



Technische Universität München

TECHNISCHE UNIVERSITÄT MÜNCHEN  
Forschungsneutronenquelle Heinz Maier-Leibnitz (FRM II)  
Lehrstuhl für Experimentalphysik IV (E 13)

**Einfluss mikroskopischer Eigenspannungen  
auf die makroskopische Eigenspannungsanalyse  
mittels Neutronenbeugung**

Julia Repper

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät für Physik der Technischen Universität München zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktors der Naturwissenschaften

genehmigten Dissertation.

Vorsitzender: Univ.-Prof. Dr. R. Metzler

Prüfer der Dissertation:

1. Univ.-Prof. Dr. W. Petry
2. Univ.-Prof. Dr. E. Werner

Die Dissertation wurde am 02.03.2010 bei der Technischen Universität München eingereicht und durch die Fakultät für Physik am 17.06.2010 angenommen.







# Zusammenfassung

Die zuverlässige Bestimmung makroskopischer Eigenspannungen ist wichtig für die Auslegung von Bauteilen, da deren Lebensdauer von Eigenspannungen stark beeinflusst wird. Bei der diffraktometrischen Eigenspannungsanalyse wird an Stelle des reinen Makro eigenspannungszustandes, eine Überlagerung von Makro- und Mikro eigenspannungen bestimmt. Als Mikro eigenspannungen werden die Verspannungen zwischen Kristalliten bezeichnet. Dabei wird unterschieden, ob die Verspannungen zwischen Kristalliten der gleichen kristallographischen Phase (intergranulare Mikro eigenspannungen) oder unterschiedlicher kristallographischer Phasen (Interphasen-Mikro eigenspannungen) stattfinden. In der diffraktometrischen Eigenspannungsanalyse wird, durch das Vergleichen der Eigenspannungszustände in Referenzprobe und verspanntem Bauteil, immer nur ein relativer Eigenspannungszustand bestimmt. Für die zuverlässige makroskopische Eigenspannungsanalyse müssen daher die Mikrospannungen in Bauteil und Referenzprobe gleich sein. Im Rahmen dieser Arbeit wird gezeigt, dass das oft praktizierte Herausschneiden einer spannungsfreien Referenzprobe aus einem verspanntem Bauteil den Mikro eigenspannungszustand erheblich ändern kann. Die unterschiedlichen Mikro eigenspannungen in Referenzprobe und Bauteil beeinflussen als sogenannte *Scheinspannungen* die ausgewerteten Makro eigenspannungen. In dieser Arbeit wurden Scheinspannungen in Höhe von ca. 25 % der Ausgangseigenspannungen nachgewiesen. Von diesen hohen Scheinspannungen sind auch Gitternetzebenen betroffen, die als wenig anfällig für die Bildung von Mikro eigendehnungen gelten (z. B. die {311}-Gitternetzebenen in einem kfz Gitter).

Mikroskopische Eigenspannungen, welche sich hauptsächlich aufgrund plastischer Deformationen bilden, sind stark von elastischen und plastischen Material- und Kristalliteigenschaften sowie von Art und Volumenanteilen zusätzlich ausgeschiedener Phasen abhängig. Die Untersuchung dieser Abhängigkeiten war durch das in dieser Arbeit hergestellte und verwendete Proben set möglich. Durch gezielte Wärmebehandlungssequenzen wurden fünf Probenzustände definiert, welche, in Bezug auf die in ihnen ausgeschiedenen Phasen logisch aufeinander aufbauen. Während in-situ Zugversuchen konnte der Einfluss verschiedener Ausscheidungen auf die Ausbildung von Mikro eigendehnungen beobachtet werden. Die Untersuchung der Bildung von *intergranularen* Mikro eigendehnungen war mittels thermischer Neutronen möglich. Dafür wurde das Verhalten verschiedener Gitternetzebenen während der plastischen Deformation des Probenmaterials beobachtet. Es wurde erkannt, dass insbesondere die  $\gamma'$ -Phase zur Bildung von hohen Mikro eigendehnungen beiträgt. Während für vier von fünf Probenzuständen die Ausbildung von Mikro eigendehnungen für die {311}-Gitternetzebenen gering war, änderte sich dies für den Probenzustand mit einem ho-

hen  $\delta$ -Phasenanteil. In diesem Probenzustand weisen die  $\{222\}$ -Gitternetzebenen die geringsten Mikroeigendehnungen auf. Dies zeigt beispielhaft die Abhängigkeit der Ausbildung der Mikroeigendehnungen von den im Material ausgeschiedenen Phasen.

Zur Untersuchung der Ausbildung von *Interphasen*-Mikroeigendehnungen war die Winkelauflösung thermischer Neutronendiffraktion nicht ausreichend. Um die sich überlappenden intensitätsschwachen Braggreflexe der ausgeschiedenen Phasen und die intensitätsstarken Reflexen der Matrixphase zu trennen, wurde auf die Diffraktion mittels kalter Neutronen zurückgegriffen. Kalte Neutronen verschieben die Braggreflexe zu höheren Streuwinkeln. Eng beieinander liegende Reflexe können so besser getrennt werden, da die relativen Winkelunterschiede zwar gleich bleiben, die absoluten Unterschiede allerdings größer werden. So konnte gezeigt werden, dass insbesondere in Kristalliten der  $\delta$ -Phase sehr hohe Mikroeigendehnungen entstehen, welche die intergranularen Mikroeigendehnungen um ein Vielfaches übersteigen. Es konnte außerdem gezeigt werden, dass bei kleinen plastischen Probendeformationen die Bildung von intergranularen Mikroeigendehnungen überwiegt. Die Bildung von Interphasen-Mikroeigendehnungen setzt erst bei größeren plastischen Deformationen ein.

Neben der Bildung von Mikroeigendehnungen durch plastische Deformation konnte auch das *elastische* Verhalten der verschiedenen Probenzustände mit den durchgeführten Zugversuchen beobachtet werden. Im linear-elastischen Materialverhalten konnte dabei keine Abhängigkeit zu den im Material ausgeschiedenen Phasen beobachtet werden. Das linear-elastische Materialverhalten ändert sich aufgrund der Wärmebehandlung nicht. Ferner entsprechen die hier analysierten Werte im Wesentlichen den Ergebnissen, welche aus Berechnungen mithilfe des Kröner-Modells erwartet werden. Bei der hier verwendeten Nickelbasis-Superlegierung hat sich gezeigt, dass die Vorhersagen des Kröner-Modells für eine reine Nickelmatrix auf die Legierung übertragbar sind, obwohl der Ni-Anteil im Material nur ca. 52 Gewichtsprozent beträgt.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde auch die neue hochauflösende *Neutronen-Larmor-Diffraktion* erstmals auf polykristalline Proben angewendet. Ebenfalls erstmals wurden mit dieser Methode Absolutwerte von Gitternetzebenenabstände bestimmt. Es wurde gezeigt, dass die Neutronen-Larmor-Diffraktion mindestens eine Größenordnung genauer ist ( $\Delta d/d \approx 10^{-5}$ ), als herkömmliche Neutronen-Diffraktionsmethoden. Durch diese hohe Auflösung war auch die Bestimmung des Mikrospannungsfeldes innerhalb der Proben ohne äußere Last möglich. Die Reduzierung der Defektdichte durch die verschiedenen Wärmebehandlungen, sowie die Änderung des Spannungszustandes durch Verspannungen an (semi-) kohärenten Phasengrenzen war mittels Neutronen-Larmor-Diffraktion identifizierbar.

# Vorwort

Die vorliegende Arbeit ist im Rahmen eines von der DFG geförderten Gemeinschaftsprojektes zwischen der Forschungsneutronenquelle Heinz Maier-Leibnitz (FRM II) und dem Lehrstuhl für Werkstoffkunde und Werkstoffmechanik entstanden. In dieser Zeit haben mich viele Menschen begleitet, ohne deren tatkräftige Unterstützung diese Arbeit nicht möglich gewesen wäre.

Ich möchte ganz besonders bei meinem Doktorvater Prof. Dr. Winfried Petry bedanken, der in der ganzen Zeit immer ein offenes Ohr für meine Belange hatte.

Mein besonderer Dank gilt auch Prof. Dr. mont. habil. Ewald Werner, der mir ohne jedes Wenn und Aber seine Lehrstuhlressourcen zur Verfügung gestellt hat.

Mein herzlicher Dank gilt auch all meinen Kollegen am FRM II für die vielen hilfreichen und spannenden Diskussionen. Mein aufrichtiger und tiefer Dank gilt hierbei besonders Dr. Michael Hofmann, der mir jederzeit und überall bedingungslos mit Rat und Tat zur Seite stand. Seinem fachlichen und freundschaftlichen Beistand habe ich einen Großteil des Gelingens dieser Arbeit zu verdanken. Besonders möchte ich mich auch bei Dr. Thomas Keller bedanken, der mich in die Geheimnisse der Larmor-Diffraktion eingeweiht hat.

Ebenfalls danken möchte ich allen Mitarbeitern des Lehrstuhls für Werkstoffkunde und Werkstoffmechanik, für die fruchtbare Zusammenarbeit in den letzten Jahren. Allen voran Dr. Christian Krempaszky für seine immerwährende fachliche Unterstützung. Ohne ihn wäre diese Arbeit in ihrer jetzigen Form nicht möglich gewesen.

Frau Esther Berhuber und Dr. Martin Stockinger von der Firma Böhler Schmiedetechnik GmbH & Co KG danke ich für das bereitwillige zur Verfügung stellen von IN 718-Rohmaterial und für die vielen hilfreichen Diskussionen.

Ich möchte an dieser Stelle auch ganz besonders meiner Familie, allen voran meinen Eltern und Großeltern, danken, die mich nicht nur während meiner Promotionszeit, sondern während meines ganzen Studiums unterstützt haben. Ebenfalls möchte ich meinem Freund Stefan Wagner für seine fortwährende moralische Unterstützung und seine unendliche Geduld danken. Meinen Freundinnen und Freunden möchte ich danken, dass sie trotz vieler unbeantworteter Anrufe, nicht aufgegeben haben mit mir in Kontakt zu bleiben. Namentlich seine hier Petra Zotcke und Bine Binder erwähnt, die für mich in einen besonders sauren Apfel gebissen haben.



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einführung</b>	<b>1</b>
1.1	Eigenspannungen . . . . .	2
1.1.1	Definition von Eigenspannungsarten . . . . .	2
1.1.2	Entstehung und Bedeutung von Eigenspannungen . . . . .	3
1.1.3	Bestimmung von Eigenspannungen . . . . .	4
1.2	Ausscheidungshärtung . . . . .	5
1.3	Wissenschaftlich genutzte Neutronen- und Synchrotronstrahlung . . . . .	7
1.4	Inconel 718 . . . . .	10
<b>2</b>	<b>Ziele und Arbeitsprogramm</b>	<b>15</b>
2.1	Ziele . . . . .	15
2.2	Arbeitsprogramm . . . . .	15
<b>3</b>	<b>Experimentelle Methoden</b>	<b>19</b>
3.1	Lichtmikroskopie . . . . .	19
3.2	Diffraction . . . . .	19
3.2.1	Pulverdiffraction . . . . .	21
3.2.2	Eigenspannungs- und Eigendehnungsbestimmung . . . . .	23
3.2.3	Diffraktometrische Texturbestimmung . . . . .	25
3.2.4	Neutronen vs. Synchrotronstrahlung . . . . .	27
3.3	Standardzugversuch . . . . .	28
3.4	Neutronen-Larmor-Diffraction . . . . .	31
3.5	Gerätebeschreibung und experimentelle Details . . . . .	34
3.5.1	Neutronenexperimente . . . . .	34
3.5.2	Synchrotronstrahlungsexperimente . . . . .	38
3.5.3	Andere Experimente . . . . .	39
<b>4</b>	<b>Proben</b>	<b>41</b>
4.1	Probenherstellung und Probenbeschreibung . . . . .	41
4.2	Gefügecharakterisierung . . . . .	45
4.2.1	Korngrößen, Volumenanteile und Gitterparameter der Phasen . . . . .	45
4.2.2	Textur . . . . .	55
4.3	Makroskopisches Materialverhalten . . . . .	57
4.4	Mikrospannungsfeld ohne Last . . . . .	61

<b>5</b>	<b>Ausscheidungsabhängige Mikroeigendehnungsausbildung</b>	<b>65</b>
5.1	Auswertung und Interpretation . . . . .	65
5.2	Elastisches Materialverhalten . . . . .	68
5.3	Plastisches Materialverhalten . . . . .	78
5.3.1	Ausgangszustand . . . . .	78
5.3.2	Einfluss der $\delta$ -Phase . . . . .	84
5.3.3	Einfluss der $\gamma'$ -Phase . . . . .	86
5.3.4	Einfluss der $\gamma''$ -Phase . . . . .	89
5.3.5	Zusammenwirken der $\gamma'$ - und der $\gamma''$ -Phase . . . . .	89
5.4	Zusammenfassung des Einflusses der verschiedenen Ausscheidungen . . . . .	90
5.5	Synchrotronstrahlungsdaten vs. Neutronendaten . . . . .	92
<b>6</b>	<b>Mikroeingenspannungsausbildung durch makroskopische Entlastung</b>	<b>103</b>
6.1	Experimentbeschreibung . . . . .	103
6.2	Grundlegende Überlegungen . . . . .	104
6.2.1	Randeffekte . . . . .	104
6.2.2	Hauptachsensystem . . . . .	104
6.2.3	Mechanisches Gleichgewicht . . . . .	105
6.3	Ergebnisse . . . . .	106
<b>7</b>	<b>Schlussfolgerung</b>	<b>113</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>115</b>

# 1 Einführung

Bei nahezu allen thermomechanischen Herstellprozessen werden Dehnungen ins Material eingebracht, welche zu Verspannungen, den sogenannten Eigenspannungen, führen. Eigenspannungen werden in Makro eigenspannungen (Eigenspannungen I. Art) und Mikro eigenspannungen (Eigenspannungen II. und III. Art) eingeteilt. Besonders die mikroskopischen Eigenspannungen, welche sich hauptsächlich aufgrund plastischer Deformationen bilden, sind stark von elastischen und plastischen Material- und Kristalliteigenschaften sowie von Art und Volumenanteilen zusätzlich ausgeschiedener Phasen abhängig. Es werden intergranulare (zwischen Körnern der gleichen Phase) sowie Interphasen-Mikro eigenspannungen (zwischen Körnern unterschiedlicher Phasen) unterschieden. Eigenspannungen können die mechanischen Eigenschaften eines Bauteils nachhaltig beeinflussen. So stellen beispielsweise makroskopische Eigenspannungen ein entscheidendes Kriterium für die Bauteillebensdauer dar. Die zuverlässige Eigenspannungsbestimmung durch Messungen und Simulationen sind daher wichtig für die Auslegung industriell verwendeter Bauteile. Die Entstehungsmechanismen, welche zur Ausbildung von Makro eigendehnungen und Makro eigenspannungen führen, sind gut verstanden. Dadurch sind zuverlässige Simulationen des makroskopischen Eigenspannungszustandes möglich und auf aufwendige Messungen kann oft verzichtet werden. Die Entstehung von Mikro eigendehnungen und -spannungen folgt dagegen weit komplexeren Mechanismen, welche insbesondere für mehrphasige Materialsysteme noch nicht vollständig verstanden worden sind. Daher sind Eigenspannungssimulationen auf mikroskopischer Ebene bisher schwer durchführbar. Aufgrund ihrer Phasen- und Gitternetzbenenselektivität und der hohen Eindringtiefe ist die Neutronendiffraktion für die experimentelle Bestimmung von Eigenspannungszuständen besonders geeignet. Allerdings wird die diffraktometrische Makro eigenspannungsanalyse durch unbekannte Mikro eigenspannungszustände beeinflusst, da stets ein Dehnungszustand gemessen wird, der aus der Überlagerung von Makro eigenspannungen und Mikro eigenspannungen resultiert. Hiervon sind besonders mehrphasige und stark anisotrope Materialien betroffen, da hier die Mikro eigendehnungs- und -spannungsentwicklung begünstigt wird. Die Motivation zu dieser Arbeit war daher zum einen die Klärung des Einflusses von Mikro eigenspannungen auf die diffraktometrische, makroskopische Eigenspannungsanalyse. Zum anderen war auch die Erstellung einer experimentellen Basis, welche die Ausbildung von Mikro eigendehnungen in Abhängigkeit verschiedener im Material ausgeschiedener Phasen dokumentiert, Teil und Ziel dieser Arbeit. Diese Basis soll die zuverlässige Eigenspannungssimulation auf mikroskopischer Ebene ermöglichen.

## 1.1 Eigenspannungen

Auf die wichtigsten Begrifflichkeiten und Definitionen im Zusammenhang mit Eigenspannungen wird im folgenden Kapitel eingegangen. Die Begriffe sind in Abbildung 1.1 zusammengefasst.

### 1.1.1 Definition von Eigenspannungsarten

Eigenspannungen sind mechanische Spannungen, die ohne Einwirken äußerer Kräfte und Momente innerhalb eines Körpers vorliegen. Folgende Eigenspannungsarten werden durch ihre örtlichen Ausdehnungen unterschieden [1, 2, 3]:

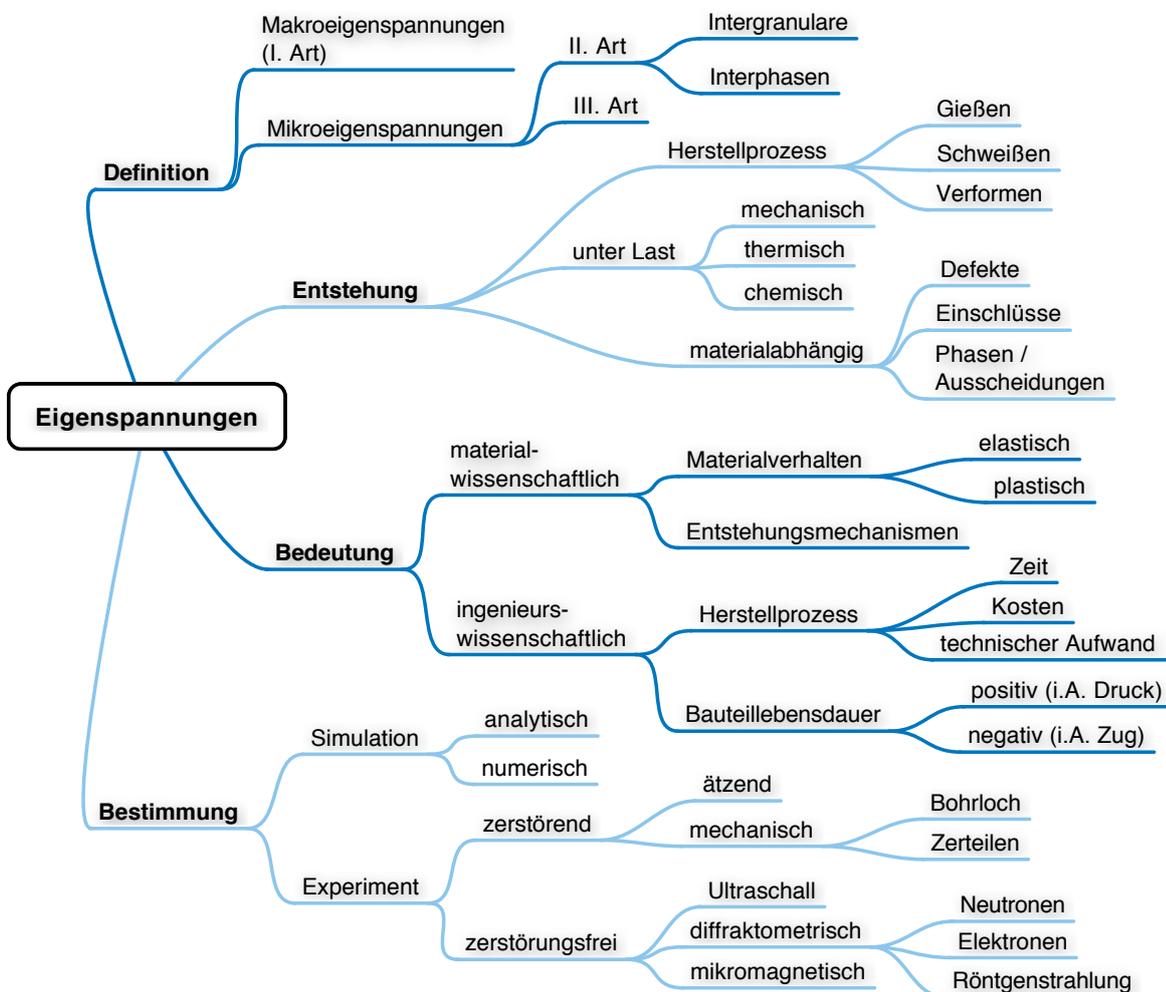


Abbildung 1.1: Zusammenfassung der wichtigsten Begrifflichkeiten bezüglich Eigenspannungen und ihre Zusammenhänge.

**Eigenspannungen I. Art** Als Eigenspannungen I. Art ( $\sigma_I$ ) werden die mittleren Spannungen eines Volumens  $V_{\text{makro}}$  mit genügend vielen Kristalliten aller Phasen des Materials bezeichnet. Diese Eigenspannungen charakterisieren das Material.

$$\sigma_I = \frac{1}{V_{\text{makro}}} \int_{V_{\text{makro}}} \sigma(x) dV \quad (1.1)$$

**Eigenspannungen II. Art** Eigenspannungen II. Art ( $\sigma_{II}$ ) sind Abweichungen des Spannungswertes vom Mittelwert der Eigenspannungen I. Art innerhalb des Volumens  $V_{\text{Kristallit}}$  einzelner Kristallite.

$$\sigma_{II} = \frac{1}{V_{\text{Kristallit}}} \int_{V_{\text{Kristallit}}} (\sigma(x) - \sigma_I) dV \quad (1.2)$$

Es werden zwei Arten unterschieden [4, 5]:

- ▷ Intergranulare Eigenspannungen II. Art  
Unterschiedlich orientierte, benachbarte Körner verspannen sich unter Last, durch elastische und plastische Anisotropien innerhalb einer kristallographischen Phase.
- ▷ Interphasen-Eigenspannungen II. Art  
Kräfte werden von verschiedenen Phasen eines mehrphasigen Werkstoffes unterschiedlich aufgenommen, sodass sich deren aneinandergrenzende Körner gegeneinander verspannen. Dabei sind vor allem die elastischen und plastischen Eigenschaften der einzelnen Phasen relativ zueinander von Bedeutung.

**Eigenspannungen III. Art** Die Eigenspannungen III. Art ( $\sigma_{III}$ ) beschreiben die lokalen Abweichungen der Spannung innerhalb eines Kristallits von der Summe der Eigenspannungen I. und II. Art. Hervorgerufen werden sie z. B. durch Gitterdefekte, wie Fehlstellen oder interstitielle Atom-Substitutionen.

$$\sigma_{III}(x) = \sigma(x) - \sigma_{II} - \sigma_I \quad (1.3)$$

Abbildung 1.2 veranschaulicht die Definition der drei Eigenspannungsarten. Eigenspannungen I. Art werden in der Literatur auch als makroskopische Eigenspannungen oder Makroeigenspannungen bezeichnet. Die Spannungen II. und III. Art werden auch zusammenfassend als Mikro-eigenspannungen bezeichnet.

### 1.1.2 Entstehung und Bedeutung von Eigenspannungen

Eine Vielzahl von Ursachen kann zur Ausbildung von Eigenspannungen unterschiedlicher örtlicher Ausdehnung führen. Neben materialspezifischen Eigenspannungen (hauptsächlich Mikro-eigenspannungen), die durch Ausscheidungen, Materialeinschlüsse oder Defekte entstehen, sind der Herstellungsprozess selbst (Gießen, Walzen, Schweißen, Schneiden, etc.) sowie die thermische, mechanische oder chemische Last, der das Bauteil ausgesetzt ist, die wichtigsten Eigenspannungsquellen [6].

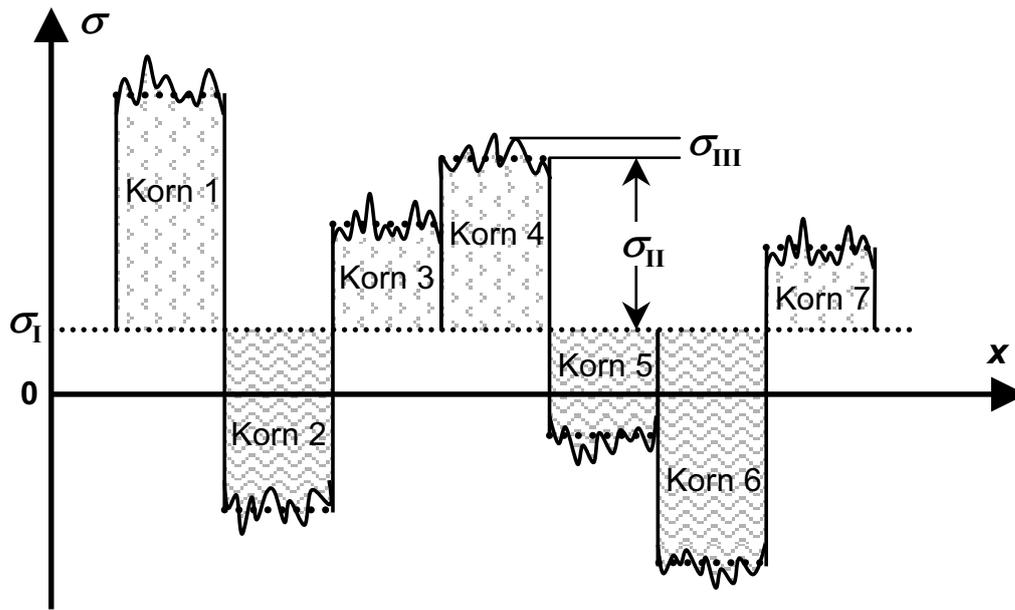


Abbildung 1.2: Schematische Darstellung der Bedeutung von Eigenspannungen I. ( $\sigma_I$ ), II. ( $\sigma_{II}$ ) und III. ( $\sigma_{III}$ ) Art in einem einphasigen Material.

Aus ingenieurwissenschaftlicher Sicht sind Eigenspannungen hauptsächlich hinsichtlich der Bauteillebensdauer bedeutend. Diese kann durch Eigenspannungen vor- oder nachteilig beeinflusst werden [4]. Durch Druckeigenspannungen in den Randschichten eines Werkstücks kann beispielsweise oberflächennahe Mikrorissbildung reduziert und damit die Lebensdauer des Bauteils erhöht werden [7]. Zugeigenspannungen können dagegen die Rissbildung propagieren und damit zu verringerter Festigkeit und Härte führen [8]. Bei der Verbesserung und Optimierung der Materialfunktionalität, der Kontrolle von Deformationsprozessen sowie beim Verständnis und der Optimierung industrieller Fertigungsprozesse spielen Eigenspannungen für den Ingenieur ebenfalls eine Schlüsselrolle [6, 9, 10].

Das Interesse der Materialwissenschaften an den Eigenspannungszuständen innerhalb der verschiedenen Materialien gilt dagegen hauptsächlich dem Materialverhalten sowie den genauen Entstehungsmechanismen, die der Eigenspannungsausbildung während der elastischen und plastischen Deformation zugrunde liegen. Da die Ausbildung makroskopischer Eigenspannungen gut erklärbar und erforscht ist, fokussiert sich das Interesse in den letzten Jahrzehnten auf Mikro-eigenspannungen, welche durch ihre starke Abhängigkeit von den Material- und Kristalleigenschaften komplexeren Entstehungsmechanismen unterworfen sind [10].

### 1.1.3 Bestimmung von Eigenspannungen

**Experiment** Der Eigenspannungszustand eines Bauteils kann nur indirekt gemessen werden. Häufige Anwendung finden dabei die mechanischen und diffraktometrischen Messmethoden. Bei den mechanischen Methoden werden die bei mechanischer Bearbeitung (Zerteilen, Abdrehen,

Anbohren) durch Spannungsumlagerungen auftretenden Verformungen des Bauteils gemessen. Damit kann auf den anfänglichen Eigenspannungszustand zurückgeschlossen werden. Bei den Beugungsmethoden wie Röntgenstrahlen- und Neutronendiffraktion werden die Netzebenenabstände des verspannten Kristallgitters gemessen. Die Bestimmung des Eigenspannungszustandes ist durch den Vergleich dieses Wertes mit einem nicht spannungsbehafteten Referenzwert möglich (vgl. Kapitel 3.2.2). Die mechanischen Verfahren sind in der Regel zerstörend, die diffraktometrischen Methoden zerstörungsfrei. Des Weiteren besteht die Möglichkeit mittels Ultraschall sowie mikromagnetischen Methoden den Eigenspannungszustand zerstörungsfrei zu bestimmen [6, 9].

**Simulation** Da die Rechenleistung moderner Computersysteme stetig wächst, gewinnt die Modellierung der Eigenspannungen eine zunehmend wichtige Rolle. Eine Abschätzung der während eines Herstellungsprozesses entstehenden Makro eigenspannungen mittels analytischen bzw. semi-analytischen Modellen ist bei Bauteilen einfacher Geometrie anwendbar. Hierbei wird von homogen isotropem und linear-elastischem Materialverhalten ausgegangen [11]. Die Modellierung der entstehenden Eigenspannungen auf verschiedenen Größenskalen (Mikro- und Makro eigenspannungen) erfordert allerdings eine Berücksichtigung der Anisotropien des Systems sowie der Korn-Korn-Wechselwirkung. Vollnumerische Methoden, wie die Finite-Elemente-Modellierung, lassen eine effiziente Implementierung dieser Größen zu [12].

## 1.2 Ausscheidungshärtung

Beim Ausscheidungshärten wird die Streckgrenze und der Verfestigungskoeffizient eines Werkstoffes erhöht. Um dies zu erreichen wird das Versetzungswandern<sup>1</sup> durch ausgeschiedene Teilchen behindert. Das Ausscheiden der Teilchen erfolgt meist in zwei Schritten. Im ersten Schritt, dem Homogenisieren, wird die Legierung bei einer Temperatur oberhalb der Löslichkeitslinie der härtenden Phase (bei der in dieser Arbeit verwendeten Legierung IN 718 ca. 930°C) solange gehalten, bis ein stabiler homogener Mischkristall entstanden ist. Beim anschließenden Abkühlen auf Raumtemperatur wird darauf geachtet einen übersättigten, homogenen Mischkristall zu erhalten [13]. Im zweiten Schritt wird das Material zur Bildung der Teilchen ausgelagert. Dies erfolgt bei einer erhöhten Temperatur, welche Diffusionsprozesse forciert (hier: 600 – 800°C) und bei der sich im übersättigten Kristall viele gleichmäßig verteilte Keime bilden. Nach Erreichen eines Gleichgewichtszustandes vergrößert sich lediglich der Teilchendurchmesser (Ostwaldreifung), nicht aber der Volumenanteil der Teilchen zur Gesamtlegierung. Für die Erhöhung der Festigkeit  $\Delta\sigma_T$  aufgrund von Ausscheidungshärtung ergibt sich für einen gleichbleibenden Volumenanteil  $f_P$  von Teilchen einer Phase P folgender Zusammenhang:

$$\Delta\sigma_T = \frac{Gb}{S_T} = \frac{Gb f_P^{1/2}}{d_T}, \quad (1.4)$$

---

<sup>1</sup>Versetzungen sind eindimensionale Gitterbaufehler, welche innerhalb der Gleitsysteme eines Kristallgitters wandern können. Das Versetzungswandern spielt bei der plastischen Deformation von kristallinen Festkörpern eine wichtige Rolle.

## 1 Einführung

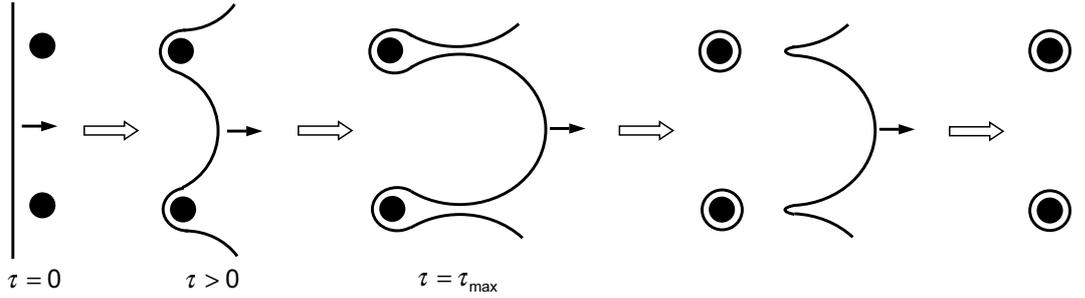


Abbildung 1.3: Mechanismus zum Umgehen von Hindernissen (schwarze Punkte) beim Versetzungswandern. Die Spannung, die nötig ist, damit sich die Versetzung hinter dem Hindernis wieder zusammenschließen kann, um so das Hindernis zu umgehen, wird Orowanspannung genannt.

mit  $S_T$  dem mittleren Abstand zwischen zwei Teilchen, dem Schubmodul des Grundgitters  $G$  und dem Betrag des Burgersvektors  $b$  [14]. Aus dieser Gleichung ist ersichtlich, dass für kleine Volumenanteile die Korndurchmesser  $d_T$  klein sein müssen, um eine optimale Festigkeitssteigerung zu erreichen. Beim Ausscheidungshärten werden daher Teilchendurchmesser von einigen Nanometern angestrebt. Wird eine Versetzung von Teilchen behindert, werden zwei Grenzfälle unterschieden: entweder die Versetzung umgeht die Teilchen oder sie schneidet sie. In beiden Fällen erhöht sich durch die vorläufige Behinderung die Schubspannung  $\tau$  auf die Versetzung. Die Spannung  $\Delta\tau_U$ , die nötig ist, damit Teilchen von einer Versetzung umgangen werden können, ist gegeben als

$$\Delta\tau_U = \frac{Gb}{S_T - d_T}. \quad (1.5)$$

Diese Spannung wird auch Orowanspannung genannt. Oberhalb der Orowanspannung kann sich die Versetzung hinter dem Teilchen wieder zusammenschließen oder durch Quergleiten das Teilchen umgehen [14]. Um das Hindernis bleibt ein Versetzungsring zurück, in dem das Kristallgitter ungestört ist, und welcher für hohe Verfestigungseffekte verantwortlich ist (Abbildung 1.3). Unter Umständen kann die Versetzung die Hindernisse vor Erreichen der kritischen Spannung  $\Delta\tau_U$  schneiden. Die dafür nötige Spannung  $\Delta\tau_S$  ist gegeben durch

$$\Delta\tau_S = \frac{\pi\gamma d_T}{4bS_T}. \quad (1.6)$$

Hierin ist  $\gamma$  die Energie der entstehenden Antiphasengrenze<sup>2</sup> pro Flächeneinheit. Die Spannung, die nötig ist um ein Teilchen zu schneiden, kann durch paarweise auftretende Versetzungen reduziert werden. Dabei wird die Antiphasengrenze durch eine direkt auf die erste folgende zweite Versetzung wieder annihiliert. Bei diesem Prozess wird Energie frei. Bei der in dieser Arbeit verwendeten Superlegierung IN 718 sind in der härtenden  $\gamma'$ -Phase Paarversetzungen, in der ebenfalls härtenden  $\gamma''$ -Phase zwei Paarversetzungen nötig, um Antiphasengrenzen zu ordnen (vgl. Kapitel 1.4). Inkohärente Teilchen können von Versetzungen nur umgangen, nicht aber

<sup>2</sup>Eine Antiphasengrenze entsteht dadurch, dass die Ordnung in einer Ebene des Kristallgitters des geschnittenen Teilchens durch die Versetzung gestört wird.

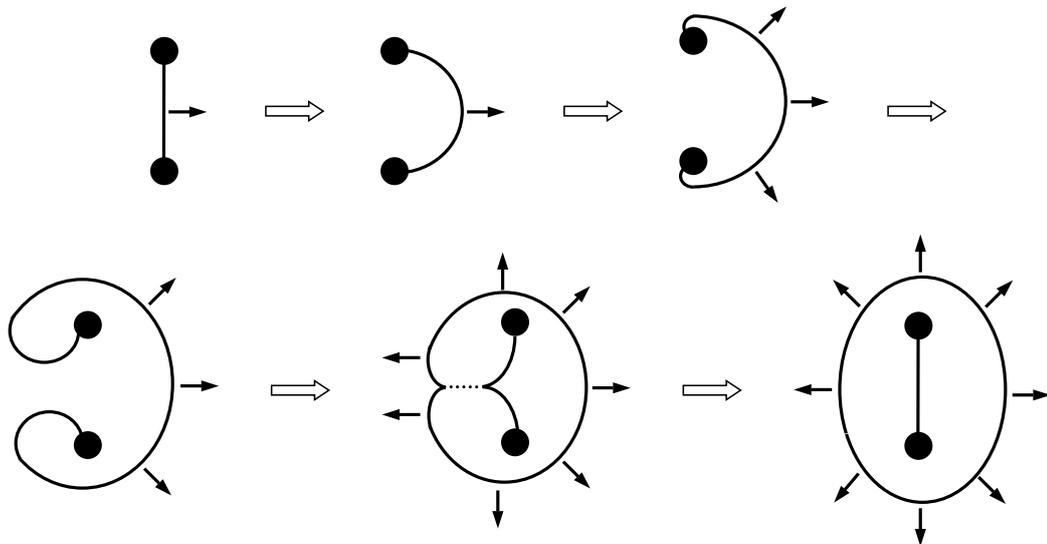


Abbildung 1.4: Der Frank-Read-Mechanismus zur Bildung neuer Versetzungen aus einer Versetzung (Linie) mit an Hindernissen (schwarze Punkte) fixierten Enden. Der Prozess kann beliebig oft wiederholt werden, was zur Bildung von mehreren konzentrischen Versetzungsringen um die ursprüngliche Versetzung führt.

geschnitten werden (in der hier verwendeten Legierung trifft das z. B. auf die inkohärente  $\delta$ -Phase zu). Sind die beiden Enden einer Versetzungslinie durch Hindernisse fixiert und besteht keine Möglichkeit der Umgehung dieser, kann eine Quelle für neue Versetzungen entstehen. Bei diesem sogenannten Frank-Read-Mechanismus bildet sich eine Vielzahl konzentrischer Versetzungsringe innerhalb einer Gleitebene (Abbildung 1.4) [14, 15, 16, 17, 18].

### 1.3 Wissenschaftlich genutzte Neutronen- und Synchrotronstrahlung

Experimente mit Synchrotron- und Neutronenstrahlung, wie sie in Großforschungseinrichtungen durchgeführt werden, erlauben das Untersuchen von Proben und Effekten, welche mit Labormethoden oft nur schwer zugänglich sind. Dies wird möglich durch die Eigenschaften der Strahlung. Zu nennen sind hier beispielsweise (i) hohe Intensitäten (Neutronen- und Synchrotronstrahlung), (ii) hohe Brillanz (Synchrotronstrahlung), welche zu hohen Winkelaufösungen führt, (iii) hohe Eindringtiefen durch elektrische Neutralität (Neutron) bzw. hohe Energien (Synchrotronstrahlung) sowie (iv) Sensitivität gegenüber magnetischen Effekten durch den Spin des Neutrons bzw. durch Resonanzeffekte bei der Nutzung polarisierter Synchrotronstrahlung. Anwendungsbereiche von Neutronen- und Synchrotronstrahlung sind beispielsweise Diffraktion, Tomographie, Radiographie, Spektroskopie und Reflektometrie an kristallinen, amorphen, biologischen und flüssigen Probensystemen. Auf die Unterschiede von Neutronen- und Synchrotronstrahlung im Bereich

Tabelle 1.1: Ausgewählte Neutronen- und Synchrotronstrahlungsquellen weltweit [19, 20]. Die mit \* gekennzeichneten Neutronenquellen sind Spallationsquellen.

Neutronenquellen			
Name	Land	Name	Land
ILL	Frankreich	HZB	Deutschland
GKSS	Deutschland	FRM II	Deutschland
HFIR	USA	ANSTO	Australien
NRC	Kanada	LANSCE*	USA
LLB	Frankreich	RID	Niederlande
SINQ*	Schweiz	ISIS*	Großbritannien
SNS*	USA	J-Parc*	Japan

Synchrotronstrahlungsquellen			
Name	Land	Name	Land
APS	USA	CLS	Kanada
LNLS	Brasilien	SSRL	USA
BSRF	China	HSRC	Japan
Spring-8	Japan	SSLS	Singapur
SOLEIL	Frankreich	ALBA	Spanien
ANKA	Deutschland	BESSY	Deutschland
CESLAB	Tschechische Republik	DAFNE	Italien
DELTA	Deutschland	AS	Australien
ELETTRA	Italien	Diamond	Großbritannien
HASYLAB	Deutschland	ESRF	Frankreich
		SLS	Schweiz

der Diffraktion wird in Kapitel 3.2.4 näher eingegangen.

Diesen Vorteilen steht allerdings ein erheblicher Herstellungsaufwand gegenüber, was die Verfügbarkeit von Neutronen- und Synchrotronstrahlungsexperimenten auf Großforschungseinrichtungen beschränkt. Eine Übersicht über ausgewählte Neutronen- und Synchrotronstrahlungsquellen weltweit ist in Tabelle 1.1 gegeben. Im Folgenden werden die Prinzipien zur Herstellung von Neutronen- und Synchrotronstrahlung erörtert.

**Neutronenstrahlung** Neutronen zur wissenschaftlichen Nutzung werden hauptsächlich in Spallationsquellen oder Kernreaktoren produziert. (Andere Quellen sind z. B. natürliche Neutronenemitter wie Beryllium oder Kalifornium 252.) Beim Prozess der **Spallation** wird ein Target aus schweren Elementen (z. B. Pb) mit hochenergetischen Projektilen (z. B. Protonen) beschossen. Die dadurch entstehenden energetischen Anregungen innerhalb des Targets führen zu einem Auseinandersprennen der Targetatomkerne. Pro einfallendem hochenergetischem Proton

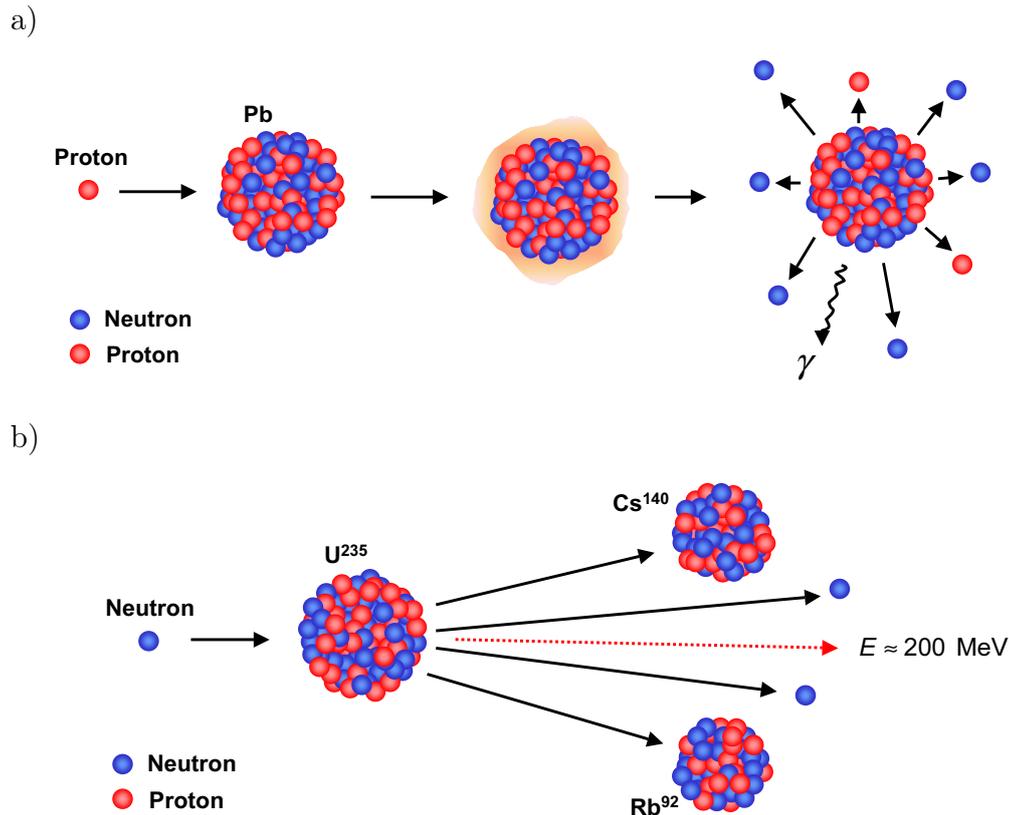


Abbildung 1.5: Schematische Darstellung der Neutronengewinnung durch a) Spallationsprozesse und b) Kernspaltung. Bei der Spallation wird durch den Beschuss mit einem Teilchen (hier: Proton) ein Target (hier aus Pb) in einen energetisch angeregten Zustand versetzt (Mitte). Diese Anregung führt schließlich zu der Abgabe einiger (ca. 20–30) Neutronen, Protonen und Photonen. b) Bei der Kernspaltung spaltet ein Neutron einen  $U^{235}$  Mutterkern in zwei kleinere Tochterkerne (hier:  $Cs^{140}$  und  $Rb^{92}$ ). Die dabei entstehenden Neutronen (ca. 2–3) spalten wiederum einen Uranmutterkern — eine Kettenreaktion ist die Folge.

( $E_p > 16 \text{ eV}$ ) werden ca. 20–30 Neutronen frei, die aufgrund der Zeitstruktur des (Protonen-) Beschleunigers als gepulster, hoch intensiver Neutronenstrahl genutzt werden können (Abbildung 1.5a). In Kernreaktoren dagegen erzeugen  $U^{235}$ -basierte **Kernspaltungsprozesse** einen kontinuierlichen Neutronenstrahl. Dabei wird ein  $U^{235}$ -Mutterkern in zwei Tochterkerne gespalten. Bei dieser Reaktion werden im Schnitt 2.4 Neutronen frei, die wiederum  $U^{235}$ -Kerne spalten können (Abbildung 1.5b). Die Energie der Neutronenstrahlung  $E_n$  wird über Moderatoren geregelt. Man unterscheidet dabei heiße ( $E_n = 100 - 500 \text{ meV}$ , entspricht einer Wellenlänge von  $\lambda \approx 1 - 0.4 \text{ \AA}$ ), thermische ( $E_n = 5 - 100 \text{ meV}$ ,  $\lambda \approx 4 - 1 \text{ \AA}$ ) und kalte ( $E_n = 0.1 - 10 \text{ meV}$ ,  $\lambda \approx 30 - 3 \text{ \AA}$ ) Neutronen. Zum Beispiel erzeugt ein Flüssig- $D_2O$ -Moderator mit einer Temperatur von ca. 300 K thermische Neutronen mit einer Maxwell-Boltzmann-Energieverteilung um eine mittlere Energie von ca.  $E_n \approx 25 \text{ meV}$ , das entspricht einer Wellenlänge von  $\lambda \approx 1.8 \text{ \AA}$  [21].

**Synchrotronstrahlung** Die Erzeugung von Synchrotronstrahlung erfolgt in ringförmigen Beschleuniger- und Speicherringen, sogenannten Synchrotrons, mit einigen Dutzend Metern bis ei-

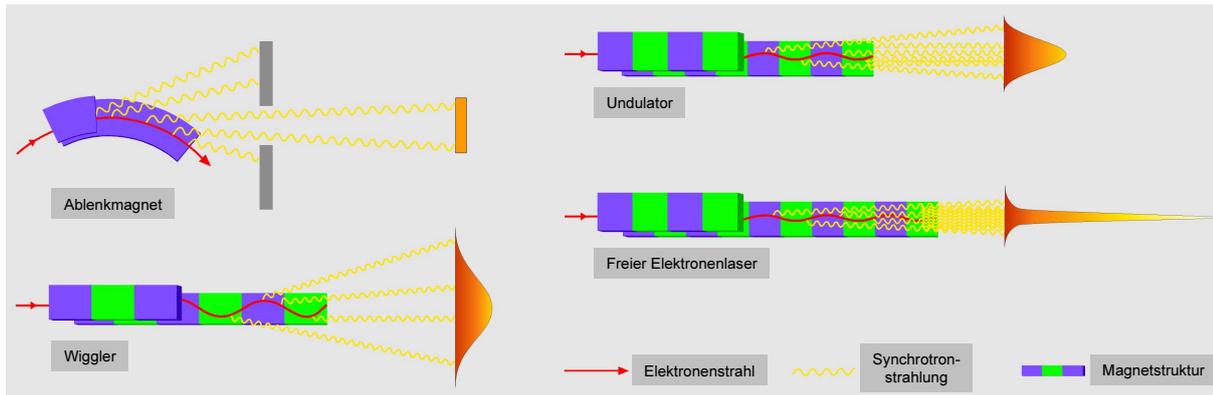


Abbildung 1.6: Funktionsprinzipien eines Ablenkmagneten, eines Wigglers und eines Undulators zur Erzeugung von Synchrotronstrahlung. Zusätzlich ist auch die Erzeugung von Synchrotronstrahlung durch den Freien Elektronenlaser skizziert. Die Wellenlänge der Synchrotronstrahlung kann durch den horizontalen wie vertikalen Abstand der Magneten variiert werden (Abbildung nach [22]).

nigen Kilometern Durchmesser. In die Synchrotronringe werden Pakete geladener Teilchen (z. B. Elektronen oder Positronen) aus einem Linearbeschleuniger oder einem kleineren Ring indiziert. Diese „bunches“ von Teilchen werden auf eine Zwischenenergie beschleunigt (meist  $\sim$  MeV) und innerhalb des Synchrotrons durch Leitmagnetfelder, welche mittels Dipol- und Quadrupolmagneten aufgebaut werden, auf einer Bahn innerhalb des Ringes auf ihre Endenergie (meist  $\sim$  GeV) beschleunigt. Mithilfe von in den Strahlengang eingesetzten magnetischen Komponenten wie Ablenkmagneten, Undulatoren und Wiggler wird den Teilchen eine Radialbewegung aufgezungen, wodurch sie Energie in Form von tangential nach vorne gerichteten Photonen abgeben (Abbildung 1.6) [23]. Das Energiespektrum, welches auf diese Weise durch Synchrotronstrahlung abgedeckt wird, reicht vom Infrarotbereich bis zur harten Röntgenstrahlung mit Energien von einigen meV bis zu einigen 100 MeV (entspricht Wellenlängen von ca.  $\lambda \approx 12 - 1 \cdot 10^{-4}$  Å).

## 1.4 Inconel 718

Inconel 718 (kurz: IN 718) ist eine auf Nickel basierte Hochtemperatursuperlegierung, die aufgrund ihrer hervorragenden Hitzebeständigkeit (bis ca.  $700^{\circ}\text{C}$ ) und ihrer Härte im Hochtemperaturbereich (bis ca.  $650^{\circ}\text{C}$ ) z. B. in Form von Schaufeln, Scheiben und Achsen hauptsächlich in der Flugzeugindustrie Anwendung findet [24]. Tabelle 1.2 zeigt die chemische Zusammensetzung der in dieser Arbeit verwendeten Legierung. Durch Wärmebehandlungssequenzen können in IN 718 gezielt Phasen ausgeschieden werden, die für die mechanischen Eigenschaften (z. B. hohe Streckgrenze, Duktilität und Festigkeit) eine wichtige Rolle spielen (vgl. Kapitel 1.2). In Abbildung 1.7 ist ein UZTU-Schaubild der Legierung zu sehen [25]. Auf die wichtigsten Eigenschaften der Ausscheidungen innerhalb der Legierung wird im Folgenden eingegangen. Eine zusammenfassende Übersicht ist in Tabelle 1.3 gegeben [26, 27, 28, 29, 30].

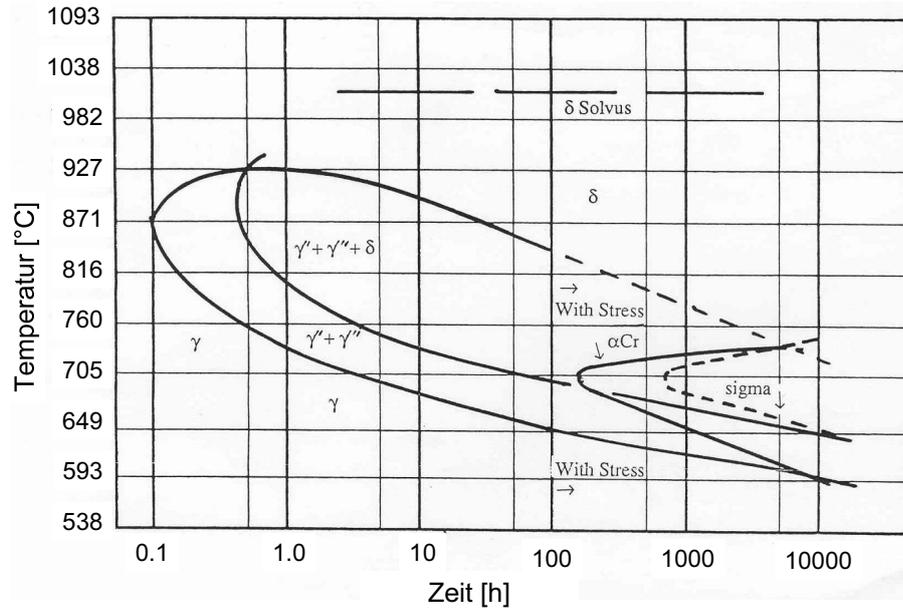


Abbildung 1.7: Das Umform-Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild (UZTU-Diagramm) der Legierung IN 718 [25].

Tabelle 1.2: Chemische Zusammensetzung von IN 718 in Gewichtsprozent. Die hier verwendete Legierung wurde von Böhler Schmiedetechnik GmbH & Co KG geliefert.

Ni	Fe	Cr	Nb	Mo	Ti	Al	C	B
52	19	19	5.3	3.1	0.95	0.55	0.03	0.005

**$\gamma$ -Matrix** Das  $\gamma$ -Matrixgitter besteht hauptsächlich aus Nickel und ist kubisch-flächenzentriert (kfz). Durch ungeordnet substitutionell eingelagerte Legierungselemente ist das kfz Gitter im Vergleich zum reinen Nickelgitter stark geweitet mit einem Gitterparameter von  $a \approx 3.60 \text{ \AA}$  (reines Nickel:  $a \approx 3.52 \text{ \AA}$ ). Dieser Wert ändert sich leicht mit der Ausscheidung verschiedener Phasen innerhalb des Gitters.

**$\gamma'$ -Phase ( $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$ ,  $\text{L}_{12}$ , kfz)** Die  $\gamma'$ -Phase ist eine geordnete kubisch flächenzentrierte Ausscheidungsphase, deren Gitterparameter in etwa  $a \approx 3.59 \text{ \AA}$  beträgt (vgl. Tabelle 4.3 und Abbildung 1.8). In Nickel-Eisen-Legierungen (z. B. A-286, Pyromet 901) wird die  $\gamma'$ -Phase häufig als legierungshärtende Ausscheidung verwendet [26]. Die Gitterfehlpassung<sup>3</sup> dieser kohärenten Phase relativ zur Matrixphase ist klein (ca. 0.2–0.5%) und die Härtungs- und Verfestigungseffekte aufgrund von Kohärenzspannungen daher vernachlässigbar. Der Härtungseffekt dieser Ausscheidung ist auf die Teilchendispersion und -größe zurückzuführen. Bevor die Versetzungen die

<sup>3</sup>Der Gitterfehlpassungsparameter  $\delta$  ist über das arithmetische Mittel  $\bar{a}$  der Gitterparameter  $a$ ,  $b$  und  $c$  der beteiligten Phasen definiert als  $\delta = (a_{\text{Phase}} - a_{\text{Matrix}})/\bar{a} \cdot 100\%$  [28].

Tabelle 1.3: Übersicht über die wichtigsten in IN 718 ausgeschiedenen Phasen.

