

# **Untersuchung des Rissfortschrittsverhaltens in der Nickelbasis Schmiedelegierung VDM Alloy 780 Premium**

Zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktors der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)

von der KIT-Fakultät für Maschinenbau  
des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)

genehmigte

Dissertation

von

M.Sc. Mathis Julian Bellmer

Tag der mündlichen Prüfung: 21.10.2025

Erster Gutachter: Prof. Dr. Peter Gumbsch

Zweiter Gutachter: Prof. Dr. Joachim Rösler



# Vorwort und Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM in Freiburg. Die finanzielle Förderung im Rahmen eines Industrieprojektes ermöglichte die Fa. VDM Metals GmbH. Hierbei möchte ich mich insbesondere bei Bodo und Masood für die fachliche Unterstützung und gute Diskussionen bedanken – auch, wenn die Ergebnisse nicht den Hoffnungen entsprechen. Ferner gilt mein Dank Thorsten und Frau Dr.-Ing. Jutta Klöwer, die diese Dissertation überhaupt erst ermöglichten.

Für die Betreuung der Arbeit und Übernahme des Hauptreferates möchte ich mich bei Herrn Prof. Gumbsch bedanken. Ebenfalls bedanken möchte ich mich bei Herrn Prof. Rösler für die bereitwillige Übernahme des Koreferates.

Ein großes Dankeschön geht an Christoph und Michael für die fachlichen Diskussionen, Tips, Empfehlungen und Ermunterungen, dass genug Stoff für die vorliegende Arbeit vorhanden ist, auch wenn ich es nicht immer geglaubt habe. Danke, dass ihr immer Zeit dafür geschaffen habt.

Weiterhin möchte ich allen Gruppenmitgliedern für eine lehrreiche, lustige und insgesamt schöne Zeit danken. Neben der Unterstützung bei den Untersuchungen sind es die scheinbar kleinen, zwischenmenschlichen Dinge und auch private Aktivitäten, die meine Zeit in Freiburg bereichert haben. Danke an Carl für diverse sportliche Aktivitäten und unterirdische Kaffeeüberleitungen sowie die anfängliche Hilfe im Labor und bei den Versuchsauswerteskripten. Ein weiterer Dank gilt Sophie für einen geteilten Leidensweg mit gelegentlichem Ausheulen beim Kaffee und für die Draufsicht auf Freiburg sowie den *Lazer* und die Hose mit nicht für mich geeigneter Passform. Der Ring zum Ätzen der Schcliffe, den ich mir dauerhaft von Dir geliehen habe, war eine echter Game-Changer. Stefan, danke für die private „Krankenwagen“ Fahrt für mein Rennrad und mich sowie die Kinderschokolade, die Leo gehört hat. Außerdem Danke für die hervorragende Unterstützung im Labor auch, wenn ich wegen Banalitäten Hilfe gebraucht habe. Oder das Ölchaos an der Triax, das Marc und Peter (Danke!) mit dir morgens, um gefühlt 6 Uhr, angegangen sind, nachdem ihr mir ein Video der Auswirkungen ohne jeglichen verbalen Vorwurf geschickt habt. Danke auch an Isabella für die mentale Unterstützung, als die Dissertation eigentlich fertig, aber auch irgendwie doch noch nicht fertig war. Mögen deine eigenen Titelpläne aufgehen. Jan, danke für den ganzen Trash-Talk und dass der ganze Gang neidisch auf unser Büro war. Möge dein nächster Büroinsasse besser mit deinem Bildschirm kompatibel und nicht für Blackscreens verantwortlich sein. Ein weiterer Dank geht an Heiner fürs *eben mal so* lösen diverser Python- und mathematischer Probleme. Valérié, danke für Fiji – ich weiß nicht, wie ich ohne ausgekommen wäre - und das Autogramm von Sally. In der Metallographie habe ich sehr viel Zeit verbracht. Daher gilt Karin ein großer Dank für die Unterstützung und

Einarbeitung. Außerdem ein herzliches Dankeschön für die Aufnahme in die Wintersportgruppen und den damit verbundenen Spaß.

Ein weiteres Dankeschön geht nach Karlsruhe an Philipp Daum für die Durchführungen der XPS-Untersuchungen und an Herrn Prof. Schneider vom KIT-LEM für die doktorandenfreundlichen TEM-Untersuchungen, bei denen ich u.a. auch vor Ort dabei sein durfte. In diesem Zuge ist ebenfalls Herr. Dr. Müller zu nennen, der die Lamellenpräparation in der FIB vorgenommen hat.

Last, but not least, möchte ich mich bei meinen Eltern bedanken, die mir zugesichert hatten, dass ich nicht verstoßen werde, falls ich diese Arbeit doch nicht fertigstelle :P. Danke auch für die Care-Pakete während der Hochphase des Schreibens, durch die ich gefühlte 5kg zugenommen habe. Danke für die jahrelange Unterstützung.

Für Dich, Papa

Ich vermisse dich.



# Kurzfassung

In dieser Arbeit wird das Ermüdungsrisswachstum verschiedener mikrostruktureller Zustände der Legierung VDM Alloy 780, die bis 700 °C in rotierenden Turbinenscheiben eingesetzt werden soll, untersucht. Dafür werden die Zustände mikrostrukturell charakterisiert und der Einfluss der Temperatur (500-700 °C), des Umgebungsmediums (Luft und Vakuum) und der Haltezeit auf das Risswachstum werden untersucht. Mit metallographischen Analysen des Gefüges im Testbereich der Proben, kann gezeigt werden, dass lediglich die Kornstruktur einen Einfluss auf das Risswachstum zu haben scheint. Verformte, aber unrekristallisierte Körner verringern die Risswachstumsraten erheblich. Weder die Korngröße noch die intermetallischen Phasen beeinflussen das Risswachstum, in der vorliegenden Ausprägung.

Sehr wohl beeinflusst werden die Risswachstumsraten, wie von anderen Nickelbasislegierungen bekannt ist, durch den Luftsauerstoff. Dieser Einfluss ist thermisch aktiviert, beginnt oberhalb von 500 °C und wird mit abnehmender Frequenz größer. Das Material versagt unter diesen Bedingungen vollständig interkristallin, während im Vakuum ein transkristalliner Bruch mit langsamen Rissfortschrittsraten vorliegt. Die Risswachstumsgeschwindigkeit im Vakuum ist vergleichbar mit Alloy 718, ATI Allvac® 718Plus™ und Udimet® 720Li. An Luft sind die Raten hingegen erhöht.

Neben den erhöhten Risswachstumsraten zeigt VDM Alloy 780 eine weitere Abweichung von den Literaturdaten obiger Vergleichslegierungen. Die Lastabhängigkeit des Paris-Bereiches verändert sich mit der Temperatur. Mit steigender Temperatur wird die Steigung größer. Dies ist durch die Sauerstoffversprödung und den fehlenden Widerstand der Mikrostruktur gegen diese zu erklären. Die Sauerstoffversprödung äußert sich durch ein zeit- und nicht zyklusgetriebenes Risswachstum. Der Schwellenwert, oberhalb dessen ein vollständig zeitgesteuertes Risswachstum einsetzt, ist von der Temperatur und der Last an der Rissspitze abhängig. In diesem Bereich wächst der Riss kontinuierlich unter Zuglast und generiert fast den vollständigen Rissfortschritt. Die dafür benötigte Zeit ist gering und entspricht der Dauer weniger Zyklen. Für die gewünschte Einsatztemperatur der Legierung von 700 °C liegt dieser Schwellenwert im Bereich von  $\approx 8-20 \text{ MPa}\sqrt{m}$ . Dies entspricht dem Bereich üblicher Startbelastungen in Alloy 718 für die Untersuchung des Langrisswachstums. Damit sind die vorliegenden Zustände ungeeignet für einen Einsatz in rotierenden Turbinenscheiben.



# Abstract

VDM Alloy 780 is a newly developed nickel-based superalloy for rotating turbine disc applications up to 700 °C. This work deals with different microstructural conditions of this alloy and their resistance to fatigue crack growth (FCG). The correlation between FCG and microstructure is assessed regarding the testing temperature (500-700 °C) and the environmental condition (laboratory air and vacuum) as well as the influence of a dwell time at max load. A microstructural study on samples extracted out of the testing cross-section of the tested specimen shows no influence of the grain size or the intermetallic compounds on the FCG behavior. The grain structure on the other hand, shows a profound influence – locally as well as globally in the sample. Huge and not recrystallized grains offer a vastly improved resistance against crack propagation when compared to fully recrystallized grain structures of various grain sizes.

In contrast to the mostly invariant microstructural behaviour, the testing conditions have a huge impact as is known for most forged nickel-based alloys. The oxygen embrittlement is active at temperatures above 500 °C and increases with decreasing testing frequency (longer dwell times). This results in a completely intergranular crack growth while a purely transgranular propagation is found under vacuum conditions. The later results in a slow crack growth which is comparable with Alloy 718, ATI Allvac 718Plus™ and Udimet 720Li. In air, on the other hand, the propagation rates are increased when compared to the above-mentioned commercial alloys.

A further deviation of VDM Alloy 780 from the reference alloys is visible in the Paris-Regime. The slope of the curves increases with increasing temperature when the tests are conducted in the presence of oxygen. This is the result of the oxygen embrittlement. The assessed microstructural conditions offer no resistance against this crack growth enhancement. The crack propagation is time dependent and not cyclic anymore. Thus, the crack grows continuous in the dwell time. Under these conditions, the FCG-test is finished in a few cycles. The threshold above which the oxygen embrittlement becomes dominant, depends on the temperature and load at the crack tip. At the operation temperature of 700 °C this threshold is in the range of  $\approx 8-20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  for VDM Alloy 780. FCG-tests for Alloy 718 are usually started in this loading range and offer a flatter slope. Therefore, the available conditions of VDM Alloy 780 are not fit for service temperatures of 700 °C in rotating turbine disc applications.



# Inhaltsverzeichnis

<b>Vorwort und Danksagung</b> .....	<b>iii</b>
<b>Kurzfassung</b> .....	<b>vii</b>
<b>Abstract</b> .....	<b>ix</b>
<b>Inhaltsverzeichnis</b> .....	<b>xi</b>
<b>Abkürzungs- und Symbolverzeichnis</b> .....	<b>xv</b>
<b>1 Einleitung</b> .....	<b>1</b>
<b>2 Theoretische Grundlagen</b> .....	<b>4</b>
2.1 Die Legierung VDM Alloy 780 .....	4
2.1.1 Legierungskonzept.....	4
2.1.2 Intermetallische Phasen .....	5
2.1.3 Ausscheidungskinetik .....	7
2.2 Herstellung einer Turbinenscheibe - Prozessroute .....	10
2.2.1 Gesenkschmieden .....	11
2.2.2 Wärmebehandlung.....	12
2.3 Ermüdungsrisswachstum in Nickelbasislegierungen .....	15
2.3.1 Bewertung des Risswachstums mit der LEBM .....	15
2.3.2 Einflussfaktoren auf das Ermüdungsrisswachstum .....	17
2.4 Hypothesen zur Verbesserung des Widerstandes gegen den Rissfortschritt .....	22
2.4.1 Einfluss der Korngröße .....	23
2.4.2 Einfluss der Korngrenzmorphologie .....	25
2.4.3 Einfluss und Ausrichtung intermetallischer Phasen .....	27
2.4.4 Spannungsrelaxation .....	31
<b>3 Vorstellung der Materialzustände</b> .....	<b>33</b>
3.1 Standard Wärmebehandlung .....	34
3.2 Wärmebehandlungen mit $\delta$ - Phasenglühung.....	36
3.3 Wärmebehandlung mit Super- $\delta$ -Solvus Glühung .....	38
3.4 Prozesssteuerung über eine $\gamma'$ -Wärmebehandlung .....	39
3.5 Übersicht der Zustände .....	40
<b>4 Experimentelle und Analytische Methodik</b> .....	<b>43</b>
4.1 Mikrostrukturelle Untersuchungen .....	43
4.1.1 Mikroskopie und Phasenanalytik .....	43
4.1.2 Positionierung der metallographischen Proben.....	45
4.1.3 Phasenanalytik mittels Bildauswertung .....	47
4.2 Experimentelle Charakterisierung .....	50
4.2.1 Zugversuche.....	51

4.2.2	Stauchversuche zur Untersuchung der $\delta$ – Ausscheidungskinetik .....	51
4.2.3	Risswachstumsuntersuchungen .....	54
4.2.4	Schwellenwertermittlung des zeitgetriebenen Risswachstums.....	57
<b>5</b>	<b>Charakterisierung der Mikrostruktur.....</b>	<b>59</b>
5.1	Mikrostruktur der Endzustände.....	59
5.1.1	Kornstruktur.....	59
5.1.2	Karbide und Nitride .....	61
5.1.3	$\delta$ – Phase.....	64
5.1.4	$\gamma'$ – Phase .....	67
5.1.5	Korngrenzmorphologie.....	68
5.1.6	Zusammenfassung der Endzustände.....	70
5.2	Mikrostrukturentwicklung in der Prozessroute .....	73
5.2.1	Korngröße.....	73
5.2.2	$\delta$ – Phase.....	74
5.2.3	$\gamma'$ – Phase .....	76
5.2.4	Korngrenzmorphologie.....	78
5.3	Beeinflussung der Ausscheidungskinetik.....	78
<b>6</b>	<b>Mechanische Eigenschaften und Ermüdungsrisswachstum von Alloy 780.....</b>	<b>85</b>
6.1	Zugversuche .....	85
6.2	Härte .....	87
6.3	Ermüdungsrisswachstum .....	88
6.3.1	Referenzversuche .....	88
6.3.2	Einfluss der Versuchstemperatur .....	89
6.3.3	Einfluss der Haltezeit .....	91
6.3.4	Einfluss des Umgebungsmediums .....	94
6.3.5	Schwellenwertverhalten des zeitgetriebenen Risswachstums .....	95
6.3.6	Versuche mit inhomogener Kornstruktur.....	97
6.4	Fraktographie.....	98
<b>7</b>	<b>Diskussion.....</b>	<b>101</b>
7.1	Bewertung der Thermomechanischen Prozessschritte .....	101
7.1.1	Bewertung der Umformung .....	101
7.1.2	Bewertung der $\delta$ - Phasenglühung .....	102
7.1.3	Bewertung der langsamen Abkühlung .....	104
7.1.4	Bewertung der Aushärtung .....	108
7.2	Bewertung des Risswachstums in der Legierung Alloy 780.....	110
7.2.1	Einfluss der Temperatur und Haltezeit.....	110
7.2.2	Schwellenwertverhalten des zeitgetriebenen Risswachstums .....	114
7.2.3	Einordnung in die Literatur.....	118
7.3	Der Einfluss der Mikrostruktur auf das Risswachstum .....	121
7.3.1	Einfluss der Kornstruktur .....	121
7.3.2	Einfluss der $\delta$ – Phase .....	125

---

7.3.3 Einfluss der $\gamma'$ – Phase .....	129
7.4 Zukünftiges Materialscreening .....	130
<b>8 Zusammenfassung und Ausblick .....</b>	<b>133</b>
<b>9 Anhang .....</b>	<b>135</b>
9.1 Anhang 1: Versuchstabellen .....	135
9.2 Anhang 2: Risswachstumsversuche .....	141
9.3 Anhang 3: Mikrostrukturbewertung.....	152
9.4 Anhang 4: Zug- und Schwellenwertversuche .....	166
9.5 Anhang 5: Einordnung in die Literatur.....	169
<b>Literaturverzeichnis .....</b>	<b>172</b>



# Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

<b>Abkürzung</b>	<b>Bedeutung</b>
Alloy 780	VDM Alloy 780 Premium®
Alloy 718	Alloy 718, Nicrofer 5219 Nb oder Inconel 718
Alloy 718Plus	Alloy 718Plus oder ATI Allvac® 718Plus™
AC	Air Cooling; Abkühlung an Luft
AL	Aligned; Mikrostruktur mit ausgerichteter $\eta$ - Phase
A, R, T	Axial, Radial, Tangential (Probenorientierungen)
ASTM	American Society for Testing and Materials
At%, Atom-%	Atomic percent; Atomprozent
BSE	Detektor im REM mit Rückstreuelektronen (Backscattered Electrons)
B(1,2,3..)	Beachmark mit zugehöriger Nummer
CC	Proben vom Typ Corner Crack; Eckanrissprobe
CSL	Coincidence Site Lattice
CS	Cross-stitched; Mikrostruktur mit zufällig orientierter $\eta$ - Phase
CT	Proben vom Typ Compact Tension
CTOD	Crack Tip Opening Displacement; Rissspitzenöffnungsverschiebung
C1-5	Zwischenzustände aus Pancake C
DA	Direct Aged (Wärmebehandlungsart)
DSC	Differential scanning calorimetry; Dynamische Differenzkalorimetrie
EBSD	Electron Backscatter Diffraction; Elektronenrückstreubeugung
EDX	Energy dispersive X-ray spectroscopy; Energiedispersive Röntgenspektroskopie
E-Modul	Elastizitätsmodul/ Youngs-Modulus
EMSA	Elektronenstrahlmikroanalyse
ESR	Electro-Slag Remelting; Elektroschlacke-Umschmelzen
E1-5	Zwischenzustände aus Pancake E
FCG	Fatigue Crack Growth, Ermüdungsrisswachstum
FC	Furnace Cooling; geregelte Abkühlung im Ofen
FEI	Firmenname: FEI-Company
FEM	Finite Elemente Methode
FIB	Focused Ion Beam; Fokussierter Ionenstrahl (im REM)
GB	Grain Boundary; Korngrenze

---

HCF	High Cycle Fatigue; Hochzyklische Ermüdung
Hitachi REM	REM der Firma Hitachi
Hitze(n)	1 Hitze = Ofenrücklage + Umformung des Schmiedestückes
HT-Phase	Hochtemperatur Phase
IN	Inconel (Markenname der Firma Special Metals Corp.)
InLens	Detektor am Zeiss REM
IPF	Inverse Pole Figure; inverse Beugungsfigur
IWM	Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik, IWM
Kfz	Kubisch-flächenzentriert
KG	Korngrenze
KI	Künstliche Intelligenz
KIT	Karlsruher Institut für Technologie
Knüppel/ Billet	Zwischenprodukt nach dem Freiformschmieden
LCF	Low Cycle Fatigue; Niederzyklische Ermüdung
LEBM	Linear-elastische Bruchmechanik
LEM	Laboratorium für Elektronenmikroskopie – Institut am KIT
LG	Large Grain; Große Korngröße
Li	Low interstitiell
LiMi	Lichtmikroskop
M1/ M2/ M2W/ M2R/ M5	Lagen metallographischer Schlitze
Necklace	Perlenkettenartige Kornstruktur
OF	Otto Fuchs KG Meinerzhagen
PA, B, C, G	Pancake A, B, C, G (VDM-Bezeichnung)
Pancake	Schmiedeprodukt zur Simulation von Umformprozessen. Verschiedene Typen sind: VDM klein, VDM groß, OF
RAC	Rapid Air Cooling; schnelle Abkühlung an Luft
REM/ SEM	Rasterelektronenmikroskop
Ref.	Referenz (Probe)
RR	Firmenname: Rolls Royce
RT	Raumtemperatur
RX	Rekristallisation
SAGBO	Stress assisted grain boundary oxidation
SEN(T)	Proben vom Typ Single edge notched (tension)
SE	Detektor im REM mit Sekundärelektronen (secondary electrons)
SIF	Spannungsintensitätsfaktor (hier immer $\Delta K$ )
Solvus (Sub, Super)	Lösungstemperatur einer Phase (unterhalb, oberhalb dieser)
TCP	Topological Closed Packed; topologisch dichteste Packung

---

TEM	Transmissionen Electron Microscope
TET	Turbine entry temperature, Turbineneintrittstemperatur
TU	Technische Universität
TU Braunschweig	TU Carolo – Wilhelmina zu Braunschweig
U 720Li	Udimet® 720 Li
VAR	Vacuum Arc Remelting; Vakuum Lichtbogen-Umschmelzen
VDM	Vereinigte Deutsche Metallwerke
VIM	Vacuum Induction Melting; Vakuum Induktions Umschmelzen
WB/ HT	Wärmebehandlung/ Heat Treatment
WC/ WQ	Water cooling/ quenching; Wasserabkühlung
Wt%	Weight Percent; Gewichtsprozent
XPS	X-ray photoelectron spectroscopy; Röntgenphotoelektronenspektroskopie
Zeiss REM	REM der Firma Zeiss
ZTU/ TTT	Zeit-Temperatur-Umwandlung/ Time-Temperature-Transformation
Zust. (1,2,3...)	Untersuchter Zustand mit zugehöriger Nummer
Z1-10	Zwischenzustände aus den Pancakes PA und PG
718-artige	Legierungen wie Alloy 718
970 °C/ 2h/ WQ	WB-Darstellung: Temperatur/ Dauer/ Abkühlungsart

<b>Formelzeichen</b>	<b>Bedeutung</b>
a	Riszlänge
a/W	Verhältnis aus Riszlänge und Probentiefe
C	Koeffizient in der Paris-Anpassung
da/dN	Rissfortschrittsinkrement pro Zyklus
da/dt	Rissfortschrittsinkrement pro Zeit
$\Delta K$	Zyklischer Spannungsintensitätsfaktor
$K_{max}$	Maximaler Spannungsintensitätsfaktor eines Zyklus
$K_{min}$	Minimaler Spannungsintensitätsfaktor eines Zyklus
$K_{IC}$	Bruchzähigkeit
$K_{th,O2}$	Schwellenwert des zeitabhängigen Risswachstums
$\Delta K_{th,int}$	Intrinsischer Schwellenwert
$\Delta K_{th,LC}$	Langrisschwellenwert
m	Steigung in der Paris-Anpassung
$N_f$	Zyklenzahl am Versuchsende

---

$R_\sigma$	Belastungsverhältnis der Spannungen
$r_{\text{crit}}$	Kritischer Ausscheidungsradius
$T_{\text{Stauch}}$	Stauchtemperatur
$t$	Zeit
$U$	Absolutes Potential
$Y$	Geometriefunktion
$\gamma_{\text{st}}$	Grenzflächenenergie
$\delta$	Gitterfehlpassung, Formel (2.3)
$\varepsilon$	Dehnung
$\dot{\varepsilon}$	Dehnrage
$\mu$	Schermodul
$\sigma$	Spannung
$\varphi$	Umformgrad
$\dot{\varphi}$	Umformgeschwindigkeit

# 1 Einleitung

In dieser Arbeit wird das Ermüdungsrisswachstum der neuen Nickelbasisschmiedelegerung VDM Alloy 780 Premium® (Alloy 780) untersucht. Die Legierung soll, genau wie die vergleichbare Legierung ATI Allvac® 718Plus™ (Alloy 718Plus), höhere Betriebstemperaturen in Turbinen ermöglichen. Dies resultiert in einer höheren Effizienz, die mit einer Reduktion der Emissionen einhergeht. Ein Weg, diese Steigerung zu erreichen, ist die Erhöhung der Turbineneintrittstemperatur. Als problematisch erweisen sich dabei die Scheibenwerkstoffe. Diese kommen nicht direkt in Verbindung mit dem  $\approx 1800\text{ °C}$  heißen Abgasstrom, erfahren am äußeren Scheibenrand aber Temperaturen von  $\approx 650\text{ °C}$  [1]. Hier wird die Turbinenscheibe, die durch die Tannenbaumstruktur mit den Schaufeln verbunden ist, durch hohe Fliehkkräfte belastet und muss eine gute Kriechfestigkeit sowie einen guten Widerstand gegen das Risswachstum aufweisen [2]. Zusätzlich muss sie an der Verbindung mit der Welle bei geringeren Temperaturen niederzyklische Belastungen (engl. low cycle fatigue, kurz: LCF) von bis zu 1000 MPa ertragen [1].

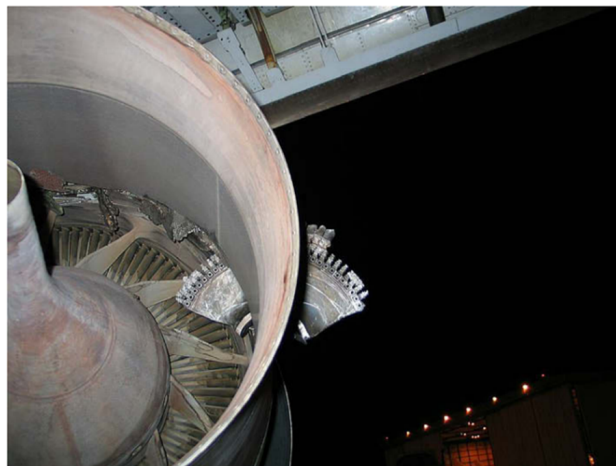


Abbildung 1.1: Versagen einer Turbinenscheibe während einer Wartung. Die zerstörte Scheibe stammt aus der ersten Stufe in der Hochdruckturbinen [3].

Die unter anderem im Hochdruckverdichter eingesetzte Legierung Inconel® 718 (Alloy 718) kann nicht oberhalb von  $650\text{ °C}$  betrieben werden, da bei höheren Temperaturen eine Umwandlung der metastabilen  $\gamma''$ -Phase in die stabile  $\delta$ -Phase erfolgt. Letztere erhöht im Gegensatz zu der  $\gamma''$ -Phase nicht die Festigkeit. Mit der Phasenumwandlung erfolgt also ein unzulässiger Verfall der mechanischen Eigenschaften. Die  $\gamma'$  gehärteten Legierungen wie Udimet® 720Li (U 720Li<sup>1</sup>) und Waspaloy, die für höhere Temperaturen geeignet sind, weisen

---

<sup>1</sup> Li: low interstitial

höhere Herstellungskosten<sup>2</sup> auf, sodass ein Einsatz anstelle von Alloy 718, soweit möglich, vermieden wird. Die neue Legierung Alloy 780, die Alloy 718 ersetzen soll, muss also günstiger als U 720Li und Waspaloy in der Herstellung und oberhalb von 650 °C einsetzbar sein. Eine vergleichbare Ultraschallprüfbarkeit und Schweißbeignung zu Alloy 718 ist zusätzlich wünschenswert.

In ersten Versuchen während der Legierungsentwicklung von Alloy 780, die bei VDM-Metals (VDM) und der TU-Braunschweig durchgeführt wurde, zeigte die Legierung Resultate, die den Anforderungen genügen [4], [5], [6], [7]. Nicht ausführlich untersucht wurde das Ermüdungsrisswachstum. Dies ist bei rotierenden Komponenten wie Turbinenscheiben allerdings ein entscheidendes Kriterium. Diese Komponenten werden mit einem schadenstoleranten Ansatz (engl. damage tolerant design) ausgelegt und bewertet. Es wird also von vorhandenen Anfangsdefekten (Rissen, Poren, etc.) ausgegangen. Ein Defekt, der nicht mit zerstörungsfreien Methoden (u.a. Ultraschall) ermittelt werden kann, darf zwischen Wartungsintervallen kein kritisches Ausmaß annehmen, das zu einem Versagen des Bauteils führen kann (siehe Abbildung 1.1) [8]. Das Risswachstumsverhalten der Nickelbasislegierungen, die zu einer Sauerstoffversprödung neigen, muss also gut untersucht sein. Dies gilt besonders für die Belastungen, die beim Start (engl. Take-off) auftreten. In der schematischen Darstellung eines zivilen Flugzyklus von R. C. Reed in Abbildung 1.2 ist dieser mit einer Dauer von ca. 2 min angegeben. In dieser Zeit ist die TET und auch die thermomechanische Belastung der Scheibenwerkstoffe am größten. Um diese Belastung zu untersuchen, kann im Risswachstumsversuch eine Haltezeit von 120 s bei maximaler Last verwendet werden. Die daraus gewonnenen Informationen können über eine Modellbeschreibung in die Auslegung des Bauteils einfließen.

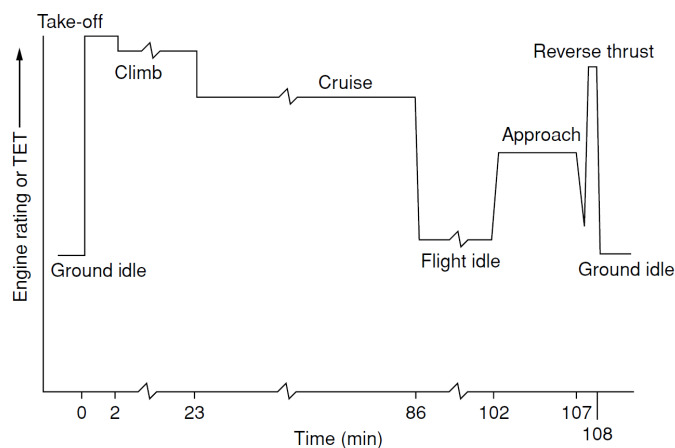


Abbildung 1.2: Entwicklung der Turbineneintrittstemperatur (TET) während eines Flugzyklus [9].

<sup>2</sup> In die Herstellungskosten gehen sowohl die Rohmaterialkosten als auch die Kosten im Herstellungsprozess ein. Dies beinhaltet auch höhere Schmiedetemperaturen oder vermehrte Ofenrücklagen in der Herstellung, um beispielsweise eine starke Verfestigung durch eine Ausscheidungshärtung im Prozess, wie es bei Waspaloy auftreten kann, zu vermeiden.

---

Für die Legierungen Alloy 718 und Alloy 718Plus ist bekannt, dass eine solche Haltezeit das Risswachstumsverhalten stark beeinflusst. Die Risswachstumsraten steigen mit steigender Haltezeitdauer um mehrere Größenordnungen [10], [11]. Dem kann zum einen durch eine Anpassung der chemischen Zusammensetzung entgegengewirkt werden. So wirkt sich eine Zulegierung von Bohr oder Zirkon positiv auf die Kriech- und Risswachstumseigenschaften [12], [13], [14] sowie die Duktilität bei erhöhten Temperaturen von einigen Legierungen aus [15], [16]. Neben einer Änderung der Legierungszusammensetzung, die in dieser Arbeit nicht untersucht wird, kann das Risswachstum mit Hilfe der thermomechanischen Herstellungsrouten beeinflusst werden. So bewirken Ausrichtungen der intermetallischen Phasen [17] und eine Manipulation der Korngrenzenmorphologie [18] eine Verlangsamung des Risswachstums. Um das Risswachstum der Legierung Alloy 780 zu untersuchen, werden dementsprechend verschiedene Herstellungsrouten (Stauchen + Wärmebehandlung) untersucht, die in unterschiedlichen mikrostrukturellen Zuständen resultieren. Das eingestellte Gefüge wird hinsichtlich Korngröße, intermetallischer Ausscheidungen und Korngrenzenmorphologie charakterisiert und mit den Risswachstumsraten korreliert. Die Ergebnisse werden mit den bereits genannten Legierungen Alloy 718, Alloy 718Plus, U 720Li und Wapaloy verglichen.

## 2 Theoretische Grundlagen

In diesem Kapitel wird die untersuchte Legierung VDM Alloy 780 (Alloy 780) vorgestellt. Dazu werden die Zusammensetzung sowie die vorliegenden intermetallischen Phasen und deren Ausscheidungskinetik vorgestellt. Für eine Einordnung in der Gruppe der Nickelbasislegierungen werden Gegenüberstellungen mit Vergleichslegierungen vorgenommen. Diese können dabei in die 718-artigen (Alloy 718, Alloy 718Plus), die neben der  $\gamma'/\gamma''$  – Phase noch eine weitere HT-Phase besitzen und solche, denen diese Phase fehlt (U 720Li, Waspaloy), eingeteilt werden. Neben der Legierungsvorstellung wird ein Einblick in das Risswachstumsverhalten von geschmiedeten Nickelbasislegierungen gegeben. Dabei steht die oftmals auftretende Sauerstoffversprödung im Mittelpunkt. Welche Strategien angewandt werden, um dieser entgegenzuwirken, wird am Schluss des Kapitels vorgestellt.

### 2.1 Die Legierung VDM Alloy 780

Die Legierung VDM Alloy 780 wurde in Kooperation zwischen der TU-Braunschweig und der VDM – Metals Groups (VDM) entwickelt [5], [6], [4]. Sie soll in rotierenden Turbinenscheiben bei Temperaturen oberhalb von 650 °C eingesetzt werden. Bei 650 °C ist der Einsatz von Waspaloy und U 720Li auf Grund hoher Herstellungskosten noch unerwünscht, die billigere Legierung Alloy 718 hingegen durchläuft bei diesen Temperaturen eine Phasenumwandlung und ist somit nicht geeignet. Eine neue Legierung muss also einen Kompromiss zwischen den Legierungseigenschaften darstellen. Um dies zu erreichen, wurde in Alloy 780 die metastabile  $\gamma''$  – Phase aus Alloy 718 vermieden und durch die stabile  $\gamma'$  – Phase ersetzt, sodass eine Einsatztemperatur oberhalb von 650 °C möglich ist. Die Ausscheidungskinetik dieser Phase muss ausreichend langsam sein, sodass eine Aushärtung im Herstellungsprozess vermieden und eine gute Umformbarkeit während der Fertigung gegeben bleibt. Des Weiteren wird die  $\delta$  – Phase aus Alloy 718 übernommen, da diese für eine Prozesssteuerung der Korngröße eingesetzt werden kann. Die resultierende chemische Zusammensetzung und die intermetallischen Phasen werden in den nachfolgenden Kapiteln vorgestellt.

#### 2.1.1 Legierungskonzept

Die chemische Zusammensetzung wurde mittels thermodynamischer Simulationen und Versuchen entwickelt und ist in Tabelle 2.1 dargestellt. Für die Entwicklung wurden die anderen dargestellten Legierungen und deren Abweichungen von Alloy 718 betrachtet. Kobalt wurde, genau wie in Waspaloy und U 720Li, zulegiert, sodass die  $\gamma'$  – Lösungstemperatur reduziert und die der  $\delta$  – Phase gesteigert wird [5]. Dadurch wird das Schmiedefenster vergrößert und eine einfachere Handhabung während der Umformung ermöglicht. Die gestiegenen Rohstoffkosten durch die Zulegierung von Kobalt werden durch die vereinfachte Umformung im Vergleich zu

U 720Li und Waspaloy mehr als ausgeglichen, sodass geringere Herstellungskosten vorliegen. Um die resultierende Reduktion der Hochtemperaturstabilität der  $\gamma'$ -Phase auszugleichen, wurde das Al/Ti-Verhältnis, wie in Alloy 718Plus umgesetzt, umgedreht, sodass mehr Aluminium vorhanden ist [4].

Tabelle 2.1: Chemische Zusammensetzung der Legierungen Alloy 780 [7], Waspaloy [19], [20], U 720Li [21], Alloy 718 [22], [23], Alloy 718Plus [24], [11] in wt%.

Legierung	Ni	Co	Cr	Mo	Al	Ti	Nb	Fe	W
<b>Alloy 780</b>	Rest	25	18	3	2	0.2	5.4	-	-
<b>Waspaloy</b>	Rest	13.5	19.5	4.3	1.3	3.0	-	max.2	-
<b>U 720Li</b>	Rest	14.5	16.2	3,2	2.6	5.1	-		1.7
<b>Alloy 718</b>	Rest	-	18	3	0.55	0.95	5.05	19	-
<b>Alloy 718Plus</b>	Rest	9	18	3	1.5	0.7	5.5	10	1.0

Durch die Reduktion des Titananteils wird ebenfalls die  $\eta$ -Phase, die oftmals in spitzen Nadeln ausgeschieden wird, etwas stärker unterdrückt, da diese durch Kobalt und Titan stabilisiert wird. Eine Einordnung in Abbildung 9.35 deutet allerdings darauf hin, dass  $\eta$ -Phase vorliegen kann und die Legierung einen hohen  $\gamma'$ - und geringeren  $\delta$ -/ $\eta$ -Anteil aufweisen könnte. Komplette unerwünscht in 718-artigen Legierungen sind die spröden TCP (topological closed packed) Phasen. Um diese zu unterdrücken, wird kein Eisen in der Legierung verwendet. Für einen Erhalt der  $\delta$ -Phase wird der Niobanteil von Alloy 718 übernommen. Für eine detaillierte Betrachtung des Legierungskonzepts sei auf die Veröffentlichungen [5], [4] und [6] verwiesen.

## 2.1.2 Intermetallische Phasen

Für die Temperaturbeständigkeit und Umformbarkeit sind, wie in vorherigen Abschnitten bereits angedeutet, die intermetallischen Phasen, die in der Legierung ausgeschieden werden von zentraler Bedeutung. In Alloy 780 und den oben aufgeführten Vergleichslegierungen liegt neben der kubisch flächenzentrierten (kfz) Matrix die festigkeitsgebende Phase  $\gamma'$  ( $\gamma''$  in Alloy 718) vor. Sie scheidet sich nach der  $L1_2$ -Struktur aus und wird mit  $(\text{Ni, Co})_3(\text{Al, Ti})$  [5] oder  $\text{Ni}_3(\text{Al, Nb, Ti})$  [1] angegeben. Die Kristallstruktur ist in Abbildung 2.1a dargestellt. Die  $\gamma'$ -Phase scheidet sich vorwiegend in kubischer Form aus, kann aber, abhängig von der Gitterfehlpassung auch sphärisch oder plattenförmig vorliegen [5]. Schmiedelegierungen, zu denen auch Alloy 780 und die anderen oben genannten Vergleichslegierungen gehören, weisen einen Volumenanteil von bis zu 40% an  $\gamma'$ -Phase auf. Guss und Pulverlegierungen können noch höhere Anteile enthalten [2], [25]. Das Ausscheiden dieser Phase soll, wenn möglich, nicht während der Umformung stattfinden, da diese durch die resultierende Verfestigung erschwert wird [4]. Die in Alloy 718 auftretende metastabile und tetragonale  $\gamma''$ -Phase ( $\text{DO}_{22}$ ,  $\text{Ni}_3[\text{Nb, Ta}]$ ) ist der  $\gamma'$ -Phase in Bezug auf die Festigkeitssteigerung überlegen, wandelt sich aber ab ca. 650 °C in die  $\delta$ -Phase um [1]. Somit ist sie der limitierende Faktor für die Einsatztempera-

tur der Legierung. Aus diesem Grund wurde Alloy 780, genau wie Alloy 718Plus, auf die  $\gamma'$ -Phase ausgelegt.

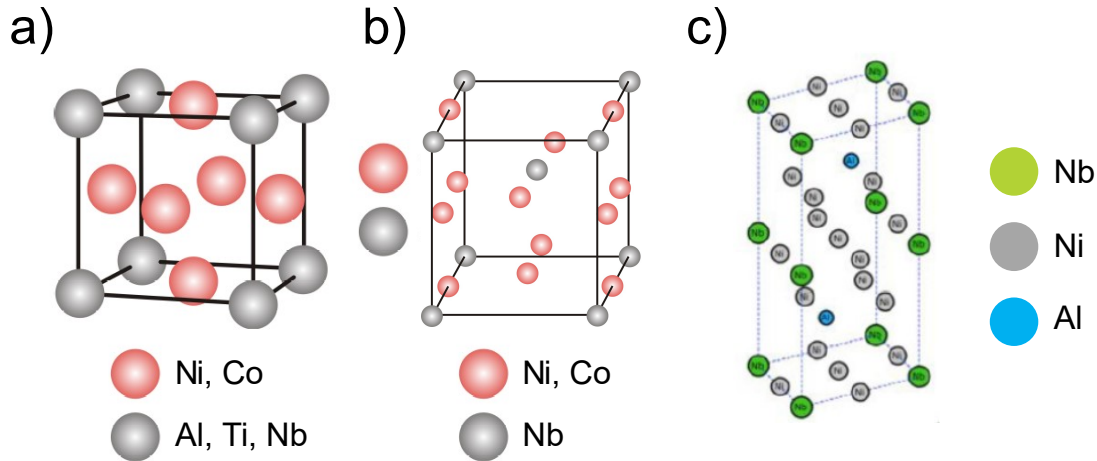


Abbildung 2.1: Kristallstruktur der intermetallischen Phasen. a)  $\gamma'$ -Phase [5] b)  $\delta$ -Phase [5] c)  $\eta$ -Phase [1].

In den 718-artigen Legierungen liegen neben der festigkeitssteigernden Phase noch die HT-Phasen vor. Diese leisten vermutlich keinen Beitrag zur Festigkeit der Legierung, sind aber unter anderem für die Kontrolle der Korngröße wichtig, da sie das Kornwachstum behindern können, wenn sie an Korngrenzen ausgeschieden werden [26], [23], [27], [28]. In Alloy 718 tritt die orthorombische  $\delta$ -Phase, deren Stöchiometrie mit  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  angegeben wird (siehe Abbildung 2.1b), in plattenförmiger oder rundlicher Ausprägung auf [29], [22], [23], [27].

In Alloy 780 und Alloy 718Plus sind sowohl die  $\delta$ - als auch die hexagonale  $\eta$ -Phase ( $\text{Ni}_3\text{Ti}$  oder  $\text{Ni}_6\text{AlNb}$  [30]) vorhanden und dies, wie in Abbildung 2.2 dargestellt, oftmals kombiniert in einer Ausscheidung [4], [30], [31], [32]. In Alloy 718Plus überwiegt die  $\eta$ -Phase anteilmäßig [31]. Laut Sharma et. al. [30] gilt dies auch für Alloy 780. Beide Phasen können für die Kontrolle der Korngröße eingesetzt werden. Die Morphologie der Ausscheidungen kann in Alloy 718Plus von dem Verformungszustand abhängen. Ausscheidungen, die während einer Sub-Solvus Schmiedung ihre Kohärenz mit der Matrix verlieren und dementsprechend in einer verformten Mikrostruktur vorliegen, entwickeln in einer nachfolgenden Wärmebehandlung (WB) eine plattenförmige Ausprägung, während lamellare Strukturen bei Wärmebehandlungen in versetzungsfreien Zuständen entstehen [1]. Um die Unterscheidung zwischen beiden Phasen auch ohne Transmissions Elektronenmikroskop (TEM) zu ermöglichen, führten Sharma et. al [30] für Alloy 780 eine Indizierung in Kikuchi-Mustern (Grundlage für EBSD-Aufnahmen) ein, die eine Unterscheidung ermöglicht. Die Lösungstemperaturen (engl. solvus temperature, kurz: Solvus) der Phasen sind abhängig von der jeweiligen Legierungszusammensetzung in Tabelle 2.2 gegeben.

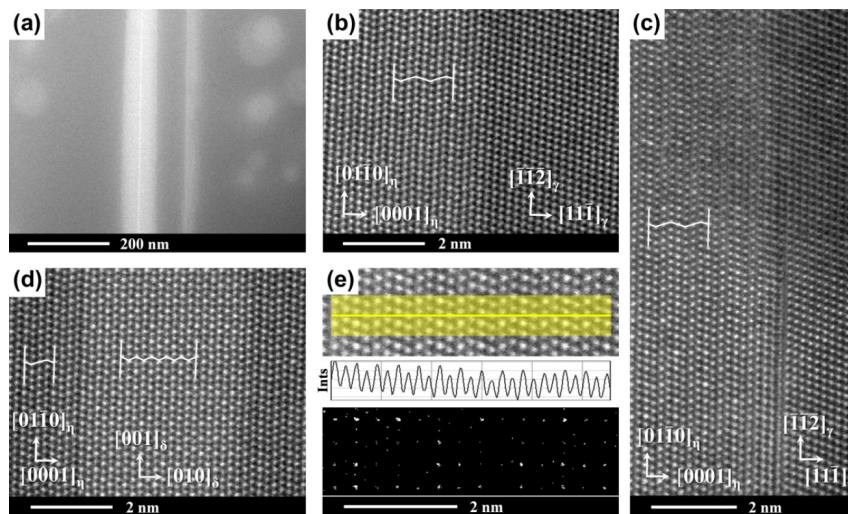


Abbildung 2.2: Packungsfolge der kombinierten  $\delta/\eta$  – Phase in Alloy 718Plus [31].

Neben oben genannten intermetallischen Phasen sind in den 718-artigen Legierungen noch Niobcarbide (NbC) und Titanitride/ Carbonitride Ti(C, N) [33] zu finden. Aufgrund ihres geringen Anteils lassen sie sich nicht effektiv für die Korngrößensteuerung einsetzen. Des Weiteren werden diese bereits früh in der Prozessroute ausgeschieden. Für eine spätere Manipulation sind hohe Temperaturen erforderlich, die in oftmals unerwünschtem Kornwachstum resultieren würden.

### 2.1.3 Ausscheidungskinetik

Neben der chemischen Zusammensetzung und den daraus resultierenden intermetallischen Phasen, ist die thermomechanische Prozessführung entscheidend für die Eigenschaften des fertigen Werkstückes. Für eine gezielte Einstellung der Eigenschaften muss die Herstellungsrouten an die Ausscheidungskinetik angepasst werden. Die zeitabhängige Ausscheidung wird in Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagrammen (ZTU) dargestellt. In Abbildung 2.3 ist das ZTU-Diagramm für die Legierung Alloy 780 dargestellt. Dieses wurde experimentell bei VDM ermittelt und bereitgestellt. Für einen direkten Vergleich der Ausscheidungskinetik sind die Diagramme für Alloy 718 und Alloy 718Plus ebenfalls gegeben. Zu erkennen ist die gesteigerte Lösungstemperatur der  $\gamma'$ -Phase der neueren Legierungen gegenüber der  $\gamma''$ -Phase von Alloy 718. Des Weiteren liegt die *Ausscheidungsnase* der HT-Phase von Alloy 780 knapp unterhalb von 1000 °C, während sie bei den anderen beiden Legierungen eher bei 900 °C angesiedelt, dafür aber nicht so spitz ausgeprägt ist.

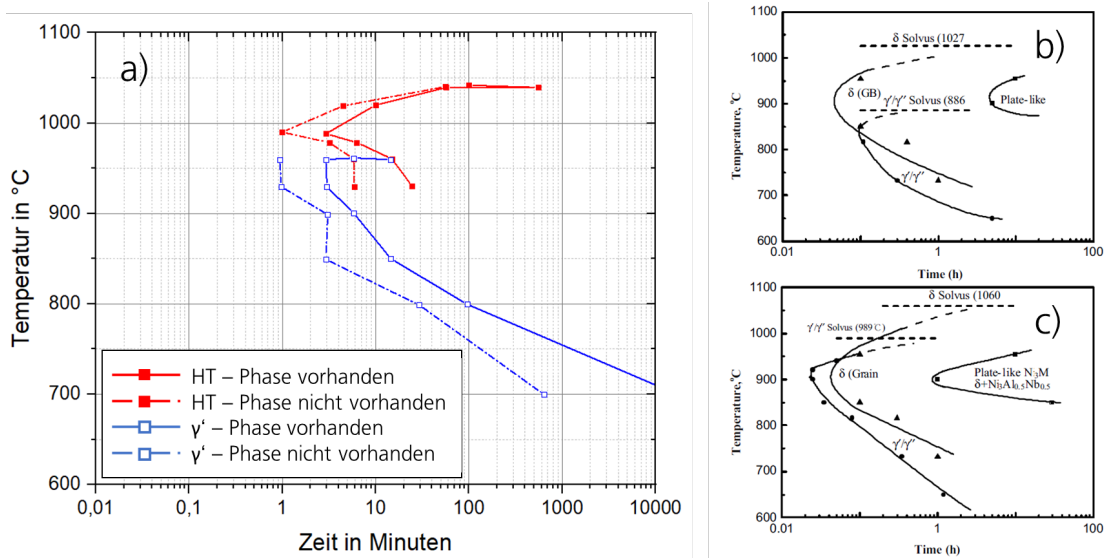


Abbildung 2.3: ZTU-Diagramm der Legierung Alloy 780. Das Diagramm wurde experimentell von VDM ermittelt und bereitgestellt. ZTU-Diagramm der Legierung b) Alloy 718 und c) Alloy 718Plus. Die eingetragenen Lösungstemperaturen wurden mit Thermo-Calc ermittelt [34].

Die Lösungstemperaturen der oben vorgestellten Phasen sind in Tabelle 2.2 aufgeführt. Diese werden im Design der Prozessroute als Referenzpunkte verwendet (siehe Kapitel 2.2.1). Da in der Literatur teilweise sehr unterschiedliche Werte angegeben werden, sind Temperaturbereiche dargestellt. Wie die experimentellen Werte ermittelt wurden, wird an dieser Stelle nicht aufgeführt. Ob es sich um Differenzkalorimetrie (engl. differential scanning calorimetry - DSC) Messungen oder die Auswertung metallographischer Schlitze handelt, ist in den Quellen nachzulesen. Eine Unterscheidung der HT-Phase in  $\delta$ - und  $\eta$ -Phase wird nicht vorgenommen. Simulative Werte werden in der Auflistung ebenfalls nicht berücksichtigt.

Tabelle 2.2: Lösungstemperaturen der intermetallischen Phasen in Alloy 718, Alloy 718Plus, Alloy 780, U 720Li und Waspaloy. Für Alloy 718 wird  $\gamma''$  anstelle von  $\gamma'$  betrachtet. Die Einsatztemperatur ist ebenfalls gegeben.

	$\gamma'$ – Solvus in °C	$\delta/\eta$ – Solvus in °C	Einsatztemperatur (max.) in °C
<b>Alloy 780</b>	995-1000 [4]	1020-1030 [4]	$\leq 750$ [30]
<b>Waspaloy</b>	1030-1080 [5], [20]	-	700-750 [35]
<b>U 720Li</b>	1135-1155 [36], [4]	-	700-730 [17], [37]
<b>Alloy 718</b>	913-938 [13], [2]	996-1030 [38], [2]	650 [38]
<b>Alloy 718Plus</b>	954-982 [2]	998-1012 [24]	675-704 [24], [39]

Neben diesen Solvus-Temperaturen ist in der Prozessroute zu beachten, dass die Ausscheidungskinetik des ZTU-Diagramms abhängig vom Ausgangszustand des Materials ist. Ein verformtes Ausgangsmaterial stellt z.B. mehr Keimstellen für die Bildung von Ausscheidungen zur Verfügung, sodass in diesem Falle eine beschleunigte Kinetik zu erwarten ist [2], [1]. McDevitt [40] untersuchte den Einfluss der Stauchtemperatur (954–1093 °C), der Höhenreduktion wäh-

rend des Stauchens (11–50%) und einer anschließenden Lösungsglühung in Alloy 718Plus auf das Ausscheidungsverhalten der  $\eta$  – Phase, die zu dieser Zeit noch als  $\delta$  – Phase interpretiert wurde. Dabei stellte er fest, dass eine starke Umformung zu einer geringeren Ausscheidung der intermetallischen Phase im Stauchprozess führt (siehe Abbildung 2.4a). Wie in Abbildung 2.4b zu sehen ist, verändert sich dies aber, wenn eine Lösungsglühung bei 954 °C für 1h angeschlossen wird. Während dieser Glühung scheidet sich mehr  $\eta$  – Phase aus, wenn zuvor stark umgeformt wurde. Eine Supersolvus Glühung zwischen dem Stauchprozess und der Lösungsglühung verhindert eine Ausscheidung in der folgenden Lösungsglühung vollständig. Die Versetzungsstruktur ist also entscheidend für die Ausscheidungskinetik [40].

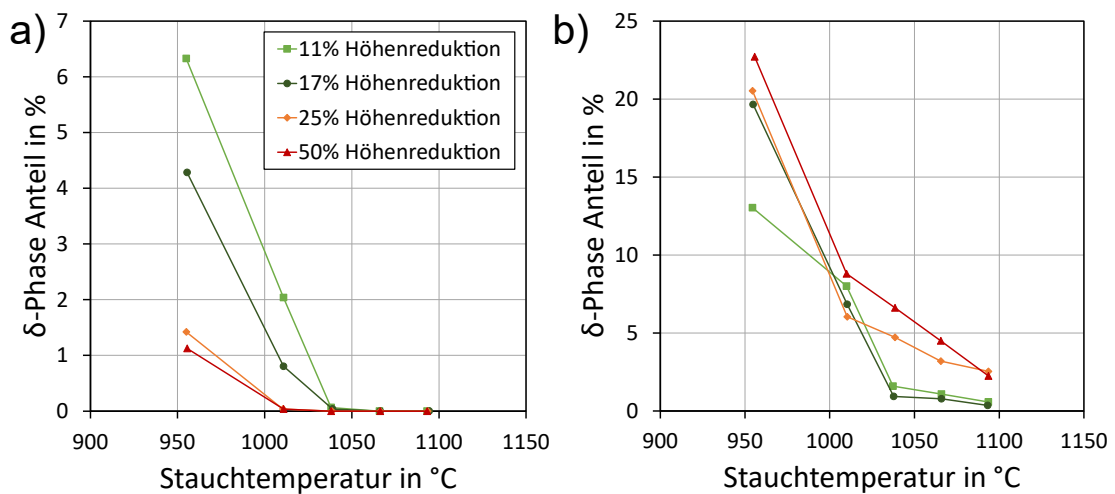


Abbildung 2.4: Einfluss der Verformung auf die Ausscheidungskinetik der  $\eta$  – Phase in Alloy 718Plus. a) Ausscheidungsanteil direkt nach der Verformung. b) Ausscheidungsanteil nach einer Umformung mit anschließender Lösungsglühung. Zur Zeit der Veröffentlichung wurde der  $\delta$  / $\eta$  – Komplex noch als  $\delta$  – Phase interpretiert. Daten aus [40].

A. Casanova [24] untersuchte den Rand und Kern eines geschmiedeten Knüppelabschnitts aus Alloy 718Plus und konnte auch zeigen, dass die Ausscheidungskinetik am Rand durch die Versetzungsstrukturen beschleunigt wird. Des Weiteren kann die Morphologie und Kohärenz mit der Versetzungsdichte erklärt werden. Im Kern liegen wenige Versetzungen vor und die  $\eta$  – Phase wächst kohärent in die Matrix hinein. Es entstehen lange und dünne Platten. Bei der hohen Versetzungsdichte am Rand verdicken sich die Ausscheidungen und versuchen so eine Krümmung zu erreichen, die der Matrix folgt. Im Vergleich zum Kern verbleibt die intermetallische Phase aber inkohärenter. Vergleichbare Untersuchungen an Alloy 780 liegen zur Kenntnis des Autors dieser Arbeit nicht vor. Das verfügbare ZTU-Diagramm ist in komplexen thermomechanischen Prozessrouten also lediglich als Orientierung zu verstehen und sollte analog zu Casanova [24] um den Ausscheidungsanteil ergänzt werden.

## 2.2 Herstellung einer Turbinenscheibe - Prozessroute

Alloy 780 und die Vergleichslegierungen gehören zu der Gruppe der polykristallinen Schmiedelegerungen. Diese werden in Flugturbinen vorwiegend in Kompressor- oder Hochdruckturbinenscheiben eingesetzt [2]. Die Herstellungsrouten der Schmiedelegerungen kann grob in vier Bereiche eingeteilt werden. Zu Beginn wird der Gussblock im *Tripple Melt* Verfahren hergestellt, um den Reinheitsgrad zu verbessern und Seigerungen zu vermeiden<sup>1</sup>. Eine übliche Kombination aus Er- und Umschmelzen besteht aus VIM + ESR + VAR (Vacuum Induction Melting + Electro Slag Remelting + Vacuum Arc Remelting). Im anschließenden Reckschmiedeprozess wird der Gussblock gleichmäßig umgeformt, um die Gussstruktur durch Rekristallisationsprozesse aufzubrechen und ein möglichst homogenes Gefüge mit feinen, globularen Körnern zu erzeugen. Dies geschieht, wie in industriellen Prozessen üblich, in einem mehrere Hitzen<sup>2</sup> umfassenden Prozess.

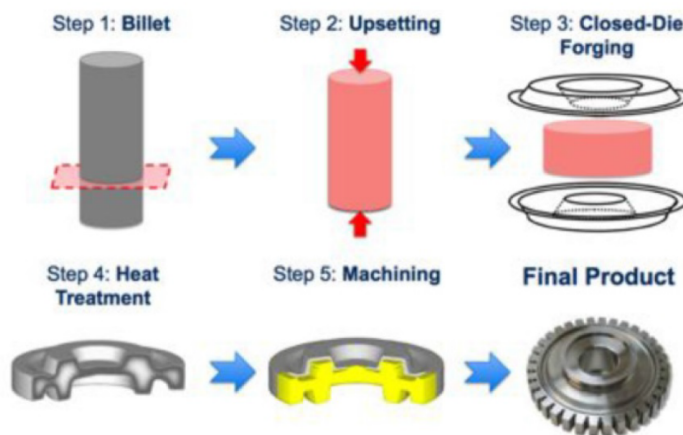


Abbildung 2.5: Schritte für die Herstellung einer Turbinenscheibe ausgehend von dem Knüppel, der im Freiformschmiedeprozess erstellt wurde [1].

Aus dem fertigen Knüppel (engl. billet) werden Scheiben abgetrennt, die, in der dritten Fertigungsstufe, im Gesenk endgeometrienah fertig geschmiedet werden. Dies geschieht meist in mehreren Schritten [9]. Anschließend werden die Scheiben noch einer Wärmebehandlung unterzogen, um die Mikrostruktur, die im Einsatz erwünscht ist, einzustellen. Es folgt eine Bearbeitung für die Endgeometrie (siehe Abbildung 2.5). Im Folgenden wird nur auf das Gesenkschmieden und die Wärmebehandlung eingegangen, da diese in der gegenwärtigen Arbeit für Alloy 780 variiert wurden.

<sup>1</sup> Die Legierung U 720 wird pulvermetallurgisch hergestellt. Nur die Weiterentwicklung U 720Li kann über die Kombination aus Gießen und Schmieden hergestellt werden [30], [66].

<sup>2</sup> Eine *Hitze* besteht aus einer Ofenrücklage des Werkstückes, um dieses wieder auf die Schmiedetemperatur aufzuwärmen und einer anschließenden Umformung.

### 2.2.1 Gesenkschmieden

Beim Schmieden der Turbinenscheibe im Gesenk werden die annähernde Endkontur und das Endgefüge eingestellt, das nur noch mit der nachfolgenden Wärmebehandlung beeinflusst werden kann. Der Prozess wird meist mit beheizten Werkzeugen oder isotherm durchgeführt [41], [42], [43] und besteht aus mehreren Schmiedeschritten. Eine Kombination aus einer isothermen und klassischen Umformung wird beispielsweise für Waspaloy in dem *ISOCON*-Prozess umgesetzt [44]. Sukzessive Umformungen können zu einer Ausrichtung von mikrostrukturellen Komponenten, wie z.B. der  $\delta$ -Phase in Alloy 718, entlang der Fließlinien führen [45]. Hühnert et. al. konnten dies auch für die  $\eta$ -Phase in Alloy 718Plus zeigen [17]. Die Kornstruktur wird ebenfalls in der Umformung beeinflusst. Dabei ist zu berücksichtigen, dass nach dem Stauchen keine weitere Umformung mehr folgt. Eine Verringerung der Korngröße ist also nicht mehr ganzheitlich und gezielt möglich. Eine Ausnahme stellt ein stark verformtes Gefüge dar, das in einer nachträglichen Auslagerung rekristallisieren kann [28]. Die Zielkorngröße (siehe Abbildung 2.6) sollte folglich in diesem Schritt erreicht oder unterschritten werden. Um dies zu gewährleisten, müssen die Auswirkungen der Vorgänge Rekristallisation (RX) und Erholung in der Umformung des Ausgangsmaterials bekannt sein. Dafür kann mit Stauchversuchen eine Prozesskarte, wie sie in Abbildung 2.6 exemplarisch für Alloy 718Plus dargestellt ist, erstellt werden. In dieser wird der Einfluss der veränderbaren Parameter Umformgeschwindigkeit und Stauchtemperatur auf das Rekristallisationsverhalten dargestellt.

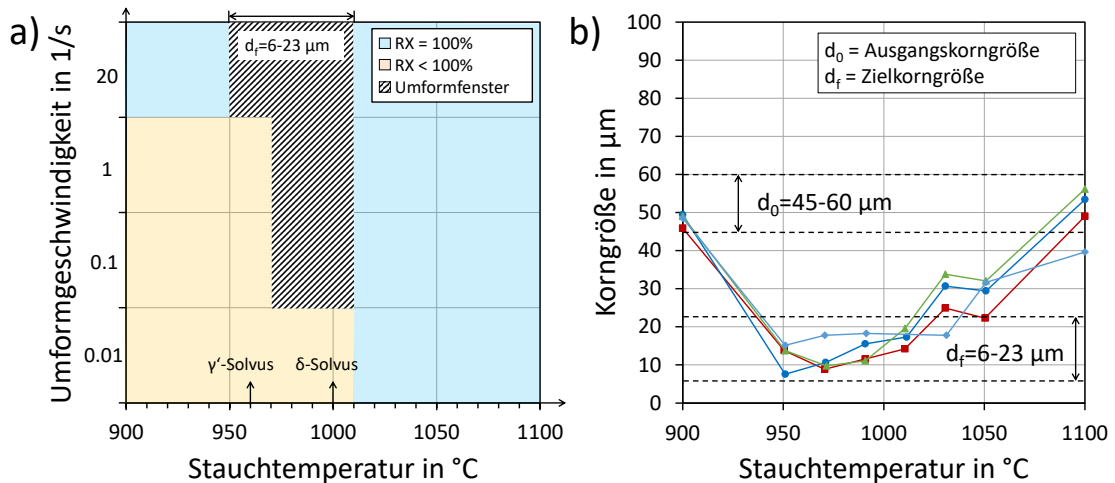


Abbildung 2.6: a) Darstellung einer Prozesskarte für die Warmformgebung von Alloy 718Plus. b) Korngrößenentwicklung in Abhängigkeit der Stauchtemperatur. Der Bereich der Zielkorngröße von 6-23  $\mu\text{m}$  ist mit angegeben [2]. Die Prozesskarte in a) ist für  $\varphi = 0.7$  erstellt worden.

Die Stauchtemperatur für Nickelbasislegierungen liegt meist im Bereich der Lösungstemperatur der prozessrelevanten intermetallischen Phasen ( $\gamma'$  und  $\delta/\eta$ -Phase), um geringe Umformkräfte mit gewünschten mikrostrukturellen Veränderungen kombinieren zu können. Es wird zwischen den Sub- und Supersolvus-Prozessschritten unterschieden, bei denen unter- bzw. oberhalb der Lösungstemperatur umgeformt wird. Bei 718-artigen Legierungen mit einer HT –

Phase, wie beispielsweise der  $\eta$ -Phase in Alloy 718Plus, beziehen sich die Präfixe *Sub* und *Super*, wenn nicht anders angegeben, auf die Lösungstemperatur dieser Phase [4], [40]. Bei einer Supersolvus-Route werden die Ausscheidungen möglicherweise vollständig aufgelöst, sodass starkes Kornwachstum einsetzen kann, während eine Umformung unterhalb der Lösungstemperatur die Bildung von intermetallischen Phasen begünstigt, die, im Falle von  $\gamma'$ , einen starken Anstieg der Festigkeit zur Folge haben und somit die Verarbeitung erschweren. Des Weiteren können die Rekristallisationsvorgänge durch die Ausscheidungen behindert werden [2], [46]. Da die Ränder des Werkstücks schneller abkühlen als der Kern, der durch die Umformenergie sogar noch um bis zu 100 °C erwärmt wird, sollte die Prozesskarte einen größeren Temperaturbereich abdecken [2]. Dies ist besonders bei großen Bauteilen, wie sie in stationären Gasturbinen verwendet werden, zu berücksichtigen. Bei diesen können Konzepte aus der Luftfahrt nicht einfach übernommen werden, da neben anderen Anforderungen an die Langzeitstabilität auch abweichende Umform- und Temperaturbedingungen vorliegen, die durch die Bauteilgröße bedingt sind [8]. Die lokalen Temperaturen und Dehnraten können mit Hilfe von FE-Simulationen ermittelt werden. Die auftretenden Extremwerte können helfen, die Versuchsmatrix für die Prozesskarte zu ermitteln.

### 2.2.2 Wärmebehandlung

Nach dem Stauchen des Vormaterials zur endabmessungsnahen Geometrie der Turbinenscheibe wird eine mehrstufige Wärmebehandlung durchgeführt, um die gewünschten Eigenschaften über die Ausscheidung der intermetallischen Phasen einzustellen. Der grundsätzliche Aufbau der Wärmebehandlung ist für die in dieser Arbeit betrachteten Legierungen vergleichbar. Auf eine Lösungsglühung folgt eine Aushärtung (siehe Abbildung 2.7). Erstere erzeugt einen reproduzierbaren Ausgangszustand in dem die  $\gamma'$  ( $\gamma''$  in Alloy 718) bildenden Elemente in der Matrix gelöst werden, damit diese für eine gezielte Ausscheidung in der Aushärtung verfügbar sind. Die Temperatur sollte allerdings nicht zu hoch gewählt werden, da sonst starkes Kornwachstum einsetzt, das unerwünscht ist, wenn die Zielkorngröße, die von Löhnert [2] in Abbildung 2.6 mit 6-23  $\mu\text{m}$  angegeben wird, erreicht werden soll. In Abbildung 2.8a ist die Grenztemperatur, bei der signifikantes Kornwachstum einsetzt, für Alloy 718 dargestellt [18]. Dabei ist zu berücksichtigen, dass die dargestellte Ausgangskorngröße groß ist und Kornwachstum für geringere Korngrößen somit bereits bei geringeren Temperaturen einsetzen könnte.

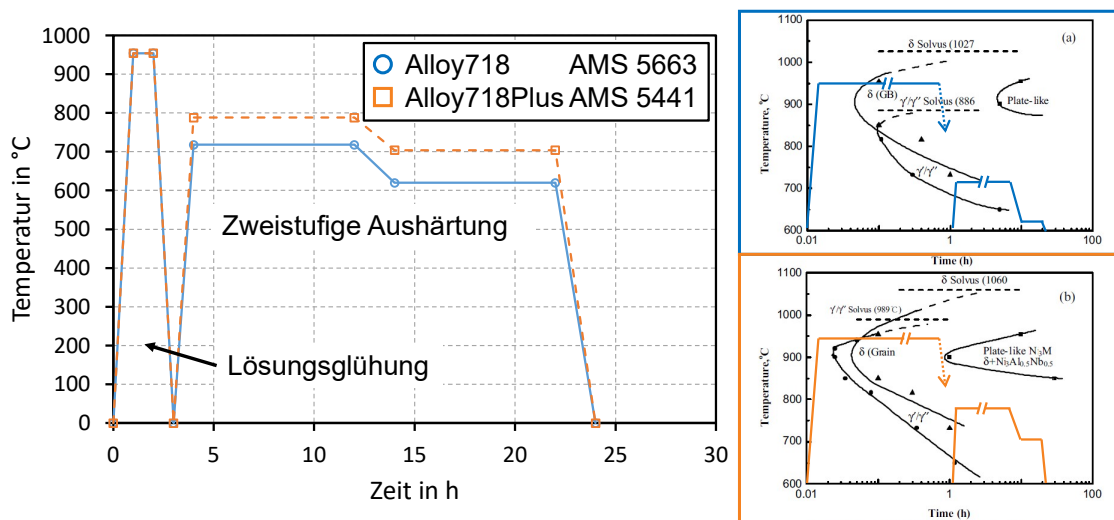


Abbildung 2.7: Verschiedene Wärmebehandlungsstufen von 718-artigen Legierungen – Grundprinzipien am Beispiel von Alloy 718 und Alloy 718Plus. ZTU-Diagramme aus [34].

Für Alloy 780 ist ein entsprechendes Diagramm, das von VDM zur Verfügung gestellt wurde, in Abbildung 2.8b dargestellt. Dort ist eine zweistufige Kornvergrößerung erkennbar. Für eine genaue Erklärung fehlen in dieser Arbeit mikrostrukturelle Informationen, aber es kann vermutet werden, dass der erste Anstieg durch eine Auflösung kleiner Ausscheidungen entsteht. Ein Vergleich mit den Lösungstemperaturen (siehe Tabelle 2.2) deutet auf den Beginn der  $\delta$ -Phasenauflösung oder die Lösung von  $\gamma'$ -Phase hin. Der zweite Anstieg erfolgt bei Temperaturen nahe der  $\delta$ -Solvustemperatur und scheint somit mit einer Auflösung eben dieser Phase verbunden zu sein. Koul führte den Korngrößenanstieg in Alloy 718 auf die Auflösung von Niobkarbiden zurück, deren Lösungstemperatur zwischen 1040 und 1093 °C liegt [18]. In Alloy 780 liegt ebenfalls NbC vor, allerdings scheint der Anteil zu gering zu sein, um eine Steuerung der Korngröße zu ermöglichen. Ausscheidungen der Hochtemperaturphasen wie der  $\delta$ -Phase können also helfen, das Kornwachstum zu verhindern. Diese Phasen sind in der Lage die Korngrenzen lokal an der Bewegung und somit am Kornwachstum zu hindern (sog. Zener Pining [36]). In U 720Li funktioniert dies auch ohne die Anwesenheit von HT-Phasen, da primäres  $\gamma'$  an den Korngrenzen in der Lösungsglühlung nur an- und nicht aufgelöst wird [36], [47]. Ein weiterer Effekt des lokalen Festhaltens der Korngrenzen wird in der welligen Struktur der Korngrenzen sichtbar. Diese führt zu einer Verzahnung der Körner miteinander und verbessert einige mechanische Eigenschaften wie z.B. den Widerstand gegen die Rissausbreitung [31], [18], [48], [49], [50]. Genauere Informationen zu den welligen Korngrenzen und ihrer Generierung werden in Kapitel 2.4.2 vorgestellt.

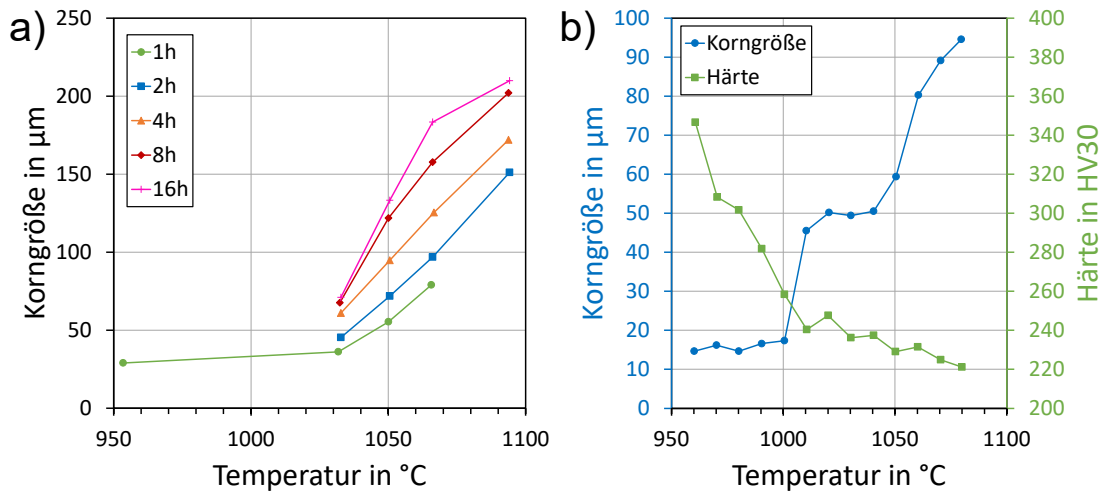


Abbildung 2.8: Darstellung der Kornvergrößerung in Abhängigkeit von der Temperatur. a) Alloy 718 [18] und b) Alloy 780 bei einer Glühzeit von 60min (Die Daten wurden von VDM bereitgestellt).

Die Abkühlung nach der Lösungsglühung erzeugt einen übersättigten Mischkristall. Abhängig von der Abkühlgeschwindigkeit unterscheidet sich die spätere Ausprägung der festigkeitssteigernden Phase. Eine schnellere Abkühlung erzeugt eine fein verteilte  $\gamma'$ -Ausscheidungsstruktur mit geringerer Ausscheidungsgröße [51], [36], [41], [52]. Die Abkühlgeschwindigkeit ist durch die Bauteilgröße limitiert. Dies ist bei großen Komponenten wie sie in stationären Gasturbinen eingesetzt werden, zu berücksichtigen [8]. Ferner sind starke Gradienten im Querschnitt zu berücksichtigen, an denen thermische Eigenspannungen entstehen, die in einer Rissbildung resultieren können [2], [53], [54], [41], [55].

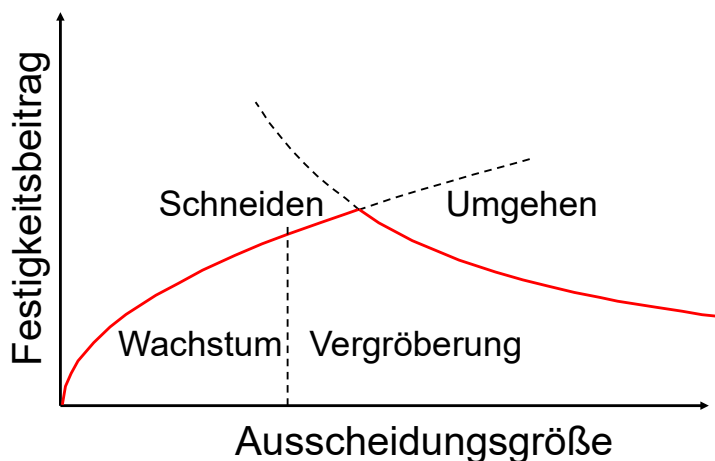


Abbildung 2.9: Beitrag der Ausscheidungen zur Festigkeit in Abhängigkeit ihrer Größe [56].

In der darauffolgenden Aushärtung, die unterhalb der  $\gamma'$ -Lösungstemperatur durchgeführt wird, soll eine optimale Festigkeit der Legierung eingestellt werden. Diese wird, wie in Abbildung 2.9 dargestellt ist, durch einen Kompromiss aus Ausscheidungsgröße und Menge er-

reicht. Dies ist durch einen Mechanismenwechsel in der Art, wie die Versetzungen die Ausscheidungen passieren, bedingt. Der Ausscheidungsanteil in den betrachteten Legierungen reicht von 20 % in Waspaloy [2] zu 40 % in U 720Li [47].

## 2.3 Ermüdungsrisswachstum in Nickelbasislegierungen

Rotierende Turbinenscheiben werden mit einem schadenstoleranten Ansatz ausgelegt und bewertet. Es wird also davon ausgegangen, dass Defekte in dem Bauteil vorhanden sind. Es muss sichergestellt werden, dass aus diesen kein wachstumsfähiger Riss entsteht, der zwischen zwei Wartungen in einem Bauteilversagen resultiert [18], [57]. Um dies zu beurteilen, muss das Risswachstum in der eingesetzten Legierung hinreichend genau verstanden sein, sodass die Wartungsintervalle entsprechend festgelegt werden können (siehe Abbildung 2.10).

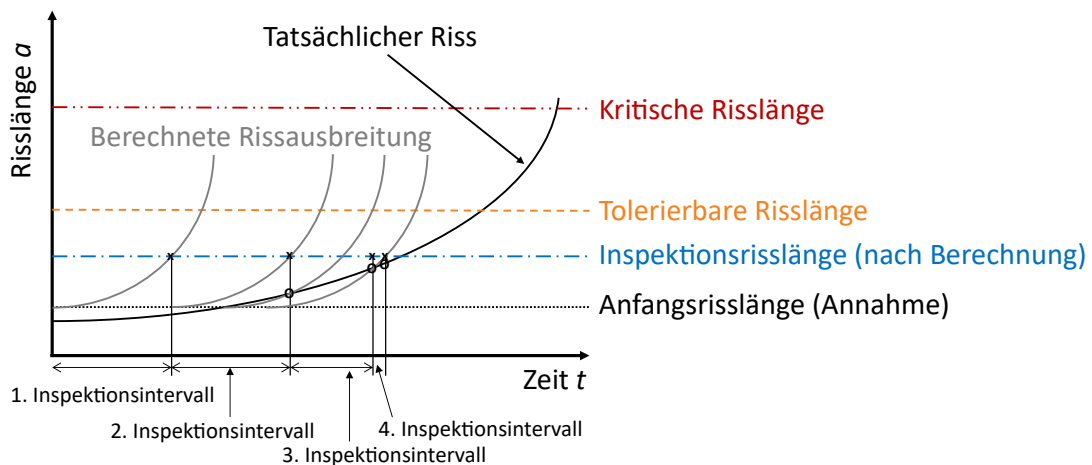


Abbildung 2.10: Festlegung der Wartungsintervalle bei einer schadenstoleranten Bewertung. Die Darstellungsart wurde aus [57] entnommen.

Einen ersten und einfach zu ermittelnden Anhaltspunkt stellt das Ermüdungsrisswachstum langer Risse dar, das in dieser Arbeit für Alloy 780 untersucht wird. Eine Bewertung des Schwellenwert- und Kurzrisswachstumsbereichs, die bei der Analyse immer wichtiger werden, da ein Riss den Großteil seiner Lebensdauer im Kurzrissbereich verbringt [58], werden hier nicht untersucht. In diesen Bereichen werden Riss-schließvorgänge [59] wichtig, der Schwellenwert ist risslängenabhängig [60] und wird in der zyklischen R-Kurve dargestellt [61]. Eine Beschreibung mit der linear elastischen Bruchmechanik (LEBM), die in dieser Arbeit verwendet und nachfolgend kurz vorgestellt wird, ist nicht in allen Bereichen gültig [58].

### 2.3.1 Bewertung des Risswachstums mit der LEBM

Die LEBM hat sich in der Beschreibung des Risswachstums in der industriellen Praxis etabliert, da sie gut untersucht und im Vergleich mit anderen Beschreibungen wie CTOD (engl. crack tip

opening displacement) [62] oder dem J-Integral [63] einfach anwendbar ist. Voraussetzung für ihre Gültigkeit ist ein annähernd linear-elastisches Verhalten des Werkstoffes. Für metallische Werkstoffe kann dies als gegeben angenommen werden, wenn die Singularität direkt an der Rissspitze vernachlässigt wird und die plastische Zone davor ausreichend klein ist (*Kleinbereichsfließen*) [56], [64], [57], [65].

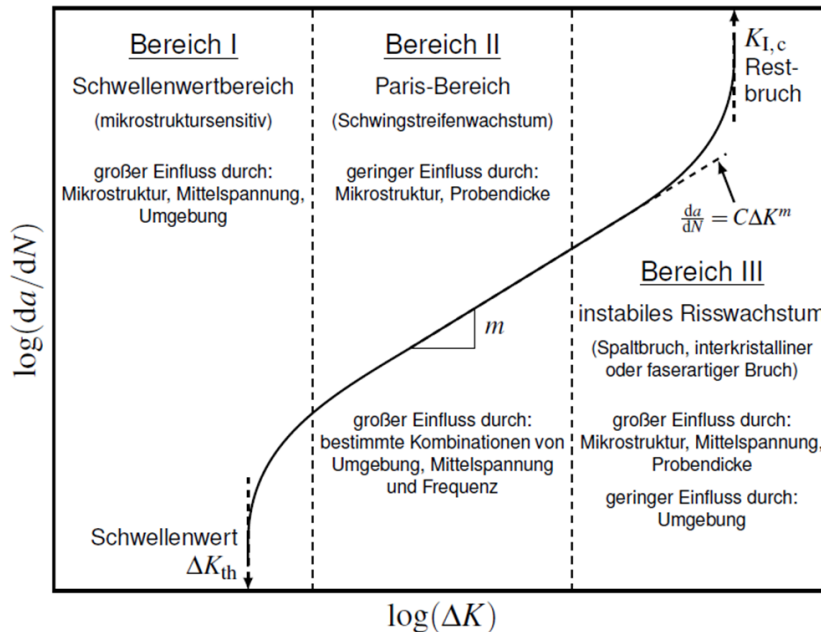


Abbildung 2.11: Schematische Darstellung der verschiedenen Bereiche des Risswachstums nach Ritchie [66] (Übersetzung aus [67]).

Für die Bewertung der Rissspitzenbelastung eines Risses der Länge  $a$  wird der in Gl. 2.1 dargestellte Spannungsintensitätsfaktor (SIF)  $K_I$  verwendet [57]. Der Index  $I$  repräsentiert den Beanspruchungsmodus des Risses [68], [64], [62], [69]. In dieser Arbeit wird lediglich *Modus I* betrachtet. Unter zyklischer Belastung wird über die Schwingbreite der Spannung  $\Delta\sigma$  der zyklische SIF  $\Delta K_I$  bestimmt. Dieser gibt die Änderung innerhalb eines Schwingspiels, auch Zyklus genannt, an ( $\Delta K_I = K_{max} - K_{min}$ ). Der Rissfortschritt pro Schwingspiel wird üblicherweise in Abhängigkeit des SIF aufgetragen, um das Risswachstum abzubilden (siehe Abbildung 2.11). Das stabile Risswachstum ist in *Bereich II* dargestellt. Dieser wird auch *Paris-Erdogan-Bereich* genannt. In einer doppellogarithmischen Darstellung ist ein linearer Zusammenhang durch die empirische Gl. 2.2 gegeben [70].

$$K_I = \sigma \cdot \sqrt{\pi \cdot a} \cdot Y\left(\frac{a}{W}\right) \quad (2.1)$$

$$\frac{da}{dN} = C \cdot \Delta K^m \quad (2.2)$$

Da nur der Spezialfall einer unendlich ausgedehnten Platte mit mittigem Riss analytisch gelöst werden kann, wird eine Geometriefunktion  $Y$  als Korrekturfaktor verwendet, die die Probenform und Rissgeometrie berücksichtigt [57]. Geometriefunktionen für allgemeine Belastungssituationen können beispielsweise in Lehrbüchern von Bürgel [25] oder Groß und Seelig [71] nachgeschlagen werden. Lösungen für probenspezifische Anwendungen sind in Tabellenwerken oder Normen [72], [73], [74] aufzufinden. Für die Eckanriss Probe (engl. Corner Crack, kurz: CC), die in dieser Arbeit verwendet wird, ist eine Bewertung in der EN 3873 [73] gegeben. Abweichend von dieser wurde von Schweizer [75] eine Lösung, die auf FEM-Simulationen basiert, vorgeschlagen. Diese ist für eine viertelkreisförmige Rissgeometrie in einer CC-Probe gültig, kann durch ein Polynom fünfter Ordnung dargestellt werden und wird in dieser Arbeit verwendet. Die Koeffizienten sind in Abbildung 9.12 im Anhang aufgelistet.

### 2.3.2 Einflussfaktoren auf das Ermüdungsrisswachstum

Nickelbasislegierungen zeigen oftmals ein Ermüdungsrisswachstum, das, wie in Abbildung 2.12 dargestellt, von der Frequenz und dem Umgebungsmedium abhängig ist [76], [77], [78]. Diese Abhängigkeit ist thermisch aktiviert und beginnt bei Alloy 718 oberhalb von  $\approx 400 - 500 \text{ °C}$  [79], [80].

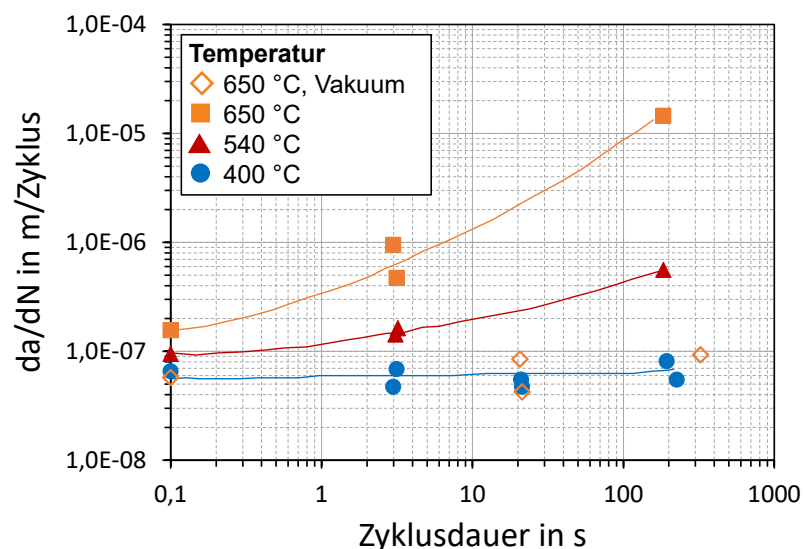


Abbildung 2.12: Abhängigkeit der Risswachstumsraten in Alloy 718 von der Temperatur, der Zykluszeit und des Umgebungsmediums bei  $\Delta K = 27.5 \text{ MPam}^{0.5}$ . Daten aus [79].

Der Einfluss der Frequenz und des Umgebungsmediums ist also von der Temperatur abhängig. Wie anhand eines Vergleiches der Vakuumergebnisse bei  $650 \text{ °C}$  mit denen an Laborluft ersichtlich wird, verschwindet der Frequenzeinfluss unter Vakuum [78]. Dieser ist also ebenfalls von dem Umgebungsmedium abhängig. Die drei Einflussfaktoren sind also miteinander verbunden, werden nachfolgend aber, soweit möglich, separat vorgestellt. Auf die Darstellung einer Abhängigkeit des Belastungsverhältnisses  $R_\sigma$  (siehe Abbildung 2.14) wird an dieser Stelle

verzichtet, da in der Literatur vorwiegend  $R > 0$  für Nickelbasislegierungen getestet wird und in dieser Arbeit nur  $R_\sigma = 0.1$  untersucht wird. Eine Zusammenfassung verschiedener Versuchsparmeter und deren Einfluss auf das Ermüdungsrisswachstum in Alloy 718 wird u.a. von Ghonem [81] erstellt.

### Einfluss der Temperatur und der Frequenz

Unterhalb der Grenztemperatur (400–500 °C für Alloy 718) ist das Risswachstum umgebungsmedium – und zyklusunabhängig. Letzteres ist für hohe Frequenzen auch oberhalb dieser Temperatur gültig. In diesem Bereich ist der Rissfortschritt ermüdungsgetrieben und kann durch das alternierende Gleiten erklärt werden [62]. Auf der Bruchfläche sind Schwingstreifen erkennbar, die den Rissfortschritt pro Zyklus widerspiegeln [82]. Der Bruch verläuft, wie in Abbildung 2.13b zu sehen ist, in der Regel transkristallin. In diesem Frequenzbereich kann ein Anstieg der Risswachstumsraten mit der Temperatur auf den E-Modul zurückgeführt werden. Eine Normierung des SIF auf ebendiesen kolabiert die Risswachstumskurven im Paris-Bereich annähernd zu einer gemeinsamen Kurve [83].

