

Montanuniversität Leoben

**Mikrostruktur und mechanische Eigenschaften
der AerMet® 100 Legierung**



Die vorliegende Arbeit wurde am Material Center Leoben in Kooperation mit Böhler
Edelstahl GmbH & Co KG durchgeführt.

Leoben, September 2012

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides Statt, dass die vorliegende Arbeit von mir selbständig und nur unter Verwendung der angeführten Literatur erstellt wurde.

Leoben, September 2012

Marina Gruber

Danksagung

Zu allererst möchte ich Herrn ao. Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Reinhold Ebner, Geschäftsführer des Material Center Leoben (MCL), für die Begutachtung meiner Diplomarbeit sowie für die guten Ratschläge während der Durchführung danken.

Besonderer Dank gebührt meinen Betreuern Herrn Dipl.-Ing. Dr.mont. Stefan Marsoner (MCL) und Herrn Dipl.-Ing. Dr.mont. Ingo Siller (Böhler Edelstahl) für die außerordentlich gute Betreuung und die hilfreichen Diskussionen.

Ebenso möchte ich allen Mitarbeitern der Firma Böhler Edelstahl, des Material Center Leoben und des Departments für Metallkunde und Werkstoffprüfung, die mich während dieser Arbeit unterstützt haben, danken.

Meiner Freundin Stephanie danke ich für die Hilfsbereitschaft während der Diplomarbeit.

Großer Dank gilt meiner Familie, die immer ein offenes Ohr für meine Probleme hatte und mich in Allem unterstützte.

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|-------|--------------------------------------------------------------------------------------|--------|
| 1 | Einleitung | - 1 - |
| 2 | Sekundärhärtende hoch Co-Ni-legierte Stähle..... | - 3 - |
| 2.1 | Historische Entwicklung..... | - 3 - |
| 2.2 | Aufbau und Eigenschaften..... | - 4 - |
| 2.3 | Verfestigungsmechanismen und Auslagerungsverhalten der Aermet 100 Legierung | - 5 - |
| 2.3.1 | Wärmebehandlung..... | - 5 - |
| 2.3.2 | Gefüge und mechanische Eigenschaften nach dem Lösungsglühen..... | - 6 - |
| 2.3.3 | Gefüge und mechanische Eigenschaften bei der Auslagerung... - | 7 - |
| 2.4 | Wirkung der Legierungselemente | - 11 - |
| 2.4.1 | Nickel | - 11 - |
| 2.4.2 | Kobalt..... | - 11 - |
| 2.4.3 | Chrom | - 12 - |
| 2.4.4 | Molybdän | - 13 - |
| 2.4.5 | Kohlenstoff | - 14 - |
| 2.5 | Einflussfaktoren auf die Zähigkeit..... | - 15 - |
| 2.5.1 | Reinheit und Einschlussmodifikation..... | - 15 - |
| 2.5.2 | Austenit..... | - 15 - |
| 2.5.3 | Wasserstoffversprödung | - 19 - |
| 3 | Experimentelles..... | - 20 - |
| 3.1 | Untersuchte Legierungen | - 20 - |
| 3.1.1 | Herstellung der Versuchslegierungen | - 22 - |
| 3.2 | Wärmebehandlung | - 24 - |
| 3.2.1 | Versuchslegierungen | - 24 - |
| 3.2.2 | Aermet 100 Legierung..... | - 25 - |

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------|
| 3.2.3 W720..... | - 27 - |
| 3.3 Untersuchungsmethoden..... | - 29 - |
| 3.3.1 Härte | - 29 - |
| 3.3.2 Röntgenographische Restaustenitbestimmung..... | - 29 - |
| 3.3.3 Atomsondenuntersuchungen | - 29 - |
| 3.3.4 Zugversuch | - 31 - |
| 3.3.5 Kerbschlagbiegeversuch..... | - 31 - |
| 3.3.6 Prüfung der Bruchzähigkeit (K_{IC})..... | - 32 - |
| 4 Ergebnisse und Diskussion..... | - 35 - |
| 4.1 Thermo-Calc..... | - 35 - |
| 4.2 Untersuchung des Härte-Auslagerungsverhaltens und des Gefüges der Versuchslegierungen..... | - 36 - |
| 4.2.1 Ergebnisse der Restaustenitmessungen..... | - 36 - |
| 4.2.2 Ergebnisse des Härte-Auslagerungsverhaltens der Versuchslegierungen | - 38 - |
| 4.2.3 Ergebnisse der lichtmikroskopischen Untersuchungen..... | - 41 - |
| 4.2.4 Diskussion der Ergebnisse aus den Versuchslegierungen | - 42 - |
| 4.3 Untersuchung der Härte und des Gefüges der Aermet 100 Legierung..... | - 45 - |
| 4.3.1 Ergebnisse der Härte- und Restaustenitmessungen..... | - 45 - |
| 4.3.2 Ergebnisse der lichtmikroskopischen Untersuchungen und der Analyse des Einschlussgehaltes | - 45 - |
| 4.3.3 Ergebnisse der REM-Untersuchungen..... | - 47 - |
| 4.3.4 Ergebnisse der Atomsondenuntersuchungen | - 50 - |
| 4.3.5 Diskussion der Ergebnisse der Härte- und Gefügeuntersuchungen der Aermet 100 Legierung | - 54 - |
| 4.4 Vergleich der mechanischen Eigenschaften der Aermet 100 Legierung mit dem W720..... | - 56 - |
| 4.4.1 Ergebnisse der Zugversuche | - 56 - |
| 4.4.2 Ergebnisse der Kerbschlagbiegeversuche..... | - 58 - |
| 4.4.3 Ergebnisse der Bruchzähigkeitsprüfung..... | - 58 - |

| | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------|--------|
| 4.4.4 Diskussion der Ergebnisse aus den Zug-, Kerbschlagbiege- und K_{IC} -Versuchen | - 61 - |
| 5 Zusammenfassung..... | - 63 - |
| 6 Literaturverzeichnis | - 65 - |

Abkürzungsverzeichnis

| | |
|---------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|
| A | Bruchdehnung |
| A_g | Gleichmaßdehnung |
| B | Dicke der CT-Probe |
| EDX | Energiedispersive Röntgenspektroskopie |
| K_{IC} | Bruchzähigkeit |
| K_Q | geschätzter Wert für die Bruchzähigkeit, wenn die Kriterien der Gültigkeit nicht erfüllt sind |
| M_d | Temperatur, bei der keine Martensitbildung durch plastische Deformation erfolgen kann |
| M_f | Martensit-Finistemperatur |
| M_s | Martensit-Starttemperatur |
| $M_{s\sigma}$ | Martensit-Starttemperatur beim Übergang der beiden Umwandlungsmechanismen |
| REM | Rasterelektronenmikroskop |
| R | Spannungsverhältnis |
| R_M | Zugfestigkeit |
| $R_{p0,2}$ | Dehngrenze bei 0,2% bleibender Dehnung |
| TK | Tiefkühlen |
| W | Breite der CT-Probe |
| XRD | Röntgendiffraktometrie |
| Z | Brucheinschnürung |
| γ | Austenit |
| ΔK | Spannungsintensitätsschwingbreite |

1 Einleitung

Eine hervorragende Kombination der Festigkeits- und Zähigkeitseigenschaften von Werkstoffen stellt die Grundlage für deren Einsatz für eine Vielzahl von hochbeanspruchten Bauteilen dar. Daher ist es von Bedeutung, durch laufende Forschung Werkstoffe zu entwickeln, die diese Kombination von Eigenschaften bestmöglich erfüllen.

Eine Werkstoffklasse, die dieses Eigenschaftspotential besitzt, sind Maraging Stähle, die sogar bei Zugfestigkeiten von über 2000 MPa noch gute Zähigkeitswerte aufweisen. Diese Stähle härten über die Ausscheidung von intermetallischen Phasen in einer nickelmartensitischen Matrix aus, wovon auch ihre Bezeichnung Maraging abgeleitet werden kann, die aus den Wörtern „martensite“ und „age-hardening“ besteht.

Noch bessere Kombinationen dieser mechanischen Eigenschaften können durch sogenannte „Secondary Hardening High Co-Ni Steels [1]“ erzielt werden, deren Entwicklung in den 60er Jahren des vorigen Jahrhunderts begonnen hat. Die Legierungsbestandteile dieser hoch Co-Ni-legierten Stähle sind Kobalt, Nickel, Chrom, Molybdän und Kohlenstoff. Sie sind hochlegierte, sekundärhärtende, martensitische Stähle, die durch Bildung von M_2C Karbiden aushärten. Im Laufe der Entwicklung wurden Legierungen mit höheren Zugfestigkeiten hervorgebracht, wohingegen jedoch eine Verminderung der Bruchzähigkeit verzeichnet werden musste [2-9].

Zu dieser Legierungsgruppe gehört die Legierung AerMet® 100, deren Legierungskonzept in dieser Arbeit untersucht werden soll. Diese Legierung wurde von Carpenter Technology Corporation entwickelt und weist im Vergleich zu Maraging Stählen wesentlich höhere Bruchzähigkeitswerte bei annähernd gleichen Festigkeitswerten auf. Anwendungen für diese Legierung finden sich vorwiegend im Flugzeugbau und Militär [3].

Ziel dieser Arbeit ist es, die AerMet® 100 Legierung hinsichtlich des Gefüges und des Aufbaus sowie der mechanischen Eigenschaften zu untersuchen. Dazu soll eine ausführliche Literaturstudie auf aktuellem Wissensstand durchgeführt werden, in der im Speziellen auf die Wirkungsweise der Legierungselemente, auf die Verfestigungsmechanismen sowie auf die Ursachen der außerordentlich guten Zähigkeitseigenschaften eingegangen wird. Die Untersuchung des Einflusses des

Kobalts, des Härte-Auslagerungsverhaltens und des Gefüges soll durch Versuchslegierungen mit Variation im Kobaltgehalt erfolgen. Im Weiteren wird eine Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften und des strukturellen Aufbaus an der AerMet® 100 Legierung selbst durchgeführt. Diese ermittelten Eigenschaften der AerMet® 100 Legierung sollten einerseits mit den Werten aus der Literatur verglichen werden, andererseits wird zum Vergleich der mechanischen Eigenschaften ein Maraging Stahl der Böhler Marke W720 herangezogen.

2 Sekundärhärtende hoch Co-Ni-legierte Stähle

2.1 Historische Entwicklung

Die Entwicklung der hoch Co-Ni-legierten sekundärhärtenden Stähle begann in den 60er Jahren des 20. Jahrhunderts. Als Vorläufer dieser Legierungsgruppe sind die Stähle HP9-4-20 bzw. HP9-4-30 bekannt. Im Gegensatz zu den hoch Co-Ni-legierten Stählen weisen diese einen geringeren Gehalt an Kobalt und Nickel auf und enthalten zusätzlich Vanadium [2,9,10]. Als erster Vertreter der hoch Co-Ni-legierten Stähle wird die Legierung HY180 bezeichnet, die 1970 entwickelt wurde [11]. Diese zeichnet sich durch den besonders niedrigen Kohlenstoffgehalt und die hervorragende Bruchzähigkeit von über $200 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ bei einer Zugfestigkeit von 1410 MPa aus. Durch Erhöhung des Kohlenstoff- und Kobaltanteils konnten die Festigkeitswerte stark verbessert werden. Das führte zur Entstehung der Legierung AF1410 im Jahr 1978 [12]. Eine Erhöhung der Karbidmenge und eine Optimierung der Legierungszusammensetzung führten 1992 zur Entwicklung der AerMet® 100 Legierung durch Carpenter Technology Corporation [13]. In der folgenden Arbeit wird diese Legierung Aermet 100 genannt. Aufgrund der mechanischen Eigenschaften wird diese Legierung u.a. in Fahrwerken, als Welle in Strahltriebwerken, als Befestigungselement, als Fahrradrahmen oder als Panzerung verwendet [3].

Weitere Entwicklungen brachten die Legierungen AerMet® 310 bzw. AerMet® 340 hervor, die höherlegiert sind und Zugfestigkeitswerte über 2000 MPa erreichen, jedoch im Vergleich zu den anderen Werkstoffen weitaus geringere Zähigkeitswerte im Bereich unter $70 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ aufweisen [4,5,14]. Die chemischen Zusammensetzungen sowie die mechanischen Eigenschaften dieser Legierungen sind der Tabelle 2.1 bzw. der Tabelle 2.2 zu entnehmen.

Tabelle 2.1: Chemische Zusammensetzungen in Massenprozent der hoch Co-Ni-legierten sekundärhärtenden Stähle [3-7]

| Legierung | C | Ni | Co | Cr | Mo | Fe |
|-------------|------|------|------|------|------|------|
| HY180 | 0,13 | 10 | 8 | 2 | 1 | Bal. |
| AF1410 | 0,15 | 10 | 14 | 2 | 1 | Bal. |
| AerMet® 100 | 0,23 | 11,1 | 13,4 | 3,1 | 1,2 | Bal. |
| AerMet® 310 | 0,25 | 11 | 15 | 2,4 | 1,4 | Bal. |
| AerMet® 340 | 0,33 | 12 | 15,6 | 2,25 | 1,85 | Bal. |

Tabelle 2.2: Mechanische Eigenschaften der hoch Co-Ni-legierten sekundärhärtenden Stähle [3-5,8]

| Legierung | $R_m^{(a)}$ | $R_{p0,2}^{(b)}$ | $K_{IC}^{(c)}$ | Kerbschlagarbeit ^(d) | Härte |
|-------------|-------------|------------------|-------------------|---------------------------------|---------|
| | [MPa] | [MPa] | [MPa \sqrt{m}] | [J] | HRC |
| HY180 | 1410 | 1240 | 203 | 81 | 43 |
| AF1410 | 1725 | 1550 | 165 | 88 | 49 |
| AerMet® 100 | 1965 | 1724 | 126 | 41 | 53 - 54 |
| AerMet® 310 | 2172 | 1896 | 65 | 20 | - |
| AerMet® 340 | 2379 | 2068 | 37 | 15 | 56,5 |

^(a) Zugfestigkeit; ^(b) Dehngrenze bei 0,2% bleibender Dehnung; ^(c) Bruchzähigkeit; ^(d) Charpy-V

2.2 Aufbau und Eigenschaften

Das Gefüge dieser sekundärhärtenden Stähle besteht aus einer martensitischen Matrix, in der sich beim Auslagern nanometergroße, fein verteilte M_2C Karbide ausscheiden und eine Sekundärhärtung der Legierung bewirken. M steht in diesem Fall für Chrom, Molybdän und Eisen. Einen wesentlichen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften haben Nickel und Kobalt, da durch deren Kombination hohe Festigkeitswerte bei niederen Auslagerungstemperaturen erzielt werden. Zusätzlich werden durch Nickel die guten Zähigkeitseigenschaften erreicht. Nickel und Kobalt verbleiben nach dem Auslagern in der Matrix und werden nicht als Karbide ausgeschieden. Ein weiterer Gefügebestandteil der Aermet 100 Legierung ist der beim Auslagern ausgeschiedene Austenit, der die Zähigkeitseigenschaften verbessern soll [2,15].

2.3 Verfestigungsmechanismen und Auslagerungsverhalten der Aermet 100 Legierung

2.3.1 Wärmebehandlung

Um das Eigenschaftspotential dieser Legierung auszunützen, ist es nötig eine optimierte Wärmebehandlung, wie in Abb. 2.1 dargestellt, durchzuführen. Dazu erfolgt ein Lösungsglühen im Austenitgebiet. Dabei sollen vorhandene Karbide, wie z.B. $M_{23}C_6$ Karbide gelöst werden, und die an das Karbid gebundenen Legierungselemente in der Matrix verteilt werden. Dies geschieht bei einer Temperatur von 885°C für eine Stunde. Das Abkühlen erfolgt in 1 - 2 Stunden auf 66°C und kann durch Abkühlen in Luft, oder bei größeren Teilen z.B. auch durch Abschrecken mit Öl, erlangt werden. Um den Restaustenitgehalt zu reduzieren, erfolgt ein Tiefkühlen der Legierung bei -73°C / 1 h. Zur Bildung der Sekundärhärtekarbide wird die Aermet 100 Legierung ausgelagert. Laut Datenblatt erfolgt die Standard-Auslagerung der Aermet 100 Legierung bei 482°C / 5 h, da geringere Temperaturen zur Bildung von sprödem Zementit und wesentlich höhere Temperaturen zur Ausscheidung von größeren Mengen Austenit führen [2,3,9].

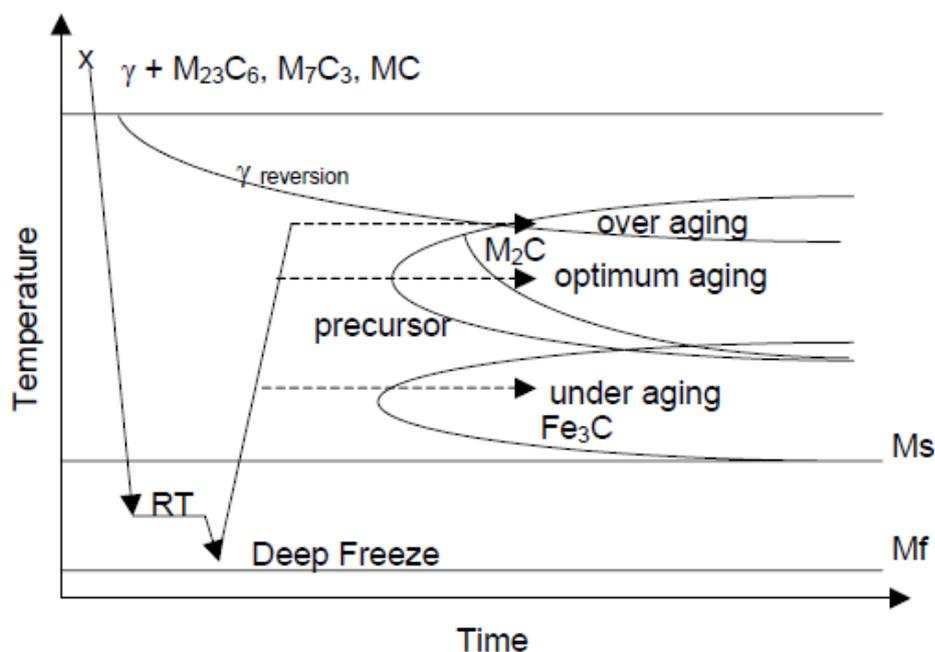


Abb. 2.1: ZTU Diagramm der Aermet 100 Legierung [9]

2.3.2 Gefüge und mechanische Eigenschaften nach dem Lösungsglühen

Durch Abkühlen der Aermet 100 Legierung von der Lösungsglühtemperatur wandelt sich der Austenit unvollständig in Martensit um. Die Martensit-Starttemperatur liegt bei ungefähr 225°C [2,3]. Dieser Martensit ist nickelreich [16]. Nach Novotny et al. [14] ist auch Kohlenstoff und Kobalt an der Martensitbildung beteiligt. Nickelmartensit weist im Vergleich zum Kohlenstoffmartensit eine geringere Festigkeit, jedoch bessere Zähigkeits- und Duktilitätswerte auf. Dies ist auf die fehlende tetragonale Verzerrung beim Nickelmartensit zurückzuführen [17]. Die Festigkeit des Martensits wird durch Mischkristallverfestigung und durch eine hohe Versetzungsdichte erreicht. Eine nickelmartensitische Matrix kann auch durch langsame Abkühlung bzw. Luftabkühlung erlangt werden, da kaum Diffusionsvorgänge bei der Martensitbildung ablaufen [17,18].

Beim Abkühlen von der Lösungsglühtemperatur wird vor allem durch γ -stabilisierende Elemente wie Nickel die unvollständige Umwandlung in Martensit gefördert, wodurch Restaustenit entsteht. Dieser kann sich negativ auf die mechanischen Eigenschaften, wie Bruchzähigkeit oder Fließgrenze, auswirken. Durch Tiefkühlen wird die Menge des Restaustenits reduziert und somit im Speziellen die Zähigkeit verbessert. Nach dem Lösungsglühen können auch Karbide, die z.B. beim Glühen nicht aufgelöst wurden, vorhanden sein. Bei diesen Karbiden handelt es sich um relativ feine MC Karbide, die eine Größe von ca. 100 nm aufweisen, um $M_{23}C_6$ Karbide, deren Größe bis ca. 300 nm betragen kann und um M_7C_3 Karbide. Diese Karbide können die Festigkeit beeinträchtigen, da sie den Kohlenstoff abbinden und damit den sekundärhärtenden Effekt bei der Auslagerung verringern. Zusätzlich kann dabei auch die Zähigkeit reduziert werden. Im Weiteren weist das Gefüge auch nichtmetallische Einschlüsse auf. Da dem Aermet 100 zur Erreichung der hervorragenden Zähigkeitseigenschaften die Seltenen Erden Lanthan und Cer zugegeben werden, bilden diese Seltenerd-elemente, aufgrund ihrer hohen Reaktivität, Ausscheidungen mit Sauerstoff, Phosphor und Schwefel [2,8,9,19].

2.3.3 Gefüge und mechanische Eigenschaften bei der Auslagerung

Die Auslagerungsbedingungen bestimmen im Wesentlichen die mechanischen Eigenschaften und den strukturellen Aufbau der Legierung, wobei sich je nach Temperatur und Zeit unterschiedliche Phasen bzw. Ausscheidungen bilden, die die Zähigkeits- sowie Festigkeitswerte erheblich beeinflussen können. In Abb. 2.2 sind die Verläufe der Fließgrenze, Zugfestigkeit bzw. Bruchzähigkeit in Abhängigkeit der Auslagerungstemperatur dargestellt.

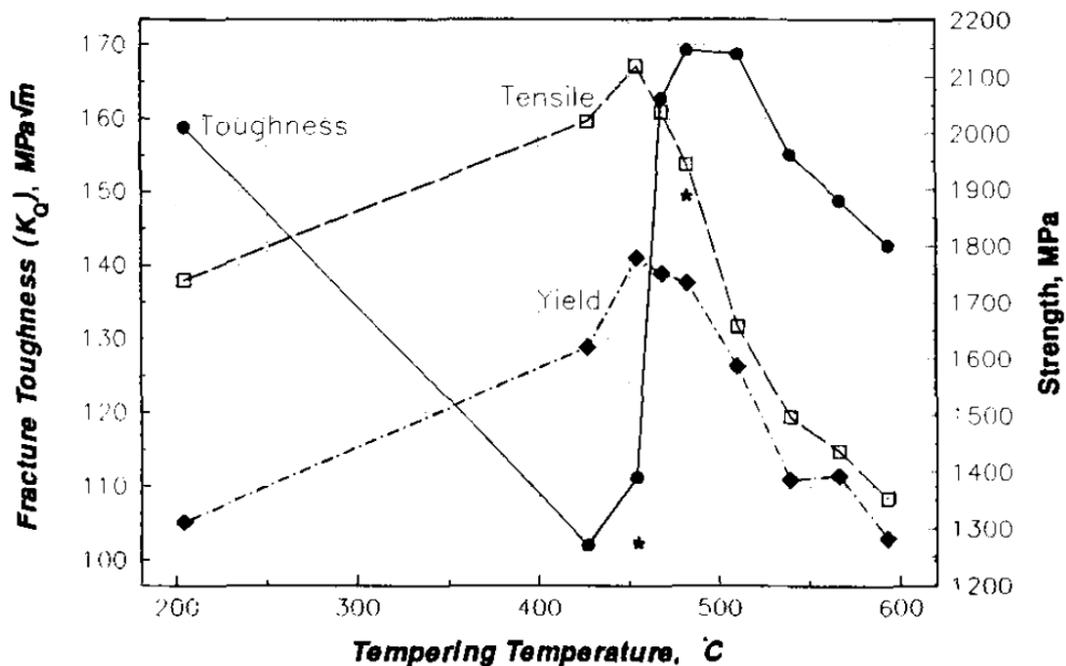


Abb. 2.2: Abhängigkeit der Zugfestigkeit und Fließgrenze von der Auslagerungstemperatur, qualitativer Verlauf des Schätzwertes der Bruchzähigkeit (K_Q -Wert) über die Auslagerungstemperatur, wobei die beiden Sterne gültige K_{IC} -Werte beschreiben [2]

Im Grunde soll durch die Auslagerung bei Temperaturen zwischen 450 und 550°C die Ausscheidung der festigkeitssteigernden, sekundärhärtenden M_2C Karbide erlangt werden. Keimstellen für diese Karbide sind Versetzungen. Jedoch führen Auslagerungstemperaturen unter dem Sekundärhärtemaximum, das in etwa bei einer Temperatur von ca. 450°C liegt, zur Bildung von sprödem Zementit. Dieser Zementit bildet sich vor allem an den Latten- bzw. Plattengrenzen sowie an den Zwillingsgrenzen des Martensits und an den ehemaligen Austenitkorngrenzen. Risse können sich leicht entlang des Zementits ausbreiten, wodurch die Bruchzähigkeit in diesem Temperaturbereich ihr Minimum erreicht. Der Kohlenstoff wird durch die Fe_3C Ausscheidung abgebunden. Die Bildung von Sekundärhärtekarbiden wird nicht

beobachtet. Im Bereich des Sekundärhärtemaximums kommt es zur Bildung von kohärenten, nadelförmigen Ausscheidungen. Diese Ausscheidungen sind nicht kristallin und werden nach Ayer et al. [2] als Cluster aus gelösten Atomen bezeichnet. Die hohe Versetzungsdichte des Martensits bewirkt, dass sich sehr viele feine Ausscheidungen bilden, die aufgrund ihrer Feinheit und der daraus resultierenden großen Anzahl, die Festigkeit stark erhöhen. Im Weiteren verbessern sich auch die Zähigkeitswerte, da bei dieser Temperatur nur mehr wenig Zementit, vor allem an den ehemaligen Austenitkorgrenzen, gebildet wird. Die hohe Festigkeit resultiert aus der versetzungsreichen martensitischen Matrix und den feinen Ausscheidungen [2,9,20].

