

Untersuchung der Ultraschallabsorption in ermüdungsbeanspruchten Werkstoffen mittels Laserultraschall

DISSERTATION

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

von

DIPL.-PHYS. SANDRA DUGAN

April 2012

Tag des Kolloquiums: 17. August 2012
Dekan: Prof. Dr. W.F. Maier
Berichterstatter: Prof. Dr. W. Arnold
Prof. Dr.-Ing. A. Erhard
Vorsitz: Prof. Dr. W. Possart
Akad. Mitarbeiter: Dr.-Ing. F. Aubertin

Kurzfassung

Für den sicheren und wirtschaftlichen Betrieb von Komponenten und Anlagen ist eine möglichst genaue Abschätzung der Lebensdauer ein wesentlicher Faktor. Eine Methode zur zerstörungsfreien Ermittlung des Erschöpfungsgrades von Komponenten könnte hier einen Beitrag leisten. In der vorliegenden Arbeit wurde in Laborversuchen die Ultraschallabsorption in verschiedenen ermüdungsbeanspruchten Metallen untersucht, um das Potential der Methode im Hinblick auf die Bestimmung des Erschöpfungsgrades auszuloten. Für einige Gefügetypen der Titanlegierung Ti-6Al-4V ergab sich ein charakteristisches Verhalten der Ultraschallabsorption mit zunehmender Beanspruchung. Ein weiteres Ziel der Untersuchungen war, eine Erklärung für das Verhalten der Ultraschallabsorption in Materialien mit komplexer Mikrostruktur zu finden. Dazu wurden verschiedene mögliche Zusammenhänge zwischen Mikrostruktur und Ultraschallabsorption diskutiert und mit Bezug auf die experimentellen Ergebnisse bewertet. Der Ansatz einer modifizierten Elektronenabsorption, basierend auf lokalen elektrischen Feldern, bedingt durch die Mikrostruktur in Kombination mit der Verformung durch die Schallwelle, liefert interessante Ergebnisse, die vorliegenden Daten reichen aber nicht aus für eine abschließende Bewertung. Hier könnten weitere, gezielte Untersuchungen dazu beitragen, den Effekt entweder zu bestätigen oder zu widerlegen.

Abstract

Non-destructive detection of fatigue damage, allowing a reliable estimate of the residual lifetime of components, could contribute to a safe and reliable operation of components and installations. A laser ultrasonic method, using laser-generated pulses and optical detection, was applied to study ultrasonic absorption in fatigue specimens of different metals. A characteristic behavior of the ultrasonic absorption coefficient with increasing levels of fatigue damage was found for the titanium alloy Ti-6Al-4V. Another aim of this study was to relate absorption mechanisms to the behavior of ultrasonic absorption observed in materials with complex micro-structure. To achieve this, different ultrasonic absorption mechanisms were analyzed with respect to experimental data. A modified theory of electron absorption was proposed, providing a good match for some of the observed absorption behavior. However, a conclusive confirmation could not be achieved with the available data set. Further studies are required to either confirm or disprove the theory.

Inhaltsverzeichnis

Symbolverzeichnis	7
1 Einleitung	9
2 Grundlagen	13
2.1 Laserultraschall	13
2.2 Ultraschallabsorption	19
2.2.1 Relaxationsprozesse	21
2.2.2 Resonanzabsorption	27
2.2.3 Versetzungsdämpfung	27
2.2.4 Weitere Mechanismen	30
2.3 Ultraschall-Nachhall-Methode zur Ermittlung des Absorptionskoeffizienten	31
2.4 Materialermüdung	32
2.4.1 Ermittlung von Ermüdungsfestigkeit	34
2.4.2 Werkstoffveränderungen bei Ermüdungsbeanspruchung	36
3 Experimente	39
3.1 Messaufbau	39
3.1.1 Laserultraschall	39
3.1.2 Kontakttechnik	41
3.2 Probensätze	42
3.2.1 Stahl-Probensätze	42
3.2.2 Titanlegierungen	45
3.3 Ergebnisse der Absorptionmessungen	48
3.3.1 Stahlproben	48
3.3.2 Proben aus Titanlegierung	52
3.4 Messungen zur Probencharakterisierung	68
3.4.1 Wärmebehandlung und Metallografie	69
3.4.2 Akustische Mikroskopie	73
3.4.3 Rasterkraftmikroskopie	74

3.5	Alternative Methode zur Erkennung von Schädigung	77
4	Diskussion verschiedener Modelle im Vergleich mit Messdaten	81
4.1	Frequenzabhängigkeit der Ultraschallabsorption	81
4.2	Ermüdung und Ultraschallabsorption	84
4.2.1	Ultraschallabsorption und Versetzungen	86
4.2.2	Inhomogenitäten und thermoelastische Effekte	89
4.2.3	Risse und Risskontakte	94
4.3	Elektronen und Ultraschallabsorption	96
4.4	Nichtlineare Effekte	101
4.5	Möglicher Einfluss der Messmethode	101
4.6	Fazit	103
5	Zusammenfassung	105
	Literaturverzeichnis	109

Symbolverzeichnis

Die in der Arbeit verwendeten Symbole und Abkürzungen sind jeweils im Text erklärt. Als Ergänzung erfolgt hier die Zusammenstellung in Form einer Liste:

φ, θ	Phasenwinkel
t	Zeit
u	Oberflächenauslenkung
λ_{Laser}	Laserwellenlänge
ω_L	Kreisfrequenz der Lichtwelle
E	Feldstärke der elektromag. Welle
I	Intensität der Lichtwelle
ω_B	Kreisfrequenz der Braggzelle
U	elektr. Spannung
σ	mech. Spannung
ε	Dehnung
M	elast. Modul
J	Nachgiebigkeit = $1/M$
ϕ	Verlustwinkel
W	Energie
ΔW	Energieverlust
δ	logarithmisches Dekrement
A	Amplitude
x	Weg
T_0	Schwingungsperiode = $1/\omega$
α	Absorptionskoeffizient
Q	Güte
ω	Kreisfrequenz der Schallwelle
Δ	Relaxationsstärke
τ	Relaxationszeit
a, d	Abstände
γ	Wärmeleitfähigkeit

ρ	Dichte
C	spezifische Wärmekapazität
D	thermische Diffusivität $D = \gamma/(\rho C)$
λ	Schallwellenlänge
v	Schallgeschwindigkeit
T	Temperatur
L, \tilde{L}, ℓ, l	Längen
α_{th}	thermischer Ausdehnungskoeffizient
K	Kompressionsmodul
b	Betrag des Burgersvektors
G	Schubmodul
ν	Poissonzahl
Λ	Versetzungsdichte
m	Masse
ω_0	Resonanzfrequenz
F	Kraft
f	Frequenz
V	Volumen
N	Anzahl, z.B. Lastspielzahl
R	Spannungsverhältnis
β_{th}	therm. Volumenausdehnungskoeffizient
R_a	Anisotropiefaktor
m_e	Elektronenmasse
v_F	Fermigeschwindigkeit
q	Wellenzahl $2\pi/\lambda$ bzw. frequenzunabhängiger Absorptionsfaktor $2\pi/d$
N_V	Elektronendichte
β	Nichtlinearitätsparameter

Kapitel 1

Einleitung

Zerstörungsfreie Früherkennung von Werkstoffermüdung - Stand der Technik, Motivation und Zielsetzung der durchgeführten Arbeiten

Die meisten Bauteile unterliegen während ihres Einsatzes in irgendeiner Form wechselnden Beanspruchungen, die im Laufe der Zeit zu Ermüdung und schließlich zur Schädigung oder zum Versagen der Komponente führen. Die zu erwartenden Beanspruchungen werden bei der Auslegung von Bauteilen in einer Lebensdauerberechnung berücksichtigt. Treten jedoch unvorhergesehene Zusatzlasten auf, welche nicht durch Überwachungssysteme erfasst werden, kann die zuvor berechnete Lebensdauer unter Umständen deutlich unterschritten werden. Andererseits kann durch die bei der Berechnung berücksichtigten Sicherheiten die tatsächliche Lebensdauer eines Bauteils auch deutlich über der berechneten liegen. Sowohl für den Fall von unerwarteten Zusatzbeanspruchungen als auch zur Ausnutzung von vorhandenen Lebensdauerreserven bei konservativer Auslegung könnte eine Methode zur zerstörungsfreien Ermittlung des Erschöpfungsgrades an der Komponente einen Beitrag zum sicheren und wirtschaftlichen Betrieb von Komponenten und Anlagen leisten.

Derzeit besteht die Rolle der zerstörungsfreien Prüfung im Wesentlichen in der Überprüfung auf unerwartete Rissbildung und gegebenenfalls Bestätigung der Rissfreiheit im Rahmen von wiederkehrenden Prüfungen. Dazu werden meist etablierte Standardverfahren der zerstörungsfreien Prüfung eingesetzt wie die Oberflächenprüfung mittels Eindringverfahren oder Magnetpulververfahren oder Wirbelstromverfahren, sowie für die Prüfung des ge-

samten Volumens bzw. die Prüfung von nicht direkt zugänglichen inneren Oberflächen die Ultraschallprüfung oder Durchstrahlungsprüfung. In vielen Fällen ist diese Vorgehensweise gerechtfertigt, da die Zeitspanne von der Entstehung einer mit zerstörungsfreien Prüfverfahren nachweisbaren Rissgröße bis zur kritischen Schädigung ausreichend groß ist, dass bei der vorliegenden Beanspruchung und den gewählten Prüfintervallen eine beginnende Schädigung rechtzeitig erkannt wird. Wenn aber aufgrund sicherheitstechnischer oder wirtschaftlicher Betrachtungen Rissbildung und Risswachstum nicht toleriert werden soll, muss dies durch eine sehr konservative Auslegung und/oder Festlegung kurzer Prüfintervalle berücksichtigt werden. Beides ist im Allgemeinen mit erhöhten Kosten verbunden. Hier wäre eine zerstörungsfreie Methode zur Ermittlung des Erschöpfungsgrades im Stadium vor der Rissbildung hilfreich für die Optimierung von Prüfintervallen und zur Vermeidung eines vorzeitigen Austausches von Bauteilen.

Unter zyklischer Beanspruchung kommt es im Werkstoff bereits nach wenigen Belastungszyklen und über die gesamte Lebensdauer hinweg zu Veränderungen auf Mikrostrukturebene. Wenn es gelingt, diese Veränderungen mit einem zerstörungsfreien Prüfverfahren zu erfassen und einen eindeutigen Zusammenhang herzustellen zwischen den vom Prüfverfahren gelieferten Daten und dem Erschöpfungsgrad, wäre die Basis geschaffen für eine zuverlässige Ermittlung der Restlebensdauer.

Aufgrund des großen Interesses an einer möglichst vollständigen Ausnutzung der Lebensdauer von Komponenten, gibt es immer wieder Ansätze zur Untersuchung ermüdungsbedingter Werkstoffveränderungen mit zerstörungsfreien Methoden. Mikromagnetische Verfahren wurden mit Erfolg eingesetzt, basierend auf der Detektion von Verformungsmartensit in austenitischen Stählen oder Veränderung des Barkhausenrauschens durch Umordnung von Versetzungen [1, 2, 3, 4]. Ein weiterer Ansatz nutzt Rauschsignale verschiedener zerstörungsfreier Prüfverfahren, um daraus über Anpassung von Korrelationsfunktionen an die Daten eine fraktale Dimension zu errechnen, die ein charakteristisches Verhalten bei zunehmender Ermüdungsbeanspruchung aufweist [5, 6]. In Untersuchungen an der MPA Stuttgart im Partnerprojekt zu [5] sowie einem weiteren Vorhaben wurden die Wirbelstromprüfung, Rückstreuung von Ultraschalloberflächenwellen sowie hochpräzise Messungen des elektrischen Widerstandes eingesetzt [7, 8]. Eine Korrelation zwischen Erschöpfungsgrad und elektrischem Widerstand wurde auch in Untersuchungen der Universität Kaiserslautern gefunden [4]. Weitere zur Untersuchung ermüdungsbeanspruchter Metalle eingesetzte Verfahren sind die Thermografie [9] und die Positronen-Anihilations-Spektroskopie

[10, 11, 12]. In einigen Arbeiten wird auch über die Messung der Oberflächenhärte berichtet [13, 14]. Unterschiedliche Ultraschalltechniken werden bereits seit einiger Zeit vielfach eingesetzt zur Untersuchung von Materialermüdung, wobei Messungen der Schallgeschwindigkeit, des Schwächungskoeffizienten oder die Analyse nichtlinearer Effekte angewendet werden [15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25].

Messungen der Ultraschallabsorption wurden bereits in der Vergangenheit am Fraunhofer-Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren in Saarbrücken an ermüdungsbeanspruchtem Werkstoff eingesetzt mit ermutigendem Ergebnis [26]. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit sollte die Untersuchung der Ultraschallabsorption in ermüdungsbeanspruchten Werkstoffen weiter fortgesetzt werden unter Einsatz der bewährten Nachhall-Methode zur Bestimmung des Absorptionskoeffizienten [27, 28, 26] in Verbindung mit Laserultraschall.

Als zu untersuchendes Material standen verschiedene Probensätze zur Verfügung. Der Schwerpunkt der Untersuchungen wurde auf die Titanlegierung Ti-6-Al-4V gelegt. Aufgrund seiner guten mechanischen Eigenschaften und Korrosionsbeständigkeit hat das Material ein breites Anwendungsspektrum beispielsweise in der Luftfahrtindustrie oder im Bereich der Medizin als Implantatmaterial. Das Problem der Materialermüdung durch mechanische Wechselbeanspruchung stellt sich vor allem bei Komponenten wie Flugzeugturbinen, die hohen mechanischen und auch thermischen Belastungen verschiedener Art ausgesetzt sind. Um die Lebensdauer von Komponenten mit besserer Genauigkeit vorhersagen zu können, wäre eine Methode zur zerstörungsfreien Prüfung auf vorhandene beginnende Schädigung bzw. die Ermittlung des Erschöpfungsgrades in diesem Werkstoff wünschenswert. Dabei sind sowohl der Low-Cycle-Fatigue(LCF)- als auch der High-Cycle-Fatigue(HCF)-Bereich relevant.

Ein weiterer Aspekt, der im Rahmen dieser Arbeit betrachtet werden sollte, ist das vielfach beobachtete besondere Verhalten der Ultraschallabsorption in Materialien mit komplexer Mikrostruktur wie Legierungen oder auch nanokristallinen Materialien. Diese weisen gegenüber Einkristallen oder auch Polykristallen reiner Metalle oftmals eine deutlich erhöhte Ultraschallabsorption auf. Zudem lässt sich die in diesen Materialien beobachtete Abhängigkeit der Ultraschallabsorption von der Ultraschallfrequenz nicht auf einen der klassischen Absorptionsmechanismen zurückführen. Anhand der für die untersuchten Werkstoffproben ermittelten experimentellen Ergebnisse sollte versucht werden, eine Erklärung für das Absorptionsverhalten zu finden.

Im Folgenden werden zunächst die für die durchgeführten Untersuchungen relevanten Grundlagen zu den verwendeten Messmethoden, zur Ultraschallabsorption und zur Materialermüdung in metallischen Werkstoffen dargestellt. Im Anschluss werden die experimentellen Details, die durchgeführten Untersuchungen und die erzielten Ergebnisse präsentiert. Die abschließende Diskussion der Ergebnisse erfolgt im Hinblick auf die mögliche Anwendung zur Früherkennung von Werkstoffveränderungen bei Ermüdung bzw. zur Abschätzung der Restlebensdauer und vor allem in Bezug auf mögliche Zusammenhänge zwischen der Ultraschallabsorption und mikrostrukturellen Werkstoffeigenschaften der untersuchten Materialien. In der Zusammenfassung werden die wesentlichen Ergebnisse in einem kurzen Überblick dargestellt und bewertet sowie offene Punkte und mögliche Vorgehensweisen für zukünftige Untersuchungen angesprochen.

Kapitel 2

Grundlagen

Im vorliegende Kapitel werden die für die durchgeführten Arbeiten wesentlichen Grundlagen vorgestellt. Zunächst wird die im Rahmen dieser Arbeit vorrangig verwendete Technik zur Erzeugung und zum Empfang von Ultraschallsignalen dargestellt, dann einige sehr grundlegende Aspekte der Messgröße Ultraschallabsorption, anschließend wird die Methode zur Ermittlung der Ultraschallabsorption erläutert und ein weiterer Abschnitt befasst sich mit den Grundlagen der Ermüdungsbeanspruchung von Metallen.

2.1 Laserultraschall

Zur Anregung und Detektion von Ultraschall in einem Material stehen zahlreiche Methoden zur Wahl, die sich für unterschiedliche Anwendungen unterschiedlich gut eignen [29, 30].

Am weitesten verbreitet in der Ultraschallprüfung sind wohl piezoelektrische Ultraschallwandler. Diese nutzen – wie der Name schon sagt – den piezoelektrischen Effekt in entsprechenden Materialien zur Umwandlung eines elektrischen Signals in mechanische Schwingungen, welche dann über ein Koppelmittel in das zu untersuchende Material übertragen werden und zur Wellenausbreitung beitragen. Umgekehrt werden beim Empfang Schallsignale in elektrische Signale umgewandelt. Dieser Schallwandlertyp wurde bei einem Teil der in dieser Arbeit diskutierten Untersuchungen verwendet. Die Methode erfordert im Allgemeinen, dass der Schallwandler – über das Koppelmittel – in Kontakt mit dem Prüfobjekt steht. Eine Ausnahme bilden die luftgekoppelten piezoelektrischen Schallwandler [31, 32], die allerdings nur für relativ niedrige Frequenzen, maximal bis zu einigen MHz, und in relativ geringem Abstand zum Prüfobjekt einsetzbar sind. Zudem ist hier die Ein-

kopplung von Schall ins Material sehr ineffektiv durch die im Allgemeinen schlechte Anpassung der akustischen Impedanzen (auch Wellenwiderstand genannt) von Luft und dem zu untersuchenden Material.

Bei elektrisch leitenden Materialien kommt für eine berührungslose Anregung auch die Verwendung von elektromagnetischen Schallwandlern in Frage, typischerweise bezeichnet als EMUS-Prüfköpfe (**e**lekt**m**agnetischer **U**ltraschall) bzw. im Englischen EMAT (**e**lectro-**m**agnetic **a**coustic **t**ransducer) [30, 33, 34]. Diese arbeiten mit einem konstanten Magnetfeld in Kombination mit einer wechselstromdurchflossenen Spule. Das Magnetfeld der Spule induziert Wirbelströme an der Oberfläche des Prüfobjektes. Im Magnetfeld wirkt auf das stromdurchflossene Oberflächensegment eine Kraft. Die daraus resultierende Verzerrung an der Oberfläche setzt sich bei entsprechender Wahl der Anregungsfrequenz und -dauer als Ultraschallimpuls im Material fort. Die Frequenz ist nach oben begrenzt auf den Bereich bis etwa 2 MHz. Elektromagnetische Ultraschallerzeugung hat vor allem bei der Prüfung von austenitischen Schweißnähten und Plattierungen Verbreitung gefunden, da die EMUS-Technik die berührungslose Erzeugung von horizontal polarisierten Schwerwellen erlaubt, welche im anisotropen, inhomogenen Gefüge deutliche Vorteile aufweisen [35, 36]. Elektromagnetische Ultraschallwandler kommen zwar ohne direkten Kontakt mit der Oberfläche und ohne Koppelmittel aus, erfordern jedoch eine gute Zugänglichkeit zur Oberfläche, da der Abstand sehr gering gehalten werden muss, zudem benötigen die EMUS-Prüfköpfe aufgrund ihrer Bauform mehr Platz als piezoelektrische Prüfköpfe. Kapazitive Schallaufnehmer, die zum Empfang von Schallsignalen eingesetzt werden, indem die Oberflächenauslenkung gemessen wird, können ebenfalls nur in geringem Abstand zur Oberfläche eingesetzt werden. Bei diesem Schallaufnehmer bildet die Oberfläche des elektrisch leitenden Prüfobjektes zusammen mit der Platte des Aufnehmers einen Kondensator, dessen Kapazität vom Abstand zwischen Aufnehmer-Platte und Oberfläche abhängt und so Oberflächenschwingungen sehr genau erfassen kann. Diese Methode spielt allerdings in der Ultraschallprüfung keine Rolle. Die einzige Methode, die es erlaubt, Ultraschall auch über größere Entfernungen anzuregen und zu detektieren ist die im Folgenden dargestellte Technik Laserultraschall.

Als *Laserultraschall* wird die Anregung von Ultraschall mit kurzen Laserpulsen bezeichnet, kombiniert mit laseroptischem Empfang der Schallsignale, beispielsweise mit einem Laserinterferometer [37]. Teilweise wird auch die Laseranregung mit anderen, nicht-optischen Techniken zum Empfang kombiniert. Im Wesentlichen erfolgt die Schallanregung mit gepulsten Lasern über zwei Mechanismen (Abb. 2.1). Zum einen erzeugt die thermische Ausdeh-

nung des während der Dauer des Laserpulses erwärmten Volumens mechanische Spannungen, die als Ultraschallpulse die Probe durchlaufen. Diese so genannte thermoelastische Anregung erzeugt vorrangig Lateralspannungen und damit einen hohen Anteil an Scherwellen. Bei ausreichender Erhöhung der Intensität des Laserpulses, wird Material an der Oberfläche verdampft und von der Oberfläche weggeschleudert (Ablation). Der damit verbundene Impulsübertrag führt zur Erhöhung der Druckwellenamplitude. Die Ablationsanregung ist streng genommen nicht mehr zerstörungsfrei, der Materialabtrag an der Oberfläche ist jedoch gering und kann in vielen Fällen toleriert werden. Eine ausführliche Berechnung der Ablationsquelle zur Optimierung der Anregungsparameter für die Anregung von Schallpulsen mit hohem Longitudinalwellenanteil in verschiedenen Metallen findet sich in [38]. Der durch den Laserpuls angeregte Schallpuls ist breitbandig in der Frequenz. Der Frequenzinhalt der angeregten Ultraschallpulse wird bestimmt durch die Pulsdauer des anregenden Laserpulses.

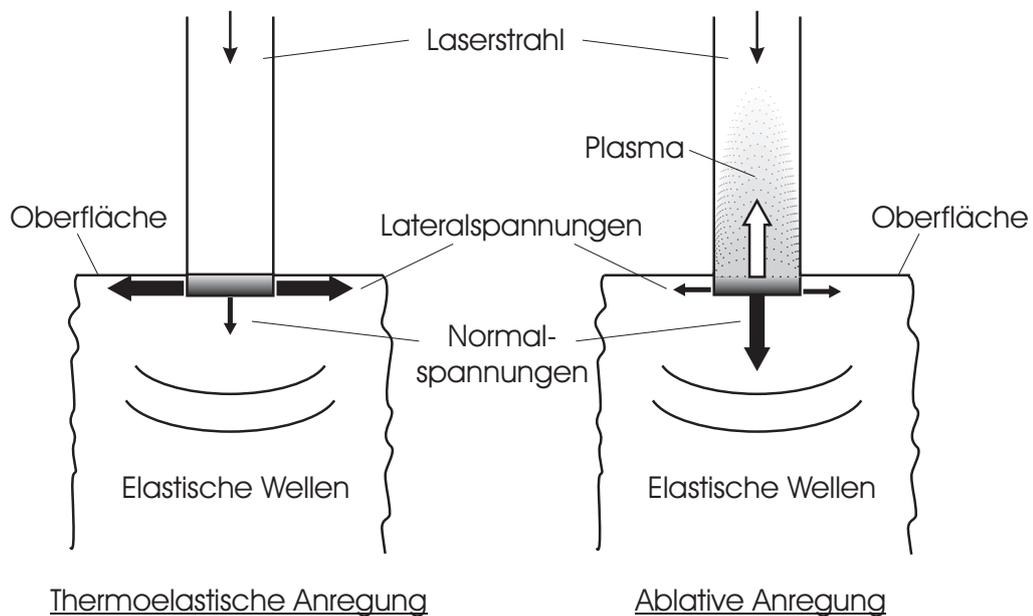


Abbildung 2.1: Mechanismen zur Anregung von Ultraschall mit gepulsten Lasern

Die optische Detektion von Schallsignalen erfolgt ublicherweise durch Messung der zeitlichen nderung der Oberflachenauslenkung mittels Laserinterferometrie, wie auch bei den im Rahmen dieser Arbeit durchgefuhrten Untersuchungen. Die Grundlagen der Interferometrie in Bezug auf die De-

tektion von Ultraschall sind ausführlich in [39] dargestellt. Hier sollen nur die zum Verständnis der in Kapitel 3 beschriebenen Datenauswertung wesentlichen Aspekte wiederholt werden.

Bei der Interferometrie wird ausgenutzt, dass ein Laserstrahl, der an einer sich bewegenden Oberfläche reflektiert wird, durch diese Oberflächenbewegung eine Modulation erfährt. Für diese Phasenmodulation $\varphi(t)$ gilt bei senkrechtem Lichteinfall und Auslenkung $u(t)$ normal zur Oberfläche

$$\varphi(t) = \frac{4\pi}{\lambda_{\text{Laser}}} u(t), \quad (2.1)$$

wobei λ_{Laser} der Wellenlänge des verwendeten Lasers entspricht.

Wird nun diese phasenmodulierte Lichtwelle mit einer ungestörten Referenzwelle gleicher Kreisfrequenz ω_L überlagert, so ergibt sich für den Vektor der elektrischen Feldstärke E der resultierenden Welle

$$E = E_1 \exp(i(\omega_L t + \varphi(t))) + E_2 \exp(i(\omega_L t + \theta)) \quad (2.2)$$

und damit für die Intensität I

$$I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cos(\varphi(t) - \theta) \quad (2.3)$$

wobei θ die konstante Phasenbeziehung zwischen den beiden Teilwellen beschreibt. Die durch die Oberflächenauslenkung verursachte Phasenmodulation einer Teilwelle resultiert also in einer Intensitätsmodulation der durch die Überlagerung entstandenen Welle. Diese kann nun mittels einer Photodiode detektiert werden.

Die größte Empfindlichkeit in Bezug auf Änderungen in der Phasendifferenz zwischen den überlagerten Teilwellen erhält man, wenn die konstante Referenzphase θ einem ungeradzahligen Vielfachen von $\pi/2$ entspricht ($\theta = (2n + 1)\pi/2$, $n \geq 0$). In der Praxis erfährt die Phasendifferenz ständig Schwankungen, verursacht durch Störungen wie thermische Drift, die Variationen im Laufweg einer oder beider Teilwellen zur Folge hat. Damit ist normalerweise eine ständige Kontrolle und mechanische Nachregelung erforderlich. Dieses Problem kann mit Hilfe des so genannten Heterodynprinzips umgangen werden. Dabei wird ein Referenzstrahl mit einer gegenüber dem Messstrahl erhöhten Frequenz verwendet. Diese Frequenzverschiebung

des Referenzstrahles wird üblicherweise mittels einer Braggzelle erreicht, die gleichzeitig die Funktion eines Strahlteilers übernimmt. Die Überlagerung des Signalstrahls mit dem um die Kreisfrequenz ω_B der Braggzelle frequenzverschobenen Referenzstrahl ergibt für die Intensität bzw. Lichtleistung auf der Photodiode

$$I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cos(\omega_B t + \theta - \varphi(t)) \quad (2.4)$$

Aus dem von der Photodiode detektierten Signal wird unter Verwendung einer Demodulationselektronik (Phasenregelschleife/Phase-Locked Loop) der durch die Oberflächenschwingung $u(t)$ bedingte Anteil extrahiert. Dazu wird der periodische Anteil des Signals der Photodiode mit einer um $\pi/2$ phasenverschobenen Spannung gleicher Frequenz gemischt und gleichzeitig über eine Rückkoppelschleife θ konstant gehalten. Als Ausgangssignal ergibt sich eine zu $\varphi(t)$ proportionale Spannung [39]

$$U_{sig}(t) = U_0 \sin(\varphi(t)) \quad (2.5)$$

Bei bekannter Amplitude U_0 lässt sich mit Gleichung 2.1 die durch die Ultraschallwelle verursachte Oberflächenauslenkung $u(t)$ bestimmen. Ein solches Interferometer wurde für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Experimente verwendet. Abb. 2.2 zeigt eine Prinzipskizze dieses Heterodyninterferometers.

Interferometer eignen sich ideal für die Messung an Oberflächen, an denen der Signalstrahl in sich selbst reflektiert wird. Bei rauen Oberflächen kommt es zur Streuung des Laserlichtes und durch Interferenzeffekte zur Specklebildung. Dies bedeutet für das beschriebene Heterodyninterferometer, dass nur das Licht eines dieser Speckles als Signalstrahl zur Verfügung steht. Dadurch ist die empfangene Lichtleistung und damit die Empfindlichkeit deutlich reduziert. Andere Interferometertypen können durch Auswertung einer großen Zahl von Speckles die Lichtleistung erhöhen. Ein Beispiel hierfür ist das Fabry-Pérot-Interferometer, welches den Signalstrahl mit sich selbst überlagert nach einer Laufzeitdifferenz, die durch Mehrfachreflexionen zwischen den Spiegeln des Interferometers realisiert wird; dieser Interferometertyp stellt somit eine Spezialform eines Laufzeitinterferometers dar [40, 41].

Neben den klassischen Interferometertypen gibt es Systeme, die optische Phasenkonjugation zur Strahlrekonstruktion verwenden [42, 43, 44] und die so genannten Photo-EMF-Detektoren [45, 46], die dieselben nichtlinearen optischen Effekte ausnutzen, jedoch den Strahl nicht rekonstruieren sondern

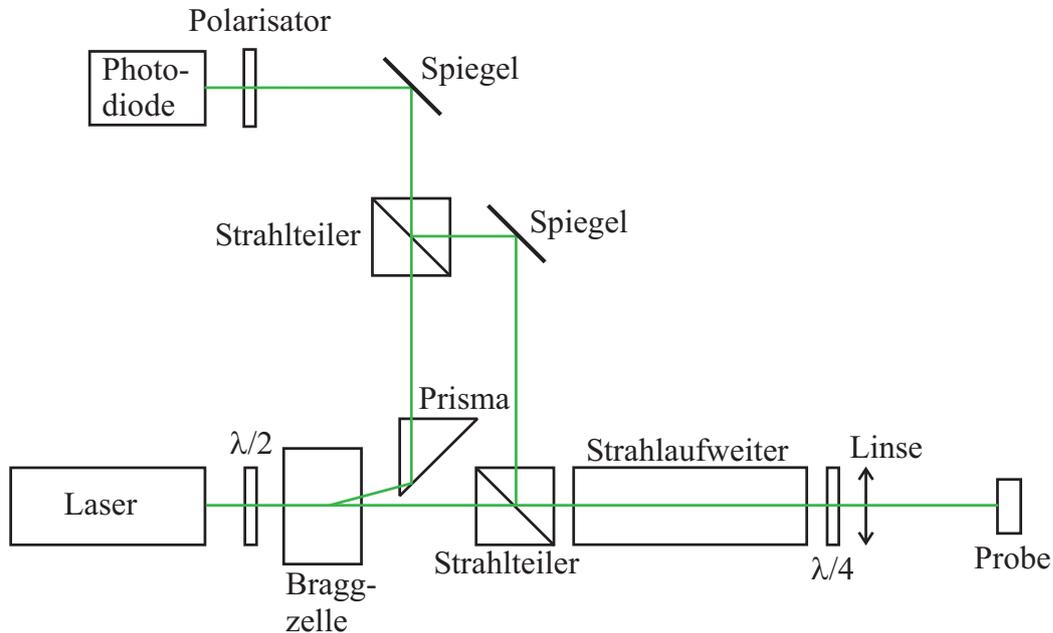


Abbildung 2.2: Heterodyninterferometer zur Messung der vom Schall induzierten Oberflächenauslenkung

die Strahlen auf dem Kristall überlagern und die durch Änderung im Interferenzmuster bedingte Änderung der elektrischen Polarisation über die resultierende Änderung der elektrischen Spannung über dem Kristall messen. Eine ausführliche Übersicht über die verschiedenen Methoden des optischen Empfangs von Ultraschall findet sich in [47].

Der große Vorteil der Laserultraschall-Technik ist, dass weder Sender noch Empfänger in Kontakt mit dem Prüfobjekt stehen und somit Messungen an heißen oder gekrümmten Oberflächen – auch aus großem Abstand zum Prüfobjekt – problemlos möglich sind. Insbesondere bei der Bestimmung der Ultraschallabsorption ist eine berührungslose Messmethode sinnvoll. Werden Schallwandler verwendet, die eine Ankopplung an die Oberfläche erfordern, so müssen zusätzliche Verluste von Schallenergie an der Koppelfläche berücksichtigt werden. Zudem sind die Ankoppelbedingungen nur sehr schwer zu reproduzieren und Unterschiede in der Qualität der Ankopplung führen zu Schwankungen in der gemessenen Ultraschallabsorption, also zu einer zusätzlichen Unsicherheit der Messwerte. Eine Ausnahme stellt die Ultraschall-Tauchtechnik dar, bei der sich das Prüfobjekt im Wassertank befindet und die Ankopplung über die Wasser-Vorlaufstrecke erfolgt. So können geringe Ver-

luste und konstante Ankoppelbedingungen erreicht werden. Auf der Seite der Nachteile laseroptischer Ultraschallprüfung sind die relativ hohen Kosten zu vermerken, sowie die Tatsache, dass im Vergleich zu piezoelektrischen Prüfköpfen die eingebrachte Schallenergie gering ist.

Heute sind bereits zahlreiche Laserultraschall-Systeme im Einsatz, nicht nur im Bereich der Forschung sondern auch für technische Anwendungen. Am IZFP Saarbrücken wurde ein System entwickelt und implementiert, welches die Messung der Wanddicke an nahtlosen Rohren bei hohen Temperaturen in der Fertigung erlaubt und so bei Abweichungen ein frühes Eingreifen in den Prozess möglich macht [39]. Ein ähnliches System wurde am National Research Council of Canada entwickelt und patentiert [48]. Weit verbreitet ist die Anwendung von Laserultraschall seit einiger Zeit in der Luftfahrt, vor allem für die Inspektion von komplex geformten Composite-Strukturen, inzwischen sind vielfach Inspektions-Systeme installiert [49, 50]. Eine sehr umfassende Übersicht über die Grundlagen und technischen Anwendungen von Laserultraschall ist in [51] gegeben. Auch im Bereich der Bauwerksinspektion wird die Methode eingesetzt [52].

2.2 Ultraschallabsorption

Eine Schallwelle, die ein Material durchläuft, verliert auf ihrem Laufweg kontinuierlich an Intensität. Diese Schallschwächung hat zahlreiche Ursachen. Neben den wahren Verlusten durch irreversible Umwandlung der Schallenergie - also innere Reibung, auch Anelastizität genannt - sind die Streuung an Inhomogenitäten wie beispielsweise Korn- und Phasengrenzen sowie Beugungsverluste zu berücksichtigen. Für diese Arbeit ist die Absorption der Ultraschallwellen von Interesse. Daher soll hier eine kurze Übersicht über die wichtigsten bekannten Mechanismen gegeben werden. Siehe hierzu [53, 54, 55, 56].

Die Ursachen der inneren Reibung sind vielfältig. Verschiedene durch die Mikrostruktur bedingte Effekte verursachen eine Anelastizität des Materials. Ein ideal elastisches Material verhält sich streng nach dem Hooke'schen Gesetz, d.h. Spannung σ und Dehnung ε sind proportional zu einander.

$$\sigma = M \varepsilon \quad \text{bzw.} \quad \varepsilon = J \sigma \quad (2.6)$$

Hierin sind M ein elastischer Modul und $J = 1/M$ die so genannte Nachgiebigkeit. Im Gegensatz dazu weisen reale Festkörper anelastisches Verhalten

auf. Das bedeutet, dass unter der Einwirkung einer mechanischen Spannung neben der rein elastischen Dehnung nach Gleichung 2.6 auch eine anelastische Zusatzdehnung auftritt, die sich im Gegensatz zur elastischen Dehnung zeitverzögert einstellt. Dies führt im Fall einer mit Kreisfrequenz ω zeitlich periodisch veränderlichen mechanischen Spannung zu einer Phasendifferenz ϕ zwischen Spannung $\sigma(t)$ und Dehnung $\varepsilon(t)$ und damit zu einer Dissipation von elastischer Energie (Hysterese):

$$\sigma = \sigma_0 \exp(i\omega t) \quad (2.7a)$$

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \exp(i\omega t + \phi) \quad (2.7b)$$

Die Phasendifferenz ϕ , der so genannte Verlustwinkel, ist ein Maß für die innere Reibung. Er lässt sich auch definieren über den Energieverlust pro Zyklus und pro Volumeneinheit ΔW [53]:

$$\frac{\Delta W}{W} = 2\pi \tan \phi \quad (2.8)$$

W ist das Maximum der gespeicherten elastischen Energie pro Einheitsvolumen, also die Energiedichte.

Abhängig von der Art des Experimentes zur Dämpfungsmessung hat man Zugang zu verschiedenen Größen, die jeweils ein Maß für die innere Reibung im Festkörper darstellen [53, 57]. Aus der freien Schwingung lässt sich unmittelbar das logarithmische Dekrement δ bestimmen, definiert als

$$\delta = \ln \left(\frac{A(t)}{A(t + T_0)} \right), \quad (2.9)$$

Dabei ist $A(t)$ die Schwingungsamplitude zum Zeitpunkt t und T_0 die Schwingungsperiode. Die erzwungene Schwingung liefert über die Halbwertsbreite der Resonanzkurve die Güte Q des Resonators. Aus Experimenten zur Ausbreitung von Schallwellen erhält man die Dämpfungskonstante α für die Schwächung der Wellenamplitude. Meist wird die auf den Laufweg x bezogene Dämpfungskonstante angegeben:

$$A(x) = A_0 \cdot e^{-\alpha x}, \quad \text{also} \quad \alpha = \frac{1}{\Delta x} \ln \frac{A(x)}{A(x + \Delta x)} \quad (2.10)$$

für eine Laufwegdifferenz Δx .

Für kleine Dämpfung, also kleine Werte von α , lässt sich folgender Zusammenhang zwischen den verschiedenen Größen herstellen [53, 57]:

$$Q^{-1} \approx \tan \phi \approx \frac{\delta}{\pi} \approx \frac{\Delta W}{2\pi W} \approx \frac{\alpha \lambda}{\pi} \quad (2.11)$$

λ ist hier die Schallwellenlänge.

Je nach Zeit- und Spannungsabhängigkeit der anelastischen Dehnung unterscheidet man zwischen verschiedenen Typen von Absorptionsmechanismen. Bei den meisten klassischen Absorptionsmechanismen handelt es sich um Relaxationsphänomene, d.h. ein Gleichgewichtszustand im Festkörper wird durch die Schallwelle gestört, es stellt sich ein neues Gleichgewicht ein, wodurch der Schallwelle Energie entzogen wird. Daneben gibt es Hysterese-Absorption, die im Allgemeinen mit einer Amplitudenabhängigkeit verbunden ist, Resonanzabsorption sowie Verluste direkt durch Mikroreibung.

