



Forschungszentrum Karlsruhe
Technik und Umwelt

Wissenschaftliche Berichte
FZKA 5984

**Mikroskopische Untersuchung
der Bildung von
Ermüdungsrissen an zwei
ferritisch-martensitischen
Stählen im unbestrahlten und
vorbestrahlten Zustand**

J. Bertsch

Institut für Materialforschung

September 1997

Forschungszentrum Karlsruhe

Technik und Umwelt

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 5984

**Mikroskopische Untersuchung der Bildung von
Ermüdungsrissen an zwei ferritisch-martensitischen
Stählen im unbestrahlten und vorbestrahlten Zustand^{*}**

Johannes Bertsch

Institut für Materialforschung

^{*}Von der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe (TH)
genehmigte Dissertation

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

1997

Als Manuskript gedruckt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor
Forschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 76021 Karlsruhe
Mitglied der Hermann von Helmholtz-Gemeinschaft
Deutscher Forschungszentren (HGF)
ISSN 0947-8620

Kurzfassung

Das Ermüdungsverhalten der ferritisch-martensitischen Stähle MANET I und II sowie F82H-mod. wurde bei einer Temperatur von $T=200^{\circ}\text{C}$ untersucht. Die Ermüdungsexperimente erfolgten weggesteuert mit Gesamtdehnschwingbreiten zwischen 0,4 % und 1,0 % bei einer Dehnrage von $8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Generell ist der Stahl F82H-mod etwas weicher und besitzt eine größere plastische Dehnschwingbreite bei gleicher Belastung im Vergleich zu MANET I und II. In einige der getesteten Proben wurden vor der Ermüdung 400 appm He mit einem moderierten 104 MeV α -Teilchen-Strahl implantiert. Die Bestrahlung führt zu einer Werkstoffverfestigung. Diese äußert sich in einer höheren Spannungsantwort zu Beginn der Ermüdung im Vergleich zum unbestrahlten Werkstoff. Prinzipiell zeigen alle Proben während der Ermüdung eine Entfestigung. Die Entfestigung ist bei vorbestrahlten Proben und bei hohen Gesamtdehnschwingbreiten größer als bei unbestrahlten Proben. In diesem Fall ist die Lebensdauer verkürzt. Bei einer kleinen Gesamtdehnschwingbreite tendiert der vorbestrahlte Stahl F82H-mod. trotz bestrahlungsinduzierter Verfestigung zu einer moderaten Lebensdauerverlängerung. Eine Entfestigung ist dabei nur in geringem Maße festzustellen.

Der niedrigaktivierende, japanische Stahl F82H-mod. wurde nach der Ermüdung an Hand metallographischer Schlitze und während der Ermüdung mit Hilfe eines speziellen langreichweitigen Mikroskops hinsichtlich der Entstehung mikrostrukturell kurzer Risse untersucht. Die während der Ermüdung aufgenommenen Risse wurden nach ihrer Länge, Orientierung und dem Zusammenwachsen der einzelnen Rißsegmente klassifiziert. Die Risse sind praktisch immer transkristallin. Es existieren zwei Anrißmechanismen: Zum einen handelt es sich um eine normalspannungsunterstützte Rißbildung entlang der Martensitlatten, die mit feinen M_{23}C_6 -Sekundärausscheidungen dekoriert sind. Die Risse haben einen Schwerpunkt ihrer Orientierung bei 60° zur Belastungsrichtung. Zum anderen entstehen Risse an In- und Extrusionen in Richtung der maximalen Schubspannung (45° zur Belastungsrichtung). Mit größerer Gesamtdehnschwingbreite und nach vorheriger Bestrahlung nimmt der Anteil der Risse entlang der Ausscheidungen zu. Beide Rißtypen werden durch die Mikrostruktur (Korngrenzen, angrenzende Lattenbündel) in ihrem Wachstum beeinflusst. Die vorherige Bestrahlung bei der Ermüdung mit einer hohen Gesamtdehnschwingbreite forciert das Überschreiten mikrostruktureller Barrieren. Bei einer kleinen Gesamtdehnschwingbreite bremst die Bestrahlung das Wachstum der Risse. Die Entstehung neuer Rißsegmente läßt sich mit statistischen Verfahren beschreiben. Die verschiedenen Anrißmechanismen können mit unterschiedlichen Weibull-Verteilungen wiedergegeben werden.

Microscopic investigations of microcrack formation in two ferritic-martensitic steels in nonirradiated and irradiated conditions

Abstract

The low-cycle fatigue properties of the ferritic-martensitic steels MANET I and II and F82H-mod. have been investigated at a temperature of 200°C. The strain-controlled fatigue has been performed with strain ranges between 0,4 % and 1,0% and at a strain rate of $8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. The steel F82H-mod. is characterised by a higher plastic strain amplitude compared to MANET I and II. Some of the specimens have been irradiated with a 104 MeV α -particle beam. The homogeneous implantation of 400 appm He leads to a hardening of the material. At the beginning of the fatigue tests the stress response of the irradiated specimens is higher compared to the unirradiated specimens. In general, the material shows softening during fatigue. The softening of irradiated material, which is fatigue tested with a high total strain amplitude, is higher than that of the unirradiated material. The lifetime is reduced. For irradiated specimens fatigued at small total strain amplitudes the tendency to a moderate lifetime prolongation can be seen. In this case, the material shows only a slight softening.

The surface of the Japanese low-activation steel F82H-mod. has been analysed after fatigue by metallographic cuts and during the fatigue tests by a special long-distance microscope. The interest was focused on the initiation and growth of microcracks. The cracks were classified by their length, orientation and coalescence. Almost all cracks are transcrystalline. Two crack initiation mechanisms can be distinguished: Firstly, cracks appear along the martensite laths which are decorated with small $M_{23}C_6$ -precipitates. These cracks are influenced by the normal stresses and show an orientation of 60° to the load axis. Secondly, cracks originate at in-/extrusions in the direction of maximum slip (45° to the load axis). With a higher total strain amplitude and after irradiation the number of microcracks along the precipitates increases. Irradiation and a high total strain amplitude increase the average crack length. Irradiation and a small total strain amplitude reduce the average crack length and cause a longer lifetime. The initiation of microcracks can be described by statistical methods. The distinct crack mechanisms are characterised by different Weibull distributions.

1 EINLEITUNG	1
2 KENNTNISSTAND UND GRUNDLAGEN	3
2.1 Mikrostrukturelles Ermüdungsverhalten ferritisch-martensitischer Stähle	3
2.1.1 Entwicklung der Mikrostruktur	3
2.1.2 Entstehung von Rissen	5
2.2 Rißwachstum	7
2.2.1 Wachstum makroskopischer Risse	7
2.2.2 Wachstum mikroskopischer Risse	9
2.3 Ermüdung modifizierter 9 - 12 % Cr-Stähle mit und ohne Bestrahlung	13
3 WERKSTOFF	16
3.1 Charakterisierung	16
3.2 Mikrostruktur	19
3.2.1 Metallographische Untersuchungen	19
3.2.2 Transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen	21
3.3 Mechanische Eigenschaften	23
3.3.1 Zugversuch	23
3.3.2 Kerbschlagversuch	25
3.3.3 Zugversuche bestrahlter F82H-mod. Proben	26
4 EXPERIMENTELLES	29
4.1 Beschreibung der Proben	29
4.1.1 Probenform und -herstellung	29
4.1.2 Optimierung der Probenoberfläche	30
4.2 Bestrahlung und Ermüdung an der Zweistrahlanlage	36
4.3 Versuchsführung	39
4.3.1 Anrißverhalten der Proben ohne Druckluftkühlung	39
4.3.2 Anrißverhalten der Proben mit Druckluftkühlung	48
4.3.3 Durchführung der Bestrahlungsexperimente	57
4.4 Einsatz des langreichweitigen Mikroskops	59
4.5 Versuchsauswertung	62
4.5.1 Metallographische Aufnahmen	64
4.5.2 Transmissionselektronenmikroskopische Aufnahmen	66
4.5.3 Lichtmikroskopische Rißbilder	67

5 VERSUCHSERGEBNISSE UND AUSWERTUNG	72
5.1 Ergebnisse der Ermüdungsversuche	72
5.1.1 Unbestrahlte Proben	73
5.1.2 Bestrahlte Proben	77
5.2 Mikrorisse und Gefüge	81
5.3 Rißbildung und Rißwachstum	86
5.3.1 Flächendichte der Gesamtrißlänge	86
5.3.2 Flächendichte der Rißsegmente	92
5.3.3 Durchschnittliche Segmentlänge	95
5.3.4 Rißflächendichte	97
5.3.5 Richtungsverteilung der Rißsegmente	99
5.3.6 Längenverteilung der Segmente	106
5.3.7 Wachstum unabhängiger Segmente	109
5.3.8 Wachstum mikrostrukturell kurzer Risse	117
5.3.9 Statistische Beschreibung der Rißenstehung	121
5.4 Bestrahlungsinduzierte Mikrostruktur	129
5.4.1 MANET I nach Neutronenbestrahlung	129
5.4.2 MANET I nach Bestrahlung mit Alphateilchen	132
5.4.3 F82H-mod. nach Bestrahlung mit Alphateilchen	133
6 DISKUSSION	135
6.1 Mechanisches Ermüdungsverhalten	135
6.2 Einfluß der Mikrostruktur	141
6.3 Bildung und Wachstum der Ermüdungsrisse	143
7 ZUSAMMENFASSUNG	148
8 LITERATURVERZEICHNIS	150

1 Einleitung

Ferritisch-martensitische Stähle stehen in der Diskussion als Strukturmaterial für die erste Wand von zukünftigen Fusionsreaktoren. Gegenüber austenitische Stählen weisen sie eine Reihe von Vorzügen auf. Dazu zählen geringes Porenschwellen, hohe thermische Leitfähigkeit, geringe thermische Ausdehnung und Korrosionsbeständigkeit [1-10]. Strukturmaterialien für die erste Wand eines Fusionsreaktors müssen hohen Belastungen standhalten können. Neben dem Auftreffen schneller Neutronen führt das zyklische Brennen des Plasmas zu thermisch induzierten Spannungen. Die Kombination dieser Materialermüdung mit der Neutronenbestrahlung gilt als der letztlich bestimmende Faktor für die Lebensdauer der Komponenten.

Für die Beurteilung von in Frage kommenden Werkstoffen für die erste Wand ist es unerlässlich, Lebensdauerdaten unter den genannten Einflüssen zu generieren. Leider stehen bis heute die bei der Fusionsreaktion $D + T \rightarrow He + n$ entstehenden Neutronen der Energie 14,1 MeV nicht in einem fusionsrelevanten hohen Fluß zur Verfügung. Man kann jedoch die neutroneninduzierte Materialschädigung auf verschiedene Arten simulieren [11]: Zum einen ist das die Bestrahlung mit Spaltneutronen, die allerdings selbst in schnellen Reaktoren ihren maximalen Fluß bei Energien etwa einer Größenordnung kleiner als die von Fusionsneutronen besitzen. Eine zweite Möglichkeit besteht in der beschleunigergetriebenen Erzeugung von Neutronen. Diese können aber in den heute verfügbaren Anlagen nur mit sehr kleinen Flüssen in einem äußerst beschränkten Testvolumen realisiert werden (vgl. [12]). Eine weitere Simulationsmöglichkeit von Fusionsneutronen ist die Bestrahlung mit Ionen. Auf Grund ihrer elektrischen Ladung und der daraus resultierenden Rutherford-Wechselwirkung mit den Gitteratomen des bestrahlten Materials lassen sich in kurzer Zeit sehr hohe Verlagerungsschädigungen erzielen. Nutzt man für die Bestrahlung Alphateilchen und Protonen, so kann die Verlagerungsschädigung durch beide Teilchenarten bzw. die Heliumimplantation durch Alphateilchen hervorgerufen und unabhängig voneinander eingestellt werden [13, 14].

Simulationsbestrahlungen von fusionsrelevanten Stählen durch Neutronen oder Ionen haben eine Reihe von Verschlechterungen der mechanischen Eigenschaften gezeigt. Hierzu zählen Verfestigung und Duktilitätsverlust. Nach vorheriger Bestrahlung wird in totaldehnungsgesteuerten Ermüdungsexperimenten für ferritisch-martensitische Stähle bei Temperaturen kleiner als $T=450^{\circ}\text{C}$ eine Reduktion der Lebensdauer bei gleicher Gesamtdehnschwingbreite verzeichnet [15-19]. Welche Mechanismen auf mikrostruktureller Ebene zur geringeren Lebensdauer des Werkstoffs führen, ist nicht bekannt.

Das Versagen eines ermüdeten Werkstoffs geht meistens von der Oberfläche aus. Bei ferritisch-martensitischen Stählen geschieht das durch gleitbandartige Strukturen, deren Intensivierung zur Bildung von In- und Extrusionen führt. Stark ausgeprägte Intrusionen resultieren in kurzen Rissen. Generell kann die Entstehung der Risse durch die Mikrostruktur wesentlich beeinflusst werden. Zu den einflußnehmenden Bestandteilen der Mikrostruktur zählen Korngrenzen, Martensitlatten und Ausscheidungen. In bestrahlten Werkstoffen findet man zusätzlich die typischen, zur Verfestigung des Materials beitragenden Mikrodefekte wie Versetzungsringe und Heliumblasen. Es ist zu erwarten, daß eine Änderung der Mikrostruktur eine Änderung der Bildung der kleinen Risse nach sich zieht. In der Untersuchung des Verhaltens der kleinen Risse wird der Schlüssel zur Klärung der Versagensmechanismen gesehen.

Im Rahmen dieser Arbeit sollte das Versagensverhalten einer Gruppe fusionsrelevanter, ferritisch-martensitischer Stähle auf der Basis der mikrostrukturellen Vorgänge geklärt werden. Dies geschieht an Hand von Proben aus dem niedrig-aktivierenden, japanischen Stahl F82H-mod. sowie aus den Stählen MANET I und II (Martensitischer Stahl für den Next European Torus). Neben dem Versagensverhalten unbestrahlter Proben ist der Einfluß einer vorherigen Bestrahlung auf das Versagensverhalten von Interesse. Die Simulationsbestrahlungen der Proben bestanden in der homogenen Implantierung von Alphateilchen und wurden an der Zweistrahlanlage des Forschungszentrums Karlsruhe durchgeführt. Die Mikrostruktur der unbestrahlten wie auch der bestrahlten Stähle wurde vor und nach der Ermüdung metallographisch und transmissionselektronenmikroskopisch untersucht. Fraktographische Untersuchungen wurden nach dem Versagen des Werkstoffs mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie durchgeführt. Der wesentliche und neuartige Bestandteil der Arbeit ist die Analyse der Entstehung und des Wachstums mikrostrukturell kurzer Risse mit Hilfe lichtmikroskopischer Aufnahmen der Werkstoffoberfläche während der Ermüdung. Dabei muß das optische System bei der Beobachtung bestrahlter und auf Temperatur gebrachter Proben entsprechend hohen Anforderungen genügen. Diese Vorgehensweise steht im Gegensatz zu den genannten Nachuntersuchungsmethoden, die ansonsten während der Ermüdung nur in unterbrochenen Experimenten Anwendung finden können. Die Untersuchungsergebnisse bezüglich der Risse werden schließlich mit der jeweiligen Mikrostruktur verglichen und zur Erklärung des Versagensverhaltens herangezogen.

2 Kenntnisstand und Grundlagen

2.1 Mikrostrukturelles Ermüdungsverhalten ferritisch-martensitischer Stähle

2.1.1 Entwicklung der Mikrostruktur

Die Stähle MANET I und II sowie F82H-mod. haben als ferritisch-martensitische Stähle ein kubisch raumzentriertes (krz) Gitter. Prinzipiell haben Metalle mit einer kubisch raumzentrierten Struktur eine hohe Stapelfehlerenergie. Dies begünstigt das Quergleiten von Schraubenversetzungen (welliges Gleiten), welches ein hohes Maß der Plastizität ausmachen kann. Generell liegen Versetzungen im krz-Gitter auf {110}-, {112}- oder {123}-Ebenen. Das Gleiten erfolgt in $\langle 111 \rangle$ -Richtungen. Die Versetzungen besitzen einen Burgersvektor $a/2 \langle 111 \rangle$. Dieser Burgersvektor ist für Schraubenversetzungen energetisch günstig in 3 Teilvektoren aufgespalten, die den Ort der Versetzung eindeutig definieren. Die Schraubenversetzung kann in diesem Fall nicht gleiten. Der Übergang einer nicht gleitfähigen zu einer gleitfähigen Schraubenversetzung ist ein thermisch aktivierter Prozeß. Wird die dazu benötigte Temperatur nicht erreicht, so bedarf es einer erhöhten Spannung. Sobald sich eine Schraubenversetzung auf Grund dieser Spannung gelöst hat, beginnt sie mit dem Quergleiten. Die benötigte, höhere Spannung kann als eine Art Gitterreibung betrachtet werden. Man kann sie mit dem in kubisch flächenzentrierten (kfz) Gittern vorkommenden Peierlspotential vergleichen [15]. Die Fließspannung in Metallen mit krz-Gitter ist also stark von der Temperatur abhängig. Die Fließspannung σ_f läßt sich gemäß Gleichung 2.1 in zwei Komponenten unterteilen (siehe auch Abbildung 2.1): Es handelt sich dabei um den athermischen Spannungsanteil σ_a und den thermischen Spannungsanteil σ_t [21-24]:

$$\sigma_f = \sigma_a + \sigma_t(d\varepsilon / dt, T) \quad (2.1)$$

Bei niedrigen Temperaturen benötigt man demnach zusätzlich die Spannung σ_t zum Erreichen der plastischen Verformung. Diese Spannung ist abhängig von der Temperatur und der Dehnrates. Der athermische Anteil stammt von der elastischen Versetzungswechselwirkung. Gleichung 2.2 zeigt für den athermischen Anteil die Abhängigkeit vom Schubmodul G , vom Betrag des Burgersvektors b , von der Versetzungsdichte ρ und von der geometrischen Anordnung der Versetzungen (Faktor α). M ist der Taylorfaktor, der die Schub- in die Normalspannung überführt.

$$\sigma_a = M \cdot \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho} \quad (2.2)$$

Oberhalb einer Temperatur T_0 ist der thermische Anteil der Fließspannung unerheblich. In α -Eisen liegt T_0 bei einer Dehnrates von $d\varepsilon/dt=10^{-5}s^{-1}$ etwa bei Raumtemperatur. Für eine Temperatur kleiner als T_0 ist der thermische Anteil der Fließspannung deutlich größer als der athermische Anteil. Dies steht im Gegensatz zu kubisch flächenzentrierten Metallen, bei denen der thermische Anteil eine nur untergeordnete Rolle spielt. Bei hohen Temperaturen und kleinen Dehnrates wird der thermische Anteil vernachlässigbar. Das Verhalten kubisch raumzentrierter Metalle ähnelt dann sehr dem Verhalten kubisch flächenzentrierter Metalle.

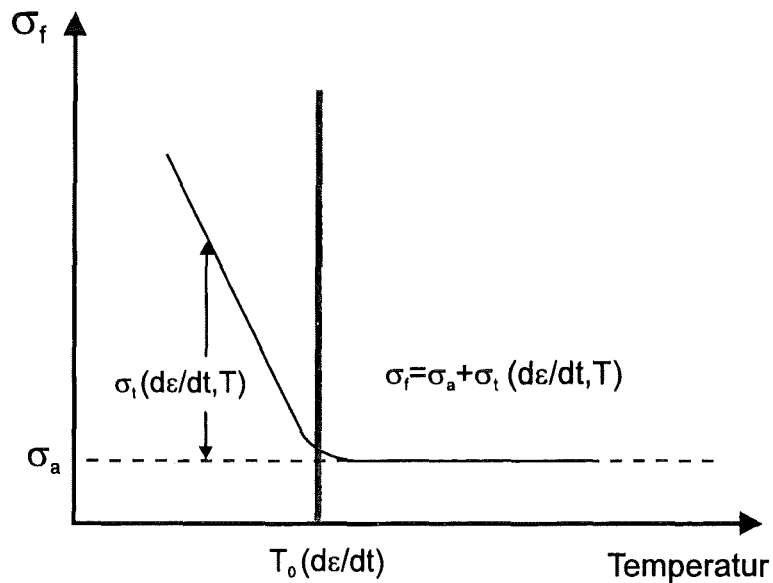


Abb. 2.1: Temperaturabhängigkeit der Fließspannung in Metallen mit kubisch raumzentriertem Gitter

Die in kfz-Metallen vorkommenden persistenten Gleitbänder (PGBs) werden in α -Eisen nicht gefunden. Prinzipiell kann man wohl für reine krz-Metalle das Auftreten von PGBs zumindest bei höheren Temperaturen und kleinen Dehnraten ausschließen [25]. Statt dessen erfolgt bei den genannten Bedingungen ein erhöhtes Quergleiten von Schraubenversetzungen. Dies führt zu einer ausgeprägten Struktur von Versetzungszellen (siehe Abbildung 2.2). Innerhalb dieser Zellen überwiegen die Schraubenversetzungen im Moment der plastischen Verformung. Treffen Schraubenversetzungen umgekehrten Vorzeichens aufeinander, so können sich diese gegenseitig aufheben. Bei der elektronenmikroskopischen Untersuchung des unbelasteten Werkstoffs erscheinen dann die Zellen versetzungsfrei. Die hohe Beweglichkeit und die Fähigkeit zur Annihilation von Schraubenversetzungen innerhalb der Versetzungszellen sowie die Bildung der Versetzungszellen selbst sind der Grund für die abnehmende Spannungsschwingbreite im Verlauf der dehnungskontrollierten Ermüdung.

Gersinska [23] untersuchte die Bildung von Versetzungszellen in MANET I bei verschiedenen Temperaturen, Gesamtdehnschwingbreiten und Dehnraten. Bei tieferen Temperaturen ist die Größe der Versetzungszellen durch die Abstände der Martensitlatten begrenzt. Bei höheren Temperaturen nimmt der Einfluß der Latten ab und die Größe der Zellen zu. Größere Gesamtdehnschwingbreiten rufen kleinere Zellen hervor. Während der Ermüdung wächst die Zellgröße, welches mit einer Abnahme der Spannungsschwingbreite einher geht. Eine Reduktion der Dehnrates führt bei hohen Temperaturen zu kleineren Spannungsschwingbreiten und größeren Versetzungszellen, während bei niedrigen Temperaturen nur eine geringe Änderung des Werkstoffverhaltens feststellbar ist.

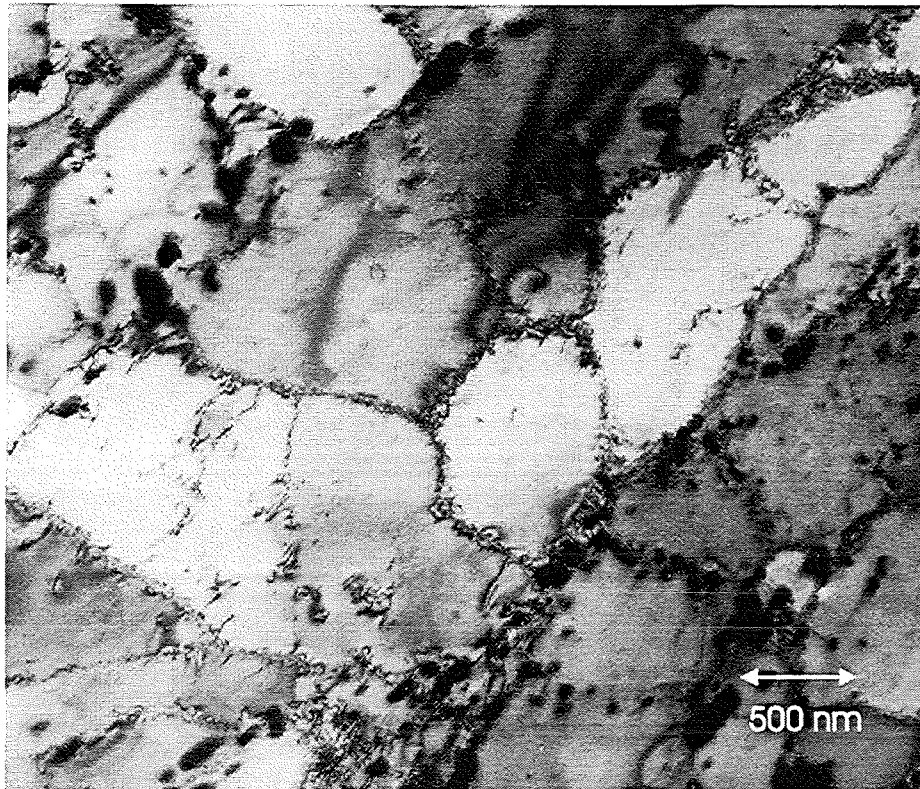


Abb. 2.2: Bildung von Versetzungszellen in krz-Metallen während der Ermüdung

2.1.2 Entstehung von Rissen

Bei der Ermüdung von krz-Metallen ist die Existenz von persistenten Gleitbändern (PGBs) in der Regel nicht festzustellen. In Metallen mit kfz-Gitter führen in erster Linie PGBs zur Ausprägung der In- und Extrusionen. Diese wiederum können als Orte der Rißentstehung fungieren. Die Mikrostruktur ermüdeter krz-Metalle zeigt die Bildung von Versetzungszellen. Man geht davon aus, daß diese inhomogene Deformation des Werkstoffs, gepaart mit einem asymmetrischen Gleiten der Schraubenversetzungen, zur Entstehung von Rauigkeiten an der Werkstoffoberfläche führt [21]. In Eisen-Kohlenstoff-Legierungen findet man bei der Ermüdung mit zunehmender Zyklenzahl eine wellige Topographie, die eine deutlich lamellare Struktur nach sich zieht [26]. Diese Spuren von Gleitbändern erhöhen ihre Dichte mit ansteigender Zyklenzahl. Sie entwickeln sich zu In- und Extrusionen. Hier können die ersten Risse entstehen. Gleiches gilt für reines Eisen [21, 27]: Man erhält gleitbandartige Strukturen, die In- und Extrusionen zur Folge haben und als Rißinitiatoren wirken. Die In- und Extrusionen können über mehrere Körner hinweg laufen. Ihre Entstehung erfolgt normalerweise unter 45° zur Belastungsrichtung. Das ist der Winkel, bei dem kontinuumsmechanisch die höchste Schubspannung herrscht. Neben den In- und Extrusionen gibt es eine Reihe weiterer Möglichkeiten der Rißentstehung. Dabei handelt es sich um Unregelmäßigkeiten an der Werkstoffoberfläche. Hierzu zählen Ausscheidungen oder Einschlüsse dicht unterhalb oder direkt an der Oberfläche sowie herstellungsbedingte (Mikro-) Kerben. Beispiele sind in [28] und [29] angegeben. In letzterem Beitrag wird das Zusammenspiel

zweier Arten der Rißinitiierung untersucht. Es treten gleichzeitig die Rißbildung an Gleitbändern und die Rißbildung an Defekten auf. Allgemein kann man für Metalle mit krz-Gitter sagen: Wenn die plastische Deformation in Form von Gleitbändern bzw. In- und Extrusionen für die Rißentstehung verantwortlich ist, dann erfolgt das Rißwachstum bis auf wenige Ausnahmen transkristallin.

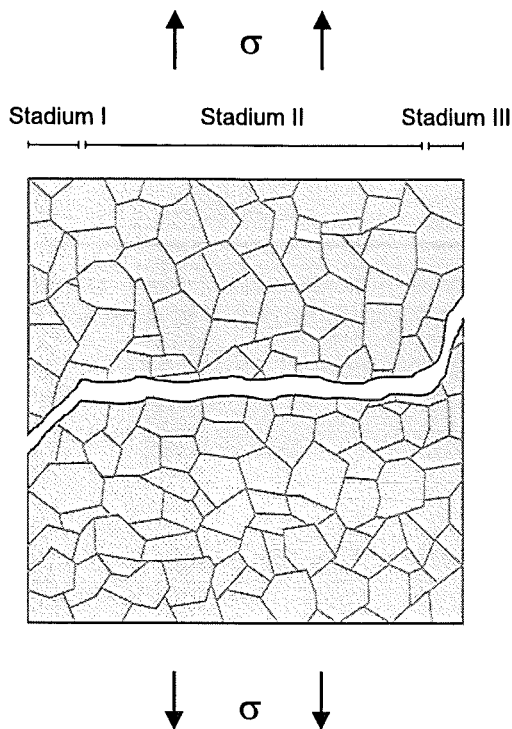


Abb. 2.3: Stadium I (Anriß), Stadium II (Schwingstreifen) und Stadium III (Gewaltbruch) der Ermüdungsrißausbreitung

Das Anreißen des Werkstoffs wird als Phase I der Rißentwicklung bezeichnet [30]. Der Riß liegt dabei unter 45° zur angelegten Last. Vom Ort der Rißinitiierung gehen fächerförmig sogenannte Gleitbahnen aus, die zueinander, je nach kristallographischer Orientierung, gekippt sein können. Nachdem der Riß die ersten Körner durchlaufen hat, bewirkt die Zunahme der Spannungskonzentration vor der Rißspitze die Betätigung mehrerer Gleitsysteme. Das Rißwachstum setzt sich dann senkrecht zur angelegten Last fort. Diese Phase II der Rißentwicklung nimmt in der Regel den größten Raum der Bruchfläche auf der Probe ein. Die Bruchfläche ist gekennzeichnet durch die Ausbildung von Schwingungsstreifen. Ein Modell zur Entstehung der Schwingungsstreifen ist in [31] dargestellt. Häufig findet man eine Krümmung der Schwingungsstreifen hin zum Ort der Rißentstehung. Mit zunehmender Zyklenzahl erfolgt eine Verbreiterung der Streifen, welches eine Beschleunigung des Rißwachstums anzeigt. Am Ende der Ermüdung, wenn die verbleibende Materialbrücke nicht mehr die angelegte Last tragen kann, kommt es zum Gewaltbruch. Hier kann die Bruchfläche durch die Bildung von Waben gekennzeichnet sein.

2.2 Rißwachstum

2.2.1 Wachstum makroskopischer Risse

Zur Beschreibung von Spannungsfeldern an einer Rißspitze wird der Spannungsintensitätsfaktor K eingeführt. Er wird je nach Spannungsmodus mit dem Index I, II oder III versehen (vgl. Abbildung 2.4). In den meisten Fällen handelt es sich bei der Belastung um ein direktes Öffnen der Risse, daher wird hier K_I betrachtet. Der Spannungsintensitätsfaktor ist von der Spannung σ und der Rißlänge a abhängig. Natürlich spielt auch die Geometrie des angerissenen Bauteils eine Rolle. Diese geht über einen Geometriefaktor $Y(a)$ ein. Für einen Innenriß der Länge $2a$ in einer Platte mit unendlicher Ausdehnung ist $Y=1$. Ansonsten gilt:

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} \cdot Y(a) \quad (2.3)$$

Wird eine entsprechende Rißlänge oder eine ausreichend hohe Spannung erreicht, dann kommt es zum Durchreißen des Materials. K_I wird zum kritischen Spannungsintensitätsfaktor K_{Ic} . Wird das kritische Rißwachstum von der Spannung ausgelöst, so spricht man von der Versagensspannung σ_c :

$$K_{Ic} = \sigma_c \sqrt{\pi a} \cdot Y(a) \quad (2.4)$$

Bei einer Wechselverformung wechselt die Spannung zwischen einem Minimalwert und einem Maximalwert. Analog bekommt man für die jeweilige Phase den entsprechenden Spannungsintensitätsfaktor. Ihre Differenz ergibt ΔK :

$$\Delta K = K_{\max} - K_{\min} = (\sigma_{\max} - \sigma_{\min}) \cdot \sqrt{\pi a} \cdot Y(a) \quad , \quad \text{für } K_{\min} > 0 \quad (2.5)$$

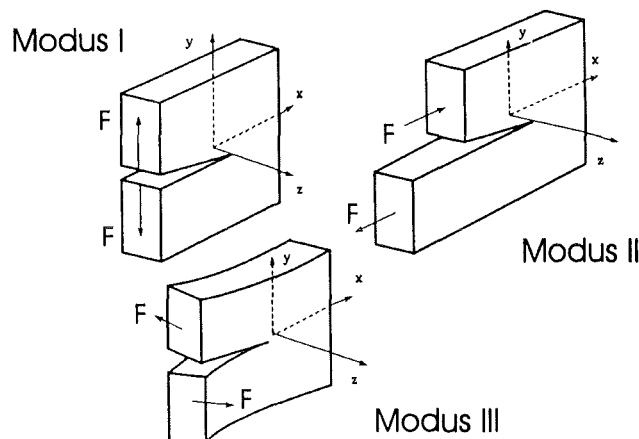


Abb. 2.4: Die drei Rißöffnungsmoden

Zwischen ΔK und der Rißgeschwindigkeit da/dN existiert ein Zusammenhang in Form eines Potenzgesetzes. Das Gesetz nach Paris ist in Gleichung 2.6 beschrieben:

$$\frac{da}{dN} = C \cdot \Delta K^m \quad \text{Paris-Gesetz} \quad (2.6)$$

Dieses Rißwachstumsgesetz entspricht Bereich II in Abbildung 2.5. In der doppelt-logarithmischen Auftragung der Rißgeschwindigkeit über ΔK erkennt man insgesamt einen S-förmigen Verlauf. Als unteren Grenzwert hat man $\Delta K_{\text{Schwelle}}$ (Bereich I). Unterhalb dieses Werts ist kein Rißwachstum möglich. Beim Erreichen des kritischen Intensitätsfaktors ΔK_c geht die Rißwachstumsgeschwindigkeit gegen unendlich (Bereich III). Es gibt verschiedene Modifikationen des Paris-Gesetzes, die das Rißwachstum bei kleinen und großen ΔK mit einbeziehen.

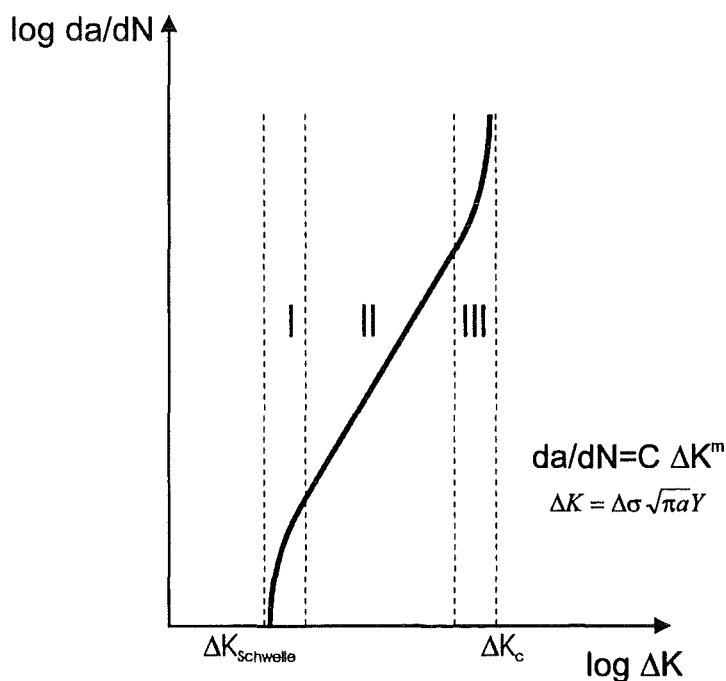


Abb. 2.5: Die drei Bereiche der Rißwachstumskurve

Das K-Konzept ist an sich nur für die linear-elastische Bruchmechanik anwendbar. Dabei muß die plastische Zone vor der Rißspitze klein gegenüber dem Riß selbst, dem Ligament und den übrigen Bauteilabmessungen sein. Ansonsten müssen Verfahren der Fließbruchmechanik benutzt werden. Hierzu zählen das J-Integral-Verfahren und das COD-Verfahren (COD=crack opening displacement). Entsprechende Literatur ist unter [44-47] zu finden.

Es existieren verschiedene Untersuchungen zum Rißwachstum in bestrahlten Stählen. L.A.James [48] sowie D.J.Michel und G.E.Korth [49] haben austenitische Stähle für Reaktorapplikationen hinsichtlich des Rißverhaltens analysiert. Sie stellen kein einheitliches Verhalten fest.

P.Fenici und S.Suolang [50] finden heraus, daß der austenitische Stahl Typ 316 während und nach Protonenbestrahlung mit fusionstypischer Verlagerungsschädigung eine Verlangsamung des Rißwachstums zeigt. Dies gilt in erster Linie für Risse im Stadium I der Rißentwicklung.

Je nach Vorbehandlung finden G.J.Lloyd, J.D.Walls und J.Gravenor [51] unterschiedliches Rißwachstumsverhalten in neutronenbestrahltem Stahl des Typs 316. Es ist kein eindeutiger Trend festzustellen.

Im Allgemeinen kann man sagen, daß es zwar Hinweise für den Einfluß der Bestrahlung auf die Geschwindigkeit des Rißwachstums gibt, jedoch keine durchweg eindeutigen Aussagen getroffen werden. Dies gilt insbesondere für realitätsnahe Untersuchungen von Reaktorstählen. Hier spielen eine Reihe weiterer Parameter wie Temperatur, Druck und umgebendes Medium eine wichtige Rolle.

2.2.2 Wachstum mikroskopischer Risse

Bei der logarithmischen Auftragung der dauerhaft ertragbaren Spannungsschwingbreite $\Delta\sigma$ über dem Logarithmus der Anfangsrißlänge a erhält man einen sogenannten Kitagawa-Takahashi-Plot (Abbildung 2.6). Er ist geprägt durch zwei Geraden. Sind Rißlängen und Spannungen innerhalb des durch die Geraden abgegrenzten Bereichs angesiedelt, dann müßte das Bauteil eine unendlich lange Lebensdauer erreichen. Nach oben hin entspricht die begrenzende Spannung bei einer sehr kleinen Rißlänge der Dauerfestigkeit $2 \cdot \sigma_D$. Mit zunehmender Rißlänge nimmt diese Grenzspannung ab. Für lange Risse gilt in Analogie zu dem bereits im vorherigen Kapitel für ΔK beschriebenen Zusammenhang Gleichung 2.7:

$$\Delta\sigma = \frac{\Delta K_{Schwelle}}{\sqrt{\pi a} \cdot Y(a)} \quad (2.7)$$

Für ein konstantes $\Delta K_{Schwelle}$ und einer von a unabhängigen Geometriefunktion Y (Griffith-Riß) erhält man bei einer doppelt-logarithmischen Auftragung der Spannungsschwingbreite über der Rißlänge eine Gerade mit der Steigung $-1/2$. Hat man nun sehr kleine Risse mit einer Länge $a < a_0$ und ermüdet man ein Bauteil mit einer Belastung unterhalb der Dauerfestigkeit, dann dürften diese Risse nicht weiter wachsen. Dies ist in der Realität nicht so. Es gibt einen Übergangsbereich (gestrichelte Kurve), in dem das Verhalten von kleinen Rissen unterschätzt wird. Kleine Risse können hier bereits für ΔK -Werte unterhalb des Schwellenwerts wachstumsfähig sein. Die Rißgeschwindigkeiten streuen in diesem Bereich sehr stark. Das Wachstum ist von der Mikrostruktur abhängig. Es ist durchaus möglich, daß Risse unterhalb einer Belastung von σ_D und mit einer Länge $a < a_1$ zunächst wachsen, später jedoch an mikrostrukturellen Barrieren b gestoppt werden (graue Kurve). Unter solchen Barrieren versteht man beispielsweise Korngrenzen oder Martensitlatten.

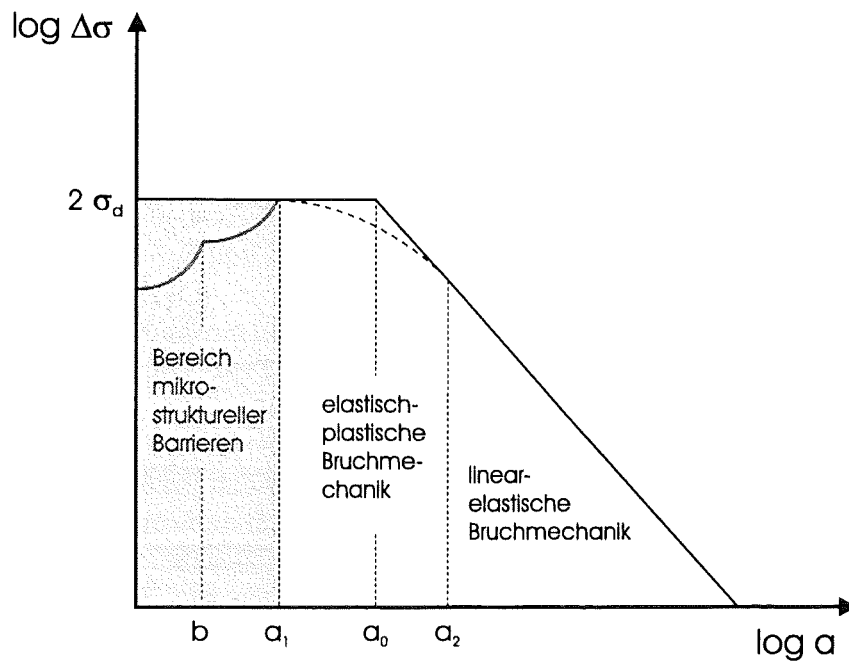


Abb. 2.6: Kitagawa-Takahashi-Diagramm (nach [52, 53])

Sehr kurze Risse mit $a < a_1$, die von der Mikrostruktur beeinflusst werden, bezeichnet man als mikrostrukturell kurz. Ihre Länge kann maximal bis zu wenigen Korndurchmessern betragen. Risse mit einer Länge $a > a_2$ werden als lang bezeichnet. Ihr Wachstumsverhalten gehorcht der linear-elastischen Bruchmechanik. Risse mit einer Länge zwischen den beiden Bereichen heißen physikalisch kurz. Sie werden mit der elastisch-plastischen Bruchmechanik beschrieben.

Die Entwicklung der Wachstumsrate von kleinen Rissen ist in Abbildung 2.7 dargestellt. Bei einer kleinen Spannungsschwingbreite $\Delta\sigma_a$ wächst ein Riß, bis er an einer mikrostrukturellen Barriere gestoppt wird. Prinzipiell könnte er weiterwachsen, wenn der zugehörige Spannungsintensitätsfaktor größer als ein Schwellwert ist. Wäre zum Beispiel bei gleichbleibender Spannungsschwingbreite der Riß länger, dann käme es vielleicht zu einer Wachstumsverlangsamung, jedoch nicht zu einem Rißstillstand. Bei der höheren Spannungsschwingbreite $\Delta\sigma_b$ wächst ein Riß mit abnehmender Geschwindigkeit. Die Spannungsschwingbreite ist hoch genug, um die Barriere überschreiten zu können. Danach geht sein Wachstum über in das Wachstum langer Risse mit entsprechender Geschwindigkeitszunahme. Liegt die Spannungsschwingbreite oberhalb der doppelten Dauerfestigkeit, dies sei der Fall für $\Delta\sigma_c$, dann bleibt das Rißwachstum praktisch unbeeinflusst von eventuellen mikrostrukturellen Barrieren.

Grundsätzlich ist festzuhalten, daß das Wachstum der Mikrorisse die Dauer der Ermüdung bis zum Versagen dominiert. Auch wenn Risse zu Ermüdungsbeginn stark verlangsamt werden, können sie letztendlich das Versagen des Bauteils herbeiführen.

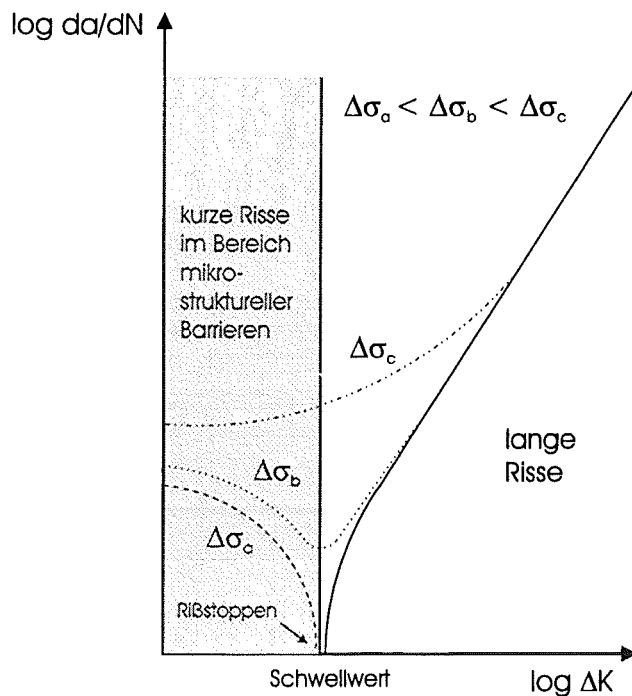


Abb. 2.7: Vergleich von Kurz- und Langrißwachstum (nach [54, 55])

Miller gibt ein Wachstumsgesetz für mikrostrukturell kurze Risse gemäß Gleichung 2.8 an [55]. Er geht davon aus, daß die Risse schubspannungsgesteuert unter 45° zur Belastungsrichtung entstehen. Bei diesem Winkel wird die Schubspannung im Kontinuum maximal.

$$\frac{da}{dN} = A \cdot (\Delta\tau)^\alpha \cdot (d - a) \quad (2.8)$$

$\Delta\tau$ ist die Schubspannungsschwingbreite, A und α sind Konstanten. Der Abstand vom Ursprung zu einer Barriere ist d. Bei abnehmendem Abstand der Rißspitze von der Barriere nimmt die Rißgeschwindigkeit ab. Trifft der Riß auf die Barriere, so stoppt er.

Im Gegensatz zu Miller gehen Nisitani und Goto [56] davon aus, daß das Wachstum mikroskopischer Risse in erster Linie durch die Spannung und die Rißlänge a bestimmt wird. Sie geben folgendes Wachstumsgesetz an. Bei B und n handelt es sich um Konstanten:

$$\frac{da}{dN} = B \cdot \sigma^n \cdot a \quad (2.9)$$

Tokaji und Ogawa [57] untersuchten das Mikrorißwachstum unterschiedlicher Metalle mit unterschiedlichen Mikrostrukturen. Sie kommen zu dem Schluß, daß Mikrorisse mehrfach von Korngrenzen, Tripelpunkten und mikroskopischen Phasengrenzen gebremst werden können (siehe Abbildung 2.8). In feinkörnigen Metallen findet häufiger eine Wechselwirkung

zwischen Rissen und Korngrenzen statt. Daher ist dort die durchschnittliche Rigeschwindigkeit kleiner als in grobkrnigen Metallen. Entsprechend ist die Lebensdauer grer (vgl. auch [58]).

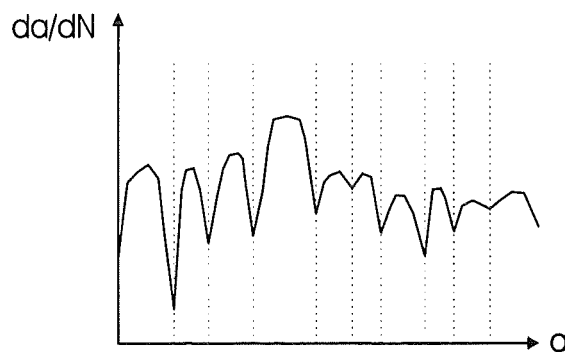
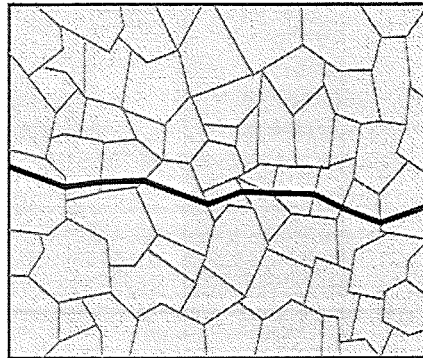


Abb. 2.8: Skizzierte Wachstumsgeschwindigkeit von Mikrorissen in Vielkristallen (nach [57])

Die Oberflchengte eines Bauteils spielt eine wesentliche Rolle bei der Initiierung von Mikrorissen. Dabei knnen die Risse an Bearbeitungsspuren auf der Oberflche oder an Einschlssen, Poren etc. direkt unterhalb der Oberflche entstehen. Suhr [59] findet beispielsweise, da Riefen von rund 50 μm Tiefe mit einer Orientierung quer zur Belastungsrichtung die Lebensdauer von ansonsten glatten Proben bis zu 50 % reduzieren knnen.

Als Beispiel fr die statistische Betrachtung der Entstehung von Mikrorissen seien zwei Verffentlichungen von Goto [29, 60] genannt. Die Zeitpunkte der Initiierung der Risse werden mit Weibull-Verteilungen beschrieben. Bei Vorkommen zweier Anrimechanismen wird eine gemischte Weibull-Verteilung benutzt.

Weitere Betrachtungen zu Riwachstumsgesetzen und auch der bergnge von mikrostrukturell kurzen ber physikalisch kurze bis hin zu greren Rissen findet man unter [61, 62].

2.3 Ermüdung modifizierter 9 - 12 % Cr-Stähle mit und ohne Bestrahlung

Konventionelle 9 - 12 % Cr-Stähle finden ihren Einsatz in der Energietechnik. Die mechanischen Eigenschaften dieser Stahlsorte sind weitgehend untersucht. Zu der Gruppe dieser kommerziell erhältlichen Stähle zählen (siehe [1, 9]) die amerikanischen Vertreter HT-9 und T91 sowie die britischen Stähle FV607, CRM-12 und FV448. In Frankreich ist es der Stahl EM12. Es existiert der japanische ferritisch-martensitische Stahl JFMS. In Deutschland sind es die Stähle DIN 1.4922 sowie 1.4914, wobei letzterer auf der Basis von DIN 1.4922 und FV448 entwickelt wurde. Eine weitere Spezialisierung dieser Stähle für die Kernfusion stellen der europäische MANET I bzw. II (Martensitischer Stahl für den Next European Torus) und der japanische F82H dar.

Eine Besonderheit der ferritisch-martensitischen Stähle, die man so nicht bei austenitischen Stählen findet, ist das Spröbruchverhalten bei tiefen Temperaturen. Bei Unterschreiten einer gewissen Übergangstemperatur nimmt die Schlagarbeit im Kerbschlagzähigkeits-Versuch stark ab. Die Bestrahlung ferritisch-martensitischer Stähle verschiebt diese Übergangstemperatur nach oben in einen anwendungsrelevanten Bereich. Zum Themenkomplex Kerbschlagzähigkeit und bestrahlungsbedingte Versprödung existiert eine Vielzahl von Veröffentlichungen (beispielsweise [32-40]). Die Ermüdungseigenschaften dieser Stahlsorte nach und während der Bestrahlung sind deutlich weniger häufig untersucht worden. Die höhere Komplexität im Zusammenspiel von bestrahlungsinduzierter Versprödung bzw. Verfestigung und die ermüdungsbedingte Änderung der Mikrostruktur beinhaltet jedoch zahlreiche, interessante Aspekte.

Für MANET I liegen Ergebnisse von dehnungsgesteuerten Ermüdungstests von $T=300^{\circ}\text{C}$ bis $T=600^{\circ}\text{C}$ vor [41]. Die Strahlenbelastung der Proben bestand in der Implantation von 200 appm (atomic parts per million) Helium und einer Schädigungsdosis von 1,2 dpa (displacements per atom). In allen Temperaturbereichen ist eine zyklische Entfestigung zu beobachten. Für Temperaturen unterhalb $T=450^{\circ}\text{C}$ ist nach Bestrahlung mit Alphateilchen eine Erhöhung der Spannungsschwingbreite gegenüber unbestrahlten Proben bei gleicher Gesamtdehnschwingbreite zu verzeichnen. Bei etwa $T=450^{\circ}\text{C}$ ist kein Einfluß der Bestrahlung zu sehen. Oberhalb $T=450^{\circ}\text{C}$ liegen die gemessenen Spannungsschwingbreiten bestrahlter Proben unterhalb derjenigen von unbestrahlten Proben. Das liegt daran, daß zwar bei niedrigen Temperaturen die Bewegung der Versetzungslinien durch bestrahlungsinduzierte Defekte eingeschränkt ist, bei höheren Temperaturen jedoch die Bestrahlung das Quergleiten und die Annihilation von Versetzungen und somit ein Ausheilen begünstigt (vgl. [42]).

Grossbeck et al. [15] bestrahlte zwei martensitische Stähle unterschiedlichen Cr-Gehalts mit schnellen Neutronen im Hochflußreaktor HFIR. Einer der beiden untersuchten Legierungen mit 12Cr-1MoVW wurde Ni mit 1 % bzw. 2 % zugesetzt. Über eine (n,α) -Reaktion läßt sich damit Helium produzieren. Die Heliumgehalte waren 210 appm He und 410 appm He, respektive. Die Schädigung betrug 25 dpa. Die zweite Legierung mit 9Cr-1MoVW enthielt weniger als 5 appm He bei einer Schädigung von 3 dpa. Die Bestrahlungstemperatur war $T=55^{\circ}\text{C}$ und die Testtemperatur $T=22^{\circ}\text{C}$. Der Ni-haltige Stahl 12Cr-1MoVW zeigt eine bestrahlungsinduzierte Verfestigung von ca. 30 %. In dehnungskontrollierten Ermüdungsexperimenten schlägt sich dies in einer Reduktion der Lebensdauer nieder. Der Stahl 9Cr-1MoVW mit der entsprechenden Behandlung ist weniger stark betroffen. Es ist daraus zu folgern, daß Helium eine herausragende Rolle bei der Beeinflussung der Lebensdauereigenschaften spielt.

Lindau und Möslang [16] vergleichen Spannungsschwingbreiten und Lebensdauern von MANET I bei $T=420^{\circ}\text{C}$ in dehnungskontrollierten Experimenten mit vorheriger Bestrahlung, ohne Bestrahlung und während der Bestrahlung mit moderierten 104 MeV Alphateilchen. Die Proben, die sowohl vor der Ermüdung als auch während der Ermüdung bestrahlt wurden, haben einen Heliumgehalt von 400 appm He und eine Schädigungsdosis von 1,6 dpa. In allen Ermüdungsversuchen nimmt die Spannungsschwingbreite mit zunehmender Zyklenzahl ab. Dies wird der Bildung von Versetzungszellen zugeschrieben. Mit zunehmender Gesamtdehnschwingbreite nimmt der Anteil dieser zyklischen Entfestigung zu. Nach vorheriger Bestrahlung liegt die Spannungsantwort bei einer Gesamtdehnschwingbreite von $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,5\%$ mehr als 10 % höher im Vergleich zum unbestrahlten Werkstoff. Die bestrahlungsinduzierte Verfestigung hat eine Lebensdauerreduktion um ca. eine Größenordnung zur Folge. Bei den während der Bestrahlung ermüdeten Proben - die Gesamtdehnschwingbreite beträgt ebenfalls $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,5\%$ - wird die zyklische Entfestigung im Laufe des Experiments geringer. Die Lebensdauer ist gegenüber unbestrahlten Proben etwa um den Faktor 0,5 verkürzt.

Marmy [17] sowie Marmy und Victoria [18] untersuchten das Ermüdungsverhalten von MANET II während und nach der Bestrahlung mit Protonen der Energie 590 MeV. Neben der allgemein beobachtbaren zyklischen Entfestigung ist eine durch vorherige Bestrahlung hervorgerufene Verfestigung feststellbar. Auch hier führt diese Verfestigung zu einer Reduktion der Lebensdauer. Die Lebensdauer der Probe, die während der Ermüdung bestrahlt wurde, liegt zwischen derjenigen der unbestrahlten und jener der vorbestrahlten Probe. Ein Erklärungsversuch für dieses Materialverhalten bezieht sich auf die Wechselwirkung zwischen plastischer Deformation und dem Aufbau der bestrahlungsinduzierten Mikrostruktur.

In [19] wird das Ermüdungsverhalten von MANET I und II während und nach der Bestrahlung mit moderierten 104 MeV Alphateilchen bei $T=250^{\circ}\text{C}$ untersucht. Im Vergleich zu unbestrahlten Proben ist die Lebensdauer bestrahlter Proben (Heliumdosis 400 appm He) bei gleicher Gesamtdehnschwingbreite reduziert. Proben, die während der Ermüdung bestrahlt werden, zeigen erst bei niedriger Gesamtdehnschwingbreite und entsprechend langem Zyklieren eine verkürzte Lebensdauer. Der Aufbau der mikrostrukturellen, bestrahlungsinduzierten Defekte bedarf einiger Zeit. Bei einer eher hohen Gesamtdehnschwingbreite von $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,7\%$ ist eine zyklische Entfestigung zu beobachten. Die vorbestrahlte Probe startet bei gleicher Gesamtdehnschwingbreite mit einer höheren Spannung. Ihre relative Entfestigung ist viel größer als im unbestrahlten Fall. Man kann auf Grund dieser Eigenheiten von einer gewissen Erholung des bestrahlten Werkstoffs über den Zeitraum der Ermüdung sprechen.

Schließlich soll noch kurz auf den Beitrag von Scholz et al. [43] eingegangen werden. Es wird die kraftgesteuerte Torsionsermüdung des austenitischen Stahls 316 L bei einer Temperatur von $T=400^{\circ}\text{C}$ analysiert. Eine Bestrahlung erfolgte mit 19 MeV Deuteronen. Im Gegensatz zu den bisher genannten dehnungsgesteuerten Versuchen, bei denen die vorherige Bestrahlung jeweils eine Lebensdauerreduktion bei gleicher Gesamtdehnschwingbreite gebracht hat, erfahren hier die vorbestrahlten Proben eine Lebensdauererlängerung um den Faktor 5 bis 7 bei gleicher Spannungsschwingbreite. Der direkte Vergleich mit ferritisch-martensitischen Stählen ist jedoch eingeschränkt zu betrachten, da Austenite bei der Ermüdung eine zyklische Verfestigung zeigen.

Generell unterscheidet man für die Abhängigkeit der Lebensdauer von der Belastung zwei Gesetzmäßigkeiten. Einmal handelt es sich um die Beschreibung des Bereichs hoher Gesamtdehnschwingbreiten und kurzer Lebensdauern. Man spricht von Low Cycle Fatigue (LCF). Hier geht man davon aus, daß die Lebensdauer von der plastischen Dehnschwingbreite abhängt. Man benutzt die plastische Dehnschwingbreite nachdem die Entfestigung des Materials in eine Sättigung übergegangen ist. Dies ist bei einer Zyklenzahl von $N_{Bruch}/2$ der Fall. Gleichung 2.10 zeigt das Coffin-Manson-Gesetz, bei dem das Produkt aus Bruchlastspielzahl und einer Potenz der plastischen Dehnschwingbreite konstant bleibt:

$$N_{Bruch} \cdot \Delta \epsilon_{plast}^{\beta} = const. \quad \text{Coffin-Manson-Gesetz} \quad (2.10)$$

Bei kleinen Gesamtdehnschwingbreiten, bei denen die plastische Dehnschwingbreite kleiner als die elastische ist, trifft das Coffin-Manson-Gesetz nicht mehr zu. Man spricht für diesen Bereich von High Cycle Fatigue (HCF). Basquin beschreibt ein Gesetz (Gleichung 2.11), bei dem das Produkt aus der Bruchlastspielzahl und einer Potenz der Spannungsschwingbreite bei $N_{Bruch}/2$ eine Konstante ergibt:

$$N_{Bruch} \cdot \Delta \sigma^{\delta} = const. \quad \text{Basquin-Gesetz} \quad (2.11)$$

Prinzipiell lassen sich die Ermüdungsversuche mit den modifizierten 9 - 12 % Cr-Stählen gut mit den beiden Gesetzen beschreiben. Auf Grund der Verfestigung bestrahlter Proben können unbestrahlte sowie bestrahlte Proben in der Regel nicht gleichzeitig mit ein und dem selben Gesetz hinsichtlich ihrer Lebensdauer charakterisiert werden.

3 Werkstoff

3.1 Charakterisierung

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Proben des japanischen Stahls F82H-mod. untersucht. Außerdem wurden für Vergleiche und vorbereitende Untersuchungen Proben aus den Stählen MANET I und II (Martensitischer Stahl für den Next European Torus) herangezogen. Die MANET-Stähle sind Entwicklungen des Instituts für Materialforschung I am Forschungszentrum Karlsruhe. Alle 3 Stähle lassen sich auf die Klasse der 9 - 12 % Cr-Stähle zurückführen. Ihre Zusammensetzung wurde jedoch hinsichtlich des Einsatzgebiets modifiziert. Die Entwicklung der 9 - 12 % Cr-Stähle begann etwa Mitte der Fünfziger Jahre in Konkurrenz zu nicht- oder niedriglegierten ferritischen und ferritisch-bainitischen Stählen sowie zu hochlegierten austenitischen Chrom-Nickel-Stählen. Die 9 - 12 % Cr-Stähle weisen eine Reihe von Vorteilen auf: Vergleicht man sie mit den hoch-warmfesten austenitischen Stählen, so hat man günstigere thermophysikalische Eigenschaften (hohe Wärmeleitfähigkeit und geringe Wärmeausdehnung), erhöhte Korrosionsbeständigkeit in Wasser und Wasserdampf, geringere Anfälligkeit gegenüber bestrahlungsinduzierter Helium-Versprödung und geringeres bestrahlungsinduziertes Schwellen. Gegenüber niedriglegierten ferritischen Stählen besteht zumindest unterhalb von $T=580^{\circ}\text{C}$ eine ausreichende Hochtemperatur-Zeitstandfestigkeit sowie eine erhöhte Beständigkeit gegenüber Anlaßversprödung [1-8, 63].

Tab. I: Legierungszusammensetzung von MANET I und II sowie von F82H-mod.

	F82H-mod. (NKK)	MANET I	MANET II
Fe	Basis	Basis	Basis
C	0,09	0,13	0,10
Cr	7,62	10,6	10,37
Ni	0,02	0,87	0,65
Mo	0,003	0,77	0,58
V	0,16	0,22	0,21
W	1,95	-	-
Mn	0,16	0,82	0,76
Ta	0,02	-	-
Cu	0,01	-	-
Al	0,003	-	-
Si	0,11	0,37	0,18
Ti	0,01	-	-
Co	0,005	-	-
Zr	-	0,053	0,008
Nb	0,0001	0,16	0,16
S	0,001	0,004	0,005
P	0,002	0,005	0,004
N	0,007	0,02	0,032
B	0,0002	0,0085	0,0075

Die Anwendung von 9-12 % Cr-Stählen ist im konventionellen Kraftwerksbau verbreitet und erstreckt sich auf Kessel, Frischdampfleitungen, Dampferzeuger und Turbinen. In nuklearen Kraftwerken gibt es Anwendungen als Dampferzeuger und Brennelementkästen. Schließlich sind modifizierte 9 - 12 % Cr-Stähle potentielle Kandidaten für die erste Wand von zukünftigen Fusionskraftwerken.

Der japanische Stahl F82H-mod. wurde von der NKK-Corporation in einer 5 t Großcharge im Vakuum-Induktionsofen erschmolzen. Die für die Ermüdungsversuche entnommenen Proben stammen aus gewalzten Platten einer Dicke von 15 mm. Die chemische Zusammensetzung wurde zunächst von NKK bestimmt. Nach der Anlieferung führte man eine Kontrollanalyse am Institut für Materialforschung I durch [64, 65]. Die Legierungszusammensetzung von F82H-mod. sowie MANET I und II sind in Tabelle I dargestellt [19, 66]. Insbesondere für F82H-mod. sind auch Verunreinigungselemente angegeben. Die Begrenzung dieser Verunreinigungen zeichnet den Unterschied zwischen dem hochreinen F82H-mod. und dem Stahl F82H aus. Ein Grundgedanke hinter der Entwicklung von F82H-mod. ist die geringe Aktivierbarkeit bei Exposition gegenüber Fusionsneutronen. Man versucht die Gehalte von Elementen wie Ni, Co und Mo, die bezüglich einer niedrigen Langzeitaktivierung sehr schlecht sind, zu substituieren oder so stark wie möglich zu reduzieren [67, 68]. Ganz besonders gilt das für Nb. Nb ist ein Kohlenstoffstabilisator. Es muß nicht nur als solcher ersetzt sondern der Restgehalt auch auf einen sehr niedrigen Anteil begrenzt werden [69]. NKK gibt einen Nb-Gehalt von nur 1 ppm an. Der Aspekt der niedrigen Aktivierbarkeit ist neu gegenüber den MANET-Stählen. Was die MANET-Stähle betrifft, so stellt MANET II eine Weiterentwicklung von MANET I dar [70-72]. MANET I besitzt einen recht großen Zirkoniumgehalt. Zirkonium-Primärkarbide in MANET I haben den negativen Effekt, daß sie als Rißinitiatoren bei der Ermüdung wirken.

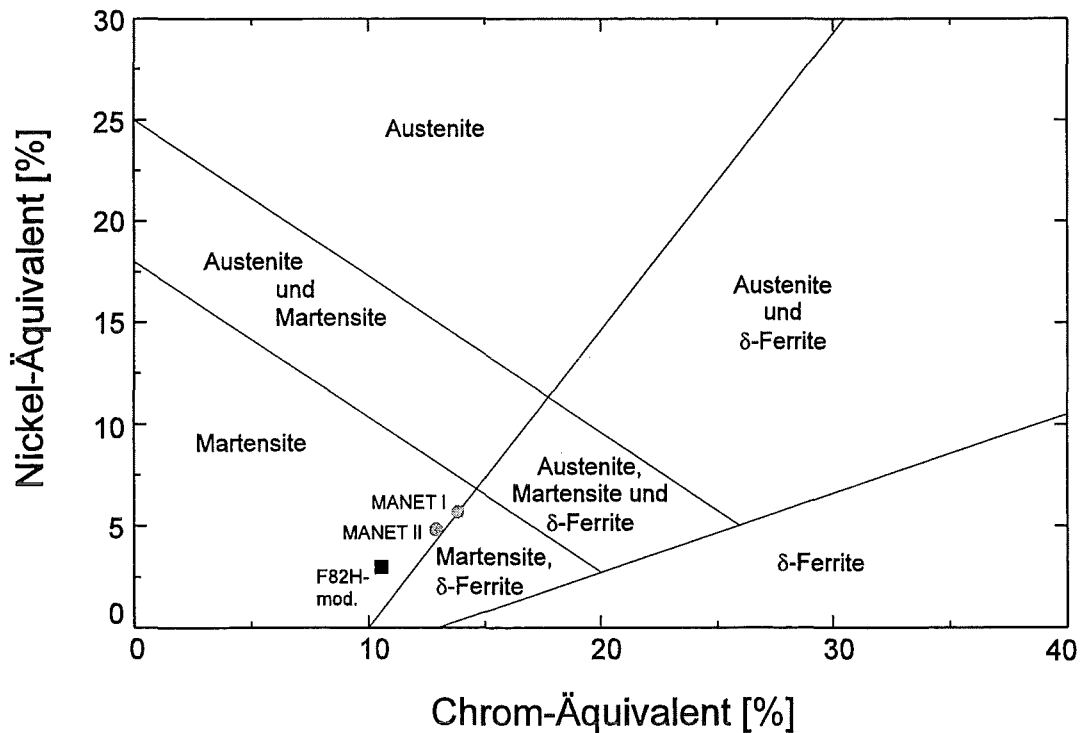


Abb. 3.1: Modifiziertes Schaeffler-Diagramm für MANET I, II und F82H-mod.

Eine Abschätzung der Gefügeart der Stähle F82H-mod. und MANET I/II erhält man nach Eintragung in das Schaeffler-Diagramm [73]. Abbildung 3.1 zeigt solch ein Diagramm nach Modifikation von Schneider [74]. Die entsprechenden Chrom- und Nickeläquivalente wurden mit den von Briggs und Parker [75] aufgestellten Gleichungen 3.1a und 3.1b berechnet. Die Legierungselemente werden dabei in Gewichtsprozent angegeben:

$$\text{Cr-Äquivalent} = \% \text{Cr} + 2 \cdot \% \text{Si} + 1,5 \cdot \% \text{Mo} + 5 \cdot \% \text{V} + 5,5 \cdot \% \text{Al} + 1,75 \cdot \% \text{Nb} + 1,5 \cdot \% \text{Ti} + 0,75 \cdot \% \text{W} \quad (3.1a)$$

$$\text{Ni-Äquivalent} = \% \text{Ni} + \% \text{Co} + 0,5 \cdot \% \text{Mn} + 0,3 \cdot \% \text{Cu} + 25 \cdot \% \text{N} + 30 \cdot \% \text{C} \quad (3.1b)$$

Die metallographischen Untersuchungen bestätigen, daß nicht nur das Gefüge von F82H-mod., sondern auch die Gefüge von MANET I und II, die auf Grund ihrer Legierungszusammensetzung das Vorkommen von δ -Ferrit befürchten lassen, voll martensitisch sind.

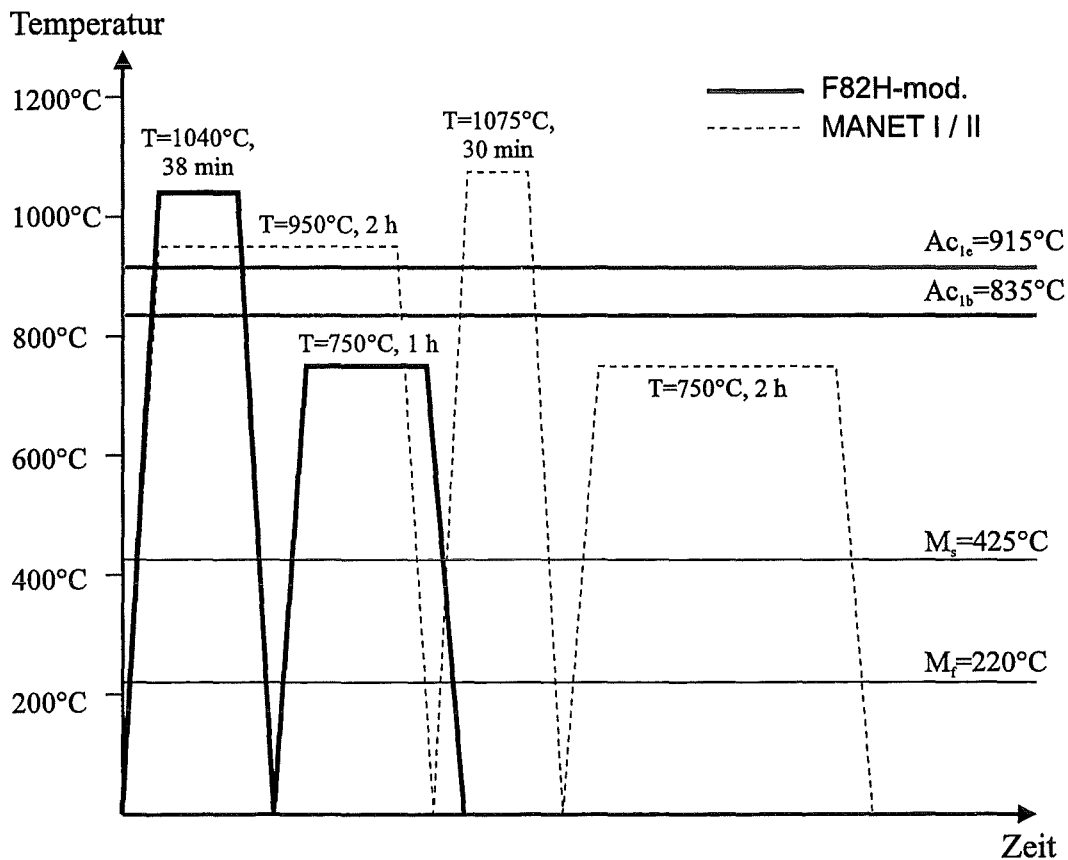


Abb. 3.2: Wärmebehandlung von F82H-mod., MANET I und II. Die Umwandlungswerte beziehen sich auf F82H-mod.. Für MANET I/II liegen sie etwas niedriger.

Der Stahl F82H-mod. wurde vom Hersteller bereits fertig vergütet angeliefert. Die Wärmebehandlung bestand aus einer Austenitisierung bei $T=1040^{\circ}\text{C}$ (38 min) und einer anschließenden Anlaßbehandlung bei $T=750^{\circ}\text{C}$ (1 h). Die Vergütung ist schematisch in Abbildung 3.2 dargestellt. Gleichzeitig sind die wesentlichen Temperaturen für das Umwandlungsverhalten nach einer 15 minütigen Austenitisierung bei $T=1040^{\circ}\text{C}$ eingezeichnet. Der Stahl F82H-mod. ist als umwandlungsträge und als Lufthärter anzusehen. Die Perlitbildung setzt ab $dT/dt=0,8^{\circ}/\text{min}$ ein.

Die Proben aus MANET I und II wurden zunächst bei einer Austenitisierungstemperatur von $T=950^{\circ}\text{C}$ homogenisiert (2h). Dies soll ein gleichmäßigeres Gefüge nach vorangegangener Kaltverformung (Walzen) erreichen. Danach erfolgte eine zweite Austenitisierung mit der höheren Temperatur $T=1075^{\circ}\text{C}$ (0,5 h), die eine vollständige Härtung bei rascher Abkühlung an Luft bedingt. Die Anlaßbehandlung wurde bei $T=750^{\circ}\text{C}$ (2h) durchgeführt.

Tab. II: Umwandlungstemperaturen von MANET I und II sowie von F82H-mod.

	Ac1b	Ac1e	Ms	Mf
F82H-mod.	835°C	915°C	425°C	220°C
MANET I	790°C	870°C	310°C	155°C
MANET II	780°C	890°C	350°C	155°C

3.2 Mikrostruktur

3.2.1 Metallographische Untersuchungen

Eine am Institut für Materialforschung durchgeführte metallographische Analyse von F82H-mod. im Anlieferungszustand ergab eine Korngröße von $78,6\ \mu\text{m}$ im Längs- und $51,4\ \mu\text{m}$ im Querschliff. Das Gefüge zeigt die typische Streifenstruktur von Martensitlatten. Die durchschnittliche Lattenbreite liegt bei $1,82\ \mu\text{m}$. Die Lattengrenzen wie auch die Korngrenzen sind dekoriert mit sehr feinen Sekundärausscheidungen. Bei den perlschnurartig aufgereihten Ausscheidungen handelt es sich überwiegend um M_{23}C_6 -Karbide. Die Martensitlatten sind bündelartig strukturiert. In einem Korn sind in der Regel mehrere Bereiche mit unterschiedlicher Lattenorientierung vorhanden. Häufig ist nicht erkennbar, ob zwischen unterschiedlich orientierten Latten Korn- oder nur Bereichsgrenzen vorliegen. Vereinzelt treten Primärkarbide auf. Eine EDX-Analyse zeigt, daß es sich dabei um Cr-, Fe- und W-haltige Einschlüsse handelt [76]. Der gemittelte Durchmesser der Primärkarbide liegt bei $5,4\ \mu\text{m}$.