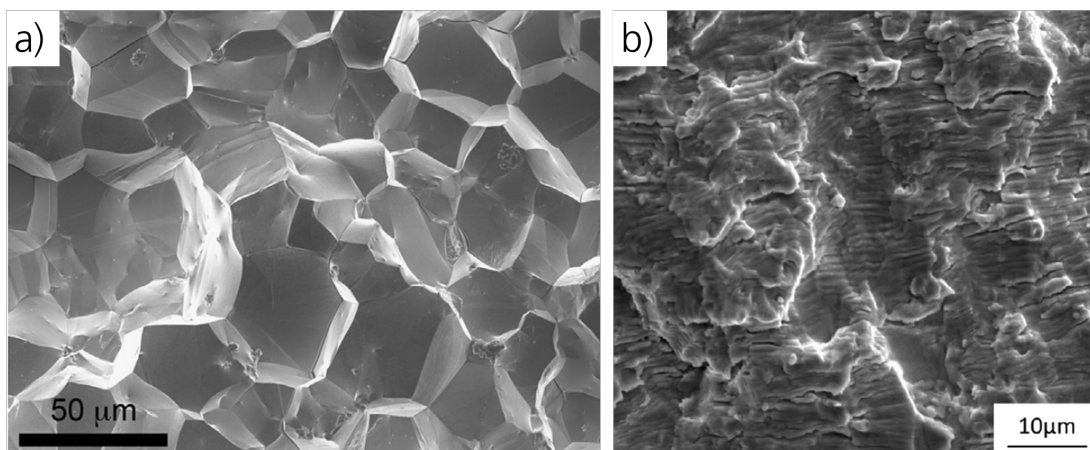


Abbildung 2.13: a) Bruchfläche eines interkristallinen Bruchs in Alloy 718Plus [84]. b) Transkristalline Bruchfläche in Alloy 718 [85].

Mit abnehmender Frequenz sinkt der frequenzunabhängige Ermüdungsanteil, das Bruchbild wird zunehmend interkristallin [76], [79], [86] und der Rissfortschritt wird zunehmend zeitabhängig [87]. Dabei ist zu berücksichtigen, dass die Angabe der Frequenz bzw. deren Kehrwert keinen Rückschluss auf die Aufteilung der Zyklusdauer auf Belastungs- und Entlastungsbereich zulässt. Ein schneller Lastanstieg, gefolgt von einer langsamen Entlastung in einem Dreieckszyklus, wird als äquivalent zu einem Trapezzyklus mit langer Haltezeit bewertet. Der Einfluss verschiedener Belastungs- und Entlastungsaufteilungen innerhalb eines Zyklus auf das Risswachstum wird u.a. von Clavel [88] untersucht und von James [89] und Ghonem [90] zusammenfassend verglichen, hier aber nicht näher erläutert, da in dieser Arbeit lediglich symmetrische Trapezzyklen, deren Aussehen und Nomenklatur schematisch in Abbildung 2.14 dargestellt ist, betrachtet werden.

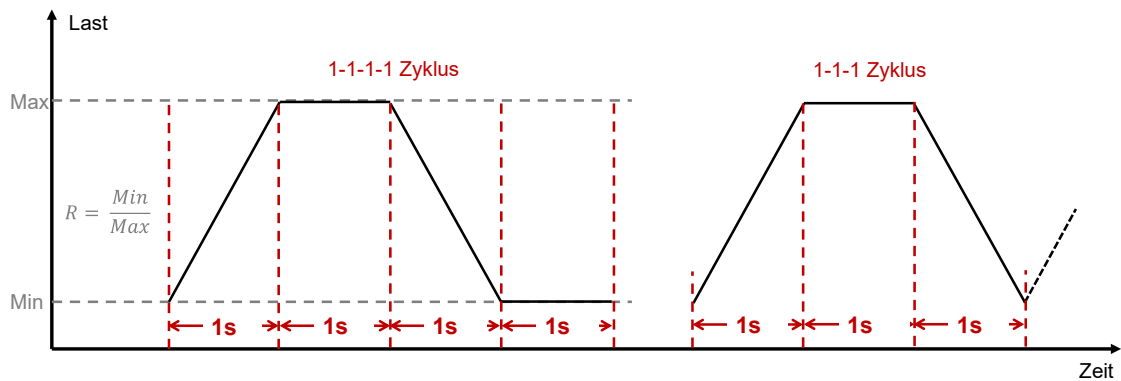


Abbildung 2.14: Schematische Darstellung zweier Trapezzyklen. In der vorliegenden Arbeit wird die linke Notation mit Haltezeit bei minimaler Last verwendet. In der Literatur wird oftmals die rechte Form des Trapezzyklus verwendet (Dreieckszyklus mit Haltezeit).

Ein zeitabhängiges Risswachstum bei hohen Temperaturen unter konstanter Belastung, wie es in der Haltezeit eines Trapezzyklus auftritt, ist meistens mit thermisch aktivierten Kriechprozessen verbunden. In polykristallinen Nickelbasislegierungen, wie denen, die in dieser Arbeit betrachtet werden, dominiert allerdings der Einfluss des Umgebungsmediums [91]. Wie in Abbildung 2.12 dargestellt ist, sind die Rissfortschrittsraten im Vakuum bei 650 °C mit denen bei 400 °C an Luft vergleichbar. Es liegt kein Einfluss der Frequenz und damit kein zeitabhängiges Risswachstum vor. Thermisch aktiviertes Kriechen ist dementsprechend nicht für den Anstieg der Risswachstumsraten mit Zunahme der Haltezeitdauer an Luft verantwortlich.

### Einfluss des Umgebungsmediums

Die Beschleunigung des Risswachstums an Luft im Vergleich zu dem im Vakuum ist auf den Sauerstoff in der Luft zurückzuführen [76], [79], [87]. Der Einfluss kann durch Wasserdampf verstärkt werden [79], [92]. Der hohe Anteil des Inertgases Stickstoff in der Luft beeinträchtigt das Risswachstum nicht [79]. Gleiches konnte für andere untersuchte Gasatmosphären wie Argon [93], Helium, CO<sub>2</sub> und CO [79] gezeigt werden, sodass der Sauerstoff als versprödende Phase als bestätigt gilt. Dies kann ebenfalls durch Untersuchungen des Sauerstoffpartialdruckes dargelegt werden. In [94] wird für zwei Legierungen gezeigt, dass die Risswachstumsraten bei einem Sauerstoffpartialdruck von  $\leq 10^{-3}$  mbar, denen im Vakuum entsprechen, während darüber, nach einem kurzen Übergangsbereich, ein mit an Luft vergleichbares Risswachstum auftritt.

Da der Rissfortschritt in einer langen Haltezeit an Luft interkristallin ist, die Korngrenzen also spröde versagen, wird der Vorgang bei Nickelbasislegierungen als *Sauerstoffversprödung* bezeichnet. Der genaue Mechanismus ist noch unbekannt. Die dominanten Theorien der *dynamischen Versprödung* und des *SAGBO*-Effekts (engl. stress assisted grain boundary oxidation) werden nachfolgend näher erläutert [95], [96], [76].

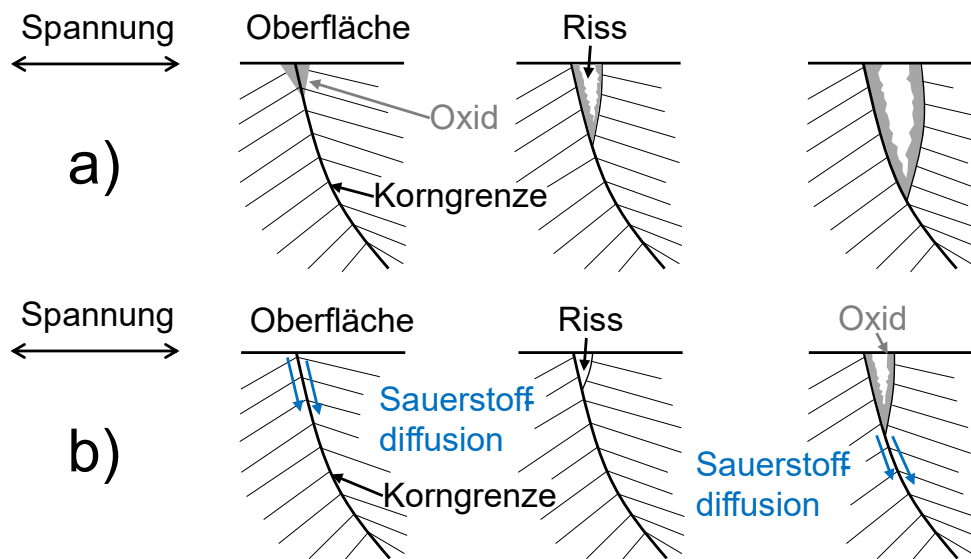


Abbildung 2.15: Schematische Darstellung der Sauerstoffversprödungsmechanismen. a) SAGBO b) dynamische Versprödung. Abbildung nach [96].

Letzterer ist schematisch in Abbildung 2.15a dargestellt und geht von einer Oxidbildung auf den intakten Korngrenzen aus. Dies wird durch die bevorzugte Diffusion entlang der Korngrenzen ermöglicht. Des Weiteren wird von einer bevorzugten Oxidation von Korngrenzenphasen ausgegangen. Die gebildete Oxidschicht ist spröde und reißt unter Zugbelastung auf [95]. Der Prozess beginnt erneut und ist somit diskontinuierlich.

Bei der dynamischen Versprödung hingegen wird davon ausgegangen, dass die Versprödung auf atomarer Ebene vor der Risspitze stattfindet. Der Sauerstoff führt unter der anliegenden Spannung zu einer Dekohäsion der Korngrenze [78], [97]. Die Korngrenze bricht auf und die freiliegenden Rissflanken oxidieren nachträglich. Die dynamische Versprödung wird von Woodford [79] und Bricknell [96] als wahrscheinlicher bewertet. Dies wird unter anderem durch eine Zugabe von Bor zu den Legierungen IN903A und Udimet LX begründet. Diese erzeugt ein deutlich besseres Abschneiden im *Stress-Rupture*-Test, verändert aber nicht die Oxidbildung. Des Weiteren zeigen laut Löhnert [2] In-Situ Untersuchungen, dass die Oxidschicht erst nach dem Aufbrechen der Korngrenzen gebildet wird.

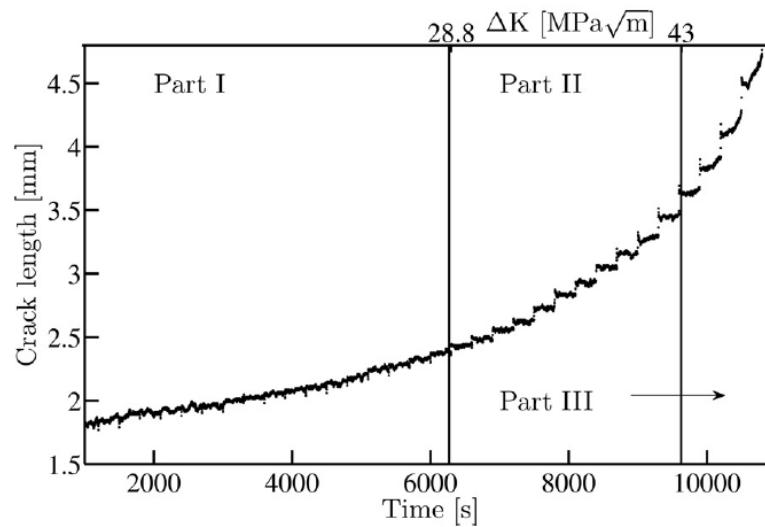


Abbildung 2.16: Zeitlicher Rissverlauf eines 2-296-2 Versuchs an Luft. Der Versuch wurde an Alloy 718 bei 650 °C durchgeführt. Das Risswachstum innerhalb eines Zyklus setzt in jedem der drei Bereiche zu einem anderen Zeitpunkt ein [76].

Unabhängig von der betrachteten Theorie ist die Versprödung abhängig von der anliegenden Belastung und der Sauerstoffdiffusion. Letztere verläuft entlang der Korngrenzen schneller als im Korninneren und wird durch eine elastische Verzerrung des atomaren Gitters, die auf Grund einer außen anliegenden Last vorliegt, beschleunigt [79], [98]. In einer reinen Ermüdungsbeanspruchung (hohe Frequenz) ist der Rissfortschritt schneller als die Sauerstoffdiffusion. Somit kann der Sauerstoff seine schädigende Wirkung nicht entfalten. Wird eine Haltezeit bei maximaler Last eingeführt, kann der Sauerstoff, bei ausreichender Belastung, an die Risspitze diffundieren und die davor liegenden Korngrenzen schwächen. Es ist also eine *Inkubationszeit* für die Versprödung notwendig. Die geschädigten Korngrenzen werden im folgenden Lastwechsel durchtrennt [76]. Es entsteht der stufenförmige Rissfortschritt, wie er in *Bereich II* in Abbildung 2.16 dargestellt ist. Bei höheren SIF werden die geschädigten Bereiche bereits in der Haltezeit durchtrennt (*Bereich III*).

Die Eindringtiefe des Sauerstoffs kann indirekt über die Größe der geschädigten Zone dargestellt werden. Dafür führten Gustafsson et. al. [95] Blocktests, durch in denen die Testfrequenz zwischenzeitlich verändert wird. Wird nach einigen Zyklen mit langen Haltzeiten auf einen 0,5 Hz Dreieckszyklus umgeschaltet, fallen die Risswachstumsraten erst nach einigen Zyklen auf das stabilisierte Niveau, das für diese Frequenz üblich ist, ab. Dies wird damit begründet, dass der Sauerstoff in den Haltezeitzyklen die Korngrenzen schädigt. Nach dem Umschalten der Zyklen werden die geschädigten Bereiche durchtrennt. Dabei sind die Risswachstumsraten erhöht und nähern sich langsam dem stabilen Niveau an. Der Rissfortschritt bis zum Erreichen dieses Niveaus, wird als geschädigte Zone bewertet [95]. Laut Woodford [79] werden die experimentell ermittelten Zonen überschätzt. Dies sei auf Potentialeffekte zurückzuführen. Er bezieht sich dabei allerdings nicht auf Gustafsson et. al., sondern auf ältere Veröffentlichun-

gen<sup>3</sup> von Chang und Browning. Aber auch Gustafsson beschreibt Probleme bei der exakten Bestimmung der Zonengröße. Viskari et. al. [99] führten Versuche mit <sup>16</sup>O<sub>2</sub> und <sup>18</sup>O<sub>2</sub> an Alloy 718Plus durch. Die Versuche wurden in einer Mischung dieser beiden Isotope durchgeführt, angehalten, in Ar-Atmosphäre abgekühlt und anschließend auf Sauerstoffdiffusion an der Risspitze untersucht. Es konnte keine Eindringtiefe des Sauerstoffs in den experimentell ermittelten Größenordnungen der geschädigten Zone erkannt werden.

Wie die chemische Zusammensetzung die Beschleunigung des Risswachstums beeinflusst, wurde ebenfalls untersucht. Der Fokus lag dabei auf der passivierenden Wirkung von Chrom und dem Einfluss von Niob. Erstere ist von dem lokalen Sauerstoffpartialdruck abhängig. Dieser wiederum wird von den vorab gebildeten Oxiden beeinflusst [99], [100]. Eine Variation des Chromanteils in Alloy 718Plus über einen kleinen Bereich von 17.3 – 19.3 wt% zeigte keinen Einfluss auf die Risswachstumsraten [101], während in Alloy 718 ein Einfluss festgestellt werden konnte, wenn der Anteil über einen größeren Bereich variiert wurde [79]. Um den Einfluss von Niob zu beschreiben, wurden die Risswachstumsraten an Luft zu denen im Vakuum ins Verhältnis gesetzt und für verschiedene Legierungen aufgetragen [102]. Der sich dort abzeichnende Trend, nach dem der Einfluss der Haltezeit mit dem Nb-Anteil ansteigt, wurde später wieder revidiert, da auch Legierungen ohne Niob eine Sauerstoffversprödung zeigten [93]. Eine bevorzugte Oxidation von Niobkarbiden, wie sie von [102], [103] dargelegt wird, scheint vor diesem Hintergrund nicht als Haupteinflussfaktor aufzutreten. Da die chemische Zusammensetzung in dieser Arbeit nicht verändert wird, sei für weitere Informationen an dieser Stelle auf die Literatur verwiesen.

## 2.4 Hypothesen zur Verbesserung des Widerstandes gegen den Rissfortschritt

Um den Einfluss der Sauerstoffversprödung in Nickelbasislegierungen zu verringern, wird viel Zeit und Geld investiert, da bereits geringe Temperaturerhöhungen der Turbineneintrittstemperatur eine Effizienzsteigerung beinhalten. Dafür wird der Einfluss folgender Punkte auf das Risswachstum untersucht:

- Korngröße
- Korngrenzmorphologie
- Ausrichtung von intermetallischen Phasen
- Spannungsrelaxation (Überalterung)

Wie ersichtlich ist, sind alle aufgelisteten Einflussgrößen mikrostrukturelle Parameter, die in der thermomechanischen Prozessroute, also in den letzten Schritten des Herstellungsprozess

---

<sup>3</sup> Beide Veröffentlichungen liegen dem Autor der vorliegenden Arbeit nicht vor. Es handelt sich um die Quellen 24 (Browning) und 65 (Chang) aus [79]

der Turbinenscheibe, manipuliert werden können. Welche Ansätze dafür verfolgt werden, wird nachfolgend dargestellt und für Alloy 780 in dieser Arbeit umgesetzt.

### 2.4.1 Einfluss der Korngröße

Rotierende Turbinenscheiben weisen lokal stark variierende Beanspruchungen auf (siehe Abbildung 2.17a). Am äußeren Rand der Scheibe ist die Kriechbelastung sehr hoch. Dies wird durch das Kröngengrenzgleiten und damit verbunden der Korngrenzenfläche, die mit sinkender Korngröße zunimmt [25], [62], beeinflusst. Eine große Korngröße ist vorteilhaft. Allerdings muss an der Verbindungsstelle zwischen Turbinenscheibe und Schaufeln auch der Widerstand gegen Risswachstum hoch sein, während im Kern (engl. bore) eine hohe Festigkeit und LCF-Lebensdauer notwendig sind [2], [9]. Die Mikrostruktur muss entweder speziell für die einzelnen Bereiche eingestellt werden oder es muss ein Kompromiss gefunden werden. In Abbildung 2.17b wird die gegenläufige Korngrößenabhängigkeit der verschiedenen Eigenschaften laut R. Reed [9] dargestellt. Reed gibt den gewählten Korngrößenkompromiss mit 30-50  $\mu\text{m}$  an, während Löhnert [2] mit 6-23  $\mu\text{m}$  für Alloy 718Plus eine geringere Korngröße vorgibt.

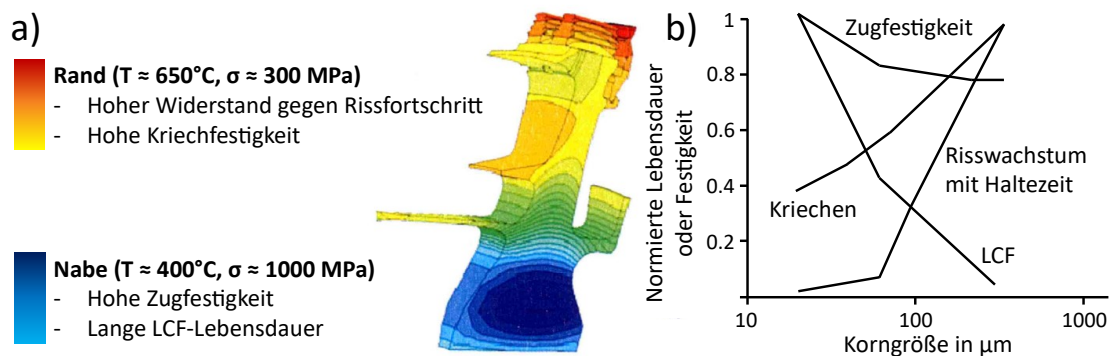


Abbildung 2.17: Darstellung der lokalen Anforderungen an eine Turbinenscheibe [2] a) und der Einfluss der Korngröße auf diese (Daten aus [9] entnommen und übersetzt) b).

Wird die Literatur der Scheibenwerkstoffe betrachtet, wird der Einfluss der Korngröße auf das Risswachstum allerdings kontrovers diskutiert [104], [105], [106], [77], [107]. Wie in Abbildung 2.18b zu sehen ist, unterscheidet sich der Einfluss der Korngröße auch in Abhängigkeit der Haltezeitdauer. In Abbildung 2.18a sind die Risswachstumsversuche an U 720, die R. Reed<sup>4</sup> aus [108] zitiert, dargestellt. Der eindeutige Einfluss der Korngröße kann in den ebenfalls dargestellten Ergebnissen an Alloy 718Plus [106] nicht bestätigt werden. In diesen liegen die Risswachstumsraten des feinkörnigen Materials bei Versuchen mit einer Haltezeit von 100 s unterhalb derer mit einer größeren Korngröße. Untersuchungen an Alloy 718 hingegen, bestätigen den von R. Reed aufgezeigten Trend [13]. Bei den 718-artigen Legierungen ist eine

<sup>4</sup> Die Bildunterschrift von Fig. 4.32 in [9] ordnet die Diagramme den Versuchsbedingungen andersherum zu als dies in der Originalquelle von Bain [85] vorliegt

Betrachtung des Korngrößeneinflusses allerdings nicht trivial, da eine Veränderung der Korngröße oftmals mit einer anderen Ausscheidungsstruktur der HT – Phase einhergeht. In den dargestellten Versuchen der Legierung Alloy 718Plus, unterscheiden sich neben der Korngröße noch die Volumenanteile der  $\eta$  – Phase. Im Vergleich dazu geben Prakash et. al. [13] für die Legierung Alloy 718 keine Ausscheidungsanteile an.

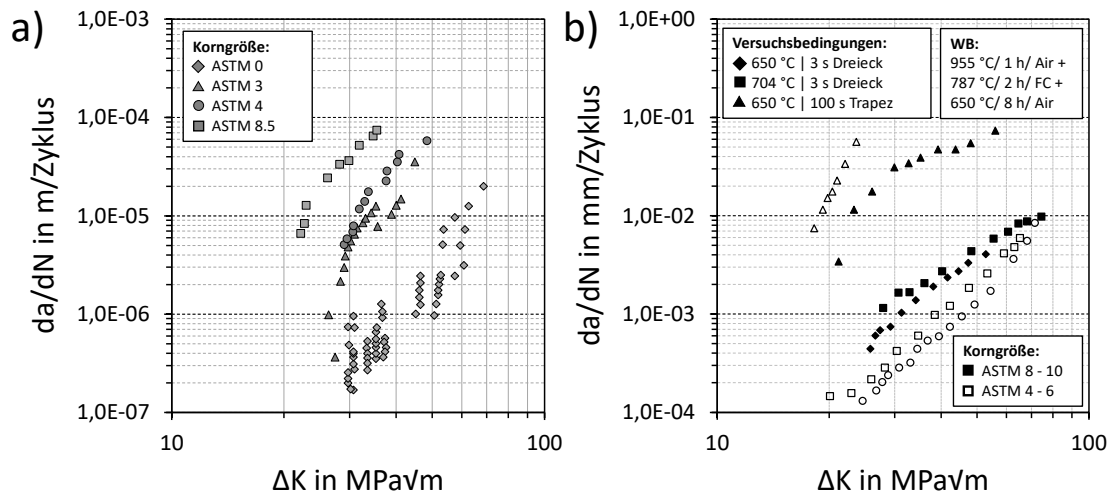


Abbildung 2.18: Einfluss der Korngröße auf das Ermüdungsrisswachstum in a) U 720 bei 650 °C (Daten aus [9]) und b) Alloy 718Plus (Daten aus [106]).

Neben der Korngröße ist auch die Kornstruktur zu berücksichtigen. So wird in [13], [90] der sogenannten *Necklace*-Struktur das langsamste Risswachstum zugeordnet. In dieser sind große, zumeist unrekristallisierte Körner von kleinen rekristallisierten Körnern umgeben. In ersteren sind viele Versetzungen enthalten. Diese können den Sauerstoff von den Korngrenzen ableiten, sodass die Versprödung langsamer stattfindet [13], [90], [109]. Viskari et. al. [99] konnten dies vermutlich für Alloy 718Plus mit der Atomsonde in der Nähe einer Riss Spitze zeigen.

Die Korngröße wird, wie in Kapitel 2.2.1 beschrieben, im Stauchprozess eingestellt. In diesem sind die Umformtemperatur sowie die Umformgeschwindigkeit und der Umformgrad von entscheidender Bedeutung und stehen in direktem Zusammenhang mit der Rekristallisation. Von diesen Parametern kann in großtechnischen Schmiedeprozessen nur die Stauchtemperatur frei definiert werden. Die anderen Prozessgrößen sind durch die Leistung der Presse und dem Formfüllungsvermögen des Materials beim Schmieden im Gesenk limitiert. Die Temperatur ist nach unten durch eine starke Verfestigung und Rissbildung beschränkt. Die resultierende Korngröße ist proportional zur Stauchtemperatur [110], [40], [111], wenn kein Korngrenzenpinning vorliegt. Für Alloy 718Plus ist dies in Abbildung 2.6b dargestellt. Tritt Korngrenzenpinning auf, wird mit einer Super-solvus Schmiedung eine große und mit einer Sub-solvus Schmiedung eine geringe Korngröße angestrebt. Durch eine anschließende Lösungsglühung bei werkstoffabhängigen, hohen (super-solvus) Temperaturen kann die Korngröße vergrößert werden.

## 2.4.2 Einfluss der Korngrenzmorphologie

Neben der Kornstruktur können auch die Korngrenzen in der Herstellungsrouten manipuliert werden, um den Einfluss der Sauerstoffversprödung zu verringern. Eine wellige Ausprägung der Korngrenzmorphologie (Verzahnung der Korngrenzen - engl. serrated grain boundaries) in Nickelbasislegierungen wird in der Literatur mit einem positiven Einfluss auf einige mechanische Eigenschaften bewertet [31], [52], [18], [112]. Der Einfluss tritt besonders dann hervor, wenn die Korngrenzen die Schwachstelle darstellen und ein Bauteil durch interkristalline Schädigung versagt. Die Einstellung dieser welligen Korngrenzen setzt die Anwesenheit von intermetallischen Phasen in Nickelbasislegierungen voraus. Diese Phasen können die Korngrenzen durch den sogenannten Zener Effekt [46] lokal festhalten. Dies kann sowohl für reine  $\gamma'$ -Ausscheider [113], [52] als auch für solche Legierungen, die neben  $\gamma'/\gamma''$  eine weitere HT-Phase ausscheiden, erreicht werden [31], [114], [115]. Koul et. al. [116] haben Nickelbasislegierungen aus den Gruppen der Schmiede-, Guss- und Pulverwerkstoffen untersucht und Bedingungen formuliert, die gegeben sein müssen, damit eine intermetallische Phase im Verlauf einer Wärmebehandlung verzahnte Korngrenzen erzeugen kann. In den Untersuchungen wurde nur  $\gamma'$  hinsichtlich dessen Vermögen, wellige Korngrenzen zu erzeugen, untersucht. Eine Übertragung auf die  $\delta$ - oder  $\eta$ -Phase in Alloy 718 oder Alloy 718Plus wurde nicht von Koul untersucht, allerdings verbindet Pickering [31] dessen Arbeit und die diskontinuierliche Ausscheidung mit der Korngrenzenmorphologie, die in Alloy 718Plus durch die  $\eta$ -Phase eingestellt werden kann. Für  $\gamma'$  werden folgende Voraussetzungen in [116] aufgestellt:

- Die Lösungstemperatur von  $\gamma'$  muss höher sein als die von  $M_{23}C_6$  und  $M_6C$
- Die  $\gamma'$ -Ausscheidungen müssen eine kritische Größe überschreiten

Die Höhe der Lösungstemperatur ist entscheidend dafür, welche Phase sich zuerst an den Korngrenzen ausscheidet und sie somit in der Morphologie beeinflussen kann. Sind bereits Karbide an den Korngrenzen ausgeschieden, führt eine spätere Ausscheidung von  $\gamma'$  nicht mehr zu einer welligen Korngrenzenstruktur [116]. Die kritische Ausscheidungsgröße ist notwendig, damit die Energiedifferenz der Grenzflächen Korngrenze/ $\gamma'$  und Matrix/ $\gamma'$  eine ausreichende Triebkraft erzeugt. Zur Bestimmung der kritischen Größe wird folgende Formel angegeben.

$$r_{crit} = \frac{3 \cdot \gamma_{st}}{4 \cdot \mu \cdot \delta^2} \quad (2.3)$$

$\gamma$ : Grenzflächenenergie

$\delta$ : Gitterfehlpassung Matrix/ Partikel

$\mu$ : Schermodul der Matrix

Es lässt sich vermuten, dass die obigen Voraussetzungen auf andere Phasen übertragbar sind, da auch in Abwesenheit von  $\gamma'$  wellige Korngrenzen entstehen können. In diesen Fällen übernehmen die Korngrenzenkarbide oder z.B. die  $\delta$ -Phase diese Rolle [31], [112]. Die Welligkeit der Korngrenzen wird durch die verursachende Phase beeinflusst. So sollen  $\gamma'$  bedingte Welligkeiten eher rundlich ausfallen, während  $\delta$ -Phase in Alloy 718 einer kantigen Verzahnung resul-

tiert [18]. Unabhängig von der entscheidenden Phase muss, so der Konsens in der Literatur, die Abkühlrate langsam gewählt werden [31], [52], [112], [117]. In [52], [117], [116] wird gezeigt, dass eine Lösungsglühung oberhalb der entsprechenden Lösungstemperatur mit einer anschließenden langsamen Abkühlung eine wellige Ausprägung der Korngrenzen ermöglicht. In der Pulvervariante von U 720Li kann der Einfluss der Abkühlrate quantitativ festgehalten werden (siehe Abbildung 2.19).

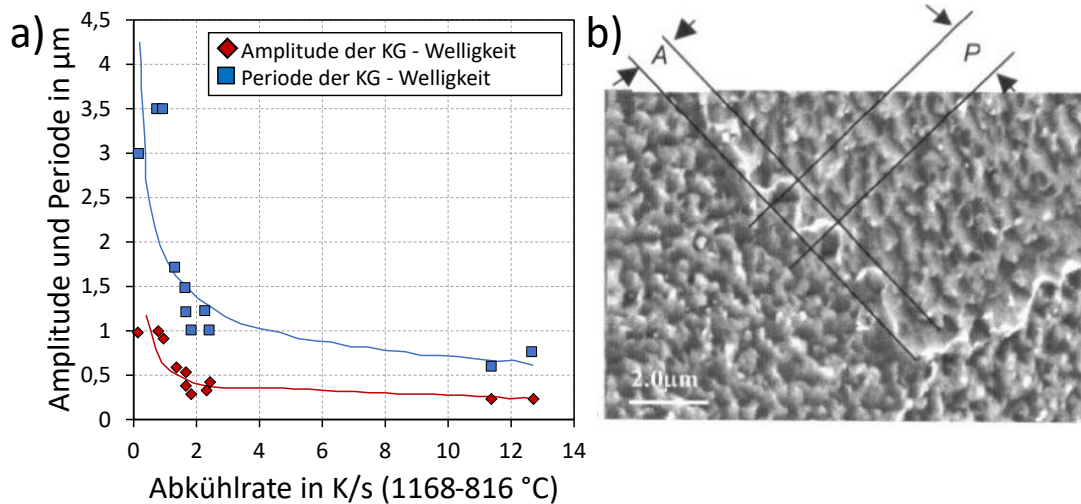


Abbildung 2.19: Objektive Bewertung der Korngrenzwelligkeit in U 720Li. a) Ausmessung der Amplitude und Periode der Korngrenzwelligkeit - Daten aus [52]. b) Bildliche Darstellung der Welligkeit und der Ausmessung [52].

Alternativ wird in [117] eine isotherme Auslagerung knapp unterhalb der Lösungstemperatur vorgeschlagen, da somit, genau wie bei einer langsamen Abkühlrate, der übersättigte Mischkristall bei geringer Ausscheidungsrate lange aufrechterhalten wird. Dadurch scheiden sich die Phasen bevorzugt an den Korngrenzen aus, da hier die Diffusionsgeschwindigkeit schneller ist und Keimstellen vorhanden sind. Pickering [31] gibt die gleiche Begründung der unterschiedlichen Diffusionsgeschwindigkeiten, schlägt aber niedrigere Temperaturen vor, da er sich auf die  $\delta$ -Phasen Auslagerung von Alloy 718 bei 843 °C in [18] bezieht. Allerdings geht er nicht weiter darauf ein, dass eine Lösungsglühung bei 1032 °C mit einer langsamen Ofenabkühlung auf obige 843 °C vorausgegangen ist. In Abbildung 2.20 ist der Einfluss der welligen Korngrenzen in Alloy 718 dargestellt [18]. Allerdings weist die Variante mit der modifizierten Wärmebehandlung auch eine leicht erhöhte Korngröße auf. Es wird also deutlich, wie verbunden die mikrostrukturellen Eigenschaften sind.

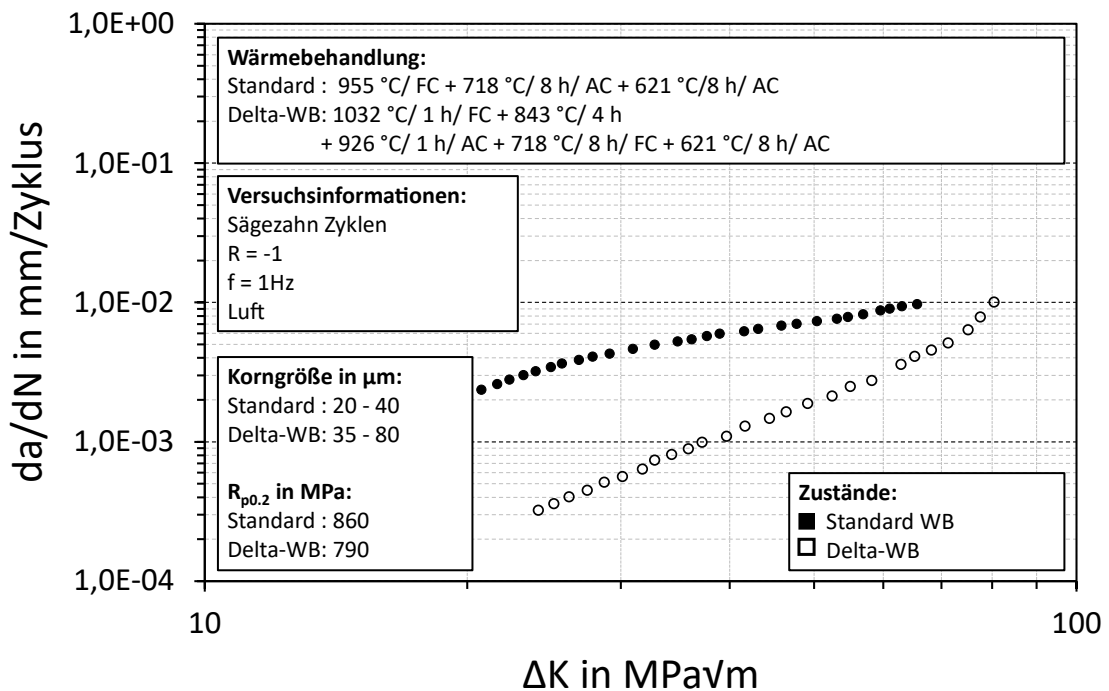


Abbildung 2.20: Vermeintlicher Einfluss welliger Korngrenzen auf das Risswachstum in Alloy 718 bei 650 °C. Die Daten wurden aus [18] entnommen.

Neben der Beeinflussung der Korngrenzenmorphologie können die Korngrenzen auch über das sogenannte *Grainboundary engineering* beeinflusst werden. Dafür sind die CSL-Korngrenzen (engl. coincidence site lattice) von Bedeutung, zu denen auch die Zwillinge ( $\Sigma 3$ ) in Alloy 718 gehören. Diesen CSL-Korngrenzen werden bessere Kriech-, Korrosions- und Ermüdungseigenschaften als den Großwinkelkorngrenzen zugeschrieben [118], [119], [120]. Eine Erhöhung des  $\Sigma 3$ -Anteils in einer Größenordnung, die das Risswachstum beeinflusst, erfordert bei der Herstellung einer Turbinenscheibe eine eigene Prozessroute.

### 2.4.3 Einfluss und Ausrichtung intermetallischer Phasen

Die  $\delta$ -Phase ist ein zentraler Bestandteil der Alloy 718-artigen Legierungen. Wie bereits beschrieben, eignet sie sich zur Steuerung der Korngröße und zur Manipulation der Korngrenzenmorphologie. Ob die alleinige Anwesenheit der Ausscheidungen, wenn von obigen Effekten abgesehen wird, einen positiven Einfluss auf das Risswachstum hat, wird diskutiert [22], [23], [121], [27], [101]. Dabei ist der Ausscheidungsort (Korngrenze oder Korninneres) genauso wie die Ausscheidungsform (spitze Nadeln/ Platten oder abgerundete Stifte/ Platten) sowie eine mögliche Ausrichtung zu berücksichtigen [23], [17]. In der Legierungsentwicklung von Alloy 718Plus wurden  $\eta$ -Phasenglühungen untersucht, um eine unterschiedliche Ausscheidungsstruktur der gleichnamigen Phase mit den Risswachstumsraten zu korrelieren. In Abbildung 2.21 sind einige Wärmebehandlungen mit den zugehörigen Risswachstumskurven dargestellt. Die Wärmebehandlung nach der Norm AMS 5441 ist in Form der schwarzen Vier-

ecke als Referenz mit eingetragen. Details der zugehörigen Wärmebehandlungen sind in Tabelle 2.3 aufgeführt.

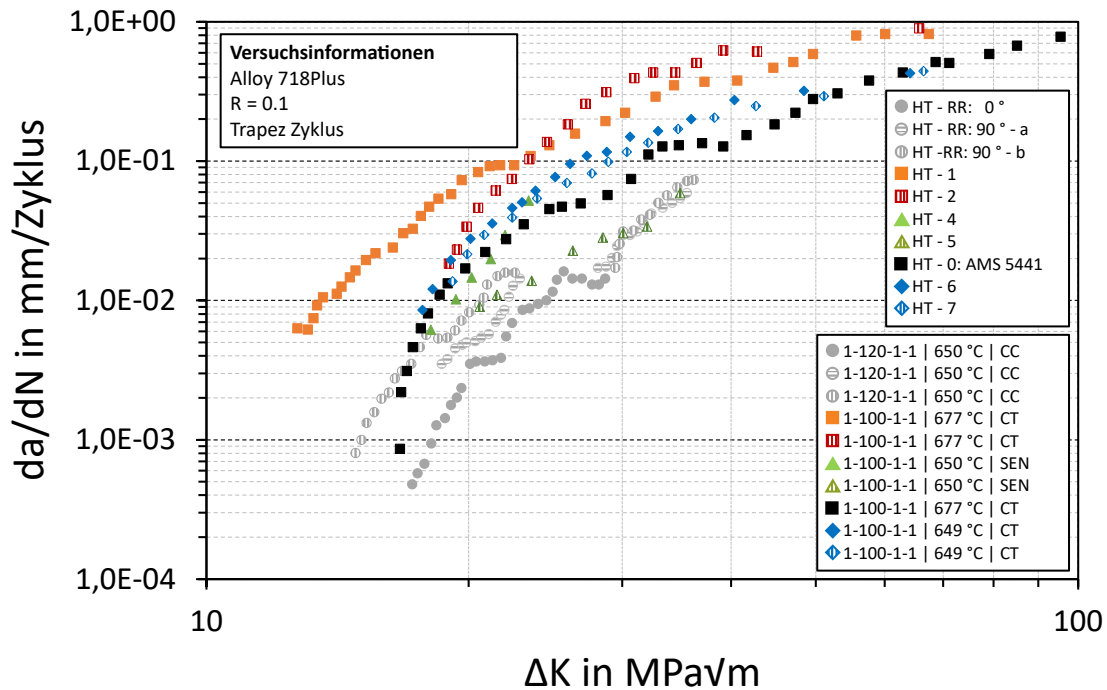


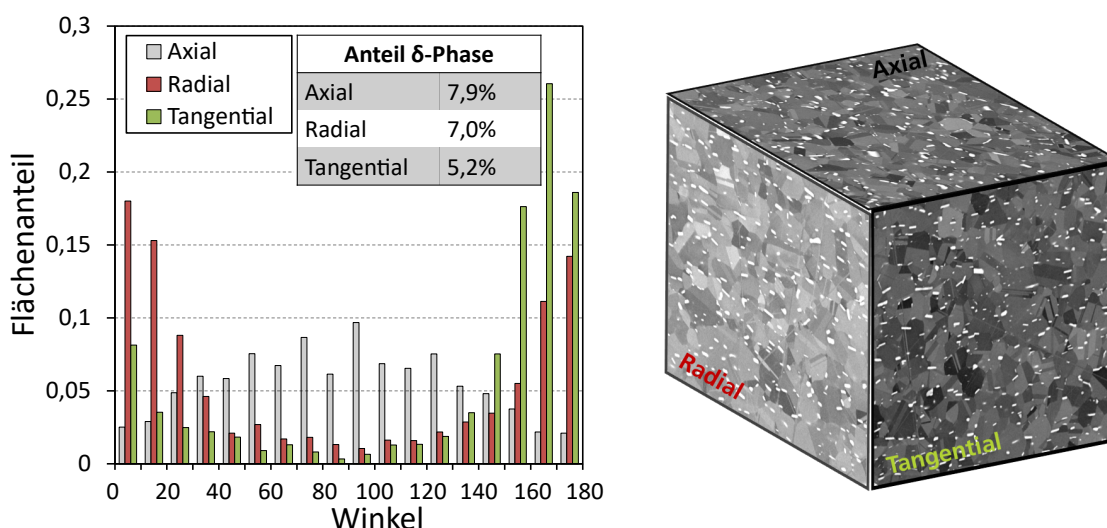
Abbildung 2.21: Einfluss einer  $\eta$  – Phasen Glühung auf das Risswachstum in Alloy 718Plus. Die zugehörigen Wärmebehandlungen sind in Tabelle 2.3 dargestellt. Die Daten sind aus [11], [17], [101], [106] entnommen.

Zu sehen ist, dass sich die Risswachstumsraten stark unterscheiden. Ein Einfluss der  $\eta$  – Phase kann also vermutet werden. Allerdings liegt nicht zu jedem Zustand eine Charakterisierung der Ausscheidungen vor, sodass dies nicht systematisch bestätigt werden kann. Ferner sind die Wärmebehandlungen HT-2 (rot) und HT-RR (grau) vergleichbar, die Risswachstumsraten weichen aber um eine Größenordnung ab. Daraus kann abgeleitet werden, dass ein weiterer Einflussfaktor neben der Wärmebehandlung vorliegen muss. McDevitt et. al. [101] verwenden Billetmaterial, während Hühnert et. al. [17] eine geschmiedete Turbinenscheibe verwenden. Liu et. al. [106] schreiben lediglich, dass das Billetmaterial verschiedenen thermo-mechanischen Behandlungen unterzogen wurde. Wie in Kapitel 2.1.3 beschrieben wurde, beeinflusst die Umformung die Ausscheidungskinetik und somit die nachfolgende Wärmebehandlung sowie die resultierenden Risswachstumsraten.

Tabelle 2.3: Wärmebehandlungen zu Abbildung 2.21. AC – Air Cooling, FC – Furnance Cooling, RAC – Rapid Air Cooling.

Bezeichnung	Wärmebehandlung-Schritte
HT-RR [17]	843-871 °C/ 16h/ AC + 954-982/ 1h/ AC + 788 °C/ 2-8h/ FC + 704 °C/ 8h/ AC
HT-0 [101]	954 °C/ 1h + 788 °C/ 8h + 704 °C/ 8h
HT-1 [101]	857 °C/ 1h + 982 °C/ 1h + 788 °C/ 8h + 704 °C/ 8h
HT-2 [101]	857 °C/ 16h + 954 °C/ 1h + 788 °C/ 8h + 704 °C/ 8h
HT-4 [106]	955 °C/ 1h/ Air + 787 °C/ 2h/ FC + 650 °C/ 8h/ Air
HT-5 [106]	857 °C/ Xh + HT-4
HT-X [11]	968 °C/0.5h/ RAC + 788 °C/ 8h + 38K/h + 704 °C/ 8h/ AC
HT-6 [11]	866 °C/ 8h/ AC + HT-X
HT-7 [11]	866 °C/ 8h/ AC + 968 °C/0.5h/ RAC + 843 °C/ 1h + 93K/h + 788 °C/ 8h + 38K/h + 704 °C/ 8h/ AC

Wie stark der Einfluss der Umformung auf die Ausscheidungen ist, kann mit Alloy 718 und einer von Hühnert et. al. [17] präsentierten Fertigungsstrategie von Alloy 718Plus gezeigt werden. In Alloy 718 wird nach AMS 5663 eine Lösungsglühung mit nachfolgender, zweistufiger Aushärtung durchgeführt. Es wird also keine explizite  $\delta$  – Phasenglühung angewandt. Die Ausscheidungsstruktur der  $\delta$  – Phase in einer Turbinenscheibe, die im Rahmen eines FVV-Projektes [122] untersucht wurde, ist exemplarisch in Abbildung 2.22 dargestellt. Es liegt eine Ausrichtung der Ausscheidungen vor, die nur durch eine Umformung realisiert werden kann. Der Flächenanteil beträgt ca. 5-8%. Für Alloy 718Plus kann ebenfalls eine Ausrichtung der  $\eta$  – Phase erreicht werden (siehe Abbildung 2.23). Hier wurde vor der Lösungsglühung eine  $\eta$  – Phasenglühung eingeführt, um den Anteil der  $\eta$  – Phase zu erhöhen. Die Ausscheidungsanteile betragen ebenfalls ca. 5-10%. Die Ausscheidungskinetik in Alloy 718Plus scheint also langsamer zu sein.


 Abbildung 2.22: Ausscheidungsstruktur der  $\delta$  – Phase in Alloy 718. Die Proben wurden aus einer Turbinenscheibe entnommen und im Rahmen eines FVV-Projektes untersucht [122].

Die Ausrichtung der  $\eta$  – Phase in Alloy 718Plus wird dabei mit der Stauchtemperatur begründet. Ob der Stauchprozess sich auch unterscheidet oder wie er im Detail aussieht, wird nicht angegeben. Bei einer Sub-Solvus Prozessroute mit anschließender Wärmebehandlung, die eine  $\eta$  – Glühung vor der Lösungsglühung beinhaltet, wird die ausgerichtete Ausscheidung der  $\eta$  – Phase erreicht, während eine Supersolvus-Schmiedung in einer willkürlichen Verteilung der  $\eta$  – Phase resultiert. Die Morphologie der HT – Phase unterscheidet sich ebenfalls. Die ausgerichteten Ausscheidungen sind blockiger und keine dünnen, spitzen Lamellen wie bei der Supersolvus-Prozessroute.

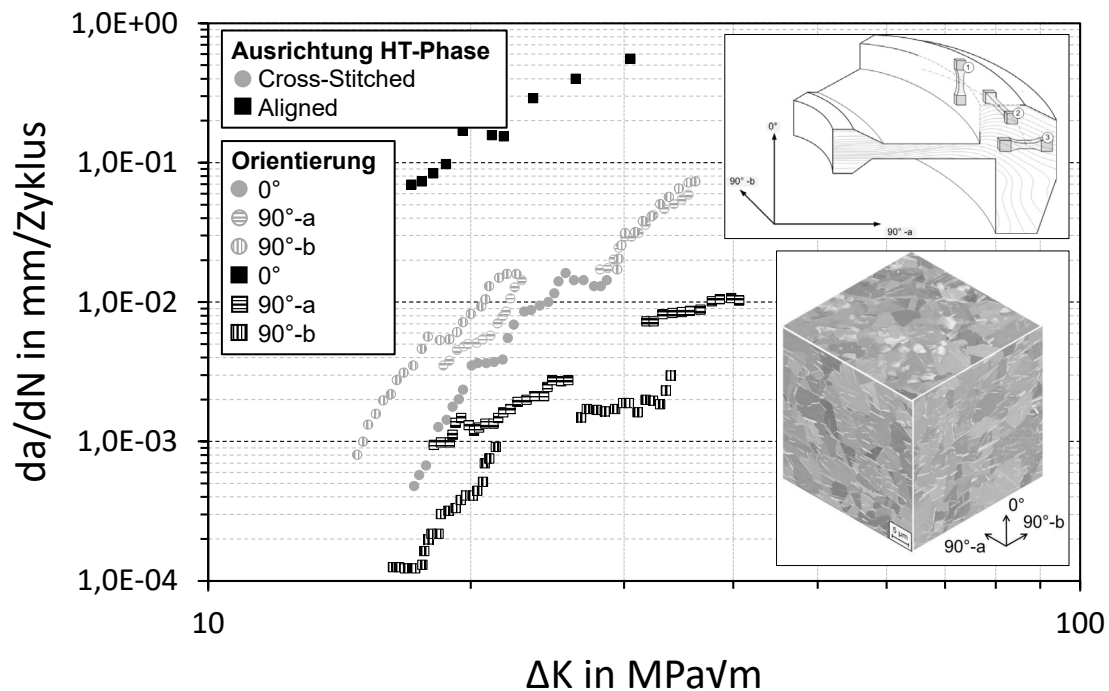


Abbildung 2.23: Einfluss einer  $\eta$  – Phasen Ausrichtung auf das Risswachstum in Alloy 718Plus. Daten aus [17]. Ein Vergleichsbild der Cross-Stitched Variante ist in Abbildung 9.37 dargestellt.

Die Rissfortschrittsraten liegen bei letzterem Zustand für alle Richtungen auf einem ähnlichen Niveau etwas unterhalb der Wärmebehandlung nach AMS 5441 in Abbildung 2.21. Für das Material mit ausgerichteter  $\eta$  – Phase ergibt sich eine in Abbildung 2.23 dargestellte Richtungsabhängigkeit des Widerstands gegen Risswachstum. Die Richtungen  $90^\circ$ -a und  $90^\circ$ -b sind ungefähr gleichwertig und zeigen sehr niedrige Rissfortschrittsraten, die sich durch eine Rissausbreitungsrichtung senkrecht zu den plattenförmigen Ausscheidungen erklären lassen. Die verbleibende Raumrichtung weist höhere Geschwindigkeiten auf, da sich der Riss parallel zu den intermetallischen Ausscheidungen ausbreitet und somit auf weniger Hindernisse trifft, die umgangen werden müssen. Ponelle et. al. [45] konnten ein ähnliches Verhalten für Alloy 718 bereits im Jahr 2001 zeigen. Die schlechten Rissfortschrittsraten werden als akzeptabel bewertet, da sie für die axiale Richtung gelten, die in Turbinenscheiben nicht kritisch ist [17].

## 2.4.4 Spannungsrelaxation

Mit einer künstlichen Überalterung wird oftmals die Langzeitstabilität des Werkstoffes untersucht, um sicherzustellen, dass die Risswachstumsgeschwindigkeiten nicht durch eine Alterung im Betrieb verschlechtert werden. Bei Alloy 718Plus zeigt eine Alterung nach einer zweistufigen Aushärtung einen positiven Einfluss auf das Risswachstum (siehe Abbildung 2.24). Der Effekt scheint sich auf die Versuche mit Haltezeit zu beschränken, zeigt bei schnellen Zyklen aber keinen Nachteil. Der positive Einfluss der Überalterung kann mit einer verbesserten Spannungsrelaxation begründet werden. Dies ist auch von anderen Nickelbasislegierungen wie beispielweise LSHR bekannt [123].

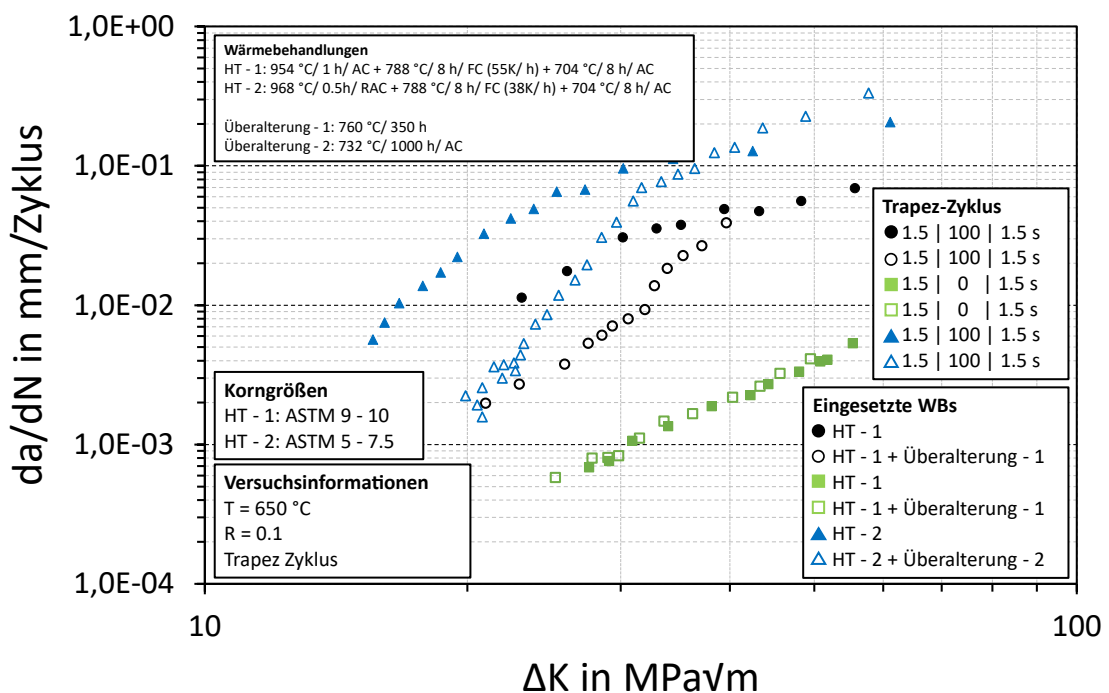


Abbildung 2.24: Einfluss einer Überalterung auf das Risswachstum in Alloy 718Plus. Die Unterschiede der Zustände sind im Diagramm gegeben (HT1: [101], HT2: [11]).

Löhnert [2] zeigt für Alloy 718Plus mittels Elektronenstrahlmikroanalyse und Spannungsrelaxationstests, dass sogar eine lokale Verbesserung der Spannungsrelaxation einen erheblichen Einfluss haben kann. In Alloy 718Plus liegen in der Nähe von  $\eta$ -Ausscheidungen Zonen vor, die  $\gamma'$  verarmt sind. Diese Zonen sind somit weicher und erlauben eine verbesserte Spannungsrelaxation. In der globalen Härte wird ein Unterschied von 504 HV 0.1 zu 543 HV 0.1 festgestellt und auf diese Zonen zurückgeführt. Da die  $\eta$ -Phase bevorzugt an den Korngrenzen ausgeschieden wird, sind die verarmten Zonen ebenfalls in Korngrenznähe. Ein interkristallin wachsender Riss wird somit verlangsamt.

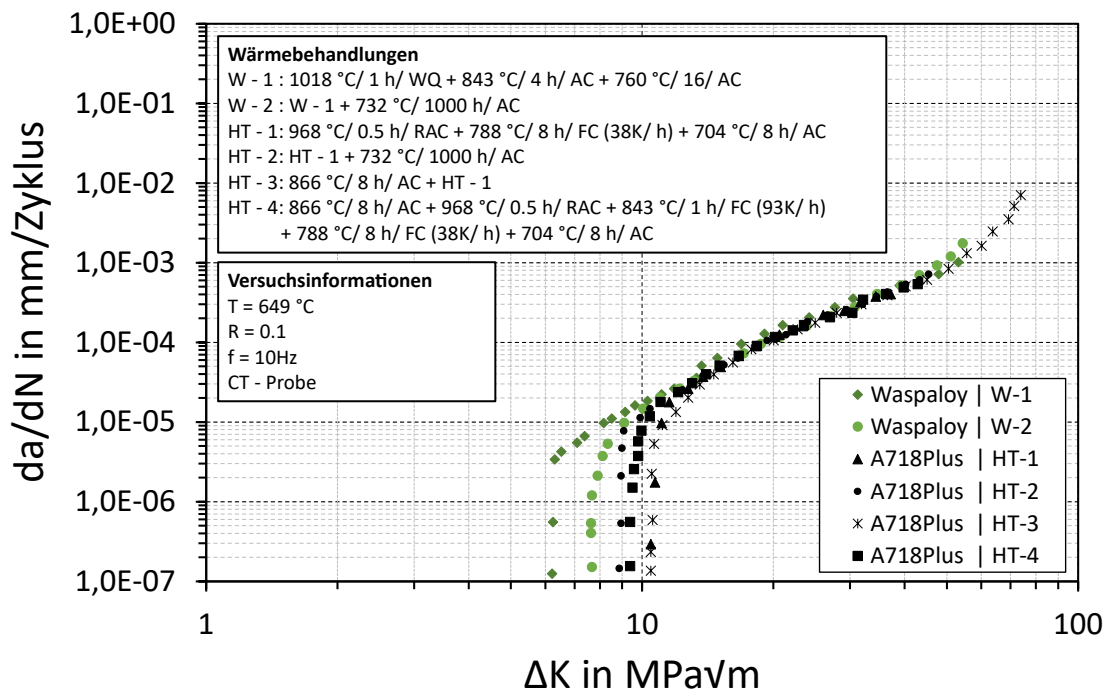


Abbildung 2.25: Einfluss einer Überalterung auf das Schwellenwertverhalten für Alloy 718Plus und Waspaloy [11]. Die Versuche wurden bei 649 °C durchgeführt.

Neben dem Langrisswachstum wird auch das Schwellenwertverhalten durch eine Überalterung beeinflusst. Wie in Abbildung 2.25 zu sehen ist, sinkt der Langrisschwellenwert  $\Delta K_{th,LC}$  durch eine veränderte Aushärtung ab und nähert sich dem von Waspaloy an. Da der Kurzrischwachstumsbereich (unterhalb des Langrisschwellenwertes) bei der Auslegung von Turbinenscheiben nach dem schadenstoleranten Ansatz immer wichtiger wird, sollte eine Absenkung des Schwellenwertes vermieden werden. Eine vermehrte Ausscheidung der  $\eta$ -Phase scheint dagegen keinen Einfluss zu haben (HT-3). Allerdings wird nicht auf eine Ausrichtung der Ausscheidungen eingegangen. In einer anderen Werkstoffklasse benennt Miller [124] Perlitbänder in einer Ferritmatrix als mögliche Hindernisse im Kurzrischwachstumsbereich. Ausgerichtete Ausscheidungen in Nickelbasislegierungen könnten einen ähnlichen Einfluss haben.

### 3 Vorstellung der Materialzustände

Für eine optimale Kombination mechanischer Eigenschaften einer Legierung wird die thermo-mechanische Herstellungsrouten für verschiedene Anwendungen maßgeschneidert. In dieser Arbeit steht der Widerstand gegen das Risswachstum im Mittelpunkt, da dieser ein Ausschlusskriterium für eine industrielle Anwendung in rotierenden Turbinenkomponenten wie Turbinenscheiben darstellt. Um einen Zustand zu ermitteln, der mit Alloy 718, Alloy 718Plus oder Waspaloy und U 720Li vergleichbare Risswachstumsraten aufweist, werden verschiedene Zustände der Legierung Alloy 780 hergestellt. Das Vorgehen orientiert sich an den Ansätzen, die in Kapitel 2.4 vorgestellt werden. Für die verschiedenen Zustände wird sowohl die Intention als auch die thermomechanische Prozessroute in diesem Kapitel näher erläutert.

Das Material wurde von VDM-Metals im Triplemelt Verfahren (VIM + ESR + VAR) hergestellt, umgeformt, wärmebehandelt und anschließend zur Verfügung gestellt. Der Guss- und Umschmelzprozess wird in dieser Arbeit nicht betrachtet, sodass sich die untersuchten Zustände in folgenden Punkten unterscheiden können:

- Geschmiedeter Knüppel (als Ausgangszustand)
- Pancakeart
- Stauchtemperatur
- Wärmebehandlung

Unterschiede im Knüppelmaterial können auftreten, da Material aus zwei verschiedenen Chargen verwendet wurde. Diese Unterschiede, die gering ausfallen sollten, werden an dieser Stelle vernachlässigt. Als Einflussfaktor verbleibt somit die thermomechanische Prozessroute, die nach Fertigstellung des Knüppelmaterials beginnt. Die verschiedenen Variationen werden mit ihrem jeweiligen Ziel nachfolgend, nach Wärmebehandlungen sortiert, vorgestellt. Innerhalb dieser entstehen weitere Unterteilungen durch verschiedene Stauchtemperaturen und Pancakearten. Jeder Kombination aus Parametern wird eine Zustandsbezeichnung zugewiesen (z.B. Zustand 1a). Die Zahl repräsentiert dabei die verwendete Wärmebehandlung. Der Buchstabe dahinter klassifiziert weitere Unterschiede, die in den folgenden Abschnitten dargestellt werden. Am Ende folgt eine tabellarische Gegenüberstellung (siehe Tabelle 3.1 - Tabelle 3.4). In dieser und den folgenden Kapiteln wird der  $\delta/\eta$ -Komplex in Alloy 780 mit  $\delta$  - Phase und in Alloy 718Plus mit  $\eta$  - Phase bezeichnet.

Vor der Zustandsvorstellung ist eine Betrachtung des sogenannten Pancakes angebracht. Die Herstellungsrouten ist schematisch in Abbildung 3.1 dargestellt. Ein Pancake wird als Ersatzprodukt für eine erste Bewertung der mechanischen Eigenschaften einer Turbinenscheibe eingesetzt, um Material und Kosten zu sparen. Statt eine ganze Scheibe des Billetmaterials im Gesenk zu stauchen, wird ein Tortenstück aus der Scheibe herausgetrennt und in einem Hub auf der Freiformpresse bei VDM, die mit einem maximalen Druck von 4500t arbeitet, gestaucht

(Stauchverhältnis 3:1). Es sind also Unterschiede im Vergleich mit einer tatsächlichen Turbinenscheibe zu erwarten. Des Weiteren ist sowohl der Temperaturhaushalt als auch die Umformung von der Größe des Pancakes und der verwendeten Presse<sup>1</sup> abhängig. Dies ist implizit in der jeweiligen Pancakeart enthalten und bei der Bewertung verschiedener Sorten zu berücksichtigen.

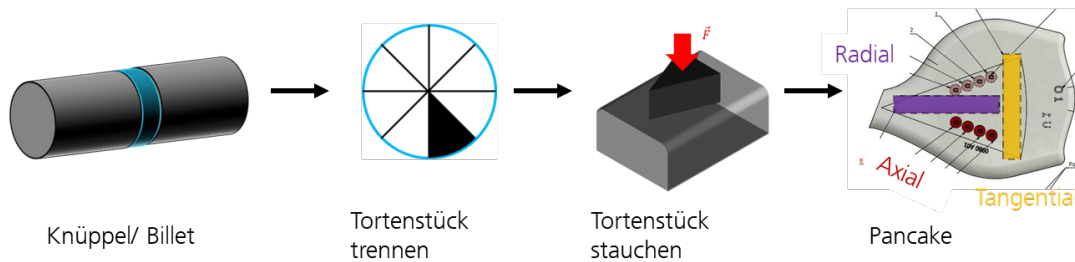


Abbildung 3.1: Schematische Darstellung einer Pancakeherstellung und der Probenorientierung darin.

Ebenfalls durch den Pancake beeinflusst ist die Lage der zu entnehmenden Proben. Wie aus Kapitel 2.4 ersichtlich wird, wird durch die Umformung eine inhomogene und anisotrope Ausprägung des Gefüges erwartet. Dementsprechend müssen die Proben mittig im Pancake platziert werden, um den gewünschten Gefügebereich abzubilden. Eine Entnahme von axialen Proben ist nicht für alle Pancakes möglich, da die Endhöhe eines kleinen Pancakes ca. 30 mm entspricht. Die Bezeichnungen *Axial*, *Radial* und *Tangential* beziehen sich dabei auf die Lage der Probe und nicht der Rissebene in der späteren CC-Probe (siehe Abbildung 3.1).

### 3.1 Standard Wärmebehandlung

Der erste Zustand, dessen Prozessroute in Abbildung 3.2 dargestellt ist, orientiert sich an der Wärmebehandlung von Alloy 718 und Alloy 718Plus sowie Erfahrungen von Rösler [125], [126] an Inconel® 706 (IN706). Ziel des Zustandes ist ein feinkörniges Gefüge mit  $\delta$ -Phase an den Korngrenzen und einem möglichst hohen  $\gamma'$ -Anteil, um hohe Festigkeitswerte zu erreichen. Die Belegung der Korngrenzen resultiert im Idealfall in einer welligen Morphologie. Um dies zu erreichen, wird aus 950 °C, also Sub-Solvus, gestaucht. Dadurch wird  $\delta$ -Phase ausgeschieden oder zumindest eine Auflösung der selbigen verhindert, sodass diese ein Kornwachstum verhindern kann. Eine Kernerwärmung durch die Umformung auf Temperaturen oberhalb der  $\delta$ -Solvus Temperatur wird folglich nicht erwartet oder als tolerierbar erachtet. Eine simulative Überprüfung erfolgt nicht in dieser Arbeit.

In der anschließenden Lösungsglühung wird die  $\gamma'$ -Phase fast vollständig aufgelöst, um einen reproduzierbaren Ausgangszustand für die Aushärtung zu schaffen. Des Weiteren wird in der

<sup>1</sup> Bei der Freiformschmiedepresse von VDM ist die mögliche Pressengeschwindigkeit durch die benötigte Kraft limitiert. Mit steigender Kraft sinkt die Pressengeschwindigkeit; bis zu einem gewissen Maße.

nachfolgenden, langsamen Ofenabkühlung eine Ausscheidung der  $\delta$ -Phase in der Form angestrebt, dass die Korngrenzenmorphologie beeinflusst wird (siehe dazu Kapitel 2.4.2). Eine parallele Ausscheidung der  $\gamma'$ -Phase, die eine Verarmung an Elementen, die ebenfalls für die  $\delta$ -Phase benötigt werden, bewirken kann, ist dabei laut ZTU-Diagramm nicht vermeidbar. In der abschließenden zweistufigen Aushärtung wird  $\gamma'$  ausgeschieden und vergrößert, um eine optimale Festigkeit zu erreichen.

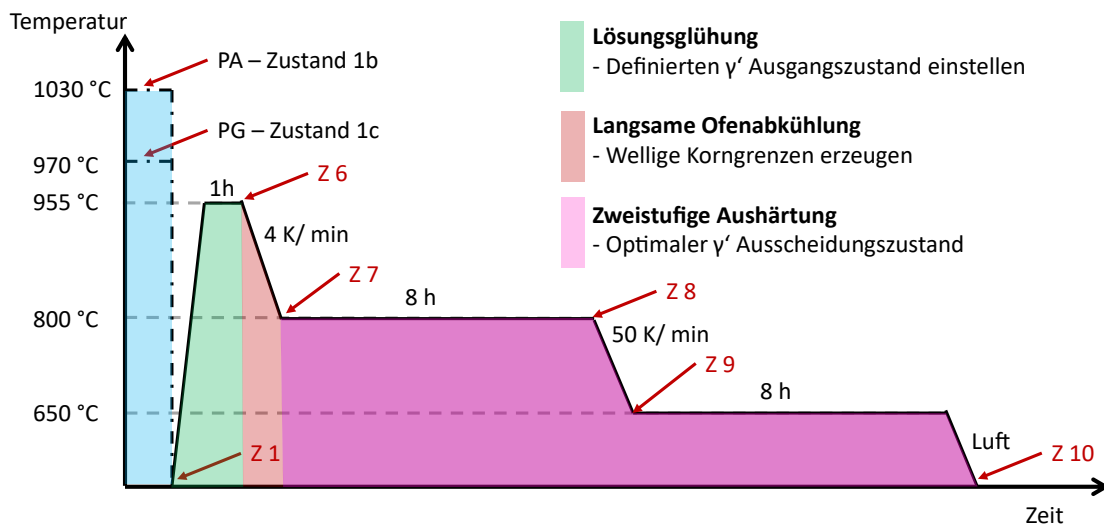


Abbildung 3.2: Wärmebehandlung für Zustand 1. Die Stauchtemperaturen der Zustände 1b und 1c sind angedeutet.

Ein Teil des Materials liegt als kleiner Pancake, der bei VDM auf der Freiformpresse hergestellt wurde, vor. Dabei ist zu berücksichtigen, dass, anders als bei einem Laborstauchversuch, keine optimale Ausführung des Stauchens garantiert werden kann. Der resultierende Pancake ist also unförmig wie in Abbildung 9.13 zu sehen ist. Die Probenentnahme unterliegt den oben genannten Limitationen bei kleinen Pancakes, die mit einem Stauchverhältnis von 3:1 auf eine Endhöhe von ca. 30 mm gestaucht werden. Dieser Zustand wird als Zustand 1a geführt. Neben diesem Zustand (aus 950 °C gestaucht), wurden noch die Zustände 1b, 1c und 1d hergestellt. Letzterer ist ebenfalls ein kleiner VDM-Pancake und wird aus 1030 °C gestaucht. Eine hohe Umformtemperatur wird für ein besseres Formfüllungsvermögen beim Schmieden im Gesenk und wegen der geringeren Kräfte bevorzugt, wird aber der Mikrostrukturentwicklung untergeordnet. Die Zustände 1b und c werden aus 1030 und 970 °C gestaucht. Um ein möglichst turbinenscheibennahes Gefüge zu erstellen, wurden die Pancakes bei dem Gesenkschmied Otto Fuchs KG (OF) hergestellt. Hierbei handelt es sich um große Pancakes. Somit kann der Einfluss der Stauchtemperatur in Abhängigkeit der Pancakeart untersucht werden.

Für die Zustände 1b und 1c werden kleine Klötzchen für metallographische Untersuchungen der Zwischenzustände aus den gestauchten Pancakes entnommen und anschließend im Ofen ausgelagert. Die Benennung wurde von der VDM-Beschriftung übernommen. Nach welchen Schritten der Wärmebehandlung die Proben entnommen und in Wasser abgeschreckt werden,

um die Mikrostruktur möglichst unverändert zu erhalten, wird in Abbildung 3.2 mit Z6-10 & Z1 angedeutet. Mit Hilfe dieser Untersuchungen kann ermittelt werden, ob die angewandten Schritte der Wärmebehandlung auch den geplanten Effekt haben.

## 3.2 Wärmebehandlungen mit $\delta$ - Phasenglühung

Zustand 2, dessen Herstellungsrouten in Abbildung 3.3a dargestellt wird, ist eine Modifikation von Zustand 1. Vor der Lösungsglühung bei 955 °C wird eine  $\delta$  - Phasenglühung analog zur  $\eta$  - Glühung in Alloy 718Plus eingeführt. Im Vergleich zu den in Kapitel 2.4.3 vorgestellten Temperaturen für Alloy 718Plus wird in diesem Fall mit 900 °C eine leicht erhöhte Temperatur gewählt, um die höhere Lösungstemperatur und langsamere  $\delta$  - Phasenkinetik von Alloy 780 zu berücksichtigen. Durch diese Glühung soll mehr  $\delta$  - Phase ausgeschieden werden und eine *ausgerichtete* Variante, wie sie in Abbildung 2.23 für Alloy 718Plus zu sehen ist, erzeugt werden. Des Weiteren wird eine von Zustand 1 abweichende Stauchtemperatur von 990 °C eingesetzt. Der Stauchprozess ist damit nach wie vor Sub  $\delta$  - Solvus, aber so nahe an  $\gamma'$  - Solvus (siehe Tabelle 2.2), dass eine großtechnische Einordnung schwierig wird. Durch die Temperaturerhöhung wird eine im Vergleich zu Zustand 1 einfachere Umformung angestrebt, die bei der Schmiedung einer Turbinenscheibe im Gesenk zu niedrigeren Kräften und einem besseren Formfüllungsvermögen führt. Des Weiteren wird ein höherer Anteil an vollständig rekristallisiertem Gefüge erwartet.

Der Zustand 2 lässt sich in die Unterzustände a, b und c einteilen. Die Wärmebehandlung ist für alle drei gleich, der Materialzustand unterscheidet sich jedoch. Zustand 2a repräsentiert einen kleinen Pancake, der, genau wie Zustand 1a, auf der Freiformpresse bei VDM gestaucht wurde. Damit unterliegt dieser Zustand den gleichen Limitationen für die Probenentnahme in axialer Richtung. Um dieses Problem zu umgehen, wurde Zustand 2b geschaffen. Hier wird nicht nur ein Tortenstück zu einem Pancake gestaucht, sondern ein komplettes zylindrisches Stück des Knüppels zu einem großen Pancake verarbeitet. Dadurch ist eine größere Endhöhe möglich, die eine Probenentnahme in axialer Richtung ermöglicht. In Zustand 2c wird der Einfluss der Umformung und damit verbunden der Korngröße untersucht. In diesem Zustand wird das Material des Knüppels ohne Stauchprozess wärmebehandelt. Somit ist auch hier eine Probenentnahme in allen Raumrichtungen möglich.

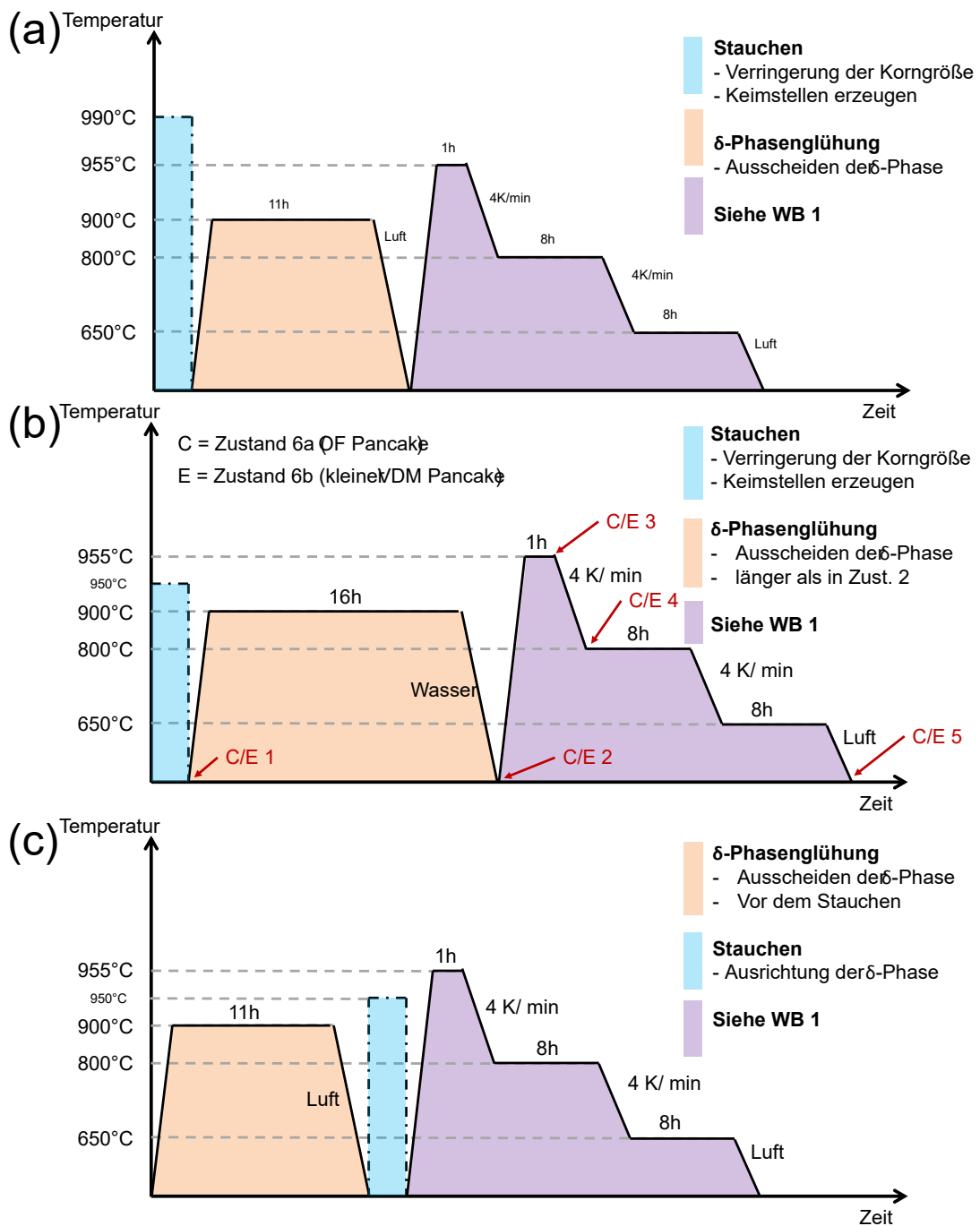


Abbildung 3.3: Wärmebehandlungen der Zustände 2 (a), 6 (b) und 7 (c).

Zustand 2 folgt also dem gleichen Weg wie Zustand 1, um den Widerstand gegen Risswachstum zu verbessern, will dabei aber mehr  $\delta$ -Phase ausscheiden und eine einfachere Umformung ermöglichen bzw. im Falle des Zustandes 2c eine Abschätzung des Umform- und Korngrößeneinflusses zulassen. Metallographische Proben, an denen die Gefügeentwicklung im Prozess beobachtet werden kann, sind nicht vorhanden. In erster Näherung wird dies von Zustand 6 abgedeckt (siehe Abbildung 3.3b). In diesem wird die  $\delta$ -Phasenglühung auf 16h

verlängert und die Stauchtemperatur ist mit 950 °C vergleichbar zu Zustand 1a. Ein Vergleich zwischen verschiedenen Pancakearten wird durch Zustand 6a und b ermöglicht. Für jeden dieser Zustände kann die Entwicklung der Mikrostruktur im Prozess abgebildet werden.

Zustand 7 ist eine weitere Abwandlung der vorherigen Zustände (siehe Abbildung 3.3c). Analog zu Zustand 2a und 6b wird ein kleiner Pancake verwendet. Der Stauchvorgang wird nach der  $\delta$ -Phasenglühung ausgeführt. Dadurch soll die  $\delta$ -Phase erst ausgeschieden und in der nachfolgenden Umformung ausgerichtet werden.

### 3.3 Wärmebehandlung mit Super- $\delta$ -Solvus Glühung

In Zustand 3, dessen Prozesshistorie in Abbildung 3.4 dargestellt ist, wird auch versucht  $\delta$ -Phase an den Korngrenzen auszuscheiden und mit deren Hilfe die Korngrenzenmorphologie in der langsamen Ofenabkühlung wellig zu gestalten. Allerdings soll dies für eine größere Korngröße durchgeführt werden. In Zustand 2c wird dies bereits durchgeführt, allerdings wurde dort keine Umformung eingesetzt. Analog zu Zustand 2b wird eine ganze Scheibe des Knüppelmaterials gestaucht, sodass Untersuchungen in axialer, radialer und tangentialer Richtung möglich sind.

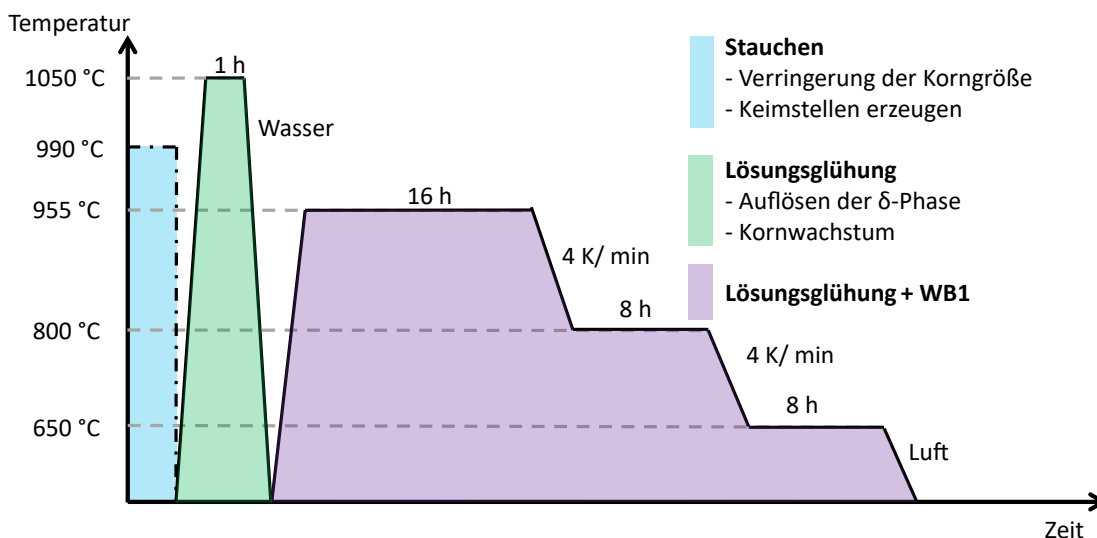


Abbildung 3.4: Wärmebehandlung für Zustand 3.

Um Kornwachstum zuzulassen, muss die  $\delta$ -Phase nach dem Stauchen vollständig aufgelöst werden. Dafür wird eine Super- $\delta$ -Solvus Glühung bei 1050 °C für 1h eingeführt. Die nachfolgende verlängerte Glühung bei 955 °C hat nicht mehr die Funktion einer Lösungsglühung, da  $\gamma'$  bereits aufgelöst sein sollte. Vielmehr soll die  $\delta$ -Phase ausgeschieden werden. Durch die im Vergleich zu Zustand 2 erhöhte Temperatur der Glühung soll die Ausscheidungskinetik der  $\delta$ -Phase beschleunigt werden. Dies wird als notwendig erachtet, da mögliche Keimstellen in der Lösungsglühung abgebaut werden. Die Aushärtung verläuft analog zu Zustand 1 und 2.

### 3.4 Prozesssteuerung über eine $\gamma'$ -Wärmebehandlung

Die Zustände 4 und 5 (siehe Abbildung 3.5a und b) unterscheiden sich deutlich von den anderen Prozessrouten. Auf eine Manipulation der  $\delta$ -Phase wird verzichtet. Die Entwicklung der Mikrostruktur soll durch die  $\gamma'$ -Phase gesteuert werden. Dafür wird die Temperatur der Lösungsglühung nach dem Stauchen auf 970 °C angehoben. Somit wird die  $\gamma'$ -Phase fast vollständig aufgelöst, ohne dass auf Grund der fehlenden  $\delta$ -Phase Kornwachstum stattfindet. In der anschließenden schnellen Abkühlung wird ein übersättigter Mischkristall erzeugt, in dem viele kleine  $\gamma'$ -Ausscheidungen vorliegen. Durch die schnelle Abkühlung sollte keine  $\delta$ -Phase ausgeschieden werden.

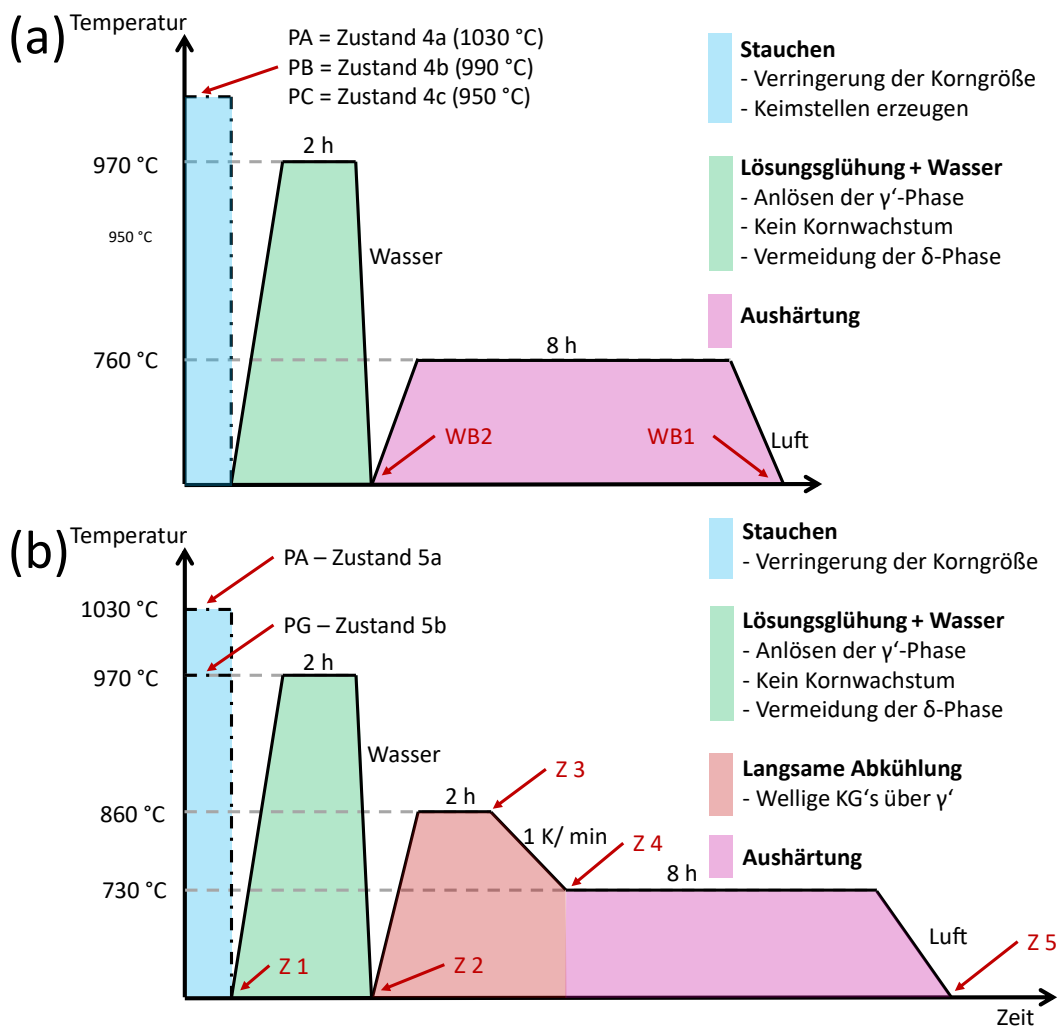


Abbildung 3.5: Wärmebehandlung der Zustände 4 (a) und 5 (b). Die Positionen der Zwischenzustandsklötzchen sind eingezeichnet.

In Zustand 4 werden 950, 990 und 1030 °C als Stauchtemperaturen verwendet. Der Zustand wird also in 4a, b und c eingeteilt. Wird das ZTU-Diagramm betrachtet (siehe Abbildung 2.3), ist

eine Ausscheidung der  $\delta$  - Phase bei 970 °C trotz der schnellen Abkühlung durchaus möglich. Durch die Wahl unterschiedlicher Stauchtemperaturen könnte somit der von McDevitt [40] gezeigte Trend für den Einfluss der Stauchtemperatur auf die  $\eta$  - Phase in Alloy 718Plus für die  $\delta$  - Phase in Alloy 780 überprüft werden. Wird keine  $\delta$  - Phase ausgeschieden, kann ein Zustand ohne dieselbige untersucht werden. Durch die Wahl eines großen Pancakes können alle drei Orientierungen untersucht werden.

