Versetzungsdichteverteilung

$D(x)$ an der Spitze des Versetzungsaufstaus und damit die Korngrenzendurchbruchspannung für den Gleittransfer τ^* oder der kritische mikroskopische Spannungsintensitätsfaktor ΔK_m^c quantitativ bestimmt werden.

Vergleicht man jene Ergebnisse für den kritischen mikroskopischen Spannungsintensitätsfaktor der Korngrenze ΔK_m^c nach Tanaka et al. [23] mit jenen nach dem DFZ-Modell (Veröffentlichung I, Fig. 16), so erkennt man, dass beide Modelle die qualitative Korngrenzenwiderstandstendenz zwar richtig abbilden (DS-1 hat höheren Korngrenzenwiderstand K_m^c als DS-2), jedoch liegen die Werte für das Tanakamodell durchgehend bei allen untersuchten Proben über jenen Widerstandswerten nach dem DFZ-Modell. Dies folgt aus jenem Anteil der Versetzungsdichteverteilung $D(x)$ nahe der Risspitze und dessen langreichweitigem Rückspannungseinfluss hin zur Korngrenze. Das Tanakamodell überschätzt die Versetzungsdichte insbesondere an der Korngrenze und damit die Gesamtversetzungszahl, was an den überhöhten Vorhersagen für die plastische Risspitzenverschiebung $CTSD_{pl}$ deutlich wird (vgl. Veröffentlichung I Abb. 13 und Tabelle 9). Dadurch wird im Moment des Gleittransfers eine zu hohe Versetzungsdichte an der Korngrenze angenommen, was in einer grundsätzlichen Überschätzung des kritischen mikroskopischen Spannungsintensitätsfaktors K_m^c bzw. der kritischen Spannung für den Gleittransfer resultiert.

Insbesondere hieraus muss abgeleitet werden, dass für die qualitative Messung der Gleittransferwiderstandswerte einer Korngrenze die Wahl des zugrundeliegenden Modells der Versetzungsdichteverteilung vor einem Riss unerheblich ist, dass aber zur Quantifizierung die Wahl des Modells ausschlaggebend ist. Wie in Veröffentlichung I gezeigt, ist hierfür das DFZ-Modell dasjenige Modell, dass die experimentellen Messwerte besser beschreibt und vorhersagt.

4.2.1 Einfluss des Materialverhaltens auf die Messgenauigkeit bei der Bestimmung der Versetzungsdichteverteilung

CMSX-4[®] - zweiphasige Einkristalle und Versetzungen In den Experimenten zu dieser Arbeit wurden sowohl Einkristalle der Nickelbasissuperlegierung CMSX-4[®], als auch eine speziell, nach einem modifizierten Bridgmanverfahren am Lehrstuhl für Allgemeine Werkstoffwissenschaften an der Friedrich-Alexander-Universität Nürnberg-Erlangen abgegossene, grobkörnige polykristalline Modifikation von CMSX-4[®] verwendet. CMSX-4[®] besteht aus einer Nickelmischkristallmatrix in Form dünner Kanäle (γ -Phase) zwischen würfelförmigen, kohärent eingebetteten, intermetallischen Ausscheidungen vom $L1_2$ -Typ mit Grundzusammensetzung Ni_3Al (γ' -Phase, s. Abb. 4.5 und Abb. 4.6). $L1_2$ -Phasen sind kubisch-flächenzentriert, wobei jeweils die Eck- und Flächenatome der Elementarzelle mit Nickel- bzw. Aluminiumatomen besetzt sind.

Die hohe Streckgrenze von CMSX-4[®] von ca. 1 GPa [126] folgt aus der vergleichsweise hohen Spannung, die zum Schneiden, also dem Scheren der Ausscheidungen notwendig ist. Es handelt sich also bei CMSX-4[®] um zweiphasige Kristallite. Die Modelle zur Bestimmung der Versetzungsdichteverteilung gehen jedoch als Modelle unter Annah-

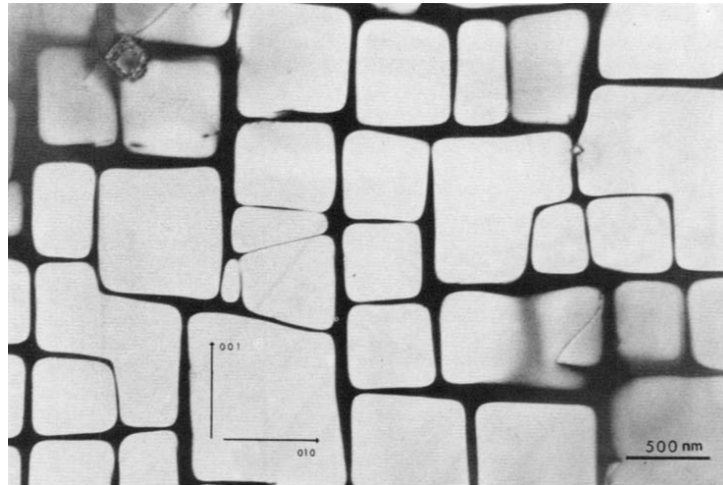


Abb. 4.5: TEM-Dunkelfeldaufnahme eines γ/γ' -Gefüges einer Nickelbasissuperlegierung [125]. Die γ' -Ausscheidungen erscheinen aufgrund einer höheren mittleren Ordnungszahl im Massendickenkontrast hell und haben einen Volumenanteil von etwa 70 %

me kontinuierlich verteilter Versetzungen von homogenen Materialeigenschaften aus. Es stellt sich demnach die Frage, inwieweit dieses zweiphasige Material als Kontinuum betrachtet werden kann.

Die Ausscheidungen liegen in guter Näherung kohärent in der Matrix. Dennoch sind die chemischen Gradienten an der Grenzfläche zwischen Ausscheidung und Matrix abrupt. Matrix und Ausscheidungen unterscheiden sich dadurch auch hinsichtlich ihrer elastischen Konstanten [127]. Dies führt zu Bildkräften an der Grenzfläche zwischen Matrix und Ausscheidungen [128]. Priester et al. [129] konnten zeigen, dass die Bildkräfte temperaturabhängig sind. In der von ihnen untersuchten γ/γ' -Nickelbasissuperlegierung MC2[®] wurden bei Raumtemperatur die Versetzungen in der Matrix zur Phasengrenze hin gezogen, während sie innerhalb der Ausscheidungen von der Phasengrenze abgestoßen wurden. In diesem Legierungssystem unterstützen die Bildkräfte somit das Schneiden der Ausscheidungen.

An der Phasengrenze treten aufgrund der unterschiedlichen chemischen Zusammensetzung beider Phasen und der damit einhergehenden unterschiedlichen Gitterkonstante zusätzlich Misfitspannungen auf, deren Ausmaß ebenfalls temperaturabhängig ist. Auf eine Versetzung in einem Matrixkanal, die sich der Phasengrenze nähert, wirkt die effektive Kraft:

$$F_{eff} = \tau_{eff}b = (N \cdot (\tau_{rss} - \tau_f) \pm \tau_{misfit} \pm \tau_{image}) \cdot b \quad (4.2)$$

wobei sowohl die Bildkräfte τ_{image} als auch die Misfitspannungen τ_{misfit} die Reißspannung des Gitters τ_f effektiv erhöhen oder vermindern können.

Bei 800 °C sind diese Misfitspannungen nicht vernachlässigbar, bei Raumtemperatur, also bei unseren Experimenten, liegen laut FEM-Untersuchungen die Misfitspannungen in γ/γ' -Legierungen lediglich im Bereich zwischen 0 und 40 MPa [128; 132; 133], wobei die genaue Höhe von der Legierungszusammensetzung abhängig ist. μ -Laue-Messungen an

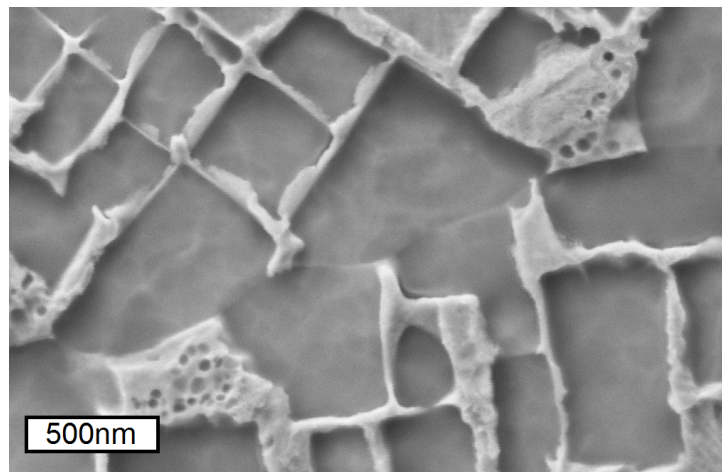


Abb. 4.6: Sekundärelektronenbild einer Korngrenze in CMSX-4[®] nach Ätzung mit Ätzmittel nach Adler: Man erkennt die Korngrenze an der Änderung der Ausrichtung der würfelförmigen γ' -Ausscheidungen, die sich erst beim Abkühlen im Anschluss an eine Homogenisierungswärmebehandlung bilden und deren Volumenanteil im Rahmen einer Ausscheidungswärmebehandlung optimiert festgelegt wird.

unseren CMSX-4[®] Proben am ESRF zeigten bei einer Röntgenstrahlspotgröße von unter 500 nm keine Streifenbildung der Spots, sogenanntes „streaking“, wie es in Gegenwart von Misfitsspannungen auftreten würde, so dass wir davon ausgehen können, dass in dem von uns verwendeten Material bei Raumtemperatur die Misfitsspannungen vernachlässigbar sind.

Jouiad et al. fanden für die γ -Phase der γ/γ' -Legierung MC2[®] eine Reibspannung τ_f von 250 MPa. Der gefundene Wert stimmt unter Berücksichtigung potentieller niedriger Bildkräfte gut mit den von uns in Veröffentlichung I auf Basis des DFZ-Modells am CMSX-4[®] Einkristall gefundenen Wert von 226 MPa überein.

Der eigentliche Schneidprozess der geordneten Ausscheidungen erfolgt durch Superversetzungen vom Typ $\langle 110 \rangle$, die aus zwei Superpartialversetzungen vom Typ $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$, die eine Antiphasengrenzfläche einschließen und wiederum in Shockleypartialversetzungen zerfallen, gebildet werden [128; 134] (s. Abb. 4.7). Coujou et al. [128] konnten mit Hilfe von *in situ*-TEM das Condat-Décamps-Modell für den Schermechanismus der γ' -Ausscheidungen [135] experimentell nachweisen (s. Abb. 4.8).

Das Schneiden der Ausscheidungen folgt der Bildung kleiner Versetzungsaufstaus von Versetzungen mit Mischtyp an der Phasengrenze (s. Abb. 4.9) [128] und setzt an den Ecken der Ausscheidungen ein. Während Versetzungen mit Mischtyp die Ausscheidungen ohne weitere Spannungskonzentration durchlaufen, ist die Mobilität von Schraubenversetzungen eingeschränkter, so dass in *ex situ*-TEM-Abbildungen häufig nur Schraubenversetzungen in den Ausscheidungen beobachtet werden. Abb. 4.10 zeigt, wie Versetzungen in einem planaren Gleitband eine γ' -Ausscheidung im Low Cycle Fatigue schneiden. Vattré et al. [136] zeigten mittels DDD-Simulation, dass die notwendige Spannung zum Schneiden der Ausscheidungen von der Reibspannung des Kristallgitters τ_f , der Breite der γ -Matrixkanäle und dem Volumenanteil der γ' -Phase sowie der spezifischen Energie der Antiphasengrenze, die sich beim Schneiden der Ausscheidungen zwischen den Su-

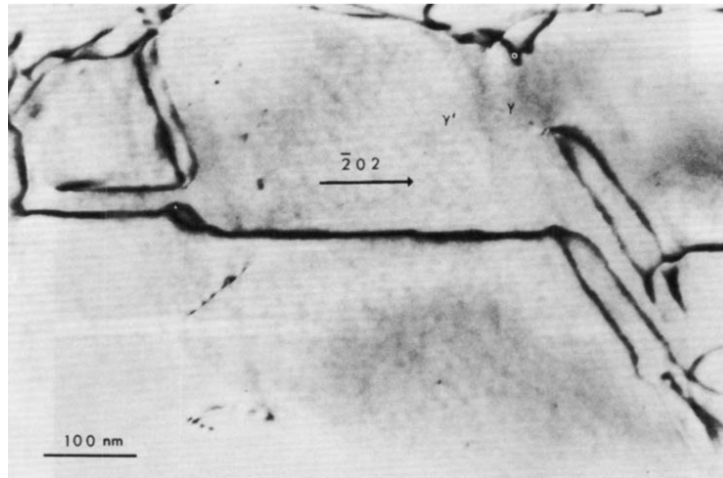


Abb. 4.7: TEM-Hellfeldabbildung einer $a\langle 110 \rangle$ Superversetzung in einer γ' -Ausscheidung vom Typ $L1_2$, die aus zwei Superpartialversetzungen vom Typ $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$ in der fcc-Matrix innerhalb der Ausscheidungen ausgebildet wird.[125]

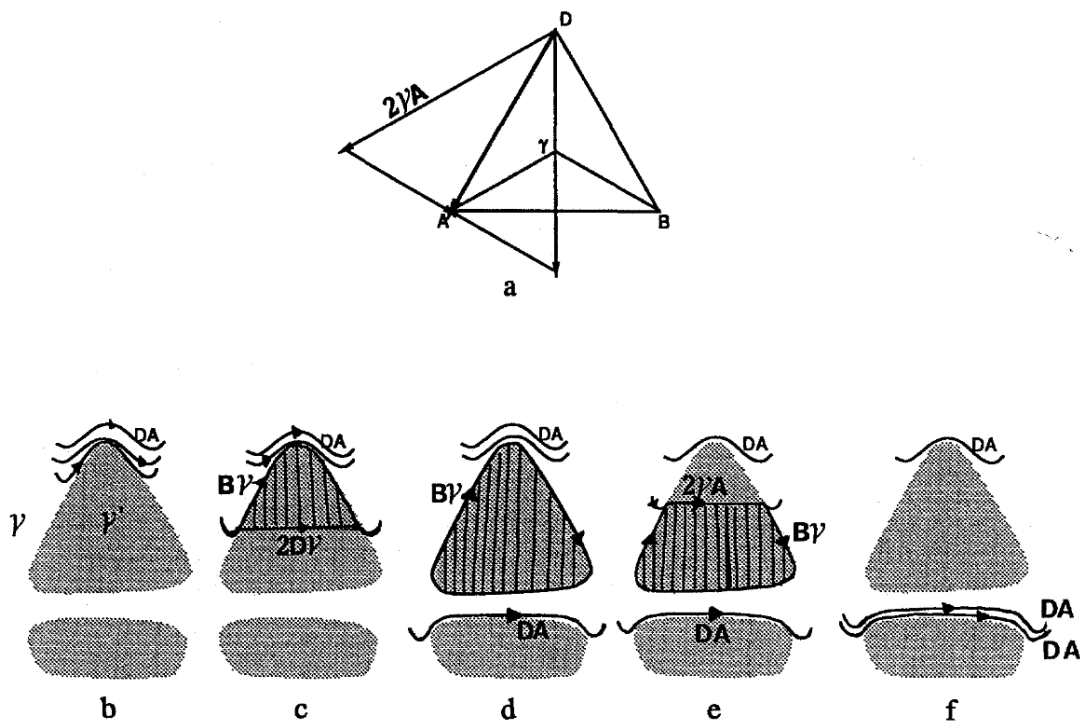


Abb. 4.8: Schneiden der Ausscheidungen in γ/γ' -Legierungen nach dem Condats-Décamps-Modell [130; 128]; die kubischen Ausscheidungen erscheinen bei Schnitten auf der (111)-Ebene drei- oder sechseckig: a) Thompson-Tetraeder zeigt die Versetzungsreaktion $DA \rightarrow 2D\gamma + B\gamma$, b) Versetzungsaufstau an der Phasengrenze bei dem sich die Versetzungen in den Matrixkanal hinein ausbeulen und so die Spannung an der Aufstauspitze an der Ecke der Ausscheidung erhöhen, c) und d) Schneiden der Ausscheidung durch Superpartialversetzung $2D\gamma$ die eine Antiphasengrenzfläche erzeugt, d) eine Superpartialversetzung vom Typ $B\gamma$ verbleibt um die Ausscheidung, e) eine zweite DA -Versetzung tritt in die Ausscheidung ein und zerfällt entsprechend $DA \rightarrow 2\gamma A + \gamma B$, f) die Antiphasengrenze wird durch $2\gamma A$ aufgehoben, wobei γB mit $B\gamma$ annihiliert, f) DA erzeugt anschließend an der nächsten Ausscheidung wieder einen Aufstau.

