



Lehrstuhl für Metallkunde

Masterarbeit



Variation der Lösungsglühtemperatur und  
Festigkeitsmodellierung von Fe-12Ni  
Maraging-Stählen

Matthias Karner, BSc

August 2023



**EIDESSTÄTTLICHE 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.

Ich erkläre, dass ich die Richtlinien des Senats der Montanuniversität Leoben zu "Gute wissenschaftliche Praxis" gelesen, verstanden und befolgt habe.

Weiters erkläre ich, dass die elektronische und gedruckte Version der eingereichten wissenschaftlichen Abschlussarbeit formal und inhaltlich identisch sind.

Datum 16.08.2023

*Matthias Karner*

\_\_\_\_\_  
Unterschrift Verfasser/in

Matthias Karner

# Danksagung

Ich möchte Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Ronald Schnitzer, Leiter des Lehrstuhls für Metallkunde, für das Ermöglichen dieser Arbeit an seinem Institut danken. Des Weiteren möchte ich mich für die Begutachtung der vorliegenden Arbeit bedanken.

Ganz besonders bedanken möchte ich mich bei meinem Betreuer Herrn Dipl.-Ing. Dr. mont. Stefan Zeisl, der mich jederzeit fachlich unterstützt und für alle Fragen ein offenes Ohr hatte.

Ich möchte auch ein Dankeschön an alle Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter des Departments Werkstoffwissenschaft aussprechen, die mich bei den Versuchsdurchführungen unterstützt haben.

Abschließend möchte ich mich bei meiner Familie, allen voran bei meinen Eltern, für ihre bedingungslose Unterstützung während meiner Ausbildung bedanken.

# Kurzfassung

Maraging-Stähle sind hochfeste Stähle und zeichnen sich durch eine Kombination von hoher Festigkeit und akzeptabler Zähigkeit aus, weshalb sie in der Luftfahrt, Schifffahrt, im Werkzeugbau und in der chemischen Industrie Verwendung finden. Das Lösungsglühen ist als wesentlicher Bestandteil der Wärmebehandlung von Maraging-Stählen bedeutend für die gezielte Entwicklung der Mikrostruktur und der mechanischen Eigenschaften.

Ziel dieser Arbeit war es, den Einfluss der Lösungsglühtemperatur auf die Mikrostruktur zweier Fe-12Ni Maraging-Stähle zu untersuchen und mit Hilfe von Modellansätzen Rückschlüsse auf die Härte und Festigkeit zu ziehen. Die Mikrostruktur wurde mittels Elektronenrückstreubeugung, Röntgendiffraktometrie und Atomsondentomographie charakterisiert. Zur mechanischen Charakterisierung wurde eine Härteprüfung durchgeführt.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine Zunahme der Teilchendichten und der Volumenfraktionen der NiAl-Ausscheidungen mit steigender Lösungsglühtemperatur bei gleichzeitiger Abnahme der Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen beobachtet. Die Härte und Festigkeit der Fe-12Ni Maraging-Stähle zeigte sich als robust gegenüber der Variation der Lösungsglühtemperatur.

# Abstract

Maraging steels are high-strength steels known for their good combination of strength and toughness. Due to their well-balanced mechanical properties they are used in the fields of aviation, ship building, tool making and in the chemical industry. Solution annealing is an essential part of the heat treatment cycle for maraging steels. It is crucial for the targeted development of the microstructure and the mechanical properties. The aim of this work was to investigate the influence of the solution annealing temperature on the microstructure of two Fe-12Ni maraging steels and to model the strength based on the microstructure. Electron backscatter diffraction, X-ray diffraction and atom probe tomography were used to characterise the microstructure. The mechanical properties were determined by hardness testing. A higher solution annealing temperature leads to an increase in the number density and volume fraction of NiAl precipitates with a simultaneous decrease in Ni<sub>3</sub>Ti precipitates. Fe-12Ni maraging steels appear to be robust in terms of hardness and strength to variations in the solution annealing temperature.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Theoretische Grundlagen</b>	<b>2</b>
2.1	Entwicklung der Maraging-Stähle	2
2.2	Einfluss der Legierungselemente in Maraging-Stählen (Auswahl)	2
2.3	Gefüge von Maraging-Stählen	3
2.3.1	Matrix	4
2.3.2	Ausscheidungen	4
2.3.3	Austenit	6
2.4	Wärmebehandlung von Maraging-Stählen	6
2.4.1	Lösungsglühen	7
2.4.2	Auslagern	7
2.5	Verfestigungsmechanismen in Maraging-Stählen	8
2.5.1	Ausscheidungen	9
2.5.2	Versetzungen	10
2.5.3	Mischkristall	10
2.5.4	Korngröße	11
2.5.5	Austenitgehalt	11
2.6	Festigkeitsberechnung	11
<b>3</b>	<b>Experimentelle Methoden</b>	<b>12</b>
3.1	Legierungen	12
3.2	Probenherstellung	12
3.3	Vickershärte	13
3.4	Elektronenrückstreubeugung	13
3.5	Röntgenbeugung	13
3.6	Atomsondentomographie	14
3.7	Bestimmung der Festigkeitsanteile	16
3.8	Fehlerfortpflanzung	16
<b>4</b>	<b>Ergebnisse</b>	<b>18</b>
4.1	Elektronenrückstreubeugung	18
4.2	Röntgenbeugung	21

4.3	Atomsondentomografie . . . . .	22
4.4	Härtemessung . . . . .	30
4.5	Festigkeitsmodellierung . . . . .	31
<b>5</b>	<b>Diskussion . . . . .</b>	<b>38</b>
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung . . . . .</b>	<b>44</b>
	<b>Literaturverzeichnis . . . . .</b>	<b>46</b>

# Abkürzungsverzeichnis

APT	Atomsondentomographie
EBSD	Elektronenrückstreubeugung
HV	Härte nach Vickers
kfz	kubisch-flächenzentriert
krz	kubisch-raumzentriert
TRIP	transformation-induced plasticity
XRD	Röntgenbeugung

# 1 Einleitung

Maraging-Stähle sind hochfeste, Ni-martensitische Stähle mit einem niedrigen Kohlenstoffgehalt, die ihre Festigkeit zu einem großen Teil durch die Ausscheidung intermetallischer Phasen erhalten. Aufgrund ihrer hohen Festigkeit bei gleichzeitig zufriedenstellender Zähigkeit werden Maraging-Stähle in der Luftfahrt, im Werkzeugbau und in der chemischen Industrie eingesetzt. Die Wärmebehandlung der Maraging-Stähle besteht aus einem Lösungsglühen mit anschließendem Abschrecken und Warmauslagern, wobei sich intermetallische Ausscheidungen in der martensitischen Matrix bilden [1–3].

Die in der vorliegenden Arbeit untersuchten Stähle gehören zu den Co-freien Maraging-Stählen mit 12 m.% Ni. Aufgrund der schwierigen Verfügbarkeit und der steigenden Kosten von Co wurden in den 1970er Jahren Co-freie Maraging-Stähle entwickelt. Diese haben in der Regel eine geringere Festigkeit als die Co-legierten Maraging-Stähle, bieten jedoch einen erheblichen Kostenvorteil [2].

Die mechanischen Eigenschaften der Maraging-Stähle werden durch die Wärmebehandlung stark beeinflusst. Die Ausscheidung intermetallischer Phasen während des Auslagerns bewirkt die größte Festigkeitssteigerung [4, 5]. Der Einfluss der Lösungsglühtemperatur auf die mechanischen Eigenschaften und das Gefüge von 18% Ni und 9% Ni Maraging-Stähle wurden bereits von Hou et al. [6] und Yang et al. [7] betrachtet. Li et al. [8] verbesserten die mechanischen Eigenschaften eines Co-freien Maraging-Stahls durch Optimierung der Lösungsglühtemperatur. Im Rahmen dieser Arbeit wird der Einfluss der Lösungsglühtemperatur auf die Eigenschaften von zwei Co-freien 12% Ni Maraging-Stählen untersucht. Die Untersuchungen umfassen den Anteil der Verfestigungsmechanismen: Feinkornhärtung, Versetzungshärtung, Mischkristallhärtung und Ausscheidungshärtung, wobei auch der Anteil des Austenits berücksichtigt wird. Die Versetzungsdichte und der Restaustenitgehalt wurden durch Röntgenbeugung ermittelt. Die Blockgröße der martensitischen Struktur wurde mit Elektronenrückstreubeugung bestimmt. Die Ausscheidungen sowie der Legierungsanteil in der Matrix wurden mittels Atomsondentomografie untersucht.

## 2 Theoretische Grundlagen

Die folgenden Abschnitte behandeln die Entwicklung der Maraging-Stähle, das Konzept der Legierungszusammensetzung, die in diesen Stählen auftretenden Phasen, die Wärmebehandlung und die mechanischen Eigenschaften.

### 2.1 Entwicklung der Maraging-Stähle

Um 1940 begann die Entwicklung der Maraging-Stähle mit der Entdeckung durch C. Bieber [9], dass die Festigkeit von magnetischen Fe-Ni-Ti-Al-Legierungen durch eine Wärmebehandlung erheblich gesteigert werden kann. Zwei wesentliche Gruppen von Maraging-Stählen, die 18% Ni-Stähle und die Co-freien Maraging-Stähle, wurden in den letzten 50 Jahren erforscht [10]. Die Co-freien Maraging-Stähle wurden aufgrund des starken Anstiegs des Co-Preises Ende der 1970er Jahre entwickelt. Sie weisen einen niedrigeren Ni-Gehalt und einen hohen Cr-Gehalt auf, wodurch die Korrosionsbeständigkeit verbessert wird [2, 5].

### 2.2 Einfluss der Legierungselemente in Maraging-Stählen (Auswahl)

- **Kohlenstoff**

Das wichtigste Legierungselement in Stählen ist C. Er wird in die Zwischengitterplätze der kubisch-raumzentrierten (krz) Ferritgitter und des kubisch-flächenzentrierten (kfz) Austenitgitters eingelagert und ist nur begrenzt löslich. Die Löslichkeit ist im kfz-Gitter höher als im krz-Gitter. Bei rascher Abkühlung aus dem austenitischen Phasengebiet entsteht ein durch C tetragonal verzerrter Martensit, da die treibende Kraft zur Umwandlung bei ausreichender Unterkühlung so groß wird, dass sich die Kristallstruktur spontan ändert, ohne dass eine Diffusion der C-Atome stattfinden kann. Diese martensitische Umwandlung führt zu einer Aufhärtung und zu inneren Spannungen, wodurch sich die Schweißignung des Stahls mit steigendem Kohlenstoffgehalt verschlechtert. Der C-Gehalt wird in Maraging-Stählen so gering wie möglich gehalten, um die Bildung des tetragonalen Martensits zu verhindern. C ist ein starker Austenitstabilisator und bildet mit anderen Legierungselementen wie Ti, Mo und Cr Karbide [11, 12].

- **Nickel**

Neben dem System Fe-C ermöglicht das System Fe-Ni ebenfalls eine martensitische Umwandlung. Der Ni-Martensit besitzt ein krz-Gitter mit relativ guter Verformbarkeit und einer hohen Versetzungsdichte. Ni ist ein starker Austenitstabilisator und beeinflusst die Bildung von rückumgewandeltem Austenit [3, 11, 13].

- **Chrom**

Cr verbessert ab einem Gehalt von 12 m.% die Korrosionsbeständigkeit, es bildet jedoch mit C Karbide, die an den Korngrenzen ausgeschieden werden. Diese Karbide vermindern den Cr-Gehalt in der Matrix und verschlechtern so die Korrosionsbeständigkeit [11].

- **Titan**

Ti ist eines der aktivsten Elemente in Maraging-Stählen [13]. In Ti-legierten Maraging-Stählen ist die Bildung von  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ -Ausscheidungen und der G-Phase möglich. Nach dem Auslagern befindet sich Ti fast vollständig in den Ausscheidungen. Zusätzlich bewirkt Ti eine Kornfeinung durch die Bildung feiner Karbonitride [3, 13].

- **Aluminium**

Die Zugabe von Al ermöglicht die Bildung der NiAl-Phase. Aufgrund der Affinität zwischen Ti und Al findet sich Al auch zu einem wesentlichen Teil in der  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  Phase [13]. Die Menge an Al in der Legierung beeinflusst den Anteil der Ausscheidungen und damit auch das Ausmaß der Ausscheidungshärtung beim Auslagern [13, 14].

- **Molybdän**

Die Ausscheidung von Mo-reichen Phasen hängt stark von der Anwesenheit anderer Legierungselemente wie Co ab. In Co-freien Maraging-Stählen scheidet sich Mo langsam aus und die Ausscheidungshärtung erfolgt hauptsächlich durch die Ti- und Al-haltigen Partikel. Ebenfalls erhöht Mo den Al-Gehalt in  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ -Ausscheidungen [13, 14].

- **Kobalt**

Co bildet selbst keine Zweitphasen, substituiert jedoch in niedrigen Prozentgehalten Ni und Fe in den Ausscheidungen. Es vermindert die Löslichkeit von Mo in der Matrix und fördert die Bildung Mo-haltiger Ausscheidungen [13].

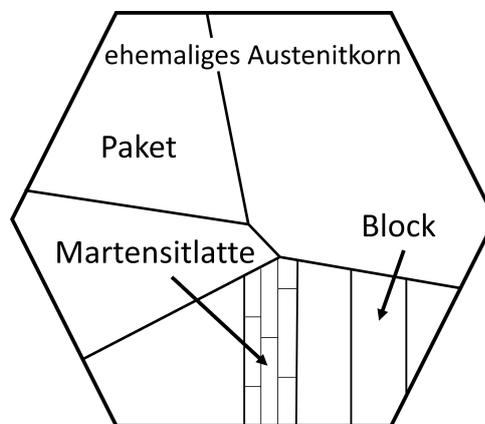
## 2.3 Gefüge von Maraging-Stählen

Im folgenden Abschnitt werden die wesentlichen Bestandteile der Mikrostruktur von Maraging-Stählen im Detail behandelt: die martensitische Matrix, die Ausscheidungen und der Austenit.

### 2.3.1 Matrix

Die Matrix von Maraging-Stählen wird durch Ni-Lattenmartensit gebildet. Diese Art von Martensit zeichnet sich durch ein krz Kristallgitter aus und weist eine hohe Versetzungsdichte auf. Dadurch und durch die gleichmäßige Verteilung der Versetzungen ergibt sich eine hohe Anzahl von möglichen Keimstellen für die Ausscheidungsbildung und höhere Diffusionsraten, wodurch sich feine, gleichmäßig verteilte Ausscheidungen bilden [3].

Der Lattenmartensit besitzt eine hierarchische Struktur, wie in Abbildung 2.1 dargestellt. In einem ehemaligen Austenitkorn befinden sich Pakete, in denen die Martensitlatten die gleiche Habitusebene aufweisen. In diesen Paketen befinden sich Blöcke, die Latten von zwei Varianten mit der gleichen Bain-Achse enthalten [15]. Morito et al. [16] beschreibt, dass die Größe des ehemaligen Austenitkorns einen starken Einfluss auf die Größe der Pakete und Blöcke hat, aber nur einen geringen Einfluss auf die Unterstruktur innerhalb der Blöcke. Somit ist die Fläche der Großwinkelblock- und Paketgrenzen für die Festigkeitssteigerung verantwortlich. Da die Blockgröße kleiner als die Paketgröße ist, sind es hauptsächlich die Blockgrenzen, die die Festigkeitssteigerung verursachen. Infolgedessen ist die Blockgröße die für die Feinkornhärtung entscheidende Korngröße [16, 17].



**Abbildung 2.1:** Schematische Darstellung der hierarchischen Struktur von Lattenmartensit in einem ehemaligen Austenitkorn.

### 2.3.2 Ausscheidungen

In Maraging-Stählen kann je nach chemischer Zusammensetzung eine Vielzahl unterschiedlicher Ausscheidungsphasen auftreten.

- **NiAl**

Diese Phase, auch  $\beta$ -Phase genannt, tritt in Al-legierten Stählen auf. Die  $\beta$ -NiAl-Phase besitzt eine Kristallstruktur vom Typ B2 (CsCl-Struktur), wie in Abbildung 2.2 ersichtlich. NiAl scheidet sich nahezu sphärisch und homogen aus. Die Gitterkonstante liegt in der gleichen Größenordnung wie die des Ferrits [18]. Die Ausscheidung der NiAl-Phase beginnt unmittelbar nach dem Erreichen der Auslagerungstemperatur [19].

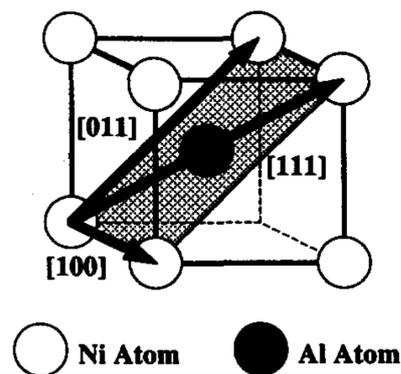


Abbildung 2.2: Einheitszelle der NiAl-Phase [20].

- **Ni<sub>3</sub>Ti**

Die  $\eta$ -Ni<sub>3</sub>Ti-Phase ist vom Typ D0<sub>24</sub> und scheidet stäbchenförmig aus. Die Kristallstruktur kann als Überstruktur einer dichtesten Kugelpackung mit der Schichtreihenfolge ABACABAC... beschrieben werden, wie in Abbildung 2.3 gezeigt [21, 22]. Die Bildung dieser Phase dominiert in Co-legierten Stählen das Anfangsstadium des Auslagerns, da die Keimbildungsbarriere durch die minimale Differenz der Gitterparameter von der Matrix und der  $\eta$ -Phase gering ist. Die Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen haben einen höheren Verfestigungseffekt als die NiAl-Ausscheidungen [13, 14].

- **Fe<sub>7</sub>Mo<sub>6</sub>**

Die Ausscheidung dieser Fe<sub>7</sub>Mo<sub>6</sub>-Phase erfolgt erst in späteren Stadien des Auslagerns und wird durch die Anwesenheit von Co stark beschleunigt [13].