In Zustand 5 (siehe Abbildung 3.5b) wird der übersättigte Mischkristall wieder erwärmt, um das Material anschließend langsam im  $\gamma'$  - Phasengebiet abzukühlen, sodass wellige Korngrenzen durch die  $\gamma'$  - Ausscheidungen an diesen erzeugt werden. Eine Ausscheidung der  $\delta$  - Phase bei den gewählten niedrigen Temperaturen ist unwahrscheinlich. Die Welligkeit nicht über die  $\delta$  -/ $\eta$  - Phase einzustellen, entspricht nicht dem Vorgehen der 718-artigen Legierungen, sondern den teureren Vergleichslegierungen U 720Li und Waspaloy. Die anschließende einstufige Aushärtung verläuft analog zu Zustand 4 und im Vergleich zu den anderen Wärmebehandlungen bei einer mittleren Temperatur. Da die Ausscheidung der  $\gamma'$  - Phase einfacher zu beherrschen und nicht an das Einbringen vieler Keimstellen gebunden ist, können die Stauchtemperaturen der bei OF gestauchten großen Pancakes auf 990 und 1030 °C angehoben werden.

## 3.5 Übersicht der Zustände

Wie in den vorangegangenen Kapiteln angedeutet wird, können die Zustände auf Grund ihrer Strategie in zwei Gruppen aufgeteilt werden. Die Zustände 1-3 und 6-7 zielen auf eine Manipulation der  $\delta$ -Phase ab, die vergleichbar zu den Legierungen Alloy 718 und Alloy 718Plus ist. Die  $\gamma'$  - Phase wird lediglich für die Verbesserung der mechanischen Eigenschaften verwendet. Diese Zustände sind in Tabelle 3.1 – Tabelle 3.3 gegenübergestellt.

Tabelle 3.1: Überblick Zustandsinformationen Zustand 1

	Zust. 1a	Zust. 1b	Zust. 1c	Zust. 1d
<b>T<sub>Stauch</sub> in °C</b>	950	1030	970	1030
<b>Materialtyp</b>	Kleiner VDM-Pancake	Großer OF-Pancake	Großer OF-Pancake	Kleiner VDM-Pancake
<b>Probenlagen</b>	(A), R, T	R	R	R
<b>WB-Besonderheit</b>	Langsame Ofenabkühlung nach Lösungsglühung			
<b>Ziel</b>	- Feines Gefüge - Wellige KGs über $\delta$ - Phase	- Wellige KGs über $\delta$ – Phase - Einfache Umformung - Leicht erhöhte Korngröße - Einfluss der Stauchtemperatur	- Wellige KGs über $\delta$ – Phase - Einfache Umformung - Leicht erhöhte Korngröße - Einfluss der Stauchtemperatur	- Wellige KGs über $\delta$ – Phase - Einfache Umformung - Leicht erhöhte Korngröße - Einfluss der Stauchtemperatur

Tabelle 3.2: Überblick Zustandsinformationen Zustand 2 - 3

	Zust. 2a	Zust. 2b	Zust. 2c	Zust. 3
<b>T<sub>Stauch</sub> in °C</b>	990	990	-	990
<b>Materialtyp</b>	Kleiner VDM-Pancake	Großer VDM-Pancake	Billet/ Knüppelmaterial	Großer VDM-Pancake
<b>Probenlagen</b>	R, T	A, R, T	A, R, T	A, R, T
<b>WB-Besonderheit</b>	900 °C/ 11h $\delta$ - Glühung			1055 °C/ 1h $\delta$ - Lösungsglühung
<b>Ziel</b>	- erhöhter $\delta$ - Anteil - wellige KGs über $\delta$ - Phase - feines Gefüge - einfachere Umformung	- siehe 2a - Proben in allen 3 Raumrichtungen	- wellige KGs über $\delta$ - Phase - Einfluss der Umformung - Einfluss der Korngröße	- wellige KGs über $\delta$ - Phase - Einfluss der Korngröße

Tabelle 3.3: Überblick Zustandsinformationen Zustand 6 – 7

	Zust. 6a	Zust. 6b	Zust. 7
<b>T<sub>Stauch</sub> in °C</b>	950	950	950
<b>Materialtyp</b>	OF – Pancake	Kleiner VDM-Pancake	Kleiner VDM-Pancake
<b>Probenlagen</b>	R	R	T
<b>WB-Besonderheit</b>	- Verlängerung der $\delta$ – Glühung auf 16h		- $\delta$ – Glühung vor dem Stauchen
<b>Ziel</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- feine Kornstruktur</li> <li>- erhöhter <math>\delta</math> - Anteil</li> <li>- wellige KGs über <math>\delta</math> – Phase</li> <li>- Einfluss Pancake Typ</li> </ul>		<ul style="list-style-type: none"> <li>- feines Gefüge</li> <li>- Ausrichtung der <math>\delta</math> – Phase während des Stauchens</li> </ul>

Zustand 4 und 5 hingegen verwenden nicht die  $\delta$  – sondern die  $\gamma'$  – Phase zum Steuern der Korngrenzenmorphologie. Die  $\delta$  – Phase wird somit überwiegend ignoriert und ist, sofern sie auftritt, nur ein Nebenprodukt der Prozessroute.

Tabelle 3.4: Überblick Zustandsinformationen Zustand 4 - 5

	Zust. 4a	Zust. 4b	Zust. 4c	Zust. 5a	Zust. 5b
<b>T<sub>Stauch</sub> in °C</b>	1030	990	950	1030	970
<b>Materialtyp</b>	Großer OF-Pancake			Großer OF-Pancake	
<b>Probenlagen</b>	A, R, T			R	
<b>WB-Besonderheit</b>	970 °C/ 2h Lösungsglühung + 760 °C/ 8h Aushärtung			860 °C/ 2h Zwischenglühung + Langsame Abkühlung	
<b>Ziel</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- feine <math>\gamma'</math> Ausscheidungen</li> <li>- <math>\gamma'</math> als Prozess Phase</li> <li>- Einfluss T<sub>Stauch</sub></li> </ul>			<ul style="list-style-type: none"> <li>- wellige KGs über <math>\gamma'</math></li> <li>- Einfluss T<sub>Stauch</sub></li> </ul>	

# 4 Experimentelle und Analytische Methodik

Das Vorgehen der experimentellen und metallographischen Untersuchungen sowie der Phasenanalyse wird in diesem Kapitel dargelegt, um eine Reproduzierbarkeit und Interpretation der Ergebnisse zu ermöglichen. Zu Beginn wird das Vorgehen der mikrostrukturellen Analyse vorgestellt. Diese wird, wie später genauer erläutert wird, sofern möglich, immer an getesteten Proben und nicht an zusätzlichen Materialstücken durchgeführt. Anschließend werden die Versuche vorgestellt, in denen die Risswachstumsuntersuchungen den Schwerpunkt darstellen.

## 4.1 Mikrostrukturelle Untersuchungen

In dieser Arbeit werden die Korn- sowie die Ausscheidungsstruktur untersucht. Neben diesen Untersuchungen, die für das Groß der Proben durchgeführt werden, wird die Zusammensetzung der Phasen mittels TEM Untersuchungen an ausgewählten Proben genauer betrachtet. Die Position der metallographischen Proben und das Vorgehen der mikrostrukturellen Untersuchungen wird nachfolgend vorgestellt.

### 4.1.1 Mikroskopie und Phasenanalytik

Für die Untersuchungen der Mikrostruktur werden verschiedene Analysemethoden gewählt. Aufnahmen mit dem Lichtmikroskop (LiMi) sowie die Untersuchungen in den Rasterelektronenmikroskopen (REM) werden an metallographischen Schlifflinien durchgeführt. Die Präparationsmethodik der Selbigen ist im Anhang aufgeführt (siehe u.a. Tabelle 9.12).

Die *Kornstruktur*<sup>1</sup> wird mit EBSD-Aufnahmen eines Systems der Firma EDAX an polierten, metallographischen Schlifflinien bestimmt. Die Auswertung u.a. der Korngröße und Orientierung wird mit der Software TSLM OIM vorgenommen. Die Farbkodierung der in dieser Arbeit dargestellten IPF's (engl. inverse pole figure) ist, wenn nicht explizit anders angegeben, in Abbildung 9.31 abgebildet.

Die Analyse der  $\gamma'$ -Phase erfolgt am geätzten Schliff in einem Zeiss Supra 40 VP REM (Zeiss REM). Dafür werden Aufnahmen mit dem SE – Detektor des Zeiss REMs angefertigt. Aufnahmen mit dem InLens Detektor eignen sich besser für eine automatisierte Bildauswertung, da

---

<sup>1</sup> In dem Begriff *Kornstruktur* wird neben der Korngröße auch der Rekristallisationsgrad oder eine Kornausrichtung mit einbezogen. Der Begriff wird in dieser Arbeit also allgemeiner als die Korngröße verwendet.

die Kanten der Ausscheidungen gleichmäßig überstrahlt sind, sodass diese hell umrandet erscheinen (siehe Abbildung 4.2a). Der SE – Detektor wird dennoch verwendet, da die automatische Bildaufnahme mit diesem anfänglich zuverlässiger funktioniert hat. Spätere Bilder werden der Vergleichbarkeit halber im gleichen Stil aufgenommen. Die Einstellungen des REM's sind dabei in der entsprechenden Bildlegende gegeben. Verwendet wird meistens eine Beschleunigungsspannung von 5 kV, um eine oberflächennähere Analyse zu erhalten, eine Blende von 30  $\mu\text{m}$  und eine Vergrößerung von mind. 10000 - 20000 – fach. Bei der verwendeten Bildauflösung von 3072 x 2304 Pixeln entspricht dies einer Auflösung von 3.722 nm/ Pixel oder besser.

Die  $\delta$  – Phase kann im polierten Zustand mit dem Rückstreudetektor (BSE) des Hitachi S-3400N REMs (Hitachi REM), der einen Ordnungszahlkontrast darstellt, sichtbar gemacht werden. Hierbei wird eine Beschleunigungsspannung von 20-25 kV verwendet. Im Vergleich zu der  $\gamma'$ – Analyse werden geringere Vergrößerungen gewählt, da die Hochtemperaturphase einen deutlich größeren Radius und Abstand zueinander aufweist. Somit wird ein größerer Bildausschnitt für eine statistische Auswertung benötigt. Mit Niob ist ein schweres Element in der intermetallischen Phase enthalten, sodass diese hell (weiß) im Bild abgebildet wird, während sich die Kornstruktur in verschiedenen Grautönen darstellt. Die Trennung zwischen der Hochtemperaturphase und den ebenfalls weiß erscheinenden Niobkarbiden (NbC) wird anhand der Größe und Morphologie vorgenommen.

Diese Trennung wird durch vorangegangene EDX-Analysen (energy dispersive X-ray spectroscopy) der verschiedenen Phasen ermöglicht. Dafür wird ein am Hitachi REM angebrachtes EDX-System der Firma Oxford Instruments (INCAx-sight) mit der Software INCA verwendet. Durch die geringere Auflösung der EDX-Methodik, wenn Vollmaterial betrachtet wird, sind ergänzende Untersuchungen in einem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) vom Typ FEI Osiris ChemiStem (200kV) am KIT-LEM notwendig. Die Lamellen werden mit einer FIB (engl. focused ion beam) ebenfalls am KIT präpariert. Durch eine bessere EDX-Auflösung an den dünnen Lamellen können hier auch die chemischen Zusammensetzungen der intermetallischen Phasen abgebildet werden. Des Weiteren werden Korngrenzen und die Rissflanken von Nebenrisen hinsichtlich von Seigerungen und ihrer Oxidschicht analysiert.

Karbide und Karbonitride liegen in lokalen Gruppen vor, die einen großen Abstand untereinander aufweisen. Für eine statistische Bewertung ist ein hinreichend großer Bildausschnitt notwendig. Dafür werden ca. 6x6 mm Bereiche mit dem LiMi bei 100-200x aufgenommen und anschließend analysiert. Stickstoffhaltige Verbindungen erscheinen dabei leicht orange/ golden während Karbide gräulich wirken (siehe Abbildung 5.4).

Die Härte wird vorwiegend mit einem automatischen EmcoTest M1C010 Härteprüfer ermittelt. Als Prüfverfahren wird HV10 gewählt. Die Eindrücke werden in einem Abstand von ca. 1 mm aufgespannt, sodass für die meisten Proben ein Netz von 7x7 Eindrücken entsteht. Da die Schliffe etwas unterhalb des Testquerschnitts entnommen werden, ist ein solches Raster mit genügend Abstand zwischen den Eindrücken möglich. Für drei Proben, bei denen gezielt eine inhomogene Mikrostruktur untersucht werden soll, wird ein Qness 60 A+ Evo Härteprüfer

verwendet. Als Prüfverfahren wird hier HV0.1 verwendet, sodass die Gradienten besser aufgelöst werden können. Das aufgespannte Netz ist ein Kompromiss aus Genauigkeit (Abstand der Eindrücke) und der benötigten Zeit. Es umfasst 33 x 33 Eindrücke mit einem Abstand von ca. 200  $\mu\text{m}$ .

Neben den bereits beschriebenen TEM-Untersuchungen wird die sich bildende Oxidschicht auf den Rissflanken des Risses mit Hilfe von XPS-Untersuchungen (X-ray Photoelectron Spectroscopy) genauer dargestellt. Dafür wird die Bruchfläche einer Rissfortschrittsprobe in 200 x 200  $\mu\text{m}$  großen Messflecken in ca. 2 nm Schritten in Tiefenrichtung abgetragen. Die chemische Zusammensetzung wird dabei integral (gemittelt über die Messfleckengröße) bestimmt. Die später vorgestellten Diagramme zeigen also ein Tiefenprofil auf der Abszisse. Die Probenoberfläche entspricht dabei der Tiefe Null. Die gewählten Analysepositionen repräsentieren verschiedene Zeitpunkte im Versuch und unterscheiden sich somit in der Oxidationszeit. Durch Referenzmessungen im Anriss (längste Oxidationszeit) und im Restbruch (keine Oxidation) sind Aussagen über die Entwicklung der Oxidschicht möglich.

Die Bruchflächen der CC- und Zugproben werden im Hitachi REM analysiert. Somit kann bestimmt werden, ob ein interkristallines oder transkristallines Versagen vorliegt. Dies ist bei den Risswachstumsversuchen von entscheidender Bedeutung für die Interpretation der Ergebnisse.

#### 4.1.2 Positionierung der metallographischen Proben

Die metallographischen Untersuchungen in dieser Arbeit werden, soweit möglich, an den getesteten Proben und nicht an separaten metallographischen Klötzchen durchgeführt. Somit können lokal inhomogene Mikrostrukturen, die durch den Herstellungsprozess bedingt sind, berücksichtigt werden. Die Testtemperatur der Risswachstumsversuche übersteigt die gewünschte Einsatztemperatur von mindestens 700  $^{\circ}\text{C}$  nicht. Dies gilt auch für die Zugversuche, wenn von wenigen Ausnahmen abgesehen wird. In diesem Temperaturbereich sollte keine eigenschaftsbestimmende Veränderung des Gefüges erfolgen, sodass die analysierten Proben den jeweiligen hergestellten Zustand repräsentieren.

In Abbildung 4.1a sind die Entnahmepositionen der Querschliffe aus den Risswachstumsproben, die in Kapitel 4.2.3 vorgestellt werden, dargestellt. Um einen möglichst direkten Einblick in die Mikrostruktur zu erhalten, die der Riss durchlaufen ist, wird wenige Millimeter unterhalb der Bruchfläche eine Probe für die Gefügeuntersuchungen entnommen. Darunter liegend wird eine weitere Probe herausgetrennt, die für die Ermittlung der Härtekennwerte verwendet wird. Die Nomenklatur der Proben ist ebenfalls in der Abbildung aufgeführt. Die Präparationsmethodik ist im Anhang dargestellt (siehe u.a. Tabelle 9.12). Neben den Querschliffen werden auch Längsschliffe angefertigt mit deren Hilfe eine auftretende Anisotropie erkennbar ist. Des Weiteren eignen sich diese für eine Betrachtung der Bruchart und der tatsächlich aufgebrochenen Mikrostruktur des Risses. Dies wird ermöglicht, indem von einer Probenhälfte die Bruchfläche unter 45 $^{\circ}$  getrennt (erodiert) wird (siehe Abbildung 4.1b). Abhängig von der Asymmetrie der Rissfront werden unterschiedliche Seiten analysiert. Bei einem symmetrischen

Rissverlauf wird auf die 45° Trennlinie (M2) geschaut. Bei vorliegender Asymmetrie werden die beiden Seitenflächen (M2R und M2L) untersucht. Die verbleibende Bruchfläche wird für die Betrachtung der Bruchart im REM verwendet.

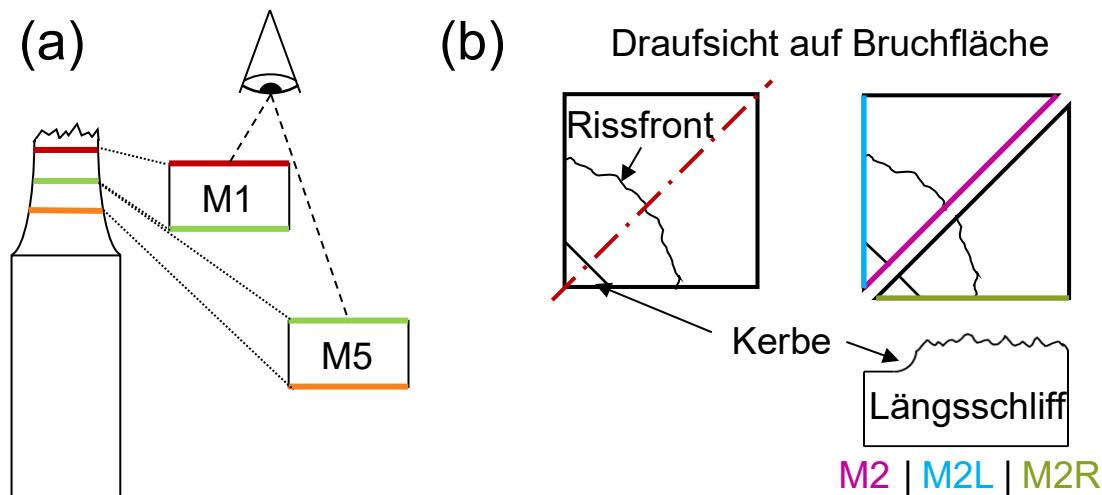


Abbildung 4.1: Lage der metallographischen Schlitze in den getesteten CC-Proben. a) Querschliffe M1 und M5 b) Längsschliffe M2 (M2R entspricht der rechten Seite, M2L der linken Seite und M2 der 45° Trennlinie)

Neben den Proben für das Ermüdungsrisswachstum wird die Mikrostruktur auch für Stauch- und Zugproben analysiert. Für erstere werden Längsschliffe angefertigt, die die Stirnflächen mit einem Durchmesser von  $d=6\text{ mm}$  halbieren. Für die Analyse der kleinen Flachzugproben (siehe Abbildung 4.4) wird eine Hälfte liegend eingebettet, sodass ebenfalls ein Längsschliff entsteht.

Für die Bewertung der Mikrostrukturentwicklung innerhalb der Prozessrouten werden die Zwischenzustände analysiert, deren Position in Kapitel 3 vorgestellt werden. Zu diesen liegen keine Proben für mechanische Versuche vor, sodass für die Bewertung des Gefüges auf metallographische Klötzchen zurückgegriffen wird. Diese werden von VDM-Metals bereitgestellt. Im Idealfall werden sie direkt neben dem Testquerschnitt der untersuchten CC-Proben aus den Pancakes entnommen. Anschließend werden sie in einem Laborofen ausgelagert. Nach den entsprechenden Wärmebehandlungsstufen wird jeweils ein Klötzchen entnommen und in Wasser abgeschreckt, um den aktuellen Gefügezustand möglichst schnell zu konservieren. Dabei ist zu berücksichtigen, dass die ideale Positionierung der Klötzchen im gestauchten Pancake nicht immer möglich ist. Dies ist durch die Anzahl der benötigten Proben bedingt. Die Klötzchen liegen somit unterschiedlich weit vom Testquerschnitt entfernt und müssen vor diesem Hintergrund beurteilt werden.

### 4.1.3 Phasenanalytik mittels Bildauswertung

Für eine Bewertung der intermetallischen Phasen werden Bilder *halb-zufällig* aufgenommen. D. h. über den betrachteten Bereich des vorliegenden Schliffes wird mathematisch ein regelmäßiges, rechteckiges Netz gespannt. Die Bilder werden automatisch an den Knotenpunkten desselben aufgenommen. Somit wird eine gezielte Wahl des Ausschnittes durch den Anwender unterbunden. Dies ist bei einigen Zuständen mit vereinzelt, wenigen  $\delta$ -Phasenausscheidungen wichtig, um den Ausscheidungsanteil nicht künstlich durch die Wahl der Aufnahmepositionen zu erhöhen. Die Analyse der Ausscheidungen erfolgt mit Hilfe von klassischen Bildverarbeitungsmethoden (keine KI und keine Berücksichtigung von chemischen Informationen). Dafür müssen die verschiedenen Phasen in den Bildern erkannt und getrennt voneinander betrachtet werden. Wie in Kapitel 4.1.1 bereits beschrieben, wird die  $\delta$ -Phase in anderen Bildern als die  $\gamma'$ -Phase analysiert, sodass eine Trennung der Ausscheidungen einfacher wird. Die Analytik erfolgt mit einem Pythonskript. Anschließend werden die Ergebnisse statistisch ausgewertet.

#### Trennung von Ausscheidungen und Matrix

Die REM-Bilder liegen als Grauwertbilder vor und werden mit verschiedenen Schwellenwerten in binäre Bilder umgewandelt. Verwendet werden dafür eine Kombination aus einem absoluten Schwellenwert und einem Sobel- bzw. Laplace-artigen Filter für die Kantenerkennung (siehe Abbildung 4.2b). Im Binärbild entsprechen schwarze Pixel dem Hintergrund und weiße potentiellen Ausscheidungen.

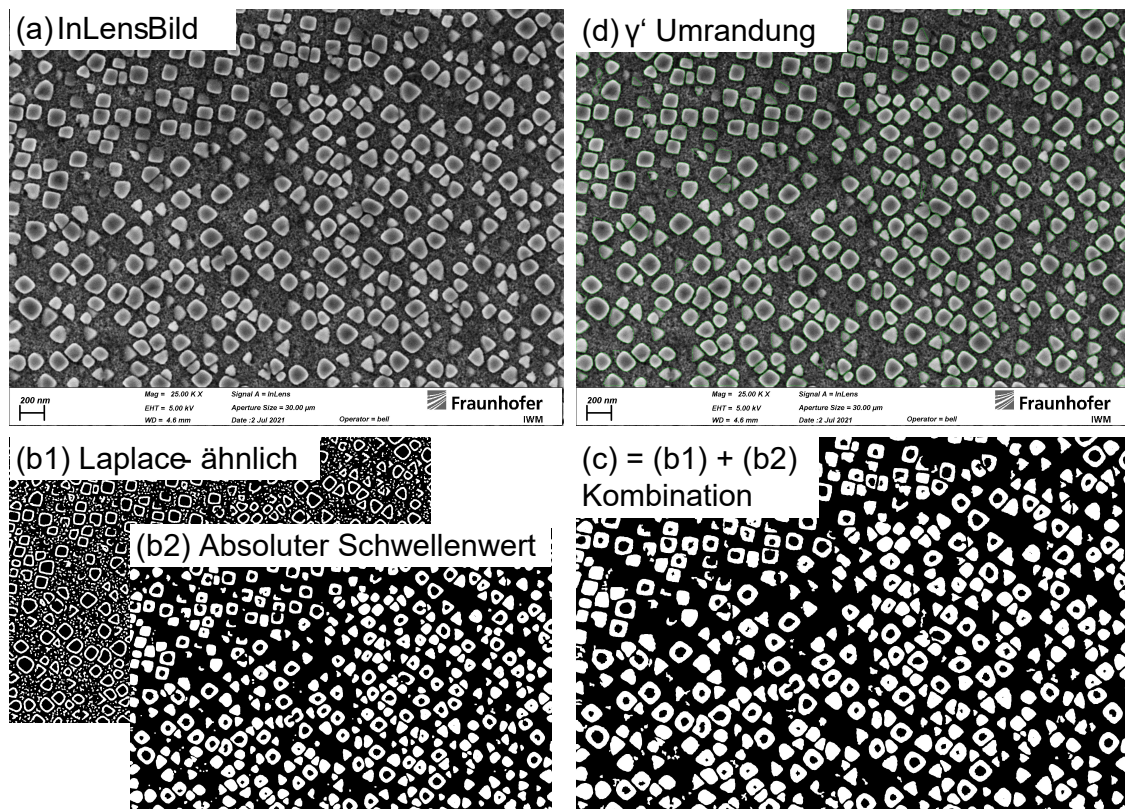


Abbildung 4.2: Schritte der Phasenanalyse mittels klassischer Bildverarbeitung. a) REM-Bild b1) Kantendetektion über einen Laplace-artigen Schwellenwert. b2) Absoluter Schwellenwert anhand von Pixelintensitäten c) Kombination beider Schwellenwerte d) Farbliche Umrandung der erkannten Partikel im Originalbild, die einer intermetallischen Phase zugeordnet wurden

In dem binären Bild können die verschiedenen intermetallischen Phasen getrennt werden. Dazu wird jeder Partikel<sup>2</sup> klassifiziert. Es werden Größen- und Formgrenzwerte festgelegt. Nach diesen werden die Partikel den Phasen ( $\gamma'$ ,  $\delta$  und Karbide) zugeordnet. Alle Partikel, die in keine der Kategorien fallen, werden nicht in der statistischen Auswertung berücksichtigt. Die Grenzwerte können dabei willkürlich vom Benutzer gesetzt werden. Die morphologische Trennung eignet sich gut für die Separation der  $\gamma'$  und der  $\delta$  – Phase, da erstere eher kubisch und letztere langgestreckt ist. Diese Trennung ist nur in den geätzten Bildern notwendig. In den BSE-Bildern, in denen die  $\delta$  – Phase analysiert wird, muss zwischen dieser und Karbiden unterschieden werden. Dies geschieht über die Größe. Entstehende Fehler bei der Klassifizierung werden akzeptiert, da diese nur schwer vermieden werden können. Dies gilt auch für nicht trennbare oder durch Korngrenzen verbundene  $\gamma'$  – Partikel in den geätzten Schlifften. Die Beeinflussung der Statistik sollte auf Grund der Anzahl an analysierten Bildern (9-144 pro Probe) und damit Ausscheidungen gering ausfallen.

<sup>2</sup> Als Partikel wird eine separate Ansammlung verbundener weißer Pixel bezeichnet.

### Statistische Auswertung

Die klassifizierten Ausscheidungen werden hinsichtlich verschiedener statistischer Größen bewertet. Dies sind die Größe, der Flächenanteil, die Form, die Orientierung und der mittlere Abstand zu benachbarten Ausscheidungen. Für die Bestimmung der Größe wird aus der Pixelanzahl (Fläche) ein Radius (Der Partikel wird als Kreis angenommen) der Ausscheidung errechnet. Wie Casanova [24] bereits anmerkte, ist im geätzten Zustand von einer leichten Überschätzung der Größe auszugehen. Dies ist bedingt durch die Überstrahlung der Kanten im REM, wenn ein Detektor verwendet wird, der Sekundärelektronen analysiert.

Für die Berechnung des Ausscheidungsanteils wird die Pixelanzahl aller Ausscheidungen eines Typs in Relation zur Pixelanzahl des untersuchten Bildausschnittes gesetzt. Daraus ergibt sich der ausgeschiedene Flächenanteil. Es erfolgt keine Berechnung des Volumenanteils.

Für die Bestimmung der Form werden die längste Achse der konvexen Hülle und die dazu größte senkrechte Ausdehnung dieser verwendet. Dies weicht leicht von dem gängigen Vorgehen des Ellipsenfittings in der Literatur ab [127], [128]. Des Weiteren wird die Form der Ausscheidung (Lange Achse/ kurze Achse) von 1.0 (rund) bis unendlich (gestreckt) angegeben anstatt von 0 – 1, da dies intuitiver erscheint.

Für die Orientierung der Partikel wird der Winkel der längsten Ausscheidungsachse zur Y-Achse ermittelt. Ein mittlerer Winkel und damit eine mögliche Vorzugsorientierung kann über Methoden der *directional statistics* ermittelt werden. In diesen werden die Orientierungen in ihre Vektorbestandteile zerlegt. Wie breit die Winkelverteilung ist, die den mittleren Winkel repräsentiert, wird mit einem Wert zwischen 0 (zufällige Verteilung) und 1 (einheitliche Ausrichtung) dargestellt. Ab welchem Wert die Ausrichtung als einheitlich bewertet werden kann, ist allerdings nicht intuitiv. Zumal Kreisstatistiken auf einen Bereich von 0-360° ausgelegt sind, für die Bewertung der Ausscheidungsrichtung aber nur der Bereich von 0-180° relevant ist. Daher wurde eine abweichende Herangehensweise gewählt. Die Winkel aller Ausscheidungen werden in einem Histogramm mit Klassen in 10° Schritten eingeteilt. Eine mögliche Vorzugsorientierung wird durch eine überdurchschnittlich hohe Ansammlung in einem definierten Winkelintervall gekennzeichnet. Dabei ist zu berücksichtigen, dass die Randwerte 0 und 180° die gleiche Orientierung darstellen. Das Winkelintervall sowie der Grenzwert der Größe der Ansammlung (Anteil der Ausscheidungen) muss vom Anwender vorgegeben werden (siehe Abbildung 4.3). Liegt innerhalb des gegebenen Winkelintervalls ein größerer Ausscheidungsanteil als der definierte Grenzwert vor, wird dies als Vorzugsorientierung interpretiert. Als mittlerer Vorzugswinkel wird diejenige Klasse im Histogrammausschnitt angegeben, der die meisten Ausscheidungen angehören. In dieser Arbeit wird ein Winkelintervall von 40° mit einem Ausscheidungsanteil von 0.25 für eine Erkennung einer Vorzugsorientierung angewandt.

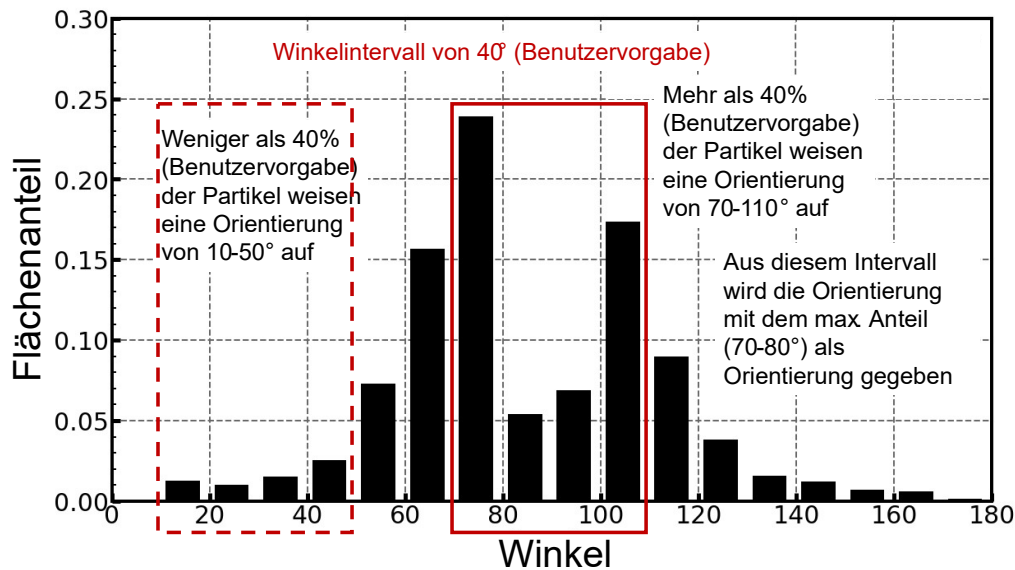


Abbildung 4.3: Schematische Darstellung für die Ermittlung der Vorzugsorientierung von Ausscheidungen und dem resultierenden Mittelwert. Der Benutzer gibt ein Winkelintervall und einen Schwellenwert für den darin enthaltenen Anteil an. Wird der Schwellenwert überschritten, liegt eine Vorzugsorientierung vor.

Für die Charakterisierung der Ausscheidungen werden in den Ergebnissen überwiegend Mittelwerte angegeben. Für die Interpretation muss berücksichtigt werden, wie diese ermittelt werden. Für jede Probe wird eine Bildserie analysiert. In dieser Serie wird jedes Bild einzeln bewertet. Für jede der statistischen Größen wird ein bildbezogener Mittelwert gebildet. Der Mittelwert für die gesamte Probe ergibt sich somit als Mittelwert der Bildmittelwerte. Des Weiteren gehören mehrere Proben einem Zustand an. Der Mittelwert eines Zustandes ist der Mittelwert der enthaltenen Proben.

## 4.2 Experimentelle Charakterisierung

In den folgenden Abschnitten wird die Versuchstechnik dargelegt. Zunächst werden die Zugversuche vorgestellt, die eine Einordnung der untersuchten Zustände hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften ermöglichen. Nachfolgend werden die Stauchversuche aufgeführt, die primär der Untersuchung der Ausscheidungskinetik dienen. Abschließend werden die Risswachstumsversuche präsentiert, die den versuchstechnischen Schwerpunkt der vorliegenden Arbeit darstellen. Diese werden wiederum in die Ermüdungsrisswachstumsversuche und die Schwellenwertartigeversuche unterteilt.



dass die Position der einzelnen Proben nicht festgehalten wurde, da ein homogenes Gefüge in dem reduzierten Querschnitt angenommen wurde. Da dies nicht der Fall ist, liegen unterschiedliche Ausgangszustände vor. Dies wird als unproblematisch angenommen, da die Entwicklung der intermetallischen Phasen nach dem Stauchen als Hauptziel der Untersuchungen angedacht ist. Die generierten Fließkurven sind zweitrangig. Durch die erfolgte Rekristallisation im Probenzentrum wird die entstandene Ungenauigkeit in der Ausscheidungsstruktur als gering eingestuft und somit akzeptiert. Eine schematische Übersicht der Temperatur- und Dehnungsverteilung sowie der resultierenden Kornstruktur ist in Abbildung 4.6<sup>3</sup> gegeben. Werden die Proben im ungestauchten Zustand wärmebehandelt, ist ein starker Einfluss des Ausgangszustandes zu erwarten.

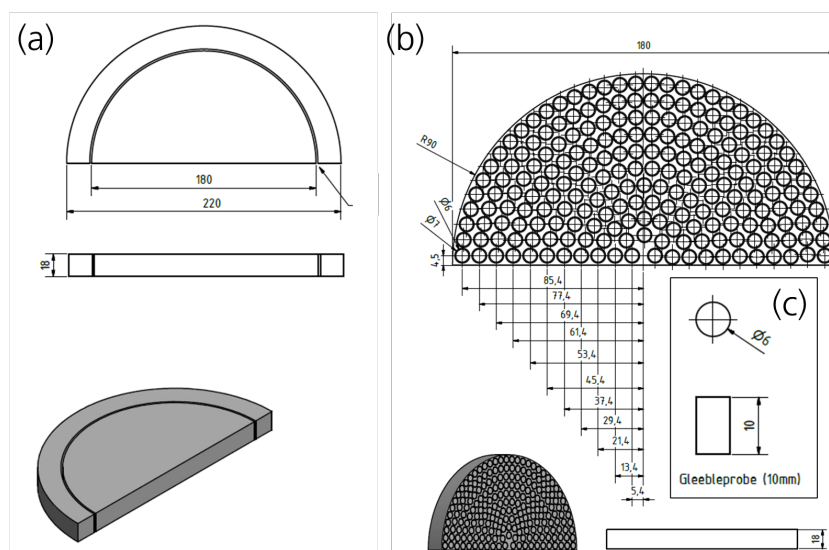


Abbildung 4.5: Entnahmeplan der Stauchzylinder aus einer halben Scheibe des geschmiedeten Billetmaterials. a) 20 mm Rand wird abgenommen. b) Anordnung der Stauchproben ohne eine positionsbezogene Beschriftung. c) Dimension der Stauchzylinder.

Die Proben werden konduktiv durch die Stempel der Gleeble erwärmt und im Versuch durch ein mittig auf der Probe angepunktetes Thermoelement geregelt. Vor der Umformung werden die Proben kurz bei der Versuchstemperatur gehalten, um eine gleichmäßige Durchwärmung zu ermöglichen. Die verschiedenen Untersuchungen sind in der Versuchsmatrix zu finden (siehe Tabelle 9.5 und Tabelle 9.6). Das Vorgehen und die Intention der Untersuchungen werden nachfolgend kurz vorgestellt.

<sup>3</sup> Die Bilder dienen der Veranschaulichung und stellen nicht die gleiche Probe dar.



Abbildung 4.6: Korrelation zwischen Umformparametern und Kornstruktur in einem Stauchzylinder. a) Darstellung einer simulierten Temperatur- und Dehnungsverteilung in einer Zylinderstauchprobe [2]. b) Dunkelfeldaufnahme der Kornstruktur einer in diesem Vorhaben gestauchten Probe.

### Einfluss der Umformung auf die Ausscheidungskinetik

Die Ausscheidungskinetik kann oftmals durch das Einbringen von Keimstellen beschleunigt werden. Durch eine Umformung wird dies ermöglicht. Wie groß der Einfluss verschiedener Umformgrade und Umformgeschwindigkeiten ist, wird in dieser Versuchsserie ermittelt. Aus den Untersuchungen können Erkenntnisse abgeleitet werden, wie die thermomechanische Prozessroute verändert werden könnte, um einen möglichst hohen Ausscheidungsanteil zu generieren. Des Weiteren kann ermittelt werden, ob die Ausscheidung bevorzugt entlang der Fließlinien stattfindet. Die Proben werden bis zu einem Umformgrad von  $\varphi = 0.8$  und  $\varphi = 1.0$  (Mit *Umformgrad* und der Bezeichnung  $\varphi$  werden in dieser Arbeit logarithmische Werte bezeichnet) gestaucht und anschließend bei 900 °C für 11h ausgelagert. Ein Umformgrad von  $\varphi = 1.0$  entspricht dabei ungefähr einem Stauchverhältnis von 3:1 und ist somit ähnlich zu den Pancakes, die als günstiges Abbild einer Turbinenscheibe verwendet werden. Als Umformgeschwindigkeiten werden  $\dot{\varphi} = 0.01$ ,  $0.1$  und  $0.5/s$  angewandt. Gestaut wird aus den Temperaturen 950, 970 und 1030 °C.

### Zeilige Ausscheidung der $\delta$ -/ $\eta$ -Phase

Hühnert [17] konnte zeigen, dass eine Ausrichtung der  $\eta$ -Phase in Alloy 718Plus zu verbesserten Risswachstumseigenschaften führen kann. Die entstehende Anisotropie wird akzeptiert, da die Richtung mit den schlechtesten Eigenschaften der unkritischen Orientierung in Turbinenscheiben entspricht. Um eine Ausrichtung der intermetallischen Hochtemperaturphase zu erreichen, scheint eine Ausscheidung der Phase mit einer anschließenden Ausrichtung derselben erreichbar zu sein. Dafür werden die Stauchzylinder bei Temperaturen von 950 - 1020 °C für bis zu 24 h ausgelagert und an Luft abgekühlt. Eine Luftablage entspricht der bevorzugten industriellen Praxis. Nach der isothermen Auslagerung, in der eine Ausscheidung der HT-Phase erwartet wird, werden die Proben aus 950 °C oder 970 °C mit einer Umformgeschwindigkeit von  $\dot{\varphi} = 0.1/s$  bis zu einem Umformgrad von  $\varphi = 1.0$  gestaucht. Anhand dieser Untersuchungen kann neben der Ausrichtung der  $\delta$ -Phase das Ausscheidungsverhalten bei isothermen

Auslagerungen mit untersucht werden. Zu diesem Zweck werden die Zwischenzustände nach der Abkühlung untersucht.

### **Zweistufige Umformung**

In dieser Versuchsserie soll ebenfalls eine Ausrichtung der HT-Phase erreicht werden. Im Unterschied zu dem obigen Vorgehen, werden die Proben hier angestaucht, um die Ausscheidungskinetik zu beschleunigen. Dafür werden die Proben aus 950 °C mit einer Umformgeschwindigkeit von  $\dot{\varphi} = 0.1/s$  bis zu  $\varphi = 0.4, 0.6$  oder  $0.8$  angestaucht und an Luft abgekühlt. Anschließend werden die Proben für 5 oder 11 h bei 900 °C im Ofen ausgelagert und an Luft abgekühlt. Anschließend erfolgt eine erneute Umformung ( $T_{\text{stauch}} = 950 \text{ °C}$ ,  $\dot{\varphi} = 0.1/s$ ), die die Proben auf den Endumformgrad  $\varphi = 1.0$  (auf die Startabmessungen bezogen) fertigstaucht. Es folgt ebenfalls eine Abkühlung an Luft. Dieses Vorgehen nähert sich der Herstellung einer Turbinenscheibe an, die auch in mehreren Schritten abläuft. Mit dieser Untersuchung soll zum einen gezeigt werden, dass eine Ausrichtung der  $\delta$ - $\eta$ -Phase wie in [17] möglich ist. Außerdem steht somit ein Vergleich mit dem einstufigen Stauchen und einer anschließenden Auslagerung zur Verfügung. Dadurch kann gezeigt werden, wie die Vereinfachung der Herstellung auf eine Pancake-Verformung das Risswachstumsverhalten im Vergleich zu einer hergestellten Turbinenscheibe beeinflusst.

### **4.2.3 Risswachstumsuntersuchungen**

Das Langrisswachstum wird mit CC-Proben untersucht, die aus dem Vormaterial herausgerollt werden. Die Abmessungen der Proben sind in Abbildung 4.7 dargestellt. Die Kerbe wird an einer willkürlich gewählten Kante ebenfalls erosiv eingebracht. Die Proben werden auf einer servohydraulischen Instron 8502 Universalprüfmaschine getestet. Die Einspannung erfolgt dabei hydraulisch. Es werden zwei unterschiedliche Maschinen dieses Typs verwendet. Die verwendete Maschine ist in der Versuchstabelle festgehalten, um maschinenspezifische Einflüsse zu erkennen (siehe Tabelle 9.1 - Tabelle 9.4). Die Versuche unter Vakuumatmosphäre werden in einer hauseigenen Vakuumkammer, die an einer servohydraulischen Instron 8503 Maschine befestigt ist, bei Drücken unterhalb von  $2 \cdot 10^{-5}$  mbar durchgeführt.

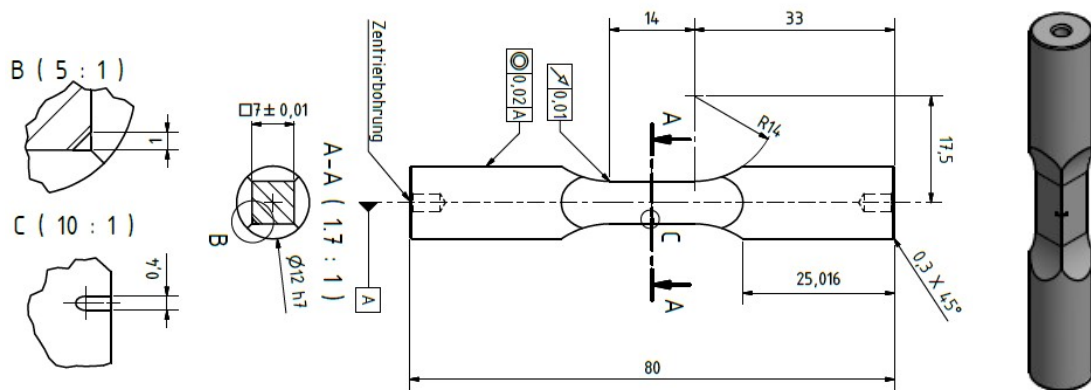


Abbildung 4.7 Zeichnung der verwendeten CC-Proben.

Da eine Untersuchung des Langrisswachstums angestrebt wird, werden die Proben vor dem eigentlichen Risswachstumsversuch *angeschwungen*. Dabei wird die Probe bei Raumtemperatur (RT) und dem Belastungsverhältnis, das im Versuch angewandt wird, zyklisch mit einer Frequenz von 10 Hz belastet. Dadurch wird ein Startriss an der Kerbe initiiert und bis zu einer Länge von ungefähr 300-600  $\mu\text{m}$  verlängert. Der Prozess wird zweistufig durchgeführt. In der ersten Stufe wird eine höhere Belastung ( $\Delta K \approx 14 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) gewählt, um die Initiierung zu beschleunigen. Die zweite Stufe wird mit einer reduzierten Last ( $\Delta K \approx 12 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ), die im Idealfall der späteren Startbelastung (oder geringer) entspricht, durchgeführt. Darin wird der Riss verlängert und zugespitzt, und die Ausdehnung des Spannungsfeldes vor der Risspitze wird geringgehalten, um den nachfolgenden Versuch möglichst wenig zu beeinflussen. Des Weiteren wird die Rissfront von der dreieckigen Kerbe in eine viertelkreisförmige Form überführt, die der Rissgeometrie im Versuch entspricht. Somit werden Ungenauigkeiten in der Bestimmung des zyklischen Spannungsintensitätsfaktors zu Beginn des Versuches vermieden. Um vergleichbare Startrisslängen für alle Versuche einzustellen, wird die Risslänge bereits im Anschlagvorgang mit einer Wechselstrompotentialsonde überwacht. Die Methodik wird im späteren Verlauf dieses Kapitels erläutert.

Die zyklischen Risswachstumsversuche werden kraft geregelt mit einem trapezförmigen 1-1-1-1 oder 1-120-1-1 Zyklus bei 500-700  $^{\circ}\text{C}$  und  $R_{\sigma} = 0.1$  an Laborluft durchgeführt. Abweichende Versuchsbedingungen werden an entsprechender Stelle angegeben. Die Beheizung der Proben erfolgt induktiv. Die Regelung erfolgt dabei über eines der beiden angeschweißten Thermoelemente vom Typ K. Diese werden auf den Probenflächen, die nicht an die Kerbe angrenzen, auf Höhe des erwarteten Rissverlaufs angebracht (siehe Abbildung 4.8). Die Dehnung wird mit einem Stabextensometer der Firma Maytec oder einem HCF-Eigenbau des IWM ermittelt. Dieses wird auf der Kante ober und unterhalb der Kerbe angefahren.

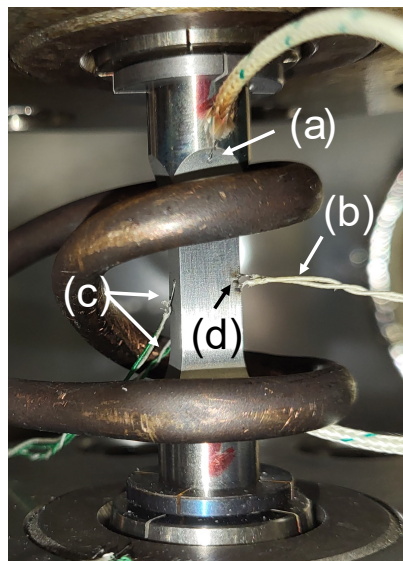


Abbildung 4.8: Instrumentierung einer CC-Probe für einen Risswachstumsversuch bei erhöhter Temperatur. a) Stromzufuhr der Wechselstrompotentialsonde b) Potentialdrähte c) Thermoelement d) Kerbe.

Die Risslänge wird mit Hilfe einer Wechselstrompotentialsonde vom Typ CGM-7 von Matelect ermittelt. Die benötigte Verkabelung, bestehend aus Stromzuführung (Platindrähte) und Potentialabgriff (Nickeldrähte), wird in Abbildung 4.8 dargestellt. Die Potentialdrähte werden dabei symmetrisch ober- und unterhalb der Kerbe auf der Kante angeschweißt. Die Messung erfolgt bei einem Stromfluss von 1 A, einer Frequenz von 2 kHz, einem Verstärkungsfaktor von 2000 – 3000. Ein Tiefpassfilter von 0.1 Hz wird eingesetzt. Die Versuche unter Vakuumbedingungen werden mit geringfügig abweichenden Parametern durchgeführt. Das gemessene Potentialsignal kann nach dem Versuch mit der Risslänge korreliert werden (siehe Abbildung 4.9). Dafür wird die Probe bei RT mit einer Belastungsfrequenz von 5-10 Hz *durchgeschwungen*. D.h. die Probe wird bei  $R_\sigma > 0$  zyklisch belastet bis der Restbruch eintritt. Auf der freigelegten Bruchfläche können die Anfangs- und Endrisslänge mit dem normierten Potentialsignal korreliert werden. Dafür wird zu Beginn des Versuchs ein Startpotential  $U_0$  gewählt. Das Endkriterium des Versuches ist ein vorgegebenes  $U/U_0$  Verhältnis. Somit stehen für jeden Versuch mindestens zwei Stützstellen zur Verfügung. Zwischen diesen wird linear interpoliert. Die Risslänge wird dabei über die gemessene viertelkreisförmige Fläche ermittelt. Um eine höhere Genauigkeit der Kalibrierung zu erreichen, werden in einigen Versuchen sogenannte Beachmarks eingebracht. In diesen wird die Testfrequenz erhöht und die Schwingbreite verringert, sodass die resultierende Bruchfläche anders aussieht. Bei erhöhten Temperaturen und unter Lufteinfluss ist dies in andersartigen Verfärbungen zu erkennen (siehe Abbildung 4.9a). Wie in Kapitel 6.3 ersichtlich wird, ist das Einbringen von Beachmarks nicht in jedem Versuch möglich. Um dennoch eine Entwicklung der Risslänge zwischen dem Start und Ende des Versuchs zu bestimmen, werden mit Kameras die beiden seitlichen Probenflächen aufgezeichnet. Mit dieser Methodik kann der Rissfortschritt innerhalb eines Zyklus unabhängig vom Potentialsignal sichtbar gemacht werden (siehe Abbildung 9.6). Allerdings setzt dies eine Sichtbarkeit der Risse an der Oberfläche voraus. Dies ist, trotz einer polierten Oberfläche, bei Hochtemperatur-

versuchen, bedingt durch die Oxidation der Probenoberfläche, nicht immer möglich – vor allem im Bereich kurzer Risslängen. Ein weiterer Nachteil dieser Methodik wird in Abbildung 7.9 deutlich. Tunnelnde Risse werden nicht erkannt, da an der Oberfläche kaum Risswachstum auftritt.

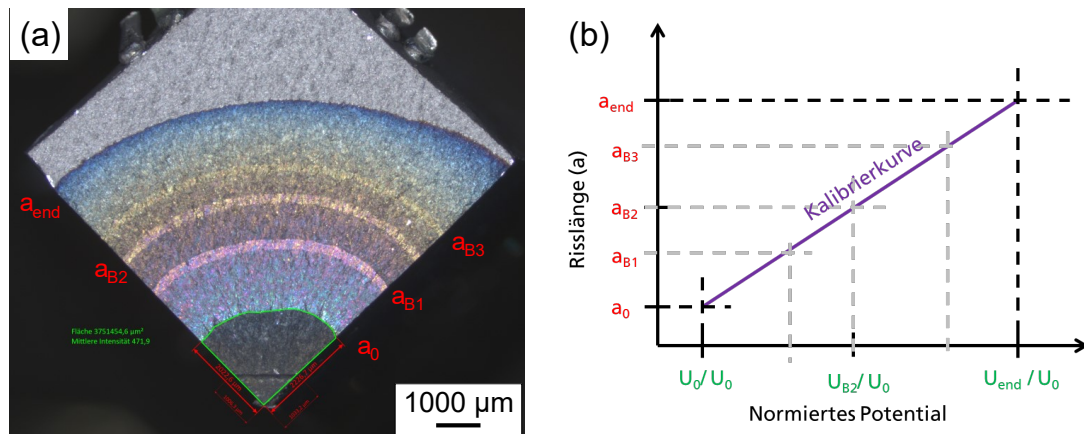


Abbildung 4.9: Kalibrierung des Potentials mit Hilfe der Bruchfläche. a) Bruchfläche einer aufgebrochenen Probe mit Anriss ( $a_0$ ), Bechmarks ( $a_{B1} - a_{B3}$ ) und Endrisslänge ( $a_{end}$ ). b) Resultierende Kalibrierkurve, in der das normierte Potential linear mit der Risslänge korreliert wird.

Die Auswertung der Rissfortschrittsraten  $da/dN$  erfolgt mit der Sekantenmethode nach ASTM E 647. Die Bewertung des Langrisswachstums erfolgt mit den Gleichungen (2.1) und (2.2). Für die Bestimmung des zyklischen Spannungsintensitätsfaktors wird eine Geometriefunktion benötigt. Abweichend zu der Auswertung, die in der EN 3873 [73] angegeben wird, wird in dieser Arbeit die Geometriefunktion nach Schweizer [75] verwendet. Die Geometriefunktion wird durch ein Polynom fünfter Ordnung dargestellt. Für die Erstellung wurden FEM-Simulationen durchgeführt, in denen eine Verkippung der Probenenden unterdrückt wird. Die Funktion ist für die Rissfront unter einem Winkel von  $45^\circ$  gültig. Auch Risse, die keine viertelkreisförmige Form aufweisen, werden in dieser Arbeit mit obiger Funktion ausgewertet. Dies wird als akzeptabel bewertet, da auftretende Asymmetrien durch die zugrunde liegende Kornstruktur bedingt sind, wie in Kapitel 7.3.1 gezeigt wird.

#### 4.2.4 Schwellenwertermittlung des zeitgetriebenen Risswachstums

Die Sauerstoffversprödung in Nickelbasislegierungen ist von der Temperatur und der anliegenden Last abhängig. Diese bestimmen die Diffusionsweite des Sauerstoffs und das anschließende Aufreißen von versprödenden Bereichen (siehe Kapitel 7.2) [76]. Um das Zusammenspiel der beiden Größen und dessen Einfluss auf das Ermüdungsrisswachstum zu ermitteln, werden Versuche durchgeführt, die im Folgenden als Schwellenwertversuche bezeichnet werden. Diese sind nicht mit Versuchen zu verwechseln, die den intrinsischen Schwellenwert  $\Delta K_{th,int}$ , den Langrisschwellenwert  $\Delta K_{th,LC}$  oder die Bruchzähigkeit  $K_{IC}$  ermitteln.

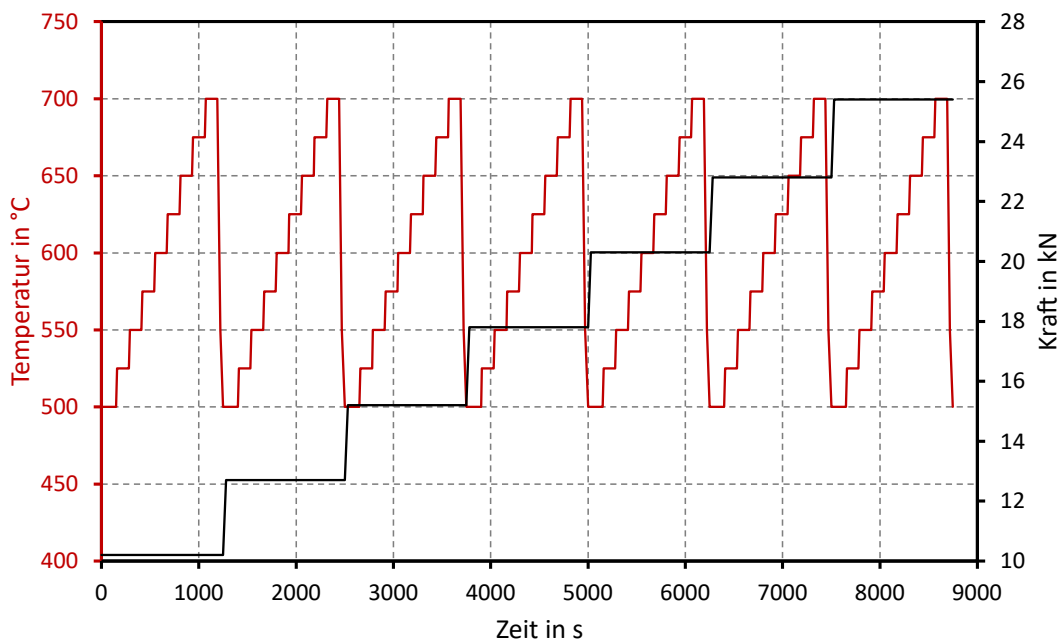


Abbildung 4.10: Schematisches Vorgehen in den Versuchen zur Ermittlung des Schwellenwertes oberhalb dessen das vollständig, zeitabhängige Risswachstum einsetzt.

In den durchgeführten Versuchen werden CC-Proben analog zu den Ermüdungsrisswachstumsversuchen zweistufig angeschwungen. Anschließend werden diese Proben in konstanten Laststufen verschiedenen Temperaturen ausgesetzt (siehe Abbildung 4.10). Die Temperaturen werden in 120 s dauernden 25 °C Stufen von 500-700 °C erhöht. Anschließend wird die Temperatur auf 500 °C reduziert, die Last erhöht und die Temperaturstufen werden erneut durchlaufen. Wie bei einem Risswachstumsversuch wird das Potential im Versuch gemessen und später mit der Risslänge korreliert. Wenn der Riss in einer Stufe zu wachsen beginnt, wird der SIF zu Beginn des Wachstums ermittelt. Dieser stellt den Schwellenwert des zeitgetriebenen Risswachstums  $K_{th,O2}$ , dar.

# 5 Charakterisierung der Mikrostruktur

Die verschiedenen Zustände, deren Herstellungsrouten in Kapitel 3 vorgestellt wurden, werden hier hinsichtlich ihrer Mikrostruktur bewertet. Dafür wird zunächst der Endzustand hinsichtlich der Kornstruktur, intermetallischer Phasen und Korngrenzenstruktur bewertet. Diese Mikrostruktur entspricht der im Risswachstumsversuch geprüften. Als zusammenfassende Gegenüberstellung werden die aus Kapitel 3.5 bekannten Tabellen um statistische Beschreibungen der Mikrostruktur ergänzt. Anschließend wird die Entwicklung der Mikrostruktur in ausgewählten Prozessrouten dargestellt. Somit kann untersucht werden, ob die Hypothesen aus Kapitel 2.4 erfolgreich durch spezifische Prozessschritte umgesetzt werden konnten. Abschließend wird anhand von Stauchversuchen gezeigt, wie die Ausscheidungskinetik der  $\delta$ -Phase in Alloy 780 beeinflusst werden kann.

## 5.1 Mikrostruktur der Endzustände

Um sowohl das Risswachstum als auch die fraktographische Analyse bewerten zu können, ist eine Übersicht über die zu Grunde liegende Mikrostruktur notwendig. Diese wird an ausgewählten CC-Proben der verschiedenen Zustände charakterisiert. Die statistischen Ergebnisse werden für jeden Zustand über die entsprechenden Proben gemittelt und präsentiert. Wenn nicht anders angegeben, werden die *M1*er Schlitze (siehe Kapitel 4.1.2) für die Bewertung verwendet.

### 5.1.1 Kornstruktur

Ausgewählte Kornstrukturen für jeden Zustand sind in Abbildung 5.1 in Form von inversen Polfiguren dargestellt. Die zugehörige Korngröße ist ebenfalls gegeben. Wie zu erkennen ist, liegen nicht für alle Proben homogene Kornstrukturen vor. Ist eine inhomogene Struktur dargestellt, können in diesem Zustand sowohl homogene als auch inhomogene Mikrostrukturen vorliegen. Für diese Zustände ist keine mittlere Korngröße in der Abbildung gegeben. Die Farbverläufe innerhalb einzelner Körner deuten auf eine ausgeprägte Versetzungsstruktur hin. Das entsprechende Korn ist also nicht rekristallisiert und enthält viele Keimstellen für mögliche Ausscheidungen.

Beim Vergleichen der Bilder ist darauf zu achten, dass die gezeigten Bildausschnitte unterschiedlich groß sind. Ein direkter optischer Vergleich der Korngrößen ist also nicht immer möglich. Dies ist durch die Mischkornstrukturen und sehr unterschiedliche Größenordnungen der Korngröße bedingt. Verbunden damit, unterscheiden sich auch die für die Analyse gewählten Schrittweiten der EBSD-Messung.

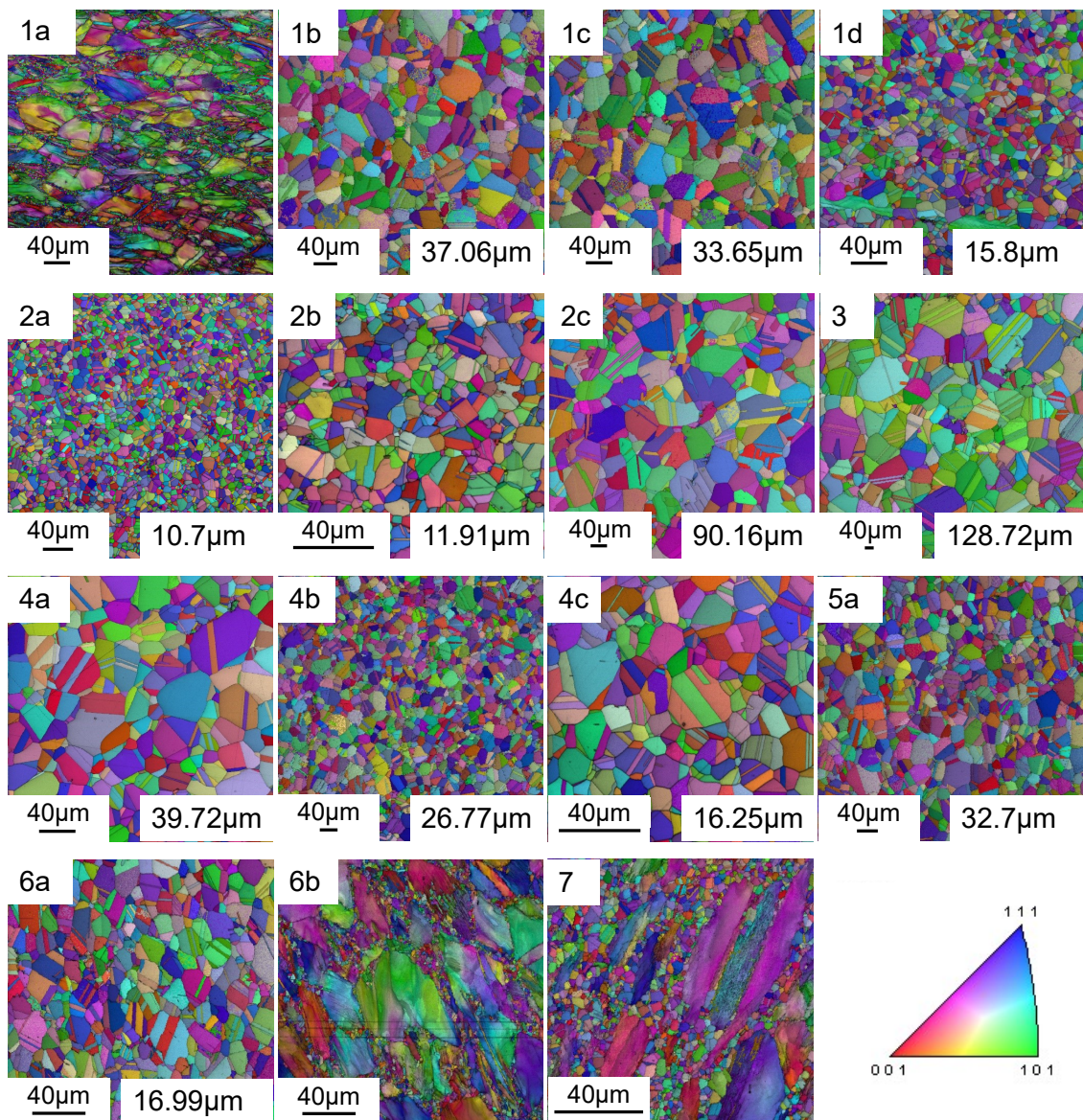


Abbildung 5.1: EBSD-Aufnahmen ausgewählter Proben jedes Zustandes. Der Zustand und die mittlere Korngröße sind bei homogenen Strukturen im Bild gegeben. Die Maßstäbe unterscheiden sich.

Wie aus Abbildung 5.1 ersichtlich wird, gibt es in den Zuständen 1a, 6b und 7<sup>1</sup> Proben, die eine inhomogene Kornstruktur aufweisen. Für Zust. 6b und 7 wurde jeweils nur eine Probe getestet, sodass ein direkter Vergleich mit einer homogenen Kornstruktur fehlt. In Zust. 1a sind neben diesen Proben mit inhomogener Kornstruktur auch solche mit homogener Struktur im Testquerschnitt vorhanden. Die inhomogenen Proben<sup>2</sup> werden in Abbildung 5.2 dargestellt.

<sup>1</sup> Die Zustände werden in Kapitel 3 erläutert und in Tabelle 3.1 - Tabelle 3.4 zusammengefasst.

<sup>2</sup> Die Datenerfassung des Risswachstumsversuchs einer Probe (ANC1 P3T1) mit inhomogener Kornstruktur ist unvollständig, sodass keine Korrelation mit der Mikrostruktur möglich. Auf eine Darstellung wird daher verzichtet.

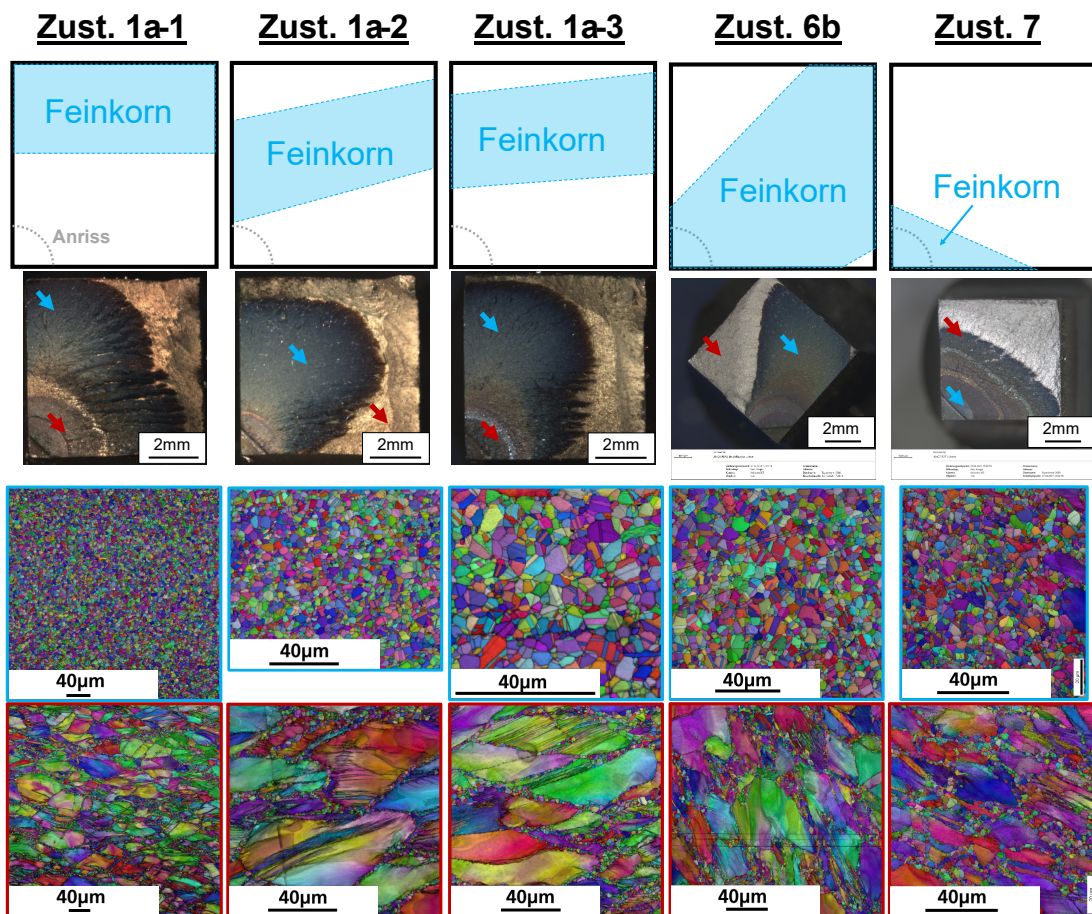


Abbildung 5.2: Übersicht über die Proben mit inhomogener Kornstruktur.

In dieser Darstellung ist oben eine schematische Einteilung des Testquerschnitts (7x7 mm) in die Bereiche unterschiedlicher Kornstrukturen gegeben. Die Bereiche werden aus lichtmikroskopischen Aufnahmen an den geätzten Quer- und Längsschliffen abgeschätzt. Die Längsschliffe zeigen die Kornstruktur des Risses vollständig entlang beider äußeren Kanten. Die Ausprägung in Tiefenrichtung wird über die Querschliffe einige Millimeter unterhalb der Bruchfläche vorgenommen. Da der Übergang in der Kornstruktur kein abruptes Verhalten zeigt, können die Bereiche nur optisch geschätzt werden. Der nicht explizit benannte Bereich in den schematischen Querschnitten stellt dabei ein Mischgefüge dar. IPF-Darstellungen der unterschiedlichen Bereiche sind in den untersten Zeilen gegeben. Die ungefähre Position der Aufnahmen ist in den Bruchflächen markiert.

### 5.1.2 Karbide und Nitride

Die Karbide und Nitride, die in Alloy 780 genauso auftreten wie in Alloy 718, wurden nicht gezielt für jeden Zustand charakterisiert. Wie anhand des Knüppelmaterials (Zustand 2c und Stauchzylinder der Stauchversuche) ersichtlich wird, liegen diese Ausscheidungen bereits vor der hier betrachteten thermomechanischen Prozessroute vor. In Abbildung 5.3 sind die EDX-

Analysen beider Ausscheidungsarten dargestellt. Niobcarbide erscheinen weiß im Rückstreu-detektor. Von der  $\delta$ -Phase sind sie über ihre Form und Größe zu unterscheiden. Die titanhal-tigen Ausscheidungen erscheinen schwarz im BSE-Bild und weisen teilweise weiße Ränder auf. Im polierten Zustand sind die beiden Ausscheidungsarten auch im Lichtmikroskop zu erkennen. Carbide erscheinen hier gräulich, während die Titannitride gold-gelblich sind.

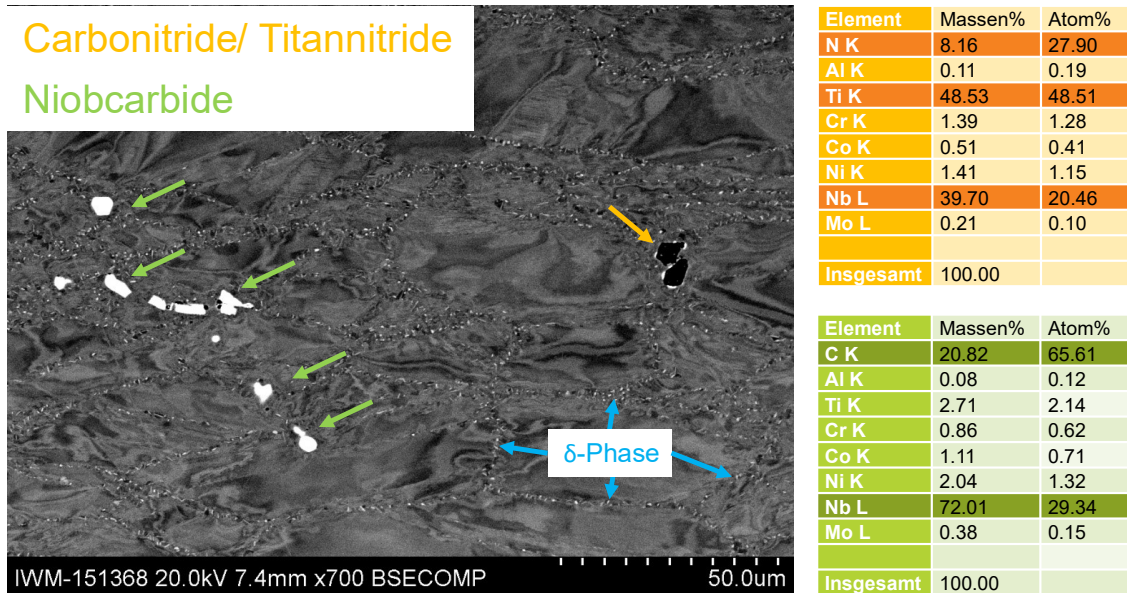


Abbildung 5.3: Darstellung der Carbide und Carbonitride (Titannitride). Aufnahmen wurden im REM vorgenommen.

Da die Carbide bereits im gereckten Knüppelmaterial vorliegen, richteten sie sich vermutlich im Stauchvorgang aus, sodass die Fließlinien repräsentiert werden. Je nach Lage der CC-Probe im Pancake ist diese Ausrichtung in den Schliffen zu erkennen. Um dies statistisch darzustellen, müssen die einzelnen Carbide, die keine Ausrichtung zeigen, gruppiert werden (siehe Abbildung 5.4). Der größte Durchmesser (blaue Linie) der konvexen Hülle (schwarze Umrandung) der Schwerpunkte dieser Gruppierungen stellt die entsprechende Orientierung dar. Ein entsprechendes Histogramm, in dem die Gruppen über ihre Größe normiert werden, ist in Abbildung 5.4 rechts unten dargestellt. Der Flächenanteil der Carbide aus stichprobenartigen Untersuchungen ist in Tabelle 5.1 - Tabelle 5.4 angegeben. Die Bilder sind bei 100-facher Vergrößerung aufgenommen, sodass der Ausscheidungsanteil nur als Orientierung betrachtet werden sollte.

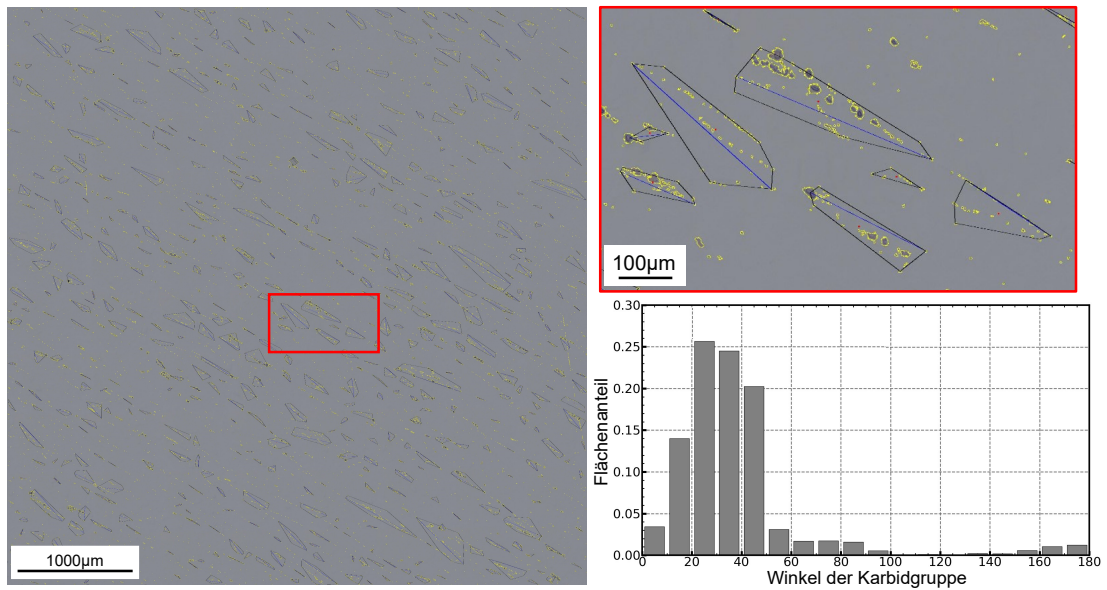


Abbildung 5.4: Zeilige Ausrichtung der Karbide. Das Bild wurde mit dem Lichtmikroskop aufgenommen und stellt einen Großteil des 7x7 mm Testquerschnitt einer CC-Probe dar (Zustand 2c).

Wie in Kapitel 7.2 und in [33] dargestellt wird, sind Karbide bei niedrigen Temperaturen als kritische mikrostrukturelle Größen zu betrachten, verlieren mit zunehmender Temperatur aber an Bedeutung. In Abbildung 5.5 sind schematisch die Orientierungen der Karbidbahnen ausgewählter Proben in rot dargestellt. Eine Beeinflussung des Risswachstums in Abhängigkeit von der Karbidausrichtung müsste an der Ausprägung der Rissfront sichtbar sein. In den meisten Proben ist kein Zusammenhang sichtbar.

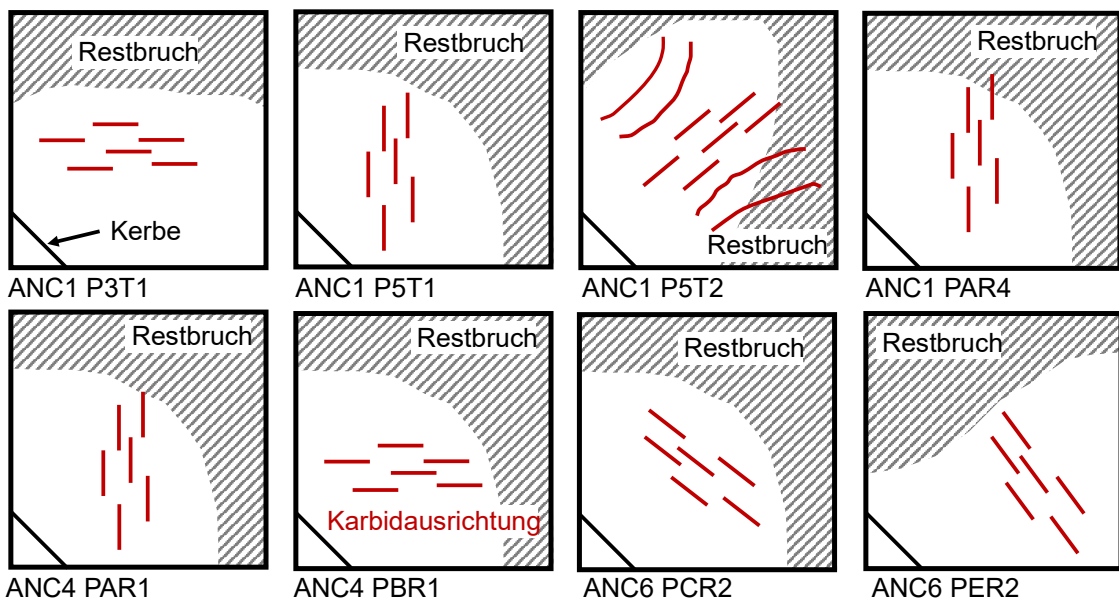


Abbildung 5.5: Schematische Darstellung der Karbidorientierung. Die Startkerbe befindet sich links unten. Die Karbidorientierung ist in rot dargestellt. Der Restbruch ist schraffiert.

### 5.1.3 $\delta$ – Phase

Ein Überblick über die Ausprägung der  $\delta$  – Phase in dieser Arbeit ist in Abbildung 5.6 für alle Zustände dargestellt. Die Bilder zeigen einen Ordnungszahlkontrast, der mit einem Rückstreu-detektor erzielt werden kann. Die  $\delta$  – Phase ist als weiße, stiftartige Ausscheidung in den Bildern zu erkennen. Sofern die Phase vorhanden ist (nicht nur vereinzelt), wird der ausge-schiedene Anteil im jeweiligen Bild angegeben. Verglichen mit den anderen 718-artigen Legie-rungen, ist der Ausscheidungsanteil gering. Eine Vorzugsrichtung oder Ausrichtung analog zu Alloy 718 und Alloy 718Plus (siehe Kapitel 2.4.3) ist in keinem der Zustände erkennbar. Eine Zusammenfassung der statistischen Bewertung erfolgt in der Übersicht in Kapitel 5.1.6. Für einen optischen Vergleich der Ausscheidungsgröße oder -form können die Bilder aber direkt verglichen werden. Eine Ausnahme stellen die vier Bilder, die mit einem Pfeil markiert sind, dar. In diesen muss der Maßstab berücksichtigt werden.

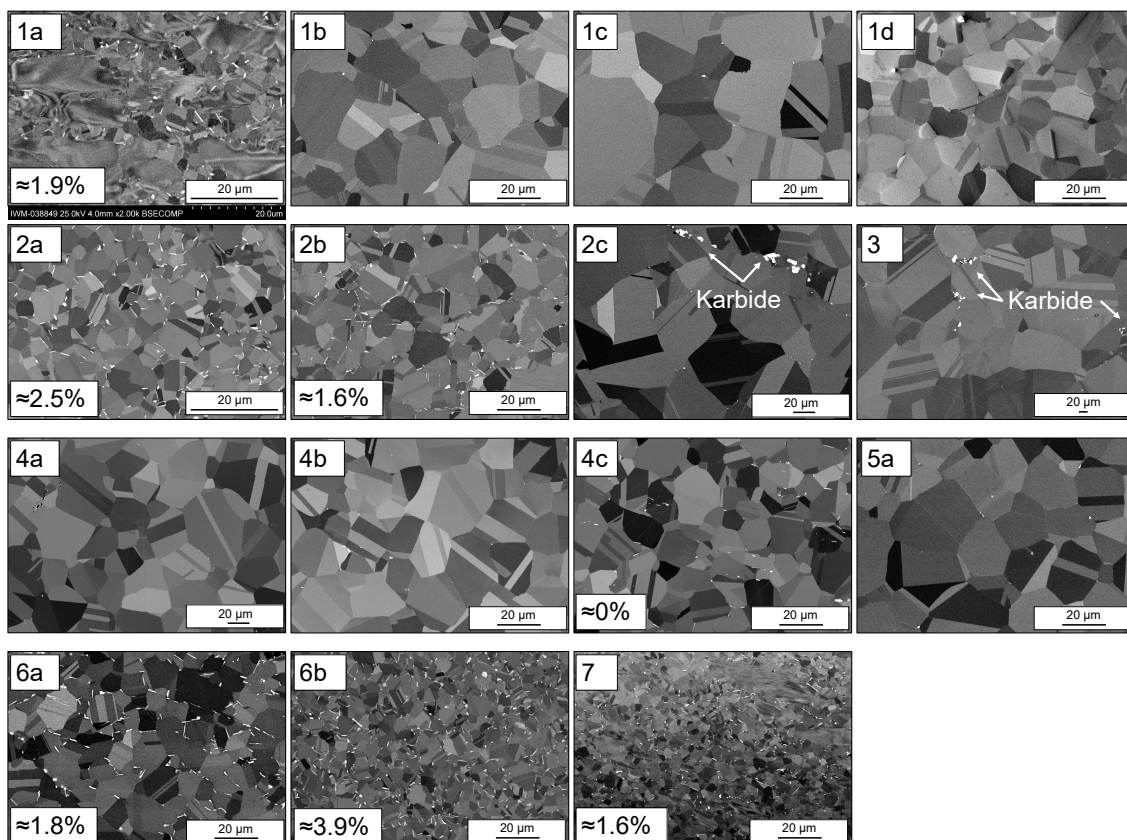


Abbildung 5.6: Verteilung der  $\delta$  - Phase in den verschiedenen Zuständen. Der Ausscheidungsanteil ist bei größeren Mengen der  $\delta$  - Phase angegeben. Die Skalierung der Bilder von Zustand 1a, 2c, 3 und 4 weicht ab.

Wie in Kapitel 5.1.1 (Kornstruktur) dargestellt, enthalten die Zustände 1a, 6b und 7 Proben mit inhomogener Kornstruktur. Diese wirkt sich auch auf die Ausscheidung der  $\delta$ -Phase aus. In Abbildung 5.7 ist die lokale Verteilung der  $\delta$ -Phase in den Bereichen verschiedener Kornstruktur dargestellt. Die Ausscheidung erfolgt überwiegend an den Korngrenzen, auch im inhomogenen Kornbereich, in dem durch die Versetzungen innerhalb der unrekristallisierten Körner viele Keimstellen verfügbar sind. Durch die *Necklace*-artige Struktur der Körner in diesen Bereichen scheidet sich die  $\delta$ -Phase immer an den RX-Körnern aus. Die Ausscheidungsverteilung ist somit lokal sehr inhomogen. Des Weiteren nimmt eine Ausscheidung die gesamte Breite des RX-Korns ein (siehe auch schematisches Overlay in Abbildung 5.7). Die Größe der  $\delta$ -Phase scheint somit durch die Korngröße der RX-Körner begrenzt zu sein.

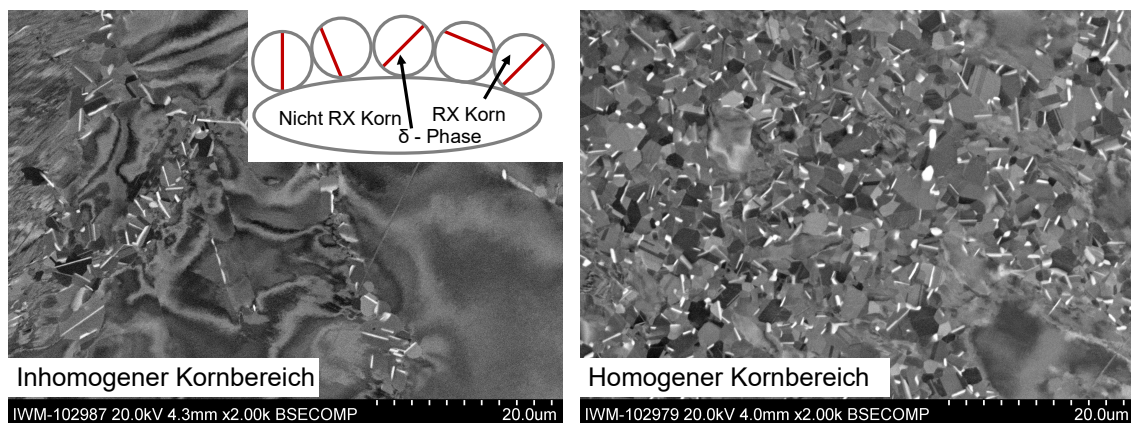


Abbildung 5.7: Ausprägung der  $\delta$ -Phase in verschiedenen Kornstrukturen.

TEM-Untersuchungen der  $\delta$ -Phase sind in Abbildung 5.8 dargestellt. Dabei zeigt sich in einigen Fällen ein ähnliches Bild wie in Alloy 718Plus [31]. Die Ausscheidungen bestehen vermutlich aus  $\delta$ - und  $\eta$ -Phase [129], [30]. In letzterer ist Aluminium enthalten, das in den EDX-Aufnahmen sichtbar gemacht werden kann. In den analysierten Bildausschnitten kann nicht in jeder  $\delta$ -Ausscheidung ein  $\eta$ -Anteil sichtbar gemacht werden. Dies könnte an einer unzureichend gewählten Auflösung oder einer ungünstigen Schnittebene der Lamelle liegen. Des Weiteren lassen lokale Veränderungen des Al-Anteils in EDX-Linienprofilen auch nur Vermutungen, aber keine gesicherten Aussagen zu.