	$\gamma'$ -Phase	$\gamma''$ -Phase	$\delta$ -Phase
Stöchiometrische Formel	$\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$	$\text{Ni}_3\text{Nb}$	$\text{Ni}_3\text{Nb}$
Kristallstruktur	kubisch flächenzentriert (kfz)	tetragonal raumzentriert (bct)	orthorhombisch
Einheitszelle	$a = b = c \approx 3.59 \text{ \AA}$ $\alpha = \beta = \eta = 90^\circ$	$a = b \approx 3.60,$ $c \approx 7.44 \text{ \AA}$ $\alpha = \beta = \eta = 90^\circ$	$a \approx 5.10, b \approx 4.22,$ $c \approx 4.52 \text{ \AA}$ $\alpha = \beta = \eta = 90^\circ$
Gitterfehlpassung	$\delta_a \approx 0.2 - 0.5 \%$	$\delta_a \approx 0.05 \%, \delta_c \approx 5 \%$	$\delta_a \approx 34 \%,$ $\delta_b \approx 16 \%, \delta_c \approx 23 \%$
Kornform	globular	scheibenförmig	nadelförmig oder globular
Korngröße	variabel, optimal: $\sim 100 - 500 \text{ \AA}$	$\varnothing \sim 600,$ $d \sim 50 - 90 \text{ \AA}$	einige nm
Vorzugsorientierung zur Matrixphase	–	$\{100\}_{\gamma''} \parallel \{100\}_{\gamma};$ $[001]_{\gamma''} \parallel [001]_{\gamma}$	$(010)_{\delta} \parallel (111)_{\gamma};$ $[100]_{\delta} \parallel [1\bar{1}0]_{\gamma}$
Kommentare	stabile Phase, legierungshärtend	metastabile Phase (Umwandlung in $\delta$ -Phase ab $650^\circ\text{C}$ ), legierungshärtend	stabile Phase, macht das Material spröde

für die Teilchenumgebung kritische Orowanspannung erreicht haben, schneiden sie das Teilchen. Das Versetzungswandern ist dann dadurch behindert, dass in allen drei Gleitrichtungen zwei Matrixversetzungen nötig sind, um die Atomordnung im Kristallit zu erhalten und die Antiphasengrenzen, welche durch das Versetzungswandern durch den Kristallit entstehen, zu annihilieren. Ein Teilchenradius von  $100 - 500 \text{ \AA}$  erzielt optimale Härtungseffekte [27]. In der hier verwendeten IN 718-Legierung wurde die Bildung von  $\gamma'$ -Teilchen durch Verminderung des Al-Anteils und Erhöhung des Nb-Anteils zu Gunsten der  $\gamma''$ -Phase unterdrückt.

**$\gamma''$  - Phase ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ,  $\text{D0}_{22}$ , bct)** Die metastabile, geordnete, tetragonal raumzentrierte  $\gamma''$ -Phase ist im Allgemeinen die bevorzugte Härtungsphase in IN 718. Die Einheitszelle dieser Phase kann als doppeltes kfz Gitter beschrieben werden, da der Gitterparameter  $c$  in etwa dem doppelten Gitterparameter  $a$  entspricht (Abbildung 1.8). Anders als bei der  $\gamma'$ -Phase kann die Antiphasengrenze, welche durch das Versetzungswandern entsteht, nur in einer der drei Gleitrichtungen durch eine zweite Versetzung annihiliert werden. In die anderen beiden Gleitrichtungen sind vier Matrixversetzungen nötig, um die Antiphasengrenzen zu annihilieren. Daraus resultiert die

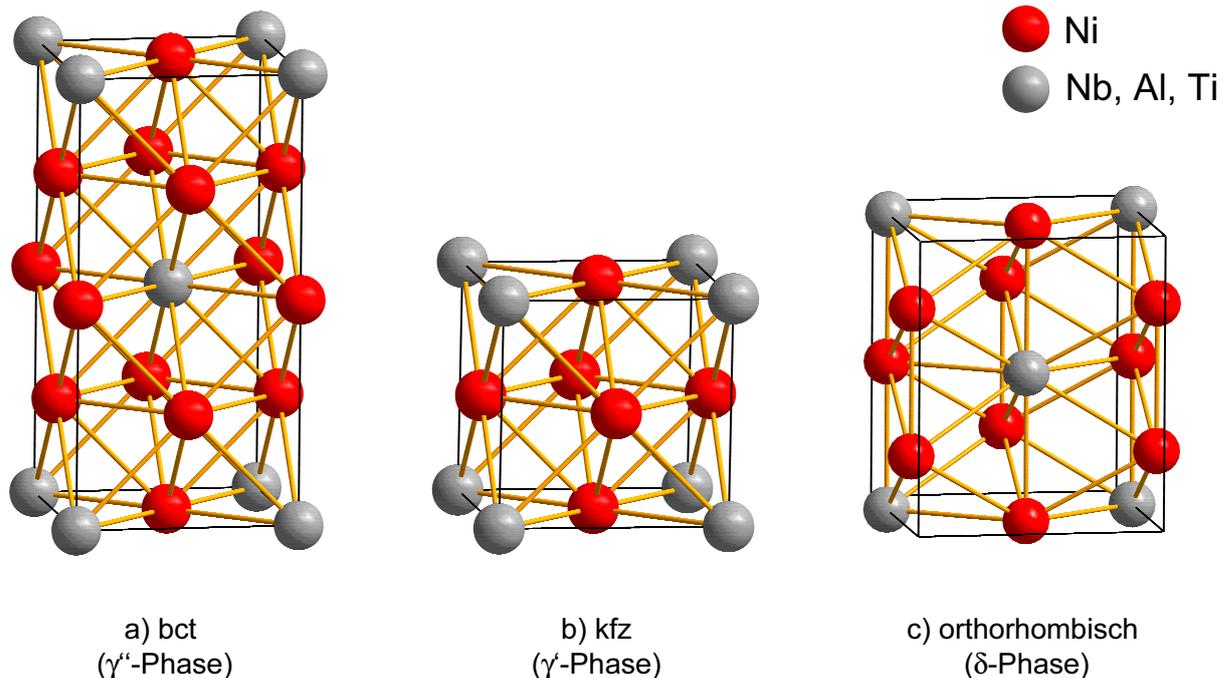


Abbildung 1.8: Einheitszellen der a) raumzentriert tetragonalen (bct)  $\gamma''$ -Phase, der b) kubisch flächenzentrierten (kfz)  $\gamma'$ -Phase sowie der c) orthorhombischen  $\delta$ -Phase. Wie aus dem Bild ersichtlich ist, entspricht die c-Richtung der bct Einheitszelle in etwa der doppelten Länge der Richtungen  $a = b = c$  des kfz Gitters.

hohe Härte, die mit der  $\gamma''$ -Phase erreicht werden kann [27]. Die scheibenförmigen Kristallite der  $\gamma''$ -Phase haben einen durchschnittlichen Durchmesser von ca. 600 Å bei einer Dicke von ca. 50-90 Å und weisen eine klare Orientierungsrelation zu den Kristalliten der Matrixphase auf:  $\{100\}_{\gamma''} \parallel \{100\}_{\gamma}$ ;  $[001]_{\gamma''} \parallel \langle 001 \rangle_{\gamma}$  [27]. Die Kohärenzspannungen der  $\gamma''$ -Phase in Richtung des Gitterparameters  $a$  sind vernachlässigbar klein ( $\delta_a \approx 0.05\%$ ). Die Gitterfehlpassung in  $c$ -Richtung beträgt allerdings ca. 5% und ist verantwortlich für hohe Kohärenzspannungen an den Korn- und Phasengrenzen. Auf diesen beruhen die Verfestigungseffekte, die bei  $\gamma''$ -gehärteten Legierungen beobachtet werden. Bei längeren Haltezeiten oberhalb einer Temperatur von 650°C wandelt sich die metastabile  $\gamma''$ -Phase spannungsinduziert in die stabile  $\delta$ -Phase um. Dies führt zu einer schnellen Strukturauflösung  $\gamma''$ -gehärteter Legierungen oberhalb dieser Temperatur [27, 29].

**$\delta$ -Phase ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ,  $\text{D0}_a$ , orthorhombisch)** Die  $\delta$ -Phase besitzt eine geordnete, orthorhombische Gitterstruktur (Abbildung 1.8). Ihre Gitterparameter betragen  $a \approx 5.10 \text{ \AA}$ ,  $b \approx 4.22 \text{ \AA}$  und  $c \approx 4.52 \text{ \AA}$  (vgl. Tabelle 4.3). Mit Gitterfehlpassungen von  $\delta_a \approx 34$ ,  $\delta_b \approx 16$  und  $\delta_c \approx 23\%$  ist diese Phase semi- bis inkohärent. Das Versetzungsschneiden ist daher stark erschwert. Es werden die globulare, primär gebildete  $\delta$ -Phase und die plättchenförmige, sekundär ausgeschiedene  $\delta$ -Phase unterschieden. Erstere bildet sich aufgrund starker Verformungen während des Herstellungsprozesses (z. B. beim Schmieden) meist intragranular innerhalb der Matrixphase aus. Sie kann gezielt dazu benutzt werden, z. B. die Korngröße der Matrixphase zu beeinflussen. Die

## 1 Einführung

sekundäre  $\delta$ -Phase scheidet sich bei Temperaturen oberhalb von  $650^\circ\text{C}$  bevorzugt an den Korngrenzen aus. Sie bildet sich z. B. aus der metastabilen  $\gamma''$ -Phase. Wenn im Folgenden von  $\delta$ -Phase gesprochen wird, dann handelt es sich dabei meist um sekundäre  $\delta$ -Phase. Während die primäre  $\delta$ -Phase zufällige Orientierungen relativ zu den  $\gamma$ -Phasen-Kristalliten zeigt, weisen die sekundären, plättchenförmigen  $\delta$ -Phasen-Kristallite klare Orientierungsrelationen zu den  $\gamma$ -Kristalliten auf:  $(010)_\delta \parallel (111)_\gamma ; [100]_\delta \parallel [1\bar{1}0]_\gamma$ . Grund hierfür sind die dichtest gepackten Gitternetzebenen in beiden Phasen, die sich parallel zueinander orientieren. Das Auftreten der  $\delta$ -Phase ist unerwünscht, da sie die Duktilität reduziert, und das Material dadurch spröde wird [27, 28].

## 2 Ziele und Arbeitsprogramm

### 2.1 Ziele

Für diese Arbeit lassen sich zwei wesentliche Ziele formulieren:

1. Ziel dieser Arbeit ist die experimentelle Untersuchung der Ausbildung von Mikroeigendehnungen unter mechanischer Last in Abhängigkeit verschiedener kristallographischer Phasen. Dazu wurden Standardzugversuche, in welchen mittels Diffraktion die Änderung des Gitternetzebenenabstandes mit steigender Spannung beobachtet wurde durchgeführt. Ergebnisse von Proben, in denen durch Wärmebehandlungssequenzen gezielt Ausscheidungen erzeugt wurden, werden mit den Ergebnissen erzielt an nicht wärmebehandeltem Ausgangsmaterial verglichen. Diese Experimente geben Aufschluss über den Einfluss unterschiedlicher kristallographischer Phasen auf die Mikroeigendehnungsentwicklung unterschiedlicher Gitternetzebenen (Kapitel 5).
2. Ein weiteres Ziel dieser Arbeit ist, den Einfluss von Mikroeigenstressungen II. Art auf die neutronendiffraktometrische Bestimmung des makroskopischen, mehrachsigen Eigenspannungszustandes zu zeigen. Der Einfluss des oft praktizierten Herausschneidens einer makrospannungsfreien Referenzprobe auf den Mikroeigenstresszustand wird dazu untersucht. Dadurch wird eine der Hauptannahmen in der diffraktometrischen Eigenspannungsanalyse – die Äquivalenz des Mikroeigenstresszustandes im makroskopisch verspanntem Bauteil und in der makrospannungsfreien Referenzprobe – geprüft (Kapitel 6).

### 2.2 Arbeitsprogramm

Zur Erreichung der formulierten Ziele wurde folgende Experimentreihenfolge festgelegt:

1. Ziel: Experimentelle Untersuchung der Bildung von Mikroeigendehnung unter mechanischer Last in Abhängigkeit verschiedener kristallographischer Phasen
  - a) Zylinderförmige Proben aus IN 718-Ausgangsmaterial werden im Dilatometer wärmebehandelt, um gezielt verschiedene Phasen innerhalb der Matrixphase auszuscheiden (Kapitel 4.1).
  - b) Die Auswahl und Charakterisierung der im Folgenden verwendeten vier Wärmebehandlungen (Probenzustände B–E) erfolgt anhand von

## 2 Ziele und Arbeitsprogramm

- ▷ Lichtmikroskopiebildern zur Bestimmung der Matrixphasen-Korngröße (Kapitel 4.2),
  - ▷ Diffraktogrammen, aufgenommen mittels Neutronen zur Identifizierung der vorhandenen Ausscheidungen und zur Bestimmung der Gitterparameter aller Phasen (inkl. Matrixphase) (Kapitel 4.2),
  - ▷ Intensitäts-Polfiguren, gemessen mittels Synchrotronstrahlung, um einen signifikanten Textureinfluss ausschließen zu können (Kapitel 4.2.2),
  - ▷ Makroskopischen Spannungs-Probengesamtdehnungsdiagrammen zur Bestimmung des makroskopischen Materialverhaltens (Kapitel 4.3) sowie
  - ▷ Larmor-Diffraktions-Messungen zur Bestimmung der Ausprägung des Mikrospannungsfeldes innerhalb der Proben ohne äußere Last (Kapitel 4.4) sowie zum Vergleich der Absolutwerte der Gitterparameter der Matrixphase, welche aus den gemessenen Diffraktogrammen ausgewertet wurden (Kapitel 4.2).
- c) In einem Heizspindelofen werden Zugproben aus IN 718-Ausgangsmaterial mit vier ausgewählten Wärmebehandlungssequenzen getempert.
- d) An den wärmebehandelten Zugproben (Probenzustände B–E) sowie an Zugproben des Ausgangsmaterials (Probenzustand A) erfolgen Zugversuche mittels einer Prüfmaschine, während derer in-situ die Gitternetzebenenendehnungen verfolgt werden mittels:
- ▷ Synchrotronstrahlungsdiffraktion (Kapitel 5.5)
    - Messungen an Braggreflexen der Matrixphase für die Messrichtung parallel und senkrecht zur Kraftangriffsrichtung an den Probenzuständen A und B
  - ▷ Neutronendiffraktion (Kapitel 5)
    - Messungen an Braggreflexen der Matrixphase für die Messrichtung parallel und senkrecht zur Kraftangriffsrichtung an den Probenzuständen A–E
    - Messungen an Braggreflexen der jeweiligen Ausscheidungen für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung an den Probenzuständen B–E
- e) Zurückführen des elastischen (Kapitel 5.2) und plastischen (Kapitel 5.3) mechanischen Verhaltens der gemessenen Gitternetzebenenscharen  $\{h k l\}$  auf die Anwesenheit verschiedener Ausscheidungen. Dazu werden verglichen:
- ▷ Probenzustände A–E mit Modellwerten (elastisch, Kapitel 5.2)
  - ▷ Einfluss der  $\delta$ -Phase: Probenzustände A und B (plastisch, Kapitel 5.3.2)
  - ▷ Einfluss der  $\gamma'$ -Phase: Probenzustände B und C (plastisch, Kapitel 5.3.3)
  - ▷ Einfluss der  $\gamma''$ -Phase: Probenzustände B und D (plastisch, Kapitel 5.3.4)
  - ▷ gemeinsamer Einfluss der  $\gamma'$ - und der  $\gamma''$ -Phase: Probenzustände C, D und E (plastisch, Kapitel 5.3.5)

2. Ziel: Aufzeigen des Einflusses von Mikroeigenstressungen II. Art auf die neutronendiffraktometrische Bestimmung des makroskopischen mehrachsigen Eigenstressungszustandes (Kapitel 6)
- a) Das Herstellen einer Referenzprobe durch das Herausschneiden eines kleinen Materialstückes aus einer spannungsbehafteten Probe wird mittels schrittweiser Entlastung der Makroeigenstressungen einer spannungsbehafteten IN 718-Scheibe (einphasig) durch Funkenerosion realisiert.
  - b) Der ermittelte Eigenstressungszustand der makrospannungsfreien Referenzprobe gibt Aufschluss über die Änderung des Mikrospannungszustandes während des Schneidprozesses der Referenzprobe.
  - c) Der makroskopische Eigenstressungszustand der Ausgangsprobe wird auf Grundlage des an der makrospannungsfreien Probe gemessenen Referenzwertes ausgewertet. Dies zeigt den direkten Einfluss der Änderung des Mikroeigenstressungszustandes von verspannter Probe zu Referenzprobe auf die neutronendiffraktometrische Eigenstressungsanalyse.
  - d) Die experimentell ermittelten makroskopischen Eigenstressungsverläufe werden zur Absicherung mit Ergebnissen aus Finite-Elemente-Simulationen verglichen.



# 3 Experimentelle Methoden

## 3.1 Lichtmikroskopie

In der Metallographie, welche die qualitative und quantitative Beschreibung des Gefüges metallischer Werkstoffe zur Aufgabe hat, ist das Lichtmikroskop eines der wichtigsten Hilfsmittel. Es dient unter anderem der Bestimmung und Ermittlung der Art, Menge, Größe, Form und der örtlichen Verteilung der Gefügebestandteile [13, 31].

Ein Lichtmikroskop besteht im Wesentlichen aus zwei Sammellinsen, dem Okular und dem Objektiv. Das Objektiv erzeugt ein reelles, vergrößertes, umgekehrtes Zwischenbild des beleuchteten Gegenstandes. Das Okular erzeugt ein nochmals vergrößertes, virtuelles Bild. Die Gesamtvergrößerung eines Mikroskops ist gegeben als das Produkt der Vergrößerungen des Objektivs und des Okulars. Oft werden ergänzende optische Komponenten eingesetzt (Tubuslinsen, Projektive), die eventuell für die Berechnung der Gesamtvergrößerung des Mikroskops berücksichtigt werden müssen. Um aussagekräftige Ergebnisse erhalten zu können, muss die mittels Auflichtmikroskopie zu untersuchende Probenschnittfläche fehlerfrei poliert werden. Mittels anschließenden chemischen oder physikalischen Ätzungen können verschiedene Kontraste zwischen den unterschiedlichen Gefügeparametern eingestellt werden. Da in dieser Arbeit ein chemisches Ätzverfahren angewendet wurde, soll nur auf diese im Folgenden kurz eingegangen werden. Die chemische Korngrenzenätzung hebt die Korngrenzen aufgrund ihres im Vergleich zum umgebenden Kristalliten höheren chemischen Potenzials hervor. Die chemische Kornflächenätzung stellt über die verschiedenen Orientierungen benachbarter Kristallite und deren Anisotropien unterschiedliche Ätzwinkel her, die durch Hell-Dunkel-Kontraste im Lichtmikroskop unterschieden werden können. Bei der chemischen Niederschlagsätzung werden, je nach Kornorientierung, unterschiedlich dicke Oxid- oder Sulfidschichten auf den Kristalliten abgeschieden, welche im Mikroskop betrachtet unterschiedliche Farben ergeben.

## 3.2 Diffraktion

Diffraktion bezeichnet die Ablenkung eines Teilchens oder einer Welle an einem Streu- oder Beugungszentrum. Die Bedingung, um konstruktive Interferenzeffekte der gestreuten Teilchenwellen beobachten zu können, ist durch die Bragg-Gleichung beschrieben, die direkt aus dem kohärent elastischen differentiellen Wirkungsquerschnitt  $(d\sigma/d\Omega)_{\text{coh,el}}$  der Streuung folgt:

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)_{\text{coh,el}} \propto \sum_{\tau} \delta(\vec{Q} - \vec{\tau}) \quad (3.1)$$

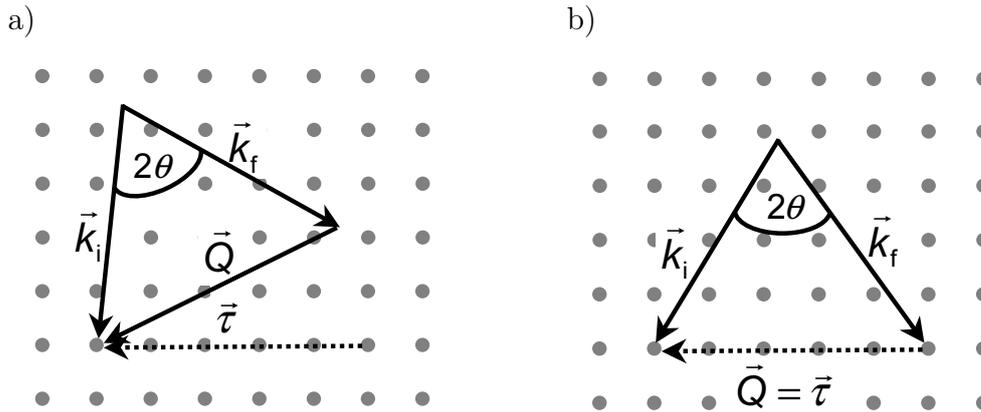


Abbildung 3.1: Schematische Darstellung der Braggbedingung im reziproken Raum. a) Da  $\vec{Q} \neq \vec{\tau}$  ist, kann keine elastische Streuung stattfinden. b) Da  $\vec{Q} = \vec{\tau}$  ist, findet elastische Streuung statt.

Darin sind  $\sigma$  der Wirkungsquerschnitt der Streuung und  $d\Omega$  ein Raumwinkelelement. Die  $\delta$ -Funktion wird nur dann ungleich null, wenn der Streuvektor  $\vec{Q}$  gleich einem reziproken Gittervektor  $\vec{\tau}$  ist. Abbildung 3.1 veranschaulicht Gleichung (3.1), die auch Lauegleichung oder Braggbedingung im reziproken Raum genannt wird [21]. Elastische Streuung findet ohne Energieübertrag zwischen den Streupartnern statt, daher gilt für die Wellenvektoren des einfallenden ( $\vec{k}_i$ ) und des ausfallenden ( $\vec{k}_f$ ) Strahls  $|\vec{k}_i| = |\vec{k}_f| = k$ . Dies führt zu  $|\vec{Q}| = 2k \sin \Theta = |\vec{\tau}|$  und mit  $k = 2\pi/\lambda$  und  $|\vec{\tau}| = \sqrt{\vec{\tau} \circ \vec{\tau}} = 2\pi/d_{\{hkl\}}$  kann die Braggbedingung in den Realraum überführt werden:

$$n\lambda = 2d_{\{hkl\}} \sin \theta_{\{hkl\}}. \quad (3.2)$$

Darin ist  $n = 1, 2, 3, \dots$  die Streuordnung und  $\lambda$  die monochromatische Wellenlänge der gestreuten Strahlung. Die Bragg-Gleichung verknüpft den Gitternetzabstand  $d_{\{hkl\}}$  der in der Probe streuenden Gitternetzebenschicht  $\{hkl\}$  mit dem Streuwinkel  $\theta_{\{hkl\}}$ . Der Streuvektor  $\vec{Q}$  steht dabei als Winkelhalbierende zwischen dem einfallenden und dem gestreuten Strahl senkrecht auf der streuenden Gitternetzebenschicht und gibt die Messrichtung des Diffraktionsexperimentes an (Abbildung 3.2). In untexturierten, polykristallinen Materialien sind die Kristallite statistisch orientiert. Aufgrund der sich daraus ergebenden Vielzahl von Kristalliten, welche die Streubedingung gleichzeitig erfüllen, bildet sich für jede Gitternetzebenschicht  $\{hkl\}$  ein Debye-Scherrer-Kreiskegel mit dem Öffnungswinkel  $2\theta_{\{hkl\}}$  aus (Abbildung 3.3a). Auf einem senkrecht zur Mittelachse des Kreiskegels ausgerichteten Schirm wird dann für jede streuende Gitternetzebenschicht  $\{hkl\}$  ein Debye-Scherrer-Ring beobachtet (Abbildung 3.3b). Wird die Intensität über jeden auf dem Schirm abgebildeten Raumwinkel  $2\theta_{\{hkl\}}$  über  $\phi$  integriert, erhält man scharf definierte Intensitätsmaxima (Gleichung (3.1)), in den Raumwinkeln  $2\theta_{\{hkl\}}$ , die sogenannten Braggreflexe (Abbildung 3.3c). Die so entstandenen Streubilder werden Diffraktogramme genannt. Durch natürliche Linienverbreiterungseffekte entstehen verbreiterte Braggreflexe (Abbildung 3.3d). Gründe hierfür sind neben der instrumentellen Auflösungsfunktion

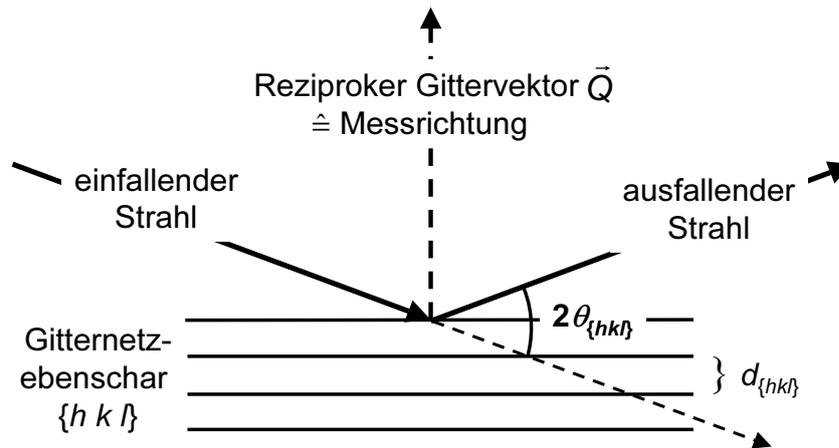


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung der Braggstreuung an einer Gitternetzebenenschar  $\{h k l\}$  im Realraum. Der Gitternetzebenenabstand  $d_{\{hkl\}}$  ist durch die Bragg-Gleichung ( $n\lambda = 2d_{\{hkl\}} \sin \theta_{\{hkl\}}$ ) mit dem Streuwinkel  $2\theta_{\{hkl\}}$  verknüpft.

beispielsweise eine nicht scharf definierte Wellenlänge, die zu einer Verschmierung der Braggbedingung führt sowie Gitterdefekte und Eigenspannungen III. Art. Das Braggreflexprofil in der Neutronendiffraktometrie wird gut durch eine Gauß-Glockenkurve beschrieben. Die Reflexprofile aus Röntgenstrahlungsmessungen dagegen werden gut mit einer symmetrischen oder asymmetrischen Überlagerung einer Gauß- und einer Lorentzkurve beschrieben [32]. Ein Beispiel für eine solche Funktion ist die in dieser Arbeit genutzte symmetrische Pseudo-Voigt-Funktion. Weiterführende Informationen sind z. B. bei Hutchings [7], Squires [21], Spieß [33] oder Dobrzynski [34] zu finden.

### 3.2.1 Pulverdiffraktion

In der Pulverdiffraktion wird eine möglichst große Anzahl Braggreflexe gleichzeitig gemessen und hinsichtlich ihrer absoluten und relativen Reflexpositionen ausgewertet. Die aufgenommenen Diffraktogramme ermöglichen die Identifizierung von Gitterstrukturen. Die Verfeinerung bereits bekannter Gitterstrukturen liefert Informationen, sowohl über Strukturparameter (Gitterparameter, Besetzungszahlen, Temperaturkoeffizienten), als auch über Untergrund- und Profilparameter. Dafür wird ein auf einem Strukturmodell basierendes Diffraktogramm mit dem experimentell Ermitteltem abgeglichen. Die Anpassung des Strukturmodells an die experimentellen Daten geschieht dabei mit der Methode der kleinsten Fehlerquadrate, angewendet auf die Intensität an der Stelle  $i$  innerhalb des Diffraktogramms (Untergrund und Braggreflexe) [35]. Dabei wird die Funktion

$$D = \sum_i w_i (|y_i^{\text{obs}} - y_i^{\text{calc}}|)^2$$

minimiert, indem die aus dem Strukturmodell erhaltene Intensität  $y_i^{\text{calc}}$  mit der experimentell ermittelten Intensität  $y_i^{\text{obs}}$  abgeglichen wird. Darin ist  $w_i$  der Gewichtungsfaktor der Stelle  $i$ . Die

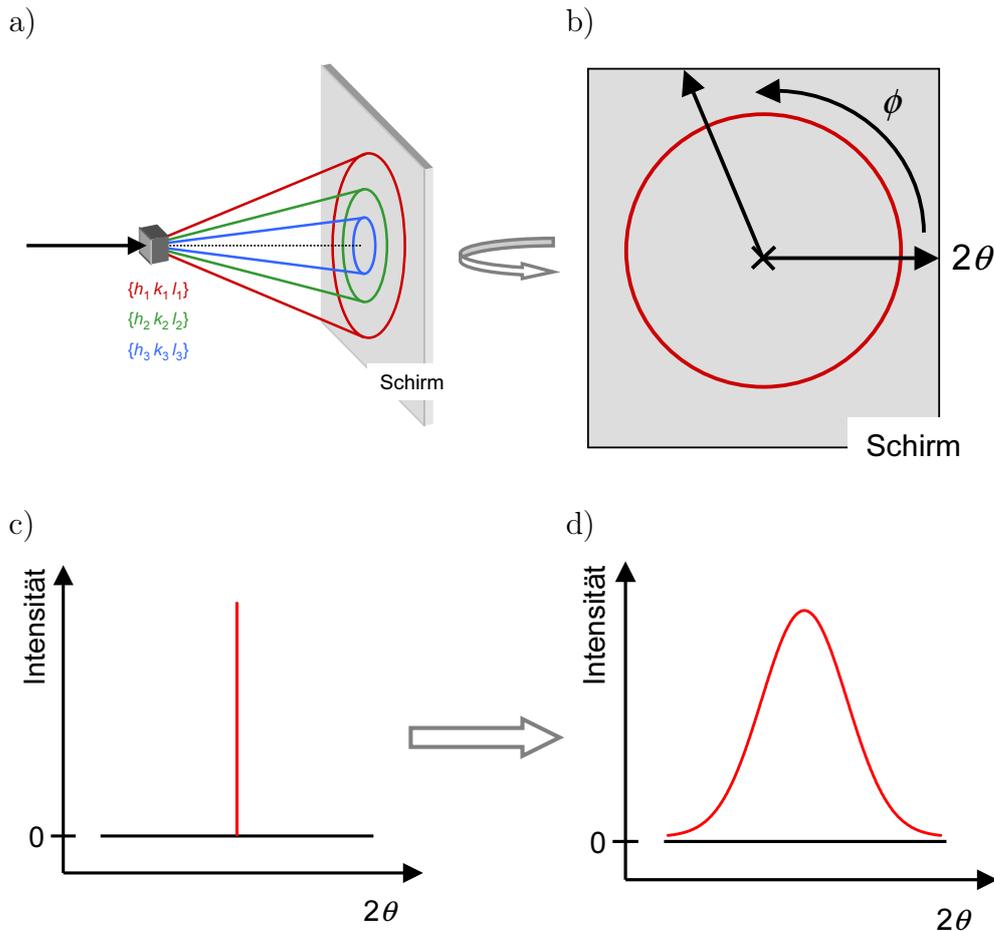


Abbildung 3.3: Schematische Darstellung der Entstehung der Braggreflexe aus den Debye-Scherrer-Kreis Kegeln (a-d). Das Reflexprofil in d) entsteht aus einer Faltung von Instrument- und Probeneinflüssen.

Intensitätsverteilung zwischen den verschiedenen Braggreflexen  $(hkl)$  einer Phase wird durch den Strukturfaktor  $F_{(hkl)}$  bestimmt. Der Strukturfaktor ist unter anderem abhängig von der Gitterstruktur, den Besetzungszahlen der verschiedenen Gitterplätze und den Temperaturfaktoren. In einer Rietveld-Verfeinerung werden neben den Gitterparametern und den Reflexprofilen die Parameter, welche den Strukturfaktor bestimmen, berücksichtigt und optimiert [36, 37]. Bei Legierungen mit vielen Legierungselementen, wie z. B. IN 718, ist eine Rietveld-Verfeinerung aufgrund stark variierender Besetzungszahlen an den Gitterplätzen sowie sich überlagernden Braggreflexen oft schwierig. Um diese Problematik zu umgehen, werden in einigen Verfeinerungsmethoden die Intensitäten des experimentell ermittelten Diffraktogramms als Grundlage für die Verfeinerung der Intensitäten des Strukturmodells genutzt, ohne zu berücksichtigen, wie diese zustande kommen. Eine Verfeinerung von den Strukturfaktor bestimmenden Parametern wie z. B. Volumenanteilen, Besetzungszahlen und Temperaturfaktoren ist hierbei nicht möglich (die Le Bail-Verfeinerung, welche auch in dieser Arbeit genutzt wurde, wendet dies beispielsweise

an [38]). Für beide Verfeinerungsmethoden muss die Wellenlänge  $\lambda$  sowie die Instrumentenaufö-  
 lungsfunktion anhand einer Standardprobe mit bekannter Gitterstruktur und exakt bekannten  
 Gitterparametern bestimmt werden. Häufig verwendete Standards sind Si- oder LaB<sub>6</sub>-Pulver.

### 3.2.2 Eigenspannungs- und Eigendehnungsbestimmung

Die Eigenspannungen  $\sigma$  eines Festkörpers sind eng mit den Dehnungen  $\varepsilon$  eines Kristalls verknüpft.  
 In kristallinen Festkörpern ändert sich so, durch kleine relative Verschiebungen der Atompositio-  
 nen, der Gitternetzebenenabstand  $d_{\{hkl\}}$ . Mit der Kenntnis des Gitternetzebenenabstandes des  
 unverzerrten Gitters  $d_{0,\{hkl\}}$ , dem Referenzwert, und Gleichung (3.2) folgt für die Dehnung  $\varepsilon_{\{hkl\}}$   
 der Netzebenenschar  $\{hkl\}$ :

$$\varepsilon_{\{hkl\}} = \frac{d_{\{hkl\}} - d_{0,\{hkl\}}}{d_{0,\{hkl\}}} = \frac{\sin \theta_{0,\{hkl\}}}{\sin \theta_{\{hkl\}}} - 1. \quad (3.3)$$

In einem Diffraktionsexperiment können so die Gitterdehnungen der Netzebenenschar  $\{hkl\}$   
 aus den Streuwinkeln  $2\theta_{\{hkl\}}$  direkt ausgewertet werden. Die Eigenspannungen können aus den  
 Gitterdehnungen mithilfe des verallgemeinerten Hook-Gesetzes berechnet werden [33]:

$$\sigma_{ij} = \sum_{kl} C_{ijkl} \varepsilon_{kl}, \quad (3.4)$$

mit den Spannungs- und Dehnungstensoranteilen  $\sigma_{ij}$  bzw.  $\varepsilon_{ij}$ . Die schematische Bedeutung  
 der Komponenten des Spannungstensors ist in Abbildung 3.4 dargestellt. Beim Spannungstensor  
 werden die Komponenten  $\sigma_{ij}$  für  $i \neq j$  als Scherspannungen bezeichnet. Der Steifigkeitstensor  
 $C_{ijkl}$  ist ein Tensor 4. Stufe. Er besitzt 81 ( $3 \times 3 \times 3 \times 3$ ) voneinander unabhängige  
 Komponenten. Diese Anzahl reduziert sich unter Berücksichtigung der Tensor- und Kristalleigenschaft  
 erheblich. Da bei  $\sigma_{ij}$  und  $\varepsilon_{ij}$  aufgrund von Gleichgewichtsbetrachtungen  $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$

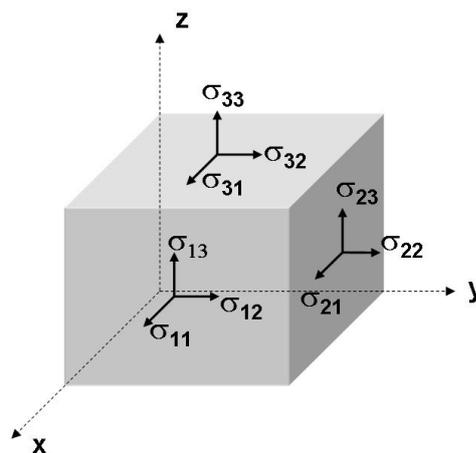


Abbildung 3.4: Bedeutung der Tensoranteile des Spannungstensors. Die Spannungskomponenten  $\sigma_{ii}$  sind  
 die Hauptachsenspannungen, die  $\sigma_{ij}$  mit  $i \neq j$  werden Scherspannungen genannt.

### 3 Experimentelle Methoden

und aufgrund von Kompatibilitätsbetrachtungen  $\varepsilon_{kl} = \varepsilon_{lk}$  gilt, muss dies auch für den Steifigkeitstensor  $C_{ijkl} = C_{jikl} = C_{ijlk}$  der Fall sein. Durch energetische Überlegungen folgt des Weiteren  $C_{ijkl} = C_{klij}$ . Dadurch besitzt der Steifigkeitstensor im triklinen Kristallsystem noch 21 voneinander unabhängige Tensorkomponenten. Diese Zahl wird durch Kristallsymmetrien weiter reduziert. Im Falle eines hochsymmetrischen Systems mit elastisch isotropem Materialverhalten ergeben Symmetriebetrachtungen noch zwei voneinander unabhängige Tensorkomponenten. Diese werden gemeinhin durch das Elastizitätsmodul  $E$  und die Querkontraktionszahl  $\nu$  ausgedrückt. Die Komponenten des Spannungstensors berechnen sich mithilfe der Komponenten des Dehnungstensors  $\varepsilon_{ij}$  zu:

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{1 + \nu} \left( \varepsilon_{ij} + \frac{\nu \cdot \delta_{ij}}{1 - 2\nu} (\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33}) \right), \quad \text{mit dem Kronecker-Symbol } \delta_{ij}. \quad (3.5)$$

Für hochsymmetrische Probensysteme ist daher für eine vollständige Bestimmung des dreidimensionalen Spannungszustandes die Messung von drei Dehnungsrichtungen parallel zu den Hauptachsen ( $i = j$ ) des Probensystems ausreichend, da in Hauptachsensystemen die Scherspannungen ( $\sigma_{ij}$  mit  $i \neq j$ ) Null sind [1, 3, 6, 7, 9, 10, 33].

**Referenzwert** Wie aus Gleichung (3.3) hervorgeht, ist die Bestimmung eines adäquaten makrospannungsfreien Referenzwertes einer der wichtigsten Faktoren für die Zuverlässigkeit der mittels Gleichung (3.5) ausgewerteten Eigenspannungen. Es existieren eine Vielzahl von Möglichkeiten, einen aussagekräftigen Referenzwert zu erhalten. Zwei der gebräuchlichsten Methoden werden im Folgenden besprochen.

Ein geeigneter Referenzwert kann mittels Randbedingungen berechnet werden, welche durch das mechanische Gleichgewicht gegeben sind [39]. Eine beliebige Spannungskomponente  $\sigma_{ij}$  muss, integriert über den kompletten Probenquerschnitt  $dA$ , verschwinden. Nur so kann die Kräftefreiheit ( $F_i = 0$ ) auf die Integrationsfläche  $A$  mit Auswärtsnormalenvektor  $n_j$  gewährleistet werden:

$$F_j = \int \sum_{i=1}^3 (\sigma_{ij} \cdot n_j) dA = 0, \quad \text{mit } i, j = 1, 2, 3. \quad (3.6)$$

Die genaue Anwendung von Gleichung (3.6) zur Berechnung eines Referenzwertes hängt von der Proben- und Messgeometrie ab. Ein Beispiel ist in Kapitel 6 beschrieben.

Eine zweite Möglichkeit zur Bestimmung eines adäquaten Referenzwertes ist die seine experimentelle Bestimmung. Der Referenzwert kann z. B. an einer makrospannungsfreien Stelle des verspannten Bauteils gemessen werden. Ist eine solche nicht vorhanden, oder messtechnisch schwierig zu erreichen, kann ein Stück aus dem Bauteil herausgeschnitten werden, dessen Geometrie klein genug ist, um makrospannungsfrei zu sein.

In der diffraktometrischen Eigenspannungsanalyse wird der Streuwinkel  $2\theta$  von einer Überlagerung von makroskopischen (I. Art) und mikroskopischen Dehnungen (II. Art) beeinflusst. Aufgrund der Nutzung eines Referenzwertes werden in der diffraktometrischen Eigenspannungsanalyse lediglich Relativwerte von Dehnungen bestimmt. Daher müssen zur Bestimmung der reinen Makrospannungen die Mikrospannungen in Bauteil und Referenzprobe identisch sein,

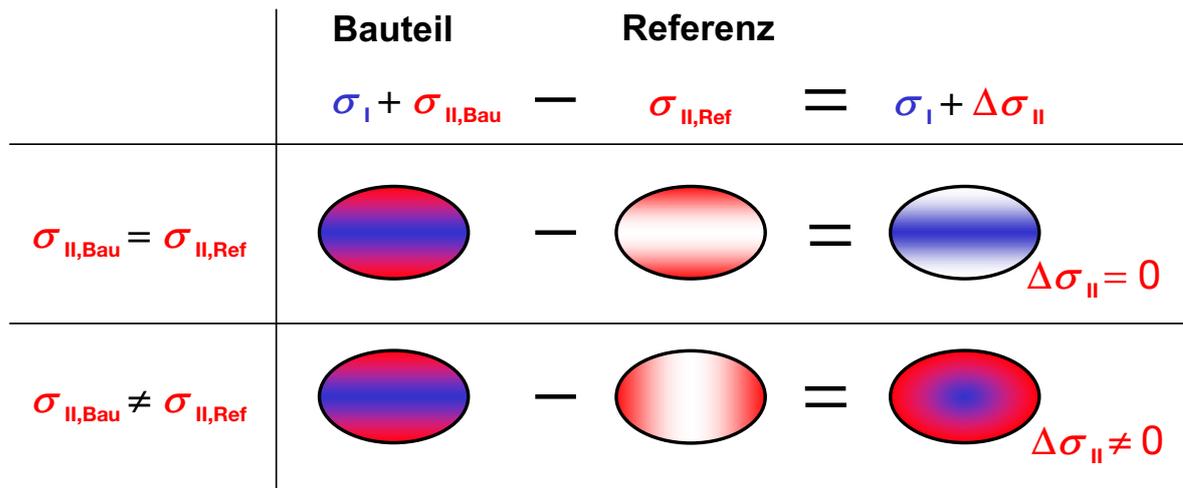


Abbildung 3.5: Schematische Darstellung des Einflusses der Mikroeigenstressungen auf die diffraktometrische Eigenspannungsanalyse. Sind die Mikrospannungen ( $\sigma_{II}$ , rot) in Bauteil und Referenzprobe gleich, kann der reine makroskopische Eigenspannungszustand ( $\sigma_I$ , blau) bestimmt werden, andernfalls wird die Mikroeigenstressungsdifferenz überlagert mitbestimmt. Scheinstressungen sind die Folge.

andernfalls können hohe Scheinstressungen die Folge sein [7, 39]. Die Skizze in Abbildung 3.5 veranschaulicht dies. Die Mikroeigenstressungen III. Art spielen dabei eine untergeordnete Rolle, da sie hauptsächlich das Profil des Braggreflexes, nicht aber seine Interferenzlinienlage beeinflussen.

### 3.2.3 Diffraktometrische Texturbestimmung

Weisen die Kristallite innerhalb eines Polykristalls eine Vorzugsorientierung bezüglich der Probengeometrie auf, wird die Probe als texturiert bezeichnet. (Eine völlig statistische Orientierung der Kristallite kommt im Allgemeinen nur in Pulvern vor.) Texturen können das thermomechanische Verhalten von Werkstoffen erheblich beeinflussen (z. B. Zipfelbildung beim Tiefziehen eines Bleches). Über den Grad der Beeinflussung entscheidet die Höhe der Textur sowie die Art des Werkstoffes. Bei einer zweifach regellosen Textur würde man beispielsweise keinen großen Einfluss auf die thermomechanischen Eigenschaften eines metallenen Festkörpers annehmen, bei Keramiken dagegen wäre dieser Textureinfluss nicht vernachlässigbar. Texturen resultieren in inhomogenen Intensitätsverteilungen entlang des Debye-Scherrer-Ringes (Abbildung 3.6). Für die Texturanalyse werden die integralen Intensitäten der Braggreflexe verschiedener Abschnitte des Debye-Scherrer-Ringes von gleicher Größe  $\Delta\alpha$  miteinander verglichen. Die Intensität des Reflexes ist direkt proportional zum Volumenanteil der Kristallite innerhalb des Probenvolumens, welche die Braggbedingung erfüllen. Die Intensitäten des Braggreflexes einer bestimmten Gitternetzebenencharakter  $\{hkl\}$  werden mittels einer stereographischen Projektion für den gesamten

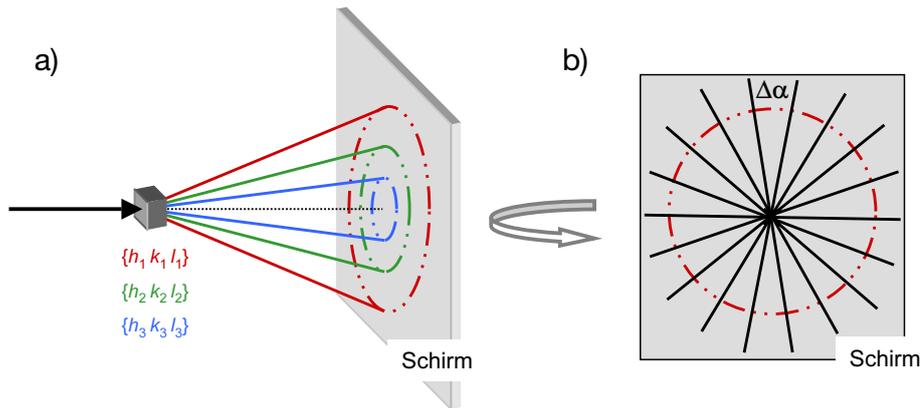


Abbildung 3.6: a) Debye-Scherrer-Ringe einer texturierten Probe weisen eine ungleichmäßige Intensitätsverteilung auf. b) Auswertung einer Textur: die Intensitäten der Winkelabschnitte  $\Delta\alpha$  werden ausgewertet und anschließend in einer stereographischen Projektion aufgetragen (nicht dargestellt).

Eulerraum<sup>1</sup> der Probe in einer Polfigur dargestellt. Für eine zylinderförmige Probe mit einem kubisch flächenzentrierten Kristallgitter ergeben die Polfiguren dreier voneinander unabhängiger Gitternetzebenen die Orientierungsverteilungsfunktion (OVF) des Probensystems. Die OVF enthält die gesamte Texturinformation der Probe. Die Textur einer Probe wird durch sich an sogenannten idealen Lagen befindlichen Intensitätsmaxima (oder -minima) gekennzeichnet. Eine ideale Lage wird durch eine Ebenenschar  $\{hkl\}$  sowie eine kristallographische Richtung  $\langle uvw \rangle$  charakterisiert. Die Bedeutung dieser Indizierung kann am Beispiel des Walzens verdeutlicht werden. Eine typische Walztextur hat beispielsweise die ideale Lage  $\{011\}\langle 21\bar{1} \rangle$ . Dabei sind besonders viele Kristallite so orientiert, dass ihre  $\{011\}$ -Gitternetzebenen parallel zur Walzebene und ihre kristallographischen  $\langle 21\bar{1} \rangle$ -Richtungen parallel zur Walzrichtung liegen. Besonders häufig vorkommende ideale Lagen werden beispielsweise als Messing-Lage ( $\{011\}\langle 21\bar{1} \rangle$ ), als Würfel-lage ( $\{001\}\langle 100 \rangle$ ) oder als Goss-Lage ( $\{011\}\langle 100 \rangle$ ) bezeichnet. Für weiterführende Anmerkungen zur Texturbestimmung sei auf Wassermann [41] und Bunge [42] verwiesen.

<sup>1</sup>Der Eulerraum wird durch die Eulerwinkel  $\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$  aufgespannt. Sie werden genutzt, um die Drehung eines probenfesten Koordinatensystems bis zur Deckungsgleichheit mit einem kristallitfesten Koordinatensystem zu beschreiben. Dabei erfolgt zuerst eine Drehung  $\varphi_1$  um die kartesische z-Achse, anschließend wird die neue x-Achse um den Winkel  $\Phi$  gedreht. Eine Drehung  $\varphi_2$  um die neue z-Achse bringt die beiden Koordinatensysteme schließlich zur Deckung [40].

### 3.2.4 Neutronen vs. Synchrotronstrahlung

Bei einem Vergleich von Neutronen- und Synchrotronstrahlung in Hinblick auf das Durchführen von Streuexperimenten hängt es meist von der Art der Anwendung (Diffraktion, Reflektometrie etc.) sowie der Probe ab, welcher Strahlungsart der Vorzug zu geben ist. Eine vergleichende Übersicht über einige Neutronen- und Synchrotronstrahlungs-Eigenschaften für Diffraktionsexperimente an Metallen ist in Tabelle 3.1 gegeben. Im Folgenden werden einige Eigenschaften näher erörtert:

Im Allgemeinen ist die Winkelauflösung der Synchrotronstrahlung aufgrund der größeren Strahlbrillanz höher als die der Neutronenstrahlung, da diese starke **Divergenzen** zeigt. Diese können im Bedarfsfall über Kollimatoren auf Kosten der Intensität reduziert werden. Während dieser Auflösungsvorteil der Synchrotronstrahlung bei der Messung von Oberflächeneffekten mit niedrigen Strahlungsenergien voll ausgeschöpft werden kann, wird dies vor allem bei der Diffraktion an Metallen relativiert. Die hier nötigen **Eindringtiefen** werden nur durch Synchrotronstrahlung mit sehr hoher Energie erreicht. Die kurzen Wellenlängen in diesem Energiebereich reduzieren die  $2\theta$ -Streuwinkel auf einige wenige Grad, was zu einem Zusammenrücken der Braggreflexe führt. Aufgrund der Streuung an den Atomkernen – Synchrotronstrahlung wird hauptsächlich

Tabelle 3.1: Vergleich der Charakteristika von Neutronen- und Synchrotronstrahlung für die Diffraktion an Metallen.

	Neutronen	Synchrotronstrahlung
Strahldivergenz	hoch, kann mit Kollimation reduziert werden	sehr niedrig (hohe Brillanz)
Eindringtiefen (materialabhängig)	über 10 cm	wenige cm
typische Wellenlängen	1 – 10 Å	0.05 – 0.5 Å
Oberflächensensitivität	ja (Reflektometrie)	ja (für niedrige Energien)
Messvolumendefinition	rechteckig, gut definiert	stark rautenförmig
Messvolumengröße	1 mm <sup>3</sup> bis mehrere cm <sup>3</sup>	nm <sup>3</sup> bis 1 – 2 mm <sup>3</sup>
Messzeiten (Diffraktogramme)	Minuten bis Stunden	Sekunden bis Minuten
Untersuchung magnetischer Effekte	ja	bedingt
messbare Korngrößen	nm bis einige hundert μm	nm bis einige μm
Probenumgebungen	einfach realisierbar	stark eingeschränkt durch Messgeometrie
inelastische Messungen	ja	nein

### 3 Experimentelle Methoden

an den Elektronen des Atoms gestreut – erreichen die elektrisch neutralen Neutronen Eindringtiefen über 10 cm bei Streuwinkeln von ca.  $90^\circ$ . Daraus ergibt sich für die Neutronendiffraktion eine rechtwinklige Definition des **Messvolumens**, was auch bei Probendrehungen (= Änderung der Messrichtung) dazu führt, dass die selben Materialstellen ausgeleuchtet werden. Die kleinen Streuwinkel bei der Diffraktion mittels Synchrotronstrahlung resultieren dagegen in einem stark verzerrten rautenförmigen Messvolumen. Durch die kleinen Streuwinkel bei der Synchrotronstrahlungsdiffraktion ist es möglich, mehrere Braggreflexe gleichzeitig zu messen, was die **Messzeit** deutlich verkürzt. Mittels Neutronen ist dies nur über eine Detektorbank, die meist einen Streuwinkel von nahezu  $180^\circ$  abdeckt, möglich. Da solche Detektoren sehr teuer und aufwendig in Konstruktion und Betrieb sind, wird darauf meist verzichtet, und es werden Flächendetektoren genutzt, die Streuwinkel von einigen Grad abdecken. Ein weiterer wichtiger Unterschied zwischen Neutronen- und Synchrotronstrahlung ist die **Größe des Messvolumens**. Während die Synchrotronstrahlung das Einstellen von einigen Kubiknanometern bis zu wenigen Kubikmillimetern Messvolumengröße erlaubt, ist die Grenze für Neutronenstrahlung im Kubikmillimeter- bis Kubikzentimeterbereich zu finden. Da Neutronen ein magnetisches Moment besitzen, sind sie sowohl auf magnetische Gitterstrukturen, als auch auf magnetische Gitterdynamiken sensitiv. Mit polarisierter Synchrotronstrahlung sind (anti-)ferromagnetische Effekte in kristallinen Materialien zugänglich.

In dieser Arbeit wurden die Diffraktionsexperimente hauptsächlich mit Neutronen durchgeführt. Vergleichend wurden auch Ergebnisse aus Synchrotronstrahlungsexperimenten gegenübergestellt (Kapitel 5.5).

### 3.3 Standardzugversuch

Der Standardzugversuch dient der Ermittlung mechanischer Werkstoffeigenschaften unter homogenen, einachsigen Zugspannungen [43]. Dabei wird eine Probe mit der Querschnittsfläche  $A_0$  mit einer gleichförmigen Zugkraft  $F$  belastet. Die aufgebrachte Nennspannung  $\sigma_{\text{tech}}$  (auch technische Spannung) ist definiert als

$$\sigma_{\text{tech}} = \frac{F}{A_0}. \quad (3.7)$$

Die Nenndehnung  $\varepsilon_{\text{tech}}$  (technische Dehnung) wird aus dem Verhältnis der Längenänderung  $\Delta L$  der Probe zur Anfangslänge  $L_0$  berechnet:

$$\varepsilon_{\text{tech}} = \frac{\Delta L}{L_0}. \quad (3.8)$$

Dabei werden Querschnittsflächenänderungen während des Zugversuchs nicht berücksichtigt. Die Spannung, welche auf die echte, momentane Querschnittsfläche  $A(\Delta L)$  bezogen ist, wird wahre Spannung  $\sigma_w$  genannt:

$$\sigma_w = \frac{F}{A(\Delta L)}. \quad (3.9)$$

Abbildung 3.7 zeigt einen typischen Versuchsaufbau eines Standardzugversuchs. Beispiele für aus Zugversuchen resultierende Spannungs-Probengesamtdehnungskurven sind in Abbildung 3.8

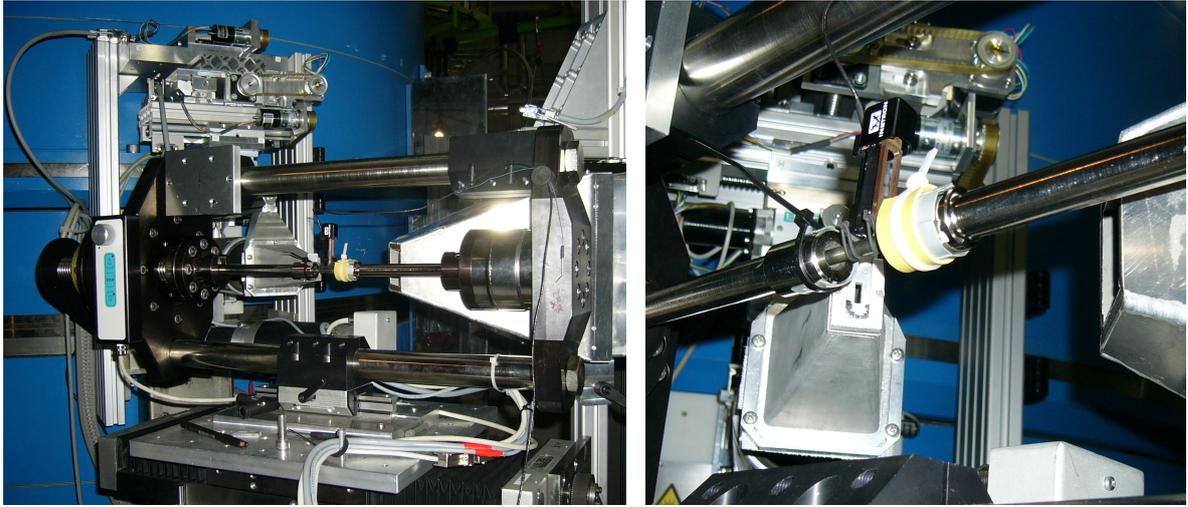


Abbildung 3.7: Zugmaschine auf dem Materialforschungsdiffraktometer STRESS-SPEC (links). Der rechte Ausschnitt zeigt eine Vergrößerung der Zugprobe (Bildmitte, linkes Bild) mit aufgesetztem Extensometer, welches die makroskopische Gesamtdehnung der Probe misst. Mittels Diffraktion wird die Dehnung der Gitternetzebenencharakter  $\{hkl\}$  unter mechanischer Last beobachtet.

gezeigt. Die Kennwerte solcher Kurven sind unter anderem der Elastizitätsmodul  $E$ , die Zugfestigkeit  $R_m$ , die Dehngrenze  $R_{p0.2}$  bei 0.2% plastischer Probendehnung, die obere ( $R_{eH}$ ) und untere ( $R_{eL}$ ) Streckgrenze sowie die Bruchdehnung  $\varepsilon_{\text{Bruch}}$ . Das makroskopische Elastizitätsmodul ist durch die Steigung des linear-elastischen Bereichs im Spannungs-Probengesamtdehnungs-Diagramm als  $E_{\text{makro}} = \sigma_{\text{tech}} / \varepsilon_{\text{tech}\parallel}$  gegeben. Die Probengesamtdehnung  $\varepsilon_{\text{tech}\parallel}$  muss dabei parallel zur Kraftangriffsrichtung bestimmt werden. Zusammen mit der Probengesamtdehnung  $\varepsilon_{\text{tech}\perp}$  senkrecht zur Kraftangriffsrichtung kann die makroskopische Querkontraktionszahl  $\nu$  berechnet werden:

$$\nu_{\text{makro}} = -\frac{\varepsilon_{\text{tech}\perp}}{\varepsilon_{\text{tech}\parallel}}. \quad (3.10)$$

Da es bei einem kontinuierlichen Übergang vom elastischen in den plastischen Bereich oft schwierig ist, die genaue Dehngrenze  $R_p$  festzulegen, wird  $R_{p0.2}$  bestimmt. Dieser Parameter gibt die Spannung an, die nötig ist, das Probenmaterial um 0.2% relativ zur Ausgangslänge bleibend plastisch zu deformieren. Bei diskontinuierlichem Übergang vom elastischen in den plastischen Bereich werden die Streckgrenzen  $R_{eH}$  und  $R_{eL}$  definiert (Abbildung 3.8). Die Zugfestigkeit  $R_m$  ist die Spannung, die sich aus der auf  $A_0$  bezogenen Höchstkraft ergibt. Ab hier wird die Querschnittsfläche aufgrund von Einschnürungen lokal drastisch verkleinert. An diesen Defektstellen wird mehr Kraft aufgebracht als auf den Rest der Probe, und die Probe wird bei Erreichen ihrer Bruchdehnung an dieser Stelle brechen [13, 14, 15].