Um beste Zähigkeitseigenschaften zu erreichen, wird die Auslagerungstemperatur bei 482°C gewählt. Das hat zum einen den Grund, dass kein versprödender Zementit ausgeschieden wird, zum andern erfolgt bei diesen Temperaturen die Bildung von rückumgewandeltem Austenit, der die Zähigkeit erhöht. Bei dieser Temperatur bilden sich M_2C Karbide, die eine Festigkeitssteigerung durch Ausscheidungshärtung bewirken. Sie weisen eine hexagonale Kristallstruktur auf und sind nadelförmig. Nach Ayer et al. [2] sind einige Karbide bereits inkohärent, jedoch liegen die meisten noch kohärent vor. Ihre Zusammensetzung besteht aus Chrom, Molybdän, Eisen und Kohlenstoff. Die Abb. 2.3 stellt die Karbidgröße (Länge und Durchmesser) in Abhängigkeit der Auslagerungstemperatur dar. Bei einer Auslagerungstemperatur von 482°C und einer Auslagerungsdauer von 5 h weisen diese M_2C Karbide eine Länge von ca. 9 nm und einen Durchmesser von ca. 3 nm auf. Das Verhältnis von Länge zu Durchmesser beträgt ca. 3. In Abb. 2.4 sind ausgeschiedene Karbide dargestellt. Die Karbide sind in Längsrichtung entlang der $\langle 100 \rangle$ Richtungen der martensitischen Matrix orientiert [2,21,22].

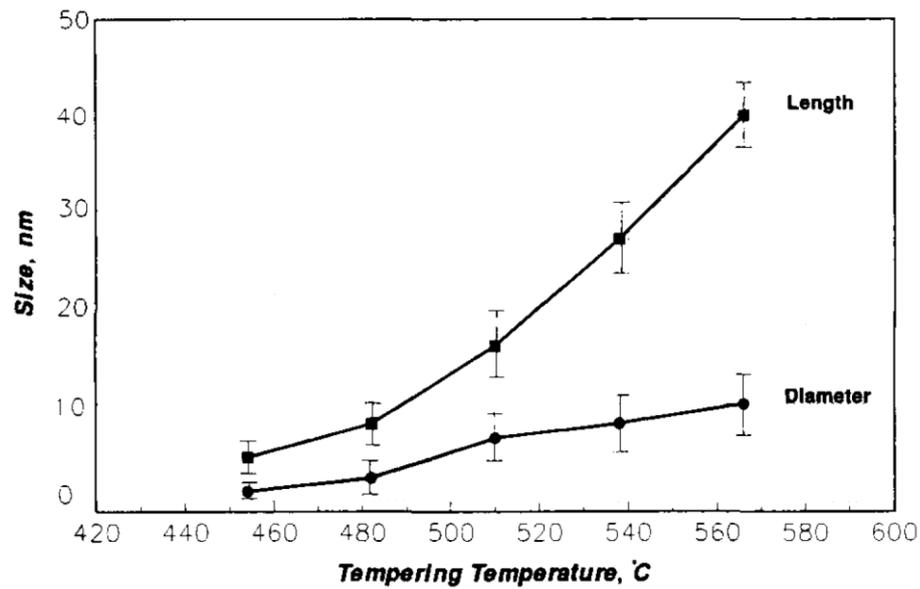


Abb. 2.3: Größe der M_2C Karbide der Aermet 100 Legierung in Abhängigkeit der Auslagerungstemperatur bei einer Auslagerungsdauer von 5 h [2]



Abb. 2.4: TEM-Hellfeldaufnahme der Aermet 100 Legierung, die bei 482°C für 5 h ausgelagert wurde. Die nadelförmigen Ausscheidungen sind M_2C Karbide. Der Pfeil zeigt in die [100] Richtung der martensitischen Matrix [2].

Bei 482°C wird die hohe Versetzungsdichte der Matrix noch aufrechterhalten, die viele Keimstellen zum Ausscheiden der Karbide bietet. Die hohe Dichte der ausgeschiedenen M_2C Karbide bewirkt eine hohe Festigkeit der Legierung. Für die außergewöhnlichen Zähigkeitseigenschaften in diesem Zustand ist ein dünner Austenitfilm, der sich beim Auslagern an den Latten- bzw. Plattengrenzen ausscheidet, verantwortlich [2].

Durch eine Erhöhung der Temperatur auf 510°C und darüber werden die M_2C Karbide inkohärent, vergrößern und die Versetzungsdichte reduziert sich, wodurch die Festigkeit abfällt. Der Anteil des Austenits wird, wie in Abb. 2.5 ersichtlich, erhöht. Zu große Mengen an Austenit, die sich z.B. bei Temperaturen von über 510°C bilden, bewirken, dass diese durch Belastung in Martensit umwandeln. Durch die Bildung von Martensit sinkt die Zähigkeit [2].

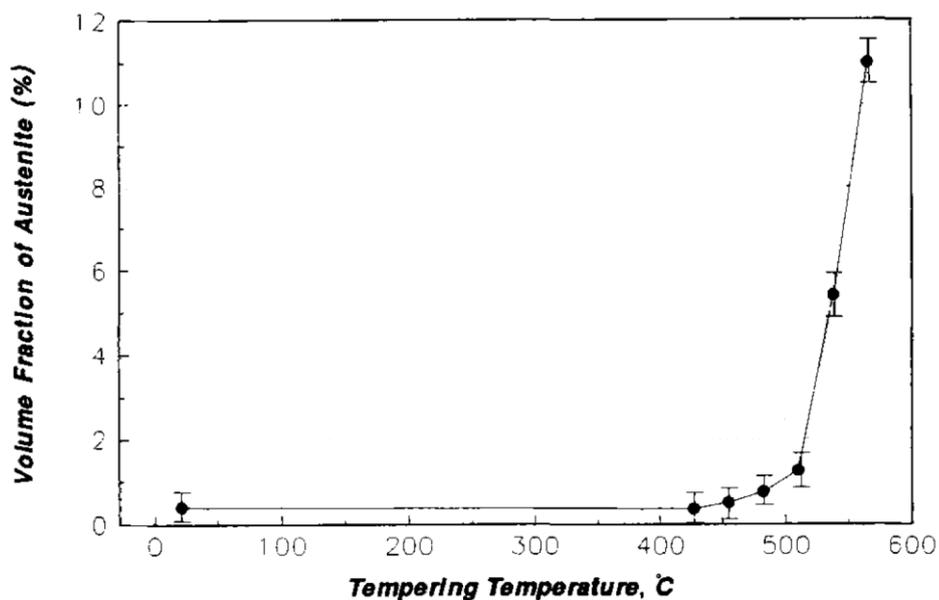


Abb. 2.5: Austenitanteil in Abhängigkeit der Auslagerungstemperatur der Aermet 100 Legierung [2]

2.4 Wirkung der Legierungselemente

2.4.1 Nickel

Nickel ist ein γ -Stabilisator, der die Martensit-Starttemperatur M_s erniedrigt und die Bildung von Austenit beim Abschrecken und nach dem Auslagern fördert. Es hat die Eigenschaft mit Eisen einen zähen, festen Nickelmartensit zu bilden. Mit zunehmendem Nickelanteil in der Legierung ist es möglich, auch bei geringen Abkühlgeschwindigkeiten, ein martensitisches Gefüge zu erhalten [8,18].

Zementit, der sich beim Auslagern ausscheidet, wird durch Nickel, besonders in Kombination mit Kobalt, bei niedrigeren Temperaturen destabilisiert. Durch das Auflösen des Zementits wird Kohlenstoff frei, der für die Bildung der M_2C Karbide benötigt wird. Da mehr Kohlenstoff bei niedrigerer Temperatur für die Bildung der Sekundärhärtetkarbide zur Verfügung steht, können sich anzahlmäßig mehr und feinere Karbide bilden. In Folge dessen wird das Sekundärhärtemaximum, wie in Abb. 2.6 dargestellt, erhöht und zu niedrigeren Temperaturen verschoben [15,23].

2.4.2 Kobalt

Kobalt gehört zu den γ -Stabilisatoren, reduziert aber zugleich durch Erhöhung der M_s den Restaustenitanteil, wodurch die Zugabe von mehr Nickel zur Legierung ermöglicht wird, ohne dass es zur Bildung großer Austenitmengen kommt. Kobalt formt keine Karbide. Es erhöht die Festigkeit der Matrix geringfügig durch Mischkristallverfestigung [8,20].

Kobalt senkt die Stapelfehlerenergie und verschiebt die Erholung zu höheren Temperaturen, wodurch eine höhere Versetzungsdichte des Martensits beim Auslagern vorliegt. Die Versetzungen sind Keimstellen der M_2C Karbide. Durch die größere Anzahl der Keimstellen scheiden sich die Karbide feiner und dichter aus und erhöhen dadurch Härte und Festigkeit [20]. Die Abb. 2.6 zeigt die Erhöhung der Härte durch Kobalt.

Die Aktivität des Kohlenstoffs wird durch Kobalt erhöht, wodurch die Bildung der M_2C Karbide begünstigt wird. Gleichzeitig verringert Kobalt das Wachstum dieser sekundärhärtenden Karbide [20,23].

Durch ein Zusammenwirken von Nickel und Kobalt können Festigkeits- und Zähigkeitseigenschaften erheblich verbessert werden. Nickel hat das Potential, die Zähigkeit der sekundärhärtenden Stähle zu erhöhen, während Kobalt diese im Allgemeinen reduziert. Jedoch wird bei hoch Co-Ni-legierten Stählen durch Kobalt nur ein geringer Zähigkeitsverlust verzeichnet, währenddessen Festigkeit und Härte stark erhöht werden [20,24].

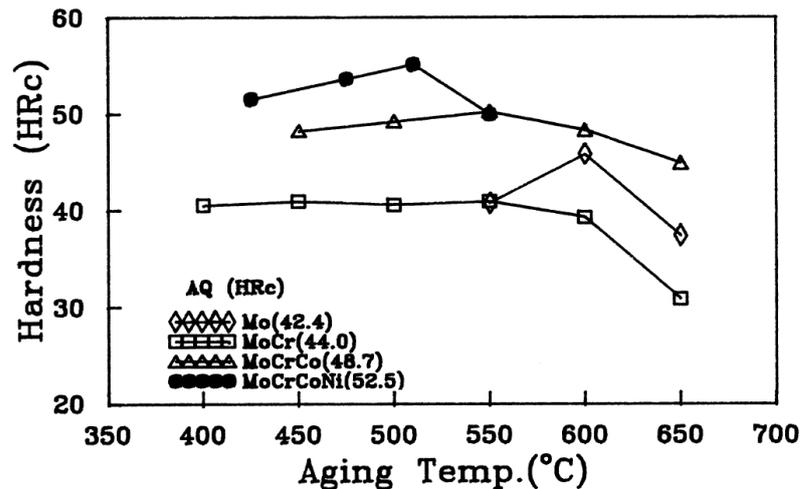


Abb. 2.6: Einfluss der Legierungselemente auf das Härte-Auslagerungsverhalten im System Fe-C-Mo-Cr-Co-Ni (0,24 % C, 1,55 % Mo, 2,9 % Cr, 14,25 % Co, 10,8 % Ni) [23]

2.4.3 Chrom

Chrom scheidet sich in den M_2C Karbiden beim Auslagern aus und bewirkt eine Verringerung des sekundärhärtenden Effektes. Ein höherer Chromgehalt in der Legierung führt zu einer höheren Chrom- und niedrigeren Molybdänkonzentration im M_2C Karbid. Daraus resultiert, dass sich die Kohärenzspannungen zwischen Matrix und Karbid erniedrigen. Dadurch sinkt die Festigkeit der Legierung. Die Abb. 2.7 stellt das Auslagerungsverhalten eines AF1410 Stahls dar. Durch Erhöhung des Chromgehaltes von 2 auf 3 % wird die Fließgrenze reduziert.

In hoch Co-Ni-legierten Stählen wird durch Chrom der Zementit bei noch niedrigeren Temperaturen aufgelöst, dadurch wird mehr Kohlenstoff für die Bildung der Sekundärhärtekarbide bereitgestellt. Das Sekundärhärtemaximum wird zu geringeren Temperaturen verschoben und das Vergrößern der M_2C Karbide und das Ausscheiden von rückumgewandeltem Austenit wird beschleunigt. Durch das Auflösen des Zementits und das Ausscheiden des Austenits wird die Zähigkeit erhöht [20,23,25,26].

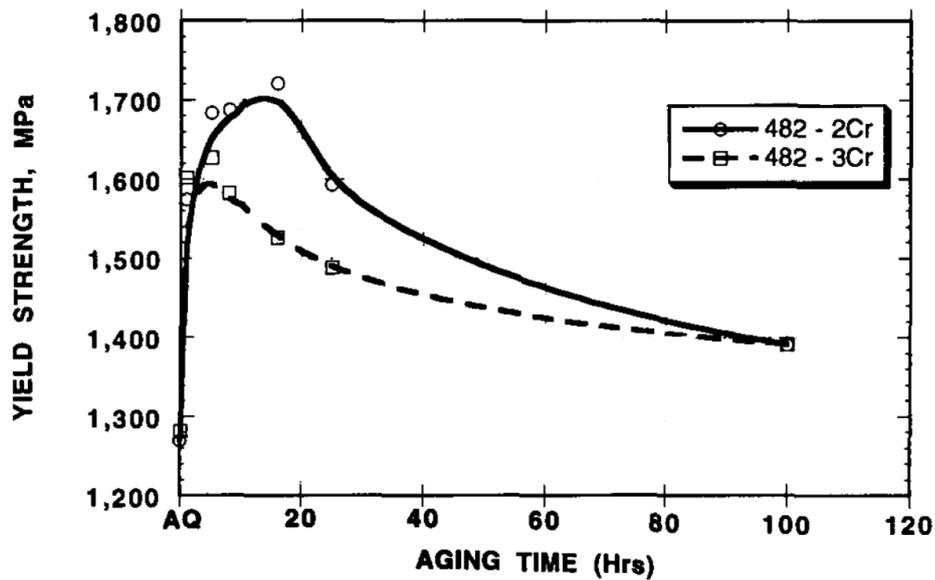


Abb. 2.7: Auslagerungsverhalten in Abhängigkeit des Chromgehaltes eines AF1410 Stahls [25]

2.4.4 Molybdän

Molybdän ist verantwortlich für die Sekundärhärtung, da die Bildung der M_2C Karbide durch Molybdän erfolgt. Chrom baut sich in das Karbid ein und ersetzt Molybdän, da Chrom eine höhere Diffusionsgeschwindigkeit besitzt [26]. Wie die Abb. 2.8 zeigt, wird durch Erhöhung der Auslagerungstemperatur der Chromgehalt im Karbid geringer, zugleich steigt der Molybdängehalt an.

Mit zunehmendem Molybdängehalt in der Legierung verringert sich die Bruchzähigkeit. Durch eine Abstimmung der Chrom- und Molybdängehalte kann sowohl die Zähigkeit erhalten bleiben, als auch eine Sekundärhärtung erzielt werden [20].

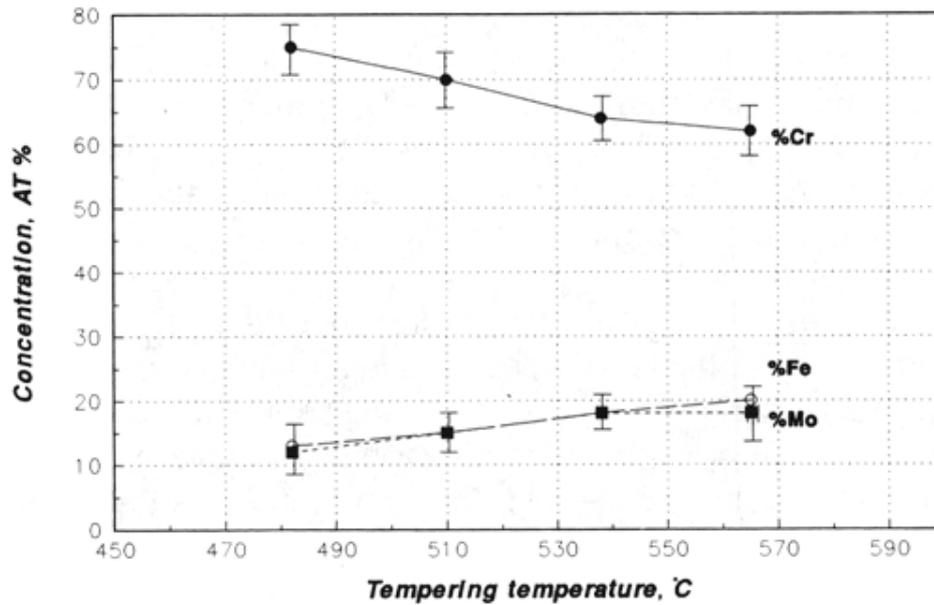


Abb. 2.8: Zusammensetzung der M₂C Karbide der Aermet 100 Legierung in Abhängigkeit der Auslagerungstemperatur [2]

2.4.5 Kohlenstoff

Kohlenstoff wird benötigt um M₂C Karbide zu bilden. Er trägt dadurch zur Erhöhung der Festigkeit bei, jedoch reduzieren zu hohe Kohlenstoffgehalte die Bruchzähigkeit. Der Kohlenstoffanteil der Legierung muss auf die Menge der karbidbildenden Elemente Molybdän und Chrom abgestimmt sein [8,13].

2.5 Einflussfaktoren auf die Zähigkeit

2.5.1 Reinheit und Einschlussmodifikation

Zur Erreichung der mechanischen Eigenschaften dieser hoch Co-Ni-legierten Stähle ist es nötig, den Gehalt der Spurenelemente, wie Mn, Si, P, S, O, N, Al und Ti, in der Legierung zu begrenzen. Im Speziellen sind gebildete Sulfide ausschlaggebend für die Zähigkeitseigenschaften. Chrom bildet, in Abwesenheit anderer sulfidbildender Elemente, wie z.B. Mangan, Chromsulfide. Diese kleinen CrS weisen einen geringen Abstand zueinander auf und wirken sich daher nachteilig auf die Zähigkeit aus. Mangan führt nach Umformung zu stäbchenförmigen Sulfiden mit geringem Abstand zueinander, die die Zähigkeit ebenfalls reduzieren [19,24,27].

Um eine Verbesserung der Bruchzähigkeit zu erzielen, werden im Allgemeinen diesen Werkstoffen Seltenerdmetalle beigesetzt, die die Form der Einschlüsse modifizieren. Durch die Zugabe der Seltenen Erden Lanthan und Cer werden Verbindungen mit Sauerstoff, Phosphor und Schwefel gebildet. Dadurch entstehen kugelförmige Einschlüsse, die einen Durchmesser von mehr als 0,5 µm aufweisen können. Der Vorteil der Zugabe von Lanthan und Cer besteht darin, dass der Abstand zwischen den Einschlüssen bei gleichem Volumengehalt aufgrund ihrer Größe viel höher ist, wodurch die Zähigkeit verbessert wird. Der Gehalt von Lanthan ist auf 0,01 % und der Ceranteil auf 0,03 % begrenzt. Wird die Zugabe der Seltenerdelemente weit darüber hinaus erhöht, wird die Zähigkeit enorm reduziert. Durch die Einschlussmodifikation wird zwar die Zähigkeit erhöht, jedoch sind die Einschlüsse aufgrund ihrer Größe, insbesondere bei dynamischer Belastung, oft rissauslösend. Es besteht auch die Möglichkeit der Zugabe von Kalzium, eines weiteren sulfidbildenden Elementes, das einen Teil der Seltenerdelemente ersetzen kann [8,9,19,27].

2.5.2 Austenit

Für beste Zähigkeitseigenschaften der Aermet 100 Legierung ist neben dem Reinheitsgrad auch der Austenit von Bedeutung, der als weitere Phase neben den Sekundärhärtekarbiden in der martensitischen Matrix vorliegt. Die Bildung von Austenit kann auf zwei verschiedene Weisen erfolgen.

Zum einen gibt es den Restaustenit, der beim Abkühlen der Legierung von der Lösungsglüh-temperatur durch unvollständige Martensitumwandlung zurückbleibt.

Dieser Austenit ist unerwünscht, da er durch Spannung bzw. Dehnung in Martensit umwandeln kann. Dieser dadurch entstandene Martensit erniedrigt die Bruchzähigkeit. Um den Restaustenitanteil zu reduzieren, wird eine Tiefkühlbehandlung angewandt [2,28].

Zum anderen gibt es den rückumgewandelten Austenit, der die Bruchzähigkeit verbessern soll. Dieser entsteht durch Keimen und Wachsen beim Auslagern bei und über 482°C. Die Ausscheidung des Austenits erfolgt an den ehemaligen Austenitkorngrenzen und den Latten- bzw. Plattengrenzen des Martensits. Dieser rückumgewandelte Austenit hat den Vorteil, dass in Abhängigkeit von den Wärmebehandlungsparametern die chemische Zusammensetzung und die Größe verändert werden können, wodurch die Stabilität und infolgedessen auch die Zähigkeit beeinflusst werden können. Abgesehen davon hängt die Stabilität des Austenits noch vom Spannungszustand und von der Fließgrenze des Materials ab. Prinzipiell erhöht Austenit die Zähigkeit, wenn dieser in Form eines dünnen Films vorliegt, bzw. die Austenit-Ausscheidungen klein sind, und wenn dieser Austenit aufgrund der Stabilisierung durch Nickel und Kohlenstoff nicht durch Abkühlen oder durch äußere Dehnung oder Spannung in Martensit umwandeln kann. Durch Auslagern bei 482°C bzw. 510°C scheidet sich Austenit in Form eines dünnen Films aus, wodurch aufgrund der Größe der Austenitausscheidungen wenig Keimstellen, für die Martensitbildung verfügbar sind. Die Abb. 2.9 zeigt den rückumgewandelten Austenit, der sich an den Martensitlatten bzw. -platten filmförmig ausgeschieden hat. Zusätzlich erfolgt bei diesen Temperaturen während der Auslagerung eine Anreicherung von Nickel im Austenit, siehe Abb. 2.10. Daher weist Austenit, der bei diesen Temperaturen gebildet wird, eine hohe Stabilität auf und kann nach Sato und Machmeier et al. [9,25] die Bruchzähigkeit durch ein Ablenken bzw. Ausrunden der Rissspitze („blunting“) verbessern. Mit zunehmender Auslagerungstemperatur reduziert sich jedoch der Nickelgehalt im Austenit, zugleich wird die Menge des Austenits über 510°C erheblich erhöht, was zu einer geringeren Stabilität führt. Durch Abkühlen nach dem Auslagern und durch Verformung kann dieser Austenit in Martensit umwandeln. Da sich jedoch im Austenit mehr Kohlenstoff als in der Matrix befindet, ist der neu gebildete Martensit spröde, wodurch die Zähigkeit reduziert wird [2,9,28,29].

Nach Sato [9] wird durch ein Auslagerungsverfahren, das zusätzlich zur Auslagerung bei 482°C ein kurzes Auslagern bei 510°C beinhaltet, die Zähigkeit weiter erhöht. Diese Erhöhung der Zähigkeit wird ebenfalls durch Rissablenken erreicht.