2.2.1 Relaxationsprozesse

Im Fall der Relaxation erreicht die zeitabhängige Zusatzdehnung ihren Endwert nach einem Exponentialgesetz $e^{-t/\tau}$. Die Größe τ wird als Relaxationszeit bezeichnet. Der Endwert der zeitabhängigen Zusatzdehnung ist wie die elastische Dehnung proportional zur angelegten Spannung, allerdings unterscheidet sich die Proportionalitätskonstante. Entsprechend können zwei verschiedene Moduli zugeordnet werden, nämlich der unrelaxierte Modul M_u und der relaxierte Modul M_r . Im statischen Experiment zur Bestimmung des Moduls wird im Allgemeinen der relaxierte Modul gemessen, da sich in diesem Fall die zeitabhängige Dehnung zum Zeitpunkt der Messung vollständig ausgebildet hat und mit in die Messung eingeht. Im dynamischen Fall einer periodischen Dehnung mit Kreisfrequenz ω stellen diese beiden Moduli Grenzwerte dar. Der dynamische Modul M_ω kann definiert werden als das Verhältnis der Spannung zu demjenigen Anteil der Dehnung, der in Phase mit der Spannung ist [58]. Für sehr kleine Frequenzen, wenn die anelastische Dehnung stets genügend Zeit hat, sich vollständig auszubilden, entspricht M_ω dem relaxierten Modul M_r ; für sehr große Frequenzen dagegen, wenn die Schwingungsperiode sehr viel kleiner ist als die Relaxationszeit, reicht die Zeit selbst für eine teilweise Ausbildung der anelastischen Zusatzdehnung nicht aus und es ist $M_\omega = M_u$.

Für die dissipierte Energie bei Relaxationsprozessen, ausgedrückt über den Verlustwinkel ϕ , ergibt sich [53, 58]

$$\tan \phi = \Delta \frac{\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2} \quad (2.12)$$

mit der für Relaxationsprozesse typischen Abhängigkeit von der Kreisfrequenz ω und der Relaxationszeit τ . Die Größe Δ ist die so genannte Relaxationsstärke, welche von der Art des Relaxationsprozesses abhängt, also von den für den Prozess relevanten Materialparametern.

$$\Delta = \frac{M_u - M_r}{M_r} = \frac{\delta M}{M_r} \quad (2.13)$$

Die Kurve $\tan \phi(\omega)$ aufgetragen gegen $\log(\omega\tau)$ entspricht einer Debye-Kurve - analog zur dielektrischen Relaxation - mit einem Maximum bei $\omega\tau = 1$. Aus dem Maximum der Kurve lässt sich dann die Relaxationsstärke bestimmen.

Meist kann die Relaxation, also der Übergang zwischen den Gleichgewichtszuständen, thermisch aktiviert werden. Dann lässt sich die Relaxationszeit τ schreiben als

$$\tau = \tau_0 e^{\frac{\Delta E}{kT}} \quad (2.14)$$

wobei ΔE der Aktivierungsenergie für den betreffenden Prozess entspricht, k ist die Boltzmann-Konstante und T die Temperatur. Die Darstellung von $\tan \phi$ als Funktion von $\Delta E/kT$ unterscheidet sich von der Kurve gegen $\ln(\omega\tau)$ nur um eine additive Konstante. Daraus ergibt sich, dass sich das Relaxationsspektrum auch durch Variation der Temperatur bei einer festen Frequenz statt durch Änderung der Frequenz bei konstanter Temperatur realisieren lässt. Dies ist bei der experimentellen Untersuchung von Relaxationsprozessen von Vorteil: Ein vollständiges Durchfahren der Relaxationskurve erfordert normalerweise eine Variation der Frequenz über mehrere Größenordnungen, was nicht mit einem Typ von Experiment abgedeckt werden kann; die Variation der Temperatur über den relevanten Bereich ist dagegen vergleichsweise einfach zu realisieren.

2.2.1.1 Thermoelastische Relaxation

Ein Absorptionsmechanismus, der bei allen Festkörpern auftritt ist die so genannte thermoelastische Relaxation. Eine Dehnung in einem Festkörper

ist über den thermischen Ausdehnungskoeffizienten mit der Temperatur verknüpft. Somit verursacht eine im Material laufende longitudinale Schallwelle¹ über die periodisch veränderte Dehnung lokale Temperaturunterschiede. Im Festkörper werden die von der Welle erzeugten Temperaturunterschiede durch Wärmefluss zwischen den Regionen unterschiedlicher Temperatur ausgeglichen. Die hierfür erforderliche Energie wird der Schallwelle entzogen. Der Bereich, über den dieser Ausgleich stattfinden muss, entspricht dem Abstand a zwischen den komprimierten und den expandierten Bereichen. Die Relaxationszeit für diesen Prozess bestimmt sich so aus dem Abstand a der Regionen, zwischen denen der Wärmeausgleich stattfindet, zu

$$\tau = \frac{a^2}{\pi^2 D} \quad (2.15)$$

$$\text{mit } D = \frac{\gamma}{\rho C} \quad (\text{thermische Diffusivität})$$

Hierin sind:

$$\gamma : \text{Wärmeleitfähigkeit, } [\gamma] = \frac{W}{mK}$$

$$\rho : \text{Dichte, } [\rho] = \frac{kg}{m^3}$$

$$C : \text{spezifische Wärmekapazität, } [C] = \frac{J}{kgK}$$

Im unendlich ausgedehnten homogenen Festkörper entspricht a der halben Schallwellenlänge: $a = \lambda/2$. Damit ergibt sich für die Relaxationszeit τ

$$\tau = \frac{\lambda^2}{(2\pi)^2 D} \quad (2.16)$$

Die Relaxationszeit τ ist somit abhängig von der Wellenlänge λ bzw. von der Frequenz f der Schallwelle. Drückt man die Kreisfrequenz ω über die Schallgeschwindigkeit v und die Wellenlänge λ der Schallwelle aus ($\omega = 2\pi f = 2\pi v/\lambda$), so erhält man

$$\omega\tau = \frac{\lambda v}{2\pi D}$$

Maximale Verluste der Schallenergie durch die Relaxation ergeben sich, wenn $\omega\tau = 1$ gilt (siehe Gl. 2.12), also bei einer Wellenlänge λ' von

$$\lambda' = \frac{2\pi D}{v}$$

¹Transversalwellen verursachen keine Volumenänderungen im Material und daher auch keine Temperaturänderungen – sie tragen über andere Mechanismen zur Energiedissipation bei, siehe auch 2.2.1.3

Damit gilt für die Relaxationszeit τ' im Maximum

$$\tau' = \frac{D}{v^2}$$

Eine Abschätzung des Wertes für D aus Literaturdaten für Dichte, Wärmeleitfähigkeit und spezifische Wärmekapazität liefert für Stahl $1,3 \cdot 10^{-5} \text{m}^2/\text{s}$ und für Titan $6,6 \cdot 10^{-6} \text{m}^2/\text{s}$. Daraus ergeben sich für typische Metalle Relaxationszeiten im Bereich 10^{-12} bis 10^{-13} s. Das Relaxationsmaximum bei $\omega\tau = 1$ wird somit für Frequenzen im oberen Gigahertzbereich erreicht, liegt also weit über den typischerweise im Ultraschall-Experiment angeregten Frequenzen.

2.2.1.2 Interkristalliner Wärmefluss

Eine Form der thermoelastischen Absorption, die in polykristallinen Metallen schon bei typischen Ultraschallfrequenzen eine Rolle spielt, ist der interkristalline Wärmefluss [58]. Durch die unterschiedliche Orientierung der einzelnen Körner kommt es zu Unterschieden in der Dehnung zwischen benachbarten Körnern. Hier sind zwei Effekte zu betrachten. Zum einen ist bei nicht kubischer Kristallstruktur der thermische Ausdehnungskoeffizient richtungsabhängig, zum anderen kommt es durch elastische Anisotropie auch in kubischen Materialien zu unterschiedlicher Dehnung in unterschiedlich orientierten Kristalliten. Die Relaxationszeit des Prozesses ist wiederum bestimmt durch den Abstand der Regionen unterschiedlicher Temperatur, der hier dem Korndurchmesser d entspricht. Damit wird aus Gl. 2.15 [58]:

$$\tau = \frac{d^2}{3\pi^2 D} \quad (2.17)$$

Für typische Korngrößen d von $25 \mu\text{m}$ liegen die Relaxationsfrequenzen im Kilohertzbereich.

2.2.1.3 Phononenrelaxation

Bei der so genannten Phononenrelaxation handelt es sich um eine Form der Wechselwirkung von Schallwelle mit den thermischen Phononen im Material. Ohne äußere Einwirkung liegt bezüglich der Besetzungsdichten der einzelnen Phononenzweige ein Gleichgewichtszustand vor. Dieser wird durch die Schallwelle gestört, da die Phononenfrequenzen vom Spannungszustand abhängig sind. Die Relaxation zum neuen Gleichgewichtszustand, der den

durch die Schallwelle geänderten Verhältnissen entspricht, ist wiederum für den Verlust von elastischer Energie verantwortlich. Der Effekt wurde zuerst von Akhieser beschrieben [59]. Ordnet man den Gleichgewichtsbesetzungen der Phononenfrequenzen Temperaturen zu, so kann der Ausgleich auch als Temperatenausgleich zwischen den Phononenzweigen betrachtet werden. Somit ist der Effekt der einfachen thermoelastischen Relaxation sehr ähnlich und man erhält auch für die Relaxationsstärke ein ähnliches Ergebnis. Allerdings tragen hier auch die transversalen Wellen zum Energieverlust bei.

2.2.1.4 Thermoelastische Verluste an Rissen und Risskontakten

Basierend unter anderem auf Diskussionen der im Rahmen dieser Arbeit experimentell ermittelten Daten für die Ultraschallabsorption in ermüdungsbeanspruchten Metallen wurde von Zaitsev [60] - ausgehend von der Schallabsorption durch thermoelastische Relaxation [61] - ein Modell abgeleitet, welches die teilweise stark erhöhte Absorption im zyklisch beanspruchten Material erklärt, allerdings unter der Voraussetzung, dass bereits makroskopische Risse (bzw. Anrisse) im Material vorhanden sind. Der Riss selbst ist dann Ursache von Verlusten aufgrund der ihn umgebenden Spannungsfelder. Diese stellen für die im Material laufende Schallwelle Bereiche unterschiedlicher Elastizität dar. Somit kommt es zu thermoelastischen Verlusten über den Wärmefluss zwischen den unterschiedlich stark gedehnten Bereichen um den Riss. Der damit verbundene Energieverlust und die Relaxationszeit des Prozesses hängen dann von der Risslänge L ab. Für den Energieverlust ΔW pro Schwingungszyklus am Riss ergibt sich im niederfrequenten (LF) Fall und im hochfrequenten (HF) Fall¹ sowie im Maximum (max):

$$\Delta W_{LF} = 2\pi\omega T \frac{\alpha_{th}^2 K^2}{\gamma} L^5 \varepsilon^2 \quad (2.18a)$$

$$\Delta W_{HF} = 2\pi T \left(\frac{\alpha_{th} K}{\rho C} \right)^2 \sqrt{\frac{\gamma \rho C}{\omega}} L^2 \varepsilon^2 \quad (2.18b)$$

$$\Delta W_{max} = 2\pi T \frac{\alpha_{th}^2 K^2}{\rho C} L^3 \varepsilon^2 \quad \text{bei } \omega = \omega_L \approx \frac{\gamma}{\rho C L^2} \quad (2.18c)$$

Hier sind α_{th} der Koeffizient für die thermische Ausdehnung, γ die Wärmeleitfähigkeit, K der elastische Modul, ε die elastische Dehnung. Vergleicht man Gl. 2.18c mit Gl. 2.17 so erkennt man, dass es sich hier um eine Form des interkristallinen Wärmeflusses handelt mit der Länge L als dem Bereich, in dem der Wärmeausgleich stattfindet. Damit liegt das Maximum der Relaxation für diesen Prozess bei Metallen im unteren Kilohertzbereich oder

¹Die Gleichung für den HF-Fall enthält in [60] einen Fehler, der hier korrigiert ist.

sogar unterhalb von 1 kHz, wenn man von typischen Risslängen in der Größenordnung 50-100 μm ausgeht.

Weitere Verluste treten auf, wenn innerhalb des Risses Kontakte zwischen den Rissflanken bestehen. Die relevante Größe für die Bestimmung der Relaxationsfrequenz ist dann die Breite ℓ dieser Kontakte, die im Allgemeinen um bis zu drei Größenordnungen kleiner sein kann als die Größe L (siehe Abb. 2.3). Damit rückt das Maximum der Relaxation zu weit höheren Frequenzen und damit in den Bereich der bei der Ultraschallabsorptionsmessung typischerweise zugänglichen Frequenzen.

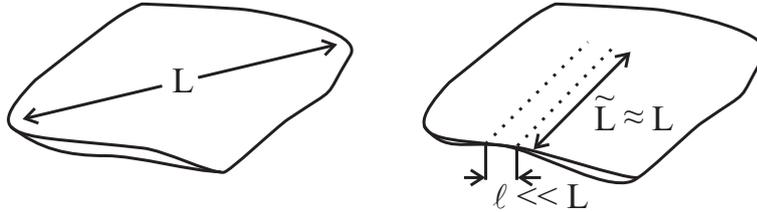


Abbildung 2.3: Grundlage des Modells von Zaitsev [60]: Riss und streifenförmige Kontakte innerhalb eines Risses

Für die Verluste an den streifenförmigen Kontakten der Breite ℓ und Länge $\tilde{L} \approx L$ innerhalb der Risse ergeben sich für die dissipierte Energie bei niedrigen (LF) bzw. hohen (HF) Frequenzen sowie im Maximum (max):

$$\Delta W_{LF} = 2\pi\omega T \frac{\alpha_{th}^2 K^2}{\gamma} \ell^2 \tilde{L} L^2 \varepsilon^2 \quad (2.19a)$$

$$\Delta W_{HF} = \frac{2\pi}{\omega} \gamma T \left(\frac{\alpha_{th} K}{\rho C} \right)^2 \tilde{L} \left(\frac{L}{\ell} \right)^2 \varepsilon^2 \quad (2.19b)$$

$$\Delta W_{max} = 2\pi T \frac{\alpha_{th}^2 K^2}{\rho C} \tilde{L} L^2 \varepsilon^2 \quad \text{bei } \omega = \omega_\ell \approx \frac{\gamma}{\rho C \ell^2} \quad (2.19c)$$

Der maximale Verlust für den Risskontakt ist somit vergleichbar mit dem Verlust für den Riss selbst, allerdings liegt das Maximum in typischen Metallen bei Frequenzen im Megahertzbereich und verursacht damit für diesen Frequenzbereich eine zusätzliche Absorption. Die Höhe dieses zusätzlichen Beitrags hängt ab von der Zahl der vorhandenen Kontakte innerhalb der Risses.

2.2.2 Resonanzabsorption

Die Resonanzabsorption lässt sich beschreiben als die Dämpfung eines Systems, das zur Schwingung angeregt wird. Das Vorhandensein eines solchen schwingungsfähigen Systems ist also Voraussetzung für diese Art von Absorptionsmechanismus. Hier ist die Zeitabhängigkeit der anelastischen Zusatzdehnung durch den Einschwingvorgang des Systems bestimmt. Die entsprechende Schwingungsgleichung der erzwungenen Schwingung – unter Wirkung einer mit Kreisfrequenz ω periodischen Spannung – lautet

$$A \ddot{\varepsilon} + B \dot{\varepsilon} + C \varepsilon = D \sigma \quad (2.20)$$

Die Konstanten A, B, C, D sind durch die Eigenschaften des für den Effekt verantwortlichen schwingungsfähigen Systems bestimmt, wobei die Resonanzfrequenz ω_0 des Systems durch $\omega_0^2 = A/C$ gegeben ist und B der Dämpfungskonstanten entspricht. Bei kleiner Dämpfung wird bei der Resonanzfrequenz des Systems der Energieverlust maximal. Das bekannteste Beispiel für einen Fall von Resonanzabsorption ist sicher die Bewegung einer Versetzung zwischen zwei Verankerungspunkten unter dem Einfluss einer von der Schallwelle ausgeübten Kraft. Diese wird im folgenden Abschnitt näher beschrieben.

2.2.3 Versetzungsdämpfung

Versetzungen bestimmen wesentlich die plastischen Verformungseigenschaften von Metallen und Metallegierungen. Als bewegliche Defekte können sie von der Schallwelle in Bewegung versetzt werden und tragen über verschiedene Mechanismen zur Schallabsorption bei, d.h. je nach Art der Wechselwirkung mit der Schallwelle treten unterschiedliche Typen von Absorptionsmechanismen auf (Resonanz, Relaxation, Hysterese). Die Versetzungsdämpfung ist also eigentlich ein übergeordneter Begriff, dem aber aufgrund der großen Bedeutung von Versetzungen für die Ultraschallabsorption in Metallen ein eigener Abschnitt gewidmet werden soll.

Eine Versetzung stellt für die Schallwelle ein Hindernis dar. Umgekehrt übt die durch die Versetzung in ihrer Bewegung gehemmte Schallwelle eine Kraft aus auf die Versetzungslinie, welche im Allgemeinen groß genug ist, die Versetzung zu bewegen. Die Theorie, dass in Metallen Versetzungen verantwortlich sind für Schallschwächung und Moduländerung wurde zuerst von Read [62] vorgeschlagen. Die theoretische Beschreibung der Versetzung als „Schwingende Saite“ zwischen zwei Verankerungspunkten durch die von der Schallwelle ausgeübte Kraft wurde von Koehler [63] erstellt

und von Granato und Lücke signifikant weiterentwickelt [64]. Sie betrachten die periodische Auslenkung $u(y, t)$ eines Versetzungssegments der Länge l zwischen zwei Verankerungspunkten durch die Schallwelle und erhalten die Bewegungsgleichung

$$A \ddot{u} + B \dot{u} - C \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} = \sigma b = \sigma_0 b e^{i\omega t} \quad (2.21)$$

Hierin y ist die Koordinate in Richtung der Versetzungslinie, σ ist die durch die Ultraschallwelle ausgeübte Scherspannung. Die Konstanten A, B, C der Bewegungsgleichung sind wie folgt definiert:

$$A = m_l = \pi \rho b^2$$

entspricht der effektiven Masse m_l pro Längeneinheit der Versetzung, wobei ρ die Dichte des Materials ist und b der Burgersvektor der Versetzung;

B ist die Dämpfungskonstante und

$$C = \frac{2Gb^2}{\pi(1-\nu)}$$

entspricht der effektiven Linienspannung der Versetzung. G ist hierbei der Schermodul und ν die Poissonzahl.

Mit den Randbedingungen $u(0, t) = 0$ und $u(l, t) = 0$ für die Verankerungspunkte ergibt sich eine Lösung mit frequenzabhängiger Schwächung und Geschwindigkeit der Schallwelle. Für das Dekrement δ erhält man [64]

$$\delta(\omega) = \frac{8Gb^2}{\pi^3 C} \Lambda l^2 \frac{\omega \tau}{\left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_0^2}\right)^2 + \omega^2 \tau^2} \quad (2.22)$$

mit

$$\omega_0^2 = \frac{\pi^2 C}{l^2 A} \quad \text{und} \quad \tau = \frac{B}{\omega_0^2 A}$$

Für kleine Dämpfungen - entsprechend $\tau \ll 1/\omega_0$ - ergibt sich ein Resonanzverhalten mit einem scharfen Maximum bei $\omega = \omega_0$; für große Dämpfung, also für $\tau \gg 1/\omega_0$, entspricht das Verhalten einer überdämpften Schwingung

und man erhält für δ eine Relaxationskurve mit einem Maximum bei $\omega\tau = 1$. In beiden Fällen ist für kleine Frequenzen ω , d.h. wenn $\omega^2/\omega_0^2 \ll 1$, also auch $\omega^2\tau^2 \ll 1$, das Dekrement proportional zu ω , der Absorptionskoeffizient α also proportional zu ω^2 .

Für kleine Frequenzen ergibt sich für das Dekrement δ [53]

$$\delta(\omega) \propto \frac{\Lambda l^4 B}{Gb^2} \omega \quad (2.23)$$

Die Abschätzung der Resonanzfrequenz für typische Werte der relevanten Größen liefert mit einem Wert für die Bogenlänge von $l \approx 10^{-3}$ mm eine Größenordnung von $f_0 = \omega_0/2\pi \approx 10^9$ Hz, was deutlich über den für die in dieser Arbeit dargestellten Experimente verwendeten Ultraschallfrequenzen liegt. Daraus ergibt sich, dass für denjenigen Anteil der im MHz-Bereich gemessenen Ultraschallabsorption, welcher durch Schwingung von Versetzungssegmenten bedingt ist, die Näherung für niedrige Frequenzen gültig ist.

Die Annahme einer festen Länge l der Versetzungssegmente ist für reale Festkörper nicht gerechtfertigt. Man muss dagegen von einer Verteilung der Längen ausgehen. Für eine statistische Verteilung der Verankerungspunkte entlang der Versetzungslinie erhält Köhler die Exponentialverteilung der Segmentlängen

$$N(l)dl = \frac{\Lambda}{l_0^2} \exp(-l/l_0)dl$$

wobei $N(l)dl$ der Zahl der Segmente mit Längen zwischen l und dl entspricht und l_0 der mittleren Länge. Damit berechnet sich das Dekrement δ zu

$$\delta = \int_0^\infty l\delta(l)N(l)dl$$

mit einer Lösung in Form von Integralexponentialfunktionen. Granato und Lücke kommen nach Untersuchung verschiedener Verteilungsfunktionen zu dem Schluss, dass sich der Einfluss einer Verteilungsfunktion auch beschreiben lässt durch Verwendung einer effektiven Länge l_e in der Berechnung für die feste Segmentlänge, was die mathematische Beschreibung enorm vereinfacht. Die effektive Länge ist in jeden Fall größer als die mittlere Länge, da längere Segmente aufgrund der l^4 -Abhängigkeit der inneren Reibung stärker gewichtet werden.

Ein weiterer Mechanismus, welcher in der Theorie von Köhler und deren Weiterentwicklung durch Granato und Lücke betrachtet wird, ist das

Losreißen der Versetzung von ihren Verankerungspunkten bei höheren Dehnungsamplituden. Dies tritt auf, wenn die durch die Schallwelle ausgeübte Kraft einen kritischen Wert überschreitet, welcher bestimmt ist durch die Bindungsenergie zwischen Versetzung und der Fehlstelle, die den Verankerungspunkt bildet. Der damit verbundene Anteil der inneren Reibung entspricht einer Hysteresedämpfung und ist amplitudenabhängig, aber unabhängig von der Frequenz. Die Kraft, die durch die Bewegung der Versetzungssegmente auf einen Verankerungspunkt ausgeübt wird, hängt von der Spannung ab sowie von der Summe der Längen der beiden angrenzenden Versetzungssegmente $F \propto \sigma b(l_1 + l_2)$. Alternativ zur kritischen Spannung kann also auch eine kritische Länge zweier benachbarter Versetzungssegmente definiert werden. Aufgrund der Verteilung von Versetzungslängen im realen Festkörper wird mit zunehmender Dehnung ein schrittweises Losreißen einer zunehmenden Zahl von Versetzungssegmenten auftreten. Wiederum unter der Annahme zufällig über die gesamte Versetzung verteilter Verankerungspunkte und der exponentiellen Verteilung der Längen ergibt sich für einen Einkristall unter der Wirkung einer homogenen Zugdehnung ε_0 für den durch die Hystereseeabsorption bedingten Anteil des Verlustwinkels ϕ_h [53]

$$\tan \phi_h = \frac{C_1}{\varepsilon_0} \exp\left(-\frac{C_2}{\varepsilon_0}\right) \quad (2.24)$$

Die Konstanten C_1 und C_2 sind durch Eigenschaften des Festkörpers (Mikrostruktur/Kristallaufbau) sowie der Verankerungspunkte bestimmt. Der Einfluss thermischer Fluktuationen auf den Prozess des Losreißen ist hierbei nicht berücksichtigt.

Die Wechselwirkung von Versetzungen mit Punktdefekten wurde auch umfangreich von Gremaud untersucht; in [65] ist eine Übersicht verschiedener Arbeiten dargestellt. Bei niedrigen Frequenzen im kHz- oder niedrigen MHz-Bereich, also unterhalb des Bereiches der Versetzungsrelaxation nach dem Granato-Lücke-Modell der schwingenden Saite, wird in vielen Metallen ein frequenzunabhängiger Dämpfungshintergrund beobachtet. Dieser wird einer Hysteresedämpfung durch Wechselwirkung der Versetzung mit Punktdefekten zugeordnet. In Mischkristallen wird von einer klaren Abhängigkeit dieses Dämpfungshintergrunds von der Amplitude der Dehnung ε berichtet [66] mit einem Verschwinden des Effektes für sehr kleine ε .

2.2.4 Weitere Mechanismen

Der Vollständigkeit halber sei hier noch erwähnt dass es eine Reihe weiterer Wechselwirkungsmechanismen gibt, die zu einer Dissipation von Schall-

energie führen. Viele davon sind wiederum mit einem Relaxationsprozess verbunden. Beispielsweise wäre die Wechselwirkung von Schallwellen mit den freien Elektronen in Metallen zu nennen. Der Effekt spielt nach der klassischen Theorie lediglich bei sehr tiefen Temperaturen (<10 K) oder hohen Frequenzen im GHz-Bereich eine Rolle, wenn die mittlere freie Weglänge der Elektronen in der Größenordnung der Schallwellenlänge liegt. Auf diesen Mechanismus wird in der Diskussion der experimentellen Ergebnisse in Kapitel 4 eingegangen, daher kann die Beschreibung der Grundlagen hier entfallen.

In ferromagnetischen Werkstoffen kommt es zusätzlich zu den anderen Mechanismen auch zu magnetoelastischen Verlusten. Hier ist die Eigenschaft der Magnetostraktion verantwortlich, welche auch zur Erzeugung von Ultraschallwellen eingesetzt wird. Durch ein magnetisches Feld werden die Domänenwände verschoben, es kommt zu einer Ausrichtung der Domänen, mit der eine Änderung der Gitterdeformation verbunden ist und damit eine elastische Dehnung des Materials. Umgekehrt verursacht eine angelegte mechanische Spannung und die daraus resultierende Dehnung eine Magnetisierung. Die Ultraschallwelle wirkt als elastische Wechsellastung, die ein magnetisches Wechselfeld erzeugt. Dieses magnetische Wechselfeld erzeugt wiederum Wirbelströme, deren Magnetfeld der Erzeugung entgegengerichtet ist. Über den Ohmschen Widerstand wird ein Teil der Energie in Wärme umgesetzt und diese Energie wird der Schallwelle entzogen.

2.3 Ultraschall-Nachhall-Methode zur Ermittlung des Absorptionskoeffizienten

In stark streuenden Werkstoffen wie polykristallinen Metallen ist bei üblichen Ultraschallfrequenzen im MHz-Bereich der Beitrag der Streuung zur gesamten Schallschwächung dominant [67]. Die Ultraschallabsorption, also der durch inelastische Verluste bedingte Anteil der Schallschwächung, ist relativ klein. Daher lässt sich die Ultraschallabsorption aus der Schwächung einer Echofolge unter Verwendung der Puls-Echo-Technik oft nicht zuverlässig ermitteln.

Eine Methode zur direkten Bestimmung der Ultraschallabsorption ist die so genannte Nachhall-Methode. Die Idee geht auf Arbeiten von Willems [27] und Weaver [68] zurück. Ausgenutzt wird die Tatsache, dass ein Ultraschallpuls durch Streuung an Korn- und Phasengrenzen und durch Reflexion an

den Oberflächen einer Probe seine räumliche Kohärenz verliert und in kleinen Proben nach einigen Mikrosekunden die Schallenergie auf das gesamte Probenvolumen verteilt ist. Es entsteht ein diffuses Schallfeld, das sogenannte Nachhallfeld, welches exponentiell abklingt mit einer Abklingkonstante, die dem Absorptionskoeffizienten im Material entspricht. Beiträge zur Schwächung, die durch Streuung bedingt sind, sind nicht mehr enthalten und müssen somit nicht nachträglich aus den Daten eliminiert werden. Abb. 2.4 zeigt ein Beispiel für ein solches Nachhall-Zeitsignal. Die Bestimmung des Absorptionskoeffizienten aus diesem Signal erfolgt im Allgemeinen durch Logarithmieren der Amplitude des gleichgerichteten Signals und Anpassen einer Gerade an den linearen Bereich.

Das Ultraschallnachhallsignal enthält Komponenten verschiedener Wellenarten in unterschiedlichen Anteilen. Diese Anteile berechnen sich analog zum Nachhall in der Raumakustik aus der Zahl der Resonanzfrequenzen im Frequenzband df

$$dN \approx \frac{4\pi f^2 V}{v^3} df \quad (2.25)$$

für ein Volumen V (siehe z.B. [69, 70]). Hierin ist als wellenartspezifische Größe die Schallgeschwindigkeit v enthalten. Die Anteile der verschiedenen Wellenarten sind also durch die Verhältnisse ihrer Geschwindigkeiten bestimmt.

2.4 Materialermüdung

Bei zyklischer Belastung eines Bauteiles kann es zum Versagen kommen, auch wenn die Belastung deutlich unter der Festigkeitsgrenze für statische Belastung liegt. Diese Schädigung des Materials unter periodisch wiederkehrender Belastung wird als Ermüdung bezeichnet. Findet die mechanische Belastung in Kombination mit thermischer Wechselbelastung statt, spricht man von thermomechanischer Ermüdung, bei Vorhandensein eines korrosiven Mediums von Korrosionsermüdung oder Schwingungsrissskorrosion. Neben der Ermüdung gibt es zahlreiche weitere Mechanismen, die zur Schädigung und schließlich Erschöpfung und Versagen eines Bauteils führen können. Oft treten verschiedene Mechanismen in Kombination auf, so dass, abhängig von den Beanspruchungsbedingungen, mehrere der genannten Mechanismen gemeinsam zum Versagen führen.

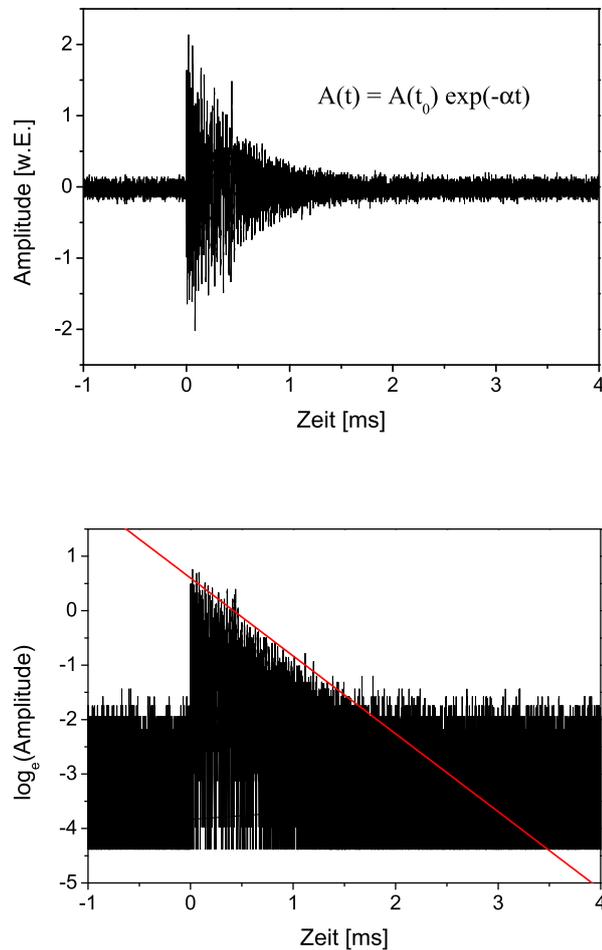


Abbildung 2.4: Beispiel für Nachhallsignal
oben: Zeitsignal
unten: Zeitsignal mit logarithmierter Amplitude und Fitgerade, deren Steigung dann direkt α ergibt

Für die Mehrzahl der im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen wurde Probenmaterial verwendet mit unterschiedlichen Graden von Ermüdungsbeanspruchung bzw. Ermüdungsschädigung durch rein mechanische Wechselbeanspruchung bei Raumtemperatur. Daher sollen hier einige Grundlagen der Ermüdung in metallischen Werkstoffen durch mechanische Wechselbeanspruchung dargestellt werden (siehe z.B. [71, 72, 73, 74]).

2.4.1 Ermittlung von Ermüdungsfestigkeit

Die Belastungsgrenzen eines Materials bei zyklischer mechanischer Beanspruchung werden in Dauerschwingversuchen ermittelt. Dazu wird eine größere Zahl von Proben bei verschiedenen Lastamplituden bis zum Bruch bzw. bis zum Anriss zyklisch belastet. Man unterscheidet zwischen dem spannungskontrollierten und dem dehnungskontrollierten Versuch. Beim spannungskontrollierten Versuch wird die Spannungsamplitude σ konstant gehalten und die Dehnung ε wird gemessen. Die Dehnung kann über den Zeitraum des Versuches variieren aufgrund von Verfestigung oder Entfestigung des Werkstoffs.

Abb. 2.5 zeigt den zeitlichen Verlauf der Beanspruchung für den spannungskontrollierten Ermüdungsversuch mit den charakteristischen Größen. Zusätzlich zur periodisch wechselnden Spannung mit der Spannungsamplitude σ_a kann eine konstante Druck- oder Zugspannung überlagert sein, die so genannte Mittelspannung σ_m . Die Extremwerte, zwischen denen die anliegende Spannung variiert, der Maximalwert σ_{max} und der Minimalwert σ_{min} der Spannung, werden auch als Oberspannung bzw. als Unterspannung bezeichnet. Alternativ zur Mittelspannung kann auch das Spannungsverhältnis R angegeben werden: $R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$ bzw. $R = (\sigma_m - \sigma_a)/(\sigma_m + \sigma_a)$.

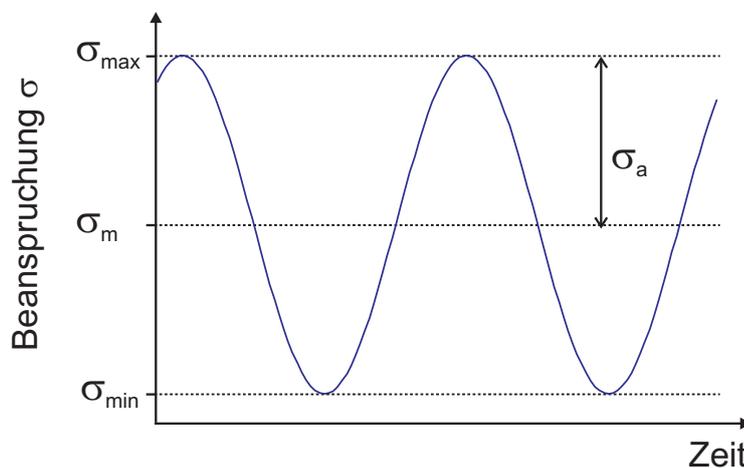


Abbildung 2.5: Beanspruchungsverlauf für einen Ermüdungsversuch

Ein solcher Versuchszyklus, bei dem für verschiedene Spannungsamplituden σ_a und konstantes Spannungsverhältnis R an identischen Proben Schwingungsversuche bis zu einer festgelegten Lastspielzahl N oder dem vorher auftretenden Bruch bei N_B durchgeführt werden, geht auf Arbeiten von Wöhler

[75] zurück und wird als Wöhlerversuch bezeichnet. Ein Auftrag von σ_a gegen N_B liefert die so genannte Wöhlerkurve (Abb. 2.6). Als Ergebnis ergibt sich die Zahl der Belastungszyklen bis zum Bruch bei einer gegebenen Spannungsamplitude bzw. umgekehrt die für eine vorgegebene Bruchlastspielzahl ertragbare Spannungsamplitude, als Zeitfestigkeit bezeichnet. Es kann unterschieden werden zwischen Wöhlerkurven vom Typ I und Typ II. Bei beiden Typen nimmt logischerweise die ertragbare Spannungsamplitude kontinuierlich mit steigender Lastspielzahl ab. Bei Typ I bleibt ab einer bestimmten Lastspielzahl N_D die maximal ertragene Spannungsamplitude konstant. Dieser Wert entspricht der so genannten Dauerfestigkeit des Materials als diejenige Spannungsamplitude, die bei der vorliegenden Mittelspannung theoretisch unendlich oft ertragbar wäre, also nie zum Bruch führt. Dieses Verhalten tritt vor allem bei ferritischen Stählen und Nichteisenmetalllegierungen auf. Ein typischer Wert ist $N_D = 2 \cdot 10^6$. Typ II zeigt dagegen eine weitere Abnahme mit asymptotischer Annäherung an einen Grenzwert, d.h. auch bei Lastspielzahlen von 10^7 oder mehr und der entsprechenden Spannung σ_a treten noch Brüche auf. Ein solcher Wöhlerlinienverlauf wird z.B. bei austenitischen Stählen beobachtet. Hier wird die Dauerfestigkeit definiert als die bei einer hohen Zahl an Lastwechseln ertragbare Spannung, je nach Werkstoff typischerweise 10^6 bis 10^8 Zyklen. Im Bereich der Zeitfestigkeit unterscheidet man abhängig von der Zahl der Belastungszyklen bis zum Bruch N_B zwischen „Low Cycle Fatigue“ (LCF) mit $N_B = 10^2 - 10^5$ und „High Cycle Fatigue“ (HCF) mit $N_B > 10^5$ [73]. Bei LCF-Versuchen ist die Spannungsamplitude so hoch, dass es zu plastischer Verformung kommt. Entsprechend ist die Zahl der ertragbaren Lastspiele relativ gering. Üblicherweise werden LCF-Versuche dehnungskontrolliert durchgeführt mit einer konstant gehaltenen Dehnungsamplitude und Messung der zum Erreichen dieser Dehnung erforderlichen Kraft. Oft werden die Versuche vor dem vollständigen Bruch der Probe abgebrochen, bei auftreten eines Anrisses. Daraus ergibt sich die Anrisslastspielzahl bzw. so genannte Anrisskurven. Als Kriterium für das Vorliegen eines Anrisses wird meist das Überschreiten eines bestimmten Wertes für den Spannungsabfall (beim dehnungskontrollierten Versuch mit Aufzeichnung der erforderlichen Spannung) bzw. der Dehnungszunahme (beim spannungskontrollierten Versuch mit Dehnungsmessung) verwendet. Die Anrisskurven weisen werkstoffbedingt eine relativ hohe Streubreite auf, so dass eine ausreichend große Zahl von Versuchen benötigt wird, um statistisch abgesicherte Daten zu erhalten.