- **Ti<sub>6</sub>Si<sub>7</sub>Ni<sub>16</sub>**

Die so genannte G-Phase tritt hauptsächlich in hochlegierten Si-hältigen Stählen auf und zeichnet sich durch die geringen Gehalte an anderen Legierungselementen aus [13].

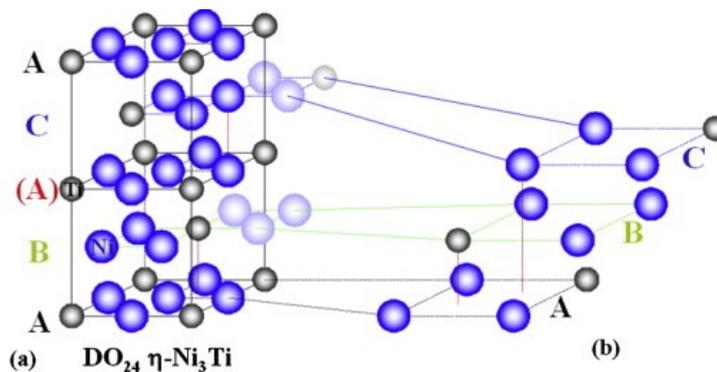


Abbildung 2.3: Einheitszelle der  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ -Phase [22].

### 2.3.3 Austenit

Austenit kann in Maraging-Stählen in zwei Formen auftreten. Einerseits als Restaustenit, der beim Abschrecken entsteht, wenn die Martensit-Finish-Temperatur nicht erreicht wird, und andererseits als rückumgewandelter Austenit, der sich beim Auslagern an Ni-angereicherten Stellen bildet. Der Anteil des Restaustenits ist umgekehrt proportional zur Martensit-Start-Temperatur [23]. Die Martensit-Start-Temperatur  $M_s$  kann für die in dieser Arbeit untersuchten Stähle mit folgender Gleichung abgeschätzt werden [24]:

$$M_s = 545 - 9,2\text{Cr} - 17,3\text{Ni} - 15,4\text{Mo} - 1,4\text{Al} - 2,44\text{Ti} \quad (2.1)$$

Der Restaustenitanteil kann durch eine Tiefkühlbehandlung minimiert werden.

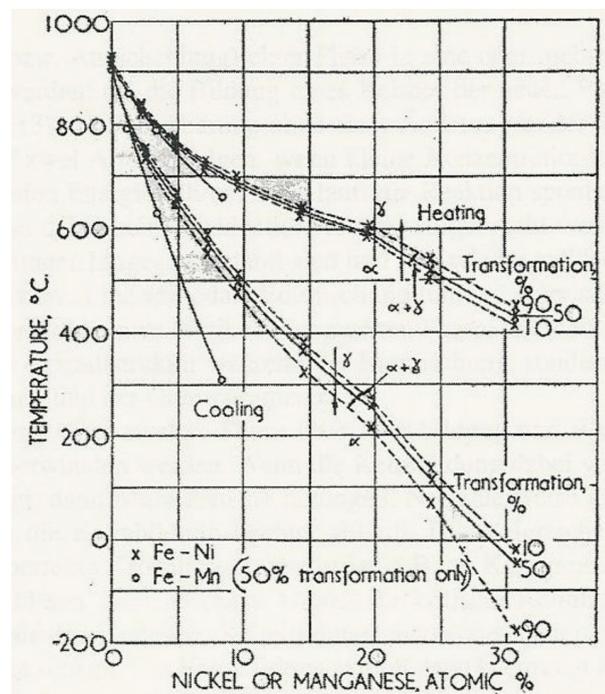
Die Ausscheidung von  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  führt zu einer Verringerung der Ni-Konzentration in der Matrix und erschwert damit die Bildung von rückumgewandeltem Austenit [3]. Die Ausscheidung von NiAl und die Bildung von rückumgewandeltem Austenit erfolgen gleichzeitig und unabhängig voneinander. Beide Arten erhöhen die Zähigkeit durch den TRIP-Effekt (aus dem Englischen: transformation-induced plasticity) [3, 13, 25, 26].

## 2.4 Wärmebehandlung von Maraging-Stählen

Maraging-Stähle erhalten ihre endgültigen mechanischen Eigenschaften durch eine zweistufige Wärmebehandlung, die aus einem Lösungsglühschritt und einem Auslagerungsschritt besteht. Zwischen diesen beiden Schritten kann eine Tiefkühlbehandlung erfolgen.

### 2.4.1 Lösungsglühen

Das Lösungsglühen dient dazu, alle vorhandenen Zweitphasen und alle Legierungselemente in den austenitischen Mischkristall aufzulösen. Es erfolgt in der Regel bei Temperaturen von 850°C bis 950°C, wobei auch ein mehrstufiges Lösungsglühen angewendet werden kann [3, 6, 14, 27]. Abhängig vom Nickelgehalt ist eine minimale Lösungsglüh­temperatur notwendig, um eine vollständige Austenitisierung zu erreichen, wie in Abbildung 2.4 ersichtlich. Nach dem Lösungsglühen erfolgt das Abschrecken, wobei sich die nickelmartensitische Matrix ausbildet und die Legierungselemente in der Matrix zwangsgelöst bleiben. Im Anschluss an das Abschrecken kann eine Tiefkühlbehandlung folgen, um den Restaustenitgehalt zu minimieren, da die Martensit-Finish-Temperatur unter der Raumtemperatur liegen kann [14].

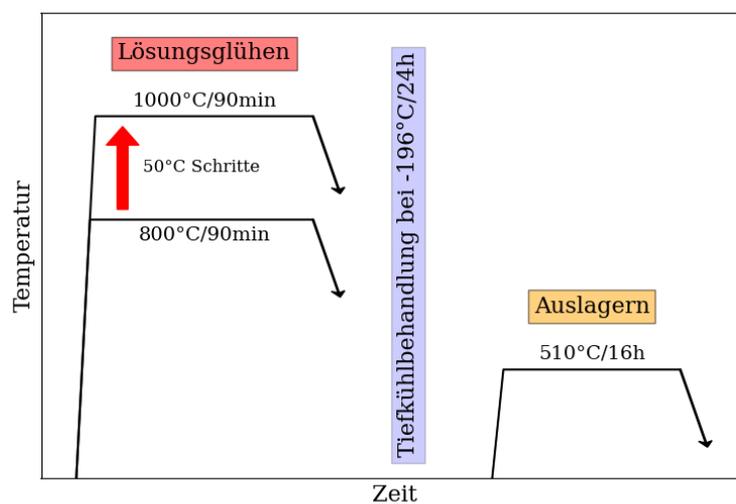


**Abbildung 2.4:** Umwandlungstemperaturen der Austenit und Ferrit Phase in Abhängigkeit vom Ni- oder Mn-Gehalt [28].

### 2.4.2 Auslagern

Das Auslagern dient zur Ausscheidung intermetallischer Phasen. Diese bilden sich aus den in der Matrix gelösten Legierungselementen und haben eine festigkeitssteigernde Wirkung. In den in dieser Arbeit vorliegenden Stählen, bilden sich während des Auslagerns zwei Phasen:

die NiAl- und die Ni<sub>3</sub>Ti-Phase. Die Auslagerungstemperatur liegt zwischen 400°C und 600°C, und bestimmt die Kinetik der Ausscheidungsbildung [14]. Während des Auslagerns kann sich rückumgewandelter Austenit bilden, dessen Gehalt mit steigender Auslagerungstemperatur und -zeit zunimmt [4, 25, 29]. Bei mittleren Temperaturen ändert sich die Phasengrenze zwischen Ni<sub>3</sub>Ti und der Matrix von kohärent zu semikohärent und die höchste Festigkeit wird erreicht [4]. Bei hohen Temperaturen vergrößern sich die Ausscheidungen und wachsen zusammen, wodurch die Festigkeit abnimmt [4, 29].



**Abbildung 2.5:** Schematischer Temperatur-Zeitverlauf der Wärmebehandlung von Maraging-Stählen.

## 2.5 Verfestigungsmechanismen in Maraging-Stählen

Wie der Name Maraging beschreibt, handelt es sich um Stähle mit einer martensitischen Matrix, die durch Auslagern ausscheidungsgehärtet werden. Der dominierende Verfestigungsmechanismus ist somit die Ausscheidungshärtung. Daneben tragen auch die Versetzungshärtung (aufgrund der hohen Versetzungsdichte im Martensit), die Mischkristallhärtung (aufgrund der hohen Konzentration an Legierungselementen) und die Feinkornhärtung zur Festigkeit bei [30, 31].

### 2.5.1 Ausscheidungen

Die Ausscheidungshärtung erfolgt während des Auslagerns, wie bereits in Abschnitt 2.4 beschrieben. Abschnitt 2.3.2 zeigt eine Übersicht von häufig beobachteten Ausscheidungsphasen. Die Festigkeitszunahme resultiert daraus, dass die Versetzungen am Gleiten gehindert werden, da sie die Ausscheidungen umgehen oder schneiden müssen [32].

Das Umgehen wird durch den Orowan-Mechanismus beschrieben [32]:

$$\Delta\tau_o \cong 0,1 \cdot G \cdot b \cdot \frac{\sqrt{f}}{r} \cdot \log \frac{r}{b} \quad (2.2)$$

wobei  $\Delta\tau_o$  die zum Umgehen der Ausscheidung erforderliche Orowan-Spannung,  $G$  der Schubmodul,  $b$  der Burgersvektor,  $f$  die Volumenfraktion der Ausscheidung und  $r$  der Radius der Ausscheidung sind.

Das Schneiden wird durch die Friedel-Formel beschrieben [12]:

$$\Delta\tau_c \cong \tilde{\gamma}^{\frac{3}{2}} \cdot \sqrt{f} \cdot \frac{\sqrt{r}}{b \cdot \sqrt{6E_v}} \quad (2.3)$$

wobei  $\Delta\tau_c$  die zum Schneiden der Ausscheidung erforderliche Fließspannung,  $\tilde{\gamma}$  die effektive Grenzflächenenergie und  $E_v$  die Versetzungsenergie  $1/2 \cdot Gb$  [12] sind. Da die Orowan- und die Friedel-Gleichung ähnliche Ergebnisse für die vorliegenden Auslagerungszustände lieferten, wurde in der Arbeit zur Vereinfachung der Analyse die Orowan-Gleichung, Gleichung 2.2, herangezogen.

Die beiden Gleichungen 2.2 und 2.3 gelten für sphärische Ausscheidungen, wie die NiAl-Ausscheidungen. Die unterschiedlichen Morphologien der Ausscheidungen beeinflussen die Festigkeitssteigerungen und müssen berücksichtigt werden. Für stäbchenförmige Ausscheidungen, wie  $Ni_3Ti$ , ergibt sich eine Erhöhung der Spannung um  $\frac{\rho_p}{r_p}$  mit  $\rho_p = \sqrt{\frac{r_p l_p}{\pi}}$  [32], wobei  $r_p$  der Radius und  $l_p$  die Länge der Ausscheidung sind. Daraus ergibt sich für den Orowan-Mechanismus [32]:

$$\Delta\tau_{o_{neu}} \cong \frac{\rho_p}{r_p} \cdot 0,1 \cdot G \cdot b \cdot \frac{\sqrt{f}}{r_p} \cdot \log \frac{r_p}{b} \quad (2.4)$$

Die aus den Gleichungen 2.2 und 2.4 berechneten Spannungen werden durch Superposition zu einem Wert für die Ausscheidungshärtung zusammengefasst [33]:

$$\sigma_p = M \cdot \sqrt[3]{\Delta\tau_o^q + \Delta\tau_{o_{neu}}^q} \quad (2.5)$$

wobei  $M=3$  [34] der Taylor-Faktor und  $q=1,2$  [35] sind.

## 2.5.2 Versetzungen

Die Versetzungshärtung ist proportional zur Quadratwurzel der Versetzungsdichte und wird durch die Taylor-Formel beschrieben [34]:

$$\sigma_p = 0,25 \cdot M \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho} \quad (2.6)$$

wobei  $\rho$  die Versetzungsdichte ist.

## 2.5.3 Mischkristall

Die Mischkristallhärtung wird durch die Wechselwirkung von Versetzungen mit interstitiell und substitutionell gelösten Atomen verursacht. Der Anteil der substitutionellen Atome an der Mischkristallhärtung wird mit der Fleischer-Formel beschrieben [36]:

$$\sigma_{ss} = \sum_i \sqrt{x_{i,\alpha'} \cdot \beta_i^2} \quad (2.7)$$

wobei  $x_{i,\alpha'}$  der Molenbruch der in der Matrix substitutionell gelösten Atome und  $\beta_i$  die Mischkristallverfestigungskonstanten der jeweiligen Elemente in der Matrix. Die Berechnung der  $\beta_i$  erfolgt mit [36]:

$$\beta_i = \kappa \cdot G(\eta'_i + 16\delta_i)^{3/2} \quad (2.8)$$

$$\eta'_i = \frac{\eta_i}{1 + 0,5\eta_i} \quad (2.9)$$

$$\eta_i = \frac{|G_i - G_{\text{Fe}}|}{G_{\text{Fe}}} \quad (2.10)$$

$$\delta_i = \frac{|r_i - r_{\text{Fe}}|}{r_{\text{Fe}}} \quad (2.11)$$

wobei  $\kappa=0,0045$  [30] eine Konstante und  $\eta_i$  und  $\delta_i$  die Schubmodul- und Gitterverzerrungsparameter der Legierungselemente  $i$  mit den Schubmodulen  $G_i$  und den Atomradien  $r_i$  bezogen auf reines Eisen mit  $G_{\text{Fe}}$  und  $r_{\text{Fe}}$  sind.

### 2.5.4 Korngröße

Die Korngrenzen wirken als Hindernisse für die Versetzungsbewegung, wobei die Festigkeitssteigerung durch die Hall-Petch-Gleichung beschrieben werden kann [30]:

$$\sigma_{\text{HP}} = \frac{K}{\sqrt{d_{\text{Block}}}} \quad (2.12)$$

dabei ist  $K$  Hall-Petch-Konstante, die für Maraging-Stähle  $K=300 \text{ MPa } \sqrt{\mu\text{m}}$  beträgt [30] und  $d_{\text{Block}}$  die mittlere Blockgröße im Martensit ist.

### 2.5.5 Austenitgehalt

Aufgrund seiner geringen Festigkeit ( $\sigma_{\gamma}=217 \text{ MPa}$  [37]) beeinflusst die Anwesenheit von Austenit die Festigkeit von Maraging-Stählen negativ. Nach Schnitzer et al. [37] kann dieser Einfluss durch eine lineare Mischungsregel beschrieben werden:

$$\sigma_y = F_{\alpha'} \cdot \sigma_{\alpha'} + F_{\gamma} \cdot \sigma_{\gamma} \quad (2.13)$$

wobei  $F_{\alpha'}$  und  $F_{\gamma}$  die jeweiligen Volumenfraktionen und  $\sigma_{\alpha'}$  und  $\sigma_{\gamma}$  die jeweiligen Festigkeiten von Martensit und Austenit sind.

## 2.6 Festigkeitsberechnung

Die im Abschnitt 2.5 erarbeiteten Festigkeitsanteile können zur Berechnung der Festigkeit (Proportionalitätsgrenze  $R_{P0.2}$ ) verwendet werden. Die Festigkeit des Martensits mit den Ausscheidungen wird mit [7, 16, 31, 37]:

$$\sigma_{\alpha'} = \sigma_0 + \sigma_p + \sigma_{\rho} + \sigma_{\text{ss}} + \sigma_{\text{PH}} \quad (2.14)$$

berechnet, wobei  $\sigma_0=50 \text{ MPa}$  [30] der Festigkeitsanteil aufgrund der Gitterreibung ist,  $\sigma_p$  aus Gleichung 2.5,  $\sigma_{\rho}$  aus Gleichung 2.6,  $\sigma_{\text{ss}}$  aus Gleichung 2.7 und  $\sigma_{\text{HP}}$  aus Gleichung 2.12 errechnet werden. Dieser Wert für  $\sigma_{\alpha'}$  wird in Gleichung 2.13 eingesetzt, wobei die Volumenfraktion des Martensits  $F_{\alpha'} = 1 - F_{\gamma}$  ist. Der erhaltene Wert für  $\sigma_y$  dient als berechnete Vergleichsspannung [32, 37].

## 3 Experimentelle Methoden

In diesem Kapitel wird näher auf die Legierungen, die Probenherstellung und die angewendeten Methoden zur Charakterisierung eingegangen. Zu diesen Methoden gehören die Vickershärtemessung (HV), die Elektronenrückstreubeugung (EBSD aus dem Englischen: Electron Back Scattering Diffraction), die Röntgenbeugung (XRD aus dem Englischen: X-Ray Diffraction) und die Atomsondentomographie (APT aus dem Englischen: Atom Probe Tomography).

### 3.1 Legierungen

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei 12% Ni Maraging-Stähle untersucht. Die Modelllegierungen wurden vom Metals Processing Center Gent (Gent, Belgien) hergestellt. Die chemischen Zusammensetzungen der beiden Modelllegierungen sind in Tabelle 3.1 ersichtlich.

**Tabelle 3.1:** Chemische Zusammensetzung der Modelllegierungen in m.% und at.%.

Legierung		Fe	Ni	Cr	Mo	Ti	Al
<b>Modelllegierung 1</b>	m.%	Rest	12,0	10,0	0,0	1,5	1,0
	at.%	Rest	11,3	10,6	0,0	1,7	2,0
<b>Modelllegierung 2</b>	m.%	Rest	12,2	10,0	2,0	1,0	1,5
	at.%	Rest	11,5	10,6	1,2	1,2	3,0

### 3.2 Probenherstellung

Die Herstellung der Legierungen erfolgte durch Vakuum-Induktionsschmelzen und anschließendes Warmwalzen der 100 kg schweren Blöcke. Aus dem Stahlband wurden Proben mit den Abmessungen  $20 \times 10 \times 6 \text{ mm}^3$  auf einer Struers Secotom 60 Trennmaschine herausgetrennt. Für beide Modelllegierungen wurden zehn Proben hergestellt, von denen jeweils zwei bei den in Abbildung 2.5 gezeigten Temperaturen von  $800^\circ\text{C}$  bis  $1000^\circ\text{C}$  für 90 Minuten lösungsgeglüht wurden. Im Anschluss erfolgte für alle Proben eine Tiefkühlbehandlung für 24 Stunden in flüssigem Stickstoff bei  $-196^\circ\text{C}$  und das Auslagern bei  $510^\circ\text{C}$  für 16 Stunden. Beide Wärmebehandlungen wurden in einem Nabertherm N 11/HR Kammerofen durchgeführt, mit

sofortigem Abschrecken in Wasser im Anschluss. In weiterer Folge werden die Proben, welche lösungsgeglüht und ausgelagert wurden, als Proben im ausgelagerten Zustand bezeichnet.