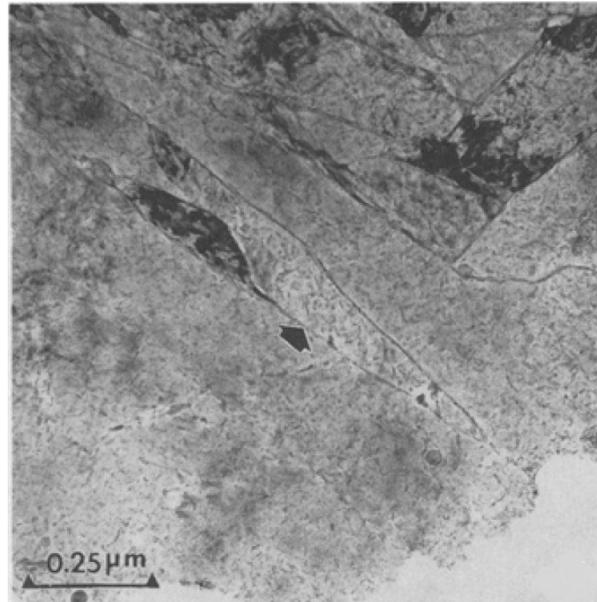


Abb. 2.9: TEM-Aufnahme von Austenitfilmen (Pfeil) an den Martensitlatten bzw. -platten der Aermet 100 Legierung bei einer Auslagerungstemperatur von 482°C [2]

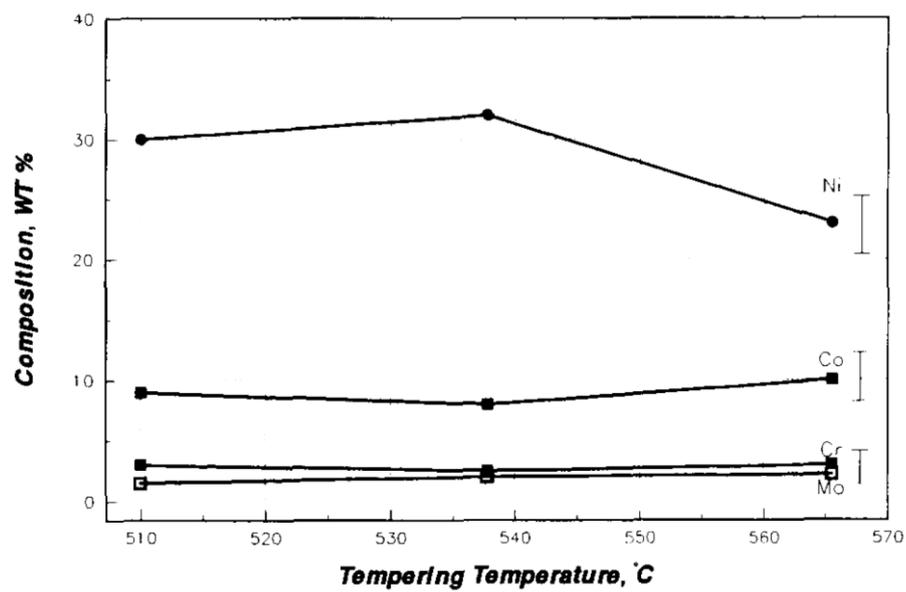


Abb. 2.10: Zusammensetzung des Austenits der Aermet 100 Legierung in Abhängigkeit der Auslagerungstemperatur [2]

Wang et al. und Saha [29,30] berichten, dass durch eine spezielle Wärmebehandlung ein „Transformation Toughening“ Effekt erzielt wird. Es erfolgt eine Auslagerung bei höheren Temperaturen, um eine größere Menge an Austenit zu bilden. Austenit wird dabei auch in den Latten bzw. Platten des Martensits ausgeschieden. Anschließend wird bei geringeren Temperaturen der Austenit mit Nickel und anderen γ -stabilisierenden Elementen angereichert, um ausreichende Stabilität zu erhalten. Dieser „Transformation Toughening“ Effekt basiert darauf, dass Austenit durch die Spannung an der Risspitze in Martensit umwandelt. Je nach Stabilität des Austenits, die in Abb. 2.11 durch die Temperatur veranschaulicht wird, kann eine Umwandlung entweder durch Spannung unter der M_{s0} oder durch Dehnung über der M_{s0} Temperatur erfolgen. Bei und über der M_{s0} Temperatur wird die Fließgrenze des Austenits erreicht, wodurch dieser verformt wird und dadurch Keimstellen zur Martensitumwandlung bildet. Dadurch kann der Austenit bei niedrigerer Spannung in Martensit umwandeln. Bei Temperaturen über M_d findet keine Martensitumwandlung mehr statt. Die größte Zähigkeitssteigerung wird durch die Umwandlung bei der M_{s0} Temperatur erreicht [29-32].

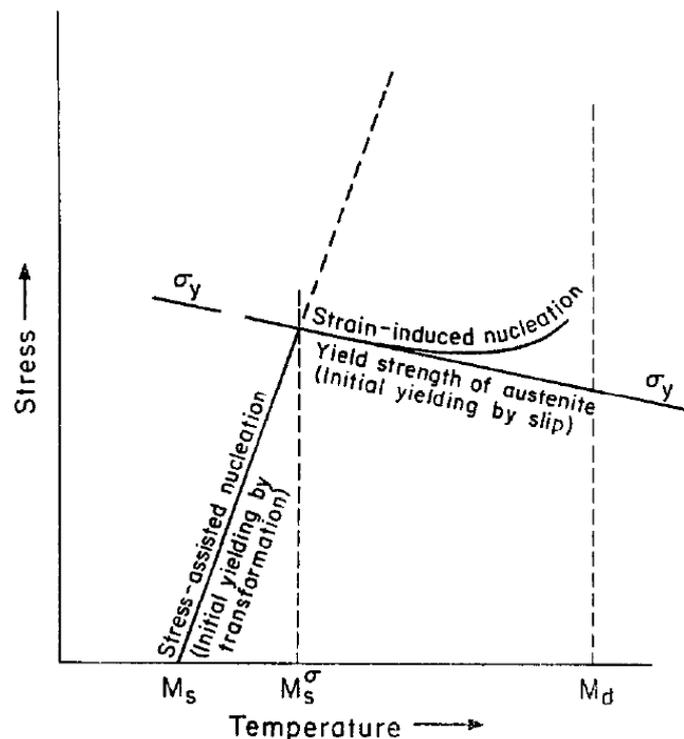


Abb. 2.11: Umwandlungsmechanismen in Abhängigkeit der Martensit-Starttemperatur [32]

2.5.3 Wasserstoffversprödung

Eine Eigenschaft der Aermet 100 Legierung ist es, anfällig gegenüber Wasserstoffversprödung zu sein. Da die Legierung nicht korrosionsbeständig ist, ist es nötig, diese für Anwendungen zu beschichten. Die Beschichtung kann elektrolytisch mit Cadmium erfolgen. Dabei kann Wasserstoff in das Material gelangen und reversibel an den kohärenten Grenzflächen der M_2C Karbide gebunden werden. Aufgrund der an der Rissspitze vorherrschenden hohen Zugspannungen ist es dem reversibel gebundenen Wasserstoff möglich, an die Rissspitze zu wandern. Dadurch wird eine Trennung des Materials aufgrund der Dekohäsion durch den Wasserstoff erreicht und in Folge dessen wird der Rissfortschritt begünstigt. Die Zähigkeit kann dabei stark reduziert werden. Unter normalen Umständen bildet die Aermet 100 Legierung einen völlig duktilen Bruch aus. Der Einfluss des Wasserstoffes führt zur Ausbildung eines transkristallinen Sprödbrechens [16,33,34].

3 Experimentelles

3.1 Untersuchte Legierungen

Im Rahmen der Diplomarbeit wurde die Aermet 100 Legierung im Hinblick auf die mechanischen Eigenschaften und den strukturellen Aufbau untersucht. Um den Einfluss des Kobaltgehaltes auf das Legierungskonzept des Aermet 100 zu beurteilen, wurden zusätzlich Versuchslegierungen mit unterschiedlichem Kobaltgehalt hergestellt. Zum Vergleich der mechanischen Eigenschaften der Aermet 100 Legierung diente der Maraging Stahl W720. Das Probenmaterial des W720 und der Aermet 100 Legierung wurde von der Firma Böhler Edelstahl GmbH & Co KG zur Verfügung gestellt.

Das für die Untersuchungen verwendete Probenmaterial des Aermet 100 lag in Form eines Rundstabes mit einem Durchmesser von 109 mm und einer Länge von 150 mm vor. Die Tabelle 3.1 gibt die tatsächliche chemische Zusammensetzung (ermittelt im chemischen Labor von Böhler Edelstahl) des Probenmaterials wieder.

Tabelle 3.1 Chemische Zusammensetzung des Aermet 100 Probenmaterials

| Element | Massenprozent [%] | Element | Massenprozent [%] |
|---------|-------------------|---------|-------------------|
| C | 0,22 | V | <0,02 |
| Ni | 11,03 | W | <0,05 |
| Co | 13,54 | Cu | 0,02 |
| Cr | 2,93 | Nb | <0,005 |
| Mo | 1,17 | B | <0,001 |
| Si | <0,05 | As | <0,005 |
| Mn | <0,02 | Zn | <0,005 |
| P | <0,005 | Zr | <0,005 |
| S | 0,0004 | Sb | <0,005 |
| Ti | 0,010 | La | 0,0014 |
| Al | 0,008 | Ce | 0,0025 |

In Tabelle 3.2 sind die tatsächlichen Zusammensetzungen sowie die Sollzusammensetzungen der Versuchslegierungen angeführt. Die Herstellung der Versuchslegierungen in Form von Tabs wird in Kapitel 3.1.1 ausführlich beschrieben. Die Zusammensetzungen der einzelnen Versuchslegierungen unterscheiden sich nur im Kobaltgehalt, wobei die chemische Zusammensetzung der A100-13 Legierung im Wesentlichen mit der Nennzusammensetzung des Aermet 100 übereinstimmt. Die weiteren Legierungen A100-0 bis A100-11 weisen einen geringeren Kobaltanteil auf.

Tabelle 3.2: Chemische Zusammensetzung der Legierungstabs in Massenprozent

| Bezeichnung | | C | Ni | Co | Cr | Mo | Si | Mn | Fe |
|-------------|------|------|-------|-------|------|------|------|------|------|
| A100-0 | soll | 0,23 | 11,1 | - | 3,1 | 1,2 | 0,3 | 0,3 | Bal. |
| | ist | 0,24 | 11,12 | - | 3,03 | 1,19 | 0,24 | 0,28 | Bal. |
| A100-3 | soll | 0,23 | 11,1 | 3 | 3,1 | 1,2 | 0,3 | 0,3 | Bal. |
| | ist | 0,25 | 11,09 | 3,02 | 3,03 | 1,19 | 0,23 | 0,29 | Bal. |
| A100-5 | soll | 0,23 | 11,1 | 5 | 3,1 | 1,2 | 0,3 | 0,3 | Bal. |
| | ist | 0,25 | 11,09 | 5,06 | 3,03 | 1,17 | 0,25 | 0,30 | Bal. |
| A100-8 | soll | 0,23 | 11,1 | 8 | 3,1 | 1,2 | 0,3 | 0,3 | Bal. |
| | ist | 0,24 | 11,10 | 8,06 | 3,05 | 1,17 | 0,26 | 0,31 | Bal. |
| A100-11 | soll | 0,23 | 11,1 | 11 | 3,1 | 1,2 | 0,3 | 0,3 | Bal. |
| | ist | 0,24 | 11,11 | 11,07 | 3,03 | 1,18 | 0,27 | 0,31 | Bal. |
| A100-13 | soll | 0,23 | 11,1 | 13,4 | 3,1 | 1,2 | 0,3 | 0,3 | Bal. |
| | ist | 0,25 | 11,06 | 13,49 | 3,04 | 1,17 | 0,28 | 0,31 | Bal. |

Die Bestimmung der Zusammensetzung der Versuchslegierungen als auch der Aermet 100 Legierung erfolgte bei der Firma Böhler Edelstahl. Zur Feststellung des Kohlenstoff- und Schwefelgehaltes wurde eine Verbrennungsanalyse durchgeführt. Zur Untersuchung des Aluminium- und Borgehaltes der Aermet 100 Legierung wurde eine Analyse mittels Funkenspektrometer angewandt. Zur Feststellung des Lanthan- und Cergehaltes der Aermet 100 Legierung wurde eine optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma durchgeführt. Die Bestimmung der Anteile der restlichen angeführten Legierungselemente erfolgte durch eine Röntgenfluoreszenzanalyse.

Der zum Vergleich verwendete Werkstoff der Böhler Marke W720 (Marage 300, Werkstoffnummer 1.6354) ist ein martensitaushärtender Stahl (Maraging Stahl). Dieser lag ebenfalls als Rundmaterial mit einem Durchmesser von 120 mm vor.

In der Tabelle 3.3 wird die Sollzusammensetzung des W720 laut Datenblatt der Firma Böhler Edelstahl und die tatsächliche Zusammensetzung des verwendeten Probenmaterials des W720 (bestimmt über Funkenspektralanalyse am Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie der Montanuniversität Leoben) gegenübergestellt.

Tabelle 3.3: Chemische Zusammensetzung des W720 in Massenprozent [35]

| | | C | Ni | Co | Mo | Si | Mn | Ti | Al |
|------|------|--------------|-------|------|------|--------------|--------------|------|-------|
| W720 | soll | max. 0,05 | 18,5 | 9,0 | 5 | max. 0,05 | max. 0,10 | 0,7 | 0,1 |
| | ist | 0,024 | 19,30 | 9,44 | 4,63 | 0,039 | 0,025 | 0,63 | 0,071 |

3.1.1 Herstellung der Versuchslegierungen

Die Herstellung der Versuchslegierungen erfolgte bei Böhler Edelstahl durch ein hauseigenes Verfahren zur Produktion von sehr kleinen Legierungsmengen (Tabs). Die einzuwiegende Pulvermenge der einzelnen Legierungselemente für ein Tab mit 40 g wurde im Vorhinein berechnet. Wegen des Abbrandes von Kohlenstoff und Mangan war es nötig, etwas mehr von diesen Elementen zuzugeben. Die Homogenisierung des Pulvers wurde durch Umrühren erlangt. Das Schmelzen und Abgießen der Legierungen erfolgte durch eine Anlage des Typs Induktherm 3,3 μ P VAC der Firma Linn Elektronik GmbH. Die Abb. 3.1 zeigt den Aufbau dieser Anlage. Durch eine gekühlte Kupferspule wurde das Pulver in einem Silizium- Aluminium-Zirkonoxid Tiegel induktiv erschmolzen. Durch eine Argonspülung wurde verhindert, dass die Schmelze oxidiert. Das Abgießen erfolgte in Form eines Schleudergusses in eine Kupferkokille mit anschließendem Abschrecken im Wasser. Wichtig ist dabei, dass die Temperatur der Schmelze richtig gewählt wird, da eine zu hohe Temperatur zu einem Anschmelzen der Kupferkokille und eine zu niedrige Temperatur zu einer nicht vollständig gefüllten Kokille führt.

Die Legierungstabs weisen einen Durchmesser von 33 mm und eine Höhe von 4 mm auf. Die Abb. 3.2 gibt das Aussehen der Versuchslegierungstabs wieder.

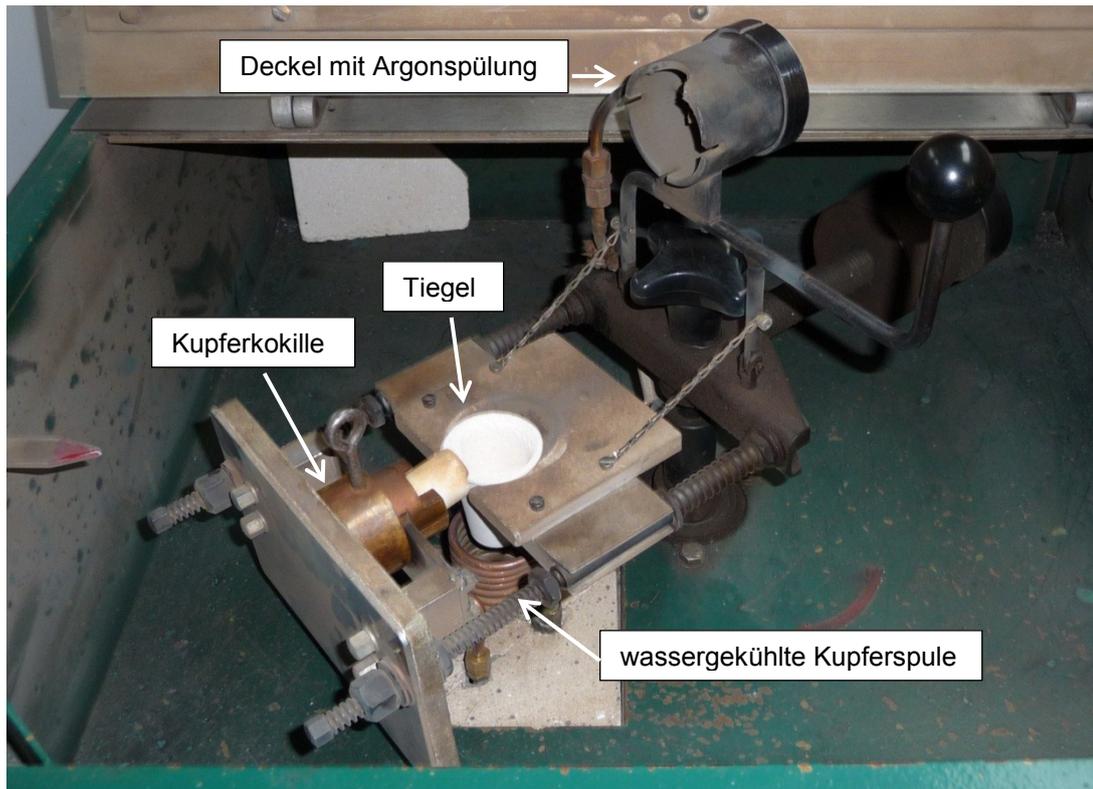


Abb. 3.1: Schleudergussanlage, die zur Herstellung der Versuchslegierungen verwendet wurde

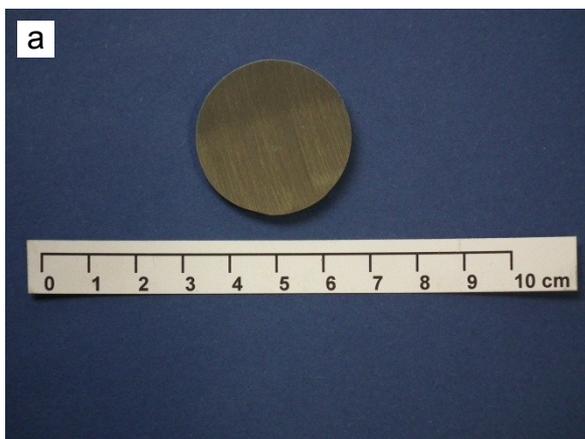


Abb. 3.2: Versuchslegierung in Tab-Form, a) Unterseite, b) Oberseite

3.2 Wärmebehandlung

Die Wärmebehandlung aller Proben wurde im Wärmebehandlungslabor des MCL durchgeführt. Die verwendeten Öfen bzw. Aggregate waren: ein Vakuumbhärteofen mit integrierter Stickstoff-Gasabschreckeinrichtung zum Weich- und Lösungsglühen, eine Tiefkühlanlage zur Tiefkühlbehandlung und Atmosphären-Anlassöfen für das Auslagern.

3.2.1 Versuchslegierungen

Die Versuchslegierungstabs wurden, um zusätzlich zum Einfluss des Kobaltgehaltes auch das Auslagerungsverhalten und den Einfluss der Tiefkühlbehandlung zu untersuchen, in jeweils zwölf Teile zerteilt, siehe Abb. 3.3. Um die Bearbeitbarkeit zu erleichtern, erfolgte vor dem Zerteilen eine Glühbehandlung im Vakuumofen bei 680°C für 16 h. In der nachfolgenden Tabelle 3.4 sind die Wärmebehandlungen der zwölf Teile pro Tab ersichtlich.

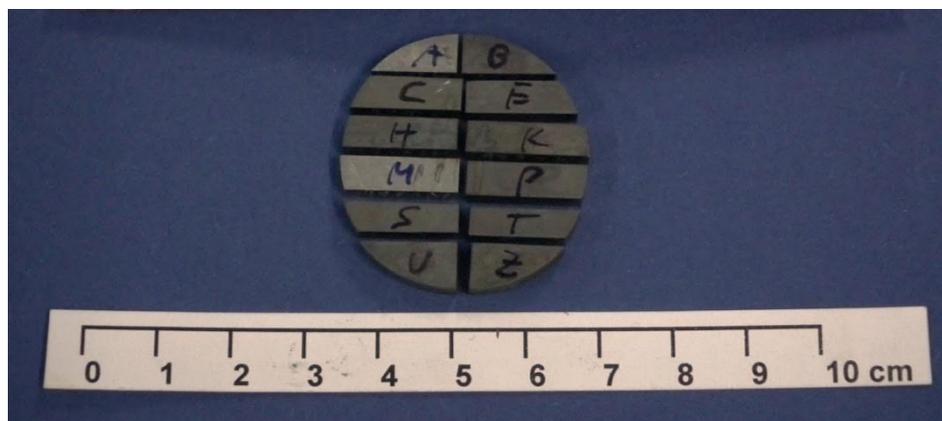


Abb. 3.3: In zwölf Teile zerteiltes Legierungstab

Tabelle 3.4: Wärmebehandlung eines Legierungstabs

| Bezeichnung | Glühen | Lösungsglühen | Tiefkühlen | Auslagern |
|-------------|-------------------------------------|-----------------------------------------------|------------|------------|
| A | 680°C/ 16 h, Abkühlen an Luft | 885°C/ 1 h, Abkühlen an Luft in 1 - 2 h | -73°C/ 1 h | - |
| B | | | -73°C/ 1 h | 420°C/ 5 h |
| C | | | -73°C/ 1 h | 450°C/ 5 h |
| E | | | -73°C/ 1 h | 480°C/ 5 h |
| H | | | -73°C/ 1 h | 510°C/ 5 h |
| K | | | -73°C/ 1 h | 540°C/ 5 h |
| M | | | - | - |
| P | | | - | 420°C/ 5 h |
| S | | | - | 450°C/ 5 h |
| T | | | - | 480°C/ 5 h |
| U | | | - | 510°C/ 5 h |
| Z | | | - | 540°C/ 5 h |

3.2.2 Aermet 100 Legierung

Zur Untersuchung des Gefüges und der Struktur wurden aus dem Probenmaterial des Aermet 100 vier Gefügeproben hergestellt. Zur Untersuchung der mechanischen Eigenschaften wurden aus dem Probenmaterial jeweils vier Zug-, Kerbschlag- und CT-Proben gefertigt. Ebenso wurde für die chemische Untersuchung bei Böhler Edelstahl eine 15 mm dicke Scheibe abgetrennt. Da das Probenmaterial des Aermet 100 begrenzt vorhanden war (Durchmesser 109 mm, Länge 150 mm), musste die Probenentnahme und die Probengeometrie für Zug- und Kerbschlagbiegeversuche bzw. K_{IC} -Prüfungen sorgfältig geplant werden. Die Abb. 3.4 zeigt die Probenentnahme der Zug- und Kerbschlag- sowie der CT-Proben. Die am halben Radius gefertigten Zugproben wurden fälschlicherweise im weichen ungehärteten Zustand geprüft. Aus diesem Grund wurden weitere Proben etwas innerhalb des halben Radius für die Prüfung im ausgelagerten Zustand gefertigt.

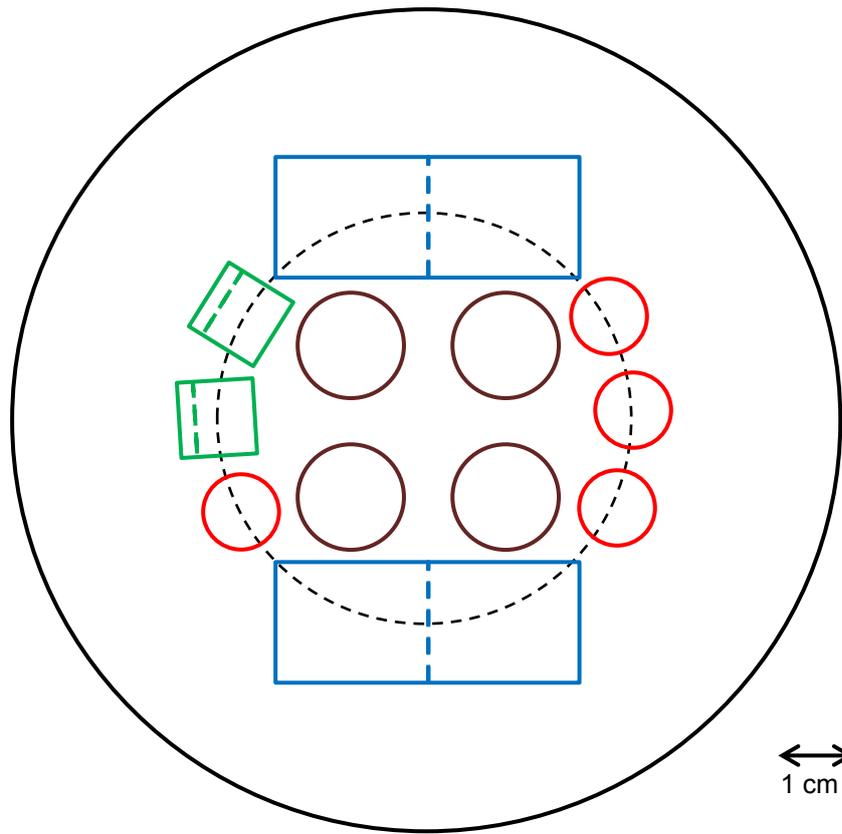


Abb. 3.4: Darstellung der Probenentnahme aus dem Rundmaterial der Aermet 100 Legierung, rot: Zugproben (Fehler bei der Erprobung), grün: Kerbschlagproben, blau: CT-Proben, braun: ausgewertete Zugproben; bei den CT- und Kerbschlagproben liegen jeweils zwei übereinander

Für die Wärmebehandlung einer Gefügeprobe sowie auch von jeweils zwei Zug-, Kerbschlag- und CT-Proben wurde als Zustand die Standardwärmebehandlung mit Tiefkühlen mit einer Auslagerungstemperatur von 482°C gewählt. Um den Einfluss der Tiefkühlbehandlung auf die mechanischen Eigenschaften festzustellen, wurde als weiterer Zustand einer Gefügeprobe und von jeweils zwei Zug-, Kerbschlag- und CT-Proben die gleiche Wärmebehandlung ohne Tiefkühlen durchgeführt. In Tabelle 3.5 sind die Wärmebehandlungen der Zug-, Kerbschlag- und CT-Proben der Aermet 100 Legierung dargestellt.