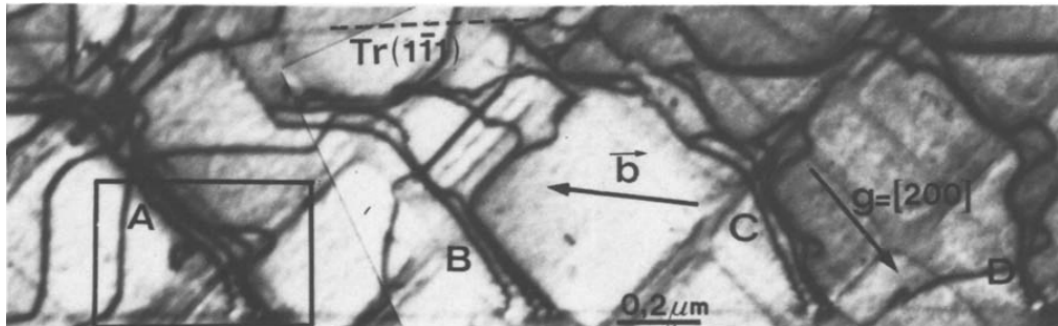


Abb. 4.9: Versetzungsaufstau von vier Versetzungen gemischten Typs im γ -Matrixkanal an γ' -Ausscheidung in post-mortem-Abbildung im TEM (s. Rahmen A)[128]



Abb. 4.10: Versetzungen schneiden bei Ermüdung im Low Cycle Fatigue Ausscheidungen als planares Gleitband [131]

perpartialversetzungen ausgebildet, abhängig ist. Sie fanden, dass die kritische Spannung für das Schneiden einer Ausscheidung für gängige γ/γ' -Legierungssysteme für die erste Versetzung bei 300-400 MPa liegt und dass es nach dem Schneiden der Ausscheidungen zu einer Entfestigung auf dem Gleitsystem kommt. Caron und Khan zeigten für ein γ/γ' -Gefüge experimentell, dass die kritische Spannung zum Schneiden einer Ausscheidung bei Raumtemperatur für die erste Versetzung bei ca. 380 MPa [137] liegt.

Gerold und Karnthaler [138] zeigten, dass für das planare Gleitverhalten der ausscheidungsgehärteten fcc-Legierungen neben einem geringeren Einfluss der Stapelfehlerenergie das Aufheben der Nahordnung durch Versetzungen, was zu einer Entfestigung auf diesem Gleitsystem führt, verantwortlich ist. Zusätzlich dazu, wird diese Entfestigung und die damit einhergehende planare Gleitung durch das Schneiden der Ausscheidungen, sowie die damit einhergehende zusätzliche Gleitsystementfestigung verstärkt. Dies resultiert in einem hochplanaren Gleitverhalten, das das lange Stadium-I-Risswachstum ermöglicht.

Die außerordentlich hohe Reibspannung des Legierungssystems folgt zusammenfassend sowohl aus

- Mischkristallhärtung und
- kritischer Spannung zum Schneiden der Ausscheidungen.

Auf der beobachteten Größenskala kann CMSX-4[®] als Kontinuum betrachtet werden. Komplexe Versetzungsprozesse treten auf einer Nanometerskala auf; unsere Versuche bewegen sich auf der Mikrometerskala. Als Effekt der Mikrostruktur sind auf der Skala unserer Experimente nur das hochplanare Gleitverhalten und eine außergewöhnlich hohe Reibspannung für eine fcc-Legierung feststellbar.

Elastische Anisotropie Dass bei zwölf, in kubisch-flächenzentrierten Materialien zur Verfügung stehenden Gleitsystemen das plastische Verformungsverhalten anisotrop ist, ist offensichtlich und führt letztendlich auf die Hauptfragestellung dieser Arbeit; die geometrische Kompatibilität dieser geringen Anzahl von Gleitsystemen an Korngrenzen. Neben dieser plastischen Anisotropie gibt es allerdings ebenfalls elastische Anisotropie. Webb [139] schlug als Maß für die elastische Anisotropie das Verhältnis der E-Moduli in [111] und [100]-Richtung vor. Zener [140] führte den geläufigeren Anisotropiefaktor A für kubische Kristallsysteme ein, der die elastische Anisotropie quantitativ beschreibt, wobei ein Anisotropiefaktor von 1 isotrop-elastisches Materialverhalten beschreibt.

$$A = \frac{W_{\text{ebb}}}{E_{[100]}} = \frac{E_{[111]}}{E_{[100]}} = \frac{Z_{\text{ener}}}{C_{11} - C_{12}} = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} \quad (4.3)$$

wobei C die (elastische) Steifigkeitsmatrix in Voigt-Notation [141] ist.

Rissspannungsfeld im elastisch-anisotropen Medium Um den Einfluss elastischer Anisotropie auf das Risspitzenspannungsfeld, das ja letztendlich die Versetzungsdichte-

	A_{Zener}	$A_{[111]/[100]}$	C_{11} <small>GPa</small>	C_{12} <small>GPa</small>	C_{44} <small>GPa</small>		Ref.
β -brass	8.71	7.27	119	102	74	bcc	[142]
W	1.00	1.00	532.5	205	163.1	bcc	[143]
Ni	2.51	2.23	246.5	147.3	124.7	fcc	[144]
Cu	2.82	2.56	171	122	69	fcc	[145]
γ -Fe (1.4301)	3.77	3.20	204.6	137.7	126.2	fcc	[146]
Al	1.21	1.19	112	66	27.9	fcc	[147]
Pt	1.58	1.54	347	251	76	fcc	[148]
CMSX-4[®]	3.25	2.85	246.6	168.6	126.7	$L1_2$	
Al ₃ Ti	8.54	7.11	126.5	107.7	80.3	$L1_2$	[149]
Sc ₃ Al	1.69	1.54	105.5	42.5	53.2	$L1_2$	[150]

Tabelle 4.1: Überblick über Anisotropiefaktoren und elastische Konstanten ausgewählter Materialien. Die in dieser Arbeit verwendet Materialien sind hervorgehoben. β -Messing gilt als dasjenige kubische Material mit der höchsten elastischen Anisotropie, Aluminium ist das fcc-Metall mit der geringsten elastischen Anisotropie

teilung in der plastischen Zone mitbestimmt, abschätzen zu können, betrachten wir zunächst einen Riss in einem elastisch isotropen Medium im ebenen Dehnungszustand. Irwin und Williams [151; 152; 153] fanden für den sogenannten Griffith-Riss, einen symmetrischen Riss der Länge $2a$ in einer infiniten Platte für die Schubspannung τ als Näherung nahe der Risspitze

$$\tau(r, \Theta) = \frac{K}{\sqrt{2\pi \cdot r}} f(\Theta) \quad (4.4)$$

wobei K den Spannungsintensitätsfaktor im Rissöffnungsmode I (Riss unter Normalspannung) oder II (Riss unter Schubbelastung) in Polarkoordinaten r, Θ beschreibt. Die Risspitze liegt bei $r = 0$, der Riss wird im Mode I in Richtung $\Theta = 90^\circ$ belastet. $f(\Theta)$ beschreibt eine Geometriefunktion, die vom Rissöffnungsmode abhängig ist.

Paris und Sih [154] konnten basierend auf den Arbeiten von Lekhnitzkii [155] für das Schubspannungsfeld vor einer Risspitze in einem elastisch-anisotropen, homogenen Medium unter Mode I/II - Mixed-Mode-Belastung im ebenen Dehnungszustand finden, dass

$$\tau(r, \Theta) = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi \cdot r}} \cdot \Re(f_1(\Theta)) + \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi \cdot r}} \cdot \Re(f_2(\Theta)) \quad (4.5)$$

mit

$$f_1(\Theta) = \frac{\mu_1 \mu_2}{\mu_1 - \mu_2} \cdot \left(\frac{1}{\sqrt{\cos\Theta + \mu_1 \sin\Theta}} - \frac{1}{\sqrt{\cos\Theta + \mu_2 \sin\Theta}} \right) \quad (4.6)$$

sowie

$$f_2(\Theta) = \frac{1}{\mu_1 - \mu_2} \cdot \left(\frac{\mu_1}{\sqrt{\cos\Theta + \mu_1 \sin\Theta}} - \frac{\mu_2}{\sqrt{\cos\Theta + \mu_2 \sin\Theta}} \right) \quad (4.7)$$

μ_i bezeichnet dabei im Fall kubischer Symmetrie die komplexen, paarweise konjugierten Nullstellen des Polynoms

$$C_{11}\mu^4 + (2C_{12} + C_{44})\mu^2 + C_{11} = 0 \quad (4.8)$$

mit den elastischen Konstanten C_{ij} in Voigt-Notation.

Für CMSX-4[®] ergeben sich mit den elastischen Konstanten aus Tabelle 4.1 μ_1 zu $0.1724 - 0.9850i$ und μ_2 zu $-0.1724 - 0.9850i$. Es sei angemerkt, dass im isotropen Fall $\mu = i$ gilt. Betrachtet man Gleichung 4.4-4.7 genauer, so stellt man für das Ligament $\Theta = 0$ fest, dass die Schubspannungsverteilung vor der Rissspitze im anisotrop-elastischen und im isotrop-elastischen Medium identisch ist, so dass in beiden Fällen die für die Versetzungsgleichgewichtsbedingung auf dem Gleitsystem vor einer Stadium-I-Rissspitze maßgebliche Schubspannungsverteilung gleich ist.

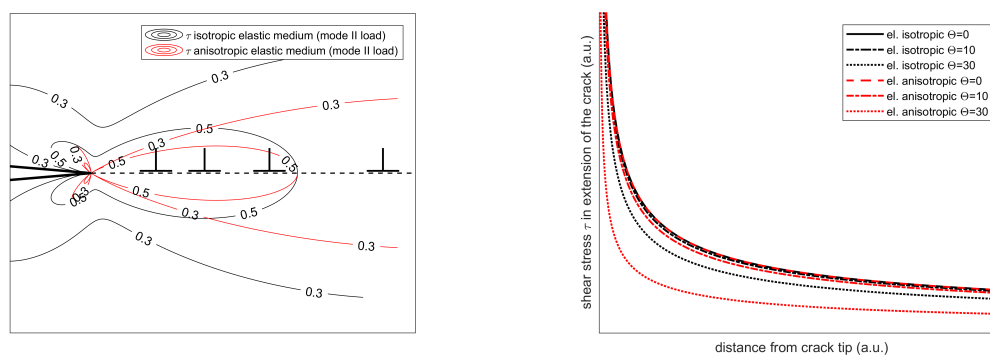


Abb. 4.11: Vergleich der Schubspannungsfelder vor einem Riss im elastisch-isotropen Medium (schwarz) gemäß Gleichung 4.4 und im elastisch-anisotropen Medium gemäß Gleichung 4.5 (CMSX-4[®],rot), rechts: zwei ausgewählte Spannungsniveaus; links: Gegenüberstellung des Verlaufs für verschiedene Θ -Winkel, man erkennt, dass erst bei hohen Abständen vom Ligament eine nennenswerte Abweichung zwischen beiden Verläufen vorliegt.

Abb. 4.11 zeigt einen direkten Vergleich der Riss Schubspannungsfelder auf dem Ligament und bei ausgewählten Θ -Winkeln, sowie einen direkten Vergleich zweier Schubspannungsniveaus für den elastisch-isotropen und den anisotropen Fall mit den elastischen Konstanten von CMSX-4[®] gemäß Gleichung 4.4-4.7 im ebenen Dehnungszustand. Man erkennt, dass die Unterschiede zwischen den Schubspannungsverläufen mit dem Abstand vom Ligament zunächst nur langsam zunehmen, so dass für einen Stadium-I-Riss innerhalb dieser Näherungslösung für reale Risse im dreidimensionalen Fall der Einfluss der elastischen Anisotropie vernachlässigbar ist.

In der nicht-referierten Veröffentlichung VII im Anhang zu dieser Arbeit wurden mittels DIC im REM das planare Dehnungsfeld vor einer Stadium-I-Rissspitze unter *in situ*-Zugbelastung gemessen. Die Zugrichtung lag unter 80° zum Riss. Damit ergibt sich für den Spannungsintensitätsfaktor in dieser Mixed-Mode-Belastung nach Sih et al. [156]

$$K_I = \sigma\sqrt{\pi a}\sin^2\rho K_{II} = \sigma\sqrt{\pi a}\sin\rho\cos\rho \quad (4.9)$$

Für σ_{11} und σ_{22} ergibt sich nach [154]

$$\begin{aligned}\sigma_{11}(r, \Theta) &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi \cdot r}} \cdot \Re(f_{11}^1(\Theta)) + \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi \cdot r}} \cdot \Re(f_{11}^2(\Theta)) \\ \sigma_{22}(r, \Theta) &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi \cdot r}} \cdot \Re(f_{22}^1(\Theta)) + \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi \cdot r}} \cdot \Re(f_{22}^2(\Theta))\end{aligned}\quad (4.10)$$

mit

$$\begin{aligned}f_{11}^1(\Theta) &= \frac{\mu_1\mu_2}{\mu_1 - \mu_2} \cdot \left(\frac{\mu_2}{\sqrt{\cos\Theta + \mu_2\sin\Theta}} - \frac{\mu_1}{\sqrt{\cos\Theta + \mu_1\sin\Theta}} \right) \\ f_{11}^2(\Theta) &= \frac{1}{\mu_1 - \mu_2} \cdot \left(\frac{\mu_2^2}{\sqrt{\cos\Theta + \mu_2\sin\Theta}} - \frac{\mu_1^2}{\sqrt{\cos\Theta + \mu_1\sin\Theta}} \right) \\ f_{22}^1(\Theta) &= \frac{1}{\mu_1 - \mu_2} \cdot \left(\frac{\mu_1}{\sqrt{\cos\Theta + \mu_2\sin\Theta}} - \frac{\mu_2}{\sqrt{\cos\Theta + \mu_1\sin\Theta}} \right) \\ f_{22}^2(\Theta) &= \frac{1}{\mu_1 - \mu_2} \cdot \left(\frac{1}{\sqrt{\cos\Theta + \mu_2\sin\Theta}} - \frac{1}{\sqrt{\cos\Theta + \mu_1\sin\Theta}} \right)\end{aligned}\quad (4.11)$$

CMSX-4[®] eignet sich aufgrund eines starken Materialkontrastes im Rückstreuelektro-nenbild hervorragend zur lokalen Verformungsmessung mittels DIC im REM. DIC-Messungen liefern jedoch nur diejenigen Komponenten des Verschiebungsfeldes, die in der Abbildungsebene liegen, so dass vom Dehnungstensor nur die Komponenten ϵ_{11} , ϵ_{22} und die Scherung ϵ_{12} zugänglich sind.

Im ebenen Spannungszustand, wie er üblicherweise an der freien Oberfläche der Probe vorliegt, gilt für die Tresca-Vergleichsspannung

$$\sigma_V^T = \sqrt{(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + 4\tau^2}\quad (4.12)$$

Mit dem Hooke'schen Gesetz

$$\sigma_{ij} = 2\mu\epsilon_{ij} + \lambda\text{tr}(\epsilon)\delta_{ij}\quad (4.13)$$

ergibt sich

$$\sigma_V^T = \sqrt{\left((2\mu\epsilon_{11} + \lambda(\epsilon_{11} + \epsilon_{22} + \epsilon_{33})) - (2\mu\epsilon_{22} + \lambda(\epsilon_{11} + \epsilon_{22} + \epsilon_{33})) \right)^2 + 4 \cdot (2\mu)^2 \epsilon_{12}^2 = \sqrt{(2\mu(\epsilon_{11} - \epsilon_{22}))^2 + 16\mu^2 \epsilon_{12}^2}}\quad (4.14)$$

Im Gegensatz zur von-Mises-Vergleichsspannung ist σ_V^T im ebenen Spannungszustand unabhängig von der durch DIC unzugänglichen Dehnungskomponente σ_{33} , während σ_{13} und σ_{23} im ebenen Spannungszustand null sind.

Abb. 4.12 zeigt deutlich, dass die im Rahmen von Veröffentlichung VII gemessenen Spannungsfelder gut mit jenen nach Gleichung 4.5-4.2.1 übereinstimmen, so dass auch hier von einer guten Übereinstimmung von Theorie und Experiment und in dessen Folge

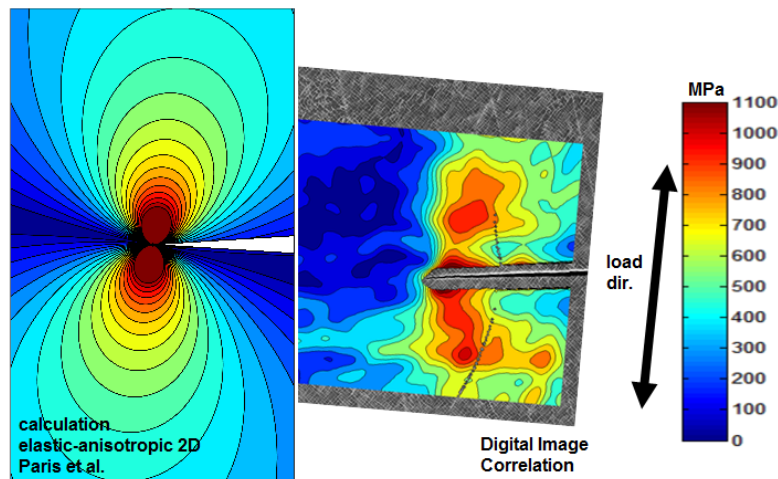


Abb. 4.12: Vergleich der nach [154; 156] berechneten Tresca-Vergleichsspannung für den generalisierten ebenen Spannungszustand im elastisch-anisotropen CMSX-4[®] und gemessenen Tresca-Vergleichsspannungsfeld mittels DIC aus Veröffentlichung VII

von Vernachlässigbarkeit der elastischen Anisotropie auf das Schubspannungsfeld auf dem Ligament ausgegangen werden kann.