### 3 Experimentelle Methoden

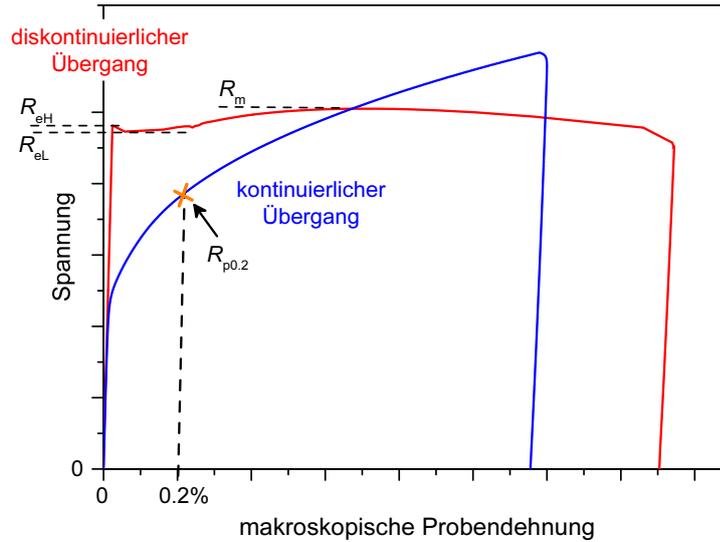


Abbildung 3.8: Typische Spannungs-Probengesamtdehnungskurven. Die Kurven zeigen einen kontinuierlichen (blau) und einen diskontinuierlichen (rot) Übergang zwischen dem elastischen und dem plastischen Verformungsbereich. Die Daten wurden an einer Stahlprobe (diskontinuierlich) und an einer IN 718-Probe (kontinuierlich) gemessen. Für keine der Proben wurde die Bruchdehnung  $\varepsilon_{\text{Bruch}}$  erreicht. Zur besseren Übersichtlichkeit sind die Messdaten nicht maßstabsgetreu dargestellt. Die obere ( $R_{eH}$ ) und untere ( $R_{eL}$ ) Streckgrenze, die Dehngrenze  $R_{p0.2}$  bei 0.2% plastischer Probendehnung sowie der Zugfestigkeitskennwert  $R_m$  sind eingezeichnet.

**In-situ Zugversuche** In in-situ Zugversuchen wird neben der Probengesamtdehnung durch ein Extensometer auch die Dehnung der Gitternetzebenen  $\{hkl\}$  mittels Diffraktion beobachtet. Die Messrichtung  $\vec{Q}$  liegt dabei parallel oder senkrecht zur Kraftangriffsrichtung (Abbildung 3.9). Es ist wichtig zu erwähnen, dass hier wie in allen Diffraktionsexperimenten immer nur eine Mittelung über das Verhalten von Körnern beobachtet wird, welche die Ebenennormalen der streuenden  $\{hkl\}$ -Ebenen parallel zur Messrichtung orientiert haben. In Analogie zum ma-

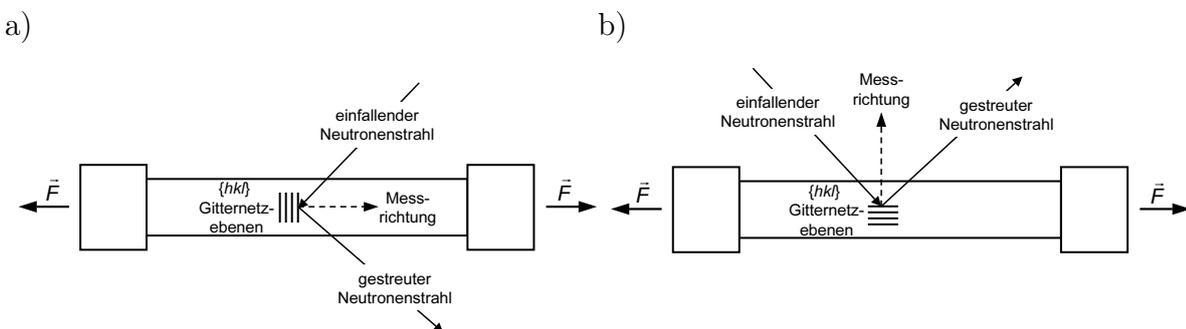


Abbildung 3.9: Die diffraktometrische Messrichtung steht bei in-situ Zugversuchen entweder a) parallel oder b) senkrecht zur Kraftangriffsrichtung  $\vec{F}$ . Die Messrichtung ist immer parallel zur Ebenennormalen der gemessenen Gitternetzebenen  $\{hkl\}$ .

kroskopischen Elastizitätsmodul  $E_{\text{makro}}$  und zur makroskopischen Querkontraktionszahl  $\nu_{\text{makro}}$  können aus den Spannungs-Gitterdehnungsdiagrammen der richtungsabhängige Elastizitätsmodul  $E_{\{hkl\}}$  sowie die richtungsabhängige Querkontraktionszahl  $\nu_{\{hkl\}}$  bestimmt werden:

$$E_{\{hkl\}} = \frac{\sigma_{\text{tech}}}{\varepsilon_{\{hkl\}||}} \quad \text{bzw.} \quad \nu_{\{hkl\}} = -\frac{\varepsilon_{\{hkl\}\perp}}{\varepsilon_{\{hkl\}||}}. \quad (3.11)$$

Für weiterführende Informationen hinsichtlich der Auswertung von in-situ Zugversuchen sei auf Kapitel 5.1 verwiesen.

### 3.4 Neutronen-Larmor-Diffraktion

Die hochauflösende Neutronen-Larmor-Diffraktion (LD) wurde Anfang dieses Jahrtausends von M.T. Rekveldt entwickelt und beruht auf der Neutronen-Resonanz-Spin-Echo-Methode (NRSE-Methode). Die LD macht sich das Prinzip der Braggstreuung zwar zu Nutze – daher der Name Diffraktion – die eigentliche Information wird aber aus der Analyse der Larmorpräzession polarisierter Neutronen gewonnen [44]. LD bietet die Möglichkeit zur Bestimmung von Gitternetzebenenabständen und deren Verteilung um einen Mittelwert mit einer erreichbaren Auflösung von  $\Delta d/d \approx 10^{-7}$ , was mindestens eine Größenordnung besser ist, als die erreichbare Auflösung von herkömmlichen Neutronen- und Röntgenstrahlungsdiffraktometern. Bei der LD ist der Gitternetzebenenabstand  $d_{\{hkl\}}$  der Gitternetzebenenchar  $\{hkl\}$  in der Phase des Neutronenspins kodiert. Um das Funktionsprinzip der LD zu erklären, wird von einem perfekten Einkristall ausgegangen, dessen Gitternetzebenenchar  $\{hkl\}$  parallel zu den Grenzen eines statischen Magnetfeldes  $B$  orientiert ist. Ein polarisierter Neutronenstrahl durchquert  $B$  mit der Länge  $L^*$  vor und nach Streuung an der Probe (Abbildung 3.10). Aus technischen Gründen werden die statischen Magnetfelder im Messaufbau durch insgesamt vier Radiofrequenz-Spinflipper-Spulen (RF-Spulen) ersetzt. Beim Durchfliegen dieser Magnetfelder wird dem Neutronenspin eine Präzession aufgezwungen. Die Phase der Neutronenspinpräzession der an der Probe mittels Braggstreuung gebeugten Neutronen, wird hinter dem zweiten Magnetfeld mit einem, dem Detektor vorangestellten, Analysator bestimmt. Im Gegensatz zur NRSE-Methode wird bei der LD nicht mit der Phasendifferenz, sondern mit der Summe der aus den beiden Magnetfeldern resultierenden Phasen der Spinpräzession gearbeitet. Daher ist die totale Spinphase  $\Phi_{\text{tot}}$  des Neutrons abhängig von der Gesamtzeit  $T$ , die das Neutron, mit der Larmorfrequenz  $\omega_{\text{Lar}}$  präzidierend, im magnetischen Feld verbringt. Diese Zeit wird durch die Geschwindigkeitskomponente  $v_{\perp}$  des Neutrons senkrecht zu den streuenden Gitternetzebenen bestimmt ( $T = \frac{2L^*}{v_{\perp}}$ ). Mit  $v_{\perp} = \frac{k_{\perp} \cdot \hbar}{m_n}$ ,  $k_{\perp} = k_{1\perp} = k_{2\perp} = \frac{\tau}{2}$  dem Betrag des Wellenvektors der einfallenden ( $k_{1\perp}$ ) bzw. der gestreuten Neutronen ( $k_{2\perp}$ ) senkrecht zu den Ebenen  $\{hkl\}$  und dem reziproken Gittervektor  $\tau = \frac{2\pi}{d_{\{hkl\}}}$  folgt für Neutronen, die an einem perfekten Einkristall (scharf definierter  $d$ -Wert) gestreut werden:

$$\Phi_{\text{tot}} = \omega_{\text{Lar}} \cdot T = \frac{2 \cdot m_n \cdot \omega_{\text{Lar}} \cdot L^*}{\pi \cdot \hbar} \cdot d_{\{hkl\}}. \quad (3.12)$$

Hierbei ist  $m_n$  die Neutronenmasse und  $\hbar = h/(2\pi)$  das Plancksche Wirkungsquant. Für kleine Verkippungen der Magnetfeldgrenzen sowie für Pulverproben, die mit Strahldivergenzen von

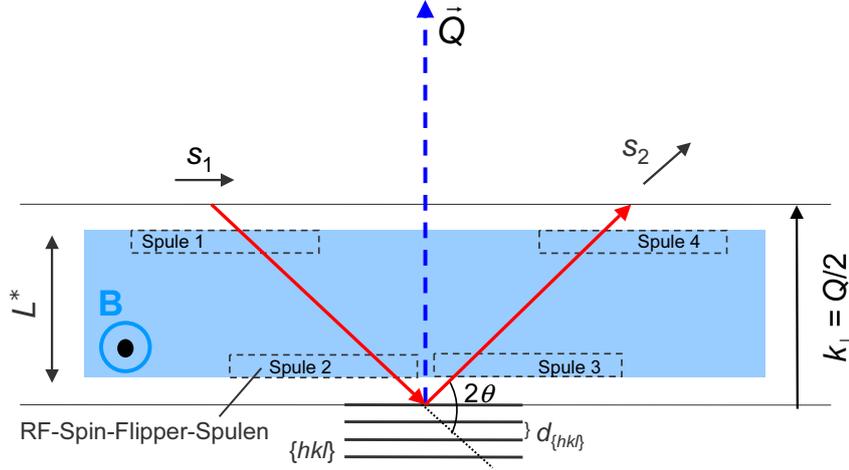


Abbildung 3.10: Schematische Skizze des Messaufbaus eines LD-Experiments. Polarisierte Neutronen (Spin  $s_1$ ) durchfliegen ein statisches Magnetfeld der Stärke  $B$  und der Länge  $L^*$  (senkrecht zur Streuebenenoberfläche gemessen), werden an der Probe gestreut und erreichen nach einem zweiten statischen Magnetfeld den Detektor mit dem Spin  $s_2$ . Die Streuung an der Probe erfolgt durch einen Braggstreuprozess ( $\sin \theta = \frac{\lambda}{2 \cdot d}$ ). Die statischen Magnetfelder werden durch vier Radiofrequenz-Spinflipper-Spulen ersetzt.

einigen Grad gemessen werden, bleibt die Summe  $k_{1\perp} + k_{2\perp}$  konstant und Gleichung (3.12) gültig [45]. Eine Änderung im Gitternetzebenenabstand  $\Delta d_{\{hkl\}}$  ruft eine Änderung der totalen Spinphase des Neutrons hervor:

$$\frac{\Delta \Phi_{\text{tot}}}{\Phi_{\text{tot}}} = \frac{\Delta d_{\{hkl\}}}{d_{\{hkl\}}}. \quad (3.13)$$

Daraus lassen sich aus dem Messsignal direkt relative Änderungen des Gitternetzebenenabstandes bestimmen. Für die Bestimmung von Absolutwerten des Gitternetzebenenabstandes  $d_{\{hkl\}}$  wird die totale Spinphase  $\Phi_{\text{tot } s}$ , welche nach Streuung an der Probe  $s$  gemessen wird, mit der Spinphase einer an einer Referenzprobe gemessenen Phase  $\Phi_{\text{tot ref}}$  verglichen. Beide totalen Phasen müssen nach der gleichen Spektrometerlänge  $L = 2 \cdot L^*$  bestimmt werden, was – anders als bei der Bestimmung der relativen Gitternetzebenenabstände – die genaue Kenntnis dieser Länge voraussetzt. Der Gitternetzebenenabstand  $d_{\text{ref}}$  der Referenzprobe muss ebenfalls sehr genau bekannt sein. Der unbekannte Gitternetzebenenabstand  $d_s$  der Probe kann dann mittels Gleichung (3.12) bestimmt werden zu:

$$d_s = \frac{\Phi_{\text{tot } s}}{\Phi_{\text{tot ref}}} \cdot d_{\text{ref}}. \quad (3.14)$$

In der Praxis ist die Bestimmung der absoluten Neutronenspinphase schwierig. Die Neutronenspinphase ist direkt proportional zur Anzahl der Spinpräzessionen  $N$ , welche über das Messsignal direkt zugänglich ist. Das Messsignal resultiert aus kleinen Variationen der Position der vierten RF-Spule und entspricht einer kosinusförmigen Intensitätsverteilung.

Mittels LD kann auch die Verteilung der Gitternetzebenenabstände um den mittleren  $d$ -Wert ( $\Delta d/d$ ) bestimmt werden. Dazu wird die Polarisationsverteilung  $P(\varepsilon)$  als Funktion der Neutro-

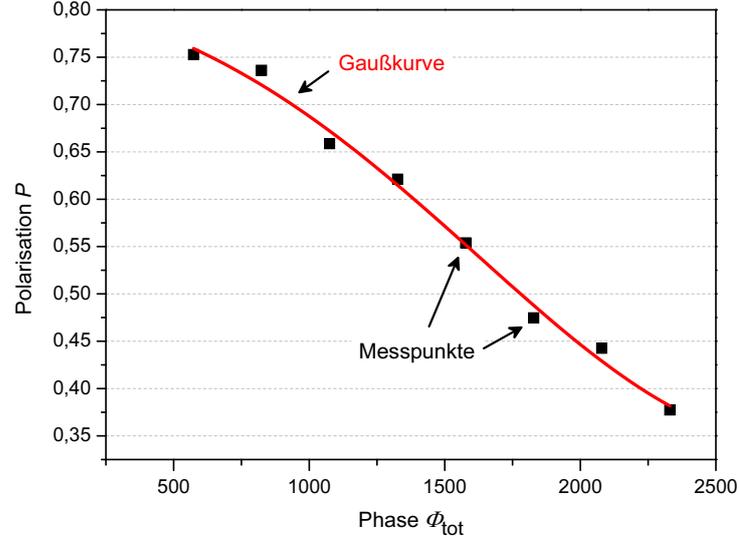


Abbildung 3.11: Abhängigkeit der Polarisation von der totalen Spinphase gemessen mittels LD. An die experimentellen Daten wurde Gleichung (3.18) für  $n = 1$  angepasst.

nenspinphase  $\Phi_{\text{tot}}$  gemessen. Es gilt:

$$P(\varepsilon) = \int_{-\infty}^{\infty} f(\varepsilon) \cos(\Delta\Phi(\varepsilon)) d\varepsilon, \quad (3.15)$$

mit  $\varepsilon = \frac{\Delta\Phi(\varepsilon)}{\Phi_{\text{tot}}}$  und  $\Delta\Phi$  der Änderung der Phase. Hier wird die Verteilungsfunktion  $f(\varepsilon)$  mit einer Gauß-Normalverteilung beschrieben:

$$f(\varepsilon) = \sqrt{\frac{4 \ln(2)}{\pi}} \frac{1}{\varepsilon_{\text{FW}}} \exp\left(-4 \ln(2) \frac{\varepsilon^2}{\varepsilon_{\text{FW}}^2}\right). \quad (3.16)$$

Die Polarisation als Funktion der Phase ist dann gegeben durch:

$$P(\Phi_{\text{tot}}) = P_0 \exp\left(-\frac{\Phi_{\text{tot}}^2}{16 \ln(2)} \varepsilon_{\text{FW}}^2\right). \quad (3.17)$$

Hierbei ist  $\varepsilon_{\text{FW}}$  die Halbwertsbreite der Gaußverteilung um den Mittelwert von  $\Phi_{\text{tot}}$ . Die Phase  $\Phi_{\text{tot}}$  ist direkt proportional zu  $d$  (Gleichung (3.12)). Der Faktor  $P_0$  korrigiert die nicht perfekte Eingangspolarisierung des Neutronenstrahls. Für mehrphasige Materialien entspricht die Polarisationsverteilung einer Superposition mehrerer Gaußverteilungen:

$$P(\Phi_{\text{tot}}) = P_0 \sum_{i=1}^n w_i \exp\left(-\frac{\Phi_{\text{tot}}^2}{16 \ln(2)} \varepsilon_{i,\text{FW}}^2\right) \quad \text{mit } i = 1, 2, 3 \dots n. \quad (3.18)$$

Darin ist  $w_i$  der Gewichtungsfaktor der  $n$  verschiedenen Phasen für dessen Summe  $\sum_i w_i = 1$  gelten muss. Der Wert  $w_i$  hängt dabei sowohl vom Formfaktor der beitragenden Braggreflexe, als auch vom Volumenanteil der entsprechenden kristallographischen Phase ab. Die Polarisation  $P(\Phi_{\text{tot}})$  ist durch eine Variation der an den RF-Spulen angelegten Frequenz  $\nu_{\text{eff}}$  experimentell direkt zugänglich ( $\Phi_{\text{tot}} = 2\pi \cdot \nu_{\text{eff}} \cdot T$ ). Abbildung 3.11 zeigt die Polarisation in Abhängigkeit

der totalen Spinphase. Die experimentellen Daten wurden mittels einer Funktion nach Gleichung (3.18) für  $n = 1$  angepasst. Ein weiterführender Einblick in die Larmor-Diffraktion ist z. B. in den Veröffentlichungen [44, 45, 46, 47, 48] zu finden.

## 3.5 Gerätebeschreibung und experimentelle Details

Im folgenden Kapitel werden die im Rahmen dieser Arbeit genutzten Geräte beschrieben und die experimentellen Details für alle Messungen gegeben. Eine Übersicht über alle durchgeführten Neutronen- und Synchrotronstrahlungsexperimente ist in Tabelle 3.2 gegeben.

### 3.5.1 Neutronenexperimente

**STRESS-SPEC [49]** Das Neutronen-Materialforschungsdiffraktometer STRESS-SPEC, installiert an der Forschungsneutronenquelle Heinz Maier-Leibnitz (FRM II), ist optimiert hinsichtlich der Bestimmung von Eigenspannungen und Texturen in kristallinen Festkörpern mittels thermischer Neutronen. Durch die variable Wellenlänge ist das Erreichen eines  $2\theta$ -Winkels von  $90^\circ$  für viele Materialien möglich. Zudem erlaubt der hohe Fluss der Neutronenquelle hohe Messstatistiken in kurzen Messzeiten bei Messvolumina hinunter bis zu  $1 \text{ mm}^3$ . STRESS-SPEC verfügt über eine Prüfmaschine, welche speziell für das Instrument entworfen und gebaut wurde. Der Flächendetektor erfasst mit seiner 20 cm Breite einen Bereich von  $\Delta 2\theta = 5 - 12^\circ$ , je nach Abstand zwischen Probenposition und Detektor. Die experimentellen Details zu allen an STRESS-SPEC durchgeführten Messungen sind in Tabelle 3.3 gegeben.

**SPODI [50]** Das thermische Neutronen-Pulverdiffraktometer SPODI, installiert an der Forschungsneutronenquelle Heinz Maier-Leibnitz (FRM II), erreicht durch einen großen Abstand zwischen Probentisch und Monochromator nahezu Rückstreugeometrie ( $2\theta_M \approx 180^\circ$ ). Dies führt zu einer hohen Winkelauflösung (Auflösungsfunktion folgt aus differenzierter Bragg-Gleichung:  $\Delta d/d = (\Delta\lambda/\lambda) - \cot(\theta_M) \cdot \Delta\theta_M$ ). Die hohe Auflösung in der Rückstreugeometrie geht allerdings auf Kosten der Strahlintensität. Um allzu hohe zusätzliche Intensitätsverluste durch die lange Flugstrecke zu vermeiden, führt ein evakuiertes Flugrohr vom Monochromator zur Probenposition. SPODI verfügt über 80 Einzelzählrohre im Abstand von jeweils  $2^\circ$ . Vor jedem Detektorrohr ist ein Kollimator angebracht um die Winkelauflösung zusätzlich zu verbessern. Durch das Abrastern der  $2^\circ$  in variabler Schrittweite  $\Delta\theta$  erreicht SPODI einen optimalen Kompromiss zwischen Auflösung und Messzeit. An allen in dieser Arbeit verwendeten Proben wurden Pulverdiffraktogramme an SPODI aufgenommen. Die experimentellen Details sind in Tabelle 3.3 nachzulesen.

**E3 [51]** Das thermische Neutronen-Eigenspannungsdiffraktometer E3 des Helmholtz-Zentrums Berlin (HZB) hat ein ähnliches Bauprinzip wie STRESS-SPEC und ist optimiert für Eigenspannungsanalysen. Die experimentellen Details der dort durchgeführten Standardzugversuche sind in Tabelle 3.4 gegeben.

Tabelle 3.2: Liste der in dieser Arbeit durchgeführten Experimente an Neutronen- und Synchrotronstrahlungsinstrumenten, alphabetisch nach Instrumentnamen sortiert.

Instrument	Experimentart	Warum?	Kapitel
BW5, HA-SYLAB	Texturbestimmung	Ausschluss großer Textureinflüsse	4.2.2
	in-situ Standardzugversuche an Matrixphasen-Braggreflexen für die Messrichtung parallel und senkrecht zur Kraftangriffsrichtung (jeweils Probenzustände A und B)	Identifizierung des Einflusses verschiedener Ausscheidungen auf die Mikroeigendehnungsbildung	5
E3, HMI	in-situ Standardzugversuche an Matrixphasen-Braggreflexen für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung (Probenzustände A – C, E)	Identifizierung des Einflusses verschiedener Ausscheidungen auf die Mikroeigendehnungsbildung	5
PANDA, FRM II	in-situ Standardzugversuche an Ausscheidungs-Braggreflexen für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung	Identifizierung des Einflusses verschiedener Phasen auf Mikroeigendehnungsbildung innerhalb der Ausscheidungen	5
SPODI, FRM II	Pulver-Diffraktogramme	Identifizierung der Ausscheidungen in den verschiedenen Probenzuständen (A – E)	4.2
STRESS-SPEC, FRM II	Eigenspannungsanalyse	Beobachtung der Änderung des Eigenspannungszustandes während der makroskopischen Spannungsrelaxation zur Identifizierung des Einflusses von Mikroeigenspannungen	6
	in-situ Standardzugversuche an Matrixphasen-Braggreflexen für die Messrichtung parallel (Probenzustand D) und senkrecht (Probenzustände A – E) zur Kraftangriffsrichtung	Identifizierung des Einflusses verschiedener Ausscheidungen auf die Mikroeigendehnungsbildung	5
TRISP, FRM II	Neutronen-Larmor-Diffraktion	Bestimmung der Höhe der Mikrospannungen in Abhängigkeit der Ausscheidungen (Probenzustände A – C, E)	4.4

### 3 Experimentelle Methoden

Tabelle 3.3: Experimentelle Details für die Messungen an den Neutronendiffraktometern STRESS-SPEC und SPODI, beide FRM II.

<b>STRESS-SPEC</b>		
Eigenspannungsanalyse, Kapitel 6		
	Proben	Radien $R = 50, 20, 10, 2$ mm
	Braggreflex	$\gamma(311)$
	Wellenlänge	1.556 Å
	Messvolumengröße	$3 \times 3 \times 3$ mm <sup>3</sup>
	Messposition	entlang der Mittelachse der Proben
	# Messpunkte	11
In-situ Standardzugversuche für die Messrichtung		
▷ senkrecht zur	Probenzustände	A – E
Zugrichtung	Braggreflexe	$\gamma(220), \gamma(311), \gamma(222)$
(Kapitel 5)	Wellenlänge	1.67 Å alle $\gamma\{311\}$ -Reflexe + Probe A: $\gamma\{220\}$ -Reflex 1.56 Å alle restlichen Reflexe
	Messvolumengröße	$3 \times 10 \times 15$ mm <sup>3</sup>
	Kraftanstieg	kontinuierlich 7 N/s
	Sonstiges	$\gamma(200)$ war nicht zugänglich wegen Abschattungseffekten durch die Zugmaschine
▷ parallel zur	Probenzustand	D
Zugrichtung	Braggreflexe	$\gamma(200), \gamma(220), \gamma(311), \gamma(222)$
(Kapitel 5)	Wellenlänge	1.56 Å
	Messvolumengröße	$5 \times 10 \times 10$ mm <sup>3</sup>
	Kraftanstieg	kontinuierlich 5 N/s
Absolutwerte für $d$ , Kapitel 4.4		
	Proben	Dilatometerproben A – C, E
	Braggreflex	$\gamma(311)$
	Wellenlänge	1.5527(2) Å
	Messvolumengröße	$7 \times 20 \times 15$ mm <sup>3</sup>
<b>SPODI</b>		
Pulver-Diffraktogramme, Kapitel 4.2		
	Probenzustände	Dilatometerproben A – E,
	Wellenlänge	1.5481 Å
	$\Delta 2\theta$	0.2°
	Sonstiges	Für bessere Kornstatistik wurden die Proben kontinuierlich langsam um ihre eigene Achse gedreht

Tabelle 3.4: Experimentelle Details für die Neutronenstreuexperimente am E3 des HZB, am PANDA am FRM II und am TRISP, ebenfalls FRM II.

<b>E3</b>		
In-situ Standardzugversuche für die Messrichtung		
▷ parallel zur Zugrichtung (Kapitel 5)	Probenzustände	A – D
	Braggreflexe	$\gamma(200)$ , $\gamma(220)$ , $\gamma(311)$ , $\gamma(222)$
	Wellenlänge	1.49 Å
	Messvolumengröße	4 x 4 x 6 mm <sup>3</sup>
	Kraftanstieg	kontinuierlich 5 N/s
<b>PANDA</b>		
In-situ Standardzugversuche für die Messrichtung		
▷ parallel zur Zugrichtung (Kapitel 5)	Probenzustände	B – E
	Braggreflexe	$\gamma''(004)$ , $\delta(020)$ , $\delta(012)$ , $\delta(211)$ , $\gamma(111)$ , $\gamma(200)$ (probenabhängig)
	Wellenlänge	3.19 Å Probenzustände A, B 2.44 Å Probenzustände C, D
	Kraftanstieg	kontinuierlich 0.5 – 1.5 N/s (proben- und kraftabhängig)
	$\Delta 2\theta$	0.2°
	Kollimator	40' (in einfallendem und ausfallendem Strahl)
	$\lambda/2$ -Filter	Graphit für 2.44 Å
<b>TRISP</b>		
Larmor-Diffraktion, Kapitel 4.4		
	Probenzustände	Dilatometerproben A – C, E
	Braggreflex	$\gamma(311)$
	Wellenlänge	1.78 Å
	Messvolumengröße	4 x 4 x 6 mm <sup>3</sup>
	Messzeit	0.5 – 7 Std.
	thermische Fluktuation	< 0.16 K $\Rightarrow$ thermische Schwankungen in $d$ -Werten und an Instrument vernachlässigbar

**PANDA [52]** Das kalte Dreiaachsen-Spektrometer PANDA, installiert an der Forschungsneutronenquelle Heinz Maier-Leibnitz (FRM II), wurde für die in dieser Arbeit genutzten Messungen im Diffraktionsmodus<sup>2</sup> verwendet. Aufgrund der hohen Wellenlängen kalter Neutronen, relativ

<sup>2</sup>Der Unterschied zwischen einem Diffraktometer und einem Spektrometer ist die Energieanalyse der an der Probe gestreuten Neutronen. Diese wird bei einem Spektrometer über Braggstreuung an einem Analysatorkristall realisiert. Wird der Analysator aus der Strahlachse des gestreuten Strahls gefahren, kann das Spektrometer im Diffraktionsmodus betrieben werden.

### 3 Experimentelle Methoden

zu thermischen Neutronen, werden die Braggreflexe zu höheren  $2\theta$ -Streuwinkeln verschoben, was zu einer besseren Trennbarkeit der einzelnen Braggreflexe führt. Um die Auflösung weiter zu erhöhen, wird mit einem Einzelzählrohr gearbeitet, das in  $\Delta\theta$ -Schritten den interessierenden  $2\theta$ -Bereich abfährt. Die experimentellen Details sind in Tabelle 3.4 gegeben.

**TRISP [53]** Das Neutronen-Resonanz-Spin-Echo-Dreiaachsen-Spektrometer TRISP, installiert an der Forschungsneutronenquelle Heinz Maier-Leibnitz (FRM II), wurde für die Larmor-Diffraktionsmessungen im Diffraktionsmodus betrieben. Die thermischen Neutronen werden an TRISP mittels eines Superspiegels polarisiert. Vor und hinter der Probenposition befinden sich jeweils im Strahlengang zwei Magnetfelder, die durch Radiofrequenz-Spinflipper-Spulen erzeugt werden. Dem Einzelzählrohrdetektor ist ein Spinanalysator vorgeschaltet. Für die in dieser Arbeit durchgeführten Messungen wurde ein perfekter Germanium-Einkristall (kfz) mit einer Gitterkonstanten von  $a = 5.65726(7)\text{Å}$  [54] als Referenzprobe verwendet. Die experimentellen Details sind in Tabelle 3.4 gegeben.

#### 3.5.2 Synchrotronstrahlungsexperimente

**BW5 [55]** Das Hochenergie-Synchrotronstrahlungs-Instrument BW5 am HASYLAB in Hamburg arbeitet mit Energien im Bereich von 60–150 keV. Daraus ergeben sich hohe Eindringtiefen von einigen Millimetern bis zu einigen Zentimetern. Die Wellenlängen der Synchrotronstrahlung in diesem Energiebereich beträgt typischerweise ca. 0.1 Å. Auf einer Image-Plate (hier des Typs Mar345) im Abstand von ca. 1 m zur Probenposition kann so aufgrund der kleinen Streuwinkel (einige Grad in  $2\theta$ ) eine Vielzahl von Braggreflexen mit nur einer Messung beobachtet werden. Die experimentellen Details der hier durchgeführten Texturmessungen und Standardzugversuche sind in Tabelle 3.5 gegeben.

Tabelle 3.5: Experimentelle Details der Synchrotronstrahlungsexperimente am BW5, HASYLAB.

<b>BW5</b>	
Texturmessungen, Kapitel 4.2.2	
Probenzustände	A, B
Braggreflexe	$\gamma(111)$ , $\gamma(200)$ , $\gamma(220)$ , $\gamma(311)$ , $\gamma(222)$ , $\gamma(400)$
Wellenlänge	0.124 Å
Messraster	
Eulerraum ( $\Delta\varphi$ )	2°
In-situ Standardzugversuche (parallel und senkrecht zur Kraftangriffsrichtung), Kapitel 5.5	
Probenzustände	A, B
Braggreflexe	$\gamma(111)$ , $\gamma(200)$ , $\gamma(220)$ , $\gamma(311)$ , $\gamma(222)$ , $\gamma(400)$
Wellenlänge	0.124 Å
Messvolumengröße	1 x 1 x 1.5 mm <sup>2</sup>
Kraftanstieg	konstante Kraftstufen

### 3.5.3 Andere Experimente

**Lichtmikroskop** Die in ein Epoxidharz eingebetteten Proben wurden in zwei Schliff- sowie drei Polierschritten für das Lichtmikroskop präpariert. Die anschließende chemische Flächenätzung wurde mit Beraha III-Ätzmittel durchgeführt. Für alle Aufnahmen wurde ein „Olympus AX70“ Lichtmikroskop verwendet. Die quantitative Bildanalyse wurde mit „ImageAccess“ durchgeführt.



# 4 Proben

## 4.1 Probenherstellung und Probenbeschreibung

Alle in dieser Arbeit untersuchten Proben wurden aus IN 718 hergestellt. IN 718 eignet sich gut für Untersuchungen in Abhängigkeit von zusätzlichen Phasen, da diese durch Wärmebehandlungen gezielt und kontrolliert ausgeschieden werden können. Die Proben, die im Laufe des in Kapitel 2.2 beschriebenen Experimentierablaufs genutzt wurden, sind im Folgenden beschrieben.

**Dilatometerproben** Die Dilatometerproben wurden aus stranggegossenem IN 718-Rohmaterial von Böhler Schmiedetechnik GmbH & Co KG hergestellt. Lichtmikroskopieaufnahmen des zylinderförmigen Rohmaterials haben gezeigt, dass das Gefüge in Umfangsrichtung homogen ist, während in Radialrichtung leichte Inhomogenitäten hauptsächlich in der Korngröße festgestellt werden konnten. Die zylinderförmigen Proben für die Dilatometerversuche (Durchmesser 5 mm, Höhe 10 mm) wurden daher bei einem konstanten Radius  $r$  in Umfangsrichtung  $\varphi$  aus dem Rohmaterialzylinder mittels Funkenerosion herausgeschnitten (Abbildung 4.1). Das Gefüge des Rohmaterials wurde durch gezielte Wärmebehandlungen, insbesondere in Hinblick auf die in der Matrix ausgeschiedenen Phasen, geändert. Die Wärmebehandlungen erfolgten anhand des in Abbildung 1.7 gezeigten UZTU-Schaubildes von IN 718 in einem Abschreck- und Umformdilatometer (Abbildung 4.2). Die durchgeführten Wärmebehandlungen sind in Tabelle 4.1 gelistet. Details zu den resultierenden Probenzuständen sind in den Kapiteln 4.2–4.4 besprochen.

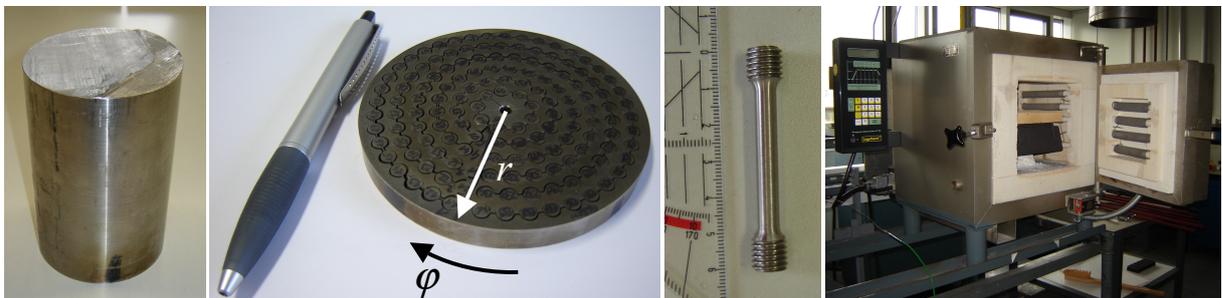


Abbildung 4.1: Von Links nach Rechts: Rohmaterialzylinder aus IN 718, wie ihn die Firma Böhler Schmiedetechnik GmbH & Co KG geliefert hat, Schnittstellen der Dilatometerproben, Rundzugproben für Neutronendiffraktionsexperimente und der Heizspindelofen, in welchem die Rundzugproben getempert wurden.

## 4 Proben

Tabelle 4.1: Temperaturen  $T$ , Zeiten  $t$  und Abkühlprozesse (AC = an Luft abgekühlt, WQ = in Wasser abgeschreckt) der verschiedenen Wärmebehandlungssequenzen, wie sie auf die Dilatometerproben im Abschreck- und Umformdilatometer angewendet wurden. Die Zustände, welche mit einem Stern gekennzeichnet sind, wurden für die in-situ Zugversuche ausgewählt.

Probe	$T$ [°C]	$t$	Abkühlung
A*	Ausgangszustand		
B*	950	22h	WQ
C*	975	2h	AC
	718	8h	auf 621°C in 2h
	621	8h	AC
D*	870	30min	auf 815°C in 20m
	815	45min	auf 718°C in 30m
	718	2h	WQ
E*	1050	2h	AC
	760	10h	auf 649°C in 2h 10min
	649	10h	AC
F	870	20min	WQ
G	950	22h	AC
H	718	8h	WQ
I	870	7h	WQ
J	1050	2h	AC
	950	22h	AC
K	1050	2h	AC
	870	10h	AC

**Zugproben** Anhand der in Kapitel 4.2 besprochenen Gefügecharakterisierung wurden aus den Dilatometerproben zusätzlich zum Ausgangszustand (Probenzustand A) vier Wärmebehandlungszustände (Probenzustände B–E) für die Zugversuche ausgewählt (Tabelle 4.1). Für die in den Neutronenexperimenten verwendeten Rundzugproben wurden zunächst Zylinder mit einem Durchmesser von 10 mm und einer Länge von 60 mm bei einem konstanten Radius in Umfangsrichtung (ähnlich den Dilatometerproben) aus dem IN 718-Rohmaterialzylinder erodiert. Die Längsachse der Zugproben liegt dabei parallel zur Längsachse des Rohmaterialzylinders. Die Rundzugprobengeometrie (Abbildung 4.1) wurde auf einer Drehbank realisiert. Für die in-situ Standardzugversuche, bei welchen mit Synchrotronstrahlung in-situ die Änderungen der Gitternetzebenenabstände mit steigender Kraft gemessen wurden, sind Flachzugproben mit einem

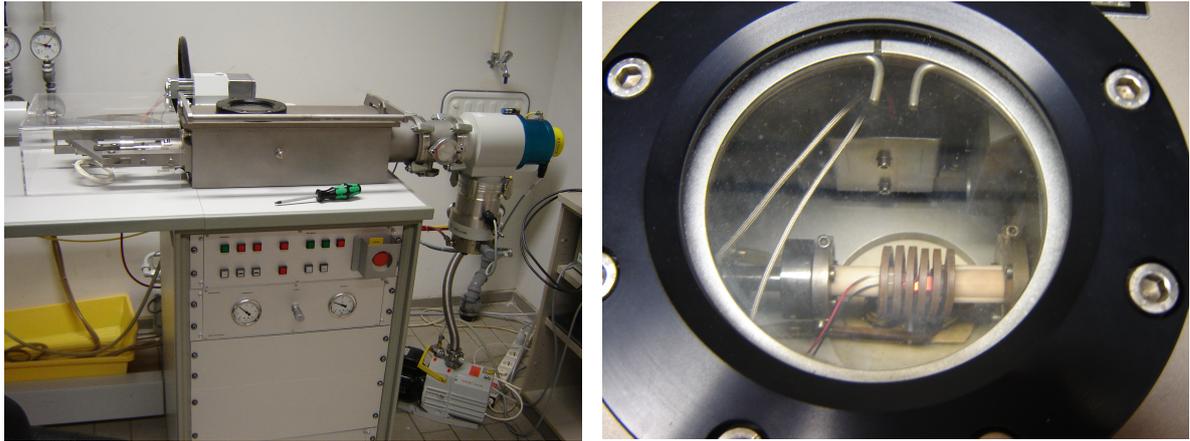


Abbildung 4.2: Das Abschreck- und Umformdilatometer (Bähr, DIL805A/D) am Lehrstuhl für Werkstoffkunde und Werkstoffmechanik der TU München in dem die Dilatometerproben (im rechten Bild glühend zwischen den Windungen der Induktionsspulen zu erkennen) gemäß Tabelle 4.1 wärmebehandelt wurden.

quadratischen Querschnitt von  $1.5 \times 1.5 \text{ mm}^2$  verwendet worden. Diese Proben wurden ebenfalls so aus dem Rohmaterialzylinder herausgerodiert, dass ihre Längsachsen parallel zur Längsachse des Zylinders liegen. Für die Wärmebehandlungen wurde ein Ofen genutzt, der durch mehrere Heizspindeln homogene Temperaturen im Ofeninneren erzeugt (Abbildung 4.1). Details zu den resultierenden Gefügeständen sind in Kapitel 4.2–4.4 besprochen.

**Proben für den Entlastungsversuch** Eine aus IN 718-Rohmaterial hergestellte Scheibe mit einer Dicke von ca. 18.5 mm und einem Durchmesser von ca. 100 mm wurde für den in Kapitel 6 beschriebenen Entlastungsversuch verwendet. Die Scheibe wurde bei einer Temperatur von  $990 \text{ }^\circ\text{C}$  mit einer Haltezeit von 65 min geschmiedet, was zu stark plastisch vordeformierten Materialbereichen führt. Die Scheibe wurde anschließend in Wasser zurück auf Raumtemperatur abgeschreckt. Der Gefügestand, der durch den Schmiedeprozess erzeugt wurde, ist dadurch eingefroren worden. Wie Abbildung 4.3 zeigt, werden durch diese Bearbeitungssequenz keine relevanten Volumenanteile zusätzlicher Phasen innerhalb der Matrixphase ausgeschieden. Daher kann das Material als einphasig angenommen werden. Die Mikrostruktur ist vergleichbar mit der des Ausgangszustandes der Zugproben. Während des Experiments wurde der Radius dieser Scheibe schrittweise verkleinert, sodass zylinderförmige Proben mit den Radien  $R = 50, 20, 10$  und 2 mm entstanden sind.

**Proben für die Larmor-Diffraktion** Die in den Kapiteln 4.2 und 4.4 beschriebenen Larmor-Diffraktionsexperimente wurden an den Dilatometerproben A, B, C und E durchgeführt.

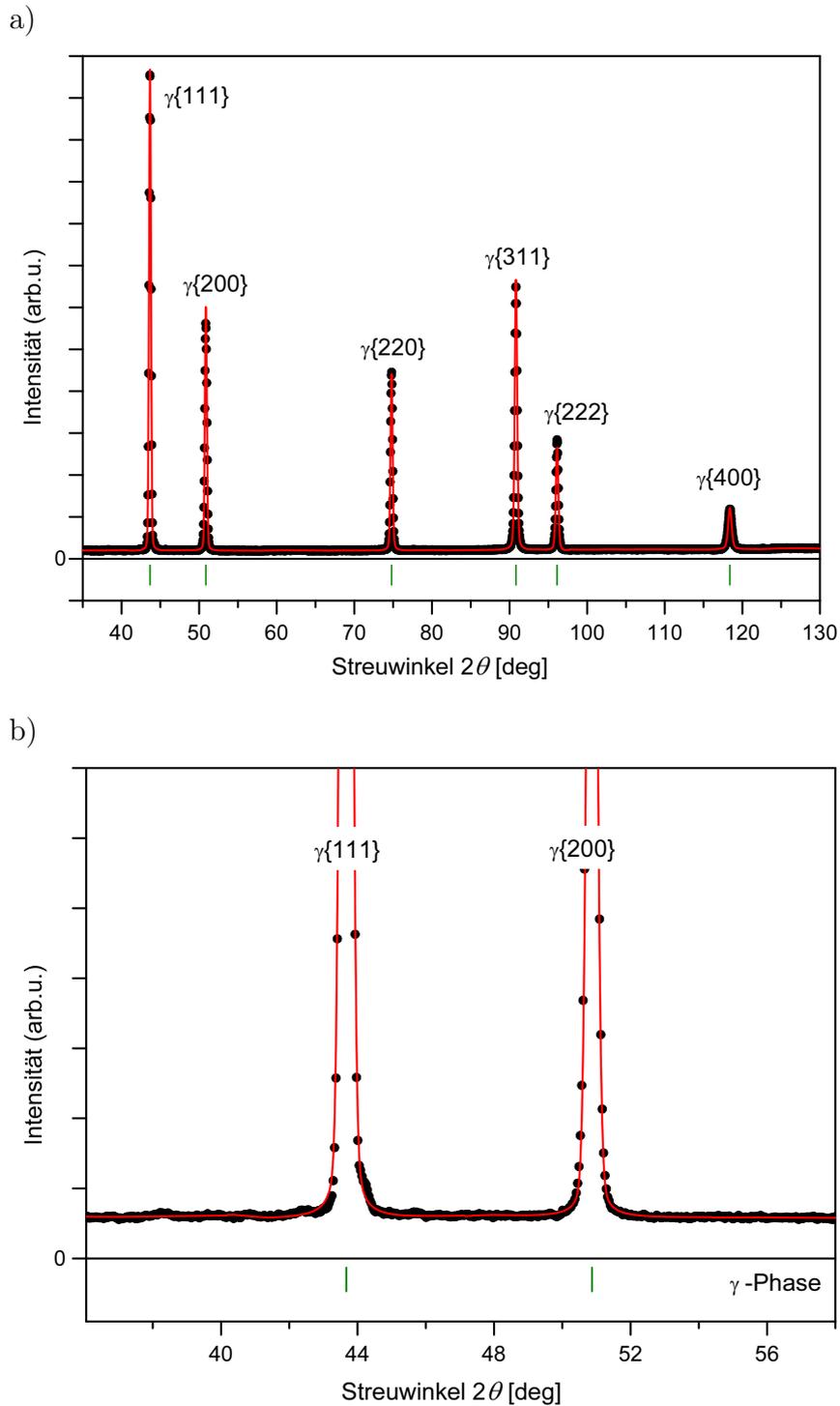


Abbildung 4.3: a) Le Bail-Verfeinerung (rot) [38] eines Diffraktogrammes (schwarze Punkte), aufgenommen mit Neutronen an der Probe mit einem Radius von 2 mm, welche beim Entlastungsversuch verwendet wurde und b) ein daraus vergrößerter Ausschnitt. Die Messung wurde am Pulverdiffraktometer SPODI, FRM II [50] mit einer Wellenlänge von  $\lambda = 1.548 \text{ \AA}$  durchgeführt. Das Diffraktogramm weist nur Braggreflexe der  $\gamma$ -Matrixphase auf (markiert mit grünen Strichen), die eine ausgewertete Gitterkonstante von  $a = 3.60478(2) \text{ \AA}$  zeigt. Die untere blaue Kurve in a) zeigt die Differenzen zwischen verfeinertem Strukturmodell und experimentell ermitteltem Diffraktogramm.

## 4.2 Gefügecharakterisierung

Die Gefüge der Dilatometerproben, die mit den in Tabelle 4.1 gelisteten Wärmebehandlungen hergestellt wurden, sind mit verschiedenen Methoden charakterisiert worden (vgl. Kapitel 2.2, Punkt 1b). Anhand dieser Charakterisierung wurden geeignete Wärmebehandlungen, hauptsächlich aufgrund der in der Matrix ausgeschiedenen Phasen, für die Zugproben ausgewählt. Da die Gefügeparameter für die spätere Analyse eine wichtige Rolle spielen, wird im Folgenden nur auf die für die Zugversuche verwendeten Gefügestände A – E eingegangen.

### 4.2.1 Korngrößen, Volumenanteile und Gitterparameter der Phasen

Um die Korngrößen der Matrixphase sowie die Volumenanteile und die Korngröße der  $\delta$ -Phase abschätzen zu können, wurden Schlifffbilder im Lichtmikroskop von allen Probenzuständen aufgenommen (Abbildungen 4.4 und 4.5). Die Korngrößen der Matrixphase sind in Tabelle 4.2 als

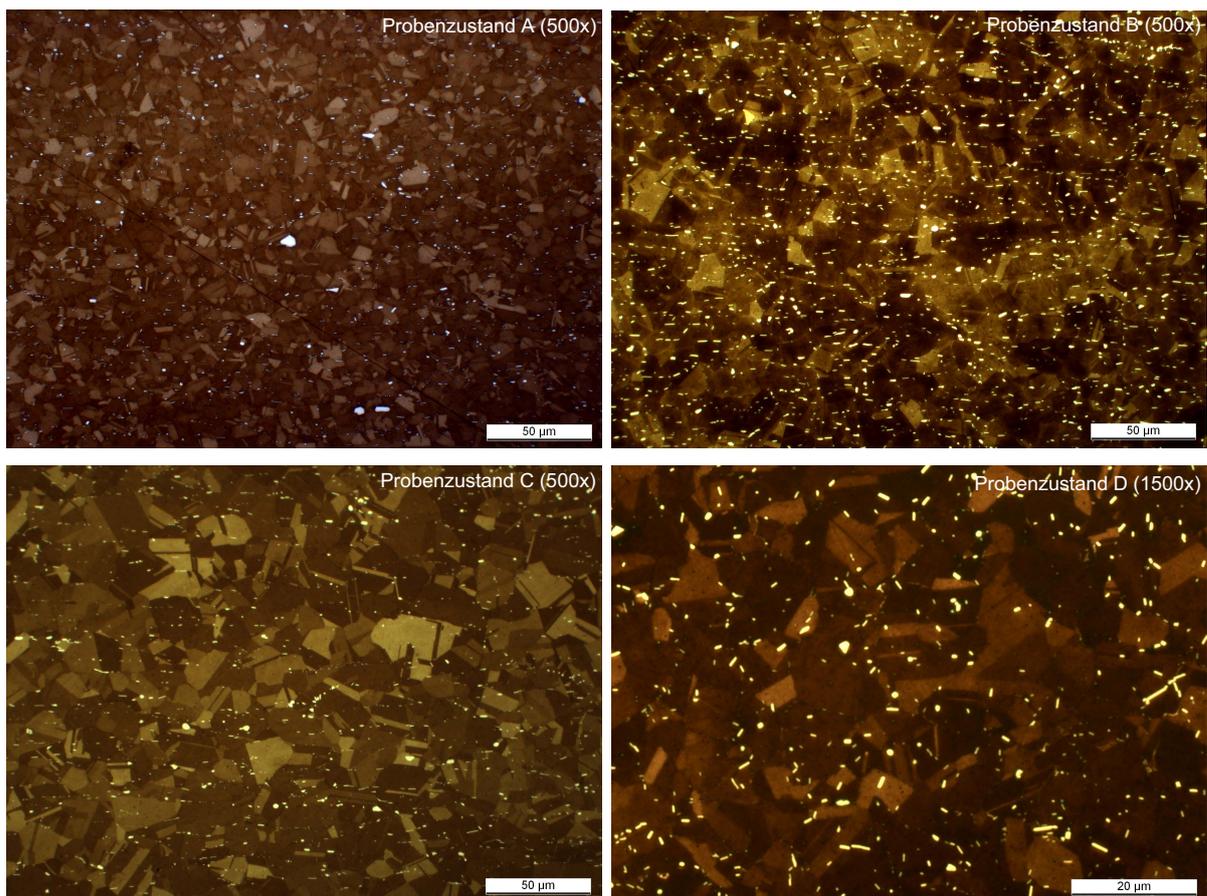


Abbildung 4.4: Lichtmikroskopieaufnahme des Probenzustandes A, B und C mit 500-facher Vergrößerung, sowie des Probenzustandes D mit 1500-facher Vergrößerung.

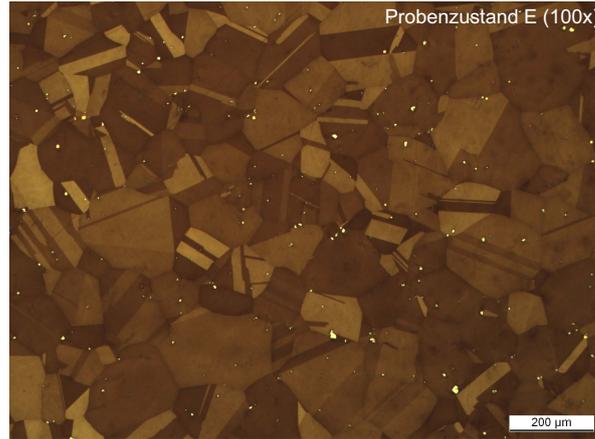


Abbildung 4.5: Lichtmikroskopieaufnahme des Probenzustandes E mit 100-facher Vergrößerung.

ASTM-Nummern<sup>1</sup> gegeben. Während die in Wasser abgeschreckten Probenzustände A, B, C und D in etwa gleiche Korngrößen aufweisen, sind die Körner der Matrixphase im Probenzustand E aufgrund der hohen Glüh­temperatur (1050°C) deutlich größer. Durch diese hohe Glüh­temperatur lösen sich alle primär in der Matrix ausgeschiedenen Phasen (Lösungstemperatur der  $\delta$ -Phase  $\sim 1020^\circ\text{C}$ ), welche das Kornwachstum während der langsamen Luftabkühlung behindern würden. Die weißen Kristallite in den Lichtmikroskopieaufnahmen sind Körner der  $\delta$ -Phase, die durch ihre chemische Zusammensetzung ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) einen, im Vergleich zu den Körnern der ungeordneten Matrixphase, deutlich geänderten Hell-Dunkel-Kontrast im Lichtmikroskop zeigen. Die Volumenanteile der nadelförmigen  $\delta$ -Phase können nur schwer aus den Mikroskopieaufnahmen abgeschätzt werden. Alle Schlibfbilder wurden auf Schnittflächen parallel zur Längsachse der Dilatometerproben aufgenommen. Dies kann zur Auswertung eines zu hohen oder eines zu niedrigen Volumenanteils führen – je nachdem, ob der Schnitt durch das  $\delta$ -Phasenkorn längs, quer oder schräg zu dessen Mittelachse verläuft. Zudem sind sowohl die Körner der  $\gamma'$ - als auch die der  $\gamma''$ -Phase zu klein sind, um im Lichtmikroskop aufgelöst zu werden. Daher wurden die in den verschiedenen Wärmebehandlungen ausgeschiedenen Phasen anhand von Pulverdiffraktogrammen identifiziert, welche am hochauflösenden Neutronen-Pulverdiffraktometer SPODI aufgenommen wurden. Die experimentellen Details sind in Kapitel 3.5.1 und Tabelle 3.3 gegeben.

Die Diffraktogramme wurden auf zweierlei Arten ausgewertet: mit einer Rietveld-Verfeinerung sowie mittels einer Le Bail-Verfeinerung. Mittels Rietveld-Verfeinerung ist neben einer Aussage über die Gitterparameter aller Phasen auch eine Aussage über die Volumenanteile der jeweiligen Phase möglich. Aufgrund von abweichenden Braggreflexintensitäten zwischen verwendetem Strukturmodell und experimentell ermitteltem Diffraktogramm war die Auswertung allerdings erschwert. Ein Grund hierfür sind stets vorhandene leichte Vorzugsorientierungen der Ausscheidungen relativ zur Matrix (vgl. Kapitel 4.2.2). Ein weiterer Grund ist die Vielzahl an Legierungselementen,

<sup>1</sup>Die Nummern werden durch  $N = 2^{n-1}$  berechnet, wobei  $n$  die Anzahl der Körner pro  $\text{inch}^2$  ist. Je kleiner die Nummer, desto größer die mittlere Korngröße.