Die sinusförmige Beanspruchung des Ermüdungsversuchs entspricht im Allgemeinen nicht den Bedingungen, denen ein Bauteil im Betrieb ausgesetzt ist. Dennoch genügt es meist, bei der Auslegung von Bauteilen für die Berechnung der Betriebsfestigkeit Daten aus Schwingversuchen zu Grun-

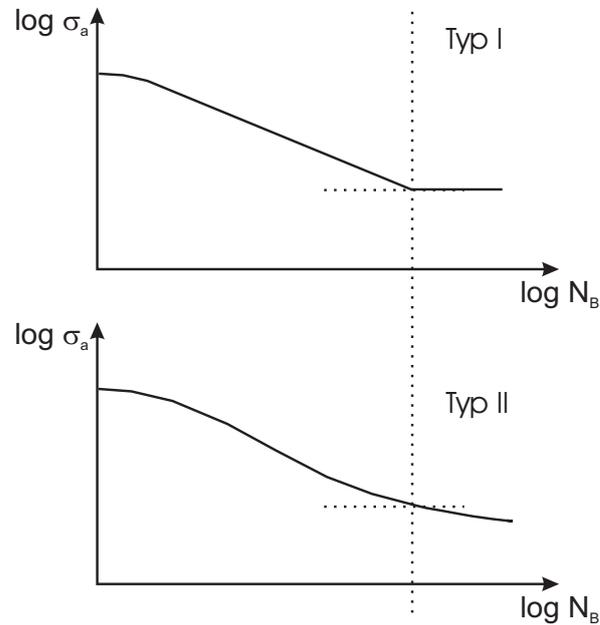


Abbildung 2.6: Wöhlerkurven Typ I und Typ II

de zu legen und dabei mehrere unterschiedliche periodische Belastungen zu betrachten. Das Zusammenwirken dieser unterschiedlichen Lasten kann vereinfacht über die Schadensakkumulationsregel nach Palmgren [76] und Miner [77] berücksichtigt werden, in Kombination mit Schädigungsparametern, die z.B. den Einfluss von Mittelspannungen mit einbeziehen. Für die am stärksten beanspruchten Bereiche einer Komponente kann so die Berechnung der Lebensdauer unter den im Betrieb zu erwartenden Lasten vorgenommen werden, ggf. unter Berücksichtigung einer bruchmechanischen Bewertung von Rissinitiierung und Risswachstum. Für sicherheitsrelevante Komponenten und Bauteile, deren Versagen nicht toleriert werden kann, werden zum Teil auch Versuche an Bauteilproben mit realistischen Beanspruchungsbedingungen durchgeführt.

2.4.2 Werkstoffveränderungen bei Ermüdungsbeanspruchung

Unter wechselnder mechanischer Beanspruchung (Wechselverformung) kommt es im Werkstoff auf der Mikrostrukturebene zu Veränderungen, die im Laufe fortschreitender Beanspruchung zu Rissinitiierung, Risswachstum und schließ-

lich zum Bruch führen. Die Vorgänge unterscheiden sich je nach Werkstoff, Mikrostruktur und Beanspruchungsamplitude. In allen Fällen sind Versetzungsbewegungen und Wechselwirkung von Versetzungen untereinander oder mit anderen Kristalldefekten beteiligt. Bereits während der ersten Zyklen beginnt die Umordnung und Neubildung von Versetzungen. Vor allem durch die Multiplikation von vorhandenen Versetzungen über den Mechanismus der Frank-Read-Quelle oder Quergleiten an Korn- und Phasengrenzen (z.B. [70, 78]) nimmt die Versetzungsdichte zu. Es kommt zum Abgleiten von Versetzungen über die Gleitebenen und zur Ansammlung von Versetzungen in lockeren Bündeln. Im weiteren Verlauf bilden sich in manchen Werkstoffen charakteristische Strukturen (Zellen oder Bänder) mit Bereichen hoher Versetzungsdichte in den Wänden und niedriger Versetzungsdichte im Inneren. Ein Beispiel ist in der Transmissionselektronenmikroskopie(TEM)-Aufnahme in Abb. 2.7 gezeigt¹. Die genannten Vorgänge sind verantwortlich für die im Versuch beobachtete Verfestigung bzw. Entfestigung.

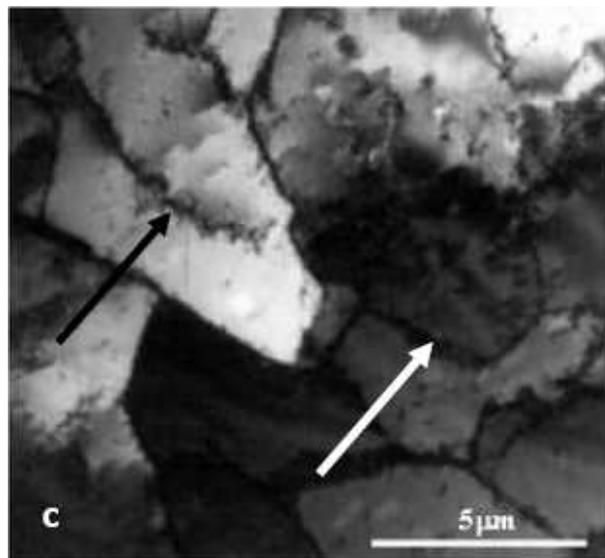


Abbildung 2.7: Transmissionselektronenmikroskopie(TEM)-Aufnahme von ermüdungsbeanspruchtem kohlenstoffarmen Stahl bei ca. 60 % der Lebensdauer (aus [79])

Rissinitiierung erfolgt dort, wo es an der Oberfläche zu Spannungskonzentrationen und als Folge zu mikroskopischen Trennungen kommt. Wo die

¹Werkstoff und Beanspruchung entsprechen dem im Rahmen der vorliegenden Arbeit untersuchten Probenatz *Stahl 2* (siehe Kapitel 3)

Versetzungen bei ihrer Gleitbewegung an die Oberfläche treten kommt es zu Oberflächenunregelmäßigkeiten. In Werkstoffen mit niedriger Stapelfehlerenergie, die ein leichtes Quergleiten erlauben, entstehen ausgeprägte Ermüdungsgleitbänder, die teilweise bis in tiefere Schichten reichen als so genannte Persistente Gleitbänder (Persistent Slip Bands PSB). Bei weiterer Beanspruchung entstehen an diesen Stellen Extrusionen und Intrusionen. Diese stellen Oberflächenkerben dar, und damit Orte von Spannungskonzentration. Auch andere mikrostrukturbedingte Oberflächeninhomogenitäten können Ausgangspunkte für Rissinitiierung sein, z.B. Korn- und Phasengrenzen sowie Ausscheidungen oder Einschlüsse. Da jegliche Art von Oberflächenkerbe einen Ort der Spannungskonzentration darstellt, spielt neben den Werkstoffigenschaften auch die Oberflächenbeschaffenheit eine wesentliche Rolle im Hinblick auf die Zahl der Zyklen bis zur Rissinitiierung und damit für die Lebensdauer eines Bauteils.

Die Phase der Rissausbreitung macht oft einen nicht unerheblichen Teil der Lebensdauer aus. Die Ermittlung von Rissfortschritt und Rissausbreitungsgeschwindigkeiten unter einer vorgegebenen Beanspruchung ist Gegenstand der Bruchmechanik. Es existieren zahlreiche Modelle zur Beschreibung der Vorgänge sowie Methoden zur Berechnung und experimentellen Verifikation. Die Untersuchungen der vorliegenden Arbeit konzentrieren sich auf die Werkstoffveränderungen, die vor Entstehen eines makroskopischen Risses ablaufen, sowie deren möglichen Einfluss auf die Ultraschallabsorption. Die Ausbreitung makroskopischer Risse soll daher hier nicht weiter betrachtet werden.

Detaillierte Beschreibungen von Versetzungsbewegungen, Rissinitiierung und Rissausbreitung sind z.B. in [73, 74] gegeben. Eine ausführliche Übersicht, sowohl zu den ingenieurmäßigen Grundlagen der Materialermüdung als auch zu mikrostrukturellen Vorgängen bei mechanischer Wechselbeanspruchung, inklusive umfassender Referenzen zur Fachliteratur, findet sich in [80].

Kapitel 3

Experimente

3.1 Messaufbau

Zur Untersuchung der Ultraschallabsorption in den verschiedenen Probensätzen wurde neben einem Laserultraschall-Messaufbau auch die konventionelle Ultraschallanregung und -aufnahme mit piezoelektrischen Schallwandlern angewandt. Der typische Messaufbau zur Bestimmung des Ultraschallabsorptionskoeffizienten wird für beide Methoden in den folgenden beiden Abschnitten beschrieben. Neben der unterschiedlichen Prüftechnik (Laserultraschall bzw. Kontakttechnik mit piezoelektrischen Prüfköpfen) wurden für die verschiedenen Probensätze jeweils auch leicht unterschiedliche Methoden bei der Datenanalyse zur Ermittlung des Ultraschallabsorptionskoeffizienten verwendet. Diese sind in Abschnitt 3.3 mit den Ergebnissen der Experimente näher beschrieben.

3.1.1 Laserultraschall

Der schematische Aufbau eines Laserultraschallexperimentes ist in Abb. 3.1 gezeigt. Zur Anregung der Ultraschallsignale dient ein Nd:YAG Laser¹ mit einer Wellenlänge von 1064 nm, welcher über ein Q-Switch-System kurze Pulse erzeugt. Die Pulsdauer liegt bei etwa 10 ns, die Energie pro Puls lässt sich im Bereich von 80 bis 450 mJ stufenlos variieren. Wahlweise kann im Einzelschuss-Modus mit manuell aktivierten einzelnen Laserpulsen gearbeitet werden oder mit automatisch generierten Pulsen bei einer Wiederholrate von 10 Hz. Die Lichtpulse werden mittels geeignet beschichteter Spiegel auf die Probe gelenkt. Eine Variation der Größe des Laserlichtfleckes auf der

¹Neodym-dotierter Yttrium-Aluminium-Granat Laser

Probenoberfläche („Laserspot“) kann durch Fokussierung mit einer Linse erreicht werden. Je nach Anregungsintensität, die von der Pulsenergie und vom Durchmesser des Anregungssspots abhängt, wird Ultraschall thermoelastisch oder durch Materialablation erzeugt (Abschnitt 2.1). Für Metalle ist meist eine hohe Intensität, d.h. Anregung im ablativen Bereich, erforderlich, um ausreichend Schallenergie in die Probe einzubringen. Die mit der Verdampfung von Probenmaterial verbundene Schädigung an der Oberfläche ist mit Kratertiefen im Nanometer-Bereich gering und stellt für die meisten Anwendungen kein Problem dar.

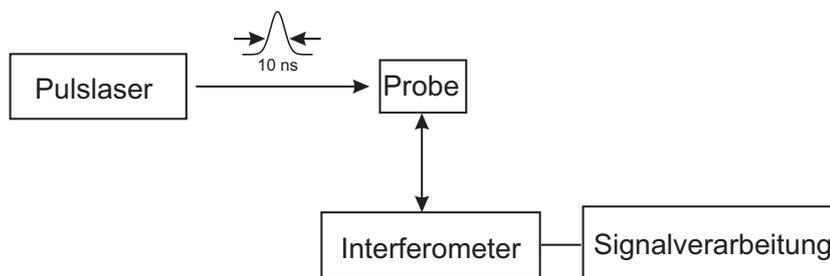


Abbildung 3.1: Schematischer Aufbau eines Laserultraschallexperimentes

Bei den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen wurde ausschließlich im ablativen Bereich gearbeitet. Die Laserpulsintensität wurde für die jeweiligen Proben experimentell optimiert durch Variation der Spotgröße und der Laserenergie, um eine möglichst effektive Anregung des Ultraschall-Nachhalls zu erreichen. Im Fall der in Abschnitt 3.3.2.1 beschriebenen Untersuchungen zum Einfluss der Ultraschallamplitude auf die Ultraschallabsorption wurde gezielt durch eine nicht optimale Wahl der Anregungsparameter (Laserenergie bzw. Spotgröße) die Effektivität der Ultraschallanregung reduziert, um eine Verringerung der Ultraschallamplitude im Nachhallfeld zu erreichen.

Die Ultraschallsignale wurden mit einem Heterodyninterferometer wie in Abschnitt 2.1 beschrieben aufgenommen, welches mit einem frequenzverdoppelten Nd:YAG Laser mit einer Wellenlänge von 532 nm arbeitet. Das Signal der Fotodiode wurde nach der Demodulation jeweils mit einem Digitaloszillographen digitalisiert und dargestellt, und dann zur Weiterverarbeitung auf einen Computer übertragen. Die Halterung für die Proben wurde jeweils so optimiert, dass die Kontaktfläche möglichst gering war. Auf diese Weise konnten Verluste von Schallenergie in die Probenhalterung minimiert werden.

3.1.2 Kontakttechnik

Neben der berührungslosen Laserultraschallmessung wurde an einem Teil der Proben der Ultraschallabsorptionskoeffizient unter Verwendung von piezoelektrischen Schallwandlern bestimmt. Diese Messungen wurden durchgeführt im Rahmen eines Gastwissenschaftleraufenthaltes an der University of Nebraska-Lincoln (UNL), finanziert über ein Austauschprogramm des Deutschen Akademischen Austauschdienstes (DAAD).

Der schematische Aufbau eines solchen Experiments ist in Abb. 3.2 dargestellt. Zwei piezoelektrische Ultraschallwandler gleichen Typs werden an gegenüberliegenden Seiten der Probe angekoppelt. Der von einem der Schallwandler angeregte Schallpuls wird am Gefüge der Proben gestreut und das Streusignal wird nach Durchlaufen der Probe vom zweiten Schallwandler empfangen. Das Frequenzspektrum des angeregten Schalls ist bei diesem Experiment bestimmt durch die Frequenz und zeitliche Länge des anregenden elektrischen Pulses und durch die Schallwandlereigenschaften: die Resonanzfrequenz des Schwingers (Schallwandlerfrequenz), die von der Schwingerdicke abhängt, sowie die Dämpfung des Schwingers (mechanisch und elektrisch), welche die Impulslänge des Schallpulses und damit die Bandbreite bestimmt.

Für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Experimente wurden breitbandige Schallwandler mit einer Mittenfrequenz von 15 MHz verwendet. Wie im Laserultraschall-Experiment erfolgte die Digitalisierung der elektrischen Signale des Empfängers über ein Speicheroszilloskop, von dem die Daten auf einen PC übertragen wurden zur weiteren Analyse. Ähnlich wie bei der Nachhallmethode wurde der Absorptionskoeffizient aus dem Abklingen des Schallsignals berechnet, wobei hier für die Auswertung ein Diffusionsmodell zugrunde gelegt wird [81].

Neben den in Abschnitt 2.2 diskutierten Beiträgen zur Schallschwächung kommt es bei Verwendung von Schallwandlern, die an die Probe angekoppelt werden, auch bei Verwendung der Nachhallmethode, zu einer zusätzlichen Erhöhung des gemessenen Absorptionskoeffizienten bedingt durch Verluste an den Kontaktflächen. Verluste über die freien Oberflächen können aufgrund der schlechten Impedanzanpassung zwischen dem Probenmaterial und der umgebenden Luft vernachlässigt werden: Für eine Grenzfläche zwischen Stahl und Luft liegt der Reflexionsfaktor für Longitudinalwellen bei über 99,9%.

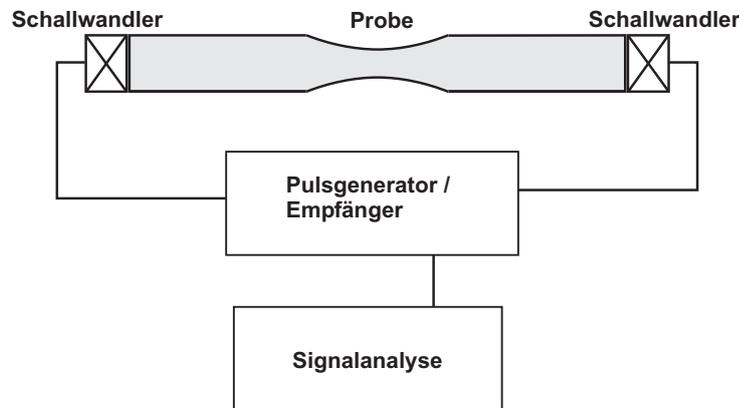


Abbildung 3.2: Schematischer Aufbau einer Absorptionsmessung in Kontakttechnik

3.2 Probensätze

Mit den beschriebenen Techniken wurde der Ultraschallabsorptionskoeffizient in verschiedenen Probensätzen ermittelt. Tabelle 3.1 zeigt eine Übersicht der untersuchten Probensätze mit Angabe des Materials sowie der jeweiligen Art der Beanspruchung.

Die meisten der Ultraschallabsorptionsmessungen wurden an zyklisch beanspruchten Proben der Titanlegierung Ti-6Al-4V vorgenommen. Nachdem die ersten Messungen an zwei Probensätzen gezeigt hatten, dass in diesem Material die Zunahme der Ultraschallabsorption für die stärker beanspruchten Bereiche besonders deutlich ist, wurden weitere Ti-6Al-4V Probensätze für detailliertere Messungen ausgewählt. Daneben wurden zwei verschiedene Stahlprobensätze untersucht, wovon einer ebenfalls aus zyklisch beanspruchten Proben bestand, der zweite umfasste Proben, bei denen durch eine thermische Behandlung eine künstliche Alterung vorgenommen wurde. Die verwendeten Probensätze werden im Folgenden näher beschrieben.

3.2.1 Stahl-Probensätze

Der Probensatz mit der Bezeichnung *Stahl 1* besteht aus drei Proben eines ferritischen Reaktorbaustahles mit der Bezeichnung JRQ. Dabei handelt es

Bezeichnung	Material	Beanspruchung	Anzahl
Stahl 1	Reaktorbaustahl JRQ	Thermische Alterung	3
Stahl 2	Kohlenstoffarmer Stahl	axiale zyklische Belastung, HCF ^a , $\sigma_a = 150$ MPa, $R = -1$, $N = 0$ bis ca. $0,8 N_B$	5
Ti-6Al-4V Serie 1	Ti-6Al-4V duplex	axiale zyklische Belastung bis zum Bruch, LCF ^b : $N_B \leq 4 \cdot 10^4$, $f = 1$ Hz, $\sigma_{\max} = 850$ MPa, $\sigma_{\min} = 85$ MPa	17
Ti-6Al-4V Serie 2	Ti-6Al-4V duplex	wie Ti-6Al-4V Serie 1	20
Ti-6Al-4V A	Ti-6Al-4V Anlieferungszustand	Umlauf-Biege-Belastung, 500 N/mm ² , 5000 U/min, $N = 10^4 - 10^7$	4
Ti-6Al-4V H1	Ti-6Al-4V Basiswärmebehandlung	wie Ti-6Al-4V A	4
Ti-6Al-4V H2	Ti-6Al-4V ausgehärtet		4
Ti-6Al-4V H3	Ti-6Al-4V überaltert		4
Ti KL	Ti-6Al-4V bzw. Ti-6Al-7Nb	LCF, verschiedene Parameter (siehe Tabelle 3.2)	8

^aHCF: High Cycle Fatigue

^bLCF: Low Cycle Fatigue

Tabelle 3.1: Probensätze

sich um ein Material, welches aus einem unter Koordination der International Atomic Energy Agency (IAEA) durchgeführten Forschungsprogramm zur Optimierung und Analyse von Überwachungsprogrammen für Reaktordruckbehälter stammt. Dazu wurde das Material JRQ hergestellt, welches besonders empfindlich zur Überwachung von Strahlenversprödung geeignet ist. Es

entspricht dem Standard ASTM A533-B Cl.1 und dient weltweit in IAEA-Vorhaben als Referenz. Die hier vorgestellten Arbeiten wurden im Rahmen des europäischen Netzwerkes AMES-NDT (Ageing Materials Evaluation and Studies by Non-Destructive Techniques) erstellt. Unter Beteiligung verschiedener Forschungsgruppen und Industriepartner wurden unbeanspruchte sowie künstlich gealterte JRQ-Proben verwendet zur Erprobung verschiedener zerstörungsfreier Prüfverfahren [82]. Im ersten Schritt sollte die Studie zeigen, welches der vorgeschlagenen Verfahren sich im Labor als geeignet erweist, Versprödung des Materials zu erkennen. Zur künstlichen Alterung des Materials wurde ein Teil der hergestellten Stäbe einer zusätzlichen Wärmebehandlung unterzogen, bestehend aus Glühen unter Schutzgasatmosphäre bei 700 °C für 18 Stunden und anschließender Wasserabschreckung. Proben aus den so behandelten Stäben wurden den beteiligten Institutionen für die Untersuchung mit zerstörungsfreien Prüfverfahren zur Verfügung gestellt. Am IZFP stand ein Probensatz aus einer unbeanspruchten und zwei in der genannten Weise gealterten Proben zur Verfügung, welcher unter Anderem auch für die Ultraschallabsorptionsmessungen verwendet wurde.

Der zweite Satz von Stahlproben, der im Rahmen dieser Arbeit untersucht wurde, bestand aus fünf Proben eines kohlenstoffarmen Stahls. Dieser Probensatz wurde bezeichnet mit *Stahl 2*. Die Proben wurden zur Verfügung gestellt vom National Metallurgical Laboratory Jamshedpur, Indien. In diesem Fall erfolgte die Beanspruchung des Materials durch zyklische Wechselverformung im High-Cycle-Fatigue(HCF)-Bereich. Die Belastung erfolgte in Form von axialer Zug-Druck-Beanspruchung, Spannungsverhältnis $R = -1$, im spannungskontrollierten Versuch mit einer Spannungsamplitude von 150 MPa und einer Frequenz von 84 Hz. Es handelt sich um Flachproben von 3,7 mm Dicke, die restlichen Maße sind aus Abb. 3.3 ersichtlich.

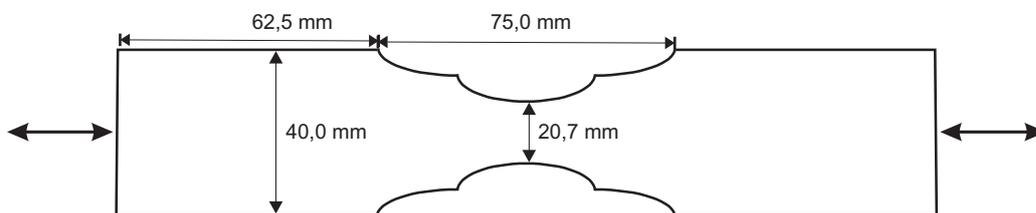


Abbildung 3.3: Ermüdungsprobe, Probensatz Stahl 2

Eine der Proben des Probensatzes blieb im unbeanspruchten Zustand, die anderen wurden bis zu 20, 40, 60, bzw. 80 % der theoretischen Lebensdauer einer solchen Probe dieses Materials belastet. Der Wert für die theoretische Lebensdauer (Lastspielzahl bis zum Bruch) wurde zuvor an einer Testprobe

ermittelt. Dazu ist zu sagen, dass eine solche Ermittlung der Lebensdauer an nur einer Referenzprobe mit großer Unsicherheit behaftet ist, da die Anrisskurven werkstoffbedingt eine große Streubreite aufweisen. Damit sind auch große Unsicherheiten bei den Angaben zum Erschöpfungsgrad der für diesen Probensatz verwendeten Proben zu erwarten.

3.2.2 Titanlegierungen

Auch Titan gehört zu denjenigen Metallen, welche in zwei unterschiedlichen kristallografischen Strukturen auftreten. Die mit α bezeichnete Phase ist die bei Raumtemperatur stabile Phase und besitzt hexagonal dichtest gepackte Kristallstruktur (hcp-Struktur). Bei hohen Temperaturen liegt Titan im kubisch-raumzentrierten (bcc) Gitter, der β -Phase, vor. Die so genannte β -Übergangstemperatur T_β , definiert als die niedrigste Gleichgewichtstemperatur, bei der das Material vollständig in der β -Struktur vorliegt, liegt für reines Titan bei etwa 885 °C, bei Titanlegierungen ist je nach Legierungselementen die Übergangstemperatur erhöht oder erniedrigt. Für die Legierung Ti-6Al-4V liegt sie bei etwa 1000 °C.

Man unterscheidet bei Titanlegierungen grundsätzlich zwischen α -, β - und $\alpha + \beta$ -Legierungen, in Abhängigkeit davon, welche der Phasen bei Raumtemperatur vorrangig vorliegt. Dies wiederum wird durch die Legierungselemente bestimmt. Einige Elemente, wie z.B. Aluminium, Sauerstoff oder Stickstoff, sind α -Stabilisatoren und führen zur bevorzugten Ausbildung der α -Struktur; andere, wie Vanadium oder Molybdän, stabilisieren die β -Phase.

Bei Ti-6Al-4V handelt es sich um eine $\alpha + \beta$ -Legierung des Titan, d.h. es sind sowohl α - als auch β -Stabilisatoren zulegiert und das Material enthält beide Phasen. Je nach Herstellungsprozess können unterschiedliche Mikrostrukturen der Ti-6Al-4V Legierung mit unterschiedlichen Anteilen und Anordnungen der beiden Phasen vorliegen, was zu erheblichen Unterschieden in den mechanischen Eigenschaften führen kann, insbesondere auch was die Ermüdungsfestigkeit betrifft. Die beiden für technische Anwendungen wichtigsten Gefügetypen sind die lamellare Gefügestruktur einerseits sowie die so genannte bi-modale oder Duplex-Struktur andererseits. Erstere erhält man durch Abkühlen aus dem β -Gebiet, letztere entsteht durch Rekristallisation nach Umformprozessen (siehe z.B. [83, 84, 85, 86]).

Bei allen im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Probensätzen der Titanlegierungen handelt es sich um Ermüdungsproben mit rundem Querschnitt,

die in der Mitte verjüngt sind. Die ersten Messungen erfolgten an zwei Probensätzen, jeweils bestehend aus der Hälfte einer bis zum Bruch beanspruchten Ermüdungsprobe. Der Durchmesser der Ermüdungsproben betrug im mittleren Bereich etwa 6,3 mm, außen etwa 12,3 mm. Diese beiden Probensätze wurden bezeichnet mit *Ti-6Al-4V Serie 1* und *Ti-6Al-4V Serie 2*. Die Ermüdungsproben für beide Probensätze wurden aus derselben Werkstoffcharge gefertigt und unter denselben Bedingungen beansprucht: Low Cycle Fatigue (LCF) Beanspruchung bis zum Bruch, $N_B \leq 4 \cdot 10^4$, bei Frequenz $f = 1$ Hz, Oberspannung $\sigma_{max} = 850$ MPa, und Unterspannung $\sigma_{min} = 85$ MPa (Spannungsverhältnis $R = 0,1$). Von jeder dieser Hälften wurden von der Bruchfläche zum Einspannbereich hin Scheiben von ca. 1,5 mm Dicke abgetrennt, so dass jeder der beiden Probensätze aus einer Serie von Einzelproben mit unterschiedlichen Graden an Beanspruchung bzw. Schädigung bestand (siehe Abb. 3.4): 17 Scheiben bei Probensatz *Ti-6Al-4V Serie 1* und 20 Scheiben bei Probensatz *Ti-6Al-4V Serie 2*. Da in der Mitte einer Ermüdungsprobe die Beanspruchung am größten ist und damit üblicherweise dort auch der Bruch auftritt, ist die Annahme, dass von der Mitte (also von der Bruchfläche) nach außen hin die Schädigung abnimmt, gerechtfertigt.

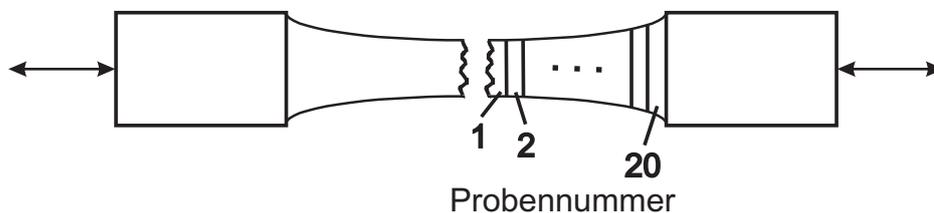


Abbildung 3.4: Probensatz *Ti-6Al-4V Serie 2*: axiale zyklische Belastung bis zum Bruch

Nachdem die ersten Untersuchungen der Ultraschallabsorption im Werkstoff Ti-6Al-4V vielversprechende Ergebnisse lieferten, wurden für weitere Ultraschallabsorptionsmessungen neue Probensätze aus dieser Legierung hergestellt. Der erste dieser insgesamt vier Probensätze, *Ti-6Al-4V A*, wurde aus Stäben der Legierung Ti-6Al-4V im Anlieferungszustand gefertigt. Für die weiteren Probensätze *Ti-6Al-4V H1*, *Ti-6Al-4V H2* und *Ti-6Al-4V H3* wurde das Rohmaterial zusätzlich unterschiedlichen Wärmebehandlungen unterzogen, um verschiedene Versetzungsstrukturen im Ausgangsmaterial zu erreichen. Die für die gewünschte Mikrostruktur nötige Dauer der Wärmebehandlung wurde anhand einer mit Testproben erstellten Härtekalibrierkurve ermittelt (siehe Abschnitt 3.4.1).

Für diese neuen Probensätze wurde die Wechselbeanspruchung mit einer Umlaufbiegebelastung realisiert, Abb. 3.5. Die Probensätze bestanden aus je vier Proben, die bis zu ca. 10^4 , 10^5 , 10^6 bzw. 10^7 Zyklen beansprucht wurden, jeweils bei 500 N/mm^2 Last und 5000 U/min . Nach 10^4 Zyklen bei dieser Beanspruchung kann das Material noch als nahezu ungeschädigt betrachtet werden, bei 10^7 Zyklen ist die typische Lebensdauer einer solchen Ermüdungsprobe erreicht.

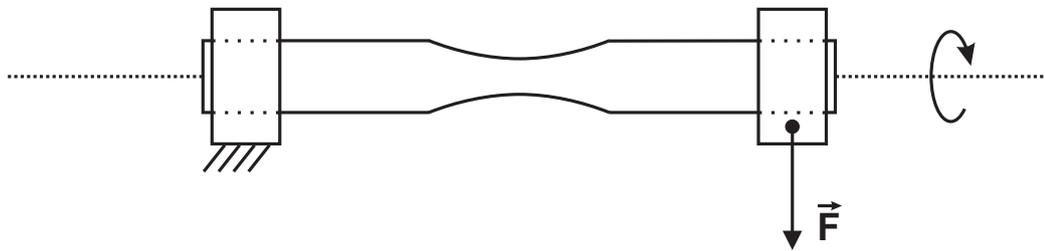


Abbildung 3.5: Ermüdung im Umlaufbiegeversuch

Ein weiterer Probensatz mit Proben aus Titanlegierungen wurde vom Lehrstuhl für Werkstoffkunde der Universität Kaiserslautern zur Verfügung gestellt. Die Proben stammten aus einer Untersuchung des Wechselverformungsverhaltens der Werkstoffe Ti-6Al-4V und Ti-6Al-7Nb, beides $(\alpha + \beta)$ -Titanlegierungen, in quasi-physiologischen Medien [87, 88]. Da diese Legierungen vielfach in der Medizin als Implantatmaterial eingesetzt werden, ist die Ermüdungsfestigkeit unter möglichst realen Einsatzbedingungen von großem Interesse.

Für die Ultraschallabsorptionsmessungen wurden von ausgewählten Ermüdungsproben kleine Segmente, jeweils aus dem Mittenbereich der Proben, abgetrennt. Von den insgesamt acht Proben waren sechs in spannungskontrollierten Biegewechselversuchen beansprucht, vier davon bis zum Bruch. Daneben wurde von jedem Werkstoff auch eine unbeanspruchte Referenzprobe ausgewählt. Die jeweilige Lastamplitude und Frequenz der Beanspruchung sowie die (Bruch-)Lastspielzahl für die Proben des Probensatzes *Ti-KL* sind in Tabelle 3.2 angegeben.

Proben-Nr.	Material	Beanspruchung
1	Ti-6Al-4V	725 MPa, 5 Hz, $N_B = 11.998$
2	Ti-6Al-4V	675 MPa, 5 Hz, $N_B = 173.042$
3	Ti-6Al-4V	600 MPa, 5 Hz, $N = 2 \cdot 10^6$
4	Ti-6Al-7Nb	unbeanspruchter Ausgangszustand
5	Ti-6Al-4V	unbeanspruchter Ausgangszustand
6	Ti-6Al-7Nb	675 MPa, 5 Hz, $N = 2 \cdot 10^6$
7	Ti-6Al-4V	675 MPa, 5 Hz, $N_B = 67.487$
8	Ti-6Al-7Nb	700 MPa, 5 Hz, $N_B = 1.053.245$

Tabelle 3.2: Probensatz Ti-KI

3.3 Ergebnisse der Absorptionsmessungen

Im Mittelpunkt der Untersuchungen stand die Ermittlung der Ultraschallabsorption in ermüdungsbeanspruchten Proben mit dem Ziel, einen Zusammenhang herzustellen zwischen dem Ultraschallabsorptionskoeffizienten im Material und dem Grad der Beanspruchung. Der Ultraschallabsorptionskoeffizient könnte dann verwendet werden als Parameter zur Erkennung kritischer Schädigung, idealerweise bereits im Frühstadium der Ermüdung.

Weitere Aspekte bei der Untersuchung der Ultraschallabsorption waren das Verhalten bei unterschiedlichen Ultraschallfrequenzen. Bei vielen Legierungen findet man im Megahertzbereich eine Erhöhung der Ultraschallabsorption gegenüber reinen Metallen sowie einen mit der Frequenz linear ansteigenden Absorptionskoeffizienten α . Letzteres kann mit den klassischen Absorptionsmechanismen nicht ausreichend erklärt werden – für die meisten Prozesse würde man eine quadratische Zunahme des Absorptionskoeffizienten α mit der Frequenz erwarten (siehe Abschnitt 2.2).

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen dargestellt, die Diskussion möglicher Ursachen für das experimentell beobachtete Verhalten der Ultraschallabsorption erfolgt in Kapitel 4.

3.3.1 Stahlproben

An den beiden im vorangehenden Abschnitt 3.2 näher beschrieben zwei unterschiedlichen Stahl-Probensätzen wurden Untersuchungen der Ultraschallabsorption mit Laserultraschall bzw. mit Kontakt-Technik vorgenommen.

3.3.1.1 Probensatz Stahl 1

Für die Laserultraschall-Nachhall-Messungen wurden vom JRQ Werkstoff (Abschnitt 3.2.1) eine Probe aus dem unbeanspruchten Material und zwei Proben vom künstlich gealterten Material verwendet. Dazu waren von dem in Stabform vorliegenden Material Würfel von etwa 10 mm Kantenlänge abgetrennt worden. Die Materialtrennung erfolgte mittels Funkenerosion um zusätzliche Veränderungen durch mechanische Bearbeitung der Oberfläche (Verformung, Eigenspannungen), welche Einfluss auf die Ergebnisse der Untersuchungen haben könnten, zu vermeiden.

Die Probenhalterung für die Laserultraschall-Experimente bestand in diesem Fall aus zwei Kunststoffblöcken mit einem Abstand von etwa 5 mm, zwischen denen die Proben-Würfel so positioniert wurden, dass sie mit zwei benachbarten Seitenflächen auf den Kanten der Kunststoffblöcke auflagen, Abb. 3.6. Ein weiteres Fixieren der Proben war nicht erforderlich. So konnten die Kontaktflächen möglichst klein gehalten werden, und damit auch die Verluste an Schallenergie über den Kontakt. Diese Probenhalterung wurde auf einem dreiachsigen Verschiebetisch befestigt, um die Probenposition relativ zur Laseroptik für Anregung und Detektion variieren zu können.

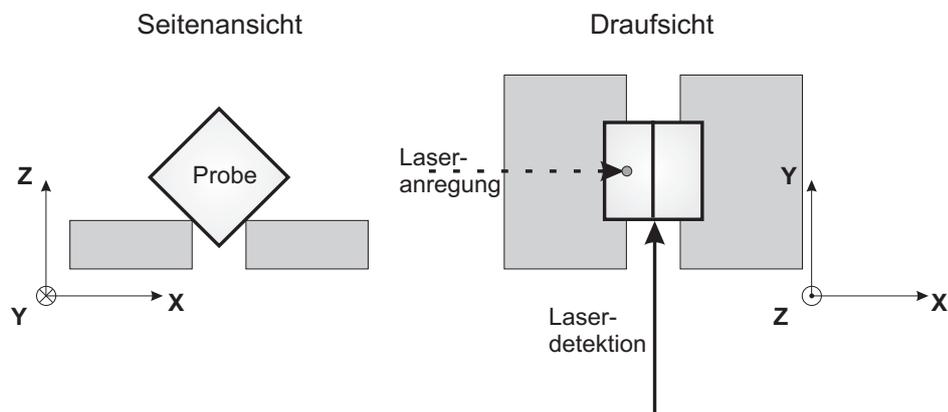


Abbildung 3.6: Probenhalterung und Laserstrahlanordnung beim Laserultraschallexperiment an Probensatz *Stahl 1*

Die Ultraschallanregung erfolgte auf einer der Seitenflächen. Der Laserpuls wurde mit einer Linse so fokussiert, dass sich beim Auftreffen auf die Probeoberfläche ein Durchmesser des Lichtflecks (Spotgröße) von etwa 1 mm ergab. Mit der verwendeten Pulsenergie von ca. 100 mJ pro Puls ergab sich

also eine Anregungsintensität von etwa 1200 MW/cm^2 . Dies entspricht ungefähr der optimalen Anregungsintensität für Druckwellen in Stahl [38]. Man befindet sich damit im Bereich der ablativen Anregung (vgl. Abschnitt 2.1). Zur Detektion der Oberflächenauslenkung wurde der Strahl des Interferometrielasers auf eine der anderen Seitenflächen der Probe gelenkt.

Zur Ermittlung der Werte für den Ultraschallabsorptionskoeffizienten α bei verschiedenen Frequenzen aus dem breitbandigen Nachhall-Signal wurde das demodulierte Signal des Interferometers vor der Digitalisierung analog gefiltert mit einer Frequenzbandbreite von 10 kHz um die gewählten Mittelfrequenzen und das gefilterte Signal wurde über ein Digitaloszilloskop dargestellt. Je nach Signal-Rausch-Abstand wurde im Digitaloszilloskop eine Mittelung über 5 bis 30 Einzelzeitsignale vorgenommen. Die gemittelten Signale wurden gespeichert und zur weiteren Bearbeitung auf einen Computer übertragen. Anschließend wurde die Amplitude des gemittelten Signals logarithmiert und der zeitlich linear abfallende Bereich mit einer Gerade approximiert, aus deren Steigung sich dann direkt der Ultraschallabsorptionskoeffizient α bei der jeweiligen Frequenz ergab. Durch diese Art der Auswertung aus dem zeitlichen Abfall des diffusen Schallfeldes erhält man den auf die Zeit bezogenen Absorptionskoeffizienten α in der Einheit ms^{-1} oder dB/ms statt wie in der Ultraschalltechnik üblich auf den Laufweg eines Ultraschallpulses bezogen in dB/m . Dies hat qualitativ keinen Einfluss auf die Ergebnisse.