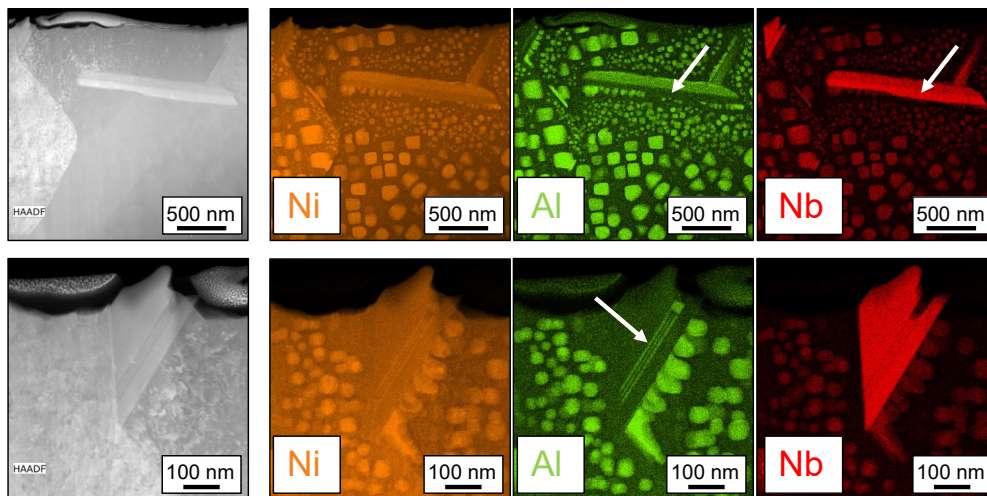


Abbildung 5.8: EDX-Aufnahmen des Zustand 2b im TEM. Teilweise ist eine Kombination aus  $\delta$ - und  $\eta$ -Phase anhand der Elementverteilung erkennbar. ( $\delta$ -Phase enthält kein Al)

Für eine gesicherte Aussage kann die Packungsfolge der Atome betrachtet werden. Dies könnte in Abbildung 5.9 angedeutet sein. Für eine gut erkennbare Atomordnung und somit Unterscheidung zwischen der orthorombischen  $\delta$ -Phase und der hexagonalen  $\eta$ -Phase wie in Abbildung 2.2 reicht die Auflösung der gewählten Methodik an dem verwendeten TEM aber nicht aus.

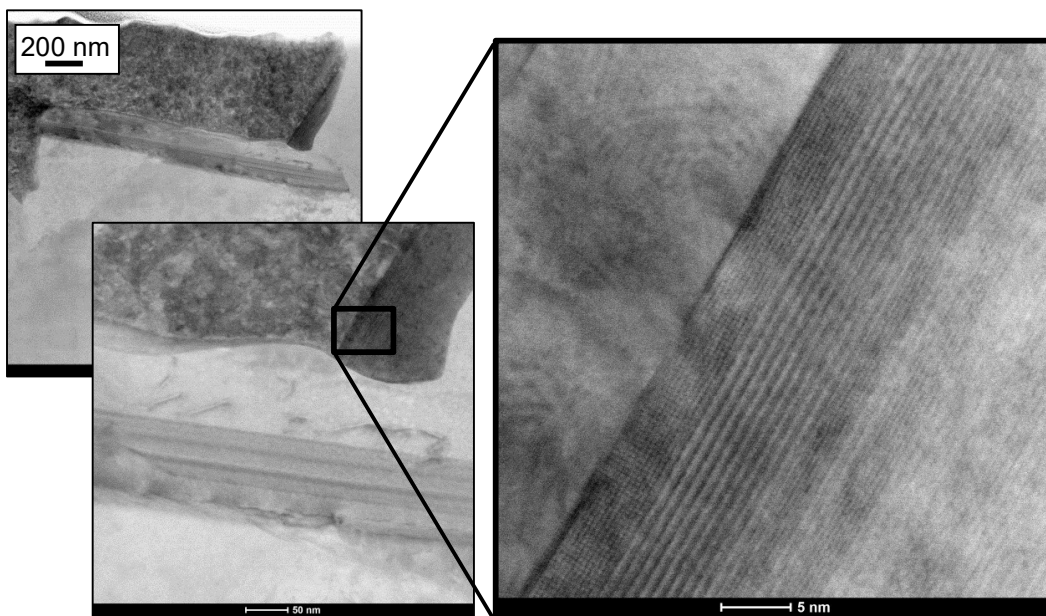


Abbildung 5.9: Höher aufgelöste Darstellung des lamellaren Verbundes zweier intermetallischer Phasen.

### 5.1.4 $\gamma'$ – Phase

Die Ausprägung der  $\gamma'$  – Phase, die in dieser Arbeit untersucht wird, ist für alle Zustände in Abbildung 5.10 dargestellt. Die Bilder zeigen den geätzten Zustand der Schriffe. Die intermetallischen Phasen stehen hervor. Die kubischen Ausscheidungen entsprechen der  $\gamma'$  – Phase, während die vereinzelt auftretenden, größeren Partikel die  $\delta$  – Phase darstellen. In einigen Bildern sind schmale, weiße Linien zu sehen, die sich durch das Bild winden (siehe Markierung in Zust. 1c). Dies sind Korngrenzen, die stellenweise durch das Ätzen der Probe sichtbar geworden sind. Diese können außerdem indirekt durch die Betrachtung der Ausscheidungsorientierung erkannt werden. So stellt das Bild des Zustandes 2c zwei verschiedene Körner dar (links – rechts Trennung). Dies ist an der Orientierung der  $\gamma'$  – Phasenausscheidungen ersichtlich. Neben verschiedenen *Drehungen* der würfelförmigen Ausprägung kann die  $\gamma'$  – Phase auch in Form von *Dreiecken* auftreten, wenn eine andere Schnittebene betrachtet wird (siehe Fig. 1 in [130]). Werden die Ausscheidungen in einem nicht rekristallisierten Korn mit verbleibender Verformung betrachtet, ist eine weitere Form der  $\gamma'$  – Phase erkennbar. In diesem Zustand sind die Ausscheidungen deformiert und weisen keine regelmäßige Struktur auf (siehe Abbildung 9.17).

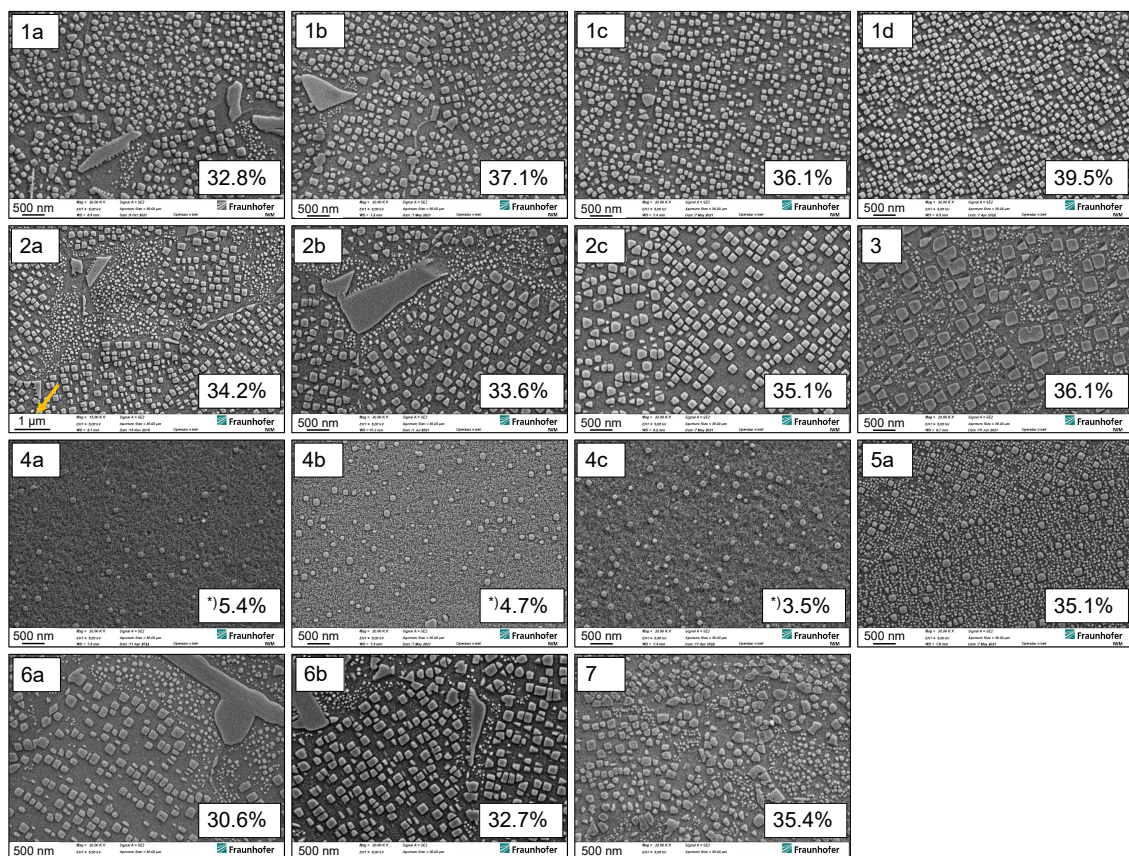


Abbildung 5.10: Übersicht der  $\gamma'$  – Verteilungen in den verschiedenen Zuständen. Der Ausscheidungsanteil der  $\gamma'$  – Phase ist gegeben. \*) Anteil der großen Population  $\gamma'$ . Eine zweite, kleine Population kann im TEM erkannt werden (siehe Abbildung 9.25).

Des Weiteren ist in den Zuständen, die  $\delta$  – Phase enthalten, eine zweite, kleine Population der  $\gamma'$  – Phase in deren Nähe zu sehen (siehe z.B. Zustand 6a). Dies ist auf eine Konkurrenz um die Elemente, die in beiden Ausscheidungstypen vorhanden sind, zurückzuführen. Neben der zweiten  $\gamma'$  – Population in  $\delta$  – Phasennähe, ist in den Zuständen 3 und 5 generell eine kleinere  $\gamma'$  – Population vorhanden. Dies gilt auch für die Zustände mit WB 4. Eine bessere Auflösung ist exemplarisch für den Zustand 4a in Abbildung 9.25 gegeben. Die kleine Population in den REM-Bildern wird für alle Zustände außer 4a-c mit ausgewertet und geht somit in die statistischen Werte ein. Somit beeinflusst sie auch die in Abbildung 5.10 angegebenen Flächenanteile der  $\gamma'$  – Ausscheidung. Da die Auswertung dieser Population in den REM-Bildern mit einer, im Vergleich zu der größeren Population, großen Unsicherheit verbunden ist, wird auch der Ausscheidungsanteil Unsicherheiten aufweisen. Da die zweite Population bevorzugt an Ausscheidungen der  $\delta$  – Phase entsteht, ist der Anteil letzterer Phase direkt mit der Unsicherheit in der  $\gamma'$  – Bewertung verbunden.

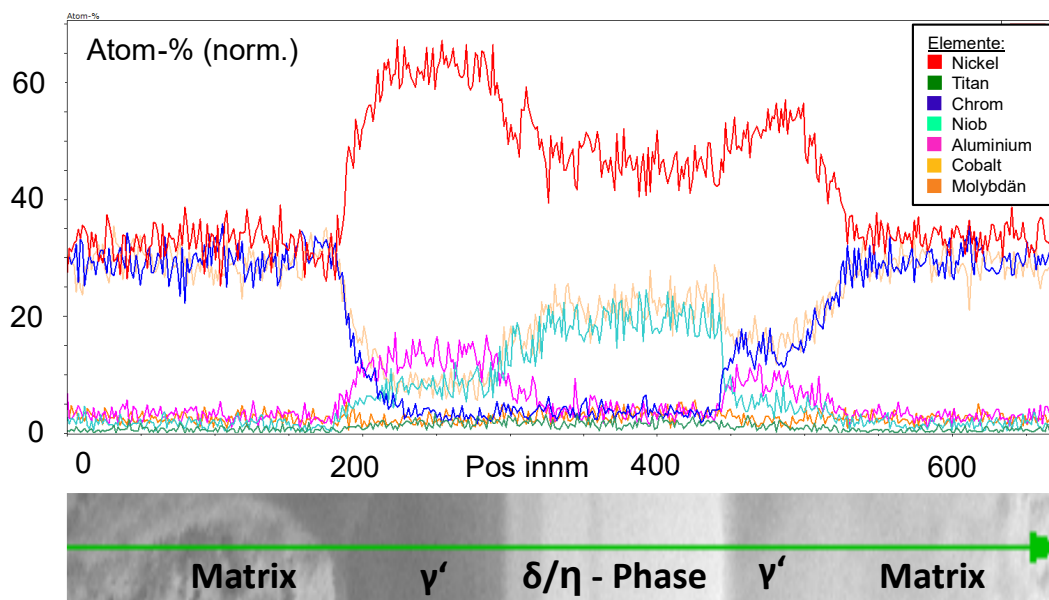


Abbildung 5.11: EDX-Linienprofil der Matrix und intermetallischen Phasen. Aufgenommen im TEM an Zustand 1a.

Ein Überblick über die chemische Zusammensetzung der  $\gamma'$  – Phase ist im direkten Vergleich mit der Matrix und der  $\delta$  –/  $\eta$  – Phase in Abbildung 5.11 gegeben. Zu erkennen sind ein erhöhter Anteil an Nickel und Aluminium in der  $\gamma'$  – Phase. Eine leichte Erhöhung des Titananteils im Vergleich mit der Matrix ist ebenfalls zu erkennen. Diese fällt aber deutlich geringer aus als die des Aluminiums.

### 5.1.5 Korngrenzmorphologie

Eine wellige Struktur der Korngrenzen soll in Nickelbasislegierungen in verbesserten Eigenschaften resultieren, wenn eine Sauerstoffversprödung vorliegt. Ausgewählte Korngrenzen aus den untersuchten Proben sind in Abbildung 5.12 dargestellt. Für die Bewertung der Welligkeit

der Korngrenzen wird in diesem Vorhaben kein objektives Kriterium (Frequenz und Amplitude wie in [52] dargestellt) angewandt, da die vorliegenden Korngrenzen bestenfalls als *leicht wellig* beschrieben werden können, wenn die in Abbildung 5.13 dargestellten Vergleichsbilder aus der Literatur herangezogen werden.

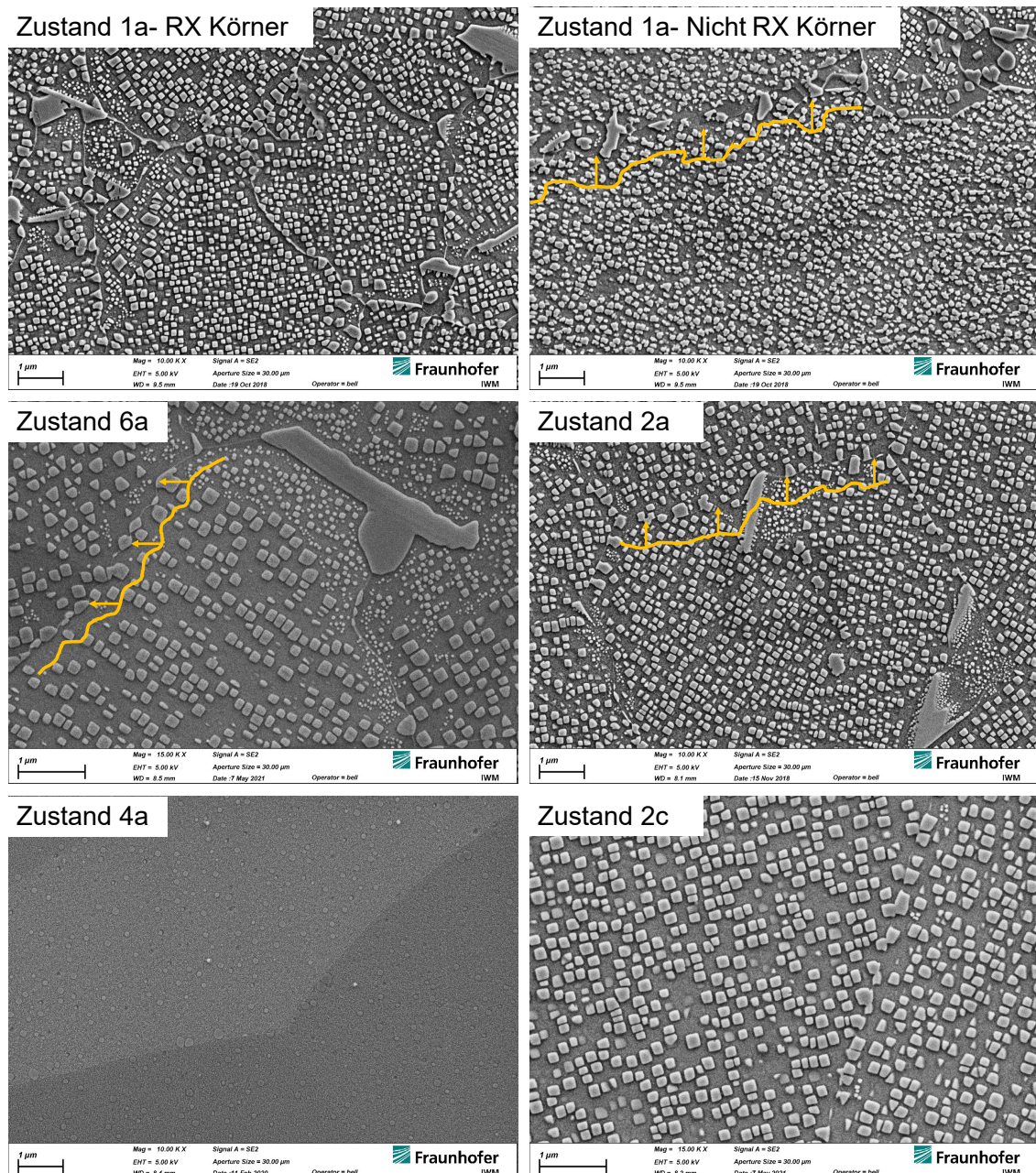


Abbildung 5.12: Beurteilung der Korngrenzen in ausgewählten Zuständen. Wenn wellige Korngrenzen vorhanden sind, ist der Anteil gering. Literaturbilder für einen Vergleich sind in Abbildung 5.13 dargestellt.

Der subjektiv welligste Zustand liegt nicht in einem Endzustand, sondern in einem der Zwischenzustände direkt nach dem Stauchen vor (siehe Abbildung 5.17). In diesem wird die Welligkeit durch die  $\gamma'$ -Phase erreicht. Ob diese Welligkeit einen Einfluss auf das Risswachstum hat, wird nicht untersucht, da aus Zwischenzuständen keine CC-Proben entnommen werden.

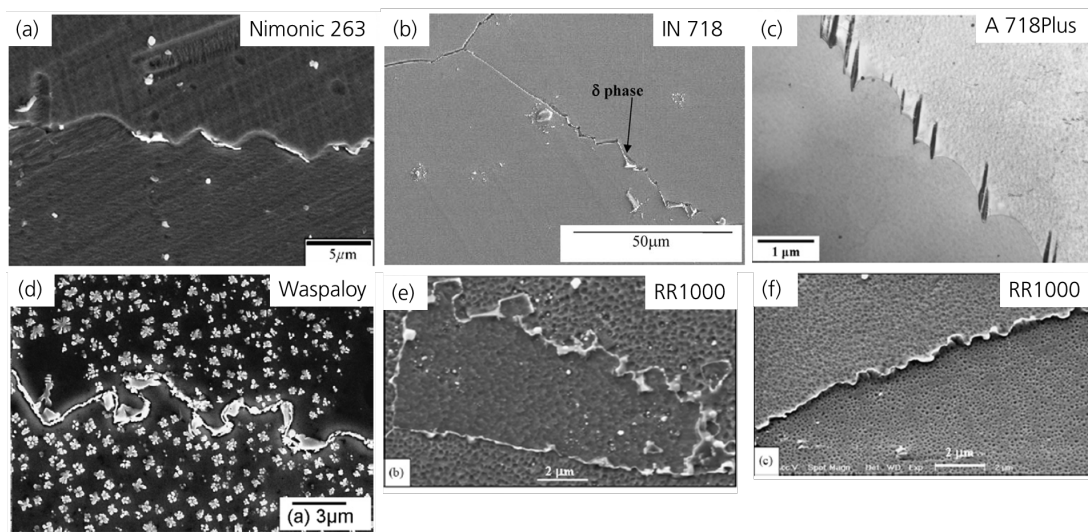


Abbildung 5.13: Übersicht über wellige Korngrenzen wie sie in der Literatur zu finden sind. a) Nimonic 263 – Welligkeit über  $M_{23}C_6$  [115]. b) Alloy 718; Welligkeit über  $\delta$  – Phase [114]. c) Alloy 718Plus; Welligkeit über  $\eta$  – Phase [31]. d) Waspaloy; Welligkeit über  $\gamma'$  [113]. e) RR1000; Welligkeit über  $\gamma'$ ; Abkühlrate: 2.09K/s f) Abkühlrate: 3.53K/s – glatte Korngrenzen [117].

Lindsley und Pierron [46] geben an, dass das Verhältnis aus Phasenanteil zu Phasengröße (Radius) oberhalb von  $0.2 \mu\text{m}^{-1}$  liegen muss, damit die entsprechende Phase die Rekristallisation behindern kann. Dies wird auf das *Zenerpinning* zurückgeführt. Das Kriterium könnte somit auch für eine mögliche Welligkeit gültig sein. In Kapitel 5.1.6 ist dies für die  $\gamma'$  und  $\delta$  – Phase eines jeden Zustands aufgeführt. Demnach kann für die untersuchten Zustände eine Welligkeit nicht durch die  $\delta$  – Phasen, sehr wohl aber durch die  $\gamma'$  – Phase erreicht werden.

### 5.1.6 Zusammenfassung der Endzustände

Die Mikrostrukturen der verschiedenen Zustände sind in Form statistischer Mittelwerte in Tabelle 5.1 bis Tabelle 5.4 zusammengefasst. Dabei ist zu beachten, dass die gegebene Standardabweichung den Unterschied zwischen den Proben eines Zustandes repräsentiert. Des Weiteren wird die mittels EBSD bestimmte Korngröße der unrekristallisierten Körner in den inhomogenen Kornstrukturen oftmals unterschätzt, da der Bildausschnitt und die Schrittweite so gewählt werden, dass eine Auflösung der kleinen RX-Körner ebenfalls möglich ist. Ferner wird der Ausscheidungsanteil der  $\delta$  – Phase mit 0% angegeben, sobald für deren Bewertung eine gezielte Position auf der Probe gewählt werden muss und somit der zufällige Charakter einer statistischen Auswertung verloren gehen würde. Auch in Zuständen, für die keine  $\delta$  – Phase angegeben wird, kann also ein geringer Anteil enthalten sein. Die Welligkeit der Korngrenzen ist im Vergleich zu anderen Legierungen gering ausgeprägt und wird optisch bewertet<sup>3</sup>, da eine Bewertung nach [52] überflüssig erscheint. Die Bewertung *Anteil/ Radius in  $\mu\text{m}^{-1}$*  aus Kapitel 5.1.5, die die Fähigkeit der Ausscheidungen zum *Zener Pinning* repräsentiert, wird für eine objektive Abschätzung mit angegeben.

<sup>3</sup> Welligkeit in aufsteigender Stärke: Gerade, teilweise leicht wellig, leicht wellig

Tabelle 5.1: Mikrostrukturelle Übersicht des Zustands 1. Es sind statistische Mittelwerte dargestellt. Die Standardabweichung stellt die Abweichung verschiedener Proben des Zustandes dar.

	Zust. 1a	Zust. 1b	Zust. 1c	Zust. 1d
$T_{\text{Stauch}}$ in °C	950	1030	970	1030
Materialtyp	VDM klein	OF	OF	VDM klein
Ziel	Wellige Korngrenzen über $\delta$ – Phase			
WB	1	1	1	1
Kornstruktur	Inhomogen	Homogen	Homogen	Homogen
Korngröße in $\mu\text{m}$	5.54   28.7	33.22	33.65	15.8
$\gamma'$ – Anteil in %	$33.4 \pm 2.1$	$36.8 \pm 2.5$	$36.14 \pm 0$	$39.5 \pm 0$
$\gamma'$ – Radius in nm	$55.3 \pm 3.3$	$54.7 \pm 2.4$	$52.9 \pm 0$	$49.4 \pm 0$
$\gamma'$ – Form	$1.354 \pm 0.03$	$1.323 \pm 0.01$	$1.3 \pm 0$	$1.26 \pm 0$
Anteil/ Radius in $\mu\text{m}^{-1}$	6.06	6.75	6.82	8.0
$\delta$ – Anteil in %	$1.92 \pm 0.2$	-	-	-
$\delta$ – Radius in nm	$317.34 \pm 8.3$	-	-	-
$\delta$ – Form	$2.589 \pm 0.03$	-	-	-
Anteil/ Radius in $\mu\text{m}^{-1}$	0.061	-	-	-
Karbidanteil in %	0.826	1.31	1.24	-
Karbidradius in $\mu\text{m}$	5.07	6.2	9.77	-
Härte (HV10)	457	422	404	452
Korngrenzen	Leicht wellig	Gerade	Gerade	Gerade

Tabelle 5.2: Mikrostrukturelle Übersicht der Zustände 2 und 3. Es sind statistische Mittelwerte dargestellt. Die Standardabweichung stellt die Abweichung verschiedener Proben des Zustandes dar.

	Zust. 2a	Zust. 2b	Zust. 2c	Zust. 3
T <sub>Stauch</sub> in °C	990	990	-	990
Materialtyp	VDM klein	VDM groß	Billet	VDM groß
Ziel	Wellige Korngrenzen über $\delta$ – Phase			
WB	2	2	2	3
Kornstruktur	Homogen	Homogen	Homogen	Homogen
Korngröße in $\mu\text{m}$	12.85	15.3	74.11	122.04
$\gamma'$ – Anteil in %	34.23 $\pm$ 0.9	33.6 $\pm$ 3.1	35.1 $\pm$ 1.7	36.1 $\pm$ 2.7
$\gamma'$ – Radius in nm	54.8 $\pm$ 3.2	58.5 $\pm$ 2.3	68 $\pm$ 3.7	56.3 $\pm$ 1
$\gamma'$ – Form	1.32 $\pm$ 0.005	1.31 $\pm$ 0.02	1.33 $\pm$ 0.01	1.35 $\pm$ 0.01
Anteil/ Radius in $\mu\text{m}^{-1}$	6.21	5.73	5.16	6.41
$\delta$ – Anteil in %	2.5 $\pm$ 0.8	1.6 $\pm$ 0.2	-	-
$\delta$ – Radius in nm	448 $\pm$ 25	428 $\pm$ 14.6	-	-
$\delta$ – Form	2.6 $\pm$ 0.1	3.3 $\pm$ 0.09	-	-
Anteil/ Radius in $\mu\text{m}^{-1}$	0.056	0.037	-	-
Karbidanteil in %	0.96	1.35	1.46	1.03
Karbidradius in $\mu\text{m}$	6.37	5.97	8.21	6.39
Härte (HV10)	423	429	378.5	380
Korngrenzen	Teilweise leicht wellig	Gerade	Gerade	Gerade

Tabelle 5.3: Mikrostrukturelle Übersicht der Zustände 6 und 7. Es sind statistische Mittelwerte dargestellt. Die Standardabweichung stellt die Abweichung verschiedener Proben des Zustandes dar.

	Zust. 6a	Zust. 6b	Zust. 7
T <sub>Stauch</sub> in °C	950	950	950
Materialtyp	OF	VDM klein	VDM klein
Ziel	Wellige Korngrenzen über $\delta$ – Phase		Zeilige $\delta$ - Phase
WB	6	6	7
Kornstruktur	Homogen	Inhomogen	Inhomogen
Korngröße in $\mu\text{m}$	16.99	6.78   30.35	5.62   14.17
$\gamma'$ – Anteil in %	30.6 $\pm$ 0	32.7 $\pm$ 0	35.4 $\pm$ 0
$\gamma'$ – Radius in nm	58.9 $\pm$ 0	48.6 $\pm$ 0	49.9 $\pm$ 0
$\gamma'$ – Form	1.35 $\pm$ 0	1.37 $\pm$ 0	1.41 $\pm$ 0
Anteil/ Radius in $\mu\text{m}^{-1}$	5.2	6.74	7.84
$\delta$ – Anteil in %	1.8 $\pm$ 0	3.9 $\pm$ 0	1.6 $\pm$ 0
$\delta$ – Radius in nm	455 $\pm$ 0	394 $\pm$ 0	320 $\pm$ 0
$\delta$ – Form	3.51 $\pm$ 0	3.48 $\pm$ 0	2.58 $\pm$ 0
Anteil/ Radius in $\mu\text{m}^{-1}$	0.039	0.098	0.05
Karbidanteil in %	1.03	0.62	0.9
Karbidradius in $\mu\text{m}$	6.33	4.75	6.2
Härte (HV10)	409.5	-	-
Korngrenzen	Teilweise leicht wellig	Leicht wellig	Leicht wellig

Tabelle 5.4: Mikrostrukturelle Übersicht der Zustände 4 und 5. Es sind statistische Mittelwerte dargestellt. \*) \*\*) 2 Populationen  $\gamma'$  sind vorhanden. \*) die kleinere der Populationen kann im REM nicht aufgelöst werden und wird daher nicht berücksichtigt. Die Standardabweichung stellt die Abweichung verschiedener Proben des Zustandes dar.

	Zust. 4a	Zust. 4b	Zust. 4c	Zust. 5
$T_{\text{Stauch}}$ in °C	1030	990	950	1030
Materialtyp	OF	OF	OF	OF
Ziel	Wellige Korngrenzen durch $\gamma'$ – Phase			
WB	4	4	4	5
Kornstruktur	Homogen	Homogen	Homogen	Homogen
Korngröße in $\mu\text{m}$	39.73	25.36	14.96	32.7
$\gamma'$ – Anteil in %	$5.39^{*}) \pm 0.9$	$4.66^{*}) \pm 0.4$	$4.31^{*}) \pm 0.1$	$35.1^{**}) \pm 0$
$\gamma'$ – Radius in nm	$52.6 \pm 2.7$	$48.96 \pm 0.2$	$55.5 \pm 3.0$	$44.8 \pm 0$
$\gamma'$ – Form	$1.14 \pm 0.02$	$1.15 \pm 0.02$	$1.23 \pm 0.01$	$1.18 \pm 0$
Anteil/ Radius in $\mu\text{m}^{-1}$	1.025	0.95	0.78	7.84
$\delta$ – Anteil in %	-	-	-	-
$\delta$ – Radius in nm	-	-	-	-
$\delta$ – Form	-	-	-	-
Anteil/ Radius in $\mu\text{m}^{-1}$	-	-	-	-
Karbidanteil in %	0.65	1.07	0.81	0.76
Karbidradius in $\mu\text{m}$	5.12	6.79	5.07	4.88
Härte (HV10)	415.5	429	428.5	439
Korngrenzen	Gerade	Gerade	Gerade	Gerade

## 5.2 Mikrostrukturentwicklung in der Prozessroute

Das Ziel der verschiedenen thermomechanischen Prozessrouten ist eine Variation der Korngröße, Ausscheidungsstruktur und Korngrenzmorphologie. Dafür wurden spezielle Stufen in der Wärmebehandlung eingesetzt oder kombiniert. Ein Erfolg oder Misserfolg kann indirekt an den bereits vorgestellten Endzuständen vermutet werden. Da die Interaktion innerhalb einer thermomechanischen Prozessroute aber komplex sein kann, wird die Mikrostruktur nach den einzelnen Wärmebehandlungsstufen (Zwischenzustände<sup>4</sup>) analysiert. Somit kann gezielt die Effektivität einzelner Schritte beurteilt werden.

### 5.2.1 Korngröße

Die Korngröße wird im Regelfall über den Stauchprozess eingestellt. Für die vorliegenden Zwischenzuständen ist der Einfluss der Stauchtemperatur auf die Korngröße in Abbildung 5.14

<sup>4</sup> Zur Erinnerung – die Zwischenzustände stammen aus Folgenden Zuständen: Zust. 1b = PA-Z1-7; Zust. 1c = PG-Z1-7; Zust. 6a = C1-5; Zust. 6b = E1-5 (siehe Kapitel 3)

dargestellt. Mit steigender Umformtemperatur steigt die Korngröße erwartungsgemäß an. Allerdings ist dabei die Pancakeart zu berücksichtigen. Ein kleiner Pancake resultiert in einer geringeren mittleren Korngröße, zeigt bei 950 °C aber bereits inhomogene Kornstrukturen.

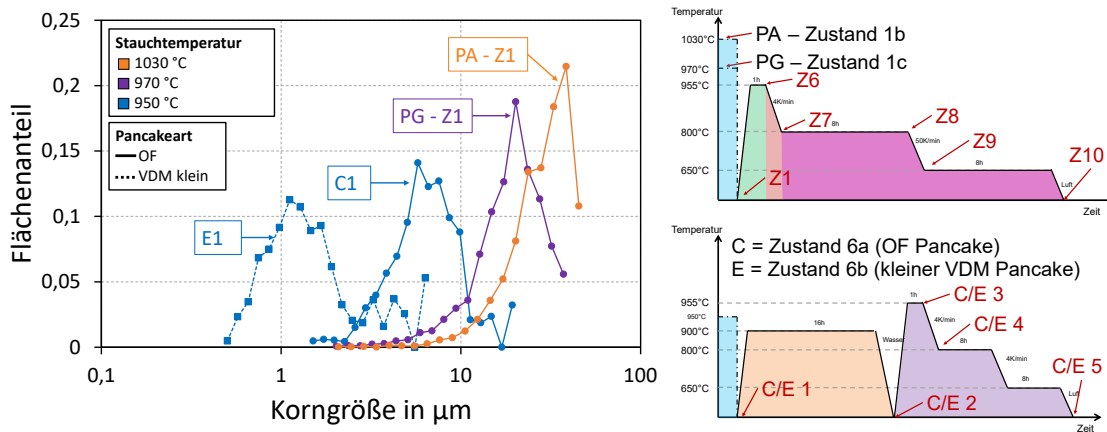


Abbildung 5.14: Darstellung der Korngrößenverteilung nach dem Stauchen in Abhängigkeit der Stauchtemperatur. Die Ergebnisse werden aus EBSD-Aufnahmen an den entsprechenden Zwischenzuständen E1, C1, PG-Z1 und PA-Z1 entnommen. Auf der rechten Seite sind die Entnahmepositionen zur Erinnerung dargestellt.

Nach der Umformung kann die Korngröße im Mittel nur noch vergrößert werden. Dafür sind Glühungen bei Temperaturen von mindestens 970–1050 °C notwendig. In Zust. 5 wird eine Lösungsglühung bei 970 °C durchgeführt. In dieser wird kein Kornwachstum festgestellt (siehe Abbildung 9.19). In Zust. 3 wird durch eine Super-Solvus  $\delta$ -Phasenglühung bei 1050 °C eine Kornvergrößerung erreicht. Eine weitere Eingrenzung des Bereiches ist in dieser Arbeit nicht möglich. Allerdings wurde in einer Bachelorarbeit bei VDM bereits bei 1010 °C Kornwachstum festgestellt (siehe Abbildung 2.8b).

Abgesehen von der Lösungsglühung wird in keiner Wärmebehandlungsstufe eine Temperatur erreicht, die das Kornwachstum beeinflussen sollte oder der ausgeschiedene Anteil der  $\delta$ -Phase ist bereits zu hoch, um Kornwachstum zuzulassen. Dies wird mit Hilfe weiterer Zwischenzustände bestätigt. So ist in den Glühungen nach dem Stauchen keine Veränderung der Korngröße sichtbar (siehe Abbildung 9.19).

### 5.2.2 $\delta$ – Phase

Die  $\delta$ -Phase soll über die  $\delta$ -Phasenglühung (900 °C/ 11-16h) und die Lösungsglühung mit langsamer Abkühlung (955 °C/ 1h) eingestellt werden. In den untersuchten Zwischenzuständen ist lediglich in denen aus Zust. 6 (C & E – Bezeichnungen) ausgeschiedene  $\delta$ -Phase erkennbar (siehe Abbildung 5.15). Die Zwischenzustände von Zust. 6b wurden nicht hinsichtlich ihres  $\delta$ -Ausscheidungsanteils beurteilt, da in allen Klötzchen außer E2 ein *Necklace*-Gefüge vorliegt. Hier ist der Einfluss der Probenposition erkennbar.

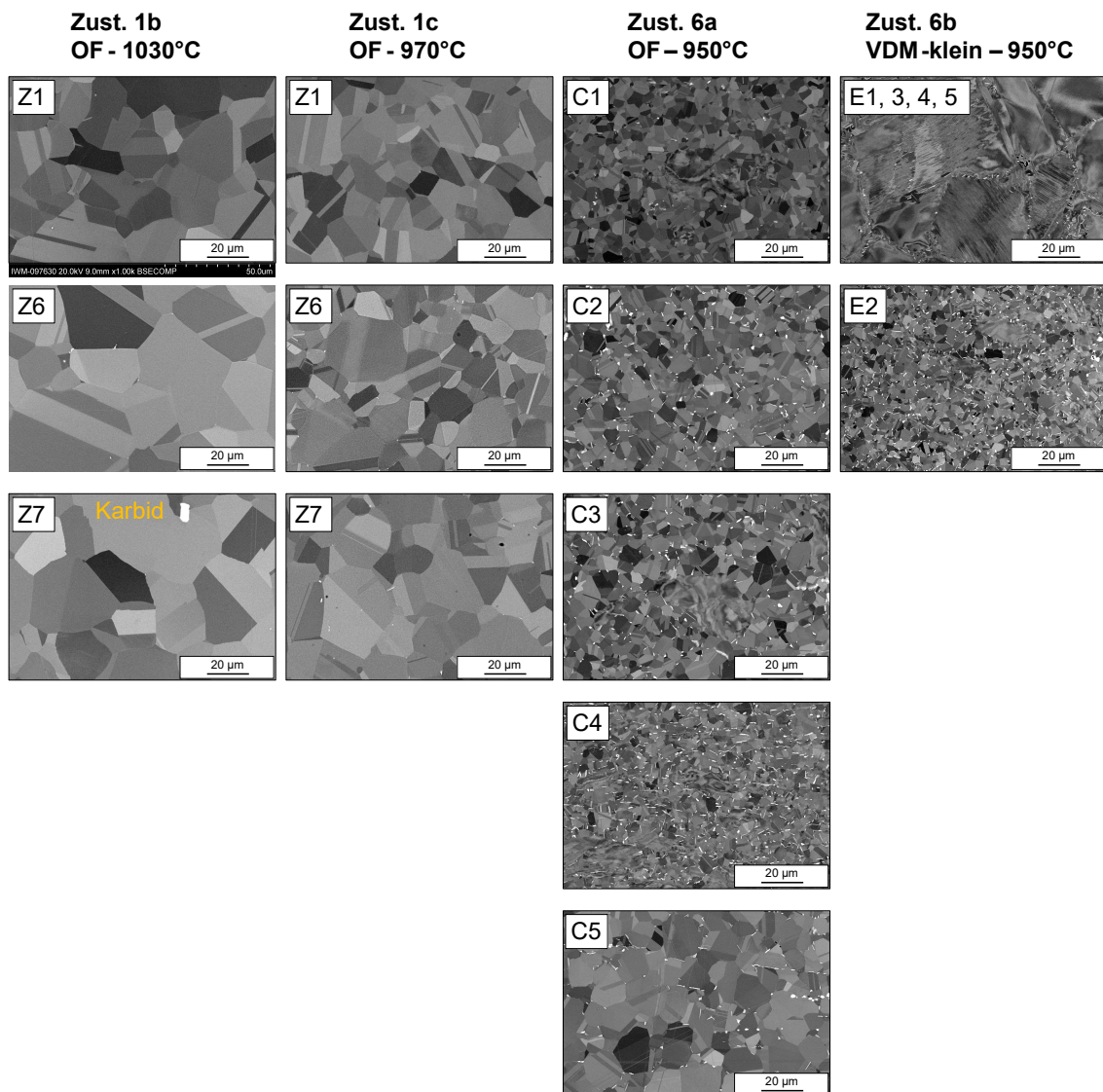


Abbildung 5.15: Entwicklung der  $\delta$ -Phase in den Stufen der Wärmebehandlungen. Für die Zwischenzustände der WB 1 sind keine späteren Zustände gegeben, da die Temperatur in diesen als zu gering eingestuft wird, um die  $\delta$ -Phase zu beeinflussen. In Zust. 6b zeigen alle Klötzchen bis auf E2 ein inhomogenes Gefüge und werden daher nicht ausgewertet.

Der Einfluss der  $\delta$ -Phasenglühung kann aber an Zust. 6a gezeigt werden. Werden die Bilder von C1 und C2 verglichen, ist ersichtlich, dass  $\delta$ -Phase in der entsprechenden Glühung ausgeschieden wird. Allerdings steigt der Ausscheidungsanteil auch in der langsamen Abkühlung aus 955 °C an (C3-C4). Ob dies durch die Entnahmeposition des untersuchten Klötzchens oder durch die Wärmebehandlung bedingt ist, kann nicht gesichert ermittelt werden. Diese Unsicherheit wird durch eine Betrachtung von C5 und den Zwischenzuständen von 1b und c sowie dem Endzustand von Zust. 1a ersichtlich. In C5 ist die Korngröße größer als in den vorangegangenen Zwischenzuständen und der  $\delta$ -Phasenanteil geringer, obwohl das Material keinen Temperaturen mehr ausgesetzt ist, die ein Kornwachstum oder eine Auflösung der  $\delta$ -Phase ermöglichen. In den Zwischenzuständen von Zust. 1b und c ist keine  $\delta$ -Phase vorhanden. In

diesen wird keine  $\delta$  – Phasenglühlung eingesetzt. In der langsamen Abkühlung aus 955 °C wird somit ebenfalls keine  $\delta$  – Phase ausgeschieden, obwohl das experimentelle ZTU-Diagramm (siehe Abbildung 2.3) eine Ausscheidung vorhersagt. In Zust. 1a (Endzustand aus CC-Probe) hingegen wird  $\delta$  – Phase ausgeschieden. Dies ist lediglich im Stauchprozess oder der langsamen Abkühlung möglich. Letzteres ist dabei wahrscheinlicher. Ob in der langsamen Ofenabkühlung  $\delta$  – Phase ausgeschieden wird, scheint also von der Pancakeart und Stauchtemperatur abhängig zu sein. Somit könnte der Ausscheidungsanteil in C4 tatsächlich ansteigen. Allerdings wird dies durch eine Betrachtung des Endzustandes (CC-Probe anstatt von C5) in Frage gestellt. In diesem liegt der Ausscheidungsanteil im Mittel bei 1.8% (siehe Tabelle 5.3) und ist somit nur halb so hoch wie in C4 (siehe Abbildung 9.20). Die Aussagekraft der Zwischenzustände ist also stark von der Probenposition abhängig. Des Weiteren sind nicht für alle Zustände Zwischenproben vorhanden, sodass die Beurteilung einzelner Prozessschritte und deren Interaktion schwierig ist.

### 5.2.3 $\gamma'$ – Phase

Die Entwicklung der  $\gamma'$  – Phase ist in Abbildung 5.16 dargestellt. In der Lösungsglühlung sinkt der  $\gamma'$  – Anteil ab während der Radius ansteigt. Dies wird durch die Temperatur der Lösungsglühlung beeinflusst. So sinkt der Anteil in WB5 (970 °C) stärker als in WB1 (955 °C). In WB6 sinkt der ausgeschiedene Phasenanteil bereits in der  $\delta$  – Phasenglühlung (900 °C<sup>5</sup>), sodass nach der anschließenden Lösungsglühlung bei 955 °C ein zu WB5 vergleichbarer  $\gamma'$  – Anteil vorhanden ist. In der langsamen Ofenabkühlung aus 955 °C scheidet sich die  $\gamma'$  – Phase wieder vermehrt aus und wird somit eine angedachte Ausscheidung der  $\delta$  – Phase in diesem Prozessschritt beeinflussen.

---

<sup>5</sup> Erinnerung: Die Lösungstemperatur der  $\gamma'$ -Phase wird in Alloy 780 mit 995-1000 °C angegeben (siehe Tabelle 2.2).

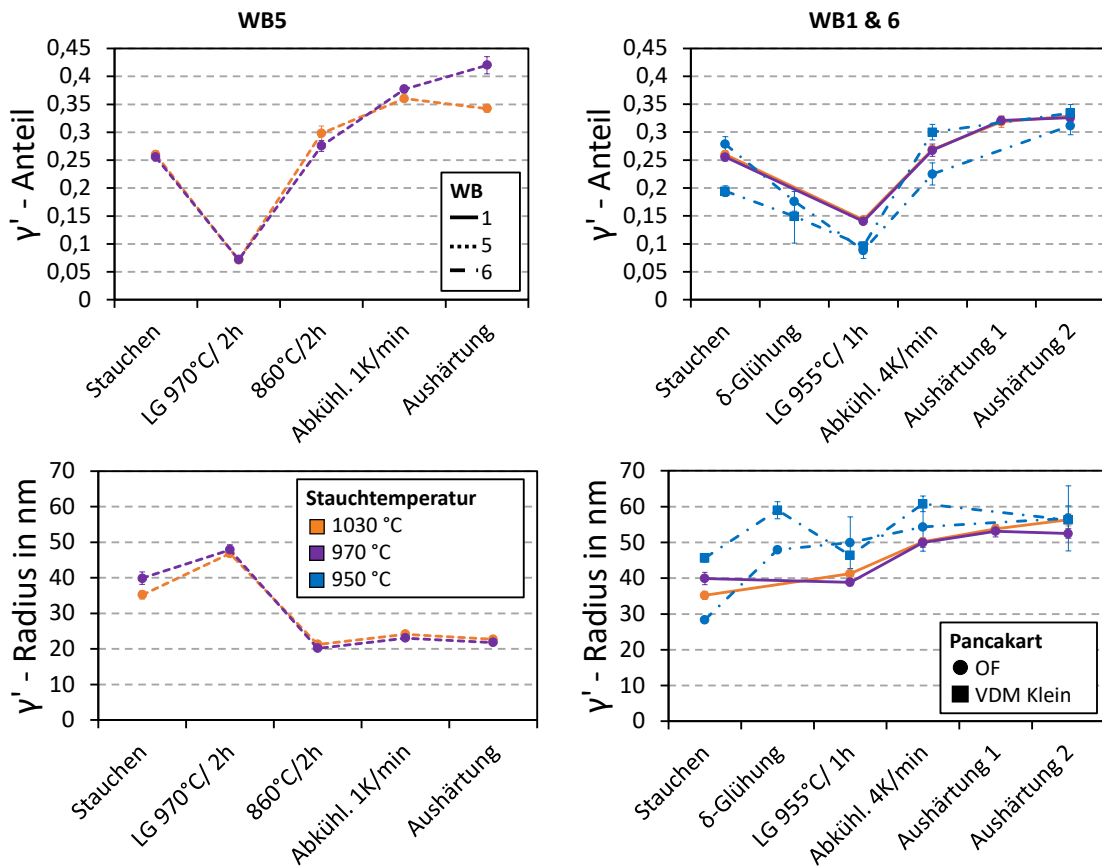


Abbildung 5.16: Entwicklung der  $\gamma'$ -Phase in den Zwischenzuständen. Dargestellt sind der Phasenanteil und Radius der Ausscheidungen. Ein bildlicher Eindruck ist in Abbildung 9.22 und Abbildung 9.23 gegeben. LG: Lösungsglühung.

In den Wärmebehandlungen, in denen eine schnelle Abkühlung angewandt wird, wird eine zweite, kleine  $\gamma'$  Population ausgebildet. Dies wird durch die schnelle Abkühlgeschwindigkeit erreicht, wie anhand der Zwischenzustände von WB5 gezeigt werden kann. In Abbildung 5.16 ist zu erkennen, dass der Ausscheidungsanteil von Schritt 2 auf 3 ansteigt, die mittlere Größe aber sinkt. Dies ist durch die zweite Ausscheidungspopulation bedingt, die in Abbildung 9.22 bildlich dargestellt ist. Die kleine  $\gamma'$  Population in Zust. 4 kann im REM nicht sichtbar gemacht werden. Ihr Vorliegen kann aber über Härtemessungen vermutet (siehe Abbildung 9.24) und über TEM-Aufnahmen bestätigt werden (siehe Abbildung 9.25). Neben der hohen Abkühlgeschwindigkeit ist die Glühtemperatur, aus der abgeschreckt wird, entscheidend. So zeigen WB3, 4 und 5 eine zweite Population, die nicht auf den direkten Umkreis der  $\delta$ -Phase begrenzt ist. In WB6 wird nach der  $\delta$ -Phasenglühung (900 °C) eine Wasserabkühlung eingeführt. Es entsteht keine zweite  $\gamma'$  Population. Die Abkühlung muss also oberhalb oder nahe der  $\gamma'$ -Solvus Temperatur starten (WB3: 1055 °C, WB4,5: 970 °C). Der Einfluss der Temperatur des Wärmebehandlungsschrittes nach der schnellen Abkühlung kann mit den vorliegenden Daten nicht bewertet werden.

## 5.2.4 Korngrenzmorphologie

Für die Einstellung der welligen Korngrenzen sind langsame Abkühlungen durch oder innerhalb des Ausscheidungsgebietes der entsprechenden intermetallischen Phase angedacht. Wie bereits in der Charakterisierung der Endzustände vorgestellt, liegen in den Endzuständen nur leichte Welligkeiten vor. Es werden also keine welligen Korngrenzen erzeugt oder diese werden in einer nachfolgenden Stufe der Wärmebehandlung wieder glattgezogen.

In Abbildung 5.17 sind wellige Korngrenzen im gestauchten Zustand dargestellt. Eine Verstärkung der Welligkeit in den langsamen Abkühlungen ist weder für die  $\delta$  – Phase noch für die  $\gamma'$  – Phase (WB5) erkennbar. Vielmehr wird die Welligkeit abgeschwächt. Dies kann mit einem Ausscheidungsverhalten begründet werden, das bei der Planung der Prozessschritte nicht erwartet wurde. Wellige Korngrenzen sollten in einer langsamen Abkühlung aus 955 °C mit der  $\delta$  – Phase erzeugt werden. In diesem Wärmebehandlungsschritt scheidet sich für alle Zustände  $\gamma'$  – Phase, aber nicht immer  $\delta$  – Phase aus. Dies beeinflusst eine Interaktion der  $\delta$  – Phase mit den Korngrenzen.

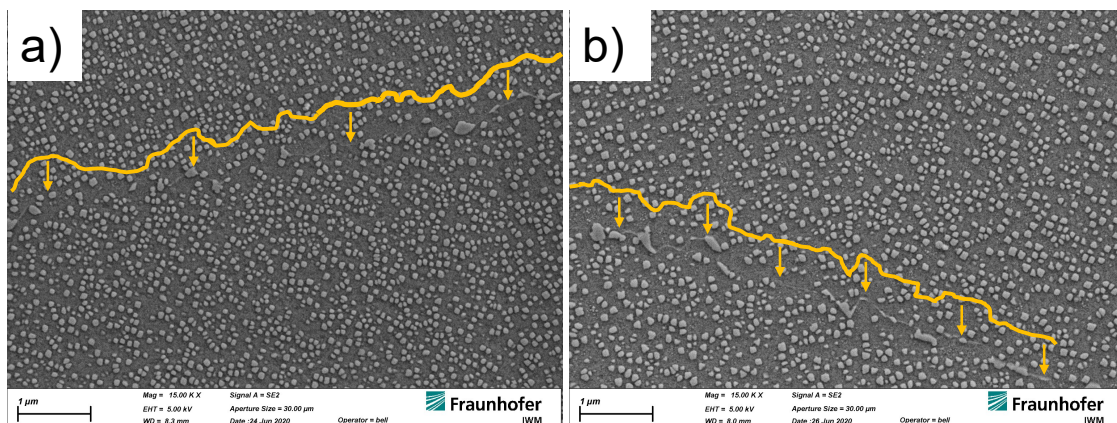


Abbildung 5.17: Wellige Korngrenzen nach dem Stauchen. a) PA-Z1 b) PG-Z1

Die Erzeugung welliger Korngrenzen über die  $\gamma'$  – Phase in WB5 wird durch eine zweite, kleine Population dieser Phase beeinflusst. Diese entsteht in der schnellen Abkühlung, die vor dem Wärmebehandlungsschritt mit der langsamen Abkühlung angesiedelt ist. Somit ist eine Generierung welliger Korngrenzen über diese Phase unwahrscheinlich. Insgesamt kann für keine der Varianten eine Verstärkung der Welligkeit der Korngrenzen nach dem Stauchen erreicht werden.

## 5.3 Beeinflussung der Ausscheidungskinetik

Die Kombination aus Umformung und Wärmebehandlung beeinflusst die Ausscheidungskinetik maßgeblich. McDevitt [40] zeigte dies für Alloy 718Plus. In diesem Kapitel werden vergleichbare Untersuchungen für Alloy 780 präsentiert. Der Fokus liegt dabei auf der Ausprägung der  $\delta$  –

Phase. Das Kapitel hat nicht den Anspruch eine Prozesskarte und das RX-Verhalten der Legierung darzulegen.

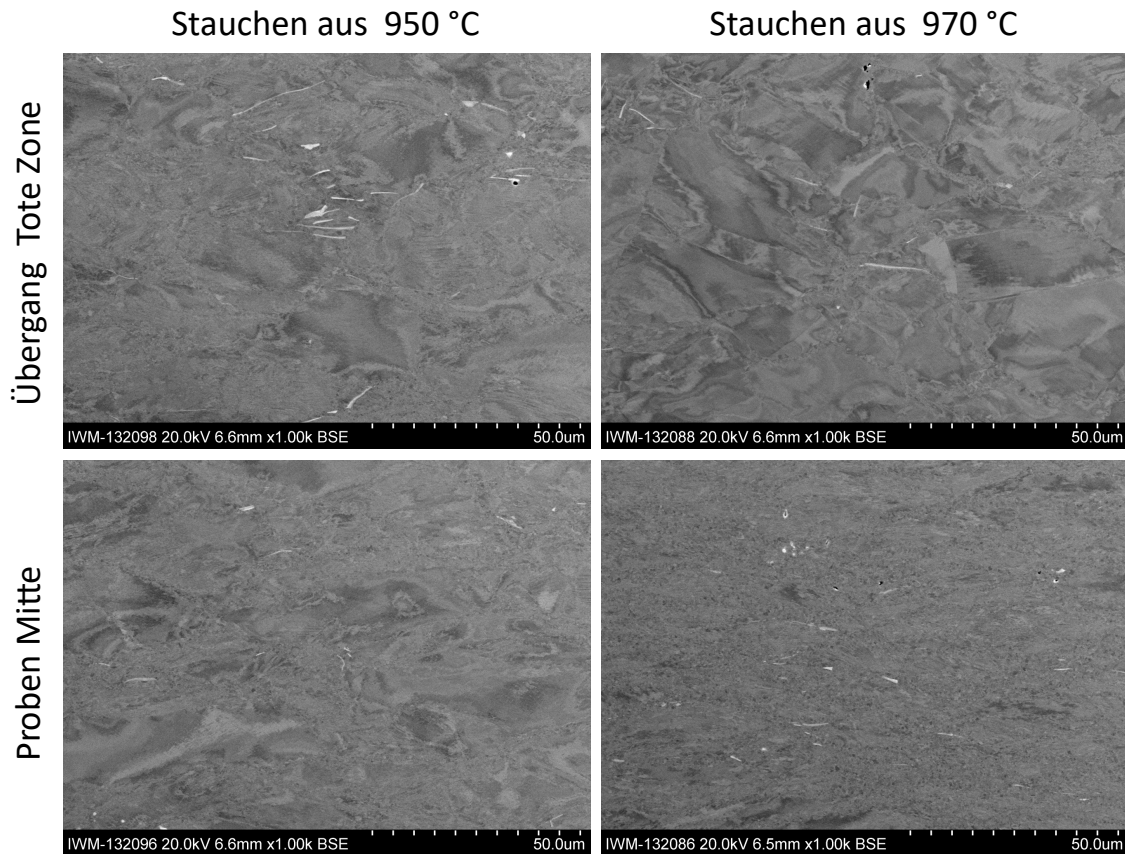


Abbildung 5.18:  $\delta$  – Phase nach einer isothermen Glühung gefolgt von einer Umformung. Die Proben wurden bei 950 °C für 24h ausgelagert und anschließend mit  $\dot{\phi} = 0.1/s$  bis zu einem Umformgrad von  $\phi = 1.0$  gestaucht<sup>6</sup>.

Ausgewählte Ergebnisse einer isothermen Auslagerung, gefolgt von einer Umformung, sind in Abbildung 5.18 dargestellt. Die Proben wurden für bis zu 24h im Ofen bei 950-1020 °C ausgelagert und anschließend aus 950 und 970 °C gestaucht. Wie zu sehen ist, scheidet sich nur bei den längsten Auslagerungsdauern vereinzelt die  $\delta$  – Phase aus. Wird dies mit dem ZTU-Diagramm verglichen, ist dies verwunderlich. Die nachfolgende Umformung resultiert in einer Ausrichtung der wenigen Ausscheidungen. Damit ein Einfluss auf das Risswachstum erwartet werden kann, muss der Ausscheidungsanteil erhöht werden. Mit diesen Untersuchungen wird das in Kapitel 5.1.3 erahnte Verhalten bestätigt. Eine isotherme Ausscheidung der  $\delta$  – Phase im Billetmaterial von Alloy 780 scheint in industriell relevanten Zeitspannen nicht möglich zu sein. Somit ist der Stauchprozess für Alloy 780 von zentraler Bedeutung.

<sup>6</sup> Tote Zone: Beim Stauchen (und Schmieden) wird der Bereich an den Werkzeugen kaum umgeformt. Dieser Bereich hat näherungsweise die Form eines Dreiecks und wird *Tote Zone* genannt. Der blaue Bereich im unteren Bild von Abbildung 4.6a entspricht der Toten Zone.

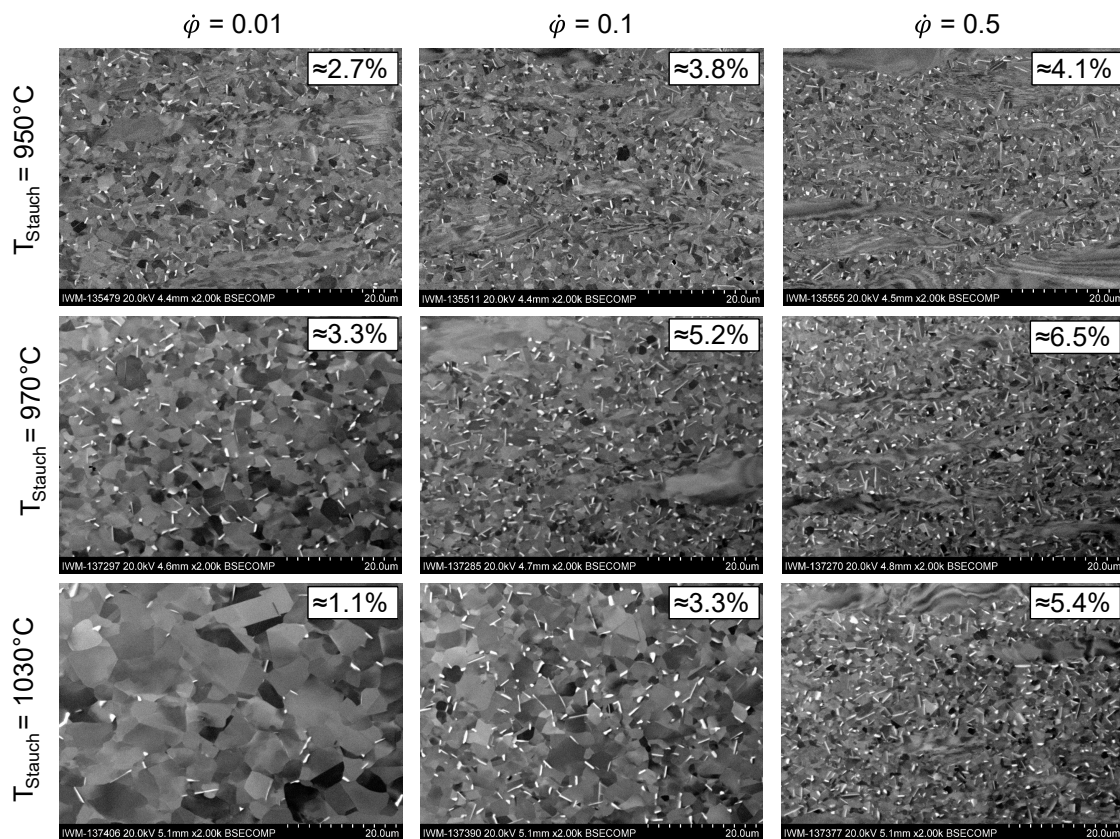


Abbildung 5.19: Entwicklung der Mikrostruktur für verschiedene Stauchparameter. Der Endumformgrad des dargestellten Stauchprozesses ist  $\phi=1.0$ . Nach dem Stauchvorgang wurden die Proben für 11h bei 900 °C ausgelagert.

Wird analog zu McDevitt [40] eine Umformung mit einer Auslagerung, in diesem Falle die bekannte  $\delta$  – Phasenglühung bei 900 °C für 11h, durchgeführt, kann der Einfluss der Umformparameter auf die  $\delta$  – Ausscheidung dargestellt werden (siehe Abbildung 5.19). Direkt nach dem Stauchen sind keine Ausscheidungen erkennbar (siehe Abbildung 9.26). Die statistische Bewertung des Ausscheidungsanteils ist in Abbildung 5.20 dargestellt, während die Form und Größe der Ausscheidungen im Anhang dargestellt sind (siehe Abbildung 9.27). Es können Ausscheidungsanteile von 6-7% erreicht werden. Dabei ist zu berücksichtigen, dass die Auswertung der  $\delta$  – Phase in Bereichen inhomogener Kornstruktur bei kleinen Ausscheidungsgrößen fehleranfälliger ist als in homogenen Bereichen und bei großen Ausscheidungen. Eine eindeutige Tendenz ist trotzdem erkennbar. Wird davon ausgegangen, dass eine Veränderung der Glühzeit und Temperatur ebenfalls einen Einfluss haben, könnte eine optimale Kombination aus Stauch- und Glühparametern ermittelt werden, sodass neben einem ausreichend hohen Ausscheidungsanteil auch ein vollständig rekristallisiertes Gefüge vorliegt. Wie in obiger Abbildung erkennbar ist, sind der Ausscheidungs- und der RX-Anteil unter den gewählten Versuchsbedingungen gegenläufig.

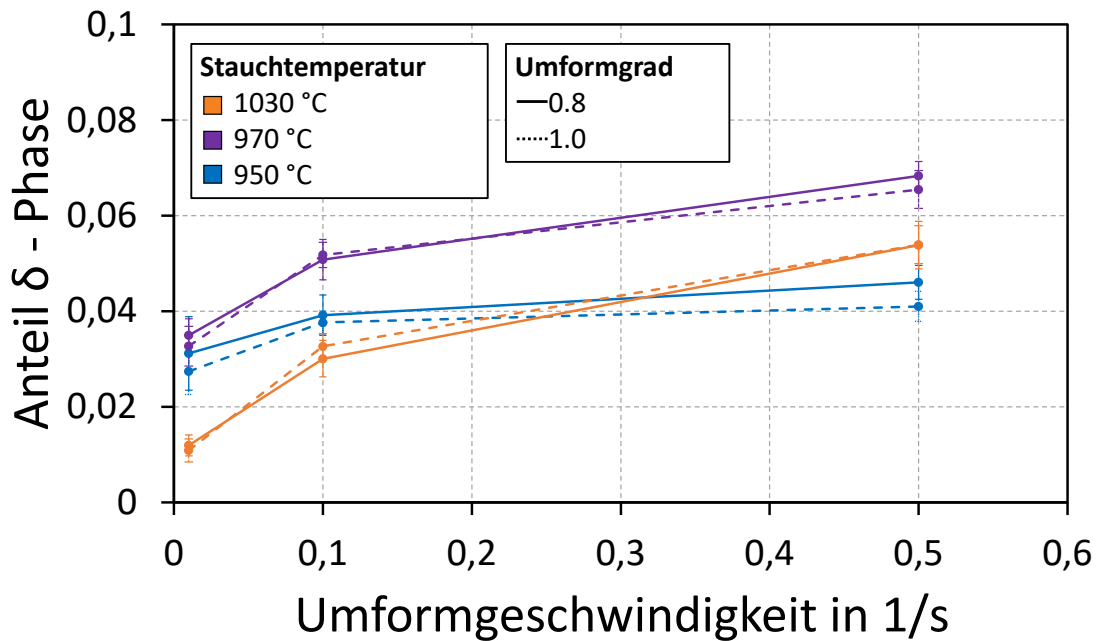


Abbildung 5.20: Entwicklung des  $\delta$ -Anteils in einer Kombination aus Umformung und Auslagerung. Die Auslagerung erfolgt bei 900 °C für 11h. Ergänzende Bewertungen der  $\delta$ -Phase sind in Abbildung 9.27 dargestellt. Die Standardabweichung bewertet den Unterschied zwischen den verschiedenen Bildern, deren Mittelwert gemittelt wird.

Wie in Abbildung 5.19 erkennbar ist, liegt keine Ausrichtung der  $\delta$ -Phase vor. Um dies zu erreichen wird ein dreistufiges Vorgehen angewandt. Die Ausscheidungskinetik wird durch einen ersten Stauchprozess (variabler Umformgrad  $\varphi=0.4, 0.6, 0.8$ ) beschleunigt. In der nachfolgenden Auslagerung wird  $\delta$ -Phase ausgeschieden. Anschließend wird erneut gestaucht ( $\varphi=1.0$ ), um die Ausscheidungen auszurichten. Wird bedacht, dass Hühnert [17] für Alloy 718Plus Proben aus einer fertigen Turbinenscheibe, die in mehreren Hieben geschmiedet wird, entnommen hat, scheint ein mehrstufiges Vorgehen auch für Alloy 780 angebracht. Die resultierenden Mikrostrukturen sind in Abbildung 5.21 dargestellt. Ein Vergleich der Mikrostrukturen vor dem Fertigstauchen ist in Abbildung 9.29 gegeben. Die Entwicklung der Ausrichtung ist in Form von Histogrammen in Abbildung 9.30 dargestellt. Die Entwicklung des Ausscheidungsanteils über die verschiedenen Prozessschritte ist in Abbildung 9.28 aufgeführt.

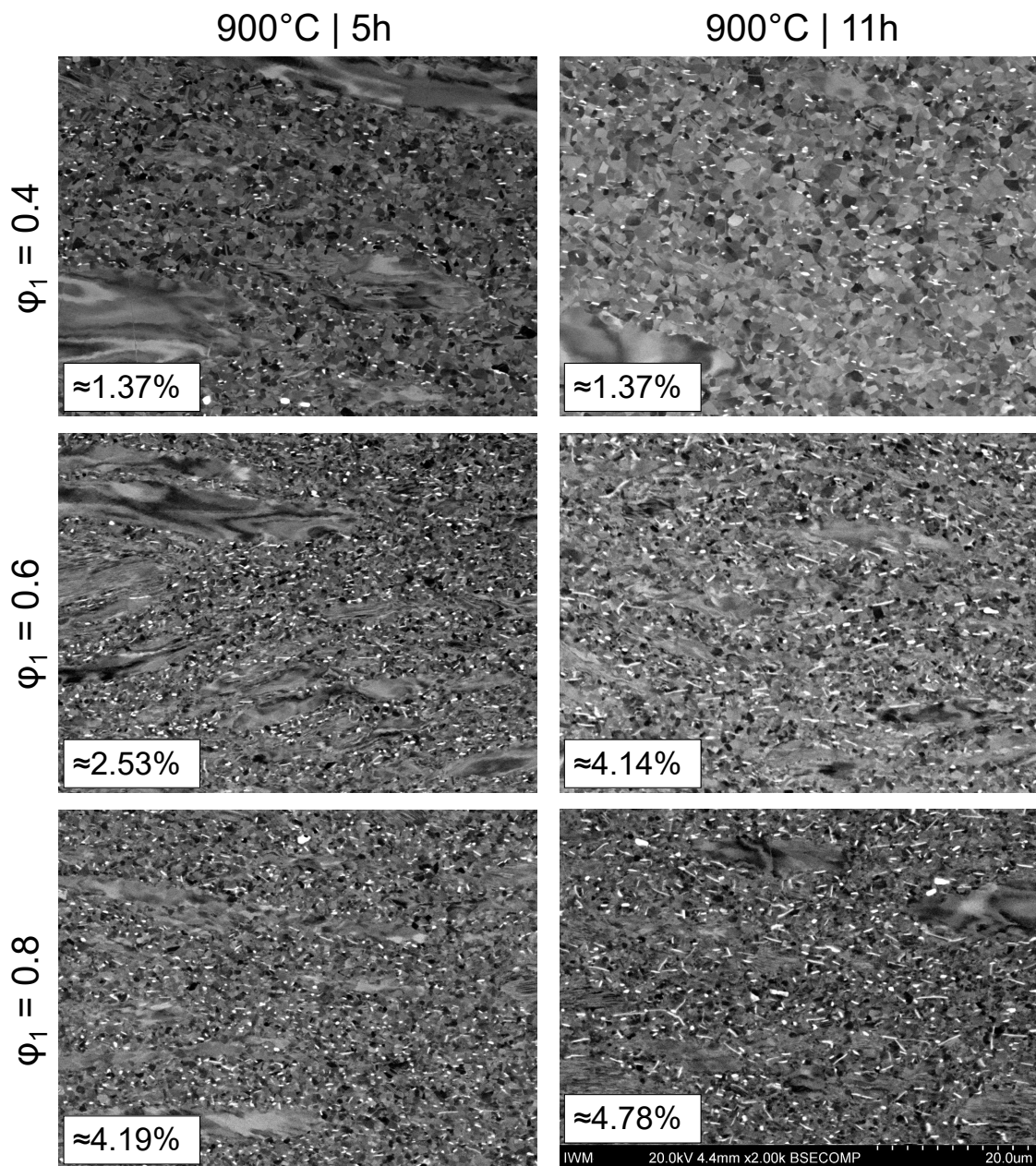


Abbildung 5.21: In Zylinderstauchversuchen ausgerichtete  $\delta$ -Phase in Alloy 780. Nach der Umformung ( $T_{\text{Stauch}} = 950 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $\dot{\varphi} = 0.1/s$ ) bis zu dem angegebenen Umformgrad wurden die Proben nach obigen Parametern geglüht und dann mit identischen Stauchparametern bis  $\varphi = 1.0$  fertig gestaucht. Ein Vergleich vor dem Fertigstauchen ist in Abbildung 9.29 zu finden. Für weitere Vergleiche wird auf Abbildung 9.28 bis Abbildung 9.30 verwiesen.

Mit den dargestellten Untersuchungen kann gezeigt werden, dass ein leichtes Anstauchen bereits eine Beschleunigung der Ausscheidungskinetik bewirkt. Beim Fertigstauchen wird die  $\delta$ -Phase ausgerichtet. Der Ausscheidungsanteil im Endzustand ist dabei geringer als direkt nach der Auslagerung. Dies kann auf die Dissipationswärme im Kern, die mit zunehmender Umformung beim Fertigstauchen größer wird, oder die Versuchsführung zurückgeführt wer-

den. So werden vermutlich Proben mit unterschiedlichen Ausgangsmikrostrukturen verwendet. Des Weiteren wurden die angestauchten Proben für die metallographische Analyse halbiert und dann im Ofen ausgelagert. Die Proben, an denen der Endzustand betrachtet wird, werden hingegen ungetrennt ausgelagert. Eine Übertragung des Vorgehens auf die Pancakefertigung scheint möglich.



# 6 Mechanische Eigenschaften und Ermüdungsrisswachstum von Alloy 780

In diesem Kapitel werden die Versuchsergebnisse der durchgeführten Zug- und Langrisswachstumsversuche sowie die Härtewerte vorgestellt. Die Risswachstumsversuche stellen den Schwerpunkt der durchgeführten Untersuchungen dar. Ergänzend werden die fraktographischen Ergebnisse vorgestellt.

## 6.1 Zugversuche

In Abbildung 6.1 ist die Bruchdehnung und Zugfestigkeit von Alloy 780 in Abhängigkeit der Temperatur dargestellt. In der Darstellung werden Proben aus verschiedenen Restmaterialbeständen eines Zustandes vermischt. Eine Aufschlüsselung der Versuchsbedingungen ist im Anhang in den Versuchstabellen (Tabelle 9.7 und Tabelle 9.8) dargestellt. Das für Nickelbasis-schmiedelegerungen typische Minimum in der Bruchdehnung ist zwischen 600 und 750 °C sichtbar.

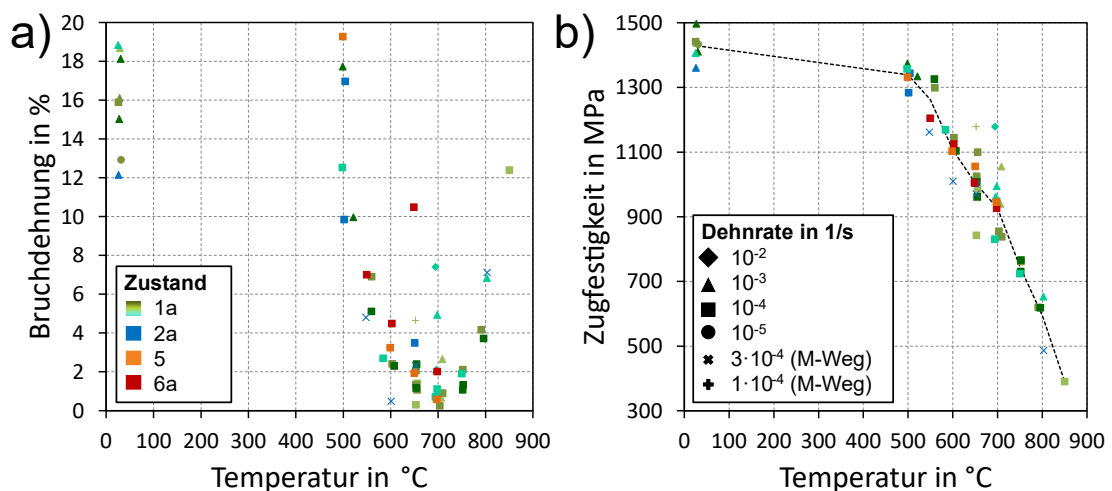


Abbildung 6.1: Abhängigkeit der a) Bruchdehnung und b) Zugfestigkeit von der Temperatur in Alloy 780. Ist ein M-Weg (Maschinenweg) als Regelgröße angegeben, so wurde die Geschwindigkeit der Traverse vorgegeben.

Der Einfluss der Dehnrates auf die Bruchdehnung in Alloy 780 bei 700 °C ist exemplarisch in Abbildung 6.2 dargestellt. Mit sinkender Dehnrates nimmt die Bruchdehnung ab.

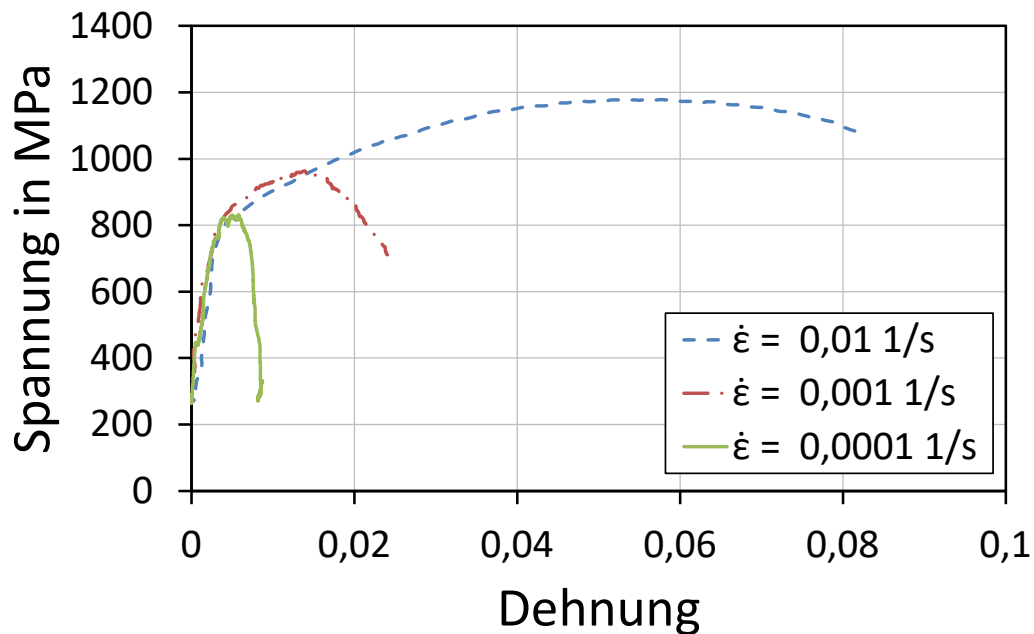


Abbildung 6.2: Dehnratenabhängigkeit der Bruchdehnung in Alloy 780 bei 700 °C.

Die Bruchflächen der zugehörigen Proben sind in Abbildung 6.3 in Form von REM-Aufnahmen dargestellt. Wie anhand des Querschnittes sichtbar wird, ist kaum eine Einschnürung erkennbar. Des Weiteren ist eine interkristalline Schädigung (blaue Bereiche) erkennbar, deren Anteil mit sinkender Dehnrates zunimmt. Ein Einfluss der Kornstruktur wird nicht gezielt untersucht. Wie in Abbildung 6.3 zu erkennen ist, weist die Bruchfläche der Probe, die mit der langsamsten Dehnrates getestet wurde, eine inhomogene Struktur auf.

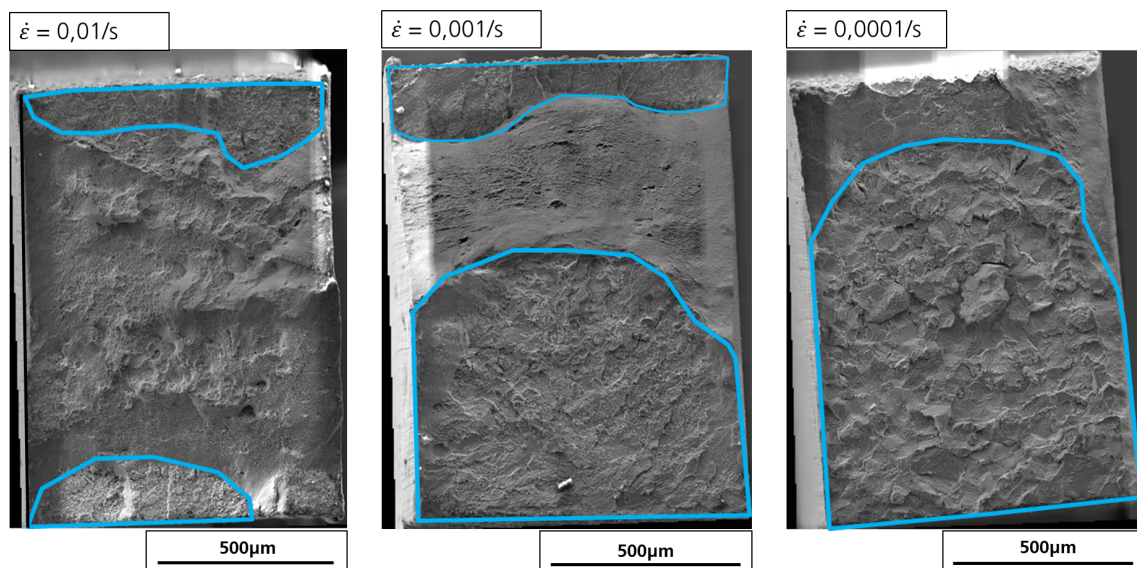


Abbildung 6.3: Bruchflächen der Zugversuche aus Abbildung 6.2.

Für den Zustand 4b wurden Versuche am End- und Zwischenzustand durchgeführt. Die Bruchdehnung und Zugfestigkeit sind in Abbildung 9.32 dargestellt. Der Endzustand weist eine höhere Zugfestigkeit, aber eine deutlich geringere Bruchdehnung auf. Die Zustände unterscheiden sich in der zweiten, kleinen  $\gamma'$ -Population, die nur im Endzustand vorhanden ist (siehe Abbildung 9.25).

## 6.2 Härte

Die Härtewerte der untersuchten Endzustände sind für die jeweiligen Zustände gemittelt in Abbildung 6.4 dargestellt. Zusätzlich sind die Mittelwerte nach Wärmebehandlungen sortiert, angegeben. Für einen direkten Vergleich mit der festigkeitssteigernden Phase ist deren Ausscheidungsanteil mit angegeben.

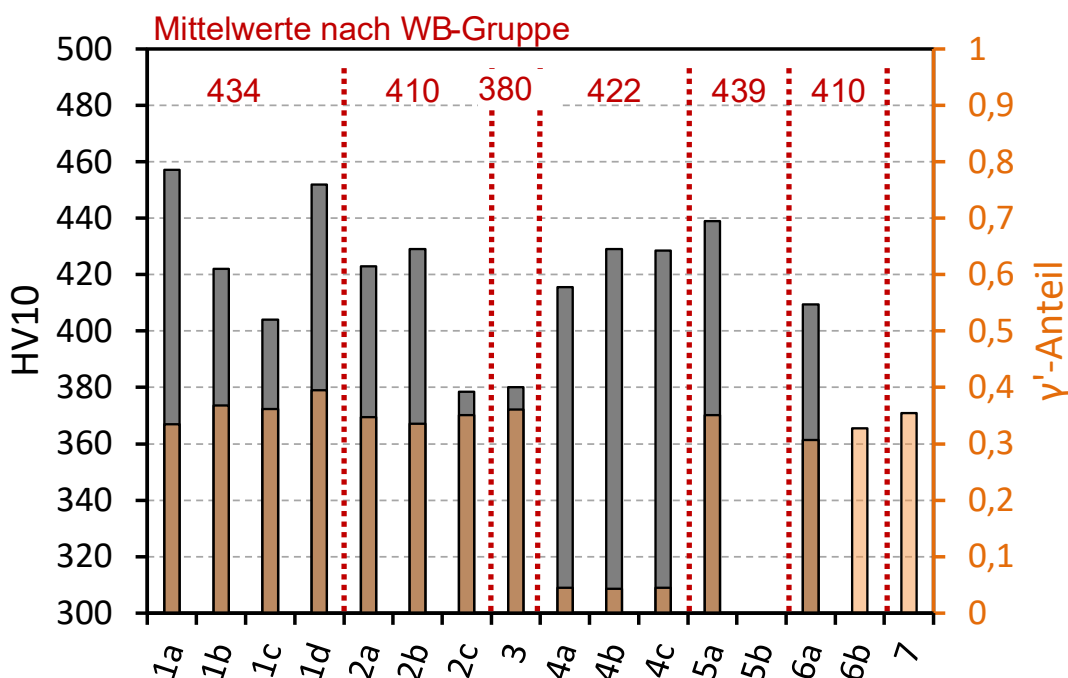


Abbildung 6.4: Härtewerte der untersuchten Zustände. Ebenfalls dargestellt sind die Mittelwerte nach Wärmebehandlungen sortiert und der  $\gamma'$ -Anteil. Der geringe Ausscheidungsanteil in Zust. 4 wird in Kapitel 5.1.4 erklärt.

Es ist keine klare Tendenz der Härte erkennbar. Die Härte ist nicht ausschließlich von der Wärmebehandlung abhängig. Auch ist kein direkter Zusammenhang mit dem Ausscheidungsanteil der  $\gamma'$ -Phase erkennbar. Die Zustände 3, 4 und 5 weisen bimodale  $\gamma'$ -Verteilungen auf, unterscheiden sich in der Härte aber nicht systematisch von den anderen Zuständen.

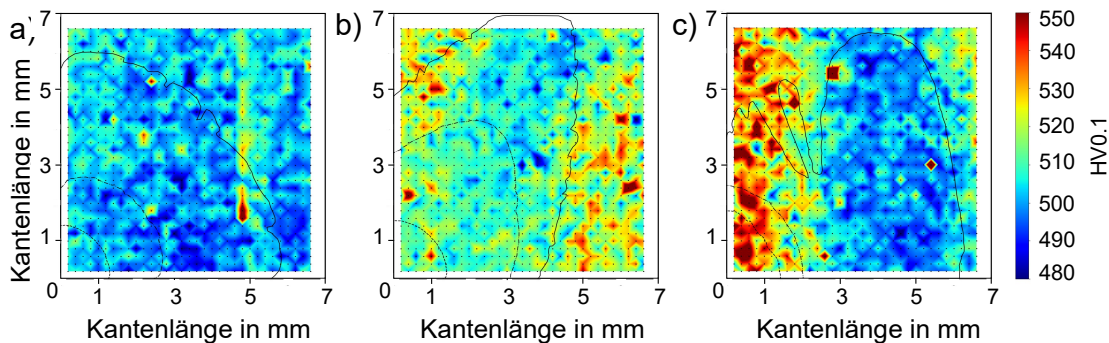


Abbildung 6.5: Härtemappings der Proben mit gezielt inhomogenem Gefüge. Dargestellt ist die Härte (HV0.1) für die Proben *Ref. Feinkorn*, *T2 Mischkorn* und *T4 Mischkorn* (von links nach rechts). Die Entwicklung der Rissfront ist als Overlay eingezeichnet. Die schwarzen Punkte repräsentieren die Messpositionen.

Für die Proben aus Zust. 1a, in denen die inhomogene Kornstruktur gezielt untersucht wird, sind die Härtemappings in Abbildung 6.5 dargestellt. Dargestellt sind HV0.1-Werte. Die Position und Orientierung der Härteeindrücke im Querschnitt wird berücksichtigt und ist durch schwarze Punkte in den Graphen festgehalten. Die Form des Anrisses (gestrichelt), eines Beachmarks (Strich-Punkt) und der Rissfront am Versuchsende (durchgezogene Linie) sind als schwarze Linien ebenfalls eingezeichnet. Die Darstellung der zugehörigen Kornstruktur erfolgt in Abbildung 7.9. Die Risswachstumsergebnisse werden in Abbildung 7.10 vorgestellt.

## 6.3 Ermüdungsrisswachstum

Die im vorangegangenen Kapitel dargestellten mikrostrukturellen Unterschiede zwischen den Zuständen zeigen sich nicht in den Risswachstumsergebnissen. Die Risswachstumsraten der unterschiedlichen Zustände unterscheiden sich nur unwesentlich. Deutlich erkennbar hingegen ist der Einfluss

- der Versuchstemperatur,
- der Haltezeit im Trapezzyklus,
- des Umgebungsmediums,
- des Schwellenwertverhaltens des zeitgetriebenen Risswachstums und
- der inhomogenen Kornstruktur.

Die Darstellung der Ergebnisse erfolgt anhand der obigen Systematik. Zu Beginn werden die Risswachstumsergebnisse an 1-1-1-1 Zyklen vorgestellt. Diese Kurven dienen als Referenz.

