



**TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN**

Vienna University of Technology

Diplomarbeit

Analyse und Modellierung der Multi- Ausscheidungskinetik der neuen Nickelbasis-Superlegierung Haynes 282

Ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades eines Diplom-
Ingenieurs unter der Leitung von

Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Guillermo Carlos Requena

E308

Institut für Werkstoffwissenschaften und Werkstofftechnologie

eingereicht an der Technischen Universität Wien

Fakultät für Maschinenwesen und Betriebswissenschaften

von

Katrin Bugelnig

0626171

Boltzmanngasse 10/501

1090 Wien

Wien, am 12.7.2014

Danksagung

Die vorliegende Arbeit wurde am Institut für Werkstoffwissenschaften und Werkstofftechnologie (E308) der technischen Universität Wien im Zeitraum Feber 2014 bis Mai 2014 verfasst und entstand in Zusammenarbeit mit Böhler Schmiedetechnik GmbH & CO KG in Kapfenberg.

An erster Stelle danke ich Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Guillermo Carlos Requena für die wissenschaftliche Betreuung, Durchsicht und Benotung dieser Masterarbeit.

Weiters gilt mein Dank Böhler Schmiedetechnik GmbH & CO KG für die Bereitstellung der untersuchten Proben der Nickelbasis-Superlegierung Haynes 282.

Bei den Mitarbeitern des Instituts bedanke ich mich für die Unterstützung bei der Probenpräparation; Sie waren mit ihrer Erfahrung in diesem Bereich eine große Hilfe.

Des Weiteren möchte ich mich für die Einweisung in die korrekte Anwendung des Lichtmikroskops und des REM bedanken und für die Ermöglichte Benutzung des FEG-SEM der universitären Service-Einrichtung für Transmissions-Elektronenmikroskopie (*USTEM*).

Erwin Povoden-Karadeniz danke ich für die Einführung in das Programm *MatCalc* und die Unterstützung bei der Erstellung der Simulationen.

Schlussendlich bedanke ich mich bei allen Mitarbeitern des Instituts für die angenehme Atmosphäre und die hilfreichen Diskussionen.

Kurzfassung

Die Multi-Ausscheidungskinetik der neuen Nickelbasis – Superlegierung Haynes 282 wurde mittels Lichtmikroskopischen und Rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen und anschließenden Simulationen mit *MatCalc* analysiert. Über Korngrößenanalysen und EDX – Analysen der entstandenen Ausscheidungen wurde der Einfluss verschiedener Wärmebehandlungen und unterschiedlicher Umformgrade des Materials eingehend untersucht.

Das untersuchte Material mit Umformgraden von $\epsilon=0,1;0,7$ & 1 nach dem Schmieden wurde verschiedenen Wärmebehandlungen unterzogen, um Veränderungen der Mikrostruktur und deren Zusammenhang mit den mechanischen Eigenschaften, insbesondere der Bruchdehnung, des Werkstoffes zu evaluieren. Die Proben wurden bei 1107°C und 1115°C Lösungsgeglüht und mit verschiedenen Abkühlraten (*air cooling* vs. *water quenching*) auf Raumtemperatur abgekühlt. Darauf folgte ein Intermediate Ageing bei 996°C bzw. 1010°C für verschiedene Zeiten und entweder ein Final Ageing bei 788°C für acht Stunden oder ein zweistufiges Final Ageing bei 760°C für fünf Stunden, ein zweistündiges Abkühlen auf 650°C im Ofen und eine weitere Stunde auf dieser Temperatur. Für das Kornwachstum schien hauptsächlich das Lösungsglühen verantwortlich zu sein. Ein Lösungsglühen bei γ' – super-solvus – Temperaturen hatte ein Kornwachstum von bis zu 360% bezogen auf den Mittelwert und vollkommen rekristallisiertes Gefüge zur Folge. Es konnte eine Temperaturgrenze für das Kornwachstum zwischen 1010°C und 1107°C festgestellt werden. Es konnte eine starke Abhängigkeit der Ausscheidungskinetik von der Abkühlrate nach dem Schmieden/Lösungsgeglühen festgestellt werden. Hohe *Intermediate Ageing* Temperaturen erzeugten grobe γ' – Teilchen, die hohe Bruchdehnungen zur Folge haben sollten. Mit steigenden Haltezeiten (30,60,120 und 180min) und höheren Umformgraden konnte ein deutlicher Anstieg an sekundären Karbiden, die sich semi-kontinuierlich bis kontinuierlich an den Korngrenzen abschieden vermerkt werden. Reduzierte Bruchdehnung nach Zugversuchen bei gleichen Wärmebehandlungen wurde auf zeilige, grobe Karbide im Gefüge und womöglich auf ein ausgeprägteres Duplexgefüge zurückgeführt. Simulationen der Ausscheidungskinetik ausgewählter Wärmebehandlungsrouten standen weitestgehend im Einklang mit den Experimenten. Basierend auf den experimentellen Ergebnissen und den Simulationen mit *MatCalc* wurden einige Proben, die besonders niedrige oder hohe Bruchdehnungen aufweisen sollten aus der Probenreihe herausgesucht.

Abstract

The multi – precipitation kinetics of the new Ni-base – superalloy Haynes 282 was investigated using light microscopy and SEM analysis, followed by simulations with *MatCalc*. The influence of different heat treatments and deformations on the microstructure was thoroughly investigated by means of grain size analysis and SEM/EDX – analysis of the formed precipitates.

The investigated material with initial deformations of $\epsilon=0,1;0,7$ & 1 was subjected to different heat treatments to evaluate the microstructural changes and their correlation with mechanical properties, in particular the elongation at fracture.

The samples were solution annealed at 1107°C or 1115°C and cooled down to room temperature at different cooling rates (water quench vs. air cooling). This was followed by intermediate ageing at 996°C or 1010°C. And final ageing at 788°C for 8 hours or a two-step final ageing at 760°C for five hours, two hours furnace cooling to 650°C and air cooling to room temperature after one hour at this temperature was applied. Solution annealing above γ' – solvus – temperatures resulted in grain growth up to 360% based on the mean grain size and fully recrystallized microstructures. There seemed to be a temperature boundary for grain growth between 1010°C and 1107°C. A strong influence of the cooling rate after forging/solution annealing on the precipitation kinetics could be observed. High intermediate temperatures produced coarse γ' precipitates, which should result in high elongation values. With increasing ageing times (30, 60, 120 & 180min) and higher deformation degrees higher amounts of secondary carbides could be detected distributed semi-continuously to continuously along the grain boundaries. Reduced elongation after tensile testing with same heat treatment was attributed to the band formation of coarse precipitates and possibly to the existence of duplex microstructures. Simulations of the precipitation kinetics of selected heat treatments were mostly in agreement with the experimental data. Based on the experimental results and the simulations conditions that should lead to large/small elongation at fractures were selected.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung & Motivation	1
2. Materialphysikalischer Hintergrund	2
2.1. Superlegierungen	2
2.1.1. Entwicklung und Klassifizierung von Superlegierungen	3
2.1.1.1. Knetlegierungen	4
2.1.1.2. PM – Superlegierungen	4
2.1.1.3. Gusslegierungen	4
2.2. Thermodynamik von Legierungen	5
2.2.2. Ausscheidungsvorgänge	5
2.2.2.1. Ostwald - Reifung	6
2.2.2.2. LSW - Theorie	6
2.3. Mikrostruktur & Gefügebau	6
2.3.1. γ - Matrix	6
2.3.2. γ' - Ausscheidungen	7
2.3.3. Karbide, Carbonitride und Boride	8
2.3.4. TCP – Phasen	10
2.3.5. Wirkungsweise der verschiedenen Legierungselemente	11
2.4. Wärmebehandlung	14
2.4.1. Auswirkung von Wärmebehandlungen	14
2.4.2. Lösungsglügen	15
2.4.3. Ausscheidungsglügen	16
2.4.4. <i>Direct Ageing</i>	17
2.5. Mikrostruktur und Mechanische Eigenschaften	17
2.5.1. Verbesserte Mechanische Eigenschaften durch Optimierung der Mikrostruktur	17
2.5.2. Einfluss der Korngröße	18
2.5.3. Einfluss von Ausscheidungen	19
2.5.3.1. Einfluss von Korngrenzen-Karbiden	19
2.5.3.2. Einfluss von γ' – Ausscheidungen	20
2.5.3.3. Korngrenzen – Verzahnungen	21
2.5.3.4. intermetallische ausscheidungsfreie Zonen an den Korngrenzen	21
2.6. Haynes 282	21
2.7. <i>MatCalc</i>	23
3. Experimentelle Methoden	25
3.1. Vormaterial	25
3.2. Wärmebehandlung	26
3.3. Metallographie	28
3.3.1. Probenpräparation	29
3.3.1.1. Probenschnitt	29
3.3.1.2. Einbetten, Schleifen & Polieren	30
3.3.1.3. Ätzen	31
3.3.2. Lichtmikroskopie	33
3.3.2.1. Korngrößenanalyse	33

3.3.2.1.1. Exkurs: <i>Axio Vision 4.8.2</i> Tutorial.....	34
3.3.3. Rasterelektronenmikroskopie (REM)	39
3.3.3.1. Energiedispersive Röntgenanalyse (EDX)	40
4. Modellierung mittels <i>MatCalc</i>	41
4.1. Thermodynamische Gleichgewichtsberechnung	41
4.2. Wärmebehandlungen	41
4.2.1. WBH-Route [C29-11_3 & C29-23_3]	42
5. Ergebnisse & Interpretation	45
5.1. Metallographie	45
5.1.1. Gefüge nach dem Schmieden.....	45
5.1.1.1. lichtmikroskopische Untersuchungen	45
5.1.1.2. Korngrößenanalysen.....	46
5.1.1.3. REM – Untersuchungen	47
5.1.2. Wärmebehandelte Proben.....	50
5.1.2.1. lichtmikroskopische Untersuchungen	50
5.1.2.1.1. Korngrößenanalysen.....	50
5.1.2.2. REM – Untersuchungen	58
5.1.3. Zugproben	71
5.1.3.1. Stereomikroskopische Untersuchungen	71
5.1.3.2. Lichtmikroskopische Untersuchungen	72
5.1.3.2.1. Korngrößenanalyse.....	74
5.1.3.3. REM – Untersuchungen	75
5.2. Modellierung mittels <i>MatCalc</i>	80
5.2.1. thermodynamische Gleichgewichtsberechnung.....	80
5.2.2. Wärmebehandlungen	82
5.2.2.1. WBH-Route [C29-11_3 & C29-23_3]	82
6. Diskussion	91
6.1. Metallographie	91
6.1.1. Gefüge nach dem Schmieden.....	91
6.1.2. Wärmebehandelte Proben	92
6.1.3. Zugproben	97
6.2. Modellierung mittels <i>MatCalc</i>	101
6.2.1. thermodynamische Gleichgewichtsberechnung	101
6.2.2. Wärmebehandlungen.....	103
6.3. Proben mit erwarteter hoher/niedriger Bruchdehnung.....	104
6.3.1. vermutlich hohe Bruchdehnung	104
6.3.2. vermutlich niedrige Bruchdehnung.....	107
6.4. Anhaltspunkte für eine optimale Wärmebehandlung	111
7. Zusammenfassung	113
8. Literaturverzeichnis	115
9. Anhang	123
9.1. Lichtmikroskopische Aufnahmen aller untersuchten Proben	123
9.2. Auswertungen der Korngrößenanalysen aller untersuchten Proben.....	124
9.3. <i>MatCalc</i> - Skripts	139

1. Einleitung & Motivation

Die immer weiter ansteigenden Anforderungen aus der Luftfahrtindustrie in Bezug auf Werkstoffe, die den immer höher werdenden Temperaturen in Turbinen - zur Erhöhung des Wirkungsgrades - standhalten können, stellt die treibende Kraft zur Erforschung und Entwicklung neuer Superlegierungen dar. Superlegierungen zeichnen sich durch eine komplexe chemische Zusammensetzung und ausgezeichnete Temperatur- und Korrosionseigenschaften aus. Diese Hochtemperaturwerkstoffe spielen insbesondere im Turbinen- und Triebwerksbau eine bedeutende Rolle, da sie den thermischen Wirkungsgrad (höchst mögliche Verbrennungstemperatur) maßgeblich beeinflussen.

Ein besonderes Augenmerk bei der Erforschung solcher Werkstoffe auf die Gruppe der Nickelbasis-Legierungen gelegt, da diese bei der Anwendung in den heißesten Bereichen bezüglich der oben genannten erforderlichen Eigenschaften die vielversprechendsten Ergebnisse liefern.^{[1][2]}

Ein Resultat der Entwicklung neuer Hochtemperaturwerkstoffen auf Nickel-Basis wäre die neue Nickelbasis-Superlegierung Haynes 282 der Firma *Haynes International*, die herausragende Hochtemperatureigenschaften mit guter Schweißbarkeit und Reproduzierbarkeit vereint.^[3] Dieser neuartige Werkstoff wird aufgrund seiner hohen Temperaturbeständigkeit unter anderem im Bereich der *Exhaust Casings* bei den neuen *geared Turbofan* Triebwerken von *Pratt&Whitney* eingesetzt. Während früherer Untersuchungen konnte eine starke Abhängigkeit der Bruchdehnung des Werkstoffes von der Bauteilposition und der Orientierung der Probe zum Faserverlauf bei unveränderter Wärmebehandlung festgestellt werden, deren Ursache bis dato noch nicht bekannt ist. Im Zuge dieser Arbeit soll unter anderem nach Gründen für die Varianzen der Bruchdehnung bei den Zugproben gesucht werden, die ein hohes Risiko für kritische Schmiedeteile im Triebwerk darstellen können.^[4]

Ziel ist es, die Größen, Mengen und Positionen der verschiedenen Ausscheidungstypen und die Korngrößen und Verteilungen in Abhängigkeit von der thermomechanischen Historie der wärmebehandelten Haynes 282 Schmiedeteile mittels Lichtmikroskopie und REM zu analysieren und deren Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes festzustellen. Außerdem werden ausgewählte Zugproben, die bei gleichbleibender Wärmebehandlung stark unterschiedliche Bruchdehnungen aufwiesen untersucht und der Zusammenhang zwischen den dokumentierten Mikrostrukturfeatures und der Bruchdehnung des Materials evaluiert. Weiters soll die komplexe Multi-Ausscheidungskinetik mit *MatCalc* modelliert und mit den realen Ausscheidungsdaten verglichen werden, um unter anderem auch die Reproduzierbarkeit der mit dem Programm errechneten Ergebnisse sicherzustellen.

2. Materialphysikalischer Hintergrund

2.1. Superlegierungen

Superlegierungen sind Hochtemperaturwerkstoffe mit komplexer chemischer Zusammensetzung, die auf Elementen der Gruppe VIII des Periodensystems basieren und extremen mechanischen, thermischen (Einsatz bei $>600^{\circ}\text{C}$ – 1150°C) und korrosiven Belastungen langfristig standhalten können.^[6] Sie finden Anwendung in Turbinenschaufeln, Brennkammeranwendungen, Ofenteilen, Hochtemperaturprozessanlagen und Hitzeschilden. Die meisten Superlegierungen bestehen aus unterschiedlichen Kombinationen von Ni, Co, Fe und Cr, als auch aus kleineren Anteilen an C, B, Zr, W, Mo, Nb, Ta, Hf, Ti und Al. Diese Werkstoffe können eine Einsatztemperatur von bis zu 85% der Schmelztemperatur erreichen und werden je nach Hauptlegierungselement in Nickel-, Kobalt- und Eisen-Basis-Superlegierungen eingeteilt.^{[7][8]}

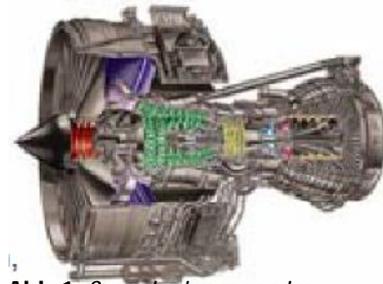


Abb. 1: Superlegierungen im Triebwerk (eingefärbte Teile: Komponenten mit besonders hohen Temperaturbelastungen)^[5]

Im Folgenden soll genauer auf die für diese Arbeit wichtigen Nickelbasis-Superlegierungen eingegangen werden: Diese sind die erfolgreichsten Legierungen und haben Einsatztemperaturen von 900°C – 1150°C . Mit 0,85 haben sie die höchste homologe Temperatur von allen Werkstoffen bei gleichzeitiger mechanischer und korrosiver Beanspruchung. Ab einer Temperatur von 650°C übertreffen sie die Festigkeit der Hochtemperaturstähle.

Da die Gitterstruktur dieser Legierungen bis zum Schmelzpunkt durchgehend kfz ist, kann auf das Hinzufügen gitterstabilisierender Elemente verzichtet werden. Auch die Diffusionsgeschwindigkeit ist geringer als im krz - Kristall. Im Allgemeinen bestehen diese Superlegierungen also aus einer kfz γ -Matrix und mehreren primären Phasen wie γ' (ausscheidungshärtend), MC und sekundären Phasen wie etwa $M_{23}C_6$ und M_6C . Wobei die beiden ausscheidungshärtenden Phasen sich direkt auf die Materialeigenschaften auswirken, während die Karbide beispielsweise durch die Stabilisierung der Korngrenzen gegen Scherkräfte indirekt verbessernd wirken.^[9]

Die Materialeigenschaften können je nach Anwendung durch Variieren der Legierungselemente adaptiert werden. So kann beispielsweise durch eine Zulegierung sehr hoher Al-Gehalte ein Korrosionsschutz bis zu sehr hohen Temperaturen gewährleistet werden.^{[10][11]}

Besondere Materialeigenschaften von Nickelbasis-Legierungen:

- Hohe thermische Langzeitfügestabilität
- Ausreichende HT-HCF¹ bei schwingenden Bauteilen
- Ausreichende HT-LCF² und TF³
- Ausreichende Mindestduktilität und -zähigkeit
- Ausreichende Kriech- und Zugfestigkeit
- Ausreichende HT-Korrosionsbeständigkeit (Betrieb in nicht-inerter Atmosphäre)

Einen großen Vorteil der Nickelbasis-Superlegierungen stellt auch ihre gute Reproduzierbarkeit in der Herstellung als auch in der Be- und Verarbeitung – trotz der

¹ Hoch-zyklische Hochtemperatur-Ermüdungsfestigkeit

² Nieder-zyklische Hochtemperatur-Ermüdungsfestigkeit

³ Thermische Ermüdungsfestigkeit

hohen mechanischen, thermischen und chemischen Belastbarkeit – dar. Nachteile dieses Typs der Legierungen wären die Begrenzung des Langzeiteinsatzes auf Temperaturen bis 1150°C, da Nickel den niedrigsten Schmelzpunkt aller Basismetalle und hohe homologe Temperaturen aufweist. Außerdem ist auf Grund der geringen Temperaturleitfähigkeit und des hohen thermischen Ausdehnungskoeffizienten eine hohe Anfälligkeit für thermische Ermüdung zu beobachten.^{[6][7]}

2.1.1. Entwicklung und Klassifizierung von Superlegierungen

Bei der Entwicklung von Superlegierungen wird gezielt auf - ökonomisch vertretbare - verbesserte Reproduzierbarkeit, Gefügestabilität, Schweißbarkeit und mechanische Eigenschaften eingegangen.

Die bekanntesten bis heute im Flugzeug- und stationären Gasturbinenbau eingesetzten Superlegierungen (oder Modifikationen dieser Superlegierungen) sind unter anderen Nimonic 80A, Waspaloy, Udimet 500, Inconel 625 und Inconel 718.^{[12][13]}

Die stetige Weiterentwicklung der Superlegierungen zu Mehrstoffsystemen mit unterschiedlichen Härtungsmechanismen konnte unter anderem durch die Entwicklung von Verfahren wie Schmelztechnologien (VIM-Induktionsschmelzen im Vakuum, Vakuumschmelzung, etc.), Gießtechnologien (Feingusstechnik, DS- und SC-Gusstechnologie, etc.) oder Beschichtungstechnologien (metallische Korrosionsschutzschichten und keramische Wärmedämmschichten, Plasmaspritzen, etc.) realisiert werden. Die Vorteile der pulvermetallurgischen Herstellungsmethode (Verdüstungstechnologie, HIP, etc.) für Superlegierungen wurden bereits in den sechziger Jahren erkannt. Durch die fortwährende Innovation der Herstellungsprozesse wurde in den letzten 60 Jahren ein Anstieg der Einsatztemperaturen von geschmiedeten Superlegierungen auf 850°C erreicht. Neue einkristalline Superlegierungen sind bis zu 1050°C einsetzbar.^{[14][15]}

Die Nickelbasis-Superlegierungen werden in Knetlegierungen, Gusslegierungen und PM⁴-Superlegierungen eingeteilt.^[16]

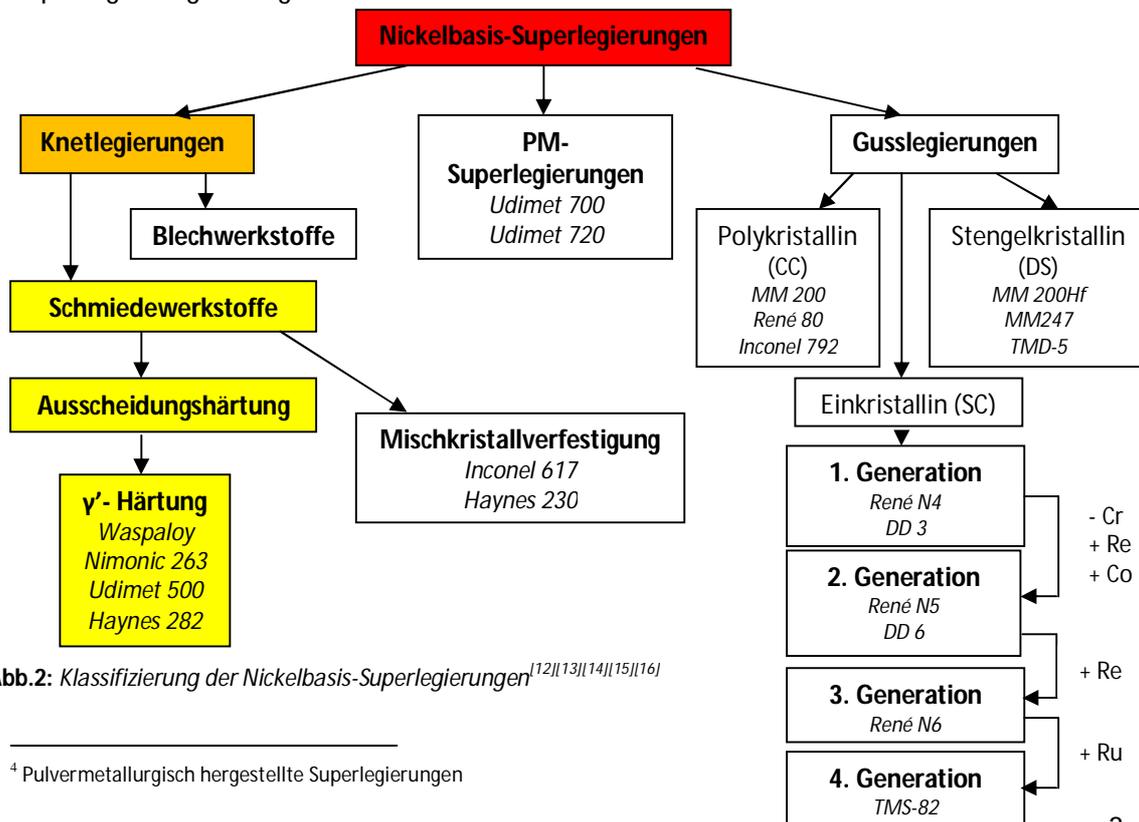


Abb.2: Klassifizierung der Nickelbasis-Superlegierungen^{[12][13][14][15][16]}

⁴ Pulvermetallurgisch hergestellte Superlegierungen

2.1.1.1. Knetlegierungen

Wie in *Abb. 2* dargestellt, können Knetlegierungen je nach Verfestigungsmechanismus in *mischkristallgehärtete* (z.B.: Inconel 617 oder Haynes 230) und *ausscheidungsgehärtete* (z.B.: Waspaloy, Udimed 500, Nimonic 236, Nimonic 105, etc.) Superlegierungen eingeteilt werden.

Mischkristallgehärtete Superlegierungen: Diese Art der Knetlegierungen besteht nur aus in der γ -Matrix löslichen Elementen und zeichnet sich durch eine gute Korrosionsbeständigkeit, bleibende Zähigkeit bei Langzeitauslagerungen und Hochtemperaturfestigkeit (Kriechfestigkeiten über 870°C) aus.

Weitere Vorteile bieten die gute Umschmelzbarkeit und nur geringe Probleme mit den Seigerungen, da die Legierungselemente - wie schon erwähnt - nahezu vollständig löslich sind. Nachteile dieser Legierungstypen liegen unter anderem in der, aus dem hohen Fließwiderstand bei Verformungstemperatur resultierenden, schlechten Umformbarkeit.^[17]

Ausscheidungsgehärtete Superlegierungen: Der Großteil der verwendeten ausscheidungsgehärteten Superlegierungen fällt unter den Bereich der γ' -gehärteten Nickelbasis-Superlegierungen, die bei 700°C eine gute Langzeitkriechbeständigkeit aufweisen.^[18] Bei der in dieser Arbeit zu untersuchten Nickelbasis-Superlegierung Haynes 282 handelt es sich um diese Legierungstypen.

Verglichen mit den mischkristallgehärteten Superlegierungen erweist sich die Herstellung der ausscheidungsgehärteten Superlegierungen als schwieriger. Es besteht die Möglichkeit der Freckle⁵-Bildung beim Umschmelzen großer Blöcke.^[19] Weiters sind die Umformkräfte bei γ' -gehärteten Superlegierungen sehr hoch und das Temperaturintervall⁶ für die Umformbarkeit sehr klein. Aus diesem Grund muss bei dieser Legierungstypen der Volumenanteil der γ' - Phase auf 20% begrenzt werden, um dieses Intervall ausreichend groß zu halten. Bei zu hohen Temperaturvariationen kommt es zu verminderter Duktilität und somit zu erhöhter Rissgefahr.^{[7][8][9][20]}

2.1.1.2. PM-Superlegierungen

Die pulvermetallurgische Herstellungsmethode eignet sich vor allem für kleinere, kompliziertere Komponenten, ist aber für große Bauteile technologisch nicht anwendbar. Derartig hergestellte Werkstoffe (fast jeder polykristalline Werkstoff ist auf diese Weise herstellbar) bieten im Vergleich zu herkömmlich schmelzmetallurgisch hergestellten Werkstoffen eine Reihe von Vorteilen. So können homogene, seigerungsfreie Werkstoffe produziert werden, die isotrope Eigenschaften aufweisen. Die Härtingsphasen mit definierter Korngröße sind gleichmäßig in der Matrix verteilt. Ein Beispiel für diese Kategorie der Superlegierungen stellen die ODS-Werkstoffe dar, die mit klassischen Metallurgieprozessen nicht herstellbar sind.^{[21][22][23]}

2.1.1.3. Gusslegierungen

Zur Herstellung hochkriechbeständiger Superlegierungen werden die Vakuum-Feingusstechnologie, zur Erzeugung sehr präziser Bauteile, und die Erstarrungstechnologie,

⁵ beim Umschmelzen in liquid-solid Regionen (Muschy-Zone) entstehender Makrodefekt

⁶ Bereich zwischen γ' -Lösungstemperatur und Solidustemperatur

zur Produktion von stängelkristallinen und auch einkristallinen Turbinenschaufeln, angewendet.^{[24][25]}

2.2. Thermodynamik von Legierungen

2.2.1. Ausscheidungsvorgänge

Diffusionsgesteuerte Vorgänge spielen eine vorrangige Rolle im Hochtemperaturbereich und lassen sich auch in Legierungen, die speziell für den Einsatz bei solchen Temperaturen entwickelt wurden, nicht vermeiden. Es kommt zur Neubildung ungünstiger Phasen⁷ (TCP, Karbid- oder Borid-Filme an den Korngrenzen), Vergrößerung und Änderungen der Morphologie der vorhandenen Phasen abhängig von Temperatur und Zeit. Diese können sich negativ auf die mechanischen Eigenschaften auswirken.^{[7][26][27]}

Abb.3 zeigt das Zeit – Temperatur – Ausscheidungsdiagramm (ZTA - Diagramm) der γ' - gehärteten Legierung Waspaloy. Mit diesem Typ von Diagrammen können die oben beschriebenen Vorgänge beschrieben werden. Man kann daraus auch Rückschlüsse auf Temperaturbereiche ziehen, bei denen es zur Ausbildung verschlechternd wirkender Phasen und Prozessen kommen würde.^[26]

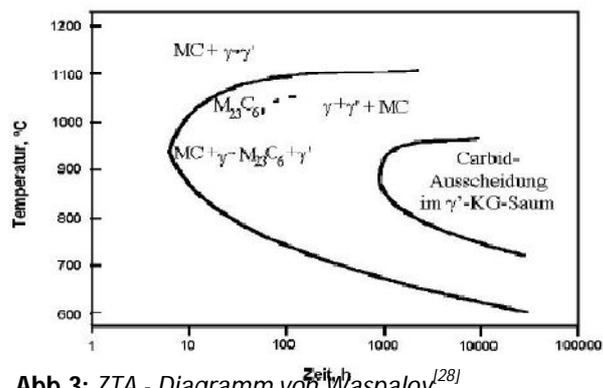


Abb.3: ZTA - Diagramm von Waspaloy^[28]

Die Einstellung des Phasengleichgewichts von Legierungen im homogenen Mischkristallbereich kann durch kontrolliertes Abkühlen nach dem Lösungsglühen, bei dem die Möglichkeit für Ausscheidungsumwandlungen besteht, unterdrückt werden. Der resultierende übersättigte Mischkristall bietet die treibende Kraft für Aushärtungsprozesse.

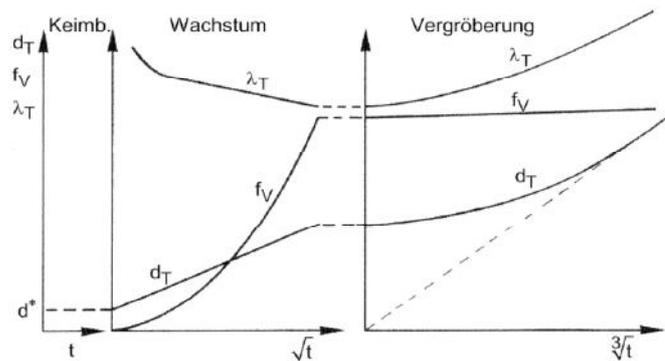


Abb.4: Zeitlicher Verlauf der Teilchengröße d_T , des Abstands λ_T und des Volumenanteils f_V bei den drei Stadien des Ausscheidungsvorgangs^[7]

Wie in Abb.4 ersichtlich können Ausscheidungsvorgänge in drei Stadien – Keimbildung, Kornwachstum und Vergrößerung (Ostwald - Reifung) - ablaufen.

Keimbildung durch statistische Fluktuationen kleiner kristalliner Teilchen findet nur bei - für das Überschreiten des kritischen Keimbildungsradius r_c - ausreichender Unterkühlung der Schmelze statt. Ist der Radius größer als r_c können die Keime wachsen.

Abb. 4 zeigt, dass sich während der Inkubationszeit Keime mit der kritischen Größe d^* bilden.

⁷ Siehe Kapitel 2.3.

Während des Keimwachstums findet ein Teilchenwachstum statt, das im Allgemeinen einem $t^{0,52}$ – Gesetz folgt. Der Teilchenvolumenanteil verläuft bis zum Erreichen eines Gleichgewichtszustandes annähernd linear.

Im Stadium der Vergrößerung ist eine weitgehende Konstanz des Volumenanteils beobachtbar, während es durch das weitere Ansteigen des Teilchendurchmessers nach dem $t^{0,33}$ - Gesetz zu einer Umlösung des Gefüges mit Vergrößerung kommt.^{[7][11]}

2.2.2.1. Ostwald – Reifung

Bei einigermaßen konstantem Volumenanteil ist die Gesamtoberfläche grober Teilchen kleiner, als die von einer großen Anzahl kleiner Teilchen. Zum Erreichen des Gleichgewichtszustandes muss die Grenzflächenenergie ein Minimum annehmen. Wie in *Abb.5* anhand vom

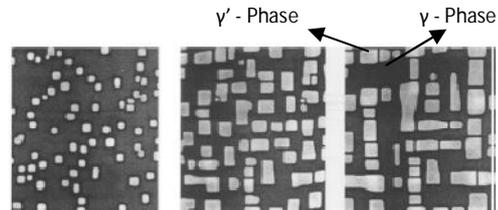


Abb.5: Ostwald – Reifung von γ'^{d6}

Beispiel von γ' zu sehen, wachsen bei der Vergrößerung die großen Teilchen auf Kosten der kleinen Teilchen. Wenn die kleinen Teilchen durch den Materiestrom zu den großen Partikeln, einen kritischen Radius erreicht haben, lösen sie sich schließlich auf. Wie schon oftmals erwähnt, hat die Mikrostruktur einen erheblichen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften von Materialien, da die Partikel und die elastischen Verzerrungen in ihrer Umgebung die Ausbreitung von Versetzungen im Kristallgitter verhindern.^{[11][28]}

2.2.2.2. LSW – Theorie

Die LSW – Theorie (nach *Wagner* und *Lifshitz & Sylozov* 1961) ist eine Vergrößerungstheorie, die sich auf die Ostwald – Reifung bezieht und sich mit einer 3D - Vergrößerung sphärischer und kubischer Teilchen in einer homogenen Matrix beschäftigt. Sie besagt, dass das Wachstum des Teilchenradius zeitlich proportional zur dritten Wurzel der Zeit verläuft. Die zur Vergrößerung treibende Kraft ist die Minimierung der Grenzflächenenergie pro Volumeneinheit der Partikel. Diese Theorie hat jedoch ihre Beschränkungen. Sie berücksichtigt beispielsweise elastische Verspannungen und die Ausscheidungsgrößen noch nicht.^{[29][30]}

2.3. Mikrostruktur & Gefügebau

Das Gefüge von Superlegierungen besteht aus mehreren Phasen, die untereinander wechselwirken. Beim Einsatz unter hohen Temperaturen ist die Mikrostruktur dynamischen Änderungen ausgesetzt. Nickelbasis-Superlegierungen bestehen im Wesentlichen aus den kubisch flächenzentrierten γ - und den $L1_2$ geordneten γ' -Phasen.^{[8][31]} Im folgenden Abschnitt werden die in dem zu untersuchenden Werkstoff vorkommenden Phasen und deren Aufbau kurz beschrieben.

2.3.1. γ -Matrix

Die γ -Phase ist eine kfz Mischkristall-Phase, die neben dem Basiselement Nickel auch noch wesentliche Anteile an Co, Cr, Fe, Mo oder W enthalten kann. Diese Elemente sind besonders geeignet, da deren Atomgrößen sich stark von der des Basiselements unterscheiden und somit durch die *Atomgrößen-Fehlpassung* eine

Mischkristallverfestigung hervorrufen (besonders Mo und W). Außerdem wird das Gleiten von Versetzungen durch die Veränderung der Stapelfehlerenergie des Systems beeinflusst (besonders Cr und Co), wodurch eine Steigerung der Kriechfestigkeit bei Verringerung der Stapelfehlerenergie realisiert werden kann.^[32] Obwohl Elemente wie Ta, Nb, Hf, Zr, Ti und Al auch Abweichungen im Bezug auf den Atomradius von Nickel aufweisen, können diese aber nur begrenzt in der γ -Matrix gelöst werden und neigen zur Bildung anderer, nicht erwünschter Phasen. Auch Re, Ru und Ir kann zulegiert werden.^{[7][8]}

Da Nickel ($E=210\text{GPa}$ bei RT) andere Legierungselemente aufnehmen kann, mit denen es Mischkristalle bildet, ohne an Phasenstabilität zu verlieren, ist es von allen für Hochtemperaturwerkstoffe verwendeten Basiselementen bezüglich der Kombination von mechanischen Eigenschaften, Korrosionsbeständigkeit und Verarbeitbarkeit am besten geeignet. Durch die Zulegierung von Cr oder auch Al kann durch die Bildung von Cr_2O_3 -reichen Schutzschichten ein ausreichender Korrosionsschutz realisiert werden. Im Hochtemperaturbereich weist Nickel durch die Zulegierungen auch eine besonders hohe Festigkeitssteigerung auf.^[7]

2.3.2. γ' -Ausscheidungen

Die kohärente⁸, intermetallische, kfz - strukturierte γ' - Phase ist hauptverantwortlich für die Festigkeitssteigerung sowie die außerordentlichen Hochtemperatureigenschaften, und liegt in der geordneten L1_2 -Form ($\text{Ni}_3\text{Al/Ti}$) vor. Obwohl sie die gleiche Kristallstruktur wie die γ - Phase besitzt, ist die Elementarzelle der γ' - Phase doppelt so groß. Es benötigt mindestens zwei Versetzungen für eine Verformung, woraus die gute Temperaturbeständigkeit resultiert.

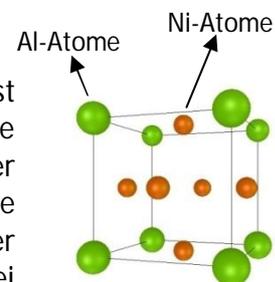


Abb.6: Kristallstruktur der γ' - Phase^[33]

γ' - Ausscheidungen erzeugen elastische Verzerrungen im Kristallgitter und ihr Volumenanteil kann in Superlegierungen bis zu 70% betragen.^[6]

Die zulegierten Elemente können entweder die Al-Atome, die Ni-Atome oder beide Atomsorten substituieren. Al bzw. Ti kann beispielsweise durch Nb (=Cb), Ta, V, Mn und Si ersetzt werden; diese Substituenten steigern die Einsatztemperatur und die Zeitstandfestigkeit durch das Stabilisieren der γ' - Phase. Langsam diffundierende Elemente wie Ta und Nb verhindern eine γ' - Vergrößerung. Nickel-Atome werden durch Co oder Cu substituiert. Mo, Cr, Fe und W haben die Möglichkeit beide Atomtypen zu ersetzen. Cr steigert zwar die Korrosionsbeständigkeit, senkt aber den γ' - Anteil, weswegen ein Mittelweg gefunden werden muss.

γ' - Ausscheidungen sind für gewöhnlich sehr fein, über die ganze Matrix verteilt und nur mit dem Elektronenmikroskop detektierbar; sie können in verschiedenen Morphologien auftreten. Hierfür ist die Abweichung δ (Fehlpassung) zwischen den Gitterparametern der γ - Matrix (a_γ) und der kohärenten γ' - Ausscheidungen ($a_{\gamma'}$) verantwortlich ($\delta = (a_\gamma - a_{\gamma'})/a_\gamma$).^[34] Die Größe dieser Fehlpassung ist von den zulegierten Elementen abhängig. Eine hohe Fehlpassung wirkt sich bei niedrigen bis mittleren Temperaturen günstig auf Festigkeit und Härte aus. Bei hohen Temperaturen ist eine geringe Fehlpassung anzustreben. Zur Verbesserung der Kriechfestigkeit kann neben der Veränderung der Fehlpassung auch der Volumenanteil, die Größe, Form oder Anordnung verändert werden. Während runde Teilchen bei sehr kleinen Fehlpassungen auftreten, sind bei sehr hohen Fehlpassungen kubische Teilchen zu beobachten.

⁸ $a_\gamma - a_{\gamma'}$

Außerdem wurde eine Änderung der Morphologie von Nickelbasis-Legierungen mit zunehmender Glühdauer festgestellt. Es ist eine Entwicklung von einem runden Keim (nur bei sehr kleinem δ oder in den frühen Stadien der Vergrößerung) hin zu einem Würfel, zu einer Anordnung von Würfeln und Festkörperdendriten beobachtbar (siehe *Abb. 17*).^{[6][9][35][36][37][38][39]}

2.3.3. Karbide, Carbonitride und Boride

Neben dem γ' – Härtungsmechanismus, spielen in Superlegierungen auch noch andere Härtungsmechanismen, wie die Mischkristall-Härtung eine wichtige Rolle. Sie kommt durch Legierungselemente wie Mo, Cr, W oder Ta, die hohe Schmelztemperaturen und niedrige Diffusivitäten aufweisen, zustande. Während der Wärmebehandlung unterstützen diese Elemente die Bildung von Karbiden wie M_6C und $M_{23}C_6$. Diese entstandenen Karbide werden das Kornwachstum hemmen und die Korngrenzen verstärken. Diese Verfestigung des Materials durch Karbide ist stark abhängig von der Form, Größe und Verteilung der Ausscheidungen. Der Wärmebehandlungsprozess kann die Mikrostruktur-Features von Superlegierungen signifikant verändern und somit auch die mechanischen Eigenschaften bestimmen.^[40]

Die meisten Superlegierungen enthalten einen geringen Anteil an Kohlenstoff, der bei einem Gehalt zwischen 0,05 – 0,2% - abhängig von den Legierungselementen und dem Herstellungsprozess - zur Ausbildung einer Reihe von Karbiden⁹ wie MC , $M_{23}C_6$, M_6C oder $M(C,N)$ führt, die unter anderem die Kriecheigenschaften verbessern können.^{[8][41]}

Den Legierungen wird ein geringer Bor-Gehalt (<0,03%) zugefügt, um die Kriecheigenschaften zu optimieren. Es bilden sich Boride des Typs M_3B_2 aus.^{[33][42]}

Karbide und Boride können die Hochtemperatureigenschaften einer Legierung maßgeblich verbessern. Während Monokarbide dabei nur eine kleine Rolle spielen, trägt $M_{23}C_6$, das sich vor allem an den Korngrenzen ausscheidet, hauptsächlich zur Optimierung der Kriecheigenschaften bei. Karbide an Korngrenzen tragen zur Erhöhung der Festigkeit bei und verhindern Korngrenzengleiten.^[9]

Die Anzahl und Verteilung dieser Karbide sollte aber genau kontrolliert werden, da sie sonst bei linienartiger Anordnung und Verbindung von Karbiden die Hauptursachen von Nukleation und Rissfortschritt sind (siehe *Abb. 9*).^[34]

Abb. 7 zeigt die im Gefüge einer Nickelbasis – Superlegierung typischerweise vorkommenden Ausscheidungen.

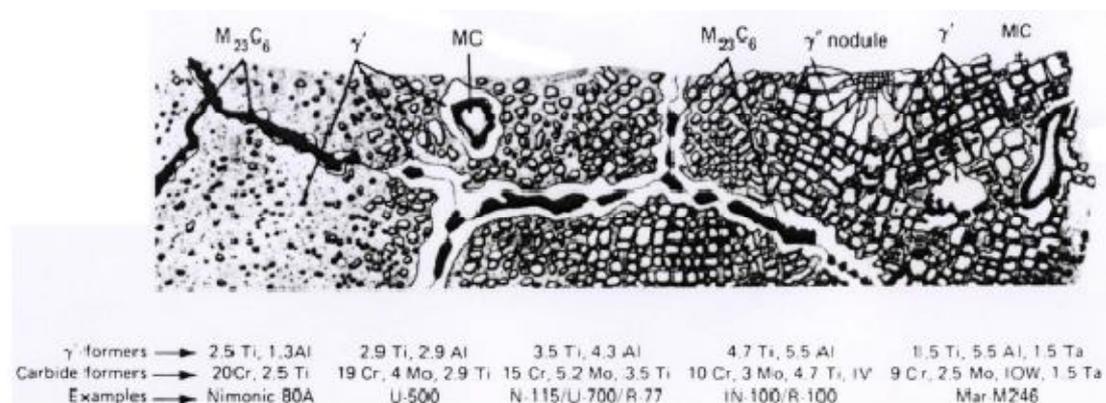


Abb.7: typisches Gefüge von Nickelbasis – Superlegierungen^[30]

⁹ M ... steht für die metallischen Komponenten (Cr, Mo, Ti, Ta, Hf)

MC: Diese Primärkarbide besitzen eine kubisch flächenzentrierte Struktur und kommen in blockartiger, globularer oder zeichenartiger Morphologie vor. Diese erweisen sich als eine thermodynamisch sehr stabile Phase (Abnahme der Stabilität gemäß der Reihe HfC, TiC, TaC, NbC und VC), entstehen während der Erstarrung aus der Metallschmelze und sind statistisch verteilt an

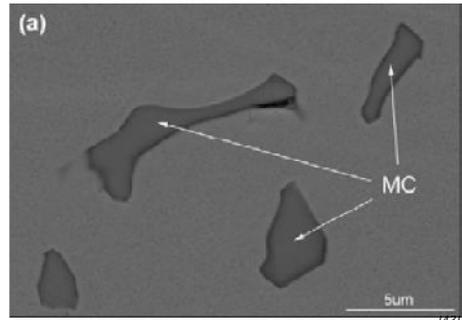


Abb.8: MC Karbide in Haynes 282 im Gusszustand^[43]

den Korngrenzen, sowie im Korninneren – ohne oder nur mit geringer Orientierung bezüglich der Matrix - aufzufinden. Sie zeigen eine niedrige Vergrößerungsrate bei erhöhten Temperaturen, was die Kriechbeständigkeit signifikant erhöht.^{[8][44]}

M(C,N): MC-Karbide können auch je nach Zusammensetzung der Legierung (Ti-, Al-, N-Gehalt) und Stickstoffverunreinigungen (N aus Schmelze oder Reststickstoff aus dem Werkstoff) in kubische Carbonitride der Form M(C,N) eingebaut sein. Diese sind lichtmikroskopisch von den MC Karbiden (grauviolett) auf Grund ihrer durch den hohen Stickstoffgehalt orangen-roten Färbung unterscheidbar.^{[8][41][44]}

M₂₃C₆: Die M₂₃C₆ - Phase bildet sich bei relativ niedrigen Temperaturen unterhalb von 980°C insbesondere bei Legierungen mit hohem Cr-Gehalt durch eine Reaktion zwischen der Matrix und den Primärkarbiden aus: $MC + \gamma \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma'$. M₂₃C₆ hat eine große kubische Elementarzelle vom Typ D8₄ (92 Metall- und 24 C-Atome).^[45]

Im Gegensatz zu den MC Karbiden setzten sich die M₂₃C₆ – Ausscheidungen vorzugsweise in zeiliger Form an den Korngrenzen - ohne besondere Orientierung bezüglich der Matrix - ab und verbessern durch ihre Behinderung des Korngrenzengleitens die Kriech- und Kriechriss - Eigenschaften der Legierung. Jedoch sind durchgehende M₂₃C₆-Karbidgefilme an den Korngrenzen schädlich und deshalb unerwünscht. Im Korn sind diese Ausscheidungen in Nadelform parallel zu den $\langle 011 \rangle$ - Richtungen der γ - Matrix beobachtbar. Wobei die Nadelform ein Resultat der Effekte der Minimierung der Oberflächenenergie und dem Verhältnis der Diffusionsraten der Metall- und C-Atome ist.^{[46][47][48]}

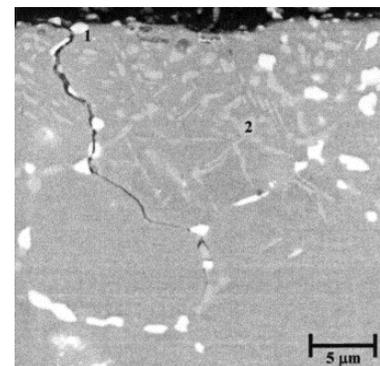


Abb.9: Riss, der seinen Ursprung in der Präsenz von Karbiden hat (René 125)^[34]

M₆C: In einem Temperaturbereich zwischen 815 – 980°C bilden sich in Legierungen mit hohem Mo- und/oder W-Gehalten M₆C Karbide aus. Die Gitterplätze der Metallatome können beispielsweise durch die Elemente Mn, Mo oder Cr eingenommen werden. Typischerweise stellen diese Art von Karbiden mindestens ternäre Verbindungen dar (z.B.: (Ni,Co)₃Mo₃C) dar. Sie entstehen aus einer Reaktion zwischen der Matrix und den Primärkarbiden: $MC + \gamma \rightarrow M_6C + \gamma'$. Die Elementarzelle dieser Karbide besteht aus 96 Metall- und 16 C-Atomen. Mikroskopisch betrachtet liegen sie nadel-, kugel- oder plattenförmig vor.^{[8][9][45][46][47]}

M₃B₂: Boride dieser Art sind harte Teilchen mit tetragonaler Kristallstruktur, die sich in blockiger- oder halbmondartiger Form an den Korngrenzen absetzen und somit das Abgleiten der Korngrenzen verhindern. Die Bildung durchgehender Karbidfilme an den

Korngrenzen wird verhindert, was wiederum zu einer Erhöhung der Kriechbeständigkeit führt. Die metallischen Gitterplätze können durch Komponenten wie Mo, Ti, Cr oder Co eingenommen werden.^{[8][7][33][42]}

2.3.4. TCP – Phasen

TCP – Phasen („*topologically close packed*“) sind bei Superlegierungen mit hohem Gehalt an Cr, Mo, W und Re während der Wärmebehandlung oder des Einsatzes ausgebildete intermetallische Phasen, die in der Regel einen schädlichen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes haben. Generell bestehen sie aus den Elementen Ni, Cr, Co, Mo und W. Solche unerwünschten Phasen wären beispielsweise die μ -, σ -, *Laves*- und *K-Phasen*, die aus topologisch dicht gepackten Atomlagen mit geringeren Atomabständen bestehen. In den für diese Arbeit interessanten Nickelbasis-Legierungen sind vorwiegend die σ - und μ -Phasen auffindbar. Die Anteile der beiden Phasen sind vorwiegend abhängig vom Cr/(Mo + W) – Verhältnis, der Temperatur und der Glühdauer.^[117] In der μ - Phase sind meistens höhere Mengen an Mo und W auffindbar. In der σ -Phase wurden oft höhere Ni als Cr – Gehalte mit niedrigeren Anteilen an Co, Mo und W detektiert.^[49]

Sie bilden sich hauptsächlich in nadelartiger oder plattenartiger Form an den Korngrenzen. Auf Grund dieser Morphologie und der hohen Härte dieser Ausscheidungen, kommt es zu einer für Superlegierungen unerwünschten Versprödung, womit diese Phasen zu einem erhöhten Risiko der Rissbildung bei thermo-mechanischer Belastung beitragen.^{[9][50]}

μ – Phase: Diese Phase besitzt eine rhomboedrische Struktur mit 13 Atomen pro Einheitszelle und hat hauptsächlich folgende Zusammensetzung $(Fe,Co)_7(Mo,W)_6$.^[117] Sie kommt bevorzugt in Superlegierungen mit hohem Mo - und W – Gehalt vor. Die μ - Phase kann sich nachgewiesen schädlich auf mechanische Eigenschaften wie beispielsweise Bruchfestigkeit, Zug-Duktilität bei Raumtemperatur Korrosionsbeständigkeit und Schlagzähigkeit auswirken.^[51]

σ – Phase: Dieser TCP-Typ hat eine eher komplizierte tetragonal-raumzentrierte Struktur mit 30 Atomen pro Einheitszelle. Sie bildet sich während der Wärmebehandlung aus und führt zu einer Abnahme der Zustandsfestigkeit und der Duktilität des Werkstoffes. „Ihre Zusammensetzung $(Cr, Mo, W)_x(Fe, Ni, Co)_y$ kann im Bereich $x,y=1$ bis 7 schwanken.“^[52] Im

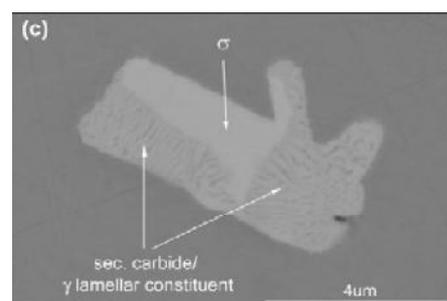


Abb.10: σ -Phase in Haynes 282 im Gusszustand^[43]

Gegensatz zur μ - Phase ist sie viel stabiler bei niedrigen Temperaturen, wird jedoch bei höheren Temperaturen instabil.

In Legierungen mit hohem Cr-Gehalt, konnte ein simultanes Vorkommen von μ - und σ – Phasen beobachtet werden, wobei die Menge an μ - Phase im Allgemeinen geringer die der σ – Phase war.^[53]

2.3.5. Wirkungsweise der verschiedenen Legierungselemente

Wie schon in den vorangegangenen Kapiteln erwähnt, hat der Zusatz von verschiedenen Legierungselementen in einer Legierung einen großen Einfluss auf die thermischen, mechanischen und chemischen Eigenschaften eines Werkstoffes.

Während Elemente der Untergruppen V, VI und VII des Periodensystems (Ni, Co, Fe, Cr, Mo, W) vor allem für die Bildung der γ – Matrix verantwortlich sind, bilden die Elemente der Hauptgruppe II und der Untergruppen IV und V (Al, Ti, Nb, Ta, Hf) die γ' – Phase. B, C und Zr sind Elemente deren Ausscheidungen überwiegend an den Korngrenzen auffindbar sind.^[54] In *Tabelle 1* sind einige Legierungselemente und ihre Auswirkungen auf das Legierungssystem aufgelistet.

Materialphysikalischer Hintergrund

Element:	Mischkristall - Härtung:	Bildung der γ' - Phase:	Korngrenzen - Verfestigung:	Korrosions - & Oxidations - Beständigkeit:	Weitere pos. Wirkungen/ Bemerkungen:	Weitere neg. Wirkungen/ Bemerkungen:
Al	x	X		x	Bildet dichte Al_2O_3 - Oxidschicht Bildet Nitride	Hohe Anteile verschlechtern Matrixstabilität
Ti	x	X			Bildet MC, M(C,N) & TiN Substituiert Al in γ' \rightarrow erhöht γ' - Volumenanteil	Erhöht γ' - Gitterparameter & Fehlpassung \rightarrow beschleunigt Vergrößerung Bildet η -Ni ₃ -Ti \rightarrow wirkt versprödet
Cr	x			x	Bildet dichte Oxidschicht Bildet Karbide ($M_{23}C_6$)	TCP
Co	x				Reduziert Stapelfehlerenergie Erhöht γ' - Gehalt durch Reduzierung der Al - & Ti - Löslichkeit Erhöht Schmelzpunkt	Senkt γ' - Solvus - Temperatur TCP Verschlechterung des Hochtemperaturkorrosionsverhaltens (bei zu hohem Co - Anteil)
Mo	x				Bildet Karbide (M_6C)	TCP
W	x				Karbid - Bildner (M_6C)	TCP Signifikante Erhöhung der Dichte Seigert stark dendritisch
Nb	x	X			Bildet MC & M(C,N) Bildet stabile δ - Phase (hemmt Vergrößerung)	Bildet δ - Phase (wirkt versprödet)
Fe	x				Billiger Nickelersatz	Unterstützt η - Bildung TCP
Ta	x	X		x	Verbessert Gießbarkeit Karbid - Bildner (MC) Verzögert γ' - Vergrößerung Substituiert Al in γ' - Phase Unterdrückt μ - Phasen - Bildung	TCP Signifikante Erhöhung der Dichte
Si				x		Wirkt stark reduzierend auf Solidus - Temperatur Erhöht Heißrissigkeit beim Gießen

Materialphysikalischer Hintergrund

Element:	Mischkristall - Härtung:	Bildung der γ' - Phase:	Korngrenzen - Verfestigung:	Korrosions - & Oxidations - Beständigkeit:	Weitere pos. Wirkungen/ Bemerkungen:	Weitere neg. Wirkungen/ Bemerkungen:
C			x		Bildet Karbide & Carbonitride	Wirkt stark reduzierend auf Solidus - Temperatur
B			x		Verbessert Gießeigenschaften Borid - Bildner Verhindert Karbidfilm - Bildung an Korngrenzen Aktiv an Korngrenzen Erhöht Korngrenzenkohäsion, reduziert Anrissgefahr Erhöht Duktilität & Zeitstandfestigkeit	Wirkt stark reduzierend auf Solidus - Temperatur
V	x				Karbid - Bildner (MC)	
Re	x					TCP
Zr			x		Aktiv an Korngrenzen Erhöht Korngrenzenkohäsion Erhöht Duktilität & Zeitstandfestigkeit Verhindert Karbidfilm - Bildung an Korngrenzen	Wirkt negativ auf Heißeigenschaften
Hf			x	x	Verbessert Schichtadhäsion Bildet Karbide (MC)	
Y				x	Verbessert Schichtadhäsion	
N			x		Bildet TiC & M(C,N)	
Ru	x				Unterdrückt TCP - Ausscheidung Senkt Al - & Ti - Anteil in γ - Matrix	
Ir	x				Unterdrückt TCP - Ausscheidung	

Tabelle 1 : Wirkungsweisen der verschiedenen Legierungselemente^{[7][31][32][33][36][37][38][41][42]}

2.4. Wärmebehandlung

Neben den Legierungszusätzen, dient auch die Wärmebehandlung zur gezielten Optimierung der Werkstoffeigenschaften für das jeweilige Einsatzgebiet. Durch diesen Prozess sollen unter anderen die ideale Größenverteilung, Anordnung und Form der Ausscheidungen eingestellt und vorhandene Mikro- und Makro-Seigerungen in der Legierung ausgeglichen werden. Bei Knetwerkstoffen soll eine Einstellung der Korngröße durch Rekristallisation erzielt werden. Weitere Ziele der Wärmebehandlung wären der Abbau von Eigenspannungen und das Auflösen von unerwünschten Phasen, beziehungsweise Phasen mit ungünstiger Morphologie.^[34] Bei Nickel-Basis – Superlegierungen wird dabei ein Hauptaugenmerk auf die Produktion eines ausreichenden Volumenanteils der γ' – Ausscheidungen und deren optimale Größenverteilung gelegt, die zu optimalen Spannungsbruch – Eigenschaften führen sollen.^[49]

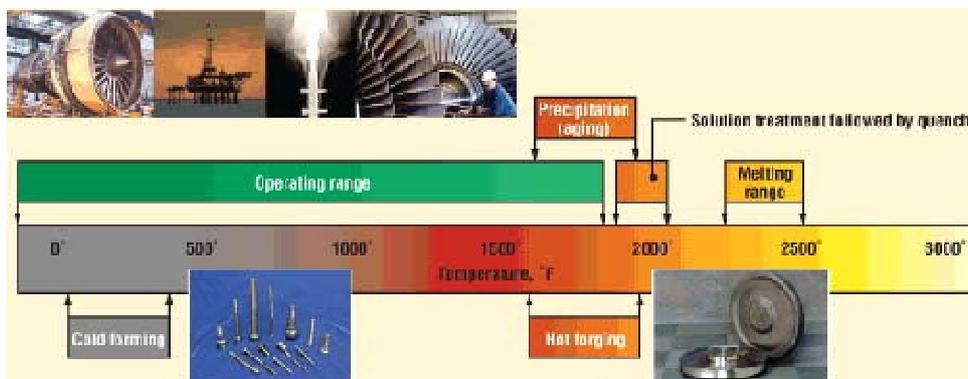


Abb.11: typische Temperaturbereiche für Superlegierungen^[55]

2.4.1. Auswirkung von Wärmebehandlungen

Durch die Wärmebehandlung eines plastisch verformten Materials ist es möglich die - durch die Verdichtung der Gitterfehler (insbesondere Versetzungen) - erhöhte innere Energie abzubauen. Erreicht wird dies durch das Umordnen/Beseitigen der vorhandenen Versetzungen, deren Bewegung thermisch aktiviert ist. Dieser Prozess altert die Mikrostruktur des Materials und hat somit Einfluss auf dessen mechanische Eigenschaften; die physikalischen Eigenschaften ändern sich aber meistens nur in geringem Maße.

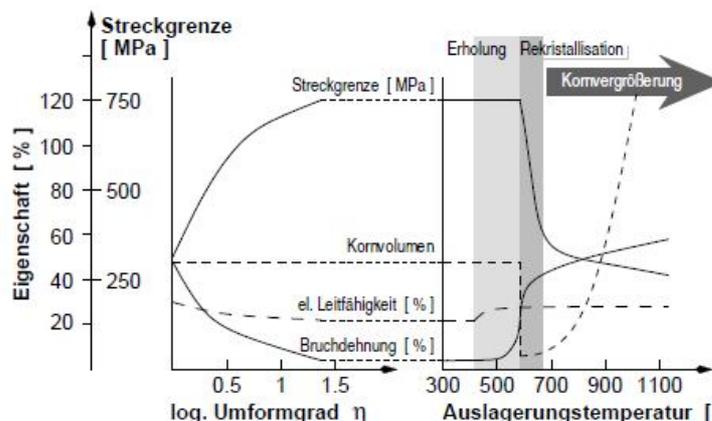


Abb.12: Auswirkungen von Kaltverformung und Anlasstemperatur auf die Streckgrenze, das Kornvolumen, die el. Leitfähigkeit und die Bruchdehnung^[56]

Abb.12 zeigt den Verlauf von Streckgrenze, Kornvolumen, el. Leitfähigkeit und

Bruchdehnung abhängig vom – durch plastische Verformung entstandenen – Umformgrad und anschließender Wärmebehandlung. Die Abnahme der Festigkeit mit steigender Temperatur wird - wie in *Abb.12* dargestellt – durch die drei Stufen der Wärmebehandlung Erholung¹⁰ (bei niedrigen Temperaturen), Rekristallisation¹¹ (bei mittleren Temperaturen) und Kornwachstum¹² (bei hohen Temperaturen) verursacht. Mit zunehmendem Umformgrad ist eine Zunahme der Streckgrenze und eine Abnahme der Bruchdehnung zu beobachten. Mit Erhöhung der Temperatur sinkt die Streckgrenze während die Bruchdehnung wächst; bei hohen Temperaturen gibt es ein starkes Kornwachstum. Bei Erholung und Rekristallisation unterscheidet man zwischen statischen (im Anschluss an die Verformung) und dynamischen (während der Verformung) Vorgängen.^[56] Im Allgemeinen wird die Mikrostruktur mit zunehmender Verformung des Materials homogenisiert und dynamisch rekristallisiert. *Twinning* scheint ein Hauptnukleations-Mechanismus für die Rekristallisation zu sein.^[57] Das Glühen kommt durch die Diffusion von Atomen in Festkörpern, die die Gleichgewichtseinstellung des Materials zur Folge hat, zustande. Die Wärmebehandlung von Knetlegierungen besteht im Allgemeinen aus einem Lösungsglühen und anschließendem doppelten Aushärtungsglühen.

2.4.2. Lösungsglühen:

Für die Festigkeit von Nickelbasis – Superlegierungen sind die γ' – Ausscheidungen in der γ - Matrix verantwortlich. Lösungsglühen kann Kornwachstum, die Bildung von Korngrenzen-Verzahnungen und die Zersetzung interkristalliner Karbide fördern.^[58]

Beim Lösungsglühen bei Temperaturen zwischen 1040°C und 1230°C liegen im Allgemeinen alle Phasen, mit Ausnahme von MC – Karbiden, in Lösung vor, was das Einstellen eines homogenen, seigerungsarmen Gefüges zur Folge hat.^{[7][50]} *Abb.13* zeigt ein quasi-binäres Phasendiagramm für die Summe der γ' – bildenden Elemente. Für vollständige Löslichkeit der γ' – Phase in der γ - Matrix muss eine Temperatur¹³ oberhalb der Solvus –

Temperatur von γ' verwendet werden, wodurch eine Auflösung der während der Warmumformung entstandenen γ' – Teilchen, eine Homogenisierung der γ' – bildenden Elemente und eine Einstellung der Korngröße und Auflösung von $M_{23}C_6$ – Karbiden realisiert werden kann.^[59] Die Solvus – Temperatur von γ' in Haynes 282 wurde experimentell bestimmt und liegt ungefähr bei 1015°C.^[60]

Bei diesem Wärmebehandlungsprozess kommt es in den meisten Fällen nicht zur Bildung von $M_{23}C_6$ – Karbiden. Wegen der sehr hohen verwendeten Temperaturen kann es zu Kornvergrößerungen oder sekundärer¹⁴ Rekristallisation kommen.^{[7][50]}

Bereich vollständiger Löslichkeit der γ' – bildenden Elemente in der γ - Matrix

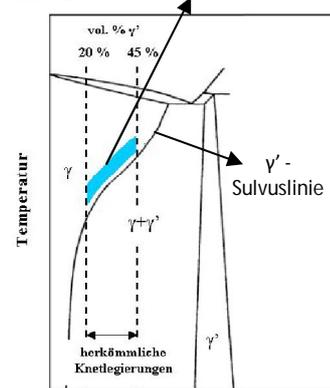


Abb.13: Phasendiagramm für γ' – bildende Elemente in gehärteten Ni-Basis-Superlegierungen^[59]

¹⁰ Erhöhung der Duktilität durch Entfernen von Punktdefekten und Versetzungen und die von diesen verursachten Spannungen; Korngröße und -form ändern sich nicht

¹¹ Keimbildung neuer spannungsfreier Körner; ersetzen die alten, deformierten Körner → Neubildung der Gefügestruktur

¹² Vergrößerung der Mikrostruktur; kann Materialeigenschaften negativ beeinflussen → Vermeidung durch Härtung

¹³ Abhängig von der chemischen Zusammensetzung und der Lage der γ' - Solvuslinie

¹⁴ Unstetige Kornvergrößerung (starkes Wachstum mancher bei unverändertem Wachstum anderer Körner)

2.4.3. Ausscheidungsglühn

Je nach γ' - Anteil in der Legierung wird ein ein- (bei wenig γ') oder mehrstufiger (bei hohem γ' - Anteil) Ausscheidungsprozess an die Lösungsglühbehandlung angeschlossen. Durch dieses Vorgehen können die γ' - Ausscheidungen aus der übersättigten γ - Matrix bei Unterschreitung der Solvus - Temperatur beim Abkühlen - bezüglich ihrer Morphologie, Größe und Verteilung (gesteuert durch Abkühlgeschwindigkeit, Ausscheidungstemperatur und deren Dauer) - gezielt eingestellt werden.^{[61][62]} Die γ' - bildenden Elemente diffundieren aus der Matrix; durch die Abnahme der Übersättigung mit zunehmender Ausscheidungsdauer kommt es zu einer Abnahme der Ausscheidungsrate. Da für das Erreichen eines optimalen γ' - Anteils lange Ausscheidungszeiten benötigt werden, wird in der zweiten Stufe ein Ausscheidungszyklus bei einer niedrigeren Temperatur durchgeführt. Durch die Temperaturdifferenz der beiden Ausscheidungsprozesse wird die Übersättigung der Matrix und die Ausscheidungsrate erhöht, woraus eine verkürzte Ausscheidungszeit resultiert. Durch dieses Verfahren werden die Korngrenzen durch $M_{23}C_6$ - Karbide stabilisiert.^{[63][64]}

Beim ersten Ausscheidungszyklus bei höherer Temperatur kommt es zur Ausscheidung von Korngrenzen - Karbiden in Form von diskreten Teilchen, die sich vorteilhaft auf das Korngrenzengleiten auswirken. Es kommt zu einer Vergrößerung der bereits beim Abkühlen von der Lösungsglüh-Temperatur entstandenen γ' - Ausscheidungen und zur Bildung neuer γ' - Keime bei weiterer Abkühlung. Bei diesem Prozess entstehen die primären γ' - Ausscheidungen in mittelgroßer kubischer Form.

Beim zweiten Ausscheidungszyklus bei niedriger Temperatur kommt es zu einem Wachstum dieser Keime. Es entstehen sekundäre γ' - Ausscheidungen in feiner kugelförmiger Form. Nach dem Durchlaufen dieser beiden Aushärtungsstufen ist ein monomodales-bidisperses γ' - Mikrogefüge mit den primären und sekundären γ' - Phasen zu beobachten (siehe *Abb. 14*).^[65]

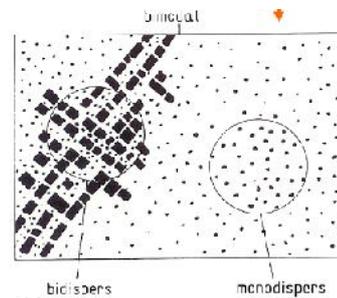


Abb. 14: Gefüge mit monomodalen und bidispersen Bereichen^[65]

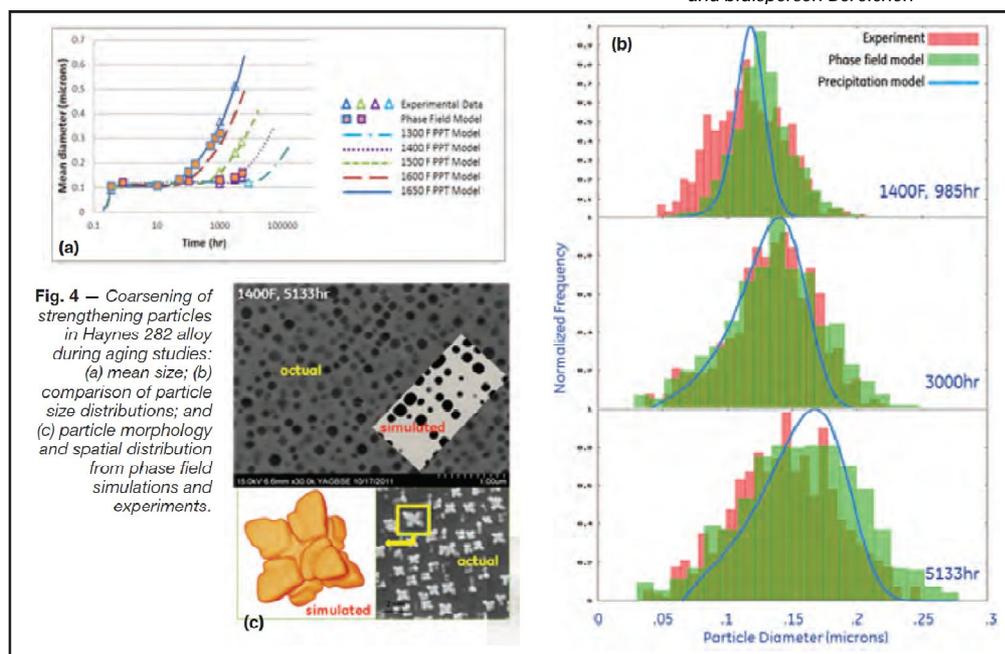


Fig. 4 – Coarsening of strengthening particles in Haynes 282 alloy during aging studies: (a) mean size; (b) comparison of particle size distributions; and (c) particle morphology and spatial distribution from phase field simulations and experiments.

Abb. 15: Entwicklung der härtenden Ausscheidungen in Haynes 282 während des Ageings^[66]

Abb.15 zeigt die Ergebnisse von Ageing – Experimenten und Simulationen von Haynes 282, um die Ausscheidungsgröße, -form und -verteilung über thermodynamische und kinetische Modelle vorherzusagen. Abb.15(c) zeigt das – wie in Kapitel 2.3.2. beschriebene – Vorkommen der γ' – Ausscheidungen in runder und würfelartiger Form und die erwartete räumliche Verteilung der Partikel.