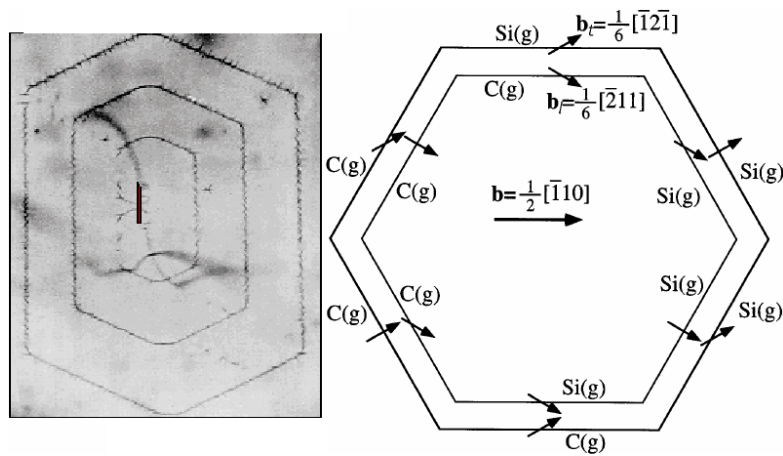


Abb. 4.13: TEM-Hellfeldabbildung einer Frank-Read-Quelle in Si [157] und Schema eines Versetzungsringes in SiC [158]. Die Versetzungen können ihre Energie minimieren, indem sie sich im Linienverlauf lokal am Kristallgitter ausrichten.

Versetzungen in elastisch-anisotropen Materialien Versetzungsringe formen sich in elastisch anisotropen Medien zu Polygonzügen, wie in Abb. 4.13 gezeigt. Allerdings dürfte für die Krümmung der Versetzungslinie in CMSX-4[®] die lokale Ausscheidungsstruktur maßgeblich sein vgl. Unterabschnitt 4.2.1, so dass eine Verzerrung der Versetzungsringe lediglich auf der lokalen Skala vorliegen sollte. Der Einfluss der Krümmung der Versetzungslinie auf die Anwendbarkeit der Modelle wird in Unterkapitel 4.2.2 diskutiert. In Veröffentlichung I bis III basiert die Messung der Versetzungsdichteverteilung $D(x)$ auf dem Spannungsgleichgewicht gemäß Gleichung 2.6 und 2.7. Trotz der elastischen

Anisotropie wurde in erster Näherung der Parameter

$$A = A_{isotrop} \stackrel{screw}{=} \frac{\mu b}{2\pi} \stackrel{edge}{=} \frac{\mu b}{2\pi(1-\nu)} \quad (4.15)$$

mit dem Schubmodul $\mu = 64$ GPa und der Querkontraktionszahl $\nu = 0,36$, den elastischen Konstanten für den isotropen Fall, gebildet. Duncan und Kuhlmann-Wilsdorf [159; 160] konnten als Erweiterung der Arbeit von Teutonico [161; 162] auf Basis der Grundlagenarbeit von Eshelby et al. [163] zeigen, dass allgemein für gerade Versetzungen (ungekrümmte Versetzungslinie) in elastisch anisotropen kubischen Materialien gilt:

$$A' = \frac{G'b}{2\pi} \quad (4.16)$$

und speziell für Schraubenversetzungen

$$G' \stackrel{screw}{=} \mu_{(111)[\bar{1}\bar{1}0]} \quad (4.17)$$

Für CMSX-4[®] ergibt sich hier ein leicht verminderter Wert von $G'_{screw} = 50,69$ GPa. Die Berechnung des sogenannten Energiefaktors G' ist für Stufenversetzungen in fcc-Materialien deutlich komplexer. Für Nickel, mit ähnlichem Anisotropiefaktor wie CMSX-4[®] ergaben sich in [160] $G'_{iso} = 113,8$ GPa und $G'_{Duncan} = 122,5$ GPa, also eine Erhöhung um 7,6 % verglichen zum isotropen Fall. Bei den von uns verwendeten Werten von μ und ν ergeben sich für Stufenversetzungen $G' = 100$ GPa, also ein leicht verminderter Wert.

Entsprechend Gleichung (2) und (3) aus Veröffentlichung II hat der Energiefaktor μ oder G' über den Vorfaktor A auch für das DFZ-Modell analog zum Tanaka-Modell (vgl. Gleichung (19) und (20) aus Veröffentlichung I) keinen direkten Einfluss auf die Berechnung von ΔK_m^c . Allerdings basiert aufgrund der besseren Messsicherheit die Bestimmung der DFZ-Länge e auf Messung der plastischen Risspitzenverschiebung $CTSD_{pl}$ im AFM über Gleichung (9) und (10) aus Veröffentlichung I. Ein Fehler von 7,6 % im Faktor A im Fall reiner Stufenversetzungen würde dann zu einer Überschätzung von ΔK_m^c um 7,1 % führen, während im Fall von Schraubenversetzungen eine Unterschätzung von 20,8 % in der DFZ-Länge vorläge. In allen untersuchten Proben lagen aber Versetzungen vom Mischtyp in der eindimensionalen Näherung für die Probenoberfläche vor, so dass sich der Fehler weitestgehend ausgleichen dürfte.

Wie in Veröffentlichung I - Tabelle 7 zusätzlich gezeigt, führt ein Fehler von 50 % in der Bestimmung der DFZ-Länge lediglich zu einem Fehler in der ΔK_m^c -Bestimmung im Bereich der Messunsicherheit, so dass insgesamt der Einfluss der Anisotropie auf den Energiefaktor mit hinreichender Sicherheit vernachlässigt werden kann.

Inkompatibilitätsspannungen an Korngrenzen Wird ein Polykristall elastisch verformt, so muss in Abwesenheit von Materialtrennungen, die Dehnung in allen Kristalliten gleich sein (Taylormodell). Im Falle rein elastisch isotropen Verhaltens ist dies der Fall. Sobald plastische Verformung einsetzt, kommt es durch Inkompatibilität der endlichen Anzahl

der zur Verfügung stehenden Gleitsysteme und (Ab-)Gleitrichtungen und der unterschiedlichen Kristallitorientierungen zu Dehnungsinhomogenitäten im Polykristall. Der Kristallitverbund verformt sich zunehmend so, dass Spannungscompatibilität gegeben ist; er strebt zu gleichen Spannungen im gesamten Polykristall (Reuss-Näherung).

Bei elastisch anisotropem Materialverhalten ist die Dehnungscompatibilität ebenfalls gefordert, solange keine plastische Verformung einsetzt. Dadurch kann es im Bereich von Korngrenzen zu Zusatzspannungen oder zu Spannungsverminderungen durch die elastische Inkompatibilität der Kristallite kommen. Dies führt unter anderem dazu, dass in elastisch anisotropen, polykristallinen Materialien plastische Verformung in der direkten Umgebung solcher Korngrenzen einsetzt, an denen Inkompatibilitätszusatzspannungen wirken.

CMSX-4[®] ist ein elastisch anisotropes Material, so dass das im DFZ-Modell geforderte elastisch-isotrope Materialverhalten nur bedingt angenommen werden kann. In Veröffentlichung III wurden vor allem solche Korngrenzen untersucht, bei denen der E-Modul der Kristallite in Zugrichtung ähnlich ist. In CMSX-4[®] treten durch das stängelkristalline Wachstum in $\langle 100 \rangle$ -Vorzugsrichtung vor allem solche Kristallite auf, bei denen die Zugrichtung der Proben nahe an der $\langle 100 \rangle$ -Richtung im Kristallsystem liegt, so dass hier nur geringe Anisotropiespannungen vermutet wurden.

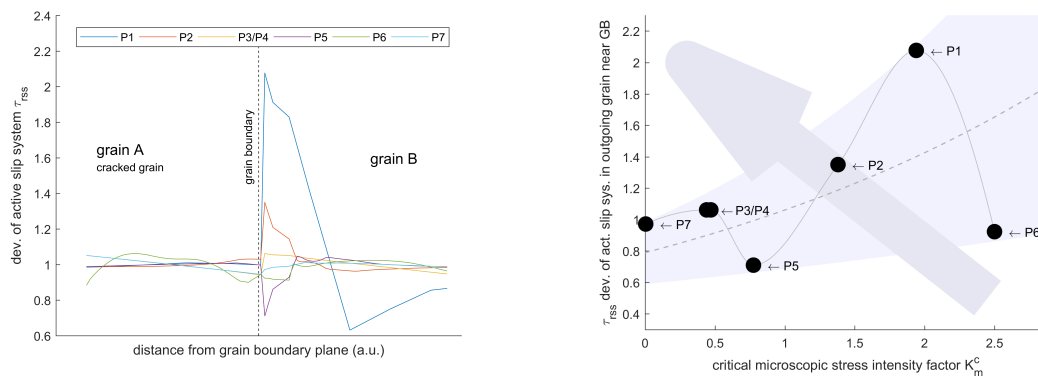


Abb. 4.14: Ergebnisse der elastisch-anisotropen FEM-Bikristall-Simulation der untersuchten Korngrenzen aus Veröffentlichung III, links: Verlauf der auf dem aktiven Gleitsystem wirkenden Schubspannung über die Korngrenze und den Wechsel des aktiven Gleitsystems hinweg; rechts: Gegenüberstellung von gemessenem Gleittransferwiderstand ΔK_m^c und Spannungsüberhöhung im Nachbarkorn, der erwartete Trend für die Annahme eines Gleittransfermechanismus durch Aktivierung von Versetzungsquellen im Nachbarkorn im Spannungsfeld von Versetzungsaufstau im Ausgangskorn und Inkompatibilitätsspannungen ist als unterlegter Pfeil eingezeichnet

Um diese Annahme zu überprüfen, wurden für die sechs Proben aus Veröffentlichung III FEM-Simulationen mit Abaqus/CAE durchgeführt. Hierfür wurde ein Bikristall einseitig eingespannt und mit einer Verschiebung beaufschlagt. Es wurden quadratische hexaedrische Elemente mit der jeweiligen aus EBSD bekannten Materialorientierung verwendet. Der Oberflächenspurwinkel der Korngrenze δ entsprach den Angaben der Veröffentlichung, der Tiefenkippwinkel η wurde nicht berücksichtigt, weil er nicht eindeutig bekannt war. Die elastischen Konstanten aus Tabelle 4.1 wurden genutzt. Die Simulationen erfolgten elastisch anisotrop. Die Ergebnisse der FEM-Simulation sind in

Abbildung 4.14 gezeigt.

Es zeigte sich, dass im Korn mit dem Anriss und dem Versetzungsaufstau in allen sechs Proben Inkompatibilitätsspannungen vernachlässigt werden konnten. Insoweit decken sich diese Ergebnisse mit den Annahmen zur Spannungsüberhöhungen auf Basis der E-Moduli. Abbildung 4.14 zeigt ebenfalls eine Gegenüberstellung des gemessenen ΔK_m^c mit der Spannungsüberhöhung im Nachbarkorn. Wäre die Aktivierung von Versetzungsquellen in dieser Spannungsüberhöhungszone der dominierende Gleittransferprozess, so müssten hohe Widerstände einhergehen mit kleinen Spannungsüberhöhungen bzw. mit Spannungsabsenkungen, während hohe Spannungsüberhöhungen zu kleinen Transferwiderständen führen sollten. Sofern man in Abb. 4.14 einen Trend erkennen kann, geht dieser wenn überhaupt in die andere Richtung, so dass man hier eher von statistischer Streuung ausgehen kann.

Ideal-plastisches Materialverhalten Verfestigung ist in Polykristallen ein Effekt der Korngröße, der Legierungszusammensetzung (Mischkristallhärtung, Ausscheidungshärtung) oder von Versetzungsschneiden, mit Bildung immobiler Versetzungssegmente, welche die Bewegung weiterer Versetzungen erschweren (Kaltverfestigung).

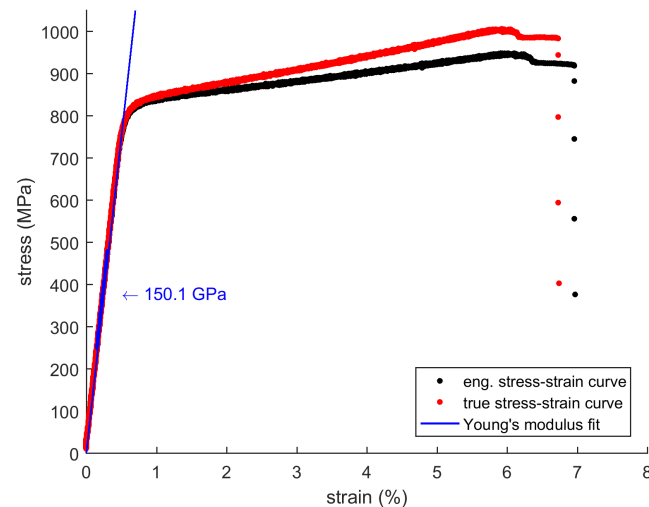


Abb. 4.15: Technisches und wahres Spannungs-Dehnungsdiagramm von CMSX-4[®] und Fitgerade im elastischen Bereich zur Bestimmung des E-Moduls

Abb. 4.15 zeigt ein Spannungs-Dehnungsdiagramm von polykristallinem CMSX-4[®]. Der niedrige Verfestigungsexponent weist in diesen grobkörnigen Quasi-Einkristallen auf planares Gleiten auf wenigen Gleitsystemen hin, so dass Versetzungsschneiden und die damit verbundene Kaltverfestigung erst bei höheren Dehnungen einsetzt. Kaltverfestigung, insb. das Versetzungsschneiden, würde aber zur Erhöhung der effektiv wirkenden Reibspannung für die Versetzungsbewegung τ_f auf einem Gleitsystem führen. Da das Schneiden von Versetzungen immer Aktivität auf mehreren Gleitsystemen voraussetzt und Plastizität bei der Ermüdung mit einem Lastniveau im oberen elastischen Bereich in den Versuchen an CMSX-4[®] lediglich hochlokal an der FIB-Kerbe bzw. der Risspitze

ze auftritt, können wir in guter Näherung von ideal-plastischem Materialverhalten mit $\tau_f = \text{const.}$ auf den untersuchten, aktiven Gleitsystemen ausgehen.

4.2.2 Einflüsse der Abweichung von 1D-Modell- und 3D-Experimentgeometrie

Eine der Herausforderungen der Anwendung eindimensionaler Modelle auf dreidimensionale Probleme liegt in der Übertragung der dreidimensionalen Messdaten in die Modelle. In den durchgeführten Versuchen können wir in grober Näherung von einer Rotations-symmetrie des Problems ausgehen, da sich bis zum Einsetzen des Gleittransfers Ver-setzungen nahezu nur auf der Gleitebene des Risses selbst bewegen. Weiterhin wird der Riss und seine plastische Zone für einen oberen Grenzwert von ΔK_m^c als rotations-symmetrisch um die Rissmitte angenommen, es wird also nur jene Seite des Risses betrachtet, die auf die einseitige Korngrenze zuwächst, während für einen unteren Grenzwert von ΔK_m^c über beide Risseiten, also die Seite mit Begrenzung der plastischen Zone durch die Korngrenze und ohne Begrenzung derselben, gemittelt wird. Dies wird im Detail in Veröffentlichung III diskutiert (s. hierzu insbesondere Veröffentlichung III - Fig. 7). Hieraus resultiert unter anderem die Messunsicherheit in ΔK_m^c .

4.2.3 Alternative Ansätze zur Ermittlung der Versetzungsdichteverteilung

Die Versetzungsdichteverteilung $D(x)$ kann experimentell über folgende Methoden er-mittelt werden:

- EBSD, insb. mittels HR-EBSD
- μ -Laue-Röntgendiffraktometrie
- AFM-Gleitlinienvermessung

Hierbei muss jedoch berücksichtigt werden, dass die Winkelauflösung von klassischem EBSD nicht ausreicht, um die Versetzungsdichteverteilung mit der geforderten Genauig-keit abzubilden. HR-EBSD liefert zwar die notwendige Winkelauflösung, ist jedoch nahe der Korngrenze stark anfällig für Messfehler unter anderem aufgrund einer präparations-bedingten Oberflächenstufe an der Korngrenze, die nicht gänzlich vermeidbar ist. Außer-dem steigt mit der Schrittweite der Messung bei gleicher Versetzungsdichte der zu mes-sende Winkel bei gleicher Winkelauflösung (d.h. höheres Signal-Rausch-Verhältnis). Mit steigender Schrittweite sinkt aber auch die laterale Auflösung. Für eine genaue Bestim-mung der Versetzungsdichteverteilung ist jedoch sowohl eine höchste Winkelauflösung, als auch eine hohe laterale Auflösung unabdingbar. μ -Laue-Röntgendiffraktometrie zeigt als höchst winkelgenaue Methode zwar mit einer Spotgröße von wenigen hundert Na-nometern auf den ersten Blick eine gute laterale Auflösung, jedoch ist die Auflösung in Tiefenrichtung aufgrund der hohen Eindringtiefe der Röntgenstrahlung schlecht, so dass hier die laterale Auflösung nicht ausreichend ist. Die AFM-Gleitlinienvermessung ohne

das Anpassen eines Modells für die Versetzungsdichteverteilung, auch aufgrund der oben beschriebenen, präparationsbedingten Oberflächenstufe an der Korngrenze, nahe derselben, fehlt es an ausreichender lateraler Auflösung bei gleichzeitig nicht ausreichender Auflösung der Versetzungsdichte (Gleitlinienhöhe) aufgrund der ebenfalls präparationsbedingten Reustraughigkeit der metallischen Oberfläche der Probe.