### 6.3.1 Referenzversuche

Für die Zustände 2b, c und Zust. 3 können axiale, radiale und tangentialen Proben untersucht werden. Des Weiteren liegen genügend Proben vor, um verschiedene Zyklenformen zu unter-

suchen. Die Ergebnisse der 1-1-1-1 Zyklen bei 700 °C und einem Belastungsverhältnis von  $R_\sigma = 0.1$  sind in Abbildung 6.6 dargestellt. Es ist weder ein Einfluss der Orientierung noch des Zustandes erkennbar. Letztere unterscheiden sich sowohl in der Korngröße (12 – 130  $\mu\text{m}$ ) als auch in der Ausprägung beider ausgeschiedener intermetallischer Phasen (siehe Tabelle 5.1 - Tabelle 5.4). Die Rissfronten in Zust. 2b, c und Zust. 3 sind, bis auf Ausnahmen mit leichten, asymmetrischen Tendenzen, viertelkreisförmig ausgeprägt (siehe Abbildung 9.1).

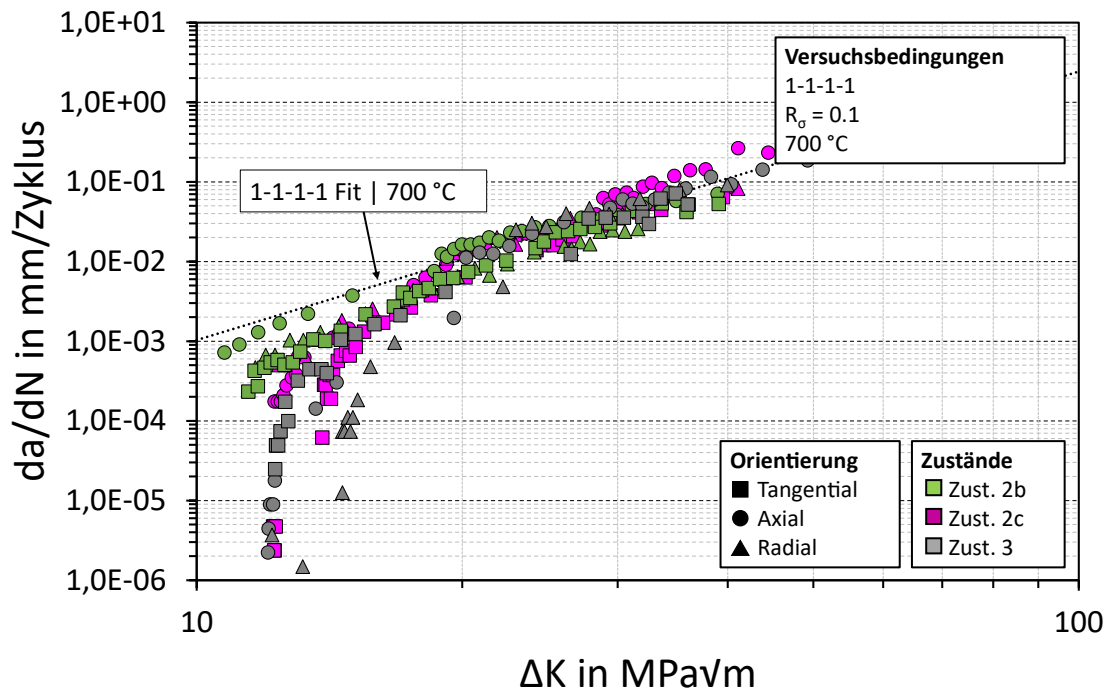


Abbildung 6.6: Risswachstumsraten von Zust. 2b, c und 3 mit einem 1-1-1-1 Zyklus. Die Versuche wurden bei 700 °C mit  $R_\sigma = 0.1$  durchgeführt.

Zusätzlich zu den Versuchsergebnissen ist die Paris – Anpassung der Versuchsgruppe dargestellt. Die Anpassung wurde in *Origin*® vorgenommen. Dazu wurde ein *Allometric Fit* gewählt (aus  $y = a \cdot x^b$  wird für das Risswachstum nach Paris  $da/dN = C \cdot \Delta K^m$ ). Die Parameter sind in Tabelle 9.9 zu finden.

### 6.3.2 Einfluss der Versuchstemperatur

Der Einfluss der Versuchstemperatur auf die Risswachstumsraten wurde für den Zustand 2c (Billetmaterial) für 1-1-1-1 und 1-120-1-1 Zyklen untersucht. Die Ergebnisse sind in Abbildung 6.7 dargestellt. Bei einer Versuchstemperatur von 500 °C sind die Risswachstumsraten beider Zyklusformen vergleichbar. Bei höheren Temperaturen liegen Unterschiede vor. Der Einfluss der Prüffrequenz ist somit temperaturabhängig und beginnt oberhalb von 500 °C.

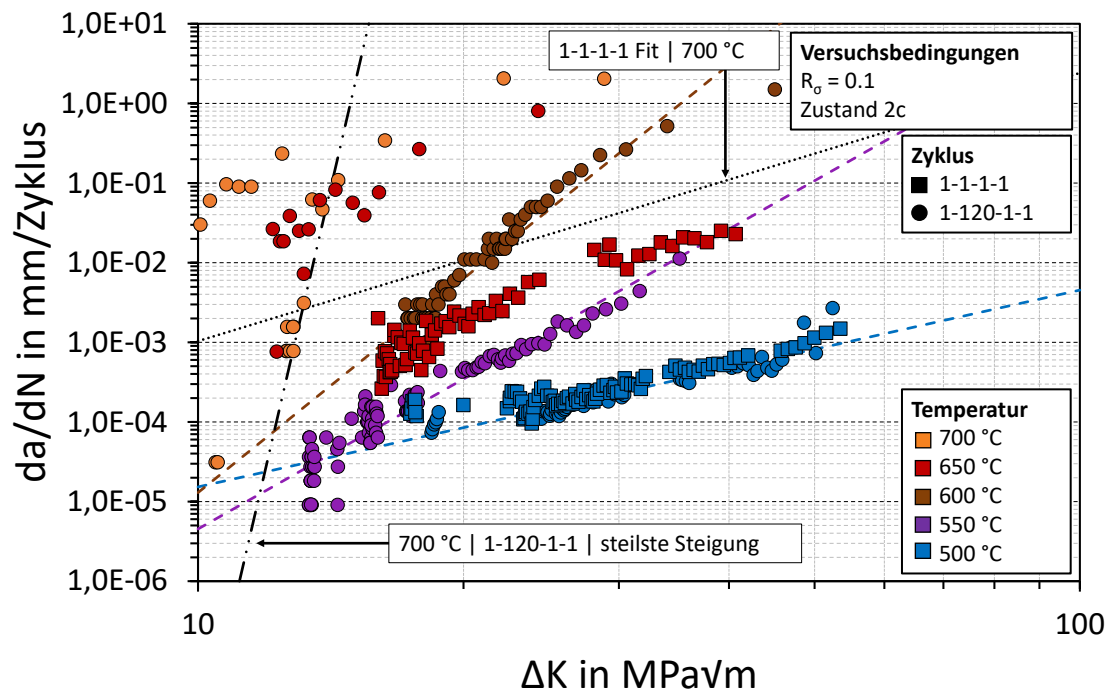


Abbildung 6.7: Einfluss der Temperatur auf die Risswachstumsraten. Die Versuche wurden bei 500 - 700 °C mit  $R_0 = 0.1$  und einem 1-1-1-1 oder 1-120-1-1 Zyklus durchgeführt. Es sind zwei Versuche bei 700 °C dargestellt.

Die 1-1-1-1 Zyklen zeigen eine Staffelung des Risswachstums in Abhängigkeit von der Temperatur. Die Steigung im Paris-Bereich scheint unabhängig von der Versuchstemperatur zu sein. Im Gegensatz dazu zeigen die Versuche mit Haltezeit einen Einfluss der Temperatur auf die Lastabhängigkeit im Versuch. Bis zu einer Versuchstemperatur von 600 °C nimmt die Steigung mit steigender Temperatur zu. Die Versuche bei 650 und 700 °C verhalten sich untereinander vergleichbar und gegenüber den tieferen Temperaturen scheinbar anders. Die Risswachstumsraten können in zwei Bereiche eingeteilt werden. Zu Beginn steigt die Kurve steil an. Im voranschreitenden Versuch flacht die Steigung ab und der Abstand der Datenpunkte und damit der Rissfortschritt pro Zyklus, wird größer. Da dieses Verhalten untypisch für das Langrisswachstum im Paris-Bereich ist, werden die verschiedenen Bereiche im folgenden kurz diskutiert, um ein besseres Verständnis der nachfolgenden Ergebnisse zu ermöglichen.

Wird der typische Verlauf einer Risswachstumskurve betrachtet (siehe Abbildung 2.11), kann der Anstieg zu Beginn als Schwellenwertverhalten interpretiert werden. Der nachfolgende Bereich mit flacherer Steigung wird folglich als Paris-Bereich betrachtet. Wird die Entwicklung der Steigung bei den niedrigeren Temperaturen dagegen mitberücksichtigt, kann der Kurvenverlauf aber auch anders interpretiert werden. Mit zunehmender Temperatur, erhöht sich die Steigung der Risswachstumskurven. Folglich scheint die Annahme gerechtfertigt, dass die Steigung im Paris-Bereich bei 650-700 °C ebenfalls höher ist als bei den geringeren Versuchstemperaturen. Wird der Kurvenverlauf bei den beiden höchsten Temperaturen betrachtet, liegt der Schluss nahe, dass der anfängliche Anstieg bei den Versuchen mit 650-700 °C als

Paris-Bereich zu interpretieren ist. Dieses Verhalten erscheint plausibel, wenn die letzten Datenpunkte der Versuche mit Haltezeit bei 550-600 °C betrachtet werden. Der Abstand der Punkte wird größer, so, wie es bei den höheren Temperaturen auftritt. Des Weiteren flacht die Steigung des 600 °C-Versuches bei diesen Punkten ebenfalls ab. Die Risswachstumsraten nähern sich einem oberen Grenzwert, der ebenfalls bei den höheren Temperaturen ersichtlich wird. Die Parisgerade beschreibt bei 550-600 °C die vorangegangenen Datenpunkte. Wird angenommen, dass dieses Verhalten mit steigender Temperatur zu kleineren SIF – Werten verschoben wird, kann geschlussfolgert werden, dass ab 650 °C der steile Anstieg zu Beginn den Paris-Bereich repräsentiert.

Mit diesem Ansatz ist erkennbar, dass die Steigung der Parisgerade bis zu Temperaturen zwischen 600 und 650 °C zunimmt und dort in einen oberen Grenzwert zu laufen scheint. Dieser ist in Abbildung 6.7 mit 700 °C | 1-120-1-1 | *steilste Steigung* gekennzeichnet<sup>1</sup> (schwarze Strich-Punkt-Punkt Linie). Die Anpassung dieser Kurve erfolgt an Versuchen, die in Abbildung 6.8 dargestellt werden. Sie repräsentiert die steilste Steigung der Versuchsgruppe bei 700 °C unter Verwendung eines 1-120-1-1 Zyklus. Diese Versuchsgruppe wird im folgenden Kapitel vorgestellt. Eine Diskussion der Steigungen erfolgt in Kapitel 7.2.

### 6.3.3 Einfluss der Haltezeit

Der im vorangegangenen Kapitel angedeutete Haltezeiteinfluss wird in diesem Abschnitt für Versuche bei 700 °C näher beleuchtet. Dafür werden Haltezeitversuche aller Zustände betrachtet<sup>2</sup> und mit der bekannten 1-1-1-1 Anpassung verglichen. Die Ergebnisse für Proben mit homogener Kornstruktur sind in Abbildung 6.6 dargestellt. Die Versuche mit Haltezeit weisen höhere Risswachstumsraten auf (teilweise  $\approx 1$  mm/Zyklus). Ein optischer Eindruck der hohen Risswachstumsraten ist mit Kamerabildern, die während des Versuchs aufgenommen wurden, in Abbildung 9.6 dargestellt.

Eine Paris-Anpassung für alle Datenpunkte zusammen ist nur bedingt repräsentativ, wie bereits in Kapitel 6.3.2 angedeutet wurde. Für eine detaillierte Beschreibung und bessere Vergleichbarkeit mit der Literatur werden mehrere Paris-Anpassungen für die Haltezeitversuche eingeführt. Die *steilste Steigung* des anfänglichen Kurvenanstieges ist bereits aus Kapitel 6.3.2 bekannt. Diese wird durch die *geringste Steigung*, die den späteren Kurvenverlauf auf einem hohen Risswachstumsratenniveau beschreibt, ergänzt. Somit können die zwei verschiedenen Bereiche der Kurvenschar dargestellt werden. Die unterschiedlichen Anpassungen repräsentieren verschiedene Risswachstumsverhalten. Der Bereich der flachen Steigung stellt einen vollständig zeitabhängigen Rissfortschritt dar. Die andere Anpassung repräsentiert eine Mischung

---

<sup>1</sup> Eine separate Anpassung des dargestellten Haltezeitversuches bei 650 °C wird nicht gezeigt. In Tabelle 9.10 wird dafür die Anpassung einer *flachen Steigung* gegeben.

<sup>2</sup> Die Versuche bei 700 °C mit 120 s Haltezeit, die bereits in Abbildung 6.10 dargestellt wurden, sind in diesem Kapitel ebenfalls enthalten.

aus zyklus- und zeitabhängigem Risswachstum, in der der zeitabhängige Anteil zunimmt. Die Diskussion und Herleitung dieser Aufteilung erfolgt in Kapitel 7.2.

Für einen Vergleich mit der Literatur wird eine weitere Anpassung, die *Untere Begrenzung*, eingeführt. Diese stellt die untere Einhüllende des zeitabhängigen Risswachstums dar. Somit liegt neben obigen Anpassungen eine Repräsentation des bestmöglichen, zeitabhängigen Risswachstums vor. Warum das bestmögliche Risswachstum zur Einordnung gewählt wird, wird bei einem Vergleich mit den Literaturdaten von Alloy 718, Alloy 718Plus, U 720Li und Waspaloy in Kapitel 7.2.3 ersichtlich.

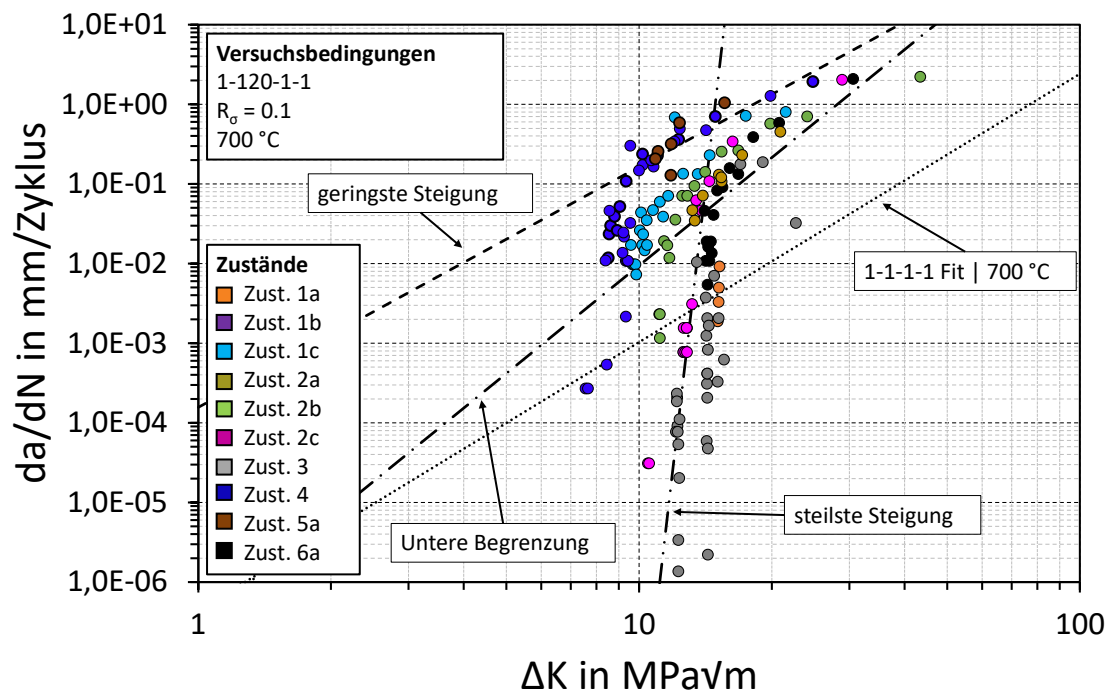


Abbildung 6.8: Einfluss der Haltezeit eines 1-120-1-1 Zyklus auf das Risswachstum. Die Versuche wurden bei 700 °C mit  $R_\sigma = 0.1$  durchgeführt.

In den dargestellten Ergebnissen werden die verschiedenen Probenorientierungen vermischt, da, genau wie bei den 1-1-1-1 Versuchen, kein systematischer Unterschied vorliegt. Die Rissfronten sind analog zu den Versuchen bei Temperaturen unterhalb von 700 °C (siehe Abbildung 9.2) und den 1-1-1-1 Versuchen viertelkreisförmig oder leicht elliptisch. Ein Einfluss der verschiedenen Zustände ist nicht erkennbar. Somit haben auch hier weder die Korngröße noch die Intermetallischen Phasen einen Einfluss. Eine Ausnahme stellen die Zustände mit WB4 und Zust. 1c dar. In diesen scheint der steile Anstieg der Risswachstumsraten etwas geringer ( $\leq \Delta K = 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) zu liegen. Der Grund des früheren Anstiegs liegt unter anderem in der gewählten Startbelastung (siehe Tabelle 9.1 - Tabelle 9.4) und wird in Kapitel 7.2 erläutert.

Ein ebenfalls abweichendes Risswachstumsverhalten zeigen drei der vier Versuche des Zustandes 2a. Die Versuche sind separat in Abbildung 6.9 dargestellt. Anfänglich ist das Risswachstum

langsam. Ab einem spezifischen SIF zeigen die Daten einen schnellen Anstieg der Risswachstumsgeschwindigkeit auf ein Niveau der anderen Versuche mit Haltezeit bei 700 °C. Die Risswachstumskurven können somit in drei Bereiche eingeteilt werden. Der Anstieg der Risswachstumsraten und das Abflachen der Steigung auf einem hohen Niveau sind bereits von den anderen Experimenten mit den gleichen Versuchsbedingungen bekannt. Die anfänglich geringen Risswachstumsgeschwindigkeiten stellen den dritten Bereich dar. Diese liegen auf der Anpassung der 500 °C-Versuche beider Zyklusarten. Dort ist das Risswachstum zyklusabhängig. Der Rissfortschritt beginnt also zyklusabhängig und entwickelt sich über eine Mischform hin zum vollständig zeitabhängigen Risswachstum. Dies wird genauer in Kapitel 7.2 erläutert.

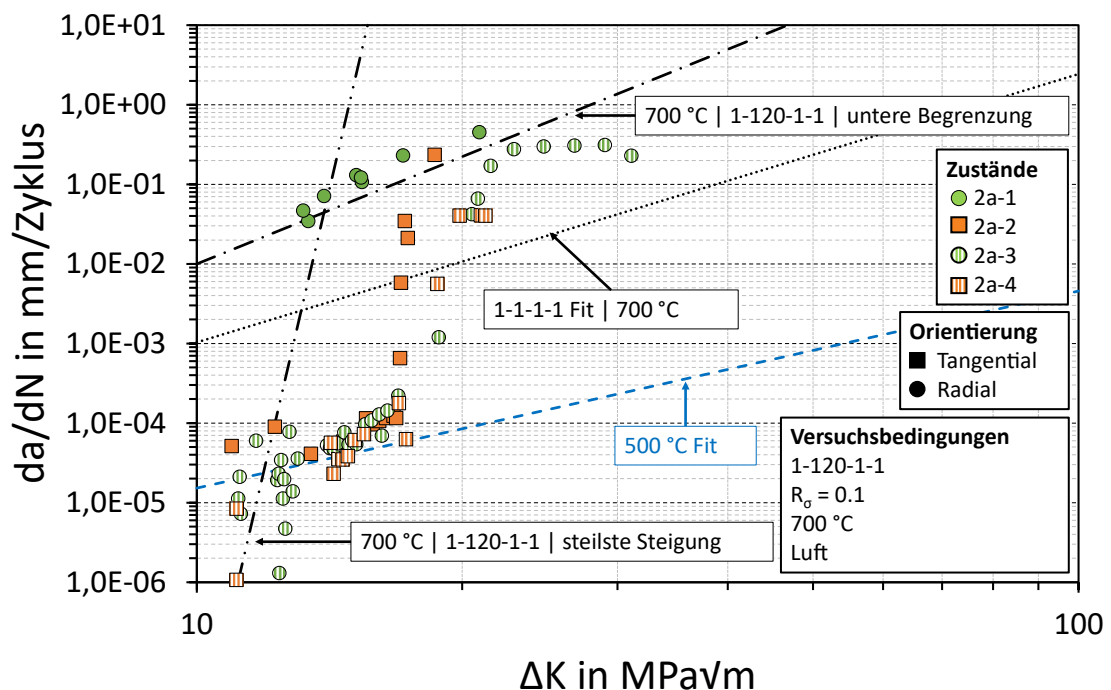


Abbildung 6.9: Versuche, deren Risswachstumsraten einen Übergangsbereich zeigen. Die Versuche sind aus Zustand 2a und wurden bei 700 °C mit einem 1-120-1-1 Zyklus durchgeführt. Die 500 °C-Anpassung ist sowohl für 1-1-1-1 als auch für 1-120-1-1 Zyklen gültig und aus Abbildung 6.7 entnommen.

Dieser Übergang kann ebenfalls auf der Bruchfläche erkannt werden. So zeigen die Proben mit Übergangsbereich einen beachmarkartigen Ring (Abbildung 9.10, Zust 2a-2, 2a-3 und 2a-4). In diesen Versuchen wurde allerdings kein Beachmark eingesetzt. In den Versuchen wurde ein zweistufiges Anschwingen verwendet. Der farbliche Wechsel des Übergangsbereichs ist somit der dritte Ring<sup>3</sup>, wenn von der Kerbe gestartet wird. Die Risslänge dieses Ringes entspricht der Risslänge, die vorliegt, wenn die Risswachstumsraten den Übergangsbereich zeigen. Eine Erklärung des Übergangsverhaltens erfolgt in Kapitel 7.2.2.

<sup>3</sup> Ring 1: 1. Stufe des Anschwingens; Ring 2: 2. Stufe des Anschwingens (Das Anschwingen erfolgt bei RT und mit hoher Frequenz, sodass ein transkristalliner Bruch entsteht.)

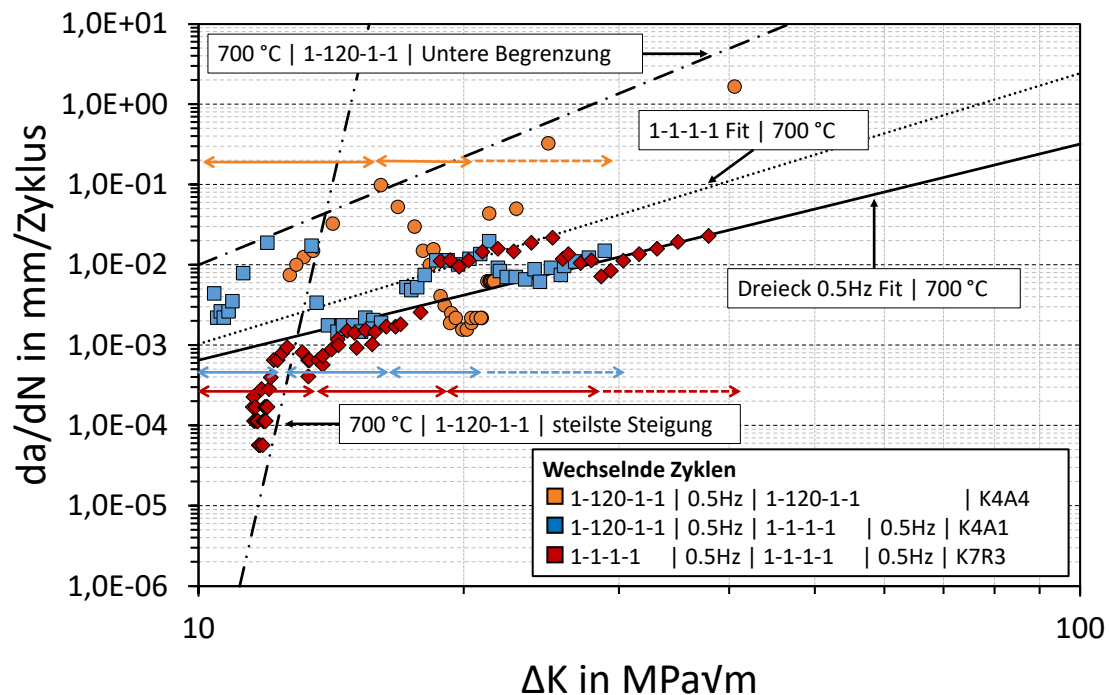


Abbildung 6.10: Einfluss einer wechselnden Zyklusform auf die Risswachstumsraten. Alle Versuche wurden bei 700 °C durchgeführt. Die Proben gehören zu Zustand 2c. Der Probenname ist in der Legende angegeben. Die verschiedenen Zyklusbereiche eines Versuches sind mit Pfeilen angedeutet.

Neben einer vergleichenden Darstellung der 1-1-1-1 und 1-120-1-1 Tests, wird ein weiterer Einblick in den Einfluss einer wechselnden Testfrequenz in Abbildung 6.10 dargestellt. Analog zu Untersuchungen an Alloy 718 von Gustafsson et. al. [131], [10], [95] wird die Zyklusform innerhalb eines Versuches verändert. Die untersuchten Proben gehören zu Zust. 2c und wurden bei 700 °C getestet. Die Bereiche der verschiedenen Zyklen sind mit gleichfarbigen Pfeilen angedeutet. Zwischen den verschiedenen Bereichen bildet sich ein Übergangsbereich aus (siehe Abbildung 9.14). In diesem ist zu erkennen, dass die Risswachstumsraten nach einem Wechsel zu einer höheren Prüffrequenz anfänglich ein schnelleres Risswachstum zeigen, als für diese Frequenz üblich ist.

Abgesehen davon, ist an dieser Stelle eine Übereinstimmung der untersuchten Zyklusformen mit den bereits vorgestellten Frequenzen ersichtlich. Des Weiteren werden die Rissfortschrittsraten der bisher noch nicht untersuchten Dreieckszyklen mit 0.5 Hz leicht unterhalb der 1-1-1-1 Zyklen eingeordnet. Dies entspricht somit der Erwartungshaltung in Hinblick auf die Reihenfolge der Zyklusstaffelung [76].

### 6.3.4 Einfluss des Umgebungsmediums

Der Einfluss des Umgebungsmediums wird in Abbildung 6.11 ersichtlich. Alle dargestellten Versuche wurden bei 700 °C mit einem 1-120-1-1 Zyklus und  $R_0 = 0.1$  durchgeführt. Die Riss-

wachstumsraten im Vakuum liegen unterhalb der Luftversuche bei 700 °C und sind vergleichbar mit denen bei 500 °C an Luft. Der Einfluss des Sauerstoffs<sup>4</sup> in der Umgebung ist somit deutlich zu erkennen. Die Legierung Alloy 780 verhält sich also ähnlich zu den gewählten Vergleichslegierungen. Ein direkter Vergleich erfolgt in Kapitel 7.2.

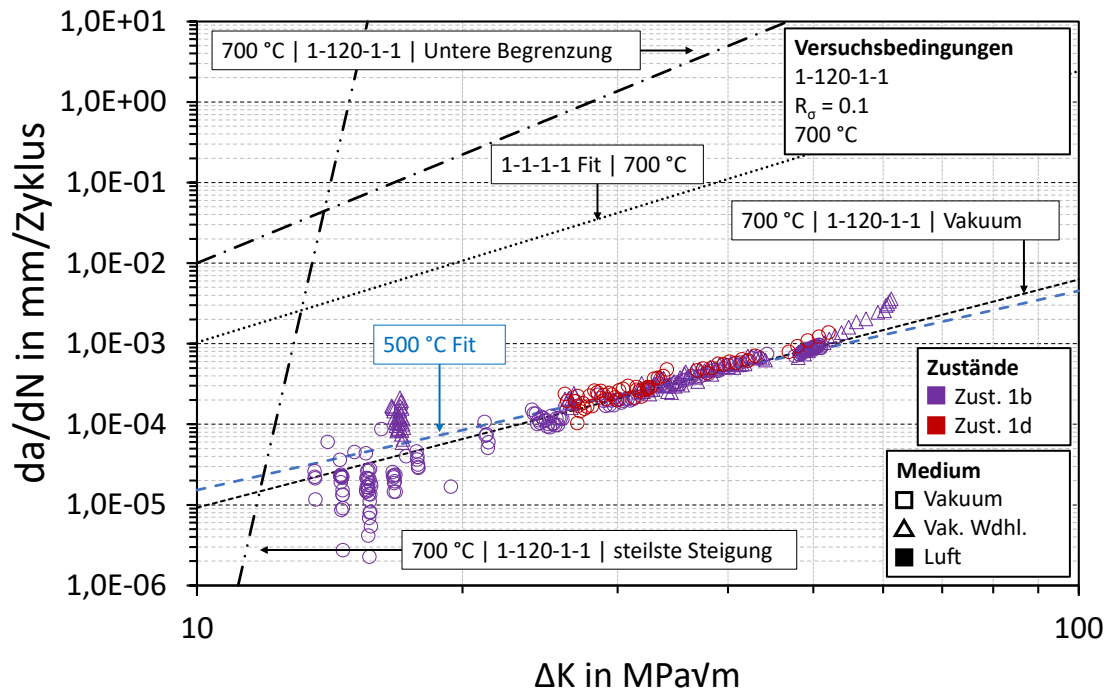


Abbildung 6.11: Einfluss des Umgebungsmediums auf die Risswachstumsraten. Die Versuche wurden bei 700 °C mit  $R_\sigma = 0.1$  und einem 1-120-1-1 Zyklus durchgeführt.

Die untersuchten Risswachstumsraten im Vakuum liegen deckungsgleich. Es scheint somit keinen Unterschied zwischen den Zuständen zu geben. Auf Grund der geringen Versuchsanzahl ist dies lediglich als Vermutung zu betrachten. Die etwas größeren Lücken oder Sprünge in den Datenpunkten der Vakuumversuche entstehen durch die Beachmarks, die in den Versuchen eingesetzt wurden. Diese sind auf den Bruchflächen als helle Streifen erkennbar (siehe Abbildung 9.3). Des Weiteren zeigen die Rissfronten über den gesamten Versuch hinweg eine viertelkreisförmige Ausprägung, die bei CC-Proben zu erwarten ist. Eine Oxidation der Bruchflächen, die an Luft zu farbigen Verläufen führt, ist bei den Proben im Vakuum nicht zu erkennen.

### 6.3.5 Schwellenwertverhalten des zeitgetriebenen Risswachstums

Die Kombination aus Versuchstemperatur, Haltezeit- und Umgebungseinfluss ist im Schwellenwertverhalten des zeitabhängigen Risswachstums sichtbar. Die Ergebnisse der in Kapi-

<sup>4</sup> Annahme basierend auf der Literatur (siehe Kapitel 2.3.2). Eine Stickstoffatmosphäre wird in dieser Arbeit nicht untersucht.

tel 4.2.4 beschriebenen Versuche sind in Abbildung 6.12 dargestellt. In Abbildung 6.12b ist die Entwicklung von  $K_{max}$  in Abhängigkeit der Temperaturstufen für einen ausgewählten Versuch dargestellt. Vergrößerte Auszüge des Diagramms, die den Start des Risswachstums in den letzten drei Laststufen zeigen, sind in Abbildung 9.34 im Anhang dargestellt. Steigt die Risslänge innerhalb einer Stufe an, wird die Startbelastung der Stufe als  $K_{th,O_2}$  angenommen. Für verschiedene Zustände sind die Ergebnisse in Abbildung 6.12a zusammengestellt. Diese wurden um die Ergebnisse aus einem Verbund<sup>5</sup> aus Einzelversuchen (graue Rauten) ergänzt. Auf Grund der geringen Probenanzahl ist die Aussage kritisch zu bewerten. Dies gilt auch für die Ermittlung des gewählten  $K_{th,O_2}$  – Wertes. Für diesen liegt kein objektives Kriterium wie eine Mindest-Risswachstumsgeschwindigkeit oder Steigung vor. Die Wahl erfolgt händisch. Daher wird ein Fehler von ungefähr  $\pm 1$  Stufe angegeben, sowohl für die Temperatur als auch für die Belastung.

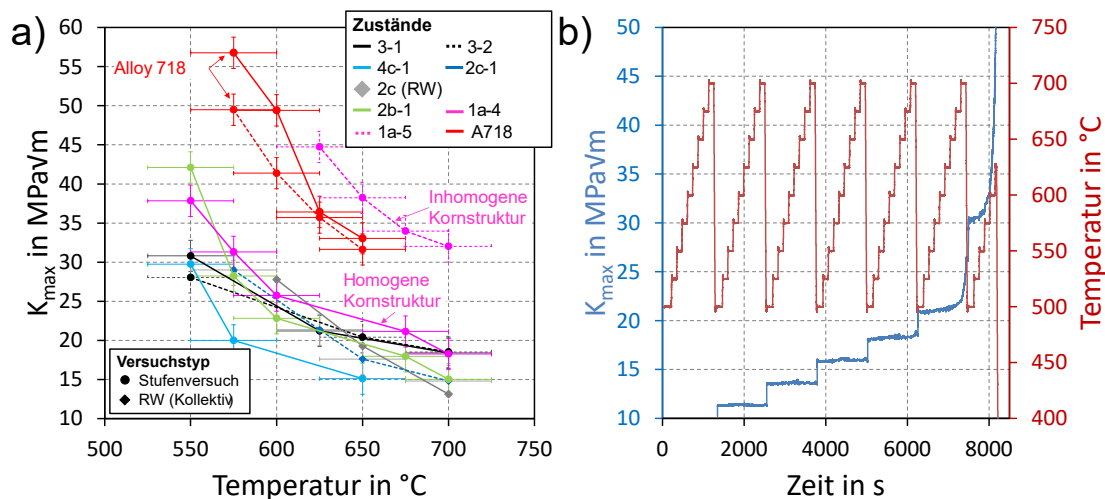


Abbildung 6.12: Temperaturabhängiger Schwellenwert gegen die Sauerstoffversprödung a) und eine exemplarische Entwicklung von  $K_{max}$  im Versuch b). Die Fehler sind händisch gewählt und entsprechen  $\pm 25$  °C und  $\pm 2$  MPa√m (ca.  $\pm 1$  Stufe). Diese ergeben sich aus der Ungenauigkeit in der optischen Erkennung. Die Kurve 2c (RW) ergibt sich aus den in Abbildung 7.5 dargestellten Kurven (Start des exponentiellen Wachstums in einer Haltezeit). In 2a (RW) sind die Versuche aus Abbildung 9.9 einzeln dargestellt.

Die Ergebnisse der verschiedenen Zustände von Alloy 780 liegen auf einem vergleichbaren Niveau. Definitive Aussagen über mikrostrukturelle Charakteristika wie die Korngröße oder die Ausprägung der  $\delta$  – Phase sind somit nicht möglich. Erkennbar ist allerdings, dass für alle untersuchten Zustände mit homogener Kornstruktur ein geringer  $K_{max}$  – Wert als  $K_{th,O_2}$  vorliegt. So setzt das zeitgetriebene Risswachstum bei 700 °C bereits unterhalb von  $K_{max} = 20$  MPa√m ein. Im Vergleich dazu beginnt dieses Wachstum bei der etablierten Legierung Alloy 718 erst oberhalb von  $K_{max} = 30$  MPa√m. Dabei ist zu berücksichtigen, dass diese bei 650 °C eingesetzt

<sup>5</sup> Die Datenpunkte wurden aus Risswachstumsversuchen des Zustandes 2c bei verschiedenen Temperaturen entnommen. Die Versuche sind ANC2 K6T4, ANC2 K4A8 und ANC2 K6T1.

wird. Eine vergleichbare Belastung erträgt Alloy 780 allerdings nur bei  $T < 600$  °C. Eine Aussage über die Entwicklung der Risswachstumsgeschwindigkeit nach Überschreiten des Grenzwertes in der entsprechenden Stufe wird dabei nicht berücksichtigt. Vergleichbar zu Alloy 718 scheint nur eine Probe mit inhomogener Kornstruktur aus Zust. 1a (1a-5) zu sein. Dies wird auch bei einer Betrachtung der Risswachstumsversuche deutlich, die im nächsten Kapitel erfolgt.

### 6.3.6 Versuche mit inhomogener Kornstruktur

Die Versuche mit inhomogener Kornstruktur zeigen ein abweichendes Risswachstumsverhalten und werden daher gesondert in Abbildung 6.13 vorgestellt. Die zugehörigen Kornstrukturen und Bruchflächen sind in Abbildung 5.2 dargestellt. Diese Versuche werden alle mit einem 1-120-1-1 Zyklus durchgeführt. Die Versuche Zust. 1a-2, 1a-3 und Zust. 7 wurden bei 650 °C untersucht, während die anderen Proben bei 700 °C getestet wurden<sup>6</sup>. Trotz vergleichbarer Versuchsbedingungen und Zugehörigkeit zu bereits in obiger Systematik eingeordneten Zuständen zeigen die Risswachstumsraten einen deutlich anderen Verlauf. Die Versuche aus Zust. 1a und 6b weisen zu Beginn geringe, mit den Vakuumversuchen vergleichbare Risswachstumsgeschwindigkeiten auf. Im Verlauf des Versuches nähern sie sich aber den schnellen Wachstumsraten der Luftversuche bei 700 °C mit einem 1-120-1-1 Zyklus an. Die Ergebnisse für Zustand 7 (bei 650 °C getestet) weisen einen untypischen Verlauf mit zwischenzeitlich sinkenden Risswachstumsraten auf.

---

<sup>6</sup> In der Versuchstabelle sind die hier aufgeführten Proben des Zustandes 1a wie folgt gelistet: Zust. 1a-1: ANC1 P3R1, Zust. 1a-2: ANC1 P1R1, Zust. 1a-3: ANC1 P2R1

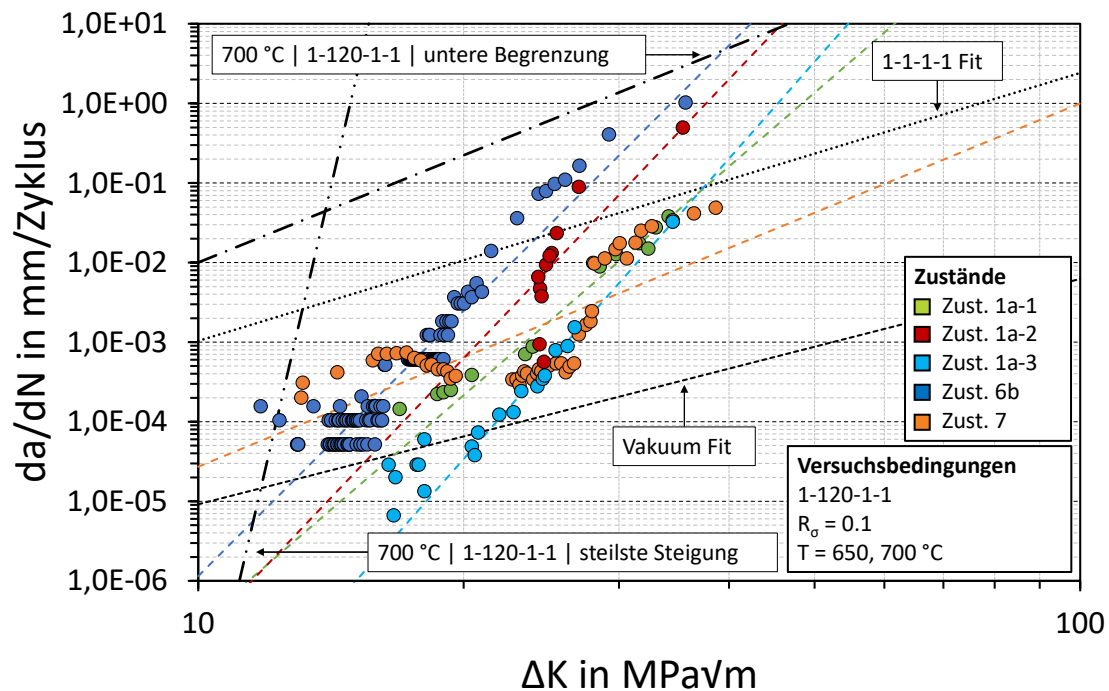


Abbildung 6.13: Versuche an Luft mit langsamen Risswachstumsraten. Alle Versuche sind mit 1-120-1-1 Zyklen durchgeführt worden. Die Versuche aus Zust. 7, Zust.1a-2 und Zust. 1a-3 wurden bei 650 °C getestet, die anderen Versuche bei 700 °C. Die gleichfarbigen Linien stellen die Paris-Anpassungen der jeweiligen Versuche dar.

Eine versuchsübergreifende Gemeinsamkeit im Risswachstum ist nicht erkennbar. Die Zustände 6b, 1a-2 und 1a-3 zeigen vergleichbare Steigungen, sind aber parallel verschoben, während Zust. 1a-1 und 7 auch abweichende Steigungen aufweisen. Gemeinsam ist diesen Versuchen aber allen, dass die Bruchflächen asymmetrisch ausgeprägt sind. Dies deutet auf lokal unterschiedliche Rissfortschrittsraten hin. Die Aufklärung der Asymmetrie hilft somit bei der Ursachenfindung des abweichenden Risswachstums. Durch die eingebrachten Beachmarks und die Beobachtung der Seitenflächen mit Kameras kann die Entwicklung der Rissform nachvollzogen werden. Mit diesen Informationen kann die lokale Mikrostruktur untersucht und korreliert werden. Dies wird durch die Bewertung der fraktographischen Untersuchungen, die im nächsten Kapitel erfolgen, unterstützt.

## 6.4 Fraktographie

Die Bruchart (transkristallin oder interkristallin) der verschiedenen Proben wird im REM durch eine Draufsicht der Bruchflächen oder durch EBSD-Aufnahmen senkrecht zur Bruchebene (M2 – Schliffe) ermittelt. In Abbildung 6.14 sind die auftretenden Brucharten dargestellt. Unabhängig von der Korngröße, zeigen Versuche, die im Vakuum durchgeführt wurden, eine transkristalline Schädigung. Auf der Bruchfläche sind Schwingstreifen und Nebenrisse in Tieferichtung erkennbar. Versuche an Luft zeigen eine abweichende Bruchart bei 700 °C und

Zyklen mit Haltezeiten. In Abbildung 6.14d ist die interkristalline Schädigung in Zustand 2c erkennbar. Der Luftsauerstoff führt also zu einer Sauerstoffversprödung der Korngrenzen. Damit zeigt Alloy 780 sowohl an Luft als auch im Vakuum das gleiche Versagensverhalten wie Alloy 718 [132]. Ebenfalls sichtbar sind Nebenrisse in Belastungsrichtung, die auch interkristallin zu verlaufen scheinen. Des Weiteren sind oxidierte Karbide auf der Bruchfläche sichtbar. Eine höhere Auflösung dieser Oxide ist für eine bei 600 °C getestete Probe in Abbildung 9.4 dargestellt.

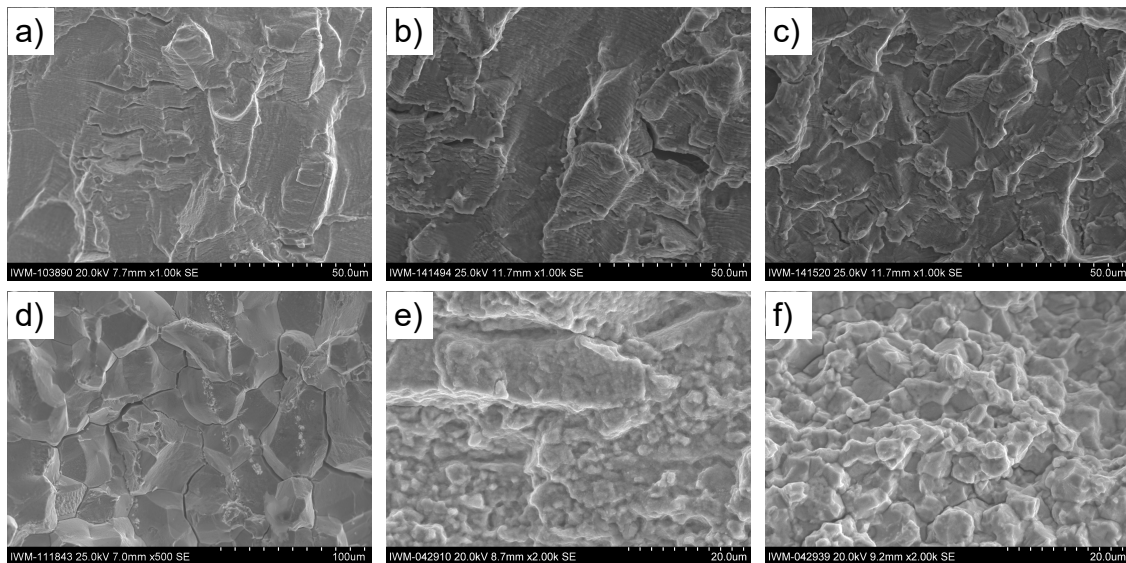


Abbildung 6.14: Vergleich der Bruchart für Versuche im Vakuum (a-c) und an Luft (d-f). (a-b) Zustand 1b. c) Zustand 1d. d) Zustand 2c. e) Zustand 1a – Mischgefüge. f) Zustand 1a – Feinkornbereich. Alle Versuche wurden mit einem 1-120-1-1 Zylus bei 700 °C durchgeführt.

Für Zustand 1a ist ebenfalls eine interkristalline Schädigung zu erkennen (siehe Abbildung 6.14e-f). Die unrekristallisierten, großen Körner werden überwiegend transkristallin durchtrennt (siehe auch Abbildung 9.16 – anderer Zustand). Allerdings wirken die Korngrenzen dieses Zustandes nicht so freigelegt und gerade wie in Zustand 2c. Auch ist innerhalb des Zustandes ein Unterschied erkennbar. Die Korngrenzen aus dem Mischkornbereich sind kaum als solche erkennbar. Sie sind vergleichbar zu Literaturdaten von U 720Li [133]. Die Zustände, in denen diese *diffusen* Korngrenzen auftreten, sind in Abbildung 9.5 zusammengefasst. In Abbildung 9.11 ist ein Übergang in der *Diffusität* innerhalb eines Versuches zu erkennen. Die zugehörige Probe zeigt einen Übergangsbereich in den Risswachstumsraten (siehe Abbildung 6.9). Der dargestellte Bereich auf der Bruchfläche entspricht vermutlich dem Moment dieses Übergangs. Da der Übergangsbereich auf der Bruchfläche nur wenige Mikrometer groß ist, ist eine exakte Korrelation mit den Risswachstumsraten nicht möglich.

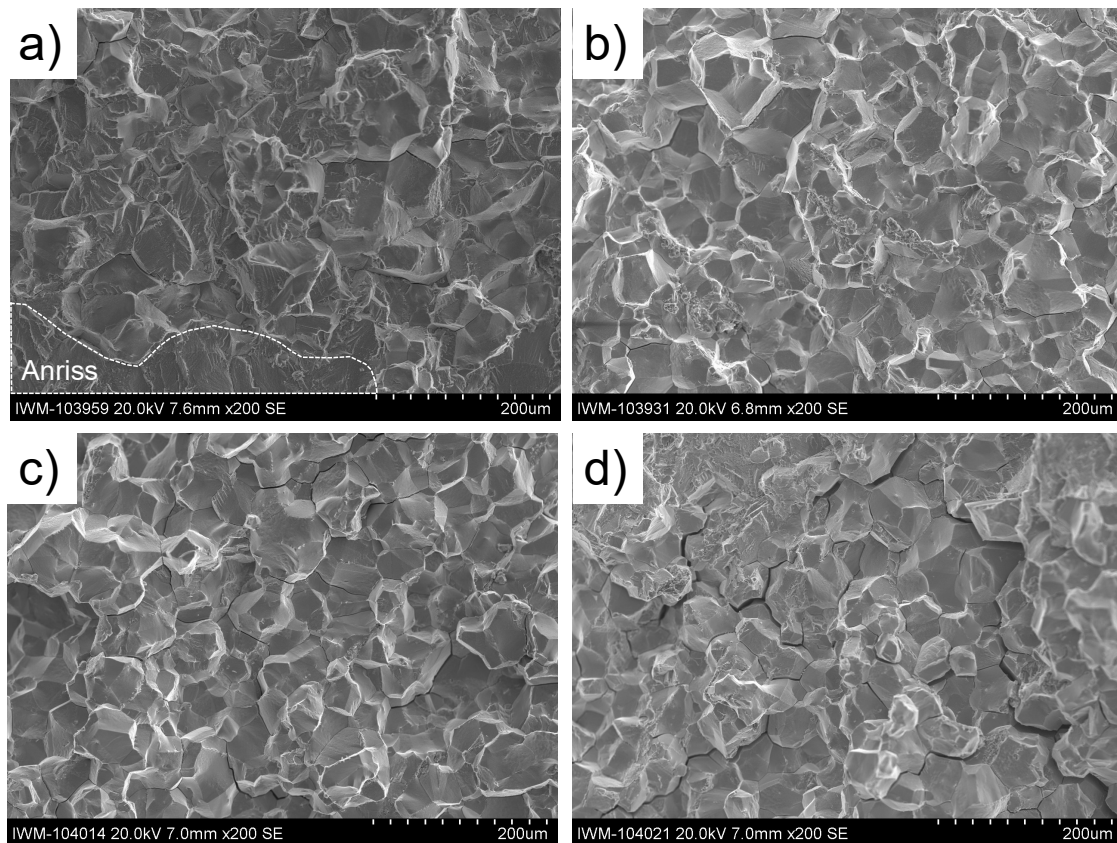


Abbildung 6.15: Temperaturabhängigkeit der interkristallinen Schädigung an Luft für Zustand 2c. a) 500 °C, b) 550 °C, c) 600 °C – Versuchsmitte, d) 600 °C – Versuchsende. Alle Versuche wurden mit einem 1-120-1-1 Zyklen durchgeführt.

Eine Temperaturabhängigkeit der Bruchart kann anhand von Zustand 2c gezeigt werden. In Abbildung 6.15 sind Ausschnitte der Bruchflächen der Versuche bei 500, 550 und 600 °C dargestellt. Bei 500 °C liegt ein Mischbruch mit inter- und wenigen transkristallinen Anteilen vor. Bei den höheren Temperaturen sind keine transkristallinen Schädigungen mehr zu finden. Der Temperaturbereich, in dem der Übergang der Brucharten vorstättengeht, ist somit vergleichbar zu Alloy 718, aber zu etwas niedrigeren Temperaturen verschoben. So stellen Prakash et. al. [13] dar, dass Alloy 718 bei 550 °C noch einen transkristallinen Bruch mit geringen interkristallinen Anteilen zeigt. Allerdings gilt dies für einen 1-1-1-1 Zyklus. In Abbildung 6.15c-d ist die interkristalline Schädigung bei 600 °C für zwei verschiedene Positionen abgebildet. In c) ist ein Bereich mittig auf der Bruchfläche abgebildet, in dem wenige Nebenrisse sichtbar sind. Zum Ende des Risses hin (d) nimmt der Anteil der Nebenrisse in Belastungsrichtung zu. Dieses Verhalten ist vergleichbar mit Alloy 718Plus [2].

# 7 Diskussion

Aus den Ergebnissen wird ersichtlich, dass die Risswachstumsraten in der Legierung Alloy 780 bei 700 °C an Luft hoch sind. Das Bruchbild ist interkristallin, während im Vakuum ein transkristalliner und langsamer Rissfortschritt vorliegt. Die Varianz der eingestellten Mikrostrukturen ist folglich nicht ausreichend, um an Luft ein transkristallines und damit langsames Risswachstum zu erzwingen oder den interkristallinen Rissfortschritt durch Hindernisse wie intermetallische Phasen zu verlangsamen. Im Folgenden wird diskutiert, warum dies nicht gelungen ist, was verändert werden müsste, und wie die erzielten Ergebnisse im Bereich der Nickelbasis Schmiedelegerungen einzuordnen sind.

## 7.1 Bewertung der Thermomechanischen Prozessschritte

In der thermomechanischen Prozessroute wird die Mikrostruktur eingestellt, die einem wachsenden Riss entgegenwirkt. Um diese zu optimieren, wurden folgende Stufen angewandt oder variiert:

- Umformung (Stauchttemperatur und Pancakeart)
- Super-Solvus Glühung
- $\delta$  – Phasenglühung (900 °C/ 11 – 16 h)
- Langsame Abkühlung nach der Lösungsglühung (für die  $\delta$  – und  $\gamma'$  - Phase)
- Aushärtung

Mit diesen sollen die Korngröße, die Ausprägung der intermetallischen Phasen sowie die Korngrenzmorphologie beeinflusst werden (siehe Kapitel 2.4). Eine Untersuchung der Umformbarkeit und Verfestigung während des Stauchens wird nicht vorgenommen. Die verschiedenen Prozessschritte werden im Folgenden diskutiert.

### 7.1.1 Bewertung der Umformung

Die Korngröße konnte in einem weiten Bereich erfolgreich über eine Variation der Stauchttemperatur eingestellt werden. Die Korngröße steigt mit steigender Umformtemperatur. Dies ist für die Mittelwerte der Endzustände in Abbildung 7.1a sichtbar. Dabei ist allerdings die Super-Solvus Glühung (WB3) und die Pancakeart zu berücksichtigen wie in Abbildung 7.1b dargestellt ist. Die Kombination aus Stauchttemperatur und Pancakeart beeinflusst das RX-Verhalten des Materials stark. Unter Verwendung kleiner Pancakes und der tiefsten Stauchttemperatur von 950 °C ist der RX-Bereich im Inneren nicht groß genug, um eine CC-Probe ohne Probleme aufzunehmen. Die Kornstruktur ist inhomogen. Dies resultiert in Risswachstumsergebnissen, die nicht den gewünschten Zustand, sondern die Inhomogenität des Pancakes untersuchen

(siehe Kapitel 7.3.1). Kleine Pancakes scheinen somit als Methodenträger ungeeignet zu sein, wenn die Umformung nicht angepasst wird.

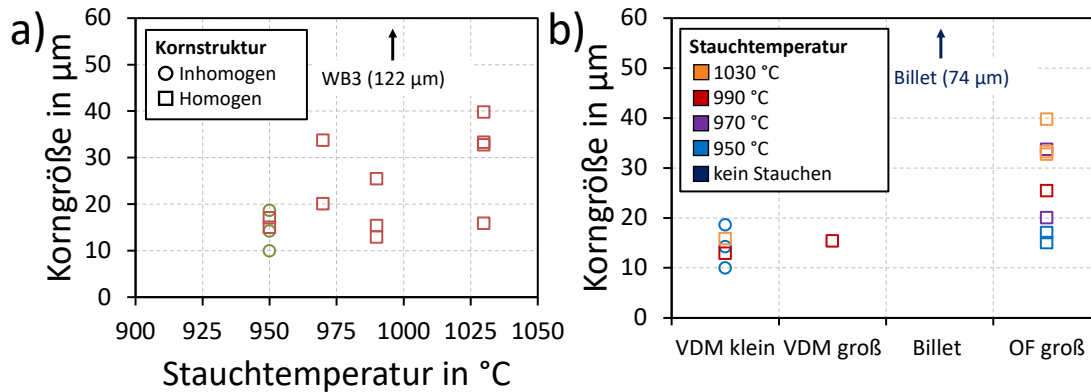


Abbildung 7.1: Beeinflussung der Korngröße in der Prozessroute. a) Abhängigkeit der Korngröße und der Homogenität der Kornstruktur von der Stauchtemperatur. b) Abhängigkeit der Korngröße und Homogenität der Kornstruktur von der Pancakeart. Dargestellt sind Mittelwerte der Endzustände.

Dies ist besonders in Hinblick auf die Fertigung einer Turbinenscheibe zu bewerten. Eine Turbinenscheibe unterscheidet sich neben der Umformung auch in der Größe des Materialstücks. In Abbildung 7.1b ist erkennbar, dass die Stauchtemperatur bei größeren Pancakes einen stärkeren Einfluss auf die Korngröße hat als bei kleinen. Dies kann durch eine vermehrte Dissipationswärme im Kern sowie der langsameren Abkühlung in einem größeren Materialstück erklärt werden. Die an einem kleinen Pancake erzielten Ergebnisse sind also, selbst wenn von der Inhomogenität abgesehen wird, nur begrenzt repräsentativ für die Mikrostruktur einer Turbinenscheibe.

### 7.1.2 Bewertung der $\delta$ - Phasenglühung

Neben der Korngröße wurde die  $\delta$ -Phase gezielt in der Herstellungsrouten beeinflusst. Es sollte ein hoher Ausscheidungsanteil erreicht werden, der in ausgerichteter Form, analog zu Alloy 718 und Alloy 718Plus, vorliegt. Dafür wurde die  $\delta$ -Phasenglühung eingeführt. Deren Ziel ist die Erhöhung des Ausscheidungsanteils. In Abbildung 7.2b ist der  $\delta$ -Phasenanteil unter Berücksichtigung einer eingesetzten  $\delta$ -Phasenglühung für die verschiedenen Zustände dargestellt. Werden diese mit den Ergebnissen aus Kapitel 5.3 (Laborstauchversuche) kombiniert und mit dem  $\eta$ -Phasenanteil in Alloy 718Plus verglichen, ist der Ausscheidungsanteil gering. Die maximale, erreichte Ausscheidungsmenge in Alloy 780 kann in Alloy 718Plus um das Drei- bis Vierfache überschritten werden [24]. Daher sollte die Auslagerungstemperatur und Dauer der  $\delta$ -Phasenglühung für Alloy 780 genauer untersucht werden. Dies kann analog zu den bereits durchgeführten Laborstauchversuchen vorgenommen werden.

Des Weiteren kann anhand des Billetmaterials (Zust. 2c) und der isothermen Auslagerungen an Stauchzylindern (siehe Kapitel 5.3) gezeigt werden, dass eine alleinige Anwendung der  $\delta$ -

Phasenglühung kein Garant für ausgeschiedene  $\delta$  – Phase ist. Wie in Abbildung 7.2 sichtbar wird und in Kapitel 5.3 schematisch gezeigt wurde, ist eine Umformung eine Voraussetzung für mögliche Ausscheidungen. Diese darf nicht in einem vollständig rekristallisierten und erholten Gefüge resultieren, bevor die  $\delta$  – Phase ausgeschieden wurde. In den großtechnischen Versuchen wird dies durch die Pancakeart und die Stauchtemperatur beeinflusst.

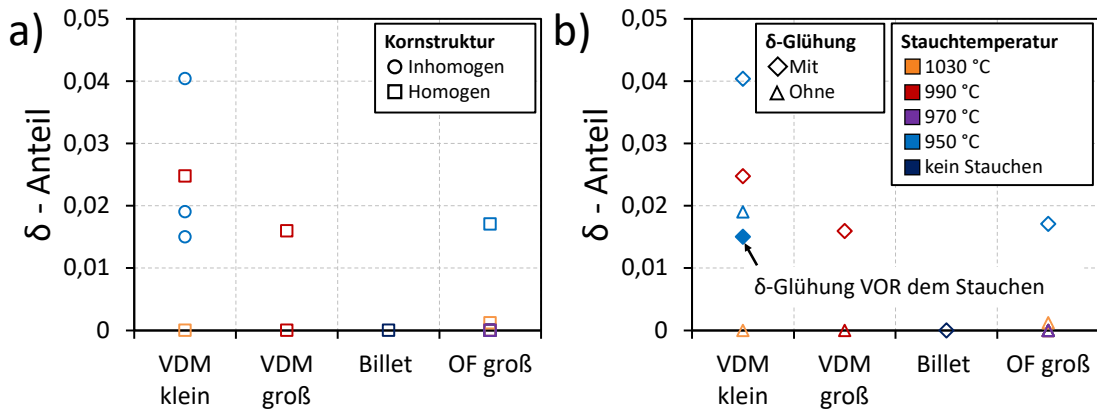


Abbildung 7.2: Beeinflussung des  $\delta$  – Phasenanteils durch die Pancakeart und Stauchtemperatur. a) Unter Berücksichtigung der Kornstruktur b) Unter Berücksichtigung einer  $\delta$  – Phasenglühung. Dargestellt sind Mittelwerte der Endzustände.

Eine Kombination der Prozessgrößen *Stauchtemperatur* und *Pancakeart* kann in der *verbleibenden Verformung* im Material vorgenommen werden. Diese kann als die Menge an verfügbaren Keimstellen für die  $\delta$  - Phasenausscheidung verstanden werden und wird durch die Umformung, RX und Erholung beeinflusst. Eine subjektive<sup>1</sup> Einordnung anhand beider Größen ist in Tabelle 7.1 gegeben. Dabei werden eine geringe Stauchtemperatur und eine schnelle Abkühlung, wie sie in kleineren Proben vorliegen, als positiv für die Anzahl der Keimstellen bewertet. Auch wird implizit davon ausgegangen, dass ein kleiner Pancake schneller umgeformt wird, da geringere Kräfte notwendig sind. Abhängig von der so bewerteten Umformung und der nachfolgenden  $\delta$  – Phasenglühung wird der Ausscheidungsanteil eingestellt. An den Zwischenzuständen von Zust. 6 wird ersichtlich, dass die  $\delta$  – Phase bei ausreichend verbleibender Verformung tatsächlich in der  $\delta$  – Phasenglühung und nicht erst einer anderen Wärmebehandlungsstufe ausgeschieden wird. Zustand 7 ist dabei genauer zu betrachten. In diesem wird eine  $\delta$  – Phasenglühung eingesetzt, die allerdings vor dem Umformprozess verortet ist. Vor der Umformung ist das Material mit dem Billetmaterial gleichzusetzen. Im Billetmaterial (Zust. 2c) wird in der  $\delta$  – Phasenglühung keine  $\delta$  – Phase ausgeschieden, da Keimstellen fehlen. Folglich wird dies in Zust. 7 vor dem Stauchen auch nicht passieren. Die  $\delta$  – Phasenglühung hat somit keine relevante Funktion in Zust. 7. Nach der  $\delta$  – Phasenglühung ist

<sup>1</sup> Eine objektive Bewertung könnte mit Hilfe von EBSD-Untersuchungen an Zwischenzuständen erfolgen. Als Kriterien sind KAM (kernel average misorientation), GOS (grain orientation spread), etc. möglich. Die vorliegenden Zwischenzustände sind nicht ausreichend für eine Datenbasis.

der Zustand identisch zu Zust. 1a. Dementsprechend sind sich auch die  $\delta$  – Phasenanteile ähnlich.

Tabelle 7.1: Einfluss der Verformung und Wärmebehandlungsstufen auf den  $\delta$  – Phasenanteil. \*) Nach der Umformung verbleibende Verformung. Subjektiv anhand der Pancakeart und Stauchtemperatur abgeschätzt.

Zustand	Pancake	Stauchtemperatur in °C	Verformung*)	WB	$\delta$ – Anteil in %
1a	VDM klein	950	Viel	955-800 °C/ 1h40min	1.8
6b	VDM klein	950	Viel	900 °C/ 16h	3.9
7	VDM klein	950	Viel	955-800 °C/ 1h40min	1.6
6a	OF	950	Mittel	900 °C/ 16h	1.8
2a	VDM klein	990	Mittel	900 °C/ 11h	2.4
4c	OF	950	Mittel	970 °C/ 2h	0
1b	OF	1030	Keine	955-800 °C/ 1h40min	0
1c	OF	970	Keine	955-800 °C/ 1h40min	0
2c	Billet	-	Keine	900 °C/ 11h	0
3	VDM groß	990	Keine	1050 °C/ 1h + 955/ 16h	0

Es kann geschlussfolgert werden, dass die  $\delta$  – Phasenglühung ihren Zweck, eine Ausscheidung der  $\delta$  – Phase, erfüllt, wenn sie nach einer entsprechenden Verformung eingesetzt wird. Die so ausgeschiedene  $\delta$  – Phase sollte, so die Annahme, durch den vorangegangenen Stauchprozess entlang der Fließlinien ausgerichtet, ausgeschieden werden. Wie in den Endzuständen sichtbar ist, ist dies nicht der Fall. Auch die Zwischenzustände C1 und C2 zeigen keine Ausrichtung der  $\delta$  – Phase (siehe Abbildung 5.15). Die Annahme basierte auf den ausgerichteten Mikrostrukturen von Alloy 718 und Alloy 718Plus. Hühnert et. al. [17] führten die Ausrichtung in Alloy 718Plus auf eine Sub-Solvus Schmiedung zurück. Eine Sub-Solvus Umformung ist bei den niedrigeren Stauchtemperaturen auch bei Alloy 780 gegeben. Allerdings untersuchten Hühnert et. al. Material aus einer Turbinenscheibe, die in mehreren Hüben geschmiedet wird. An dieser Stelle wird die Ungenauigkeit bei der Verwendung von Pancakes anstatt Turbinenscheiben deutlich. Mit den Stauchversuchen in Kapitel 5.3 kann gezeigt werden, dass eine Ausrichtung der  $\delta$  – Phase auch in Alloy 780 möglich ist, wenn die Umformung mehrstufig gestaltet wird. Eine Übertragung auf großtechnische Versuche erscheint möglich.

### 7.1.3 Bewertung der langsamen Abkühlung

Neben einer vermehrten Ausscheidung und Ausrichtung soll die  $\delta$  – Phase auch für die Einstellung welliger Korngrenzen eingesetzt werden. Dafür wird eine langsame Abkühlung eingesetzt (955 – 800 °C mit 4 K/ min). In WB4 und 5 sollen die welligen Korngrenzen über die  $\gamma'$  – Phase

erreicht werden. Dafür wird ebenfalls eine langsame Abkühlung eingesetzt (860-730 °C mit 1 K/ min). Allerdings ist in keinem der Endzustände eine signifikante Welligkeit der Korngrenzen erkennbar. Weder in denen, die  $\delta$  – Phase ausscheiden noch in denen, die eine Welligkeit über die  $\gamma'$  – Phase erreichen wollen. Die Ursache könnte möglicherweise eine zu niedrige Temperaturspanne in der langsamen Abkühlung sein. Um dies zu zeigen, werden die Wärmebehandlungen der in Abbildung 5.13<sup>2</sup> dargestellten Bilder betrachtet. Die Wärmebehandlungsschritte, die für die Welligkeit verantwortlich sind, werden, soweit in der Literatur angegeben, in Tabelle 7.2 und Tabelle 7.3 aufgelistet. Die Tabellen sind entsprechend der welligkeitsverursachenden Phase aufgeteilt. Die Lösungstemperatur dieser Phase ist ebenfalls gegeben. Die dargestellten Wärmebehandlungsschritte sind allesamt langsame Abkühlungen. Das dargestellte Vorgehen für Alloy 718Plus stellt die einzige Ausnahme dar. In der zugehörigen Veröffentlichung wurde die Fertigungsroute mit der langsamen Abkühlung nicht mikrostrukturell analysiert, da in der Wärmebehandlung leichtes Kornwachstum einsetzt. Dies ist in der DA (direct aged) Variante, deren Korngrenzmorphologie in Abbildung 5.13c dargestellt ist, nicht der Fall.

Tabelle 7.2: Langsame Abkühlraten für die Erzeugung welliger Korngrenzen mittels  $\delta$  – Phase. Daten zu Abbildung 5.13. Lösungstemperaturen siehe Tabelle 2.2.

Werkstoff	$\delta$ – Solvus	Langsame Abkühlung		
		Von X °C	Bis X °C	Rate in K/min
Alloy 780	1030	955	800	4
Alloy 718 [114]	1030	1095	850	Unbekannt
Alloy 718 [18]	1030	1032	843	4-7
Alloy 718Plus [31]	1012	1020	RT	Ofenabkühlung
Alloy 718Plus <sup>3</sup> [31]	1012	DA, nur gealtert bei 840 °C für 4h		

Wie aus dem Vergleich der Start- und Endtemperatur dieser Abkühlung und der Lösungstemperatur der betrachteten Phase ersichtlich wird, verläuft die Abkühlung durch das entsprechende Phasengebiet. Dies deckt sich mit den in Kapitel 2.4.2 vorgestellten Vorgehen. Vergleichend sind die langsamen Abkühlungen für Alloy 780 mit angegeben. Wie zu erkennen ist, liegen die Temperaturen in diesem Fall deutlich unterhalb der entsprechenden Lösungstemperatur. Das Vorgehen entspricht ebenfalls nicht einer isothermen Auslagerung knapp unterhalb der Solvus-Temperatur (siehe [117]). Dementsprechend sollte nach den Theorien in Kapitel 2.4.2 auch keine Welligkeit entstehen. Die in Alloy 718Plus aufgetretene Problematik des unerwünschten Kornwachstums wird in Alloy 780 allerdings durch die geringeren Temperaturen umgangen.

Des Weiteren merkte Rösler [126] an, dass bei IN 706 eine langsame Abkühlung für die Manipulation der HT – Phase nicht bis RT durchgeführt werden sollte, da sonst  $\gamma'$  – Phase ausge-

<sup>2</sup> Die Welligkeit für U 720Li ist in Abbildung 2.19 dargestellt.

<sup>3</sup> Dieser Zustand entspricht dem in Abbildung 5.13c dargestellten Bild

schieden wird. Diese weist eine schnellere Ausscheidungskinetik auf und bindet somit Elemente, die für die Bildung der HT-Phase benötigt werden. Deren Anteil wird somit reduziert. Werden die Zwischenzustände in Kapitel 5.2.3 betrachtet, so scheidet sich in der langsamen Abkühlung aus 955 °C in Alloy 780 bereits  $\gamma'$ -Phase aus. Es könnte geschlussfolgert werden, dass die Zieltemperatur dieser langsamen Abkühlung ebenfalls zu gering gewählt ist.

Tabelle 7.3: Langsame Abkühlraten für die Erzeugung welliger Korngrenzen mittels  $\gamma'$ -Phase. Daten zu Abbildung 5.13. Lösungstemperaturen siehe Tabelle 2.2.

Werkstoff	$\gamma'$ – Solvus	Langsame Abkühlung		
		Von X °C	Bis X °C	Rate in K/min
Alloy 780	1000	860	730	1
Waspaloy [113]	1080	1135	1060	3
RR 1000 [117]	≈1140 [134]	Solvus + 20 °C	-	1-4
U 720Li [52]	1155	1168	RT oder 1121	Unbekannt, Laborversuche mit ≈0.5-13K/s

Vor diesem Hintergrund können beide langsamen Abkühlungen bewertet werden. In WB5 soll die Korngrenzmorphologie über die  $\gamma'$ -Phase eingestellt werden. Die Korngrenzen sind vollständig gerade. Es ist keine Welligkeit sichtbar. Dies kann, wie oben beschrieben, an einem ungünstig gewählten Temperaturintervall der langsamen Abkühlung liegen. Eine zweite Möglichkeit stellt die zweite  $\gamma'$ -Population dar. Diese scheidet sich in der Erwärmung zur Starttemperatur der langsamen Abkühlung aus (Z3 in Abbildung 9.22). Somit ist in der langsamen Abkühlung nur noch ein Wachstum der Ausscheidungen und keine vermehrte Ausscheidung möglich. Das Wachstum wiederum ist nur eingeschränkt möglich, da die bereits vorhandenen Ausscheidungen einen geringen Abstand untereinander aufweisen. Die Vergrößerung der Ausscheidungen kann eine Korngrenze also nur geringfügig verschieben. Kornwachstum tritt bei den vorliegenden Temperaturen nicht auf, sodass eine Ausbauchung der wandernden Korngrenzen an den  $\gamma'$ -Ausscheidungen auch nicht möglich ist. Folglich ist keine große Änderung der Korngrenzmorphologie möglich. Ob die gewählte Temperatur oder die Ausscheidung der zweiten  $\gamma'$ -Population, die durch die vorangegangene schnelle Abkühlung entsteht, entscheidender ist, kann nicht beurteilt werden.

In der langsamen Abkühlung aus 955 °C sind sowohl die Start- als auch die Zieltemperatur zu diskutieren. In Abbildung 5.12 sind leicht wellige und ganz gerade Korngrenzen der untersuchten Zustände von Alloy 780 dargestellt. Die Morphologie der Korngrenzen in diesen Bildern scheint überwiegend durch die  $\gamma'$ -Phase und nicht über die  $\delta$ -Phase eingestellt zu werden. Für andere Proben wurde dies bereits von Bergner [7] angemerkt. Die vorhandene leichte Welligkeit entsteht nur in Zuständen, die eine langsame Abkühlung aus 955 °C erhalten haben. Es kann geschlussfolgert werden, dass die  $\gamma'$ - und nicht die  $\delta$ -Phase entscheidend in dieser Abkühlung ist. Dies könnte durch einen zu niedrigen Ausscheidungsanteil der  $\delta$ -Phase bedingt sein. Wie in Abbildung 5.12 (Zust. 2a) sichtbar wird, können die vereinzelt auftretenden

Ausscheidungen der  $\delta$  – Phase die Welligkeit mit beeinflussen. Steigt der Ausscheidungsanteil an, so werden auch mehr Korngrenzen durch die  $\delta$  – Phase beeinflusst. Dies ist indirekt mit der gewählten Temperaturspanne verbunden. Wie bereits erwähnt, wird in den untersuchten Zwischenzuständen deutlich, dass in der langsamen Abkühlung aus 955 °C bereits  $\gamma'$  – Phase ausgeschieden wird (siehe Abbildung 9.22 und Abbildung 9.23). Dies könnte durch eine höhere Starttemperatur hinausgezögert werden, sodass mehr Elemente für die Bildung der  $\delta$  – Phase zur Verfügung stehen. Des Weiteren könnte die Ausscheidungskinetik bei höheren Temperaturen schneller sein (siehe ZTU in Abbildung 2.3). Dementsprechend könnte die Endtemperatur ebenfalls angehoben werden, wenn die Abkühlung von gleichbleibender Dauer sein soll. Alternativ könnte die Endtemperatur beibehalten werden. In diesem Fall sollte weniger  $\gamma'$  – Phase gebildet werden, da bereits mehr Elemente in der  $\delta$  – Phase verbaut sein sollten. Um eine neue Glühung festzulegen, sollte die Ausscheidungskinetik beider intermetallischer Phasen genauer untersucht werden.

In der vorliegenden Form scheint die langsame Abkühlung aus 955 °C eher die  $\gamma'$  – Phase zu manipulieren. Somit könnte diese Abkühlung exemplarisch als eine Verschiebung der langsamen Abkühlung von 860 – 730 °C zu höheren Temperaturen betrachtet werden. Die Starttemperatur der Abkühlung liegt weiterhin unterhalb der Lösungstemperatur der  $\gamma'$  – Phase, allerdings deutlich knapper. Die resultierende Welligkeit der Korngrenzen, die über die  $\gamma'$  – Phase eingestellt wird, sollte also stärker ausfallen als bei den tieferen Temperaturen in WB5. Da Zustand 5a gerade Korngrenzen aufweist, ist dies der Fall. Eine Erhöhung des Temperaturbereiches der langsamen Abkühlung könnte also als förderlich für die Korngrenzmorphologie bewertet werden, wenn die Welligkeit durch die  $\gamma'$  – Phase erzeugt wird. Allerdings sind die Dauer der 955 °C Glühung oder vorangegangene Lösungslühungen zu berücksichtigen. Zustand 3 wird mit der langsamen Abkühlung ausgeführt, zeigt aber keine leichte Welligkeit der Korngrenzen. In diesem Zustand liegt ebenfalls eine zweite, kleinere  $\gamma'$  – Population vor. Des Weiteren ist der Verformungszustand von Bedeutung. In den Zuständen 1b-d und 2c wird eine langsame Abkühlung aus 955 °C eingesetzt, aber es entsteht keine wellige Korngrenzmorphologie.

In den Zwischenzuständen ist eine Welligkeit der Korngrenzen direkt nach dem Stauchen für die Zustände 1b und c sowie 5a und b, die eine identische Umformung erfahren, sichtbar (siehe Kapitel 5.2.4). Zustand 6a zeigt ebenfalls wellige Korngrenzen direkt nach dem Stauchen. Somit zeigen OF – Pancakes, die aus 950, 970 und 1030 °C gestaucht werden, wellige Korngrenzen nach dem Stauchen. Durch die Kernerwärmung beim Stauchen kann die Temperatur vermutlich für jeden der Zustände über die Lösungstemperatur der  $\gamma'$  – Phase ansteigen. Nach dem Stauchen kühlt der Kern langsam durch das  $\gamma'$  – Phasengebiet ab. So wird die vorhandene Welligkeit durch die festigkeitssteigernde Phase erzeugt. Sowohl der Temperaturanstieg in der Umformung durch die Dissipationswärme als auch die Geschwindigkeit der Abkühlung sind dabei von der Pancakeart abhängig. Die Lösungsglühung nach dem Stauchen löst die Ausscheidungen teilweise auf, sodass die Welligkeit hierdurch verloren gehen könnte.

Warum trotzdem bei einigen Zuständen eine Restwelligkeit bestehen bleibt, ist in dieser Arbeit nicht ersichtlich, könnte aber durch die vorgenommene Einordnung erklärt werden. So wird die subjektive Einordnung der Welligkeit nach optischen Kriterien durchgeführt. Desweiteren ist eine Einordnung der Welligkeit von der Präparation und dem untersuchten Probenabschnitt sowie der gewählten Vergrößerung im REM abhängig. Aus diesen möglichen Fehlerquellen ergeben sich folgende Fragen zur Bewertung der Korngrenzmorphologie:

- Wie stark muss die Welligkeit (Amplitude und Frequenz) ausgeprägt sein, damit ein positiver Einfluss auf das Risswachstum vorliegt?
- Wie hoch muss der Anteil der welligen Korngrenzen im Gefüge sein, damit das Risswachstum beeinflusst wird?

Diese Fragen können in der vorliegenden Arbeit nicht beantwortet werden, da keine ausreichende Varianz in der Korngrenzmorphologie vorliegt. Des Weiteren unterscheiden sich die Risswachstumsraten der verschiedenen Zustände nur geringfügig.

Wie aus den vorangegangenen Abschnitten ersichtlich wird, haben die langsamen Abkühlungen in der vorliegenden Ausprägung keinen großen Einfluss auf die Korngrenzmorphologie. Woran dies liegt, kann nur vermutet werden, da die Ausprägung der Welligkeit zu gering und die Interaktion in der Prozesskette nicht gesichert für alle Zustände nachvollzogen werden kann. Unabhängig von dem gewählten Prozessschritt (955-800 °C oder 860-730 °C), müssen die Abkühlbedingungen (Temperaturen und Abkühlrate) für eine optimale Welligkeit genauer untersucht werden. Die Einstellung der Welligkeit über die  $\delta$  – Phase könnte bereits von einem erhöhten Ausscheidungsanteil profitieren. Eine Manipulation der Korngrenzmorphologie über die  $\gamma'$  – Phase könnte über eine angepasste Abkühlung nach dem Stauchen erzeugt werden.

#### **7.1.4 Bewertung der Aushärtung**

Die zweistufige Aushärtung erfolgt am Ende der Wärmebehandlung und dient ausschließlich der Einstellung der erwünschten  $\gamma'$  – Ausprägung. Die Festigkeit wird dabei durch den Ausscheidungsanteil und die Größe bestimmt. Wie in Abbildung 5.16 sichtbar ist, verändern sich diese Parameter in der zweiten Stufe der Aushärtung nur noch geringfügig. Ob diese Veränderungen die mechanischen Eigenschaften noch maßgeblich beeinflussen, sollte untersucht werden, da die zweite Stufe andernfalls eingespart werden könnte. Die Sinnhaftigkeit einer zweistufigen Auslagerung wird für die Vergleichslegierungen auch von Löhnert [2] und Jackson [36] zweifelhaft bewertet. So kann Löhnert für Alloy 718Plus zeigen, dass die  $\gamma'$  – Phase einer klassischen Ostwaldreifung folgt. In der zweiten Stufe verändern sich die Ausscheidungen auf Grund der zeitlichen Abhängigkeit ( $\sim t^{1/3}$ ) kaum. Eine zweite Population wie bei U 720Li scheidet sich in dieser Wärmebehandlungsstufe nicht aus. In Alloy 780 hingegen, scheidet sich eine zweite  $\gamma'$  – Population aus. Allerdings geschieht dies bereits in vorangegangenen Wärmebehandlungsschritten (siehe Abbildung 9.23, C4) und je nach Wärmebehandlung nur in Nähe der  $\delta$  - Phase. In U 720Li hinterlässt die zweite Stufe tertiäres  $\gamma'$  in überalterter Struktur, so Jackson

[36]. Eine einstufige Auslagerung für 24 °C bei 700 °C soll dies verhindern und die mechanischen Eigenschaften in U 720Li verbessern.

In Alloy 780 könnte die langsame Abkühlung aus 955 °C die zweite Aushärtungsstufe redundant werden lassen. So erhöht sich der Ausscheidungsanteil der  $\gamma'$ -Phase in dieser Abkühlung, wie in Abbildung 5.16 dargestellt, bereits um bis zu 20%. Bei einem Endausscheidungsanteil von 30-40% kann diese Wärmebehandlungsstufe also auch als Aushärtung bewertet werden.

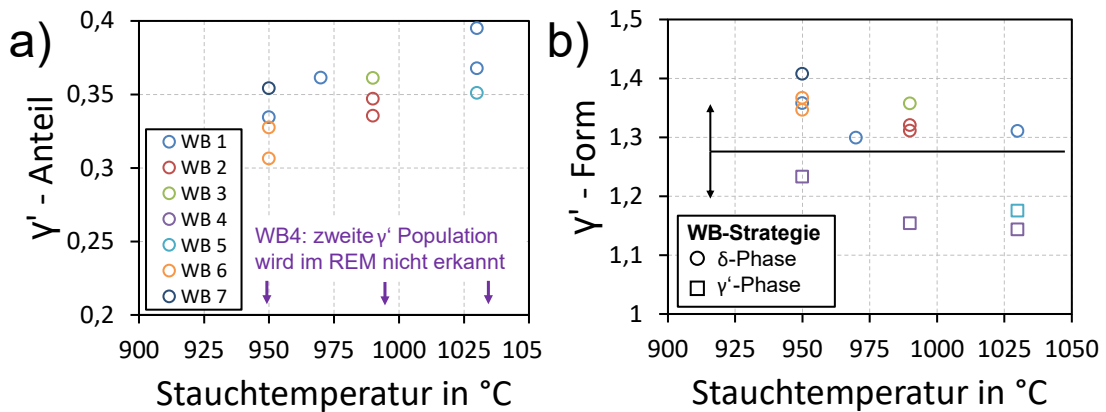


Abbildung 7.3: Einfluss der Stauchtemperatur auf die  $\gamma'$ -Ausscheidungen. a) Abhängigkeit des Ausscheidungsanteils. b) Abhängigkeit der Ausscheidungsform unter Berücksichtigung der Wärmebehandlungsstrategie. In beiden Teilen werden Mittelwerte der Endzustände betrachtet.

Des Weiteren ist in Abbildung 7.3a ein statistischer Zusammenhang zwischen der Stauchtemperatur und dem Ausscheidungsanteil der  $\gamma'$ -Phase in den Endzuständen dargestellt. Dies scheint verwunderlich zu sein, da die Wärmebehandlungen nach dem Stauchen sehr unterschiedlich ausfallen. Es sollte keine direkte Korrelation möglich sein. Andererseits könnte der höhere Ausscheidungsanteil der  $\gamma'$ -Phase durch eine Abwesenheit der  $\delta$ -Phase bei hohen Stauchtemperaturen bedingt sein.

Auch die Form (siehe Abbildung 7.3b) und Größe scheint mit der Stauchtemperatur zu korrelieren. Beide Parameter sinken mit steigender Stauchtemperatur. Erstere ist dabei allerdings von der Inhomogenität der Kornstruktur abhängig. Wie in Kapitel 5.2.3 erkennbar ist, wird die  $\gamma'$ -Phase in den Lösungsglühungen bis 970 °C nicht vollständig aufgelöst. Eine Beeinflussung der Ausscheidungsstruktur durch den Stauchvorgang könnte also über die Lösungsglühung hinweg bestehen bleiben. Wenn die Zusammenhänge auch für weitere Versuche Bestand haben, könnte über eine Festlegung der Aushärtung in Abhängigkeit der Stauchtemperatur nachgedacht werden.

## 7.2 Bewertung des Risswachstums in der Legierung Alloy 780

Wie bereits in Kapitel 2.3.2 erwähnt, sind der Einfluss der Temperatur, der Haltezeit und des Umgebungsmediums durch die Sauerstoffversprödung miteinander gekoppelt. Letztere ist für Alloy 780 deutlich zu erkennen, wenn die Versuche mit Haltezeit im Vakuum und an Luft bei 700 °C verglichen werden. Die Risswachstumsraten an Luft sind deutlich höher als im Vakuum. Das Bruchbild für letzteres Umgebungsmedium ist transkristallin, während an Luft ein vollständig interkristalliner Bruch vorliegt. Unter dem Einfluss der Luft versagen die Korngrenzen spröde. Kann an Luft der transkristalline Anteil erhöht werden, sollten somit auch die Risswachstumsraten abnehmen. Ein transkristallines Risswachstum an Luft kann also vorteilhaft interpretiert werden. Langsamere Risswachstumsraten sind allerdings nicht an ein transkristallines Erscheinungsbild der Bruchfläche gebunden. Ältere Untersuchungen von Floreen und Kane [135] zeigen sowohl für Versuche an Luft als auch für solche in Helium Atmosphäre ein interkristallines Bruchbild. Die Risswachstumsraten in der Heliumatmosphäre sind allerdings um ein Vielfaches geringer als die der Luftversuche. Inwieweit der Stickstoff oder Wassertröpfchen in der Luft einen Einfluss haben, wird nicht untersucht, da in der Literatur der Sauerstoff als schädliche Komponente ermittelt wurde. Ebenfalls nicht in dieser Arbeit untersucht wird der genaue Mechanismus der Versprödung. Ein Einfluss der Niobkarbide durch bevorzugte Oxidation, wie es in der Literatur zu finden ist [102], [103] wird allerdings ausgeschlossen. Dies wird analog zu der Anmerkung von Krupp [57] für Alloy 718 vorgenommen. Es sind oxidierte Karbide auf der Bruchfläche zu erkennen (siehe Abbildung 9.4). Es liegen aber nicht genug abgescherte oder gebrochene Karbide vor, um eine Begünstigung des interkristallinen Risswachstums zu begründen<sup>4</sup>. Des Weiteren ist in Abbildung 5.5 kein eindeutiger Zusammenhang zwischen der Asymmetrie der Rissfront und der Karbidausrichtung erkennbar. Das Risswachstum wird also nicht lokal durch die Karbide beeinflusst.

Im Folgenden werden der Einfluss der Temperatur und der Haltezeit auf das Risswachstum vor dem Hintergrund der Sauerstoffversprödung diskutiert. Es folgt ein Vergleich der Risswachstumsraten mit Alloy 718, Alloy 718Plus, U 720li und Waspaloy. Dies ist essenziell, um den Erfolg der untersuchten Zustände zu bewerten.

### 7.2.1 Einfluss der Temperatur und Haltezeit

Wie in Alloy 718 ist die Sauerstoffversprödung in Alloy 780 auch thermisch aktiviert. Laut Chang et. al. beginnt der Einfluss der Sauerstoffversprödung für Alloy 718 zwischen 400 und 540 °C (siehe auch Abbildung 2.12). In Alloy 780 beginnt der Einfluss zwischen 500 und 550 °C. Wie in Abbildung 6.7 ersichtlich wird, liegen die Risswachstumsraten bei 500 °C für 1-1-1-1 und

---

<sup>4</sup> Wie ein dominanter Karbideinfluss aussieht, der bei tiefen Temperaturen auftritt, ist in Abbildung 9.14 für einen Restbruch bei RT dargestellt

1-120-1-1 Zyklen nahezu deckungsgleich auf dem Niveau der Vakuumversuche bei 700 °C. Das Bruchbild an Luft ist ein Mischbruch aus inter- und transkristallinen Anteilen. Es kann also davon ausgegangen werden, dass die Sauerstoffversprödung bei 500 °C noch keinen dominanten Effekt hat. Das Risswachstum ist noch zyklus- und nicht zeitgetrieben. Dies wird ersichtlich, wenn die Kurven der Versuche bei 500 °C in Abbildung 7.4a und b verglichen werden.

Bei Temperaturen von 650 und 700 °C ist das Risswachstum in Alloy 780 vollständig zeitabhängig. Um dies zu erkennen, können, analog zu den 500 °C Versuchen, die 1-1-1-1 mit den 1-120-1-1 Zyklen gleicher Temperatur verglichen werden. In der  $da/dt$ -Darstellung liegen beide Zyklenformen auf einem nahezu identischen Niveau, während in der zyklusabhängigen Darstellung Unterschiede vorliegen.

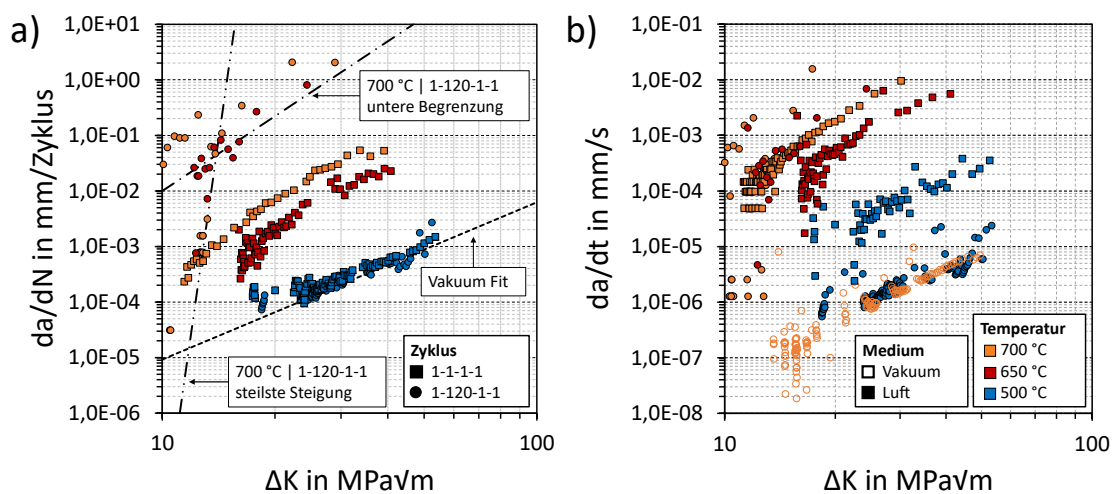


Abbildung 7.4: Gegenüberstellung des zyklus- und zeitabhängigen Risswachstums. a) Darstellung der Risswachstumsraten in Abhängigkeit der Zyklenzahl mit bekannten Paris-Anpassungen. b) Darstellung der Risswachstumsraten in Abhängigkeit der Zeit.

In dem Temperaturbereich von 500-650 °C sollte somit ein Übergangsbereich vorliegen, in dem der Anteil des zeitlichen Risswachstums zunimmt. Auf Grund fehlender Versuche mit 1-1-1-1 Zyklen kann dies nicht nach obigem Prinzip ermittelt werden. In Abbildung 7.5 kann dies allerdings an dem Verlauf des Risswachstums erkannt werden. Dort sind die letzten 2460 s ( $\approx 20$  Zyklen) ausgewählter Versuche in normierter Form dargestellt. Bei 500 °C wird, genau wie im Vakuum, kaum zusätzlicher Rissfortschritt in den abgebildeten Zyklen erzeugt. Dieser erfolgt kontinuierlich und wird nicht durch den Sauerstoff beeinflusst. Das Risswachstum ist zyklusgetrieben. Bei 550 °C ist eine ausgeprägte Stufenform erkennbar. In der Literatur wird diese mit einer Sauerstoffdiffusion in der Haltezeit erklärt. Der Sauerstoff diffundiert, begünstigt durch die anliegende Last, vor die Risspitze und schädigt dort ein Korngrenzvolumen im Material. Der nachfolgende Lastwechsel durchtrennt diesen geschädigten Bereich. Bei 600 °C wird der geschädigte Bereich zum Ende des Versuchs hin bereits in der Haltezeit durchtrennt. Der Riss wächst innerhalb der Haltezeit. Die Versuche bei 650 und 700 °C zeigen beinahe in allen Stufen ein Wachstum in der Haltezeit. Das Gros des Rissfortschritts wird in wenigen

Zyklen erzeugt. Die Temperatur beeinflusst also das Maß der Sauerstoffversprödung. Dies ist durch die temperaturabhängige Diffusionsgeschwindigkeit erklärbar. Mit steigender Temperatur wird diese größer. Des Weiteren sinkt der E-Modul mit steigender Temperatur (siehe Abbildung 9.33). Für die gleiche Gitterverzerrung wird eine geringere Spannung benötigt. Wenn diese Verzerrung die Diffusion beschleunigt, setzt diese mit steigender Temperatur bei geringeren Lasten ( $K_{max}$ ) ein.

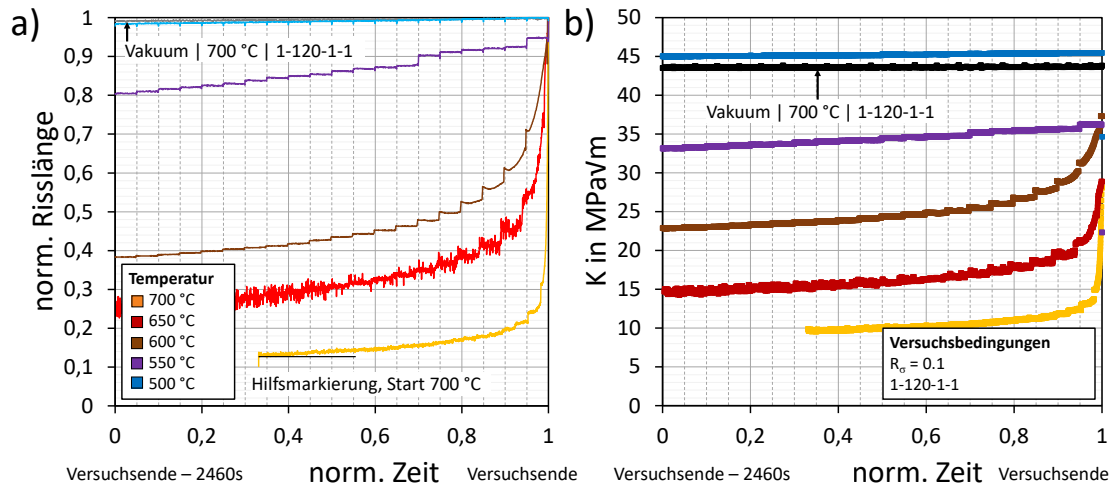


Abbildung 7.5: Darstellung der Risslängenentwicklung in den letzten 2460 s ausgewählter Versuche. Ebenfalls dargestellt ist die Entwicklung der K-Werte. Die vertikalen Hilfslinien stellen ein 123s Intervall (1 Zyklus) dar. Die Hilfsmarkierung lässt ein Risswachstum innerhalb der Haltezeit bei 700 °C ab dem ersten Zyklus erkennen.

Neben der Temperatur ist die Diffusion des Sauerstoffs von der Zeit abhängig. Mit steigender Haltezeitdauer kann ein größeres Volumen vor der Risspitze beeinflusst werden. Versuche mit langen Haltezeiten zeigen somit schnellere  $da/dN$ -Raten als solche mit kurzen. Bei Alloy 780 scheinen bereits 1-1-1-1 Zyklen auszureichen, um bei 650-700 °C ein fast vollständig zeitgesteuertes Risswachstum zu erreichen. Daraus kann geschlussfolgert werden, dass die Inkubationszeit bei Alloy 780 kurz ist.

Sowohl die Temperatur als auch die Zeit beeinflussen also das Risswachstum in Alloy 780. Mit diesem Wissen kann der Anstieg der Steigung in den Risswachstumskurven der Legierung mit steigender Temperatur erklärt werden. In Abbildung 7.6<sup>5</sup> ist die temperaturabhängige Entwicklung der Risswachstumsraten in der zyklus- und zeitabhängigen Darstellung für Versuche mit 1-120-1-1 Zyklen dargestellt. In beiden Darstellungsformen erhöht sich die Steigung der Risswachstumskurven mit steigender Temperatur. Werden hingegen die 1-1-1-1 Zyklen in Abbildung 7.4 betrachtet, ist bei diesen hauptsächlich eine Parallelverschiebung mit steigender Temperatur erkennbar. Die Steigung wird also durch einen zeitabhängigen Einfluss verändert.

<sup>5</sup> Es sind, bis auf einen zusätzlichen Versuch bei 700 °C, die gleichen Versuche wie in Abbildung 7.7 dargestellt.

Die Sauerstoffversprödung ist abhängig von der Zeit und wird durch die anliegende Last begünstigt. Es liegt also der Schluss nahe, dass diese die Steigung bestimmt.

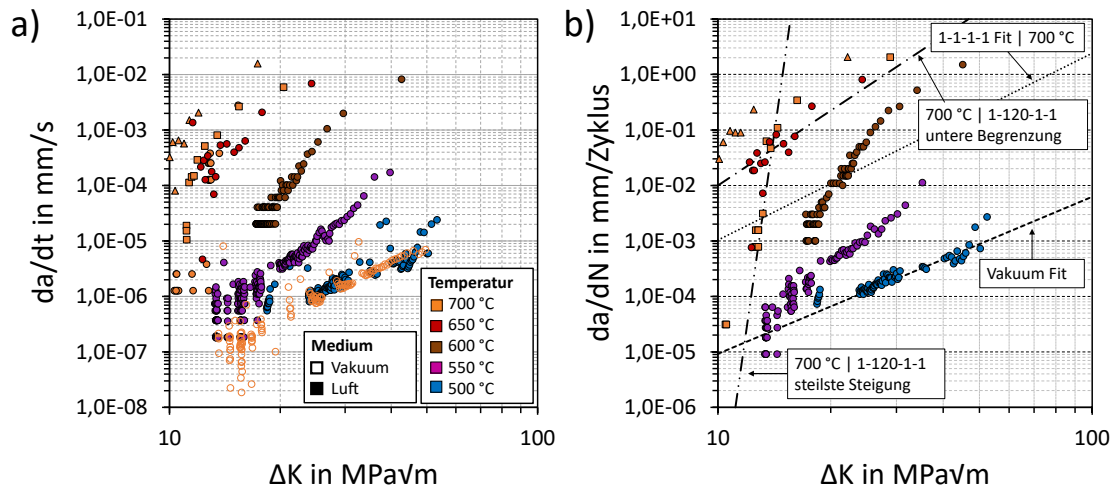


Abbildung 7.6: a) Vorstellung der Temperaturabhängigkeit des Risswachstums in zeitlicher Darstellung. b) Vorstellung der Temperaturabhängigkeit des Risswachstums in der zyklusabhängigen Darstellung. Die rechte Darstellung enthält Kurven aus Abbildung 6.7 und ist für einen direkten Vergleich erneut dargestellt. Es sind nur Risswachstumsversuche mit 1-120-1-1 Zyklen dargestellt.

Die Sauerstoffversprödung ist aber auch in den Vergleichslegierungen gegenwärtig. In diesen ist allerdings nur in vereinzelten Fällen ein Aufrichten der Steigung erkennbar. So zeigt Alloy 718 (*Symbol-Linien* Kurven) in Abbildung 7.7 eine abweichende Steigung. Diese ist sowohl von der Haltezeit als auch von der Temperatur abhängig. Warum Alloy 780 ein abweichendes Verhalten zeigt, wird im Folgenden andiskutiert.

Die chemische Zusammensetzung von Alloy 780 unterscheidet sich von den Vergleichslegierungen. Es könnte also eine inhärente Anfälligkeit gegen die Sauerstoffdiffusion oder eine generell schwächere Korngrenzstruktur vorliegen. Dies scheint aber nicht wahrscheinlich. Die enthaltenen Elemente sind auch in anderen Nickelbasislegierungen, die in Turbinenscheiben eingesetzt werden, in vergleichbaren Mengen vorhanden. Der Kobaltanteil von 25 % in Alloy 780 stellt die einzige Ausnahme dar. In der Legierungsaufstellung in *Table 4.2* aus [9] liegen die höchsten Kobaltanteile mit 18.5 und 18.6% in RR1000, Udimet 500 und MERL-76 vor. Die niedrigen Risswachstumsraten von RR1000 sind in Abbildung 9.36 dargestellt. Ein hoher Kobaltanteil resultiert folglich nicht direkt in hohen Risswachstumsgeschwindigkeiten.

Ein weiterer Einflussfaktor auf den Rissfortschritt, der durch eine Sauerstoffversprödung entsteht, ist die Mikrostruktur an den Korngrenzen. Intermetallische Phasen und wellige Korngrenzen verlängern den Diffusionsweg des Sauerstoffes und somit den Risspfad. Es ist also ein längerer Weg notwendig, um den gleichen projizierten<sup>6</sup> Rissfortschritt zu erzielen, wie wenn

<sup>6</sup> In Risswachstumsversuchen wird die Rissverlängerung senkrecht zur Belastungsrichtung von Anriss bis Versuchsende bewertet. Rissverlängerungen durch Höhenunterschiede, größere Körner im interkristallinen Bruch oder Belegungen der Korngrenzen werden im Standardfall nicht berücksichtigt.

diese Hindernisse nicht vorliegen. Sie verlangsamen somit eine Versprödung. Des Weiteren wird durch eine Verzahnung der Rissflanken das raugkeitsinduzierte Riss schließen verstärkt. Eine schnellere Passivierung durch die Verzahnung ist ebenfalls denkbar, da eine geringere Oberfläche innerhalb einer Haltezeit passiviert werden muss.

In den Vergleichslegierungen ist die Mikrostruktur bereits optimiert. In Alloy 780 ist dies nicht der Fall. Der Sauerstoffdiffusion und dem folgenden Aufbrechen der Korngrenzen steht nichts im Wege. Der schnelle Rissfortschritt und die temperaturabhängige Steigungsänderung könnten in den Vergleichslegierungen durch diese mikrostrukturellen Effekte unterdrückt werden. Vermutlich kann dies für Alloy 718 und Alloy 718Plus aus den Literaturdaten herausgelesen werden. Die bereits referenzierten *Symbol-Linien*-Kurven für Alloy 718 in Abbildung 7.7a könnten einer unausgereiften Mikrostruktur entsprechen. Für die Untersuchungen wurde Stangenmaterial nach AMS 5663 wärmebehandelt. Es liegt also weder eine Turbinenscheibe noch ein Pancake vor. Dies gilt ebenfalls für einige Kurven von Alloy 718Plus bei 700 °C (orange Rauten). In diesen wurde Knüppelmaterial nach AMS-5441 ausgelagert. Die Risswachstumsergebnisse zeigen ein zu Alloy 780 ähnliches Verhalten. Es ist ein Steigungswechsel auf einem zu Alloy 780 vergleichbaren Niveau erkennbar. Der Übergang ist allerdings bogenförmig und weniger stark ausgeprägt. Die letzten Datenpunkte zeigen große Abstände. Wie in Abbildung 7.6 anhand der Versuche oberhalb von 600 °C erkennbar ist, deutet dieses Verhalten in Alloy 780 auf ein Risswachstum innerhalb der Haltezeit hin. Dies könnte auch für Alloy 718Plus gültig sein. Der Einfluss der Mikrostruktur auf die Steigung kann vermutlich auch anhand von U 720Li erkannt werden. So zeigen die Literaturdaten unterschiedliche Steigungen über verschiedene Zyklusformen und Temperaturbereiche hinweg. Die goldenen Rauten und Vierecke in Abbildung 7.8a stellen die gleichen Zustände mit unterschiedlicher Korngröße dar. Die Steigung der grobkörnigeren Variante ist größer. Die hinsichtlich der Temperatur untersuchten Zustände (2c) von Alloy 780 weisen eine große Korngröße ( $\approx 90 \mu\text{m}$ ) auf. Es kann also vermutet werden, dass die temperaturabhängige Steigung und die Anfälligkeit für die Versprödung auch in den Vergleichslegierungen vorliegen. Eine optimierte Mikrostruktur in diesen Vergleichslegierungen scheint die Effekte zu unterdrücken. In Alloy 780 ist dies nicht der Fall. Welche Effekte dominant sind, kann in dieser Arbeit offensichtlich nicht gezeigt werden, da die Einstellung einer rissresistenten Mikrostruktur für Alloy 780 nicht gelungen ist. Eine Diskussion der eingestellten Mikrostrukturen in Alloy 780 erfolgt in Kapitel 7.3.

## 7.2.2 Schwellenwertverhalten des zeitgetriebenen Risswachstums

Um die  $da/dN$ -Darstellung der Versuche mit 1-120-1-1 Zyklen bei hohen Temperaturen zu erklären, muss das Risswachstum in die zyklus- und zeitabhängigen Bereiche sowie den Übergangsbereich dazwischen eingeteilt werden. Wie bereits im vorangegangenen Kapitel gezeigt, repräsentieren Versuche im Vakuum und bei 500 °C ein zyklusgetriebenes Risswachstum, das die untere Grenze der möglichen Risswachstumsraten darstellt. In Abbildung 7.5 ist dies durch ein lineares Risswachstum zu erkennen. Die Übergänge zwischen den einzelnen Zyklen sind in dieser Darstellung nicht erkennbar. Ein vergleichbares Verhalten bei höheren Temperaturen ist

nur bei niedrigen Lasten und für wenige Zyklen sichtbar. Sobald die Stufenform erkennbar ist, ist das Risswachstum nicht mehr vollständig zyklus abhängig. Wird Abbildung 7.5b herangezogen, so beginnt die Stufenform für Versuche bei 700 °C im Bereich von  $\approx 10 - 12 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Werden nun die Startbelastungen der Versuche in den Versuchstabellen (Tabelle 9.1-Tabelle 9.4) betrachtet, ist ersichtlich, dass die meisten Versuche bei Belastungen gestartet wurden, die bereits oberhalb dieses Wertes liegen. In diesen Versuchen kann also kein zyklusabhängiges Risswachstum gemessen werden. In anderen Versuchen, die unterhalb dieser Belastung gestartet wurden, wird die Last erhöht, wenn nach  $\approx 700$  Zyklen ( $\approx 24\text{h}$ ) kein messbarer Rissfortschritt aufgetreten ist. Da die Risswachstumsraten in diesem Lastbereich gering sind, wurde die Kraft in nahezu jedem Versuch sukzessive erhöht. Dadurch wird der Bereich des zyklusabhängigen Risswachstums künstlich verkürzt. Die zugehörigen Datenpunkte liegen zu Beginn der Kurve im  $da/dN$ -Diagramm.

Das vollständig zeitabhängige Risswachstum ist in den letzten Datenpunkten der  $da/dN$ -Darstellung zu finden. Wie in Abbildung 7.5 deutlich wird, beginnt der Riss bei höheren Belastungen  $K$  und Temperaturen oberhalb von 600 °C bereits in der Haltezeit zu wachsen. In den letzten Zyklen der Versuche bei diesen Temperaturen wächst der Riss bereits ab dem Start der Haltezeit. Das Risswachstum ist also nicht mehr von den Zyklenwechseln abhängig, sondern nur von der Zeit, für die die maximale Last in der Haltezeit anliegt. Das Risswachstum ist also vollständig zeitgesteuert. Die einzige Möglichkeit die Risswachstumsraten weiter zu beschleunigen, ist den Anstieg des exponentiellen Risswachstums zu erhöhen. Dies ist durch die Erhöhung der Temperatur und der anliegenden Last möglich. Wie anhand der Versuche bei 650 °C und 700 °C in Abbildung 7.4 und Abbildung 7.6 erkennbar wird, scheint der Einfluss der Temperatur in einen Schwellenwert zu laufen. Die Versuche bei 650 °C und 700 °C liegen nahezu deckungsgleich. Der Zuwachs in den Risswachstumsraten ist geringer als bei der Temperaturerhöhung von 600 °C auf 650 °C. Wird davon ausgegangen, dass die Temperatur die Sauerstoffdiffusion maßgeblich bestimmt, ist der Zuwachs der Risswachstumsraten, der durch die Sauerstoffversprödung erreicht wird, also auch limitiert. Dabei ist allerdings zu berücksichtigen, dass die Ergebnisse der vorliegenden Versuche durch den Probenquerschnitt von  $7 \times 7 \text{ mm}^2$  limitiert sind. Der Bereich des vollständig zeitabhängigen Risswachstums wird durch die Anpassungskurven *Untere Begrenzung* und *Geringste Steigung* repräsentiert (siehe Abbildung 6.8).

Zwischen dem zyklus- und dem zeitabhängigen Risswachstum zeigen die Versuche ein Übergangsverhalten. Der Anteil des zeitgetriebenen Risswachstums nimmt zu, bis der Schwellenwert des vollständig zeitabhängigen Risswachstums  $K_{th,O_2}$  überschritten wird. Der Übergangsbereich wird durch die Stufenform in Abbildung 7.5 sichtbar. Des Weiteren kann er in der  $da/dN$ -Darstellung erkannt werden. Dazu kann der Versuch bei 600 °C mit Haltezeit in Abbildung 7.6 betrachtet werden. In diesem liegen die letzten Datenpunkte weiter auseinander und ungefähr auf dem Niveau der 650-700 °C Versuche. Des Weiteren ist die Steigung geringer als in den vorherigen Datenpunkten und ebenfalls vergleichbar zu dem vollständig zeitgetriebenen Wachstum der Versuche bei 650 – 700 °C. Der sowohl temperatur- als auch lastabhängige Übergang wird durch den Knick der Kurve sichtbar.

Wie anhand der Stufenform in Abbildung 7.5 ersichtlich wird, ist der Übergangsbereich klein. Der Schwellenwert für das vollständig zeitabhängige Risswachstum wird also plötzlich überschritten. Werden für die Versuche bis 600 °C die Paris-Bereiche in Abbildung 7.6 mit dem zyklusabhängigen Risswachstum und dem Übergangsbereich in Abbildung 7.5 verglichen, wird deutlich, dass der Paris-Bereich durch eben diese beiden Bereiche abgebildet wird. Der nachfolgende Schwellenwert des vollständig zeitabhängigen Risswachstums, der zu einem schnellen Risswachstum führt, entspricht somit dem prinzipiellen Verständnis von  $K_{Ic}$ , hat aber eine andere Ursache.

Bedingt durch dieses Verhalten und die gewählten Belastungen am Versuchsstart, zeigen die Versuche mit Haltezeit bei 700 °C, die in dieser Arbeit durchgeführt wurden, also entweder kaum messbares Risswachstum oder ein nahezu sofortiges zeitgetriebenes Risswachstum. Dies äußert sich in dem kurzen und nahezu senkrechten Übergangsbereich in der  $da/dN$ -Darstellung. Eine Ausnahme stellen die Versuche aus Zustand 2a dar (siehe Abbildung 9.7). Die Entwicklung der Risslänge und der zugehörigen  $K_{max}$ -Werte ist in Abbildung 9.8 und Abbildung 9.9 dargestellt. Diese Versuche, die einen späteren Übergang zu dem exponentiellen Wachstum zeigen, bestätigen, dass in Alloy 780 auch ein vollständig zyklusabhängiges Risswachstum bei 700 °C an Luft möglich ist. Die Lasten sind allerdings sehr gering. Des Weiteren zeigen diese Versuche aus Zust. 2a, dass die Zustände unterschiedliche Belastungsschwellenwerte aufweisen, bei denen das vollständig zeitgetriebene Wachstum einsetzt. In Zust. 2a ist  $K_{th,02} \approx 18 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Bei Zust. 1c und Zust. 4 ist ein Wert  $\leq 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  in Abbildung 6.8 erkennbar, während die anderen Zustände dazwischen liegen.

Vermutlich kann das Überschreiten des Schwellenwertes auf den Bruchflächen erkannt werden, wenn erkennbarer Rissfortschritt vor und nach diesem Moment generiert wurde. Dies ist nur in Zust. 2a gegeben. Die Versuche des Zustandes 2a, die in den Risswachstumsraten einen Übergang zeigen, zeigen ebenfalls eine Veränderung im Bruchbild (siehe Abbildung 9.11 – vergleiche linke und rechte Bildhälfte). Nach dem Übergang sind die Korngrenzen deutlich prägnanter und gradliniger ausgeprägt. Vor dem Übergang wirken sie *diffuser*. In Tabelle 9.11 sind die Risslänge und Belastung während des Übergangs dargestellt. Für eine optische Einordnung kann Abbildung 9.8 herangezogen werden. Dort ist erkennbar, dass bei der Risslänge und Belastung des Übergangsbereiches ein Wechsel in den zeitgesteuerten Bereich des Risswachstums vonstatten geht (Stufenform mit exponentiellen Anteilen). Der Übergang im Bruchbild ist also mit einem veränderten Risswachstumsverhalten verbunden. Die Belastung während des Übergangs liegt im Bereich von 15 - 20  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  und somit in der Größenordnung von  $K_{th,02}$ . Das Verhalten der Probe 2a-3 weicht etwas ab, da ein Teil des Risses durchweg in einem Mischkornbereich wächst (siehe Abbildung 9.10). Entsprechend liegt  $K_{th,02}$  bei höheren Belastungen. Ein Wechsel in der Ausprägung der Korngrenzen ist aber ebenfalls sichtbar. Die *diffuseren* Korngrenzen zeigen also ein langsames Risswachstum an. Eine klare Ursache ist aber nicht erkennbar. Es liegen keine scharfen Gradienten in der Mikrostruktur vor, die einen plötzlichen Übergang im Bruchbild erklären. Der Einfluss einzelner mikrostruktureller Größen ( $\delta$  – Phase, Korngrenzenmorphologie, etc.) kann also ausgeschlossen werden. Auch eine nachträgliche Oxidation der freigelegten Oberfläche ist keine ausreichende Erklärung. Auch in diesem Fall

sollte ein fließender Übergang sichtbar sein und keine scharfe Kante. Die *Diffusität* der Korngrenzen scheint lediglich die Ausprägung der versagten Korngrenzen im nicht exponentiellen Risswachstum innerhalb einer Haltezeit darzustellen.

Ob im Umkehrschluss mit Hilfe der *Diffusität* mikrostrukturelle Größen ermittelt werden können, die den Widerstand gegen die Versprödung erhöhen und somit den Schwellenwert derselbigen zu höheren Lasten verschieben, wird im Folgenden kurz andiskutiert. Zu diesem Zweck werden die anderen Zustände mit *diffusen* Korngrenzen betrachtet (siehe Abbildung 9.5). In den Bildern ist auffällig, dass es Unterschiede in der dargestellten *Diffusität* gibt. Die absteigende Reihenfolge derselbigen (Zust. 6b, 7, 1a, 2a, 2b, 6a) scheint mit der Korngröße verbunden zu sein. Ebenfalls zu berücksichtigen ist die  $\delta$ -Phase, die in allen dargestellten Zuständen vorliegt. Der Ausscheidungsanteil (3.9, 1.6, 1.9, 2.5, 1.6, 1.8%<sup>7</sup>) ist aber kein hinreichendes Kriterium. Eine Kombination der beiden Größen, Korngröße und  $\delta$ -Phasenanteil, liefert vermeintlich einen Zusammenhang, wenn diese in Relation gesetzt werden (siehe Tabelle 9.10). Wenn die  $\delta$ -Phase im Vergleich zur Korngröße groß ist, könnten die Korngrenzen welliger wirken. Dies wird durch die vermehrte Ausscheidung der  $\delta$ -Phase an den RX-Körnern in inhomogenen Kornstrukturen bestärkt. Dort hat eine  $\delta$ -Phasenausscheidung die Länge eines Korndurchmessers und wächst durch ein Korn hindurch (siehe Abbildung 5.7). Ein transkristallin wachsender Riss müsste also die  $\delta$ -Phase durchtrennen. Bei einem interkristallinen Wachstum muss der Riss lediglich die kleine Auswölbung der Korngrenze an der Verbindungsstelle Korngrenze/  $\delta$ -Phase, umgehen. Dies könnte zu dem *diffuseren* Erscheinungsbild der Korngrenzen in diesem Bereich beitragen. Dies kann allerdings nicht auf eine homogene Kornstruktur übertragen werden. In einer solchen liegt nicht an jeder Korngrenze eine  $\delta$ -Phasenausscheidung vor. Somit führt ein Umgehen des Risses der  $\delta$ -Phase, welches exemplarisch für Zust. 2c in Abbildung 9.4c dargestellt ist, nicht zu der sichtbaren *Diffusität*. Andernfalls müssten beide Erscheinungsbilder der Korngrenzenform in allen Zuständen mit  $\delta$ -Phase koexistieren. Ein positiver Einfluss der  $\delta$ -Phase kann somit ebensowenig gesichert wie ein Einfluss der Korngröße auf die *Diffusität* festgestellt werden.

Neben diesen beiden Merkmalen sollte in allen dargestellten Zuständen mit *diffusen* Korngrenzen eine vergleichbare Welligkeit der Korngrenzen vorliegen. Wie in Kapitel 7.1.3 gezeigt, wird die geringe, vorhandene Welligkeit voraussichtlich durch die  $\gamma'$ -Phase erzeugt. Diese ist in allen verglichenen Zuständen vergleichbar. Auch die langsame Abkühlung aus 955 °C, die für die Welligkeit mit verantwortlich sein könnte, ist in allen der hier verglichenen Zuständen enthalten. Damit kann nicht gesagt werden, ob eines der drei Charakteristika (Korngröße,  $\delta$ -Phase, Welligkeit)  $K_{th,O_2}$  und damit das Risswachstum beeinflusst. Des Weiteren beeinflusst die gewählte Startbelastung im Versuch, ob ein Übergang gefunden werden kann. Dies macht eine statistische Betrachtung unzuverlässig.

---

<sup>7</sup> Die Ausscheidungsanteile der  $\delta$ -Phase gehören zu den darüber gegebenen Zuständen – in entsprechender Reihenfolge.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass ein schwellenwertartiges Risswachstumsverhalten der verschiedenen Zustände vorliegt. Dieses ist  $K_{IC}$  ähnlich, hat aber eine andere Ursache. In der Bewertung der Eignung der Legierung für Anwendungen in Turbinenscheiben kann dies aber analog betrachtet werden. Sowohl  $K_{IC}$  als auch  $K_{th,O2}$  stellen Grenzwerte dar, in deren Größenordnung kein Riss im Einsatz ansatzweise gelangen sollte. Bei Alloy 780 ist dieser Grenzwert sehr niedrig und liegt in der Größenordnung von  $\Delta K_{th,LC}$  von Alloy 718 für  $R_\sigma = 0$  [122]. Die verschiedenen Zustände unterschieden sich geringfügig. Welche mikrostrukturellen Größen in den Unterschieden resultieren, kann nur vermutet werden. Die *Diffusität* der Korngrenzen ist nur eine optische Ausprägung des Versagens unterhalb von  $K_{th,O2}$ . Die Korngrenzen widerstehen dem vollständig spröden Versagen unter diesen Bedingungen noch.

### 7.2.3 Einordnung in die Literatur

Für eine Bewertung des Niveaus der vorliegenden Risswachstumsraten ist ein Vergleich mit den 718-artigen Legierungen in Abbildung 7.7 und mit den reinen  $\gamma'$ -Verfestigern, U 720Li und Waspaloy, in Abbildung 7.8 dargestellt. Der Übersichtlichkeit halber sind für Alloy 780 nur die Paris-Anpassungen dargestellt. Alle Legierungen zeigen einen sauerstoffbedingten Frequenzeinfluss bei den dargestellten Temperaturen. Bei Waspaloy ist dieser aber sehr gering. Allerdings weist keine der Legierungen so hohe Risswachstumsraten auf wie Alloy 780, wenn Haltezeiten im Versuch eingesetzt werden. Dabei sind unterschiedliche Materialstadien (Billet, Turbinenscheibe, Pancake, etc.), Versuchsbedingungen und Probenformen (CT, Kb, CC) zu berücksichtigen. So ist bei den Kurven für Alloy 718, die aus Gustafsson et. al. [10] entnommen wurden, eine Veränderung der Steigung mit zunehmender Haltezeitdauer erkennbar. Andere Ergebnisse zeigen dies nicht. Auch bei Alloy 718Plus ist ein Unterschied erkennbar, wenn die Vergleichslegierungen untereinander verglichen werden. Bei Alloy 718Plus werden die Risswachstumskurven nur bis  $\approx \Delta K = 40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  dargestellt. Ob dies durch die Probenform bedingt ist oder die untersuchten Zustände eine geringere Bruchzähigkeit  $K_{IC}$  oder, analog zu Alloy 780 einen geringen  $K_{th,O2}$  aufweisen, ist unbekannt. Des Weiteren wurden nur für Alloy 718Plus und U 720Li Trapezzyklen mit einer 120 s Haltezeit angewandt. Eine Extra- oder Interpolation der Haltezeit für einen direkten Vergleich ist kritisch zu betrachten, da der Einfluss der Haltezeitdauer stagniert (siehe Abbildung 7.7a: oberer Kurvenblock).

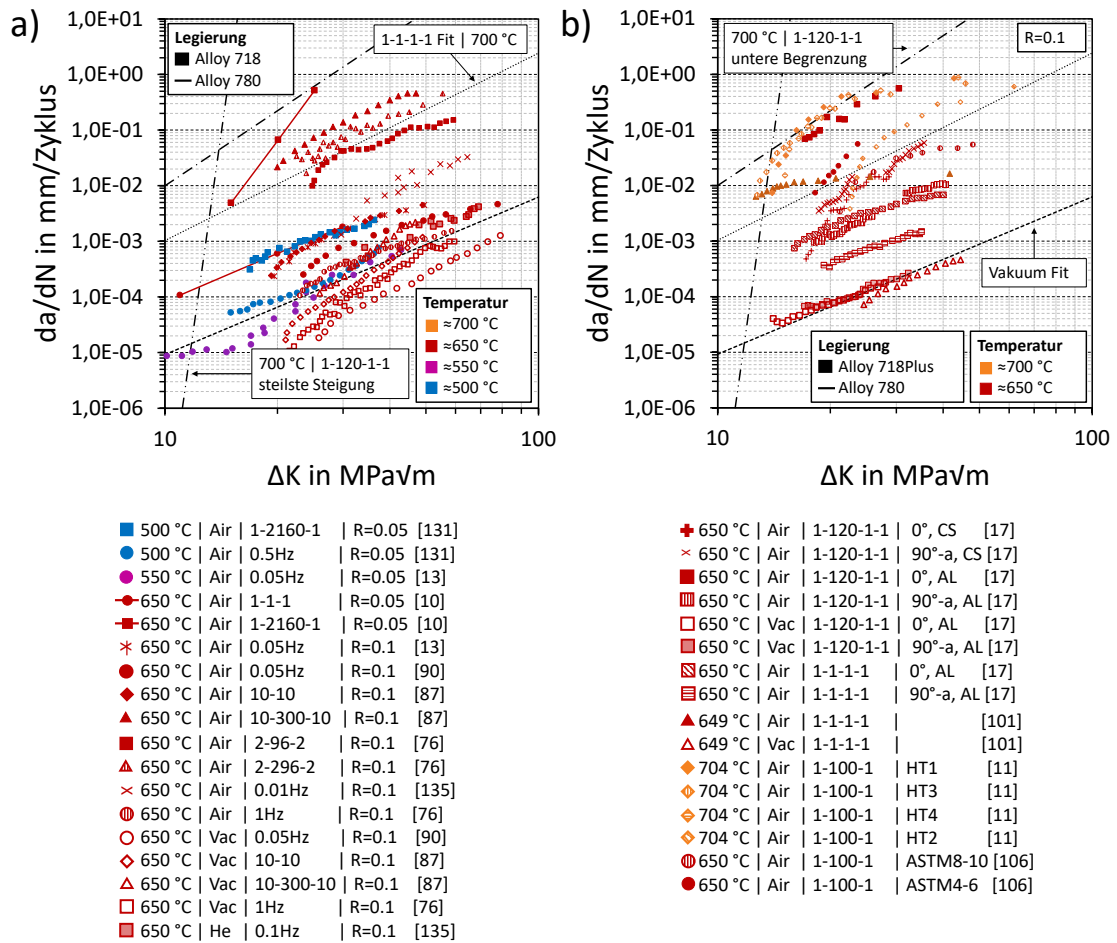


Abbildung 7.7: Vergleich der Risswachstumsraten von Alloy 780 mit a) Alloy 718 und b) Alloy 718Plus. CS: zufällige Orientierung der  $\eta$ -Phase. AL: ausgerichtete  $\eta$ -Phase. HT1-4: verschiedene Wärmebehandlungen, ASTM: Korngröße nach ASTM-Gruppen.

Ein direkter Vergleich mit den beiden Legierungen, für die ein 1-120-1-1 Zyklus untersucht wurde, zeigt, dass für diese eine Mikrostruktur eingestellt werden kann, die in Risswachstumsraten resultiert, die bei 700 °C in der Größenordnung derer von Alloy 780 liegen. Andererseits verändern sich die Risswachstumsraten bei Alloy 780 nur geringfügig, wenn die Temperatur auf 650 °C abgesenkt wird. Bei Alloy 718Plus und U 720Li liegen für diese Temperaturen jedoch Ergebnisse vor, die um Größenordnungen besser sind als bei 700 °C.

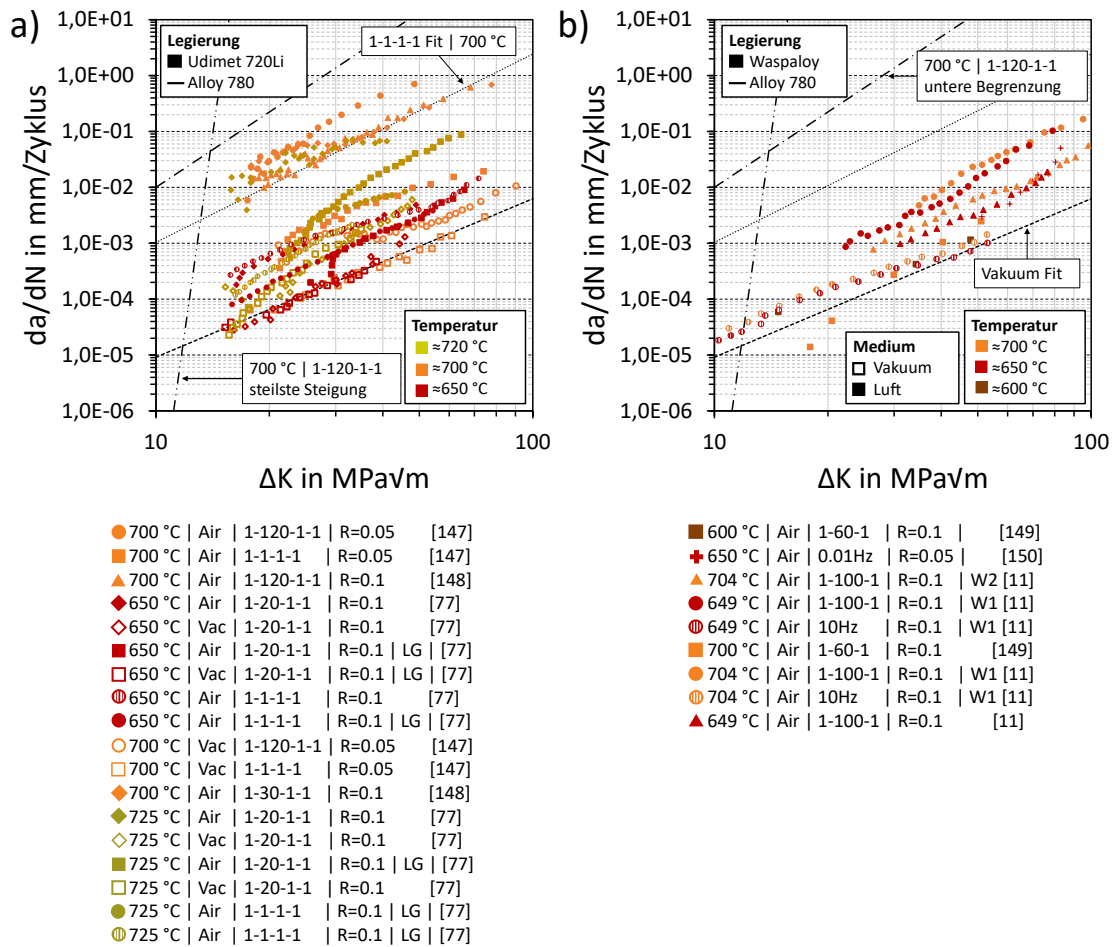


Abbildung 7.8: Vergleich der Risswachstumsraten von Alloy 780 mit a) U 720Li und b) Waspaloy. LG: Variante mit großer Korngröße, W1,2: unterschiedliche Wärmebehandlungen.

Für die wenigsten der dargestellten Risswachstumskurven aus der Literatur liegen alle mikrostrukturellen Informationen vor. Diese sind für eine aussagekräftige Bewertung aber notwendig. So wird bei U 720Li der Korngrößeneinfluss untersucht (LG) [77]. Ohne Informationen über die Korngröße wäre ein Vergleich mit anderen Versuchsdaten schwierig. Bei Alloy 718Plus wird eine Richtungsabhängigkeit explizit in der Herstellungsrouten erzeugt, charakterisiert und mit unterschiedlichen Risswachstumsraten verbunden (Abbildung 7.7b: CS vs. AL). Die teilweise große Streuung der Ergebnisse von vermeintlich ähnlichen Zuständen deutet also auf einen großen Einfluss der Mikrostruktur und damit der thermomechanischen Prozessroute hin. Somit sollte die bisher für Alloy 780 vorliegende Mikrostrukturinvarianz des Risswachstums auch aufgehoben werden können.

Im Vakuum verhält sich Alloy 780 vergleichbar zu den anderen Legierungen. Es scheint eine Art materialtyp-intrinsisches Niveau der Vakuumversuche zu geben, welches die geringsten möglichen Wachstumsraten für diese Legierungsgruppe darstellt. Wenn die Legierungen unter diesen Bedingungen vergleichbar abschneiden, wäre eine mögliche Interpretation, dass auch

die Ergebnisse an Luft ein vergleichbares Niveau erreichen könnten, wenn eine geeignete Prozessroute ermittelt wird. Diese Interpretation wird hier nicht widerlegt, ist aber kritisch zu bewerten, da grundlegende Unterschiede zwischen den Versuchen an Luft und im Vakuum vorliegen. So ist der Rissfortschritt im Vakuum transkristallin. Somit ist eine Anfälligkeit der Korngrenzen gegen die Sauerstoffversprödung irrelevant. Das Korninnere wird entscheidend für den Rissfortschritt. Wird davon ausgegangen, dass nach der Aushärtung in allen Legierungen eine optimale  $\gamma'$ -Verteilung vorliegt, so sollte auch das transkristalline Risswachstum ähnlich sein. Dies wird durch das Verhalten von Alloy 718 bestärkt. In dieser Legierung wird die  $\gamma''$ -Phase ausgeschieden. Das Korninnere unterscheidet sich somit von den anderen Legierungen. Die Risswachstumsraten unterschreiten das gemeinsame Niveau der  $\gamma'$ -Bildner. Untersuchungen an Zuständen mit geringeren Ausscheidungsanteilen könnten dies näher beleuchten.

## 7.3 Der Einfluss der Mikrostruktur auf das Risswachstum

Die vorliegenden Zustände unterscheiden sich in der Mikrostruktur, nicht aber in den Risswachstumsraten. Das Material scheint, wenn die inhomogene Kornstruktur außen vorgelassen wird, für die eingestellten Unterschiede ein mikrostrukturinvariantes Risswachstumsverhalten zu zeigen. Die mikrostrukturellen Größen werden dennoch mit Hinblick auf die Hypothesen aus Kapitel 2.4 diskutiert. Eine Einordnung in die Literatur zeigt auf, dass vermutlich stärkere Veränderungen vorgenommen werden müssen, um das Risswachstum zu beeinflussen. Dies gilt besonders für die Welligkeit der Korngrenzen, die in Kapitel 7.1.3 bereits diskutiert wurden und hier nicht erneut aufgegriffen werden.

### 7.3.1 Einfluss der Kornstruktur

Die Korngröße in Alloy 780 hat, wenn weitere Unterschiede in der Mikrostruktur vernachlässigt werden, keinen Einfluss auf das Risswachstum unter Haltezeit. Dies wird durch einen Vergleich der Zustände 2c und 3 im Vergleich zu 6a oder durch einen internen Vergleich der Zustände 4a-c ersichtlich. Zuvor genannte Zustände unterscheiden sich nicht nur in der Korngröße (siehe Tabelle 5.1 - Tabelle 5.4). Eine Bewertung derselbigen ist vor diesem Hintergrund zu sehen. In der Literatur wird der Einfluss der Korngröße in Nickelbasislegierungen diskutiert, da Untersuchungen vorliegen, die eine große Korngröße vorteilhaft bewerten, aber auch solche, bei denen eine kleine Korngröße zu besseren Risswachstumsraten führt [77], [104], [105], [106], [136]. Ob in diesen Untersuchungen eine isolierte Veränderung der Korngröße betrachtet wird oder zusätzlich Unterschiede in den Intermetallischen Phasen und der Versetzungsstruktur vorliegen, wird in der Literatur nicht immer angegeben.

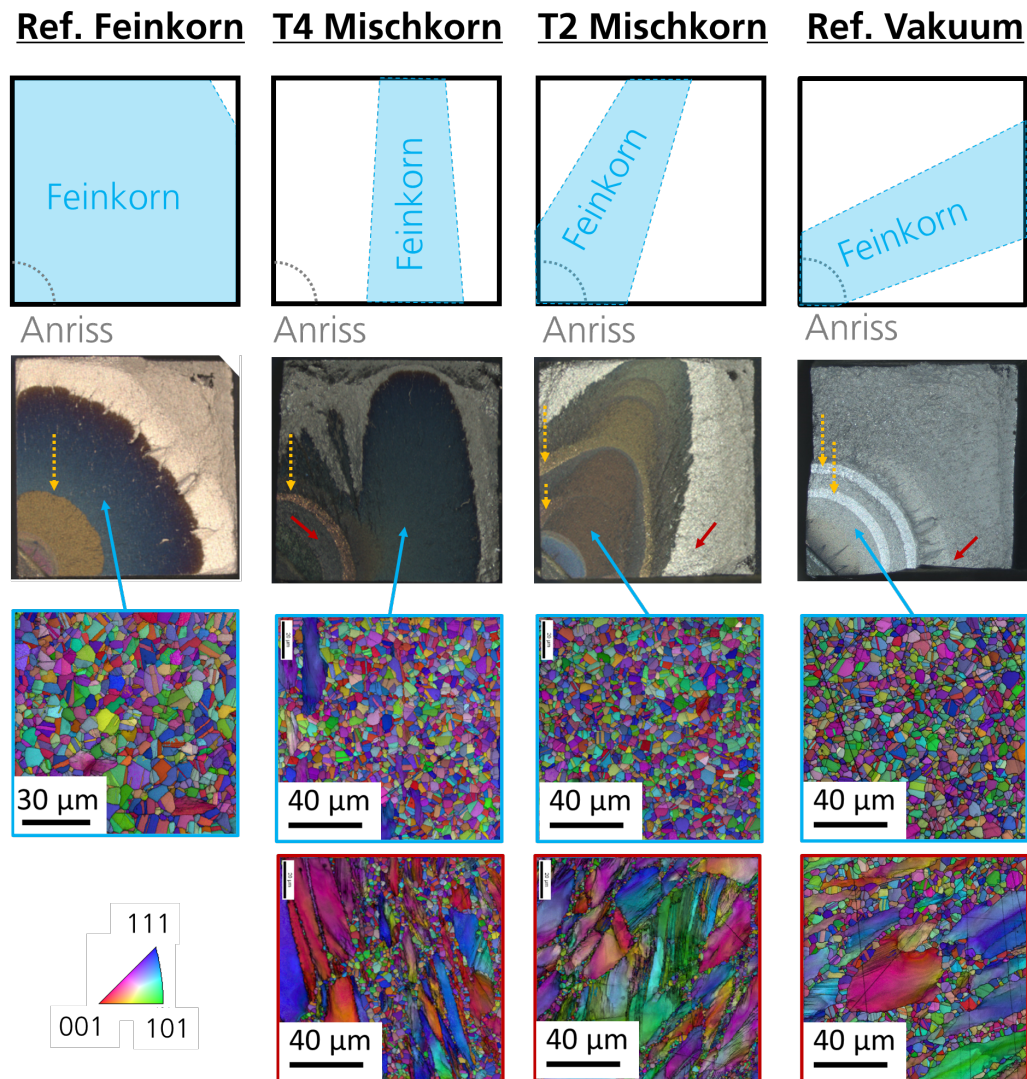


Abbildung 7.9: Übersicht der Proben, bei denen gezielt eine inhomogene Kornstruktur eingestellt wurde. Die Bereiche verschiedener Kornstrukturen sind schematisch in der ersten Zeile dargestellt. Der Aufbau der Abbildung ist analog zu Abbildung 5.2. Beachmarks sind mit gelben Pfeilen auf der Bruchfläche markiert.

Der Einfluss verschiedener Kornstrukturen auf das Risswachstum in Alloy 780 wird in Abbildung 6.13 (Risswachstum) und Abbildung 5.2 (Kornstruktur) deutlich. In diesen Proben liegt, ungeplant, eine inhomogene Kornstruktur innerhalb des Testquerschnittes vor. Die Proben stammen alle aus kleinen VDM-Pancakes (siehe Abbildung 7.1). Mit sinkender Stauchtemperatur steigt die Wahrscheinlichkeit, dass eine solche inhomogene Kornstruktur vorliegt, da der rekristallisierte und feinkörnige Bereich im Pancake kleiner wird. Die Risswachstumsraten dieser Proben weichen von den anderen Verläufen bei 700 °C und einem 1-120-1-1 Zyklus ab. Dies ist durch die Kornstruktur und einer bevorzugten Ausscheidung der  $\delta$  – Phasen an den RX-Körnern bedingt. Wie dies das Risswachstum beeinflusst, wird im Folgenden schematisch an vier anderen Proben erläutert. In diesen wurde die Kerbe in Abhängigkeit der vorliegenden Kornstruktur positioniert. Dafür wurden die Seitenflächen der CC-Proben poliert und angeätzt

(siehe Abbildung 9.15). Die Proben gehören zu Zustand 1a und werden für eine übersichtlichere Darstellung in Abbildung 7.10 und Abbildung 7.9 in diesem Abschnitt und nicht in den Ergebnissen vorgestellt. Die statistische Auswertung der Mikrostruktur ist in Tabelle 9.13 aufgelistet. Die Paris-Anpassungen aus Kapitel 6.3 sind für eine Orientierung beigefügt.

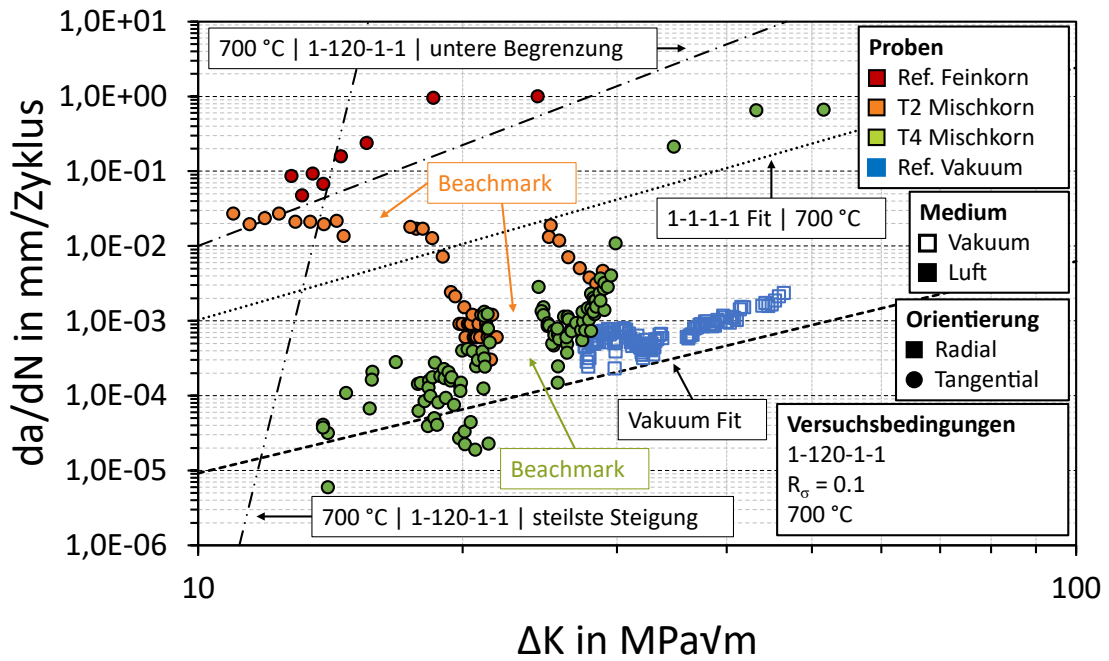


Abbildung 7.10: Risswachstumsraten der Proben mit gezielt inhomogener Kornstruktur. Die Proben sind aus Zustand 1a.

Anhand der Versuche T2 und T4 ist zweifelsfrei ersichtlich, dass der Riss in Versuchen mit einem 1-120-1-1 Zyklus bei 700 °C dem homogenen und feinkörnigen Gefüge folgt und die inhomogene Kornstruktur vermeidet. Wird diese dennoch durchlaufen, so sinken die Risswachstumsraten ab. Das erreichte Geschwindigkeitsniveau wird von der Lage der Rissfront in der Kornstruktur bestimmt. Wächst der Riss vollständig innerhalb einer inhomogenen Kornstruktur, so ist das Risswachstum vergleichbar mit Vakuumergebnissen (siehe Abbildung 7.10 - T4 bis Beachmark). Mit steigenden Anteilen eines homogenen Korns steigt die Risswachstumsrate an. Dabei ist zu berücksichtigen, dass alle Versuche in dieser Arbeit mit der Geometriefunktion nach Schweizer [75] ausgewertet wurden, die für viertelkreisförmige Risse zulässig ist. Bei abweichenden Ausprägungen der Rissfronten ist somit eine Abweichung zu berücksichtigen.

Wird die Frequenz und das Belastungsverhältnis in den Beachmarks verändert, sinkt der Einfluss der Kornstruktur. So ist auf der Bruchfläche von T2 zu erkennen, dass der *getunnelte* Riss während der Beachmarks versucht, eine viertelkreisförmige Rissfront zu erreichen. Der Riss wächst hier an den Probenrändern schneller und auf der Diagonalen kaum. Dabei ist zu beachten, dass nach wie vor in den homogenen Bereichen ein interkristalliner- und in den inhomogenen Bereichen ein Mischbruch vorliegt (*diffusere Korngrenzen*). Die großen und versetzungs-

reichen Körner werden in den meisten Fällen nicht interkristallin umgangen, sondern transkristallin durchtrennt (siehe Abbildung 9.16). Aber auch eine Umgehung dieser Körner führt zu einer Auslenkung und Verzweigung des Risses. Der Anteil des rauhigkeitsinduzierten Riss-schließens [59] wird erhöht und verlangsamt den Riss. Ebenfalls mit T2 und T4 kann eine Vermutung zu den Spalten auf den Bruchflächen, die auch in Abbildung 5.2 zu sehen sind, aufgestellt werden. Diese treten nur bei asymmetrischen Bruchflächen auf. Anhand der Oxidationsfarbe ist ersichtlich, dass diese im Versuch entstehen. Mit Hilfe der Beachmarks in obigen Versuchen ist zu erkennen, dass die Spalten nicht durch ein generell einfacheres Risswachstum in Belastungsrichtung in diesen Regionen entstehen, das durch ein Umgehen von nicht rekristallisierten Körnern erklärt werden könnte. Vielmehr entstehen diese am Ende des Experiments in einem Versuch, eine viertelkreisförmige Rissfront zu erzeugen. Vermutlich wird es durch eine Kombination aus Restquerschnittverkipfung, Einschnürung und Spannungsüberhöhung zu einem ruckartigen Herauslösen der zeitlich ausgerichteten Segmente kommen<sup>8</sup>. Im Vakuum tritt dies nicht auf, da der Riss trotz verschiedener Kornstrukturen eine viertelkreisförmige Front beibehält. Allerdings sind Einzüge an den Probenrändern zu erkennen, die auf eine stärkere plastische Verformung an der Rissspitze hindeuten. Wird die angelegte Kraft, die indirekt über den  $\Delta K$ -Startwert in Abbildung 7.10 erkennbar ist, mit den Versuchen an Luft verglichen, ist ersichtlich, warum dies der Fall ist. Im Vakuum ist für 1-120-1-1 Zyklen ungefähr die doppelte Belastung notwendig, um in labortechnisch relevanten Zeiten einen wachstumsfähigen Riss zu erzeugen.

Wie bereits erwähnt, ist die Rissfront im Vakuum trotz verschiedener Kornstrukturen viertelkreisförmig. Im Vergleich zu den Versuchen an Luft hat die Kornstruktur im Vakuum also kaum einen Einfluss. Andersherum kann auch geschlossen werden, dass das Risswachstum in der inhomogenen Kornstruktur nahezu unabhängig vom Umgebungsmedium ist. Die Risswachstumsraten im Vakuum und an Luft unterscheiden sich nicht für diese Kornstruktur. Der Sauerstoff in der Luft hat in einer solchen inhomogenen Kornstruktur also keinen Einfluss auf das Risswachstum. Viskari et. al. [99] konnten mit der Atomsonde zeigen, dass Versetzungsstrukturen zusätzliche Diffusionswege bereitstellen, die eine Diffusion des versprödenden Sauerstoffs vor die Rissspitze verhindern oder zumindest verzögern. In verformten, aber nicht rekristallisierten Körnern liegen viele dieser Strukturen vor, sodass die vakuumähnlichen Risswachstumsraten erklärt werden können. Trotz einer vorteilhaften Auswirkung auf das Risswachstum, das auch für die Vergleichslegierungen bekannt ist [13], ist diese Art der Kornstruktur nicht erwünscht, da andere Materialeigenschaften darunter leiden. Somit kann sie nicht eingestellt werden, um den Anforderungen an das Risswachstum zu genügen. In [33] beispielweise wird gezeigt, dass bei erhöhten Temperaturen die Rissinitiierung bevorzugt an einzelnen großen Körnern, die in der sogenannten ALA-Korngröße<sup>9</sup> (ALA – as large as) erfasst werden, startet. Bereits in [137] wird die ALA-Korngröße als wichtig bewertet. Für die Lebensdauerbewertung

---

<sup>8</sup> Die Bruchfläche von T4 würde vermutlich wie die von 1a-1 und 1a-3 (siehe Abbildung 5.2) aussehen, wenn der Versuch nicht angehalten worden wäre. Der *Tunnel* wäre nicht mehr sichtbar.

<sup>9</sup> Für weitere Informationen zur ALA-Korngröße kann beispielsweise die ASTM E930-18 herangezogen werden.

von rotierenden Turbinenkomponenten werden sowohl die Dauer bis zur Rissinitiierung als auch das stabile Risswachstumsverhalten verwendet [2]. Auch wenn bei Turbinenscheiben von vorhandenen Defekten ausgegangen wird, sodass in diesen Fällen die Rissinitiierung geringer ausfällt, darf dieses Kriterium nicht vernachlässigt werden.

Der hier vorgestellte Vakuumversuch kann auch für eine Bewertung des transkristallinen Risswachstums in einer inhomogenen Kornstruktur herangezogen werden. Im Vergleich zu den Ergebnissen an Zust. 1b und d liegen leicht erhöhte Risswachstumsraten vor, die bei  $\Delta K = 30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  abfallen. Dieser Abfall kann vermutlich mit der Erschließung verformter Körner erklärt werden, die mit zunehmender Risslänge an den Probenrändern durchlaufen werden müssen. Somit hat die Kornstruktur auch im Vakuum einen geringen Einfluss auf das transkristalline Risswachstum. Für die anfänglich höheren Risswachstumsraten könnte der Druck verantwortlich sein. So wurde der Versuch mit einem Startdruck von  $1.14 \cdot 10^{-5} \text{ mbar}$  begonnen. Die anderen Vakuumversuche wurden im Bereich von  $5.54\text{-}8.73 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}$  gestartet.

### 7.3.2 Einfluss der $\delta$ – Phase

In der Literatur wird der Einfluss der  $\delta/\eta$  – Phase auf die mechanischen Eigenschaften in Alloy 718 und Alloy 718Plus diskutiert [48], [121], [22]. In Alloy 780 ist kein Einfluss der Ausprägung der  $\delta$  - Phase auf die Risswachstumsraten erkennbar. Dies scheint verwunderlich zu sein, da in der Entwicklung von Alloy 718Plus ein großer Aufwand betrieben wurde, um die Ausscheidung der  $\eta$  – Phase zu optimieren (siehe z.B. Abbildung 2.23). Allerdings liegt in dieser Legierung oftmals ein höherer Ausscheidungsanteil vor als in Alloy 780. So berichtet Casanova [138] von 2.4 – 9.9% (Abhängig von der Probenposition in der Turbinenscheiben) direkt nach dem Stauchen und 10.2 – 15.1% nach einer anschließenden Auslagerung, während in den untersuchten Zuständen von Alloy 780 maximal  $\approx 4\%$  vorliegen. Eine Ausscheidung in der Erwärmung vor dem Stauchen oder im Stauchprozess selbst ist für die untersuchten Zustände in Alloy 780 nicht sichtbar. Ersteres wird ebenfalls von Casanova für die  $\eta$  – Phase in Alloy 718Plus beobachtet. Eine Glühung für 3h bei  $950 \text{ }^\circ\text{C}$ , die diesen Schritt abbildet, erzeugt in Alloy 718Plus bereits 4.4-8.5%  $\eta$  – Phase [138]. Wird das ZTU-Diagramm von Alloy 780 betrachtet, sollte in dieser Legierung auch  $\delta$ -Phase beim Erwärmen ausgeschieden werden. Zustand 2c und Auslagerungen an Stauchzylindern aus Billetmaterial haben in diesem Vorhaben allerdings gezeigt, dass dies nicht oder erst bei langen Auslagerungsdauern ( $>10\text{h}$ ) der Fall ist und dann auch nur in geringen Anteilen. Da Alloy 780 ebenfalls einen hohen Niobanteil aufweist, kann der geringe Ausscheidungsanteil nicht, wie es gelegentlich angemerkt wird, mit der chemischen Zusammensetzung erklärt werden [29]. Die Ausscheidungskinetik scheint entscheidend zu sein. Erste Untersuchungen an Stauchversuchen zeigen für Alloy 780 ebenfalls erhöhte Ausscheidungsanteile, wenn eine Umformung mit einer anschließenden Auslagerung kombiniert wird (siehe Kapitel 5.3). Über eine Erweiterung des vorliegenden ZTU-Diagramms für verschiedene Ausgangszustände kann nachgedacht werden. Des Weiteren sollten analog zu *Figure 6* in [24] die Ausscheidungsanteile mit angegeben werden.

Ob eine Erhöhung des ausgeschiedenen HT-Phasenanteils ausreichend für eine Verbesserung der Risswachstumseigenschaften ist, ist fraglich, wenn die Ergebnisse von McDevitt [101] und Hühnert [17] betrachtet werden. Ersterer kam zu dem Schluss, dass eine  $\eta$  – Phasenglühung vor der Lösungsglühung zu schnelleren Risswachstumsraten führt (siehe Abbildung 2.21). In einer solchen Glühung soll der Ausscheidungsanteil erhöht werden. Es sind allerdings keine Ausscheidungsanteile angegeben, sodass eine Einordnung nicht möglich ist. Bei Hühnert hingegen wird ein Ausscheidungsanteil gegeben. Eine vergleichbare Wärmebehandlung zu McDevitt führte hier zu vorteilhaften Risswachstumsraten. Hieran ist erneut ersichtlich, welche Bedeutung dem Stauchprozess zukommt, der sich in beiden Veröffentlichungen unterscheidet. Ferner sind vollständige Angaben aller mikrostrukturellen Größen hilfreich für eine Bewertung. Der Ausscheidungsanteil in der *Cross-stitched* Variante von Hühnert beträgt ca. 5.6%. Diese zeigt somit einen leicht erhöhten Ausscheidungsanteil, wenn sie mit den maximal erreichten Ausscheidungen in Alloy 780 verglichen wird. Die Risswachstumsraten sind allerdings deutlich langsamer. Die Form und Ausscheidungsart der  $\eta$  – Phase unterscheidet sich deutlich von Alloy 780 (siehe Abbildung 9.37). Es liegen dünnere und längere Ausscheidungen vor, denen oftmals schlechtere Eigenschaften zugeschrieben werden. Der Vorteil liegt vermutlich in der Manipulation der Korngrenzen, die wie von Pickering [31] im TEM aufgelöst, welliger ausfallen als die von Alloy 780.

Wird die Korngrenzenmorphologie vernachlässigt, kann eine Ausrichtung der HT-Phase zu verbesserten Risswachstumsraten führen, wie von Hühnert [17] für Alloy 718Plus und Ponelle [45], [139] für Alloy 718 gezeigt wurde. Dies setzt voraus, dass die Ausrichtung mit der Belastungsrichtung abgestimmt ist. Dies geschieht im Stauchprozess automatisch, da in der Turbinenscheibe die axiale Richtung (Stauchrichtung) als unkritisch bewertet wird. In dieser liegen durch eine Ausrichtung der HT-Phase höhere Risswachstumsraten vor, während die beiden anderen Orientierungen von der Ausrichtung profitieren. Dass eine solche Ausrichtung auch für Alloy 780 möglich ist, wurde mit Hilfe von Zylinderstauchversuchen gezeigt (siehe Kapitel 5.3).

Ein weiterer Einfluss auf die Ausscheidung der HT-Phase entsteht durch die Rekristallisation. In den Stauchversuchen an Alloy 780 und den inhomogenen Kornstrukturen in den untersuchten Zuständen wird ersichtlich, dass sich die  $\delta$  – Phase nur an den RX-Körnern ausscheidet und dort scheinbar auf die Ausdehnung einer Korngröße limitiert ist. Es stellt sich die Frage, ob eine nachträglich RX der großen Körner noch möglich ist, und ob dort  $\delta$  – Phase ausgeschieden wird. Eine Betrachtung des Ausscheidungsverhaltens in [138] deutet darauf hin, dass eine homogene Ausscheidung möglich ist und auch nach der Verformung erreicht werden kann. In Abbildung 7.11 sind die Ausscheidungen in verschiedenen Orientierungen im Scheibenkern direkt nach dem Stauchen sichtbar. Eine gleichmäßige Verteilung liegt nicht vor. Die Leerräume könnten, analog zu der inhomogenen Kornstruktur in Alloy 780, durch unrekristallisierte Körner entstanden sein. Die Ausscheidung der  $\eta$  – Phase fand lediglich in den RX-Körnern statt und wurde noch nicht auf die anderen Bereiche ausgeweitet. Des Weiteren deuten die zeiligen Ausscheidungen, die teilweise auch im Korninneren vorliegen, darauf hin, dass hier eine andere Kornstruktur oder Subkörner vorlagen. Eine RX scheint also, analog zu Alloy 718 [28], auch

bei ausgeschiedener HT-Phase möglich zu sein. Nach einer angeschlossenen Glühung liegt eine gleichmäßige Verteilung vor. Bei der Herstellung einer Turbinenscheibe muss lokal allerdings von einer deutlich höheren Umformgeschwindigkeit ausgegangen werden (bis zu 20/s [2]) als in den Stauchversuchen für Alloy 780 untersucht wurde. Dies könnte mit einer Prozesskarte wie von Löhnert [2] für Alloy 718Plus dargestellt, berücksichtigt werden.

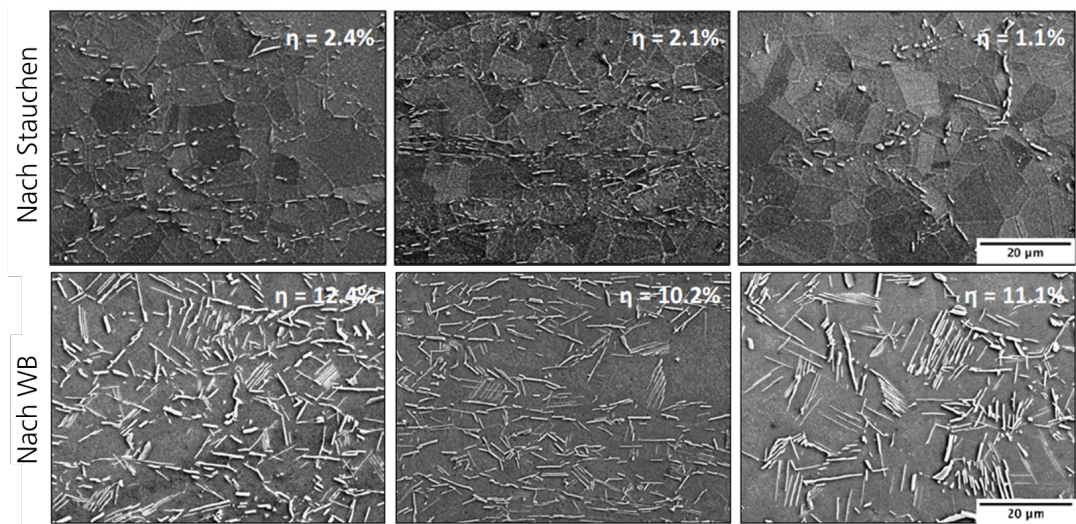


Abbildung 7.11: Entwicklung der  $\eta$ -Phase in Alloy 718Plus in verschiedenen Orientierungen im Scheibenkern. Die Ausscheidungen direkt nach dem Stauchen und nach einer anschließenden Wärmebehandlung werden verglichen [138].

Die *Diffusität* der Korngrenzen konnte in Alloy 780 nicht zweifelsfrei auf die  $\delta$ -Phase zurückgeführt werden. In den Zuständen, die Löhnert für Alloy 718Plus untersuchte, ist die *Diffusität* der Korngrenzen von dem Anteil der ausgeschiedenen  $\eta$ -Phase abhängig und korreliert direkt mit den Risswachstumsraten unter Verwendung einer 120s Haltezeit im Zug (siehe Abb. 39 & 40 in [2]). Dies wird mit einer verbesserten Spannungsrelaxation an der Riss Spitze begründet, die durch eine Element- und damit  $\gamma'$ -Verarmung in der Nähe der  $\eta$ -Phase an den Korngrenzen begründet. Dies führt zu einer weicheren Matrix, die besser relaxiert und somit die Triebkraft des Risswachstums reduziert. Verbesserte Risswachstumseigenschaften werden auch an anderen Stellen in der Literatur mit einem verbesserten Relaxationsvermögen begründet [140], [3], [123], [48] (siehe auch Überalterung in Kapitel 7.3.3). In Alloy 780 ist eine solche Verarmung nahe der  $\delta$ -Phase direkt nach der Lösungsglühung zu sehen (siehe Abbildung 9.18). Allerdings scheidet sich in den nachfolgenden Wärmebehandlungsstufen eine kleine Population der  $\gamma'$ -Phase aus. Der Vorteil aus Alloy 718Plus scheint also für Alloy 780 verloren zu gehen. Dies kann vermeintlich mit einer schnelleren Ausscheidungskinetik in Alloy 718Plus im Vergleich zu Alloy 780 erklärt werden, wenn die Kinetik der  $\delta$ -Phase in dieser Arbeit als Referenz verwendet wird. Die  $\eta$ -Phase in Alloy 718Plus scheidet sich schneller aus, sodass die Elemente, die sowohl für die Bildung der  $\eta$ - als auch der  $\gamma'$ -Phase verwendet können, nicht bereits in der  $\gamma'$ -Phase gebunden sind. In Alloy 780 ist dies nicht der Fall. Dieses Problem könnte eventuell umgangen werden, wenn keine langsame Ofenabkühlung nach der Lösungs-

glühung durchgeführt wird. Da diese in den vorliegenden Zuständen ihren Zweck nicht erfüllt (siehe Kapitel 7.1), sollte dies möglich sein. Damit wäre die Wärmebehandlung vergleichbarer zu der, die von Löhnert untersucht wurde. In dieser wurde lediglich eine Luftabkühlung verwendet (siehe Tabelle 4 in [2]). Das Verständnis der  $\gamma'$ -Ausscheidungskinetik und wie diese mit der  $\delta$ -Phase interagiert, muss also für verschiedene Abkühlraten und Auslagerungstemperaturen verstanden werden. Eine Diskussion der vorliegenden  $\gamma'$ -Phase wird im nachfolgenden Kapitel vorgenommen.

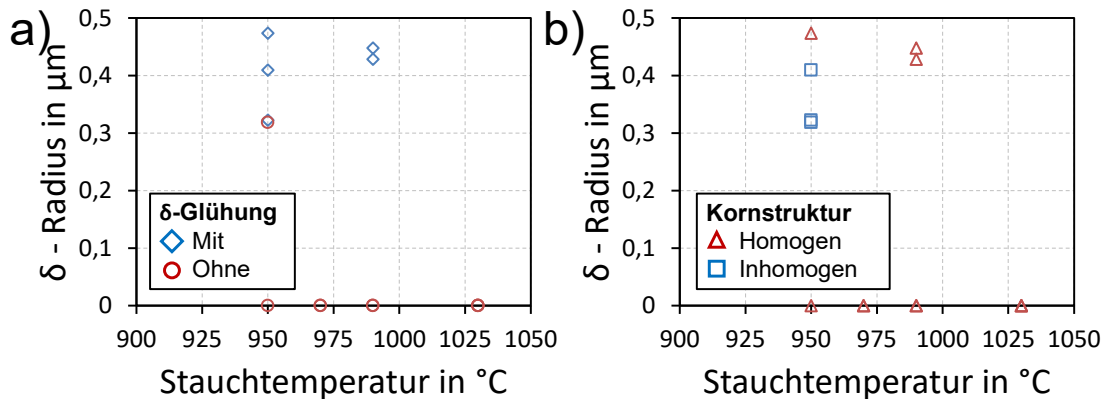


Abbildung 7.12: Betrachtung der  $\delta$ -Phasengröße in Abhängigkeit der  $\delta$ -Glühung a) und der Kornstruktur b).

In Alloy 718Plus und Alloy 718 ist neben dem Ausscheidungsanteil der  $\delta$ -Phase auch die Größe und Form sowie der Ausscheidungsort zu betrachten. In Hühnert et. al. [17] scheidet sich die  $\eta$ -Phase in der Cross-stitched Variante zu großen Teilen im Korninneren und in Form langer Platten aus. Dies wird auch von Anderson et. al. [23] für Alloy 718 untersucht. In der Auswertung wird der Ausscheidungsanteil in inter- und transkristallin eingeteilt. Der transkristalline Anteil ist in den meisten untersuchten Glühungen höher. In Alloy 780 ist eine solche Unterteilung in den untersuchten Zuständen nicht notwendig. Die  $\delta$ -Phase scheidet sich lediglich an den Korngrenzen aus. Die Form und Größe der Ausscheidungen kann nicht mit Risswachstumseigenschaften verbunden werden. Allerdings kann der Einfluss der verschiedenen Wärmebehandlungsstufen, die  $\delta$ -Phase ausscheiden, auf die Form dargelegt werden. Die Zustände mit einer  $\delta$ -Phasenglühung zeigen größere und längere Ausscheidungen. In Abbildung 7.12a wird dies anhand der Ausscheidungsgröße in den Endzuständen dargestellt. Zust. 7 wird in der Kategorie *mit  $\delta$ -Glühung* geführt, liegt aber deckungsgleich mit Zust. 1a ohne diese Glühung und sollte, wie in Kapitel 7.1.2 bereits hergeleitet, auch analog bewertet werden. Wird dies berücksichtigt, ergibt sich eine Zweiteilung im Diagramm. Eine  $\delta$ -Phasenglühung resultiert in größeren und längeren Ausscheidungen. Eine vergleichbare Trennung kann anhand der Kornstruktur vorgenommen werden (siehe Abbildung 7.12b). Eine inhomogene Kornstruktur, in der sich die  $\delta$ -Phase bevorzugt an den kleinen RX-Körnern ausscheidet, scheint ebenfalls ein möglicher Grund für eine geringere Ausscheidungsgröße zu sein. Ein optischer Vergleich in Abbildung 9.21 zeigt allerdings, dass der Einfluss der  $\delta$ -Glühung dominant ist. Für eine statistische Absicherung sollten weitere Untersuchungen vorgenommen

werden, in denen die Temperatur und Dauer der Glühung sowie deren Position variiert wird. So ordnen Desvallées et. al. [27] die Morphologien der  $\delta$ -Phase in Alloy 718 verschiedenen Ausscheidungstemperaturen zu ( $T \approx 1010$  °C = runder;  $T \leq 930$  °C = plattenförmig). Obige Statistik kann voraussichtlich ebenfalls auf eine Temperaturabhängigkeit zurückgeführt werden.

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

Der Einfluss der  $\gamma'$ -Phase auf das Risswachstum ist limitiert, wenn der Rissfortschritt vollständig interkristallin abläuft. Wie in der Literatur angemerkt wird, kann eine Überalterung zu reduzierten Risswachstumsraten führen [140], [3], [48], [141], [123]. Dies wird auf eine bessere Spannungsrelaxation in einem weicheren Material zurückgeführt. In Abbildung 6.4 sind die Härtewerte für die untersuchten Zustände von Alloy 780 dargestellt. Die Zustände 2c und 3 weisen eine Härte von 380HV10 auf und liegen damit deutlich unterhalb der anderen Zustände. Ein messbarer Einfluss auf das Risswachstum ist nicht erkennbar. Ebenfalls konträr verhält sich die Härte (HV0.1) in den Zuständen mit inhomogener Kornstruktur (siehe Abbildung 6.5). Eine hohe Härte repräsentiert hier ein gutes Rissfortschrittsverhalten. Die Größenordnungen der HV0.1-Härtewerte passen zu denen, die Löhnert für Alloy 718Plus angibt [2]. Eine lokale Härte von 504HV0.1 in der Nähe von Korngrenzen resultiert in Alloy 718Plus in guten Risswachstumseigenschaften, während bei 543HV0.1 eine schlechte Spannungsrelaxation angenommen wird. Auch Whitmore [142] gibt für eine zweistufige Aushärtung vergleichbare Härtewerte an. Die Aussagekraft der Härte sollte vor dem Hintergrund anderer mikrostruktureller Parameter betrachtet werden. In der Härte wird der Einfluss verschiedener mikrostruktureller Größen vermischt. So gehen u.a. der Einfluss der Korngröße und der  $\gamma'$ -Ausscheidungen ein, ohne, dass eine Trennung des Einflusses möglich ist. Die  $\gamma'$ -Phase liegt in den verformten Körnern der inhomogenen Kornstruktur in *entarteter* Form vor (siehe Abbildung 9.17). Diese entsteht vermutlich durch ein Schneiden der Ausscheidungen von Versetzungen. Die Größe der  $\gamma'$ -Ausscheidungen reicht also noch nicht aus, um ein Umgehen zu erzwingen (siehe Abbildung 2.9). In den RX-Körnern hingegen liegt eine *normale* Ausscheidungsform vor.

Geschnittene  $\gamma'$ -Ausscheidungen werden in Nickelbasislegierungen über das Kear-Wilsdorf-Lock mit der Streckgrenzenanomalie in Verbindung gebracht [2]. Eine Bewegung von Versetzungen, wie sie für eine Spannungsrelaxation erforderlich ist, wird erschwert. Somit könnte geschlussfolgert werden, dass die Ausscheidungsgröße oder der Anteil der  $\gamma$ -Phase in Alloy 780 verändert werden muss, um eine bessere Spannungsrelaxation zu ermöglichen. Dies könnte ohne Überalterung über eine angepasste Auslagerung erreicht werden. In Alloy 718Plus liegt des Weiteren nur ein  $\gamma'$ -Anteil von  $\approx 11$ -23% mit einer Größe von  $\approx 27$ -100 nm vor [2], [43], [11], [142]. Dies ist deutlich geringer als in Alloy 780 (siehe Kapitel 5.1.6). Für ein optimales Verhältnis von Ausscheidungsanteil und Größe sind weitere Untersuchungen notwendig. Laut Telesman et. al. [123] ist in LSHR die tertiäre  $\gamma'$ -Population entscheidend für das Risswachstum unter Haltezeit. In Alloy 780 könnten dies die sekundären  $\gamma'$ -Ausscheidungen sein. Die Zustände 3, 4 und 5 aus dieser Arbeit zeigen eine bimodale  $\gamma'$ -

Phase. Ein Einfluss auf die Festigkeit oder das Risswachstum wird jedoch nicht festgestellt. Erstere darf zu Gunsten des Risswachstums nicht beliebig reduziert werden.

## 7.4 Zukünftiges Materialscreening

In diesem Vorhaben wurden einige Risswachstumsversuche an verschiedenen Zuständen durchgeführt. Die Ergebnisse unterscheiden sich kaum und die Zustände scheinen in den untersuchten Änderungen mikrostrukturinvariant zu sein. Um dies zu ermitteln ist die Menge an teuren Risswachstumsversuchen nicht notwendig. Für eine erste Abschätzung könnten, wie in der Literatur angedeutet, langsame Zug- oder LCF-Versuche oder *Stress-Rupture*-Versuche durchgeführt werden [79], [143], [144]. Letztere wurden für Alloy 780 für verschiedene Wärmebehandlungen durchgeführt [7]. Es ist ein eindeutiger Trend erkennbar, der in die Festlegung der in dieser Arbeit untersuchten Zustände eingeflossen ist. Die in dieser Arbeit ermittelten Risswachstumsergebnisse entsprechen nicht den Erwartungen, die auf Grundlage des Trendes erwartet wurden. Die Diskrepanz kann mit der Mikrostruktur erklärt werden. Die Proben der *Stress-Rupture*-Versuche wurden ebenfalls aus Pancakes entnommen. Wie in dieser Arbeit gezeigt wurde, kann die Kornstruktur lokal sehr unterschiedlich ausfallen und die Ergebnisse beeinflussen. Aus diesem Grund ist die zusätzliche Bewertung der lokalen Mikrostruktur notwendig oder es sollten verschiedene Versuchstypen durchgeführt werden.

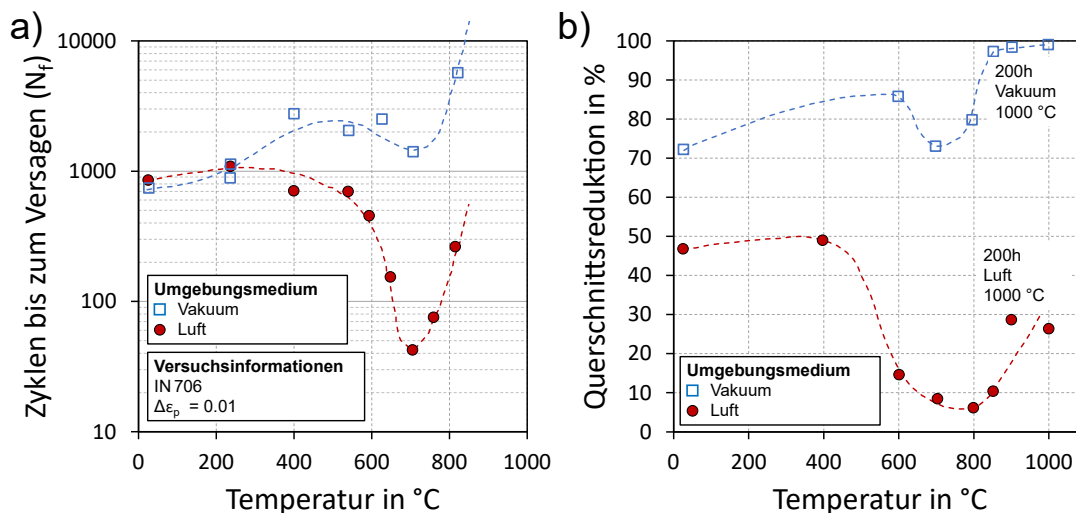


Abbildung 7.13: Einfluss der Temperatur und des Umgebungsmediums auf die zyklische Lebensdauer von IN706 (a) und die Einschnürung von Ni270 im Zugversuch (b). Die Daten wurden aus [79] entnommen.

Die Zugversuche, die in dieser Arbeit durchgeführt wurden, stellen eine weitere Methode dar, um mit geringerem Aufwand als Risswachstumsversuchen eine Anfälligkeit gegen die Sauerstoffversprödung zu erkennen. Die Zugversuche in dieser Arbeit zeigen das erwartete Duktilitätsminimum bei ca. 700 °C, das, wie in Abbildung 7.13 dargestellt, auch für andere Nickelbasislegierungen bekannt ist. Um bewerten zu können, ob eine Legierung einen guten oder

schlechten Widerstand gegen das Risswachstum unter Sauerstoffeinfluss aufweist, muss allerdings ein Grenzwert in der Bruchdehnung angewandt werden. Die Definition eines solchen Grenzwertes erschwert die Verwendung von Zugversuchen als Indikator für eine Anfälligkeit für die Sauerstoffversprödung. Des Weiteren muss die Dehnrage richtig gewählt werden, sodass ausreichend Zeit für eine Sauerstoffversprödung zur Verfügung steht. Einen eindeutigeren Indikator stellt die Bruchfläche der gebrochenen Proben dar. Ein sprödes Versagen der Korngrenzen mit, unter anderem mehreren Anrissen, ist ungewöhnlich für einen Zugversuch. Dabei ist allerdings zu berücksichtigen, dass Proben mit eckigem Querschnitt verwendet wurden. Es wird deutlich, dass langsame Zugversuche bei der ersten Bewertung helfen können, aber auch Erfahrung in der Bewertung hinsichtlich einer Sauerstoffversprödung erfordern.

Eine andere Methodik für eine schnellere Überprüfung der Sauerstoffversprödung bieten die in Kapitel 4.2.4 und 7.2.2 vorgestellten Stufenversuche. Diese sind aufwändiger als Zugversuche, aber je nach Materialzustand, schneller als *Stress-Rupture*-Versuche. Durch die Messung der Risslänge mittels Potentialsonde stehen ferner Informationen über die Rissentwicklung und nicht nur den Endzustand zur Verfügung. Auch können verschiedene Temperaturen und Lasten innerhalb eines Versuches untersucht werden.

Unabhängig von der Versuchsart sollten diese nach einem Abgleich der vorliegenden mit der erwarteten Mikrostruktur in der Prozessroute durchgeführt werden. Ist eine Diskrepanz in den Mikrostrukturen erkennbar, sollte, falls nicht geschehen, eine Analyse der Zwischenzustände erfolgen, um zu ermitteln, wo die Abweichungen entstehen. Ferner ist eine inhomogene Kornstruktur auszuschließen oder mit einer lokalen Analyse des Gefüges zu berücksichtigen. Bleibt diese unentdeckt, wird das Risswachstum falsch bewertet. Erst wenn dies erfüllt ist, sollten Risswachstumsversuche, die für den Designprozess von Triebwerkskomponenten notwendig sind [145], durchgeführt werden. Bei diesen sollten zu Beginn Versuche ohne Haltezeit getestet werden. Diese benötigen in der Regel weniger Versuchszeit und können, wie in Abbildung 6.6 und Abbildung 7.7 ersichtlich wird, auch eine Tendenz zu höheren Risswachstumsraten andeuten.



## 8 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurde das Ermüdungsrisswachstumsverhalten der Legierung VDM Alloy 780 für verschiedene Mikrostrukturen untersucht. Dafür wurden Risswachstumsversuche mit 1-1-1-1 und 1-120-1-1 Zyklen bei Temperaturen von 500-700 °C an CC-Proben, die aus sogenannten Pancakes entnommen werden, durchgeführt. Ein Belastungsverhältnis von  $R_0=0.1$  wurde gewählt. Durch zusätzliche Versuche im Vakuum konnte die Sauerstoffversprödung, die von Nickelbasislegierungen bekannt ist und in einem vollständig interkristallinen Bruch resultiert, auch für die untersuchte Legierung gezeigt werden. Die Sauerstoffversprödung ist thermisch aktiviert und setzt oberhalb von 500 °C ein. Der Temperatureinfluss unterscheidet sich von vergleichbaren Legierungen wie Alloy 718 und Alloy 718Plus. Mit steigender Temperatur steigt auch die Lastabhängigkeit des Risswachstums. Dies ist durch die Temperaturabhängigkeit der Sauerstoffversprödung und den mangelnden Widerstand des Gefüges gegen diese zu erklären. Ein Einfluss der verschiedenen Mikrostrukturen auf das Risswachstum ist nur im Schwellenwertverhalten erkennbar. Anderweitig zeigt die Legierung schnelle Risswachstumsraten, die bei 700 °C oberhalb derer von den betrachteten Vergleichslegierungen liegen, die auch als Scheibenwerkstoffe in Turbinen eingesetzt werden. Die untersuchten Prozessrouten, über die die Mikrostruktur eingestellt wurde, sind somit in der gegenwärtigen Form ungeeignet.

Eine Korrelation der Mikrostruktur mit den Risswachstumsraten wurde mit Hilfe von probenspezifischen Mikrostrukturuntersuchungen an geprüften CC-Proben vorgenommen. Die Mikrostruktur wurde hinsichtlich der Kornstruktur und der intermetallischen Phasen analysiert. Die verschiedenen Zustände unterscheiden sich in der Korngröße (12 – 122  $\mu\text{m}$ ) und geringfügig in der Ausprägung der intermetallischen Phasen. So variiert der Ausscheidungsanteil der  $\delta$  – Phase von 0 - 3.9 %. Der Flächenanteil der  $\gamma'$  – Phase, der in REM-Bildern analysiert werden kann, variiert von 4.31 – 39.5%. Eine zeilige Ausscheidung der  $\delta$  – Phase konnte in keinem der Zustände erreicht werden. Wird die erzielte Variation in der Mikrostruktur mit Varianten der Legierung Alloy 718Plus verglichen, fällt diese in Alloy 780 geringer aus. Die geringe Varianz könnte der Grund dafür sein, dass die verschiedenen Zustände, trotz verschiedener Wärmebehandlungen kaum Unterschiede im Risswachstumsverhalten zeigen. Einzig die Kornstruktur beeinflusst das Risswachstum. In Bereichen mit einem Mischgefüge, in dem große unrekristallisierte Körner vorliegen, wächst der Riss deutlich langsamer und auf dem Niveau der Vakuumversuche. Die Diffusion des Sauerstoffs vor die Risspitze wird in diesem Gefüge durch die Versetzungsstrukturen verlangsamt oder fast vollständig verhindert. Somit tritt keine Versprödung vor der Risspitze auf. Die Größe der Körner hat dabei keinen Einfluss.

Die verschiedenen Mikrostrukturen werden in der thermomechanischen Prozessroute eingestellt. Der Einfluss der eingesetzten Prozessschritte wurde mit Hilfe von mikrostrukturellen Untersuchungen an Zwischenzuständen sowie den Endzuständen herausgearbeitet. Mit diesen Untersuchungen konnte gezeigt werden, dass die eingesetzten Prozessschritte nicht immer

ihre angedachte Funktion erfüllen. So scheiden sich in einer  $\delta$  – Phasenglühung (900 °C/ 11-16 h), die eine vermehrte Ausscheidung der gleichnamigen Phase ermöglichen soll, nur Partikel dieser Phase aus, wenn ausreichend Keimstellen vorliegen. Diese werden durch eine Umformung eingebracht. Bis zu obiger Glühung ist eine vollständige Erholung des Gefüges somit zu vermeiden. Eine zwischengelagerte Super-Solvus Lösungsglühung, die die Einstellung einer größeren Korngröße ermöglicht, resultiert in einem erholten Gefüge und verhindert somit eine Ausscheidung der  $\delta$  – Phase vollständig. Die eingesetzten langsamen Abkühlungen, die eine wellige Korngrenzenmorphologie einstellen sollten, werden vermutlich bei zu geringen Temperaturen ausgeführt, sodass der gewünschte Effekt ausbleibt oder in reduzierter Ausprägung von einer anderen Phase übernommen wird. Die Aushärtung am Ende der Wärmebehandlung erfüllt ihren Zweck. Allerdings könnte über eine einstufige Aushärtung nachgedacht werden, da in einer zweiten Stufe kaum Änderungen der  $\gamma'$  – Struktur entstehen. Eine schnelle Abkühlung vor der Aushärtung resultiert in einer bimodalen  $\gamma'$  – Verteilung. Ein Vor- oder Nachteil einer solchen Verteilung konnte nicht festgestellt werden. Neben den Wärmebehandlungsschritten wurde auch die Umformung variiert. Die Stauchtemperatur und die resultierende Korngröße sind proportional, wenn keine weitere Super-Solvus Glühung eingeführt wird. Die Pancakeart wurde ebenfalls variiert. Es ist ein starker Einfluss auf die Kornstruktur zu erkennen. Eine Kombination aus kleinen Pancakes und geringen Stauchtemperaturen resultiert in einem kleinen Bereich mit vollständig rekristallisiertem Gefüge, sodass eine Probenpositionierung kritisch zu betrachten ist.

Neben obigen Untersuchungen wurde die Ausscheidungskinetik der  $\delta$  – Phase mit Hilfe einer Kombination aus Stauchversuchen und Auslagerungen im Ofen untersucht. Mit diesen Untersuchungen konnte gezeigt werden, dass eine zeilige Ausrichtung der  $\delta$  – Phase im Labormaßstab für Alloy 780 möglich ist. Des Weiteren ist ungefähr eine Verdopplung des Ausscheidungsanteils aus den untersuchten Endzuständen möglich, wenn ein Umformschritt mit einer Wärmebehandlung kombiniert wird. Die Kombination aus Umformparametern und Ofenauslagerung scheint dabei entscheidend zu sein. Eine Übertragung auf großtechnische Versuche ist denkbar.

Für eine weitere Entwicklung der Legierung Alloy 780 sollte zunächst das Versuchsprogramm aus Stauchversuchen, die mit einer Ofenauslagerung kombiniert werden, fortgeführt werden. Daraus kann ein besseres Verständnis der Ausscheidungskinetik generiert werden. Dieses wiederum ermöglicht eine fundiertere Generierung von möglichen Wärmebehandlungen, die unterschiedliche Mikrostrukturen von Alloy 780 einstellen. Wenn eine größere Varianz der Mikrostruktur im großtechnischen Maßstab erzeugt werden kann, kann das experimentelle Programm fortgeführt werden. Eine zeilige Ausprägung der  $\delta$  – Phase scheint mit dem in dieser Arbeit generiertem Wissen am erfolgsversprechendsten.

# 9 Anhang

## 9.1 Anhang 1: Versuchstabellen

Tabelle 9.1: Getestete CC-Proben aus Zustand 1, 6 und 7. Die verwendeten Maschinen sind in Spalte 1 gekennzeichnet. <sup>1)</sup> 8503-Triax. <sup>2)</sup> 8502-Kryo. Rest: 8502. Schwellenwertversuch: *Schwell.*

Zust.	Name Bericht	im	Probe	Medium	Temperatur in °C	Zyklus	a <sub>0</sub> in mm	ΔK <sub>start</sub> in MPa√m
1a			ANC1 P1T1	Luft	650	1-120-1-1	1.52	18
1a	1a-2		ANC1 P1R1	Luft	650	1-120-1-1	1.59	12
1a			ANC1 P2T1	Luft	650	1-120-1-1	1.26	16
1a	1a-3		ANC1 P2R1	Luft	650	1-120-1-1	1.65	15
1a			ANC1 P3T1	Luft	700	1-120-1-1	1.51	15
1a	1a-1		ANC1 P3R1	Luft	700	1-120-1-1	1.52	14
1a	Ref. Feinkorn		ANC1 P5T1	Luft	700	1-120-1-1	1.24	12
1a	T2 Mischkorn		ANC1 P5T2	Luft	700	1-120-1-1	1.42	11
1a	T4 Mischkorn		ANC1 P5T4	Luft	700	1-120-1-1	1.44	13
1a <sup>1)</sup>	Ref. Vakuum		ANC1 P6R2	Vakuum	700	1-120-1-1	1.66	26.2
1a <sup>1)</sup>	1a-5		ANC1 P6R3	Luft	500-700	Schwell.	1.57	13.8
1a <sup>1)</sup>	1a-4		ANC1 P6R4	Luft	500-700	Schwell.	1.61	10.2
1a <sup>2)</sup>			ANC2 P1T1	Luft	650	1-120-1-1	2.02	11.5
1b <sup>2)</sup>			ANC1 PAR4	Luft	700	1-120-1-1	1.28	10.5
1b <sup>1)</sup>	1b-1		ANC1 PAR5	Vakuum	700	1-120-1-1	1.39	13
1b <sup>1)</sup>			ANC1 PAT2	Luft	700	1-120-1-1	1.37	10
1b <sup>1)</sup>	1b-2		ANC1 PAR1	Vakuum	700	1-120-1-1	1.79	15.7
1c <sup>2)</sup>			ANC1 PGR4	Luft	700	1-120-1-1	1.33	11.5
1d <sup>1)</sup>			ANC1 PKR1	Vakuum	700	1-120-1-1	1.49	24.5
6a <sup>2)</sup>			ANC6 PCR2	Luft	700	1-120-1-1	1.75	13.5
6b <sup>2)</sup>			ANC6 PER2	Luft	700	1-120-1-1	1.59	11
7 <sup>2)</sup>			ANC7 P2T1	Luft	650	1-120-1-1	1.65	12

Tabelle 9.2: Getestete CC-Proben aus Zustand 2a, b und c. Die verwendeten Maschinen sind in Spalte 1 gekennzeichnet. <sup>1)</sup> 8503-Triax. <sup>2)</sup> 8502-Kryo. Rest: 8502. Schwellenwertversuch: *Schwell.*

Zust.	Name im Bericht	Probe	Medium	Temperatur in °C	Zyklus	a <sub>0</sub> in mm	in $\Delta K_{\text{start}}$ in MPa $\sqrt{\text{m}}$
2a	2a-1	ANC2 K5R2	Luft	700	1-120-1-1	1.22	14
2a	2a-2	ANC2 K5T2	Luft	700	1-120-1-1	1.19	9
2a	2a-3	ANC2 K5R3	Luft	700	1-120-1-1	1.3	11
2a	2a-4	ANC2 K5T3	Luft	700	1-120-1-1	1.53	11
2b <sup>2)</sup>		ANC2 K8A1	Luft	700	1-120-1-1	1.35	10
2b <sup>2)</sup>		ANC2 K8A2	Luft	700	1-1-1-1	1.15	10
2b <sup>1)</sup>	2b-1	ANC2 K8A4	Luft	500-700	Schwell.	1.51	10
2b		ANC2 K8R1	Luft	700	1-120-1-1	0.99	11
2b <sup>2)</sup>		ANC2 K8R2	Luft	700	1-1-1-1	1.26	11
2b		ANC2 K8R4	Luft				
2b		ANC2 K8T1	Luft	700	1-120-1-1	1.35	9
2b <sup>2)</sup>		ANC2 K8T2	Luft	700	1-1-1-1	1.48	11
2b <sup>2)</sup>		ANC2 K8T3	Luft	700	Überlast	1.454	10
2b <sup>2)</sup>		ANC2 K8T4	Luft	700	Überaltert	1.25	9
2c <sup>2)</sup>	K4A1	ANC2 K4A1	Luft	700	Weches	1.40	11
2c <sup>2)</sup>		ANC2 K4A2	Luft	700	1-1-1-1	1.55	12
2c <sup>2)</sup>		ANC2 K4A3	Luft	700	Überlast	1.16	9.5
2c <sup>2)</sup>	K4A4	ANC2 K4A4	Luft	700	Wechesl	1.47	11
2c <sup>1)</sup>		ANC2 K4A5	Luft	650	1-1-1-1	1.69	16
2c <sup>2)</sup>		ANC2 K4A6	Luft	700	1-120-1-1	1.37	10
2c <sup>1)</sup>		ANC2 K4A8	Luft	650	1-120-1-1	1.28	12
2c		ANC2 K6R1	Luft	700	1-120-1-1	1.09	10
2c <sup>2)</sup>		ANC2 K6R2	Luft	700	1-1-1-1	1.342	12
2c <sup>2)</sup>		ANC2 K6R3	Luft	700	1-1-1-1	1.79	12
2c <sup>2)</sup>		ANC2 K6R4	Luft	700	Überlast	1.33	10
2c		ANC2 K6T1	Luft	700	1-120-1-1	1.51	11
2c <sup>2)</sup>		ANC2 K6T2	Luft	700	1-1-1-1	1.506	10
2c <sup>2)</sup>		ANC2 K6T3	Luft	700	Überlast	1.55	10.5
2c <sup>2)</sup>		ANC2 K6T4	Luft	600	1-120-1-1	1.33	16.5
2c <sup>2)</sup>	K7R3	ANC2 K7R3	Luft	700	Wechsel	1.8	11
2c <sup>2)</sup>		ANC2 K7R4	Luft	550	1-120-1-1	1.33	12.5
2c <sup>1)</sup>	2c-1	ANC2 K7T1	Luft	500-700	Schwell.	1.48	6.85
2c <sup>1)</sup>		ANC2 K7T3	Luft	500	1-1-1-1	1.45	24.2
2c <sup>2)</sup>		ANC2 K7T4	Luft	500	1-120-1-1	1.58	18

Tabelle 9.3: Getestete CC-Proben aus Zustand 3. Die verwendeten Maschinen sind in Spalte 1 gekennzeichnet.  
<sup>1)</sup> 8503-Triax. <sup>2)</sup> 8502-Kryo. Rest: 8502.

Zust.	Name im Bericht	Probe	Medium	Temperatur in °C	Zyklus	a <sub>0</sub> in mm	ΔK <sub>start</sub> in MPavm
3		ANC3 K8A5	Luft	700	1-120-1-1	1.18	14
3		ANC3 K8A6	Luft				
3 <sup>2)</sup>		ANC3 K8A7	Luft	700	1-1-1-1	1.33	12
3		ANC3 K8R5	Luft				
3 <sup>1)</sup>	3-1	ANC3 K8R6	Luft	500-700	Schwellenwert	1.22	10
3		ANC3 K8R7	Luft				
3 <sup>2)</sup>		ANC3 K8R8	Luft	700	1-1-1-1	1.43	10
3		ANC3 K8T5	Luft	700	1-120-1-1	1.28	10
3 <sup>1)</sup>	3-2	ANC3 K8T6	Luft	500-700	Schwellenwert	1.62	11.5
3		ANC3 K8T7	Luft				
3 <sup>2)</sup>		ANC3 K8T8	Luft	700	1-1-1-1	1.31	12

Tabelle 9.4: Getestete CC-Proben aus Zustand 4a, b, c und 5. Die verwendeten Maschinen sind in Spalte 1 gekennzeichnet. <sup>1)</sup> 8503-Triax. <sup>2)</sup> 8502-Kryo. Rest: 8502.

Zust.	Name im Bericht	Probe	Medium	Temperatur in °C	Zyklus	a <sub>0</sub> in mm	ΔK <sub>start</sub> in MPavm
4a		ANC4 PAA1	Luft				
4a <sup>2)</sup>		ANC4 PAR1	Luft	700	1-120-1-1	1.33	6
4a <sup>2)</sup>		ANC4 PAT1	Luft	700	1-120-1-1	1.33	8
4b		ANC4 PBA1	Luft				
4b <sup>2)</sup>		ANC4 PBR1	Luft	700	1-120-1-1	1.43	10.5
4b <sup>2)</sup>		ANC4 PBT1	Luft	700	1-120-1-1	1.52	9
4c <sup>1)</sup>	4c-1	ANC4 PCA1	Luft	500-700	Schwellenwert	1.33	6
4c <sup>2)</sup>		ANC4 PCR1	Luft	700	1-120-1-1	1.26	9
4c <sup>2)</sup>		ANC4 PCT1	Luft	700	1-120-1-1	1.36	12
5a <sup>2)</sup>		ANC5 PAR2	Luft	700	1-120-1-1	1.35	11.5

Tabelle 9.5: Versuchstabelle für eine Untersuchung der  $\delta$  – Phasen Ausscheidungskinetik. Die Stauchproben werden nach der Umformung an Luft abgelegt, getrennt und eine Hälfte wird im Ofen bei 900 °C für 11h ausgelagert.

Probe	T <sub>Stauch</sub> in °C	$\dot{\varphi}$ in 1/s	$\varphi$	l <sub>0</sub> in mm	l <sub>1</sub> in mm
ANC G VS-1	1030	0.01	0.8	10	4.49
ANC G VS-2	1030	0.01	1.0	10	3.68
ANC G VS-3	1030	0.1	0.8	10	4.49
ANC G VS-4	1030	0.1	1.0	10	3.68
ANC G VS-5	1030	0.5	0.8	10	4.49
ANC G VS-6	1030	0.5	1.0	10	3.68
ANC G VS-7	970	0.01	0.8	10	4.49
ANC G VS-8	970	0.01	1.0	10	3.68
ANC G VS-9	970	0.1	0.8	10	4.49
ANC G VS-10	970	0.1	1.0	10	3.68
ANC G VS-11	970	0.5	0.8	10	4.49
ANC G VS-12	970	0.5	1.0	10	3.68
ANC G VS-13	950	0.01	0.8	10	4.49
ANC G VS-14	950	0.01	1.0	10	3.68
ANC G VS-15	950	0.1	0.8	10	4.49
ANC G VS-16	950	0.1	1.0	10	3.68
ANC G VS-17	950	0.5	0.8	10	4.49
ANC G VS-18	950	0.5	1.0	10	3.68

Tabelle 9.6: Versuchstabelle für die Ausrichtung der  $\delta$  – Phase im 2-stufigen Stauchprozess. Die Proben 9-11 wurden nach dem ersten Stauchen getrennt. Die Hälften wurden jeweils für 5 oder 11h ausgelagert. Die Ablage erfolgt immer an Luft. Die Proben 1 und 4 stellen die Zustände nach dem Stauchen dar.

Probe	T <sub>Stauch</sub> in °C	$\dot{\varphi}$ in 1/s	$\varphi$	l <sub>1</sub> in mm	T <sub>Glühung</sub> in °C	t <sub>Glühung</sub> in h	T <sub>Stauch</sub> in °C	$\dot{\varphi}$ in 1/s	$\varphi$	l <sub>1</sub> in mm
ANC G 2S-1	950	0.1	0.4	6.703						
ANC G 2S-2	950	0.1	0.4	6.703	900	5	950	0.1	1.0	3.68
ANC G 2S-3	950	0.1	0.4	6.703	900	11	950	0.1	1.0	3.68
ANC G 2S-4	950	0.1	0.6	5.488						
ANC G 2S-5	950	0.1	0.6	5.488	900	5	950	0.1	1.0	3.68
ANC G 2S-6	950	0.1	0.6	5.488	900	11	950	0.1	1.0	3.68
ANC G 2S-7	950	0.1	0.8	4.493	900	5	950	0.1	1.0	3.68
ANC G 2S-8	950	0.1	0.8	4.493	900	11	950	0.1	1.0	3.68
ANC G 2S-9	950	0.1	0.4	6.703	900	5 & 11				
ANC G 2S-10	950	0.1	0.6	5.488	900	5 & 11				
ANC G 2S-11	950	0.1	0.8	4.493	900	5 & 11				
ANC G 2S-12	950	0.1	0.6	5.488	900	5	950	0.1	1.0	3.68
ANC G 2S-14	950	0.1	0.6	5.488	900	5	950	0.1	1.0	3.68
ANC G 2S-15	950	0.1	0.4	6.703	900	5	950	0.1	1.0	3.68
ANC G 2S-16	950	0.1	0.4	6.703	900	11	950	0.1	1.0	3.68

Tabelle 9.7: Versuchstabelle der Zugversuche aus Zustand 1a.

Proben ID	W in mm	B in mm	Temperatur in °C	Dehnrate in 1/s	Regelart	Bruchdehnung in %
ANC1 P1R2 MZ-1	1.256	0.961	RT	0.001	Maschinenweg	-
ANC1 P1R2 MZ-2	1.250	0.953	RT	0.001	Extensometer	18.68
ANC1 P1R2 MZ-3	1.244	0.964	700	0.001	Maschinenweg	0.66
ANC1 P1R2 MZ-4	1.251	0.959	700	0.001	Extensometer	2.66
ANC1 P1R2 MZ-5	1.233	0.949	650	0.0001	Extensometer	0.3
ANC1 P1R2 MZ-6	1.252	0.977	650	0.0001	Extensometer	1.4
ANC1 P1R2 MZ-7	1.242	0.997	850	0.0001	Extensometer	12.39
ANC1 P1R2 MZ-8	1.249	0.964	650	0.0003103	Maschinenweg	1.14
ANC1 P1R2 MZ-9	1.242	0.972	650	0.0001	Maschinenweg	4.64
ANC1 P1R2 MZ-10	1.246	0.997	800	0.0003103	Maschinenweg	-
ANC1 P1R2 MZ-11	1.244	0.947	700	0.0003103	Maschinenweg	-
ANC1 P1R2 MZ-12	1.241	1.065	750	0.0003103	Maschinenweg	-
ANC1 P2R2 MZ-1	1.247	0.989	RT	0.001	Extensometer	16.11
ANC1 P2R2 MZ-2	1.248	0.98	700	0.0001	Extensometer	0.9
ANC1 P2R2 MZ-3	1.247	1.066	RT	0.00001	Extensometer	12.92
ANC1 P2R2 MZ-4	1.247	1.074	RT	0.0001	Extensometer	15.89
ANC1 P2R2 MZ-5	1.236	0.97	650	0.0001	Extensometer	1.06
ANC1 P2R2 MZ-6	1.255	0.957	650	0.0001	Extensometer	2.06
ANC1 P2R2 MZ-7	1.242	1.04	550	0.0001	Extensometer	6.9
ANC1 P2R2 MZ-8	1.242	1.004	600	0.0001	Extensometer	2.4
ANC1 P2R2 MZ-9	1.245	1.072	650	0.0001	Extensometer	1.32
ANC1 P2R2 MZ-10	1.248	1.06	700	0.0001	Extensometer	0.24
ANC1 P2R2 MZ-11	1.247	1.068	750	0.0001	Extensometer	2.1
ANC1 P2R2 MZ-12	1.241	1.027	800	0.0001	Extensometer	4.16
ANC1 P3R2 MZ-1	1.257	1.007	RT	0.001	Extensometer	18.13
ANC1 P3R2 MZ-2	1.249	1.025	RT	0.001	Extensometer	15.02
ANC1 P3R2 MZ-3	1.270	0.998	500	0.001	Extensometer	9.96
ANC1 P3R2 MZ-4	1.245	1.014	500	0.001	Extensometer	17.72
ANC1 P3R2 MZ-5	1.257	1.03	650	0.0001	Extensometer	1.17
ANC1 P3R2 MZ-6	1.251	1.022	650	0.0001	Extensometer	2.39
ANC1 P3R2 MZ-7	1.249	0.973	600	0.0001	Extensometer	2.29
ANC1 P3R2 MZ-8	1.253	0.999	550	0.0001	Extensometer	5.10
ANC1 P3R2 MZ-9	1.242	1.023	800	0.0001	Extensometer	3.71
ANC1 P3R2 MZ-10	1.242	0.997	750	0.0001	Extensometer	1.3
ANC1 P3R2 MZ-11	1.252	0.96	700	0.0001	Extensometer	-
ANC1 P3R2 MZ-12	1.256	1.018	750	0.0001	Extensometer	1.06
ANC1 P2R3 MZ-13	1.272	0.876	500	0.0001	Extensometer	12.53
ANC1 P2R3 MZ-14	1.247	0.897	600	0.0001	Extensometer	2.69
ANC1 P2R3 MZ-15	1.244	0.882	700	0.0001	Extensometer	1.11
ANC1 P2R3 MZ-16	1.245	0.877	750	0.001	Extensometer	1.89
ANC1 P2R3 MZ-17	1.276	0.883	700	0.001	Extensometer	18.84
ANC1 P2R3 MZ-18	1.284	0.881	800	0.001	Extensometer	4.93
ANC1 P2R3 MZ-19	1.244	0.875	RT	0.01	Extensometer	6.82
ANC1 P2R3 MZ-20	1.250	0.881	700	0.001	Extensometer	7.4
ANC1 P2R3 MZ-21	1.244	0.891	700	0.0001	Extensometer	2.12
ANC1 P2R3 MZ-22	1.272	0.876	700	0.0001	Extensometer	0.7

Tabelle 9.8: Versuchstabelle der Zugversuche aus Zustand 2a, 4b, 5 und 6a.

Proben ID	W in mm	B in mm	Temperatur in °C	Dehnrate in 1/s	Regelart	Bruchdehnung in %
ANC2 K5R3 MZ-1	1.255	1.043	RT	0.001	Extensometer	-
ANC2 K5R3 MZ-2	1.250	1.002	700	0.001	Extensometer	-
ANC2 K5R3 MZ-3	1.269	1.054	RT	0.001	Extensometer	12.15
ANC2 K5R3 MZ-4	1.251	1.045	500	0.0001	Extensometer	9.84
ANC2 K5R3 MZ-5	1.250	1.047	500	0.0001	Extensometer	16.96
ANC2 K5R3 MZ-6	1.253	1.033	650	0.0001	Extensometer	3.48
ANC2 K5R3 MZ-7	1.243	1.04	700	0.0003103	Maschinenweg	-
ANC2 K5R3 MZ-8	1.249	1.039	750	0.0003103	Maschinenweg	-
ANC2 K5R3 MZ-9	1.239	1.015	800	0.0003103	Maschinenweg	7.12
ANC2 K5R3 MZ-10	1.235	1.006	650	0.0003103	Maschinenweg	2.32
ANC2 K5R3 MZ-11	1.236	1.031	600	0.0003103	Maschinenweg	0.48
ANC2 K5R3 MZ-12	1.239	0.995	550	0.0003103	Maschinenweg	4.79
ANC4 PBWB1 MZ-1	1.242	1.047	550	0.0001	Extensometer	13.91
ANC4 PBWB1 MZ-2	1.244	1.041	650	0.0001	Extensometer	≈0
ANC4 PBWB1 MZ-3	1.246	1.042	700	0.0001	Extensometer	≈0
ANC4 PBWB1 MZ-4	1.241	1.038	750	0.0001	Extensometer	1.41
ANC4 PBWB2 MZ-1	1.243	1.077	550	0.0001	Extensometer	44.19
ANC4 PBWB2 MZ-2	1.242	1.111	650	0.0001	Extensometer	11.07
ANC4 PBWB2 MZ-3	1.248	1.074	700	0.0001	Extensometer	4.17
ANC4 PBWB2 MZ-4	1.242	1.065	750	0.0001	Extensometer	0.11
ANC5 PAR2 MZ-1	1.3	0.726	700	0.0001	Extensometer	0.57
ANC5 PAR2 MZ-2	1.229	0.730	650	0.0001	Extensometer	1.92
ANC5 PAR2 MZ-3	1.243	0.734	600	0.0001	Extensometer	3.24
ANC5 PAR2 MZ-4	1.251	0.711	500	0.0001	Extensometer	19.26
ANC6 PCR2 MZ-7	1.234	0.724	700	0.0001	Extensometer	2.01
ANC6 PCR2 MZ-8	1.238	0.732	650	0.0001	Extensometer	10.48
ANC6 PCR2 MZ-9	1.245	0.727	600	0.0001	Extensometer	4.48
ANC6 PCR2 MZ-10	1.233	0.717	550	0.0001	Extensometer	7.0

## 9.2 Anhang 2: Risswachstumsversuche

### Paris-Anpassung

Tabelle 9.9: Paris – Anpassung der Risswachstumsgruppen. Die Darstellung erfolgt in Kapitel 6.3. <sup>1)</sup> Alle 1-120-1-1 Versuche bei 700 °C, die keinen Übergang, aber hohe da/dN Raten zeigen. <sup>2)</sup> Geringste Steigung – vollständig zeitabhängiges Risswachstum. <sup>3)</sup> Steilste Steigung – Mischung aus zeit- und zyklusabhängigem Risswachstum. <sup>4)</sup> 1-1-1-1 Versuche wurden für Zust. 2a, c & 3 durchgeführt. Bei den Einzelversuchen ist der entsprechende Zustand mit angegeben.

Versuchsgruppe	Zyklusform	Medium	Temperatur °C	Fitting (Paris)	
				C	m
Ref. Vakuum	1-120-1-1	Vakuum	700	$1.36 \cdot 10^{-8}$	2.831
Alle 1-1-1-1 <sup>4)</sup>	1-1-1-1	Luft	700	$4.429 \cdot 10^{-7}$	3.369
1-120-1-1 Fit <sup>1), 2)</sup>	1-120-1-1	Luft	700	$1.570 \cdot 10^{-4}$	3.020
1-120-1-1 Fit <sup>1), 3)</sup>	1-120-1-1	Luft	700	$1.224 \cdot 10^{-56}$	47.68
ANC1 P3R1 (1a-1)	1-120-1-1	Luft	700	$7.989 \cdot 10^{-17}$	9.555
ANC6 PER2 (6b)	1-120-1-1	Luft	700	$9.59 \cdot 10^{-18}$	11.08
ANC7 P2T1 (7)	1-120-1-1	Luft	650	$7.376 \cdot 10^{-10}$	4.567
ANC1 P1R1 (1a-2)	1-120-1-1	Luft	650	$4.433 \cdot 10^{-19}$	11.65
ANC1 P2R1 (1a-3)	1-120-1-1	Luft	650	$1.646 \cdot 10^{-21}$	12.54
Einfluss Temp.	1-120-1-1	Luft	500	$5.126 \cdot 10^{-8}$	2.474
Einfluss Temp.	1-120-1-1	Luft	550	$2.511 \cdot 10^{-12}$	6.255
Einfluss Temp.	1-120-1-1	Luft	600	$1.546 \cdot 10^{-14}$	8.924
Einfluss Temp.	1-120-1-1	Luft	650	$1.164 \cdot 10^{-7}$	4.937

Bruchflächen - Stereoaufnahmen

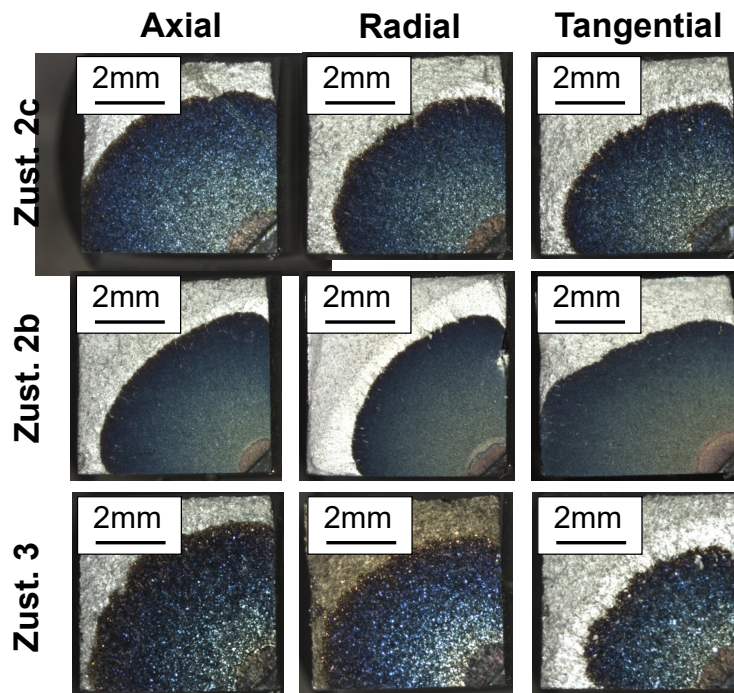


Abbildung 9.1: Bruchflächen der 1-1-1 Versuche bei 700 °C. Die zugehörigen Risswachstumsraten sind in Abbildung 6.6 dargestellt. Die Rissfront ist überwiegend viertelkreisförmig.

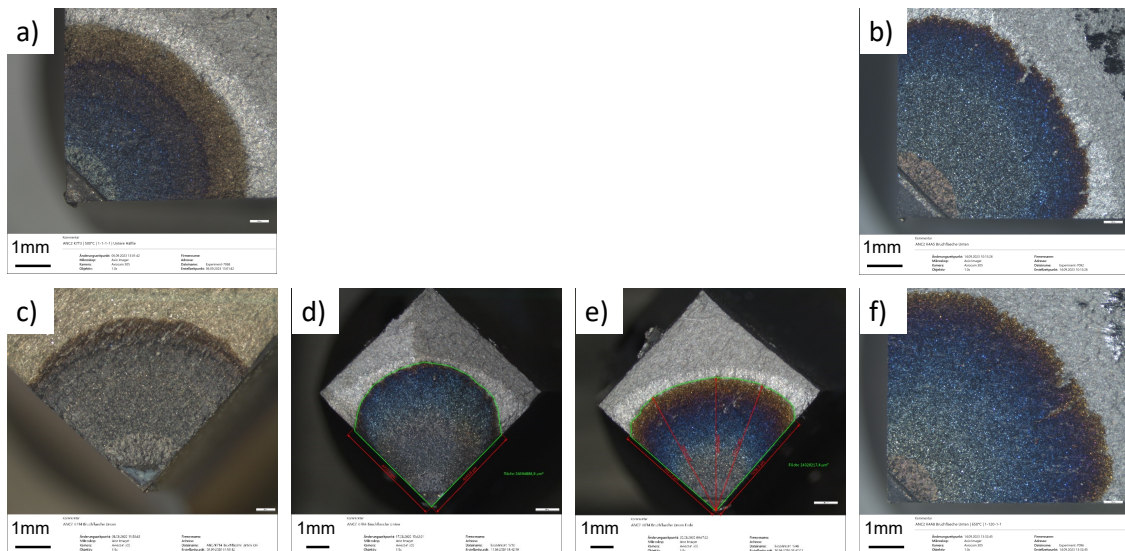


Abbildung 9.2: Bruchflächen der Risswachstumsversuche, die bei Temperaturen unterhalb von 700 °C durchgeführt wurden. a-b) 1-1-1 Zyklen bei 500 und 650 °C. c-f) 1-120-1 Zyklen bei 500, 550, 600 und 650 °C. Die Versuchsergebnisse sind in Abbildung 6.7 dargestellt. Die Bruchflächen sind überwiegend viertelkreisförmig.

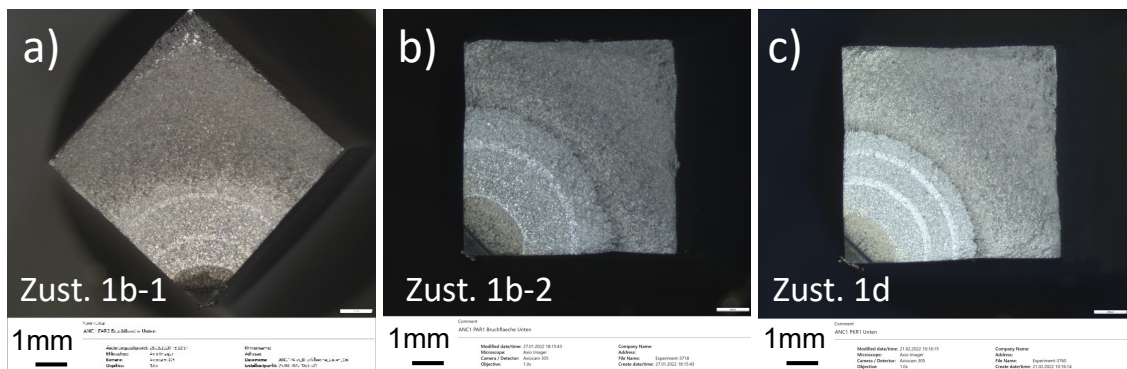


Abbildung 9.3: Bruchflächen der Risswachstumsversuche im Vakuum. Die zugehörigen Risswachstumsraten sind in Abbildung 6.11 dargestellt. Die hellen Streifen repräsentieren Beachmarks. Die Rissfront ist im gesamten Versuch viertelkreisförmig.

### Einfluss der Oxide auf die Fraktographie

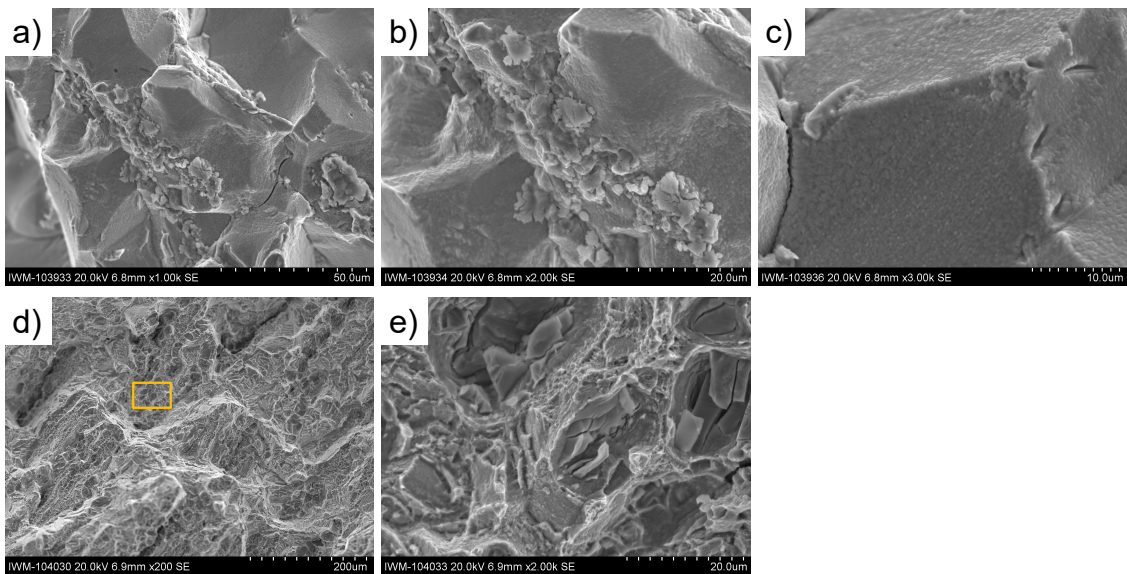


Abbildung 9.4: Einfluss der Karbide und der  $\delta$ -Phase auf die Bruchart. a-b) oxidierte Karbide in Zustand 2c. c) Umgangene  $\delta$ -Phase an Korngrenzen in Zust. 2c. d-e) sprödes Versagen der Karbide im Restbruch bei RT. Die oxidierten Karbide haben keinen Einfluss auf die Bruchart bei höheren Temperaturen, da zu wenige auf der Bruchfläche vorliegen. Der Restbruch zeigt einen dominanten Einfluss der Karbide als Vergleich. In den meisten Zuständen beeinflusst die  $\delta$ -Phase die Bruchart nicht. Die wenigen Ausscheidungen auf den Korngrenzen werden umgangen.

## Bewertung der diffuseren Korngrenzen

Tabelle 9.10: Geometrisches Verhältnis von Korn- zu Ausscheidungsgröße. Wenn die  $\delta$  – Phase groß im Vergleich zu der Korngröße ist und ein hoher Anteil vorliegt, scheinen die Korngrenzen diffuser zu sein. Da nicht an jeder Korngrenze  $\delta$  – Phase vorliegt, ist das geometrische Verhältnis kein hinreichendes Kriterium, um die Diffusität der Korngrenzen zu bewerten. Die Diskussion erfolgt in Kapitel 7.2.2. <sup>1)</sup>Es liegt eine inhomogene Kornstruktur vor. Die angegebene Korngröße entspricht den RX-Körnern an denen sich laut Abbildung 5.7 die  $\delta$  – Phase ausscheidet.

Probe	Korngröße in $\mu\text{m}$	$\delta$ – Anteil	$\delta$ – Radius in $\mu\text{m}$	Anteil / Korngröße	Korngröße/ Radius
ANC1 P3R1 <sup>1)</sup>	5.82	0.0188	0.3113	0.00323024	18.6957918
ANC1 P3T1 <sup>1)</sup>	5.96	0.0207	0.3169	0.00347315	18.8071947
ANC2 P1T1 <sup>1)</sup>	3.3	0.0162	0.3255	0.00490909	10.1382488
ANC6 PCR2	16.99	0.0171	0.4741	0.00100456	35.8268298
ANC6 PER2 <sup>1)</sup>	6.78	0.0404	0.4096	0.00595782	16.5551758
ANC7 P2T1 <sup>1)</sup>	5.62	0.015	0.3224	0.00266904	17.4317618
ANC2 K5R2	12.03	0.0171	0.482	0.00142495	24.9481328
ANC2 K5T2	11.28	0.0156	0.427	0.00138298	26.4168618
ANC2 K8T2	11	0.0183	0.417	0.00166	26.3915547

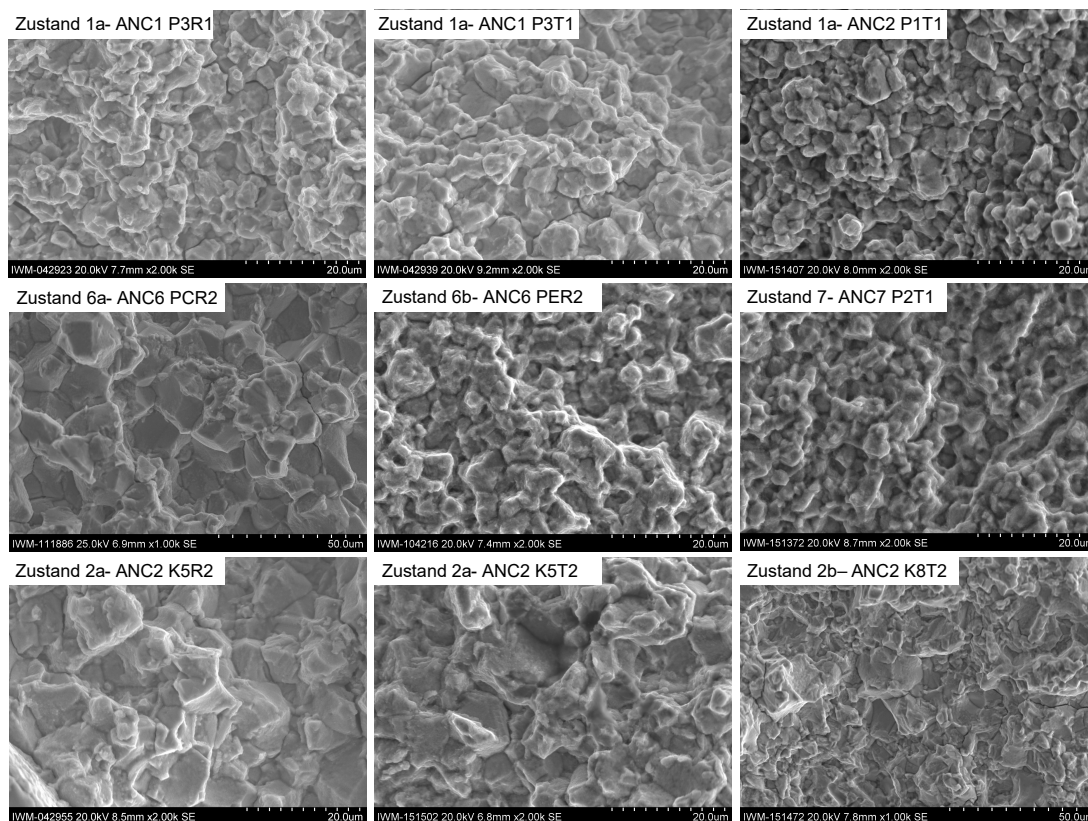


Abbildung 9.5: Zustände, die *diffusere* Korngrenzen aufweisen. Stärke der Ausprägung in absteigender Reihenfolge wie in Kapitel 7.2.2 beschrieben: 6b, 7, 1a, 2a, 2b, 6a.

## Darstellung des Risswachstum innerhalb eines Zyklus im laufenden Versuch

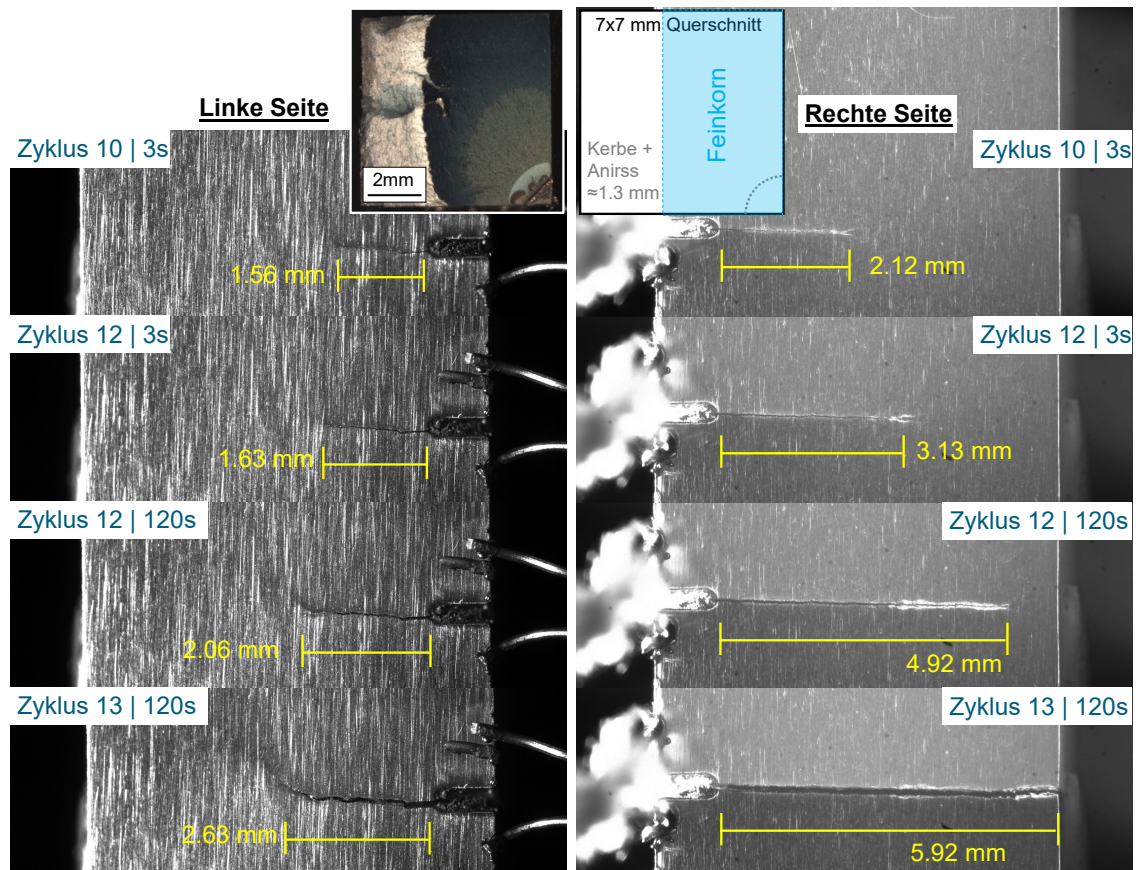


Abbildung 9.6: Beobachtung des Rissfortschrittes in einer CC-Probe an den Seitenflächen. Es werden Bilder bei 3 und 120 s Zyklusdauer aufgenommen. Die Risslängen werden nachträglich mit Fiji ausgemessen. Dargestellt ist die Probe ANC1 P3T1 (Zust. 1a). In Zyklus 14 wird der Versuch auf Grund des normierten ACPD-Signals beendet. Die Potentialdrähte, die auf der Probekante angeschweißt sind, sind sichtbar. Ein Bild von der Bruchfläche sowie ein schematischer Überblick über die Kornstruktur innerhalb des 7x7 mm Testquerschnittes unterhalb der Bruchfläche sind beigefügt.

## Risswachstumsversuche mit Übergangverhalten – Zustand 2a

In diesem Abschnitt werden ergänzende Darstellungen für die Proben aus Zustand 2a vorgestellt. Die Risswachstumsraten dieser Proben zeigen ein anfänglich geringes Risswachstum. Der Übergang zum zeitabhängigen Risswachstum erfolgt später als bei den anderen Zuständen bei 700 °C. Daher sind diese Proben separat dargestellt. Ergänzend zu den Auswertungen des Risswachstums, wird ein Überblick über die Kornstruktur und die Bruchfläche gegeben. Mit Hilfe der Kornstruktur kann gezeigt werden, dass der Wechsel der Risswachstumsraten nicht durch dieselbige bedingt ist – im Unterschied zu den Proben mit inhomogener Kornstruktur.

Auf der Bruchfläche ist ein abrupter Übergang erkennbar. Vor diesem Übergang wächst der Riss langsam und die Korngrenzen sind diffus. Nach dem Übergangsbereich sind die Korngrenzen freigelegt. Der Übergang wird ebenfalls nicht durch eine Krafterhöhung, die im Versuch vorgenommen wurde, ausgelöst.

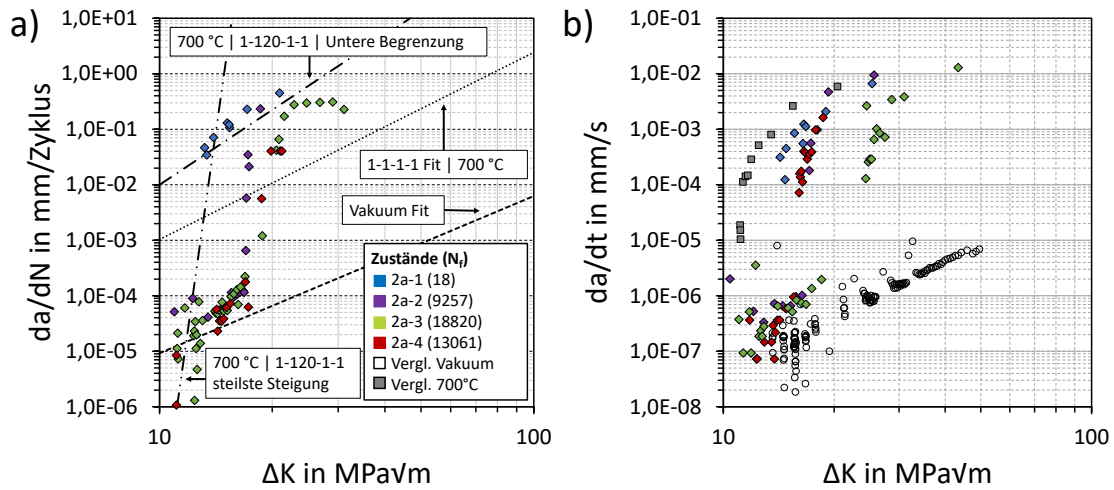


Abbildung 9.7: Versuche mit Übergangsbereich in den Risswachstumsraten. a)  $da/dN$ -Darstellung. b)  $da/dt$ -Darstellung. Die Versuche sind bereits in Abbildung 6.9 dargestellt. Die Diskussion erfolgt in Kapitel 7.2.2 und nimmt Bezug auf Abbildung 9.8 und Abbildung 9.9.

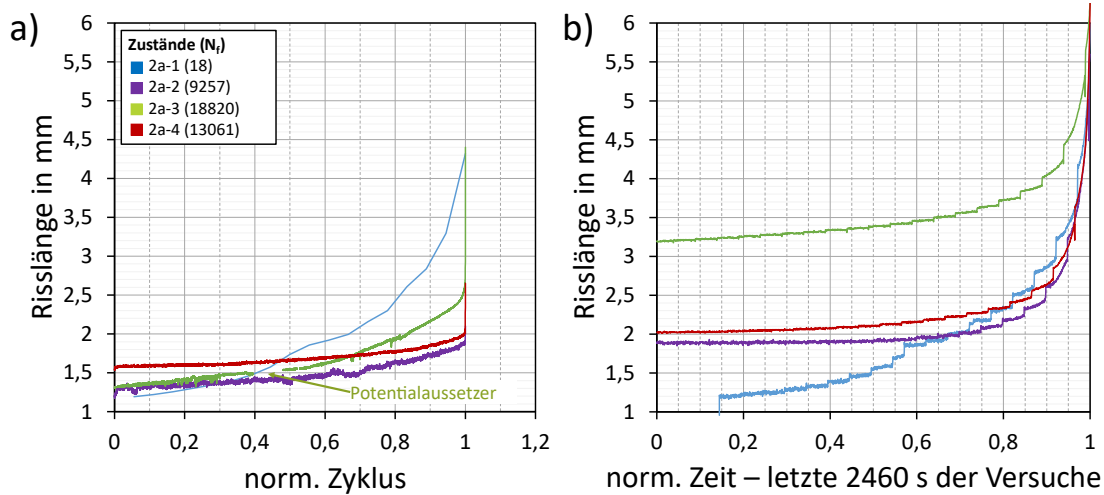


Abbildung 9.8: Entwicklung der Risslänge in Zust. 2a. a) Darstellung des gesamten Versuches. b) Darstellung der letzten 2460 s (ca. 20 Zyklen), um das Versuchsende besser aufzulösen. Die Anzahl der durchlaufenden Zyklen ist in der Legende in Klammern gegeben.

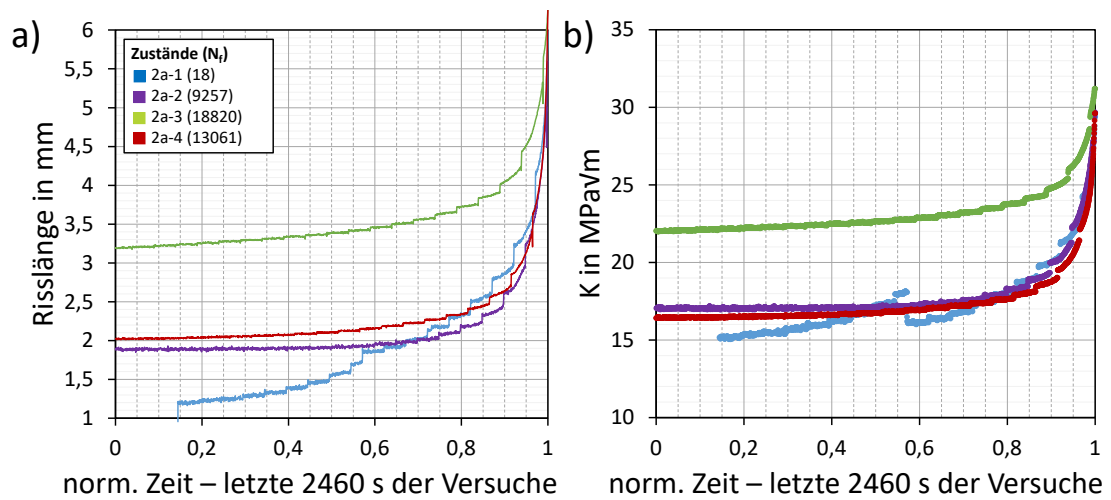


Abbildung 9.9: Entwicklung der Risslänge und des SIF für Zust. 2a. a) Entwicklung der Risslänge in den letzten 2460 s des Versuchs. b) Zu den Risslängen in a) gehörige SIF. In Probe 2a-1 wird die Belastung einmal im Versuch verringert.

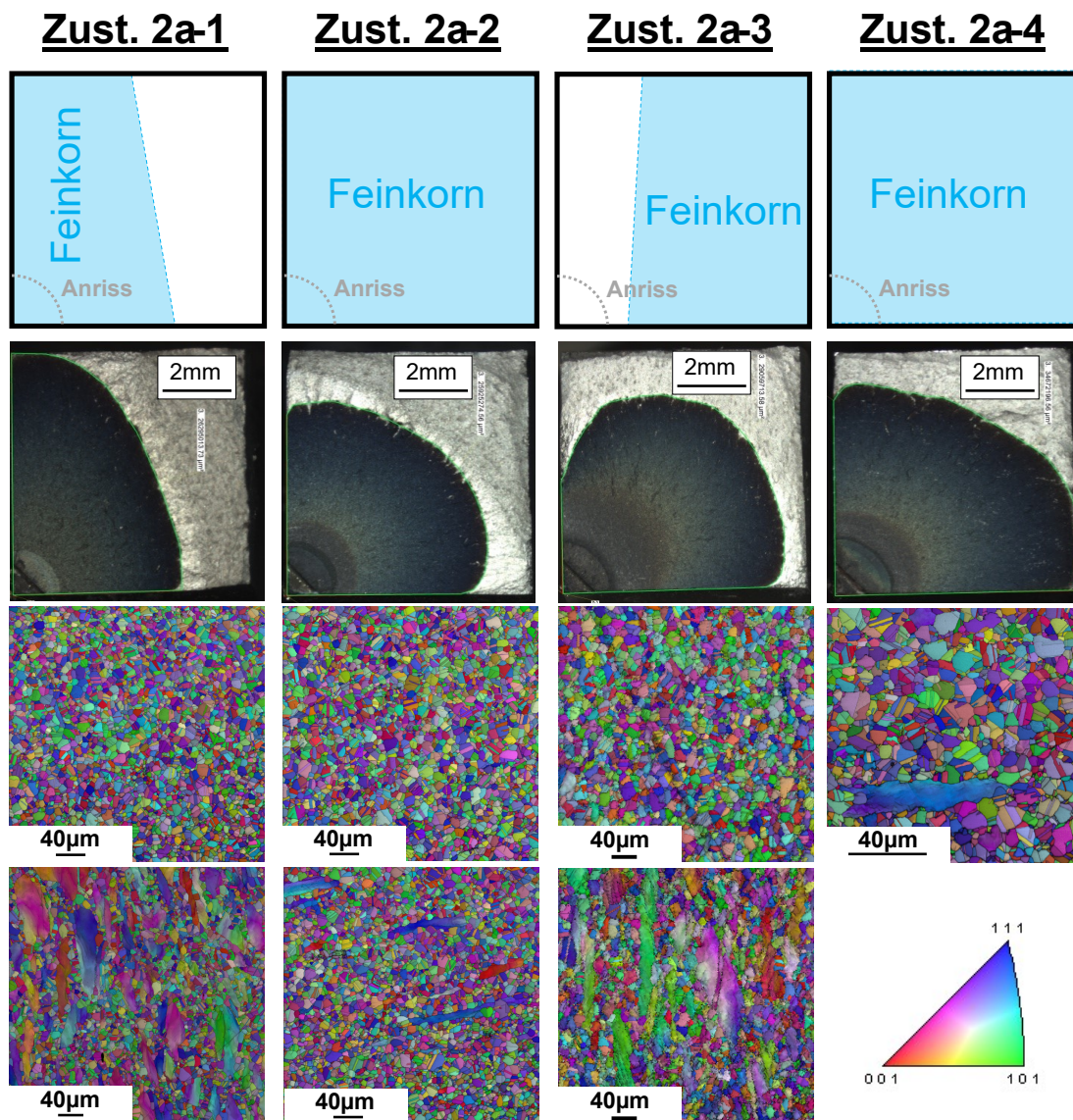


Abbildung 9.10: Bruchflächen der Proben mit einem Übergangsbereich in den Risswachstumsraten. Die zu Grunde liegende Mikrostruktur ist schematisch darüber dargestellt<sup>1</sup>. Die Kornstruktur ist nicht verantwortlich für den Übergang in den Risswachstumsraten. Sie ist ebenfalls nicht verantwortlich für die unterschiedliche Ausprägung der Korngrenzen im interkristallinen Bruchbild.

<sup>1</sup> Probenzuordnung: Zust. 2a-1: ANC2 K5R2; Zust. 2a-2: ANC2 K5T2; Zust. 2a-3: ANC2 K5R3; Zust. 2a-4: ANC2 K5T3

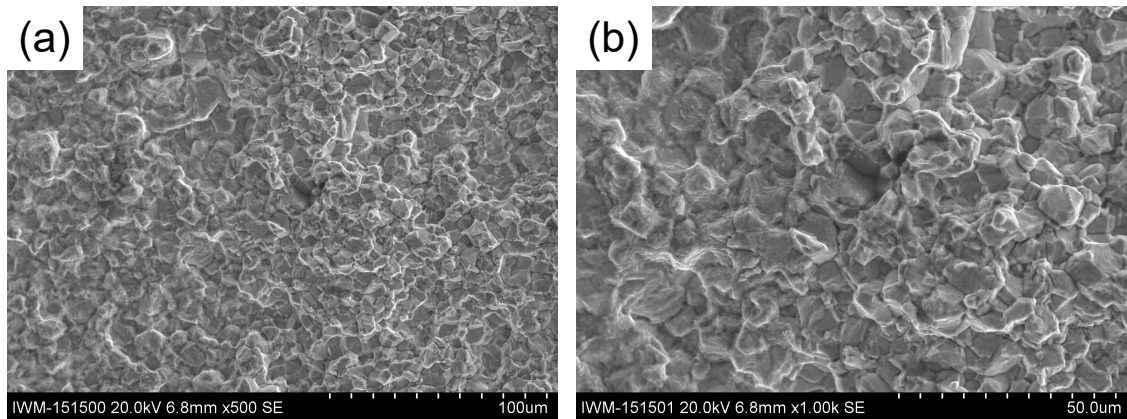


Abbildung 9.11: Wechsel der Schädigungsausprägung auf der Bruchfläche für die Proben aus Zust. 2a. Die Trennlinie verläuft senkrecht mittig im Bild. Auf der linken Seite ist die *diffusere* Ausprägung der Korngrenzen zu sehen, die mit langsameren Risswachstumsraten einhergeht. Der Riss wächst von links nach rechts. b) ein vergrößerter Ausschnitt aus a). Die Diskussion erfolgt in Kapitel 7.2.2. In Tabelle 9.11 sind ergänzende Informationen aufgeführt. Es konnte kein mikrostruktureller Grund für den abrupten Übergang ermittelt werden. Keine mikrostrukturelle Größe zeigt einen vergleichbaren Übergang in ihrer Ausprägung.

Tabelle 9.11: Auflistung der Risslänge und Belastung für die Proben mit Übergangverhalten. Wenn innerhalb eines willkürlich gewählten Zeitraums ( $\geq 24$ h) kein messbarer Rissfortschritt erfolgte, wurde die Kraft im Versuch erhöht. Die letzte Erhöhung der nominellen Last im kraftkontrollierten Versuch ist dargestellt. Es wird deutlich, dass die letzte Lasterhöhung nicht sofort in einem Versagen der Probe resultiert. Die letzte Krafterhöhung ist somit nicht direkt für den Übergangsbereich auf der Bruchfläche und in den Risswachstumsraten verantwortlich. In Zust. 2a-3 wird im gesamten Versuch ein Mischkornbereich mit durchlaufen. (700 Zyklen  $\approx$  24h)

	Zust. 2a-1	Zust. 2a-2	Zust. 2a-3	Zust. 2a-4
$F_{\max}$ in kN	17.79	16.05	15.9	15.1
$\sigma_{\max, \text{netto, Erhöhung}}$ in MPa	363	328	324	308
$a_{\text{Erhöhung}}$ in mm	-	1.58	1.53	2.03
$a_{\text{Übergang}}$ in mm	-	2.092	2.667	2.479
$\Delta K_{\text{Vor Erhöhung}}$ in MPa $\sqrt{\text{m}}$	13.4	14.11	13.15	15.4
$\Delta K_{\text{Nach Erhöhung}}$ in MPa $\sqrt{\text{m}}$	-	14.48	14.68	16.0
$\Delta K_{\text{Übergang}}$ in MPa $\sqrt{\text{m}}$	-	17.22	20.21	18.39
$N_{\text{Erhöhung}}$	-	5218	10428	11024
$N_{\text{Übergang}}$	-	9252	18779	13059
$N_f$	18	9257	18820	13061

### Auswertung der Risswachstumsraten - Geometriefunktion nach Schweizer

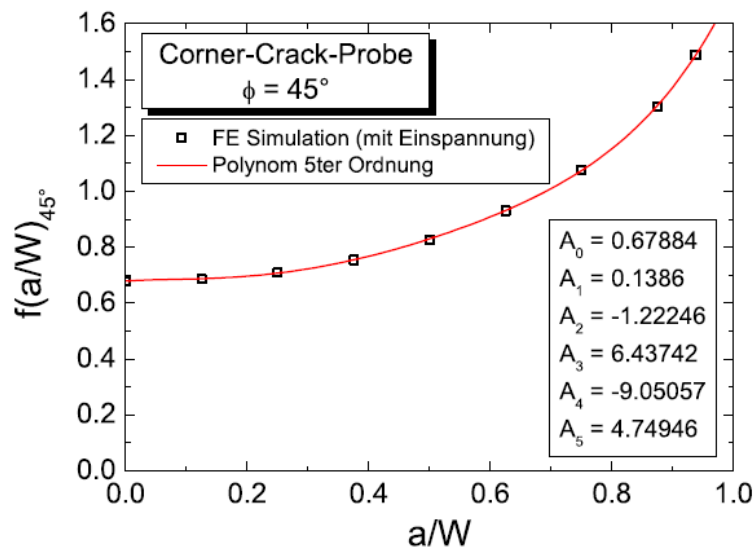


Abbildung 9.12: Geometriefunktion einer CC-Probe nach Schweizer [75]. Diese ist für viertelkreisförmige Risse unter  $45^\circ$  gültig. Diese Geometriefunktion wird in der vorliegenden Arbeit eingesetzt.

### Probenlage der CC-Proben für die Untersuchung der inhomogenen Mikrostruktur

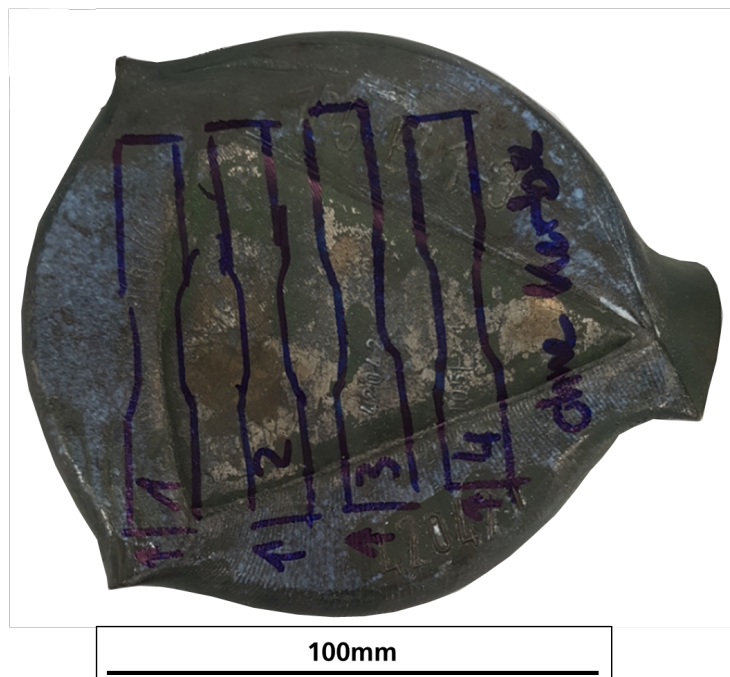


Abbildung 9.13: Schematische Entnahmepositionen für Proben mit verschiedenen Kornstrukturen aus einem kleinen, bei VDM auf der Freiformpresse hergestellten Pancake. Es ist eine Draufsicht dargestellt. Der Pancake ist ca. 30 mm hoch. Die Umrisse des Ausgangszustandes (tortenstückförmig) sind noch sichtbar.

## Versprödete Zone vor der Rissspitze – Versuchstechnische Ermittlung

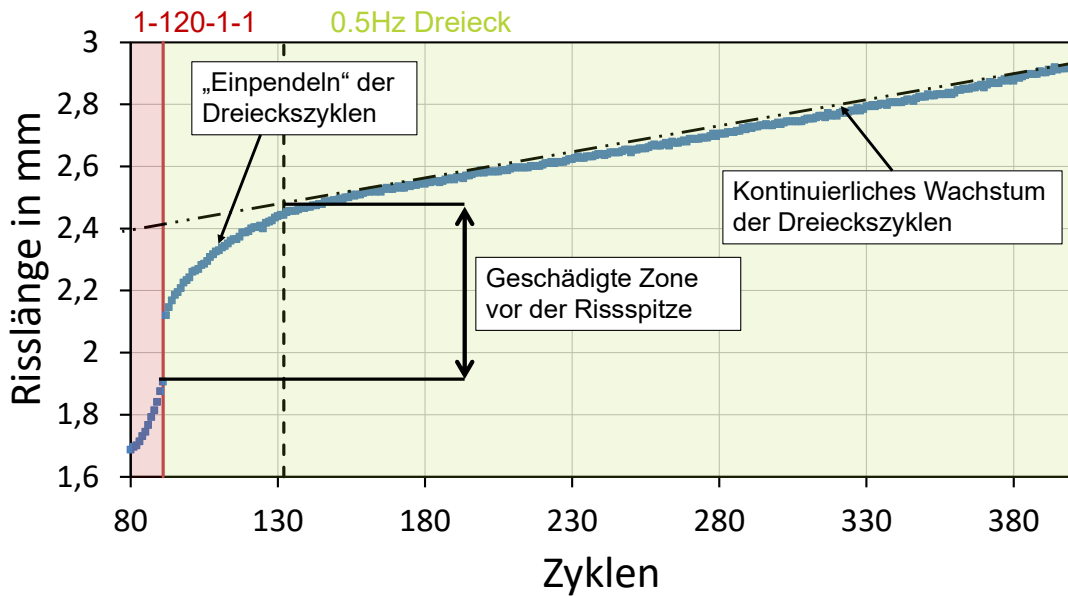


Abbildung 9.14: Übergangsbereich nach dem zu einem Zyklus niedrigerer Frequenz gewechselt wird. Dargestellt ist der Versuch ANC1 K4A1. Es wird zwischen 1-120-1-1, 0.5Hz Dreieck, 1-1-1-1 und 0.5Hz Dreieckszyklen gewechselt. Die zugehörigen Risswachstumsraten sind in Abbildung 6.10 dargestellt. In dem Übergangsbereich verhält sich der Rissfortschritt anders, als für die entsprechende Zyklusform erwartet. Zu Beginn der schnellen Zyklen wächst der Riss durch die Zone durch, die in den vorangegangenen, langsamen Zyklen versprödet wurde. Daher sind die Risswachstumsraten erhöht. Wie aussagekräftig eine solche versuchstechnische Methode ist, wird diskutiert. Metallographisch können allerdings keine versprödeten Zonen vergleichbarer Größe gefunden werden.

## 9.3 Anhang 3: Mikrostrukturbewertung

### Präparation der metallographischen Schlitte

Die M5er Proben werden für die Ermittlung der Härte (HV10 und HV0.1) herangezogen. Die Proben werden nicht-leitend eingebettet, geschliffen und rudimentär poliert, um die automatische Auswertung der Eindrücke zu erleichtern.

Die restlichen Proben werden für die Analyse der Korn- und Phasenstruktur verwendet. Für diese Untersuchungen sind Betrachtungen im REM notwendig. Aus diesem Grund werden die Proben alle elektrisch leitend eingebettet. Als Einbettmasse wird eine Graphitmasse (KonductoMet™ - 203375-016 von Buehler) verwendet. Aufgrund einer hausinternen Umstellung der Ausstattung wurden die ersten Proben<sup>2</sup> in einer Kupfermassen eingebettet.

Die eingebetteten Proben werden auf einem Polierautomaten vom Typ Struers Tegramin-30 geschliffen und poliert. Die Prozessparameter sind in Tabelle 9.12 aufgelistet und lediglich als Richtwerte zu verstehen. Auf Grund von verbleibenden Kratzern, wiederholten Ätzungen oder nachträglichen Untersuchungen wurden die Proben teilweise mehrfach überpoliert. In diesem Fall wurden die Stufen 5 und 6 oder nur Stufe 6 mit angepassten Zeiten durchgeführt. Für die EBSD-Untersuchungen und Aufnahmen mit dem Rückstreudetektor (BSE) im REM werden die langen Polierzeiten in Stufe 6 eingesetzt. Schlitte, die hingegen geätzt werden, erfahren die kürzeste Politur.

Tabelle 9.12: Parameter des Polierautomaten für die Schlittpolitur.

Stufe	Körnung	Zeit	Anpressdruck	Drehung
1	120	30-60s	30N	Gleichlauf
2	500	30-60s	30N	Gleichlauf
3	9 µm (MD-Allegro)	3-4min	35N	Gleichlauf
4	9 µm (Texmet)	3-4min	35N	Gleichlauf
5	3 µm (MD-Dac)	5-10min	30N	Gleichlauf
6	OPS (0.2 µm SiO <sub>2</sub> )	30s – 30min	15N	Gegenlauf

Für eine Analyse der Kornstruktur im LiMi werden die Proben mit dem adlerschen Ätzmittel kurz angeätzt. Dies geschieht in Form einer kurzen Wisch- oder Tauchätzung. Die Matrix wird dabei stärker angegriffen, sodass im Lichtmikroskop die Korngrenzen erkennbar sind. Von einer Betrachtung der intermetallischen Phasen wird in diesem Zustand abgesehen. Ein elektrolytisches Ätzverfahren in verdünnter Phosphorsäure (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) eignet sich besser für eine Darstellung der γ'-Phase. Auf Grund unterschiedlicher Schliffdicken und Materialzustände variiert die angelegte Spannung zwischen 5-8 V und die Dauer der Ätzung zwischen 2 und 10 s. Die Ätzung bei diesem Verfahren ist ungleichmäßig im Probenquerschnitt. Die Ecken und

<sup>2</sup> Dies betrifft die M1er Schlitte der Proben ANC1 P1T1, -P1R1, -P2T1, -P2R1, -P3R1 und -P3T1 des Zustandes 1a.

Ränder der Probe werden schneller angegriffen als die Probenmitte. Eine Verfärbung der Ränder kann als ein Indiz für einen ausreichenden Ätzangriff betrachtet werden. Die unterschiedlichen Ätzzustände sind der der späteren Analyse zu berücksichtigen.

### Inhomogene Kornstruktur – Probenentnahme und statistische Gefügebewertung

Für die Untersuchung eines inhomogenen Gefüges wurden die Proben nicht mittig im Pancake positioniert, sodass verschiedene Kornstrukturen innerhalb eines Testquerschnitts der Probe vorliegen. Um zu untersuchen, ob dies erfolgreich war, wurden alle Seitenflächen der CC-Proben poliert und mit dem Adlerschen Ätzmittel angeätzt. Die Bereiche verschiedener Kornstrukturen wurden auf jeder Seite aufgenommen und grob ausgemessen (siehe Abbildung 9.15). Anschließend wurden die Kornstrukturen in der schematischen Zeichnung im Inneren linear interpoliert. Anhand der interpolierten Kornstruktur wird die Position der Startkerbe in der CC-Probe festgelegt. Anders als bei den bisherigen Proben kann so gezielt ein Szenario für die Risswachstumsversuche geschaffen werden, in dem der Riss verschiedene Bereiche durchläuft, umgeht oder mit ihnen interagiert.

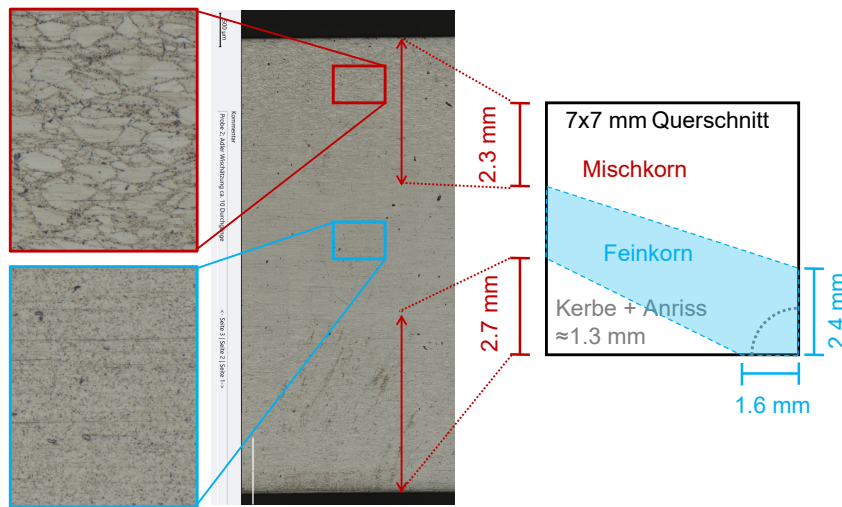


Abbildung 9.15: Grobe Ausmessung der verschiedenen Gefügebereiche an der polierten und angeätzten Probenoberfläche. Anschließend erfolgt eine Extrapolation dieser ins Probeninnere. Der Gefügebereich mit homogener und feinkörnigerer Kornstruktur ist im schematischen Querschnitt blau dargestellt.

Tabelle 9.13: Zusammenfassung der mikrostrukturellen Größen der Proben mit gezielt inhomogener Kornstruktur. Die Standardabweichung ist beigefügt. Für die Ausscheidungsanteile bewertet diese den Unterschied der einzelnen Bilder. Für die Größe und Form wird die Standardabweichung auf alle Ausscheidungen aus allen Bildern einer Probe bezogen.

Zustand	Ref. Feinkorn	T4	T2	Ref. Vakuum
Korngröße in $\mu\text{m}$	7	2-7   15-30	2-7   17-30	4.5   22
$\gamma'$ – Anteil in %	$37 \pm 1.1$	$38 \pm 0.9$	$35 \pm 1.5$	$35 \pm 1.9$
$\gamma'$ – Radius in nm	$52 \pm 15.90$	$51 \pm 15.65$	$52 \pm 18.16$	$52 \pm 17.95$
$\delta$ – Anteil in %	$0.7 \pm 0.24$	$1.01 \pm 0.25$	$1.23 \pm 0.28$	$0.66 \pm 0.2$
$\delta$ – Radius in nm	$322.5 \pm 139.4$	$284.4 \pm 102$	$287.5 \pm 105$	$272.5 \pm 100.5$
$\delta$ – Form	$2.572 \pm 1.29$	$2.397 \pm 1.1$	$2.453 \pm 1.18$	$3.073 \pm 1.76$
Härte (HV0.1)	502	511	514	Keine Daten

### Nebenriss - Seitenansicht

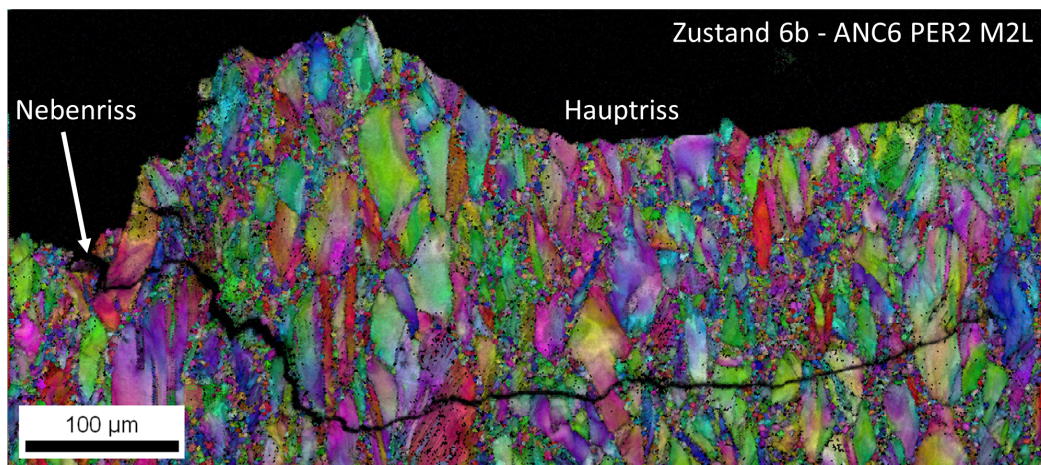


Abbildung 9.16: EBSD-Aufnahme, die den Verlauf eines Nebenrisses darstellt. Die nicht-RX Körner werden meistens geschnitten. Werden sie hingegen umgangen, wird der Riss abgelenkt.

## Verschiedene Formen und Populationen der $\gamma'$ - Phase

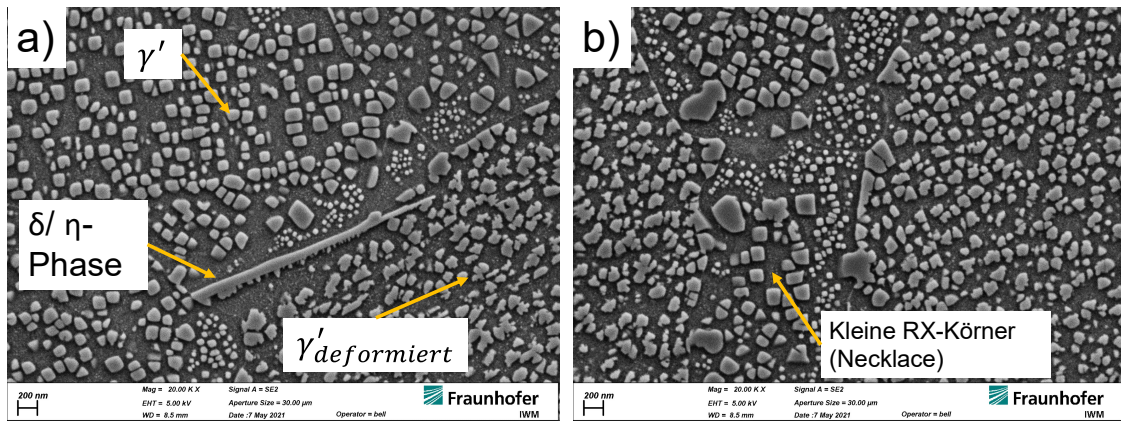


Abbildung 9.17: Darstellung der verschiedenen Ausprägungen der  $\gamma'$ -Phase. Anhand der *entarteten* Variante können die nicht rekristallisierten Körner erkannt werden.

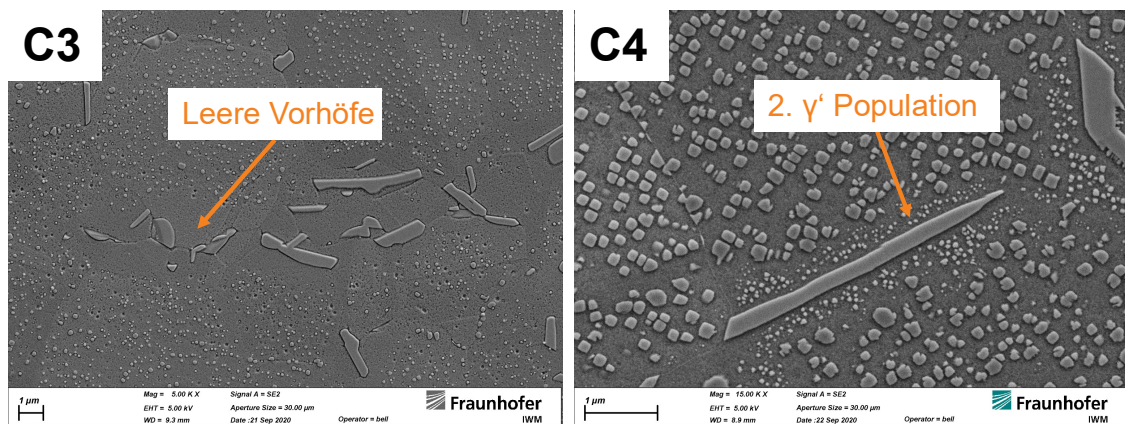


Abbildung 9.18:  $\gamma'$  Entwicklung in den Vorhöfen der  $\delta$  - Phase in Alloy 780. Es sind Bilder aus den Zwischenzuständen von Zustand 6 dargestellt (siehe Abbildung 3.3 für die Position in der entsprechenden WB). C3 stellt die Mikrostruktur nach der Lösungsglühung (955 °C/ 1h) dar. Eine nachfolgende, langsame Abkühlung resultiert in C4. Die Maßstäbe der Bilder unterscheiden sich.

## Mikrostrukturentwicklung in der Prozessroute - Ergänzungen

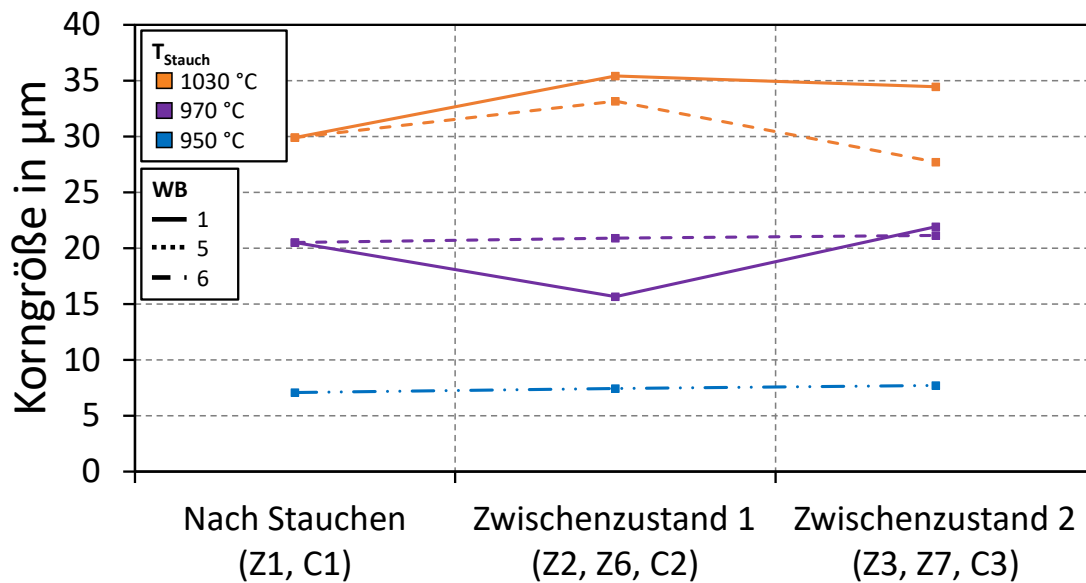


Abbildung 9.19: Entwicklung der Korngröße nach dem Stauchen. Der Korndurchmesser der Zwischenzustände aus OF-Pancakes ist in Abhängigkeit der Stauchtemperatur dargestellt. WB1 (Z6,7): 955 °C/ 1h + Abkühlung mit 4K/min auf 800 °C; WB5 (Z2,3): 970 °C/2h/ H<sub>2</sub>O + 860 °C/ 2h; WB6 (C2,3): 900 °C/ 11h + 955 °C/ 1h. Für die dargestellten Zustände findet in der WB kein signifikantes Kornwachstum statt. Die Histogramme der Zustände direkt nach dem Stauchen sind in Abbildung 5.14 dargestellt.