Tabelle 4.2: Kristallographische Phasen der unterschiedlichen Probenzustände. Die mittlere Korngröße der jeweiligen Matrix in ASTM-Nummern ist ebenfalls gegeben. (X) zeigt an, dass dort zwar Spuren der jeweiligen Phase gefunden werden können, diese aber vernachlässigbar klein sind.

Probe	A	B	C	D	E
$\gamma$ -Matrix	X	X	X	X	X
$\delta$ -Phase	(X)	X	X	X	–
$\gamma'$ -Phase	–	–	X	–	X
$\gamma''$ -Phase	(X)	–	–	X	X
ASTM– Korngrößenzahl	10	9	9	9	1.5

die für leichte Variationen in den Besetzungszahlen der Gitterplätze der Ausscheidungsphasen verantwortlich sind. Dabei wird die Ordnung der Ausscheidung nur leicht gestört, und die Phase bleibt weiterhin geordnet. Die Intensitäten der Braggreflexe der Phase ändern sich allerdings durch geänderte Formfaktoren. Elementverteilungsanalysen haben gezeigt, dass auch die geordnete  $\delta$ -Phase ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) unter anderem einige Massenprozent an Fe, Cr und Mo enthält (Abbildung 4.6) [56]. Daher wurde neben der Rietveld-Verfeinerung auch eine Le Bail-Verfeinerung des vorhandenen Strukturmodells auf Basis der experimentell mittels Neutronendiffraktion ermittelten Daten durchgeführt. Die Le Bail-Verfeinerung liefert zwar genaue Gitterparameter, aber es sind keine Aussagen über die Volumenanteile der einzelnen Phasen möglich. Ein Beispiel für die Unterschiede zwischen mit Rietveld- und Le Bail-Verfeinerungen ausgewerteten Diffraktogramme, sind in den Abbildungen 4.7 und 4.8 zu sehen. Zusätzlich zeigt Abbildung 4.9 die Unterschiede in den ausgeschiedenen Phasen aller Probenzustände anhand eines vergrößerten Diffraktogrammausschnittes. In Tabelle 4.2 ist eine Übersicht über die in den einzelnen Probenzuständen identifizierten Phasen gegeben. In Tabelle 4.3 sind die Volumenprozent<sup>2</sup>, wie sie mittels Rietveld-Verfeinerung aus den Diffraktogrammen ausgewertet wurden, angegeben. Die Charakteristika der Probenzustände A–E werden im Folgenden besprochen.

**Probenzustand A** Im Diffraktogramm des Ausgangszustandes können Braggreflexe der  $\delta$ -Phase und der  $\gamma''$ -Phase identifiziert werden. Der Volumenanteil dieser Phasen ist allerdings im Vergleich zu den Phasenanteilen innerhalb der anderen Probenzustände gering ( $V_{\delta\text{A}} = 1.4$  und  $V_{\gamma''\text{A}} = 3.0\%$ ), und der Ausgangszustand kann wegen des Volumenanteils der Matrixphase von knapp 96% in guter Näherung als einphasig angenommen werden.

<sup>2</sup>Die Verfeinerung liefert für jede kristallographische Phase einen Skalierungsfaktor  $S$ , aus dem der Volumenanteil der Phase p mittels  $V_p = S_p \cdot V_{p,EZ}^2 / \sum_i (S_i \cdot V_{i,EZ}^2)$  mit  $V_{i,EZ}$  dem Volumen der Einheitszelle EZ der  $i$ -ten Phase, berechnet werden kann.

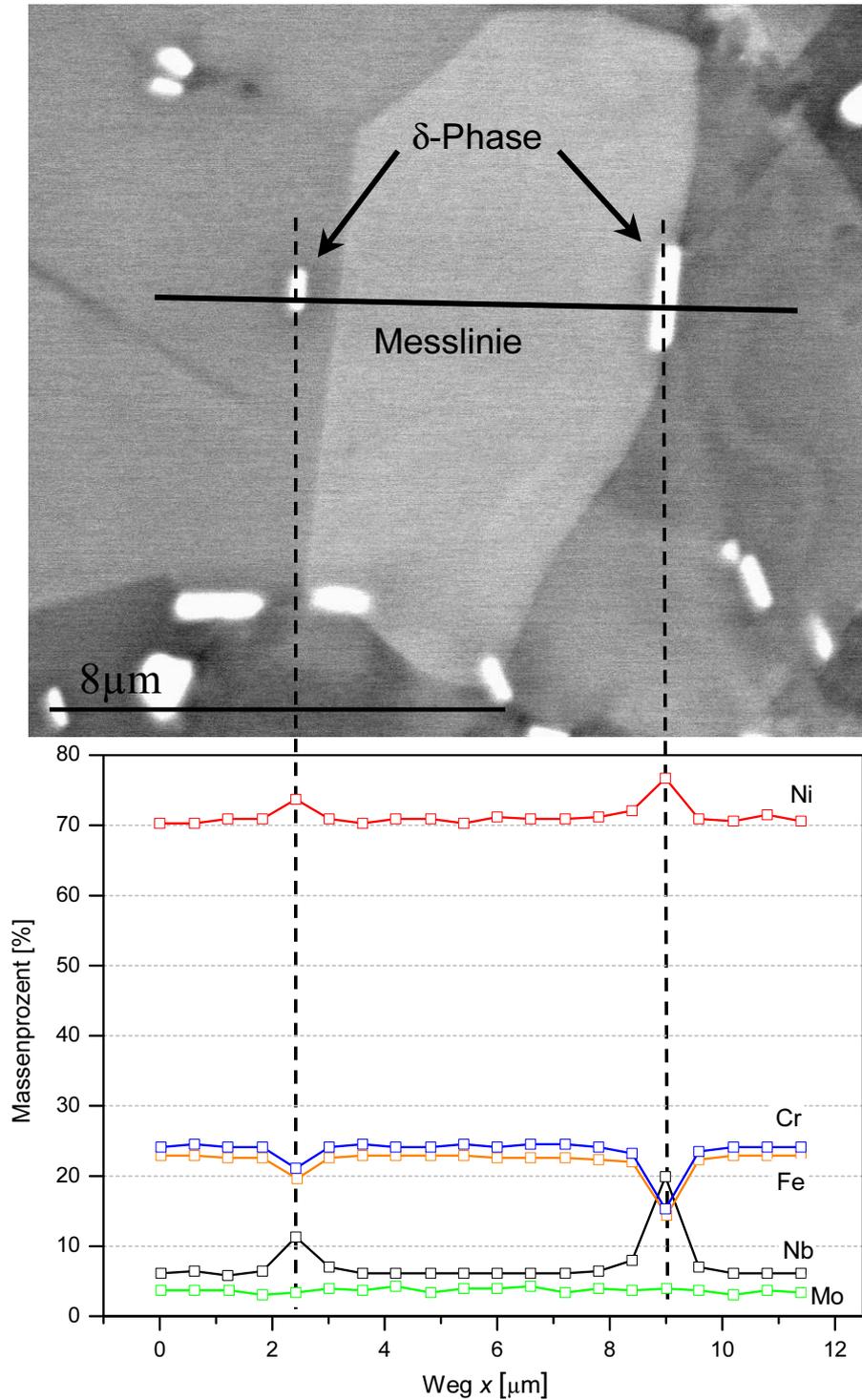


Abbildung 4.6: Raster-Elektronen-Mikroskopieaufnahmen des Probenzustandes A [56]. Das obere Bild zeigt die Messlinie an, entlang derer die Elementverteilung innerhalb der Körner bestimmt wurde. Darunter sind die wichtigsten Elemente in Massenprozent, wie sie entlang der Messlinie gefunden wurden, zu sehen. Die deutlich erhöhten Nb- und Ni-Anteile innerhalb der  $\delta$ -Phasenkörner ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) können klar erkannt werden. Allerdings finden sich in den Körnern der  $\delta$ -Phase auch einige Massenprozent anderer Legierungselemente wieder. Der deutlich über 100% liegende Gesamtmassenanteil resultiert aus einigen nicht oder nur schwer voneinander unterscheidbaren Elementen, wie beispielsweise Cr und Fe oder Nb und Mo.

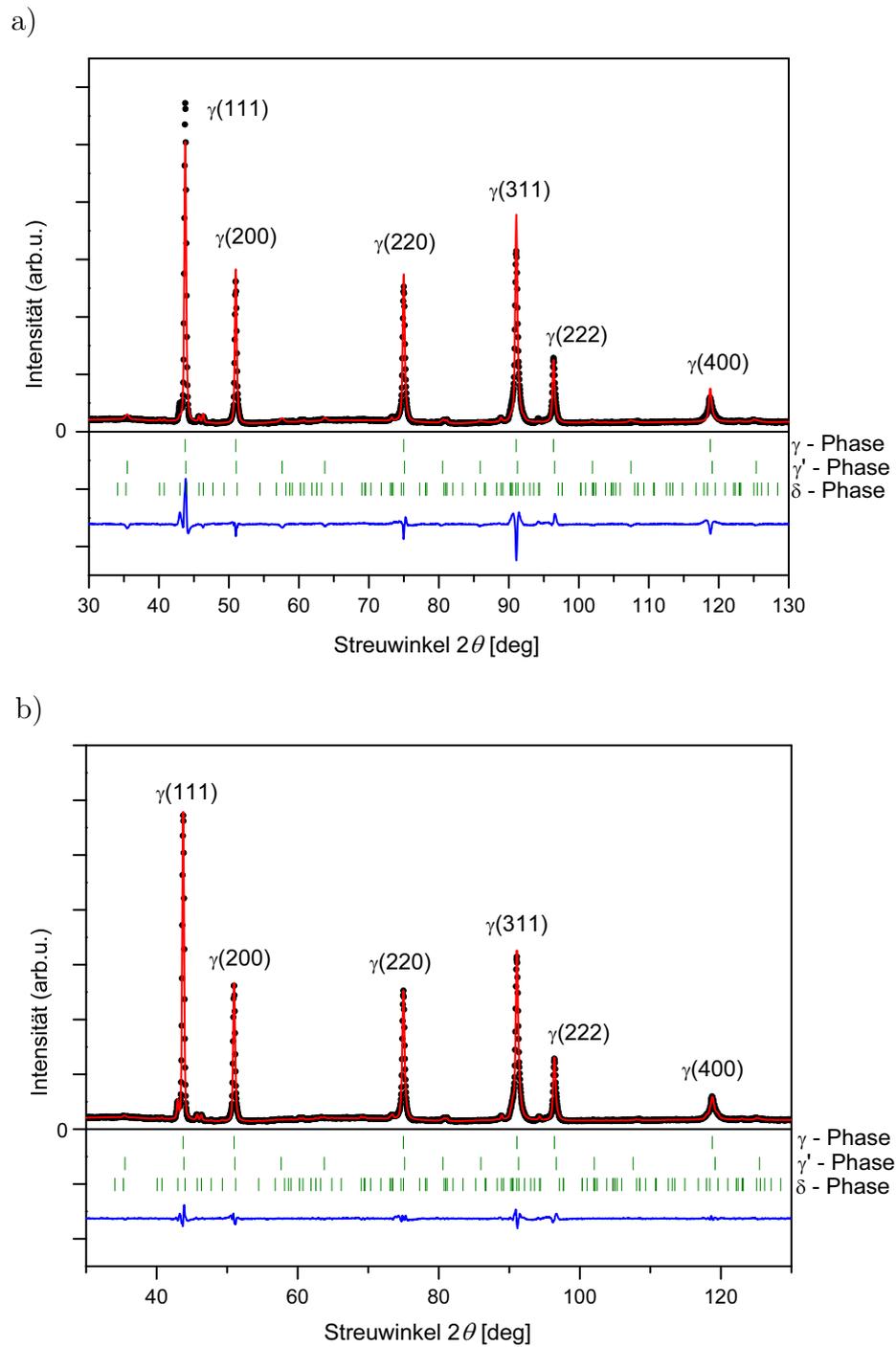


Abbildung 4.7: Mittels Neutronenbeugung gemessenes Diffraktogramm (schwarze Punkte) des Probenzustandes C. Ein Strukturmodell wurde mittels a) der Rietveld-Methode und b) der Le Bail-Methode an die experimentellen Daten angepasst (jeweils rote Kurven). Die Braggreflexe der enthaltenen Phasen sind mit grünen Strichen markiert (von oben nach unten):  $\gamma$ -,  $\gamma'$ - und  $\delta$ -Phase. Die blaue Kurve gibt die Differenz zwischen Modell und experimentellen Daten an, welche für die Le Bail-Verfeinerung deutlich geringer ausfällt.

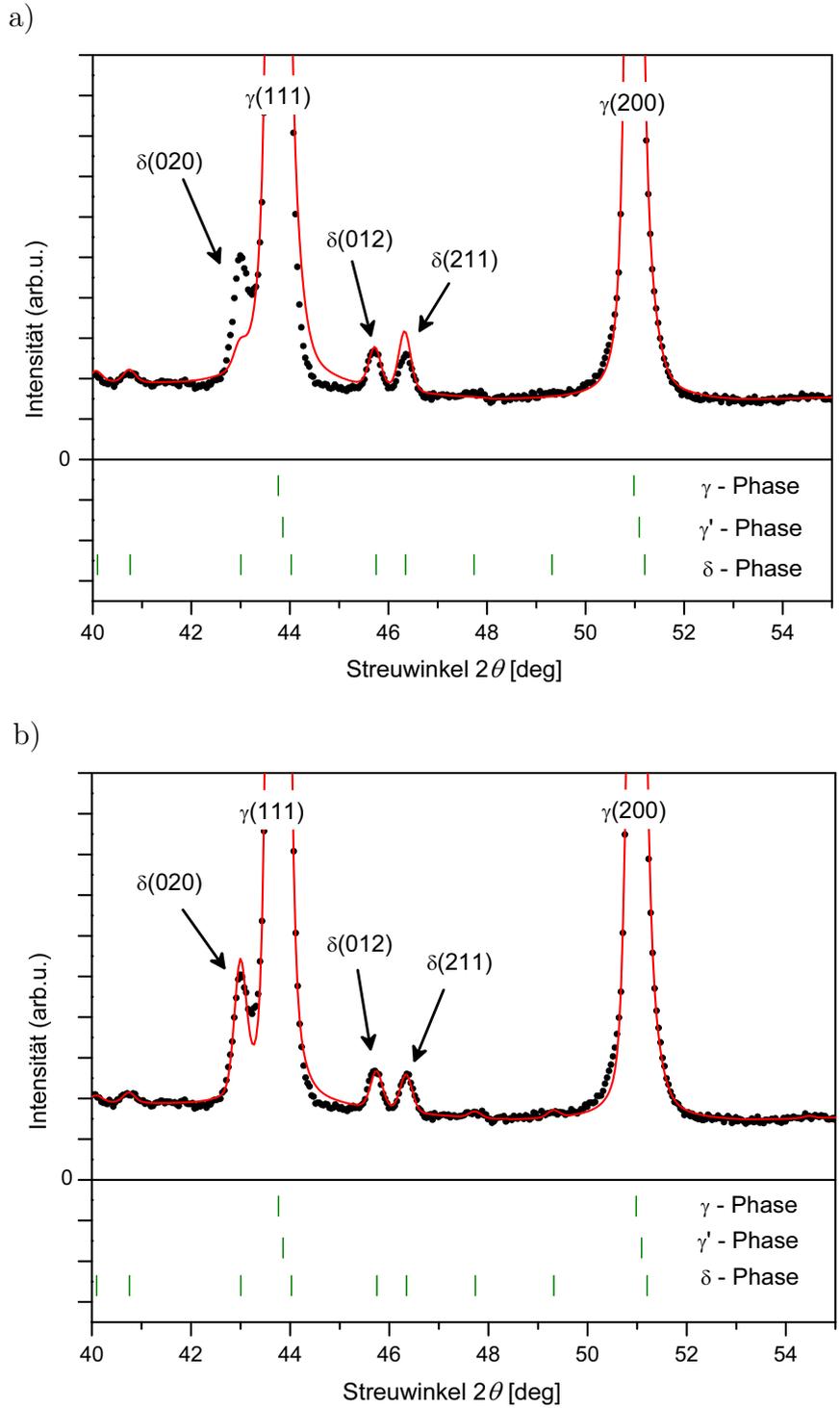


Abbildung 4.8: Ausschnitte von dem mittels Neutronenbeugung gemessenem Diffraktogramm (schwarze Punkte) des Probenzustandes C. Ein Strukturmodell wurde mittels a) der Rietveld-Methode und b) der Le Bail-Methode an die experimentellen Daten angepasst (jeweils rote Kurven). Die Braggreflexe der enthaltenen Phasen sind mit grünen Strichen markiert (von oben nach unten):  $\gamma$ -,  $\gamma'$ - und  $\delta$ -Phase. Für die Le Bail-Verfeinerung ist auch ein Anpassen der Braggreflexe, welche von Ausscheidungen mit wenigen Volumenprozent stammen, möglich (z. B.  $\delta$ -Phase).

Tabelle 4.3: Gitterparameter  $a$ ,  $b$  und  $c$  aller in den untersuchten Probenzuständen gefundener Phasen, wie sie aus der Verfeinerung von Neutronendiffraktogrammen stammen. Die Werte für die mit \* gekennzeichneten Proben beruhen auf Le Bail-Verfeinerungen, die übrigen Werte auf Rietveld-Verfeinerungen. Die eingeklammerten Volumenprozentangaben beruhen auf Verfeinerungen, welche aufgrund des  $\gamma'$ -Phasenanteils innerhalb der Probenzustände (D und E) nicht zuverlässig sind. Die angegebenen Fehler beruhen lediglich auf statistischen Fehlern aus der Verfeinerung der Diffraktogramme.

Phase	Probe	$a$ [Å]	$b$ [Å]	$c$ [Å]	Volumenanteile [%]
$\gamma$ -Matrix	A*	3.60023(1)			
	A	3.60016(2)			95.60
	B*	3.60056(1)			
	B	3.60052(2)			93.20
	C*	3.59721(3)			
	C	3.59744(5)			(54.92)
	D*	3.59546(2)			
	D	3.59552(3)			87.40
$\delta$ -Phase	E*	3.59592(3)			
	E	3.59786(7)			(70.53)
	A*	5.11135(109)	4.22452(36)	4.51266(45)	
	A	5.10663(212)	4.22507(188)	4.52170(242)	1.4
	B*	5.10571(49)	4.22700(17)	4.51874(48)	
	B	5.10280(63)	4.22788(53)	4.51716(149)	6.80
	C*	5.10706(41)	4.22355(27)	4.51591(30)	
	C	5.11844(170)	4.22454(264)	4.52117(130)	(4.30)
$\gamma''$ -Phase	D*	5.12416(28)	4.22334(37)	4.52300(61)	
	D	5.10256(153)	4.22568(143)	4.52081(103)	3.80
	A*	3.61626(118)		7.37828(368)	
	A	3.62229(144)		7.38167(384)	3.00
	D*	3.60036(17)		7.43823(59)	
	D	3.60277(47)		7.43796(133)	8.80
	E*	3.59881(9)		7.43216(97)	
	E	3.60549(56)		7.42052(163)	(10.88)
$\gamma'$ -Phase	C*	3.59000(13)			
	C	3.59240(26)			(40.78)
	E*	3.58052(25)			
	E	3.58513(31)			(18.58)

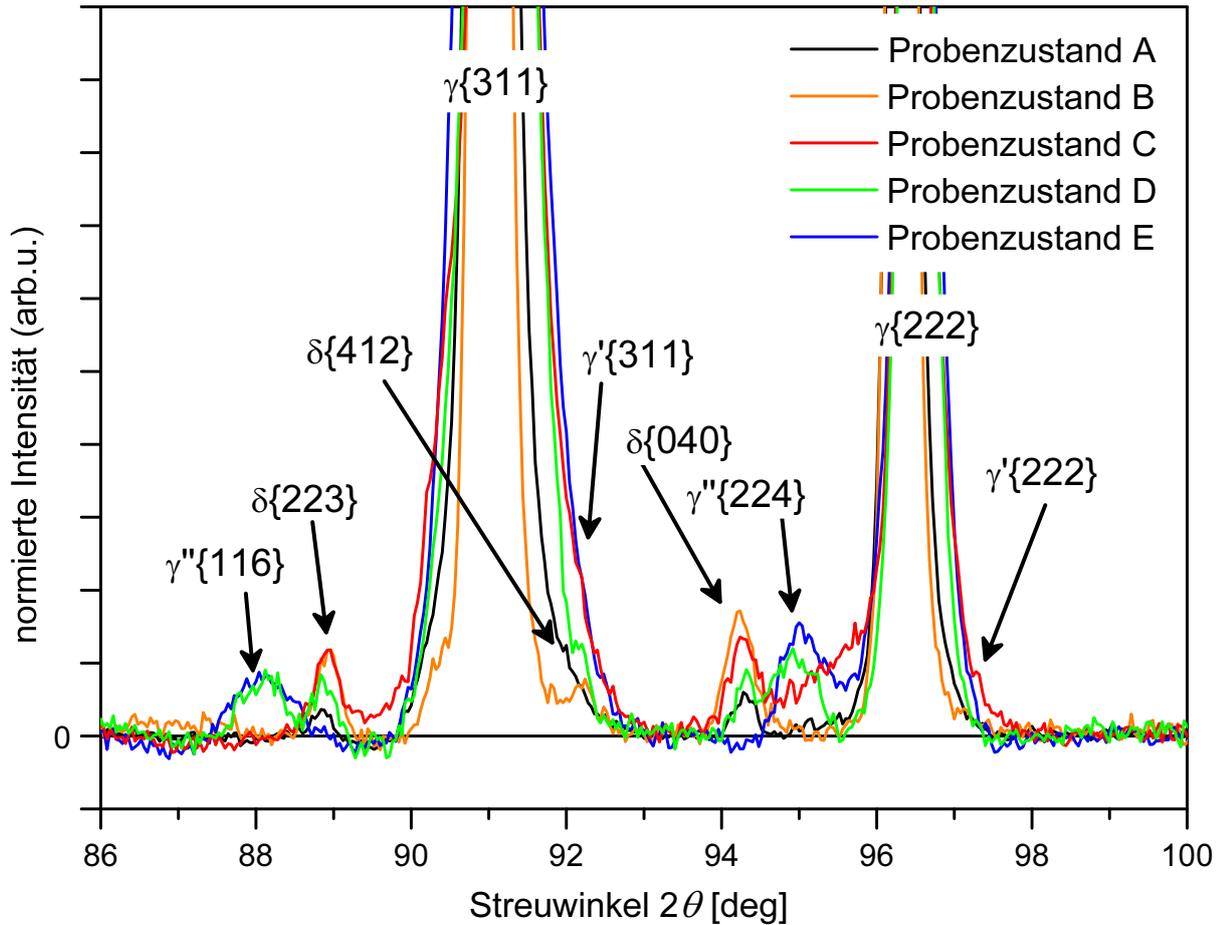


Abbildung 4.9: Vergleich eines Ausschnittes der Diffraktogramme aller Probenzustände. Die von den verschiedenen Ausscheidungen hervorgerufenen Braggreflexe in den verschiedenen Probenzuständen sind gut zu erkennen.

**Probenzustand B** In der Matrix des Probenzustandes B wird, wie aus der Wärmebehandlung erwartet, nur die  $\delta$ -Phase ausgeschieden. Es werden weder Anteile an  $\gamma'$ - noch an  $\gamma''$ -Phase gefunden. Die im Ausgangsmaterial vorhandene metastabile  $\gamma''$ -Phase (siehe Probenzustand A) wird bei der verwendeten Glüh­temperatur von  $T = 950^\circ\text{C}$  und Haltezeiten von  $t = 22\text{ h}$  vollständig in die stabile  $\delta$ -Phase umgewandelt. Der ausgewertete Volumenanteil der  $\delta$ -Phase beträgt ca.  $V_{\delta\text{B}} = 6.8\%$ .

**Probenzustand C** Im Gefüge des Probenzustandes C sind hauptsächlich die  $\delta$ -Phase und die  $\gamma'$ -Phase zu finden. Braggreflexe der aufgrund der Wärmebehandlung erwarteten  $\gamma''$ -Phase konnten in diesem Probenzustand anhand der aufgenommenen Diffraktogramme nicht eindeutig nachgewiesen werden. Daher wurden für diesen Probenzustand zusätzlich Transmissionen-Elektronen-Mikroskopieaufnahmen angefertigt (Abbildung 4.10). Im reziproken Streubild können Braggreflexe der tetragonalen  $\gamma''$ -Phase zugeordnet werden. Die Spannungsfelder der  $\gamma''$ -Phase und der  $\gamma'$ -Phase sind in der Dunkel-Feld-Aufnahme nur schwer zu unterscheiden, daher ist eine Aussage

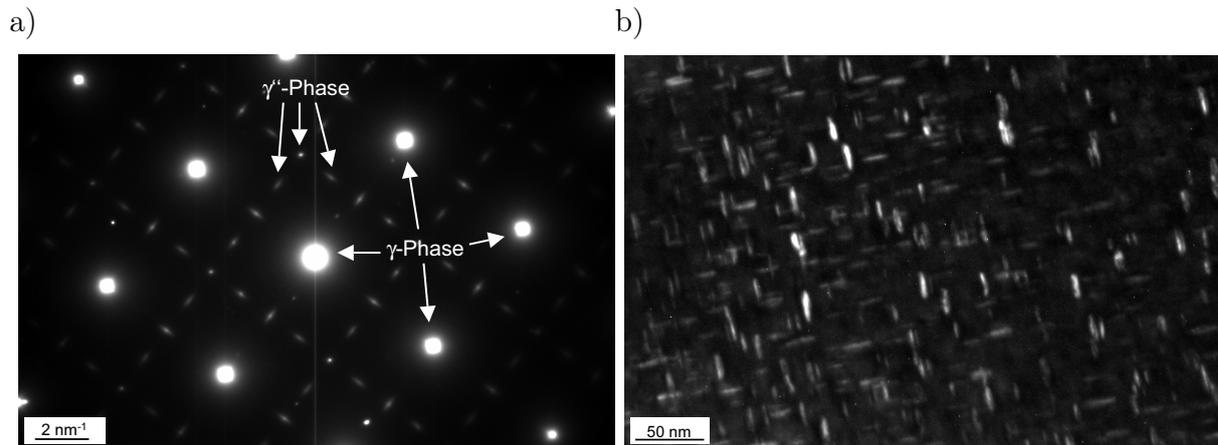


Abbildung 4.10: a) Reziprokes Streubild und b) Dunkel-Feld-Aufnahme des Probenzustandes C, aufgenommen mit Transmissionen-Elektronen-Mikroskopie [57]. Die weißen länglichen Flecken in b) sind die Spannungsfelder der  $\gamma'$ - und  $\gamma''$ -Ausscheidungen, die an den Korngrenzen das Gitter der Matrixphase verzerren und so für einen geänderten Streukontrast sorgen.

über den Volumenanteil dieser Phase schwierig. Da die Probenzustände D und E deutliche  $\gamma''$ -Braggreflexe in den Diffraktogrammen aufweisen und dies bei Probenzustand C nicht der Fall ist, wird diese Phase in der folgenden Diskussion in Probenzustand C vernachlässigt (Abbildung 4.9). Andere Gründe für das Verschwinden der  $\gamma''$ -Braggreflexe können Texturen oder stark verbreiterte Braggreflexe sein, welche aufgrund der kleinen Korngröße dieser Phase entstehen und bei wenigen Volumenprozent nicht mehr zu identifizieren sind. Aus der Rietveldanalyse des Probenzustandes D und E beträgt die Korngröße der  $\gamma''$ -Phase in etwa 230–330 Å. Der mithilfe der Rietveldanalyse bestimmte Volumenanteil der  $\gamma'$ -Phase ( $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$ ) liegt bei  $V_{\gamma'C} \approx 40\%$ . Da die Braggreflexe dieser kubisch flächenzentrierten Phase sehr nahe an den Braggreflexen der Matrixphase (ebenfalls kubisch flächenzentriert) liegen, ist sie nur über die Reflexprofile erkennbar. Ein Volumenanteil von 40% ist allerdings viel zu hoch und auch von der chemischen Zusammensetzung ausgehend nicht möglich. Ein realistischerer Wert für den Volumenanteil der  $\gamma'$ -Phase wären ca. 10 Vol%. Die aus der Verfeinerung erhaltene Korngröße der  $\gamma'$ -Phase ist ca.  $\sim 300$  Å, was gut mit Werten aus der Literatur übereinstimmt (vgl. Tabelle 1.3). Da die Bestimmung des Volumenanteils der  $\gamma'$ -Phase aus den Diffraktionsdaten (und auch aus den Mikroskopiebildern) nicht möglich war, ist davon auszugehen, dass auch der Volumenanteil der  $\delta$ -Phase nicht korrekt ist. Der mittels Rietveld-Verfeinerung analysierte Volumenanteil der  $\delta$ -Phase liegt mit  $V_{\delta C} = 4.3\%$  ca. 1/3 unter dem Volumenanteil dieser Ausscheidung im Probenzustand B ( $V_{\delta B} = 6.8\%$ ). Ein Vergleich der Reflexintensitäten lässt jedoch vermuten, dass die Volumenanteile der  $\delta$ -Phase in den Probenzuständen B und C in etwa gleich groß sind (Abbildung 4.9).

**Probenzustand D** Die Wärmebehandlungssequenz D scheidet im Gefüge hauptsächlich die  $\delta$ -Phase sowie die  $\gamma''$ -Phase aus. Der aus der Rietveldanalyse ausgewertete Volumenanteil an  $\delta$ -Phase liegt mit  $V_{\delta D} = 3.8 \text{ Vol\%}$  bei etwas mehr als der Hälfte des Volumenanteils der  $\delta$ -Phase im Probenzustand B ( $V_{\delta B} = 6.8 \text{ Vol\%}$ ). Der Volumenanteil der  $\gamma''$ -Phase beträgt  $V_{\gamma'' D} = 8.8 \text{ Vol\%}$ . Die Braggreflexe dieser Ausscheidung sind in den Diffraktogrammen, anders als bei Probenzustand C, klar zu erkennen (Abbildung 4.9).

**Probenzustand E** Im Gefüge des Probenzustandes E können die  $\gamma'$ - sowie die  $\gamma''$ -Phase in den Diffraktogrammen identifiziert werden. Die primäre  $\delta$ -Phase wird in diesem Gefüge durch die hohe Glüh­temperatur von  $1050^\circ\text{C}$  vollständig in der Matrixphase gelöst. Die Bildung der sekundären  $\delta$ -Phase wird bei den hier verwendeten Temperaturen zugunsten der  $\gamma''$ -Phase (beide  $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) unterdrückt. Der mittels Rietveldanalyse ausgewertete Volumenanteil der  $\gamma'$ -Phase liegt bei  $V_{\gamma' E} = 18.58 \%$ , während die  $\gamma''$ -Phase mit  $V_{\gamma'' E} = 10.88 \text{ Vol\%}$  in der Matrix ausgeschieden wird. Da auch hier, wie für Probenzustand C beschrieben, der Volumenanteil der  $\gamma'$ -Phase nicht genau bestimmt werden kann, ist davon auszugehen, dass der ausgewertete Volumenanteil an  $\gamma''$ -Phase nicht korrekt ist. Die Reflexintensitäten in Abbildung 4.9 deuten auf einen in etwa gleich hohen Volumenanteil an  $\gamma''$ -Phase in den Probenzuständen E und D hin.

Zusätzlich zu den Volumenanteilen sind in Tabelle 4.3 auch die Gitterparameter aller Phasen der Probenzustände A–E gegeben. Die Variation in den Gitterparametern der  $\gamma$ -Phase von Probe zu Probe resultiert aus der Bildung von Ausscheidungen, was zu einer veränderten chemischen Zusammensetzung der Matrixphase führt. Dadurch müssen auch die Gitterparameter der verschiedenen Ausscheidungsphasen variieren (Kompatibilität). Die Gitterparameter, wie sie aus der Rietveld-Verfeinerung ausgewertet wurden, und die Gitterparameter, wie sie mit einer Le Bail-Verfeinerung bestimmt wurden, jeweils anhand des gleichen experimentellen Datensatzes ausgewertet, stimmen nicht ganz überein. Der Grund hierfür ist die schlechte Intensitätsanpassung und die damit schwierige Bestimmung der genauen Reflexlagen in der Rietveld-Verfeinerung (Abbildungen 4.7 und 4.8). Die Werte der Le Bail-Verfeinerung, die auch einen kleineren statistischen Fehler aufweisen, sind daher genauer. Aus ihnen wurden die Gitternetzebenenabstände der  $\gamma\{311\}$ -Gitternetzebenen bestimmt und mit den Netzebenenabständen verglichen, wie sie aus der Larmor-Diffraktion (LD) ausgewertet wurden. Die LD-Messungen wurden am thermischen Neutronen-Resonanz-Spin-Echo-Dreiaachsen-Spektrometer TRISP am FRM II durchgeführt [53]. Die experimentellen Details sind in Kapitel 3.5.1 und Tabelle 3.4 nachzulesen. Der Vergleich in Abbildung 4.11 zeigt die  $d$ -Werte für die Probenzustände A–C und E, wie sie zum einen mit LD gemessen wurden, und zum anderen mit den in Tabelle 4.3 gegebenen Gitterparametern aus der Le Bail-Verfeinerung für den  $\gamma\{311\}$  Braggreflex berechnet wurden. Für beide Messungen liegen die absoluten Fehler im Bereich von  $< 2 \cdot 10^{-5} \text{ \AA}$ . Während dieser Fehler für die LD-Werte realistisch ist, liegt der wirkliche Fehler der Pulverdiffraktionsmessungen deutlich höher. Es wurden weder die Absorptionseffekte (gering, da eine zylinderförmige Probe verwendet wurde), noch die Wellenlängenverteilung innerhalb des Neutronenstrahls oder Justierunsicherheiten berücksichtigt. Ein Fehler in der Größenordnung von  $\sim 10^{-4} \text{ \AA}$  scheint daher realistisch. Auch

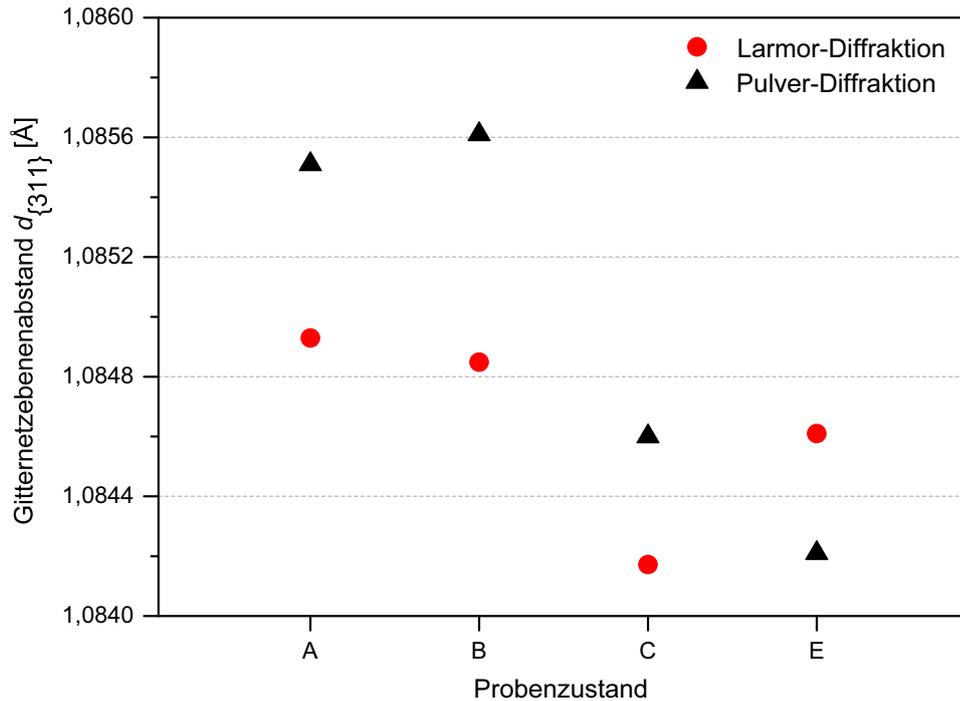


Abbildung 4.11: Absolute  $d$ -Werte der  $\gamma\{311\}$ -Gitternetzebenen, wie sie mittels Larmor-Diffraktion (rote Kreise) und aus den mit Le Bail-Verfeinerung gewonnenen Gitterparametern der Pulverdiffraktionsanalyse in Tabelle 4.3 bestimmt wurden. Gezeigt sind Werte für die Probenzustände A–C und E. Die Fehlerbalken der statistischen Fehler haben in etwa die Größe der Symbole.

wenn die Fehler der LD-Messungen weder von der Wellenlänge noch von Justierunsicherheit und Absorptionseffekten beeinflusst werden, muss doch der Mehrphasencharakter der untersuchten Proben berücksichtigt werden. Bei der LD wird ein feststehendes Einzelzählrohr als Detektor verwendet. Daher wird ein über alle auf den Detektor gestreuten Braggreflexe gemittelter und mit den Phasenanteilen der einzelnen Phasen gewichteter Gitternetzebenenabstand bestimmt. In der Pulverdiffraktometrie dagegen können die Linienlagen der intensitätsstarken Matrix-Braggreflexe und somit die  $d$ -Absolutwerte der Gitternetzebenen ohne Probleme bestimmt werden. Dies kann ein Grund dafür sein, dass die Pulverdiffraktionswerte und die LD- $d$ -Werte innerhalb der Fehlergrenzen nicht übereinstimmen. Auch wurde für die LD-Messungen ein Germanium-Einkristall-Gitterparameter als Referenzwert genutzt, der aus einer Literaturquelle stammt. Dieser kann von dem wirklichen Gitterparameter der genutzten Referenzprobe abweichen. Die Übereinstimmung der Pulverdiffraktionsdaten mit den Larmor-Diffraktions-Daten ist daher gut.

#### 4.2.2 Textur

Die Texturmessungen mit Synchrotronstrahlung an der Matrixphase des Ausgangszustands (Probenzustand A) sowie des Probenzustandes B ( $\delta$ -phasenreicher Zustand) zeigen nur schwach ausgeprägte Vorzugsorientierungen innerhalb der Matrixphase ( $\leq 1.6$ -fach regellos). Die Polfiguren der  $\gamma\{200\}$ -,  $\gamma\{220\}$ -,  $\gamma\{311\}$ - und  $\gamma\{222\}$ -Gitternetzebenen der Probenzustände A und B so-

#### 4 Proben

wie die daraus berechneten Orientierungsverteilungsfunktionen (OVF) sind in den Abbildungen 4.12–4.15 zu sehen. Die Texturen wurden an nicht plastisch deformierten Zugproben (nicht an den Dilatometerproben) mittels Synchrotronstrahlung am BW5 am HASYLAB bestimmt. Die experimentellen Details sind in Kapitel 3.5.2 und Tabelle 3.5 gegeben. Die OVs beider Probenzustände zeigen ähnliche Texturen, welche auf primäre und sekundäre Rekristallisation zurückzuführen sind. Der Ausgangszustand weist eine Kombination einer Würfellage (hauptsächlich primäre Rekristallisation) und den idealen Lagen  $\{113\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ ,  $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ ,  $\{111\}\langle 0\bar{1}1\rangle$  auf. Die letzten beiden idealen Lagen gehören zu einer unvollständigen  $\{111\}$ -Fasertextur. Zusätzlich ist eine  $\{110\}$  Fasertextur zu finden, welche ebenfalls auf Rekristallisationseffekte zurückzuführen ist. Alle Texturen sind schwach ausgeprägt (ca. 1.6fach regellos). Beim Probenzustand B wird die Intensität der Würfellage reduziert, zudem wird die  $\{111\}$ -Textur eine nahezu vollständige Fasertextur. Dies geschieht aufgrund von sekundärer Rekristallisation, wie sie beim Glühen des Probenzustandes B stattfindet ( $T = 950^\circ\text{C}$ , Haltezeit = 22 h). Das Intensitätsmaximum wird dadurch kaum verändert ( $\sim 1.6$  fach regellos). Da die Wärmebehandlungen aller Probenzustände nach dem gleichen Schema wie die Wärmebehandlung des Probenzustandes B durchgeführt wur-

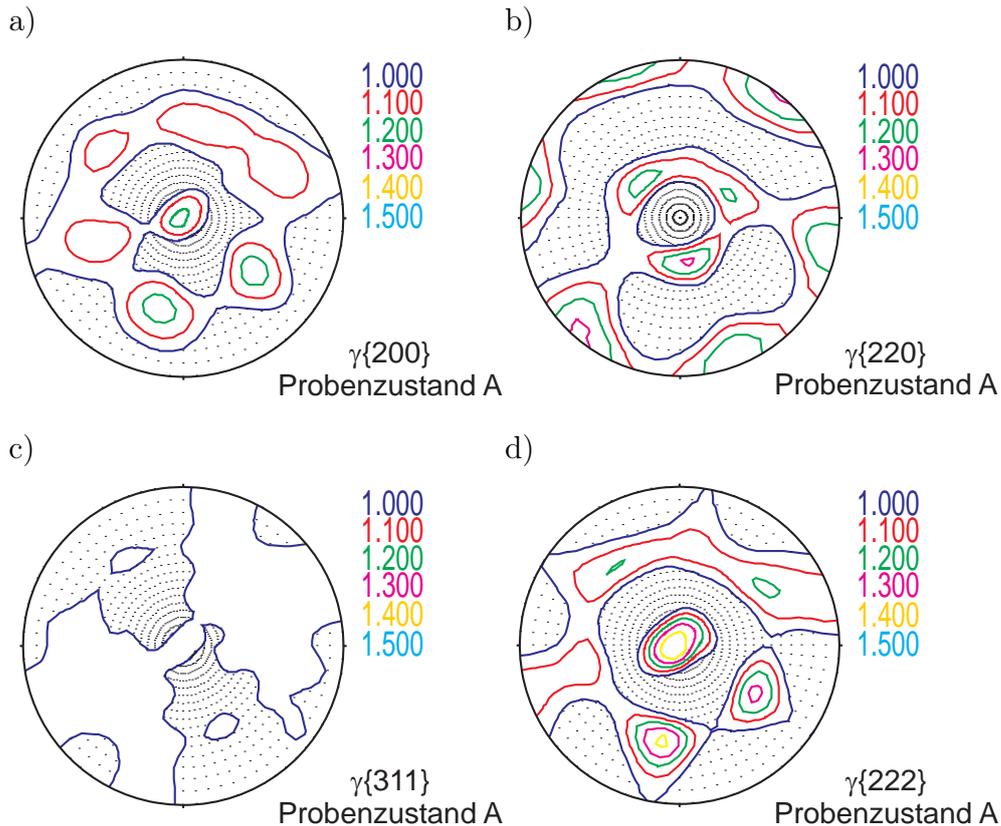


Abbildung 4.12: Intensitäts-Polfiguren der Matrixphasengitternetzebenen  $\gamma\{200\}$ ,  $\gamma\{220\}$ ,  $\gamma\{311\}$ ,  $\gamma\{222\}$  des Ausgangsmaterials (Probenzustand A). Die Axialrichtung des Rohmaterialzylinders steht senkrecht zur Papierenbene.

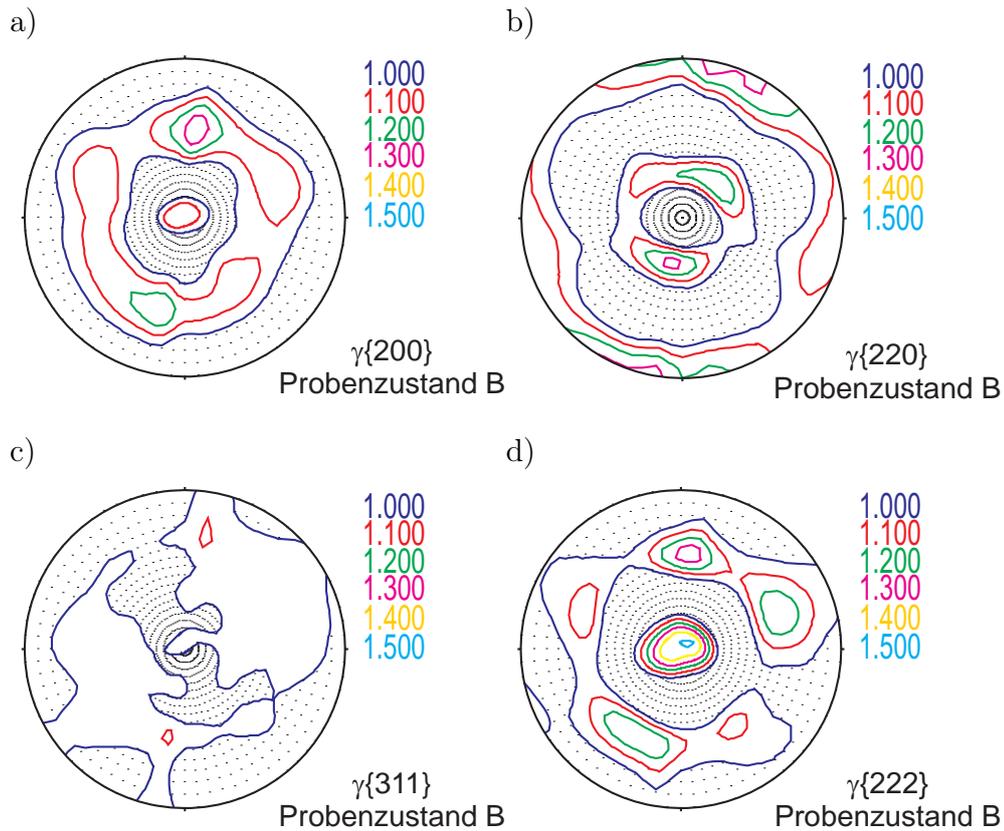


Abbildung 4.13: Intensitäts-Polfiguren der Matrixphasengitternetzebenen  $\gamma\{200\}$ ,  $\gamma\{220\}$ ,  $\gamma\{311\}$ ,  $\gamma\{222\}$  des Probenzustands B. Die Axialrichtung des Rohmaterialzylinders steht senkrecht zur Papierebene.

den, sind auch in den Probenzuständen C–E keine großen Änderungen der Texturen der Matrixphase zu erwarten. Aufgrund der Orientierungsrelation der  $\gamma''$ - sowie der  $\delta$ -Phasen-Kristallite zu den statistisch orientierten Kristalliten der  $\gamma$ -Matrix, können hohe Texturen auch für diese Ausscheidungen ausgeschlossen werden. Da die kohärente  $\gamma'$ -Phase nur geringe Gitterfehlpassungen zur  $\gamma$ -Matrix aufweist, kann auch sie als statistisch orientiert innerhalb der Probe angenommen und somit ihre Textur vernachlässigt werden. Die Ausgangstextur der Matrix spielt daher in der folgenden Diskussion keine Rolle.

### 4.3 Makroskopisches Materialverhalten

Abbildung 4.16 zeigt die Spannungs-Probengesamtdehnungskurven aller verwendeten Probenzustände (A–E), wie sie mit kontinuierlichem Kraftanstieg während der in Kapitel 5 beschriebenen in-situ Zugversuche (Raumtemperatur) aufgenommen wurden. Die Probengesamtdehnungen wurden dabei mithilfe eines Clipgauge-Extensometers von Instron gemessen (Abbildung 3.7). Die maximale Spannung wurde für jeden Probenzustand so gewählt, dass Einschnürungen an den Proben verhindert wurden. Dies führt zu unterschiedlichen Probengesamtdehnungen. Der

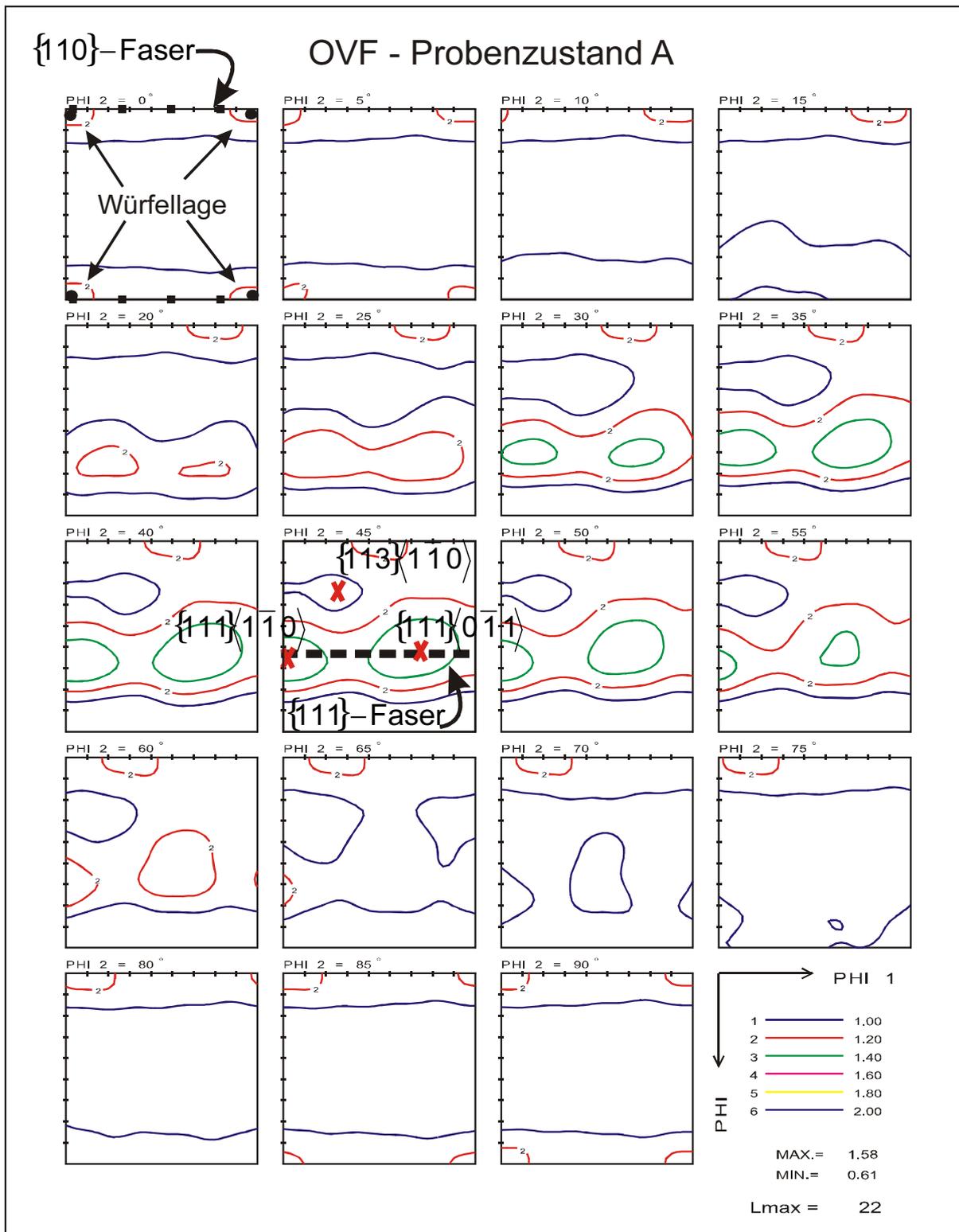


Abbildung 4.14: OVF des Ausgangszustandes (Probenzustand A), ausgerechnet mit den Intensitäts-Polfiguren  $\gamma\{200\}$ ,  $\gamma\{220\}$  und  $\gamma\{222\}$ .

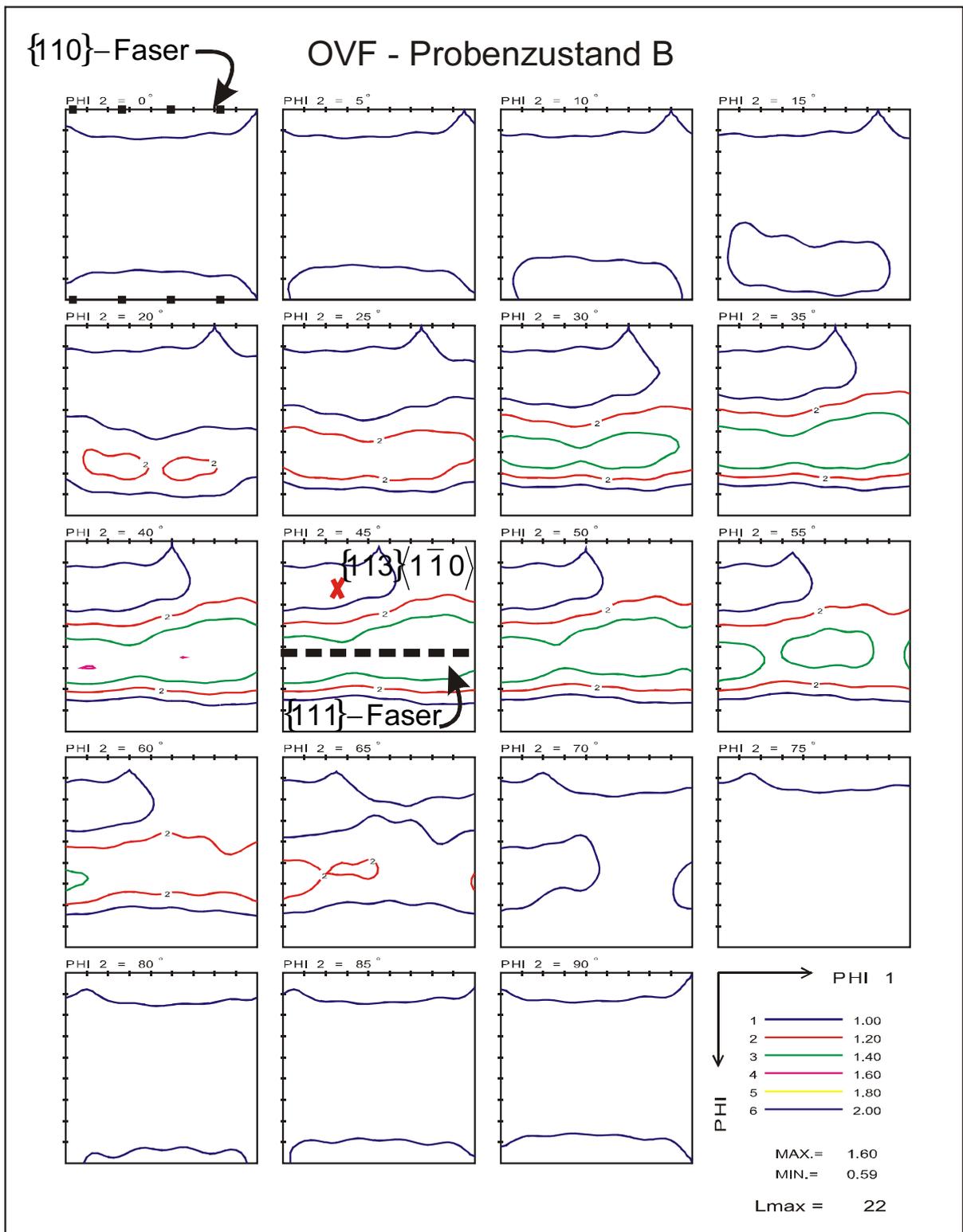


Abbildung 4.15: OVF des Probenzustands B, ausgerechnet mit den Intensitäts-Polfiguren  $\gamma\{200\}$ ,  $\gamma\{220\}$  und  $\gamma\{222\}$ .