Abb. 3.7 zeigt den Verlauf der Ultraschallabsorption in den drei Proben als Funktion der Frequenz. Die Werte für den Absorptionskoeffizienten wurden jeweils als Mittelwert aus 4-5 Einzelmessungen bestimmt, die Fehlerbalken in Abbildung 3.7 geben die Standardabweichung an. Für alle drei Proben findet sich im niedrigen Frequenzbereich eindeutig eine lineare Frequenzabhängigkeit des Absorptionskoeffizienten, die anscheinend typisch für Stähle ist (z.B. [26, 89]). Die Werte zeigen, dass α für die durch Wärmebehandlung künstlich gealterten Proben leicht erhöht ist gegenüber dem ungeschädigten Material. Die Kurven für die thermisch gealterten Proben liegen im gesamten betrachteten Frequenzbereich deutlich über der Kurve für das unbeanspruchte Material. Die Erhöhung des Wertes für α beträgt zwischen 5 und 50 %. Trotz dieser im Laborexperiment klar erkennbaren relativen Änderung des Absorptionskoeffizienten bei Beanspruchung, muss in Bezug auf eine Umsetzung des Verfahrens in die Praxis die Frage betrachtet, ob sich anhand einer Messung an einem Material mit unbekanntem Beanspruchungszustand eine Aussage treffen lässt. Bei den höheren Frequenzen weisen die Messwerte für α teilweise eine recht große Streuung zwischen den Einzelmessungen auf. Selbst bei vorhandener Referenzmessung an unbeanspruchtem

Material wird es mit der erreichbaren Messgenauigkeit vermutlich nicht ohne Weiteres möglich sein, anhand der Zunahme der Ultraschallabsorption eine Schädigung durch diese Art der thermischen Alterung in diesem Material mit ausreichender Sicherheit zu identifizieren.

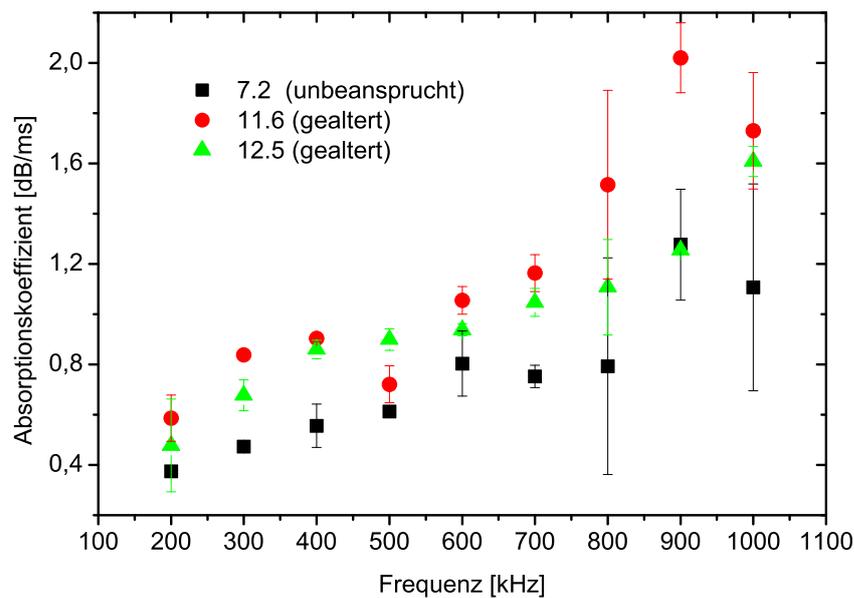


Abbildung 3.7: Ultraschallabsorption als Funktion der Frequenz in den durch thermische Behandlung künstlich gealterten Proben im Vergleich zur unbeanspruchten Referenz-Probe des Probensatzes *Stahl 1*

3.3.1.2 Probensatz Stahl 2

Die Proben dieses Probensatzes waren aufgrund der relativ großen Abmessungen nicht für die Laserultraschall-Nachhall-Technik geeignet. Daher wurde dieser Probensatz im Labor der *Ultrasonics and Vibrations Group* am Department of Engineering Mechanics der University of Nebraska-Lincoln (UNL) mit der in Abschnitt 3.1 beschriebenen Technik unter Verwendung konventioneller piezoelektrischer Ultraschallwandler (Abb. 3.2) untersucht.

Bei diesen Messungen wurden die vom Empfänger-Schallwandler aufgenommenen Signale kontinuierlich in ein Digitaloszilloskop eingelesen und ge-

mittelt. Zur Analyse der Messdaten und Ermittlung des Ultraschallabsorptionskoeffizienten bei verschiedenen Frequenzen wurde die in [81] beschriebene Methode verwendet. Das gemittelte Zeitsignal wurde mit einem LabVIEWTM Programm in einen Computer eingelesen und weiter analysiert. Das Programm unterteilt das eingelesene Zeitsignal in mehrere Abschnitte mit wählbarem Zeitbereich, berechnet für jedes dieser Zeitfenster die Fourieramplitude bei einer zuvor gewählten Frequenz und stellt dann diese Amplitude als Funktion der Zeit dar. Auf diese Weise erhält man die Amplitude des Schallsignals bei einer bestimmten Frequenz als Funktion der Zeit. Aus diesem Signal kann der Absorptionskoeffizient – wie im Fall der vorab gefilterten Laserultraschall-Nachhall-Signale – bestimmt werden durch Anpassung einer Gerade an den zeitlich linear abfallenden Teil der Kurve. Das Auswerteprogramm liefert den Absorptionskoeffizienten in der Einheit ms^{-1} . Zur einheitlichen Darstellung im Vergleich mit den Daten aus den Laserultraschall-Nachhall-Messungen wurden die Werte in dB/ms umgerechnet.

In Abb. 3.8 ist das Resultat der Untersuchung an Probensatz *Stahl 2* dargestellt: Der Ultraschallabsorptionskoeffizient α als Funktion der Frequenz für die unbeanspruchte und die bis zu verschiedenen Erschöpfungsgraden beanspruchten Proben, jeweils als Mittelwert aus mehreren Messreihen, der Fehlerbalken gibt die Standardabweichung an. Erst bei Frequenzen ab etwa 10 MHz sind Unterschiede im Absorptionskoeffizienten zwischen den unterschiedlich stark beanspruchten Proben zu erkennen. Auch hier zeigen alle Proben die lineare Frequenzabhängigkeit des Absorptionskoeffizienten, die üblicherweise in Stahl im niedrigen MHz-Bereich beobachtet wird. Die Werte für die unbeanspruchte Probe weichen bei Frequenzen oberhalb 10 MHz etwas von diesem linearen Verlauf ab. In diesem Frequenzbereich waren allerdings für diese Probe die Schwankungen zwischen den Werten der Einzelmessungen relativ groß. Im bei der Untersuchung betrachteten Frequenzbereich scheint der Ultraschallabsorptionskoeffizient kein geeigneter Parameter zu sein, um die Ermüdungsbeanspruchung in diesem Material zu erkennen und zu quantifizieren. Mögliche Interpretationen dieser und früherer Untersuchungen zur Ultraschallabsorption in Bezug auf Frequenzabhängigkeit und Einfluss von Schädigung in Stahl werden in Kapitel 4 diskutiert.

3.3.2 Proben aus Titanlegierung

Eine größere Zahl von Untersuchungen zum Einfluss von Ermüdungsbeanspruchung auf die Ultraschallabsorption wurde an Proben der Titanlegierung Ti-6Al-4V vorgenommen, ergänzt durch einige wenige Daten an Proben aus

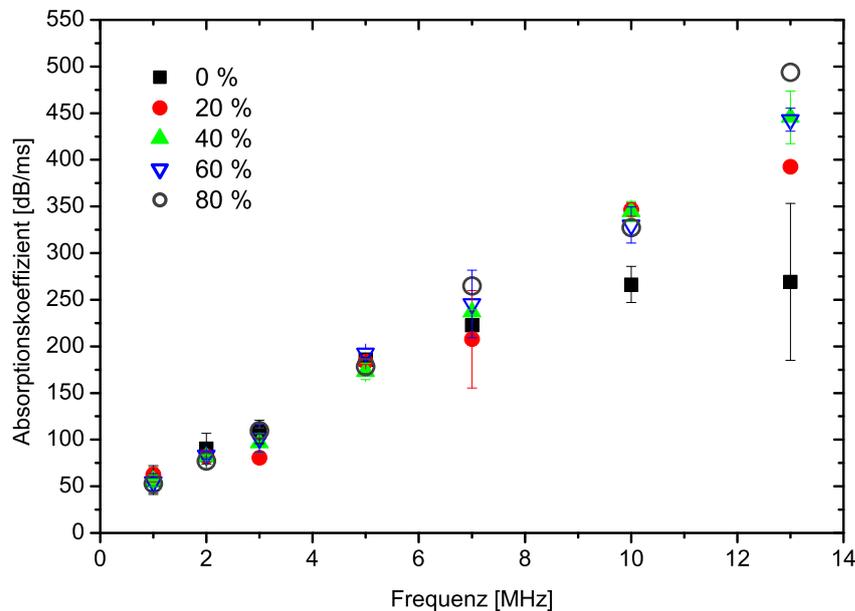


Abbildung 3.8: Ultraschallabsorption als Funktion der Frequenz in ermüdungsbeanspruchtem kohlenstoffarmem Stahl bei 0-80 % der an gleichem Material zuvor ermittelten Lebensdauer (Probensatz *Stahl 2*)

Ti-6Al-7Nb. Die an den in Abschnitt 3.2 beschriebenen Proben erzielten Ergebnisse sind im Folgenden dargestellt.

3.3.2.1 Probensätze Ti-6Al-4V Serie 1 und Serie 2

Die Probensätze *Ti-6Al-4V Serie 1* und *Ti-6Al-4V Serie 2* waren die ersten Proben aus dieser Legierung, welche für die Untersuchungen zur Verfügung standen. Die Proben wurden mittels Laserultraschall-Nachhall-Technik untersucht. Mit einem Volumen von etwa 50 mm^3 waren die einzelnen Proben für diese Technik gut geeignet. In diesem Experiment wurden die vom Interferometer gemessenen Nachhall-Zeitsignale ohne analoge Frequenzfilterung im Digitaloszilloskop gemittelt und gespeichert. Die Signalmittelung erfolgte über jeweils ca. 5 Einzelsignale. Zum Einlesen der Signale in den Computer und zur Datenanalyse wurde ein Programm in LabVIEWTM erstellt. Zur Bestimmung des Ultraschallabsorptionskoeffizienten als Funktion der Frequenz erfolgte eine digitale Filterung der gespeicherten Zeitsignale mit einer Frequenzbandbreite von jeweils 10 % der gewählten Mittenfrequenz. Aus den

gefilterten Zeitsignalen wurde dann wie üblich der Absorptionskoeffizient aus der Steigung einer Geraden ermittelt, welche an die zeitlich linear abfallende logarithmierte Amplitude angepasst wurde.

Abb. 3.9 zeigt die Werte des Ultraschallabsorptionskoeffizienten als Funktion der Frequenz. Aus Gründen der Übersichtlichkeit sind die Werte nur für einen Teil der Proben dargestellt. Anhand der Daten ist erkennbar, dass die Absorption in den stärker geschädigten Proben – kleine Probennummer, nahe der Bruchstelle – deutlich erhöht ist im Vergleich zum relativ ungeschädigten Material – große Nummern, fern der Bruchstelle. Eine Änderung der Ultraschallabsorption mit der Frequenz ist im Frequenzbereich 100 kHz bis 2 MHz nur bei Probe Nr. 10 zu beobachten, bei der auch der höchste Wert für den Absorptionskoeffizienten gemessen wurde. In dieser Probe weist der Absorptionskoeffizient ein deutliches Maximum bei einer Frequenz von etwa 500 kHz auf. Bei höheren Frequenzen war bei dieser Untersuchungsmethode eine Auswertung der Signale nicht möglich, da das Schallsignal kaum vom Rauschen zu trennen war. Berechnung der Fourierspektren der Signale bestätigten, dass die gemessenen Ultraschall-Nachhall-Signale kaum Frequenzkomponenten oberhalb 2 MHz aufweisen. Es dominieren Frequenzen im Bereich von 100 kHz bis 1 MHz in Form von vielen nahe beieinander liegenden Maxima im Spektrum, die als geometrische Eigenresonanzen der Probe interpretiert werden können (Abb. 3.10).

Da für die in dieser Konfiguration messbaren Frequenzen – abgesehen von dem an Probe 10 beobachteten Verhalten – die Ultraschallabsorption anscheinend nicht von der Frequenz abhängt, wurde für die Darstellung des Ultraschallabsorptionskoeffizienten in Abhängigkeit des Schädigungsgrades für alle Proben der Ultraschallabsorptionskoeffizient α jeweils aus dem breitbandigen Nachhallsignal ermittelt. Das Resultat dieser Analyse ist für die beiden Probensätze *Ti-6Al-4V Serie 1* und *Ti-6Al-4V Serie 2* in den Abbildungen 3.11 bzw. 3.12 dargestellt. Die Fehlerbalken geben die Standardabweichung der jeweils als Mittelwert aus drei Einzelmessungen bestimmten Werte an. Bei Betrachtung des Verhaltens mit zunehmender Schädigung – also abnehmender Probennummer bzw. kleiner werdendem Abstand zur Bruchstelle – wird zunächst eine starke Zunahme des Absorptionskoeffizienten beobachtet, und dann wieder eine Abnahme beinahe bis auf den Wert für das ungeschädigte Material. Dieses Verhalten könnte genutzt werden, um zunehmende Beanspruchung vor dem Versagen eines Bauteils rechtzeitig zu erkennen. Dazu sollte die Ultraschallabsorption an hochbelasteten Stellen über einen längeren Zeitraum überwacht werden.

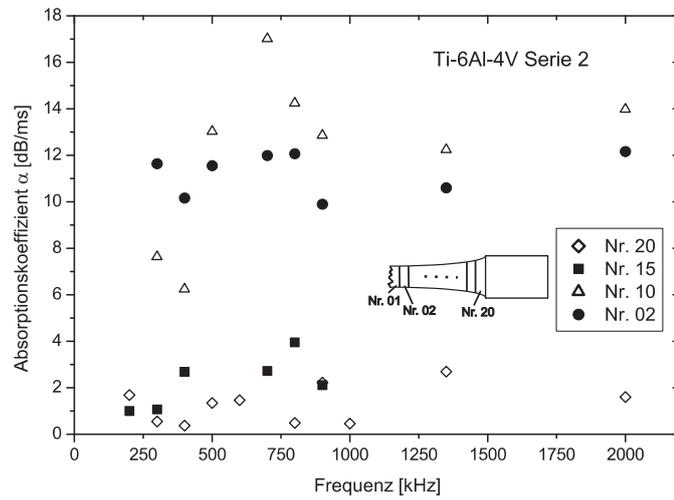


Abbildung 3.9: Absorptionskoeffizient für vier Proben des Probensatzes *Ti-6Al-4V Serie 2* in Abhängigkeit von der Frequenz

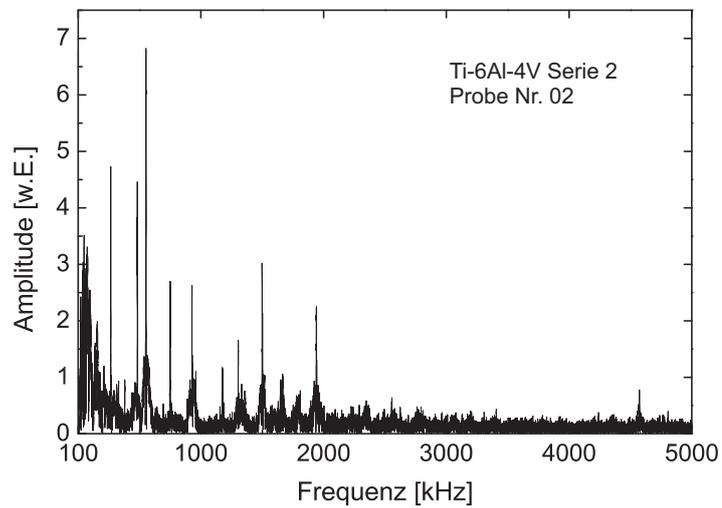


Abbildung 3.10: Ausschnitt aus einem Fourierspektrum, berechnet aus dem an Probe Nr. 02 des Probensatzes *Ti-6Al-4V Serie 2* gemessenen Nachhallsignal

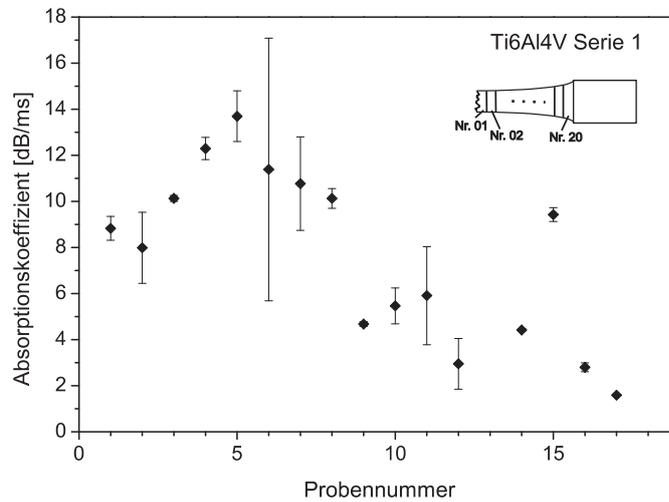


Abbildung 3.11: *Ti-6Al-4V Serie 1*, Absorptionskoeffizient als Funktion der Probennummer und damit als Funktion des Schädigungsgrades (Mittelwerte aus je drei Einzelmessungen mit Standardabweichung)

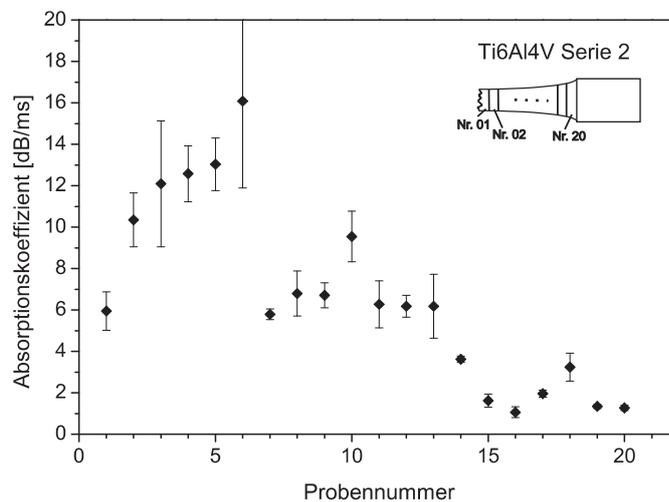


Abbildung 3.12: *Ti-6Al-4V, Serie 2*, Absorptionskoeffizient als Funktion der Probennummer und damit als Funktion des Schädigungsgrades (Mittelwerte aus je drei Einzelmessungen mit Standardabweichung)

Einige Absorptionsmechanismen, wie beispielsweise das Losreißen von Versetzungen von Verankerungspunkten, werden erst ab einer gewissen Amplitude der durch die Ultraschallwelle bedingten Verzerrung aktiv. Daher macht es Sinn, auch die Ultraschallabsorption bei verschiedenen Anregungsamplituden zu betrachten. Dazu wurden für einige Proben der Probensätze *Ti-6Al-4V Serie 1* und *Ti-6Al-4V Serie 2* Laserultraschall-Nachhallmessungen unter Variation der Laserpulsintensität durchgeführt. Dabei sind jedoch zwei Dinge zu beachten. Zum einen ist die Amplitude der mit dem Puls laser erzeugten Ultraschallwellen nicht nur eine Funktion der Intensität des anregenden Laserpulses. Die mechanische Beschaffenheit der Probenoberfläche, eventuell vorhandene Schmutzschichten, sowie die thermischen Eigenschaften des Materials beeinflussen die Absorption des Laserpulses und damit die Ultraschallanregung. Die Amplitude der angeregten Ultraschallimpulse ist somit recht schwer zu kontrollieren. Als Maß für die erreichte Anregungsamplitude in der Probe wurde daher die Maximalamplitude des gemessenen Nachhallsignals vor Beginn des zeitlichen Abfalls verwendet. Um eine quantitative Größe zu erhalten, wurde aus dem gemessenen Interferometriesignal mit den Spannungsamplituden von Trägersignal U_0 und Oberflächenschwingung U_{sig} die kalibrierte Amplitude, also die Oberflächenauslenkung u bestimmt (siehe auch Abschnitt 2.1):

$$u = \frac{\lambda_{Laser}}{4\pi} \arcsin \left(\frac{U_{sig}}{U_0} \right)$$

Des Weiteren ist zu beachten, dass mit veränderter Anregungsintensität durch Variation der Spotgröße¹ oder Pulsenergie auch die Bedingungen für die Ultraschallanregung verändert sind und damit das erzeugte Schallfeld und unter Umständen auch die Zusammensetzung bezüglich der erzeugten Wellenmoden. Durch die Messung der vertikalen Oberflächenschwingung mit dem Interferometer werden nur solche Wellenanteile erfasst, die zu dieser Schwingungsrichtung beitragen, also eine Komponente senkrecht zur Oberfläche besitzen. Es wird angenommen dass sich der Anteil dieser Wellen bei leichter Variation der Anregung nicht signifikant ändert. Eine zu große Variation der Anregungsamplitude ist nicht praktikabel, da eine gewisse Mindest-Schallenergie zum Aufbau des Nachhallfeldes erforderlich ist. Bei zu geringer Anregungsintensität ist die Amplitude der Schallwellen schon abgeklungen bevor sich das diffuse Schallfeld aufbauen kann, also bevor sich die Schallenergie im gesamten Probenvolumen verteilt hat.

¹Durchmesser des Laserlichtfleckes auf der Probenoberfläche, siehe auch Abschnitt 3.1.1

Abb. 3.13 zeigt das Ergebnis der Messreihe zum Einfluss der Anregungsamplitude auf den Absorptionskoeffizienten für vier Proben des Probensatzes *Ti-6Al-4V Serie 2*. Dargestellt ist der Ultraschallabsorptionskoeffizient gegenüber der gemessenen Oberflächenauslenkung u . Für Probe Nr. 02 aus dem Bereich nahe der Bruchstelle findet sich eine sehr deutliche Zunahme des Absorptionskoeffizienten α mit zunehmender Anregungsamplitude: Bei Verdopplung der Auslenkung u steigt der Absorptionskoeffizient α auf den etwa 5-fachen Wert. Für die anderen Proben ist nur eine geringere Änderung zu erkennen.

Zur Einschätzung, ob die Amplitudenabhängigkeit der Absorption auf nichtlinearen Effekten oder auf einer Aktivierung zusätzlicher Absorptionsmechanismen bei großen Ultraschallamplituden beruhen, müsste eigentlich die durch die Ultraschallwelle hervorgerufene Verzerrung herangezogen werden. Diese lässt sich aber anhand der zur Verfügung stehenden Messwerte nicht ohne Weiteres bestimmen. Der Absorptionskoeffizient α wurde hier jeweils aus dem breitbandigen Nachhall-Signal ermittelt, ebenso die maximale Amplitude der Oberflächenauslenkung. Unter der Annahme, dass bei der Laserultraschallanregung Frequenzen um etwa 1 MHz dominieren, ergibt sich bei der maximal gemessenen Amplitude der vertikalen Oberflächenschwingung u von 120 nm für die Longitudinalwelle eine auf die Wellenlänge bezogene Verzerrung in der Größenordnung $S_{max} = 2 \cdot 10^{-5}$. Bei Experimenten zur Untersuchung nichtlinearer Effekte wird üblicherweise mit Hochleistungsultraschall gearbeitet bei Verzerrungen, die um mindestens eine Größenordnung höher liegen (z.B. [25]). Ohne andere Hinweise auf Nichtlinearitäten (siehe Abschnitt 3.5) lässt sich hier die beobachtete Amplitudenabhängigkeit nicht einer elastischen Nichtlinearität des geschädigten Werkstoffs zuordnen.

Ein möglicher Einfluss der Ermüdungsbeanspruchung auf die Ultraschallgeschwindigkeit im Material wurde ebenfalls an Probensatz *Ti-6Al-4V Serie 2* untersucht. Dazu wurde die Ultraschallgeschwindigkeit aus der Laufzeit der Schallpulse in einem Puls-Echo-Experiment bestimmt. Statt der berührungslosen Laserultraschalltechnik wurden für diese Untersuchung piezoelektrische Schallwandler in Kontakttechnik verwendet. Da hier nur die Zeitdifferenz zwischen Schallpulsen ausgewertet wird, spielt die zusätzliche Dämpfung durch die Ankopplung der Schallwandler keine Rolle. Die Ultraschallstreuung in den *Ti-6Al-4V* Proben ist relativ gering, so dass problemlos mehrere Echos im Signal ausgewertet werden konnten. Die Laufzeiten für Longitudinal- und Transversalwellen wurden jeweils bei 10 MHz bestimmt. Aus den Laufzeiten und der gemessenen Probendicke ergeben sich die Schallgeschwindigkeiten. Abb. 3.14 zeigt das Ergebnis der Untersuchung. Für Probe Nr. 04 wurden

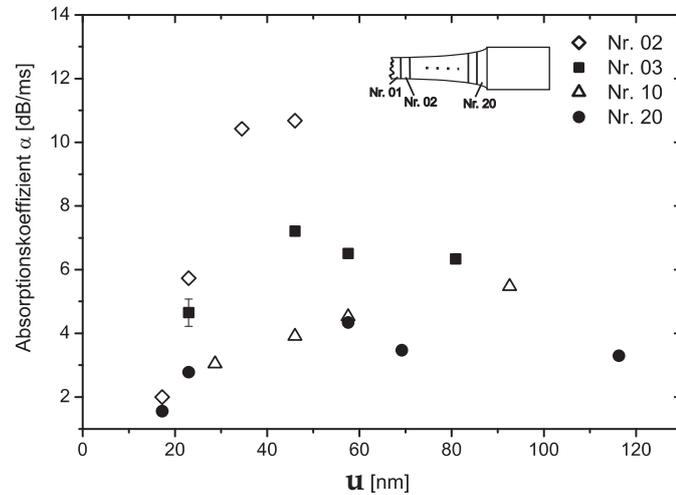


Abbildung 3.13: Ultraschallabsorptionskoeffizient in vier Proben des Probensatzes *Ti-6Al-4V Serie 2* in Abhängigkeit von der maximalen gemessenen Oberflächenauslenkung u vor Abklingen des Signals, welche ein Maß für die Anregungsamplitude darstellt.

die Datenpunkte entfernt, da beide Schallgeschwindigkeiten deutlich erhöht waren, was vermutlich auf einen Fehler bei der Messung der Probendicke zurückzuführen ist. Eine Überprüfung der Messwerte war nicht möglich, da die Proben bereits für die Oberflächenuntersuchungen (Abschnitt 3.4) vorbereitet, also eingebettet und poliert waren. Für die restlichen Proben ist im Rahmen der Messgenauigkeit keine Variation in den Ultraschallgeschwindigkeiten zu erkennen. Zu diesem Ergebnis kamen auch andere Untersuchungen am gleichen Material [9].

3.3.2.2 Probensätze Ti-6Al-4V A und Ti-6Al-4V H1-H3

Der Probensatz Ti-6Al-4V A wurde wie der Probensatz *Stahl 2*, während des Aufenthaltes an der UNL, unter Verwendung von piezoelektrischen Schallwandlern in Kontakttechnik untersucht (vgl. Abschnitte 3.1 bzw. 3.3.1). Wie im Fall der Stahlproben erfolgte die Signalanalyse durch Berechnung des zeitlichen Verlaufes der Fourieramplitude bei verschiedenen Frequenzen und Anpassung einer Geraden an den linearen Abschnitt der Kurven.

Abb. 3.15 zeigt den Ultraschallabsorptionskoeffizienten in den vier Proben als Funktion der Frequenz. Bei dieser Messmethode konnten die Signale

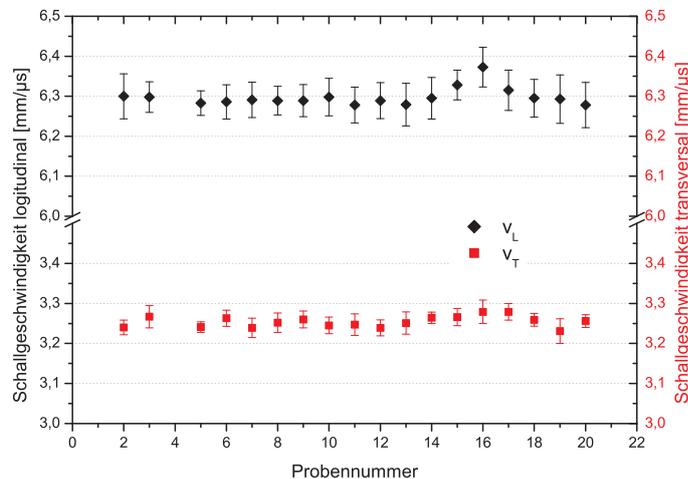


Abbildung 3.14: Schallgeschwindigkeiten der Proben Ti-6Al-4V Serie 2

auch bei höheren Frequenzen ausgewertet werden. Es ergibt sich für alle vier Proben ab etwa 5 MHz eine Zunahme des Absorptionskoeffizienten, annähernd linear mit der Frequenz, bis zu einem Maximum im Bereich zwischen 10 und 20 MHz, je nach Beanspruchung der Probe. Das Maximum der Kurve scheint für die bis 10^7 Zyklen belastete Probe zu höheren Frequenzen verschoben.

Für diesen Probensatz ergab sich ähnlich wie bei den beiden Probensätzen *Ti-6Al-4V Serie 1* und *Ti-6Al-4V Serie 2* beobachtet, ein sehr charakteristisches Verhalten des Absorptionskoeffizienten mit zunehmender Beanspruchung, allerdings in diesem Fall bei höheren Frequenzen oberhalb 5 MHz. Auch hier nehmen die Werte für den Ultraschallabsorptionskoeffizienten bei zunehmender Beanspruchung zunächst deutlich zu, während sich für die mit 10^7 Zyklen am längsten beanspruchte Probe ein Wert für α ergibt, der etwa demjenigen Wert entspricht, der an der wenig beanspruchten Probe (10^4 Zyklen) gemessen wurde. Für eine verbesserte Erkennbarkeit dieses Verhaltens sind in Abb. 3.16 die Daten für die mit unterschiedlichen Lastspielzahlen N beanspruchten Proben bei einer Frequenz von 15 MHz nochmals dargestellt.

Wie der Probensatz *Ti-6Al-4V A* bestehen die Probensätze *Ti-6Al-4V H1-H3* aus jeweils vier Proben, die im Umlaufbiegeversuch bis 10^4 , 10^5 , 10^6 bzw. 10^7 Zyklen beansprucht wurden. Das Material für Probensatz *Ti-6Al-4V H1*

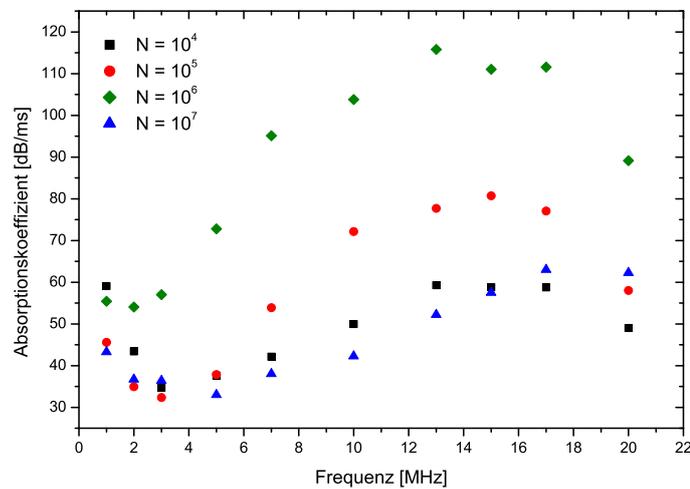


Abbildung 3.15: Probensatz *Ti-6Al-4V A* - Absorptionskoeffizient als Funktion der Frequenz

unterscheidet sich vom Anlieferungszustand für Probensatz *Ti-6Al-4V A* durch eine Wärmebehandlung, bestehend aus Glühen bei 900 °C für eine halbe Stunde mit anschließender Wasserabschreckung. Die beiden weiteren Probensätze *Ti-6Al-4V H2* und *Ti-6Al-4V H3* wurden zusätzlich zu dieser Vorbehandlung einer weitergehenden Wärmebehandlung unterzogen, um unterschiedliche Werkstoffzustände zu erreichen, siehe Abschnitt 3.4.1. Dazu wurden die Proben bei 500 °C ausgelagert und nach der jeweils erforderlichen Dauer der Auslagerung in Wasser abgeschreckt. Um den ausgehärteten Zustand für Probensatz *Ti-6Al-4V H2* zu erreichen, war eine Auslagerungszeit von einer Stunde erforderlich, während Probensatz *Ti-6Al-4V H3* für 110 Stunden ausgelagert wurde, um einen überalterten Zustand des Werkstoffs zu erhalten.

Die wärmebehandelten Probensätze *Ti-6Al-4V H1-H3* wurden am IZFP mit der Laserultraschall-Nachhallmethode untersucht. Wie üblich wurde das mit dem Interferometer gemessene Zeitsignal im Digitaloszilloskop über 5 bis 30 Einzelsignale gemittelt und zur Weiterverarbeitung auf einen PC übertragen. Zur Analyse der Daten wurde ein MATLAB®-Skript erstellt, mit dem die Datenanalyse auf ähnliche Weise durchgeführt werden konnte wie mit dem für die Probensätze *Stahl 2* und *Ti-6Al-4V A* verwendeten Programm. Das digitalisierte und gemittelte Nachhall-Zeitsignal wurde abschnittsweise

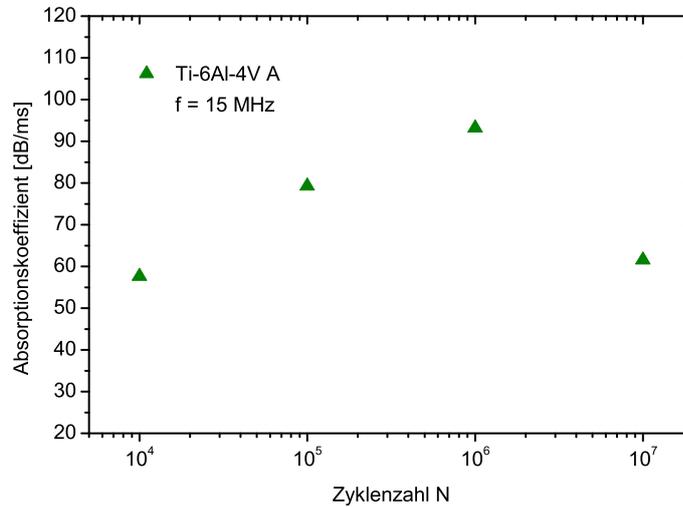


Abbildung 3.16: Probensatz *Ti-6Al-4V A* - Ultraschallabsorptionskoeffizient bei einer Frequenz von 15 MHz als Funktion der Lastspielzahl N

fouriertransformiert, die Fourieramplitude bei einer zuvor gewählten Frequenz berechnet, und dann über der Zeit dargestellt. Der Absorptionskoeffizient α bei der betreffenden Frequenz wurde auch hier aus der Steigung einer Geraden bestimmt, die an den zeitlich linear abfallenden Teil der Kurve angepasst wurde, welche sich durch Darstellung der Fourieramplitude als Funktion der Zeit ergab (Abb. 3.17). Die Methode ist vergleichbar mit der in [89] beschriebenen Technik zur Datenanalyse und wird auch als *Joint-Time-Frequency*-Methode bezeichnet. Da das Laserultraschall-Nachhallsignal kaum höherfrequente Komponenten enthält, konnten die Daten nur bis etwa 2 MHz ausgewertet werden. Das Analyse-Skript bietet auch die Möglichkeit, die Auswertung für verschiedene Frequenzen automatisch mit wählbarer Frequenzschrittweite vorzunehmen und das Ergebnis als Kurve mit dem Absorptionskoeffizienten α als Funktion der Frequenz darzustellen. Diese Automatisierung sollte allerdings mit gewisser Vorsicht verwendet werden, da bei starker Variation des Absorptionskoeffizienten der Fitbereich für die Gerade angepasst werden muss, um eine Begrenzung auf den linearen Teil des Zeitsignals zu erreichen. Insbesondere bei schwachen Signalen empfiehlt sich daher eine manuelle Bestimmung von α für eine Reihe von Frequenzen. Dazu kann in der Grafik, die das gefilterte Signal darstellt, der Fitbereich ausgewählt werden.

Abb. 3.18 zeigt die Ultraschallabsorptionskoeffizienten für alle Proben der drei Probensätze *Ti-6Al-4V H1-H3* bei einer Frequenz von 900 kHz, also eine Darstellung von α als Funktion der Lastspielzahl N . Der nicht ausgelagerte Probensatz *Ti-6Al-4V H1* zeigt ein Verhalten, welches vergleichbar ist mit dem in Probensatz *Ti-6Al-4V A* bei hohen Frequenzen beobachteten Verhalten bzw. dem für die Probensätze *Ti-6Al-4V Serie 1* und *Ti-6Al-4V Serie 2* festgestellten Zusammenhang zwischen Schädigungsgrad und Ultraschallabsorption: Der Ultraschallabsorptionskoeffizient nimmt mit zunehmender Beanspruchung zunächst zu und dann wieder ab.

Anders verhalten sich die bei 500 °C ausgelagerten Probensätze *Ti-6Al-4V H2* und *Ti-6Al-4V H3*. Bei diesen finden sich keine solch deutlichen Unterschiede für α zwischen den unterschiedlich belasteten Proben. Möglicherweise tritt bei dem durch die Auslagerung erzielten Werkstoffgefüge die charakteristische Zunahme des Absorptionskoeffizienten mit zunehmender Beanspruchung – wie bei Probensatz *Ti-6Al-4V A* – erst bei höheren Frequenzen auf. Die Werte von α für die ausgelagerten Probensätze liegen außerdem durchweg niedriger als die für Probensatz *Ti-6Al-4V H1*.

In den Abbildungen 3.19 bis 3.21 sind jeweils die in den drei Probensätzen *Ti-6Al-4V H1-H3* gemessenen Ultraschallabsorptionskoeffizienten als Funktion der Frequenz dargestellt. Im bei der Laserultraschall-Nachhall-Messung auswertbaren Bereich bis 2 MHz zeigen die Probensätze *Ti-6Al-4V H1* und *Ti-6Al-4V H2* ein Maximum bei etwa 1 MHz. Bei Probensatz *Ti-6Al-4V H3* ist bis 1 MHz keine Änderung erkennbar, zwischen 1 und 2 MHz nimmt dann der Absorptionskoeffizient zu, wobei die Zunahme bei den beiden Proben mit $N = 10^4$ Zyklen bzw. $N = 10^7$ Zyklen – also der wenig beanspruchten bzw. der am stärksten beanspruchten Probe – deutlich höher liegt als bei den beiden mittleren Proben.

