

Montanuniversität Leoben

Ausscheidungsverhalten der Ni-Basis- Superlegierung 718



Die vorliegende Arbeit wurde am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben in Kooperation mit der Firma Böhler Edelstahl GmbH & Co KG durchgeführt.

Leoben, 06.06.2012

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Affidavit

I declare in lieu of oath, that i wrote this thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

Datum

Unterschrift

Danksagung

Die vorliegende Arbeit markiert einen weiteren Abschnitt meines beruflichen und privaten Werdegangs. Die Ausbildung an der Montanuniversität Leoben und vor allem die Möglichkeit eine Abschlussarbeit über ein hoch interessantes Thema der Materialwissenschaft zu verfassen, erweiterte meinen Erfahrungsschatz und zeigte mir meine Stärken als auch Schwächen. Aber nicht nur die fachliche Expertise wurde durch diese Zeit geprägt, sondern blicke ich auch auf ein wunderschöne Zeit im Kreis meiner Familie und Freunde zurück. Ich möchte mich daher herzlich bei folgenden Menschen bedanken:

Bei Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Helmut Clemens für die Begutachtung der vorliegenden Arbeit und dafür, dass mir die Möglichkeit gegeben wurde, diese am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung (DMW) durchzuführen.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Dipl.-Ing. Dr. mont. Harald Leitner. Er ermöglichte es mir bereits während der Studienzeit einen Einblick in die Materialwissenschaft zu erlangen und unterstützte mich durch unzählige Gespräche und Diskussionen wesentlich bei der Erstellung dieser Arbeit. Vor allem möchte ich ihm für die Durchsicht und Korrektur der Diplomarbeit danken.

Auf Seiten der Firma Böhler Edelstahl GmbH gilt mein Dank Herrn Dipl.-Ing. Ivan Kranjcec-Strahl und Herrn Dipl.-Ing. Dr. mont. Ingo Siller. Die Kooperation mit einem internationalen Unternehmen bedeutete mir sehr viel und festigte auch die Entscheidung meine zukünftige Forschungstätigkeit in Kooperation mit diesem Unternehmen in Angriff zu nehmen.

Ich danke den Kollegen des DMW, Herrn Gerhard Hawranek, Frau Silvia Pölzl, Herrn Dipl.-Ing. Christoph Lerchbacher und Herrn Dipl.-Ing. Matthias Nöhner, die mir bei der Durchführung und Auswertung der Experimente mit Rat und Tat zur Seite standen.

Mein größter Dank gilt meiner Familie, ganz besonders meinen Eltern Gertrude und Günther Turk, die mir Zeit meines Lebens in guten als auch in schlechten Zeiten immer Rückhalt gaben und mir somit eine wunderschöne Kindheit und Jugend ermöglichten. Auch möchte ich mich bei meinem verstorbenen Großeltern Rosa und Johann Marschnig bedanken. Ich werde sie immer in guter Erinnerung behalten.

Meiner besten Freundin (Frau Dipl.-Ing. in spe) Eva Eidenberger möchte ich an dieser Stelle ganz außerordentlich danken. Die netten und essentiellen Gespräche, die gemeinsame Liebe zur Musik und die gegenseitige Unterstützung im Studium „schweißte“ uns zusammen.

Ein Dank geht auch an meine Freunde Erwin Mach, Wilhelm Kubin, Simeon Koch, Anna Uray, Sarah Ploberger, Patrice Schütz, Anita Hartwig, Tamara Frisch, Philipp Lackner sowie an meine Bandkollegen Stefan Kaschel, Armin Reinbacher, Christopher Zalar, Alexander Fließner, Patrick Resch, Christof Brenner, Patrick Müller und Christan Vadräu. Ich bin ihnen für ihre Unterstützung, ihre Geduld und die unvergleichliche (wenn auch manchmal illuminierte) Zeit, zu Dank verpflichtet.

You rocked me!!!

Wenngleich hier an letzter Stelle genannt, so möchte ich mich bei meiner Freundin und Prinzessin Birgit Grossmann besonders bedanken. Die Liebe, der Spaß und die Geborgenheit bereicherten mein Leben und machten mich zu einem glücklicheren Menschen. Darum möchte ich ihr diese Arbeit widmen.

Inhaltsverzeichnis

Danksagung	II
Inhaltsverzeichnis	IV
Abbildungsverzeichnis:.....	IV
Tabellenverzeichnis:.....	VIII
Abkürzungsverzeichnis:	IX
1. Einleitung und Zielsetzung	1
2. Grundlagen.....	3
2.1 Die Mikrostruktur	3
2.1.1 Die γ -Matrix	3
2.1.2 Die γ' -Phase (Gamma Prime).....	4
2.1.3 Die γ'' -Phase (Gamma Double Prime).....	4
2.1.4 Die δ -Phase	5
2.1.5 Die η -Phase	6
2.1.6 Die TCP-Phasen (Laves, σ - und μ -Phase).....	6
2.1.7 Karbide und Boride.....	6
2.2 Verfestigungsmechanismen	7
2.2.1 Teilchenhärtung durch die γ' -Phase	7
2.2.2 Teilchenhärtung durch die γ'' -Phase	10
2.3 Ni-Basis Superlegierung 718.....	11
2.3.1 Ausscheidungsverhalten der Ni-Basis-Superlegierung 718	12
2.4 Nickel Basis Superlegierung 718 ^{Plus}	14
2.4.1 Ausscheidungsverhalten der Ni-Basis-Superlegierung 718 ^{Plus}	15
2.5 Gegenüberstellung 718 / 718 ^{Plus}	17
3. Experimentelles.....	19
3.1 Probenmaterial und Probenentnahme.....	19
3.2 Wärmebehandlung und Versuchsplanung.....	19
3.3 Schliffpräparation	22
3.5 Härtemessungen	23

3.6 Ätzungen	23
3.7 Lichtmikroskopie.....	24
3.8.1 Bestimmung der Korngröße	24
3.8.2 Bestimmung des δ -Phasenanteils.....	24
3.8 Atomsondentomographie (APT).....	25
3.8 Rasterelektronenmikroskopie (REM).....	31
4. Ergebnisse	34
4.1 Lichtmikroskopie.....	34
4.1.1 Gefüge	34
4.1.2 Korngrößenauswertung.....	35
4.1.3 δ -Phase.....	38
4.2 Härtemessungen	40
4.2.1 Ausscheidungsentwicklung	40
4.2.2 Endzustände	41
4.3 REM- Untersuchungen	41
4.3.1 Analyse der Hartphasen.....	41
4.4 Atomsondenmessungen.....	44
4.4.1 Ausscheidungsentwicklung	44
4.4.2 Endzustände	60
5. Diskussion	70
6. Zusammenfassung und Ausblick.....	79
7. Literaturverzeichnis	X

Abbildungsverzeichnis:

Abb. 1: Vergleich von Hochtemperaturlegierungen [3]	1
Abb. 2: Die wichtigsten Legierungselemente von Ni-Basis Superlegierungen [3]	3
Abb. 3: $L1_2$ Ordnungsstruktur von Ni_3Al [10]	4
Abb. 4: $D0_{22}$ Ordnungsstruktur von Ni_3Nb [10]	5
Abb. 5: $D0_a$ Kristallstruktur von Ni_3Nb [10]	5
Abb. 6: Schematische Darstellung des Schneidmechanismus [12]	8
Abb. 7: Bereiche der γ' -Teilchenhärtung [3]	8
Abb. 8: a) Schwach gebundene Versetzungen und b) stark gebundene Versetzungen [3]	9
Abb. 9: Anomales Festigkeitsverhalten der γ' -Phase [3]	9
Abb. 10: Kear-Wilford-Locks in der (010)-Quergleitebene [3]	10
Abb. 11: Kohärenzspannungsbildung durch den Gittermisfit [12]	10
Abb. 12: a) Lichtmikroskopische und b) Submikroskopische TEM-Darstellung [18] des Gefüges	11
Abb. 13: ZTU-Schaubild der Ausscheidungsreaktionen [19]	12
Abb. 14: a) Schematische Darstellung der Dual-Phasen-Struktur und b) Konzentrationsverlauf der Elemente durch eine Dual-Phasen-Struktur [24]	13
Abb. 15: a) Dual-Phasen- oder Sandwich-Struktur und b) Kompakte Struktur der Ausscheidungen [26]	14
Abb. 16: a) ZTU-Schaubild der γ' -Ausscheidung und b) Wechselwirkung von γ' - und δ -Phase [30]	16
Abb. 17: Schematischer Aufbau des 1. Schritts der Spitzenherstellung [37]	26
Abb. 18: Microloop-Prozess [38]	26
Abb. 19: Konzentrationsverlauf durch die beiden Ausscheidungstypen	28
Abb. 20: Isosurface - Darstellungen der definierten Phasen	29
Abb. 21: Anwendung des Hebelgesetzes zur Bestimmung der Volumenfraktion $f_{\gamma'+\gamma''}$	30
Abb. 22: Ausgleichgerade zur Bestimmung der Volumenfraktion der Ausscheidungen [40]	30

Abb. 23: Nicht geätzte Karbide und Nitride an der Spitzenoberfläche - Ätzspannung kleiner 8 V	32
Abb. 24: Geätzte Karbide an der Spitzenoberfläche - Ätzspannung größer 8 V	33
Abb. 25: LIMI-Gefügaufnahme des Wärmebehandlungszustands SA_2	34
Abb. 26: LIMI-Gefügaufnahme – SB_6	35
Abb. 27: Korngrößenhäufigkeitsverteilung der Zustände SA – Abhängigkeit der Korngröße von der Lösungsglühtemperatur	36
Abb. 28: Korngrößenhäufigkeitsverteilung der Zustände SB – Abhängigkeit der Korngröße von der Lösungsglühtemperatur	37
Abb. 29: Abhängigkeit des δ -Phasenanteils von der Lösungsglühtemperatur	38
Abb. 30: Gefügaufnahmen des Zustandes SA_5 mit Lösungsglühtemperatur 1010°C	39
Abb. 31: Gefügaufnahmen des Zustandes SB_8 mit Lösungsglühtemperatur 1010°C	39
Abb. 32: Härteverlauf HV5 der Ausscheidungsentwicklung bei 718°C	40
Abb. 33: REM-Aufnahme der δ -Phase, NbC und TiN - Sekundärelektronenkontrast	42
Abb. 34: EDX-Spektren der Hartphasen a) δ -Phase, b) NbC und c) TiN gemessen im Legierungssystem SB	43
Abb. 35: Vergleich der EDX-Analysen der Ti-Nitride von SA (gelb) und SB (rot)	44
Abb. 36: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Lösungsglühzustands 982°C 1 h WQ (SA_13)	45
Abb. 37: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Auslagerungszustandes 1 s (SA_23)	45
Abb. 38: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Auslagerungszustandes 100 s (SA_33)	46
Abb. 39 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Auslagerungszustandes 300 s (SA_43)	46
Abb. 40: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Auslagerungszustandes 1000 s (SA_53)	47
Abb. 41: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Auslagerungszustandes 3600 s (SA_63)	47

Abb. 42: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Auslagerungszustandes 7200 s (SA_73)	48
Abb. 43: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Auslagerungszustandes 14400 s (SA_83)	48
Abb. 44: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Auslagerungszustandes 28800 s (SA_93)	48
Abb. 45: Entmischungsgrad μ der Elemente Al, Ti und Nb in Abhängigkeit der Auslagerungsdauer	49
Abb. 46: 2D- Konzentrationsprofile von a) Nb, b) Ni und c) Al+Ti nach einer Auslagerungsdauer von 1000 sec (SA_43)	50
Abb. 47: Isosurface Darstellung der Ausscheidungscluster nach 1000 sec Auslagerung	51
Abb. 48: 1D-Konzentrationsprofil durch den Nb -reichen Cluster (γ'' -Cluster).....	52
Abb. 49: 1D-Konzentrationsprofil durch den Al + Ti -reichen Cluster (γ' -Cluster).....	52
Abb. 50: 1D-Konzentrationsprofil durch die Dualstruktur (γ''/γ' -Cluster).....	53
Abb. 51: 2D-Ni-Konzentrationsprofile a) 3600 s, b) 7200 s, c) 14400 s, d) 28800 s.	54
Abb. 52: Isosurface Darstellung der beiden Ausscheidungstypen.....	55
Abb. 53 Elementkonzentrationen der γ' -Teilchen mit fortlaufender Auslagerung (10at% Al+Ti)	56
Abb. 54: Elementkonzentrationen der γ'' -Teilchen mit fortlaufender Auslagerung (10% Nb).....	56
Abb. 55: Elementkonzentrationen der Matrix mit fortlaufender Auslagerung (55% Ni)	57
Abb. 56: Abhängigkeit der geometrischen Parameter von der Auslagerungsdauer ..	58
Abb. 57: Strukturparameterentwicklung der γ' -Teilchen	59
Abb. 58: Strukturparameterentwicklung der γ'' -Teilchen	59
Abb. 59: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion der Zustandes SA_3	60
Abb. 60: Isosurface-Darstellung der Ausscheidungstypen γ' (blau) und γ'' (braun) für die Endzustände a) SA_1, b) SA_3, c) SA_5, d) SB_6, e) SB_7 und f) SB_8	62
Abb. 61: Orientierungszusammenhang der Teilchen mit der Matrix a) γ'' - und γ' -Teilchen b) γ'' -Teilchen	63

Abb. 62: Zusammensetzung der γ' -Teilchen in Abhängigkeit der Lösungsglüh­temperatur und des Legierungssystems	64
Abb. 63: Zusammensetzung der γ'' -Teilchen in Abhängigkeit der Lösungsglüh­temperatur und des Legierungssystems	64
Abb. 64: Zusammensetzung der Matrix in Abhängigkeit der Lösungsglüh­temperatur und des Legierungssystems.....	65
Abb. 65: Ausgleichsgeradendarstellung der Hebelgesetzauswertung zur Bestimmung der Volumsfraktion der Endzustände	67
Abb. 66: Isosurface Darstellung für Matrix-Volumen	68

Tabellenverzeichnis:

Tab. 1 Chemische Zusammensetzung der Ni-Basis-Superlegierung 718 [15]	11
Tab. 2: Vergleich der chemischen Zusammensetzungen von 718 und 718 ^{Plus} [27]...	15
Tab. 3: Eigenschaftsvergleich nach Langzeithochtemperatureinsatz (704°C – 500h) [32]	17
Tab. 4: Chemischen Zusammensetzung der Legierung SA und SB in wt%	19
Tab. 5 Versuchsplanung – Endzustände.....	20
Tab. 6 Versuchsplanung - Ausscheidungsentwicklung	21
Tab. 7: Schliffpräparationsrichtlinie	22
Tab. 8: Zusammensetzungen und Ätzparameter der verwendeten Ätzungen.....	23
Tab. 9: Schnittparameter der Trennmaschine ACCUTOM-5.....	25
Tab. 10: Verwendete Messparameter der Atomsondentomographie	27
Tab. 11: Härte HV5 der Endzustände	41
Tab. 12: Volumenfraktion der Ausscheidungsentwicklung	58
Tab. 13. Berechnete x-und y-Wertepaare der Elemente für alle Endzustände	66
Tab. 14: Tabelle der geometrischen Parameter der Endzustände	67
Tab. 15: μ -Werte zur Beurteilung von möglichen kleineren Ausscheidungen	69
Tab. 16: Gegenüberstellung der chemischen Zusammensetzungen der Ausscheidungen bei 718°C für 8h	74
Tab. 17: Gegenüberstellung der chemischen Zusammensetzungen der Endzustände	76

Abkürzungsverzeichnis:

1D.....	eindimensional	
2D.....	zweidimensional	
3D.....	dreidimensional	
Al.....	Aluminium	
APT.....	Atom Probe Tomography	(Atomsondentomographie)
AQ.....	Air Cooling	(Luftabkühlung)
B.....	Bor	
BEG.....	Böhler Edelstahl GmbH	
BSE.....	Back Scattered Electrons	(Rückgestreute Elektronen)
C.....	Kohlenstoff	
Cr.....	Chrom	
CR.....	Cooling Rate	(Abkühlrate)
EDX.....	Energy Dispersive X-Ray- Spectroscopy	(Energiedispersive Röntgenspektroskopie)
FC.....	Furnace Cooling	(Ofenabkühlung)
Fe.....	Eisen	
FIM.....	Field Ion Microscope	(Feldionenmikroskop)
GCP.....	Geometrically Closed Packed	(Geometrisch dichtest gepackt)
HCl.....	Salzsäure	
HF.....	Flusssäure	
HNO ₃	Salpetersäure	
kfz.....	kubisch flächenzentriert	
krz.....	kubisch raumzentriert	
LEAP.....	Laser Enhanced Atom Probe	
LG.....	Lösungsglühung	
MB.....	Metallborid	
MC.....	Metallkarbid	

Nb.....	Niob	
NbC.....	Niobkarbid	
Ni.....	Nickel	
P.....	Phosphor	
REM.....	Rasterelektronen- Mikroskop	
ROI.....	Region of Interest	(Untersuchungsbereich)
SE.....	Secondary Electrons	(Sekundärelektronen)
Ta.....	Tantal	
TaN.....	Tantalnitrid	
TCP.....	Topologically Closed Packed	(Topologisch dichtest gepackt)
TEM.....	Transmissionselektronen- Mikroskop	
Ti.....	Titan	
TiN.....	Titannitrid	
WQ.....	Water Quenched	Wasserabgeschreckt
ZTU.....	Zeit-Temperatur- Umwandlungsschaubild	

1. Einleitung und Zielsetzung

Ni-Basis Superlegierungen wurden Anfang der 1920er Jahre für den Flugzeug- und Kraftwerksturbinenbau entwickelt. Durch die fortschreitende Forschung im Turbinenbau wurden die Wirkungsgrade und die damit verbundenen Betriebstemperaturen immer höher. Da die früher verwendeten rostfreien Stähle diesen enormen Betriebsbedingungen nicht standhalten konnten, wurden Superlegierungen auf Ni-Basis entwickelt. Diese entstammen einer einfachen Nickel-Chromlegierung, die durch jahrelanges Legierungsdesign zu komplex aufgebauten Ni-Basis-Superlegierungen verbessert wurden [1]. Heutige Ni-Basis-Superlegierungen sind unter allen bekannten Legierungen mechanisch, thermisch und korrosiv am beständigsten [2]. Abbildung 1 zeigt einen Vergleich von Hochtemperaturlegierungen.

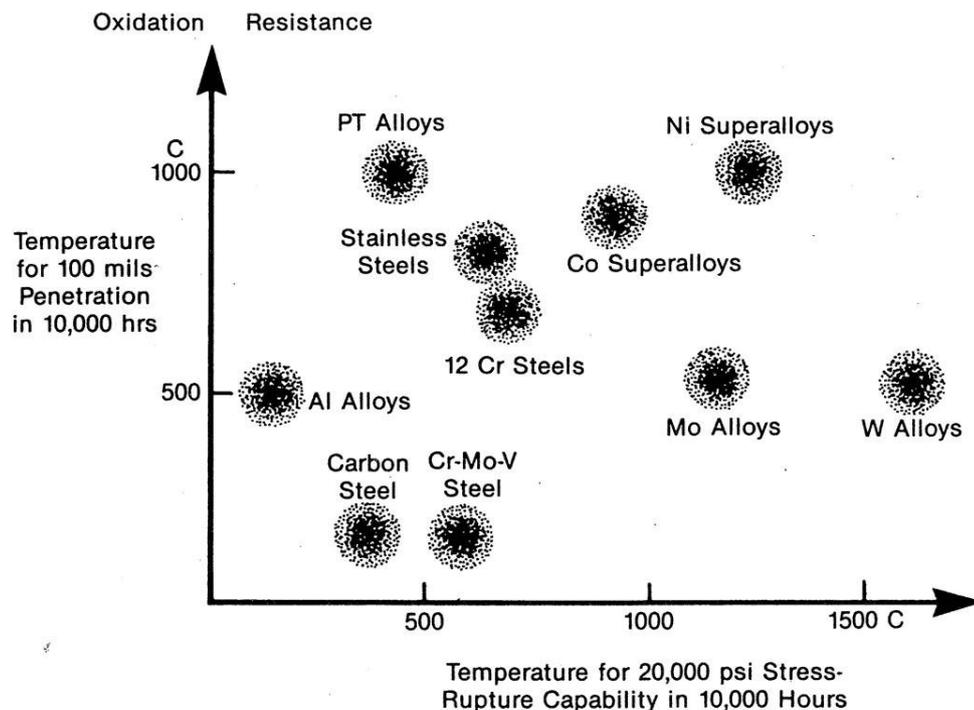


Abb. 1: Vergleich von Hochtemperaturlegierungen [3]

In Abbildung 1 sind die gängigsten Hochtemperaturlegierungen in Abhängigkeit des Oxidationsverhaltens und der Zeitstandsfestigkeit aufgetragen. Man sieht, dass Ni-Basis-Superlegierungen für diese Hochtemperaturbeanspruchungen das am besten geeignete Legierungssystem darstellen. Ni-Basis-Superlegierungen enthalten bis zu 15 Legierungselemente die einen Gesamtanteil von bis zu 50 wt% einnehmen. Ni eignet sich als Basiselement eines Hochtemperaturwerkstoffs besonders, da es sein kubischflächenzentriertes Gitter bis hin zum Schmelzpunkt beibehält und durch die dichtgepackte kubischflächenzentrierte Struktur einen niedrigeren Diffusions-

koeffizienten aufweist. Weiters zeichnen Ni-Basis-Superlegierungen der hohe Langzeiteinsatz bei homologen Temperaturen von bis zu $T_m \sim 0,85$ aus. Im Gegensatz dazu zeigt sich, dass auf Grund der relativ geringen Temperaturleitfähigkeit und des hohen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Ni, die thermische Ermüdung bei hohen Temperaturen oftmals versagensauslösend ist. Daneben ist die Anwendbarkeit der Ni-Basis-Superlegierungen vielmals nicht wirtschaftlich, da der Rohstoffpreis für Nickel enorm hoch liegt (Preis der Superlegierung 718: 65 USD/kg Mai 2012 [4]) und die Dichte von Ni-Basis-Superlegierung über 8 kg/dm^3 liegt [1]. Das Legierungssystem auf Ni-Basis findet in Strahltriebwerken, Kraftwerksturbinen, Turboladern, der Raumfahrt, der Kerntechnik und der Ofentechnik häufige Anwendung

Im Rahmen der Diplomarbeit wurde das Ausscheidungsverhalten zweier Ni-Basis-Superlegierungen mittels Atomsondentomographie (APT) beschrieben. Dabei eignete sich die Charakterisierung durch die APT besonders, da in der Ni-Basis-Superlegierung 718 der überwiegende Härtungseffekt durch die Teilchenverfestigung der nm-großen γ' - und γ'' -Ausscheidungen bewerkstelligt wird. Ziel dieser Arbeit war es den Einfluss der Lösungsglühwärmebehandlung, sowie den der Abkühlgeschwindigkeit nach dem zweiten Auslagern auf die Ausbildung der Ausscheidungen in den Endzuständen zu untersuchen. Dies wurde an einer gewöhnlichen Ni-Basis-Superlegierung 718 und zusätzlich an einer Legierungsvariante mit erhöhtem Nb- und Al-Gehalt durchgeführt. Dabei wurde vor allem Wert auf die Beschreibung der Änderung der chemischen Zusammensetzungen der unterschiedlichen Phasen gelegt. Dies war von großem Interesse, da die Literatur keine detaillierten Informationen über die Entwicklung der chemischen Zusammensetzungen der Ausscheidungen liefern konnte. Weiters wurde in der vorliegenden Arbeit die Ausbildung der Dual-Phasen-Struktur der beiden Ausscheidungen γ' und γ'' von Beginn der Ausscheidungsbildung bis hin zu den Endzuständen charakterisiert.

Um diese Untersuchungen in den ausgewählten Materialien durchzuführen, wurden in Zusammenarbeit mit der Firma Böhler Edelstahl GmbH definierte Wärmebehandlungszustände ausgeführt und in weiterer Folge mit der Atomsonde untersucht. Zusätzlich wurden wichtige Informationen über das Gefüge der Ni-Basis-Superlegierung 718, sowie deren metallografisches Präparationsverhalten gewonnen und in dieser Arbeit festgehalten.

2. Grundlagen

In diesem Kapitel werden die grundlegenden und relevanten Eigenschaften von Schmiedelegierungen auf Ni-Basis beschrieben. Für detailliertere Information wird auf die entsprechende Fachliteratur verwiesen.

2.1 Die Mikrostruktur

Schmiedelegierungen auf Ni-Basis sind aus einer kubischflächenzentrierten γ -Matrix mit zusätzlichen γ' -, γ'' - und δ -Ausscheidungen, sowie MC-, M_6C -, $M_{23}C_6$ -Karbiden, TiN-Nitriden und weiteren komplexen Phasen aufgebaut [1]. Im Folgenden wird auf diese Phasen näher eingegangen.

2.1.1 Die γ -Matrix

Die γ -Matrix mit dem Hauptelement Nickel besitzt eine kubischflächenzentrierte Gitterstruktur. Wie aus Abbildung 2 entnommen werden kann, werden die Atome der Ni-Matrix durch Legierungselemente wie W, Mo, Cr, Fe, Ti, Co, Al, V, Nb und Ta substituiert.

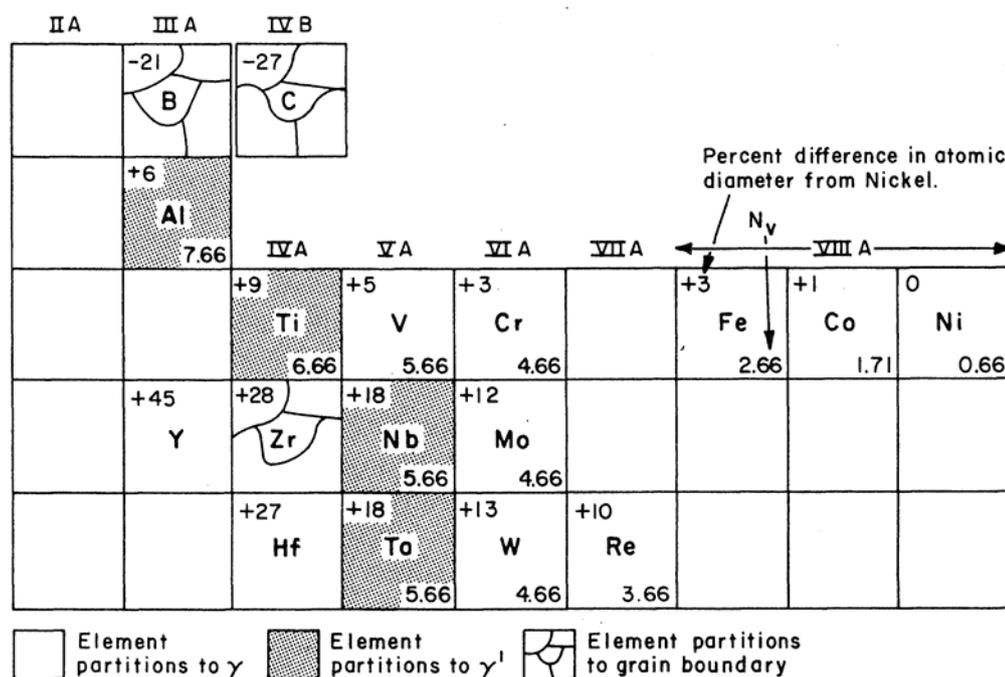


Abb. 2: Die wichtigsten Legierungselemente von Ni-Basis Superlegierungen [3]

Dabei wird die Löslichkeit der Elemente in der γ -Matrix durch die Atomradienähnlichkeit zum Atomradius von Ni bestimmt [3]. Das Legieren mit Cr, W und Mo wirkt durch die Verzerrung des Atomgitters mischkristallverfestigend [5]. Durch die Zugabe von Fe und Co wird die Stapelfehlenergie herabgesetzt, wodurch das Quergleiten von Versetzungen erschwert und dadurch die Festigkeit erhöht wird [6, 7]. Die Legierungselemente Al, Ti, Ta und Nb tragen nur in geringem Maße zu

den Eigenschaften der Matrix bei, da diese Elemente ausscheidungsbildend wirken [8]. Das gezielte Legieren mit Spurenelementen wie B, C und P trägt dazu bei, dass das Korngrenzgleiten bei erhöhten Temperaturen erschwert und die Diffusionsrate durch W und Mo im kubischflächenzentrierten Gitter herabgesetzt wird [1, 2, 3, 8].

2.1.2 Die γ' -Phase (Gamma Prime)

Der überwiegende Teilchenhärtungseffekt in Ni-Basis-Superlegierungen basiert auf der γ' -Phase (Ni_3Al). Als intermetallische Ordnungsphase besitzt sie die primitiv kubische Kristallstruktur $L1_2$ (siehe Abb. 3) und zählt somit zu den geometrisch dichtgepackten Phasen [2].

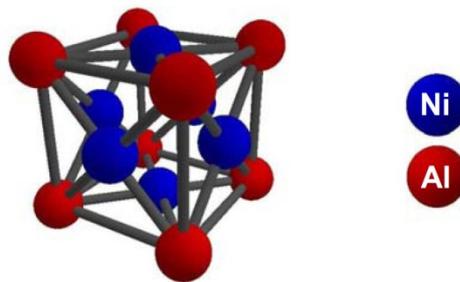


Abb. 3: $L1_2$ Ordnungsstruktur von Ni_3Al [10]

Da sich die γ' -Phase kohärent in der Matrix ausscheidet, kann folgende Orientierungsbeziehung mit der Matrix festgestellt werden:

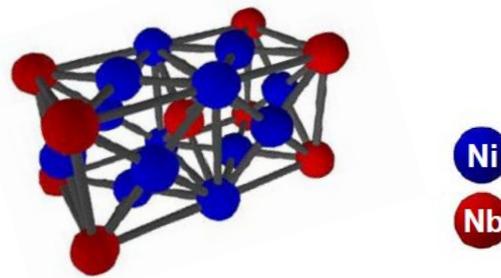
$$\{100\}_{\gamma} // (100)_{\gamma'} \text{ und } \langle 100 \rangle_{\gamma} // [100]_{\gamma'} \quad [3]$$

Durch die Substitution von Ni durch Cr und Co sowie Al durch Ti, Nb, Ta, Fe und W kommt es zu einer Gitterverzerrung, was eine Änderung des Gittermisfits δ mit sich bringt. Mit steigenden Gittermisfit wird die γ' -Phase zunehmend inkohärent, wodurch eine Änderung der Ausscheidungsmorphologie von kugeligen hinzu würfeligen oder plattenförmigen Ausscheidungen bewirkt wird [3]. Das charakteristische Merkmal der γ' -Phase ist ihr anomaler Streckgrenzeneffekt, worauf im Kapitel 2.2 genauer eingegangen wird.

2.1.3 Die γ'' -Phase (Gamma Double Prime)

Wenn Ni-Basis-Superlegierungen hohe Anteile an Nb aufweisen, wie dies bei der Superlegierung 718 der Fall ist, übernimmt die metastabile γ'' -Phase (Ni_3Nb) die Ausscheidungshärtung. Auch sie ist eine intermetallische Ordnungsphase mit der tetragonalen Kristallstruktur $D0_{22}$ (siehe Abb. 4) und weist ebenfalls durch ihre Kohärenz mit der Matrix einen Orientierungszusammenhang auf:

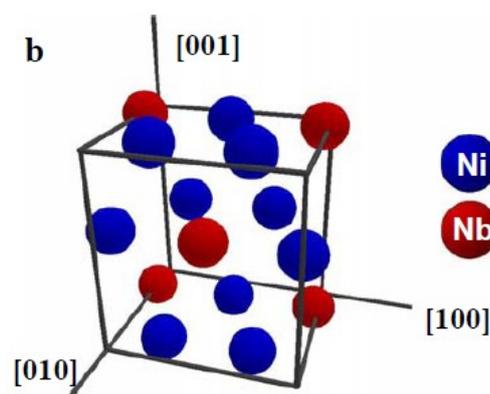
$$\{100\}_{\gamma} // (100)_{\gamma''} \text{ und } \langle 001 \rangle_{\gamma} // [001]_{\gamma''} \quad [3]$$

Abb. 4: $D0_{22}$ Ordnungsstruktur von Ni_3Nb [10]

Die γ'' -Phase scheidet sich in Platten- oder Scheibenform aus. Durch die tetragonale Kristallstruktur kommt es zu einer Verzerrung des Atomgitters und in Folge dessen zum Aufbau von Kohärenzspannungen. Diese Kohärenzspannungen, in der Größenordnung von wenigen Prozent, und die geringe Anzahl an Gleitsystemen tragen dazu bei, dass die Vergrößerungsrate der γ'' -Phase relativ gering ist. Dies macht γ'' -aushärtende Superlegierungen zu ausgezeichneten Hochtemperaturwerkstoffen. Wesentlicher Nachteil der γ'' -Phase ist die maximale Einsatztemperatur von 650°C , da oberhalb dieser Temperatur die metastabile γ'' -Phase in ihren Gleichgewichtszustand, der δ -Phase, übergeht [2, 3, 8].

2.1.4 Die δ -Phase

Im Temperaturbereich zwischen 650 und 980°C wandelt sich die metastabile γ'' -Phase in den Gleichgewichtszustand, die δ -Phase (Ni_3Nb) um [8]. Diese Phase besitzt die orthorhombische Kristallstruktur $D0_a$ (siehe Abb. 5) und ist völlig inkohärent [1].

Abb. 5: $D0_a$ Kristallstruktur von Ni_3Nb [10]

Da sie sich hauptsächlich an den Korngrenzen ausscheidet, wird sie beim Schmieden dazu genutzt, das Kornwachstum zu behindern. Um diesen Effekt nutzen zu können, setzt dies jedoch ein Schmieden unter der Lösungstemperatur von ca.

1000°C voraus [9]. Hohe Volumenanteile dieser Phase sind unerwünscht, da die spröde δ -Phase häufig als Schadensinitiator wirkt [4].

2.1.5 Die η -Phase

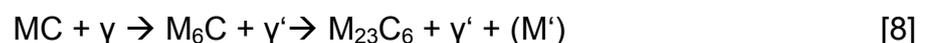
Bei erhöhten Ti/Al-Verhältnissen (ab Ti:Al - 2:1) bildet sich durch Umwandlung der γ' -Phase die η -Phase (Ni_3Ti). Zusätzliche Verformung wirkt sich positiv auf die Umwandlungskinetik aus [8]. Wie die δ -Phase, ist die η -Phase völlig inkohärent und besitzt als Strichphase eine hexagonal dichtgepackte Kristallstruktur $D0_{24}$. Sie erscheint in größeren Platten oder in Widmannstättenanordnung und wirkt sich nachteilig auf Duktilität, Zähigkeit, Kerbempfindlichkeit und Ermüdungsfestigkeit aus [2]. Jedoch trägt die η -Phase bis 450°C zur Festigkeitssteigerung bei [10].

2.1.6 Die TCP-Phasen (Laves, σ - und μ -Phase)

In Legierungen mit hohen Anteilen an Cr, Mo und W bilden sich nach langem Einsatz bei hohen Temperaturen TCP (Topologically Closed Packed) -Phasen aus. Diese haben die Charakteristika einer hohen Packungsdichte und einem hohen Anteil an nichtmetallischer Valenzbindung. Weiters weisen sie sehr komplexe Kristallstrukturen auf und nehmen daher ein relativ großes Volumen im Gefüge ein. Durch ihre Härte und Sprödigkeit sind diese Phasen häufig bruchauslösend. Die Bildung der TCP-Phasen erfolgt häufig an Korngrenzen und an Karbiden [3].

2.1.7 Karbide und Boride

Ni-Basis-Superlegierungen weisen verschiedenste Arten an Karbiden und Boriden auf, wobei die Bildung dieser Hartphasen von der Zusammensetzung der Legierung und den Herstellungsparametern abhängig ist. In den meisten Legierungen bilden sich MC-Karbide aus der Schmelze. Die dabei stabilste Karbidart sind die Ti-Karbide (TiC) [3]. Weiters bildet sich häufig eine Mischform von Karbonitriden aus. Diese blockartigen fein verteilten Teilchen erhöhen die Kriechfestigkeit. Weniger stabile Karbide wie Nb- und Ta-Karbid (NbC, TaC) lösen sich beim Lösungsglühen meist auf und scheiden sich nach folgender Reaktionsgleichung wieder als $M_{23}C_6$ Karbide aus:



$M_{23}C_6$ Karbide zählen zur wichtigsten Karbidart in Ni-Basis-Superlegierungen, wobei Cr häufig als metallischer Partner fungiert. Diese wirken dem Korngrenzengleiten entgegen, da sie sich beim Lösungsglühen auflösen und beim nachträglichen Abkühlen wieder an den Korngrenzen ausscheiden und somit die Korngrenzenviskosität erhöhen [2]. Die komplexe kubische Struktur der $M_{23}C_6$ Karbide ähnelt sehr stark der Kristallstruktur der σ -Phase, weshalb die Bildung der σ -Phase häufig an diesen Karbiden gefunden wird [11].

Zusätzlich zeigte sich, dass in Legierungen mit erhöhtem W- und Mo-Gehalt, die M_6C Karbide die häufigste Karbidart darstellen [3]. Diese Karbidart weist gegenüber den $M_{23}C_6$ Karbiden eine höhere Temperaturstabilität auf [2].

Die Boride M_3B_2 sind neben den Karbiden ein sehr wichtiger Bestandteil in Ni-Basis Superlegierungen. Sie bilden sich als halbmondförmige oder blockartige Teilchen an den Korngrenzen aus und wirken dort dem Korngrenzengleiten unter Kriechbelastung entgegen [2].

2.2 Verfestigungsmechanismen

In ausscheidungshärtenden Werkstoffen wird die Festigkeitssteigerung neben der Mischkristallverfestigung und in geringem Ausmaß der Korngrenzenverfestigung hauptsächlich durch die Teilchenverfestigung bewerkstelligt. [8] Dabei unterscheidet man bei der Wechselwirkung einer Versetzung mit einem Teilchen zwischen zwei Arten: Den Schneidmechanismus (Fine-Kelly-Mechanismus) oder den Umgehungsmechanismus (Orowan-Mechanismus). Welcher Mechanismus stattfindet, hängt von der kritischen Teilchengröße ab. Tritt der Schneidmechanismus ein, ist der Teilchenradius kleiner als der kritische Radius. Ist der Teilchenradius größer als der kritische Radius, ist es energetisch günstiger, dass das Teilchen von der Versetzung umgangen wird. Der geometrische Beitrag zur Teilchenverfestigung durch Schneiden wird durch den Volumenanteil, die Größe und den mittleren Teilchenabstand bestimmt. Weiters unterscheidet man zwischen folgenden Mechanismen:

- Grenzflächenhärtung
- Schubmodulhärtung
- Stapelfehlerhärtung
- Kohärenzspannungshärtung und
- Ordnungshärtung [12]

In Ni-Basis-Superlegierungen ist der Bereich des Schneidens zusätzlich in zwei Bereiche unterschiedlicher Verfestigungswirkung unterteilt. Die Verfestigung ist dabei vom mittleren Abstand der Versetzungen in Bezug auf die Teilchengröße abhängig [3]. Auf diesen Effekt wird im Folgenden näher eingegangen.