Die Ermittlung der Versetzungsdichteverteilung $D(x)$ über Simulationen ist ebenfalls nur sehr begrenzt möglich:

- Das notwendige, zu untersuchende Volumen ist für MD-Simulationen, selbst mit Erweiterungen wie QC, CAC oder CADD-Simulationen, bei der heutigen Rechnerleistung zu groß.
- DDD-Simulationen sind bislang auf isotropes Materialverhalten beschränkt. In diesem Fall sind die analytischen Modelle durch die begrenzte Möglichkeit Anisotropieeffekte mitzubedenken überlegen.
- Risse sind in DDD-Simulationen nur sehr schwer zu implementieren, so dass die Anzahl der Arbeiten zu diesem Thema sehr begrenzt ist. Entsprechende Arbeiten insbesondere zum Stadium-I-Risswachstum in der 3D-DDD-Simulation stammen beispielsweise von Déprés et al. [164; 165; 166].

Die Anwendung der eindimensionalen, analytischen Modelle für die Versetzungsdichteverteilung in der plastischen Zone vor einer Risspitze liefert somit aktuell die beste und praktikabelste Übereinstimmung zwischen realem Riss und Berechnung.

4.2.4 Abschließende Bewertung der Messung von ΔK_m^c

Auch wenn CMSX-4[®] auf den ersten Blick aufgrund seiner komplexen Mikrostruktur und der elastischen Anisotropie ungeeignet scheint, die eindimensionalen Modelle für die Versetzungsdichteverteilung auf reale Stadium-I-Risse anzuwenden, so zeigte Veröffentlichung II deutlich, dass der in unseren Versuchen gemessene kritische mikroskopische Spannungsintensitätsfaktor der untersuchten Korngrenzen ΔK_m^c geeignet ist, den Retardationseffekt der Korngrenze, der direkt aus dem Gleittransferwiderstand resultiert, zu beschreiben. Obwohl der in Abb. 4.16 deutlich ersichtliche lineare Zusammenhang zwischen Retardationseffekt und ΔK_m^c überrascht, so validiert doch der monotone funktionale Zusammenhang die Anwendbarkeit des Modells der versetzungsfreien Zone zur Quantifizierung der Durchbruchspannung und dadurch des eigentlichen Gleittransferwiderstandes einer Korngrenze auf das Material CMSX-4[®] und unser Experiment.

4.3 Geometrie-konzepte

Guo et al. [77] zeigten durch HR-EBSD an cp-Ti, dass ein hoher Schmidfaktor und eine hohe Gleitsystemkompatibilität zu Gleittransfer führten, während Gleitsysteminkompatibilität immer zur Blockade führte.

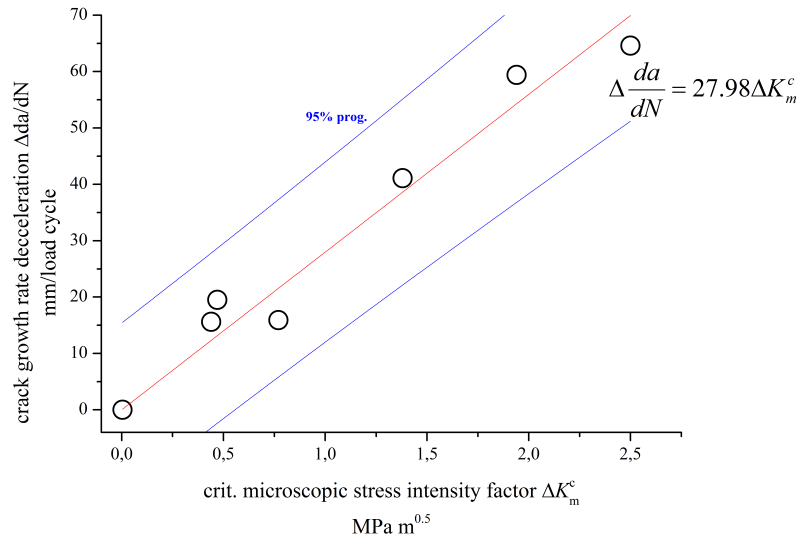


Abb. 4.16: Gegenüberstellung der gemessenen ΔK_m^c mit dem relativen, prozentualen Abfall der Risswachstumsgeschwindigkeit $\Delta \frac{da}{dN}$ aus Veröffentlichung II[167]

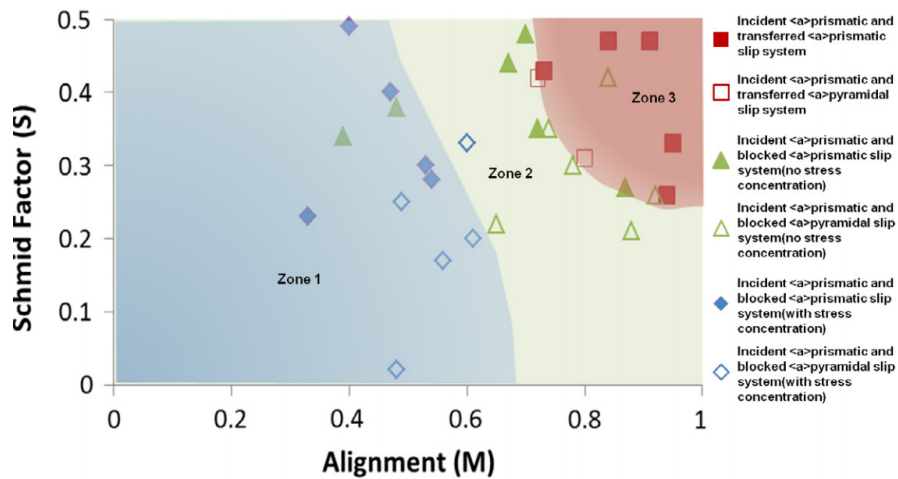


Abb. 4.17: Schmidfaktor des aktiven Gleitsystems vs. Transferfaktor nach Werner & Prantl: Es zeigt sich, dass ein hoher Schmidfaktor mit guter Gleitsystemausrichtung/-kompatibilität (Zone 3) zu Gleittransfer führt, während eine geringe Gleitaktivität, also ein geringer Schmidfaktor und eine schlechte Gleitsystemkompatibilität zu Gleitblockade (Zone 1) führen [77]

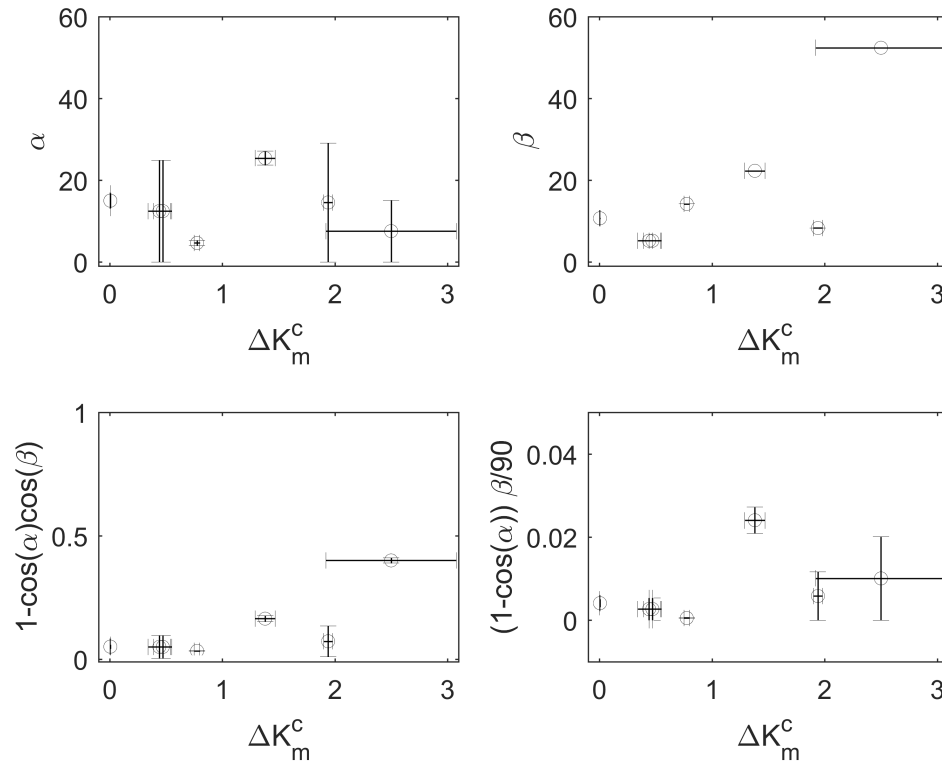


Abb. 4.18: Gegenüberstellung der Winkel der Gleitsystemkopplung α und β mit dem in Veröffentlichung II gemessenen Gleittransferwiderständen der Korngrenzen ΔK_m^c sowie der Widerstandsparameter aus Veröffentlichung II ($1 - \cos\alpha\cos\beta$) und aus Veröffentlichung V ($(1 - \cos\alpha)^{\frac{\beta}{90}}$), Rissinitiiierung an Korngrenzen: Während der Verlauf von β gegen den Gleittransferwiderstand einen nahezu monotonen Verlauf hat, ist dies bei α nur bedingt der Fall; aus der Gegenüberstellung von ΔK_m^c aus Veröffentlichung II ($(1 - \cos\alpha)^{\frac{\beta}{90}}$) aus Veröffentlichung V ist ersichtlich, dass sich der Rissinitiiierungsansatz nur bedingt eignet, um den geometrischen Gleittransferparameter zu validieren

In dieser Arbeit wurde gezeigt (Veröffentlichung III), dass eine worst-case-Abschätzung für den Winkel α als Winkel zwischen den Gleitebenen auf der Korngrenzebene nicht ausreichend ist, um den Gleittransferwiderstand einer Korngrenze zu bestimmen. Die große Streuung in Abb. 4.17 aus [77] kann dadurch erklärt werden.

Veröffentlichung III zeigt weiterhin, dass auf Basis der aktuellen Datenlage, als Resultat der sehr aufwendigen Versuchsführung, einzig das Geometrie-Konzept nach Shen et al. [20] einen in Näherung monotonen Zusammenhang zwischen dem kritischen mikroskopischen Spannungsintensitätsfaktor ΔK_m^c und dem Korngrenzenwiderstandsparameter liefert.

Aus Abb. 4.18 ist ersichtlich, dass der Zusammenhang zwischen dem Korngrenzenwiderstandsparameter und β , dem von der Korngrenze aufzunehmendem Restburgersvektor b_R einem monotonen funktionalen Zusammenhang folgt, während ein funktionaler Zusammenhang zu α gering zu sein scheint und starker Messunsicherheit unterliegt, was nicht zuletzt auch auf die experimentellen Herausforderungen bei der Bestimmung von α zurückzuführen sein dürfte. Dennoch war in allen Fällen, in denen Gleittransfer auftrat, α vergleichsweise niedrig, auch wenn der Winkel zwischen den Gleitebenen selbst

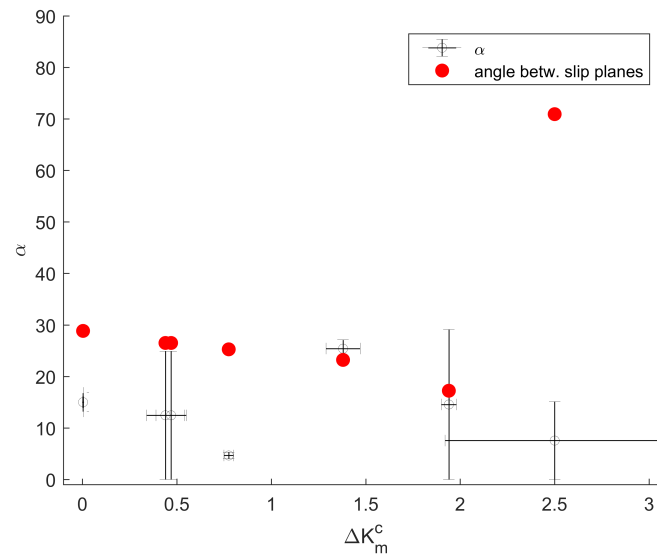


Abb. 4.19: Vergleich von α und dem Winkel zwischen den Gleitebenen entsprechend der Näherung von Werner und Prantl [21]

in einigen Fällen groß war (vgl. Abb. 4.19), so dass festgestellt werden kann, dass ein niedriger Winkel zwischen den Gleitebenen auf der Korngrenzebene eine notwendige Bedingung für den Gleittransfer ist.

4.4 Rissinitiierungsvalidierungsansatz

Abb. 4.18 zeigt eine Gegenüberstellung der Ergebnisse aus Veröffentlichung III (Quantifizierung des Gleittransferwiderstandes von Versetzungen) und Veröffentlichung V (Rissinitiierung an Korngrenzen durch geblockten Gleittransfer).

Es zeigt sich, wie bereits im vorhergegangenen Unterkapitel 4.3 beschrieben, dass der kritische mikroskopische Spannungsintensitätsfaktor ΔK_m^c als Maß für die Durchbruchspannung der Korngrenze τ^* einen deutlichen monotonen, funktionalen Zusammenhang zum Parameter nach [20; 40] „ $1 - \cos(\alpha)\cos(\beta)$ “ zu haben scheint. Dahingegen zeigt der im Rahmen der Rissinitiierungsversuche an grobkörnigem Aluminium gefundene angepasste Parameter „ $1 - \cos(\alpha)\frac{\beta}{90}$ “ keinen eindeutig monotonen Zusammenhang. Eine wahrscheinliche Erklärung hierfür ist, dass im Falle der Rissinitiierung durch Gleitblockade Versetzungsstrukturen mit der Korngrenze wechselwirken und, verglichen mit Einzelversetzungen, für diese Versetzungsstrukturen der Einfluss der Gleitrichtungsinkompatibilität β und des in der Korngrenze verbleibenden Restburgersvektors b_R dominanter ist. Dies deckt sich mit den Beobachtungen von Zhang et al. für die Wechselwirkung von persistenten Gleitbändern mit Korngrenzen [110; 168]. Daraus resultiert ebenfalls, dass der kritische mikroskopische Spannungsintensitätsfaktor ΔK_m^c als Parameter zur Beschreibung des Gleittransfers für Versetzungsstrukturen nur bedingt geeignet ist, auch wenn die Fragestellungen in erster Näherung gut übereinstimmende Ergebnisse zeigen.

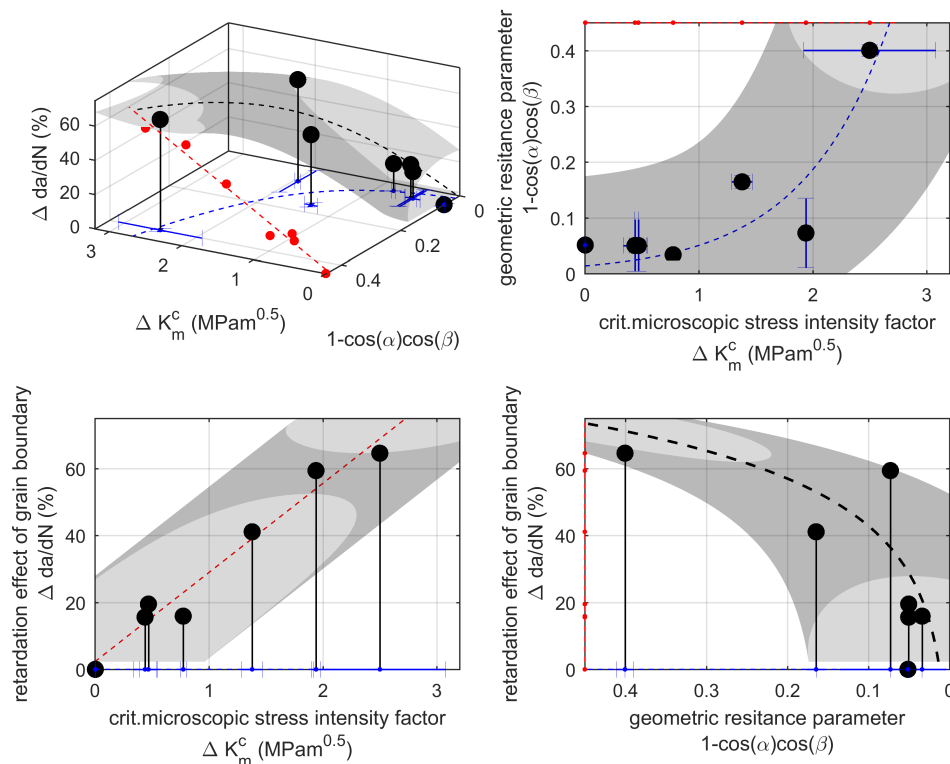


Abb. 4.20: Gegenüberstellung der gemessenen Werte für den kritischen mikroskopischen Spannungsintensitätsfaktor ΔK_m^c , des Retardationseffektes der Korngrenze als relativem Abfall der Risswachstumsgeschwindigkeit $\Delta \frac{da}{dN}$ und dem geometrischen Korngrenzenwiderstandsparameter „ $1 - \cos\alpha\cos\beta$ “ als 3D-Plot mit den jeweiligen Projektionen

4.5 Abschließende Wertung

Im Rahmen anspruchsvoller und langwieriger experimenteller Untersuchungen konnte, trotz hoher Ausschussquote, gezeigt werden, dass der von uns angepasste geometrische Korngrenzenwiderstandsparameter „ $1 - \cos(\alpha)\cos(\beta)$ “ den Versetzungstransferwiderstand an Korngrenzen in guter Übereinstimmung qualitativ und im Rahmen der verbleibenden Messunsicherheit mit nahezu proportionalem Zusammenhang auch quantitativ beschreibt (s. Abb. 4.16, Abb. 4.20).