Tabelle 3.5: Wärmebehandlung der Zug-, Kerbschlag- und CT-Proben des Aermet 100

| Probengeometrie | Bezeichnung | Lösungsglühen | Tiefkühlen | Auslagern |
|------------------|-------------|-----------------------------------------------|------------|------------|
| CT-Proben | D1, D2 | 885°C/ 1 h, Abkühlen an Luft in 1 - 2 h | -73°C/ 1 h | 482°C/ 5 h |
| | D3, D4 | | - | |
| Zugproben | E1, E2 | | -73°C/ 1 h | |
| | E3, E4 | | - | |
| Kerbschlagproben | F1, F2 | | -73°C/ 1 h | |
| | F3, F4 | | - | |

Für die verbleibenden zwei Gefügeproben wurde, wie aus Tabelle 3.6 zu entnehmen ist, zusätzlich zu den oben genannten Wärmebehandlungsvarianten der Zustand nach dem Lösungsglühen bzw. nach dem Tiefkühlen ausgewählt.

Tabelle 3.6: Wärmebehandlung der Aermet 100 Gefügeproben

| Bezeichnung | Lösungsglühen | Tiefkühlen | Auslagern |
|-------------|----------------------------------------------|------------|------------|
| A | 885°C/ 1 h, Abkühlen an Luft in 1- 2 h | - | - |
| B | | -73°C/ 1 h | - |
| C | | - | 482°C/ 5 h |
| D | | -73°C/ 1 h | 482°C/ 5 h |

3.2.3 W720

Für den Vergleich der mechanischen Eigenschaften wurden aus dem Probenmaterial des W720 auf die gleiche Weise wie beim Aermet 100 Probenmaterial, Zug-, Kerbschlag- und CT-Proben entnommen. Die Wärmebehandlung dieser Proben wird in Tabelle 3.7 dargestellt. Um die Versuchsergebnisse der Aermet 100 Legierung mit denen des W720 vergleichen zu können, wurde die Auslagerungstemperatur des W720 so gewählt, dass dieser dieselben Härtewerte wie die Aermet 100 Legierung aufweist. Dies entspricht einer Temperatur von 500°C bei einer Auslagerungsdauer von 3 h.

Da der tiefgekühlte und der nicht tiefgekühlte Zustand der Aermet 100 Legierung dieselben Härtewerte aufweisen, wurde für den zweiten Zustand des W720 eine höhere Auslagerungstemperatur von 530°C gewählt.

Tabelle 3.7: Wärmebehandlung der Zug-, Kerbschlag- und CT-Proben des W720

| Probengeometrie | Bezeichnung | Lösungsglühen | Auslagern |
|------------------|-------------|---------------------------------------|-----------------|
| CT-Proben | A1, A2 | 820°C 30 min/ 5 bar N ₂ | 500°C/ 3 h Luft |
| | A3, A4 | | 530°C/ 3 h Luft |
| Zugproben | B1, B2 | | 500°C/ 3 h Luft |
| | B3, B4 | | 530°C/ 3 h Luft |
| Kerbschlagproben | C1, C2 | | 500°C/ 3 h Luft |
| | C3, C4 | | 530°C/ 3 h Luft |

3.3 Untersuchungsmethoden

3.3.1 Härte

Das Härte-Auslagerungsverhalten der Versuchslegierungen wurde durch Vickers-Kleinlasthärtemessungen mit einer Prüflast von 10 kg analysiert. Die Messung wurde an einem Mikrohärtprüfgerät des Typs QNess Q10 A+ nach der Norm EN ISO 6507-1 [36] durchgeführt. Die Härtemessungen an den vier Aermet 100 Gefügeproben erfolgten mittels des Verfahrens nach Rockwell C nach der Norm EN ISO 6508-1 [37]. Diese Messungen wurden an einer Emcotest M4C 750 Universalhärteprüfmaschine durchgeführt. Es wurden sowohl an den Versuchslegierungsstücken, als auch an den Gefügeproben der Aermet 100 Legierung fünf Härteeindrücke pro Wärmebehandlungszustand gemacht. Aus diesen fünf Messungen wurden der Mittelwert und die Standardabweichung berechnet.

3.3.2 Röntgenographische Restaustenitbestimmung

Die Bestimmung der Restaustenitgehalte der Gefügeproben und der Versuchslegierungen erfolgte an einem XRD (Röntgendiffraktometer) des Typs Bruker D8 Discover. Die Messung wurde mit einer CrK_α Strahlung durchgeführt. Die Auswertung erfolgte nach der Rietveld Methode [38,39]. Die Messungsgenauigkeit beträgt mind. 1 % im Bereich von 1 - 10 %. Die Nachweisgrenze liegt bei 1 %.

3.3.3 Atomsondenuntersuchungen

Zur Analyse der Ausscheidungen hinsichtlich chemischer Zusammensetzung und Morphologie wurden Untersuchungen mit einer Atomsonde des Typs IMAGO LEAP 3000X HR am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben durchgeführt. Die Atomsonde ist in Abb. 3.5 dargestellt. Die Messung fand bei einer Temperatur von 60 K statt.

Die Funktionsweise der Atomsonde beruht auf einer gezielten Feldverdampfung der Ionen an der Spitze der Proben. Um das dafür nötige Feld für diese Feldverdampfung zu erreichen, müssen die Proben einen Spitzenradius von 50 - 100 nm aufweisen. Das Feld F_0 wird mit Gleichung (3.1) berechnet. Dabei ist V_0 das angelegte Potential, k_f ist ein Geometriefaktor und r_0 ist der Radius der Spitze.

$$F_0 = \frac{V_0}{k_f * r_0} \quad (3.1)$$

Das Material für die Spitze wurde aus der Gefügeprobe D, die die Standardwärmebehandlung erhalten hatte, entnommen. Die Probenpräparation erfolgte durch Herstellung von dünnen Stäbchen mit quadratischem Querschnitt. Durch anschließendes elektrolytisches Ätzen mit Perchlorsäure wurde im ersten Schritt ein Hals durch Dünnen des Stäbchens erzeugt. Im zweiten Schritt wurde das Stäbchen durch Ätzen am Hals getrennt und so eine Spitze hergestellt [40,41].



Abb. 3.5: Atomsonde am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung

3.3.4 Zugversuch

Die Untersuchung der Festigkeits- bzw. Duktilitätseigenschaften der Aermet 100 Legierung und des W720 erfolgte durch einachsige Zugversuche. Diese wurden nach der Norm EN ISO 6892-1 [42] mit einer elektromechanischen Prüfmaschine des Typs Zwick Z250 durchgeführt. Die Kraftmessung erfolgte mit einer 250 kN Kraftmessdose, die Dehnung wurde mit einem berührenden Makrowegaufnehmer gemessen. Als Probengeometrie wurde eine proportionale Rundprobe, wie in Abb. 3.6 abgebildet, mit einer Anfangsmesslänge L_0 von 40mm und einem Durchmesser d_0 von 8mm gewählt. Die Prüfung der Zugproben erfolgte bis zum Bruch. Zur Bestimmung der Einschnürung wurde der Durchmesser der gebrochenen Probe an zwei verschiedenen Stellen an der Bruchfläche vermessen.

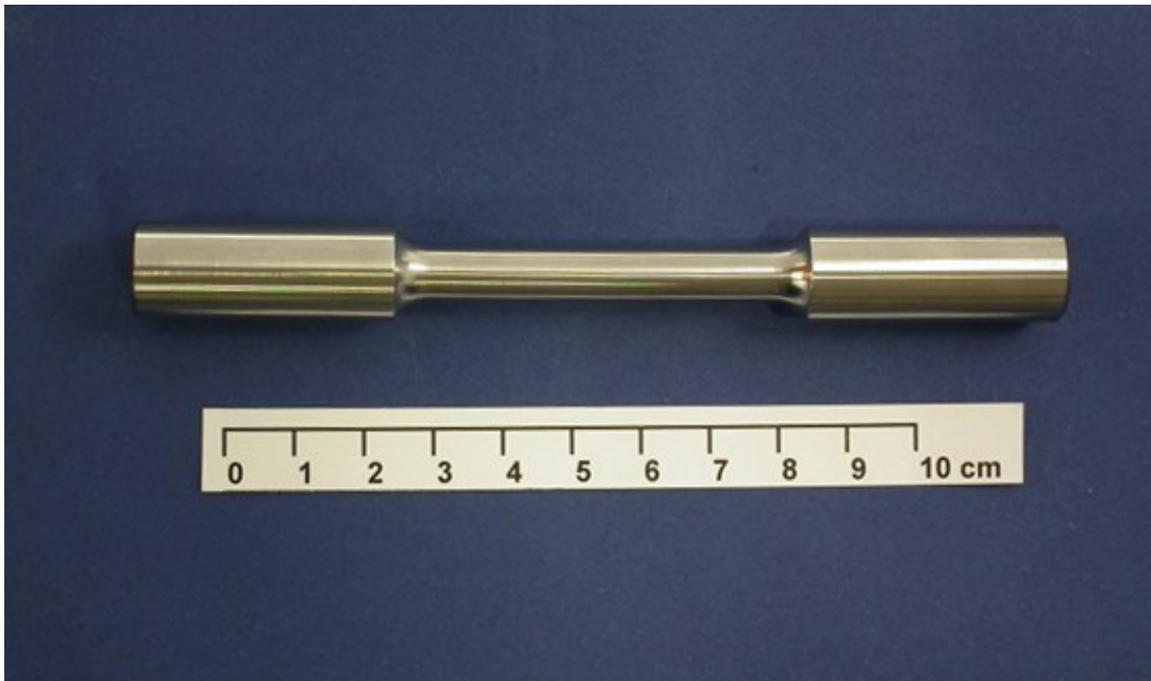


Abb. 3.6: Zugprobe

3.3.5 Kerbschlagbiegeversuch

Die Durchführung der Kerbschlagbiegeversuche erfolgte an einem Pendelschlagwerk der Firma Zwick mit einem Arbeitsvermögen von 300 J an ISO-V-Normprobe nach der Norm EN 10045-1 [43].

3.3.6 Prüfung der Bruchzähigkeit (K_{IC})

Zur Untersuchung der Bruchzähigkeit der Aermet 100 Legierung und des W720 sind K_{IC} -Versuche durchgeführt worden. Dies erfolgte nach der Norm ASTM E399-09 [44]. Da das Probenmaterial des Aermet 100 nur beschränkt vorhanden war, wurde als Probengeometrie beider Materialien, wie in Abb. 3.7 abgebildet, eine CT-Probe mit einer Dicke B von 16 mm und einer Breite W von 32 mm verwendet. Die Proben wurden aus einer L-C Lage entnommen.

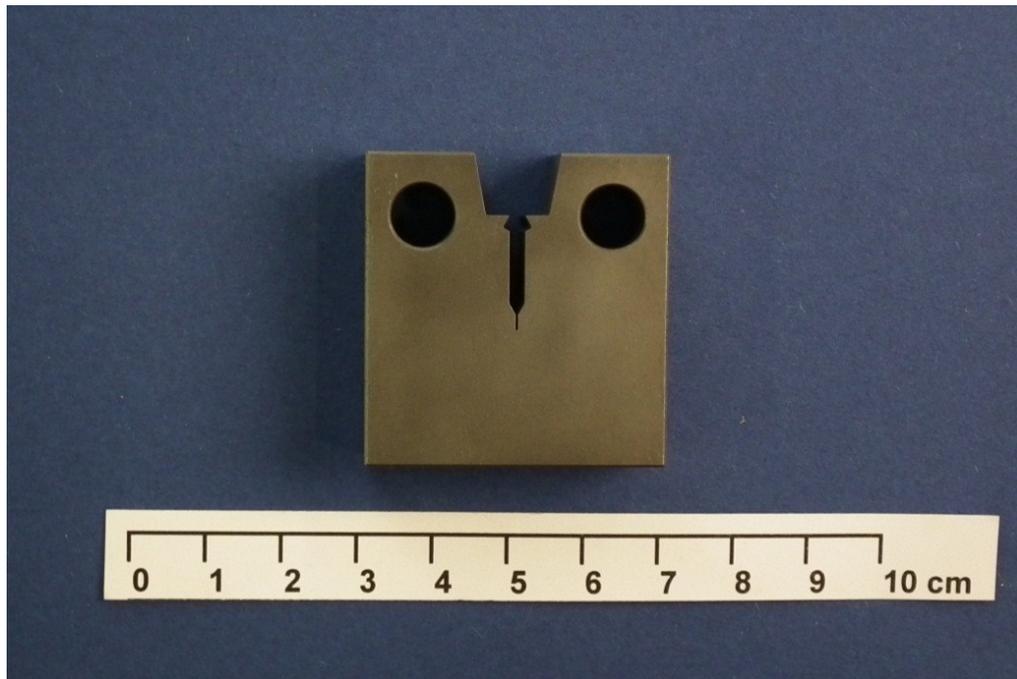


Abb. 3.7: CT-Probe

Das Anschwingen erfolgte an einer servohydraulischen Prüfmaschine der Firma Instron des Typs 8803. Der Versuchsaufbau ist in Abb. 3.8 dargestellt. Das Anschwingen der Proben des W720 erfolgte unter Druck mit einer Spannungsintensitätsschwingbreite ΔK von $160 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und einem Spannungsverhältnis R von 10. Da durch diese Spannungsintensitätsschwingbreite bei den Proben der Aermet 100 Legierung nur sehr kurze Risse erzeugt wurden, erfolgte bei diesen das Anschwingen bei einer Spannungsintensitätsschwingbreite von $190 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ bei demselben Spannungsverhältnis. Dabei wurden Ermüdungsrisslängen von $400 - 500 \mu\text{m}$ erreicht. Alle Anschwingvorgänge fanden im Bereich von 10^4 bis 10^5 Zyklen statt.

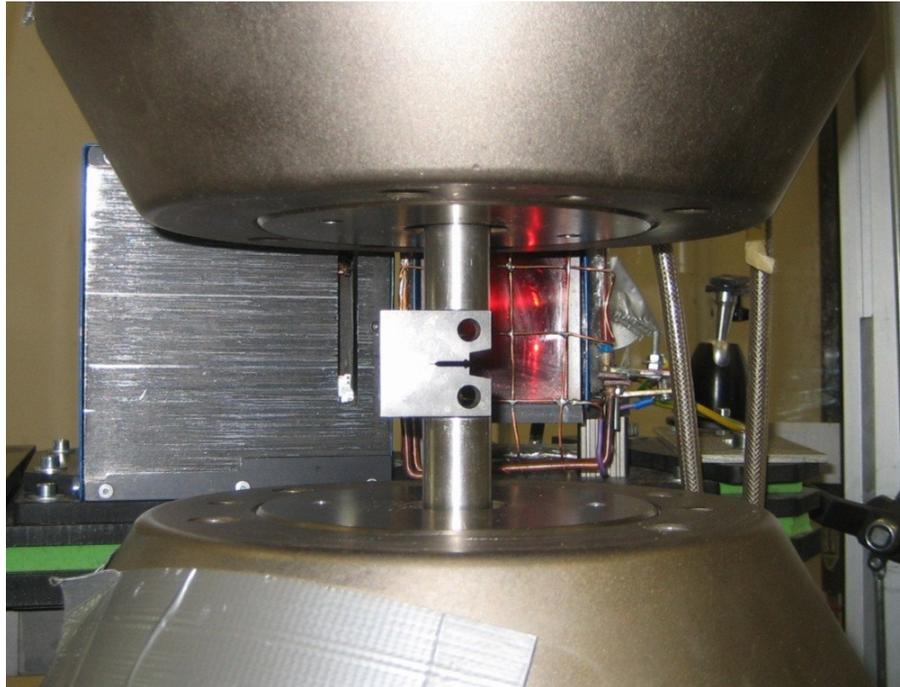


Abb. 3.8: Anschwingen der CT-Proben mit Hilfe des Instron Hydropulsers 8803

Das Brechen der K_{IC} -Proben mit scharfem Anriss erfolgte an einer elektromechanischen Prüfmaschine des Typs Zwick Z250. Die Proben wurden über Bolzen mit einem Durchmesser von 7,9 mm gespannt. Die Messung der Kerbaufweitung der Probe erfolgte mit einem Clip-on der Firma Sandner. Zusätzlich wurde, aufgrund des begrenzt vorhandenen Probenmaterials des Aermet 100, für eine mögliche Auswertung mit Hilfe der Gleichstrompotentialmethode die Rissverlängerung während des Versuches über das Potential mitgemessen. Der Messaufbau ist in Abb. 3.9 dargestellt. Die Prüfgeschwindigkeit betrug 0,2 kN/s.

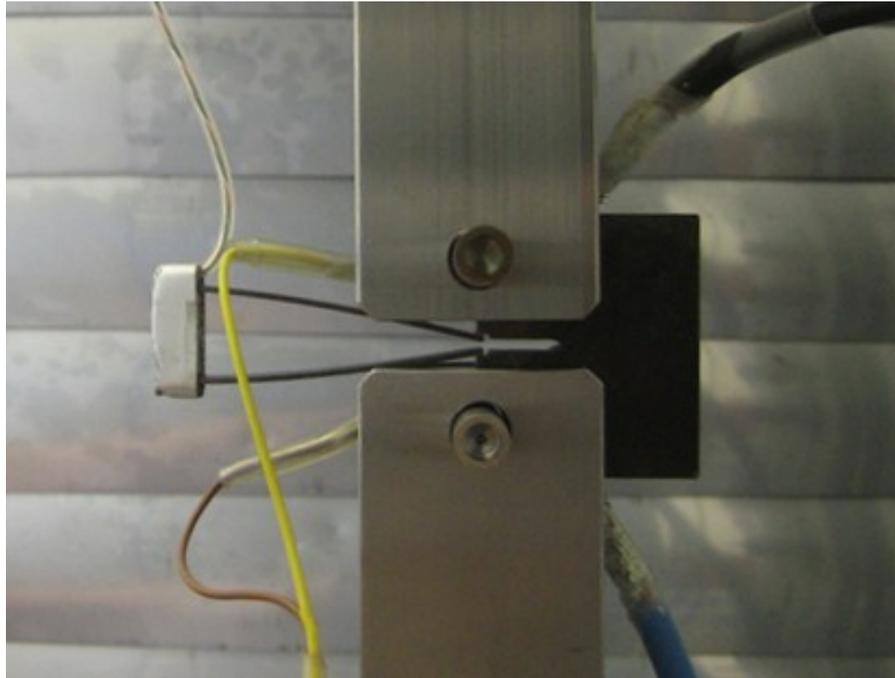


Abb. 3.9: Versuchsaufbau der K_{IC}-Prüfung

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Thermo-Calc

Die Aermet 100 Legierung wurde mittels thermodynamischer Gleichgewichtsberechnungen hinsichtlich der auftretenden Phasen bei der jeweiligen Lösungsglüh­temperatur mit Thermo-Calc untersucht. Dazu wurde die Datenbank TOOL08 herangezogen. Diese Datenbank ist eine spezielle Datenbank für Werkzeugstähle, die von der Firma Böhler Edelstahl verwendet wird. Die Abb. 4.1 zeigt die im Gleichgewicht vorliegenden Phasen in Abhängigkeit der Temperatur. Im Bereich der angewandten Lösungsglüh­temperatur von 885°C ist der Werkstoff im Gleichgewicht vollständig austenitisch. Das Stabilitätsgebiet der M_7C_3 Karbide liegt zwischen ca. 740 und 870°C. Erst bei Temperaturen unter 800°C sind $M_{23}C_6$ und M_6C Karbide stabil.

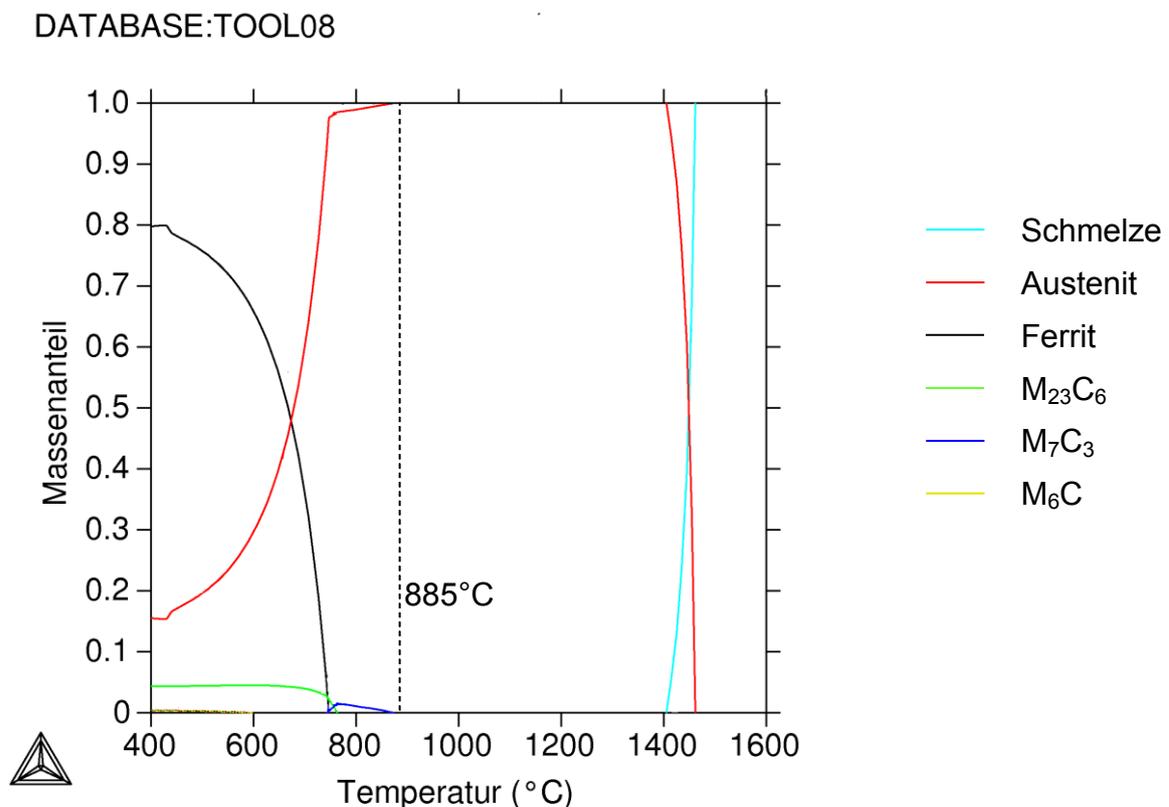


Abb. 4.1: Auftretende Phasen in Abhängigkeit der Temperatur der Aermet 100 Legierung

4.2 Untersuchung des Härte-Auslagerungsverhaltens und des Gefüges der Versuchslegierungen

Zur Analyse der Versuchslegierungen wurden Härte- und Restaustenitmessungen durchgeführt. Das Gefüge dieser Legierungen wurde mit Hilfe des Lichtmikroskops analysiert. Dabei wurden der Einfluss des Kobaltgehaltes und der Tiefkühlbehandlung sowie das Auslagerungsverhalten untersucht.

4.2.1 Ergebnisse der Restaustenitmessungen

Die Ergebnisse der Restaustenitmessungen der Versuchslegierungen mit Tiefkühlen (TK) sind in Abb. 4.2 dargestellt. Diese Legierungen weisen über den ganzen Temperaturbereich niedrige Austenitgehalte von maximal 9,3 % auf. Je geringer der Kobaltanteil in der Legierung ist, desto höhere Mengen an Restaustenit treten in der Legierung nach dem Tiefkühlen und nach dem Auslagern bis zu Temperaturen von einschließlich 450 °C auf. Die Legierungen A100-11 und A100-13 zeigen nach dem Tiefkühlen bzw. bis zu Auslagerungstemperaturen von 480 °C gleichbleibend einen äußerst geringen Restaustenitgehalt.