3.3.2.3 Probensatz Ti-KL

Der Probensatz Ti-KL umfasst zwei verschiedene Probenserien aus zwei unterschiedlichen Titanlegierungen: Zum einen drei Proben aus Ti-6Al-7Nb, eine davon unbeanspruchte, eine Probe, welche die für den Ermüdungsversuch festgelegte maximale Zahl von Belastungszyklen von $N = 2 \cdot 10^6$ Zyklen ohne Bruch durchlaufen hat, sowie eine bei $N = 1,1 \cdot 10^6$ gebrochene Probe; zum anderen fünf Proben der bekannten Legierung Ti-6Al-4V, wiederum eine unbeanspruchte Referenz-Probe, eine Durchläuferprobe bis $N = 2 \cdot 10^6$

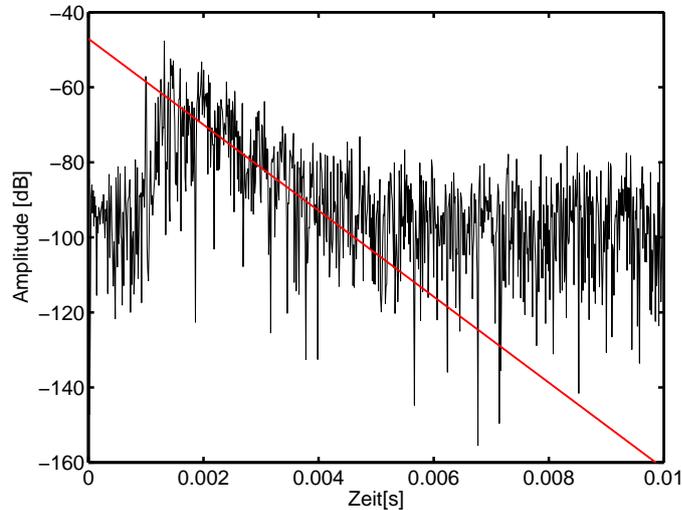


Abbildung 3.17: Probensatz *Ti-6Al-4V H1*: logarithmiertes Nachhall-Zeitsignal bei 500 kHz in der bis 10^5 Zyklen beanspruchten Probe)

Zyklen ohne Bruch, sowie drei bei verschiedenen Zyklenzahlen gebrochene Proben (siehe auch Übersicht in Tabelle 3.2). Für die Ultraschallabsorptionsmessungen wurde jeweils ein Segment von etwa 4 mm Länge aus der Mitte der Ermüdungsproben entnommen. Alle Proben dieses Probensatzes wurden mittels Laserultraschall-Nachhall-Technik untersucht. Die Datenanalyse erfolgte mit dem oben beschriebenen Joint-Time-Frequency-Verfahren, auch hier mit manueller Auswahl des Fitbereiches für die verschiedenen Frequenzen.

Abb. 3.22 zeigt für alle Proben des Probensatzes *Ti-KL* den Ultraschallabsorptionskoeffizienten bei einer Frequenz von 700 kHz. Für diesen Probensatz konnte kein eindeutiger Zusammenhang zwischen Ermüdungsbeanspruchung und Ultraschallabsorptionskoeffizient gefunden werden. Möglicherweise dominiert hier der Einfluss einer durch das Sägen der Probenstücke eingebrachten Verformung.

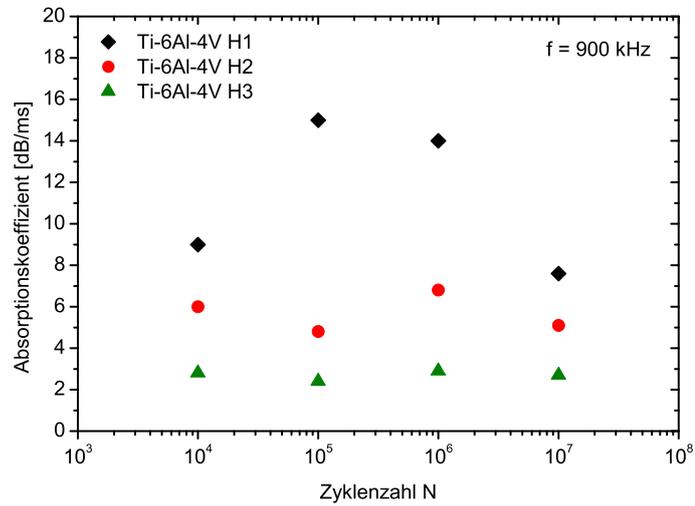


Abbildung 3.18: Probensätze *Ti-6Al-4V H1-H3* - Ultraschallabsorptionskoeffizient bei 900 kHz

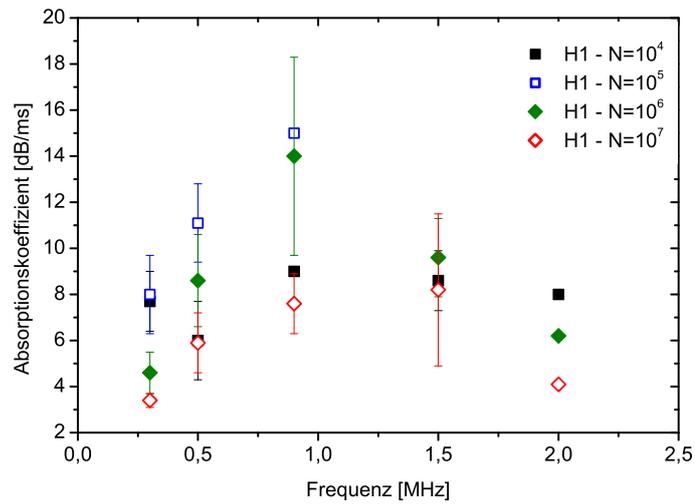


Abbildung 3.19: Probensatz *Ti-6Al-4V H1* - Absorptionskoeffizient als Funktion der Frequenz

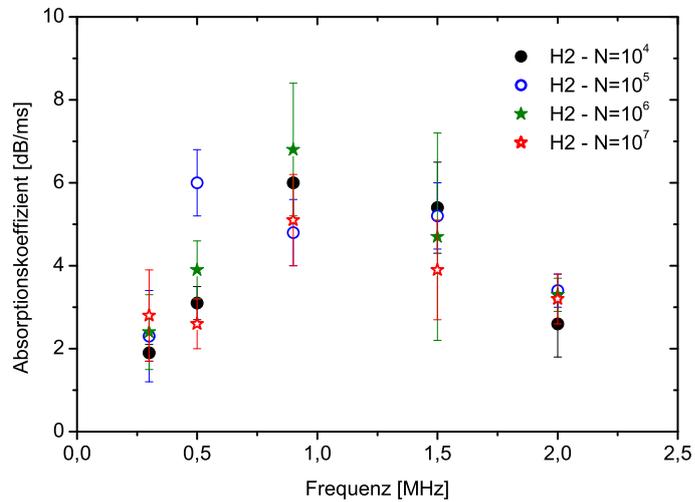


Abbildung 3.20: Probensatz *Ti-6Al-4V H2* - Absorptionskoeffizient als Funktion der Frequenz

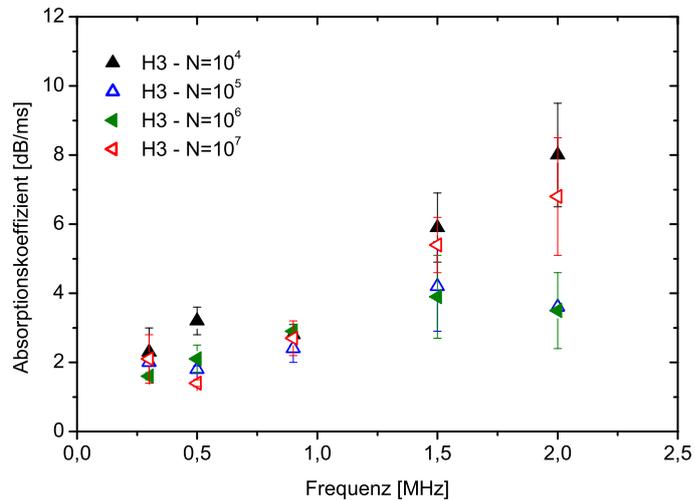


Abbildung 3.21: Probensatz *Ti-6Al-4V H3* - Absorptionskoeffizient als Funktion der Frequenz

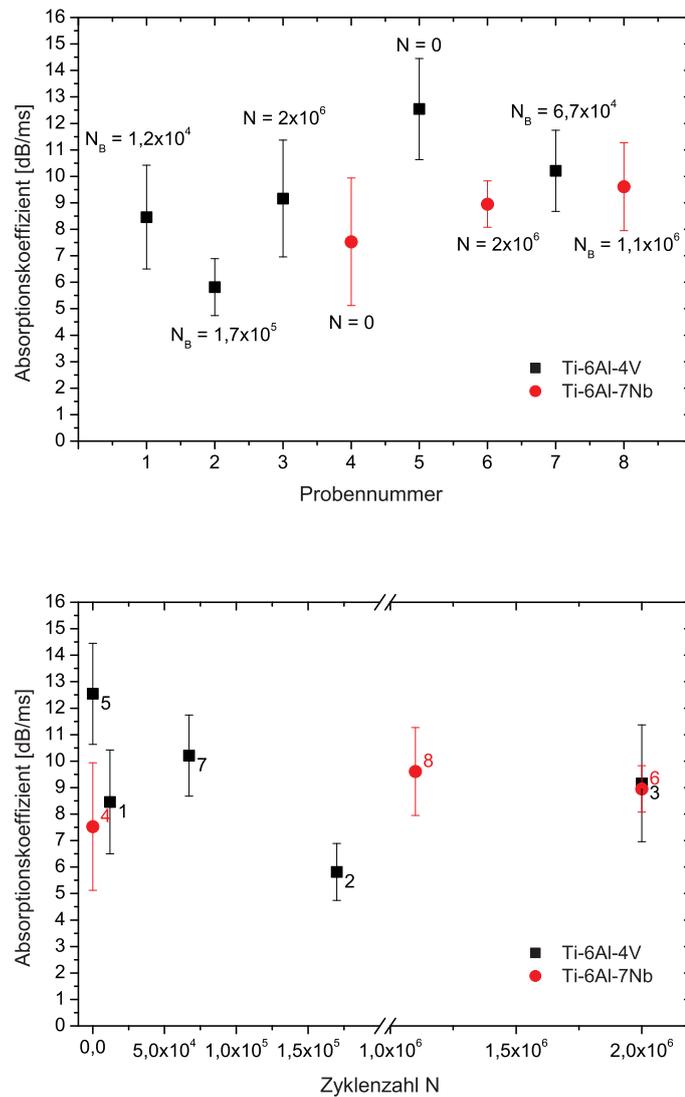


Abbildung 3.22: Absorptionskoeffizient für alle Proben des Probensatzes Ti KL bei 700 kHz als Funktion von Probennummer (oben) bzw. als Funktion der Zyklenzahl (unten); N Zahl der Belastungszyklen, N_B Zahl der Zyklen bis zum Bruch

3.4 Messungen zur Probencharakterisierung

Da ein enger Zusammenhang besteht zwischen der Mikrostruktur eines Materials und der Ultraschallabsorption einerseits sowie dem Verhalten bei mechanischer Belastung andererseits, erfordert eine Untersuchung der Ultraschallabsorption grundsätzlich auch die Einbeziehung von Informationen über die Mikrostruktur des untersuchten Materials. In diesem Abschnitt sind die Arbeiten im Zusammenhang mit Auswahl und Untersuchungen der Mikrostruktur beschrieben.

Der Einfluss mikrostruktureller Effekte wurde in zweifacher Weise berücksichtigt. Es wurden Probensätze gleichen Materials aber unterschiedlicher Mikrostruktur präpariert (Probensätze *Ti-6Al-4V H1-H3*), indem die Probensätze unterschiedlichen Wärmebehandlungen unterzogen wurden, so dass bereits das Ausgangsmaterial vor der Ermüdungsbeanspruchung Unterschiede in der Mikrostruktur aufwies. Die Ausgangs-Mikrostruktur hat einen großen Einfluss auf das Ermüdungsverhalten. Dies lässt darauf schließen, dass auch die mikrostrukturellen Veränderungen im Zuge fortschreitender Ermüdung unterschiedlich sind für unterschiedliche Mikrostrukturen und dass sich diese Unterschiede dann auch in der Ultraschallabsorption widerspiegeln. Des Weiteren wurde die Mikrostruktur einiger Proben mit verschiedenen Methoden dokumentiert. Der Probensatz *Ti-6Al-4V Serie 2* wurde mittels akustischer Mikroskopie (Scanning Acoustic Microscopy SAM) untersucht, um durch die Schädigung bedingte mikrostrukturelle Änderungen zu verfolgen. Insbesondere sollte geklärt werden, ob bereits in einem früheren Stadium der Lebensdauer Risse auftreten. Am Probensatz *Stahl 2* wurden ebenfalls SAM Messungen durchgeführt. Ziel der Messungen war auch bei diesen Proben die Untersuchung auf Anrissbildung bei den beanspruchten Proben, sowie eine Abschätzung der Korngrößen im Material. An einigen Proben des Probensatzes *Ti-6Al-4V Serie 2* wurden zusätzlich Untersuchungen mittels Rasterkraftmikroskopie AFM (Atomic Force Microscopy) und Ultraschallkraftmikroskopie AFAM (Atomic Force Acoustic Microscopy) durchgeführt, um festzustellen, ob sich Unterschiede in der Elastizität zwischen den beiden Phasen der Legierung bzw. zwischen verschiedenen Bereichen innerhalb der Phasen abbilden lassen.

Für eine Bewertung der Ergebnisse der Ultraschallabsorptionsmessungen in Bezug auf die Rolle von Versetzungen standen Ergebnisse der in anderen Untersuchungen an vergleichbaren Proben zur Ermittlung der Versetzungsstruktur und Versetzungsdichte durchgeführten Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) zur Verfügung [90, 79].

3.4.1 Wärmebehandlung und Metallografie

Bei $\alpha + \beta$ -Titanlegierungen lässt sich durch Wärmebehandlung das Werkstoffgefüge gezielt einstellen, bzw. durch Wärmebehandlung mit anschließender Alterungsbehandlung eine Verfestigung erreichen. Der Ausgangswerkstoff für die Probensätze *Ti-6Al-4V H1-H3* wurde zunächst einer Basis-Wärmebehandlung unterzogen: Glühen bei 900 °C für 30 Minuten mit anschließendem Abschrecken in Wasser. Um für die beiden Probensätze *Ti-6Al-4V H2* und *Ti-6Al-4V H3* die gewünschten Zustände - ausgehärtet bzw. überaltert - zu erreichen, wurden diese zusätzlich bei 500 °C ausgelagert. Um die geeignete Dauer für die Auslagerung zu ermitteln, wurde an einem Satz von Testproben eine Härtekalibrierkurve erstellt. Der Testprobensatz bestand aus 10 Scheiben des Materials von etwa 2 mm Dicke, welche nach Durchlaufen der oben genannten Eingangswärmebehandlung unterschiedlich lange bei 500 °C ausgelagert und anschließend in Wasser abgeschreckt wurden. Die Zeiten der Wärmebehandlung für den Testprobensatz sind in Tabelle 3.3 angegeben. Für alle Proben dieses Testprobensatzes wurde dann die Härte nach dem Vickers-Verfahren bestimmt. Abb. 3.23 zeigt den Verlauf der Vickershärte (HV5) gegen die Probennummer. Die dargestellten Werte entsprechen dem Mittelwert aus jeweils drei Messwerten, die Fehlerbalken geben die Standardabweichung an. Die Härte weist einen charakteristischen Verlauf mit zunehmender Auslagerungsdauer auf. Das Maximum der Härte ist nach einer Auslagerungszeit von etwa einer Stunde erreicht. Anhand der so ermittelten Härtekurve wurden die Auslagerungszeiten für die Probensätze *Ti-6Al-4V H2* und *Ti-6Al-4V H3* auf eine Stunde bzw. 110 Stunden festgelegt. Probensatz *Ti-6Al-4V H1* wurde nur der Eingangswärmebehandlung bei 900 °C mit anschließendem Abschrecken unterzogen.

In den Abbildungen 3.24 bis 3.27 sind die aus den verschiedenen Behandlungen resultierenden Gefügestrukturen anhand von Oberflächenschliffen dokumentiert. Der Ausgangszustand (Probensatz *Ti-6Al-4V A*) zeigt eine globulare Gefügestruktur mit kleinen, gleichachsigen Körnern der α -Phase (hell) und geringerem Anteil an β -Phase (dunkel). Das Gefüge der Pro-

Probennummer	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
Vorbehandlung	-	0,5 h bei 900 °C/ H ₂ O-abgeschreckt									
Auslagerungszeit (500 °C) [h]	-	0	0,5	1	2	4	8	16	32	64	

Tabelle 3.3: Auslagerungszeiten für den Testprobensatz

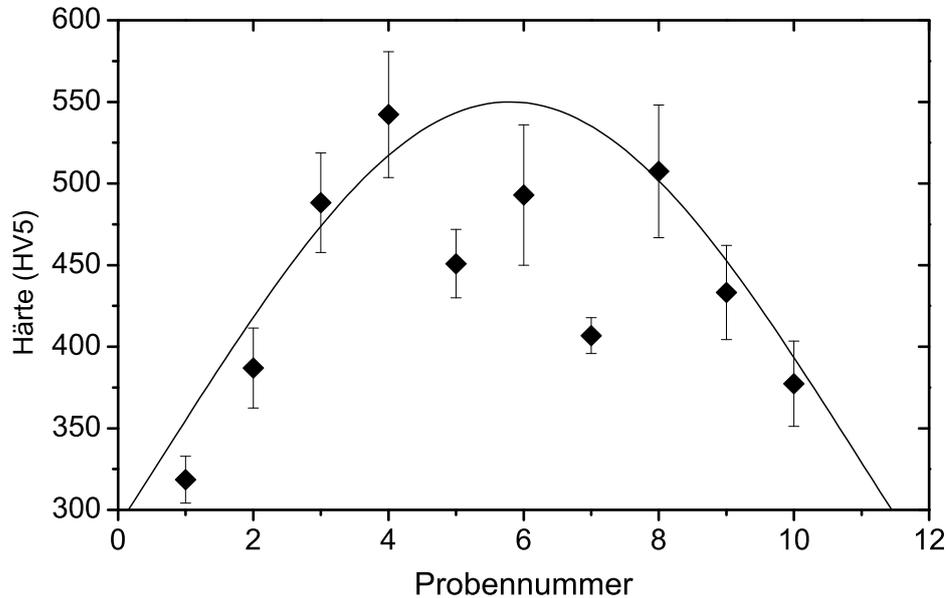


Abbildung 3.23: Härtekalibrierkurve für die Wärmebehandlung der Probensätze Ti-6Al-4V H1 bis H3; Wärmebehandlung der Testproben gemäß Tabelle 3.3; Mittelwert aus drei Messwerten mit Standardabweichung

ben des Probensatzes *Ti-6Al-4V H1* nach Glühen bei 900 °C und Wasserabschreckung weist die typische Lamellen- bzw. Lattenstruktur des Martensit-Gefüges auf, welches durch schnelles Abschrecken aus dem β -Gebiet bzw. aus dem Zweiphasengebiet oberhalb der Martensit-Starttemperatur entsteht [84, 85]. Die bei 500 °C ausgelagerten Proben der Probensätze *Ti-6Al-4V H2* und *Ti-6Al-4V H3* zeigen ebenfalls das lamellare Gefüge, wobei hier eine Anreicherung der α -Phase an den Korngrenzen erkennbar ist. Wesentliche Unterschiede zwischen den verschieden lange ausgelagerten Proben *H2* und *H3* sind anhand der Schlibbilder nicht zu erkennen. Lediglich der Anteil der α -Phase an den Korngrenzen scheint mit größerer Auslagerungsdauer zuzunehmen.

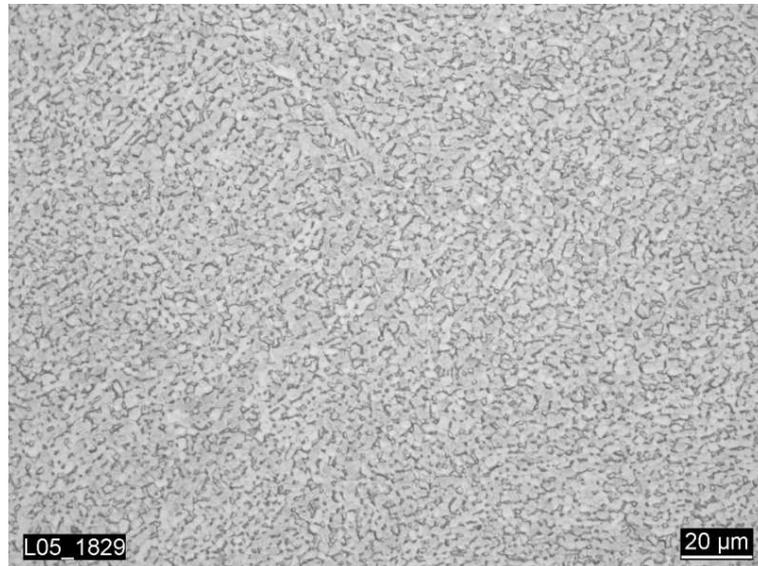


Abbildung 3.24: Oberflächenschliff getätzt, Probe Ti-6Al-4V A

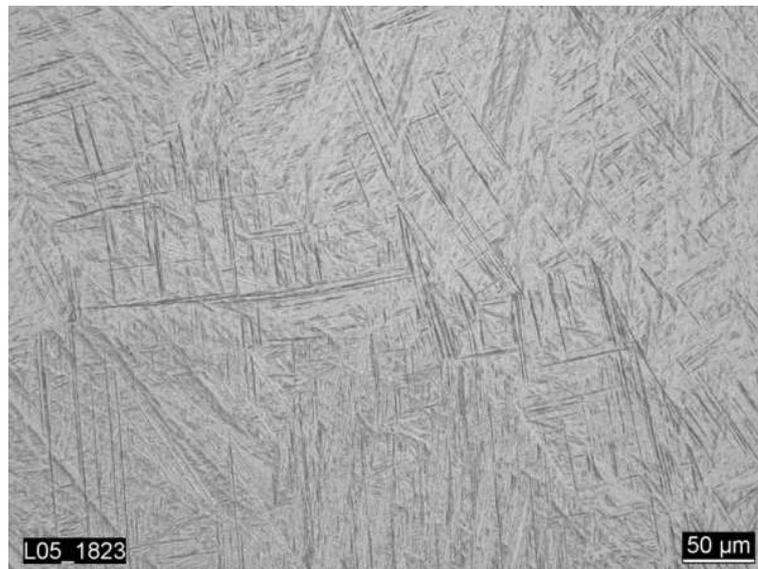


Abbildung 3.25: Oberflächenschliff getätzt, Probe H1

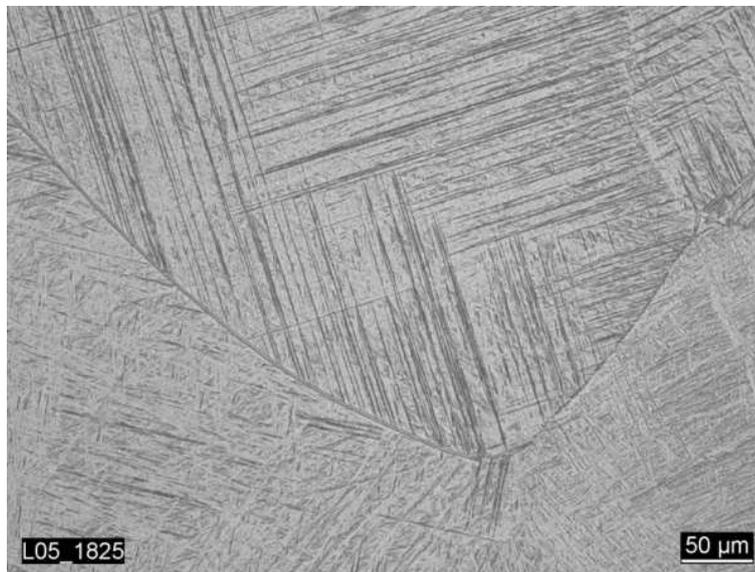


Abbildung 3.26: Oberflächenschliff getätzt, Probe H2

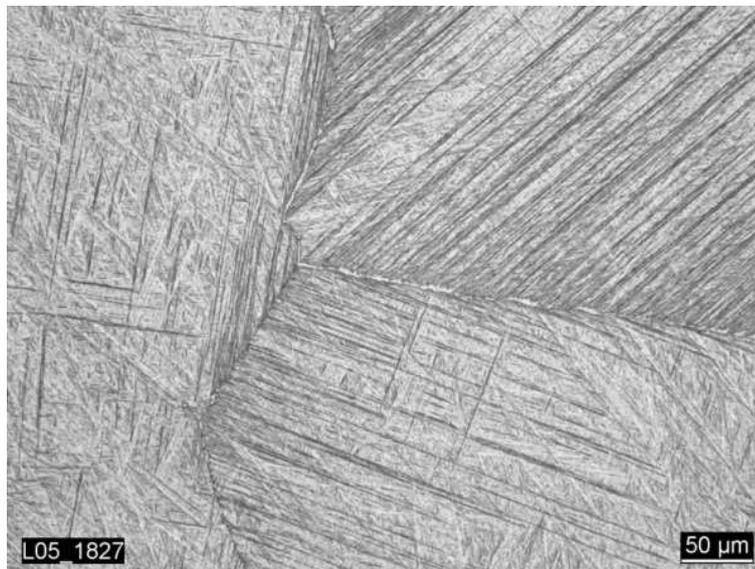


Abbildung 3.27: Oberflächenschliff getätzt, Probe H3

3.4.2 Akustische Mikroskopie

Eine der möglichen Ursachen für die Zunahme der Ultraschallabsorption bei Materialermüdung ist die Entstehung von Mikrorissen. Für den Werkstoff Ti-6Al-4V geht man bisher davon aus, dass makroskopische Anrisse erst kurz vor Ende der Lebensdauer entstehen, schnell wachsen und dann zum Bruch führen. Sehr kleine, optisch nicht erkennbare Risse an der Oberfläche einer Probe können beispielsweise mittels hochfrequenter akustischer Mikroskopie SAM (Scanning Acoustic Microscopy) abgebildet werden. Bei dieser Mikroskopiemethode wird ein fokussierender Ultraschallwandler über die Probe gerastert. Der Schallwandler erzeugt Longitudinalwellen bei Frequenzen von typischerweise 10 MHz bis 2 GHz. Die Schallwellen werden über einen Wassertropfen zwischen Schallwandler und Probe in die Probe eingekoppelt. Der Öffnungswinkel der akustischen Linse schließt den kritischen Winkel zur Erzeugung von Rayleighwellen für die untersuchten Materialien mit ein, so dass sich an der Oberfläche der Proben Rayleighwellen ausbreiten. Diese werden an Grenzflächen zwischen Bereichen unterschiedlicher akustischer Impedanz reflektiert. Die zum Schallwandler zurückreflektierte Schallamplitude wird gemessen und in Grauwerten als Funktion des Ortes dargestellt. Auf diese Weise können neben Rissen auch Korn- und Phasengrenzen abgebildet werden. Eine sorgfältige Probenpräparation ist für eine gute Qualität der Abbildung unbedingt erforderlich. Die Oberfläche des zu untersuchenden Materials muss deshalb poliert werden.

Von allen Proben des Probensatzes *Ti-6Al-4V Serie 2* wurden SAM-Bilder aufgenommen, um die Frage zu klären, ob die Zunahme der Ultraschallabsorption in den beanspruchten Proben durch das Vorhandensein von Rissen bedingt sein könnte. Die Abbildungen 3.28 und 3.29 zeigen die SAM-Bilder der Proben Nr. 19 und Nr. 02 des Probensatzes – Probe Nr. 02 aus der unmittelbaren Nachbarschaft der Bruchstelle (Abstand ca. 3 mm) und Probe Nr. 19 von nahe dem Einspannende. In den beiden Bildern ist die feine Mikrostruktur des Materials zu erkennen mit Korngrößen im Bereich von einigen Mikrometern. Unterschiede zwischen den beiden Proben sind nicht zu erkennen. Dies gilt für alle untersuchten Proben dieses Probensatzes. Insbesondere wurden bei keiner der Proben Risse festgestellt.

Die Proben des Probensatzes *Stahl 2* wurden ebenfalls im SAM untersucht. Hier wurden Korndurchmesser im Bereich von ca. 5 bis 80 μm gemessen, vereinzelt bis 160 μm , mit einem Maximum der Korngrößenverteilung im Bereich 10-20 μm . Anrisse wurden auch bei diesem Probensatz nicht gefunden.

3.4.3 Rasterkraftmikroskopie

Zur Abbildung von Mikrostruktur und ggf. Unterschieden in den elastischen Konstanten zwischen verschiedenen Bereichen wurden einige Proben des Probensatzes *Ti-6Al-4V Serie 2* mittels Rasterkraftmikroskopie AFM (Atomic Force Microscopy) und Ultraschallkraftmikroskopie AFAM (Atomic Force Acoustic Microscopy) untersucht.

Die Rasterkraftmikroskopie ist eine Methode zur Abbildung von Oberflächenstrukturen im Nanometer-Bereich [91]. Ein mikroskopischer Federbalken (Blattfeder) mit einer scharfen Spitze mit einem Spitzenradius von nur einigen Nanometern wird über eine polierte Probenoberfläche gerastert und die Auslenkung des Federbalkens über einen Laserstrahl gemessen. Dazu wird der Laserstrahl auf das Ende des Federbalkens gelenkt und trifft nach Reflexion auf eine 4-Segment-Photodiode. Eine Bewegung der Spitze aufgrund von Änderungen in den zwischen Spitze und Oberfläche wirkenden Kräften führt zum Verbiegen des Federbalkens und damit zur Auslenkung des Laserstrahls. Durch Darstellung der Auslenkung über der Scan-Fläche entsteht eine Abbildung der Oberfläche. Abbildung 3.30 zeigt die Oberfläche der geätzten Probe Nr. 20. Zum Vergleich ist in Abb. 3.31 eine optische Mikroskopaufnahme der geätzten Oberfläche von Probe Nr. 12 des Probensatzes gezeigt.

Bei der Ultraschallkraftmikroskopie nutzt man die Eigenresonanzen des AFM-Federbalkens, welche durch Einkopplung von Ultraschall angeregt werden (siehe z.B. [92, 93]). Die Frequenzen dieser Eigenresonanzen im Kontakt mit der Oberfläche hängen von den elastischen Eigenschaften der Spitze und der Probenoberfläche ab. Wird die Spitze in Kontakt mit der zu untersuchenden Probe gebracht und der Federbalken mit einer Ultraschallfrequenz nahe einer Kontaktresonanzfrequenz in Schwingung versetzt, führt beim Scan über die Oberfläche eine Änderung der Steifigkeit der Probe zur Verschiebung der Frequenz der Kontaktresonanz, was eine Änderung der Schwingungsamplitude der Blattfeder bewirkt. Auf diese Weise können Bereiche mit unterschiedlichen elastischen Eigenschaften abgebildet werden ohne die Probenoberfläche anzuätzen. Bei der Untersuchung der Proben des Probensatzes *Ti-6Al-4V Serie 2* mit dieser Methode konnten keine klaren Hinweise auf lokale Unterschiede in der Elastizität gefunden werden, welche zur Interpretation der Erhöhung der Ultraschallabsorption beitragen könnten. Abbildung 3.32 zeigt einen AFAM-Scan an Probe Nr. 02 des Probensatzes bei einer Frequenz von 360 kHz.

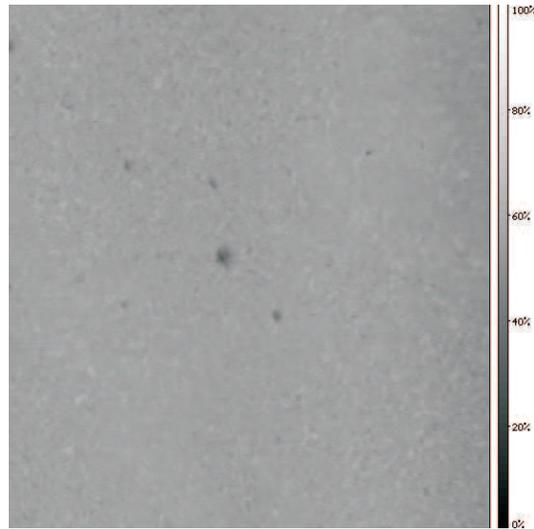


Abbildung 3.28: SAM an Ti-6Al-4V Serie 2 Probe Nr. 19; $312 \times 312 \mu\text{m}^2$

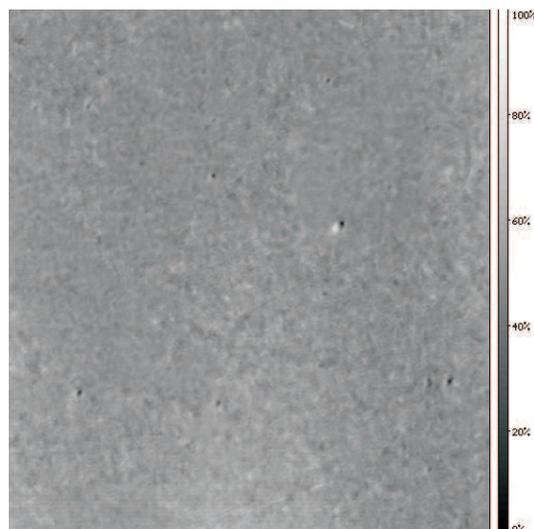


Abbildung 3.29: SAM an Ti-6Al-4V Serie 2 Probe Nr. 02; $312 \times 312 \mu\text{m}^2$

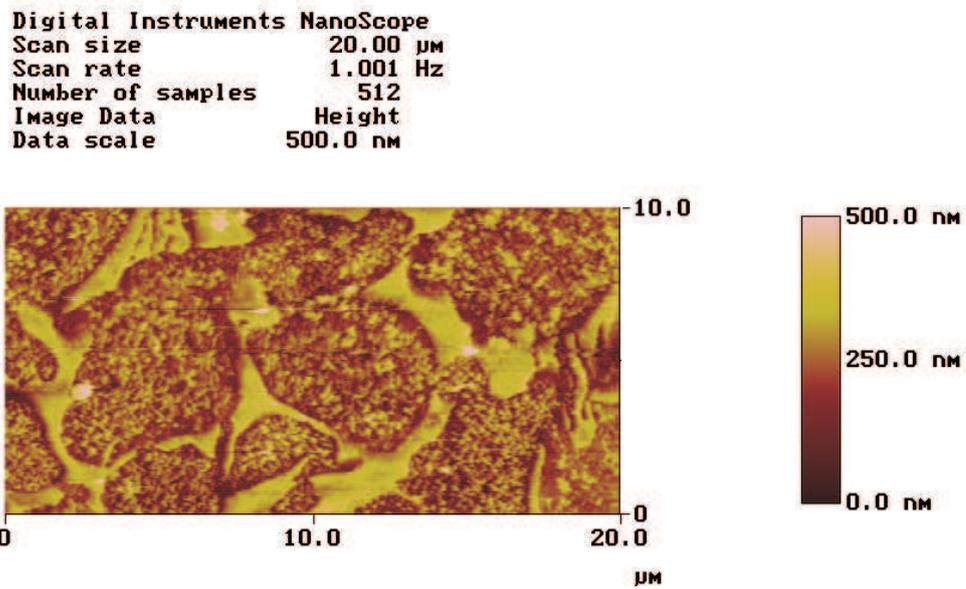


Abbildung 3.30: AFM Topografie (Tapping Mode) an Ti-6Al-4V Serie 2 Nr. 20, geätzt

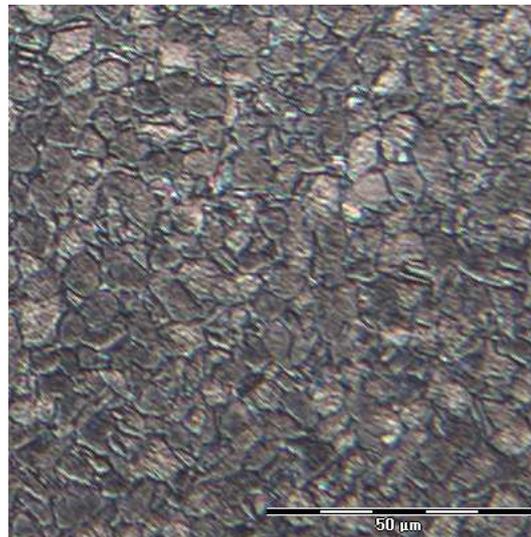


Abbildung 3.31: Optische Mikroskopaufnahme der angeätzten Oberfläche von Ti-6Al-4V Serie 2 Nr. 12

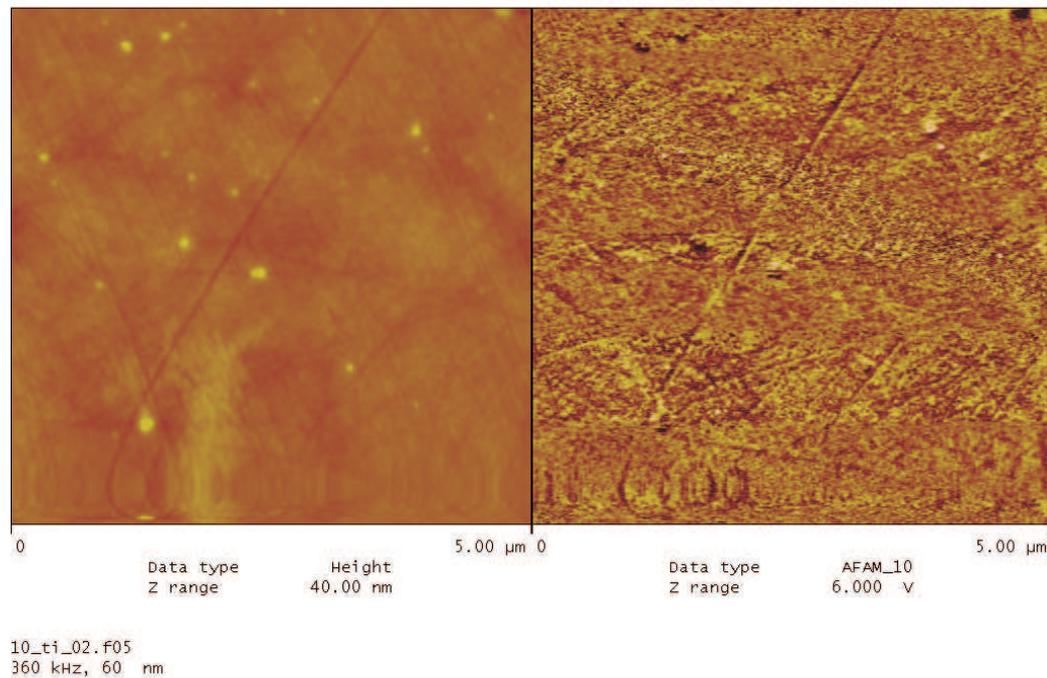


Abbildung 3.32: Ultraschallkraftmikroskopie (AFAM) an Ti-6Al-4V Serie 2, Probe Nr. 02; links: Topografie, rechts: AFAM

3.5 Alternative Methode zur Erkennung von Schädigung

In diesem Abschnitt werden Ergebnisse der Erprobung eines weiteren Verfahrens zur Früherkennung von Schädigung im Material dargestellt. Die Arbeiten hierzu wurden gemeinsam mit einem ehemaligen Doktoranden am IZFP begonnen [94] und im Rahmen dieser Arbeit weitergeführt. Die Idee basiert auf Ausnutzung der Eigenschaft, dass in einem Material, welches sich im ungeschädigten Zustand elastisch linear verhält, durch Schädigung Nichtlinearitäten induziert werden können. Teilweise wird dies bereits erfolgreich zur Schädigungserkennung in bestimmten Materialien genutzt [95, 96, 97, 98, 99]. Die durch Schädigung induzierte Nichtlinearität kann sich auf eine im Material laufende Schallwelle in Form verschiedener Effekte auswirken, beispielsweise Entstehung höherer Harmonischer oder Subharmonischer im Fall ei-

ner Einschallung mit nur einer Frequenz oder zusätzlicher Mischfrequenzen im Fall mehrfrequenter Einschallung. Somit könnte bei Einschallung zweier Schallwellen mit unterschiedlichen Frequenzen das Auftreten von Mischfrequenzen als Hinweis auf Schädigung gedeutet werden.