Obwohl das verwendete Material, die Nickelbasissuperlegierung CMSX-4[®], auf den ersten Blick aufgrund zu starker Diskrepanzen zwischen Modellannahmen und Materialeigenschaften hierfür ungeeignet erscheint, konnte durch gezielte Auswahl von untersuchten Kornorientierungen und Erweiterung der zu Beginn der Arbeit zur Verfügung stehenden Methoden sowie einer neuen Auswahl der verwendeten analytischen Modelle erreicht werden, dass valide Ergebnisse möglich wurden. Die hohe elastische Anisotropie des Materials und die komplexe Mikrostruktur, die diese Experimente jedoch erst möglich machten, zeigten sich als deutlich weniger kritisch als zunächst zu vermuten war. Es verbleiben dennoch die Herausforderungen der analytischen Modelle, auf deren Basis die vorgestellten Berechnungen durchgeführt wurden. Aufgrund der hohen mathe-

matischen Komplexität der Problemstellung, stehen uns nur einfache eindimensionale Modelle zur Verfügung, um ein dreidimensionales Problem zu beschreiben. Durch gezielte Anpassung der Untersuchungen an die Annahmen dieser Modelle (symmetrische Risse, Stadium-I-Riss) konnten hier weitestgehend ein durch einen gänzlich anderen Ansatz, der Untersuchung des Gleittransferwiderstandes im Rahmen der Gleitblockade bei Ermüdung, in guter Näherung validierbare Ergebnisse gefunden werden, auch wenn im Detail Abweichungen aufgrund der unterschiedlichen, zugrundeliegenden experimentellen Fragestellung auftraten.

5 Zusammenfassung und Ausblick

Die Leitfrage dieser Arbeit war, inwieweit die vorhandenen Konzepte, das Energie-, das Geometrie- und das Spannungskonzept für den Korngrenzenwiderstand gegen Versetzungstransfer zu einem gemeinsamen, geschlossenen Konzept zusammengeführt werden können und ob es möglich ist, aus Kenntnis der geometrischen Beziehungen der Korngrenze einen experimentell überprüften Gleittransferwiderstand zu quantifizieren. Hierzu konnte unter anderem gezeigt werden, dass:

- wesentliche Aussagen des Energiekonzeptes mit dem Geometriekonzept übereinstimmen,
- eine *experimentelle Quantifizierung des Korngrenzenwiderstandes gegen Versetzungstransfer* möglich ist,
- das auch auf Basis des DFZ-Modells in analoger Anwendung des Tanaka-Modells ein kritischer mikroskopischer Spannungsintensitätsfaktor ΔK_m^c bestimmt werden kann,
- basierend auf dem Spannungskonzept der *kritische mikroskopische Spannungsintensitätsfaktor* ΔK_m^c die sich im Rahmen des Modells kontinuierlich verteilter Versetzungen in der Versetzungsdichteverteilung $D(x)$ einstellende Singularität an der Korngrenze beschreibt, was durch den linearen Zusammenhang zwischen relativem Abfall der Risswachstumsgeschwindigkeit im Fall der Gleittransferblockade und ΔK_m^c bestätigt wurde (*Retardationseffekt* der Korngrenze für das Risswachstum),
- *Spannungs- und Geometriekonzept zu einem geschlossenen Konzept experimentell zusammenführbar* sind, indem unter *vollständiger Kenntnis der dreidimensionalen Korngrenzengeometrie* sowie der Kenntnis der Orientierung der benachbarten Kristallite der Gleittransferwiderstand vorhersagbar wird und
- unter den untersuchten Gleittransferwiderstandsparametern allein der Parameter „ $1 - \cos(\alpha)\cos(\beta)$ “ geeignet ist den Gleittransferwiderstand vorherzusagen.

Im Rahmen dieser Arbeit konnte zusätzlich gezeigt werden, dass

- das Modell der versetzungsfreien Zone (DFZ-Modell) die plastische Rissverschiebung $CTSD_{pl}$ und damit die Versetzungsdichteverteilung $D(x)$ vor einer Stadium-I-Risspitze in CMSX-4 in sehr guter Näherung beschreibt,
- mit einem verfeinerten geometrischen Ansatz die Ermüdungsrissinitiierung durch Gleitblockade an Korngrenzen vorhersagbar wird,

- Ermüdungsrisssinitiierung an Kerben in Mikroproben möglich ist und deren Risswachstumsverhalten durch Spannungsgradienten stark beeinflusst wird.

Die Ermüdungsrisssinitiierung an Kerben in einkristallinen CMSX-4-Mikroproben und die Untersuchung des Risswachstumsverhaltens unter zyklischer, weggeregelter *in situ*-Belastung wurde im Rahmen von Veröffentlichung VI gezeigt. Es zeigte sich, dass Stadium-I-Risswachstum nur solange möglich ist, bis aufgrund des hohen Spannungsgradienten in Mikroproben die Rückspannung des Versetzungsaufstaus an der neutralen Faser des Biegebalkens eine Änderung der Risswachstumsrichtung hervorruft. Dieser Rückspannungseffekt konnte in den Kraft-Weg-Hysteresen während der Ermüdung als sich abwechselnd verstärkender und bei Änderung der Risswachstumsrichtung abschwächender Bauschingereffekt beobachtet werden. Gleichzeitig ging mit Auftreten des Rückspannungseffektes eine Verlangsamung des Risswachstums einher, welche sich nach erfolgter Wachstumsrichtungsänderung wieder beschleunigte.

Entsprechende Versuche auf der Mikroskala machen Effekte erst untersuchbar, die auf der Makroskala nicht zugänglich sind. Während das Oberflächen-zu-Volumen-Verhältnis einer entsprechenden Mikrobiegeprobe noch einer Untersuchung im Vollmaterial entspricht, werden begleitende DDD-Simulationen und MD-Simulationen auf dieser Größenskala möglich. Es können Bikristalle unter umfassender bzw. leicht zugänglicher Kenntnis der vollständigen, dreidimensionalen Orientierungsdaten untersucht werden und aus FEM-Simulationen oder DIC werden Inkompatibilitätsspannungen aufgrund elastischer Anisotropie sowie Spannungsgradienten aufgrund der hohen Dehnungsgradienten zugänglich. Diese Untersuchungen liefern die Möglichkeit in die Fragestellung bzw. die Problemstellung hineinzuzoomen sowie experimentelle Unsicherheiten von Makroversuchen und daraus resultierende Annahmen sprichwörtlich wegzuschneiden.

Veröffentlichung VI diene als Machbarkeitsstudie. In zukünftigen Arbeiten sollen die in dieser Arbeit gefundenen Ergebnisse durch Ermüdungsversuche an Mikrobiegeproben aus CMSX-4 überprüft werden. Weiterhin soll untersucht werden, ob und inwieweit Spannungsgradienten im Bereich der plastischen Zone das Gleittransferverhalten beeinflussen. Hierzu sollen besonders solche Korngrenzen untersucht werden, in deren Umgebung hohe Inkompatibilitätsspannungen auftreten. Dies soll mittels DIC gemessen und mittels FEM-Simulation überprüft werden. Gleichzeitig soll die Auswertung der Dichteverteilung geometrisch notwendiger Versetzungen im Rahmen von 3D-EBSD über die Auswertung der dreidimensionalen Orientierungsgradienten erfolgen. Inwieweit Ergebnisse von der Mikroskala auf die Makroskala übertragbar sind, soll durch Messung der verfügbaren Disclinationdichten erfolgen, die ein Hinweis dafür sind, ob Korngrenzen in Mikroproben im Gegensatz zum Vollmaterial teilweise oder vollständig als Senken für Versetzungen fungieren.

Zur Frage des Einflusses elastischer Anisotropie auf das Risssinitiierungsverhalten an Korngrenzen wird eine Serienschneittomographie und eine 3D-EBSD-Rekonstruktion einer vollständigen, grobkorngeglühten Makrozugprobe mit anschließender FEM-Simulation erfolgen. Zentrale Frage wird hier sein, inwieweit einfache, analytische Bikristall-

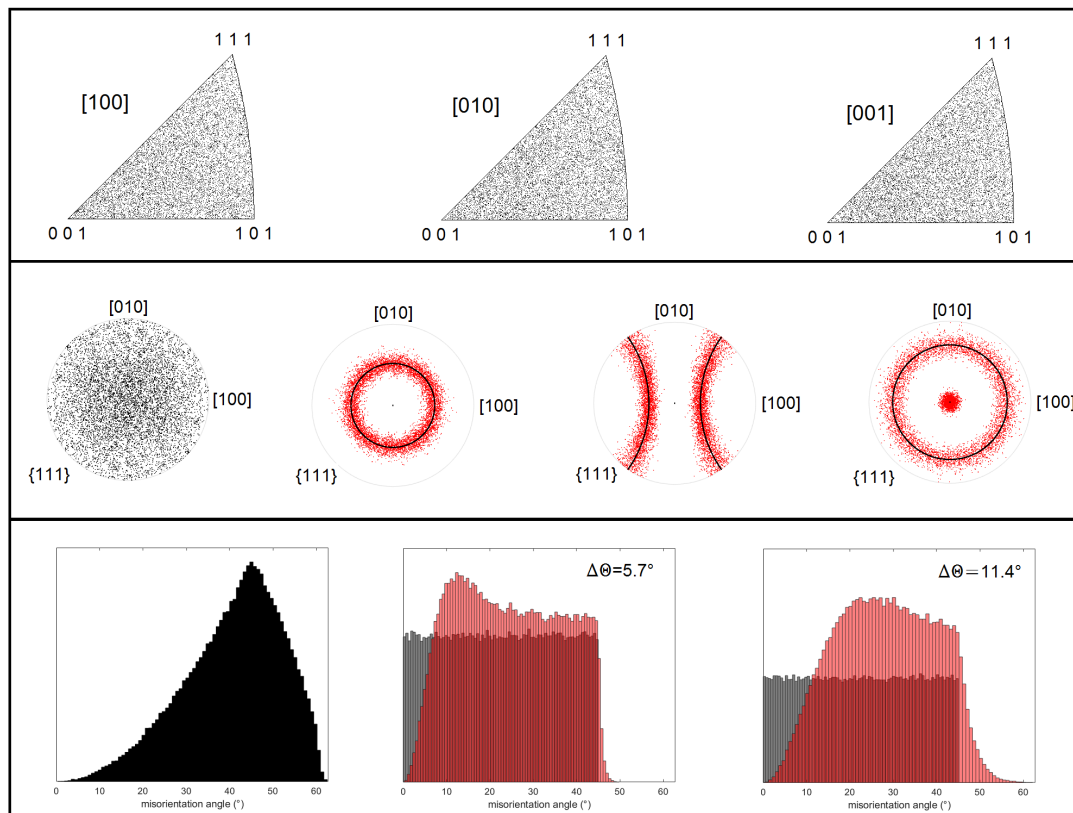


Abb. 5.1: Polfiguren und Misorientierungsverteilungen von mit einem selbst geschriebenen MATLAB-Tool generierten Bikristalldatensätzen: Die obere Reihe zeigt die inversen Polfiguren von zufällig verteilten Orientierungen, die zugehörige Polfigur befindet sich in der mittleren Reihe links und die zugehörige Misorientierungsverteilung befindet sich in der unteren Reihe links (Mackenzie-Plot); die verbleibenden drei $\{111\}$ -Polfiguren zeigen Fasertexturen mit Faserrichtung $[001]$, $[100]$ und $[111]$, wobei die schwarzen Datenpunkte die reine Fasertextur und die roten Datenpunkte die Textur mit einem Orientierungsrauschen von $\Delta\Theta$ von $5,7^\circ$ zeigen; die zugehörigen Misorientierungswinkelverteilungen der Korngrenzen finden sich in der unteren Reihe für ein $\Delta\Theta$ von $5,7^\circ$ und ein $\Delta\Theta$ von $11,4^\circ$

modelle für den Spannungszustand an Korngrenzen in elastisch anisotropen Materialien geeignet sind, den komplexen Spannungszustand an den Korngrenzen eines realen Gefüges zu beschreiben.

Die Überprüfung der Ergebnisse dieser Arbeit an einem zweiten Material, das Stadium-I-Ermüdungsrisswachstum im gleichen Ausmaß wie CMSX-4 zeigt, ist geplant, bislang jedoch noch nicht erfolgt. Eine binäre ausscheidungsgehärtete Aluminium-Lithium-Legierung zeigt im Gegensatz zu CMSX-4 eine über eine geeignete Wärmebehandlung einstellbare Korngröße und ein globulares Gefüge, was die Informationen über die Lage der Korngrenzebene deutlich leichter zugänglich macht.

Das Fernziel dieser Arbeit ist es, einen Beitrag zum Verständnis des Einflusses der Gleitsysteminkompatibilität an Korngrenzen auf das plastische Verformungsverhalten insbesondere in Hinblick auf die Ermüdungsfestigkeit zu leisten. In einem weiteren Schritt, soll untersucht werden, inwieweit der aus Rissinitiierungsversuchen angepasste Korngrenzenwiderstandsparameter die Ermüdungsfestigkeit ausgewählter Texturen (Kornorientierung und Misorientierungswinkel der Korngrenze) beeinflusst. Hierzu wurde mit MAT-

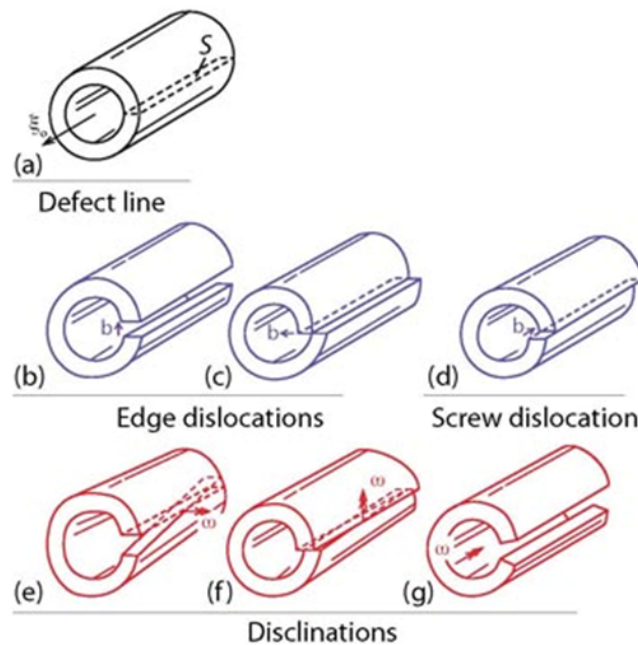
LAB ein Code generiert, der in großer Zahl Bikristallkopplungen von Orientierungsdaten und Korngrenzenlagen erstellt, deren Orientierungs- und geometrischen Beziehungen in Übereinstimmung mit ausgewählten Texturen stehen (z.B. texturfrei, Cube-, Goss-, Fasertexturen, s. Abb. 5.1)

Die Ergebnisse dieser Textursimulationen sollen in naher Zukunft ausgeweitet und experimentell durch Wöhlerversuche an ausgewählten Texturen überprüft werden, damit es möglich wird, durch eine gezielte Optimierung der Mikrostruktur bzw. der Textur im Rahmen eines Grain Boundary Engineerings zukünftig das Gleitverhalten von Werkstoffen in Bauteilen hinsichtlich Ermüdungsfestigkeit zu optimieren.

Anhang

Disclinations und Bestimmung der Disclinationdichte mittels EBSD

Volterra [169] führte neben den Grundtypen der Versetzungen, Stufen- und Schraubenversetzungen, deren Verschiebungsfeld durch den Burgersvektor charakterisiert ist, noch drei Rotationsdefekte ein, die sogenannten Disclinations (von lat. *clinare* ‚beugen‘, also Verbiegungen), deren Rotation analog zum Burgersvektor durch den Frankvektor ω beschrieben wird. Steht der Frankvektor senkrecht auf dem Linienvektor spricht man von einer ‚twist disclination‘, steht er parallel zum Linienvektor der Disclination spricht man von einer ‚wedge disclination‘, s. Abbildung unten. Die Disclinationstheorie finden überwiegend Anwendung im Bereich der Flüssigkristalle [170] und der Deformationsmechanismen nanokristalliner Materialien [121; 122].