## 3.3 Vickershärte

Um einen Referenzwert für die berechnete Festigkeit zu erhalten, wurde für alle Proben die Vickershärte ermittelt. Die HV-Messung erfolgte auf einem EMCOTEST M4C 025 G3M Härteprüfgerät mit HV10, einer Prüfkraftzeit von 3 Sekunden und einer Haltezeit von 15 Sekunden. An jeder Probe wurden 10 Härteeindrücke gemessen. Für die Umrechnung in die Festigkeit wurde die empirische Formel

$$\sigma_{HV} = 3,4 \cdot HV \quad (3.1)$$

verwendet, wobei der Faktor 3,4 empirisch ermittelt wurde und HV die Vickershärte ist. Die Proben wurden mit Standardpolierverfahren bis zu einer Partikelgröße von 3  $\mu\text{m}$  poliert.

## 3.4 Elektronenrückstreubeugung

Die Blockgröße des Martensits wurde mittels EBSD für die lösungsgeglühten Zustände bestimmt. Bei früheren Untersuchungen wurde keine signifikante Änderung der Blockgröße während des Auslagerns festgestellt [38]. Daher wurden für die ausgelagerten Zustände die gleichen Korngrößen wie für die entsprechenden lösungsgeglühten Zustände verwendet.

Die EBSD Messungen wurden an einem Tescan Clara Elektronenmikroskop mit einem Oxford EBSD Detektor durchgeführt und in Matlab mit der Toolbox MTEX ausgewertet. Die Martensitblöcke wurden mit einem Misorientierungswinkel von  $10,5^\circ$  definiert.

Die Probenpräparation erfolgte mit Standardpoliermethoden bis zu einer Partikelgröße von 1  $\mu\text{m}$ . Im Anschluss wurden die Proben an einem Struers LectroPol-5 für 20 Sekunden mit einer Spannung von 20 V und einem Durchfluss von 13 Liter pro Minute elektrolytisch poliert. Es wurde der Elektrolyt Struers A2 mit folgender Zusammensetzung verwendet: 90 ml destilliertes Wasser, 730 ml Ethanol, 100 ml Butoxyethanol und 78 ml Perchlorsäure.

## 3.5 Röntgenbeugung

Die XRD-Untersuchungen wurden an einem Bruker D8 Advance DaVinci Röntgendiffraktometer mit  $\text{CuK}_\alpha$  Strahlung mit einer Wellenlänge von  $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$  durchgeführt. Die Auswertung

erfolgte mit der Software DIFFRAC.TOPAS der Firma Bruker unter Anwendung von einer LaB<sub>6</sub>-kalibrierten Rietveld-Methode.

Die Parameter für die XRD Untersuchungen waren für alle Proben gleich, mit einem Messbereich von  $2\Theta = 40^\circ$  bis  $2\Theta = 120^\circ$ , einem Inkrement von  $0,005106^\circ$  und einer Messzeit pro Inkrement von 0,6 Sekunden.

Zur quantitativen Bestimmung des Austenitgehalts wurde die Rietveld-Methode verwendet. Des Weiteren wurde die Versetzungsdichte durch Auswertung der Gitterverzerrung aus der Rietveld-Methode in Form des Dehnungswertes  $\epsilon_G$  ermittelt. Dieser  $\epsilon_G$  kann nach der Methode von Williamson und Smallman [39, 40] verwendet werden, um die aufgrund der Mikrodehnung vorliegende Versetzungsdichte  $\rho_S$ , die Versetzungsdichte aufgrund der Domänengröße  $\rho_D$  und schließlich die gesamte Versetzungsdichte  $\rho$  zu berechnen.

$$\rho = \sqrt{\rho_S \cdot \rho_D} \quad (3.2)$$

mit

$$\rho_S = k \frac{\epsilon_G^2}{b^2} \quad (3.3)$$

wobei  $k=14,4$  [40] eine Materialkonstante und  $b$  der Burgersvektor sind.

Der zweite Wert der Versetzungsdichte  $\rho_D$  wird mit der mittleren Domänengröße berechnet, in diesem Fall wurde die mittlere Martensitblockgröße  $d_{\text{Block}}$  verwendet.

$$\rho_D = \frac{3}{d_{\text{Block}}^2} \quad (3.4)$$

## 3.6 Atomsondentomographie

Zur Bestimmung der Größe, Form und Verteilung der Ausscheidungen sowie der chemischen Zusammensetzung der Ausscheidungen und der Matrix wurde die APT eingesetzt. Sie ermöglicht die Darstellung einer dreidimensionalen Verteilung der Atome in der Probe und ist für die Charakterisierung der nanometergroßen Ausscheidungen geeignet. Durch die Analyse der Atome in den einzelnen Phasen ist die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung möglich [41]. Zu diesem Zweck wurden aus den ausgelagerten Proben  $0,35 \times 0,35 \times 12 \text{ mm}^3$  große Stäbchen herausgetrennt und mittels einer zweistufigen elektrolytischen Poliermethode präpariert [42].

Im ersten Schritt wird aus einem Stäbchen in einer Lösung aus 25 vol.% Perchlorsäure in Essigsäure eine grobe Spitze hergestellt. Diese Spitze wird im zweiten Schritt in einer Lösung von 2 vol.% Perchlorsäure in 2-Butoxyethan-1-ol zur endgültigen Spitzenform gefeint.

Die APT-Messungen wurden an einer LEAP 5000 XR Atomsonde im Lasermodus mit einer Pulsfrequenz von 250 kHz, einer Laserenergie von 60 pJ und einer Proben temperatur von 60 K von Dr. mont. Stefan Zeisl durchgeführt. Zur Auswertung der Messdaten wurde die IVAS Software Suite in der Version 3.6.14 verwendet. Die statistische Auswertung der Ausscheidungen erfolgte mit Hilfe einer Clustersuche basierend auf dem DBSCAN-Algorithmus mit einer Ordnung der nächsten benachbarten Atome von  $k=10$ . Der maximale Abstand  $d_{\max}$  zwischen benachbarten Atomen eines an der Ausscheidung beteiligten Elements ist in der Ausscheidung kleiner als in der Matrix, da die Konzentration in der Matrix geringer ist. Die minimale Anzahl der Atome in einer Ausscheidung  $N_{\min}$  stellt einen zweiten Parameter der Suche dar. Für den Erosionsabstand  $d_{\text{erosion}}$  und den Hüllkurvenabstand  $L$  wurde  $d_{\max}$  verwendet, wie in der Methode von Stephenson et al. [43] beschrieben.

Die Parameter der Cluster-Suche sind in Tabelle 3.2 aufgelistet.

**Tabelle 3.2:** Parameter des DBSCAN-Algorithmus für die  $\beta$ -NiAl- und  $\eta$ -Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen in den Modelllegierungen.

Legierung	$\eta$ -Ni <sub>3</sub> Ti			$\beta$ -NiAl			
	Zustand	Element	$d_{\max}$ [nm]	$N_{\min}$	Element	$d_{\max}$ [nm]	$N_{\min}$
1	800°C	Ti	1,10	150	Al	1,10	100
	900°C	Ti	1,10	120	Al	1,20	100
	1000°C	Ti	1,15	150	Al	1,20	100
2	800°C	Ti	1,10	120	Al	1,10	100
	900°C	Ti	1,05	1500	Al	1,10	120
	1000°C	Ti	1,15	1500	Al	1,20	100

Die Volumenfraktion  $F_v$  der Ausscheidungen wurde mit folgender Gleichung ermittelt [44]:

$$F_v = \frac{N \cdot v \cdot C}{V_{\text{total}}} \quad (3.5)$$

wobei  $N$  die Anzahl der Atome in den Ausscheidungen,  $v$  das Volumen der Atome in der Einheitszelle der Ausscheidungsphase,  $C$  der Faktor für die Detektoreffizienz (52%) und  $V_{\text{total}}$  das gesamte Messvolumen sind.

Das Volumen der Atome in der Einheitszelle der NiAl-Ausscheidungen ist mit

$$v_{\text{NiAl}} = \frac{a_{\text{NiAl}}^3}{N_{\text{NiAl}}} \quad (3.6)$$

zu berechnen, wobei  $a_{\text{NiAl}}=0,289$  nm [20] der Gitterparameter der kubischen Einheitszelle, und  $N_{\text{NiAl}}=2$  die Anzahl der Atome in der Einheitszelle sind.

Für die  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ -Ausscheidungen gilt aufgrund der hexagonalen Einheitszelle, siehe Abbildung 2.3, folgende Formel:

$$v_{\text{Ni}_3\text{Ti}} = \frac{a_{\text{Ni}_3\text{Ti}}^2 \cdot c_{\text{Ni}_3\text{Ti}}}{N_{\text{Ni}_3\text{Ti}}} \quad (3.7)$$

wobei  $a_{\text{Ni}_3\text{Ti}}=0,5096$  nm und  $c_{\text{Ni}_3\text{Ti}}=0,8307$  nm [21] die Gitterkonstanten der Einheitszelle und  $N_{\text{Ni}_3\text{Ti}}=16$  die Anzahl der Atome in der Einheitszelle sind.

### 3.7 Bestimmung der Festigkeitsanteile

Auf der Grundlage der im Abschnitt 2.5 erläuterten Gleichungen wurden die experimentellen Daten zur Bestimmung der Festigkeitsanteile verwendet. Die für die Mischkristallverfestigung benötigten Konstanten  $\beta_i$  und Parameter  $\delta_i$ ,  $\eta_i$  und  $\eta'_i$  wurden mit den Gleichungen 2.8 - 2.11 berechnet. Die zur Berechnung benötigten Schubmodule und Atomradien der Legierungselemente [45], sowie die Werte der Parameter sind in Tabelle 3.3 aufgelistet.

**Tabelle 3.3:** Mischkristallverfestigungskonstanten.

$i$	$r_i$ [nm]	$G_i$ [GPa]	$\delta_i$	$\eta_i$	$\eta'_i$	$\beta_i$ [MPa/at.%]
<b>Fe</b>	0,126	80,4	-	-	-	-
<b>Cr</b>	0,129	71,6	0,024	0,11	0,10	122,1
<b>Ni</b>	0,125	78,5	0,008	0,24	0,23	21,1
<b>Al</b>	0,143	27,8	0,135	0,65	0,49	1562,3
<b>Ti</b>	0,147	37,3	0,167	0,54	0,42	1964,6
<b>Mo</b>	0,140	123,0	0,111	0,53	0,42	1177,9

### 3.8 Fehlerfortpflanzung

Die Fehlerbalken repräsentieren den Standardfehler  $\sigma_{\bar{x}}=\sigma/\sqrt{n}$  mit  $\sigma$  als Standardabweichung und  $n$  als Stichprobengröße, wobei für Folgeergebnisse der Fehler  $\sigma_{\bar{y}}$  durch eine Taylorreihe mit Abbruch nach dem dritten Glied fortgepflanzt wurde:

$$\sigma_{\bar{y}} = \frac{dy(\bar{x})}{d\bar{x}} * \sigma_{\bar{x}} + \frac{1}{2} \frac{d^2y(\bar{x})}{d\bar{x}^2} * \sigma_{\bar{x}}^2 + \frac{1}{6} \frac{d^3y(\bar{x})}{d\bar{x}^3} * \sigma_{\bar{x}}^3 \quad (3.8)$$

Da für die Bestimmung des Austenitanteils und der Versetzungsdichte nur zwei XRD-Messungen pro Zustand durchgeführt wurden, stellen die Fehlerbalken die Messwerte um das arithmetische Mittel dieser Messungen dar.

## 4 Ergebnisse

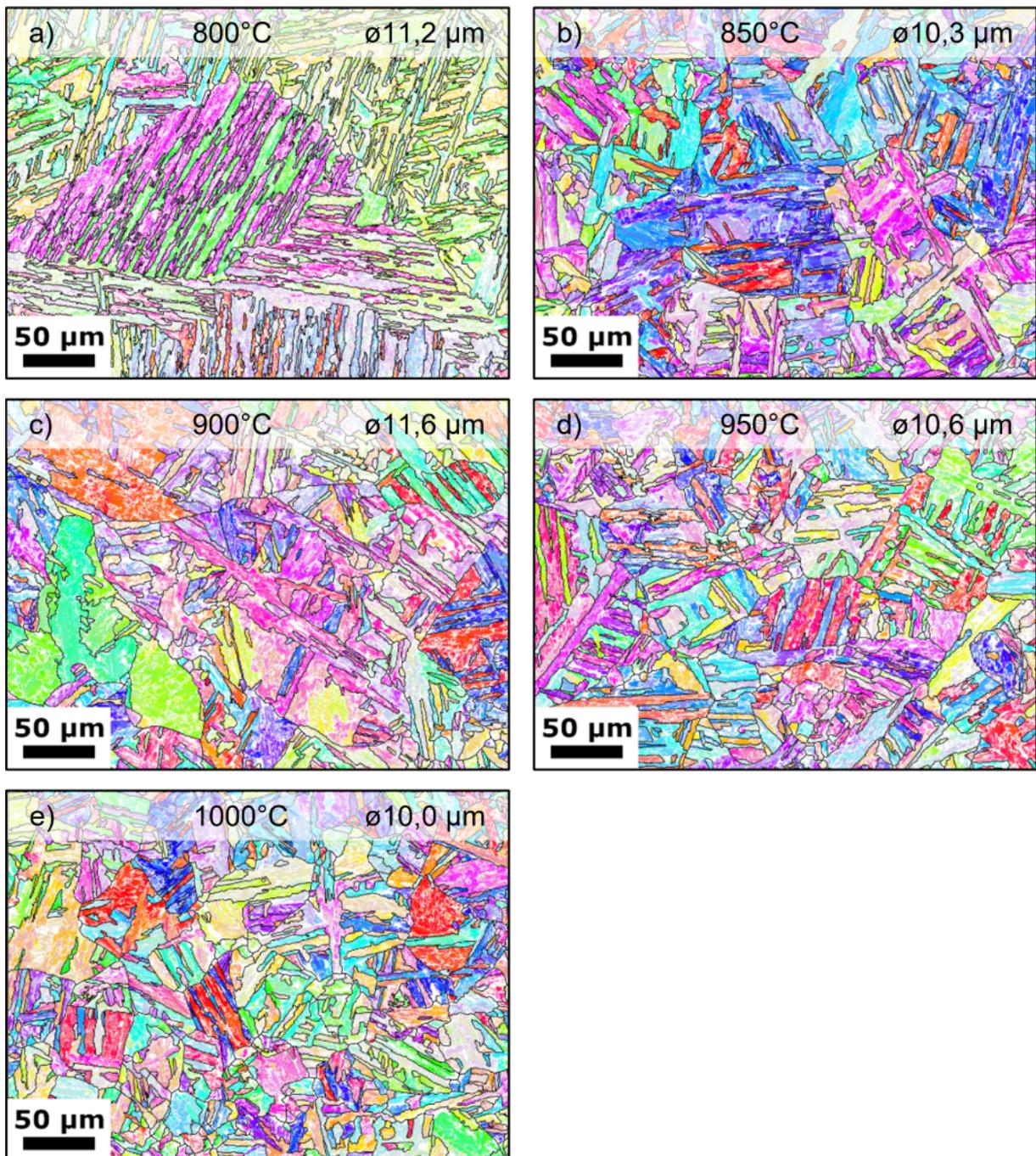
In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der an den beiden Legierungen durchgeführten Messungen präsentiert.