2.2.1 Teilchenhärtung durch die γ' -Phase

Die Teilchenhärtung findet zum größten Teil durch die Ordnungsverfestigung der geschnittenen Ordnungsphase γ' (Ni_3Al) statt [8]. In Abbildung 6 ist der Mechanismus des Schneidens dargestellt.

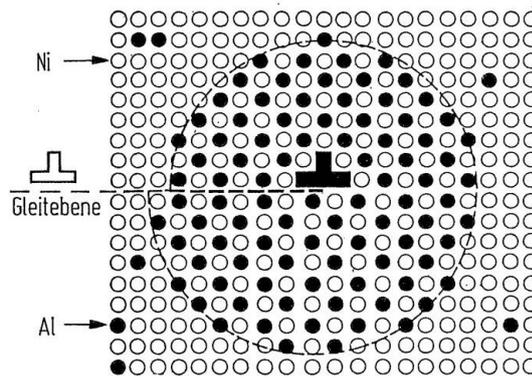


Abb. 6: Schematische Darstellung des Schneidmechanismus [12]

Es wird in Abbildung 6 verdeutlicht, dass durch das Schneiden eines Teilchens mit einer Versetzung das Gitter durch eine Antiphasengrenze gestört wird. Die zweite gleichwertige Versetzung hebt diese gestörte Grenzfläche wieder auf. Daher wandern Versetzungen als Paar durch den Kristall. Dieses Paar wird Superversetzung genannt. Folglich muss eine Antiphasengrenzenergie überwunden werden damit Verformung stattfindet [12]. Abbildung 7 veranschaulicht die unterschiedlichen Bereiche der Teilchenhärtung.

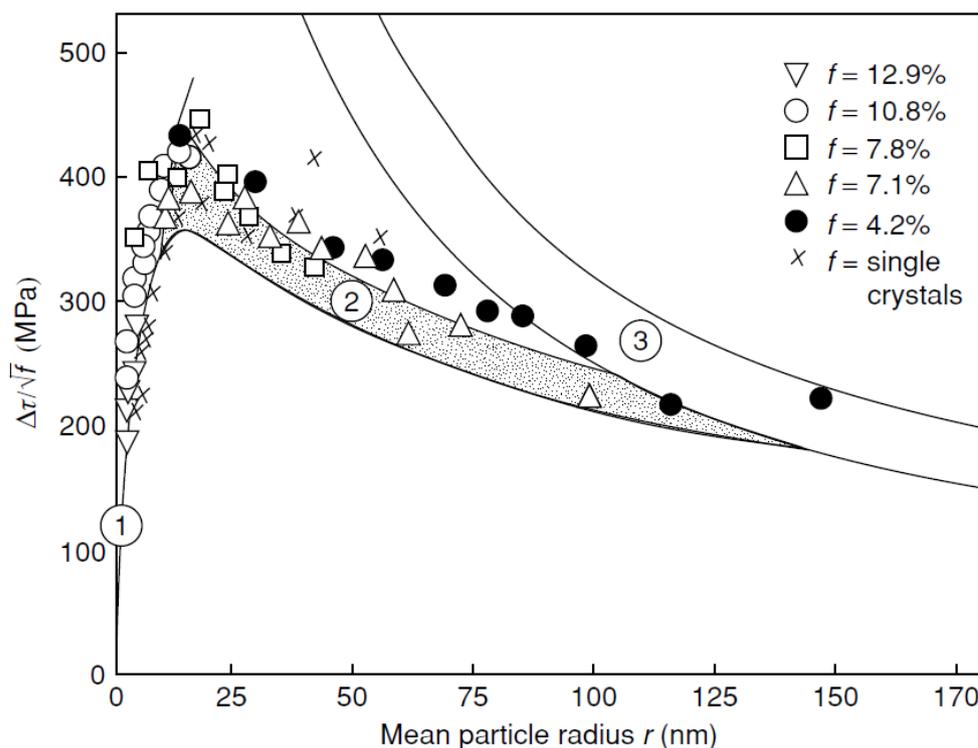


Abb. 7: Bereiche der γ' -Teilchenhärtung [3]

Wie bereits erwähnt, unterscheidet man beim Schneidmechanismus in Ni-Basis-Superlegierungen zwei Bereiche in Abhängigkeit der Teilchengröße. Abbildung 8 zeigt den Zusammenhang zwischen Teilchengröße und Versetzungsabstand.

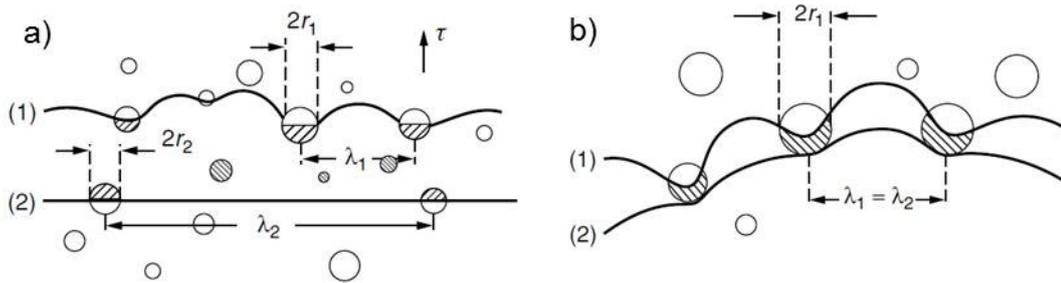


Abb. 8: a) Schwach gebundene Versetzungen und b) stark gebundene Versetzungen [3]

Die beiden Abbildungen 7 und 8 veranschaulichen, dass im Bereich 1 die Festigkeit mit $r^{1/2}$ ansteigt und man von schwach gebundenen Versetzungen spricht. Diese kennzeichnen sich durch einen großen mittleren Abstand in Relation zur Teilchengröße. Im Bereich 2 sinkt die Festigkeit mit $1/r$ und man findet stark gebundene Versetzungen vor, bei welchen der mittlere Abstand zueinander geringer ist als die Teilchengröße. Erst im Bereich 3 findet der Orowan-Mechanismus statt, der auch Überalterungsbereich (Overaging) genannt wird [3]. Neben den unterschiedlichen Verfestigungsmechanismen in Abhängigkeit der Teilchengröße, kann in Ni-Basis-Superlegierungen zusätzlich ein anomales Verhalten der Festigkeit (Abb. 9) in Abhängigkeit der Temperatur beobachtet werden.

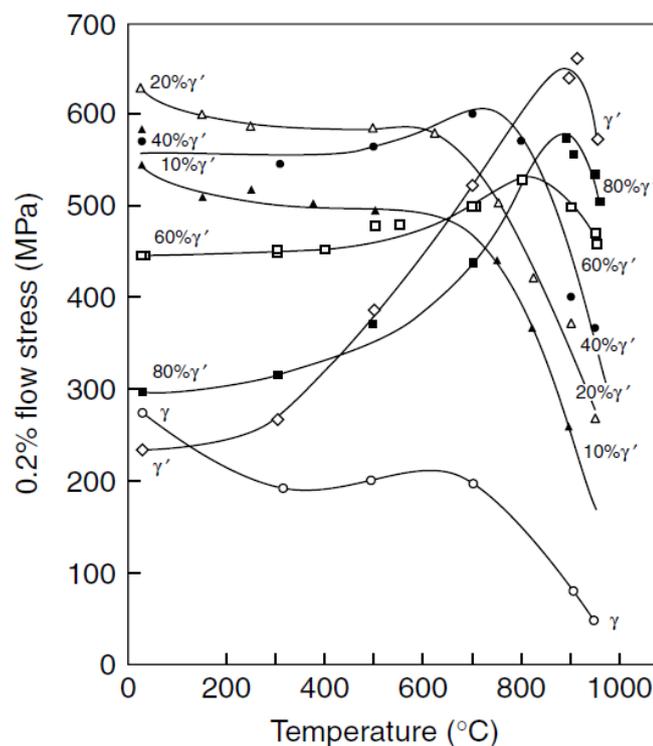


Abb. 9: Anomales Festigkeitsverhalten der γ' -Phase [3]

Die in Abbildung 9 dargestellten Fließkurven weisen eine anomale Abhängigkeit der Festigkeit von der Temperatur auf. Diese Festigkeitssteigerung wird durch thermische Aktivierung der Quergleitebenen hervorgerufen. So konnte gezeigt

werden, dass Partialversetzungen die kubische $\{111\}$ -Gleitebene verlassen und auf die $\{001\}$ -Quergleitebene wechseln. Dieser Vorgang ist in Abbildung 10 dargestellt.

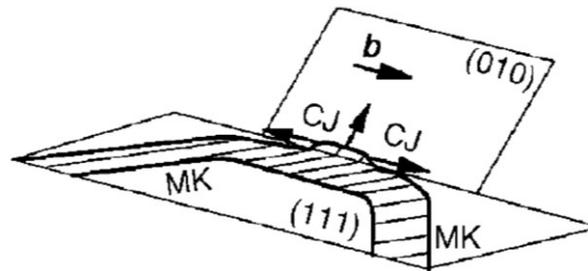


Abb. 10: Kear-Wiltsdorf-Locks in der (010)-Quergleitebene [3]

Wie der Abbildung 10 entnommen werden kann, tritt ein Quergleiten von Superpartialversetzungen in der $\{001\}$ -Quergleitebene auf. Diese Quergleitsegmente wirken dabei als Sperre (Kear-Wiltsdorf-Lock). Mit steigender Temperatur werden immer mehr Kear-Wiltsdorf-Locks gebildet, was einen Anstieg der Festigkeit mit steigender Temperatur zur Folge hat. Das Quergleiten wird neben der thermischen Aktivierung, auch durch mechanische Spannungen sowie den Anisotropien der Antiphasengrenzen und in den elastischen Eigenschaften, begünstigt. Somit steigt die Festigkeit der γ' -Phase bis zu einem Maximum knapp über 800°C . Nach dem Festigkeitsmaximum führen die erhöhten Temperaturen dazu, dass sich die Kear-Wiltsdorf-Locks wieder auflösen und wieder kubisches Gleiten entlang der $\{111\}$ -Ebenen vorherrschend ist [3].

2.2.2 Teilchenhärtung durch die γ'' -Phase

Die tetragonale Gitterverzerrung (siehe Abb. 11) im Umfeld des γ'' -Teilchens bewirkt den Aufbau von Kohärenzspannungen zwischen dem Teilchen und der Matrix.

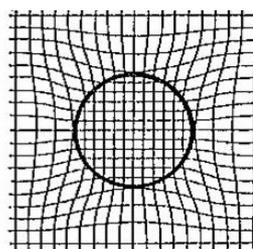


Abb. 11: Kohärenzspannungsbildung durch den Gittermisfit [12]

Dadurch muss eine Versetzung zusätzliche Energie aufwenden, um das Teilchen schneiden zu können, was einen enormen Festigkeitsanstieg zur Folge hat. Die Kohärenzspannungen steigen mit zunehmendem c/a -Verhältnis des tetragonalen Kristalls an. Dies kann durch gezieltes Legieren bewerkstelligt werden. Solche Kohärenzspannungen sind im Fall der γ'' -aushärtenden Ni-Basis-Superlegierung 718 in der Größenordnung von 2,86% [13, 14].

2.3 Ni-Basis Superlegierung 718

Die Ni-Basis-Superlegierung 718 wurde in den 1950er Jahren von H. L. Eiselstein hinsichtlich einer optimierten Streckgrenze im Hochtemperatureinsatz bis 650°C entwickelt [8]. Tabelle 1 gibt die Zusammensetzung der Ni-Basis-Superlegierung 718 wieder.

Tab. 1 Chemische Zusammensetzung der Ni-Basis-Superlegierung 718 [15]

Legierung 718	C	Cr	Mo	Ni	Fe	Ti	Al	Nb	B
wt%	0,02	18	3	Rest	18,5	1	0,5	5,3	0,003

Sie zählt genau genommen zu den Nickel-Eisen-Superlegierungen, da sie mit ~19 wt % Fe einen beträchtlichen Anteil dieses kostengünstigen Mischkristallhärter aufweist. Durch den erhöhten Nb-Gehalt wird bei diesem Legierungssystem bevorzugt die γ'' -Phase ausgeschieden. Weiters setzt Nb die Antiphasengrenzflächenenergie der Ausscheidungen herunter, wodurch das Quergleiten erschwert und dadurch die Festigkeit erhöht wird [16]. Der erhöhte Nb-Anteil bewirkt zusätzlich ein Abnehmen der Löslichkeit für Al und Ti in der Matrix, sodass zusätzliche sphärische γ' -Ausscheidungen gebildet werden. Die Festigkeit dieser Legierung wird jedoch hauptsächlich durch die Kohärenzspannungshärtung der scheibenförmigen γ'' -Ausscheidungen und zu einem geringen Anteil durch die Ordnungshärtung der sphärischen γ' -Ausscheidungen hervorgerufen [3]. Diese beiden Ausscheidungstypen nehmen einen Volumenanteil von 14-15% im Gefüge ein [17]. Die von der γ'' -Phase gebildeten Kohärenzspannungen und die daraus resultierende Trägheit des Ausscheidungswachstums, bewirken eine ausgezeichnete Schweißbarkeit der Ni-Basis-Superlegierung 718 [8]. Der Aufbau des Gefüges ist in Abbildung 12a und b dargestellt.

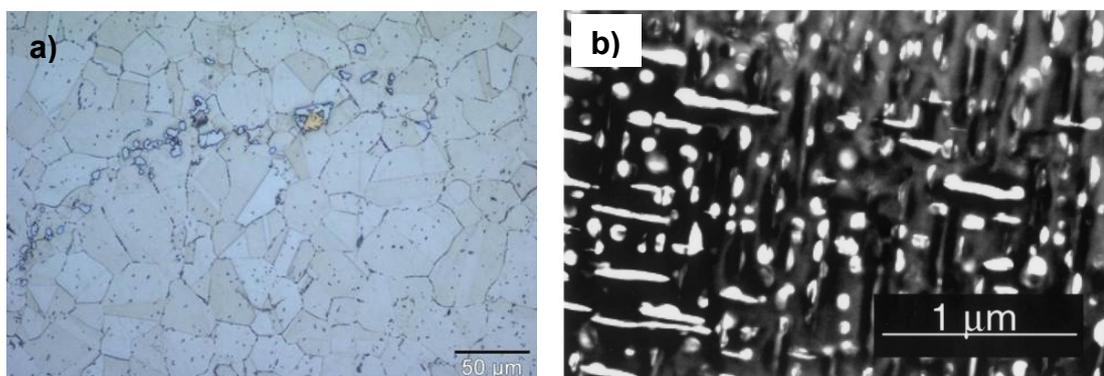


Abb. 12: a) Lichtmikroskopische und b) Submikroskopische TEM-Darstellung [18] des Gefüges

Bei Schmiedelegierungen, wie der Superlegierung 718, besteht das Gefüge zum größten Teil aus einer kubischflächenzentrierten γ -Matrix [1]. Der Anteil der δ -Phase an den Korngrenzen wird so eingestellt, um beim Warmumformen das

Kornwachstum zu verzögern [9]. Man sieht zusätzlich, dass sich die Hartphasen, wie Carbide und Nitride, auch bevorzugt an den Korngrenzen bilden [8]. Im Hochtemperatureinsatz konnte beobachtet werden (Abb. 13), dass es zur Ausbildung von Alpha-Chrom-Ausscheidungen und der σ -Phase kommt.

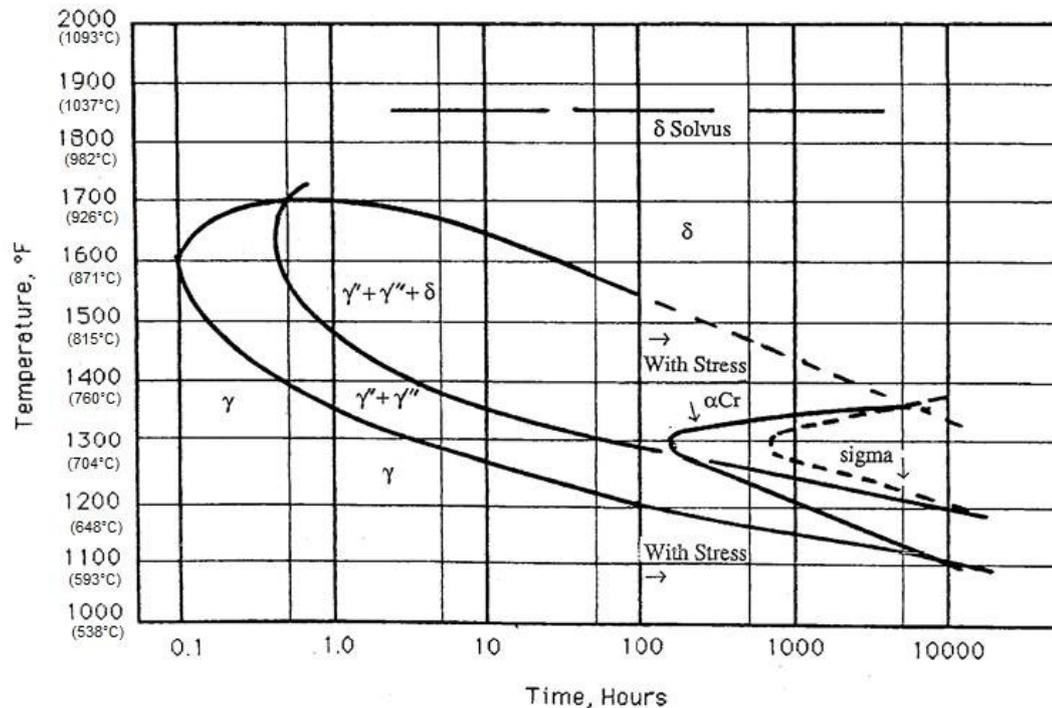


Abb. 13: ZTU-Schaubild der Ausscheidungsreaktionen [19]

Es kann dem Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild (ZTU-Schaubild) entnommen werden, dass es bei Einsatztemperaturen um die 700°C und ab einem Zeitraum von 100 Stunden zu einer Bildung von Alpha-Chrom-Ausscheidungen sowie nach 1000 h zu einer Bildung der σ -Phase kommt. Wie zuvor im Kapitel 2.1.5 erwähnt, sind diese Phasen unerwünscht, da sie meist bruchauslösend sind [2, 3, 8]. Weiters kann dem ZTU-Schaubild entnommen werden, dass bei Auslagerungstemperaturen um die 720°C erst ab einer Stunde die ersten Ausscheidungen bilden. Im Zeitraum davor spricht man von der so genannten Inkubationszeit der Ausscheidungsbildung [20]. Die lange Zeitdauer bis zur ersten Ausscheidungsbildung ergibt sich aus der geringen Diffusionsrate des Nb [21] und den vorhandenen Gittermisfit der γ'' -Ausscheidungen [16].

2.3.1 Ausscheidungsverhalten der Ni-Basis-Superlegierung 718

In der Superlegierung 718 kann durch gezieltes Einstellen der Legierungsanteile von Al, Ti und Nb die Ausscheidungsmorphologie wesentlich beeinflusst werden. Ziel dieser Beeinflussung ist es, die Langzeitstabilität der Ausscheidungen zu erhöhen. Um die Variation in der Zusammensetzung auszudrücken und in weiterer Folge das

Ausscheidungsverhalten zu beschreiben, wurden die Zusammenhänge R- und S-Wert aufgestellt. [17].

$$\text{Al+Ti+Nb} \rightarrow \text{S-Wert (Sum)} \quad \text{Gleichung 1}$$

$$\text{Al+Ti/Nb} \rightarrow \text{R-Wert (Ratio)} \quad \text{Gleichung 2}$$

Dabei gibt der S-Wert die Summe der ausscheidungsbildenden Elemente Al, Ti und Nb in at% an. Der R-Wert beschreibt das Verhältnis von Al+Ti zu Nb. Durch unzählige Untersuchungen und thermodynamische Berechnungen konnte nachgewiesen werden, dass sich bei einem R-Wert von $<0,8$ eine Dual-Phasen- bzw. Sandwich-Struktur der beiden vorkommenden Ausscheidungstypen γ' und γ'' ausbildet. Die γ'' -Phase tritt dabei als scheibenförmige und die γ' -Phase als kugelige Ausscheidung auf [8]. Dies wurde an einstufigen [22] und an mehrstufigen Auslagerungszuständen nachgewiesen [23]. Abbildung 14a veranschaulicht die Ausscheidungsmorphologie.

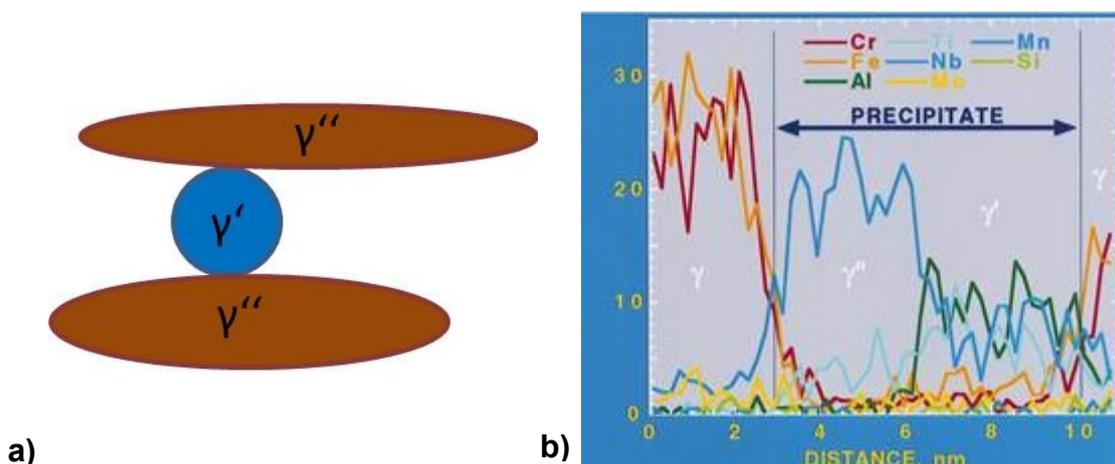


Abb. 14: a) Schematische Darstellung der Dual-Phasen-Struktur und b) Konzentrationsverlauf der Elemente durch eine Dual-Phasen-Struktur [24]

Aus den Konzentrationsverläufen in Abbildung 14b kann entnommen werden, dass die γ'' -Phase einen hohen Anteil an Nb besitzt und wenig Al und Ti besitzt. Weiters ist erkennbar, dass die γ' -Phase einen gleich hohen Anteil an Nb und Ti aufweist. Da es sich bei beiden Phasen um Ordnungsphasen handelt, weist Ni eine sehr hohe Konzentration bis zu 70 at% in den Ausscheidungen auf. Wie erwartet, verbleiben die Mischkristallelemente Cr, Fe und Mo in der Matrix [22, 25]. Das Auftreten der Sandwichstruktur ist bereits in den frühen Zuständen der Ausscheidungsbildung vorherrschend, jedoch überwiegt in allen Ausscheidungsbereichen der Auslagerung der Volumenanteil der γ'' -Ausscheidungen gegenüber dem der γ' -Ausscheidungen [22, 23, 25].

Wird der Legierungsgehalt von Al und Ti so gesteigert, dass der R-Wert größer als 0,8 wird, kann durch gezielte Wärmebehandlung eine kompakte Struktur gebildet werden. Diese ist dadurch gekennzeichnet, dass durch den erhöhten Al und Ti Gehalt bevorzugt die γ' -Phase gebildet wird. Die Würfelflächen der γ' -Ausscheidungen können infolge als Keimstelle für die γ'' -Ausscheidungsbildung genutzt werden. Durch diesen verbundartigen Aufbau der Ausscheidungen, weist die kompakte Struktur einen hohen Widerstand gegen Wachstum und Vergrößerung auf. Dies lässt sich auf das Diffusionsfeld und die Kohärenzspannungen der γ'' -Ausscheidungen zurückführen. Zur Einstellung einer kompakten Struktur, muss jedoch die γ' -Ausscheidung eine kritische Größe von ca. 20 nm besitzen (Abb. 15).

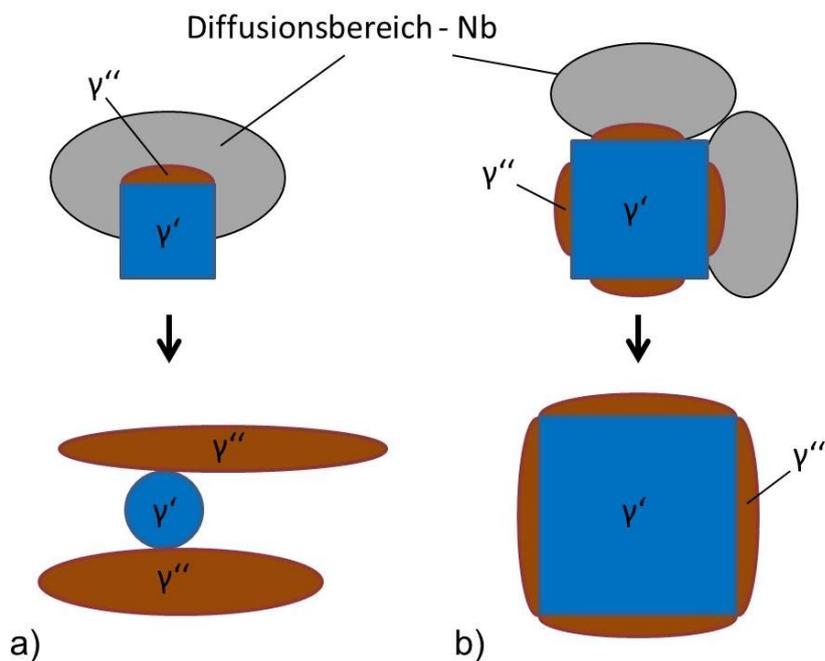


Abb. 15: a) Dual-Phasen- oder Sandwich-Struktur und b) Kompakte Struktur der Ausscheidungen [26]

Wenn die γ' -Ausscheidungen die kritische Größe nicht erreichen, überlappen die Nb-Diffusionsfelder der γ'' -Ausscheidungen und es kommt zur Ausbildung einer Sandwichstruktur. Wird jedoch die kritische Größe erreicht, so können die γ'' -Ausscheidungen an den Würfelflächen der γ' -Ausscheidung keimbilden, ohne, dass die Nb-Diffusionsfelder zu stark wechselwirken und somit eine kompakte Struktur ausgebildet werden kann [26].

2.4 Nickel Basis Superlegierung 718^{Plus}

Da die Ni-Basis-Superlegierung 718 im Langzeithochtemperatureinsatz eine maximale Einsatztemperatur von 649°C besitzt, wurde von der Firma ATI ALLVAC nach einer ähnlich aufgebauten Superlegierung geforscht. Das Ziel war es, ausgehend von der Ni-Basis Superlegierung 718 das Legierungssystem so zu

verbessern, damit eine erhöhte Einsatztemperatur über 700°C, wie im Fall der Konkurrenzprodukte Waspalloy, Rene 41 und Udimet 720 erreicht wird. Zusätzlich sollte die verbesserte Ni-Basis-Superlegierung im Gegensatz zu den Konkurrenzprodukten eine bessere Bearbeitbarkeit (Umformen, Schweißen, spanende Bearbeitung) und vor allem geringere Werkstoffkosten besitzen. In Tabelle 1 ist die Zusammensetzung der Ni-Basis-Superlegierung 718^{Plus} aufgelistet und der Zusammensetzung der Ni-Basis-Superlegierung 718 gegenübergestellt [27].

Tab. 2: Vergleich der chemischen Zusammensetzungen von 718 und 718^{Plus} [27]

wt%	C	Ni	Cr	Mo	W	Co	Fe	Nb	Ti	Al	P	B
718Plus	0,02	Rest	18	2,8	1	10	10	5,45	0,7	1,45	0,01	0,004
718	0,03	Rest	18,1	2,9	-	-	18	5,4	1	0,45	-	-

In den frühen 90er Jahren wurde durch die Zugabe von B und P, welche besonders an den Korngrenzen seigern, eine erhöhte Kriech- und Zeitstandsfestigkeit erreicht. Dies hängt damit zusammen, dass diese Elemente in ppm-Zugaben dem Korngrenzgleiten entgegenwirken. Im Vergleich zur Ni-Basis-Superlegierung 718 wurden weiters die Al- und Ti-Gehalte so modifiziert, dass man bei der Ni-Basis-Superlegierung 718^{Plus} eine Festigkeit im Hochtemperaturversuch bei 704°C erreicht, welche die Superlegierung 718 nur bis 649°C besitzt. Zusätzlich wurde in dem neuartigen Legierungssystem die Matrix hinsichtlich besserer Zeitstandsfestigkeit so optimiert, dass der Fe- Gehalt verringert und stattdessen Co und W zugegeben wurden [27].

Aufgrund der Legierungszusammensetzung härtet die Ni-Basis-Superlegierung 718^{Plus} über die γ' -Phase aus. Diese nimmt auf Grund der hohen Anteile an ausscheidungsbildenden Elementen Al, Ti und Nb einen Volumenanteil bis 21% ein. Daneben findet man in der Ni-Basis-Superlegierung 718^{Plus} wiederum δ -Phase [28], NbC, TiN und im weiteren Langzeithochtemperatureinsatz, $M_{23}C_6$ -Karbide, TCP-Phasen sowie die hexagonaldichtestgepackte (hdp) -Phase $Ni_3Al_{0,5}Nb_{0,5}$ und Alpha-Chrom vor [29].

2.4.1 Ausscheidungsverhalten der Ni-Basis-Superlegierung 718^{Plus}

Um bei Hochtemperaturanwendungen höchste Zug- und Zeitstandsfestigkeiten zu erreichen, muss der Volumenanteil der Ausscheidungen so hoch wie möglich liegen [16]. Durch Versuchslegierungen konnte festgestellt werden, dass ein Gesamtgehalt von Al+Ti mit 4 at% sowie ein at%-Verhältnis Al/Ti von 4 die beste Zugfestigkeit, Streckgrenze und Zeitstandfestigkeit zeigte [27]. Durch die erhöhten Anteile der ausscheidungsbildenden Elemente Al und Ti wurde der S-Wert auf 7,5 at% und der R-Wert auf 1,17 gesteigert. Der erhöhte Al-Gehalt und die damit verbundene

Erhöhung des R-Werts, führt zum Auftreten einer neuartigen hdp-Phase ($\text{Ni}_3\text{Al}_{0,5}\text{Nb}_{0,5}$). Es konnte nachgewiesen werden, dass es zur Ausbildung dieser nadelförmigen oder plattenförmigen Ausscheidung ab einem R-Wert von 1,1 kommt. Die Ausscheidungsmorphologie ist der δ -Phase (Ni_3Nb) ähnlich, unterscheidet sich aber in der Kristallographie und in der Stöchiometrie [29]. Zusätzlich wird durch die Erhöhung des Al-Gehalts die γ' -Solvustemperatur von 899°C auf 987°C erhöht [17, 29]. Erhöhte Ti-Anteile über 1 wt% fördern die Instabilität der γ' -Phase, welche zur Ausbildung der η -Phase in Platten- oder in Widmannstättenmorphologie führt. Deswegen wurde in diesem Legierungssystem der Ti-Gehalt mit 0,75 wt% begrenzt [31]. Die Beibehaltung des Nb-Anteils von 5,5 wt% zeigte eine zusätzliche Verfestigung der γ' -Phase. Durch die Optimierung der Ausscheidungschemie wurde die Ausscheidungsmorphologie soweit beeinflusst, dass sich in dieser Ni-Basis-Superlegierung globulare γ' -Ausscheidungen bilden.

Weiters konnte in Berechnungen gezeigt werden, dass die γ' - und die δ -Phase im Ausscheidungsverhalten wechselwirken. Die Abbildungen 16a und b zeigen die Wechselwirkung zwischen der γ' - und δ -Ausscheidungsbildung:

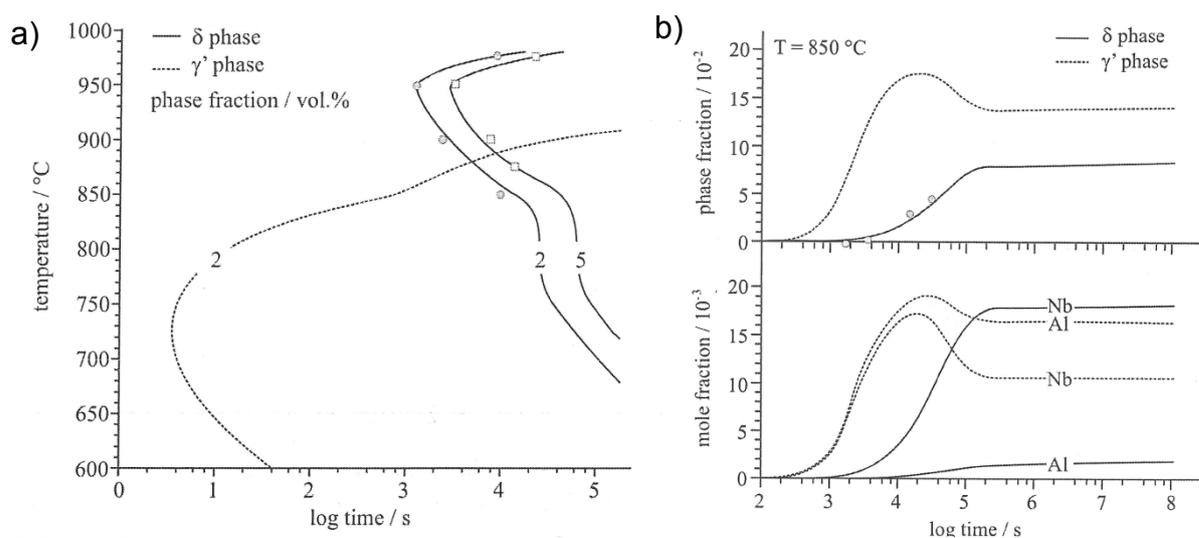


Abb. 16: a) ZTU-Schaubild der γ' -Ausscheidung und b) Wechselwirkung von γ' - und δ -Phase [30]

Aus dem Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild in Abbildung 16a kann entnommen werden, dass die Ausscheidungsreaktionen der γ' - und der δ -Phase wechselwirken. Das Ausscheidungsmaximum der δ -Phase wurde bei 950°C berechnet. Es zeigt zusätzlich, dass die rasche γ' -Ausscheidungsbildung, die δ -Ausscheidungsbildung unter 850°C beschleunigt. Weiters kann man in Abbildung 16b sehen, dass nach der Bildung der ersten γ' -Ausscheidungen, Nb und Al wegdiffundieren und dieser Diffusionsmechanismus eine δ -Ausscheidungsbildung hervorruft [30].

Durch die erhöhten Zugaben an Al, Ti und Nb wurde jedoch auch der Temperaturbereich zur Umformung im γ -Gebiet wesentlich verringert. Es haben

Versuche gezeigt, dass ab einem S-Wert über 7,5 at% die Warmumformbarkeit der Legierung nicht mehr gewährleistet werden kann [27].

2.5 Gegenüberstellung 718 / 718^{Plus}

Durch das modifizierte Legierungsdesign der Ni-Basis-Superlegierung 718^{Plus} wurde ein verbessertes Verhalten im Hochtemperatureinsatz erzielt. Die Tabelle 3 zeigt eine Gegenüberstellung der Eigenschaften beider Superlegierungen.

Tab. 3: Eigenschaftsvergleich nach Langzeithochtemperatureinsatz (704°C – 500 h) [31]

Superlegierung	718 ^{Plus}	718	718
Quelle	[25]	[25]	[29]
Larson Miller Parameter	23,3	23,3	23,3
Ausbildung der Mikrostruktur	γ'-Wachstum, δ-Bildung und Wachstum	γ'- und γ''-Wachstum und Verringerung der Teilchenanzahl δ-Bildung und Wachstum	
RT - Zugversuch			
Festigkeit	10 %	25 %	30 %
Bruchdehnung	4 - 10 %	25 - 50 %	30 - 60 %
HT - Zugversuch (704°C)			
Festigkeit	4-13 %	40 - 45 %	40 %
Bruchdehnung	75 -130 %	130 - 160 %	100 - 250 %
Zeitstandsfestigkeit	Geringe Änderung	90%	
Kriechrate	Faktor 3 - 10	Faktor 20	

Legende	Zunahme	Abnahme
---------	---------	---------

Aus dem Eigenschaftsvergleich geht hervor, dass die mechanischen Eigenschaften der Ni-Basis-Superlegierung 718^{Plus} durch den Langzeithochtemperatureinsatz im geringeren Maße negativ beeinflusst wurden, als bei der Ni-Basis-Superlegierung 718. Es zeigt sich bei der Ni-Basis-Superlegierung 718, dass die Kriechrate steigt, sowie die Festigkeiten, geprüft bei Raum- und Hochtemperatur, nach dem Langzeithochtemperatureinsatz sinken. Lediglich die Bruchdehnung wird durch die Hochtemperaturbeanspruchung positiv beeinflusst. Wie in Kapitel 2.4 erwähnt, zeigt die Ni-Basis-Superlegierung 718^{Plus} eine höhere Festigkeit als die Ni-Basis-Superlegierung 718. Auch die Schweißbarkeit und Umformbarkeit liegen im Bereich der ausgezeichneten Verarbeitungseigenschaften der Ni-Basis-Superlegierung 718. Beim Vergleich der Ausscheidungsreaktionen

konnte festgestellt werden, dass Bildung und Wachstum in der Ni-Basis-Superlegierung 718^{Plus} schneller abläuft. Durch einen Langzeithochtemperaturversuch bei 760°C und einer Dauer von 500 h wurde der Vergrößerungsmechanismus studiert. Dabei wurde festgestellt, dass die Ausscheidungen in der Ni-Basis-Superlegierung 718 stark vergrößern und sich nach dem Auflösen als δ -Phase ausscheiden. Im Gegensatz dazu tritt bei der Ni-Basis-Superlegierung 718^{Plus} kaum Vergrößerung und nur ein geringer Anteil an umgewandelter δ -Phase auf [31].

3. Experimentelles

3.1 Probenmaterial und Probenentnahme

Die zwei Ni-Basis-Superlegierungen mit der Firmenbezeichnung L334SA und L334SB wurden von der Firma Böhler Edelstahl GmbH hergestellt. Die chemischen Zusammensetzungen sind in Tabelle 4 angegeben.

Tab. 4: Chemischen Zusammensetzungen der Legierungen SA und SB in wt%

wt%	C	Cr	Mo	Ni	Fe	Ti	Al	Nb
L334SA	0,023	17,72	2,96	53,84	18,48	0,97	0,50	5,08
L334SB	0,024	17,66	2,97	53,58	18,46	0,97	0,53	5,43
at%	C	Cr	Mo	Ni	Fe	Ti	Al	Nb
L334SA	0,11	19,87	1,80	53,48	19,29	1,18	1,08	3,19
L334SB	0,12	19,81	1,81	53,25	19,28	1,18	1,15	3,41

Die Legierung L334SA entspricht der Ni-Basis-Superlegierung 718 mit der Werkstoffbezeichnung NiCr19NbMo und der Werkstoffnummer 2.4668 [15]. Es kann der Tabelle 4 entnommen werden, dass sich die Legierung SB von der Legierung SA dadurch unterscheidet, dass der Nb- und Al-Gehalt höher liegt.