Versetzungen (Dislocations) und Disclinations nach Volterra [1]

Beausir et al. [123; 1] führten eine Methode ein, um mittels klassischer Elektronenrückstreubeugung (Electron Backscatter Diffraction) (EBSD) drei Komponenten des Disclinationstensors β^D messen zu können. Das Vorgehen ist ähnlich der Bestimmung der Versetzungsdichte nach dem Nye-Tensoransatz α^D mittels EBSD wie von Pantleon beschrieben [171; 172].

In der Kontinuumsmechanik kann die lokale Verformung eines Körpers durch den Deformationsgradienten \mathbf{F} beschrieben werden. Der Deformationsgradient als Tensor 2. Stufe bildet die Momentankonfiguration \mathbf{x} auf die Ausgangskonfiguration \mathbf{X} ab.

$$d\mathbf{x} = \mathbf{F} \cdot d\mathbf{X} \quad (0.1)$$

Der Deformationsgradient kann über eine Polarzerlegung in eine reine Streckung \mathbf{U} und

eine reine Rotation \mathbf{R} zerlegt werden.

$$\mathbf{F} = \mathbf{R} \cdot \mathbf{U} \quad (0.2)$$

Bei kleinen Deformationen kann durch geometrische Linearisierung der Verschiebungsgradient \mathbf{H} aus dem Verschiebungsfeld des Körpers \mathbf{u} bestimmt werden. Die Zerlegung erfolgt dann additiv in den symmetrischen Dehnungstensor ϵ und einen schiefsymmetrischen Rotationstensor ω^R .

$$\mathbf{H} = \text{grad}(\mathbf{u}) = \mathbf{F} - \mathbf{I} = \epsilon + \omega^R \quad (0.3)$$

Nach Kröner [173], Arsenlis und Parks [174] und Pantleon [172] verschwindet die Rotation des Verschiebungsgradientfeldes, aufgrund der Kompatibilitätsbedingung der Verschiebung für den untersuchten Volumenbereich in Abwesenheit von Materialtrennungen. Der Verschiebungsgradient kann wie oben gezeigt in ein Rotationsfeld und ein Dehnungsfeld zerlegt werden, wobei letzteres nochmal in einen elastischen Dehnungstensor ϵ^{el} und einen plastischen Gleittensor γ aufgeteilt werden kann [115].

$$\text{rot}(\mathbf{H}) = \text{rot}(\epsilon^{el} + \omega^R + \gamma) = 0 \quad (0.4)$$

$$\mathbf{e}_{pjk} H_{ik,j} = \mathbf{e}_{pjk} \gamma_{ik,j} + \mathbf{e}_{pjk} \omega_{ik,j}^R + \mathbf{e}_{pjk} \epsilon_{ik,j}^{el} = 0_{pi} \quad (0.5)$$

EBSD dient der Messung von Kristallorientierungen. Diese werden nach Bunge [175] in Form von 3 Eulerwinkeln ϕ_1, Φ, ϕ_2 angegeben, die nach der (z, x', z'') -Konvention das Laborsystem ins Kristallsystem überführen. Für die Rotation des Kristallsystems ins Laborsystem lautet die Rotationsmatrix als transponierte Matrix der Rotationsmatrix in Bungenotation:

$$\mathbf{R}^T = \begin{pmatrix} \cos \phi_1 \cos \phi_2 - \sin \phi_1 \cos \Phi \sin \phi_3 & -\cos \phi_1 \sin \phi_2 - \sin \phi_1 \cos \Phi \cos \phi_3 & \sin \phi_1 \sin \Phi \\ \sin \phi_1 \cos \phi_2 + \cos \phi_1 \cos \Phi \sin \phi_3 & -\sin \phi_1 \sin \phi_2 + \cos \phi_1 \cos \Phi \cos \phi_3 & -\cos \phi_1 \sin \Phi \\ \sin \Phi \sin \phi_2 & \sin \Phi \cos \phi_2 & \cos \Phi \end{pmatrix} \quad (0.6)$$

Mit dem Rotationstensor $\Delta \mathbf{R} = \mathbf{R}_A \mathbf{R}_B^{-1}$, der Orientierung A in Orientierung B überführt, ergibt sich unter Berücksichtigung der Symmetrieoperationen O_{432} im Falle des kubischen Kristallgitters der Misorientierungswinkel $\Delta \Theta$ zu:

$$\Delta \Theta = \min \left| \arccos \left(\frac{\text{tr}(O_{432} \Delta \mathbf{R}) - 1}{2} \right) \right| \quad (0.7)$$

Da die Misorientierung richtungsabhängig ist, kann ein Misorientierungsvektor $\Delta \Theta$ aus den Misorientierungswinkeln $\Delta \Theta_i$ in allen Raumrichtungen \mathbf{e}_i definiert werden. Der Gradient des Orientierungsfeldes, also die richtungsabhängige Misorientierung bildet den Krümmungstensor κ .

$$\kappa_{ij} = \frac{\partial \Theta_i}{\partial x_j} \approx \frac{\Delta \Theta_i}{\Delta x_j} \stackrel{\text{pixel}}{=} \frac{\Delta \Theta_i}{\text{stepsize}} \quad \text{mit} \quad \Delta \Theta_i = \mathbf{e}_{ijk} \Delta R_{jk} \frac{\Delta \Theta}{2 \sin \Delta \Theta} \quad (0.8)$$

Für kleine Misorientierungen zur Referenzkonfiguration, wie dies bei EBSD-Messungen der Fall ist, gilt:

$$\omega_{ij}^R \approx R_{ij} - \delta_{ij} \quad (0.9)$$

Mit der Definition des Krümmungstensors (Gleichung 0.8) folgt aus Gleichung 0.5 der Nye-Tensor α^D aus dem plastischen Dehnungsgradienten. Unter der Annahme vernachlässigbarer elastischer Dehnungsgradienten folgt die Grundgleichung zur Bestimmung des Nye-Tensors aus dem mittels EBSD gemessenen Krümmungstensorfeld κ_{ij} .

$$\alpha_{ik}^D = \kappa_{ki} - \delta_{ki} \kappa_{mm} - \mathbf{e}_{kij} \frac{\partial \epsilon_{ij}^p}{\partial x_l} \quad (0.10)$$

Der elastische Dehnungsgradient ist mit klassischem EBSD nicht zugänglich kann aber prinzipiell mit hochauflösendem EBSD, sog. HR-EBSD [124] bestimmt werden, wird aber in der Regel vernachlässigt.

Für den Nye-Tensor α^D gilt mit dem Burgersvektor \mathbf{b} , dem Linienvektor der Versetzungslinie der geometrisch notwendigen Versetzung \mathbf{l} und der Versetzungsdichte ρ der beteiligten N Gleitsysteme t :

$$\alpha_{ij}^D = \sum_{t=1}^N b_i^t l_j^t \rho^t \quad (0.11)$$

Mit diesem Formalismus können natürlich nur solche Versetzungen beschrieben und gemessen werden, die einen Beitrag zum plastischen Dehnungsgradienten haben, sog. geometrisch notwendige Versetzungen (GND). Der Anteil der Gesamtversetzungsdichte, der keine messbare Krümmung des untersuchten Volumenelements erzeugt, kann mit dieser Methode nicht bestimmt werden.

Der Disclinationdichtetensor β^D kann als die Rotation des Krümmungsfeldes κ bestimmt werden [123].

$$\beta^D = \text{rot}(\kappa) \quad (0.12)$$

$$\beta_{ij}^D = \mathbf{e}_{jkl} \kappa_{il,k} \quad (0.13)$$

Da aus klassischem 2D-EBSD die Krümmungen in der Dickenrichtung der Probe nicht zugänglich sind, können lediglich 6 Komponenten des Nye-Tensors α_{ij}^D für $i = 1, 2, 3$ und $j = 1, 2$ bestimmt werden und für β_{ij}^D lediglich die 3 Komponenten β_{i3}^D . Im Falle der Versetzungsdichtebestimmung mittels Nye-Tensoranalyse wird das unterbestimmte Gleichungssystem 0.11 unter Randbedingungen wie die Minimierung der Gesamtdichte der GNDs oder der Minimierung der Energie gelöst bzw. es kann die Anzahl der beteiligten Gleitsysteme experimentell beeinflusst werden (z.B. ebener Spannungszustand, single-slip-Orientierung).

Literaturverzeichnis

- [1] P. Cordier, S. Demouchy, B. Beausir, V. Taupin, F. Barou, and C. Fressengeas. Disclinations provide the missing mechanism for deforming olivine-rich rocks in the mantle. *Nature*, 507(7490):51, 2014.
- [2] J. V. Poncelet. *Introduction à la mécanique industrielle: physique ou expérimentale*. Imprimeur de l'Académie Royale, 1841.
- [3] S. Timoshenko. *History of Strength of Materials: With a Brief Account of the History of Theory of Elasticity and Theory of Structures*. Courier Corporation, 1953.
- [4] R. I. Stephens, A. Fatemi, R. R. Stephens, and H. O. Fuchs. *Metal fatigue in engineering*. John Wiley & Sons, 2000.
- [5] A. Wöhler. Denkschrift über die Einführung einer staatlich anerkannten Classification von Eisen und Stahl. *Zeitschrift des Vereines deutscher Ingenieure*, 21: 518–523, 1877.
- [6] E. Byon, L. Ntaimo, C. Singh, and Y. Ding. Wind energy facility reliability and maintenance. *Handbook of Wind Power Systems*, pages 639–672, 2013.
- [7] P. Beaurepaire, M. A. Valdebenito, G. I. Schuëller, and H. A. Jensen. Reliability-based optimization of maintenance scheduling of mechanical components under fatigue. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 221:24–40, 2012.
- [8] E. von der Osten-Sacken and R. Spahl. Ermüdungsbrüche am Fahrrad. *Spektrum der Wissenschaft*, 5, 1995.
- [9] B. A. Bilby and J. D. Eshelby. *Fracture - an advanced treatise*, volume 1. Academic Press, Inc., 1 edition, 1968.
- [10] G. I. Taylor. The mechanism of plastic deformation of crystals. I. theoretical. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character*, 145(855):362–387, 1934.
- [11] E. Orowan. Zur Kristallplastizität III. *Zeitschrift für Physik A Hadrons and Nuclei*, 89(9):634–659, 1934.
- [12] M. Polanyi. Über eine Art Gitterstörung, die einen Kristall plastisch machen könnte. *Zeitschrift für Physik A Hadrons and Nuclei*, 89(9):660–664, 1934.

-
- [13] Z. F. Zhang and Z. G. Wang. Grain boundary effects on cyclic deformation and fatigue damage. *Progress in Materials Science*, 53(7):1025 – 1099, 2008.
- [14] J. Weertmann. *Dislocation based fracture mechanics*. World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., 1996.
- [15] U. Krupp. *Fatigue crack propagation in metals and alloys: microstructural aspects and modelling concepts*. John Wiley & Sons, 2007.
- [16] J. P. Hirth. The influence of grain boundaries on mechanical properties. *Metallurgical Transactions*, 3(12):3047–3067, 1972.
- [17] E. O. Hall. The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results. *Proceedings of the Physical Society. Section B*, 64(9):747, 1951.
- [18] N. J. Petch. The cleavage strength of polycrystals. *Journal of the Iron and Steel Institute*, 174:25–28, 1953.
- [19] J. D. Livingston and B. Chalmers. Multiple slip in bicrystal deformation. *Acta Metallurgica*, 5(6):322–327, 1957.
- [20] Z. Shen, R. H. Wagoner, and W. A. T. Clark. Dislocation and grain boundary interactions in metals. *Acta Metallurgica*, 36(12):3231–3242, 1988.
- [21] E. Werner and W. Prantl. Slip transfer across grain and phase boundaries. *Acta Metallurgica et Materialia*, 38(3):533–537, 1990.
- [22] M. D. Sangid, T. Ezaz, H. Sehitoglu, and I. M. Robertson. Energy of slip transmission and nucleation at grain boundaries. *Acta Materialia*, 59(1):283–296, 2011.
- [23] K. Tanaka, Y. Akiniwa, Y. Nakai, and R. P. Wei. Modelling of small fatigue crack growth interacting with grain boundary. *Engineering Fracture Mechanics*, 24(6):803–819, 1986.
- [24] A. Navarro and E. R. De Los Rios. Short and long fatigue crack growth: a unified model. *Philosophical Magazine A*, 57(1):15–36, 1988.
- [25] O. Düber, B. Künkler, U. Krupp, H. J. Christ, and C. P. Fritzen. Experimental characterization and two-dimensional simulation of short-crack propagation in an austenitic–ferritic duplex steel. *International Journal of Fatigue*, 28(9):983–992, 2006.
- [26] Z. H. Jin, P. Gumbsch, K. Albe, E. Ma, K. Lu, H. Gleiter, and H. Hahn. Interactions between non-screw lattice dislocations and coherent twin boundaries in face-centered cubic metals. *Acta Materialia*, 56(5):1126–1135, 2008.
- [27] E. Schmid and W. Boas. *Kristallplastizität: mit besonderer Berücksichtigung der Metalle*, volume 17. Springer, 1935.

- [28] W. G. Burgers. Schematic representation of nuclear growth in deformed metals. *Physica*, 9(10):987 – 995, 1942.
- [29] D. V. Bachurin, D. Weygand, and P. Gumbsch. Dislocation-grain boundary interaction in $\langle 111 \rangle$ textured thin metal films. *Acta Materialia*, 58(16):5232–5241, 2010.
- [30] T. Schober and R. W. Balluffi. Dislocation sub-boundary arrays in oriented thin-film bicrystals of gold. *Philosophical Magazine*, 20(165):511–518, 1969.
- [31] B. Liu, P. Eisenlohr, F. Roters, and D. Raabe. Simulation of dislocation penetration through a general low-angle grain boundary. *Acta Materialia*, 60(13):5380–5390, 2012.
- [32] H. Grimmer and D. H. Bollmann, W. T. and Warrington. Coincidence-site lattices and complete pattern-shift in cubic crystals. *Acta Crystallographica A*, 30(2):197–207, 1974.
- [33] D. L. Olmsted, S. M. Foiles, and E. A. Holm. Survey of computed grain boundary properties in face-centered cubic metals: I. grain boundary energy. *Acta Materialia*, 57(13):3694–3703, 2009.
- [34] M. de Koning, R. Miller, V. V. Bulatov, and F. F. Abraham. Modelling grain-boundary resistance in intergranular dislocation slip transmission. *Philosophical Magazine A*, 82(13):2511–2527, 2002.
- [35] J. D. Rittner and D. N. Seidman. $\langle 110 \rangle$ symmetric tilt grain-boundary structures in fcc metals with low stacking-fault energies. *Physical Review B*, 54(10):6999, 1996.
- [36] M. D. Sangid, H. Sehitoglu, H. J. Maier, and T. Niendorf. Grain boundary characterization and energetics of superalloys. *Materials Science and Engineering: A*, 527(26):7115–7125, 2010.
- [37] L. Zhang, C. Lu, and K. Tieu. A review on atomistic simulation of grain boundary behaviors in face-centered cubic metals. *Computational Materials Science*, 118: 180–191, 2016.
- [38] M. A. Tschopp and D. L. McDowell. Dislocation nucleation in Sigma3 asymmetric tilt grain boundaries. *International Journal of Plasticity*, 24(2):191–217, 2008.
- [39] D. E. Spearot, M. A. Tschopp, K. I. Jacob, and D. L. McDowell. Tensile strength of $\langle 100 \rangle$ and $\langle 110 \rangle$ tilt bicrystal copper interfaces. *Acta Materialia*, 55(2): 705–714, 2007.
- [40] A. F. Knorr, M. Marx, and F. Schäfer. Crack initiation at twin boundaries due to slip system mismatch. *Scripta Materialia*, 94:48–51, 2015.

-
- [41] C. Brandl, E. Bitzek, P. M. Derlet, and H. van Swygenhoven. Slip transfer through a general high angle grain boundary in nanocrystalline aluminum. *Applied Physics Letters*, 91(11):111914, 2007.
- [42] T. Shimokawa, T. Kinari, and S. Shintaku. Interaction mechanism between edge dislocations and asymmetrical tilt grain boundaries investigated via quasicontinuum simulations. *Physical Review B*, 75(14):144108, 2007.
- [43] J. Kacher and I. M. Robertson. Quasi-four-dimensional analysis of dislocation interactions with grain boundaries in 304 stainless steel. *Acta Materialia*, 60(19):6657–6672, 2012.
- [44] J. Kacher, B. P. Eftink, B. Cui, and I. M. Robertson. Dislocation interactions with grain boundaries. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 18(4):227–243, 2014.
- [45] E. B. Tadmor, M. Ortiz, and R. Phillips. Quasicontinuum analysis of defects in solids. *Philosophical Magazine A*, 73(6):1529–1563, 1996.
- [46] L. E. Shilkrot, R. E. Miller, and W. A. Curtin. Multiscale plasticity modeling: coupled atomistics and discrete dislocation mechanics. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 52(4):755–787, 2004.
- [47] S. Xu, L. Xiong, Y. Chen, and D. L. McDowell. Comparing EAM potentials to model slip transfer of sequential mixed character dislocations across two symmetric tilt grain boundaries in Ni. *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, 69(5):814–821, 2017.
- [48] L. Xiong, G. Tucker, D. L. McDowell, and Y. Chen. Coarse-grained atomistic simulation of dislocations. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 59(2):160–177, 2011.
- [49] S. Xu, L. Xiong, Y. Chen, and D. L. McDowell. Sequential slip transfer of mixed-character dislocations across Sigma3 coherent twin boundary in fcc metals: a concurrent atomistic-continuum study. *NPJ Computational Materials*, 2, 2016.
- [50] S. Xu, R. Che, L. Xiong, Y. Chen, and D. L. McDowell. A quasistatic implementation of the concurrent atomistic-continuum method for fcc crystals. *International Journal of Plasticity*, 72:91–126, 2015.
- [51] M. P. Dewald and W. A. Curtin. Multiscale modelling of dislocation/grain boundary interactions. II. screw dislocations impinging on tilt boundaries in Al. *Philosophical Magazine*, 87(30):4615–4641, 2007.
- [52] M. Dewald and W. A. Curtin. Multiscale modeling of dislocation/grain-boundary interactions: III. 60° dislocations impinging on Sigma3, Sigma9 and Sigma11 tilt boundaries in Al. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 19(5), 2011.

- [53] M. D. Sangid, T. Ezaz, and H. Sehitoglu. Energetics of residual dislocations associated with slip-twin and slip-GBs interactions. *Materials Science and Engineering: A*, 542:21–30, 2012.
- [54] T. Ezaz, M. D. Sangid, and H. Sehitoglu. Energy barriers associated with slip–twin interactions. *Philosophical Magazine*, 91(10):1464–1488, 2011.
- [55] M. Chassagne, M. Legros, and D. Rodney. Atomic-scale simulation of screw dislocation/coherent twin boundary interaction in Al, Au, Cu and Ni. *Acta Materialia*, 59(4):1456–1463, 2011.
- [56] Z. H. Jin, P. Gumbsch, E. Ma, K. Albe, K. Lu, H. Hahn, and H. Gleiter. The interaction mechanism of screw dislocations with coherent twin boundaries in different face-centred cubic metals. *Scripta Materialia*, 54(6):1163–1168, 2006.
- [57] W. Yu and Z. Wang. Interactions between edge lattice dislocations and Sigma11 symmetrical tilt grain boundaries in copper: A quasi-continuum method study. *Acta Materialia*, 60(13):5010–5021, 2012.
- [58] W. Yu and Z. Wang. Interactions between edge lattice dislocations and Sigma11 symmetrical tilt grain boundary: comparisons among several fcc metals and interatomic potentials. *Philosophical Magazine*, 94(20):2224–2246, 2014.
- [59] W. Yu and Z. Wang. “positive” and “negative” edge dislocations simultaneously interacting with Sigma11 gb during nanoindentation. *Computational Materials Science*, 87:150–159, 2014.
- [60] D. E. Spearot and M. D. Sangid. Insights on slip transmission at grain boundaries from atomistic simulations. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 18(4):188–195, 2014.
- [61] E. Bayerschen, A. T. McBride, B. D. Reddy, and T. Böhlke. Review on slip transmission criteria in experiments and crystal plasticity models. *Journal of Materials Science*, 51(5):2243–2258, 2016.
- [62] N. Li, J. Wang, A. Misra, X. Zhang, J. Y. Huang, and J. P. Hirth. Twinning dislocation multiplication at a coherent twin boundary. *Acta Materialia*, 59(15):5989–5996, 2011.
- [63] L. C. Lim. Slip-twin interactions in nickel at 573K at large strains. *Scripta metallurgica*, 18(10):1139–1142, 1986.
- [64] S. Poulat, B. Decamps, and L. Priester. Weak-beam transmission electron microscopy study of dislocation accommodation processes in nickel Sigma3 grain boundaries. *Philosophical Magazine A*, 77(6):1381–1397, 1998.

- [65] A. A. Nazarov and R. Z. Romanov, A. E. and Valiev. On the structure, stress fields and energy of nonequilibrium grain boundaries. *Acta Metallurgica et Materialia*, 41(4):1033–1040, 1993.
- [66] J. Thibault, J. L. Putaux, A. Jacques, A. George, and M. Elkajbaji. Plasticity of a silicon bicrystal: a HREM study. *Microscopy Microanalysis Microstructures*, 1(5-6):395–404, 1990.
- [67] J. Wang. Atomistic simulations of dislocation pileup: grain boundaries interaction. *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, 67(7):1515–1525, 2015.
- [68] J. J. Bacmann, M. O. Gay, and R. De Tournemine. On the symmetrical deformation of tilt bicrystals. *Scripta Metallurgica*, 16(4):353–356, 1982.
- [69] T. C. Lee, I. M. Robertson, and H. K. Birnbaum. TEM in situ deformation study of the interaction of lattice dislocations with grain boundaries in metals. *Philosophical Magazine A*, 62(1):131–153, 1990.
- [70] M. de Koning, R. J. Kurtz, V. V. Bulatov, C. H. Henager, R. G. Hoagland, W. Cai, and M. Nomura. Modeling of dislocation-grain boundary interactions in fcc metals. *Journal of Nuclear Materials*, 323(2):281–289, 2003.
- [71] L. C. Lim and R. Raj. Effect of boundary structure on slip-induced cavitation in polycrystalline nickel. *Acta Metallurgica*, 32(8):1183–1190, 1984.
- [72] R. L. Fleischer and W. A. Backofen. Effects of grain boundaries in tensile deformation at low temperatures. *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, 218(2):243–251, 1960.
- [73] L. C. Lim and R. Raj. Interaction between lattice and grain boundary dislocations and their role in mechanical properties of interfaces. *Le Journal de Physique Colloques*, 46(C4):C4–581, 1985.
- [74] G. E. P. Box and N. R. Draper. *Empirical model-building and response surfaces*, volume 424. Wiley New York, 1987.
- [75] J. Luster and M. A. Morris. Compatibility of deformation in two-phase Ti-Al alloys: Dependence on microstructure and orientation relationships. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 26(7):1745–1756, 1995.
- [76] W. A. T. Clark, R. H. Wagoner, Z. Y. Shen, T. C. Lee, I. M. Robertson, and H. K. Birnbaum. On the criteria for slip transmission across interfaces in polycrystals. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 26(2):203–206, 1992.
- [77] Y. Guo, T. B. Britton, and A. J. Wilkinson. Slip band–grain boundary interactions in commercial-purity titanium. *Acta Materialia*, 76:1–12, 2014.

- [78] Z. Chen and S. H. Daly. Active slip system identification in polycrystalline metals by digital image correlation (DIC). *Experimental Mechanics*, 57(1):115–127, 2017.
- [79] K. Zhang, X. Wu, and C. H. J. Davies. Effect of microtexture on short crack propagation in two-phase titanium alloys. *International Journal of Fatigue*, 2017.
- [80] N. Kheradmand, A. F. Knorr, M. Marx, and Y. Deng. Microscopic incompatibility controlling plastic deformation of bicrystals. *Acta Materialia*, 106:219–228, 2016.
- [81] F. Schäfer, L. Weiter, M. Marx, and C. Motz. Quantifying the grain boundary resistance against slip transfer by experimental combination of geometric and stress approach using stage-I-fatigue cracks. *Philosophical Magazine*, 96(32-34):3524–3551, 2016.
- [82] W. Schaef, M. Marx, H. Vehoff, A. Heckl, and P. Randelzhofer. A 3-D view on the mechanisms of short fatigue cracks interacting with grain boundaries. *Acta Materialia*, 59(5):1849–1861, 2011.
- [83] M. Engstler, S. Mayer, C. Pauly, H. Clemens, and F. Mücklich. 3D characterization of an intermetallic β/γ -titanium aluminide alloy. *Advanced Engineering Materials*, 15(11):1125–1128, 2013.
- [84] F. Schäfer, E. P. W. Lang, A. F. Knorr, M. Bick, M. Marx, and C. Motz. Assessing the intergranular crack initiation probability of a grain boundary distribution by an experimental misalignment study of adjacent slip systems. *Procedia Structural Integrity*, 2017.
- [85] W. Ludwig, S. Schmidt, E. M. Lauridsen, and H. F. Poulsen. X-ray diffraction contrast tomography: a novel technique for three-dimensional grain mapping of polycrystals. I. direct beam case. *Journal of Applied Crystallography*, 41(2):302–309, 2008.
- [86] Y. Guo, D. M. Collins, E. Tarleton, F. Hofmann, J. Tischler, W. Liu, R. Xu, A. J. Wilkinson, and T. B. Britton. Measurements of stress fields near a grain boundary: Exploring blocked arrays of dislocations in 3D. *Acta Materialia*, 96:229–236, 2015.
- [87] C. Motz, T. Schöberl, and R. Pippan. Mechanical properties of micro-sized copper bending beams machined by the focused ion beam technique. *Acta Materialia*, 53(15):4269–4279, 2005.
- [88] J. Lothe and J. P. Hirth. *Theory of dislocations*. Wiley, New York, 1982.
- [89] W. A. T. Clark, C. E. Wise, Z. Shen, and R. H. Wagoner. The use of the transmission electron microscope in analyzing slip propagation across interfaces. *Ultramicroscopy*, 30(1-2):76–89, 1989.

- [90] J. W. Wyrzykowski and M. W. Grabski. The hall–petch relation in aluminium and its dependence on the grain boundary structure. *Philosophical Magazine A*, 53(4):505–520, 1986.
- [91] L. H. Friedman and D. C. Chrzan. Continuum analysis of dislocation pile-ups: influence of sources. *Philosophical Magazine A*, 77(5):1185–1204, 1998.
- [92] N. F. Mott. A theory of work-hardening of metal crystals. *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, 43(346):1151–1178, 1952.
- [93] G. Leibfried. Verteilung von Versetzungen im statischen Gleichgewicht. *Zeitschrift für Physik A Hadrons and Nuclei*, 130(2):214–226, 1951.
- [94] S. J. Chang and S. M. Ohr. Dislocation-free zone model of fracture. *Journal of Applied Physics*, 52(12):7174–7181, 1981.
- [95] B. A. Bilby, A. H. Cottrell, and K. H. Swinden. The spread of plastic yield from a notch. *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 272(1350):304–314, 1963.
- [96] S. J. Chang and S. M. Ohr. Distribution function of dislocations and condition of finite stress for the dislocation-free zone model of fracture. *International Journal of Fracture*, 23(1):R3–R6, 1983.
- [97] S. T. Shiue and S. Lee. The effect of grain size on fracture: Dislocation-free zone in the front of the finite crack tip. *Journal of Applied Physics*, 70(6):2947–2953, 1991.
- [98] S. Kobayashi and S. M. Ohr. In situ fracture experiments in bcc metals. *Philosophical Magazine A*, 42(6):763–772, 1980.
- [99] S. M. Ohr and S. Kobayashi. In-situ observation of crack propagation by transmission electron microscopy. *The Journal of The Minerals, Metals and Materials Society (TMS)*, 32(5):35–38, 1980.
- [100] S. M. Ohr and J. Narayan. Electron microscope observation of shear cracks in stainless steel single crystals. *Philosophical Magazine A*, 41(1):81–89, 1980.
- [101] F. Schäfer, M. Marx, A. F. Knorr, and H. Vehoff. Stage-I fatigue crack studies in order to validate the dislocation-free zone model of fracture for bulk materials. *Philosophical Magazine*, 95(8):819–843, 2015.
- [102] W. Schaef and M. Marx. A numerical description of short fatigue cracks interacting with grain boundaries. *Acta Materialia*, 60(5):2425–2436, 2012.
- [103] H. Huang and W. W. Gerberich. Crack-tip dislocation emission arrangements for equilibrium II. comparisons to analytical and computer simulation models. *Acta Metallurgica et Materialia*, 40(11):2873–2881, 1992.

-
- [104] F. Thome, M. Göken, and H. Vehoff. Study of the fracture behavior in soft and hard oriented NiAl single crystals by AFM. *Intermetallics*, 7(3):491–499, 1999.
- [105] J. Chen and S. Takezono. The dislocation-free zone at a mode I crack tip. *Engineering Fracture Mechanics*, 50(2):165–173, 1995.
- [106] C. Blochwitz, R. Richter, W. Tirschler, and K. Obrtlík. The effect of local textures on microcrack propagation in fatigued fcc metals. *Materials Science and Engineering: A*, 234:563–566, 1997.
- [107] C. Blochwitz and R. Richter. Plastic strain amplitude dependent surface path of microstructurally short fatigue cracks in face-centred cubic metals. *Materials Science and Engineering: A*, 267(1):120–129, 1999.
- [108] P. Zhang, Z. J. Zhang, L. L. Li, and Z. F. Zhang. Twin boundary: Stronger or weaker interface to resist fatigue cracking? *Scripta Materialia*, 66(11):854–859, 2012.
- [109] Z. J. Zhang, P. Zhang, L. L. Li, and Z. F. Zhang. Fatigue cracking at twin boundaries: effects of crystallographic orientation and stacking fault energy. *Acta Materialia*, 60(6):3113–3127, 2012.
- [110] Z. F. Zhang, Z. G. Wang, and J. Eckert. What types of grain boundaries can be passed through by persistent slip bands? *Journal of Materials Research*, 18(5):1031–1034, 2003.
- [111] W. Z. Abuzaid, M. D. Sangid, J. D. Carroll, H. Sehitoglu, and J. Lambros. Slip transfer and plastic strain accumulation across grain boundaries in Hastelloy X. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 60(6):1201–1220, 2012.
- [112] W. Abuzaid, H. Sehitoglu, and J. Lambros. Plastic strain localization and fatigue micro-crack formation in Hastelloy X. *Materials Science and Engineering: A*, 561:507–519, 2013.
- [113] S. Kondo, T. Mitsuma, N. Shibata, and Y. Ikuhara. Direct observation of individual dislocation interaction processes with grain boundaries. *Science Advances*, 2(11):e1501926, 2016.
- [114] N. A. Fleck, G. M. Müller, M. F. Ashby, and J. W. Hutchinson. Strain gradient plasticity: theory and experiment. *Acta Metallurgica et Materialia*, 42(2):475–487, 1994.
- [115] N. A. Fleck and J. W. Hutchinson. Strain gradient plasticity. *Advances in Applied Mechanics*, 33:296–361, 1997.
- [116] N. A. Fleck and J. W. Hutchinson. A reformulation of strain gradient plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 49(10):2245–2271, 2001.

- [117] C. Motz, T. Schöberl, and R. Pippan. Mechanical properties of micro-sized copper bending beams machined by the focused ion beam technique. *Acta Materialia*, 53(15):4269–4279, 2005.
- [118] G. Dehm, C. Motz, C. Scheu, H. Clemens, P. H. Mayrhofer, and C. Mitterer. Mechanical size-effects in miniaturized and bulk materials. *Advanced Engineering Materials*, 8(11):1033–1045, 2006.
- [119] L. Eisenhut, F. Schäfer, P. Grünwald, L. Weiter, M. Marx, and C. Motz. Effect of a dislocation pile-up at the neutral axis on trans-crystalline crack growth for micro-bending fatigue. *International Journal of Fatigue*, 94:131–139, 2017.
- [120] N. V. Malyar, J. S. Micha, G. Dehm, and C. Kirchlechner. Size effect in bi-crystalline micropillars with a penetrable high angle grain boundary. *Acta Materialia*, 129:312–320, 2017.
- [121] A. E. Romanov. Mechanics and physics of disclinations in solids. *European Journal of Mechanics A*, 22(5):727–741, 2003.
- [122] M. Gutkin and I. Ovid'ko. *Plastic deformation in nanocrystalline materials*, volume 74. Springer Science & Business Media, 2013.
- [123] B. Beausir and C. Fressengeas. Disclination densities from EBSD orientation mapping. *International Journal of Solids and Structures*, 50(1):137–146, 2013.
- [124] A. J. Wilkinson, G. Meaden, and D. J. Dingley. High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: new levels of sensitivity. *Ultramicroscopy*, 106(4):307–313, 2006.
- [125] Y. Q. Sun and P. M. Hazzledine. A TEM weak-beam study of dislocations in γ' in a deformed ni-based superalloy. *Philosophical Magazine A*, 58(4):603–617, 1988.
- [126] A. Sengupta, L. Putatunda, S. K. and Bartosiewicz, J. Hangan, P. J. Nailos, M. Peputapeck, and F. E. Alberts. Tensile behavior of a new single-crystal nickel-based superalloy (CMSX-4) at room and elevated temperatures. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 3(1):73–81, 1994.
- [127] D. Sieboerger, H. Knake, and U. Glatzel. Temperature dependence of the elastic moduli of the nickel-base superalloy CMSX-4 and its isolated phases. *Materials Science and Engineering: A*, 298(1):26–33, 2001.
- [128] A. Coujou, M. Benyoucef, N. Clement, and L. Priester. Interactions between dislocations and γ/γ' interfaces in superalloys. *Interface Science*, 4(3-4):317–327, 1997.
- [129] L. Priester, O. Khalfallah, and A. Coujou. Image force on a dislocation in a nickel-based superalloy due to the γ/γ' interface. *Philosophical Magazine A*, 75(1):61–68, 1997.

- [130] M. Condat and B. Décamps. Shearing of γ' precipitates by single $a/2$ $\langle 110 \rangle$ matrix dislocations in a γ'/γ'' Ni-based superalloy. *Scripta metallurgica*, 21(5):607–612, 1987.
- [131] J. H. Zhang, Z. Q. Hu, Y. B. Xu, and Z. G. Wang. Dislocation structure in a single-crystal nickel-base superalloy during low cycle fatigue. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 23(4):1253–1258, 1992.
- [132] L. Mueller, U. Glatzel, and M. Feller-Kniepmeier. Modelling thermal misfit stresses in nickel-base superalloys containing high volume fraction of γ' phase. *Acta Metallurgica et Materialia*, 40(6):1321–1327, 1992.
- [133] R. Voelkl, U. Glatzel, and M. Feller-Kniepmeier. Measurement of the lattice misfit in the single crystal nickel based superalloys CMSX-4, SRR99 and SC16 by convergent beam electron diffraction. *Acta Materialia*, 46(12):4395–4404, 1998.
- [134] J. X. Zhang, T. Murakumo, Y. Koizumi, T. Kobayashi, and H. Harada. Slip geometry of dislocations related to cutting of the γ phase in a new generation single-crystal superalloy. *Acta Materialia*, 51(17):5073–5081, 2003.
- [135] B. Décamps, A. J. Morton, and M. Condat. On the mechanism of shear of gamma precipitates by single $(a/2)$ $\langle 110 \rangle$ dissociated matrix dislocations in Ni-based superalloys. *Philosophical Magazine A*, 64(3):641–668, 1991.
- [136] A. Vattré, B. Devincre, and A. Roos. Dislocation dynamics simulations of precipitation hardening in ni-based superalloys with high γ' volume fraction. *Intermetallics*, 17(12):988–994, 2009.
- [137] P. Caron and T. Khan. Tensile behaviour of a nickel-based single crystal superalloy: effects of temperature and orientation. *Advanced Materials And Processing Techniques For Structural Applications*, pages 59–70, 1987.
- [138] V. Gerold and H. P. Karnthaler. On the origin of planar slip in fcc alloys. *Acta Metallurgica*, 37(8):2177–2183, 1989.
- [139] W. Webb. A study of β -brass in single crystal form. *Physical Review*, 55(3):297, 1939.
- [140] C. Zener. Contributions to the theory of β -phase alloys. *Physical Review*, 71(12):846, 1947.
- [141] W. Voigt. Lehrbuch der Kristallphysik. *Teubner, Berlin*, page 962, 1928.
- [142] D. Lazarus. The variation of the adiabatic elastic constants of KCl, NaCl, CuZn, Cu, and Al with pressure to 10,000 bars. *Physical Review*, 76(4):545, 1949.
- [143] F. H. Featherston and J. R. Neighbours. Elastic constants of tantalum, tungsten, and molybdenum. *Physical Review*, 130(4):1324, 1963.

- [144] J. de Klerk and M. J. P. Musgrave. Internal conical refraction of transverse elastic waves in a cubic crystal. *Proceedings of the Physical Society. Section B*, 68(2):81, 1955.
- [145] R. F. S. Hearmon. The elastic constants of anisotropic materials II. *Advances in Physics*, 5(19):323–382, 1956.
- [146] H. M. Ledbetter. Monocrystal-polycrystal elastic constants of a stainless steel. *Physica Status Solidi A*, 85(1):89–96, 1984.
- [147] P. M. Sutton. The variation of the elastic constants of crystalline aluminum with temperature between 63 K and 773 K. *Physical Review*, 91(4):816, 1953.
- [148] M. J. Mehl and D. A. Papaconstantopoulos. Applications of a tight-binding total-energy method for transition and noble metals: Elastic constants, vacancies, and surfaces of monatomic metals. *Physical Review B*, 54(7):4519, 1996.
- [149] C. L. Fu. Electronic, elastic, and fracture properties of trialuminide alloys: Al_3Sc and Al_3Ti . *Journal of Materials Research*, 5(5):971–979, 1990.
- [150] N. Arıkan. The first-principles study on Zr_3Al and Sc_3Al in $L1_2$ structure. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 74(5):794–798, 2013.
- [151] G. R. Irwin. Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. *Journal of Applied Mechanics*, 24(3):361–364, 1957.
- [152] G. R. Irwin. Fracture. *Elasticity and Plasticity/Elastizität und Plastizität*, pages 551–590, 1958.
- [153] M. L. Williams. On the stress distribution at the base of a stationary crack. *Journal of Applied Mechanics*, pages 109–114, 1957.
- [154] P. C. Paris and G. C. Sih. Stress analysis of cracks. *Fracture Toughness Testing and its Applications*, 1965.
- [155] S. G. Lekhnitskii. Anisotropic plates. Technical report, Foreign Technology Div Wright-Patterson, 1968.
- [156] G. C. Sih, P. C. Paris, and G. R. Irwin. On cracks in rectilinearly anisotropic bodies. *International Journal of Fracture*, 1(3):189–203, 1965.
- [157] C. R. Barrett, W. D. Nix, and A. S. Tetelman. *The Principles of Engineering Materials*. Prentice-Hall, 1973.
- [158] X. J. Ning and P. Pirouz. A large angle convergent beam electron diffraction study of the core nature of dislocations in 3C-SiC. *Journal of Materials Research*, 11: 884 – 894, 04 1996.

- [159] T. R. Duncan and D. Kuhlmann-Wilsdorf. Shear stresses and strain energies of edge dislocations in anisotropic cubic crystals. *Journal of Applied Physics*, 38(1): 313–322, 1967.
- [160] T. R. Duncan, D. Kuhlmann-Wilsdorf, and J. T. Moore. New data on the shear stresses and energies of $1/2 \langle 110 \rangle, \{111\}$ edge dislocations in elastically anisotropic fcc metals. *Journal of Applied Physics*, 39(1):173–176, 1968.
- [161] L. J. Teutonico. Uniformly moving dislocations of arbitrary orientation in anisotropic media. *Physical Review*, 127(2):413, 1962.
- [162] L. J. Teutonico. Analytic solutions for the stress fields of dislocations in anisotropic media. *Philosophical Magazine*, 18(155):881–884, 1968.
- [163] J. D. Eshelby, W. T. Read, and W. Shockley. Anisotropic elasticity with applications to dislocation theory. *Acta Metallurgica*, 1(3):251–259, 1953.
- [164] C. Déprés, G. V. Prasad Reddy, C. Robertson, and M. Fivel. An extensive 3D dislocation dynamics investigation of stage-I fatigue crack propagation. *Philosophical Magazine*, 94(36):4115–4137, 2014.
- [165] C. Déprés, C. Robertson, and M. Fivel. 3D discrete dislocation dynamics investigations of fatigue crack initiation and propagation. *AerospaceLab*, 9(9):p–1, 2015.
- [166] G. V. Prasad Reddy, R. Sandhya, K. Laha, C. Déprés, C. Robertson, and A. K. Bhaduri. The effect of the location of stage-I fatigue crack across the persistent slip band on its growth rate—a 3D dislocation dynamics study. *Philosophical Magazine*, 97(16):1265–1280, 2017.
- [167] F. Schäfer, M. Thielen, M. Marx, and C. Motz. How to measure a dislocation’s breakthrough stress to estimate the grain boundary resistance against slip transfer based on the DFZ-model of fracture. *Solid State Phenomena*, 258:93–96, 2017.
- [168] Z. F. Zhang and Z. G. Wang. Dependence of intergranular fatigue cracking on the interactions of persistent slip bands with grain boundaries. *Acta Materialia*, 51(2): 347–364, 2003.
- [169] V. Volterra. Sur l’équilibre des corps élastiques multiplement connexes. *Annales Scientifiques de l’École Normale Supérieure*, 24:401–517, 1907.
- [170] G. S. Ranganath. On dislocations and disclinations. *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, 34(3):71–73, 1976.
- [171] J. F. Nye. Some geometrical relations in dislocated crystals. *Acta Metallurgica*, 1(2):153–162, 1953.
- [172] W. Pantleon. Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction. *Scripta Materialia*, 58(11):994–997, 2008.

-
- [173] E. Kröner. Der fundamentale Zusammenhang zwischen Versetzungsdichte und Spannungsfunktionen. *Zeitschrift für Physik A Hadrons and Nuclei*, 142(4):463–475, 1955.
- [174] A. Arsenlis and D. M. Parks. Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically-stored dislocation density. *Acta Materialia*, 47(5):1597–1611, 1999.
- [175] H. J. Bunge. Zur Darstellung allgemeiner Texturen. *Zeitschrift für Metallkunde*, 56(12):872, 1965.

Übersicht über eigene Veröffentlichungen

Veröffentlichungen in Erstautorenschaft

Die Reihenfolge der Auflistung entspricht nicht dem Veröffentlichungsdatum.

Schaefer, F., Marx, M., Knorr, A. F., Vehoff, H. (2015). Stage-I fatigue crack studies in order to validate the dislocation-free zone model of fracture for bulk materials. *Philosophical Magazine*, 95(8), 819-843.

Stage-I fatigue cracks are commonly described by the model of Bilby, Cottrell and Swinden (BCS model). However, since several experimental investigations have shown a dislocation-free zone (DFZ) in front of crack-tips, it is necessary to validate the new DFZ model and to examine the deviations to the BCS model. Therefore, the dislocation density distribution is derived from height profiles of slip lines in front of stage-I fatigue cracks in CMSX-4[®] single crystals measured by contact-mode atomic force microscopy. This is possible, because the cracks are initiated at notches milled by focused ion beam technique directly on slip planes with a high Schmid factor. Consequently, the directions of the Burgers vectors are well known; it is possible to calculate the dislocation density distributions from the height profiles. The measured distributions are compared to the calculated distribution function of the DFZ model proposed by Chang et al. The additionally measured microscopic friction stress of the dislocations is then used to calculate the influence of grain boundaries on the dislocation density distribution in front of stage-I cracks. The calculation is done by the extended DFZ model of Shiue et al. and compared with the measured distribution function in polycrystalline specimens. Finally, the crack-tip sliding displacement as a measure for the crack propagation rate is compared for the DFZ model and the BCS model with the experimentally revealed values. The important result: the often used BCS model does not reflect the experimental measurements. On the contrary, the DFZ model reflects the measurements at stage-I cracks qualitatively and quantitatively.

DOI: 10.1080/14786435.2015.1008067

Schaefer, F., Thielen, M., Marx, M., Motz, C. (2017). How to Measure a Dislocation's Breakthrough Stress to Estimate the Grain Boundary Resistance against Slip Transfer Based on the DFZ-Model of Fracture. *Solid State Phenomena*, 258, 93-96.

Stage-I-fatigue-cracks are used as highly localized dislocation sources with well-known Burger's vectors to study the interaction between dislocations and grain boundaries. This interaction in the plastic zone is of particular interest to understand the fluctuating crack growth in the very short crack regime. In the case of a blocked slip band the dislocations pile up at the grain boundary causing a local stress concentration. The resulting local stress distribution is calculated based on measurements of the dislocation density distribution in the plastic zone. For this purpose the slip line profiles were measured by AFM, the dislocation density distribution was determined and the dislocation-free zone model of fracture (DFZ) was validated. With this it is possible to quantify the grain boundary resistance and to combine geometric and stress approach for grain boundary resistance against slip transfer.

DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.258.93

Schäfer, F., Weiter, L., Marx, M., Motz, C. (2016). Quantifying the grain boundary resistance against slip transfer by experimental combination of geometric and stress approach using stage-I-fatigue cracks. *Philosophical Magazine*, 96(32-34), 3524-3551.

In recent studies, many groups have investigated the interaction of dislocations and grain boundaries by bi-crystals and micro-specimen experiments. Partially, these experiments were combined with supplementary simulations by discrete dislocation dynamics, but quantitative data for the grain boundary resistance against slip transfer is still missing. In this feasibility study with first results, we use stage-I-fatigue cracks as highly localised sources for dislocations with well-known Burgers vectors to study the interaction between dislocations in the plastic zone in front of the crack tip and selected grain boundaries. The stress concentration at the grain boundary is calculated with the dislocation-free zone model of fracture using the dislocation density distribution in the plastic zone from slip trace height profile measurements by atomic force microscopy. The grain boundary resistance values calculated from common geometric models are compared to the local stress distribution at the grain boundaries. Hence, it is possible to quantify the grain boundary resistance and to combine geometric and stress approach for grain boundary resistance against slip transfer to a self-contained concept. As a result, the prediction of the grain boundary resistance effect based on a critical stress concept is possible with knowledge of the geometric parameters of the grain boundary only, namely the orientations of both participating grains and the orientation of the grain boundary plane.

DOI: 10.1080/14786435.2016.1235289

Schaefer, F., Lang, E. P. W., Bick, M., Knorr, A. F., Marx, M., Motz, C. (2017). Assessing the intergranular crack initiation probability of a grain boundary distribution by an experimental misalignment study of adjacent slip systems. *Procedia Structural Integrity*, 5, 547-554

Crack initiation at grain boundaries due to blocked slip transfer of dislocations is a main failure mechanism during the fatigue of metals. A quantification of the resistance effect of a grain boundary is needed to assess a textured or texture-free microstructure for fatigue strength. Geometric approaches based on the misalignment of slip systems in adjacent grains are widely used. Hence, we validated the geometric transmission factor of Shen et al. in coarse-grained high-purity aluminum under the assumption that the combination of a large slip activity and a blocked slip at a grain boundary leads to intergranular crack initiation and revealed that a detailed knowledge of the 3D-orientation of the grain boundary is essential. Thereby we gathered information about the 3D-microstructure using FIB-cross-sectioning. The influence of incompatibility stresses due to elastic anisotropy is assessed by a comparison of the results in quasi-isotropic aluminum to that in coarse-grained high-purity nickel. Hence it is possible to evaluate potential crack initiation sites for a specific microstructure or to estimate the fatigue strength of a textured microstructure in terms of a crack initiation probability. DOI: 10.1016/j.prostr.2017.07.161

Eisenhut, L., **Schaefer**¹, F., Gruenewald, P., Weiter, L., Marx, M., Motz, C. (2017). Effect of a dislocation pile-up at the neutral axis on trans-crystalline crack growth for micro-bending fatigue. *International Journal of Fatigue*, 94, 131-139.

Micro-bending beams of the fcc nickel based superalloy CMSX-4, machined by the focused ion beam technique (FIB), are used to study the effect of a stress gradient associated with the bending configuration on the fatigue crack growth behavior in small dimensions. To avoid an impact of dislocation reactions on the crack growth behavior, a trans-crystalline stage-I fatigue crack has been initiated at a notch placed on a slip plane in a single-slip geometry with the highest Schmid factor. da/dN -curve data was gathered by visual crack extension observation during *in situ* fatigue in the SEM combined with experimental compliance measurements and FEM-simulations. A dislocation pile-up at the neutral axis results in a significant Bauschinger effect and a back stress acting on the crack tip causing a crack deceleration and an early change from stage-I to stage-II fatigue crack growth analyzed by FIB tomography. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2016.09.015

¹ Diese Veröffentlichung entstand in geteilter Erstautorenschaft.

Veröffentlichungen als Mitautor

Knorr, A. F., Marx, M., **Schaefer, F.** (2015). Crack initiation at twin boundaries due to slip system mismatch. *Scripta Materialia*, 94, 48-51.

What determines if a grain boundary acts as a crack initiation site during fatigue? The grain boundary defines a mismatch of slip systems, which strongly depends on the three-dimensional positions of the boundary plane. In the case of a coherent $\Sigma 3$ twin boundary, the boundary plane, and thus the mismatch between the slip systems, is known for all possible combinations of active slip systems. Thus, the tendency for crack initiation can be reduced to a purely geometric calculation.

DOI: 10.1016/j.scriptamat.2014.09.015

Nicht-referierte Veröffentlichungen

Schaefer, F., Gruenewald, P., Weiter, L., Thielen, M., Marx, M., Motz, C. (2014). Analysis of stage-I-crack tip strain fields by high resolution strain measurement in the SEM. *Praktische Metallographie. Sonderbände der praktischen Metallographie*, 46

Crack tip strain field measurements contribute eminently to the evaluation of analytical crack models and simulations to predict crack growth. Digital Image Correlation (DIC) in combination with scanning electron microscopy using carefully adjusted acquisition parameters is a useful tool for the investigation of local strain fields. The usual assumptions of analytical crack models apply only to stage-I-cracks but most of the experimental investigations are performed for stage-II-cracks. In this work DIC was used to measure the static and cyclic strain field and the plastic zone size in front of a stage I fatigue crack on a scale in the lower micrometre range for the first-time to deliver valuable input for the improvement of models and simulations. This method was compared to both established experimental methods like electron channeling contrast imaging (ECCI), optical microscopy and predictions using the crack model proposed by Bilby, Cottrell and Swinden.

DOI: 10.13140/2.1.1410.2720

Schaefer, F., Gruenewald, P., Weiter, L., Thielen, M., Marx, M., Motz, C. (2014). Analysis of stage-I-crack tip strain fields by high resolution strain measurement in the SEM. *Praktische Metallographie. Sonderbände der praktischen Metallographie*, 46

DOI: <http://doi.org/10.13140/2.1.1410.2720>