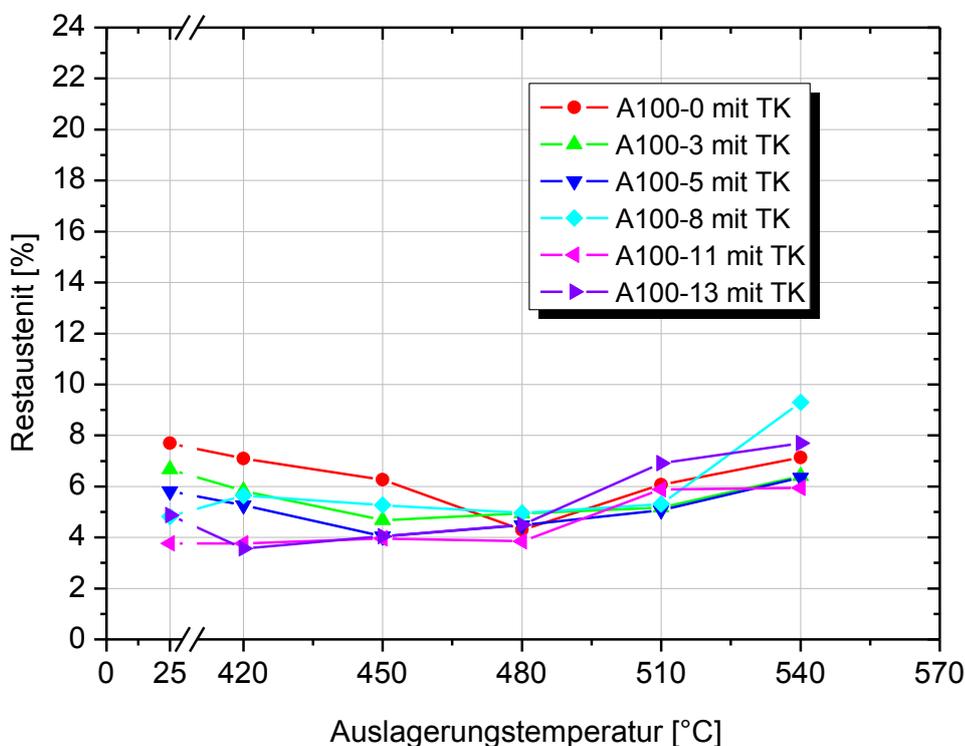


Abb. 4.2: Restaustenitgehalt der Versuchslegierungen mit Tiefkühlen in Abhängigkeit der Auslagerungstemperatur

In Abb. 4.3 sind die Ergebnisse der Restaustenitmessungen der Legierungen ohne Tiefkühlen dargestellt. Die Legierungen ohne Tiefkühlen weisen nach dem Lösungsglühen hohe Restaustenitgehalte auf. Im weiteren Verlauf zeigen diese Kurven im Allgemeinen einen Anstieg des Austenitgehaltes bis 420°C, wobei bei den Legierungen mit hohem Kobaltgehalt ein geringerer Anstieg zu beobachten ist. Bei der Legierung A100-13 ist sogar eine Reduktion des Austenitgehaltes feststellbar. Die Legierung A100-0 weist bei dieser Temperatur einen maximalen Restaustenitgehalt von 22,3 % auf. Bis zu einer Auslagerungstemperatur von einschließlich 450°C ist ein starker Einfluss des Kobaltgehaltes auf die Restaustenitgehalte festzustellen, da diese stark differieren. Dabei weisen wiederum die Legierungen mit zunehmendem Kobaltgehalt geringere Austenitmengen auf.

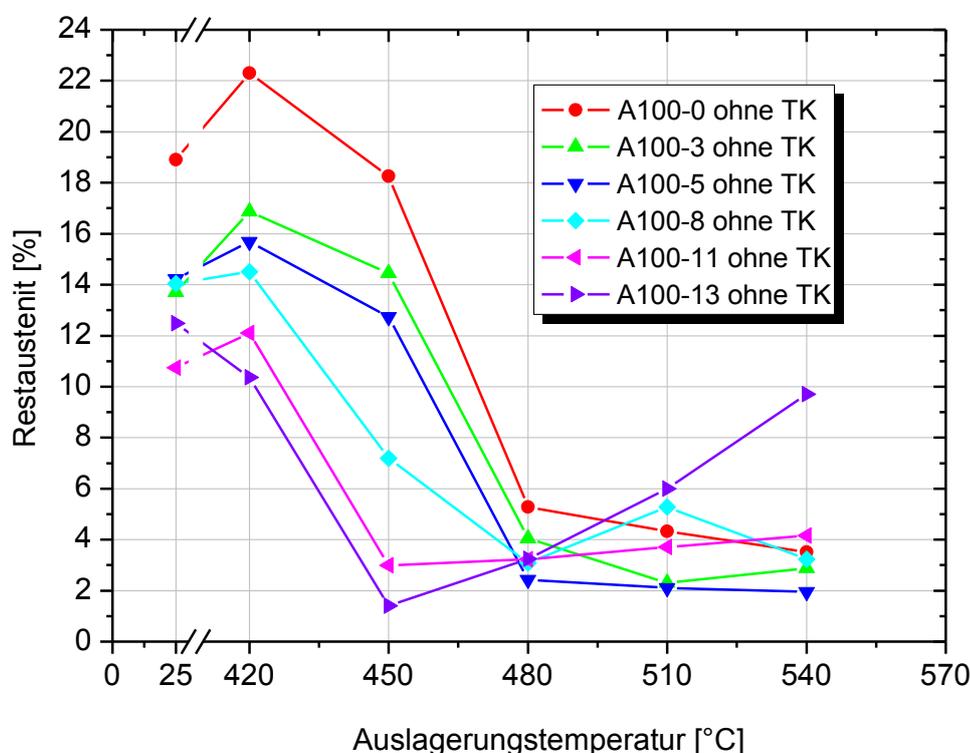


Abb. 4.3: Restaustenitgehalt der Versuchslegierungen ohne Tiefkühlen in Abhängigkeit der Auslagerungstemperatur

Bei einer Auslagerungstemperatur von 480°C liegen die Austenitgehalte aller Legierungsvarianten mit und ohne Tiefkühlen bei 2,4 - 5,3 %. Danach steigt die Austenitmenge vor allem bei den tiefgekühlten Legierungen leicht an.

Im Gegensatz dazu, dass bei Temperaturen unter 480°C mit zunehmendem Kobaltgehalt ein geringerer Restaustenitgehalt beobachtet wird, ist bei

Auslagerungstemperaturen über 480°C kein einheitlicher Trend in Bezug auf den Kobaltanteil zu erkennen.

Die nicht tiefgekühlten Legierungen zeigen bis 450°C wesentlich höhere Restaustenitgehalte als die Legierungen, die tiefgekühlt wurden. Bei Temperaturen über 480°C liegen geringe Austenitgehalte von unter 10 % vor. Jedoch ist kein Einfluss der Tiefkühlbehandlung mehr zu beobachten.

4.2.2 Ergebnisse des Härte-Auslagerungsverhaltens der Versuchslegierungen

In Abb. 4.4 sind die Härteverläufe der tiefgekühlten Versuchslegierungen und in Abb. 4.5 die der nicht tiefgekühlten Legierungen dargestellt. Vergleichende Betrachtungen zeigen, dass die nicht tiefgekühlten Legierungen geringere Härtewerte im Bereich bis 450°C aufweisen. Bei der dem Werkstoff Aermet 100 angelehnten Legierung A100-13 wurden bei einer Auslagerungstemperatur von 480°C keine Unterschiede in den Härtewerten zwischen der tiefgekühlten und der nicht tiefgekühlten Variante festgestellt. Bei Auslagerungstemperaturen von 510°C und darüber sind im Gegensatz dazu, wie der Abb. 4.6 zu entnehmen ist, die Legierungen ohne Tiefkühlen härter.

Die Legierungen mit geringerem Kobaltgehalt A100-0 bis A100-5 mit und ohne Tiefkühlen zeigen bei 420°C einen starken Härteabfall im Vergleich zur Härte nach dem Tiefkühlen bzw. nach dem Lösungsglühen, siehe Abb. 4.4 und Abb. 4.5. Die tiefgekühlten Legierungen A100-0 bis A100-5 zeigen außerdem ein Abflachen der Kurve zwischen 420 und 510°C. Ein ausgeprägtes Härtemaximum ist bei diesen Varianten dadurch nicht mehr zu erkennen. Im Vergleich dazu zeigen diese Legierungen ohne Tiefkühlen bei einer Auslagerungstemperatur von 480°C einen starken Anstieg der Härtewerte. Zudem wird das Härtemaximum, im Vergleich zu den Legierungen, die viel Kobalt enthalten, zu höheren Temperaturen verschoben.

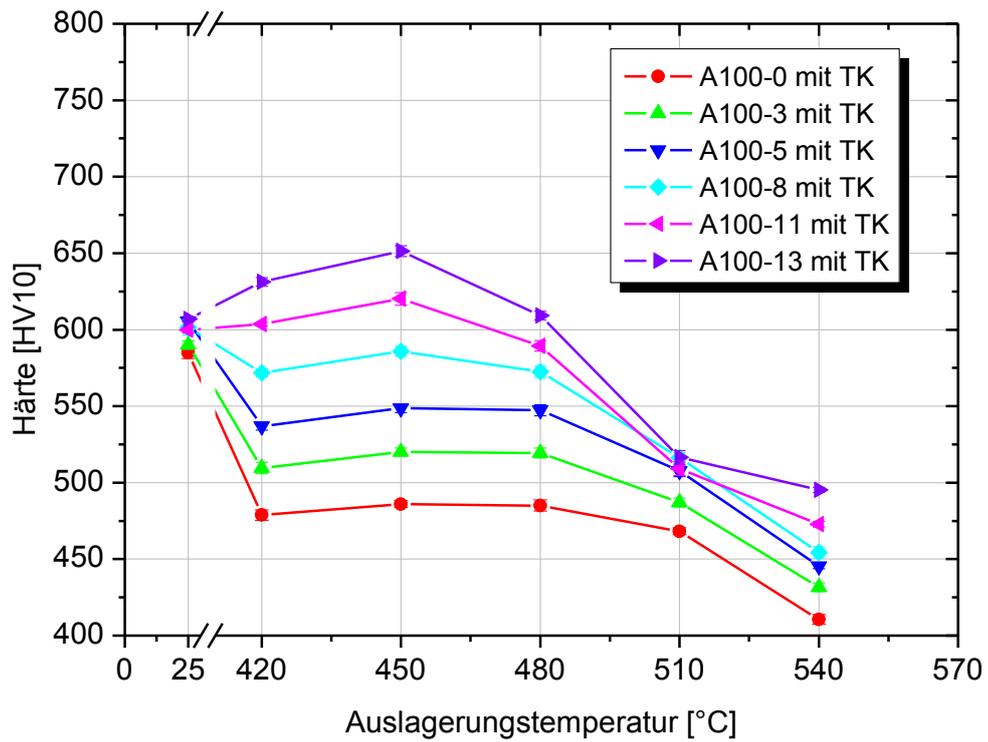


Abb. 4.4: Härte-Auslagerungsverhalten der Versuchslegierungen mit Tiefkühlen

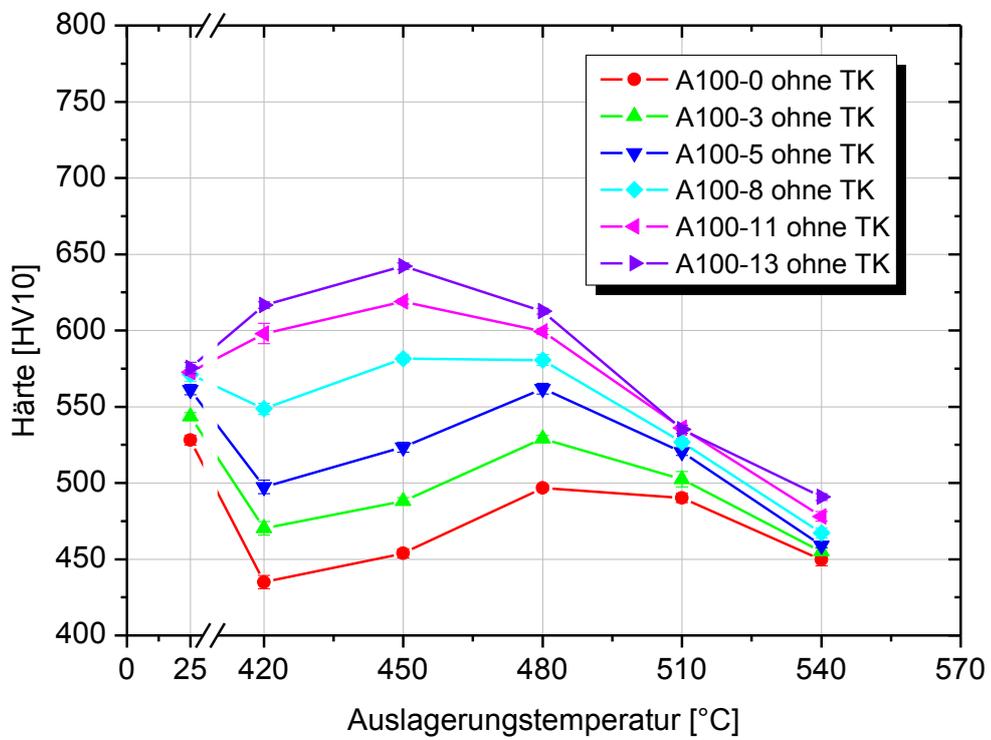


Abb. 4.5: Härte-Auslagerungsverhalten der Versuchslegierungen ohne Tiefkühlen

Die Härte nimmt mit steigendem Kobaltgehalt zu. Dies zeigt sich bei allen Auslagerungstemperaturen. Ein besonders starker Einfluss des Kobalts auf die Härte liegt im Bereich von 420 bis 480°C vor. Dieses wird auch in der Abb. 4.6 wiedergegeben, die die Härte in Abhängigkeit des Kobaltgehaltes zeigt. Es liegt ein linearer Zusammenhang zwischen Härte und Kobaltgehalt vor, wobei die größte Steigung bzw. die größte Härtezunahme zwischen 420°C und 480°C zu verzeichnen ist.

Auch im Zustand ohne Auslagern ist ein leichter Härteanstieg mit zunehmendem Kobaltgehalt zu verzeichnen. Ab Temperaturen von 480°C ist kaum ein Einfluss des Kobaltgehaltes auf die Härte festzustellen. Das Härtemaximum befindet sich bei allen Legierungen zwischen 450 und 480°C.

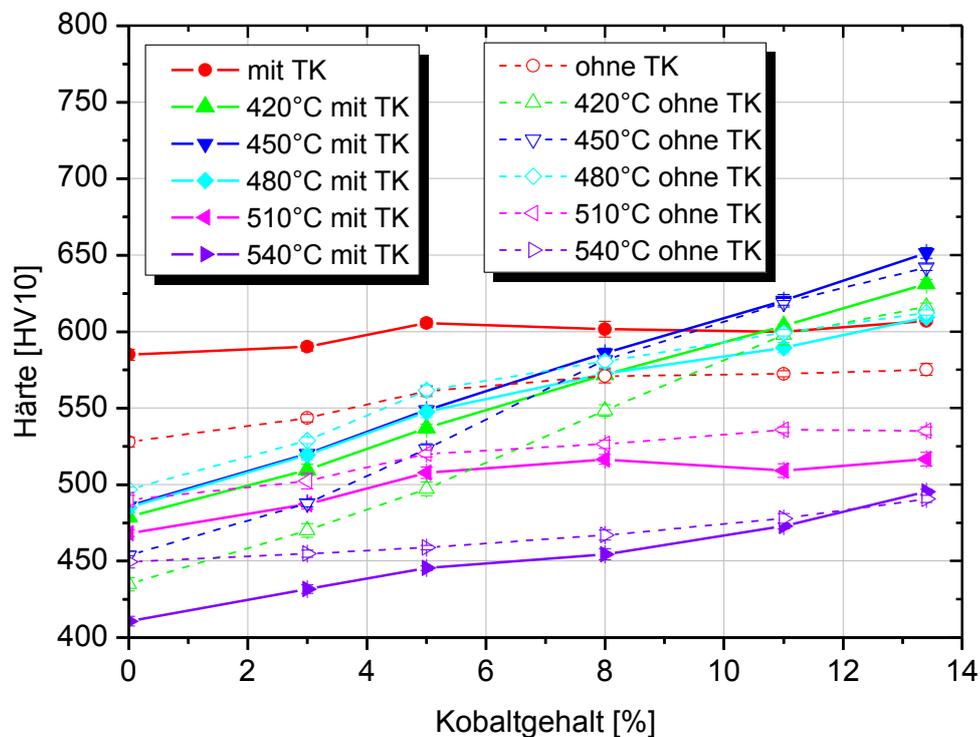


Abb. 4.6: Härte in Abhängigkeit des Kobaltanteils und verschiedener Auslagerungstemperaturen

4.2.3 Ergebnisse der lichtmikroskopischen Untersuchungen

Das Gefüge der Versuchslegierungen wurde mittels Lichtmikroskop an vier verschiedenen Zuständen pro Tab untersucht. Dabei wurden die Zustände ohne Auslagern und mit Auslagern bei 480°C jeweils mit und ohne Tiefkühlen ausgewählt. Da nur geringe Unterschiede zwischen den einzelnen Legierungsvarianten zu erkennen waren und keine Unterschiede durch das Tiefkühlen festgestellt wurden, sind in dieser Arbeit nur die Gefügaufnahmen der tiefgekühlten Legierungen A100-0 und A100-13 in der Abb. 4.7 und der Abb. 4.8 dargestellt.

Das Gefüge aller lichtmikroskopisch untersuchten Wärmebehandlungsvarianten der Versuchslegierungen ist martensitisch. Große Unterschiede in der Erscheinungsform des Martensits ergeben sich durch das Auslagern. In den höherlegierten Varianten, wie z.B. bei der Legierung A100-13, sind feine schwarze Punkte zu beobachten. Diese Punkte können Karbide oder Einschlüsse darstellen. Im Allgemeinen ist zu vermerken, dass je geringer der Kobaltanteil der Legierung ist, desto weniger Karbide bzw. Einschlüsse zu erkennen sind. In der Aufnahme der ausgelagerten A100-13 Legierung sind Seigerungen zu beobachten.

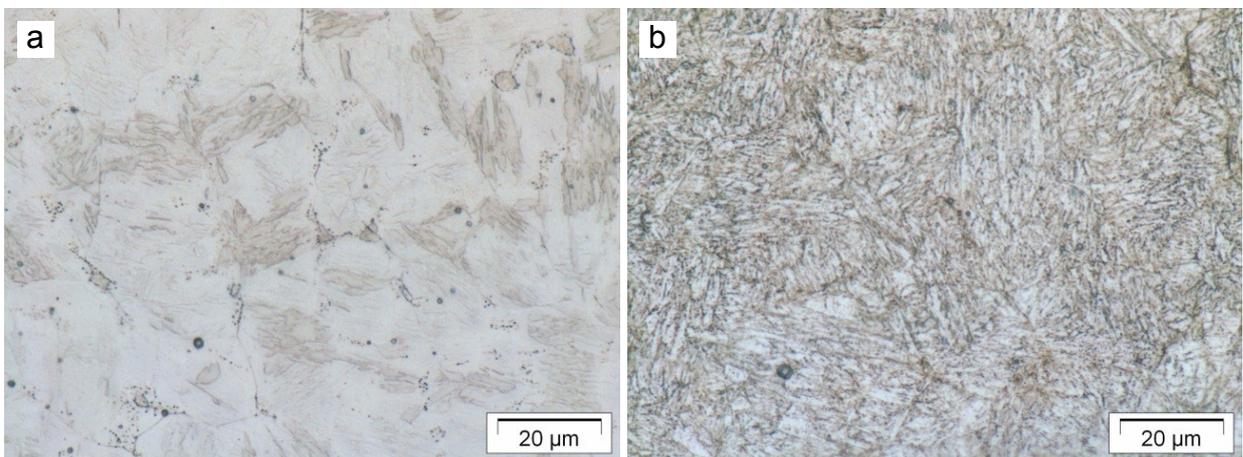


Abb. 4.7: Lichtmikroskopische Gefügaufnahmen der A100-0 Legierung mit Tiefkühlen, a) ohne Auslagern, b) Auslagern bei 480°; die Proben wurden mit Nital geätzt

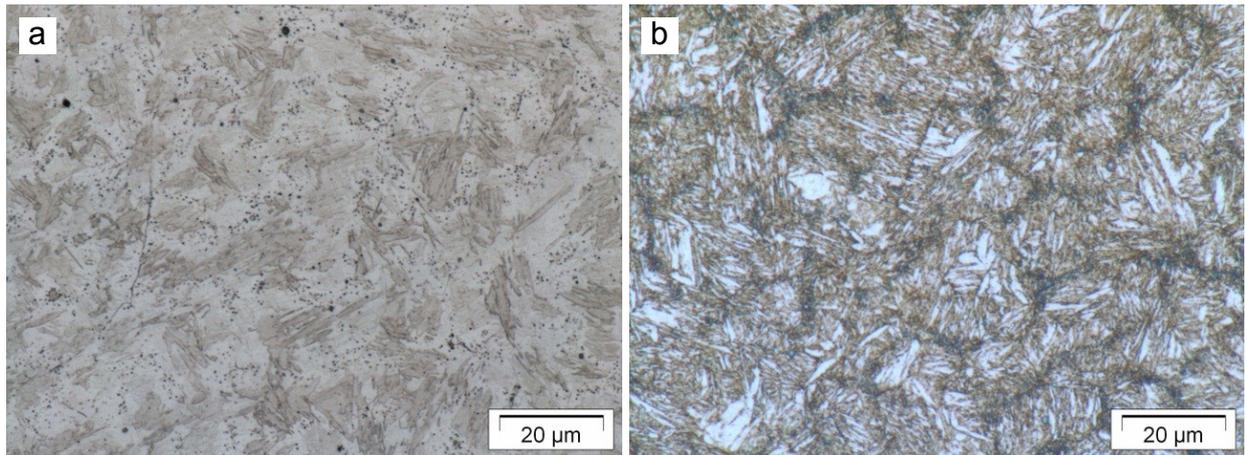


Abb. 4.8: Lichtmikroskopische Gefügaufnahmen der A100-13 Legierung mit Tiefkühlen, a) ohne Auslagern, b) Auslagern bei 480°; die Proben wurden mit Nital geätzt

4.2.4 Diskussion der Ergebnisse aus den Versuchslegierungen

Durch Untersuchungen der Austenitmengen in den Versuchslegierungen wurde festgestellt, dass Kobalt im Allgemeinen zur Reduzierung der Austenitgehalte in der Legierung beiträgt. Kobalt bewirkt eine Erhöhung der M_s Temperatur [8]. Dies wirkt sich besonders stark beim Abkühlen nach dem Lösungsglühen und beim Auslagern bis 450°C bei den nicht tiefgekühlten Varianten aus. Bei den tiefgekühlten Wärmebehandlungsvarianten ist dieser Einfluss auch festzustellen. Da aber die Gehalte bereits sehr gering sind, sind die Unterschiede in den Austenitmengen nicht besonders ausgeprägt. Zu bemerken ist, dass die tiefgekühlten Legierungen A100-11 und A100-13 (entspricht der chemischen Zusammensetzung der Aermet 100 Legierung) bis zu einer Auslagerungstemperatur von 480°C sehr niedrige Austenitmengen bis maximal 5 % enthalten. Bei diesen Legierungen findet durch das Auslagern keine oder nur eine geringe Reduktion des Austenitgehaltes im Vergleich zum Austenitgehalt nach dem Tiefkühlen statt. Daher kommt es bei diesen Legierungen durch das Auslagern zu keiner oder nur zu geringer Martensitbildung. Der Anstieg des Austenitgehaltes bei Auslagerungstemperaturen von über 480°C ist auf das Ausscheiden von rückumgewandeltem Austenit zurückzuführen [2].

Durch eine Tiefkühlbehandlung wird bis zu Auslagerungstemperaturen von 450°C eine deutliche Reduktion des Restaustenitgehaltes beobachtet, da dieser Restaustenit durch Tiefkühlen in Martensit umwandelt. Im Gegensatz dazu und zur Literatur [2,9], wird bei Auslagerungstemperaturen bei 480°C kein Einfluss des Tiefkühlens festgestellt. Im Weiteren ist auch bei Temperaturen von über 480°C kein Einfluss des Tiefkühlens feststellbar. Bei höheren Auslagerungstemperaturen könnte

ein zweiter Mechanismus der Martensitbildung vorliegen. Bei diesem wird nicht nur durch Tiefkühlen Austenit in Martensit umgewandelt, sondern auch durch das Auslagern.