2.4.4. Direct Ageing

Direct Ageing (direktes Aushärten) kann mechanische Eigenschaften - wie Festigkeit und LCF, bei einem gleichzeitigen Beibehalten der exzellenten Kriechbeständigkeit des Materials - von vielen geschmiedeten Nickel-Basis-Legierungen signifikant verbessern. Die Effektivität dieser Wärmebehandlungsmethode ist stark mit den *hot working* und *Ageing*-Bedingungen korreliert. Faktoren wie kleine Korngrößen, hohe Versetzungsdichten, erhöhte Nukleationsraten und eine Verfeinerung der Ausscheidungen spielen dabei auch eine große Rolle für den positiven Effekt des *Direct Ageings*. Es konnte auch eine Legierungssystem-Abhängigkeit beobachtet werden. *Direct Ageing* findet seine Anwendung generell eher bei den vorwiegend γ'' – gehärteten Superlegierungen, wie beispielsweise *Inc 718* und *625*, als bei den γ' – gehärteten. Es konnten jedoch auch vielversprechende Ergebnisse bei der Untersuchung der Effektivität dieser Anwendung an vorwiegend γ' – gehärteten Legierungen wie *Inc 718Plus* erzielt werden. In diesem Fall erwies sich die Schmiedetemperatur als einflussreichste Prozessvariable, aber es konnten auch kleinere Einflüsse von Aufheizzeiten oder Abkühlraten nach dem Schmieden festgestellt werden.^{[5][67]}

2.5. Mikrostruktur und Mechanische Eigenschaften

2.5.1. Verbesserte mechanische Eigenschaften durch Optimierung der Mikrostruktur

Neben der Entwicklung neuer Legierungszusammensetzungen zur Optimierung der mechanischen Eigenschaften, tendiert die Forschung und Entwicklung auch stark zur Kontrolle der mikrostrukturellen Entwicklung während des thermomechanischen Processings von bereits existierenden Superlegierungen. Korngrößen und die Topologie von sekundären Phasen tragen wesentlich zum Erreichen der angeforderten Eigenschaften von Nickel-Basis – Superlegierungen bei. Typischerweise besteht ein thermomechanischer Prozess aus einer Schmiededeformation, im Allgemeineren bei Temperaturen über der γ' – solvus – Temperatur, gefolgt von einem Lösungsglühn mit angemessener Abkühlrate und einem mehrstufigen Ageing.^[68] Eine andere Möglichkeit bietet das Optimieren des Korngrenzen-Netzwerkes. Unter *Grain Boundary – Engineering* versteht man im Allgemeinen eine Adaptierung der Ausscheidungsverteilungen an den Korngrenzen zur Verbesserung einiger der Materialeigenschaften. Diese Methode ist besonders interessant, wenn es um intergranulares Bruchverhalten geht (siehe Kapitel 2.5.3.1.). Bei erhöhten Temperaturen tendieren Ausscheidungen zur Migration zu den Korngrenzen. Diese Migration wird durch Diffusionsprozesse unterstützt und könnte auch intergranulare Rissausbildung unterstützen. Die Neuverteilung von Ausscheidungen kommt bei der Auflösung, Diffusion (entlang der Korngrenzen oder durch das Korninnere), und erneute Ausscheidung der Karbide an den Korngrenzen vor und ist mit der angelegten Belastung korreliert. Mechanische Deformation, Kriecheigenschaften und Korrosionsbeständigkeit

konnten in einigen Legierungssystemen durch eine Alterung des Korngrenzen-Charakters im Zuge eines thermomechanischen Processings unter Verwendung von Zyklen von Kaltverformung (Dehnung) und Ageing – Stufen (Rekristallisation) verbessert werden. Dies scheint für Nickel-Basis – Superlegierungen, die im Allgemeinen Ermüdungs- und Kriech-Ermüdungs – Bedingungen ausgesetzt sind eine attraktive Möglichkeit zu sein.^{[69][70]}

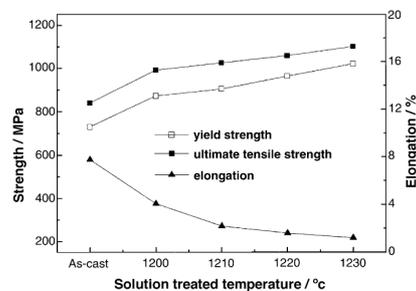


Abb.16: Einfluss von Lösungsglühtemperaturen-Temperaturen auf Bruchdehnung, YS und UTS von M963^[71]

Ausscheidungen ab. Die Duktilität zeigt eine starke Abhängigkeit von der Temperatur, Dehnrage und den Umgebungseinflüssen (z.B.: Testen im Vakuum vs. Luft).^[72] Es konnte bei vielen Superlegierungen im Vergleich zur Streckgrenze ein inverses Verhalten der Bruchdehnung bei steigenden Test-Temperaturen beobachtet werden. Während die Bruchdehnung

bei höheren Test-Temperaturen anstieg, konnte eine deutliche Reduktion in der Streckgrenze (*yield stress*) festgestellt werden (siehe Abb.17). Dieses Phänomen konnte oft mit der γ' - Partikelgröße und dem Abstand zwischen den Teilchen in Verbindung gebracht werden.^{[71][73][74][75]} Die Bruchdehnung zeigte ein ähnliches Verhalten bei einer Behandlung des Werkstoffes mit höheren

Wärmebehandlungstemperaturen (siehe Abb. 16).^[76] Bei einem Lösungsglühn mit höheren Temperaturen kommt es zu einer Abnahme der Bruchdehnung, während die Streckgrenze und die Zugfestigkeit ansteigen.^[71] Die Elongation bei Zugversuchen bei Raumtemperatur scheint stark abhängig von der γ' – Volumenfraktion und der Ablagerung von Karbiden an den Korngrenzen zu sein.^[74] Exzellente Duktilität bei Raumtemperatur sorgt für eine gute Verarbeitbarkeit des Werkstoffes.^[77]

2.5.2. Einfluss der Korngröße

Eine Variation der Korngrößen resultiert in einer Vielzahl von verschiedenen mechanischen Eigenschaften. Ein gutes Beispiel für die Erfordernis verschiedener Korngrößen für unterschiedliche mechanische Anforderungen an verschiedenen Bereichen des Bauteils wäre die Turbinenscheibe. An den Randregionen der Scheibe herrscht eine große Beanspruchung durch hohe Temperaturen und moderate

Hohe Festigkeit kann relativ einfach durch die Zulegierung von mischkristallhärtenden oder ausscheidungshärtenden Elementen erreicht werden. Hohe Bruchzähigkeit kann jedoch nur über eine Kontrolle der Mikrostruktur realisiert werden.^[57] Die mechanischen Eigenschaften von Nickel-Basis – Superlegierungen hängen im Wesentlichen von den Parametern Korngröße, Charakteristik von Korngrenzen – Ausscheidungen und der härtenden γ'

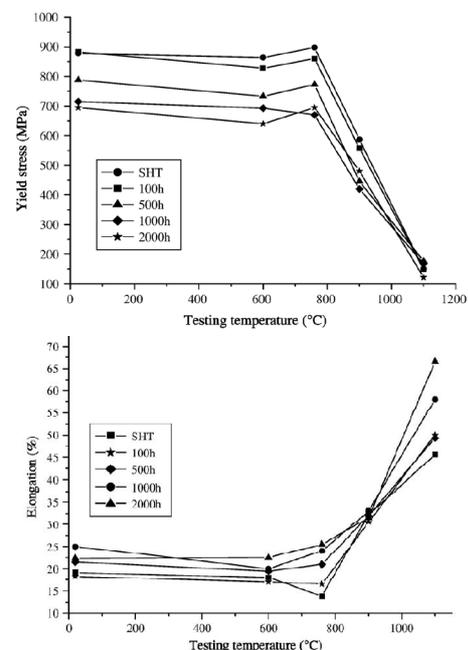


Abb.17: Einfluss von Test-Temperaturen und Ageing-Temperaturen auf Bruchdehnung und Streckgrenze von DZ951^[76]

Belastungen, was von dem Werkstoff eine gute Kriechbeständigkeit und Zeitstandfestigkeit erfordert, die sich mit steigender Korngröße verbessert. Eine größere Korngröße konnte die Risswachstumsrate bei einigen Legierungen bei Testtemperaturen von 650°C um bis zu zwei Größenordnungen verringern.^[78] Die Standard – Spezifikationen, die vom Material erfüllt werden müssen, um diese Eigenschaften in ausreichendem Maße zu besitzen, sind in *Tabelle 6* angeführt. Auf der anderen Seite erfährt die Scheibe im Inneren niedrigere Temperaturen, dafür aber höhere Belastungen, was nach einer feineren Mikrostruktur für gute Zug- und LCF-Eigenschaften verlangt, die aus der Kornorientierung und Spannungskonzentration durch Versetzungsbewegungen entlang der Gleitebene resultieren.^[9] In diesem Fall sollte der Werkstoff folgende minimale Anforderungen erfüllen: Bruchdehnung: $\geq 18\%$, Streckgrenze: $\geq 827\text{MPa}$, Zugfestigkeit: $\geq 1172\text{MPa}$.^[79] Für die Verbesserung der Performance wird in den letzten Jahren nicht wie früher versucht einen Kompromiss zwischen der Korngröße und den verschiedenen mechanischen Anforderungen zu finden, sondern es wird versucht selektiv das optimale Gefüge zu erzeugen. Um diese kontroversen Mikrostrukturen an den verschiedenen Bereichen zu realisieren wird die geschmiedete Scheibe lokalen Wärmebehandlungen unterzogen, wobei die Art wie die Wärme zu – und abgeführt wird von Hersteller zu Hersteller wechselt.^[79] Generell wird jedoch der Scheibenrand einer Wärmebehandlung überhalb der γ' – Solvus – Temperatur unterzogen, während das Innere Temperaturen unterhalb dieser Temperatur ausgesetzt wird. So erhält man im Inneren eine trimodale γ' – Verteilung, während diese Ausscheidungen am Rand der Scheibe aufgelöst werden, was zu einer Vergrößerung der Körner führt.^{[9][79]}

Geometrisch komplexe Schmiedeteile können eine Große Variation an Verformung und Verformungsraten haben. Bei zu niedrigen Schmiede-Temperaturen oder zu hohen lokalen Verformungsraten können die Diffusionsprozesse nicht mehr mit der angelegten Belastung mithalten und es kommt zur Generierung von Versetzungen, was zu einem selektiven kritischen Kornwachstum und zur Ausbildung bimodaler Korngrößenverteilungen führen kann, die sich negativ auf die mechanischen Eigenschaften auswirken. Weitere Faktoren neben der Versetzungsdichte, die die Korngrößenverteilung beeinflussen, wären beispielsweise der C -, B- und N – Gehalt.^[80] Der endgültige Umformgrad wird hauptsächlich von der Dehnrates und den herrschenden Temperaturen bei der Verformung bestimmt. Studien zeigten, dass problematisches kritisches Kornwachstum in gewissen Temperatur- und Dehnrates – Bereichen vermieden werden kann.^[81] In größeren Schmiedeteilen wird eine kleinere Korngröße bevorzugt, ist aber nicht immer realisierbar auf Grund des zur Verfügung stehenden Equipments. Es gibt eine starke Verbindung zwischen Korngröße und *notch rupture ductility*. Je feiner und uniformer das rekristallisierte Gefüge, desto höher Bruchdehnung und desto niedrigerer Bruchfestigkeit.^[82]

2.5.3. Einfluss von Ausscheidungen

2.5.3.1. Einfluss von Korngrenzen – Karbiden

Der Effekt von Karbiden auf die mechanischen Eigenschaften ist sehr Widersprüchlich: Auf der einen Seite sorgen Ausscheidungen an den Korngrenzen für eine Stärkung der Korngrenzen, verhindern Korngrenzen – Migration, pinnen Versetzungen und können die Matrix härten, was zu verbesserter Festigkeit und Kriechbeständigkeit führt,

andererseits stellt die Schnittstelle zwischen Karbiden und der Matrix einen häufigen Ursprungsort für Brüche dar.

In Legierungen, bei denen $M_{23}C_6$ und bis zu einem gewissen Grad M_6C bei

einem Ausscheidungsglüh die vorherrschende Karbid – Type darstellt, konnte ein Rückgang der Duktilität, durch extensivere Ausscheidung dieser Karbide zu semi – kontinuierlichen oder kontinuierlichen Filmen

an den Korngrenzen der γ – Matrix bei höheren *Ageing* –

Temperaturen und –Zeiten beobachtet werden. Auch die Kerbzähigkeit könnte durch diese Ablagerung an den Korngrenzen reduziert werden. Bei vielen Nickelbasis – Superlegierungen konnte ein, aus der kontinuierlichen Bedeckung der Korngrenzen mit Karbiden resultierender, gradualer Übergang des Bruchbildes von transgranular zu intergranular mit steigender Filmdicke dokumentiert werden (siehe *Abb. 18*).^{[79][83]}

Mikrorisse bildeten sich oft an der Schnittstelle zwischen γ – Matrix und Karbiden beim Auftreffen von Deformationsbändern auf die Korngrenzen – Karbide und könnten als Stellen für die intergranulare Bruchinitiierung fungiert haben. (siehe *Abb. 19*).^[83]

Im Allgemeinen konnte eine schädliche Wirkung von zu hohen Lösungsglüh – Temperaturen und –Zeiten in Verbindung mit hohen *Intermediate Ageing* – Temperaturen verzeichnet werden, da sich in dieser Kombination die Korngrenzen – Ausscheidung nur noch weiter beschleunigt.^[79] Es besteht ein starker

Zusammenhang zwischen der Bruchdehnung und der Größe und Morphologie von MC – Karbiden. Grobe, dicht verteilte Karbide bilden energetisch günstige Wege für die Induktion und Fortpflanzung von Rissen, was die Bruchdehnung signifikant reduziert.^[84]

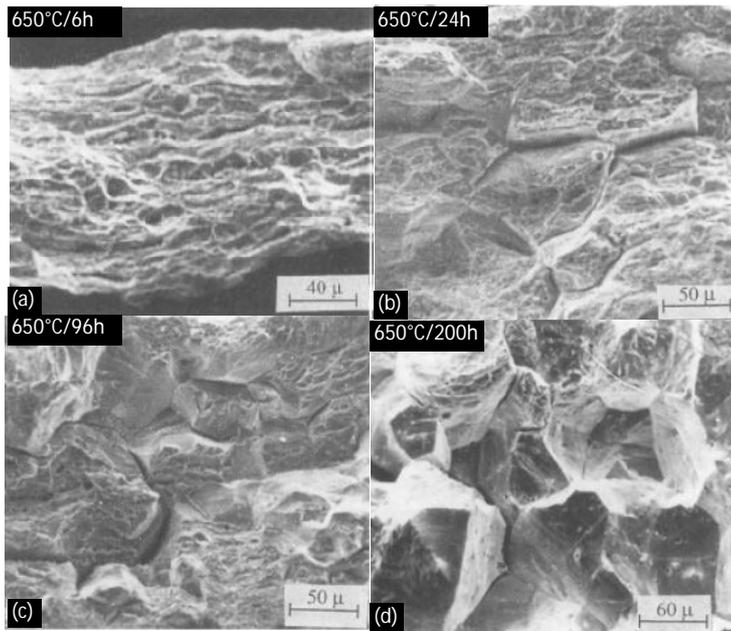


Abb.18: Übergang des Bruchbildes von Inc 625 von transgranular zu intergranular bei steigender *Ageing*-Zeit und Temperatur^[83]

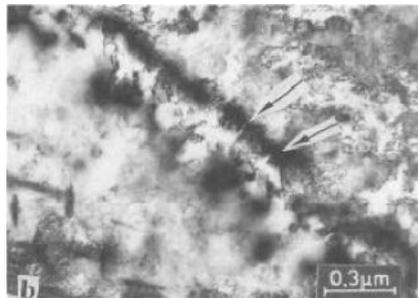


Abb.19: Mikrorisse an Matrix-Karbid-Schnittstellen von Inc 625^[83]

2.5.3.2. Einfluss γ' – Ausscheidungen

Es konnte dokumentiert werden, dass mechanische Eigenschaften wie die Härte und Streckgrenze hauptsächlich von der Morphologie, Größe, Volumenfraktion und der Verteilung der γ' – Ausscheidungen und deren Wechselwirkung mit Versetzungen bestimmt werden. Mit steigender Wärmebehandlungszeit werden sich die kleinen γ' – Teilchen auflösen, während die großen Teilchen weiterwachsen, womit im Allgemeinen die Volumenfraktion von γ' sinkt, was auch zu einer Abnahme der Härte und dem Festigkeits-Effekt der Legierung führt.^[49] Bei groben γ' – Teilchen stellt *dislocation – bowing* den vorherrschenden Deformationsmechanismus dar, bei kleineren γ' – Größen

dominiert das *dislocation cutting*. Für eine ausreichende Festigkeit wurde bei Ni-Al – Systemen beispielsweise eine ideale γ' – Größe von 5-30nm festgelegt. Durch kleine γ' – Teilchen und den daraus resultierenden kleineren Kanälen zwischen den Teilchen kann die Kriechdehnungsrate signifikant reduziert werden.^[78]

Heterogen verteilte γ' – Ausscheidungen wirken sich negativ auf die mechanischen Eigenschaften des Materials aus und sind mit ein Hauptfaktor für das Materialversagen bei Ni-Basis-Superlegierungen.^[34]

2.5.3.3. Korngrenzen – Verzahnungen

Korngrenzen-Verzahnungen („*grain boundary serrations*“) sind oft in Guss-, PM- und Schmiede- Ni-Basis-Superlegierungen zu finden. Sie können zu einer niedrigeren Kriechdehnung und geringerem Riss-Fortschritt führen, was die Kriecheigenschaften des Materials verbessert. Die Stärkung durch Korngrenzen – Verzahnungen ist hauptsächlich auf die Behinderung von Korngrenzen – Gleiten zurückzuführen.^[58]

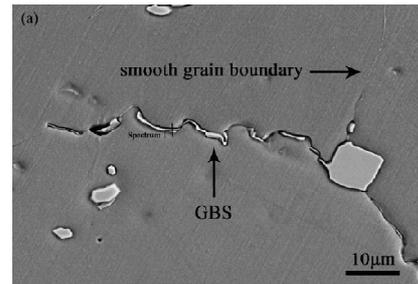


Abb.20: SEM-Aufnahme von Korngrenzen-Verzahnungen^[58]

2.5.3.4. Intermetallische ausscheidungsfreie Zonen an Korngrenzen

Intermetallische ausscheidungsfreie Zonen (*precipitation free zones (PFZ)*) bilden sich auf Grund der Verarmung gelöster Stoffe (wegen der bevorzugten Ausscheidung an den Korngrenzen) und/oder eines Mangels an Nukleationsstellen (wegen einer Verarmung von freien Plätzen) für Ausscheidungen in der Nähe von Korngrenzen. Das Wachstum von M_6C -Ausscheidungen wird dabei mit einer Mo – Verarmung der benachbarten austenitischen Körner assoziiert, während die Bildung von $M_{23}C_6$ eine Verarmung der beiden Elemente Mo und Cr verursacht.^[80]

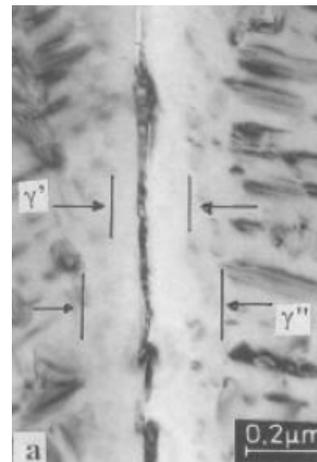


Abb.21: PFZ in Inc 718^[83]

Untersuchungen dieser Zonen ließen vermuten, dass diese mit steigender *Ageing*-Zeit und auch mit der Breite der nahegelegenen durchgehenden Karbid-Filme entlang der Korngrenzen breiter werden und plastische Deformation und Bruch fördern.^{[74][83][85][86]}

2.6. Haynes 282

Heutzutage sind zur Erhöhung der Effizienz von Triebwerken immer höhere Einsatztemperaturen gefragt. Ist diese höher als ~650°C, ist das üblicherweise benutzte *Inconel 718* keine Option mehr. Strukturelle Turbinen-Komponenten werden normalerweise als einfache Ein-Stück-Komponenten gegossen, die ziemlich teuer sind. Deswegen entwickelt sich der Trend in der Herstellung von großen strukturellen Komponenten in Richtung kleinerer gegossener Teile, die mit geschmiedeten oder gewalzten zusammengefügt werden können. Daraus ergibt sich die Möglichkeit Schmiedeteile einfacher Geometrie, mit höherer Festigkeit, mit gegossenen Teilen hoher geometrischer Komplexität, die für gewöhnlich eine geringere Belastbarkeit aufweisen,

zu kombinieren. Zusätzlich können Komponenten, die aus verschiedenen Legierungen bestehen, kostengünstiger produziert werden, da die Teile in verschiedenen Prozessen hergestellt werden (Guss, Schmieden, Schweißen).^[87]

Legierungen, die für eine Anwendung bei Temperaturen über $\sim 650^\circ\text{C}$ interessant sind, wären beispielsweise Allvac 718PlusTM, Haynes 282, Nimonic C263 und Waspaloy.

Der in dieser Arbeit zu untersuchende Schmiedewerkstoff Haynes 282 ist eine fortschrittliche γ' – gehärtete Nickelbasis – Superlegierung für potentielle Anwendungen in der Luftindustrie, in Gasturbinen und anderen Hochleistungs-, Hochtemperaturumgebungen. Haynes International schlägt als Wärmebehandlung einen Mehrstufigen Prozess vor, der im ersten Schritt aus dem Lösungsglühen bei 1121°C – 1149°C mit einer Glühdauer, die die Schnittdicke des Werkstückes berücksichtigt und anschließendem schnellen Abkühlen an Luft oder in Wasser besteht, um optimale Eigenschaften zu erzielen. Darauf sollte ein zweistufiges Aushärtungsglühen folgen, um die Mikrostruktur zu verbessern und Aushärtung zu induzieren. In der ersten Stufe wird eine Temperatur von 1010°C mit einer Haltezeit von zwei Stunden und anschließender Luft-Abkühlung angewendet; In der zweiten Stufe wird eine Temperatur von 788°C für acht Stunden und anschließende Luft-Abkühlung empfohlen.^[3] Es handelt sich bei dieser Legierung – wie in Kapitel 1 schon erwähnt - um eine einzigartige Ni-Cr-Co-Mo-Al-Ti – Superlegierung, die außerordentliche Hochtemperatureigenschaften mit guter Schweißbarkeit und Reproduzierbarkeit verbindet und eine Einsatztemperatur von 649°C – 927°C erlaubt. Dies wird durch seine spezifische chemische Zusammensetzung und den relativ niedrigen γ' – Gehalt, der auch die thermische Stabilität garantiert, ermöglicht.^[88] Bei hohen Temperaturen (bis ca. 900°C) hat Haynes 282 eine höhere Kriechbeständigkeit, thermische Stabilität, Schweiß- und Reproduzierbarkeit (auf Grund hoher Duktilität im Glühzustand) als andere konkurrierende Legierungen, wie beispielsweise Waspaloy oder Haynes R-41. Außerdem wurde diese Superlegierung mit besonderem Augenmerk auf die hohe Beständigkeit gegen „*strain-age cracking*“ (häufiges Problem bei γ' – gehärteten Legierungen) entwickelt, die die Legierung viel schweißbarer macht, als andere Legierungen mit ansonsten vergleichbaren Parametern.^[3] Grund dafür ist die Morphologie der γ -Matrix und der verschiedenen Ausscheidungen, die bei Haynes 282 alle eine kfz – Struktur besitzen und keine erwähnenswerte Gitterspannung während des Schweißzyklus (*weld thermal cycle*) ($<25\%$) entwickeln, was sich positiv auf die Schweißbarkeit des Materials auswirkt.^[89] Die mechanischen Eigenschaften bleiben trotz niedriger Anteile an Ti und Al im geforderten Maße erhalten, was möglicherweise durch die hohe Konzentration an großen Legierungselementen wie beispielsweise Mo und Cr erklärt werden kann. Diese können aber wiederum zur Bildung unerwünschter TCP – Phasen beitragen.^[43] In *Tabelle 2* ist die durchschnittliche chemische Zusammensetzung der Legierung angegeben.

Element:	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	Mn	Si	C	B
Gewichts-%:	57	20	10	8,5	2,1	1,5	1,5*	0,3*	0,15*	0,06	0,005

Tabelle 2: durchschnittliche chemische Zusammensetzung von Haynes 282^[3]

* ... Maximum

Das Material ist bei Raumtemperatur in lösungsgeglühtem Zustand leicht verformbar und benötigt *Ageing* - Behandlungen, um seine außergewöhnliche Hochtemperatur- und Kriech- Beständigkeit zu erreichen.^[69]

Abb.22 zeigt die Werte der Fließspannungen beim Schmieden bei verschiedenen Dehnraten von Haynes 282. Daraus kann man schließen, dass eine Warmbearbeitung des Materials kein Problem darstellt. Auf Grund dieser Eigenschaft kann es auch sehr gut als Legierung für Turbinenrohre verwendet werden, da Haynes

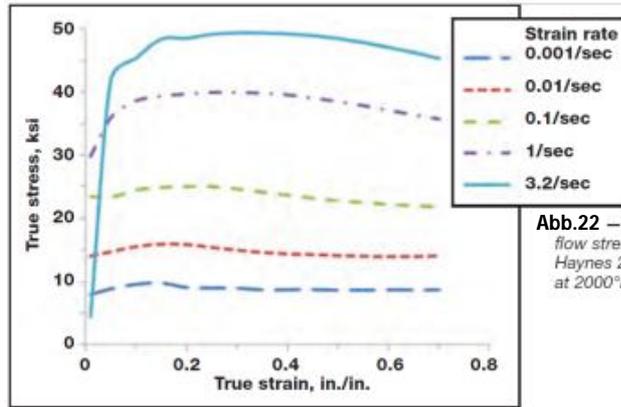


Abb.22 – Forging flow stresses of Haynes 282 alloy at 2000°F.

282 bei erhöhten Temperaturen etwas stärker ist, als beispielsweise Inconel 740, das auch für die heißesten Komponenten in der Turbine eingesetzt wird; obwohl Inconel 740 eine bessere Hochtemperatur-Korrosionsbeständigkeit aufweist. Auf Grund ihrer verbesserten Resistenz gegen Hochtemperatur-Belastungen werden Haynes 282, wie auch Nimonic 105 bei den höchsten Einsatztemperaturen eingesetzt.

Die oben erwähnten Superlegierungen unterscheiden sich nur geringfügig in den LCF – Eigenschaften bei hohen Temperaturen, jedoch gibt es Unterschiede bezüglich der Bruch- und Kriecheigenschaften (siehe Abb.23).

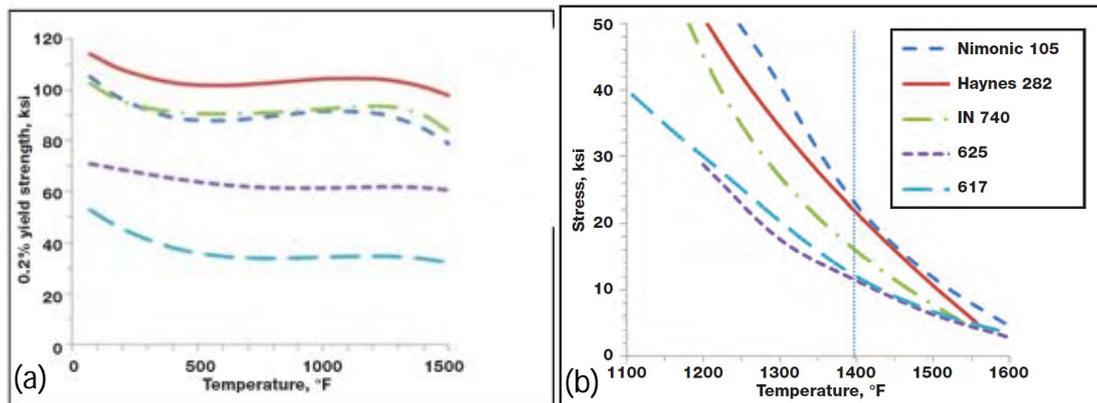


Abb.23: Vergleich von Streckgrenze und Zeitstandeigenschaften verschiedener Superlegierungen (a) 0,2% Streckgrenze, (b) 100000h Zeitstandfestigkeit^[66]

Haynes 282 wurde so entwickelt, dass die Bildung von unerwünschten TCP – Phasen möglichst vermieden wird. Die feinen γ' – Ausscheidungen, die für die Hochtemperatur-Festigkeit verantwortlich sind, vergrößern sich langsam und vorhersagbar (siehe Abb.15).^[66]

2.7. MatCalc

In den letzten Jahren entwickelte sich der Trend in der Entwicklung und Optimierung von Werkstoffsystemen zur bevorzugten Verwendung von Simulationssoftware, anstatt sich ausschließlich auf die experimentelle Erforschung zu konzentrieren. Dadurch kann einerseits eine erhebliche Kosten- und Materialersparnis erzielt werden, die bei Experimenten anfallen würden, andererseits kann durch diese Methode auch viel Zeit eingespart werden.

Bei *MatCalc* handelt es sich um ein aktuelles Software – Projekt für Computer – Simulationen der Ausscheidungskinetik von Phasentransformationen in metallischen Systemen, das seit 1993 besteht.

Mit diesem Programm behandelbare Themen sind beispielsweise:

- Phasenequilibrien
- Ausscheidungskinetiken
- Langstrecken – Diffusion
- Simultane Diffusion und Ausscheidung
- Phasentransformationen/bewegliche Phasengrenzen

Die Thermodynamische Grundlage dieses Programms stellen die *CALPHAD* Methode und *CALPHAD*-Typ Datenbanken dar. Die kinetischen Module wurden im Rahmen von Festkörperphasentransformationen mit Augenmerk auf Berechnungseffizienz und Anwendbarkeit auf Multi-Komponenten-Systeme entwickelt.^[90]

3. Experimentelle Methoden

3.1. Vormaterial

In *Tabelle 3* ist die genaue chemische Zusammensetzung des Vormaterials aufgelistet. Begonnen wurden die Versuche mit 48 - von Böhler Schmiedetechnik GmbH bereitgestellten - Platten aus der Nickel-Basis – Superlegierung Haynes 282, die aus 4 verschiedenen mit dem VIM + ESR – Verfahren¹⁵ hergestellten und anschließend gestauchten Ciabatta – Hälften herausgeschnitten wurden und etwa 9,2cm lang, 6cm breit und 1cm hoch waren. Diese Ciabatta – Hälften wurden nach dem Schmieden entweder mit Luft oder mit Wasser abgekühlt (siehe *Tabelle 4*) und wie in *Abb. 25* zu sehen gestaucht, um verschiedene Umformgrade zu erhalten (siehe *Abb.31*).



Abb.24: Lieferzustand - Material

Element:	Gew.-%:	Element:	Gew.-%:
Ni	57,35	Mn	0,03
Cr	19,48	Ta	<0,01
Co	10,30	Cu	<0,01
Mo	8,50	W	<0,01
Ti	2,20	B	0,004
Al	1,57	Mg	0,004
Fe	0,42	P	<0,002
C	0,062	S	<0,002
Si	<0,05	Zr	<0,002

Ciabatta Hälfte:	Schmiede-Temperatur:	Abkühl-medium:
C26cd	1100°C	Wasser
C27cd	1100°C	Luft
C29ab	1100°C	Luft
C29cd	1100°C	Luft

Tabelle 4: Schmiedetemperaturen und unterschiedliche Abkühlprozesse der zu untersuchenden Ciabatta – Hälften^[4]

Tabelle 3: genaue chemische Zusammensetzung des gelieferten Vormaterials^[86]

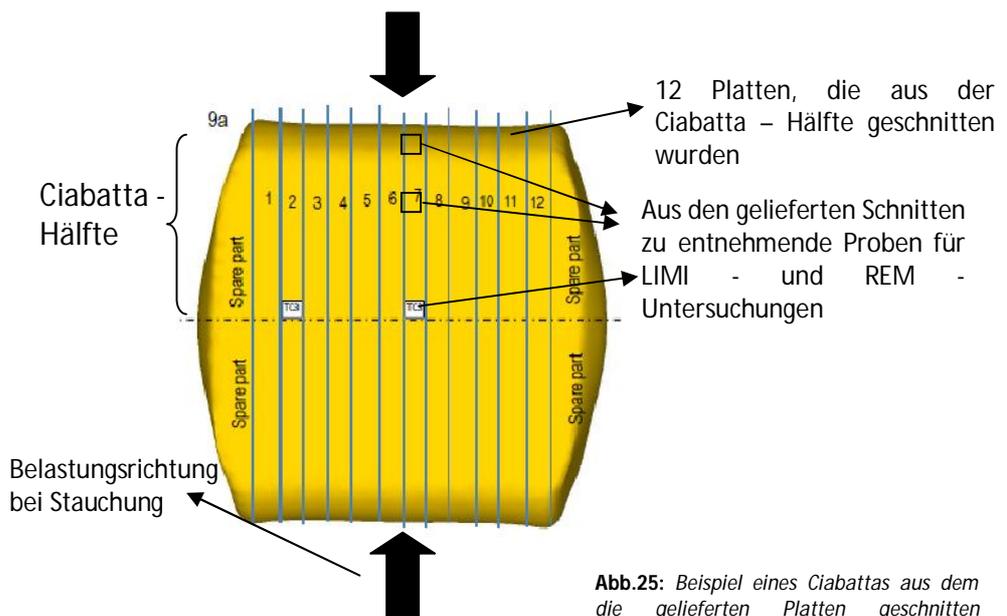


Abb.25: Beispiel eines Ciabattas aus dem die gelieferten Platten geschnitten wurden^[4]

¹⁵ "Vacuum Induction Melting" + "Electroslag Remelting"

3.2. Wärmebehandlung

In diesem Arbeitsabschnitt galt es, die aus einfachen, nach der Verformung unterschiedlich abgekühlten, Schmiedeteilen (siehe *Tabelle 4*), herausgeschnittenen Probenteile unterschiedlichen Wärmebehandlungsversuchen laut *Tabelle 5* zu unterziehen. Die grafisch dargestellten unterschiedlichen Wärmebehandlungsrouten aller untersuchten Schnittproben sind in Kapitel 9.2. zu finden.



Die Behandlungen für das „*Solution Annealing*“, „*Intermediate Ageing*“ und das „*Ageing*“ wurden durchwegs mit einem Carbolite Ofen HTF 1700 vorgenommen.

Abb.26: verwendeter Carbolite Ofen HTF 1700

Beim *Solution Annealing* wurden folgende Parameter variiert: Die Haltetemperatur betrug entweder 1107°C oder 1115°C. Beim Großteil der Proben wurde eine Haltezeit von 60 Minuten gewählt, vereinzelt wurde auf 30 Minuten reduziert oder dieser Schritt der Wärmebehandlung wurde ausgelassen. Danach wurden die Teile entweder mit Wasser abgeschreckt, oder an Luft abgekühlt (siehe z.B. *Abb.27 und 29*).

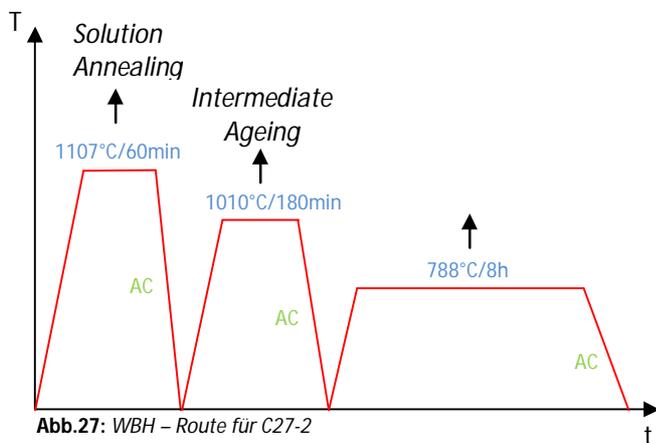


Abb.27: WBH – Route für C27-2

Beim *Intermediate Ageing* erfolgte die Behandlung entweder mit 1010°C oder 996°C. Die Haltezeiten variierten dabei immer in Stufen von 30, 60, 120 und 180 Minuten. Abgekühlt wurde nach diesem Schritt immer mit Luft.



Abb.28: Luftabgekühlte Proben nach dem Intermediate Ageing

Die letzte *Ageing*-Stufe wurde in zwei unterschiedlichen Moden durchgeführt. Entweder wurde eine Haltetemperatur von 788°C mit einer Haltezeit von 8 Stunden (siehe *Abb.27*) gewählt [im Folgenden als *Typ 1* bezeichnet], oder ein zwei-stufiger Prozess, bei dem zuerst auf 760°C aufgeheizt, nach 5 Stunden Haltezeit im Ofen zwei

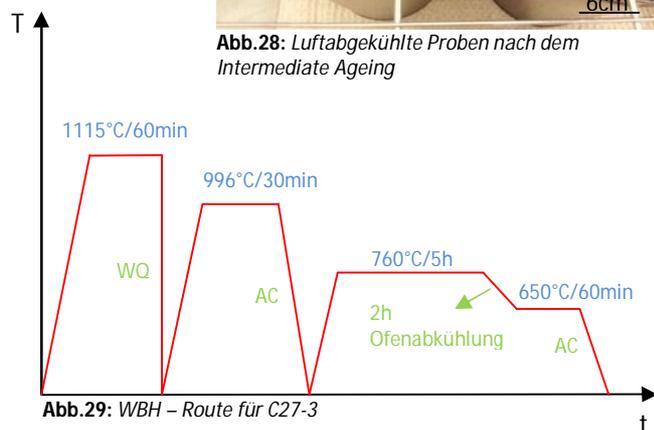


Abb.29: WBH – Route für C27-3

Experimentelle Methoden

Stunden lang auf 650°C abgekühlt und dann noch eine Stunde auf dieser Temperatur gehalten wurde, bevor sie - wie beim ersten Modus - an Luft abgekühlt wurden (siehe Abb.30)(im Folgenden als *Typ II* bezeichnet). Beide *Ageing* – Behandlungen dienen dabei der Bildung von Karbid – Ausscheidungen und γ' – Ausscheidungen.

Zusätzlich zu den beschriebenen Wärmebehandlungen wurde auch noch für eine Probe ein Final Ageing bei 788°C für eine Woche durchgeführt, um die Stabilität der MC, M₆C und M₂₃C₆ – Karbide zu überprüfen.

Sample	Ciabatta	Solution Annealing		Intermediate Ageing		Aging	Test	Micros	FEG-SEM
		SA HT [°C]	Time [min]	IA Temp. [°C]	Time [min]				
C29-0	C29ab (Luft)	None						3	2
C29 1		1107/WQ	60	996	30	760/5h-650/1h		3	2
C29 2		1107/WQ	60	996	60	760/5h-650/1h		3	2
C29 3		1107/WQ	60	996	120	760/5h-650/1h		3	2
C29 4		1107/WQ	60	996	180	760/5h-650/1h		3	2
C29 5		1107/WQ	60	None		760/5h-650/1h		3	2
C29 6		1107/Air	60	996	30	760/5h-650/1h		3	2
C29 7		1107/Air	60	996	60	760/5h-650/1h		3	2
C29 8		1107/Air	60	996	120	760/5h-650/1h		3	2
C29 9		1107/Air	60	996	180	760/5h-650/1h		3	2
C29 10		1107/Air	60	None		760/5h-650/1h		3	2
C29 11		1107/WQ	60	1010	30	788/8h		3	2
C29 12		1107/WQ	60	1010	60	788/8h		3	2
C29 13	C29cd (Luft)	1107/WQ	60	1010	120	788/8h		3	2
C29 14		1107/WQ	60	1010	180	788/8h		3	2
C29 15		1107/WQ	60	1010	30	760/5h-650/1h		3	2
C29 16		1107/WQ	60	1010	60	760/5h-650/1h		3	2
C29 17		1107/WQ	60	1010	120	760/5h-650/1h		3	2
C29 18		1107/WQ	60	1010	180	760/5h-650/1h		3	2
C29 19		1115/Air	60	996	30	760/5h-650/1h		3	2
C29 20		1115/Air	60	996	60	760/5h-650/1h		3	2
C29 21		1115/Air	60	996	120	760/5h-650/1h		3	2
C29 22		1115/Air	60	996	180	760/5h-650/1h		3	2
C29 23		1107/Air	60	1010	30	788/8h		3	2
C29 24		1107/Air	60	1010	60	788/8h		3	2
C27 1	C27cd (Luft)	1107/Air	60	1010	120	788/8h		3	2
C27 2		1107/Air	60	1010	180	788/8h		3	2
C27 3		1115/WQ	60	996	30	760/5h-650/1h		3	2
C27 4		1115/WQ	60	996	60	760/5h-650/1h		3	2
C27 5		1115/WQ	60	996	120	760/5h-650/1h		3	2
C27 6		1115/WQ	60	996	180	760/5h-650/1h		3	2
C27 7		1115/WQ	60	1010	30	760/5h-650/1h		3	2
C27 8		1115/WQ	60	1010	60	760/5h-650/1h		3	2
C27 9		1115/WQ	60	1010	120	760/5h-650/1h		3	2
C27 10		1115/WQ	60	1010	180	760/5h-650/1h		3	2
C27 11		1107/WQ	60	None				3	2
C27 12		1107/WQ	60	996	60	None		3	2
C26-0	C26cd (Wasser)	None						3	2
C26 1		1107/WQ	60	None				3	2
C26 2		1107/WQ	60	996	60	None		3	2
C26 3		1107/WQ	60	996	60	760/5h-650/1h		3	2
C26 4			None	996	60	760/5h-650/1h		3	2
C26 5			None	1010	30	760/5h-650/1h		3	2
C26 6			None	1010	60	760/5h-650/1h		3	2
C26 7			None	1010	120	760/5h-650/1h		3	2
C26 8			None	1010	180	760/5h-650/1h		3	2
C26 9		1107/WQ	30	996	30	760/5h-650/1h		3	2
C26 10		1107/WQ	30	996	60	760/5h-650/1h		3	2
C26 11		1107/WQ	30	996	120	760/5h-650/1h		3	2
C26 12	1107/WQ	30	996	180	760/5h-650/1h		3	2	
C29-14[1]	C29cd	1107/Air	60	1010	30	788/8h+788/1Woche			

Tabelle 5: durchgeführte Wärmebehandlungsversuche der Ciabatta-Hälften

... besonders interessante Proben
 ... durchgeführte Korngrößenanalysen
 ... eventuell geplante Zugversuche
 ... durchgeführte REM/EDX-Analysen

WQ ... water quenched, AC ... Air cooled

3.3. Metallographie

Ziel dieses Arbeitsschrittes war es das Mikrogefüge der wärmebehandelten Proben in Abhängigkeit vom Umformgrad und der Wärmebehandlung zuerst mittels Lichtmikroskopie bezüglich der Korngröße, Verteilung, Inhomogenität der Korngrößen, Zeiligkeit des Gefüges, Primärkarbide und eventuell M_6C zu untersuchen.

Anschließend sollten jeweils zwei der drei aus den Platten entnommen Proben mit unterschiedlichen Umformgraden rasterelektronenmikroskopisch bezüglich im Lichtmikroskop nicht analysierbarer Ausscheidungen hinsichtlich ihrer Art, Größe, Position und Verteilung mit einem Hauptaugenmerk auf die Korngrenzen untersucht werden.

In einem weiteren Schritt wurden die Bruchflächen und Längsschliffe durch die Bruchfläche von ausgewählten Zugproben mit unterschiedlichen Bruchdehnungen hinsichtlich Mikrostrukturfeatures, wie beispielsweise Ausscheidungen oder Korngrößenverteilungen, die für die geringe Bruchdehnung verantwortlich sein können, mittels Stereomikroskop, REM, LIM1 untersucht.

3.3.1. Probenpräparation

3.3.1.1. Probenschnitt

Das Zuschneiden der wärmebehandelten Proben erfolgte an der Trennmaschine *Stuers Discotom-2* im Labor des Instituts mit Trennscheiben vom Typ *Stuers 50A25* und *Stuers 56A25* (HV 500 - 800). Die Längsschliffe der Zugproben wurden an einer *Accutom* – Trennmaschine mit Trennscheiben vom Typ *50S25* durchgeführt.

Wie in *Abb.30(b) & 31* ersichtlich, wurden Proben aus drei Bereichen mit unterschiedlichen Umformgraden ($\epsilon=0,1; 0,7; 1$) entnommen, wobei die Probe Nummer 1 jeweils die größte Verformung aufweist und Nummer 3 die kleinste. Beim Zuschneiden mussten auch Bereiche berücksichtigt werden, an denen später eventuell noch Zugversuche vorgenommen werden sollten.

Zusätzlich zu den vorgesehenen Proben wurden auch noch jeweils drei Proben aus den Sparparts der Ciabatta – Hälften, die nach dem Schmieden mit Luft (C29) und mit Wasser (C26) abgekühlt wurden, entnommen und untersucht, um Vergleichswerte zu erhalten.

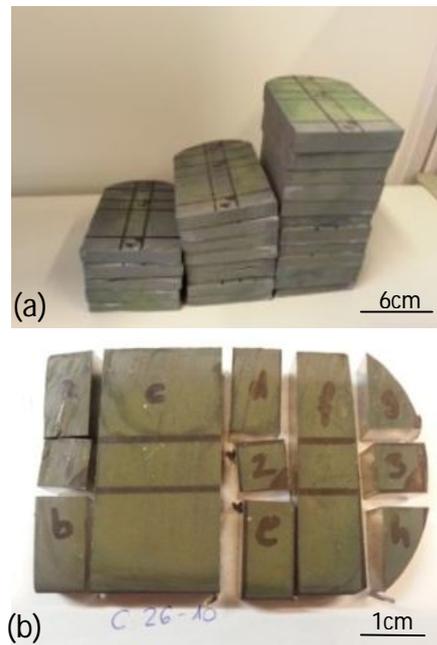


Abb.30: (a) Wärmebehandelte, zum Schneiden, (b) vorbereitete Platten Zu geschnittene Proben

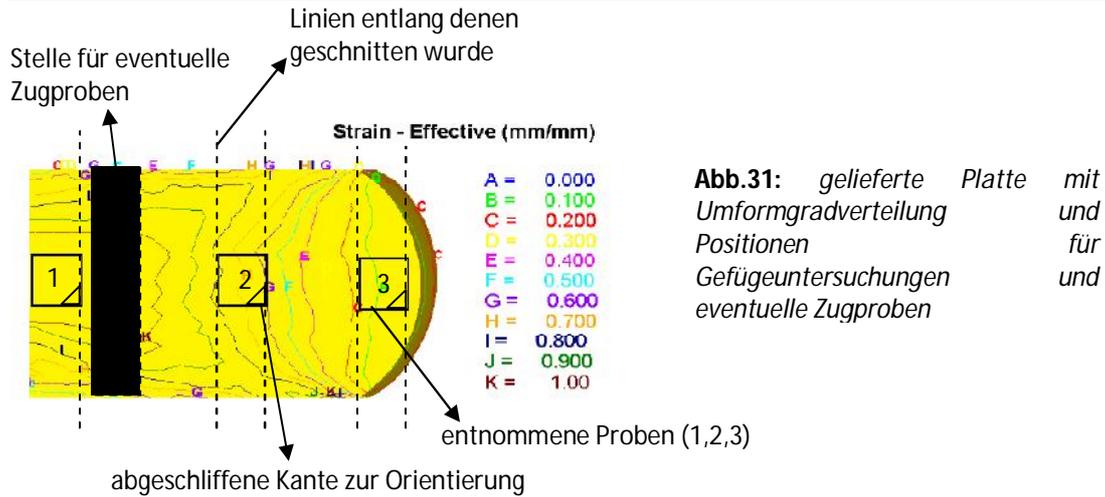


Abb.31: gelieferte Platte mit Umformgradverteilung Positionen für und Gefügeuntersuchungen eventuelle Zugproben

3.3.1.1.1. Zugproben

Zusätzlich zu den Ciabatta – Schnitten stellte Böhler Schmiedetechnik GmbH auch noch drei Zugproben (siehe *Abb.32*), die zum Teil unterschiedlichen Wärmebehandlungen (siehe *Abb.33* und *Abb.34*) ausgesetzt wurden und im Zugversuch unterschiedliche Bruchdehnungen (siehe *Tabelle 7*) aufwiesen, bereit.



Abb.32: untersucht Zugproben

Die Bruchflächen wurden eingehend mit einem *Wild Heerbrugg M8* Stereomikroskop und im REM untersucht, um die verschiedenen Brucharten zu identifizieren. Anschließend wurden Längsschliffe der Proben metallographisch präpariert und lichtmikroskopische Untersuchungen hinsichtlich der relativen Menge der Ausscheidungen an den Korngrenzen und der Korngröße durchgeführt.

In *Tabelle 6* sind die Standard – Spezifikationen (für optimale Kriech- und Brucheigenschaften bei erhöhten Temperaturen), die bei den Zugversuchen vom getesteten Werkstoff nicht unterschritten werden dürfen, aufgelistet:

Korngröße: [μm]	0,2% Dehngrenze: [MPa]	Zugfestigkeit: [MPa]	Bruchdehnung: 4D [%]	Härte [HRC]: nach	
				Ageing	SA
$\leq 150^{16}$	≥ 586	≥ 1034	≥ 12	≥ 24	≤ 30

Tabelle 6: geforderte Mindestwerte für den zu untersuchenden Werkstoff⁽⁹¹⁾

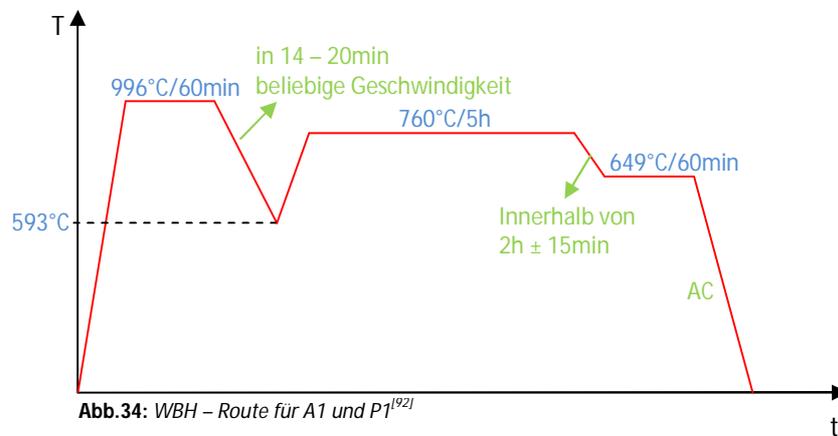
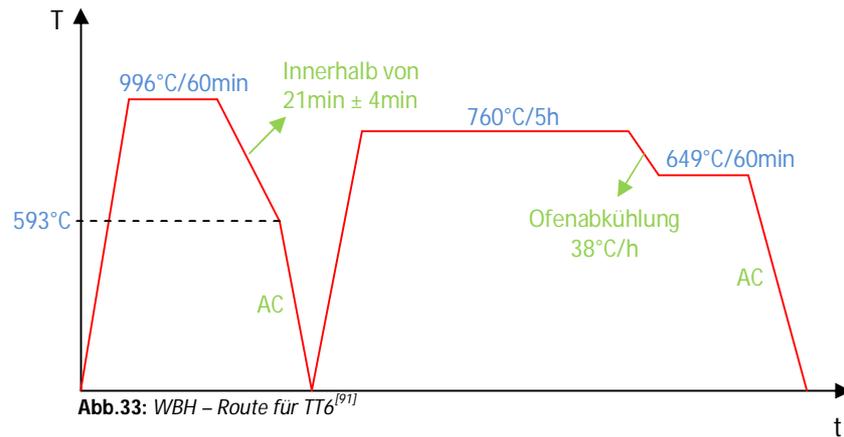
Für die untersuchten Zugproben wurden durch die durchgeführten Tests folgende Werte, die die Anforderungen teilweise nicht erfüllen konnten (rot markierte Werte unterschreiten Mindestwerte) erhalten:

¹⁶ Mit einzelnen Körnern mit Größen bis zu 510 μm oder kleiner

Proben ID:	Test-Temp.: [°C]	Anfangslänge: [mm]	0,2% Dehngrenze: [MPa]	Zugfestigkeit: [MPa]	Endlänge: [mm]	Bruchdehnung: 4D ¹⁷ [%]	Korngröße: [µm]
TT6	RT	25,40	700	1020	28,70	13,0	105
A1	RT	25,40	695	975	27,94	10,0	
P1	RT	25,40	675	1090	30,48	20,0	

Tabelle 7: gemessene Werte für die drei zu untersuchenden Proben^{[91][92]}

Es wurden zwei unterschiedliche Wärmebehandlungen durchgeführt. Die WBH – Route für die Probe **TT6** ist in *Abb.33* grafisch dargestellt, die für **A1** und **P1** in *Abb.34*.



3.3.1.2. Einbetten, Schleifen & Polieren

Da eine Messung am REM eine elektrisch leitfähige Probe voraussetzt, wurden die Schnitte - nach einem groben Abschleifen der Kanten und dem Wegschleifen einer Ecke zur Orientierung bei den Messungen – mit einer Wärmeinbettmasse auf Phenolharzbasis mit Graphit, mit Hilfe einer *Stuers Pedropress* warm eingebettet (siehe *Abb.35*).

Die eingebetteten Proben wurden dann mit



Abb.35: verwendete *Stuers TegraForce 5* Poliermaschine

¹⁷ Duktilität wird als Prozentsatz der Messlänge der Probe im Zugversuch gemessen. In Nordamerika wird die Messlänge für die standard runden Proben als 4xD (D...Durchmesser) gemessen, in Europa als 5xD.^[121]

folgenden Einstellungen, Schleifpapieren und Polierscheiben auf einer *Stuers TegraForce5* bearbeitet:

	Schleifpapier/Polierscheiben:	Lösung:	Schmiermittel:	Zeit [min]:	Kraft [N]:
1	SiC Papier #320	---	Wasser	3	25
2	SiC Papier #500/#1000	---	Wasser	3	25
3	MD - Largo	Diamantpaste 9 μ m	Blau	7	25
4	MD - Mol	Diamantpaste 3 μ m	Blau	12	25
5	MD - Nap	Diamantpaste 1 μ m	Blau	12	15
6	MD - Chem (>< ¹⁸)	OP-S/OP-A ¹⁹	---	15	10
7	MD - Chem	OP-S/OP-A	---	20	10
8	MD - Chem	---	Wasser	3	25

Tabelle 8: Arbeitsschritte und verwendete Parameter

Da die Proben relativ empfindlich sind und Restkratzer bei sehr hoher Auslösung (> 60000x) nach dem Polieren kaum vermieden werden konnten, wurde beim sechsten Polierschritt mit OP-S ein gegenläufiger Zyklus zur besseren Schichtabtragung gewählt.

Auf die letzte Reinigungsstufe folgte noch ein 5 minütiges Alkoholultraschall-Bad, um die Proben von letzten OP-S – Resten und Verunreinigungen zu befreien. Anschließend wurden sie mit Wasser und Ethanol abgespült und trocken geföhnt.

3.3.1.3. Ätzen

Die Ätzung erfolgte immer direkt nach dem Polieren, um ein optimales Ergebnis zu gewährleisten. Wobei darauf geachtet werden sollte, dass die Proben immer trocken in die Ätzlösung getaucht werden, da eine Nassätzung mit dem zu untersuchenden Material in keinem Fall ein zufriedenstellendes Resultat lieferte (siehe *Abb.36(d)*).

Für die automatische Erkennung durch das Programm für die Korngrößenanalyse müssen die Korngrenzen der Proben gut sichtbar sein, auch sollten die Körner durch die Ätzung möglichst nicht verfärbt werden, um ein unverfälschtes Ergebnis zu erhalten. *Abb. 36 (a-c)* zeigt den Einfluss verschiedener Ätzzeiten auf die Sichtbarkeit der Korngrenzen und den Angriff der Kornflächen bei zu langen Ätzzeiten.

Um das Ausbilden einer Passivierungsschicht zu vermeiden, die den Angriff der Ätzlösung verhindern würde, wurden die Proben vor dem Ätzen noch mit einer 2% HF – Lösung bearbeitet, wobei nach den folgenden Schritten vorgegangen wurde:

1.	Reiner Alkohol
2.	Destilliertes Wasser
3.	HF – Lösung
4.	Destilliertes Wasser
5.	Reiner Alkohol
6.	Ätzlösung

Tabelle 9: Arbeitsschritte für die Entfernung der Passivierungsschicht

¹⁸ gegenläufig

¹⁹ Zur Endpolierung von hochlegierten Stählen, Ni-Basis-Legierungen und Keramiken

Zwischen Schritt 5 und 6 sollten die Proben getrocknet werden.

Als Ätzlösung wurde durchwegs die *Nickel-Basis-Lösung II* verwendet, wie in [60] beschrieben. Die Ätzzeiten mussten auf Grund des Einflusses der unterschiedlichen Wärmebehandlungsversuche variiert werden.

<i>Nickel-Basis-Lösung II:</i>
60ml HCl rauchend (37%)
20ml HNO ₃
2,5g Kupfer-II-Chlorid

Tabelle 10: *Nickel-Basis-Lösung II*

Mit dieser Lösung konnten durchwegs gute Ergebnisse erzielt werden. Die natürlichen Farben der Ausscheidungen blieben gut erhalten und die Korngrenzen wurden gut sichtbar.

Während für die Proben, die nach dem Schmieden Luft-Abgekühlt wurden eine Einwirkzeit von 30 Sekunden genügte, musste bei den mit Wasser abgekühlten Proben die Zeit auf 35 Sekunden erhöht werden. Die Korngrenzen der Proben, die nur Lösungsgeglüht wurden, konnten erst nach 55 Sekunden in der Ätzlösung einigermaßen gut hervorgehoben werden.

Nach dem Ätzen wurden die Proben mit Wasser und Ethanol gereinigt und geföhnt.

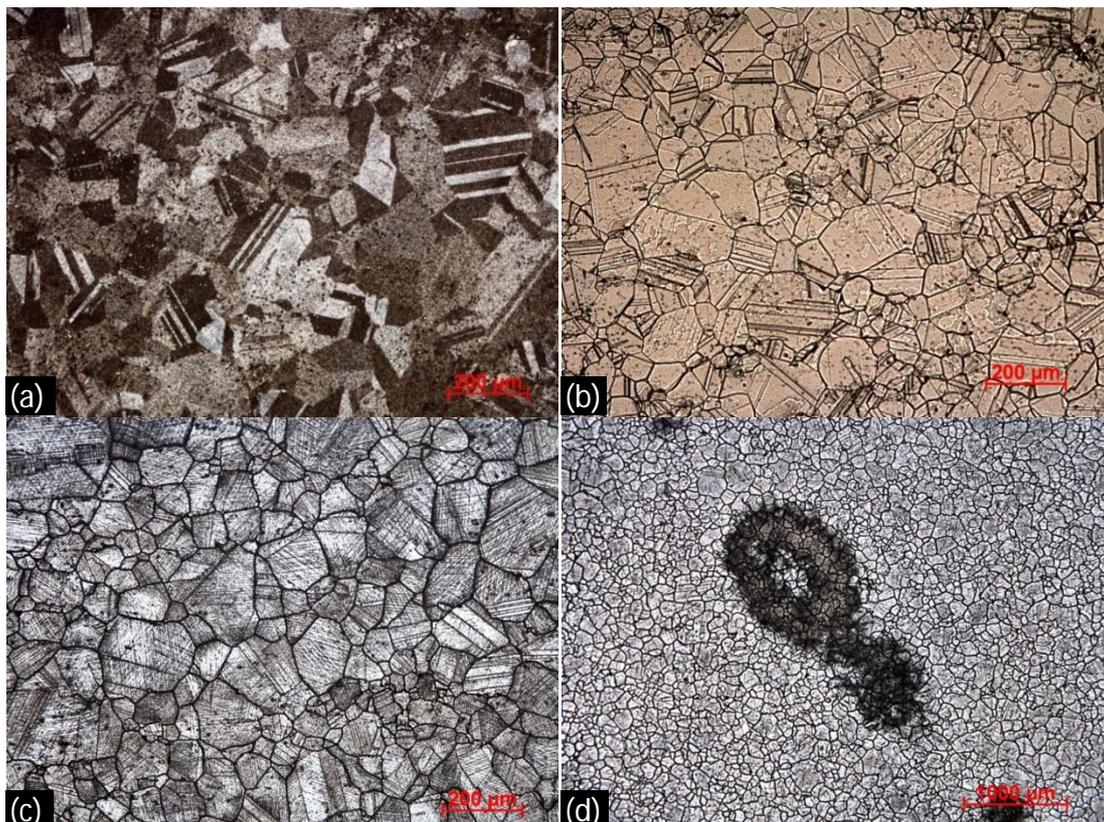


Abb.36: Probe C27-11_2 nach (a)30sec, (b) 55sec Tauchätzung, (c) Angriff der Kornflächen durch zu lange Ätz-Zeiten, (d) Einfluss von Wasser auf das Ätzergebnis

3.3.2. Lichtmikroskopie

Die Untersuchungen wurden an einem *Zeiss Axio Imager M2m* mit verschiedenen Vergrößerungsstufen zwischen 2,5 und 100 durchgeführt und Aufnahmen des Gefüges wurden für die Korngrößenanalyse (mindestens 150 Körner müssen dafür sichtbar sein) aufgenommen. Dabei wurde darauf geachtet die Proben immer gleich auszurichten und Aufnahmen möglichst aus der Mitte der Probe zu nehmen. Untersuchte Proben wurden in *Tabelle 5* blau markiert.

3.3.2.1. Korngrößenanalyse

Für die Korngrößenanalyse der Lichtmikroskop-Aufnahmen wurde die Software *Axio Vision 4.8.2* (Korngrößen Analyse Modul) verwendet.

Die Software verfügt über eine automatische Erkennung der Korngrenzen der Aufnahmen der geätzten Proben, die zum Teil einigermaßen gut funktionierte. Alle Bilder mussten nachkorrigiert werden (Korngrenzen wurden nachgezeichnet oder weggelöscht) und der Großteil der Korngrenzen musste auf Grund der zahlreichen Zwillinge in den Proben, die das Programm nicht von den Korngrenzen unterscheiden kann, komplett manuell nachgezeichnet werden, was sich als sehr zeitkonsumierend erwies.

Nach diesem Schritt berechnet die Software die Lage Größe und Form der einzelnen Körner. Wobei als Messstandard der *ASTM Standard E1382* („*Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic Image Analysis*“) verwendet wurde. Zur Verfeinerung der Daten wurden Werte, die offensichtlich falsch sind, wie viel zu kleine Körner (z.B.: Karbide) oder exakt kreisförmige Körner aus den Datensätzen entfernt.

Wie schon erwähnt ergaben sich einige Probleme bei der automatischen Korngrößenerkennung. Neben den Zwillingen war die zu schwache Kontrastierung - insbesondere bei den Proben aus der Ciabatta – Hälfte (C26), die nach dem Schmieden mit Wasser abgekühlt wurde – problematisch für die Bildanalyse. Trotz zahlreicher Versuche die Korngrenzen, durch eine Variation der Ätzzeiten und verschiedene Behandlungen für den besseren Angriff der Korngrenzen, stärker hervorzuheben, war es teilweise sehr schwierig zwischen den Zwillingen und den tatsächlichen Korngrenzen zu unterscheiden.

Die statistische Auswertung der Datensätze in Form von Box – Diagrammen zur Darstellung der Eckdaten und Balkendiagrammen zur Darstellung der relativen Häufigkeiten der Korngrößen erfolgte mittels der Software *Origin Pro 9.0*.

Hier sollte noch angemerkt werden, dass viele Abweichungen nicht auf das Material zurückzuführen sind, sondern auf Grund der kleineren Anzahl von Körnern im Bild entstehen. Im Anhang (Kapitel 9.2.) ist zusätzlich zu den Auswertungen der Korngrößenanalysen und den dazugehörigen Wärmebehandlungsrouten auch noch die Anzahl der Körner, die zur Bildanalyse



Abb.37: nicht korrekt auswertbare Aufnahmen [C26-4]

verwendet wurden angegeben. Auf Grund der teilweise sehr großen Körner war es nicht immer möglich lichtmikroskopische Aufnahmen mit mindestens 150 Körnern aufzunehmen. Bei vielen erhaltenen Box - Diagrammen wird man bei einem Vergleich mit der zur Auswertung verwendeten Kornanzahl feststellen, dass die meisten starken Abweichungen der Korndurchmesser auf diesen Effekt zurückzuführen sind.

Außerdem konnten einige der Proben (Proben ohne WBH und *Direct Ageing* Proben) konnten auf Grund der Vielzahl von Zwillingen in den Körnern und des nicht rekristallisierten Gefüges in den Proben mit niedriger Verformung mittels der angewendeten Analysemethode nicht ordentlich ausgewertet werden (siehe *Abb.37*). Um ein verlässlicheres Ergebnis zu erhalten wäre hier eine EBSD – Analyse notwendig.

Um die Handhabung der Bildanalyse - Software für spätere Anwender zu erleichtern, folgt ein Exkurs mit einem kleinen Tutorial, in dem die wichtigsten Schritte und einzustellenden Parameter für die Korngrößenanalyse kurz erklärt werden.

3.3.2.1.1. Exkurs: *Axio Vision 4.8.2*. Tutorial

Bevor mit der Korngrößenanalyse begonnen werden kann, muss ein *Archiv* erstellt werden, oder geöffnet werden (wenn schon eines erstellt wurde). Dies geschieht über **Datei → Neu → Materialanalyse Archiv** (siehe *Abb.38*).

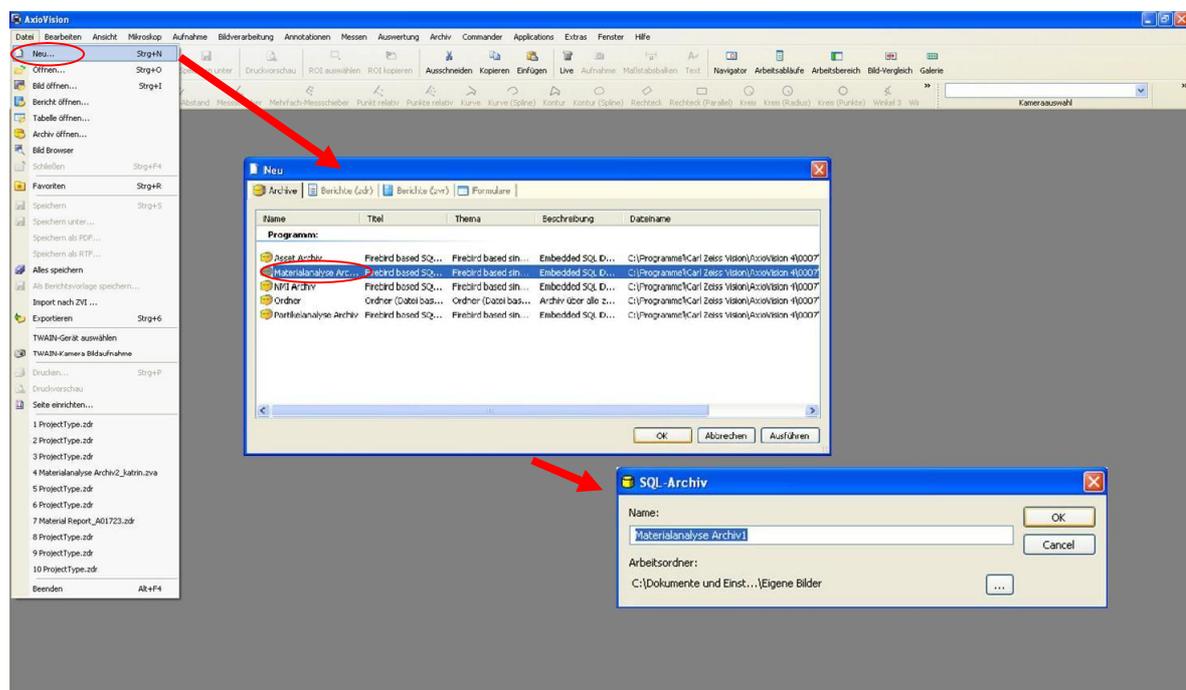


Abb.38: Erstellen eines Archivs

Anschließend wird über Menüleiste **Applications → Prüfvorschriften verwalten** eine Prüfvorschrift erstellt. In diesem Schritt ist es wichtig die Einstellungen anzupassen (**Prüfvorschrift ändern**). Als Bildquelle sollte **Ordner** gewählt werden, wenn die Einspeisung des Bildes nicht direkt über das Lichtmikroskop erfolgt. Unter dem Punkt

Optionen ist unter der Registerkarte **Klassifizierung** als Messstandard die gewünschte Norm (in diesem Fall *ASTM E1382*) einzustellen (siehe *Abb.39* links).

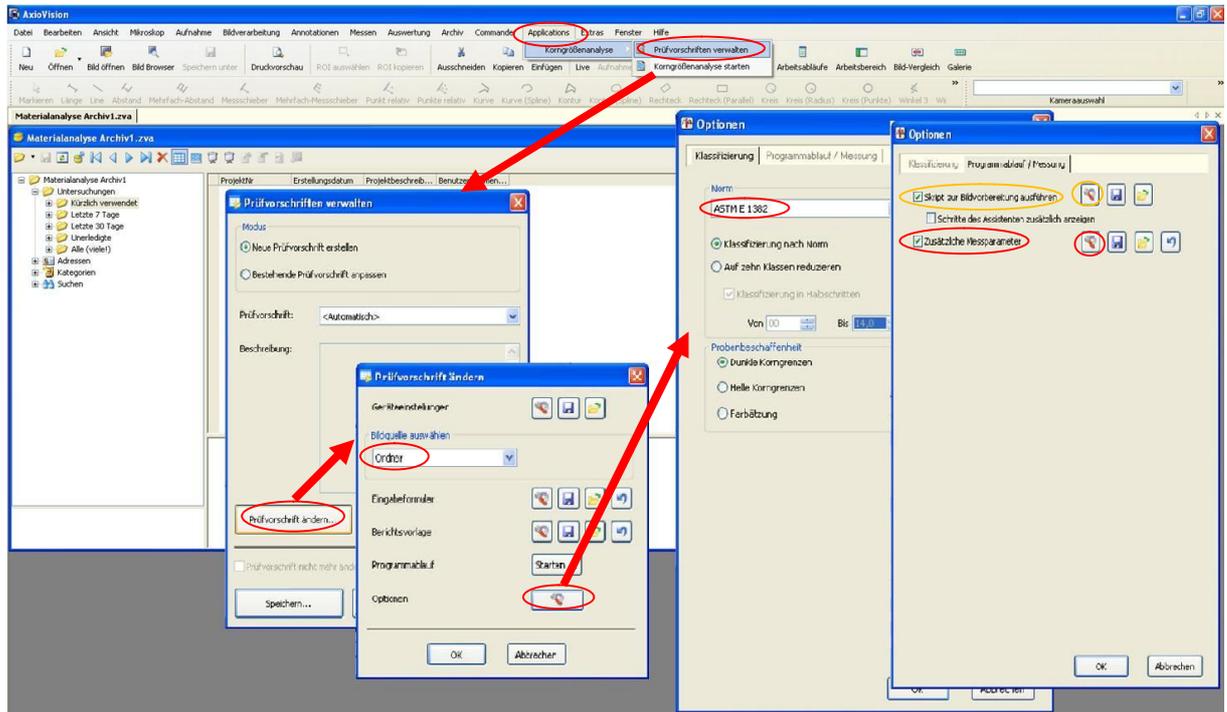


Abb.39: Erstellen/Verwalten einer Prüfvorschrift

Zuerst sollten unter der Registerkarte **Programmablauf/Messung** über den Punkt **Skript zur Bildvorbereitung ausführen** alle Optionen zur Bildbearbeitung von „Automatisch“ auf **Interaktiv** gestellt werden, was eine benutzerdefinierte Bildvorbereitung erlaubt (siehe *Abb.39* rechts orange umrandet und *Abb.40*).

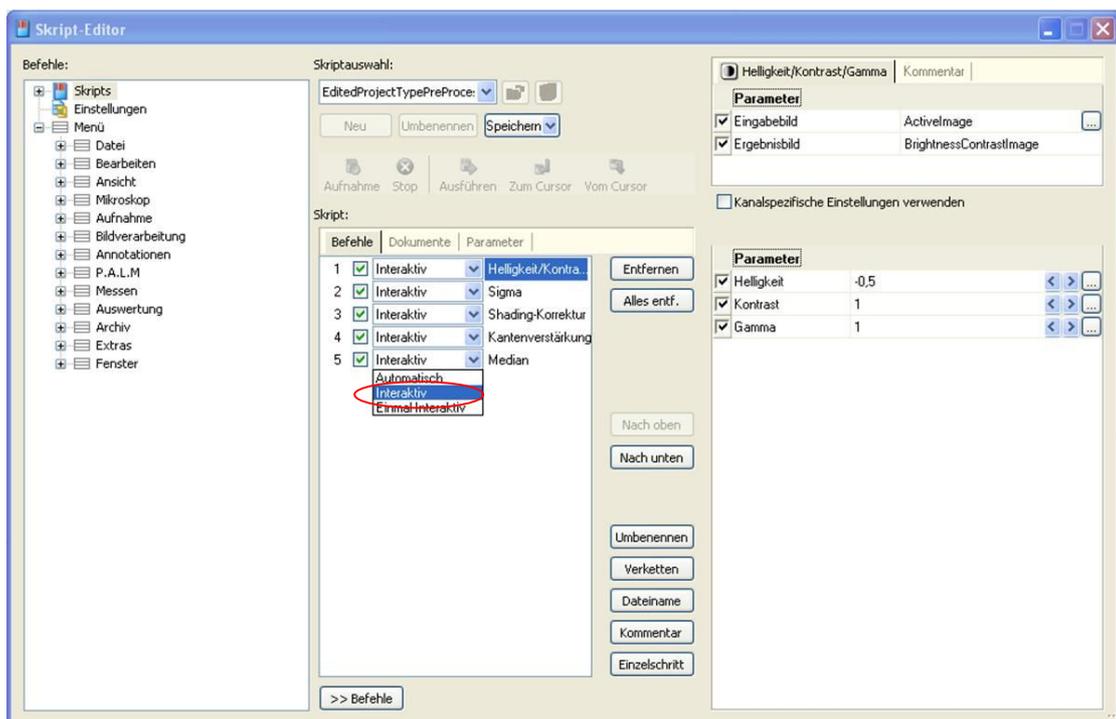


Abb.40: Einstellen der Bildbearbeitungsoptionen

Da mit den Standardeinstellungen nur die fertig ausgewerteten Verteilungen in Form von Excel - Dateien ausgegeben werden, man aber für die Auswertung der Bildanalyse möglichst die Rohdaten verwenden möchte, ist es wichtig unter der Registerkarte **Programmablauf/Messung** einzustellen, welche Datensätze am Ende ausgegeben werden sollten. Dies ist unter dem Punkt **zusätzliche Messparameter** möglich (siehe *Abb.39* rechts rot umrandet).

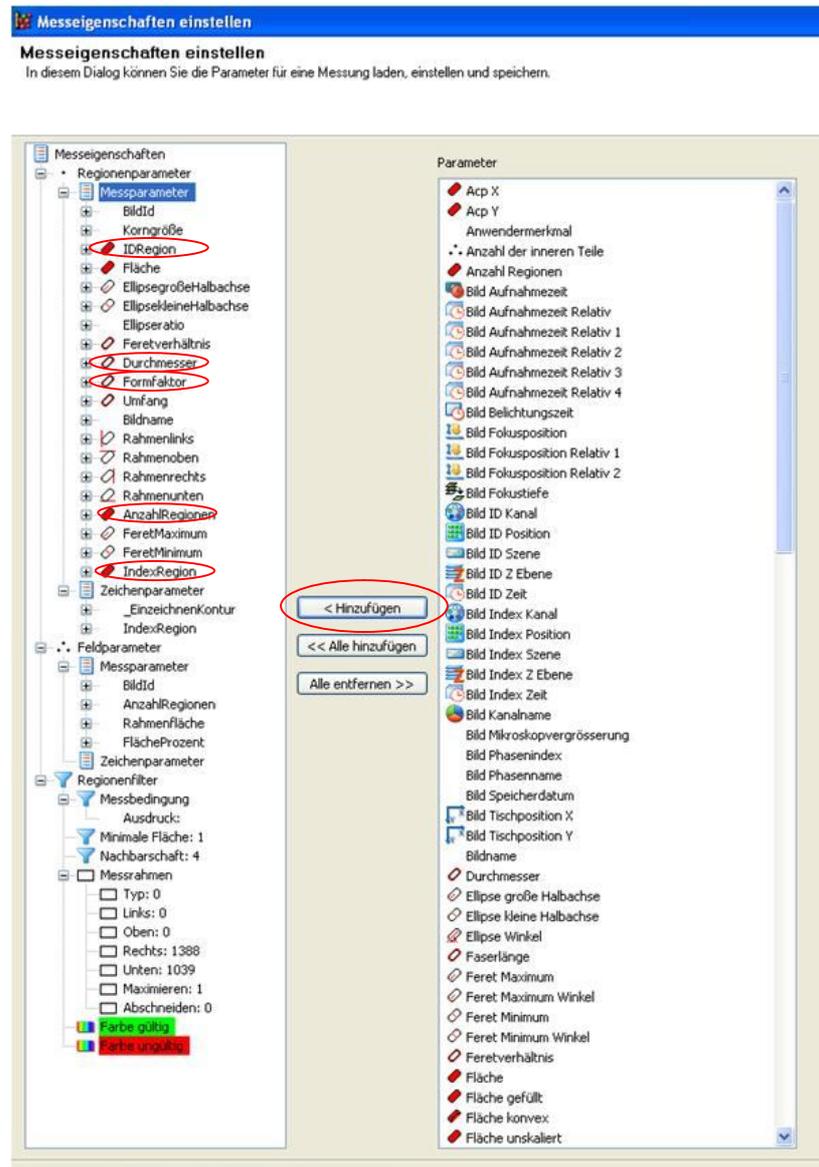


Abb.41: Hinzufügen zusätzlicher Messparameter

Um Datensätze in denen die Anzahl der Körner, sowie deren Durchmesser, Fläche, Formfaktor, Feret, etc. in Form von Excel – Dateien ausgegeben zu bekommen müssen hier die entsprechenden Messparameter hinzugefügt werden (in *Abb.41* rot umrandet).

Nach dem Abspeichern der angepassten Prüfvorschrift kann nun mit der Korngrößenanalyse begonnen werden (Menüleiste **Applications** →

Korngrößenanalyse starten). Hier wird die gerade erstellte Prüfvorschrift gewählt, das Projekt benannt und beschrieben und das zu analysierende Bild eingespeist (siehe Abb.42).

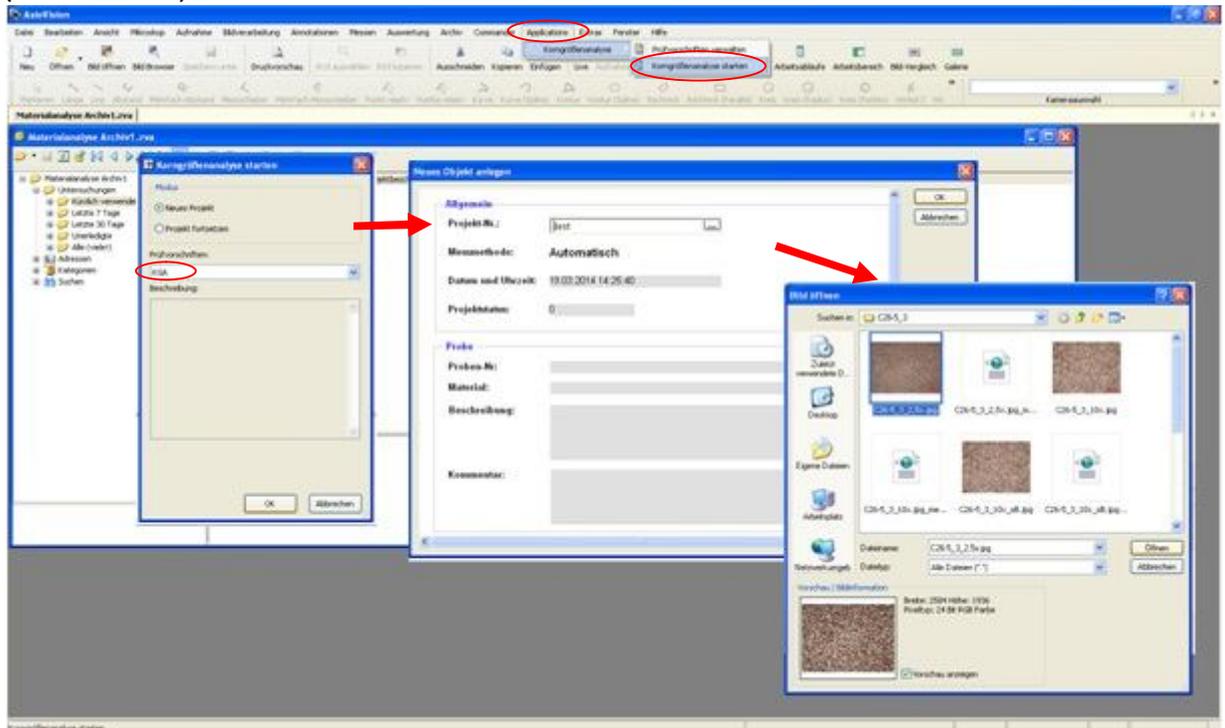


Abb.42: Korngrößenanalyse starten

Bei Verwendung von Aufnahmen ohne die zugehörige Skalierungsdatei, muss die Skalierung der Bilder im Programm manuell vorgenommen werden. (Menüleiste **Messungen** → **Skalierungen**).

Im Folgenden wird man über einen Assistenten durch das Programm geführt. Hierbei muss darauf geachtet werden, dass die **Grafikebene angezeigt** wird und die Messung **immer Interaktiv** verläuft. Zuerst erfolgt die Bildbearbeitung, um die Korngrenzen so gut wie möglich sichtbar zu machen und Zwillinge oder störende dunkle Flecken auf den Körnern zu reduzieren. Durch **Anklicken** der Korngrenzen, werden diese für die automatische Korngrenzen – Erkennung rot eingefärbt (siehe Abb.43 links). Im nächsten Programmschritt (**Korngrößenanalyse - Automatisch**) kann die Erkennung der Korngrenzen modifiziert werden (siehe Abb.43 rechts). Rote Linien bedeuten ungültige Linien, grüne Linien sind gültige Linien.

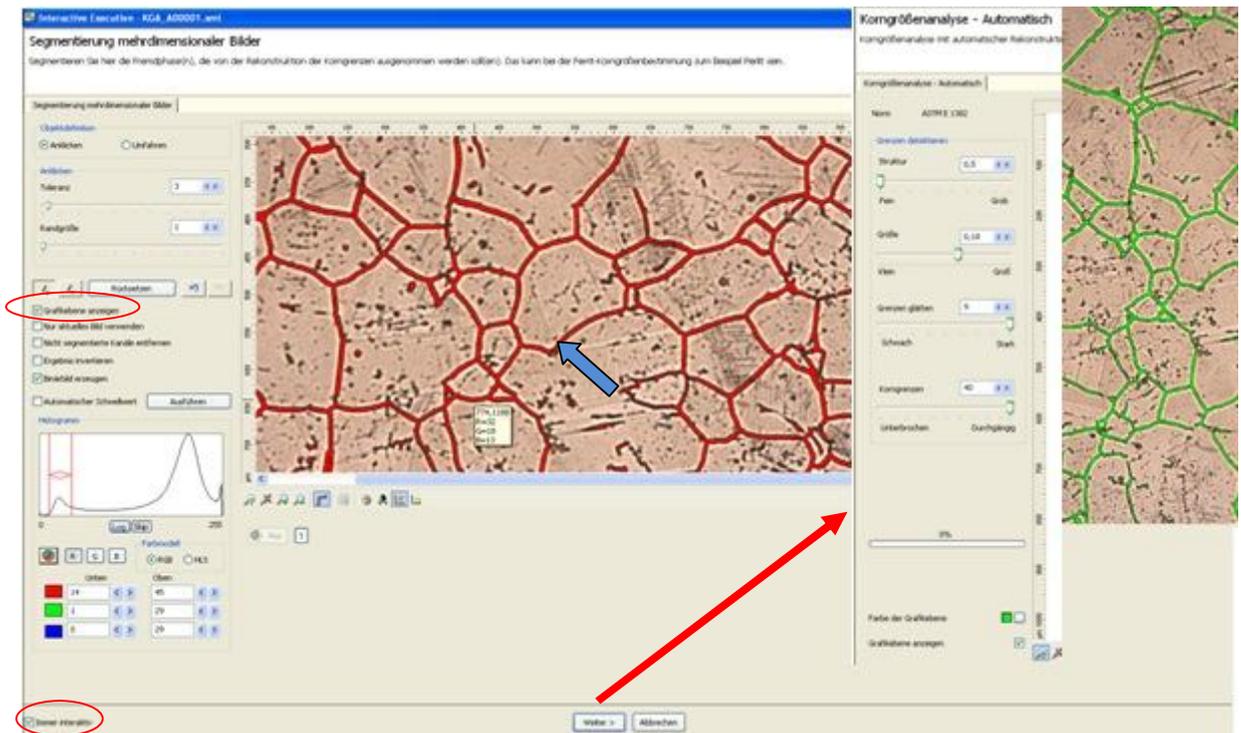


Abb.43: Bildkorrektur und Einstellung der automatischen Korngrenzen-Erkennung

Ist die Bearbeitung abgeschlossen, muss überprüft werden, ob die Korngrenzen auch richtig erkannt wurden. Bei schönen Strukturen ohne Zwillinge wird dies gut funktionieren, jedoch müssen eventuell trotzdem einige Korngrenzen nachgezeichnet oder falsch erkannte Korngrenzen weggelöscht werden. Im Programmabschnitt **Interaktive Korrektur der Korngrenzen** ist dies möglich (Abb.44).

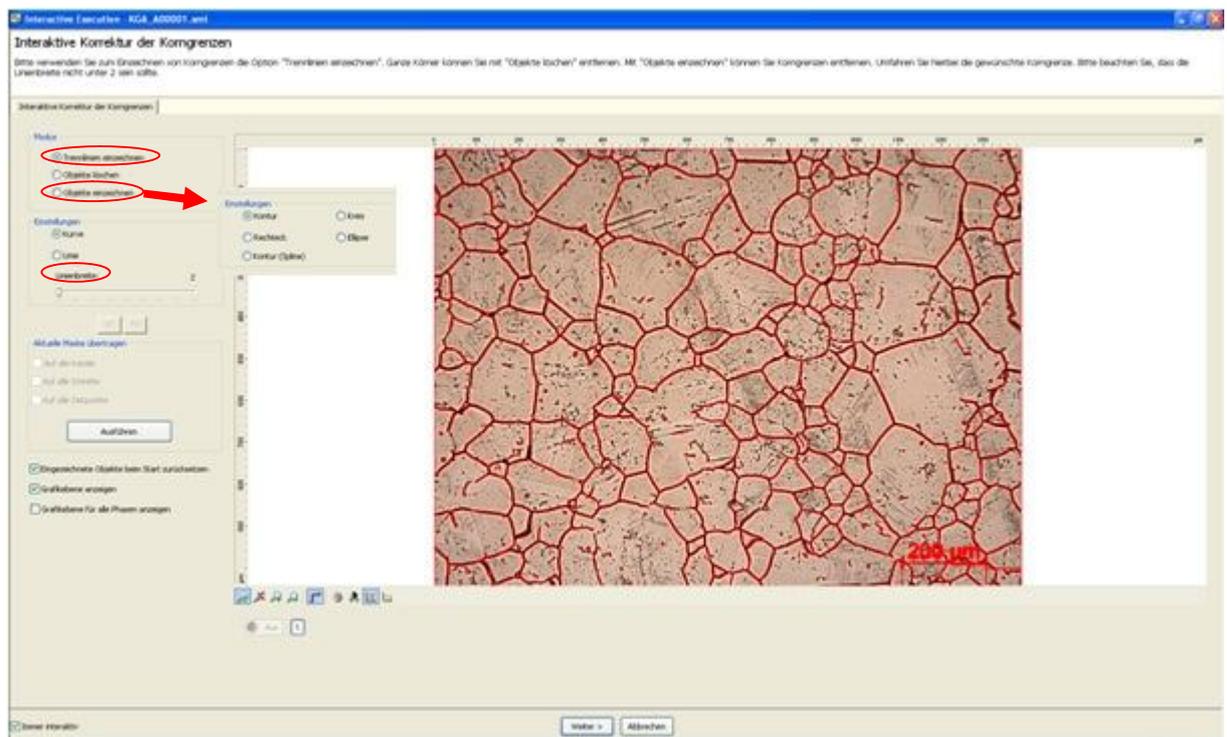


Abb.44: manuelle nach - Korrektur

Hochauflösende Aufnahmen im rückgestreuten Modus:	
Beschleunigungsspannung:	15 - 20kV
Working Distance (WD):	5,6 - 7mm
Spot Size:	3
Blende:	5 (30µm)/3(50µm)

Tabelle 11: verwendete Parameter für die BSE-Aufnahmen am FEG-SEM

Da durch die Ätzung die Ausscheidungen an den Korngrenzen nicht zufriedenstellend dargestellt und analysiert werden konnten, wurden die weiteren Untersuchungen im polierten Zustand durchgeführt. Um ein kontrastreiches Bild zu bekommen, musste allerdings die Beschleunigungsspannung stark erhöht und die 50µm – Blende verwendet werden.

3.3.3.1. Energiedispersive Röntgenanalyse (EDX)

Die energiedispersive Röntgenanalyse (*EDX ... Energy Dispersive X-Ray*) wird für die Oberflächenuntersuchung von Festkörpern eingesetzt. Die mit Primärelektronen bestrahlte Probe emittiert Element - charakteristische Röntgenstrahlen (herausschlagen der Elektronen und anschließendes Auffüllen der entstandenen Lücken durch Atome energiereicherer Niveaus). Die chemische Zusammensetzung der Probe kann durch Analyse der erhaltenen Spektrallinien hinsichtlich ihrer Intensität ermittelt werden.

Mit dieser Methode können alle chemischen Elemente mit Ordnungszahlen ≥ 5 (Bor) nachgewiesen werden.^[93]

Für die Bestimmung der vorhandenen Elemente in den gefundenen Phasen wurde die EDX – Methode eingesetzt. Folgende Parameter wurden für die Analysen verwendet:

EDX – Analyse:	
Beschleunigungsspannung:	20kV
Working Distance (WD):	10mm
Spot Size:	3
Blende:	3 (50µm)

Tabelle 12: verwendete Parameter für die EDX – Analyse am FEG-SEM

4. Modellierung mittels *MatCalc*

In diesem Arbeitsschritt galt es die komplexen kinetischen Vorgänge in der zu untersuchenden Legierung mittels *MatCalc* zu modellieren, um daraus Erkenntnisse über die Zeit – Temperatur – Einflüsse auf die Phasenverteilung und die Ausscheidungsgröße zu erhalten. Die verschiedenen Zeit – Temperatur – Abläufe aus den Proben wurden nachsimuliert und mit den realen Ausscheidungsdaten aus den vorangegangenen Messungen verglichen, um die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse mit dem Programm zu überprüfen.

Für die Simulationen wurde die Software *MatCalc 5.52* mit der thermodynamischen Datenbank für Nickelbasis-Legierungen *mc_ni_v2.013* und der Diffusionsdatenbank *mc_sample_ni2.004* verwendet.

4.1. Thermodynamische Gleichgewichtsberechnung

Für die thermodynamische Gleichgewichtskalkulation zur Vorhersage der Phasenstabilität im untersuchten Legierungssystem wurde folgende nominelle Zusammensetzung verwendet:

Element:	Ni	Al	C	Co	Cr	Fe	Mo	Ti
wt%	Base	1,656	0,0615	10,205	19,48	0,42	8,505	2,185

Tabelle 13: nominelle Zusammensetzung für die Berechnung des *stepped Equilibrium*

Elemente, die mit einem Anteil weniger als 0,005wt% im System vorkamen, wurden für die Berechnungen nicht einbezogen. Zur Vereinfachung und der Reduktion der Rechenzeit wurden nur Phasen berücksichtigt, die auch experimentell dokumentiert werden konnten. Folgende Phasen wurden berücksichtigt: γ – fcc, liquid, γ' , MC, M_6C und $M_{23}C_6$.

Nach dem Input der Zusammensetzung und der erwünschten Phasen wurde ein *stepped Equilibrium* in einem Temperaturbereich von 400°C bis 1600°C berechnet. Das zugehörige Skript ist im Anhang (Kapitel 9.3.) zu finden.

4.2. Wärmebehandlungen

Für die Überprüfung der Reproduzierbarkeit der mit *MatCalc* durchgeführten Simulationen der Ausscheidungskinetik, wurde eine Wärmebehandlungsrouten ausgewählt, bei der gute Auflösungen und Abmessungen der verschiedenen Phasen erzielt werden konnten (siehe *Abb. 47(e)*).

Da die variierten Lösungsglühtemperaturen (1107°C vs. 1115°C) zu nahe aneinander liegen und auf Grund einer Auflösungsgrenze von *MatCalc* nicht korrekt nachsimuliert werden können, wurden alle Simulationen bei einer Lösungsglühtemperatur von 1107°C durchgeführt. Da das Gefüge dieser Proben vollkommen rekristallisiert war, wurde der Umformgrad bei der Berechnung vernachlässigt.

Für die weiteren kinetischen Berechnungen wurde die σ – Phase vernachlässigt. Dies ist auf Grund der Bildung dieser Phase bei sehr niedrigen Temperaturen möglich. Bei

einer Betrachtung der Diffusivität zeigt sich, dass diese bei geringeren Temperaturen fast nicht aktiv ist, man müsste also sehr lange warten, bis man eine Veränderung in der σ – Phase feststellen könnte.

Eine Anpassung der berechneten Ergebnisse am die experimentell erworbenen Daten konnte durch Fit Parameter, wie die *nucleation sites* und die Variation der *interfacial energy* realisiert werden.

4.2.1. WBH – Route [C29-11_3 & C29-23_3]

Abb.47 (e) zeigt die Wärmebehandlungsroute der Probe C29-11_3 [WQ nach Lösungsglühen, $\epsilon=0,1$], die in einer regelmäßigen γ' – Verteilung und einer Ausscheidung globularer Cr- und Mo – reicher Karbide an den Korngrenzen resultierte (siehe Abb. 47 (a) & (b)). Um den Einfluss der Abkühlrate nach dem Lösungsglühen zu überprüfen, wurde im Zuge der Simulation der genannten Probe auch noch eine Probe, deren Wärmebehandlung sich nur in der Wahl der Abkühlrate nach dem Lösungsglühen unterscheidet (Probe C29-23_3 [AC nach Lösungsglühen, $\epsilon=0,1$]), simuliert. Diese Probe zeigte eine feinere γ' – Verteilung und durchgehendere Karbid-Filme an den Korngrenzen (siehe Abb. 47 (c) & (d)). Tabelle 14 & 15 zeigt die experimentell erworbenen Daten der Phasen bezüglich Durchmesser, Form und Ort der Ausscheidung. Aus Tabelle 16 sind die zugehörigen, mit EDX gemessenen chemischen Zusammensetzungen der Phasen abzulesen.

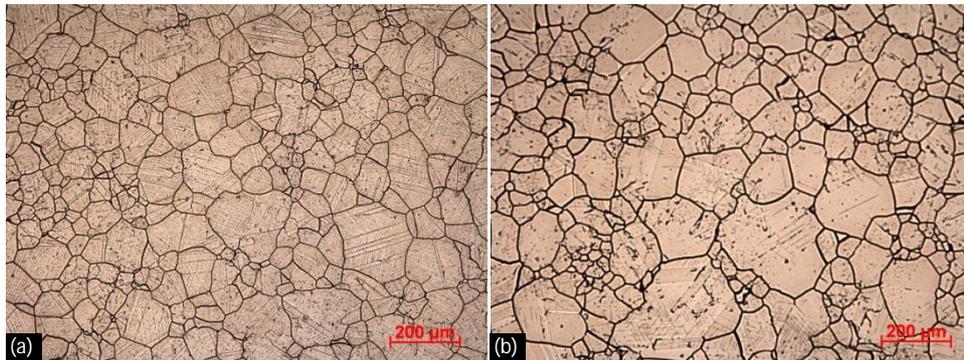


Abb.46: lichtmikroskopische Aufnahmen der Proben: (a) C29-11_3, (b) C29-23_3

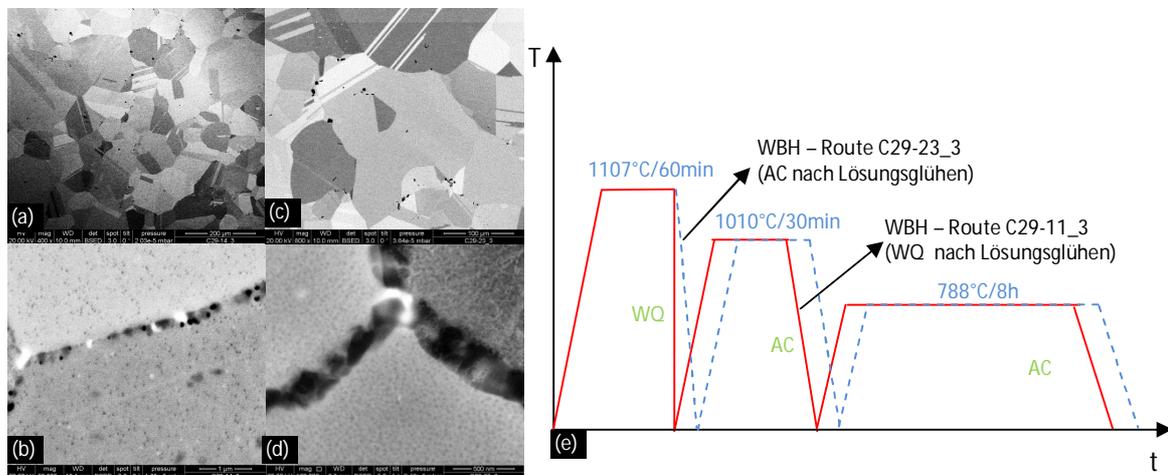


Abb.47: (a) REM – Übersichtsaufnahme C29-11_3, (b) γ' – Verteilung & globulare Korngrenzenkarbide, (c) Rem – Übersichtsaufnahme C29-23_3, (d) grobe Mo-reiche Ausscheidungen durchgehendere Filme an den Korngrenzen, (e) WBH – Route (rot: C29-11_3[WQ nach dem Lösungsglühen]; blau strichliert: C29-23_3 [AC nach dem Lösungsglühen])

Experimentelle Ergebnisse: C29-11_3 [WQ nach Lösungsglügen]			
Phase:	Diameter: [µm]	Shape:	Location in microstructure
MC	5,61-11,2	Blocky/spherical/elliptical	bulk
M ₆ C	0,2-1,34	globular	GB
M ₂₃ C ₆	0,2-1,98	globular	GB
γ'	0,008 -0,036	spherical	bulk
γ - Matrix (grains)	65	equiaxed	---

Tabelle 14: C29-11_3: experimentell erworbene Daten der relevanten Phasen im Material nach der Wärmebehandlung (siehe Abb.50 [rote Route])

Experimentelle Ergebnisse: C29-23_3 [AC nach Lösungsglügen]			
Phase:	Diameter: [µm]	Shape:	Location in microstructure
MC	2-10,5	Blocky/spherical/elliptical	bulk
M ₆ C	0,2-1,7	globular	GB
M ₂₃ C ₆	0,2-1,9	Globular/Filme	GB
γ'	0,008 -0,027	spherical	bulk
γ - Matrix (grains)	59	equiaxed	---

Tabelle 15: C29-23_3: experimentell erworbene Daten der relevanten Phasen im Material nach der Wärmebehandlung (siehe Abb.50 [blau strichlierte Route])

Element:	Chemische Zusammensetzung [wt%] nach EDX-Analyse:		
	MC(1)	MC(2.1)	MC(2.2)
C	14,23	13,09	7,91
N	6,26	2,40	2,01
Mg	0,04	0,12	0,34
Al	0,11	0,63	0,67
Mo	35,86	33,54	14,14
Ti	38,70	1,87	1,28
Cr	2,05	14,85	43,25
Fe	0,24	0,52	0,56
Co	0,40	6,76	5,34
Ni	2,10	26,23	24,50

Tabelle 16: chemische Zusammensetzung nach der WBH nach EDX-Analyse

Für die Simulationen eingestellte Parameter sind *Tabelle 17 - 19* zu entnehmen. Für die Berechnungen wurden vier Phasen, die mit der γ – Matrix wechselwirken berücksichtigt: γ', M₂₃C₆, M₆C und sekundäre Karbide an den Versetzungen. Primäre MC – Karbide wurden als inert angenommen und für die weiteren Simulationen vernachlässigt, um die Kalkulationen weiter zu vereinfachen.

Simulationsparameter für C29-11_3 (WQ):		
Matrix Phase:	Nickel fcc(γ)	
Grain size: [m]	65*10 ⁻⁶	
Dislocation Density: [m ⁻²]	10 ¹¹	
Specific boundary interfacial energy:	GB [Jm ⁻²]	0,9
	SGB [Jm ⁻²]	0,3
	Disl. [Jm ⁻¹]	0,0

Tabelle 17: verwendete Simulationsparameter für C29-11_3

Simulationsparameter für C29-23_3 (AC):		
Matrix Phase:	Nickel fcc(γ)	
Grain size: [m]	59*10 ⁻⁶	
Dislocation Density: [m ⁻²]	10 ¹¹	
Specific boundary interfacial energy:	GB [Jm ⁻²]	0,9
	SGB [Jm ⁻²]	0,3
	Disl. [Jm ⁻¹]	0,0

Tabelle 18: verwendete Simulationsparameter für C29-23_3

Zur Anpassung der Ergebnisse an die experimentellen Daten wurde die Oberflächenenergie auf $0,9 \text{ Jm}^{-2}$ gesetzt.

Kinetic Parameter:	M₂₃C₆	M₆C	γ'	Fcc_A1#01
Nucleation Sites:	GB	GB	Bulk	Dislocation
Precipitation classes	25	25	25	25

Tabelle 19: verwendete kinetische Parameter für beide Proben (C29-11_3 und C29-23_3)

Die Simulation startet mit einer übersättigten γ – Matrix, bei der alle berücksichtigten Ausscheidungen als gelöst angenommen werden. Diese soll dann auf Raumtemperatur abgekühlt werden. Um das Abkühlen von der Lösungsglühtemperatur (1107°C) zu simulieren, wurde zuerst ein *single Equilibrium* bei 1107°C für die in Kapitel 4.1. angegebene nominelle Zusammensetzung des Systems berechnet und die erhaltenen Werte für die chemische Zusammensetzung für die weiteren Berechnungen verwendet (siehe Tabelle 20).

Element:	Ni	Al	C	Co	Cr	Fe	Mo	Ti
mol%	Base	3,365	0,02865	10,05	21,733	0,436	5,137	2,38

Tabelle 20: chemische Zusammensetzung für die kinetischen Berechnungen

Um eine Luftabkühlung zu simulieren wurde die Abkühlrate auf 1°C/sec gewählt, ein Abschrecken mit Wasser wurde mit einer Abkühlrate von 100°C/sec nachgestellt.

5. Ergebnisse & Interpretation

5.1. Metallographie

5.1.1. Gefüge nach dem Schmieden

5.1.1.1. Lichtmikroskopische Untersuchungen

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen zeigten das Vorkommen einer sehr großen Anzahl von großen unregelmäßigen, grau-violetten möglicherweise MC Primär - Karbiden (bis $\sim 12\mu\text{m}$), die bei beiden Proben (nach dem Schmieden mit Luft oder mit Wasser abgekühlt) über die gesamte Matrix verteilt waren. Auf der anderen Seite konnten auch Ausscheidungen sehr regelmäßiger, meist eckiger Gestalt

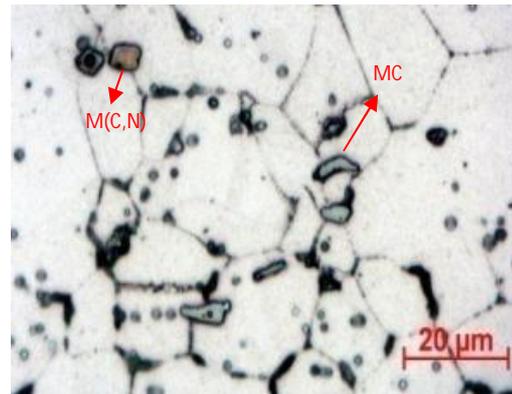


Abb.48: mittels Lichtmikroskop identifizierte Phasen

dokumentiert werden, die durch ihre orange-rote Färbung und einen Vergleich mit der Literatur^[43] zu Karbonitriden deuten (siehe Abb.48).

Abb.49 und 50 zeigen lichtmikroskopische Aufnahmen der nach dem Schmieden mit Luft oder mit Wasser abgekühlten Proben bei unterschiedlichen Umformgraden. Bei den nach dem Schmieden mit Wasser abgekühlten Proben konnten keine durch die Deformation verursachten Zeiligkeiten der Körner beobachtet werden, wie es beispielsweise in [60] dokumentiert wurde. Es konnten in allen 3 Proben Zonen mit unterschiedlichen Ausscheidungsdichten beobachtet werden (siehe rot eingekreiste Zonen in Abb.49 & 50).

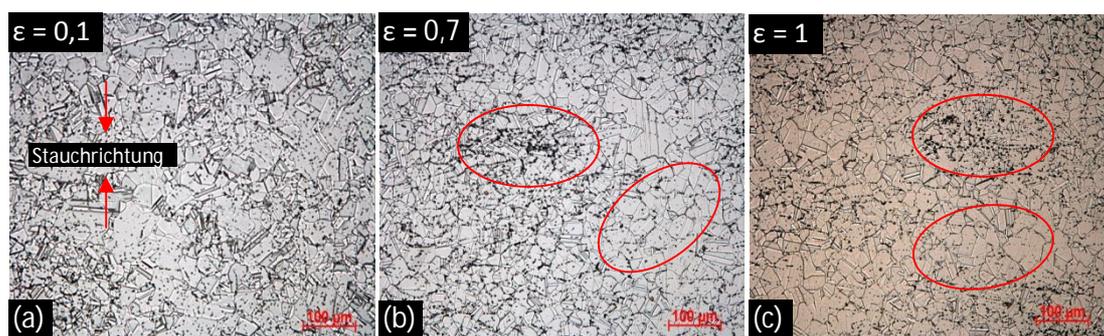


Abb.49: Lichtmikroskopische Aufnahmen der nach dem Schmieden mit Wasser abgekühlten, nicht Wärmebehandelten Proben (C26-0) bei verschiedenen Umformgraden: (a) $\epsilon=0,1$; (b) $\epsilon=0,7$; (c) $\epsilon=1$

Die Proben, die nach dem Schmieden mit Luft abgekühlt wurden, wiesen neben größeren aneinandergereihten Körnern beim niedrigsten Umformgrad ($\epsilon=0,1$) auch eine deutliche zeilige Anordnung der Ausscheidungen normal zur Stauchrichtung bei der höchsten Verformung ($\epsilon=1$) auf (siehe Abb.50(c)).

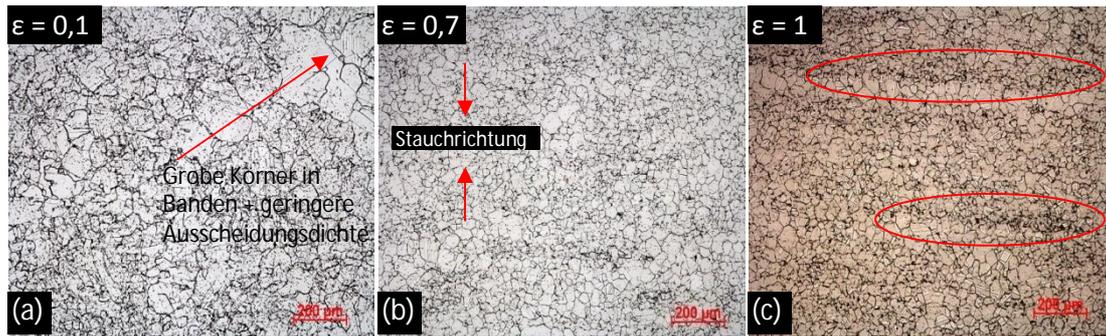


Abb.50: Lichtmikroskopische Aufnahmen der nach dem Schmieden mit Luft abgekühlten, nicht Wärmebehandelten Proben (C29-0) bei verschiedenen Umformgraden: (a) $\epsilon=0,1$; (b) $\epsilon=0,7$; (c) $\epsilon=1$

5.1.1.1.1. Korngrößenanalysen:

Im Zuge der lichtmikroskopischen Untersuchungen wurden Korngrößenanalysen aller Proben durchgeführt, um den Zusammenhang zwischen der thermomechanischen Historie des Werkstoffes und der Korngröße zu evaluieren.

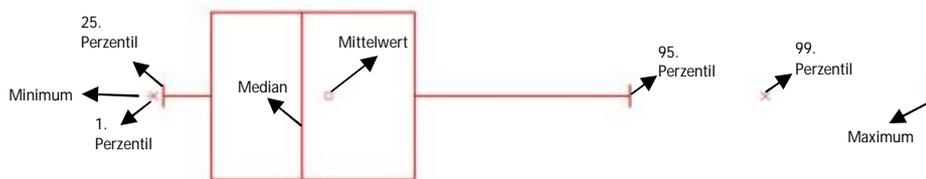


Abb.51: Erklärung Box - Diagramm

Um die Ergebnisse anschaulicher wiederzugeben, wurden die Eckdaten in Form von Box – Diagrammen dargestellt (siehe Abb.51). Wobei die Boxen in diesen Darstellungen durch das 25. und das 75. Perzentil bestimmt werden. Außerdem sind Minimal- und der Maximalwert, sowie der Mittelwert (kleines Viereck in der Box) und der Median (Linie durch die Box) der ausgewerteten Daten aus den Grafiken ablesbar.

Abb. 52 zeigt die Ergebnisse der Korngrößenanalysen für den Werkstoff, der nach dem Schmieden mit Wasser (Abb. 52(a)) und mit Luft (Abb.52(b)) abgekühlt wurde. In Tabelle 21 sind die zugehörigen Zahlenwerte tabellarisch aufgelistet.

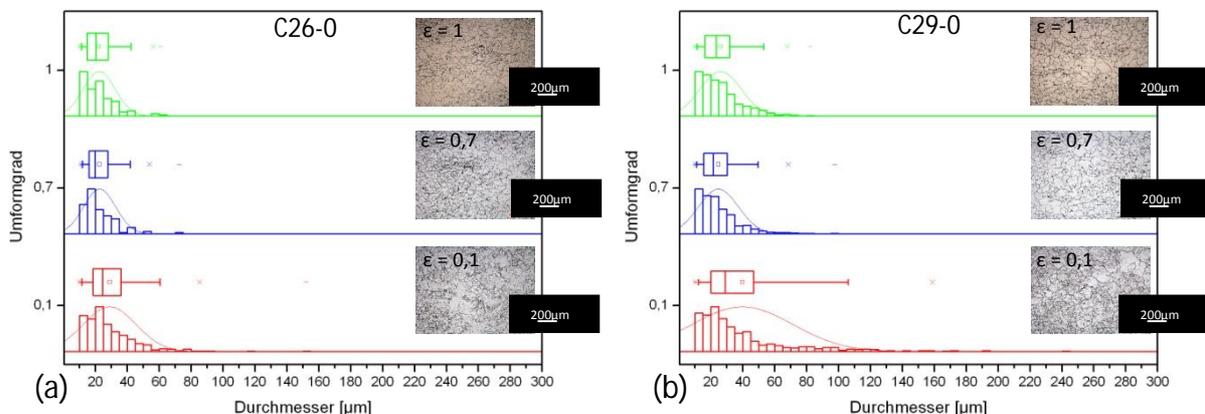


Abb.52: Ergebnisse der Korngrößenanalyse der nach dem Schmieden mit (a) Wasser abgekühlten (C26-0), (b) Luft abgekühlten (C29-0) Proben ohne Wärmebehandlung bei verschiedenen Umformgraden ($\epsilon=0,1;0,7;1$)

Platte:	Nr.	Kornanzahl:	Korn-Durchmesser [μm]				
			Minimum:	Maximum:	Mittelwert:		Median:
					Wert:	Fehler ²⁰ :	
C29-0 AC	3	625	10	242,6	39,7	31,6	29
	2	526	10	97,7	24,7	12,5	21,5
	1	477	10	82,5	26	12,9	23,2
C26-0 WQ	3	373	10	152,2	28,9	16,6	24,5
	2	232	10,2	72,5	22,1	10,2	19,5
	1	251	10,4	61	22,3	10	20,3

Tabelle 21: Ergebnisse der Korngrößenanalysen für den nach dem Schmieden mit Luft (C29-0) bzw. mit Wasser (C26-0) abgekühlten, nicht wärmebehandelten Werkstoff

Vergleicht man die Korndurchmesser der beiden verschieden abgekühlten Proben, so ist im Allgemeinen bei den nach dem Schmieden mit Luft abgekühlten Proben ein tendenziell größeres Kornwachstum zu erkennen. Betrachtet man die Ergebnisse bezogen auf die verschiedenen Umformgrade, so sind die Körner der am wenigsten verformten Proben ($\epsilon=0,1$) - mit ca. $40\mu\text{m}$ nach dem Luftabkühlen und $29\mu\text{m}$ nach dem abschrecken mit Wasser - scheinbar größer als bei höheren Umformgraden ($\epsilon=0,7$ & 1), bei denen kein signifikanter Unterschied der Korndurchmesser beobachtbar war. Beim niedrigsten Umformgrad zeigte das Material ein heterogenes Gefüge, mit einer bimodalen Korngrößenverteilung. Die Anordnung der größeren Körner könnte als bandartig beschrieben werden. Auffällig war auch die Ausscheidungsverteilung, die in Zonen mit größeren Körnern eine geringere Dichte als bei kleineren Körnern aufzuweisen schien (siehe Abb. 50(a)). Bei höheren Umformgraden konnte eine homogene, uniforme Mikrostruktur dokumentiert werden. Bei näheren Untersuchungen des Mikrogefüges mit dem REM (siehe Kapitel 5.1.1.2. Abb.55) stellte sich heraus, dass die scheinbaren größeren Korndurchmesser der weniger verformten Proben ($\epsilon=0,1$) wahrscheinlich aus der Missorientierung der Körner und nicht klar definierbaren Korngrenzen resultieren, die bei Proben höherer Verformung nicht dokumentierbar waren. Dieses Verhalten konnte auch bei ähnlichen Untersuchungen beobachtet werden.^{[68][94]}

Die gleiche Beobachtung konnte bei den im Folgenden analysierten *Direct Ageing* – Proben gemacht werden, die eine Behandlung unterhalb der γ' – Solvus-Temperatur erfuhren und eine ähnliche Mikrostruktur bezüglich der Korngrößenvariationen bei verschiedenen Umformgraden zeigten.

5.1.1.2. REM - Untersuchungen

In den untersuchten Proben ohne Wärmebehandlung konnten unabhängig vom Abkühlmedium nach dem Schmieden MC – Karbide unter anderen vom Typ (Ti,Mo)C und Karbonitride M(C,N) vom Typ Ti(C,N) [siehe Abb.56(a)&(b)] festgestellt werden, die sich willkürlich über die gesamte Matrix verteilten.

Repräsentative grau – schwarz gefärbte MC – Teilchen, die in großer Anzahl im Werkstoff vorkamen sind in Abb.53(b) zu sehen. Semi-quantitative EDX – Analysen dieser Ausscheidungen zeigten ungefähr 46 at% C, 26 at% Ti, 11 at% Mo und 1 at% Cr. Bei den letzten drei Elementen handelt es sich dabei um Karbid – bildende Elemente (siehe Tabelle 1). Zusätzlich zu diesen MC – Karbiden, wie sie auch oft in der Literatur^[43] zu finden waren, konnten kleinere globulare, weiß gefärbte ($\sim 900\text{nm}$

²⁰ Standardabweichung

Ergebnisse & Interpretation

bis $\sim 2,5\mu\text{m}$) und kleine, globulare – häufig auch sechseckige – graugefärbte Karbide ($\sim 800\text{nm} - \sim 2\mu\text{m}$) im Korninneren, sowie an den Korngrenzen beobachtet werden. EDX – Analysen zeigten für die weißen Ausscheidungen einen hohen Mo – Gehalt, während sich die grauen Ausscheidungen als sehr Cr-reich erwiesen (siehe *Tabelle 22*).

Ti(C,N) – Teilchen befanden sich in homogener Verteilung im Material. Sie waren im Vergleich zu den MC – Ausscheidungen in signifikant geringerer Anzahl vorhanden. Eine Aufnahme dieses Ausscheidungstyps ist in *Abb.53(a)* zu sehen. Der Fund dieser Phase bestätigt die Beobachtungen im Lichtmikroskop, bei denen Ti(C,N) durch seine rot-orange Färbung auffiel (siehe *Abb.48*). EDX – Analysen zeigten auch starke Signale von Mg und Al im Zentrum mancher Ti(C,N) – Teilchen, die Verunreinigungen von der Schlacke darstellen könnten.

Die Korngrenzen waren glatt und frei von sekundären Ausscheidungen wie M_6C oder M_{23}C_6 .

Bei den Untersuchungen konnten keine kritischen Defekte, wie zum Beispiel Risse, poröse Stellen oder nicht-metallische Einschlüsse detektiert werden.

Element:	Chemische Zusammensetzung nach EDX-Analyse [at%]					
	Matrix:	MC(1)	MC(2.1)	MC(2.2)	M(C,N)	Impurität:
		✘	✘	✘	✘	✘
C	7,78	45,8±2,8	37,2±3,1	35,5±2,4	21,5±1,5	19,1±2,1
N	6,96	13,9±2,5	6,4±2,6	3,2±2,4	42,7±7,8	23,7±1,2
Mg	0	0,1±0,03	0,4±0,07	0,4±0,05	0,9±0,3	9,5±2,5
Al	3,74	0,2±0,09	1,6±0,08	1,6±0,08	2,6±1,6	15,7±1,7
Si	0	0,2±0,1	0,5±0,1	0,5±0,07	0,3±0,12	0,4±0,2
Mo	4,60	11,1±2,5	10,5±3,7	5,1±0,4	0,4±0,2	0,5±0,18
Ti	2,64	26,3±3	1,7±0,5	1,2±0,2	30,7±2,4	29,8±1,5
Cr	18,04	1,1±0,5	12,1±0,9	24,1±1,25	0,3±0,09	0,3±0,1
Fe	0,45	0,07±0,02	0,4±0,06	0,3±0,08	0,03±0,02	0,06±0,03
Co	8,86	0,2±0,04	5,4±0,6	4,9±0,3	0,1±0,03	0,2±0,06
Ni	47,43	0,9±0,4	23,9±2,1	23,2±2,2	0,6±0,15	0,7±0,2
d[μm]:		2,4-11,64	0,9-2,3	0,8-1,8	4,97-11,97	

Tabelle 22: EDX-Analysen des nicht Wärmebehandelten Vormaterials (siehe *Abb.53*)

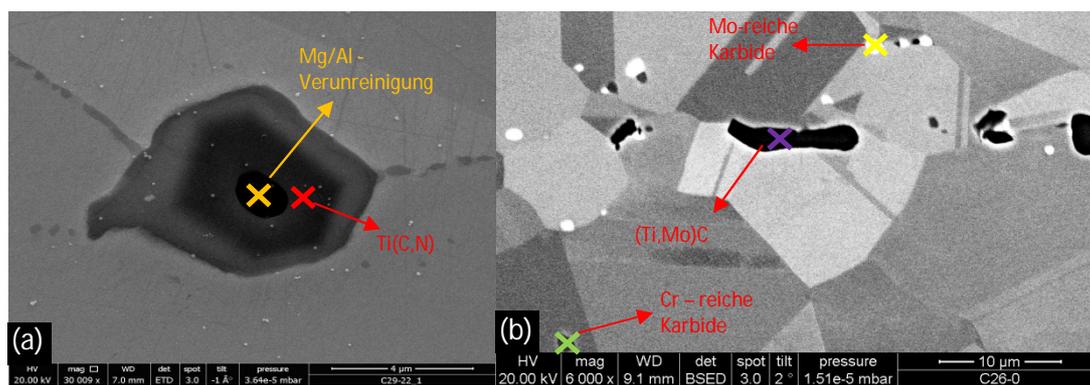


Abb.53: (a) Al/Mg - Verunreinigungen, die von TiN eingeschlossen wurden, (b) verschiedene MC - Typen

Bei einer genaueren Analyse der weißen Ausscheidungen mittels EDX im *selected area* - Modus an mehreren verschiedenen Stellen konnte eine starke Variation des C – Gehalts festgestellt werden (siehe *Tabelle 23*). Während manche im Vergleich zur Matrix keinen Anstieg im C – Gehalt zeigten, stieg dieser bei anderen Ausscheidungen deutlich an. In der Farbe und Form der Teilchen konnten bei den

Ergebnisse & Interpretation

Aufnahmen im FEG-SEM jedoch keine signifikanten Unterschiede festgestellt werden. Bei den Mo – reichen Ausscheidungen mit niedrigen C – Gehalten könnte es sich auch um intermetallische Phasen, höchstwahrscheinlich σ -Phasen, handeln.

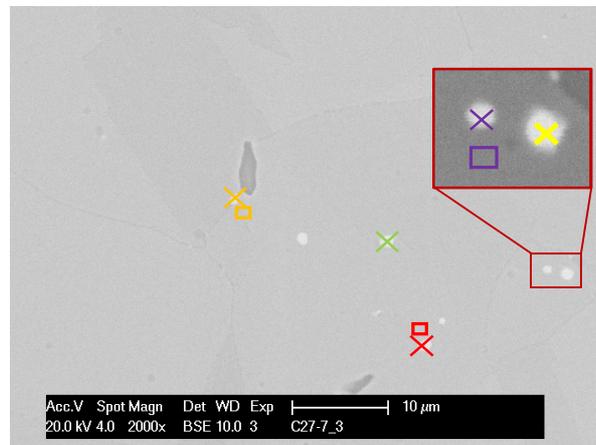
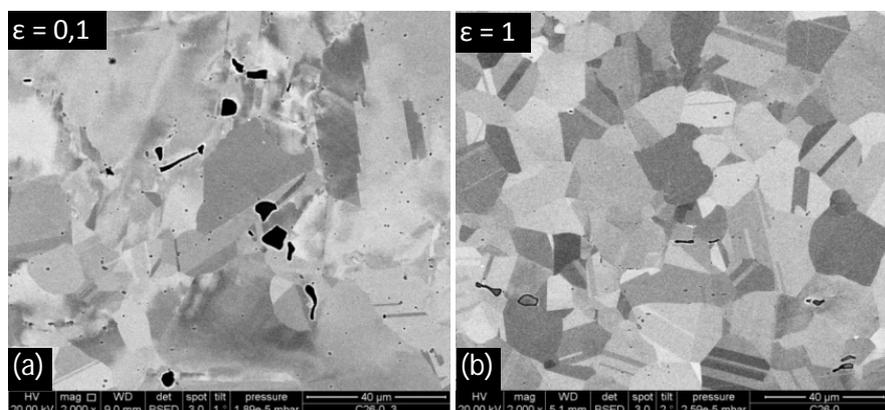


Abb.54: weiße Mo – reiche Ausscheidungen an den Korngrenzen und im Korninneren

Element:	Chemische Zusammensetzung [at%]							
	Matrix:	(1)	(2)	(3)	Matrix:	(4)	Matrix:	(5)
	□	×	×	×	□	×	□	×
C	4,82	4,40	9,12	13,46	7,20	11,85	9,44	17,92
N	2,03	3,31	3,95	3,15	2,33	4,90	2,64	5,72
Al	2,89	1,42	1,07	1,56	2,92	0,31	2,61	0,74
Si	0,87	1,30	0,45	0,54	1,16	0,59	0,89	0,29
Mo	4,67	26,83	19,00	14,23	4,90	22,70	4,36	26,59
Ti	2,35	3,55	3,12	2,96	2,76	2,89	2,14	1,79
Cr	19,70	21,51	20,34	20,85	18,96	20,53	18,54	23,28
Fe	0,59	1,03	0,49	0,54	1,03	0,82	0,67	0,43
Co	9,86	8,47	8,17	7,67	9,21	7,63	8,86	4,98
Ni	52,21	28,17	34,27	35,03	49,53	27,78	49,84	18,25

Tabelle 23: EDX-Analysen verschiedener weißer Ausscheidungen im Vergleich zu naheliegenden Matrix-Werten

Abb.55 zeigt REM – Aufnahmen der unterschiedlich verformten Proben. Unabhängig vom Abkühlmedium nach dem Schmieden ist bei niedrigeren Umformgraden eine Missorientierung der Körner zu beobachten, während das Gefüge bei höheren Umformgraden völlig rekristallisiert.



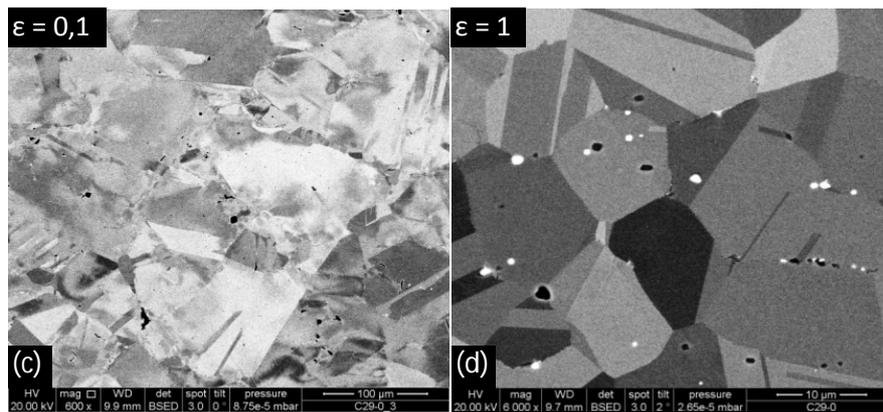


Abb.55: REM - Aufnahmen der nach dem Schmieden mit Wasser abgekühlten, nicht Wärmebehandelten Proben (C26-0): (a) $\epsilon=0,1$; (b) $\epsilon=1$; REM - Aufnahmen der nach dem Schmieden mit Luft abgekühlten, nicht Wärmebehandelten Proben (C29-0): (c) $\epsilon=0,1$, (d) $\epsilon=1$

5.1.2. Wärmebehandelte Proben

5.1.2.1. Lichtmikroskopische Untersuchungen

In den lichtmikroskopischen Untersuchungen der wärmebehandelten Proben, wurden die gleichen grau-violetten und rot-orangen Ausscheidungen vorgefunden, wie schon bei den Proben des Vormaterials, wenn auch in kleinerer Anzahl und Größe (näheres dazu im folgenden Kapitel 5.1.2.2).

Nach den Wärmebehandlungen konnte die in den nicht wärmebehandelten Proben vorgefundene linienartige Anordnung von Teilchen nicht mehr so eindeutig beobachtet werden. Es kann also darauf geschlossen werden, dass die Temperatur und Länge der Wärmebehandlung ausreichte, um die Inhomogenitäten im Material weitestgehend auszugleichen.

5.1.2.1.1. Korngrößenanalysen

1. Auswirkung der Variationen beim Lösungsglühen

Lösungsgeglühte Proben wiesen keine Zeiligkeiten oder elongierte Kornformen auf (siehe Abb. 56). Nach dem *Solution Annealing* konnte im Gegensatz zu Proben ohne *Solution Annealing* auch bei den am wenigsten verformten Proben ($\epsilon=0,1$) eine vollständig rekristallisierte Mikrostruktur und eine einheitlichere Korngrößenverteilung beobachtet werden (siehe Abb. 59). Die Duplex-Struktur nach dem Schmieden entstand höchstwahrscheinlich durch mikrostrukturelle und chemische Inhomogenitäten nach dem Schmieden (siehe Abb.49 & 50).^[68] Außerdem erschienen die Korngrößenverteilungskurven im Vergleich zum *Direct Ageing* eine breitere Verteilung aufzuweisen (siehe Abb.60). Im Vergleich zum Vormaterial konnte bei allen Proben ein signifikanter Anstieg des mittleren Korndurchmessers von 200-360% bezogen auf den Mittelwert²¹ beobachtet werden. Während die Korngröße vor der Wärmebehandlung 22-29 μm (nach dem Schmieden mit Wasser abgekühlt) bzw. 25-40 μm (nach dem Schmieden mit Luft abgekühlt) betrug, konnten

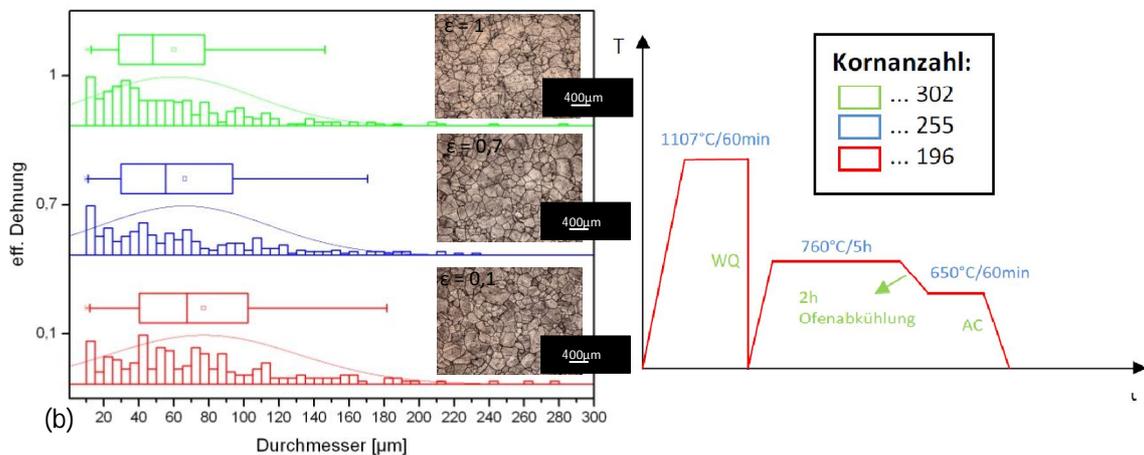
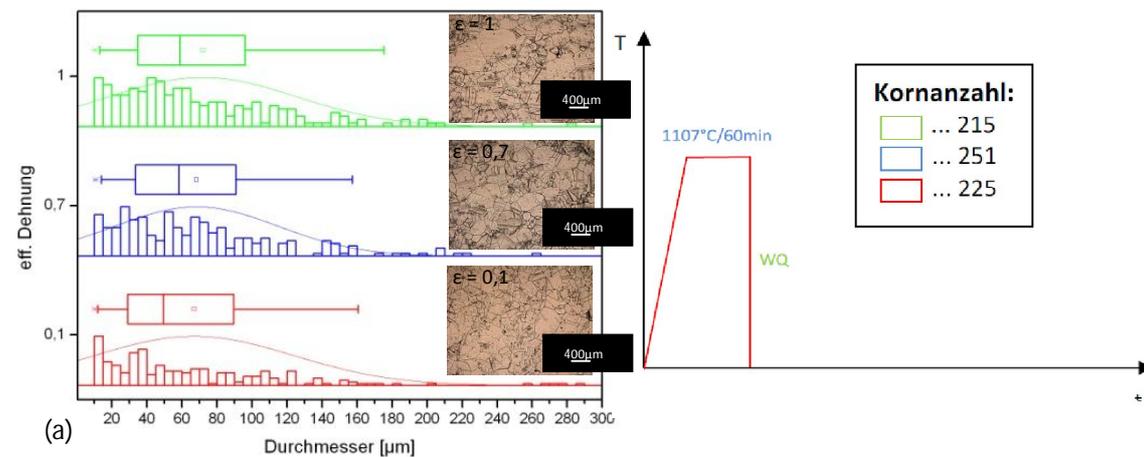
²¹ Ergebnisse, die auf Grund der zu niedrigen Anzahl an Körnern für die statistische Auswertung nicht vertrauenswürdig erschienen wurden vernachlässigt

Ergebnisse & Interpretation

nach einer Behandlung bei super-solvus - Temperaturen Korndurchmesser von 57-98 μm (nach dem Schmieden mit Wasser abgekühlt) bzw. 58-91 μm (nach dem Schmieden mit Luft abgekühlt) gemessen werden.

Die Kornstrukturen nach dem Lösungsglühen scheinen unabhängig von den verschiedenen Umformgraden größtenteils äquiaxial (siehe *Abb.56 & 59*). Die unveränderte Kornform suggeriert, dass es eine dynamische Korngrenzen - Bewegung gegeben haben muss, wie es auch in anderen Untersuchungen beobachtet werden konnte.^[80]

Im Gegensatz zum *Direct Ageing*, das in keinem signifikanten Kornwachstum resultierte, wiesen lösungsgeglühte Proben ein Kornwachstum von bis zu 360% auf (siehe *Abb.59 & 60*). Dies steht im Einklang mit früheren Untersuchungen dieses Werkstoffes.^[60] Da nach den verschiedenen *Solution Annealing* - Behandlungen (Variation der Haltezeiten und -Temperaturen) keine signifikanten Änderungen der Korngrößen (der Großteil der Proben zeigte Korngrößen zwischen 60 und 80 μm) dokumentiert werden konnte (siehe *Abb.56*), wurde darauf geschlossen, dass es zwischen 1010°C und 1107°C eine Temperaturgrenze für das Kornwachstum geben muss. Die geringfügigen Variationen in den mittleren Korndurchmessern scheint nicht aus den verschiedenen Wärmebehandlungen zu resultieren, sondern viel eher aus den verschiedenen Proben.



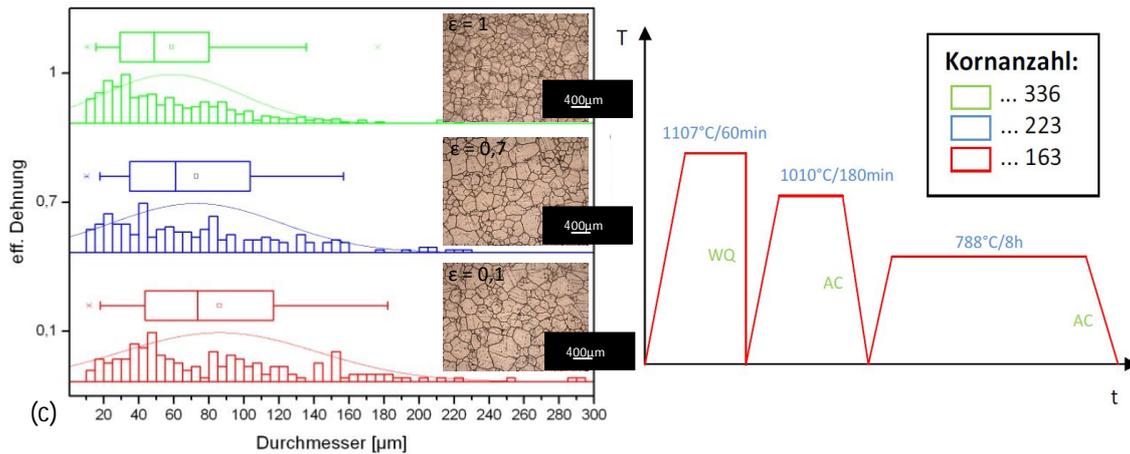


Abb.56: relativ unveränderte Korngrößen nach verschiedenen Wärmebehandlungszyklen, die Lösungsglühn inkludieren: (a) C27-11, (b) C29-5, (c) C29-14

Abb. 56 zeigt einen Vergleich der Korngrößen, die aus verschiedenen Wärmebehandlungen inklusive Lösungsglühn resultierten. Es ist zu erkennen, dass sich die Korngröße durch die unterschiedlichen Ageingbehandlungen nicht mehr signifikant ändert. Kornwachstum ist also hauptsächlich durch das Lösungsglühn über der γ' – Solvustemperatur beeinflusst. In *Tabelle 24* sind die Zahlenwerte aus der Korngrößenanalyse der in *Abb.56* gezeigten Proben aufgelistet.

Platte:	Nr.	Kornanzahl:	Korn-Durchmesser [µm]				
			Minimum:	Maximum:	Mittelwert:		Median:
					Wert:	Fehler: ²²	
C27-11 AC (Abb.56(a))	3	225	10	326,4	78,9	57,1	64,1
	2	251	10,1	264,3	68,4	46,6	58,2
	1	215	10,1	323,4	51,2	53,8	63,2
C29-5 AC (Abb.56(b))	3	302	10,1	343,1	77	54,1	67,7
	2	255	10	230,6	66,2	48,2	55,2
	1	196	10,4	316,5	59,9	45,8	48,2
C29-14 AC (Abb.56(c))	3	163	11,2	292,3	86	56,2	73,5
	2	223	10,1	226	72,7	48,1	61,0
	1	336	10,1	222,4	58,7	38,7	48,9

Tabelle 24: Ergebnisse der Korngrößenanalysen für (a) nur Lösungsglühn [C2711], (b) kein intermediate Aging [C29-5], (c) komplette WBH-Route [C29-14]

Die Abkühlrate nach dem Lösungsglühn und eine Erhöhung der Lösungsglühntemperatur haben keinen signifikanten Effekt auf die Korngröße.

2. Auswirkung der Variationen der beiden verschiedenen Ageing – Stufen

a. Einfluss von Variationen beim *Intermediate Ageing*

Nach dem *Intermediate Ageing* konnten im Gefüge vermehrt sehr kleine rekristallisierte Körner mit Durchmessern von wenigen µm entlang der Korngrenzen der ursprünglichen Körner detektiert werden (siehe *Abb. 57(b)*), die nach dem Lösungsglühn nicht zu beobachten waren (siehe *Abb.57(a)*). Mit steigenden *Intermediate Ageing* – Zeiten nahmen die Durchmesser der rekristallisierten Körner zu. Diese Beobachtung konnte auch bei einer früheren Untersuchung desselben Materials gemacht werden.^[94] Proben ohne *Intermediate Ageing* zeigten ein

²² Standardabweichung

uniformeres Gefüge, während Proben mit *intermediate Ageing* ein ausgeprägtes Duplexgefüge aufwiesen (siehe Abb.57 (a) vs. (b)).

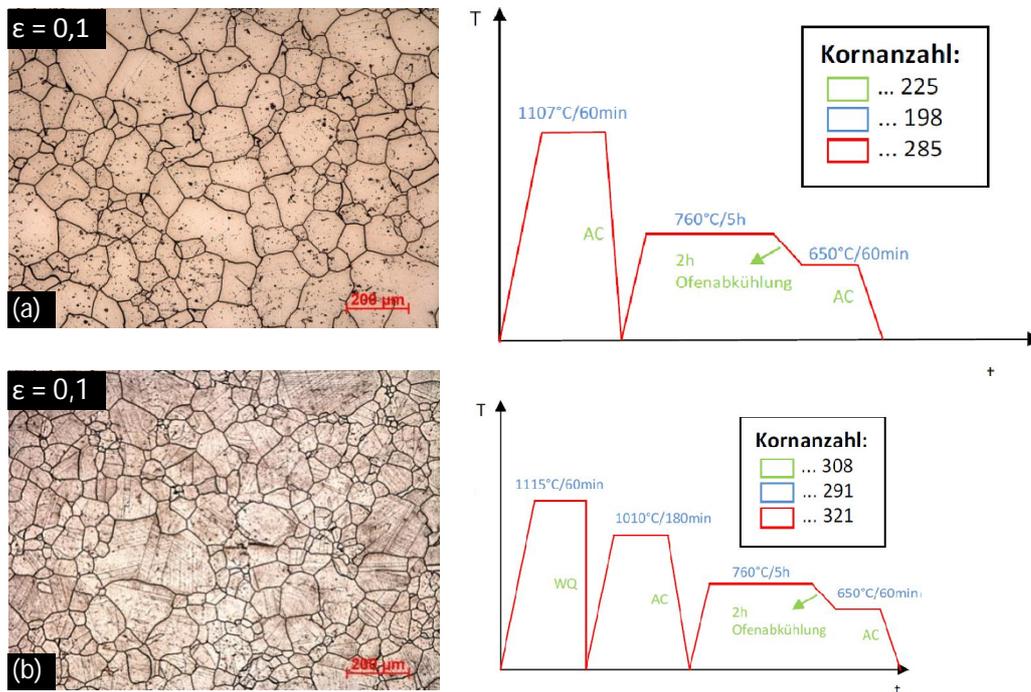


Abb.57: Vergleich der Gefüge mit und ohne Intermediate Ageing: (a) C29-10_3: uniformes Gefüge; (b) C27-10_3: Duplexgefüge nach dem Intermediate Ageing

b. Direct Ageing

Die *Ageing* – Behandlungen resultierten in keiner bedeutenden Änderung der im Vormaterial beobachteten Mikrostruktur – Features. Die nicht Lösungsgelühten Proben zeigten keine signifikanten Variationen im Kornwachstum auf Grund der unterschiedlichen *Intermediate Ageing* – Temperaturen. Abb. 58 – 60 zeigen einen Vergleich der Gefüge von Proben, die entweder keiner Wärmebehandlung unterzogen wurden, *Direct Ageing* erfuhren oder nur lösungsgelüht wurden.

Ergebnisse & Interpretation

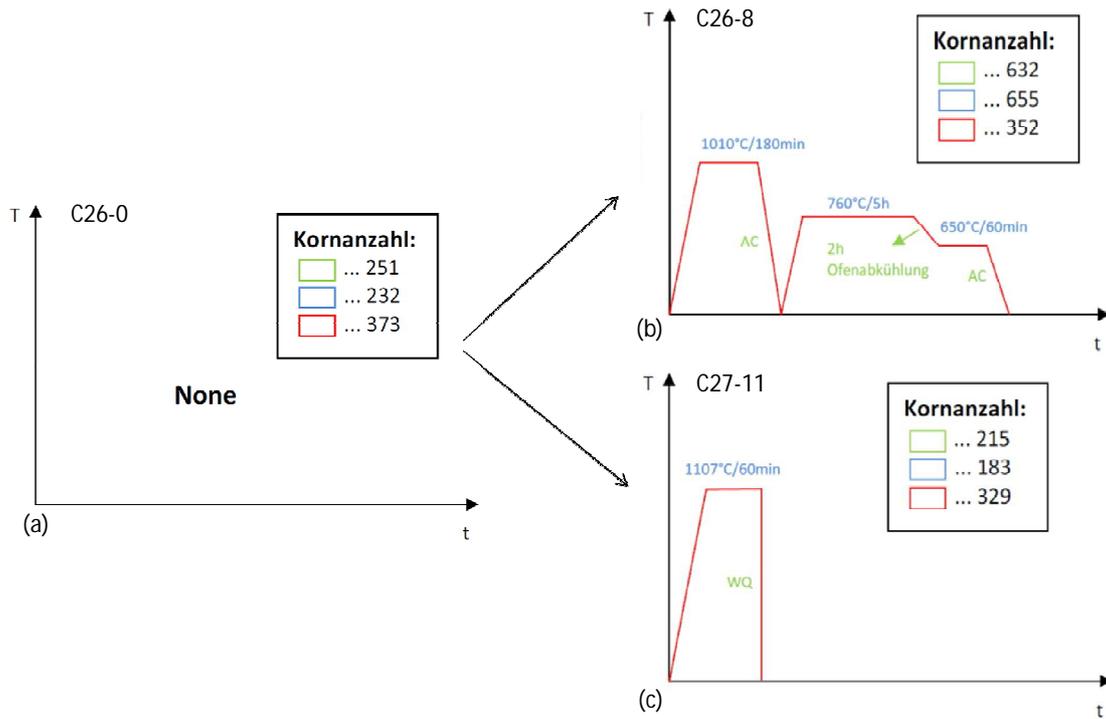


Abb.58: Vergleich der Wärmebehandlungen: (a) C29-0:ohne WBH; (b) C26-8: Direct Ageing; (c) C27-11:nur Lösungsglühen

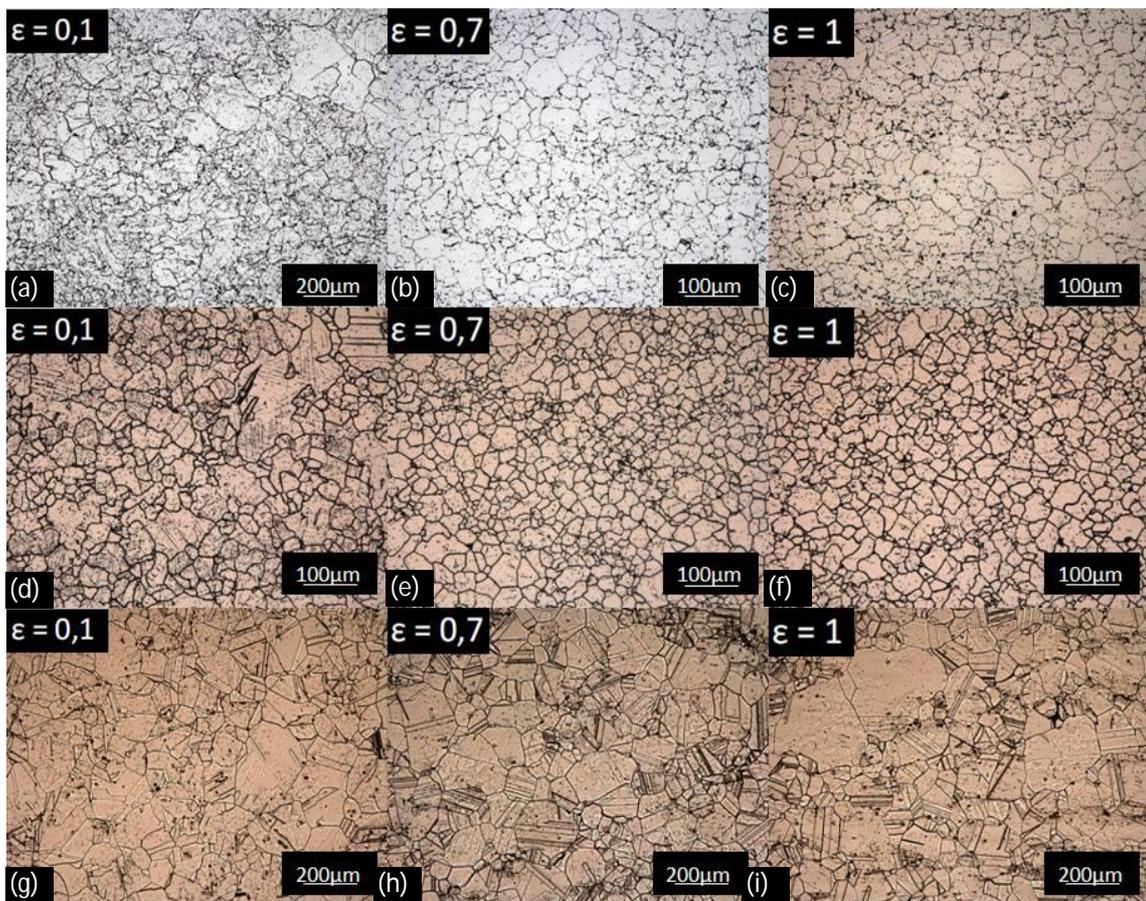


Abb.59: Vergleich der Gefüge: (a)-(c) C29-0:ohne WBH (Vgl. Abb.58(a)); (d)-(f) C26-8: Direct Ageing (Vgl. Abb.58(b)); (g)-(i) C27-11:nur Lösungsglühen (Vgl. Abb.58(c))

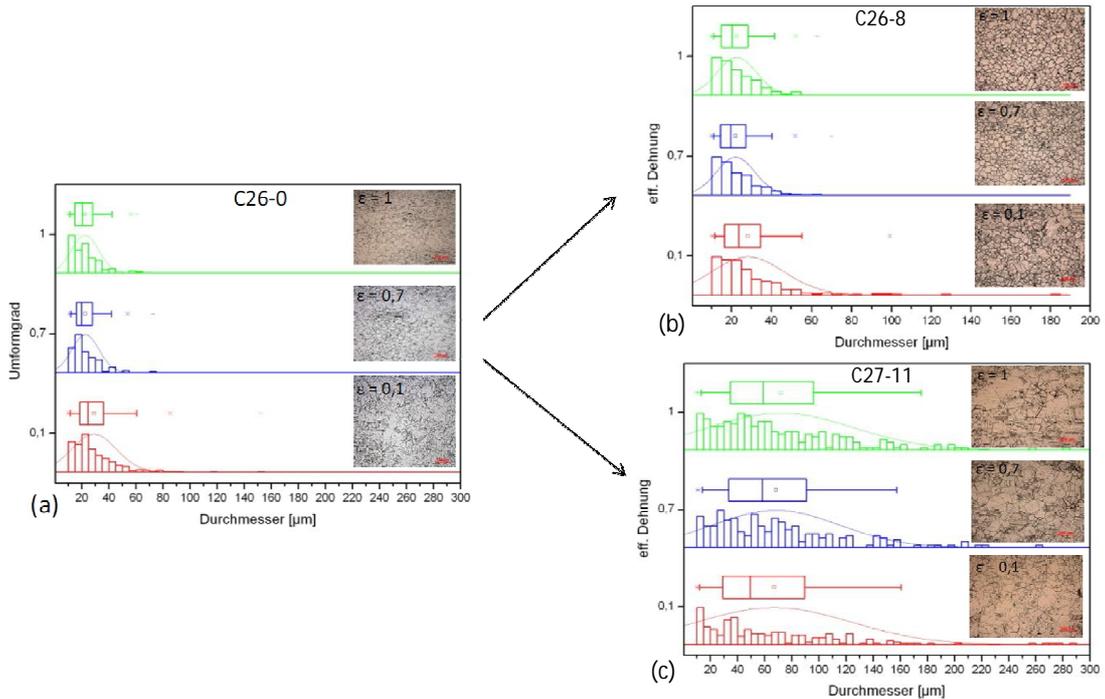


Abb.60: Vergleich der Korngrößen (Wärmebehandlungsrouten siehe Abb.58): (a) C29-0:ohne WBH; (b) C26-8: Direct Ageing; (c) C27-11:nur Lösungsglühen

Platte:	Nr.	Kornanzahl:	Korn-Durchmesser [µm]				
			Minimum:	Maximum:	Mittelwert:		Median:
					Wert:	Fehler: ²³	
C29-0 AC	3	625	10	242,6	39,7	31,6	28,9
	2	526	10	97,7	24,6	12,5	21,5
	1	477	10	82,4	26	12,8	23,1
C26-8 WQ	3	352	10,1	184,7	28,2	18,3	23,7
	2	655	10	69,9	22	9,7	19,6
	1	632	10	62,7	22,6	9,8	20,3
C27-11 AC	3	225	10	326,4	78,9	57,1	64,1
	2	251	10,1	264,3	68,4	46,6	58,2
	1	215	10,1	323,4	51,2	53,8	63,2

Tabelle 25: Ergebnisse der Korngrößenanalysen für (a) keine WBH [C29-0], (b) Direct Ageing [C26-8], (c) nur Lösungsglühen [C27-11]

Im Vergleich zum Vormaterial konnte mit den 21 - 24µm mittleren Korndurchmessern für die beiden höheren Umformgrade ($\epsilon=0,7$ & 1) und den etwas größeren Korndurchmessern für den niedrigsten Umformgrad ($\epsilon=0,1$) kein bis nur geringes Kornwachstum detektiert werden (siehe *Abb.60(a)* vs. *(b)*). Proben mit dem geringsten Umformgrad ($\epsilon=0,1$) zeigten ein nicht bis kaum rekristallisiertes Gefüge, was durch die beobachteten missorientierten Körner in den REM-Aufnahmen ersichtlich wurde (siehe *Abb.74(a)*). Proben, die einen Wärmebehandlungszyklus mit Lösungsglühen durchliefen zeigten im Gegensatz dazu eine signifikantes Kornwachstum (siehe *Abb. 60(c)*).

Bei höherer *Intermediate Ageing* – Zeit konnte eine Zunahme an kleinen rekristallisierten Körnern entlang den Korngrenzen der alten, verformten Körner in der am wenigsten verformten Probe beobachtet werden (siehe *Abb.61*). In den vorgefundenen rekristallisierten Mikrostrukturen scheinen diese sehr kleinen Körner diejenigen zu sein, die am spätesten rekristallisiert wurden, wodurch sie auf Grund

²³ Standardabweichung

der geringeren gespeicherten Energielevels trotz ihrer kleinen Größe ein Wachstumspotential hatten. Körner mittlerer Größe haben im Gegensatz dazu größere gespeicherte Energielevels weil sie früher in der Mikrostruktur auftauchten und in weiterer Folge kaltverfestigt wurden, was wiederum erklärt, warum diese Körner vorzugsweise von den größeren Körnern konsumiert werden. Sie werden immer kleiner und erhöhen damit die Häufigkeit kleiner Korngrößen in der Mikrostruktur. Das beobachtete heterogene Kornwachstum, das aus der begrenzten Nukleation von rekristallisierten Körnern resultierte, scheint nur über einen kleinen Wertebereich von Umformgraden aufzutreten (siehe *Abb.60(b)* [$\epsilon=0,1$]). Für die beiden Proben mit höheren Umformgraden ($\epsilon=0,7$ & $\epsilon=1$) schien sich das Kornwachstum ähnlich zu verhalten und im Gegensatz zu den Proben mit dem niedrigsten Umformgrad ($\epsilon=0,1$) konnten bei allen *Ageing*-Temperaturen und – Zeiten vollständig rekristallisierte Gefüge vorgefunden werden. Höhere Umformgrade erzeugen höhere Versetzungsdichten und resultieren in kleineren Korngrößen (siehe *Abb.60(b)* [$\epsilon=0,7$ & 1]). Dieses Phänomen konnte auch in Studien zu ähnlichen Themen beobachtet werden.^{[70][80]}

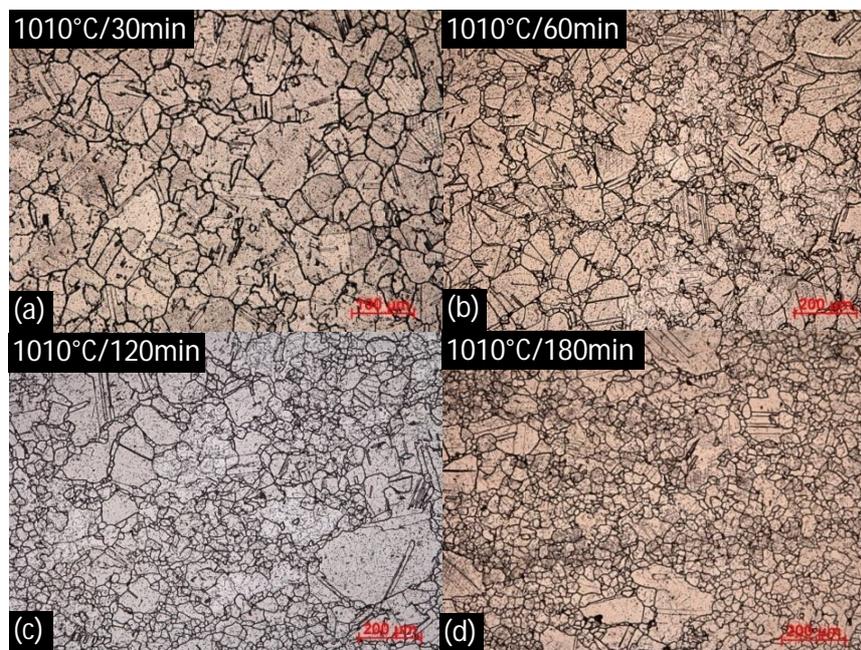


Abb.61: Rekristallisationsfortschritt mit steigender Intermediate-Ageing-Zeit
 Direct Ageing (a) 1010°C/30min (C26-5), (b) 1010°C/60min (C26-6), (c) 1010°C/120min (C26-7),
 (d) 1010°C/180min (C26-8)

3. Einfluss des Abkühlmediums nach dem Schmieden

Im Allgemeinen konnte nach dem Lösungsglühen bei den nach dem Schmieden mit Wasser abgekühlten Proben eine Tendenz für ein größeres Kornwachstum der beiden Proben mit höheren Umformgraden beobachtet werden.

4. Einfluss des Umformgrades

Das Kornwachstum schien sich unabhängig vom Abkühlmedium nach dem Schmieden für die beiden höheren Umformgrade ($\epsilon=0,7$ & $\epsilon=1$) ähnlich zu

Ergebnisse & Interpretation

verhalten. Des Weiteren konnte in diesen Proben im Gegensatz zu den weniger verformten Proben nach dem *Direct Ageing* ein vollständig rekristallisiertes Gefüge aufgefunden werden. Die teilweise kleineren mittleren Korndurchmesser bei höheren Umformgraden im Vergleich zum niedrigsten Umformgrad kann durch das Vorkommen von mehreren kleinen rekristallisierten Körnern nach dem Intermediate Ageing erklärt werden, die durch das höhere Rekristallisationspotential schneller gebildet werden, als bei geringeren Umformgraden (siehe *Abb. 62*).

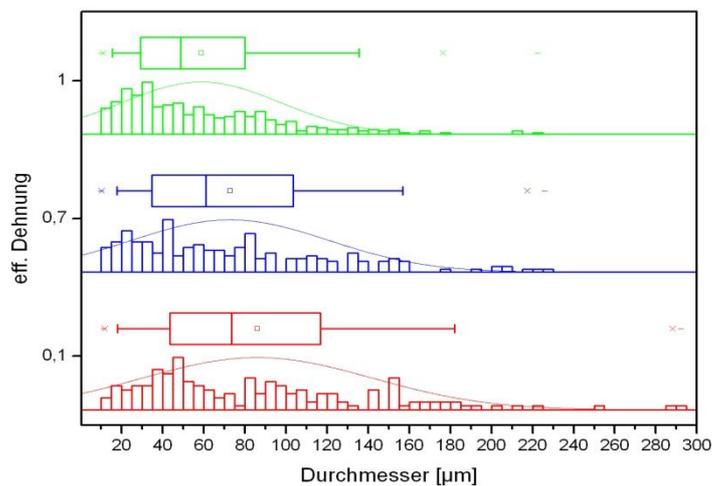
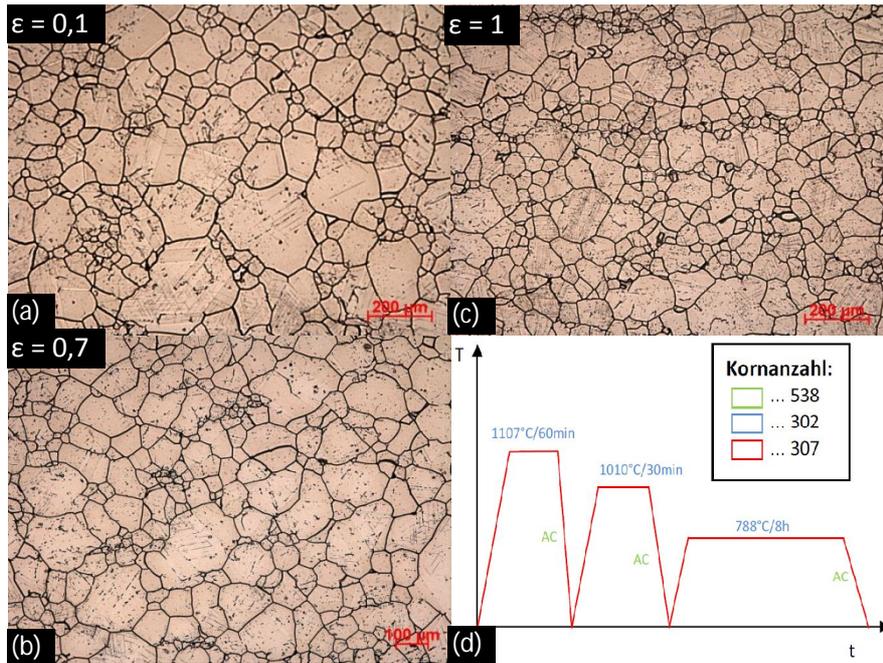


Abb. 62: Vergleich der Gefüge bei verschiedenen Umformgraden [C29-23]: (a) $\epsilon=0,1$; (b) $\epsilon=0,7$, (c) $\epsilon=1$, (d) zugehörige Wärmebehandlungsrouten, (e) Ergebnisse der Korngrößenanalyse

5.1.2.2. REM - Untersuchungen

Die Größe, Form, Zusammensetzung und Anzahl der Carbonitride differenzierte sich nicht von denen des Vormaterials, was darauf schließen lässt, dass diese Phase sehr stabil ist. Anders verhielt es sich bei den Primärkarbiden. Im Vergleich zum Vormaterial konnte eine signifikante Abnahme der Anzahl dieser Phase festgestellt werden. Obwohl ihre Größen über in etwa denselben Größenbereich (3,5 – 11,8µm) variierten, wurde ein häufigeres Vorkommen von Teilchen mit Durchmessern von ungefähr 4 – 7µm dokumentiert werden. Im Vergleich dazu lag die vorherrschende (Ti,Mo)C – Größe im Vormaterial bei etwa 9-11µm. Das indiziert, dass sich die Ausscheidungen während der Wärmebehandlung auflösen und an anderer Stelle neue Ausscheidungen bilden. Diese Beobachtung deckt sich mit denen aus früheren Studien.^[58] Auch die Anzahl und

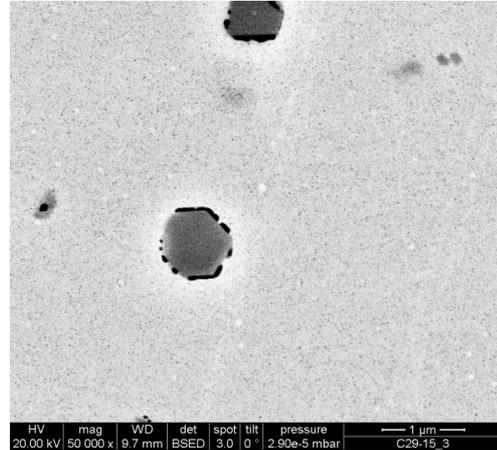


Abb.63: feine sechseckige Cr-reiche Ausscheidungen in Matrix nach allen WBH

Größe der Mo – und Cr – reichen sekundären MC – Phasen im Korninneren wurde in reduzierter Form vorgefunden (weiß: 0,2 – 1,2µm, grau: 0,18-1,06µm). Dabei konnte ein vermehrtes Vorkommen sehr kleiner, sechseckiger Cr – reicher Teilchen in der Matrix detektiert werden (siehe Abb.63). Es konnten keine nennenswerten Variationen in Größe, Form oder Verteilung der genannten Karbide in Bezug auf die verschiedenen Wärmebehandlungen festgestellt werden.

SEM – Aufnahmen zeigten zusätzliche Ausscheidungen, neben MC und M(C,N), die sich vorzugsweise an den Korngrenzen gruppierten (siehe Abb.64). Da diese Ausscheidungen für EDX – Untersuchungen zu klein waren wurden diese Phasen hauptsächlich durch einen Vergleich mit der Literatur^{[43][60][83][95]} identifiziert. Basierend auf der chemischen Zusammensetzung und der Recherchen wurden alle detektierten Ausscheidungen in vier spezifische Gruppen aufgeteilt: γ – Matrix, γ' ,

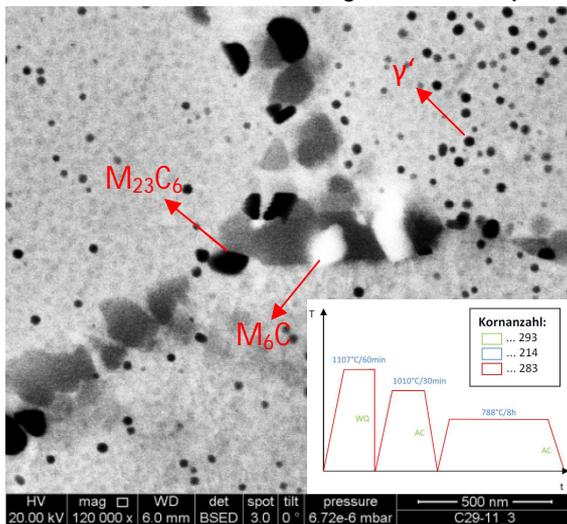


Abb.64: $M_{23}C_6$, M_6C und γ' – Ausscheidungen nach der Wärmebehandlung

MC (TiC) und Mo- und Cr – reiche sekundäre Karbide [siehe Abb.64 und Kapitel 2.3].

Auf Grund der Verteilung entlang der Korngrenzen, ihres hellen Kontrastes in den REM-Aufnahmen, des hohen Mo-Gehalts, der durch EDX-Analysen ermittelt wurde, den mit MatCalc aufgestellten Simulationen und einem Vergleich mit der Literatur^[43], lässt sich darauf schließen, dass es sich bei den weißen, größtenteils globular vorkommenden Ausscheidungen an den Korngrenzen um M_6C – Karbide (35nm-2,1µm) handeln sollte.

Graue Teilchen, die an den Korngrenzen globular oder auch filmartig vorkamen, wurden auf Grund des hohen Cr – Gehalts in den EDX – Analysen und der bevorzugten Ausscheidung an den Korngrenzen als $M_{23}C_6$ identifiziert.

Zusätzlich zu den oben beschriebenen Phasen konnte auch noch die härtende γ' - Phase, die ausschließlich in globularer Form aber in verschiedenen Größen und Verteilungen beobachtet werden konnte detektiert werden (siehe *Abb.64*). Wegen der geringen Durchmesser dieser Ausscheidungen war eine EDX – Analyse nicht möglich und bei der Identifizierung wurde hauptsächlich auf ähnliche Beobachtungen in der Literatur^[43] zurückgegriffen.

Es wurden keine Carbosulfide (M_2SC) detektiert wie sie beispielsweise in [43] bei einer Analyse desselben Werkstoffes im Gusszustand gesichtet wurden, was sich als positiv bezüglich der mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes bewerten lässt, da Schwefel ein schädigendes Element für Superlegierungen ist.^[96] Es konnten auch keine Boride gefunden werden.

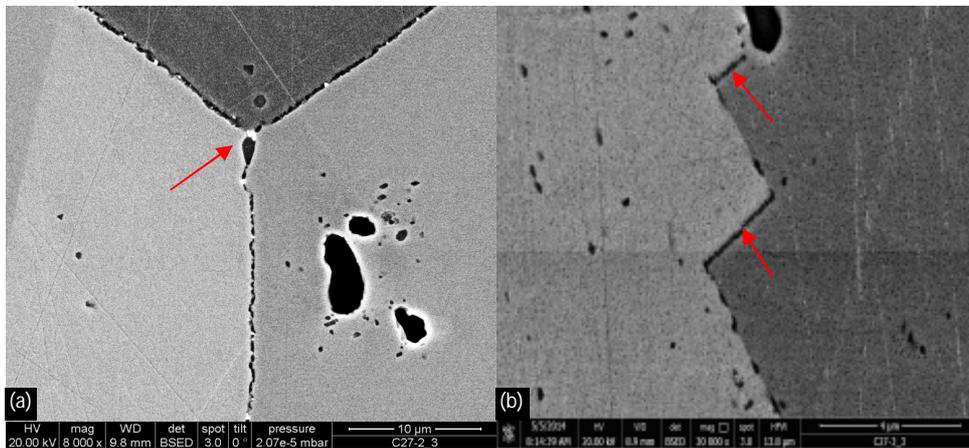


Abb.65: (a) grobe Ausscheidungen an trijunctions, (b) Ausscheidungen an inkohärenten Glühwillingsgrenzen

Bei allen Proben konnte das Vorkommen von im Vergleich zu den restlichen Korngrenzen - Karbiden größeren Teilchen an Stellen, an denen drei Korngrenzen aneinander trafen (*trijunctions*), beobachtet werden (siehe *Abb.65(a)*).

$M_{23}C_6$ schied sich bevorzugt an den Korngrenzen, aber auch sehr umfangreich heterogen an inkohärenten Segmenten von Glühwillingen ab (siehe *Abb.65(b)*).

Ausscheidungen in Lösungsgeglühten Proben, stellten die Primärkarbide und Karbonitride, deren Partikelgrößen sich über einen größeren Bereich zu variieren schienen, dar. Auch in Proben, die den *Ageing* – Zyklus durchlaufen haben, wurden Primärkarbide dokumentiert, die sich durch das *Ageing* in ihrer Form Größe und Gestalt nicht sonderlich veränderten. Es konnten keine neuen Phasen innerhalb des Kornes entdeckt werden, an den Korngrenzen und

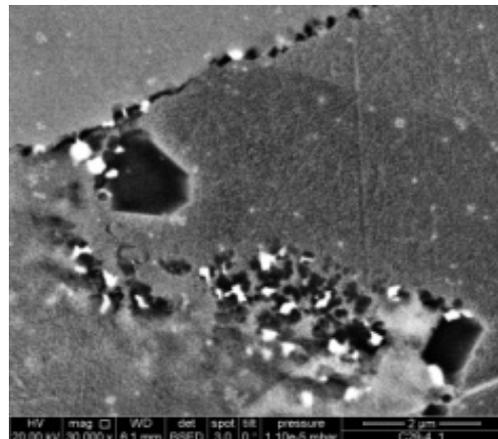


Abb.66: Ansammlung globularer Ausscheidungen an den Korngrenzen

inkohärenten Glühwillingsgrenzen jedoch, kam es zur Nukleation von Korngrenzen-Karbiden, die in den Anfangsstadien des *Ageings* sehr klein waren. Es konnten auch immer wieder sehr breite Ansammlungen globularer $M_{23}C_6$ - und M_6C - Ausscheidungen entlang vereinzelter Korngrenzen und inkohärenter Glühwillingsgrenzen beobachtet werden (siehe *Abb.66*).

1. Auswirkung der Variationen beim Lösungsglühen

Nach einer genaueren Untersuchung der Proben, die nach dem Lösungsglühen (1107°C/60min/WQ) keiner weiteren Wärmebehandlung unterzogen wurden, konnte darauf geschlossen werden, dass dieser Schritt keine Auswirkung auf die Ausbildung von Ausscheidungen wie $M_{23}C_6$ und M_6C hat.

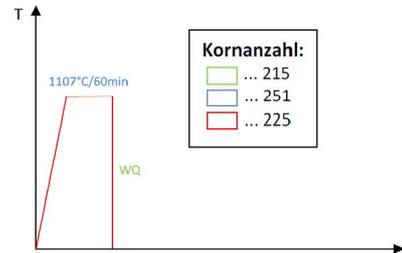


Abb.67: WBH-Route C27-11: nur Lösungsglühen

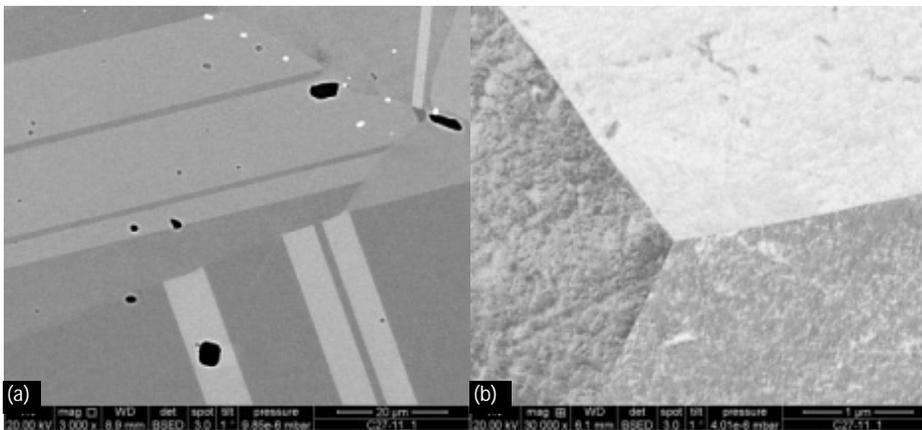
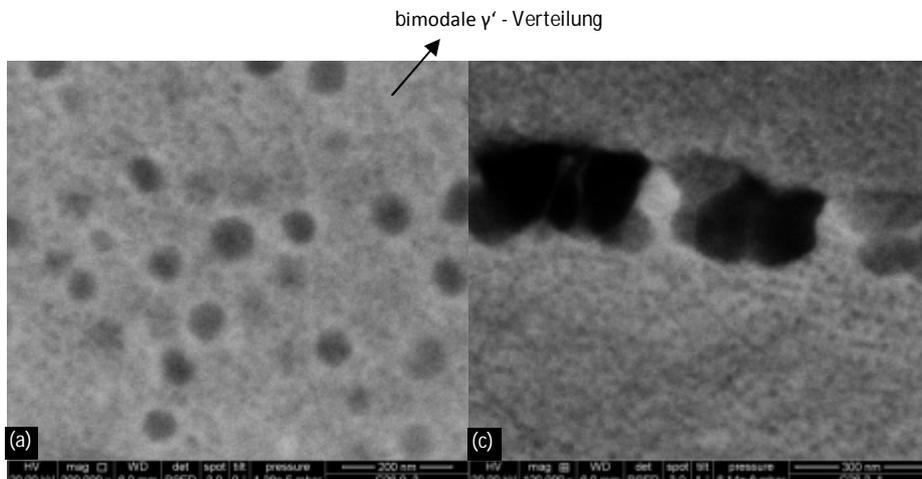


Abb.68: Lösungsgeglühte (1107°C/60min) Proben: keine Korngrenzen – Ausscheidungen nach dem Lösungsglühen [Probe C27-11]; WBH siehe Abb.67

Die beobachteten Korngrenzen waren glatt und wiesen keinerlei Ablagerungen von Karbiden auf. Es konnten auch mit der sehr guten Auflösung des FEG-SEM keine γ' – Ausscheidungen detektiert werden (siehe *Abb.68*).

a. Einfluss der Lösungsglühzeit



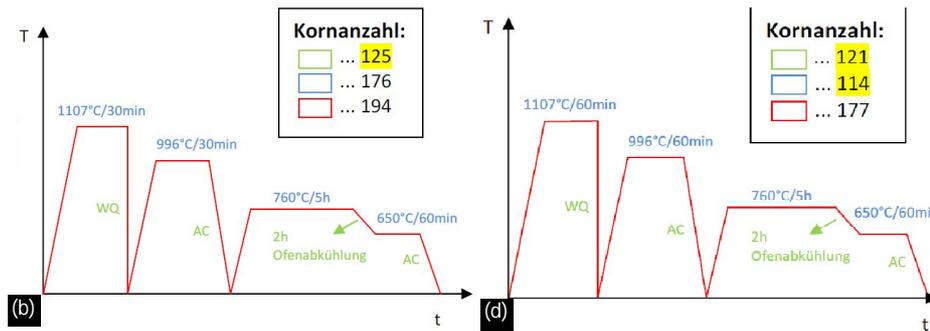


Abb. 69: γ' – Ausscheidungen nach (a) 30min, (b) zugehörige WBH-Route [C26-9], (c) 60min Solution Annealing bei 1107°C, (d) zugehörige WBH-Route [C26-3]

Bei einem Vergleich ähnlich wärmebehandelter Proben mit unterschiedlichen Lösungsglühzeiten, wurde unabhängig von der Art des Abkühlens nach dem Schmieden ein Übergang von der bimodalen γ' – Verteilung, in der feine und gröbere γ' – Ausscheidungen vorkommen, zu einer feineren monomodalen Verteilung mit voranschreitender Zeit festgestellt (Vgl. *Abb. 69 (a) vs. (c)*). Ähnliche Phänomene konnten auch in früheren Untersuchungen ähnlicher Materialien beobachtet werden.^[97]

b. Einfluss der Abkühlrate nach dem Lösungsglühlen

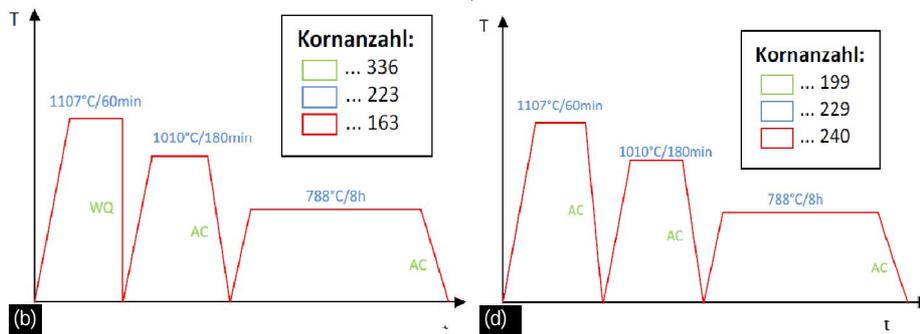
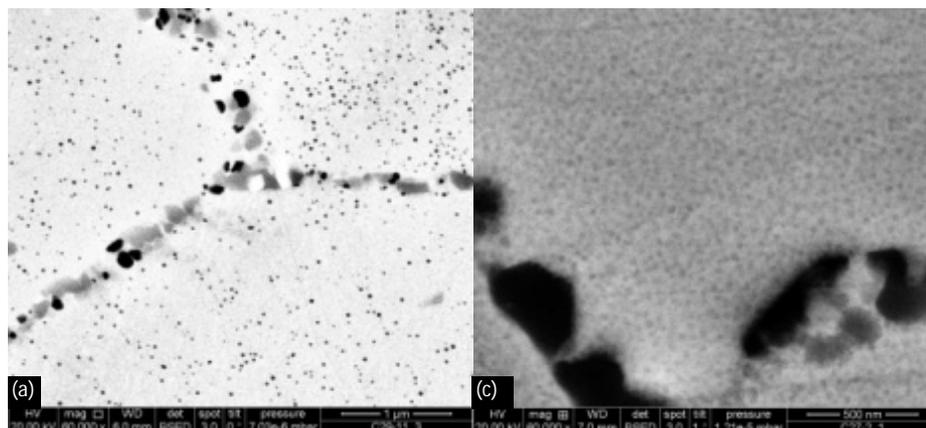


Abb. 10: (a) γ' – Ausscheidungen und Korngrenzen - Ausscheidungen nach Wasseabkühlung, (b) zugehörige WBH-Route [C29-14], (c) γ' – Ausscheidungen und Korngrenzen - Ausscheidungen nach Luftabkühlung von der Lösungsglüh-Temperatur, (d) zugehörige WBH-Route [C27-2]

Es konnte ein eindeutiger Zusammenhang der Abkühlrate von der Lösungsglüh-Temperatur mit den γ' – Ausscheidungen beobachtet werden. Bei nach dem *Solution Annealing* mit Luft abgekühlten Proben konnte - unabhängig vom

Abkühlmedium nach dem Schmieden - im Allgemeinen eine feinere γ' - Größe verzeichnet werden. Während bei wasserabgekühlten Proben neben den homogen verteilten, feinen γ' - Teilchen auch noch homogen verteilte, grobe Teilchen mit Durchmessern bis zu 87nm, eine bimodale Verteilung bildend, detektiert werden konnten, wurden in den luftabgekühlten Proben fast keine solchen Teilchen mehr aufgefunden werden. Wenn sie vorkamen, dann nur sehr inhomogen verteilt. Außerdem besaßen mit Luft abgekühlte Proben eine größere Menge an Korngrenzen - Karbiden, die sich semi-kontinuierlich bis kontinuierlich verteilten (siehe *Abb. 70*).

c. Einfluss der Lösungsglüh-Temperatur

Es konnten keine signifikanten Änderungen in der Mikrostruktur durch eine Variation der Temperatur beim *Solution Annealing* von 1107°C auf 1115°C festgestellt werden.

2. Auswirkungen der Variationen der beiden verschiedenen *Ageing* - Stufen

Im Allgemeinen fand beim *Ageing* eine Vergrößerung des durchschnittlichen Durchmessers der beim Abkühlen von der Lösungsglüh-Temperatur entstandenen γ' - Ausscheidungen und des Volumenanteils statt.

Mit steigenden *Ageing*-Zeiten (unabhängig von welchem *Ageing*-Schritt/Modus) und Temperaturen wurde ein deutlicher Anstieg in der Ausscheidungskinetik festgestellt. Es konnte im Allgemeinen ein Anstieg der durchschnittlichen Karbid - Teilchengröße und der Dicke des Korngrenzen-Karbidfilms beobachtet werden, was auch im Einklang mit diversen Untersuchungen dieser Art steht.^[83] Einige dieser Karbide wurden ziemlich groß und ragten unregelmäßig von der Korngrenze in das Korninnere.

a. Einfluss von Variationen beim *Intermediate Ageing*

Vergleicht man Proben, die nur Lösungsgelüht wurden (siehe *Abb. 68*), mit Proben die danach noch ein *Intermediate Ageing* (1107°C/60min/WQ + 996°C/60min/AC) aber kein *Final Ageing* durchlaufen haben (siehe *Abb. 71*), ist eine deutliche Ausscheidung von $M_{23}C_6$ - und M_6C - Karbiden an den Korngrenzen zu beobachten.

Im Gegensatz zu den nach dem Schmieden mit Luft abgekühlten Proben, bei denen an allen Korngrenzen Ausscheidungen vorgefunden wurden, die nur von kurzen Ausscheidungsfreien Stellen unterbrochen wurden (siehe *Abb. 71(d)*), wiesen die nach dem Schmieden mit Wasser abgeschreckten Proben deutlich weniger $M_{23}C_6$ - Karbide an den Korngrenzen auf, die immer wieder von langen Strecken unterbrochen wurden, an denen die Korngrenzen frei bleiben (siehe *Abb. 71(b)*). Vereinzelt Korngrenzen waren überhaupt frei von jeglichen Ausscheidungen. Dies könnte daran liegen, dass während einer langsameren Abkühlung mehr Zeit für Elemente wie C bleibt, um zu den Korngrenzen zu diffundieren.

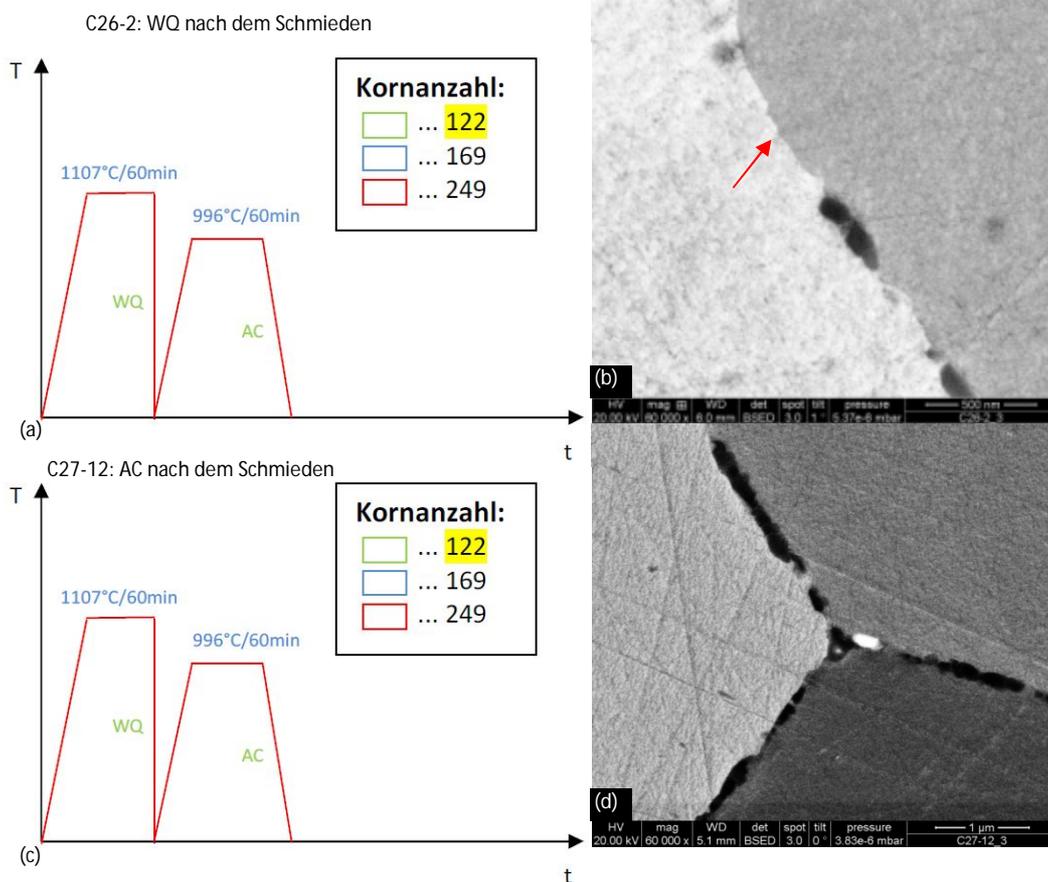


Abb.71: (a) WBH – Route C26-2; (b) Ausscheidungsfreie Stellen an den Korngrenzen der nach dem Schmieden mit Wasser angekühlten Proben (1107°C/60min/WQ+996°C/60min/AC); (c) WBH – Route C27-12; (d) Ausscheidungsfreie Stellen an den Korngrenzen der nach dem Schmieden mit Luft angekühlten Proben

Die feinen Körner in der Duplex-Struktur wurden in Regionen aufgefunden, die hohe Ausscheidungsdichten von (Ti,Mo)(C,N) und globularen Mo-reichen Phasen an Korngrenzen, an Stellen, an denen drei Korngrenzen aufeinander trafen und/oder im Korninneren aufwies (siehe *Abb.72 (a)*). Ähnliches Verhalten konnte beispielsweise in [68] beobachtet werden.

Proben ohne eine *Intermediate Ageing* – Behandlung zeigten geringere γ' – Durchmesser und dünnere, aber durchgehendere $M_{23}C_6$ – Filme an den Korngrenzen und eine geringere Menge an M_6C – Ausscheidungen (siehe *Abb.72 (b)*). Es konnte ein sehr ähnliches Ausscheidungsverhalten bei nach dem *Solution Annealing* mit Luft und mit Wasser abgekühlten Proben bezüglich der Korngrenzen - Ausscheidungen festgestellt werden; das γ' – Wachstum war dabei bei nach dem Lösungsglühen mit Wasser abgeschreckten Proben - wie schon früher beobachtet – tendenziell größer, es konnte jedoch keine bimodale Verteilung dokumentiert werden.

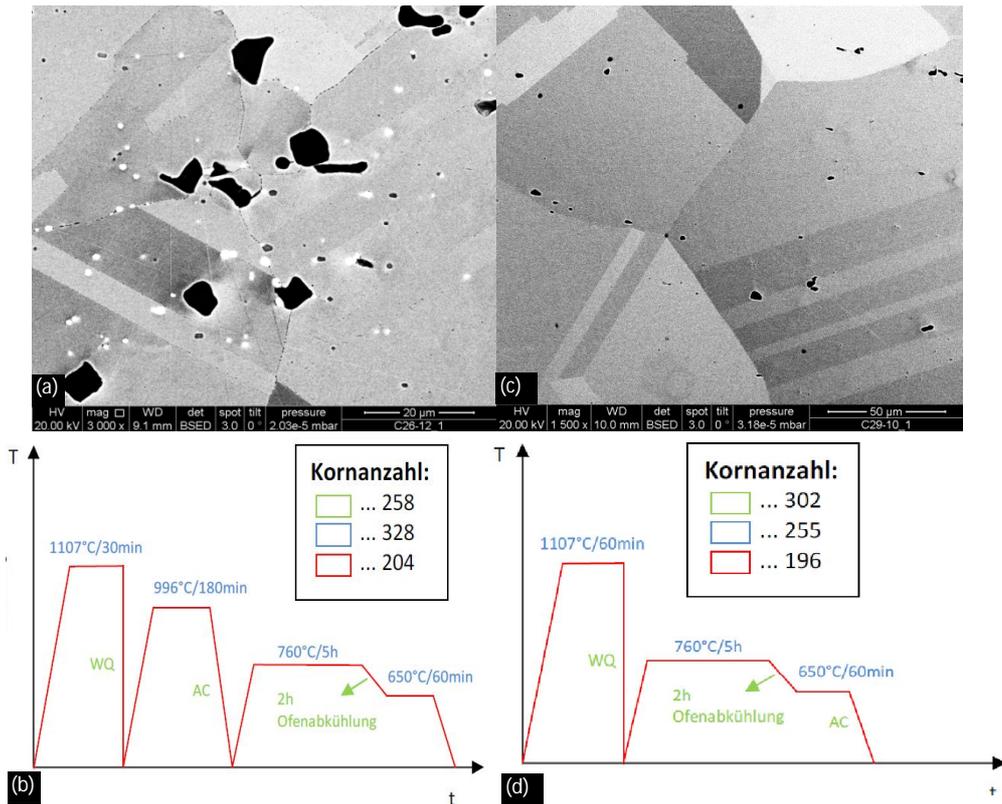


Abb.72: Korrelation zwischen Ausscheidungsichte und Korngröße: (a) & (b) C26-12 [1107°C/30min + 996°C/180min + Final Ageing Typ II]: (Ti,Mo)(C,N) und Mo-reiche Phasen in Regionen mit kleinen Körnern (c) & (d) C29-10 [1107°C/60min + Final Ageing Typ II]: nur vereinzelte Mo-reiche Ausscheidungen

i. Einfluss der Haltezeit

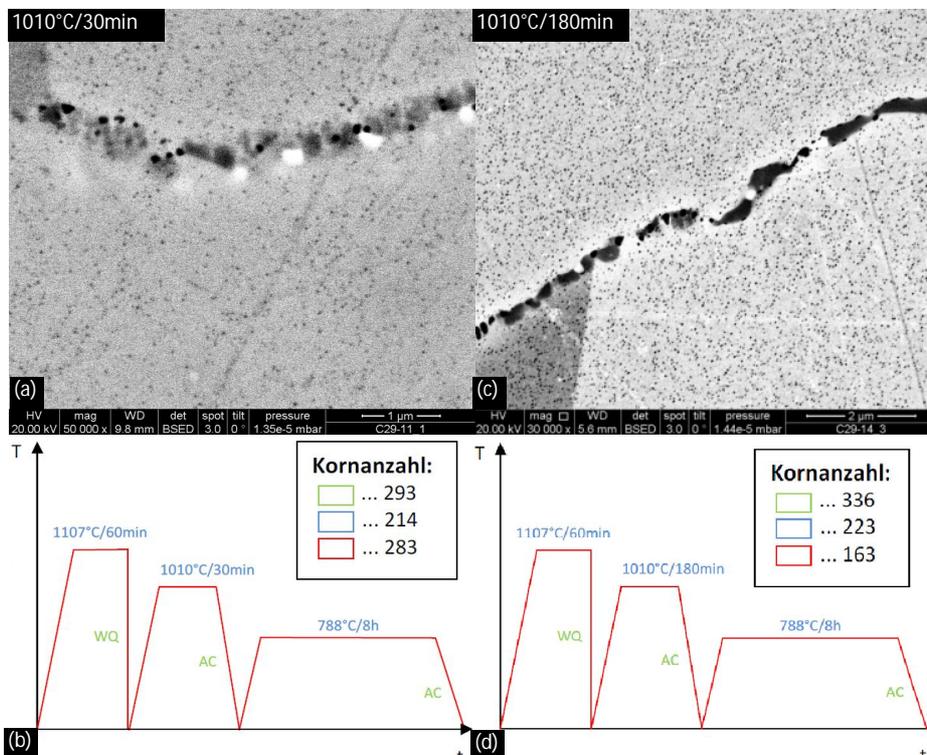


Abb.73: (a) γ' - Ausscheidungen und diskontinuierlichere Korngrenzausscheidungen bei kürzeren Haltezeiten; (b) zugehörige WBH-Route [C29-11]; (c) 1010°C/180min: dichtere γ' -Verteilung und durchgehendere Korngrenzenkarbide bei längeren Haltezeiten; (d) zugehörige WBH-Route [C29-14]

Bei steigender Haltezeit konnte ein klarer Anstieg des $M_{23}C_6$ -Anteils an den Korngrenzen, verbunden mit einer Tendenz zur Film – Bildung und auch eine höhere γ' – Dichte beobachtet festgestellt werden (siehe *Abb. 73 (a)&(b)*).

ii. Einfluss der Haltetemperatur

Proben, die das *Intermediate Ageing* bei 1010°C durchliefen, zeigten mehr Ausscheidungen in kleinerer, globularer Form und weniger durchgängige Filme an den Korngrenzen (siehe *Abb.74(a)&(b)*), während bei niedrigeren Temperaturen (996°C) eine Ausbildung dickerer Filmabschnitte und ein tendenziell inhomogener verteiltes M_6C – Vorkommen beobachtet werden konnte (siehe *Abb.74(c)&(d)*). Bezüglich der γ' – Größe konnte ein tendenziell größeres Wachstum und eine höhere Affinität zur Bildung bimodaler γ' - Verteilungen bei höheren Halte – Temperaturen festgestellt werden (Vgl. *Abb.74(a) vs. (c)*). Inhomogenitäten in der γ' – Verteilung schienen bevorzugt bei höheren Intermediate Ageing – Temperaturen aufzutreten (siehe *Abb.74(e)*).

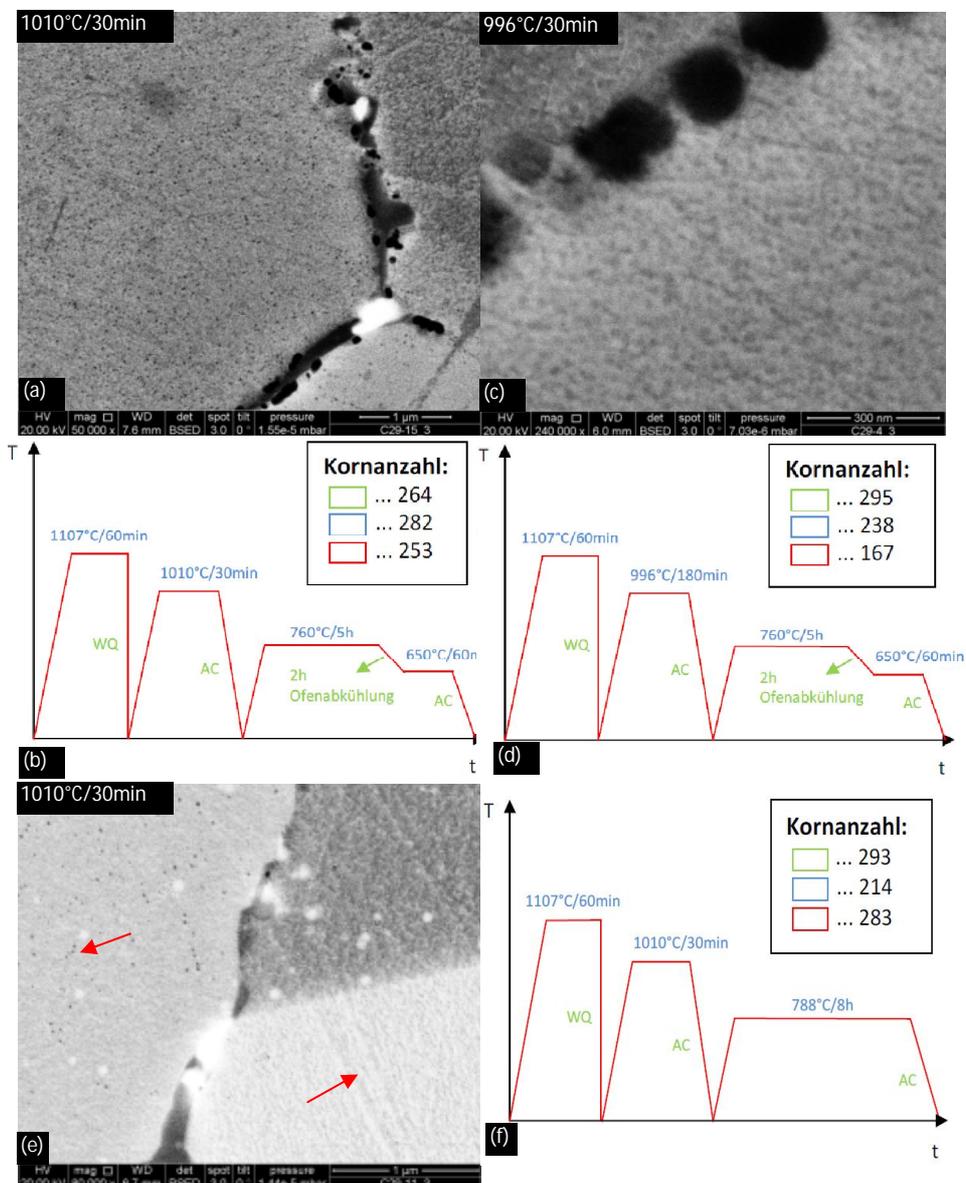


Abb.74: Vergleich (a) 1010°C/30min , (b)zugehörige WBH-Route [C29-15]; (c) 996°C/30min; (d) zugehörige WBH-Route [C29-4]; (e) inhomogene γ' – Verteilungen in den Körnern bei höheren Intermediate Ageing – Temperaturen; (f) zugehörige WBH-Route [C29-11]

b. Einfluss der Final Ageing-Behandlungen

Alle *Final Ageing* – Behandlungen führten zu einer weiteren Vergrößerung der γ' – Teilchen. Das Typ I (788°C/8h) *Final Ageing* resultierte in einer homogenen γ' – Verteilung über die gesamte Matrix. Im Vergleich zum Typ II (760°C/5h/650°C/1h) *Final Ageing* resultierte diese Behandlung in größeren γ' – Teilchen. Durch das *Ageing* kam es zu einem Wachstum der großen γ' -Teilchen, während sich die kleinen Teilchen auflösten. Die vergrößerten Teilchen zeigten eine Affinität zur Bildung kurzer kettenartiger Anordnungen (siehe *Abb.75(c)*). Das Typ II *Final Ageing* hatte eine bimodale γ' – Verteilung zur Folge (siehe *Abb.75(a)*).

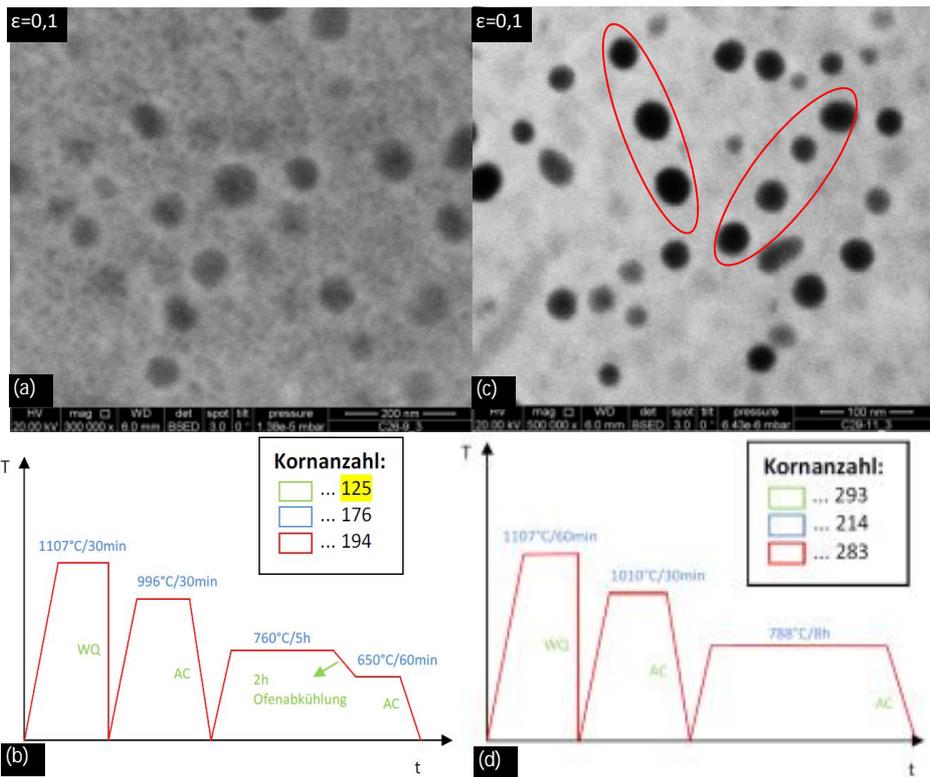


Abb.75: (a) homogen, bimodale γ' ; (b) zugehörige WBH-Route [C26-9_3]; (c) grobe γ' -Teilchen & kurze kettenartige Anordnungen; (d) zugehörige WBH-Route [C29-11_3]

Die Probe, die nach dem üblichen Wärmebehandlungszyklus noch ein einwöchiges *Final Ageing* bei 788°C durchlief (siehe *Abb.76*), zeigte wie zu erwarten größere γ' – Teilchen mit Durchmessern von ca. 88nm (siehe *Abb.77(c)*).

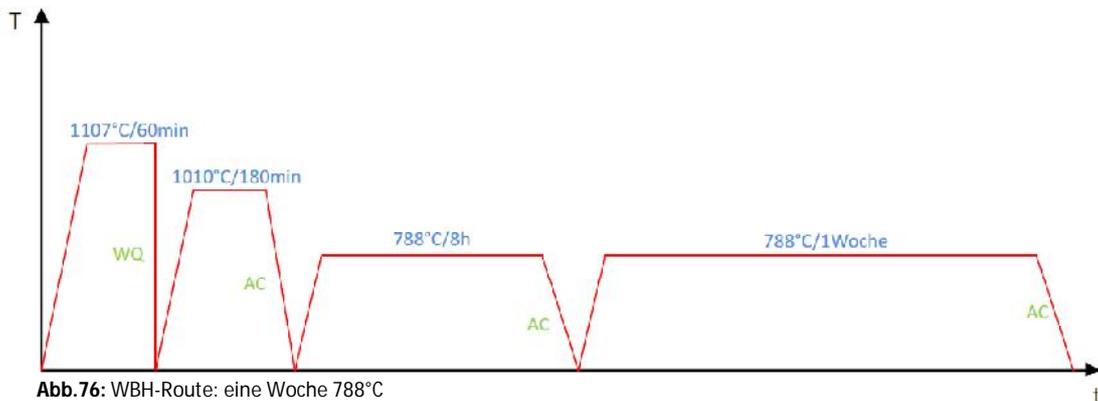


Abb.76: WBH-Route: eine Woche 788°C

Es zeigte sich keine Veränderung in der Größe und Menge der MC-Karbide. In der Matrix waren auch globulare Mo- und Cr-reiche Karbide mit Durchmessern von 1-2,5µm zu finden (siehe Abb.77(a)). An den Korngrenzen bildeten sich semi-kontinuierliche bis kontinuierliche $M_{23}C_6$ - Filme mit einer Breite von ca. 300nm und globulare M_6C - Teilchen (siehe Abb.77(b)).

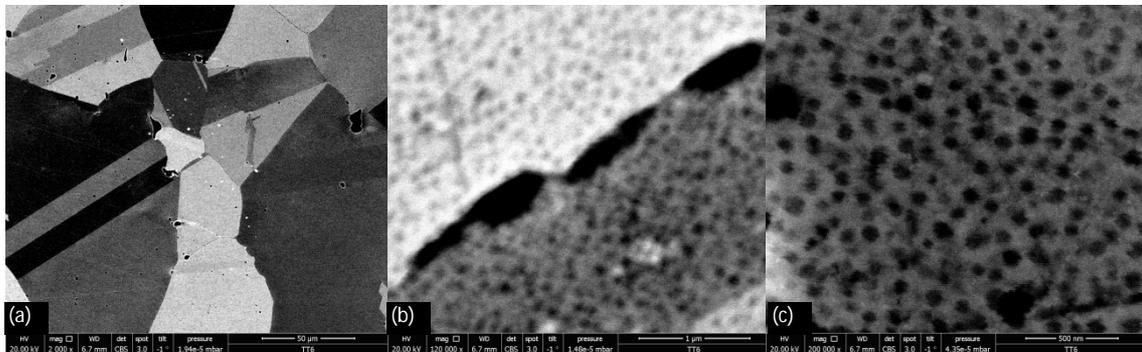
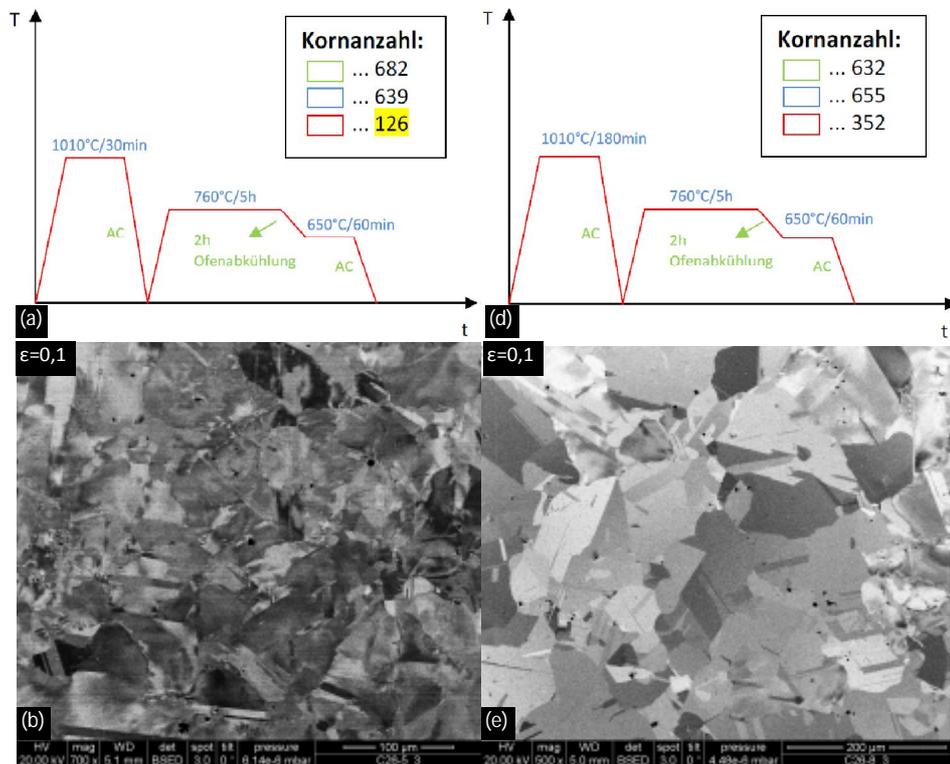


Abb.77: 1 Woche 788°C: (a) MC und Mo-reiche Karbide in der Matrix, (b) semi-kontinuierliche bis kontinuierliche Karbid-Filme an den Korngrenzen, (c) größere γ' - Teilchen

c. Direct Ageing

Alle Proben, die einem *Direct Ageing* unterzogen wurden, wiesen beim niedrigsten Verformungsgrad ein wenig, bis gar nicht rekristallisiertes Gefüge auf, wobei die Rekristallisation mit steigender Intermediate Ageing – Haltezeit zunahm (siehe Abb.78).



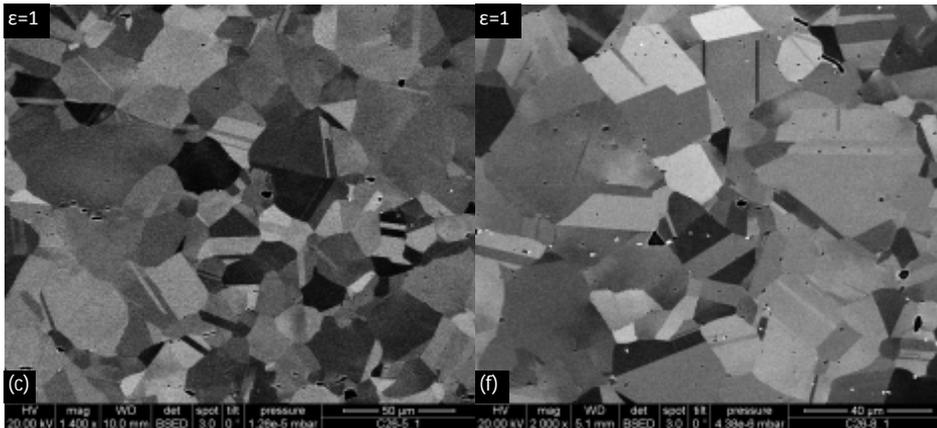


Abb.78: Vergleich Direct Ageing (a) WBH-Route [C26-5]; (b) $\epsilon=0,1$, (c) $\epsilon=1$; (d)WBH-Route [C26-5]; (e) $\epsilon=0,1$, (f) $\epsilon=1$

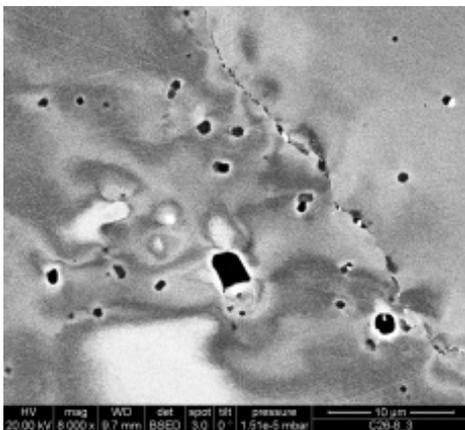


Abb.79: missorientiertes/nicht rekristallisiertes Gefüge Gefüge

Die γ -Matrix Korngrenzen in der *Abb.79* sind signifikant verformt, während die Grenzen der Ausscheidungen leicht zu identifizieren sind, was darauf schließen lässt, dass sich die Körner leichter verformen als die Ausscheidungen. Korngrenzen – Ausscheidungen konnten nur in sehr geringer Menge und extrem diskontinuierlich mit unbesetzten Korngrenzen - Längen von bis zu $2\mu\text{m}$ oder überhaupt nicht detektiert werden.

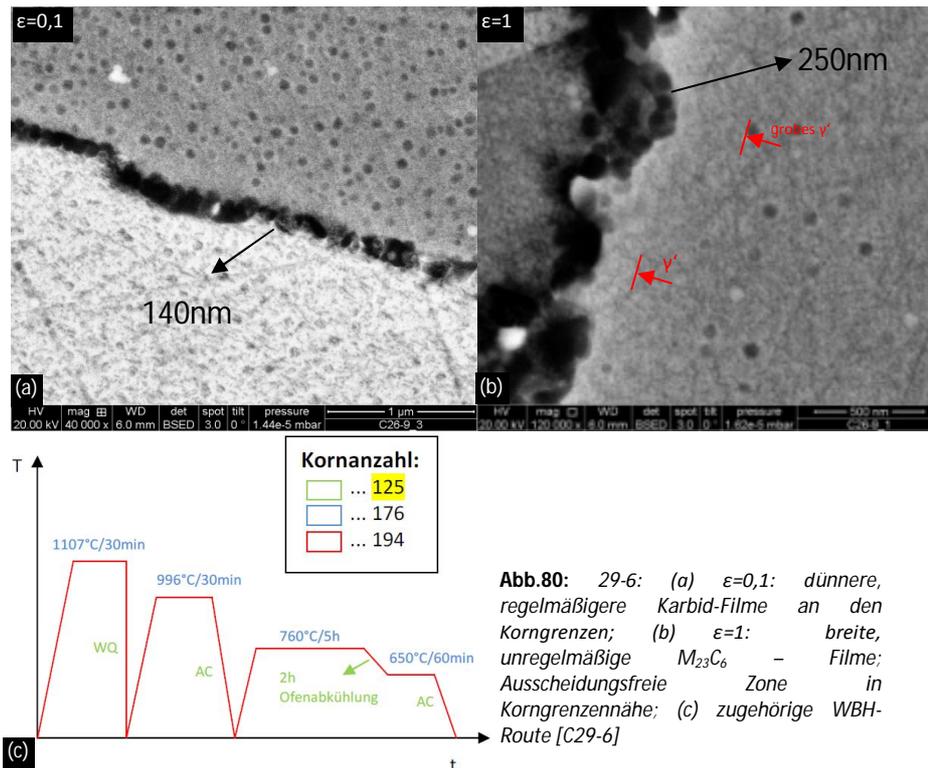
Bei einem Vergleich mit Proben die mit den gleichen *Ageings* behandelt wurden und zusätzlich davor noch ein *Solution Annealing* erhielten, fiel auf, dass die Lösungsgeglühte Probe über eine größere Menge an Korngrenzen – Karbiden verfügt und auch beim niedrigsten Verformungsgrad vollständig rekristallisiert war.

Es konnte kein klarer Effekt des *Direct Ageings* auf die γ' – Ausscheidungen bezüglich ihres Volumenanteils oder Durchmesser erkannt werden. Es konnte nur beobachtet werden, dass sich der bei einem *Intermediate Ageing* bei höherer Temperatur, die zu größeren Partikelgrößen führt, leicht erhöht.

3. Einfluss des Umformgrades

Unabhängig von den jeweiligen angewendeten Wärmebehandlungen konnte bei allen Proben mit höherem Umformgrad eine Affinität für die Bildung von durchgehenderen, breiteren, unregelmäßigeren M_{23}C_6 Filmen und größeren, globularen bis linsenförmigen Ausscheidungen von M_6C an den Korngrenzen erkannt werden. Auch die Ausbildung Ausscheidungsfreier Zonen konnte in diesen Proben vermehrt beobachtet werden (siehe *Abb.80*).

Außerdem kamen die γ' – Ausscheidungen im Vergleich zu denen in den Proben mit geringerer Verformung bei gleicher Wärmebehandlung mit tendenziell geringerem Durchmesser vor und die größeren γ' – Teilchen wiesen eine unregelmäßigere Verteilung auf.



4. Zusammenfassung

Table 26 zeigt die Resultate der Untersuchungen, die durchgeführt wurden, um den Einfluss der verschiedenen Wärmebehandlungen auf den Werkstoff, sowie die Abkühlgeschwindigkeit nach dem Schmieden und die unterschiedlichen Umformgrade zu evaluieren. Auf Grund der auflösungstechnischen Schwierigkeiten, die mit der Messung der Durchmesser der feinen γ' - Ausscheidungen mit dem FEG - SEM in Verbindung stehen, sollten die angegebenen Größen und die Beschreibung der Verteilungen nur für einen Vergleich der Wärmebehandlungen herangezogen werden und nicht als absolute Messgrößen angesehen werden. Für eine genauere Bestimmung der Größen und der Teilchenabstände von γ' müssten auch Messungen mit dem TEM durchgeführt werden.

Ergebnisse & Interpretation

Tabelle 26: die verschiedenen Wärmebehandlungen im Vergleich

Sample	Cooling ²⁰	SA HT [°C]	Time [min]	IA Temp. [°C]	Time [min]	Ageing	Average grain size ²¹			grain boundary precipitation								γ' size ²⁴ [nm]			
							[μm]			relative Amount. ²²				Width [nm]		Continuity ²³					
							ε=0,1	ε=0,7	ε=1	M ₆ C / σ		M ₂₃ C ₆		3	1	3	1	3	1	3	1
							3	2	1	3	1	3	1	3	1	3	1	3	1	3	1
C29-0						None	40±32	25±13	26±13	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---		
C29 1		1107/WQ	60	996	30	760/5h-650/1h	89±61	60±44	47±31	S	M	M/L	M/L	204	273	s/c	s/c	27	20		
C29 4		1107/WQ	60	996	180	760/5h-650/1h	83±58	67±51	63±40	M/L	L	M/L	M/L	195	381	d/s	s/c	28	20		
C29 5		1107/WQ	60			760/5h-650/1h	77±54	66±48	60±46	S	S/M	M	M	65	101	c	s/c	28	20		
C29 6		1107/AC	60	996	30	760/5h-650/1h	72±51	73±58	74±53	M	M/L	M	L	351	540	s/c	c	23	17		
C29 9		1107/AC	60	996	180	760/5h-650/1h	68±43	73±47	76±47	S/M	S/M	M	M	378	432	s/c	s/c	14	10		
C29 10		1107/AC	60			760/5h-650/1h	63±46	77±53	71±51	S	S	M	M	61	98	c	c	20	12		
C29 11		1107/WQ	60	1010	30	788/8h	64±43	74±51	64±41	S	M	S/M	M	110	153	d	d/s	37	36		
C29 14		1107/WQ	60	1010	180	788/8h	86±56	73±48	59±39	S/M	S/M	M	M	189	230	s/c	s/c	31	30		
C29 15		1107/WQ	60	1010	30	760/5h-650/1h	68±47	62±47	69±40	M/L	M/L	M/L	M/L	165	216	d/s	s	25	19		
C29 18	AC	1107/WQ	60	1010	180	760/5h-650/1h	63±46	69±53	56±39	M/L	M/L	M	M	218	333	d/s	s	27	21		
C29 19		1115/AC	60	996	30	760/5h-650/1h	72±52	76±60	79±81	S/M	S/M	M	M	303	258	s/c	s/c	77	31		
C29 22		1115/AC	60	996	180	760/5h-650/1h	92±51	70±52	60±37	S/M	S/M	M	M	410	217	s	s/c	19	15		
C29 23		1107/AC	60	1010	30	788/8h	59±45	60±44	46±29	M/L	M	M/L	M/L	203	270	s/c	s	27	26		
C27 2		1107/AC	60	1010	180	788/8h	67±49	67±53	78±49	M	S/M	M/L	M/L	270	272	d/s	d/s	26	25		
C27 3		1115/WQ	60	996	30	760/5h-650/1h	67±46	72±50	69±49	S/M	M	M/L	M/L	191	247	s/c	c	88	31		
C27 6		1115/WQ	60	996	180	760/5h-650/1h	72±53	63±45	62±46	S/M	S/M	M	M	223	220	d/s	d/s	25	32		
C27 7		1115/WQ	60	1010	30	760/5h-650/1h	73±49	72±54	66±46	M	M	M	M	189	266	s	s/c	27	29		
C27 10		1115/WQ	60	1010	180	760/5h-650/1h	59±41	61±45	61±41	S/M	M	M	M	193	301	d/s	d/s	20	19		
C27 11		1107/WQ	60			None	79±57	68±47	51±54	---	---	---	---	---	---	---	---	k.M.	k.M.		
C27 12		1107/WQ	60	996	60	None	56±40	54±43	56±40	S/M	M	M	M	162	170	d/s	d/s	k.M.	k.M.		
C26-0						None	29±17	22±10	22±10	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---		
C26 1		1107/WQ	60			None	59±40	80±56	72±54	---	---	---	---	---	---	---	---	k.M.	k.M.		
C26 2		1107/WQ	60	996	60	None	69±46	80±63	94±75	S/M	S/M	S/M	M	102	136	d	d/s	8	4		
C26 3		1107/WQ	60	996	60	760/5h-650/1h	82±55	99±75	92±78	S/M	M/L	M	M/L	164	205	d/s	s/c	14	12		
C26 4		None		996	60	760/5h-650/1h	33±24	24±12	24±11	S	S	S	S	60	108	d	d	8	7		
C26 5		None		1010	30	760/5h-650/1h	50±31	22±10	21±9	S	S	S	S	81	128	d	d	33	8,1		
C26 8		None		1010	180	760/5h-650/1h	28±18	22±10	23±10	S	S	S	S	40	20	d	d	13	11		
C26 9		1107/WQ	30	996	30	760/5h-650/1h	75±55	79±58	95±69	M	M/L	M/L	L	138	243	s/c	c	100	68		
C26 12		1107/WQ	30	996	180	760/5h-650/1h	75±52	57±43	63±51	M	M/L	M/L	M/L	162	216	s	s/c	20	19		

²⁰ nach dem Schmieden

²¹ Größen der Proben bei unterschiedlichen Umformgraden immer vom kleinsten zum größten angegeben (d.h. Korngröße folgendermaßen: ε=0,1/ε=0,7/ε=1) inklusive zugehörige Standardabweichung

²²Relative Amount: S ... small, M ... moderate, L ... large

²³ Kontinuität bezogen auf M₂₃C₆: d ... discontinuous, s ... semi-discontinuous, c ... continuous

²⁴ Immer die Werte der größten vorgefundenen Teilchen angegeben; Messungen sehr ungenau, da die Auflösung für die sehr feinen Teilchen nicht ausreichte

K.M. ... keine Messung (auflösungstechnisches Problem, oder zu klein zum Messen)

5.1.3. Zugproben

5.1.3.1. Stereomikroskopische Untersuchungen

Bei einem Vergleich der stereomikroskopischen Aufnahmen der Bruchfläche der Zugproben mit unterschiedlichen Bruchdehnungen bei niedriger Auflösung fällt auf, dass die Proben mit geringerer Bruchdehnung ($A= 10\%$ & 13%) eine zeilenartige Textur aufweisen, bei höherer Bruchdehnung ($A= 20\%$) war diese Textur nicht beobachtbar. (siehe *Abb.81*).

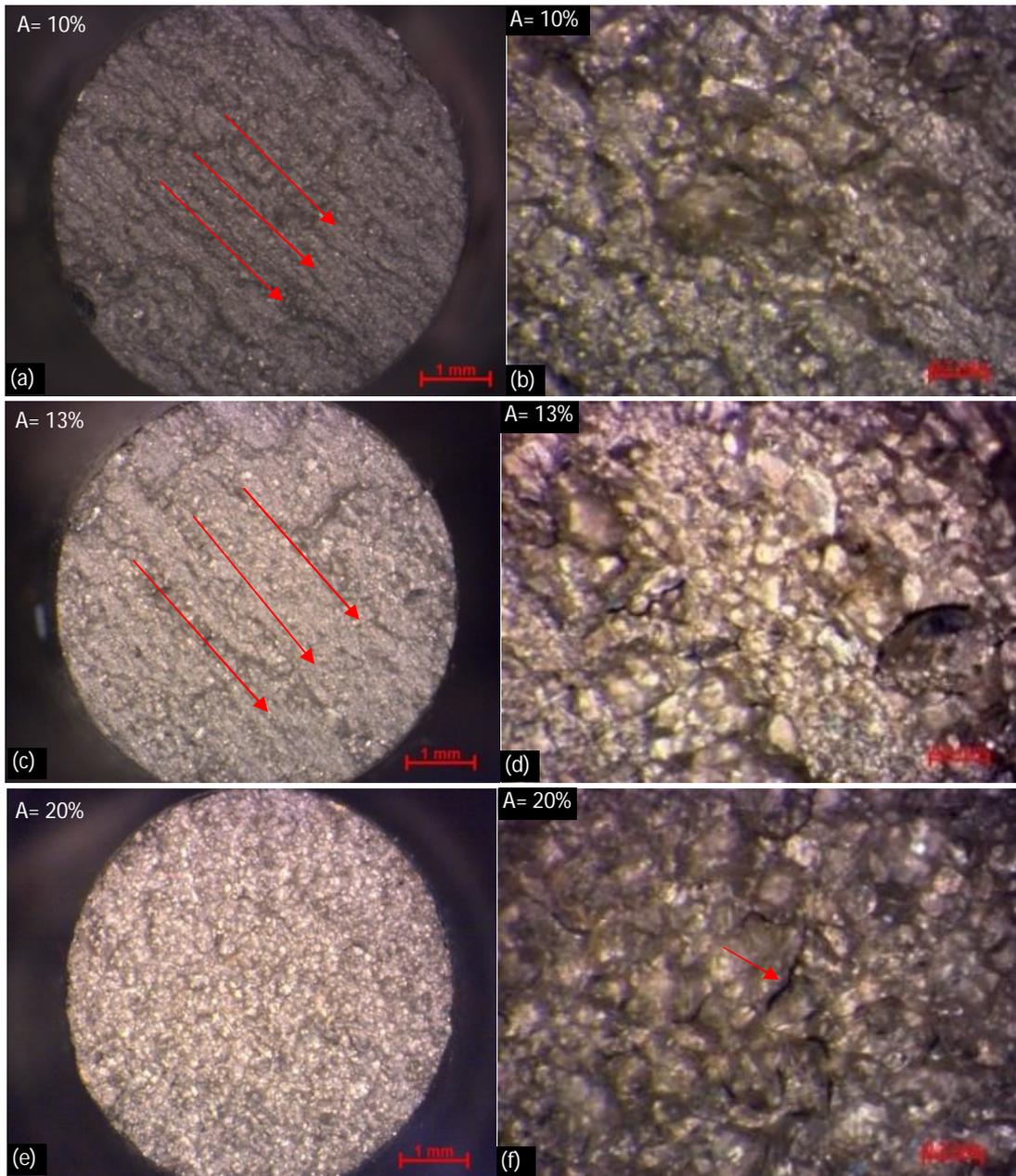


Abb.81: Bruchfläche der verschiedenen Zugproben bei niedriger Auflösung (a) A1, $A= 10\%$ (c) TT6, $A= 13\%$ (e) P1, $A= 20\%$; (f) $A= 20\%$: vorwiegend intergranulares Bruchbild, aufgespaltene Korngrenzen, (b)&(d) $A= 13\%$ & 10% : scheinbar geringerer

Abb.81 zeigt eine größtenteils, aber nicht reine intergranulare Bruch-Struktur mit vereinzelt „Aufspaltungen“ an den Korngrenzen.

Bei höherer Auflösung zeigten die Proben mit niedriger Bruchdehnung (10% & 13%) ein gemischtes Bruchbild aus intergranularen und transgranularen Bruchstrukturen. Auf den ersten Blick erschienen diese Proben einen höheren Anteil an transgranularen Brüchen zu haben, als die Probe mit höherer Bruchdehnung, was eigentlich zu einer höheren Duktilität dieser Proben führen sollte. Warum das aber nicht der Fall war, konnte durch eine genauere Untersuchung in REM aufgeklärt werden.

5.1.3.2. Lichtmikroskopische Untersuchungen

Abb.82 zeigt lichtmikroskopische Aufnahmen der Längsschliffe der untersuchten Zugproben bei geringer Vergrößerung.

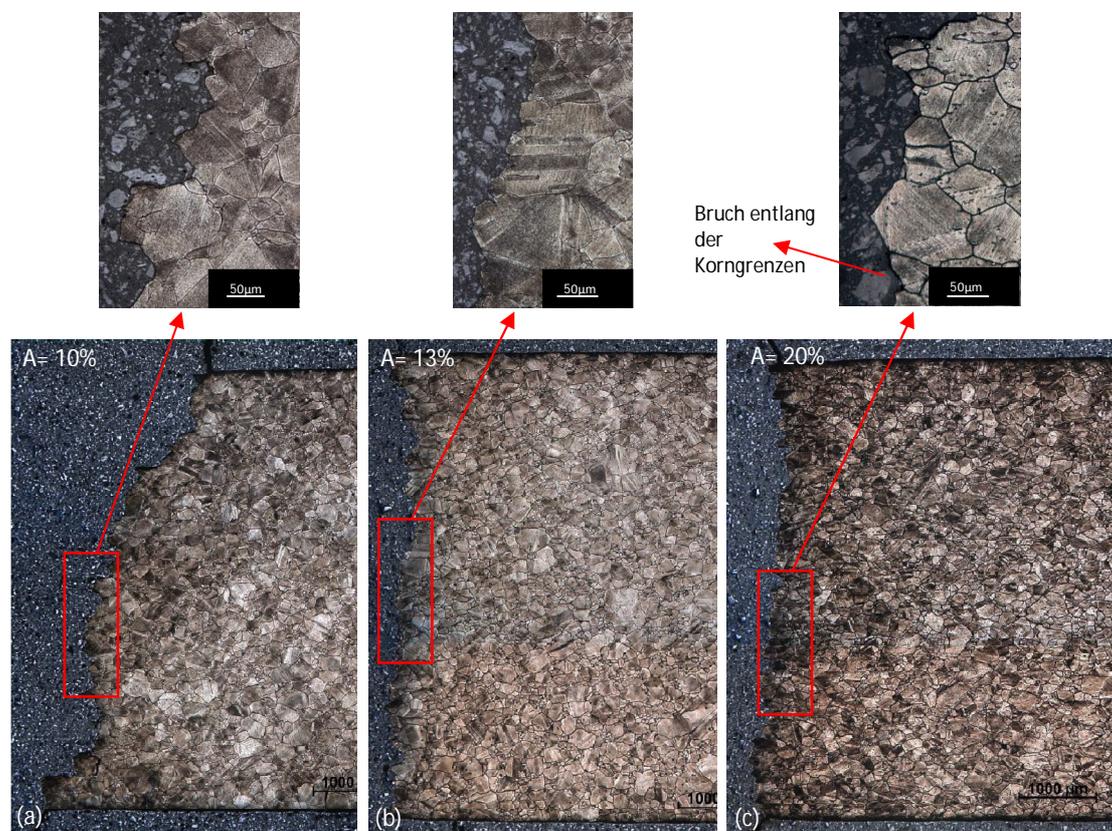


Abb.82: Längsschliffe bei geringer Auflösung: (a) A= 10%, (b) A= 13%, (c) A= 10%

Makroskopisch war kein signifikanter Unterschied in Bezug auf die Einschnürung der Fläche vor dem Bruch zu erkennen. Es konnte eine Zunahme der Gleichmäßigkeit der Bruchflächen mit steigenden Bruchdehnungen festgestellt werden. Die auffallendste Deformationscharakteristik stellten die beobachteten Verformungszwillinge dar, die bei geringen Bruchdehnungen häufiger vorkamen, als bei höheren Elongationen.

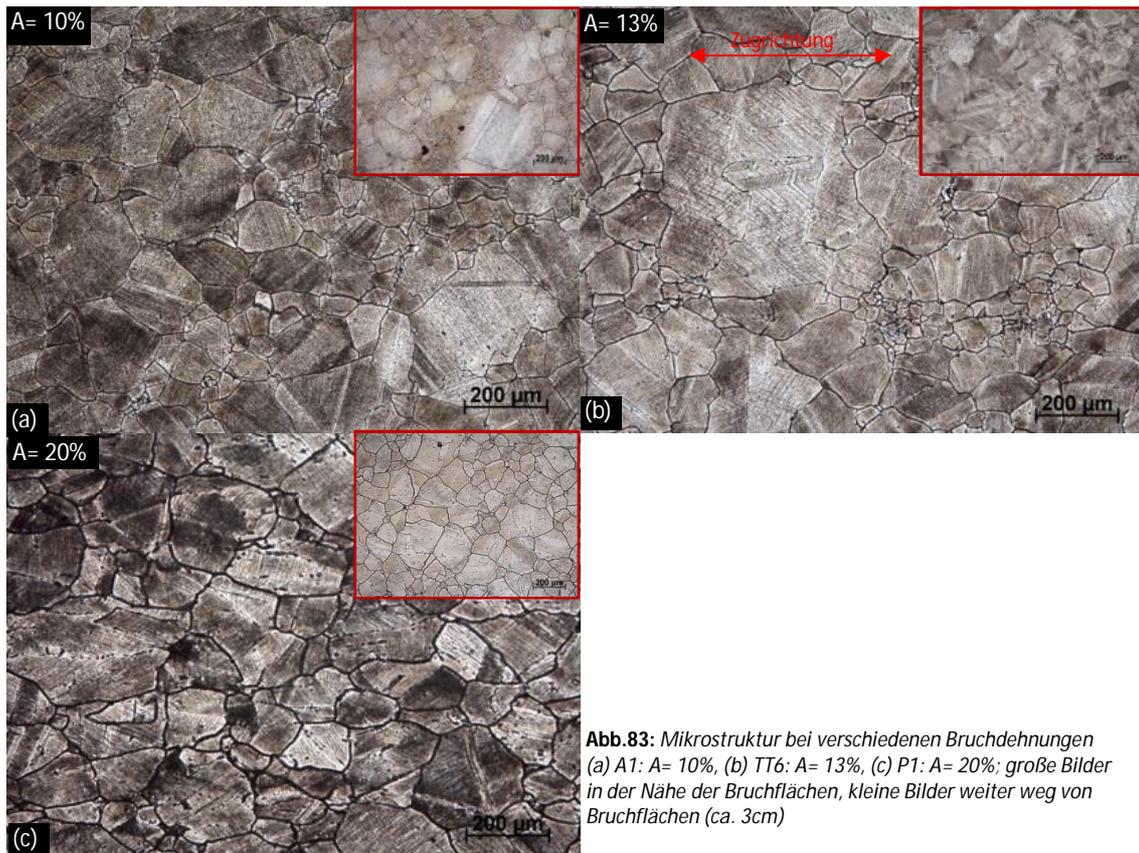


Abb. 83: Mikrostruktur bei verschiedenen Bruchdehnungen (a) A1: A= 10%, (b) TT6: A= 13%, (c) P1: A= 20%; große Bilder in der Nähe der Bruchflächen, kleine Bilder weiter weg von Bruchflächen (ca. 3cm)

Bei höheren Vergrößerungen konnte bei der Probe mit der höchsten Bruchdehnung (A= 20%) ein vermehrtes Vorkommen von elongierten Körnern beobachtet werden (siehe *Abb. 83 (c)*), während die beiden Proben mit niedrigeren Bruchdehnungen eine Mikrostruktur mit beinahe unveränderten Kornformen (im Vergleich zur Struktur an Stellen, die weiter von der Bruchfläche entfernt waren) aufwiesen (siehe *Abb. 83 (a)&(b)*). Die Probe mit der kleinsten Bruchdehnung zeigte im Vergleich zu den Proben mit höheren Bruchdehnungen eine ausgeprägte Duplex – Struktur (siehe *Abb. 83 (a)*).

Bei einer Betrachtung der Bereiche, an denen die Proben gebrochen sind, konnte bei der Probe mit 20% Bruchdehnung ein Bruch entlang der Korngrenzen beobachtet werden, die Körner an sich blieben größtenteils intakt. Die beiden Proben mit niedrigeren Bruchdehnungen

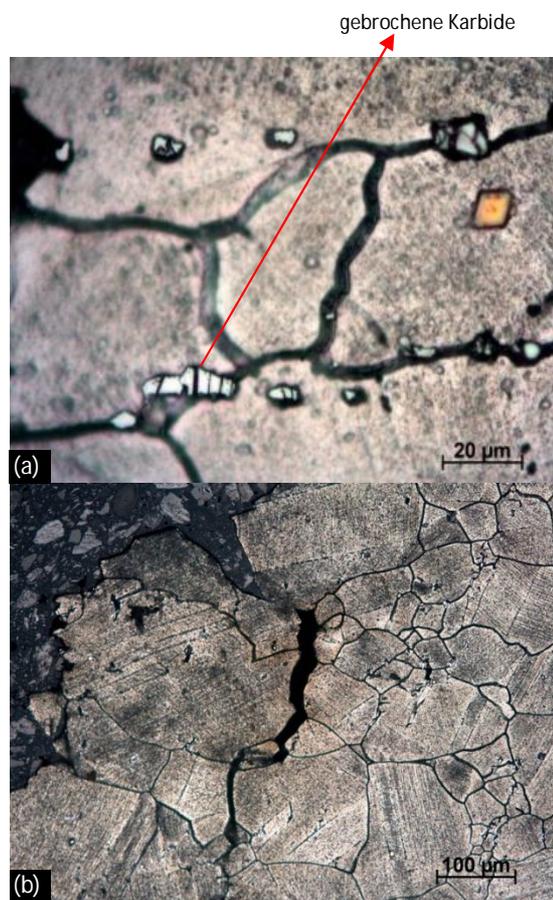


Abb. 84: (a) MC-Karbide und Karbonitride in allen Proben, (b) breite Risse an den Korngrenzen normal zur Zugrichtung

zeigten dagegen ein vermehrtes Vorkommen von gebrochenen Körnern, was auch in anderen Untersuchungen beobachtet werden konnte (siehe *Abb. 82*).^{[34][71][84]}

In allen Proben konnten MC – Karbide und Karbonitride an den Korngrenzen, wie auch im Korninneren vorgefunden werden. In der Nähe der Bruchflächen konnten sie gebrochen beobachtet werden (siehe *Abb.84(a)*). Die breitesten Risse an den Korngrenzen konnten normal zur Zugrichtung beobachtet werden (siehe *Abb. 84(b)*).

5.1.3.2.1. Korngrößenanalysen

Korngrößenanalysen an den drei Zugproben wurden jeweils an Stellen nahe der Bruchfläche und einer weiter entfernten Stelle durchgeführt (siehe *Abb.85*). Bei der Analyse der Korngrößen ergaben sich mit einem durchschnittlichen Korndurchmesser von ca. 98 μm keine signifikanten Unterschiede zwischen den beiden Proben mit 20% und 13% Bruchdehnung. Der mittlere Korndurchmesser der Probe mit der geringsten Bruchdehnung (A= 10%) schien mit 92 μm etwas kleiner zu sein. In den Diagrammen ist der hohe Anteil an sehr kleinen und großen Körnern in der Probe gut zu erkennen.

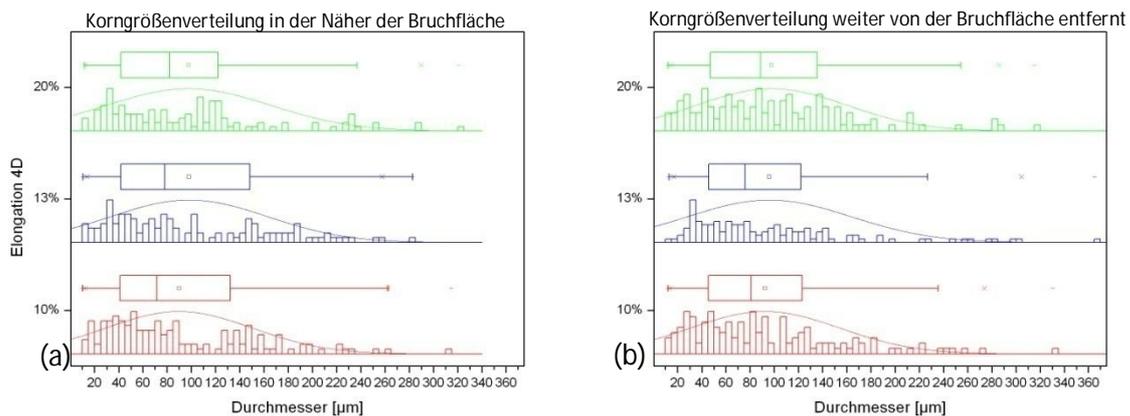


Abb.85: Häufigkeitsverteilungen der Korngrößen (a) in der Nähe der Bruchflächen, (b) ca. 3cm von den Bruchflächen entfernt

Platte:	Nr.	Kornanzahl:	Korn-Durchmesser [μm]				
			Minimum:	Maximum:	Mittelwert:		Median:
					Wert:	Fehler:	
A1 A= 10%	an BF	178	12	330,7	92,3	62,3	80,7
	weg ²⁴	171	10,0	314,8	89,8	61,1	71,8
TT6 A= 13%	an BF	155	10,6	283	98,1	65,3	78,8
	weg	156	13	365,2	95,9	68	76
P1 A= 20%	an BF	152	12	320,7	97,6	67,9	84,1
	weg	169	12,2	315,3	97,8	62,6	88,9

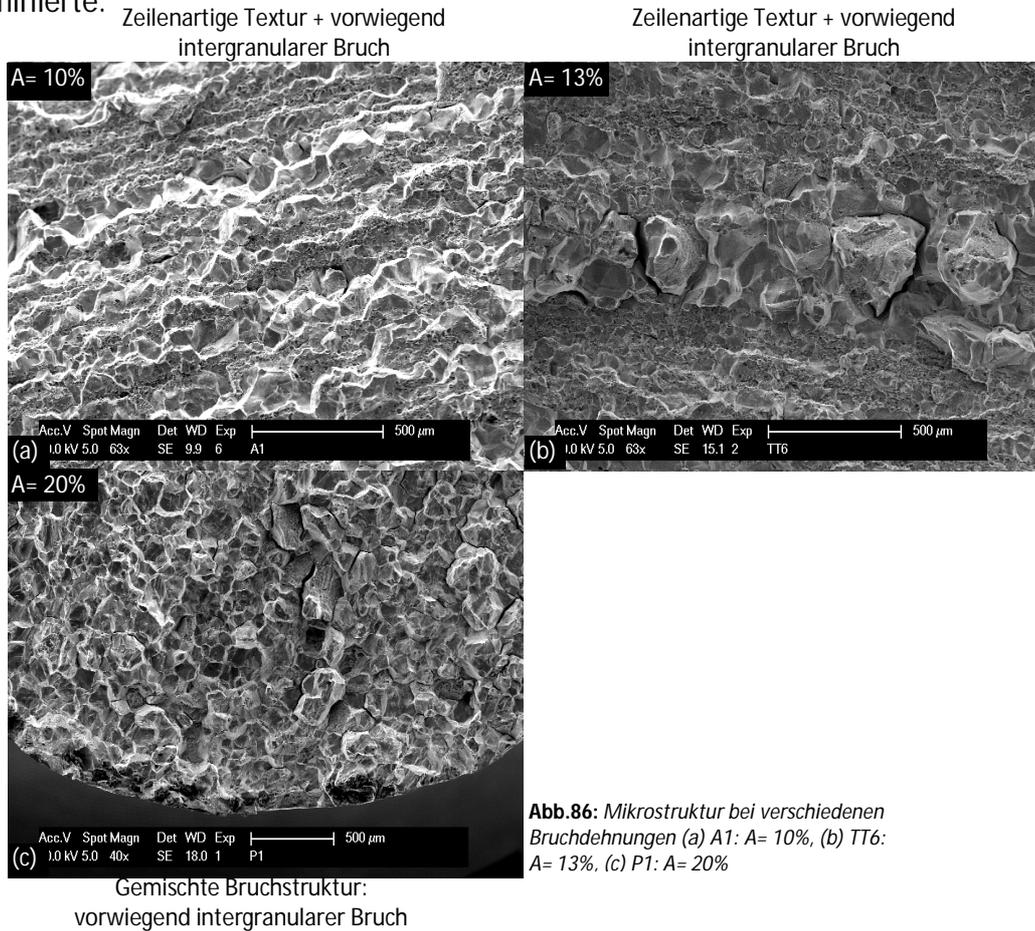
Tabelle 27: Ergebnisse der Korngrößenanalysen für die drei Zugproben

²⁴ Ca. 3cm von der Bruchfläche entfernt

5.1.3.3. REM – Untersuchungen

a. Untersuchung der Bruchflächen

In allen drei Proben konnten sowohl transkristalline, als auch intergranulare Brucharten beobachtet werden, wobei immer die intergranulare Bruchstruktur dominierte.



Bei einer Betrachtung der Bruchflächen der Proben mit geringerer Bruchdehnung (A1: A= 10% und TT6: A= 13%) fiel eine linienartige Anordnung von Ausscheidungen mit Größen von bis zu 15µm auf, die die zeilenartige Textur bei den stereomikroskopischen Untersuchungen erzeugten (siehe Abb.87).

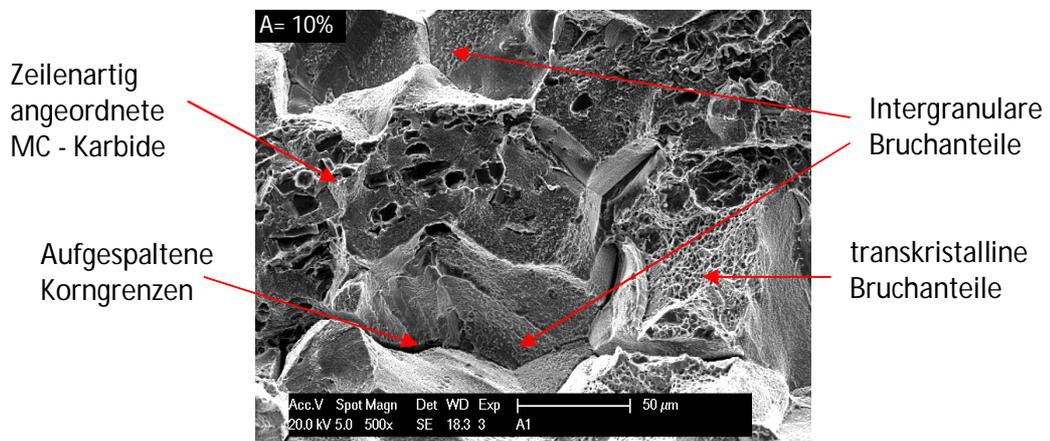


Abb.87: Mikrostruktur bei geringer Bruchdehnung (A1: A= 10%)

Abb.87 zeigt die linienartige Anordnung von MC-Karbiden in der Probe mit der niedrigsten Bruchdehnung. Neben den Korngrenzen-Brüchen sind auch vereinzelt duktile Wabenbrüche zu erkennen. Einige der Korngrenzen erscheinen aufgespalten. Dieses Phänomen konnte mit steigender Bruchdehnung mit zunehmender Häufigkeit beobachtet werden.

EDX – Analysen dieser Phase zeigten erhöhte Anteile an C, Ti, Mo und Nb. Sie enthielten durchschnittlich 45at% C, 32at% Ti, 12at% Mo und 3,8at% Nb. Ein Vergleich mit der Literatur^{[83][98]}, sowie die hohen C - und Ti – Gehalte ließen darauf schließen, dass es sich hierbei um (Ti,Mo)C – Karbide handeln sollte. Abb. 88 zeigt ein gebrochenes grobes Karbid, an dem die EDX-Analyse vorgenommen wurde.

Elemente	Chem. Zusammensetzung [at. %]	
	Matrix:	MC
		✗
C	19,18	45±3,6
N	9,16	11,1±1,4
Mg	0,73	0,2±0,09
Al	3,18	0,4±0,06
Si	0,61	0,4±0,04
Mo	3,44	11,8±0,68
Ti	1,64	31,9±0,8
Cr	14,56	1,5±0,13
Fe	0,77	0,1±0,01
Co	7,19	0,4±0,08
Ni	39,55	3,3±1,3
d[μm]:		6-14,5μm

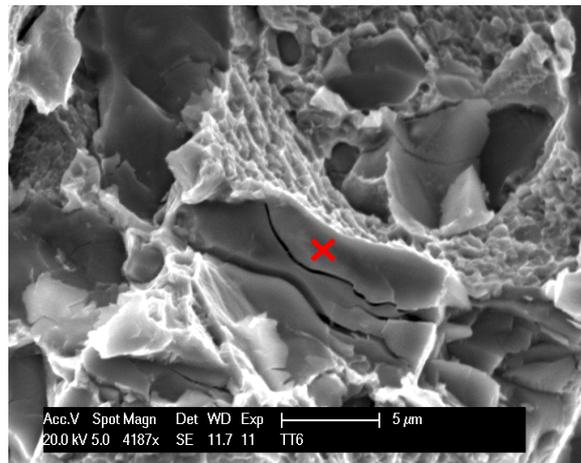
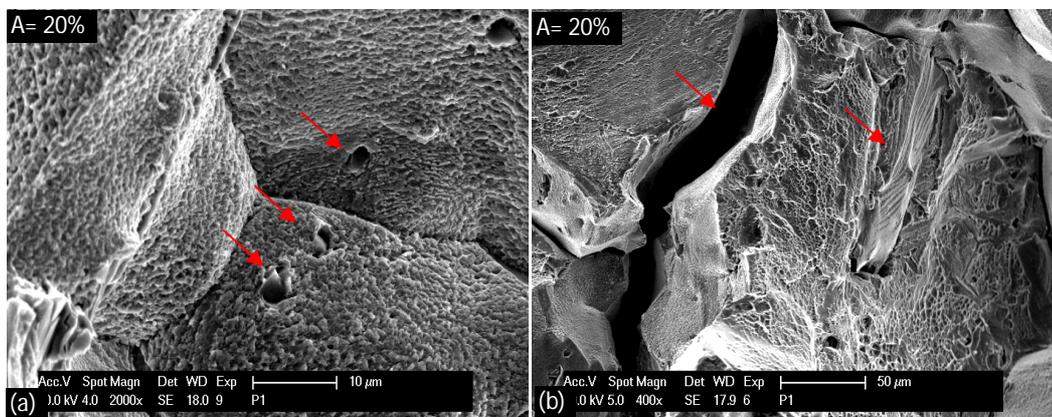


Abb.88: Ausscheidungen in den Proben mit geringerer Bruchdehnung (TT6)

Tabelle 28: EDX-Analysen der beobachteten Ausscheidungen an den Bruchflächen der Zugproben

In der Mikrostruktur der Probe mit der höchsten Bruchdehnung konnten die MC – Teilchen nur noch vereinzelt und in kleineren Größen (bis 5μm) beobachtet werden (siehe Abb.89(a)).



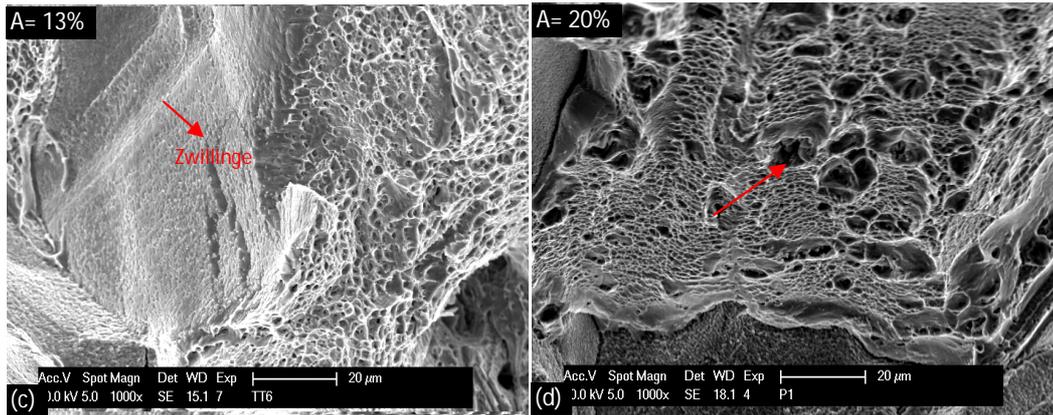


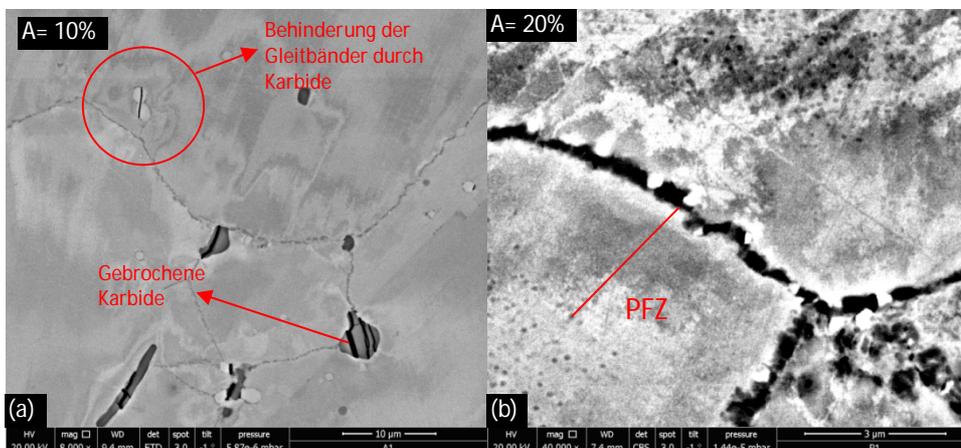
Abb.89: (a) Ausscheidungen in P1 (A= 20%); (b) transkristalline Fließlinien und Korngrenzscherungen; Wabenstrukturen bei verschiedenen Bruchdehnungen: (c) TT6: A= 13%, (d) P1: A= 20%

In den duktilen Strukturbereichen konnten im Vergleich zu den geringeren Bruchdehnungen mit vielen kleinen und flachen Waben auch größere und tiefere Wabenstrukturen beobachtet werden (siehe *Abb.89 (c) & (d)*).

Es konnten vermehrt transkristalline Fließlinien in den Körnern detektiert werden (siehe *Abb.89(b)*). Außerdem konnten bei allen drei Zugproben raue Oberflächen an den Körnern festgestellt werden, bei denen es sich um Filme oder auch Mikro-Duktilitäten handeln könnte.

b. Untersuchung der Längsschliffe

In der Nähe der Bruchflächen konnten bei allen drei Zugproben stark missorientierte Körner und normal zur Zugrichtung gebrochene Karbide detektiert werden. In den Körnern konnten Gleitbänder beobachtet werden, die an Karbiden behindert wurden (siehe *Abb.90(a)*). Die Proben zeigten keine signifikanten Unterschiede in der γ' – Verteilung/Größe, sowie in der Breite und Kontinuität der Korngrenzen – Ausscheidungen (siehe *Tabelle 29*). Alle Proben zeigten eine bimodale γ' – Verteilung (siehe *Abb.90(c)*). Grobe sphärische γ' – Teilchen konnten mit einer Größe von 133-136nm homogen über die Matrix verteilt beobachtet werden. In allen drei Proben bildeten sich γ' – Ausscheidungsfreie Zonen mit Breiten von bis zu 2,5 μ m entlang der Korngrenzen aus (siehe *Abb.90(b)*).



Ergebnisse & Interpretation

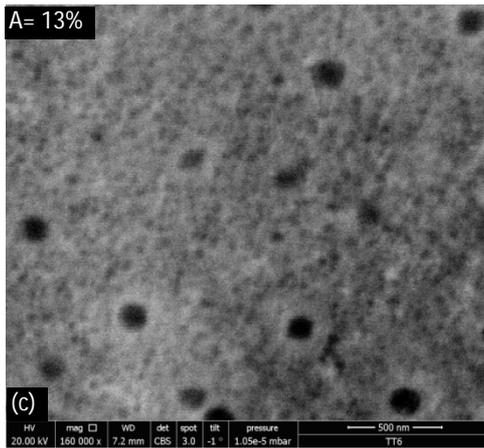


Abb.90: (a) normal zur Zugrichtung gebrochene Karbide, (b) γ' - Ausscheidungsfreie Zonen/durchgehende Karbidfilme an den Korngrenzen, (c) repräsentative Aufnahme der bimodalen γ' - Teilchen

Proben ID:	0,2% Dehngrenze: [MPa]	Zugfestigkeit: [MPa]	Bruchdehnung: 4D [%]	Bruchart ²⁵ :	Durchschn. Korngröße: [μm]	Korngrenzen – Ausscheidungen:				γ' – Verteilung/Größe: [μm]
						RA= Menge ²⁶		Breite [nm]	Kontinuität ²⁷	
						M_6C	$M_{23}C_6$			
A1	695	975	10,0	90% I/10% DT + zeilige Ausscheidungen	93	M	M/L	348	s/c	136
TT6	700	1020	13,0	90% I/10% DT + zeilige Ausscheidungen	98	M	M/L	310	s/c	135
P1	675	1090	20,0	85% I/15% DT	98	M	M/L	321	s/c	133

Tabelle 29: EDX-Analysen der beobachteten Ausscheidungen an den Bruchflächen der Zugproben

Mikrostrukturelle Unterschiede in den Proben konnten bei einer Betrachtung mit niedrigeren Auflösungen erkannt werden. Die Probe mit der geringsten Bruchdehnung (A= 10%) zeigte eine starke zeilige Anordnung von groben MC – Karbiden (5 – 11 μm) und globularen Mo – reichen Teilchen (0,2 -1,5 μm) normal zur Zugrichtung, die auch schon bei den Untersuchungen der Bruchflächen auffiel (siehe Abb.91). Außerdem konnten kleinere Korngrößen in Bereichen mit großer Ausscheidungsichte beobachtet werden.



Abb.91: Probe A1 (A= 10%): zeilige Anordnung von MC – Karbiden und Mo – reichen Teilchen normal zur Zugrichtung

²⁵ Bruchart: DT ... duktil transkristallin, I ... interkristallin

²⁶ Relative Amount: S ... small, M ... moderate, L ... large

²⁷ Continuity: d ... discontinuous, s ... semi-discontinuous, c ... continuous

Ergebnisse & Interpretation

Die A= 13% - Probe zeigte eine ähnliche Verteilung der Karbide in der Matrix, jedoch konnten keine so eindeutigen Zeiligkeiten dokumentiert werden. Es konnten vermehrt Bereiche detektiert werden, in denen es zu einer clusterartigen Anhäufung von MC – Karbiden und Mo – reichen Teilchen kam (siehe *Abb. 92*).

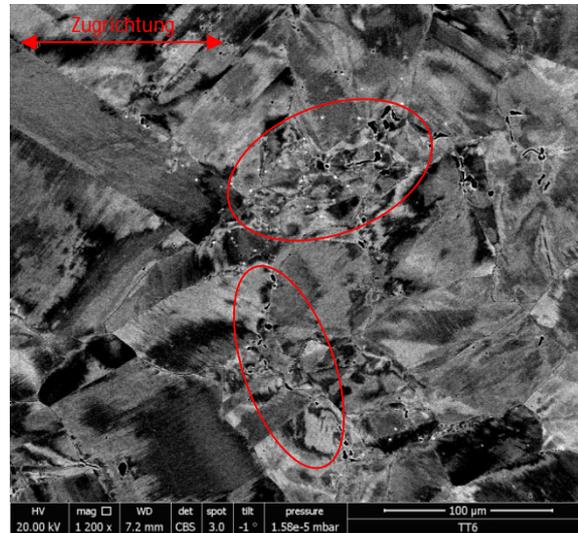


Abb.92: Probe TT6 (A= 13%): zellige und clusterartige Anhäufungen von MC – Karbiden und Mo – reichen Teilchen

Die Probe mit der höchsten Bruchdehnung wies im Gegensatz zu den geringeren Bruchdehnungen eine geringere Anzahl an hellen Mo – reichen Teilchen in der Matrix auf. Die groben MC – Karbide wiesen starke Zeiligkeiten parallel zur Zugrichtung auf (siehe *Abb. 93*).

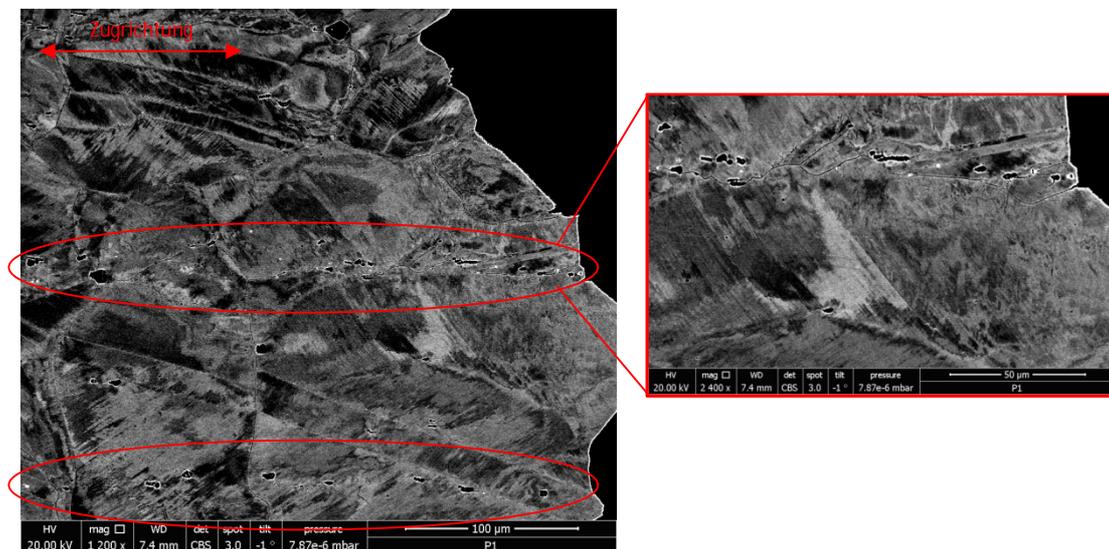


Abb.93: Probe P1 (A= 20%): zellige Anordnung von MC – Karbiden und Mo – reichen Teilchen parallel zur Zugrichtung

5.2. Modellierung mittels *MatCalc*

5.2.1. Thermodynamische Gleichgewichtsberechnung

Das Resultat der thermodynamischen Gleichgewichtsberechnung ist in *Abb.94* dargestellt. Das Diagramm zeigt alle vorhergesagten Gleichgewichtsphasen und ihre Phasenfraktionen bei Temperaturen zwischen 400°C und 1400°C.

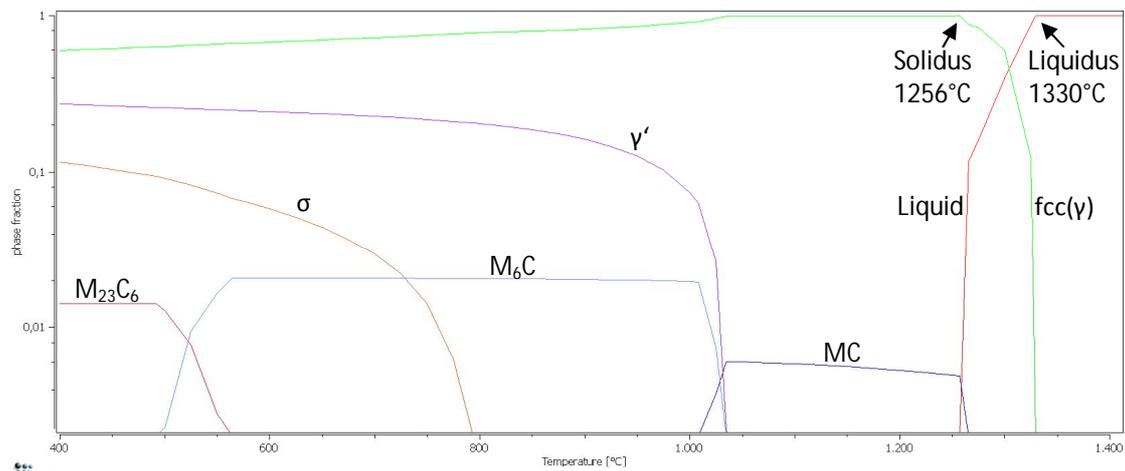


Abb.94: thermodynamische Gleichgewichtsberechnung des untersuchten Systems mit den für die Berechnungen berücksichtigten Phasen

Aus der Gleichgewichtsberechnung ist ersichtlich, dass beispielsweise bei einer Temperatur von 1400°C (über der Liquidus-Temperatur) nur noch die Ausbildung der flüssigen Phase beobachtbar sein wird, während die flüssige und feste (fcc(γ)) Phase in einem Temperaturbereich von 1256°C (Solidus-Temperatur) und 1330°C (Liquidus-Temperatur) koexistieren. Die Phasenfraktionen der beiden Phasen ändern sich mit der Temperatur. Die thermodynamische Kalkulation sagt MC als stabile Phase in einem Temperaturbereich von 1010°C bis 1265°C voraus. Wobei die Phasenfraktion von ~0,5% im Bereich von 1035°C bis 1256°C annähernd konstant bleibt, nach den genannten Temperaturen sinkt die Phasenfraktion bis sich die Teilchen schlussendlich bei 1265°C komplett auflösen werden. Bei niedrigeren Temperaturen wird diese Phase durch sekundäre Karbide wie M₆C und dann M₂₃C₆ ersetzt. M₆C weist bei Temperaturen zwischen 564°C und 1007°C eine konstante Volumenfraktion von 2% auf. Eine Bildung der Phase wird ab 494°C und eine vollständige Auflösung bei 1033°C erwartet. M₂₃C₆ scheint nur bei sehr niedrigen Temperaturen stabil zu sein. Die höchste erreichbare Phasenfraktion liegt bei 1,4% bis 491°C und eine Auflösung der Phase ist bei 219°C zu erwarten. Die γ' – Phase zeigt bis 794°C ein relativ konstantes Verhalten mit einer Phasenfraktion von ~23%, danach ist ein schnelles Absinken der Phasenfraktion mit steigender Temperatur zu beobachten, bis es bei 1035°C zu einer Auflösung der Phase kommt. Die intermetallische TCP – Phase σ zeigt den höchsten Wert der Phasenfraktion mit 11% bei 396°C; diese zeigt dann eine absteigende Tendenz mit steigenden Temperaturen und erreicht ihren Nullwert bei 783°C.

Abb.95 zeigt die Variation in der Zusammensetzung der im System berücksichtigten Phasen (durchgehende Linien im Temperaturbereich, in dem die jeweiligen Phasen

Ergebnisse & Interpretation

stabil sind). Zum Vergleich ist das Diagramm für das berechnete Phasengleichgewicht auch noch einmal abgebildet. Da in den MC – Karbiden bei den EDX – Analysen ein höherer Anteil an N gemessen wurde, wurde N in die Gleichgewichtsberechnung und die chemische Zusammensetzung der verschiedenen Phasen mit einem Wert von $N=0,0001\text{wt\%}$ mit einbezogen. Ein Vergleich der Abbildungen 94 & 95(e) zeigt, dass dieses Element einen großen Einfluss auf das Resultat des Gleichgewichtes der MC – Karbide hat.

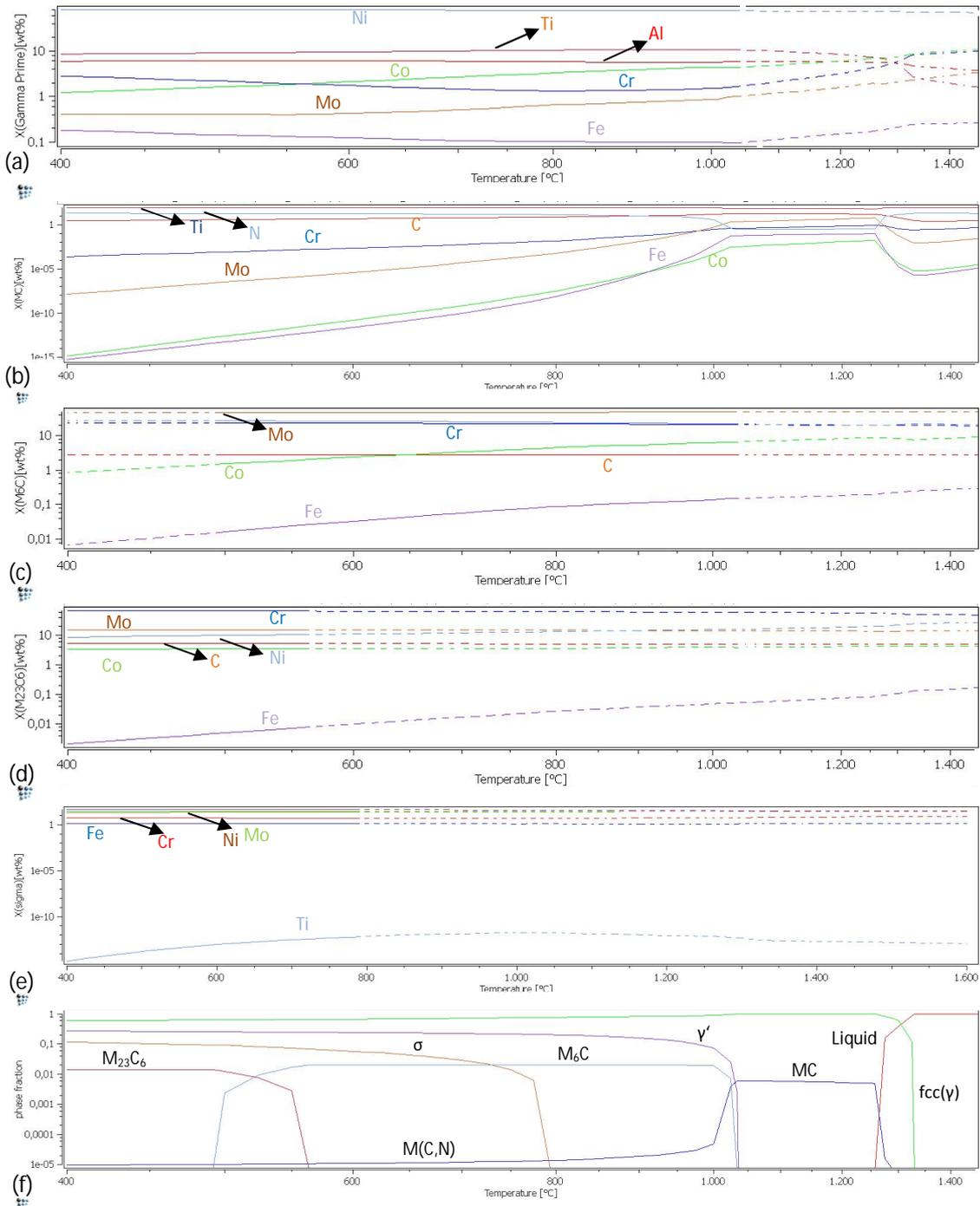


Abb.95: Temperaturabhängige Gleichgewichtszusammensetzung der Phasen $M_{23}C_6$, M_6C , MC und γ' ; nur die Hauptkomponenten in den Temperaturbereichen, in denen die jeweilige Phase stabil ist, wurden angegeben: (a) γ' , (b) MC, (c) M_6C , (d) $M_{23}C_6$, (e) σ , (f) thermodynamisches Gleichgewicht zum Vergleich

Die Hauptbestandteile der $M_{23}C_6$ – Phase sind Cr, Mo, Co und C, während die M_6C – Phase dieselben Bestandteile, jedoch einen höheren Anteil an Mo als an Cr besitzt. MC weist große Anteile an Ti, C, Mo und Co auf. γ' – Teilchen bestehen hauptsächlich aus Ni, Ti und Al. Bei einem Einbezug von N in die Gleichgewichtsberechnung ist ersichtlich, dass die MC-Karbide bei niedrigeren Temperaturen bis zu einem gewissen Grad stabil bleiben und einen höheren Anteil an N aufnehmen werden, während der Mo, Co, Cr und Fe-Gehalt sinken wird. Daher ist anzunehmen, dass sich diese Karbide bei sinkenden, aber auch bei steigenden Temperaturen in $M(C,N)$ – Nitride mit einer niedrigen Phasenfraktion von ~0,001% umwandeln werden (siehe *Abb.95 (f)*). Während die Hauptkomponenten von $M_{23}C_6$ im Stabilitätsbereich eine nahezu konstante Abhängigkeit von der Temperatur zeigen (nur Fe steigt mit steigender Temperatur), zeigt M_6C eine eindeutige Temperaturabhängigkeit bezüglich seiner chemischen Zusammensetzung. Mit steigenden Temperaturen sinkt der Anteil an C und der Co- sowie der Fe-Gehalt wird steigen. Mo und Cr bleiben weitestgehend konstant. Die Hauptbestandteile (Ni, Al, Ti) von γ' zeigen ein temperaturunabhängiges Verhalten, während Co und Mo eine mit der Temperatur steigende Tendenz aufweisen und Cr mit der Temperatur sinken wird. Die σ -Phase zeigt ein konstantes Verhalten der Bestandteile Fe, Ni, Cr und Mo. Der Ti-Anteil steigt mit steigender Temperatur im Stabilitätsbereich.

Die thermodynamische Gleichgewichtsberechnung sagt bei 788°C M_6C mit ca. 2% Phasenfraktion als dominante Phase voraus. Die experimentellen Ergebnisse der Probe, die für eine Woche bei 788°C ausgelagert wurde, zeigten eine Zunahme des γ' – Durchmessers und eine Verbreiterung und Kontinuität der Korngrenzenkarbide.

5.2.2. Wärmebehandlungen

5.2.2.1. WBH-Route [C29-11_3 & C29-23_3]

Abb.92 zeigt die berechnete Ausscheidungskinetik für die beiden Proben C29-11_3 (WQ nach dem Lösungsglühen) und C29-23_3 (AC nach dem Lösungsglühen).

a. Abkühlen vom Lösungsglühen (1107°C – 25°C)

C29-11_3 (WQ: 100°C/sec):

Die Simulation startet bei 1107°C mit einer Matrix ohne Ausscheidungen. Während des schnellen Abkühlens mit 100°C/sec nukleieren als erstes die MC – Karbide und die γ' - Teilchen bei ~990°C. Nach einem steilen Anstieg der Phasenfraktion, kommt es zwischen 970°C und 928°C zu einer Verlangsamung der Keimbildung durch eine Abnahme der möglichen Keimbildungsplätze und unter 928°C bleiben die Werte weitgehend konstant. γ' – Teilchen beginnen sich bei einer Temperatur von ca. 980°C zu bilden und zeigen ein ähnliches Verhalten wie die sekundären MC – Karbide bei sinkenden Temperaturen. Die nächste sich bildende Phase ist M_6C bei 970°C. Unter 940°C beginnt auch die Ausbildung der $M_{23}C_6$ - Phase. Auf Grund der niedrigen Diffusivität bei niedrigeren Temperaturen, verlangsamen sich die kinetischen Prozesse unter 940°C und stoppen praktisch bei 650°C. Dies ist in

Ergebnisse & Interpretation

Abb.96 gut zu erkennen. Die horizontalen Linien indizieren, dass sich die Mikrostruktur bezüglich der Ausscheidungen unter 650°C nicht mehr ändert.

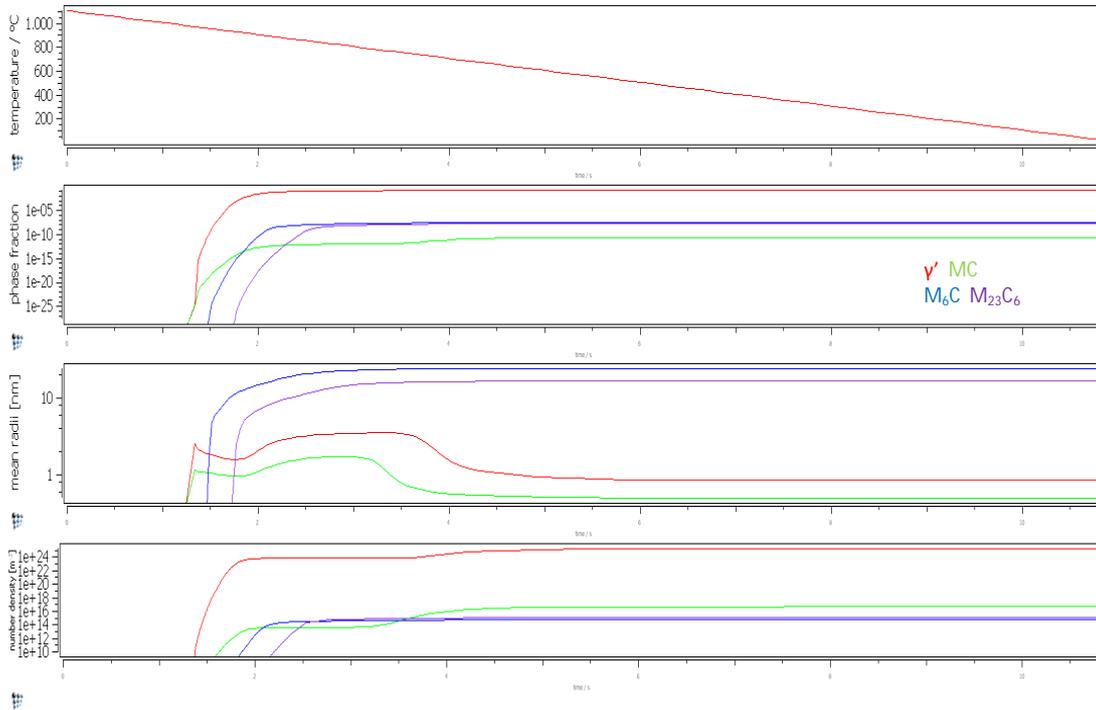


Abb.96: schnelles Abkühlen (WQ: 100°C/sec) von der Lösungsglüh Temperatur mit zugehörigen Plots für Phasenfraktionen, mittlere Radien und mittlere Ausscheidungsichten der verschiedenen Phasen

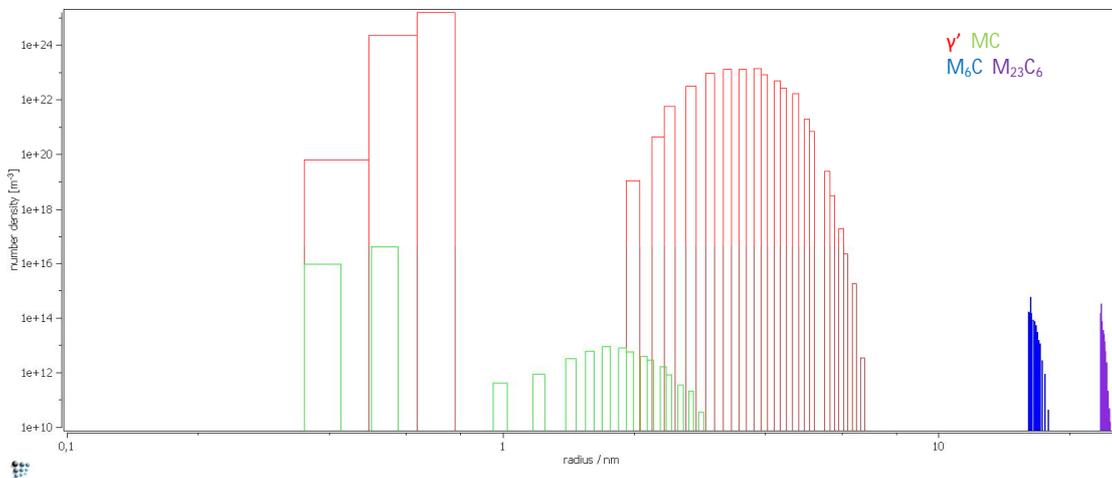


Abb.97: Histogramm mittlerer Radius vs. Ausscheidungsichte für die verschiedenen Ausscheidungen bei einem Abschrecken mit Wasser

Am Ende des Abkühlprozesses weist die γ' - Phase die größte Phasenfraktion mit 17% und einem mittleren Radius von 0,8nm auf. Die Ausscheidungsichte beträgt $2,3 \cdot 10^{25} m^{-3}$. Die Phasenfraktion der beiden Phasen M_6C und $M_{23}C_6$ beträgt $4,5 \cdot 10^{-6}\%$, wobei M_6C einen Radius von $\sim 23nm$ und $M_{23}C_6$ einen mittleren Radius von 16nm aufweist. Die Ausscheidungsichten der beiden Karbide befinden sich in derselben Größenordnung von $6,6 \cdot 10^{14} m^{-3}$ für M_6C und $9,4 \cdot 10^{14} m^{-3}$ für $M_{23}C_6$. MC mit einem durchschnittlichen Radius von 0,5nm kommt mit einer Phasenfraktion

Ergebnisse & Interpretation

von $1,8 \cdot 10^{-9}\%$ an den Versetzungen und einer Ausscheidungsichte von $5,4 \cdot 10^{16} \text{m}^{-3}$ vor.

C29-23_3 (WQ: 1°C/sec):

Die langsame Abkühlung nach dem Lösungsglühen resultiert in der Nukleation der verschiedenen Phasen bei ungefähr denselben Temperaturen, wie bei einer schnellen Abkühlung des Materials. Beim *air cooling* ist ein tendenziell steilerer Anstieg der Phasenfraktionen und mittleren Radien in den Anfangsstadien des Abkühlvorgangs zu beobachten.

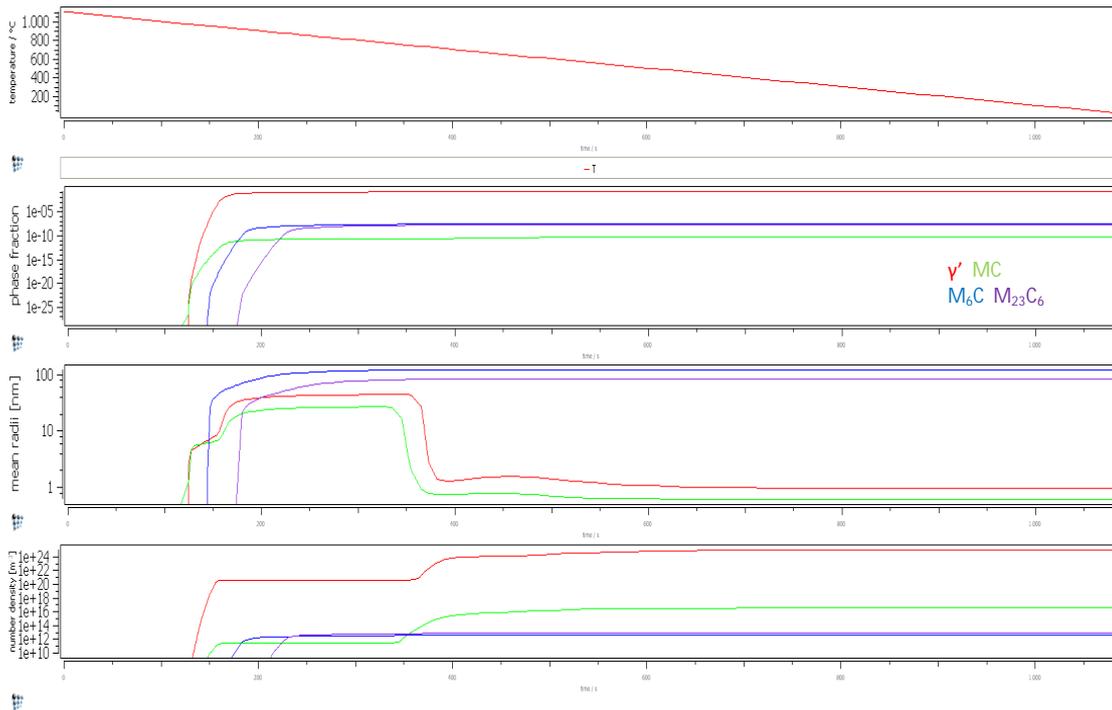


Abb.98: langsames Abkühlen (AC: 1°C/sec) von der Lösungsglühtemperatur mit zugehörigen Plots für Phasenfraktionen, mittlere Radien und mittlere Ausscheidungsichten der verschiedenen Phasen

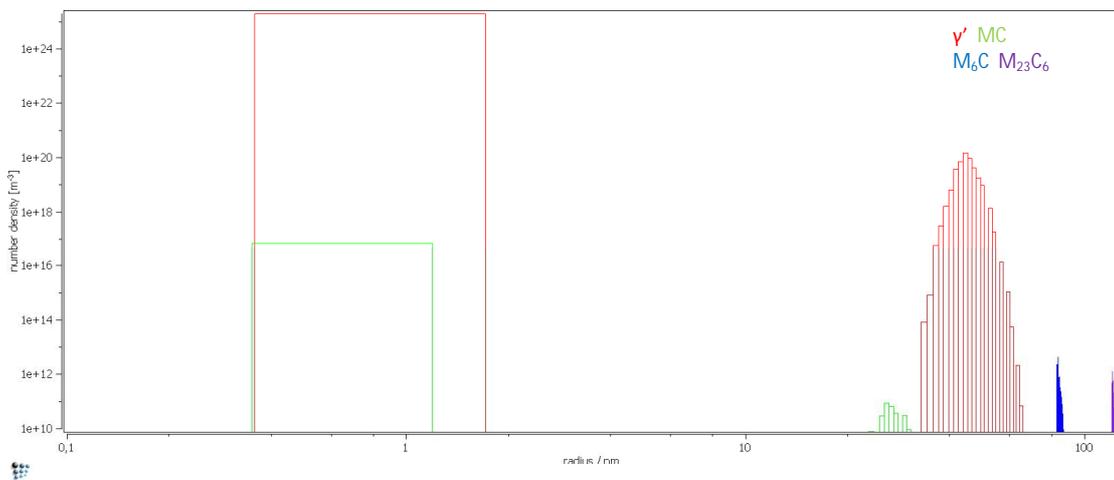


Abb.99: Histogramm mittlerer Radius vs. Ausscheidungsichte für die verschiedenen Ausscheidungen bei Luftabkühlung

Am Ende des Abkühlvorgangs weist γ' einen mittleren Radius von 0,9nm und mit 20% die höchste Phasenfraktion auf. Die Ausscheidungsichte beträgt ca. $1,2 \cdot 10^{25} \text{m}^{-3}$. M_{23}C_6 und M_6C zeigen wieder die gleiche Phasenfraktion von $3,74 \cdot 10^{-6}\%$, während M_6C einen mittleren Radius von 121nm aufweist und M_{23}C_6 einen mittleren Radius von 83nm zeigt. M_6C ist mit einer Ausscheidungsichte von $4,5 \cdot 10^{12} \text{m}^{-3}$ vertreten und M_{23}C_6 mit $8,9 \cdot 10^{12} \text{m}^{-3}$. MC zeigt einen mittleren Radius von 0,6nm, eine Phasen Fraktion von $6,5 \cdot 10^{-9}\%$ und eine Ausscheidungsichte von $3,7 \cdot 10^{16} \text{m}^{-3}$.

b. Intermediate Ageing (25°C-1010°C/30min-25°C)

C29-11_3 (WQ: 100°C/sec):

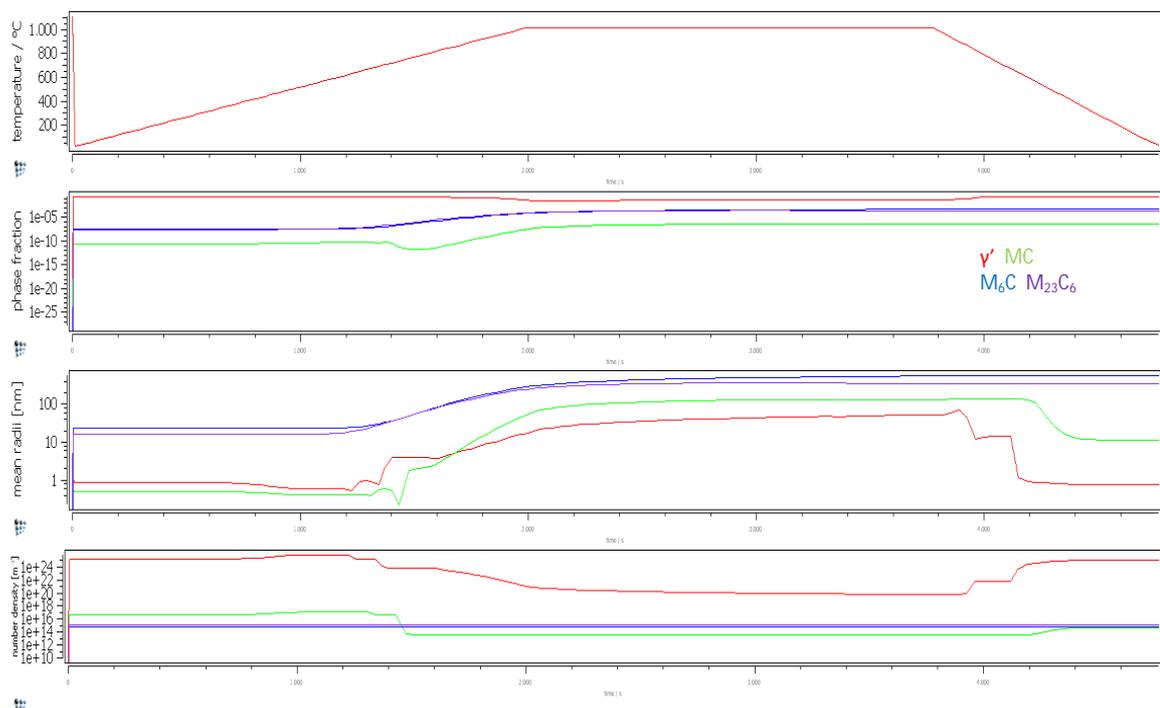


Abb.100: Temperaturverlauf beim Abkühlen vom Lösungsglühen mit Wasser und anschließendem Intermediate Ageing und dazugehörige Plots für Phasenfraktionen, mittlere Radien und mittlere Ausscheidungsichten der verschiedenen Phasen

Beim Aufheizen zeigen sich bis ca. 650°C wie erwartet keine Änderungen in der Ausscheidungskinetik. Oberhalb dieser Temperatur wurden bereits alle besetzbaren Keimbildungsstellen besetzt und eine rasche Vergrößerung der vier Phasen ist zu beobachten, die beim Erreichen der Haltetemperatur bei 1010°C weitgehend zum Stillstand kommt. Während die Phasenfraktionen der sekundären Karbide ansteigt, ist ein leichtes Absinken der γ' – Phasenfraktion mit steigender Vergrößerung der großen Teilchen und Auflösung der kleineren Teilchen zu erkennen.

Beim Abkühlen von der *Intermediate Ageing* Temperatur kommt es zu einer drastischen Reduzierung des mittleren Radius der γ' – Teilchen und der MC – Karbide und einem Anstieg der mittleren Ausscheidungsichten, die auf die Neubildung und das Wachstum von Ausscheidungen bei niedrigeren Temperaturen zurückzuführen ist. Mit zusätzlich gebildeten γ' – Teilchen steigt auch die Phasenfraktion wieder an.

Ergebnisse & Interpretation

$M_{23}C_6$ und M_6C zeigen über den ganzen Zyklus konstante Ausscheidungsdichten. Am Ende dieses Wärmebehandlungsschrittes weist M_6C einen mittleren Radius von 560nm bei einer Phasenfraktion von 0,002% auf. $M_{23}C_6$ besitzt eine Phasenfraktion in derselben Größenordnung wie M_6C und einen kleineren mittleren Radius von 320nm. γ' – Teilchen erreichen während des *Intermediate Ageings* mittlere Radien von bis zu 55nm und besitzen nach dem Abkühlen eine Phasenfraktion von 20% und variiert also nicht so stark von der Phasenfraktion nach dem Abkühlen von der Lösungsglüh-temperatur. Sekundäre MC – Karbide an den Versetzungen weisen mittlere Radien von bis zu 138nm auf mit einer endgültigen Phasenfraktion von ca. $2,3 \cdot 10^{-5}\%$.

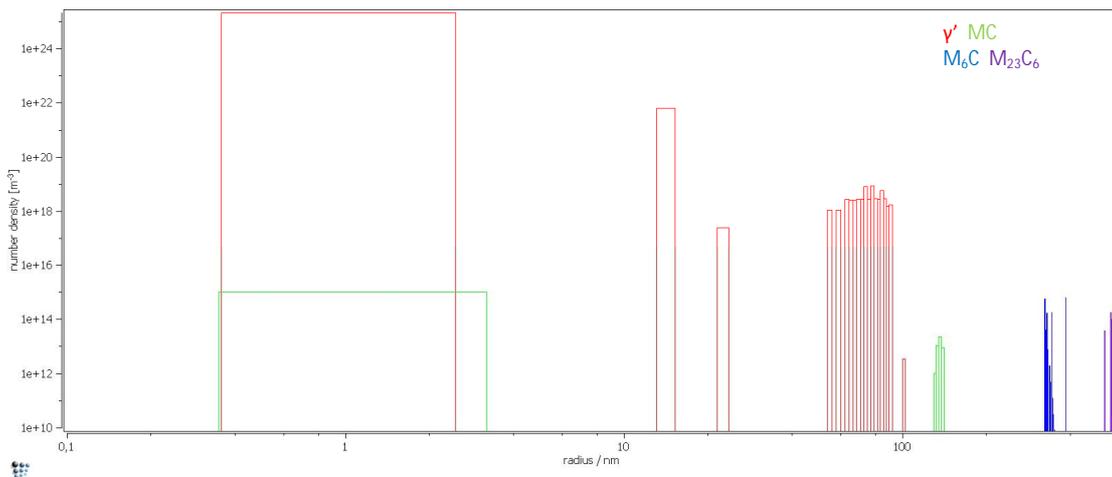


Abb.101: Histogramm mittlerer Radius vs. Ausscheidungsdichte für die verschiedenen Ausscheidungen nach schneller Abkühlung vom Lösungsglühen und Intermediate Ageing

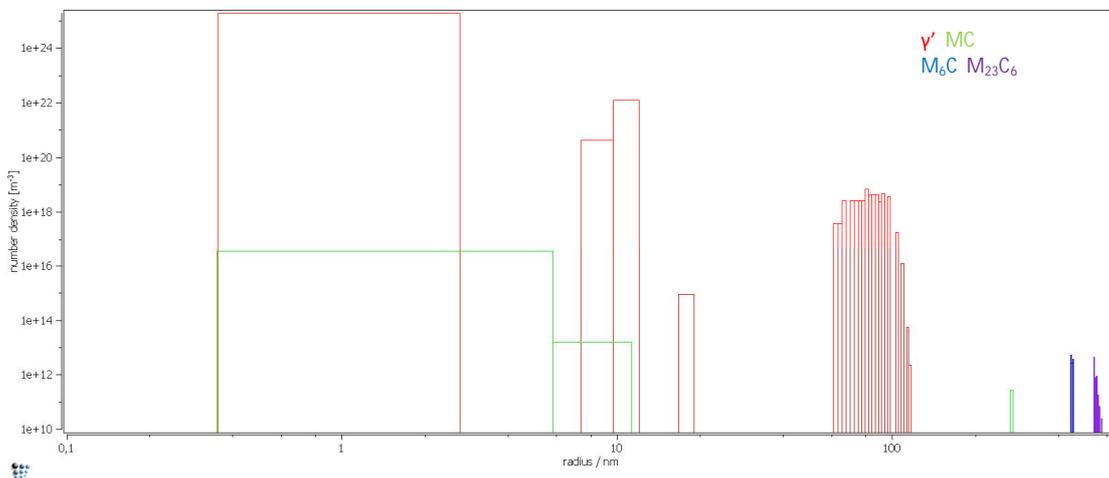


Abb.102: Histogramm mittlerer Radius vs. Ausscheidungsdichte für die verschiedenen Ausscheidungen nach langsamer Abkühlung vom Lösungsglühen und Intermediate Ageing

C29-23_3 (WQ: 1°C/sec):

Die Kurven für die Phasenfraktion, den mittleren Radius und die Ausscheidungsdichte der γ' – Phase scheinen sich durch die langsamere Abkühlrate nicht verändert zu haben. Ein Vergleich der Histogramme für verschiedene Abkühlraten, zeigt jedoch einen eindeutigen Anstieg der Dichte feinerer γ' und sekundärer MC – Karbide an den Versetzungen zu beobachten. Sekundäre MC –

Ergebnisse & Interpretation

Karbide an den Versetzungen kommen nur noch mit einem durchschnittlichen Radius von 0,5nm und einer Phasenfraktion von $2 \cdot 10^{-6}\%$ vor. Die M_6C und $M_{23}C_6$ – Karbide hingegen scheinen mit 460nm (M_6C) und 570nm ($M_{23}C_6$) durch das langsame Abkühlen größer zu werden. Die höhere Anzahl an feinen Teilchen und die geringfügig größeren Durchmesser der größeren γ' – Teilchen sind höchstwahrscheinlich für die unveränderten Kurven verantwortlich.

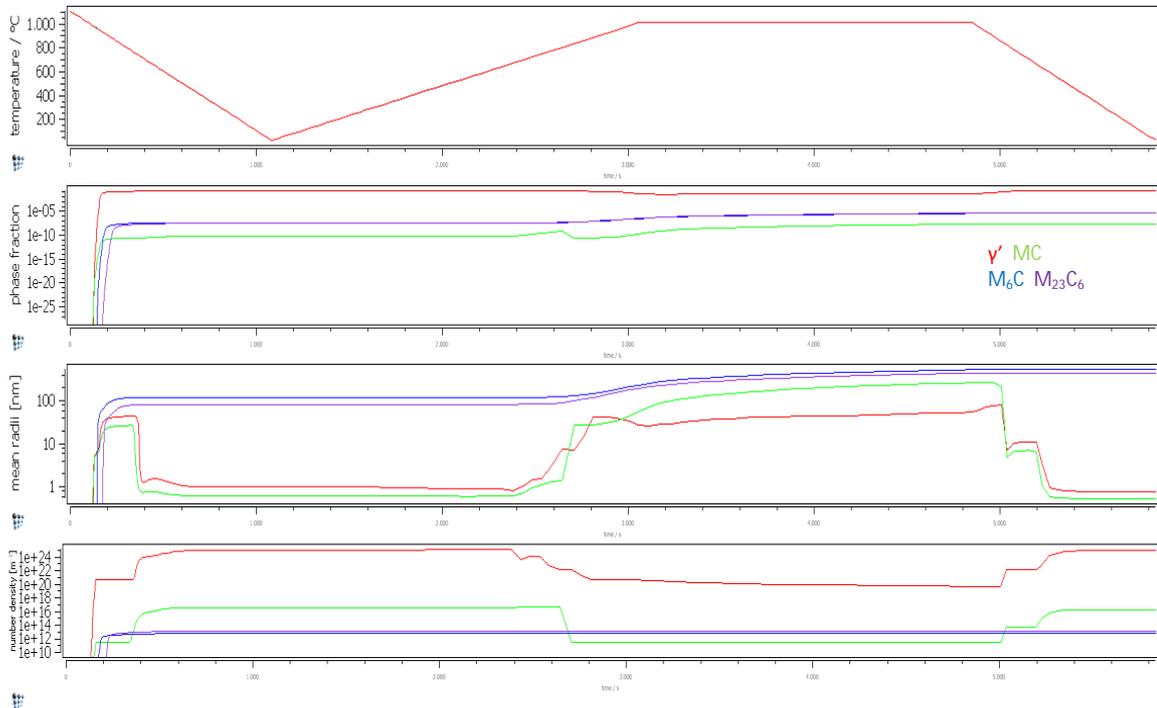


Abb.103: Temperaturverlauf beim Abkühlen vom Lösungsglühen mit Luft und anschließendem Intermediate Ageing und dazugehörige Plots für Phasenfraktionen, mittlere Radien und mittlere Ausscheidungsichten der verschiedenen Phasen

c. Final Ageing (25°C – 788°C/8h – 25°C)

C29-11_3 (WQ: 100°C/sec):

Abb.104 zeigt den kompletten nachsimulierten Wärmebehandlungszyklus. Durch das Final Ageing sind unabhängig von der Abkühlrate nach dem Lösungsglühen keine signifikanten Variationen in den Phasenfraktionen der vier Phasen entstanden.

γ' – Teilchen und sekundäre MC – Karbide an den Versetzungen zeigen während des Aufheizvorganges bis ca. 540°C einen konstanten Verlauf der mittleren Radien und der Ausscheidungsichte. Danach steigen die Radien durch eine Vergrößerung der Teilchen steil an und die Ausscheidungsichten durch das Auflösen der kleineren Teilchen sinken. Nach dem Erreichen der Haltetemperatur zeigen alle Phasen einen konstanten Verlauf der mittleren Radien und der Ausscheidungsichten.

Am Ende des kompletten Wärmebehandlungszyklus zeigt γ' einen mittleren Radius von ca. 36nm mit einer Phasenfraktion von 20% und einer mittleren Ausscheidungsichte von $6,2 \cdot 10^{20} \text{m}^{-3}$. Sekundäre MC – Karbide an den Versetzungen haben mittlere Radien von 107nm, eine Phasenfraktion von $2 \cdot 10^{-5}\%$ und eine mittlere Ausscheidungsichte von $4 \cdot 10^{13}$. M_6C und $M_{23}C_6$ haben mit $\sim 7 \cdot 10^{-4}\%$ und 660nm ungefähr dieselben Phasenfraktionen und mittleren Radien. Jedoch unterschieden sich die Ausscheidungsichten um eine Größenordnung. M_6C weist eine Ausscheidungsichte von $6 \cdot 10^{14} \text{m}^{-3}$ auf, während $M_{23}C_6$ eine Ausscheidungsichte von $1,2 \cdot 10^{13} \text{m}^{-3}$ hat.

Ergebnisse & Interpretation

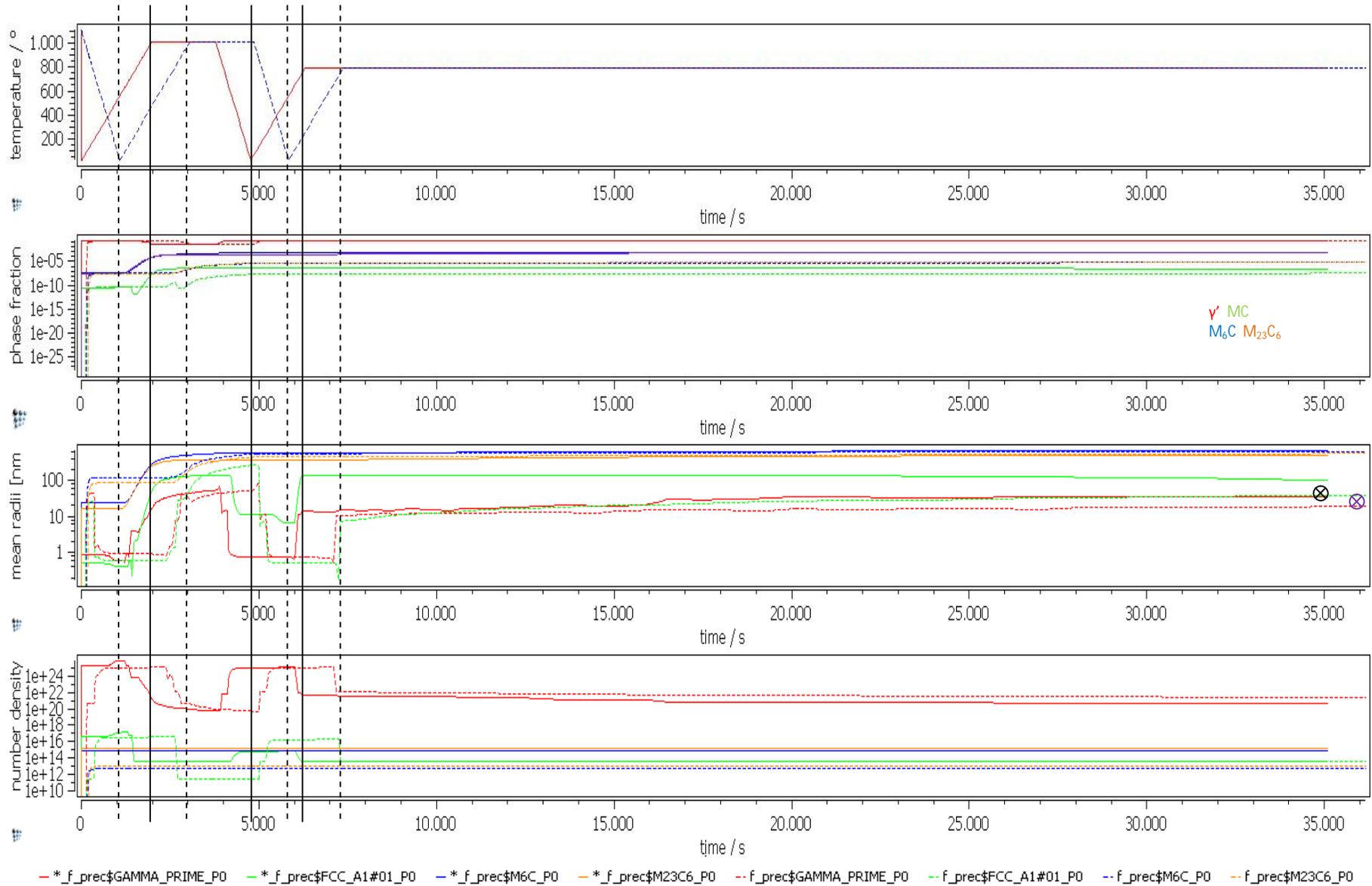


Abb. 104: C29-11_3 (durchgehende Linien) vs. C29-23_3 (strichlierte Linien): Zeit-Temperatur-Historie und dazugehörige Plots für Phasenfraktionen, mittlere Radien und Ausscheidungsdichten; die Datenpunkte (schwarz für C29-11_3; violett für C29-23_3) zeigen die experimentellen Werte für die γ' - Phase und $M_{23}C_6$ & M_6C - Korngrenzenkarbide;

C29-23_3 (WQ: 1°C/sec):

Am Ende des kompletten Wärmebehandlungszyklus zeigt γ' einen mittleren Radius von ca. 20nm mit einer Phasenfraktion von 20% und einer mittleren Ausscheidungsichte von $62,7 \cdot 10^{21} \text{m}^{-3}$. Sekundäre MC – Karbide an den Versetzungen haben mittlere Radien von 37nm. M_6C und M_{23}C_6 haben mit $\sim 2 \cdot 10^{-3}\%$ und 660nm ungefähr dieselben Phasenfraktionen und mittleren Radien.

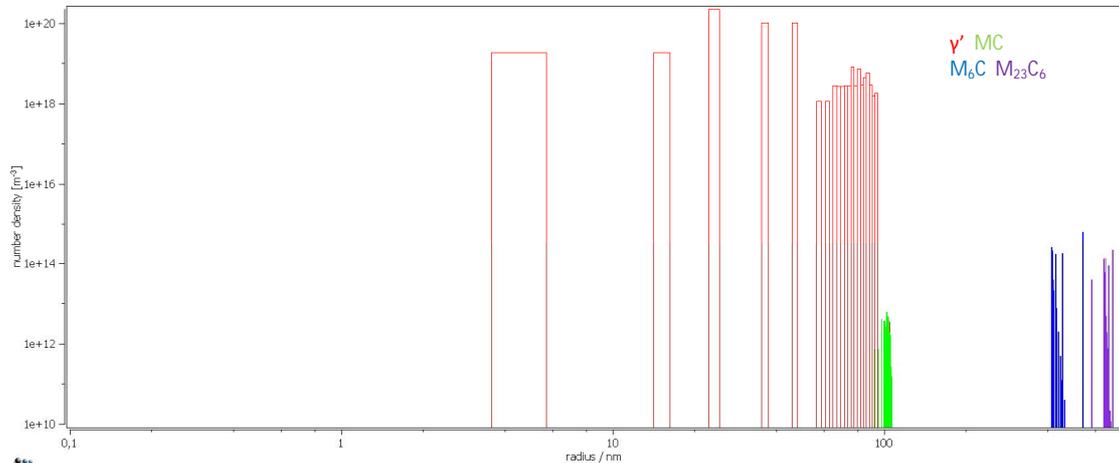


Abb.105: Histogramm mittlerer Radius vs. Ausscheidungsichte für die verschiedenen Ausscheidungen nach dem Durchlaufen der kompletten Wärmebehandlungsroute und einem Abschrecken mit Wasser nach dem Lösungsglühen (C29-11_3)

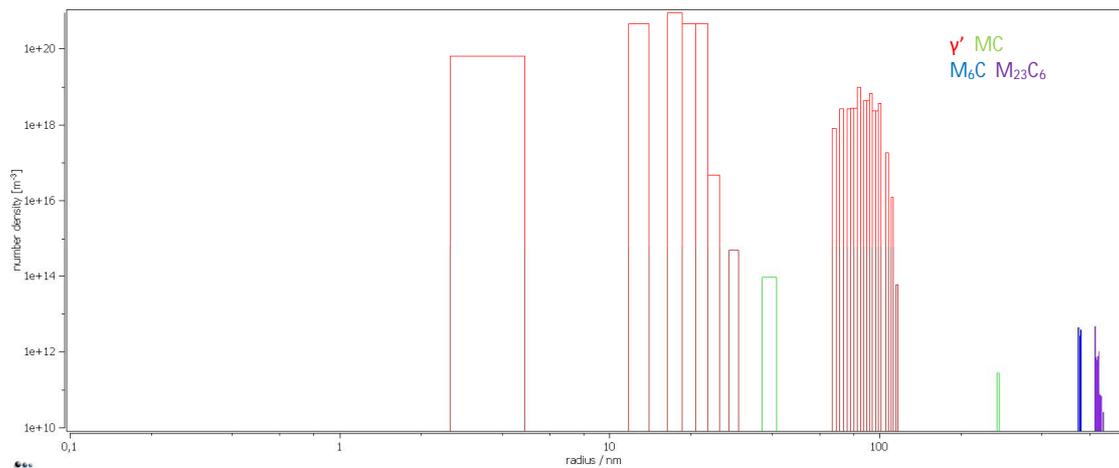


Abb.106: Histogramm mittlerer Radius vs. Ausscheidungsichte für die verschiedenen Ausscheidungen nach dem Durchlaufen der kompletten Wärmebehandlungsroute und Luftabkühlung nach dem Lösungsglühen (C29-23_3)

Ein Vergleich der beiden Histogramme für den kompletten Wärmebehandlungszyklus bei verschiedenen Abkühlraten nach dem Lösungsglühen (Abb. 105 & 106) zeigt den höheren Anteil an feineren γ' – Teilchen bei der Probe, die nach dem Lösungsglühen mit Luft abgekühlt wurde.

d. Evolution der Ausscheidungs- und Matrixzusammensetzung während der Simulation

Generell ist die Zusammensetzung aller Ausscheidungs - Phasen Temperaturabhängig. Abb. 107(g) indiziert, dass die Wärmebehandlungsschritte auch die Matrixzusammensetzung auf ähnliche Weise beeinflussen. Im Gegensatz zu den

Ergebnisse & Interpretation

anderen Phasen zeigt M_6C eine relative Unabhängigkeit der Zusammensetzung im Laufe der Wärmebehandlung. $M_{23}C_6$ zeigt eine Abnahme an Fe und Ni mit steigender Temperatur. Besonders die Matrix und die MC- und γ' -Phasen schienen miteinander zu interagieren. Während es beim Abkühlen vom Lösungsglügen zu einer Verarmung an Cr und Co in der Matrix kommt, reichern sich die MC und die γ' -Phase mit diesen Elementen an.

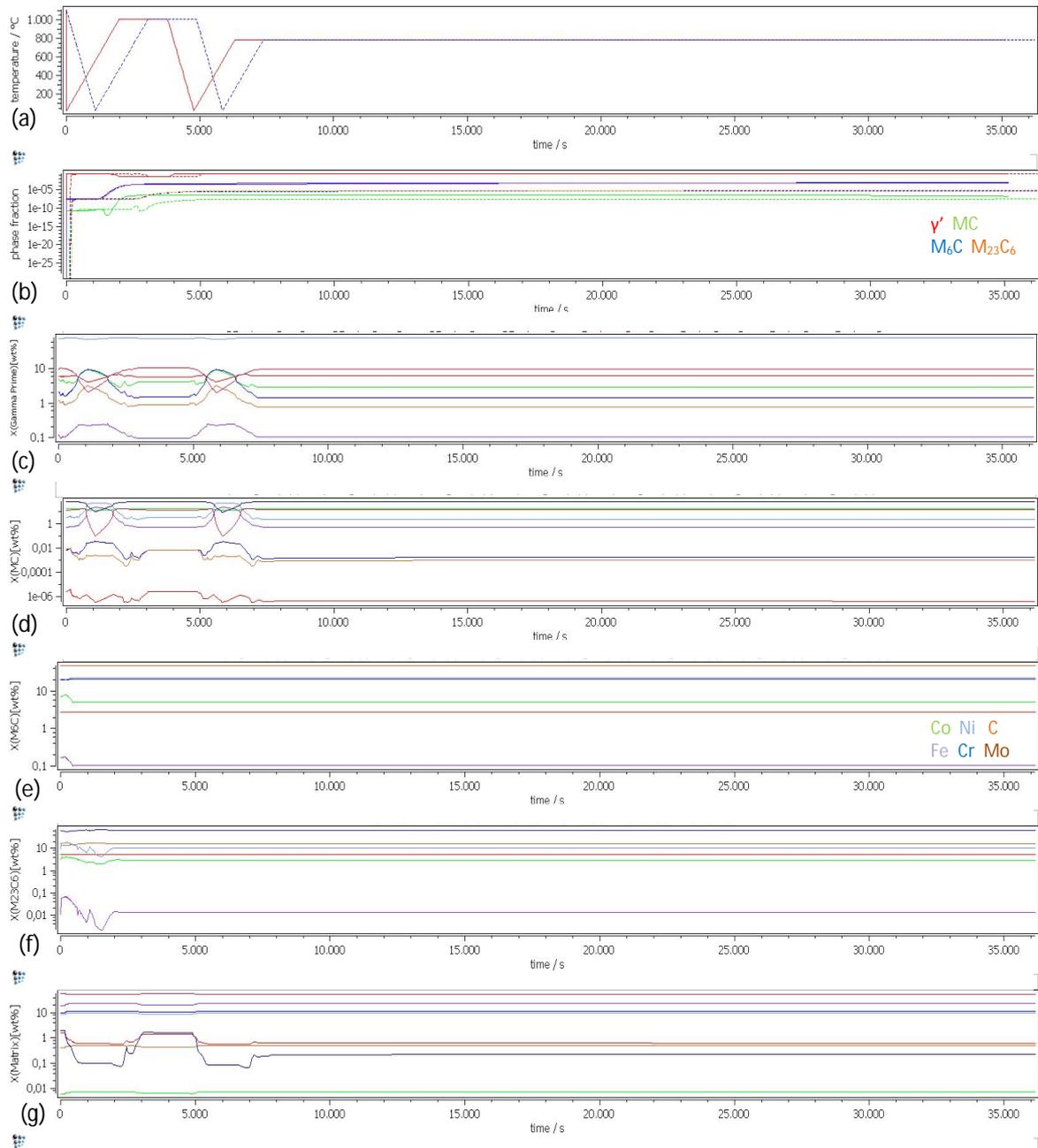


Abb.107: Zeit-Temperatur-Historie und zugehörige Plots für Phasenfraktionen und Entwicklungen der Zusammensetzungen der verschiedenen Phasen sowie der Matrix: (a) Wärmebehandlungsrouten; (b) Phasenfraktionen; (c) γ' ; (d) MC; (e) M_6C ; (f) $M_{23}C_6$; (g) Matrixzusammensetzung

6. Diskussion

6.1. Metallographie

6.1.1. Gefüge nach dem Schmieden

Der größere mittlere Korndurchmesser der nach dem Schmieden mit Luft abgekühlten Proben (siehe *Abb.52*) hat mit der Versetzungsentwicklung im Gefüge während des Abkühlens zu tun. Während des Formungsprozesses beim Schmieden laufen zwei konkurrierende Prozesse ab: einerseits Erholungsprozesse, andererseits werden durch die plastische Verformung neue Versetzungen generiert, was schlussendlich zu einer heterogenen Verteilung der Versetzungen führt. So wird man besonders bei niedrigeren Umformgraden in der Mikrostruktur, wie auch bei den Untersuchungen beobachtet einerseits fast versetzungsfreie, unbelastete Körner vorfinden, andererseits werden missorientierte Körner mit hohen Versetzungsdichten detektiert werden können (siehe *Abb.55*). Luftabkühlung nach dem Schmieden sollte den Versetzungen mehr Zeit geben sich neu zu ordnen, während *Water Quenching* nach dem Schmieden in einer eher inhomogenen Anordnung von Versetzungen und Ausscheidungen resultiert, was auch in den lichtmikroskopischen Aufnahmen beobachtet werden konnte. Makroskopische linienartige Anordnungen (siehe *Abb.50(c)*) könnten ein Effekt der Verarbeitung des Materials und könnten während der Erstarrung oder der darauffolgenden Bearbeitung durch Seigerungen von substituierenden Elementen (wie beispielsweise Mo, Cr, C) entstanden sein, wie es zum Beispiel bei Stählen („*banding*“) häufig beobachtet werden kann.^{[72][99][100]} Durch die chemische Inhomogenität in der Legierung wird bei der Erstarrung eine makroskopische und mikroskopische Aufteilung der chemischen Elemente verursacht. Bei der weiteren Verarbeitung (Warmverformung) kommt es dann zur Bildung der longitudinalen Banden unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung.^[99] Untersuchungen zeigten, dass es eine Abhängigkeit zwischen *Banding* und der Abkühlrate gibt. Höhere Kühlraten bewirkten eine Reduzierung der Intensität der Bänder.^[100] Dies könnte eine Erklärung dafür sein, warum die bandartigen Strukturen nur bei einer Luftabkühlung nach dem Schmieden beobachtet werden konnten. Darauffolgende Wärmebehandlungen bei hohen Temperaturen können für eine Homogenisierung des Materials sorgen.^[99]

Beim niedrigsten Umformgrad zeigte das Material ein heterogenes Gefüge, mit einer bimodalen Korngrößenverteilung (siehe *Abb.49(a) & 50(a)*). Es scheint eine selektive Kornvergrößerung für einige der Körner stattgefunden zu haben. Dieses Verhalten könnte ein gutes Beispiel für den Effekt von Ausscheidungen auf die Evolution der Mikrostruktur sein. Je geringer die Ausscheidungsdichte, desto geringer ist auch die *Zener – Pinning – Kraft*, woraus die vereinzelt großen Körner resultieren.

Bei höheren Umformgraden konnte eine homogenere Mikrostruktur dokumentiert werden (siehe *Abb.49(b+c) & 50(b+c)*). Als Grund für diese Beobachtung kann die Rekristallisation genannt werden, die für das Verschwinden der zuvor beobachteten grobkörnigen Populationen verantwortlich zu sein scheint. Sie setzte wahrscheinlich schon während des Schmiedens (dynamisch) oder beim darauffolgenden Abkühlen von der Schmiedetemperatur (meta-dynamisch) ein.^[80] Diese Beobachtungen ließen darauf schließen, dass für eine Rekristallisation und die Elimination von statistisch verteilten Versetzungen eine ausreichende Triebkraft vorhanden sein muss, die in diesem Fall der Umformgrad darstellt.

Die Karbidfunde in den nicht wärmebehandelten Proben waren im Einklang mit früheren Untersuchungen (siehe *Abb.48 & 53*).^{[43][60][83][95]} Mikrostrukturelle Features wie unregelmäßige, blockige Morphologie und die teilweise nicht uniforme Verteilung der Karbide an den Korngrenzen und im Korninneren (siehe *Abb.53(b)*), erscheinen indikativ dafür, dass diese Teilchen sich während der Erstarrung der Legierung gebildet haben könnten.^[83]

Die durch EDX-Analysen detektierten starken Signale von Mg und Al in manchen der TiN – Teilchenzentren konnten auch in anderen Untersuchungen gemessen werden^[43] und lassen darauf schließen, dass Nitride rund um Impuritäten nukleieren (siehe *Abb.53(a)*). Es sollte erwähnt werden, dass TiN Teilchen nicht von der Wärmebehandlung des Materials beeinflusst werden und nicht lösbar bis zum Schmelzpunkt sind. Mit ihrer eher geringen Konzentration in der Superlegierung, scheinen sie auch einen eher geringen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes auszuüben.^{[43][101]}

6.1.2. Wärmebehandelte Proben

Während im Korninneren dieselben Phasen wie bei den nicht wärmebehandelten Proben gefunden wurden, konnten nach einer Wärmebehandlung der Proben an den Korngrenzen helle Mo-reiche und graue Cr - reiche Teilchen beobachtet werden (siehe *Abb.63 & 64*). Sphärische γ' – Teilchen ließen auf eine geringe Fehlpassung zwischen γ und γ' schließen (siehe *Abb.64*). Es wurde angenommen, dass es sich bei den grauen Teilchen im Einklang mit der Literatur^{[43][60][83][95]} um $M_{23}C_6$ handeln müsste, während die hellen Teilchen, wie oben schon besprochen – um M_6C und/oder die σ – Phase handeln könnte.

Da Elemente wie Mo und Cr im Allgemeinen dafür bekannt sind, eine hohe Affinität für Bor/Kohlenstoff zu haben und die Löslichkeit in der γ – Phase sehr gering ist, ist es sehr wahrscheinlich, dass sich Boride (wie M_3B_2 und/oder M_5B_3) und/oder sekundär Karbide (wie $M_{23}C_6$ und/oder M_6C) sehr leicht ausbilden, was in vielen Ni-Basis-Legierungen beobachtet werden kann.^{[102][103]} Es ist zu erwähnen, dass kein Bor in den untersuchten Proben detektiert wurde. Es scheint plausibel, dass der Bor-Gehalt in der Legierung zu gering ist, um Boride zu bilden, was darauf schließen lässt, dass Bor in der γ – Matrix lösbar ist. Bor könnte die Löslichkeit von Kohlenstoff in der γ -Matrix reduzieren, was die Ausscheidung von Karbiden unterstützt.^[43]

1. Lösungsglühen

Aus den Experimenten ging hervor, dass für das Kornwachstum bei den wärmebehandelten Proben hauptsächlich das Lösungsglühen verantwortlich ist (siehe *Abb.56 & 60*). Dieses Verhalten wurde auch in anderen Studien beobachtet und zur Evaluierung des Effektes der Temperatur auf die durchschnittliche Korngröße genutzt.^[69] Das durch die Rekristallisation entstandene äquiaxiale Korn wird höchstwahrscheinlich zu einem isotropen Verhalten der mechanischen Eigenschaften führen (siehe *Abb.59*).

Nach dem Schmieden betrug die durchschnittliche Korngröße der Proben ca. 22 μ m. Applikationen, die nach guter Kriechbeständigkeit und Zeitstandfestigkeit verlangen, erfordern ein grobkörnigeres Gefüge. Dieses kann durch die Anwendung von Lösungsglühbehandlungen über der γ' – Solvus-Temperatur erzeugt werden.

Das Kornwachstum in einem Werkstoff ist abhängig von der Beweglichkeit der Korngrenzen und der Triebkraft, die wiederum proportional zur Oberflächenenergie ist.

Der große Anstieg der Korngrößen (bis zu 360% bezogen auf den Mittelwert) nach dem Lösungsglühen bei γ' - super-solvus – Temperaturen kann durch die Auflösung von γ' – Ausscheidungen – deren Solvus – Temperatur experimentell auf 1015°C bestimmt wurde^[60] - in der Matrix erklärt werden. Untersuchungen ähnlicher Materialien in Bezug auf das Kornwachstum bestätigten die Annahme, dass das Kornwachstum maßgeblich von den γ' – Ausscheidungen abhängig zu sein scheint.^{[97][79][80][104]} Studien zeigten, dass es neben den Umformgraden auch noch andere Faktoren geben muss, über die das Kornwachstum kontrolliert werden kann, so kann dieses auch von sekundären Ausscheidungen an den Korngrenzen behindert werden.^[80] Der *Zener Pinning Effekt* konnte bei Nickel – Basis – Superlegierungen in Form von Kornwachstumsbehinderung durch γ' - oder inerte Teilchen (vor allem oberhalb der γ' – Solvus - Temperatur), wie beispielsweise Yttrium Oxide oder MC – Karbide beobachtet werden (Vgl. *Abb.72*). Ein großer Einflussfaktor ist dabei die ausreichende Teilchengröße und ausreichend große Volumenanteile der Phasen. Steigt der Durchmesser dieser *pinning* – Teilchen oder nimmt ihr Volumenanteil ab, kann das zuvor behinderte Kornwachstum wieder fortgesetzt werden.^[104]

Frühere Untersuchungen ergaben, dass der Großteil des Kornwachstums in den ersten Minuten nach dem Erreichen der Haltetemperatur beim *Solution Annealing* stattfindet.^[60] Dennoch konnte bei über kürzere Zeit lösungsgeglühten Proben (30min vs. 60min) ein tendenziell geringeres Kornwachstum dokumentiert werden. Dies lässt sich höchstwahrscheinlich durch die Anwesenheit der bei den REM – Untersuchungen beobachteten nicht gelösten primären γ' – Ausscheidungen erklären, die durch die entstehenden *pinning* – Kräfte das Kornwachstum hemmen (siehe *Abb.69*).

Bei einer Erhöhung der Lösungsglüh-temperatur konnte kein signifikantes Kornwachstum detektiert werden. Eigentlich wäre ein Anstieg der Korngrößen bei einer Erhöhung der Haltetemperatur zu erwarten.^[49] In mehreren Studien konnte eine Abnahme der mechanischen Festigkeit bei steigenden Lösungsglüh-temperaturen, die eine höhere durchschnittliche Korngröße erzeugten beobachtet werden.^{[71][76][97][98]} Da die primären γ' - Teilchen bei diesen Temperaturen eigentlich aufgelöst werden sollten, was bei den REM-Untersuchungen auch bestätigt werden konnte (siehe *Abb.68*), muss es also noch einen anderen Faktor geben, der ein weiteres Kornwachstum verhindert. Eine Möglichkeit wären die in [104] mit dieser Thematik in Verbindung gebrachten inerten MC – Karbide, die einen *pinning* – Effekt auf die Korngrenzen – Migration haben könnten. In der genannten Untersuchung konnte ein *pinning* – Effekt von MC – Karbiden bei einer Volumenfraktion von 0,0018% festgestellt werden. Die mit *MatCalc* ermittelte Volumenfraktion an MC – Karbiden von 0,5% (siehe *Abb.94*) könnte also womöglich ausreichen, um einen *pinning* - Effekt bei geringfügig höheren Lösungsglüh-temperaturen zu erzielen.

Nach dem Lösungsglühen konnten unabhängig von der Abkühlrate (*water quenched* vs. *air cool*) keine sekundären Ausscheidungen an den Korngrenzen und auch keine γ' – Teilchen in der Matrix beobachtet werden (siehe *Abb.68*). Diese Beobachtungen lassen darauf schließen, dass sich die γ' – Teilchen, die sich während des oder vor des Schmiedens gebildet haben können, während des Lösungsglühprozesses vollkommen aufgelöst haben müssen und die sekundären γ' – Ausscheidungen, die sich für gewöhnlich während der Endstadien des Abkühlens von der Lösungsglüh-temperatur bilden, noch unterhalb der Detektionsgrenze mit FEG-SEM befinden können. Ähnliches Verhalten konnte auch in der Literatur gefunden werden.^{[97][105]}

Zusätzlich zur Auflösung γ' – Teilchen konnte nach dem Lösungsglühen auch eine Verkleinerung der MC-Karbide beobachtet werden. Dieses Phänomen indiziert, dass sich die Anteile von Legierungselementen in der Matrix, wie Mo, Ti, Cr, C erhöhen und so die Anzahl von γ' die erneut ausgeschieden werden während des Abkühlens erhöhen und Elemente für die Bildung von sekundären Phasen an den Korngrenzen während der folgenden *Ageing* – Behandlungen liefern. Die C-Atome der sich zersetzenden Karbide werden zu den Korngrenzen wandern und an der Bildung und dem Wachstum neuer Teilchen teilhaben.^[58] Ähnliches Verhalten zeigte sich auch in der Literatur.^{[101][71]}

Der Effekt der Abkühlrate von der Lösungsglühtemperatur wurde erst nach anschließenden *Ageing* – Behandlungen klar ersichtlich (siehe *Abb.70*). Viele Studien zeigten eine starke Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften von der Abkühlrate nach dem Lösungsglühen.^{[105][106]} Bei langsamen Abkühlraten (d.h. *air cooling*) wurden vermehrt semi – kontinuierliche bis kontinuierliche Filme an den Korngrenzen beobachtet. Diese werden höchstwahrscheinlich zu einem höheren Anteil an intergranularen Brüchen bei einem Zugversuch führen. Mit ähnlichen Nickel-Basis – Superlegierungen durchgeführte Versuche zeigten signifikant geringere *stress rupture lives*, *impact toughness* und Duktilität nach einer Abkühlung von der Lösungsglühtemperatur mit Luft. Höhere Zeitstandfestigkeiten zeigten hingegen gemischte Bruchmoden (intergranular und transgranular).^{[79][107][108]} Eine schnelle Abkühlung von der Lösungsglühtemperatur scheint durch das Einfrieren von Leerstellen während der Abkühlung potenzielle Keimbildungsplätze für γ' – Ausscheidungen zu erzeugen. Die höheren Spannungen in der Matrix durch das *Water Quenching* können auch die Diffusion der gelösten Teilchen fördern und somit den *Ageing* – Prozess beschleunigen.^[109]

2. Effekte von Ageing - Behandlungen

Intermediate Ageing:

Durch die *Intermediate Ageing* – Behandlung kam es zur Ausscheidung von hellen, Mo – reichen und grauen Cr – reichen Teilchen (siehe *Abb.71*) durch die Diffusion und Reaktion von C mit Mo und Cr entlang der Korngrenzen. Mit steigender Vergrößerung der Teilchen an den Korngrenzen kommt es zur Ausbildung von durchgehenden Filmen. Während des *Intermediate Ageings* kommt es zur Vergrößerung der γ' – Ausscheidungen.^[105] Die Vergrößerung der Ausscheidungen mit steigenden *Ageing*-Temperaturen konnte bei anderen Nickel-Basis – Superlegierungen ebenfalls beobachtet werden.^[110]

Proben die kein *Intermediate Ageing* erfuhren, zeigten signifikant geringere Mengen an Korngrenzen – Ausscheidungen (siehe *Abb.72*), was darauf schließen lässt, dass die Ausscheidungskinetik bei diesem Schritt höher ist, als beim darauffolgenden *Final Ageing*, das sich als hauptverantwortlich für die Vergrößerung der γ' – Teilchen zeigte. Die beobachtete gleichmäßigere Korngrößenverteilung könnte aus der geringeren Anzahl von lokalen Anhäufungen von weißen Mo-reichen Ausscheidungen resultieren, die nach dem *Intermediate Ageing* sehr häufig beobachtet werden konnten und vermutlich für die Hemmung des Kornwachstums sorgen (siehe *Abb.57*).

Die vorzugsweise bei höheren *Intermediate Ageing* - Temperaturen beobachtete inhomogene Verteilung der γ' – Teilchen können sich negativ auf die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes auswirken (siehe *Abb.74(e)*). In [108] konnte eine

signifikante Abnahme der Zugfestigkeit und Streckgrenze auf Grund von härtenden γ' – freien Zonen beobachtet werden. Diese heterogene Mikrostruktur entsteht durch diffusive Prozesse, die nur bei hohen Temperaturen aktiv sind.^[34] Regelmäßig verteilte feine γ' – Teilchen konnten in Untersuchungen mit guten Zeitstandfestigkeiten in Verbindung gebracht werden, während die Inhomogenitäten in der Verteilung zu sporadischem Verhalten führten.^{[34][110]} Da der Zener – pinning – Effekt mit sinkender Ausscheidungsdichte abnimmt, könnten diese lokalen Bereiche, in denen das *pinning* nicht ausreicht, um Korngrenzengleiten zu verhindern, für das Vorkommen einzelner großer Körner verantwortlich sein, wie sie immer wieder im Gefüge beobachtet werden konnten.^[70]

Außerdem konnten bei längeren Auslagerungszeiten, dickere, durchgehendere Filme an den Korngrenzen beobachtet werden (siehe *Abb.73*). *Intermediate Ageing* bei 1010°C und der kürzesten Haltezeit führte zu einer Ausbildung globularer Teilchen an den Korngrenzen. Dieses Feature führte beispielsweise in [107] zu höherer *impact toughness*.

Final Ageing:

Das Typ I Final – Ageing (788°C/8h) führte im Allgemeinen zu gröberem γ' – Teilchen im Vergleich zum Typ II Final Ageing (760°C/5h/650°C/1h) (siehe *Abb.75*). In vielen Studien wurde von einer Vergrößerung der γ' – Ausscheidungen und einem leichten Rückgang der Volumenfraktion der γ' -Phase mit steigender Ageing – Zeit berichtet.^{[76][106]} Die Reduktion der Schnittstellenenergie zwischen den γ' – Teilchen und der γ' – Matrix stellt die Triebkraft für die Vergrößerung der γ' – Partikel dar. Während die großen Teilchen mit steigender *Ageing* – Zeit immer größer werden, kommt es zur Auflösung kleinerer (siehe *Abb.75(c)*). Studien zeigten, dass die Festigkeit und Streckgrenze durch einen Anstieg der γ' – Größe und die Reduktion der γ' - Volumenfraktion reduziert werden.^{[76][75]}

Zu langes *Ageing* zeigte in vielen Studien eine signifikante Reduktion der Duktilität durch Ausscheidungs – Vergrößerungs – Mechanismen.^[72] Bei höheren Test-Temperaturen konnte ein Anstieg der Bruchdehnung und eine Reduktion der Festigkeit bei *overAgeing* – Proben (γ' - Vergrößerung) dokumentiert werden.^[82] Untersuchungen zeigten, dass die Größe und Verteilung der γ' – Teilchen jedoch nur einen geringen Effekt auf die *impact toughness* hat.^[107]

3. Direct Ageing

Im Vergleich zum Vormaterial konnte kein bis nur geringes Kornwachstum detektiert werden (siehe *Abb.58-60*). Dies lässt darauf schließen, dass die Temperatur noch zu niedrig war, um ein signifikantes Kornwachstum zu induzieren, was höchstwahrscheinlich daran lag, dass die angewendeten *Ageing*-Temperaturen unterhalb der γ' – Solvus-Temperatur lagen, wodurch die γ' – Ausscheidungen nicht aufgelöst wurden und neben den niedrigen Temperaturen auch noch für hohe *pinning* – Kräfte sorgten.^[70]

Die beobachtete bimodale Kornstruktur bei den $\epsilon=0,1$ Proben (siehe *Abb.59(d)* & *78(b+e)*) ließen darauf schließen, dass die Verformung bei den Proben mit dem niedrigsten Umformgrad nicht ausreichte, um Rekristallisation auszulösen und in der dokumentierten unerwünschten Mikrostruktur resultierte.

Die kleinen Korngrößen, die bei höheren Umformgraden mit dieser Wärmebehandlungsmethode erzielt werden können, werden beispielsweise bei großen

Schmiedeteilen bevorzugt^[82] und könnten hilfreich bei Applikationen sein, bei denen gute LCF – und Festigkeitseigenschaften die Schlüsselfaktoren für eine gute Performance darstellen, wie beispielsweise an gewissen Stellen von Turbinenscheiben, die höheren Belastungen bei niedrigeren Temperaturen ausgesetzt werden.^{[49][80]}

Direct Ageing Proben zeigten im Vergleich zu Proben die dieselbe *Ageing*-Behandlung erfuhren, aber davor noch lösungsgeglüht wurden, einen geringeren γ' – Durchmesser. Wobei auch hier wieder ein größeres Wachstum bei höheren *Intermediate Ageing* – Temperaturen (1010°C vs. 996°C) festgestellt werden konnte. Die geringere γ' – Größe nach dem *Direct Ageing* ist auf die zu niedrigen Temperaturen für eine Auflösung der primären γ' – Teilchen zurückzuführen, wodurch die Matrix eine geringere γ' – Übersättigung aufweist.^[97]

4. Abkühlmedium nach dem Schmieden

Proben, die einer *Direct Ageing* – Behandlung unterzogen wurden, wurden nach dem Schmieden mit Wasser abgekühlt. Studien zeigten, dass durch das schnelle Abkühlen, die Effektivität der Wärmebehandlung maximiert werden kann. Langsamere Abkühlraten hingegen, können zu einer Reduzierung des Effektes des *Direct Ageings* auf die Zug – und Bruchfestigkeit führen.^[67] Durch die schnelle Abkühlung können die gehärteten Mikrostrukturen mit hohen Versetzungsdichten, die während der thermomechanischen Behandlung erzeugt wurden, stabilisiert werden.^[5] So konnten bei Untersuchungen verschiedener Nickel-Basis – Superlegierungen durch beschleunigtes Abkühlen nach dem Schmieden im Vergleich zur Luftabkühlung größere Verbesserungen der Werte für die Streckgrenze und Zugfestigkeit erzielt werden.^{[67][5]} Untersuchungen bezüglich der Duktilitätsmaße Bruchdehnung und Einschnürung zeigten, dass die Werte mit steigender Test-Temperatur zunahmten, es konnte jedoch keine eindeutige Abhängigkeit dieser Werte vom Abkühlmedium nach dem Schmieden und der darauffolgenden direkten Aushärtung festgestellt werden.^[5] Im Allgemeinen wird für ausscheidungshärtbare Legierungen jedoch eine langsame Abkühlrate nach dem Schmieden empfohlen, da durch die schnelle Abkühlung das Risiko der thermalen Rissbildung, die während der weiteren Verarbeitung des Materials (erneutes Aufheizen, weiteres Schmieden oder Wärmebehandlungen) auftreten kann, steigt.^[111]

5. Umformgrad

Es konnten viele Studien über den Einfluss von verschiedenen Umformgraden auf die entgültige Korngröße gefunden werden. Es konnten Trends in Richtung größerer Korndurchmesser bei niedrigeren Umformgraden nach dem Lösungsglühen bei verschiedensten Superlegierungen wie beispielsweise René 95, René 88DT und diversen Guss- und Schmiedelegierungen beobachtet werden.^[80] Erhöhte Umformgrade werden immer von Korngrenzgleiten und Diffusionsprozessen begleitet, daher ist es wichtig, dass nach dem Schmieden keine hohen Versetzungsdichten mehr in der Mikrostruktur aufzufinden sind. Im Fall, dass Versetzungen generiert werden, sollten die hohen Temperaturen und niedrigen Dehnraten für das Auftreten von dynamischer Rekristallisation sorgen.^[80]

6.1.3. Zugproben

Ausscheidungsfreie Zonen an den Korngrenzen, wie sie in allen drei Zugproben dokumentiert werden konnten (siehe *Abb. 90(b)*), scheinen neben dichten Korngrenzen-Karbiden einen großen Einfluss auf die Festigkeit, Plastizität und Bruchmodi einer Legierung zu haben^[83], jedoch konnten nicht viele Artikel zu diesem Thema ausfindig gemacht werden. Der Effekt von PFZ wurde noch nicht umfangreich studiert. Bei der Literaturrecherche gefundene Studien bezüglich des Zusammenhangs von PFZ und Duktilität/Bruchmoden erwiesen sich größtenteils als erfolglos.^{[86][74]} Untersuchungen in [74] deuteten an, dass PFZs der bei den Messungen beobachteten Breiten (bis ~100nm) womöglich keinen signifikanten Einfluss auf die Bruchmodi haben. Da PFZs immer in Verbindung mit dichten Korngrenzen-Karbiden vorkommen, ist es schwierig zwischen den Effekten der Korngrenzen-Karbide und den PFZs zu unterscheiden. Außerdem könnte die Variation der härtenden γ' -Ausscheidungen, die durch die Verarmung an γ' -bildenden Elementen resultiert, einen bedeutenden Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften haben.^[86]

Studien zeigten, dass die γ' einen großen Einfluss auf die Bruchdehnung hat.^[112] Alle drei Proben zeigten eine bimodale γ' – Verteilung mit ungefähr gleichen Durchmesser der groben γ' – Teilchen (siehe *Abb. 90(c)*). Eine feine, regelmäßige Verteilung der γ' – Teilchen, wie sie bei nach dem Lösungsglühen mit Luft abgekühlten Proben im Vergleich zu den mit Wasser abgeschreckten Proben beobachtet werden konnte, führte in vielen Fällen zu höheren Festigkeiten.^{[79][106][107]} Außerdem zeigten Untersuchungen, dass eine homogene Verteilung sehr feiner γ' – Teilchen in der Matrix zu höheren Mikrohärtungen führen kann, während gröbere γ' – Teilchen für eine Abnahme der Mikrohärtung mitverantwortlich sind.^[113] Die relativ dicht verteilten, feinen γ' – Teilchen nach der Luftabkühlung könnten als Barriere für die Versetzungsbewegung durch Versetzungsbeugen (*dislocation bowing/by-pass*) fungieren.^{[74][108]} Dieser Mechanismus stellt den vorrangigen Deformationsmechanismus bei niedrigeren Temperaturen dar, während es bei mittleren Temperaturen zu einem Scheren der Teilchen kommt und bei sehr hohen Temperaturen das Versetzungsklettern dominiert.^[71] Höhere Festigkeiten resultierten auch aus einer gröberen und bimodalere Verteilung von γ' – Ausscheidungen, die auf Grund der zwei unterschiedlichen Größen der γ' – Teilchen und dem verringerten Abstand zwischen den Ausscheidungen zustande kam. Während des *Ageings* von Nickel-Basis –Superlegierungen kommt es zur Nukleation und zum Wachstum von γ' – Ausscheidungen, wofür laut [49] zwei Mechanismen verantwortlich sind: (1) das Zusammenwachsen von kleineren Teilchen zu einem größeren und (2) die Extraktion von gelösten Elementen wie Ti und Al aus der Mischkristallmatrix zu den Ausscheidungen. Geringere Festigkeit und Kriechbeständigkeit scheint eine Folge der Vergrößerung der γ' – Ausscheidungen und somit der Vergrößerung der Abstände zwischen den Ausscheidungen (*overAgeing*) zu sein.^[79] Dieser größere Abstand erleichtert jedoch die Bewegung der Versetzungen in der Matrix und kann somit zu hohen Bruchdehnungen führen.^[76] Bei einer Untersuchung der γ' – Ausscheidungscharakteristik von *IN-738LC* unter Einfluss thermischer Belastung über einen längeren Zeitraum^[75] konnte eine Abnahme der Streckgrenze auf Grund der Zunahme der Größe und des Abstandes zwischen den γ' – Teilchen beobachtet werden. Studien ergaben, dass die γ' – Volumenfraktion einen der Haupteinflussfaktoren für die Bruchdehnung bei Raumtemperatur darstellt.^[74]

Es konnte bei einem Vergleich der Korngrößen der drei Zugproben keine signifikante Varianz der mittleren Korndurchmesser (Korngrößen zwischen 92 und 98 μm) dokumentiert werden (siehe *Abb.85*).

Es konnten auch bezüglich der breiten, durchgehenden Karbid-Filme an den Korngrenzen keine Varianzen zwischen den untersuchten Zugproben festgestellt werden (siehe *Abb.90(b)*). In vielen Untersuchungen konnte eine Korrelation zwischen der Ausbildung eng aneinander gereihten Korngrenzenkarbiden und des Übergangs der Bruchbilder von transgranular zu intergranular erkannt werden, was nahe legte, dass beinahe kontinuierliche Karbid-Filme an den Korngrenzen für einen einfachen Bruchverlauf sorgten. Es konnte eine Ausbildung von Mikrorissen an der Schnittstelle zwischen Teilchen und γ - Matrix beim Auftreffen von Deformationsbändern (Gleitbändern) auf die Karbidfilme beobachtet werden.^[83] In [114] wurden die mit dem Korngrenzen - Versagen in Verbindung gebrachten Mikrorisse mit intensivem, lokalisiertem Gleiten assoziiert. In der Arbeit wurde vermutet, dass die Karbid - Teilchen bei einer Deformation der benachbarten Matrix wie nicht verformbare Einschlüsse an den Korngrenzen verhalten und gezeigt, dass in solch einer Situation Grenzflächenspannungsspitzen in der Nähe der Enden der Einschlüsse liegen. Diese großen Spannungen führen zu einer lokalisierten Relaxation durch Gleiten, einem Stapeln von Versetzungen an den Einschlüssen und Zugspannungen an den Grenzflächen, die groß genug sind, um Dekohäsion an den Enden der Einschlüsse zu verursachen. Außerdem können Unterschiede in den elastischen Konstanten der Matrix und der Einschlüsse zur Konzentration von Scherbelastungen in der Nähe der Enden der Einschlüsse führen, was zur Ausbildung von Mikrorissen führen kann. Wenn die Karbid-Teilchen sehr nahe aneinander liegen und einen nahezu durchgehenden Karbidfilm bilden, wird der Abstand zwischen Mikrorissen sehr klein werden und sie würden sich leicht verbinden und intergranulare Brüche erleichtern.^{[74][114]}

a. Bruchdehnung 10% & 13%

Die beobachtete zeilenartige Anordnung grober Karbide normal zur Zugrichtung an den Bruchflächen der Proben geringerer Bruchdehnung ($A= 10\% \& 13\%$) führten zu einer erheblichen Reduktion der Duktilität (siehe *Abb.91 & 92*). Diese Karbide, bei denen es sich um $(\text{Ti,Mo})\text{C}$ - Karbide handeln sollte, sind stabil und könnten für einen hohen Härtungseffekt der Legierung bei hohen Temperaturen sorgen. Jedoch können grobe Partikel, die in der Matrix verteilt sind, an der Schnittstelle zur Matrix zu Mikroporen führen, was zu einer Ausbildung von Dimpeln im duktilen Bruchprozess führen kann (siehe *Abb.87*). Risse breiten sich sehr leicht über diesen Weg aus und der Bruch bekommt einen spröden Charakter. Es konnte auch beobachtet werden, dass die Karbide selbst während der Deformation brechen (siehe *Abb.88 & 90(a)*). Ähnliche Beobachtungen konnten beispielsweise in [71] und [34] gemacht werden. [84] erklärte dieses Phänomen mit einer Versprödung des Werkstoffes durch die Anhäufung von Versetzungen. Die Abnahme der Duktilität resultiert aus der Anwesenheit grober Karbide durch ein Anhäufen von Versetzungen rund um die spröden und harten Karbide. Bei einer Überschreitung einer gewissen Belastung an der Schnittstelle zwischen Karbid und Matrix kommt es zur Rissausbildung und zum kontinuierlichen Fortschreiten dieser Risse an der Schnittstelle, was schlussendlich zur Reduktion der Bruchdehnung führt. Neben den groben Karbiden konnten auch vorwiegend intergranulare Bruchstrukturen beobachtet werden (siehe *Abb.86*), die durch dichte Korngrenzen - Karbide verursacht

worden sein könnten. Ein Duktilitätsverlust auf Grund einer Kombination dieser beiden Mikrostruktur-Features konnte auch im Zuge anderer Untersuchungen dokumentiert werden.^{[112][113]} Es wird vermutet, dass das in diesen Proben vorgefundene ausgeprägte Duplex-Gefüge (siehe *Abb.83(a+b)*), das höchstwahrscheinlich durch die *pinning* – Kräfte der zahlreichen Karbide an den Stellen mit kleineren Körnern resultierte (siehe *Abb.91*), einen wesentlichen Einfluss auf das Bruchverhalten der Zugproben hatte. Die bei EDX – Analysen detektierten Variationen der Konzentrationen von Ti, Mo und C bei kleinen und großen Körnern entstanden höchstwahrscheinlich durch Mikroseigerungen im Rohmaterial/vor dem Schmieden und könnten die beobachtete höhere Ausscheidungsdichte in den Regionen mit feineren Körnern und eine höhere Lösungstemperatur der Teilchen in diesen Regionen verursacht haben (siehe *Abb.91 & 92*). Dies konnte auch im Zuge ähnlicher Untersuchungen beobachtet werden.^[68] Daraus folgt, dass die Bildung von Duplex-Strukturen höchstwahrscheinlich mit den Verformungsbedingungen während des Schmiedens und den existierenden Phasen während und nach dem Schmiedeprozess korreliert ist. Die beobachteten Mo – reichen Phasen und MC – Karbide/Karbonitride könnten die Bildung feiner Körner durch die Bereitstellung von Keimbildungsplätzen für rekristallisierte Körner unterstützen.^[60] Diese Teilchen sorgen auch für die Stabilisierung der Korngrößen bei längere Haltezeiten beim Lösungsglühen.^[68] Das Duplexgefüge – wie es auch bei den Experimenten nach dem *Intermediate Ageing* beobachtet werden konnte (siehe *Abb.57 & 72*) - mit feinen rekristallisierten Körnern entlang der Korngrenzen alter, verformter Körner konnte in einigen Fällen mit einer Verschlechterung der Kriechbeständigkeit in Verbindung gebracht werden. Die entstandenen rekristallisierten Körner mit niedrigen Versetzungsdichten schienen die bevorzugten Stellen für den Rissfortschritt nach der Bildung des Risses während der Kriechdeformation darzustellen.^[94] Durch eine Elimination dieser Körner während des thermomechanischen Processings könnte die Kriechbeständigkeit womöglich optimiert werden. Eine uniforme, feine Kornverteilung ist unerlässlich für die erwünschte Balance der mechanischen Eigenschaften in geschmiedeten Produkten. Je höher der Anteil an groben Körnern, desto spröder wird das Material. Die Bruchdehnung nimmt mit steigender Schmiedetemperatur ab, weil die Körner mit steigender Schmiedetemperatur wachsen. Duplex – Kornstrukturen zeigten bei Korngrenzen größerer Körner den größten Prozentsatz an Mikrorissen, was indiziert, dass der Bruch seinen Ursprung an diesen Korngrenzen mit viel geringeren Belastungen findet, als sie bei kleineren Körnern notwendig wären. Die Risse waren auch zu zwei bis vier Größenordnungen größer als bei kleinen Körnern, womit sie näher an der kritischen Grenze waren, bei der das Material vollständig bricht. Negativer Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften hängt vom Prozentsatz und der Größe grober Körner im Gefüge ab. Duplexgefüge ist tolerierbar bei einem Prozentsatz von unter 50-60% und nicht zu übertriebener Größe. Duplex - Gefüge können manchmal bei der Verarbeitung von Schmiedeteilen nicht vermieden werden. Bei höheren Test-Temperaturen zeigt grobes Korn sehr gute Ergebnisse, ist aber bei Raumtemperatur spröde.^[82] Untersuchungen zeigten auch, dass feinere, bimodale Körner in einer geringeren CVN („Charpy V-Notch“) resultieren, als gröbere, uniformere Körner.^[68]

b. Bruchdehnung 20%

Die Probe mit der höchsten Bruchdehnung zeigte ein gemischtes Bruchbild mit vorwiegend intergranularer Bruchstruktur (siehe *Abb.86(c)*). Die REM – Untersuchungen lassen darauf schließen, dass der intergranulare Bruch durch die kombinierten Effekte

von dichten Ausscheidungen von Korngrenzen-Karbiden und, durch Wechselwirkungen der Versetzungen mit γ' erzeugten, Gleitbändern zustande gekommen sein muss (siehe *Abb. 90(a)*). Die Ausrichtung der zeitig angeordneten groben (Ti,Mo)C – Karbide parallel zur Zugrichtung schienen einen weniger schädlichen Effekt auf die Bruchdehnung gehabt zu haben (siehe *Abb. 93*).

In allen drei Zugproben konnten Aufspaltungen der Korngrenzen beobachtet werden (siehe *Abb. 81 & 86 & 89(b)*). Die Probe mit der größten Bruchdehnung wies das häufigste Vorkommen auf (siehe *Abb. 81(f)*). Die Bildung von Aufspaltungen kommt auf Grund von Inharmonitäten von Verformungen zwischen dem Korninneren und den Korngrenzen-Karbiden zustande. Die größere plastische Verformung im Korninneren, erklärt das vermehrte Vorkommen dieser Aufspaltungen bei höheren Bruchdehnungen. Dieses Verhalten konnte auch in anderen Arbeiten beobachtet werden.^[74]

Bänder von groben Teilchen haben also einen sehr negativen Effekt auf die mechanischen Eigenschaften des Materials. Möglicherweise könnte man ein Vorkommen dieser Anordnungen durch ein angemessenes Lösungsglühen beseitigen (die Matrix homogenisieren).^[99] Eine andere Möglichkeit wäre das Erhöhen der Kühlraten nach dem Schmieden um die Inhomogenitäten zu minimieren.^[115] Da die beobachteten Mikroseigerungen ihren Ursprung in der Herstellung der Legierung zu haben scheinen, wäre auch eine weitere Untersuchung des Herstellungsverfahrens (VIM+ESR) empfehlenswert. [66] beispielsweise empfiehlt ein „*triplemelted*“ – Verfahren (VIM+ESR+VAR²⁸) für eine bessere Homogenisierung des Materials.

Zusammenfassend kann vermutet werden, dass die vorgefundene unterschiedliche Orientierung der zeitigen, groben Karbide in der Matrix normal und parallel zur Zugrichtung und das ausgeprägte Duplexgefüge bei geringerer Bruchdehnung die Haupteinflussfaktoren für die Varianz der Bruchdehnung bei gleichbleibender Wärmebehandlung darstellen.

²⁸ Vacuum Arc Remelting

6.2. Simulationen mittels *MatCalc*

6.2.1. Thermodynamische Gleichgewichtsberechnung

Thermodynamische Gleichgewichtsberechnungen mittels *MatCalc* (siehe *Abb. 94*) sagten voraus, dass die einzige stabile Phase bei Lösungsglühtemperaturen die MC – Karbide seien. Diese Karbide sollen mit einer Phasenfraktion von 0,5% bei 1107°C vorkommen und diese Volumenfraktion bleibt zwischen 1010°C und 1256°C beinahe konstant. Die Phase soll bis nahe der Schmelztemperatur stabil bleiben. Das ist in gutem Einklang mit den experimentell erworbenen Daten und auch in der Literatur wurde ein ähnliches Verhalten beschrieben.^[104] Zusätzlich änderte sich die Teilchengrößenverteilung in der Matrix bei den verschiedenen Wärmebehandlungen nicht.

Der Großteil der detektierten primären MC – Karbide wies einen hohen Anteil an Mo und N auf, es konnten nur vereinzelt reine TiC – Karbide (d.h. nur geringer Mo- und N-Gehalt) wie sie etwa in [60] vorgefunden wurden dokumentiert werden. Es ist zu vermuten, dass eine erleichterte Aufnahme von Mo, aus dem hohen Anteil an N in den Teilchen resultierte. Für diese Annahme konnten jedoch keine passenden Referenzen gefunden. Der Einbezug des hohen N – Gehalts der primären MC – Karbide in die thermodynamische Gleichgewichts-Simulation mittels *MatCalc* zeigte eine Stabilisierung der Karbide hin zu niedrigen, aber auch zu höheren Temperaturen (siehe *Abb. 108* und Vergleiche mit *Abb. 94* [kein Einbezug von N in den primären Karbiden]). Je höher der N – Gehalt, desto ausgeprägter wird die Stabilisierung bei niedrigeren und höheren Temperaturen.

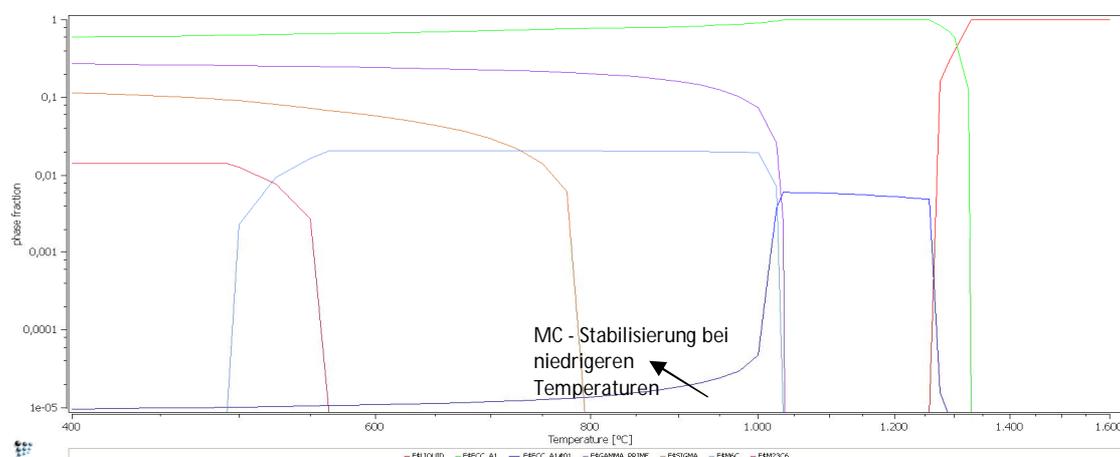


Abb. 108: thermodynamisches Gleichgewicht für das untersuchte Legierungssystem Stabilisierung der MC-Karbide zu niedrigen und hohen Temperaturen durch N (blaue Kurve)

Wie schon in den Einführungskapiteln erwähnt, wurde bei der Entwicklung von Haynes 282 ein Hauptaugenmerk auf die verbesserte Formbarkeit und Schweißbarkeit gelegt, was mit einem geringeren Gehalt an γ' – Phase realisiert werden konnte^{[3][89]}. Mechanische Eigenschaften können trotz des niedrigen Gehalts an Ti und Al die allgemeinen Erfordernisse erfüllen, was wahrscheinlich aus dem hohen Gehalt an großatomigen Elementen wie Mo und Co resultiert.^{[66][87]} Andererseits neigen gerade diese Legierungselemente zur Ausbildung unerwünschter TCP – Phasen im Werkstoff, die die mechanischen Eigenschaften negativ beeinflussen können.^[43] EDX – Analysen der weißen, Mo- reichen Phasen ergaben eine starke Variation des C – Gehaltes. Es konnten unter anderen Zusammensetzungen wie die Folgenden beobachtet werden: (a) ungefähr gleich hohe Gehalte an Ni, Mo, Cr (ca. 20-25at%) und 8at% Co und (b) selbe Gehalte der

Elemente Ni, Mo, Cr und Co, aber auch noch ein höherer Anteil an C. Auf Grund des hohen Mo,Cr – Gehalts in Haynes 282 erschien das Vorkommen von sekundären Mo-reichen M_6C – Phasen, die der Zusammensetzung (b) entsprechen würden, nicht unerwartet. Ähnliche Funde waren auch in der Literatur zu beobachten.^{[60][95]} Bei den Teilchen ohne oder nur mit niedrigem C – Gehalt könnte es sich um intermetallische σ – Phasen handeln. Diese Annahme resultierte einerseits aus einem Vergleich mit der Literatur^[43], andererseits ergaben Simulationen in *MatCalc*, dass eine Bildung der σ – Phase mit der in EDX gemessenen Zusammensetzung die höchste Wahrscheinlichkeit hat. [94] wiederum schloss nach einer thermodynamische Berechnung mittels *ThermoCalc* darauf, dass es sich bei dieser Phase um M_6C handeln sollte. Da M_6C – Karbide im Vergleich zu den $M_{23}C_6$ – Karbiden bei höheren Temperaturen stabil sind, sind diese als Korngrenzen - Ausscheidungen zur Kontrolle der Korngröße bei höheren Temperaturen während des Einsatzes nützlicher.^{[96][105]} Da es sich bei intermetallischen Phasen um harte und spröde Ausscheidungen handelt, können sie schädlich auf die Duktilität des Werkstoffes wirken, insbesondere wenn diese in Form von länglichen Partikeln oder Filmen an den Korngrenzen vorzufinden sind, da sie eine Barriere für die Versetzungsbewegung bilden können und so zur Entfestigung und Rissausbildung beitragen können.^[116] Einen weiteren negativen Effekt der TCP – Phasenbildung stellt die daraus resultierende Verarmung von TCP – bildenden (d.h. Mo und Cr) Elementen in der γ – Matrix dar, die eine Reduktion der Festigkeit des Materials verursachen kann.^{[9][50][117][118]} Andererseits können kleine, globulare Ausscheidungen an den Korngrenzen die Kriechbeständigkeit verbessern. In der Matrix härten sie die Legierung und binden auch einige Elemente, die ansonsten zu Phasen-Instabilitäten während der Wärmebehandlung und im Betrieb fördern würden.^{[96][116]} Die Entstehung der σ – Phase konnte in Nickel-Basis - Superlegierungen während der Solidifikation der γ -Matrix beobachtet werden.^[8]; sie können außerdem auch Ausgangspunkte für die Nukleation von neuen TCP-Phasen bilden (z.B.: μ - Phasenbildung).^[43]

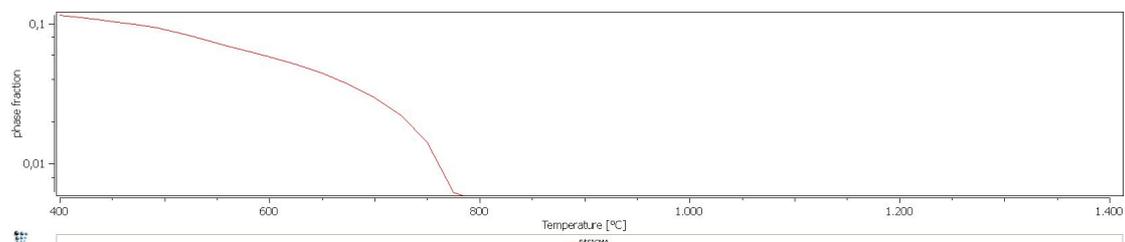


Abb.109: thermodynamisches Gleichgewicht für das untersuchte Legierungssystem: Auflösung der σ -Phase bei $\sim 783^\circ\text{C}$

Betrachtet man das untersuchte Legierungssystem thermodynamisch, so ist erkennbar, dass sich die σ – Phase bei niedrigen Temperaturen gebildet haben muss. Sollte es sich bei diesen Teilchen tatsächlich um eine TCP – Phase handeln, ist nach einem Vergleich mit den Resultaten der *MatCalc* – Simulation jedoch zu erwarten, dass sie bei höheren Temperaturen keinen negativen Einfluss auf die Performance des Werkstoffes während des Einsatzes haben werden. Einsatztemperaturen für Haynes 282 liegen üblicherweise in einem Bereich von $649^\circ\text{C} - 927^\circ\text{C}$ ^[3], laut der thermodynamischen Berechnung ist mit einer Auflösung der betroffenen Phase bei $\sim 783^\circ\text{C}$ zu rechnen. Bei einer Literaturrecherche zu diesem Thema konnte nur eine Arbeit gefunden werden, bei der man die beobachteten Mo-reichen Phasen in diesem Werkstoff mit TCP-Phasen in Verbindung brachte. Bei einer Analyse dieser weißen Ausscheidungen mittels TEM und AES wurde in [43] darauf geschlossen, dass in den weißen Phasen eine kompakte σ – Phase mit einer lamellaren Phase, die aus γ und sekundärem Karbid besteht, koexistiert.

Die γ' – Solvus-Temperatur wurde experimentell auf 1015°C bestimmt.^[60] Der berechnete Wert für die γ' – Solvus – Temperatur liegt laut der Gleichgewichtsberechnung bei 1035°C, was mit einer Abweichung von 20°C einer guten Annäherung entspricht. Eine weitere Annäherung an den experimentellen Wert ist kaum möglich, da daraus verschlechterte Ergebnisse für andere Legierungssysteme resultieren würden. Dieses Verhalten stellt ein grundsätzliches Problem bei der Berechnung von Multikomponenten-Systemen dar.

Die Berechnung zeigt auch, dass sich die sekundären Karbide M_6C und $M_{23}C_6$ unterhalb der Solvus-Temperatur bilden, da sie üblicherweise durch die Zerlegung von MC entstehen, wie es in Kapitel 2.3.3. beschrieben wurde.

Die Probe, die für eine Woche bei 788°C ausgelagert wurde (siehe *Abb.76 & 77*), sollte einen Aufschluss über die Qualität der verwendeten thermodynamischen Datenbank liefern. Während mit der neusten Version der Datenbank mit der untersuchten Haynes282-Zusammensetzung von Raumtemperatur bis 1030°C M_6C als Gleichgewichtsphase, bei 788°C ca. 2 Vol.% Phasenanteil erwartet wird, erhielt man mit der alten Datenbankversion als Gleichgewichtsphase $M_{23}C_6$ von 995°C bis 550°C hinunter, bei 788°C mit einer Phasenfraktion von 1.4 vol.%. Die experimentellen Ergebnisse zeigten die Bildung von M_6C an den Korngrenzen und im Korninneren, während es nur eine geringe Verbreiterung der $M_{23}C_6$ – Filme an den Korngrenzen gab.

6.2.2. Wärmebehandlungen

Die Oberflächenenergie und die Wahl der Keimbildungsplätze stellen die vorrangigen Fitparameter für die kinetischen Berechnungen dar. Die Oberflächenenergie beeinflusst den gesamten kinetischen Prozess, insbesondere die Bildung der Ausscheidungen. Die Anzahl der verfügbaren Keimbildungsplätze bestimmen die maximale Anzahl der Ausscheidungen und haben somit einen Einfluss auf die resultierende Mikrostruktur.

Laut der thermodynamischen Gleichgewichtskalkulation stellt γ' im Temperaturbereich des Lösungsglühens (1107-1115°C) keine Gleichgewichtsphase dar. Wie zu erwarten ergab eine Simulation des Abkühlvorganges von der Lösungsglühentemperatur (1107°C) einen durchschnittlichen γ' – Durchmesser von ~0,8nm, was die Annahme, dass sich die primären γ' – Teilchen während des Lösungsglühens aufgelöst haben müssen und sich während des Abkühlens sekundäre γ' – Partikel bildeten, die sich in dieser Phase der Wärmebehandlung noch im Keimbildungsstadium befinden weitgehend bestätigt. MC, M_6C und $M_{23}C_6$ existieren zwar, aber ihre Phasenfraktionen sind sehr klein. Auf Grund der sehr geringen Phasenfraktion und Ausscheidungsdichte ($N < 5 \cdot 10^{16}$) werden diese experimentell aber nur schwer zu detektieren sein. Da die beiden sekundären Karbide $M_{23}C_6$ und M_6C in den Berechnungen als konkurrierende Prozesse abliefen, konnte nicht herausgestellt werden, welche die dominierende Phase darstellt.

Das nach dem Durchlaufen des kompletten Wärmebehandlungszyklus beobachtete höhere Vorkommen an feineren γ' – Teilchen und die Zunahme der Größe der Korngrenzen-Karbide nach dem langsameren Abkühlen von der Lösungsglühentemperatur standen in gutem Einklang mit den experimentellen Ergebnissen. Die erhaltenen Phasenfraktionen der verschiedenen Ausscheidungen erscheinen mit 23% für γ' und unter 5% für die Karbide plausibel. Auch die ungefähren Radien stimmen weitgehend mit den experimentellen Beobachtungen überein. Um genauere Aussagen über die Genauigkeit der Berechnungen zu machen wären weitere Untersuchungen des Materials mittels beispielsweise TEM oder XRD erforderlich.

6.3. Proben mit erwarteter hoher/niedriger Bruchdehnung

Auf Grund der Untersuchungen, kann darauf geschlossen werden, dass Proben, die den gesamten Wärmebehandlungszyklus durchliefen, gemischte Bruchstrukturen zeigen werden. Wobei mit einem größeren Anteil an interkristallinen als an transkristallinen Bruchmodi gerechnet werden kann.

Es kann davon ausgegangen werden, dass die Korngröße (uniform vs. bimodal), die γ' – Größe und Volumenfraktion, der Abstand zwischen den Teilchen, sowie die Dicke und Durchgängigkeit der Korngrenzen – Karbide die Haupteinflussfaktoren für eine hohe oder geringe Bruchdehnung der untersuchten Proben, darstellen.

6.3.1. Vermutlich hohe Bruchdehnungen

a. Nur Lösungsgeglühte Proben (C27-11 & C26-1)

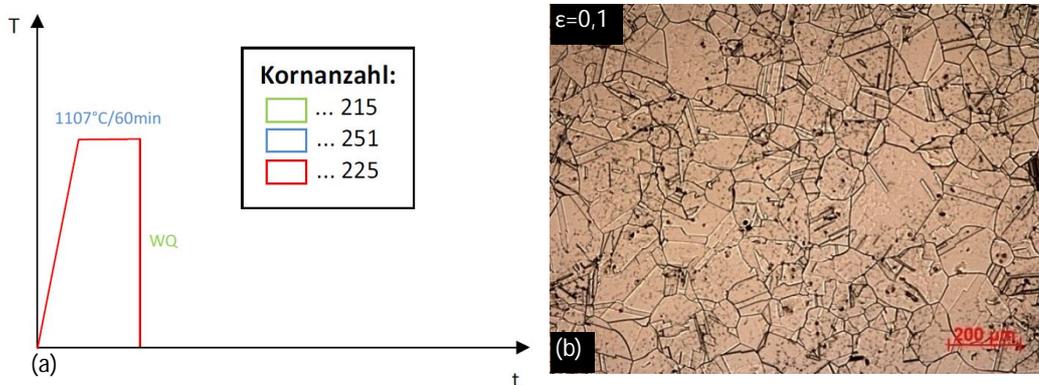


Abb.110: C27-11_3: (a) WBH-Route, (b) lichtmikroskopische Aufnahme

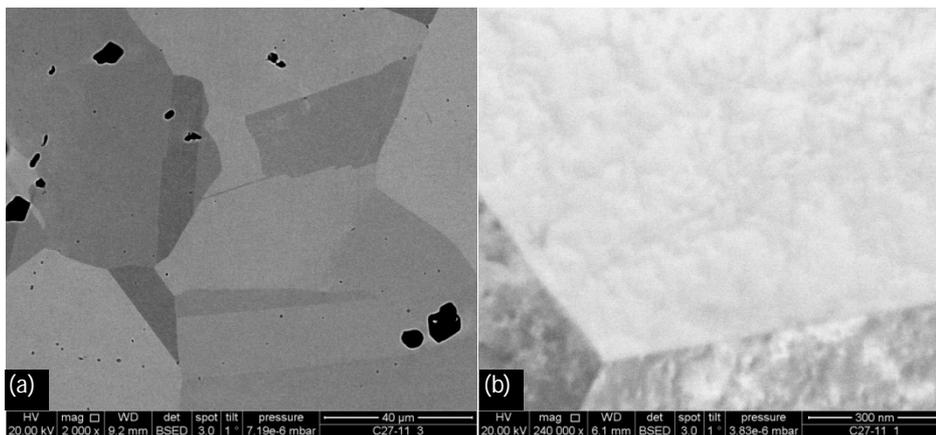


Abb.111: C27-11: (a) wenige Mo-reichen Teilchen in der Matrix, (b) keine γ' -Teilchen, keine Karbid-Filme an den Korngrenzen

Da Karbide wie $M_{23}C_6$, M_6C und MC einen großen Anteil zur Härtung in Nickel-Basis – Superlegierungen beitragen, führt eine Abwesenheit dieser Karbide (siehe Abb.111) zu einer Abnahme in Festigkeit und einer Zunahme an Duktilität.^[112] Aus den Ergebnissen der Untersuchungen wurde geschlossen, dass die Proben die nach dem Lösungsglühen keinem *Ageing* unterzogen wurden bei einem Zugversuch bei Raumtemperatur auf Grund der Abwesenheit von stärkenden Mikrostruktur – Features eine hohe

Bruchdehnung zeigen sollten. Niedrigere Werte für Zugfestigkeit und Streckgrenze sind zu erwarten. Da sich die γ' – Teilchen, die einen der Haupteinflussfaktoren auf die Bruchdehnung darstellen, noch in der Keimbildungsphase oder unterhalb der Auflösungsgrenze befinden zu scheinen und auch keine sekundären Ausscheidungen an den Korngrenzen detektiert werden konnten, sollte es keine Behinderungen für Versetzungsbewegungen im Korninneren geben. Die Versetzungen sollten homogen über die Matrix verteilt sein und es sollten keine Gleitbänder vorhanden sein. Diese ausgiebigen Versetzungsaktivitäten sollten zu einer hohen Plastizität des Werkstoffes führen. Es ist auch nur eine schwache Wechselwirkung zwischen den Versetzungen und den Korngrenzen zu erwarten. Wenn die Versetzungen an den Korngrenzen ankommen, werden manche durch die Korngrenzen ausgelöscht werden und andere werden sich dort anhäufen. Da keine harten Karbide anzutreffen sind, könnten die angehäuften Versetzungen Gleitsysteme in den angrenzenden Körnern aktivieren, die in einer Relaxation von Spannungen resultieren. Auch wenn vereinzelte Karbide an den Korngrenzen (MC) durch eine Wechselwirkung mit den Versetzungen Aufspaltungen erzeugen würden, würde das nicht in einem intergranularen Bruchmodus resultieren, da die Teilchen sehr weit voneinander entfernt vorkommen und die Leerräume sich so nicht miteinander verbinden könnten.^[74] Das Material sollte eine homogene Deformation aufweisen und das Bruchbild würde vermutlich eine transgranulare Bruchstruktur zeigen, was in einer hohen Bruchdehnung resultieren sollte. Durch das unbehinderte Gleiten sollte für eine niedrige Zeitstandfestigkeit sorgen.^[108] Ähnliche Ergebnisse wurden bei Zugversuchen in [79] erzielt. Auch in anderen Studien konnte ein ähnliches Verhalten beinahe ausscheidungsfreier Werkstoffe dokumentiert werden.^{[112][119]}

b. Proben ohne *intermediate Ageing*

Proben ohne *intermediate Ageing* wiesen eine gleichmäßigere Korngrößenverteilung auf, die sich positiv auf die Duktilität auswirken sollten (C29-5 & C29-10, WBH-Route siehe *Abb.112*). Außerdem zeigten die REM – Untersuchungen dünnere, diskontinuierlichere Karbid-Filme an den Korngrenzen und eine sehr feine γ' – Verteilung (siehe *Abb. 113*). Es wurden beinahe keine hellen Mo-reichen Ausscheidungen in der Matrix dokumentiert, was höchstwahrscheinlich das uniforme Gefüge zur Folge hat.

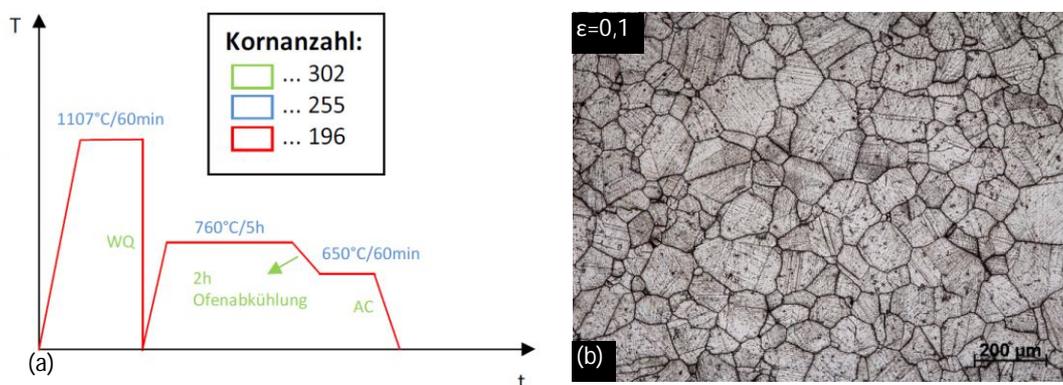


Abb. 112: C29-10_3: (a) WBH-Route, (b) lichtmikroskopische Aufnahme

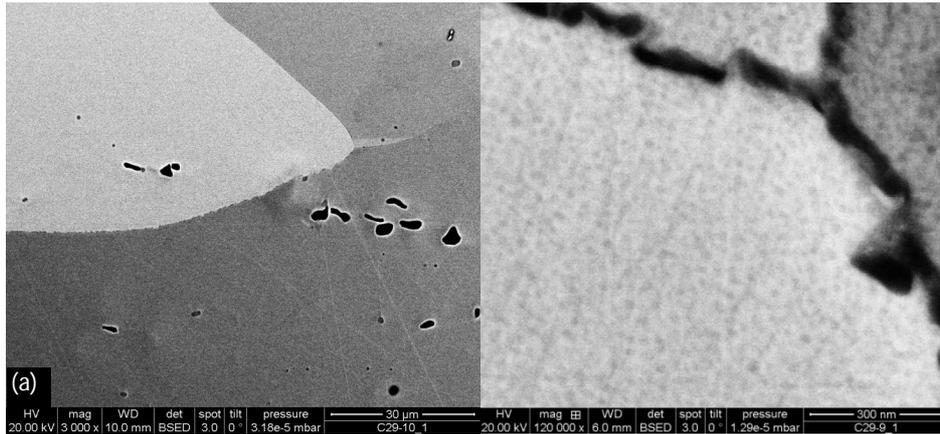


Abb.113: C29-10_3: (a) keine Mo-reichen Teilchen in der Matrix, (b) feine γ' – Verteilung, dünne semi-kontinuierliche Karbid-Filme an den Korngrenzen

c. Intermediate Ageing bei hohen Temperaturen (1010°C)

Proben, die einem *intermediate Ageing* bei höheren Temperaturen unterzogen wurden und danach mit dem Typ I oder Typ II *Final Ageing* behandelt wurden, zeigten im Allgemeinen gröbere γ' – Teilchen, größere γ – Korridor-Breiten und diskontinuierlich besetzte Korngrenzen. Oftmals konnte eine kurzkettenige Anordnung der groben γ' – Teilchen beobachtet werden (siehe Abb.115). Diese Faktoren könnten zu einer Erhöhung der Duktilität beitragen. Die entstandene Mikrostruktur sollte eine Versetzungsbewegung im Korninneren erleichtern.

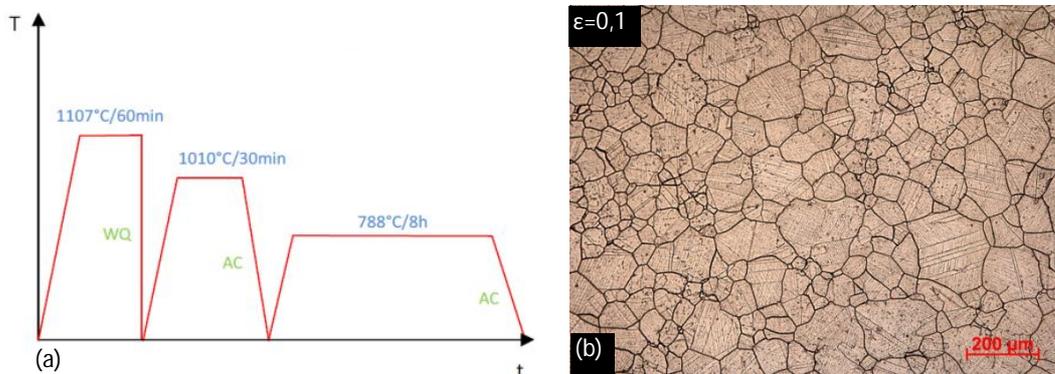


Abb.114: C29-11_3: (a) WBH-Route, (b) lichtmikroskopische Aufnahme

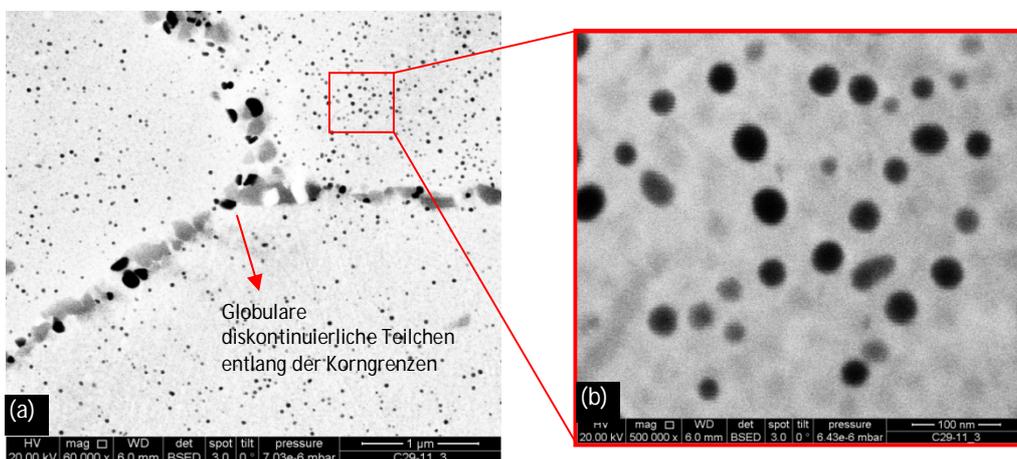


Abb.115: C29-11_3: (a) globulare Karbide an den Korngrenzen (b) grobe γ' – Verteilung

Ageing - Behandlungen sollten im Allgemeinen in einer höheren Härte und Festigkeit des Werkstoffes durch die Anwesenheit von größeren γ' - Teilchen führen. Jedoch konnte bei stark vergrößerten γ' - Teilchen eine Bildung von kurzen Ketten durch aneinander gereihete Teilchen beobachtet werden. Diese Anordnung hilft die Spannungen, die durch den Misfit entstehen zu minimieren und führt zu einer Vergrößerung der Matrix - Korridore, wodurch eine Versetzungsbewegung erleichtert wird, was im Allgemeinen zu höherer Duktilität und niedrigeren Festigkeit führen sollte. Dies wurde in mehreren Arbeiten als Hauptgrund für den Anstieg der Bruchdehnung identifiziert.^{[116][119]}

Die nicht verbundenen, globularen Teilchen an den Korngrenzen sollten einen schnellen Rissfortschritt auf Grund der Verbindung von an den Schnittstellen zwischen Matrix und Teilchen entstandenen Mikrorissen weitestgehend verhindern. Hohe Elongationen, die auf die erwähnten Einflussfaktoren zurückgeführt wurden, konnten beispielsweise in [75] erzielt werden.

Aus dieser Wärmebehandlungsreihe sollte die Probe C29-11_3 ($\epsilon=0,1$; WBH siehe *Abb.114*) die höchste Bruchdehnung zeigen. Lichtmikroskopische Untersuchungen zeigten ein relativ uniformes Gefüge (siehe *Abb.114(b)*). Längere Haltezeiten bei 1010°C resultierten in größeren, durchgehenderen Korngrenzenkarbiden und wirken somit reduzierend auf die Bruchdehnung.

6.3.2. Vermutlich niedrigere Bruchdehnungen

Da beim Großteil der der Proben mit höherem Umformgrad ($\epsilon=1$) eine tendenziell feinere Verteilung von γ' - Teilchen (verkleinerte grobe Teilchen, unregelmäßiger verteilt) beobachtet werden konnte und die Dicke und Kontinuität der Korngrenzenfilme, sowie die Anzahl vereinzelter grober Teilchen an den Korngrenzen zu beobachten war, wird vermutet, dass diese Proben im Allgemeinen geringere Bruchdehnungen aufweisen werden. Beim *Direct Ageing* der Proben mit größerem Umformgrad sollte das kleinere, homogene Gefüge für höhere Festigkeit sorgen.

a. *Direct Ageing*

Proben die nach dem Schmieden einem *Direct Ageing* unterzogen wurden wiesen im Vergleich zum nicht wärmebehandelten Material einen kaum veränderten, kleinen durchschnittlichen Korndurchmesser auf. Dieses Mikrostruktur - Feature ist ein Indikator für eine hohe Festigkeit des Werkstoffes. Andererseits konnten diskontinuierlich besetzte Korngrenzen mit einer eher niedrigen Volumenfraktion an Karbiden dokumentiert werden, die einen positiven Effekt auf die Bruchdehnung haben sollten. Es wird vermutet, dass alle Proben, die dieser Art der Wärmebehandlung ausgesetzt wurden hohe Festigkeiten und eher moderate Bruchdehnungen aufweisen werden.

Von diesen Proben sollte insbesondere C26-6_2 ($\epsilon=0,7$, WBH siehe *Abb.116*) eine vergleichsweise niedrigere Bruchdehnung aufweisen. Die lichtmikroskopischen Aufnahmen zeigen eine inhomogene Korngrößenverteilung und eine zeilige Anordnung, die sich negativ auf die mechanischen Eigenschaften auswirken könnten (siehe *Abb.116(b)*).

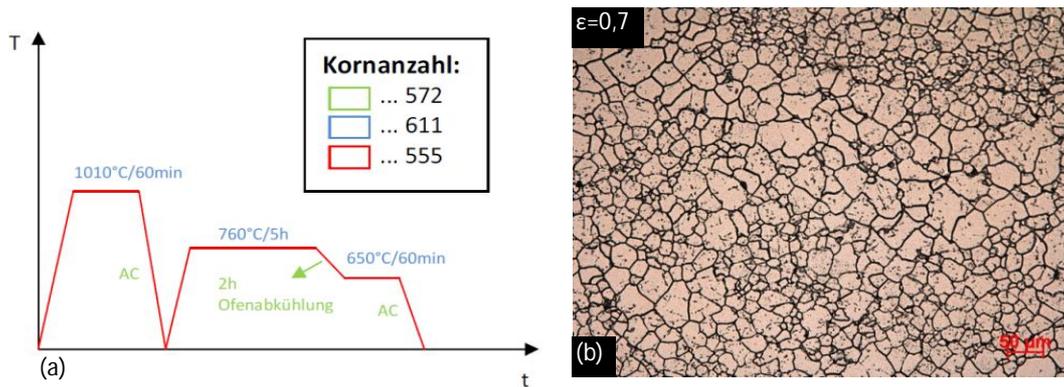


Abb.116: C26-6_2: (a) WBH-Route, (b) lichtmikroskopische Aufnahme

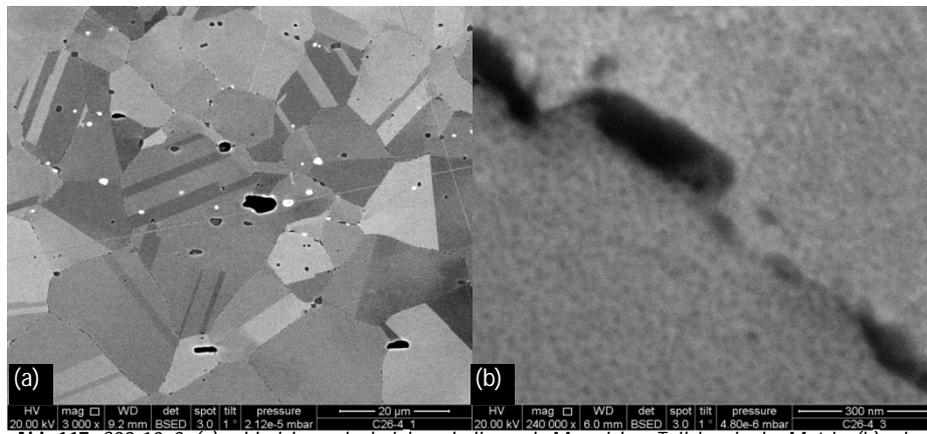


Abb.117: C29-10_3: (a) zahlreiche, nahe beieinanderliegende Mo-reiche Teilchen in der Matrix, (b) sehr feine γ' -Verteilung, dünne diskontinuierliche Karbid-Filme an den Korngrenzen

REM-Untersuchungen zeigten eine sehr hohe Anzahl grober Mo- und Cr-reicher Ausscheidungen an den Korngrenzen und eine sehr feine γ' -Verteilung (siehe Abb.117). Von allen Proben, die einem *Direct Ageing* unterzogen wurden, sollte die Probe C26-5_3 ($\epsilon=0,1$, WBH-Route siehe Abb.118) auf Grund der uniformen Korngrößen noch die höchste Bruchdehnung aufweisen.

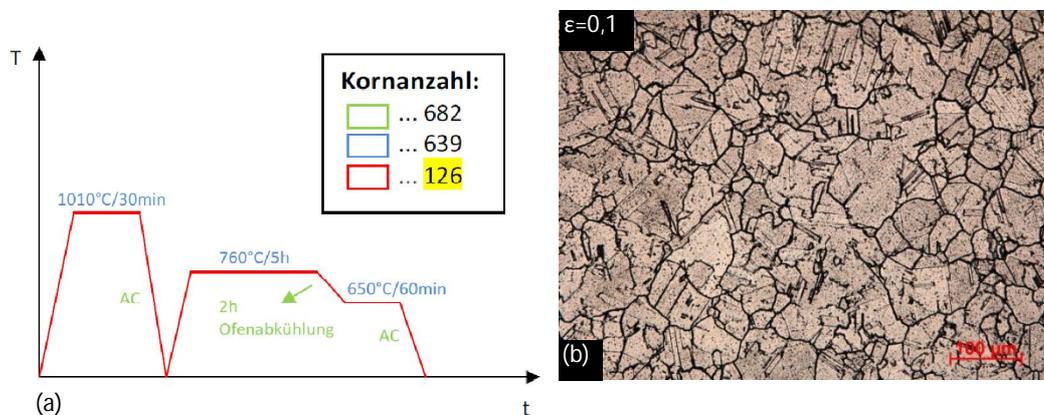


Abb.118: C26-5_3: (a) WBH-Route, (b) lichtmikroskopische Aufnahme

i. Kürzere Lösungsglühzeiten

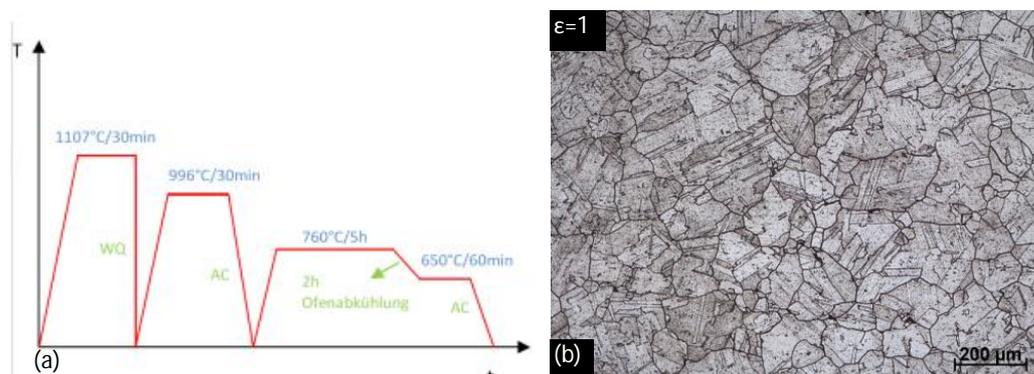


Abb.119: C26-9_1: (a) WBH-Route, (b) lichtmikroskopische Aufnahme

Die bei den Proben der Platte C26-9 beobachtete ausgeprägte bimodale Verteilung der γ' – Teilchen sollten eine effektive Barriere für die Versetzungsbewegungen darstellen und somit die Festigkeit des Materials signifikant erhöhen (siehe Abb.120). Bei Untersuchungen ähnlicher Werkstoffe resultierte eine gröbere und bimodalere Verteilung von γ' – Ausscheidungen im Allgemeinen in einer höheren Festigkeit, die auf Grund der zwei unterschiedlichen Größen der γ' – Teilchen und dem verringerten Abstand zwischen den Ausscheidungen zustande kam.^[49] Insbesondere die Probe C26-9_1 ($\epsilon=1$; Wärmebehandlung siehe Abb. 119) sollte eine niedrige Bruchdehnung zeigen.

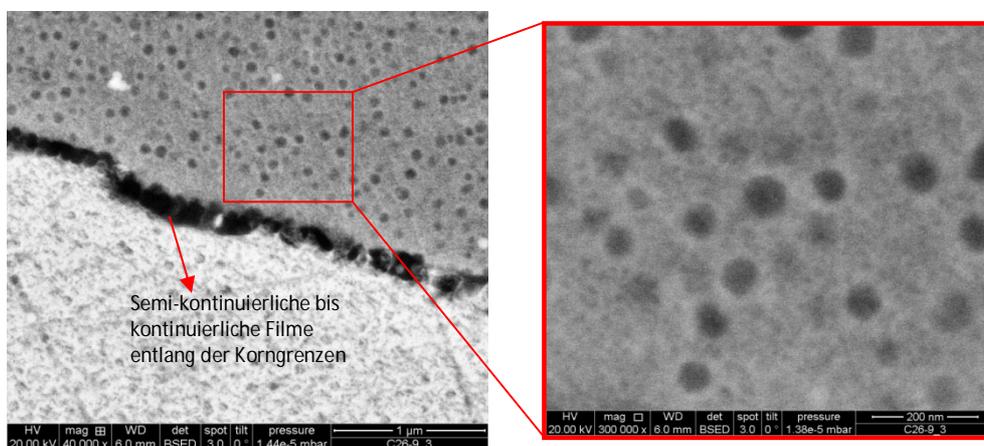


Abb.120: C26-9_3: (a) durchgehende Karbin-Filme an den Korngrenzen (b) ausgeprägte bimodale γ' – Verteilung

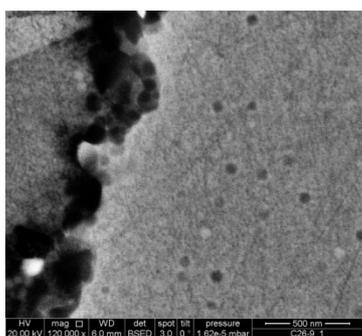


Abb.121: C26-9_1: breite Karbid-Filme an den Korngrenzen

Im Vergleich zu niedrigeren Umformgraden wurden sehr breite, unregelmäßige semi-kontinuierliche bis kontinuierliche Filme von Karbiden an den Korngrenzen vorgefunden, die ebenfalls für eine Reduktion der Bruchdehnung sorgen sollten (siehe Abb.120 & 121).

Es konnten auch vermehrt grobe Partikel an den Korngrenzen beobachtet werden, die zu einer weiteren Versprödung führen könnten. Grobe Karbide an den Korngrenzen und die Ausbildung globularer intermetallischer Ausscheidungen konnten immer wieder

mit einem Verschlechtern der Bruchdehnung in Verbindung gebracht werden.^{[112][120]} Größere Anhäufungen von globularen Mo-reichen Teilchen in der Matrix konnten bei niedrigeren Auflösungen entdeckt werden. Die inhomogene Verteilung der Teilchen könnte zu einem lokalen Versagen des Materials beitragen (siehe *Abb.122*).^[120] Die beobachteten ausscheidungsfreien Zonen an den Korngrenzen könnten auch einen Einfluss auf die Bruchdehnung haben. Auf Grund der Mikrostruktur

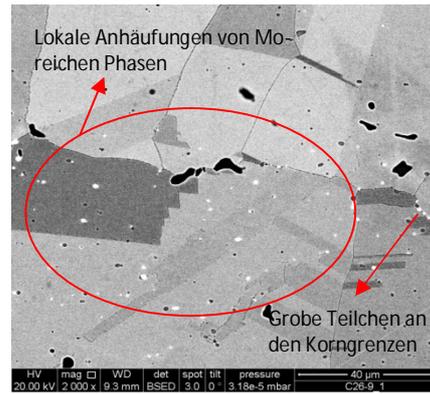


Abb.122: C26-9_1: Anhäufungen von Mo-reichen Karbiden und MC in der Matrix und an den Korngrenzen

dieser Probe kann vermutlich mit einer heterogenen Deformation bei einer Belastung gerechnet werden. Eine Ausbildung von Mikrorissen an den Schnittstellen zwischen der Matrix und den Teilchen wird erwartet. Die entstandenen Mikroleerräume könnten sich durch die durch die dichte Aneinanderreihung von Korngrenzen-Karbiden miteinander verbinden und somit für den Rissfortschritt entlang der Korngrenzen sorgen. Der aus dem Zugversuch resultierende Bruch sollte also vorwiegend intergranularer Natur sein.

ii. Grobe Korngrenzen – Teilchen

Die Probe C29-14_3 ($\epsilon=0,1$, WBH-Route siehe *Abb.123*) wies ein sehr unregelmäßiges, bimodales Gefüge auf. Die großen, nicht äquiaxialen Körner könnten für ein anisotropes Verhalten bezüglich der mechanischen Eigenschaften sorgen. REM – Untersuchungen zeigten durchgehende Karbid-Filme und sehr grobe Mo-reiche, plättchenartige Teilchen an den Korngrenzen, die die Duktilität des Materials erheblich reduzieren sollten (siehe *Abb.124*).

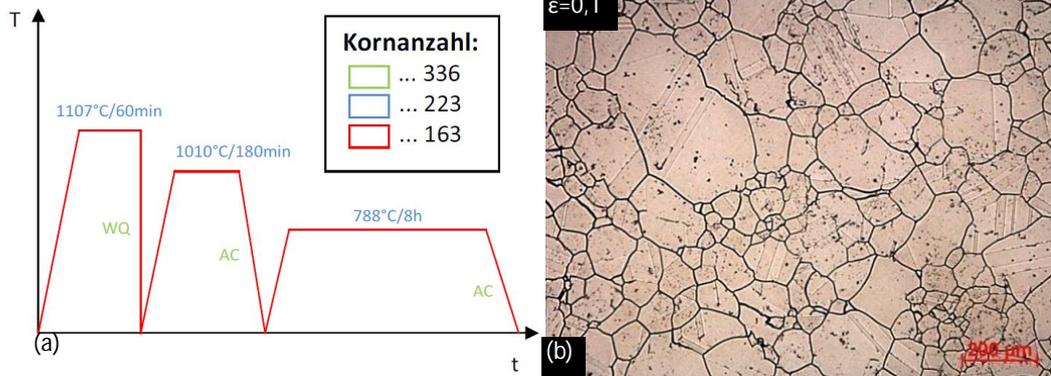


Abb.123: C29-14_3: (a) WBH-Route, (b) lichtmikroskopische Aufnahme

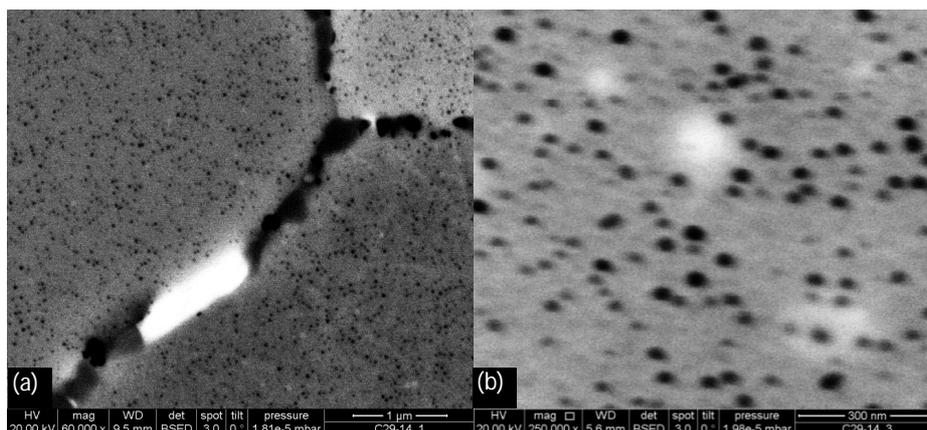


Abb.124: C29-14_3: (a) grobe, plättchenartige Mo-reiche Teilchen an den Korngrenzen, (b) grobe γ' -Teilchen durch overaging

Durch das *overaging* resultierten grobe γ' – Teilchen, die eigentlich für eine Erhöhung der Bruchdehnung sorgen sollten, jedoch zeigten grobe plättchenartige Ausscheidungen an den Korngrenzen in vielen Fällen katastrophale Auswirkungen auf die Duktilität des Materials. Weitere Untersuchungen sind erforderlich, um zu evaluieren, welches der beiden Features größeren Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften hat.

6.4. Anhaltspunkte für eine optimale Wärmebehandlung

Die angestellten Untersuchungen zeigten, dass für optimale Endergebnisse bei der Verarbeitung nicht nur auf die Art des verwendeten Materials und die angewendeten Prozess-Variablen geachtet werden sollte, sondern auch ein besonderes Augenmerk auf den Zustand des gelieferten Rohmaterials gelegt werden sollte, um unerwünschte Effekte, wie ausgeprägte Seigerungen und Ausbildung von bandartigen Strukturen weitestgehend zu vermeiden. Für gute Ergebnisse kommt es nicht nur auf die optimale chemische Zusammensetzung des Materials, sondern auch auf den Herstellungsprozess und die Größe und Form des Zwischen- oder Endproduktes an. Natürlich spielt auch das geplante Anwendungsgebiet des fertig bearbeiteten Produktes eine große Rolle.

Aus den Ergebnissen der Experimente zeigte sich, dass eine Kontrolle der Mikrostruktur durch passende Wärmebehandlungen für die Optimierung der mechanischen Eigenschaften des Materials äußerst wichtig ist. Dabei spielen mehrere Faktoren während der Verarbeitung wie beispielsweise die Korngröße durch die Deformationshistorie beim Schmieden, die Abkühlraten nach dem Schmieden und nach dem Lösungsglühen oder die Art des *Ageings* und die resultierenden *Ageing* – Phänomene eine wichtige Rolle. Bei größeren Schmiedeteilen sollten auch die variierenden Abkühlraten nach dem Schmieden im Inneren und an äußeren Bereichen berücksichtigt werden.^[107]

Bei der Entwicklung einer optimalen Wärmebehandlungsrouten sollte immer darauf geachtet werden, dass diese als Ergebnis eine gute Kombination zwischen Festigkeit und Duktilität des behandelten Materials liefert. Die Standard – Spezifikationen, um optimale Kriech- und Brucheigenschaften des Werkstoffes bei erhöhten Temperaturen zu gewährleisten, sind in *Tabelle 11* (Kapitel 3.3.4.) aufgelistet.

Die in Kapitel 5.2.1./6.2.1. besprochene thermodynamische Gleichgewichtsberechnung sollte durch die berechneten Temperaturbereiche für die einzelnen erwünschten und unerwünschten Phasen grundlegende Anhaltspunkte für die optimale Wärmebehandlung geben.

Für eine Erzielung optimaler Kriecheigenschaften und Zeitstandfestigkeit bei hohen Temperaturen erscheint eine Kombination von *Lösungsglühen*, *Intermediate Ageing* (≤ 30 min) und *Final Ageing* bei den niedrigeren Temperaturen empfehlenswert, um ein gutes Verhältnis zwischen Raumtemperatur – Duktilität und –Festigkeit zu erhalten. Wie schon erwähnt hängt die Duktilität stark von den Korngrößen, der γ' – Charakteristik und dem Abstand zwischen den Teilchen (γ' wie auch Korngrenzenausscheidungen) ab. Studien zu verwandten Themen zeigten auch eine Verbesserung der Zugeigenschaften und Bruch - Eigenschaften bei einer Abkühlung von der Lösungsglüh-temperatur mit Wasser im Vergleich zur einer langsameren Abkühlung an Luft.^[79] Dies steht im Einklang mit den Beobachtungen aus den durchgeführten Experimenten, bei denen bei luftabgekühlten Proben ein Anstieg an dicken semi-kontinuierlichen bis kontinuierlichen Filmen festgestellt werden konnte. Durch höhere Temperaturen beim *Intermediate Ageing* konnte im Allgemeinen eine Vergrößerung der Ausscheidungen und eine Vergrößerung des Abstandes zwischen den Teilchen beobachtet werden, woraus ein

duktileres Verhalten folgen sollte, während es zu einer Abnahme der Festigkeit kommen würde. Für optimale Eigenschaften des Werkstoffes sollte also ein Kompromiss zwischen Duktilität und Festigkeit getroffen werden. Die groben Korngrößen, die durch das Lösungsglühen erzeugt wurden, sowie die beobachteten dicht aneinander gereihten Korngrenzenkarbide, die ein vorwiegend intergranulares Bruchbild zu erwarten lassen, werden die Duktilität herabsetzen. Die geringere γ' – Größe und der geringere Abstand zwischen den härtenden Teilchen sollten zu einer höheren Festigkeit des Werkstoffes führen. Durch die niedrigeren *Ageing* – Temperaturen könnten dünnere Filme an den Korngrenzen erzeugt werden, was sich positiv auf das Bruchbild auswirken sollte. Hohe *Intermediate Ageing* – Temperaturen in Verbindung mit dem Typ I *Final Ageing* führten zu den größten γ' – Teilchen.

Durch zu lange *Final Ageing* Zeiten in Verbindung mit höheren Temperaturen beim *Intermediate Ageing* kam es zu einer Vergrößerung der γ' – Teilchen. Da längere *Intermediate Ageing* – Zeiten und eine Luftabkühlung nach dem Lösungsglühen meist zu breiteren durchgehenden Filmen an den Korngrenzen führten, wären ein *water quenching* nach dem Lösungsglühen und kürzere *intermediate Ageing* – Zeiten empfehlenswert. Höhere Umformgrade schienen die Diffusivität der Karbidbildenden Elemente zu den Korngrenzen zu erhöhen und zeigten im Allgemeinen eine höhere Tendenz zu größeren Teilchen an den Korngrenzen und durchgehenderen, breiteren Filmen, daher wäre bei einer Wärmebehandlung mit Lösungsglühen ein niedrigerer Umformgrad empfehlenswert. *Direct Ageing* erfordert höhere Umformgrade, um ein ausreichendes Rekristallisationpotential bei niedrigeren Temperaturen zu gewährleisten, was zu einer optimaleren, homogeneren Korngrößenverteilung führen sollte. Während ein *water quenching* nach dem Schmieden bei *Direct Ageing* zu einer Maximierung der Effektivität führen kann, sollte bei Proben, die den gesamten Wärmebehandlungszyklus inklusive Lösungsglühen durchlaufen nach dem Schmieden mit Luft abgekühlt werden, um das Rissbildungs-Risiko während der Verarbeitung zu minimieren.

7. Zusammenfassung

Im Allgemeinen verursachten höhere Wärmebehandlungstemperaturen und –Zeiten, sowie höhere Umformgrade dickere semi- kontinuierliche bis kontinuierliche Filme an den Korngrenzen. Längere *Final Ageing* – Zeiten führten zu einer Vergrößerung der γ' – Ausscheidungen, Abkühlraten nach dem Lösungsglühen hatten einen signifikanten Einfluss auf die Ausscheidungskinetik. Alle Proben wiesen nach dem Lösungsglühen ein rekristallisiertes Gefüge auf. Langsamere Kühlraten hatten eine feinere γ' – Verteilung zur und durchgehendere Filme an den Korngrenzen zur Folge. Lösungsglühen zeigte sich als hauptverantwortlich für das Kornwachstum. Es konnte ein Wachstumssprung von bis zu 360% bezogen auf den Mittelwert dokumentiert werden. Die Messungsergebnisse ließen darauf schließen, dass es eine Temperaturgrenze für das Kornwachstum zwischen 1010°C und 1107°C geben muss. Wärmebehandlungen unter der γ' – Solvus – Temperatur (*Direct Ageing*) resultierten in keinem bis geringem Kornwachstum (ähnliches Verhalten bezüglich des Einflusses der Umformgrade auf den Korndurchmesser wie die *as forged* - Proben) und keiner, bis geringer Rekristallisation der Körner bei niedrigen Umformgraden. *Intermediate Ageing* verursachte die Ausbildung eines Duplexgefüges im Material und eine ausgiebige Ausscheidung Mo- und Cr – reicher sekundärer Karbide an den Korngrenzen. Durch *Direct Ageing* konnten sehr feine, im Vergleich zum Gefüge nach dem Schmieden weitestgehend unveränderte Korngrößen erzeugt werden. Höhere Temperaturen hatten gröbere γ' – Ausscheidungen zur Folge. Längere Haltezeiten (≥ 30 min) verursachten die Entwicklung dicker semi- kontinuierlicher bis kontinuierlicher Filme an den Korngrenzen. *Final Ageing* zeigte sich als hauptverantwortlich für das γ' – Wachstum. Typ I *Final Ageing* (788°C/8h) resultierte in einem größeren Wachstum der härtenden Ausscheidungen. Proben, die kein *Intermediate Ageing* erfuhren zeigten einen eher geringen Anteil an Korngrenzenkarbiden. Proben die keinem *Final Ageing* unterzogen wurden, zeigten nur sehr geringes γ' – Wachstum. *Direct Ageing* resultierte in geringen Mengen an Korngrenzenkarbiden, die sich diskontinuierlich verteilten. Die Ergebnisse der metallographischen Untersuchungen sind in *Tabelle 26* (Kapitel 5.1.2.) zu finden.

Lösungsglühen und *Intermediate Ageing* sollten den größten Einfluss auf die Bruchdehnung haben, da die γ' – Größe und –Verteilung wesentlich durch Variationen bei diesen beiden Wärmebehandlungsschritten bestimmt wird.

Variationen in der Bruchdehnung bei gleicher Wärmebehandlung resultierten aus einer zeitigen Anordnung grober Karbide und womöglich spielte auch das beobachtete ausgeprägtere Duplexgefüge eine Rolle für die Reduzierung der Bruchdehnung. Intergranulare Brucharten konnten mit geringer Bruchdehnung in Verbindung gebracht werden. Für hohe Bruchdehnungen innerhalb der erforderten Spezifikationen wird ein Mischbruch mit einem höheren Anteil an intergranularen Brüchen als transgranularen Bruchstrukturen erwartet. Die Ergebnisse der Untersuchungen der ausgewählten Zugproben sind in *Tabelle 29* (Kapitel 5.1.3.) zu finden.

Durch die Ergebnisse der Untersuchungen und die durchgeführte Literaturrecherche konnten folgende Mikrostrukturen, die sich besonders schädlich oder günstig auf die Bruchdehnung auswirken sollten, identifiziert werden:

Identifizierte Features für hohe Bruchdehnung:

- Grobe γ' mit großen Teilchenabständen
- Diskontinuierliche Korngrenzenkarbide
- Feinere, weit voneinander entfernte Karbide in der Matrix
- Feinkörniges Gefüge
- Niedrige Umformgrade
- Transgranulare Brüche

Identifizierte Features für niedrige Bruchdehnung:

- Zeilige, grobe Karbide in der Matrix
- Breite, durchgehende Karbidfilme an den Korngrenzen
- Feine, homogene γ' – Verteilung oder ausgeprägte bimodale Verteilungen
- Grobe Körner
- Grobe, plättchenartige Teilchen an den Korngrenzen
- Duplexgefüge überwiegendem Anteil an großen Körnern
- Hohe Umformgrade
- Intergranulare Brüche

Simulationen mittels *MatCalc* lieferten plausible Ergebnisse und stimmten soweit eine Beurteilung möglich war mit den experimentellen Ergebnissen überein. Vorrangige Fitparameter stellten die Oberflächenenergie und die Keimbildungsplätze dar.

Ausgewählte Proben aus der Versuchsreihe, die eine sehr hohe Bruchdehnung aufweisen sollten: nur SA, IA 1010°C, kein IA.

Proben die sehr niedrige Bruchdehnungen zeigen sollten: SA 30min $\epsilon=1$. C29-6

Da es sich bei dem untersuchten Werkstoff um eine relativ neue Superlegierung handelt, gibt es noch viele Möglichkeiten für weiterführende noch nicht vorgenommene Forschungen. Folgende Vorschläge erscheinen in Zusammenhang mit den in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen besonders interessant zu sein:

- Weitere Untersuchungen (Strukturanalysen, Entstehung,...) in Bezug auf die in dieser Arbeit nicht eindeutig identifizierte „weiße, Mo-reiche“-Phase
- Weitere Untersuchungen hinsichtlich der Effektivität von Direct Ageing bei diesem Werkstoff (Einflüsse von Schiedeparametern (Temperaturen, Abkühlraten, Umformraten,...))
- Weitere thermomechanische Untersuchungen bezüglich der Elimination kleinen rekristallisierten Körner nach dem *intermediate Ageing*
- Genauere experimentelle Untersuchungen bezüglich der tatsächlichen Ausscheidungsgrößen und -verteilungen um präzisere Aussagen über die Reproduzierbarkeit von *MatCalc* machen zu können

8. Literaturverzeichnis

- [1] Online im WWW: www.tu-braunschweig.de/ifw/forschung/htwerkstoffe/niwerkstoffe, am 4.2.2014.
- [2] Online im WWW: <http://www.thyssenkrupp-vdm.com/produkte/nickellegierungen/superlegierungen/beschreibung/>, am 4.2.2014.
- [3] Online im WWW: <http://www.haynesintl.com/htalloys.htm>, am 4.2.2014.
- [4] **M. Stockinger:** *Diplomarbeit – Problemstellung/Beschreibung der Arbeitsschritte; 2013.*
- [5] **W. Horath, W. Zechner, J. Tockner, M. Berchthaler, G. Weber and E.A. Werner:** *The effectiveness of direct Ageing on inconel 718 forgings produced at high strain rates as obtained on screw press; TMS 2001; pp. 223-228.*
- [6] **N.Hort:** *Einführung in die Werkstoffkunde, Eigenschaften, Be – und Verarbeitung*, Magnesium Innovationscenter/GKSS Forschungszentrum Gesellschaft GmbH.
- [7] **R. Bürgel:** *Handbuch Hochtemperatur-Werkstoffe, 4. Auflage.* Braunschweig/Wiesbaden : Vieweg Teubner Verlag, 2011.
- [8] **C. T. Sims, N. S. Stoloff and W. C. Hagel:** *Superalloys II. John Wiley & Sons, New York (1987).*
- [9] **R. Reed:** *The Superalloys, Fundamentals and Applications.* 2006.
- [10] **W. Weißbach:** *Werkstoffkunde*, 16. Auflage, Vieweg, Wiesbaden (2007).
- [11] **E. Hornbogen, B. Skrotzki:** *Mikro- und Nanoskopie der Werkstoffe*, 3. Auflage, Springer, Berlin (2009).
- [12] **C. H. White:** *Nickel Base Alloys*; in *The Development of Gas Turbine Materials*; Edited by G. W. Meetham; 1981; pp. 89-119.
- [13] **R. Yamamoto, Y. Kadoya, H. Kawai, R. Magoshi, T. Noda, S. Hamano, S. Ueta, S. Isobe:** *New Wrought Ni-based Superalloys with Low Thermal Expansion for 700°C Steam Turbines*; Proceeding of the 7th Liège Conference; Materials for Advanced Power Engineering; 2002; pp. 1351-1360.
- [14] **W. Boesch:** *Superalloys*; in *Superalloys, Supercomposites and Superceramics*; Edited by J. K. Tien, T. Caulfield; 1989; pp. 1-6.
- [15] **Y. Koizumi, T. Kobayashi, T. Yokokawa, T. Kimura, M. Osawa, H. Harada:** *Third Generation Single Crystal Superalloys with Excellent Processability and Phase Stability*; Proceeding of the 6th Liège Conference; Materials for Advanced Power Engineering; 1998, pp. 1089-1098.
- [16] **F. Schubert:** *Werkstoffe, Korrosion und Festigkeitsnachweise für hochbelastete Komponenten in Energieanlagen*; Vorlesungen RWTH- Aachen; 2003.
- [17] **J. Rösler, M. Götting, D. Del Genovese, B. Böttger, R. Kopp, M. Wolske, F. Schubert, H. J. Penkalla, T. Seliga, A. Thoma, A. Scholz, C. Berger:** *Wrought Ni-Base Superalloys for Steam Turbine Applications beyond 700°C*; *Advanced engineering materials* vol. 7; 2003, pp. 469-483.
- [18] **H. Fecht, D. Furrer:** *Processing of Nickel-Base Superalloys for Turbine Engine Disc Applications*; *Advanced engineering materials* vol. 12; 2000, pp. 777-787.

- [19] **F. Tancret; H. K. D. H. Bhadeshia:** *Design of a Creep Resistant Nickel Base Superalloy for Power Plant Applications: Part 2-Phase Diagram and Segregation Simulation*, Material Science and Technology vol.19; 2003; 291-295.
- [20] **P. Auburtin, S. L. Cockcroft, A. Mitchell, T. Wang:** *Freckle Formation in Superalloys*; in Superalloys 2000, Edited by T. M. Pollock, R. D, Kissinger, R. R. Browman; 2000; pp. 255-261.
- [21] **C. Capdevila, U. Miller, H. Jelenak, H. K. D. H. Bhadeshia:** *Strain Heterogeneity and the Production of Coarse Grains in Mechanically Alloyed Iron-Based PM2000 alloy*; Materials science & engineering; 2001; pp. 161-165.
- [22] **J. R. Davis:** *Metallurgy, Processing and Properties of Superalloys*; Heat-Resistant Materials, ASM Speciality Handbook; 1997; pp. 221-254.
- [23] Online im WWW: www.saar-hartmetal.de; am 4.2.2014.
- [24] **G. Fleury, F. Schubert:** *Anisotrope Stoffgesetze für das viskoplastische Verformungsverhalten der einkristallinen Superlegierung CMSX-4*; Institut für Werkstoffe und Verfahren der Energietechnik; Forschungszentrum Jülich GmbH; 1997.
- [25] **J. J. Klabbers-Heimann:** *Anwendungsgrenzen von modernen Nickelbasis- Superlegierungen in effusionsgekühlten Bauteilen zukünftiger Gasturbinen*; Institut für Werkstoffe und Verfahren der Energietechnik; Forschungszentrum Jülich GmbH; 2002.
- [26] **F. Schubert:** *Möglichkeiten zur Vorhersage unerwünschter Phasen in Technischen hochwarmfesten Nickellegierungen durch die Mittlere Elektronenleerstellenzahl*; Archiv für Eisenhüttenwesen 42; 1971; pp. 501-507.
- [27] **O. Matsumoto, T. Honjo, Y. Yasumoto, T. Morijama, T. Tsuchiyama:** *Grain Boundary Precipitates and Mechanical Properties of Alloy 706*; Superalloys 718, 625, 706 and various Derivatives, Edited by E. A. Loria; 1994; pp. 389-399.
- [28] Online im WWW: <http://hss.ulb.uni-bonn.de/2007/1274/1274-2.pdf>; am 22.2.2014
- [29] **I. M. Lifshitz, V. V. Slyozov:** *The Kinetics of Precipitation from Supersaturated Solid Solutions*; J. Phys. Chem. Solids vol. 19; 1961; pp. 35-50.
- [30] **C. Wagner:** *Theorie der Alterung von Niederschlägen durch Umlösen*, Z. Elektrochemie 65; 1961; pp. 581-591.
- [31] **B. von Großmann:** *Mikrostrukturelle Bestimmung der lokalen Belastung in einkristallinen Turbinenschaufeln aus Nickelbasis-Superlegierungen*; Dissertation an der Universität Erlangen-Nürnberg; Technische Fakultät; 1998.
- [32] **P. Majerus:** *Korrelation von Wärmetönungsmessungen mittels DTA und Gefügeuntersuchungen an Ni-Basislegierungen*; Diplomarbeit an der RWTH Aachen; Fakultät für Maschinenbau; 1999.
- [33] **Y. L. Chiu, A. H. W. Ngan:** *Effects of Boron on the Toughness of γ - γ' Nickel Aluminium Superalloys*; Scripta materialia vol. 40; 1998; pp. 27-32.
- [34] **C. Barbosa, J.L. Nascimento, I.M.V. Caminha, I.C. Abud:** *Microstructural aspects of the failure of nickel base superalloys components*; Engineering Failure Analysis 12 (2005); pp. 341-361.
- [35] **R. F. Decker:** *Strengthening mechanisms in nickel-base Superalloys*; Steel Strengthening Mechanisms Symposium, Climax Molybdenum Company (1969), 1 – 24.

- [36] **T. Yokokawa, M. Osawa, K. Nishida, T. Kobayashi, Y. Koizumi, H. Harada:** *Partitioning Behavior of Platinum Group Metals on the γ and γ' Phases of Ni-Base Superalloys at High Temperatures*; Scripta materialia; 2003; pp. 1041-1046.
- [37] **S. Ochiai, Y. Oya, T. Suzuki:** *Alloying Behaviour of Ni3Al, Ni3Ga, Ni3Si and Ni3Ge*; Acta metall. vol.32; 1984; pp. 289-297.
- [38] **F. J. Bremer:** *Intermetallische Phasen als Strukturwerkstoffe für hohe Temperaturen*; Beiträge zu einem Seminar der Projektträgerschaft Material- und Rohstoffforschung (PLR) am 30. und 31. Oktober 1990 in Hagen; Konferenzen des Forschungszentrum Jülich Band 6; 1991.
- [39] **A. J. Ardell and R. B. Nicholson:** *On the modulated structure of aged Ni-Al alloys*. Acta metall. **14** (1966), 1295 – 1309.
- [40] **T. Zengwu, L. Jinshan, H. Rui, L. Yi, B. Guanghai:** *Effects of Solution Heat Treatment on Carbide of Ni-Cr-W Superalloy*; Rare Metal Materials and Engineering; Volume 39 Issue 7; July 2010; pp. 1157-1161.
- [41] **F. S. Yin, X. F. Sun, J. G. Li, H. R. Guan, Z. Q. Hu:** *Preparation of a (Ti,Nb,W)C Particulate Reinforced Nickel-Base Superalloy via Super-High Temperature Treatment of Melt*; Materials letters; 2003; pp. 3377-3380.
- [42] **J. R. Davis:** *Metallurgy, Processing, and Properties of Superalloys*; Heat-Resistant Materials; ASM Speciality Handbook, 1997, pp. 219-221.
- [43] **H. Matysiak, M. Zagorska, J. Andersson, A. Balkowiec, R. Cygan, M. Rasinski, M. Pisarek, M. Andrzejczuk, K. Kubiak, K.J. Kurzydowski:** *Microstructure of Haynes 282 Superalloy after Vakuum Induction Melting and Investment Casting of Thin-Walled Components*; Materials 2013; 6; pp. 5016-5037.
- [44] **E. A. Fell and B. Met:** *The effect of thermal treatment on the constitution of 80-20 nickel-chromium alloys hardened with titanium an aluminium*. Metallurgia (1961), 157 – 166.
- [45] **W. Koch:** *Metallkundliche Analyse*.Verlag Stahleisen, Düsseldorf und Verlag Chemie, Weinheim (1965).
- [46] **L. R. Liu, T. Jin, N. R. Zhao, X. F. Sun, H. R. Guan, Z. Q. Hu:** *Formation of Carbides and Their Effects on Stress Rupture of a Ni-Base Single Crystal Superalloy*; Materials science & engineering; 2003; pp. 191-197.
- [47] **D. Blavette, P. Duval, L. Letellier, M. Guttmann:** *Atomic-Scale APFIM and TEM Investigation of Grain Boundary Microchemistry in Astroloy Nickel Base Superalloys*; Acta mater. vol. 44; 1996; pp. 4995-5005.
- [48] **R. Maldonado and E. Nembach:** *The formation of precipitate free zones and the growth of grain boundary carbides in the nickel-base superalloy Nimonic PE 16*. Acta mater. **45** (1997), 213 – 224.
- [49] **N. El-Bagoury, Q. Mohsen:** *Gamma prime an TCP phases and mechanical properties of thermally exposed nickel-base superalloy*; Phase Transitions, Vol. 84; Nos. 11-12; November-Dezember 2011; pp. 1108-1122.
- [50] **T. Seliga:** *Untersuchung der Strukturstabilität von Ni-(Fe)-Basislegierungen für Rotorwellen in Dampfturbinen mit Arbeitstemperaturen über 700 °C*. 2005.
- [51] **M. Simonetti, P. Caron:** *Role and behavior of μ phase during deformation of a nickel-based single crystal superalloy*; Material Science Engineering A 254; 1998; pp. 1-12.

- [52] **N. Sauders, M. Fahrmann, J. Small:** *The Application of Calphad Calculations to Ni-Based Superalloys*; in *Superalloys 2000*; Edited by T. M. Pollock, R. D. Kissinger; The Minerals, Metals & Materials Society; 2000; pp. 803-813.
- [53] **J. X. Yang, Q. Zheng, X.F. Sun, H.R. Guan, Z.Q. Hu:** *Formation of μ - phase during thermal exposure and its effect on the properties of K465 superalloy*; *Scr. Mater.* 55; 2006; pp. 331-334.
- [54] Online im WWW:
<http://www.netl.doe.gov/publications/proceedings/10/fem/presentations/Session3/2010%20AUSC%20Task%20-%20FE%20annual.pdf>; am 14.2.2014
- [55] **C.J. Van Tyne, J. Walters:** *Forging Materials: Superalloys*; December 2012.
- [56] Online im WWW: http://www.ifw-dresden.de/userfiles/groups/imw_folder/lectures/Physikalische_Werkstoffeigenschaften/c14-auswirk.pdf; am 21.2.2014
- [57] **C.I. Garcia, D.E. Camus, E.A. Loria, A.J. DeArdo:** *Microstructural Refinement of As-Cast Alloy 718 via Thermomechanical Processing*; *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*; TMS 1991; pp. 925-941.
- [58] **Li Jiang, Rui Hu, Hangchao Kou, Jinshan Li, Guanghai Bai, Hengzhi Fu:** *The effect of $M_{23}C_6$ carbides on the formation of grain boundary serrations in a wrought Ni-based superalloy*; *Materials Science and Engineering A 536* (2012); pp. 37-44.
- [59] **F. Schubert:** *Temperature and Time Dependent Transformation: Application to Heat Treatment of High Temperature Alloys*; *Phase Stability in High Temperature Alloys*; 1980; pp. 119-149.
- [60] **F. Duschel:** *Thermomechanische Analyse der Nickelbasis-Superlegierung Haynes 282*; TU Wien; 2013.
- [61] **D. U. Furrer, R. Shankar, C. White:** *Optimising the Heat Treatment of the Ni-Based Superalloy Turbine Discs*; *Applied Technology-High-Temperature Alloys*; 2003; pp. 32-46.
- [62] **W. Hermann, J. Lacaze, D. Oquab:** *Effect of the Different Heat Treatment on Microstructure and Segregation of a Nickel Based Alloy*; *Advanced engineering materials*; 2003; pp. 32-37.
- [63] **J. Rösler, M. Götting, D. Del Genovese, B. Böttger, R. Kopp, M. Wolske, F. Schubert, H. J. Penkalla, T. Seliga, A. Thoma, A. Scholz, C. Berger:** *Wrought Ni-Base Superalloys for Steam Turbine Applications beyond 700°C*; *Advanced engineering materials vol. 7*; 2003, pp. 469-483.
- [64] **J. Wosik, H. J. Penkalla, K. Szot, B. Duebiel, F. Schubert, A. Czyrska- Filemonowicz:** *The Influence of Various Microscopic Techniques on the Quantification of Stereological Structure Parameters in Waspaloy Alloy*; *Prakt. Metallogr.* vol. 39; 2002; pp. 140-154.
- [65] **R. Spolenak:** *Präsentation Superlegierungen*; ETH Zürich; 2009.
- [66] **R. Schwant, C. Shen, M. Soare:** *New Materials Enable Improvement in Turbine Performance*; *Advanced Materials & Processes*; January 2013.
- [67] **W. Cao, R. L. Kennedy:** *Application of direct Ageing to Allvac®718PLUS™ alloy for improved performance*, *Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives*; 2005; pp 213-221.

- [68] **A.I. Kahveci, A.K. Chakrabarti, K.P. Kinnear, G.W. Kuhlman, R.A. Beaumont:** *Effect of thermomechanical Processing on the Properties of Inconel 706 Alloy; Superalloys 718, 625 and Various Derivatives;* TMS 1997; pp. 219-228.
- [69] **C.J. Boehlert, S.C. Longanbach:** *A comparison of the microstructure and the creep behavior of cold rolled Haynes 230 alloyTM and Haynes 282 alloyTM;* Material Science and Engineering A 528; 2011; pp. 4888-4898.
- [70] **N. Bozzolo, N. Souai, R.E. Logé:** *Evolution of microstructure and twin density during mechanical processing in a γ - γ' nickel-based superalloy;* Acta Materialia, 60; 2012; pp. 5056-5066.
- [71] **L.Z. He, Q. Zheng, X.F. Sun, H.R. Guan, Z.Q. Hu, A.K. Tieu, C. Lu, H.T. Zhu:** *Effect of heat treatment on microstructures and tensile properties of Ni-base superalloy M963;* Materials Science and Engineering A 398; 2005; 128-136.
- [72] **S.D. Antolovich, D.L. Klarstrom, J.F. Radavich:** *The Ductility of Haynes 242TM Alloy as a Function of Temperature, Strain Rate and Environment;* Superalloys 2000; TMS; 2000; pp. 609-618.
- [73] **S.A. Sajjadi, S. Nategh, M. Isac, S.M. Zebarjad:** *Tensile deformation mechanisms at different temperatures in the Ni-base superalloy GTD-111;* J. Material Processing Technology 155-156; 2004; pp. 1900-1904.
- [74] **W.Z. Wang, H.U. Hong, I.S. Kim, B.G. Choi, H.W. Jeong, M.Y. Kim, C.Y. Jo:** *Influence of γ' and grain boundary carbide on tensile fracture behaviors of Nimonic 263;* Materials Science and Engineering A 523; 2009; pp. 242-245.
- [75] **R. Sharghi-Moshtaghin, S. Asgari:** *The influence of thermal exposure on the γ' precipitates characteristics and tensile behavior of superalloy IN-738LC;* Journal of Material Processing Technology 147; 2004; pp. 343-350.
- [76] **P.C. Xia, J.J. Yu, X.F. Sun, H.R. Guan, Z.Q. Hu:** *Influence of thermal exposure on γ' precipitation and tensile properties of DZ951 alloy;* Materials Characterization, 58; 2007; pp. 645-651.
- [77] **Kwang-Ki Baek, Chae-Seon Lim, Joong-Geun Youn:** *Effect of Postweld Heat Treatment on Ductility of Ni-Co-Cr Based Alloy Welds;* Superalloys 1996; The Minerals, Metals and Materials Society; 1996; pp. 753-761.
- [78] **H. Kitaguchi:** *Microstructure-Property Relationship in Advanced Ni-Based Superalloys;* 2012.
- [79] **R.B. Frank, R.K. Mahidhara:** *Effect of Heat Treatment on Mechanical Properties and Microstructure of Alloy 901;* The Metallurgical Society; 1988; pp. 23-32.
- [80] **C.P. Blankenship Jr., M.F. Henry, J.M. Hyzak, R.B. Rohling, E.L. Hall:** *Hot-Die Forging of P/M Ni-Base Superalloys;* Superalloys 1996; pp. 653-662.
- [81] **W.H. Couts:** *The Superalloys;* 1972; 451.
- [82] **J.P. Stroup, R.A. Heacock:** *Effect of grain size variations on the long-time stability of Alloy 718;* pp. 544-578.
- [83] **M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay, S. Banerjee:** *Carbide Precipitation in Nickel Base Superalloys 718 and 625 and their Effect on mechanical properties;* The Minerals, Metals and Materials Society; India; 1997; pp. 367-378.

- [84] **H.Y. Bor, C.N. Wie, R.R. Jeng, P.Y. Ko:** *Elucidating the effects of solution and double ageing treatment on the mechanical properties and toughness of MAR-M247 superalloy at high temperature*; Materials Chemistry and Physics 109; 2008; 334-341.
- [85] **M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay:** *Carbide Precipitation in Inconel 718*; High Temperature Materials and Process, 11; 1993; pp. 351-368.
- [86] **M. Stockinger:** *Eingangs-Inspektionsbericht*; chemische Zusammensetzung der Charge 8383; 2012.
- [87] **J. Andersson:** *Weldability of Precipitation Hardening Superalloys – Influence of Microstructure*; Ph.D. Dissertation; Chalmers University of Technology Göteborg; Göteborg; Sweden; 2011.
- [88] **L.M. Pike:** *Development of Fabricable Gamma-prime Strengthened Superalloy*; In Proceedings of the 11th International Symposium on Superalloys; Champion PA; USA; 14-18 September 2008; pp. 191-200.
- [89] **J. Andersson, G. Sjöberg, M. Chaturvedi:** *Hot Ductility Study of Haynes 282 Superalloy*; 7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives; 2010; pp. 539-554.
- [90] Online im WWW: <http://matcalc.tuwien.ac.at/>; am 30.4.2014.
- [91] **M. Stockinger:** *Datenblatt; WMT&R Report Nr. 3-56881; Charge 8393; 2013.*
- [92] **M. Stockinger:** *Datenblatt; WMT&R Report Nr. 3-56886; Charge 8393; 2013.*
- [93] **C. E. Lyman, D. E. Newbury, J. I. Goldstein, D. B. Williams, A. D. Romig, J. T. Armstrong, P. Echlin, C. E. Fiori, D. C. Joy, E. Lifshin, K. R. Peters:** *Scanning Electron Microscopy, X-Ray Microanalysis, and Analytical Electron Microscopy; A Laboratory Workbook*; Plenum Press; New York-USA; 1990.
- [94] **P. D. Jablonski, C.J. Cowen, J.A. Hawk:** *Effects of Al and Ti on Haynes 282 with fixed Gamma Prime content*; 7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives; TMS 2010; pp. 617-626.
- [95] **H. Shah Hosseini, M. Shamanian, A. Kermanpur:** *Characterization of microstructures and mechanical properties of Inconel 617/310 stainless steel dissimilar welds*; Materials Characterization 62; 2011; pp. 425-431.
- [96] **M.J. Donachie, S.J. Donachie:** *Superalloys A Technical Guide*; ASM International: Almere, The Netherlands; 2002.
- [97] **J.-R. Vaunois, J. Cormier, P. Villechaise, A. Devaux, B. Flageolet:** *Influence of γ' distribution and grain size on the tensile properties of UDIMET 720Li at Room Temperature*; 7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives; 2010; pp. 199-213.
- [98] **F. Cortial, J.-M. Corrieu, C. Vernot-Loier:** *Heat Treatment of Weld Alloy 625: Influence on the Microstructure, Mechanical Properties and Corrosion Resistance*; Superalloys 718, 625, 706, and Various Derivatives; The Minerals, Metals & Materials Society; 1994; pp. 859-870.
- [99] **D.H. Herring:** *Segregation and Bonding in Carbon and Alloy Steel*; 2013.
- [100] **F.G. Caballero, A.García-Junceda, C. Capdevila, C. García de Andrés:** *Evolution of Microstructural Banding during the Manufacturing Process of Dual Phase Steels*; Materials Transactions, Vol. 47 No. 9; 2006; pp. 2269-2276.
- [101] **J.R. Davis:** *Nickel, Cobalt and their Alloys*; ASM International: Almere; The Netherlands, 2000.

- [102] **H.R. Zhang, O.A. Ojo, M.C. Chaturvedi:** *Nano size Boride Particles in Heat-treated Nickel Base Superalloys*; Scr. Mater. 2008, 58; pp. 167-170.
- [103] **L.O. Osoba, R.G. Ding, O.A. Ojo:** *Improved resistance to laser weld heat-affected zone microfissuring in a newly developed superalloy HAYNES 282*; Metall. Mater. Trans. A 2012, 43; pp. 4281-4295.
- [104] **D.M. Collins, B.D. Conduit, H.J. Stone, M.C. Hardy, G.J. Conduit, R.J. Mitchell:** *Grain growth behavior during near- γ' solvus thermal exposures in a polycrystalline nickel-base superalloy*; Acta Materialia, 61; 2013; pp. 3378-3391.
- [105] **J. Safari, S. Nategh:** *On the heat treatment of Rene-80 nickel-base superalloy*; Journal of Materials Processing Technology 176; 2006; pp. 240-250.
- [106] **J.R. Groh:** *Effect of Cooling Rate from Solution Heat Treatment on Waspaloy Microstructure and Properties*; Superalloys 1996; The Minerals, Metals & Materials Society; 1996; pp. 621-626.
- [107] **G.W. Kuhlman, A.K. Chakrabarti, R.A. Beaumont, E.D. Seaton, J.F. Radavich:** *Microstructure – Mechanical Properties Relationships in Inconel 706 Superalloy*; Superalloys 718, 625, 706, and Various Derivatives; The Minerals, Metals & Materials Society; 1994; pp. 441-450.
- [108] **E.A. Wanner, D.A. DeAntonio, R.K. Mahidhara:** *Determination of Cooling Rate from Solution Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of a Precipitation Strengthened, Low Thermal Expansion Alloy*; Superalloys 1988; The Metallurgical Society; pp. 161-170.
- [109] **C. M. Hammond, G. S. Ansell:** *Gamma-Prime Precipitation in an Fe-Ni-Base Alloy*; Trans. ASM; 57; 1964; pp. 727-738.
- [110] **M. Wardell, J.F. Radavich, E.A. Loria:** *Heat treatment variables on microstructure and mechanical properties of cast PWA 1472*; Superalloys 718, 625, 706, and Various Derivatives; The Minerals, Metals & Materials Society; 1994; pp. 451-462.
- [111] **J.R. Davis:** *ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and their Alloys; Forging of Nickel Alloys*; ASM International 2000; pp. 198-202.
- [112] **D. Kim, I. Sah, C. Jang:** *Effects of Ageing in high temperature helium environments on room temperature tensile properties of nickel-base superalloys*; Material Science and Engineering A 528; 2011; pp. 1713-1720.
- [113] **S. Zhao, X. Xie, G.D. Smith, S.J. Patel:** *Microstructural stability and mechanical properties of a new nickel-based superalloy*; Materials Science and Engineering A 355; 2003; pp. 96-105.
- [114] **K. Shiozawa, J.R. Weertman:** *Studies of Nucleation Mechanisms and the Role of Residual Stresses in the Grainboundary Cavitation of a Superalloy*; Acta Metall., 31; 1983; pp. 993-1004.
- [115] **S.H. Reichman, B.W. Castledine, J.W. Smythe:** *Superalloy P/M Components for Elevated Temperature Applications*; 1970.
- [116] **J.S. Hou, J.T. Guo:** *Influence of Thermal Exposure on the Microstructures and Mechanical Properties of a Superalloy*; Journal of Materials Engineering and Performance; 2006; pp. 67-75.
- [117] **C. M. F. Rae, M. S. A. Karunaratne, C. J. Small, R. W. Broomfield, J. N. Jones:** *Topologically Close Packed Phases in an Experimental Rhenium-Containing Single Crystal Superalloys*; in Superalloys 2000; Edited by T. M. Pollock, R. D. Kissinger; The Minerals, Metals & Materials Society; 2000; pp. 767-776.

- [118] **H. Kazdal Zeytin, A. Arslan Kaya, A. Tekin:** *Microstructural evolution in a Ni-Cr-Co based superalloy during cooling from the melt*; *Materials Characterization*, 57; 2006; pp. 86-93.
- [119] **J. Li, H.M. Wang, H.B. Tang:** *Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of laser melting deposited Ni-base superalloy René 41*; *Materials Science and Engineering A* 550; 2012; pp. 97-102.
- [120] **D. Kim, I. Sah, C. Jang:** *Effects of high temperature Ageing in an impure helium environment on low temperature embrittlement of Alloy 617 and Haynes 230*; *Journal of Nuclear Materials* 405; 2010; pp. 9-16.
- [121] **E.G. Nisbett:** *Steel Forgings: Design, Production, Selection, Testing and Application*; ASTM International; 2005.

9. Appendix

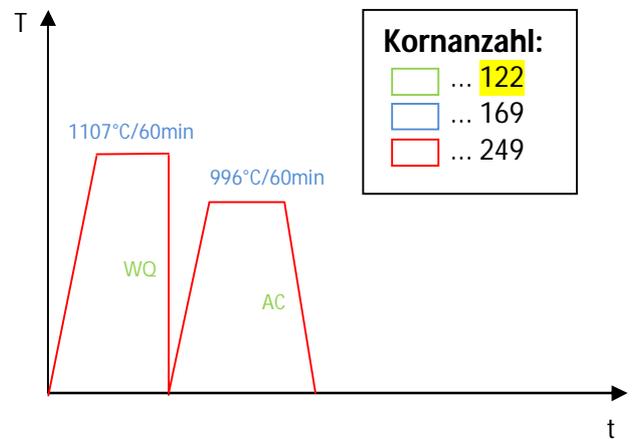
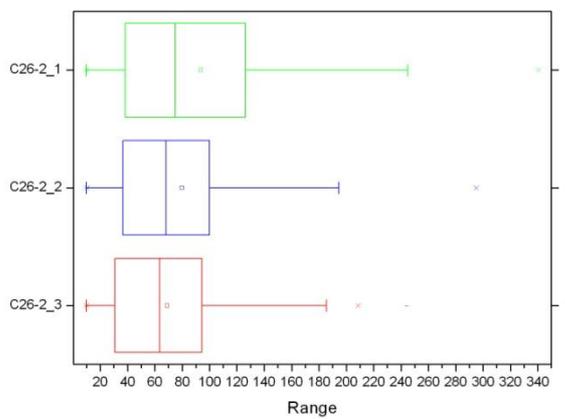
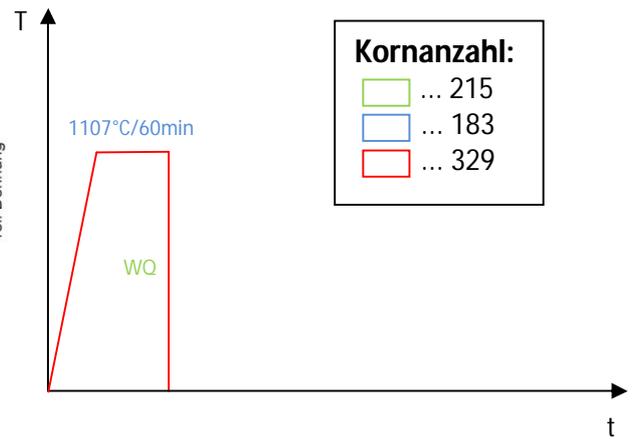
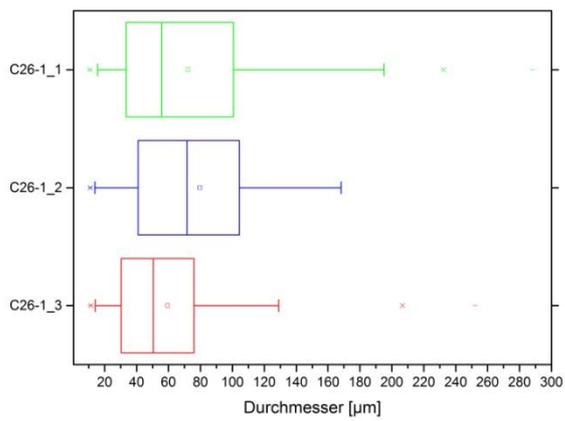
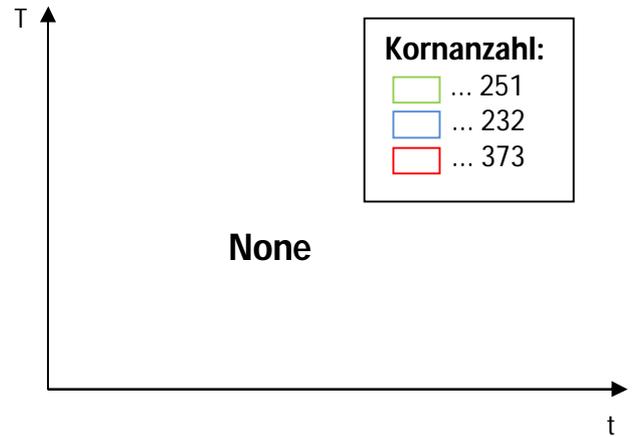
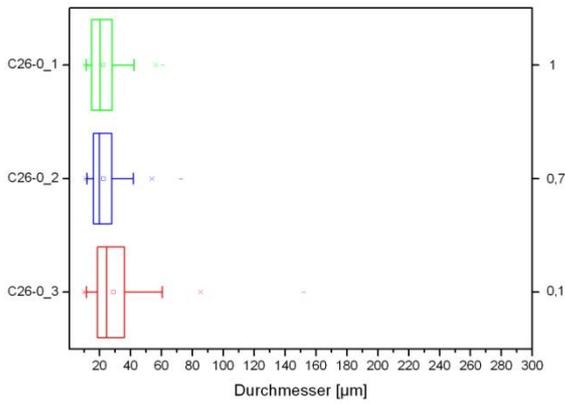
9.1. Lichtmikroskopische Aufnahmen aller untersuchten Proben

Seperater Anhang!