### 4.1 Elektronenrückstreubeugung

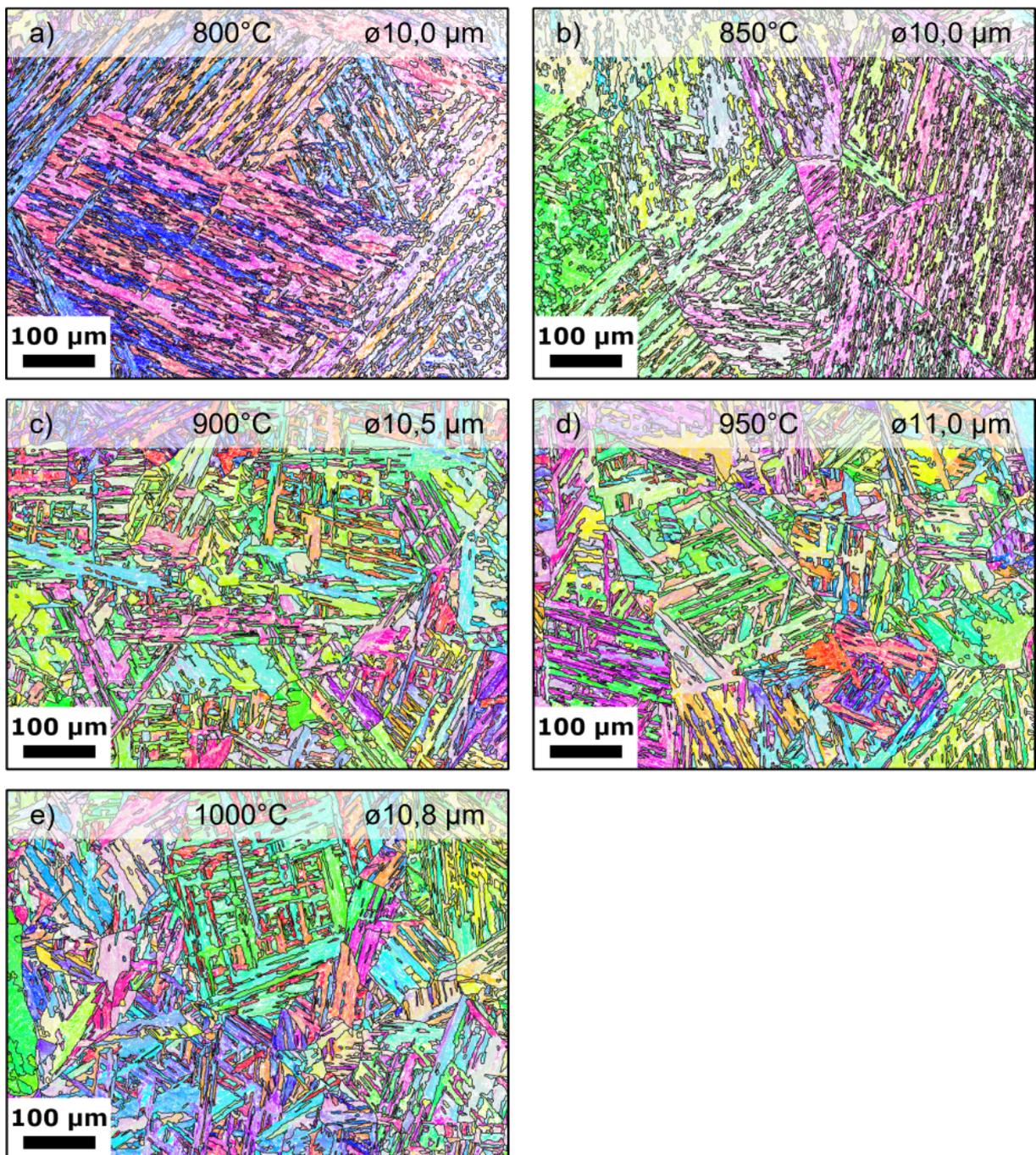
Die EBSD Messungen der Modelllegierungen 1 und 2 wurden für die lösungsgeglühten Zustände durchgeführt. Die mittlere Blockgröße des Martensits wurde durch eine Flächenanalyse bestimmt. Die inversen Polfiguren der Modelllegierung 1 sind in Abbildung 4.1 und der Modelllegierung 2 in Abbildung 4.2 dargestellt.

Abbildung 4.1 zeigt, dass die Martensitstruktur der Modelllegierung 1 bei einer Lösungsglüh-temperatur von 800°C geordneter erschien als von den Zuständen, welche bei höheren Temperaturen lösungsgeglüht wurden. Für die Modelllegierung 2 wurde die Gleiche geordnete Martensitmorphologie für eine Lösungsglüh-temperatur von 800°C und 850°C festgestellt, wie in Abbildung 4.2 a) und b) zu erkennen ist.

Die mittlere Blockgröße für Modelllegierung 1 lag zwischen 10,0  $\mu\text{m}$  und 11,6  $\mu\text{m}$  (siehe Abbildung 4.1), während sie für Modelllegierung 2 Werte zwischen 10,0  $\mu\text{m}$  und 11,0  $\mu\text{m}$  annahm (siehe Abbildung 4.2).



**Abbildung 4.1:** Inverse Polfiguren und mittlere Blockgröße der bei 800°C, 850°C, 900°C, 950°C und 1000°C lösungsgeglühten Zustände (a-e) der Modelllegierung 1.



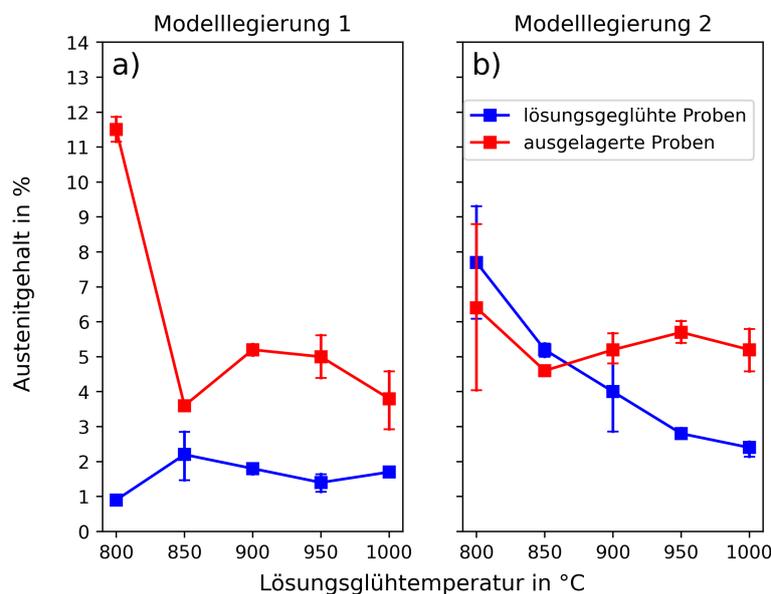
**Abbildung 4.2:** Inverse Polfiguren und mittlere Blockgröße der bei 800°C, 850°C, 900°C, 950°C und 1000°C lösungsgeglühten Zustände (a-e) der Modelllegierung 2.

## 4.2 Röntgenbeugung

XRD wurde zur Bestimmung des Austenitgehaltes und der Versetzungsdichte durchgeführt. Es wurden für die lösungsgeglühten und ausgelagerten Zustände der beiden Modelllegierungen jeweils zwei Messungen pro Zustand durchgeführt.

Der Austenitgehalt wurde nach der Rietveld-Methode errechnet und ist in Abbildung 4.3 dargestellt. Die Messpunkte sind jeweils die Mittelwerte der beiden Messergebnisse, die als Fehlerbalken aufgetragen sind. Für die lösungsgeglühten Zustände der Modelllegierung 1 (siehe Abbildung 4.3 a)) lagen die Austenitgehalte für alle Lösungsglühtemperaturen in einem Bereich von 0,9 vol.% bis 2,2 vol.%. Die Austenitgehalte der ausgelagerten Zustände betragen nach dem Lösungsglühen bei 800°C 11,5 vol.% und bei 850°C bis 1000°C zwischen 3,6 vol.% und 5,2 vol.%.

In Abbildung 4.3 b) sind die Austenitgehalte der Modelllegierung 2 dargestellt. Die lösungsgeglühten Zustände wiesen Austenitgehalte auf, welche mit steigender Lösungsglüh-temperatur von 7,7 vol.% bei 800°C bis auf 2,1 vol.% bei 1000°C abnahmen. In den ausgelagerten Zuständen lagen die Austenitgehalte zwischen 4,6 vol.% und 6,4 vol.%.



**Abbildung 4.3:** Austenitgehalte der lösungsgeglühten und ausgelagerten Zustände in Abhängigkeit von der Lösungsglüh-temperatur für a) Modelllegierung 1 und b) Modelllegierung 2.

Die Versetzungsdichten wurden mit den Gleichungen 3.2 bis 3.4 berechnet, wobei die Mikroei-genspannung  $\epsilon_G$  dem Ergebnis der Rietveld-Methode entstammt und  $d_{\text{Block}}$  der mittleren Block-

größe dem Ergebnis der EBSD Messungen entspricht. Alle Versetzungsdichten der lösungsgeglühten Zustände der Modelllegierung 1 lagen im Bereich von  $1,5 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$ . Für die ausgelagerten Zustände lagen die Versetzungsdichten zwischen  $1,0 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$  und  $1,4 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$ . Die Versetzungsdichten der lösungsgeglühten Zustände der Modelllegierung 2 betragen zwischen  $1,4 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$  und  $1,6 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$ . Für die ausgelagerten Zustände lagen die Versetzungsdichten zwischen  $1,1 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$  und  $1,2 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$ .

### 4.3 Atomsondentomografie

Um die chemische Zusammensetzung der Ausscheidungen und der Matrix sowie die Größe, Verteilung und Form der Ausscheidungen zu bestimmen, wurden APT Messungen durchgeführt. Die Ergebnisse der APT Messungen wurden zur Bestimmung der Festigkeitsanteile aus Mischkristallhärtung und Ausscheidungshärtung verwendet. Die Proben wurden im ausgehärteten Zustand untersucht, wobei für jede Modelllegierung drei Lösungsglühtemperaturen ( $800^\circ\text{C}$ ,  $900^\circ\text{C}$  und  $1000^\circ\text{C}$ ) gewählt wurden. Die Zusammensetzung der Matrix der lösungsgeglühten Proben entspricht der nominellen Zusammensetzung in Tabelle 3.1. Die chemischen Zusammensetzungen der Matrix und der Ausscheidungen der untersuchten Proben der Modelllegierung 1 sind in Tabelle 4.1 ersichtlich.

Für die Modelllegierung 1 variierte die Zusammensetzung der Matrix in Abhängigkeit von den drei Lösungsglühtemperaturen nur geringfügig. Im ausgelagerten Zustand enthielt die Matrix knapp 84 at.% Fe, über 12 at.% Cr und etwa 3,4 at.% Ni. Des Weiteren betrug der Al-Gehalt 0,3 at.%. Ti war nach dem Auslagern praktisch nicht mehr in der Matrix vorhanden.

Die Zusammensetzung der NiAl-Ausscheidungen zeigte einen höheren Fe-Anteil als die  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ -Ausscheidungen. Die NiAl-Ausscheidungen wiesen bei  $900^\circ\text{C}$  geringere Fe- und Cr-Gehalte, jedoch höhere Ni-, Al- und Ti-Anteile als bei  $800^\circ\text{C}$  und  $1000^\circ\text{C}$  auf. Der Al-Gehalt war geringer als der Ni-Gehalt. Somit ist das Verhältnis von Ni zu Al kleiner als das stöchiometrische Verhältnis von 1.

Die Ti-Gehalte der  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ -Ausscheidungen nahmen mit steigender Temperatur von 15,1 at.% auf 13,8 at.% ab und die Cr-Gehalte nahmen zu. Das Verhältnis von Ni zu Ti lag im Bereich von 3 und entspricht in etwa dem stöchiometrischen Verhältnis. Bei  $800^\circ\text{C}$  wiesen die  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ -Ausscheidungen einen höheren Al-Gehalt, bei  $900^\circ\text{C}$  einen höheren Ni-Gehalt und bei  $1000^\circ\text{C}$  einen höheren Fe-Gehalt auf.

**Tabelle 4.1:** Chemische Zusammensetzung der Matrix, NiAl- und Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen von Modelllegierung 1.

Zustand	[at.%]	Fe	Cr	Ni	Al	Ti
<b>800°C</b>	<b>Matrix</b>	83,8	12,2	3,4	0,3	0,0
	<b>NiAl</b>	51,5	6,9	22,8	17,5	0,7
	<b>Ni<sub>3</sub>Ti</b>	26,1	3,5	43,6	11,1	15,1
<b>900°C</b>	<b>Matrix</b>	83,9	12,3	3,3	0,3	0,0
	<b>NiAl</b>	43,4	5,7	27,8	21,2	1,3
	<b>Ni<sub>3</sub>Ti</b>	26,4	4,1	47,1	7,4	14,6
<b>1000°C</b>	<b>Matrix</b>	83,7	12,2	3,5	0,3	0,0
	<b>NiAl</b>	51,4	7,1	23,0	16,9	1,2
	<b>Ni<sub>3</sub>Ti</b>	30,3	4,5	43,6	7,3	13,8

In Tabelle 4.2 sind die chemischen Zusammensetzungen der Gefügebestandteile für Modelllegierung 2 aufgelistet. Die Zusammensetzung der Matrix war nahezu unabhängig von der Lösungsglühtemperatur und mit Ausnahme von 1,1 at.% Mo der Zusammensetzung der Modelllegierung 1 sehr ähnlich. Ti ging fast vollständig in die Ausscheidungen und der Al-Gehalt lag bei 0,3 at.%, trotz des höheren Gehaltes von 3 at.% in der Modelllegierung 2.

Die Zusammensetzung der NiAl-Ausscheidungen zeigte wie bei Modelllegierung 1 einen höheren Fe-Gehalt als die Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen. Des Weiteren war ein Anstieg des Fe-Gehaltes mit steigender Lösungsglühtemperatur zu beobachten. Außerdem nahm der Ni-Gehalt mit steigender Lösungsglühtemperatur ab. Wie bei der Modelllegierung 1 war der Al-Gehalt geringer als der Ni-Gehalt, wodurch das Verhältnis von Al zu Ni kleiner als das stöchiometrische Verhältnis von 1 ist. Der Mo-Gehalt in den NiAl-Ausscheidungen betrug 0,6 at.%.

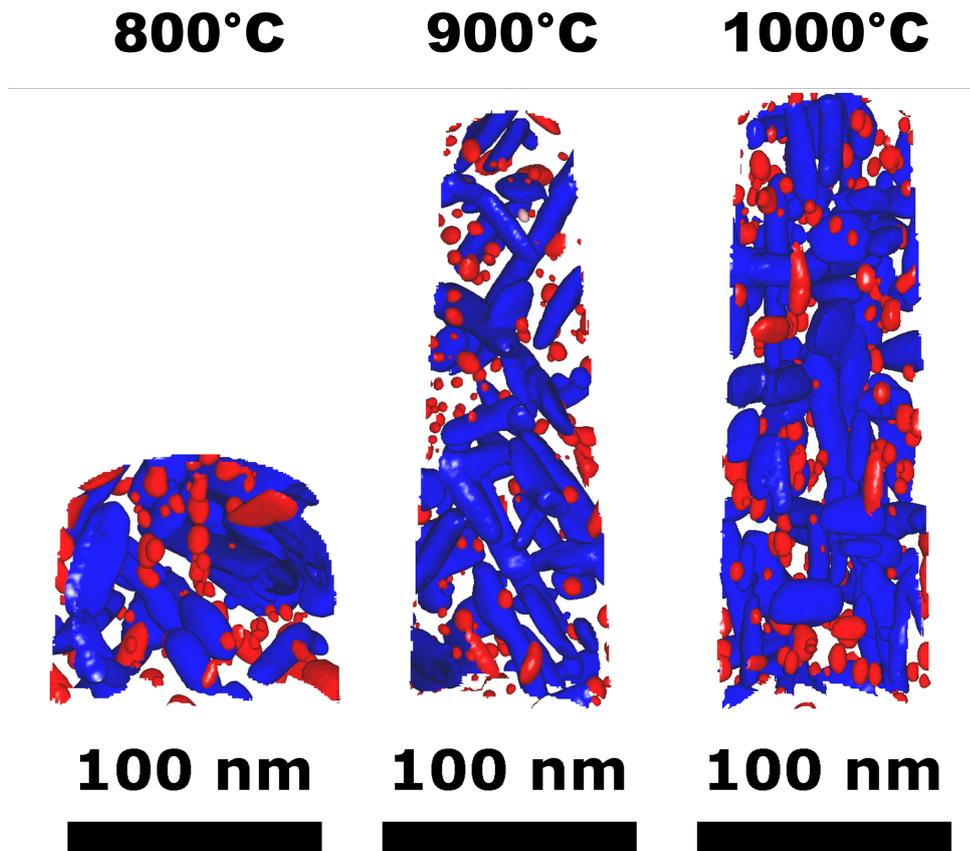
Der Ti-Gehalt in den Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen lag bei 12 at.%. Der Fe-Gehalt war bei der Lösungsglühtemperatur von 1000°C höher und der Ni-Gehalt niedriger als bei 800°C und 900°C. Das Verhältnis der Ni-Gehalte zu den Ti-Gehalten ist kleiner als 3. Der Al-Gehalt lag bei 8,5 at.% und der Mo-Gehalt bei 0,7 at.%.

**Tabelle 4.2:** Chemische Zusammensetzung der Matrix, NiAl- und Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen von Modelllegierung 2.

Zustand	[at.%]	Fe	Cr	Ni	Al	Ti	Mo
<b>800°C</b>	<b>Matrix</b>	82,2	12,3	3,7	0,3	0,0	1,2
	<b>NiAl</b>	46,9	6,8	27,0	17,5	0,9	0,6
	<b>Ni<sub>3</sub>Ti</b>	26,0	4,1	48,2	9,2	11,5	0,7
<b>900°C</b>	<b>Matrix</b>	82,6	12,2	3,3	0,4	0,0	1,1
	<b>NiAl</b>	48,7	7,1	25,1	16,9	1,1	0,6
	<b>Ni<sub>3</sub>Ti</b>	23,8	4,2	48,9	8,7	13,1	0,8
<b>1000°C</b>	<b>Matrix</b>	82,2	12,1	3,8	0,3	0,0	1,1
	<b>NiAl</b>	51,4	7,2	22,9	16,3	1,1	0,7
	<b>Ni<sub>3</sub>Ti</b>	32,2	5,0	41,4	7,9	12,3	0,6

In Abbildung 4.4 sind die 30% Ni+Ti+Al Iso-Konzentration Flächen (Isosurfaces) der Modelllegierung 1 zu sehen und repräsentieren die NiAl-Ausscheidungen in Rot und die Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen in Blau. Die NiAl-Ausscheidungen waren bei allen Lösungsglühtemperaturen annähernd sphärisch und die Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen stäbchenförmig. Bei 900 °C schienen die Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen eine Orientierung zu besitzen.

Die Volumenfraktionen, Teilchendichten und mittleren Durchmesser und Längen, sind in Tabelle 4.3 aufgelistet. Die Teilchendichte der NiAl-Ausscheidungen steigte mit der Lösungsglüh-temperatur an, die Volumenfraktion war bei 900°C mit 1,3% am geringsten und bei 1000°C mit 2,8% am höchsten. Der mittlere Durchmesser war bei 900°C kleiner als bei 800°C und 1000°C. Die Volumenfraktion der Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen sank mit steigender Lösungsglüh-temperatur, die Teilchendichte war bei 800°C mit  $1,15 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-3}$  geringer als bei 900°C und 1000°C mit über  $2 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-3}$ . Die mittleren Durchmesser und Längen waren bei 800°C größer als bei 900°C und 1000°C.



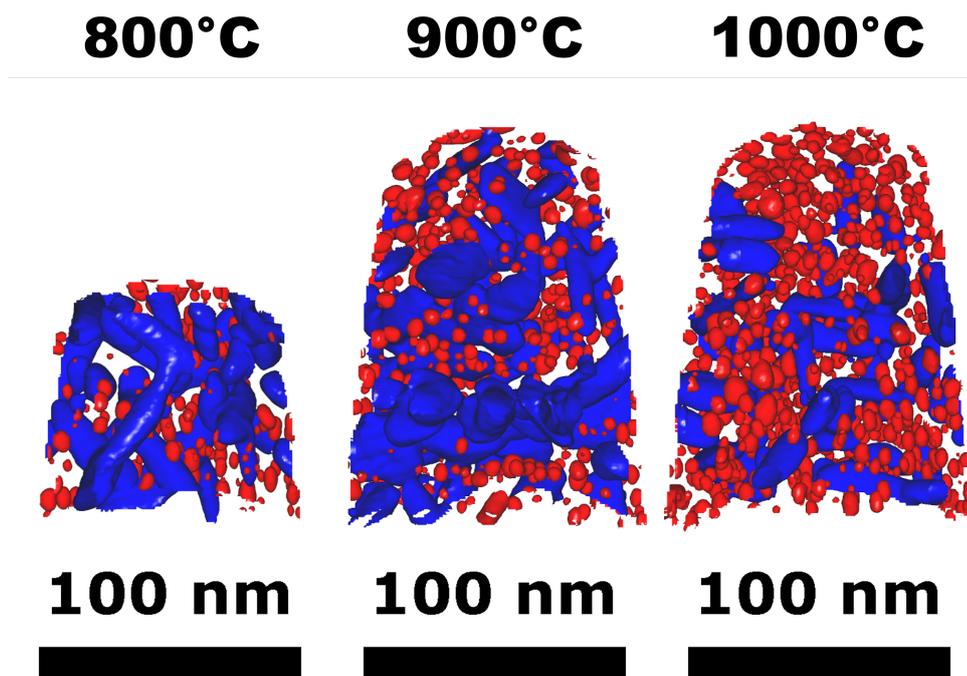
**Abbildung 4.4:** 30% Ni+Ti+Al Isosurfaces der NiAl-Ausscheidungen in Rot und der Ni<sub>3</sub>Ti Ausscheidungen in Blau in Modelllegierung 1.

**Tabelle 4.3:** Volumenfraktionen, Teilchendichten, mittlere Durchmesser und Längen der Ausscheidungen in der Modelllegierung 1.

		800°C	900°C	1000°C
NiAl	Volumenfraktion in %	1,8	1,3	2,8
	Durchmesser in $\mu\text{m}$	8,5	7,4	8,4
	Teilchendichte in $10^{23} \text{ m}^{-3}$	2,8	3,7	5,6
Ni <sub>3</sub> Ti	Volumenfraktion in %	17,4	13,2	12,0
	Durchmesser in $\mu\text{m}$	11,2	9,4	9,7
	Länge in $\mu\text{m}$	29,4	21,9	23,7
	Teilchendichte in $10^{23} \text{ m}^{-3}$	1,2	2,1	2,0

Die 30% Ni+Ti+Al Isosurfaces der Modelllegierung 2 sind in Abbildung 4.5 dargestellt. Sie repräsentieren wie bei Modelllegierung 1 die NiAl-Ausscheidungen in Rot und die Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen in Blau. Es zeigte sich, dass die Teilchendichte der nahezu sphärischen NiAl-Ausscheidungen mit steigender Lösungsglüh­temperatur zunahm, was auch durch die Werte in Tabelle 4.4 bestätigt wird. Bei 800°C war deutlich zu erkennen, dass mindestens zwei Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen zusammengewachsen waren.

Tabelle 4.4 zeigt, dass die mittleren Durchmesser der NiAl-Ausscheidungen bei allen Lösungsglüh­temperat­uren annähernd gleich blieben und die Volumenfraktionen zunah­men. Die Volumenfraktionen der Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen nahmen mit steigender Lösungsglüh­temperatur ab und die mittleren Durchmesser nahmen zu. Die mittlere Länge war bei 800°C kleiner als bei 900°C und 1000°C. In der Modelllegierung 2 waren die Volumenfraktionen und Teilchendichten der NiAl-Ausscheidungen höher und der Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen niedriger als in der Modell­legierung 1.



**Abbildung 4.5:** 30% Ni+Ti+Al Isosurfaces der NiAl-Ausscheidungen in Rot und der Ni<sub>3</sub>Ti Ausscheidungen in Blau in Modelllegierung 2.

**Tabelle 4.4:** Volumenfraktionen, Teilchendichten, mittlere Durchmesser und Längen der Ausscheidungen in der Modelllegierung 2.

		800°C	900°C	1000°C
NiAl	Volumenfraktion in %	5,4	6,8	7,4
	Durchmesser in $\mu\text{m}$	8,6	8,8	8,9
	Teilchendichte in $10^{23} \text{ m}^{-3}$	7,5	9,0	10,9
Ni <sub>3</sub> Ti	Volumenfraktion in %	8,2	6,8	5,4
	Durchmesser in $\mu\text{m}$	14,0	16,6	17,7
	Länge in $\mu\text{m}$	29,9	42,9	42,3
	Teilchendichte in $10^{23} \text{ m}^{-3}$	0,8	0,5	0,5

Die Näherungshistogramme (Proxigramme) der Ausscheidungen in der Modelllegierung 1 sind in Abbildung 4.6 dargestellt und wurden mit den in Abbildung 4.4 gezeigten Isosurfaces erstellt. Diese bestätigen die in Tabelle 4.1 angegebenen Zusammensetzungen der Matrix und der Ausscheidungen.

Bei den NiAl-Ausscheidungen war zu beobachten, dass die Fe-, Cr- und Al-Gehalte im Zentrum der Ausscheidung geringer waren und Al ein Maximum zwischen 1  $\mu\text{m}$  und 2  $\mu\text{m}$  von der Isosurface aufwies. Des Weiteren nahmen die Ni- und Ti-Gehalte zum Zentrum hin zu. Die Ti-Gehalte waren in den NiAl-Ausscheidungen im Zentrum höher als die Al-Gehalte.

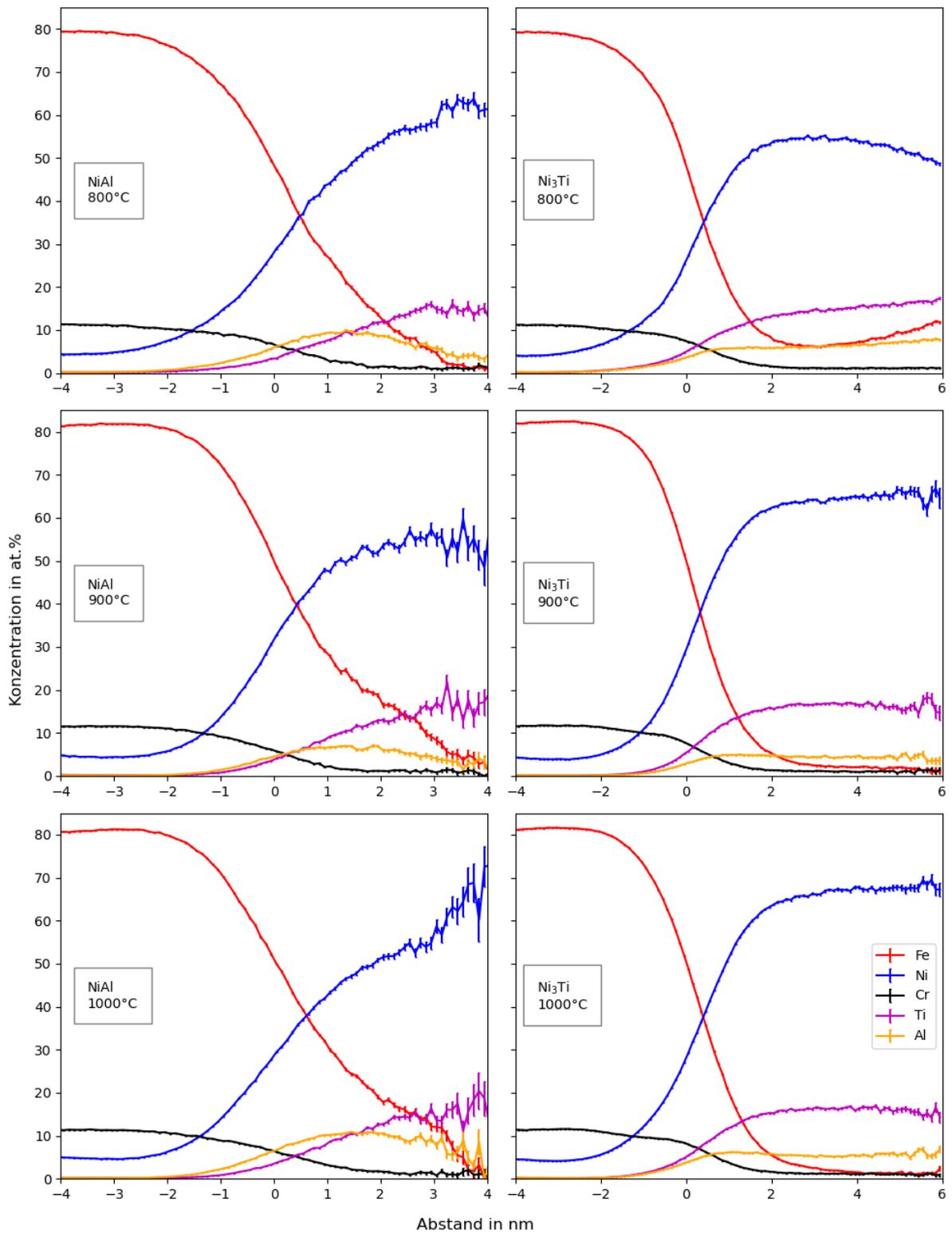
Die Proxigramme der Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen zeigen, dass die Konzentrationsänderungen über eine kürzere Distanz erfolgten und die Gehalte der Legierungselemente in den Ausscheidungen annähernd konstant waren. Bei 800°C nahm der Ni-Gehalt ab und der Fe-Gehalt im Zentrum der Ausscheidung zu.

Die Proxigramme der Ausscheidungen in der Modelllegierung 2 sind in Abbildung 4.7 zu sehen. Sie wurden mit den in Abbildung 4.5 gezeigten Isosurfaces erstellt und bestätigen die in Tabelle 4.2 angegebenen Zusammensetzungen der Matrix und der Ausscheidungen.

Bei den NiAl-Ausscheidungen war wie bei Modelllegierung 1 zu beobachten, dass die Fe-, Cr- und Al-Gehalte im Zentrum der Ausscheidung geringer waren und dass Al ein Maximum bei etwa 2  $\mu\text{m}$  von der Isosurface aufwies. Die Ni- und Ti-Gehalte nahmen zum Zentrum hin zu. Die Ti-Gehalte waren in den NiAl-Ausscheidungen im Zentrum höher als die Al-Gehalte.

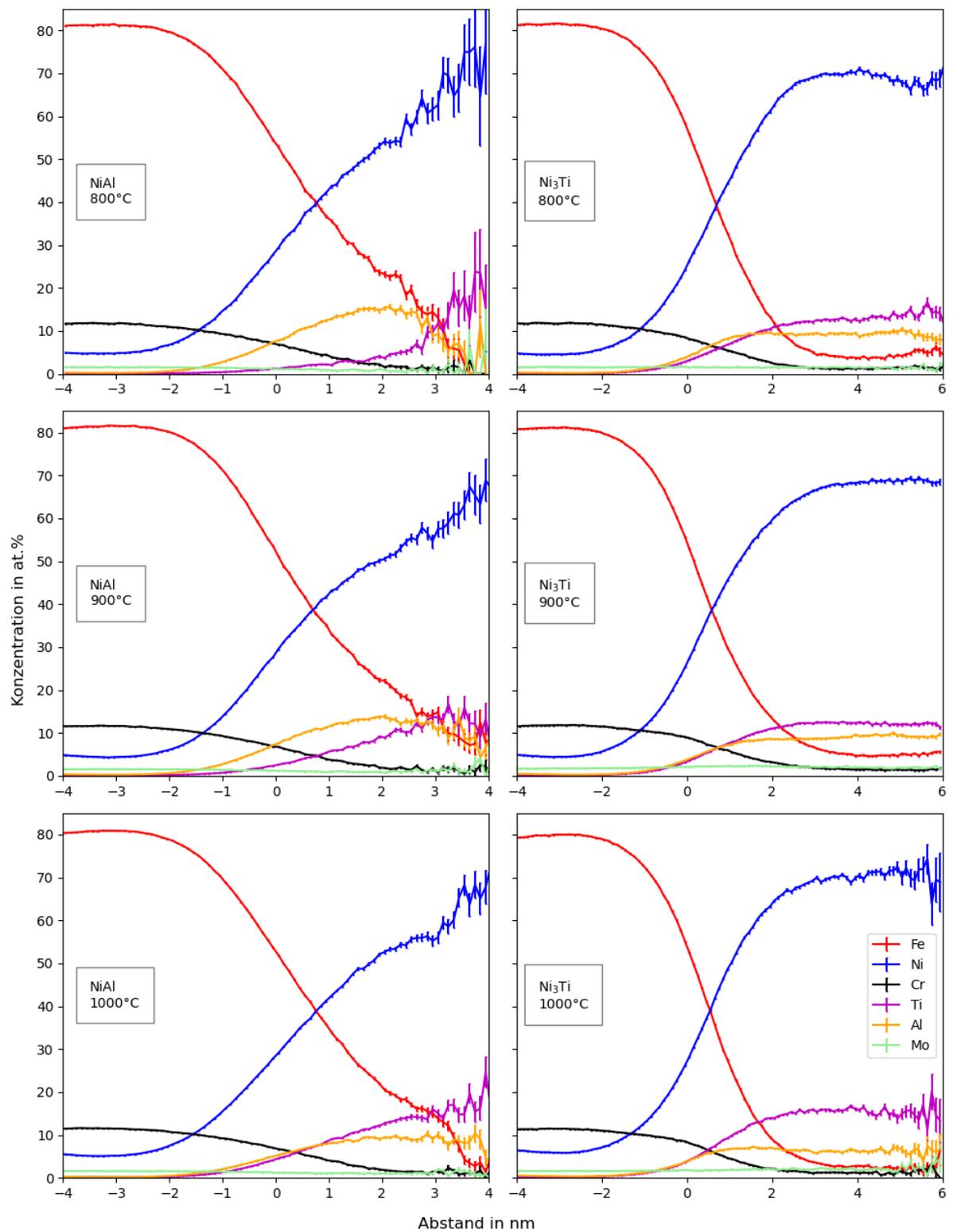
Die Proxigramme zeigen, dass die Gehalte der Legierungselemente in den Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen annähernd konstant waren. Der Al-Gehalt war in den Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen der Modelllegierung 2 höher als in denen der Modelllegierung 1.

## 4 Ergebnisse



**Abbildung 4.6:** Proxigramme der NiAl- und Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen von Modelllegierung 1 bei Lösungsglühtemperaturen von 800°C, 900°C und 1000°C.

## 4 Ergebnisse



**Abbildung 4.7:** Proxigramme der NiAl- und Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen von Modelllegierung 2 bei Lösungsglühtemperaturen von 800°C, 900°C und 1000°C.

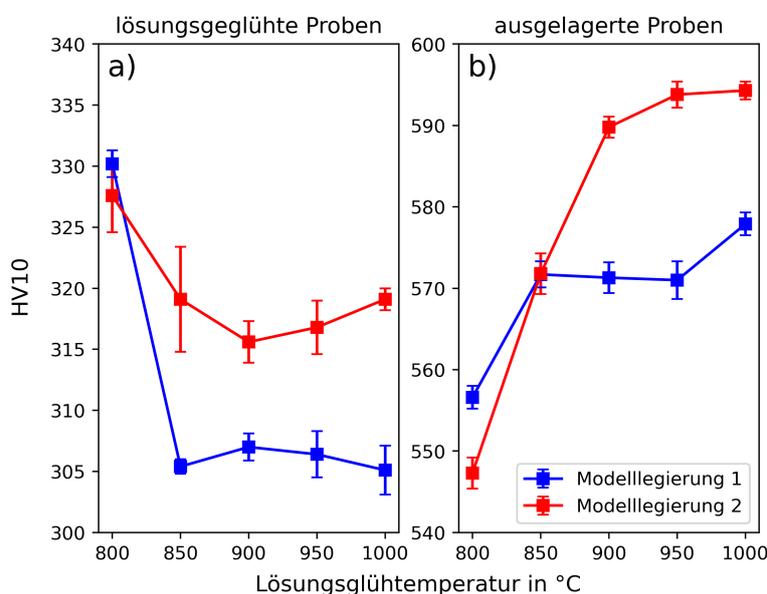
## 4.4 Härtemessung

Als Referenz für die berechnete Festigkeit wurden Härtemessungen nach Vickers durchgeführt. Die Messergebnisse sind in Abbildung 4.8 dargestellt.

Wie in Abbildung 4.8 a) gezeigt, betrug die gemessene Härte der Modelllegierung 1 im lösungsgeglühten Zustand 330 HV bei einer Lösungsglüh-temperatur von 800°C und blieb bei 850 - 1000°C auf einem annähernd konstanten Niveau zwischen 305 HV und 307 HV.

Die Modelllegierung 2 wies nach dem Lösungsglühen bei 800°C eine Härte von 328 HV auf, bei 850°C betrug die Härte 319 HV und ab 900°C stieg die Härte von 316 HV auf 317 HV bei 950°C weiter auf eine Härte von 319 HV an. Im ausgelagerten Zustand (Abbildung 4.8 b)) wies die bei 800°C lösungsgeglühte Probe der Modelllegierung 1 eine Härte von 557 HV auf. Bei Lösungsglüh-temperaturen von von 850°C bis 950°C zeigte sich ein Plateau bei 571 HV, wobei die Härte bei der Lösungsglüh-temperatur von 1000°C weiter auf 578 HV anstieg.

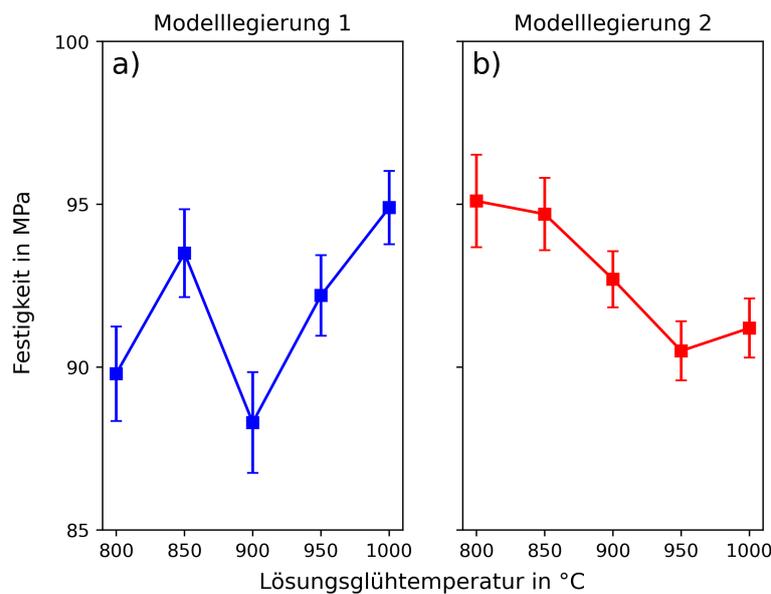
Für die ausgelagerten Zustände der Modelllegierung 2 stieg die Härte von 547 HV und 572 HV der bei 800°C und 850°C geglühten Proben auf eine Härte von 590 HV bei 900°C an. Bei 950°C und 1000°C wiesen die Proben eine Härte von 594 HV auf.



**Abbildung 4.8:** Härte in Abhängigkeit der Lösungsglüh-temperatur der beiden Modelllegierungen a) im lösungsgeglühten und b) im ausgelagerten Zustand.

## 4.5 Festigkeitsmodellierung

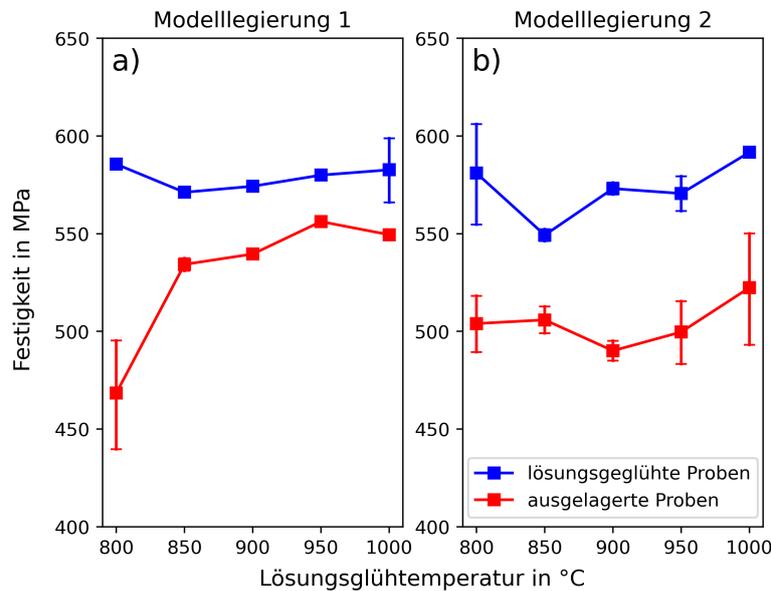
Der Festigkeitsanteil der Korngrenzen wurde mit der Hall-Petch-Gleichung (Gleichung 2.12) ermittelt und ist in den Abbildungen 4.9 a) und b) für die Modelllegierungen 1 und 2 dargestellt. Der Festigkeitsanteil variierte für beide Modelllegierungen im Bereich von 88 MPa bis 95 MPa.



**Abbildung 4.9:** Festigkeitsanteil der Korngrenzen in Abhängigkeit von der Lösungsglühtemperatur für a) Modelllegierung 1 und b) Modelllegierung 2.

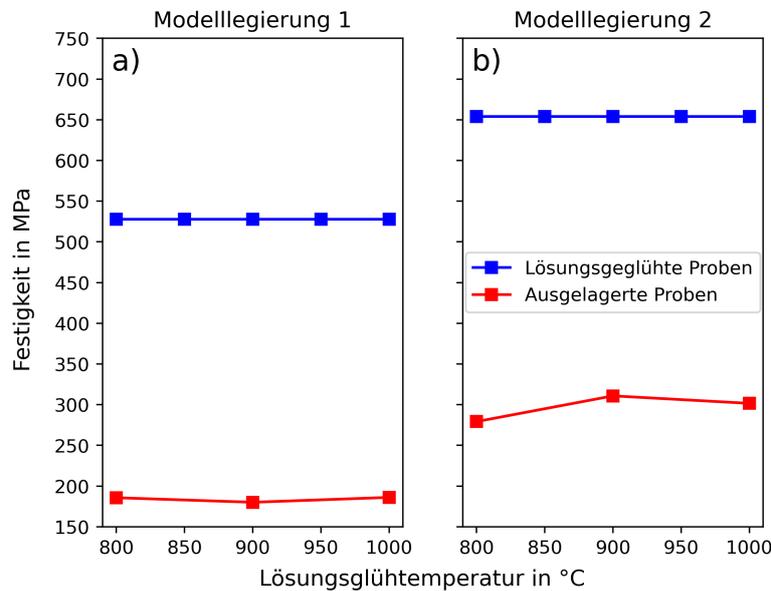
In weiterer Folge wurde der Festigkeitsanteil aufgrund der Versetzungsdichte mit der Taylor-Formel (Gleichung 2.6) berechnet. Es wurden jeweils die Mittelwerte der beiden Messergebnisse der Versetzungsdichte für die Berechnung herangezogen und die Messergebnisse als Fehlerbalken aufgetragen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4.10 dargestellt. Die Festigkeitsanteile lagen für die lösungsgeglühten Zustände der Modelllegierung 1 (Abbildung 4.10 a)) bei 586 MPa bei 800°C und stiegen von 571 MPa bei 850°C auf 583 MPa bei 1000°C an. Der ausgelagerte Zustand der Modelllegierung 1 wies bei 800°C eine Festigkeit von 468 MPa auf. Diese wuchs von 850°C bis 950°C von 534 MPa auf 556 MPa an und nahm bei 1000°C einen Wert von 550 MPa an.

Für die lösungsgeglühten Zustände der Modelllegierung 2 (Abbildung 4.10 b)) lag der Festigkeitsanteil zwischen 550 MPa und 590 MPa. Die ausgelagerten Zustände hatten Festigkeitsanteile von 505 MPa bei 800°C und 850°C. Von 900°C bis 1000°C stiegen die Anteile von 490 MPa auf 522 MPa an.



**Abbildung 4.10:** Festigkeitsanteil der Versetzungsdichte in Abhängigkeit von der Lösungsglühtemperatur für a) Modelllegierung 1 und b) Modelllegierung 2.

In Abbildung 4.11 sind die Anteile der Mischkristallverfestigung dargestellt. Diese wurden mit den in Tabelle 3.3 angegebenen Mischkristallverfestigungskonstanten unter Verwendung der Fleischer-Formel (Gleichung 2.7) berechnet. Für die lösungsgeglühten Zustände wurden die Zusammensetzungen in at.% aus Tabelle 3.1 verwendet, wodurch die Mischkristallverfestigung über die Lösungsglühtemperatur konstant war. Der Festigkeitsanteil war für Modelllegierung 1 mit 528 MPa niedriger als für Modelllegierung 2 mit 654 MPa. Im ausgelagerten Zustand hatte Modelllegierung 1 einen von der Lösungsglühtemperatur unabhängigen Festigkeitsanteil von 185 MPa, wie in Abbildung 4.11 a) gezeigt wird. Für die Modelllegierung 2 betrug der Festigkeitsanteil im ausgelagerten Zustand 280 MPa bei 800°C, 310 MPa bei 900°C und 300 MPa bei 1000°C, wie in Abbildung 4.11 b) dargestellt.

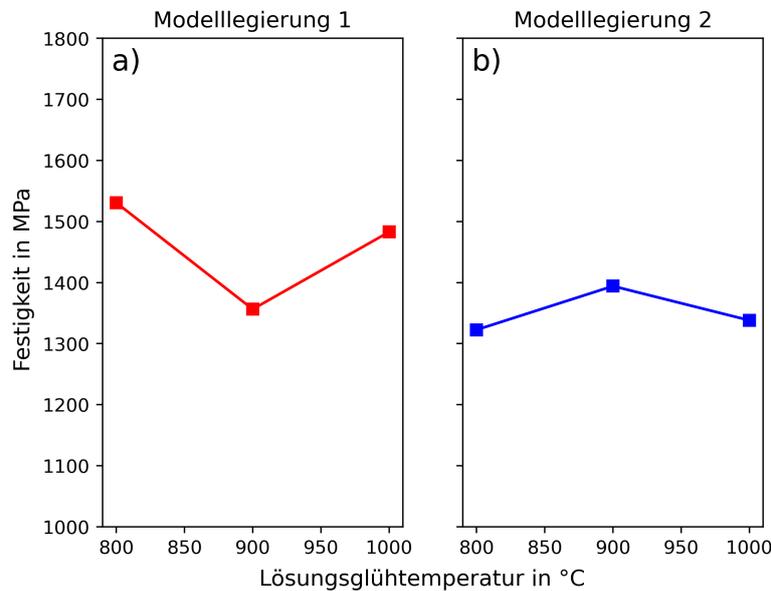


**Abbildung 4.11:** Mischkristallverfestigung der lösungsgeglühten und ausgelagerten Zustände in Abhängigkeit von der Lösungsglühtemperatur für a) Modelllegierung 1 und b) Modelllegierung 2.

Die Orowan-Spannungen der Ausscheidungen wurden mit der Gleichung 2.2 für die NiAl-Ausscheidungen und der Gleichung 2.4 für die Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen unter Verwendung der Werte aus Tabelle 4.3 für Modelllegierung 1 und aus Tabelle 4.4 für Modelllegierung 2 berechnet. Die Orowan-Spannungen der Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen waren für die Modelllegierung 1 höher als jene der NiAl-Ausscheidungen, wie in Tabelle 4.5 ersichtlich. Für die Modelllegierung 2 war das Gegenteil zu beobachten und ist ebenfalls in Tabelle 4.5 gezeigt. Mit der Gleichung 2.5 wurde schließlich der Festigkeitsanteil der Ausscheidungen berechnet, welcher in Abbildung 4.12 für die beiden Modelllegierungen dargestellt ist. Der Festigkeitsanteil der Ausscheidungen betrug für Modelllegierung 1 zwischen 1350 MPa und 1530 MPa. Für Modelllegierung 2 lag dieser zwischen 1320 MPa und 1400 MPa.

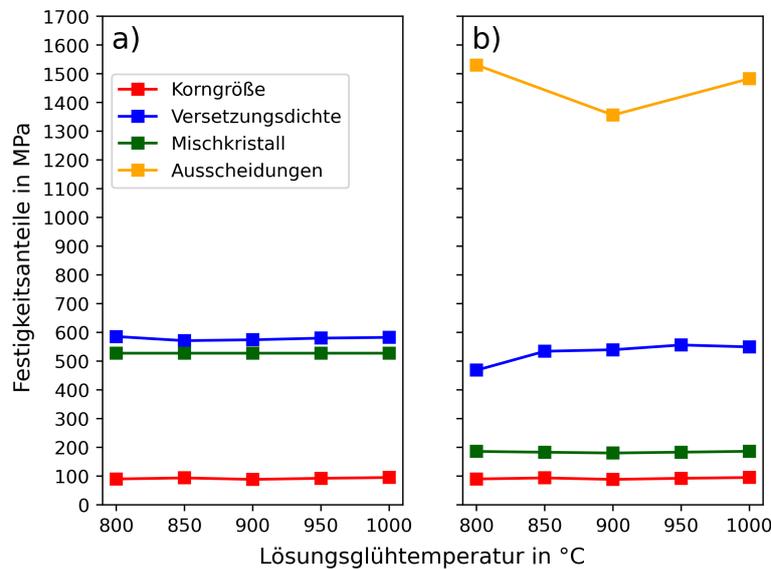
**Tabelle 4.5:** Orowan-Spannungen  $\Delta\tau_o$  (in MPa) der NiAl- und Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen.

	[MPa]	800 °C	900 °C	1000 °C
<b>Modelllegierung 1</b>	<b>NiAl</b>	177,9	166,1	224,0
	<b>Ni<sub>3</sub>Ti</b>	387,0	335,6	328,9
<b>Modelllegierung 2</b>	<b>NiAl</b>	306,5	338,8	353,5
	<b>Ni<sub>3</sub>Ti</b>	185,3	177,8	137,4



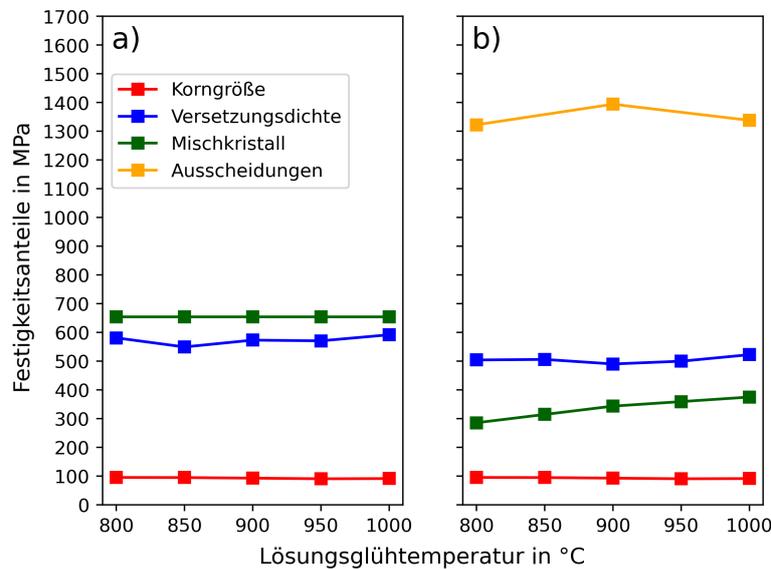
**Abbildung 4.12:** Festigkeitsanteil der Ausscheidungen in Abhängigkeit von der Lösungsglühtemperatur für a) Modelllegierung 1 und b) Modelllegierung 2.

Die zuvor bereits gezeigten Festigkeitsanteile der Feinkorn-, Versetzungs-, Mischkristall- und Ausscheidungshärtung sind in Abbildung 4.13 für Modelllegierung 1 dargestellt. Die Feinkornhärtung hatte mit weniger als 100 MPa im lösungsgeglühten und ausgelagerten Zustand den geringsten Anteil an der Festigkeit. Die Versetzungshärtung und die Mischkristallhärtung hatten im lösungsgeglühten Zustand mit 580 MPa und 530 MPa einen ähnlich großen Anteil an der Festigkeit, wie Abbildung 4.13 a) zeigt. Im ausgelagerten Zustand war die Versetzungshärtung nur geringfügig niedriger als im lösungsgeglühten Zustand. Die Mischkristallhärtung war im ausgelagerten Zustand mit 180 MPa deutlich geringer als im lösungsgeglühten Zustand. Abbildung 4.13 b) zeigt, dass die Ausscheidungshärtung den größten Anteil an der Festigkeit im ausgelagerten Zustand hatte.



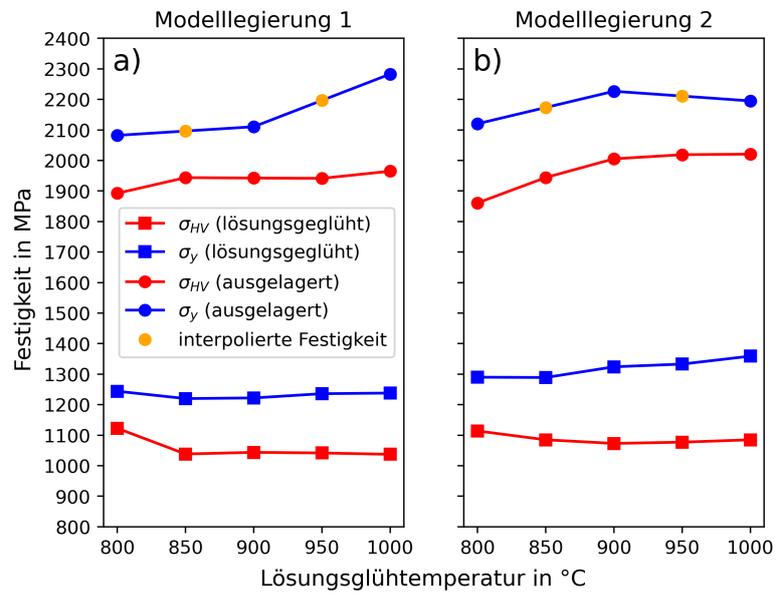
**Abbildung 4.13:** Festigkeitsanteile der Korngröße, Versetzungsdichte, Ausscheidungen und Mischkristallhärtung in Abhängigkeit von der Lösungsglühtemperatur im a) lösungsgeglühten und b) ausgelagerten Zustand von Modelllegierung 1.

Die Festigkeitsanteile der Modelllegierung 2 sind in Abbildung 4.14 dargestellt und waren ähnlich aufgeteilt wie bei der Modelllegierung 1. Die Feinkornhärtung trug sowohl im lösungsgeglühten als auch im ausgelagerten Zustand weniger als 100 MPa zur Festigkeit bei. Die Versetzungshärtung nahm im lösungsgeglühten Zustand Werte um 580 MPa und im ausgelagerten Zustand Werte um 510 MPa an. Der Anteil der Mischkristallhärtung war im ausgelagerten Zustand wesentlich niedriger als im lösungsgeglühten Zustand. Den größten Anteil besaß wiederum die Ausscheidungshärtung.



**Abbildung 4.14:** Festigkeitsanteile der Korngröße, Versetzungsdichte, Ausscheidungen und Mischkristallhärtung in Abhängigkeit von der Lösungsglühtemperatur im a) lösungsgeglühten und b) ausgelagerten Zustand von Modelllegierung 2.

Die Härtemessung diente als Referenz für die aus den Festigkeitsanteilen berechnete Festigkeit. Die berechnete Festigkeit ( $\sigma_y$ ) wurde nach der Berechnungsmethode aus Abschnitt 2.6 ermittelt. Die gemessenen HV10-Werte wurden mit der Gleichung 3.1 in Festigkeiten ( $\sigma_{HV}$ ) umgerechnet und sind in Abbildung 4.15 zusammen mit den berechneten Festigkeiten zu sehen. Die berechneten Festigkeiten waren im Mittel um etwa 220 MPa höher als die Festigkeiten aus der Härte für die jeweiligen Zustände, wobei die Kurvenverläufe jedoch übereinstimmten.



**Abbildung 4.15:** Vergleich der aus den Festigkeitsanteilen berechneten Festigkeiten  $\sigma_y$  und der aus der Härte errechneten Festigkeiten  $\sigma_{HV}$  für den lösungsgeglühten und den ausgelagerten Zustand der a) Modelllegierung 1 und b) Modelllegierung 2.

## 5 Diskussion

In dieser Arbeit wurde der Einfluss der Lösungsglüh­temperatur auf die Mikrostruktur untersucht und eine Festigkeitsmodellierung anhand der erhaltenen Mikrostruktur durchgeführt. Die Charakterisierung der Mikrostruktur erfolgte durch EBDS, XRD und APT. Die Ergebnisse der Untersuchungen werden in diesem Kapitel diskutiert und mit der Literatur anderer Autoren verglichen.

Zur Bestimmung der durchschnittlichen Blockgrößen der verschiedenen Zustände wurden EBSD Messungen durchgeführt. Die resultierende inverse Polfigur des bei 800°C lösungsgeglühten Zustandes der Modelllegierung 1 zeigt eine Martensitstruktur, welche geordneter erscheint, als die der anderen Zustände, wie in Abbildung 4.1 dargestellt. Bei Modelllegierung 2 (Abbildung 4.2) ist dies ebenfalls bei 800°C und auch noch bei 850°C zu beobachten. Eine ähnliche Entwicklung der Martensitstruktur wurde von Li et al. [8] nach dem Lösungsglühen eines 19Ni3Mo1,5Ti bei 820°C für eine Stunde beobachtet. Hou et al. [6, 46] berichteten, dass die Martensitstruktur des untersuchten X00CrNiCoMo9-9-5-3 korrosionsbeständigen Stahls mit Erhöhung der Lösungsglüh­temperatur stark vergrößert. Die in dieser Arbeit gemessene Blockgröße zeigt jedoch keine Abhängigkeit von der Lösungsglüh­temperatur. Galindo-Nava et al. [30] haben ein festes Verhältnis der Blockgröße zur ehemaligen Austenitkorngröße mit  $d_{\text{Block}} = 0,067 \cdot D_{\gamma}$  hergeleitet, was für diese Untersuchung auf eine ehemalige Austenitkorngröße von in etwa 160 µm schließen lässt. H. Rack [31] zeigte für Co-legierte Maraging-Stähle, dass die ehemalige Austenitkorngröße nach einer einstündigen Lösungsglü­hung bei 813°C vom einstelligen µm-Bereich auf 10 µm bis 30 µm anwächst. Auch die Untersuchungen von Hou et al. [6, 46] wurden an Mikrostrukturen mit deutlich kleineren Ausgangskorngrößen durchgeführt. Es ist davon auszu­gehen, dass diese grobe Korngröße bei den untersuchten Legierungen unempfindlich gegenüber Kornwachstum ist, da die Änderung des Korndurchmessers umgekehrt proportional zum Korndurchmesser ist [12]. Aufgrund der groben Blockgröße ist der Anteil der Feinkornhärtung in beiden Modelllegierungen mit weniger als 100 MPa geringer als die anderen Anteile und stimmt mit den Ergebnissen von Zeisl et al. [35] überein.

Yang et al. [7] berichteten von einer Abhängigkeit der Festigkeit von der ehemaligen Austenitkorngröße im ausgelagerten Zustand. Die Festigkeit nahm von 2100 MPa bei einer Lösungsglüh­temperatur von 800°C auf 2050 MPa bei 1000°C ab. Erst bei Lösungsglüh­temperaturen von 1200°C nahm die Festigkeit auf etwa 1900 MPa ab, wobei hier eine ehemalige Austenitkorngröße von etwa 450 µm festgestellt wurde. Im lösungsgeglühten Zustand wird die Festigkeit als von der ehemaligen Austenitkorngröße unabhängig beschrieben.

Es ist davon auszugehen, dass eine kleinere ehemalige Austenitkorngröße einen Einfluss auf die Festigkeit hätte, dieser jedoch bei den angewendeten Lösungsglühtemperaturen gering wäre.

XRD wurde durchgeführt, um den Austenitgehalt und die Versetzungsdichte der Zustände zu erhalten. Die Ergebnisse zeigen für Modelllegierung 1 einen geringen Austenitgehalt im lösungsgeglühten Zustand. Im ausgelagerten Zustand sind die Austenitgehalte um 2 bis 3 vol.% höher. Dies wurde in früheren Untersuchungen ebenfalls festgestellt [14].

Modelllegierung 2 zeigt im lösungsgeglühten Zustand eine Abnahme des Austenitgehaltes mit steigender Lösungsglühtemperatur. Durch die höhere Lösungsglühtemperatur werden die Legierungselemente vermutlich gleichmäßiger im Austenit verteilt und die angereicherten Bereiche reduziert. Der Restaustenitgehalt ist umgekehrt proportional zur Martensit-Start-Temperatur [23], welche mit Gleichung 2.1 abgeschätzt werden kann. Diese sinkt mit zunehmendem Legierungsgehalt an Mo und vor allem Ni als starkem Austenitstabilisator [11]. Dadurch und durch die Verringerung der angereicherten Bereiche ist der Restaustenitgehalt bei höherer Lösungsglühtemperatur geringer. Im ausgelagerten Zustand liegt der Austenitgehalt für alle Lösungsglühtemperaturen im Bereich von 5% bis 6%. Bei 800°C und 850°C ist er niedriger als im lösungsgeglühten Zustand. Dies kann jedoch auf die hohe Messunsicherheit zurückzuführen sein.

Der Austenitgehalt beeinflusst die mechanischen Eigenschaften durch eine Verminderung der Festigkeit und gleichzeitiger Erhöhung der Zähigkeit durch den TRIP-Effekt [26]. Der Einfluss auf die Festigkeit ist durch eine lineare Mischungsregel (Gleichung 2.13) gegeben, wodurch die berechnete Festigkeit mit steigendem Austenitgehalt abnimmt. Bei der Lösungsglühtemperatur von 800°C weist der ausgelagerte Zustand der Modelllegierung 1 mit einem Austenitgehalt von über 11% die größte Zunahme und auch die größte Abnahme der Versetzungsdichte mit  $0,1 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$  auf. Die Versetzungsdichte ist im lösungsgeglühten Zustand mit etwa  $1,5 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$  hoch und im ausgelagerten Zustand mit  $1,1 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$  bis  $1,4 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$  niedriger. Zeisl et al. [35] berichteten eine Versetzungsdichte von weniger als  $1 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$  im ausgelagerten Zustand für ähnliche Legierungen und Wärmebehandlungen. Zhang et al. [29] berichten eine Abnahme der Versetzungsdichte und eine Zunahme des Austenitgehaltes mit steigender Auslagerungstemperatur. Der Anteil der Versetzungshärtung ist im lösungsgeglühten Zustand am größten. Die Versetzungshärtung nimmt während des Auslagerns ab.

APT zeigte, dass die Matrixzusammensetzung im ausgelagerten Zustand bei beiden Modelllegierungen unabhängig von der Lösungsglühtemperatur ist, wie in den Tabellen 4.1 und 4.2 zu sehen ist. Dies und die geringen Gehalte an Ti und Al deuten darauf hin, dass bei einer Auslagerungstemperatur von 510°C der Großteil der ausscheidungsbildenden Legierungselemente bereits vor 16 Stunden in die Ausscheidungen gegangen ist und die Ausscheidungen sich bereits im Vergrößerungsprozess befinden. Zeisl et al. [44] haben einen Maraging-Stahl mit der Modell-

Legierung 2 ähnlicher Zusammensetzung bei 510°C ausgelagert und bereits nach 4 Stunden ein Härtemaximum erreicht, wobei die Abnahme der Härte mit längeren Auslagerungszeiten gering war. Schober et al. [47] berichteten für eine Legierung vergleichbarer Zusammensetzung ein Härtemaximum und eine ähnliche Matrixzusammensetzung nach 3 Stunden bei einer Auslagerungstemperatur von 525°C. Die Lösungsglühtemperatur scheint bei langen Auslagerungszeiten keinen Einfluss auf die Matrixzusammensetzung und dadurch auf die Mischkristallhärtung zu haben. Durch die geringeren Gehalte der ausscheidungsbildenden Legierungselemente in der Matrix im ausgelagerten Zustand ist die Mischkristallhärtung geringer als im lösungsgeglühten Zustand.

Auch die Zusammensetzung der Ausscheidungen wurde ausgewertet und ist in den Tabellen 4.1 und 4.2 aufgelistet. Des Weiteren wurden Proxigramme der Ausscheidungen erstellt. Der höhere Fe-Gehalt in den NiAl-Ausscheidungen im Vergleich zu den Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen kann durch den Größeneinfluss der Ausscheidungen auf die Auswertung erklärt werden. Da die NiAl-Ausscheidungen kleiner sind als die Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen, hat der Übergangsbereich von der Matrix zur Ausscheidung einen größeren Volumenanteil. In diesem Übergangsbereich ist der Fe-Anteil höher als im Zentrum. Zusätzlich ist in den Abbildungen 4.6 und 4.7 der Proxigramme zu erkennen, dass die Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen einen schärferen Übergangsbereich als die NiAl-Ausscheidungen besitzen und somit der Einfluss noch geringer ist.

Die NiAl-Ausscheidungen zeigen für beide Modelllegierungen einen geringeren Al-Gehalt im Zentrum als im äußeren Bereich der Ausscheidung und einen Anstieg des Ti-Gehaltes zum Zentrum hin. Die hohe Aktivität von Ti [13] scheint auch im Anfangsstadium der Bildung von NiAl eine größere Rolle zu spielen. Leitner et al. [48] untersuchten die Entwicklung der Ausscheidungen in einem PH 13-8 Maraging-Stahl und fanden ebenfalls Ti im Zentrum der NiAl-Ausscheidungen.

Die Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen weisen einen Al-Gehalt von über 8 at.% auf. Dieses Ergebnis stimmt mit früheren Untersuchungen überein [13, 44]. In Abbildung 4.4 sind die 30% Ni+Ti+Al Isosurfaces der Ausscheidungen in Modelllegierung 1 dargestellt, wobei bei 900°C eine deutliche Orientierung der stäbchenförmigen Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen zu erkennen ist. In der Literatur wird von einer heterogenen Keimbildung der Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen an Versetzungen und einem Wachstum entlang der Versetzungen berichtet [4]. Die Versetzungen, bei denen es sich überwiegend um Schraubenversetzungen handelt, orientieren sich bevorzugt entlang der <111>-Richtungen [49]. Aufgrund der annähernd konstanten Versetzungsdichte von  $1,5 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$  im lösungsgeglühten Zustand hat diese keinen Einfluss auf die Teilchendichte und Volumenfraktion der Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen.

Mit APT wurden auch die Volumenfraktionen und die Teilchendichten der Ausscheidungen bestimmt und sind in Tabelle 4.3 für die Modelllegierung 1 und in Tabelle 4.4 für die Modelllegierung 2 gezeigt. Die Volumenfraktionen und die Teilchendichten der NiAl-Ausscheidungen nehmen für beide Modelllegierungen mit steigender Lösungsglüh-temperatur zu. Aufgrund der höheren Konzentration der eingefrorenen Leerstellen nach dem Lösungsglüh- bei höheren Temperaturen [50] ist die Volumendiffusion höher [12]. Die homogene Keimbildung der NiAl-Ausscheidungen [51] und die gleichmäßigere Verteilung der Legierungselemente bei höheren Lösungsglüh-temperaturen könnten zu einer Erhöhung der Teilchendichte der NiAl-Ausscheidungen führen. Da die Ausscheidung der NiAl-Phase unmittelbar nach Erreichen der Auslagerungstemperatur beginnt [19], werden mehr NiAl- als Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen ausgeschieden, was auch die Abnahme der Volumenanteile der Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen mit steigender Lösungsglüh-temperatur erklären würde. Dieser entgegengesetzte Verlauf führt dazu, dass die Lösungsglüh-temperatur nahezu keinen Einfluss auf die Ausscheidungshärtung hat.

Die Volumenfraktionen der NiAl-Ausscheidungen sind in Modelllegierung 1 generell geringer und die der Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen höher als in Modelllegierung 2. Dies ist auf die geringeren Al- und höheren Ti-Gehalte in Modelllegierung 1 zurückzuführen, da die Legierungsgehalte die Volumenfraktionen der jeweiligen Ausscheidungen direkt beeinflussen [14]. Dadurch sind auch die in Tabelle 4.5 aufgelisteten Orowan-Spannungen den Volumenfraktionen der Ausscheidungen entsprechend.

Die Härtemessung wurde als Referenz zur modellierten Festigkeit durchgeführt. Die Ergebnisse der Härtemessung zeigen für beide Modelllegierungen einen deutlichen Anstieg der Härte durch das Auslagern. Dies ist für diese Modelllegierungen zu erwarten und wurde durch Zeisl et al. [14] für das Lösungsglüh- bei 850°C für 90 Minuten und das Auslagern bei 510°C für 16 Stunden untersucht. Die Modelllegierung 1 hat die gleiche Zusammensetzung wie Legierung #5 und die Modelllegierung 2 eine ähnliche Zusammensetzung wie Legierung #6 mit Variationen in den Al- und Ti-Gehalten. Die Härtewerte wurden mit Gleichung 3.1 in Festigkeiten umgerechnet. Der Faktor 3,4 wurde hier gewählt, um eine möglichst gute Übereinstimmung mit den durch Zeisl et al. [14] gemessenen Festigkeiten für Modelllegierung 1 von in etwa 1050 MPa im lösungsgeglüh-ten Zustand und 1950 MPa im ausgelagerten Zustand zu erhalten. Für die Modelllegierung 2 stimmen die Festigkeiten im lösungsgeglüh-ten Zustand überein, weichen aber im ausgelagerten Zustand mit 1640 MPa deutlich von den berechneten 2000 MPa ab. Die Härte ändert sich in Abhängigkeit von der Lösungsglüh-temperatur für beide Modelllegierungen im lösungsgeglüh-ten Zustand kaum. Dies kann darauf zurückgeführt werden, dass sich weder die Blockgröße, noch die Versetzungsdichte und die Mischkristallhärtung wesentlich ändern. Lediglich der bei 800°C lösungsgeglüh-te Zustand der Modelllegierung 1 weist einen höheren Härtewert auf. Eine mögliche Erklärung dafür ist, dass das Lösungsglüh- bei 800°C

für 90 Minuten bei der Modelllegierung 1 nicht ausreicht, um alle Zweitphasen im Austenit in Lösung zu bringen und die Zweitphasen somit zur Härte beitragen. Eine andere Möglichkeit ist, dass das Lösungsglühen bei 800°C im Zweiphasengebiet (Ferrit+Austenit) stattfand. Dadurch wurde ein Teil des Martensits nicht umgewandelt, wodurch sich im Martensit während des Lösungsglühens Ausscheidungen bilden konnten, die die höhere Härte erklären würden. Im ausgelagerten Zustand sind die Härtewerte für die Modelllegierung 1 annähernd konstant und steigen für die Modelllegierung 2 mit zunehmender Lösungsglühtemperatur an.

Unter Anwendung des theoretischen Ansatzes aus Abschnitt 2.5 wurde die Festigkeit der Modelllegierungen in Abhängigkeit von der Lösungsglühtemperatur anhand der Mikrostruktur berechnet. Dabei wurden die Anteile der Blockgröße des Martensits, der Versetzungsdichte, der Mischkristallhärtung, der Ausscheidungen und des Austenitgehalts berücksichtigt, wie in Abbildung 4.13 für die Modelllegierung 1 und in Abbildung 4.14 für die Modelllegierung 2 dargestellt. Die Festigkeit der Matrix ist im ausgelagerten Zustand geringer als im lösungsgeglühten Zustand, da sowohl die Versetzungshärtung als auch die Mischkristallhärtung kleiner sind. Die Ausscheidungshärtung hat im ausgelagerten Zustand den größten Festigkeitsanteil, wie bereits mehrfach in der Literatur beschrieben [4, 5, 35]. Die unter Berücksichtigung des Austenitgehalts berechneten Festigkeiten (Abbildung 4.15) zeigen eine Übereinstimmung des Verlaufs in Abhängigkeit von der Lösungsglühtemperatur mit den durch die Härte bestimmten Festigkeiten. Da sowohl im lösungsgeglühten als auch im ausgelagerten Zustand die Festigkeiten überschätzt werden, ist bei den Anteilen davon auszugehen, dass die Ergebnisse der Versetzungs-, Mischkristall- und Ausscheidungshärtung zu hoch sind. Bei der Versetzungshärtung sind mögliche Einflussfaktoren die hohe Versetzungsdichte und der Taylor-Faktor von  $M=3$  [34], der in Literatur derselben Autoren auch mit  $M=2,5$  berichtet wurde [32]. Die berechneten Mischkristallverfestigungskonstante für Al (Tabelle 3.3) weist nach Ti den zweithöchsten Wert auf. Galindo-Nava et al. [32] geben für Al eine niedrige Konstante an. Die Ausscheidungshärtung wird durch den verwendeten Mechanismus beeinflusst. In dieser Arbeit wurde angenommen, dass alle Ausscheidungen durch den Orowan-Mechanismus umgangen werden. Nach Schnitzer et al. [37] kann die Ausscheidungshärtung von Maraging-Stählen nicht angemessen durch die klassischen Modelle des Schneidens und Umgehens beschrieben werden und berichten von einer Verbesserung der Genauigkeit durch Aufspaltung der Ausscheidungsgrößenverteilung und Verwendung mehrerer Modelle.

Li et al. [8] untersuchten den Einfluss der Lösungsglühtemperatur auf die Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften eines Co-freien 19Ni3Mo1,5Ti Maraging-Stahls und kamen zu dem Ergebnis, dass die mechanischen Eigenschaften nach dem Lösungsglühen bei 820 °C für eine Stunde und dem Auslagern bei 480°C für drei Stunden durch die höchste Teilchendichte ( $2,3 \cdot 10^{24} \text{ m}^{-3}$ ) an kohärenten Ni<sub>3</sub>Ti- und Ni(Mo,Fe)-Ausscheidungen am besten sind.

Bei diesen Parametern beträgt der mittlere Durchmesser der Ausscheidungen 2-3 nm und die Ausscheidungen weisen die geringste Gitterfehlpassung zur Matrix auf, wodurch die Wechselwirkung mit Versetzungen durch Schneiden erfolgt.

Der Einfluss der Lösungsglühtemperatur auf die Teilchendichte der Ausscheidungen ist in dieser Arbeit auch zu beobachten. Da jedoch die Teilchendichte der  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ -Ausscheidungen wesentlich geringer und die Volumenfraktion durch die Größe der Ausscheidungen höher als die der  $\text{NiAl}$ -Ausscheidungen ist, ist die Teilchendichte der  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ -Ausscheidungen nicht aussagekräftig. Zusätzlich führte die Variation der Lösungsglühtemperatur zu keiner wesentlichen Veränderung der Härte, wodurch keine optimale Temperatur angegeben werden kann. Bei der Modelllegierung 2 wird ab einer Lösungsglühtemperatur von  $900^\circ\text{C}$  keine Veränderung der Härte beobachtet, wie in Abbildung 4.15 b) dargestellt ist. Beide Modelllegierungen sind im Bezug auf die Festigkeit robust gegen eine Variation der Lösungsglühtemperatur.

Aufgrund der Vielzahl von Legierungskombinationen und der komplexen Entwicklung der Mikrostruktur in Abhängigkeit von der Wärmebehandlung ist es schwierig, die optimalen Parameter zu bestimmen oder eine einheitliche Methode zur Bestimmung dieser Parameter zu finden. Jede Variation der Legierungselemente kann die Mikrostruktur hinsichtlich der martensitischen Matrix, der Ausscheidungen und des Austenitgehalts verändern und erfordert separate Untersuchungen.

## 6 Zusammenfassung

Das Ziel dieser Arbeit war die Charakterisierung der Mikrostruktur von zwei Fe-12Ni Maraging-Stählen in Abhängigkeit von der Lösungsglühtemperatur (800°C bis 1000°C) und in weiterer Folge eine Festigkeitsmodellierung auf Basis der Mikrostruktur-Charakterisierung. Die Proben wurden bei den verschiedenen Lösungsglühtemperaturen für 90 Minuten geglüht und nach dem Abschrecken einer Tiefkühlbehandlung unterzogen, um den Austenitgehalt zu minimieren. Im Anschluss erfolgte das Auslagern bei 510°C für 16 Stunden. Die Mikrostruktur wurde im lösungsgeglühten und im ausgelagerten Zustand untersucht. Zur Charakterisierung der Mikrostruktur wurden EBSD zur Bestimmung der Martensitblockgröße, XRD zur Bestimmung des Austenitgehaltes und der Versetzungsdichte, APT zur Charakterisierung der Ausscheidungen und der chemischen Zusammensetzung der Phasen sowie eine Härtemessung als Referenz für die Festigkeitsmodellierung durchgeführt.

Die EBSD Untersuchungen zeigten, dass es keinen Einfluss der Lösungsglühtemperatur auf die Blockgröße gibt, was vermutlich an der groben Ausgangskorngröße liegt. Eine Änderung der Martensitstruktur konnte bei Lösungsglühtemperaturen von 800°C bis 850 °C beobachtet werden. Die Festigkeitszunahme durch die Blockgröße ist für den lösungsgeglühten und den ausgelagerten Zustand mit weniger als 100 MPa im Vergleich zu den anderen Festigkeitsanteilen gering.

Die Austenitgehalte sind für die Modelllegierung 1 (ohne Mo) im lösungsgeglühten Zustand niedrig und steigen nach dem Auslagern an. Bei der Modelllegierung 2 (2 m.% Mo) sinkt der Austenitgehalt im lösungsgeglühten Zustand mit steigender Lösungsglühtemperatur. Dieses Verhalten kann auf die ungleichmäßigere Verteilung der Legierungselemente bei tieferen Temperaturen und die daraus entstehenden lokal günstigeren Bereiche für die Austenitbildung zurückgeführt werden. Die Versetzungsdichte ist im lösungsgeglühten Zustand mit  $1,5 \cdot 10^{15} \text{ 1/m}^2$  relativ hoch. Nach der Auslagerung nimmt die Versetzungsdichte ab. Diese Änderung scheint umgekehrt proportional zur Änderung des Austenitgehaltes zu sein. Es sind jedoch weitere Untersuchungen erforderlich, um einen Zusammenhang zu bestätigen.

Aus den APT Untersuchungen konnten die Matrixzusammensetzung im ausgelagerten Zustand sowie die Größe, Form und Verteilung der NiAl- und Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen abgeleitet werden. Die Matrixzusammensetzung ändert sich bei beiden Stählen in Abhängigkeit von der Lösungsglühtemperatur kaum. Die Matrix weist im ausgelagerten Zustand geringe Gehalte an Al und Ti auf. Dies deutet darauf hin, dass ein Großteil der ausscheidungsbildenden Legierungselemente ausgeschieden ist und die Ausscheidungen bereits vergrößern. Der Fe-Gehalt in den

NiAl-Ausscheidungen ist durch den Größeneinfluss und den definierten Übergangsbereich der Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen höher. Im Zentrum der NiAl-Ausscheidungen nimmt der Ti-Gehalt zu und der Al-Gehalt ab. Die Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen weisen eine Orientierung auf, die durch die heterogene Keimbildung an und das Wachstum entlang der Versetzungen erklärt werden kann, die bevorzugt eine Orientierung in  $\langle 111 \rangle$ -Richtungen aufweisen. Die Variation der Al- und Ti-Gehalte der beiden Legierungen hat einen direkten Einfluss auf die Volumenfraktionen der NiAl- und Ni<sub>3</sub>Ti-Ausscheidungen. Die Zunahme der Teilchendichten und der Volumenfraktionen der NiAl-Ausscheidungen mit steigender Lösungsglühtemperatur kann durch die höhere Leerstellenkonzentration und damit höhere Volumendiffusion in Verbindung mit der gleichmäßigeren Verteilung der Legierungselemente erklärt werden.

Die Härte ändert sich in Abhängigkeit von der Lösungsglühtemperatur sowohl im lösungsgeglühten als auch im ausgelagerten Zustand kaum.

Auf Basis der in dieser Arbeit gewonnenen Erkenntnisse lassen sich folgende Hauptaussagen tätigen:

- Im lösungsgeglühten Zustand setzt sich die Festigkeit hauptsächlich aus den Anteilen der Versetzungshärtung und der Mischkristallhärtung zusammen.
- Die Ausscheidungshärtung hat den größten Anteil an der Festigkeit im ausgelagerten Zustand.
- Die Modellierung der Festigkeitsanteile liefert gute Werte und die Trends stimmen mit den gemessenen Härtewerten zusammen.
- Die beiden untersuchten Fe-12Ni Maraging-Stähle sind in Bezug auf die Festigkeit robust gegen eine Variation der Lösungsglühtemperatur.

# Literaturverzeichnis

- [1] A. Mouritz, Introduction to aerospace materials, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, UK, 2012, 244–246.
- [2] W. Sha, H. Leitner, Z. Guo, W. Xu, Phase transformations in maraging steels, in: Phase transformations in steels, Elsevier, 2012, 332–362.
- [3] B.-Z. Weiss, Maraging steels—structure, properties and applications, in: Specialty steels and hard materials, Elsevier, 1983, 35–54.
- [4] C. Zhang, C. Wang, S. L. Zhang, Y. L. Ding, Q. L. Ge, J. Su, Effect of aging temperature on the precipitation behavior and mechanical properties of Fe–Cr–Ni maraging stainless steel, *Materials Science and Engineering: A* 806 (2021) 140763.
- [5] W. Sha, Z. Guo, Introduction to maraging steels, in: *Maraging Steels*, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, UK, 2009, 1–16.
- [6] H. Hou, H. Li, Y. Jin, X. Wang, Z. Wen, Effect of heat treatment temperature on the mechanical properties of low-temperature high strength maraging steel, *Materials Science and Engineering: A* 601 (2014) 1–6.
- [7] K. Yang, W. S. Qu, F. Y. Kong, G. Y. Su, Effects of solution treatment temperature on grain growth and mechanical properties of high strength 18%Ni cobalt free maraging steel, *Materials Science and Technology* 19 (2003) 117–124.
- [8] K. Li, B. Yu, R. Misra, G. Han, S. Liu, C. Shang, Strengthening of cobalt-free 19Ni3Mo1.5Ti maraging steel through high-density and low lattice misfit nanoscale precipitates, *Materials Science and Engineering: A* 715 (2018) 174–185.
- [9] C. Bieber, Progress with 25% nickel steels for high strength applications, *Metal Progress* 78 (1960) 99–100.
- [10] Y. He, K. Yang, F. Kong, W. Qu, G. Su, Mechanical properties of ultra-high-strength 18Ni cobalt-free maraging steel, *Acta Metall Sin* 38 (2002) 278–282.
- [11] H. Bargel, H. Hilbrans, G. Schulze, K. Hübner, O. Krüger, *Werkstoffkunde*, VDI-Buch, Springer-Verlag, Berlin, 2006, 228–233.
- [12] G. Gottstein, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: Physikalische Grundlagen*, Springer-Verlag, Berlin, 2014, 282–285.
- [13] W. Sha, A. Cerezo, G. D. W. Smith, Phase chemistry and precipitation reactions in maraging steels: Part IV. Discussion and conclusions, *Metallurgical and Materials Transactions A* 24 (1993) 1251–1256.

- [14] S. Zeisl, A. Landefeld, N. van Steenberge, Y. Chang, R. Schnitzer, The role of alloying elements in NiAl and Ni<sub>3</sub>Ti strengthened Co-free maraging steels, *Materials Science and Engineering: A* 861 (2022) 144313.
- [15] C. C. Kinney, K. R. Pytlewski, A. G. Khachatryan, J. W. Morris, The microstructure of lath martensite in quenched 9Ni steel, *Acta Materialia* 69 (2014) 372–385.
- [16] S. Morito, H. Yoshida, T. Maki, X. Huang, Effect of block size on the strength of lath martensite in low carbon steels, *Materials Science and Engineering: A* 438 (2006) 237–240.
- [17] T. Ohmura, K. Tsuzaki, A new aspect of the strengthening factors of Fe-C martensite through characterization of nanoindentation-induced deformation behavior, *Fundamentals of Martensite and Bainite toward Future Steels with High Performance* (2007) 35–46.
- [18] P. Hochanadel, G. Edwards, C. Robino, M. Cieslak, Heat treatment of investment cast PH 13-8 Mo stainless steel: Part I. Mechanical properties and microstructure, *Metallurgical and Materials Transactions A* 25 (1994) 789–798.
- [19] R. Schnitzer, M. Schober, S. Zinner, H. Leitner, Effect of Cu on the evolution of precipitation in an Fe–Cr–Ni–Al–Ti maraging steel, *Acta Materialia* 58 (2010) 3733–3741.
- [20] D. Miracle, Overview No. 104 The physical and mechanical properties of NiAl, *Acta Metallurgica et Materialia* 41 (1993) 649–684.
- [21] F. Laves, H. J. Wallbaum, Die Kristallstruktur von Ni<sub>3</sub>Ti und Si<sub>2</sub>Ti, *Zeitschrift für Kristallographie - Crystalline Materials* 101 (1939) 78–93.
- [22] Y.-U. Heo, M. Takeguchi, K. Furuya, H.-C. Lee, Transformation of DO<sub>24</sub>  $\eta$ -Ni<sub>3</sub>Ti phase to face-centered cubic austenite during isothermal aging of an Fe–Ni–Ti alloy, *Acta Materialia* 57 (2009) 1176–1187.
- [23] W. Wu, L. Hwu, D. Lin, J. Lee, The relationship between alloying elements and retained austenite in martensitic stainless steel welds, *Scripta Materialia* 42 (2000) 1071–1076.
- [24] D. Barbier, Extension of the martensite transformation temperature relation to larger alloying elements and contents, *Advanced Engineering Materials* 16 (2014) 122–127.
- [25] R. Schnitzer, R. Radis, M. Nöhrer, M. Schober, R. Hochfellner, S. Zinner, E. Povoden-Karadeniz, E. Kozeschnik, H. Leitner, Reverted austenite in PH 13-8 Mo maraging steels, *Materials Chemistry and Physics* 122 (2010) 138–145.
- [26] R. Schnitzer, G. Zickler, L. Erhardt, H. Clemens, S. Zinner, L. Thomas, H. Leitner, Influence of reverted austenite on static and dynamic mechanical properties of a PH 13-8 Mo maraging steel, *Materials Science and Engineering: A* 527 (2010) 2065–2070.
- [27] H. Zhang, M. Sun, F. Wang, Z. Liu, B. Xu, D. Li, Exploring the relationship between the accelerated austenite reversion and two-steps solution treatment in a Cr-Ni-Mo cryogenic maraging stainless steel, *Materials Characterization* 196 (2023) 112581.

- [28] F. Jones, W. Pumphrey, Free energy and metastable states in the iron-nickel and iron-manganese systems, *J. Iron Steel I.* 163 (1949) 121–131.
- [29] H. Zhang, X. Ji, D. Ma, M. Tong, T. Wang, B. Xu, M. Sun, D. Li, Effect of aging temperature on the austenite reversion and mechanical properties of a Fe–10Cr–10Ni cryogenic maraging steel, *Journal of Materials Research and Technology* 11 (2021) 98–111.
- [30] E. I. Galindo-Nava, P. Rivera-Díaz-del Castillo, A model for the microstructure behaviour and strength evolution in lath martensite, *Acta Materialia* 98 (2015) 81–93.
- [31] H. J. Rack, Age hardening-grain size relationships in 18Ni maraging steels, *Materials Science and Engineering* 34 (1978) 263–270.
- [32] E. I. Galindo-Nava, W. M. Rainforth, P. Rivera-Díaz-del Castillo, Predicting microstructure and strength of maraging steels: Elemental optimisation, *Acta Materialia* 117 (2016) 270–285.
- [33] M. R. Ahmadi, E. Povoden-Karadeniz, K. Öksüz, A. Falahati, E. Kozeschnik, A model for precipitation strengthening in multi-particle systems, *Computational Materials Science* 91 (2014) 173–186.
- [34] E. Galindo-Nava, P. Rivera-Díaz-del Castillo, Understanding the factors controlling the hardness in martensitic steels, *Scripta Materialia* 110 (2016) 96–100.
- [35] S. Zeisl, N. Van Steenberge, R. Schnitzer, Strengthening effect of NiAl and Ni<sub>3</sub>Ti precipitates in Co-free maraging steels, *Journal of Materials Science* (2023) 1–12.
- [36] R. L. Fleischer, Substitutional solution hardening, *Acta Metallurgica* 11 (1963) 203–209.
- [37] R. Schnitzer, S. Zinner, H. Leitner, Modeling of the yield strength of a stainless maraging steel, *Scripta Materialia* 62 (2010) 286–289.
- [38] S. Zeisl, R. Schnitzer, Cooling rate controlled aging of a Co-free Fe-Ni-Cr-Mo-Ti-Al maraging steel, *Metals* 12 (2022) 538.
- [39] G. Williamson, W. Hall, X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram, *Acta Metallurgica* 1 (1953) 22–31.
- [40] G. Williamson, R. Smallman, III. Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray debye-scherrer spectrum, *Philosophical Magazine* 1 (1956) 34–46.
- [41] W. Lefebvre, F. Vurpillot, X. Sauvage, *Atom probe tomography: put theory into practice*, Academic Press, London, 2016, 1–5.
- [42] M. K. Miller, A. Cerezo, M. G. Hetherington, G. D. W. Smith, *Atom probe field ion microscopy*, Clarendon Press, Oxford, 1996, 476–481.

- [43] L. T. Stephenson, M. P. Moody, P. V. Liddicoat, S. P. Ringer, New techniques for the analysis of fine-scaled clustering phenomena within atom probe tomography (APT) data, *Microscopy and Microanalysis* 13 (2007) 448–463.
- [44] S. Zeisl, A. Lassnig, A. Hohenwarter, F. Mendez-Martin, Precipitation behavior of a Co-free Fe-Ni-Cr-Mo-Ti-Al maraging steel after severe plastic deformation, *Materials Science and Engineering: A* 833 (2022) 142416.
- [45] H. Warlimont, W. Martienssen, *Springer handbook of materials data*, Springer, Cham, 2018, 72–126.
- [46] H. Hou, L. Qi, Y. Zhao, Effect of austenitizing temperature on the mechanical properties of high-strength maraging steel, *Materials Science and Engineering: A* 587 (2013) 209–212.
- [47] M. Schober, R. Schnitzer, H. Leitner, Precipitation evolution in a Ti-free and Ti-containing stainless maraging steel, *Ultramicroscopy* 109 (2009) 553–562.
- [48] H. Leitner, R. Schnitzer, M. Schober, S. Zinner, Precipitate modification in PH13-8 Mo type maraging steel, *Acta Materialia* 59 (2011) 5012–5022.
- [49] R. L. Patterson, G. Wayman, The crystallography and growth of partially-twinned martensite plates in Fe-Ni alloys, *Acta Metallurgica* 14 (1966) 347–369.
- [50] M. Holmquist, Isothermal formation of martensite in a 12Cr-9Ni-4Mo maraging stainless steel, *Scripta Metallurgica et Materialia* 33 (1995).
- [51] D. Huang, J. Yan, X. Zuo, Co-precipitation kinetics, microstructural evolution and interfacial segregation in multicomponent nano-precipitated steels, *Materials Characterization* 155 (2019) 109786.