Die Legierungen durchliefen folgende Herstellungsschritte: Vakuumschmelzen, Umschmelzen, Homogenisieren, Vorverformung durch Schmieden/Walzen und Walzen auf Endabmessung. Die beiden Rohmaterialien standen als Stabmaterial im walzharten Zustand zur Verfügung, wobei die Durchmesser 50 mm (L334SA) und 100 mm (L334SB) betragen. Zur Probenentnahme wurden an einem Nass-Trennschneidgerät der Fa. BUEHLER Quader, mit den Abmessungen 7 x 7 x 50 mm, aus dem Stabmaterial herausgetrennt. Die Probenentnahme erfolgte bei der Legierung L334SA in Walzrichtung und bei der Legierung L334SB quer zur Walzrichtung. Die Quader wurden in weiterer Folge auf einen Außendurchmesser von Ø 5 mm mittels Drehen bearbeitet. Danach wurden zylindrische Proben mit den Abmessungen Ø 5 x 15 mm am Nasstrennschneidgerät ACCUTOM-5 der Fa. STRUERS von dem Stab herunter getrennt.

3.2 Wärmebehandlung und Versuchsplanung

Die Wärmebehandlungen wurden induktiv mit einem Dilatometer des Typs 805A der Fa. BÄHR THERMOANALYSE durchgeführt. Der wesentliche Vorteil dieser Wärmebehandlung gegenüber konventionellen Konvektionsöfen besteht darin, dass durch die induktive Erwärmung und der Abkühlung mittels gasförmigen Stickstoffs, eine genaue Temperaturführung möglich ist. Die zylindrische Probe wird während

der Wärmebehandlung in waagrechter Lage zwischen zwei Al_2O_3 -Stangen in einer wassergekühlten Induktivspule gehalten. Über diese Stangenaufnahme erfolgt auch die Längenänderungsmessung. Zur Messung der Proben temperatur wurden Thermolemente des Typ S (Pt10Rh/Pt, Temperaturbereich von -50°C bis 1767°C) verwendet. Alle Wärmebehandlungen wurden unter Vakuum bei 10^{-5} mbar durchgeführt. Damit wurde der Verzunderung der Probenoberfläche entgegengewirkt. Es zeigte sich lediglich eine Ausbildung einer Oxidschicht in Form von violetten Anlassfarben an der Probenoberfläche. Dies lässt sich auf die Kühlung mit gasförmigen Stickstoff und dessen Reaktion mit der erwärmten Probenoberfläche zurückführen. Um Variationen in den Abkühlgeschwindigkeiten genau durchzuführen, wurde ein exponentielles $T_{8/5}$ -Temperatursegment, welches in der Software des Dilatometers implementiert ist, angewandt.

Folgender Versuchsplan in Tabelle 5 wurde für die beiden zu untersuchenden Superlegierungen L334SA und L334SA festgelegt.

Tab. 5 Versuchsplanung - Endzustände

Bezeichnung	Lösungsglühung	1. Auslagern	2. Auslagern	Abkühlrate
SA_1	954°C - 1 h / WQ	718°C - 8 h	621°C - 8h	CR 1
SA_2	954°C - 1 h / WQ	718°C - 8 h	621°C - 8h	CR 2
SA_3	982°C - 1 h / WQ	718°C - 8 h	621°C - 8h	CR 1
SA_4	928°C - 1 h / WQ	718°C - 8 h	621°C - 8h	CR 2
SA_5	1010°C - 1 h / WQ	718°C - 8 h	621°C - 8h	CR 1
SB_6	954°C - 1 h / WQ	718°C - 8 h	621°C - 8h	CR 1
SB_7	982°C - 1 h / WQ	718°C - 8 h	621°C - 8h	CR 1
SB_8	1010°C - 1 h / WQ	718°C - 8 h	621°C - 8h	CR 1

Die Auflistung in Tabelle 5 beschreibt vollkommen wärmebehandelte Zustände. Dabei wurden die Wärmebehandlungen nach dem Schema einer einmaligen Lösungsglühung und einer darauf folgenden zweistufigen Auslagerung definiert. Um einen übersättigten kubischflächenzentrierten Mischkristall nach dem Lösungsglühen zu erhalten, wurden die Proben abgeschreckt. Dies erfolgte zwar mittels Stickstoffkühlung, jedoch wurde eine Abkühlrate von $\lambda=0,1$ (entspricht $T_{8/5} = 10$ s) gewählt, was den Abschreckbedingungen von Wasser gleichzusetzen ist. Die Auslagerungen wurden entsprechend der Werkstoff-Datenblattspezifikation L718, zum Erreichen einer maximalen Festigkeit in der Hochtemperaturanwendung, bei 718°C für 8h und 621°C für 8h ausgeführt. Zwischen den beiden Auslagerungsstufen wurde eine Ofenabkühlung von $55^\circ\text{C}/\text{h}$ definiert [15].

Die Endzustände dienen dazu, den Effekt der Lösungsglühtemperatur auf die Chemie der Ausscheidungen zu untersuchen. Zusätzlich wurde eine Variation der Abkühlgeschwindigkeiten nach dem zweiten Auslagern verlangt. Dies diente dazu, um einerseits eine mögliche Veränderung in der Chemie der Ausscheidungen zu analysieren und andererseits um zu klären, ob sich durch eine langsamere Abkühlung auf Raumtemperatur weitere kleinere Ausscheidungen bilden. Daher wurden zwei verschiedene Kühlgeschwindigkeiten definiert. Die Abkühlrate CR 1 entspricht einer Abkühlung eines zylindrischen Bauteils mit einem Durchmesser von \varnothing 100 mm an Luft. Daher entspricht CR1 einer $T_{8/5}$ -Zeit von 867 s und CR2 einer $T_{8/5}$ -Zeit von 1734 s. Die Abkühlvorgänge wurden jedoch bei 100°C gestoppt, da davon ausgegangen werden konnte, dass sich beim Abkühlvorgang im Temperaturbereich von 100°C auf Raumtemperatur keine wesentlichen Veränderungen im Werkstoffzustand ergeben. Dadurch konnten die Wärmebehandlungen und im Speziellen die Abkühlvorgänge in kürzerer Zeit durchgeführt werden, da sich aus dem exponentiellen Verlauf der Abkühlung von 100°C, lange Zeiten bis zum Erreichen der Raumtemperatur ergaben.

Zusätzlich wurde die Ausscheidungskinetik der Legierung L334SA durch gezielte Wärmebehandlungen (siehe Tab. 6) untersucht.

Tab. 6 Versuchsplanung - Ausscheidungsentwicklung

Bezeichnung	Lösungsglühung	Auslagern
SA_13	982°C - 1 h / WQ	-
SA_23	982°C - 1 h / WQ	718°C - 1sec
SA_33	982°C - 1 h / WQ	718°C - 100 sec
SA_43	982°C - 1 h / WQ	718°C - 300 sec
SA_53	982°C - 1 h / WQ	718°C - 1000 sec
SA_63	982°C - 1 h / WQ	718°C - 3600 sec
SA_73	982°C - 1 h / WQ	718°C - 7200 sec
SA_83	982°C - 1 h / WQ	718°C - 14400 sec
SA_93	982°C - 1 h / WQ	718°C - 28800 sec

Ausgehend von einer einstündigen Lösungsglühung bei 982°C, wurden bestimmte Gefügestände bei der darauf folgenden ersten Auslagerung bei 718°C untersucht. Dabei wurden die jeweiligen Ausscheidungszustände nach erfolgter Auslagerung, gleich wie die Lösungsglühungen mit $\lambda=0,1$ abgeschreckt. Von den Härtemessungen ausgehend, wurden bestimmte Materialzustände mit der Atomsonde genauer charakterisiert.

3.3 Schliifprparation

Von den wrmebehandelten Probenzustnden wurde jeweils ein Zylinder mit \varnothing 5 x 3 mm abgetrennt und warm in ein Polymer, mit Hilfe der Einbettpresse des Typs CITOPRESS-20 der Fa. STRUERS, eingebettet. Der abgetrennte Zylinder wurde so eingebettet, dass die Schnittflche zur Schliifflche wurde, um etwaige Randeﬀekte durch die Stempelaufnahme bei der Wrmebehandlung ausschlieen zu knnen. Als Polymereinbettmassen wurden in Abhngigkeit der weiterfhrenden Untersuchungsmethoden zwei Varianten der Fa. STRUERS ausgewhlt. DUROFAST[®] eignete sich besonders gut fr Wisch und Tauchtzungen, da diese Einbettmasse nicht von den aggressiven tzmittel angegriffen wurde und dadurch keine Rckstnde auf der getzten Probenoberflche zurckblieben. Fr Proben, die im REM analysiert wurden, fiel die Wahl auf die leitende Einbettmasse POLYFAST[®]. Die Schliifherstellung folgte allgemein der in Tabelle 7 aufgelisteten Prparationsrichtlinie mit dem Schleif- und Polierautomat TEGRAPOL-31.

Tab. 7: Schliifprparationsrichtlinie

	Krnung	Drehzahl [U/min]	Kraft [N]	Zeit [min]	Wasser	Drehsinn
Schleifen	180	300	30 - 40	5	AN	Gleichlauf
	220					
	320					
	500					
	800					
	1000					
	1200					
Polieren	3 μ m	300	10 - 15	10	AUS	Gleichlauf
	MASTERMET			5	AN	

Diese Prparationsrichtlinie ergab sich im Laufe der Diplomarbeit und zeigte beste Ergebnisse. Vor allem musste bei der Schliifherstellung darauf geachtet werden, dass die duktile Ni-Matrix beim Schleifen und Polieren nicht zu sehr verformt wurde. Etwaige Verformungsspuren wurden in den REM-Aufnahmen deutlich sichtbar und erschwerten die Gefge- sowie die EDX-Analyse der jeweiligen Phasen. Durch die sorgfltige Schliifprparation konnte der Vorgang des Polierens auf zwei Schritte minimiert werden. Im ersten Polierschritt wurde mit einer 3 μ m Diamantsuspension und im zweiten Polierschritt mit einer kolloidalen Siliziumdioxidsuspension MASTERMET[®] (BUEHLER) poliert. Im zweiten Polierschritt wurden die vorhandenen Verformungsschichten durch die basische Suspension abgebaut [32]. Nach

Beendigung der Schliifpräparation wurden die Schliffl mit Ethanol und gegebenenfalls bei weiteren REM Untersuchungen mit Isopropanol gereinigt.

3.5 Härtemessungen

Die begleitenden Härtemessungen wurden mit einem Härtemessgerät des Typs EMCO – Test M4C 025 G3M der Fa. EMCO durchgeführt. Das Härteprüfverfahren nach Vickers wurde laut EN 6507 ausgeführt [33]. Die Diagonalen des entstandenen Eindrucks wurden mithilfe der integrierten Computersoftware direkt am Gerät ausgemessen. Die ermittelten Härtewerte der jeweiligen Probenzustände sind als Mittelwert von drei Härteeindrücken zu verstehen.

3.6 Ätzungen

Zur Kontrastierung des Gefüges wurde mit der V2A-Wischätzung gearbeitet. Die Zusammensetzung sowie Ätzparameter können der Tabelle 8 entnommen werden.

Tab. 8: Zusammensetzungen und Ätzparameter der verwendeten Ätzungen

Ätzung	Zusammensetzung	Ätzparameter	
V2A-Wischätzung [34]	200 ml dest. H ₂ O	80°C	60 – 100 s
	200 ml HCl (37%)	Ätzgefäß in Wasserbad	
	20 ml HNO ₃ (65%)		
	0,6 ml Vogels Sparbeize		
Heppanstell-Tauchätzung [35]	80 ml HCl	RT	30 - 60 s
	13 ml HF	Ätzgefäß in Wasserbad (Kühlung)	
	7 ml HNO ₃		

Ein Behälter mit der V2A-Ätzlösung, musste auf Grund der optimalen Ätztemperatur bei 80°C, in einem Wasserbad aufgeheizt werden. Die Wischätzung wurde mit einem getränkten Wattebausch, welcher nach einer gewissen Zeit gewechselt werden musste, durchgeführt. Die V2A-Wischätzung eignete sich besonders zur Darstellung von Korngrenzen, Karbiden, Nitriden und der δ -Phase, da hauptsächlich die Matrix durch die Beize angegriffen wurde. Es konnte mit dieser Ätzmethode, im Gegensatz zur häufig verwendeten Ätzung mit „Kalling 2“, wesentlich stabilere und bessere Ätzergebnisse erzielt werden. Als weiteren Vorteil der V2A-Beize kann angeführt werden, dass ein mögliches Überätzen des Schliffls nicht so rasch auftreten konnte, da wie aus den Ätzbedingungen entnommen werden kann, die Ätzdauer sehr lang war. Somit konnte bei allen Probenzuständen eine gleichmäßige und vor allem gleich starke Ätzung des Gefüges gewährleistet werden. Dies war von großer Wichtigkeit, da somit die δ -Phasenanalyse aussagekräftige Ergebnisse lieferte.

Zusätzlich wurden Tiefätzungen mit „Heppanstell“ ausgeführt. Die Zusammensetzung dieser Ätzung kann der Tabelle 8 entnommen werden. Die Säuren im Ätzmittel „Heppanstell“ zeigten eine sehr starke Reaktion, weshalb das Behältnis aus Kunststoff durch ein Wasserbad gekühlt wurde. Ähnlich der V2A-Ätzung, wandelte sich die farblose Flüssigkeit im Laufe der Ätzung zu einer dunkel-orangen Flüssigkeit um. Diese Tiefätzung diente dazu, im REM die Ausbildung der plattenförmigen δ -Phase abbilden zu können.

3.7 Lichtmikroskopie

Lichtmikroskopische Aufnahmen wurden mit dem Lichtmikroskop POLYVAR MET getätigt. Gefügeaufnahmen sowie Auswertungen wurden mit der Auswertesoftware ANALYSIS der Version 3.2 ausgeführt. Die Schliffe wurden durch die V2A-Wischätzung kontrastiert, um die Korngrenzen und Gefügebestandteile sichtbar zu machen.

3.8.1 Bestimmung der Korngröße

Zur Beurteilung der Korngröße wurde das Linienschnittverfahren herangezogen. Dabei werden die Schnittpunkte einer waagrechten Messlinie mit den Korngrenzen, als Linienschnittpunkte ermittelt. Von einer ausreichend hohen Anzahl an Linienschnittpunkten, kann in weiterer Folge auf die Korngröße des vorliegenden Materialzustands geschlossen werden [36]. Durch die minimale Anzahl von 500 geschnittenen Körnern war es möglich ein statistisch signifikantes Ergebnis zu erzielen. Bei der Auswertung wurde ein Messraster von 10 μm bei einer 200-fachen Vergrößerung definiert. Dabei stellte die klare Abgrenzung zwischen Korngrenzen und Zwillingsgrenzen eine Schwierigkeit dar. Eine Differenzierung konnte oftmals nicht klar getroffen werden. Daher wurden fragliche Linienpunkte aus der Auswertung herausgenommen. Dies trat vor allem bei den Lösungsglühzuständen über der δ -Solustemperatur auf. Bei darunter liegenden Zuständen konnte die Korngrenze durch die starke Ausbildung der δ -Phase sowie durch unregelmäßig verteilte Karbid- und Nitridausscheidungen identifiziert werden.

3.8.2 Bestimmung des δ -Phasenanteils

Der δ -Phasenanteil an den Korngrenzen sowie innerhalb der Körner wurde ebenfalls mit der Software ANALYSIS beurteilt. Dazu wurde das geätzte Schliffbild hochbelichtet in ein Grauwertbild umgewandelt. Durch die starke Belichtung wurden jene Bereiche, an denen die δ -Phase im Gefüge sichtbar war, stärker hervorgehoben. Aus dem daraus resultierenden Flächenanteil wurde auf den δ -Phasenanteil im Gefüge rückgeschlossen.

3.8 Atomsondentomographie (APT)

Die Atomsonde ist ein Mikroanalysegerät welches die Möglichkeit bietet Materialien auf atomarer Ebene zu charakterisieren. Dabei ist die Atomsonde als Kombination von zwei Analysegeräten aufgebaut. Sie besteht aus einem Feldionenmikroskop (FIM) und einem Flugzeit-Massenspektrometer für einzelne Atome [38].

In der vorliegenden Arbeit wurden die Atomsondentomographieuntersuchungen mit der 3D-Atomsonde LEAP 3000X HR (Local Electrode Atom Probe) der Fa. IMAGO SCIENTIFIC INSTRUMENTS durchgeführt.

Für die Herstellung der Atomsondenspitzen wurden aus den verbleibenden Probenzylinder, Plättchen mit einer Dicke von 0,35 mm mithilfe des Nass-Trenngeräts ACCUTOM-5 herausgetrennt. Es zeigte sich, dass vor allem bei den lösungsgeglühten und nur kurz ausgelagerten Probenzuständen, die Plättchen beim Schneiden, auf Grund der weichen Matrix, zum Verbiegen neigten. Abhilfe wurde durch die Verwendung von dünneren Diamanttrennscheiben und geringeren Vorschubgeschwindigkeiten geschaffen. Die Schnittparameter können Tabelle 9 entnommen werden.

Tab. 9: Schnittparameter der Trennmaschine ACCUTOM-5

Trennschritt	Drehzahl	Vorschub
Plättchenherstellung	3200 U/min	0,03 mm/sec
Stäbchenherstellung	3200 U/min	0,1 mm/sec

Danach wurden aus den Plättchen Stäbchen mit den Abmessungen von 0,35 x 0,35 x 10 mm herausgearbeitet. Diese vorbereiteten Stäbchen wurden im nächsten Schritt elektrolytisch zu Atomsondenspitzen geätzt. Dazu wurde im 1. Schritt (siehe Abb. 17) in einem Elektrolyten (25% Perchlorsäure-70% in 75% Essigsäure) eine elektrochemische Dünung der Spitze durchgeführt.

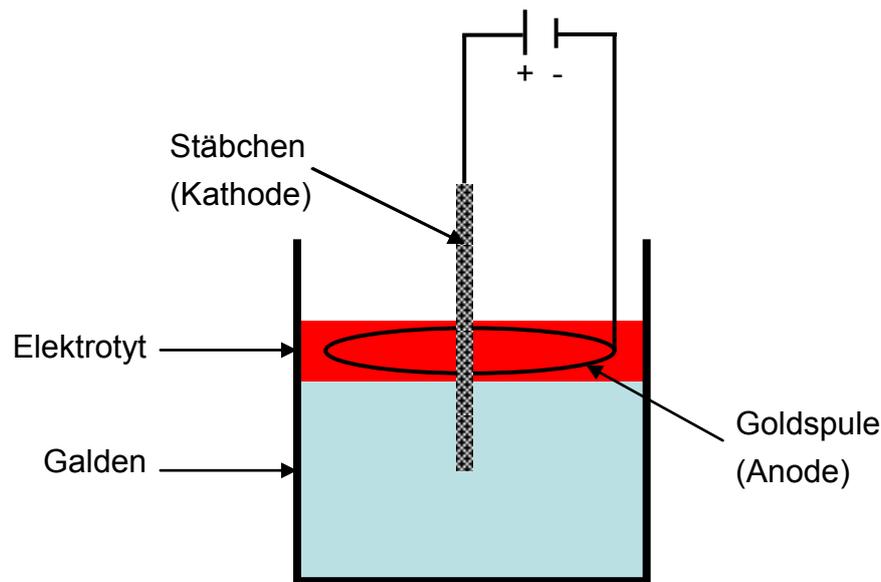


Abb. 17: Schematischer Aufbau des 1. Schritts der Spitzenherstellung [37]

Hierzu wird wie in Abbildung 17 gezeigt, die Spitze als Kathode senkrecht innerhalb einer als Anode geschalteten Goldspule, zwischen dem leitenden Elektrolyten und einer nicht leitenden Polymerflüssigkeit namens GALDEN, auf- und abbewegt. Somit kommt es in der Mitte des Stäbchens zur gezielten Ausdünnung. Die eingestellte Gleichspannung wurde während des Dünnens sukzessiv von 30 V auf 15 V verringert. Dieser Vorgang wurde so lange durchgeführt, bis es zum Abreißen des unteren Stäbchenteils kam und somit eine vorgefertigte Spitze vorlag.

Weiters wurde im 2. Schritt, dem MICROLOOP-Prozess (siehe Abb. 18), die Spitze so verfeinert, dass man einen Spitzenradius von 50 – 100 nm erreichte.

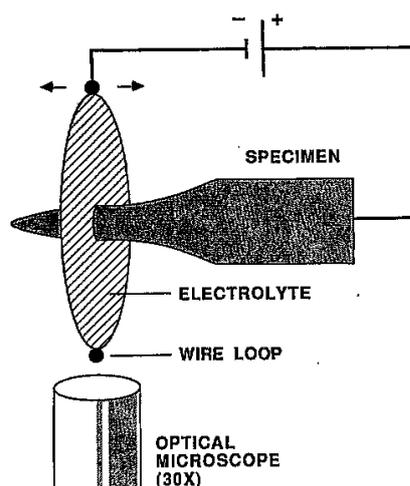


Abb. 18: Microloop-Prozess [38]

Diese „Verfeinerung“ der Spitze wird durch die waagrechte Bewegung der vorgefertigten Spitze in einem Elektrolyttropfen, welcher sich innerhalb einer Goldspule ausbildet, bewerkstelligt. Wiederum wurde mit zunehmendem

Materialabtrag die Gleichspannung von 20 V auf 5 V (Risspotential) verringert. Nach dem Präparieren wurde die Spitze sofort mit Isopropanol gespült und in die Probenhalter (Pucks) eingebaut. Zusätzlich zeigte sich bei beiden Präparationsschritten folgender Effekt, dass wie bei den Ätzungen mit der V2A-Beize, die Karbide und Nitride nicht oder nur schwach durch den Elektrolyten angegriffen wurden.

Die fertigen Spitzen wurden in weiterer Folge in die Atomsonde über zwei Vakuumsysteme (Load-Lock 10^{-8} mbar, Buffer 10^{-9} mbar) eingeschleust und in der Messkammer bei 10^{-11} mbar zur Messung vorbereitet. Dabei musste darauf geachtet werden, dass die Spitze die Messtemperatur erreicht hatte, da infolge des thermischen Ausdehnungskoeffizienten die Spitze „kürzer“ wurde. Nur bei konstanter Länge der Spitze war ein Ausrichten der Spitzenposition möglich. Es wurden darüber hinaus ähnliche Messparameter wie in der Literatur verwendet, um die Messergebnisse vergleichen zu können. Tabelle 10 zeigt die Auflistung der Messparameter [39].

Tab. 10: Verwendete Messparameter der Atomsondentomographie

Messparameter	
Startspannung	500 V
Puls - Anteil	15 %
Max. Spannung	11175 V
Verdampfungsrate	1 %
Temperatur	60 K

Der Puls-Anteil von 15 % zeigte gegenüber einem Puls-Anteil von 20 % den Vorteil, dass der Messbereich in Bezug auf die maximale Spannung erweitert wurde. Dies zeigte sich bei einigen Messungen als wesentlicher Vorteil, da manche Spitzen erst bei sehr hohen Spannungen (ab 8000 Volt) feldverdampften. Die maximale Spannung bei einem Puls-Anteil von 20 % ist mit 8375 V begrenzt. Durch einen Puls-Anteil von 15% war es möglich, auch diese Spitzen zu messen.

Die Auswertung der gemessenen Atomsondenspitzen wurde mit der PC-Software IVASTM der Version 3.6 der Fa. CAMECA durchgeführt. Im Folgenden sind alle angewandten Auswertemethoden angeführt.

Neben der optischen Auswertung der 3D-Rückkonstruktion der Elementverteilungen, wurden die meisten Informationen über den chemischen Aufbau der Ausscheidungen und der Matrix mit Hilfe von 1D- und 2D-Konzentrationsprofilen erhalten. Beim 1D-Konzentrationsprofil wurde ein Volumenelement (Region of Interest – ROI) in Form eines Zylinders oder eines Quaders in dem zu untersuchenden Bereich

definiert. Entlang der Längsachse (meist z-Achse) wurde dann ein Konzentrationsprofil der Elementverteilungen ermittelt. Die 2D-Konzentrationsprofile wurden in ähnlicher Weise angewandt. Im Unterschied zum 1D-Konzentrationsprofil, wurde innerhalb einer Ebene das 2D-Konzentrationsprofil erstellt. Diese Auswertemethode eignete sich besonders zur Analyse der frühen Ausscheidungszustände.

Um die gemessenen Konzentrationsunterschiede besser optisch interpretieren zu können, wurde meistens die Isosurface-Auswertemethode verwendet. Dabei werden in dem vorhandenen Spitzenvolumen, Flächen gleicher Konzentration eines Elements oder einer Summe von Elementen definiert [40]. Demnach wurde für die jeweiligen Ausscheidungstypen eine Grenzkonzentration definiert. Die Abbildung 19 zeigt beispielhaft ein Konzentrationsprofil durch die beiden Ausscheidungstypen γ' und γ'' .

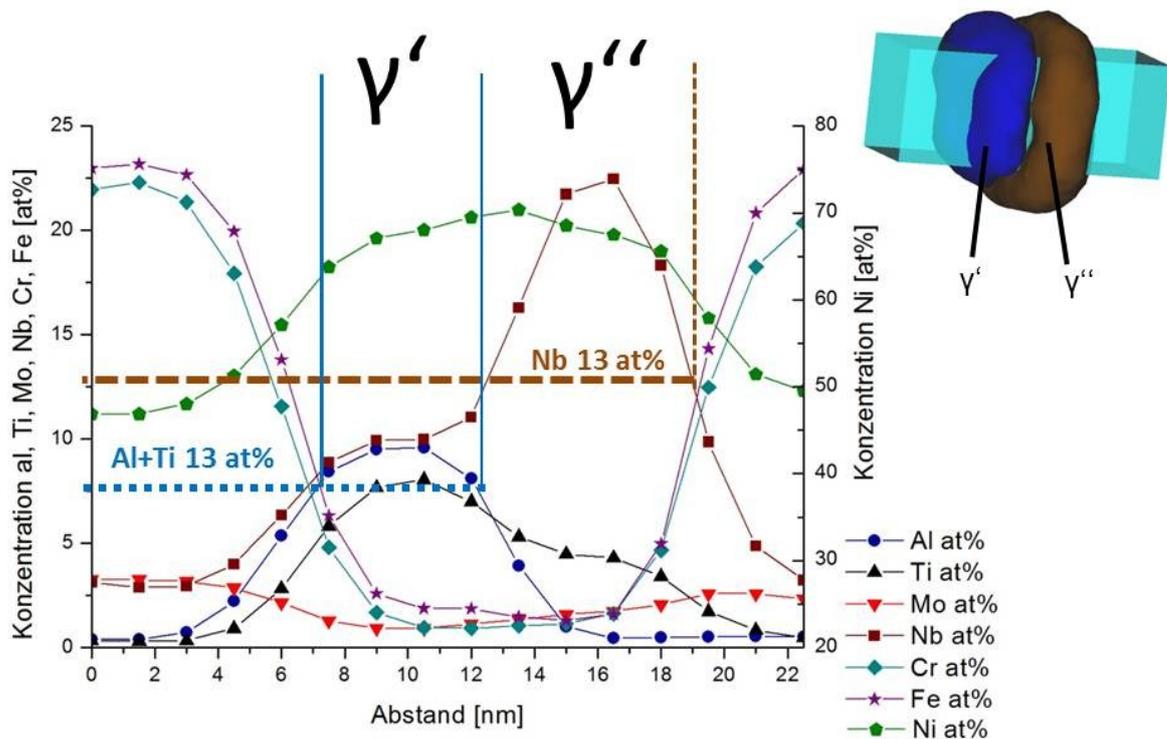


Abb. 19: Konzentrationsverlauf durch die beiden Ausscheidungstypen

Der Abbildung 19 kann entnommen werden, dass der Schnittpunkt zwischen den Konzentrationen der Matrix- und Ausscheidungselemente, als Grenzkonzentration für den jeweiligen Ausscheidungstyp gewählt wurde. Die Abbildung 20 veranschaulicht die verschiedenen Isosurface - Grenzkonzentrationen.

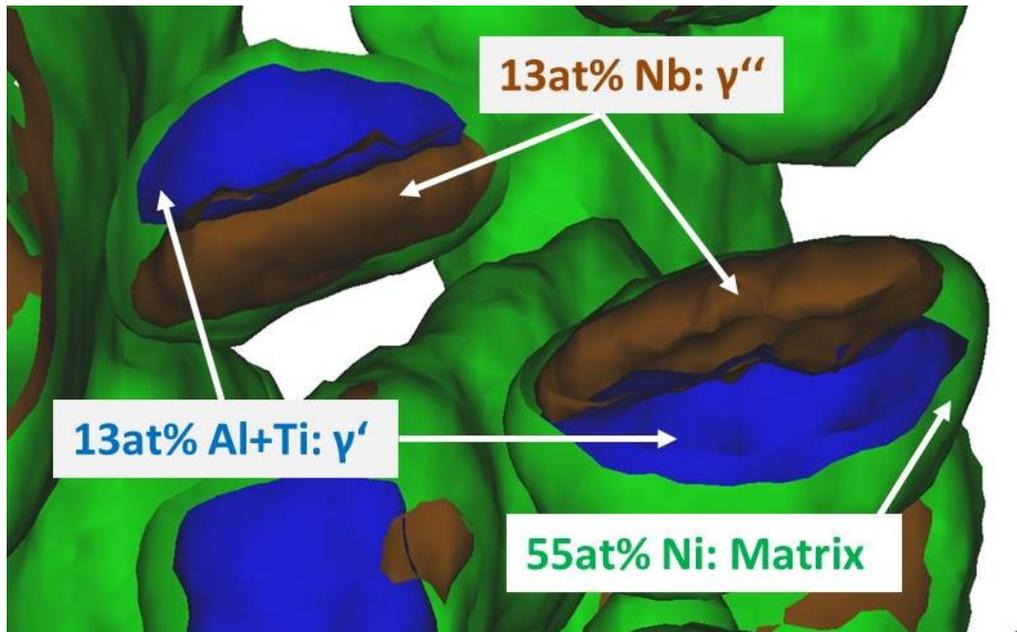


Abb. 20: Isosurface - Darstellungen der definierten Phasen

Im Fall der γ' -Ausscheidungen wurde ein Grenzwert von 13 at% Al+Ti und im Fall der γ'' -Ausscheidungen ein Grenzwert von 13 at% Nb festgelegt. Alle Volumenbereiche, die eine höhere Konzentration aufwiesen, wurden somit als Teilchenvolumen definiert. Um beide Ausscheidungen zu umhüllen, wurde ein Grenzwert von 60 at% Ni definiert. Dies wurde dazu verwendet, um die Volumenfraktion beider Ausscheidungstypen zu bestimmen. Dabei wurden die gezählten Atome innerhalb der definierten Ausscheidungsvolumina ins Verhältnis zur Anzahl aller gemessenen Atome innerhalb des Spitzenvolumens gesetzt (60 at% Ni-ISO-Methode). Damit auch die Matrix vom Diffusionsbereich wenig beeinflusst wurde, zeigte sich ein Grenzwert von 55 at% Ni als sinnvoll. Demzufolge waren alle Bereiche welche eine niedrigere Konzentration, wie der festgelegte Grenzwert von 55 at% Ni entsprachen, als Matrixvolumen definiert.

Ausgehend von den Konzentrationsmessungen, wurde eine zusätzliche Auswertung der Volumenfraktion durch die Anwendung des Hebelgesetzes durchgeführt [20, 41]. Die Abbildung 21 zeigt das Prinzip dieser Auswertemethode.

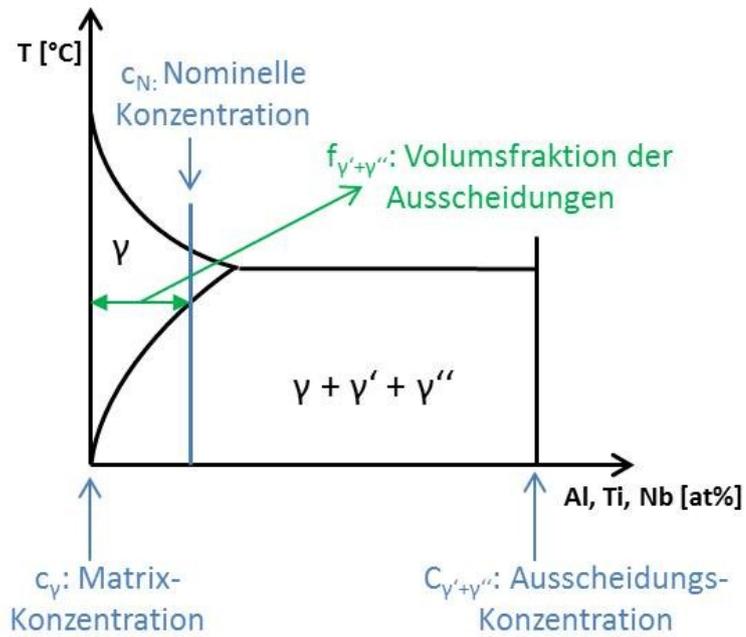


Abb. 21: Anwendung des Hebelgesetzes zur Bestimmung der Volumenfraktion $f_{\gamma'+\gamma''}$

Die bekannte Gleichung für die Bestimmung der Volumenfraktion in einem binären

System lautet:

$$f_{\gamma'+\gamma''} = \frac{c_N - c_\gamma}{c_{\gamma'} - c_\gamma} \quad \text{Gleichung 3 [20, 41]}$$

Wenn diese Berechnung für jedes Legierungselement durchgeführt wird und die beiden Quotienten in einem Diagramm auf der x- und y-Achse aufgetragen werden, entspricht die Steigung der Ausgleichsgerade, dem Volumenanteil der ausgeschiedenen Fraktion. Abbildung 22 zeigt ein Beispiel einer Auswertung für reine γ' -Ausscheidungsbildung:

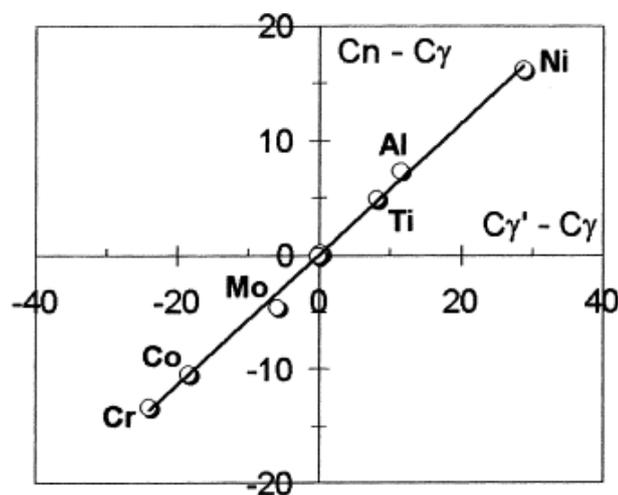


Abb. 22: Ausgleichsgerade zur Bestimmung der Volumenfraktion der Ausscheidungen [41]

Zur Beschreibung der gesamten ausgeschiedenen Phasenanteile wurde wiederum ein 60 at% Ni-Isosurface-Volumen definiert. Bei den Anfangszuständen zeigte sich jedoch, dass sich die Hebelgesetz – Auswertemethode nicht besonders eignete, da die Ausgleichsgerade keine zuverlässigen Werte lieferte. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Messpunkte der einzelnen Elemente eine breite Streuung um die Ausgleichsgerade aufwiesen. Daher wurde diese Auswertung nur zur Beschreibung der Volumenfraktionen der Endzustände herangezogen.

Um die geometrischen Parameter, wie mittlerer Teilchenabstand und mittlere Teilchengröße, qualitativ beschreiben zu können, wurden wiederum Isosurface-Volumina mit einem Grenzwert von 60 at% Ni definiert. Aus diesen definierten Volumen wurde auf eine idealisierte Kugelgeometrie mit einem mittleren Radius umgerechnet. Aus dem erhaltenen Kugelradius R konnte mit Hilfe der Volumenfraktion f, der mittlere Abstand L aus Gleichung 3 berechnet werden.

$$L = \frac{2 * R}{\sqrt{f}} \quad \text{Gleichung 4 [20]}$$

Zur Aussage über die Struktur der Teilchen, wurde die Oberfläche der Teilchen in Relation zur Kugeloberfläche gesetzt. Dabei wurde ausgehend von dem isolierten Isosurface - Volumina, der jeweiligen Ausscheidungstypen, ein Kugelradius berechnet. Mit diesem errechneten Kugelradius wurde die Oberfläche der idealisierten Kugel berechnet. Diese Auswertung setzte voraus, dass genügend Teilchenvolumina zur Auswertung zur Verfügung standen, damit ein aussagekräftiges Ergebnis erzielt werden konnte. Daher wurde diese Auswertung nur bei der Ausscheidungsentwicklung durchgeführt. Die Endzustände stellten hierbei das Problem dar, dass die meisten Isosurface-Volumina nicht völlig isoliert im Spitzenvolumen vorlagen.

3.8 Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Die REM-Untersuchungen wurden an einem Rasterelektronenmikroskop EVO 50 der Fa. ZEISS in Zusammenarbeit mit Herrn Gerhard Hawranek am Department für Metallkunde und Werkstoffprüfung durchgeführt. Die betrachteten Proben waren poliert oder geätzt und wurden mittels Sekundärelektronen- (SE) und Rückstreuielektronen- (BSE) Kontrast analysiert. Es wurden dazu ein EVERHART-THORNLY-Sekundärelektronendetektor und der 4QSD-Rückstreuielektronendetektor verwendet.

Zunächst wurden die Ausgangszustände der beiden Ni-Basis-Superlegierungen L334SA und L334SB im walzharten Zustand analysiert und besonderes Augenmerk auf die Karbid- und Nitridausbildung gelegt. Die Beurteilung der Chemie der

jeweiligen Phasen wurde mit einer EDX-Analyse durchgeführt. Dazu wurde das EDX-Analysesystem INCA der Fa. OXFORD INSTRUMENTS verwendet.

Weiters wurden tiefgeätzte Proben im REM bezüglich der Ausscheidungsmorphologie der δ -Phase an den Korngrenzen untersucht. Bei geringer räumlicher Ausdehnung der analysierten Phasen musste immer damit gerechnet werden, dass man Anteile der Matrix mitmisst und somit eine genaue quantitative EDX-Analyse oftmals nicht möglich war. Es reichte aber in vielen Fällen aus, um eine qualitative Aussage über die betreffenden Phasen zu treffen.

Zur Analyse der Atomsondenspitzen konnte mit Hilfe eines speziellen REM-Probenhalters der Radius der Atomsondenspitzen vor und nach den Atomsondenmessungen durchgeführt werden. Dies diente vor allem um die Rückkonstruktion der Atomsondenmessungen zu überprüfen. Zusätzlich konnte man, wie bereits im Kapitel 3.6 erwähnt wurde, ein vermehrtes Auftreten von nichtätzbaren Hartstoffen an der Spitzenoberfläche ausfindig machen. Diese Spitzen wurden daher in einen speziellen REM-Probenhalter eingespannt und das Ätzverhalten der Hartphasen beim Spitzenpolieren durch REM-Aufnahmen beurteilt. Die Abbildungen 23 und 24 sind exemplarische Aufnahmen für nicht geätzte und geätzte Hartphasen.