Tab. III: EDX-Analyse der Primärkarbide, Angabe der am häufigsten vorkommenden Elemente

Element	Gewichts-%	Atom-%
V	1,02	1,27
Cr	49,97	60,83
Fe	26,65	30,21
W	22,36	7,70

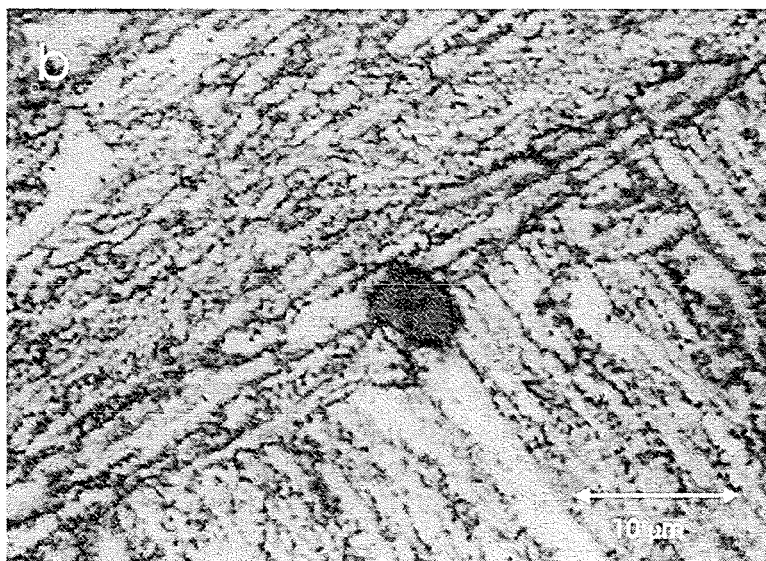


Abb. 3.3: a) Lattenbündel mit unterschiedlicher Orientierung möglicherweise getrennt durch eine Korngrenze. b) Lattenbündel und Einschuß; fein verteilte Sekundärkarbide.

Abbildung 3.3 zeigt metallographische Schliffbilder mit der typischen Mikrostruktur. In Abbildung a) sind unterschiedliche Lattenrichtungen zu sehen. Die Grenzlinie zwischen den Lattenbündeln könnte eine Korngrenze sein. Abbildung b) zeigt ebenfalls Lattenbündel unterschiedlicher Orientierung. In der Bildmitte ist zudem ein Einschuß zu sehen. Dieser Einschuß liegt gerade im Grenzbereich zweier Lattenbündel. Solch eine Lage eines Einschlusses kommt nur selten vor. An den Lattengrenzen kann man die fein verteilten Sekundärausscheidungen erkennen.

Die Mikrostruktur von MANET I und II wird in [23, 72 und 77] beschrieben. Es existiert gleichermaßen die typische Martensitlattenstruktur. Für MANET I ist eine Korngröße von etwa 30 μm angegeben, für MANET II je nach Charge 20 μm bis 50 μm . Damit liegen die Korngrößen niedriger als bei F82H-mod.. Der mittlere Abstand der Martensitlatten von MANET I wird mit ca. 0,4 μm angegeben. Die Lattengrenzen und die Grenzen der ehemaligen Austenitkörner sind mit feinen M_{23}C_6 -Karbiden belegt. Insbesondere in MANET I findet man größere Primärausscheidungen vom Typ $\text{Zr}(\text{C},\text{N})$.

3.2.2 Transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen

Wie im metallographischen Schliff ist auch bei der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) die Lattenstruktur des Martensits zu erkennen. Die Sekundärausscheidungen stellen sich als perlschnurartig aufgereihte, langgestreckte, dunkle Inseln dar (siehe Abbildung 3.4). Ihre durchschnittliche Länge beträgt 52 nm, die durchschnittliche Breite 24 nm.

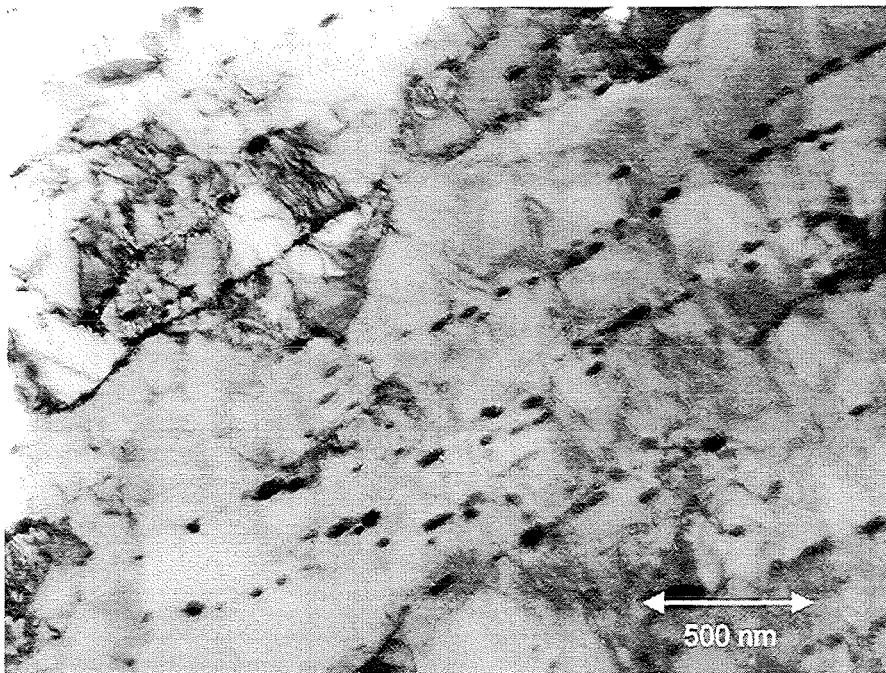


Abb. 3.4: Langgestreckte, aufgereichte M_{23}C_6 -Sekundärkarbide in F82H-mod.

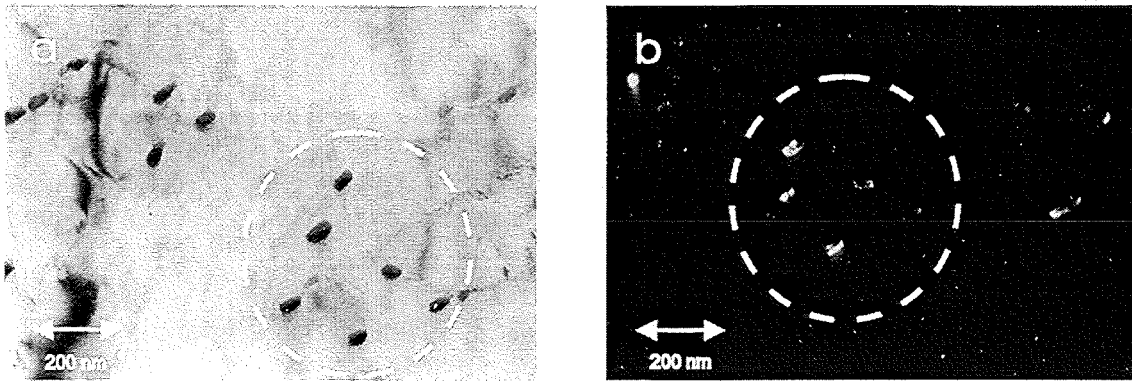


Abb. 3.5: a) Hellfeldbild und b) Dunkelfeldbild mehrerer Sekundärkarbide

Um die Aussage, daß es sich bei den feinen Karbiden um $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen handelt, zu verifizieren, wurden verschiedene Dunkelfeldaufnahmen und die dazugehörigen Beugungsbilder entsprechender Bereiche aufgenommen (vgl. [78-81]). Neben den Beugungsreflexen des kubisch-raumzentrierten Matrixgitters existieren feine Beugungspunkte, die durch die Reflexion des Gitters der Ausscheidungen hervorgerufen werden. Auf Grund des Beugungsmusters läßt sich der Gittertyp der Ausscheidungen als kubisch-flächenzentriert bestimmen. Mit Hilfe der Reflexe kann der Gitterebenenabstand und die Gitterkonstante mit den Gleichungen 3.2 a und b berechnet werden. Für den Abstand R des Beugungsreflexes vom Nullstrahl gilt:

$$R \cdot d = \lambda \cdot L \quad \text{mit} \quad d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3.2 \text{ a und b})$$

L ist die Kameralänge, λ die Wellenlänge. Bei d handelt es sich um den Abstand der den Reflex hervorbringenden Gitterebenschicht, welche durch die Miller'schen Indizes h , k und l bestimmt wird. Beispielsweise ergeben sich für die beiden niedrig indizierten Beugungsreflexe $\vec{g} = \langle 111 \rangle$ und $\vec{g} = \langle 200 \rangle$ folgende Gitterkonstanten a :

$$\begin{aligned} \vec{g} = \langle 111 \rangle &\rightarrow a = 10,4 \text{ \AA} \\ \vec{g} = \langle 200 \rangle &\rightarrow a = 10,5 \text{ \AA} \end{aligned}$$

Ein Vergleich mit [82] nach Gittertyp und Gitterkonstanten sowie Legierungszusammensetzung ergibt für die Ausscheidungen, daß es sich um $M_{23}C_6$ handelt. Untenstehende Tabelle gibt mögliche Karbide an:

Tab. IV: Mögliche $M_{23}C_6$ -Sekundärkarbide

$M_{23}C_6$ -Karbid	Gittertyp	Gitterkonstante
$Cr_{23}C_6$	kfz	10,66 \AA
$Fe_{21}Mo_2C_6$	kfz	10,56 \AA
$Fe_{21}W_2C_6$	kfz	10,54 \AA
$Mn_{23}C_6$	kfz	10,59 \AA

3.3 Mechanische Eigenschaften

3.3.1 Zugversuch

Dieses Kapitel gibt einen Überblick über die Zugversuchseigenschaften von F82H-mod. sowie MANET I und II.

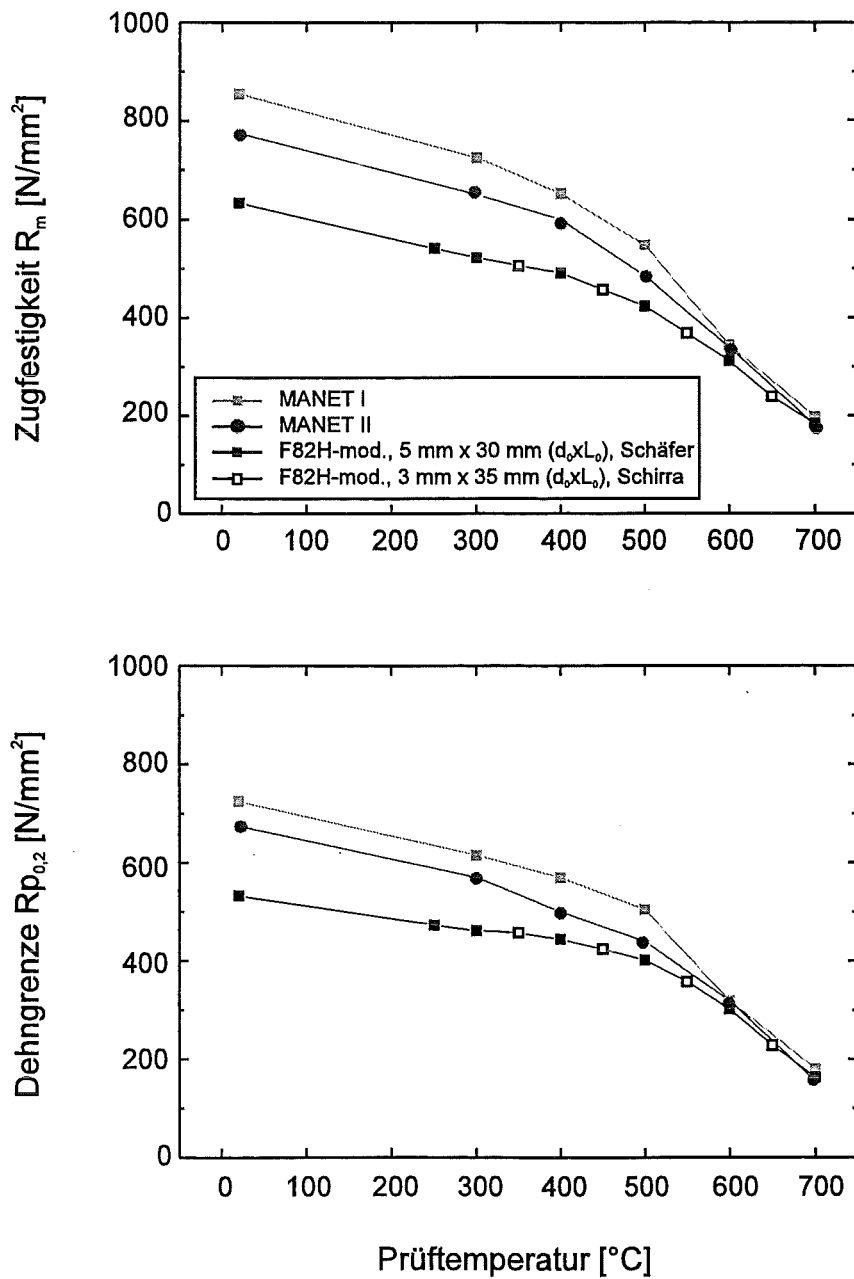


Abb. 3.6: Zugversuchsergebnisse in Abhängigkeit von der Prüftemperatur

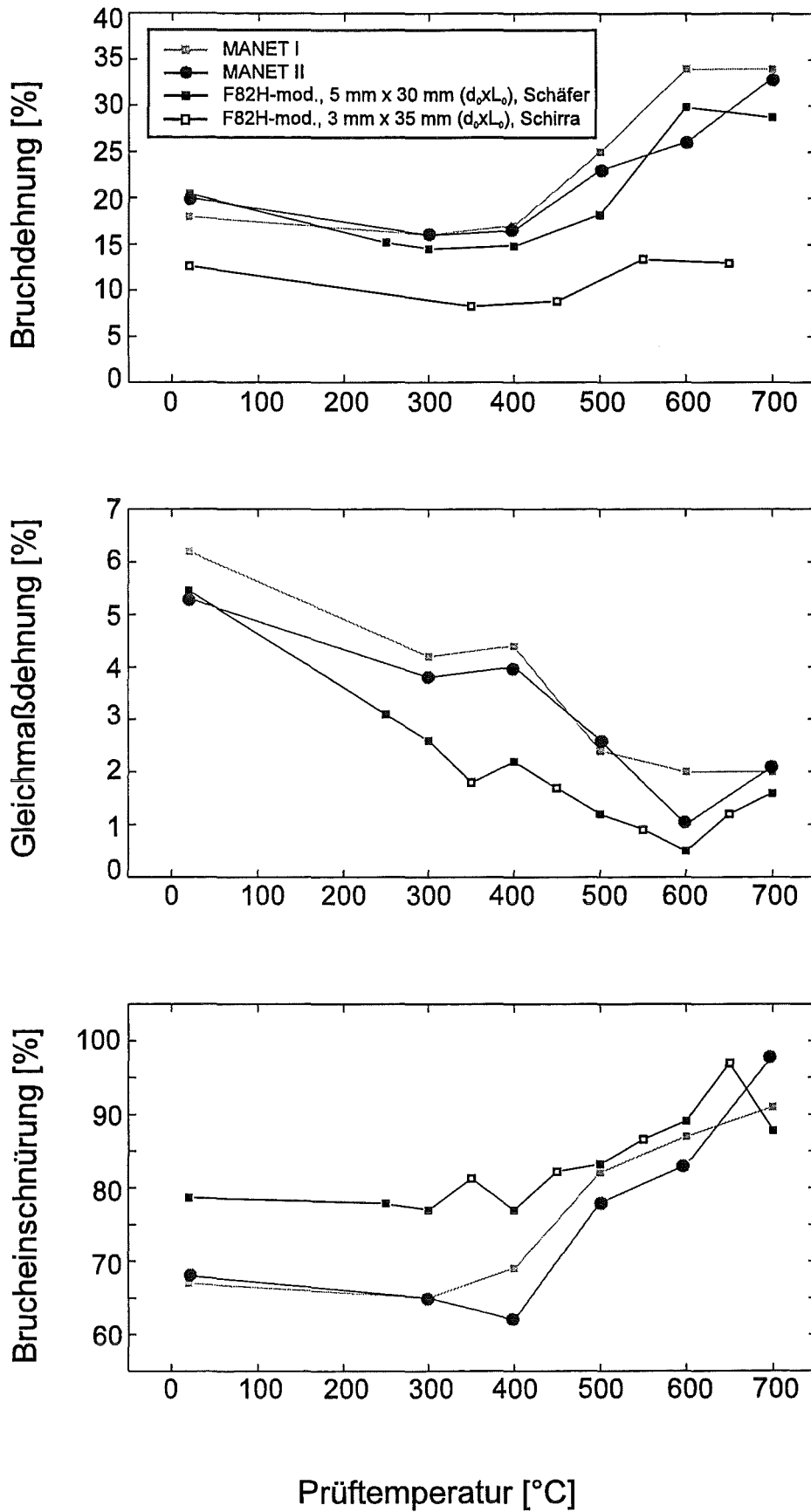


Abb. 3.7: Zugversuchsergebnisse in Abhängigkeit von der Prüftemperatur

Für F82H-mod. decken zwei Versuchsreihen den Temperaturbereich von Raumtemperatur bis $T=700^{\circ}\text{C}$ ab. In den Versuchsreihen wurden unterschiedliche Proben benutzt. Einmal Proben mit der Abmessung $3\text{ mm} \times 35\text{ mm}$ ($d_0 \times L_0$) [66] sowie Proben mit $5\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ ($d_0 \times L_0$) [83]. In den Schaubildern für die Zugfestigkeit R_m , Dehngrenze $R_{p,0,2}$, Gleichmaßdehnung A_g und Brucheinschnürung Z erhält man eine gute Passung der Meßergebnisse der beiden Probenformen. Für die Bruchdehnung A gilt dies auf Grund der verschiedenen Geometrien nicht. Für die unterschiedlichen Proben werden getrennte Kurvenzüge dargestellt. Insgesamt ist der Stahl F82H-mod. etwas weicher als die MANET-Stähle. Seine Zugfestigkeit und seine Dehngrenze liegen unterhalb der von MANET I und II. Die Bruchdehnung ist zumindest für die Probe mit den Abmessungen $5\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ im Bereich des MANET. F82H-mod. besitzt außer bei Raumtemperatur eine geringere Gleichmaßdehnung und die Brucheinschnürung ist zumindest unterhalb etwa $T=500^{\circ}\text{C}$ deutlich größer als die der MANET-Stähle.

3.3.2 Kerbschlagversuch

Abbildung 3.8 und 3.9 geben einen Überblick über die Kerbschlagdaten. Die Kerbschlagversuche wurden mit ISO-V-Proben durchgeführt. Für die Hochlage von F82H-mod. wird deutlich mehr Energie benötigt als für MANET I und II. Zudem liegt der Steilabfall bei niedrigeren Temperaturen. Die Kerbschlagdaten von F82H-mod. weisen damit auf ein günstigeres Verhalten hin als dies für MANET I/II der Fall ist. Gleichzeitig wurde die Temperatur bestimmt, bei der der kristalline Bruchanteil 50 % beträgt (FATT=Fracture Appearance Transition Temperature). Hier liegt F82H-mod. unterhalb und MANET I/II oberhalb $T=0^{\circ}\text{C}$.

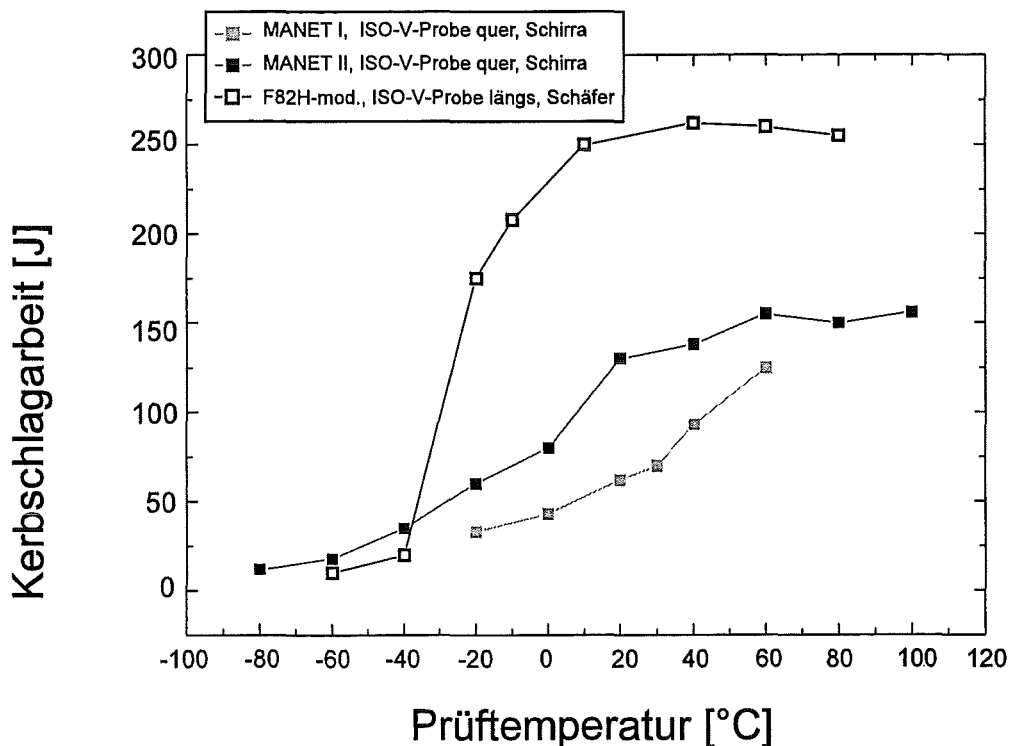


Abb. 3.8: Kerbschlagzähigkeitsdiagramm

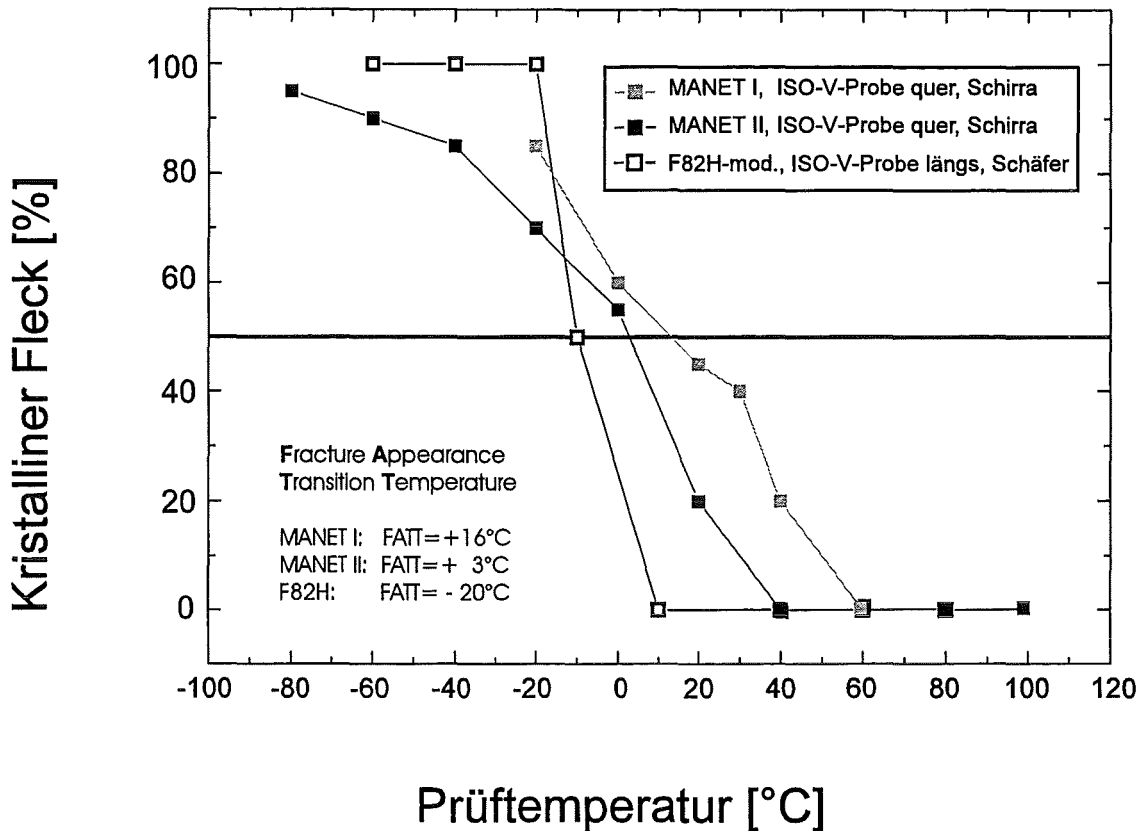


Abb. 3.9: Kristalliner Bruchanteil

3.3.3 Zugversuche bestrahlter F82H-mod. Proben

Die Abbildungen 3.10 und 3.11 zeigen einen Vergleich der Zugversuchsdaten von bestrahltem und unbestrahltem F82H-mod. (aus[65]). Die Bestrahlung erfolgte mit moderierten 104 MeV Alphateilchen, welches zu einer homogenen Heliumimplantation führte. Die Dosis beträgt 500 appm He, die Verlagerungsschädigung liegt bei 0,3 dpa. Bei den Proben handelt es sich um Flachzugproben, die für die Bestrahlung optimiert sind. Die Dehnrates waren kleiner als für die Proben der in Kapitel 3.3.1 beschriebenen Zugversuche. Der direkte Vergleich mit den Daten aus Kapitel 3.3.1 ist somit nicht gegeben. Eine Erhöhung der Zugfestigkeit und Dehngrenze dokumentiert deutlich die bestrahlungsinduzierte Verfestigung. Diese ist bei der kleinsten Versuchs- und Bestrahlungstemperatur ($T=60^{\circ}\text{C}$) maximal und nimmt zu höheren Temperaturen hin ab. Ab etwa $T=400^{\circ}\text{C}$ hat die Bestrahlung praktisch keinen Einfluß mehr auf die mechanischen Eigenschaften. Die bestrahlungsinduzierte Verfestigung bei $T=60^{\circ}\text{C}$ überschreitet 100 MPa; bei $T=250^{\circ}\text{C}$ beträgt die Verfestigung 50 bis 70 MPa. Die Bruchdehnung zeigt für den bestrahlten wie unbestrahlten Werkstoff ein Minimum bei ca. $T=300^{\circ}\text{C}$. Dieses Minimum ist für die bestrahlten Proben stärker ausgeprägt, so daß sich die Werte der bestrahlten Proben denen der unbestrahlten in diesem Bereich angleichen. Bei der Gleichmaßdehnung scheint die Bestrahlung bereits bei etwas kleineren Temperaturen ihren Einfluß zu verlieren. Während bei der kleinsten Temperatur die Gleichmaßdehnung der bestrahlten Probe ca. 2 % oberhalb der unbestrahlten Probe liegt, gleicht sich diese Differenz bei ungefähr $T=250^{\circ}\text{C}$ aus.

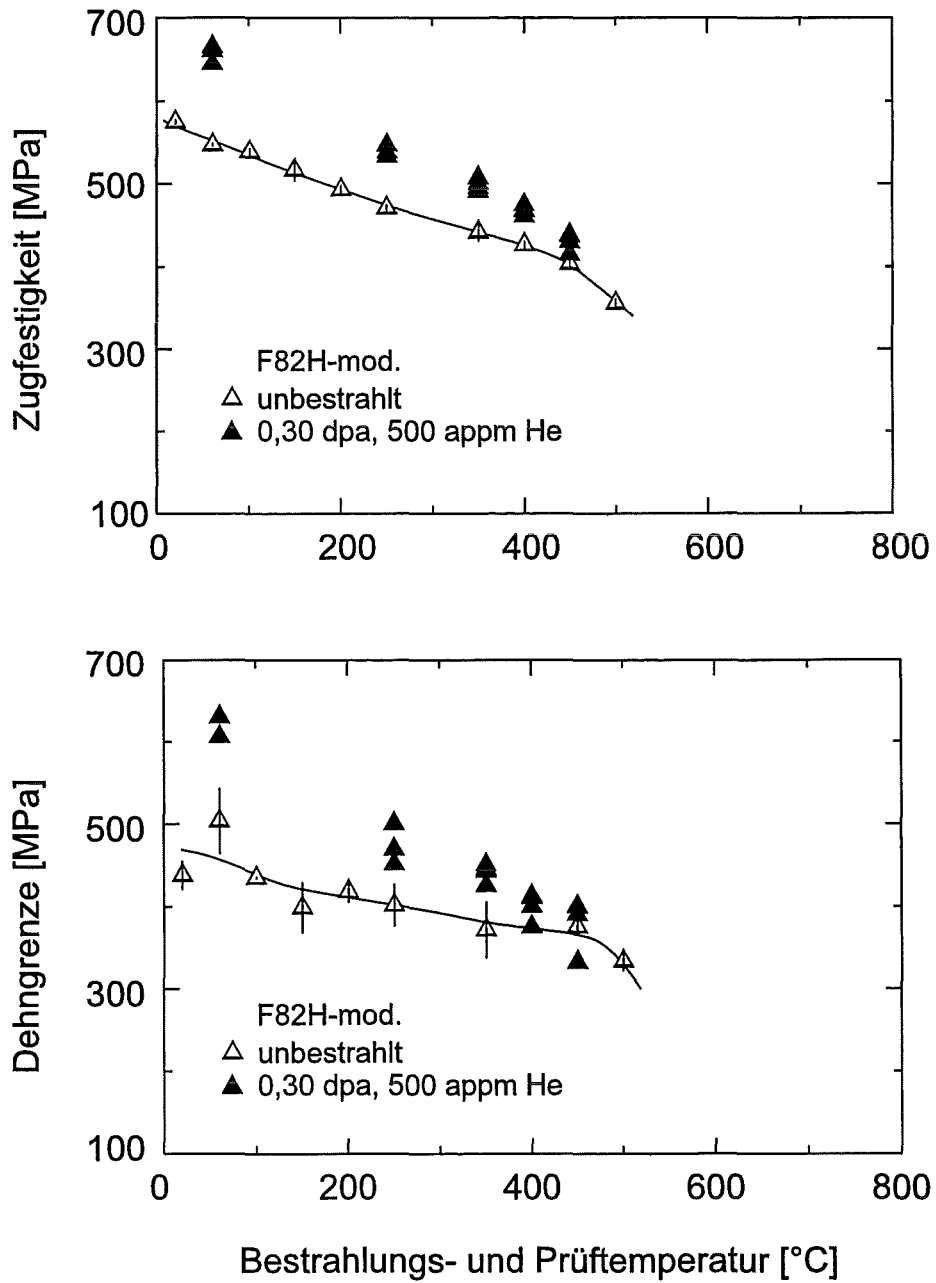


Abb. 3.10: Zugversuchsergebnisse in Abhängigkeit von der Prüftemperatur (Prüftemperatur=Bestrahlungstemperatur); aus [65]

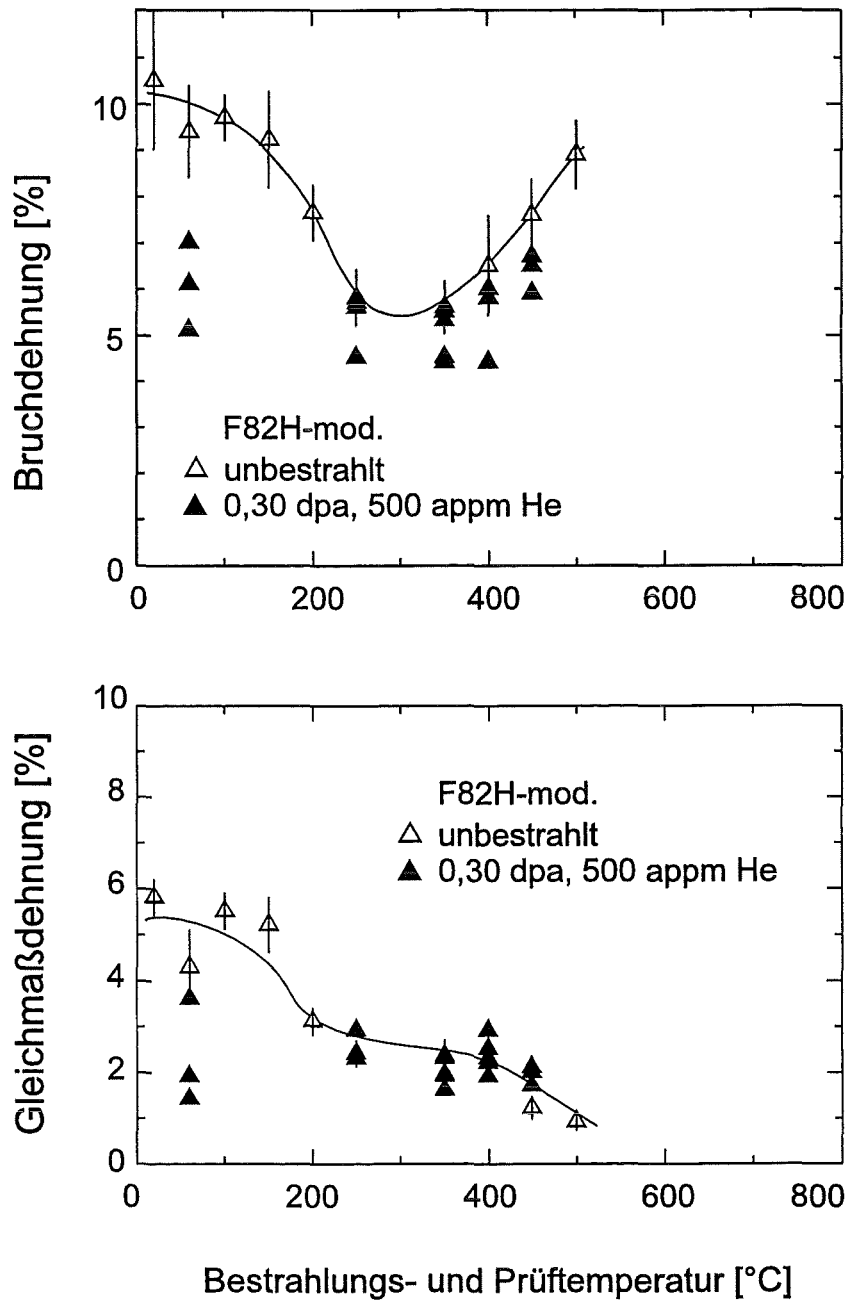


Abb. 3.11: Zugversuchsergebnisse in Abhängigkeit von der Prüftemperatur (Prüftemperatur=Bestrahlungstemperatur); aus [65]

4 Experimentelles

In diesem Kapitel werden die experimentellen Besonderheiten für die Durchführungen der Ermüdungsversuche dargestellt. Dabei bedingen sich die Untersuchungsmethoden wie die lichtmikroskopische Beobachtung der Proben während der Ermüdung und die Versuchsführung gegenseitig. Ein wichtiger Punkt ist der Einfluß der Temperatur der gekühlten Proben bezüglich der auftretenden Spannungen, die maßgeblich den Ort entstehender Risse bestimmen. Die Oberflächenbehandlung der Proben spielt für die Detektion der mikrostrukturell kurzen Risse eine wichtige Rolle. Die Optimierung der Probenoberfläche sowie die Form der Proben und ihre Herstellung werden zunächst besprochen. Danach wird eine Beschreibung der Bestrahlungs- und Ermüdungseinrichtung geliefert. Es wird der Zusammenhang zwischen Probenkühlung und Anrißverhalten hergestellt. Schließlich wird auf den Einsatz des speziellen, langreichweitigen Lichtmikroskops eingegangen. Am Schluß wird das Vorgehen bei der Auswertung der metallographischen, transmissionselektronenmikroskopischen und lichtmikroskopischen Bilder erläutert.

4.1 Beschreibung der Proben

4.1.1 Probenform und -herstellung

Die vom Hersteller angelieferten gewalzten Platten der Dicke 15 mm wurden für die Proben grob vorgeschnitten. Die Form der rotationssymmetrischen Teile (Gewindeköpfe) wurde durch Drehen erreicht. Die eigentliche Geometrie der Proben entstand durch Funkenerodieren. Die Proben besitzen einen ungewöhnlichen quadratischen Querschnitt. Sie sind damit für die Bestrahlung optimiert. Wenn die Proben unter 45° zur ebenen Oberfläche beziehungsweise genau auf die Kante bestrahlt werden, dann ist die durchstrahlbare Wanddicke im Gegensatz zu einer rotationssymmetrischen Form bis auf die Ecken konstant. Die Wanddicke ist mit 0,4 mm so groß, daß die gesamte Probe gerade noch ($2 \cdot 0,4 \text{ mm} \cdot \sqrt{2} \approx 1,13 \text{ mm}$) mit Alpha-Teilchen der Energie 104 MeV durchstrahlt werden kann. Die plane Oberfläche der Proben ist Voraussetzung für deren Beobachtung mit einem Lichtmikroskop.

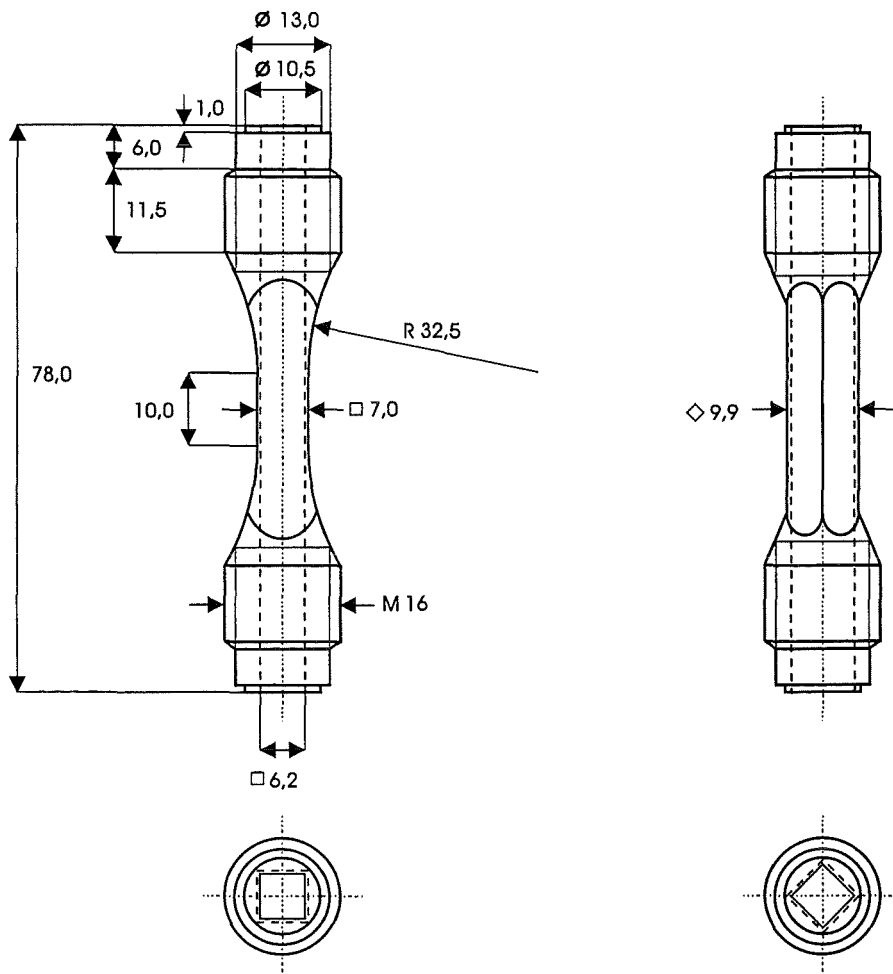


Abb. 4.1: Geometrie der an der Zweistrahlanlage verwendeten Ermüdungsproben (H-Quad)

4.1.2 Optimierung der Probenoberfläche

Die funkenerodierten Proben weisen eine gewisse Rauigkeit an ihrer Oberfläche auf. Das ist durch den Herstellungsprozess bedingt. Beim Funkenerodieren wird die Oberfläche der Probe lokal aufgeschmolzen. Die Erstarrung erfolgt schuppen- oder tropfenartig. Eine solche Oberfläche läßt die Beobachtung der Entstehung von In- bzw. Extrusionen und Mikrorissen nicht zu. Wird die Probenoberfläche beleuchtet, dann wird das Licht durch die unregelmäßige Oberfläche in alle möglichen Richtungen reflektiert, jedoch nur unzureichend in Richtung des Mikroskopobjektivs. Eine Oberflächenbehandlung der Proben ist daher unerlässlich. Es wurden mehrere Möglichkeiten getestet, die Oberflächen zu polieren: Mechanisches und elektrolytisches Polieren sowie deren Kombinationen. Andere Poliermethoden wie z.B. Trommeln scheidern wegen der speziellen Probengeometrie aus. Als beste Vorgehensweise der Oberflächenpräparation hat sich das im Folgenden beschriebene Verfahren erwiesen:

- Elektrolytisches Polieren:

Zunächst werden die Proben elektrolytisch innen wie außen poliert. Dieses Glätten gilt an sich nur der inneren Oberfläche. Sie soll am Ende des Polierverfahrens in etwa die gleiche Rauigkeit wie die äußere Oberfläche besitzen, damit nicht ein Anreißen an der inneren Oberfläche bevorzugt wird. Ursprünglich wurden die Proben innen wie außen abgeschliffen. Das Abschleifen der inneren Oberflächen ist geometriebedingt sehr aufwendig und verteuert die Probenproduktion um einige hundert Mark pro Probe. Ein Hochglanzpolieren der abgeschliffenen inneren Oberflächen wäre auf Grund der schlechten Zugänglichkeit praktisch unmöglich gewesen. Rauigkeitsmessungen ergaben, daß die Rauigkeit der mechanisch polierten Probenoberfläche etwas größer ist als die der elektrolytisch polierten Oberfläche (siehe Abbildung 4.4). Aus diesem Grund wurde das Abschleifen der inneren Oberfläche zugunsten des elektrolytischen Polierens eingestellt. Hinzu kommt, daß die durch die Funkenerosion bedingten Unebenheiten auf der inneren Oberfläche weniger kritisch sind, da bei der Herstellung der hochspannungsführende Draht axial durch die Probe geführt und eine ebene Fläche abgetragen wird. Eventuell auftretende Stufen (Mikrokerben) sind damit in azimuthaler Richtung und weniger gefährlich für die Bildung von kleinen Rissen. Im Gegensatz dazu wird die Außenseite der Probe senkrecht zu ihrer Achse und teilweise entlang gekrümmter Flächen funkenerodiert. Hier würde das elektrolytische Polieren alleine nicht ausreichen. Elektrolytisches Polieren zeigt seine beste Wirkung, wenn man bereits relativ glatte Oberflächen hat. Auf rauhen Oberflächen wird zwar die Höhe der Unebenheiten reduziert, beseitigt werden sie allerdings nicht. Im speziellen Fall der für die Zweistrahlanlage konzipierten Hohlproben werden diese beim elektrolytischen Polieren anodisch geschaltet, eine Stabkathode wird axial in die Probe eingeführt und ein ringförmiges Blech als zweite Kathode um die Probe herum plaziert. Folgende Tabelle gibt eine Zusammenfassung der Einstellungen:

Tab. V: Einstellungen der Parameter für das elektrolytische Polieren der Proben

Elektrolyt	Stromstärke	Spannung	Polierdauer	Kühlung des Elektrolyts
25 g Cr ₂ O ₃ 230 ml H ₃ PO ₄ 12,5 ml H ₂ SO ₄	15 A	8 - 10 V	5 min	Wasserkühlung

- Abschleifen der äußeren Probenoberfläche:

Der nächste Bearbeitungsschritt besteht im Abschleifen der Oberfläche in axialer Richtung mit zunehmend feinerer Körnung des Schleifpapiers. Dabei werden die durch die Funkenerosion entstandenen Erhebungen entfernt. Die Kraterbildung oder Vertiefungen können nicht komplett eliminiert werden. Dazu müßte die Probe zu stark abgetragen werden. Der durchschnittliche Abtrag beläuft sich auf einige Mikrometer. Die wenigen übriggebliebenen Vertiefungen haben keinen Einfluß auf die primäre Rißbildung. Erst bei fortgeschrittener Ermüdung können sie Bestandteil einer Rißvernetzung werden.

- Hochglanzpolieren:

Der letzte Fertigungsschritt ist das Hochglanzpolieren derjenigen Probenseite, die während des Ermüdungsexperiments mit dem Mikroskop beobachtet wird. Da die Probe nicht ebene Flächen besitzt, können keine metallographischen Standardmethoden (rotierende Polierscheibe) angewandt werden. Aus diesem Grund werden Methoden der Dentaltechnik benutzt [84]. Man bedient sich eines sogenannten Handstücks, auf das verschiedene Polieraufsätze montiert werden, und die dann angetrieben von einem Motor mit hoher Geschwindigkeit rotieren. Man beginnt mit einer härteren Kunststoffbürste. Die zu polierende Oberfläche wird in axialer Richtung bearbeitet. Gleichzeitig wird die Oberfläche immer wieder mit einer Polierpaste benetzt [85]. Danach wird mit einer weicheren Ziegenhaarbürste poliert. Das Finish erfolgt mit einem weichen Baumwollschwabbel. Zusätzliche Härtemessungen haben ergeben, daß die Bearbeitung der Oberfläche keinen Einfluß auf deren Festigkeit hat.

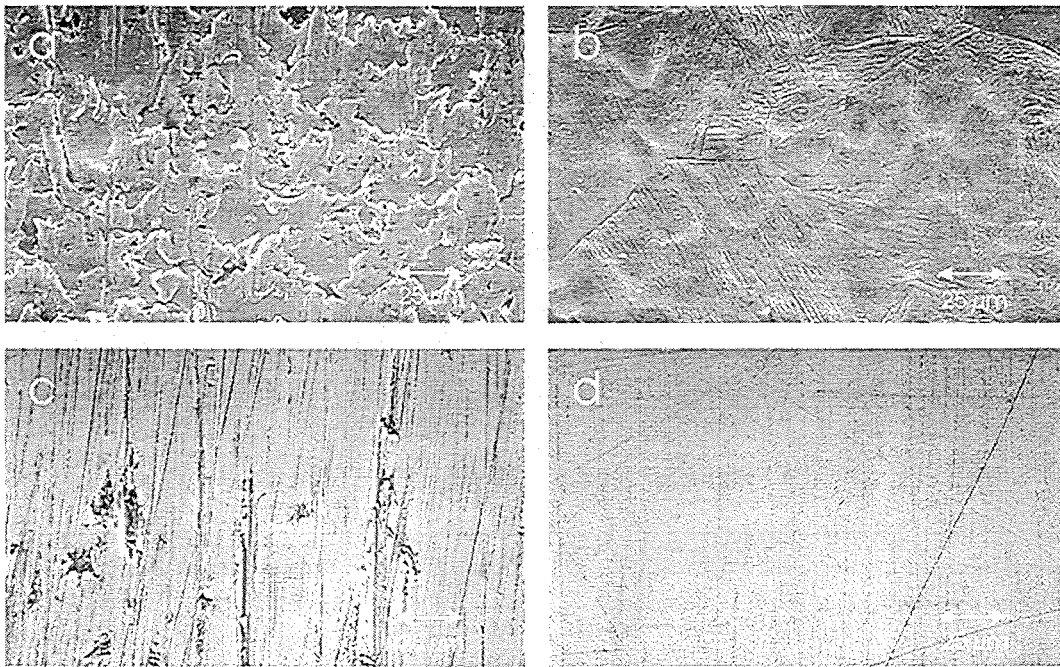


Abb. 4.2: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probenoberfläche; a) Ausgangszustand (funkenerodiert), b) elektrolytisch poliert, c) abgeschliffen und d) hochglanzpoliert.

Abbildung 4.2 zeigt elektronenmikroskopische Aufnahmen der Probenoberfläche nach den einzelnen Polierschritten. Auf der Aufnahme a) ist deutlich die schuppenartige Struktur hervorgerufen durch das Funkenerodieren zu erkennen. Aufnahme b) zeigt die elektrolytisch polierte Oberfläche. Zum Teil werden die Korn- und Lattengrenzen durch den Elektrolyten selektiv angeätzt. Aufnahme c) zeigt die abgeschliffene Oberfläche mit wenigen verbleibenden Vertiefungen. Auf der letzten Aufnahme sind nur noch schwach einige Polierspuren zu sehen.

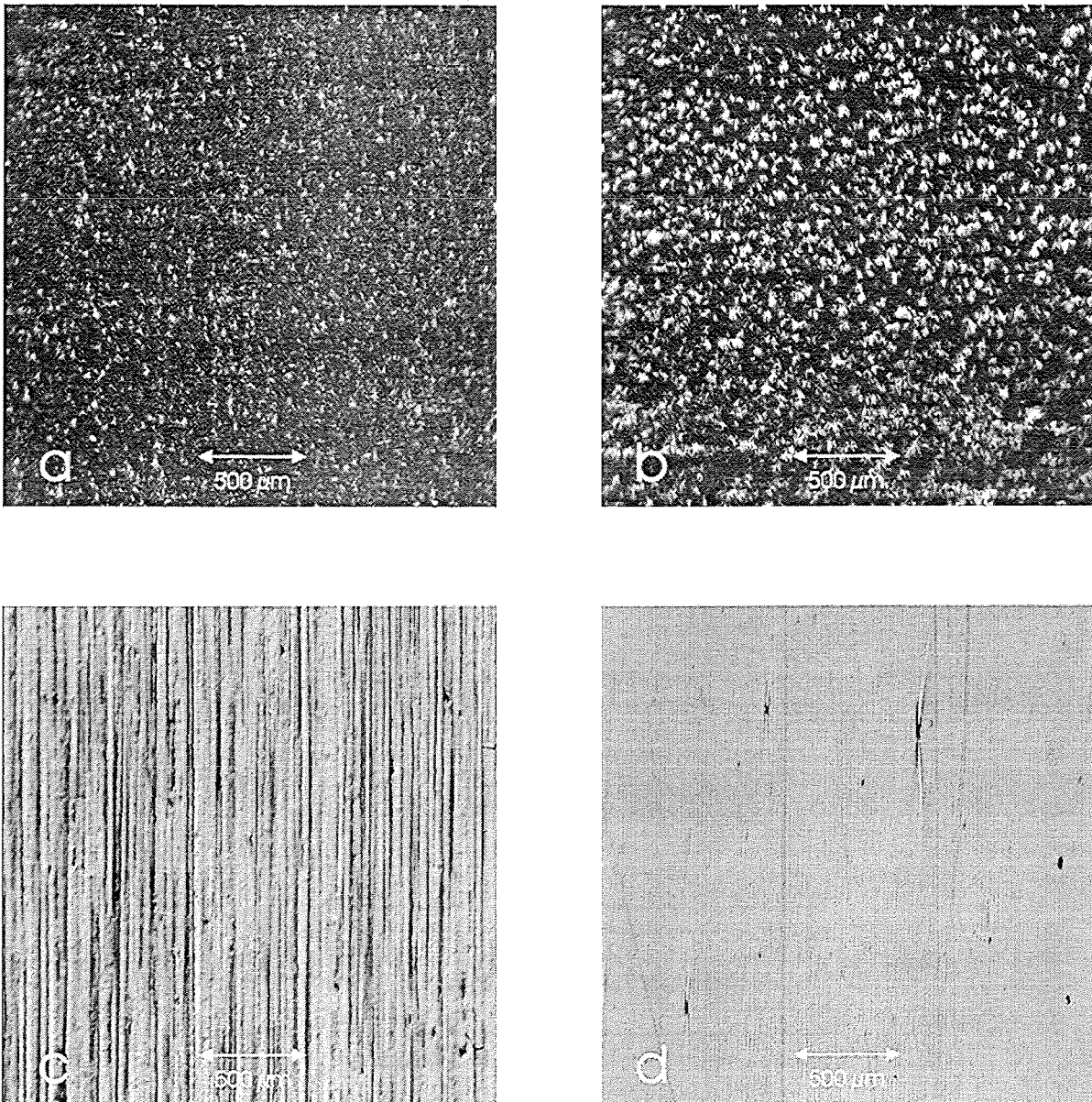


Abb. 4.3: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Probenoberfläche nach den einzelnen Polierschritten; a) Ausgangszustand (funktenerodiert), b) elektrolytisch poliert, c) abgeschliffen und d) hochglanzpoliert.

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen verdeutlichen die Notwendigkeit einer Behandlung der Probenoberfläche. Auf der Aufnahme der elektrolytisch polierten Probe kann man erkennen, daß die Politur die Rauigkeiten zwar verkleinert, jedoch nicht eliminiert. Wollte man eine Beseitigung dieser Rauigkeiten, so müßte man unverhältnismäßig lange polieren, was einerseits zu einem sehr hohen und andererseits zu einem zunehmend ungleichmäßigen Materialabtrag führen würde.

Oberflächenbearbeitung von Dual-Beam Proben

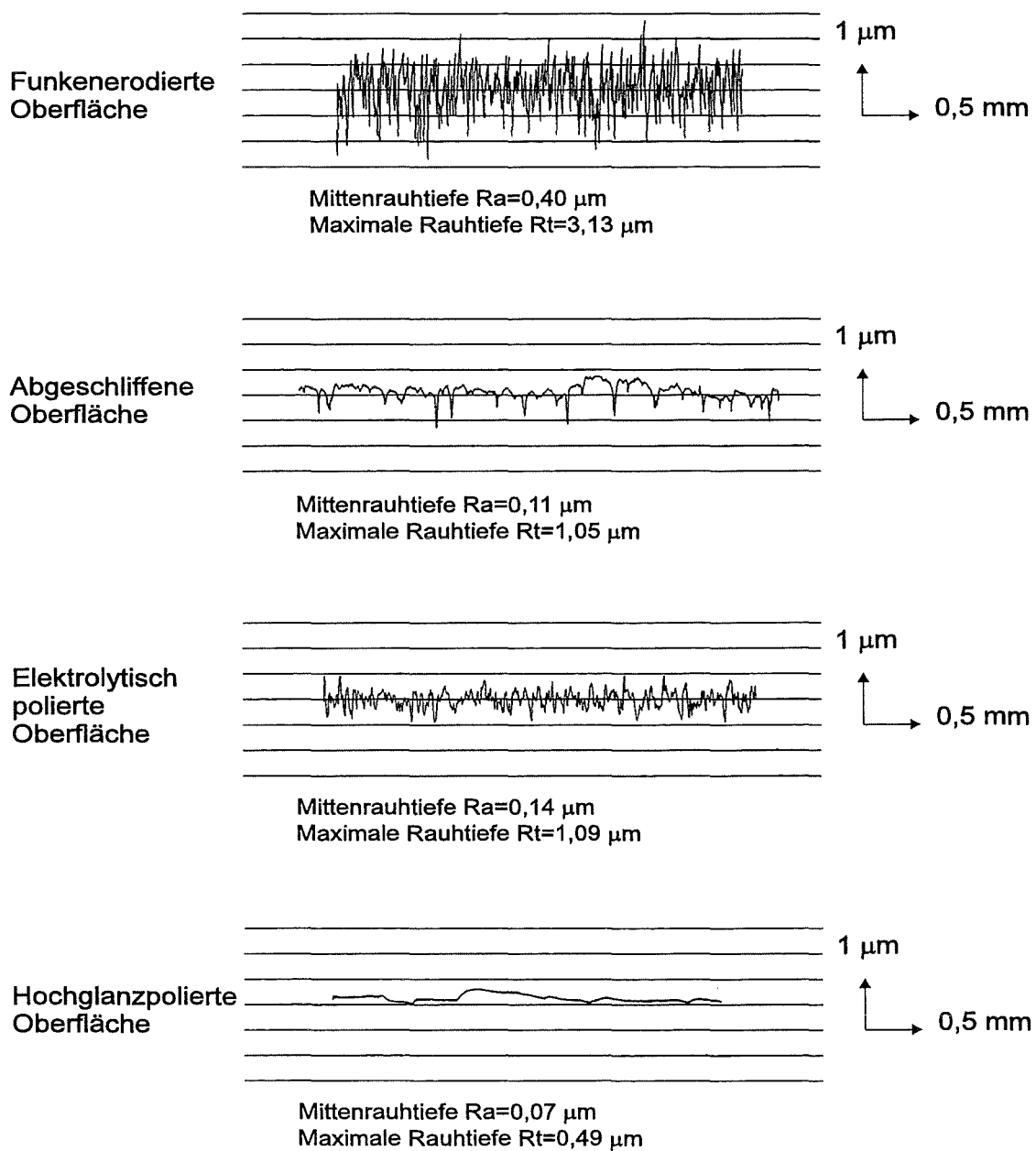


Abb. 4.4: Rauheitsprofil, Mittenrauhtiefe und maximale Rauhtiefe nach den einzelnen Polierschritten

Abbildung 4.5 zeigt die Größe verbleibender Vertiefungen. Diese haben wie bereits weiter oben beschrieben keinen Einfluß auf die Bildung von Mikrorissen. Sie können lediglich zu einem späteren Zeitpunkt der Ermüdung zu einer axialen Vernetzung bereits vorhandener kleiner Risse beitragen. Die Größe dieser Vertiefungen liegt bei maximal 5 bis 8 μm .

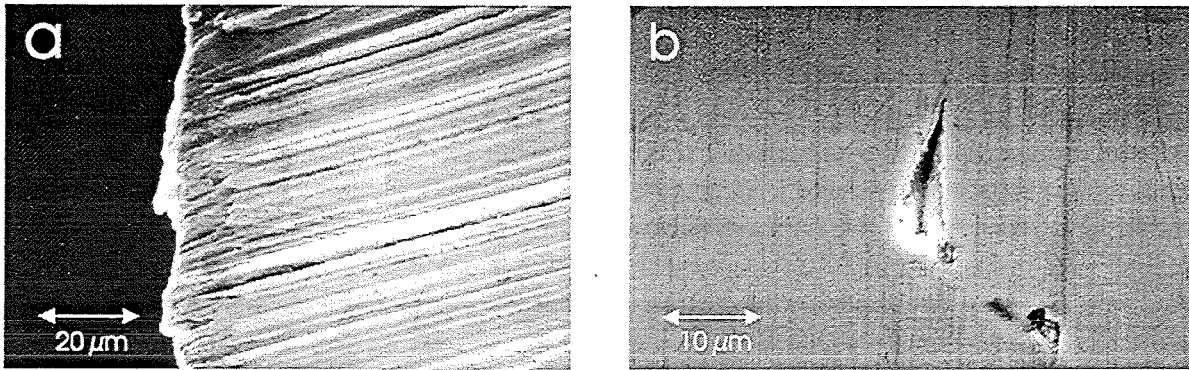


Abb. 4.5: Verbleibende Rauigkeiten nach der Politur; a) Querschliff und b) Blick auf die Oberfläche

Einen Eindruck von der hochglanzpolierten Oberfläche der Probe vermittelt Abbildung 4.6. Bei der Aufnahme wurde auf die polierte Oberfläche fokussiert, wo spiegelverkehrt der Standort des Forschungszentrums zu lesen ist.

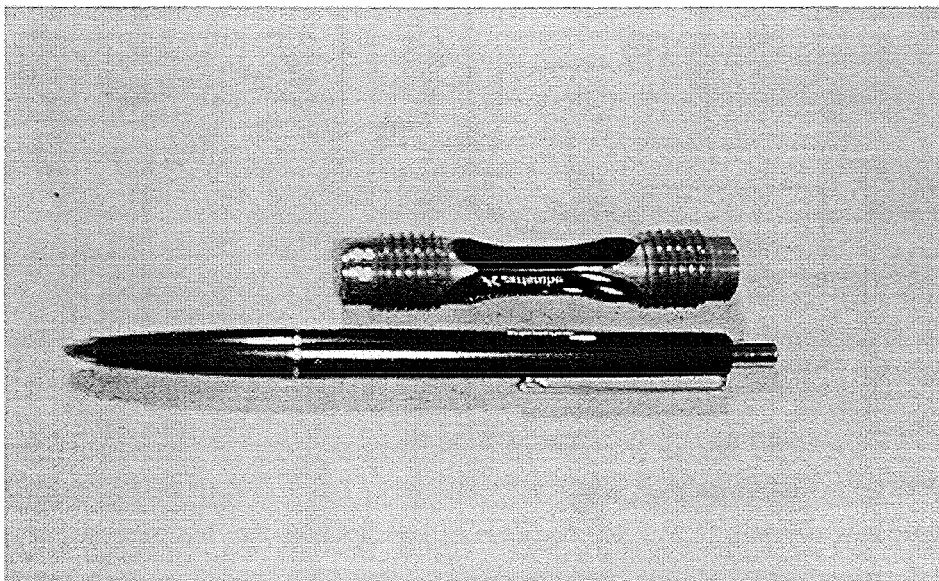


Abb. 4.6: Hochglanzpolierte Oberfläche der Ermüdungsprobe

4.2 Bestrahlung und Ermüdung an der Zweistrahlanlage

Die Bestrahlungs- und Ermüdungsexperimente wurden an der Zweistrahlanlage des Forschungszentrums Karlsruhe durchgeführt [13]. Die Anlage basiert auf dem Ausnutzen zweier Zyklotrone, dem Karlsruher Isochronzyklotron (KIZ) sowie dem Karlsruher Kompaktzyklotron (KAZ). Das KIZ liefert α -Teilchen der Energie 104 MeV, das KAZ Protonen der Energie von etwas mehr als 30 MeV. Abbildung 4.7 zeigt eine Übersicht über den Gebäudekomplex der Hauptabteilung Zyklotron (HZY) des Forschungszentrums. Die Strahlführungen der räumlich getrennten Zyklotrone werden separat in den Experimentierbunker der Zweistrahlanlage geführt und vereinigen sich dann dort in der Vakuumkammer. Hier kann simultan mit Alphateilchen und Protonen bestrahlt werden. Für die gleichmäßig flächenhafte Bestrahlung einer Probe sorgt ein Ablenkensystem, das den eher kreisförmigen Strahlfleck mit wenigen Millimetern Durchmesser in schneller Folge über eine quadratische Fläche von ca. 1 cm^2 streicht. Die Energien der auf die Probe auftreffenden Teilchen und damit auch deren Eindringtiefe können mit Hilfe eines Moderators variiert werden. Der Moderator besteht aus Graphit. Kohlenstoff hat eine kleine Kernladungszahl und bewirkt somit eine geringe Winkelaufstreuung des Strahls. Zudem besitzt Kohlenstoff eine recht geringe Aktivierbarkeit. Der Moderator hat die Form eines Rads oder Propellers.

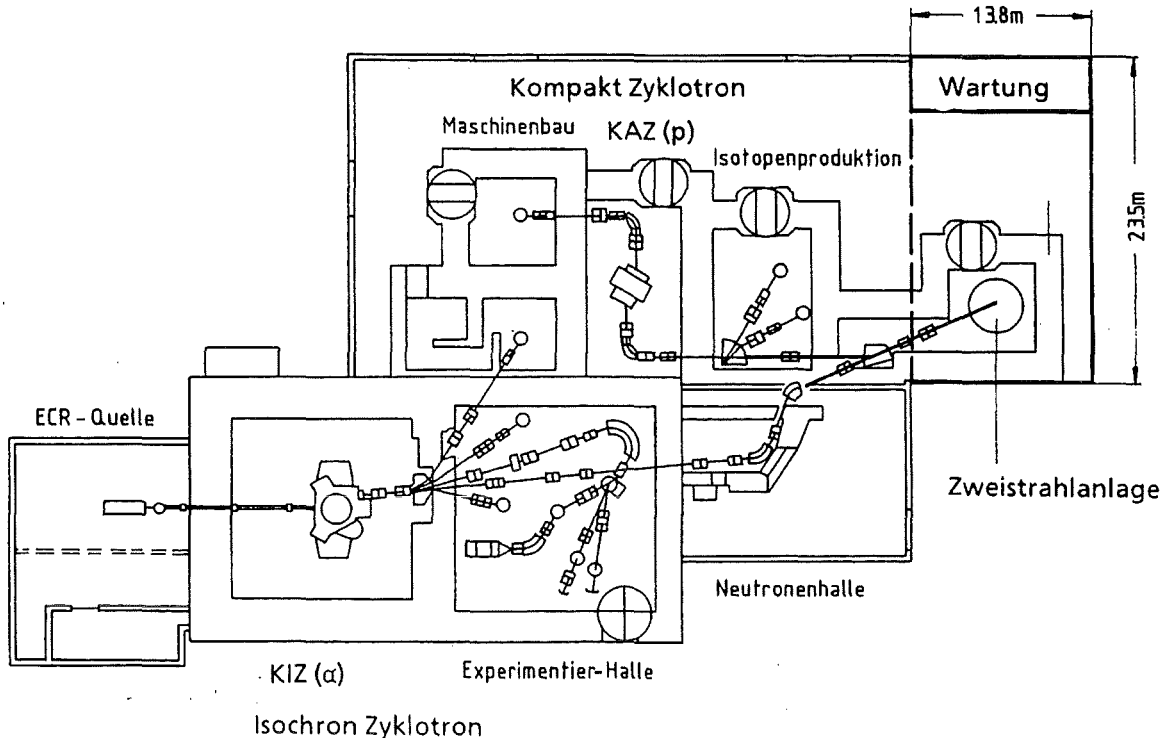


Abb. 4.7: Übersicht über den Gebäudekomplex der Zyklotrone am Forschungszentrum Karlsruhe (aus [86])

Das Rotieren des Moderators, der azimuthal unterschiedliche Dicken aufweist, bewirkt eine zeitlich variierende Energieverteilung der auftreffenden Strahlung. Je nach Moderator-geometrie lassen sich Proben durchstrahlen oder Teilchen implantieren. Das Verhältnis zwischen Verlagerungsschädigung und Implantation kann so unterschiedlich eingestellt werden, auch wenn man nur eine einzige Teilchensorte für die Bestrahlung benutzt.

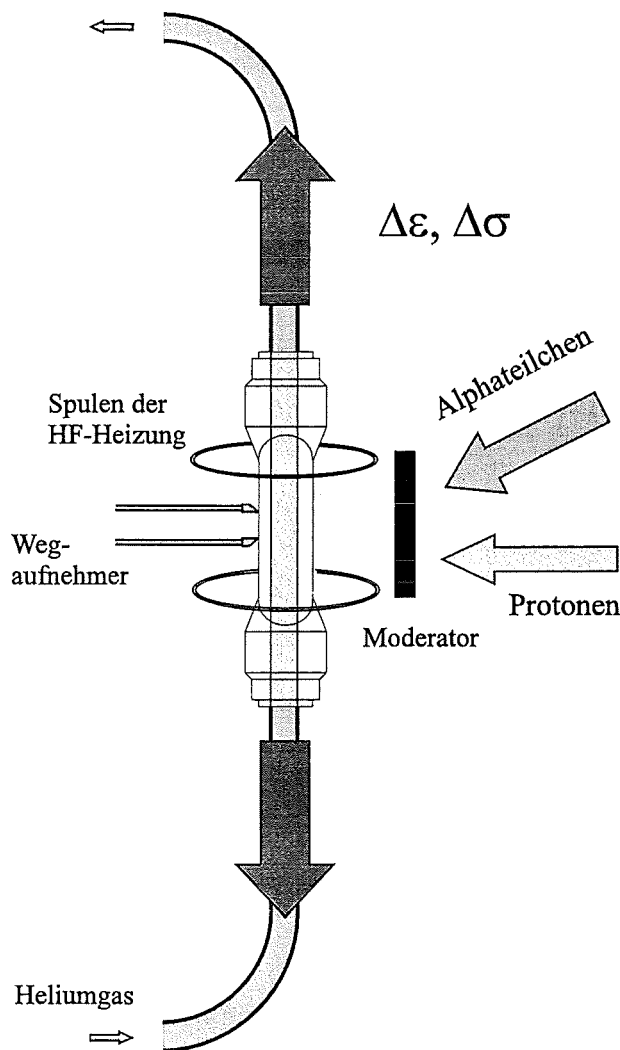


Abb. 4.8: Schematische Darstellung der Beheizung, Kühlung, Bestrahlung und mechanischen Belastung von Proben an der Zweistrahlanlage

Bei der Ermüdungsmaschine handelt es sich um eine Zwick Universalprüfmaschine UPM 1474. Die Ermüdungsmaschine ist so modifiziert, daß der Rahmen praktisch die Vakuumkammer mit der zu bestrahlenden Probe umschließt. Das Gestänge mit den Probeaufnehmern führt über Balge direkt in die Vakuumkammer. Die Anordnung ermöglicht die Ermüdung in-situ während der Bestrahlung. Der in der Anlage zur Ermüdung verwendete Probentyp ist eine Hohlprobe mit quadratischem Querschnitt (H-Quad) [87]. Solch eine Probe

wird während der Bestrahlung - sei es ohne Ermüdung oder aber auch bei gleichzeitig stattfindender Ermüdung - von innen mit Heliumgas gekühlt. Dies ist nötig, um die durch die Bestrahlung eingebrachte Wärmemenge abzuführen. Der Wärmefluß beträgt bei $T=250^{\circ}\text{C}$ knapp $1 \text{ MW} / \text{m}^2$. Ohne Kühlung könnte die Probe nicht auf einer definierten Temperatur gehalten werden. Sie könnte so stark erhitzt werden, daß ihre Wandung durchschmelzen würde. Das Heliumgas wird bei Raumtemperatur und 1 bar Überdruck von einem Reservoir über das ebenfalls hohle Gestänge mit annähernd Schallgeschwindigkeit durch die Probe gepumpt. In Vergleichsexperimenten ohne Bestrahlung werden die Proben mit Hilfe einer Hochfrequenzheizung auf die erforderliche Temperatur gebracht. Damit wird der strahlbedingte Wärmeeintrag simuliert. Aus Gründen der Vergleichbarkeit erfolgt auch hier die Kühlung der Probeninnenseite mit schnell strömendem Heliumgas. Fällt während eines Versuchs der Strahl kurzzeitig aus oder treten Schwankungen der Strahlstromstärke auf - beides kommt bei Implantationsbestrahlungen, die typischerweise eine knappe Woche dauern, mehrfach vor - dann hält die Hochfrequenzheizung die Probe auf der eingestellten Temperatur. Zusammengefaßt gilt, daß die Stärke des Strahlstroms durch die Leistung der Zyklotrone und die Strahlführung bestimmt wird, während man die Hochfrequenzheizung auf eine feste Leistung einstellt. Temperaturschwankungen werden dann über die Kühlleistung des strömenden Heliumgases geregelt.

Die Ermüdungsversuche erfolgen dehnungsgesteuert. Der Wegaufnehmer befindet sich axial etwa in der Mitte der Probe. Die Dehnungsmessung erfolgt damit in dem Bereich, der bestrahlt wird. Dies ist ebenfalls der Bereich, in dem die Probe in der Regel reißt. Die abgegriffene Meßlänge beträgt 4,7 mm. Die Experimente, die in dieser Arbeit durchgeführt wurden, erfolgten alle bei einer Temperatur von $T=200^{\circ}\text{C}$ bis $T=250^{\circ}\text{C}$. Dies ist ein Temperaturbereich, der als möglich für die Einlaßtemperatur des Kühlmittels der ersten Wand eines Fusionsreaktors diskutiert wird. Bei dieser Temperatur ist mit Sicherheit eine bestrahlungsinduzierte Verschlechterung der mechanischen Materialeigenschaften zu erwarten. Bestrahlt wurde mit 104 MeV Alphateilchen. Der Strahlstrom wurde mit einem für die homogene Implantation optimierten rotierenden Graphitrad moderiert. Die wichtigsten Kennwerte der Zweistrahlanlage sind in Tabelle VI zusammengefaßt.

Tab. VI: Wesentliche Daten der Zweistrahlanlage am Forschungszentrum Karlsruhe

Kühlung	gereinigtes Heliumgas mit 1 bar Überdruck
Wärmefluß an der inneren Probenoberfläche	ca. $1 \text{ MW} / \text{m}^2$
Energie der Alphateilchen	0 - 104 MeV
Verlagerungsschädigungen	$(1,0 - 1,7) \cdot 10^{-6} \text{ dpa} / \text{s}$
Heliumerzeugung	$(6 - 10) \cdot 10^{-4} \text{ appm He} / \text{s}$
Ermüdung	kontinuierlich Zug-Druck ($R=-1$)
Gesamtdehnschwingbreite $\Delta \epsilon_{\text{total}}$	zwischen 0,4 % und 0,9 %
Dehnrate $d\epsilon/dt$	$8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

4.3 Versuchsführung

4.3.1 Anrißverhalten der Proben ohne Druckluftkühlung

a) Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen

Bei den ersten Ermüdungsexperimenten unter Verwendung eines langreichweitigen Mikroskops zur Beobachtung der Rißenstehung konnten erst gegen Ende der jeweiligen Versuche Risse an der Werkstoffoberfläche detektiert werden. Die Richtung des Rißwachstums war von der inneren zu der äußeren Oberfläche der Probe gerichtet. Die Risse traten erst dann in Erscheinung, wenn die Probe praktisch schon durchgerissen war. Parallel zu den ersten Experimenten wurden bereits ermüdete MANET I Proben aus früheren Versuchen systematisch im Rasterelektronenmikroskop auf die Rißbildung hin untersucht. Die Proben stammten aus Experimenten mit einer Versuchstemperatur $T=450^{\circ}\text{C}$. Der spätere Vergleich mit den Ermüdungsversuchen bei $T=250^{\circ}\text{C}$ ergab keinen prinzipiellen Unterschied im Anrißverhalten. Die Proben wurden mit Gesamtdehnschwingbreiten zwischen $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,5\%$ und $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=1,0\%$ ermüdet. Nach dem Versagen wurden sie für die fraktographischen Untersuchungen 2 bis 3 mm ober- und unterhalb des Hauptrisses mit einer Diamantsäge getrennt. Die so entstandenen ringförmigen Proben mit quadratischem Grundriß konnten direkt im Rasterelektronenmikroskop untersucht werden. Je nach Befestigung auf der Probenhalterung und deren Kippung war es möglich, die Risse sowohl auf der äußeren Probenoberfläche senkrecht oder schräg als auch auf der inneren Probenoberfläche ebenfalls senkrecht oder schräg zur Oberfläche zu analysieren.