Eine Variante des Verfahrens nutzt - statt der Verwendung zweier kontinuierlicher Schallwellen unterschiedlicher Frequenz - die Eigenschwingungen der Probe bzw. des zu untersuchenden Bauteils als die niederfrequente Komponente. Die Eigenschwingungen werden über einen Impuls angeregt. Auch der Laserimpuls zur Anregung des Nachhallfeldes regt in regelmäßig geformten Körpern deren Eigenresonanzen an. Vor allem bei relativ kleinen, regelmäßig geformten Proben werden Eigenschwingungen angeregt. Tatsächlich finden sich im Spektrum der an den Scheiben der LCF-Proben (Probensätze *Ti-6Al-4V Serie 1* und *Ti-6Al-4V Serie 2*) aufgenommenen Nachhallsignale zahlreiche scharf voneinander getrennte Maxima (vgl. Abschnitt 3.3.2, Abb. 3.10). Es bietet sich daher an, diese diskreten Frequenzen zur Untersuchung nichtlinearer Effekte zu nutzen, indem zusätzlich zum laserangeregten Nachhallsignal eine kontinuierliche Ultraschallwelle einschallt und eine Frequenzanalyse des interferometrisch gemessenen Signals der resultierenden Oberflächenschwingung vorgenommen wird im Hinblick auf eventuell auftretende Mischfrequenzen. Neben der zusätzlich eingeschallten, höheren Dauerton-Frequenz f_{CW} sollten dann Seitenbänder bei $f_{CW} \pm f_i$ auftauchen, wobei f_i der Frequenz einer im Nachhallfeld angeregten Eigenschwingung entspricht. Als Beispiel ist in Abb. 3.33 die Simulation eines solchen Spektrums mit einer Seitenbandmodulation von $\pm 0,552$ MHz um eine Signalfrequenz von 4 MHz gezeigt.

Zur Untersuchung einer solchen elastischen Nichtlinearität in den ermüdungsbeanspruchten Proben wurde der Messaufbau einfach verändert, indem der Kunststoffblock, der bei der Absorptionsmessung als Probenunterlage diente, durch einen konventionellen piezoelektrischen Ultraschallwandler ersetzt wurde. Eine dünne Schicht Honig oder Öl zwischen Schallwandler und Probe diente als Koppelmittel. Durch die Ankopplung wurden zwar die Verluste an Schallenergie im Nachhallsignal erhöht, was jedoch in diesem Fall erstens unwesentlich ist, da die Ultraschallabsorption nicht die primäre Messgröße ist, zweitens ist diese zusätzliche Schwächung gegenüber der Absorption nahezu vernachlässigbar aufgrund der sehr kleinen Koppelfläche und den relativ hohen Werten für den Absorptionskoeffizienten in diesen Proben. Abb. 3.34 zeigt den schematischen Aufbau des modifizierten Laserultraschall-experiments.

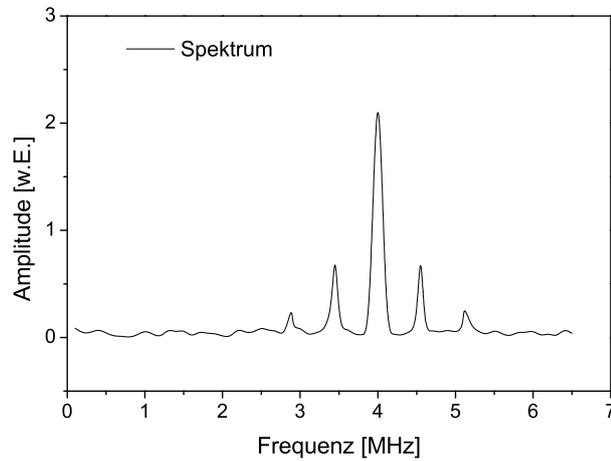


Abbildung 3.33: Simulation eines Spektrums mit Mischfrequenzen

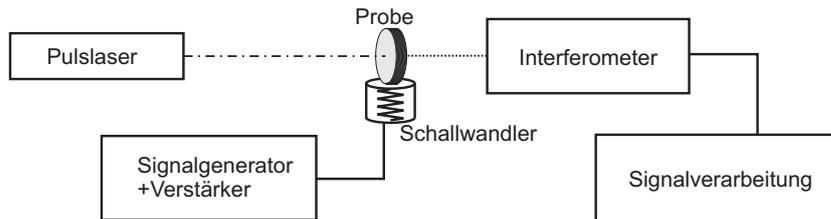


Abbildung 3.34: Schematischer Aufbau für das Nachhall-Modulationsexperiment

Die Methode wurde an einigen der Ti-6Al-4V-Proben der Probensätze *Ti-6Al-4V Serie 1* und *Ti-6Al-4V Serie 2* angewandt. Für das zusätzlich eingeschaltete Dauertonsignal wurden verschiedene Frequenzen im Bereich von 1 bis 5 MHz verwendet. Trotz zahlreicher Experimente unter Variation der Dauerton-Frequenz und Signalmittelung konnte keine Seitenbandmodulation in der erwarteten Form beobachtet werden. Einige der Proben zeigten mehr oder weniger stark ausgeprägte Seitenbänder von $\pm n \cdot 10$ kHz um die Dauerton-Frequenz. Diese Seitenbänder traten allerdings sowohl bei den Proben aus dem stark beanspruchten Bereich nahe der Bruchstelle auf, als auch in den im Bereich der Einspannenden entnommenen Proben, welche als nahezu unbeansprucht betrachtet werden können. Die Seitenband-Signale sind jedoch eindeutig auf die durch den Laserpuls angeregten Ultraschallsignale zurückzuführen. Sie verschwinden bei starker Reduzierung der Laserenergie bei sonst gleichbleibenden experimentellen Bedingungen.

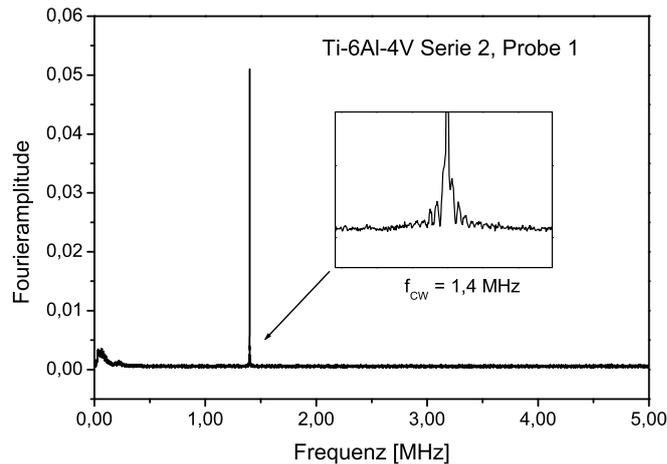


Abbildung 3.35: Seitenbandmodulation in Probe Nr. 01 (= Segment mit Bruchfläche) des Probensatzes *Ti-6Al-4V Serie 2*

Die in [94] dargestellte Seitenbandmodulation in einer ermüdungsbeanspruchten Stahlprobe konnte weder an dieser Probe noch an weiteren Proben dieser Art reproduziert werden. Möglicherweise lag in diesem Fall die Quelle für den nichtlinearen Effekt im Messaufbau. Die im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführten umfangreichen Untersuchungen an den ermüdungsbeanspruchten Proben der Probensätze *Ti-6Al-4V Serie 1* und *Ti-6Al-4V Serie 2* lieferten keinerlei Hinweise auf durch Ermüdungsbeanspruchung induzierte elastische Nichtlinearität. Die Methode scheint für diese Art der Beanspruchung unempfindlich. Möglicherweise ist in metallischen Werkstoffen ein Vorliegen makroskopischer Schädigung in Form von makroskopischen Werkstofftrennungen Voraussetzung für einen mit diesem Verfahren messbaren Beitrag zur elastischen Nichtlinearität. Andere Techniken, welche die Erzeugung höherer Harmonischer einer eingeschallten Ultraschallfrequenz auswerten, scheinen besser geeignet zur Detektion von elastischer Nichtlinearität bei ermüdungsbeanspruchten Werkstoffen [21, 22, 23, 24, 25].

Kapitel 4

Diskussion verschiedener Modelle im Vergleich mit Messdaten

Bei der Diskussion der experimentellen Ergebnisse für die Ultraschallabsorption stehen zwei Aspekte im Vordergrund. Zum einen die lineare Frequenzabhängigkeit des Ultraschallabsorptionskoeffizienten α , also ein von der Ultraschallfrequenz unabhängiges Dekrement δ , wie in den verschiedenen Stählen unabhängig von der Beanspruchung über einen weiten Frequenzbereich und in Ti-6Al-4V im Bereich von etwa 5 bis 10 MHz beobachtet, und was nicht mit den klassischen Absorptionsmechanismen erklärt werden kann; zum anderen die teilweise recht starke Erhöhung des Absorptionskoeffizienten mit zunehmender Ermüdung in Ti-6Al-4V, abhängig von der Mikrostruktur der Legierung. Letzteres ist sowohl interessant im Bezug auf die Untersuchung der Absorptionsmechanismen, als auch für die Frage, ob der Ultraschallabsorptionskoeffizient ein geeigneter Parameter zur Ermittlung des Erschöpfungsgrades bzw. der Restlebensdauer ist.

4.1 Frequenzabhängigkeit der Ultraschallabsorption

Bereits seit einigen Jahrzehnten fällt immer wieder die lineare Abhängigkeit des Absorptionskoeffizienten von der Frequenz in verschiedenen Materialien auf. Das betrifft beispielsweise verschiedene Stähle [26, 28, 89], keramische nanokristalline Materialien [100], sowie Polymere [101]. Bei den klassischen Relaxationsprozessen für Frequenzen unterhalb des Relaxationsmaximums, und auch für die überdämpfte Schwingung im Versetzungsmodell der schwingenden Saite nach Granato-Lücke, ergibt sich eine Abhängigkeit des Ultraschallabsorptionskoeffizienten proportional zu ω^2 (Dekrement δ bzw. Verlust-

faktor Q^{-1} proportional zu ω). Diese Theorien können also das beobachtete Verhalten nicht oder zumindest nicht ausreichend beschreiben.

Trotz der offensichtlichen Unterschiede zwischen den oben genannten Materialien könnten ähnliche Ursachen für die beobachtete $\alpha \propto \omega$ Frequenzabhängigkeit des Absorptionskoeffizienten vorliegen. Eine Eigenschaft, die all diesen Materialgruppen zukommt, ist die inhomogene Mikrostruktur. Phänomenologische Modelle für mikroinhomogene Materialien (z.B. [102, 103, 104, 105]), ursprünglich entwickelt für den Bereich der Ultraschallausbreitung in Gesteinsmaterial, führen zur beobachteten linearen Frequenzabhängigkeit für den Absorptionskoeffizienten α . Allerdings wird in diesen Arbeiten kein physikalischer Zusammenhang zwischen dem Absorptionsverhalten und der Mikrostruktur hergestellt. Der Festkörper wird betrachtet als bestehend aus kleinen Einheiten, die abhängig von der angelegten mechanischen Spannung zwei Zustände einnehmen können und eine Hysterese aufweisen. Der Schwerpunkt liegt hier auf der Beschreibung des nichtlinearen Verhaltens dieser Klasse von Materialien – der Ultraschallabsorption wird wenig Beachtung geschenkt. Das Modell ist einerseits sehr elegant durch die allgemeine phänomenologische Beschreibung der experimentellen Beobachtungen, andererseits aber unvollständig durch das Fehlen der Verbindung zwischen der quasistatischen mechanischen Hysterese und mikromechanischen Vorgängen.

Ähnlich sieht es aus für einen Modellvorschlag, der ebenfalls von Mikroinhomogenitäten im Material ausgeht [106, 107]. Hier werden die Inhomogenitäten als „weiche“ Objekte (geringe Steifigkeit) innerhalb einer „harten“ Matrix (hohe Steifigkeit) betrachtet. Dabei entspricht die Matrix dem ungeschädigten Werkstoff und den Inhomogenitäten – meist als Defekte bezeichnet – werden veränderte elastische Eigenschaften zugeordnet in Form eines reduzierten Young'schen Modul bzw. Schermodul:

$$E_d \equiv \zeta E \quad \text{bzw.} \quad G_d \equiv \xi G$$

$$\text{mit } \zeta, \xi \in [0, 1] \quad \text{und} \quad \zeta, \xi \ll 1$$

Die Faktoren ζ und ξ werden als *Compliance-Parameter* bezeichnet. Durch die Annahme einer bestimmten Verteilung von Defekten mit unterschiedlichen Orientierungen und verschiedenen Werten für ζ und ξ ergibt sich für das logarithmische Dekrement als Funktion der Frequenz ω eine Kurve mit breitem Maximum, im Bereich um dieses Maximum also ein nahezu konstantes Dekrement. Obwohl in dem Modell vorrangig rissartige Strukturen als Inhomogenitäten betrachtet werden, ist eine Verallgemeinerung auf andere Strukturen mit unterschieden in der Elastizität denkbar. Damit wäre eine

elegante Lösung gefunden, um die Frequenzabhängigkeit der Absorption in Materialien, die auf der Mikrostrukturebene Inhomogenitäten aufweisen, zu erklären.

Ein weiterer, sehr ähnlicher Modellvorschlag, der für die dissipierte Schallenergie die im Experiment gefundene Frequenzabhängigkeit berechnet und auf die möglicherweise verantwortlichen physikalischen Mechanismen eingeht, ist das in Abschnitt 2.2 dargestellte Modell von Zaitsev zur thermoelastischen Absorption an Rissen und Risskontakten [60], welches auch im Hinblick auf die im Rahmen dieser Arbeit gefundenen experimentellen Resultate entwickelt wurde. Das Modell liefert eine lineare Abhängigkeit zwischen dem Absorptionskoeffizienten α und der Frequenz über einen gewissen Frequenzbereich unter der Annahme, dass eine Verteilung von Risskontakten verschiedener Größe vorliegt. Dann hätte die Relaxationskurve $\tan \phi(\omega)$ ein sehr breites Maximum resultierend aus der Überlagerung der Relaxationszeiten für die verschiedenen Größen und damit eine annähernd frequenzunabhängige Güte Q im Bereich dieses Maximums. Auch der in Ti-6Al-4V gefundene Verlauf der Werte des Ultraschallabsorptionskoeffizienten mit zunehmender Belastung bzw. Schädigung findet in diesem Modell eine Beschreibung: Bei sehr starker Schädigung kommt es mehr und mehr zur Rissöffnung, was wiederum die Zahl der Kontakte innerhalb des Risses reduziert und somit nimmt die Absorption von Schallenergie im relevanten Frequenzbereich ab. In Abschnitt 4.2 werden einige Abschätzungen vorgenommen und die Anwendbarkeit des Modells auf die experimentell ermittelten Daten bewertet.

Als Erklärung für den linear mit der Frequenz zunehmenden Absorptionskoeffizienten in Stählen kommt zumindest das letztgenannte Modell der thermoelastischen Absorption an makroskopischen Rissen und Kontakten an den Rissflanken nicht in Frage, da diese Frequenzabhängigkeit unabhängig von Schädigung beobachtet wird. Es kann also relativ sicher davon ausgegangen werden, dass Risse bei dem in Stählen beobachteten Verhalten keine Rolle spielen. Auch im Fall der Ti-6Al-4V Proben ist das Modell kritisch zu betrachten, da typischerweise bei dieser Legierung die Entstehung makroskopischer Risse erst zu einem späten Stadium der Lebensdauer auftritt und auch bei keiner der durchgeführten Untersuchungen an den verwendeten Proben Risse gefunden wurden. HF-SAM Aufnahmen an einer anderen LCF-Probe des gleichen Werkstoffs zeigen nach etwa 30 % der typischen Lebensdauer mehrere Risse mit Längen von 8-60 μm [11], dies ist aber eher als Ausnahme zu betrachten. Dabei ist auch zu bedenken, dass bekannterweise die Angabe des Erschöpfungsgrades für eine einzelne Probe aufgrund der werkstoffbedingten Streubreite von Anrisskurven mit einer gewissen Unsicherheit behaf-

tet ist. Für die meisten Ermüdungsproben aus Werkstoff Ti-6Al-4V ist eher davon auszugehen, dass in diesem relativ frühen Stadium der Lebensdauer noch keine makroskopischen Risse vorliegen. Abschnitt 4.2.3 enthält unter Anderem eine Abschätzung zur Anzahl von Rissen einer bestimmten Größe, welche erforderlich wäre, um die beobachtete Erhöhung des Absorptionskoeffizienten in Ti-6Al-4V zu erklären, unter der Annahme, dass ausschließlich der genannte Absorptionsmechanismus über Wärmefluss an Risskontakten vorliegt. Ein möglicher Einfluss mikroskopischer Werkstofftrennungen im Vor-Riss-Stadium wird dort ebenfalls diskutiert.

4.2 Ermüdung und Ultraschallabsorption

Für die Zunahme der Ultraschallabsorption mit zunehmender Ermüdungsbeanspruchung kommen zahlreiche Ursachen in Frage. Während der zyklischen Beanspruchung des Werkstoffs vollziehen sich verschiedene mikrostrukturelle Veränderungen, welche wiederum die Wechselwirkung der sich ausbreitenden Ultraschallwelle mit dem Werkstoff beeinflussen. Je nach Werkstoff und Art der Beanspruchung tritt Verfestigung oder Entfestigung auf. Versetzungen sind an diesen Prozessen wesentlich beteiligt. Unter dem Einfluss der Verformung kommt es zu Versetzungsbewegung und Anordnung von Versetzungen und durch Versetzungsmultiplikation, über Mechanismen wie Frank-Read-Quellen und Quergleiten an Korn- und Phasengrenzen, steigt die Versetzungsdichte stark an. Ein Einfluss der Veränderungen in den Versetzungsstrukturen auf die Wechselwirkung mit der Schallwelle und damit auf den Ultraschallabsorptionskoeffizienten liegt nahe. Durch die größer werdende Versetzungsdichte, Anordnung und Bündelung von Versetzungen, Aufstauen von Versetzungen an Korngrenzen oder anderen Hindernissen können durch Aufbrechen einiger Atombindungen mikroskopische Werkstofftrennungen entstehen. Diese sind noch nicht als makroskopische Anrisse oder Schädigung des Materials zu betrachten, könnten aber durch Wechselwirkung mit der Schallwelle einen Einfluss auf die Ultraschallabsorption haben.

Für verschiedene Typen von Stahl liegen neben den in dieser Arbeit dargestellten Ergebnissen (Kapitel 3) bereits einige andere Untersuchungen vor, in denen die Änderung der Ultraschallabsorption unter dem Einfluss von Materialermüdung durch mechanische Wechselbeanspruchung beschrieben wird, z.B. [2, 26, 108, 109]. Bei diesen Untersuchungen wurde ebenfalls die Ultraschall-Nachhall-Technik zur Ermittlung des Absorptionskoeffizienten eingesetzt.

Die Ergebnisse der Arbeiten von Lang [108, 2, 109] zeigen, dass für den austenitischen Stahl X6CrNiTi1810 bei HCF-Beanspruchung ($R = -1$, $\sigma_a = 240$ MPa) ein Anstieg der Ultraschallabsorption mit zunehmender Zahl von Belastungszyklen zu beobachten ist. Im Vergleich zu den an diesem Material ebenfalls durchgeführten Messungen mit hochempfindlichen magnetischen Sensoren wird die Messung der Ultraschallabsorption als zu unempfindlich für die Früherkennung einer kritischen Schädigung bewertet. Bei einigen Proben wurde kurz vor Ende der Lebensdauer ein merklicher Anstieg der Ultraschallabsorption festgestellt. Möglicherweise spielen im späten Stadium makroskopische Anrisse eine Rolle beim zusätzlichen Beitrag in der Ultraschallabsorption.

Im späten Stadium der Lebensdauer einer Ermüdungsprobe ist sehr wahrscheinlich, dass makroskopische Anrisse vorliegen. Bei LCF-Versuchen an verschiedenen Stählen [7] wurden bereits bei einem Erschöpfungsgrad von etwa 40 % mittels Oberflächenrissprüfung unter statischer Zuglast erste Hinweise auf kleine, makroskopische Werkstofftrennungen an der Probenoberfläche gefunden. Die Rissprüfung sowie weitere Untersuchungen wurden bei Haltezeiten während LCF-Ermüdungsversuchen durchgeführt, d.h. der Versuch wurde mehrmals bei zuvor festgelegten Lastspielzahlen unterbrochen, um mit verschiedenen Prüfverfahren Daten zu unterschiedlichen Bruchteilen der Lebensdauer zu ermitteln. Auf diese Weise ergibt sich eine direkte Zuordnung der Messdaten zum Erschöpfungsgrad der jeweiligen Probe - der Einfluss der werkstoffbedingten Streuung bei der Lebensdauer kann so für die Untersuchung des Zusammenhangs zwischen dem Ergebnis der zerstörungsfreien Prüfung und dem Werkstoffzustand eliminiert werden¹. Es ist somit wahrscheinlich, dass bei diesen Stählen unter LCF-Beanspruchung im letzten Drittel der Lebensdauer makroskopische Anrisse vorhanden sind und einen Beitrag zur Ultraschallabsorption liefern. Somit könnte das Modell der thermoelastischen Absorption an Risskontakten anwendbar sein. Ein Beitrag durch Reibung an den Kontakten wäre ebenfalls denkbar. Abschätzungen zum Beitrag von Rissen und Risskontakten werden in Abschnitt 4.2.3 diskutiert.

Für Inconel 800 H lieferten Untersuchungen der Ultraschallabsorption an mit unterschiedlicher Lastamplitude bis zum Bruch belasteten LCF-Proben

¹Ein Verfahren zur zerstörungsfreien Bestimmung des Erschöpfungsgrades muss zwar in der Lage sein, die werkstoffbedingte Streuung bei der Lebensdauer zu tolerieren, die Untersuchung einer Probe über ihre Lebensdauer ist aber geeignet, schnell festzustellen ob ein Zusammenhang zwischen Messgröße und Erschöpfungsgrad besteht

eine Zunahme des Absorptionskoeffizienten mit Zunahme der plastischen Dehnung [26]. Es wurde jeweils ein Vergleich zwischen den Einspannenden der Probe und dem am stärksten geschädigten Bereich in der Probenmitte nahe der Bruchfläche vorgenommen, d.h. die an den Einspannenden ermittelten Werte dienten jeweils als Referenz für ungeschädigten Werkstoff. Für Proben mit plastischer Dehnung von unter 0,3 % war der Unterschied im gemessenen Absorptionskoeffizienten zwischen den unterschiedlich stark geschädigten Bereichen relativ gering. Bei höherer plastischer Dehnung wurde bei den nahe der Bruchstelle entnommenen Proben eine deutlich erhöhte Ultraschallabsorption gemessen. Die plastische Dehnung hat also eindeutig einen Einfluss auf die Ultraschallabsorption. Hier ist davon auszugehen, dass Versetzungen bzw. die Zunahme der Versetzungsdichte bei plastischer Verformung einen Beitrag leisten.

Im folgenden Abschnitt werden zunächst einige experimentelle Beobachtungen in ermüdungsbeanspruchten Werkstoffen im Zusammenhang mit Versetzungen betrachtet. Im Anschluss werden die Ansätze auf der Basis thermoelastischer Effekte diskutiert, auch in Bezug auf den Einfluss von makroskopischen Rissen oder mikroskopischen Werkstofftrennungen. Im Rahmen der Abschätzung der für einen Beitrag zur Ultraschallabsorption erforderlichen Zahl von Rissen oder Rissontakten wird auch eine entsprechende Abschätzung für die Mikroreibung von Kontakten an Werkstofftrennungen (mikroskopisch oder makroskopisch) vorgenommen. Als weiterer möglicher Mechanismus bei der Ultraschallabsorption wird ein Einfluss der Mikrostruktur auf die Wechselwirkung der Schallwelle mit den freien Elektronen vorgeschlagen.

4.2.1 Ultraschallabsorption und Versetzungen

An Proben des kohlenstoffarmen Stahls, der auch im Rahmen dieser Arbeit untersucht wurde (Probensatz *Stahl 2*), wurden im unbeanspruchten Zustand sowie nach zyklischer Beanspruchung mit verschiedenen Lastspielzahlen Untersuchungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) vorgenommen [79]. Die TEM-Bilder des ermüdungsbeanspruchten Materials zeigen eine wabenartige Anordnung von Versetzungen mit Konzentration der Versetzungen in „Wänden“ mit hoher Versetzungsdichte um versetzungsarme Zellen mit sehr geringer Versetzungsdichte (siehe auch Abschnitt 2.4, Abbildung 2.7). Die Größe dieser Versetzungsstrukturen liegt im Mikrometerbereich (Durchmesser der Versetzungszellen). Eine vergleichbare Anordnung von Versetzungen in zellartigen Strukturen wurde auch bei anderen Metallen nach Ermüdungsbeanspruchung gefunden, siehe z.B. [110, 111].

Hirao et al. [111] ziehen diese Entwicklung der Versetzungsstruktur im Zuge der fortschreitenden Ermüdung heran, um das von ihnen gefundene Dämpfungsmaximum in polykristallinem Kupfer im Bereich von 20-40 % der Lebensdauer zu erklären. Der aus der Abklingrate der freien Schwingung bei einer Resonanzfrequenz bestimmte Absorptionskoeffizient nimmt im ersten Drittel der Lebensdauer stark zu und dann gleich wieder ab auf ein Niveau leicht über dem des unbeanspruchten Zustands. Als Ursache für das Dämpfungsmaximum wird von den Autoren die klassische Versetzungsdämpfung des Köhler-Granato-Lücke-Modells angeführt, welche in dieser Phase der Ermüdung einen deutlichen Anstieg verzeichnet aufgrund einer Zunahme der Länge L der beweglichen Versetzungssegmente. Die Versetzungsdichte nimmt zwar kontinuierlich zu während des Ermüdungsprozesses, zunächst sind aber die Längen der Segmente klein aufgrund von Verankerungen der Versetzungen untereinander, dann beginnt die Anordnung in Richtung der Zellstruktur und die Segmentlängen der neu entstehenden Versetzungen nehmen zu durch die abnehmende Dichte von Verankerungspunkten im Inneren der Zellen. Im Anschluss daran kommt es zur Verfestigung und Abnahme der Versetzungsbeweglichkeit, die Zellstruktur ist nahezu vollständig ausgebildet und die Versetzungsdämpfung nimmt wieder ab. Die Annahmen werden unterstützt durch Gegenüberstellung mit Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) Bildern aus den entsprechenden Phasen der Lebensdauer. Betrachtet man die Werte von α bei den in [111] dargestellten drei Frequenzen, so ergibt sich teilweise eine etwa quadratische Zunahme mit der Frequenz, hier könnte also die Versetzungsrelaxation eine Rolle spielen. Im Maximum der Absorption bei etwa 25 % der Lebensdauer ist die Zunahme mit der Frequenz eher exponentiell. Dies lässt darauf schließen, dass in diesem Fall ein weiterer Effekt beteiligt ist.

In [20] wird ebenfalls die Entwicklung des Absorptionskoeffizienten mit zunehmender Ermüdungsbeanspruchung gemessen und in Zusammenhang mit der Versetzungsstruktur gesetzt. Die Besonderheit bei den untersuchten Proben ist die feine Mikrostruktur des Werkstoffs. Es handelt sich um einen Kohlenstoff-Stahl für Eisenbahnschienen, der Perlit-Struktur aufweist mit Lamellenabständen von 50 bis 70 nm. Die Autoren argumentieren, dass diese Strukturen die Bewegung von Versetzungen behindern und die Bildung der Zellstrukturen beeinflussen, was sich deutlich auf die Versetzungsdämpfung der Ultraschallwelle auswirkt. Das Wachstum der Zellstrukturen ist durch die Perlit-Lamellen eingeschränkt, es bilden sich frühzeitig dichte Versetzungsnetzwerke durch Aufstauen von Versetzungen an den Hindernissen. Dadurch ist die Zunahme des Absorptionskoeffizienten auf einen Bereich zu Anfang des Ermüdungsversuches beschränkt und erreicht ein Maximum

schon bei etwa 5 % der Lebensdauer. Während die Dichte der Versetzungen über die gesamte Lebensdauer weiter zunimmt, beginnt die Länge der Versetzungssegmente zwischen Verankerungspunkten schon im frühen Stadium abzunehmen. Versetzungsdichte und Segmentlängen wurden anhand der Ergebnisse für relative Änderung von Ultraschallschwächung und Ultraschallgeschwindigkeit aus dem Granato-Lücke-Modell für die Versetzungsdämpfung berechnet.

Ein solcher Einfluss der Mikrostruktur auf die Entwicklung von Versetzungszellen mit frühzeitiger Bildung von kleinen Zellstrukturen innerhalb lamellarer Mikrostrukturelemente könnte auch bei den in dieser Arbeit untersuchten Proben des Werkstoffs Ti-6Al-4V eine Rolle spielen. Von den wärmebehandelten Proben *Ti-6Al-4V H1-H3* zeigt im untersuchten Frequenzbereich nur der Probensatz *Ti-6Al-4V H1* klare Unterschiede im Absorptionskoeffizienten für unterschiedliche Ermüdungsbeanspruchung. Bei den durch Auslagerung bei 500 °C ausgehärteten bzw. überalterten Proben der Probensätze *Ti-6Al-4V H2* und *Ti-6Al-4V H3* ist bereits im unbeanspruchten Zustand die Versetzungsbewegung eingeschränkt. Dies wirkt sich dann auch auf die im Zuge der mechanischen Beanspruchung neu gebildeten Versetzungen aus, die durch schnelles Aufstauen an Hindernissen nur kurzfristig zu einer Erhöhung der Anzahl beweglicher Versetzungen und damit zu einer Erhöhung der Versetzungsabsorption beitragen können. Das Maximum der Absorption durch diese neu gebildeten Versetzungen läge dann in einem Bereich der Lebensdauer unterhalb von 10^4 Zyklen also bei einem Zustand, der im Experiment nicht untersucht wurde. Die Messungen der Ultraschallabsorption konnten im Rahmen dieser Arbeit nicht kontinuierlich während der gesamten Lebensdauer einer Probe durchgeführt werden, es standen nur die bis zu 10^4 , 10^5 , 10^6 bzw. 10^7 Zyklen belasteten Proben zur Verfügung.

Transmissionselektronenmikroskopische (TEM) Untersuchungen an ermüdungsbeanspruchtem Ti-6Al-4V mit Bestimmung der Versetzungsdichte [90] zeigen eine kontinuierliche Zunahme der Versetzungsdichte mit fortschreitender Ermüdungsbeanspruchung bzw. zunehmender Schädigung. Die Untersuchungen wurden einerseits an gebrochenen Ermüdungsproben vorgenommen, bei denen in verschiedenen Abständen zur Bruchfläche TEM-Folien präpariert wurden, sowie auch an bis zu verschiedenen Lastspielzahlen beanspruchten Ermüdungsproben. Es wurden sowohl die feinkörnige Duplex-Mikrostruktur als auch die vollständig lamellare Mikrostruktur betrachtet und sowohl LCF- als auch HCF-Beanspruchung. Die Zunahme der Versetzungsdichte mit zunehmender Lastspielzahl bzw. mit abnehmendem Abstand zur Bruchfläche wurde bei allen untersuchten Proben festgestellt. Die TEM-

Bilder zeigen teilweise Ansammlungen von Versetzungen, aber keine deutlich ausgeprägte Zellstruktur. Man kann davon ausgehen, dass diese Ergebnisse zumindest für die Proben der Probensätze *Ti-6Al-4V Serie 1* und *Ti-6Al-4V Serie 2* repräsentativ sind, da diese aus demselben Untersuchungsprogramm¹ stammten und somit sowohl Werkstoff als auch Beanspruchung vergleichbar sind.

Eine andere Betrachtungsweise der im Laufe fortschreitender Ermüdung beobachteten Versetzungszellstrukturen findet sich in [112]: Aufgrund der unterschiedlichen Kristallorientierung der Wände im Vergleich zum Bereich innerhalb der Zelle werden diese Strukturen als Inhomogenitäten mit erhöhter Steifigkeit in einer weicheren Matrix betrachtet. Dies wäre also quasi der komplementäre Fall zu dem bereits in Abschnitt 4.1 diskutierten Modell von Zaitsev und Sas [106, 107], welches ein Material mit Inhomogenitäten bzw. Defekten als weichere Elemente im intakten Werkstoff als Matrix beschreibt. Im folgenden Abschnitt werden Überlegungen zu thermoelastischer Relaxation im Zusammenhang mit der Mikrostruktur von Werkstoffen betrachtet.

4.2.2 Inhomogenitäten und thermoelastische Effekte

Modelle, welche auf darauf basieren, dass Inhomogenitäten im Werkstoff bei Materialien mit komplexer Mikrostruktur einen Beitrag liefern zur Absorption über Wärmefluss zwischen Regionen unterschiedlicher Elastizität, scheinen naheliegend. Im folgenden werden dazu einige Abschätzungen gemacht.

Zunächst soll die Frage beantwortet werden, wie groß die Relaxationsstärke sein müsste, um bei Relaxation durch Wärmefluss zwischen Inhomogenitäten und Matrix – analog zum interkristallinen Wärmefluss – eine Erhöhung des Absorptionskoeffizienten um den in Ti-6Al-4V gemessenen Wert zu erhalten. Dazu wird hier der Wert für die maximale Zunahme des Absorptionskoeffizienten betrachtet: $\alpha' = 15 \text{ dB/ms} = 1,5 \cdot 10^4 \text{ dB/s} \approx 0,3 \text{ m}^{-1} = \alpha$

Um eine durch Wärmefluss verursachte zusätzliche Absorption dieser Größenordnung zu erhalten, ist eine bestimmte Relaxationsstärke Δ erforderlich. Diese steht nach [53] in Zusammenhang mit dem Verlustwinkel ϕ (siehe auch Abschnitt 2.2.1):

$$\tan \phi = \Delta \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2}$$

¹Defense Advanced Project Agency (DARPA) Multidisciplinary University Research Initiative (MURI) [11]

wobei die Relaxationsstärke Δ gegeben ist durch

$$\Delta = R_a \frac{\beta_{th}^2 TK}{\rho C}$$

Hierin sind β_{th} der Volumenausdehnungskoeffizient, T die Temperatur, K der Kompressionsmodul, C die spezifische Wärme, und ρ die Dichte. R_a ist ein dimensionsloser Korrekturfaktor, der so genannte Anisotropiefaktor, welcher den Einfluss der Anisotropie der Körner auf die lokalen Dehnungen berücksichtigt.

Für den Zusammenhang zwischen dem Verlustwinkel ϕ und dem Absorptionskoeffizienten α gilt für kleine Dämpfungen die bekannte Relation (siehe Abschnitt 2.2)

$$Q^{-1} \approx \tan \phi \approx \frac{\alpha \lambda}{\pi} \quad (4.1)$$

Damit erhält man für den Zusammenhang zwischen dem Anisotropiefaktor R_a und Absorptionskoeffizienten α :

$$\begin{aligned} \Delta = R_a \Delta_k &= 2 \tan \phi \quad (\text{bei } \omega\tau = 1) \\ &= 2 \frac{\alpha \lambda}{\pi} \end{aligned}$$

und damit ergibt sich für R_a :

$$R_a = \frac{2\alpha \rho C}{\pi \beta_{th}^2 TK}$$

bzw.

$$R_a = \frac{2\alpha C}{\pi \beta^2 T v f}$$

wenn man Schallwellenlänge λ und Modul K ersetzt über $v = \lambda f$ und $K = \rho v^2$ mit der Schallgeschwindigkeit v und Schallfrequenz f .

Unter der Annahme, dass der Wert der maximalen zusätzlichen Absorption in ermüdungsbeanspruchtem Ti-6Al-4V von $\Delta\alpha = 0,3 \text{ m}^{-1}$ (umgerechnet aus dem in dB/ms gemessenen Wert) ausschließlich durch thermoelastische

Relaxation aufgrund von Wärmefluss zwischen Regionen unterschiedlicher Elastizität zustande kommt, und zwar beim Relaxationsmaximum (also bei $\omega\tau = 1$), so ergibt sich der Anisotropiefaktor R_a zu

$$R_a(\text{Ti}) \approx 8,7 \cdot 10^4 \cdot \frac{1}{f} \text{ s}^{-1} \approx \begin{cases} 8,7 \cdot 10^{-2} & \text{für } f = 1 \text{ MHz} \\ 8,7 \cdot 10^{-3} & \text{für } f = 10 \text{ MHz} \end{cases}$$

Beim interkristallinen Wärmefluss ist der Korndurchmesser d die zur Berechnung der Relaxationszeit τ relevante Größe (siehe Abschnitte 2.2.1.1 und 2.2.1.2).

$$\tau = \frac{d^2}{3\pi D} \quad \text{mit} \quad D = \frac{\gamma}{\rho C}$$

Hierin sind C die spezifische Wärme, ρ die Dichte und γ die Wärmeleitfähigkeit.