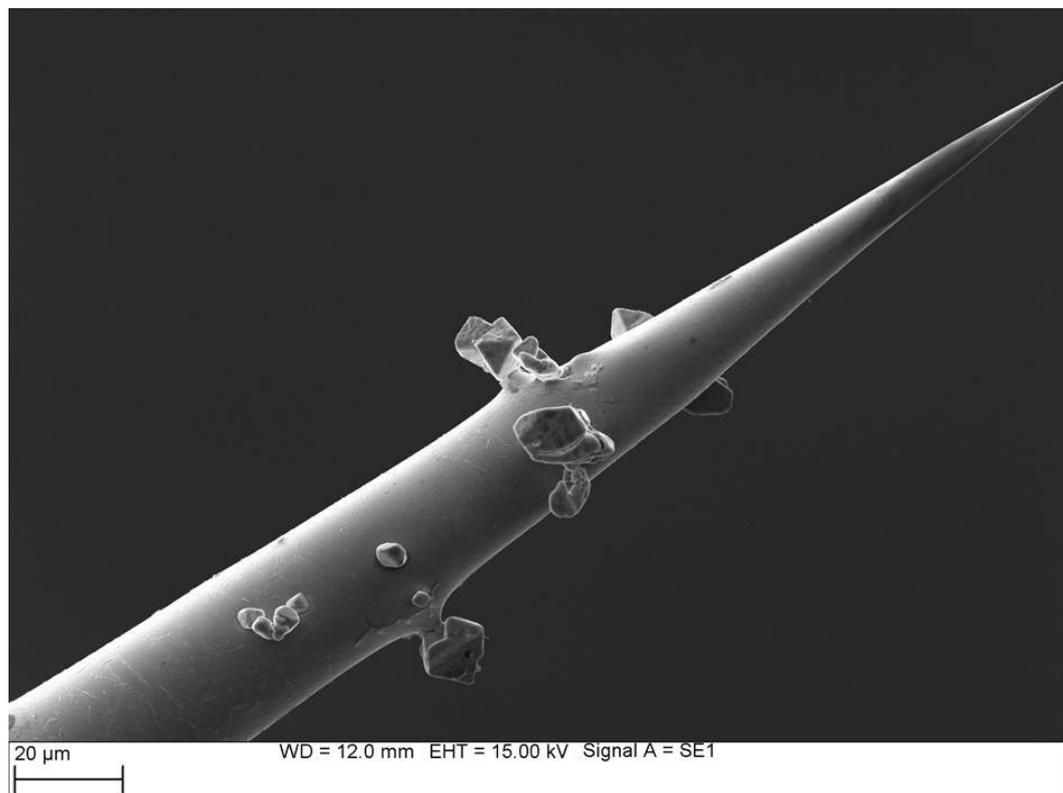


Abb. 23: Nicht geätzte Karbide und Nitride an der Spitzenoberfläche - Ätzspannung kleiner 8 V

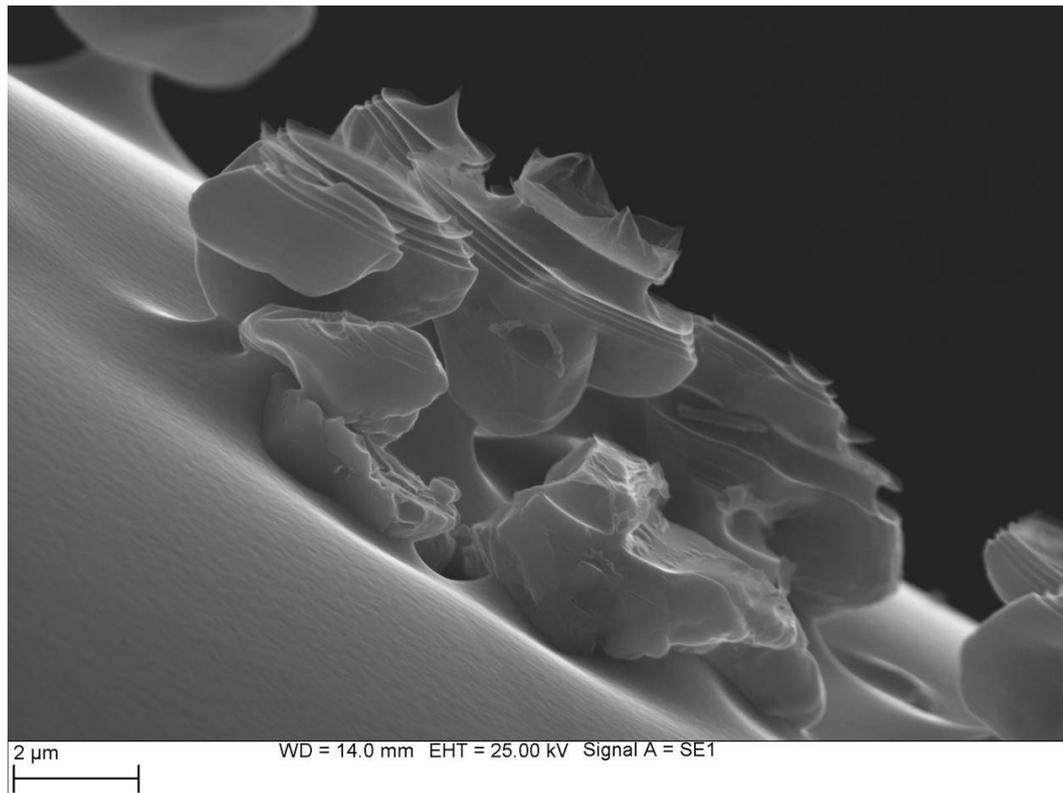


Abb. 24: Geätzte Karbide an der Spitzenoberfläche – Ätzspannung größer 8 V

Dabei zeigt sich in Abbildung 23, dass bei Ätzspannungen unter 8 V die Ti-Nitride und Nb-Karbide durch das Ätzmittel nicht angegriffen wurden. Oberhalb einer Gleichspannung von 8 V (Abb. 24) wurden die Hartphasen mit höher werdender Spannung immer stärker angegriffen. Es musste daher bei der Präparation der Spitzen darauf geachtet werden, dass die endgültige Spitze nicht im Bereich von Hartphasen hergestellt wurde. Durch die unterschiedlichen Ätzbedingungen zwischen Hartphasen und Matrix, konnte die Herstellung eines konischen Schafts sowie die Ausbildung eines nm-großen Spitzenradius nicht gewährleistet werden.

4. Ergebnisse

4.1 Lichtmikroskopie

Die Lichtmikroskopie diente dazu, um die unterschiedlichen Werkstoffzustände hinsichtlich des Gefüges zu charakterisieren. Dabei wurde insbesondere die Änderung der Korngröße sowie die Änderung des δ -Phasenanteils bewertet.

4.1.1 Gefüge

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen zeigen ein typisches austenitisches Gefüge, welches an der Vielzahl an Zwillingen zu erkennen ist. Abbildung 25 zeigt das Schlibfbild des Wärmebehandlungszustandes SA_2.



Abb. 25: LIMI-Gefügaufnahme des Wärmebehandlungszustands SA_2

Zu den deutlich sichtbaren δ -Phasen-Ausscheidungen an den Korngrenzen und zu geringen Maße in den Körner, können zusätzlich bläuliche und gelb-orange Hartphasen an den Korngrenzen beobachtet werden. Da diese bei der Schlibfbildung und beim nachträglichen Ätzen nicht angegriffen werden, könnte es sich daher um Karbide und Nitride handeln. In den nachfolgenden REM-Untersuchungen werden die Hartphasen genauer hinsichtlich ihrer Chemie charakterisiert. Zusätzlich zeigt sich, dass Karbide und Nitride, neben den Korngrenzen, als zusätzliche Keimstelle für die δ -Phase dienen. Dies kann vermehrt in den Gefügezuständen der Legierungsvariante SB beobachtet werden.

Exemplarisch ist in Abbildung 26 das Gefüge des Wärmebehandlungszustandes SB_6 zu sehen.

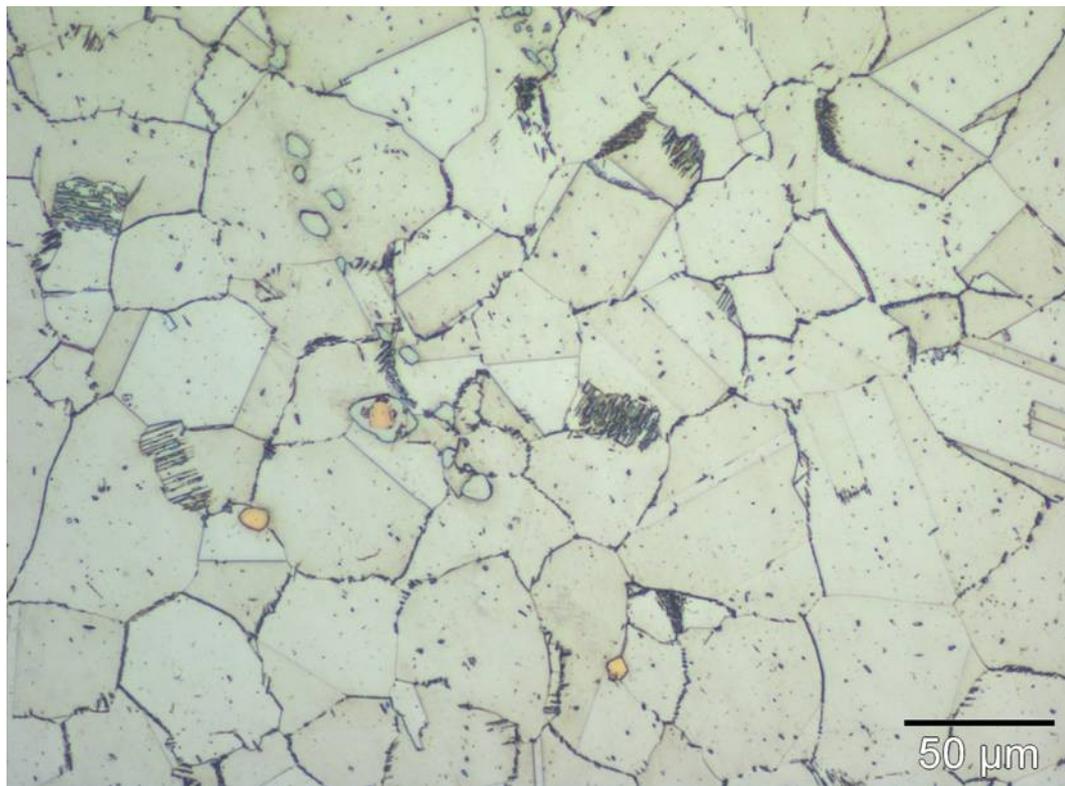


Abb. 26: LIM1-Gefügeaufnahme – SB_6

Abbildung 26 verdeutlicht, dass bei gleicher Wärmebehandlung der δ -Phasenanteil in der Legierung SB höher ist als in der Legierung SA. Zusätzlich lässt sich beim Vergleich der beiden Gefügestände (Abb. 25 und Abb. 26) erkennen, dass die mittlere Korngröße in der Legierung SB größer ist.

4.1.2 Korngrößenbewertung

Um die Auswirkung der Lösungsglüh-temperatur auf die Korngröße zu beurteilen, wurden die Korngrößen mittels Linienschnittverfahren ermittelt. Aus den gemessenen Korngrößen wurden zwei Häufigkeitsverteilungen mit der Klassengröße von 5 μm erstellt. Die Häufigkeitsverteilung der Korngröße für die Wärmebehandlungszustände der Legierung SA ist in Abbildung 27 dargestellt.

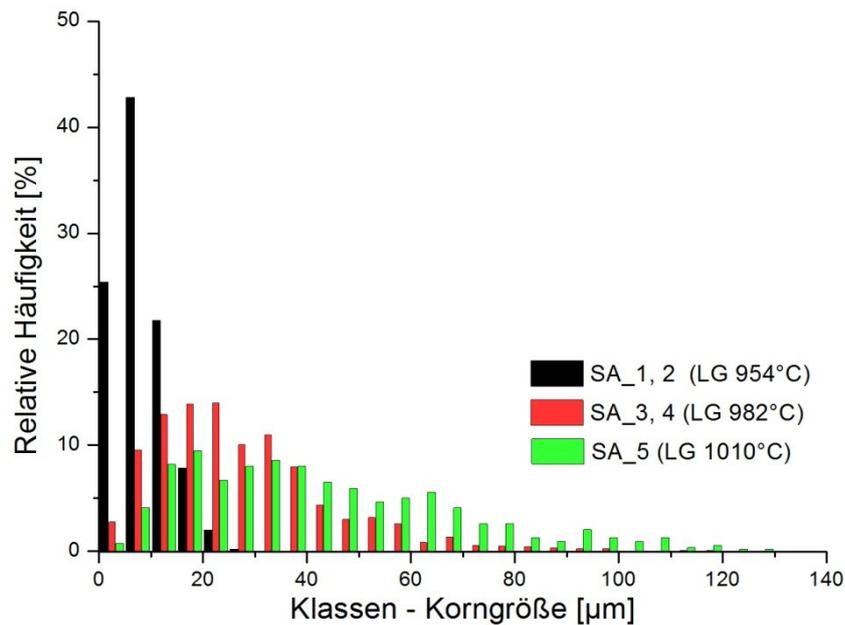


Abb. 27: Korngrößenhäufigkeitsverteilung der Zustände SA – Abhängigkeit der Korngröße von der Lösungsglüh­temperatur

Es zeigt sich in Abbildung 27, dass die Zustände mit der Lösungsglüh­temperatur 982°C (SA_1 und SA_2) eine Korngröße im Größenbereich 5 bis 30 µm besitzen. Das Maximum der Häufigkeitsverteilung tritt im Korngrößenbereich von 5 bis 10 µm auf. In den Zuständen SA_3 und SA_4 liegt das Häufigkeitsmaximum der Korngröße zwar zwischen 15 bis 25 µm, jedoch sieht man dass 70 % der gemessenen Körner eine Größe über 25 µm besitzen. Bei dem 1010°C lösungsgeglühten Zustand erreicht die Korngröße bereits Werte über 100 µm. Daraus kann geschlossen werden, dass mit höher werdender Lösungsglüh­temperatur die Korngröße ansteigt. Dies wird zusätzlich dadurch verdeutlicht, dass sich die Häufigkeitsmaxima mit zunehmender Lösungsglüh­temperatur in Richtung größerer Körner verschieben.

Da die Häufigkeitsverteilung nur den relativen Anteil der Korngrößen wiedergibt, muss insbesondere beim Zustand SA_5 (LG 1010°C) darauf geachtet werden, dass in diesem Zustand der Flächenanteil der großen Körner (>40 µm) deutlich gegenüber dem Flächenanteil der kleinen Körnern (<40 µm) überwiegt. Weiters ist anzumerken, dass die Auswertung mit steigender Lösungsglüh­temperatur erschwert wird, da durch den verminderten Anteil der δ -Phase an den Korngrenzen der Kontrast geringer und somit die Bestimmung der Korngröße erschwert wird.

Abbildung 28 zeigt die Häufigkeitsverteilung der Korngröße für die Wärmebehandlungszustände des Legierungssystems SB.

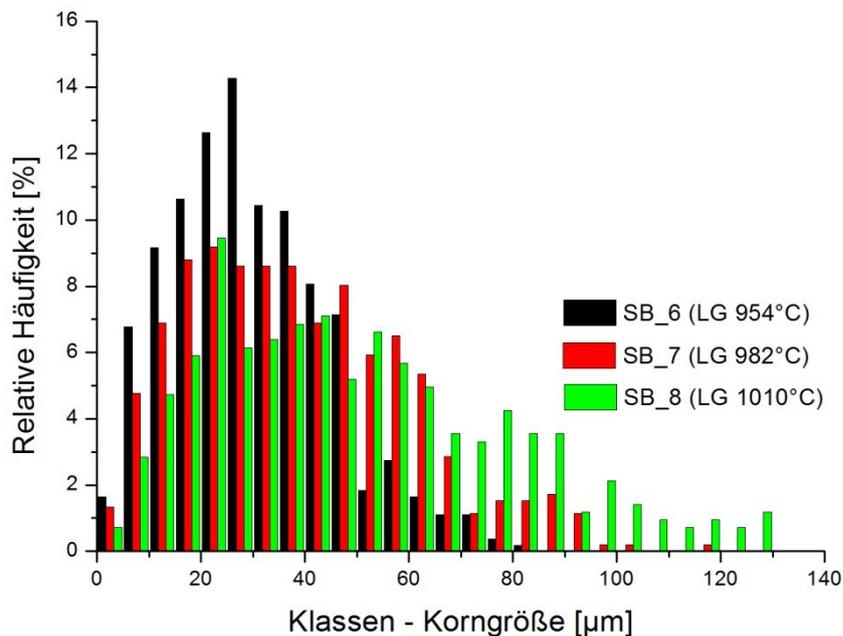


Abb. 28: Korngrößenhäufigkeitsverteilung der Zustände SB – Abhängigkeit der Korngröße von der Lösungsglüh Temperatur

Abbildung 28 veranschaulicht, dass das Legierungssystem SB bereits bei niedrigen Lösungsglüh Temperaturen eine breite Korngrößenverteilung besitzt. Die Häufigkeitsverteilung des Zustandes SB₆ zeigt, dass die Korngröße bei der Lösungsglüh Temperatur 954°C ein Häufigkeitsmaximum zwischen 25 bis 30 µm und eine breite Häufigkeitsverteilung mit Korngrößen von 5 bis 80 µm aufweist. Als mögliche Ursache wird vermutet, dass die Ausgangszustände der Legierungen SA und SB eine unterschiedliche Korngröße aufweisen. Daher wurden zur Klärung dieses Sachverhalts die Ausgangskorngrößen der walzharten Zustände verglichen. Es wurde beim Ausgangszustand der Legierung SA eine Korngröße von 5 bis 20 µm und im Legierungssystem SB ein Korngröße von 5 bis 45 µm gemessen. Somit konnte bestätigt werden, dass das Legierungssystem SB eine breitere Korngrößenverteilung sowie eine größere mittlere Korngröße im Ausgangszustand aufweist. Die Häufigkeitsverteilungen der Lösungsglühzustände 982°C und 1010°C besitzen ebenfalls ein Häufigkeitsmaximum im Bereich zwischen 25 bis 30 µm, jedoch ist der Anteil der Körner mit einer Korngröße über 30 µm wesentlich höher im Vergleich zu denen im Lösungsglühzustand 954°C. Wiederum lässt sich dadurch zeigen, dass mit höher werdender Lösungsglüh Temperatur die Korngröße ansteigt.

4.1.3 δ -Phase

Da die δ -Phase (Ni_3Nb) hohe Anteile des Legierungselements Nb abbundet und daher das Nb nicht zur γ'' - und γ' -Ausscheidungsbildung beitragen kann, wurde die Auflösung der δ -Phase mit steigender Lösungsglüh­temperatur beurteilt. Der im Lichtmikroskop bestimmte Flächenanteil der δ -Phase ist in Abhängigkeit der Lösungsglüh­temperatur in Abbildung 29 dargestellt.

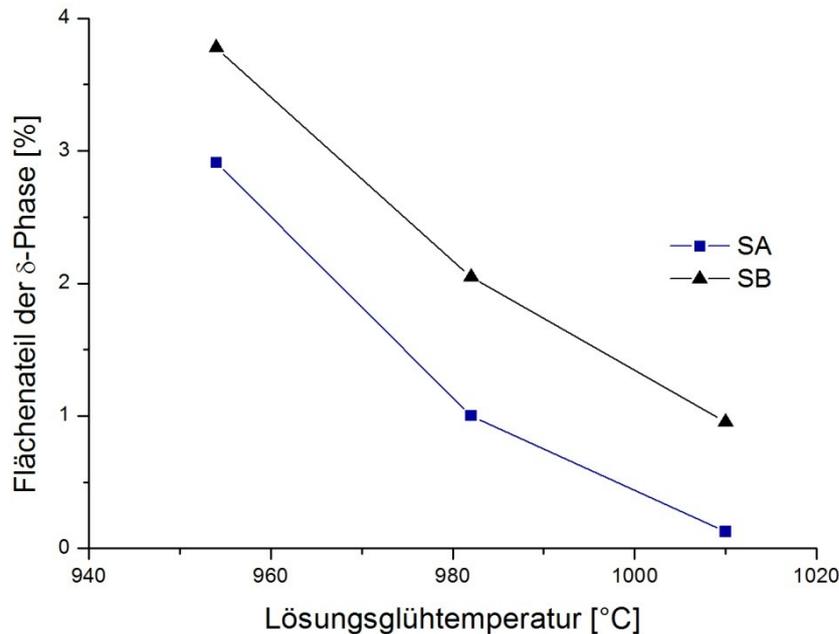


Abb. 29: Abhängigkeit des δ -Phasenanteils von der Lösungsglüh­temperatur

Die obigen Kurvenverläufe in Abbildung 29 zeigen, dass der Anteil der δ -Phase mit zunehmender Lösungsglüh­temperatur stark abnimmt. Da die Kurven annähernd parallel zueinander liegen, kann vermutet werden, dass das Auflösungsverhalten bei beiden Legierungssystemen gleichartig ist. Weiters zeigt sich, dass durch den erhöhten Nb-Gehalt im Legierungssystem SB auch mehr δ -Phase ausgebildet wird. Die Abbildungen 30 und 31 zeigen Gefügebilder der Wärmebehandlungszustände mit einer Lösungsglüh­temperatur 1010°C.

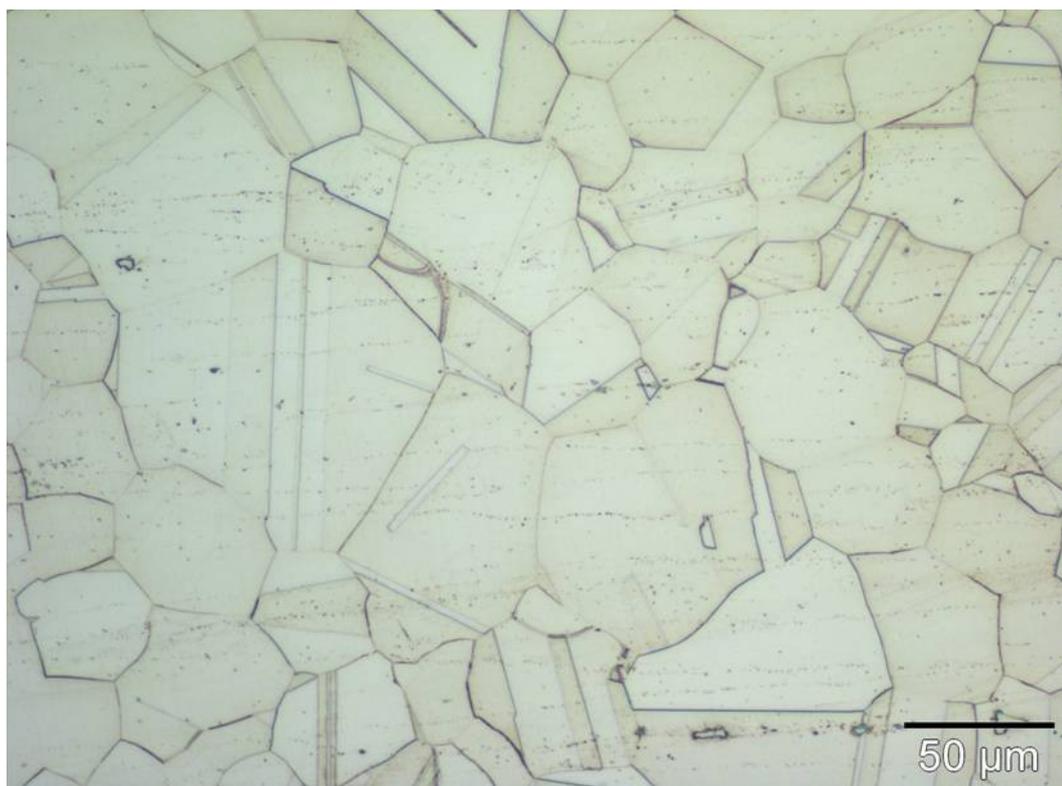


Abb. 30: Gefügaufnahmen des Zustandes SA_5 mit Lösungsglühtemperatur 1010°C

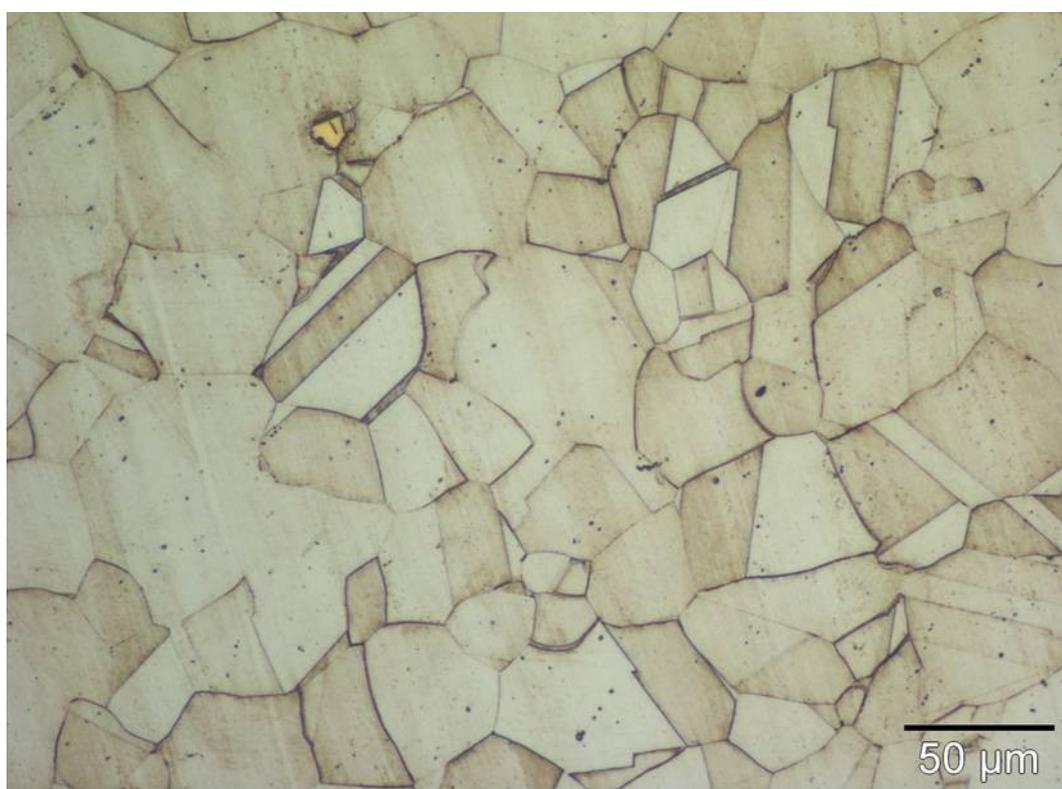


Abb. 31: Gefügaufnahmen des Zustandes SB_8 mit Lösungsglühtemperatur 1010°C

Wie aus Abbildung 29 entnommen werden kann, weist die Legierung SB auch bei einer Lösungsglüh­temperatur von 1010°C einen δ -Phasenanteil von 1 % auf. Es kann in Abbildungen 30 und 31 gezeigt werden, dass das Gefüge des Legierungssystems SA eine nahezu vollständige Auflösung der δ -Phase aufweist. Im Gegensatz dazu, zeigt sich beim Legierungssystem SB nach einer Lösungsglühung von 1010°C noch immer ein δ -Phasenanteil von 1 %.

An dieser Stelle wird darauf hingewiesen, dass die Auswertung der Flächenanteile in Gefügebereichen mit zahlreichen Karbiden einen höheren Anteil an δ -Phase als Bereiche mit weniger oder keinen Karbiden aufwiesen. Daher wurden zur Auswertung mindestens 12 verschiedene Gefügebildungen herangezogen, um ein aussagekräftiges Ergebnis zu erzielen.

4.2 Härtemessungen

Die Härtemessungen wurden dazu genutzt um den Beginn der Ausscheidungs­bildung zu charakterisieren. Auf Basis des Härteanstiegs wurden in weiterer Folge die Atomsondenmessungen der Ausscheidungs­entwicklung definiert. Zusätzlich wurden Härtemessungen dazu genutzt, um den möglichen Effekt der Lösungsglüh­temperatur auf die Härte zu untersuchen.

4.2.1 Ausscheidungs­entwicklung

Der Härteverlauf in Abbildung 32 verdeutlicht die Ausscheidungs­entwicklung und die damit verbundene Festigkeitszunahme bei einer Auslagerungstemperatur 718°C.

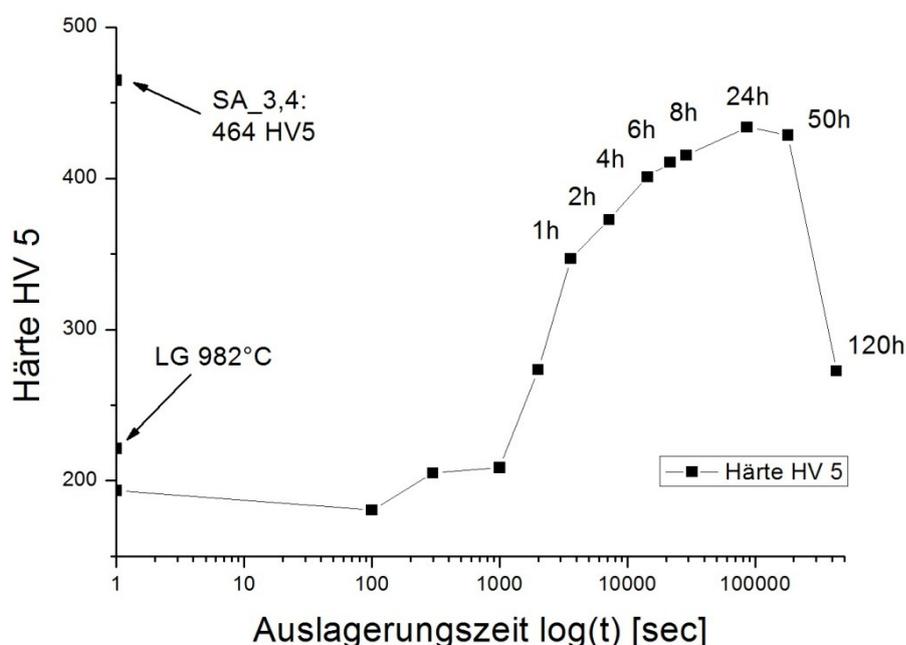


Abb. 32: Härteverlauf HV5 der Ausscheidungs­entwicklung bei 718°C

Dem Kurvenverlauf in Abbildung 32 kann entnommen werden, dass die Härte des lösungsgeglühten Zustands mit 220 HV5 über den kurz ausgelagerten Zuständen (<1000 s) liegt. Dies könnte möglicherweise durch Eigenspannungen, welche beim Abschrecken der Proben hervorgerufen wurden, stammen. Da die Härte für die Auslagerungszustände bis 1000 s unter 200 HV5 liegt, könnte dieser Zeitbereich als Inkubationszeit der Ausscheidungsentwicklung gedeutet werden. Ab einer Auslagerungsdauer von 1000 s steigt die Härte rasch von 208 HV5 (1000 s) auf 347 HV5 (3600 s) an. In den nachfolgenden Auslagerungszuständen steigt die Härte zwar weiter kontinuierlich an, jedoch nicht in diesem Ausmaß wie im Zeitraum von 1000 s bis 3600 s. Das Härtemaximum mit 434 HV5 wird nach einer Auslagerungsdauer von 24 h erreicht. Jedoch zeigt sich im Vergleich, dass die maximale Härte der einstufigen Auslagerung bei 24 h niedriger ist als die Härte der Endzustände SA_3,4 mit 464 HV5.

4.2.2 Endzustände

Die Härtewerte der Endzustände sind in Tabelle 13 aufgelistet.

Tab. 11: Härte HV5 der Endzustände

Zustand	SA_1	SA_2	SA_3	SA_4	SA_5	SB_6	SB_7	SB_8
Härte HV5	465	467,3	464,3	467	440,3	454,3	475	447

Die Härtewerte der ausgelagerten Endzustände liegen im Bereich von 440 HV5 bis 475 HV5. Im Legierungssystem SA zeigt sich, dass die Härtewerte der Zustände mit der Lösungsglühtemperatur von 954°C (SA_1,2) und 982°C (SA_3,4,) auf dem gleichen Härteniveau von ~466 HV5 liegen. Der Auslagerungszustand mit der Lösungsglühtemperatur 1010°C (SA_5) zeigt einen Abfall der Härte auf 440,3 HV5. Im Legierungssystem SB zeigt sich, dass bei der Lösungsglühtemperatur von 982°C (SB_7) die Härte ein Maximum von 475 HV5 erreicht. Die Härte der Zustände mit den Lösungsglühtemperaturen 954°C (SB_6) und 982°C (SB_7) liegen mit 454 HV5 bzw. 447 HV5 darunter.

4.3 REM- Untersuchungen

Um die im Gefüge auftretenden Phasen genauer zu charakterisieren wurden REM-Untersuchungen angewandt.

4.3.1 Analyse der Hartphasen

Wie bereits im Kapitel 4.1.1 erwähnt, wurde vermutet, dass es sich bei den im LIM1 färbig erscheinenden Hartphasen um Nitride und Karbide handelt. Um die Karbide, Nitride und den Korngrenzenaufbau „dreidimensional“ darstellen zu können, wurden

tiefgeätzten Schiffe im REM betrachtet. Abbildung 33 zeigt exemplarisch eine REM-Aufnahme im Sekundärelektronenkontrast mit unterschiedlichen Phasen.

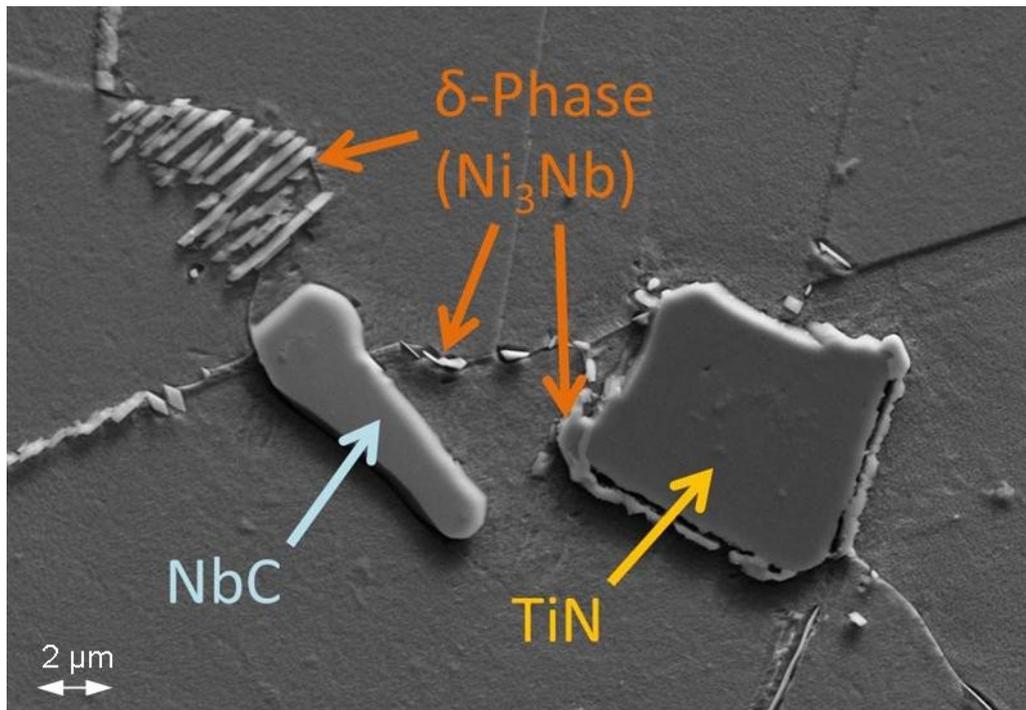
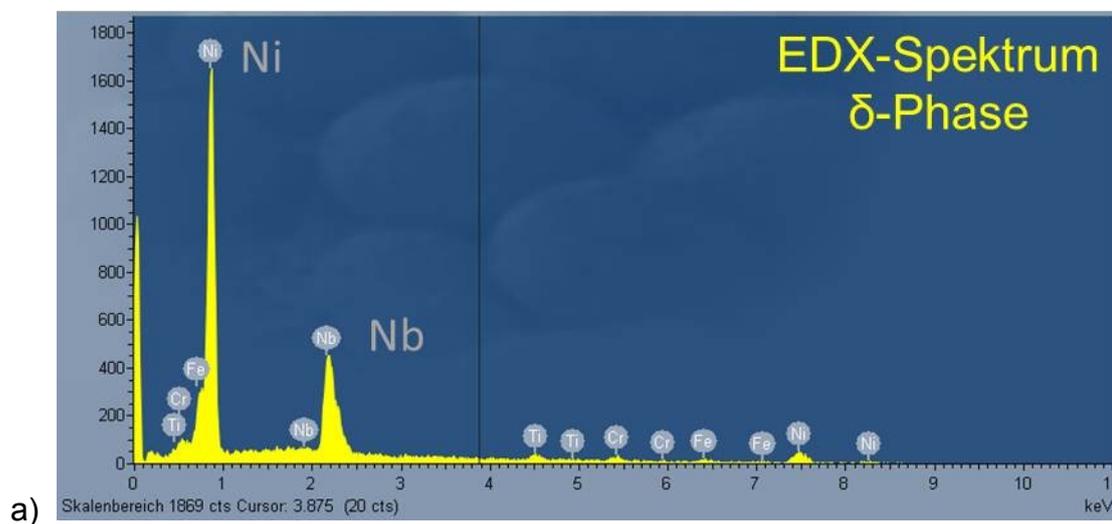


Abb. 33: REM-Aufnahme der δ -Phase, NbC und TiN - Sekundärelektronenkontrast

Zur Identifizierung der Phasen wurden EDX-Analysen durchgeführt. Die Abbildungen 34a, b und c zeigen die EDX-Analysen der jeweiligen Phasen.