In Bezug auf das Härte-Auslagerungsverhalten wird festgestellt, dass Kobalt die Härte im Allgemeinen erhöht. Kobalt fördert neben der Reduzierung des Austenitanteils auch die Bildung der Sekundärhärtekarbide durch eine hohe Versetzungsdichte und durch eine Erhöhung der Aktivität des Kohlenstoffs [8,20,23]. Daher ist der stärkste Einfluss des Kobaltgehaltes zwischen den Auslagerungstemperaturen von 420 bis 480 °C zu finden. In diesem Bereich erfolgt nicht nur die Bildung der Sekundärhärtekarbide, sondern es sind auch die stärksten Unterschiede durch den Einfluss des Kobalts im Austenitgehalt feststellbar.

Die Legierungen, die höhere Kobaltgehalte aufweisen, zeigen im Zustand ohne Auslagern höhere Härtewerte. Dies ist auf Mischkristallverfestigung und eine höhere Versetzungsdichte durch den höheren Kobaltgehalt zurückzuführen [20], da es in diesem Zustand zu keiner Bildung von Sekundärhärtekarbiden kommt. Zusätzlich verringert sich auch der Einfluss des Kobalts bei über 510°C, da nach Ayer et al. [2] die Karbide bereits vergrößern.

Die Unterschiede in den Härtewerten der tiefgekühlten und nicht tiefgekühlten Legierungsvarianten bis 450°C sind auf die größeren Austenitmengen in den Legierungen ohne Tiefkühlen zurückzuführen. Eine Auslagerungstemperatur von 480°C bei der dem Werkstoff Aermet 100 angelehnten Legierung A100-13 ergab kaum einen Unterschied der Härte, da auch die Austenitgehalte fast die gleichen Werte aufwiesen. Bei Temperaturen von 510°C und darüber sind im Gegensatz dazu, wie in Abb. 4.6 dargestellt, die Legierungen ohne Tiefkühlen härter. Die Austenitmengen in beiden Wärmebehandlungsvarianten sind ähnlich. Jedoch entsteht durch die starke Reduktion des Austenitgehaltes der nicht tiefgekühlten Legierungen „frischer“ Martensit.

Das Verschieben des Härtemaximums und der starke Anstieg der Härte bei 480°C bei den nicht tiefgekühlten Legierungen sind neben der Bildung der Sekundärhärtekarbide auch auf das Umwandeln von Austenit in Martensit zurückzuführen. Im Allgemeinen ist zu erwähnen, dass der Verlauf der Härte bei den Legierungen mit Tiefkühlen vor allem durch das Ausscheiden der Sekundärhärtekarbide geprägt wird, wohingegen die Härte der Legierungen ohne Tiefkühlen auch durch die Veränderung des Austenitgehaltes beeinflusst wird.

Die Ergebnisse der Austenit- und Härtemessungen zeigen starke Unterschiede durch Variation im Kobaltgehalt. Durch die lichtmikroskopischen Untersuchungen wurden jedoch kaum Veränderungen durch den Kobaltgehalt bzw. im Gefüge festgestellt, da weder die Sekundärhärtekarbide noch Veränderungen im Austenitgehalt feststellbar sind. Jedoch sind bei den Legierungsvariationen mit höherem Kobaltgehalt mehr Karbide bzw. Einschlüsse im Gefügebild zu erkennen. Gründe für die große Anzahl an Einschlüssen könnten der Herstellungsprozess und die Zusammensetzung der Versuchslegierungen sein. Die Herstellung erfolgte, wie in 3.1.1 beschrieben, durch Abgießen der Legierung in Form von Tabs. Zusätzlich wurde den Versuchslegierungen im Vergleich zur Aermet 100 Legierung noch Mangan und Silizium beigegeben, wodurch weitere Einschlüsse gebildet werden.

4.3 Untersuchung der Härte und des Gefüges der Aermet 100 Legierung

4.3.1 Ergebnisse der Härte- und Restaustenitmessungen

Die Ergebnisse der Restaustenituntersuchungen und der Härtemessungen der Gefügeproben der Aermet 100 Legierung sind in der Tabelle 4.1 dargestellt. Probe A stellt den Zustand nach dem Lösungsglühen dar. Diese Wärmebehandlungsvariante weist einen hohen Restaustenitanteil von 7,1 % und zugleich eine geringe Härte von 50,8 HRC auf. Durch eine darauffolgende Tiefkühlbehandlung oder bzw. und Auslagerung der Proben wird der Austenitgehalt stark reduziert. Zwischen den Proben B, C und D besteht nur ein geringer Unterschied im Austenitgehalt. Probe B weist eine Härte von 53 HRC auf. Die ausgelagerten Proben C und D erreichen, unabhängig davon ob eine Tiefkühlbehandlung angewandt wurde, eine Härte von 55,5 HRC.

Tabelle 4.1: Härtewerte und Austenitanteile der unterschiedlichen Wärmebehandlungsvarianten der Gefügeproben

| Bezeichnung | Wärmebehandlung | | Härte | Austenit |
|-------------|-----------------|------------|-----------|----------|
| | Tiefkühlen | Auslagern | HRC | [%] |
| A | - | - | 50,8 ±0,1 | 7,1 |
| B | -73°C/ 1 h | - | 53,0 ±0,5 | 3,9 |
| C | - | 482°C/ 5 h | 55,5 ±0,3 | 3,1 |
| D | -73°C/ 1 h | 482°C/ 5 h | 55,5 ±0,4 | 2,7 |

4.3.2 Ergebnisse der lichtmikroskopischen Untersuchungen und der Analyse des Einschlussgehaltes

In der Abb. 4.9 sind die Gefügebilder der vier Wärmebehandlungsvarianten der Gefügeproben dargestellt. Das Gefüge zeigt in jeder Wärmebehandlungsvariante eine martensitische und homogene Struktur. Es ist, wie auch schon bei den Versuchslegierungen, kein Unterschied im Gefüge durch die Tiefkühlbehandlung feststellbar, jedoch ergeben sich durch das Auslagern deutliche Unterschiede im Ätzangriff.

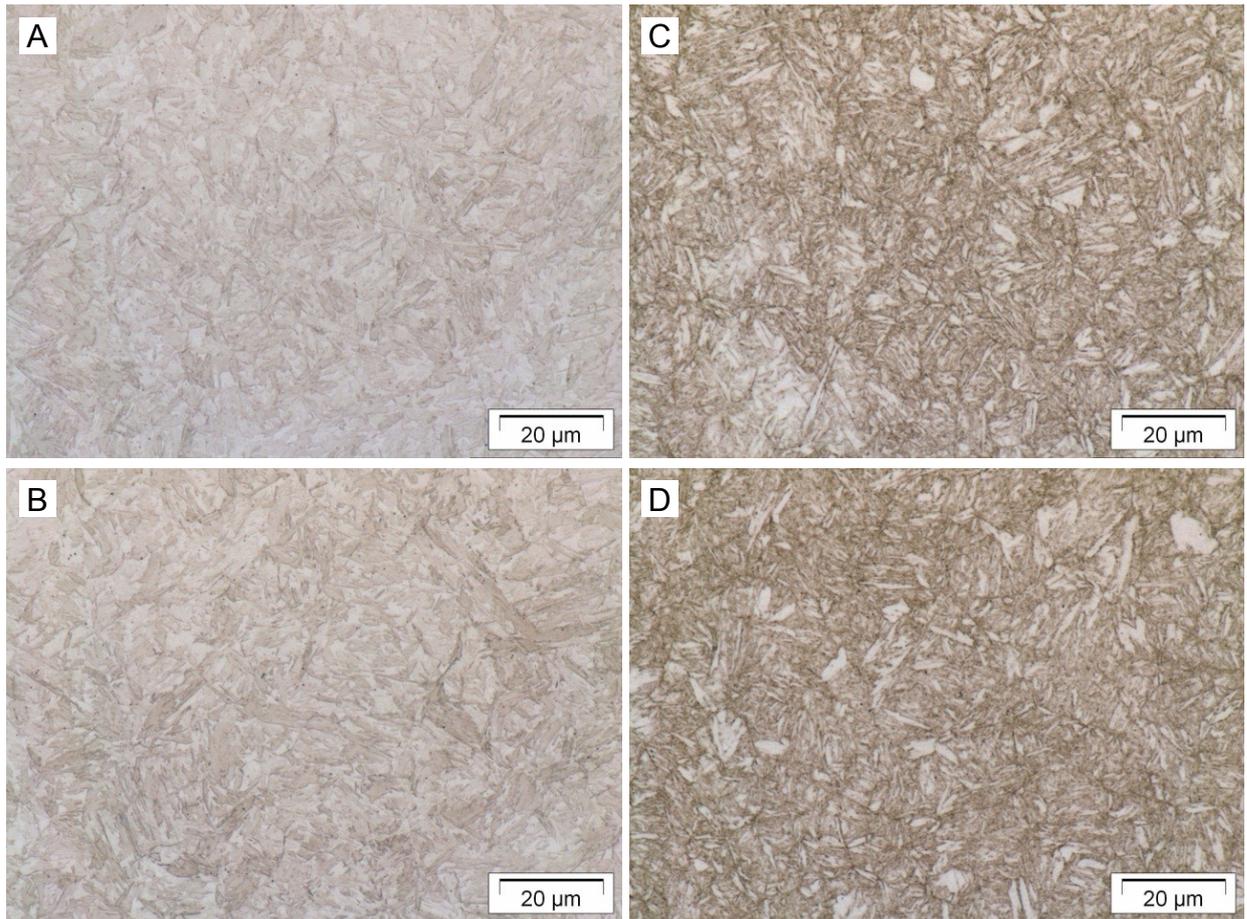


Abb. 4.9: Lichtmikroskopische Gefügaufnahmen der Aermet 100 Legierung, A) ohne Tiefkühlen, ohne Auslagern, B) mit Tiefkühlen, ohne Auslagern, C) ohne Tiefkühlen, Auslagern bei 482°C, D) mit Tiefkühlen, Auslagern bei 482°C; die Proben wurden mit Nital geätzt

Die Analyse des Einschlussgehaltes der Aermet 100 Legierung wurde bei Böhler Edelstahl nach der Norm ASTM E45 durchgeführt [45]. In der Tabelle 4.2 und der Tabelle 4.3 sind die Ergebnisse dargestellt. Die Analyse erfolgte in der Mitte und am Rand der für Böhler abgetrennten Scheibe des Rundmaterials. Dabei wurden vor allem kugelförmige Einschlüsse im Bereich von bis zu maximal 8 µm Durchmesser (Dt) festgestellt. Vereinzelt sind auch aluminiumhaltige Einschlüsse (Bt) zu verzeichnen.

Tabelle 4.2: Auswertung der Einschlüsse in der Mitte des Probenmaterials (Fläche: 130,4 mm²)

| ASTM E 45 Methode D - Einschlussauswertung Rechteck | | | | | | | | |
|-----------------------------------------------------|----|----|----|----|----|----|-----|----|
| | At | Ah | Bt | Bh | Ct | Ch | Dt | Dh |
| 0,5 | 0 | 0 | 2 | 0 | 0 | 0 | 131 | 4 |
| 1,0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 3 | 0 |
| 1,5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2,0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2,5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

Tabelle 4.3: Auswertung der Einschlüsse am Rand des Probenmaterials (Fläche: 161,6 mm²)

| ASTM E 45 Methode D - Einschlussauswertung Rechteck | | | | | | | | |
|-----------------------------------------------------|----|----|----|----|----|----|-----|----|
| | At | Ah | Bt | Bh | Ct | Ch | Dt | Dh |
| 0,5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 148 | 0 |
| 1,0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 2 | 0 |
| 1,5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2,0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2,5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

4.3.3 Ergebnisse der REM-Untersuchungen

Zur weiteren Bestimmung des Gefüges wurden die Gefügeproben der Aermet 100 Legierung mittels eines Feldemissions-Rasterelektronenmikroskops (REM) des Typs AURIGA der Firma Zeiss untersucht. Dabei wurden die martensitische Matrix sowie die Karbide und Einschlüsse mittels EDX (Energiedispersive Röntgenspektroskopie) analysiert. Die abgebildeten Aufnahmen und die EDX-Analysen entstammen der Gefügeprobe B und sind repräsentativ für alle Zustände der Gefügeproben.

In der Abb. 4.10 ist eine Aufnahme der martensitischen Matrix mit einigen Einschlüssen dargestellt. In der Abb. 4.11 ist eine EDX-Analyse des markierten Einschlusses abgebildet. Es ist zu entnehmen, dass es sich um einen lanthan-, cer-, sauerstoff- und schwefelreichen Einschluss handelt. Dieser Einschluss weist einen Durchmesser von etwa 1,75 µm auf. Die weiteren in Abb. 4.10 dargestellten Einschlüsse besitzen ähnliche chemische Zusammensetzungen. Die Kontraste bei einigen Einschlüssen (dunkle Bereiche im hellen Einschluss) weisen auf einen mehrphasigen Aufbau hin.

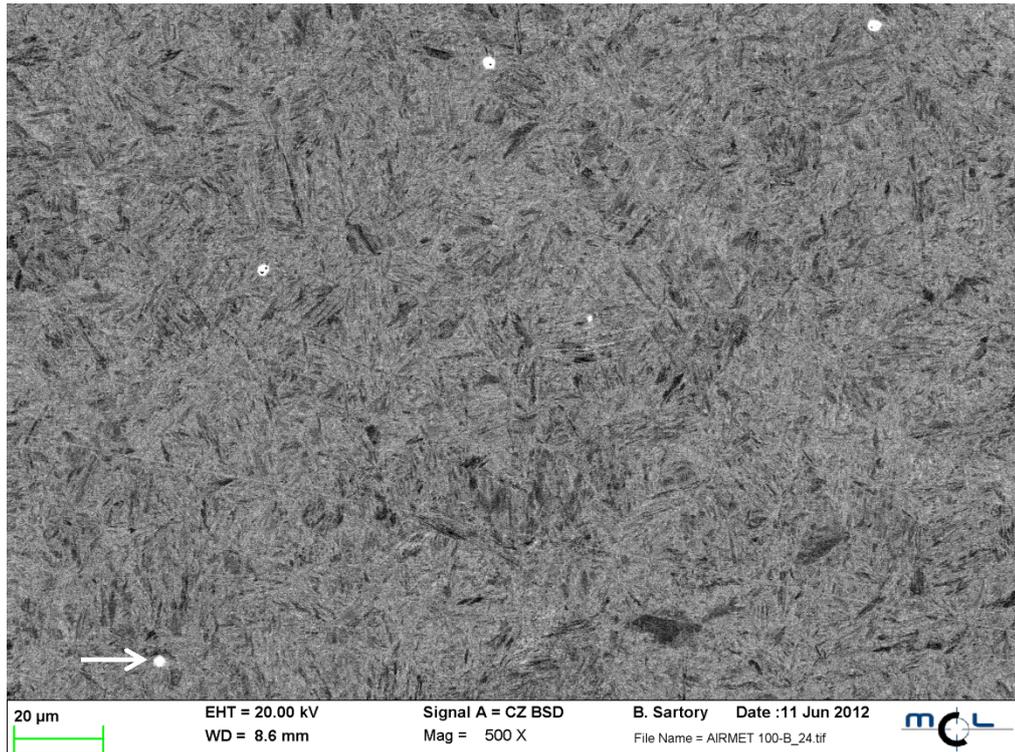


Abb. 4.10: REM-Gefügeaufnahme der martensitischen Matrix mit Einschlüssen (Pfeil)

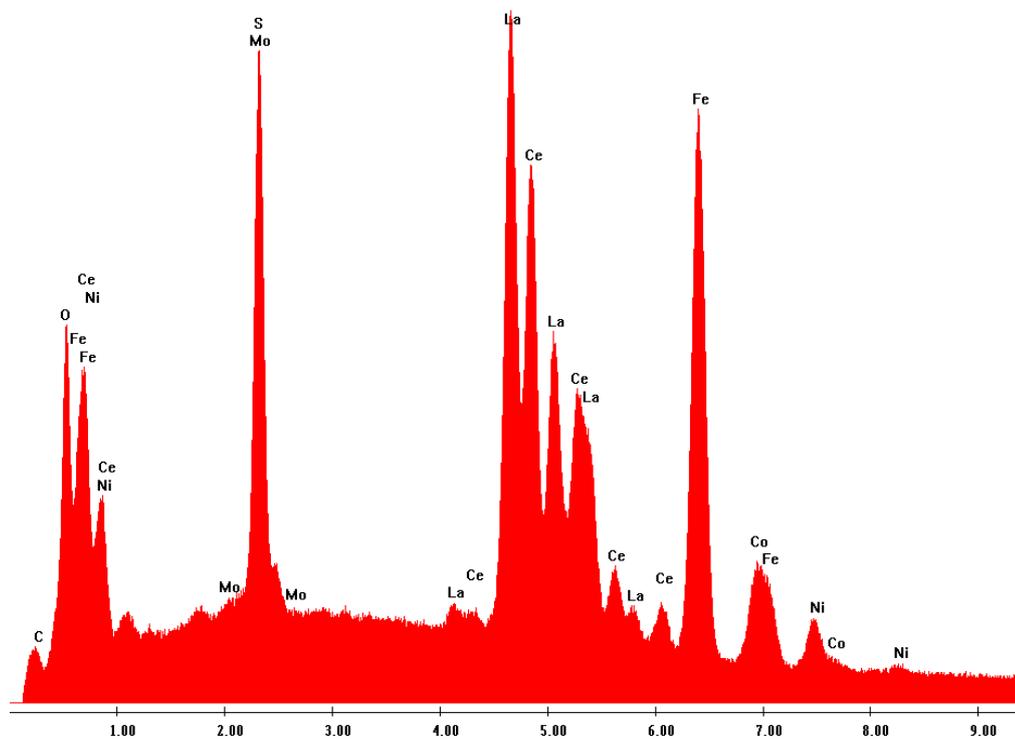


Abb. 4.11: EDX-Analyse des in Abb. 4.10 markierten Einschlusses

In Abb. 4.12 ist ein Karbid dargestellt. Die äußerst vereinzelt auftretenden Karbide in dieser Legierung sind wesentlich kleiner als die Einschlüsse. Dieses Karbid hat einen Durchmesser von ca. 115 nm. Eine EDX-Analyse dieses Karbids im Vergleich mit der Matrix ist in Abb. 4.13 dargestellt. Die Zusammensetzung der Matrix gibt die zu erwartende qualitative Zusammensetzung wieder. Das Karbid weist im Vergleich dazu einen höheren Chrom-, Molybdän- und Kohlenstoffgehalt auf.

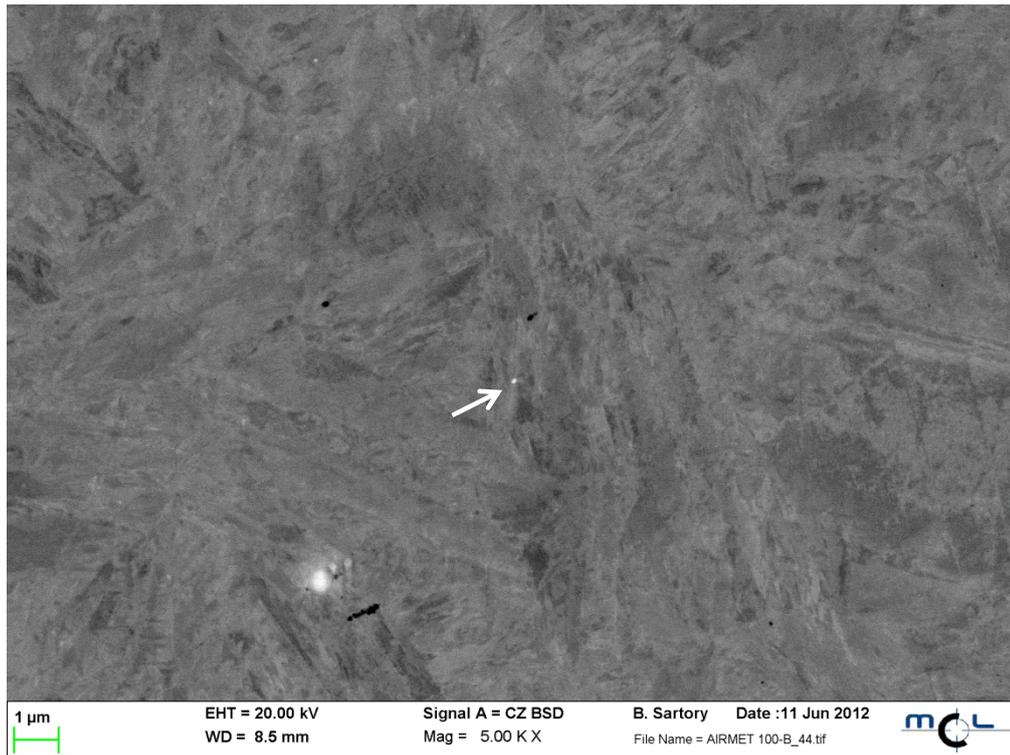


Abb. 4.12: REM-Aufnahme eines Karbids (Pfeil)

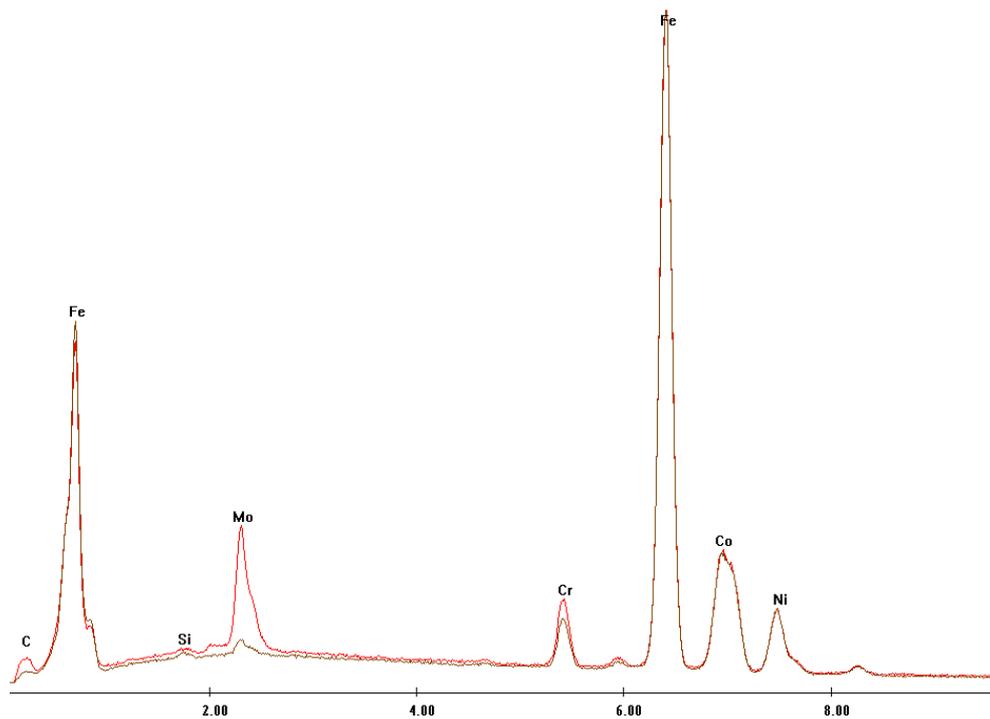


Abb. 4.13: EDX-Analyse der Matrix (braun) und des in Abb. 4.12 markierten Karbids (rot) mit höherem Chrom-, Molybdän- und Kohlenstoffgehalt

4.3.4 Ergebnisse der Atomsondenuntersuchungen

Um festzustellen, ob sich neben den in der Literatur beschriebenen Karbiden auch intermetallische Phasen beim Auslagern bilden, wurde die Aermet 100 Legierung mithilfe der Atomsonde untersucht. Die Rückkonstruktion der Spitze ist in Abb. 4.14 dargestellt. Die Eisen-, Kobalt- und Nickel-Atome zeigen eine recht homogene Verteilung. Im Gegensatz dazu reichern sich die Elemente Chrom, Molybdän und Kohlenstoff in denselben Bereichen an. Die Abb. 4.16 zeigt ein Konzentrationsprofil durch die Spitze. Die Position des Konzentrationsquerschnitts wird in Abb. 4.15 dargestellt. Zu erkennen ist, dass Chrom-, Molybdän- und Kohlenstoff-Atome an denselben Stellen eine Erhöhung ihrer Konzentrationen aufweisen. An diesen Stellen zeigt Eisen eine Verringerung der Konzentration. Kobalt und Nickel weisen im gesamten Bereich nur geringe Schwankungen in ihren Konzentrationen auf.