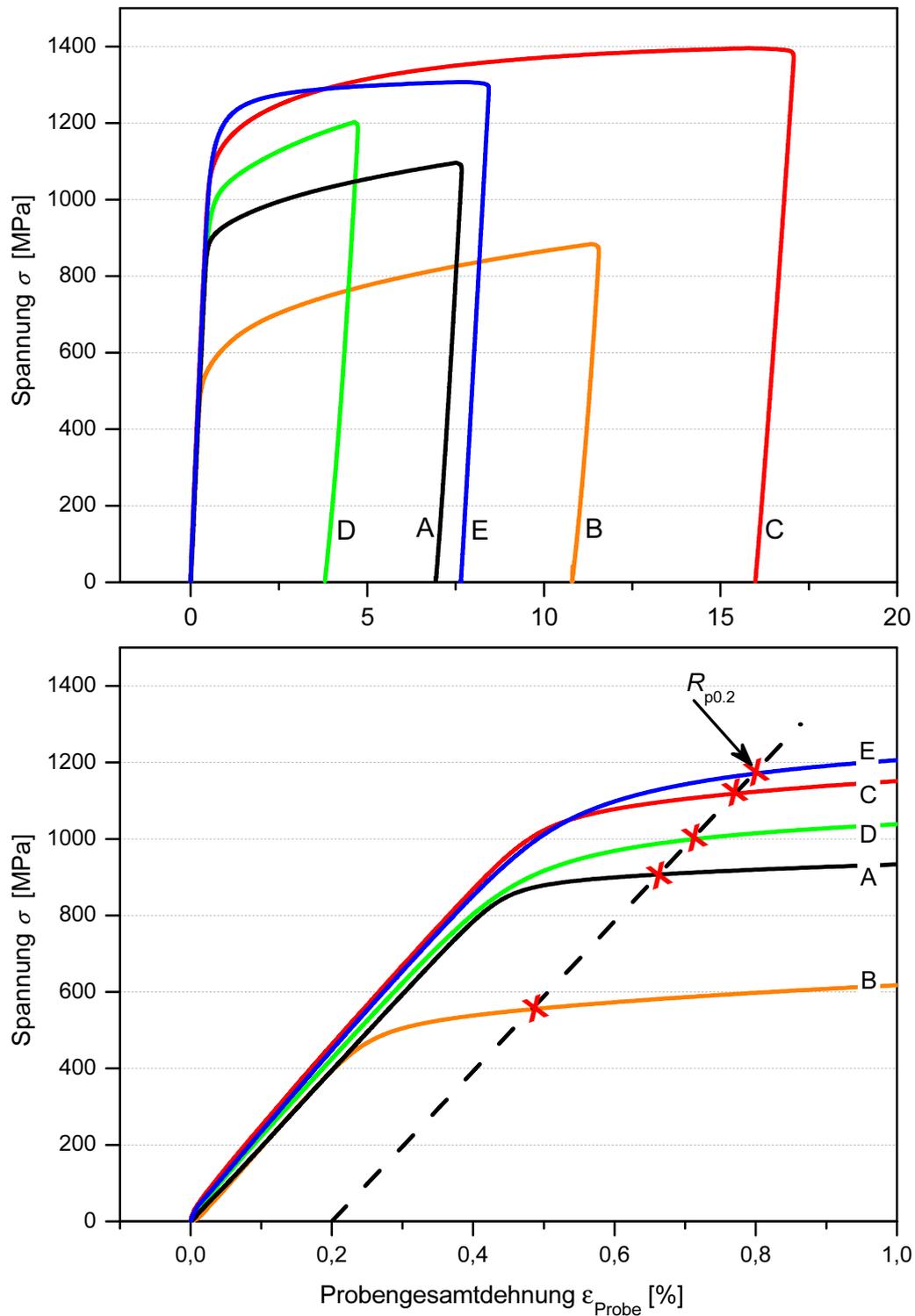


Abbildung 4.16: Makroskopisches Spannungs-Probengesamtdehnungsdiagramm aller gemessenen Probenzustände (A–E). Die Kurven wurden über mehrere aufgenommene Spannungs-Dehnungskurven gemittelt (oben). Die Abbildung unten zeigt einen vergrößerten Ausschnitt anhand dessen die Bestimmung von  $R_{p0.2}$  erfolgt.

Tabelle 4.4: Dehngrenzen  $R_{p0.2}$  sowie der Verfestigungsparameter  $h_{\sigma 0.2-3}$ , linear interpoliert zwischen Probengeamtdehnungen von 0.2–3 % für alle untersuchten Probenzustände (A–E).

Probenzustände	A	B	C	D	E
$R_{p0.2}$ [MPa]	900	550	1100	1000	1150
$h_{\sigma 0.2-3}$ [GPa]	3.9	6.2	6.7	6.0	4.8

Elastizitätsmodul der Legierung wird durch die Wärmebehandlung nicht beeinflusst und liegt für alle Probenzustände bei  $E_{\text{IN718}} = 196 \pm 7$  GPa. Er ist damit in guter Übereinstimmung mit dem  $E$ -Modul, wie er von Cihak et al. für IN 718 bei Raumtemperatur bestimmt wurde ( $E_{\text{IN718}} = 199$  GPa, [58]). Durch das frühe Abbrechen der Zugversuche ist eine Aussage über die Festigkeiten der verschiedenen Probenzustände schwierig. Eine grobe Abschätzung auf Basis der vorhandenen Daten ergibt, sortiert nach absteigender Festigkeit, die Reihenfolge: C, E, D, A, B. Es können deutliche Unterschiede in den Dehngrenzen sowie im Verfestigungsverhalten der verschiedenen Probenzustände beobachtet werden. Da die Dehngrenze  $R_p$  für kontinuierliche Übergänge vom elastischen in den plastischen Bereich nur unzureichend bestimmt werden kann, sind in Tabelle 4.4 für alle Probenzustände die Werte  $R_{p0.2}$  gegeben. Wie erwartet zeigen die ausscheidungsgehärteten Probenzustände E und C die höchsten Dehngrenzen. Das Probenmaterial B, in welchem hauptsächlich  $\delta$ -Phase ausgeschieden ist, zeigt ein relativ frühes Abweichen vom linear-elastischen Materialverhalten. In diesem Probenzustand fehlen die feindispersen  $\gamma'$ - und  $\gamma''$ -Phasenkörner, welche das Versetzungswandern aufgrund ihrer kleinen Korngröße und ihrer gleichmäßigen Verteilung innerhalb der Matrix effektiver behindern, als die stark semi- bis inkohärenten  $\delta$ -Phasenkörner.

In Tabelle 4.4 ist zusätzlich der Verfestigungsparameter  $h_\sigma = d\sigma/d\varepsilon$  gegeben [15]. Um die Werte vergleichen zu können, wurde  $h_{\sigma 0.2-3\%}$  jeweils von einer plastischen Probendehnung von 0.2–3 % linear interpoliert. In diesem Bereich zeigen die Probenzustände mit einem hohen  $\delta$ -Phasenanteil (Probenzustände B, C, D) starke Verfestigungseffekte (hohes  $h_\sigma$ ). Da die  $\delta$ -Phasenkörner nur schwer von Versetzungen geschnitten werden können, behindert die  $\delta$ -Phase durch stark semi- bis inkohärenten Phasen- und Korngrenzen das Versetzungswandern. Behinderte Versetzungen können mit steigender Spannung Versetzungsquellen bilden (Frank-Read-Mechanismus), was zu einer zusätzlichen Behinderung der Versetzungswanderung und zur Verfestigung des Probenmaterials führt. Passend hierzu zeigt das einphasige Ausgangsmaterial (Probenzustand A) die geringsten Verfestigungseffekte. Probenzustand E hat im Vergleich dazu leicht erhöhte Verfestigungsparameterwerte aufgrund der Kohärenzspannungen zwischen  $\gamma''$ -Phase und  $\gamma$ -Matrix.

## 4.4 Mikrospannungsfeld ohne Last

Das Mikrospannungsfeld, welches innerhalb der unterschiedlichen Probenzustände ohne äußere Last vorliegt (z. B. aufgrund von Gitterfehlpasungen verschiedener Phasen zueinander), wur-

## 4 Proben

de mittels Neutronen-Larmor-Diffraktion (LD) bestimmt. Die LD-Messungen wurden am thermischen Neutronen-Resonanz-Spin-Echo-Dreiaachsen-Spektrometer TRISP am FRM II durchgeführt [53]. Die experimentellen Details sind in Kapitel 3.5.1 und in Tabelle 3.4 nachzulesen. Die Verteilung der Gitternetzebenenabstände  $d$  für die Probenzustände A–C und E um einen mittleren Wert, wie sie mittels LD bestimmt wurden, sind in Tabelle 4.5 gezeigt. Die Messdaten aller Proben wurden mithilfe von Gleichung (3.18) ausgewertet. Die bei der LD im Detektor nachgewiesenen Neutronen müssen alle die Bedingung der Braggstreuung erfüllen. Das mit einem Einzelzählrohrdetektor aufgenommene Messsignal enthält daher Informationen aller in diesen Raumwinkel gestreuten Braggreflexe. Die Fluktuationsbreite der Gitternetzebenenabstände um einen mittleren  $d$ -Wert kann für alle Braggreflexe einer kristallographischen Phase als identisch angenommen werden. Daher muss jede Phase, welche einen oder mehrere Braggreflexe zum Detektorsignal beiträgt, als ein Fluktuationszentrum berücksichtigt werden. Während für den Probenzustand A lediglich der  $\gamma(311)$ -Braggreflex der Matrixphase auf die Detektorfläche trifft, können das aufgrund der relativ schlechten  $2\theta$ -Auflösung des verwendeten Instrumenten-Setups für die mehrphasigen Probenmaterialien (Probenzustände B, C und E) eine Vielzahl an Reflexen sein. Beispielsweise tragen von der  $\delta$ -Phase der (420)-, der (014)-, der (313)-, der (330)-, der (232)- und der (412)-Reflex, von der  $\gamma'$ -Phase der (311)-Reflex sowie von der  $\gamma''$ -Phase der (312)-, der (215)- und der (303)-Reflex zusätzlich zum (311)-Matrixphasen-Braggreflex zum Messsignal bei. Während Gleichung (3.18) für  $n = 2$  noch gut an die experimentell ermittelten Daten angepasst werden kann, sind drei überlagerte Gaußkurven ( $n = 3$  für die Probenzustände C und E) aufgrund der Vielzahl an einstellbaren Parametern nicht mehr sinnvoll. Daher wurde für die Probenzustände C und E mit je drei unterschiedlichen Phasen und damit drei Fluktuationszentren (Tabelle 1.2) jeweils eine der drei Gaußfunktionen festgehalten. Die Parameter der  $\delta$ -Phase,

Tabelle 4.5: Die mittels LD ermittelten Verteilungen der  $d$ -Werte der Matrixphase ( $(\Delta d/d)_m$ ), der  $\delta$ -Phase ( $(\Delta d/d)_\delta$ ), der  $\gamma'$ -Phase ( $(\Delta d/d)_{\gamma'}$ ) und der  $\gamma''$ -Phase ( $(\Delta d/d)_{\gamma''}$ ) in den Probenzuständen A–C und E. Zusätzlich sind für jede Phase die ausgewerteten Gewichtungsfaktoren  $w$  gegeben. Werte, die mit Sternen markiert sind, wurden während dem Anpassen der Gaußfunktionen konstant gehalten.

	A	B	C	E
$w_m \left[ \frac{\%}{100} \right]$	—	0.72	0.40	0.59
$\left( \frac{\Delta d}{d} \right)_m$	$1.77 \cdot 10^{-3}$	$1.15 \cdot 10^{-3}$	$1.02 \cdot 10^{-3}$	$5.53 \cdot 10^{-3}$
$w_\delta \left[ \frac{\%}{100} \right]$	—	0.28	*0.28*	—
$\left( \frac{\Delta d}{d} \right)_\delta$	—	$6.19 \cdot 10^{-3}$	* $6.19 \cdot 10^{-3}$ *	—
$w_{\gamma'} \left[ \frac{\%}{100} \right]$	—	—	0.32	*0.32*
$\left( \frac{\Delta d}{d} \right)_{\gamma'}$	—	—	$2.49 \cdot 10^{-3}$	* $2.49 \cdot 10^{-3}$ *
$w_{\gamma''} \left[ \frac{\%}{100} \right]$	—	—	—	0.09
$\left( \frac{\Delta d}{d} \right)_{\gamma''}$	—	—	—	$1.08 \cdot 10^{-6}$

die aus einem Anpassen von Gleichung (3.18) mit  $n = 2$  an die Messdaten von Probenzustand B resultieren, wurden unverändert für die Auswertung der Messdaten des Probenzustandes C verwendet. Dadurch wurden die Parameter der  $\gamma'$ -Phase zugänglich, die wiederum als Grundlage für das Anpassen der Fitfunktion an die Messdaten des Probenzustandes E genutzt wurden (Tabelle 4.5).

Auf den ersten Blick überraschend ist, dass die Probenzustände B und C im Vergleich zum Ausgangszustand des Materials (Probenzustand A) eine deutlich schmalere  $\Delta d/d$ -Verteilung zeigen. Dies kann auf die Wärmebehandlung des Materials zurückgeführt werden. Dabei wird die Defektdichte innerhalb der Matrix durch thermisch aktivierte Diffusionsprozesse erheblich reduziert. Offensichtlich ist die Verteilung der Gitternetzebenenabstände und damit das Mikrospannungsfeld mehr durch die Defektdichte geprägt, als von Gitterfehlpassungen der beteiligten kristallographischen Phasen. Letzteres sollte bei den Probenzuständen B und C aufgrund von höheren Volumenanteilen (semi-) kohärenter Ausscheidungen ( $b$ - und  $c$ -Richtung der  $\delta$ -Phase sowie die  $\gamma'$ -Phase) deutlich höher sein als in Probenzustand A. Die gröbere Korngröße der Matrixphase in Probenzustand E (Tabelle 4.2) könnte eine Erklärung für den hohen  $\Delta d/d$ -Wert von  $5.53 \cdot 10^{-3}$  in diesem Probenzustand sein. Auch der hohe Volumenanteil der kohärenten  $\gamma''$ -Phase könnte eine mögliche Erklärung für den höheren  $\Delta d/d$ -Wert sein. Im Gegensatz zur  $\gamma'$ -Phase weist die  $\gamma''$ -Phase eine deutlich höhere Gitterfehlpassung auf (ca. 5%), was zu höheren Kohärenzspannungen an den Korngrenzen führt.

Die  $\Delta d/d$ -Verteilung der  $\delta$ -Phase in Probenzustand B zeigt realistische Werte ( $\sim 6 \cdot 10^{-3}$ ). Der hohe Gewichtungsfaktor von 28% resultiert vermutlich daher, dass mehrere Braggreflexe der  $\delta$ -Phase zum Messsignal beitragen. Während die  $\gamma'$ -Phase in Probenzustand C ebenfalls realistische  $\Delta d/d$ -Verteilungen zeigt, sind die Werte für die  $\gamma''$ -Phase in Probenzustand E kleiner ( $\sim 10^{-6}$ ) als die Genauigkeit des Instrumentensetups ( $\sim 10^{-5}$ ) erwarten lassen würde. Möglicherweise verursachen die kleinen Körner der  $\gamma''$ -Phase diese Werte. Ein Gewichtungsfaktor von  $w_{\gamma'} = 32\%$  ist für die  $\gamma'$ -Phase etwas zu hoch. Der Volumenanteil dieser Ausscheidung innerhalb der Matrixphase wird auf ca. 10–20 Vol% geschätzt (Kapitel 4.2.1), und es werden ähnliche Formfaktoren für die zur Streuung beitragenden Braggreflexe von Matrixphase und Ausscheidung ( $\gamma(311)$  und  $\gamma'(311)$ ) erwartet. Eine Betrachtung des erwarteten Formfaktors der streuenden  $\gamma''$ -Gitternetzebenen lässt den Gewichtungsfaktor von 9% für die  $\gamma''$ -Phase realistisch erscheinen (ca. 9 Vol% aus der Pulverdatenanalyse, Tabelle 4.3).

Aufgrund der komplexen und bisher nicht optimierten Mess- und Auswertemethode für mehrphasige Probensysteme ist es schwierig, eine definitive Aussage über das Mikrospannungsfeld innerhalb der verschiedenen Probenzustände A–C und E zu machen. Die Probenzustände B und C haben, vermutlich aufgrund reduzierter Defektdichten, ein kleineres Mikrospannungsfeld als das Ausgangsmaterial. In Probenzustand E scheint das Mikrospannungsfeld durch Verspannungen an den kohärenten Phasengrenzen höher zu sein als in der Matrix-Phase des Ausgangsmaterials.



# 5 Ausscheidungsabhängige Mikroeigendehnungsausbildung

## 5.1 Auswertung und Interpretation

Mikroeigendehnungen entwickeln sich unter Last durch die gegenseitige Verspannung benachbarter, unterschiedlich orientierter Körner der gleichen Phase (intergranulare Mikroeigendehnungen) oder verschiedener Phasen (Interphasen-Mikroeigendehnungen). Die Änderung der Gitternetzebenenabstände unter mechanischer Last kann während Standardzugversuchen mittels Diffraktion verfolgt werden. Im Folgenden werden einige allgemeine Anmerkungen zur Auswertung und zur Interpretation der Messdaten besprochen [4, 5, 59, 60, 61].

**Spannungs – Gitterdehnungsdiagramme** Anhand von Spannungs-Gitterdehnungsdiagrammen der gemessenen Gitternetzebenen sind Informationen über die elastischen (und zum Teil auch über die plastischen) Eigenschaften des Materials direkt zugänglich. Ein Beispiel für solche Diagramme ist in Abbildung 5.1a zu sehen. Die aufgetragene Spannung  $\sigma$  ist die nach Gleichung (3.7) berechnete Nennspannung. Die Gitterdehnung  $\varepsilon_{\{hkl\}}$  wird mittels Gleichung (3.3) bestimmt. Als Referenzwert wird der Auswertung der  $2\theta$ -Wert für eine Spannung von 0 MPa zugrunde gelegt. Für die weitere Diskussion sei daraufhin gewiesen, dass in Diffraktionsexperimenten immer nur statistische Mittelungen über einige Körner der Probe gemessen werden. Es werden nur Körner berücksichtigt, in denen die Ebenennormale der gemessenen Gitternetzebenen parallel zur Messrichtung des Diffraktionsexperimentes liegt. Das heißt, das Ergebnis ist abhängig von der Lage der Messrichtung zur Probe und zur Kraftangriffsrichtung (vgl. Abbildung 3.9). Anschaulich kann das z. B. bei einem Vergleich der Ergebnisse von Standardzugversuchen in den Abbildungen 5.2a und 5.2b gesehen werden. Die gemessenen Gitternetzebenen zeigen stark unterschiedliches Verhalten je nachdem, ob die Messrichtung parallel oder senkrecht zur Kraftangriffsrichtung liegt. Der richtungsabhängige Elastizitätsmodul  $E_{\{hkl\}} = \sigma/\varepsilon_{\{hkl\}}$  kann direkt aus der Steigung des linear-elastischen Verhaltens einer Gitternetzebene, gemessen für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung, berechnet werden (vgl. Kapitel 3.3). Elastisch steife Richtungen setzen der Dehnungserhöhung bei steigender Spannung einen höheren Widerstand entgegen als elastisch weiche Richtungen und haben daher einen höheren Elastizitätsmodul (Einheit: N/mm<sup>2</sup>). Wird die kritische Schubspannung für eine Kornorientierung erreicht, werden dort Gleitsysteme aktiviert, und die Körner, welche diese Orientierung aufweisen, beginnen sich plastisch zu deformieren. Körner, welche mit elastisch steifen Ebenen senkrecht zur Kraftangriffsrichtung orientiert sind, müssen dabei nicht zuerst fließen. Die Reihenfolge wird vielmehr von der Kombination

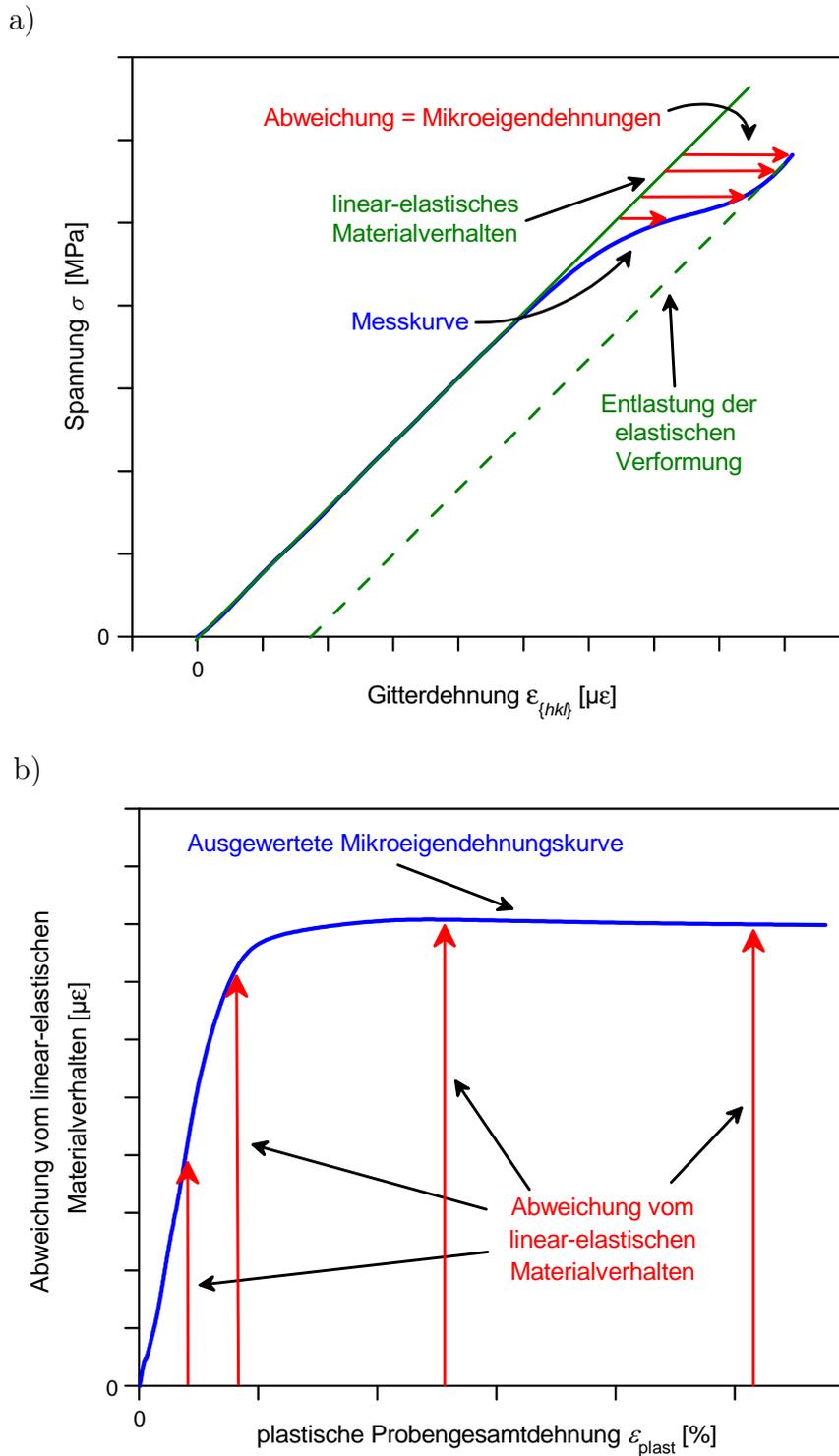


Abbildung 5.1: a) Schematische Darstellung der Abweichung (rote Pfeile) des Materialverhaltens (blaue Linie) von der linear-elastischen Linie (grün). Bei einer vollständigen Entlastung werden nur die elastischen Dehnungen zurückgestellt (grün gestrichelte Linie). b) Schematische Darstellung des Zustandekommens eines Graphen, der die Abweichung des linear-elastischen Materialverhaltens in Abhängigkeit zur plastischen Probengesamtdehnung darstellt. Die roten Pfeile entsprechen betragsmäßig den in Skizze a) bestimmten Abweichungen. Diese können bei Vernachlässigung von Verfestigungseffekten als Mikroeigendehnungen bezeichnet werden.

elastischer und plastischer Anisotropie aller kristallographischer Richtungen bestimmt (vorausgesetzt Textureffekte können vernachlässigt werden) [4, 5]. Wird die angelegte Spannung weiter erhöht weichen einzelne Gitternetzebenenscharen vom linear-elastischen Materialverhalten ab. Der Grund hierfür ist, dass die Last von plastisch deformierten Körnern auf Körner mit noch elastischem Materialverhalten umverteilt wird. Für Ebenen mit noch hauptsächlich elastischem Verhalten nehmen die elastischen Gitterdehnungen  $\varepsilon_{\{hkl\}}$  mit steigender Last schnell zu. Dies hat ein Abflachen der Spannungs-Gitterdehnungskurve zur Folge. Die elastischen Dehnungen von bereits plastisch deformierten Gitternetzebenen ändern sich dagegen kaum noch. Wenn die Spannung weiter steigt und nahezu alle Körner (in Messrichtung orientiert) plastisch deformiert sind, wird das mechanische Verhalten der verschiedenen Gitternetzebenenscharen wieder ähnlich dem Linear-elastischen, wie es vor der plastischen Deformation beobachtet wurde. Auch nach dem Entlasten einer plastisch deformierten Probe führt die Lastumverteilung zu bleibenden Verspannungen zwischen plastisch deformierten Körnern und Körnern mit elastischem Verhalten. Grund hierfür ist, dass Letztere in ihrem elastischen Rückstellprozess behindert werden. Nur linear-elastische Deformationen können bei einer Entlastung zurückgestellt werden, nicht jedoch plastische Deformationen. Es bleiben Mikroeigendehnungen im Material zurück (Abbildung 5.1a). Analoge Betrachtungen gelten auch für die Messrichtung senkrecht zur Kraftangriffsrichtung. Allerdings wird für diese Messrichtung die richtungsabhängige Querkontraktionszahl  $\nu_{\{hkl\}}$  nicht durch die Steigung des linear-elastischen Verhaltens der Gitternetzebenen beschrieben. Vielmehr spiegeln sich in der Querkontraktionszahl  $\nu_{\{hkl\}}$  die gesamten elastischen Eigenschaften des Materials wieder, da auch die Änderung der Dehnung für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung in diese Werte miteinfließt ( $\nu_{\{hkl\}} = -\varepsilon_{\{hkl\}\perp} / \varepsilon_{\{hkl\}\parallel}$ ).

**Mikroeigendehnungs – plastische Probengesamtdehnungsdiagramme** Die Höhe der gebildeten Mikroeigendehnungen entspricht der Abweichung des Gitterdehnungsverlaufes vom linear-elastischen Materialverhalten, da der Entlastungspfad im Allgemeinen parallel zum Belastungspfad verläuft (Abbildung 5.1a). Dies ist nicht der Fall, wenn starke Verfestigungseffekte in den Proben beobachtet werden. In diesem Fall kommt es zu einer Abweichung vom linearen Entlastungspfad für kleine Restspannungen von einigen 100 MPa. Dies ist für einige Reflexe der hier vermessenen Proben beobachtbar, z. B. für den  $\gamma(220)$ -Reflex in Probenzustand C (Abbildung 5.4b). Die Abweichung vom linear-elastischen Materialverhalten kann daher nicht vollständig mit den ausgebildeten Mikroeigendehnungen gleichgesetzt werden. Im Folgenden wird dieser Unterschied, der nur wenige Gitternetzebenenscharen betrifft, der Übersichtlichkeit wegen vernachlässigt. Die Abweichungen vom linear-elastischen Materialverhalten werden daher im Folgenden auch Mikroeigendehnungen genannt.

Die Entwicklung der Mikroeigendehnungen kann in Diagrammen beobachtet werden, welche die Entwicklung der Abweichung vom linear-elastischen Materialverhalten in Abhängigkeit von der plastischen, makroskopischen Probengesamtdehnung zeigen (Abbildung 5.1b). Eine starke Ausbildung von Mikroeigendehnungen äußert sich in einem steilen Anstieg oder Abfall der Kurve bei niedrigen plastischen Probengesamtdehnungen. Ist die Großzahl der streuenden Körner plastisch

verformt, bleiben die Mikroeigendehnungen mit steigender plastischer Probengesamtdehnungen konstant (siehe z. B. (200)-Reflex von Probenzustand D in Abbildung 5.12a). Verfestigungseffekte oder Texturausbildung können allerdings zu einer weiteren Erhöhung der Mikroeigendehnungen führen (siehe z. B. (200)-Ebenenreflex von Probenzustand C in Abbildung 5.11a) [4, 5, 59].

Die durch elastische und plastische Anisotropien innerhalb einer kristallographischen Phase entstandenen Mikroeigendehnungen werden intergranulare Mikroeigendehnungen genannt. Sind mehrere kristallographische Phasen beteiligt, spricht man von Interphasen-Mikroeigendehnungen. Hierbei spielen neben den elastischen und plastischen Eigenschaften der einzelnen Phasen auch Gitterfehlpassungen der Phasen zueinander eine Rolle. In mehrphasigen Materialien sind die entstehenden Mikroeigendehnungen immer eine Kombination aus intergranularen und Interphasen-Mikroeigendehnungen. Intergranulare und Interphasen-Mikroeigendehnungen sind im Allgemeinen nicht voneinander trennbar, auch dann nicht wenn nur Braggreflexe einer Phase gemessen werden.

Die im Folgenden diskutierten Ergebnisse basieren auf Neutronen-Diffraktionsexperimenten während Standardzugversuchen. Die Matrixphase für die Messrichtung senkrecht zur Kraftangriffsrichtung wurden am STRESS-SPEC-Diffraktometer, FRM II gemessen (experimentelle Details siehe Tabelle 3.3). Die Diffraktionsexperimente an der Matrixphase für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung wurden am E3-Diffraktometer, BENSC (Tabelle 3.4), und die Diffraktionsexperimente an Braggreflexen der Ausscheidungen am PANDA-Spektrometer, FRM II durchgeführt (Tabelle 3.4). Die Probenzustände A und B wurden zusätzlich mit Synchrotronstrahlung in in-situ Standardzugversuchen gemessen (Tabelle 3.5). Die Entscheidung, die Synchrotronstrahlungsdaten in die folgende Diskussion nicht weiter einfließen zu lassen, wird in Kapitel 5.5 näher begründet.

## 5.2 Elastisches Materialverhalten

Die richtungsabhängigen diffraktionselastischen Konstanten  $E_{\{hkl\}}$  und  $\nu_{\{hkl\}}$  eines Polykristalls können aus den diffraktionselastischen Konstanten des Einkristalls berechnet werden. Im Wesentlichen werden dafür drei verschiedene Modelle verwendet. Das Reuss-Modell [62] geht dabei von konstanten Spannungen in der Probe aus, während das Voigt-Modell [63] konstante Dehnungen annimmt (was dazu führt, dass die diffraktionselastischen Konstanten nicht richtungsabhängig sind!). Beide Modelle beschreiben Grenzzustände, und reale Materialsysteme werden am besten durch eine Kombination beider Fälle beschrieben (Hill-Modell) [64]. In diesen Modellen wird allerdings die Wechselwirkung benachbarter Körner vernachlässigt. Das Kröner-Modell dagegen bezieht die Korn-Korn-Wechselwirkung mit ein. Es betrachtet den Kristalliten auf Basis eines von Eshelby formulierten Zuganges [65] als einen ellipsoidförmigen Einschluss in einem isotropen Kontinuum (Matrix). Der Einschluss beschreibt die Anisotropien des Kristallgitters, während die isotrope Matrix ein über alle Kristallrichtungen gemitteltes mechanisches Verhalten aufweist. Die Rechnung für kubische Kristallsysteme wurde erstmals von Kröner in [66] veröffentlicht. Das Kröner-Modell beschreibt die meisten Materialsysteme hinreichend gut [7, 59]. Daher werden die

Tabelle 5.1: Diffraktionselastische Konstanten  $E_{\{hkl\}}$  und  $\nu_{\{hkl\}}$  für verschiedene kristallographische Ebenen  $\gamma\{hkl\}$ , gemessen während Standardzugversuchen mittels Neutronendiffraktion. Zum Vergleich sind die mithilfe des Kröner-Modells berechneten Werte für eine reine Nickelmatrix angegeben.

$E$ [GPa]	A	B	C	D	E	Kröner
$\gamma\{\mathbf{200}\}$	$174 \pm 6$	$183 \pm 9$	$187 \pm 3$	$158 \pm 1$	$170 \pm 6$	178
$\gamma\{\mathbf{220}\}$	$231 \pm 5$	$219 \pm 7$	$228 \pm 5$	$212 \pm 2$	$203 \pm 6$	232
$\gamma\{\mathbf{311}\}$	$199 \pm 3$	$203 \pm 4$	$207 \pm 3$	$192 \pm 1$	$191 \pm 9$	208
$\gamma\{\mathbf{222}\}$	$256 \pm 7$	$254 \pm 14$	$275 \pm 8$	$248 \pm 3$	$283 \pm 14$	258
$\nu$ [-]	A	B	C	D	E	Kröner
$\gamma\{\mathbf{220}\}$	$0.35 \pm 1$	$0.29 \pm 2$	$0.31 \pm 1$	$0.30 \pm 8$	$0.22 \pm 1$	0.29
$\gamma\{\mathbf{311}\}$	$0.33 \pm 1$	$0.36 \pm 1$	$0.34 \pm 1$	$0.31 \pm 0$	$0.36 \pm 2$	0.31
$\gamma\{\mathbf{222}\}$	$0.28 \pm 1$	$0.30 \pm 2$	$0.29 \pm 1$	$0.28 \pm 1$	$0.32 \pm 2$	0.27

experimentell erhaltenen richtungsabhängigen diffraktionselastischen Konstanten im Folgenden mit Werten verglichen, die auf Basis des Kröner-Modells vorhergesagt wurden.

Die Spannungs-Gitterdehnungsdiagramme für alle 5 Probenzustände sind in den Abbildungen 5.2–5.6 gezeigt. Dem Gitternetzebenenverhalten für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung ist jeweils das Verhalten senkrecht zur Krafrichtung gegenübergestellt. Die erhaltenen richtungsabhängigen  $E_{\{hkl\}}$ -Modulwerte und Querkontraktionszahlen sind in Tabelle 5.1 gegeben. Vergleichend sind auch die Vorhersagen des Kröner-Modells basierend auf Nickeleinkristalldaten ( $C_{11} = 247$  GPa,  $C_{12} = 153$  GPa und  $C_{44} = 122$  GPa) gegenübergestellt<sup>1</sup>.

In Tabelle 5.2 sind die relativen Abweichungen der  $E_{\{hkl\}}$ - und  $\nu_{\{hkl\}}$ -Werte von den vorhergesagten Werten des Kröner-Modells gegeben. Ein Grund für die höheren relativen Abweichungen der  $\nu_{\{hkl\}}$ -Werte (im Vergleich zu den Werten für  $E_{\{hkl\}}$ ) ist, dass in die Werte der Querkontraktionszahl die statistischen Unsicherheiten beider Messrichtungen eingehen. Der richtungsabhängige  $E_{\{hkl\}}$ -Modul ist dagegen nur von den statistischen Unsicherheiten der Messungen parallel zur Kraftangriffsrichtung beeinflusst. Dies wird vor allem in den Werten des Probenzustandes E deutlich. Dieser Probenzustand weist im Gegensatz zu den anderen Probenzuständen relativ niedrige Streuintensitäten auf, die zu höheren statistischen Unsicherheiten in den Messungen führen. Verantwortlich hierfür sind die großen Matrixphasenkörner, die eine schlechte (wenn auch ausreichende) Kornstatistik während der Messungen zur Folge haben. Daher zeigt dieser Probenzustand eine hohe relative Abweichung zum Kröner-Modell. Das elastische Materialverhalten wird daher im Folgenden anhand der  $E_{\{hkl\}}$ -Modulwerte diskutiert.

In Abbildung 5.7 ist der Vergleich der richtungsabhängigen  $E$ -Modulwerte der verschiedenen Probenzustände mit den auf Basis des Kröner-Modells vorhergesagten  $E$ -Modulwerten graphisch dargestellt. Die Reihenfolge der Steifigkeiten der kristallographischen Richtungen innerhalb eines Probenzustandes wird durch die unterschiedlichen Wärmebehandlungen nicht beeinflusst.

<sup>1</sup>Die Werte wurden mithilfe des Programms XEC [67] berechnet.

5 Ausscheidungsabhängige Mikroeigendehnungsbildung

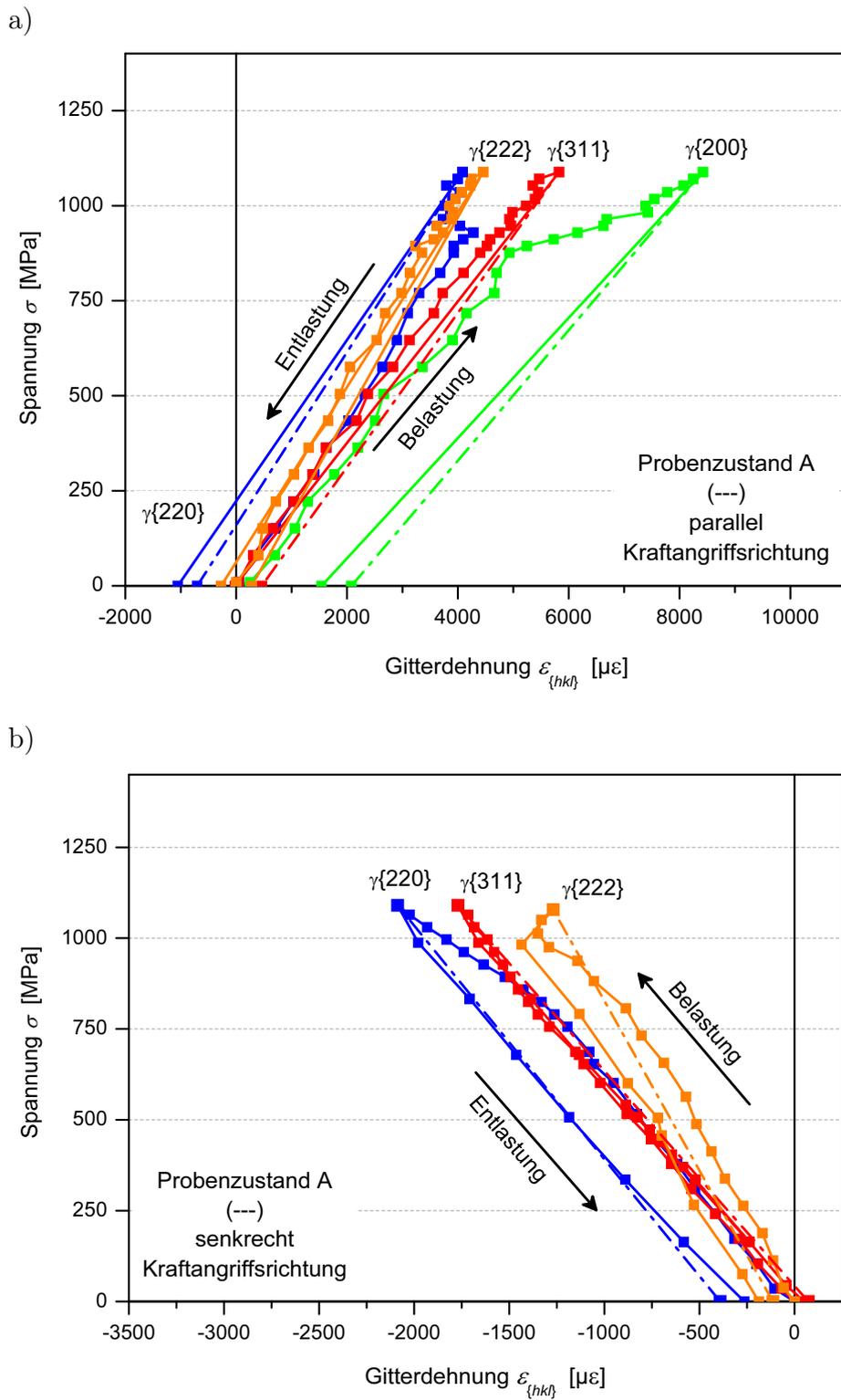
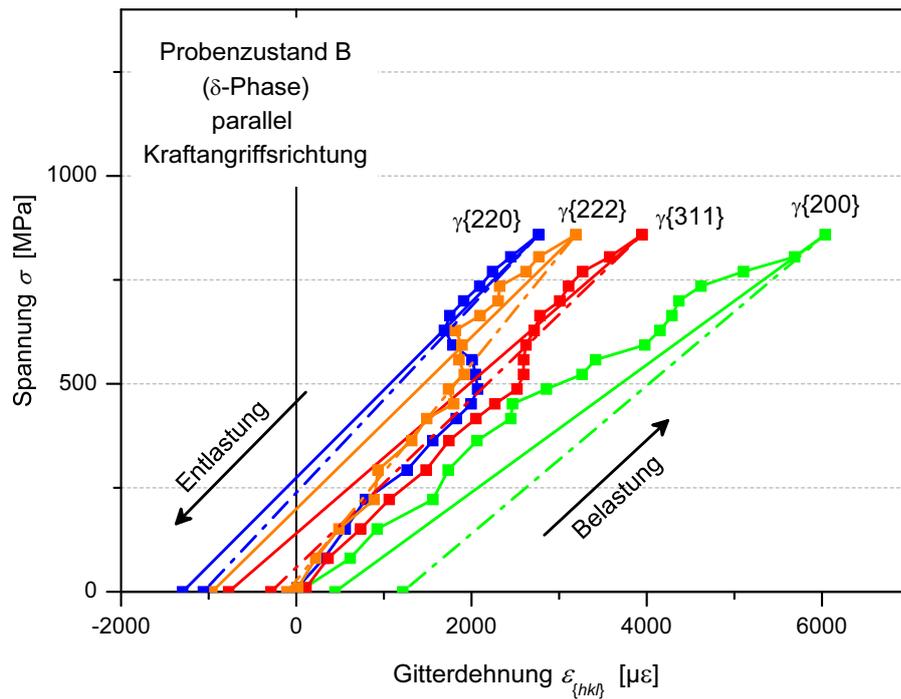


Abbildung 5.2: Spannungs-Gitterdehnungsdiagramm des Probenzustandes A, gemessen mit der Messrichtung a) parallel und b) senkrecht zur Zugangriffsrichtung. Der Berechnung der Gitterdehnung wurde der  $2\theta$ -Wert für eine Spannung von 0 MPa als Referenzwert zugrunde gelegt.

a)



b)

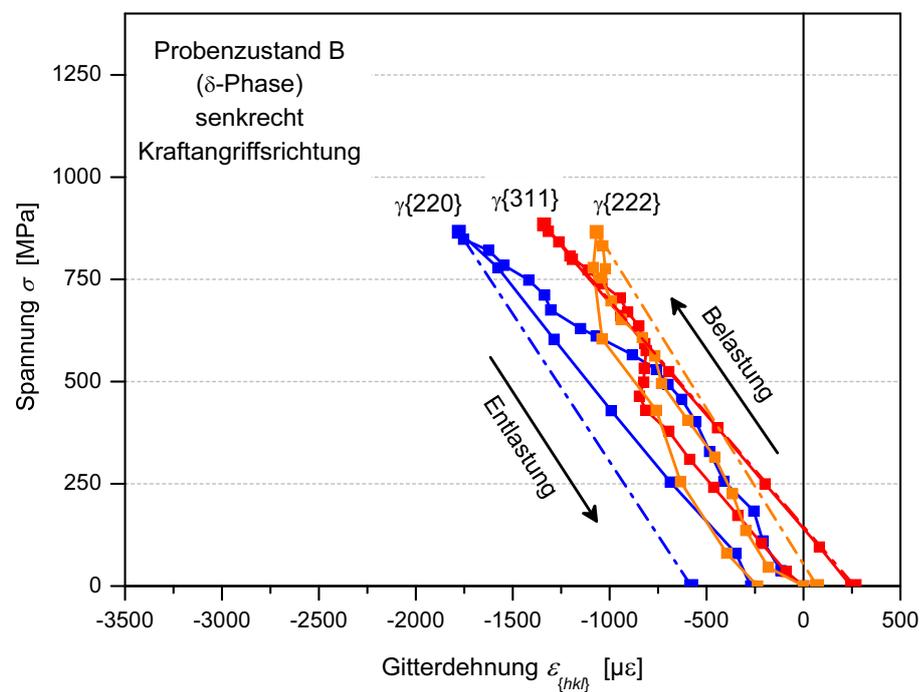
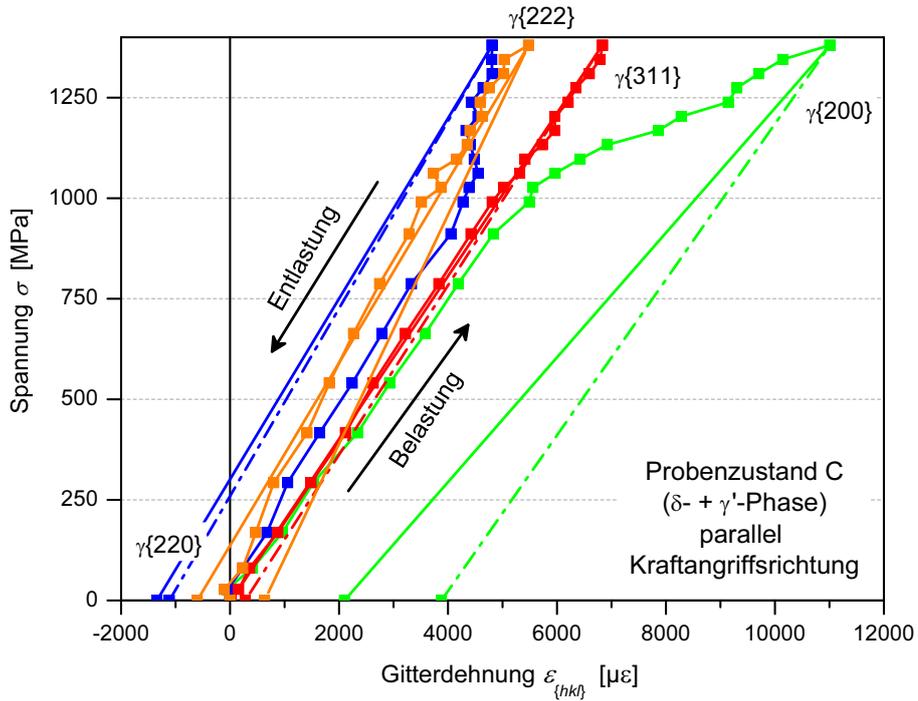


Abbildung 5.3: Spannungs-Gitterdehnungsdiagramm des Probenzustandes B, gemessen mit der Messrichtung a) parallel und b) senkrecht zur Zugangriffsrichtung. Der Berechnung der Gitterdehnung wurde der  $2\theta$ -Wert für eine Spannung von 0 MPa als Referenzwert zugrunde gelegt.

5 Ausscheidungsabhängige Mikroeigendehnungsbildung

a)



b)

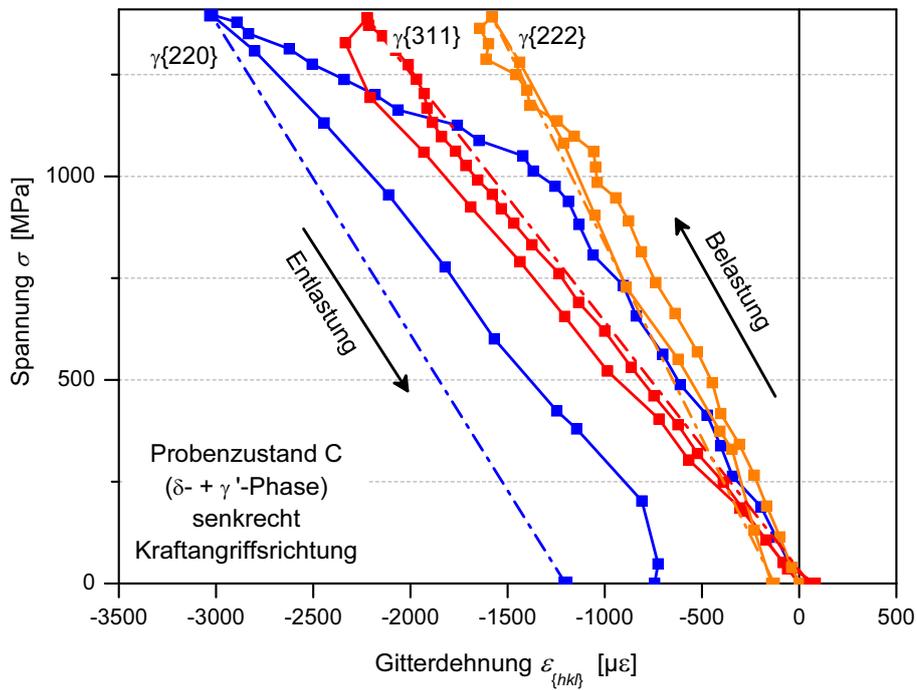


Abbildung 5.4: Spannungs-Gitterdehnungsdiagramm des Probenzustandes C, gemessen mit der Messrichtung a) parallel und b) senkrecht zur Zugangriffsrichtung. Der Berechnung der Gitterdehnung wurde der  $2\theta$ -Wert für eine Spannung von 0 MPa als Referenzwert zugrunde gelegt.

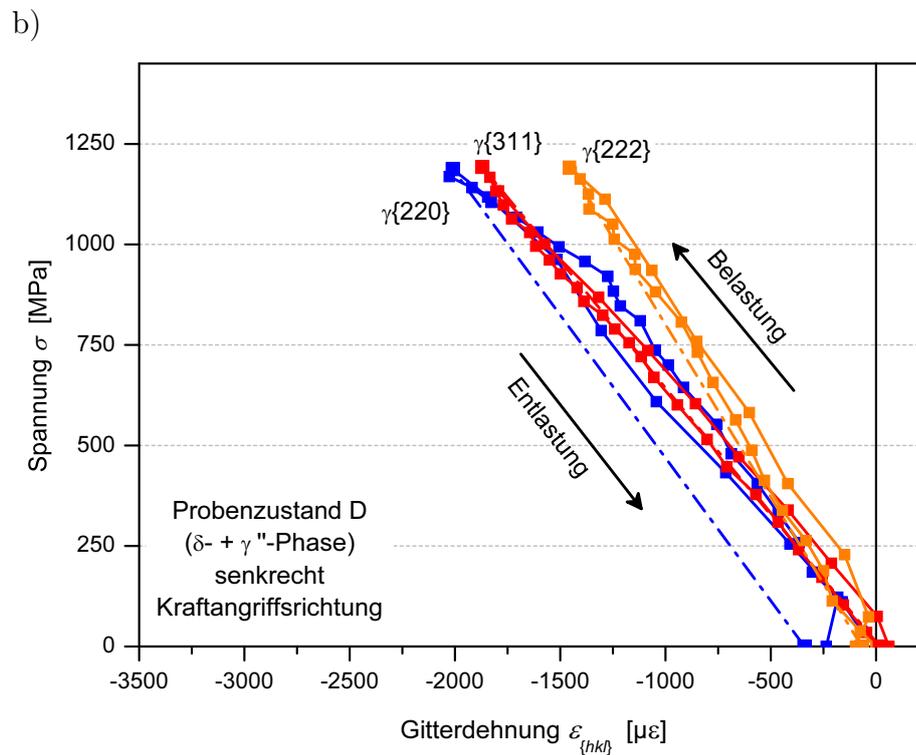
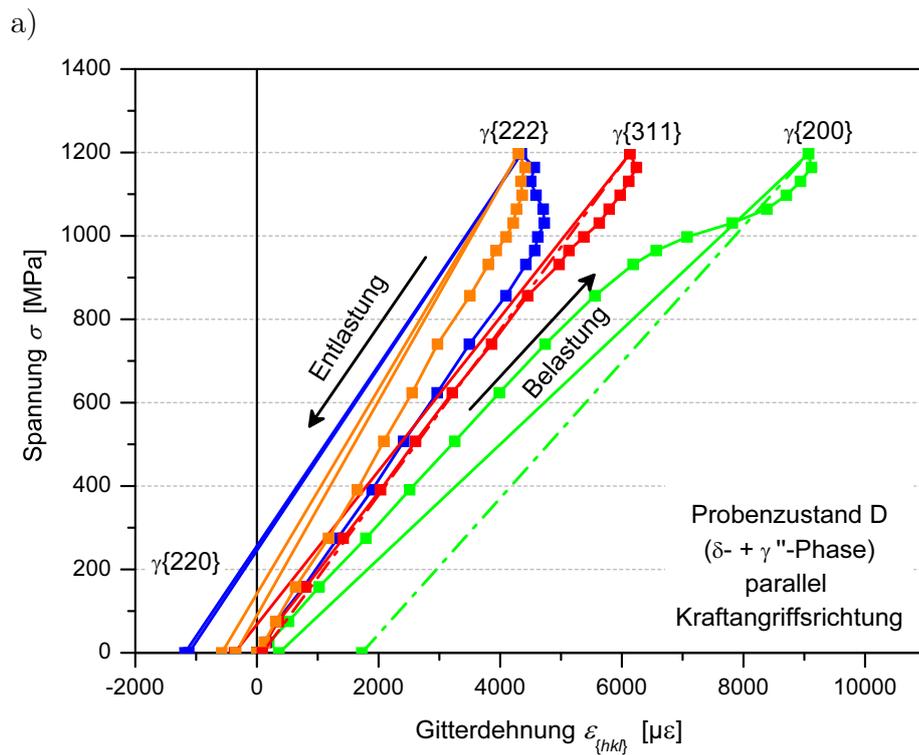


Abbildung 5.5: Spannungs-Gitterdehnungsdiagramm des Probenzustandes D, gemessen mit der Messrichtung a) parallel und b) senkrecht zur Zugangriffsrichtung. Der Berechnung der Gitterdehnung wurde der  $2\theta$ -Wert für eine Spannung von 0 MPa als Referenzwert zugrunde gelegt.

5 Ausscheidungsabhängige Mikroeigendehnungsbildung

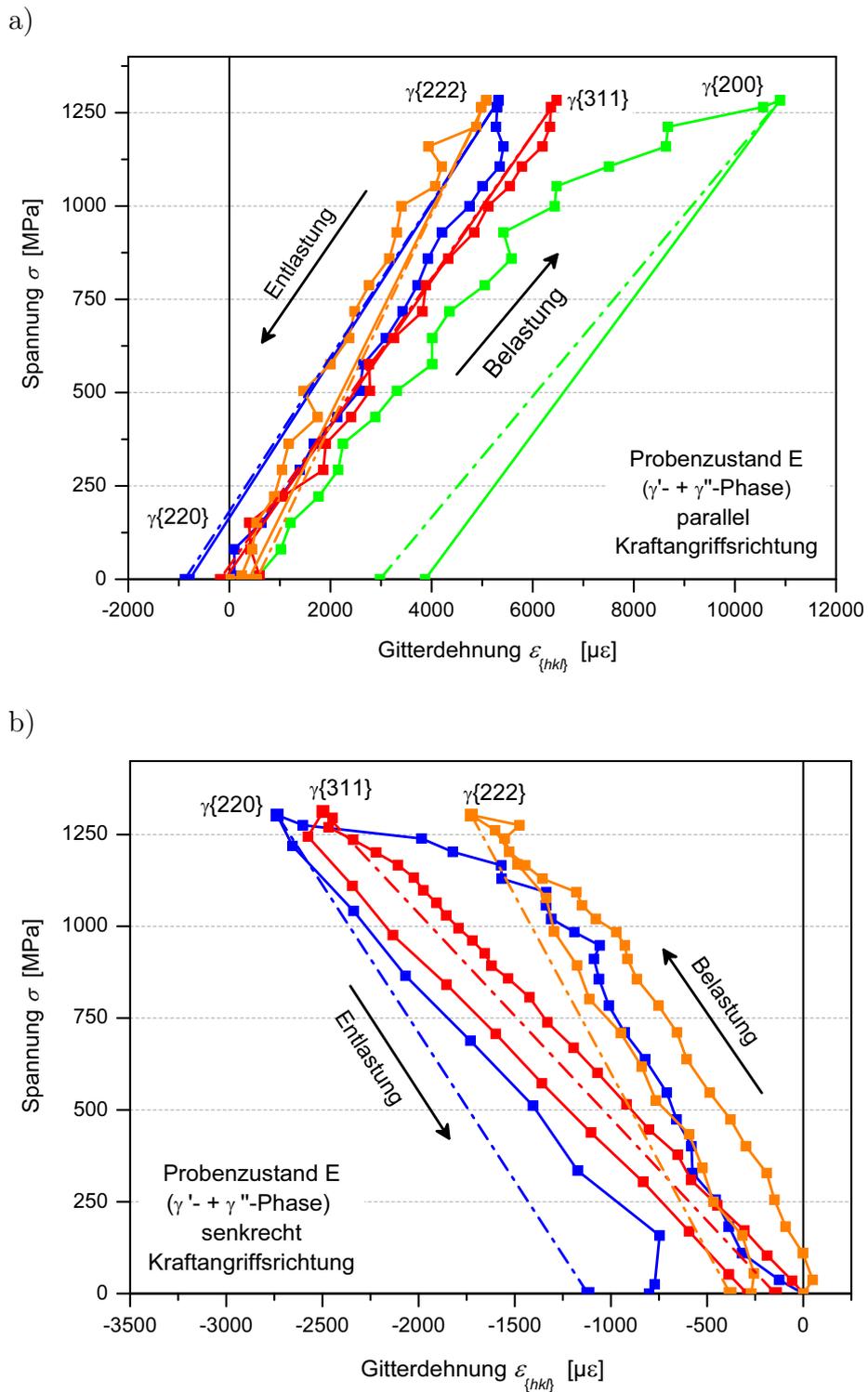


Abbildung 5.6: Spannungs-Gitterdehnungsdiagramm des Probenzustandes E, gemessen mit der Messrichtung a) parallel und b) senkrecht zur Zugangriffsrichtung. Der Berechnung der Gitterdehnung wurde der  $2\theta$ -Wert für eine Spannung von 0 MPa als Referenzwert zugrunde gelegt.