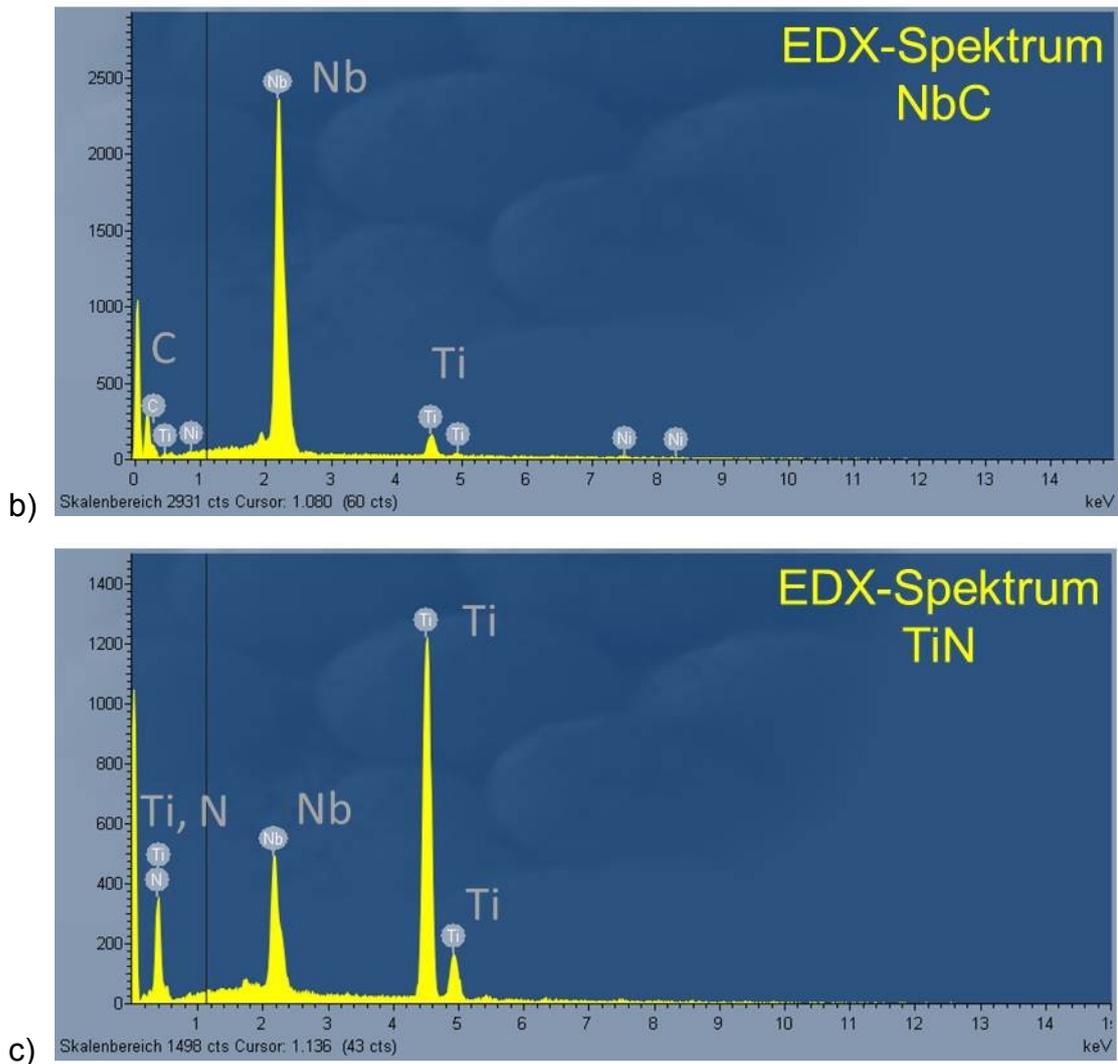


Abb. 34: EDX-Spektren der Hartphasen a) δ -Phase, b) NbC und c) TiN gemessen im Legierungssystem SB

Aus den EDX-Analysen kann geschlossen werden, dass es sich bei der plattenförmig ausgebildeten Phase an den Korngrenzen um die δ -Phase handelt, da der Nb- und Ni-Anteil im Spektrum sehr hoch ist. Weiters zeigte sich, dass es sich bei den Hartphasen um Nb-Karbide (NbC) und Ti-Nitride (TiN) handelt. Dabei können diese nicht nur durch den Phasenkontrast unterschieden werden, sondern auch durch ihre Form. Niobkarbide erscheinen in rundlich-länglicher Form und die Titannitride bilden sich als blockartige Teilchen aus. Zusätzlich kann der Abbildung 33 entnommen werden, dass sich die δ -Phase saumartig um die Ti-Nitride ausbildet. Die Matrix weist eine zusätzliche Besonderheit auf. Man sieht an Zwillingsgrenzen, dass bestimmte Kristallorientierungen unterschiedlich stark vom Ätzmittel angegriffen werden. Neben der Identifizierung der Phasen zeigten zusätzliche EDX-Analysen der Ausgangszustände, dass der erhöhte Nb-Gehalt im Legierungssystem SB einen Einfluss auf die chemische Zusammensetzung der Titannitride ausübt. Die

EDX-Spektren der beiden Legierungssysteme SA und SB sind im direkten Vergleich in Abbildung 35 dargestellt.

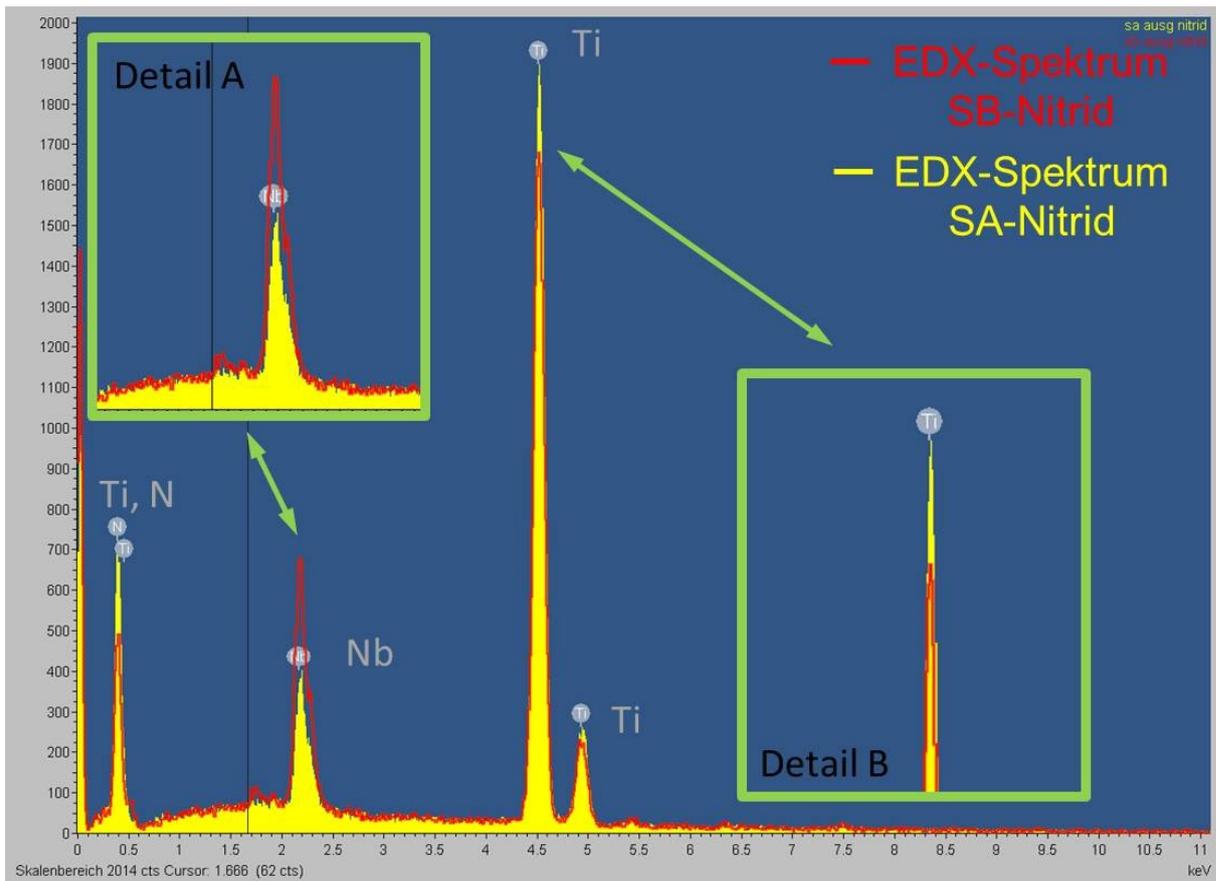


Abb. 35: Vergleich der EDX-Analysen der Ti-Nitride von SA (gelb) und SB (rot)

Auf Basis des EDX-Spektrenvergleichs in Abbildung 35 kann festgehalten werden, dass bereits in den Ausgangszuständen der beiden Legierungssysteme SA und SB, die Titanitride eine unterschiedliche Zusammensetzung aufweisen. Durch den erhöhten Nb-Gehalt im Legierungssystem SB wird im Nitrid vermehrt Ti durch Nb substituiert.

4.4 Atomsondenmessungen

Zur Charakterisierung der nm-großen Ausscheidungen wurde die Atomsondentomographie angewandt. Im Folgenden werden die Messergebnisse und Auswertungen der Anfangszustände und Endzustände dargestellt.

4.4.1 Ausscheidungsentwicklung

Der Beginn der Ausscheidungsentwicklung kann mit Hilfe der 3D-Rückkonstruktionen der Elementverteilungen für die Auslagerungszustände SA_13-93 dargestellt werden. Es zeigte sich als sinnvoll die Ausscheidungsentwicklung an Hand der Elemente Nb, Al und Ti darzustellen. Die Abbildungen 36 - 44 zeigen die

3D-Rückkonstruktion der Elementverteilungen für Al, Ti und Nb für unterschiedlichen Auslagerungszustände.

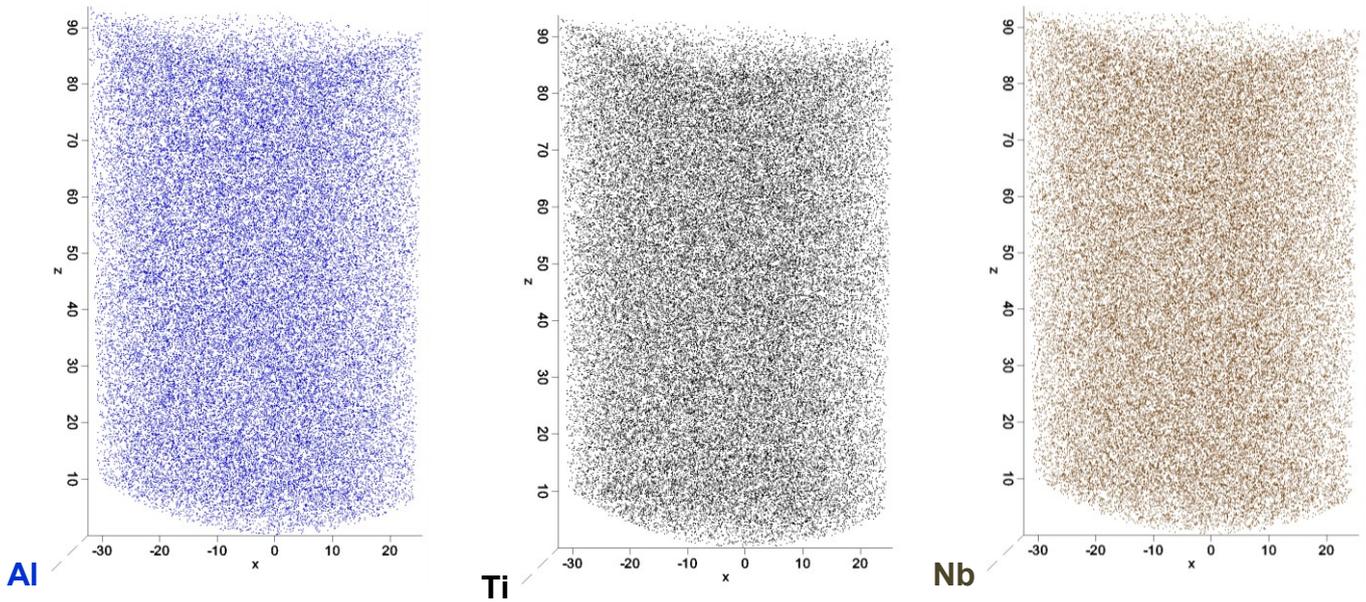


Abb. 36: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Lösungsglühzustandes 982°C 1h WQ (SA_13)

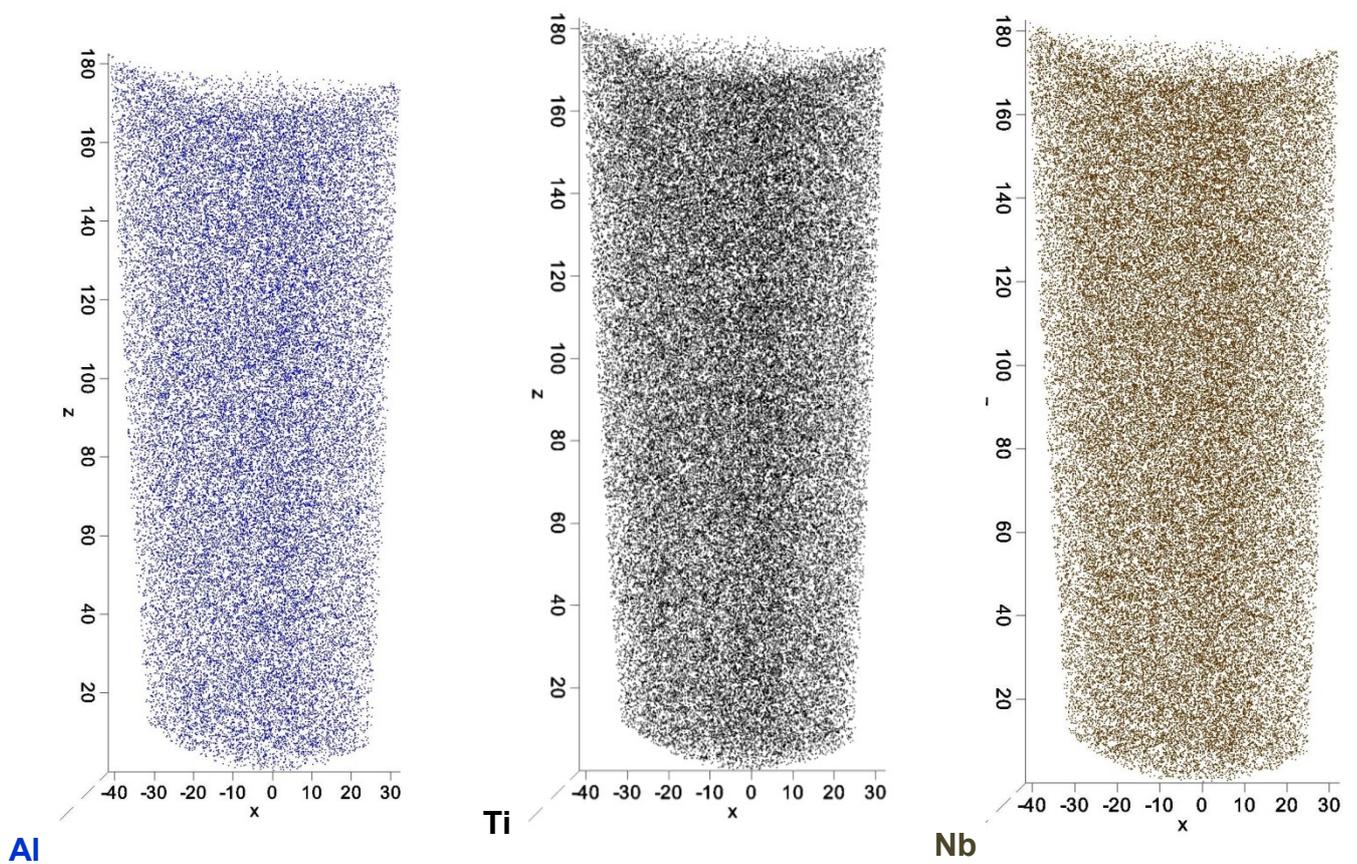


Abb. 37: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Auslagerungszustandes 1 s (SA_23)

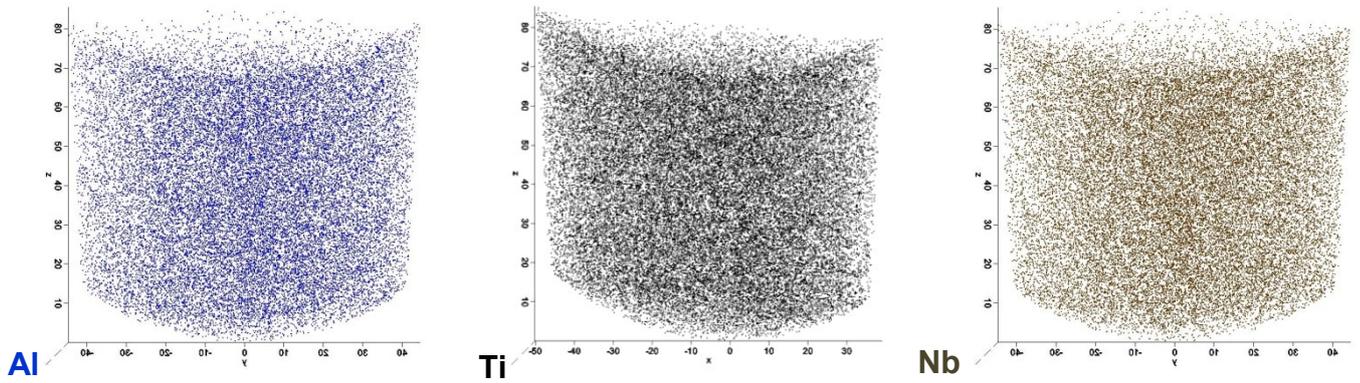


Abb. 38: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Auslagerungszustandes 100 s (SA_33)

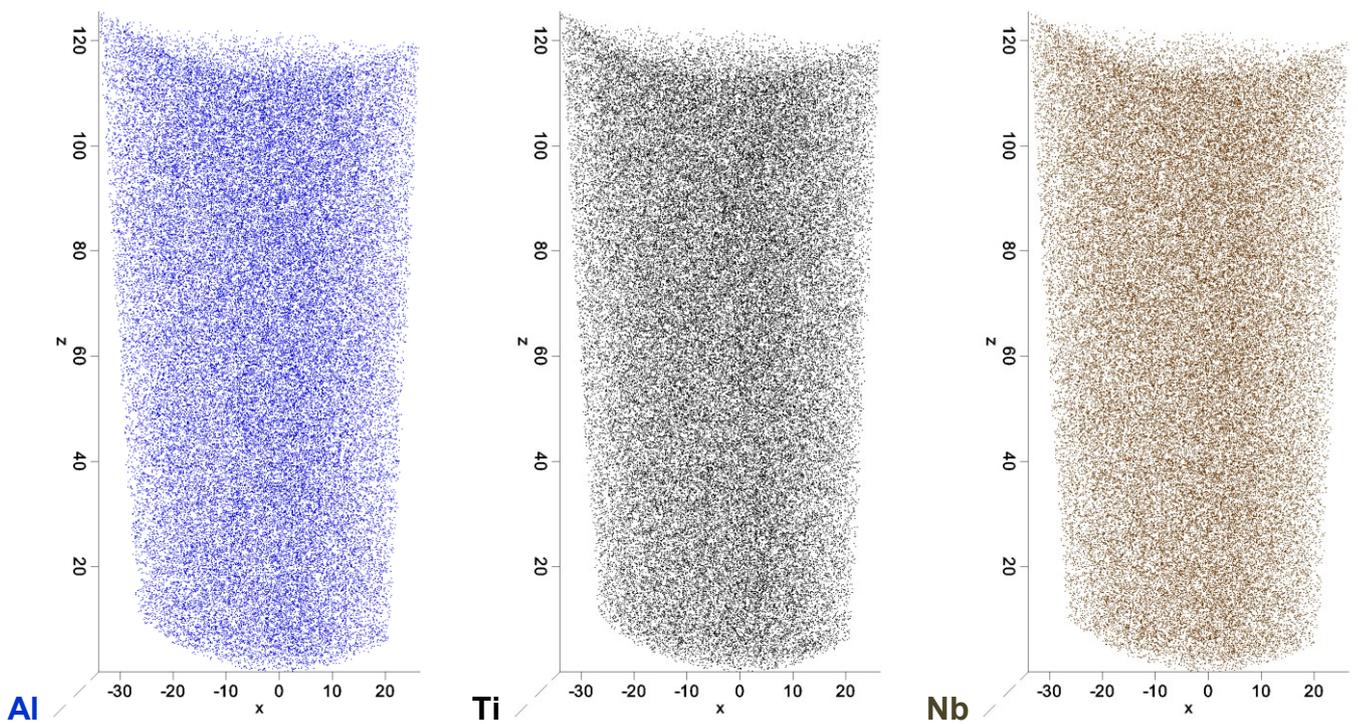


Abb. 39 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Auslagerungszustandes 300 s (SA_43)

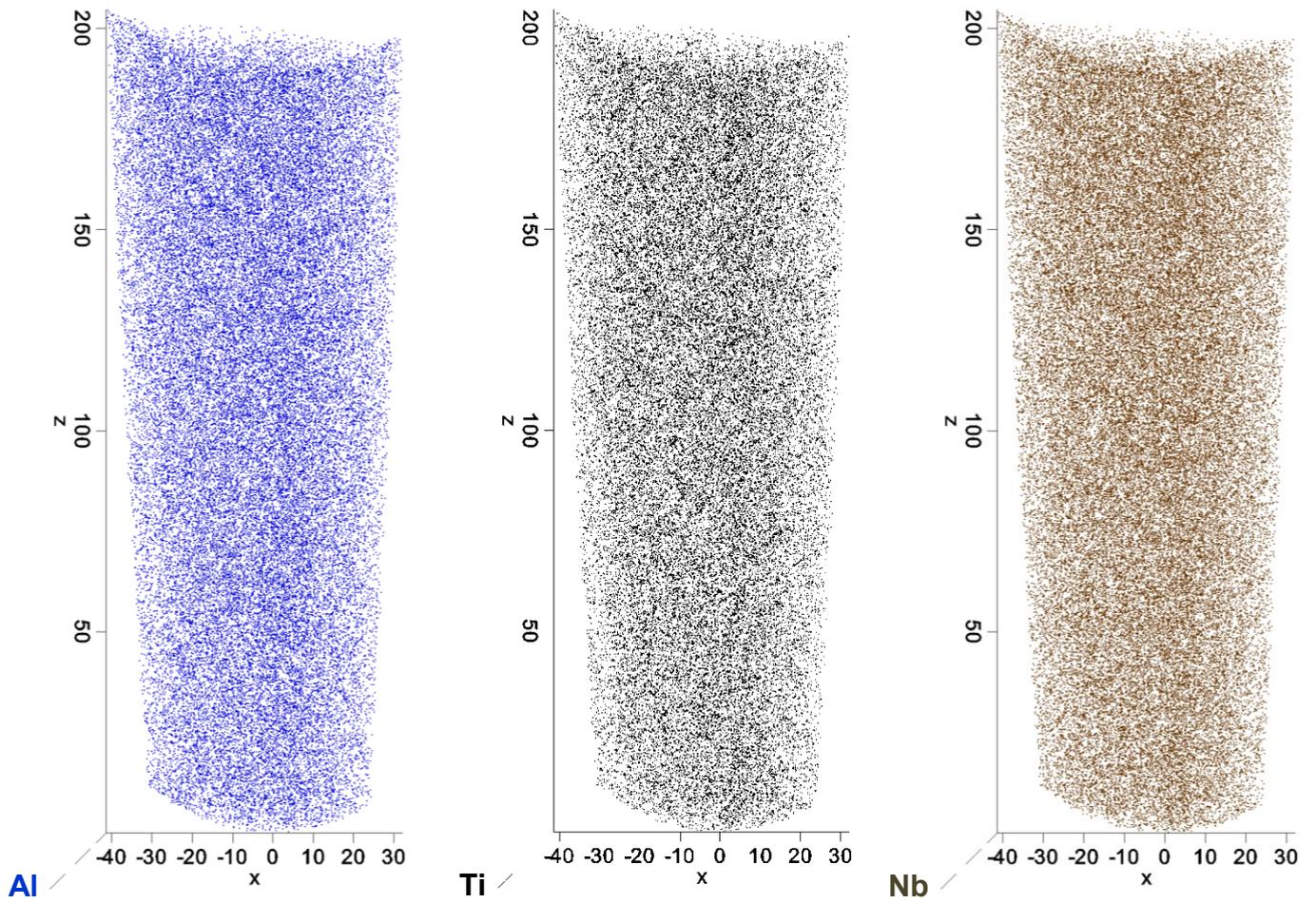


Abb. 40: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Auslagerungszustandes 1000 s (SA_53)

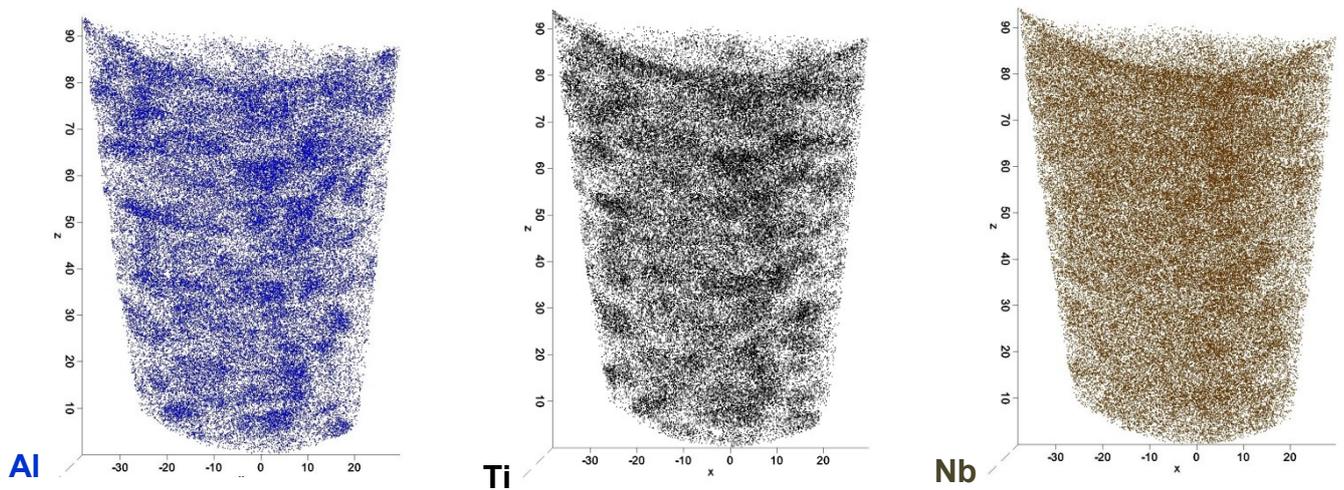


Abb. 41: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Auslagerungszustandes 3600 s (SA_63)

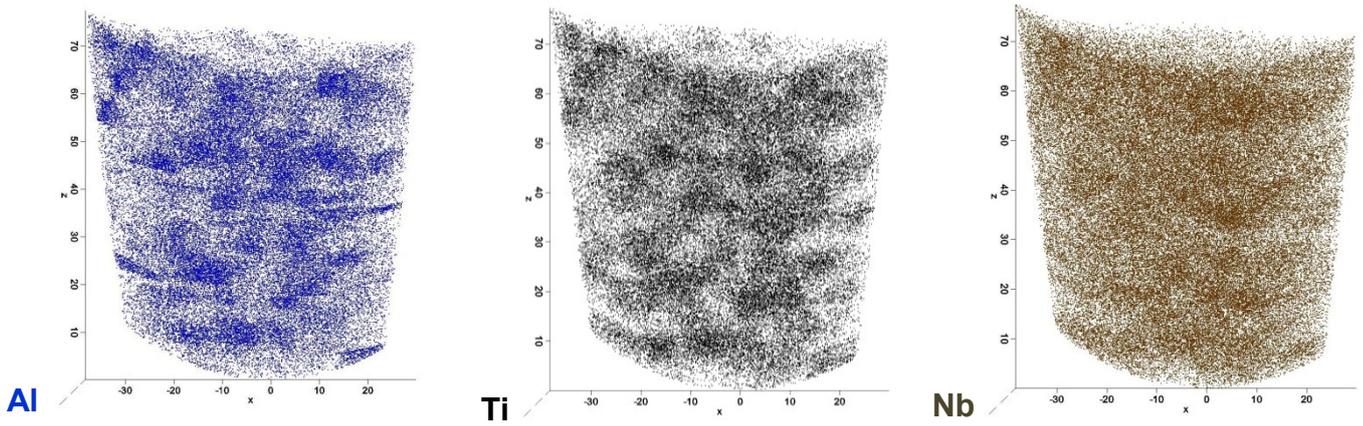


Abb. 42: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Auslagerungszustandes 7200 s (SA_73)

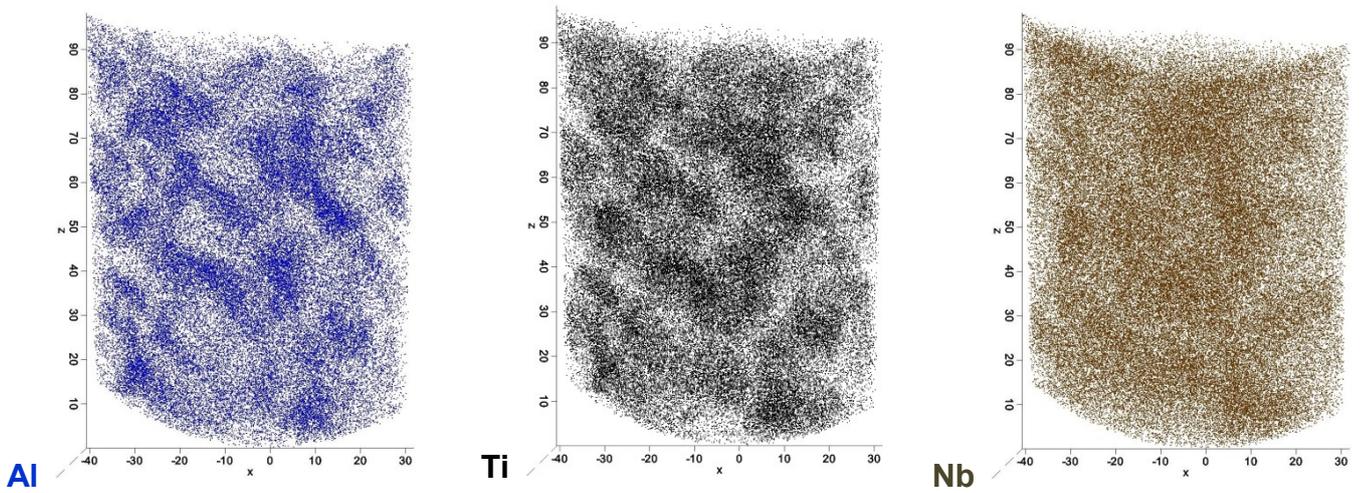


Abb. 43: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Auslagerungszustandes 14400 s (SA_83)

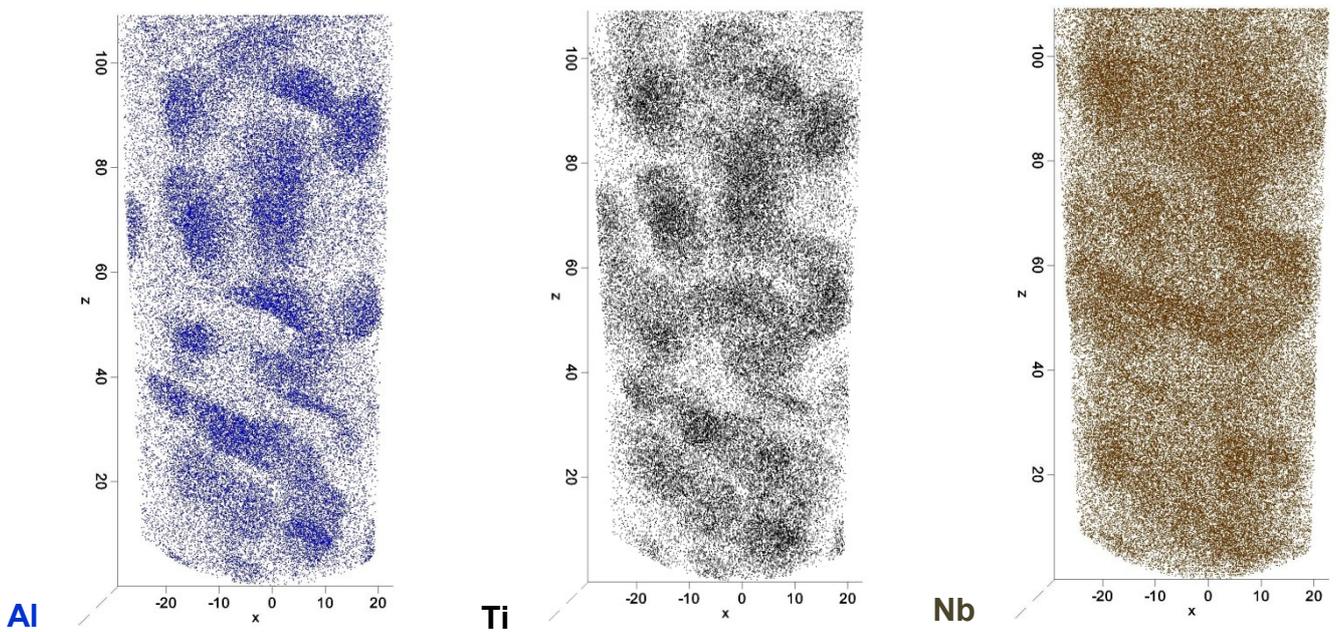


Abb. 44: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion des Auslagerungszustandes 28800 s (SA_93)

In den Abbildungen 36 bis 40 ist ersichtlich, dass bei optischer Begutachtung keine Bereiche erhöhter Atomdichte, wie man sie bei Ausscheidungen vorfindet, gefunden werden. Ab dem Auslagerungszustand 3600 s, dargestellt in Abbildung 41, findet man Bereiche mit erhöhter Dichte an Al-, Ti- und Nb-Atomen. Es kann mit zunehmender Auslagerungsdauer (7200 s, 14400 s und 28800 s) gesehen werden, dass der Dichteunterschied der Al- und Ti-Atome zwischen den Ausscheidungen und der Matrix, immer deutlicher wird. Diese Kontrastierung der Ausscheidungen ist in der Nb-Elementverteilung nicht so deutlich ausgeprägt. Sogar der 8-stündige Auslagerungszustand in Abbildung 44 zeigt einen hohen Anteil an verbleibenden Nb-Atomen in der Matrix. Zusätzlich kann den Elementverteilungen der Zustände 3600 s bis 28800 s entnommen werden, dass zwei Bereiche mit unterschiedlichen Elementkonzentrationen vorhanden sind. Man sieht, dass Ti in beiden Bereichen relativ gleichverteilt ist, jedoch Al und Nb in getrennten Bereichen eine erhöhte Konzentration aufweisen. Dies veranschaulicht, dass sich mit fortlaufender Auslagerung zwei unterschiedliche Ausscheidungstypen gebildet haben.

Um den Beginn der Ausscheidungsreaktion besser beurteilen zu können wurde eine Distribution Analysis in der IVAS-Software angewandt. Dabei werden die Elemente bezüglich ihres Entmischungsgrades mit der Konstante μ quantifiziert. Ein μ -Wert von 0 bedeutet, dass ein Element in der Matrix gleichverteilt ist und ein μ -Wert von 1 zeigt, dass ein Element besonders entmischt. Der Grad der Entmischung (μ -Wert) der Elemente Al, Ti und Nb, in Abhängigkeit der Auslagerungsdauer ist in Abbildung 45 dargestellt.

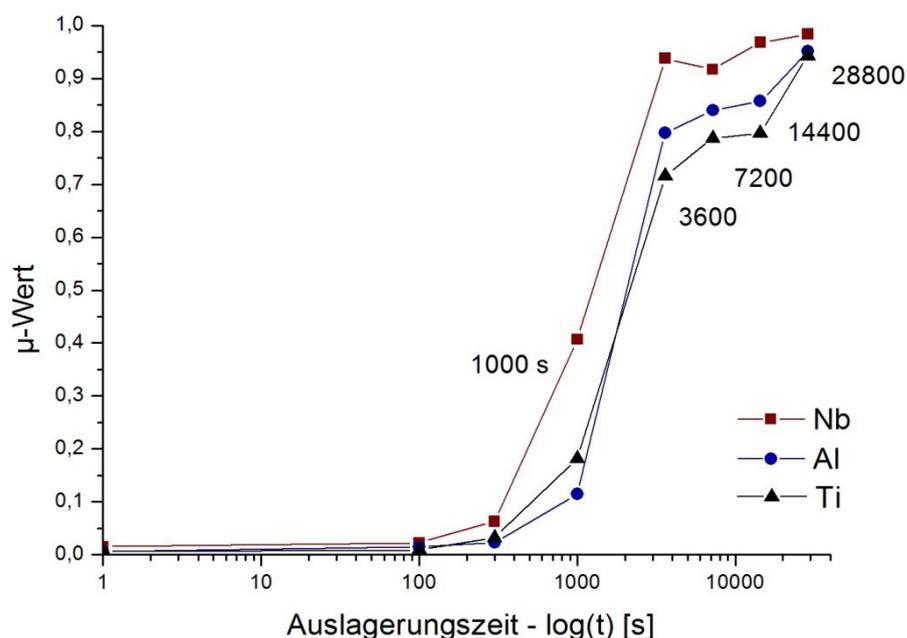


Abb. 45: Entmischungsgrad μ der Elemente Al, Ti und Nb in Abhängigkeit der Auslagerungsdauer

Wie in den Entmischungskurven zu sehen ist, findet bis 1000 s bei keinem Element eine nennenswerte Erhöhung des μ -Werts statt. Nach 1000 s beginnen sich die Elemente zu entmischen, was aus dem Anstieg des μ -Werts abgeleitet werden kann. Dabei weist Nb den stärksten Anstieg mit einem μ -Wert von 0,4 auf. Die Elemente Al und Ti liegen mit 0,12 bzw. 0,18 wesentlich darunter. Dieser deutliche Anstieg im μ -Wert setzt sich bis 3600 s fort. Dabei weist Nb einen μ -Wert von 0,9 und Al und Ti einen μ -Wert von 0,8 bzw. 0,7 auf. Der Grad der Entmischung steigt zwar bei weiterer Auslagerungsdauer an, jedoch erreichen die Elemente erst ab 28800 s einen μ -Wert größer 0,95.

Da in den 3D-Rückkonstruktionen der Elementverteilungen des Zustands SA_43 (1000 s) bei der optischen Begutachtung keine nennenswerten Dichteunterschiede erkannt werden konnten, wurde versucht den Cluster-Search-Algorithmus in der IVAS Software anzuwenden. Es stellte sich jedoch heraus, dass auf Grund des hohen verbleibenden Matrixanteils der Elemente Al und Ti und vor allem Nb, der Cluster-Search-Algorithmus nicht zwischen der regellos verteilten Matrix und den Bereichen mit erhöhter Konzentration an ausscheidungsbildenden Elemente unterscheiden konnte. Um diese Bereich trotzdem charakterisieren zu können, wurden 2D-Konzentrationsprofile der charakteristischen Ausscheidungselemente Ni, Nb und Al+Ti durchgeführt. Die Abbildungen 46a, b und c stellen die Konzentrationsfluktuationen der Elemente Nb, Ni und Al+Ti exemplarisch für das gesamte Spitzenvolumen des Wärmebehandlungszustandes SA_43 dar.