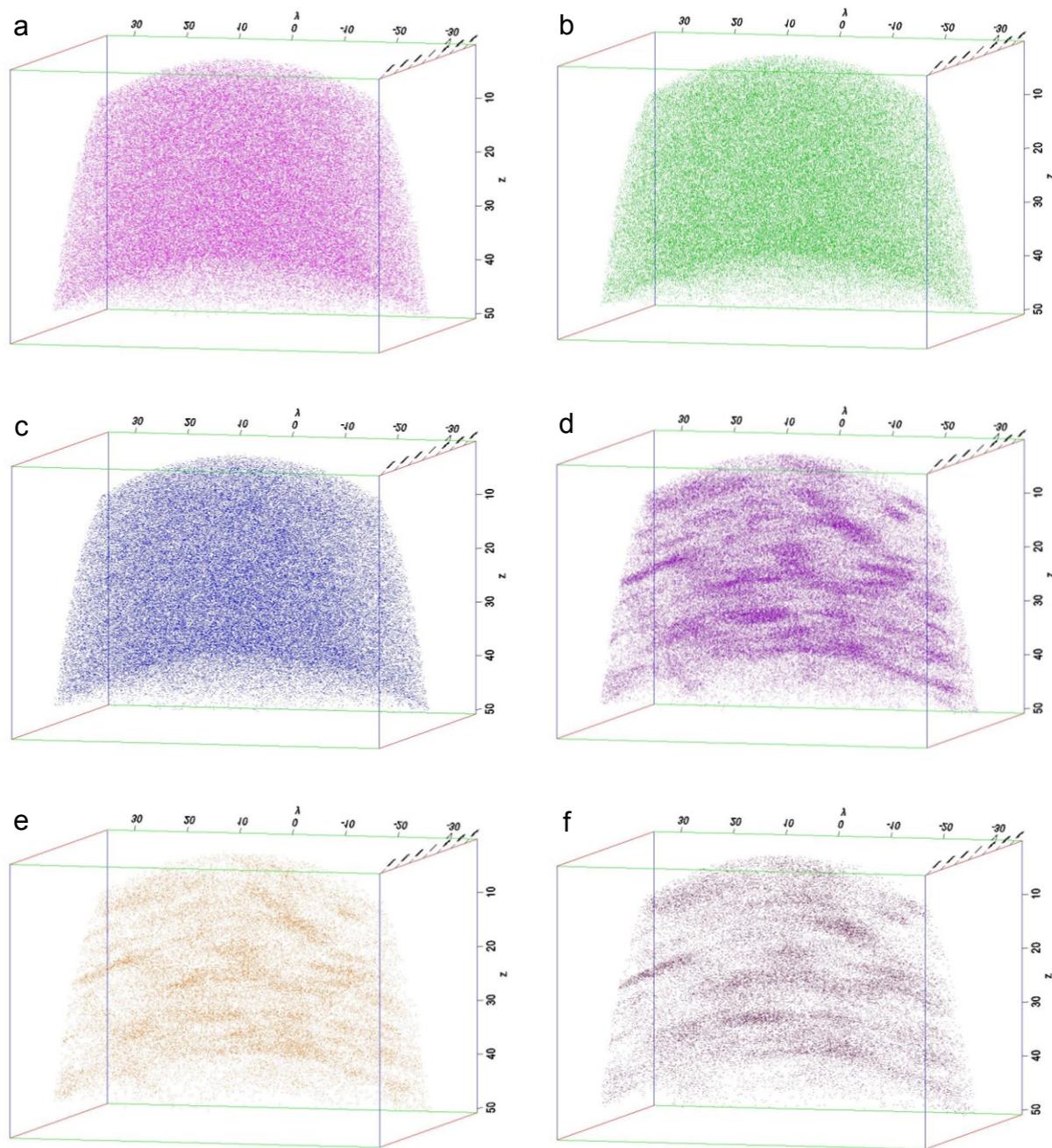


Abb. 4.14: Rückkonstruktion der Spitze, a) Eisen-Atome, b) Nickel-Atome, c) Kobalt-Atome, d) Chrom-Atome, e) Molybdän-Atome, f) Kohlenstoff-Atome

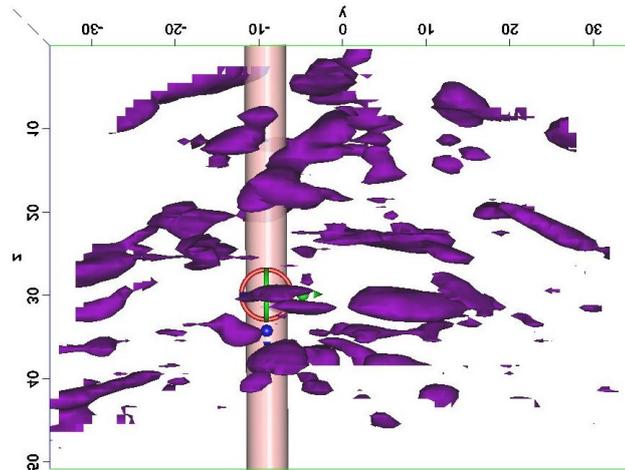


Abb. 4.15: Isosurfaces bei 8 % Chrom, Zylinder gibt die Lage des Konzentrationsprofils wieder

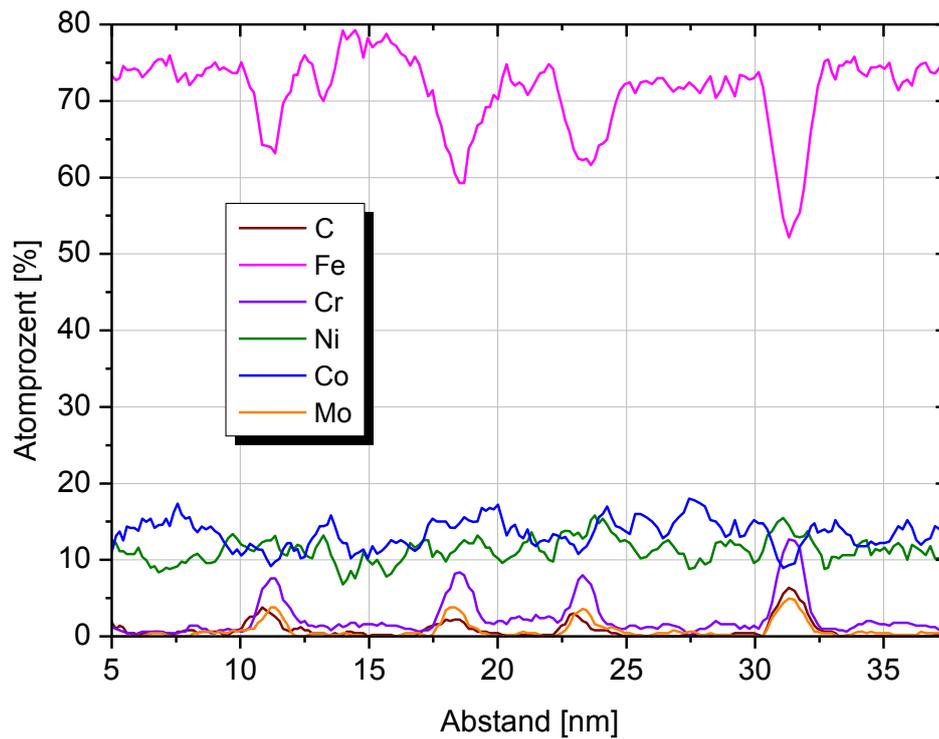


Abb. 4.16: Konzentrationsprofil der Legierungselemente, Position des Profils wird durch den Zylinder in Abb. 4.15 gekennzeichnet

Eine Analyse der Verteilung der Legierungselemente ist der Abb. 4.17 zu entnehmen. Die Analyse basiert darauf, dass das untersuchte Volumen der Spitze in gleich große Bereiche aufgeteilt wird und in diesen Bereichen die jeweilige Konzentration des betrachteten Legierungselementes gemessen wird. Die Häufigkeiten der gemessenen Konzentrationen werden anschließend mit der Binomialverteilung des Elementes verglichen [46].

Die beobachtete Verteilung der Kobalt- und Nickel-Atome zeigt keine Abweichung von der Binomialverteilung, die bei einer gleichmäßigen Verteilung der Atome zu erwarten wäre. Die Position des Chrom Maximums der beobachteten Verteilung ist jedoch stark unterschiedlich zu dem der Binomialverteilung. Kohlenstoff und Molybdän zeigen ein ähnliches Verhalten. Daher liegen die Chrom-, Molybdän- und Kohlenstoff-Atome nicht gleichmäßig verteilt in der Legierung vor.

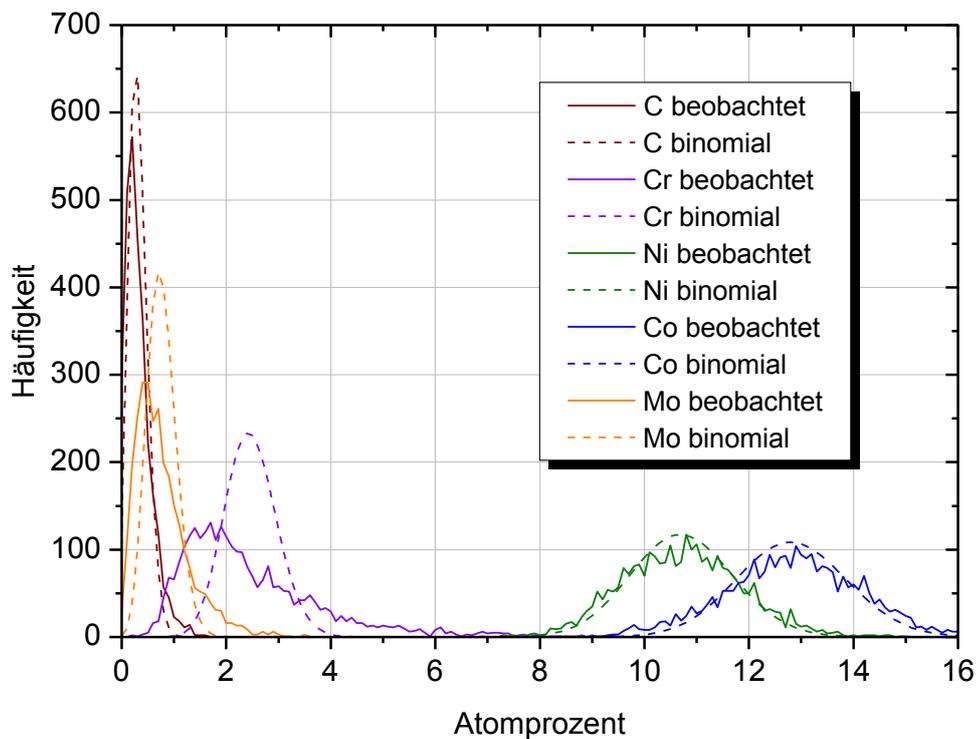


Abb. 4.17: Vergleich der beobachteten Verteilung mit der Binomialverteilung der Legierungselemente

4.3.5 Diskussion der Ergebnisse der Härte- und Gefügeuntersuchungen der Aermet 100 Legierung

Die größten Unterschiede in den Härtewerten und Restaustenitmengen der Gefügeproben wurden zwischen der Probe A und den Proben B, C und D festgestellt. Tiefkühlen oder Auslagern bewirkt, wie aus den Werten der Proben B und C zu erkennen ist, eine starke Reduktion des Austenitgehaltes bzw. eine Erhöhung der Härte. Probe D weist annähernd die gleichen Werte wie Probe C auf. Daraus geht hervor, dass, wie auch schon bei den Versuchslegierungen festgestellt wurde, eine Tiefkühlbehandlung mit darauffolgender Auslagerung bei 482°C keinen Einfluss auf die Härte und auch keinen Einfluss auf die Austenitmenge hat.

Die Wärmebehandlungsvariante der Probe D entspricht der Standardwärmebehandlung laut Datenblatt für die Aermet 100 Legierung. Im Vergleich mit dem Literaturwert von 53 - 54 HRC [3] liefern die Versuchsergebnisse etwas höhere Härtewerte. In Bezug auf die Restaustenitmengen sind die in dieser Arbeit gewonnenen Messwerte ebenfalls höher, da in der Literatur Austenitgehalte von unter 1 % bzw. mit annähernd null angegeben werden [2,9].

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen der Gefügeproben zeigen im Vergleich zu den Versuchslegierungen ein wesentlich homogeneres Gefüge und nur wenige Einschlüsse bzw. Karbide.

Durch REM-Untersuchungen wurden Einschlüsse aus Lanthan, Cer, Sauerstoff und Schwefel im μm -Bereich festgestellt. Diese Beobachtungen werden auch in der Literatur beschrieben, wonach in dieser von sulfidischen bzw. oxidischen Einschlüssen mit Lanthan und Cer mit einer Größe von über 0,5 μm berichtet wird [9,24,27,47].

Zusätzlich wurden bei der Analyse des Einschlussgehaltes kugelförmige Einschlüsse festgestellt. Nach der Norm E45 Methode D handelt es sich dabei um oxidische oder sulfidische Einschlüsse [45]. Deren Morphologie und Größe stimmt mit denen der REM-Untersuchung überein, daher kann davon ausgegangen werden, dass diese Einschlüsse Verbindungen aus Lanthan, Cer, Sauerstoff und Schwefel darstellen.

Im Weiteren wurden durch die REM-Untersuchungen äußerst vereinzelt kugelförmige Karbide festgestellt. Durch die Thermo-Calc Untersuchungen wurde festgestellt, dass bei der Lösungsglühtemperatur keine Karbide thermodynamisch stabil sein sollten. Der Grund für die doch auftretenden Karbide dürfte im Seigerungsverhalten zu finden

sein. Die Größenordnung der Karbide liegt bei ca. 100 nm. Karbide in dieser Größe wurden in der Literatur auch festgestellt [2].

Zur Untersuchung der festigkeitssteigernden Ausscheidungen wurden an dem ausgelagerten Wärmebehandlungszustand Messungen mit der Atomsonde durchgeführt. Durch diese Untersuchungen wurde festgestellt, dass sich Chrom, Molybdän und Kohlenstoff in gewissen Bereichen anreichern. Daher ist zu erwarten, dass sich in diesem Bereich Karbide gebildet haben. Eisen zeigt im Bereich der Karbide eine Reduktion der Konzentration. Nickel und Kobalt weisen eine gleichmäßige Verteilung der Atome auf. Weiters ist aus dem Vergleich der Binomialverteilung und der tatsächlichen Verteilung der Legierungselemente zu entnehmen, dass Nickel und Kobalt homogen verteilt sind. Daher kann davon ausgegangen werden, dass sich keine intermetallischen Phasen bei einer Auslagerungstemperatur von 482°C bilden.

4.4 Vergleich der mechanischen Eigenschaften der Aermet 100 Legierung mit dem W720

4.4.1 Ergebnisse der Zugversuche

Die Abb. 4.18 zeigt die Spannungs-Dehnungs-Kurven der Aermet 100 Legierung sowie des W720. Die Kurven der Proben, die dieselbe Wärmebehandlung erhalten haben, sind nahezu deckungsgleich. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurde daher nur jeweils eine Kurve dargestellt. In Tabelle 4.4 wurden die Mittelwerte der wichtigsten Kennwerte aus den Zugversuchen aufgelistet.

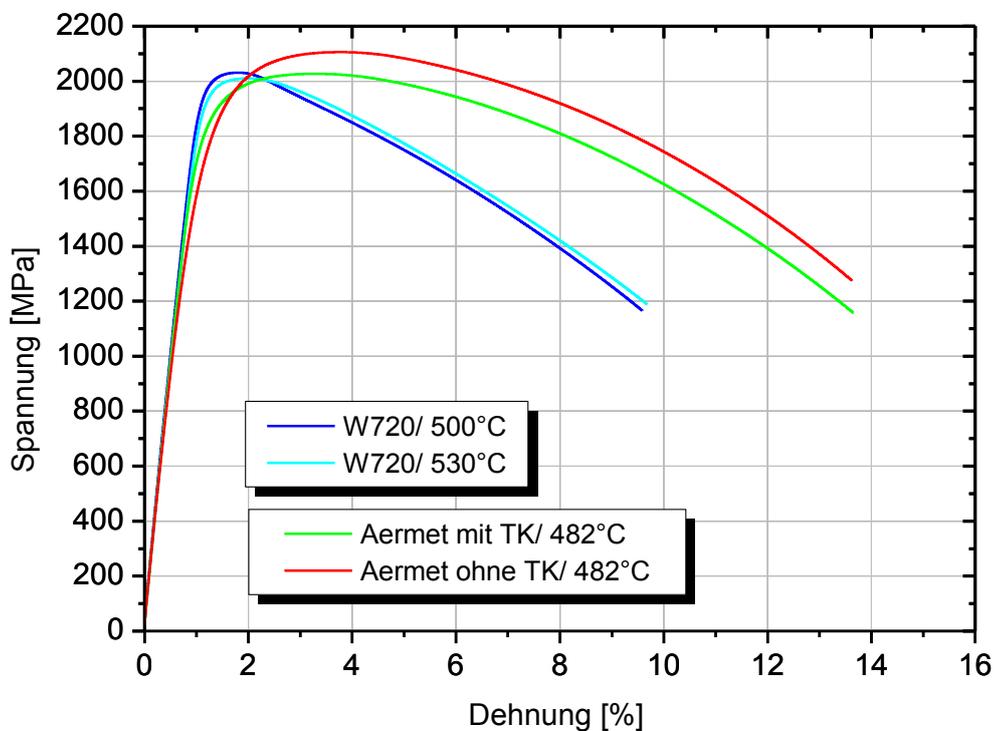


Abb. 4.18 :Zugversuchskurven des Aermet 100 und des W720

Tabelle 4.4: Ergebnisse aus den Zugversuchen des W720 und der Aermet 100 Legierung

| Werkstoff | | W720 | | Aermet 100 | |
|-------------------|-------|-------|-------|--------------|---------------|
| Wärmebehandlung | | 510°C | 530°C | 482°C mit TK | 482°C ohne TK |
| E-Modul | [GPa] | 187 | | 190 | |
| R _{p0,2} | [MPa] | 1969 | 1924 | 1785 | 1645 |
| R _m | [MPa] | 2036 | 2008 | 2032 | 2106 |
| A _g | [%] | 0,8 | 0,9 | 2,2 | 2,7 |
| A | [%] | 8,9 | 9,0 | 13,2 | 13,0 |
| Z | [%] | 56 | 56 | 66 | 62 |

Aus den Zugversuchskurven der beiden Wärmebehandlungsvarianten der Aermet 100 Legierung geht hervor, dass die Proben ohne Tiefkühlen früher von der Hookeschen Geraden abweichen, als die Proben, die tiefgekühlt wurden. Diese besitzen somit eine um 140 MPa geringere Dehngrenze R_{p0,2}, aber erreichen zugleich eine um 74 MPa höhere Zugfestigkeit R_m. Die nicht tiefgekühlten Proben weisen eine höhere Gleichmaßdehnung A_g auf. Dahingegen besitzen die Kurven mit Tiefkühlen eine höhere Brucheinschnürung Z.

Zu erkennen ist, dass die Zugversuchskurven der Aermet 100 Legierung ein deutlich anderes Verhalten als jene des W720 zeigen. Die beiden Zustände des W720 weisen ein für Maraging Stähle typisches Verhalten im Zugversuch auf. Im Vergleich zum Aermet 100 besitzt der W720 eine weitaus geringere Gleichmaßdehnung und eine deutlich höhere Dehngrenze. Die Zugfestigkeit beider Werkstoffe ist annähernd gleich. Der Unterschied in den Spannungswerten zwischen R_m und R_{p0,2} beläuft sich beim W720 auf ca. 60 - 90 MPa. Bei der tiefgekühlten Variante der Aermet 100 Legierung ist die Differenz zwischen R_m und R_{p0,2} 247 MPa, bei der nicht tiefgekühlten Variante ist diese 461 MPa.

Im Bereich der Gleichmaßdehnung zeigen die Kurven der Aermet 100 Legierung einen flacheren Verlauf im Vergleich zu den Kurven des W720. Die Einschnürung erstreckt sich beim Aermet 100 auf einen Bereich von 10 - 11 % und beim W720 auf einen Bereich von ca. 8 % Dehnung. Im Weiteren weist die Aermet 100 Legierung eine höhere Bruchdehnung und Brucheinschnürung auf.

4.4.2 Ergebnisse der Kerbschlagbiegeversuche

In Tabelle 4.5 sind die Mittelwerte der Ergebnisse der Kerbschlagbiegeversuche dargestellt. Die Proben des W720, die bei 500°C ausgelagert wurden, weisen eine Kerbschlagarbeit von 22 J auf. Die bei einer höheren Temperatur von 530°C ausgelagerten Proben besitzen Werte von durchschnittlich 17 J. Im Vergleich dazu zeigt die Aermet 100 Legierung wesentlich höhere Werte. Die tiefgekühlten Proben weisen eine in etwa doppelt so hohe Kerbschlagarbeit von 42 J auf. Durch Weglassen der Tiefkühlbehandlung wird die Kerbschlagarbeit auf einen Wert von 30 J reduziert, der somit aber noch immer höher liegt als die Werte des Maraging Stahls.

Tabelle 4.5: Mittelwerte der Ergebnisse aus den Kerbschlagbiegeversuchen des W720 und der Aermet 100 Legierung

| Werkstoff | | W720 | | Aermet 100 | |
|------------------|-----|-------|-------|--------------|---------------|
| Wärmebehandlung | | 500°C | 530°C | 482°C mit TK | 482°C ohne TK |
| Kerbschlagarbeit | [J] | 22 | 18 | 42 | 31 |

4.4.3 Ergebnisse der Bruchzähigkeitsprüfung

Die Ergebnisse der K_{IC} -Prüfung sind in der Tabelle 4.6 dargestellt. Die Wärmebehandlung des W720 hat kaum Einfluss auf die Bruchzähigkeitswerte von 64 bzw. 66 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. Die Werte beider Wärmebehandlungsvarianten der Aermet 100 Legierung liegen höher als jene des W720. Mehr als doppelt so hohe Bruchzähigkeitswerte (Schätzwert K_Q) werden bei der Prüfung der Proben, an denen die Standardwärmebehandlung angewandt wurde, erhalten. Die Proben D1 und D2 weisen K_Q -Werte von 148 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ bzw. 181 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ auf. Die Bruchzähigkeiten der Proben D3 und D4 sind weitaus geringer und liegen nur bei 86 und 92 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Tabelle 4.6: Ergebnisse aus den K_{IC} -Prüfungen des W720 und der Aermet 100 Legierung

| Bezeichnung | | W720 | | | | Aermet 100 | | | |
|----------------|---------------------------------|------|----|----|------|------------|-------|----|----|
| | | A1 | A2 | A3 | A4 | D1 | D2 | D3 | D4 |
| Bruchzähigkeit | [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$] | - | 64 | 66 | 145* | 148** | 181** | 86 | 92 |

kein Wert erhalten; * Ermüdungsriß war uneben; ** K_Q -Wert aufgrund der zu geringen Abmessungen der CT-Probe

Bei der Durchführung der K_{IC} -Versuche traten folgende Schwierigkeiten auf: Die Probe A1 war ein Fehlversuch und konnte nicht ausgewertet werden. Der Bruchzähigkeitswert der Probe A4 ist mit $145 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ für den W720 auffällig hoch. Bei genaueren Betrachtungen wurde, wie in Abb. 4.19 ersichtlich, festgestellt, dass der Ermüdungsanriss nicht eben ist. Somit wurde der Versuch ebenfalls als Fehlversuch gewertet.

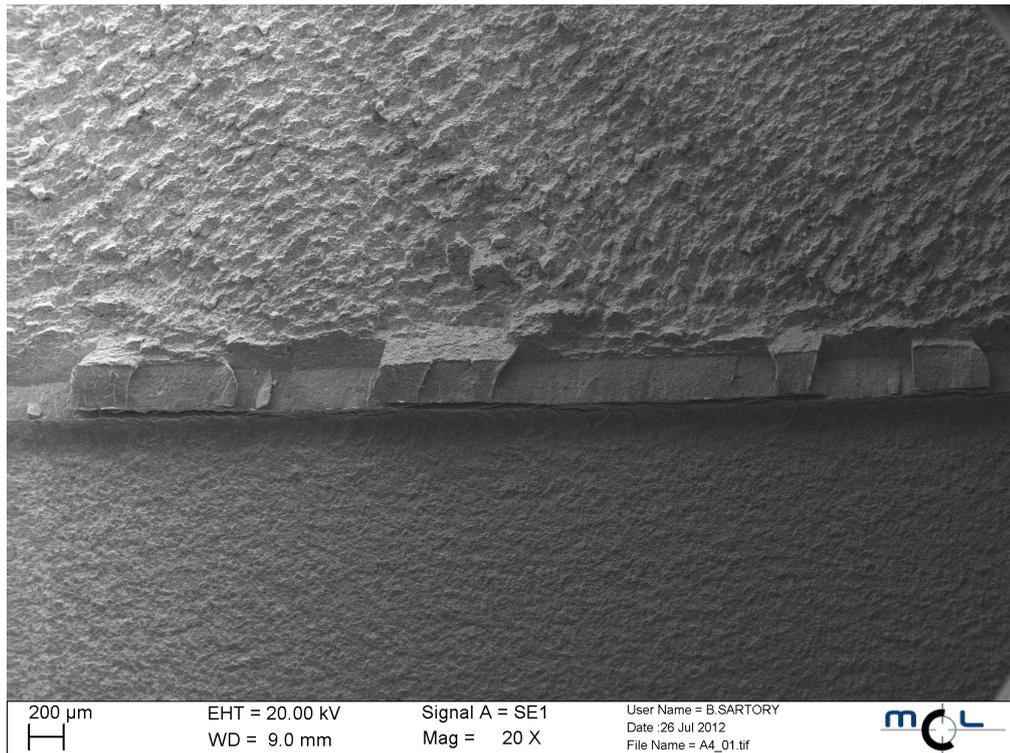


Abb. 4.19: REM-Aufnahme des Ermüdungsanrisses der Probe A4

Die Versuche der Proben D1 und D2 stellen keine gültigen Versuche nach der ASTM E399 dar. Es konnte ausschließlich der Schätzwert K_Q ermittelt werden, da die Breite der Proben und die Risslänge das Gültigkeitskriterium nicht erfüllte. Die restlichen Gültigkeitskriterien, insbesondere hinsichtlich des linear elastischen Verhaltens, wurden erfüllt. Die Probe D1 wurde zweimal geprüft, da beim ersten Versuch die Bolzen aufgrund der sehr großen Bruchkräfte gebrochen sind. Die Ergebnisse dieser Probe sind daher als kritisch zu beurteilen.