Tabelle 5.2: Abweichungen der diffraktionelastischen Konstanten  $E_{\{hkl\}}$  und  $\nu_{\{hkl\}}$  für verschiedene kristallographische Ebenen  $\gamma\{hkl\}$  der Matrixphase für die Messrichtungen parallel und senkrecht zur Kraftangriffsrichtung. Gemessen wurde mittels Neutronendiffraktion während in-situ Standardzugversuchen. Die prozentualen Abweichungen zwischen den Werten für die unterschiedlich wärmebehandelten Probenzustände relativ zum Ausgangszustand ( $\Delta E_{\text{Mess}}$  und  $\Delta \nu_{\text{Mess}}$ ) sowie zwischen den experimentellen und den mithilfe des Kröner-Modells berechneten Werten ( $\Delta E_{\text{Kröner}}$  und  $\Delta \nu_{\text{Kröner}}$ ) sind gegeben.

	$\Delta E_{\text{Mess}}$ [%]				$\Delta E_{\text{Kröner}}$ [%]				
	B	C	D	E	A	B	C	D	E
$\gamma\{200\}$	5.2	7.5	-9.2	-2.3	-2.2	2.8	5.1	-11.2	-4.5
$\gamma\{220\}$	-5.2	-1.3	-8.2	-12.1	-0.4	-5.6	-1.7	-8.6	-12.5
$\gamma\{311\}$	2.0	4.0	-3.5	-4.0	-4.3	-2.4	-0.5	-7.7	-8.2
$\gamma\{222\}$	-0.8	7.4	-3.1	10.5	-0.8	-1.6	6.6	-3.9	9.7

	$\Delta \nu_{\text{Mess}}$ [%]				$\Delta \nu_{\text{Kröner}}$ [%]				
	B	C	D	E	A	B	C	D	E
$\gamma\{220\}$	-16.51	-12.59	-15.02	-36.88	20.49	0.59	5.32	2.39	-23.95
$\gamma\{311\}$	8.24	2.20	-8.04	9.26	7.52	16.38	9.88	-1.12	17.47
$\gamma\{222\}$	7.37	5.35	-0.88	15.69	3.64	11.28	9.19	2.73	19.89

Die Reihenfolge der Gitternetzebenen, sortiert nach aufsteigender Steifigkeit, ist für alle Probenzustände:  $\gamma\{200\}$ ,  $\gamma\{311\}$ ,  $\gamma\{220\}$ ,  $\gamma\{222\}$ . Eine sehr gute Übereinstimmung zwischen den experimentell ermittelten Werten und den Werten des Kröner-Modells wird für den Ausgangszustand (Probenzustand A) sowie für den Probenzustand B beobachtet. Dies lässt folgern, dass die  $\delta$ -Phase die elastische Anisotropie der Matrix nicht beeinflusst. Vielmehr deuten die Beobachtungen des mechanischen Verhaltens von Braggreflexen der  $\delta$ -Phase daraufhin, dass die Matrixphase das elastische Verhalten der kleinvolumenanteiligen  $\delta$ -Phase beeinflusst (Abbildung 5.8). In Tabelle 5.3 sind die richtungsabhängigen  $E_{\{hkl\}}$  für einige  $\delta$ -Phasengitternetzebenen der Probenzustände B und C gegeben. Die  $E$ -Modulwerte der  $\delta\{020\}$  Gitternetzebenen der Probenzustände B und C zeigen sehr ähnliche Werte (217 bzw. 219 GPa). Das Verhalten unter mechanischer Last aller gemessenen  $\delta$ -Phasen-Gitternetzebenen ist in guter Übereinstimmung mit dem makroskopischen  $E$ -Modul der Legierung ( $E_{\text{makro}} = 196 \pm 7$  GPa). Aufgrund der kleinen Volumenanteile der  $\delta$ -Phase innerhalb der Matrix ( $< 7$  Vol.%) ist es möglich, dass die  $\delta$ -Phase aus Kompatibilitätsgründen von der sie umgebenden  $\gamma$ -Phase zur Imitation des makroskopischen Materialverhaltens gezwungen wird. Diese Vermutung wird durch die stark ungleiche Lastverteilung in die Körner der  $\delta$ -Phase bei einsetzender plastischer Verformung gestützt. Erst dann werden die Unterschiede im mechanischen Verhalten der verschiedenen Phasen deutlich.

Die richtungsabhängigen  $E$ -Modulwerte der Matrixphase zeigen auch für den Probenzustand C eine gute Übereinstimmung mit den für die verschiedenen Gitternetzebenen mittels des Kröner-Modells vorhergesagten Werten. Neben der  $\delta$ -Phase enthält dieser Probenzustand auch die  $\gamma'$ -Phase. Die  $\gamma'$ -Phase besitzt wie die  $\gamma$ -Matrixphase eine kfz Gitterstruktur, die überwiegend

Nickel enthält (Ni<sub>3</sub>(Ti,Al)). Auch die Gitterparameter der  $\gamma$ - und der  $\gamma'$ -Phase sind sehr ähnlich (Tabelle 4.3). Daher werden von der  $\gamma'$ -Phase keine Änderungen der elastischen Anisotropie der Matrixphase erwartet.

Den größten Einfluss auf die elastische Anisotropie der Matrixphase hat die  $\gamma''$ -Phase, wie ein Vergleich der  $E_{\{hkl\}}$ -Modulwerte der  $\gamma''$ -Phase enthaltenden Probenzustände E und D mit den aus dem Kröner-Modell stammenden Werten zeigt. Im Allgemeinen sind alle kristallographischen Richtungen in diesen Probenzuständen weicher, als vom Kröner-Modell vorhergesagt. Die Änderungen in den diffraktionselastischen Konstanten  $E_{\{hkl\}}$  und  $\nu_{\{hkl\}}$  aller Probenzustände betragen allerdings für keinen Probenzustand viel mehr als 10% relativ zum Ausgangszustand (Tabelle 5.2). Daher wird das elastische Verhalten der verschiedenen Probenzustände in der folgenden Diskussion als identisch betrachtet.

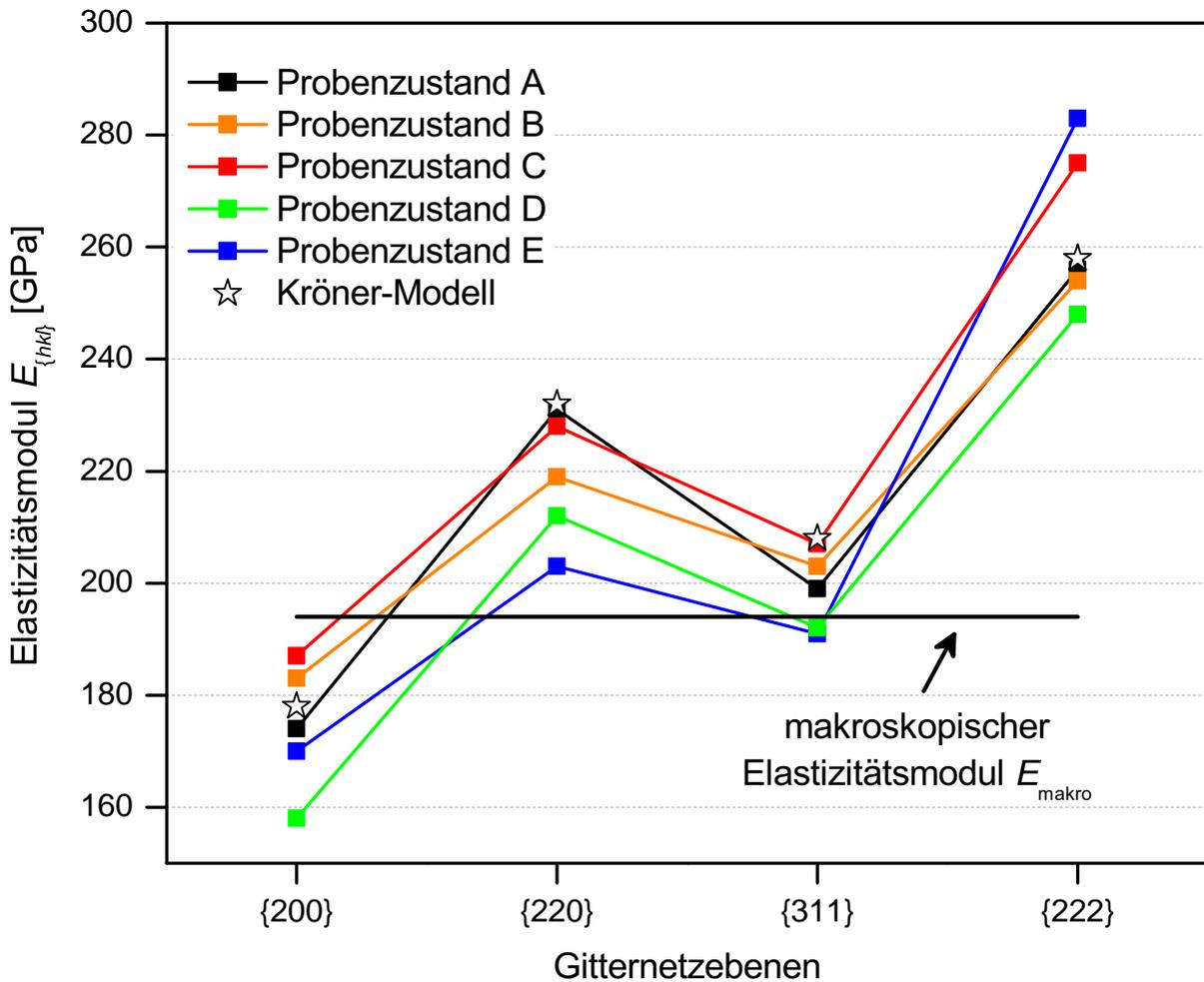


Abbildung 5.7: Richtungsabhängige  $E_{\{hkl\}}$ -Modulwerte aller Probenzustände (A - E) für die gemessenen Gitternetzebenen. Vergleichend sind die aus dem Neutronendiffraktionsexperiment erhaltenen Werte mit Werten des Kröner-Modells für reines Nickel gezeigt. Ebenfalls eingezeichnet ist der makroskopische Gesamt- $E$ -Modul der Legierung eingezeichnet (schwarze horizontale Linie).

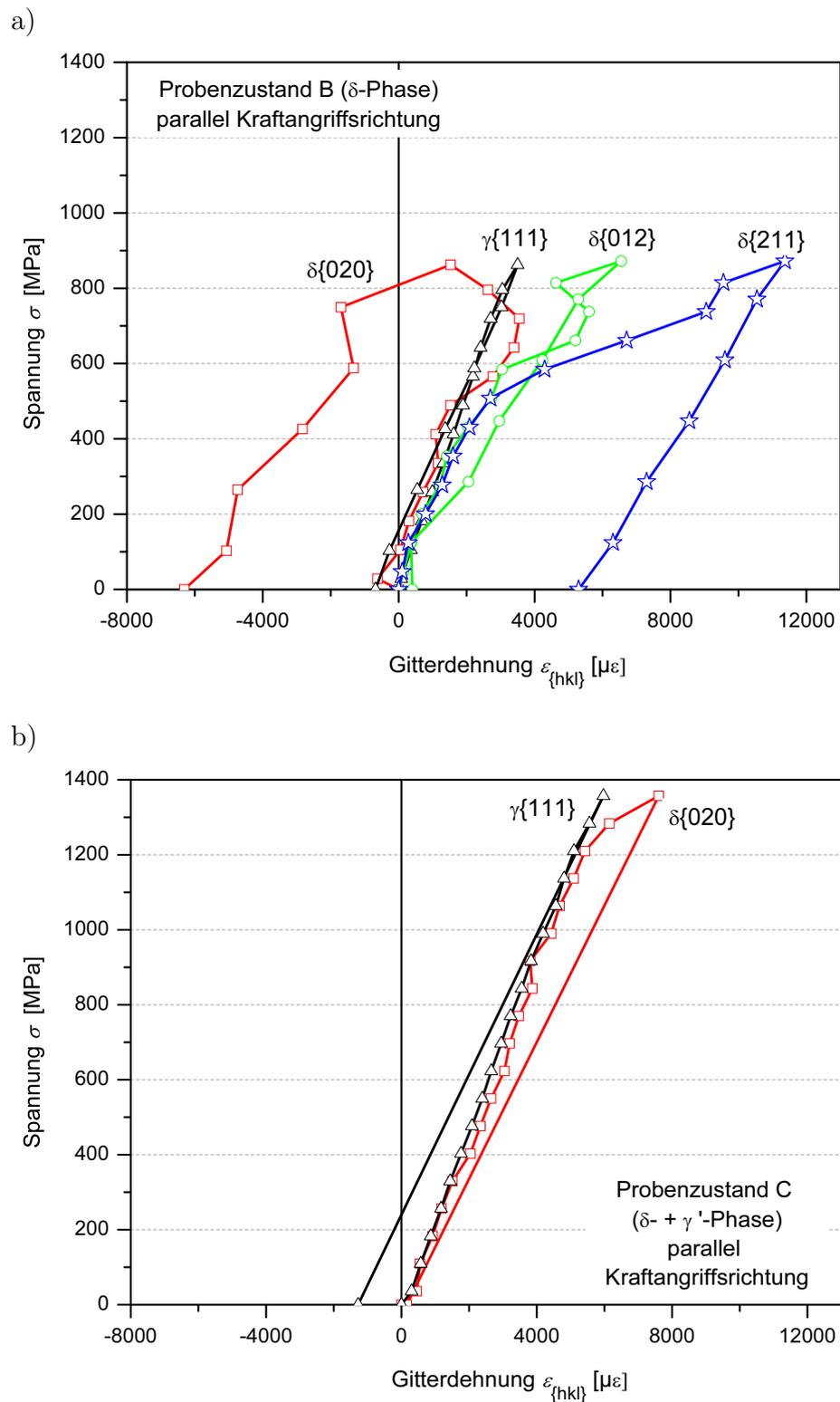


Abbildung 5.8: Spannungs-Gitterdehnungsdiagramme verschiedener  $\delta$ -Phasen-Gitternetzebenen in den Probenzuständen a) B und b) C. Zusätzlich ist auch jeweils das Spannungs-Gitterdehnungsverhalten des  $\{111\}$  Braggreflexes der  $\gamma$ -Matrixphase eingezeichnet.

Tabelle 5.3: Richtungsabhängige diffraktionselastische Konstanten  $E_{\{hkl\}}$  für die von den Ausscheidungsphasen hervorgerufenen beobachteten Braggreflexen. Der makroskopische  $E$ -Modul der Legierung ist  $E_{\text{IN 718}} = 196 \pm 7$  GPa.

Probe	Gitternetzebene	$E_{\{hkl\}}$ [GPa]
B	$\delta \{020\}$	$217 \pm 22$
	$\gamma \{111\}$	$250 \pm 2$
	$\delta \{012\}$	$199 \pm 15$
	$\delta \{211\}$	$185 \pm 10$
C	$\delta \{020\}$	$219 \pm 7$
	$\gamma \{111\}$	$247 \pm 2$

### 5.3 Plastisches Materialverhalten

Die Abweichungen vom linear-elastischen Materialverhalten mit zunehmenden plastischen Probenziehungen sind für alle gemessenen Probenzustände in den Abbildungen 5.9 – 5.13 dargestellt.

#### 5.3.1 Ausgangszustand

Die Ergebnisse des als einphasig betrachteten Ausgangszustandes (Probenzustand A, Abbildung 5.9) der hier untersuchten Zugproben, passen sowohl für die Messrichtung parallel als auch für die Messrichtung senkrecht zur Kraftangriffsrichtung gut mit den Ergebnissen von Standardzugversuchen an anderen Nickellegierungen zusammen (z. B. für Monel-400 [68] oder Inconel-600 [69]). Auch die Vorhersagen eines selbst-konsistenten Modells für anisotrope Materialien (Kupfer und Stahl) zeigen in beiden Messrichtungen gleiche Tendenzen [59]. Die  $\gamma\{311\}$ - und die  $\gamma\{222\}$ -Ebenen eines kfz Kristalls bilden demnach für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung nahezu keine Mikroeigendehnungen aus. Dagegen entstehen in den  $\gamma\{220\}$ -Ebenen Druckeigendehnungen und in den  $\gamma\{200\}$ -Gitternetzebenen hohe Zugeigendehnungen. Wenn die Messrichtung senkrecht zur Kraftangriffsrichtung steht, bilden die  $\gamma\{222\}$ - sowie die  $\gamma\{220\}$ -Ebenen Druckeigendehnungen aus, während die  $\gamma\{311\}$ -Ebenen nahezu keine Mikroeigendehnungen ausbilden. Vorherige Ergebnisse von Cihak et al. [58], gemessen an einphasigem IN 718, zeigen allerdings für alle gemessenen  $\gamma$ -Matrix-Gitternetzebenen für die Messrichtung senkrecht zur Kraftangriffsrichtung Zugeigendehnungen. Ein möglicher Grund für diese Differenzen könnten die verwendeten Messmethodiken sein. Während in dieser Arbeit die Mikroeigendehnungen als Abweichungen vom linear-elastischen Materialverhalten bestimmt wurden, haben Cihak et al. die Mikroeigendehnungen nach einem vollständigen Entlasten der Makrospannungen für die entsprechende Probengesamtdehnung bestimmt. Für die parallele Messrichtung stimmen die Ergebnisse wieder gut überein [58].

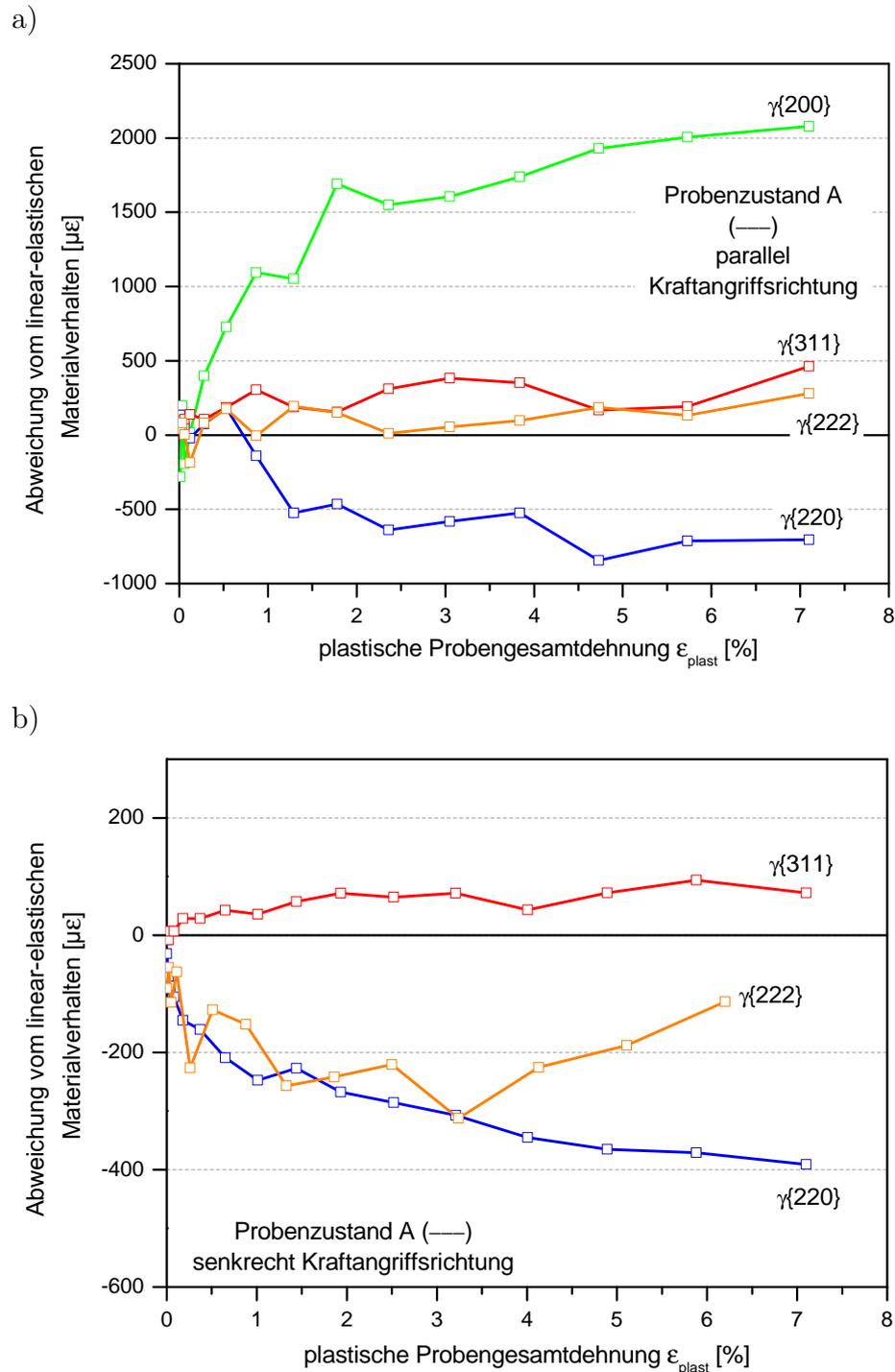


Abbildung 5.9: Die Abweichung vom linear-elastischen Verhalten der beobachteten Gitternetzebenscharen  $\gamma\{hkl\}$  der Matrixphase in Abhängigkeit von der plastischen Probengesamtdehnung des Probenzustandes A für die Messrichtungen a) parallel und b) senkrecht zur Zugangriffsrichtung.

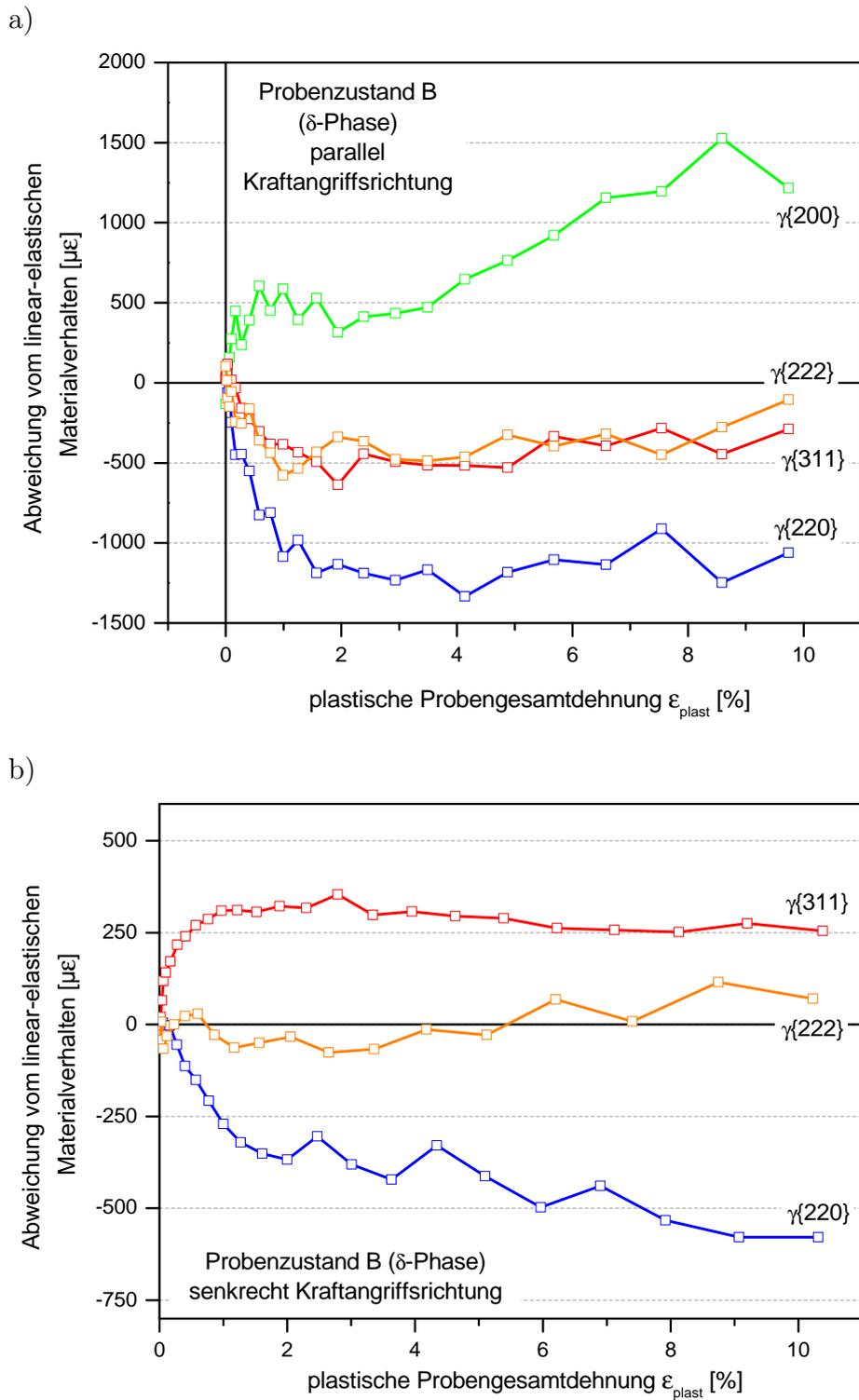


Abbildung 5.10: Die Abweichung vom linear-elastischen Verhalten der beobachteten Gitternetzebenencharakteristiken  $\gamma\{hkl\}$  der Matrixphase in Abhängigkeit von der plastischen Probengesamtdehnung des Probenzustandes B für die Messrichtungen a) parallel und b) senkrecht zur Zugangriffsrichtung.

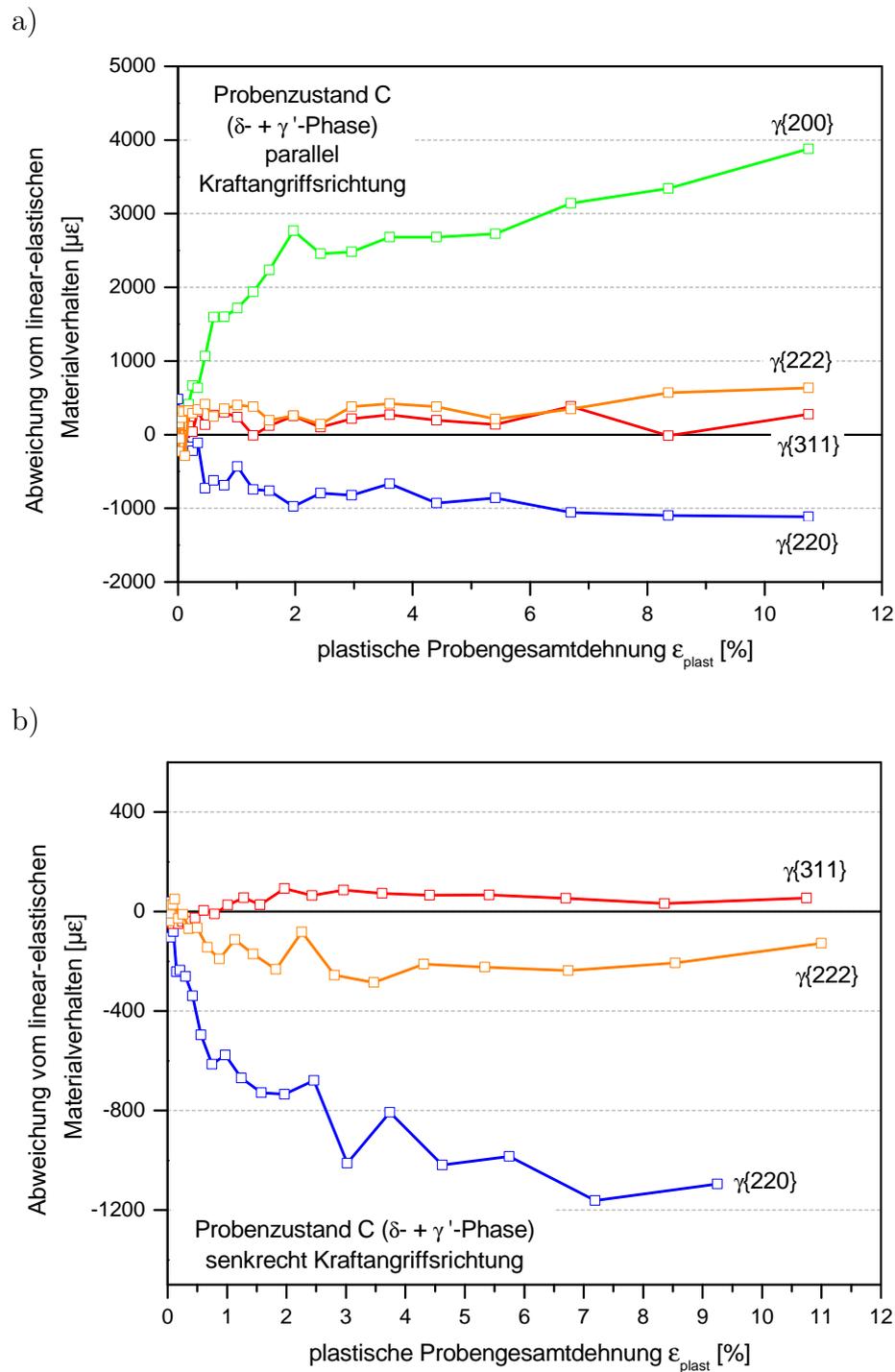


Abbildung 5.11: Die Abweichung vom linear-elastischen Verhalten der beobachteten Gitternetzebenscharen  $\gamma\{hkl\}$  der Matrixphase in Abhängigkeit von der plastischen Probengesamtdehnung des Probenzustandes C für die Messrichtungen a) parallel und b) senkrecht zur Zugangriffsrichtung.

5 Ausscheidungsabhängige Mikroeigendehnungsbildung

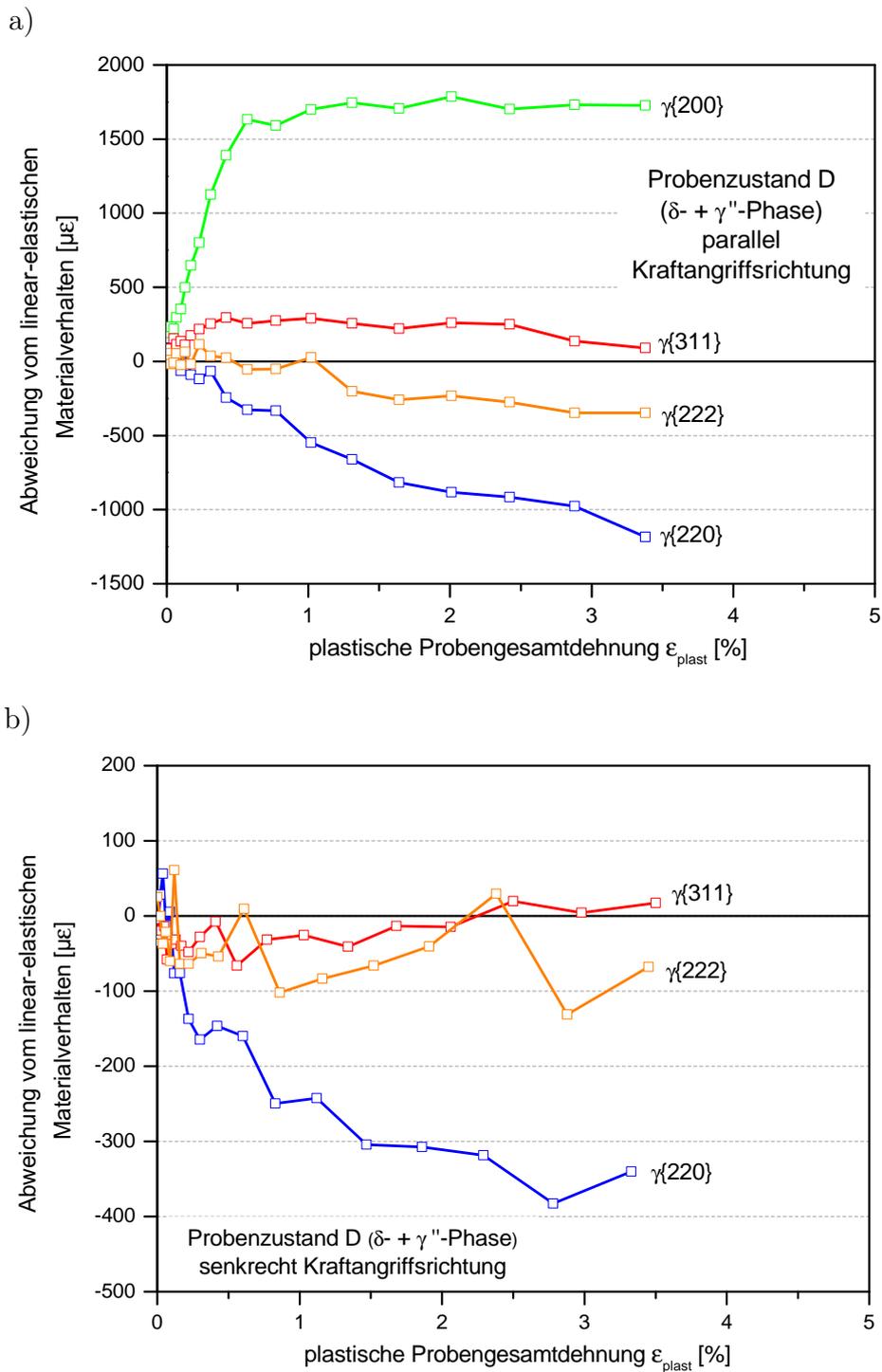


Abbildung 5.12: Die Abweichung vom linear-elastischen Verhalten der beobachteten Gitternetzebenencharakteren  $\gamma\{hkl\}$  der Matrixphase in Abhängigkeit von der plastischen Probengesamtdehnung des Probenzustandes D für die Messrichtungen a) parallel und b) senkrecht zur Zugangriffsrichtung.

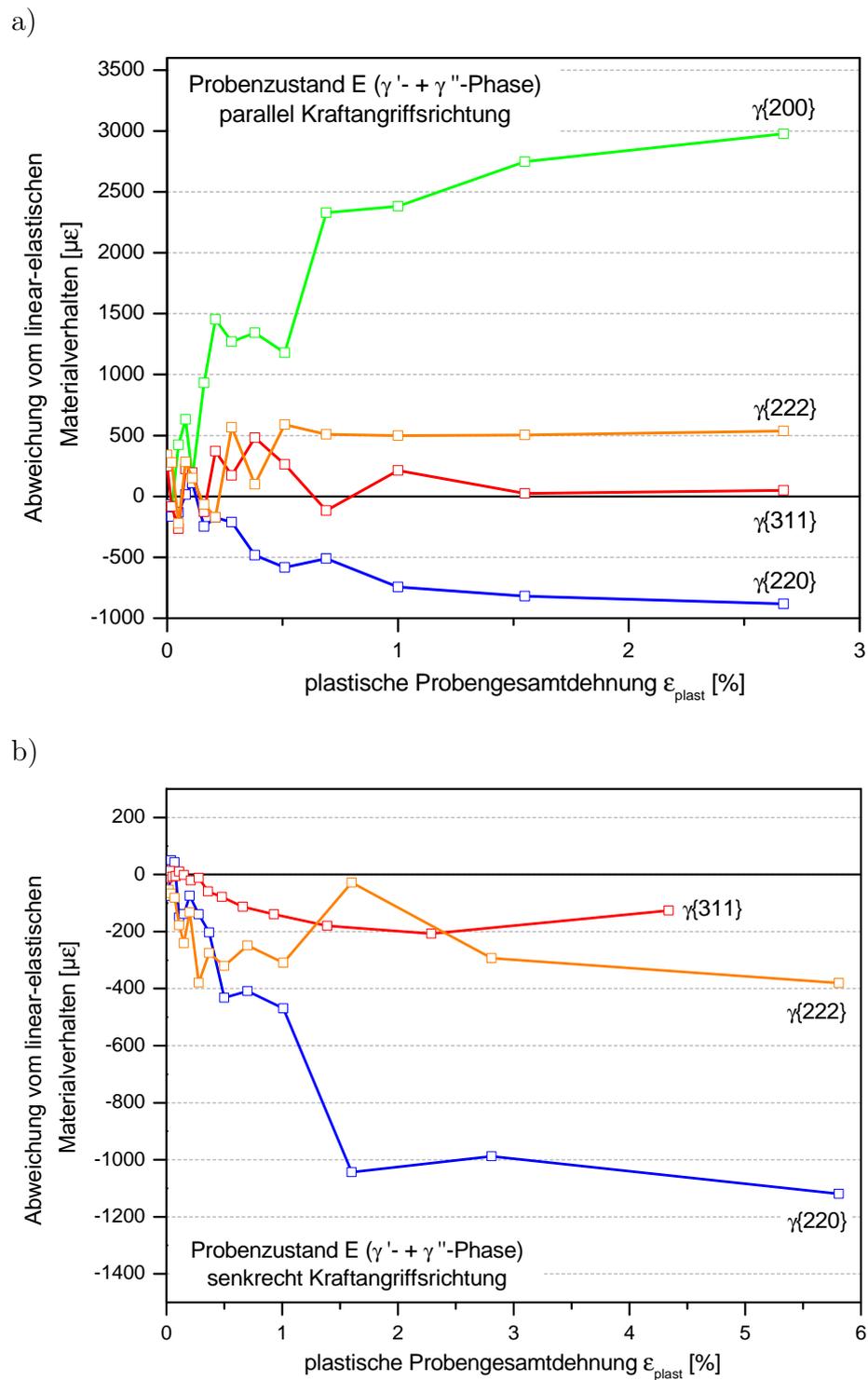


Abbildung 5.13: Die Abweichung vom linear-elastischen Verhalten der beobachteten Gitternetzebenscharen  $\gamma\{hkl\}$  der Matrixphase in Abhängigkeit von der plastischen Probengesamtdehnung des Probenzustandes E für die Messrichtungen a) parallel und b) senkrecht zur Zugangriffsrichtung.

### 5.3.2 Einfluss der $\delta$ -Phase

In Abbildung 5.14 sind die Abweichungen vom linear-elastischen Materialverhalten der beobachteten Gitternetzebenenscharen  $\{hkl\}$  der  $\delta$ -Phase in Abhängigkeit von der plastischen Proben-  
gesamtdehnungen zu sehen. Die Messrichtung war dabei parallel zur Kraftangriffsrichtung. Ein Vergleich des mechanischen Verhaltens der  $\delta\{211\}$ -Ebenen mit dem der  $\delta\{020\}$ -Ebenen lässt auf ein hohes Maß an plastischer Anisotropie innerhalb der orthorhombischen  $\delta$ -Phase schließen (vgl. auch Abbildung 5.8a). Die hohen Eigendehnungen, die nach dem Entlasten in diesen Netzebenen zurückbleiben, weisen auf hohe elastische Spannungen in der Größenordnung von ca. 1 GPa innerhalb der Kristallite der  $\delta$ -Phase hin. Dass Ausscheidungen höhere Mikroeigendehnungen ausbilden als die Matrixphase, ist nicht ungewöhnlich und stimmt mit Beobachtungen anderer Arbeitsgruppen überein [4].

Die  $\delta$ -Phase ändert die Bereitschaft zur Ausbildung von Mikroeigendehnungen der Matrixphase erheblich, wie ein Vergleich der Abbildungen 5.9 (Probenzustand A) und 5.10 ( $\delta$ -phasenreicher Probenzustand B) zeigt. Während die  $\gamma\{200\}$ -Ebenen für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung einen schnellen Anstieg in ausgebildeten Mikroeigendehnungen für kleine plastische Proben-  
gesamtdehnungen (bis ca. 2%) zeigen, weisen diese Gitternetzebenen bei Probenzustand B nahezu konstante Mikroeigendehnungen in diesem Bereich auf. Ab einer plastischen Proben-

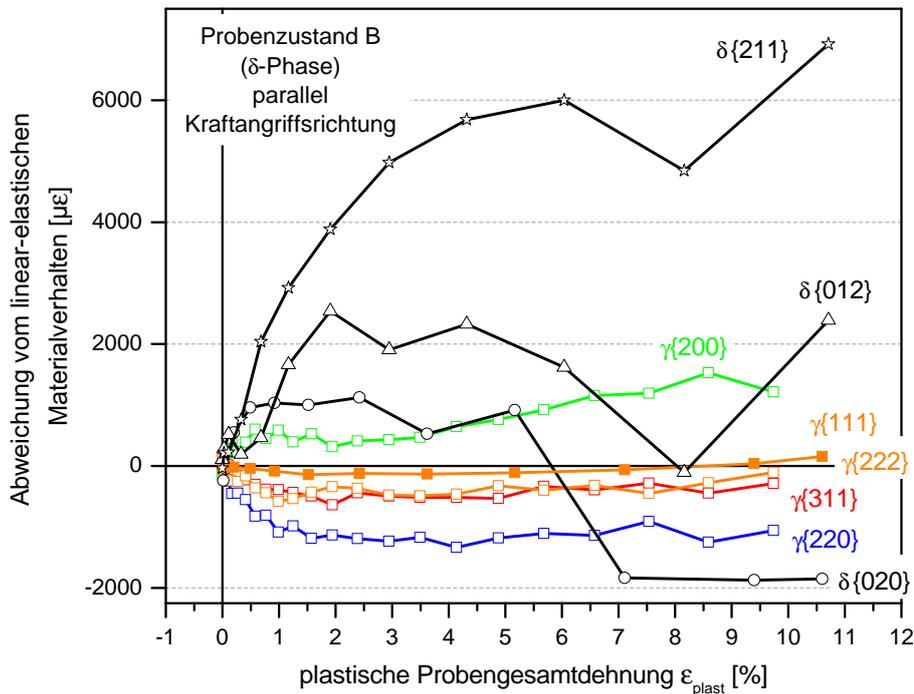


Abbildung 5.14: Die Abweichung vom linear-elastischen Verhalten der beobachteten Gitternetzebenenscharen  $\gamma\{hkl\}$  der Matrixphase sowie der beobachteten  $\delta\{hkl\}$  der  $\delta$ -Phase in Abhängigkeit von der plastischen Proben-  
gesamtdehnung des Probenzustandes B. Die gezeigten Daten der  $\gamma\{111\}$  wurden während der Messungen der  $\delta$ -Phasenreflexe aufgenommen.

gesamtdehnung von ca. 2% beginnen die  $\gamma\{200\}$ -Ebenen in Probenzustand B stärker Mikroei-gendehnungen auszubilden als im Ausgangsprobenzustand A.

Während die  $\gamma\{222\}$ - und die  $\gamma\{311\}$ -Gitternetzebenen für die Messrichtung parallel zur Kraft-angriffsrichtung beim Ausgangszustand wenige Zugmikrodehnungen (ca.  $+250 \mu\epsilon$ ) akkumulie-ren, entstehen in den so orientierten Körnern des Probenzustandes B Druckeigendehnungen (ca.  $-500 \mu\epsilon$ ). Das mechanische Verhalten der  $\gamma\{222\}$ - und der  $\gamma\{311\}$ -Gitternetzebenen ändert sich aufgrund der  $\delta$ -Phase auch für die Messrichtung senkrecht zur Kraftangriffsrichtung. Hier bilden die  $\gamma\{311\}$ -Ebenen im Probenzustand B deutlich höhere Zugmikroei-gendehnungen (ca.  $+300 \mu\epsilon$ ) aus als im Ausgangsmaterial (ca.  $+100 \mu\epsilon$ ). In den  $\gamma\{222\}$ -Gitternetzebenen entstehen dagegen unter dem Einfluss der  $\delta$ -Phase nahezu keine Mikroei-gendehnungen (Probenzustand A:  $-200 \mu\epsilon$ ). Wie Abbildung 5.14 zeigt, bilden die  $\delta$ -Phasen-Gitternetzebenen höhere Mikroei-gendehnungen aus als die gemessenen  $\gamma$ -Phasen-Gitternetzebenen. Der Anstieg, der für die  $\gamma\{200\}$ -Ebenen be-obachtet wird, resultiert demnach nicht nur aus Verfestigungs- und Textureffekten. Vielmehr spielen hier große Lastumverteilungen von den plastisch deformierten Körnern der  $\gamma$ -Phase in die Körner der  $\delta$ -Phase eine große Rolle. Die Ausbildung der Mikroei-gendehnungen wird hier von den Interphasen-Mikroei-gendehnungen bestimmt. Bei den Messungen an den Braggreflexen der  $\delta$ -Phase wurde auch jeweils ein Braggreflex der Matrixphase mitgemessen. Die akkumulierten Mikroei-gendehnungen zeigen deutlich niedrigere Dehnungswerte als die entsprechenden Gitter-netzebenen in den Messungen, welche nur an der Matrixphase durchgeführt wurden (Abbildungen 5.14 und 5.15). Der Grund hierfür sind die unterschiedlichen Messmethodiken. Für die Messun-gen an den Matrixphasen-Braggreflexen wurde ein Flächendetektor genutzt, der es erlaubt, den gesamten Braggreflex in voller Breite mit einem Detektorbild zu analysieren. Die Braggreflexe der Ausscheidungsphasen wurden dagegen mit einem Einzelzählrohrdetektor gemessen. Hierbei wird der Braggreflex während der Messung in  $\Delta 2\theta = 0.2^\circ$  großen Schritten abgefahren. Da die Spannung kontinuierlich erhöht wurde, ist ein Kraftgradient über den abgerasterten Braggreflex die Folge. Aufgrund von Messzeiten von einigen Minuten pro  $\Delta 2\theta$ -Schritt führt dies, im Vergleich zu Messungen mit dem Flächendetektor, zu gedämpften Dehnungsverläufen. Die hier gezogenen Schlüsse werden dadurch nicht beeinträchtigt.

Abbildung 5.15 zeigt die Abweichungen vom linear-elastischen Verhalten in Abhängigkeit von der plastischen Probengesamtdehnung für die beobachteten  $\gamma$ -Matrixgitternetzebenen im Vergleich zu den  $\delta\{020\}$ -Gitternetzebenen des Probenzustandes C. Auch hier wird eine Lastumverteilung ab einer plastischen Probendehnung von ca. 2% in die Körner der  $\delta$ -Phase beobachtet. Ähn-lich wie in Probenzustand B (Abbildung 5.14) entstehen in den  $\gamma\{200\}$ -Gitternetzebenen ab einer plastischen Probendehnung von ca. 2% weitere Mikroei-gendehnungen. Auch hier wird die Ausbildung von Mikroei-gendehnungen von Interphasen-Mikroei-gendehnungen bestimmt.

Es ist wichtig, darauf hinzuweisen, dass die elastischen Gitterdehnungen der  $\gamma\{220\}$ -Gitternetz-ebenen bei einsetzender plastischer Deformation sowohl für den Ausgangszustand als auch für den Probenzustand B für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung kleiner werden (Abbildung 5.2a und 5.3a). Dieser Effekt wurde bereits von anderen Arbeitsgruppen beobach-tet [58, 60]. Die Erklärung dieses Phänomens muss über Kompatibilitätsbetrachtungen erfolgen. Dabei werden Körner, die mit einer bestimmten kristallographischen Richtung senkrecht zur

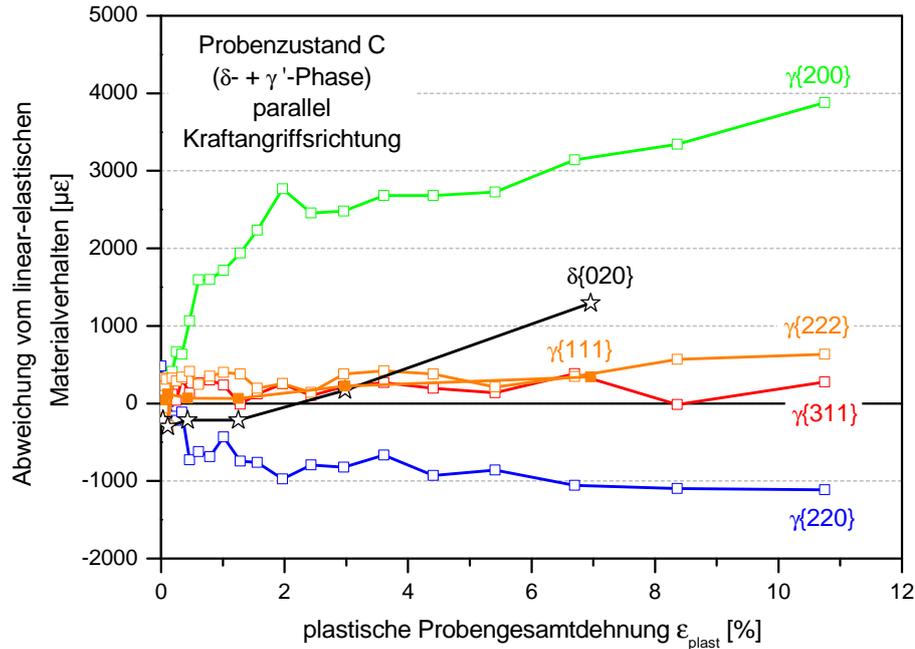


Abbildung 5.15: Die Abweichung vom linear-elastischen Verhalten der beobachteten Gitternetzebenen  $\gamma\{hkl\}$  der Matrixphase sowie der beobachteten  $\delta\{hkl\}$  der  $\delta$ -Phase in Abhängigkeit von der plastischen Probengesamtdehnung des Probenzustandes C. Die gezeigten Daten der  $\gamma\{111\}$  wurden während der Messung des  $\delta$ -Phasenreflexes aufgenommen.

Kraftangriffsrichtung liegen, während der plastischen Verformung unter mechanischer Last gedehnt, nicht gestaucht. Entsprechend muss es Gitternetzebenen geben, welche in Zugrichtung gestaucht und nicht gedehnt werden. Da für eine detaillierte Aufklärung alle Kornorientierungen berücksichtigt werden müssen, ist es schwierig, aus den vier gemessenen Gitternetzebenen eine definitive Aussage zu treffen. Ein ähnliches mechanisches Verhalten kann auch bei den  $\gamma\{222\}$ -Ebenen im Ausgangszustand für die Messrichtung senkrecht zur Kraftangriffsrichtung festgestellt werden (Abbildung 5.3b). Hier tritt der Effekt der betragsmäßig kleiner werdenden Gitterdehnungen allerdings erst auf, nachdem bereits die Mehrzahl der Körner der Probe plastisch deformiert sind. Daher ist dieser Effekt eher auf Verfestigungsmechanismen sowie auf die Ausbildung von Texturen während der plastischen Deformation zurückzuführen. Letztere sind in Standardzugversuchen gerade in die  $\langle hhh \rangle$ -Richtungen eines kfz Gitters besonders ausgeprägt, was sich auch in einem Anstieg der Intensitäten der entsprechenden Braggreflexe während der Standardzugversuche bemerkbar macht.

### 5.3.3 Einfluss der $\gamma'$ -Phase

Im Probenzustand C werden zusätzlich zur  $\delta$ -Phase einige Volumenprozent  $\gamma'$ -Phase ( $V_{\gamma',C} \sim 10\%$ , siehe Kapitel 4.2.1) ausgeschieden. Dadurch wird das mechanische Materialverhalten aller untersuchter Gitternetzebenen der Matrixphase für beide Messrichtungen wieder ähnlich dem des Ausgangszustandes (Abbildungen 5.9 und 5.11). Die ausgebildeten Mikroeigendehnungen sind in

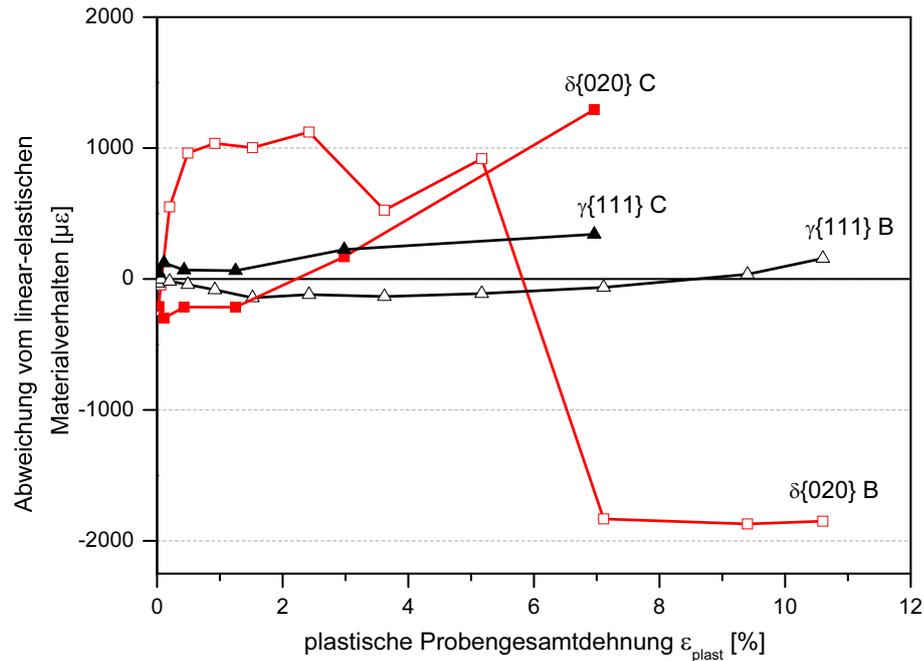


Abbildung 5.16: Die Abweichung vom linear-elastischen Verhalten (= Mikroeigendehnungen) der beobachteten  $\delta\{020\}$ -Gitternetzebenen in Abhängigkeit von der plastischen Probengesamtdehnung der Probenzustände B und C. Die Abweichungen für die  $\gamma\{111\}$ -Gitternetzebenen von Probenzustand B und C stimmen mit Ergebnissen aus Standardzugversuchen, welche nur an Matrixbraggreflexen durchgeführt wurden, überein.

Probenzustand C für einige Gitternetzebenen allerdings deutlich höher als die Dehnungen im Ausgangszustand (z. B. für  $\gamma\{220\}$ ).

Die Anwesenheit der  $\gamma'$ -Phase ändert nicht nur das mechanische Verhalten der Matrixphase, sondern auch das Verhalten der  $\delta$ -Phase. Dies zeigt ein Vergleich des Verhaltens der  $\{020\}$ -Gitternetzebenen der  $\delta$ -Phase für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung, gemessen an den Probenzuständen B ( $\delta$ -Phase) und C ( $\delta$ -Phase und  $\gamma'$ -Phase) (Abbildung 5.16). Die Körner der  $\delta$ -Phase nehmen in Probenzustand B mehr Last auf als in Probenzustand C, sobald das Probenmaterial anfängt sich plastisch zu deformieren, obwohl die makroskopische Probengesamtdehnung in Probenzustand C größer ist als in Probenzustand B (Abbildung 4.16).

Eine mögliche Erklärung für die Änderung des Materialverhaltens unter mechanischer Last ist, dass die feinkörnige  $\gamma'$ -Phase in Probenzustand C hauptsächlich an den Korngrenzen ausgeschieden wird und so die ungleiche Ausdehnung aneinander grenzender, verschieden orientierter Matrixkörner behindert. Auch die extreme Lastumverteilung in die  $\delta$ -Phase wird dadurch behindert. Die weiter erhöhte Last muss nun auf alle Körner im Kontinuum umverteilt werden. Während die aufgenommene Last in den  $\delta$ -Phasenkörnern weniger wird (niedrigere Eigendehnungen), steigt sie in Körnern der  $\gamma$ -Matrix an. Es ist denkbar, dass dieser Effekt der Lastumverteilung aufgrund von an Korngrenzen ausgeschiedener  $\gamma'$ -Phase nicht nur auf die  $\delta$ -Phase beschränkt ist. Der Probenzustand E ( $\gamma'$ - und  $\gamma''$ -Phase) weist ebenfalls erhöhte Mikroeigendehnungsbildung auf. Auch ändert sich das mechanische Verhalten der  $\gamma''\{004\}$ -Ebenen von Probenzustand E ( $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Phase) im Vergleich zu Probenzustand D ( $\gamma''$ - und  $\delta$ -Phase) (Abbildung 5.17).