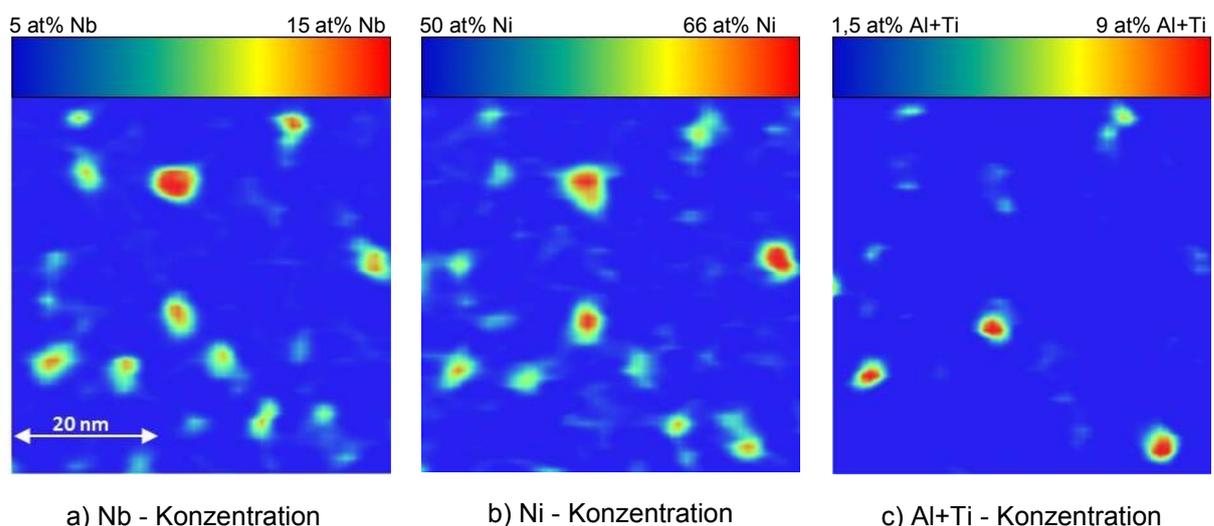


Abb. 46: 2D- Konzentrationsprofile von a) Nb, b) Ni und c) Al+Ti nach einer Auslagerungsdauer von 1000 sec (SA_43)

Die 2D-Konzentrationsprofile in Abbildung 46 verdeutlichen, dass sich 3 - 5 nm große Bereiche (rot) gebildet haben, in denen die ausscheidungsbildenden Elemente in

erhöhter Konzentration vorliegen. Dabei wurde der untere Grenzwert für die jeweilige Darstellung, als mittlerer Anteil der jeweiligen Elemente in der Matrixzusammensetzung gewählt. Es zeigt sich, dass Nb- bzw. Al+Ti-Bereiche mit Bereichen erhöhter Ni-Konzentration zusammenfallen. Die 2D-Konzentrationsprofile verdeutlichen zusätzlich eine höhere Anzahl an Nb-Bereichen als an Al+Ti-Bereichen. Die Konzentration der Ni-Atome erreicht dabei ein Maximum von 66 at% innerhalb der roten Bereiche. Der maximale Anteil an Nb beträgt 15 at% und jene der Al+Ti-Atome 9 at%. Auf Grund der hohen Konzentration der Elemente, kann daher auf eine Ausscheidungsclusterbildung geschlossen werden. Es wäre anzumerken, dass Al und Ti bei der Konzentrationsdarstellung als Summenwert definiert wurde, da die Konzentration beider Elemente ohnedies geringer ist als jene der Nb-Konzentration.

Zur besseren Darstellung dieser Ausscheidungscluster, wurden Isosurface-Volumina definiert. Die Grenzwerte für die Isosurfaces wurden in Anlehnung an die Mittelwerte aus den 2D-Konzentrationschnitten festgelegt. Für Nb wurde ein Grenzwert von 10 at% und für Al+Ti ein Grenzwert 7 at% definiert. Abbildung 47 zeigt die Darstellung der Isosurface-Volumina der rückkonstruierten Spitze SA_43.

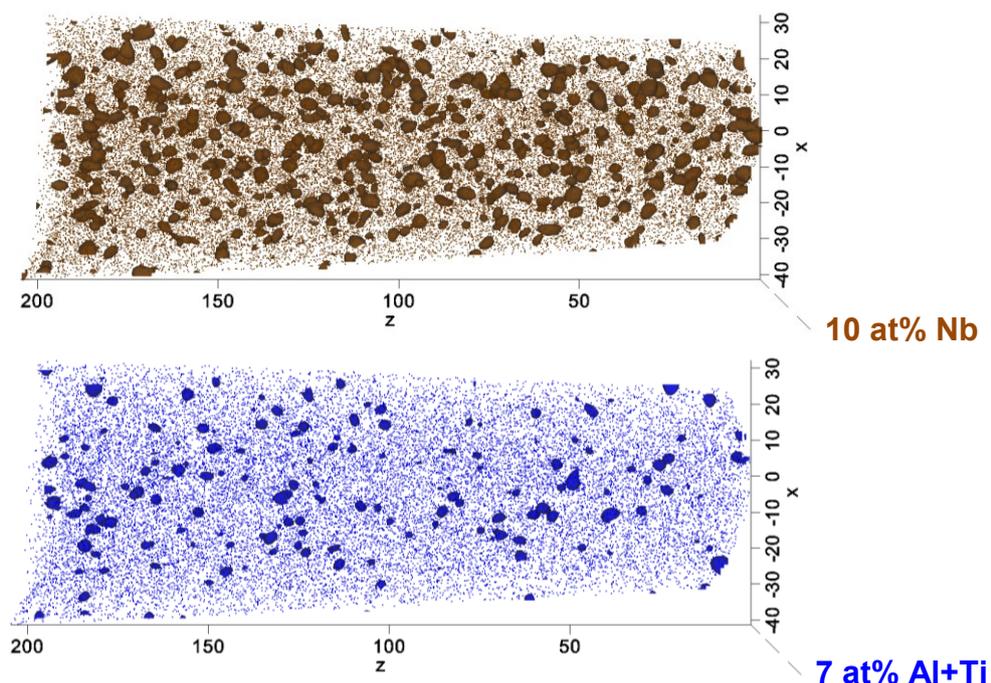


Abb. 47: Isosurface Darstellung der Ausscheidungscluster nach 1000 s Auslagerung

Abbildung 47 kann wiederum entnommen werden, dass die Anzahl der Nb-reichen Ausscheidungscluster viel höher liegt als jene der Al+Ti-reichen Ausscheidungscluster. Bei genauerer Betrachtung sieht man, dass die Al+Ti-hältigen Ausscheidungscluster entweder alleine oder in Verbindung mit Nb-reichen Ausscheidungsclustern vorkommen.

Zur Charakterisierung der chemischen Zusammensetzung der Ausscheidungscluster wurden Zylinder ($\varnothing 3 \times 15 \text{ nm}$) durch die Isosurface-Volumina gelegt und das Konzentrationsprofil entlang der Längsachse bestimmt. Die Abbildungen 48, 49 und 50 zeigen die Konzentrationsverteilungen der Elemente in den drei unterschiedlich vorkommenden Ausscheidungsclusterarten.

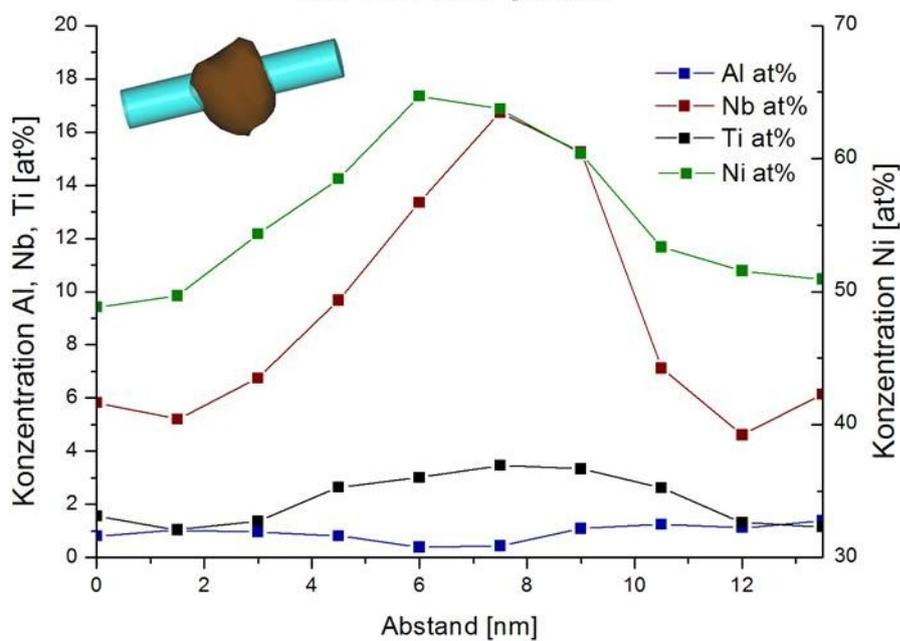


Abb. 48: 1D-Konzentrationsprofil durch den Nb-reichen Cluster (γ'' -Cluster)

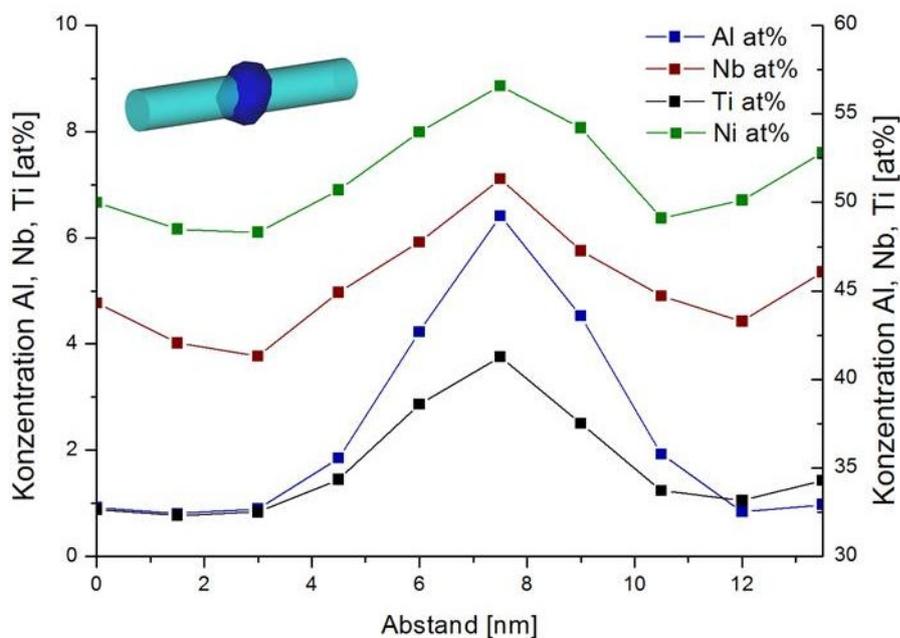


Abb. 49: 1D-Konzentrationsprofil durch den Al + Ti-reichen Cluster (γ' -Cluster)

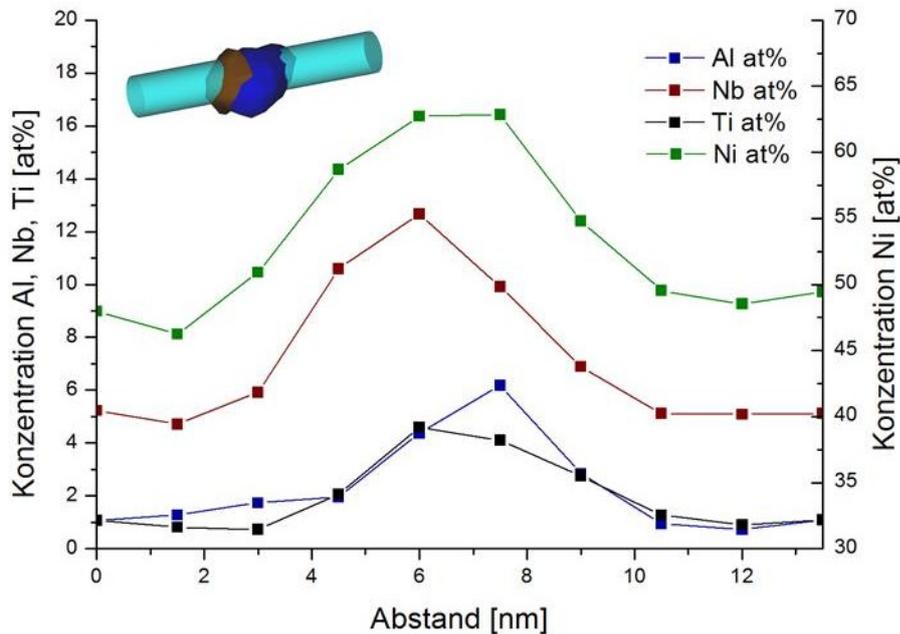


Abb. 50: 1D-Konzentrationsprofil durch die Dualstruktur (γ''/γ' -Cluster)

Es zeigt sich in den eindimensionalen Konzentrationsprofilen, dass Nb in allen Clustern mit der höchsten Konzentration der Ausscheidungsbildner Al, Ti und Nb vorliegt. In den Nb-reichen Clustern (Abb. 48) besitzt das Element Nb eine maximale Konzentration von 16 at%, Ti liegt leicht erhöht mit maximal 3 at% vor. Aufgrund des hohen Nb-Anteils und dem Trend, dass der Al-Gehalt so weit absinkt, dass dieser sogar unter das Matrix-Niveau fällt, kann geschlossen werden, dass es sich um einen γ'' -Cluster handelt.

Abbildung 49 stellt das Konzentrationsprofil durch einen Cluster mit erhöhter Konzentration an Al+Ti dar. Dabei erreicht Al ein Maximum von 6,5 at% und Ti ein Maximum von 3,5 at%. Zusätzlich sieht man, dass der Anteil an Nb zwar 7 at% beträgt, jedoch besitzt Ni eine sehr geringe Konzentration von ~56 at%. Dennoch weisen die erhöhten Konzentration an Al und Ti auf einen γ' -Cluster hin.

Dem gegenüber zeigt Abbildung 50 die häufiger auftretende γ' -Clusterbildung. Es lässt sich erkennen, dass an den vorhandenen γ'' -Clustern die γ' -Cluster ankeimen und wachsen. Es können dabei die Peakkonzentration der Elemente Nb und Al zur Identifizierung der jeweiligen Cluster herangezogen werden. Der Nb-Konzentrationspeak bei 12,5 at% weist auf eine γ'' -Cluster und der Al-Konzentrationspeak bei 6 at% auf einen γ' -Cluster hin.

Die weitere Ausscheidungsentwicklung wurde an den Auslagerungszustände 3600 s (SA_63), 7200 s (SA_73), 14400 s (SA_83) und 28800 s (SA_93) zunächst mit Hilfe von 2D-Konzentrationsprofilen (siehe Abbildung 51 a, b, c, und d) beurteilt.

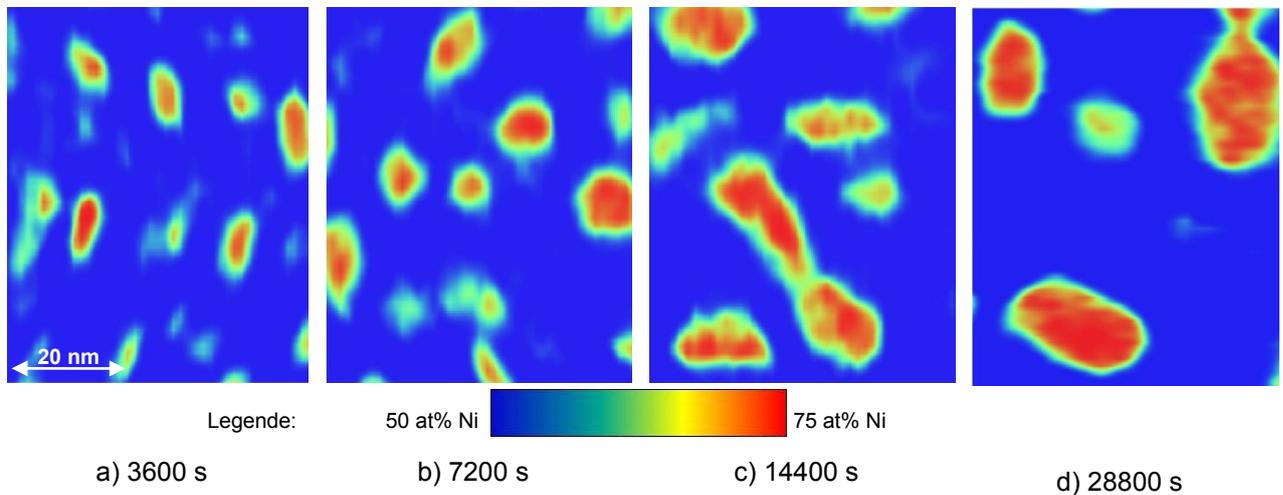
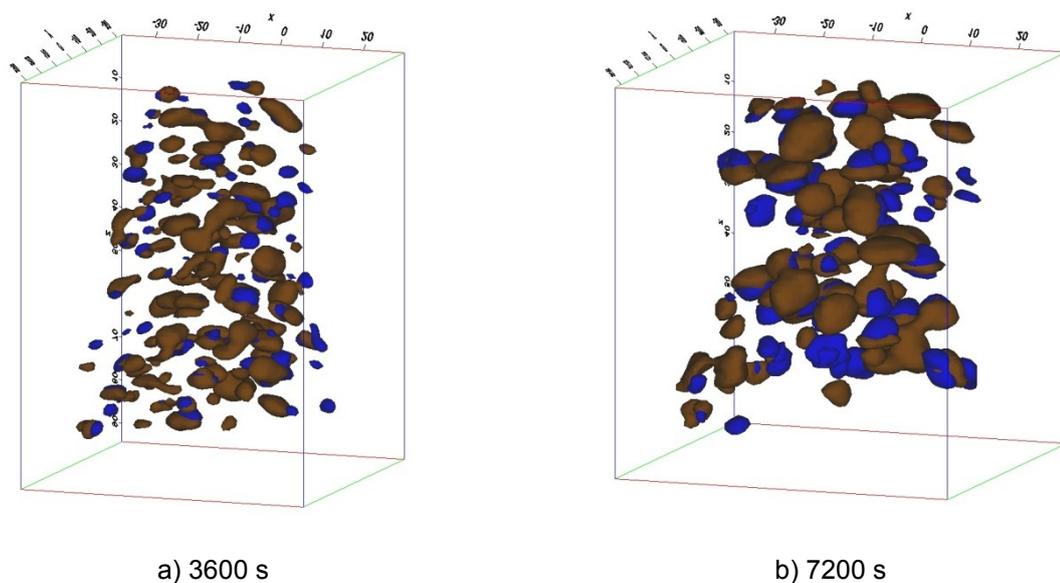


Abb. 51: 2D-Ni-Konzentrationsprofile a) 3600 s, b) 7200 s, c) 14400 s, d) 28800 s

In Abbildung 51a sieht man, dass die Ausscheidungen bereits einen Ni-Anteil von 75 at% erreicht haben. Daher kann ab diesem Auslagerungszustand von Ausscheidungen gesprochen werden. Zur besseren Darstellung und weiteren Auswertung der unterschiedlichen Ausscheidungstypen wurden wiederum Isosurfaces definiert. Dabei wurde für die γ' -Ausscheidungen ein Grenzwert für Al+Ti von 10 at% gewählt. Zur Darstellung der γ'' -Ausscheidungen wurde ein Grenzwert von 10 at% Nb festgelegt. Die Isosurface-Volumina der γ' - und γ'' -Ausscheidungen sind in Abbildung 52 dargestellt.



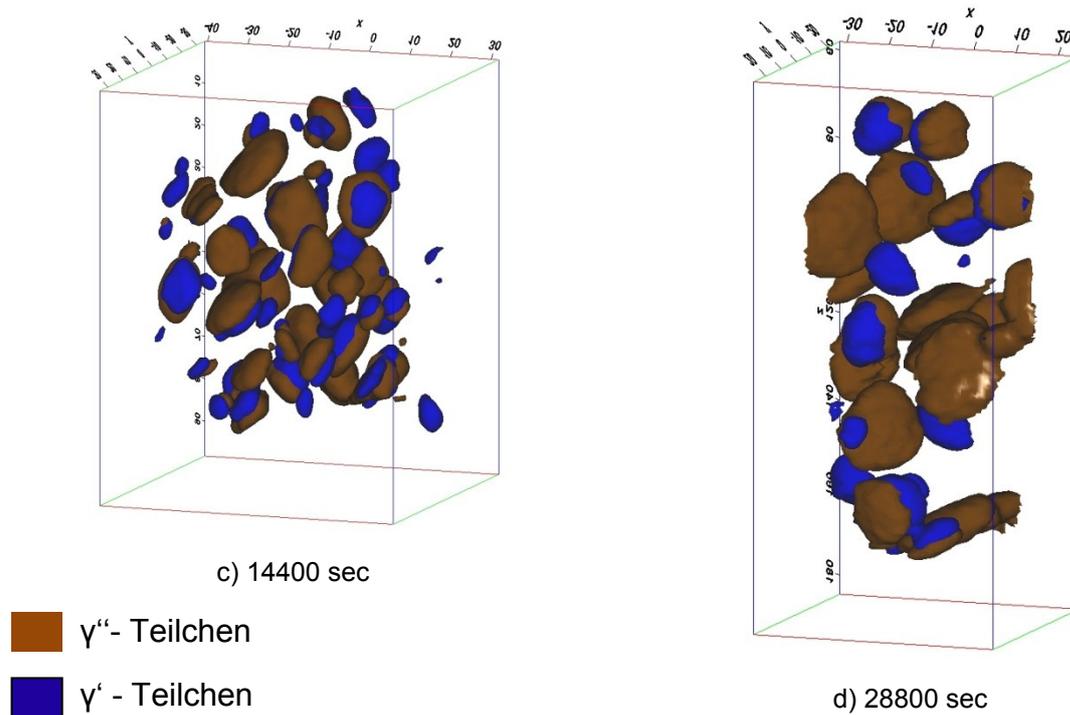


Abb. 52: Isosurface Darstellung der beiden Ausscheidungstypen

Obwohl in Abbildung 52 nur geschlossene Isosurface-Volumina dargestellt sind, zeigt sich, dass die Größe der Teilchen mit der Auslagerungsdauer zunimmt. Aus der Entwicklung ist zu erkennen, dass sich die γ'' -Teilchen zunehmend scheibenförmig ausbilden. Die γ' -Teilchen haben ein ähnliches Verhalten wie in den frühen Clusterzuständen. Es treten wiederum kugelige alleinstehende γ' -Teilchen und „ankeimende“ scheibenförmige γ' -Teilchen an den größeren γ'' -Teilchen auf. Vor allem zeigt sich, dass im Zustand 28000 s fast keine alleinstehenden γ' -Teilchen vorkommen. Die γ' -Teilchen sind hauptsächlich in der Dual-Phasen-Struktur γ''/γ' ausgebildet. Zusätzlich lässt sich erkennen, dass die Teilchen eine Orientierung zueinander aufweisen.

Mit diesen definierten Volumina wurden Analysen bezüglich der chemischen Zusammensetzung der beiden Ausscheidungstypen und der Matrix durchgeführt. In den Abbildungen 53 und 54 sind die Konzentrationsentwicklungen der γ' - und γ'' -Teilchen als Funktion der Auslagerungszeit dargestellt.

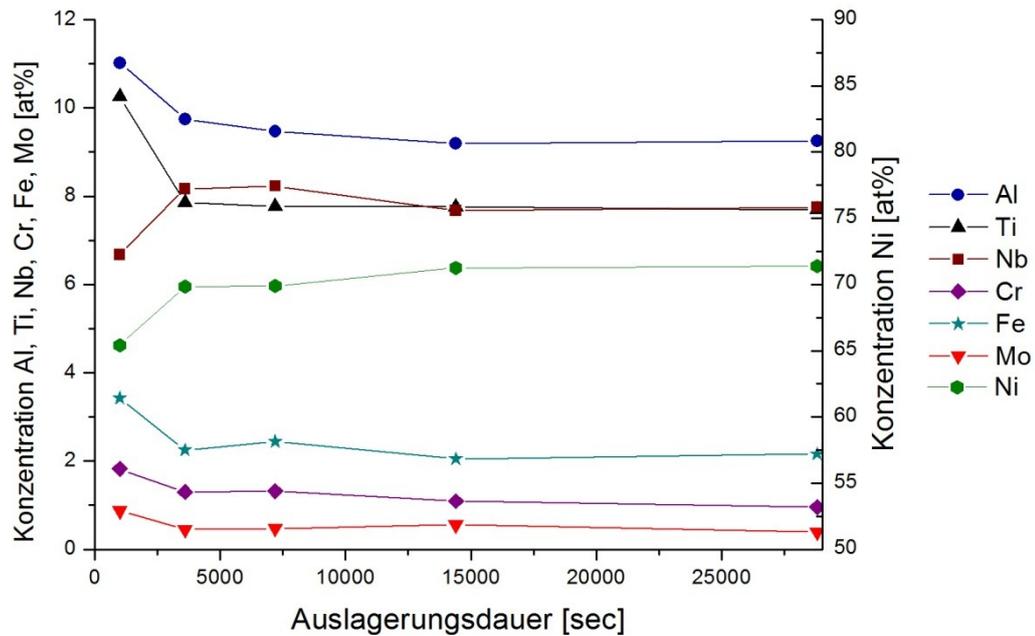


Abb. 53 Elementkonzentrationen der γ' -Teilchen mit fortlaufender Auslagerung (10 at% Al+Ti)

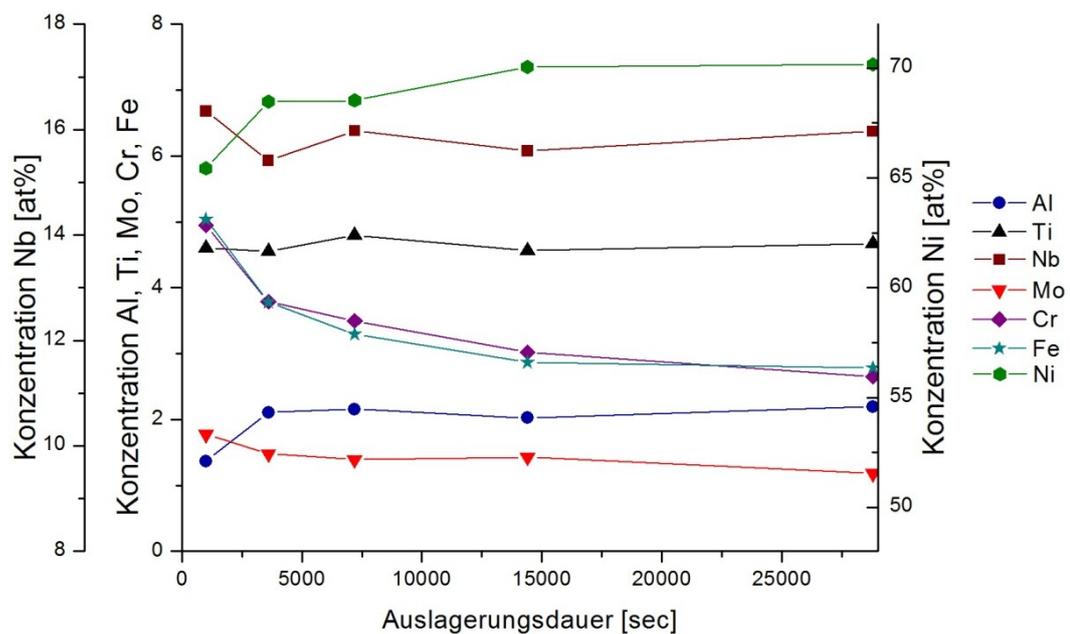


Abb. 54: Elementkonzentrationen der γ'' -Teilchen mit fortlaufender Auslagerung (10% Nb)

Dem Konzentrationsverlauf in Abbildung 53 kann entnommen werden, dass in den γ' -Interfaces zu Beginn der Al-Anteil mit 11 at% und Ti-Anteil mit 10,5 at% relativ hoch liegt. Dieser fällt in den späteren Zuständen auf 9,5 at% für Al und auf 7,7 at% im Fall für Ti. Die Elemente Nb und Ni liegen zu Beginn in geringeren Konzentrationen vor und nehmen im Laufe der Auslagerung einen Nb-Anteil von 7,7 at% und Ni einen Anteil von 71 at% ein. Es lässt sich zusätzlich erkennen, dass

mit zunehmender Auslagerung die Elementkonzentrationen für Cr, Fe und Mo im γ' -Teilchen abnehmen.

Der Elementkonzentrationsverlauf der γ'' -Teilchen ist in Abbildung 54 dargestellt. Es kann für das Element Nb gesehen werden, dass der Anteil in der Ausscheidungsentwicklung einigen Schwankungen zwischen 15,5 und 16,5 at% unterliegt und somit ein gemittelter Wert von 16 at% angenommen werden kann. Ähnlichen Schwankungen unterliegt der Ti-Anteil bei der γ'' -Ausscheidungsbildung, weshalb ebenfalls ein mittlerer Anteil von 7,6 at% bestimmt werden kann. Das Basiselement Ni zeigt in der γ'' -Ausscheidungsentwicklung einen kontinuierlichen Anstieg von 65 at% auf 71 at%. Auch Al zeigt einen anfänglichen Anstieg auf 2 at% und behält diesen Anteil bei. Die Matrixelemente Cr, Fe und Mo nehmen innerhalb der definierten γ'' -Teilchenvolumina mit der Auslagerungszeit sukzessive ab. Jedoch ist im Vergleich mit dem Konzentrationsverlauf der γ' -Teilchen in Abbildung 53 zu sehen, dass der Mo-Gehalt nach 28800 s im γ'' -Teilchen mit 1,2 at% höher liegt als im γ' -Teilchen mit 0,4 at%.

Neben der Ausscheidungscharakterisierung wurden auch die Elementkonzentrationen der Matrix in Abhängigkeit der Auslagerungsdauer bestimmt. Die Abbildung 55 stellt den Konzentrationsverlauf der Elemente in der Matrix dar.

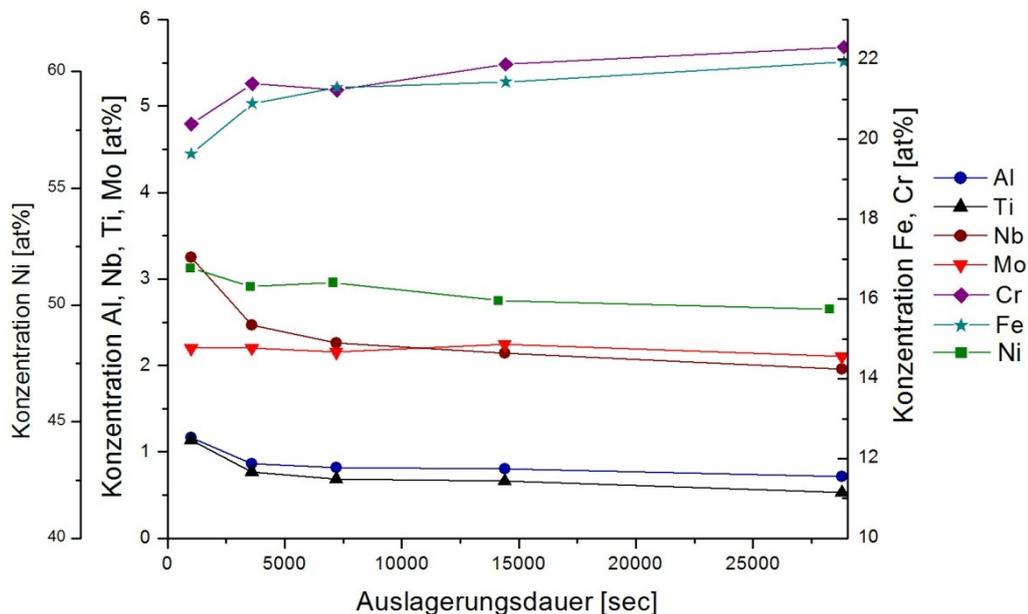


Abb. 55: Elementkonzentrationen der Matrix mit fortlaufender Auslagerung (55% Ni)

Die Matrix-Konzentrationen zeigen, dass der Cr- und Fe- Anteil auf jeweils ~22 at% steigt. Weiters lässt sich erkennen, dass der Ni-Anteil in der Matrix auf unter 50 at% abnimmt. Auch die Anteile der Elemente Al, Ti und Nb nehmen mit fortlaufender Ausscheidungsbildung ab. Al und Ti erreichen dabei einen Gehalt von 0,8 at% bzw. 0,6 at%. Der Nb-Anteil fällt von 3,2 at% auf unter 2 at% ab. Somit liegt Nb nach einer

8-stündigen Auslagerung in gleich hoher Konzentration in der Matrix, wie der Mischkristallhärter Mo, vor.

Die Volumenfraktion beider Ausscheidungstypen wurde mit 60 at% Ni Isosurface-Volumina mit bestimmt. Die Tabelle 12 zeigt die berechneten Volumenfraktionen.

Tab. 12: Volumenfraktion der Ausscheidungsentwicklung

Atome	1000 s	3600 s	7200 s	14400 s	28800 s
Gesamte Spitze	21302296	7153299	6307197	10879867	11778132
60% Ni-Interface	38500	394123	359718	789316	1219970
Volumenanteil	0,18%	5,51%	5,70%	7,25%	10,36%

Aus Tabelle 12 kann entnommen werden, dass die Volumenfraktion mit der Auslagerungsdauer stetig zunimmt. Wie bereits die Entmischungskurve in Abbildung 45 zeigt, steigt der Anteil der gebildeten Phasen nach der Inkubationszeit sehr rasch an. Bereits nach einer Auslagerungsdauer von 3600 s nehmen die ausgeschiedenen Phasen 5,5 % Volumen in Anspruch. Nach 28800 s Auslagerung besitzen die definierten Teilchen einen Anteil von ~10 %. Ausgehend von diesen Messergebnissen und den umgerechneten mittleren Kugelradien konnte der mittlere Teilchenabstand, in Abhängigkeit der Auslagerungsdauer mit Hilfe der Gleichung 3 berechnet werden. Abbildung 56 veranschaulicht die berechneten geometrischen Parameter.

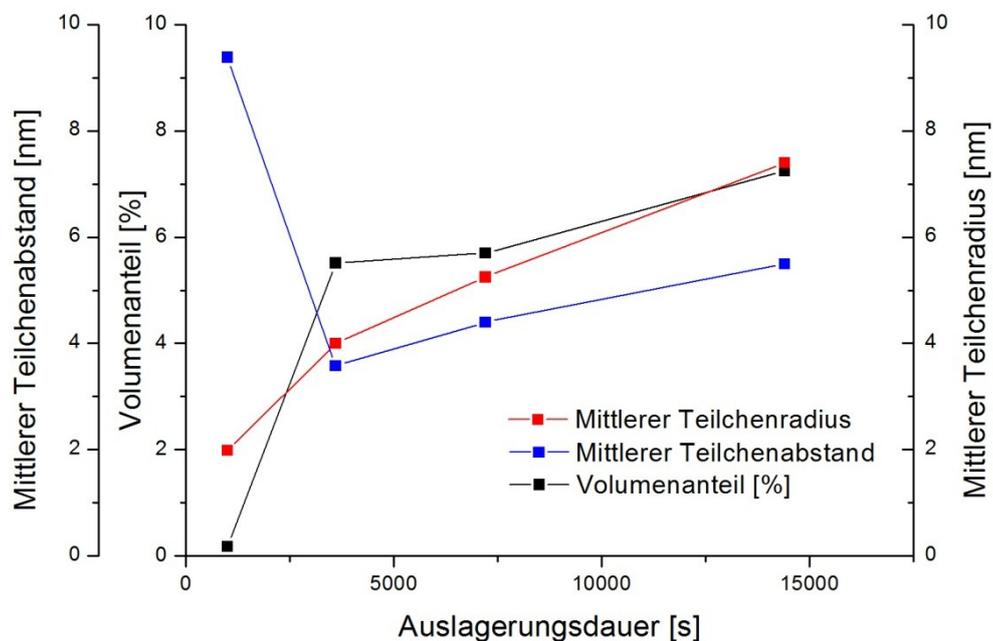


Abb. 56: Abhängigkeit der geometrischen Parameter von der Auslagerungsdauer

Es zeigt sich, dass ab einer Auslagerung von 3600 s alle geometrischen Parameter ansteigen. Beim Zustand 1000 s sieht man, dass der mittlere Teilchenabstand

9,5 nm beträgt, bei 3600 s auf unter 4 nm fällt und dann weiter auf 5,5 nm ansteigt. Der mittlere Teilchenradius steigt von 2 auf 7,4 nm an. Auch die Volumenfraktion zeigt einen Anstieg 0,18 % auf 7,3 % nach 14400 s Auslagerungsdauer.

Weiters wurde die Strukturentwicklung der γ' - und γ'' -Teilchen bestimmt. Dabei wird der Strukturfaktor so ermittelt, dass von den definierten Isosurface-Volumina auf ein Kugelvolumen umgerechnet wurde und in weiterer Folge die Oberfläche der Isosurface-Volumina in Relation zur idealen Kugeloberfläche gesetzt wurde. Die Abbildungen 57 und 58 zeigen die Strukturparameterentwicklung der γ' - und γ'' -Teilchen.

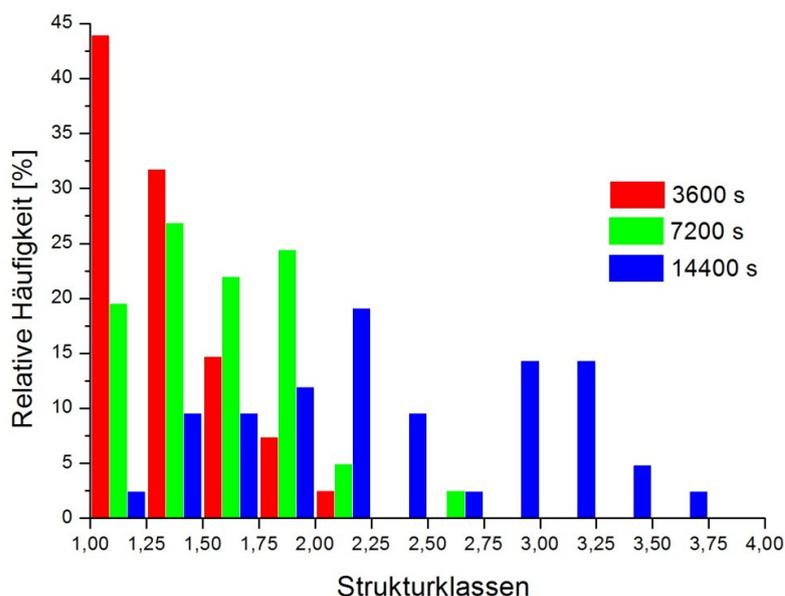


Abb. 57: Strukturparameterentwicklung der γ' -Teilchen

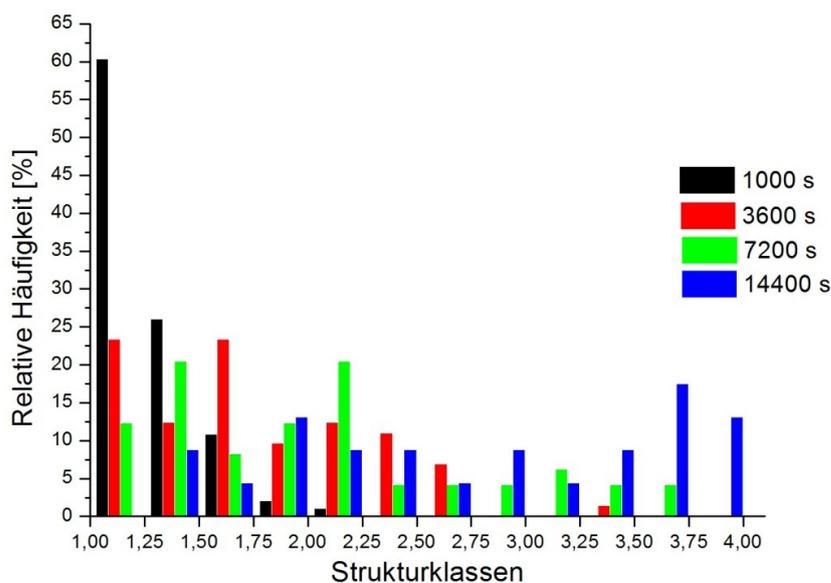


Abb. 58: Strukturparameterentwicklung der γ'' -Teilchen

Die Abbildung 57 zeigt die Entwicklung der Teilchenstruktur der γ' -Phase. Es lässt sich erkennen, dass in den Anfangszuständen bei 3600 s Auslagerungsdauer die Teilchen ein Häufigkeitsmaximum im Strukturparameter von 1 aufweisen. Dies entspricht einer sphärischen Ausscheidungsstruktur. Mit voranschreitender Ausscheidungsentwicklung beginnen sich die γ' -Teilchen immer mehr scheibenförmig auszubilden, bis sie schließlich beim Zustand 14400 s zwei Häufigkeitsmaxima der Strukturparameter bei 2,25 und 3 besitzen.