In Abb. 4.20 ist die Kraft-Aufweitungskurve der Probe D2 dargestellt. Aus Abb. 4.21, die das Potential in Abhängigkeit der Kerbaufweitung der Probe D2 wiedergibt, ist ein leichtes Risswachstum zu erkennen. Auf die Auswertung der Versuche mit der Gleichstrompotentialmethode wurde nicht näher eingegangen.

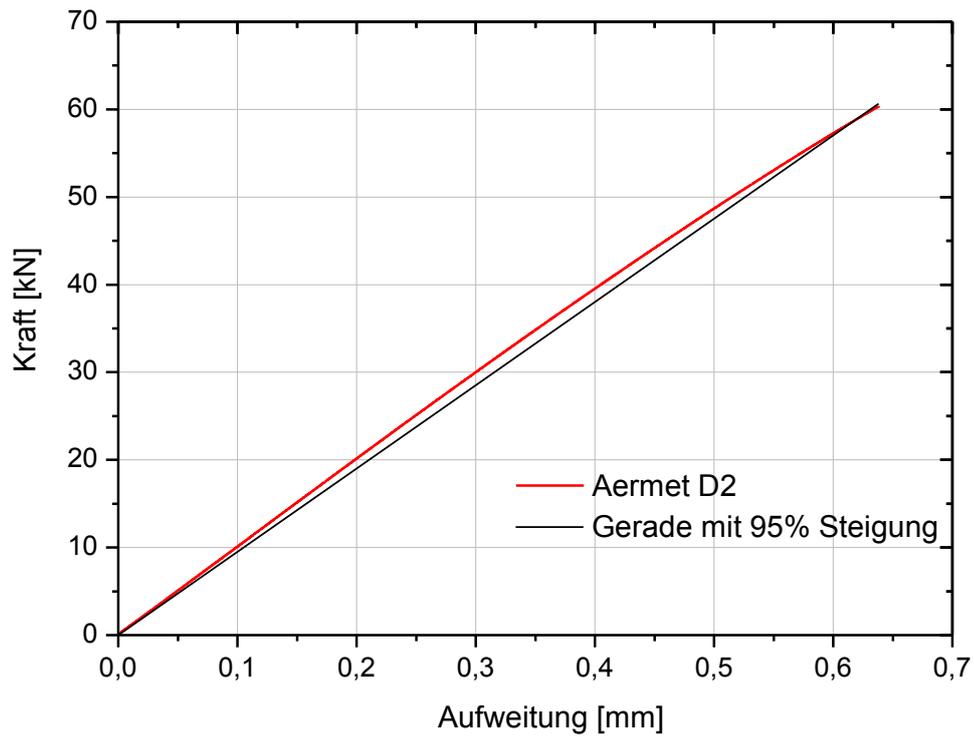


Abb. 4.20: Kraft-Aufweitungskurve der Probe D2

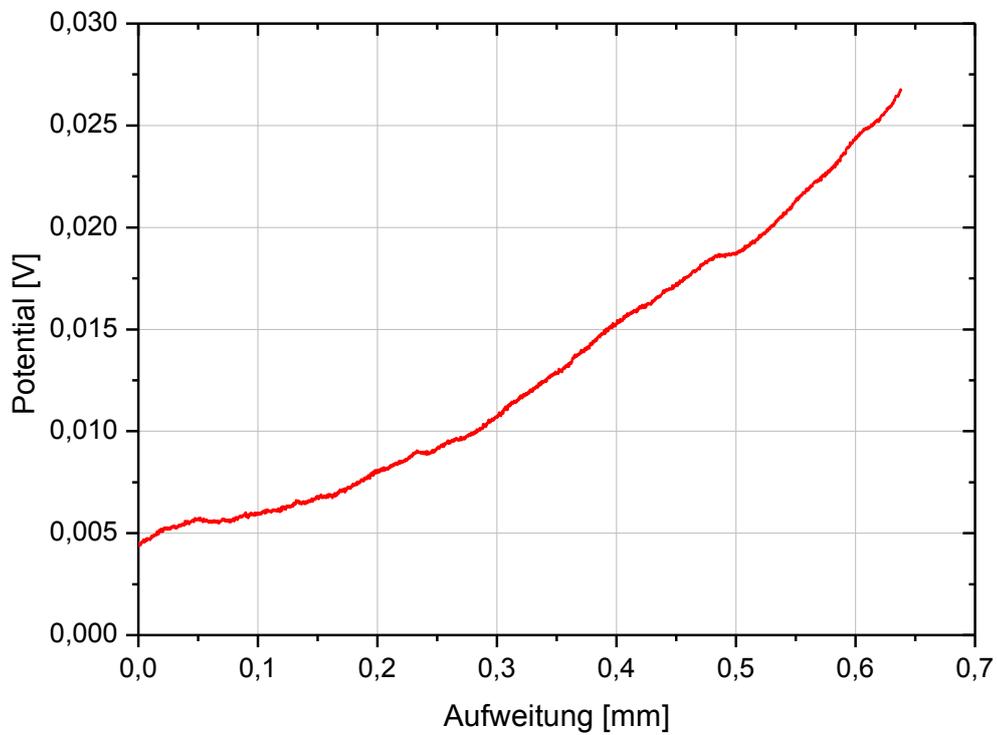


Abb. 4.21: Potential-Aufweitungskurve der Probe D2

4.4.4 Diskussion der Ergebnisse aus den Zug-, Kerbschlagbiege- und K_{IC} -Versuchen

Die aus den Zugversuchen erhaltenen Ergebnisse stimmen im Wesentlichen mit denen aus der Literatur überein. Unterschiede ergeben sich vor allem durch die Festigkeitswerte. Die Zugfestigkeit, die durch Prüfen der Proben, die die Standardwärmebehandlung erhalten haben, ermittelt wurde, liegt bei 2032 MPa, wohingegen die Zugfestigkeit laut Aermet 100 Datenblatt [3] bei 1965 MPa liegt. Die $R_{p0,2}$ zeigt ähnliches Verhalten. Auch aus den Härtemessungen wurde festgestellt, dass die Härtewerte der Gefügeproben etwas über denen des Aermet 100 Datenblattes liegen.

Die Kerbschlagarbeit der Proben, bei denen die Standardwärmebehandlung angewandt wurde, beläuft sich auf einen Mittelwert von 42 J und bestätigt somit den Literaturwert von 41 J [3].

Die Literatur gibt Bruchzähigkeitswerte zwischen 126 und 191 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ vor [2,3,9]. Die K_Q -Werte aus den Versuchen im Standardwärmebehandlungszustand liegen bei 148 und 181 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, wodurch die hohen Bruchzähigkeitswerte aus der Literatur bestätigt wurden.

In Tabelle 4.7 ist ein Vergleich zwischen den ermittelten Werten aus den Versuchen der Proben, welche die Standardwärmebehandlung erhalten haben und den Literaturwerten dargestellt.

Tabelle 4.7: Vergleich zwischen den aus den Versuchen ermittelten Werten und den Werten aus der Literatur [2,3,9]

| | | Werte aus den Versuchen | Literaturwerte |
|------------------|---------------------------------|-------------------------|----------------|
| E-Modul | [GPa] | 190 | 194 |
| $R_{p0,2}$ | [MPa] | 1785 | 1724 |
| R_m | [MPa] | 2032 | 1965 |
| A | [%] | 13 | 14 |
| Z | [%] | 66 | 65 |
| Kerbschlagarbeit | [J] | 42 | 41 |
| Bruchzähigkeit | [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$] | 148, 181 | 126 - 191 |

Um das unterschiedliche Verhalten der Zugversuchskurven der beiden Wärmebehandlungsvarianten des Aermet 100 weiter zu untersuchen, wurden Restaustenitmessungen durchgeführt. Die Messung an einer geprüften nicht tiefgekühlten Zugprobe ergab einen Gehalt von unter 1 %. Der aus der Gefügeprobe C (tiefgekühlt, ausgelagert bei 482°C) ermittelte Wert liegt jedoch bei 3,1 %. Es ist deshalb davon auszugehen, dass der Austenit beim Prüfen der Zugprobe in Martensit umwandelt. Daher ist die höhere Zugfestigkeit im Vergleich zur tiefgekühlten Legierung auf die Festigkeitssteigerung durch Umwandeln von Austenit in Martensit zurückzuführen. Ebenso ist die geringere $R_{p0,2}$ eine Folge des Umwandlungsprozesses.

Bei der Untersuchung der Zähigkeitseigenschaften der Aermet 100 Legierung wurden die größten Unterschiede in den Versuchsergebnissen zwischen den Proben mit und ohne Tiefkühlen festgestellt. Die Kerbschlagarbeit und die Bruchzähigkeit der Proben sind im Zustand ohne Tiefkühlen weitaus geringer als jene Werte der Proben, die tiefgekühlt wurden. Erklärungsansatz bietet auch hier wieder die geringere Stabilität des Austenits durch Weglassen der Tiefkühlbehandlung. Dieser Austenit könnte bei der Prüfung in Martensit umwandeln und dadurch die Zähigkeit reduzieren.

Vergleichende Betrachtungen der mechanischen Eigenschaften der Aermet 100 Legierung und des W720 zeigen, dass der tiefgekühlte und der nicht tiefgekühlte Zustand der Aermet 100 Legierung weitaus höhere Zähigkeits- und Duktilitätswerte als der W720 aufweist. Die $R_{p0,2}$ der Aermet 100 Proben liefert jedoch geringere Werte. In der Differenz zwischen R_m und $R_{p0,2}$ liegt laut Novotny et al. [14] ein wesentlicher Unterschied zwischen Maraging Stahl und Aermet 100, der sich im Besonderen auf die Duktilitätseigenschaften auswirkt.

5 Zusammenfassung

Ziel der Arbeit war es, die Aermet 100 Legierung hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften und des strukturellen Aufbaus zu charakterisieren. Die Aermet 100 Legierung gehört zu den hochlegierten sekundärhärtenden Stählen welche durch Bildung von $(\text{Mo,Cr})_2\text{C}$ Karbiden beim Auslagern aushärtet.

Zur Bestimmung des Einflusses des Kobaltgehaltes auf das Legierungskonzept des Aermet 100 wurden Versuchslegierungen mit Variation im Kobaltgehalt hergestellt. An diesen wurden, abhängig von unterschiedlichen Wärmebehandlungsvarianten, sowohl die Härte, als auch das Gefüge untersucht. Aus den Ergebnissen ging hervor, dass Kobalt den Restaustenitanteil nach dem Lösungsglühen bzw. dem Tiefkühlen und bis zu Auslagerungstemperaturen von 450°C reduziert. Zusätzlich wurde mit zunehmendem Kobaltgehalt ein Härteanstieg beobachtet. Die Anwendung einer Tiefkühlbehandlung reduziert den Austenitgehalt und erhöht zugleich die Härte bis zu Auslagerungstemperaturen von 450°C . Bei Auslagerungstemperaturen über 480°C konnten weder durch die Tiefkühlbehandlung noch durch unterschiedliche Kobaltmengen wesentliche Veränderungen im Austenitgehalt festgestellt werden. Bei der Standardauslagerungstemperatur wurden durch eine Tiefkühlbehandlung der Aermet 100 Legierung und der dem Werkstoff angelehnten Versuchslegierung A100-13 keine Unterschiede in den Härtewerten sowie im Austenitgehalt festgestellt.

Zusammenfassend wurden die Aussagen der Literatur, wonach Kobalt die Härte erhöht und den Restaustenitanteil beim Abkühlen nach dem Lösungsglühen reduziert, bestätigt [8,20].

Durch Untersuchungen des Gefüges der Aermet 100 Legierung wurde eine martensitische Matrix festgestellt. Im Weiteren wurden durch REM-Untersuchungen sulfidische und oxidische Einschlüsse mit Lanthan und Cer sowie äußerst vereinzelt Karbide beobachtet. Von diesen Einschlüssen und vereinzelt Karbiden wird auch in der Literatur berichtet [2,9,47]. Durch eine Atomsondenuntersuchung an der Gefügeprobe, die die Standardwärmebehandlung erhalten hatte, konnten die in der Literatur beschriebenen nanometergroßen Sekundärhärtekarbide, die im Gefüge vorliegen, bestätigt werden [2]. Zusätzlich konnte durch diese Untersuchungen die Bildung von intermetallischen Phasen bei einer Auslagerungstemperatur von $482^\circ\text{C}/5\text{ h}$ weitgehend ausgeschlossen werden.

Im Weiteren wurden durch Zug-, Kerbschlagbiege- und Bruchzähigkeitsversuche die mechanischen Eigenschaften untersucht. Als Wärmebehandlung wurde dabei die Standardauslagerungstemperatur mit und ohne Tiefkühlen gewählt. Die Werte aus der Literatur, im speziellen die Zähigkeitswerte, konnten weitgehend verifiziert werden [2,3,9]. In Bezug auf die vergleichende Betrachtung der Aermet 100 Legierung mit dem Maraging Stahl W720 zeigt die Aermet 100 Legierung bei gleicher Zugfestigkeit wesentlich höhere Zähigkeits- und Duktilitätswerte, jedoch sind geringere Werte für die $R_{p0,2}$ festzustellen.

Im Gegensatz dazu, dass Tiefkühlen mit anschließendem Auslagern die Werte der Härte- und Restaustenitmessungen nicht beeinflusst, ergaben sich besonders bei der Betrachtung der Bruchzähigkeit und der Kerbschlagarbeit durch Anwendung einer Tiefkühlbehandlung weitaus höhere Werte. Im Zugversuch wurde durch das Weglassen der Tiefkühlbehandlung die Dehngrenze erniedrigt und zugleich die Zugfestigkeit erhöht. Durch anschließende Restaustenitmessungen an einer nicht tiefgekühlten geprüften Zugprobe wurde festgestellt, dass bei dieser durch die Prüfung Austenit in Martensit umwandelt. Das Umwandeln von Austenit könnte auch der Grund für die unterschiedlichen Zähigkeitswerte sein. Um einerseits die Ursachen der unterschiedlichen Stabilität des Austenits durch die Anwendung verschiedener Wärmebehandlungsvarianten sowie andererseits die Auswirkungen dieses Austenits auf die Zähigkeit vollständig zu klären, müssten weitere Untersuchungen durchgeführt werden.

6 Literaturverzeichnis

- [1] K. Cho, J. Choi, H. Kang, S. Kim, K. Lee, H. Yang und H. Kwon, „Influence of rolling temperature on the microstructure and mechanical properties of secondary hardening high Co–Ni steel bearing 0.28 wt% C,“ *Materials Science and Engineering A*, Bd. 527, pp. 7286-7293, (2010).
- [2] R. Ayer und P. Machmeier, „Transmission Electron Microscopy Examination of Hardening and Toughening Phenomena in Aermet 100,“ *Metallurgical Transactions A*, Bd. 24A, pp. 1943-1955, (1993).
- [3] Carpenter Technology Corporation, „Data Sheet AerMet® 100 Alloy,“ <http://cartech.ides.com/datasheet.aspx?i=101&e=161&c>, September 2012.
- [4] Carpenter Technology Corporation, „Data Sheet AerMet® 310 Alloy,“ <http://cartech.ides.com/datasheet.aspx?i=101&E=158>, September 2012.
- [5] Carpenter Technology Corporation, „Data Sheet AerMet® 340 Alloy,“ <http://cartech.ides.com/datasheet.aspx?i=101&e=338&c=TechArt&FMT=PRrNT>, September 2012.
- [6] Latrobe Speciality Steel Company, „Data Sheet HY180,“ <http://www.latrobesteel.com/assets/documents/datasheets/HY-180.pdf>, September 2012.
- [7] Latrobe Speciality Steel Company, „Data Sheet AF1410,“ <http://www.latrobesteel.com/assets/documents/datasheets/AF1410.pdf>, September 2012.
- [8] J. H. Graves, „Effect of Heat Treatment on the Microstructure and Properties of AerMet® 100 Steel,“ Masterarbeit, (1994).
- [9] K. Sato, „Improving the Toughness of Ultrahigh Strength Steel,“ Dissertation, University of California, (2002).
- [10] Latrobe Speciality Steel Company, „Specialty Steels & Alloys,“ <http://www.latrobesteel.com/assets/documents/datasheets-GEN-3.pdf>, September 2012.
- [11] D. S. Dabkowski, P. J. Konkol, L. F. Porter und A. M. Rathbone, „Nickel, Cobalt, Chromium Steel“. Patent US Patent No 3,502,462, (1970).
- [12] C. D. Little und P. M. Machmeier, „High Strength Fracture Resistant Weldable Steels“. Patent US Patent No 4,076,525, (1978).

- [13] R. M. Hemphill und R. E. Wert, „High Strength, High Fracture Toughness Structural Alloy“. Patent US Patent No. 5,087,415, (1992).
- [14] P. M. Novotny und G. E. Maurer, „Ultra-High-Strength Steels vs. Titanium Alloys,“ Advanced Materials & Processes, pp. 37-40, (2007).
- [15] H. R. Yang, K. B. Lee und H. Kwon, „Effects of Ni Additions and Austenitizing Temperature on Secondary Hardening Behavior in High Co-Ni Steels,“ Metallurgical and Material Transactions A, Bd. 32A, pp. 2393-2396, (2001).
- [16] D. Li, R. P. Gangloff und J. R. Scully, „Hydrogen Trap States in Ultrahigh-Strength AERMET 100 Steel,“ Metallurgical and Materials Transactions A, Bd. 35A, pp. 849-864, (2004).
- [17] W. Weißbach, "Werkstoffkunde, Strukturen, Eigenschaften, Prüfung", Wiesbaden, Friedr. Vieweg & Sohn Verlag | GWV Fachverlage GmbH, (2007).
- [18] W. Bergmann, "Werkstofftechnik, Teil 1: Grundlagen", München, Carl Hanser Verlag, (2008).
- [19] R. Hemphill, D. Wert, P. Novotny und M. Schmidt, „High Strength, High Fracture Toughness Alloy“. Patent US Patent No. 5,268,044, (1993).
- [20] G. Speich, D. Dabkowski und L. Porter, „Strength and Toughness of Fe-10Ni Alloys Containing C, Cr, Mo and Co,“ Metallurgical Transactions, Bd. 4, pp. 303-315, (1973).
- [21] C. H. Yoo, H. M. Lee, J. W. Chan und J. W. Morris, „M₂C Precipitates in Isothermal Tempering of High Co-Ni Secondary Hardening Steel,“ Metallurgical and Material Transactions A, Bd. 27A, pp. 3466-3472, (1996).
- [22] H. Zhengfei und W. Xingfang, „High resolution electron microscopy of precipitates in high Co–Ni alloy steel,“ Micron, Bd. 34, pp. 19-23, (2003).
- [23] H. Kwon, C. M. Kim, K. B. Lee, H. R. Yang und J. H. Lee, „Effect of Alloying Additions on Secondary Hardening Behavior of Mo-Containing Steels,“ Metallurgical and Material Transactions A, Bd. 28A, pp. 621-627, (1997).
- [24] H. R. Yang, K. B. Lee und H. Kwon, „Effects of austenitizing treatments and inclusions on secondary hardening and fracture behavior for high Co–Ni steels containing W,“ Materials Science and Engineering, Bd. A265, pp. 179-187, (1999).
- [25] P. Machmeier, T. Matuszewski, R. Jones und R. Ayer, „Effect of Chromium Additions on the Mechanical and Physical Properties and Microstructure of Fe-Co-Ni-Cr-Mo-C Ultra-High Strength Steel: Part 1,“ Journal of Materials Engineering and Performance, Bd. 6, pp. 279-288, (1997).

- [26] R. Ayer und P. M. Machmeier, „Microstructural Basis for the Effect of Chromium on the Strength and Toughness of AF1410- Based High Performance Steels,“ Metallurgical and Materials Transactions A, Bd. 27 A, pp. 2510-2517, (1996).
- [27] W. M. Garrison und J. L. Maloney, „Lanthanum additions and the toughness of ultra-high strength steels and the determination of appropriate lanthanum additions,“ Materials Science and Engineering A, Bd. 403, pp. 299-310, (2005).
- [28] G. Haidemenopoulos, M. Grujicic, G. Olson und M. Cohen, „Thermodynamics-based alloy design criteria for austenite stabilisation and transformation toughening in Fe-Ni-Co system,“ Journal of Alloys and Compounds, Bd. 220, pp. 142-147, (1995).
- [29] L. Wang, L. Jiang, M. Zhu, X. Liu und W. Zhou, „Improvement of Toughness of Ultrahigh Strength Steel Aermet 100,“ Journal of Materials Science Technology, Bd. Vol.21 No.5, (2005).
- [30] A. Saha, „Systems Design of Transformation Toughened Blast-Resistant Naval Hull Steels,“ Dissertation, Northwestern University, (2004).
- [31] G. Haidemenopoulos, „Dispersed-Phase Transformation Toughening in Ultrahigh-Strength Steels,“ Dissertation, Massachusetts Institute of Technology, (1988).
- [32] G. B. Olson und M. Cohen, „A Mechanism For The Strain-Induced Nucleation Of Martensitic Transformations,“ Journal of the Less-Common Metals, Bd. 28, pp. 107-118, (1972).
- [33] R. L. S. Thomas, J. R. Scully und R. P. Gangloff, „Internal Hydrogen Embrittlement of Ultrahigh-Strength AERMET 100 Steel,“ Metallurgical and Materials Transactions A, Bd. 34A, pp. 327-344, (2003).
- [34] J. R. Scully, H. Dogan, D. Li und R. P. Gangloff, „Controlling Hydrogen Embrittlement in Ultra-High Strength Steels,“ Corrosion, (2004).
- [35] Böhler Edelstahl Handbuch,
http://www.boehler-edelstahl.com/german/227_DEU_HTML.php,
September 2012.
- [36] EN ISO 6507-1, „Metallische Werkstoffe- Härteprüfung nach Vickers,“ (1997).
- [37] EN ISO 6508-1, „Metallische Werkstoffe-Härteprüfung nach Rockwell,“ (1999).
- [38] H. Krischner, Röntgenstrukturanalyse und Rietveldmethode, Eine Einführung, Braunschweig/Wiesbaden, Friedr. Vieweg & Sohn Verlagsgesellschaft, (1994).
- [39] L. Spieß, G. Teichert, R. Schwarzer, H. Behnken und C. Genzel, Moderne Röntgenbeugung, Wiesbaden, Vieweg + Teubner, (2009).

- [40] M. K. Miller, A. Cerezo, M. G. Hetherington und G. D. W. Smith, Atom Probe Field Ion Microscopy, New York, Oxford University Press Inc., (2006).
- [41] H. Leitner und H. Clemens, „Werkstoffcharakterisierung mittels dreidimensionaler Atomsonde,“ BHM, 151. Jg. Heft 5, pp. 199-204, (2006).
- [42] EN ISO 6892-1, „Metallische Werkstoffe-Zugversuch-Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur,“ (2009).
- [43] EN 10045-1, „Kerbschlagbiegeversuch nach Charpy,“ (1991).
- [44] ASTM E 399-09, „Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K_{IC} of Metallic Materials,“ (2009).
- [45] ASTM E45 - 11, „Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel,“ (2011).
- [46] M. P. Moody, L. T. Stephenson, A. Ceguerra und S. P. Ringer, „Quantitative Binomial Distribution Analyses of Nanoscale Like-Solute Atom Clustering and Segregation in Atom Probe Tomography Data,“ Microscopy Research and Technique, pp. 542-550, (2008).
- [47] L. Jie, G. Feng, L. Zhi, W. Jun-li und Y. Ming-gao, „Influence of Sizes of Inclusions and Voids on Fracture Toughness of Ultra-High Strength Steel AerMet 100,“ Proceedings of Sino-Swedish Structural Materials Symposium, pp. 254-258, (2007).