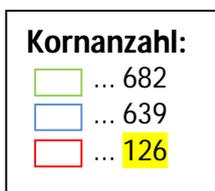
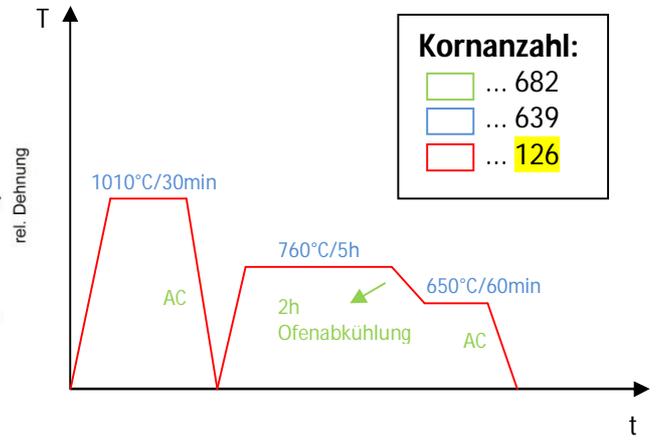
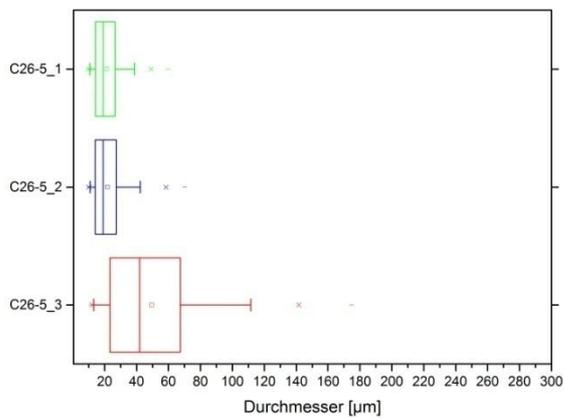
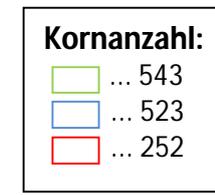
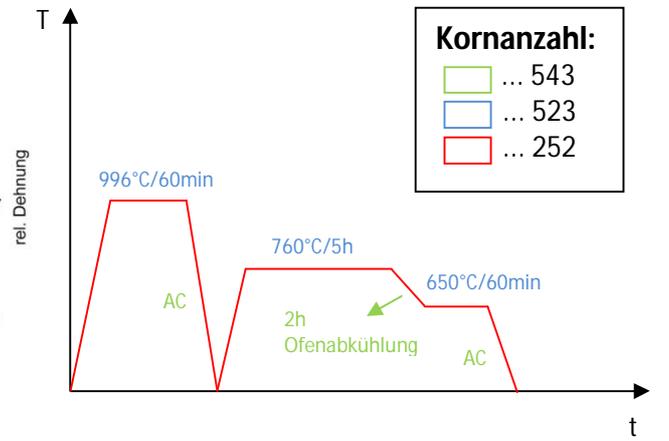
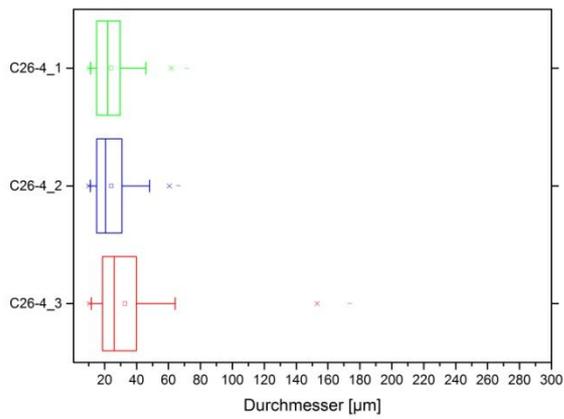
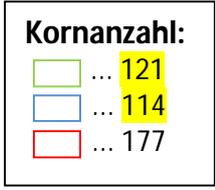
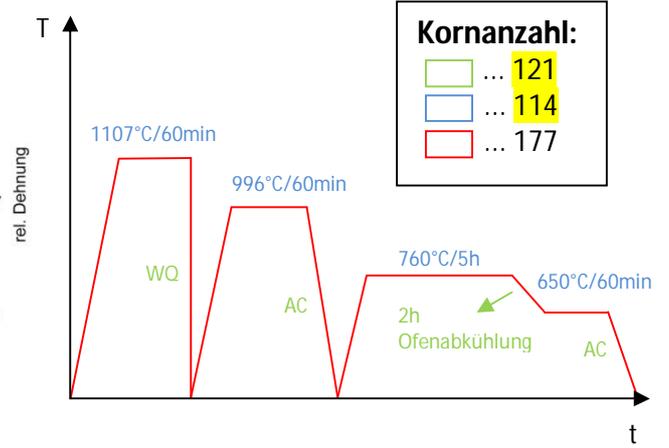
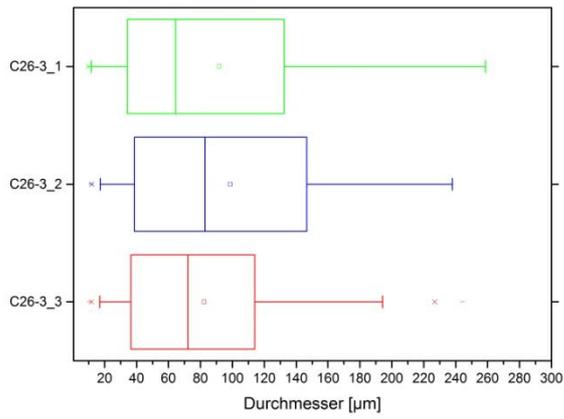
9.2. Auswertung der Korngrößenanalysen aller untersuchten Proben

Ciabatta-Hälfte **C26cd**:

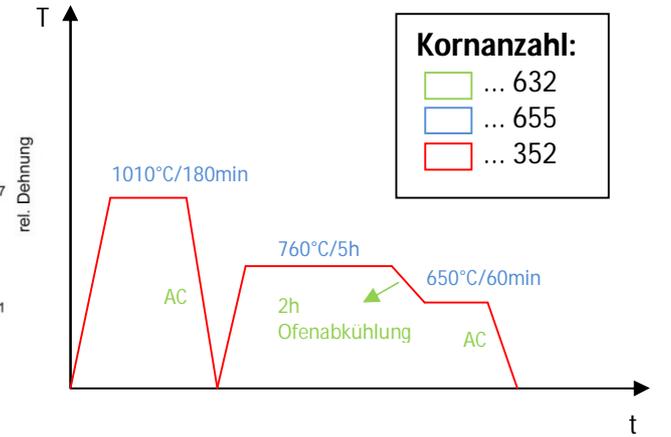
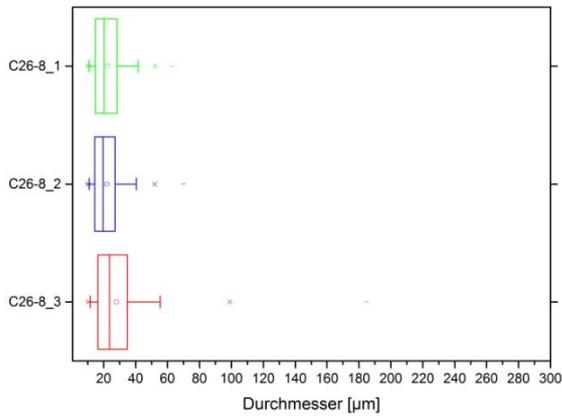
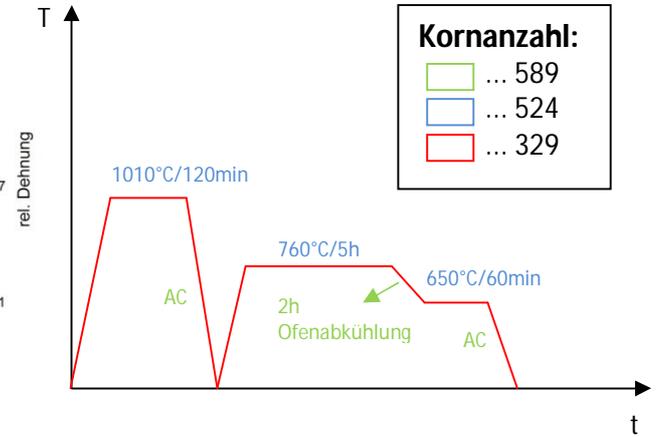
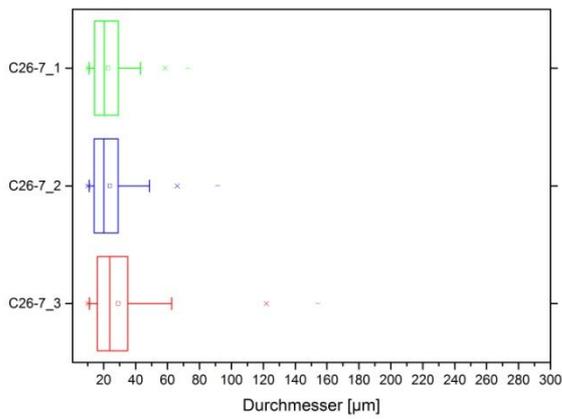
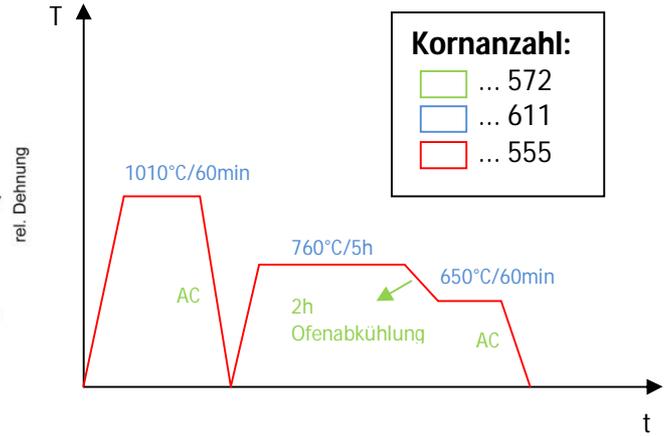
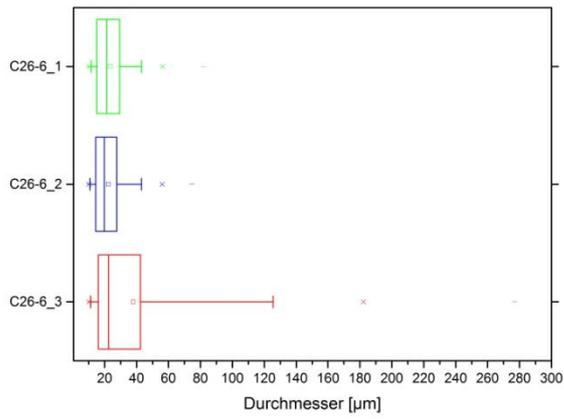
(nach dem Schmieden mit Wasser abgekühlt)



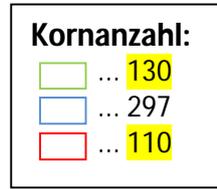
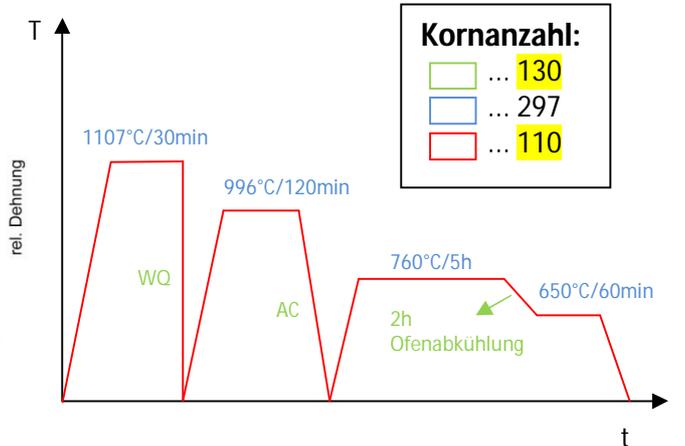
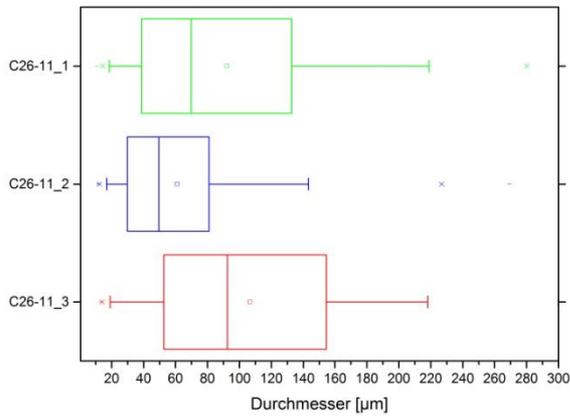
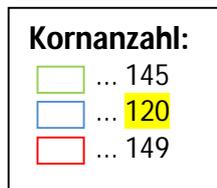
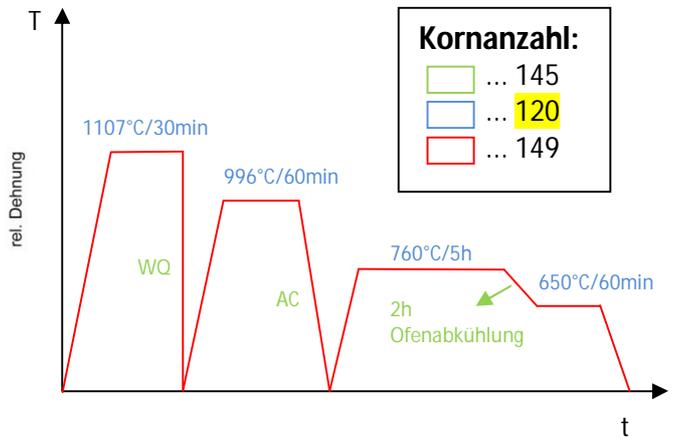
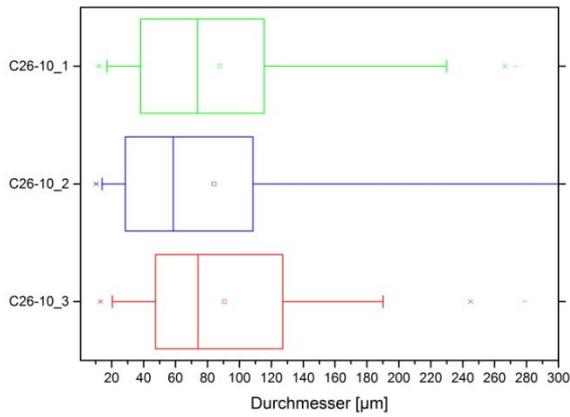
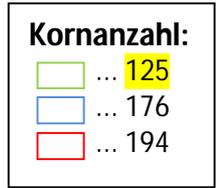
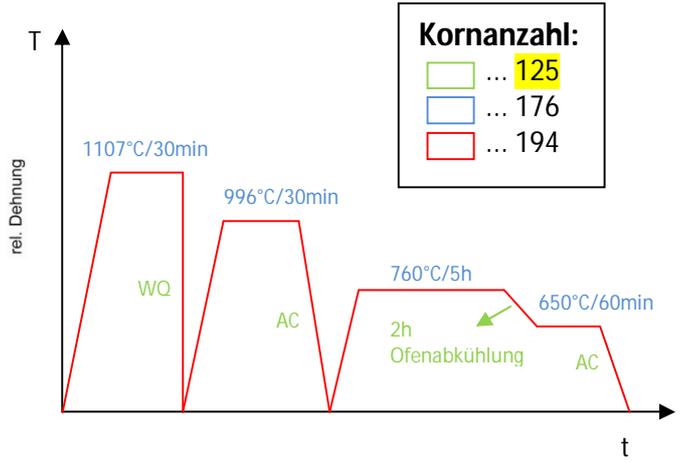
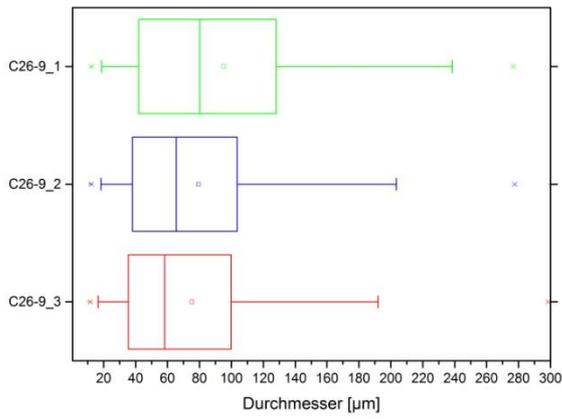
Literaturverzeichnis



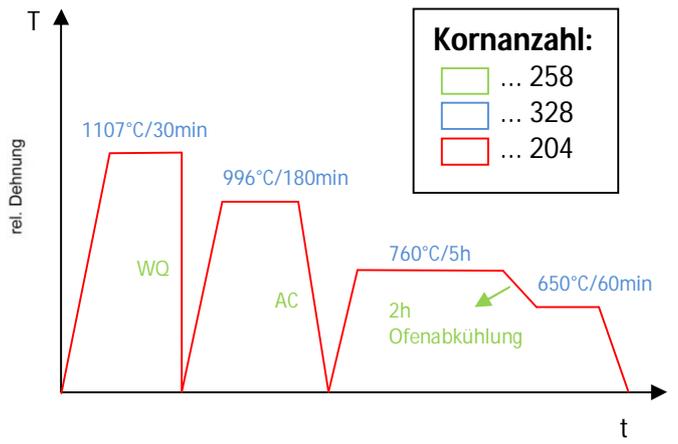
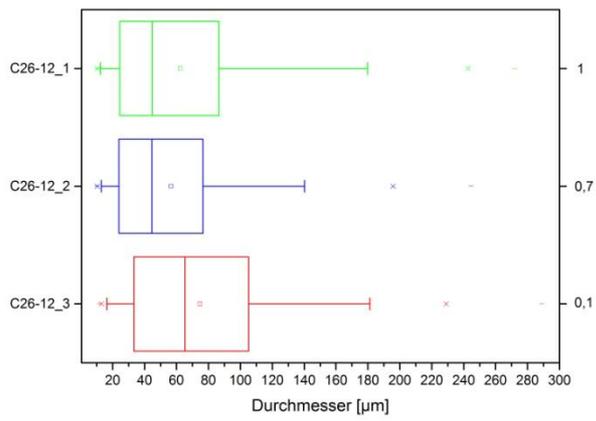
Literaturverzeichnis



Literaturverzeichnis

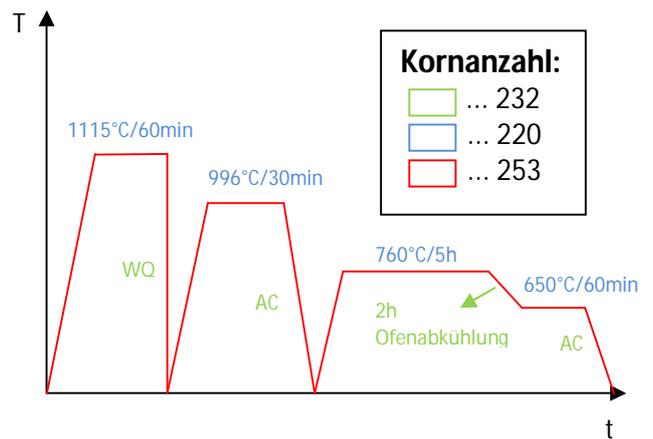
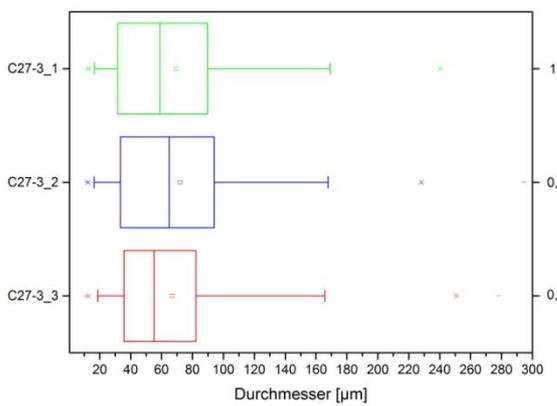
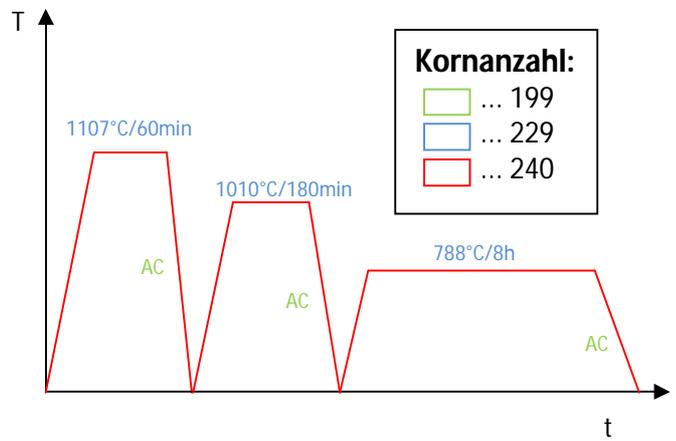
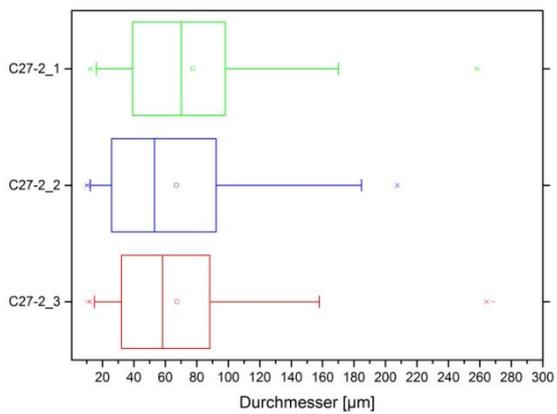
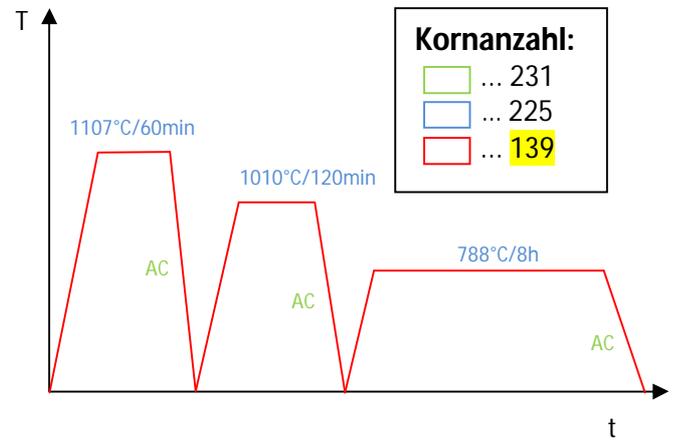
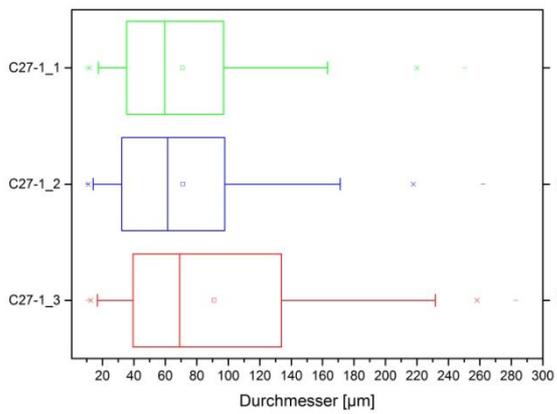


Literaturverzeichnis

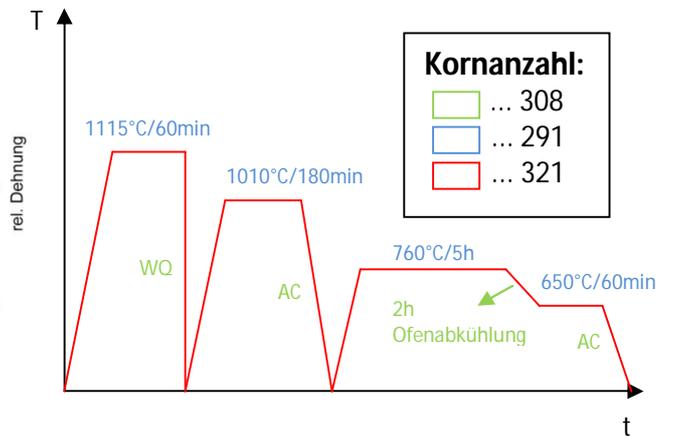
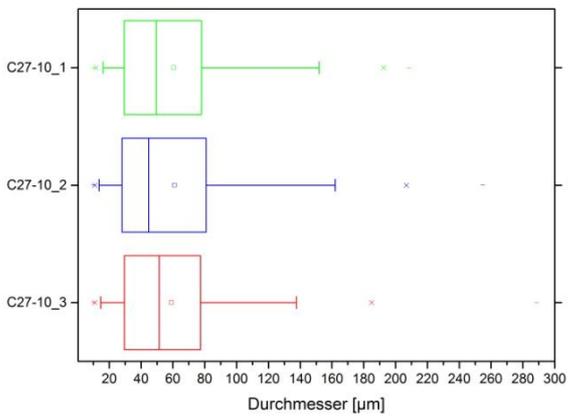
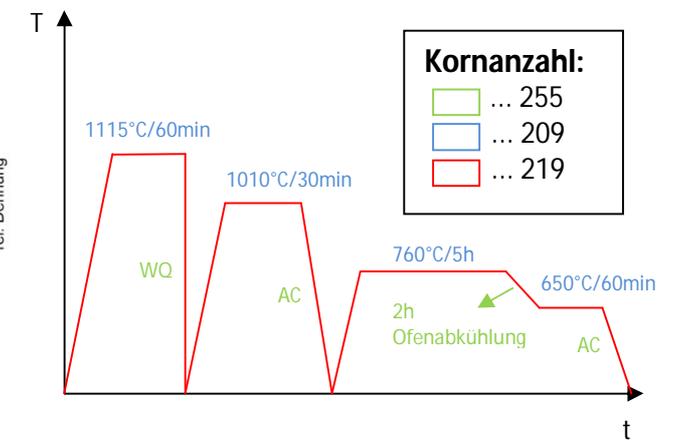
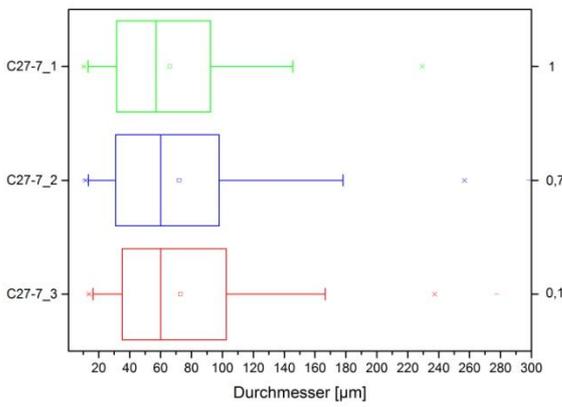
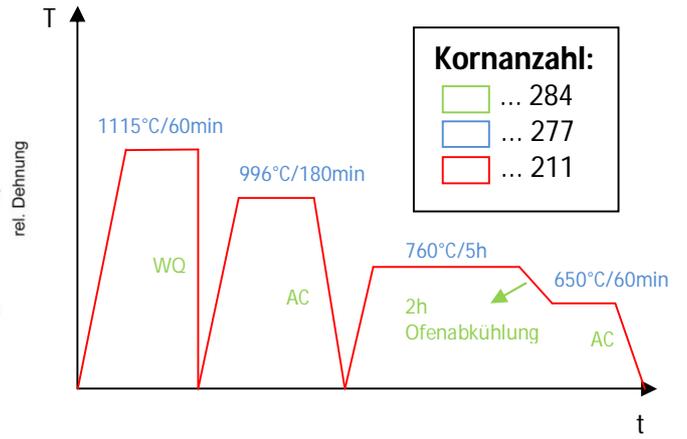
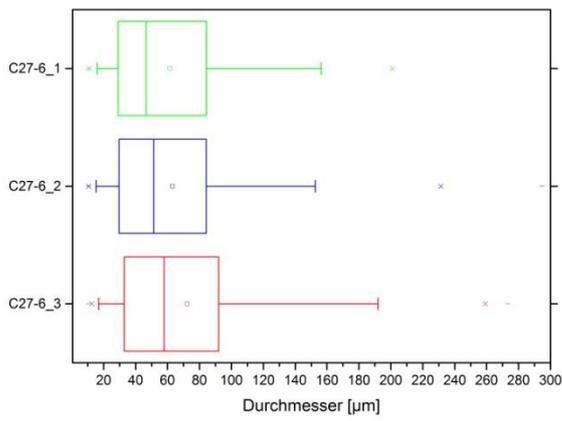


Ciabatta-Hälfte C27cd:

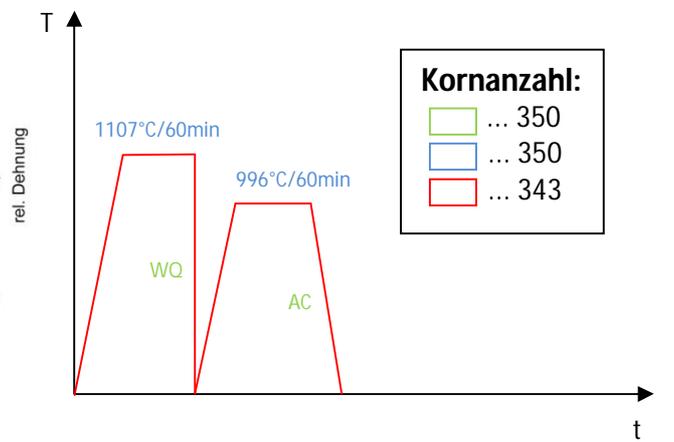
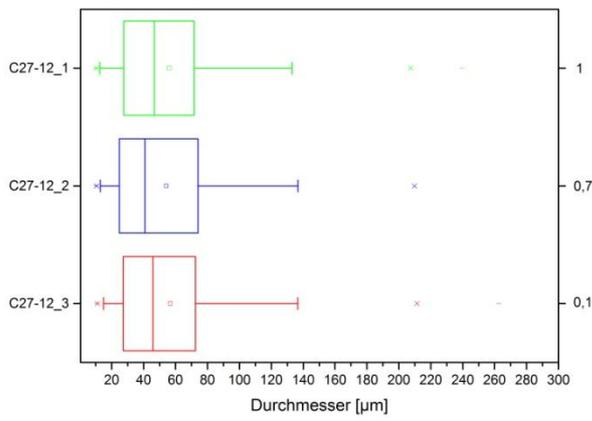
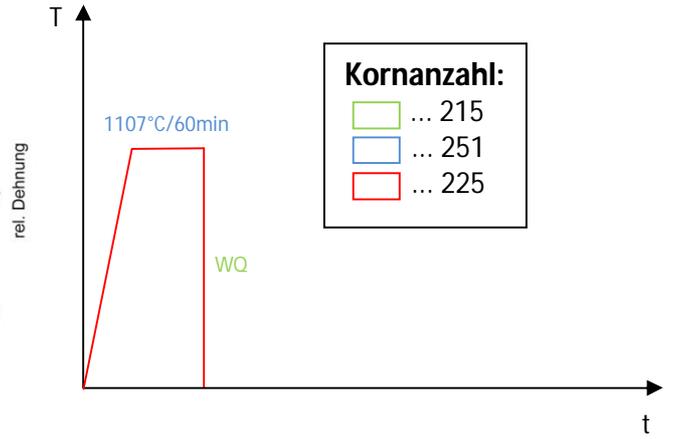
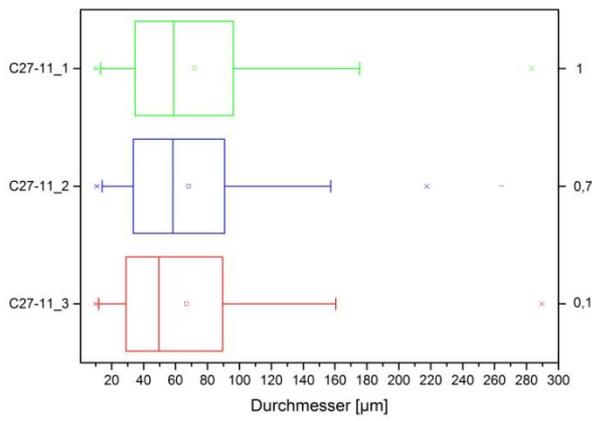
(nach dem Schmieden mit Luft abgekühlt)



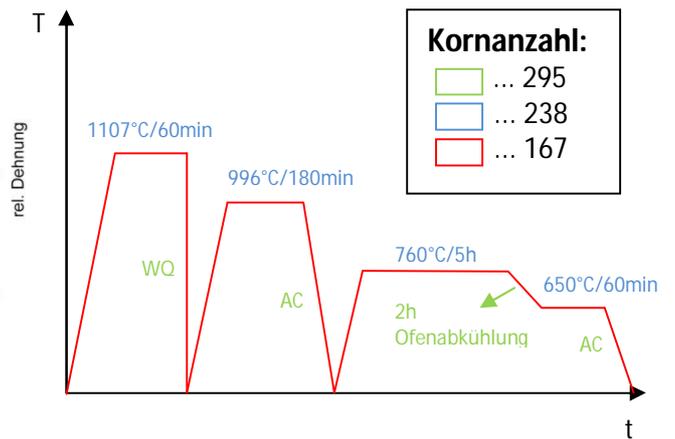
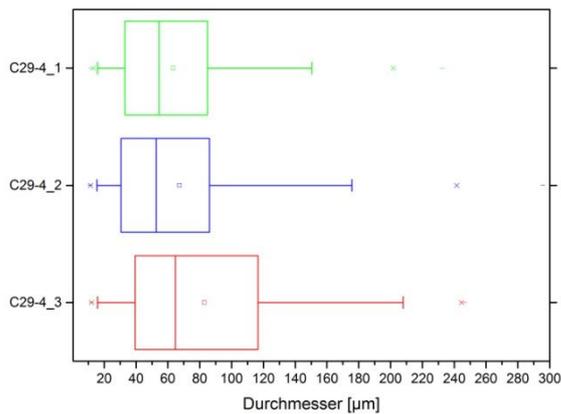
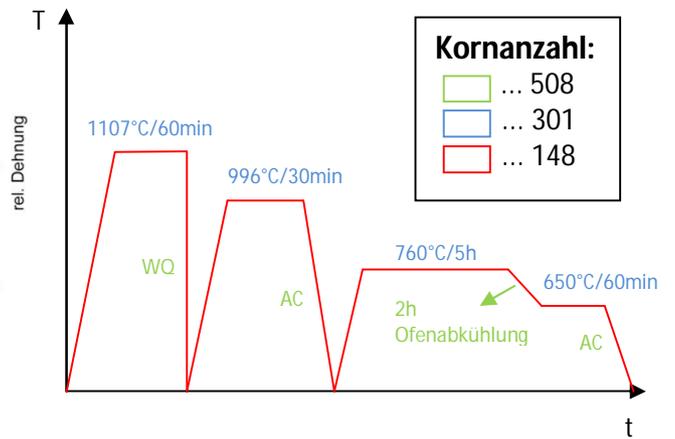
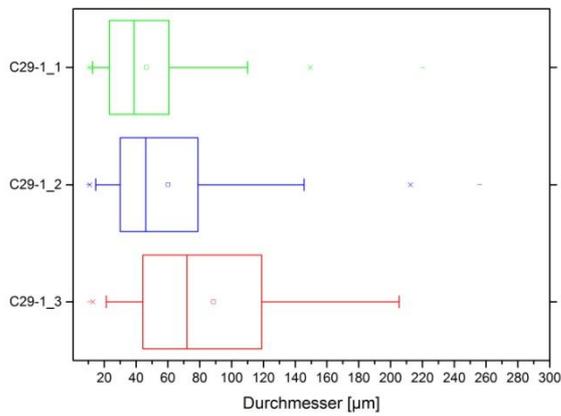
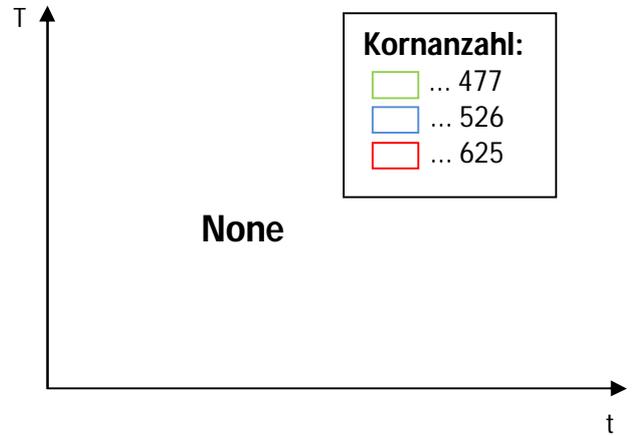
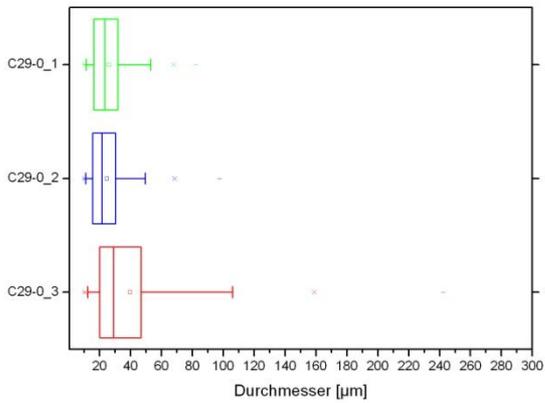
Literaturverzeichnis



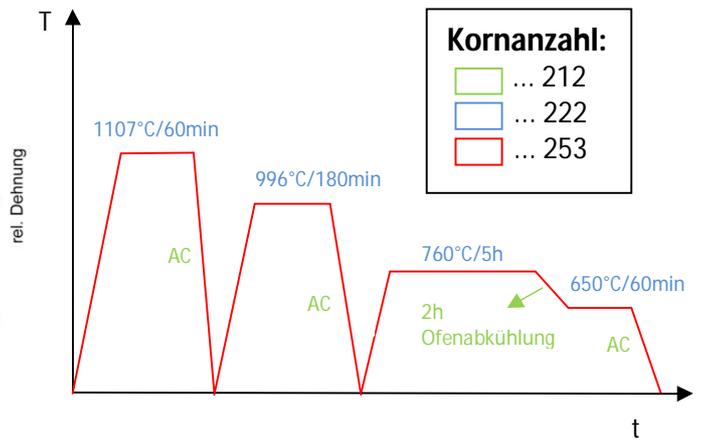
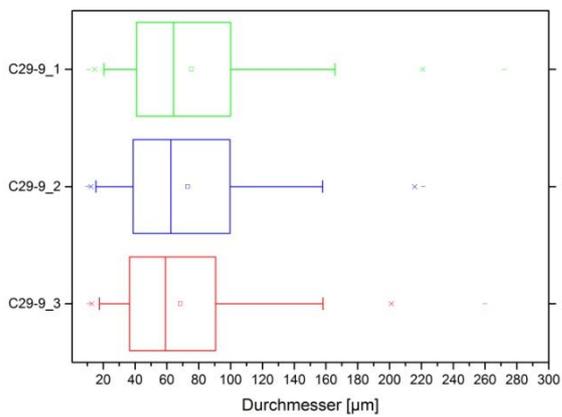
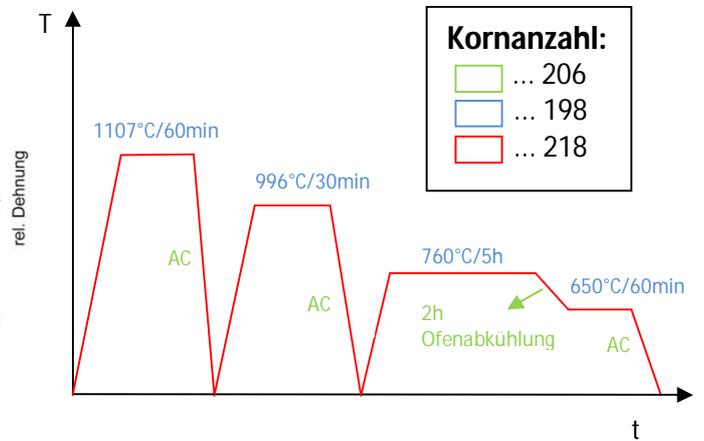
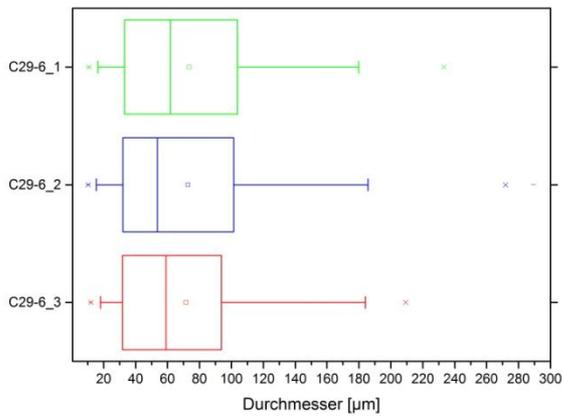
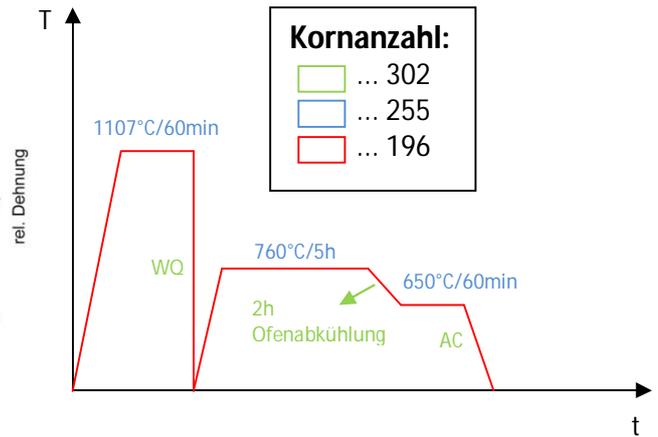
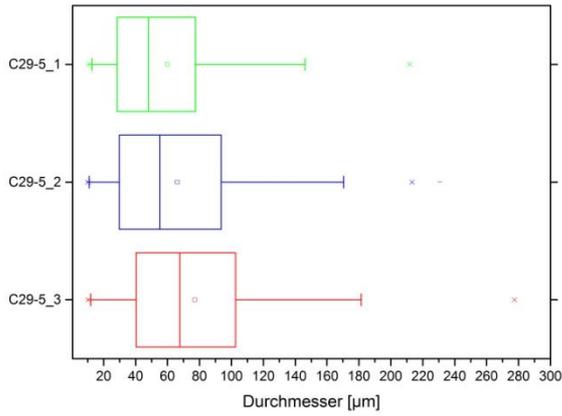
Literaturverzeichnis



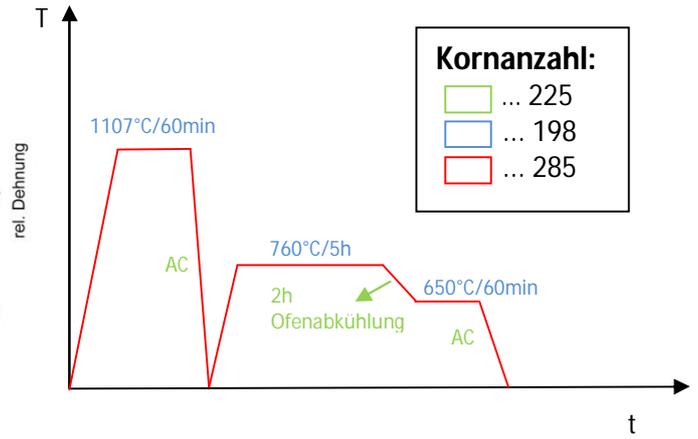
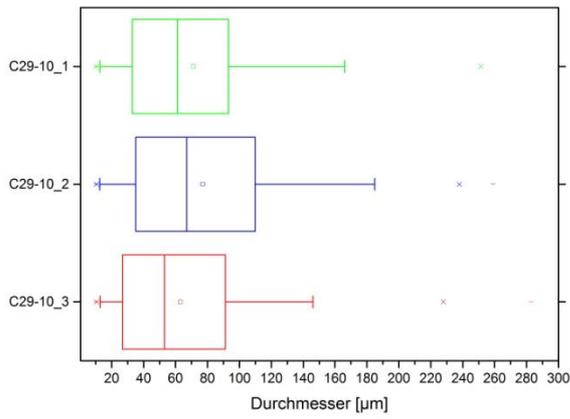
Ciabatta-Hälfte *C29ab + cd*:
(nach dem Schmieden mit Luft abgekühlt)



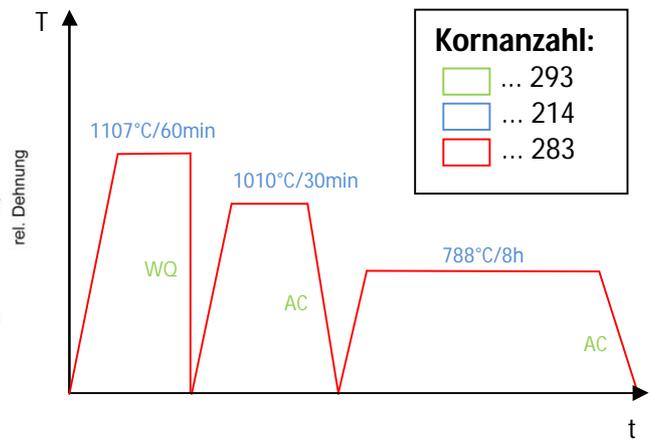
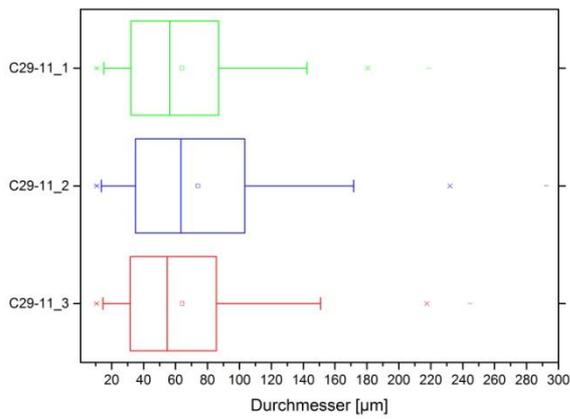
Literaturverzeichnis



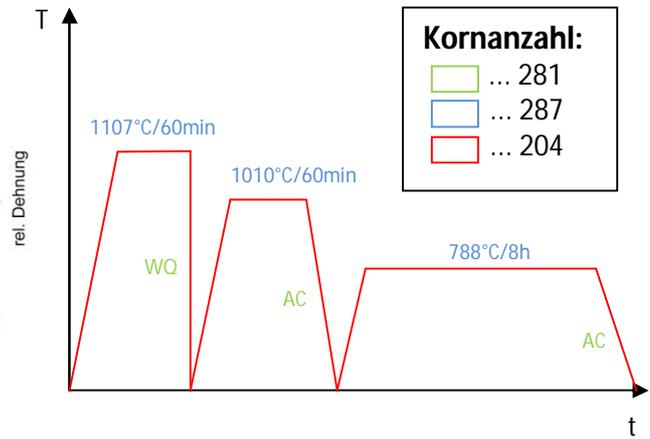
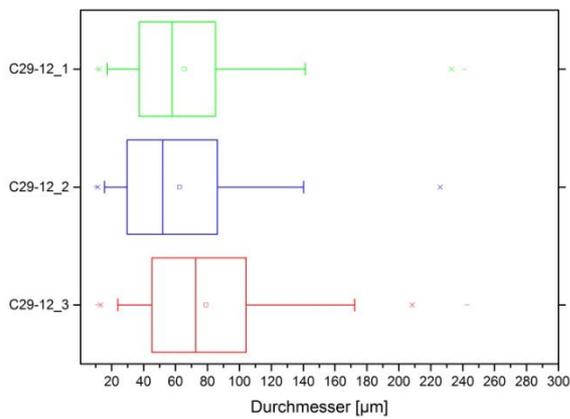
Literaturverzeichnis



Kornanzahl:
 ... 225
 ... 198
 ... 285

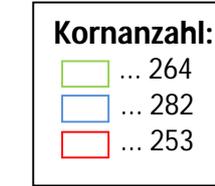
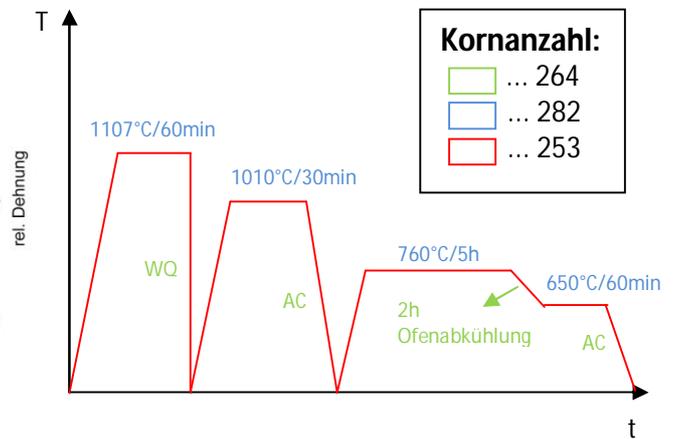
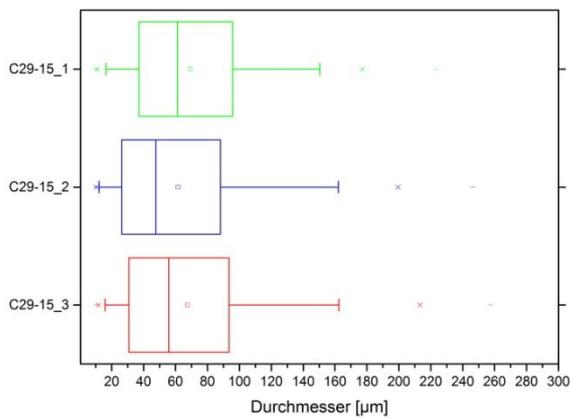
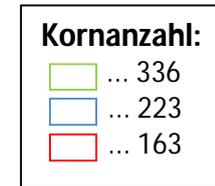
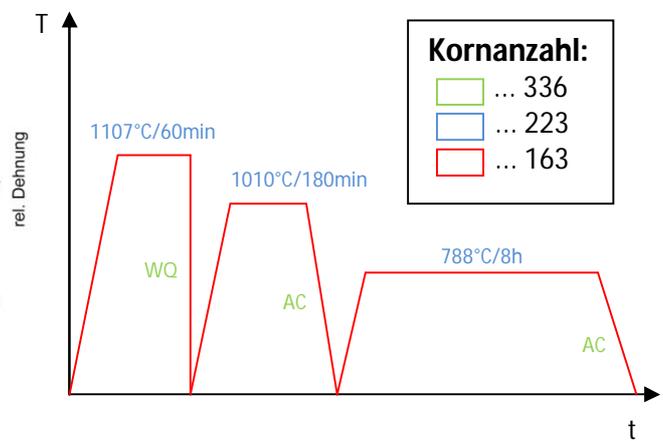
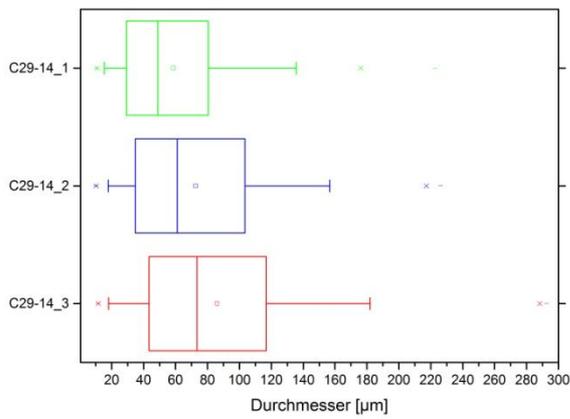
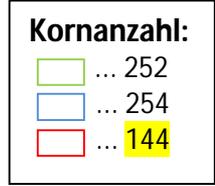
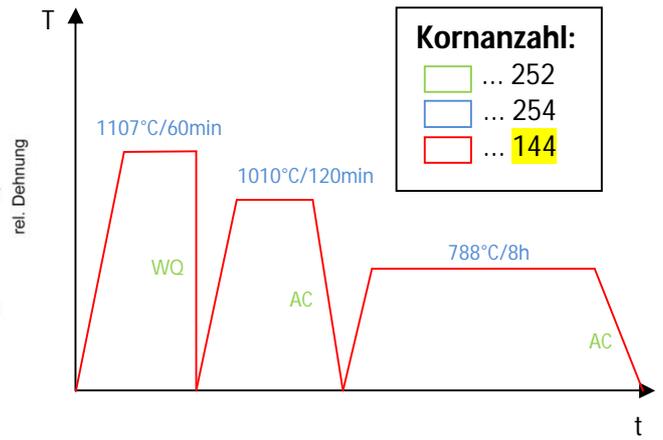
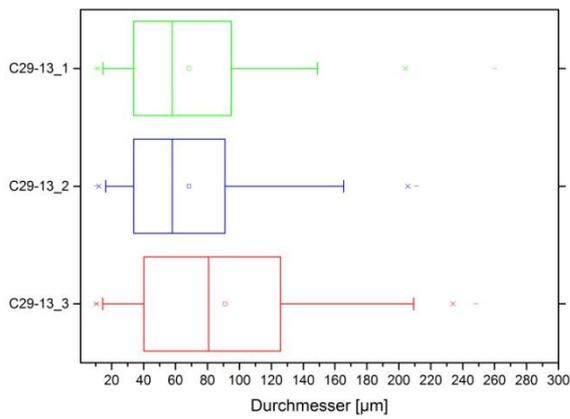


Kornanzahl:
 ... 293
 ... 214
 ... 283

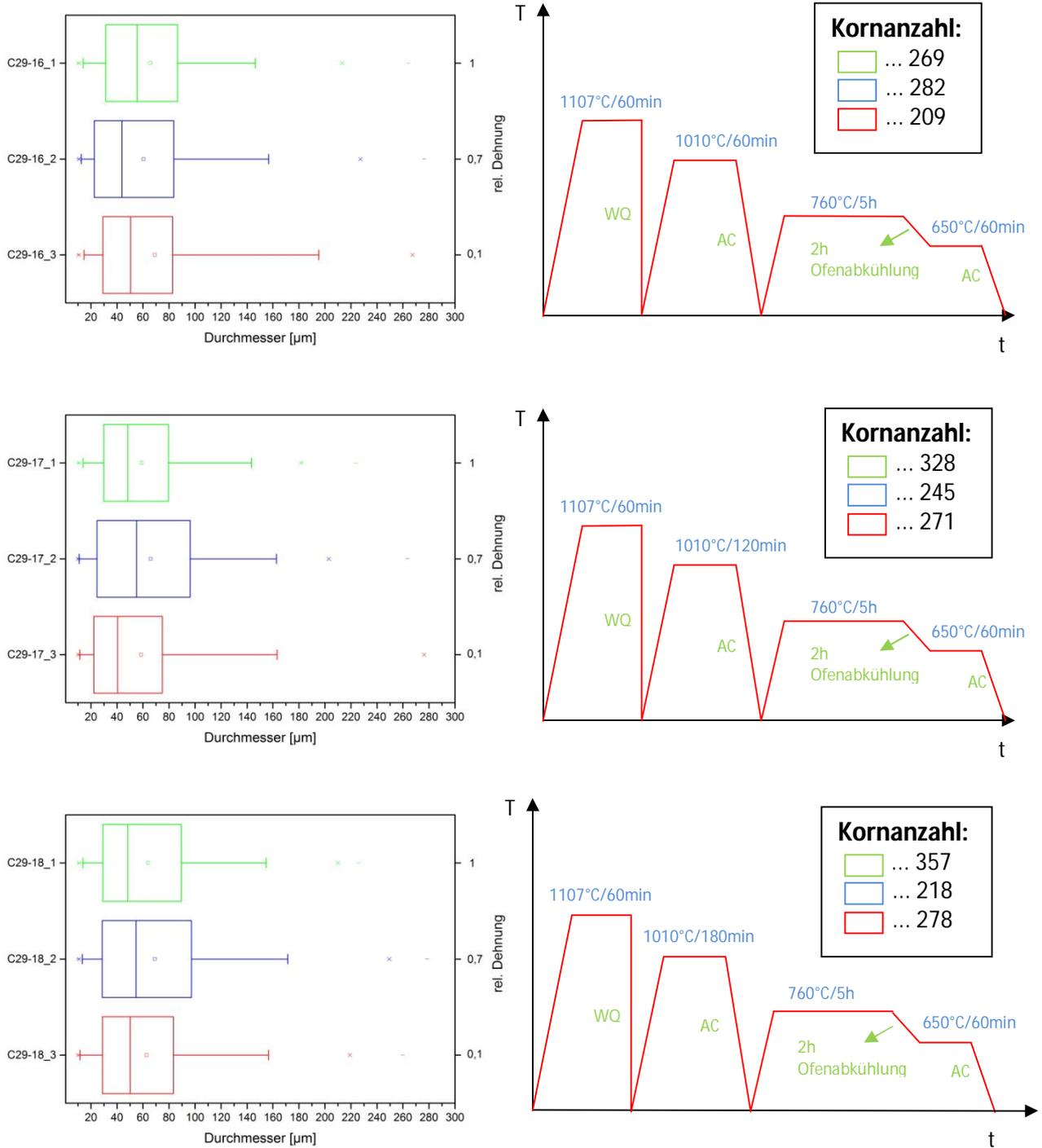


Kornanzahl:
 ... 281
 ... 287
 ... 204

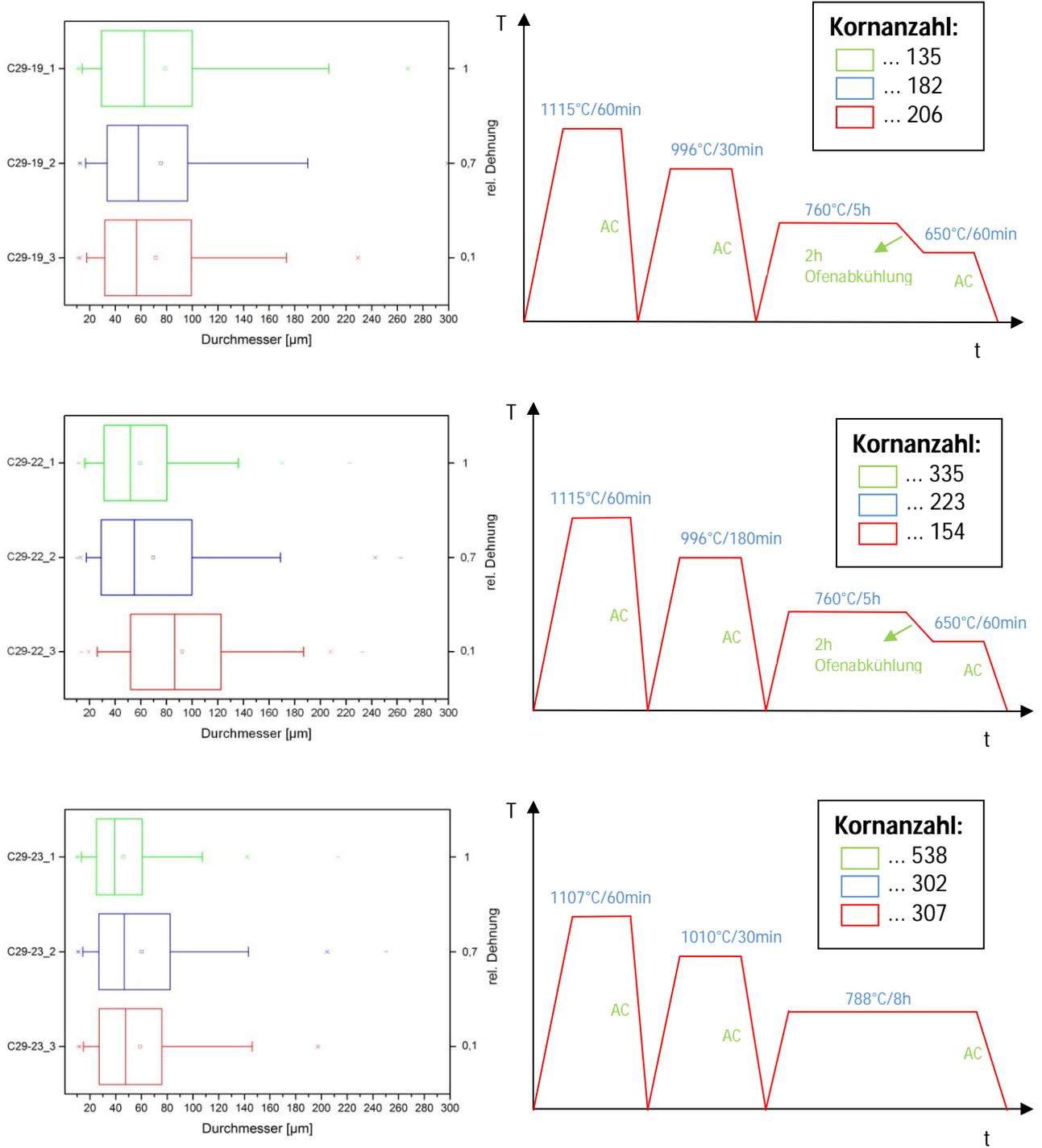
Literaturverzeichnis



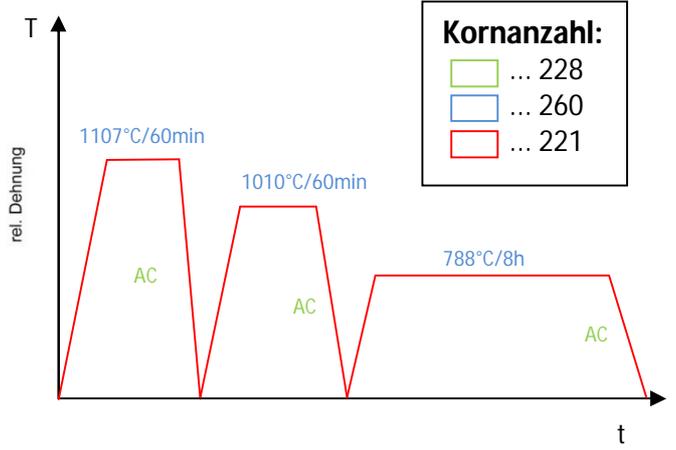
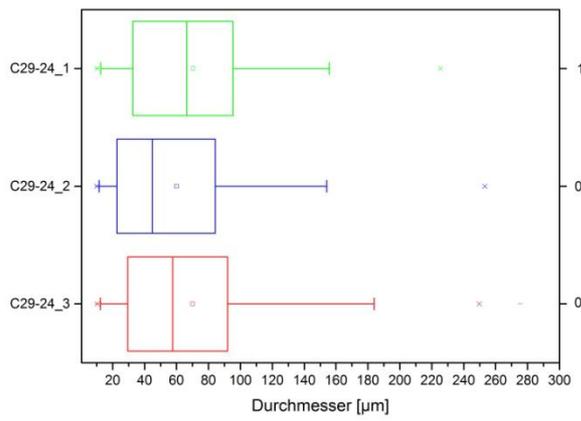
Literaturverzeichnis



Literaturverzeichnis



Literaturverzeichnis



9.3. *MatCalc* - Skripts

9.3.1. Thermodynamische Gleichgewichtsberechnung

```

$$*****
*****
***** GENERAL INFORMATION
*****
*****
*****

```

Template script for basic stepped equilibrium calculation in Haynes 282 followed by plotting phase fraction over temperature. Refer to www.matcalc.com for further and more detailed equilibrium examples.

Database: mc_ni_v2.013.tdb

```

*****
*****
***** SETUP INFORMATION
*****
*****
*****$$

```

```

$ make sure we work in the correct module
use-module core                                $ select core
module for kinetic simulation

```

```

$ close any open workspace without asking for save
close-workspace f

```

```

new-workspace                                $ open new
workspace

```

```

@echo n
set-workspace-info +Selected elements:          $ give some
information about the script
set-workspace-info +Ni, Al, Cr
set-workspace-info +
set-workspace-info +Phases: FCC_A1, GAMMA_PRIME, LIQUID, SIGMA,
M23C6, M6C, FCC_A1#01
set-workspace-info +
set-workspace-info +-----
set-workspace-info +More information about MatCalc on
set-workspace-info + http://matcalc.tuwien.ac.at
set-workspace-info +-----
echo y

```

```

$$*****
*****
***** SYSTEM SETUP
*****
*****
*****$$

```

```

$ verify correct MatCalc version (is accessible as internal variable)

```

Literaturverzeichnis

```
if (matcalc_version<5500007)
  send-dialog-string "MatCalc version must be 5.50.0007 or higher to
run this script. Stopping."
  stop_run_script $ stop script
endif

$$*****
*****
          DATABASES, CHEMICAL COMPOSITION, SELECTED
PHASES
*****
*****$$

open-thermodyn-database mc_ni_v2.013.tdb $ Thermodynamic
database
select-elements Al, Cr, C, Co, Ti, Fe, Mo, VA, N
select-phases FCC_A1 GAMMA_PRIME LIQUID M6C M23C6 FCC_A1#01 SIGMA
read-thermodyn-database

set-reference-element Ni
enter-composition wp al=1.565 cr=19.48 c=0.0615 co=10.205 fe=0.42
ti=2.185 mo=8.505 n=0,0001

set-automatic-startvalues
set-temperature-celsius 1300 $ Temperature
calculate-equilibrium $ Initial
equilibrium

set-step-option Y T $ T(y)pe -
(T)emperature
set-step-option R 400 1600 L -25 $ (R)ange - 400
to 1600
step-equilibrium

$$*****
*****
          PLOTTING THE PHASEFRACTION
*****
*****$$

new-gui-window p1 $ Plot of the
phase diagram
move-gui-window . 80 80 450 500
set-gui-window-property . s u y $ use default x-
axis for all plots
set-gui-window-property . x T$c $ x-axis data
set-gui-window-property . S T Temperature [°C] $ x-axis title

set-plot-option . S N B F$* $ Plot all phase
fractions
set-plot-option . A Y 1 T phase fraction $ y-axis title
set-plot-option . A Y 1 Y log $ changes y-Axes
to log
```

9.3.2. Wärmebehandlungen (kinetische Berechnung)

```
$$*****
*****
```

Literaturverzeichnis

```
***** GENERAL INFORMATION
*****
*****
*****
```

In this script, the precipitation kinetics of gamma_prime, secondary MC, M6C and M23C6 in Haynes 282 is simulated. The heat treatment starts at 1107°C in a supersaturated Matrix

Database: mc_ni_v2.013.tdb

```
*****
*****
***** SETUP INFORMATION
*****
*****
*****$$
```

```
use-module core          $ use core module for kinetic
simulation
```

```
close-workspace f       $ close any open workspace
without asking to save  $ this feature is
```

```
particularly useful for debugging purposes
new-workspace
```

```
@echo n
set-workspace-info Simulation of precipitation in Haynes 282
set-workspace-info +
set-workspace-info + Matrix phases: Ni-matrix (fcc_a1)
set-workspace-info + Precipitate phases: gamma_prime, M23C6, M6C,
FCC_A1#01
set-workspace-info +
set-workspace-info + script composition Haynes 282
set-workspace-info +
echo y
```

```
$$*****
*****
***** SYSTEM SETUP
*****
*****
*****$$
```

```
$ verify correct MatCalc version (is accessible as internal variable)
if (matcalc_version<5510004)
  send-dialog-string "MatCalc version must be 5.51.0004 or higher to
run this script. Stopping."
  stop_run_script $ stop script
endif
```

```
$$*****
*****
***** GLOBAL VARIABLES
*****
*****$$
```

Literaturverzeichnis

```
set-variable-value npc 25          $ number of precipitate size
classes

set-variable-value mdef_equil 1    $ matrix diffusion
enhancement without deformation
$$ matrix diffusion enhancement, used during deformation. Takes into
account that excess
vacancies are created during deformation $$
set-variable-value mdef_def 100

$ volume misfit
$set-variable-value vmf_gamma_prime 0.005      $ dummy, no value
assessed yet
$set-variable-value vmf_M23C6 0.005          $ dummy, no value
assessed yet
$set-variable-value vmf_M6C 0.005           $ dummy, no value
assessed yet
$set-variable-value vmf_FCC_A1#01 0.005      $ dummy, no
value assessed yet

$ dislocation density
set-variable-value dd_equil 1e11          $ dislocation density:
equilibrium
$ set-variable-value dd_def 1e14         $ dislocation density:
during deformation

$$*****
*****
          DATABASES; CHEMICAL COMPOSITION; SELECTED
PHASES
*****
*****$$

$$----- NOTE -----
-----
If you receive an error when executing the next line, please make
sure you have the database in your
MatCalc/database folder. The mc_ni database can be obtained for free,
if you are a customer of
MatCalc. You can always obtain the latest version after sending a
corresponding request to
support@matcalc.at $$

open-thermo-database mc_ni_v2.013.tdb      $
thermodynamic database

select-elements Al Ti Fe Cr Mo Co C VA
select-phases fcc_al gamma_prime M6C M23C6 FCC_A1#01

read-thermodyn-database

$ define nominal composition
enter-composition xp al=3.365 c=0.02865 ti=2.38 fe=0.436 cr=21.733
mo=5.137 co=10.05

read-mobility-database mc_sample_ni2.004.ddb      $ read
diffusion data

$ initialize with some equilibrium
```

Literaturverzeichnis

```
set-temperature-celsius 1107          $ define
something
set-automatic-startvalues             $ initiate
equilibrium calculation (estimate variables)
calc-equilibrium                      $ calculate
equilibrium state

$Matrix Interfacial Energy
set-variable-value mie 0,9

$$*****
*****
                                PRECIPITATION DOMAINS
*****
*****$$

create-precipitation-domain ni-matrix          $
new domain: matrix
set-precipitation-parameter ni-matrix x fcc_al $
matrix structure: fcc_al
$ equ. dislocation density of austenite [m/m]
set-precipitation-parameter ni-matrix t d e dd_equil
$ ni-matrix grain size [m] from experiment?
set-precipitation-parameter ni-matrix t g 65e-6      $grain size von
C29-11_3 (65µm)

$SET_PRECIPITATION_PARAMETER ni-matrix E S M S      $ Sherstnev-
Kozeschnik-Modell substructure evolution
$SET_PRECIPITATION_PARAMETER ni-matrix E S S A 50.0 $ Parameters A,
B, C of the substructure evolution adopted from calibrated stress-
strain curves for steel
$SET_PRECIPITATION_PARAMETER ni-matrix E S S B 2
$SET_PRECIPITATION_PARAMETER ni-matrix E S S C 1e-3
set-precipitation-parameter ni-matrix t d e dd_equil $ equilibrium
dislocation density is 1e11

$$*****
*****
                                PRECIPITATES IN NI-MATRIX
*****
*****$$

create-new-phase gamma_prime p gam'          $
gamma_prime @ homogeneous
set-precipitation-parameter gamma_prime_p0 c npc $
initialize size classes
set-precipitation-parameter gamma_prime_p0 d ni-matrix $
precipitation domain: matrix
set-precipitation-parameter gamma_prime_p0 n s b $
nucleation site: bulk
$ set-precipitation-parameter gamma_prime_p0 t m n vmf_gamma_prime
$ volume misfit
set-precipitation-parameter gamma_prime_p0 n f y $
consider vol. misfit in (n)ucleation
$ no ie size correction for complex crystal structures
$ set-precipitation-parameter gamma_prime_p0 z n
set-precipitation-parameter gamma_prime_p0 N C M
$ Maximum driving force nucleus composition
set-precipitation-parameter gamma_prime_p0 f y 2300
$ Use critical temperature 2300K
```

Literaturverzeichnis

```
create-new-phase FCC_A1#01 p FCC_A1#01 $
sekundäre MX @ dislocations
set-precipitation-parameter FCC_A1#01_p0 c npc $
initialize size classes
set-precipitation-parameter FCC_A1#01_p0 d ni-matrix $
precipitation domain: matrix
set-precipitation-parameter FCC_A1#01_p0 n s d $
nucleation site: dislocations
$ set-precipitation-parameter FCC_A1#01_p0 t m n vmf_FCC_A1#01 $
volume misfit
set-precipitation-parameter FCC_A1#01_p0 n f y $
consider vol. misfit in (n)ucleation
$ no ie size correction for complex crystal structures
$ set-precipitation-parameter FCC_A1#01_p0 z n
set-precipitation-parameter FCC_A1#01_p0 N C M $
Maximum driving force nucleus composition
set-precipitation-parameter FCC_A1#01_p0 f y 4000 $
Use critical temperature 4000K (closing misc. gap)

create-new-phase M6C p M6C $ M6C @
grain boundary
set-precipitation-parameter M6C_p0 c npc $
initialize size classes
set-precipitation-parameter M6C_p0 d ni-matrix $
precipitation domain: matrix
set-precipitation-parameter M6C_p0 n s g $
nucleation site: grain boundary
set-precipitation-parameter M6C_p0 N C M $
Maximum driving force nucleus composition

create-new-phase M23C6 p M23C6 $ M23C6
@ grain boundary
set-precipitation-parameter M23C6_p0 c npc $
initialize size classes
set-precipitation-parameter M23C6_p0 d ni-matrix $
precipitation domain: matrix
set-precipitation-parameter M23C6_p0 n s g $
nucleation site: grain boundary
set-precipitation-parameter M23C6_p0 N C M $
Maximum driving force nucleus composition

$$*****
*****
***** Pre TREATMENT
*****
*****$$

$$ This heat treatment is executed before the quasi-isothermal
simulations. It mimics the conditions
for the precipitates before the actual experiment is started. The
pre-segment script is aimed at
defining unique conditions before the heat treatmnt is executed. This
is useful for all parameters
that are eventually modified in other parts of the code. $$

create-heat-treatment pre_treat

$ LÖSUNGSGLÜHEN
```

Literaturverzeichnis

```
append-ht-segment pre_treat $ new
segment: 0
$EDIT_HT_SEGMENT pre_treat . E 1 $ set
eps_dot deformation rate
$edit-ht-segment pre_treat . r + SET_PRECIPITATION_PARAMETER ni-
matrix T D X 1e12 $ excess dislocation density
edit-ht-segment pre_treat . d n ni-matrix $
precipitation domain: matrix
edit-ht-segment pre_treat . s 1107 $
starting temperature for segment 0
edit-ht-segment pre_treat . 1 25 1 $ T_dot +
delta time
$WQ: 100°C/sec; AC 1°/sec
$ edit-ht-segment pre_treat . r + set-precipitation-parameter ni-
matrix t d e dd_equil
$ equilibrium dislocation dens

$ INTERMEDIATE AGING

append-ht-segment pre_treat $ new
segment: 0
edit-ht-segment pre_treat . 1 25 0.5 $ Tend
+ cooling rate

append-ht-segment pre_treat $ new
segment: 0
edit-ht-segment pre_treat . 1 1010 0.5 $
Tend + cooling rate
$ 996°C für Typ II

append-ht-segment pre_treat $ new
segment: 1
edit-ht-segment pre_treat . 2 0 3*60*60 $
T_dot + delta time
$0.5*60*60; 2*60*60; 3*60*60 für 30min, 60min, 120min, 180min
Haltezeit

append-ht-segment pre_treat $ new
segment: 0
edit-ht-segment pre_treat . 1 25 1 $ Tend
+ cooling rate

$ FINAL AGING

$TYP I (788°C/8h)

append-ht-segment pre_treat $ new
segment: 0
edit-ht-segment pre_treat . 1 25 0.5 $ Tend
+ cooling rate

append-ht-segment pre_treat $ new
segment: 0
edit-ht-segment pre_treat . 1 788 0.5 $ Tend
+ cooling rate

append-ht-segment pre_treat $ new
segment: 1
edit-ht-segment pre_treat . 2 0 8*60*60 $
T_dot + delta time
```

Literaturverzeichnis

```
append-ht-segment pre_treat          $ new
segment: 0
edit-ht-segment pre_treat . 1 25 1

$TYP II FINAL AGING (760°C/5h/650°C/1h)

$append-ht-segment pre_treat          $ new
segment: 0
$edit-ht-segment pre_treat . 1 25 0.5  $
Tend + cooling rate

$append-ht-segment pre_treat          $ new
segment: 0
$edit-ht-segment pre_treat . 1 760 0.5 $
Tend + cooling rate

$append-ht-segment pre_treat          $ new
segment: 1
$edit-ht-segment pre_treat . 2 0 5*60*60 $
T_dot + delta time

$append-ht-segment pre_treat          $ new
segment: 1
$edit-ht-segment pre_treat . 3 650 2*60*60 $
T_end + delta time

$append-ht-segment pre_treat          $ new
segment: 1
$edit-ht-segment pre_treat . 2 0 5*60*60 $
T_dot + delta time

$$*****
*****
***** OUTPUT WINDOWS; PLOTS
*****
*****$$

$ create a plot frame for precipitation parameters T, f, r and N
new-gui-window p1

set-variable-value plot_frame active_frame_ID  $
remember frame ID

set-gui-window-property . x stepvalue          $ define
default x-axis
set-gui-window-property . s u y                $ use
default x-axis for all plots
set-gui-window-property . s t time / s        $ x-axis
title
set-gui-window-property . n 2                  $ two
plot columns
set-gui-window-property . s l b                $ legend
position: bottom

set-plot-option . s n b t$c                    $
temperature from buffer
```


Literaturverzeichnis

```

new-gui-window p5                                $
precipitate distribution; scaled version
set-gui-window-property . s l b                  $ legend
position: bottom

set-plot-option . s n p gamma_prime_p0          $
new series:
set-plot-option . s n p FCC_A1#01_p0            $
new series:
set-plot-option . s n p M23C6_p0                $
new series:
set-plot-option . s n p M6C_p0                  $ new
series:
set-plot-option . a x l f 1e9                    $
factor for x-axis
set-plot-option . a x l t radius / nm            $ x-
axis title
set-plot-option . a x l y log                    $ x-
axis type: log
set-plot-option . a x l s 0.1..                  $
scale x-axis
set-plot-option . a y l s 1e10..                 $
scale y-axis
set-plot-option . a y l y log                    $ y-
axis type: log
set-plot-option . a y l t number density [m<sup>-3</sup>] $ y-
axis title

move-gui-window . 650 100 350 550                $
move and resize gui window
update-gui-window .                               $
update gui window

$$*****
*****
***** START SIMULATION: PRE_HEAT TREATMENT *****
*****
*****$$

set-simulation-parameter e 1e24                    $ set simulation
end time
set-simulation-parameter t h pre_treat 10          $ define heat
treatment
set-simulation-parameter s r                        $ simulation
starting conditions: reset

$ let's go ...
start-precipitate-simulation

$$*****
*****
***** PRECIPITATION SIMULATION FINISHED *****
*****
*****$$

```