In Abbildung 58 ist die Strukturfaktorentwicklung für das γ'' -Ausscheidungs-wachstum dargestellt. Es kann ein ähnliches Verhalten wie in Abbildung 57 gesehen werden. Zu Beginn der Ausscheidungs-bildung findet man ein Häufigkeitsmaximum des Strukturfaktors bei 1. Dieser Strukturfaktor wird mit zunehmender Auslagerungsdauer kontinuierlich erhöht, sodass sich beim Zustand 28800 s scheibenförmige γ'' -Strukturen ausbilden.

4.4.2 Endzustände

Die Rückkonstruktionen der Endzustände zeigten bei allen Wärmebehandlungen ein ähnliches Bild. Aus diesem Grund ist in Abbildung 59 die 3D-Rückkonstruktion der Elementverteilungen von Al, Ti und Nb exemplarisch für den Zustand SA_3 dargestellt.

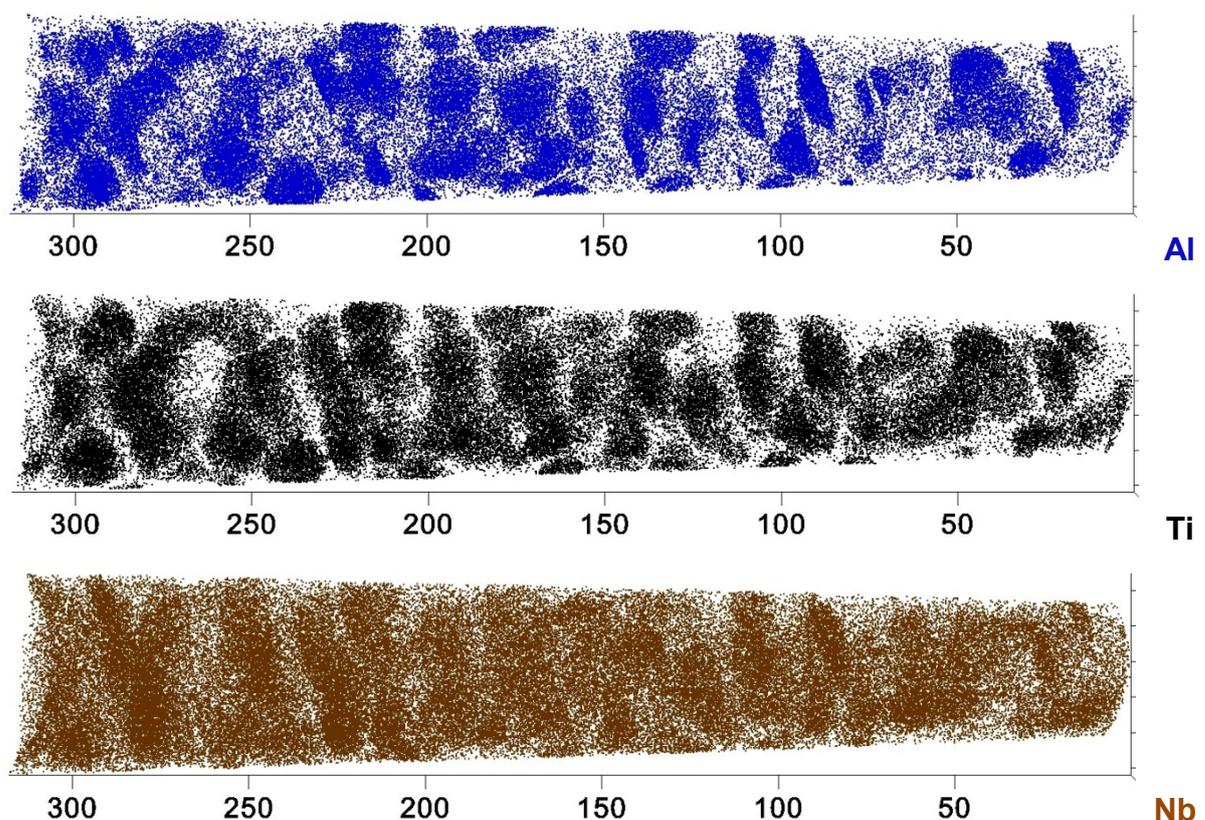
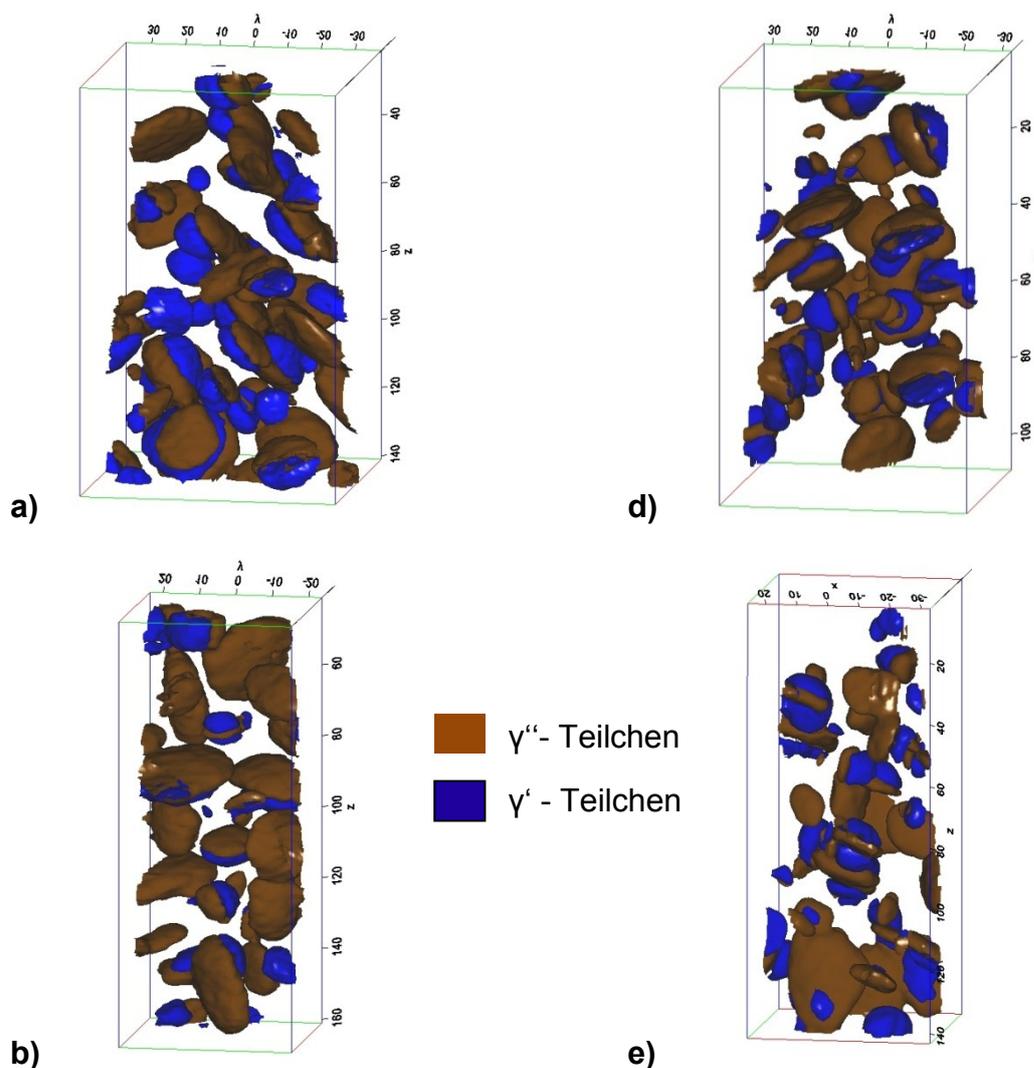


Abb. 59: 3D-Elementdarstellung der Rückkonstruktion der Zustandes SA_3

Aus der 3D-Rückkonstruktion in Abbildung 59 ist ersichtlich, dass Bereiche erhöhter Al-Konzentration, sich von den Nb-reichen Bereichen unterscheiden. Dies ist ein Anzeichen dafür, dass auch in den Endzuständen die beiden Ausscheidungstypen γ' und γ'' vorhanden sind. Weiters zeigt sich, dass Ti in den γ' - und γ'' -Teilchen sehr konzentriert vorliegt. In der Nb-Elementdarstellung ist es wesentlich schwieriger zwischen den Ausscheidungen und der Matrix zu unterscheiden, da die Matrix in den Endzuständen noch immer einen beträchtlichen Anteil an Nb besitzt. Um weitere Aussagen über die Chemie der Ausscheidungen und der Matrix zu treffen, wurde daher die Isosurface-Methode herangezogen. Dazu wurde für die γ'' -Teilchen ein Grenzwert von 13 at% Nb und für die γ' -Teilchen ein Grenzwert von 13 at% Al+Ti definiert. Damit die Darstellungen besser vergleichbar sind, wurden dazu die Länge der Rückkonstruktionen auf ~ 120 nm angepasst. Weiters wurde bei den Abkühlvariationszuständen SA_1 und SA_2 sowie SA_3 und SA_4 nur eine Rückkonstruktion dargestellt. Die Abbildungen Abb. 60 a, b, c, d, e und f zeigen die Isosurface-Darstellungen der beiden Ausscheidungstypen.



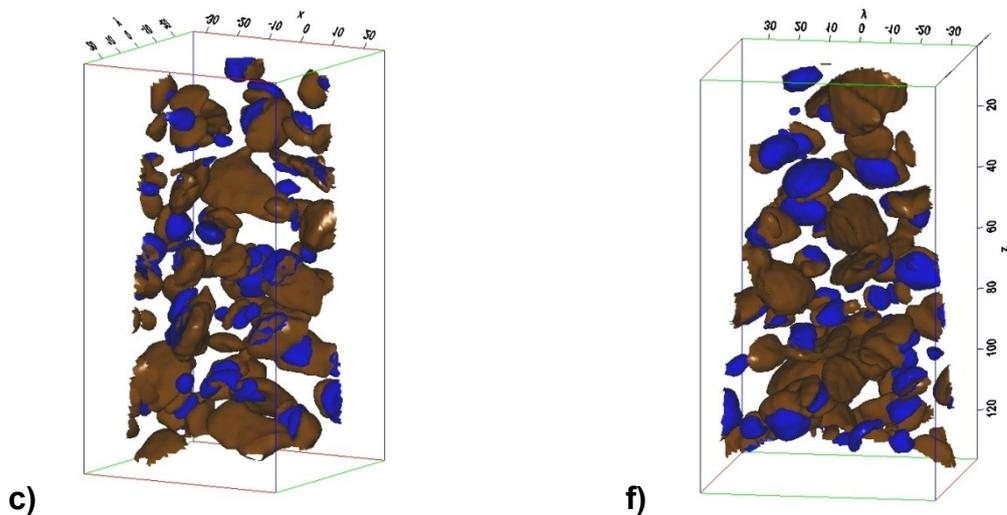
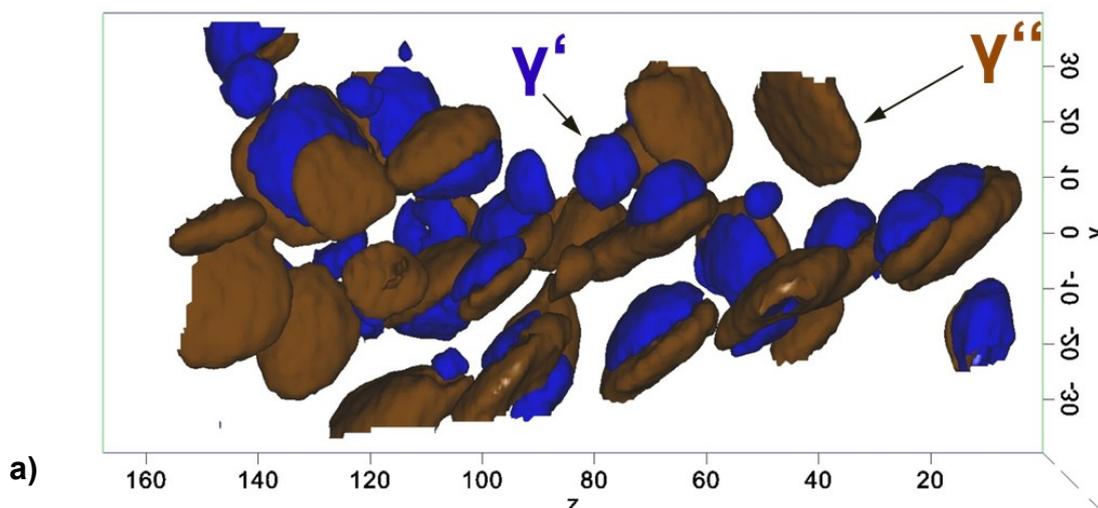


Abb. 60: Isosurface-Darstellung der Ausscheidungstypen γ' (blau) und γ'' (braun) für die Endzustände a) SA_1, b) SA_3, c) SA_5, d) SB_6, e) SB_7 und f) SB_8

In Abbildung 60 sind die γ'' -Teilchen in braun und die γ' -Teilchen in blau dargestellt. Es wurden bewusst Teilchenvolumina aus der Darstellung weggenommen, welche nur teilweise sichtbar waren. Bei allen Zuständen zeigt sich, wie bei der Ausscheidungsreaktion bereits beschrieben, dass die γ'' -Teilchen hauptsächlich in scheibenförmiger Struktur vorliegen. In den meisten Fällen kann beobachtet werden, dass γ' -Teilchen selten alleinstehend vorkommen. Häufig findet man ankeimende γ' -Teilchen an den elliptischen Flächen der scheibenförmigen γ'' -Teilchen. Zusätzlich ist auch in diesen Zuständen eine Orientierung der Teilchen zu sehen. In Abbildung 61a und b ist der Orientierungszusammenhang an Beispiel des Zustands SA_1 im Detail dargestellt.



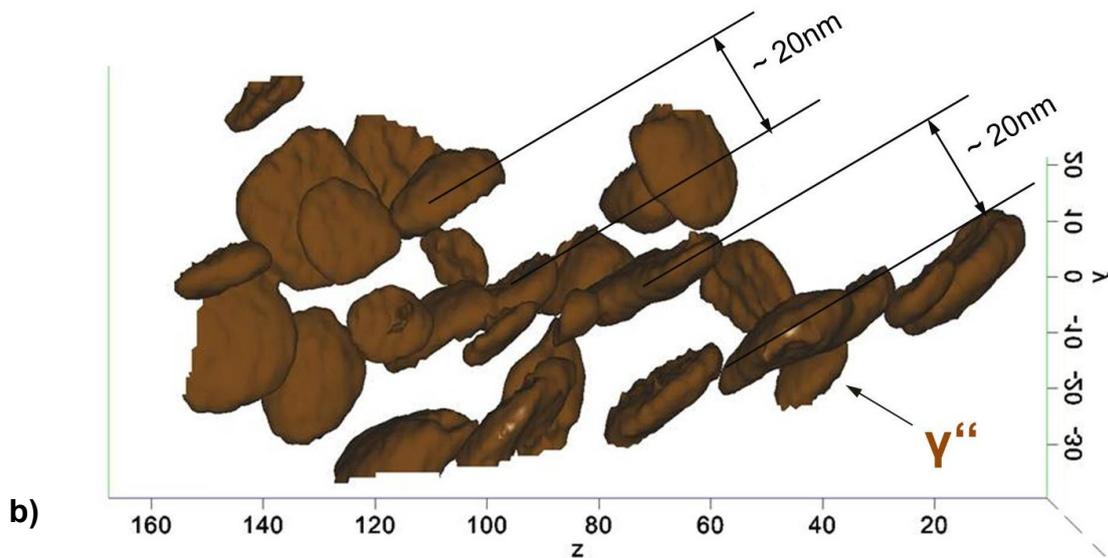


Abb. 61: Orientierungszusammenhang der Teilchen mit der Matrix a) γ' - und γ'' -Teilchen b) γ'' -Teilchen

Es zeigt sich in Abbildung 61a, dass die γ' -Teilchen an den $\{100\}$ -Flächen der γ'' -Teilchen die Dual-Phasen-Struktur ausbilden. Bei näherer Betrachtung der Abbildung 61b ist zu sehen, dass die scheibenförmigen Ausscheidungen normal zueinander ausgerichtet sind. Der mittlere Abstand zwischen den scheibenförmigen γ'' -Teilchen beträgt $\sim 20\text{nm}$.

Mit den definierten Isosurface-Volumina wurden wiederum Analysen bezüglich des chemischen Aufbaus durchgeführt. Abbildung 62 und 63 zeigt die chemische Zusammensetzung der γ' - und γ'' -Teilchen, in Abhängigkeit der unterschiedlichen Wärmehandlungen und Legierungssysteme.

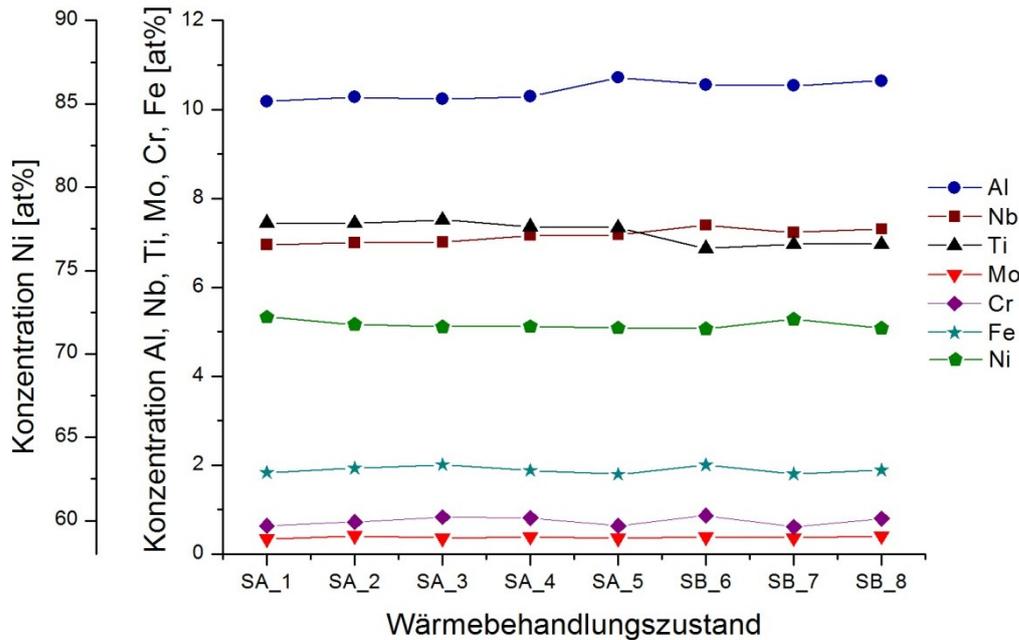


Abb. 62: Zusammensetzung der γ' -Teilchen in Abhängigkeit der Lösungsglüh-temperatur und des Legierungssystems

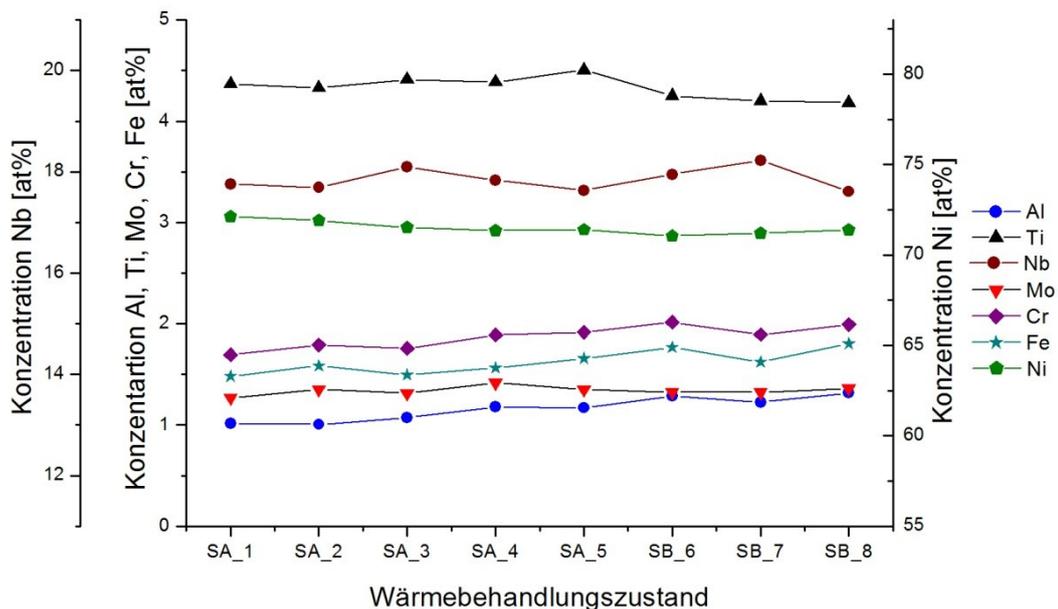


Abb. 63: Zusammensetzung der γ' -Teilchen in Abhängigkeit der Lösungsglüh-temperatur und des Legierungssystems

Abbildung 62 legt dar, dass die Matrixelemente Fe, Cr und Mo bei allen Zustände in gleicher Konzentration innerhalb der γ' -Teilchen vorliegen. Die Konzentrationen dieser Elemente betragen in Summe nicht mehr als 3 at%. Ebenso zeigt das Element Ni eine gleichmäßige Verteilung mit ~ 73 at% in den γ' -Teilchen. Das ausscheidungs-bildende Element Al weist gegenüber den Zuständen SA_1,2,3,4 mit

10,2 at% eine erhöhte Konzentration im Zustand SA_5 (LG 1010°C) mit 10,7 at% sowie in den Zuständen des Legierungssystems SB mit 10,5 at% auf. Im Legierungssystem SA liegt das Ti mit 7,5 at% und im Legierungssystem SB mit 6,9 at% vor. Im Gegensatz dazu hat das Nb im Legierungssystem SA eine Konzentration von 7,1 at% und im Legierungssystem SB 7,3 at%.

Aus den Elementkonzentrationen der γ' -Teilchen in Abbildung 63 lässt sich zeigen, dass bei beiden Legierungssystemen der Nb-Gehalt beim Lösungsglühzustand 982°C (SA_3, SA_4, SB_7) ein Maximum mit 18 at% und beim Lösungsglühzustand 1010°C (SA_5, SB_6) ein Minimum von 17,6 at% erreicht. Ähnlich der Abbildung 62 zeigt sich, dass Ti wiederum den Trend aufweist, dass es im Legierungssystem SB einen geringeren Anteil von 4,2 at% gegenüber dem Anteil im Legierungssystem SA von 4,4 at% zeigt. Im Legierungssystem SA weisen die Elemente Al, Cr, Fe und Mo eine Erhöhung des Anteils mit steigender Lösungsglühtemperatur auf. Im Legierungssystem SB liegen sie in gleicher Konzentration in allen drei Zuständen vor. Jedoch wäre anzumerken, dass diese Elemente einen maximalen Summenanteil von 6,5 at% (SB_8) in den γ' -Ausscheidungen besitzen. Jedoch kann bei Vergleich der Abbildungen 62 und 63 gesehen werden, dass der Mo-Anteil in den γ' -Teilchen mit 1,2 at% deutlich höher liegt als in den γ' -Teilchen mit 0,4 at%

Die Zusammensetzung der Matrix nach zweistufiger Auslagerung ist in Abbildung 64 veranschaulicht.

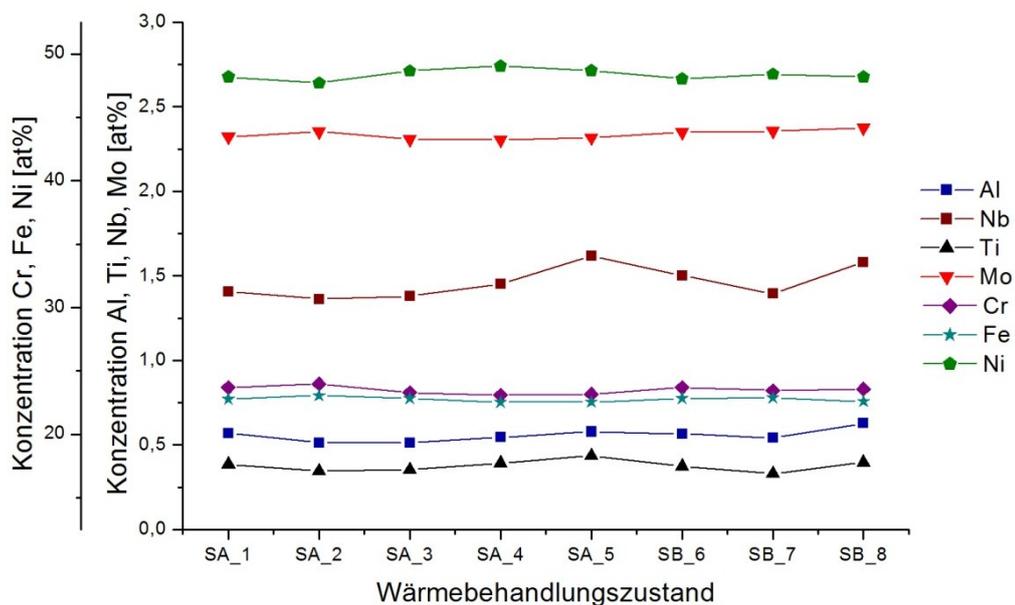


Abb. 64: Zusammensetzung der Matrix in Abhängigkeit der Lösungsglühtemperatur und des Legierungssystems

Die Abbildung 64 veranschaulicht, dass in der Matrix die beiden Elemente Cr und Fe mit ~23 at% in erhöhter Konzentration vorliegen. Es lässt sich jedoch erkennen, dass der Anteil an Cr gegenüber dem des Fe überwiegt. Das Basiselement Ni besitzt eine gleichmäßige Konzentration von 48 at% sowie das Matrixelement Mo mit 2,3 at%. Die ausscheidungsbildenden Elemente Al und Ti weisen einen sehr geringen Summenanteil von ~1 at% in der Matrix auf. Dagegen besitzt Nb noch einen beträchtlichen mittleren Anteil von 1,5 at% in der Matrix. Zusätzlich lässt sich erkennen, dass in beiden Legierungssystemen mit der Lösungsglühtemperatur 1010°C, der Anteil von Al, Ti und insbesondere Nb leicht erhöht ist.

Auf Basis dieser Konzentrationsauswertungen konnte die Bestimmung der Volumenfraktion in den Endzuständen mittels Hebelgesetz-Auswertemethode ausgeführt werden [20, 41]. Die berechneten $C_{Y'+Y''} - C_Y$ (x-Achse) und $C_N - C_Y$ (y-Achse) Wertepaare sind der Tabelle 13 zu entnehmen.

Tab. 13. Berechnete x- und y-Wertepaare der Elemente für alle Endzustände

	SA_1		SA_2		SA_3		SA_4	
	$C_{Y'+Y''} - C_Y$	$C_N - C_Y$						
Al	4,1	0,8	3,8	0,6	3,6	0,6	3,8	0,6
Ni	24,9	4,4	25,2	4,1	24,1	4,2	23,6	4,0
Nb	11,0	2,0	11,5	1,9	11,8	2,1	11,1	1,9
Cr	-22,4	-4,0	-22,6	-3,7	-21,8	-3,9	-21,4	-3,6
Fe	-21,0	-3,7	-21,3	-3,5	-21,1	-3,7	-20,6	-3,4
Ti	5,1	0,9	5,1	0,8	5,0	0,9	5,0	0,8
Mo	-1,4	-0,2	-1,4	-0,2	-1,4	-0,2	-1,3	-0,2
	SA_5		SB_6		SB_7		SB_8	
	$C_{Y'+Y''} - C_Y$	$C_N - C_Y$						
Al	3,4	0,6	4,0	0,6	4,0	0,7	3,9	0,7
Ni	24,4	4,0	24,6	3,9	24,4	4,1	24,5	4,3
Nb	11,2	1,9	11,6	1,9	11,5	1,9	11,2	2,0
Cr	-21,6	-3,6	-22,2	-3,6	-21,9	-3,7	-22,0	-3,9
Fe	-20,7	-3,4	-21,1	-3,4	-21,1	-3,5	-20,8	-3,7
Ti	4,8	0,8	4,8	0,7	4,8	0,8	4,7	0,8
Mo	-1,3	-0,2	-1,4	-0,2	-1,4	-0,2	-1,4	-0,2

Mit den errechneten Werten aus Tabelle 13, wurde für alle Endzustände eine Ausgleichsgerade, mittels linearer Regression bestimmt (Abb. 65).

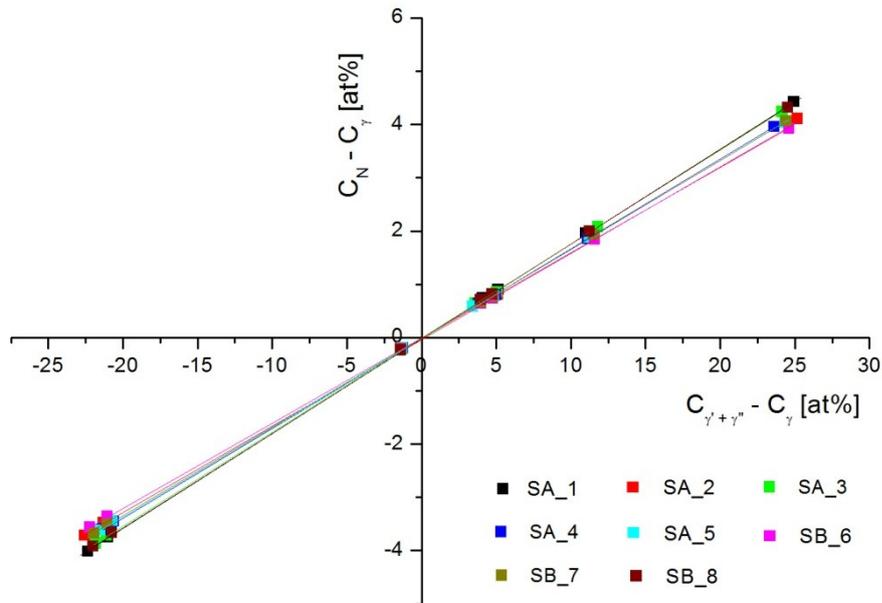


Abb. 65: Ausgleichsgeradendarstellung der Hebelgesetzauswertung zur Bestimmung der Volumenfraktion der Endzustände

Aus den berechneten linearen Regressionsgeraden ergaben aus der Steigung, die Volumenanteile der Ausscheidungen in den Endzuständen. Zusätzlich wurde die Volumenfraktion in Abhängigkeit der gemessenen Atomanzahl in den 60 at% Ni Isosurface-Volumina berechnet. Die Tabelle 14 zeigt die berechneten Werte.

Tab. 14: Tabelle der geometrischen Parameter der Endzustände

Zustand	Volumenanteil Hebelgesetz [%]	Volumenanteil 60 at% Ni-ISO [%]	Mittlerer Teilchenradius R [nm]	Mittlerer Teilchenabstand L [nm]
SA_1	17,9	15,4	9,1	4,6
SA_2	16,8	13,5	11,4	6,2
SA_3	17,6	14,6	9,5	5,0
SA_4	16,8	13,2	8,4	4,6
SA_5	16,7	17,9	8,4	4,0
SB_6	16,0	12,6	6,6	3,7
SB_7	16,7	12,1	10,4	6,0
SB_8	17,7	13,5	7,4	4,0

Beim Vergleich der Auswertemethoden zeigt sich, dass das Hebelgesetz gegenüber der 60 at% Ni-ISO-Methode eine gleichmäßige Differenz von 2 % Volumenfraktion aufweist. Es kann den Ergebnissen der 60 at% Ni-ISO-Auswertung entnommen werden, dass der Volumenanteil der Zustände mit Lösungsglühstemperatur 1010°C (SA_5 und SB_8) für beide Legierungssysteme mit 17,9 % bzw. 13,5 % ein

Maximum erreicht. Für den Zustand SB_8 kann dieses Ergebnis bestätigt werden. Die berechneten Volumenfraktionen verdeutlichen überdies, dass sich die Abkühlvariation auf die Volumenanteile auswirkt. Die schnelle Abkühlvariation bei beiden Lösungsglühzuständen (SA_1,3) bewirkt eine um 1 % erhöhte Volumenfraktion gegenüber den Volumenfraktionen der langsam (CR2) abgekühlten Zustände (SA_2,4). Dieses Ergebnis kann in allen vier Fällen durch die Hebelgesetz-Auswertung bestätigt werden. Weiters weist die Hebelgesetz-Auswertung für das Legierungssystem SB den Trend auf, dass mit steigender Lösungsglüh-temperatur der Volumenanteil der Teilchen steigt. Die Berechnungen der geometrischen Parameter in den Endzuständen liefern keine aussagekräftigen Ergebnisse. Dies kann aus der hohen Streuung der Werte und der Variation der Werte bei gleichen Zuständen gesehen werden.

Zur Untersuchung ob sich nach der zweiten Auslagerungsstufe mögliche kleinere Ausscheidungen durch eine Abkühlvariation bilden, wurde ein Matrix Isosurface-Volumen mit einem Grenzwert von 40 at% Cr + Fe analysiert. Die Abbildung 66 zeigt einen Vergleich zwischen der grün dargestellten 60 at% Ni – Ausscheidungsvolumen und der lila dargestellten 40 at% Cr + Fe Matrix Grenzkonzentration.

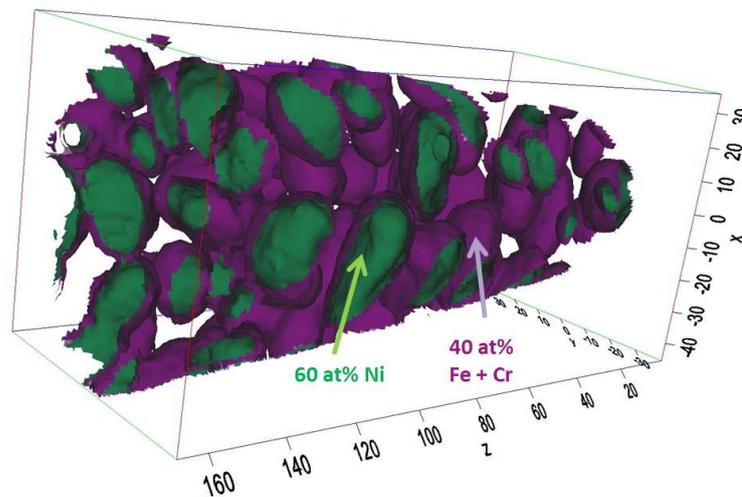


Abb. 66: Isosurface Darstellung für Matrix-Volumen

Innerhalb der definierten Matrixvolumina wurden Analysen bezüglich des Entmischungsgrades (μ - Wert) durchgeführt. Die Bin-Size wurde mit 75 Atomen eingestellt. Die Tabelle 15 stellt die Abhängigkeit des μ -Werts der ausscheidungsbildenden Elemente von der Lösungsglüh-temperatur und der Kühlrate dar und gibt im Vergleich die μ -Werte der Lösungsglühung 982°C/1 h (SA_13) an.

Tab. 15: μ -Werte zur Beurteilung von möglichen kleineren Ausscheidungen

Wärmebehandlung	SA_1	SA_2	SA_3	SA_4	LG 982°C - SA_13
Abkühlvariation	CR1	CR2	CR1	CR2	-
Nb	0,0436	0,0349	0,0371	0,0535	0,0242
Al	0,0158	0,0180	0,0150	0,0251	0,0118
Ti	0,0386	0,0331	0,0260	0,0461	0,0107

Der Tabelle 15 kann entnommen werden, dass sich die μ -Werte kaum unterscheiden und es zu keinem erwarteten Anstieg der Entmischung kommt. Der Vergleich mit dem rein-lösungsgeglühten Zustand SA_13 zeigt, dass die μ -Werte der Zustände SA_1,2,3,4 nur geringfügig höher liegen. Daraus kann geschlossen werden, dass mögliche sekundäre Ausscheidungen, mit der Atomsonde nicht detektiert werden konnten.

5. Diskussion

Im Folgenden werden die in Kapitel 4 gezeigten Ergebnisse miteinander sowie mit der Literatur verglichen und diskutiert.

Durch den Vergleich der Gefügeausbildung beider Legierungssysteme, in Abhängigkeit der unterschiedlichen Lösungsglühtemperaturen, konnte veranschaulicht werden, dass neben der Korngröße auch die Korngrößenverteilung des Legierungssystems SA geringer war, als jene des Legierungssystems SB (siehe Abb. 25 und 26). Durch die lichtmikroskopische Korngrößenbestimmung der Ausgangszustände bestätigte sich dies zusätzlich. Im Legierungssystem SA stieg die mittlere Korngröße, ausgehend bei einer Lösungsglühtemperatur 954°C , von 5 bis $10\ \mu\text{m}$ auf 20 bis $40\ \mu\text{m}$ bei 1010°C an (Abb. 27). Ein gleichartiges Kornwachstum konnte beim Legierungssystem SB festgestellt werden. Durch Variation der Lösungsglühtemperatur von 954°C auf 1010°C verzeichnete die Korngröße einen Anstieg von $25 - 30\ \mu\text{m}$ auf $25 - 50\ \mu\text{m}$ (Abb. 28). Es musste jedoch in Betracht gezogen werden, dass durch die mittlere Korngröße das Gefüge nicht vollständig wiedergegeben werden konnte, da im Fall SA die Körner bei 1010°C Lösungsglühtemperatur eine Größe bis $130\ \mu\text{m}$ und im Fall SB bis zu $140\ \mu\text{m}$ annahmen. Demzufolge hatten die größeren Körner einen wesentlich höheren Anteil am Gefüge. Dieser Sachverhalt sollte bei weiterführenden Korngrößenuntersuchungen berücksichtigt werden, sodass anstelle der Häufigkeitsverteilung eine Dichteverteilungsfunktion angewandt werden sollte, da letztere den Flächenanteil der Körner in die Auswertung mit einbezieht.

Anhand der geätzten Gefügaufnahmen konnten außerdem an den Korngrenzen Hartphasen und die δ -Phase erkannt werden (Abb. 25). Dabei war es möglich die δ -Phase bei den tiefgeätzten Proben in der typischen Plattenmorphologie [3] darzustellen (Abb. 23). Durch Gefügaufnahmen (Abb. 30 und 31) und die Auswertung des δ -Anteils (Abb. 29) wurde nachgewiesen, dass der δ -Phasenanteil im Legierungssystem SB höher war, als im Legierungssystem SA. Die Zustände SA_1,2 (LG 954°C) hatten einen δ -Anteil von 3 %, der Zustand SB_6 (LG 954°C) einen Anteil von 3,8 %. Dieser erhöhte δ -Anteil könnte durch den gesteigerten Anteil an Nb im Legierungssystem SB erklärt werden. Mit steigender Lösungsglühtemperatur wurde in beiden Legierungssystemen zunehmend die δ -Phase aufgelöst (Abb. 29). Dadurch, dass die δ -Auflösungstemperatur bei $\sim 1000^{\circ}\text{C}$ [8] liegt, löste sich die δ -Phase im Legierungssystem SA bei Lösungsglühtemperatur 1010°C die δ -Phase vollständig auf. Im Gegensatz dazu wies das Legierungssystem SB bei gleicher Lösungsglühung (1010°C) noch immer einen δ -Anteil von 1 % im Gefüge auf. Allerdings zeigte sich, dass die

Auflösungskinetik in beiden Systemen gleichartig war. Der Vergleich dieser Ergebnisse mit den Daten aus der Literatur [28, 30] bestätigte, dass die Auflösungskinetik nicht nur von der Temperatur, sondern auch von der Zeit und der Menge der δ -Phase abhängig ist. Daher wäre es theoretisch möglich, die Schmiedetemperaturen beim Legierungssystem SB im Vergleich zum Legierungssystem SA anzuheben, da das Vorhandensein der δ -Phase das Kornwachstum behindert. Zudem konnte aus dem Vergleich der Korngrößenauswertung und des δ -Auflösungsverhalten der Effekt der Kornvergrößerung bei fehlender δ -Phase an den Korngrenzen nachgewiesen werden.

Die Hartphasen konnten durch EDX-Analysen als Titannitride (TiN) und Niobkarbide (NbC) identifiziert werden (Abb. 34). In den REM-Aufnahmen der tiefgeätzten Proben war es überdies möglich, beide Phasen durch ihre Struktur zu unterscheiden. Die Nb-Karbide zeigten eine rundlich-längliche Form und die Ti-Nitride eine blockartige Struktur (Abb. 23). Beim EDX-Spektrenvergleich der beiden Ausgangszustände (SA und SB) wurde beim Legierungssystem SB im Nitrid das Ti vermehrt durch Nb substituiert. Daraus lässt sich schließen, dass im Legierungssystem SB ein bestimmter Anteil des gesteigerten Nb, neben der verstärkten δ -Phasenausbildung, in TiN abgebunden wurde und somit nicht zur Ausscheidungsbildung beitragen konnte.

Die Ausscheidungsentwicklung wurde anhand einer einstündigen Lösungsglühung bei 982°C und einer nachfolgenden einstufigen Auslagerung bei 718°C charakterisiert. Der Lösungsglühzustand wies dabei eine Härte von 220 HV5 auf. In den 3D-Rückkonstruktionen und den Analysen des Entmischungsgrades konnten im Lösungsglühzustand (SA_13) sowie in den Auslagerungszuständen 1 s (SA_23), 100 s (SA_33) und 300 s (SA_43) keine Ausscheidungsbildung erkannt werden. Daher wurde davon ausgegangen, dass in diesen Materialzuständen die ausscheidungsbildenden Elemente gleichverteilt waren. Bei den Auslagerungszuständen 1 s, 100 s und 300 s wurde zudem eine niedrigere Härte von ~200 HV5 gemessen. Es wurde daher angenommen, dass die um 20 HV5 höhere Härte im Lösungsglühzustand möglicherweise von gebildeten Eigenspannungen beim Abschrecken der Probe stammte. Der Abfall der Härte könnte sich daher mit einer Relaxation der Eigenspannungen in der nachfolgenden Auslagerung bei 718°C begründen lassen. Der erste nennenswerte Härteanstieg (215 HV5) konnte ab 1000 s (SA_53) beobachtet werden. In den 3D-Rückkonstruktionen der Elementverteilungen wurden jedoch keine Bereiche erhöhter Dichte an ausscheidungsbildenden Elementen gefunden. Dennoch verdeutlichten die μ -Werte der Elemente Nb ($\mu = 0,4$), Al ($\mu = 0,12$) und Ti ($\mu = 0,18$)

für den Zustand 1000 s einen Entmischungsvorgang. Leider konnte zur Überprüfung dieses Verhaltens der Cluster-Search-Algorithmus nicht angewandt werden, da die IVAS-Software nicht zwischen den regellos verteilten, ausscheidungsbildenden Elementen (Al, Ti und Nb) in der Matrix und jenen in den Clusterbereichen unterscheiden konnte. Allerdings veranschaulichten 2D-Konzentrationsprofile eine hohe Anzahl an kreisförmigen 3 – 5 nm großen Bereichen die einen lokalen Konzentrationsanstieg der Elemente Nb (max. 15 at%) und Al+Ti (max. 9 at%) verzeichneten. Diese Bereiche deckten sich mit jenen, die eine erhöhte Ni-Konzentration (max. 66 at%) aufwiesen. Daher konnte in diesem Wärmebehandlungszustand von Ausscheidungsclustern ausgegangen werden (Abb. 46). Die 3D-Darstellung dieser Bereiche als Isosurface-Volumina ermöglichte es, drei verschiedene Clustertypen zu definieren (Abb. 47). Am häufigsten zeigten sich alleinstehende, sphärische Volumina mit erhöhten Nb- und Ti-Konzentrationen, welche als γ'' -Ausscheidungscluster definiert wurden (Abb. 48). Dabei konnten Nb-Konzentrationen von 16 at% und Ti-Konzentrationen von 4 at% gemessen werden. Das Element Al erreichte in diesen Clustern ein Konzentrationsminimum von 0,5 at% und Ni lag mit maximal 66 at% innerhalb der Volumina vor. Außerdem konnte im Vergleich mit der Literatur [22] bestätigt werden, dass dieser Clustertyp die häufigste Art der Clusterbildung in der Ni-Basis-Superlegierung 718 darstellt. In sehr geringer Anzahl konnten alleinstehende sphärische Volumina mit erhöhten Nb-, Al- und Ti-Konzentrationen als γ' -Ausscheidungscluster detektiert werden (Abb. 49). Dabei wies Nb die höchste Konzentration mit 7 at% auf und die Elemente Al mit 6,5 at% und Ti mit 3,5 at% lagen darunter. Außerdem wurden Isosurface-Volumina erfasst, welche in der Dual-Phasen-Struktur (γ' und γ'') ausgebildet waren (Abb. 50). Die Konzentrationen der Elemente innerhalb der γ' - und γ'' - Cluster waren gleichartig der zuvor beschriebenen einzelnen Clustertypen. Dabei konnte diese einzigartige Ausscheidungsstruktur der Ni-Basis-Superlegierung 718, welche bisher nur in den späten Auslagerungszuständen beobachtet werden konnte [18, 22, 24, 25], bereits in den frühen Clusterzuständen detektiert werden. In der Literatur [22] wurde zwar von einer möglichen Wechselwirkung der beiden Phasen in den frühen Zuständen der Ausscheidungsbildung gesprochen, jedoch konnten die Cluster nicht in dieser Art und Weise als zweithäufigster Typ der Clusterbildung dargestellt werden. Es wurde aus den 3D-Isosurface-Darstellungen und unter Zuhilfenahme der 1D-Konzentrationsprofile der Clusterbildungsmechanismus so interpretiert, dass die γ' -Cluster an der Grenzfläche zwischen der Matrix und den γ'' -Ausscheidungsclustern keimbilden und zu wachsen beginnen. Daher wäre es von weiterem Interesse durch TEM-Untersuchungen die elastischen Spannungsfelder in den Bereichen der Dual-Phase zu untersuchen. Womöglich ist es für die γ' -Phase auf Grund des Gittermisfits zur γ -Matrix energetisch günstiger an bereits verzerrten

Gitterbereichen zwischen der γ -Matrix und den γ'' -Phasen anzukeimen. Wie zusätzlich aus den Ergebnissen zusätzlich hervorging, hatte Nb in allen Clustern die höchste Konzentration der ausscheidungsbildenden Elemente Nb, Al und Ti. Weiters war aus der Literatur [21] bekannt, dass Nb in der Ni-Basis-Superlegierung 718 die geringste Diffusionsgeschwindigkeit besitzt und daher der geschwindigkeitsbestimmende Schritt der Vergrößerungskinetik ist. Daraus kann geschlossen werden, dass auch die Ausscheidungskinetik von der Diffusionsrate des Elements Nb bestimmt wird.

In weiterer Folge konnte durch 2D-Konzentrationsprofile veranschaulicht werden, dass ab einer Auslagerungsdauer von 3600 s der Ni-Anteil innerhalb der Ausscheidungsbereiche auf 75 at% gestiegen war und daher konnte erst ab diesem Zustand von „wirklichen“ Ausscheidungen gesprochen werden (Abb. 51). Dies steht jedoch im Konflikt mit der Literatur, da dort erst ab 3600 s Auslagerung die erste Ausscheidungsbildung vorausgesagt wird [19]. Dieser Unterschied könnte der Auflösungsgrenze der zur Erstellung des ZTU - Schaubild angewandten Charakterisierungsmethode entstammen. Allerdings konnte durch Messungen bei ähnlichen Auslagerungstemperaturen [22] eine Ausscheidungsbildung bei 1000 s bestätigt werden.

Ausgehend vom Auslagerungszustand 1000 s wurden auch die weiteren Zustände 3600 s (SA_63), 7200 s (SA_73), 14400 s (SA_83), und 28800 s (SA_93), mittels Isosurface-Volumina hinsichtlich der Änderung in der chemischen Zusammensetzung charakterisiert (Abb. 53 und 54). Dabei konnte festgestellt werden, dass die Anteile der Hauptelemente der jeweiligen Ausscheidungstypen ($\gamma' \rightarrow$ Al, Ti und $\gamma'' \rightarrow$ Nb) zu Beginn der Ausscheidungsbildung (1000 s) in erhöhten Konzentrationen vorkamen und im Laufe der Ausscheidungsentwicklung abnahmen. So zeigte sich im Fall der γ' -Ausscheidungen eine Abnahme der Konzentrationen an Al und Ti. Jedoch stiegen Nb und Ni an. In den γ'' -Ausscheidungen sank der Nb-Anteil, jedoch die beiden Elemente Al und Ni zeigten einen Anstieg. Die Matrixelemente Fe, Cr und Mo wiesen bei beiden Ausscheidungstypen einen konstanten Abfall der Konzentration innerhalb der Teilchen auf. Allerdings hatten Fe, Cr und Mo innerhalb der γ'' -Ausscheidungen einen doppelt so hohen Anteil wie in den γ' -Teilchen. Vor allem war das Element Mo sehr auffallend, da es mit 2 at% in den γ'' -Ausscheidungen bei 28800 s, beinahe das gleiche Konzentrationsniveau wie in der Matrix hatte. Daraus kann geschlossen werden, dass in γ'' eine zusätzliche Teilchenverfestigung durch Fe, Cr und Mo bewirkt wird. Die Konzentrationsanalysen der Matrix (Abb. 55) zeigten den Verlauf, dass mit zunehmender Auslagerung die ausscheidungsbildenden Elemente Al, Ti, Nb und Ni abnahmen und sich die Matrix mit Fe und Cr sättigte. Der Konzentrationsverlauf des Elements Mo wies in der Matrix

eine konstante Konzentration über die gesamte Auslagerung auf. Zur Überprüfung dieser gemessenen Konzentrationen wurde der Zustand SA_93 (28800 s) mit den Konzentrationen des Auslagerungszustands 718°C – 8 h aus der Literatur [25] gegenübergestellt. Jedoch muss dabei in Betracht gezogen werden, dass die Lösungsglühung in der Literatur bei 1093 °C durchgeführt wurde. Tabelle 16 veranschaulicht die Gegenüberstellung:

Tab. 16: Gegenüberstellung der chemischen Zusammensetzungen der Ausscheidungen bei 718°C für 8h

at%	γ -Matrix		γ' -Ausscheidung		γ'' -Ausscheidung	
	Literatur	Gemessen	Literatur	Gemessen	Literatur	Gemessen
Ni	45,8	49,8	72,9	71,4	68,4	70,2
Nb	1,6	2,0	7,2	7,8	20,1	16,0
Al	0,6	0,7	9,1	9,2	0,4	2,2
Ti	0,5	0,5	7,4	7,7	5,6	4,7
Fe	25,5	21,9	2,0	2,2	2,1	2,8
Cr	23,5	22,3	0,8	1,0	2,2	2,7
Mo	2,1	2,1	0,5	0,4	1,3	1,2

Es konnten bei der γ -Matrix und den γ' -Ausscheidungen die Konzentrationen mit relativ guter Übereinstimmung ermittelt werden. Lediglich die Matrix wies in den Elementen Ni, Cr, Fe und Nb einen Unterschied auf. Es sollte dabei angemerkt werden, dass in dem Legierungssystem der Literatur der Fe-Anteil mit 21 at% und der Cr-Anteil mit 19 at% im Ausgangszustand vorlag. Jedoch zeigt die Gegenüberstellung der Konzentrationen der γ'' -Ausscheidungen, dass in den Elementen Ni, Nb, Al, Ti, Cr und Fe große Unterschiede vorhanden waren. Dies dürfte auf die Wahl der Isosurface-Konzentration mit 13 at% Nb zurückzuführen sein. Möglicherweise würde eine höhere Isosurface-Konzentration ähnliche Konzentrationen wie die Literatur liefern.

Die Entwicklung der Ausscheidungsstruktur sowie die Zunahme der Volumenfraktion wurden anhand der Auslagerungszustände 3600 s, 7200 s, 14400 s und 28000 s beurteilt. Neben dem Anstieg in der Härte von 347 auf 420 HV5, stieg der Volumenanteil beider Ausscheidungstypen von 5,5 % (3600 s) auf 10,36 % (28800 s). Die γ' - und γ'' -Ausscheidungen zeigten dabei das Verhalten, dass die anfänglichen 5 nm großen, sphärischen Ausscheidungscluster (Abb. 46) sich zunehmend scheibenförmig ausbildeten. Die Änderung in die scheibenförmige Struktur konnte bei den γ'' -Ausscheidungen bereits nach 3600 s erkannt werden (Abb. 52a). Hingegen konnte diese Strukturtransformation bei γ' erst ab 7200 s eindeutig gesehen werden (Abb. 52b). Weiters zeigte sich, dass die Dual-Phasen-

Struktur mit fortschreitender Auslagerung immer häufiger auftrat, sodass im Zustand von 28800 s (Abb. 52d) nur mehr vereinzelte γ'' -Ausscheidungen vorhanden waren und die γ' -Ausscheidungen hauptsächlich in einer Dual-Phasen-Struktur vorlagen.

In allen analysierten Endzuständen zeigten die 3D-Rückkonstruktionen der Elementverteilungen und die Isosurface-Darstellungen einen gleichen Trend. Es waren in allen Zuständen scheibenförmige γ'' -Ausscheidungen sowie scheibenförmige γ' -Ausscheidungen in der Dual-Phasen-Struktur vorliegend (Abb. 59 und 60). Die Ausscheidungen standen dabei in einem definierten Orientierungszusammenhang zueinander und zur Matrix (Abb. 61). Der in den Kapiteln 2.1.2 und 2.1.3 angeführte Orientierungszusammenhang wurde in den Rückkonstruktionen wiedergefunden. Dabei konnte bei den γ'' -Ausscheidungen gezeigt werden, dass diese in allen Raumrichtungen senkrecht zueinander orientiert waren. Überdies ließ sich auf Grund des vorhandenen Orientierungszusammenhangs feststellen, dass die scheibenförmigen γ'' -Ausscheidungen einen mittleren Abstand von 20 nm zueinander aufwiesen.

Die Endzustände wurden auch hinsichtlich der chemischen Zusammensetzung der Ausscheidungen charakterisiert. Es konnte in den γ' -Teilchen des Legierungssystems SB ein leicht erhöhter Al-Anteil gegenüber den γ' -Teilchen des Legierungssystems SA nachgewiesen werden. Es wurde vermutet, dass diese erhöhte Al-Konzentration aus dem erhöhten Al-Anteil in der Ausgangszusammensetzung des Legierungssystems SB stammte. Zusätzlich konnte den Konzentrationsverläufen entnommen werden, dass in den γ' -Teilchen des Legierungssystems SA der Ti-Anteil leicht über dem Nb-Anteil lag. Dieses Verhältnis von Ti zu Nb wechselte in den γ' -Ausscheidungen des Legierungssystems SB, wo die Konzentration des Nb über dem des Ti war. Auch dieser Effekt wurde dem erhöhten Anteil an Nb in der Ausgangszusammensetzung des Legierungssystems SB zugesprochen. Die Matrixelemente Cr und Mo wiesen sehr geringe Konzentrationen (<1 at%) innerhalb der γ' -Teilchen auf, jedoch zeigte Fe sogar nach der zweistufigen Auslagerung eine Konzentration von 2 at%. Die γ'' -Ausscheidungen zeigten, dass mit zunehmenden Angebot an Nb in der Matrix, sprich mit steigender Lösungsglüh-temperatur und durch die erhöhte Grundkonzentration im Legierungssystem SB, der Anteil der Elemente Fe, Cr, Mo und Al innerhalb der γ'' -Teilchen erhöht und der Anteil an Ni erniedrigt wurde (Abb. 63). Weiters konnte beobachtet werden, dass der Anteil an Nb bei einer Lösungsglüh-temperatur von 982°C die höchsten Konzentrationen innerhalb der Teilchen besaß. Ähnlich der γ' -Teilchen erkannte man, dass in den γ'' -Teilchen des Legierungssystem SB der Ti-Gehalt niedriger und der Nb-Gehalt höher war, als in den γ'' -Teilchen des Legierungssystems SA.

Zur Überprüfung der Konzentrationsauswertungen, wurden die gemessenen Konzentrationen des Wärmebehandlungszustands SA_5 (LG 1010°C) mit den bekannten Konzentrationen aus der Literatur [25] verglichen. Tabelle 17 zeigt den Vergleich der Konzentrationen.

Tab. 17: Gegenüberstellung der chemischen Zusammensetzungen der Endzustände

at%	γ -Matrix		γ' -Ausscheidung		γ'' -Ausscheidung	
	Literatur	Gemessen	Literatur	Gemessen	Literatur	Gemessen
Ni	43,3	48,7	70,9	71,6	68,7	71,4
Nb	1,0	1,6	7,5	7,2	19,3	17,6
Al	0,3	0,6	8,8	10,7	0,4	1,2
Ti	0,2	0,4	8,2	7,3	4,7	4,5
Fe	26,9	22,5	2,2	1,8	1,7	1,7
Cr	25,3	23,2	0,8	0,6	1,9	1,9
Mo	2,5	2,3	1,4	0,4	3,0	1,4

Ähnlich dem Vergleich nach der ersten Auslagerungsstufe, wiesen wiederum Ni, Cr und Fe deutliche Unterschiede in den Matrixkonzentrationen auf. Weiters zeigten sich bei beiden Ausscheidungstypen deutliche Unterschiede bei den Elementen Ni, Nb, Al, Ti und Mo. Diese Unterschiede dürften wiederum durch die Wahl der Isosurface-Konzentrationen begründet sein. Jedoch konnte festgestellt werden, dass die gemessenen Konzentrationen der Ausscheidungen einen gleichartigen Trend wie die Literatur aufwiesen [25].

Zur Bestimmung des Volumenanteils wurden zwei Methoden herangezogen. Der mittlere Volumenanteil der beiden Ausscheidungstypen wurde laut Hebelgesetz mit ~17 % und mit der 60 at% Ni-ISO-Methode mit ~15 % bestimmt (Tab.14). Daraus ließ sich erkennen, dass die zweite Auslagerungsstufe die Volumenfraktion um 5 % erhöhte. Jedoch wies die Auswertung mittels Hebelgesetz gegenüber der 60 at% Ni-ISO-Methode einen um 2% höheren Volumenanteil auf. Diese Differenz könnte durch das „Fitten“ der Ausscheidungsbereiche mit einer 60 at% Ni-Isosurface entstanden sein. Durch Variation in der Abkühlgeschwindigkeit zeigte sich ein Einfluss auf den Volumenanteil. Es wurde bei beiden Legierungssystemen bei erhöhter Abkühlgeschwindigkeit der Volumenanteil der Ausscheidungen um 1 % erhöht. Jedoch sollte sich laut Literatur [20] eine erhöhte Volumenfraktion nur bei langsameren Abkühlgeschwindigkeiten zeigen. Daher wurde zur Verifizierung dieses Ergebnisses die Auswertung mit den 60 at% Ni-Isosurface-Volumina genauer untersucht. Es konnte somit festgestellt werden, dass der Diffusionsbereich zwischen der definierten Matrix (<50 at% Ni) und den Ausscheidungen (>60 at% Ni) bei der langsameren Abkühlgeschwindigkeit wesentlich breiter ausbildete. Daher wurde die

Auswertung durch den breiteren Diffusionsbereich und den damit verbundenen veränderten Konzentrationen des Elements Ni verfälscht. Daraus ließ sich ableiten, dass die ermittelten Volumenfraktionen lediglich eine Größenordnung wiedergeben, jedoch nicht direkt miteinander verglichen werden dürfen. Zusätzlich konnte durch die Variation der Abkühlgeschwindigkeiten kein zweiter Typ an kleineren Ausscheidungen detektiert werden (Tab. 14). Dies wurde dadurch belegt, da einerseits die μ -Werte der Abkühlvariationen im Vergleich zum untersuchten Lösungsglühzustand SA_13 (LG 982°C) keine nennenswerten Unterschiede zeigten und andererseits in den frühen Ausscheidungsstadien (1000 sec) kleinste Ausscheidungscluster detektiert werden konnten.

Es wurden bei der Ausscheidungsentwicklung und in den Endzuständen auch Analysen zur Bestimmung der geometrischen Parameter, wie Teilchengröße und Teilchenabstand durchgeführt (Abb. 56 und Tab. 14). Zwar konnten Aussagen über die idealisierte mittlere Teilchengröße (Kugelgeometrie) sowie den mittleren Teilchenabstand getroffen werden, jedoch wurde bei diesen Auswertungen nicht berücksichtigt, dass die Teilchen scheibenförmig sowie in unterschiedlichen Abständen, in Abhängigkeit der Teilchenform, zueinander standen. Folglich sollten diese Auswertungen nur zur Abschätzung der Dimensionen herangezogen werden. Zusätzlich erschwerte die Auswertung, dass in den Endzuständen die meisten Ausscheidungen im Laufe der Auslagerung „zusammengewachsen“ waren und diese somit nicht in die Auswertung mit einbezogen werden konnten. Neben dem Problem des Teilchendifferenzierens, kam zusätzlich jener Effekt dazu, dass die Ausscheidungen in den Endzuständen zu groß waren um diese vollständig mit einer Isofläche zu isolieren. Daher wäre es sinnvoll die geometrischen Parameter in den Endzuständen mittels TEM zu charakterisieren. Zur Auswertung der geometrischen Parameter sollte überdies ein Programmcode in die IVAS-Software implementiert werden, der es ermöglicht scheibenförmige Teilchen zu „fitten“, um in weiteren Folge Informationen über die Achsenlängen, den Schwerpunkt, das Volumen und die Oberfläche zu erhalten. Dies würde es ermöglichen Aussagen über die Teilchengröße zu erhalten. Vor allem wäre dadurch eine Modellierung des Festigkeitsverhaltens in allen Auslagerungszuständen möglich. Es sollte zusätzlich beachtet werden, dass die Information über den chemischen Aufbau, durch die Rückkonstruktion nicht beeinflusst wurde, jedoch aber die Information über die Spitzengeometrie. Daher konnte nicht mit Sicherheit gesagt werden, ob das rückkonstruierte Spitzenvolumen, den tatsächlichen geometrischen Abmessungen der Ausscheidungen entsprach. Damit die rückkonstruierten Spitzenvolumina den tatsächlichen realen Verhältnissen angepasst werden könnten, sollten für zukünftige Untersuchungen Komplementärmethoden wie TEM, angewandt werden.

Abschließend sollte angemerkt werden, dass in keinem rückkonstruierten Spitzenvolumen Kohlenstoff detektiert werden konnte. Daher kann davon ausgegangen werden, dass der gesamte Kohlenstoff vollständig durch NbC abgebunden war.

6. Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde das Ausscheidungsverhalten einer gewöhnlichen Ni-Basis-Superlegierung 718 (L334SA) und einer Legierungsvariante mit erhöhten Nb- und Al-Gehalt (L334SB) mittels Atomsondentomographie beschrieben. Das Ziel dabei war es, den Einfluss der Lösungsglühwärmebehandlung, sowie den Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit nach dem zweiten Auslagern auf die Ausbildung der Ausscheidungen in den Endzuständen zu untersuchen. Zusätzlich wurde die Entwicklung der beiden Ausscheidungen von Beginn der Clusterzustände bis hin zu den Endzuständen hinsichtlich der chemischen Zusammensetzung, der Volumenfraktion und der Ausscheidungsstruktur charakterisiert. Überdies wurde im Zuge der Diplomarbeit die Gefügeausbildung der Ni-Basis-Superlegierung 718 bewertet.

Es konnte in den Gefügeauswertungen festgestellt werden, dass mit zunehmender Lösungsglühtemperatur die δ -Phase an den Korngrenzen sowie in den Körnern aufgelöst wurde und dies zu einer Kornvergrößerung führte. In weiterer Folge wurde im Legierungssystem SB nachgewiesen, dass der δ -Phasenanteil auf Grund des erhöhten Nb-Gehalts in allen Lösungsglühzuständen, im Vergleich zum Legierungssystem SA, erhöht vorlag. Weiters führte der erhöhte Anteil an Nb im Legierungssystem SB zur vermehrten Substitution des Ti durch Nb im Titanitrid.

Durch die Atomsondentomographie der frühen Ausscheidungszustände war es möglich, bereits nach einer Auslagerungsdauer von 1000 s, die ersten Ausscheidungscluster zu identifizieren. Dabei konnten drei verschiedenen Typen der Clusterbildung detektiert werden. Neben den bereits bekannten γ' - und γ'' - Clustern wurde zusätzlich die Dual-Phasen-Struktur in den frühen Clusterzuständen nachgewiesen. Besonders auffallend war dabei, dass Nb in allen Clustern die höchste Konzentration der ausscheidungsbildenden Elementen (Al, Ti und Nb) aufwies. Daher wurde angenommen, dass die langsame Diffusionsgeschwindigkeit des Elements Nb für die Ausscheidungskinetik bestimmend ist. Ab einer Auslagerungsdauer von 3600 s wurden die ersten γ' - und γ'' - Ausscheidungen entdeckt. Diese sphärischen Volumina bildeten sich mit voranschreitender Auslagerungsdauer zunehmend scheibenförmig aus und die Anzahl der vorkommenden Dual-Phasen-Struktur wurde immer häufiger. Dabei konnte festgestellt werden, dass die Volumenfraktion beider Ausscheidungen nach der ersten Auslagerungsstufe 10 %, nach der zweiten Auslagerungsstufe 15 % betrug. Auch konnte ein Orientierungszusammenhang zwischen den Ausscheidungen erkannt werden, da insbesondere die γ'' -Ausscheidungen in allen Raumrichtungen senkrecht zueinander ausgerichtet waren. Jedoch verdeutlichten die

Messergebnisse, dass die Lösungsglühwärmebehandlung keinen Effekt auf das Ausscheidungsverhalten hatte. Lediglich konnte festgestellt werden, dass durch die Lösungsglühung über der δ -Solustemperatur, die Elemente Nb, Al und Ti in der Matrix in erhöhter Konzentration vorlagen. Auch die Variation der Abkühlgeschwindigkeit führte zu keiner Bildung von kleineren Ausscheidungen.

Im Rahmen der Diplomarbeit wurde außerdem versucht, Informationen über die mittlere Teilchengröße und den mittleren Teilchenabstand zu erhalten, jedoch wurde dies durch mehrere Einflussgrößen eingeschränkt. Dabei erwies sich als größtes Problem die scheibenförmige Struktur der Teilchen. Daher sollte ein Programmcode in der IVAS-Software implementiert werden, der es ermöglicht, scheibenförmige Strukturen auszuwerten. Zusätzlich erschwerte die Auswertung, dass in den Endzuständen die Ausscheidungen bereits so groß waren, dass diese nicht mehr vollständig isoliert im Spitzenvolumen vorlagen. Daher wäre es sinnvoll, zukünftige Untersuchungen in den Endzuständen mittels TEM durchzuführen. Dies würde nicht nur ein aussagekräftiges Ergebnis über die geometrischen Parameter liefern, sondern könnte auch zur Überprüfung der APT-Daten genutzt werden, da die Strukturinformation der gemessenen Spitze durch die Rückkonstruktion verändert wird.

Jedoch wäre nicht nur die Optimierung der Auswertung von weiterem Interesse, sondern auch die Optimierung des Legierungssystems und der Ausscheidungsstruktur. Wie bereits aus der Literatur hervorgegangen ist, kann durch das gezielte Einstellen der ausscheidungsbildenden Elemente Al, Ti und Nb eine kompakte Struktur der beiden Ausscheidungen erreicht werden. Da die Ni-Basis-Superlegierung 718^{PLUS} durch ein Patent der Firma ATI ALVAC geschützt ist, würde daher die kompakte Struktur ein Bindeglied zwischen der gewöhnlichen Ni-Basis-Superlegierung 718 und der Ni-Basis-Superlegierung 718^{PLUS} darstellen. Es wäre zwar kein Hochtemperatureinsatz über 650°C möglich, jedoch wären die Vergrößerungseigenschaften und damit die Langzeithochtemperaturanwendbarkeit, wesentlich besser als im Legierungssystem 718. Weiters würde ein Zulegieren von Ta oder Co die Eigenschaften der untersuchten Legierungssysteme SA und SB verbessern. Co würde als Mischkristallverfestiger die Zeitstandsfestigkeit erhöhen und Ta die Ausscheidungen zusätzlich verfestigen. Da mögliche kleinere Ausscheidungen durch eine Variation der Abkühlgeschwindigkeit nicht gebildet werden konnten, würde es sich daher anbieten Untersuchungen dahingehend durchzuführen, ob sich eine bimodale Ausscheidungsstruktur durch eine gezielte Wärmebehandlung einstellen lässt.

7. Literaturverzeichnis

- [1] M. J. Donachie, S. J. Donachie, "SUPERALLOYS – A technical guide", ASM International, Materials Park/Ohio, 2002.
- [2] R. Bürgel, H. J. Maier, T. Niendorf, "Handbuch Hochtemperaturwerkstoffe", 2nd Edition, Springer Fachmedien Wiesbaden, Braunschweig/Wiesbaden, 2001.
- [3] R. C. Reed, "The Superalloys – Fundamentals and Applications", Cambridge University Press, Cambridge, 2006.
- [4] DIY-Trade, http://www.diytrade.com/china/pd/9017581/Inconel_718_plate.html, Juni 2012.
- [5] R. F. Decker, Climax Molybdenum Company Symposium "Strengthening mechanism in Nickel-base superalloys", ETH Zürich, Zürich (1969).
- [6] B. E. P. Beeston, I. L. Dillamore, and R.E. Smallman, "The stacking-Fault of Some Nickel-Cobalt Alloys, Metal Science, Volume 2, Number 1, 1968, p. 12-14.
- [7] B. E. P. Beeston and L. K. France, "Stacking-fault energies of some binary Nickel-Alloys fundamental to nimonic series", Journal of the Institute of Metals, 96 (1968), pp. 105–107.
- [8] C. T. Sims, N. S. Stoloff, W. C. Hagel, "Superalloys II", John Wiley & Sons Inc, New York, 1987.
- [9] C. Stotter, C. Sommitsch, J. Wagner, H. Leitner, I. Letofsky-Papst, G. A. Zickler, W. Prantl, M. Stockinger: „Characterization of δ -phase in superalloy Allvac 718PlusTM“, International Journal of Materials Research, Volume 99 (2008), p. 376-380 .
- [10] T. Selinga "Untersuchungen der Strukturstabilität von Ni-(Fe)-Basislegierungen für Rotorwellen in Dampfturbinen mit Arbeitstemperaturen über 700 °C", Dissertation, RWTH Aachen, Fakultät für Maschinenwesen, 2005.
- [11] R. C. Reed, M. J. Jackson and Y. S. Na, „Characterization and modelling of the precipitation of the sigma phase in Udimet 720 and Udimet 720Li“, Metallurgical and Material Transactions, Volume 30A, 1999, p. 521-533.
- [12] W. Dahl, R. Kopp und O. Pawelski, "Umformtechnik, Plastomechanik und Werkstoffkunde", Verlag Stahleisen, Düsseldorf, 1993.
- [13] D. N. Duhal and C. P. Sullivan. "Some effects of hafnium additions on mechanical properties of a columnar-grained Nickel-base superalloy", J. Met., 23 (1971), p. 38–40.

-
- [14] J. M. Oblak, D. F. Paulonis, D. S. Duvall, "Coherency Strengthening in Ni Base Alloys Hardened by DO22 γ " Precipitates", Metallurgical Transactions, Volume 5, Issue 1, p.143-153.
- [15] Böhler Produktbroschüre L718, 2012.
- [16] S. J. Patel and G. D. Smith, Proc. 10th International Symposium on Superalloys, 718, 625, 706 and various Derivatives 2004, "The role of niobium in wrought superalloys", Superalloys 718, 625, 706 and derivatives, Champion, Pennsylvania, 2004, p. 135-154.
- [17] X. Xie, G. Wang, J. Dong, C. Xu, W. D. Cao, R. Kennedy, Proc. 10th International Symposium on Superalloys, 718, 625, 706 and various Derivatives 2004, "Structure Stability Study on a new developed modified 718 Alloy – Alloy Allvac 718PlusTM", Pennsylvania, 2004, p. 179-191.
- [18] V. Sokolovsky, S. J. Silbrandji, V. Meerovich, M. K. Miller, J. A. Horton, W. D. Cao, "Atom probe analysis of nickel-based superalloy IN-718 with boron and phosphorus additions", Materials Science and Engineering A, Volume 250, Number 1 (1998), p. 115-119 .
- [19] A. Orandei-Basile and J.F. Radavich, Proc. 3th International Symposium on Superalloys, 718, 625, 706 and various Derivatives 1994 "A Current T-T-T Diagram for Wrought Alloy 718", Pittsburgh, Pennsylvania (1991) pp. 325-335.
- [20] G. Gottstein, "Physical foundations of materials science", Springer Berlin Heidelberg, 2004.
- [21] A. Devaux, J. Naze, R. Molins, A. Pineau, A. Oganista, J. Y. Guedou, J. F. Uginet, P. Heritier."Gamma double prime precipitation kinetic in Alloy 718", Materials Science and Engineering A 486 (2008), p. 117-122.
- [22] T. Alam, M. Chaturvedi, S. P. Ringer, J. M. Cairney: "Precipitation and clustering in the early stages of aging in Inconel 718", Material Science and Engineering A 527, (2010) p. 7770-7774.
- [23] M. K. Miller, "Contributions of atom probe tomography to the understanding of nickel based superalloys", Volume 32, Issue 8 (2001), p. 757–764.
- [24] M.K. Miller, S. S. Babu, M. G. Burke, "Intragranular precipitation in alloy 718", Materials Science and Engineering A, Volume 270, Issue 1(1999), p. 14–18.

-
- [25] M. K. Miller, S. S. Babu, M. G. Burke, "Comparison of the phase composition in Alloy 718 measured by atom probe tomography and predicted by thermodynamic calculations", *Materials Science and Engineering A*, Volume 327, Issue 1, (2002), p. 84–88.
- [26] R. Cozar, A. Pineau, "Morphology of γ' and γ'' Precipitates and Thermal stability of Inconel 718 Type Alloys", *Metallurgical Transactions*, Volume 4 (1973), p. 47-59
- [27] W. D. Cao, R. Kennedy, Proc. 10th International Symposium on Superalloys, 718, 625, 706 and various Derivatives 2004 "Role of chemistry in 718 type alloys, Allvac[®] 718Plus[™] alloy development" *Superalloys 718, 625, 706 and derivatives*, Champion, Pennsylvania, 2004.
- [28] C. Stotter, C. Sommitsch, J. Wagner, H. Leitner, I. Letofsky-Papst, G. A. Zickler, W. Prantl, M. Stockinger, "Characterization of δ -phase in superalloy Allvac 718Plus[™]", *International Journal of Material Research*, Volume 99 (2008), p. 376-380.
- [29] G. Wang, X. Xie, J. Dong, "Report on Joint Project of the Microstructure Stability Study on Alloys Allvac 718PlusA, 718PlusB and 718 after Long Time Thermal Exposure", University of Science & Technology Beijing and ATI Allvac, (2005).
- [30] R. Radis, G. A. Zickler, M. Stockinger, C. Sommitsch, E. Kozeschnik, 7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, "Numerical simulation of the simultaneous precipitation of Delta and Gamma Prime phases in the Ni-base Superalloy ATI Allvac 718Plus[™]", 7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, Pittsburgh, Pennsylvania 2010, p. 569-578.
- [31] W. D. Cao, 11th International Symposium on Superalloys, "Thermal stability characterization of Ni-Base ATI 718Plus[®] Superalloy", Champion, Pennsylvania (2008), p. 789-797.
- [32] Buehler Metallographie und Materialanalyse, Produktinfo, Metallographie <http://www.buehler-met.de/produkte/verbrauchsmaterial/oxidpoliermittel.html>
- [33] M. Panzenböck, "Übungen zu Werkstoffprüfung", Skriptum 4. Ausgabe, Institut für Metallkunde und Werkstoffprüfung, Montanuniversität Leoben, 2011.
- [34] G. Petzow: „Metallografisches Ätzen“, 6. Auflage, Gebrüder Bornträger, Stuttgart 1994 .
- [35] S. Srinivas, M. C. Pandey: "Gefügedarstellung in den Seigerungsbereichen der Nickelbasis-Superlegierung 718 mit verschiedenen Ätzmittel", *Praktische Metallographie* 32 (1995), p. 143-143 .

- [36] R. Ebner, A. Kneissl: "Übungen zu metallkundliche Arbeitsverfahren", Skriptum 4. Ausgabe, Institut für Metallkunde und Werkstoffprüfung, Montanuniversität Leoben, 2008.
- [37] C. Lerchbacher, "Intermetallic NiAl precipitate analysis by means of atom probe and complementary methods", Diplomarbeit, Institut für Metallkunde und Werkstoffprüfung, Montanuniversität Leoben, 2009.
- [38] M. K. Miller, "Atom probe field ion microscopy", Clarendon Press, Oxford University Press (1996).
- [39] L. Viskari, K. Stiller, "Atom probe tomography of Ni-base superalloys Allvac 718PlusTM and Alloy 718", Ultramicroscopy, (2011), 111 (6) pp. 652-658
- [40] IVASTM 3.6 User Guide, Mai 2011.
- [41] E. Cadel, D. Lemachand, S. Chambrelan, D. Blavette, "Atom probe tomography investigation of the microstructure of superalloys N18", Acta Materialia, Volume 50 (2002) p. 957-966.