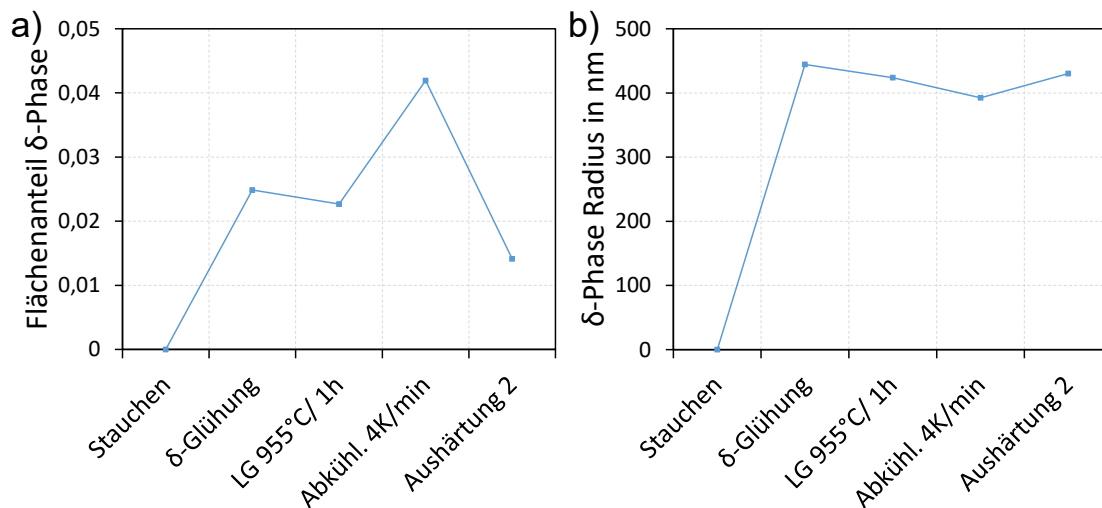


Abbildung 9.20: Entwicklung der  $\delta$ -Phase in Zustand 6a anhand der Zwischenzustände. Der Zwischenzustand nach der ersten Aushärtung wurde nicht analysiert. LG = Lösungsglühung. Der starke Anstieg des  $\delta$ -Phasenanteils in der langsamen Abkühlung ist auf die Position der untersuchten metallographischen Probe zurückzuführen.

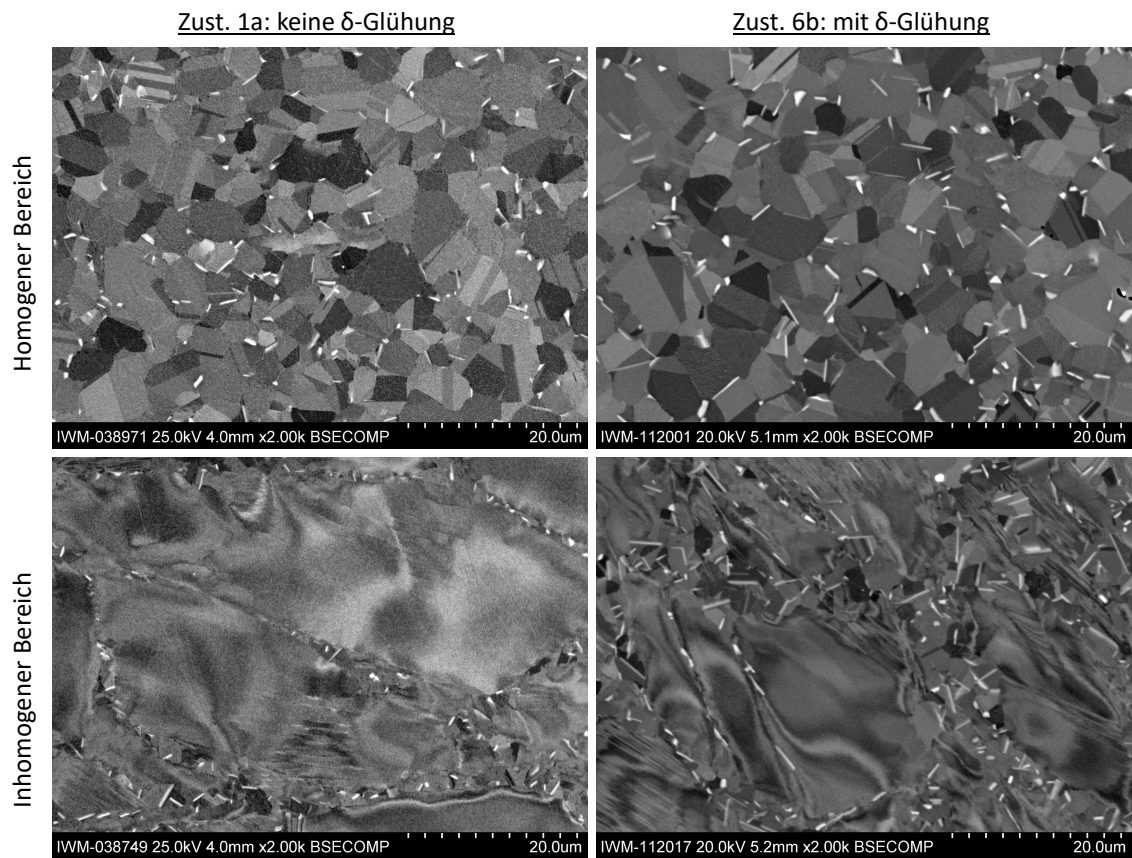


Abbildung 9.21: Vergleich der  $\delta$ -Phase in Abhängigkeit der  $\delta$ -Phasenglühung und der Kornstruktur. Die  $\delta$ -Phasenglühung hat einen größeren Einfluss auf die Größe der  $\delta$ -Phase als die Kornstruktur.

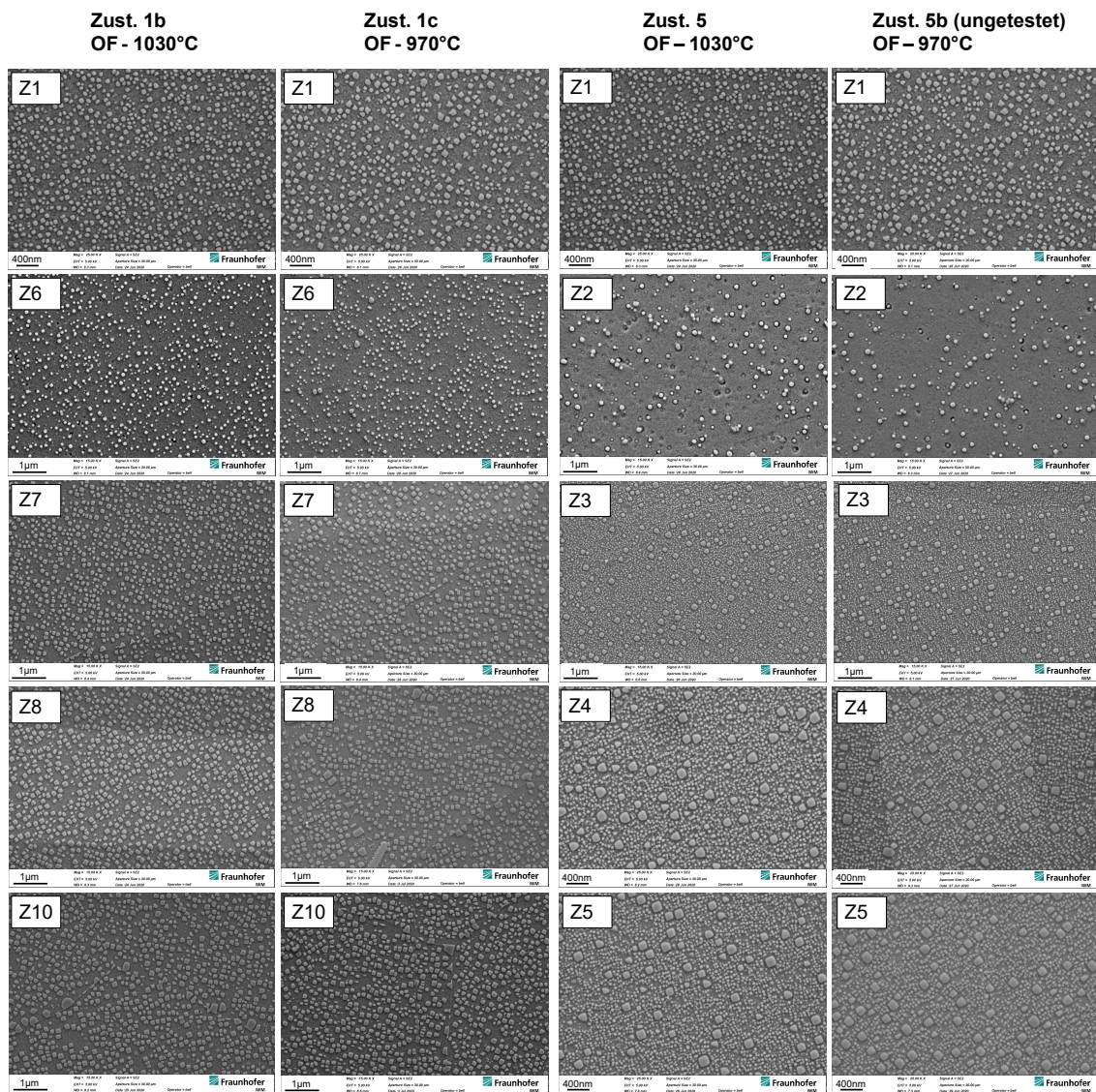


Abbildung 9.22: Entwicklung der  $\gamma'$ -Phase in den Zwischenschritten für WB1 und 5. Die statistische Entwicklung ist in Abbildung 5.16 dargestellt.

**Zust. 6a  
OF – 950°C**

**Zust. 6b  
VDM-klein – 950°C**

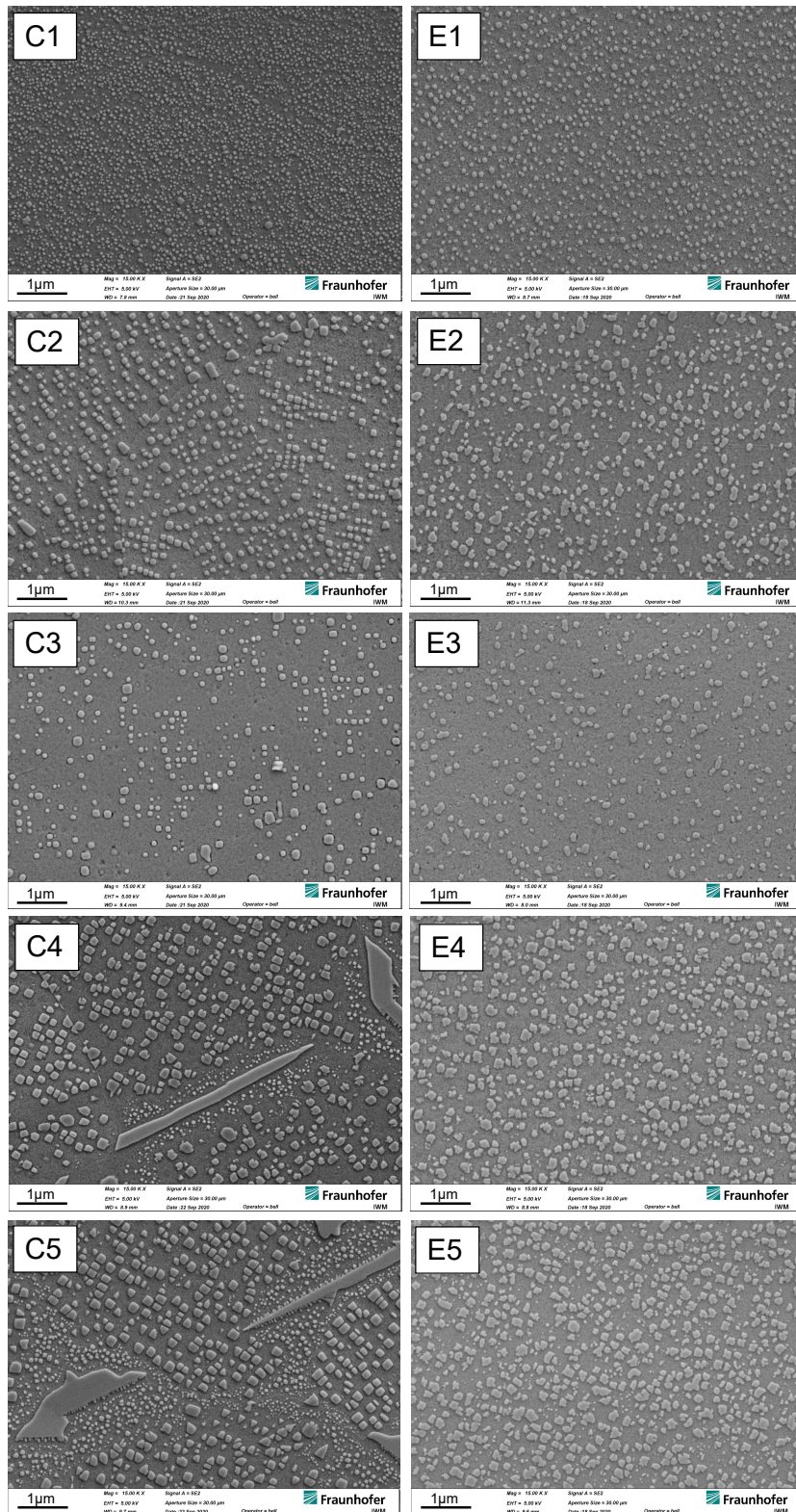


Abbildung 9.23: Entwicklung der  $\gamma'$  – Phase in den Zwischenschritten für WB6. Die statistische Entwicklung ist in Abbildung 5.16 dargestellt.

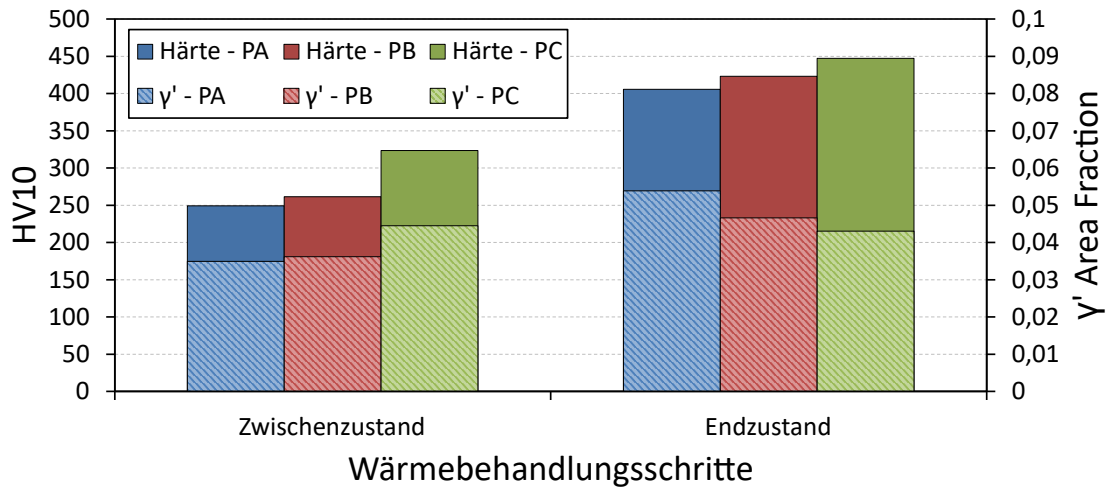


Abbildung 9.24: Entwicklung der Härte und des  $\gamma'$  – Ausscheidungsanteil für WB4. Der Ausscheidungsanteil wird anhand von REM-Bildern ermittelt. Die kleine  $\gamma'$ -Population kann dort nicht aufgelöst werden.

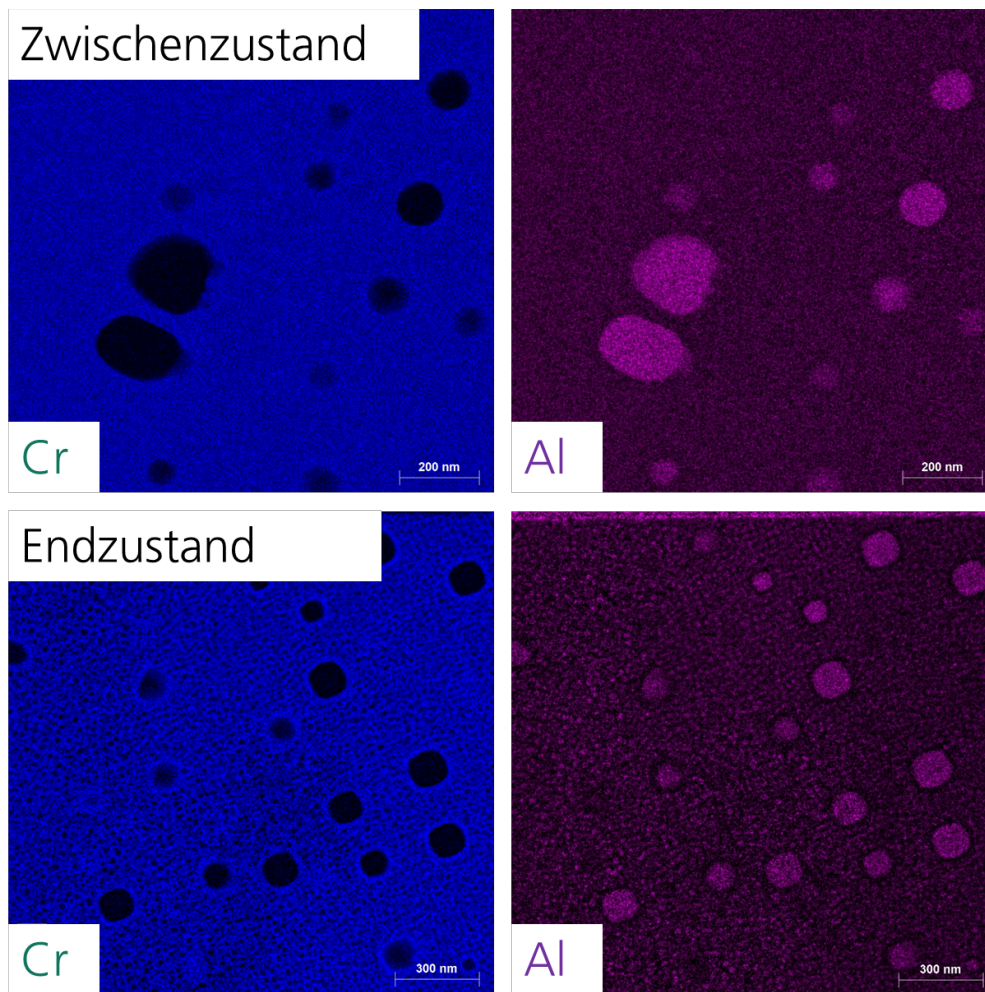


Abbildung 9.25: TEM-Aufnahmen der kleinen  $\gamma'$  – Population, die in WB4 entstehen. Im REM ist diese nicht gesichert auflös- und somit auswertbar.

## Beeinflussung der Ausscheidungskinetik – Ergänzungen

Die Ausscheidungskinetik der  $\delta$  – Phase wird mit Hilfe von Stauchversuchen untersucht. Zu diesem Zweck werden verschiedene Stauchtemperaturen und Umformgeschwindigkeiten untersucht. Die  $\delta$  – Phase wird direkt nach dem Stauchvorgang und nach einer anschließenden Auslagerung bei 900 °C für 11h untersucht. Direkt nach dem Stauchen liegt keine  $\delta$  – Phase vor. In der anschließenden Auslagerung scheidet sich  $\delta$  – Phase aus. Dies ist abhängig von dem Umformvorgang. In einer weiteren Versuchsserie werden Proben angestaucht, ausgelagert und dann fertiggestaucht. Über dieses Vorgehen kann die  $\delta$  – Phase ausgeschieden und ausgerichtet werden.

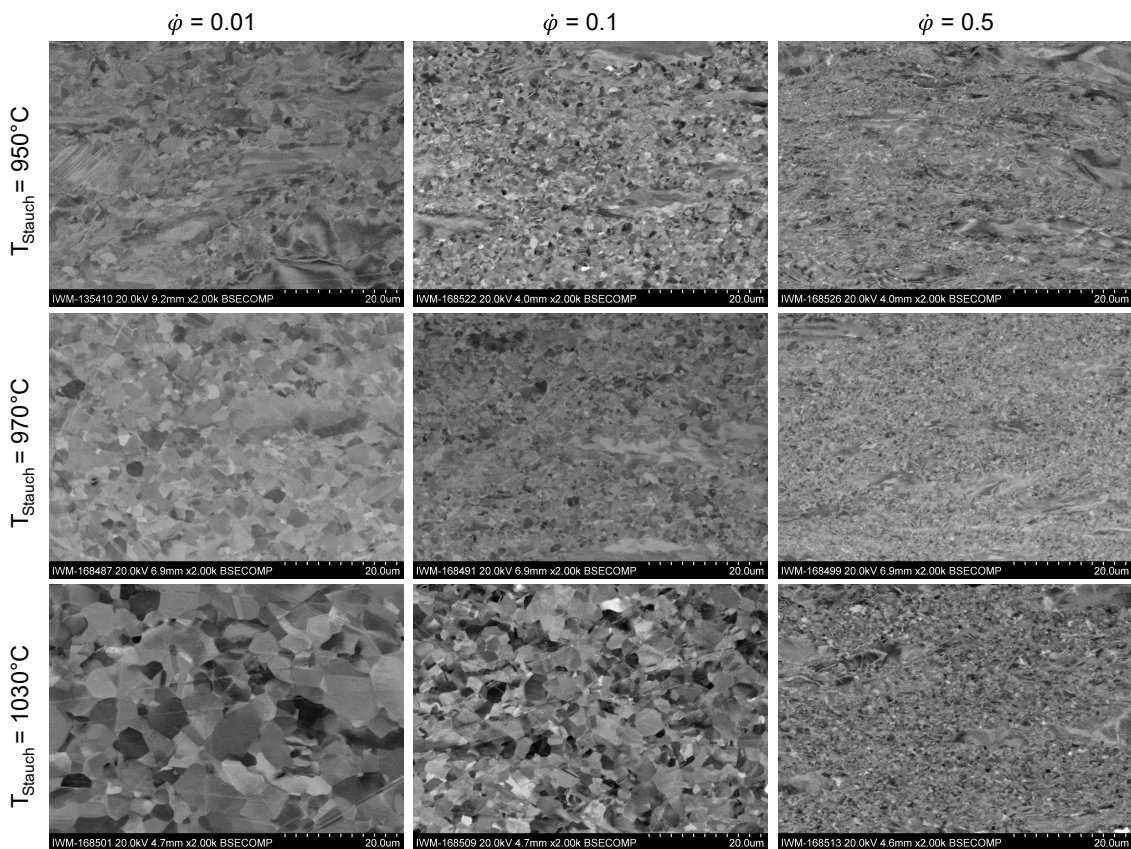


Abbildung 9.26: Darstellung der Mikrostruktur direkt nach dem Stauchen bis  $\phi=1.0$ . Es ist keine  $\delta$  – Phase erkennbar. Die Auswirkungen einer anschließenden Glühung bei 900 °C für 11h sind in Abbildung 5.19 dargestellt.

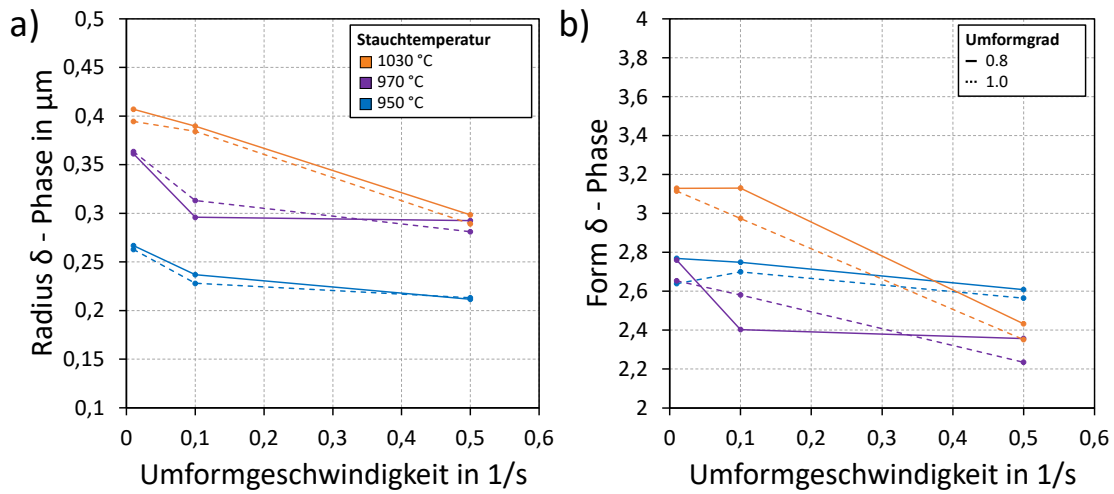


Abbildung 9.27: Die Bewertung der  $\delta$  - Phasengröße und Form nach der Auslagerung, die an den Stauchvorgang angeschlossen ist, wird dargestellt. Diese statistische Darstellung ergänzt Abbildung 5.20.

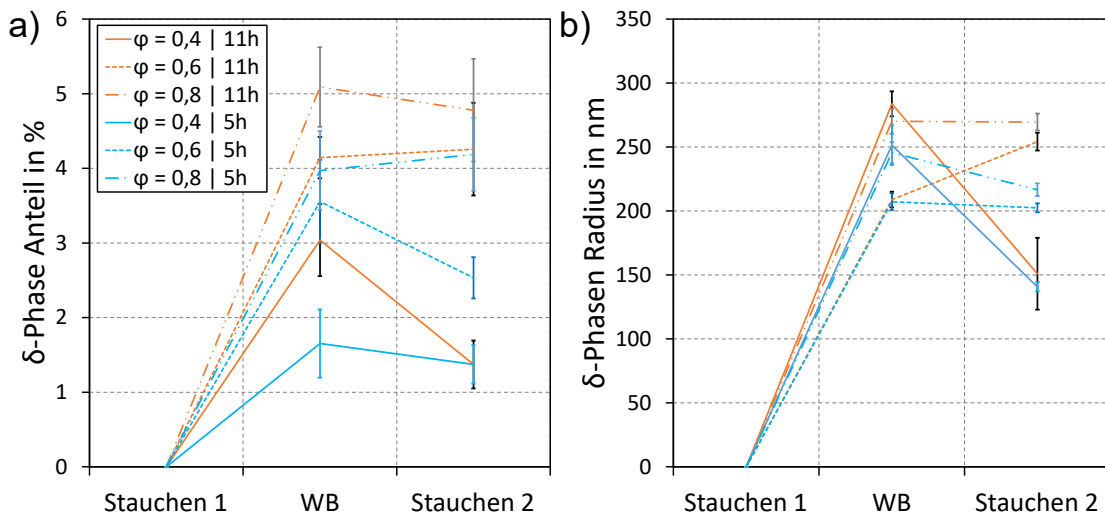


Abbildung 9.28: Entwicklung der  $\delta$  - Phase in mehrstufigen Stauchversuchen. Nach der Umformung ( $T_{\text{Stauch}} = 950 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $\varphi = 0.1/s$ ) bis zu dem angegebenen Umformgrad wurden die Proben bei  $900 \text{ }^\circ\text{C}$  für die angegebene Dauer ausgelagert. Es folgt eine erneute Umformung bis  $\varphi = 1.0$  erreicht ist. Die Umformparameter sind identisch zu der ersten Umformung. Ebenfalls dargestellt ist die Standardabweichung. Diese stellt den Unterschied zwischen verschiedenen Bildern einer Probe dar. Für eine bildliche Darstellung siehe Abbildung 9.29 (nach Wärmebehandlung) und Abbildung 5.21 (nach Fertigstauchen).

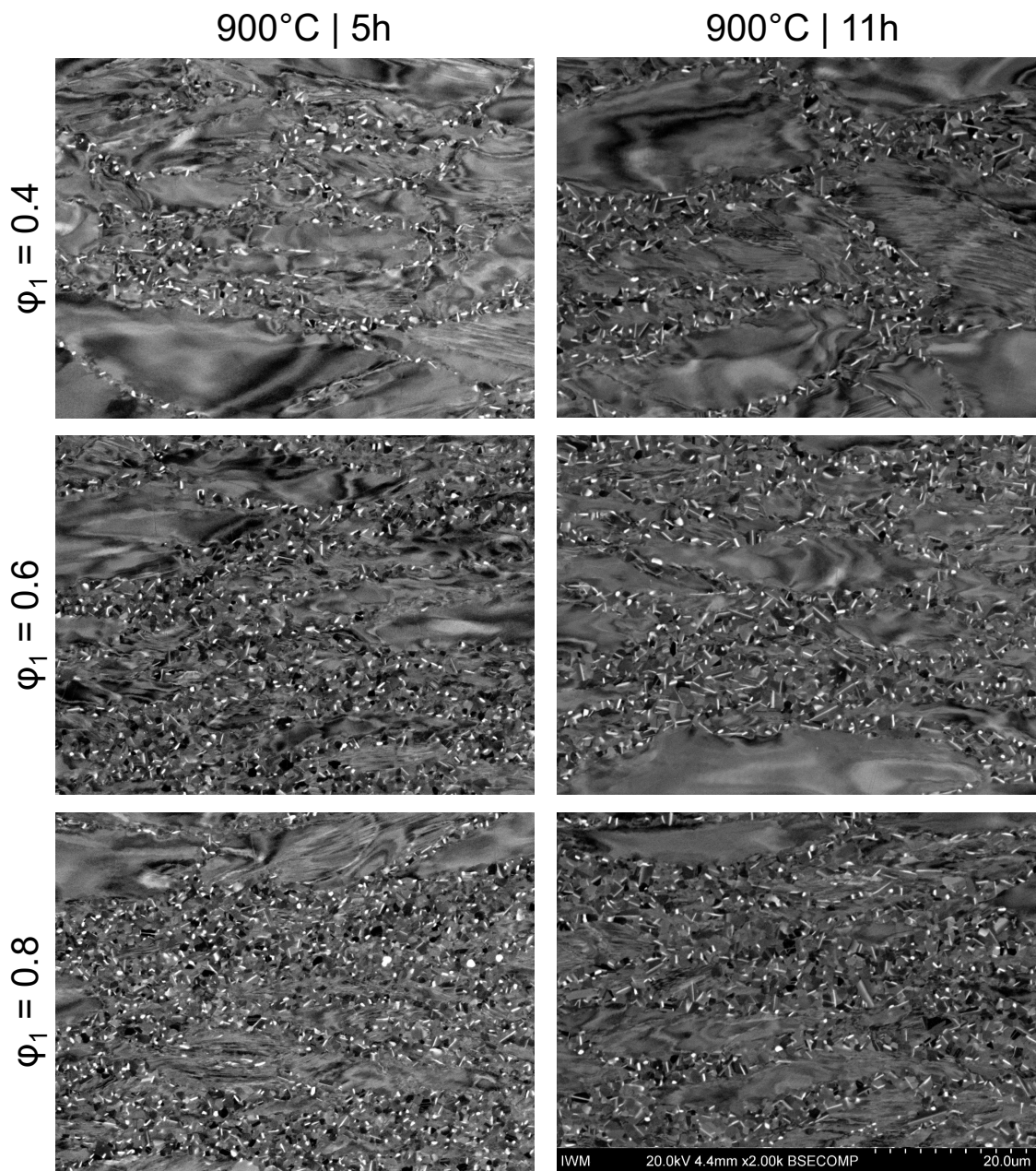


Abbildung 9.29: Ausscheidung der  $\delta$  – Phase vor dem Fertigstauchen in den mehrstufigen Stauchversuchen. Nach der Umformung ( $T_{Stauch} = 950 \text{ °C}$ ,  $\dot{\varphi} = 0.1/s$ ) bis zu dem angegeben Umformgrad wurden die Proben nach obigen Parametern geüht. Das Gefüge nach dem Fertigstauchen ist in Abbildung 5.21 dargestellt.

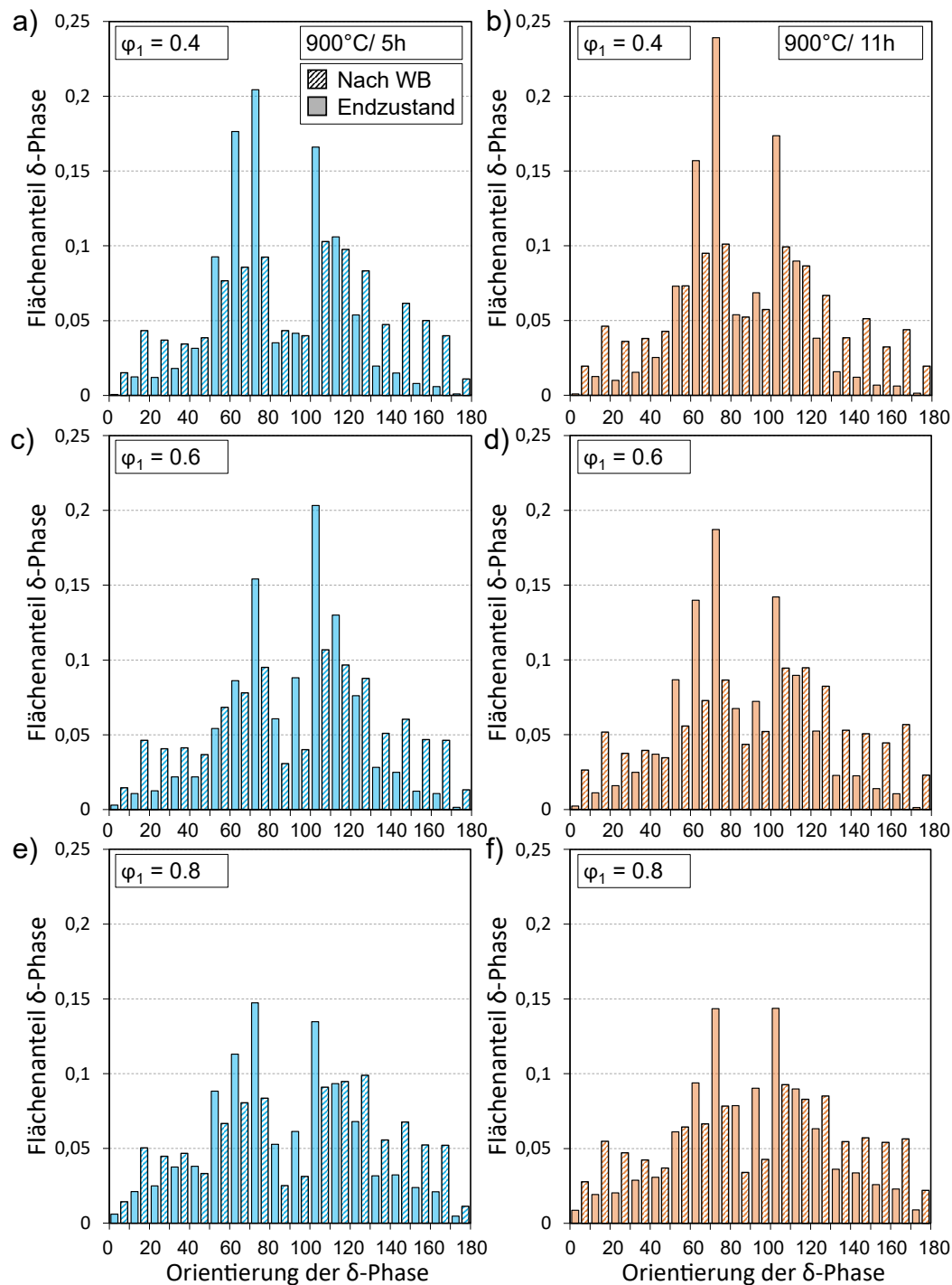


Abbildung 9.30: Orientierungsentwicklung der  $\delta$  – Phase im mehrstufigen Stauchversuch. Exemplarische Bilder der zugehörigen Zustände sind in Abbildung 5.21 (Endzustand) und Abbildung 9.29 (Nach Wärmebehandlung) dargestellt. Die Proben wurden mit dem jeweils angegebenen Umformgrad angestaut und der ebenfalls gegebenen Auslagerung unterzogen. Anschließend wurde bis  $\varphi=1.0$  fertiggestaut. Die Lücke bei 80-100° kann vermutlich mit der Position der Bilder erklärt werden, die niemals exakt in der Probenmitte ist. Des Weiteren ist der Bereich innerhalb der Probe mit einer 90° Ausrichtung klein.

---

## Orientierungslegende IPF

Color Coded Map Type: Inverse Pole Figure [001]

Nickel

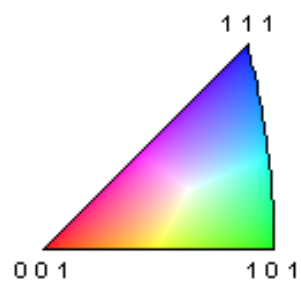


Abbildung 9.31: Farbkodierung der Kristallorientierungen in IPF's. Ist bei Darstellungen der IPF's keine Legende gegeben, so ist die hier dargestellte Farbgebung gültig.

## 9.4 Anhang 4: Zug- und Schwellenwertversuche

### Zugversuche - Ergänzungen

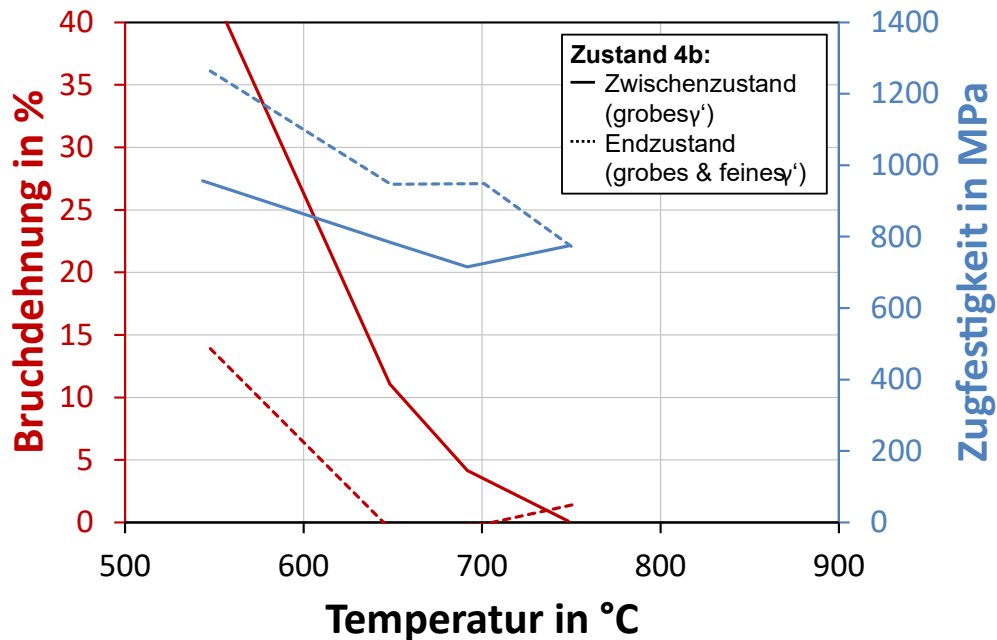


Abbildung 9.32: Vergleich der Bruchdehnung und Zugfestigkeit für Zust. 4b. Dargestellt sind die Ergebnisse für einen Zwischenzustand und den Endzustand. Es wird eine Dehnrates von  $10^{-4}/s$  verwendet. Im Endzustand ist eine zweite, kleine  $\gamma'$ -Population enthalten, die nur im TEM aufgelöst werden kann. Diese ist im Zwischenzustand nicht vorhanden. Daher unterscheiden sich die Härte und Zugfestigkeit. Die Bruchdehnung ist für den weicheren Zwischenzustand erhöht im Vergleich zum Endzustand. Dies könnte in verbesserten Rissfortschrittsraten resultieren. CC-Proben der Zwischenzustände wurde nicht untersucht.



## Schwellenwertverhalten des zeitgetriebenen Risswachstums - Ergänzungen

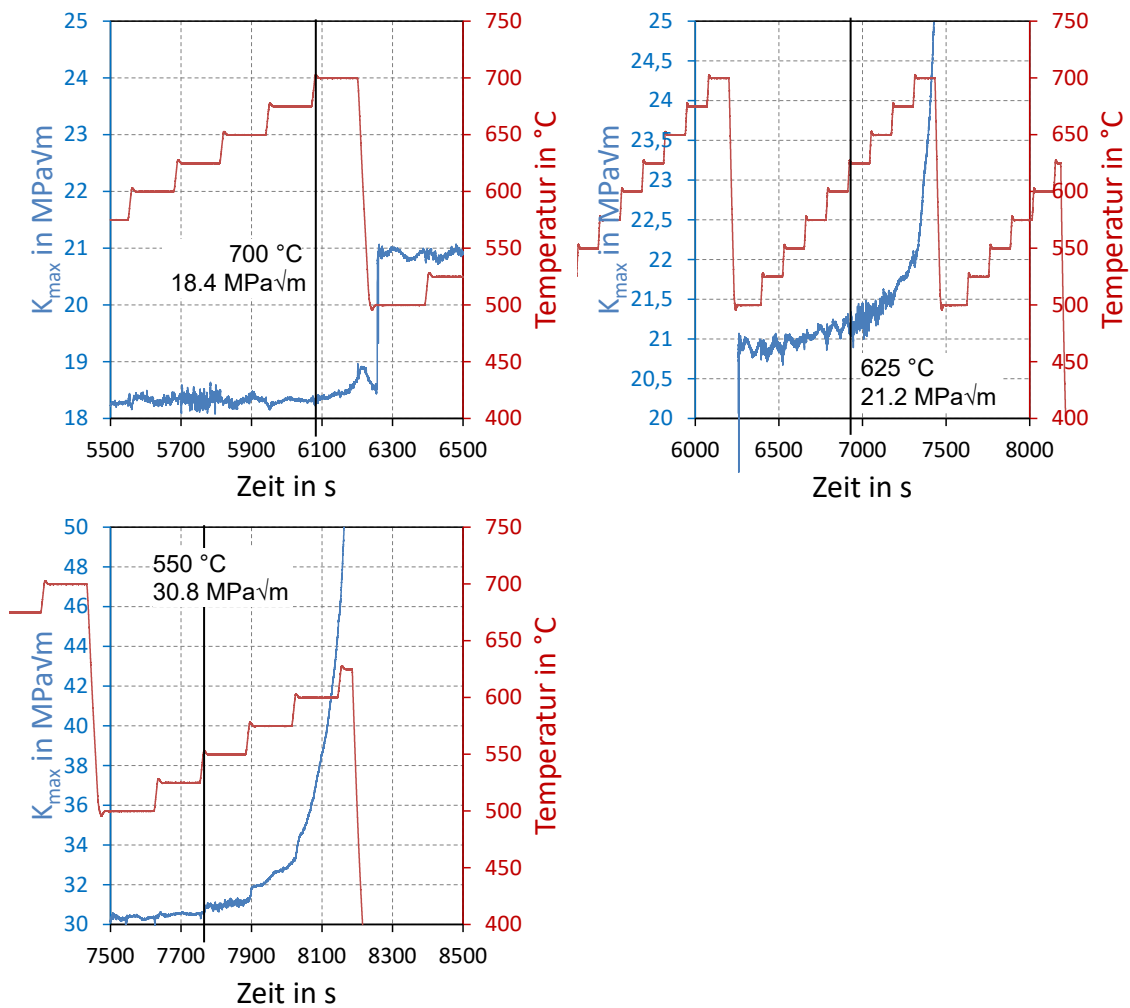


Abbildung 9.34: Darstellung vergrößerter Ausschnitte des Risswachstums im Stufenversuch. Dargestellt sind die Momente, in denen das Potential und damit die Risslänge in den verschiedenen Last- und Temperaturstufen zu wachsen beginnt. Das resultierende Risswachstum ist vollständig zeit- und nicht zyklusabhängig. Die zugehörige Belastung  $K_{max}$  kann als temperaturabhängiger Schwellenwert für das zeitabhängige Risswachstum betrachtet werden. Der gesamte Verlauf ist in Abbildung 6.12 dargestellt.

## 9.5 Anhang 5: Einordnung in die Literatur

### Einordnung von Alloy 780 nach zu erwartenden Ausscheidungsarten

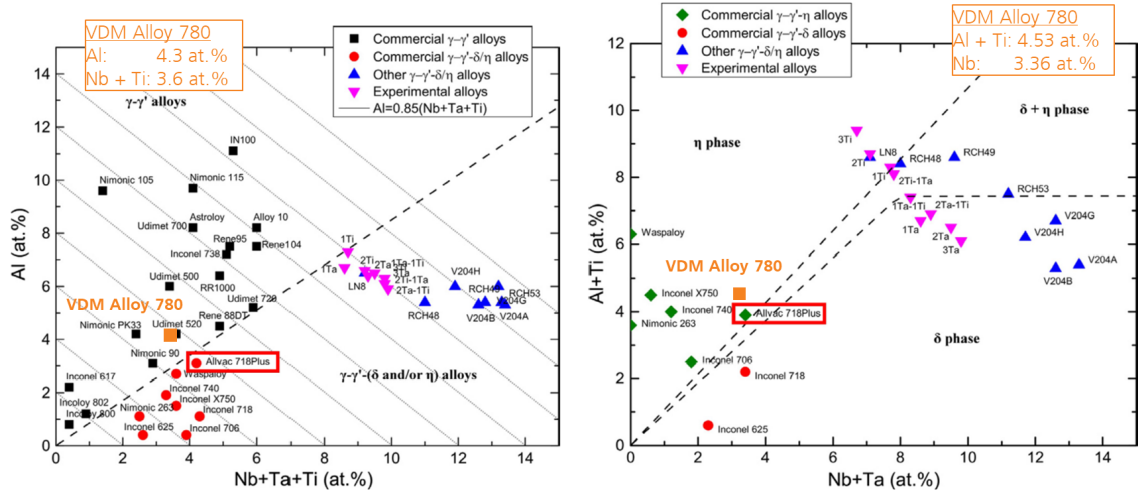


Abbildung 9.35: Klassifizierung verschiedener Nickelbasislegierungen anhand der enthaltenen Elemente. Verschiedene Legierungen werden entsprechend ihrer chemischen Zusammensetzung eingeordnet [1]. Je nach Position im Diagramm werden verschiedene Kombinationen intermetallischer Phasen erwartet. Alloy 780 wird den reinen  $\gamma'$ -Legierungen zugeordnet. Im Falle einer vorliegenden HT-Phase wird  $\eta$ -Phase vorausgesagt. Der ausgeschiedene Anteil der  $\delta$ -Phase in Alloy 780 ist gering, während der  $\gamma'$ -Anteil hoch ist, wenn ein Vergleich mit Alloy 718Plus vorgenommen wird. Des Weiteren weist Alloy 780 eine Mischung aus  $\delta$ - und  $\eta$ -Phase auf. Obige Diagramme ordnen die Ausscheidungen folglich nicht richtig zu, zeigen aber die richtige Tendenz.

Vergleich mit der Literatur – RR1000

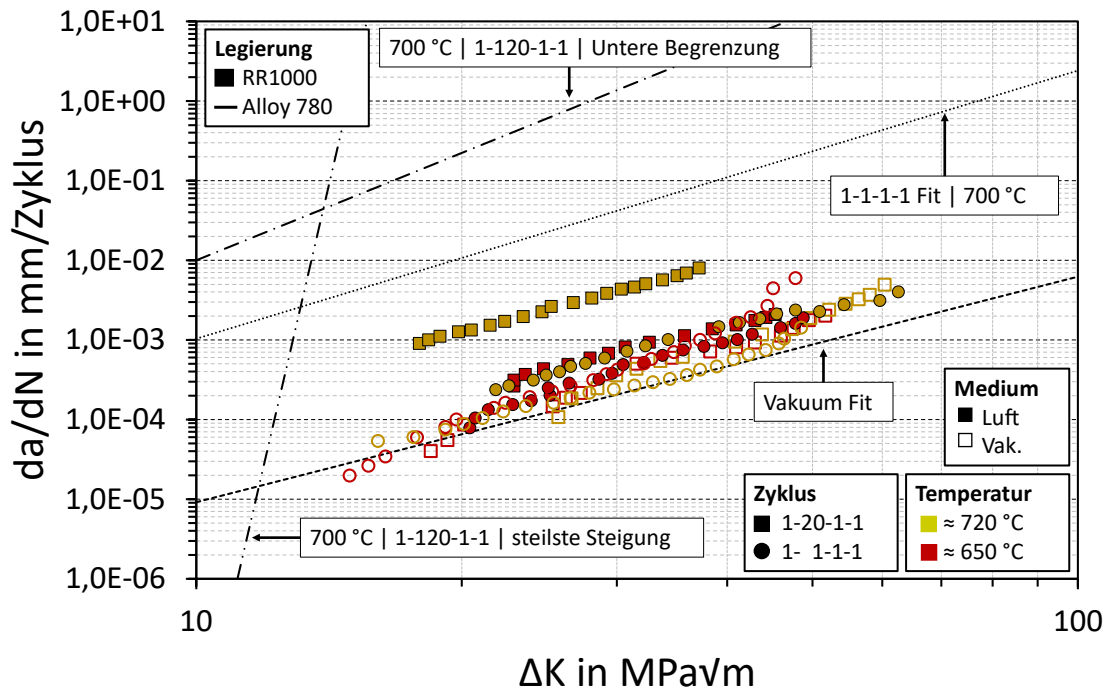


Abbildung 9.36: Risswachstumsraten der Legierung RR1000. Es werden zwei verschiedene Zyklusformen untersucht. Das R-Verhältnis ist  $R_o=0.1$ . Die Daten wurden aus [77] entnommen. Die Legierung weist einen Kobaltanteil von  $\approx 18.6\%$  auf (siehe Text unterhalb von Abbildung 7.6). Eine Erhöhung des Kobaltanteils, wie es auch in Alloy 780 vorgenommen wurde, resultiert also nicht zwingend in hohen Risswachstumsraten an Luft.

Cross-Stitched  $\eta$ -Phase in Alloy 718Plus

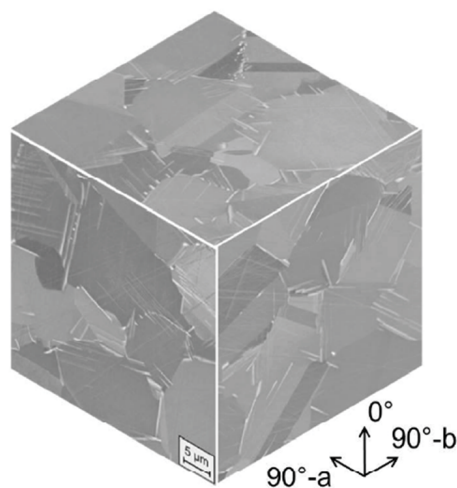


Abbildung 9.37: Darstellung der  $\eta$  – Phase in der Cross-Stitched Variante von Alloy 718Plus [17]. Eine vergleichende Darstellung der ausgerichteten Mikrostruktur ist in Abbildung 2.23 dargestellt.

---

# Literaturverzeichnis

- 
- [1] C. Kienl, *Hot Forging of the nickel-base Superalloy ATI 718Plus®*, Cambridge, 2019.
- [2] K. Löhnert, *Einfluss der thermomechanischen Vorbehandlung auf die Eigenschaften der Nickelbasissuperlegierung A718Plus*, Erlangen, 2011.
- [3] A. Pineau und S. D. Antolovich, „High temperature fatigue of nickel-base superalloys - A review with special emphasis on deformation modes and oxidation,“ *Engineering Failure Analysis*, Nr. 16, pp. 2668-2697, 2009.
- [4] J. Rösler, T. Hentrich und B. Gehrman, „On the Development Concept for a New 718-Type Superalloy with Improved Temperature Capability,“ *Metals*, 2019.
- [5] T. Federova, *Entwicklung einer neuen Nickelbasis - Superlegierung auf Basis von Alloy 718*, Göttingen: Cuvillier Verlag, 2013.
- [6] T. Federova, J. Rösler, J. Klöwer und B. Gehrman, „Development of a new 718-type Ni-Co superalloy family for high temperature applications at 750°C,“ *EUROSUPERALLOYS 2014 – 2nd European Symposium on Superalloys and their Applications*, 2014.
- [7] M. Bergner, J. Rösler und B. K. J. Gehrman, „Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of VDM Alloy 780 Premium,“ *Proceedings of the 9th International Symposium on Superalloy 718 & Derivatives: Energy, Aerospace and Industrial Applications*, 2018.
- [8] J. Rösler, M. Götting, D. Del Genovese, B. Böttger, R. Kopp, M. Wolske, F. Schubert, H.-J. Penkalla, T. Seliga, A. Thoma, A. Scholz und C. Berger, „Wrought Ni-Base Superalloys for Steam Turbine Applications beyond 700°C,“ *Advanced Engineering Materials*, Bd. 5, Nr. 7, pp. 469-483, 2003.
- [9] R. C. Reed, *The Superalloys Fundamentals and Applications*, Cambridge University Press, 2006.
- [10] D. Gustafsson, J. Moverare, S. H. M. Johansson, K. Simonsson, S. Sjöström und B. Sharifimajda, „Fatigue crack growth behaviour of Inconel 718 with high temperature hold times,“ *Procedia Engineering* 2, pp. 1095-1104, 2010.
- [11] R. Kearsey, J. Tsang, S. Oppeneimer und E. McDevitt, „Microstructural Effects on the mechanical properties of ATI 718Plus® Alloy,“ *JOM*, Bd. 64, Nr. 2, pp. 241-251, 2012.
- [12] T. Watanabe, „Grain boundary engineering: historical perspective and future prospects,“ *Journal of Material Science*, pp. 4095-4115, 2011.
- [13] D. Leo Prakash, M. Walsh, D. Maclachlan und A. Korsunsky, „Crack growth micro-mechanisms in the IN718 alloy under the combined influence of fatigue, creep and oxidation,“ *International Journal of Fatigue*, Nr. 31, pp. 1966 - 1977, February 2009.
- [14] S. Floreen und J. Davidson, „The effect of B and Zr on the creep and fatigue crack growth behavior of a Ni-base superalloy,“ *Metallurgical Transactions A*, Nr. 14, pp. 895-901, 1983.

- [15] L. Xiao, D. Chen und M. Chaturvedi, „Effect of boron on fatigue crack growth behavior in superalloy IN718 at RT and 650°C,“ *Materials Science and Engineering A*, Nr. 428, pp. 1-11, 2006.
- [16] Z. Asqary, S. M. Abbasi, M. Seifollahi und M. Morakabati, „The effect of boron and zirconium on the microstructure and tensile properties of Nimonic 105 superalloy,“ *Materials Research Express*, Nr. 6, 2019.
- [17] D. Huenert, M. Proebstle, A. Casanova, R. Schluetter, R. Krakow, M. Buescher, P. Randelzhofer, A. Evans, K. Loehnert, T. Witulski, S. Neumeier und C. Rae, „ATI718Plus® - New nickel based disc alloy and its capability,“ *Superalloys 2016: Proceedings of the 13th International Symposium on Superalloys*, pp. 783-792, 2016.
- [18] A. K. Koul, P. Au, N. C. Bellinger, R. Thamburaj, W. Wallace und J.-P. Immarrigeon, „Development of a Damage Tolerant Microstructure for Inconel 718 Turbine Disk Material,“ *Superalloys 1988*, pp. 3-12, 1988.
- [19] I. P. Vasatis und R. M. Pelloux, „The Effect of Environment on the Sustained Load Crack Growth Rates of Forged Waspaloy,“ *Metallurgical Transaction A*, Bd. 16A, pp. 1515-1520, August 1985.
- [20] M. Donachie, A. Pinkowish, W. Danesi, J. Radavich und W. Coutts, „Effect of Hot Work on the Properties of Waspaloy,“ *Metallurgical Transactions*, Bd. 1, pp. 2623-2630, September 1970.
- [21] C. Branco, A. Brito und J. Byrne, „A Creep Fatigue Crack Propagation Study of the PM Nickel Based Superalloy UDIMET 720Li,“ *European Conference on Fracture*, 2014.
- [22] C.-M. Kuo, Y.-T. Yang, H.-Y. Bor, C.-N. Wei und C.-C. Tai, „Aging effects on the microstructure and creep behavior of IN718 superalloy,“ *Materials Science and Engineering A*, pp. 289-294, 2008.
- [23] M. Anderson, A.-L. Thielin, F. Bridier, P. Bocher und J. Savoie, „Delta Phase precipitation in Inconel 718 and associated mechanical properties,“ *Materials Science & Engineering A*, pp. 48-55, September 2016.
- [24] A. Casanova, M. Hardy und C. M. F. Rae, „Morphology and kinetics of grain boundary precipitation in alloy ATI 718Plus,“ *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, 2014.
- [25] R. Bürgel, H. J. Maier und T. Niendorf, *Handbuch Hochtemperaturwerkstofftechnik*, 4 Hrs., Vieweg+Teubner Verlag; Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH, 2011.
- [26] H.-T. Lee und W.-H. Hou, „Development of fine-grained structure and the mechanical properties of nickel-based Superalloy 718,“ *Materials Science and Engineering A*, Bd. 555, pp. 13-20, 2012.
- [27] Y. Desvalées, M. Bouzidi, F. Bois und N. Beaudé, „Delta Phase in Inconel 718: Mechanical Properties and forging process requirements,“ *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 281-291, 1994.

- 
- [28] E. Brown, R. Boettner und D. Ruckle, „Minigrain Processing of Nickel-Base Alloys,“ *International Symposium on Superalloys*, 1982.
- [29] S. Azadian, L.-Y. Wei und R. Warren, „Delta Phase Precipitation in Inconel 718,“ *Materials Characterization*, Nr. 53, pp. 7-16, 2004.
- [30] J. Sharma, A. Nicolay, M. de Graef und N. Bozzolo, „Phase discrimination between Delta and Eta Phases in the new nickel-based superalloy VDM Alloy 780 using EBSD,“ *Materials Characterization*, Bd. 176, 7 April 2021.
- [31] E. Pickering, H. Mathur, A. Bhowmik, O. Messé, J. Barnard, M. Hardy, R. Krakow, K. Loehnert, H. Stone und C. M. F. Rae, „Grain-boundary precipitation in Allvac 718Plus,“ *Acta Materialia*, Bd. 60, pp. 2757-2769, 2012.
- [32] C. Ghica, C. Solis, J. Munke, A. Stark, B. Gehrman, M. Bergner, J. Rösler und R. Gille, „HRTEM analysis of the high-temperature phases of the newly developed high-temperature Ni-base superalloy VDM 780 Premium,“ *Journal of Alloys and Compounds*, Bd. 814, 2020.
- [33] H. Maderbacher, B. Oberwinkler, H.-P. Gänser, W. Tan, M. Rollett und M. Stoschka, „The influence of microstructure and operating temperature on the fatigue endurance of hot forged Inconel®718 components,“ *Materials Science & Engineering A*, pp. 123-131, 1 August 2013.
- [34] X. Xie, C. Xu, G. D. J. Wang, W.-D. Cao und R. Kennedy, „TTT Diagram of a newly Developed Nickel-Base Superalloy - Allvac® 718Plus,“ *Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives 2005*, pp. 193-202, 2005.
- [35] G. Kumari, C. Boehlert, S. Sankaran und M. Sundararaman, „The Effects of Solutionizing Temperature on the Microstructure of Allvac 718Plus,“ *Journal of Materials Engineering and Performance*, Bd. 29, pp. 3523-3533, June 2020.
- [36] M. Jackson und R. C. Reed, „Heat Treatment of UDIMET 720Li: the effect of microstructure on properties,“ *Materials Science & Engineering A*, Bd. 259, pp. 85-97, 1999.
- [37] P. Villechaise, J. Cormier und T. M. J. Billot, „Mechanical Behavior and Damage Processes Of Udimet 720Li: Influence of Localized Plasticity At Grain Boundaries,“ *Superalloys 2012: 12th international Symposium on Superalloys*, pp. 15-24, 2012.
- [38] W.-D. Cao, „Solidification and solid state phase transformation of Allvac® 718Plus Alloy,“ *Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives 2005*, pp. 165 - 177, 2005.
- [39] K. Löhnert und F. Pyczak, „Microstructure evolution in the nickel base superalloy ALLVAC®718Plus™,“ *7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, pp. 877-891, 2010.
- [40] E. McDevitt, „Effect of Temperature and Strain During Forging on Subsequent Delta Phase Precipitation During Solution Annealing in ATI 718Plus® Alloy,“ *7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, pp. 307-319, 2010.

- [41] H. Fecht und D. Furrer, „Processing of Nickel-Base Superalloys for Turbine Engine Disc Applications,“ *Advanced Engineering Materials*, Bd. 2, Nr. 12, pp. 777-787, 2000.
- [42] M. J. Donachie und S. J. Donachie, *SUPERALLOYS A Technical Guide*, ASM International, 2002.
- [43] D. Huber, M. Hacksteiner, C. Poletti, F. Warchomicka und S. Martin, „Comparison of microstructural changes in three different Ni-base superalloys after cyclic thermo-mechanical treatment,“ *8th International Symposium On Superalloy 718 and Derivatives*, pp. 303-315, 2014.
- [44] D. P. Stewart, „ISOCON Manufacturing of Waspaloy Turbine Discs,“ *Superalloys 1988*, pp. 545-551, 1988.
- [45] S. Ponnelle, B. Brethes und A. Pineau, „Orientational Effects and influence of delta phase on fatigue crack growth rates in a forged disc of INCO718 Superalloy,“ *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 501-510, 2001.
- [46] B. Lindsley und X. Pierron, „Sub-Solvus Recrystallization Mechanisms in UDIMET® Alloy 720Li,“ *Superalloys 2000*, pp. 59-68, 2000.
- [47] H. Monajati, M. Jahazi, S. Yue und A. Taheri, „Deformation Characteristics of Isothermally Forged UDIMET 720 Nickel-Base Superalloy,“ *Metallurgical And Materials Transactions A*, Bd. 36A, pp. 895-905, 2005.
- [48] L. Viskari, Y. Cao, M. Norell, G. Sjöberg und K. Stiller, „Grain boundary microstructure and fatigue crack growth in Allva 718Plus superalloy,“ *Materials Science and Engineering A*, Nr. 528, pp. 2570-2580, 2010.
- [49] M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay und S. Banerjee, „Precipitation of the Delta - Ni<sub>3</sub>Nb Phase in Two Nickel Base Superalloys,“ *Metallurgical Transactions A*, Bd. 19A, pp. 453-465, März 1988.
- [50] H. Loyer Danflou, M. Macia, T. Sanders und T. Khan, „Mechanisms of formation of Serrated Grain Boundaries in Nickel Base Superalloys,“ *Superalloys 1996*, pp. 119-127, 1996.
- [51] J. Mao, K.-M. Chang, W. Yang, K. Ray, S. P. Vaze und F. David, „Cooling Precipitation and Strengthening Study in Powder Metallurgy Superalloy U720Li,“ *Metallurgical and materials transactions A*, Bd. 32A, pp. 2441-2452, 2001.
- [52] D. U. Furrer und H.-J. Fecht, „Microstructure and Mechanical Property Development In Superalloy U720Li,“ *Superalloys 2000*, pp. 415-424, 2000.
- [53] R. A. Wallis und P. Bhowal, „Property optimization in superalloys through the use of heat treat process modelling,“ *Superalloys*, pp. 525-534, 1988.
- [54] J. Gayda, P. Kantzos und J. Miller, „Quench Crack Behavior of Nickel-Base Disk Superalloys,“ *Practical Failure Analysis*, Bd. 3, pp. 55-59, 2003.

- 
- [55] T. Billot, P. Villechaise, M. Jouiad und J. Mendez, „Creep-fatigue behavior at high temperature of a UDIMET 720 nickel-base superalloy,“ *International Journal of Fatigue*, Bd. 32, pp. 824-829, 2010.
- [56] M. Schlesinger, *Experimentelle Untersuchung des zeitabhängigen Rissfortschritts unter thermomechanischer Ermüdung in Nickellegierungen und mechanismenbasierte Modelle zur Lebensdauerbewertung*, Aachen: Shaker-Verlag, 2014.
- [57] U. Krupp, *Fatigue Crack Propagation in Metals and Alloys - Microstructural Aspects and Modelling Concepts*, Weinheim: Wiley-VCH, 2007.
- [58] U. Zerbst, M. Madia, M. Vormwald und H. Beier, „Fatigue strength and fracture mechanics - A general perspective,“ *Engineering Fracture Mechanics*, pp. 2-23, 2018.
- [59] R. Pippin und A. Hohenwarter, „Fatigue crack closure: a review of the physical phenomena,“ *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, Nr. 40, pp. 471-495, 2017.
- [60] J. Maierhofer, S. Kolitsch, R. Pippin, H.-P. Gänser, M. Madia und U. Zerbst, „The cyclic R-curve - Determination, problems, limitations and applications,“ *Engineering Fracture Mechanics*, Bd. 198, pp. 45-64, 19 October 2017.
- [61] K. Tanaka und Y. Nakai, „Propagation and non-propagation of short fatigue cracks at a sharp notch,“ *Fatigue of Engineering Materials and Structures*, Bd. 6, Nr. 4, pp. 315-327, 1983.
- [62] H. Riedel, *Fracture at High Temperatures*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH, 1987.
- [63] J. Rice, „A Path Independent Integral And The Approximate Analysis Of Strain Concentration By Notches And Cracks,“ *Journal of Applied Mechanics*, pp. 379-386, 1968.
- [64] J. Rösler, H. Harders und M. Bäker, *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*, 4 Hrsg., Springer Vieweg, 2012.
- [65] K. M. Krämer, *akkumulative Beschreibung des Risswachstums in Nickel-Gusslegierungen unter anisothermen Bedingungen*, Darmstadt, 2018.
- [66] R. Ritchie, „Mechanisms of fatigue-crack propagation in ductile and brittle solids,“ *International Journal of Fracture*, Bd. 100, pp. 55-83, 1999.
- [67] C. Fischer, *Schädigungsentwicklung und mechanismenbasierte Lebensdauermodellierung von Aluminiumlegierungen unter thermomechanischen Ermüdungsbelastungen*, Stuttgart: Fraunhofer Verlag, 2021.
- [68] W. W. Seidel und F. Hahn, *Werkstofftechnik*, Hanser, 2015.
- [69] H.-J. Bargel und G. Schulze, *Werkstoffkunde*, Springer Berlin, Heidelberg, 2005.
- [70] P. Paris und F. Erdogan, „A Critical Analysis of Crack Propagation Laws,“ *Journal of Basic Engineering*, Bd. 85, pp. 528-533, 1963.

- [71] D. Gross und T. Seelig, *Bruchmechanik*, 4 Hrsg., Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2007, p. 78.
- [72] „Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates ASTM E647 15,“ *ASTM International*, 2015.
- [73] DIN Deutsches Institut für Normung e.V., *DIN EN 3873:2011-11 Luft- und Raumfahrt - Prüfverfahren für metallische Werkstoffe - Ermittlung der Rissfortschritts-Geschwindigkeit an Cornercrackproben (Eckanriss)*, 2010.
- [74] International Standard, *ISO 12108:2002 Metallic materials - Fatigue testing - Fatigue crack growth method*, 1 Hrsg., 2002.
- [75] C. Schweizer, *Physikalisch basierte Modelle für Ermüdungsrischwachstum und Anrisslebensdauer unter thermischen und mechanischen Belastungen*, Aachen: Shaker Verlag, 2013.
- [76] H.-J. Christ, K. Wackerman und U. Krupp, „On the mechanism of dynamic embrittlement and its effect on fatigue crack propagation in IN718 at 650°C,“ *Procedia Structural Integrity* 2, pp. 557-564, 2016.
- [77] S. Everitt, *Developments in advanced high temperature disc and blade materials for aero-engine gas turbine applications*, University of Southampton, 2012.
- [78] R. Molins, J.-C. Chassaigne und E. Andrieu, „Oxidation Assisted Crack Propagation Of Alloy 718,“ *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 655-664, 1997.
- [79] D. Woodford, „Gas phase embrittlement and time dependent cracking of nickel based superalloys,“ *Energy Materials*, Nr. 1, pp. 59-79, January 2006.
- [80] W. Carpenter, B. Kang und K. Chang, „SAGBO Mechanism on High Temperature Cracking Behavior of Ni-base Superalloys,“ *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 679-688, 1997.
- [81] H. Ghonem, T. Nicholas und A. Pineau, „Elevated Temperature Fatigue Crack Growth in Alloy 718 - Part I: Effects of mechanical variables,“ *Fatigue Fract. Engng Mater. Struct.*, Bd. 16, Nr. 5, pp. 565-576, 1993.
- [82] Y. Oda, Y. Furuya, H. Noguchi und K. Higashida, „AFM and SEM observation on mechanism of fatigue crack growth in an Fe-Si single crystal,“ *International Journal of Fracture*, Bd. 113, pp. 213-231, 2002.
- [83] X. Liu, B. Kang und K.-M. Chang, „The effect of hold-time on fatigue crack growth behaviors of Waspaloy alloy at elevated temperature,“ *Materials Science & Engineering A*, Bd. 340, pp. 8-14, 2003.
- [84] M. Hörnqvist, L. Viskari, K. L. Moore und K. Stiller, „High-temperature crack growth in a Ni-base superalloy during sustained load,“ *Material Science & Engineering A*, Nr. 609, pp. 131-140, 2014.

- 
- [85] E. Fessler, E. Andrieu, V. Bonnard, V. Chiaruttini und S. Pierret, „Relation between crack growth behaviour and crack front morphology under hold-time conditions in DA Inconel 718,“ *International Journal of Fatigue*, Nr. 96, pp. 17-27, 2017.
- [86] S. Lynch, T. Radtke, B. Wicks und R. Byrnes, „Fatigue Crack Growth in Nickel-Based Superalloys At 500-700°C. II: Direct-Aged Alloy 718,“ *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, Bd. 17, Nr. 3, pp. 313-325, 1994.
- [87] H. Ghonem und D. Zheng, „Characterization of environment-dependent fatigue crack growth in alloy 718 at 650°C,“ *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 477-490, 1991.
- [88] M. Clavel und A. Pineau, „Frequency and wave-form effects on the fatigue crack growth behavior of alloy 718 at 298K and 823K,“ *Metallurgical Transactions A*, pp. 471-480, 1978.
- [89] L. A. James, „Fatigue Crack Propagation in Alloy 718: A Review,“ *Superalloys*, pp. 499-515, 1989.
- [90] H. Ghonem, T. Nicholas und A. Pineau, „Elevated Temperature Fatigue Crack Growth in Alloy 718 - Part II: Effects of environmental And Material Variables,“ *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, Bd. 16, Nr. 6, pp. 577-590, 1993.
- [91] T. Weerasooriya und T. Nicholas, „Hold-time effects in elevated temperature fatigue crack propagation,“ University of Dayton, Dayton, Ohio, 1985.
- [92] R. Hayes, E. Thompson, K. Johnson und A. Aichlmayr, „Effect of heat treatment on the combination of stress-rupture properties of allvac 718plus,“ *Materials Science and Engineering A*, pp. 256-261, 2009.
- [93] Z. Huang, C. Iwashita, I. Chou und R. P. Wei, „Environmentally Assisted, Sustained-Load Crack Growth in Powder Metallurgy Nickel-Based Superalloy,“ *Metallurgical and Materials Transactions A*, Bd. 33A, pp. 1681-1687, 2002.
- [94] E. Andrieu, A. Pineau und G. Hochstetter, „Oxidation Mechanisms in Relation to High Temperature Fatigue Crack Growth Properties of Alloy 718,“ *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 619-631, 1994.
- [95] D. Gustafsson, J. Moverare, K. Simonsson, S. Johansson, M. Hörnqvist, T. Mansson und S. Sjöström, „Fatigue Crack Growth Behaviour of Inconel 718 - the concept of a damaged zone caused by high temperature hold time,“ *Procedia Engineering* 10, pp. 2821-2826, 2011.
- [96] R. Bricknell und D. Woodford, „Grain Boundary Embrittlement of Iron-Base Superalloy IN903A,“ *Metallurgical Transaction A*, Bd. 12A, pp. 1673-1680, 1981.
- [97] A. Karabela, L. Zhao, J. Tong, N. Simms, J. Nicholls und M. Hardy, „Effects of cyclic stress and temperature on oxidation damage of a nickel-based superalloy,“ *Materials Science and Engineering A*, pp. 6194-6202, 2011.
- [98] D. Bika und C. McMahon Jr., „A Model for Dynamic Embrittlement,“ *Acta Metallurgica et Materialia*, Bd. 43, Nr. 5, pp. 1909-1916, 1995.

- [99] L. Viskari, M. Hörnqvist, K. Moore, Y. Cao und K. Stiller, „Intergranular crack tip oxidation in a Ni-base superalloy,“ *Acta Materialia*, Nr. 61, pp. 3630-3639, April 2013.
- [100] R. Molins, G. Hochstetter, J. Chassaing und E. Andrieu, „Oxidation effects on the fatigue crack growth behaviour of alloy 718 at high temperature,“ *Acta Metallurgica*, Bd. 45, Nr. 2, pp. 663-674, 1997.
- [101] E. T. McDevitt, S. M. Oppenheimer, R. M. Kearsey und J. Tsang, „Crack Growth Behavior in ATI 718Plus® Alloy,“ *Materials Science Forum*, Bde. %1 von %2706-709, pp. 2428-2433, 2012.
- [102] M. Gao, D. J. Dwyer und R. P. Wei, „Chemical and microstructural aspects of creep crack growth in inconel 718 alloy,“ *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 581-592, 1994.
- [103] C. F. Miller, G. W. Simmons und R. P. Wei, „Evidence for internal oxidation during oxygen enhanced crack growth in P/M Ni-based superalloys,“ *Scripta Materialia*, Bd. 48, pp. 103-108, 2003.
- [104] J. Pedron und A. Pineau, „The effect of microstructure and environment on the crack growth behaviour of Inconel 718 alloy at 650°C under fatigue, creep and combined loading,“ *Materials Science and Engineering*, Bd. 56, pp. 143-156, 1982.
- [105] L. A. James, „The effect of grain size upon the fatigue-crack propagation behavior of alloy 718 under hold-time cycling at elevated temperature,“ *Engineering Fracture Mechanics*, Nr. 25, pp. 305-314, 1986.
- [106] X. Liu, J. Xu, N. Deem, K.-M. Chang, E. Barbero, W.-D. Cao, R. L. Kennedy und T. Carneiro, „Effect of thermal-mechanical treatment on the fatigue crack propagation behavior of newly developed Allvac 718Plus™ Alloy,“ *Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives*, pp. 233-242, 2005.
- [107] J. Telesman, P. Kantzos, J. Gayda, P. Bonacuse und A. Prescenzi, „Microstructural variables controlling time-dependent crack growth in a P/M superalloy,“ *Proceedings of the International Symposium on Superalloys*, pp. 215-224, 2004.
- [108] K. Bain, M. Gambone, J. Hyzak und M. Thomas, „Development of Damage Tolerant Microstructures in Udimet 720,“ *Superalloys*, 1988.
- [109] R. Hayes, D. Smith, E. Wanner und J. Earthman, „Effect of environment on the rupture behavior of alloys 909 and 718,“ *Materials Science and Engineering: A*, Bd. 177, pp. 43-53, 1993.
- [110] I. Dempster, W.-D. Cao, R. Kennedy, B. Bond, J. Aurrecochea und M. Lipschutz, „Structure and property comparison of ALLVAC® 718Plus™ Alloy And Waspaloy Forgings,“ *Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives*, pp. 155-164, 2005.
- [111] W. Horvath, W. Zechner, J. Tockner, M. Berchthaler, G. Weber und E. Werner, „The Effectiveness of Direct Aging on INCONEL 718 Forging Produced at High Strain Rates as Obtained on a Screw Press,“ *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 223-228, 2001.

- 
- [112] Y. T. Tang, A. J. Wilkinson und R. C. Reed, „Grain Boundary Serration in Nickel-Based Superalloy Inconel 600: Generation and Effects on Mechanical Behavior,“ *Metallurgical and Materials Transactions A*, Bd. 49A, pp. 4324-4342, 2018.
- [113] A. Wisniewski und J. Beddoes, „Influence of grain-boundary morphology on creep of a wrought Ni-base superalloy,“ *Materials Science and Engineering A*, Nr. 510-511, pp. 266-272, 2009.
- [114] A.-C. Yeh, K.-W. Lu, C.-M. Kuo, H.-Y. Bor und C.-N. Wei, „Effect of serrated grain boundaries on the creep property of Inconel 718 superalloy,“ *Materials Science and Engineering A*, Nr. 530, pp. 525-529, 2011.
- [115] H. Hong, I. Kim, B. Choi, K. Kim und C. Jo, „The effect of grain boundary serration on creep resistance in a wrought nickel-based superalloy,“ *Materials Science and Engineering A*, Bd. 517, pp. 125-131, 2009.
- [116] A. Koul und R. Thamburaj, „Serrated Grain Boundary Formation Potential of Ni-Based Superalloys and Its Implications,“ *Metallurgical Transactions A*, Bd. 16A, pp. 17-26, Januar 1985.
- [117] R. Mitchell, H. Li und Z. Huang, „On the formation of serrated grain boundaries and fan type structures in an advanced polycrystalline nickel-base superalloy,“ *Journal of materials processing technology* 209, pp. 1011-1017, 2009.
- [118] S. Kobayashi, T. Maruyama, S. Tsurekawa und T. Watanabe, „Grain boundary engineering based on fractal analysis for control of segregation-induced intergranular brittle fracture in polycrystalline nickel,“ *Acta Materialia*, Bd. 60, pp. 6200-6212, 2012.
- [119] K. Deepak, S. Mandal, C. Athreya, D.-I. Kim und B. de Boer, „Implication of grain boundary engineering on high temperature hot corrosion of alloy 617,“ *Corrosion Science*, Bd. 106, pp. 293-297, 2016.
- [120] T. Prithiv, P. Bhuyan, S. Pradhan, S. S. V. und S. Mandal, „A critical evaluation on efficacy of recrystallization vs. strain induced boundary migration in achieving grain boundary engineered microstructure in a Ni-base superalloy,“ *Acta Materialia*, Bd. 146, pp. 187-201, 2018.
- [121] G. Sjoberg und N.-G. Ingesten, „Grain Boundary Delta-Phase Morphologies, Carbides and Notch Rupture Sensitivity of Cast Alloy 718,“ *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, pp. 603-620, 1991.
- [122] M. Bellmer, M. Schlesinger, T. Brune, M. Krämer und C. Kontermann, „Rechnerische Methoden zur Bewertung des Schwellenwert- und Ausbreitungsverhalten physikalisch kurzer Risse bei hohen Temperaturen am Beispiel einer additiv und konventionell gefertigten Nickellegierung,“ FVV, 2022.
- [123] J. Telesman, T. Gabb, A. Garg, P. Bonacuse und J. Gayda, „Effect of Microstructure on Time Dependent Fatigue Crack Growth Behavior In a P/M Turbine Disk Alloy,“ in *Superalloys*, 2008.
- [124] K. J. Miller, „The Two Thresholds Of Fatigue Behaviour,“ *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, Bd. 16, Nr. 9, pp. 931-939, 1993.

- [125] J. Rösler und S. Müller, „Protection of Ni-Base Superalloys against stress accelerated grain boundary oxidation (SAGBO) by grain boundary chemistry modification,“ *Scripta Materialia*, Nr. 40, pp. 257-263, 1999.
- [126] J. Rösler, S. Müller, D. Del Genovese und M. Götting, „Design of Inconel 706 for improved creep crack growth resistance,“ *Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives*, pp. 523-534, 2001.
- [127] K. Kanatani, Y. Sugaya und Y. Kanazawa, *Guide to 3D Vision Computation: Geometric Analysis and Implementation*, Springer International Publishing AG, 2016, pp. 11-32.
- [128] A. Aydin und I. Varfolomeev, *Entwicklung eines Rissinitiierungsmodells für Schmiedefehler in Rotorstählen unter zyklischer Belastung*, Abschlussbericht, BMWi Energieforschung - Vorhaben Nr.: 3ET7091G, 2021.
- [129] C. Solis, J. Munke, M. Bernger, A. Kriele, M. Mühlbauer, D. Cheptiakov, B. Gehrman, J. Rösler und R. Gilles, „In Situ Characterization at Elevated Temperatures of a New Ni-Based Superalloy VDM-780 Premium,“ *Metallurgical and Materials Transactions A*, Nr. 49A, pp. 4373-4381, September 2018.
- [130] E. Alborg, D. Barba, S. Sulzer, M. Lißner, N. Petrinic und R. Reed, „Grain boundary properties of a nickel-based superalloy: Characterisation and modelling,“ *Acta Materialia*, Bd. 151, pp. 377-394, 2018.
- [131] D. Gustafsson, J. Moverare, S. Johansson, K. Simonsson, M. Hörnqvist, T. Mansson und S. Sjöström, „Influence of high temperature hold times on the fatigue crack propagation in Inconel 718,“ *International Journal of Fatigue*, 26 may 2011.
- [132] E. Andrieu, R. Molins, H. Ghonem und A. Pineau, „Intergranular crack tip oxidation mechanism in a nickel based superalloy,“ *Materials Science and Engineering*, Nr. 154, pp. 21-28, 1992.
- [133] C. Branco, A. Brito und J. Byrne, „A Creep Fatigue Crack Propagation Study of the PM Nickel Based Superalloy UDIMET 720Li,“ *European Conference on Fracture 14, Cracow*, 2002.
- [134] N. D'Souza, W. Li, C. Argyrakis, G. West und C. Slater, „On the Evolution of Primary Gamma Prime Precipitates During High Temperature and High Strain Rate Deformation and Subsequent Heat Treatment in the Ni-Based Superalloy, RR1000,“ *Metallurgical and Materials Transactions A*, Bd. 50A, pp. 4205-4222, September 2019.
- [135] S. Floreen und R. Kane, „An investigation of the creep-fatigue-environment interaction in a Ni-Base Superalloy,“ *Fatigue of Engineering Materials and Structures*, Bd. 2, pp. 401-412, 1980.
- [136] G. Osinkolu, G. Onofrio und M. Marchionni, „Fatigue crack growth in polycrystalline IN 718 superalloy,“ *Materials Science and Engineering A*, Bd. 356, pp. 425-433, 2003.
- [137] C. Ruiz, A. Obabueki und K. Gillespie, „Evaluation of the microstructure and mechanical properties of delta processed alloy 718,“ *Superalloys*, pp. 33-42, 1992.

- 
- [138] A. Casanova, N. Martin-Piris, M. Hardy und C. Rae, „Evolution of secondary phases in alloy ATI 718Plus during processing,“ *MATEC Web of Conferences*, Nr. 14, 2014.
- [139] S. Ponnelle, B. Brethes und A. Pineau, „High Temperature Fatigue Crack Growth Rate In Inconel 718: Dwell Effect Annihilations,“ *European Structural Integrity Society*, Bd. 29, pp. 257-266, 2002.
- [140] M. Hörnqvist, L. Viskari, K. Stiller und G. Sjöberg, „Hold-Time Fatigue Crack Growth of Allvac 718Plus,“ *7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, pp. 705-717, 2010.
- [141] R. Hayes, „Oxygen Embrittlement and Time-Dependent Grain-Boundary Cracking of ALLVAC 718Plus,“ *Metallurgical and Materials Transactions A*, Bd. 39A, pp. 2596-2606, 2008.
- [142] L. Whitmore, H. Leitner, E. Povoden-Karadeniz, R. Radis und M. Stockinger, „Transmission electron microscopy of single and double aged 718Plus superalloy,“ *Materials Science and Engineering A*, pp. 413-423, 2011.
- [143] T. P. Gabb, J. Telesman, A. Banik und E. McDevitt, „Use of Slow Strain Rate Tensile Testing to Assess The Ability of Several Superalloys to Resist Environmentally-Assisted Intergranular Cracking,“ *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, 2014.
- [144] J. Rösler und S. Müller, „Protection Of Ni-Base Superalloys Against Stress Accelerated Grain Boundary Oxidation (SAGBO) By Grain Boundary Chemistry Modification,“ *Scripta Materialia*, Bd. 40, Nr. 2, pp. 257-263, 1999.
- [145] G. Härkegard, W. Balbach, K. Stärk und J. Rösler, „The influence of heat treatment on the mechanical behavior of IN706,“ *Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives*, 1997.
- [146] G. Onofrio, G. Osinkolu und M. Marchionni, „Fatigue crack growth of UDIMET 720 Li superalloy at elevated temperature,“ *International Journal of Fatigue*, Bd. 23, pp. 887-895, 2001.
- [147] G. Onofrio, G. Osinkolu und M. Marchionni, „Effects of loading waveform on fatigue crack growth of Udimet 720 Li superalloy,“ *International Journal of Fatigue*, Bd. 26, pp. 203-209, 2004.
- [148] S. Lynch, T. Radtke, B. Wicks und R. Brynes, „Fatigue Crack Growth in Nickel-Based Superalloys At 500-700°C. I: Waspaloy,“ *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, Bd. 17, Nr. 3, pp. 297-311, 1994.
- [149] H. Merrick und S. Floreen, „The Effects of Microstructure on Elevated Temperature Crack Growth in Nickel-Base Alloys,“ *Metallurgical Transactions A*, Bd. 9A, pp. 231-236, 1978.
- [150] A. Kirchmayer, M. Weiser, P. Randelzhofer, L. Freund, B. Gehrmann, M. Hafez Haghightat, D. Huenert, M. Göken und S. Neumeier, „Oxidation Behavior of the Polycrystalline Ni-Base Superalloy VDM® Alloy 780,“ *Metallurgical and Materials Transactions A*, Bd. 54A, pp. 1961-1970, 2023.