5 Ausscheidungsabhängige Mikroeigendehnungsbildung

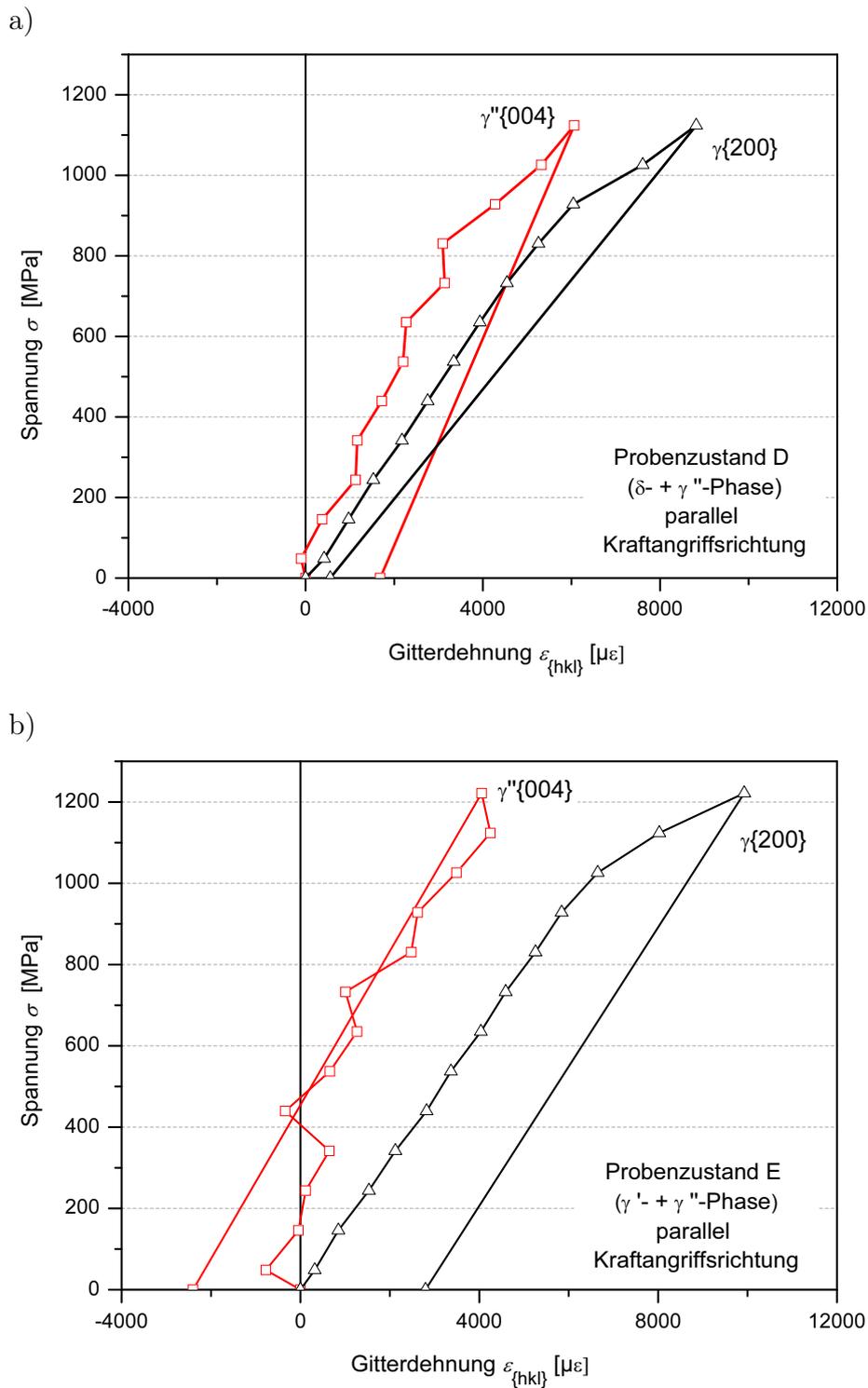


Abbildung 5.17: Spannungs-Gitterdehnungsdiagramme der  $\gamma''\{004\}$ -Gitternetzebenen in den Probenzuständen a) D und b) E. Zusätzlich ist auch jeweils das Spannungs-Gitterdehnungsverhalten der  $\{200\}$ -Gitternetzebenen der  $\gamma$ -Matrixphase eingezeichnet.

### 5.3.4 Einfluss der $\gamma''$ -Phase

Wie ein Vergleich der Probenzustände B ( $V_{\delta,B} = 6.8\%$ ) und D ( $V_{\delta,D} = 3.8\%$  und  $V_{\gamma'',D} = 8.8\%$ ) zeigt, ändert die Anwesenheit der  $\gamma''$ -Phase das mechanische Verhalten sowie die Bereitschaft zur Akkumulation von Mikroeigendehnungen der unterschiedlichen Matrixgitternetzebenen (vgl. z. B.  $\gamma\{222\}$  und  $\gamma\{311\}$  für die Messrichtung senkrecht zur Kraftangriffsrichtung in den Abbildungen (Abbildung 5.10 und 5.12). Interessant ist das Verhalten der  $\gamma\{222\}$ -Gitternetzebenen für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung im Probenzustand D (Abbildung 5.12). Die  $\gamma\{222\}$ -Gitternetzebenen zeigen weiterhin ein linear-elastisches mikroskopisches Materialverhalten und nehmen keine Mikroeigendehnungen bis zu einer plastischen Probengesamtdehnung von 2% auf. Ab 2% plastische Probengesamtdehnung werden auch die Körner dieser Gitternetzebenen plastisch deformiert. Dies deutet auf das Einsetzen von Lastumverteilungen in Körner der Ausscheidungsphase hin. Bei den in-situ Standardzugversuchen an Braggreflexen der  $\gamma''$ -Phase in Probenzustand D konnten allerdings, aufgrund der langen Messzeiten, nur drei Messpunkte im plastisch deformierten Bereich aufgenommen werden – zu wenig, um eine verlässliche Aussage über die Lastumverteilung in diesem Bereich machen zu können. Die  $\gamma\{200\}$ -Gitternetzebenen zeigen für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung im Probenzustand B starke Verfestigungseffekte im Zugmikrodehnungsbereich. Im Probenzustand D dagegen zeigt sich ab 0.7% plastischer Probengesamtdehnung keine weitere Aufnahme von Mikroeigendehnungen, was auf eine vollständige plastische Deformation der Körner dieser Körner hindeutet. Anders als in Probenzustand B tritt eine weitere Erhöhung der Mikroeigendehnungen für die  $\gamma\{200\}$ -Gitternetzebenen für steigende plastische Probendehnungen nicht auf, was auf den Einfluss der  $\gamma''$ -Phase zurückzuführen ist.

### 5.3.5 Zusammenwirken der $\gamma'$ - und der $\gamma''$ -Phase

In Probenmaterial E sind hauptsächlich Ausscheidungen der  $\gamma'$ - und der  $\gamma''$ -Phase zu finden. Die oben besprochenen Einflüsse dieser beiden Phasen auf die Ausbildung von Mikroeigendehnungen innerhalb der betrachteten Gitternetzebenen sind klar zu erkennen (Abbildung 5.13). Für die Messrichtung senkrecht zur Kraftangriffsrichtung zeigen alle gemessenen Gitternetzebenen in Probenzustand E ähnliches Verhalten wie in Probenzustand D ( $\gamma''$ - und  $\delta$ -Phase). Dies ist auf die Anwesenheit der  $\gamma''$ -Phase innerhalb der Matrixphase zurückzuführen. Allerdings sind in Probenzustand E ( $\gamma'$ - und  $\gamma''$ -Phase) die Werte der Mikroeigendehnungen deutlich höher als in Probenzustand D. Diese hohen Werte konnten bereits in Probenzustand C ( $\gamma'$ - und  $\delta$ -Phase), aufgrund der  $\gamma'$ -Phase beobachtet werden. Bei plastischen Probendehnungen um 0.2 bis 0.5% sind in den  $\gamma\{200\}$ -Gitternetzebenen des Probenzustandes E für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung konstante Mikroeigendehnungen beobachtbar. Da dies ansatzweise auch im Probenzustand C zu beobachten ist, kann dieses Verhalten auf den Einfluss der  $\gamma'$ -Phase zurückgeführt werden. Ebenfalls auf die  $\gamma'$ -Phase lassen sich die in Probenzustand E parallel zur Kraftangriffsrichtung beobachteten Zugeigendehnungen der  $\gamma\{222\}$ -Ebenen zurückführen.

Die  $\gamma\{311\}$ -Ebenen für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung weisen in Probenzustand E keine Mikroeigendehnungen auf, was hauptsächlich auf den Einfluss der  $\gamma'$ -Phase

(Probenzustand C) zurückgeführt werden kann. Im mechanischen Verhalten aller gemessenen Gitternetzebenen des Probenzustandes E sind keine Verfestigungseffekte (bei abgeschlossener plastischer Deformation ansteigende Mikroeigendehnungen) beobachtbar. Dies ist aufgrund der geringen Kohärenzspannungen sowie aus der makroskopischen Spannungs-Dehnungskurve zu erwarten (Abbildung 4.16).

### 5.4 Zusammenfassung des Einflusses der verschiedenen Ausscheidungen

Die aufsteigend sortierte Reihenfolge der elastischen Steifigkeiten der untersuchten Gitternetzebenen ist:  $\gamma\{200\}$ ,  $\gamma\{311\}$ ,  $\gamma\{220\}$ ,  $\gamma\{222\}$ . Diese Reihenfolge wird durch die Anwesenheit unterschiedlicher Ausscheidungen innerhalb der  $\gamma$ -Matrixphase nicht beeinflusst (Abbildung 5.7). Während die  $\delta$ - sowie die  $\gamma'$ -Phase quantitativ nahezu keinen Einfluss auf die Steifigkeiten der kristallographischen Richtungen haben, werden diese unter dem Einfluss der  $\gamma''$ -Phase etwas weicher. Die Unterschiede aller Probenzustände relativ zum Ausgangszustand (Probenzustand A) betragen allerdings kaum mehr als 10% (Tabelle 5.2).

Die Abweichungen vom linear-elastischen Materialverhalten sind für alle gemessenen Gitternetzebenenscharen in Tabelle 5.4 gegeben. Um die Werte vergleichbar zu machen, wurde zur Berechnung eine plastische Probengesamtdehnung von ca. 3% (je nach Messpunktlage) zugrunde gelegt. Zusätzlich sind – soweit vorhanden – die Werte für plastische Probengesamtdehnungen von ca. 6% gegeben. In den Abbildungen 5.18 und 5.19 sind die Spannungs-Gitterdehnungsdiagramme bzw. Mikroeigendehnung – plastische Probengesamtdehnungsdiagramme der  $\gamma\{200\}$ -Gitternetzebenen für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung bzw. der  $\gamma\{220\}$ -Gitternetzebenen für die Messrichtung senkrecht zur Kraftangriffsrichtung für alle Probenzustände exemplarisch verglichen. Während die Tendenz der ausgebildeten Mikroeigendehnungen im Ausgangsmaterial gut mit den Ergebnissen von anderen Arbeitsgruppen an einphasigen kfz Materialien übereinstimmen [59, 68, 69], ändert die Anwesenheit der  $\delta$ -Phase das plastische Verhalten der Matrixphasen-Gitternetzebenen deutlich (vergleiche Abbildungen 5.9 und 5.10 sowie Tabelle 5.4). Wie Abbildung 5.14 zeigt, beginnt ab einer plastischen Probengesamtdehnung von ca. 2% die Spannungsverteilung in die Körner der  $\delta$ -Phase. Ab hier wird das Materialverhalten von Interphasen-Mikroeigendehnungen geprägt.

Wird zusätzlich zur  $\delta$ -Phase  $\gamma'$ -Phase ausgeschieden, gehen die untersuchten Matrix-Gitternetzebenen wieder annähernd in das mechanische Verhalten über, das auch im Ausgangszustand beobachtet werden konnte (Abbildungen 5.11). Allerdings sind die Dehnungsamplituden höher als im Ausgangszustand, wie bei einem Vergleich der Messkurven der  $\gamma'$ -haltigen Probenzustände C und E mit den anderen Probenzuständen A, B und D in Abbildung 5.18 gesehen werden kann. Die gebildeten Mikroeigendehnungen bei einer plastischen Probengesamtdehnung von 3% unterscheiden sich für beide Messrichtungen nur wenig für die Probenzustände C und E (Tabelle 5.4). Dies lässt darauf schließen, dass das mechanische Verhalten der Matrix hauptsächlich von der  $\gamma'$ -Phase bestimmt wird.

## 5.5 Synchrotronstrahlungsdaten vs. Neutronendaten

Tabelle 5.4: Mikroeigendehnungen  $\varepsilon$  für ca. 3% (oben) und 6% (unten) plastische Probengesamtdehnung, angegeben in  $[\mu\varepsilon]$  für die Messrichtungen parallel und senkrecht zur Kraftangriffsrichtung. Die Tendenzen geben an, ob die Gitternetzebenen Zug- (Z) oder Druckeigendehnungen (D) ausbilden. Dabei wurden Mikroeigendehnungen von  $\varepsilon < |150| \mu\varepsilon$  als keine Mikroeigendehnungen interpretiert,  $|150| < \varepsilon < |500| \mu\varepsilon$  sind leichte Dehnungen,  $|500| < \varepsilon < |1500| \mu\varepsilon$  normale und Dehnungen über  $|1500| \mu\varepsilon$  wurden als hohe Mikroeigendehnungen ausgelegt.

Mikroeigendehnungen $\varepsilon$ in $[\mu\varepsilon]$ für ca. 3% plastische Probengesamtdehnung								
parallel	$\varepsilon_{\{200\}}$	Tendenz	$\varepsilon_{\{220\}}$	Tendenz	$\varepsilon_{\{311\}}$	Tendenz	$\varepsilon_{\{222\}}$	Tendenz
A (—)	1605	Z, hoch	-581	D	383	Z, leicht	55	—
B ( $\delta$ -Ph.)	433	Z, leicht	-1233	D	-492	D, leicht	-478	D, leicht
C ( $\delta$ - + $\gamma'$ -Ph.)	2480	Z, hoch	-821	D	214	Z, leicht	380	Z, leicht
D ( $\delta$ - + $\gamma''$ -Ph.)	1732	Z, hoch	-976	D	138	—	-346	D, leicht
E ( $\gamma'$ - + $\gamma''$ -Ph.)	2978	Z, hoch	-882	D	51	—	537	Z
<hr/>								
senkrecht								
A (—)	—	—	-313	D, leicht	72	—	-307	D, leicht
B ( $\delta$ -Phase)	—	—	-77	—	354	Z, leicht	-381	D, leicht
C ( $\delta$ - + $\gamma'$ -Ph.)	—	—	-1012	D	86	—	-256	D, leicht
D ( $\delta$ - + $\gamma''$ -Ph.)	—	—	-383	D, leicht	4	—	-131	—
E ( $\gamma'$ - + $\gamma''$ -Ph.)	—	—	-988	D	-207	D, leicht	-294	D, leicht
<hr/>								
Mikroeigendehnungen $\varepsilon$ in $[\mu\varepsilon]$ für ca. 6% plastische Probengesamtdehnung								
parallel	$\varepsilon_{\{200\}}$	Tendenz	$\varepsilon_{\{220\}}$	Tendenz	$\varepsilon_{\{311\}}$	Tendenz	$\varepsilon_{\{222\}}$	Tendenz
A (—)	2005	Z, hoch	-713	D	192	Z, leicht	133	Z, leicht
B ( $\delta$ -Ph.)	921	Z	-1104	D	-334	D, leicht	-395	D, leicht
C ( $\delta$ - + $\gamma'$ -Ph.)	3143	Z, hoch	-1058	D	382	Z, leicht	348	Z, leicht
<hr/>								
senkrecht								
A (—)	—	—	-371	D, leicht	94	—	-114	—
B ( $\delta$ -Ph.)	—	—	-497	D, leicht	262	Z, leicht	68	—
C ( $\delta$ - + $\gamma'$ -Ph.)	—	—	-984	D	67	—	-223	D, leicht
E ( $\gamma'$ - + $\gamma''$ -Ph.)	—	—	-1120	D	-145	—	-380	D, leicht

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die Anwesenheit verschiedener Ausscheidungen das mechanische Verhalten der gemessenen Gitternetzebenen größtenteils nicht nur quantitativ sondern auch qualitativ beeinflusst. Dies zeigt ein Vergleich der Mikroeigendehnungswerte der unterschiedlichen Probenzustände in Tabelle 5.4 zeigt.

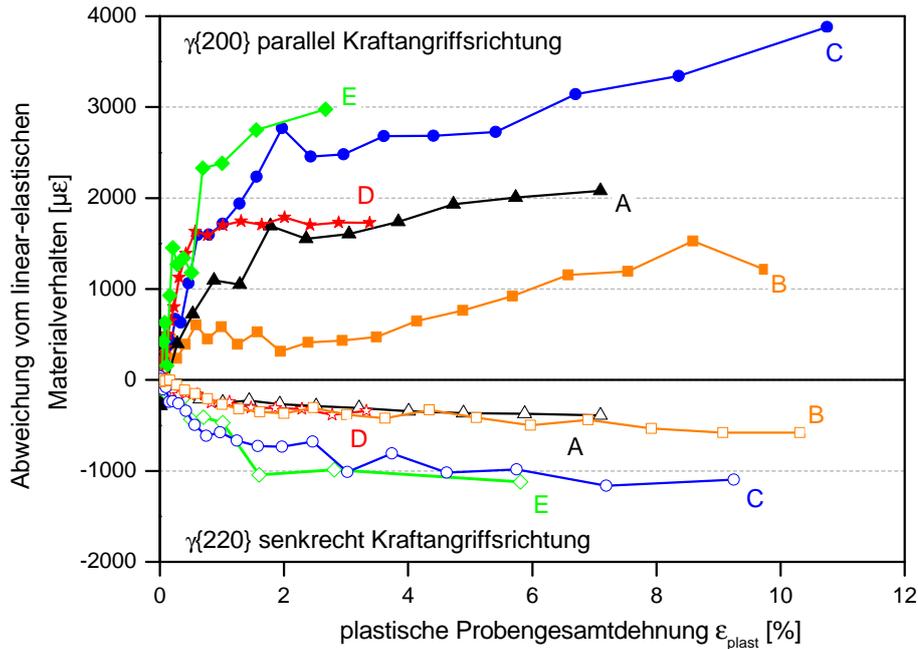


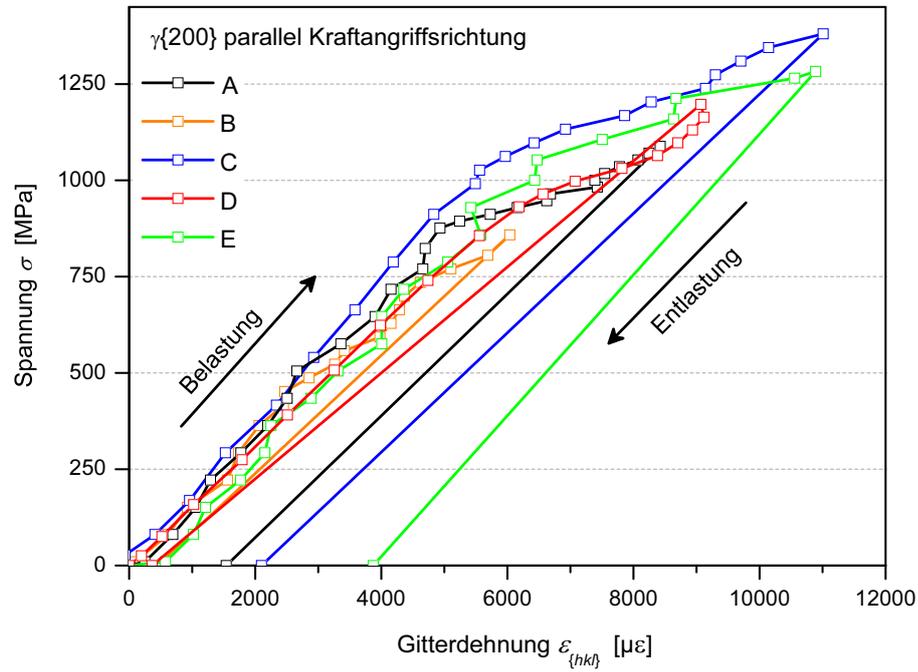
Abbildung 5.18: Vergleich der gebildeten Mikroeigendehnungen der  $\{200\}$ -Gitternetzebenen, gemessen parallel zur Kraftangriffsrichtung und der  $\{220\}$ -Gitternetzebenen für die Messrichtung senkrecht zur Kraftangriffsrichtung jeweils aller gemessener Probenzustände: A (Dreieck), B (Würfel), C (Kreis), D (Stern), E (Raute). Die höheren Mikrodehnungen für die Probenzustände mit  $\gamma'$ -Phase (C und E) können klar gesehen werden.

## 5.5 Synchrotronstrahlungsdaten vs. Neutronendaten

Die Änderungen der Gitternetzebenenabstände der Probenzustände A und B wurden zusätzlich zu den Experimenten mit Neutronendiffraktion auch mit Synchrotronstrahlung gemessen (Tabelle 3.5). Die Entscheidung, diese Daten in die vorige Diskussion nicht weiter einfließen zu lassen, wird im Folgenden näher begründet.

Die Spannungs-Gitterdehnungsdiagramme für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung der beiden mittels Synchrotronstrahlung gemessenen Probenzustände A und B sind in den Abbildungen 5.20a und 5.21a zu sehen. Leider war es nicht möglich, aufgrund des Strahlengangs ein Extensometer während der Messungen an den Proben anzubringen. Die plastische Probengesamtdehnung wurde daher mit den entsprechenden Kraftniveaus aus den Neutronenexperimenten ausgewertet. Die ausgewerteten richtungsabhängigen diffraktionselastischen Konstanten  $E_{\{hkl\}}$  sind in Tabelle 5.5 angegeben. Vergleichend wurden den experimentell gewonnenen Daten – wie bereits für die Neutronendaten beschrieben – die diffraktionselastischen Konstanten einer reinen Nickelmatrix, welche auf Berechnungen des Kröner-Modells [66] basieren, gegenübergestellt (genutzte Einkristalldaten:  $C_{11} = 247$  GPa,  $C_{12} = 153$  GPa und  $C_{44} = 122$  GPa). Innerhalb einer kristallographischen Richtung zeigen die diffraktionselastischen Konstanten  $E_{\{hkl\}}$  der beiden Probenzustände A und B nur kleine relative Abweichungen zueinander ( $\Delta E_{\text{Mess}}$  in Tabelle 5.5). Auch ein Vergleich der experimentell ermittelten Werte mit den auf Basis des Kröner-Modells berechneten Werten zeigt im Allgemeinen Abweichungen von unter 10%. Auffallend sind die

a)



b)

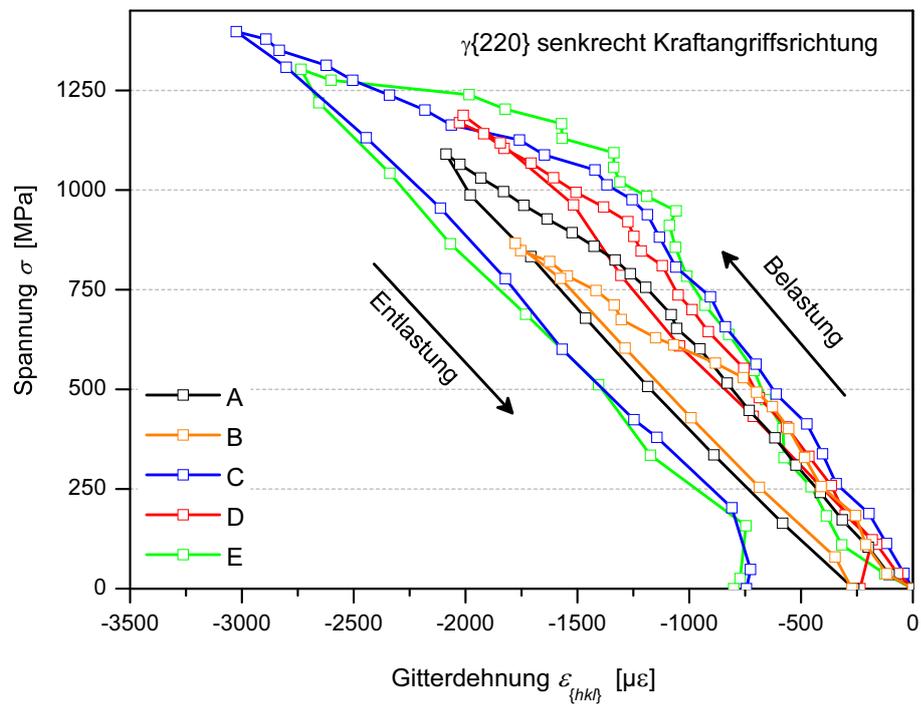


Abbildung 5.19: Vergleich der Spannungs-Gitterdehnungsdiagramme der a)  $\gamma\{200\}$ -Gitternetzebenen, gemessen parallel zur Kraftangriffsrichtung und b) der  $\gamma\{220\}$ -Gitternetzebenen, gemessen senkrecht zur Kraftangriffsrichtung jeweils aller gemessener Probenzustände (A–E).

5 Ausscheidungsabhängige Mikroeigendehnungsbildung

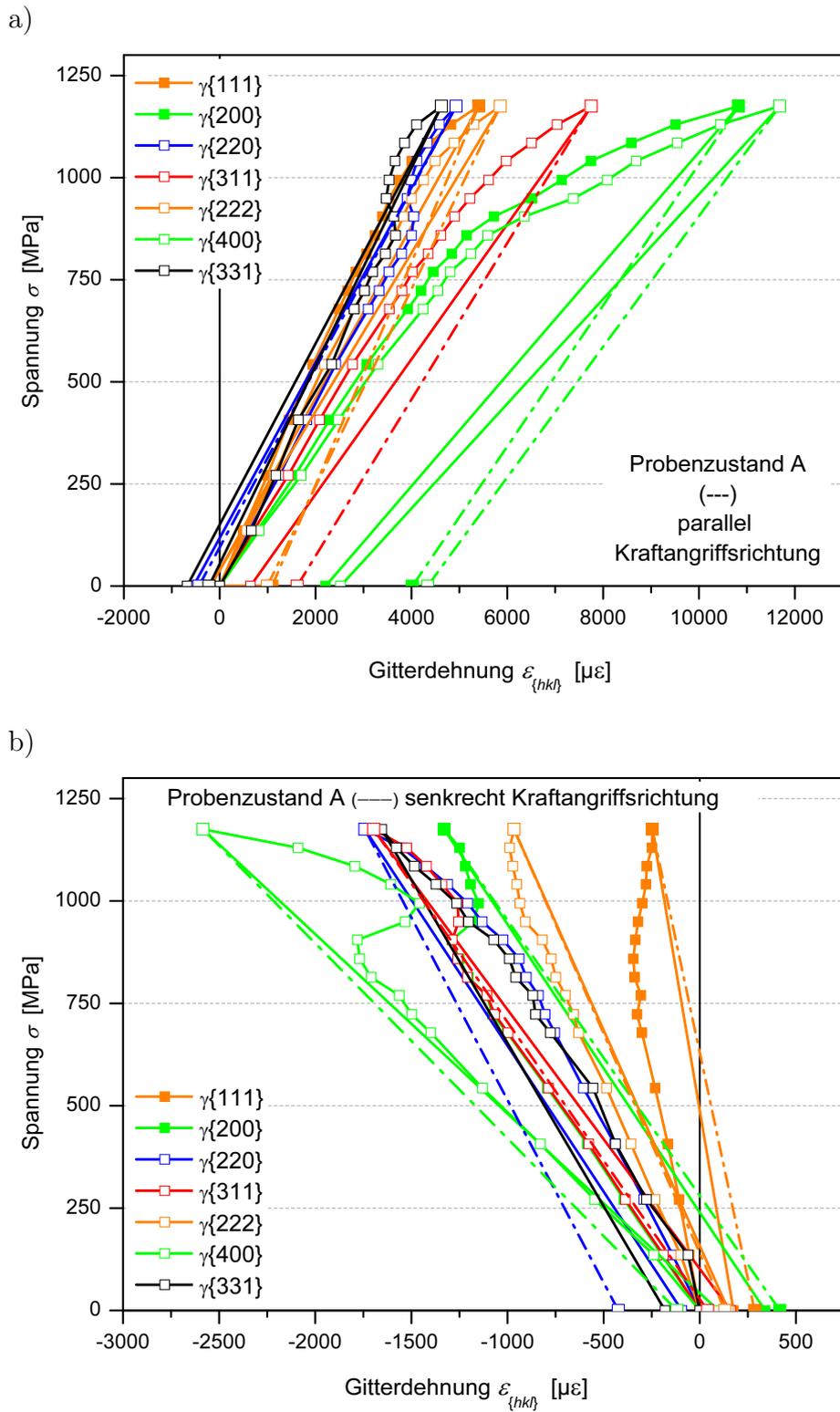


Abbildung 5.20: Spannungs–Gitterdehnungsdiagramme des Probenzustandes A für die Messrichtung a) parallel und b) senkrecht zur Kraftangriffsrichtung, gemessen mittels Synchrotronstrahlungsdiffraktion.

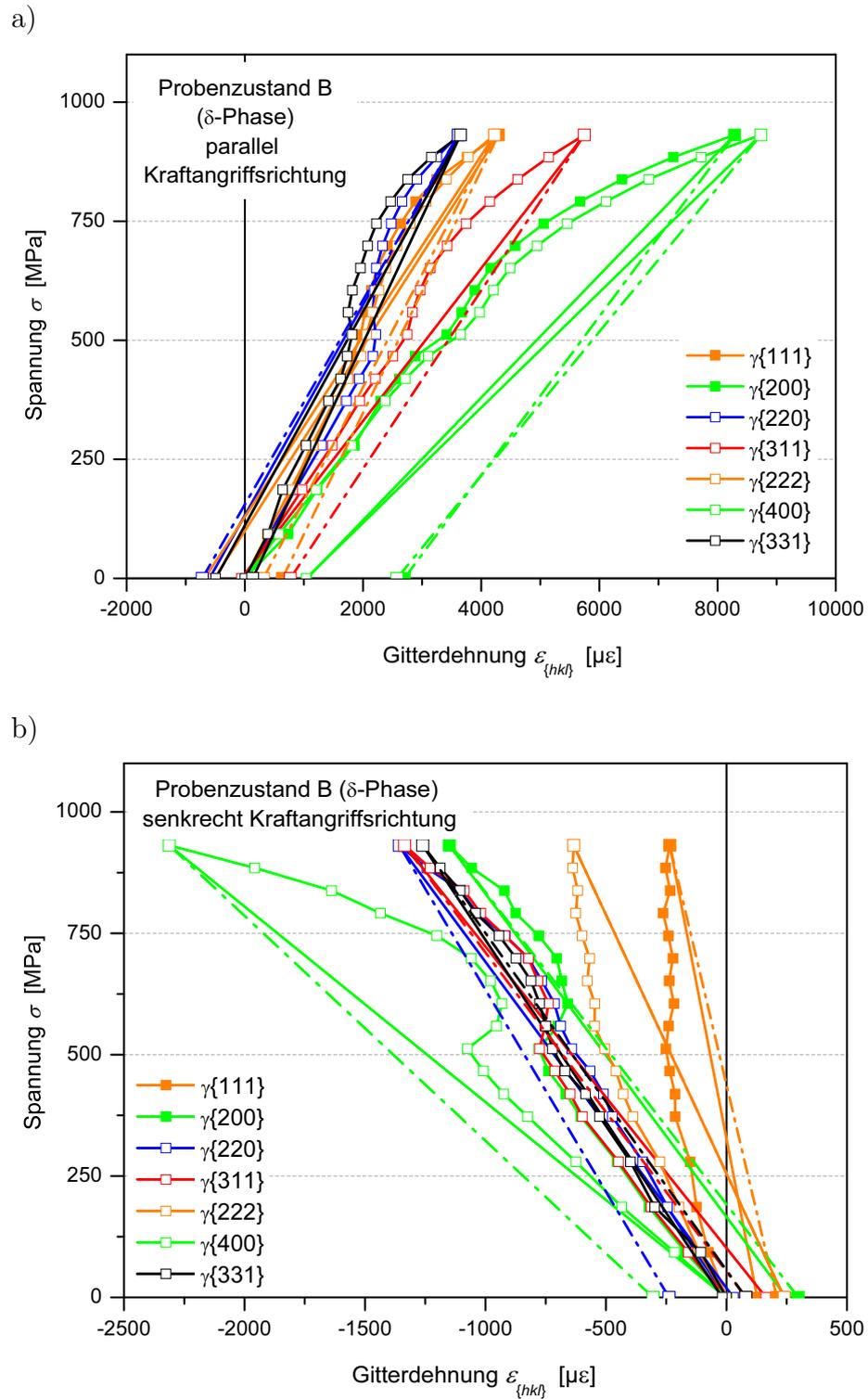


Abbildung 5.21: Spannungs–Gitterdehnungsdiagramme des Probenzustandes B für die Messrichtung a) parallel und b) senkrecht zur Kraftangriffsrichtung, gemessen mittels Synchrotronstrahlungsdiffraktion.

## 5 Ausscheidungsabhängige Mikroeigendehnungsbildung

Werte für die  $\gamma\{h00\}$ - sowie die  $\gamma\{hhh\}$ -Gitternetzebenen. Für beide Probenzustände weist der  $E$ -Modul der  $\gamma\{400\}$ -Ebenen nicht nur zum Kröner-Modell eine größere Abweichung auf (Probenzustand A: 10.7% bzw. Probenzustand B: 15.7%), sondern auch zu den  $E$ -Modulwerten der  $\gamma\{200\}$ -Gitterebenen. Auch die  $\gamma\{222\}$ -Ebenen zeigen, verglichen mit den  $\gamma\{111\}$ -Gitterebenen, große relative Abweichungen für beide Probenzustände. Innerhalb eines kubischen Kristallsystems sind alle  $\{h00\}$  sowie alle  $\{hhh\}$ -Ebenen äquivalent und sollten dasselbe mechanische Verhalten zeigen.

Für die Messrichtung senkrecht zur Kraftangriffsrichtung werden die Differenzen zwischen äquivalenten Gitternetzebenen noch größer. Die Steigungen der Spannungs-Gitterdehnungskurven in den Abbildungen 5.20b und 5.21b sind stark unterschiedlich für die  $\gamma\{200\}$ - und die  $\gamma\{400\}$ -Gitternetzebenen bzw. für die  $\gamma\{111\}$ - und die  $\gamma\{222\}$ -Gitternetzebenen. Betrachtet man die richtungsabhängigen Querkontraktionszahlen  $\nu_{\{hkl\}}$ , in welche die Steigungen der Spannungs-Gitterdehnungskurve sowohl parallel als auch senkrecht zur Kraftangriffsrichtung eingehen, ist diese Abweichung besonders deutlich (Tabelle 5.5). Die experimentell mittels Synchrotronstrahlung ermittelten Querkontraktionszahlen weisen für beide Probenzustände (A und B) bei einem

Tabelle 5.5: Diffraktionselastische Konstanten  $E_{\{hkl\}}$  und  $\nu_{\{hkl\}}$  für verschiedene kristallographische Ebenen  $\gamma\{hkl\}$ , gemessen und bestimmt anhand von in-situ Standardzugversuchen mittels Synchrotronstrahlung. Zum Vergleich sind die mithilfe des Kröner-Modells berechneten Werte angegeben. Die prozentualen Abweichungen zwischen den beiden Probenzuständen ( $\Delta E_{\text{Mess}}$  bzw.  $\Delta \nu_{\text{Mess}}$ ) sowie zwischen den experimentellen und den berechneten Werten ( $\Delta E_{\text{Kröner}}$  bzw.  $\Delta \nu_{\text{Kröner}}$ ) sind gegeben.

	E [GPa]			$\Delta E_{\text{Mess}}$ [%]		$\Delta E_{\text{Kröner}}$ [%]	
	A	B	Kröner		A	B	
$\gamma\{111\}$	271 ± 4	261 ± 9	258	-3.7	5	1.2	
$\gamma\{200\}$	172 ± 3	172 ± 4	178	0	-3.4	-3.4	
$\gamma\{220\}$	218 ± 3	214 ± 1	232	-1.8	-6.0	-7.8	
$\gamma\{311\}$	191 ± 3	186 ± 2	208	-2.6	-8.2	-10.6	
$\gamma\{222\}$	241 ± 4	237 ± 2	258	-1.7	-6.6	-8.1	
$\gamma\{400\}$	159 ± 3	150 ± 3	178	-5.7	-10.7	-15.7	
$\gamma\{331\}$	246 ± 6	264 ± 10	239	7.3	2.9	10.5	

	$\nu$ [-]			$\Delta \nu_{\text{Mess}}$ [%]		$\Delta \nu_{\text{Kröner}}$ [%]	
	A	B	Kröner		A	B	
$\gamma\{111\}$	0.126 ± 2	0.113 ± 8	0.266	-10.3	-52.6	-57.5	
$\gamma\{200\}$	0.257 ± 2	0.262 ± 8	0.339	1.9	-24.2	-22.7	
$\gamma\{220\}$	0.247 ± 4	0.252 ± 6	0.290	2.0	-14.8	-13.1	
$\gamma\{311\}$	0.286 ± 3	0.276 ± 9	0.312	-3.5	-8.3	-11.5	
$\gamma\{222\}$	0.231 ± 4	0.226 ± 9	0.266	-2.2	-13.2	-15.0	
$\gamma\{400\}$	0.338 ± 7	0.319 ± 9	0.339	-5.6	-0.3	-5.9	
$\gamma\{331\}$	0.318 ± 2	0.375 ± 32	0.284	17.9	12.0	32.0	

Vergleich mit den aus dem Kröner-Modell berechneten Werten für die  $\gamma\{111\}$ -Ebenen eine relative Abweichung von 50 % und für die  $\gamma\{200\}$ -Gitterebenen eine Abweichung von 20 % auf. Die  $\nu_{\{hkl\}}$ -Werte der  $\gamma\{222\}$ - und der  $\gamma\{400\}$ -Ebenen liegen dagegen relativ nahe am vorhergesagten Wert des Kröner-Modells. Die kleiner werdenden Diskrepanzen zwischen den mit dem Kröner-Modell berechneten und den experimentell ermittelten Werten für höher indizierte Reflexe stützt die Vermutung eines systematischen Fehlers. Gründe hierfür können die kleinen Streuwinkel oder der Probenaufbau während des Experimentes sein. Der Probenquerschnitt der verwendeten Flachzugproben beträgt  $1.5 \times 1.5 \text{ mm}^2$ , der Strahlquerschnitt dagegen lediglich  $1 \times 1 \text{ mm}^2$ . Damit befindet sich der komplette Probenquerschnitt für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung im Messvolumen, während für die Messrichtung senkrecht zur Kraftangriffsrichtung lediglich zwei Drittel des Probenquerschnittes zum Messsignal beitragen.

Die Mikroeigendehnungs-plastische Probengesamtdehnungsdiagramme für beide Probenzustände (A und B) für die Messrichtungen parallel und senkrecht zur Kraftangriffsrichtung sind in den Abbildungen 5.22 und 5.23 gezeigt. Vor allem für die Messrichtung senkrecht zur Kraftangriffsrichtung können auch hier Diskrepanzen zwischen dem mechanischen Verhalten der  $\gamma\{200\}$ - und der  $\gamma\{400\}$ -Ebenen bzw. der  $\gamma\{111\}$ - und der  $\gamma\{222\}$ -Ebenen beobachtet werden.

Wie ein Vergleich des mechanischen Verhaltens der  $\gamma\{200\}$ -Gitternetzebenen für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung zeigt, kann eine tendenziell gute Übereinstimmung zwischen den Ergebnissen der Standardzugversuche mittels Synchrotronstrahlung und Neutronen parallel zur Kraftangriffsrichtung festgestellt werden. Dies gilt sowohl für die Spannungs-Gitterdehnungsdiagramme (Abbildung 5.24a), als auch für die Mikroeigendehnungs-plastische Probengesamtdehnungsdiagramme (Abbildung 5.25). Ein Vergleich des mechanischen Verhaltens der  $\gamma\{220\}$ -Ebenen für die Messrichtung senkrecht zur Kraftangriffsrichtung zeigt allerdings erhebliche, hauptsächlich quantitative Unterschiede, ebenfalls sowohl für die Spannungs-Gitterdehnungsdiagramme (Abbildung 5.24b) als auch für die Mikroeigendehnungs-plastische Proben-dehnungsdiagramme (Abbildung 5.25). Da diese Diskrepanzen nicht vollständig geklärt werden konnten, wurden für die Diskussion des Einflusses verschiedener Ausscheidungen auf die Mikro-eigendehnungsbildung lediglich neutronendiffraktionsbasierte Ergebnisse verwendet.

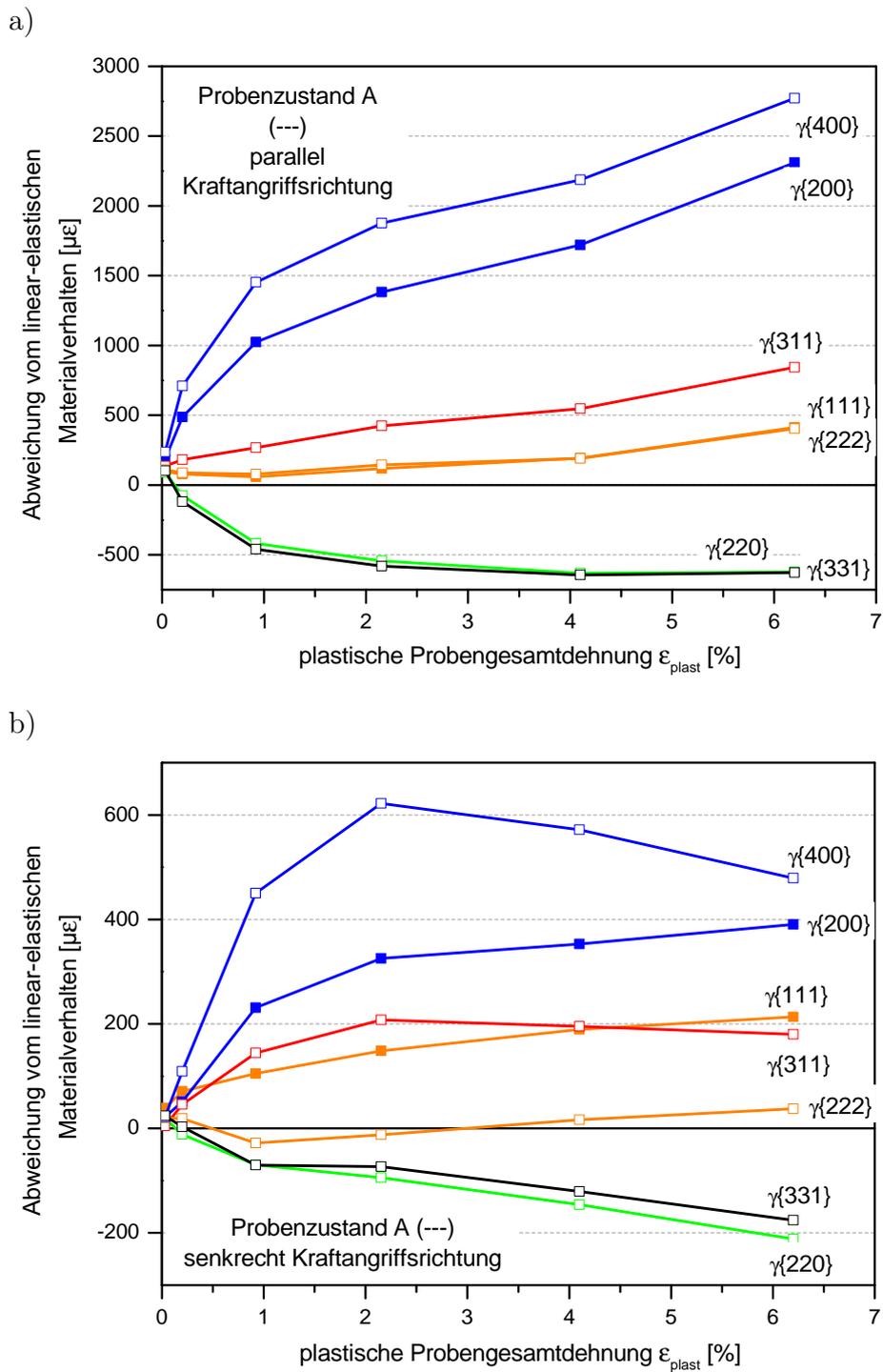
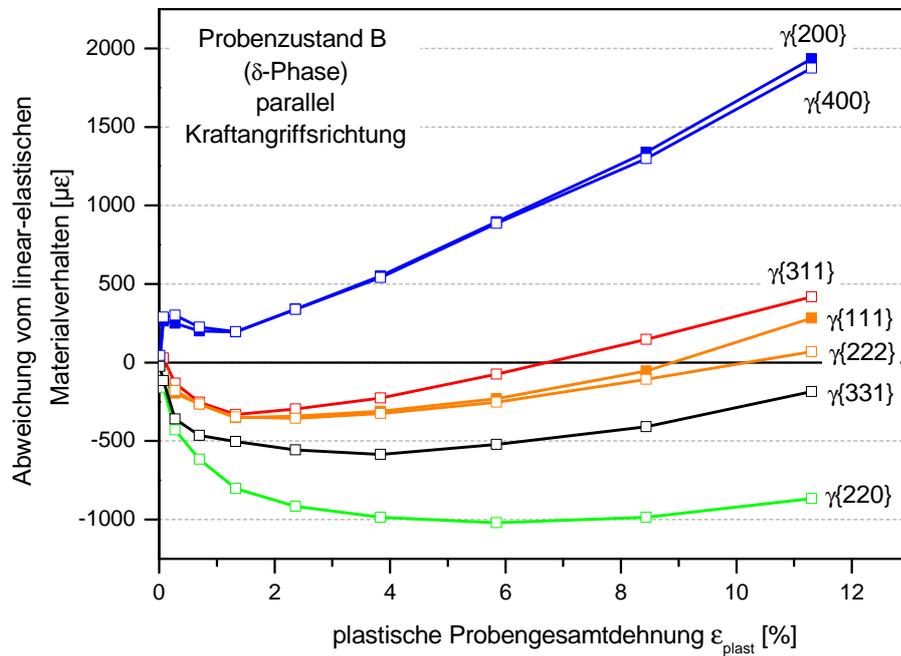


Abbildung 5.22: Abweichung von linear-elastischen Verhalten der beobachteten Gitternetzebenen  $\gamma\{hkl\}$  der Matrixphase in Abhängigkeit der plastischen Probendehnung, für alle mit Synchrotronstrahlungs-Diffraktion gemessenen Gitternetzebenen des Probenzustands A, für die Messrichtung a) parallel und b) senkrecht zur Kraftangriffsrichtung.

a)



b)

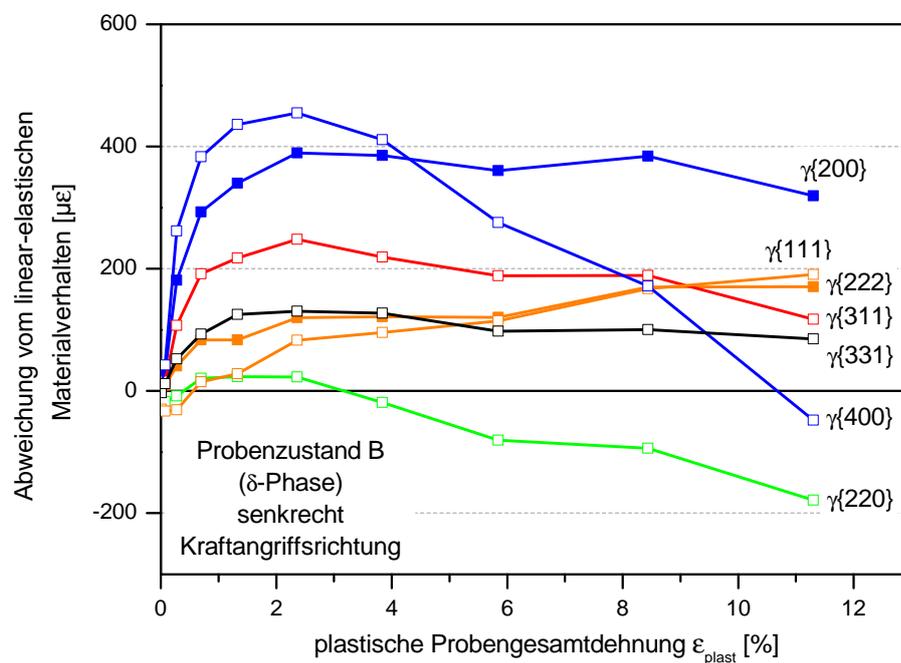
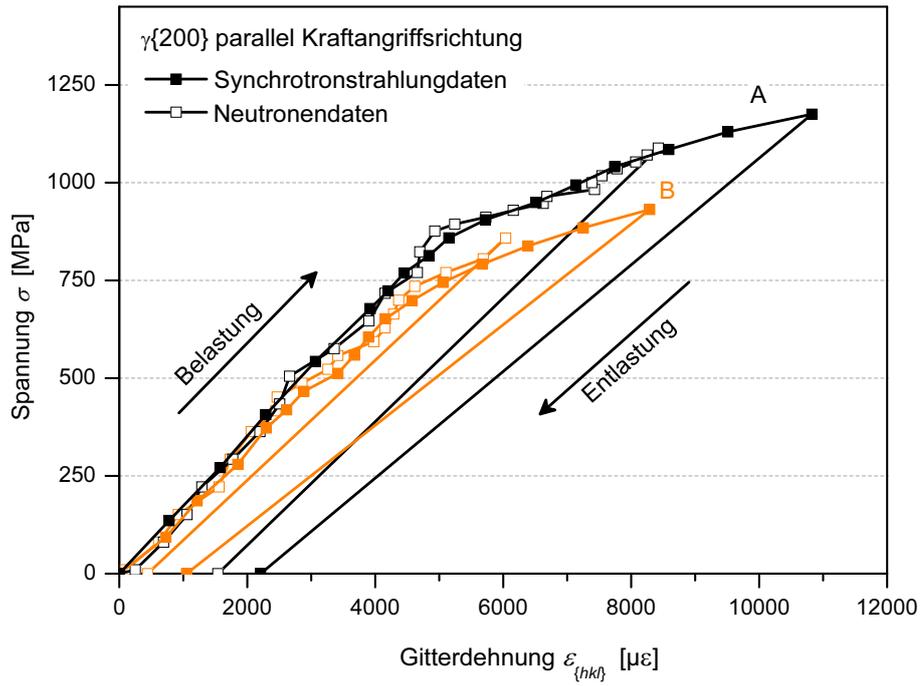


Abbildung 5.23: Mit Synchrotronstrahlungs-Diffraktion bestimmte Abweichung vom linear-elastischen Verhalten der beobachteten Gitternetzebenen  $\gamma\{hkl\}$  der Matrixphase in Abhängigkeit der plastischen Probendehnung des Probenzustands B für die Messrichtung a) parallel und b) senkrecht zur Kraftangriffsrichtung.

5 Ausscheidungsabhängige Mikroeigendehnungsbildung

a)



b)

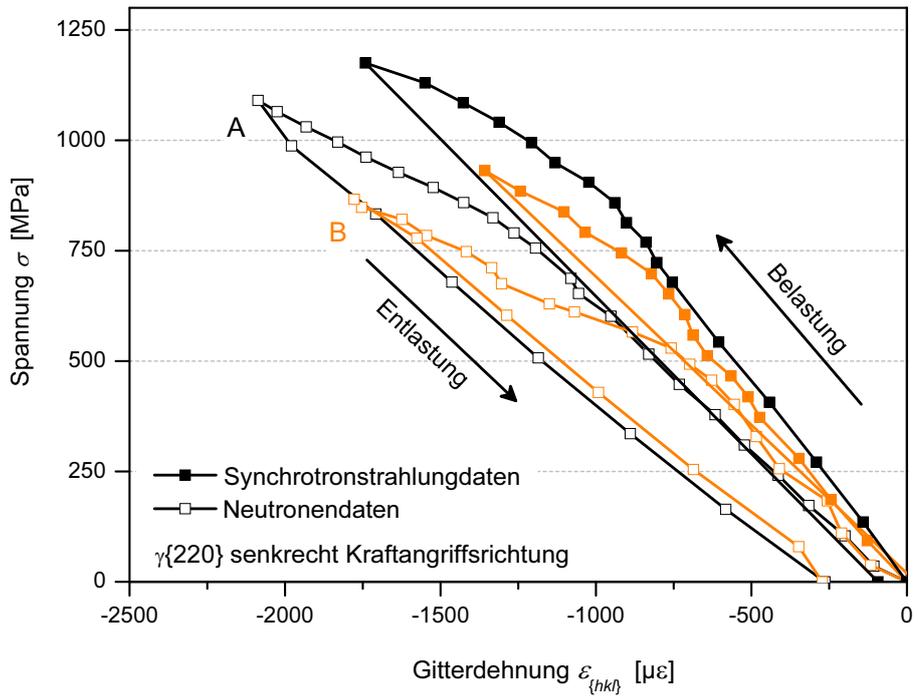


Abbildung 5.24: Vergleich der Spannungs-Gitterdehnungsdiagramme, gemessen mit Synchrotronstrahlung (geschlossene Symbole) und Neutronendiffraktion (offene Symbole) der a)  $\gamma\{200\}$ -Gitternetzebenen für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung und b) der  $\gamma\{220\}$ -Gitternetzebenen für die Messrichtung senkrecht zur Kraftangriffsrichtung, jeweils für die Probenzustände A und B.

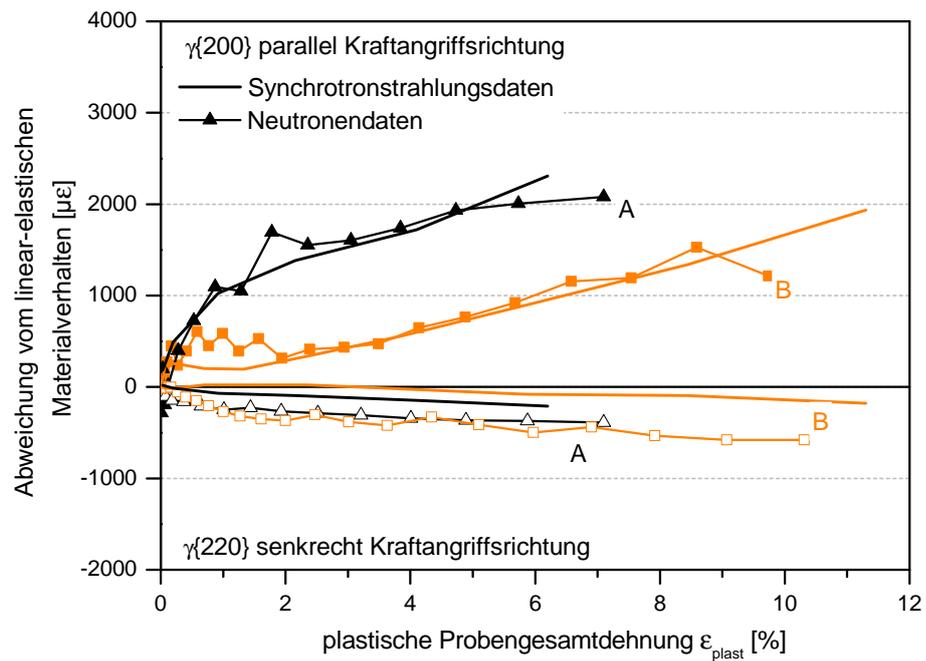


Abbildung 5.25: Vergleich der Entwicklung der Abweichungen vom linear-elastischen Materialverhalten (= Mikroeigendehnungsentwicklung) in Abhängigkeit von der plastischen Probendehnung, gemessen mit Synchrotronstrahlung (Linien) und Neutronendiffraktion (Symbole) der a)  $\gamma\{200\}$ -Gitternetzebenen für die Messrichtung parallel zur Kraftangriffsrichtung (oben) und b) der  $\gamma\{220\}$ -Gitternetzebenen für die Messrichtung senkrecht zur Kraftangriffsrichtung (unten), jeweils für die Probenzustände A und B.



# 6 Mikroeigen Spannungsausbildung durch makroskopische Entlastung

## 6.1 Experimentbeschreibung

Nach der experimentellen Untersuchung der Ausbildung von Mikroeigendehnung unter mechanischer Last wird nun der Einfluss von Mikroeigen spannungen II. Art auf die neutronendiffraktometrische Bestimmung des makroskopischen Eigen spannungszustandes untersucht. Hauptsächlich unterschiedliche Mikroeigen spannungszustände im interessierenden Bauteil und der genutzten Referenzprobe können das Ergebnis der diffraktometrischen Eigen spannungsanalyse beeinflussen. Die These, dass der Mikroeigen spannungszustand während des Schneideprozesses der Referenzprobe unverändert bleibt, wird hier durch die schrittweise Entlastung einer verspannten geschmiedeten IN 718-Scheibe geprüft. Der ursprüngliche Scheibenradius beträgt  $R = 50$  mm und wird während des Experimentablaufs mittels Funkenerosion schrittweise auf  $R = 20, 10$  und  $2$  mm reduziert (Abbildung 6.1). Zwischen jedem Entlastungsschritt wird der Eigen spannungszustand in der Mitte der Probe durch die gesamte Dicke ( $t \approx 18.5$  mm) in 11 Messpunkten bestimmt. Eine Skizze des Experimentierablaufs ist in Abbildung 6.2 zu sehen. Eine detaillierte Beschreibung der verwendeten Probe ist in Kapitel 4.1 zu finden. Die experimentellen Details sind in Tabelle 3.3 zusammengefasst.

Die Makro eigen spannungsverläufe werden mit Referenzwerten ausgewertet, welche aus dem mechanischen Gleichgewicht der Ursprungsscheibe ( $R = 50$  mm) berechnet wurden. Die Probe mit einem Radius von  $R = 2$  mm kann aufgrund ihrer kleinen Geometrien als makro spannungsfrei betrachtet werden. Der mittels dem berechneten Referenzwert ausgewertete Eigen spannungszustand dieser Probe gibt Aufschluss über die Änderung der Mikro eigen spannungen während des entlastenden Schneideprozesses. Schließlich wird der Einfluss dieser Mikro eigen spannungsänderung auf die diffraktometrische Eigen spannungsanalyse abgeschätzt. Dazu werden die Eigen spannungen der makro skopisch verspannten Ursprungsscheibe mithilfe der makro spannungsfreien  $R = 2$  mm Probe als Referenzprobe ausgewertet. Die experimentell ermittelten Eigen spannungsverläufe werden mit makro skopischen Eigen spannungsverläufen abgeglichen, welche mit Finite-Elemente-Simulationen berechnet wurden.

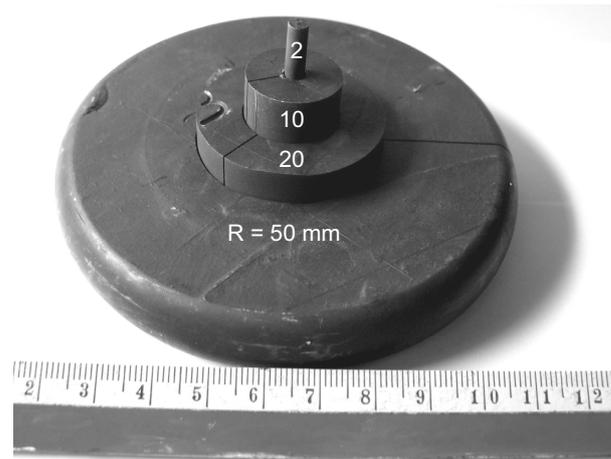


Abbildung 6.1: Fotografie der nach dem Experiment aus den Proben mit verschiedenen Radien ( $R = 50, 20, 10$  and  $2$  mm) wieder zusammengesetzte Scheibe.

## 6.2 Grundlegende Überlegungen

### 6.2.1 Randeffekte

Der Eigenstressverlauf an der Messposition in der Mitte der Scheibe kann – aufgrund des endlichen Scheibendurchmessers – von Randeffekten mitbestimmt werden, welche durch freie Oberflächen verursacht werden. Der Grad des Einflusses von Randeffekten ist in erster Linie abhängig vom Verhältnis des Scheibenradius  $R$  zur Scheibendicke  $t$ . Für  $R/t$ -Verhältnisse von kleiner 1.5 können Randeffekte in der Mitte der Scheibe nicht mehr vernachlässigt werden [70]. Dementsprechend können für die hier verwendeten Proben Randeffekte an der Messposition lediglich für die Probe mit einem Radius von 50 mm vernachlässigt werden ( $R/t = 2.7$ ). Für die Scheiben mit Radien von  $R = 20$  mm ( $R/t = 1.1$ ) und  $R = 10$  mm ( $R/t = 0.54$ ) wird der Eigenstresszustand an der Messposition von Randeffekten durch freie Oberflächen mitbestimmt.

### 6.2.2 Hauptachsensystem

Aufgrund der Axialsymmetrie der Probe sind an der Messposition in der Mitte der Scheibe alle Richtungen identisch, welche senkrecht zur Axialrichtung stehen und innerhalb einer Ebene parallel zur Mittelebene liegen. Auf die in der Eigenstressanalyse üblichen Bezeichnungen Radial- und Umfangsrichtung für diese Richtungen wird daher verzichtet. Die Hauptachsenrichtungen sind im Folgenden mit  $x_1 = x_2$  (innerhalb einer Ebene parallel zur Mittelebene) sowie  $x_3$  (normal zur Scheibenoberfläche) benannt (Abbildung 6.2). Bei der  $x_3$ -Richtung ist auch weiterhin die Bezeichnung Axialrichtung eindeutig und findet daher (neben der Bezeichnung  $x_3$ ) Verwendung.

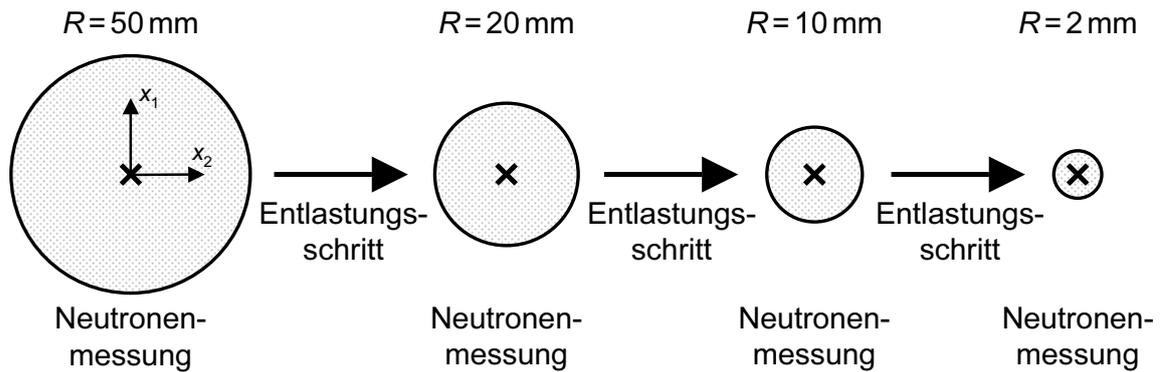


Abbildung 6.2: Zeitliche Abfolge des Entlastungsversuchs. Der Radius der Probe wurde schrittweise reduziert. Die Eigenspannungsverteilung wurde dabei für alle Radien sowie für die Ursprungs-Probe mittels Neutronendiffraktion durch die gesamte Probendicke bestimmt. Die Messposition (Kreuz) ist dabei für alle Proben in der Mitte der Probe geblieben. Die Hauptachsen  $x_1$  und  $x_2$  sind gekennzeichnet. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurde darauf verzichtet,  $x_3$  einzuzeichnen. Diese Richtung steht senkrecht auf der Zeichenebene.

### 6.2.3 Mechanisches Gleichgewicht

Im Hauptachsensystem (verschwindende Scherspannungen  $\sigma_{ij}$  für  $i \neq j$ ) und für den Spezialfall einer Fläche  $A_{\parallel}$  parallel zur Mittelebene der Scheibe ergibt das mechanische Gleichgewicht aus Gleichung (3.6) für die Axialspannungskomponente  $\sigma_{33}$ :

$$F_3 = \int_{A_{\parallel}} \sigma_{33} \, dA = 0. \quad (6.1)$$

Der Produktionsprozess der Scheibe ist symmetrisch zur Mittelebene sowie homogen und isotrop bezüglich der in-plane Koordinaten einer Ebene parallel zur Mittelebene. Unter Vernachlässigung von Randeffekten kann Gleichung (6.1) nur erfüllt werden, wenn  $\sigma_{33} = 0$  für jede Position innerhalb der Schnittfläche  $A_{\parallel}$  gilt [11]. Für die Proben mit Radien  $R = 20, 10$  und  $2\text{ mm}$  müssen Randeffekte berücksichtigt werden (Kapitel 6.2.1). Daher können Referenzwerte aus dem mechanischen Gleichgewicht lediglich für die Probe mit einem Radius von  $R = 50\text{ mm}$  bestimmt werden. Dabei wird für jeden Messpunkt über die Dicke der Scheibe aus den  $2\theta$ -Werten, welche in den drei Hauptachsenrichtungen  $x_1, x_2$  und  $x_3$  gemessen wurden, ein Referenzwert  $2\theta_{0,\text{calc}}$  berechnet:

$$S_{0,\text{calc}} = \left( \frac{1 - 2\nu_{\{hkl\}}}{1 + \nu_{\{hkl\}}} \right) \cdot \left( S_3 + \frac{\nu_{\{hkl\}}}{1 - 2\nu_{\{hkl\}}} \cdot (S_1 + S_2 + S_3) \right), \quad (6.2)$$

mit  $S_{0,\text{calc}} = 1/\sin \theta_{0,\text{calc}}$ ,  $S_i = 1/\sin \theta_{x_i}$  und  $i = 1, 2, 3$ . Dabei werden die Referenzwerte für alle Hauptachsenrichtungen als identisch angenommen, für jeden Messpunkt dagegen als unterschiedlich.

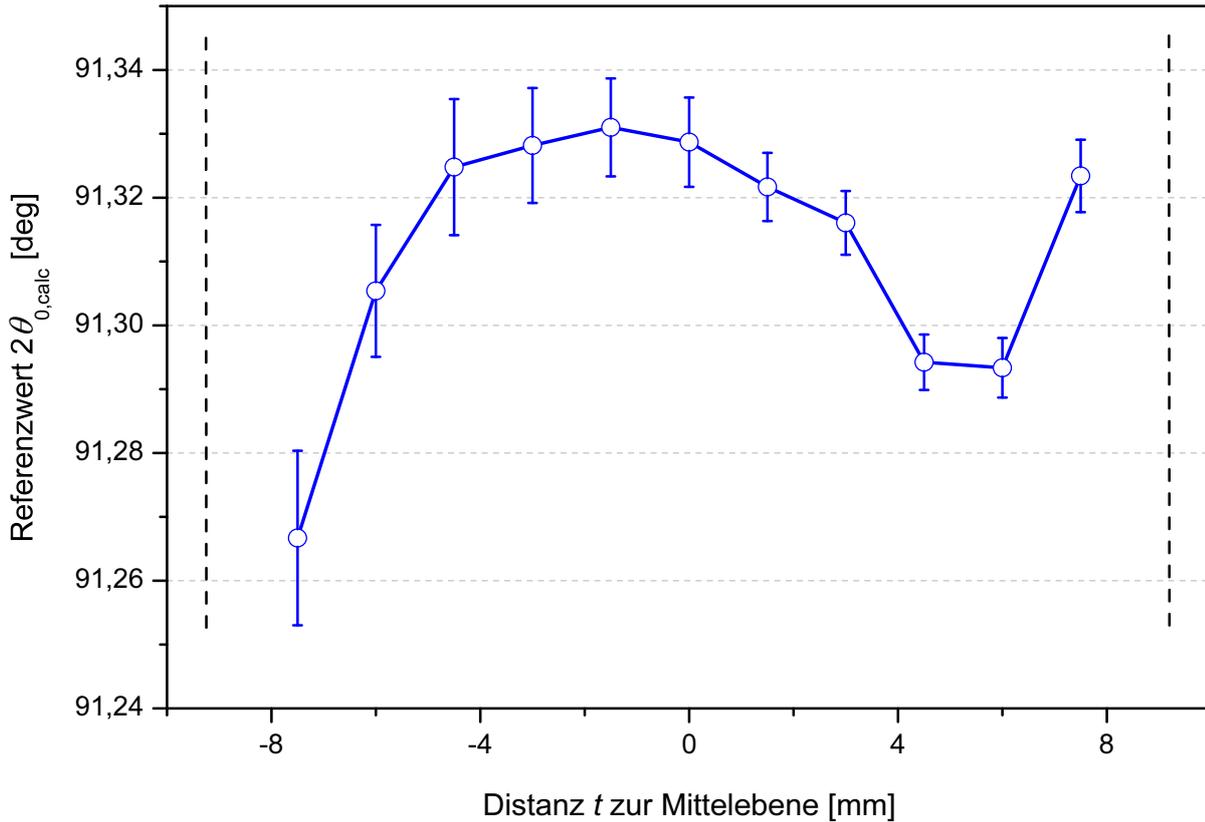


Abbildung 6.3: Variation der berechneten Referenzwerte  $2\theta_{0,calc}$  über die Scheibendicke. Die gestrichelten Linien geben die Position der oberen bzw. der unteren Scheibenoberfläche an.

### 6.3 Ergebnisse

Die mithilfe des mechanischen Gleichgewichtes berechneten Referenzwerte  $2\theta_{0,calc}$  sind in Abbildung 6.3 über die Scheibendicke aufgetragen. Die große Variation der Werte über die Scheibendicke resultiert hauptsächlich aus Inhomogenitäten in der chemischen Zusammensetzung des Materials an den einzelnen Messpunkten. Insbesondere bei Materialien mit einer Vielzahl von Legierungselementen können Diffusionsprozesse während einer Wärmezufuhr (hier während des Schmiedeprozesses) die chemische Zusammensetzung lokal ändern. Gelöste Atome weisen während thermisch induzierten Diffusionsprozessen eine Affinität zu Versetzungen auf, welche z. B. beim Schmieden in das Material eingebracht werden [17]. Dies führt zu chemischen Inhomogenitäten, die den Streuwinkel, die Messvariable eines Diffraktionsexperimentes, in erheblichem Maße beeinflussen [71]. Die Asymmetrie im Verlauf der berechneten Referenzwerte um die Mittelebene der Scheibe ( $x = 0$ ) resultiert aus dem Abschreckprozess von der Schmiedetemperatur zurück auf Raumtemperatur. Die Scheibe wird dabei aufrecht stehend in ein Wasserbad getaucht. Materialbereiche, welche bereits im Wasserbad sind, kühlen schneller ab als andere. Zudem verursachen leichte Abweichungen von der vertikalen Ausrichtung der Scheibe relativ zur Wasseroberfläche unterschiedliche Wärmeübergangskoeffizienten an den beiden Scheibenoberflächen. Die

Folge sind neben Inhomogenitäten in der chemischen Zusammensetzung auch Asymmetrien im Eigenspannungsverlauf über die Dicke der Scheibe.

Die Eigenspannungsverläufe der Scheiben mit Radien 50, 20 und 10 mm sind in Abbildung 6.4 gezeigt. Den hier gezeigten Eigenspannungsverläufen liegen die mit Gleichung (6.2) berechneten Referenzwerte  $2\theta_{0,\text{calc}}$  aus Abbildung 6.3 zugrunde. Zusätzlich sind die mittels eines Finite-Elemente-Modells (FEM) vorhergesagten makroskopischen Eigenspannungsverläufe eingezeichnet. Die Simulationen wurden am Lehrstuhl für Werkstoffkunde und Werkstoffmechanik der TU München von B. Regener durchgeführt. Die simulierten Eigenspannungsverläufe zeigen, anders als die experimentell ermittelten Daten, keine Asymmetrien über die Scheibendicke, da hier der Produktionsprozess als ideal-symmetrisch angenommen wird. Für alle drei Scheibenradien kann eine im Allgemeinen gute Übereinstimmung zwischen Experiment und Simulation festgestellt werden. Die aufgrund von Randeffekten nicht verschwindenden Makroeigenspannungswerte in  $x_3$ -Richtung sind in Abbildung 6.4 für die Scheiben mit Radien von 20 mm und 10 mm sowohl in den gemessenen als auch in den modellierten Eigenspannungsverläufen zu sehen. Die FE-Simulationen zeigen, dass diese Axialspannungen für einen Radius von 10 mm ihren Maximalwert annehmen (ca. +300 MPa).

Die experimentell bestimmte Eigenspannungsverteilung der Probe mit einem Radius von  $R = 2$  mm, wie sie mit den  $2\theta_{0,\text{calc}}$ -Werten als Referenz bestimmt wurde, ist in Abbildung 6.5a zu sehen. Vergleichend ist der mittels FE-Modell vorhergesagte Eigenspannungsverlauf in Abbildung 6.5b gegenübergestellt. Es muss erwähnt werden, dass alle hier gezeigten simulierten Eigenspannungsverläufe für ein punktförmiges Messvolumen berechnet wurden. Das Verwenden eines nicht punktförmigen Messvolumens, wie in der Neutronendiffraktionsmessung ( $3 \times 3 \times 3 \text{ mm}^3$ ), führt aufgrund von Mittelungseffekten auch in der Simulation zu einer geglätteten Eigenspannungsverteilung mit niedrigeren Spannungsamplituden. Die  $R = 2$  mm Probe ist daher für die Neutronendiffraktionsexperimente makroeigenspannungsfrei. Der Eigenspannungsverlauf in Abbildung 6.5a resultiert demnach aus einer Änderung des mikroskopischen Eigenspannungszustandes während des Schneidens der Referenzprobe aus der unbearbeiteten Scheibe ( $R = 50$  mm). Es ist denkbar, dass die makroskopische Relaxation des Materials Spannungen freisetzt, welche groß genug sind, um lokale plastische Deformationen in einzelnen Körnern zu induzieren. Die vollständige (linear-elastische) Entlastung führt dann zu elastischen Verspannungen in Körnern, die an plastisch deformierte Materialregionen angrenzen. Diese Spannungen werden als Mikroeigenspannungen bezeichnet (vgl. auch Kap. 5.1). Der Grad der Verspannung zwischen den einzelnen Körnern hängt von der elastischen und plastischen Anisotropie des Materials ab [4, 5, 59]. Daher variieren die ausgebildeten Mikroeigenspannungen lokal über die Dicke der Probe aufgrund von Materialinhomogenitäten. Dabei spielt auch die Vorverspannung des Materials eine Rolle. Einige Materialbereiche innerhalb der Scheibe werden bereits während des schnellen Wasserabschreckprozesses plastisch deformiert. Da während plastischer Deformationsprozesse die elastische Dehnung des Materials nicht weiter steigt, können diese Bereiche als Plateaus in den simulierten Eigenspannungsverläufen bei  $8 < x < 9$  mm,  $-9 < x < -8$  mm und  $-2 < x < 2$  mm gesehen werden. Durch die Glättungseffekte, die durch ein endliches Messvolumen ( $3 \times 3 \times 3 \text{ mm}^3$ ) entstehen,

6 Mikroeigenstressausbildung durch makroskopische Entlastung

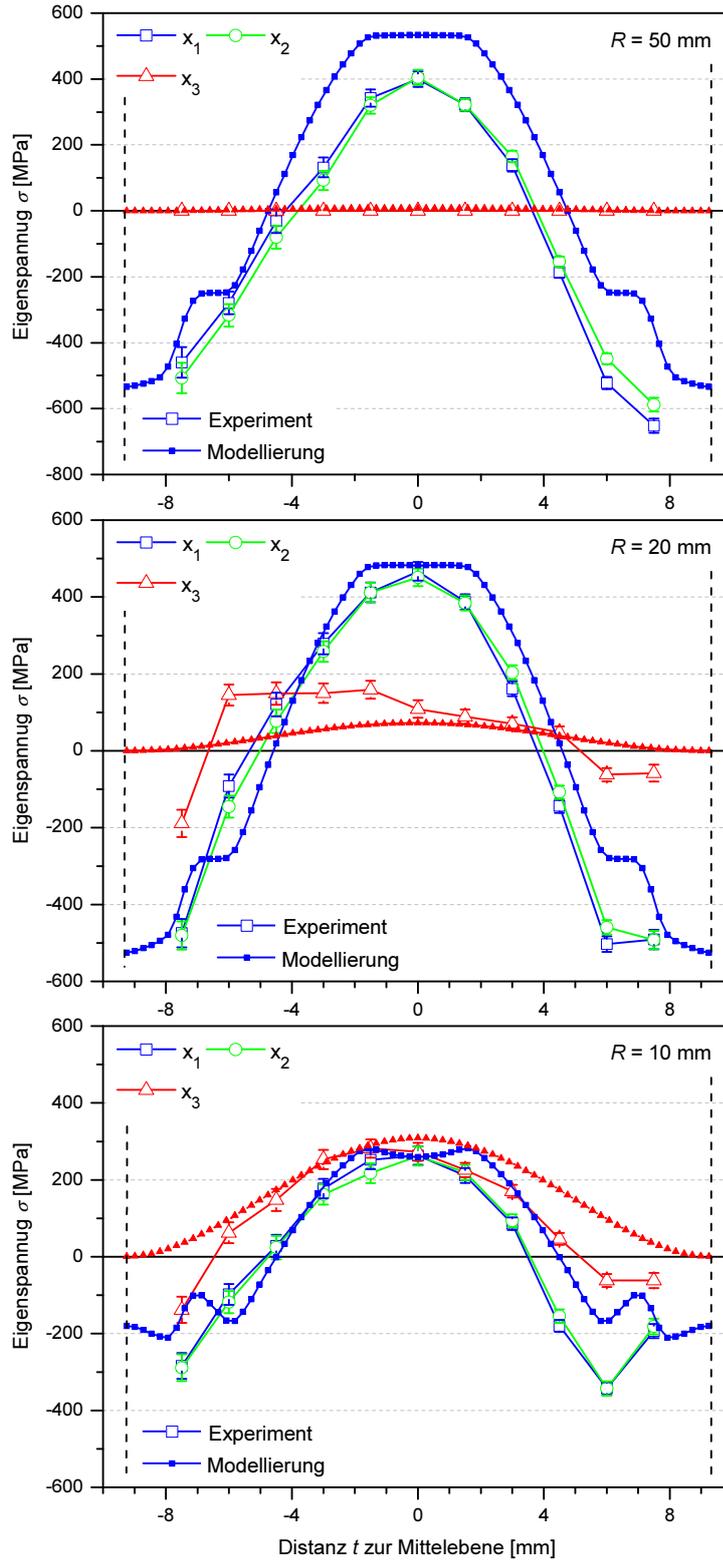


Abbildung 6.4: Eigenspannungsverteilung der Scheibe mit einem Radius von 50 mm, 20 mm und 10 mm. Als Referenzwerte wurden die mittels Gleichung (6.2) berechneten  $2\theta_{0,calc}$ -Werte genutzt. Die Spannungen sind für die Richtungen  $x_1$  (Würfel),  $x_2$  (Kreise) und  $x_3$  (Dreiecke) gezeigt. Die experimentellen Ergebnisse (offene Symbole) sind mit Ergebnissen aus FEM-Simulationen (ausgefüllte Symbole) verglichen. Die gestrichelten Linien geben die Position der oberen bzw. der unteren Scheibenoberfläche an.

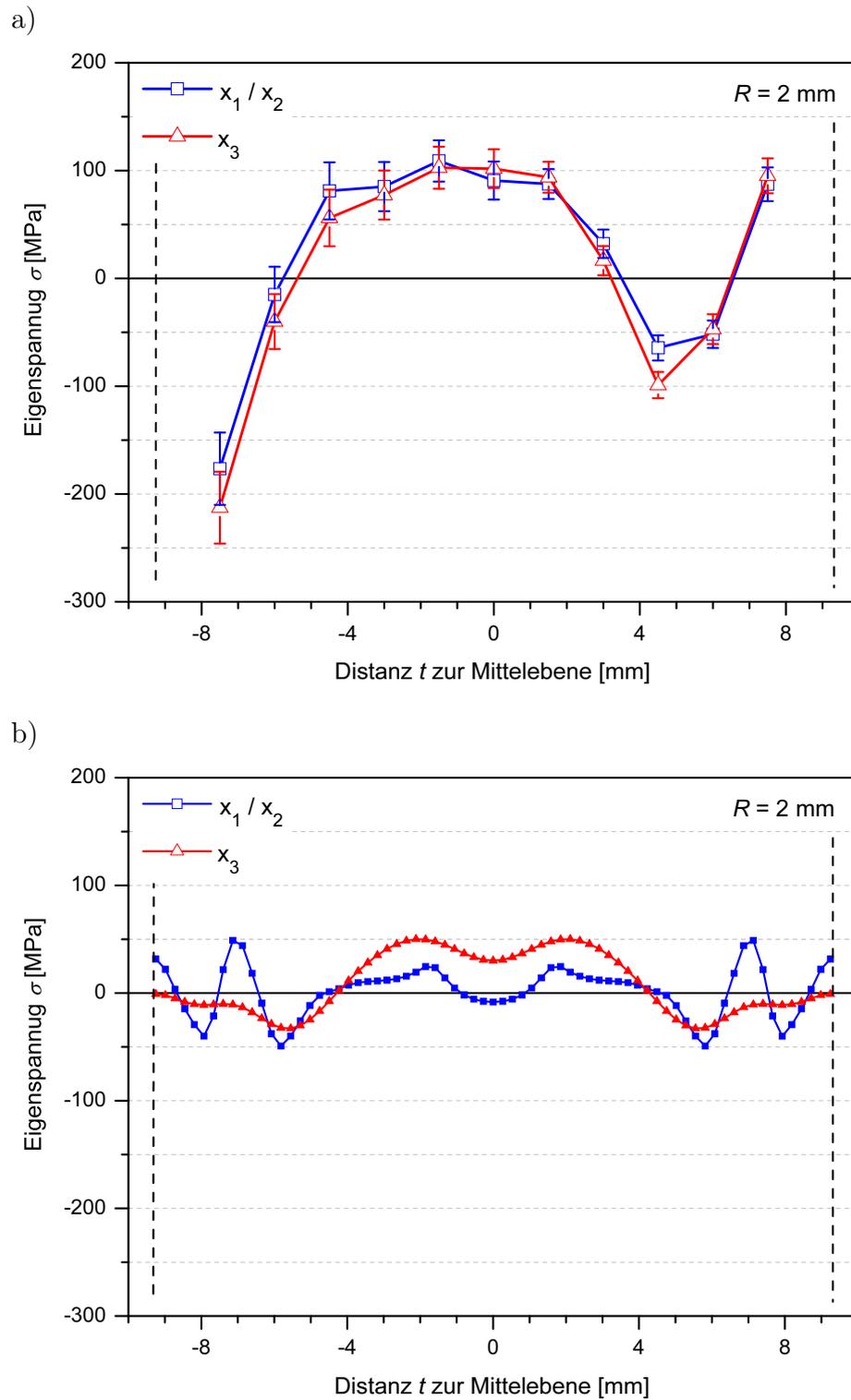


Abbildung 6.5: Eigenspannungsverteilung der Probe mit  $R = 2$  mm a) mit Neutronendiffraktion bestimmt b) vorhergesagt mittels FEM. Die Spannungen sind für die Richtungen  $x_1$  (Wüfel) und  $x_3$  (Dreiecke) gezeigt. Die gestrichelten Linien geben jeweils die Position der oberen bzw. der unteren Scheibenoberfläche an.

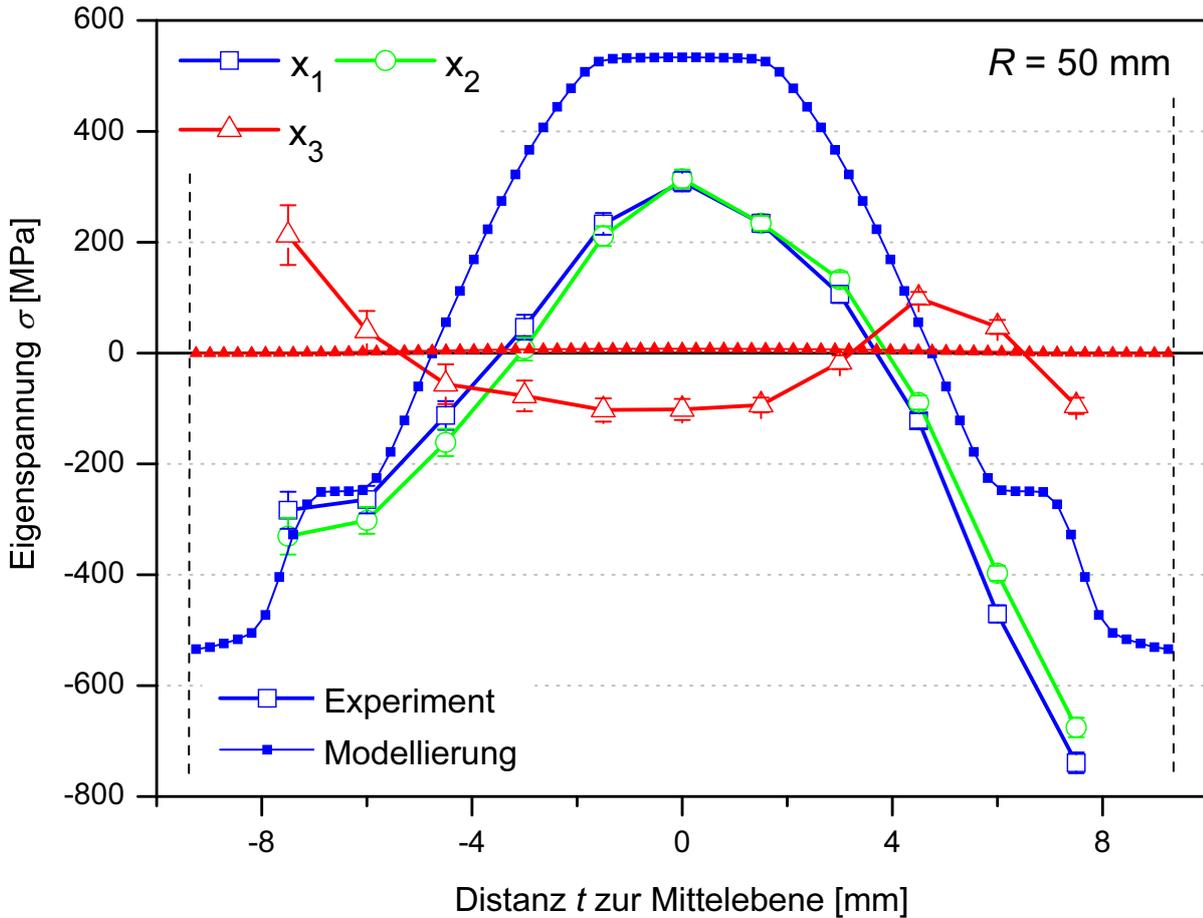


Abbildung 6.6: Eigenstressverteilung der Scheibe mit einem Radius von 50 mm. Als Referenzprobe wurde hier die Probe mit einem Radius von 2 mm verwendet. Die Spannungen sind für die Richtungen  $x_1$  (Würfel),  $x_2$  (Kreise) und  $x_3$  (Dreiecke) gezeigt. Die experimentellen Ergebnisse (offene Symbole) sind mit FE-Simulations-Ergebnissen (ausgefüllte Symbole) verglichen. Die gestrichelten Linien geben die Position der oberen bzw. der unteren Scheibenoberfläche an.

sind diese Effekte in den Neutronendiffraktionsexperimenten nicht mehr auflösbar. Die Körner in höher vorverspannten Regionen können bereits zu fließen beginnen, während benachbarte Regionen noch hauptsächlich Körner enthalten, welche elastisches Verhalten zeigen. Zusätzlich hängen die übertragenen Kräfte von der Höhe der Spannungsgradienten im Ausgangseigenstresszustand der Scheibe mit  $R = 50$  mm ab. Höhere Spannungsgradienten setzen höhere Kräfte frei. Im Mittel beträgt die Änderung im Mikroeigenstresszustand ca. 25 % (ca. 100 MPa) der anfänglichen maximalen Eigenstressamplitude von ca.  $\pm 400$  MPa.

Bei der Probe mit einem Radius von  $R = 50$  mm ist eine Abweichung im Maximalwert der Eigenstressungen in  $x_1$ - und  $x_2$ -Richtung zwischen experimentellen und modellierten Werten zu beobachten (Abbildung 6.4). Diese resultiert größtenteils aus einer Abweichung der für die Simulation verwendeten Parameterwerte von den realen Werten (z. B. Wärmeübergangskoeffizient). Während für die Scheibe mit  $R = 50$  mm noch eine deutliche Abweichung von 20%

zu sehen ist, gleichen sich die Spannungsamplituden für kleinere Scheibenradien an (Abbildung 6.4). Dies deutet darauf hin, dass die Änderung des Mikrospannungszustandes, wie sie in der Probe mit  $R = 2$  mm gefunden wurde, schrittweise stattfindet. Aufgrund des sich in den Proben mit Radien  $R = 20$  und  $10$  mm überlagerndem Makrospannungszustandes ist eine genaue Quantifizierung dieses Effektes allerdings nicht möglich.

Der diffraktometrische makroskopische Eigenspannungsverlauf der Scheibe mit  $R = 50$  mm, wie er mithilfe der Referenzprobe ( $R = 2$  mm) ausgewertet wurde, ist in Abbildung 6.6 mit dem mittels FE-Simulation bestimmten makroskopischen Eigenspannungsverlauf verglichen. Die experimentell ermittelte Eigenspannungsverteilung zeigt hohe Asymmetrien über die Scheibendicke. Zusätzlich weist die Axialspannungsrichtung nicht verschwindende Eigenspannungen auf, die in ihrer Höhe den Werten der Änderung der Mikrospannungen in der Probe mit einem Radius von  $R = 2$  mm entsprechen. Dies verletzt das mechanische Gleichgewicht der Scheibe (Kapitel 6.2.3). Die experimentell ermittelten makroskopischen Eigenspannungswerte sind für die  $x_1$ - und  $x_2$ -Richtung deutlich niedriger als die mittels Simulation vorhergesagten Werte. Ein Grund für diese Diskrepanzen ist neben den Abweichungen von den für die Simulation verwendeten Parameterwerten zur Realität vor allem die Nichtberücksichtigung der Änderung des Mikrospannungszustandes, welche während des Extrahierens der Referenzprobe ( $R = 2$  mm) aus der Ausgangsscheibe ( $R = 50$  mm) auftritt. Diese Änderung führt zu hohen Scheinspannungen während der diffraktometrischen Makrospannungsanalyse.



## 7 Schlussfolgerung

Die getrennte Untersuchung von sich überlagernden makroskopischen und mikroskopischen Eigenspannungs- und Eigendehnungszuständen ist mithilfe von Neutronendiffraktion möglich. Durch die Beobachtung der Änderung des Gitternetzebenenabstandes während eines Standardzugversuches können Aussagen über die Ausbildung von Mikroeingendehnungen getroffen werden. Aufgrund ihres günstigen Wellenlängenbereiches, welcher die Beobachtung einer Vielzahl von Braggreflexen erlaubt, und den hohen erreichbaren Intensitäten, werden solche in-situ Experimente bevorzugt mit thermischen Neutronen durchgeführt. Für die Untersuchung von nahe beieinander liegenden Braggreflexen ist allerdings die kalte Neutronendiffraktion zu bevorzugen. Durch die Verwendung kalter Neutronen werden die Braggreflexe zu höheren Streuwinkeln verschoben, und die absoluten Winkelunterschiede zwischen den Braggreflexen vergrößert. Die Trennung von sich überlappenden intensitätsstarken und intensitätsschwachen Braggreflexen wird so möglich. Letzere werden, vorallem in mehrphasigen Legierungssystemen, von Ausscheidungen hervorgerufen, deren Volumenanteile im Gefüge nur sehr gering sind. Erstere stammen häufig von der Matrixphase.

Durch die Kombination von thermischer und kalter Neutronendiffraktion konnten zwei Stufen der Ausbildung von Mikroeingendehnungen während der plastischen Deformation identifiziert werden. Bei geringer plastischer Deformation überwiegt die Ausbildung von Mikroeingendehnungen zwischen Körnern der gleichen Phase (intergranulare Mikroeingendehnungen). Bei steigender plastischer Deformation ist die Ausbildung intergranularer Mikroeingendehnungen größtenteils abgeschlossen, und die Ausbildung von Mikroeingendehnungen zwischen Körnern verschiedener kristallographischer Phasen dominiert (Interphasen-Mikroeingendehnungen). Die Interphasen-Mikroeingendehnungen liegen zudem im Betrag weit über den intergranularen Mikroeingendehnungen. Wird das Elastizitätsmodul der Gesamtlegierung zugrunde gelegt, liegen die Mikroeingenspannungen innerhalb der Kristallite der Ausscheidungen weit über der Fließgrenze des verwendeten Probenmaterials. Dies zeigt, dass interne Dehnungen und Spannungen in kleinvolumenanteiligen Ausscheidungen bei der Eigenspannungsanalyse nicht zu vernachlässigen sind.

Der Einfluss der Mikroeingendehnungen auf die makroskopische Eigenspannungsanalyse konnte mithilfe eines Entlastungsversuches nachgewiesen werden (Kapitel 6). Wie der Versuch gezeigt hat, ändert das Herausschneiden einer kleinen makrospannungsfreien Probe aus einem verspannten Bauteil den Mikroeingenspannungszustand innerhalb des Materials. Wird diese makroeingenspannungsfreie Probe als Referenzprobe für die diffraktometrische Eigenspannungsanalyse genutzt, kann der ausgewertete makroskopische Eigenspannungszustand aufgrund von Schein-

## 7 Schlussfolgerung

Tabelle 7.1: Die für die diffraktometrische makroskopische Eigenspannungsanalyse am besten geeigneten Gitternetzebenen, geschlussfolgert aus den in Tabelle 5.4 gegebenen Mikroeigendehnungen bei einer plastischen Probengesamtdehnung von ca. 3%.

Probe	1. Wahl	2. Wahl	Kommentar
A	{222} {311}	{220}	
B	{222}		Die {222}-Ebenen zeigen zwar hohe Mikroeigendehnungen, allerdings mit gleichen Tendenz für die Messrichtungen parallel und senkrecht zur Kraftangriffsrichtung (ca. $-400 \mu\epsilon$ )
C	{311}	{220}	Die {220}-Ebenen zeigen zwar hohe Mikrodehnungen, allerdings mit gleichen Tendenz für die Messrichtungen parallel und senkrecht zur Kraftangriffsrichtung (ca. $-800 - 1000 \mu\epsilon$ )
D	{311}	{222}	
E	{311}	{220}	Die {220}-Ebenen zeigen zwar hohe Mikrodehnungen, allerdings mit gleichen Tendenz für die Messrichtungen parallel und senkrecht zur Kraftangriffsrichtung (ca. $-1000 \mu\epsilon$ )

spannungen unzuverlässig sein. Dies liegt daran, dass die Änderung des Mikroeigenspannungszustandes fälschlicherweise als Makroeigenspannungen bewertet wird. In einem solchen Fall ist die Nutzung eines Referenzwertes, der durch Betrachtungen des mechanischen Gleichgewichts gewonnen wurde, für die Bestimmung des makroskopischen Eigenspannungsverlaufs empfehlenswert.

Um die Beeinflussungen der makroskopischen Eigenspannungsanalyse durch Scheinspannungen möglichst gering zu halten, sollten für die diffraktometrische Eigenspannungsanalyse Gitternetzebenen genutzt werden, die nur wenige Mikroeigendehnungen ausbilden und den Mikroeigenspannungszustand daher nicht ändern. Da der Mikroeigendehnungszustand durch die Überlagerung von intergranularen und Interphasen-Mikroeigendehnungen bestimmt wird, hängt die Wahl der geeigneten Netzebenen von den in der Matrixphase ausgeschiedenen Phasen ab. Für die hier untersuchten Probenzustände der Legierung IN 718 sind die geeigneten Gitternetzebenen in Tabelle 7.1 zusammengefasst. Ist die Art der Ausscheidungen im interessierenden Probenmaterial nicht bekannt, ist der (311)-Reflex die beste Wahl, da dieser im Allgemeinen nur gering von der Entstehung von Mikroeigendehnungen beeinflusst wird. Für Messungen an den  $\gamma\{200\}$ -Gitternetzebenen werden die höchsten Scheinspannungen erwartet. Es hat sich gezeigt, dass die  $\gamma'$ -Phase für die Ausbildung hoher Mikroeigendehnungen verantwortlich ist. Daher sind in Probenmaterialien, in welchen die  $\gamma'$ -Phase wesentlich zu den mechanischen Eigenschaften der

Legierung beiträgt, hohe Scheinspannungen zu erwarten. Auch spielt die elastische und plastische Anisotropie des Materials eine große Rolle bei der Bildung von Mikroeigenspannungen. Daher wird angenommen, dass Materialien mit geringerer Anisotropie als Nickel (z. B. Al) von Scheinspannungen weniger betroffen sind, während in Materialien mit höherer Anisotropie (z. B. Stahl) die Scheinspannungen eine größere Rolle spielen.

Bei der Untersuchung der richtungsabhängigen diffraktionselastischen Konstanten  $E_{\{hkl\}}$  und  $\nu_{\{hkl\}}$  hat sich gezeigt, dass auf Basis des Kröner-Modells berechnete Werte für eine diffraktometrische, makroskopische Eigenspannungsanalyse vertrauenswürdig sind. Wie die Untersuchungen in dieser Arbeit gezeigt haben, ist dieses Ergebnis unabhängig von dem Gewichtsanteil des Hauptlegierungselementes (hier Ni: ca. 52 Gewichtsprozent), sowie von den im Material ausgeschiedenen Phasen. Die richtungsabhängigen diffraktionselastischen Konstanten können daher durch Berechnungen mit dem Kröner-Modell auf Basis von Einkristalldaten des Hauptlegierungselementes des betrachteten Probenmaterials erhalten werden.

Das Mikrospannungsfeld innerhalb einer Probe ohne äußere Last kann mittels Neutronen-Larmor-Diffraktion untersucht werden. Die hier erreichte Genauigkeit der Neutronen-Larmor-Diffraktion ist mindestens eine Größenordnung besser ( $\Delta d/d \approx 10^{-5}$ ) als die mit herkömmlichen Neutronendiffraktionsmethoden erreichbaren Genauigkeiten. Wird anstelle eines Germanium-Einkristalls ein Silizium-Pulver als Referenzprobe für die Messungen genutzt, kann die Genauigkeit auf ca.  $10^{-6}$  erhöht werden. Eine weitere Erhöhung der Genauigkeit kann durch Larmor-Diffraktion mittels kalter Neutronen anstelle Thermischer erreicht werden. Es muss berücksichtigt werden, dass bei der Neutronen-Larmor-Diffraktion sowohl Verspannungen zwischen Kristalliten (Eigenspannungen II. Art) als auch Verspannungen innerhalb eines Kristalliten (Eigenspannungen III. Art) das Messsignal beeinflussen. Bei der herkömmlichen Diffraktion, in der eine Verschiebung des Streuwinkels des Braggreflexes beobachtet wird, beeinflussen lediglich Eigenspannungen II. Art das Messsignal. Die Neutronen-Larmor-Diffraktion wird die herkömmliche Neutronendiffraktion nicht ersetzen können, da die hohen Genauigkeiten sehr auf Kosten von kurzen Messzeiten gehen. Vielmehr wird die Neutronen-Larmor-Diffraktion das Anwendungsgebiet der Neutronendiffraktion auf eine Vielzahl von materialwissenschaftlichen Anwendungen erweitern und ergänzen. Denkbare Anwendungsgebiete im Bereich der Materialwissenschaften sind z. B. (i) Kleine makroskopische Eigenspannungen (I. Art) sowie mikroskopische Eigenspannungen (II. und III. Art), welche aus Defekten oder zusätzlichen Phasen resultieren, (ii) Materialien mit hohen Elastizitätsmodulwerten, wie beispielsweise Keramiken, in welchen die Änderungen der  $d$ -Werte durch äußere oder innere Spannungen zu klein sind, um mit herkömmlichen Methoden aufgelöst zu werden, (iii) präzise Bestimmung von Absolutwerten von  $d$ -Werten, was die Analyse von Gitterfehlpassungen in Mehrphasensystemen erlaubt, (iv) Trennung von sich überlappenden Braggreflexen oder (v)  $d_0$ -Kalibrierung von Neutronen-Eigenspannungs-Diffraktometern. Zusätzlich sind alle Experimente bei hohen und tiefen Temperaturen, unter einachsigen Belastungen oder hydrostatischen Drücken möglich.



# Literaturverzeichnis

- [1] H. Behnken, Mikrospannungen in vielkristallinen und heterogenen Werkstoffen, Habilitationsschrift, Shaker Verlag, Aachen, 2003.
- [2] E. Macherauch, H. Wohlfahrt, U. Wolfstieg, Zur Zweckmäßigen Definition von Eigenspannungen, HTM 28(3), 1973, 201 – 211.
- [3] B. Scholtes (Hrsg.), Eigenspannungen in mechanisch randschichtverformten Werkstoffzuständen Ursachen, Ermittlung, Bewertung, DGM, Karlsruhe, 1991.
- [4] D. Dye, H. J. Stone, R. C. Reed, Intergranular and interphase microstresses, Current Opinion in Solid State and Materials Science, 5, 2001, 31 – 37.
- [5] H.J. Stone, T.M. Holden, R.C. Reed, On the generation of microstrains during the plastic deformation of waspaloy. Acta mater., 47(17), 1999, 4435 – 4448.
- [6] V. Hauk, Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods, Elsevier Science B.V., Amsterdam, 1997.
- [7] M.T. Hutchings, P.J. Withers, T.M. Holden, T. Lorentzen: Introduction to the Characterization of Residual Stress by Neutron Diffraction, Taylor & Francis, Boca Raton, 2005.
- [8] D.S. Kupperman: Neutron-Diffraction Determination of Residual Stresses in Advanced Composites, Annu. Rev. Mater. Sci., 24, 1994, 265 – 291.
- [9] P.J. Withers, H.K.D.H Bhadeshia, Residual Stress Part 1 - Measurement Techniques Materials Science and Technology, 17, 2001, 355 – 365.
- [10] P.J. Withers, H.K.D.H Bhadeshia, Residual Stress Part 1 - Measurement Techniques Materials Science and Technology, 17, 2001, 366 – 375.
- [11] C. Krempaszky, E. Werner, M. Stockinger, Residual stresses in IN 718 Turbine Disks, Proceedings of the Sixth International Special Emphasis Symposium on Superalloys 718, 625,706 and Derivatives, 3–5 Oct. 2005, Pittsburgh, PA, USA, E.A. Loria (Hrsg.), TMS, Warrendale, 527 – 538.
- [12] J. Mackerle, FEM and BEM analysis and modelling of residual stresses: A bibliography (1998-1999), Finite Elements in Analysis and Design, 37, 2001, 253 – 262.

- [13] E. Hornbogen, H. Warlimont, Metallkunde - Aufbau und Eigenschaften von Metallen und Legierungen, Springer-Verlag, Berlin, 2001.
- [14] E. Hornbogen, G. Eggeler, E. Werner, Werkstoffe, Springer-Verlag, Berlin, 2008.
- [15] J. Rösler, H. Harders, M. Bäker, Mechanisches Verhalten der Werkstoffe, Springer, Berlin, 2006.
- [16] H.-J. Bargel, G. Schulze (Hrsg.), Werkstoffkunde, Springer-Verlag, Berlin, 2005.
- [17] C. Kittel, Einführung in die Festkörperphysik, Oldenbourg Verlag, München, 2002.
- [18] H. Böhm, Einführung in die Metallkunde, Wissenschaftsverlag, Mannheim, 1992.
- [19] <http://www.ncnr.nist.gov/nsources.html>, Stand: 30.8.2009.
- [20] [http://www.als.lbl.gov/als/synchrotron\\_sources.html](http://www.als.lbl.gov/als/synchrotron_sources.html), Stand: 30.8.2009.
- [21] G.L. Squires, Introduction to the theory of thermal neutron scattering, Dover Publications Inc., Mineola, 1996.
- [22] [http://zms.desy.de/images/content/e101/e103/index\\_eng.html](http://zms.desy.de/images/content/e101/e103/index_eng.html), Stand: 17.2.2010.
- [23] B. Povh, K. Rith, Ch. Scholz, F. Zetsche, Teilchen und Kerne, Springer, Berlin, 2004.
- [24] D.F. Paulonis, J.J. Schirra, Alloy 718 at Pratt & Whitney Historical Perspective and future challenges in Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives, E.A. Loria (Hrsg.), TMS, Warrendale, 2001, 13–23.
- [25] S. Mannan, E. Hibner, B. Puckett, Physical Metallurgy of Alloys 718, 725, 725HS, 925 for Service in Aggressive Corrosive Environments, Superalloys 718,625 and Various Derivatives, The Minerals, Metals & Materials Society, E.A. Loria (Hrsg.), TMS, Warrendale, 1991, 325–335.
- [26] Ch. Sims, W.C. Hagel, The Superalloys, John Wiley & Sons, New York, 1973.
- [27] Ch. Sims, W.C. Hagel, The Superalloys II, John Wiley & Sons, New York, 1987.
- [28] R. Bürgel, Handbuch Hochtemperatur- Werkstofftechnik, Vieweg, Wiesbaden, 1991.
- [29] M. Durand-Charre, The Microstructure of Superalloys, Gordon and Breach Science Publishers, Amsterdam, 1997.
- [30] M. Donachie, S. Donachie: Superalloys - A Technical Guide, ASM International, Materials Park, 2002.
- [31] H. Schäfer, Metallographie, Dt. Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1989.
- [32] W. Massa, Kristallstrukturbestimmung, Teubner Verlag, Wiesbaden, 2007.

- [33] L. Spieß, R. Schwarzer, H. Behnken, G. Teichert, *Moderne Röntgenbeugung - Röntgendiffraktometrie für Materialwissenschaftler, Physiker und Chemiker*, Teubner Verlag, Wiesbaden, 2005.
- [34] L. Dobrzynski, K. Blinowski, *Neutrons and Solid State Physics*, M. Cooper (Hrsg.), Ellis Horwood, Hertfordshire, 1994.
- [35] W.I.F. David, K. Shankland, L.B. McCusker, Ch. Baerlocher, *Structure Determination from Powder Diffraction Data*, Oxford University Press, Oxford, 2002.
- [36] L.B. McCusker, R.B. Von Dreele, D.E. Cox, D. Louer, P. Scardi, Rietveld refinement guidelines, *J. Appl. Cryst.*, 32(1999), 36 – 50.
- [37] R.A. Young, *The Rietveld Method*, Oxford University Press, Oxford, 1993.
- [38] A. LeBail, H. Duroy, J.L. Fourquet, *Materials Research Bulletin*, 23, 1988, 447 – 452.
- [39] R.A. Winholtz, *Characterization of macrostresses, Analysis of Residual Stress by Diffraction using Neutron and Synchrotron Radiation*, Taylor&Francis, London, 2003, 60 – 77.
- [40] V. Randle, O. Engler, *Introduction to Texture Analysis: Macrotecture, Microtexture and Orientation Mapping*, Gordon and Breach Science Publishers, Amsterdam, 2000.
- [41] G. Wassermann, J. Grewen, *Texturen metallischer Werkstoffe*, Springer-Verlag, Berlin, 1962.
- [42] H.-J. Bunge, *Texture Analysis in Materials Science-Mathematical Methods*, Cuvillier Verlag, Göttingen, 1993.
- [43] W. Beitz, K.-H. Grote, *Taschenbuch für den Maschinenbau*, Berlin, 1997.
- [44] M.T. Rekveldt, T. Keller, W.H. Golub, Larmor precession, a technique for high-sensitivity neutron diffraction, *Europhys. Lett*, 54, 2001, 342 – 346.
- [45] M.T. Rekveldt, W.H. Kraan, High-resolution Neutron Diffraction using Larmor Precession for Angular and Wavelength Labelling, *J. Neutron Research*, 8, 1999, 53 – 70.
- [46] T. Keller, R. Golub, R. Gähler, *Scattering - Scattering and Inverse Scattering in Pure and Applied Science*, R. Pike, P. Sabatier (Hrsg.), Academic Press, London, 2002.
- [47] F. Mezei, C. Pappas, T. Gutberlet (Hrsg.), *Neutron Spin Echo Spectroscopy - Basics, Trends and Applications*, Springer, Berlin, 2003.
- [48] C. Pfeleiderer, P. Böni, T. Keller, U.K. Rößler, A. Rosch, Non-Fermi Liquid Metal Without Quantum Criticality, *Science*, 316, 2007, 1871 – 1874.
- [49] M. Hofmann, J. Rebelo-Kornmeier, U. Garbe, R.C. Wimpory, J. Repper, G.A. Seidl, H.-G. Brokmeier, R. Schneider, Stress Spec: Advanced Materials Science at the FRM II, *Neutron News*, 18(4), 2007, 27 – 30.

- [50] M. Hölzel, A. Senyshyn, H. Boysen, H. Fuess, The structure powder diffractometer at the FRM II in Garching, *Neutron News*, 18(4), 2007, 23–26.
- [51] R.C. Wimpory, P. Mikula, J. Saroun, T. Poeste, J. Li, M. Hofmann, R. Schneider, Efficiency boost of the materials science diffractometer E3 at BENSCH: One order of magnitude due to a horizontally and vertically focusing monochromator, *Neutron News*, 19, 2008, 16–19.
- [52] A. Schneidewind, P. Link, D. Etdorf, O. Stockert, M. Loewenhaupt, *Neutron News*, 18(4), 2007, 9–13.
- [53] T. Keller, P. Aynajian, S. Bayrakci, K. Buchner, K. Habicht, H. Klann, M. Ohl, B. Keimer, The Triple Axis Spin-Echo Spectrometer TRISP at the FRM II, *Neutron News*, 18(2), 2007, 16–18.
- [54] O. Brümmer, V. Alex, G. Schulze, Anwendung der Elektronenstrahlmikrosonde für das Weitwinkel- Durchstrahlverfahren, *Ann. Phys.*, 483(2), 1972, 118–134.
- [55] R. Bouchard, T. Lippmann, J. Neuefeind, H.-B. Neumann, H.F. Poulsen, U. Rütt, T. Schmidt, J.R. Schneider, J. Süßenbach and M. v. Zimmermann: A Triple-Crystal Diffractometer for High Energy Synchrotron Radiation at the HASYLAB High Field Wiggler Beamline BW5, *Journal of Synchrotron Radiation*, 5, 1998, 90–101.
- [56] C. Härtl, L. Koll, unveröffentlichte Daten, 2009.
- [57] T. Link, C. Härtl, unveröffentlichte Daten, 2009.
- [58] U. Cihak, P. Staron, H. Clemens, J. Homeyer, M. Stockinger, J. Tockner: Characterization of residual stresses in turbine discs by neutron and high-energy X-ray diffraction and comparison to finite element modeling, *Materials Science and Engineering*, A437, 2006, 75–82.
- [59] B. Clausen, T. Lorentzen, T. Leffers, Self-consistent modelling of the plastic deformation of F.C.C. polycrystals and its implications for diffraction measurements of internal stresses, *Acta materialia*, 46(9), 1998, 3087–3098.
- [60] E.C. Oliver, M.R. Daymond, P.J. Withers, Interphase and intergranular stress generation in carbon steels, *Acta materialia*, 52, 2004, 1937–1951.
- [61] D. Dye, H.J. Stone, R.C. Reed: A two phase elastic-plastic self-consistent model for the accumulation of microstrains in waspaloy, *Acta Materialia*, 49, 2001, 1271–1283.
- [62] A. Reuss, Berechnung der Fließgrenze von Einkristallen auf grund der plastizitätsbedingung für Einkristalle, *Z. Angew. Math. Mech.*, 9(1), 1929, 49–58.
- [63] W. Voigt: *Lehrbuch der Kristallphysik*, B.G. Teubner, Leipzig, 1928.
- [64] J.F.W. Bishop, R. Hill: A theory of the plastic distortion of a polycrystalline aggregate under combined stresses, *Phil. Mag.*, 42, 1951, 414–427.

- [65] J.D. Eshelby: The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion, and Related Problems, Proc. R. Soc. London, A241, 1957, 376–396.
- [66] E. Kröner: Berechnung der elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einkristalls, Z. Phys., 151, 1958, 504–518.
- [67] H. Wern, R. Johannes, H. Walz: Dependence of the X-ray Elastic Constants on the Diffraction Plane. Phys. Stat. Sol. (b), 206, 1998, 545–557.
- [68] T.M. Holden, C.N. Tomé, R.A. Holt, Experimental and Theoretical Studies of the Superposition of Intergranular and Macroscopic Strains in Ni-Based Industrial Alloys, Metallurgical and Materials Transactions A, 29A, 1998, 2967–2973.
- [69] T.M. Holden, R.A. Holt, A.P. Clarke, Intergranular strains in Inconel-600 and the impact on interpreting stress fields in bent steam-generator tubing, Materials Science and Engineering A, A246, 1998, 180–198.
- [70] A.J. Fletcher, C. Lewis, Effect of free edge on thermal stresses in quenched steel plates, Materials Science and Technology, 1(10), 1985, 780–785.
- [71] J. Repper, M. Hofmann, C. Kremaszky, W. Petry, E. Werner, Influence of microstructural parameters on macroscopic residual stress analysis of complex materials by neutron diffraction methods, Materials Science Forum, 571–572, 2008, 39–44.