Unter der Annahme, dass sich die Relaxationszeit für den Wärmefluss zwischen harten Inhomogenitäten und weicher Matrix analog berechnet, wären in Titan für $\omega\tau = 1$ bei 1 MHz bzw. 10 MHz folgende Abstände d erforderlich:

$$d \approx 7,9 \cdot 10^{-3} \frac{\text{m}}{\sqrt{\text{s}}} \sqrt{\tau} \approx \begin{cases} 3,1 \cdot 10^{-6} \text{ m} & f = 1 \text{ MHz} \\ 1,0 \cdot 10^{-6} \text{ m} & f = 10 \text{ MHz} \end{cases}$$

Bleibt noch die Frage: Welche Unterschiede im Elastizitätsmodul wären erforderlich, um einen Anisotropiefaktor R_a im Bereich von 10^{-3} zu erreichen? Für den Zusammenhang zwischen Anisotropiefaktor und Elastizitätsmodul M gilt [58, 53]:

$$R_a = \frac{\overline{(M^{-1} - \overline{M^{-1}})^2}}{\overline{(M^{-1})^2}}$$

Der Term im Zähler lässt sich auch ausdrücken als

$$\begin{aligned} \overline{(M^{-1} - \overline{M^{-1}})^2} &= \overline{(M^{-1})^2 - 2M^{-1}\overline{M^{-1}} + \overline{M^{-1}}^2} \\ &= \overline{(M^{-1})^2} - \overline{2M^{-1}\overline{M^{-1}}} + \overline{\overline{M^{-1}}^2} \\ &= \overline{(M^{-1})^2} - 2\overline{M^{-1}\overline{M^{-1}}} + \overline{M^{-1}}^2 \\ &= \overline{(M^{-1})^2} - \overline{M^{-1}}^2 \end{aligned}$$

Geht man nun von zwei benachbarten Bereichen unterschiedlicher Elastizität aus, also nur zwei verschiedenen Werten M_1 bzw. M_2 für den elastischen Modul im jeweiligen Bereich, so ergibt sich mit

$$\overline{\left(\frac{1}{M}\right)} = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{M_1} + \frac{1}{M_2} \right) \quad \text{und} \quad \overline{\left(\frac{1}{M^2}\right)} = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{M_1^2} + \frac{1}{M_2^2} \right)$$

für den Anisotropiefaktor R_a :

$$\begin{aligned} R_a &= \frac{\overline{(M^{-1})^2} - \overline{M^{-1}}^2}{\overline{M^{-1}}^2} \\ &= \frac{\frac{1}{2} \left(\frac{M_1^2 + M_2^2}{M_1^2 M_2^2} \right) - \left(\frac{M_1 + M_2}{2M_1 M_2} \right)^2}{\left(\frac{M_1 + M_2}{2M_1 M_2} \right)^2} \\ &= \frac{2M_1^2 + 2M_2^2 - M_1^2 - M_2^2 - 2M_1 M_2}{(M_1 + M_2)^2} \\ &= \frac{(M_1 - M_2)^2}{(M_1 + M_2)^2} \end{aligned}$$

Unter der Annahme, dass der Unterschied zwischen M_1 und M_2 in der Größenordnung von 10 % liegt, also $M_1 = M_0$ und $M_2 = 1,1M_0$, so erhält man als Größenordnung für den Anisotropiefaktor R_a :

$$R_a = \left(\frac{M_0 - 1,1M_0}{M_0 + 1,1M_0} \right)^2 \approx 2,3 \cdot 10^{-3}$$

Das bedeutet, dass ein Unterschied von 10 % im elastischen Modul zwischen den beiden Bereichen ausreichend wäre, um die im Experiment gemessenen Werte für den Absorptionskoeffizienten zu erreichen, sofern man bei der Messung im Bereich des Relaxationsmaximums bei $\omega\tau = 1$ liegt.

Elastizitätsunterschiede in dieser Größenordnung zwischen den verschiedenen Phasen des Werkstoffs oder auch zwischen Bereichen niedriger und hoher Dichte von Versetzungen sind als realistisch zu betrachten. Ersteres hat sich auch experimentell bestätigt: Unterschiede im Modul zwischen α - und β -Phase in Ti-6Al-4V konnten zwischenzeitlich mittels Ultraschallkraftmikroskopie (AFAM) gemessen werden [113]. Somit könnte ein derartiger

Mechanismus der Ultraschallabsorption durch Wärmefluss zwischen Regionen unterschiedlicher Elastizität mit verantwortlich sein für die erhöhte Ultraschallabsorption in Materialien mit komplexer Mikrostruktur. Auch Änderungen in der Mikrostruktur, wie beispielsweise die unterschiedlichen Gefügeausbildungen der Titanlegierungen bei unterschiedlicher Wärmebehandlung wirken sich auf die lokalen elastischen Eigenschaften aus und somit auch auf diesen Absorptionsmechanismus. Dasselbe gilt für Veränderungen der Versetzungsstruktur und -dichte bei Verformung und für durch Anhäufung oder Aufstauen von Versetzungen entstehende mikroskopische Werkstofftrennungen.

Für das gefundene charakteristische Verhalten des Ultraschallabsorptionskoeffizienten in Ti-6Al-4V mit zunehmender Ermüdungsbeanspruchung wären somit thermoelastische Verluste durch Wärmefluss im Spannungsfeld von Versetzungen eine denkbare Erklärung. Durch die Zunahme der Versetzungsdichte im Zuge fortschreitender Beanspruchung ändern sich kontinuierlich die lokalen elastischen Eigenschaften, und auch der Abstand zwischen den Bereichen unterschiedlicher Elastizität. Je nach Gefügestruktur könnte damit das Maximum der Relaxation in den für die durchgeführten Experimente zugänglichen Bereich rücken. Bei den Probensätzen *Ti-6Al-4V Serie 1* und *Serie 2* mit Duplex-Gefüge und bei Probensatz *Ti-6Al-4V H1* mit Martensit-Gefüge wurde die Zunahme des Absorptionskoeffizienten im Frequenzbereich 0,5 bis 2 MHz beobachtet, beim Ausgangszustand *Ti-6Al-4V A* mit feinglobularem Gefüge bei Frequenzen größer 5 MHz.

Wie in den Modellen für die thermoelastische Absorption durch Wärmefluss zwischen Inhomogenitäten und Matrix [106, 107] kann eine Verteilung von Steifigkeiten oder von Abständen zwischen den Bereichen unterschiedlicher Elastizität angenommen werden. Dann läge durch die Verteilung der Relaxationszeiten ein breites Relaxationsmaximum vor, und damit innerhalb eines gewissen Frequenzbereichs ein frequenzunabhängiges Dekrement δ , also ein linear mit der Frequenz zunehmender Absorptionskoeffizient α . Die in der Literatur beschriebenen Modelle gehen jeweils von Inhomogenitäten mit entweder höherer oder geringerer Steifigkeit als das umgebende Material aus, wobei als Inhomogenitäten entweder Risse angenommen werden [106, 107] oder Versetzungszellstrukturen [112]. In vielen Fällen ist jedoch nicht davon auszugehen, dass makroskopische Risse vorliegen, und auch Versetzungszellstrukturen bilden sich nicht in allen Werkstoffen bzw. Gefügestrukturen aus. Die in der vorliegenden Arbeit angestellten Betrachtungen und Abschätzungen legen nahe, dass Risse oder Zellstrukturen nicht unbedingt Voraussetzung für einen solchen Mechanismus sind. Auch Ansammlungen (Bündel/Cluster)

von Versetzungen und Versetzungsquellen könnten zu ausreichenden Unterschieden in der Elastizität beitragen.

4.2.3 Risse und Risskontakte

4.2.3.1 Thermoelastische Verluste an Rissen

Wie bereits im Abschnitt 4.1 kurz diskutiert, wäre auf den ersten Blick auch das Modell von Zaitsev zu thermoelastischen Verlusten an Risskontakten eine Lösung, die gleichzeitig die Frequenzabhängigkeit des Absorptionskoeffizienten und dessen Zu- und abnahme bei fortschreitender Ermüdungsschädigung erklären könnte. Voraussetzung ist aber das Vorliegen von Rissen oder Risskontakten in ausreichender Zahl und Größe. Die Anwendbarkeit des Modells auf den Frequenzbereich, der bei den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Ultraschallabsorptionsmessungen zugänglich war, basiert auf der Annahme, dass die für die Relaxationszeit relevante Größe die Breite ℓ der schmalen Risskontakte ist, welche um bis zu drei Größenordnungen kleiner sein kann als die Länge L eines makroskopischen Risses (siehe Abschnitt 2.2.1.4). Gleichzeitig geht die Risslänge ein in den durch den Wärmefluss bedingten Energieverlust - hier legt das Modell wiederum die Risslänge L zugrunde und nicht den viel kleineren Wert ℓ (Annahme streifenförmiger Kontakte).

Schätzt man unter diesen Voraussetzungen für die im Maximum der Relaxation dissipierte Energie ΔW_{max} gemäß Gleichung 2.19 ab, wie viele Risse bzw. Risskontakte erforderlich wären, um die beobachtete Erhöhung des Absorptionskoeffizienten in Ti-6Al-4V mit ausschließlich diesem Mechanismus zu erklären, so ergibt sich eine unrealistisch große Zahl von Rissen pro Volumen. Unter der Annahme dass die Risslänge L und die Länge \tilde{L} des streifenförmigen Kontaktes innerhalb des Risses jeweils in der Größenordnung von $50 \mu\text{m}$ liegen¹ und Q^{-1} bei $10^{-4} - 10^{-3}$, entsprechend der Größenordnung der für α gemessenen Werte, ergibt sich über den Zusammenhang

$$Q^{-1} = \frac{N \cdot \Delta W_{max}}{W} \quad (4.2)$$

für die Zahl N der Risskontakte pro Volumen eine Größenordnung von mehreren Hundert pro mm^3 . Selbst unter der Annahme, dass viele Risskontakte innerhalb eines Risses vorhanden sind, bleibt noch eine extrem hohe Zahl an erforderlichen makroskopischen Rissen. Die der Abschätzung zugrunde liegenden Zahlen wurde von Zaitsev auch so eingeschätzt, allerdings ging er davon aus, dass eine hohe Anzahl von Rissen dieser Größenordnung realistisch

¹Voraussetzung für $\omega\tau = 1$ im untersuchten Frequenzbereich

sei [114], auf Basis der in [115] beobachteten Anzahl von Rissen (15-80 pro mm^2) und der bei SAM-Untersuchungen an vergleichbaren Ti-6Al-4V LCF-Proben gefundenen Anrissen [11]. Aufgrund der meisten Beobachtungen an Ti-6Al-4V unter Ermüdungsbeanspruchung kann davon ausgegangen werden, dass bei dieser Legierung makroskopische Anrisse erst in einem späten Stadium der Lebensdauer auftreten. Die in [11] dargestellten Ergebnisse sind eher als Ausnahme zu betrachten. Die Voraussetzungen für den thermoelastischen Verlust an Risskontakten innerhalb makroskopischer Anrisse sind also mit hoher Wahrscheinlichkeit nicht gegeben.

Geht man statt der makroskopischen Risse von den bereits erwähnten, durch Versetzungsvervielfachung und Ansammlung von Versetzungen und Versetzungsquellen entstehenden mikroskopischen Werkstofftrennungen aus, müsste in dem hier betrachteten Modell die Länge dieser Werkstofftrennung in die Relaxationszeit eingehen, welche den Frequenzbereich für das Relaxationsmaximum bestimmt. Für die Größenordnung des Energieverlustes wäre das Volumen der Inhomogenität (Werkstofftrennung und umgebendes Spannungsfeld) relevant. Bei sehr kleinen Werkstofftrennungen im Nanometer-Bereich wäre der Beitrag zur Ultraschallabsorption im niedrigen MHz-Bereich gering. Falls ein thermoelastischer Effekt in Zusammenhang mit mikroskopischen Werkstofftrennungen eine Rolle spielt, dann eher über die obige Betrachtung eines Wärmeflusses zwischen Bereichen unterschiedlicher Elastizität und nicht wie hier angenommen innerhalb des Volumens, welches eine Werkstofftrennung einnimmt.

4.2.3.2 Mikroreibung

Eine weitere Überlegung zum Einfluss von Mikrokontakten auf die Ultraschallabsorption war die Möglichkeit von Verlusten durch Reibung der Kontakte. Für eine Abschätzung, wie viele solcher Kontakte zur Ultraschallabsorption beitragen müssten, um die bei den in der vorliegenden Arbeit untersuchten Proben gemessenen Werte zu erreichen, wurde für die Größenordnung des Reibungsverlustes pro Kontakt ein Wert angesetzt, der bei AFAM-Messungen bestimmt wurde [116]. Dabei wurde für die pro Schwingungszyklus am Kontakt dissipierte Energie aus der Breite der Resonanzkurve bei einer Kontaktresonanz des Federbalkens ein Wert von 10^{-19} J ermittelt.

Für einen Absorptionskoeffizienten in der typischen Größenordnung von $\alpha = 10$ dB/ms, entsprechend den in Ti-6Al-4V mittels Laserultraschall-Nachhall-Methode gemessenen Werten, ergibt sich bei einer Frequenz von 500 kHz ein Wert für Q^{-1} von etwa $7,3 \cdot 10^{-4}$. Damit und mit dem aus der AFAM-

Messung ermittelten Wert für den Verlust pro Zyklus pro Kontakt erhält man über Gleichung 4.2 für die erforderliche Zahl N von Reibungskontakten pro Volumen: $N = 10^7/\text{mm}^3$. Somit liegt auch hier die Zahl der erforderlichen Kontakte weit oberhalb realistischer Werte, wenn man von Kontakten an makroskopischen Rissen ausgeht.

Werden auch für diesen Mechanismus nicht makroskopische Risse mit reibenden Kontakten an den Rissflanken betrachtet, sondern mikroskopische Werkstofftrennungen, die durch Ansammlung von Versetzungen und Versetzungsquellen entstanden sind, könnte möglicherweise eine signifikante Anzahl erreicht werden. Die an ermüdungsbeanspruchtem Ti-6Al-4V gegen Ende der Lebensdauer ermittelten Versetzungsdichten liegen im Bereich von $2,5 \cdot 10^8/\text{mm}^2$, Werte von $10^7/\text{mm}^2$ werden schon in einem relativ frühen Stadium erreicht [90]. Auch Ansammlungen von Versetzungen wurden beobachtet.

4.3 Elektronen und Ultraschallabsorption

Im Abschnitt 2.2 zu den Grundlagen der Ultraschallabsorption wurde kurz auf die Absorption von Ultraschall durch Wechselwirkung der Schallwelle mit den freien Elektronen in Metallen eingegangen, welche gemäß der Theorie nur bei sehr tiefen Temperaturen überhaupt eine Rolle spielt, nämlich wenn die mittlere freie Weglänge der Elektronen vergleichbar wird mit der Ultraschallwellenlänge. Bei Raumtemperatur ist dies meist nicht der Fall, so dass andere Mechanismen dominieren.

In neueren Untersuchungen der Dämpfung bei der Ultraschallkraftmikroskopie [117] wird die Elektronenabsorption als mögliche Ursache für die Hintergrundabsorption bei Raumtemperatur diskutiert. In diesem Fall wird angenommen, dass der Durchmesser des im AFAM Experiment von der elastischen Verformung betroffenen Volumens in der Größenordnung der mittleren freien Weglänge der Elektronen bei Raumtemperatur liegt und somit die Absorption durch Wechselwirkung der Schallwelle mit der lokalen Fermi-Fläche durchaus eine Rolle spielt. Ähnlich wie im Fall des interkristallinen Wärmefflusses ist nicht mehr die Ultraschallwellenlänge relativ zur mittleren freien Weglänge der Elektronen die bestimmende Größe, sondern die Größenordnung des verformten Volumenbereichs. Diese Sichtweise könnte sich auch übertragen lassen auf die in dieser Arbeit untersuchten Werkstoffe sowie auf nanokristalline Metalle und könnte eine Erklärung liefern für die lineare Frequenzabhängigkeit der Ultraschallabsorption in diesen Materialien.

Betrachtet man die experimentellen Ergebnisse, welche jeweils zum Vergleich mit der klassischen Theorie der Elektronenabsorption herangezogen werden, so stellt man fest, dass es sich überwiegend um Untersuchungen an Einkristallen oder auch an Polykristallen reiner Metalle handelt. Legierungen, die im Allgemeinen eine weit komplexere Mikrostruktur aufweisen, werden dagegen nicht betrachtet. Gerade diese komplexe Mikrostruktur mit Strukturen im Mikro- und Nanometer-Bereich könnte aber Ursache für einen deutlichen Beitrag der Wechselwirkung der Schallwelle mit den freien Elektronen auch bei Raumtemperatur sein. Es macht also durchaus Sinn, eine Anpassung der Theorie auf mikroinhomogene Materialien zu betrachten. Eine naheliegende Betrachtung wäre dann, nicht die Schallwellenlänge als Vergleichsgröße heranzuziehen, sondern die Größenordnung der Elemente der Mikrostruktur - in Analogie zur thermoelastischen Absorption über den interkristallinen Wärmefluss oder dem Wärmefluss zwischen Bereichen unterschiedlicher Elastizität. Sollte der Effekt hier eine Rolle spielen, wäre eine plausible Erklärung für die Frequenzabhängigkeit des Absorptionskoeffizienten gefunden: Die klassische Theorie für die Absorption durch Wechselwirkung mit Elektronen gibt für den Fall, dass die mittlere freie Weglänge der Elektronen im Bereich der Schallwellenlänge im Material liegt oder sogar größer wird, eine lineare Zunahme der Absorption mit der Frequenz an.

Die klassische Theorie zur Ultraschallabsorption durch Wechselwirkung der Schallwelle mit den freien Elektronen (siehe z.B. [53, 54]) beschreibt einen Relaxationsprozess: Die Schallwelle verursacht eine Deformation der Fermifläche, wodurch einige der Elektronen in Bezug auf die neue Fermifläche in energetisch ungünstigen Zuständen zurückbleiben. Der Ausgleich zu einem neuen Gleichgewichtszustand erfolgt durch Stöße der Elektronen mit thermischen Phononen oder dem Gitter, wobei die Relaxationszeit τ durch Fermigeschwindigkeit v_F und mittlere freie Weglänge l der Elektronen bestimmt ist: $\tau = l/v_F$. Diese Beschreibung gilt nur für den Fall, dass die freien Elektronen den neuen Gleichgewichtszustand innerhalb eines Bereiches gleichmäßiger elastischer Spannung erreichen, also für $l \ll \lambda$, wobei λ der Schallwellenlänge entspricht. In diesem Fall ist $\omega\tau \ll 1$ und es gilt die für den niederfrequenten Bereich der Relaxation übliche ω^2 -Abhängigkeit des Absorptionskoeffizienten. Hier ist für einen nennenswerten Beitrag zur Absorption die Bedingung $l \ll \lambda$ wesentlich und nicht die Bedingung $\omega\tau = 1$.

Ein anderer Ansatz, der eine Erweiterung des Geltungsbereich für beliebige Werte von l/λ erlaubt, ist die Betrachtung einer durch die Schallwelle verursachten periodischen Verzerrung des Kristallgitters und des dadurch be-

dingten periodischen elektrischen Feldes, in dem sich die freien Elektronen bewegen und dabei über Stöße mit dem Gitter wechselwirken. Daraus ergibt sich eine Lösung für den Absorptionskoeffizienten α' im Grenzfall $2\pi l/\lambda \gg 1$ mit α' proportional zur Kreisfrequenz ω . Der Absorptionskoeffizient für beliebige Werte von $2\pi l/\lambda = ql$ (mit der Wellenzahl $q = 2\pi/\lambda$) ergibt sich als Grenzwert α' multipliziert mit einem frequenzunabhängigen Faktor, der mit ql zunimmt:

$$\frac{\alpha}{\alpha'} = \frac{6}{\pi} \left[\frac{ql}{3} \frac{B}{1-B} - \frac{1}{ql} \right] \quad (4.3)$$

Hierin ist $B = (\arctan(ql))/ql$ und der Grenzwert α' für große ql ist gegeben durch

$$\alpha' = \frac{\pi N_V m_e v_F}{12 \rho v_l^2} \omega \quad (4.4)$$

für Longitudinalwellen mit Schallgeschwindigkeit v_l . Hierin ist N_V die Elektronendichte, m_e die Elektronenmasse und v_F die Fermigeschwindigkeit.

Zur Beantwortung der Frage, ob bei Materialien mit inhomogener Mikrostruktur dieser Effekt eine Rolle spielen könnte, wird angenommen, dass nicht die Schallwellenlänge sondern die Größenordnung der Mikrostruktur eine Rolle spielt, ql selbst also nicht von der Ultraschallfrequenz abhängt¹. Mit dieser Annahme wurde für die untersuchten Werkstoffe zunächst eine Abschätzung des Absorptionskoeffizienten gemäß Gleichung 4.3 als Funktion von ql für verschiedene Frequenzen im niedrigen MHz-Bereich vorgenommen, mit verfügbaren Literaturwerten für Fermigeschwindigkeit und Elektronendichte der reinen Metalle. Als Ergebnis ergibt sich eine Kurvenreihe für den Absorptionskoeffizienten mit der Frequenz als Parameter für die Steigung der Kurve $\alpha(ql)$. Abb. 4.1 zeigt diese Kurvenreihe für Titan für den Frequenzbereich von 1 bis 10 MHz.

Die Daten zeigen, dass der Beitrag zur Absorption bereits für sehr kleine Werte von ql nicht zu vernachlässigen ist. Der mittels Laserultraschall bei einer Frequenz von 2 MHz gemessene Ultraschallabsorptionskoeffizient in Ti-6Al-4V von $\alpha = 6$ dB/ms würde bei einem Wert von $ql = 0,007$ erreicht werden (Abb. 4.2), also in einem Bereich, in dem nach der klassischen Theorie kein signifikanter Beitrag zur Absorption zu erwarten wäre. Für diesen Wert von ql ergibt sich die Zunahme des Absorptionskoeffizienten mit der

¹Damit verliert natürlich q die Bedeutung einer Wellenzahl, die Bezeichnung wird hier dennoch beibehalten

Frequenz zu $\alpha(\text{dB/ms}) = 3 \cdot f(\text{MHz})$. Diese Kurve ist in Abb. 4.3 zusammen mit den Messwerten für eine Probe des Probensatzes *Ti-6Al-4V A* dargestellt. Mit einem zusätzlichen additiven Faktor von 20 dB/ms zur Berücksichtigung der zusätzlichen Verluste bei der in Kontakttechnik gemessenen Absorption stellt die Kurve eine gute Anpassung an den linearen Bereich der Messwerte dar.

Mit der oben gemachten Annahme eines frequenzunabhängigen Faktors ql , der stattdessen von der Größenordnung d der lokalen Mikrostruktur abhängt, welche die lokale Elastizität bestimmt, ergibt sich für den Wert $ql = 0,007$ folgender Zusammenhang zwischen der mittleren freien Weglänge l der Elektronen und der Größenordnung d der Mikrostruktur:

$$ql = \frac{2\pi}{d} l = 0,007 \quad \text{bzw.} \quad l \approx 10^{-3}d$$

Dieses Größenverhältnis von l und d wäre erreicht für Mikrostrukturelemente im Mikrometerbereich und eine mittlere freie Weglänge der Elektronen im Nanometerbereich, was für die komplexe Mikrostruktur der Titanlegierungen durchaus realistisch scheint.

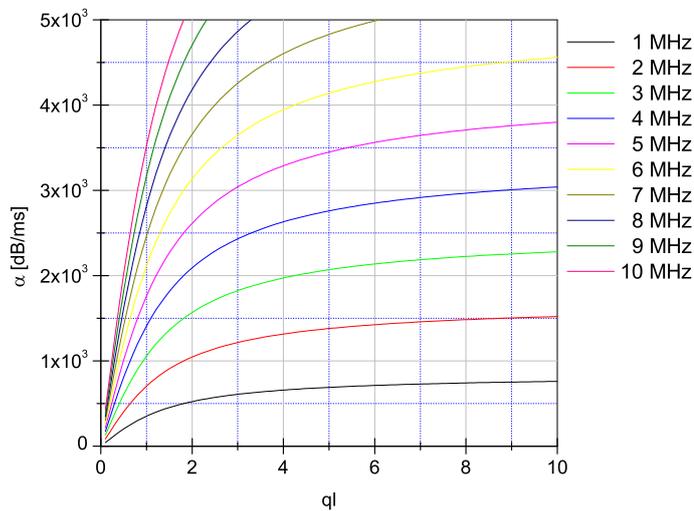


Abbildung 4.1: Kurvenreihe $\alpha(ql)$ für verschiedene Frequenzen aus der Abschätzung gemäß Gl. 4.3 für Titan

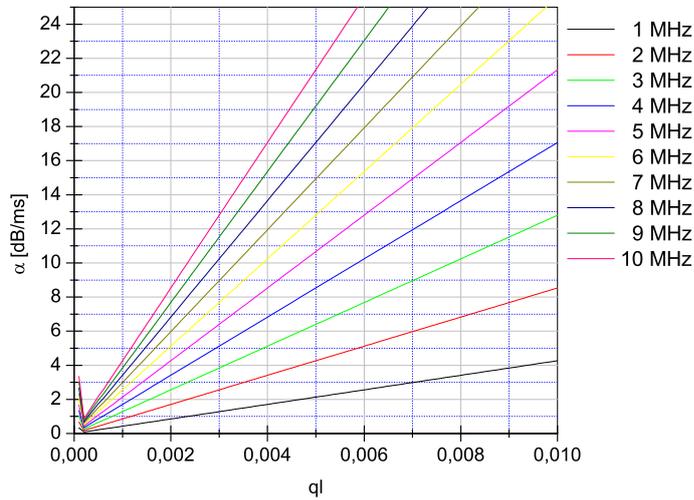


Abbildung 4.2: Ausschnitt aus Grafik 4.1 für kleine Werte von ql

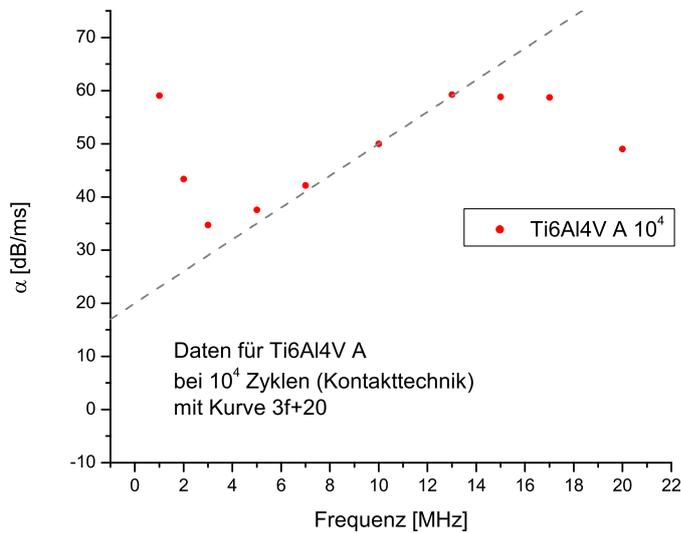


Abbildung 4.3: Absorptionskoeffizient in Abhängigkeit von der Frequenz in Ti-6Al-4V mit Kurve $\alpha(f)$ für $ql=0,007$

4.4 Nichtlineare Effekte

An den Probensätzen *Ti-6Al-4V Serie 1* und *Serie 2* wurden umfangreiche Untersuchungen vorgenommen, um festzustellen, ob durch Schädigung induzierte elastische Nichtlinearität vorliegt, welche zum Auftreten von Frequenzmischung führt (siehe Abschnitt 3.5). Bei den zahlreichen Experimenten mit verschiedenen Frequenzen und Amplituden der zusätzlichen piezoelektrischen Schallanregung in Kombination mit der Laseranregung konnte bei keiner der Proben eine solche nichtlineare Frequenz-Modulation festgestellt werden. Dies lässt den Schluss zu, dass die Art der Schädigung bei den ermüdungsbeanspruchten Proben der Legierung Ti-6Al-4V keine oder eine – zumindest unter den angewandten experimentellen Randbedingungen – nicht messbare elastische Nichtlinearität verursacht. Die Diskussion nichtlinearer Effekte liefert somit in Bezug auf die Ergebnisse dieser Arbeit keine Erklärung.

Allerdings wurde an vergleichbaren Proben aus demselben Untersuchungsprogramm¹ bei Messungen der akustischen Nichtlinearität eine deutliche Zunahme des Nichtlinearitätsparameters mit zunehmender Schädigung gefunden [23]. Der Nichtlinearitätsparameter β wurde hierbei bestimmt aus den Amplituden der Grundfrequenz f und der zweiten Harmonischen $2f$ über ein kombiniertes Impuls-Echo- und Durchschallungs-Experiment. Es wurden zwei schmalbandige piezoelektrische Prüfköpfe für Longitudinalwellen mit Mittenfrequenzen bei 10 MHz bzw. 20 MHz verwendet, angekoppelt an gegenüberliegenden Enden der Probe. Die Anregung der Ultraschallpulse erfolgte mit dem 10 MHz Prüfkopf. Für eine gebrochene Ermüdungsprobe wurde β für verschiedene Abstände zur Bruchfläche ermittelt und eine Zunahme um den Faktor 3 von den Einspannenden zu Bruchfläche beobachtet. Die Zunahme von β korreliert zudem ausgezeichnet mit der anhand von TEM-Untersuchungen gemessenen Versetzungsdichte. Diese sehr unterschiedlichen Ergebnisse bei der Untersuchung nichtlinearer Effekte an quasi identischen Probensätzen sind auffällig und sollten zukünftig weiter untersucht werden.

4.5 Möglicher Einfluss der Messmethode

Aufgrund der Schwierigkeiten, eine umfassende Erklärung für die lineare Frequenzabhängigkeit des Absorptionskoeffizienten zu finden, stellte sich auch

¹Defense Advanced Project Agency (DARPA) Multidisciplinary University Research Initiative (MURI) [11]

die Frage, ob möglicherweise die Ursache in der Methode zur Ermittlung des Absorptionskoeffizienten liegen könnte. Der zur Frequenz proportionale Absorptionskoeffizient wurde im Wesentlichen bei Messungen mit diffusen Schallfeldern beobachtet, sowohl bei den im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführten Untersuchungen als auch in anderen Arbeiten [26, 28, 89, 94, 108].

Ein grundsätzlicher Unterschied zwischen den mittels Laserultraschall angeregten Schallfeldern und den in den verschiedenen klassischen Absorptionstheorien betrachteten Wellen ist, dass der gepulste Laser einen breitbandigen Schallpuls mit Anteilen verschiedener Wellenmoden erzeugt, während die Theorie von einer monochromatischen ebenen Welle ausgeht. Die Tatsache, dass das Schallsignal im Laserultraschall-Experiment breitbandig in der Frequenz ist, stellt an sich kein Problem dar. Unter der Annahme elastischer Linearität des Materials ist grundsätzlich nicht von einer gegenseitigen Beeinflussung verschiedener Frequenzanteile auszugehen, so dass bei der Analyse des zeitlichen Abfalls der Schallamplitude für die einzelnen Frequenzen der Absorptionskoeffizient für die jeweilige Frequenz korrekt bestimmt werden kann, selbst wenn die Filterung mit einer gewissen Bandbreite erfolgt. Von der Verteilung der Schallenergie auf unterschiedliche Wellenmoden im diffusen Schallfeld ist dagegen durchaus ein Einfluss auf die Frequenzabhängigkeit des Ultraschallabsorptionskoeffizienten zu erwarten. Bei den mikroinhomogenen Materialien ist davon auszugehen, dass nicht die theoretisch ideale Modenverteilung wie in Abschnitt 2.3 beschrieben vorliegt, sondern dass die Art der Streuung, welche zum Aufbau des diffusiven Schallfeldes beiträgt, einen Einfluss auf die Wellenumwandlung beim Streuprozess und damit auf die Anteile der verschiedenen Wellenmoden im Schallfeld hat. Dies gilt insbesondere für den Fall der durch Wechselverformung beanspruchten Proben, bei denen durch Vervielfachung und Ansammlung von Versetzungen mikroskopische Werkstofftrennungen vorliegen könnten, die zur Streuung mit Wellenumwandlung beitragen. Es besteht die Möglichkeit, dass kein vollständig stationäres diffusives Schallfeld in der Probe ausgebildet wird, so dass noch einen gewisser Beitrag kohärenter Streuung vorhanden ist, welcher sich im gemessenen Abfall des Streufeldes bemerkbar machen könnte. Damit wäre auch ein Einfluss auf die Frequenzabhängigkeit des gemessenen Absorptionskoeffizienten möglich.

Auch bei idealer Ausbildung des Nachhallfeldes ist ein Einfluss zu erwarten. Für jeden Wellenmode können in den verschiedenen Frequenzbereichen unterschiedliche Absorptionsmechanismen dominieren. Somit tragen mit großer Wahrscheinlichkeit unterschiedliche Mechanismen zur Absorption

bei, der gemessene Absorptionskoeffizient ergibt sich aus der Überlagerung dieser einzelnen Mechanismen, welche zudem unterschiedliche Frequenzabhängigkeiten aufweisen können. Gemessen wird in den Experimenten jeweils nur der Anteil der Oberflächenauslenkung senkrecht zur Probenoberfläche. Dieser setzt sich zusammen aus Beiträgen der verschiedenen Wellenmoden im diffusen Schallfeld. Die Verteilung der Energie auf die verschiedenen Moden im Nachhallfeld ist bekannt und eine Abschätzung der Anteile der einzelnen Wellenmoden an der gemessenen Oberflächenauslenkung findet sich in [118]. Ohne Vorab-Kenntnisse über die beteiligten Absorptionsmechanismen für die einzelnen Moden lässt sich jedoch die zeitliche Entwicklung dieser Verteilung nicht ohne Weiteres abschätzen.

4.6 Fazit

Die an den verschiedenen Probensätzen ermittelten Daten zur Ultraschallabsorption wurden einer Betrachtung im Hinblick auf in Frage kommende Absorptionsmechanismen unterzogen. Einige Modellansätze, die prinzipiell geeignet schienen, die Frequenzabhängigkeit des Ultraschallabsorptionskoeffizienten oder dessen Änderung bei zunehmender Ermüdungsschädigung zu erklären, konnten auf Basis der experimentellen Beobachtungen oder aufgrund von Überlegungen über Voraussetzungen für die Gültigkeit als nicht geeignet eingestuft werden. Insbesondere diejenigen Modelle, die darauf basieren, dass bereits in einem frühen Stadium der Lebensdauer eine große Anzahl makroskopischer Risse vorhanden sein müsste, konnten nicht bestätigt werden. Makroskopische Risse spielen möglicherweise eine Rolle und liefern einen Beitrag zur Ultraschallabsorption im späten Stadium der Lebensdauer, die betrachteten Mechanismen zur Wechselwirkung mit Rissen oder Risskontakten können allein jedoch die gemessenen Werte der Ultraschallabsorption nicht erklären. Mikroskopische Werkstofftrennungen durch Anhäufung von Versetzungen und Versetzungsquellen könnten einen Einfluss haben, sofern sie in ausreichender Anzahl vorliegen, was aufgrund der starken Zunahme der Versetzungsdichte bei der Ermüdungsbeanspruchung denkbar wäre.

Die Idee einer Elektronenabsorption, basierend auf lokalen elektrischen Feldern bedingt durch die Mikrostruktur in Kombination mit der Verformung durch die Schallwelle, ist ein interessanter Ansatz, die vorliegenden Daten reichen aber nicht aus für eine schlüssige Bewertung. Hier sollten weitere gezielte Untersuchungen erfolgen, die es erlauben, den Effekt entweder zu bestätigen oder zu widerlegen.

Die Tatsache, dass Versetzungen eine solch große Rolle spielen bei Verformungsvorgängen im Material, führt zu dem Schluss, dass in irgendeiner Form die Wechselwirkung der Ultraschallwelle mit Versetzungen einen Beitrag zur Ultraschallabsorption liefern muss. Das Fehlen des charakteristischen Absorptionsmaximums in den wärmebehandelten Proben der Probensätze *Ti-6Al-4V H2* und *Ti-6Al-4V H3* im niedrigen Frequenzbereich liefert ebenfalls einen Hinweis auf den Einfluss von Versetzungen: Wenn sich die mit der Auslagerung bei 500 °C verbundene Änderung der Versetzungsstruktur und Versetzungsbeweglichkeit auch auf die Ultraschallabsorption auswirkt, ist eine Beteiligung von Versetzungsdämpfung am Absorptionsmaximum bei mittleren Lastspielzahlen wahrscheinlich. Auch wenn es sicher scheint, dass die Wechselwirkung der Ultraschallwelle mit Versetzungen eine Rolle spielt, konnten das beobachtete Verhalten der Ultraschallabsorption, insbesondere die Frequenzabhängigkeit des Absorptionskoeffizienten, keinem der etablierten Versetzungsmodelle zugeordnet werden. Die Versetzungsrelaxation oder Resonanz nach dem Modell der schwingenden Saite nach Granato-Lücke sollte erst bei etwas höheren Frequenzen einen Beitrag liefern; die bisher bekannten Hysteresedämpfungen durch Wechselwirkung der Versetzung mit Punktdefekten treten erst bei höheren Verzerrungen auf, welche mit den verwendeten Untersuchungsmethoden (Laserultraschall-Nachhall-Methode) nicht erreicht werden. Die durch Versetzungsvervielfachung und Ansammlungen von Versetzungen erzeugten lokalen Unterschiede in den elastischen Eigenschaften des Materials könnten über thermoelastische Effekte eine Rolle spielen bei der Zunahme der Ultraschallabsorption mit zunehmender Beanspruchung durch Wechselverformung.

Aufgrund der Vielzahl der bei der komplexen Mikrostruktur der untersuchten Werkstoffe möglichen Wechselwirkungen der Schallwelle mit dem Werkstoff erscheint es wahrscheinlich, dass mehrere Mechanismen an der Dissipation von Schallenergie beteiligt sind. Die angewandten Methoden zur Ermittlung der Ultraschallabsorption aus dem Abklingen diffuser Schallfelder sind gut geeignet zur Untersuchung der Absorption, da der Beitrag der elastischen Ultraschallstreuung eliminiert ist, haben aber gleichzeitig den Nachteil, dass man es mit einem komplexen Gemisch an Wellenmoden zu tun hat, deren jeweilige Wechselwirkung mit der komplexen Mikrostruktur der untersuchten Materialien vielfältig sein kann. Somit ist auch der jeweilige Beitrag zum gemessenen Ultraschallabsorptionskoeffizienten praktisch nicht zu ermitteln. Möglicherweise würde der Einsatz anderer Methoden zur Bestimmung der inneren Reibung ein klareres Bild liefern.