Bei der kleinsten Gesamtdehnschwingbreite entstand ein Hauptriß, der senkrecht zur angelegten Last orientiert ist. Ein konkreter Anrißpunkt wie z.B. eine Ausscheidung konnte nicht gefunden werden. Der Riß ist auf der Probeninnenseite länger als auf der Außenseite. Dies läßt den Schluß zu, daß er zunächst auf der inneren Oberfläche entstanden ist. Bei höheren Gesamtdehnschwingbreiten kann häufig der Rißursprung an einer der zahlreichen Zirkausscheidungen lokalisiert werden. Die Untersuchung der Rißflächen zeigt in den meisten Fällen die typischen, unterscheidbaren 3 Stadien der Rißenentwicklung [30, 88]. Zunächst ist das Stadium I, der Anriß mit seinen entlang den kristallographischen Flächen geneigten Bruchbahnen, die ein fächerförmiges Aussehen haben (Abbildung 4.9 a). Die Neigung entspricht in der Regel 45° zur angelegten Last. Danach sind in Stadium II senkrecht zur angelegten Last die Schwingstreifen zu sehen, die mit wachsender Ermüdung an Breite zunehmen (Abbildung 4.9 b). Am Ende in Stadium III steht der Gewaltbruch der übriggebliebenen Materialbrücke, die die beiden Probenhälften gerade noch zusammengehalten hatte. Hier liegt normalerweise ein duktiler Bruch mit Wabenbildung vor. Die Waben können mit Ausscheidungen gefüllt sein (Abbildung 4.9 c). Aus der Anordnung der Stadien sowie dem Aussehen der Schwingstreifen - häufig Krümmung in Richtung Anriß und zunehmende Breite mit wachsendem Rißfortschritt bzw. wachsender Zyklenzahl - läßt sich eindeutig die Fortschrittsrichtung des Risses bestimmen. Für die Abbildung 4.9 ist das Wachstum des Risses von der inneren zur äußeren Probenoberfläche gerichtet. Bei sehr hoher Gesamtdehnschwingbreite nimmt die Anzahl kleiner Risse zu. Ihre Dichte auf der inneren Probenoberfläche ist größer als auf der äußeren Oberfläche. Dies stützt die Aussage, daß die Risse von der Innenseite zur Außenseite wachsen. In jedem Fall sind die Risse transkristallin.

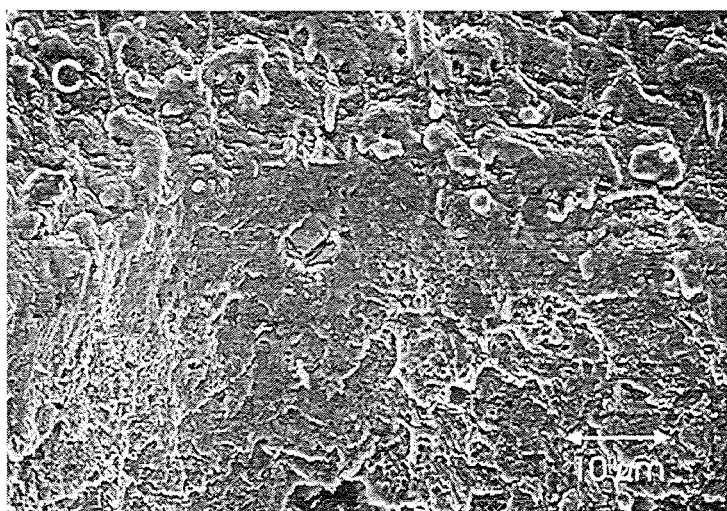
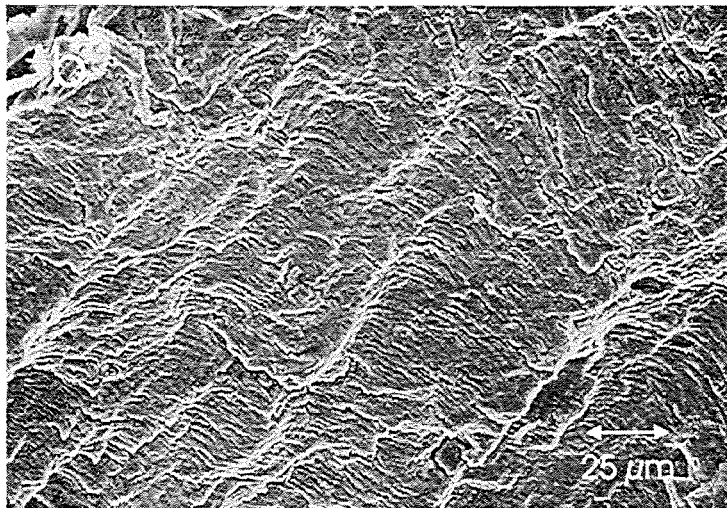
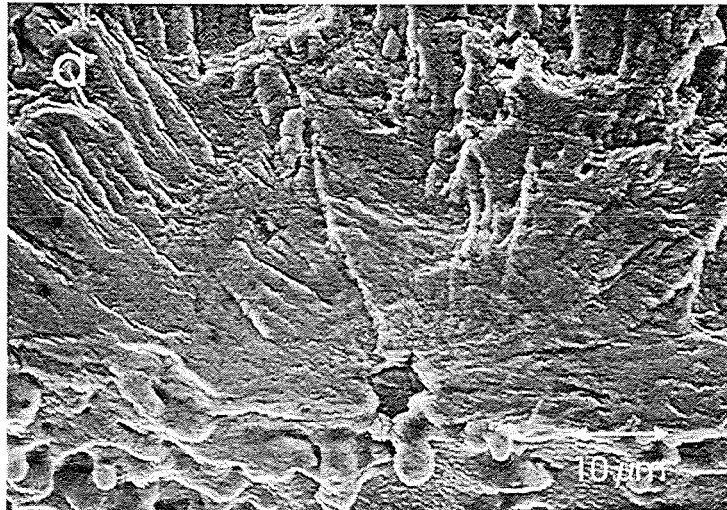


Abb. 4.9: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von MANET I, ermüdet bei $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,6\%$ und $T=450^\circ\text{C}$; a) Anriß an einer Zirkonausscheidung (Stadium I der Rißentwicklung), b) Schwingstreifen (Stadium II) und c) Restbruch mit Wabenbildung, die mit Ausscheidungen gefüllt sein können (Stadium III)

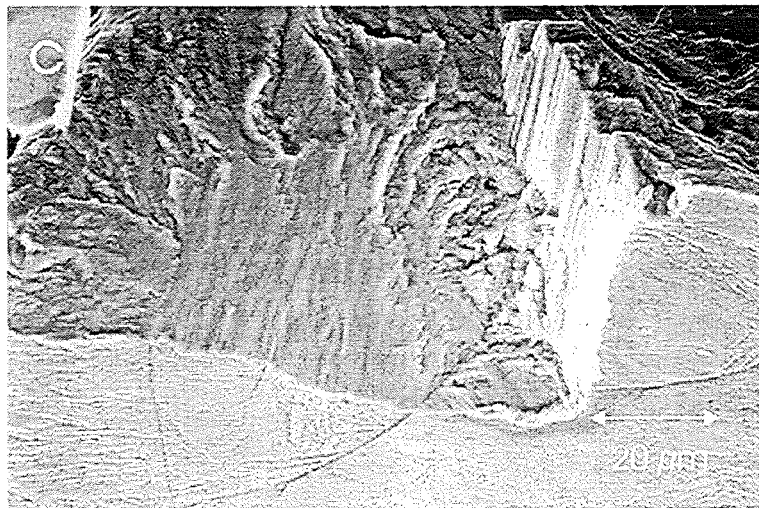
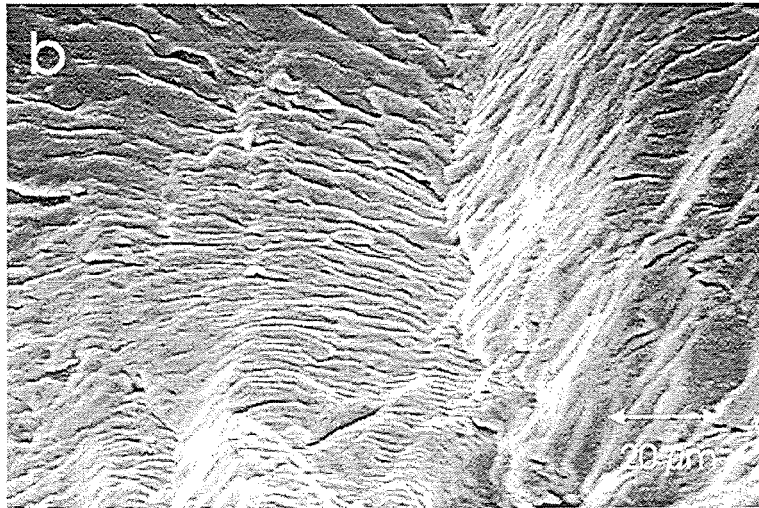
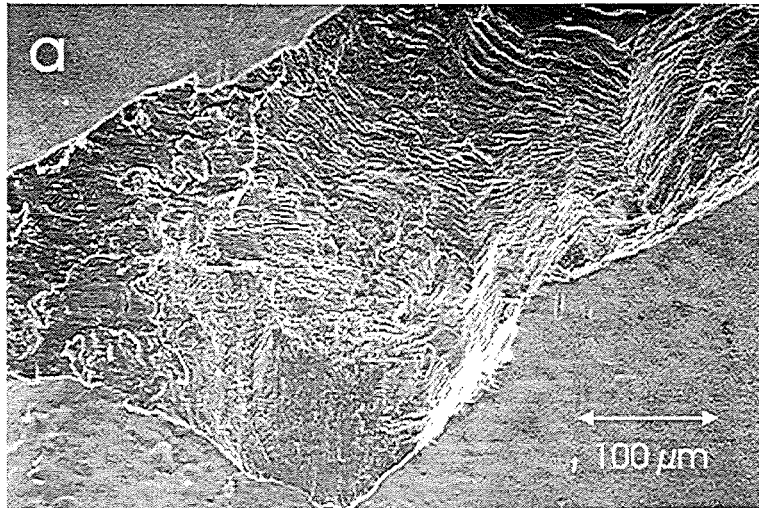


Abb. 4.10: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von F82H-mod., ermüdet bei mittlerer Gesamtdehnschwingbreite und $T=250^{\circ}\text{C}$; a) Stadium I und II der Rißentwicklung, b) Schwingstreifen (Stadium II) und c) Anriß an intragranularen Grenzflächen

Die F82H-mod. Proben wurden nach der Ermüdung bei $T=250^{\circ}\text{C}$ rasterelektronenmikroskopisch untersucht. Hier erhält man ein ganz ähnliches Bild. Die Risse wandern von der inneren zur äußeren Probenoberfläche. Der Anriß wie auch der Rißfortschritt erfolgt transkristallin (Abbildung 4.10). Teilabbildung c) zeigt den Anriß in zwei ehemaligen Austenitkörnern, wobei die Anrißflächen ungefähr senkrecht zueinander orientiert sind. Diese Flächen sind wenig zerklüftet, und ihr faseriges Aussehen läßt vermuten, daß es sich um eine Trennung entlang von Martensitlattenbündeln handelt. Neben Rissen, entstanden an solchen intragranularen Grenzflächen, existieren viele Risse, deren Ursprung nicht weiter genau lokalisiert werden kann. Sie dürften In- und Extrusionen entspringen, die aus gleitbandartigen Strukturen durch plastische Verformung entstehen. In F82H-mod. ist ebenfalls Stadium II der Rißentwicklung an Hand der Schwingstreifen deutlich zu erkennen (Abbildung 4.10 b).

Die Untersuchung von bestrahlten Proben hat ergeben, daß die Bestrahlung und die dadurch bedingte Verfestigung in keinem Fall Einfluß auf die prinzipielle Richtung des Rißwachstums hat. Ebenso sind die Risse transkristallin. Die Bruchflächen zeigen duktiles Rißwachstum.

b) Geometrisch bedingtes Anrißverhalten

Während der Entwicklung der quadratischen Hohlproben für die Zweistrahlanlage wurden begleitend FEM-Berechnungen am Institut für Materialforschung II durchgeführt [87]. Für die Berechnungen zur Beurteilung des effektiven Spannungs- und Dehnungszustands wurde eine Spannung von $\sigma=400$ MPa in axialer Richtung angenommen. Diese Spannung liegt unterhalb der Fließgrenze. Sie entspricht einer mittleren Dehnung von $\epsilon=0,175$ %. Unterschieden wird zwischen axialen und azimutalen Spannungen. Maximal- und Minimalspannungen treten an den Ecken auf. An den Ecken wurde niemals Rißentstehung beobachtet. Diese findet normalerweise in der Mitte der Flächen statt. Deswegen werden die Spannungen ebenso für die Mitte der Flächen außen und innen angegeben. Für einen Schnitt senkrecht zur axialen Probenrichtung in der Höhe der Probenmitte erhält man dann folgendes Ergebnis:

Tab. VII: Effektive Spannungen in der Mitte von H-Quad Ermüdungsproben bei einer elastischen Spannung von $\sigma=400$ MPa

	axial	azimutal
maximal	429 MPa	33 MPa
minimal	383 MPa	- 29 MPa
Flächenmitte außen	390 MPa	0 bis - 15 MPa
Flächenmitte innen	420 MPa	0 bis - 15 MPa

Die rein geometriebedingten Spannungen begünstigen demnach den Beginn des Probenversagens auf der inneren Oberfläche. Möchte man Rißentstehung auf der äußeren Probenoberfläche haben, so müssen auf jeden Fall diese Differenzen zumindest kompensiert werden.

c) Anrißverhalten bedingt durch einen Temperaturgradienten

Die Versuchsanordnung mit dem Aufheizen der Probe durch die Hochfrequenzheizung beziehungsweise den Strahlstrom bei gleichzeitiger Kühlung der Probeninnenseite läßt einen Temperaturunterschied zwischen der inneren und äußeren Oberfläche erwarten. Dieser Temperaturunterschied bedingt lokal verschieden hohe Spannungen in axialer Richtung. Zur Abschätzung dieser thermisch induzierten Spannungen wurden mehrere Temperaturmessungen durchgeführt. Die Temperaturkontrolle der zu ermüdenden Proben erfolgt normalerweise durch 3 Thermoelemente, die auf einer der axialen Kanten äquidistant im Meßbereich aufgepunktet sind. Sie sind damit nicht direkt dem Strahl ausgesetzt. Die Verkabelung führt senkrecht von der Probe weg, so daß ein möglicher Einfluß der Hochfrequenzheizung nicht zum Tragen kommt. Um die Temperatur auf der inneren Oberfläche messen zu können, muß ein Thermoelement dort plaziert werden. Zu diesem Zweck wurde eine Probe etwas unterhalb der Probenmitte getrennt. Auf der Innenseite punktete man ein Thermoelement auf. Die Probe wurde dann wieder verschweißt. Keines der Thermoelemente befindet sich in Kontakt mit der Schweißnaht. Das innenliegende Thermoelement liegt auf der Höhe des mittleren äußeren Thermoelements in der Flächenmitte.

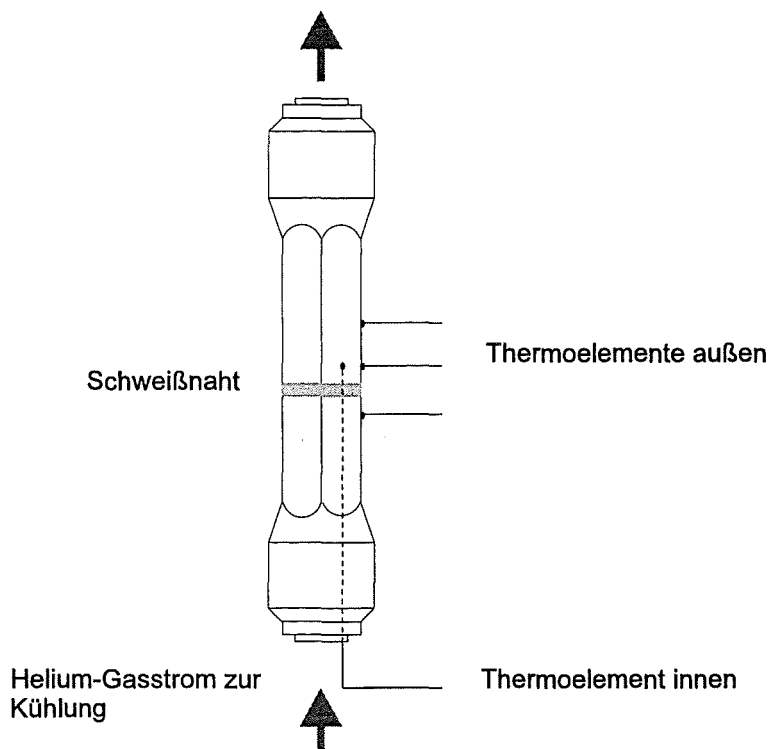


Abb. 4.11: Temperaturmessung an Ermüdungsproben der Zweistrahlanlage mit innen aufgepunktetem Thermoelement

Man geht nun davon aus, daß im Fall der Hochfrequenzheizung der Wärmeeintrag auf Grund des Skineffekts in einer nur sehr dünnen Schicht an der Oberfläche erfolgt [89]. Die generell gute Wärmeleitfähigkeit von Metallen bewirkt einen ausgleichenden Wärmestrom zur

Probenmitte und in axialer Richtung über die Gewindköpfe in das Gestänge der Ermüdungsmaschine. Näherungsweise kann man den Temperaturverlauf von außen nach innen als linear betrachten. Stellt sich über der Probe ein ebener Dehnungszustand (keine Verwindung) gemäß einer mittleren Temperatur ein, so erhält man - wenn die Probe nicht zusätzlich belastet wird - eine Druckspannung auf der wärmeren Probenaußenseite und eine betragsmäßig ungefähr gleich hohe Zugspannung auf der kälteren Probeninnenseite. Die sich einstellende mittlere Dehnung $\bar{\varepsilon}$ ist abhängig von der mittleren Temperatur \bar{T} (Gleichung 4.1). Die behinderten Dehnungen an der inneren wie äußeren Oberfläche $\Delta\varepsilon_{\text{innen/außen}}$ sind abhängig von den dort herrschenden Temperaturen $T_{\text{innen/außen}}$ (Gleichung 4.2).

$$\bar{\varepsilon} = \alpha(\bar{T}) \cdot \bar{T} \quad (4.1)$$

$$\Delta\varepsilon_{\text{innen/außen}} = \alpha(T_{\text{innen/außen}}) \cdot T_{\text{innen/außen}} - \bar{\varepsilon} \quad (4.2)$$

α ist der temperaturabhängige Wärmeausdehnungskoeffizient. Er liegt im relevanten Temperaturbereich bei ca. $11,5 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ [90-92]. Im elastischen Fall errechnen sich die zusätzlich hervorgerufene Druck- bzw. Zugspannung nach Gleichung 4.3 wie folgt:

$$\sigma = E \cdot \Delta\varepsilon_{\text{innen/außen}} \quad (4.3)$$

Für den ebenfalls temperaturabhängigen E-Modul gilt (Raumtemperatur $\leq T \leq 600^\circ\text{C}$):

$$E = 2,182 \cdot 10^5 - 52,12 \cdot T - 4,427 \cdot 10^{-2} \cdot T^2 \quad (4.4)$$

Die gemessenen Innentemperaturen nach vorgegebener Außentemperatur (mittleres der drei äußeren Thermolemente) sind in Abbildung 4.12 eingetragen. Mit zunehmender Leistung, mit der das kühlende Heliumgas durch die Probe gepumpt wird, muß die Leistung der Hochfrequenzheizung zur Beibehaltung der Temperatur an der äußeren Probenoberfläche vergrößert werden. Die Folge ist eine konstante Außentemperatur bei sinkender Innentemperatur und damit verbunden ein größerer Temperaturgradient in der Probenwand. Dies hat die in Abbildung 4.12 dargestellten Zug- bzw. Druckspannungen zur Folge. Aus den Kurven wird deutlich, daß bei großer Kühlleistung mit der höchsten Außentemperatur der stärkste Temperaturgradient eingestellt werden kann. Insgesamt ist bei niedrigeren Temperaturen eine größere Kühlleistung nötig. Das hängt damit zusammen, daß selbst bei schwächster Einstellung der Hochfrequenzheizung immer ein Mindestniveau der Heizung vorhanden ist. Die berechneten, rein thermisch induzierten Spannungen lassen noch keine plastische Verformung erwarten. Die Dehngrenze $R_{p0,2}$ für die Stähle 1.4914 und F82H-mod. nimmt mit steigender Temperatur ab. Sie liegt bei Raumtemperatur für F82H-mod. bei 530 MPa und für 1.4914 bei über 600 MPa, bei $T=600^\circ\text{C}$ für F82H-mod. bei ca. 300 MPa und für 1.4914 bei etwas über 250 MPa [66, 93]. Die gezeigten Temperatur- und Spannungsunterschiede sind überzeichnet, da das Thermolement auf der inneren Probenoberfläche durch das strömende Heliumgas aktiv mitgekühlt wird.

Eine Temperaturdifferenz zwischen äußerer und innerer Oberfläche bei Außenheizung und Innenkühlung ist evident. Die Rolle, die nur der Skineffekt der Hochfrequenzheizung spielt, wurde zusätzlich untersucht. Ein Temperaturgradient auch ohne aktive Innenkühlung ist zu erwarten. Selbst bei ausgeglichenen Temperaturen in der Probe existiert ein Wärmefluß in Richtung Gestänge der Ermüdungsmaschine. Da die Wärme nur in der äußeren Schicht der

Probe eingebracht wird, kann man auch nach längerer Haltezeit der Temperatur mit einem Gradienten in der Probe rechnen. Dieser ist größer, wenn man die Probe statt in Vakuum an Luft beheizt. Bei gleicher Außentemperatur - die Heizleistung der Spule muß wegen der Wärmeankopplung an das umgebende Medium gering höher sein - kann die Luft im nicht evakuierten Probenkanal zusätzlich Wärme abführen. Die gemessenen Temperaturen und Spannungen sind in Abbildung 4.13 dargestellt.

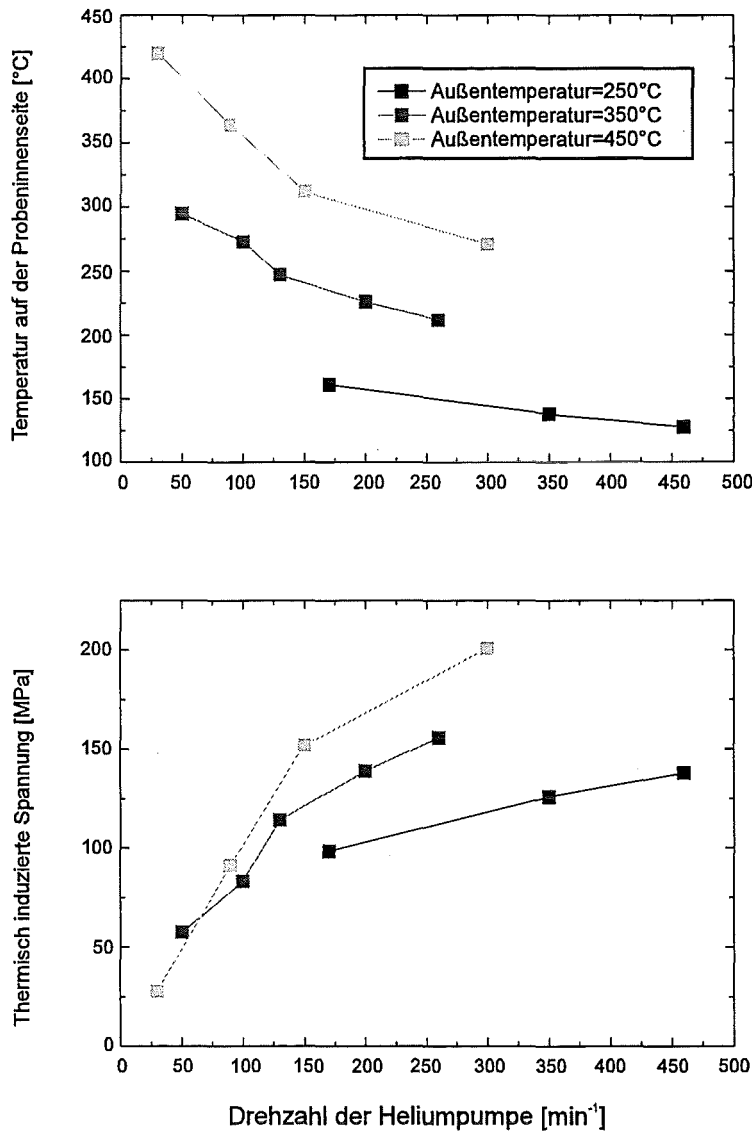


Abb. 4.12: Temperaturmessung innen und außen an Ermüdungsproben für die Zweistrahl-anlage in Abhängigkeit von der Kühlleistung und die thermisch induzierten Zugspannungen an der inneren bzw. Druckspannungen an der äußeren Probenoberfläche (die Werte für α und E wurden für den jeweiligen Temperaturbereich gemittelt)

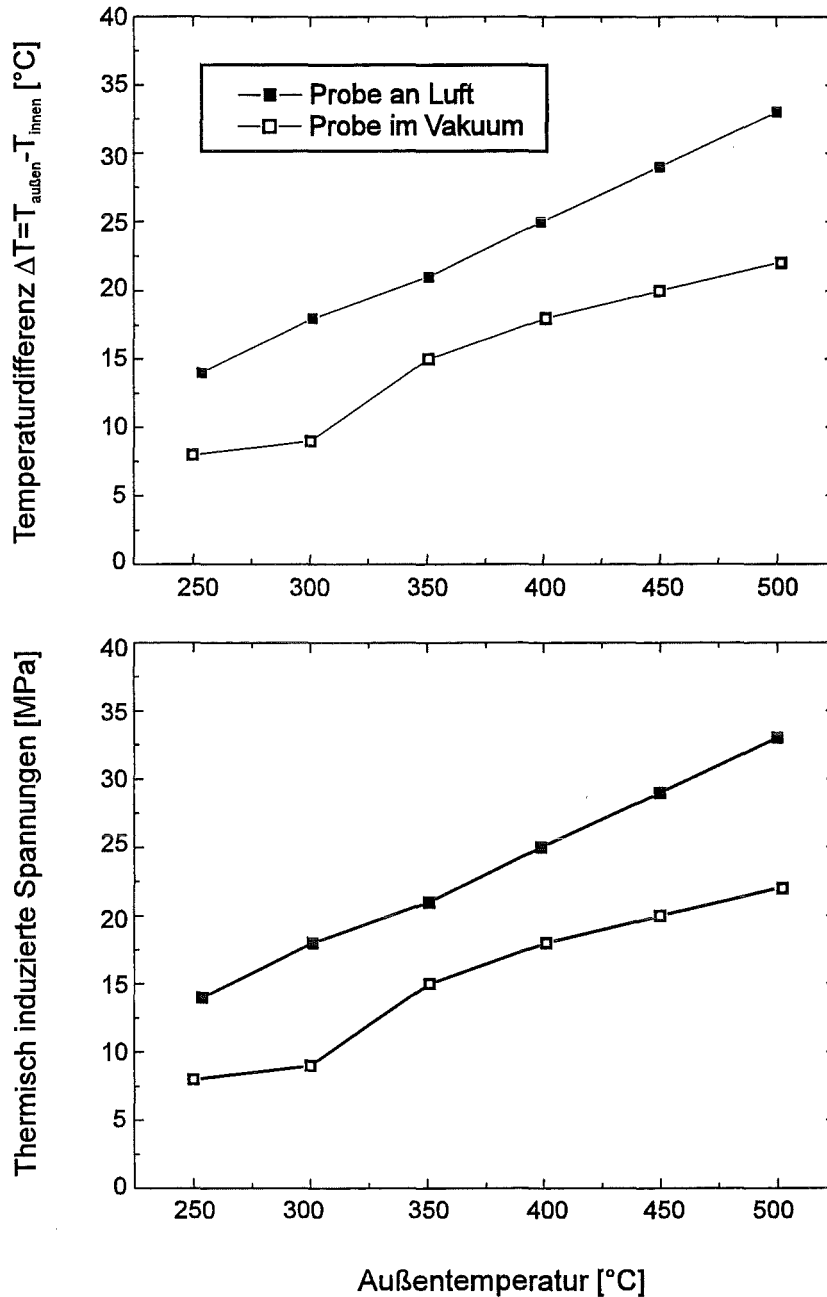
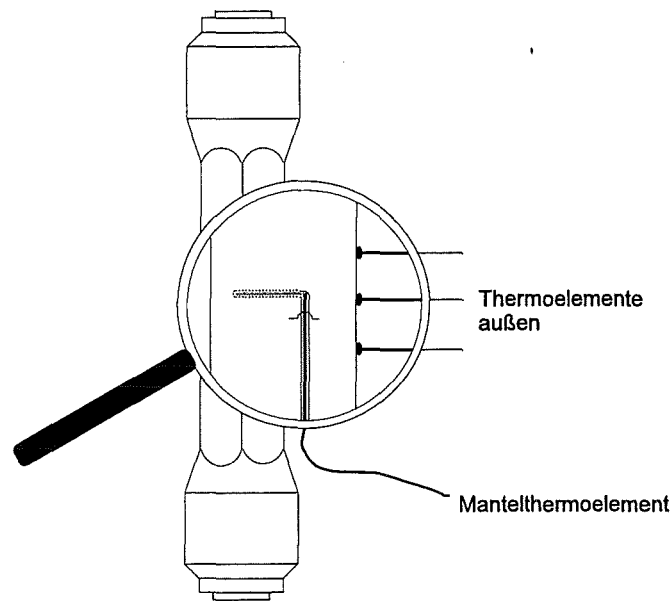


Abb. 4.13: Temperaturdifferenzen und thermisch induzierte Spannungen durch Skineffekt; Beheizung der Probe an Luft bzw. in Vakuum ohne Heliumkühlung

In den Versuchen mit innen aufpunktetem Thermoelement werden zu hohe Temperaturdifferenzen gemessen. Dies rührt daher, daß das innere Thermoelement durch den Helium-Gasstrom mitgekühlt wird. Es wurde daher eine zweite Versuchsreihe gefahren, wobei das Thermoelement in die Probe integriert ist (Abbildung 4.14). Die Probe wurde zu diesem Zweck von der äußeren Oberfläche her sehr fein angebohrt mit einem Bohrkanal, der ca. 60 μm vor der inneren Oberfläche endet. In diesen Kanal wurde dann ein Mantelthermoelement plaziert. Die so registrierten Temperaturunterschiede sind deutlich kleiner als die mit dem aufpunkteten Element gemessenen. Jedoch entspricht die gemessene Temperatur nicht der an der inneren Oberfläche sondern einer Temperatur im Werkstoff.



Wandstärke: 400 μm
 Abstand zur inneren Oberfläche: ca. 60 μm

Abb. 4.14: Ermüdungsprobe mit integriertem Mantelthermoelement

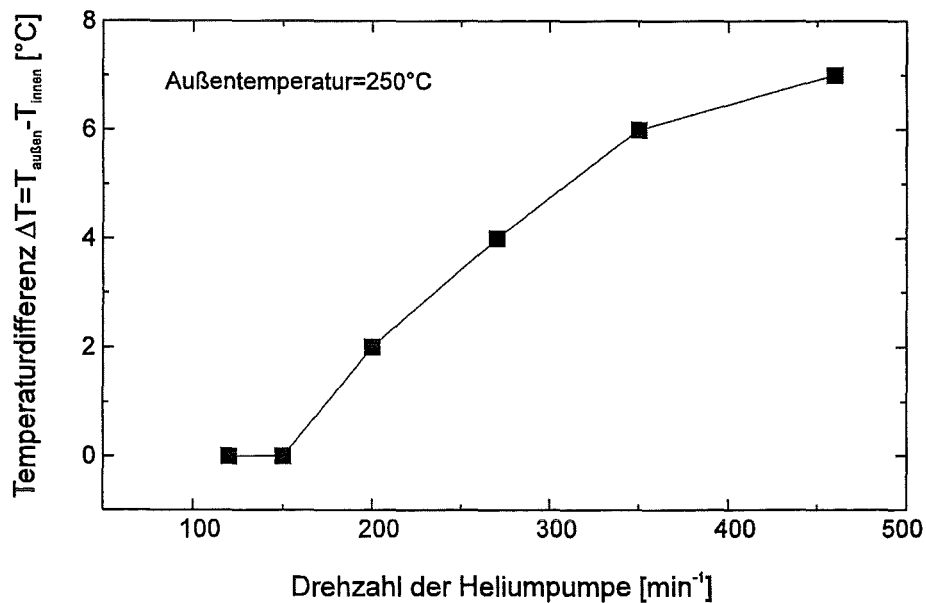


Abb. 4.15: Temperaturdifferenz zwischen Außenseite und Innenseite unterhalb der Oberfläche bei Kühlung mit Heliumgas

Zwei Dinge sind demnach von Bedeutung und sollen hier noch einmal festgehalten werden: Zum einen ist der Temperaturgradient in der Probe kleiner als man nach den ersten Messungen mit innen aufgetanktem Thermoelement gedacht hatte. Zum anderen existieren

ausreichend hohe Temperaturunterschiede zwischen der äußeren und der inneren Probenoberfläche, so daß bei herkömmlicher Versuchsführung ein Reißen der Proben von der Innenseite zu Außenseite hin begünstigt wird.

4.3.2 Anrißverhalten der Proben mit Druckluftkühlung

a) Temperaturmessungen mit Thermoelementen

Um den Versagensbeginn der Proben von der inneren auf die äußere Probenoberfläche zu verlagern, müssen die geometriebedingten Spannungen und die thermisch induzierten Spannungen zumindest kompensiert werden. Außerdem soll die Entstehung der Risse auf der Probenseite zu sehen sein, die mit dem Mikroskop während des Versuchs beobachtet wird. Aus diesen Voraussetzungen entstand die Idee, die beheizte Probe ohne Heliumgas-Kühlung auf der dem Mikroskop zugewandten Seite mit Druckluft anzublasen. Dabei wird die induktiv beheizte Probe auf der Außenseite abgekühlt. Die Folge ist eine Erhöhung der axialen Zugspannung und die Begünstigung der Rißbildung eben auf der äußeren Oberfläche dieser Seite. Der Einfluß der äußeren Kühlung auf die Temperaturverteilung in der Probe wurde mit mehreren Thermoelementen gemessen (Abbildung 4.16). Zunächst wurden drei Thermoelemente in der Probenmitte horizontal verteilt aufgestellt. Gegenüber dem Thermoelement auf der Flächenmitte brachte man ein weiteres Element auf der Innenseite an. Hierbei sollten die Temperaturen innen und außen auf der angeblasenen Seite untersucht werden. Mit einer zweiten Probe wurden die Temperaturen auf den jeweiligen Seitenmitten bestimmt. Hiermit soll geklärt werden, welchem thermischen Einfluß die seitlichen und die der angeblasenen Probenwand gegenüberliegende Wand ausgesetzt sind.

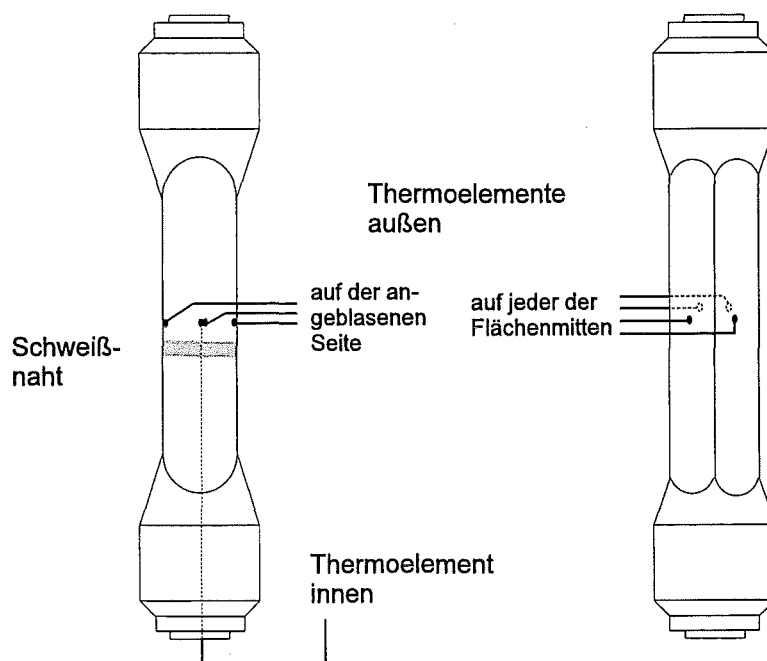


Abb. 4.16: Anordnung der Thermoelemente zur Bestimmung des Einflusses der Druckluftkühlung

Die Druckluftdüse für das Anblasen wird immer im gleichen Abstand von ca. 10 cm vor der Probe montiert. Die Stärke des Druckluftstrahls lässt sich mit einem Schraubventil einstellen. Die Probenkühlung geht mit stärker werdendem Druckluftstrahl in eine Sättigung (Abbildung 4.17). Besonders deutlich wird diese Sättigung bei der Differenz der Innen- zur Außentemperatur. Diese setzt bei einer $\frac{3}{4}$ -Drehung des Schraubventils ein. Daher wurden alle Ermüdungsexperimente mit einer ganzen Umdrehung des Schraubventils durchgeführt.

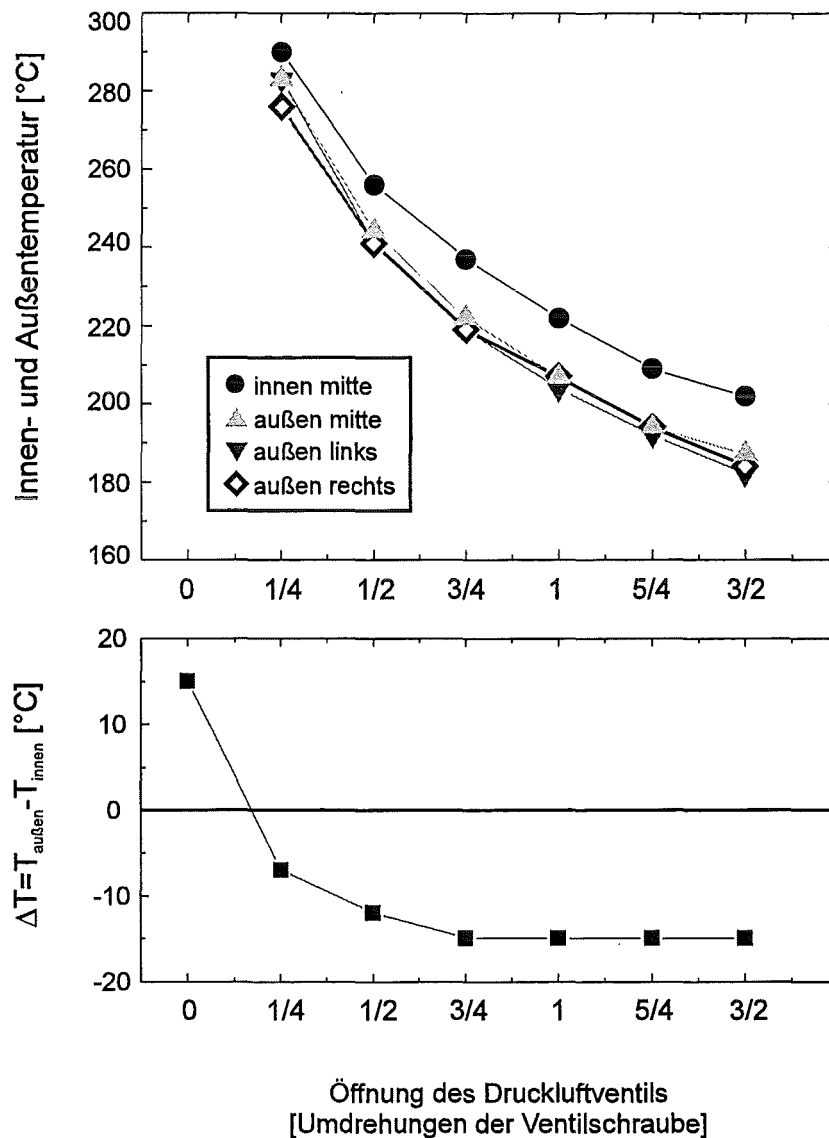


Abb. 4.17: Lokale Temperaturen gemäß des linken Teils von Abbildung 4.16 in Abhängigkeit von der Druckluft-Kühlung bei fest eingestellter Heizung sowie Temperaturdifferenz innen/außen

Die Einstellung der Richtung der Düse erfolgt mit einem sehr kleinen Papierstück (ca. 2 mm x 5 mm), das mit einer Pinzette wie eine Fahne in den Luftstrom vor die Probe gehalten wird. Die Ausrichtung der Düse ist dann korrekt, wenn das Papierfähnchen ein gleichmäßiges Anblasen der Probe signalisiert. Bei einer einmal fest eingestellten Stärke der Druckluft ändert

sich die Temperaturdifferenz zwischen äußerer und innerer Oberfläche praktisch nicht (Abbildung 4.18). Die Differenz beträgt etwa 10°C bis 15°C. Die Schaubilder zeigen ein recht gutmütiges Verhalten der Proben bezüglich der Temperaturverteilung. Leichte Temperaturschwankungen haben keinen Einfluß auf den Temperaturgradienten in der Probe. Damit wird eine qualitativ hochwertige Vergleichbarkeit der einzelnen Ermüdungsexperimente erreicht.

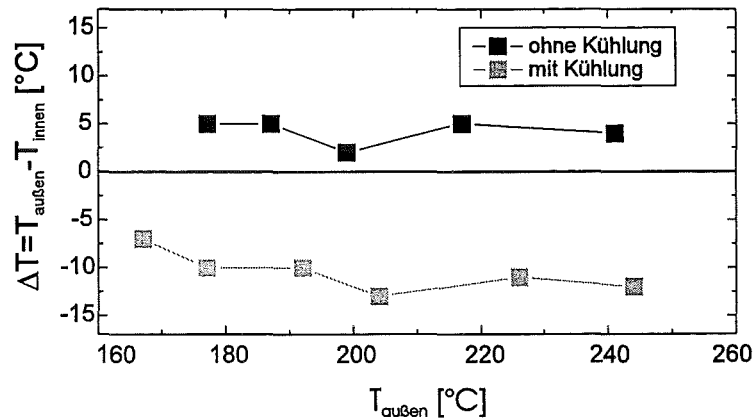


Abb. 4.18: Temperaturdifferenzen innen/außen bei fest eingestelltem Druckluftventil

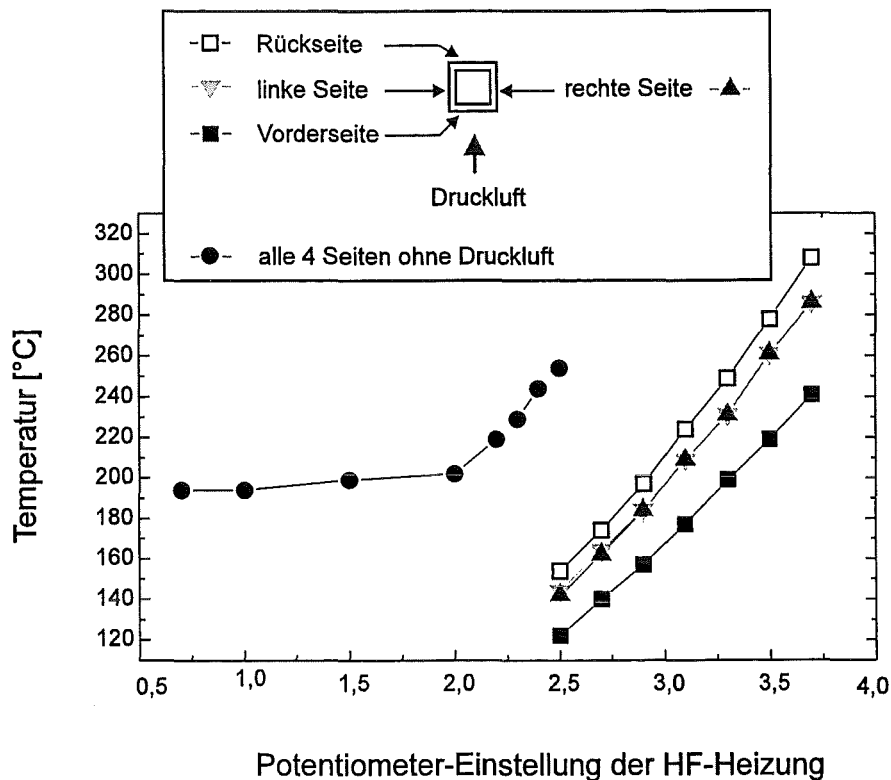


Abb. 4.19: Temperaturen auf den 4 Flächenmitten mit fest eingestellter Druckluft-Kühlung bzw. ohne Druckluftkühlung bei variiert Leistung der Induktionsheizung

Die Temperaturmessung auf den 4 äußeren Flächenmittelpunkten ergibt folgendes Bild (Abbildung 4.19): Wird die Probe nicht angeblasen, so ist die Temperatur auf allen Seiten gleich groß. Bei sehr kleinen Heizeinstellungen nimmt die Temperatur nicht weiter ab, da die Grundeinstellung der Hochfrequenzheizung ein gewisses Minimum nicht unterschreitet. Wird die Probe mit Druckluft angeblasen, dann sind die Temperaturen auf allen 4 Seiten bei gleicher Heizleistung insgesamt niedriger. Bei einer Temperatur von $T=200^{\circ}\text{C}$ auf der Vorderseite liegt die Temperatur auf der Rückseite 40°C bis 50°C höher. Die Temperaturen auf den Seiten rechts und links von der angeblasenen Seite sind ungefähr gleich hoch und liegen zwischen der jeweiligen Temperatur auf der Vorder- und auf der Rückseite.

b) Temperaturverteilung aufgenommen mit einer Wärmebildkamera

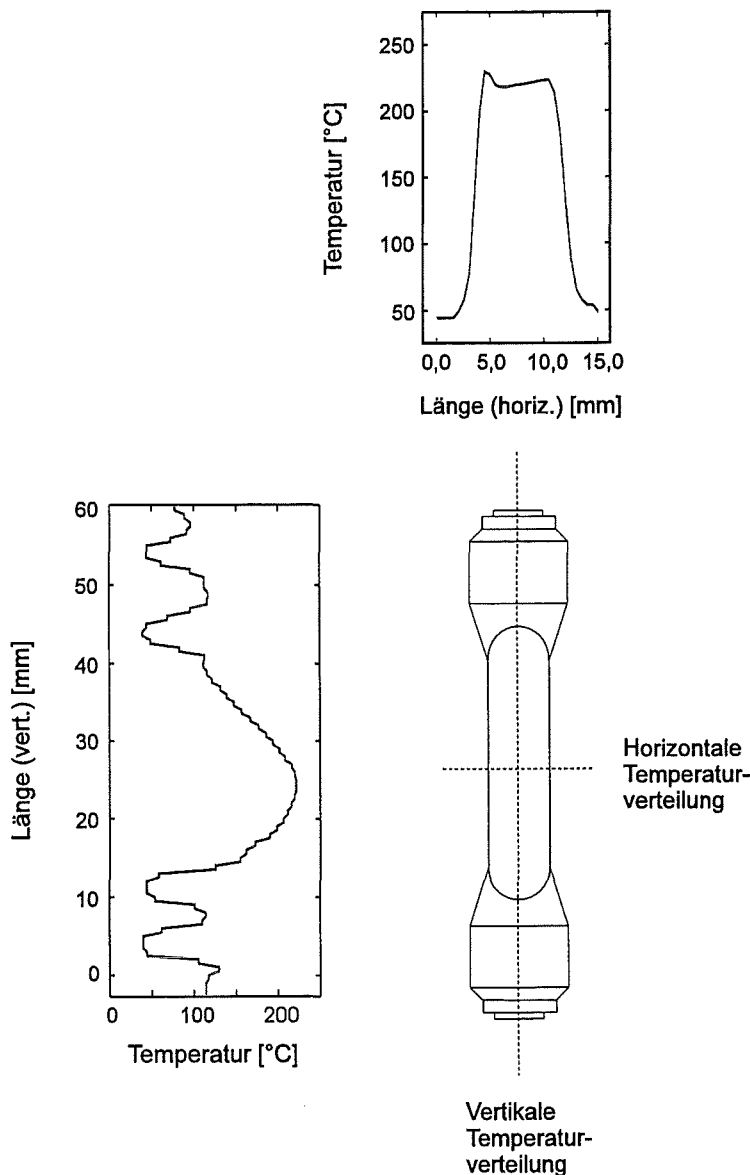


Abb. 4.20: Horizontales Temperaturprofil auf der Höhe der Probenmitte und vertikales bzw. axiales Temperaturprofil

Es ist nicht zu erwarten, daß an jeder Stelle auf der angeblasenen und dem Mikroskop zugewandten Probenoberfläche exakt die gleiche Temperatur herrscht. Auf Grund der Spulenanordnung der Hochfrequenzheizung kann in axialer Richtung und auf Grund der Strömungsverhältnisse durch das Anblasen in axialer und azimuthaler Richtung mit Temperaturdifferenzen gerechnet werden. Zur Abschätzung der Temperaturdifferenzen und ihrem möglichen Einfluß auf das Versagensverhalten müssen die Temperaturen auf der Oberfläche bestimmt werden. Dies war mit der Hilfe von angebrachten Thermoelementen nicht möglich, da diese eine gewisse räumliche Ausdehnung haben. Mit ihnen kann ein Raster auf der Oberfläche nicht fein genug realisiert werden. Als Alternative kamen Aufnahmen mit einer Thermokamera in Betracht. Mit dem für diesen Zweck benutzten System der Firma Goratec [94] lassen sich Temperaturprofile erstellen. Abbildung 4.20 zeigt zwei solcher Profile. Auf dem oberen ist die Temperaturverteilung auf der Oberfläche in Höhe der Probenmitte in horizontaler Richtung dargestellt. Das untere Profil zeigt die Temperaturverteilung in axialer bzw. vertikaler Richtung. Das wellige Profil oberhalb und unterhalb der Probenmitte kommt durch die Spulenwindungen der Hochfrequenzheizung zustande. Die Windungen liegen zum Teil vor der Probe und damit im Blickfeld der Thermokamera. Auf Grund der Wasserkühlung der Spule ist ihre Temperatur niedriger als die der Probe. Bei der horizontalen Verteilung existiert auf der Probenoberfläche eine kleine Temperaturdelle von 10°C bis 15°C. Unter Berücksichtigung der gemessenen Innen- und Außentemperaturen und der konstanten Temperaturdifferenz bei leicht geänderten Heiz- und Kühlbedingungen sollte dies keinen negativen Einfluß auf das Versagen der Proben haben. Die vertikale Temperaturverteilung zeigt einen Buckel mit einem kleinen Plateau auf der Höhe der Probenmitte. Da die Proben praktisch immer in der Mitte reißen, haben auch hier die nach oben und unten hin abfallenden Temperaturen keinen prinzipiellen Einfluß auf das Versagensverhalten. Grundsätzlich kann die Temperaturverteilung auf der angeblasenen Probenoberfläche als hinreichend homogen bezeichnet werden.

c) FEM-Berechnungen der entstehenden Spannungen

Durch das Beheizen und Anblasen der Probe herrscht ein uneinheitliches Temperaturfeld. Um die daraus resultierenden Spannungen auf den vier Probenseiten innen und außen zu bestimmen, wurden Finite-Elemente-Berechnungen durchgeführt [95]. Die zweidimensionalen Berechnungen gelten für einen horizontalen Schnitt in der Probenmitte. Die zugrunde gelegten Temperaturen basieren auf gemessenen Werten. Ausgenommen ist die Temperatur an der Innenseite der Probenrückwand. Man geht davon aus, daß hier die Temperatur etwas höher ist als die auf der Innenseite der angeblasenen Wand. So wurde eine um 2° C höher liegende Temperatur benutzt. Bei der zweidimensionalen Berechnung kann der Wärmefluß in axialer Richtung entlang der Probe hin zum Gestänge nicht berücksichtigt werden. Der Wärmefluß in diese Richtung beeinflusst aber entsprechend die jeweiligen Temperaturen auf der Probenoberfläche. Um die vorgegebenen Temperaturen erreichen zu können, muß daher ein sehr hoher Wärmeübertrag in die Luft innerhalb der Hohlprobe angenommen werden. Aus Symmetriegründen reicht es, wenn man nur eine Hälfte der Probe betrachtet (siehe Abbildung 4.21).

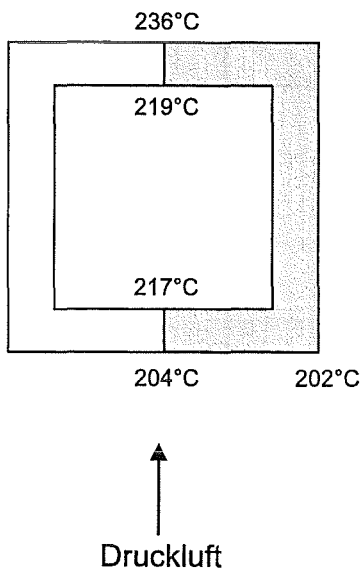


Abb. 4.21: Gemessene Temperaturen für die Finite-Elemente-Berechnungen; aus Symmetriegründen genügt die Betrachtung der Hälfte der Probe

Die Berechnungen zeigen, daß die Temperatur auf der angeblasenen Außenseite am niedrigsten ist (Abbildung 4.22). Mit zunehmendem Abstand von der angeblasenen Seite nimmt die Temperatur an der äußeren Oberfläche zu, während sie auf der Innenseite praktisch konstant bleibt. In der Ecke, die der Druckluftdüse abgewandt ist, herrscht die höchste Temperatur. Auf der Probenrückseite verhalten sich die Temperaturen gerade umgekehrt wie auf der angeblasenen Vorderseite: Die innere Oberfläche der Rückseite ist kälter als die äußere Oberfläche. Die maximale Temperaturdifferenz (Ecke - Vorderseite) beträgt ca. 50°C. Die resultierenden, thermisch induzierten, axialen Spannungen zeigt Abbildung 4.23. Die Spannungen belaufen sich an der angeblasenen Seite außen etwa auf 40 MPa Zug. Innen ist die Probe auf allen Seiten axial spannungsfrei. An der Rückseite herrscht außen ca. 40 MPa Druck.

Abbildung 4.24 zeigt, daß die Überlagerung einer Dehnung von $\varepsilon=0,5\%$ zu einem Homogenisieren der Spannungen führt. Wenn ein nichtlineares Materialmodell mit $R_{p0,2}=350$ MPa zugrunde gelegt wird, beträgt die rein mechanische Spannung 428 MPa. Das Homogenisieren der Spannungen liegt am Abflachen der Spannungs-Dehnungskurve beim Übergang vom elastischen in den plastischen Bereich. Lediglich an der Rückseite außen ist die Spannung etwa 3 MPa kleiner als für den Rest der Probe. Bei solchen kleinen Spannungsunterschieden kann auf jeden Fall von einer homogenen Spannungsverteilung gesprochen werden.

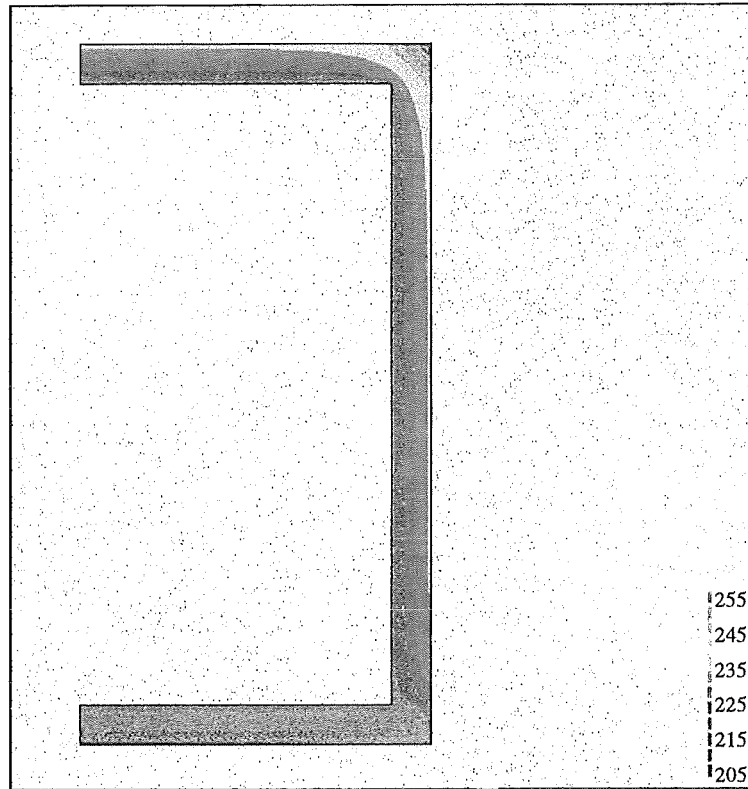


Abb. 4.22: Temperaturverteilung (Angaben in °C)

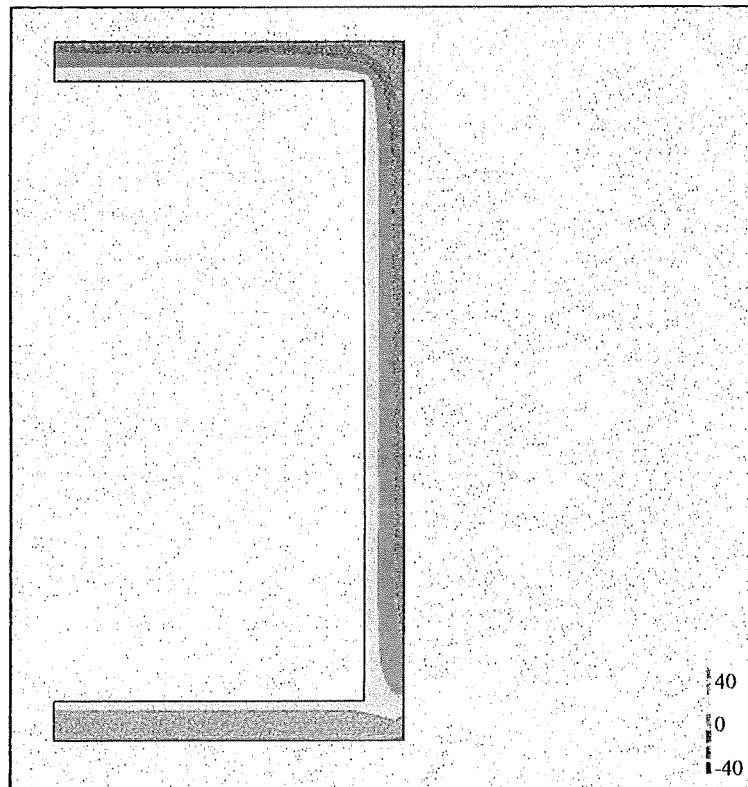


Abb. 4.23: Rein thermisch induzierte, axiale Spannungen (Angaben in MPa)

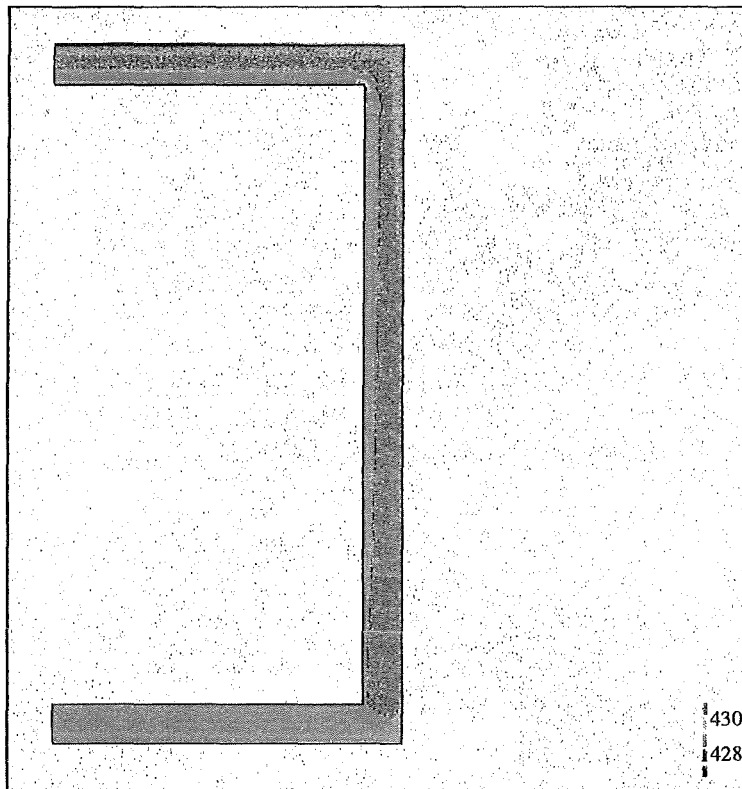


Abb. 4.24: Überlagerung von thermisch induzierten und dehnungsinduzierten ($\epsilon=0,5\%$) axialen Spannungen (Angaben in MPa)

d) Fraktographische Untersuchungen

Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen angeblasener und ermüdeter Proben bestätigen den erwarteten Effekt. Risse auf der Probenseite, die angeblasen wird, entstehen zuerst außen. Die Richtung des Rißwachstums ist von außen nach innen. Dieses Verhalten gilt nicht für die komplette Probe. In der Rückwand sind die Temperaturverhältnisse gerade umgekehrt. Hier beginnt die Probe zuerst innen zu reißen (siehe Abbildung 4.26). Das Anblasen bewirkt also nicht, daß die Lebensdauer ausschließlich durch Temperaturabsenkung und Rißbildung auf der Vorderseite bestimmt wird. Hier wird lediglich das Anreißen von der inneren auf die äußere Oberfläche verlagert. Am Ende der Ermüdung überwiegen ein wenig die Rißanteile auf der angeblasenen Seite. Es ist davon auszugehen, daß bei der Beobachtung der Vorderseite mit dem Mikroskop das maßgebliche, die Lebensdauer bestimmende Geschehen betrachtet wird.

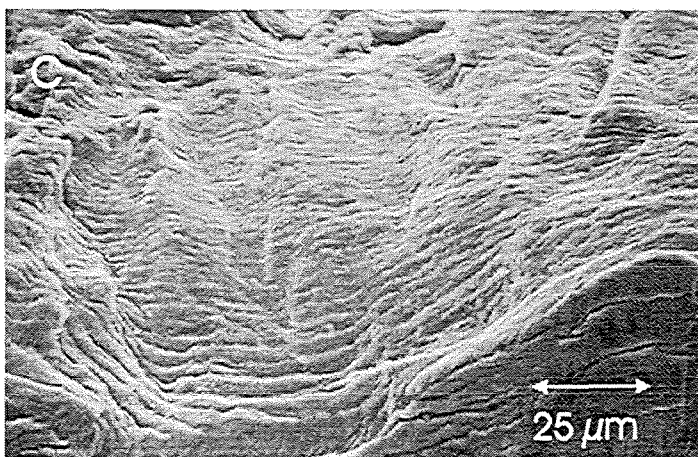
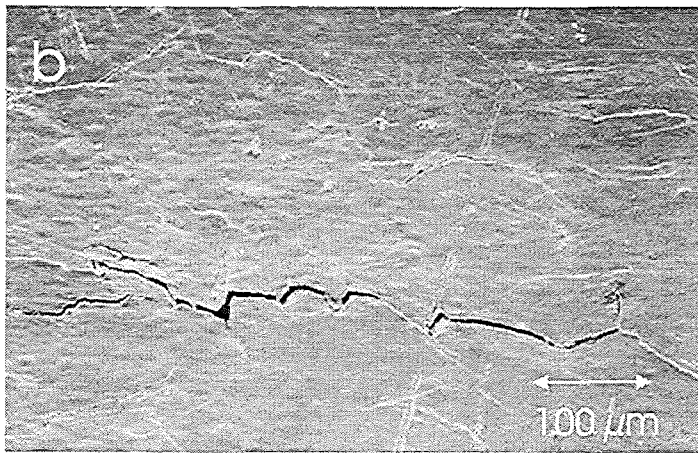
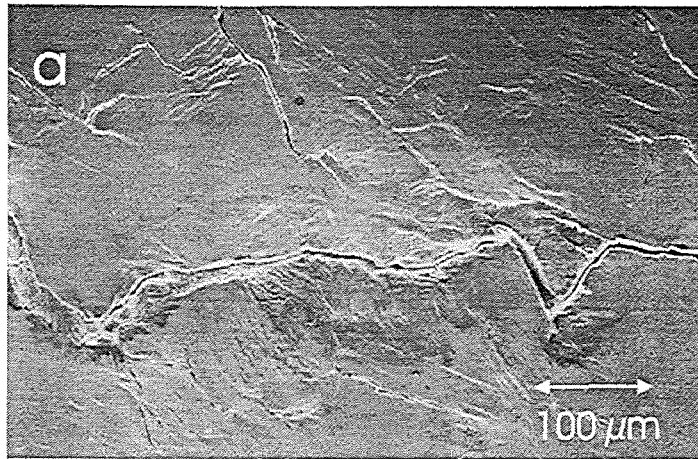


Abb. 4.25: a) Äußere Oberfläche der angeblasenen Seite mit kleinen Rissen, In- und Extrusionen; b) innere Oberfläche der angeblasenen Seite (a und b: $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,8\%$); c) Schwingstreifen auf der Ribfläche der Rückwand ($\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,6\%$)

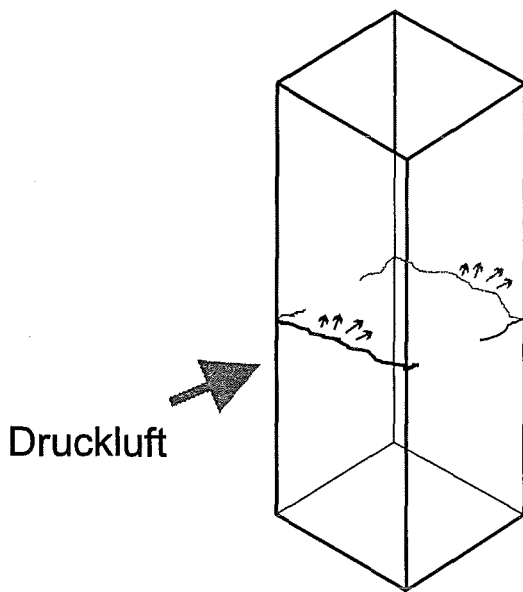


Abb. 4.26: Typische Rißbildung bei mit Druckluft angeblasenen Proben; Vorderseite Rißwachstum von außen nach innen, Rückseite Rißwachstum von innen nach außen

Die Flanken der Risse auf der angeblasenen Seite sind eher schroff (Abb. 4.25 a und b). In den wenigsten Fällen lassen sich die typischen Rißstadien identifizieren. Teilbereiche der Risse zeigen an ihren Rändern eine erhöhte Deformation. Dies ist einer lokal stärkeren plastischen Verformung zuzuschreiben. Solche Risse werden durch In- und Extrusionen hervorgerufen. Risse oder Teilbereiche von Rissen ohne jegliches Anzeichen von In- bzw. Extrusionen sind durch Anreißen an inneren Grenzflächen entstanden. Die Anzahl der Mikrorisse ist auf der äußeren Oberfläche größer als auf der inneren Oberfläche. Dies ist ein weiteres Zeichen für das Wachstum von außen nach innen. Die Rückwand zeigt dagegen ein Anrißverhalten, wie man es von Proben kennt, die nicht angeblasen werden. Hier sind in der Regel die bekannten Rißstadien zu erkennen. Als Beispiel zeigt Abbildung 4.25 c) die typischen Schwingstreifen. Der Blick ist von außen auf die Probe gerichtet, und man kann erkennen, daß sich die Schwingstreifen von innen her kommend nach außen hin verbreitern.

4.3.3 Durchführung der Bestrahlungsexperimente

Die Experimente mit bestrahlten Proben erfordern ein besonders sorgfältiges Arbeiten. Diese hohe Sorgfalt ist im Zusammenhang mit den hohen Kosten zu sehen, die die Bestrahlungsexperimente verursachen, und den notwendigen Schutz- bzw. Abschirmvorkehrungen gegenüber den aktivierten Proben. Im Gegensatz zu den unbestrahlten Proben, die eingebaut, auf Temperatur gebracht und ermüdet werden, erfordert die Ermüdung bestrahlter Proben ein ganzes Bündel von Maßnahmen. Die Vorgehensweise wird hier für eine vorbestrahlte Probe mit anschließender Ermüdung beschrieben. Die Handhabung von Proben, die während der Ermüdung bestrahlt werden, unterscheiden sich hinsichtlich der Abschirmmaßnahmen beim Ausbau und Transport nicht. Der Ablauf des Bestrahlungs- bzw. Ermüdungsexperiments ist jedoch entsprechend kürzer.

Der Ablauf der Aktionen ist schematisch in Abbildung 4.27 dargestellt. Die Bestrahlung und Ermüdung von Proben erstreckt sich normalerweise über einen Zeitraum von etwa zwei Wochen. In der Regel baut man die Proben am Ende einer Woche ein, um pünktlich am jeweiligen Montag mit der Bestrahlung beginnen zu können.

Fr	Einbau der Probe
Sa	↑ Probe wird auf Temperatur
So	↓ gefahren und gehalten
Mo	↑
Die	Bestrahlung
Mi	(ca. 6 Tage für
Do	400 appm Helium)
Fr	↓
Sa	
So	↑ 3 bis 4 Tage
Mo	Abklingzeit
Die	↓
Mi	↑ Ermüdungsexperiment
Do	(je nach Dehnungsamplitude zwischen Stunden und mehreren Tagen)
Fr	↓
Sa	
So	↓
Mo	Ausbau der Probe
Die	
Mi	

Abb. 4.27: Typischer Ablaufplan für die Bestrahlung und Ermüdung an der Zweistrahlanlage

Nach dem Einbau der Proben in die Ermüdungsmaschine bzw. die Vakuumkammer wird die Luft in der Kammer abgepumpt. Da sich die Kraftmeßdose außerhalb der Vakuumkammer befindet, zeigt sie eine gewisse Zugspannung an. Die Zugspannung wird durch den Unterdruck in der Vakuumkammer erzeugt und zum Teil von der Probe als Druckspannung aufgenommen.

Um diese Druckspannung auszugleichen, wird die Zugkraft durch die Maschine erhöht, bis die gemessene Spannung dem Luftdruck entspricht. Daraufhin wird die ausgeübte Kraft als Null-Kraft eingestellt, das heißt, sie wird während des Hochheizens der Probe und der Bestrahlung konstant gehalten. Die Probe ist somit kraftfrei. Treten bei der Bestrahlung Temperaturschwankungen durch einen nicht konstanten Strahlstrom und damit verbundene unterschiedlich starke thermische Ausdehnungen der Probe auf, können die entstehenden Kräfte abgefangen werden. Wird eine typische Heliumdosis von 400 appm He in die Probe implantiert, so dauert die Bestrahlung etwa 6 Tage. In dieser Zeit wird der Bestrahlungsvorgang rund um die Uhr im Schichtbetrieb überwacht. Nach der Bestrahlung wartet man 3 bis 4 Tage ab. In dieser Zeit klingt die Aktivität im Bestrahlungsbunker soweit ab, daß das Bunkerinnere nicht mehr als Sperrbereich sondern als Kontrollbereich gilt (Sperrbereich: Ganzkörperdosis > 15 mSv/Jahr). Bevor die Vakuumkammer geflutet wird, muß die durch die Ermüdungsmaschine zusätzlich hervorgerufene Zugspannung wieder um den Betrag reduziert werden, der zuvor eingestellt wurde. Nach dem Öffnen der Vakuumkammer werden das Mikroskop samt Beleuchtung und die Druckluftdüse mit zuführendem Schlauch vor die aktive Probe montiert. Bei der Montage befindet man sich im wesentlichen hinter einer positionierbaren Bleiabschirmung. Dennoch muß die Montage schnell und zielgerichtet ausgeführt werden, da die Proben immerhin noch eine Oberflächenaktivität von etwa 10 bis 20 mSv/h besitzen. Nach dem Ermüdungsexperiment wird die Probe ausgebaut und in einem Bleitresor an der Zweistrahlanlage gelagert. Etwa einmal pro Quartal werden bestrahlte Proben zu Nachuntersuchungen in die Heißen Zellen (Hauptabteilung Versuchstechnik - Heiße Zellen) transportiert. Je nach Zeitpunkt haben dann die Proben eine Abklingzeit von mehreren Wochen durchlaufen. Die Oberflächenaktivität der Proben liegt zwischen einigen bis zu über 10 mSv/h. Beim Transport sind eine Reihe von Vorsichts- und Abschirmmaßnahmen zu beachten, die durch entsprechend anzufertigende schriftliche Unterlagen dokumentiert werden. In den Heißen Zellen erfolgt dann die weitere Präparation der Proben für zum Beispiel metallographische Schliffe sowie REM- und TEM-Untersuchungen.

4.4 Einsatz des langreichweitigen Mikroskops

Die Bestrahlung und die Implantation von Helium an der Zweistrahlanlage führt zu einem geänderten Materialverhalten bei der Ermüdung. In dehnungsgesteuerten Experimenten dient die gemessene Spannungsschwingbreite als empfindliche Sonde für das Registrieren bestrahlungsinduzierter Effekte. Die in den ferritisch-martensitischen Stählen auftretende Verfestigung durch Bestrahlung führt konsequenterweise zu einer Erhöhung der Spannungsschwingbreite bzw. zu einer Reduktion der plastischen Dehnschwingbreite bei gleicher Gesamtdehnschwingbreite im Vergleich zum unbestrahlten Material. In den bisher durchgeführten, dehnungsgesteuerten Ermüdungsversuchen mit MANET I und II war die Lebensdauer vorbestrahlter Proben bei gleicher Gesamtdehnschwingbreite kleiner als die von unbestrahlten Proben. Ein Ziel dieser Arbeit ist, die Zusammenhänge zwischen Verfestigung bzw. Erhöhung der Spannungsschwingbreite und Versagen zu erhellen. Da Versagen bei der Ermüdung klassischerweise mit der Bildung von In- und Extrusionen an der Werkstoffoberfläche beginnt, und da diese In- und Extrusionen zu mikroskopisch kleinen Rissen führen, ist es wichtig, die Vorgänge an der Probenoberfläche während der Ermüdung näher zu betrachten. Das Entstehen und Wachsen dieser sehr kleinen Risse ist deutlich durch die Mikrostruktur geprägt. Die Bestrahlung verändert das mikrostrukturelle Erscheinungsbild des Werkstoffs und sollte damit direkt Einfluß auf das Verhalten der Risse haben. Das Beobachten der Risse während der Ermüdung ist damit der Schlüssel zur Klärung der versagensbestimmenden Faktoren von bestrahlten und auch unbestrahlten Proben.

Zur Beobachtung von Mikrorissen existieren prinzipiell verschiedene Methoden. Eine der wichtigsten ist die Anbringung von Replica-Folien. Diese besteht im Auftragen eines Azetatfilms. Nach der Trocknung und dem Abziehen ist dann eine Auswertung im Lichtmikroskop, im REM oder TEM möglich. Für diese Methode muß die Probenoberfläche in jeder Beziehung zugänglich sein. Das bedeutet häufig, daß äußere versuchstypische Bedingungen geändert werden müssen (zum Beispiel die Temperatur). Oft muß die Probe komplett aus der Ermüdungsmaschine ausgebaut werden. Bei bestrahlten Proben kann diese Methode praktisch keine Anwendung finden. Eine zu hohe Strahlenbelastung der Hände durch das direkte Arbeiten an der Oberfläche der aktiven Probe wäre ansonsten die Folge. Ein ideales Instrument zur Beobachtung der Probenoberfläche ohne Manipulation der Versuchsbedingungen ist ein Lichtmikroskop. Hiermit kann in-situ die Entstehung der Mikrorisse registriert werden. Da die zu untersuchenden Proben auf Temperaturen um $T=200^{\circ}\text{C}$ beheizt werden, kann nicht der Einsatz eines herkömmlichen Lichtmikroskops sehr nahe an der Probenoberfläche in Frage kommen. Da man sich zudem die Option der Probenbeobachtung auch während der Bestrahlung offen halten will - hierbei schaut man durch ein spezielles Fenster in die Vakuumkammer bei einem Abstand zur Probe von ca. 40 cm - fiel die Entscheidung zugunsten eines langreichweitigen Mikroskops mit beachtlich hoher Auflösung bei entsprechender Objektdistanz. Die Vorteile eines solchen Mikroskops gegenüber anderen Untersuchungsmethoden sind in [96] beschrieben. Bei dem Mikroskop, das schließlich angeschafft wurde, handelt es sich um ein Questar QM-I mit Step Zoom [97]. Die Arbeitsdistanz liegt zwischen 55 cm und 170 cm. Die Auflösung bei kürzester Distanz und optimaler Oberfläche ist im Bereich einiger Mikrometer. Bei den typischen Oberflächen der Ermüdungsproben beträgt die Auflösung 10 bis 15 μm . Das Mikroskop ist mit einer Zoom-Einrichtung versehen. Hier können schrittweise 5 verschiedene Vergrößerungen gewählt werden (Step Zoom). Dies ist sehr vorteilhaft für die Justage des Mikroskops. Zusätzlich stehen 5 Filter zur Verfügung, die je nach Intensität der Beleuchtung eingesetzt werden. Das Mikroskop verfügt über einen Beamsplitter im Strahlengang, so daß eine Beleuchtung der Probe direkt über das Mikroskopobjektiv erfolgen kann. Dies findet vor allen Dingen bei der

Ausrichtung des Mikroskops gegenüber der Probe Anwendung. Bei der Beobachtung der Ribbildung liefert jedoch die direkte Beleuchtung der Probe eine bessere Auflösung. Die Beleuchtung erfolgt generell mit einer Kaltlichtquelle und über einen Lichtleiter. Die direkte Probenbeleuchtung geschieht frontal, der Lichtleiter befindet sich auf der Höhe des Mikroskops neben dem Objektiv. An das Mikroskop ist eine Kamera angeschlossen. Hier wurde eine Röhrenkamera ausgewählt, da diese im Vergleich zu CCD-Kameras, die ansonsten auf Grund ihrer geringeren Abmessung besser zu handhaben sind, eine sehr hohe Strahlenresistenz in einer radioaktiven Umgebung bietet. Kamera wie Mikroskop sind auf eine Positioniereinrichtung montiert, die mikrometergenau eine vorgegebene Lage anfährt. Für die Steuerung der Mikroskop-Position und die Aufnahmetriggerung steht ein PC mit 486er Prozessor zur Verfügung. Er ist ausgestattet mit einer Framegrabber-Karte, die mit der Kamera und einem Kontrollmonitor verbunden ist (siehe Abbildung 4.28). Das Dehnungssignal der Ermüdungsmaschine wird an eine Interface Box gegeben. Diese steuert zusammen mit einer in den PC eingebauten Synchronisationskarte die Stellung der Positioniereinrichtung und bestimmt danach den Zeitpunkt der Aufnahme. Die Mikroskopbilder werden zunächst auf der Festplatte des PCs gespeichert. Da bereits in kurzer Zeit eine beträchtliche Datenmenge anfällt, wurde die Möglichkeit eingerichtet, die Bilddaten über das lokale Netzwerk auf einen Server der Abteilung zu transferieren oder mittels CD-Brenner auf CDs abzuspeichern.

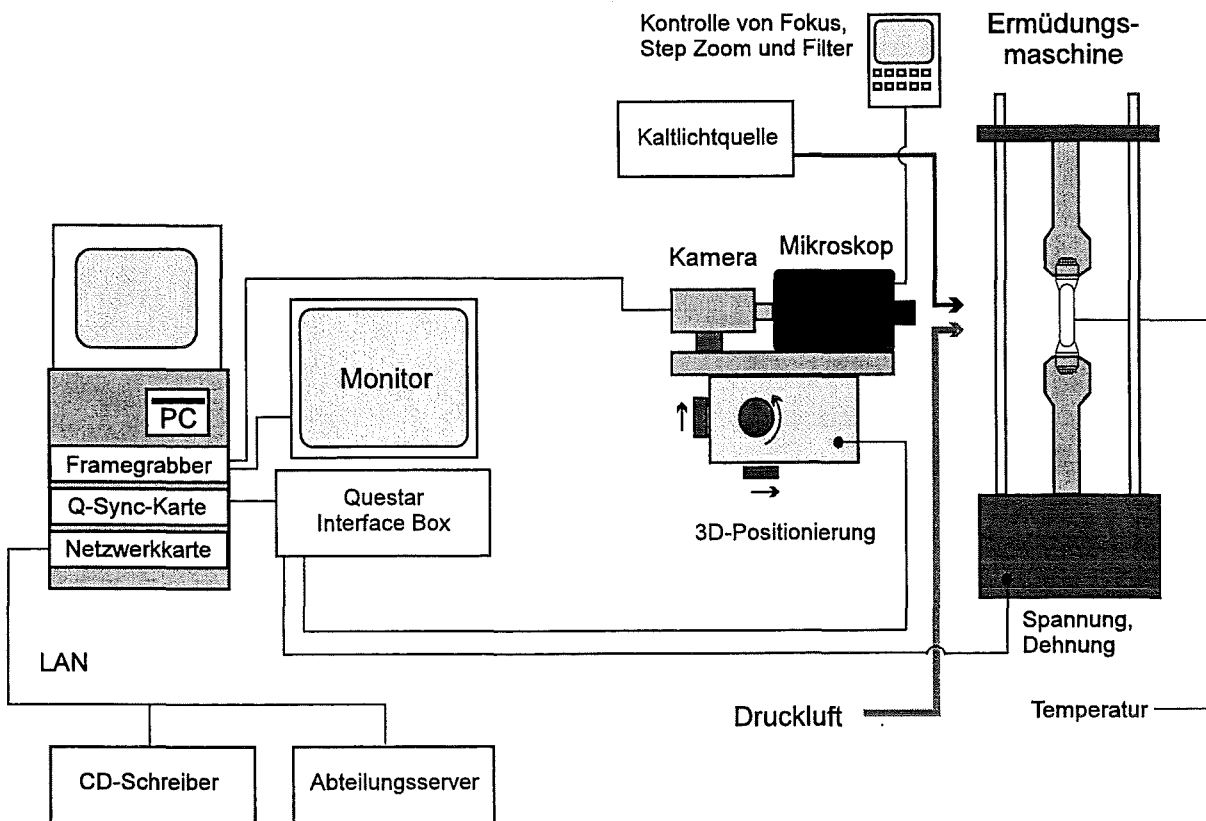


Abb. 4.28: Schematische Darstellung der Mikroskopsteuerung und Aufnahmeauslösung

Die Steuerung des Mikroskops und der Aufnahmezeitpunkte geschieht über die Software QRMS II (Q^uest^ar R^emote M^easurement S^ystem). Die Auslösung der Bildaufnahme kann manuell oder automatisch erfolgen. Die Bildaufnahme ist möglich nach einem Impuls, der durch den Operator, durch eine Vorgabe wie beispielsweise eine bestimmte Zyklenzahl oder durch einen bestimmten Zeitpunkt gegeben wird. Gleichzeitig läßt sich der Auslösevorgang mit der Ermüdungsmaschine synchronisieren. Das heißt, es dürfen zum Beispiel nur dann Bilder aufgenommen werden, wenn die Dehnung bei einer bestimmten Stellung der Ermüdungsmaschine einen vorgegebenen Wert erreicht hat (Abbildung 4.29). Im automatischen Modus kann man die Probenoberfläche mit mehreren Bildern abscannen lassen. Dies ist dann sinnvoll, wenn nicht mit einem einzigen Bild die gesamte interessierende Fläche erfaßt werden kann. Die Überlappung der Einzelbilder bei einem Scan ist frei einstellbar.

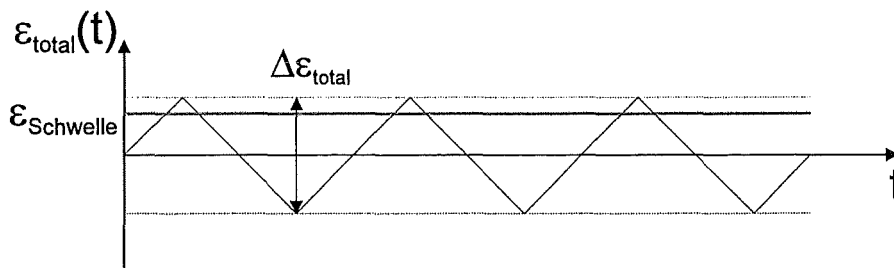
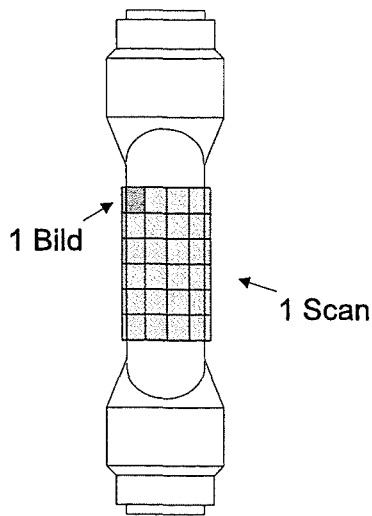


Abb. 4.29: Die Bildauslösung ist nur möglich, wenn die Dehnung einen gewissen Wert überschreitet. Die Probe ist dann unter Zugspannung, und die Risse sind geöffnet.

Für das Erfassen der Ermüdungsproben an der Zweistrahlanlage wird das folgende Verfahren angewendet (Abbildung 4.29 und 4.30): Nach bestimmten Zeitabschnitten, die wiederum einer bestimmten Anzahl von Ermüdungszyklen entsprechen, wird die Probenoberfläche abgescannt. Dazu wird eine Matrix von Mikroskop-Positionen mit einer gewissen Überlappung der Bilder fest eingestellt. Die einzelnen Bilder sollen nur dann aufgenommen werden, wenn die Probe unter Zug ist. So kann man davon ausgehen, daß die vorhandenen Risse tatsächlich geöffnet sind. Hierzu wird eine analoge Schwelle für das Dehnungssignal vorgegeben. Nur wenn diese überschritten wird, kann die Bildaufnahme erfolgen. Die Höhe der Schwelle wird in Abhängigkeit von der Gesamtdehnschwingbreite eingestellt. In der Zeit zwischen zwei Aufnahmen, die je nach Belastung 10 bis 20 Sekunden beträgt, wird die neue Mikroskop-Position angefahren. Ist ein Scan beendet, so bewegt sich das Mikroskop wieder in die Ausgangsstellung zurück. Nach erneutem Ablauf der eingegebenen Zeitspanne wird der nächste Scan durchgeführt. Dies geschieht so lange, bis eine vom Operator angegebene Zeit verstrichen ist. Der bis hierhin beschriebene Vorgang wird als Projekt bezeichnet. Man hat nun die Möglichkeit, mehrere dieser Projekte hintereinander zu schalten. Damit kann je nach Ermüdungsstadium der Zeitabstand zwischen den Scans flexibel eingestellt werden. Der unterschiedlich schnellen Rißentwicklung während verschiedener Ermüdungsphasen wird somit Rechnung getragen.



Zu Beginn der Ermüdung ist nicht bekannt, wo genau auf der Probe die entscheidenden und zum Versagen führenden Risse entstehen werden. Daher muß die komplette Probenoberfläche bis zum Versagen aufgenommen werden. Nach der Ermüdung braucht dann all das Bildmaterial nicht mehr berücksichtigt werden, das nicht zur Beurteilung des Rißgeschehens dienlich ist.

Abb. 4.30: Bildmatrix zur Erfassung der kompletten Probenoberfläche

4.5 Versuchsauswertung

Zunächst soll ein kurzer Überblick darüber gegeben werden, welche Proben für die metallographischen und transmissionselektronenmikroskopischen Nachuntersuchungen zur Verfügung standen. Ebenso werden diejenigen Proben aufgezählt, die während der Ermüdung mit dem Lichtmikroskop bezüglich Rißentstehung beobachtet wurden. Die durchgeführten Versuche sind in Tabelle VIII angegeben inklusive der laufenden Versuchsnummern für die Ermüdungsexperimente an der Zweistrahlanlage.

Die im Rahmen des Ermüdungsprogramms vorbestrahlte Probe mit der Versuchsnummer 219 ($\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,76\%$) wurde für die Auswertung nicht herangezogen, da sie durch eine Fehlfunktion der Ermüdungsmaschine zu Beginn des Experiments eine Vorschädigung erlitten hatte. Die Rißentstehung auf der Probe, die während der Ermüdung bestrahlt wurde (Versuchsnummer 207), konnte aus den in Kapitel 4.3 genannten Gründen nicht beobachtet werden.

Die in der Tabelle aufgeführten Gesamtdehnschwingbreiten sind teilweise mit ungebräuchlichen Werten (z.B. $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,39\%$ oder $0,87\%$) angegeben. Dies hat folgenden Grund: Ursprünglich wurde bei Ermüdungsversuchen der Wegaufnehmer direkt auf eine der Probenflächen aufgesetzt. Die Dehnung auf den Flächen ist leicht höher als an den Kanten. Da das Versagen immer von den Flächen ausgeht, ist das die korrekte Art, die Dehnung zu messen. Bei den glatt polierten Proben ist es häufiger vorgekommen, daß der Wegaufnehmer auf der Fläche abrutschte und das Experiment einen undefinierten Verlauf nahm. Setzt man jedoch den Wegaufnehmer an die Kante, dann wird ein Verrutschen praktisch unmöglich. Um nun die an der Kante vorgegebene Dehnung auf die Fläche übertragen zu können, wurden gleichzeitige Dehnungsmessungen an der Kante und auf der Fläche durchgeführt (siehe dazu

Abbildung 4.31). Die Folge des Übertrags der Dehnung von der Kante auf die Fläche ist, daß selbst wenn man einen „vernünftigen“ Wert für die Ermüdungsmaschine bzw. die Kante vorgibt, der Wert für die Fläche durchaus entsprechend ungebräuchlich sein kann.

Tab. VIII: Untersuchungsmatrix der getesteten F82H-mod. Proben

Versuchs-Nr.	$\Delta\varepsilon_{\text{total}}$ [%]	N_{Bruch}	un- bestr.	vor- bestr.	in- situ	Licht- mikroskopie	Metallogr. Schliff	TEM
190	0,90	2700	x			x	x	
192	0,88	4600	x			x	x	
193	0,76	6950	x			x	x	
196	0,90	550		x		x	x	x
197	0,51	16860	x			x	x	
198	0,51	12600	x				x	
199	0,47	12420	x			x		
201	0,91	2740	x			x	x	
202	0,81	2690	x			x		
203	0,61	5940	x			x		
205	0,60	8210	x			x	x	
206	0,51	21450		x		x	x	x
207	0,76	5310			x		x	x
208	0,47	25130	x					
209	0,76	5180	x			x	x	
210	0,44	45800	x			x	x	
211	0,40	31060	x					
212	0,39	56960	x				x	
213	0,55	13170	x			x	x	
214	0,66	6890	x			x	x	
215	0,87	3140	x					
216	0,82	4660	x					
218	0,70	5200	x					
219	0,76	3110		x		x		
F82H-mod. unbestrahlt und ohne Ermüdung							x	x
MANET I neutronenbestrahlt ($T_{\text{Bestr.}}=300^{\circ}\text{C}$), keine Ermüdung								x

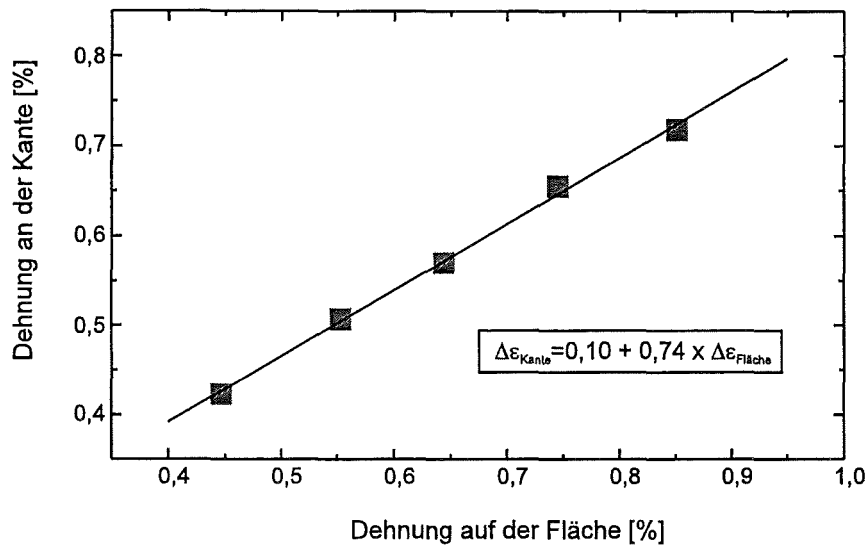


Abb. 4.31: Unterschiedliche Dehnungen auf der Fläche und der Kante

4.5.1 Metallographische Aufnahmen

Um einen metallographischen Schliff anfertigen zu können, werden die Proben nach dem Abtrennen der Gewindeköpfe in axialer Richtung diagonal zum quadratischen Querschnitt geschnitten. Aus den 4 entstehenden Plättchen wählt man dasjenige aus, welches bei der Ermüdung auf der angeblasenen und dem Mikroskop zugewandten Probenseite war. Obwohl die Oberfläche der zum metallographischen Schliff ausgesuchten Probenseite vor der Ermüdung auf Hochglanz poliert war, muß sie vor dem Anätzen noch mal geschliffen und poliert werden. Dies liegt an den durch die Ermüdung entstehenden teigartigen Oberflächenrauigkeiten (flächenhaft verteilte In- und Extrusionen, gleitbahnartige Strukturen). Durch das Abschleifen ist mit der Abtragung zumindest eines Teils der durch die Ermüdung hervorgerufenen Mikrorisse zu rechnen. Nach dem Anätzen werden die Probenplättchen im Lichtmikroskop analysiert. Hierbei wird auf die Lage der beobachtbaren Mikrorisse und der Mikrostruktur besonders eingegangen. Wichtig ist, ob die Mikrorisse entlang innerer Grenzflächen wie den Korngrenzen oder den mit $M_{23}C_6$ Sekundärausscheidungen dekorierten Martensitlatten orientiert sind. Es werden die Winkel der Martensitlatten und der Risse bezüglich der Probenachse, d.h. bezüglich der Belastungsrichtung bestimmt. Bei Proben mit hoher Gesamtdehnschwingbreite findet man sehr viele Mikrorisse. Hier wird die Anzahl der Risse, die sich an inneren Grenzflächen befinden, mit der Gesamtzahl aller Mikrorisse ins Verhältnis gesetzt. Bei kleineren Gesamtdehnschwingbreiten kommen recht wenig Mikrorisse vor. Hier wird die Länge von Rißteilen, die sich an Grenzflächen befinden, mit der Summe aller Rißlängen ins Verhältnis gesetzt. Bei den untersuchten Proben wird auch kontrolliert, ob es eine geometrische Vorzugsrichtung für die Martensitlatten im Sinne einer Textur gibt. Dies ist denkbar, da die Platten, aus denen man die Proben herstellte, gewalzt wurden. Die vorkommenden Richtungen der Mikrorisse werden mit den Lattenrichtungen verglichen.

Tab. IX: Anätzen der metallographischen Schliffe

Ätzmittel	Ätzdauer
100 ml Äthanol 2 gr. Pikrinsäure 5 ml wässrige Salzsäure (37 %)	2 bis 3 min

Bei den bestrahlten Proben wurden prinzipiell die gleichen Untersuchungen durchgeführt. Der Unterschied zu den unbestrahlten Proben besteht in der Handhabung. Sämtliche Bearbeitungsschritte wurden in den Heißen Zellen fernhantiert ausgeführt. Das bedeutet natürlich einen erheblichen Mehraufwand. Wie bei den unbestrahlten Proben wurde die angeätzte Oberfläche abfotografiert und analysiert. Die bestrahlten Teile der Probe, die nicht dem Mikroskop zugewandt waren und nicht für metallographische Schliffe herangezogen wurden, konnten für transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen weiter benutzt werden (Abbildung 4.32). Auch wenn diese Probenseiten im Experiment nicht direkt angeblasen wurden, so ist das für die TEM-Untersuchungen nicht von Nachteil. Man geht von einer homogenen Implantation der Alphateilchen aus. Für eine Untersuchung der rein bestrahlungsinduziert veränderten Mikrostruktur sind die Geschehnisse an der Probenoberfläche irrelevant.

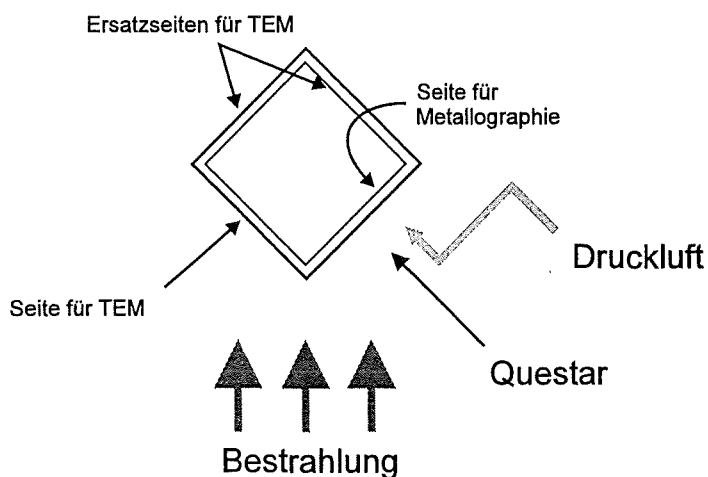


Abb. 4.32: Für metallographische und TEM-Nachuntersuchungen vorgesehene Seitenteile von bestrahlten Proben zur fernhantierten Trennung in den Heißen Zellen

4.5.2 Transmissionselektronenmikroskopische Aufnahmen

Untersucht wurden in erster Linie bestrahlte Proben. Dabei handelt es sich unter anderem um mehrere an der Zweistrahlanlage getestete F82H-mod. Ermüdungsproben: Zum einen sind das zwei vorbestrahlte Proben mit einer Heliumdosis von 400 appm He. Die erste der beiden Proben wurde mit einer hohen Gesamtdehnschwingbreite ermüdet ($\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,9\%$), die zweite mit einer kleinen Gesamtdehnschwingbreite ($\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,51\%$). Zum anderen steht eine Probe zur Verfügung, die während der Bestrahlung ermüdet wurde ($\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,76\%$). Hier beträgt die Heliumdosis 50 appm He. Desweiteren wurden neutronenbestrahlte MANET I - Proben untersucht. Die Bestrahlung erfolgte im High Flux Reactor (HFR) in Petten bei einer Temperatur von $T=300^{\circ}\text{C}$ bis zu einer Schädigungsdosis von 5 dpa [98]. Hier wird der Vergleich der Mikrostrukturen nach Bestrahlung mit Neutronen und Alphateilchen gemacht. Neben der Analyse der bestrahlten Proben wurden Aufnahmen von der Mikrostruktur einer unbestrahlten und nicht ermüdeten F82H-mod. Probe zum Vergleich herangezogen.

Während die an der Zweistrahlanlage bestrahlten und getesteten Proben zuerst noch in die Heißen Zellen transportiert werden mußten, lagen die neutronenbestrahlten Proben dort bereits vor. Bei den Ermüdungsproben, die von der Zweistrahlanlage stammen, wurden fernhantiert die Gewindeköpfe abgetrennt und die 4 Seiten auseinander geschnitten. Die angeblasene Seite wurde für den metallographischen Schliff benutzt, während eine der übrigen 3 Seiten für die TEM-Untersuchungen bestimmt war (Abbildung 4.32). Die für die TEM-Untersuchung ausgewählte Seite bzw. das Plättchen wurde zunächst auf eine Dicke von 200 μm abgeschliffen. Aus diesem Plättchen sind dann kreisrunde TEM-Proben mit einem Durchmesser von 2,3 mm ausgestanzt worden. Die Größe der TEM-Proben ist ein Kompromiß zwischen den 3 mm Standardproben und den sehr kleinen 1 mm Proben. Als ferritisch-martensitischer Stahl ist F82H-mod. wie auch MANET I / II magnetisch. Die größeren Proben beeinflussen die Ablenkung des Elektronenstrahls im TEM erheblich. Eine Verringerung der Probengröße ist daher anzustreben. Die 1 mm Probe wiederum ist jedoch so klein, daß ihre Präparation und Handhabung deutlich schwieriger ist. Die ausgestanzten Proben wurden in einer automatischen Abdünnanlage (Tenupol, Firma Struers) mit dem Jet-Düsenverfahren präpariert. Die Einstellparameter sind Tabelle X zu entnehmen.

Tab. X: Elektrolyt und Einstellparameter für das Abdünnen der TEM-Proben

Elektrolyt	Poliertemperatur	Spannung	Strömungsgeschw.	Sensitivität
20 % H_2SO_4 80 % Methanol	0°C	18 V	5,5	7,5

Die mikrostrukturellen Untersuchungen wurden mit dem Elektronenmikroskop EM 400 T von Philips in den Heißen Zellen des Forschungszentrums durchgeführt. Der Schwerpunkt der Untersuchungen lag auf der Identifikation und Analyse der eingebrachten bestrahlungsinduzierten Defekte.

4.5.3 Lichtmikroskopische Rißbilder

Das langreichweitige Questar Lichtmikroskop hat bei einer Arbeitsdistanz von ca. 50 cm eine sehr hohe Auflösung. Die Auflösung der lichtmikroskopischen Bilder und die Größe des beobachtbaren Ausschnitts bedingen sich gegenseitig. Bei der höchsten Auflösung beträgt der Bildausschnitt ca. 1,5 mm x 2 mm. Man muß demnach, um die Oberfläche der Probe mit einer axialen Meßlänge von 10 mm und einer Breite von 7 mm komplett zu erfassen, eine ganze Reihe von Bildern aufnehmen. Normalerweise wird eine Matrix von Mikroskop-Positionen festgelegt, die in der Breite 3 oder 4 Bilder und in der Höhe 6 oder 7 Bilder umfaßt (siehe auch Abbildung 4.30 in Kapitel 4.4). Die Überlappung der Aufnahmen liegt bei etwa 30 %. Diese Überlappung ist notwendig, damit später die korrekte Länge Rissen zugeordnet werden kann, die sich über mehr als ein Bild erstrecken. Die Aufnahmereihenfolge der Bilder geschieht zeilenweise von links oben nach rechts unten. Vor dem Festlegen der passenden Matrix wird die Vergrößerung des Mikroskops geeicht. Dies erlaubt für spätere Untersuchungen, direkt Entfernungen auf dem Bild nachmessen oder einen Maßstab angeben zu können.

Die Bildauslösung wird so eingestellt, daß nur dann Bilder aufgenommen werden, wenn die Probe unter Zugspannung steht, und die Risse geöffnet sind. Die Bildmatrix, die die Probenoberfläche abdeckt und als ein Scan bezeichnet wird, läßt sich zu prinzipiell beliebig vorgegebenen Zeiten starten. Diese Zeiten kann man im Programm festlegen. Zu Anfang der Ermüdung, insbesondere wenn man eine hohe Gesamtdehnschwingbreite mit schnell entstehenden kleinen Rissen hat, wird man kürzere Zeitabstände wählen. Bei niedrigen Gesamtdehnschwingbreiten, bei denen Risse erst nach einer Initiierungsphase entstehen, wählt man entsprechend längere Zeitabstände. Mehrere Scans mit gleichen Zeitabständen werden in einem sogenannten Projekt zusammengefaßt. Über die komplette Lebensdauer laufen in der Regel 4 bis 5 Projekte mit den gewünschten Zeiteinteilungen. Nur in Ausnahmefällen werden auch einmal Einzelscans oder Einzelbilder aufgenommen. Der Ablauf der Projekte erfolgt voll automatisch. Bis zum Versagen der Probe werden je nach Gesamtdehnschwingbreite 10 bis 30 Scans gefahren. Man erhält also 10 bis 30 mal vollständige Aufnahmen der Probenoberfläche. Bei durchschnittlich 20 Bildern pro Scan und einem Speicherbedarf von rund 250 kByte pro Bild können in einem Versuch schnell Datenmengen von 100 MByte und mehr zusammenkommen. Aus diesem Grund wurde die Möglichkeit geschaffen, Daten über das lokale Netzwerk auf andere Rechner (Server der Abteilung) abzuspeichern oder auf CDs zu schreiben.

In der Regel entstehen die entscheidenden Risse, die letztendlich zum Versagen der Probe führen, etwa auf der Mitte der beobachteten Oberfläche. Zu Beginn des Ermüdungsexperiments ist jedoch nicht bekannt, wo genau das sein wird. Aus diesem Grund muß bis zum Versuchsende die gesamte Oberfläche berücksichtigt werden. Nach dem Versuch werden dann nur die ausschlaggebenden Rißbilder für die Auswertung herangezogen. Für die Analyse der Risse wird ein repräsentativer Ausschnitt aus dem Bereich ausgewählt, der zum Versagen der Probe beiträgt. Die Größe dieses Ausschnitts beträgt zwischen 1 und 3 mm².

Im Folgenden soll beispielhaft der Ablauf eines Experiments (Tabelle XI) und die dazugehörige Datenerzeugung für die Auswertung beschrieben werden. Vor der eigentlichen Ermüdung wird ein Scan von der Probenoberfläche aufgenommen. Dieser kann später zur Klärung, ob es sich bei einem vermeintlichen Riß tatsächlich um einen Riß handelt oder vielleicht eher um eine originäre Polierspur, herangezogen werden. Für jedes Projekt wird die Zyklenzahl und Startzeit exakt dokumentiert. So kann man nach Versuchsende den einzelnen Scans die korrekte Zyklenzahl zuordnen.

Tab. XI: Beispiel für den Ablauf von Questar-Projekten (Versuch 213, $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,55\%$, Matrix 4 x 6, 30 % Überlappung der Bilder)

Projekt	Startzeit	Zyklenzahl	Bemerkungen
1	29.08.96	0	Einzelscan vor Beginn der Ermüdung
29.08.96 09:43		<i>Start des Ermüdungsexperiments</i>	
2	29.08.96 09:58	75	alle 60 min ein Scan
3	29.08.96 14:02	1295	alle 120 min ein Scan
4	30.08.96 08:55	6980	alle 120 min ein Scan
		13170	Versagen der Probe / Programmabbruch

Nach Versuchsende werden diejenigen Bilder ausgesucht, die jeweils die für die Rißanalyse entscheidenden Bereiche enthalten. Man geht dann nach folgender Prozedur vor:

- Rechnergesteuerte Nachbearbeitung der Bilder bezüglich Kontrast und Schärfe
- Übertragung der Risse auf eine Schwarz-Weiß-Folie

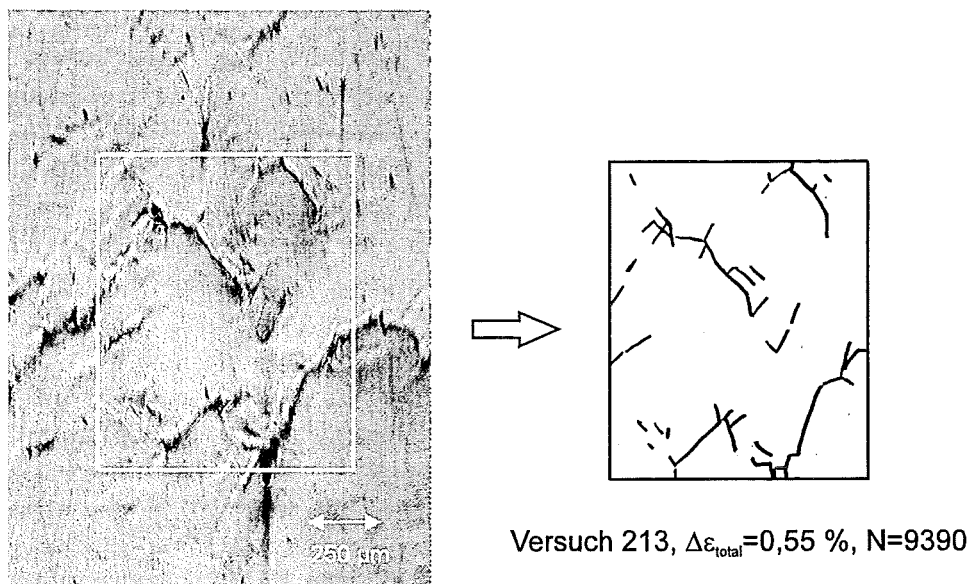


Abb. 4.33: Übertragung der Risse

- Einlesen der Rißfolie über eine Videokamera in einen Auswerte-PC

- Interaktive Rißvermessung mit einem Bildverarbeitungssystem [99] nach Länge, Orientierung und Verzweigung bzw. Vernetzung

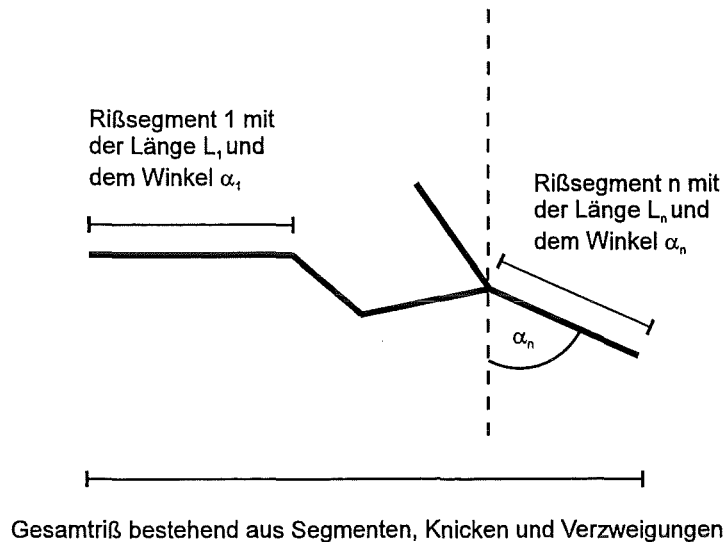
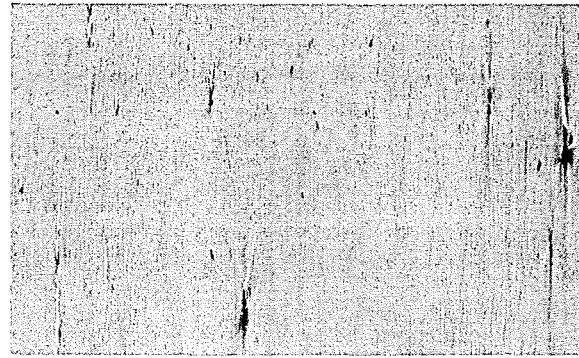


Abb. 4.34: Analyse von Rissen und Segmenten

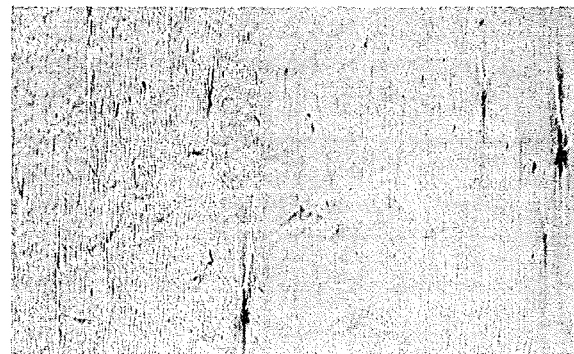
Die Anzahl der Rißsegmente nimmt mit der Ermüdung zu. Bei hohen Gesamtdehnungsschwingbreiten können bis zu über 200 Segmente pro mm^2 registriert werden. Rechnet man alle analysierten Rißsegmente der durchgeführten Experimente zusammen, so kommt man auf über 20.000 untersuchte Segmente.

- Übertragung der Daten in ein statistisches Auswerteprogramm (Excel, Origin) und Normierung der Ergebnisse auf die Standardfläche von 1 mm^2

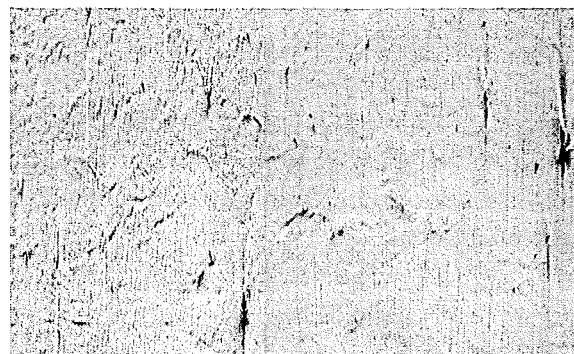
Um einen Eindruck zu vermitteln, wie Risse entstehen und sich im Verlauf der Ermüdung weiterentwickeln, gibt Abbildung 4.35 einen Überblick. Die einzelnen Bilder zeigen jeweils den gleichen Probenausschnitt mit zunehmender Zyklenzahl. Bei dem Experiment handelt es sich um dasjenige, welches gemäß den weiter oben beschriebenen Questar-Projekten beobachtet wurde (Versuchsnummer 213 bzw. Tabelle XI). Die Aufnahmen stammen von der Probenmitte. Sie sind aus zwei Einzelbildern zusammengesetzt. Zu Beginn der Ermüdung lassen sich schon recht bald die ersten In- und Extrusionen erkennen. Nach einem Drittel der Lebensdauer sind Risse zu sehen. Bei etwa zwei Drittel der Lebensdauer erfolgt eine Vernetzung der Risse. Am Ende führt ein Rißgeflecht quer über die gesamte Oberfläche.



←→ 500 μm $N/N_{\text{Bruch}}=0,7\%$ $N=90$



←→ 500 μm $N/N_{\text{Bruch}}=14,5\%$ $N=1910$

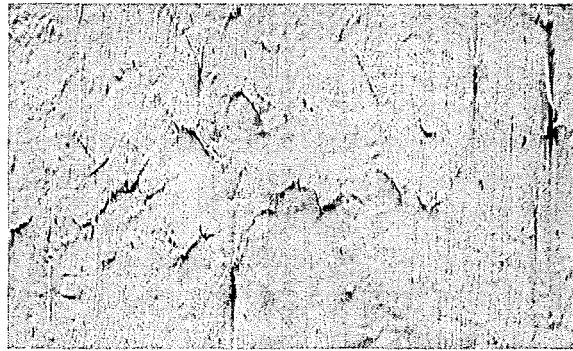


←→ 500 μm $N/N_{\text{Bruch}}=28,2\%$ $N=3720$

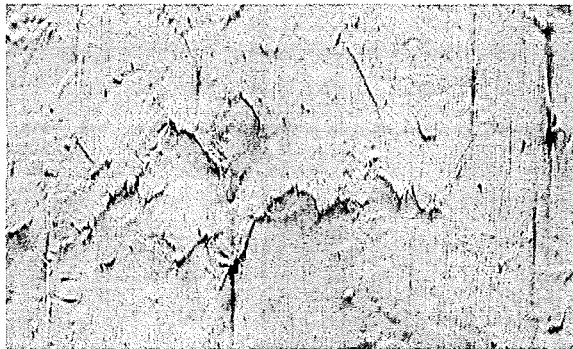


←→ 500 μm $N/N_{\text{Bruch}}=41,9\%$ $N=5520$

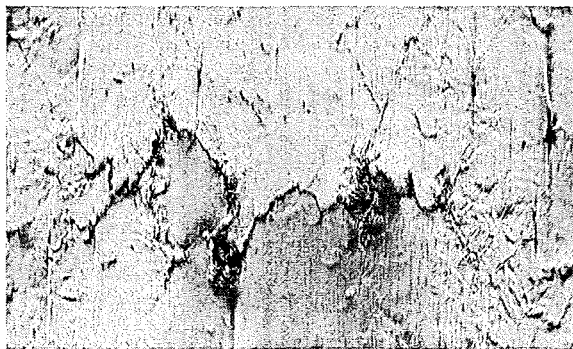
Abb. 4.35 a): Rißbildung als Funktion der Zyklenzahl (Versuch 213, $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,55\%$, $N_{\text{Bruch}}=13170$; Bilder aus der Probenmitte)



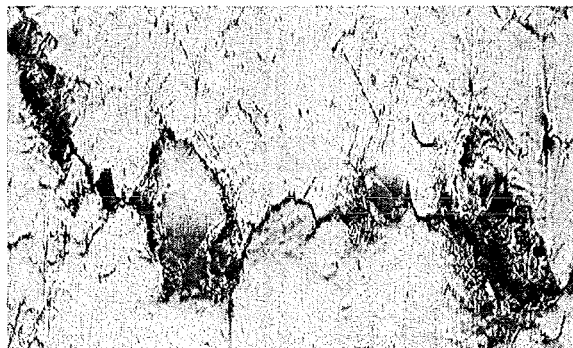
↔ 500 μm $N/N_{\text{Bruch}}=57,5 \%$ $N=7580$



↔ 500 μm $N/N_{\text{Bruch}}=71,3 \%$ $N=9390$



↔ 500 μm $N/N_{\text{Bruch}}=80,5 \%$ $N=10600$



↔ 500 μm $N/N_{\text{Bruch}}=98,7 \%$ $N=13000$

Abb. 4.35 b): Rißbildung als Funktion der Zyklenzahl (Versuch 213, $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,55 \%$, $N_{\text{Bruch}}=13170$; Bilder aus der Probenmitte)

5 Versuchsergebnisse und Auswertung

In diesem Kapitel werden die Versuchsergebnisse und ihre Auswertung dargestellt. Zunächst handelt es sich dabei um die mechanischen Ergebnisse der Ermüdungsversuche. Danach geht es um die Aussagen, die aus den metallographischen Schliffrissen gezogen werden können. Ein großer Abschnitt wird der lichtmikroskopischen Analyse der Oberflächenrisse gewidmet. Schließlich wird auf die TEM-Untersuchungen der bestrahlten Proben eingegangen.

5.1 Ergebnisse der Ermüdungsversuche

Alle Proben des Stahls F82H-mod. wurden im Temperaturbereich von $T=200^{\circ}\text{C}$ bis $T=250^{\circ}\text{C}$ dehnungsgesteuert ermüdet. Die Gesamtdehnschwingbreiten lagen zwischen $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,39\%$ und $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,91\%$. Die Dehnrates war $d\varepsilon/dt=8\cdot 10^{-4}\text{ s}^{-1}$. Die vorbestrahlten Proben erhielten eine Heliumdosis von 400 appm He. Abbildung 5.1 zeigt einen Überblick über die analysierten Ermüdungsversuche. Die Gesamtdehnschwingbreite ist über der Bruchlastspielzahl aufgetragen. Die Bruchlastspielzahl wird hier als die Anzahl der Zyklen definiert, bei der die Spannungsschwingbreite 30 % der Start-Spannungsschwingbreite unterschreitet. In Abbildung 5.1 ist zu jedem Ermüdungsversuch die laufende Versuchsnummer angegeben.

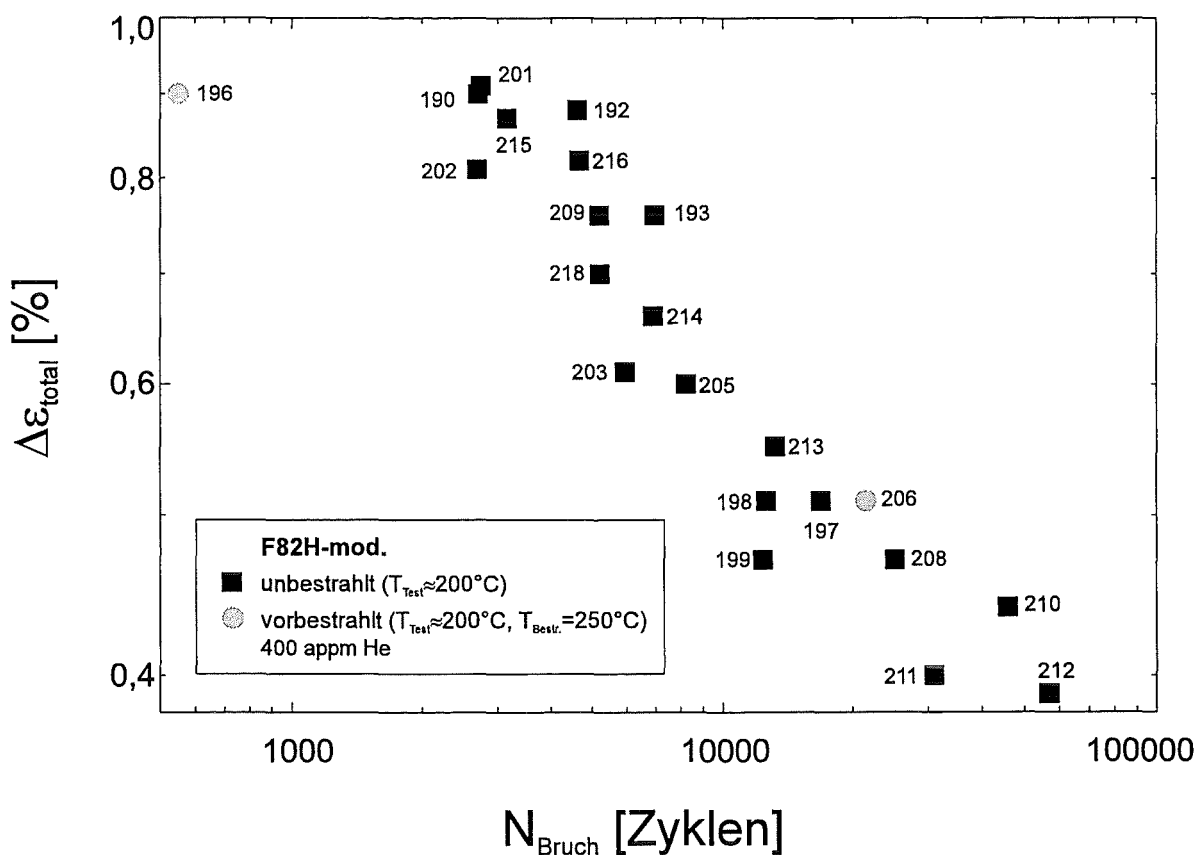


Abb. 5.1: Gesamtdehnschwingbreite und Lebensdauer der an der Zweistrahlanlage getesteten F82H-mod. Proben inklusive laufender Versuchsnummern (Dehnrates $=8\cdot 10^{-4}\text{ s}^{-1}$)

5.1.1 Unbestrahlte Proben

In Abbildung 5.2 sind die Spannungsschwingbreiten von 4 mit unterschiedlicher Gesamtdehnschwingbreite durchgeführten Versuchen über der Zyklenzahl aufgetragen. Ebenso sind die dazugehörigen plastischen Dehnschwingbreiten abgebildet. Bei allen Versuchen ist eine zyklische Entfestigung festzustellen. Bei größerer Gesamtdehnschwingbreite ist die Entfestigung größer. Bei der sehr kleinen Gesamtdehnschwingbreite von $\Delta\varepsilon_{\text{total}} = 0,39\%$ kann jedoch nur noch von einer minimalen Entfestigung gesprochen werden. Bei der Gesamtdehnschwingbreite von $\Delta\varepsilon_{\text{total}} = 0,87\%$ liegt die Spannungsschwingbreite zu Ermüdungsbeginn bei fast 900 MPa, bei $\Delta\varepsilon_{\text{total}} = 0,39\%$ ist diese kleiner als 600 MPa. Für $\Delta\varepsilon_{\text{total}} = 0,87\%$ liegt die plastische Dehnschwingbreite zu Ermüdungsbeginn bei über 0,3 %. Für $\Delta\varepsilon_{\text{total}} = 0,39\%$ ist nur eine äußerst geringe Zunahme der plastischen Dehnschwingbreite im Verlauf der Ermüdung zu erkennen. Sie bleibt über die gesamte Ermüdungsdauer unter 0,1 %.

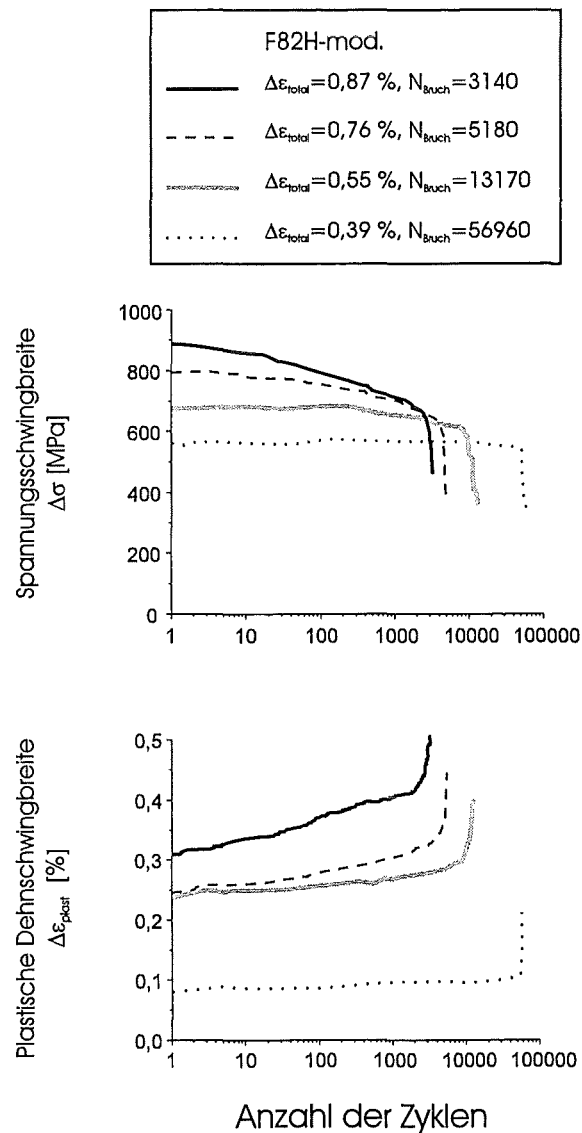


Abb. 5.2 : Zunehmende zyklische Entfestigung mit ansteigender Gesamtdehnschwingbreite in F82H-mod. ($T \approx 200^\circ\text{C}$, Dehnrates $= 8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

Wenn man die Wöhlerkurven der dehnungskontrollierten Ermüdungsexperimente von MANET I und II mit denen von F82H-mod. vergleicht, muß man folgendes beachten. Die Ermüdungstests mit den Stählen MANET I und II wurden bei einer Temperatur von $T=250^{\circ}\text{C}$ durchgeführt. Damit war die Temperatur etwas höher als für F82H-mod. mit $T\approx 200^{\circ}\text{C}$. Bei solch einer Temperaturdifferenz ist jedoch kein Unterschied im Ermüdungsverhalten zu erwarten. Zudem ist für MANET I und II über diesen Temperaturbereich kein geändertes Ermüdungsverhalten festgestellt worden. Im Gegensatz zu F82H-mod., der an Luft ermüdet und mit Druckluft gekühlt wurde, geschah dies für die MANET-Stähle im Vakuum mit einer Heliumgas-Kühlung durch die Hohlprobe. Das heißt, beide Stahlsorten wurden im gleichen Temperaturbereich ermüdet und beide Stahlsorten wurden zumindest von einer Seite her gekühlt. Die Vergleichbarkeit der Versuchsergebnisse ist somit gegeben.

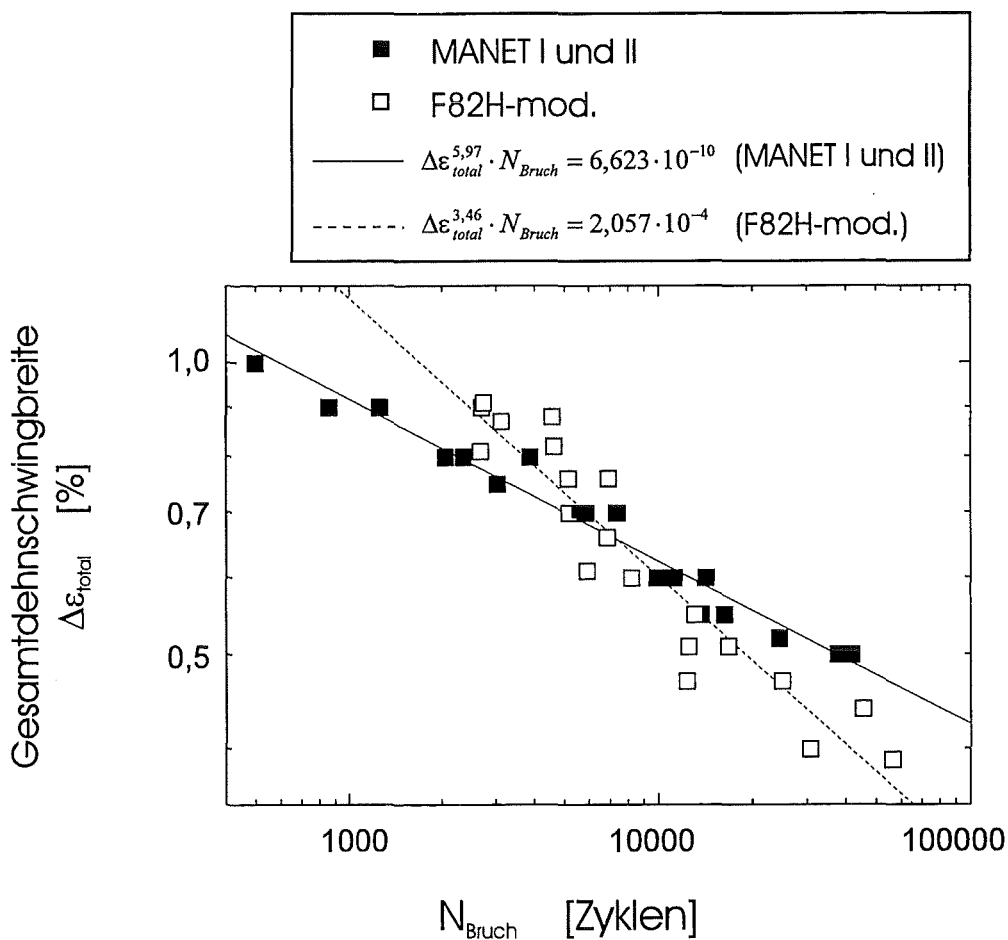


Abb. 5.3: Zyklenzahl bis zum Versagen in Abhängigkeit von der Gesamtdehnschwingbreite; Vergleich MANET I/II mit F82H-mod. ($T=200^{\circ}\text{C}$ bis 250°C , Dehnrate= $8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

Betrachtet man die jeweiligen Gesamtdehnschwingbreiten von F82H-mod. und MANET I und II über der Lebensdauer, so erhält man folgende Aussagen (Abbildung 5.3): Bei hohen Gesamtdehnschwingbreiten hält der Stahl F82H-mod. länger den Belastungen stand als MANET I und II. Für $\Delta\varepsilon_{\text{total}} < \text{ca. } 0,7 \%$ sind die Lebensdauern von F82H-mod. kleiner als für MANET I und II.

Eine Auftragung der plastischen Dehnschwingbreite bei $N=N_{Bruch}/2$ über der Lebensdauer zeigt, daß der Stahl F82H-mod. weicher ist als MANET I/II (Abbildung 5.4). Bei gleicher plastischer Dehnschwingbreite leben in den gesamtdehnungsgesteuerten Ermüdungsversuchen die F82H-mod. Proben länger als die MANET-Proben. Die plastischen Dehnschwingbreiten lassen sich nach dem Coffin-Manson-Gesetz mit den Lebensdauern gemäß den Gleichungen 5.1 und 5.2 korrelieren:

$$\Delta\varepsilon_{plast}^{1,81} \cdot N_{Bruch} = 2,42 \cdot 10^{-1} \quad \text{für F82H-mod.} \quad (5.1)$$

$$\Delta\varepsilon_{plast}^{2,59} \cdot N_{Bruch} = 7,67 \cdot 10^{-4} \quad \text{für MANET I / II} \quad (5.2)$$

Bei einer Lebensdauer von 1000 Zyklen beträgt die Differenz der plastischen Dehnschwingbreiten von F82H-mod. und MANET I/II bei $N=N_{Bruch}/2$ mehr als 0,5 %. Bei einer Lebensdauer von 10000 Zyklen beläuft sich die Differenz auf etwa 0,1 %.

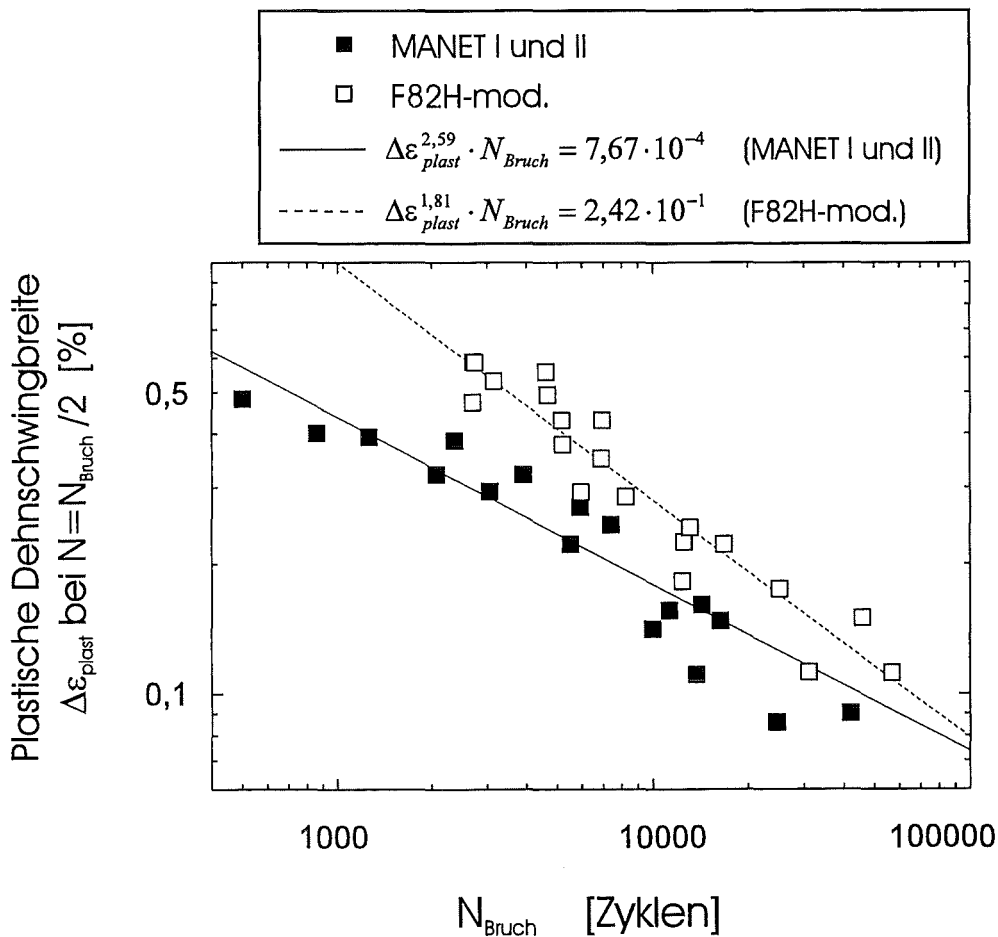


Abb. 5.4: Zyklenzahl bis zum Versagen in Abhängigkeit von der plastischen Dehnschwingbreite; Vergleich MANET I/II mit F82H-mod. ($T=200^{\circ}\text{C}$ bis 250°C , Dehnrates= $8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

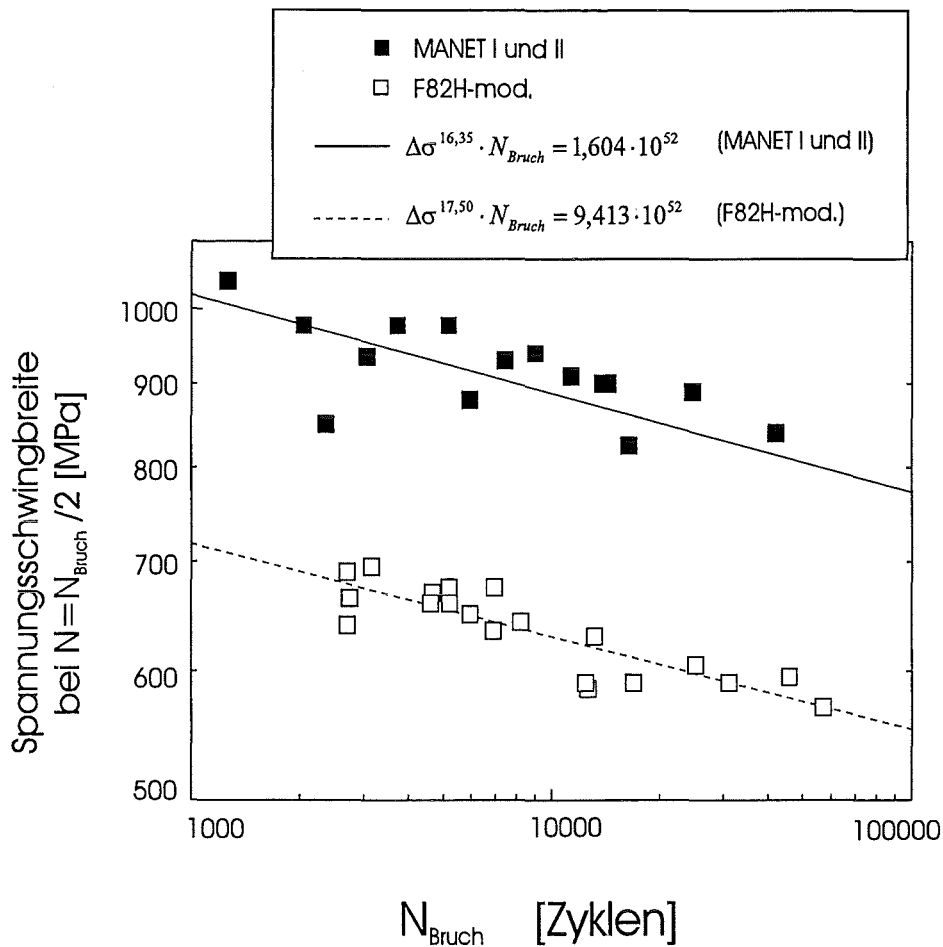


Abb. 5.5: Vergleich der Spannungen ($N=N_{Bruch}/2$) von F82H-mod. und MANET I / II ($T=200^{\circ}\text{C}$ bis 250°C , Dehnrates= $8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

Abbildung 5.5 zeigt die Auftragung der gemessenen Spannungsschwingbreiten gesamtdehnungsgesteuerter Ermüdungsversuche über der Lebensdauer. Bei den Spannungsschwingbreiten handelt es sich um diejenigen bei $N=N_{Bruch}/2$. Auch hier zeigt sich, daß der Stahl F82H-mod. insgesamt weicher ist als MANET I/II (vgl. auch Zugversuchsdaten in Kapitel 3.3). Zum Beispiel bei einer Lebensdauer von 10000 Zyklen beträgt die Differenz der Spannungsschwingbreite rund 250 MPa. Die Abhängigkeit der Lebensdauer von der Spannungsschwingbreite läßt sich mit dem Basquin-Gesetz beschreiben. Mit einer Regressionsberechnung wurden die freien Parameter des Basquin-Gesetzes bestimmt. Man erhält die Gleichungen 5.3 und 5.4:

$$\Delta\sigma^{17,50} \cdot N_{Bruch} = 9,413 \cdot 10^{52} \quad \text{für F82H-mod.} \quad (5.3)$$

$$\Delta\sigma^{16,35} \cdot N_{Bruch} = 1,604 \cdot 10^{52} \quad \text{für MANET I / II} \quad (5.4)$$

5.1.2 Bestrahlte Proben

Die untersuchten bestrahlten Proben wurden mit einer Dosis von 400 appm Helium homogen implantiert. Die Bestrahlungstemperatur betrug $T=250^{\circ}\text{C}$, die Testtemperatur war ca. $T=200^{\circ}\text{C}$. Die Bestrahlungstemperatur war ein wenig höher als die Testtemperatur, da eine Absenkung der Temperatur bei der Bestrahlung durch die Leistung des Helium-Kühlkreislaufs beschränkt ist. Die Ermüdung erfolgte mit einer Dehnrage von $8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Alle bestrahlten Proben zeigen eine Verfestigung gegenüber den unbestrahlten Proben.

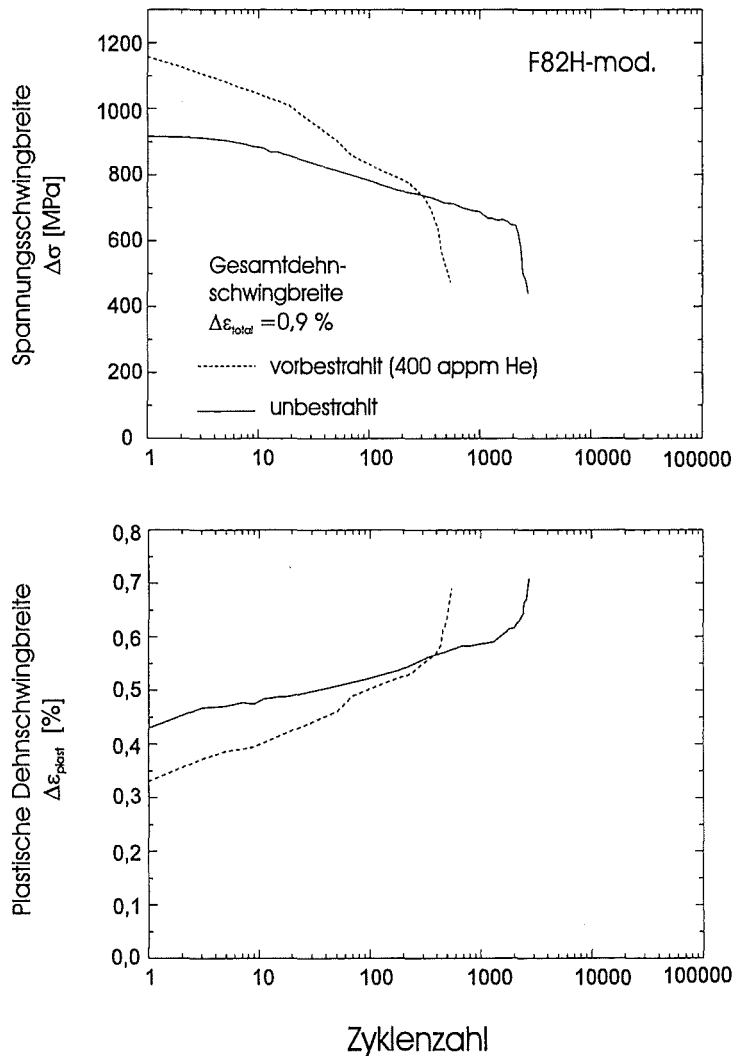


Abb. 5.6: Ermüdung einer vorbestrahlten und unbestrahlten F82H-mod. Probe bei $\Delta\epsilon_{\text{total}}=0,9 \%$ ($T_{\text{Bestr.}}=250^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{Test}}\approx 200^{\circ}\text{C}$, Dehnrage= $8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

Bei der Ermüdung mit $\Delta\epsilon_{\text{total}}=0,9 \%$ führt die bestrahlungsinduzierte Verfestigung zu einer Erhöhung der Spannungsschwingbreite von rund 250 MPa zu Ermüdungsbeginn (siehe Abbildung 5.6). Die Lebensdauer ist von $N_{\text{Bruch}}=2740$ um den Faktor 5 auf $N_{\text{Bruch}}=550$ reduziert. Wie bereits beschrieben, erfahren die Proben eine zyklische Entfestigung. Diese ist für die bestrahlte Probe mit der deutlich höheren Start-Spannungsschwingbreite stärker ausgeprägt als für die unbestrahlte Probe.

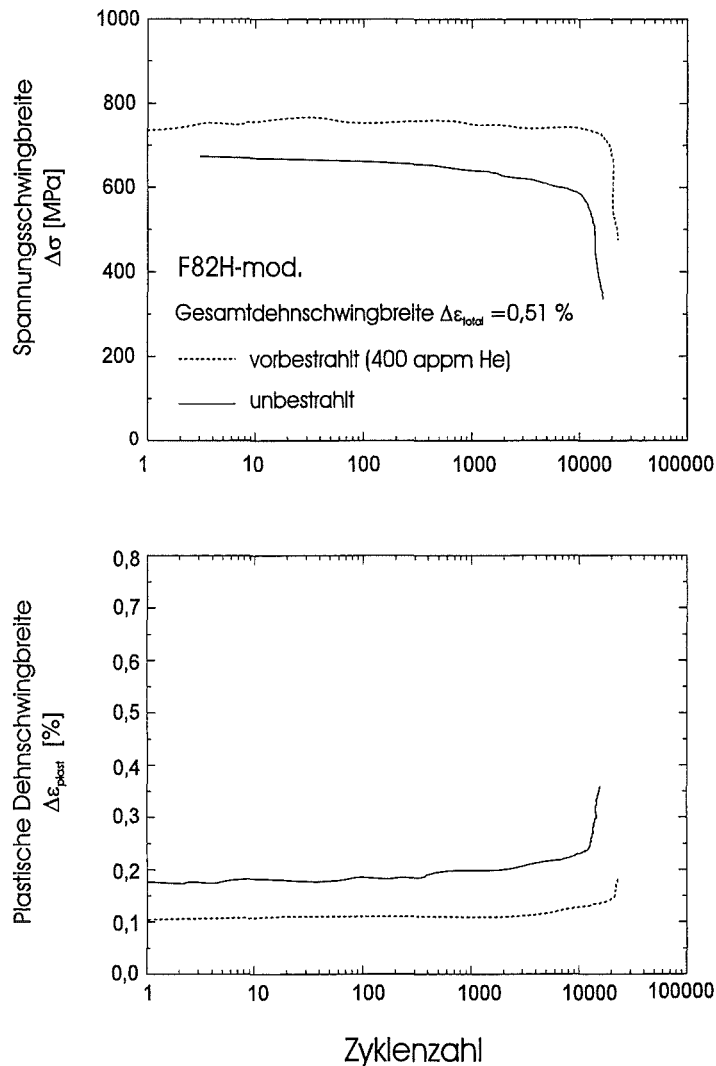


Abb. 5.7: Ermüdung einer vorbestrahlten und unbestrahlten F82H-mod. Probe bei $\Delta\epsilon_{total}=0,51\%$ ($T_{Bestr.}=250^{\circ}\text{C}$, $T_{Test}\approx 200^{\circ}\text{C}$, $Dehnr\ddot{a}te=8\cdot 10^{-4}\text{ s}^{-1}$)

Bei der kleineren Gesamtdehnschwingbreite von $\Delta\epsilon_{total}=0,51\%$ betragt die bestrahlungsinduzierte Zunahme der Spannungsschwingbreite knapp 100 MPa (siehe Abbildung 5.7). Die bestrahlte Probe erfahrt keine Verkurzung der Lebensdauer im Vergleich zur unbestrahlten Probe. Die zyklische Entfestigung bei der kleinen Gesamtdehnschwingbreite ist sowohl fur die bestrahlte als auch fur die unbestrahlte Probe deutlich schwacher ausgepragt. Fur die vorbestrahlte Probe ist sie fast nicht erkennbar.

Das Ermudungsverhalten bestrahlter Proben bei sehr hohen und bei kleinen Gesamtdehnschwingbreiten zeigt damit im Vergleich zu unbestrahlten Proben, die jeweils bei den gleichen Gesamtdehnschwingbreiten zyklisiert wurden, unterschiedliche Auspragungen. Zwar ist in beiden Fallen eine bestrahlungsinduzierte Verfestigung mit der Folge einer hoheren Spannungsschwingbreite zu verzeichnen, doch wahrend dies bei der kleinen Gesamtdehnschwingbreite zu einer Lebensdauerverlangerung fuhrt, bringt die vorherige Bestrahlung bei der hohen Gesamtdehnschwingbreite eine Lebensdauerverkurzung mit sich.

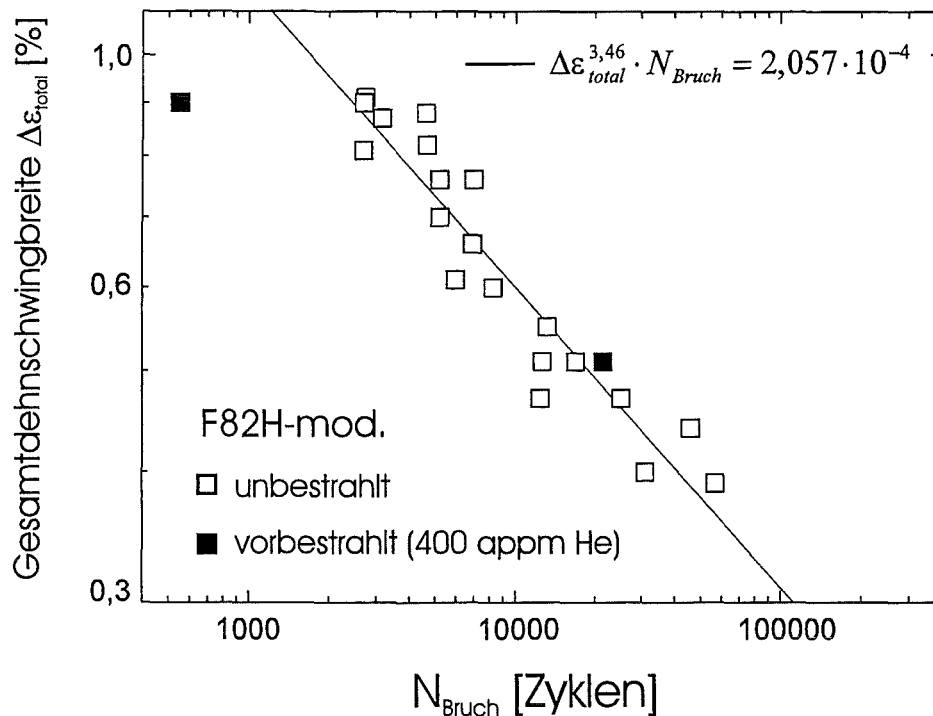


Abb. 5.8: Gesamtdehnschwingbreiten unbestrahlter und vorbestrahlter F82H-mod. Proben ($T_{\text{Bestr.}}=250^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{Test}}\approx 200^{\circ}\text{C}$, Dehnrates= $8\cdot 10^{-4}\text{ s}^{-1}$)

Trägt man die Gesamtdehnschwingbreiten über der Lebensdauer auf, so fällt die bestrahlte und mit hoher Gesamtdehnschwingbreite ermüdete Probe deutlich aus der Reihe (Abbildung 5.8). Ihre Lebensdauer ist um den Faktor 5 kürzer als die der unbestrahlten Vergleichsprobe. Die unbestrahlten Proben liegen in einem relativ engen Streuband. Die bestrahlte Probe, die bei der kleinen Gesamtdehnschwingbreite ermüdet wurde, liegt am oberen Ende dieses Streubands.

Abbildung 5.9 zeigt die plastische Dehnschwingbreite bei $N=N_{\text{Bruch}}/2$ in Abhängigkeit von der Versagenszyklenzahl. Die bei der hohen Gesamtdehnschwingbreite ermüdete und bestrahlte Probe besitzt eine stark verkürzte Lebensdauer. Sie unterscheidet sich damit sehr von den unbestrahlten Proben. Die bei der kleinen Gesamtdehnschwingbreite ermüdete, vorbestrahlte Probe hat eine verlängerte Lebensdauer. Sie bleibt damit im Streuband der unbestrahlten Proben.

In Abbildung 5.10 sind die Spannungsschwingbreiten zu Ermüdungsbeginn über der Bruchlastspielzahl aufgetragen. Hier werden nicht die Spannungsschwingbreiten in der Sättigung bei $N=N_{\text{Bruch}}/2$ benutzt, da diese auf Grund der teilweise starken Entfestigung der Proben einer Berücksichtigung der bestrahlungsinduzierten Verfestigung nicht gerecht werden (vgl. Abbildungen 5.6 und 5.7). Die Spannungsschwingbreiten der bestrahlten Proben bei $N=N_{\text{Bruch}}/2$ unterscheiden sich trotz der stark voneinander abweichenden Lebensdauern nicht so sehr. Eine Entfestigung der bestrahlten Probe, die bei $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,51\%$ ermüdet wurde, fand im Gegensatz zu der bei $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,9\%$ ermüdeten, bestrahlten Probe praktisch nicht statt. Die unbestrahlten Proben befinden sich in einem gewissen Streuband. Die bestrahlten Proben sind im Vergleich zu den unbestrahlten Proben bei gleicher Lebensdauer bezüglich der Spannungsschwingbreite zu Versuchsbeginn nach oben hin verschoben.

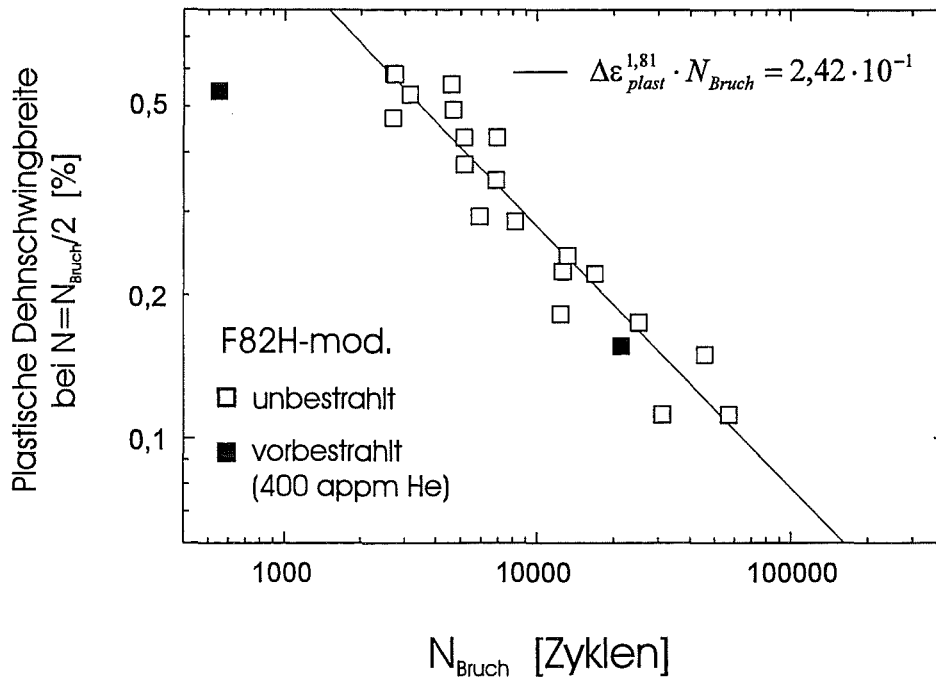


Abb. 5.9: Plastische Dehnschwingbreiten unbestrahlter und vorbestrahlter F82H-mod. Proben ($T_{Bestr.}=250^{\circ}\text{C}$, $T_{Test}\approx 200^{\circ}\text{C}$, Dehnrates= $8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

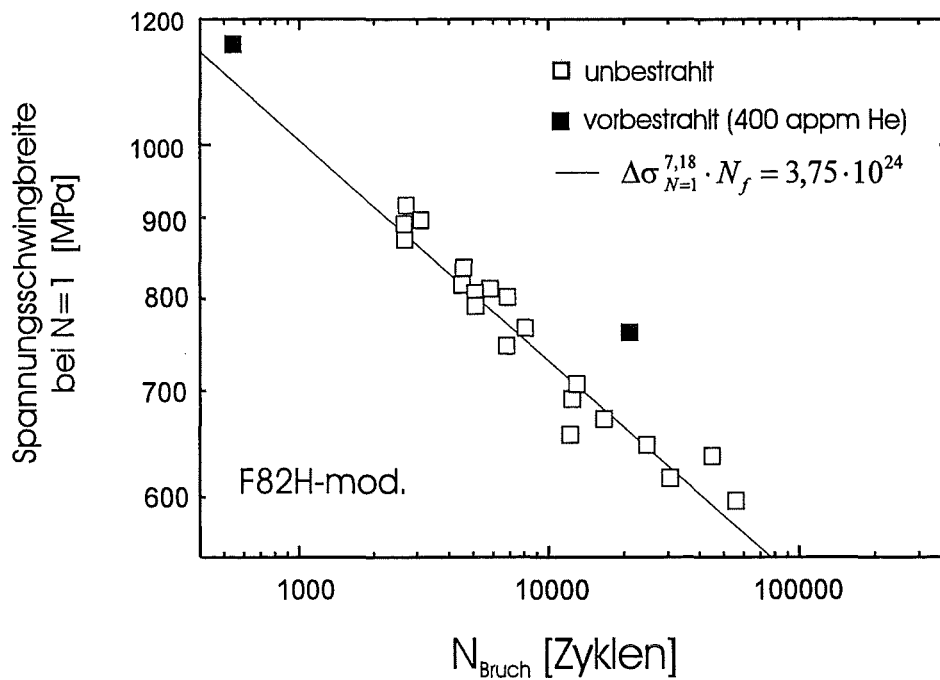


Abb. 5.10: Spannungsschwingbreiten zu Ermüdungsbeginn von unbestrahlten und vorbestrahlten F82H-mod. Proben ($T_{Bestr.}=250^{\circ}\text{C}$, $T_{Test}\approx 200^{\circ}\text{C}$, Dehnrates= $8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

5.2 Mikrorisse und Gefüge

Die ermüdeten Proben des Stahls F82H-mod. wurden nach dem Experiment metallographisch untersucht. Die Präparation der unbestrahlten wie auch der bestrahlten Proben ist in Kapitel 4.5.1 beschrieben. Alle Proben, die mit einer hohen Gesamtdehnschwingbreite ermüdet wurden, zeigen sehr viele kleine Mikrorisse über die komplette Oberfläche verteilt. Bei den kleineren Gesamtdehnschwingbreiten fällt die Dichte der Mikrorisse geringer aus. Die Mikrorisse sind in der Größenordnung der Körner. In praktisch allen Fällen findet die Rißbildung innerhalb des Kornes statt (transkristallines Rißwachstum). In nur sehr seltenen Fällen liegen Mikrorisse auch einmal an einer Korngrenze. Mikrorisse finden sich praktisch nie an primären Ausscheidungen. Die Mikrostruktur hat einen erheblichen Einfluß auf das Entstehen der Risse. Sehr häufig liegen die Mikrorisse entlang der feinen $M_{23}C_6$ -Sekundärausscheidungen. Mikrostrukturelle Barrieren oder die Orientierung der Lattenbündel spielen eine wichtige Rolle für das Wachstum der Risse. Oft enden Mikrorisse zum Beispiel an einer Korngrenze (Abbildung 5.11). Wächst ein Riß in ein benachbartes Lattenbündel, so wird die Rißrichtung meistens entsprechend gedreht (Abbildung 5.12). Dieses Verhalten steht in Einklang mit dem in der Literatur beschriebenen Verhalten von mikrostrukturell kurzen Rissen (vgl. Kap. 2.3).

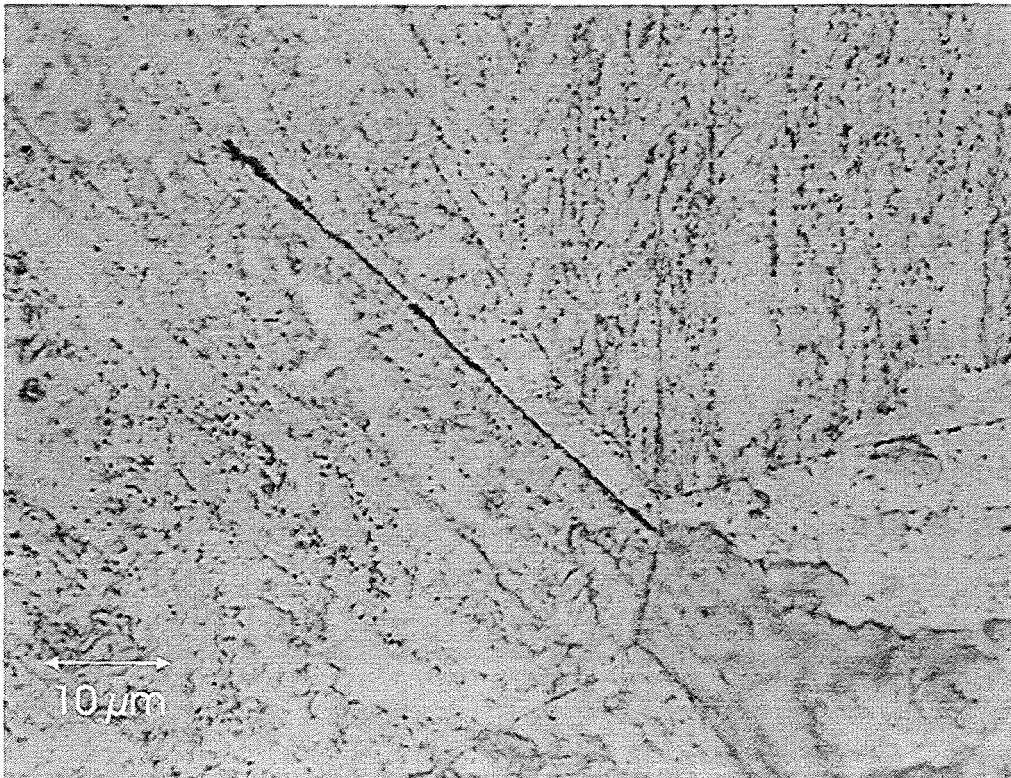


Abb. 5.11: Mikrostrukturell kurzer Riß, der an einer Korngrenze endet; der Riß ist entlang aufgereihter $M_{23}C_6$ -Karbide orientiert

Da es sich gezeigt hat, daß die Orientierungen der Risse nicht gleich verteilt sind, wurden sie gemäß ihrer Richtung zur Belastungsachse untersucht. Unterschieden wird dabei, ob sich die Risse entlang innerer Grenzflächen (aufgereichte Sekundärausscheidungen) erstrecken oder ob sie davon unbeeinflusst sind. Es wird davon ausgegangen, daß Risse, die unter 45° zur Belastungsachse angeordnet sind und keine Beeinflussung durch die Mikrostruktur zeigen, durch plastische Verformung entstanden sind. 45° zur Belastungsrichtung ist gerade der Winkel, bei dem die Schubspannung im Kontinuum maximal wird. Risse, die unter höheren Winkeln bis hin zu 90° orientiert sind und auch noch entlang innerer Grenzflächen liegen, sollten normalspannungsgesteuert entstanden sein. Existieren bei unterschiedlichen Versuchsbedingungen verschiedene Vorzugsrichtungen für die Risse, so muß gewährleistet sein, daß die Orientierungen der Martensitlatten in den verschiedenen Proben vergleichbar sind. Da die Martensitlatten die Rißrichtungen wesentlich beeinflussen können, würde ein Ungleichgewicht in deren Orientierung die Verteilung der Rißrichtungen verfälschen. Daher wird für jede untersuchte Probe neben der Richtungsverteilung der Risse ebenfalls die Richtungsverteilung der Martensitlatten angegeben.

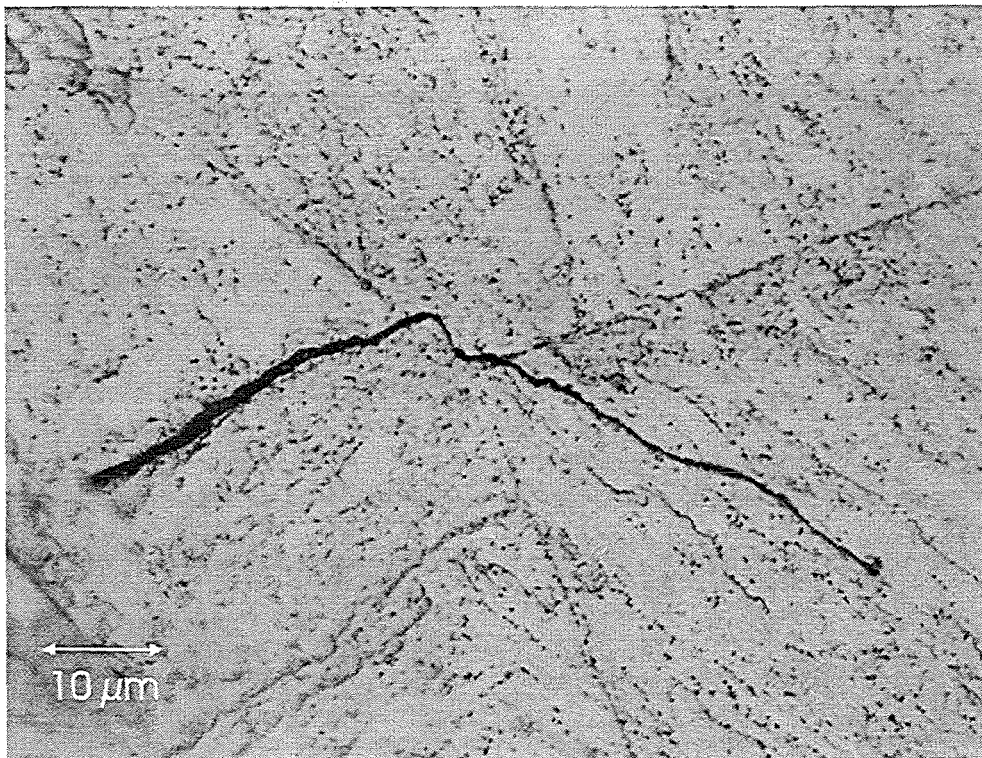


Abb. 5.12: Richtungsänderung mikrostrukturell kurzer Risse beim Übergang zwischen Martensitlattenbündeln

Abbildung 5.13 zeigt die Richtungsverteilungen der Martensitlatten (graue Säulen), der Mikrorisse an inneren Grenzflächen (schwarze Säulen) und der Mikrorisse ohne mikrostrukturelle Beeinflussung (weiße Säulen). Die Richtungen beziehen sich auf die Belastungsachse (0° =entlang der Belastungsachse, 90° =senkrecht zur Belastungsachse). Die Verteilung wird prozentual angegeben. Es sind 3 verschiedene Versuche dargestellt: Beim ersten handelt es sich um einen Versuch mit kleiner Gesamtdehnschwingbreite ($\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,51\%$), beim zweiten um einen Versuch mit höherer ($\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,76\%$) und beim dritten Versuch um einen mit hoher Gesamtdehnschwingbreite ($\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,90\%$). Bei allen drei Proben sind die Richtungen der Martensitlatten nahezu gleich verteilt. Leichte Häufigkeitsschwankungen liegen im Rahmen der Streuung. In allen Versuchen liegen die meisten Mikrorisse entlang der Grenzflächen. Mit steigender Gesamtdehnschwingbreite nimmt der Anteil dieser Grenzflächenrisse zu. Bei kleiner Gesamtdehnschwingbreite ist eine deutlich breitere Verteilung der Rißorientierungen zu verzeichnen. Diese Verteilungsbreite nimmt sowohl für die Grenzflächenrisse als auch für die Risse, die nicht an Grenzflächen liegen, mit zunehmender Gesamtdehnschwingbreite ab. Besonders für die Grenzflächenrisse ist eine Konzentration im Winkelbereich von 50° bis 60° zu erkennen. Die Nicht-Grenzflächenrisse zeigen bei der kleinen Gesamtdehnschwingbreite zwei Verteilungsmaxima. Zum einen ist das bei etwa 45° , also bei einem Winkel, der eine schubspannungsgesteuerte Entstehung vermuten läßt. Zum anderen existiert ein Schwerpunkt bei hohen Winkeln (70° bis 90°). Dies rührt vermutlich von Rissen, die bereits über die mikrostrukturelle Größe hinaus gewachsen sind. Das Wachstum dieser Risse ist gekennzeichnet durch ein Umschwenken in die Senkrechte zur Belastungsrichtung (Stadium II der Rißentwicklung). Auf Grund des Abschleifens der Proben werden Teile dieser etwas längeren Risse eliminiert. Die übrigen Fragmente werden dann in die Klasse der Mikrorisse mit höheren Winkeln zur Belastungsrichtung eingeteilt. Bei der Gesamtdehnschwingbreite von $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,76\%$ zeigen die Nicht-Grenzflächenrisse ein breites Verteilungsprofil mit Schwerpunkt bei mittleren Winkeln. Bei der hohen Gesamtdehnschwingbreite ist keine spezifische Verteilung zu erkennen.

Die Anhäufung der Risse entlang der aufgereihten Sekundärausscheidungen bei einem Winkel von 50° bis 60° läßt den Schluß zu, daß zwei Mechanismen für die Rißentstehung verantwortlich sind. Zum einen ist das die plastische Verformung, die normalerweise Risse schubspannungsgesteuert unter 45° zur Belastungsrichtung entstehen läßt. Zum anderen handelt es sich um die Normalspannung, die ihr Maximum bei 90° besitzt. Sie kann dann wirksam werden, wenn der Werkstoff nicht homogen ist und innere Grenzflächen existieren. Höhere Dehnungen, die höhere Spannungen mit sich bringen, veranlassen einen größeren Prozentsatz der Risse, den Einfluß innerer Grenzflächen in ihre Entstehung mit einzubeziehen.

Die Rolle der Rißentstehungsmechanismen wird noch deutlicher, wenn man die Richtungsverteilung der Mikrorisse im bestrahlten Werkstoff analysiert (Abbildung 5.14). Die Anzahl der Risse, die nicht an inneren Grenzflächen liegen, ist stark reduziert. In der Probe, die mit der hohen Gesamtdehnschwingbreite ermüdet wurde, konnten beispielsweise ausnahmslos nur Grenzflächenrisse festgestellt werden. Generell führt die Bestrahlung zu einer Verfestigung des Werkstoffs und damit zu einer Erhöhung der Spannungsschwingbreiten bei vorgegebener Gesamtdehnschwingbreite. Die Folge davon ist ein hoher Prozentsatz von Grenzflächenrissen, die zudem zu leicht höheren Winkeln hin orientiert sind. Das Maximum liegt jeweils bei 60° bis 70° .

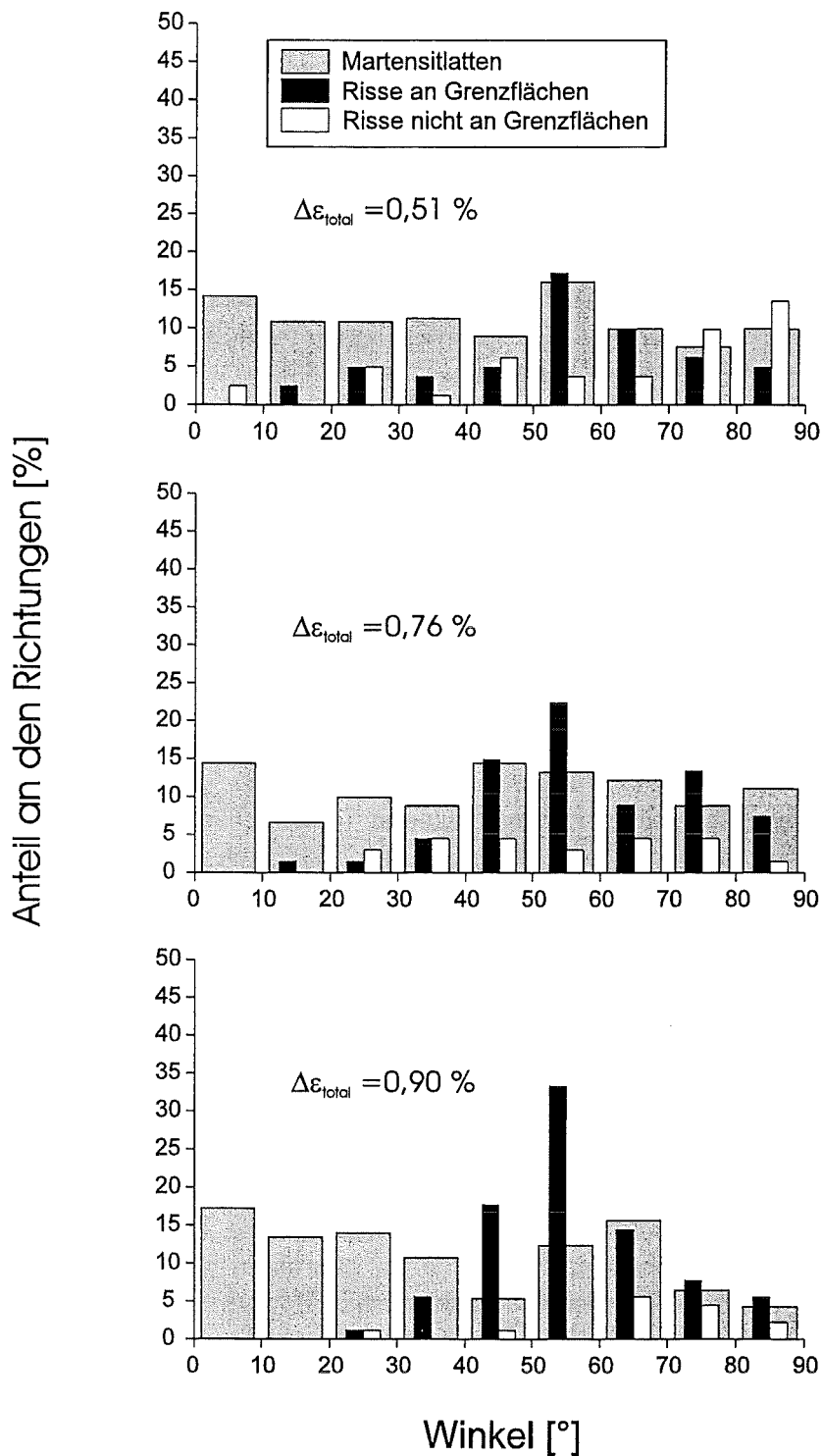


Abb. 5.13: Winkelverteilung der Martensitlatten, der Risse an aufgereihten $M_{23}C_6$ -Karbiden (innere Grenzflächen) und der nicht an der Mikrostruktur orientierten Risse in unbestrahlten Proben

Es muß noch erwähnt werden, daß die metallographischen Schliffe nur eine Momentaufnahme der Rißbildung zum Ende der Ermüdung darstellen. Sie geben keine Aussage, in welcher Reihenfolge die Risse mit welcher Orientierung entstehen. Außerdem ist zu berücksichtigen,

daß ein Teil der Oberfläche bei der Präparation abgeschliffen wird. Mikrorisse, die nicht weit (maximal ca. 10 µm) in die Probe hinein reichen, können durchaus einfach entfernt werden. Risse, die entlang von Grenzflächen orientiert sind, lassen zumindest im Stadium I der Rißentwicklung bzw. im ersten Korn ein schnelleres Vordringen in den Werkstoff erwarten. Ihr Wachstum ist weniger durch die zeitlich abhängige plastische Deformation und mikrostrukturelle Degradation des umgebenden Materials geprägt. Es ist also möglich, daß bei der Betrachtung der mikroskopischen Risse, die nicht Bestandteil des zum Versagen führenden Hauptrisses sind und die während der Ermüdung ihr Weiterwachsen gestoppt haben, der Anteil der Grenzflächenrisse im Verhältnis zu den Nicht-Grenzflächenrisse überbewertet wird. Diese Aussage ist wichtig, wenn man die im metallographischen Schliff gewonnene Rißverteilung mit dem Geschehen an der Werkstoffoberfläche während der Ermüdung vergleichen möchte.

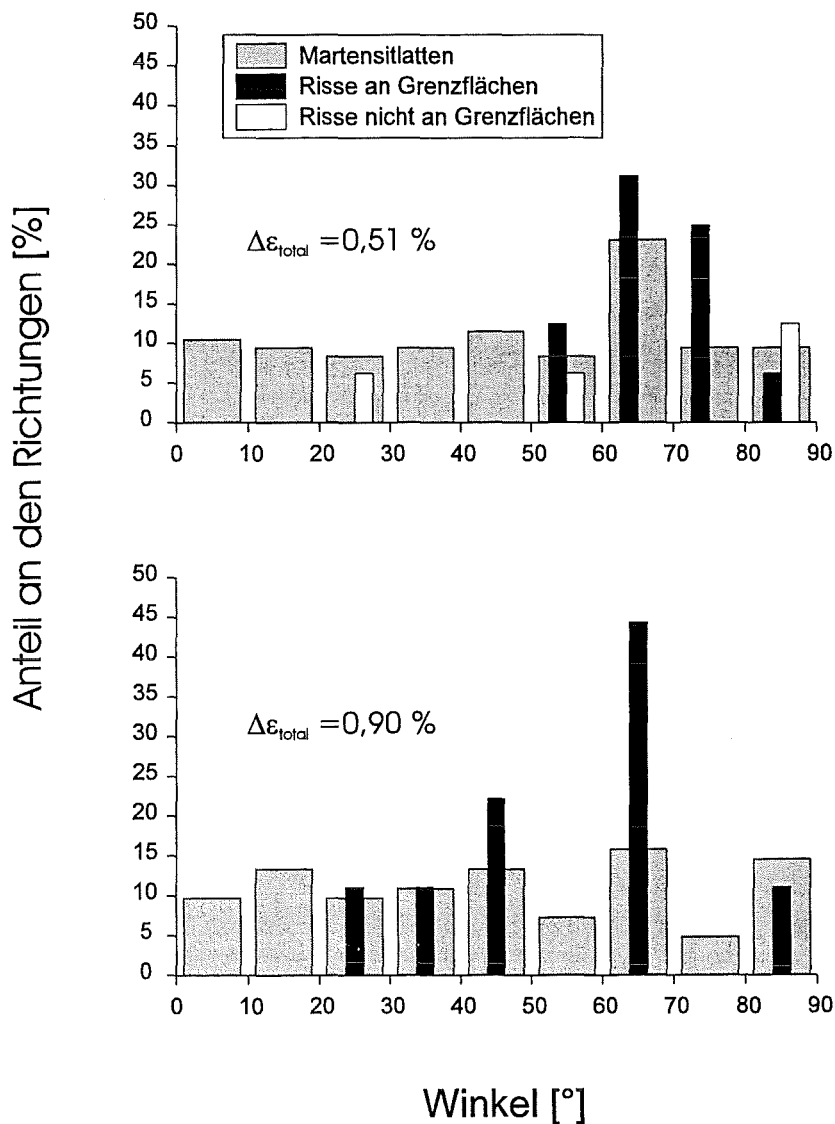


Abb. 5.14: Winkelverteilung der Martensitlatten, der Risse an aufgereihten $M_{23}C_6$ -Karbiden (innere Grenzflächen) und der nicht an der Mikrostruktur orientierten Risse in bestrahlten Proben

5.3 Rißbildung und Rißwachstum

Im folgenden Kapitel werden die Ergebnisse der Oberflächenbeobachtungen der F82H-mod. Ermüdungsproben mit Hilfe des Questar Lichtmikroskops dargestellt. Es wird auf die Rißsegmente, ihre Länge und Richtung, ihre Vernetzung, die Bildung von Gesamtrissen in Abhängigkeit von Gesamtdehnschwingbreite, Zyklenzahl und Bestrahlungseinfluß eingegangen. Zur Erstellung der Rißstatistiken wurden über 20000 Rißsegmente systematisch untersucht. Die in den Plots angegebenen Werte beziehen sich immer auf eine genormte Fläche von 1 mm^2 .

5.3.1 Flächendichte der Gesamtrißlänge

a) Unbestrahlte Proben

Unter der Flächendichte der Gesamtrißlänge versteht man die Summe der Längen aller Risse bzw. Segmente in mm bezogen auf die Standardfläche von 1 mm^2 . Wird eine Probe mit hoher Gesamtdehnschwingbreite ermüdet, dann entstehen sehr schnell viele kleine Risse. Die Gesamtrißlänge wächst rasch an. Bei der höchsten Gesamtdehnschwingbreite sind bereits nach den ersten Zyklen Risse oder ausgeprägte In- und Extrusionen festzustellen. Abbildung 5.17 zeigt die Oberfläche derjenigen Probe, die mit einer Gesamtdehnschwingbreite von $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,91 \%$ ermüdet wurde. Bereits nach nur 10 Zyklen ist die Schädigung des Materials gut zu sehen. Die Schädigung betrifft die gesamte Fläche. Die abgedruckten Bilder wurden nicht nach äquidistanten Zyklusabständen aufgenommen. Unter Berücksichtigung der Aufnahmezeitpunkte kann man erkennen, daß bereits sehr früh eine vollkommene Schädigung der Oberfläche stattfindet. Die große Zahl der Segmente führt früh zu deren Vernetzung. Die Gesamtrißlänge geht zeitgleich in eine Sättigung über (siehe Abbildung 5.15 und 5.16). Bei kleineren Gesamtdehnschwingbreiten dauert es länger, bis die ersten Risse auftauchen. Das Anwachsen der Gesamtrißlänge ist zu größeren Zyklenzahlen hin verschoben. Dies gilt nicht nur für die absoluten Zyklenzahlen - auf Grund der höheren Lebensdauer ist klar, daß das Rißwachstum zeitlich versetzt abläuft - sondern ebenfalls für die Ermüdungsdauer normiert auf die Bruchlastspielzahl N/N_{Bruch} (Abbildung 5.16). Abbildung 5.18 gibt einen Überblick über das Entstehen und Wachsen von Rissen in der Probe, die mit einer Gesamtdehnschwingbreite von $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,51 \%$ zyklert wurde. Man kann erkennen, daß nicht die komplette Oberfläche mit Rissen überzogen ist. Es entstehen wenige Einzelrisse, die erst am Ende der Ermüdung interagieren. Die höchsten Zuwachsraten der Gesamtrißlänge ist bei hohen Gesamtdehnschwingbreiten zu Beginn der Ermüdung und bei kleinen Gesamtdehnschwingbreiten gegen Ende der Ermüdung zu verzeichnen. Mit zunehmender Gesamtdehnschwingbreite steigt die Gesamtrißlänge an. Das gilt zumindest für die ersten 80 % der Ermüdungsdauer. Gegen Ende der Ermüdung bzw. während der letzten 20 % der Ermüdung existiert folgender Effekt: Durch das Zusammen- und Weiterwachsen der Risse entsteht ein Makroriß. Er klafft in der Zugphase der Belastung, das heißt zum Zeitpunkt der Bildaufnahme, auseinander. Damit nimmt er eine gewisse räumliche Ausdehnung ein. Für hohe Gesamtdehnschwingbreiten verdrängt er in dem Bereich, der für die Rißauswertung herangezogen wird, eine Vielzahl weiterer, kleinerer Risse. Es folgt eine Abnahme der gemessenen Risse und ein Rückgang der Gesamtrißlänge. Bei kleinen Gesamtdehnschwingbreiten können im Bereich des größeren Hauptrisses auf Grund der hohen Deformation in seinem Umfeld eine Vielzahl weiterer Nebenrisse entstehen. Ein starkes Anwachsen der Gesamtrißlänge ist die Folge. Die entsprechenden Bereiche in den Plots sind zur Verdeutlichung hellgrau gedruckt.

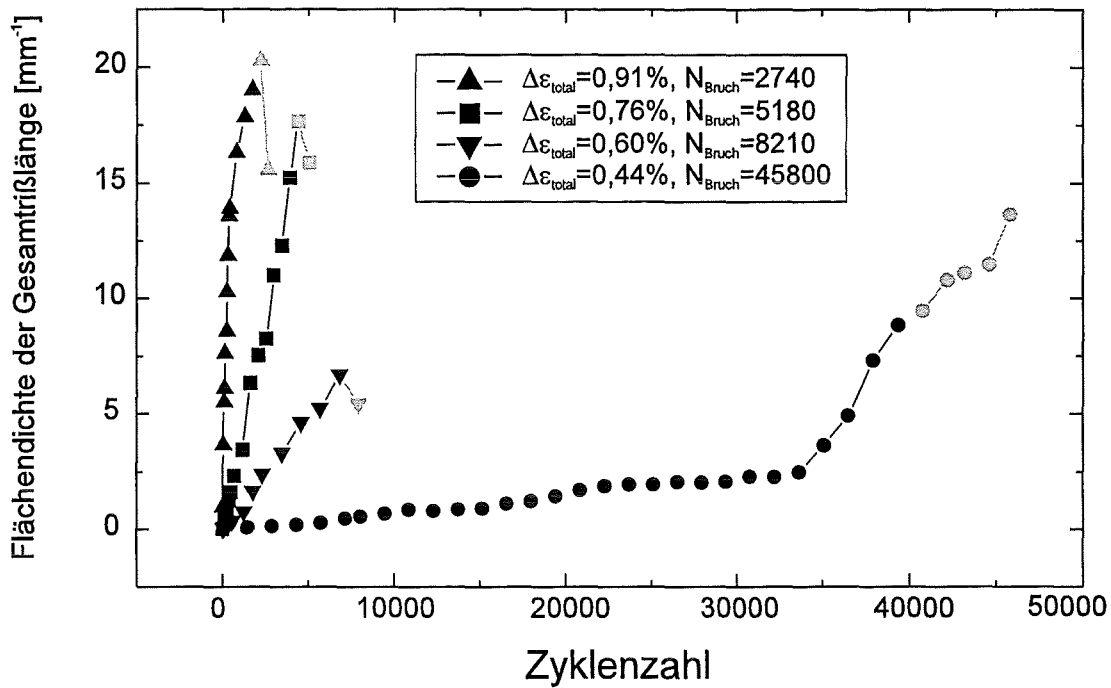


Abb. 5.15: Gesamtrißlänge in Abhängigkeit von der Zyklenzahl bei verschiedenen Gesamtdehnschwingbreiten; ab etwa 80 % der Lebensdauer Beeinflussung der Rißentwicklung durch den zum Versagen führenden Makroriß (graue Bereiche der Kurven)

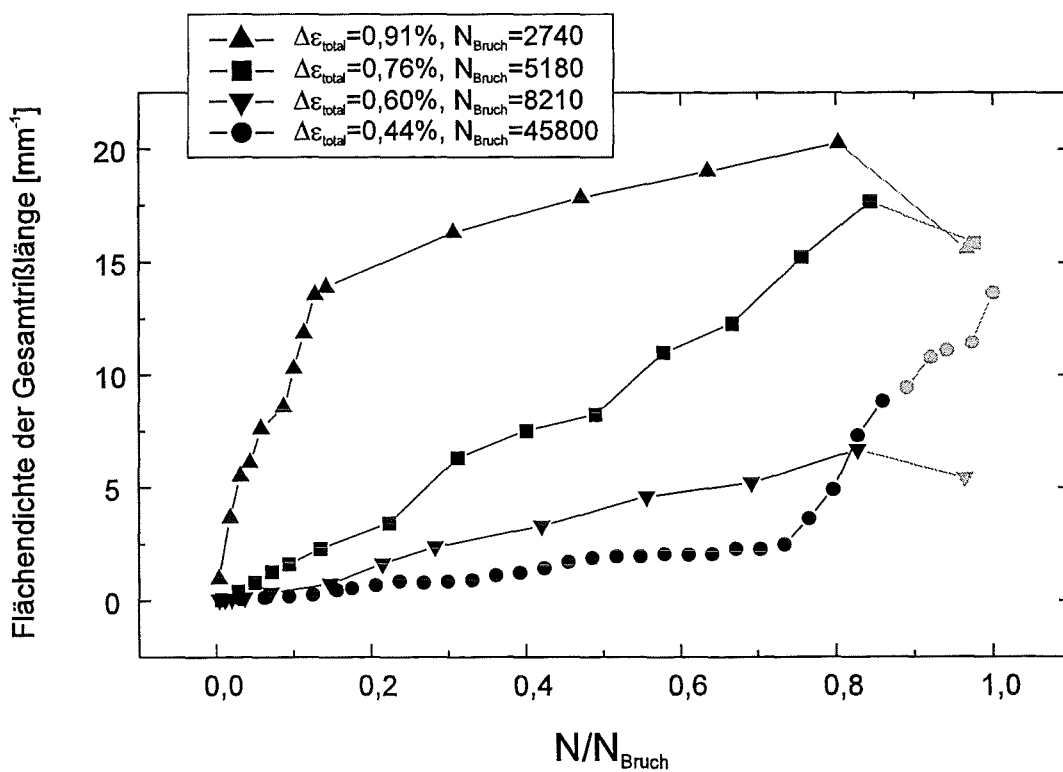
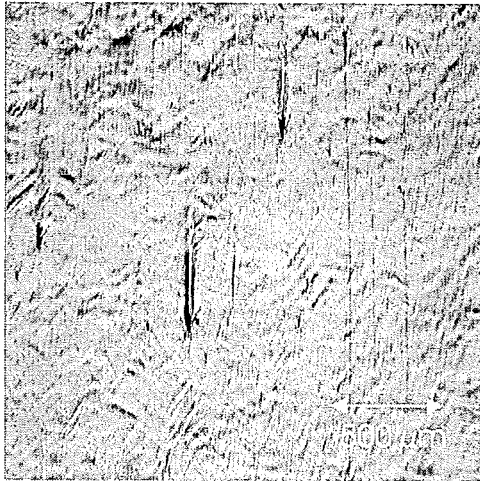
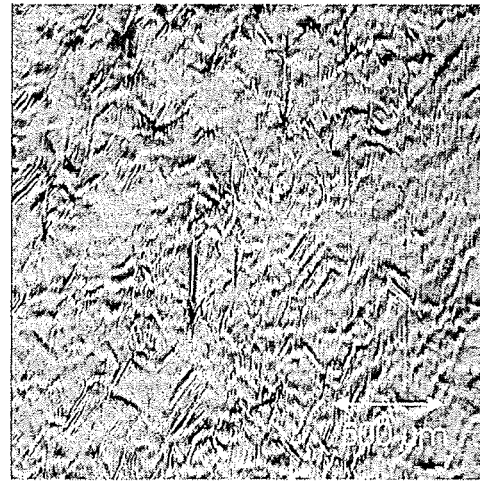


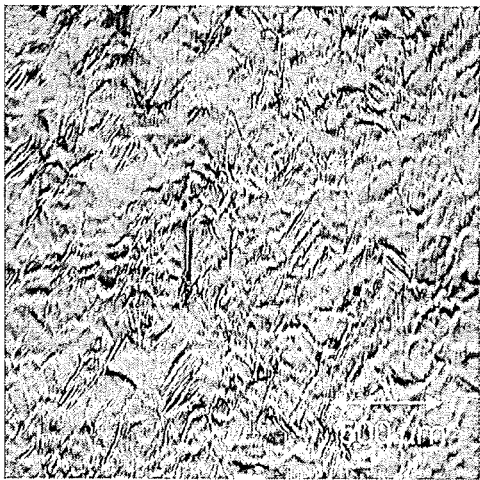
Abb. 5.16: Gesamtrißlänge über der Zyklenzahl bei verschiedenen Gesamtdahnschwingbreiten normiert auf die Lebensdauer



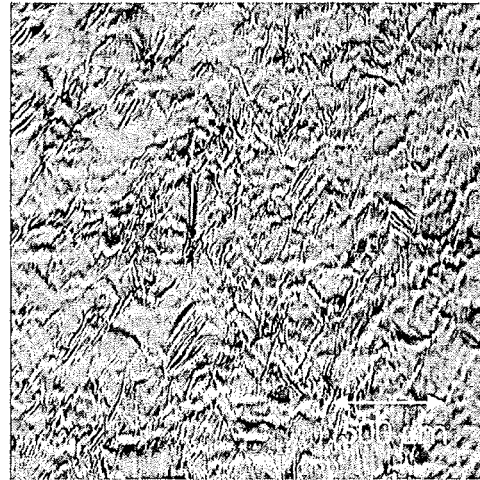
$N=10, N/N_{\text{Bruch}}=0,4 \%$



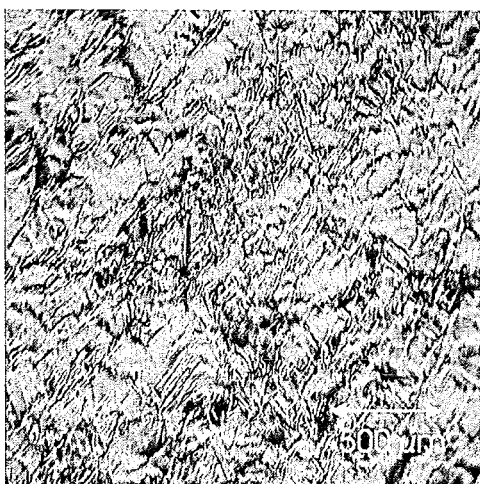
$N=120, N/N_{\text{Bruch}}=4,4 \%$



$N=240, N/N_{\text{Bruch}}=8,8 \%$



$N=350, N/N_{\text{Bruch}}=12,8 \%$

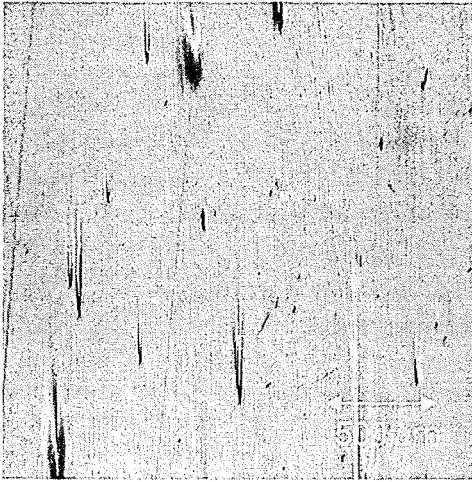


$N=1290, N/N_{\text{Bruch}}=47,1 \%$



$N=2650, N/N_{\text{Bruch}}=96,7 \%$

Abb. 5.17: Aufnahmen mit dem Questar Lichtmikroskop nach verschiedenen Stadien der Ermüdung bei großer Gesamtdehnungsschwingbreite; $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,91 \%$ und $N_{\text{Bruch}}=2740$



$N=155, N/N_{\text{Bruch}}=0,9 \%$



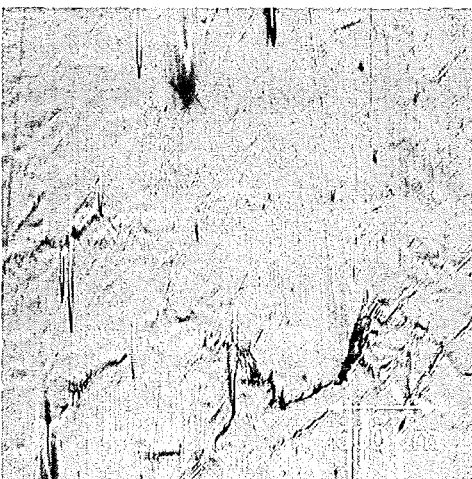
$N=1680, N/N_{\text{Bruch}}=10,0 \%$



$N=4225, N/N_{\text{Bruch}}=25,1 \%$



$N=7280, N/N_{\text{Bruch}}=43,2 \%$



$N=11220, N/N_{\text{Bruch}}=66,5 \%$



$N=16860, N/N_{\text{Bruch}}=100,0 \%$

Abb. 5.18: Aufnahmen mit dem Questar Lichtmikroskop nach verschiedenen Stadien der Ermüdung bei kleiner Gesamtdehnschwingbreite; $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,51 \%$ und $N_{\text{Bruch}}=16860$

b) Bestrahlte Proben

Wie bereits in Kapitel 5.1.2 ausgeführt, verlängert eine vorherige Bestrahlung die Lebensdauer, wenn mit kleiner Gesamtdehnschwingbreite ermüdet wird. Abbildung 5.19 zeigt die dazugehörige Entwicklung der Gesamtrißlänge. Diese ist im Vergleich zum unbestrahlten Fall erhöht. Das ist erstaunlich, da eine Verlängerung der Lebensdauer intuitiv eine Reduktion der Rißlängensumme erwarten läßt. Das Anwachsen der Gesamtrißlänge auf der bestrahlten Probe ähnelt sehr dem auf der unbestrahlten Probe. Lediglich die Zunahme ist im bestrahlten Fall höher. Aus Abbildung 5.19 läßt sich nicht ersehen, in welcher Größe und Zahl die Risse auftreten. Dies wird später noch untersucht.

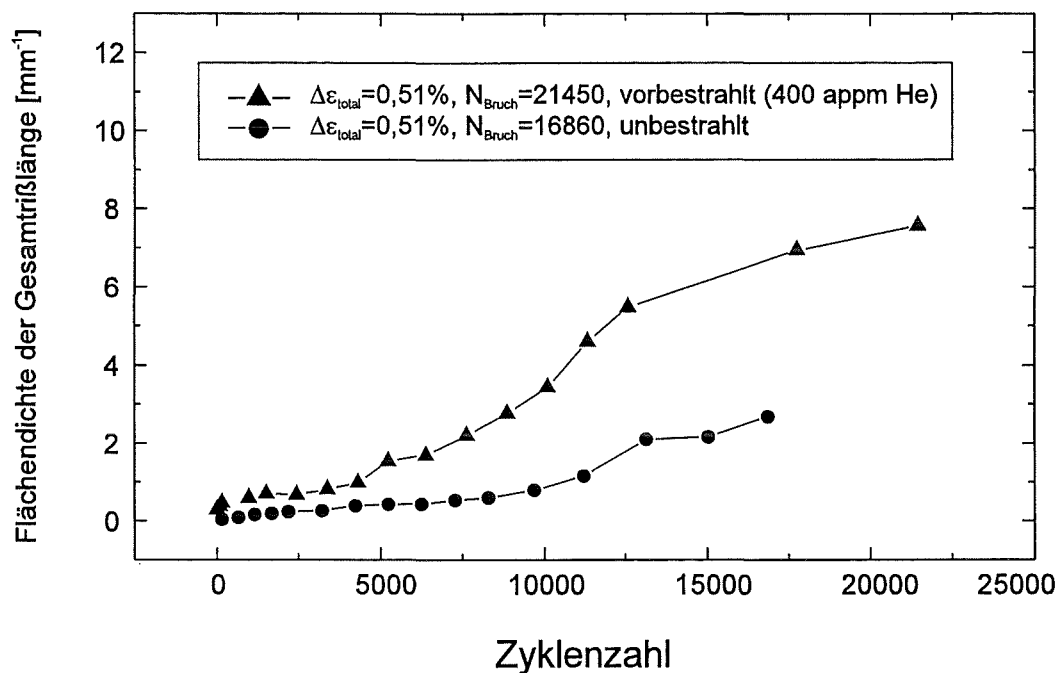


Abb. 5.19: Vergleich der bestrahlten und unbestrahlten Probe bezüglich der Gesamtrißlänge bei $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,51\%$

Bei der Ermüdung mit hoher Gesamtdehnschwingbreite entstehen in der bestrahlten Probe sofort und massiv sehr viele kleine Risse, die bereits nach dem ersten Zyklus eindeutig detektierbar sind. Das schnelle Auftreten der Risse äußert sich in einer rasant ansteigenden Gesamtrißlänge (Abbildung 5.20). Bereits sehr früh führt die starke Schädigung der Probe zum Versagen.

Vergleicht man die beiden bestrahlten Proben, dies ist bei den deutlich unterschiedlichen Lebensdauern ($N_{\text{Bruch}}=550$ und $N_{\text{Bruch}}=21450$) nur mit der Normierung auf N_{Bruch} sinnvoll, dann erkennt man die stärkere Zunahme und den höheren Endwert der Gesamtrißlänge für die mit höherer Gesamtdehnschwingbreite belastete Probe (Abbildung 5.21). Das ist nicht weiter verwunderlich und soll für weitere Vergleiche der bestrahlten Proben im Gedächtnis behalten werden.

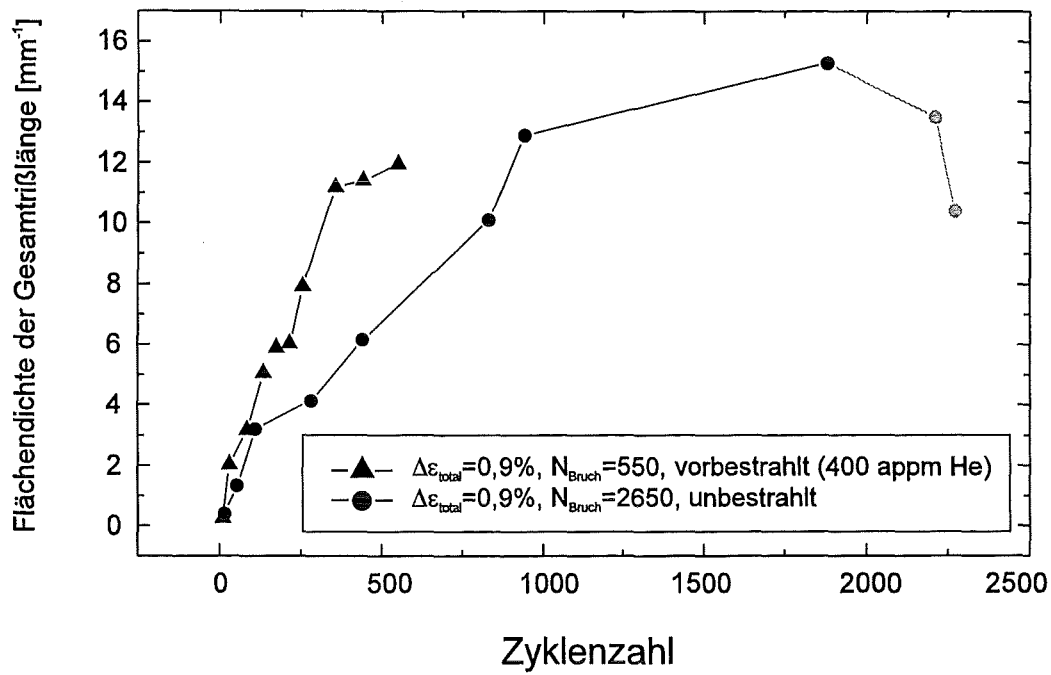


Abb. 5.20: Vergleich der bestrahlten und unbestrahlten Probe bei $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,90\%$ bezüglich der Gesamtrißlänge

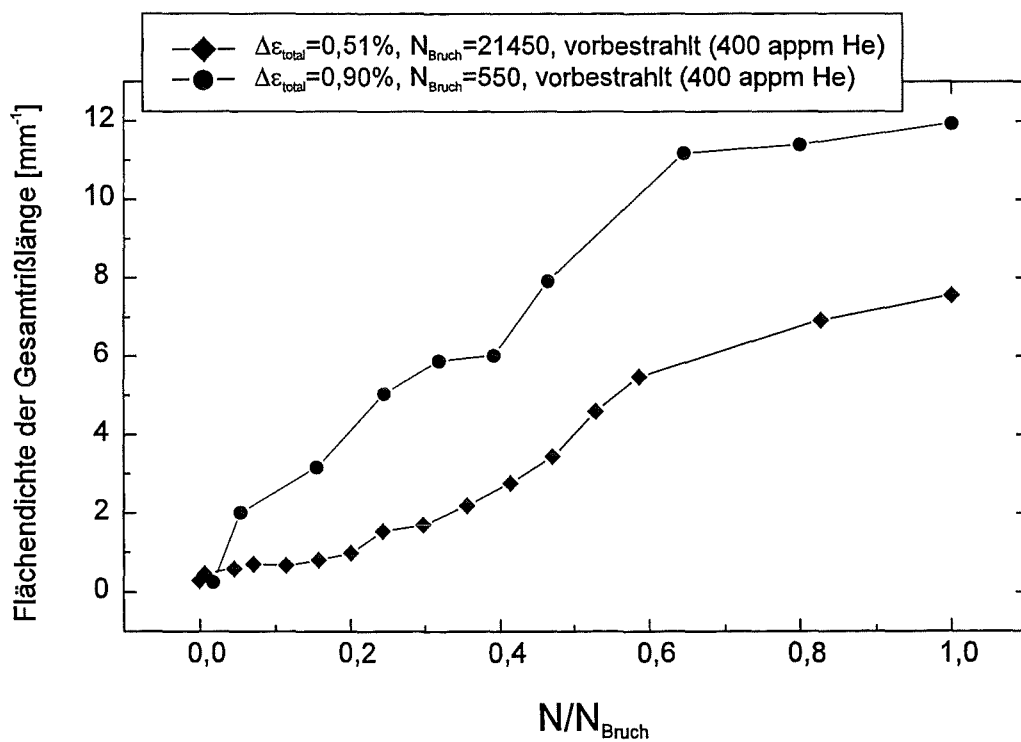


Abb. 5.21: Vergleich der beiden bestrahlten Proben bezüglich der Gesamtrißlänge

5.3.2 Flächendichte der Risegmente

a) Unbestrahlte Proben

Betrachtet man die Anzahl der vorkommenden Risegmente, so ergibt sich ein ganz hnliches Bild wie fr die Gesamtrilnge. Bei den hohen Gesamtdehnschwingbreiten entstehen sehr schnell sehr viele Risegmente. Die hohe Anzahl fhrt zu einer Sttigung und die Zunahme flacht entsprechend ab. Bei kleinen Gesamtdehnschwingbreiten entstehen zunchst nur ganz wenige Risse bzw. Risegmente. Diese wachsen im Verlauf der Ermdung an und tragen damit zur Vergrerung der Gesamtrilnge bei. Erst nach einer relativ hohen Zyklenzahl entsteht ein Makrori. Dies geschieht zum einen durch Verlngerung von dominierenden Einzelrissen und zum anderen durch Zusammenwachsen dieser Einzelrisse. Es kann jedoch nicht wie im Fall der hohen Gesamtdehnschwingbreiten von einer regelrechten Vernetzung gesprochen werden (vgl. Abbildungen 5.17 und 5.18). Im Zuge der Ausprgung des Makrorisses knnen in seinem Umfeld eine Reihe weiterer kleiner Risegmente entstehen. Daher rhrt der Anstieg der Kurve fr $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,44\%$ gegen Ende der Ermdung (Abbildung 5.22 und 5.23). Das Abfallen der Segmentdichte insbesondere bei hheren Gesamtdehnschwingbreiten (graue Bereiche der Kurven) hngt mit der rumlichen Ausdehnung des Makrorisses zusammen und ist in Kapitel 5.3.1 beschrieben.

b) Bestrahlte Proben

Fr die bestrahlte Probe steigt die Segmentflchendichte bei der kleinen Gesamtdehnschwingbreite deutlich strker an als fr die unbestrahlte Probe (Abbildung 5.24). Vergleicht man die Segmentflchendichte mit der Gesamtrilnge in Abbildung 5.19, dann ist der Zuwachs bei der Segmentflchendichte viel hher. Dies lt erste Rckschlsse auf die Lnge der Segmente zu. Im bestrahlten Fall sind diese krzer. Damit tragen sie in einem geringeren Ma zur Gesamtrilnge bei. Die Segmentflchendichte in Abbildung 5.24 verluft stufenartig. Offensichtlich mu nach der Entstehung von neuen Segmenten ein gewisses Ma an Ermdungsschdigung akkumuliert werden, bis weitere Segmente auftreten knnen.

Die Flchendichte der Risegmente fr die Probe mit der hohen Gesamtdehnschwingbreite steigt stetig an (Abbildung 5.25). Bereits nach dem ersten Zyklus erfolgt das Auftreten der ersten Risse bzw. Segmente. Im weiteren Verlauf ist die Zunahme der Segmente nicht mehr ganz so stark, bleibt jedoch im Mittel nach wie vor sehr hoch. Die bestndige Zunahme der Segmente fhrt schlielich sehr frh zum Versagen der Probe.

Abbildung 5.26 vergleicht die Flchendichte der Risegmente der beiden bestrahlten Proben. Ihre Lebensdauern sind auf N_{Bruch} normiert. Erstaunlicherweise besitzen beide Proben im gleichen Ermdungsstadium praktisch die selbe Segmentflchendichte. Bei den unbestrahlten Proben war das ganz und gar nicht so (vgl. Abbildung 5.23). Nach Abbildung 5.21 ist die Gesamtrilnge der Probe mit der hheren Gesamtdehnschwingbreite etwa um den Faktor 1,5 grer. Hieraus folgt, da die durchschnittliche Segmentlnge der Probe mit der niedrigeren Gesamtdehnschwingbreite entsprechend kleiner ist.

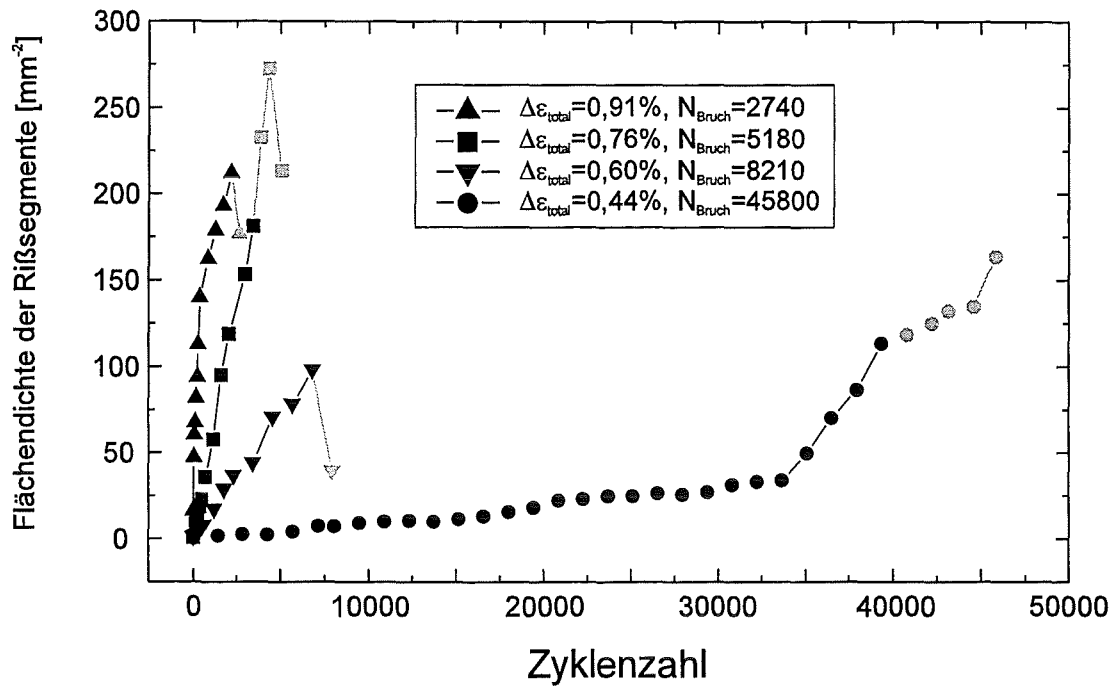


Abb. 5.22: Segmentflächendichte in Abhängigkeit von der Zyklenzahl

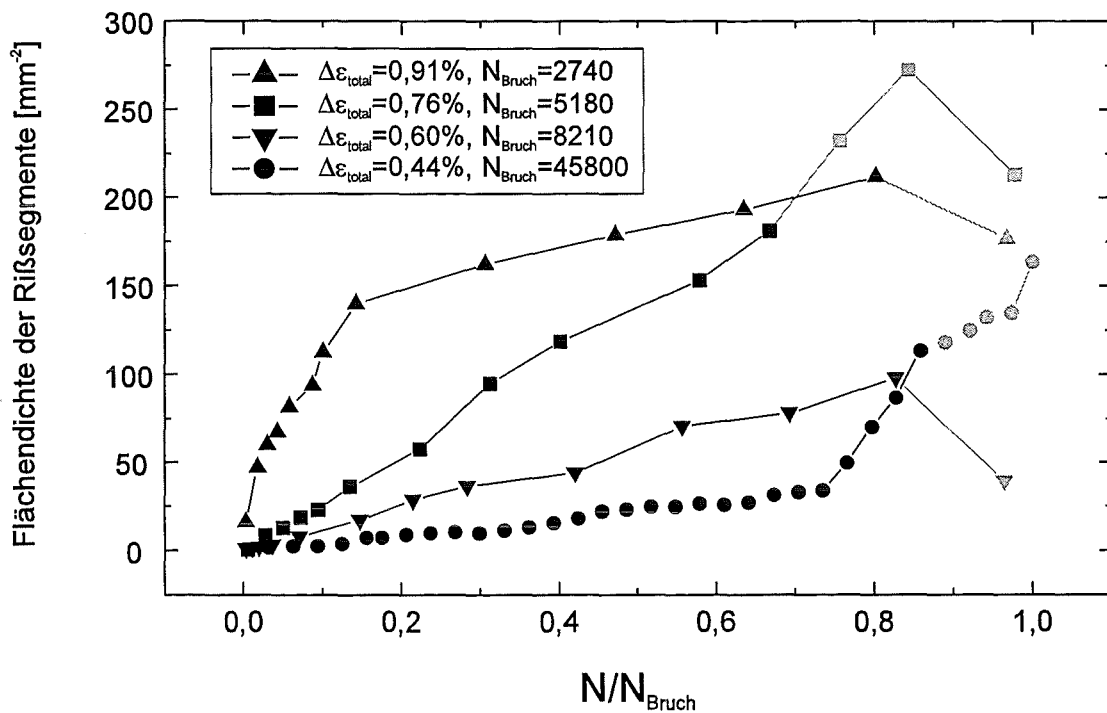


Abb. 5.23: Segmentflächendichte in den verschiedenen Ermüdungsstadien normiert auf N_{Bruch}

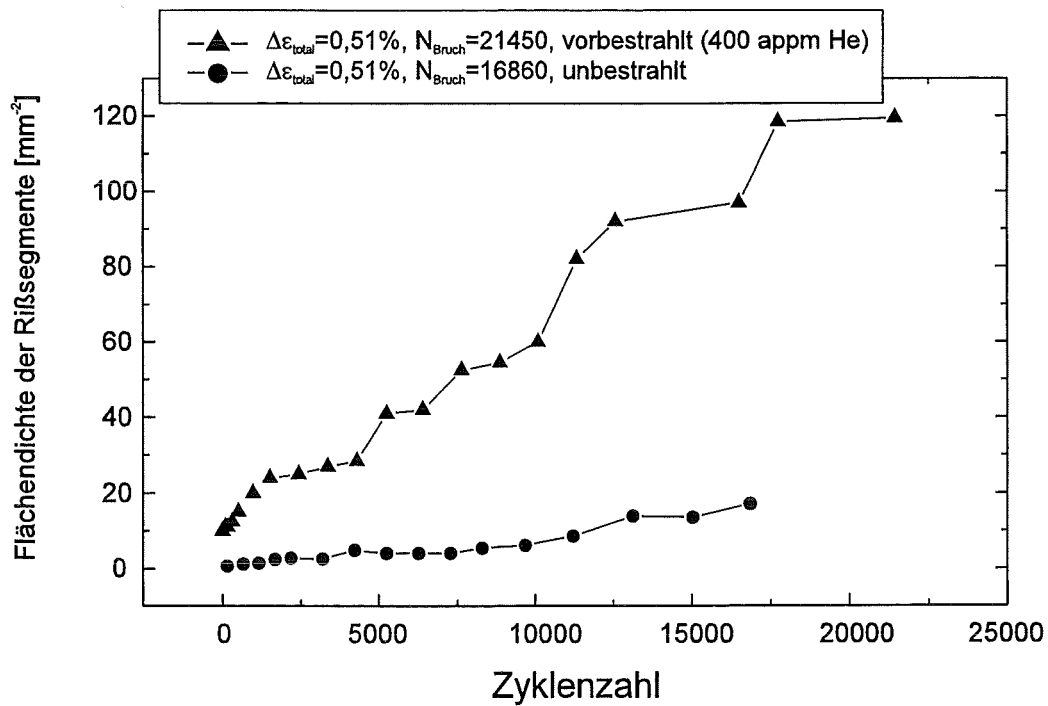


Abb. 5.24: Vergleich der bestrahlten und unbestrahlten Probe bei $\Delta\epsilon_{total}=0,51\%$ bezüglich der Segmentflächendichte

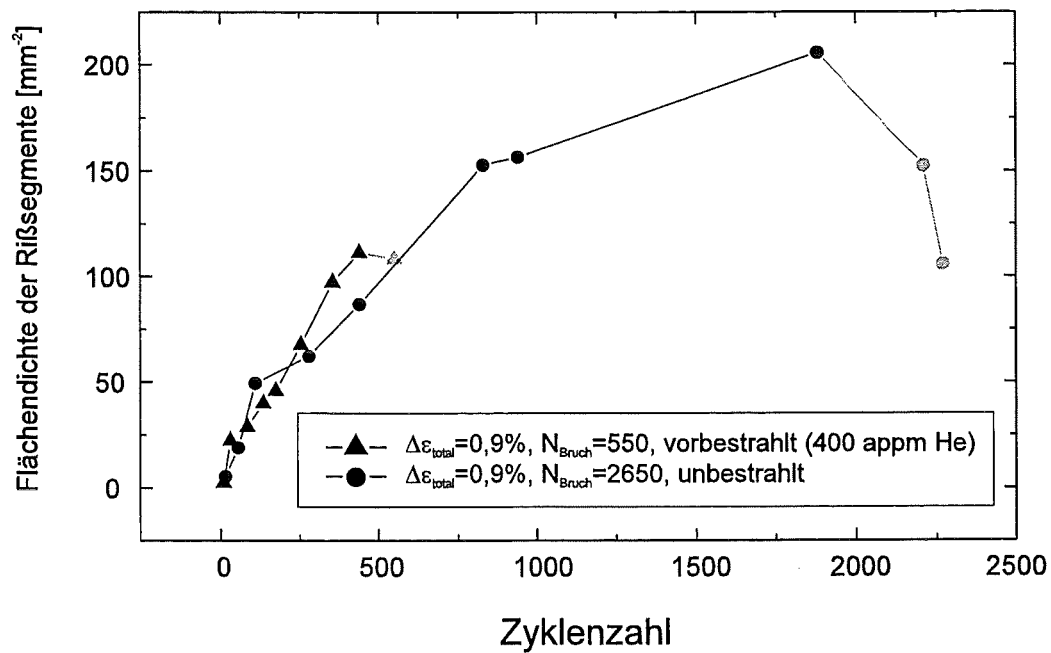


Abb. 5.25: Vergleich der bestrahlten und unbestrahlten Probe bei $\Delta\epsilon_{total}=0,90\%$ bezüglich der Segmentflächendichte

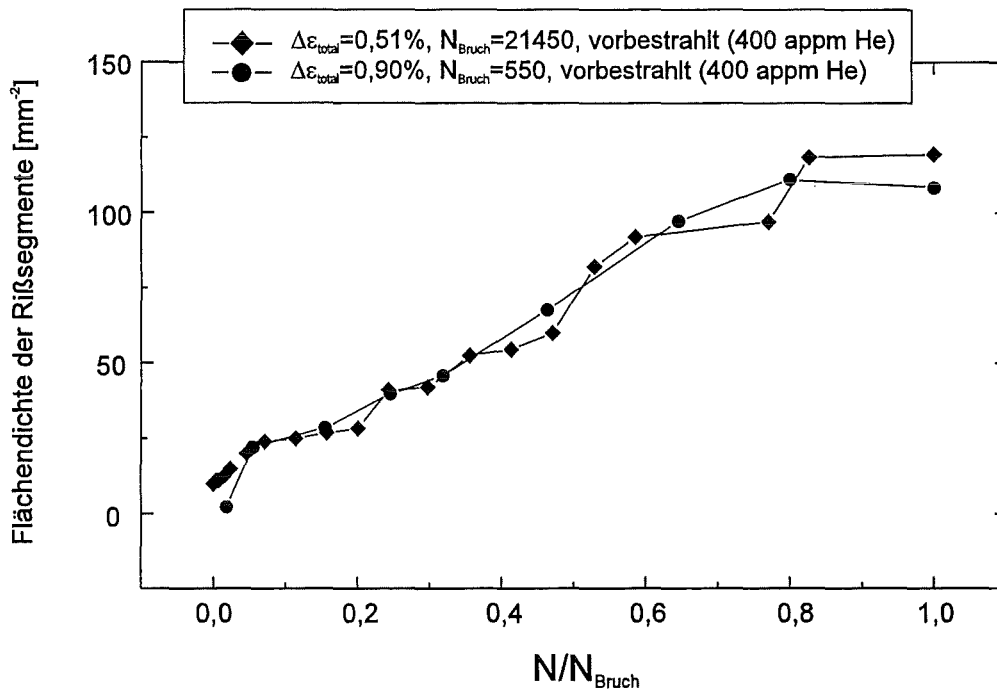


Abb. 5.26: Vergleich der beiden bestrahlten Proben bezüglich der Segmentflächendichte

5.3.3 Durchschnittliche Segmentlänge

a) Unbestrahlte Proben

Die durchschnittliche Segmentlänge für alle Gesamtdehnschwingbreiten bewegt sich in einem Streuband zwischen etwa 60 μm und 80 μm (Abbildung 5.27). Damit liegen die Segmente im Bereich der Korngröße. Bei den Segmenten handelt es sich somit auf jeden Fall um mikrostrukturell kurze Risse. Zumindes nach Abschluß der Anfangsphase der Ermüdung ist für die Segmentlänge keine spezielle Abhängigkeit von der Gesamtdehnschwingbreite zu erkennen. Lediglich während der ersten 20 % der Ermüdung dauert es für Proben mit kleiner Gesamtdehnschwingbreite etwas länger, bis die mittlere Segmentlänge erreicht ist.

b) Bestrahlte Proben

Die durchschnittliche Segmentlänge der bestrahlten Probe mit der höheren Gesamtdehnschwingbreite ist im Vergleich zum Streuband der unbestrahlten Proben recht groß (Abbildung 5.28). Sie liegt bei ca. 100 μm . Damit hebt sie sich auch deutlich ab von der Segmentlänge der bestrahlten Probe, die bei der kleinen Gesamtdehnschwingbreite ermüdet wurde. Sie besitzt leicht ansteigende Werte zwischen etwa 30 μm nach 10 % der Ermüdung bis ca. 60 μm nach 100 % der Ermüdung. Damit unterscheidet sie sich von allen anderen Proben, die relativ konstante durchschnittliche Segmentlängen zwischen 20 % und 100 % der Lebensdauer aufweisen.

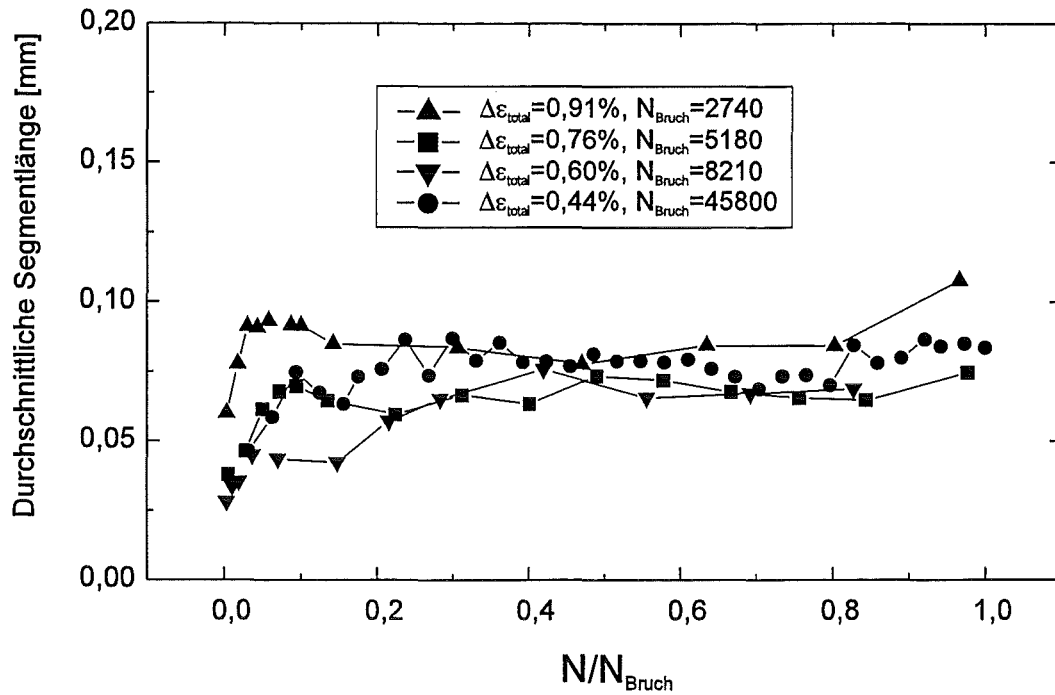


Abb. 5.27: Durchschnittliche Segmentlänge über der Ermüdungsdauer normiert auf N_{Bruch} ; unbestrahlte Proben

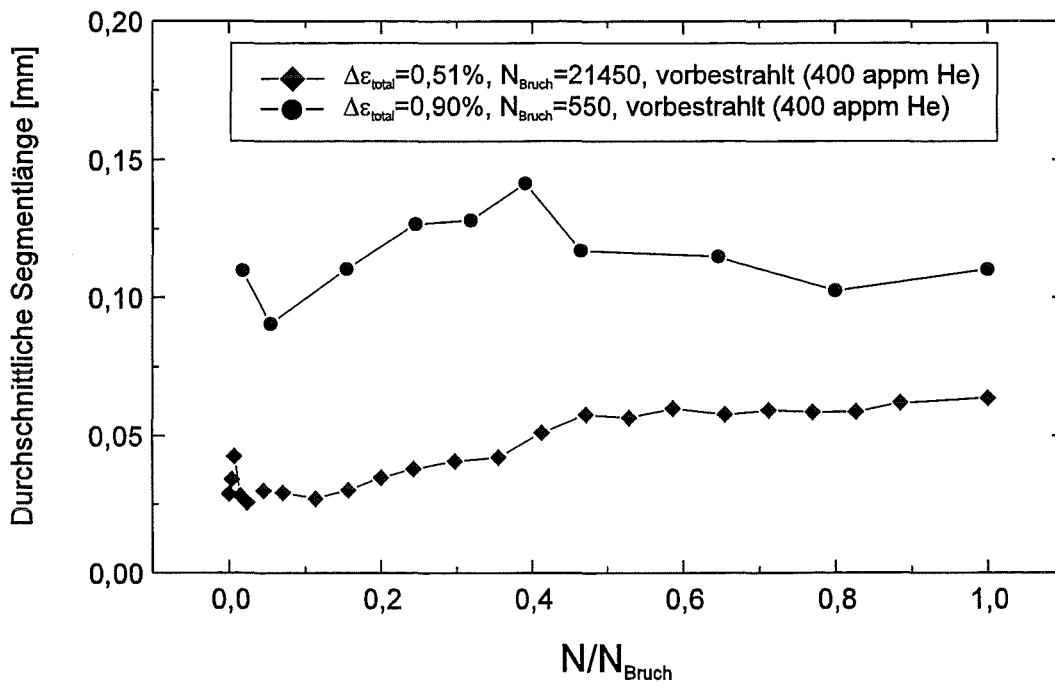


Abb. 5.28: Durchschnittliche Segmentlänge über der Ermüdungsdauer normiert auf N_{Bruch} ; bestrahlte Proben

5.3.4 Rißflächendichte

a) Unbestrahlte Proben

Unter einem Riß versteht man zunächst zusammenhängende Segmente. Risse können Knicke und Verzweigungen aufweisen. Ein einzelnes Segment wird dann als Riß bezeichnet, wenn es isoliert ist, keine Verbindung zu anderen Segmenten hat und weder Knicke noch Verzweigungen besitzt. Die Anzahl der Risse gibt ein Maß für die Stärke der Vernetzung der Segmente. Der Beginn der Vernetzung kann je nach Gesamtdehnschwingbreite unterschiedlich früh erfolgen (Abbildung 5.29). Bei einer hohen Gesamtdehnschwingbreite steigt die Zahl der Risse früh rasch an. Bei den Rissen handelt es sich in erster Linie um isolierte Segmente. Mit steigender Zyklenzahl beginnt die Vernetzung. Die Zunahme der Rißdichte nimmt ab. Durch das kontinuierliche, weitere Entstehen von Segmenten und deren Zusammenwachsen zeigt die Kurve der Rißdichte einen gezackten Verlauf. Im weiteren Fortgang wird die Vernetzung komplettiert. Die Anzahl der Risse nimmt ab. Gegen Ende der Ermüdung liegt praktisch nur noch ein einziges komplexes Rißnetzwerk vor. Bei kleineren Gesamtdehnschwingbreiten nimmt zunächst die Länge einzelner Segmente zu, bevor sich die Segmentdichte wesentlich erhöht. Die Erzeugung zusätzlicher Segmente beansprucht einen deutlich längeren Zeitraum. Bei der kleinsten Gesamtdehnschwingbreite entstehen gegen Ende der Ermüdung viele weitere Segmente im Umfeld des wachsenden Makrorisses. Man erhält recht schnell eine Vernetzung mit dem Makroriß. Man kann zusammenfassen, daß das Maß der Vernetzung bei höheren Gesamtdehnschwingbreiten größer ist und bei kleineren Gesamtdehnschwingbreite zeitlich nach hinten verschoben wird. In der Regel nimmt die maximal erreichte Rißdichte mit fallender Gesamtdehnschwingbreite ab.

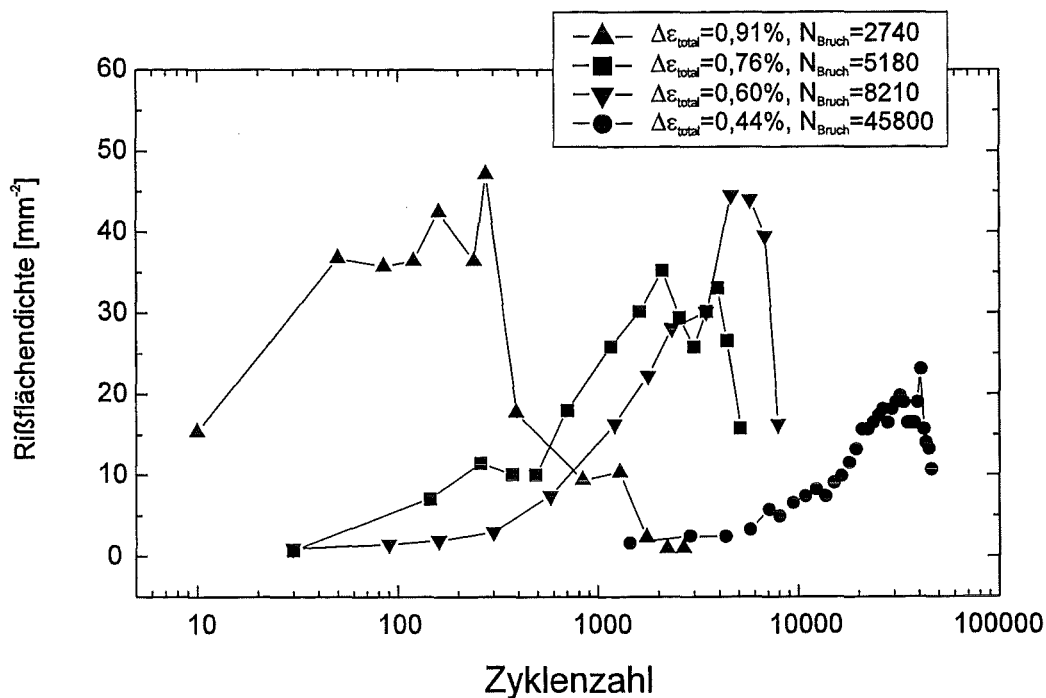


Abb. 5.29: Rißflächendichte unbestrahlter Proben in Abhängigkeit von der Zyklenzahl

b) Bestrahlte Proben

Bestrahlte Proben weisen eine geringere Tendenz zur Rißvernetzung auf. Die Probe mit der kleineren Gesamtdehnschwingbreite steigert ihre Rißzahl später und erreicht höhere Werte als die Probe mit der hohen Gesamtdehnschwingbreite. Letzteres ist erstaunlich, da sie eine deutlich längere Lebensdauer besitzt. Die höher belastete Probe erreicht eine Rißflächendichte von ca. 30 Rissen pro mm^2 . Bei der weniger belasteten Probe wird eine maximale Flächendichte von etwas mehr als 50 Rissen pro mm^2 verzeichnet. Vergleicht man Abbildung 5.30 mit Abbildung 5.26 (Segmentflächendichte), so kann gefolgert werden, daß - bei einer maximalen Dichte von 100 Segmenten pro mm^2 für beide Proben - im Fall der stärker belasteten Probe ca. 3 Segmente auf einen Riß kommen, während das für die geringer belasteten Probe rund 2 Segmente pro Riß sind. Dies muß man im Zusammenhang mit der Vernetzung der Risse auf der Oberfläche der unbestrahlten Proben sehen. Hier werden für die ganz hohen Gesamtdehnschwingbreiten bis über 200 Segmente pro mm^2 und Riß registriert.

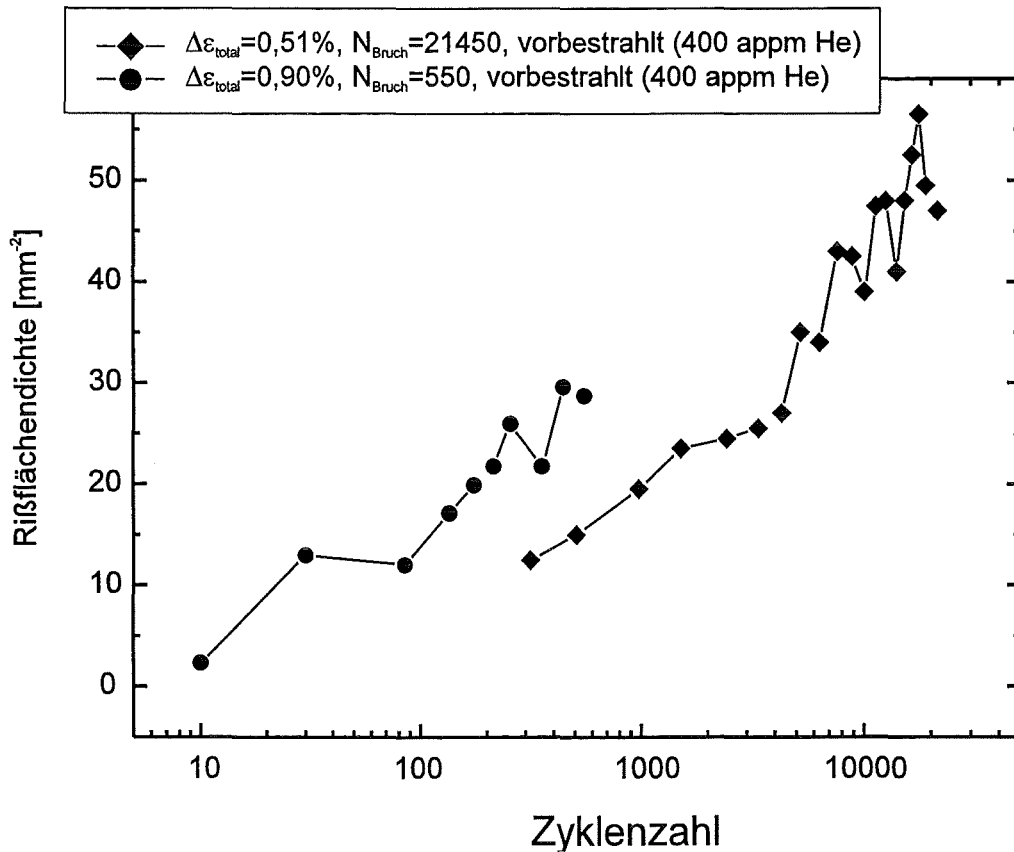


Abb. 5.30: Rißflächendichte bestrahlter Proben in Abhängigkeit von der Zyklenzahl

An dieser Stelle darf eine Sache nicht unerwähnt bleiben. Die Probe mit der höheren Gesamtdehnschwingbreite hat beim Ermüden im Bereich des Hauptrisses gebeult. Durch die Deformation an der Probenoberfläche konnten an dieser Stelle nur unscharfe und

unzureichend ausgeleuchtete Reißbilder aufgenommen werden. Das heißt, daß die Reißbilder etwas dezentral von der Probenmitte stammen. Damit unterschätzt man sowohl die Länge als auch die Vernetzung der einzelnen Reißsegmente. Die Ergebnisse sind in diesem Rahmen zu relativieren und zeigen eher qualitativen Charakter. Dennoch geben sie sehr gut die Tendenz für das Reißgeschehen an.

5.3.5 Richtungsverteilung der Reißsegmente

Wie aus der Untersuchung metallographischer Schliffe bereits bekannt, existieren für die mikrostrukturellen Risse Vorzugsrichtungen. Der metallographische Schliff zeigt jedoch einen Probenzustand nach der Ermüdung. Die Reißrichtungen und ihre zeitliche Entwicklung während der Ermüdung werden in diesem Kapitel behandelt. Aus den folgenden Plots läßt sich ersehen, daß die Verteilungen der Richtungen der kleinen Risse während des Ermüdungsexperiments nicht konstant sind, sondern sich ändern können. Die Richtungsverteilung der Reißsegmente erlaubt Rückschlüsse auf ihre unterschiedlichen Entstehungsmechanismen.

a) Unbestrahlte Proben

Abbildung 5.31 zeigt die Richtungsverteilung von Segmenten in Abhängigkeit von der Zyklenzahl. Die Winkelverteilung ist in 10° -Schritte eingeteilt. Die Winkel beziehen sich auf die Richtungsdivergenz von Belastungsachse (Probenlängsrichtung) und Segmentrichtung. Alle Segmente, die in einem 10° -Winkelbereich orientiert sind, werden ihrer Länge nach aufsummiert. Die daraus entstehende winkelbezogene Gesamtlänge wird auf die Standardfläche von 1 mm^2 bezogen. Dieses Verfahren hat Vorteile gegenüber der Angabe der Anzahl von Rissen in einer bestimmten Richtung, da gleichzeitig die Risse mit ihrer Länge gewichtet werden. Bei $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,91 \%$ hat man von Anfang an eine recht breite Reißentwicklung mit Schwerpunkt bei mittleren Winkeln. Im Laufe der Ermüdung passieren zwei Dinge: Zum einen entstehen auch Risse bei höheren Winkeln im Bereich von 50° bis 60° . Dieser Winkelbereich ist von den metallographischen Schliffen her bekannt. Zum anderen entstehen zunehmend Risse bei sehr kleinen Winkeln in axialer Richtung. Auf diese Besonderheit wird in Abschnitt c) des Kapitels eingegangen. Die angesprochene Verteilung ist besonders deutlich bei $N=1740$ zu erkennen.

Die Reißrichtungsverteilung auf der Probe mit der kleinen Gesamtdehnungsbreite ($\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,44 \%$) ist deutlich schmaler (Abbildung 5.32). Eine Verbreiterung der Winkelverteilung setzt viel später ein. Der Schwerpunkt der Segmentorientierung liegt ganz klar um 45° zur Belastungsrichtung. Dies ist die Richtung maximaler Schubspannung. Ähnlich wie bei der Ermüdung mit hoher Gesamtdehnungsbreite, jedoch zu einem späteren Zeitpunkt, tauchen Risse in axialer Richtung auf. Sie erlangen ein erhebliches Gewicht im Vergleich zu den anderen Rissen. Auf ihren Entstehungsmechanismus wird noch eingegangen.

$\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,91\%$, $N_{\text{Bruch}}=2740$
unbestrahlt

Summe aller Segmentlängen mit entsprechender Richtung pro mm^2 [mm^{-1}]

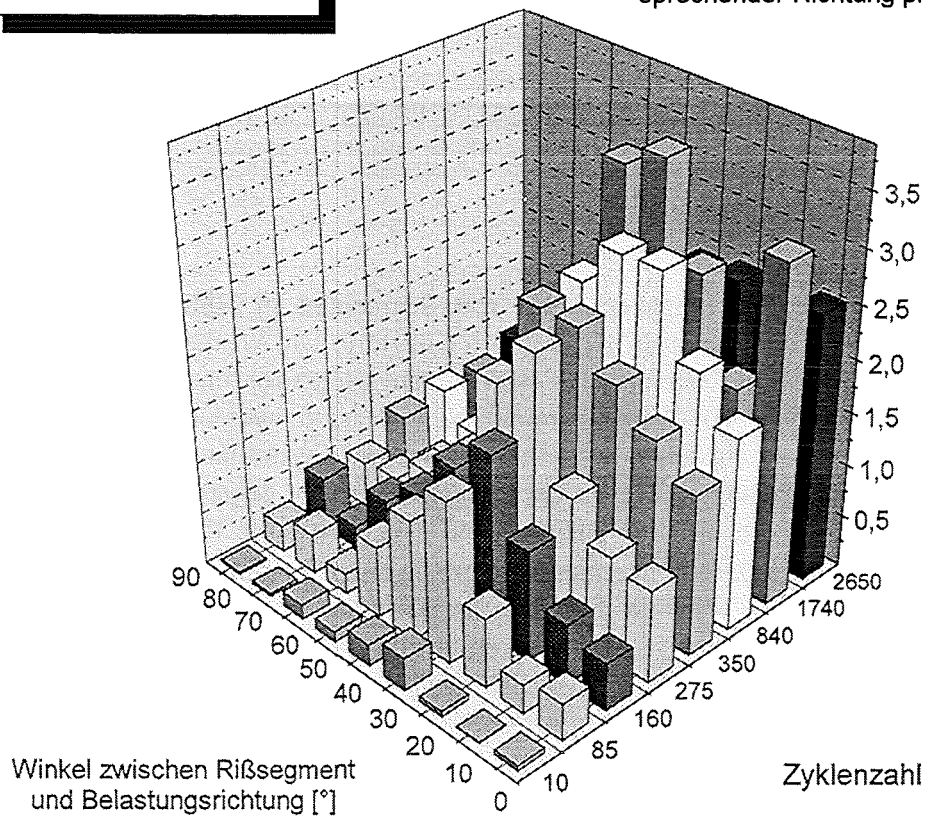


Abb. 5.31: Verteilung der Segmentrichtungen in Abhngigkeit von der Zykluszahl

$\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,44\%$, $N_{\text{Bruch}}=45800$
unbestrahlt

Summe aller Segmentlängen mit entsprechender Richtung pro mm^2 [mm^{-1}]

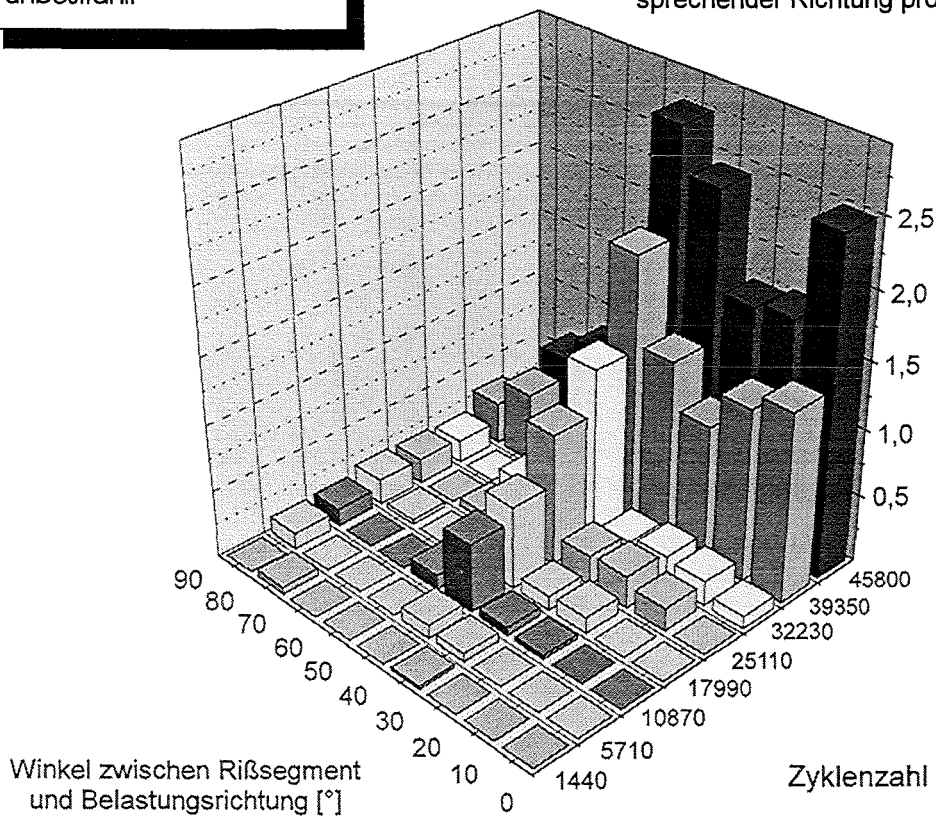


Abb. 5.32: Verteilung der Segmentrichtungen in Abhängigkeit von der Zyklenzahl

$\Delta\varepsilon_{\text{total}} = 0,90\%$, $N_{\text{Bruch}} = 550$
 vorbestrahlt 400 appm He

Summe aller Segmentlängen mit entsprechender Richtung pro mm^2 [mm^{-1}]

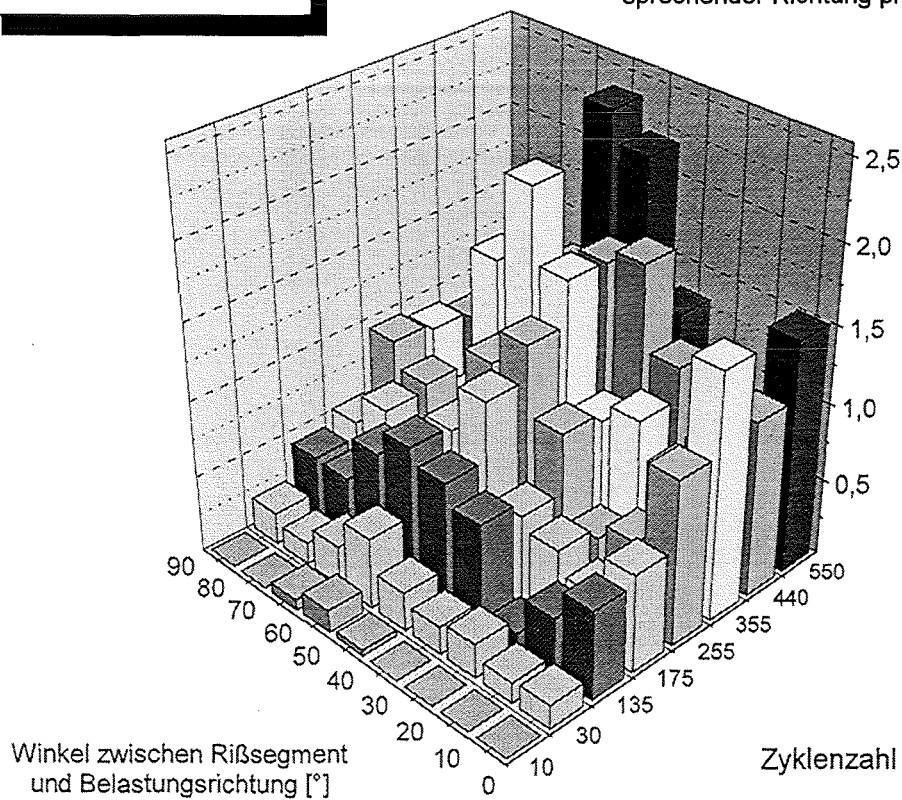


Abb. 5.33: Verteilung der Segmentrichtungen in Abhängigkeit von der Zykluszahl

$\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,51\%$, $N_{\text{Bruch}}=21450$,
vorbestrahlt 400 appm He

Summe aller Segmentlängen mit ent-
sprechender Richtung pro mm^2 [mm^{-1}]

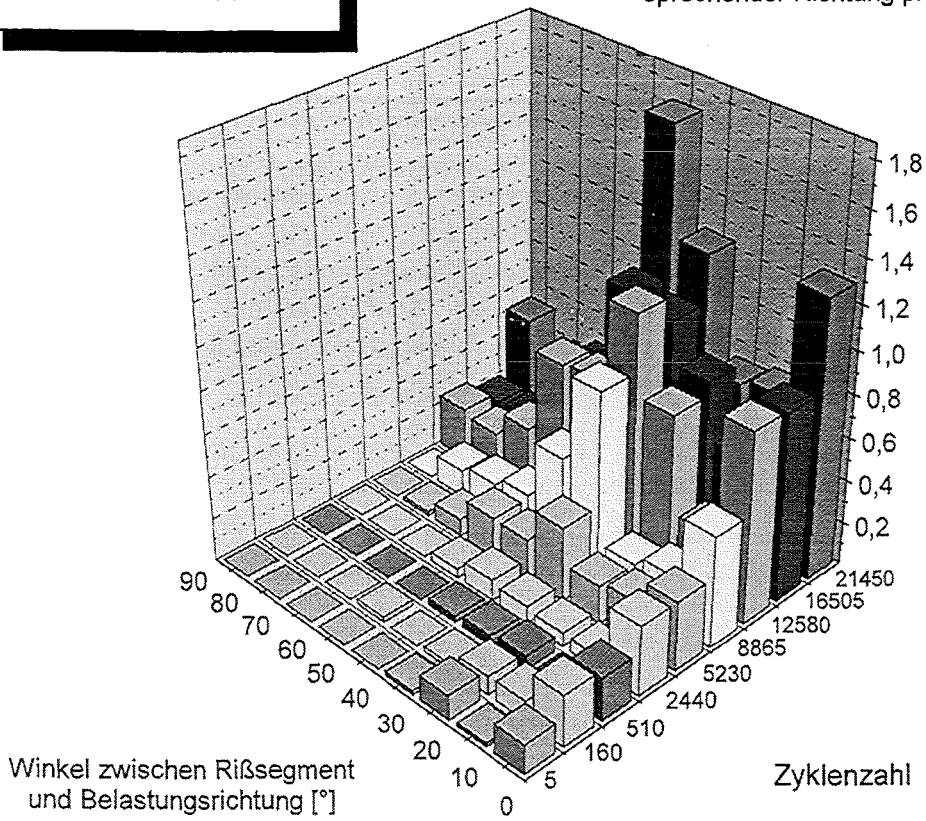


Abb. 5.34: Verteilung der Segmentrichtungen in Abhängigkeit von der Zyklenzahl

b) Bestrahlte Proben

Die zuvor bestrahlte und bei $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,9\%$ ermüdete Probe zeigt zu Beginn des Experiments einen Schwerpunkt für die Segmente bei 50° bis 60° (Abbildung 5.33). Recht schnell setzt das Auftauchen von Segmenten bei allen Winkeln ein. Auch hier existieren mit ansteigender Zyklenzahl in zunehmendem Maß Segmente in axialer Richtung. Der Schwerpunkt der Orientierung bleibt aber über die komplette Lebensdauer bei Winkeln im Bereich 50° bis 70° . Das ist gerade der Bereich, der in den metallographischen Schliffen als Vorzugsrichtung für Mikrorisse entlang innerer Grenzflächen gefunden wurde.

Die bestrahlte Probe, die bei kleiner Gesamtdehnungsschwingbreite ermüdet wurde, zeigt eine Besonderheit, die man so nicht bei den anderen Proben findet. Gleich zu Beginn des Experiments treten sehr kleine Risse in axialer Richtung auf (Abbildung 5.34 und 5.35). Der Grund für dieses Verhalten ist nicht ganz klar. Es wird vermutet, daß nach der Oberflächenbehandlung durch die Politur der Probe einige durch die Funkenerosion entstandene Vertiefungen verdeckt sind. Diese latenten, axialen Vertiefungen könnten nach der bestrahlungsinduzierten Verfestigung aufreißen. Tatsache ist, daß die nur wenige Mikrometer langen Risse auf Grund ihrer Orientierung keinen Einfluß auf das globale Rißgeschehen und die Lebensdauer haben. Im Verlauf der Ermüdung gewinnen diejenigen Rißsegmente an Bedeutung, die im mittleren Winkelbereich angesiedelt sind. Ihre Entstehung ist gemäß ihrer Orientierung auf den Einfluß der Schubspannung zurückzuführen. Gleichermäßen treten die aus den anderen Versuchen bereits bekannten etwas größeren axialen Risse auf.

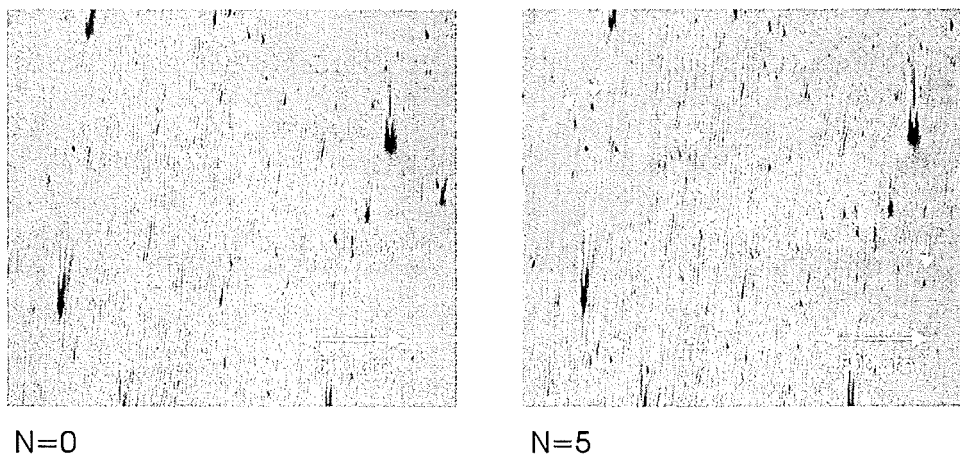


Abb. 5.35: Sehr kleine axiale Risse zu Ermüdungsbeginn ausschließlich in der bestrahlten Probe mit kleiner Gesamtdehnungsschwingbreite

c) Vernetzung in axialer Richtung

Bei allen Versuchen ist eine Zunahme von Segmenten in axialer Richtung nach fortgeschrittener Ermüdung zu verzeichnen. Mit höherer Gesamtdehnungsschwingbreite setzt die Bildung solcher Segmente früher ein. Es wird davon ausgegangen, daß es sich dabei um einen

Geometrieeffekt handelt. Je mehr Risegmente auf der Oberflche der Probe vorhanden sind, desto grer ist die Wahrscheinlichkeit, da diese miteinander in Wechselwirkung treten. Insbesondere bei horizontalen Segmenten ist ein Abschirmeffekt zu erwarten. Versetzt bereinander liegende Segmente sollten eine hohe Tendenz zu axialer Vernetzung zeigen. Wenn dies richtig ist, dann mu der Zeitpunkt des Auftretens der axialen Bestandteile des Rimusters unabhngig von der Gesamtdehnschwingbreite sein. Vielmehr mu er von dem Einflu der abschirmenden, horizontalen Segmente abhngen. Hier soll nun die Rolle der horizontalen Riteile bezglich der axialen Riteile untersucht werden. Da die Segmente nun nicht alle orthogonal zur Probenachse orientiert sind, werden sie auf die horizontale Achse projiziert (vgl. Abbildung 5.36). Die Summe der Lngen dieser projizierten Risse wird mit der Summe der Lngen derjenigen Risse verglichen, die im Winkelbereich von 0° bis 10° angesiedelt sind. Wie Abbildung 5.37 zeigt, treten bei kleinen horizontalen Lngen praktisch keine vertikalen Segmente auf. Die einzige Ausnahme ist die bestrahlte und bei kleiner Gesamtdehnschwingbreite ermdete Probe. Die zu Beginn der Ermdung auf dieser Probe auftauchenden Risegmente sind jedoch deutlich kleiner als die brigen axialen Segmente der anderen Proben. Die Rolle, die diese speziellen Risse spielen, wurde bereits weiter oben diskutiert. Bei einer projizierten Lnge von 1 mm beginnt die Entstehung axialer Risse. Es ist keine Abhngigkeit von der Gesamtdehnschwingbreite zu erkennen. Alle Lngen sind auf die Standardflche von 1 mm² bezogen. Es ist interessant, da gerade wenn diese Flche 1 mal horizontal belegt ist (projizierte Lnge=1 mm), das axiale Riwachstum einsetzt.

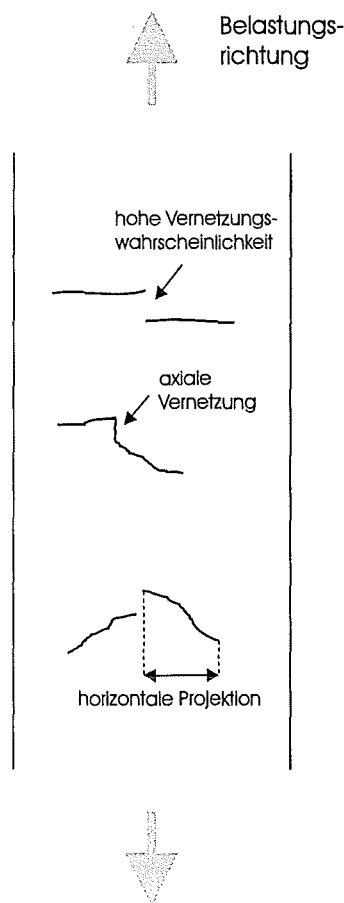


Abb. 5.36: Entstehung von senkrechten Risegmenten im Verlauf der Ermdung

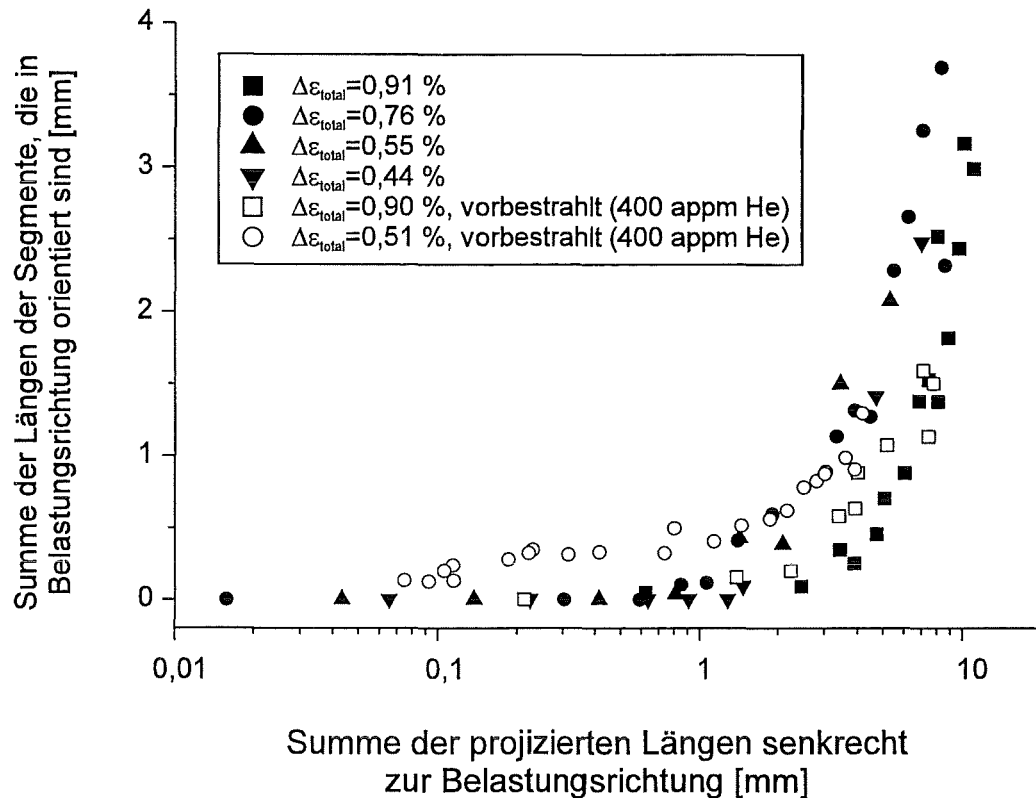


Abb. 5.37: Vergleich der vertikalen Rißanteile mit den horizontalen Rißanteilen

5.3.6 Längenverteilung der Segmente

a) Unbestrahlte Proben

Eine weitere Beschreibung der Rißsegmente besteht in der Darstellung ihrer Längen über der Lebensdauer. Abbildung 5.38 zeigt die Längenverteilung der Segmente für die unbestrahlte Probe, die bei $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,90$ % ermüdet wurde. Dabei werden die Längen der Segmente einer Längensklasse aufsummiert und auf 1 mm^2 normiert. Mit dieser Methode können ermüdungsgeschädigte Oberflächen, die mit nur wenigen aber dafür sehr langen Rissen versehen sind, besser charakterisiert werden. Bei der hohen Gesamtdehnschwingbreite entstehen von Beginn der Ermüdung an viele kleinere Segmente. Die Dominanz der kleinen Segmente bleibt während der kompletten Lebensdauer bestehen. Bis rund 70 % der Lebensdauer machen mikrostrukturell kurze Rißsegmente mit einer Länge bis $90 \mu\text{m}$ mindestens $3/4$ der Gesamtlänge aller Risse aus. Erstmals bei 84 % der Lebensdauer tauchen Segmente mit einer Länge von mehr als $240 \mu\text{m}$ auf. Hier beträgt der Anteil der Segmente bis $90 \mu\text{m}$ etwa 50 % der Gesamtlänge.

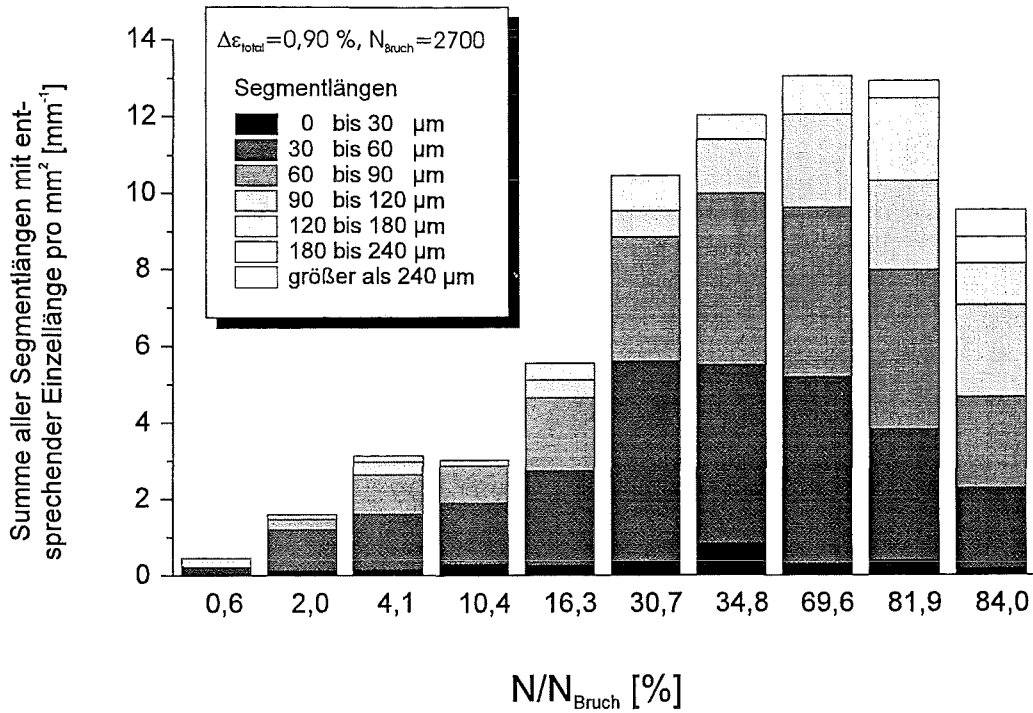


Abb. 5.38: Vergleich der vorkommenden Segmentlängen über der Lebensdauer

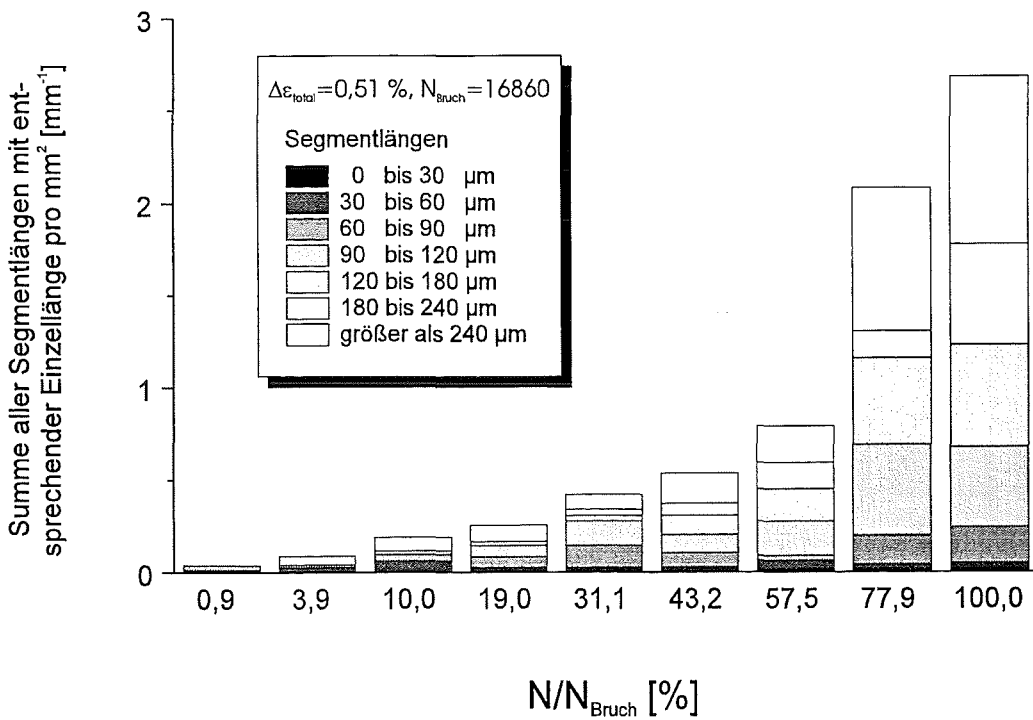


Abb. 5.39: Vergleich der vorkommenden Segmentlängen über der Lebensdauer

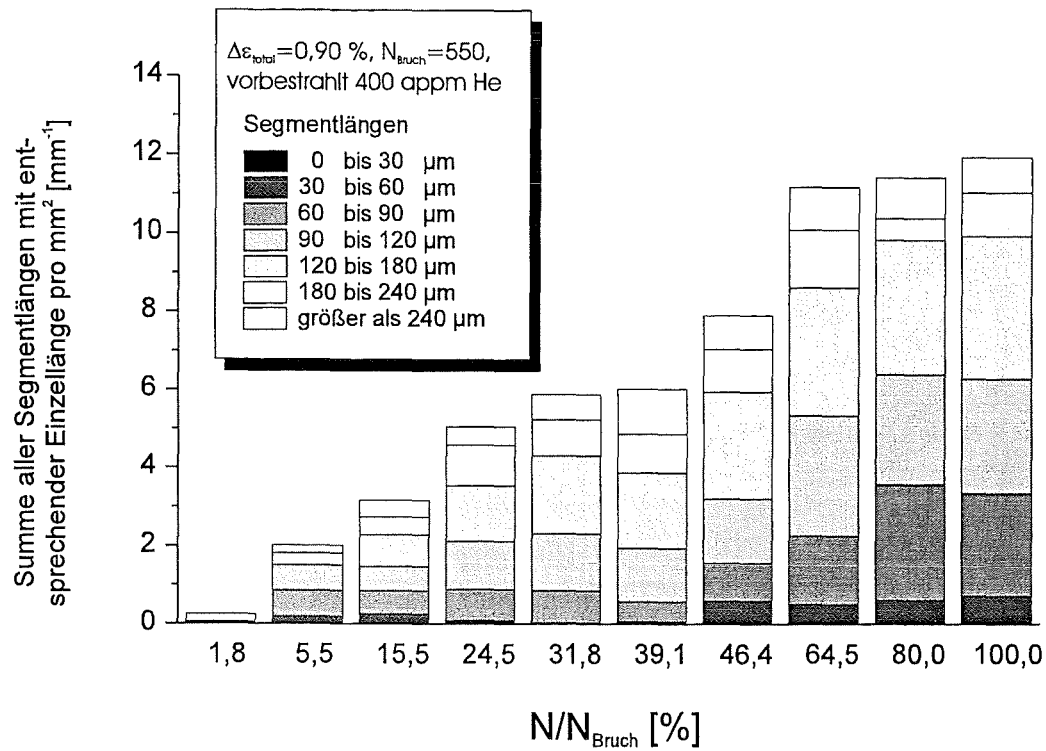


Abb. 5.40: Vergleich der vorkommenden Segmentlängen über der Lebensdauer

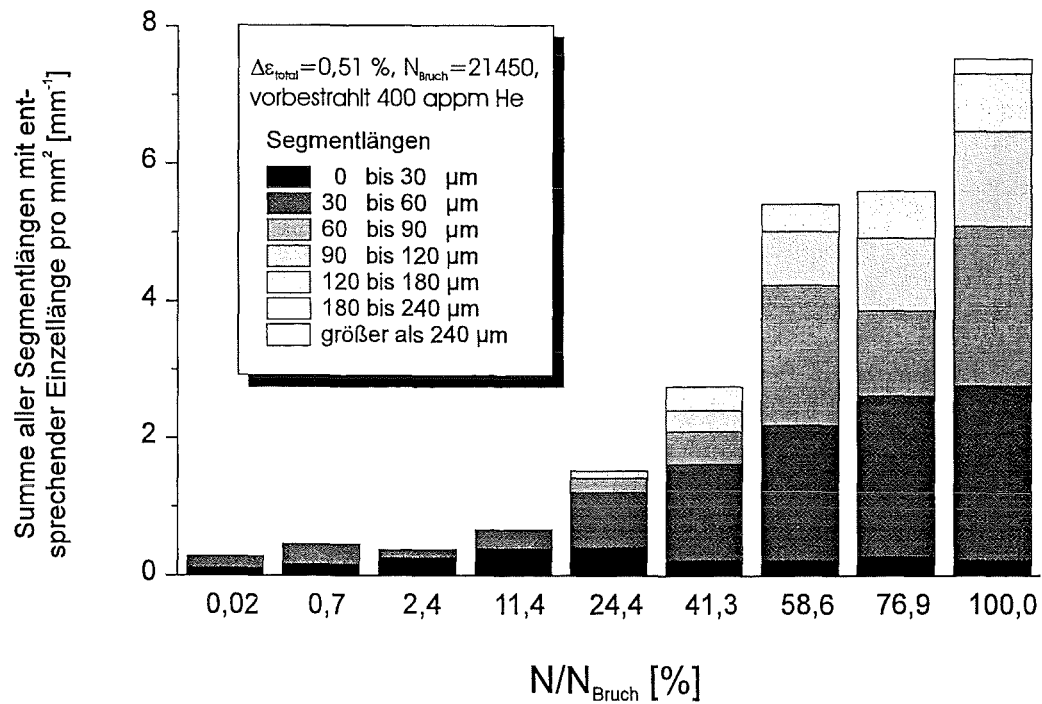


Abb. 5.41: Vergleich der vorkommenden Segmentlängen über der Lebensdauer

Bei der Ermüdung mit $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,51$ % entstehen bereits recht früh Risegmente mit einer Lnge, die grer ist als die durchschnittliche Kornabmessung (Abbildung 5.39). Ab ca. 20 % der Lebensdauer existieren Segmente, die in die hchste Lngenklasse (Lnge > 240 μm) eingeteilt werden. Bei kleinen Gesamtdehnschwingbreiten wird das Rigeschehen generell durch das Wachstum lngerer Segmente charakterisiert. Nach ca. 30 % der Lebensdauer betrgt der Anteil von Segmenten, die grer sind als 90 μm , $2/3$ der Gesamtlnge. Am Ende der Ermdung ist das Verhltnis von Segmenten, die grer als 90 μm sind, zu Segmenten, die kleiner als 90 μm sind, dreizehn zu eins.

b) Bestrahlte Proben

Die Verteilung der Segmentlngen ber der Lebensdauer der bestrahlten Proben zeigt einen deutlichen Unterschied zu den unbestrahlten Proben. Die Tendenz zur Bildung eher krzerer bzw. lngerer Segmente ist gerade umgekehrt. Bei der hohen Gesamtdehnschwingbreite tauchen bereits nach 15 % der Lebensdauer Segmente mit einer Lnge von mehr als 240 μm auf (Abbildung 5.40). Betrachtet man den Verlauf der Verteilung bis zum Versagen, dann ist der Anteil der ganz langen Segmente allerdings nicht so hoch wie auf der Oberflche der bei kleiner Gesamtdehnschwingbreite ermdeten, unbestrahlten Probe. Die Verteilung ist etwas ausgewogener, d.h. es kommen jeweils hnlich viele Segmente in allen Lngenbereichen vor. Es berwiegt leicht ein mittlerer Bereich mit Segmentlngen zwischen 120 μm und 180 μm .

Die bestrahlte und bei $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,51$ % zyklizierte Probe zeigt keine Segmente mit einer Lnge grer als 240 μm . Wie aus Abbildung 5.41 zu erkennen, spielen die krzeren Risse die wesentliche Rolle. ber die komplette Lebensdauer dominieren Segmente im mikrostrukturell relevanten Bereich bis 90 μm . Im Unterschied zur unbestrahlten Probe, die mit einer hohen Gesamtdehnschwingbreite ermdet wurde, entstehen die Segmente allmhlich im Laufe des Experiments. Bei der stark belasteten und nicht bestrahlten Probe hingegen geschieht die Erzeugung der kurzen Segmente viel schneller.

5.3.7 Wachstum unabhngiger Segmente

Die Bildung von komplexen Rissen beginnt immer mit der Entstehung von Einzelrissen. Am Anfang der Ermdung entspricht ein Ri einem Segment. Im weiteren Verlauf kommen immer mehr Einzelrisse bzw. Segmente hinzu, oder die Risse vergrern sich bei einer niedrig bleibenden Segmenterzeugung. Welche der beiden Entwicklungen zum Tragen kommt, hngt von der Gesamtdehnschwingbreite ab. Beginnen die einzelnen Risse zusammenzuwachsen oder hat man eine sehr hohe Segmentdichte, dann kann von einer gegenseitigen Beeinflussung der Risse oder Segmente ausgegangen werden. Das Verhalten der Risse bezglich der Belastung ist dann nicht mehr nur alleine vom Werkstoff abhngig, sondern ebenfalls durch die Anordnung der Risse bzw. Segmente selbst. Mchte man speziell den Einflu der Bestrahlung auf das Material und die Entstehung der Risse untersuchen, ist es sinnvoll, unabhngige Einzelrisse zu analysieren. Aus diesem Grund werden vernetzte Risse hier nicht weiter in Betracht gezogen. Ganz zu Beginn der Ermdung hat man mit Sicherheit einzelne Risse, die im Wesentlichen keinen Einflu aufeinander ben. Ihre Anzahl ist jedoch zu gering, um verlssliche Aussagen zu treffen. Untersucht man die Risse bzw. Segmente nach Einsetzen der Vernetzung, dann kann nicht mehr von unabhngigen Rissen gesprochen werden. Aus den genannten Grnden werden daher Einzelrisse in einem Stadium der Ermdung untersucht, kurz bevor eine Vernetzung oder ein Zusammenwachsen der Risse

erfolgt. Einige wenige bereits zusammenhängende Segmente werden dabei nicht berücksichtigt. Sie machen jeweils einen nur geringen Anteil aus. Je nach Gesamtdehnschwingbreite setzt die beginnende Bildung des Rißnetzwerks früher oder später ein. Daher wird die Untersuchung der verschiedenen Proben mit ihren jeweiligen Gesamtdehnschwingbreiten bei unterschiedlichen Lastspielzahlen durchgeführt (siehe Abbildung 5.42). Die Lastspielzahlen sind den Abbildungen 5.43 bis 5.46 zu entnehmen. Wie bereits aus den metallographischen Schliffen und den Untersuchungen der Segmentrichtungen bekannt, existiert eine Orientierungsabhängigkeit der Rißsegmente. Bisher wurde den unterschiedlich orientierten Segmenten noch keine Länge zugeordnet. Die Länge ist aber entscheidend, ob es sich bei den kleinen Rissen um mikrostrukturell kurze oder aber um längere Risse handelt. Daher sollen hier die Segmente in zwei Klassen eingeteilt werden: Segmente, die kürzer als $80\ \mu\text{m}$ sind, und Segmente, die länger als $80\ \mu\text{m}$ sind. $80\ \mu\text{m}$ entspricht in etwa der Korngröße. Auf der Basis der unterschiedlich langen Segmente werden dann die Segmentrichtungen analysiert.

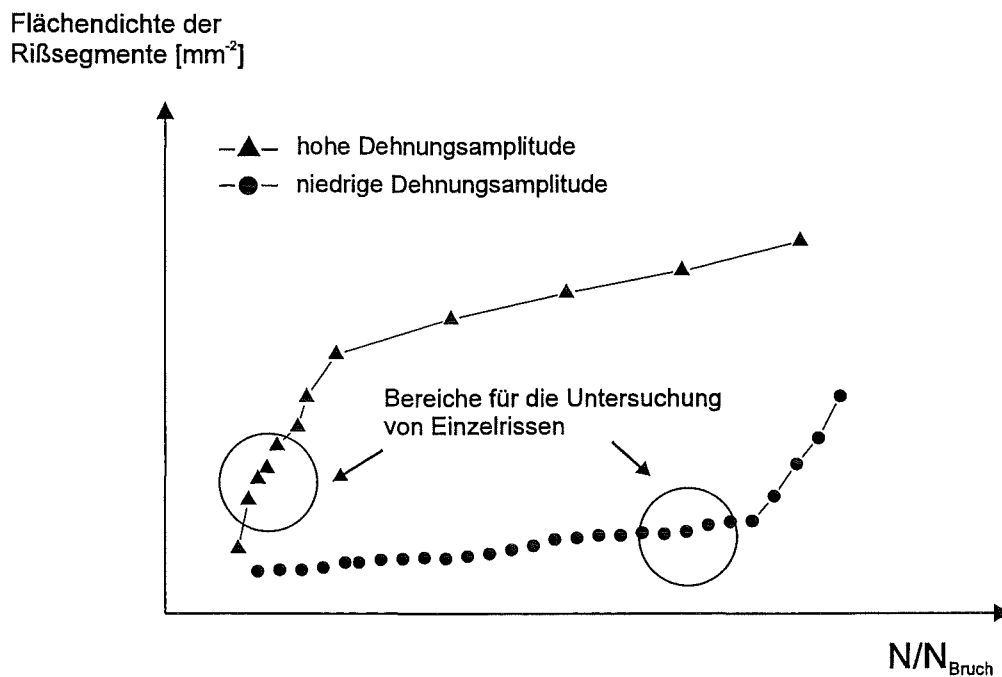


Abb. 5.42: Ermüdungsphase vor dem Zusammenwachsen bzw. der Vernetzung von Einzelrissen

a) Unbestrahlte Proben

Die Probe, die mit $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,90\ \%$ zyklert wurde, zeigt in erster Linie mikrostrukturell kurze Risse mit einer Länge von weniger als $80\ \mu\text{m}$ (Abbildung 5.43). Die Richtungen der Risse sind relativ breit verteilt und haben einen Schwerpunkt bei 20° bis 60° . Ein zweiter Schwerpunkt existiert bei 90° . Die Risse unter 90° dürften auf Grund der hohen Normalspannung entstanden sein.

$\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,90\%$, $N_{\text{Bruch}}=2700$, $N=110$

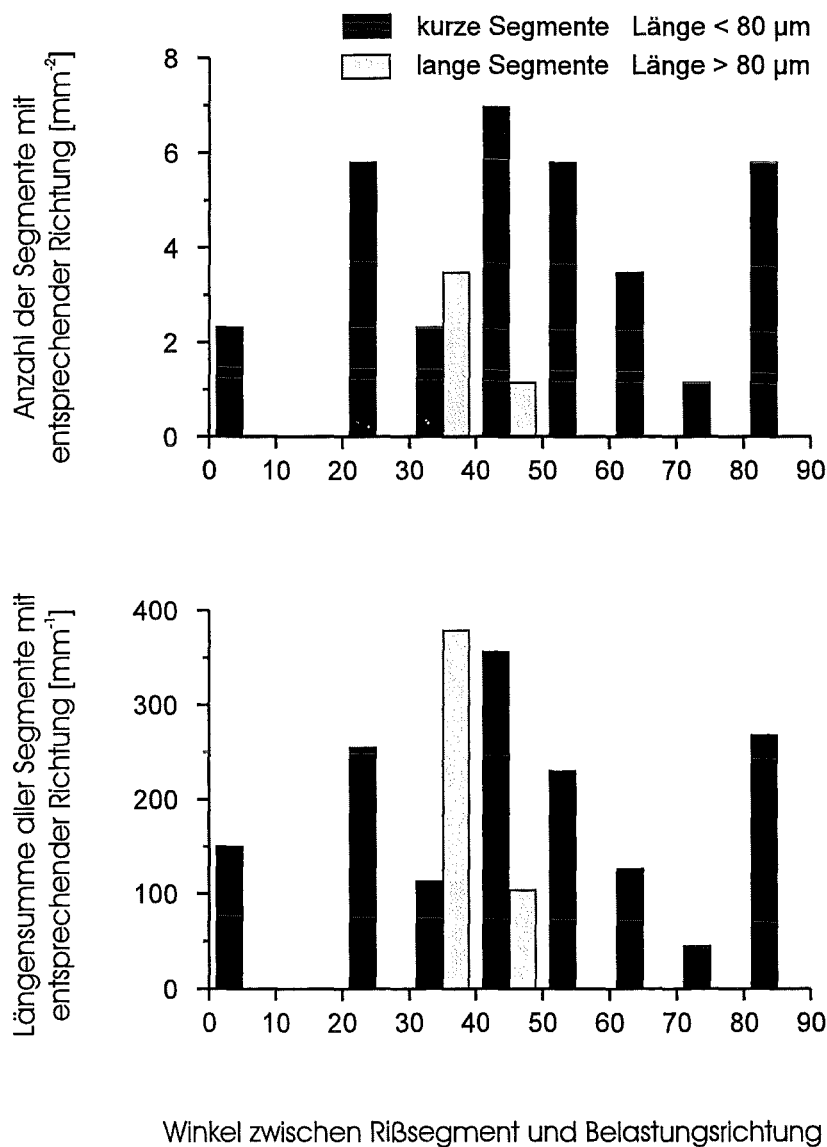


Abb. 5.43: Unverzweigte, ungeknickte Einzelrisse (Segmente) vor der Bildung eines Rißnetzwerks; unbestrahlte Probe und hohe Gesamtdehnschwingbreite

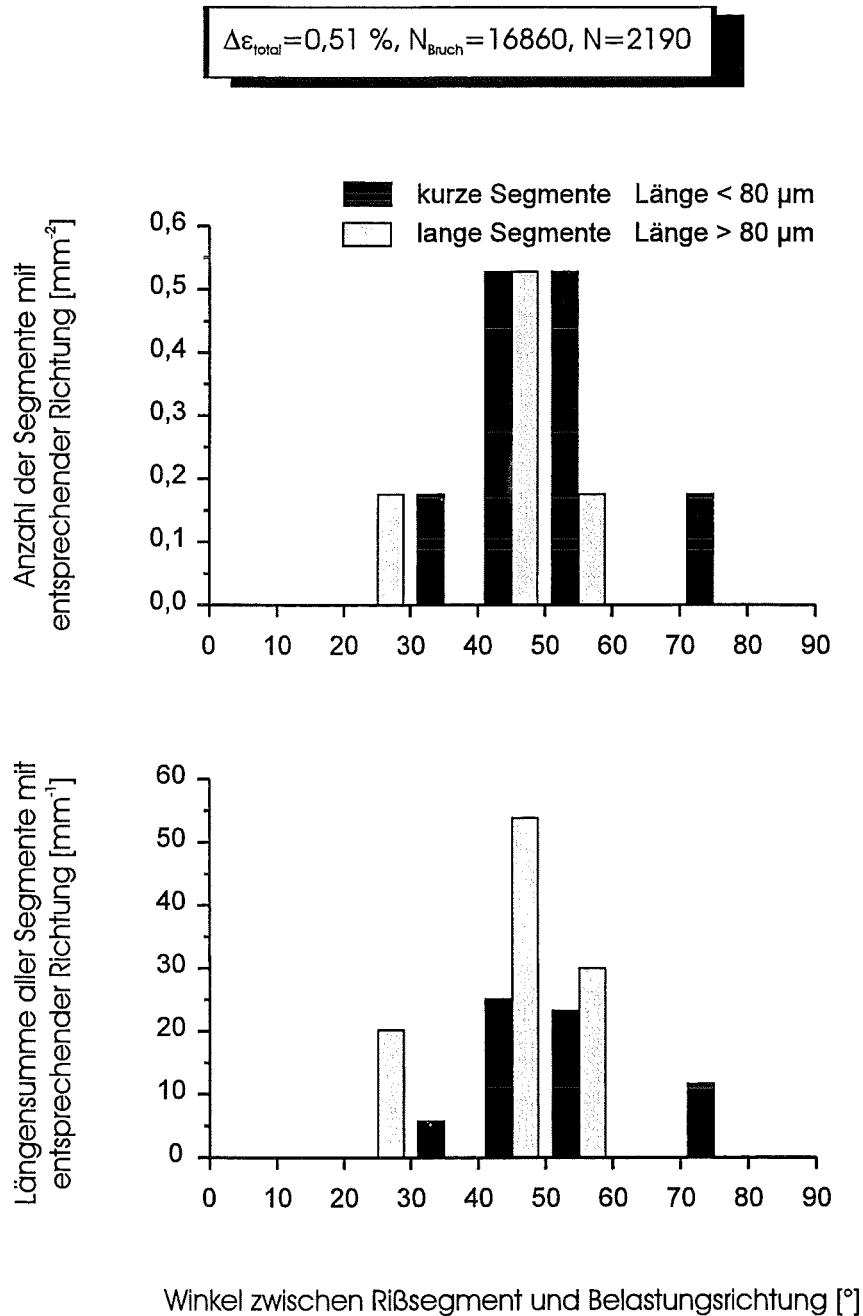


Abb. 5.44: Unverzweigte, ungeknickte Einzelrisse (Segmente) vor der Bildung eines Rißnetzwerks; unbestrahlte Probe und niedrige Gesamtdehnschwingbreite

Die Verteilung der kurzen Risse entspricht nicht ganz der Verteilung, wie man sie bei der metallographischen Untersuchung gefunden hat. Dort war die höchste Konzentration bei Winkeln von 50° bis 60° angesiedelt (siehe Kapitel 5.2). Man muß davon ausgehen, daß durch das Abschleifen der Proben für die metallographische Untersuchung Oberflächenrisse beseitigt werden. Dies sind gerade die kurzen Risse, die nicht weit in die Probe hineinreichen. Offensichtlich handelt es sich dabei um diejenigen Risse, die unter 45° zur Belastungsrichtung schubspannungsgesteuert entstehen. Sie befinden sich in erster Linie an der Oberfläche. Umgekehrt bedeutet das, daß die kurzen Risse entlang innerer Grenzflächen (aufgereichte $M_{23}C_6$ -Karbide) in kürzerer Zeit in die Probe hineinwachsen. Sie werden im Rahmen der metallographischen Schriffe überbewertet. Andererseits machen sie einen gewissen höheren Grad der Schädigung aus, da sie schneller die erste Kornschicht durchdringen. Der Anteil längerer Rißsegmente ist zahlenmäßig als gering einzustufen. Betrachtet man jedoch die Summe ihrer Längen, dann stehen sie praktisch gleichberechtigt neben den kurzen Rissen im Bereich von 30° bis 50° . Dies ist der Bereich der maximalen Schubspannung. Hier geschieht das Rißwachstum vorwiegend durch plastische Deformation. Die mikrostrukturell bedingte Trennung entlang der aufgereihten Sekundärkarbide hat weniger Gewicht. Die Inhomogenitäten wie Martensitlatten oder Korngrenzen verlieren an Bedeutung. Es werden größere Rißlängen erreicht. Man darf jedoch nicht vergessen, daß es sich nur um einige wenige Risse handelt. Warum der Anteil der Risse, die im metallographischen Schliff unter 40° bis 50° angeordnet und nicht entlang innerer Grenzflächen orientiert sind, recht klein ist, mag folgende Gründe haben: Die längeren Risse, die während des Versuchs an der Probenoberfläche detektiert werden, sind nicht viel länger als $80\ \mu\text{m}$ und werden später durch die Präparation ebenfalls beeinträchtigt. Ihre Anzahl ist gering und damit anfällig für statistische Schwankungen. Der metallographische Schliff beschreibt die Probe nach Beendigung des Ermüdungsexperiments. Die hier untersuchten Risse stammen aus der Phase vor der Bildung des Rißnetzwerks.

Bei kleiner Gesamtdehnschwingbreite konzentrieren sich die Einzelrisse bzw. Segmente in der Phase vor ihrem Zusammenwachsen auf einen Bereich zwischen 40° und 50° . Dies ist der bereits angesprochene Winkelbereich mit maximaler Schubspannung bei hoher plastischer Deformation. Der Einfluß der inneren Grenzflächen besitzt hier ein geringeres Gewicht. Dies wird deutlich im Vergleich mit dem metallographischen Schliff. Genau bei diesen Winkeln überwiegen die Nicht-Grenzflächenrisse diejenigen Risse, die durch die aufgereihten Sekundärkarbide beeinflusst werden. Wie aus Abbildung 5.44 zu ersehen, überwiegt die Anzahl der kurzen Segmente. Zwischen 40° und 50° kommen gleich viele kurze wie längere Risse vor. Summiert man jedoch die Längen der einzelnen Risse auf, so wird deutlich, welche Rolle die längeren Risse spielen. Sie dominieren ganz klar das Rißgeschehen. Lange Risse bei 40° bis 50° sind typisch für eine kleine Gesamtdehnschwingbreite.

b) Bestrahlte Proben

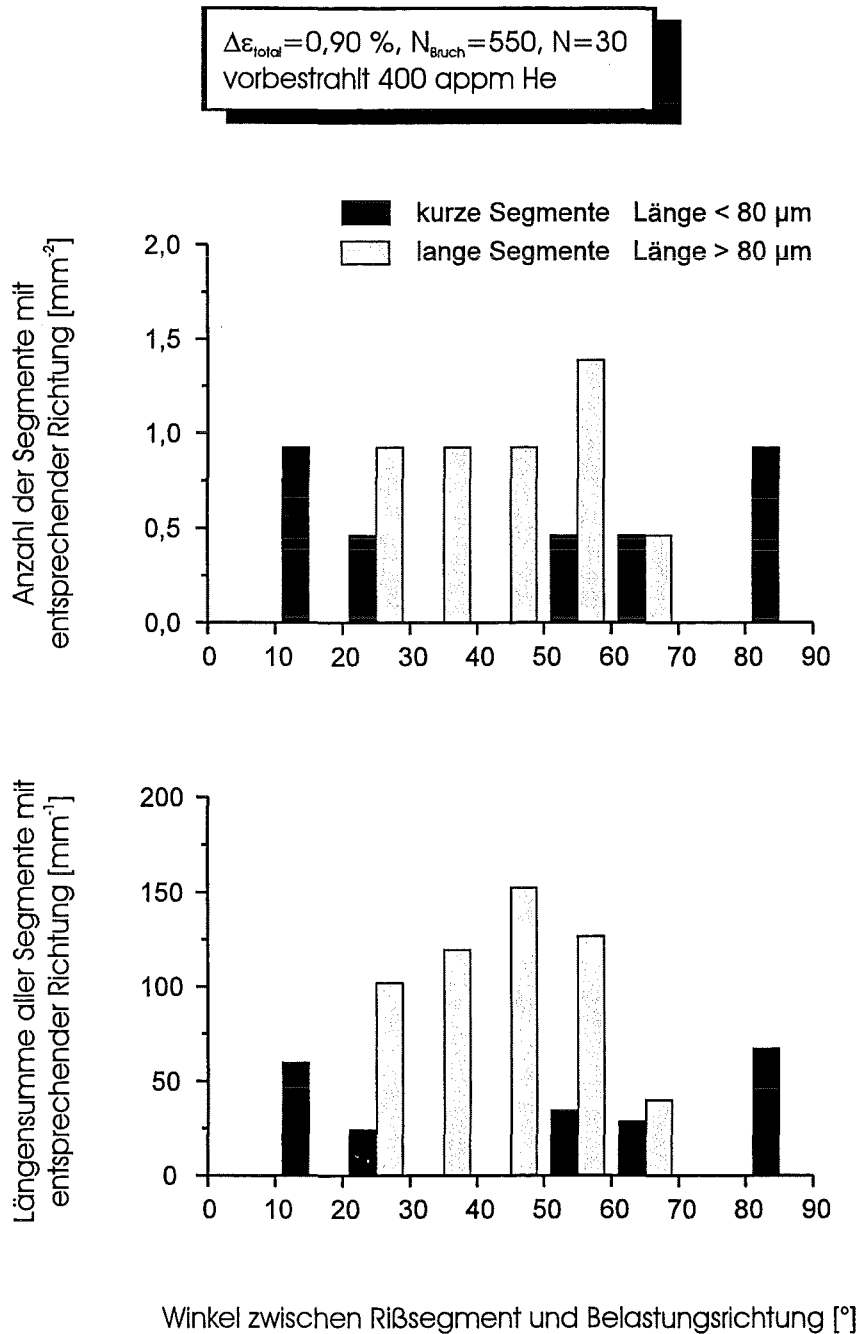


Abb. 5.45: Unverzweigte, ungeknickte Einzelrisse (Segmente) vor der Bildung eines Rißnetzwerks; bestrahlte Probe und hohe Gesamtdehnschwingbreite

$\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,51\%$, $N_{\text{Bruch}}=21450$, $N=4300$
 vorbestrahlt 400 appm He

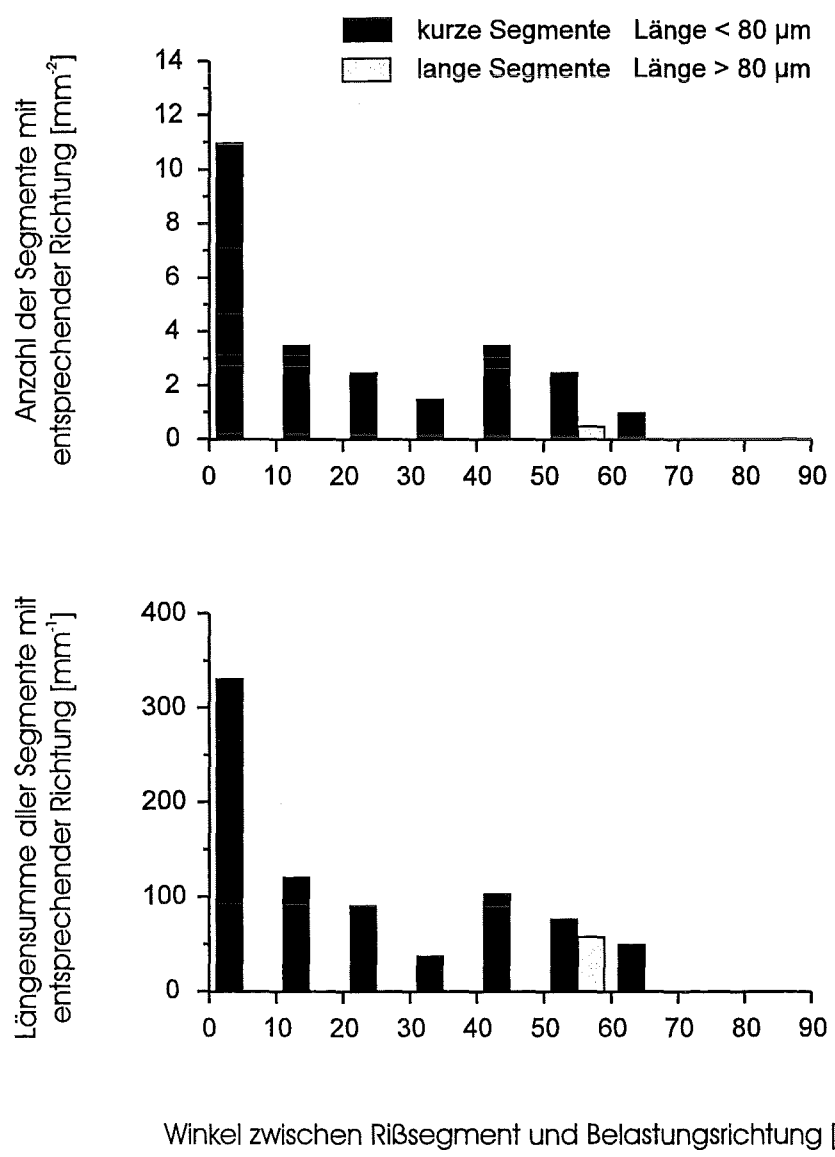


Abb. 5.46: Unverzweigte, ungeknickte Einzelrisse (Segmente) vor der Bildung eines Rißnetzwerks; bestrahlte Probe und niedrige Gesamtdehnschwingbreite

Auf der bestrahlten Probe mit großer Gesamtdehnschwingbreite (Abbildung 5.45) befinden sich mehr längere Risse als kurze. Die Verteilung der Anzahl ist zum einen recht breit, zum anderen existiert ein deutliches Maximum bei 50° bis 60° . Es dürfte sich dabei um die Risse handeln, die im metallographischen Schliff mit einem Maximum bei 60° bis 70° verzeichnet werden. Die Verschiebung um 10° kann durch das Untersuchen der nicht hundertprozentig rechtwinklig zugeschnittenen und für den metallographischen Schliff vorgesehenen Plättchen zustande kommen. Bei der Gewichtung der Riverteilung mit der Rilnge wird die Rolle der lngeren Risse ersichtlich. Hier liegt das Maximum bei 40° bis 50° . Rechnet man jedoch die kurzen und lngeren Risse zusammen, dann verschiebt sich das Maximum hin zu 50° bis 60° . Offensichtlich spielt bei der bestrahlten und mit hoher Gesamtdehnschwingbreite ermdeten Probe die Rientstehung in einem Winkelbereich von oberhalb 50° eine entscheidende Rolle. Unter Bercksichtigung der metallographischen Schliffe ist das der Bereich, in dem besonders entlang der feinen Sekundrausscheidungen die Riinitiation stattfindet. Die Bestrahlung und Verfestigung der Probe lt verstrkt Risse entlang der spannungsempfindlichen Grenzflchen entstehen.

Abbildung 5.46 zeigt die Verteilung der Einzelrisse auf der Probe, die bestrahlt und mit $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,51\%$ ermdet wurde. Zwei Besonderheiten fallen sofort auf: Lngere Risse spielen praktisch gar keine Rolle. Das Maximum kurzer Risse befindet sich in Probenlngsrichtung. Letztere Eigenschaft wurde bereits in Kapitel 5.3.5 Abschnitt b) diskutiert. Darauf soll hier nicht weiter eingegangen werden. Die kurzen Risse haben ansonsten ihr Maximum bezglich Anzahl und summierter Lnge bei 40° bis 50° . Ihre Entstehung lt sich damit auf die plastische Deformation der Probe zurckfhren. Wenn lngere Risse berhaupt vorkommen, dann bei einem Winkel von 50° bis 60° . Diese Risse drften untersttzt durch die Mikrostruktur entstanden sein. Offenbar bewegt sich die Spannung in der Probe in einem Niveau, das das Anreien des bestrahlungsverfestigten Werkstoffs entlang der inneren Grenzflchen nicht forciert. Die reduzierte plastische Dehnschwingbreite hingegen lt entsprechend krzere Risse vorkommen. Die im metallographischen Schliff gefundenen Grenzflchenrisse bei 60° bis 80° sind mit Sicherheit berbewertet. Auf der abgeschliffenen Oberflche wurden insgesamt nur sehr wenige Risse gefunden. Es kann sich dabei durchaus um die wenigen handeln, die whrend des Ermdungsversuchs ebenfalls in diesem Winkelbereich registriert wurden.

Man kann zusammenfassen, da die Bestrahlung die Entstehung von Grenzflchenrissen in hoch belasteten Proben begnstigt, whrend in niedrig belasteten Proben das Wachstum der Risse im mittleren Winkelbereich verlangsamt wird.

5.3.8 Wachstum mikrostrukturell kurzer Risse

Wie in Kapitel 2.3 beschrieben, gehorchen mikrostrukturell kurze Risse nicht den Wachstumsgesetzen langer Risse. Kurze Risse können anfangs eine für ihre Länge untypisch hohe Wachstumsgeschwindigkeit aufweisen (siehe Abbildungen 2.6 und 2.7). Im Verlauf ihres Wachstums kommen sie mit mikrostrukturellen Barrieren in Kontakt. Die Reißgeschwindigkeit wird verringert, es kann sogar zum Reißstoppen kommen. In diesem Kapitel soll exemplarisch das Wachstum jeweils eines Risses für eine unbestrahlte und eine bestrahlte Probe verfolgt werden. Die Risse sind zu Beginn der Ermüdung mikrostrukturell kurz und entwickeln sich im Laufe der Ermüdung zu makroskopischen Rissen. Abbildung 5.47 zeigt einen kleinen Ausschnitt der Oberfläche der unbestrahlten Probe, die bei $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,51\%$ ermüdet wurde. Zu jeder Aufnahme ist die Zyklenzahl angegeben. Die Bruchlastspielzahl beträgt $N_{\text{Bruch}}=16860$. Abbildung 5.48 zeigt einen Oberflächenausschnitt der bestrahlten Probe. Sie wurde bei der gleichen Gesamtdehnschwingbreite wie die unbestrahlte Probe ermüdet. Die Bruchlastspielzahl beträgt $N_{\text{Bruch}}=21450$. Die Abbildung 5.49 zeigt den Verlauf der Reißlänge über der Zyklenzahl. Die einzelnen Meßpunkte korrelieren mit den jeweiligen Zyklenzahlen in den Abbildungen 5.47 und 5.48. Gleichzeitig ist die Reißgeschwindigkeit dargestellt. Die Reißgeschwindigkeit ist in Anlehnung an das Paris-Gesetz doppelt-logarithmisch über der Reißlänge a aufgetragen.

$$\frac{da}{dN} = C \cdot \Delta K^m \quad \text{mit} \quad \Delta K = \Delta\sigma \cdot \sqrt{\pi a} \cdot Y(a) \quad (\text{siehe Formel 2.5 und 2.6})$$

$$\frac{da}{dN} = \text{const.} \cdot a^{m/2} \quad (5.5)$$

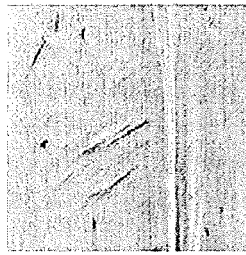
Diese Auftragung ist statthaft, wenn man davon ausgeht, daß sowohl die Spannung an der Reißspitze als auch der Geometriefaktor über der Lebensdauer konstant bleiben. Für die sehr kleinen Risse auf der Probenoberfläche trifft dies näherungsweise zu.

a) Unbestrahlte Probe

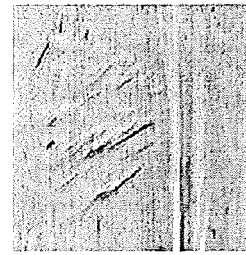
Der untersuchte Ri taucht bei $N=155$ auf (siehe Pfeil) und erreicht recht schnell eine Lnge von etwas ber $200\ \mu\text{m}$. Ab $N=1165$ setzt eine Verlangsamung des Riwachstums ein. Der Ri kommt bei $N=1680$ bis $N=2190$ zum Stoppen. Seine Lnge betrgt nun knapp $240\ \mu\text{m}$. Das ist etwa das dreifache der Korngre. Es ist durchaus denkbar, da der Ri, der bei dieser Lnge noch als mikrostrukturell kurz gilt, an einer Korngrenze gestoppt wird. Bei $N=3210$ erfolgt ein Zusammenwachsen mit einem zweiten kleinen Ri, der leicht schrg nach links oben verschoben ist (siehe Pfeil). Die Riwachstumsgeschwindigkeit ist nun in etwa so gro wie vor dem Stoppen. Ab $N=8300$ wchst der Ri an beiden Enden schrg nach oben (siehe Pfeile). Hier nimmt die Riwachstumsgeschwindigkeit stark zu. Es erfolgt der bergang zum makroskopischen Riwachstum.



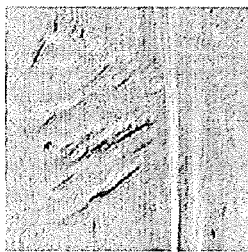
N=155



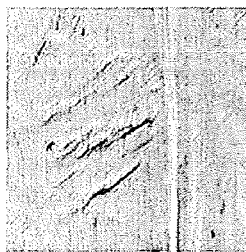
N=660



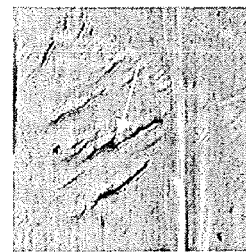
N=1165



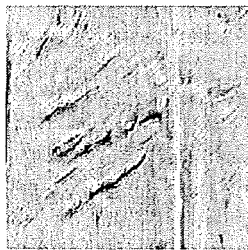
N=1680



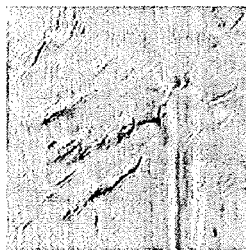
N=2190



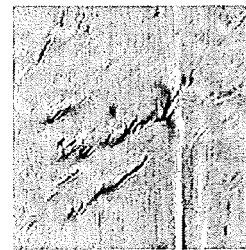
N=3210



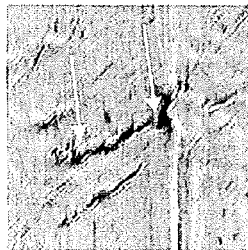
N=4225



N=5240



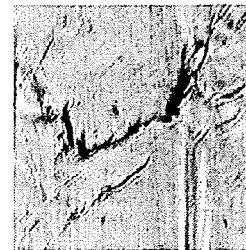
N=6260



N=8300



N=9690



N=11220

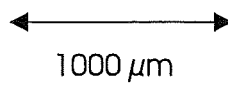
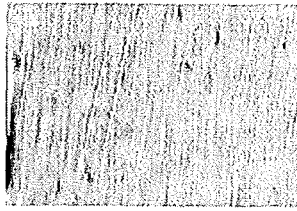
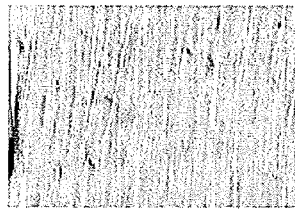


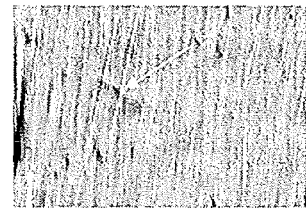
Abb. 5.47: Wachstum kurzer Risse; unbestrahlte Probe, $\Delta\epsilon_{\text{total}}=0,51\%$, $N_{\text{Bruch}}=16860$



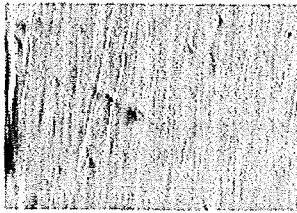
N=160



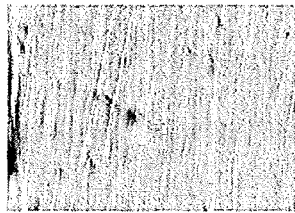
N=315



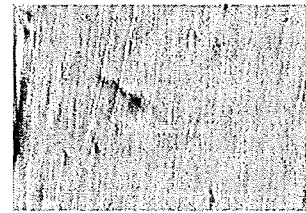
N=510



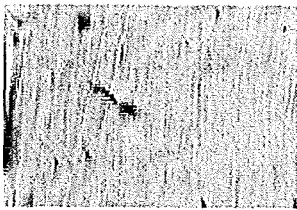
N=980



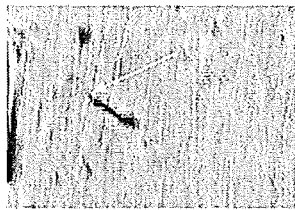
N=1515



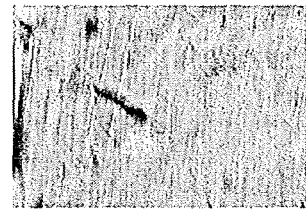
N=2440



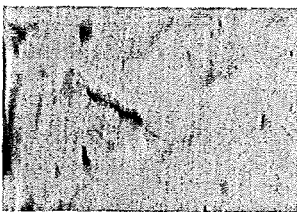
N=3370



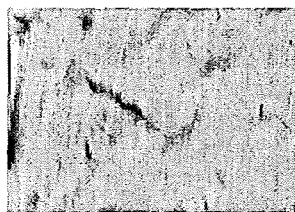
N=4300



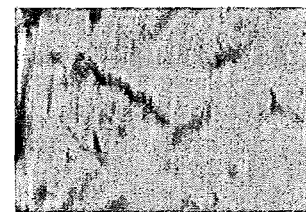
N=5230



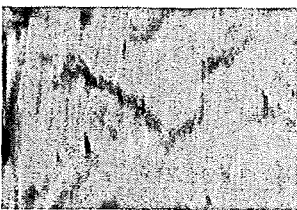
N=6390



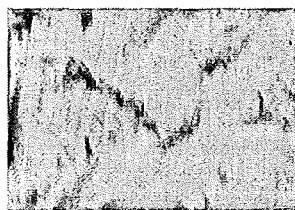
N=7630



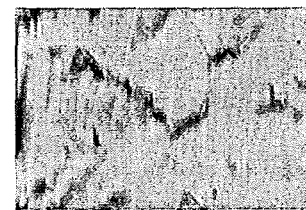
N=8865



N=10100



N=11340



N=12580

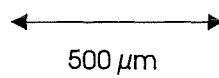


Abb. 5.48: Wachstum kurzer Risse; bestrahlte Probe (400 appm He), $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,51\%$, $N_{\text{Bruch}}=21450$

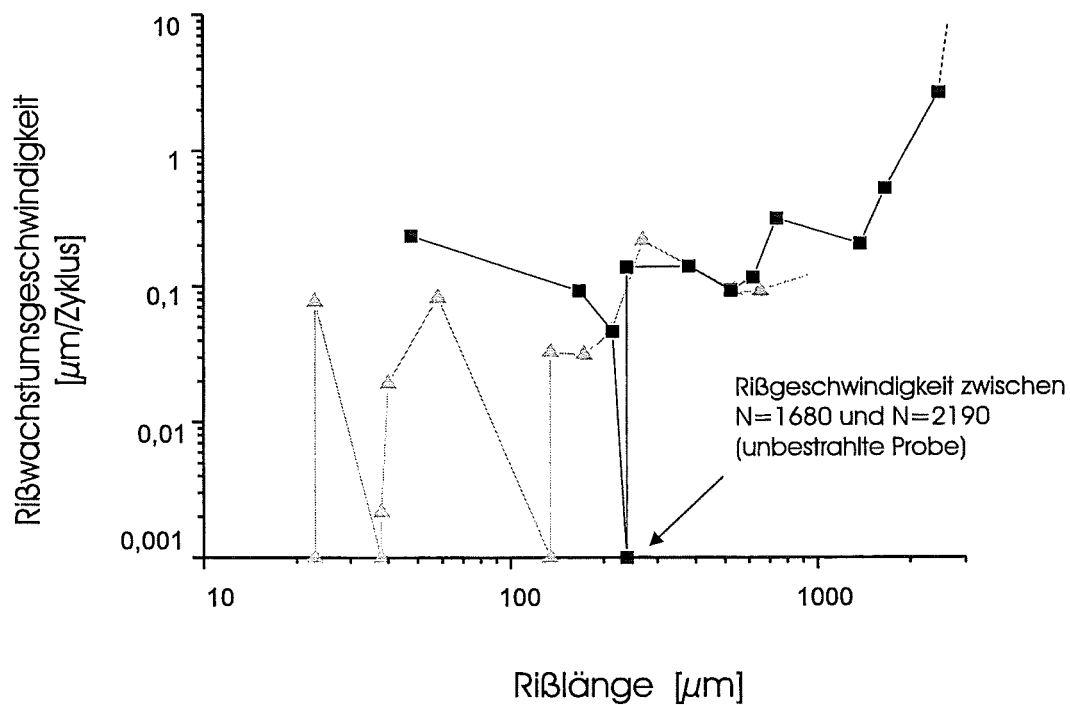
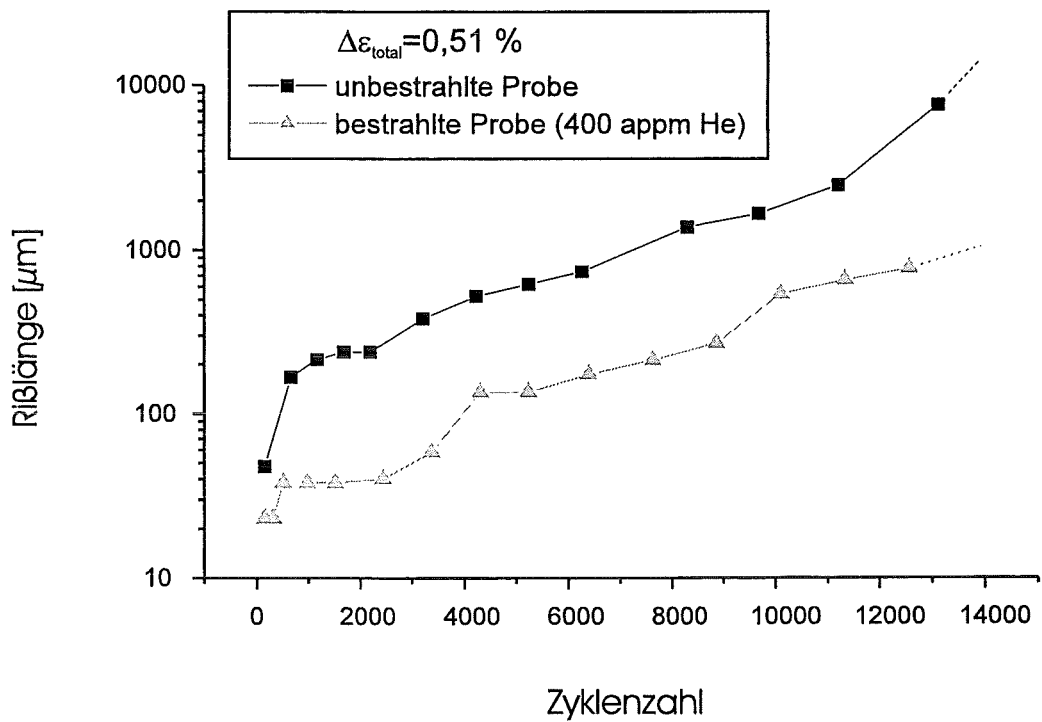


Abb. 5.49: Rißlänge und Rißwachstumsgeschwindigkeit der in Abbildung 5.48 und 5.49 gezeigten Risse

b) Bestrahlte Probe

Der auf der bestrahlten Probe untersuchte Ri zeigt ab $N=510$ ein stark verlangsamtes Wachstum. Die Rigre betrgt hier rund $40 \mu\text{m}$. Das Ristoppen kann auf eine mikrostrukturelle Barriere wie eine Korngrenze oder auf die rechts vom Ri liegende, markierte Polierspur (siehe Pfeil) zurckgefhrt werden. Bei $N=4300$ erfolgt ein zweites Ristoppen. Hier stt der Ri an seiner linken Seite an eine weitere Polierspur (siehe Pfeil). Die Rigre betrgt knapp $140 \mu\text{m}$. Die Lnge des Risses auf der bestrahlten Probe ist bei gleicher Zyklenzahl kleiner als die Lnge des Risses auf der unbestrahlten Probe. Dieser Unterschied darf nicht zur Bewertung herangezogen werden, da es sich bei den beiden Rissen um individuelle Risse handelt. Dafr knnen die Riwachstumsgeschwindigkeiten bei gleicher Rilnge verglichen werden. Im Schnitt ist die Wachstumsgeschwindigkeit in der bestrahlten Probe etwas kleiner als in der unbestrahlten Probe.

5.3.9 Statistische Beschreibung der Rientstehung

Die Entstehung und das Wachstum mikrostrukturell kurzer Risse lt sich nicht mit den Gesetzen fr makroskopische Risse beschreiben. Die Entwicklung dieser kleinen Risse ist kontinuumsmechanisch nicht erfbar. Eine Mglichkeit zur Charakterisierung der Schdigung des Werkstoffs liegt in der Benutzung statistischer Verfahren. Beispielsweise ist die Anzahl der Mikrorisse oder Segmente mit einer Verteilungsfunktion beschreibbar. Goto [29] zeigt fr zwei verschiedene Kohlenstoffsthle mit unterschiedlicher Mikrostruktur, da sich die Initiierungszeit von Mikrorissen mit einer zweiparametrischen Weibullverteilung darstellen lt. Die Verteilungsfunktion lautet folgendermaen (siehe auch [100]):

$$F(N) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{N}{\alpha}\right)^\beta\right] \quad (5.6)$$

N ist die Zyklenzahl, α der Skalierungsparameter und β der Formparameter. $F(N)$ ist die kumulative Wahrscheinlichkeit des Riauftretens. Aus einer gegebenen Stichprobe wird $F(N)$ durch Aufsummierung aller Risegmente i bestimmt, die bis zum jeweiligen Zeitpunkt entstanden sind, dividiert durch die Gesamtzahl aller Risegmente n am Ende der Ermdung plus eins: $F=i/(n+1)$. $F(N)$ ist das Integral ber die Verteilungsdichte $f(N)$:

$$F(N') = \int_0^{N'} f(N) \cdot dN \quad (5.7)$$

Der Vorteil der Weibull-Verteilung liegt in ihrer variablen Einsetzbarkeit. Interessant ist die Eintragung der kumulativen Wahrscheinlichkeit des Risegmententstehens in einen sogenannten Weibullplot. Dies bedeutet die Auftragung von $\ln \ln 1/(1-F(N))$ ber der logarithmischen Zyklenzahl. Aus der Form der Verteilung von $F(N)$ lassen sich Rckschlsse auf unterschiedliche Entstehungsmechanismen der Risegmente und deren zeitlichen Ablauf ziehen. Zur Bestimmung von $F(N)$ wird die Anzahl der Risegmente am Ende der Ermdung zugrunde gelegt. Da am Ende der Ermdung jedoch eine deutliche Beeinflussung der Segmententstehung von der Rivernetzung und der Bildung eines Makrorisses vorherrscht, wird in der Regel nicht die Segmentzahl bei $N/N_{\text{Bruch}}=1$ benutzt, sondern eine Segmentzahl bei einem

früheren Zeitpunkt. Dieser hängt von der Gesamtdehnschwingbreite und dem Auftreten des Makrorisses ab. Bei einer hohen Gesamtdehnschwingbreite wird das Maximum der Anzahl der Risegmente verwendet. Bei einer kleinen Gesamtdehnschwingbreite wird die Anzahl der Risegmente vor ihrem starken Anstieg durch den Einflu des Makrorisses benutzt (vgl. Kapitel 5.3.2). Das Verhltnis N/N_{Bruch} fr die jeweilige Verteilung ist in der folgenden Tabelle angegeben:

Tab. XII: Zeitpunkte der Ermdung N/N_{Bruch} , bei denen die Gesamtzahl der Segmente fr die Bestimmung von $F(N)$ zugrunde gelegt wird

	unbestrahlt				bestrahlt	
$\Delta\epsilon_{total}$ [%]	0,44	0,60	0,76	0,91	0,51	0,90
N/N_{Bruch} [%]	75	83	84	80	100	80

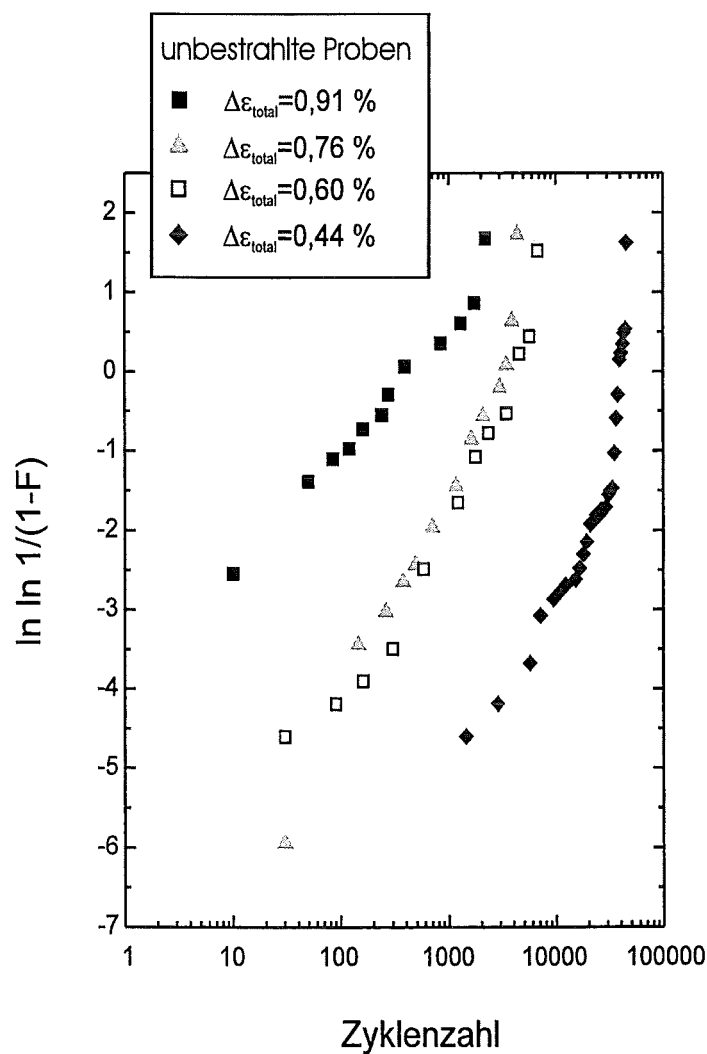


Abb. 5.50: Verteilung der Risegmententstehung eingetragen in einen Weibull-Plot; unbestrahlte Proben

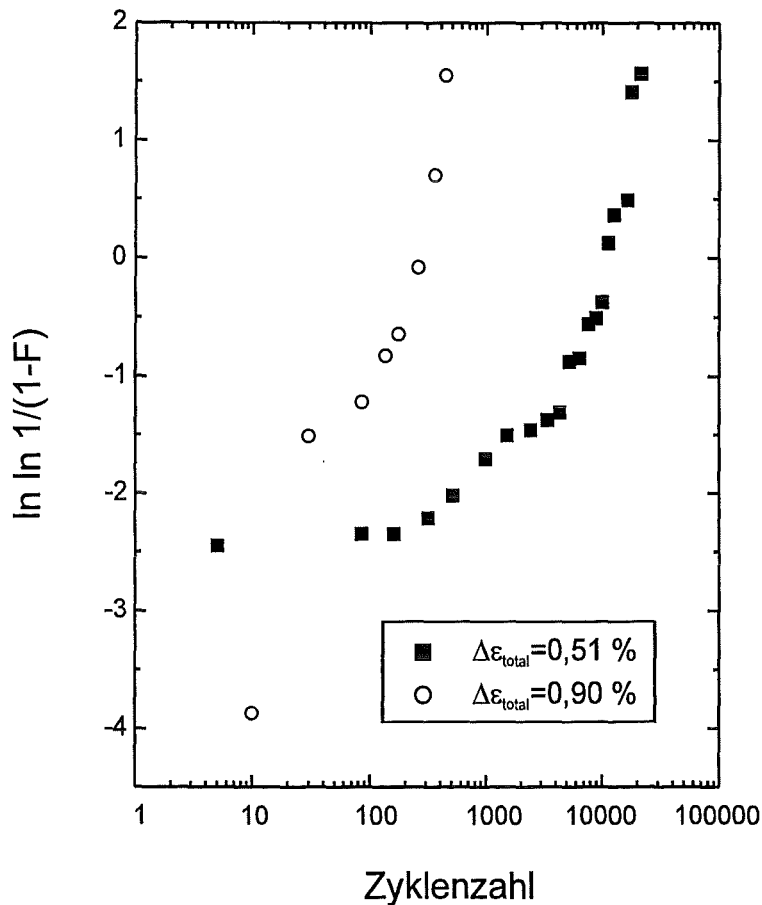


Abb. 5.51: Verteilung der Rißsegmententstehung eingetragen in einen Weibull-Plot; bestrahlte Proben

Abbildung 5.50 zeigt die Weibull-Auftragung der kumulativen Wahrscheinlichkeit der Segmententstehung für die unbestrahlten Proben. Ein Datenpunkt kann sich dabei auf die Entstehung mehrerer Segmente beziehen, da die Auswertung der Segmente zu festgelegten Zyklenzahlen erfolgte. Mit abnehmender Gesamtdehnschwingbreite sind die Werte zu höheren Zyklenzahlen hin verschoben. Die Auftragung zeigt nicht immer einen eindeutig linearen Verlauf. Dies wird noch deutlicher in Abbildung 5.51. Hier sind die beiden bestrahlten Proben dargestellt. Die fehlende Linearität ist auf den uneinheitlichen Entstehungsmechanismus der Rißsegmente zurückzuführen: Zum einen werden Segmente entlang der inneren Grenzflächen bzw. der aufgereihten $M_{23}C_6$ -Karbide produziert. Zum anderen entstehen sie aus den durch die plastische Deformation hervorgerufenen gleitbahnähnlichen Strukturen. Und zum dritten kommen sie durch die Vernetzung in axialer Richtung zustande. Für jede der drei Entstehungsarten läßt sich eine Weibullverteilung angeben. Zuvor müssen jedoch zu den jeweils untersuchten Zyklenzahlen die Rißsegmente nach ihrer Entstehungsart eingeteilt werden. Hier wird der Winkel zwischen Segment und Belastungsrichtung als Kriterium herangezogen. Die Einteilung zwischen 0° und 90° erfolgt in drei Bereiche: Segmente, die unter 0° bis 30° angeordnet sind, werden der Gruppe der axial vernetzenden Segmente zugerechnet. Segmente mit einem Winkel von 30° bis 50° gehören zu den aus Gleitbahnstrukturen entstandenen Segmenten. Zwischen 50° und 60° existiert eine Konzentration von Segmenten, die entlang innerer Grenzflächen erzeugt werden. Ihre

Entstehung ist von der Normalspannung beeinflusst. Zu dieser Gruppe zählt man ebenfalls die Segmente, die bis zu einem Winkel von 90° entstehen.

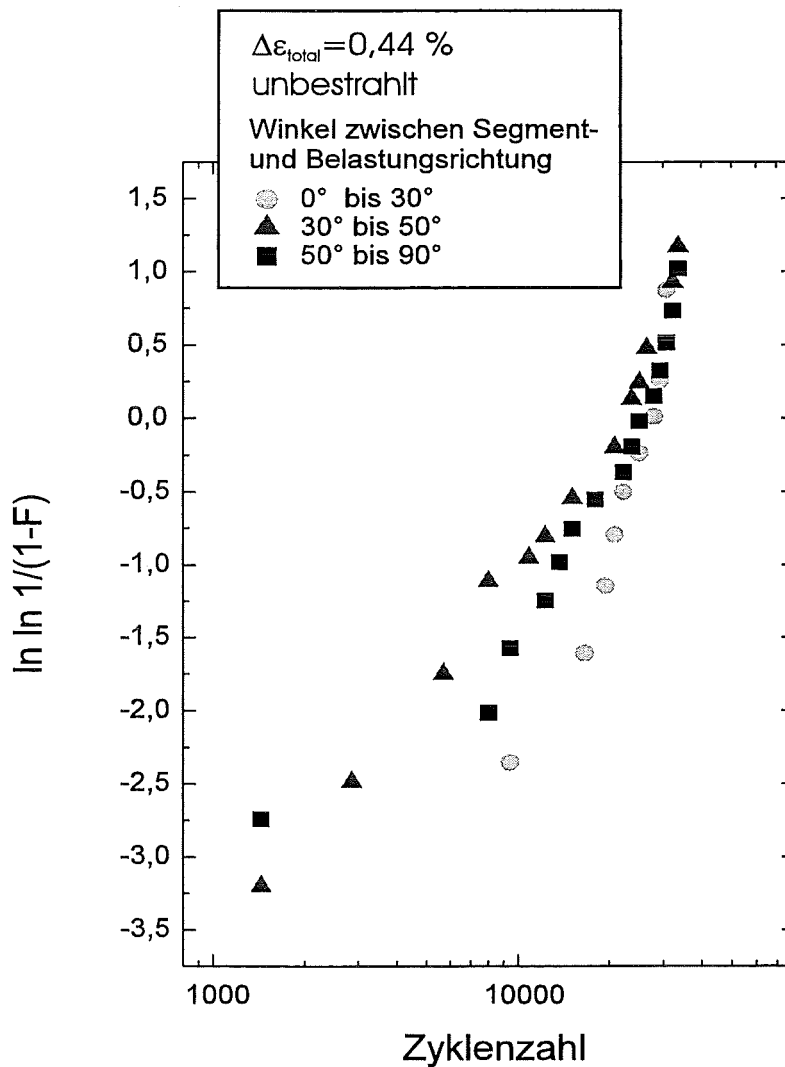


Abb. 5.52: Entstehungsverteilung unterschiedlicher Segmenttypen eingetragen in einen Weibull-Plot

Das Auftreten der unterschiedlichen Segmente wird durch die Wahrscheinlichkeiten des Vorkommens p , q und r beschrieben. Die drei Faktoren werden nach dem Vorkommen der Segmente bei Ermüdungsende bestimmt. In der Summe ergeben p , q und r 100 %. Mit ihnen läßt sich eine gemischte Weibullverteilung angeben:

$$F(N) = p \cdot F_{ax}(N) + q \cdot F_{plast}(N) + r \cdot F_{grenz}(N) \quad (5.8)$$

$$p + q + r = 1 \quad (5.9)$$

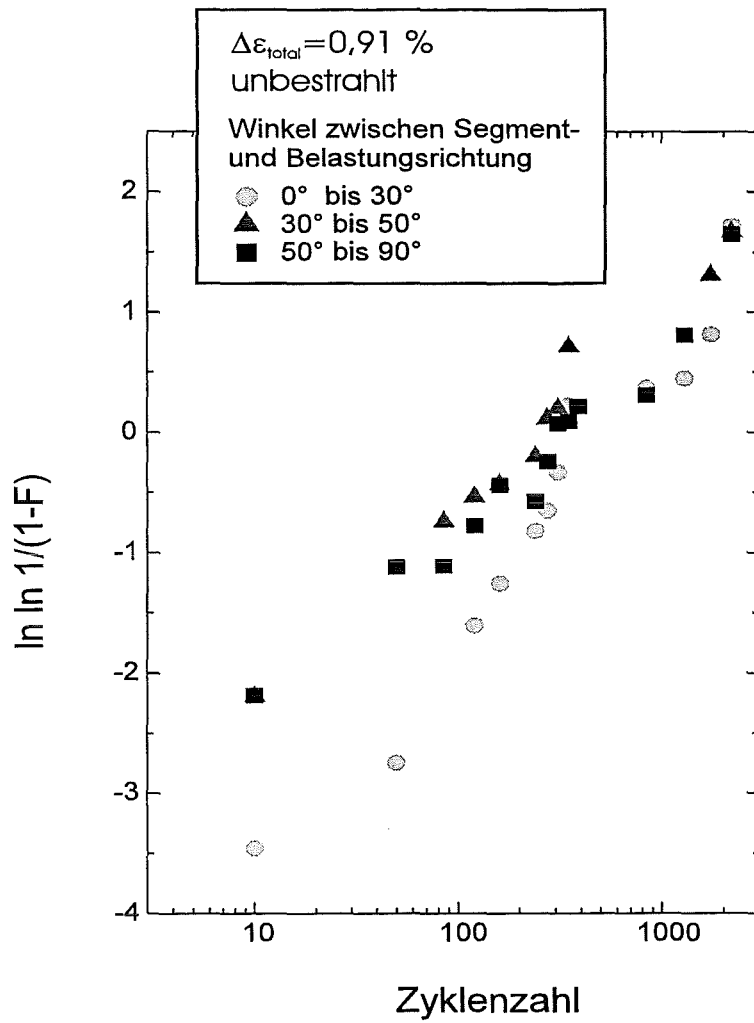


Abb. 5.53: Entstehungsverteilung unterschiedlicher Segmenttypen eingetragen in einen Weibull-Plot

Die jeweiligen Verteilungsfunktionen sind dann:

$$F_{ax} = 1 - \exp \left[- \left(\frac{N}{\alpha_{ax}} \right)^{\beta_{ax}} \right] \quad (5.10)$$

$$F_{plast} = 1 - \exp \left[- \left(\frac{N}{\alpha_{plast}} \right)^{\beta_{plast}} \right] \quad (5.11)$$

$$F_{grenz} = 1 - \exp \left[- \left(\frac{N}{\alpha_{grenz}} \right)^{\beta_{grenz}} \right] \quad (5.12)$$

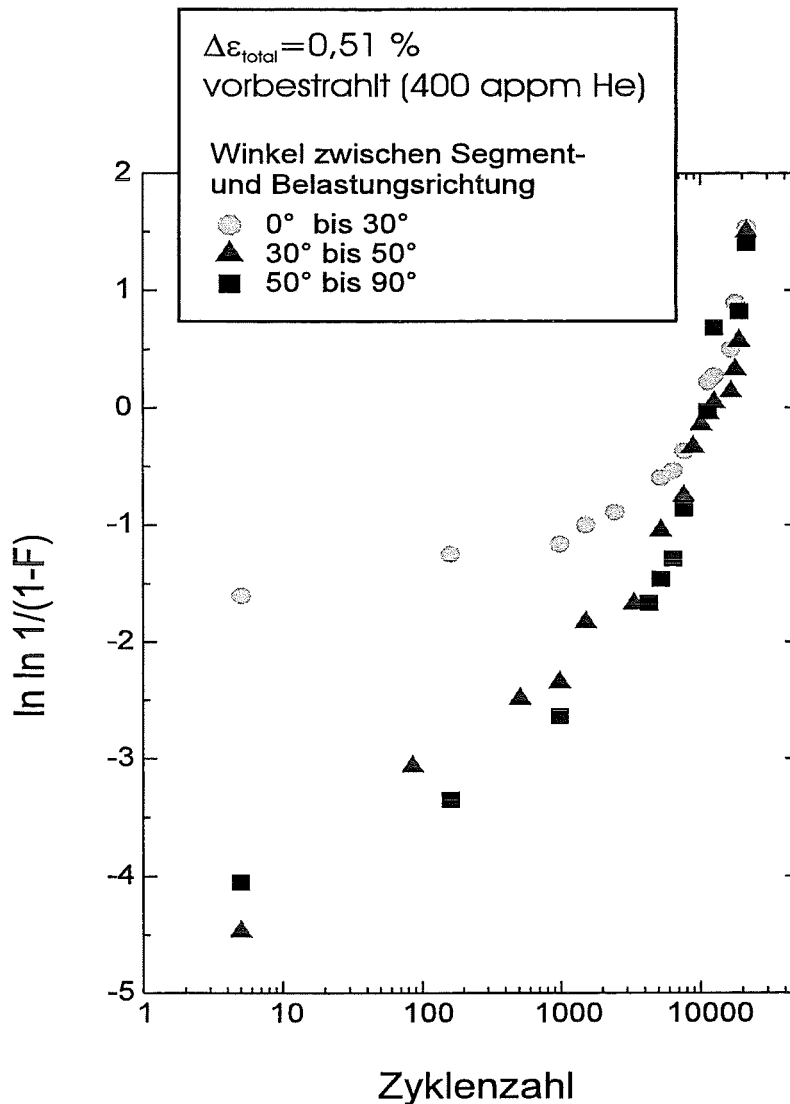


Abb. 5.54: Entstehungsverteilung unterschiedlicher Segmenttypen als Weibull-Plot

F_{ax} ist die Verteilungsfunktion für Segmente, die axial angeordnet sind (bis 30°), F_{plast} ist die Verteilungsfunktion schubspannungsgesteuerter Segmente (30° bis 50°) und F_{grenz} ist die Verteilungsfunktion von Segmenten entlang der inneren Grenzflächen (50° bis 90°). In den Abbildungen 5.52 bis 5.55 sind jeweils die Weibullplots für die klassifizierten Segmente bei einer großen und einer kleinen Gesamtdehnschwingbreite sowie mit und ohne vorheriger Bestrahlung aufgetragen. Während die kumulativen Entstehungswahrscheinlichkeiten für Segmente zwischen 30° und 50° sowie zwischen 50° und 90° für die unbestrahlte Probe mit hoher Gesamtdehnschwingbreite beinahe identisch sind (Abbildung 5.53), sind diese für die drei anderen Versuche unterscheidbar. Sowohl für die vorbestrahlte als auch die unbestrahlte Probe bei kleiner Gesamtdehnschwingbreite (Abbildung 5.52 und 5.54) ist die Entstehung von Segmenten zwischen 50° und 90° im Vergleich zu Segmenten zwischen 30° und 50° zu höheren Zyklenzahlen hin verschoben. Ausgenommen sind die jeweils ersten detektierten Rißsegmente. Bei der bestrahlten Probe mit hoher Gesamtdehnschwingbreite allerdings ist es die Entstehung der Segmente zwischen 30° und 50° , die zu höheren Zyklenzahlen hin

verlagert ist (Abbildung 5.55). In allen vier Abbildungen weicht die Entstehung der axial vernetzenden Risse von der Entstehung der anderen Segmenttypen ab. Bei den beiden bestrahlten Proben (Abbildung 5.54 und 5.55) tritt recht früh eine hohe axiale Vernetzung auf. Warum sie gerade bei der mit kleiner Gesamtdehnungsschwingbreite ermüdeten Probe von Beginn an so hoch ist, konnte abschließend nicht geklärt werden (vgl. auch Abschnitt 5.3.5 b)). Bei den unbestrahlten Proben gewinnt die Vernetzung erst zu späteren Zeiten der Ermüdung an Bedeutung.

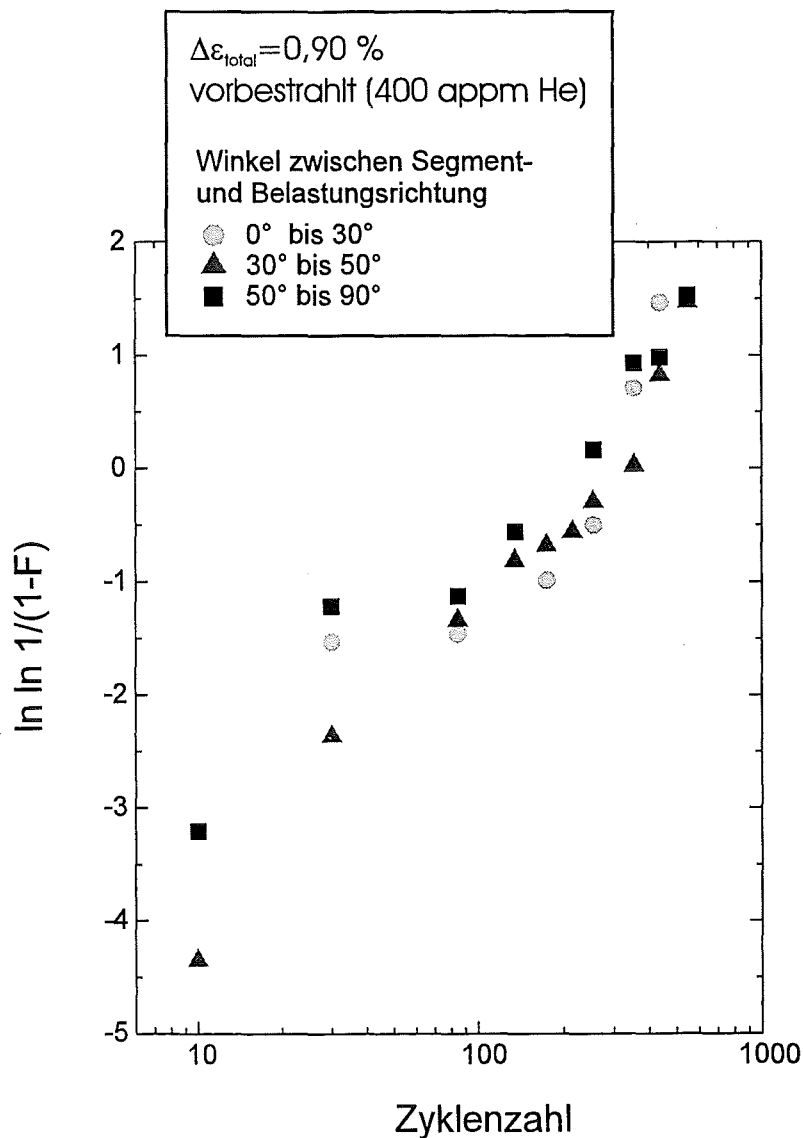


Abb. 5.55: Entstehungsverteilung unterschiedlicher Segmenttypen eingetragen in einen Weibull-Plot

Die jeweiligen Vorkommenswahrscheinlichkeiten p , q und r sowie der Formparameter β und der Skalierungsparameter α sind für die untersuchten Versuche in Tabelle XIII zusammengefaßt. Im Weibullplot entspricht β der Steigung der Ausgleichsgeraden. Für $N=\alpha$ wird $\ln \ln 1/(1-F)$ gerade gleich null. F ist dann $1-1/e=63\%$. Bei $N=\alpha$ sind also 63% der jeweiligen im gesamten Verlauf der Ermüdung auftretenden Segmente entstanden.

Tab. XIII: Zusammenfassung der Parameter der gemischten Weibullverteilungen

Versuch	Winkelbereich	α	β	p, q und r
$\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,44\%$, unbestrahlt	0° bis 30°	26938	2,59	42 %
	30° bis 50°	19652	1,31	36 %
	50° bis 90°	25221	1,21	22 %
$\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,91\%$, unbestrahlt	0° bis 30°	571	0,98	45 %
	30° bis 50°	226	0,69	31 %
	50° bis 90°	340	0,66	24 %
$\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,51\%$, bestrahlt	0° bis 30°	7469	0,31	41 %
	30° bis 50°	14128	0,64	37 %
	50° bis 90°	16690	0,62	22 %
$\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,90\%$, bestrahlt	0° bis 30°	234	1,03	28 %
	30° bis 50°	263	1,28	33 %
	50° bis 90°	172	1,07	39 %

5.4 Bestrahlungsinduzierte Mikrostruktur

Eine Neutronenquelle, die ein fusionstypisches Spektrum für Tests von Werkstoffen zukünftiger Fusionsreaktoren liefert, steht bis heute nicht zur Verfügung. Die in einem Fusionsreaktor zu erwartende neutroneninduzierte Schädigung der ersten Wand kann dennoch auf verschiedene Arten simuliert werden. Dabei handelt es sich beispielsweise um die Bestrahlung mit schnellen geladenen Teilchen oder mit Neutronen in einem Spaltreaktor. Bei transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen zeigt die Mikrostruktur entsprechende Unterschiede.

5.4.1 MANET I nach Neutronenbestrahlung

MANET I-Proben nach der Bestrahlung mit Spaltneutronen wurden transmissionselektronenmikroskopisch untersucht. Die Neutronenbestrahlung erfolgte im HFR (High Flux Reactor) in Petten bei $T=300^\circ\text{C}$ bis zu einer Schädigungsdosis von 5 dpa [98]. Abbildung 5.56 zeigt eine typische Aufnahme der Mikrostruktur mit einer Vielzahl von Versetzungsringen. Bei der Untersuchung von knapp 1000 Versetzungsringen und einer angenommenen Probendicke von 100 nm verteilen sich die Versetzungsringdichten und -größen folgendermaßen:

Tab. XIV: Größe und Häufigkeit von Versetzungsringen

Versetzungsringe	< 10 nm	10 nm bis 30 nm	> 30 nm
Prozentualer Anteil	20,7 %	77,3 %	2,0 %
Dichte	$3,18 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-3}$	$1,19 \cdot 10^{22} \text{ m}^{-3}$	$3,15 \cdot 10^{20} \text{ m}^{-3}$

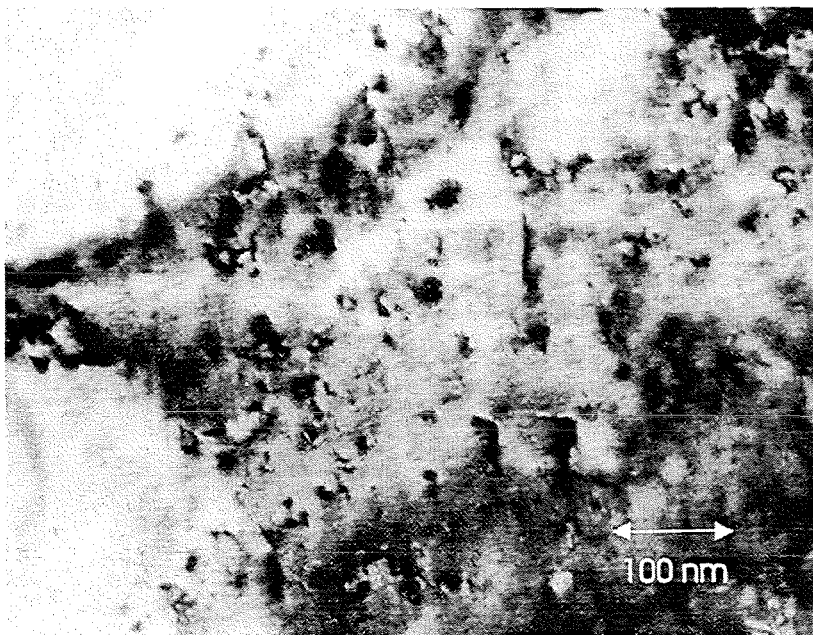


Abb. 5.56: Versetzungsringe in MANET I nach Neutronenbestrahlung; $T_{\text{Bestr.}}=300^\circ\text{C}$, 5 dpa, Einstrahlrichtung $\vec{z}=[011]$

In kubisch raumzentrierten Metallen wie dem ferritisch-martensitischen MANET I entstehen Versetzungsringe zunächst auf den $\{110\}$ -Ebenen, die in diesem Gittertyp den größten Ebenenabstand aufweisen. Der zugehörige Burgersvektor ist $\vec{b} = a/2 [110]$. Die Versetzungsringe schließen zunächst einen Stapelfehler ein (faulted loops, imperfect loops oder Frank loops, siehe [101, 102]). Dieser Stapelfehler wird in der Regel durch eine der beiden Eyre-Bullough-Scherbewegungen eliminiert (siehe [102]):

$$\frac{a}{2}[110] + \frac{a}{2}[00\bar{1}] \rightarrow \frac{a}{2}[11\bar{1}] \quad (5.13)$$

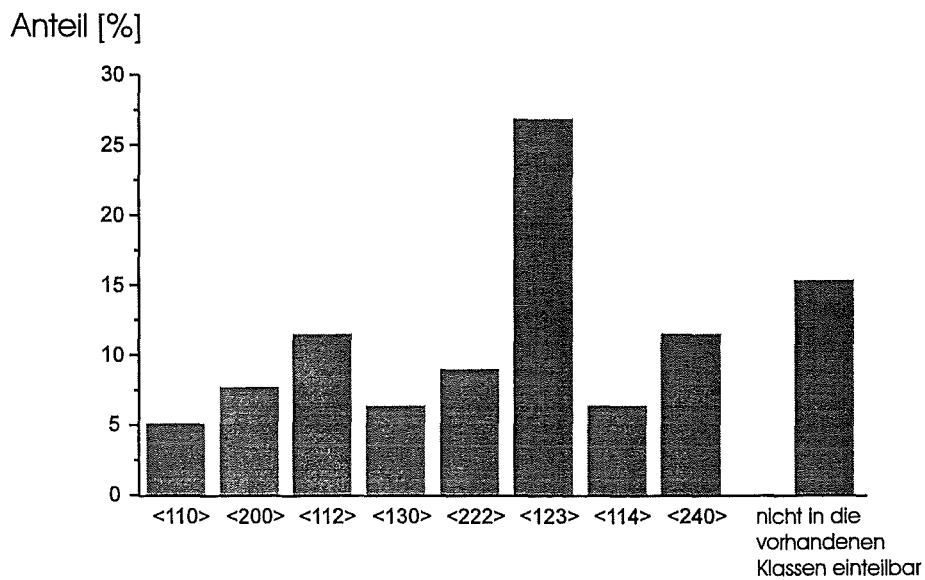
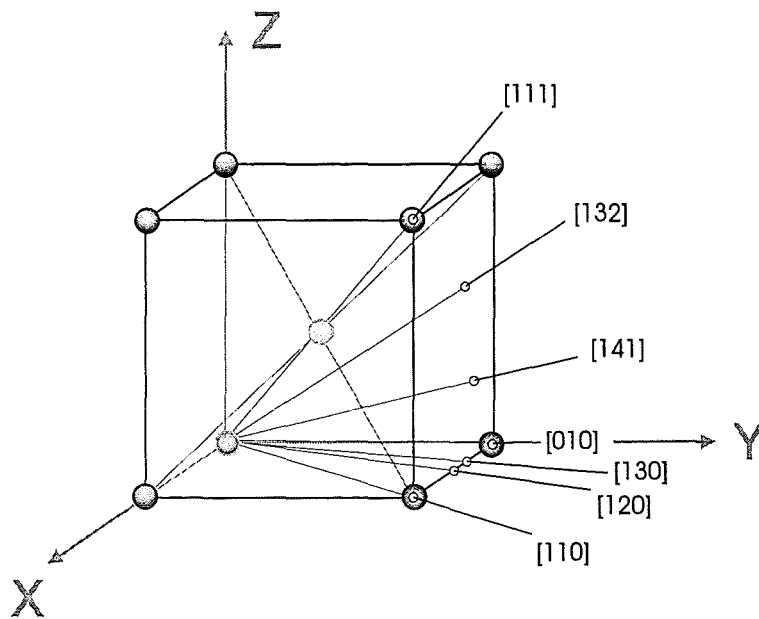
$$\frac{a}{2}[110] + \frac{a}{2}[\bar{1}10] \rightarrow a[010] \quad (5.14)$$

Bei den gescherten, stapelfehlerfreien Versetzungsringen spricht man von prismatischen Versetzungsringen (prismatic loops, unfaulted loops oder perfect loops). Für die zweite Scherbewegung mit $a/2 [\bar{1}10]$ ist eine größere Energie notwendig. Eyre und Bullough schlugen vor, daß hierfür eine thermische Aktivierung vorauszusetzen ist, und Versetzungsringe mit $\vec{b}=a [010]$ nur bei höheren Temperaturen entstehen. Verschiedene Bestrahlungsexperimente mit krz-Werkstoffen zeigen in dieser Frage kein eindeutiges Verhalten bezüglich der Häufigkeit des Vorkommens von $\vec{b}=a/2 [11\bar{1}]$ und $\vec{b}=a [010]$ ([103] bis [111]). In ferritischen Stählen werden jedoch nach Bestrahlung ausschließlich diese beiden Typen von Burgersvektoren gefunden. Ihr Zusammenspiel wird mit der speziellen Eigenschaft des geringen Schwellens ferritisch-martensitischer Stähle in Verbindung gebracht [112, 113].

Generell tragen prismatische Versetzungsringe zu einer Verfestigung des Materials bei. Prismatische Versetzungsringe mit $\vec{b}=a/2 [11\bar{1}]$ sind dabei etwas besser gleitfähig als solche mit $\vec{b}=a [010]$. Dies liegt am Zusammenfallen des Burgersvektors mit möglichen Gleitebenen (siehe [107]). Um die Versetzungsringenergie weiter zu reduzieren, rotieren prismatische Versetzungsringe in Richtung reiner Stufenorientierung ([108], [109] und [114]). Dabei muß die reine Stufenkonfiguration nicht erreicht werden, wie Kapinos et al. [115] für die Bestrahlung mit Eisenionen auf α -Eisen bei tiefen Temperaturen feststellten. Hier besaßen Versetzungsringe Normalen mit Richtungen zwischen [110] und [111]. Auch im hier vorliegenden MANET I werden Versetzungsringnormalen außerhalb der [100]-, [110]- und [111]-Richtungen gefunden (siehe Abbildung 5.57). Die schnelle Bestimmung dieser Versetzungsringnormalen erfolgt durch ein selbst entwickeltes Verfahren auf der Basis eines Tabellenkalkulationsprogramms. Für gegebene Zonenachsen werden im krz-Gitter Möglichkeiten für Normalen durchpermutiert und Winkel zwischen den „lines of no contrast“ und vorgegebenen kristallographischen Richtungen in der Betrachtungsebene berechnet. Gleichzeitig werden die Verhältnisse von kurzer zu langer Versetzungsringachse für die jeweilige Blickrichtung bestimmt. Tabelle XIV gibt Aufschluß über die Abstände der Ebenen, deren Normalenrichtungen mit denen der untersuchten Versetzungsringe zusammenfallen:

Tab. XV: Für Versetzungsringe wichtige Ebenen im krz-Gitter geordnet nach ihrem Abstand (aus [108])

h k l	011	002	112	022	013	222	123	004	114	033	024
d [nm]	0,203	0,143	0,117	0,100	0,091	0,083	0,077	0,072	0,068	0,068	0,064



Normalenvektoren der Versetzungsringe

Abb. 5.57: Orientierung der Normalenvektoren der vorkommenden Versetzungsringe in einer krz-Einheitszelle und prozentuales Vorkommen. Auffällig ist die Anhäufung bei $\vec{n} = \langle 123 \rangle$.

5.4.2 MANET I nach Bestrahlung mit Alphateilchen

Eine Beschreibung der Mikrostruktur nach Heliumimplantation in MANET I durch Bestrahlung mit Alphateilchen an der Zweistrahlanlage des Forschungszentrums Karlsruhe ist in [19] zu finden. Bestrahlt wurden die Proben bei $T=250^{\circ}\text{C}$ während und vor der Ermüdung. Die transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen erfolgten nach dem Versagen der Proben. Die Heliumdosis der vorbestrahlten Probe beträgt 400 appm He. Die Heliumdosis der während der Ermüdung bestrahlten Probe beläuft sich auf 320 appm He. Der vorbestrahlte wie auch der während der Ermüdung bestrahlte Werkstoff zeigen die typische Subzellen-Versetzungsstruktur. Unter beiden Versuchsbedingungen werden Heliumblasen gefunden. Diese sind in der Probe, die während der Ermüdung bestrahlt wurde, etwas größer und haben eine kleinere Dichte. Sie können sich sowohl an inneren Grenzflächen als auch in der Matrix befinden. In der vorbestrahlten Probe können Heliumblasen an Versetzungslinien liegen.



Die Blasendichten wurden mit einer Probendicke berechnet, die mit Hilfe der konvergenten Strahlbeugung bestimmt wurde. Dabei wird der Elektronenstrahl stark aufgeweitet und genau auf der interessierenden Probenstelle zusammengezogen. In der Beugungsabbildung erhält man dann nicht mehr Reflexpunkte, sondern Beugungsscheiben. Aus dem Abstand der in den Reflexen auftretenden HOLZ (High Order Laue Zones)-Linien und dem zum Reflex gehörigen Gitterebenenabstand läßt sich die Probendicke bestimmen. Die Größe und die Dichte der Heliumblasen sind in der untenstehenden Tabelle zusammengefaßt.

Abb. 5.58: Konvergente Strahlbeugung zur Dickenbestimmung (Beugungsscheiben mit HOLZ-Linien)

Tab. XVI: Größe und Dichte der Heliumblasen in MANET I

	He-Blasen Größe	He-Blasen Dichte
vorbestrahlt (400 appm He)	3,2 nm	$7,75 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-3}$
Bestrahlung während der Ermüdung (320 appm He)	6,4 nm	$3,53 \cdot 10^{22} \text{ m}^{-3}$

5.4.3 F82H-mod. nach Bestrahlung mit Alphateilchen

Die bestrahlten F82H-mod. Proben zeigen ebenfalls die typische Versetzungszellenstruktur nach der Ermüdung (siehe Abbildung 5.59). Die Bestrahlung ändert somit offensichtlich nichts am prinzipiellen Ermüdungsmechanismus in dieser Stahlsorte.

Der Nachweis des implantierten Heliums war sehr schwierig. In erster Linie ist das der äußerst geringen Größe der Heliumblasen zuzuschreiben. Nur in den seltensten Fällen waren Heliumblasen wie die in Abbildung 5.60 dargestellten gut zu erkennen. Die Blasen waren praktisch immer in der Matrix angesiedelt. Nur in Ausnahmefällen konnten Blasen an $M_{23}C_6$ -Karbiden gefunden werden. Damit stehen die Blasen in F82H-mod. im Gegensatz zu denen in MANET I, wo sich Blasen auch an inneren Grenzflächen befanden. Die in nur geringer Menge identifizierten Blasen lassen den Schluß zu, daß ein Großteil von ihnen unterhalb der Auflösungsgrenze des Transmissionselektronenmikroskops liegen. Die Dichte und Größe der Heliumblasen konnte daher nicht bestimmt werden. Es lagen zu wenige, aussagekräftige Daten vor.

Um weitere Informationen über das implantierte Helium zu erhalten, sind systematische Wärmebehandlungen des bestrahlten Werkstoffs geplant. Zukünftige SANS (Small Angle Neutron Scattering)-Untersuchungen können Auskunft über die Größenverteilung der nicht im TEM analysierbaren Blasen liefern.

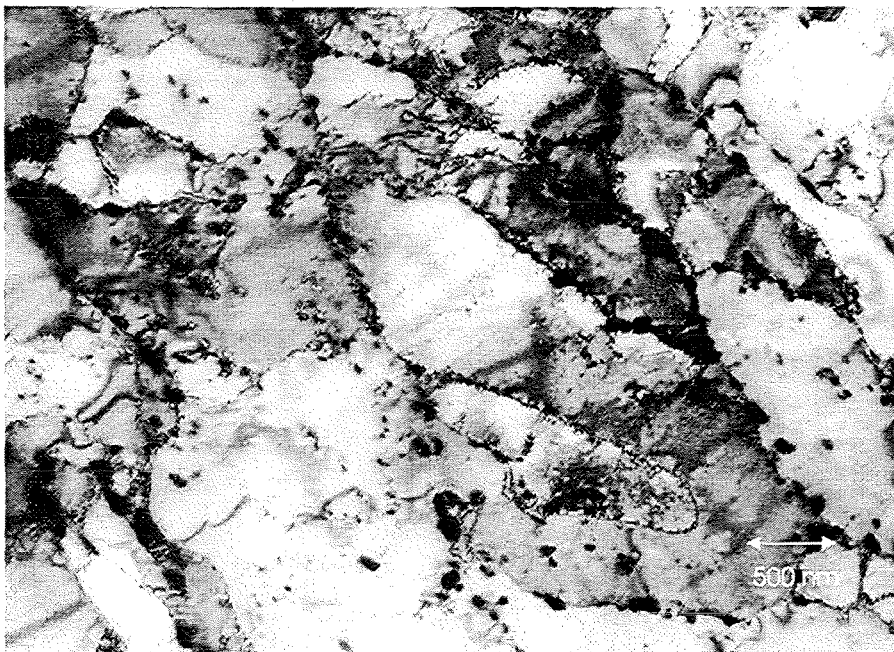


Abb. 5.59: Versetzungszellen in vorbestrahltem F82H-mod.; Heliumdosis 400 appm He, $T_{\text{Bestr.}}=250^{\circ}\text{C}$ und $T_{\text{Test}}\approx 200^{\circ}\text{C}$, $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,9\%$, $d\varepsilon/dt=8\cdot 10^{-4}\text{ s}^{-1}$



Abb. 5.60: Heliumblasen in vorbestrahltem F82H-mod. waren nur in wenigen TEM-Proben zu finden. Diese Aufnahme ist daher nicht als repräsentativ anzusehen. Heliumdosis 400 appm He, $T_{\text{Bestr.}}=250^{\circ}\text{C}$ und $T_{\text{Test}}=200^{\circ}\text{C}$, $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,9\%$, $d\varepsilon/dt=8\cdot 10^{-4}\text{ s}^{-1}$.

In dem mit Alphateilchen bestrahlten F82H-mod. wurden einige wenige Versetzungsringe gefunden (Abbildung 5.61). Im unbestrahlten und nicht ermüdeten Material wurden keine Versetzungsringe gefunden. Im mit Alphateilchen bestrahlten und ermüdeten MANET I konnten ebenfalls keine Versetzungsringe identifiziert werden. Ob die Versetzungsringe rein durch die Bestrahlung entstanden sind, oder ob sie durch eine Wechselwirkung von Bestrahlung und Ermüdung hervorgerufen wurden, kann hier nicht abschließend geklärt werden. Die Normalenrichtungen, Größe, Dichte und Art der Versetzungsringe wurden nicht näher analysiert.

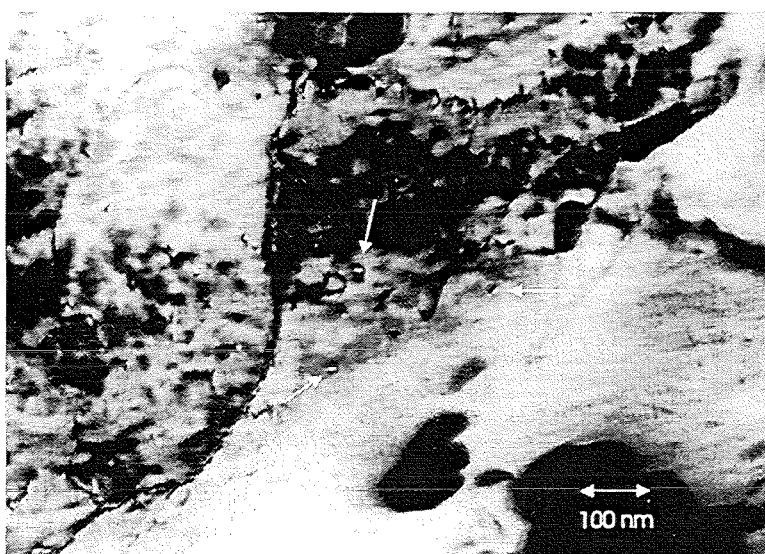


Abb. 5.61: Versetzungsringe in vorbestrahltem F82H-mod.; Heliumdosis 400 appm He, $T_{\text{Bestr.}}=250^{\circ}\text{C}$ und $T_{\text{Test}}=200^{\circ}\text{C}$, $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,9\%$, $d\varepsilon/dt=8\cdot 10^{-4}\text{ s}^{-1}$

6 Diskussion

Das Ermüdungsverhalten fusionsrelevanter, modifizierter 9 bis 12 % Chromstähle wird maßgeblich durch eine vorherige Bestrahlung beeinflusst. Die fusionstypische Neutronenbelastung von Materialien der ersten Wand kann durch die Bestrahlung mit Alphateilchen simuliert werden. Das Zusammenspiel von Gesamtdehnschwingbreite, Spannungsschwingbreite und plastischer Dehnschwingbreite, Mikrostruktur und Dauer der Ermüdung bis zum Versagen nach einer Bestrahlung mit Alphateilchen war bisher nicht vollständig bekannt. Ziel dieser Arbeit ist, den Versagensmechanismus bestrahlter und unbestrahlter Proben aus dem ferritisch-martensitischen Stahl F82H-mod. zu klären. Geschehen soll dies anhand der Untersuchung der Oberflächenrißentwicklung, der bestrahlungsinduzierten Mikrostruktur und der mechanischen Ermüdungsdaten.

In diesem Kapitel wird zunächst das mechanische Ermüdungsverhalten von unbestrahltem F82H-mod und MANET I/II miteinander sowie mit den Ermüdungsdaten anderer Autoren verglichen. Es wird der Einfluß einer vorherigen Bestrahlung auf F82H-mod. und MANET I/II besprochen. Danach werden die durch Neutronen- wie auch Alphateilchen-Bestrahlung hervorgerufenen Mikrodefekte hinsichtlich der Materialverfestigung diskutiert. Schließlich wird auf die Bildung und das Wachstum der mikrostrukturell kurzen Risse eingegangen. Ein Augenmerk wird dabei auf die Initiierungszeit verschiedener Rißtypen gerichtet.

6.1 Mechanisches Ermüdungsverhalten

Für die Ermüdungsexperimente wurden F82H-mod. und MANET I und II Hohlproben mit quadratischem Querschnitt benutzt. Die Testtemperatur befand sich für alle Proben in einem Bereich zwischen $T=200^{\circ}\text{C}$ und $T=250^{\circ}\text{C}$. Die Gesamtdehnschwingbreiten waren zwischen $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,40\%$ und $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,91\%$. Die Dehnrates betrug $d\varepsilon/dt=8\cdot 10^{-4}\text{ s}^{-1}$. Neben den getesteten unbestrahlten F82H-mod. Proben wurden insgesamt vier Proben dieses Stahls mit moderierten 104 MeV Alphateilchen bestrahlt. Davon waren drei vor der Ermüdung und eine Probe während der Ermüdung bestrahlt worden. Die implantierte Heliumdosis der vorbestrahlten Proben betrug 400 appm He. Von den vorbestrahlten Proben wurden die bei $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,90\%$ und die bei $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,51\%$ ermüdeten Proben untersucht.

Die gewonnenen Ergebnisse werden mit den vorhandenen Literaturdaten in den folgenden Diagrammen verglichen. Die Literaturdaten wurden in Experimenten erlangt, die bezüglich Temperatur, Dehnrates und Probengeometrie von den eigenen Ermüdungsversuchen abweichen. Ein Vergleich der Daten muß diese Unterschiede berücksichtigen.

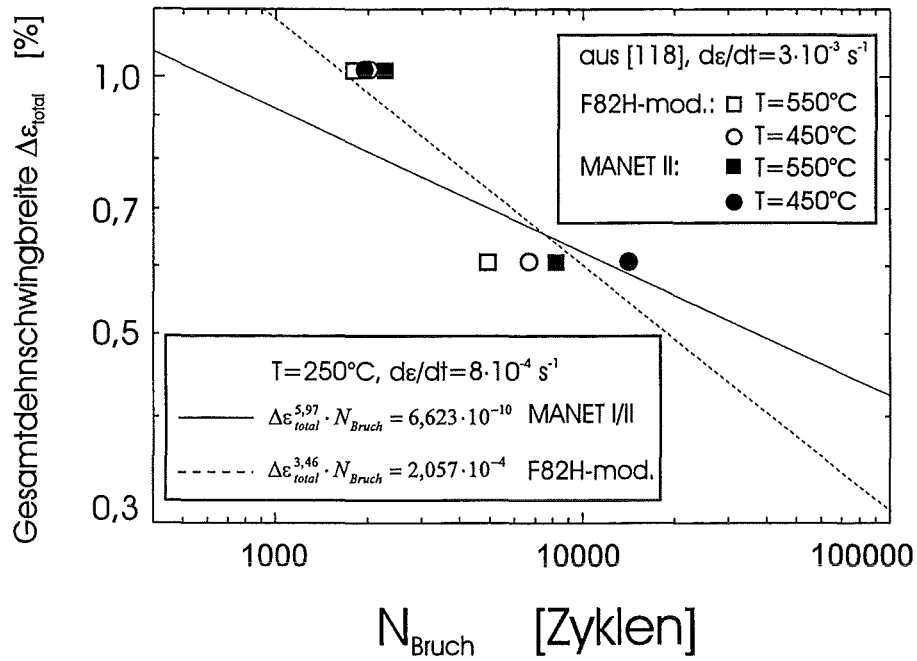


Abb. 6.1: Vergleich der eigenen Ermüdungsdaten (Ausgleichskurven) mit Ermüdungsdaten aus [116] (Meßpunkte) bezüglich F82H-mod. und MANET I/II; unbestrahlte Proben

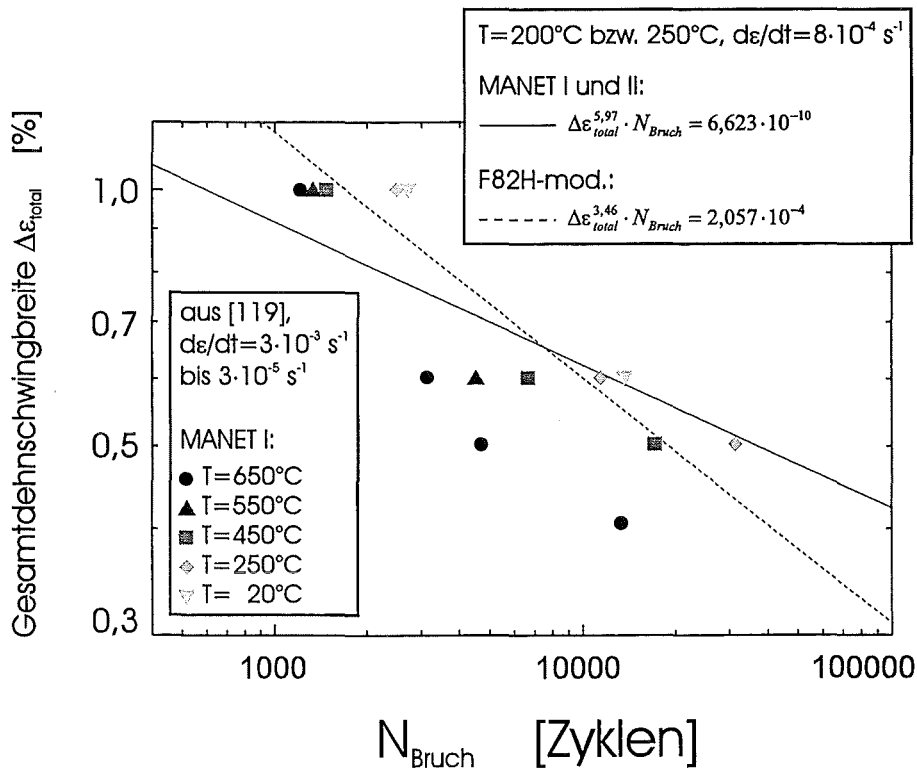


Abb. 6.2: Vergleich der eigenen Ermüdungsdaten (Ausgleichskurven) mit Ermüdungsdaten bezüglich MANET I [117] bei verschiedenen Temperaturen; unbestrahlte Proben

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Ermüdungsexperimente zeigen, daß der Stahl F82H-mod. weicher als MANET I/II ist. Während bei höheren Gesamtdahnschwingbreiten ($\Delta\varepsilon_{\text{total}} > \text{ca. } 0,7 \%$) die Lebensdauer von F82H-mod. etwas größer ist, halten bei kleineren Gesamtdahnschwingbreiten die MANET-Stähle einer größeren Zyklenzahl stand. Dies stimmt in etwa mit den in [116] veröffentlichten Werten überein (siehe Abbildung 6.1). Hier wurden zylindrische Vollproben (Länge 77 mm x Durchmesser 8,8 mm) bei einer Dehnrate von $d\varepsilon/dt=3\cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ und zwei verschiedenen Temperaturen ($T=450^\circ\text{C}$ und 550°C) dehnungsgesteuert getestet. Bei $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=1,0 \%$ unterscheiden sich dabei die Lebensdauern von F82H-mod. und MANET I/II bei $T=450^\circ\text{C}$ und $T=550^\circ\text{C}$ kaum. Bei $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,6 \%$ ist die Lebensdauer von F82H-mod. im Vergleich zu MANET I/II verkürzt. Die höhere Temperatur bewirkt dabei eine größere Lebensdauerdifferenz.

Baumgärtner, Scheibe und Schmitt [117] untersuchten das Ermüdungsverhalten von MANET I im Temperaturbereich von Raumtemperatur bis $T=650^\circ\text{C}$ (vgl. Abbildung 6.2). Die Versuche wurden mit „hourglass“-Vollproben dehnungsgesteuert durchgeführt. Die Dehnraten lagen bei $3\cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ bis $3\cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Der Vergleich der bei $T=250^\circ\text{C}$ gemessenen Lebensdauern mit den selbst bestimmten Lebensdauern von MANET I/II zeigt zumindest bei $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,6 \%$ und $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,5 \%$ eine sehr gute Übereinstimmung. Für $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=1,0 \%$ liegt die in [117] für $T=250^\circ\text{C}$ angegebene Lebensdauer jedoch deutlich höher. Der Einfluß der Versuchstemperatur für MANET I nimmt mit ansteigender Lebensdauer bzw. mit verringerter Gesamtdahnschwingbreite zu.

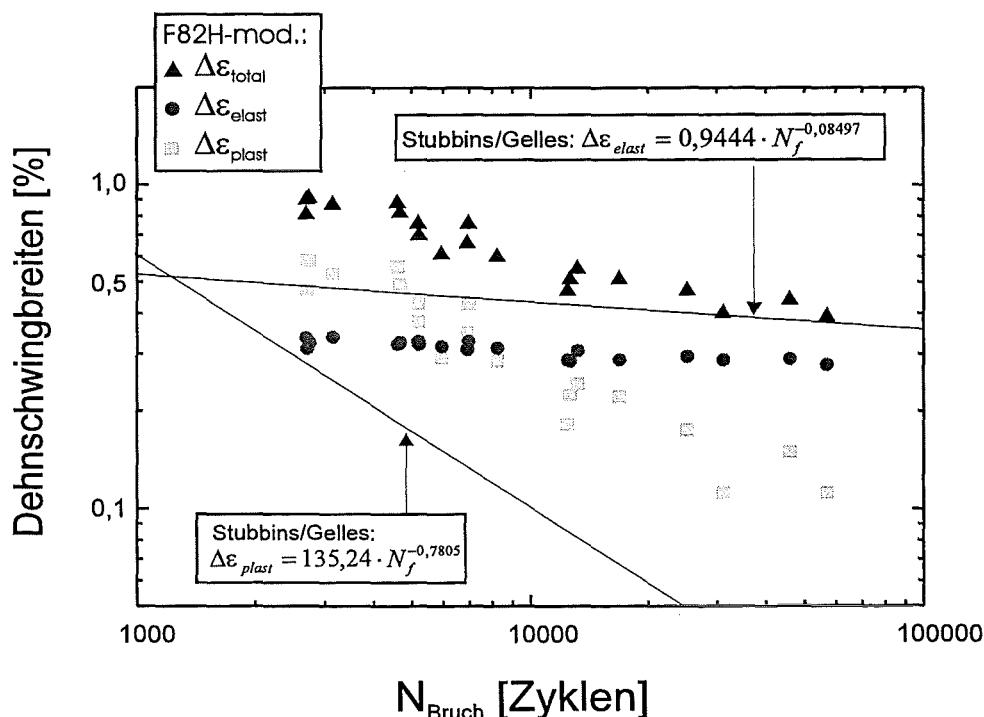


Abb. 6.3: Gesamte, elastische und plastische Dehnschwingbreiten von F82H-mod. ($T \approx 200^\circ\text{C}$, $d\varepsilon/dt=8\cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) im Vergleich zur elastischen und plastischen Dehnschwingbreite gemäß der von Stubbins und Gelles [118] aufgestellten Gleichungen für F82H ($T=\text{Raumtemperatur}$, Zyklenfrequenz=1 Hz); unbestrahlte Proben

Stubbins und Gelles [118] testeten F82H-Proben bei Raumtemperatur dehnungsgesteuert mit einer Zyklenfrequenz von 1 Hz. Die von ihnen aufgestellten Gleichungen für die elastische und plastische Dehnschwingbreite bezüglich der Lebensdauer sind in Abbildung 6.3 graphisch dargestellt. Zum Vergleich sind die ermittelten totalen, elastischen und plastischen Dehnschwingbreiten der eigenen Ermüdungsversuche gegenübergestellt. Diese wurden bei $T \approx 200^\circ\text{C}$ mit einer Dehnrates von $d\varepsilon/dt = 8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ durchgeführt. Die höhere Temperatur und die kleinere Dehnrates in den eigenen Experimenten sind wohl der Grund dafür, daß die plastische Dehnschwingbreite von Stubbins/Gelles deutlich unterhalb bzw. die elastische Dehnschwingbreite oberhalb des jeweiligen Streubands der eigenen Proben liegt. Bei den von Stubbins und Gelles benutzten relativ hohen Dehnrates ($d\varepsilon/dt = \text{ca. } 1 \text{ bis } 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) und der niedrigeren Temperatur ist ein Einfluß des temperaturabhängigen Anteils der Fließspannung und damit eine Verringerung der Plastizität offensichtlich.

Folgende Eigenschaften der unbestrahlten Stähle F82H-mod. und MANET I/II lassen sich kurz zusammenfassen:

- Bei kleinen Gesamtdehnschwingbreiten ($\Delta\varepsilon_{\text{total}} < \text{ca. } 0,7 \%$) erreichen die MANET-Stähle eine höhere Lebensdauer als F82H-mod.. Bei großen Gesamtdehnschwingbreiten weist F82H-mod. eine längere Lebensdauer auf.
- Die in der Literatur gefundenen [116, 117] Lebensdauerwerte von MANET I/II passen für kleine und mittlere Gesamtdehnschwingbreiten gut mit den gemessenen Werten überein. Bei einer großen Gesamtdehnschwingbreite ($\Delta\varepsilon_{\text{total}} = 1,0 \%$) zeigt die Extrapolation der eigenen Werte die Tendenz zu vergleichsweise kleineren Lebensdauern.
- Die gefundenen plastischen bzw. elastischen Dehnschwingbreiten von F82H-mod. in den dehnungsgesteuerten Ermüdungsversuchen weichen von den von Stubbins und Gelles gefundenen Daten für F82H ab. Ursache dafür ist die von Stubbins und Gelles benutzte tiefere Temperatur und höhere Dehnrates. Bei Ermüdungstests von krz-Metallen mit temperatur- und dehnratesabhängiger Fließgrenze sollte grundsätzlich auf eine anwendungsrelevante Einstellung dieser Parameter geachtet werden.

Eine prinzipielle Eigenschaft von F82H-mod. ist, daß bei allen bestrahlten und unbestrahlten Proben eine zyklische Entfestigung stattfindet. Abbildung 6.4 zeigt die gemessenen Spannungsschwingbreiten beim ersten Zyklus der Ermüdung und nach $N_{\text{Bruch}}/2$. Die unterschiedlichen Spannungsschwingbreiten bei identischer Zyklenzahl beziehen sich jeweils auf die selbe Probe. Die Entfestigung ist bei höheren Gesamtdehnschwingbreiten stärker ausgeprägt. Eine vorherige Bestrahlung vergrößert die Entfestigung im Fall der bei hoher Gesamtdehnschwingbreite ermüdeten Probe im Vergleich zu einer bei der gleichen Gesamtdehnschwingbreite ermüdeten, unbestrahlten Probe. Man kann davon ausgehen, daß hier eine zunächst vorhandene, bestrahlungsinduzierte Behinderung der Versetzungsbewegungen im Laufe der Ermüdung zunehmend an Einfluß verliert. Hätte man nicht die um den Faktor 5 reduzierte Lebensdauer, so könnte man von einer Erholung des Werkstoffs sprechen. Bei einer kleinen Gesamtdehnschwingbreite ist die Entfestigung der bestrahlten Probe geringer als die der unbestrahlten Vergleichsprobe.

Die Abbildungen 6.5 und 6.6 zeigen die Spannungsschwingbreite (für $N=1$) bzw. die plastische Dehnschwingbreite (für $N=N_{\text{Bruch}}/2$) über der Bruchlastspielzahl. Die vorbestrahlten Proben zeigen beide eine Erhöhung der Spannungsantwort und beide eine Reduktion der plastischen Dehnschwingbreite. Je nach Gesamtdehnschwingbreite hat die vorherige Bestrahlung jedoch einen gegensätzlichen Effekt auf die Lebensdauer.

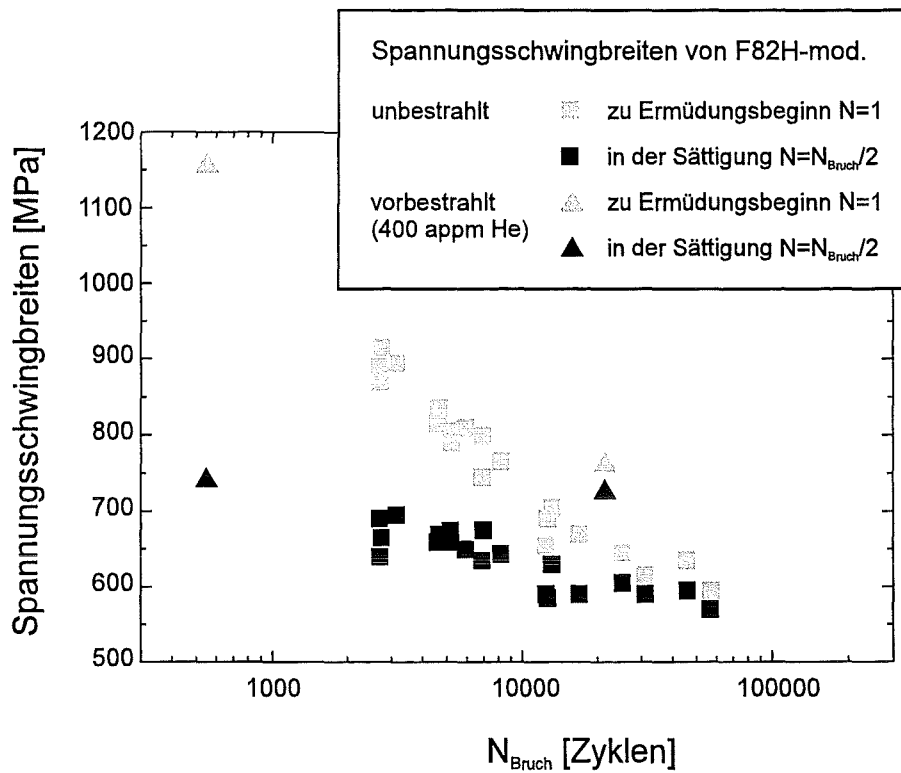


Abb. 6.4: Entfestigung vorbestrahlter und unbestrahlter F82H-mod. Proben ($T \approx 200^\circ\text{C}$, $d\varepsilon/dt = 8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

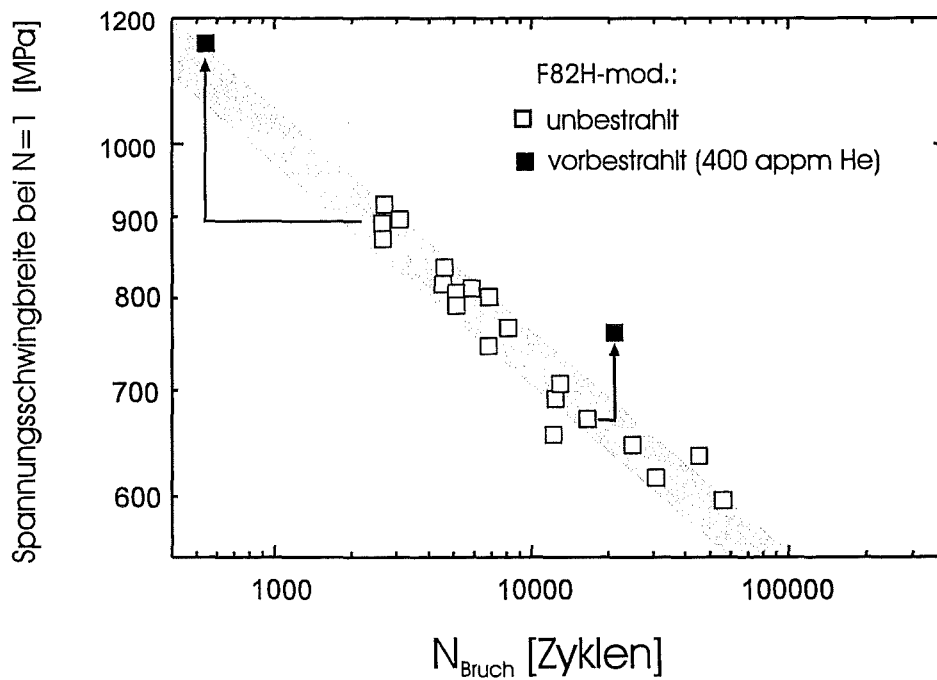


Abb. 6.5: Erhöhung der Spannungsschwingbreite nach vorheriger Bestrahlung; unbestrahlte und vorbestrahlte Versuche gleicher Gesamtdehnungsschwingbreite sind mit einem Pfeil verbunden

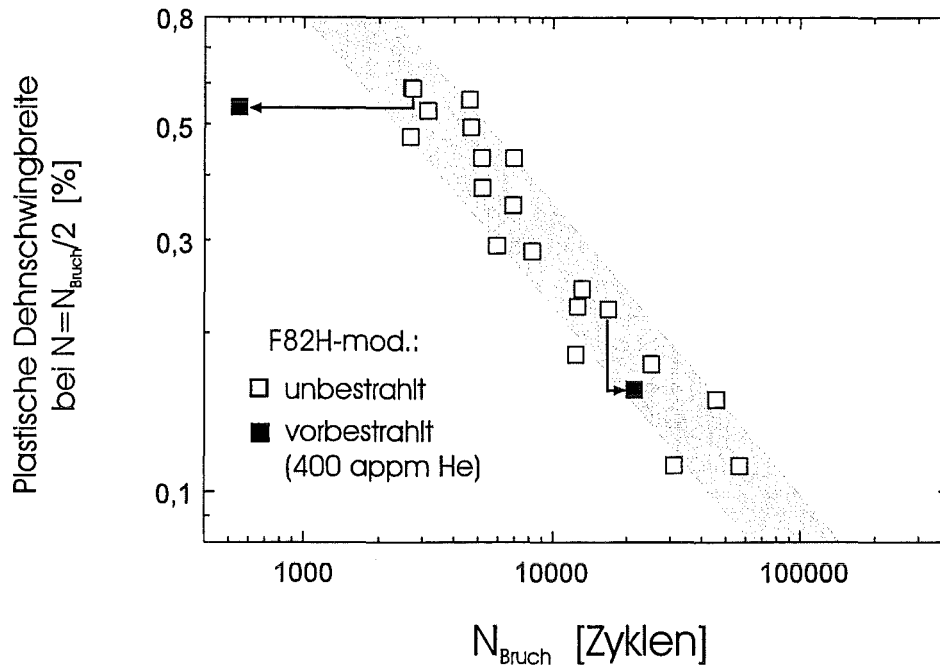


Abb. 6.6: Reduktion der plastischen Dehnschwingbreite nach vorheriger Bestrahlung; unbestrahlte und vorbestrahlte Versuche gleicher Gesamtdehnschwingbreite sind mit einem Pfeil verbunden

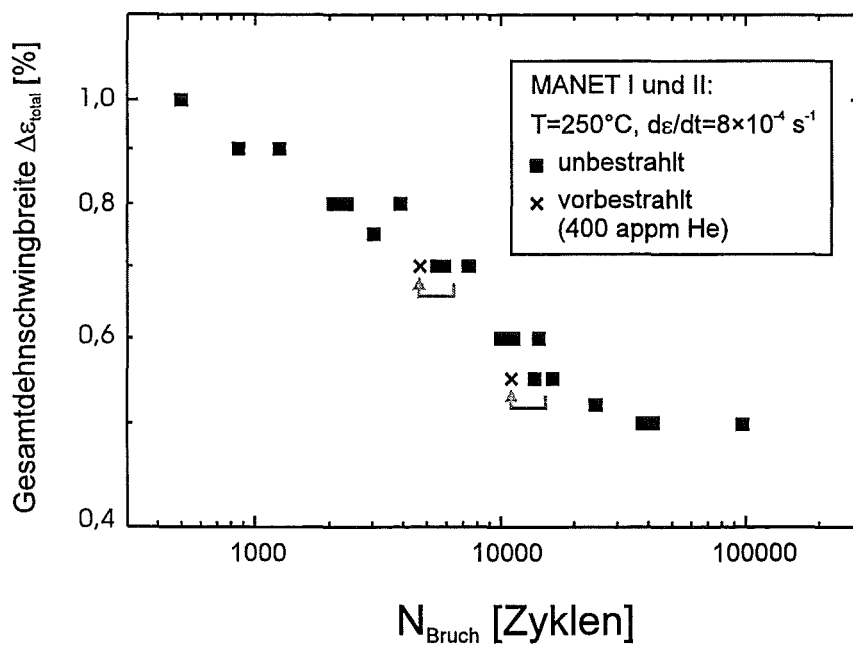


Abb. 6.7: Lebensdauerreduktion vorbestrahlter MANET-Proben bei gleicher Gesamtdehnschwingbreite

Die Erhöhung der Spannungsschwingbreite der vorbestrahlten und bei kleiner Gesamtdehnschwingbreite ermüdeten Probe führt diese in Abbildung 6.5 vom Streuband der unbestrahlten Proben weg. Die bei der hohen Gesamtdehnschwingbreite ermüdete, vorbestrahlte Probe bleibt auf Grund ihrer Lebensdauerreduktion eher in der Nähe des Streubands. Betrachtet man die plastische Dehnschwingbreite in Abbildung 6.6, so wird von den vorbestrahlten Proben nur die bei kleiner Gesamtdehnschwingbreite ermüdete Probe auf Grund ihrer Lebensdauererlängerung in das Streuband der unbestrahlten Proben überführt.

Man kann kurz sagen:

- Bestrahlung und große Gesamtdehnschwingbreite führen zu einer Lebensdauerreduktion.
- Bestrahlung und kleine Gesamtdehnschwingbreite bringen eine Lebensdauererlängerung.

Unterschiedliche Auswirkungen der Bestrahlung auf die Lebensdauern bei verschiedenen Gesamtdehnschwingbreiten zeigt, daß das Versagen des Werkstoffs nicht durch einen einzigen Mechanismus ausgelöst wird. Im Gegensatz dazu steht das Verhalten von MANET I und II (Abbildung 6.7), die bei kleineren und mittleren Gesamtdehnschwingbreiten nach vorheriger Bestrahlung zu kleineren Lebensdauern tendieren.

6.2 Einfluß der Mikrostruktur

Die Bildung bestrahlungsinduzierter Mikrodefekte führt zu einer Verfestigung des Materials. Diese Verfestigung ist als Erhöhung der Spannungsschwingbreite bei gleicher Gesamtdehnschwingbreite im Vergleich zum unbestrahlten Material meßbar. Allgemein handelt es sich bei den Defekten im Fall der Neutronenbestrahlung in erster Linie um Versetzungsringe, im Fall der Bestrahlung mit Alphateilchen um Heliumblasen. Zunächst lassen sich die Spannungen, die einen Beitrag zur Streckgrenze σ_s liefern, gemäß Gleichung 6.1 aufspalten [119]:

$$\sigma_s = \sigma_{\text{int.}} + \sigma_{\text{Barr.}} \quad (6.1)$$

$\sigma_{\text{int.}}$ ist die interne Spannung zwischen den Versetzungslinien und setzt sich so zusammen:

$$\sigma_{\text{int.}} = M\alpha G|\vec{b}|\sqrt{\rho} \quad (6.2)$$

M ist der Taylorfaktor, der die Scherspannung in die Normalspannung überführt. Für kubisch-raumzentrierte Stähle mit statistischer Kornverteilung beträgt $M=2,75$. Unter α versteht man die Barrierenstärke. Der Schermodul G beläuft sich für den Stahl 1.4914 bei $T=300^\circ\text{C}$ auf $7,7 \cdot 10^4$ MPa. $T=300^\circ\text{C}$ ist die Temperatur, bei der der Stahl MANET I neutronenbestrahlt wurde. \vec{b} ist der Burgersvektor der Versetzungen. Er beinhaltet die Gitterkonstante. Sie beträgt in α -Eisen $a_0=0,278$ nm. ρ ist die Versetzungsdichte.

$\sigma_{\text{Barr.}}$ beinhaltet Einflüsse der Korn- und Lattengrenzen und führt auf folgende Form der Hall-Petch-Beziehung:

$$\sigma_{\text{Barr.}} = M\alpha'G|\vec{b}|d^m \quad (6.3)$$

α' ist die für die Korn- und Lattengrenzen spezifische Barrierenstärke. Bei d handelt es sich um den mittleren Korn- bzw. Lattenabstand.

$\Delta\sigma_{\text{Bestr.}}$ beschreibt die zusätzliche, bestrahlungsinduzierte Verfestigung, die unterhalb etwa 400° C auftritt. Hier werden Versetzungen am Wandern gehindert. Bei Temperaturen über 450° C beschleunigt die Bestrahlung das Klettern von Versetzungen und deren Annihilierung und bewirkt eine Abnahme der Härte. Man unterscheidet zwei Möglichkeiten der Verfestigung, bei denen Versetzungen blockiert werden: Durch langreichweitige Hindernisse, die Versetzungen nicht nur auf der Gleitebene behindern, auf der sie sich selbst befinden, sowie durch kurzreichweitige Hindernisse, die nur auf der eigenen Gleitebene Versetzungsgleiten stören [120]. Nach Simons und Hulbert [121] zählen bestrahlungsinduzierte Defekte wie Versetzungsringe und Heliumblasen zu den kurzreichweitigen Behinderungen, während das Versetzungsnetzwerk zu den langreichweitigen Hindernissen gerechnet wird. Die Beiträge der kurzreichweitigen Behinderungen werden in Gleichung 6.4 quadratisch addiert [101]:

$$\Delta\sigma_{\text{Bestr.}}^2 = \Delta\sigma_{\text{Versetzungsringe}}^2 + \Delta\sigma_{\text{Heliumblasen}}^2 \quad (6.4)$$

Für die bestrahlungsinduzierte Verfestigung durch Versetzungsringe erhält man:

$$\Delta\sigma_{\text{VR}} = M\alpha_{\text{VR}}G|\vec{b}|\sqrt{\rho_{\text{VR}} \cdot d_{\text{VR}}} \quad (6.5)$$

ρ_{VR} ist die Dichte der Versetzungsringe und d_{VR} ihr Durchmesser. α_{VR} ist die spezifische Barrierenstärke. Für den bei $T=300^\circ\text{C}$ neutronenbestrahlten Stahl MANET I, der eine Schädigung von 5 dpa aufweist, wurde der Einfluß der bestrahlungsinduzierten Mikrostruktur näher untersucht. Dabei wurde die in Kapitel 5.4.1 festgestellte Größenverteilung der Versetzungsringe berücksichtigt. Diese Versetzungsringe sind auf Grund ihrer Anordnung verfestigungswirksam. Heliumblasen wurden keine gefunden. Tests der Zugfestigkeit ergaben für den MANET-Stahl eine zusätzliche Verfestigung von 420 MPa [98]. Nach Umformung der obigen Gleichung erhält man dann für die Barrierenstärke $\alpha_{\text{VR}}=0,46$. Für $|\vec{b}|$ wurde der Mittelwert der Beträge der beiden nach Eyre und Bullough auftretenden Burgersvektoren $\vec{b}=a/2 [11\bar{1}]$ und $\vec{b}=a [010]$ benutzt. Nach einer Fehlerbetrachtung für die Größe und Dichte der Versetzungsringe erhält man bei Größtfehleraddition einen maximalen Fehler für die Bestimmung der spezifischen Barrierenstärke von etwa 30 %.

Für den mit Alphateilchen bestrahlten MANET I wurde die Verfestigung durch die Heliumblasen untersucht. Die Verfestigung wird wie bei den Versetzungsringen durch folgenden Gleichungstyp beschrieben:

$$\Delta\sigma_{\text{HB}} = M\alpha_{\text{HB}}G|\vec{b}|\sqrt{\rho_{\text{HB}} \cdot d_{\text{HB}}} \quad (6.6)$$

ρ_{HB} und d_{HB} sind die Dichte und Größe der Heliumblasen. α_{HB} ist die spezifische Barrierenstärke. Für die Berechnung des Burgersvektors wird hier die Gitterkonstante von α -Eisen benutzt. In den dehnungsgesteuerten Ermüdungsversuchen für MANET II wurde nach der Implantation von 400 appm He eine Zunahme der Spannungsamplitude zu Ermüdungsbeginn von $1/2 \cdot \Delta\sigma=85$ MPa gefunden. Die Gesamtdehnschwingbreite betrug $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,7$ %. In den transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen der

vorbestrahlten Proben wurde eine Blasendichte von $7,75 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-3}$ festgestellt. Der mittlere Durchmesser der Blasen war 3,2 nm. Die daraus resultierende Barrierenstärke liegt bei $\alpha_{\text{HB}}=0,03$. Der Beitrag der Heliumblasen zur Verfestigung ist somit deutlich kleiner als der der Versetzungsringe. Dennoch darf die geringe Größe der spezifischen Barrierenstärke nicht überbewertet werden, da die Blasendichte leicht überschätzt wird. Normalerweise werden Probenbereiche zur Dichtebestimmung der Blasen herangezogen, in denen Blasen gut zu erkennen sind. Das sind dann immer auch Bereiche, die eine hohe Blasendichte besitzen. Die Heliumblasen in den MANET-Proben waren sowohl in der Matrix als auch an den M_{23}C_6 -Ausscheidungen zu finden.

Im mit Alphateilchen bestrahlten Stahl F82H-mod. konnte keine eindeutige Beschreibung der Heliumblasen erfolgen. Die Blasen sind dort wohl nur teilweise sichtbar. In jedem Fall bewirkt die Bestrahlung im Werkstoff eine Verfestigung. Wichtig ist, daß keine Blasen entlang der M_{23}C_6 -Ausscheidungen gefunden werden. Wäre Helium mit einer größeren Konzentration an den inneren Grenzflächen vertreten, so müßte es dort detektierbar sein. Es scheint sehr wahrscheinlich, daß praktisch das ganze Helium in der Matrix implantiert ist. Die Bildung kleiner Blasen unterhalb der Auflösungsgrenze würde für eine sehr kurze mittlere freie Weglänge der Heliumatome sprechen. Dies ist ein weiteres Indiz dafür, daß kein Helium bis zu den Grenzflächen an den Ausscheidungen gelangt.

Die mikrostrukturellen Ergebnisse lassen sich folgendermaßen zusammenstellen:

- Durch den Aufbau mikrostruktureller Defekte erfahren die bestrahlten Stähle eine Verfestigung. Die Bestrahlung mit Spaltneutronen führt in erster Linie zur Bildung von Versetzungsringen, die Bestrahlung mit Alphateilchen führt zu Verlagerungsschädigungen und zur Bildung von Heliumblasen oder Heliumclustern. Letztere sind mit dem Transmissionselektronenmikroskop nicht mehr detektierbar.
- Versetzungsringe sind stärker verfestigungswirksam als Heliumblasen.
- Heliumblasen bzw. -cluster in F82H-mod. sind sehr schwer detektierbar und haben vermutlich eine Größe kleiner als die Auflösungsgrenze des benutzten Transmissionselektronenmikroskops.
- Im Gegensatz zu den untersuchten MANET-Proben befinden sich die Heliumblasen in F82H-mod praktisch nur in der Matrix und nicht auch an den M_{23}C_6 -Ausscheidungen. MANET I/II erfährt damit durch die Bestrahlung eine Schwächung entlang der inneren Grenzflächen.

6.3 Bildung und Wachstum der Ermüdungsrisse

Der wesentliche Bestandteil dieser Arbeit war die Untersuchung der Entstehung und des Wachstums von Ermüdungsrissen. Hierbei wurde in erster Linie das Verhalten mikrostrukturell kurzer Risse analysiert. Zum einen wurde der Einfluß der Mikrostruktur auf die Lage der kleinen Risse an Hand von metallographischen Schliffen nach dem Versagen der jeweiligen Proben bestimmt. Zum anderen wurde die Entwicklung der Risse während der Ermüdung mit Hilfe eines langreichweitigen Mikroskops beobachtet. Die Rißmorphologie auf der Werkstoffoberfläche konnte somit über den gesamten Experimentverlauf ermittelt werden.

Die metallographischen Schliffe haben ergeben, daß die Rißentstehung und das Wachstum der Risse praktisch immer transkristallin bezüglich der ehemaligen Austenitkorngrenzen verläuft. Dies ist unabhängig davon, ob eine Probe bestrahlt wurde oder nicht. Die meisten der untersuchten Mikrorisse kann man in zwei Klassen einteilen:

- Mikrorisse entlang aufgereihter $M_{23}C_6$ -Karbide mit einem Maximum ihrer Orientierung von 50° bis 60° zur Belastungsachse
- Mikrorisse, die unbeeinflußt von den $M_{23}C_6$ -Karbid-Reihen sind und ihr Maximum bei etwa 45° zur Belastungsachse haben

Es existieren demnach zwei Mechanismen, die Risse entstehen lassen können. Dabei handelt es sich zum einen um die Bildung von gleitbandartigen Strukturen bzw. In- und Extrusionen. Ihr Auftreten ist von der plastischen Deformation abhängig. Ihre Orientierung bezüglich der Belastung ist in der Richtung der maximalen Schubspannung. Diese Richtung ist unter einem Winkel von 45° zur Belastungsachse. Der zweite Mechanismus, der Risse entstehen läßt, ist eine Trennung entlang innerer Grenzflächen auf Grund der Normalspannung. Das Maximum der Normalspannung ist bei 90° zur Belastungsrichtung. Bei denjenigen Mikrorissen, die entlang der Ausscheidungen liegen, kann von einer Superposition der beiden Rißentstehungsmechanismen gesprochen werden. Die Anordnung der beobachteten Mikrorisse ist daher in einem Bereich zwischen 50° und 90° mit einem Maximum bei 60° .

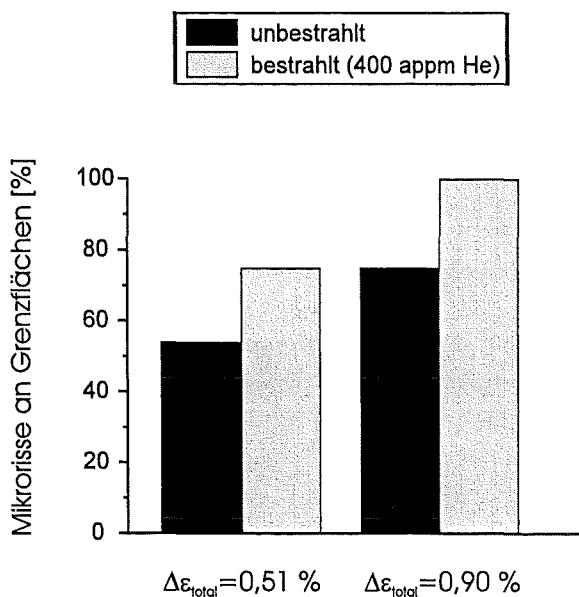


Abb 6.8: Anteil mikrostrukturell kurzer Risse an inneren Grenzflächen in Abhängigkeit von der Gesamtdehnungsschwingbreite und der Bestrahlung

Mit zunehmender Gesamtdehnungsschwingbreite und besonders nach einer vorherigen Bestrahlung mit entsprechender Verfestigung läßt die erhöhte Spannungsantwort in den dehnungsgesteuerten Ermüdungsversuchen den Anteil der Mikrorisse entlang der aufgereihten $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen anwachsen (siehe Abbildung 6.8).

Der Anteil der Mikrorisse entlang der $M_{23}C_6$ -Karbide wird in den metallographischen Schliffen überschätzt. Das liegt daran, daß ein Teil der Risse, die um 45° zur Belastungsrichtung liegen und während der Ermüdung mit dem Lichtmikroskop beobachtet werden

konnten, durch das Abschleifen bei der Präparation eliminiert wurden. Offensichtlich reichen Mikrorisse dieses Typs weniger weit in die Oberflächenschicht des Werkstoffs hinein. Die Ribbildung geht dann zumindest im Bereich des ersten Kornes entlang der Ausscheidungen schneller vonstatten.

Aus der lichtmikroskopischen Analyse der Risse während der Ermüdung bezüglich ihrer Länge, ihrer Lage und ihrer Vernetzung lassen sich folgende grundsätzliche Aussagen treffen:

Bei einer hohen Gesamtdehnschwingbreite entstehen schnell viele kleine Ribsegmente, die früh miteinander vernetzen. Sie bestätigen auf Grund ihrer Orientierung das Ergebnis der metallographischen Schriffe und zeigen damit einen hohen Anteil von Rissen entlang der inneren Grenzflächen. Die hohe Anzahl und die rasche Vernetzung sind der Grund für ein frühes Materialversagen.

Bei kleinen Gesamtdehnschwingbreiten kommen wenige aber dafür längere Ribsegmente vor. Sie zeigen eine Vorzugsrichtung entlang der maximalen Schubspannung. Hier ist in der Regel ein Hauptriß verantwortlich für das Versagen des Werkstoffs.

Neben diesen beiden Ribtypen gibt es eine dritte Ribsorte, die der Geometrie der Proben zugeschrieben werden kann. Diese Ribsegmente sind bei einer entsprechend hohen Gesamtsegmentdichte für eine Vernetzung der vorhandenen Ribsegmente in axialer Probenrichtung zuständig. Sie spielen im metallographischen Schliff keine Rolle.

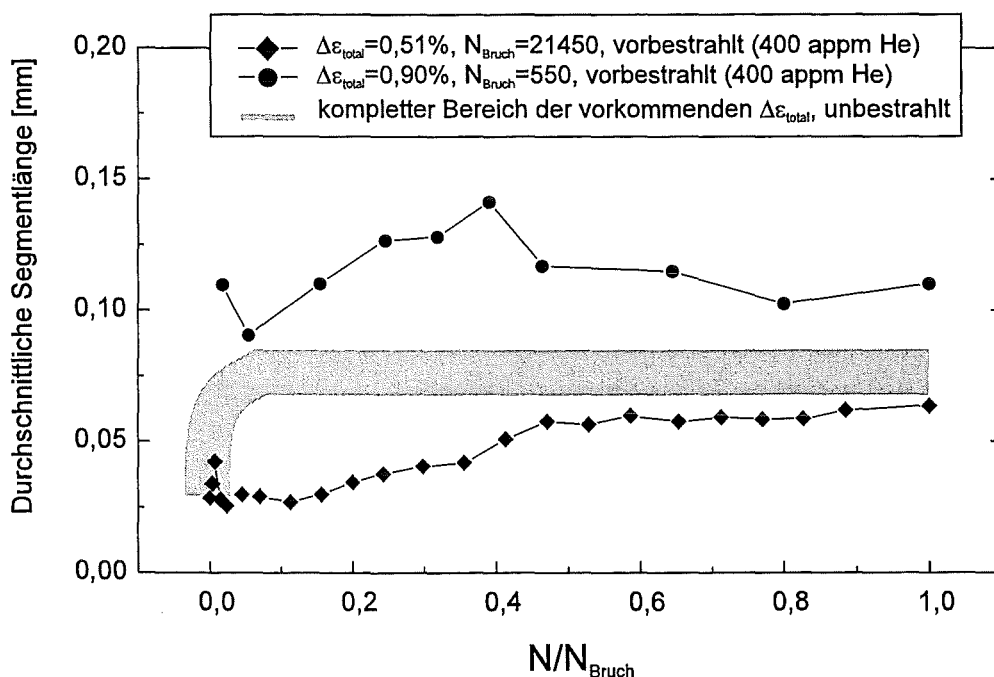


Abb. 6.9: Abweichung der durchschnittlichen Segmentlänge vorbestrahlter Proben im Vergleich zu unbestrahlten Proben

Die durchschnittliche Risegmentlnge liegt fr alle Gesamtdehnschwingbreiten ohne vorherige Bestrahlung in einem engen Streuband und entspricht unabhngig vom Ermdungsstadium in etwa der Korngre. Abbildung 6.9 zeigt, da die durchschnittliche Segmentlnge der vorbestrahlten Proben je nach Gesamtdehnschwingbreite oberhalb oder unterhalb dieses Streubands liegen. Daraus lassen sich folgende Schlsse ziehen:

- Unbestrahlte Proben: Mikrorisse werden unabhngig von der Gesamtdehnschwingbreite von mikrostrukturellen Barrieren beeinflt.
- Bestrahlte Probe, $\Delta\varepsilon_{\text{total}}$ gro: Mikrostrukturelle Barrieren werden bis zu einem gewissen Grad berschritten.
- Bestrahlte Probe, $\Delta\varepsilon_{\text{total}}$ klein: Mikrostrukturelle Barrieren werden auf Grund der Verfestigung des Materials teilweise erst gar nicht erreicht.

Mikrostrukturell kurze Risse folgen nicht den Wachstumsgesetzen makroskopischer Risse. Sie kommen in einer groen Anzahl vor. Mikrostrukturell kurze Risse fhren nicht einzeln zum Versagen des Werkstoffs, machen aber den Hauptanteil der Ermdungsdauer bis zum Versagen aus. Es bietet sich daher an, das Auftreten bzw. die Initiierungszeit dieser kleinen Risse statistisch zu betrachten. Fr die statistische Auswertung der Segmente wurde nach den drei vorkommenden Ritypen unterschieden. Alle Risegmente wurden nach ihrer Orientierung bezglich der Belastungsrichtung in die Klassen der Segmente 0° bis 30° (axial vernetzende Segmente), 30° bis 50° (Segmente in Richtung der maximalen Schubspannung) und 50° bis 90° (Segmente entlang innerer Grenzflchen und senkrecht zur Normalspannung) eingeteilt. Eine Auftragung der kumulativen Wahrscheinlichkeit der Initiierung neuer Segmente in einen Weibull-Plot lieferte fr die unterschiedlichen Versuchsbedingungen die jeweiligen Skalierungs- und Formparameter (siehe Kapitel 5.3.1 und Tabelle XIII). In Abbildung 6.10 ist die Wahrscheinlichkeitsdichte fr die Nukleation neuer Segmente aufgetragen. Dabei wurde die Ermdungsdauer auf die Dauer bis zum Versagen normiert. In Gleichung 6.7 ist die Wahrscheinlichkeitsdichte-Funktion angegeben. α und β sind der Skalierungs- und Formparameter, N' sei N/N_{Bruch} .

$$f(N') = \frac{\beta}{\alpha} \cdot \left(\frac{N'}{\alpha}\right)^{\beta-1} \cdot \exp\left[-\left(\frac{N'}{\alpha}\right)^\beta\right] \quad (6.7)$$

Es sind 4 Flle zu unterscheiden:

Bei einer kleinen Gesamtdehnschwingbreite ohne Bestrahlung berwiegen zu Beginn der Ermdung schubspannungsgesteuerte Risse (30° bis 50° zu Belastungsrichtung). Nach 30 % bis 40 % der Ermdung werden hauptschlich vernetzende Risse (0° bis 30° zur Belastungsrichtung) initiiert. ber den gesamten Ermdungsverlauf werden mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit alle Ritypen erzeugt.

Bei einer groen Gesamtdehnschwingbreite ohne Bestrahlung werden sofort zu Ermdungsbeginn gleichermaen schubspannungsgesteuerte und lngs der Ausscheidungen liegende Risse erzeugt. Die Wahrscheinlichkeitsdichte zur Erzeugung neuer Segmente hat sich nach 10 % bis 20 % der Ermdungsdauer stark verringert. Hier spielt dann die Vernetzung die wesentliche Rolle. Die Nukleation der meisten Risse ist nach ca. 15 % der Lebensdauer abgeschlossen.

Bei einer kleinen Gesamtdehnschwingbreite mit vorheriger Bestrahlung besitzen die Schubspannungsgesteuerten Risse über der gesamten Lebensdauer die höchste Wahrscheinlichkeitsdichte. Diese ist allerdings für die Grenzflächenrisse im gesamten Bereich praktisch nicht kleiner. Die Wahrscheinlichkeitsdichte für die vernetzenden Segmente ganz zu Beginn ist zu hoch. Der Grund für dieses Verhalten wurde in Kapitel 5.3.5 Abschnitt b) diskutiert. Die Nukleation der Risse ist im wesentlichen nach einem Drittel der Ermüdung abgeschlossen.

Bei einer großen Gesamtdehnschwingbreite mit vorheriger Bestrahlung bestimmen die Grenzflächenrisse das anfängliche Reißgeschehen. Mit einer geringeren Wahrscheinlichkeitsdichte treten ab ca. 20 % der Ermüdungsdauer ebenfalls Schubspannungsgesteuerte Risse auf. Das gesamte Reißgeschehen wird von der Nukleation axial vernetzender Risse begleitet. Die Wahrscheinlichkeitsdichte für die Initiierung aller drei Reißsorten nimmt im Verlauf der Ermüdung kontinuierlich ab.

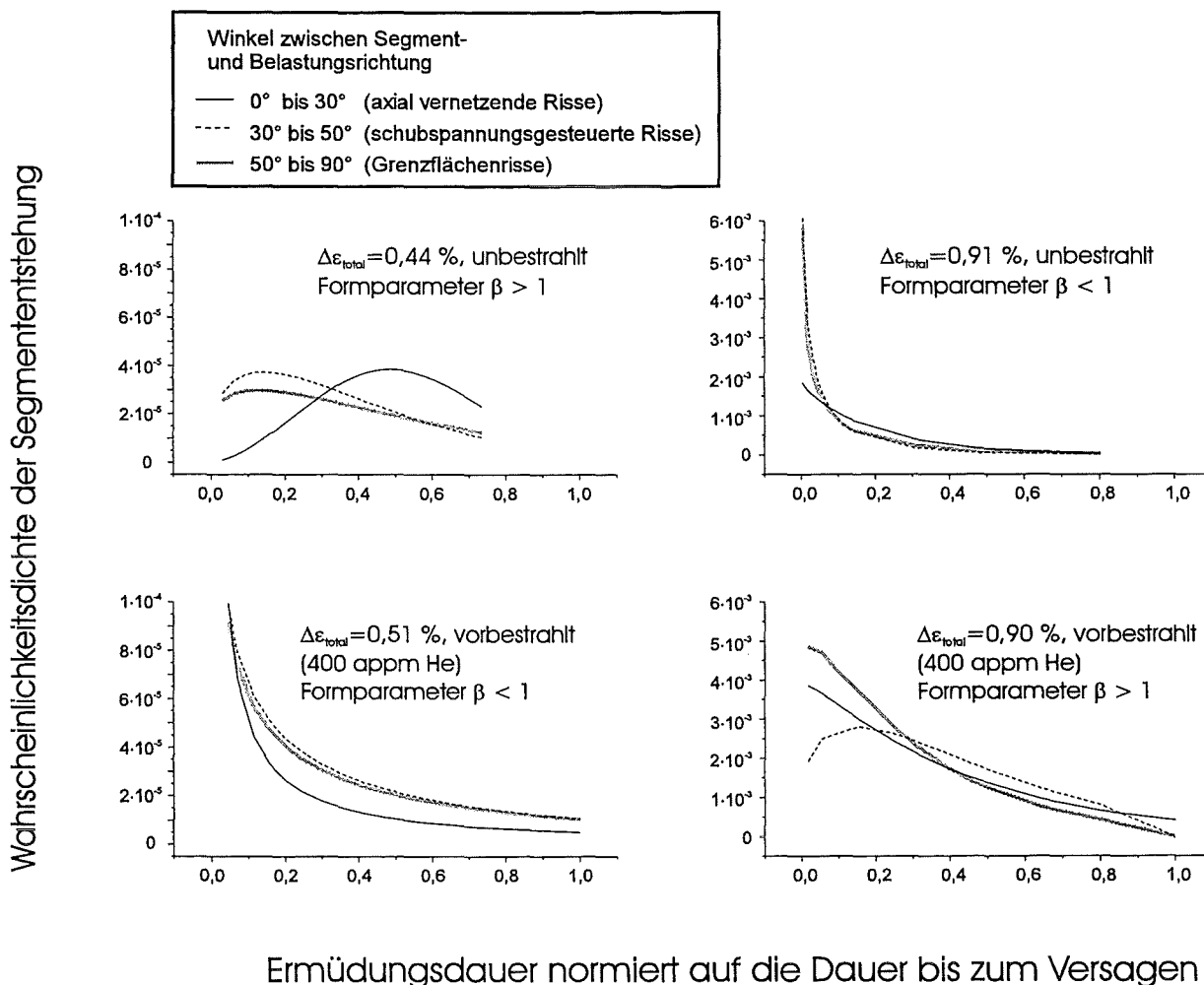


Abb. 6.10: Verteilung der Wahrscheinlichkeitsdichten für die Entstehung der verschiedenen Reißarten bei den unterschiedlichen Versuchsbedingungen

7 Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurde das Ermüdungsverhalten des ferritisch-martensitischen, niedrigaktivierbaren Stahls F82H-mod. und der Stähle MANET I und II im Temperaturbereich von $T=200^{\circ}\text{C}$ bis $T=250^{\circ}\text{C}$ systematisch untersucht. Bei einer großen und einer kleinen Gesamtdehnschwingbreite wurden mit Alphateilchen vorbestrahlte F82H-mod. Proben ermüdet. Von besonderem Interesse war die Entstehung mikrostrukturell kurzer Risse in F82H-mod. in Abhängigkeit von den Versuchsbedingungen. Es wurden metallographische Schliffe nach Versuchsende angefertigt sowie die Beobachtung der Werkstoffoberfläche während der Ermüdung mit einem speziellen langreichweitigen Mikroskop durchgeführt. Die entstehenden mikrostrukturell kurzen Risse wurden bezüglich ihrer Länge, Orientierung zur Belastungsachse und ihrer Wechselwirkung untereinander als Funktion der Lastspielzahl analysiert. Die Kombination von mechanischen Ermüdungsdaten mit Ergebnissen hinsichtlich der Mikrostruktur und der Mikrorißbildung hat sich als vorteilhafte Methodik zur Klärung des Materialversagens erwiesen.

Das Ermüdungsverhalten der Stähle MANET I, II und F82H-mod. ist durch eine zyklische Entfestigung geprägt. Bei höherer Gesamtdehnschwingbreite $\Delta\varepsilon_{\text{total}}$ nimmt diese Entfestigung zu. Insgesamt ist F82H-mod. weicher als MANET I und II. In den eigenen dehnungsgesteuerten Experimenten war die Lebensdauer von F82H-mod. oberhalb etwa $\Delta\varepsilon_{\text{total}}=0,7\%$ größer, unterhalb kleiner als die der MANET-Stähle. Eine vorherige Bestrahlung von F82H-mod. bewirkt eine Verfestigung. Die Entfestigung der bestrahlten Proben ist im Fall einer hohen Gesamtdehnschwingbreite stärker ausgeprägt und bei einer kleinen Gesamtdehnschwingbreite schwächer ausgeprägt als die Entfestigung der unbestrahlten Proben. Die vorherige Bestrahlung führt bei einer hohen Gesamtdehnschwingbreite zu einer signifikanten Lebensdauerreduktion, bei kleiner Gesamtdehnschwingbreite zu einer moderaten Lebensdauererlängerung.

Das Anrißverhalten in F82H-mod. ist praktisch immer transkristallin. Die metallographischen Schliffe ergeben, daß die vorkommenden mikrostrukturell kurzen Risse im wesentlichen in zwei Klassen eingeteilt werden können. Dabei handelt es sich zum einen um Risse entlang der aufgereihten M_{23}C_6 -Sekundärausscheidungen. Diese Ausscheidungen liegen perlschnurartig entlang der Martensitlattengrenzen. Die Risse sind meistens mit einem Winkel von etwa 60° zur Belastungsrichtung angeordnet. Zum anderen handelt es sich um Risse, die von der Mikrostruktur unbeeinflusst bei einem Winkel von rund 45° zur Belastungsrichtung orientiert sind. Diese Risse erstrecken sich in Richtung der maximalen Schubspannung. Damit existieren zwei unterschiedliche Rißentstehungsmechanismen: Die normalspannungsunterstützte Trennung entlang innerer Grenzflächen und die schubspannungsgesteuerte Bildung von In- und Extrusionen mit der Folge entsprechender Mikrorisse. Mit zunehmender Gesamtdehnschwingbreite sowie nach der Materialverfestigung durch Bestrahlung nimmt der Anteil der Grenzflächenrisse zu.

Im Rahmen der lichtmikroskopischen Untersuchung der während der Ermüdung auftretenden Oberflächenrisse wurden über 20000 Rißsegmente analysiert. Das Erscheinungsbild der Rißmuster läßt sich folgendermaßen zusammenfassen:

Bei hohen Gesamtdehnschwingbreiten entstehen recht schnell viele kleine Risse. Die Nukleation der Risse ist im wesentlichen nach 10 % bis 20 % der Ermüdungsdauer

abgeschlossen. Bei den Rissen handelt es sich sowohl um Grenzflächenrisse als auch um schubspannungsgesteuerte Risse. Im Verlauf der Ermüdung findet früh eine Vernetzung der vielen Risegmente statt. Das dichte Rimuster fhrt schließlich zum raschen Versagen des Werkstoffs. Bei einer kleinen Gesamtdehnschwingbreite erfolgt über die gesamte Ermüdungsdauer eine Nukleation von neuen Segmenten. Die wichtigste Rolle spielen die schubspannungsgesteuerten Risse mit einem Winkel von etwa 45° zur Belastungsrichtung. Nur ein Hauptri oder wenige Einzelrisse fhren hier zum Versagen des Materials. Unabhängig von der Gesamtdehnschwingbreite und dem Ermüdungsstadium zeigen alle vorkommenden Risegmente eine durchschnittliche Lnge von der Gre eines Korns.

Die vorbestrahlte und bei kleinem $\Delta\varepsilon_{\text{total}}$ ermdete Probe zeigt im ersten Drittel der Ermüdungsdauer die grten Zuwchse von Mikrorissen. Es entstehen sowohl Grenzflchenrisse als auch schubspannungsgesteuerte Risse. Trotz des groen Anteils schubspannungsgesteuerter Risse bleibt die durchschnittliche Segmentlnge im gesamten Ermdungsverlauf unterhalb der durchschnittlichen Segmentlnge von unbestrahlten Proben. Das Wachstum der Risegmente luft gebremst ab. Die vorbestrahlte und bei groem $\Delta\varepsilon_{\text{total}}$ ermdete Probe ist durch die sehr schnelle Entstehung von vielen Grenzflchenrissen geprgt. Im Laufe der Ermdung gewinnen ebenfalls die schubspannungsgesteuerten Risse an Bedeutung. Die durchschnittliche Segmentlnge ist grer als die der unbestrahlten Proben. Das berschreiten mikrostruktureller Barrieren wird forciert. Das Auftreten der unterschiedlichen Ritypen abhngig von ihren jeweiligen Entstehungsmechanismen ist die Erklrung fr die verlngerte bzw. reduzierte Lebensdauer vorbestrahlter Proben im Vergleich zu unbestrahlten Proben bei gleicher Gesamtdehnschwingbreite.

Die transmissionselektronenmikroskopische Analyse der mit Alphateilchen bestrahlten F82H-mod. Proben zeichnet sich durch die nur in geringen Mengen detektierbaren Heliumblasen aus. Es wird vermutet, da das zu der Verfestigung fhrende implantierte Helium in Clustern konzentriert ist, die eine Gre unterhalb der Auflsungsgrenze des benutzten Transmissionselektronenmikroskops besitzen. In vergleichbaren MANET-Proben konnten Heliumblasen sowohl in der Matrix als auch an den $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen gefunden werden. Die Mikrostruktur neutronenbestrahlter MANET-Proben unterscheidet sich durch das Vorkommen vieler Versetzungsringe. Diese sind im Vergleich zu den Heliumblasen verfestigungswirksamer.

Die schlechte Nachweisbarkeit der Heliumblasen in bestrahltem F82H-mod. lt noch keinen eindeutigen Schlu ber den Ort (z.B. an Versetzungslinien) und die Form (sehr kleine Blasen oder Cluster) des implantierten Heliums zu. Es ist wnschenswert, in diese Richtung weitere Untersuchungen durchzufhren. Gedacht wird an systematische Wrmebehandlungen von bestrahlten Proben, um ein Koagulieren des Heliums zu erreichen. Auerdem knnen mit SANS-Untersuchungen (SANS=Small Angle Neutron Scattering) kleinste Ansammlungen von Heliumatomen bestimmt werden, ohne deren Morphologie zu ndern.

Statistische Methoden haben ihre Eignung fr die Beschreibung der Initiierung von Risegmenten gezeigt. Die in dieser Arbeit durchgefhrte statistische Darstellung entstehender Risse kann als Grundlage fr eine zuknftige stochastische Lebensdauerbeschreibung des ermdeten Werkstoffes unter Bercksichtigung der mikrostrukturellen Vorgnge dienen.

8 Literaturverzeichnis

- [1] R.L.Klueh, K.Ehrlich, F.Abe: Ferritic / martensitic steels: promises and problems, Journal of Nuclear Materials 191-194 (1992) 116-124
- [2] D.R.Harries: The materials requirements for NET, Radiation Effects 101 (1986) 3-19
- [3] S.N.Rosenwasser, P.Miller, J.A.Dalessandro, J.M.Rawls, W.E.Toffolo, W.Chen: The application of martensitic stainless steels in long lifetime fusion first wall / blankets, Journal of Nuclear Materials 85 & 86 (1979) 177-182
- [4] P.Schiller, K.Ehrlich, J.Nihoul: History, present status and future of fusion reactor materials research in the EC and other European countries, Journal of Nuclear Materials 179-181 (1991) 13-18
- [5] K.Ehrlich, K.Anderko: Metallische Werkstoffe als Erste-Wand Materialien für zukünftige Fusionsreaktoren, Journal of Nuclear Materials 171 (1990) 139-149
- [6] T.Lechtenberg: Irradiation effects in ferritic steels, Journal of Nuclear Materials 133 & 134 (1985) 149-155
- [7] R.L.Klueh: Chromium-molybdenum steels for fusion reactor first walls - a review, Nuclear Engineering and Design 72 (1982) 329-344
- [8] K.Ehrlich: Vorlesungsunterlagen Werkstoffe in der Energietechnik, Darmstadt (1994)
- [9] D.S.Gelles: Development of martensitic steels for high neutron damage applications, Journal of Nuclear Materials 239 (1996) 99-106
- [10] A.Kohyama, A.Hishinuma, D.S.Gelles, R.L.Klueh, W.Dietz, K.Ehrlich: Low-activation ferritic and martensitic steels for fusion application, Journal of Nuclear Materials 233-237 (1996) 138-147
- [11] R.L.Klueh, E.E.Bloom: Radiation facilities for fusion reactor first wall and blanket structural materials development, Nuclear Engineering and Design 73 (1982) 101-125
- [12] T.Kondo, T.E.Shannon, K.Ehrlich: Materials development and testing aspects of IFMIF in the conceptual design stage, Journal of Nuclear Materials 233-237 (1996) 82-91
- [13] D.Kaletta: The high-energy dual-beam technique, Journal of Nuclear Materials 133 & 134 (1985) 878-881
- [14] P.Jung, H.Ullmaier: Effects of light ion irradiation on mechanical properties of metals and alloys, Journal of Nuclear Materials 174 (1990) 253-263
- [15] M.L.Grossbeck, J.M.Vitek, K.C.Liu: Fatigue behavior of irradiated helium-containing ferritic steels for fusion reactor applications, Journal of Nuclear Materials 141-143 (1986) 966-972

- [16] Lindau, A.Möslang: Fatigue tests on a ferritic-martensitic steel at 420°C: Comparison between in-situ and postirradiation properties, *Journal of Nuclear Materials* 212-215 (1994) 599-603
- [17] P.Marmy: In-beam fatigue of a ferritic-martensitic steel. First results, *Journal of Nuclear Materials* 212-215 (1994) 594-598
- [18] P.Marmy, M.Victoria: The tensile and fatigue properties of DIN 1.4914 martensitic stainless steel after 590 MeV proton irradiation, *Journal of Nuclear Materials* 191-194 (1992) 862-867
- [19] J.Bertsch, R.Lindau, A.Möslang: In-situ and postirradiation fatigue properties of the ferritic-martensitic steel MANET at T=250°C, *Journal of Nuclear Materials* 233-237 (1996) 276-279
- [20] P.Haasen: *Physikalische Metallkunde*, Springer-Verlag (1994)
- [21] H.Mughrabi, K.Herz, X.Stark: Cyclic deformation and fatigue behaviour of α -iron mono- and polycrystals, *International Journal of Fracture* 17 (1981) 193-220
- [22] H.-J.Christ: *Wechselverformung von Metallen*, Springer-Verlag (1991)
- [23] R.Gersinska: Strukturuntersuchungen zum Ermüdungsverhalten des 12 % Cr-Stahls 1.4914 (X 18 Cr Mo V Nb 12 1), KfK 5069 (1992)
- [24] H.Mughrabi: Mikrostrukturelle Ursachen der Ermüdungsrißbildung, aus: *Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe*, herausgegeben von D.Munz, DGM Informationsgesellschaft Verlag (1985) 7-38
- [25] H.Mughrabi, F.Ackermann, K.Herz: Persistent slipbands in fatigued face-centred and body-centred cubic metals, *Fatigue Mechanisms, Proc. of an ASTM-NBS-NSF symposium*, Kansas City, Mai 1978, ASTM-STP 675 (1979) 69-105
- [26] K.Pohl, P.Mayr, E.Macherauch: Shape and structure of persistent slip bands in iron carbon alloys, aus: *Defects, Fracture and Fatigue, Proc. of the Sec. Int. Symp.*, 30.05.-05.06.1982, Mont Gabriel, Canada, Martinus Nijhoff Publishers 147-159
- [27] C.V.Cooper, M.E.Fine: Fatigue crack initiation in iron, aus: *Defects, Fracture and Fatigue, Proc. of the Sec. Int. Symp.*, 30.05.-05.06.1982, Mont Gabriel, Canada, Martinus Nijhoff Publishers 183-195
- [28] T.Kunio, M.Shimizu, K.Yamada, K.Sakura, T.Yamamoto: The early stage of fatigue crack growth in martensitic steels, *International Journal of Fracture* 17 (1981) 111-119
- [29] M.Goto: Statistical investigation of the behaviour of microcracks in carbon steels, *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.* 14 (1991) 833-845
- [30] L.Engel, H.Klinge: *Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen von Metallschäden*, Hanser (1982)
- [31] C.Laird: In: *Fatigue crack propagation*, ASTM-STP 415 (1967)

- [32] R.L.Klueh, J.-J.Kai, D.J.Alexander: Microstructure-mechanical properties correlation of irradiated conventional and reduced-activation martensitic steels, *Journal of Nuclear Materials* 225 (1995) 175-186
- [33] C.Wassilew K.Ehrlich: Effect of neutron irradiation on the dynamic fracture toughness behaviour of the 12 % Cr steel MANET-I investigated using subsize V-notch specimens, *Journal of Nuclear Materials* 191-194 (1992) 850-854
- [34] R.L.Klueh, P.J.Maziasz: Effect of irradiation in HFIR on tensile properties of Cr Mo steels, *Journal of Nuclear Materials* 187 (1992) 43-54
- [35] R.L.Klueh, J.M.Vitek: Tensile properties of 9 Cr-1 Mo V Nb and 12 Cr-1 Mo V W steels irradiated to 23 dpa at 390 to 550°C, *Journal of Nuclear Materials* 182 (1991) 230-239
- [36] W.Vandermeulen, M.Snykers: The effect of irradiation on the mechanical properties of ferritic-martensitic steels, *Radiation Effects* 101 (1986) 221-236
- [37] M.Rieth, B.Dafferner: Low temperature embrittlement behaviour of different ferritic-martensitic alloys for fusion applications, *Journal of Nuclear Materials* 233-237 (1996) 229-232
- [38] L.Schäfer, M.Schirra, K.Ehrlich: Mechanical properties of low activating martensitic 8 - 10 % Cr W V Ta steels of type OPTIFER, *Journal of Nuclear Materials* 233-237 (1996) 264-269
- [39] K.Shiba, M.Suzuki, A.Hishinuma: Irradiation response on mechanical properties of neutron irradiated F82H, *Journal of Nuclear Materials* 233-237 (1996) 309-312
- [40] M.Rieth, B.Dafferner, H.D.Röhrig: Charpy impact properties of low activation alloys for fusion applications after neutron irradiation, *Journal of Nuclear Materials* 233-237 (1996) 351-355
- [41] Lindau, A.Möslang: Low cycle fatigue properties of the helium-implanted 12 % Cr steel 1.4914 (MANET), *Journal of Nuclear Materials* 179-181 (1991) 753-756
- [42] J.L.Brimhall, E.P.Simonen: Irradiation effects on substructure related to irradiation softening, *Radiation Effects* 1986 101 (1986) 255-267
- [43] R.Scholz, A.M.Morrissey, G.Bergamo: The effect of in-beam cycling on the high cycle fatigue behaviour of type 316 L stainless steel, *Radiation Effects and Defects in Solids* 129 (1994) 229-238
- [44] D.G.H.Latzko, C.E.Turner, J.D.Landes, D.E.McCabe, T.K.Hellen: *Post-yield Fracture Mechanics*, Elsevier Applied Science Publishers LTD (1984)
- [45] D.Broek: *Elementary Engineering Fracture Mechanics*, Sijthoff & Noordhoff (1978)
- [46] D.Munz: *Bruchmechanik in der Schadensanalyse, aus: Systematische Beurteilung technischer Schadensfälle*, herausgegeben von G.Lange, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde e.V. (1983)

- [47] D.Aurich: Bruchvorgänge in metallischen Werkstoffen, Werkstofftechnische Verlagsgesellschaft m.b.H., Karlsruhe (1978)
- [48] L.A.James: Fatigue crack propagation in austenitic steels, Atomic Energy Review 14 (1976) 37-85
- [49] D.J.Michel, G.E.Korth: Effects of Irradiation on Fatigue and Crack Propagation in Austenitic Stainless Steel, International Conference on Radiation Effects in Breeder Reactor Structural Materials, 19.-23.06.1977, Scottsdale, Arizona
- [50] P.Fenici, S.Suolang: Fatigue crack growth in 316 type stainless steel at temperatures and displacement damage rates representative for the first wall loading, Journal of Nuclear Materials 191-194 (1992) 1408-1412
- [51] G.J.Lloyd, J.D.Walls, J.Gravenor: Low temperature fatigue crack propagation in neutron-irradiated type 316 steel and weld metal, Journal of Nuclear Materials 101 (1981) 251-257
- [52] K.J.Miller: The behaviour of short fatigue cracks and their initiation, part I and part II, Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct. 10 (1987) 75-91, 93-113
- [53] K.J.Miller: Initiation and growth rates of short fatigue cracks, Fundamentals of Deformation and Fracture, Eshelby Memorial Symposium, 02.-05.04.1984, Sheffield, 477-500
- [54] K.J.Miller: Metal fatigue - past, current and future, Twenty-seventh John Player Lecture, 27.03.1991, London, 1-14
- [55] K.J.Miller: The two thresholds for fatigue behaviour, Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct. 16 (1993) 931-939
- [56] H.Nisitani, M.Goto: A small-crack growth law and its application to the evaluation of fatigue life, EGF Pub. 1, (Ed.: K.J.Miller, E.R. de los Rios), Mechanical Engineering Publications, London (1986) 461-478
- [57] K.Tokaji, T.Ogawa: The growth behaviour of microstructurally small fatigue cracks in metals, aus: Short Fatigue Cracks,ESIS 13 (Ed.: K.J.Miller, E.R. de los Rios), Mechanical Engineering Publications, London (1992) 85-99
- [58] S.Taira, K.Tanaka, M.Hoshina: Grain size effect on crack nucleation and growth in long-life fatigue of low-carbon steel, ASTM-STP 675 (1979) 135-173
- [59] R.W.Suhr: The effect of surface finish on high cycle fatigue of a low alloy steel, aus: The Behaviour of Short Fatigue Cracks, EGF Pub. 1, (Ed.: K.J.Miller, E.R. de los Rios), Mechanical Engineering Publications, London (1986) 69-86
- [60] M.Goto: Scatter in small crack propagation and fatigue behaviour in carbon steels, Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct. 16 (1993) 795-809
- [61] M.W.Brown: Interfaces between short, long and non-propagating cracks, aus: The Behaviour of Short Fatigue Cracks, EGF Pub. 1, (Ed.: K.J.Miller, E.R. de los Rios), Mechanical Engineering Publications, London (1986) 423-439

- [62] P.D.Hobson, M.W.Brown, E.R. de los Rios: Two phases of short crack growth in a medium carbon steel, aus: The Behaviour of Short Fatigue Cracks, EGF Pub. 1, (Ed.: K.J.Miller, E.R. de los Rios), Mechanical Engineering Publications, London (1986) 441-459
- [63] H.-J.Bargel, G.Schulze: Werkstoffkunde, Schroedel, Berlin (1980)
- [64] E.Daum, H.-D.Röhrig: Measurement of the Impurity Concentration of the Elements Nb and Mo in the Japanese Steel F82H-mod. by the Activation Analysis Method, to be published in Journal of Nuclear Materials (1997)
- [65] Proceedings of the Second Milestone Meeting of European Laboratories on the Development of Ferritic/Martensitic Steels for Fusion Technology, eds.: E.Daum, K.Ehrlich, M.Schirra, FZKA 5848, Karlsruhe (1996) 6 und 52-55
- [66] M.Schirra et al.: unveröffentlichter Bericht, Forschungszentrum Karlsruhe (1995)
- [67] K.Ehrlich, S.Kelzenberg, H.D.Röhrig, L.Schäfer, M.Schirra: The development of ferritic-martensitic steels with reduced long-term activation, Journal of Nuclear Materials 212-215 (1994) 678-683
- [68] H.-W.Bartels: Abfallprobleme bei der Kernfusion; Physikalische Blätter 48 (1992) 926-928
- [69] E.Daum, J.Bertsch: Reduction of Long-term Activation in Structural Components of Commercial Reactors - A promising Task for Material Optimization?, European Nuclear Conference, 02.-06.10. 1994, Lyon, Transactions, 585-588
- [70] K.Anderko, L.Schäfer, E.Materna-Morris: Effect of the δ -ferrite phase on the impact properties of martensitic chromium steels, Journal of Nuclear materials 179-181 (1991) 492
- [71] M.Schirra, K.Anderko: Anomalies in creep-curves of martensitic 9 - 14 % chromium steels under long-term loading, Steel Research 61 (1990) 242-250
- [72] M.Schirra et al.: MANET-II, Untersuchungsergebnisse zum Umwandlungs- und Vergütungsverhalten und Prüfung mechanischer Eigenschaften, KfK 5177 (1993)
- [73] A.L.Schaeffler: Constitution diagram for stainless steel weld metal, Metal Progress 56 (1949) 680
- [74] H.Schneider: Investment casting of high-hot-strength 12 % chrome steels, Foundry Trade Journal (1960) 562-566
- [75] J.Z.Briggs, T.D.Parker: The Super-12 % Cr-Steels, Climax Molybdenum Company (1965) 6-7
- [76] E.Materna-Morris, Forschungszentrum Karlsruhe, private Mitteilung (1996)
- [77] E.Materna-Morris: Mikrostrukturelle Untersuchungen und Fraktographie an einem Nb-haltigen martensitischen 12 % Cr-Stahl (DIN 1.4914) mit abgesenktem Stickstoffgehalt, KfK 4288 (1989)

- [78] J.W.Edington: Monographs in Practical Electron Microscopy in Materials Science, Macmillan Philips Technical Library, Eindhoven (1975)
- [79] M.v.Heimendahl: Einführung in die Elektronenmikroskopie, Vieweg, Braunschweig (1970)
- [80] M.H.Loretto, R.E.Smallman: Defect Analysis in Electron Microscopy, Science Paperbacks, Chapman and Hall, London (1975)
- [81] L.Reimer: Transmission Electron Microscopy, Springer Verlag (1993)
- [82] Arbeitskreis Elektronenmikroskopie des Werkstoffausschusses des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute: Ausscheidungsatlas der Stähle, Verlag Stahleisen mbH, Düsseldorf (1983)
- [83] L.Schäfer, H.Kempe, W.Meyer: unveröffentlichter Bericht, Forschungszentrum Karlsruhe (1995)
- [84] K.Eichner: Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung, Dr.A.Hüthig Verlag, Heidelberg (1981)
- [85] Universalpolierpaste, Ivoclar, Liechtenstein
- [86] E.Daum: Theoretische und experimentelle Untersuchungen zur Schädigung und Aktivierung von reinem Eisen unter Bestrahlung mit höherenergetischen leichten Ionen, FZKA 5833 (1996)
- [87] D.Diegele, A.Möslang, et al.: unveröffentlichter Bericht, Forschungszentrum Karlsruhe (1988)
- [88] G.Lange: Systematische Beurteilung technischer Schadensfälle, DGM (1983)
- [89] G.Benkowsky: Induktionserwärmung, Verlag Technik GmbH Berlin (1990)
- [90] K.Ehrlich: unveröffentlichter Bericht, Forschungszentrum Karlsruhe (1986)
- [91] Fa. Röchling: Handbuch für hochwarmfeste Stähle und Legierungen
- [92] F.Fink, F.Richter, U.Lotter, K.Schrecke, Thyssenforschung 2 (1970) 65-80
- [93] K.Anderko, K.David, W.Ohly, M.Schirra, C.Wassilew: Optimization work on niobium stabilized 12 % Cr martensitic steels for breeder and fusion reactor applications, Proc. of Topical Conference on Ferritic Alloys for Use in Nuclear Energy Technologies, 19.-23.06.1983, Snowbird, USA, The Metallurgical Society / AIME (1984) 299-306
- [94] Goratec G.Rampl Technology, München
- [95] E.Diegele, Forschungszentrum Karlsruhe, private Mitteilung (1996)
- [96] J.Bressers, J.Estevas-Guilmain, R.De Cat, S.Knight, J.Ridge: Behaviour of Defects at High Temperatures, Mechanical Engineering Publications, London, ESIS 15 (1993) 85-98

- [97] Questar Europe, Den Haag, Nederlanden
- [98] E.Materna-Morris, O.Romer: Mechanical Strength of Martensitic 10 % Cr-Steel after Low-Dose Irradiation in HFR, Proc. of the 18th Symposium on Fusion Technology, 22.-26.08.1994, Karlsruhe, 1281-1284
- [99] Quantimet 500, Bildverarbeitungs- und Analysesystem, Firma Leica
- [100] J.W.Provan: Probabilistic Fracture Mechanics and Reliability, Martinus Nijhoff Publishers (1987)
- [101] D.R.Olander: Fundamental Aspects of Nuclear Reactor Fuel Elements, Technical Information Centre, Energy Research and Development Administration, Oak Ridge (1976)
- [102] B.L.Eyre, R.Bullough: On the formation of interstitial loops in b.c.c. metals, Philosophical Magazine 11 (1965) 31-39
- [103] D.M.Maher, B.L.Eyre: The identification of vacancy and interstitial loops in neutron irradiated molybdenum, Philosophical Magazine 17 (1968) 1-6
- [104] D.M.Maher, B.L.Eyre: Neutron irradiation damage in molybdenum. Part I: Characterization of small perfect dislocation loops by transmission electron microscopy, Philosophical Magazine 23 (1971) 409-438
- [105] C.A.English: Low-dose neutron irradiation damage in fcc and bcc metals, Journal of Nuclear Materials 108 & 109 (1982) 104-123
- [106] J.M.Robertson, M.L.Jenkins, C.A.English: Low-dose neutron irradiation damage in α -iron, Journal of Nuclear Materials 108 & 109 (1982) 209-221
- [107] L.L.Horton, J.Bentley, K.Farrell: A TEM study of neutron irradiated iron, Journal of Nuclear Materials 108 & 109 (1982) 222-233
- [108] D.S.Gelles: Microstructural examination of neutron-irradiated simple ferritic alloys, Journal of Nuclear Materials 108 & 109 (1982) 515-526
- [109] J.M.Robertson, M.A.Kirk, W.E.King: Formation of dislocation loops in iron by self-ion irradiation at 40 K, Scripta Metallurgica 18 (1984) 317
- [110] H.Kawanishi, N.Schimura, M.Shibata, S.Ishino: Microstructure in ion-irradiated 9 Cr-2 Mo steel (JFMS), Journal of Nuclear Materials 133 & 134 (1985) 623-627
- [111] D.J.Mazey, W.Hanks, D.K.Lurcook: Radiation damage studies of ion-irradiated low-activation developmental martensitic steel alloys for fusion applications, Journal of Nuclear Materials 173 (1990) 34-47
- [112] E.A.Little, R.Bullough, M.H.Wood: On the swelling resistance of ferritic steel, Proc. R. Soc. Lond. A 372 (1980) 565-579

- [113] R.Bullough, M.H.Wood, E.A.Little: A microstructural explanation for the low swelling of ferritic steel, *Effects of Radiation on Materials, Proceedings of the 10th International Symposium, ASTM-STP 725 (1981) 593-609*
- [114] C.W.Chen, C.P.Chang, J.D.Elen, A.Mastenbroek: Transmission electron microscopy observation of interstitial clusters in neutron-irradiated niobium, *Radiation Effects* 38 (1978) 211-220
- [115] V.G.Kapinos, Y.N.Osetskii, P.A.Platonov: The mechanism of nucleation of vacancy loops with burgers vectors $\langle 100 \rangle$ in bcc metals, *Journal of Nuclear Materials* 173 (1990) 229-242
- [116] M.Pfeifenroth, R.Schmitt: In: Nuclear Fusion Project, Annual Report of the Association Forschungszentrum Karlsruhe / EURATOM, FZKA 5858 / EUR 17512EN (1997) 136-137
- [117] W.Baumgärtner, W.Scheibe, R.Schmitt: In: Characterization and Assessment of Ferritic/Martensitic Steels, K.Ehrlich, D.R.Harries, A.Möslang, FZKA 5626 (1997) 27-30
- [118] J.F.Stubbins, D.S.Gelles: Fatigue performance and cyclic softening of F82H, a ferritic-martensitic steel, *Journal of Nuclear Materials* 233-237 (1996) 331-335
- [119] E.Hornbogen: *Werkstoffe*, Springer-Verlag (1983)
- [120] M.L.Grossbeck, P.J.Maziasz, A.F.Rowcliffe: Modeling of strengthening mechanisms in irradiated fusion reactor first wall alloys, *Journal of Nuclear Materials* 191-194 (1992) 808-812
- [121] R.L.Simons, L.A.Hulbert: Correlation of yield strength with irradiation induced microstructure in AISI type 316 stainless steel, In: *Effects of Radiation on Materials*, eds.: F.A.Garner, J.S.Perrin, ASTM-STP 870 (1985) 820-839

Danksagung

Diese Arbeit wurde im Rahmen des Projekts Kernfusion am Forschungszentrum Karlsruhe durchgeführt und durch das europäische Fusionstechnologie-Programm der Europäischen Union unterstützt.

Die Arbeit entstand durch eine Kooperation der beiden Teilinstitute I und II des Instituts für Materialforschung (IMF) am Forschungszentrum Karlsruhe.

Den Herren Prof. Dr. D. Munz (IMF II) und Prof. Dr. K. Ehrlich (IMF I) danke ich für die wissenschaftliche Betreuung und die institutsübergreifende Zusammenarbeit. Herr Prof. Dr. D. Munz übernahm das Hauptreferat und Herr Prof. Dr. K. Ehrlich, in dessen Abteilung die Arbeit durchgeführt wurde, übernahm das Korreferat. Herrn Prof. Dr. K.-H. Zum Gahr danke ich für die Einbindung der Arbeit am IMF I.

Bedanken möchte ich mich bei den Herren Dr. A. Möslang und Dr. H. Riesch-Oppermann für die intensive Betreuung, die zahlreichen Diskussionen und die sehr gute Zusammenarbeit.

Den Mitarbeitern der Abteilung Metallische Werkstoffe sowie den Mitarbeitern des Instituts für Materialforschung möchte ich für die ständige Diskussions- und Hilfsbereitschaft danken.

Bedanken möchte ich mich bei

- den Herren G. Bürkle, S. Baumgärtner und R. Lindau für die Unterstützung bei den Ermüdungsversuchen, der Durchführung der Strahlzeiten sowie für die REM-Untersuchungen bestrahlter Proben
- Herrn Dr. E. Diegele für die Finite-Elemente-Berechnungen
- Frau G. Hecker für die Fotoarbeiten sowie für das elektrolytische Polieren der Proben
- den Mitarbeitern der Metallographie für die Ratschläge bezüglich der Probenschliffe
- Herrn Dr. A. Bertsch für die Möglichkeit, die Hochglanzpolitur der Proben im Praxislabor durchführen zu dürfen

Außerdem danke ich den Mitarbeitern der Heißen Zellen für die Präparation der bestrahlten Proben sowie den Mitarbeitern der Hauptwerkstatt für die nicht ganz einfache Nachbearbeitung der Probenoberflächen.

Allen Kolleginnen und Kollegen, die hier keine Erwähnung gefunden haben, danke ich für die gute Zusammenarbeit und die gute Arbeitsatmosphäre, die mit zum Gelingen der Arbeit beigetragen haben.