Kapitel 5

Zusammenfassung

Das Hauptaugenmerk bei dieser Arbeit lag auf der Ermittlung einer Methode zur Erkennung und Quantifizierung von Ermüdungsschädigung in Werkstoffen, welche für hochbelastete sicherheitsrelevante Komponenten eingesetzt werden. Die sicherheitstechnischen und wirtschaftlichen Vorteile einer zuverlässigen Ermittlung des Erschöpfungsgrades an der Komponente liegen auf der Hand. Die Ultraschallabsorption bietet sich als Messgröße an, da sie in Zusammenhang mit mikrostrukturellen und elastischen Eigenschaften des Materials steht, welche möglicherweise im Zuge fortschreitender Materialermüdung so verändert werden, dass diese Änderung der Materialeigenschaften in einer Änderung der Ultraschallabsorption erkennbar wird.

Um eine Trennung der Ultraschallabsorption von der Schallschwächung durch elastische Streuung zu ermöglichen, wurden die Ultraschallabsorptionskoeffizienten aus dem Abklingverhalten diffuser Schallfelder ermittelt. Es wurden verschiedene Probensätze aus verschiedenen Werkstoffen mit unterschiedlicher Beanspruchung untersucht. Den Schwerpunkt bildete die Titanlegierung Ti-6Al-4V mit Proben unterschiedlicher Mikrostruktur und unterschiedlicher mechanischer Wechselbeanspruchung.

In den beiden untersuchten Stahlprobensätzen zeigt sich die schon aus früheren Untersuchungen bekannte Proportionalität des Absorptionskoeffizienten zur Ultraschallfrequenz. Eine Zunahme des im beanspruchten Material gemessenen Ultraschallabsorptionskoeffizienten gegenüber den Werten für die unbeanspruchten Referenz-Proben ist zwar erkennbar, aber nicht ausreichend für eine sichere Unterscheidung. Als Messgröße für eine Bewertung des Materialzustandes scheint die Ultraschallabsorption zu unempfindlich für die untersuchten Stahlproben bei diesen Beanspruchungsarten.

Anders sieht es bei der Titanlegierung Ti-6Al-4V aus. Für die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Ti-6Al-4V Proben mit Duplex-Mikrostruktur wurde ein sehr charakteristisches Verhalten des Ultraschallabsorptionskoeffizienten mit zunehmender Schädigung gefunden. Dieses Material lag in Form gebrochener Ermüdungsproben nach LCF-Beanspruchung vor. Unter der Annahme, dass die Schädigung von der Bruchstelle in der Mitte der Probe zu den Einspannenden hin kontinuierlich abnimmt, ergab sich ein klarer Zusammenhang zwischen Ultraschallabsorption und Ermüdungsschädigung. Vom ungeschädigten Bereich zur Bruchstelle hin bleibt der Absorptionskoeffizient zunächst konstant, nimmt dann deutlich zu, erreicht ein Maximum und nimmt wieder ab für Proben nahe der Bruchstelle. Ein vergleichbares Verhalten zeigen die durch Umlaufbiegung beanspruchten Proben von Ti-6Al-4V im Ausgangszustand (globulares Gefüge) und nach Basis-Wärmebehandlung (lamellares Gefüge): Mit zunehmender Lastspielzahl nimmt der Ultraschallabsorptionskoeffizient zu und nimmt dann im letzten Drittel der Lebensdauer wieder ab. Beim Ausgangszustand tritt das Verhalten allerdings erst bei höheren Frequenzen auf. Kann durch weitere Informationen sichergestellt werden, dass noch nicht das letzte Drittel Lebensdauer-Kurve erreicht ist, wäre es möglich durch eine regelmäßige Überwachung des Absorptionskoeffizienten den Eintritt in die letzte Phase der Lebensdauer zu erkennen. Für einen erfolgreichen Einsatz in der Praxis muss zunächst die Übertragbarkeit der Ergebnisse auf Komponenten sichergestellt werden. Ebenso wichtig ist die zuverlässige Ermittlung der am stärksten beanspruchten Stellen zur korrekten Bestimmung geeigneter Messstellen. Für die in gleicher Weise untersuchten Probensätze der Legierung Ti-6Al-4V, welche zusätzlich zur Basis-Wärmebehandlung unterschiedlich lange ausgelagert wurden um einen ausgehärteten bzw. überalterten Zustand zu erreichen, konnte im untersuchten Frequenzbereich keine Abhängigkeit der Ultraschallabsorption vom Erschöpfungsgrad festgestellt werden. Die verschiedenen Werkstoffzustände sind mit Unterschieden in der Sub-Mikrostruktur (Ausscheidungen, Versetzungen) verbunden. Das beobachtete Verhalten der Ultraschallabsorption kann also klar mit diesen Unterschieden in Zusammenhang gebracht werden.

Ein weiteres Ziel der vorliegenden Arbeit war, eine Erklärung für das Verhalten der Ultraschallabsorption in Materialien mit komplexer Mikrostruktur zu finden, insbesondere für die nicht mit den klassischen Theorien zu erklärende Frequenzabhängigkeit des Ultraschallabsorptionskoeffizienten. Dazu wurden verschiedene Modelle zur Beschreibung des Zusammenhangs zwischen (Sub-)Mikrostruktur und Ultraschallabsorption diskutiert und mit Bezug auf die erzielten experimentellen Ergebnisse bewertet. Eine Wechselwirkung der Schallwelle mit makroskopischen Anrissen konnte anhand der ermittelten Da-

ten nicht bestätigt werden und kommt zumindest als vorrangige Ursache für eine erhöhte Ultraschallabsorption nicht in Frage. Die bekanntermaßen wesentliche Rolle von Versetzungen bei der Verformung metallischer Werkstoffe, sowie der für die Ti-6Al-4V Proben mit durch Auslagerung veränderter Versetzungsstruktur beobachtete deutliche Einfluss auf das Verhalten der Ultraschallabsorption lassen vermuten, dass die Erklärung für ein verändertes Absorptionsverhalten in Materialien mit komplexer Mikrostruktur zumindest zum Teil in der Wechselwirkung der Schallwelle mit Versetzungen zu suchen ist. Es wurden einige Zusammenhänge zwischen Mikrostruktur und Versetzungsstruktur und deren möglicher Einfluss diskutiert, die Frage nach dem Mechanismus konnte jedoch anhand der vorliegenden Daten nicht geklärt werden. Ein vielversprechender Ansatz ist die Abwandlung der Modelle zur thermoelastischen Absorption durch Wärmefluss zwischen Bereichen unterschiedlicher Elastizität. Aus der vorgenommenen Abschätzung der erforderlichen Größenordnung dieser Elastizitätsunterschiede ergibt sich, dass ein Vorliegen von makroskopischen Rissen oder Versetzungszellwänden nicht unbedingt Voraussetzung ist für einen messbaren Beitrag zur Absorption. Bereits eine komplexe Gefügestruktur oder Mehrphasigkeit bei Legierungen kann zu einem Beitrag im betrachteten Frequenzbereich führen. Kommen im Zuge von Wechselverformung Ansammlungen von Versetzungen und von Versetzungsquellen hinzu, sowie durch solche Ansammlungen bedingte mikroskopische Werkstofftrennungen, könnten auch diese über einen solchen Mechanismus zu zusätzlichen Verlusten von Schallenergie beitragen. Weitere Untersuchungen zur Quantifizierung dieser Effekte sind zu empfehlen. Als weiterer Effekt wurde eine kombinierte Wechselwirkung von Elektronen und Mikrostruktur betrachtet. Ein möglicher Einfluss einer Wechselwirkung der Ultraschallwelle mit den freien Elektronen scheint zunächst nicht besonders sinnvoll, da die für die klassische Elektronenabsorption erforderlichen Voraussetzungen nicht gegeben sind. Der im Rahmen dieser Arbeit diskutierte Ansatz zu einer modifizierten Elektronenabsorption, basierend auf lokalen elektrischen Feldern, bedingt durch die Mikrostruktur des Werkstoffs in Kombination mit der Verformung durch die Schallwelle, liefert einige interessante Ergebnisse, die vorliegenden Daten reichen aber nicht aus für eine abschließende Bewertung. Hier sind weitere gezielte Untersuchungen erforderlich, die es erlauben, den Effekt entweder zu bestätigen oder zu widerlegen.

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen haben in Bezug auf die Entwicklung einer Methode zur zerstörungsfreien Erkennung von ermüdungsbedingten Werkstoffveränderungen zumindest für einen Teil der untersuchten Werkstoffe vielversprechende Ergebnisse geliefert. Die für die verschiedenen Mikrostrukturen der Titanlegierung Ti-6Al-4V, insbeson-

dere für die aufgrund ihrer ausgewogenen mechanischen Eigenschaften in der Praxis vielfach eingesetzte Duplex-Struktur, beobachtete signifikante Erhöhung des Ultraschallabsorptionskoeffizienten im beanspruchten Material rechtfertigt eine weitere Untersuchung des Effektes und Überlegungen zur Umsetzung in die Praxis. Für die Anwendung an Komponenten sind noch Weiterentwicklungen erforderlich. Zunächst muss an einer größeren Zahl von Proben bestätigt werden, dass der Effekt reproduzierbar auftritt und ein gegebenenfalls vorliegender Einfluss der werkstoffbedingten Streuung in tolerierbaren Grenzen liegt. Ein wesentlicher Schritt besteht in der Anpassung der Messmethode. Die bei den hier diskutierten Ergebnissen angewandte Methode ist auf Laboranwendungen an Kleinproben beschränkt. Zur Anwendung an Komponenten muss eine andere Möglichkeit der Bestimmung der Ultraschallabsorption gefunden werden, beispielsweise über die Auswertung der Streuung von Oberflächenwellen.

Die Klärung des Zusammenhangs zwischen der beobachteten Ultraschallabsorption und der Mikrostruktur des Materials betreffend konnte keine abschließende Lösung gefunden werden. Einige in der Fachliteratur vorgeschlagene Modelle konnten auf Basis der Ergebnisse dieser Arbeit sowie Erkenntnissen aus anderen Quellen als nicht geeignet bewertet werden. Mit großer Wahrscheinlichkeit tragen in den Materialien mit komplexer Mikrostruktur mehrere verschiedene Wechselwirkungen zur Ultraschallabsorption bei. Gleichzeitig liegen bei den verwendeten Untersuchungsmethoden mit diffusen Schallfeldern verschiedene Wellenmoden vor mit jeweils unterschiedlicher Wechselwirkung mit der Mikrostruktur. Deren jeweiliger Beitrag zur gemessenen Ultraschallabsorption lässt sich nicht ohne Weiteres abschätzen oder bestimmen. Dadurch wird auch eine Zuordnung zwischen Absorptionsmechanismen, Mikrostruktur und experimentellen Daten erschwert. Dennoch haben sich bei den durchgeführten Untersuchungen einige interessante Ergebnisse ergeben, welche die Grundlage für weitere Arbeiten bilden können. Um das Ziel einer umfassenden theoretischen Beschreibung der Wechselwirkung der Schallwelle mit der Mikrostruktur des Werkstoffes zu erreichen, sind weitere Untersuchungen erforderlich. Sinnvoll wäre in jedem Fall eine Erweiterung des untersuchten Frequenzbereichs sowie eine systematische Variation und Verifikation von mikrostrukturellen Parametern der zu untersuchenden Werkstoffe.

Literaturverzeichnis

- [1] G. Dobmann. “Ein Ansatz zur Früherkennung von Ermüdungszuständen am Beispiel von low cycle fatigue-beanspruchten Proben aus Werkstoff 20MnMoNi55“. *16. MPA-Seminar*, 1990.
- [2] M.A. Lang, H.-J. Bassler, G. Dobmann, D. Eifler. “Characterization of the fatigue behaviour of austenitic steel using HTSL-SQUID“. In D.O. Thompson and D.E. Chimenti, editors, *Review of Progress in Quantitative NDE*, volume 17B, pages 1597–1604, 1998.
- [3] S.P. Sagar, N. Parida, S. Das, G. Dobmann, and D.K. Bhattacharya. “Magnetic Barkhausen emission to evaluate fatigue damage in low carbon structural steel“. *Int. J. Fatigue*, 27:317–322, 2005.
- [4] F. Walther, D. Eifler. “Cyclic deformation behavior of steels and light-metal alloys“. *Mat. Sci. Eng.*, A:259–266, 2007.
- [5] J. Schreiber. *Bewertung der Ermüdung und Restlebensdauer anhand der fraktalen Dimension von Verformungsstrukturen*. Abschlussbericht Reaktorsicherheitsforschung Kennzeichen 1501247 Technischer Fachbericht D050115-TW, Fraunhofer-Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren - Institutsteil Dresden, 2005.
- [6] J. Schreiber. *Bewertung der Ermüdung und Restlebensdauer von Anlagenkomponenten anhand des Skalenverhaltens von Rauschsignalen - Fraktale Analyse II*. Abschlussbericht Reaktorsicherheitsforschung Kennzeichen 1501351, Fraunhofer-Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren - Institutsteil Dresden, 2011.
- [7] S. Palm, P. Knoch, K. Maile. *Bewertung der Ermüdung und Restlebensdauer anhand der fraktalen Dimension von Verformungsstrukturen*. Abschlussbericht Reaktorsicherheitsforschung Kennzeichen 1501246, MPA-Auftragsnummer 8890000000, Materialprüfungsanstalt Universität Stuttgart, 2005.

- [8] S. Palm, H. Gertkemper, K. Maile. *Untersuchung zur Beschreibung des Ermüdungsverhaltens kraftwerksspezifischer Stähle im Frühstadium*. Abschlussbericht zum Forschungsvorhaben AiF-Nr. 13109N/VGB-Nr. 219, Materialprüfungsanstalt Universität Stuttgart, 2005.
- [9] H. Rösner. *Thermographic Nondestructive Evaluation of Early Stages Fatigue Damage in Titanium Material*. Dissertation, Naturwissenschaftlich-Technische Fakultät III, Universität des Saarlandes, und Fraunhofer Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren IZFP, Saarbrücken, 2003.
- [10] N. Meyendorf, S. Sathish, H. Rösner, W. Karpen, S. Fassbender, A. Sourkov. "NDE of Fatigue on Metals with Thermography, Acoustic Microscopy and Positron Annihilation Method". In *WCNDT*, Rom, 2000.
- [11] N.G.H. Meyendorf, P.B. Nagy, S.I. Rokhlin (Eds.). *Nondestructive Materials Characterization - With Applications to Aerospace Materials*. Springer Series in Materials Science, Vol. 67, Berlin, Heidelberg, 2004.
- [12] P. Eich. *Zerstörungsfreie Abschätzung der Restlebensdauer metallischer Werkstoffe*. Dissertation, Mathematisch-Naturwissenschaftliche Fakultät, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn, 2009.
- [13] D. Ye and Z. Wang. "Approach to investigate pre-nucleation fatigue damage of cyclically loaded metals using Vickers microhardness tests". *Int. J. Fatigue*, 23:85–91, 2001.
- [14] X. Chen and S. Zhao. "Evaluation of fatigue damage at welded tube joint under cyclic pressure using surface hardness measurement". *Eng. Fail. Anal.*, 12:616–622, 2005.
- [15] H. Ogi, N. Suzuki, and M. Hirao. "Noncontact ultrasonic spectroscopy on deforming polycrystalline copper: dislocation damping and acoustoelasticity". *Met. Mat. Trans. A*, 29A:2987–2993, 1998.
- [16] H. Ogi, T. Hamaguchi, and M. Hirao. "In-situ monitoring of ultrasonic attenuation during rotating bending fatigue of carbon steel with electromagnetic acoustic resonance". *J. All. Com.*, 310:436–439, 2000.
- [17] H. Ogi, Y. Minami, and M. Hirao. "Acoustic study of dislocation rearrangement at later stages of fatigue: Noncontact prediction of remaining life". *J. Appl. Phys.*, 91:1849, 2002.

- [18] T. Ohtani, H. Ogi, Y. Minami, and M. Hirao. “Ultrasonic attenuation monitoring of fatigue damage in low-carbon steels with electromagnetic acoustic resonance (EMAR)“. *J. All. Comp.*, 310:440–444, 2000.
- [19] T. Ohtani, K. Nishiyama, H. Ogi, and M. Hirao. “Ultrasonic attenuation and microstructural evolution throughout tension-compression fatigue of low-carbon steel“. *Mat. Sci. Eng. A*, 442:466–470, 2006.
- [20] S. Kenderian, T.B. Berndt, R.E. Green Jr, and B.B. Djordjevic. „Ultrasonic monitoring of dislocations during fatigue of pearlitic rail steel“. *Mat. Sci. Eng.*, A348:90–99, 2003.
- [21] V. Kommareddy et. al. “Quantification of fatigue using nonlinear ultrasound measurements“. In *ECNDT*, Berlin, 2006.
- [22] J. Frouin, S. Sathish, T.E. Matikas, and J.K. Na. “Ultrasonic linear and nonlinear behavior of fatigued Ti-6Al-4V“. *J. Mater. Res.*, 14:1295–1298, 1999.
- [23] J. Frouin. *Monitoring linear and nonlinear acoustic behavior of titanium alloys during cyclic loading*. Dissertation, School of Engineering, University of Dayton, Dayton, OH, U.S.A., 2001.
- [24] S.P. Sagar, S. Das, N. Parida, and D.K. Bhattacharya. “Non-linear ultrasonic technique to assess fatigue damage in structural steel“. *Scripta Mat.*, 55:199–202, 2006.
- [25] A. Kumar, C.J. Torbet, J.W. Jones, and T.M. Pollock. “Nonlinear ultrasonics for in situ damage detection during high cycle fatigue“. *J. Appl. Phys.*, 106, 2009.
- [26] P. Kalyanasundaram. *NDE of Creep and Fatigue Damages and Defects in Materials*. Technisch-Wissenschaftlicher Bericht 950172-TW, Fraunhofer Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren IZFP, Saarbrücken, 1994.
- [27] H. Willems. “A new method for the measurement of ultrasonic absorption in polycrystalline materials“. In D.O. Thompson and D.E. Chimenti, editors, *Review of Progress in Quantitative NDE*, volume 6, pages 473–481, New York, 1987. Plenum Press.
- [28] B. Haberer. *Berührungslose Messung der Ultraschallabsorption zur Charakterisierung von Werkstoffeigenschaften und -zuständen*. Diplomarbeit, Fachbereich Physik, Universität des Saarlandes und Fraunhofer Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren IZFP, Saarbrücken, 1994.

- [29] V. Deutsch, M. Platte, M. Vogt. *Ultraschallprüfung – Grundlagen und industrielle Anwendungen*. Springer, Berlin Heidelberg, 1997.
- [30] A.S. Birks, R.E. Green, P. McIntire (Eds.). *Nondestructive Testing Handbook - Volume 7 Ultrasonic Testing*. The American Society for Nondestructive Testing, 2nd Edition, 1991.
- [31] W. Gebhardt, W. Hillger, W. Kreier. “Airborne ultrasonic probes: design, fabrication, application“. In *7th ECNDT*, Kopenhagen, 1998.
- [32] R. Stoessel, N. Krohn, G. Busse. “Air coupled ultrasound inspection of various materials“. *Ultrasonics*, 40:159–163, 2002.
- [33] R.B. Thompson. “Physical Principles of Measurement with EMAT Transducers“. In *Ultrasonic Measurement Methods Vol. XIX*. R.N. Thurston, A.D. Pierce (Eds.), Academic Press, 1990.
- [34] H.-J. Salzburger. “EMAT’s and its potential for modern NDE - state of the art and latest applications“. *IEEE International Ultrasonics Symposium*, 2009.
- [35] G. Hübschen. Elektromagnetische Ultraschall-(EMUS) Wandler zur Erzeugung horizontal polarisierter Transversalwellen. In *Ultraschallprüfung von austenitischen Plattierungen, Mischnähten und austenitischen Schweißnähten*. E. Neumann, expert-Verlag, 1995.
- [36] G. Hübschen, H.J. Salzburger. “Inspection of dissimilar metal welds using horizontally polarized shear (SH-)waves and electromagnetic ultrasonic (EMUS-) probes“. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 39:331–344, 1989.
- [37] C.B. Scruby, L.E. Drain. *Laser Ultrasonics - Techniques and Applications*. Adam Hilger, Bristol, 1990.
- [38] A. Hoffmann, W. Arnold. “Modeling of the ablation source in laser ultrasonics“. In D.O. Thompson and D.E. Chimenti, editors, *Review of Progress in Quantitative NDE*, volume 19A, pages 279–286, 2000.
- [39] M. Paul. *Wandstärkemessung im Rohrwalzwerk mittels Laserultraschall*. Dissertation, Fachbereich Physik, Universität des Saarlandes und Fraunhofer Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren IZFP, Saarbrücken, 1998.
- [40] W. Demtröder. *Laserspektroskopie*. Springer, 1998.

- [41] J.-P. Monchalin, R. Héon, P. Bouchard, C. Padioleau. “Broadband optical detection of ultrasound by optical sideband stripping with a confocal Fabry-Pérot“. *Appl. Phys. Lett.*, 55(16):1612, 1989.
- [42] M. Paul, B. Betz, W. Arnold. “Interferometric detection of ultrasound at rough surfaces using optical phase conjugation“. *Appl. Phys. Lett.*, 50:1569–1571, 1987.
- [43] M. Paul. *Breitbandiger Nachweis von Ultraschall mittels Interferometrie und kapazitiven Aufnehmern*. Diplomarbeit, Fachbereich Physik, Universität des Saarlandes und Fraunhofer Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren IZFP, Saarbrücken, 1987.
- [44] B. Campagne, A. Blouin, L. Pujol, J.-P. Monchalin. “Compact and fast response ultrasonic device based on two-wave mixing in a gallium arsenide photorefractive crystal“. *Rev. Sci. Instr.*, 72(5):2478–2482, 2001.
- [45] S. Stepanov. “Photo-electromotive-force effect in semiconductors“, volume 2 of *Handbook of Advanced Electronic and Photonic Materials and Devices*, chapter 6. Academic Press, 2001.
- [46] M.B. Klein, G.D. Bacher. “Robust laser-based detection of lamb waves by photo-EMF sensors“. *Proc. SPIE*, 3399:12–17, 1998.
- [47] R.J. Dewhurst, Q. Shan. “Optical remote measurement of ultrasound“. *Meas. Sci. Technol.*, 10:R139–R168, 1999.
- [48] Monchalin et al., *Method and apparatus for mapping the wall thickness of tubes during production*, United States Patent No. 6,078,397, 2000.
- [49] M. Dubois, T. Drake, and M. Osterkamp. „Low-Cost Ultrasonic Inspection of Composites for Aerospace Applications with LaserUT Technologies“. *Journal of JSNDI*, 57:11–18, 2008.
- [50] C.J. Fiedler, T. Ducharme, J. Kwan. “The laser-ultrasonic inspection system (LUIS) at The Sacramento Air Logistics Center“. In D.O. Thompson and D.E. Chimenti, editors, *Review of Progress in Quantitative NDE*, volume 16, pages 515–522, 1997.
- [51] J.-P. Monchalin. “Laser Ultrasonics: From the Laboratory to Industry“. In D.O. Thompson and D.E. Chimenti, editors, *Review of Progress in Quantitative NDE*, volume 23, 2004.

- [52] W. Erfurt, R. Tatarin, K. Seyfarth, J. Stark. “Laser–Ultraschall – ein Verfahren zur berührungslosen Untersuchung von Baustoffen“. In *Ta-gungsband 16. Internationale Baustofftagung Weimar*, 2006.
- [53] A.S. Nowick, B.S. Berry. *Anelastic Relaxation in Crystalline Solids*. Materials Science Series. Academic Press, New York and London, 1972.
- [54] R. Truell, C. Elbaum, B.B. Chick. *Ultrasonic Methods in Solid State Physics*. Academic Press, New York and London, 1969.
- [55] A.B. Bhatia. *Ultrasonic Absorption*. The Clarendon Press, Oxford, 1967.
- [56] P. Schiller. “Grundtatsachen des Dämpfungsverhaltens der Metalle“. *Z. Metallkde.*, 53:9–17, 1962.
- [57] G. Fantozzi. “Introduction to mechanical spectroscopy - phenomenology and definitions“. In R. Schaller, G. Fantozzi, and G. Gremaud, editors, *Mechanical Spectroscopy Q^{-1} 2001 with Application to Material Science*. Trans Tech Publications, 2001.
- [58] C. Zener. *Elasticity and Anelasticity of Metals*. University of Chicago Press, Chicago, Illinois, 1948.
- [59] A. Akhieser. *J. Phys. USSR*, 1:277, 1939.
- [60] V. Zaitsev, V. Gusev, B. Castagnède. “The Luxemburg-Gorky Effect Retooled for Elastic Waves: a Mechanism and Experimental Evidence“. *Phys. Rev. Lett.*, 69(10):105502–105505, 2002.
- [61] L.D. Landau, E.M. Lifschitz. *Lehrbuch der Theoretischen Physik - Bd. 7 Elastizitätstheorie*. Akademie Verlag, Berlin, 1991.
- [62] T.A. Read. “Internal Friction of Single Metal Crystals“. *Phys. Rev.*, 58(4):371–380, 1940.
- [63] J.S. Koehler. *Imperfections in nearly perfect crystals*. Wiley, New York, 1952.
- [64] A. Granato, K. Lücke. “Theory of mechanical damping due to dislocations“. *J. Appl. Phys.*, 27(6):583–593, 1956.
- [65] G. Gremaud. “Dislocation - point defect interactions“. In R. Schaller, G. Fantozzi, and G. Gremaud, editors, *Mechanical Spectroscopy Q^{-1} 2001 with Application to Material Science*. Trans Tech Publications, 2001.

- [66] J. Baur and W. Benoit. “Origin of the low-frequency internal friction background of gold“. *J. Appl. Phys.*, 60:3473–3478, 1986.
- [67] K. Goebbels. “Structure analysis by scattered ultrasonic radiation“. In R. Sharpe, editor, *Research in Nondestructive Testing*, pages 87–157, London, 1980. Academic.
- [68] R.L. Weaver. “Diffuse field decay rates for material characterization“. In J. D. Achenbach and Y. Rajapakse, editors, *Solid Mechanics Research for Quantitative Nondestructive Evaluation*, pages 425–433, Dordrecht, 1987. Martinus Nijhoff.
- [69] P.M. Morse, K.U. Ingard. *Theoretical Acoustics*. McGraw-Hill, 1968.
- [70] C. Kittel. *Introduction to Solid State Physics*. Wiley and Sons, New York, 1976.
- [71] J. Ruge, H. Wohlfahrt. *Technologie der Werkstoffe*. Vieweg, Braunschweig/Wiesbaden, 2001.
- [72] D. Munz, K. Schwalbe und P. Mayr. *Dauerschwingverhalten metallischer Werkstoffe*. Vieweg, 1971.
- [73] M. Klesnil, P. Lukáš. *Fatigue of metallic materials*. Elsevier, Amsterdam - Oxford - New York - Tokyo, 1992.
- [74] H.-J. Christ. *Wechselverformung von Metallen*. Springer, Berlin - Heidelberg - New York, 1991.
- [75] A. Wöhler. “Über die versuche zur Ermittlung der Festigkeit von Achsen, welche in den Werkstätten der Niederschlesisch-Märkischen Eisenbahn zu Frankfurt a.d.O. angestellt sind“. *Z. f. Bauwesen*, 13:233–258, 1863.
- [76] A. Palmgren. „Die Lebensdauer von Kugellagern“. *VDI Zeitschrift*, 68:339–341, 1924.
- [77] M.A. Miner. „Cumulative Damage in Fatigue“. *J. of Appl. Mechanics*, 12:159–164, 1945.
- [78] K. Lange (Hrsg.). *Umformtechnik*. 2. Aufl. (Nachdruck, Studienausgabe), Springer, Berlin, 2002.
- [79] S.P. Sagar. *Deformation and Damage Assessment in Structural Steel by Magnetic Non-Destructive Techniques*. Interner Ergebnisbericht, Fraunhofer IZFP, Saarbrücken, 2010.

- [80] U. Krupp. *Mikrostrukturelle Aspekte der Rissinitiierung und -ausbreitung in metallischen Werkstoffen*. Habilitationsschrift, Fachbereich Maschinentechnik, Universität Siegen, 2004.
- [81] P. Anugonda, J.S. Wiehn, J.A. Turner. “Diffusion of ultrasound in concrete“. *Ultrasonics*, 39:429–435, 2001.
- [82] G. Dobmann, L. Debarberis, J.F. Coste. “Aging Material Evaluation and Studies by Non-Destructive Techniques (AMES-NDT) – a European Network“. *Nuclear Engineering and Design*, 26:363–374, 2001.
- [83] G. Lütjering. “Influence of processing on microstructure and mechanical properties of $\alpha+\beta$ titanium alloys“. *Materials Science and Engineering*, A243:32–45, 1998.
- [84] M. Peters, C. Leyens (Hrsg.). *Titan und Titanlegierungen*. Wiley-VCH, 2002.
- [85] M.J. Donachie. *Titanium: A Technical Guide*. ASM International, 2000.
- [86] R. A. Wood. *The Effect of Variables on the Fatigue Behavior of Ti-6Al-4V*. EPRI CS-2934 Topical Report, Battelle, Columbus Laboratories, Columbus, OH, 1984.
- [87] B. Schwilling, C. Fleck, D. Eifler. “Cyclic deformation behaviour of ($\alpha + \beta$) titanium alloys under complex mechanical and physiological loading conditions“. *Z. Metallkd.*, 93:620–626, 2002.
- [88] B. Schwilling. *Zyklisches Verformungsverhalten der ($\alpha + \beta$)-Titanlegierungen Ti-6Al-4V und Ti-6Al-7Nb*. Dissertation, Fachbereich Maschinenbau und Verfahrenstechnik, Universität Kaiserslautern, 2005.
- [89] A. Moreau, M. Lord, D. Lévesque, M. Dubois, J.F. Bussière. “Laser-ultrasonic absorption measurements in low carbon steel“. *J. Alloys and Comp.*, 310:427–431, 2000.
- [90] J.L. Stojak Maurer. *Characterization of accumulated fatigue damage in Ti-6Al-4V plate material using transmission electron microscopy and nonlinear acoustics*. Dissertation, School of Engineering, University of Dayton, Dayton, OH, U.S.A., 2001.
- [91] G. Binnig, C. F. Quate, and Ch. Gerber. „Atomic Force Microscope. *Phys. Rev. Lett.*, 56:930–933, 1986.

- [92] U. Rabe and W. Arnold. „Acoustic microscopy by atomic force microscopy“. *Appl. Phys. Lett.*, 64:1493–1495, 1994.
- [93] U. Rabe and S. Hirsekorn. „Atomic force acoustic microscopy: Acoustical imaging on the nm scale“. *J. Acoust. Soc. Am.*, 105:1014, 1999.
- [94] M.J. Lang. *Die Bestimmung elastischer und anelastischer Eigenschaften nanokristalliner Materialien*. Dissertation, Universität des Saarlandes, und Fraunhofer Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren IZFP, Saarbrücken, 2003.
- [95] A.M. Sutin and D.M. Donskoy. “Vibro-acoustic modulation nondestructive evaluation technique“. *Proc. SPIE*, 3397:226, 1998.
- [96] K. E. Van Den Abeele. “Nonlinear elastic wave spectroscopy (NEWS) techniques to discern material damage, part I: Nonlinear wave modulation spectroscopy“. *Research in Nondestructive Evaluation*, 12(1):17–30, 2000.
- [97] V. Zaitsev and P. Sas. “Nonlinear response of a weakly damaged metal sample: A dissipative modulation mechanism of vibro-acoustic interaction“. *J. Vib. Control*, 6:803–822, 2000.
- [98] A. Koka. *Zerstörungsfreie Prüfung mit Ultraschall und zerstörende Prüfung von Klebungen*. Dissertation, Fraunhofer Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren IZFP, Saarbrücken, 2004.
- [99] I. Solodov, J. Wackerl, K. Pfeleiderer, G. Busse. “Nonlinear self-modulation and subharmonic acoustic spectroscopy for damage detection and location“. *Appl. Phys. Lett.*, 84:5386–5388, 2004.
- [100] M.J. Lang, M. Duarte-Dominguez, R. Birringer, R. Hempelmann, H. Natter, and W. Arnold. “Measurement of elastic and anelastic properties of nanocrystalline metals“. *NanoStructured Materials*, 12:811–816, 1999.
- [101] B. Hartmann, J. Jarzynski. “Ultrasonic hysteresis absorption in polymers“. *J. Appl. Phys.*, 43(11):4304–4312, 1972.
- [102] V.E. Nazarov, L.A. Ostrovsky, I.A. Soustova, A.M. Sutin. “Nonlinear acoustics of micro-inhomogeneous media“. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 50:65–73, 1988.
- [103] R.A. Guyer, P.A. Johnson. “Nonlinear mesoscopic elasticity: Evidence for a new class of materials“. *Physics Today*, 52:30–35, 1999.

- [104] R.A. Guyer, K.R. McCall. “Hysteresis, discrete memory, and nonlinear wave propagation in rock: a new paradigm“. *Phys. Rev. Lett.*, 74(17):3491, 1995.
- [105] K. E. Van Den Abeele, P.A. Johnson, R.A. Guyer, K.R. McCall. “On the quasi-analytic treatment of hysteretic nonlinear response in elastic wave propagation“. *J. Acoust. Soc. Am.*, 101:1885–1898, 1997.
- [106] V. Zaitsev, P. Sas. “Elastic moduli und dissipative properties of microinhomogeneous solids with isotropically oriented defects“. *Acoustica - Acta Acoustica*, 86:216–228, 2000.
- [107] V. Zaitsev, P. Sas. “Dissipation in microinhomogeneous solids: inherent amplitude-dependent losses of a non-hysteretic and non-frictional type“. *Acoustica - Acta Acoustica*, 86:429–445, 2000.
- [108] M.A. Lang. *Zerstörungsfreie Charakterisierung des Wechselverformungsverhaltens und der verformungsinduzierten Martensitbildung bei dem austenitischen Stahl X6CrNiTi1810 mittels empfindlicher Magnetfeldsensoren*. Dissertation, Universität des Saarlandes und Fraunhofer Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren IZFP, Saarbrücken, 2000.
- [109] M. Lang, J. Johnson, J. Schreiber, G. Dobmann, H.-J. Bassler, D. Eifler, R. Ehrlich, U. Gampe. “Cyclic deformation behaviour of AISI 321 austenitic steel and its characterization by means of HTC-SQUID“. *Nuclear Engineering and Design*, 198:185–191, 2000.
- [110] A. Vincent, R. Fougères. “Fatigue and internal damping“. In R. Schaller, G. Fantozzi, and G. Gremaud, editors, *Mechanical Spectroscopy Q^{-1} 2001 with Application to Material Science*. Trans Tech Publications, 2001.
- [111] M. Hirao, H. Ogi, N. Suzuki, T. Ohtani. “Ultrasonic attenuation peak during fatigue of polycrystalline copper“. *Acta Materialia*, 48:517–524, 2000.
- [112] A. Hamel, G. Thollet, C. Esnouf, R. Fougères. “Quelques éléments de caractérisation microscopique des parois de cellules de dislocations obtenues par fatigue plastique de l’aluminium 5N polycristallin“. *Scripta Metall.*, 21:1195–1200, 1987.
- [113] A. Kumar, U. Rabe, and W. Arnold. „Mapping of the elastic stiffness of an $\alpha + \beta$ titanium alloy using atomic force acoustic microscopy“. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 47:6077–6080, 2008.

- [114] V. Zaitsev. „Variations in ultrasonic absorption in fatigue-damaged metals: experiments and a proposed mechanism,,. Konzept-Papier und Diskussionen dazu, Saarbrücken, 2002.
- [115] C. Blochwitz and R. Richter. „Plastic strain amplitude dependent surface path of microstructurally short fatigue cracks in face-centered cubic metals“. *Mat. Sci. Eng.*, A267:120–129, 1999.
- [116] M. Reinstädler. *Elastische und tribologische Oberflächencharakterisierung auf der Nanoskala mittels Torsions- und Lateralmoden von Sensorbalken der Rasterkraftmikroskopie*. Dissertation, Universität des Saarlandes und Fraunhofer Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren IZFP, Saarbrücken, 2005.
- [117] Caron A. and Arnold W. „Observation of local internal friction and plasticity onset in nanocrystalline nickel by atomic force acoustic microscopy“. *Acta Materialia*, 57:4353–4363, 2009.
- [118] R.L. Weaver. „Diffuse elastic waves at a free surface“. *J. Acoust. Soc. Am.*, 78:131–136, 1985.

Danksagung

Zum Schluss ein Dank an alle, die mich bei der Erstellung dieser Arbeit unterstützt haben.

Grundvoraussetzung für die experimentellen Arbeiten war, dass man mir die Möglichkeit gab, im Labor des Fraunhofer-Instituts für zerstörungsfreie Prüfverfahren in Saarbrücken zu arbeiten. Dafür danke ich insbesondere Herrn Prof. Arnold, der die Idee für das interessante und anspruchsvolle Thema hatte. Ihm gilt auch mein Dank für die Betreuung der Arbeit und seine Geduld bis zur Fertigstellung der Arbeit nach meinem Weggang vom IZFP.

Die verschiedenen untersuchten Proben wurden zur Verfügung gestellt von Herrn Dr. Dobmann, IZFP, Herrn Prof. Bhattacharya, NML Jamshedpur, Herrn Prof. Meyendorf, während seiner Zeit an der University of Dayton, Herrn Dr. Aubertin vom Lehrstuhl für metallische Werkstoffe an Universität des Saarlandes, sowie Herrn Prof. Eifler, Universität Kaiserslautern. Für diese Unterstützung herzlichen Dank.

Den ehemaligen Kolleginnen und Kollegen am IZFP danke ich für die gute Zusammenarbeit, die mit dafür sorgte, dass ich mich immer gerne auf den Weg ans Institut machte.

Dank gilt auch Prof. Turner, University of Nebraska - Lincoln (UNL), für die gute Zusammenarbeit im Rahmen des gemeinsamen DAAD-NSF Projektes und für seine Unterstützung während meines Aufenthaltes an der UNL.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danke ich für die Finanzierung eines Teils meiner Arbeiten im Rahmen des Graduiertenkollegs *Neue Hochleistungswerkstoffe für effiziente Energienutzung*, dem Deutschen Akademischen Austauschdienst für die Finanzierung meines USA-Aufenthaltes. Ein herzliches Dankeschön geht auch an meine MPA-Kollegen und externe Fachkollegen, die nicht müde wurden, mich zu motivieren, die Arbeit doch endlich fertig zu stellen.

Meiner Familie danke ich für die Unterstützung, die sie mir auf meinem Weg durch die Physik und Werkstoffwissenschaften hat zukommen lassen, und dafür, dass während meiner Zeit als Doktorandin in Saarbrücken nur selten die Frage aufkam, wann ich denn nun anfangen werde, *richtig* zu arbeiten.

Ein besonderer Dank gilt dem Mann an meiner Seite, Sean Dugan, der immer Interesse an meiner Arbeit zeigte und mich immer wieder daran erinnert hat, wie großartig es ist, als Wissenschaftler arbeiten zu dürfen: