Lehrstuhl für Umformtechnik

Department Product Engineering Montanuniversität Leoben



MASTERARBEIT

UNTERSUCHUNG DER VARIATION DER Rissbruchzähigkeit bei Inconel 718

Stefan Atschreiter Studienrichtung Montanmaschinenbau Leoben, Februar 2018

Eidesstattliche Erklärung

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

Leoben, Tag. Monat 2018

Stefan Atschreiter

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als studentischer Mitarbeiter bei voestalpine BÖHLER Aerospace GmbH & Co KG und am Erich-Schmid-Institut in Leoben.

Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Bruno Buchmayr, dem Leiter des Lehrstuhls, gilt mein besonderer Dank für die Betreuung dieser Arbeit von Seiten des Lehrstuhls für Umformtechnik.

Seitens der voestalpine BÖHLER Aerospace GmbH & Co KG bedanke ich mich bei Herrn Dipl.-Ing. Christian Illmaier, Herrn Dipl.-Ing. Dr.mont. Wolfgang Liegl und Herrn Dipl.-Ing. Dr.mont. Martin Stockinger für das Zustandekommen der Masterarbeit, sowie für das gute Arbeitsklima und die Unterstützung bei der Durchführung der Masterarbeit.

Besonderer Dank gilt Herrn Univ.-Prof. Dr. Reinhard Pippan für die fachliche Unterstützung in der Materialphysik. Mein Dank für die Einführung in die Rasterelektronenmikroskopie gilt Herrn Dipl.-Ing. Dr.mont. Anton Hohenwarter. Für die Hilfestellungen in der Metallographie bedanke ich mich bei Frau Silke Modritsch.

Für das Korrekturlesen bedanke ich mich bei meinen beiden Schwestern ganz herzlich.

Schließlich bedanke ich mich besonders bei meinen Eltern und meiner Partnerin für die Unterstützung in allen Belangen während des Studiums und des Lebens.

Kurzfassung

Die Kontrolle des Rissfortschritts und der Rissbruchzähigkeit ist essentiell für die Lebensdauer von Bauteilen in der Luftfahrt. Die Rissbruchzähigkeit von Inconel 718 ist als Designkriterium für Nickelbasis-Triebwerksaufhängungen wichtig geworden, um Triebwerksaufhängungen sicherer zu machen.

Diese Forschungsarbeit untersucht diverse Einflussgrößen von Inconel 718 und zeigt deren Eigenschaften in Relation zur Rissbruchzähigkeit auf. Zur Ermittlung des Forschungsauftrages wurden Daten gesammelt, Daten ausgewertet, metallografische Untersuchungen sowie REM-Untersuchungen durchgeführt.

Die Einflussgrößen, wie das Vormaterial, die Richtungsabhängigkeit, die Korngröße oder die Schmiedetemperatur, in Bezug auf die Rissbruchzähigkeit werden aufgezeigt und diskutiert in dieser Arbeit. Die gesammelten Daten zeigen eine starke Variation der Rissbruchzähigkeit und werden übersichtlich aufbereitet. Als Ergebnis zeigt sich, dass das Vormaterial für die Bauteile, die Richtungsabhängigkeit der Proben und das Gefüge die wichtigsten Einflussfaktoren für die Rissbruchzähigkeit darstellen. Zusätzlich wurden weitere Einflussgrößen untersucht, deren Eigenschaften teilweise nicht eindeutig als signifikant im Zuge des Untersuchungsverfahrens kategorisiert werden konnten. Dabei handelt es sich um die Korngröße, den Nb-Gehalt, die δ-Phase, die Temperatur der Wärmbehandlung sowie die Schmiedetemperatur und die mechanischen Kennwerte. Die Korngröße zeigt keine signifikanten Auswirkungen auf die Rissbruchzähigkeit. Hingegen zeigt eine erhöhte Schmiedetemperatur erhöhte Festigkeitswerte und verringert die Dehnungskennwerte, jedoch bleibt der Wertebereich der Rissbruchzähigkeit unverändert.

Aufgenommene metallografische Schliffbilder zeigen die δ-Phase und die Karbide und REM-Aufnahmen die Bruchpartikel auf der Bruchfläche. Aus durchgeführten REM- und XRD-Untersuchungen zeigt sich, dass der Bruch von Niobkarbiden und Titannitriden ausgelöst wird und deren Anzahl die Rissbruchzähigkeit beeinflusst.

Abschließend werden die Einflussgrößen zusammenfassend in einer Matrix festgehalten, die eine Unterteilung in signifikante und nicht signifikante Einflussgrößen vornimmt. Die am meist kritische Einflussgröße stellt hierbei das Gefüge dar, da es sowohl eine hohe Aktiv- als auch eine hohe Passivsumme aufweist. Weiterführende Untersuchungen bezüglich der Karbide und deren Verteilung im Vormaterial werden angestrebt, welche idealerweise in Rahmen eines Vorhersagemodelles für die Rissbruchzähigkeit integriert werden.

Abstract

The control of crack propagation and fracture toughness is essential for lifespan of the components in the field of aerospace. The fracture toughness of Inconel 718 has become important as a design criterion to make safer.

This research investigates various influencing factor of Inconel 718 and shows their properties in relation to fracture toughness. To determine the research assignment data were collected and evaluated and metallographic and SEM-examinations were performed.

Influencing factors like the primary material, the anisotropy, the grain size or the forging temperature for the fracture toughness are shown and discussed in this master thesis. Generally speaking, the collected data shows a strong variation of the fracture toughness. As a result, it is found that the primary material for the components, the anisotropy of the samples and the structure were the most important factors for the fracture toughness. Other factors of research were the grain size, the Nb-content, the δ -phase, the temperature of the heat treatment, the forging temperature and the mechanical properties. Thereby the grain size shows an insignificant impact on the fracture toughness. In addition, increased forging temperature increase the strength values and reduces the elongation values. However, the fracture toughness remains in the same range of values.

Microscope examinations show the δ -phase and the carbides of the material. From the SEMand the XRD-investigation it can be seen that the fracture is caused by particles, which are niobium carbides and titanium nitrides and their numbers influence the fracture toughness.

In conclusion, the researched results are summarized in an influence matrix, which indicates influential and non-influential factors. The most critical factor here is the microstructure, since it as a high active and a high passive sum. From a current state of research, further investigations concerning the carbide and their distribution in the primary material are aimed and they should be integrated in a predictive model for the fracture toughness.

Inhaltsverzeichnis

1.		Einle	itung und Aufgabenstellung	1
2.		Stand	der Technik	2
	2.	1	Nickelbasislegierungen	2
		2.1.1	Einführung und Anwendungen von Nickelbasislegierungen	2
		2.1.2	Schmiedbarkeit und Mikrostruktur von Nickelbasislegierungen	3
	2.	2	Inconel 718	5
		2.2.1	Einführung und Anwendung von Inconel 718	5
		2.2.2	Physikalische und mechanische Eigenschaften von Inconel 718	6
		2.2.3	Begrenzung der Anwendbarkeit von Inconel 718	7
		2.2.4	Gefüge in Inconel 718	8
		2.2.5	Wärmebehandlungsmöglichkeiten von Inconel 718	. 13
		2.2.6	Fehler in Inconel 718: White Spots	. 15
		2.2.7	Einflüsse diverser Legierungselemente auf Inconel 718	. 17
	2.	3	Einführung Bruchmechanik	. 19
	2.	4	Rissbruchzähigkeit K _{IC}	. 21
		2.4.1	Einführung und Definition der Rissbruchzähigkeit	. 21
		2.4.2	Ermittlung der Rissbruchzähigkeit - Ablauf der Prüfung nach ASTM E399	. 22
		2.4.3	Einflüsse auf die Rissbruchzähigkeit aus der Literatur	. 25
	2.	5	Gesenkschmieden	. 28
		2.5.1	Definition Gesenkschmieden	. 28
		2.5.2	Vorgänge im Gesenk	. 28
3.		Unter	suchung der Variation der Rissbruchzähigkeit	. 29
	3.	1	Untersuchungsumfang und -durchführung	. 29
		3.1.1	Aufbereitung der Daten aus dem SAP-System	. 29
		3.1.2	Ausgewählte untersuchte Proben	. 30
	3.	2	Untersuchungsergebnisse und Diskussion	. 36
		3.2.1	Allgemeine Einflussgrößen	. 36
		3.2.2	Auswertung der Daten aus dem SAP-System	. 38
		3.2.3	Ergebnisse der ausgewählten untersuchten Proben	. 55
		3.2.4	Einflussmatrix	. 69
4.		Zusa	mmenfassung und Ausblick	. 73
Ab	k	ürzur	ngsverzeichnis	. 76
Lit	e	raturv	rerzeichnis	. 77
Ab	b	oildun	gsverzeichnis	. 80
Та	b	ellenv	verzeichnis	. 83

1. Einleitung und Aufgabenstellung

Triebwerksaufhängungen werden in Abhängigkeit von den thermischen und mechanischen Belastungen aus Stahl, Titanlegierungen oder Nickelbasislegierungen gefertigt. In jedem Fall handelt es sich dabei um kritische Bauteile, bei welchen im Versagensfall eine hohe Wahrscheinlichkeit für massiven Personenschaden besteht. Durch Änderungen bei der Auslegung von Triebwerksaufhängungen sind Risswachstum und Rissbruchzähigkeit als Designkriterium für Nickelbasis Triebwerksaufhängungen wichtig geworden.

Bei der Auswertung von den Erprobungsergebnissen zeigt sich eine relativ starke Variation, für die es bei voestalpine Böhler Aerospace GmbH & Co KG keine eindeutige Erklärung gibt. Um die Zusammenhänge zu verstehen, soll die bei voestalpine Böhler Aerospace GmbH & Co KG vorhandene Datenbasis erweitert und die Daten sowie vorhandenes Probenmaterial in weiterer Folge analysiert und die Ergebnisse übersichtlich dargestellt werden. Zusätzlich sollen ausgewählte Versuche zur Analyse von Einflussgrößen wie Richtung und Korngrößen durchgeführt werden.

Nach einer eingehenden Literaturrecherche soll die existierende Datenbank mit aktuellen Testdaten ergänzt werden. In Abstimmung mit dem zuständigen Technologen sollen die besonders interessanten Proben vom Testlabor angefordert und die Rissflächen metallografisch untersucht und bewertet werden. Durch Analyse der bestehenden und aus den Versuchen ermittelten Daten sollen Zusammenhänge zwischen Rissbruchzähigkeit und Gefüge, Chemie bzw. Herstellprozessen abgeleitet werden und Empfehlungen für künftige Auslegungen entwickelt werden. Die Ergebnisse sollen in einer Form dargestellt werden, die es erlaubt Ergebnisse in das künftige Wissensmanagement-Tool bei BSTG zu integrieren.

2. Stand der Technik

2.1 Nickelbasislegierungen

2.1.1 Einführung und Anwendungen von Nickelbasislegierungen

Nickelbasislegierungen sind Legierungen, die als Hauptbestandteil Nickel Ni aufweisen. Sie werden in der modernen Industrie wegen ihrer Fähigkeit, eine große Vielfalt an verschiedenen Einsatzbedingungen, wie z.B. Korrosion, hohe Temperatur, hohe Spannungen auszuhalten eingesetzt. Da der Wirkungsgrad von Kraftwerksanlagen und Wärmekraftmaschinen von der Temperaturdifferenz von Verbrennung und Abgas abhängt, wird versucht, das nutzbare Temperaturgefälle zu vergrößern. Um dies zu erreichen, sind thermisch und chemisch hochbelastete Werkstoffe wie Nickelbasislegierungen nötig. Nickel weist eine kubisch flächenzentrierte Struktur auf, hat daher eine dichtere Packung als kubisch raumzentrierte Materialien. Dies führt zu einer geringeren Beweglichkeit der Atome Platzwechselreaktionen bei thermisch aktivierten und folglich zu geringerem diffusionsabhängigen Kriechen bei höheren Temperaturen. Produkte aus Nickel und Nickellegierungen sind als geschmiedete, gegossene und pulvermetallurgische Produkte erhältlich. Nickel und Nickellegierungen steigern ihre Festigkeit durch Mischkristallbildung mit den Legierungselementen Eisen Fe, Chrom Cr, Molybdän Mo, Wolfram W und Kobalt Co. Verfestigung durch Aushärtung wird mithilfe der Legierungselemente Aluminium AI, Niob Nb und Titan Ti genutzt. Die Verfestigung mit Karbiden wird mit den Elementen Molybdän Mo, Chrom Cr und Titan Ti genutzt. [1–3]

<u>Anwendungen</u>

- Chemische und petrochemische Industrie: Reaktionsbehälter, Pumpen, Ventile
- Flugzeugindustrie: Scheiben, Wellen, Laufschaufeln, Verbrennungskammer
- Automobilindustrie: Zündkerzen, Abgaskatalysatoren
- Raumfahrtindustrie: Raketenmotorteile
- Nuklearindustrie: Ventilschafte, Federn,
- Medizinische Anwendungen: Zahnmedizinische Anwendungen [1]

Beispiele für Nickelbasislegierungen

- Nickel 200
- Inconel 718
- Inconel 600
- Inconel 625

2.1.2 Schmiedbarkeit und Mikrostruktur von Nickelbasislegierungen

Die Umformbarkeit von Nickelbasislegierungen im Vergleich zu anderen Werkstoffgruppen wird in Abbildung 2.1 dargestellt. Nickelbasislegierungen benötigen einen hohen Kraftbedarf zur Umformung bei gering bis mäßigem Umformvermögen und werden durch hydraulische Pressen, Spindelpressen und Hämmer umgeformt.



Abbildung 2.1: Umformeigenschaften ausgewählter Werkstoffgruppen [4]

Die Schmiedbarkeit Nickelbasislegierungen von hängt nicht alleine von der Legierungszusammensetzung, sondern auch von der Korngröße und der Seigerungen ab. Je höher die Legierungsgehalte sind, desto höher ist die Seigerungsneigung. Die Seigerungen werden durch Umschmelzen von Blöcken im Vakuum-Lichtbogen-Verfahren oder Elektroschlacketechniken vermindert. Dabei ist eine genaue Kontrolle der Schmelz- und Erstarrungsgeschwindigkeiten erforderlich. Wenn die Legierungsgehalte zu hoch sind, können die Nickelbasislegierungen nicht mehr über konventionelle Schmelz- bzw. Umschmelzverfahren hergestellt werden, ohne dass es zu keinen starken Seigerungen kommt. In solchen Fällen wird die pulvermetallurgische Herstellung angewendet. Hierbei wird das verwendete Legierungspulver in Schutzgas verdüst. Es muss besonders auf die Reinheit und die Feinheit des verwendeten Pulvers geachtet werden, da Verunreinigungen Defekte hervorrufen können, die Risse einleiten und die Bruchzähigkeit herabsetzen können. [5]

Zur vollen Ausschöpfung der Eigenschaften ist der Reinheitsgrad der Materialien wichtig. Deshalb muss die Legierungszusammensetzung von Nickelbasislegierungen in engen Grenzen gehalten und Verunreinigungen müssen auf niedrige Werte begrenzt werden. Dies führt zur Anwendung des Vakuumschmelzens. Durch zerstörungsfreie Prüfung, Kontrolle und Überwachung des Prozesses muss sichergestellt werden, dass die Kornstruktur, die die Fehler Seigerungen, die Oberflächenfehler, im Inneren, die chemische Zusammensetzung und die mechanischen Eigenschaften in den gewünschten Bereichen liegen. Die Korngröße und Mikrostruktur bestimmen die mechanischen Eigenschaften des Bauteils. In den Anfängen der Schmiedetechnik für sogenannte Superlegierungen stellte der Schmiedebetrieb die Form her und die nachfolgende Wärmebehandlung sicherte die Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften. In Abbildung 2.2 werden die Prozessschritte und Variablen gezeigt, die Einfluss auf die geforderten Eigenschaften für Bauteile aus Nickelbasislegierungen haben. [5]



Abbildung 2.2: Einflussgrößen und Zielgrößen für die Herstellung von Nickelbasislegierungen [5]

2.2 Inconel 718

2.2.1 Einführung und Anwendung von Inconel 718

Inconel 718 ist unter der Markenbezeichnung Inconel© 718 von der Firma Special Metals Corporation entwickelt worden. Daher wird Inconel 718 in den weiteren Kapiteln mit Inconel 718 bezeichnet. Inconel 718 gehört zu den Nickel-Chrom-Basis Superlegierungen, welche eine große Bandbreite an chemischen Zusammensetzungen und mechanischen Eigenschaften abdecken. Die immer größer werdenden Anforderungen an Turbinenschaufeln und -scheiben und Bauteilen im Flugzeugbau führen zur Notwendigkeit von besonders leistungsfähigen Werkstoffen. Diese Bauteile müssen bei Temperaturen von 60-80% ihrer Schmelztemperatur hohe mechanische Beanspruchungen ertragen. Nickel und Chrom führen zu Widerstand gegen Korrosion, Oxidation, Aufkohlung und anderen Versagensmechanismen mit hohen Temperaturen. Diese Legierung hat gute kryogenische Eigenschaften, eine gute Ermüdungs- und mechanische Festigkeit und ein relativ gutes Kriechverhalten. Sie ist zusätzlich mit Al, Ti, Nb, Co, Cu und W legiert, um die mechanischeund die Korrosionsbeständigkeit zu erhöhen. [6, 7]

Inconel 718 wird in der Luft- und Raumfahrt, der nuklearen und petrochemischen Industrie und an Offshore- und meerestechnischen Anlagen eingesetzt. Da diese Bauteile während ihres Betriebes höchsten Beanspruchungen ausgesetzt sind, ist die Bruchkontrolle ein wesentliches Designkriterium. Diese Legierung zeichnet sich durch die Ausscheidung mehrerer unterschiedlicher Phasen aus und ist aus metallurgischer Sicht sehr komplex. Daraus folgt, dass die vorherrschenden Phasen und die daraus resultierende Rissbruchzähigkeit von vielen Einflussgrößen beeinflusst werden. [8, 9]

Chemische Zusammensetzung

In Tabelle 2.1 wird die chemische Zusammensetzung von Inconel 718 gezeigt. Es können je nach Einsatzbedingungen engere Analysegrenzen gelten, da somit eine Optimierung des Gefüges erfolgen kann. C- und Nb-Gehalte nahe den Obergrenzen führen zu besseren mechanischen Eigenschaften und Werte nahe der Untergrenze werden für korrosive Einsatzbedingungen verwendet. [9]

Ni	Cr	С	Mn	Si	Cu	Мо	Nb	Та	Ti
50-55	17-21	0,08	0,35	0,35	0,3	2,8-3,3	4,75-5,5	0,05	0,65-1,15

Tabelle 2.1: Chemische Zusammensetzung Inconel 718 in (%) [9]

Herstellung von Inconel 718

Inconel 718 kann pulvermetallurgisch, schmelzmetallurgisch und additiv hergestellt werden. Die pulvermetallurgische und die schmelzmetallurgische Herstellung sind die am häufigsten verwendeten Verfahren. Das additive Verfahren bietet sich für geringe Stückzahlen an. Mit den Verfahren SLM, Selektives Laserschmelzen, oder DMLS, Direkt Metal Laser Sintern, werden die Werkstücke gefertigt. Die mechanischen Eigenschaften werden während ihrer Fertigung nicht verändert, es bietet mehr Designfreiheit und die Materialverschwendung ist geringer als bei herkömmlichen Fertigungsverfahren. [10, 11]

2.2.2 Physikalische und mechanische Eigenschaften von Inconel 718

Physikalische Eigenschaften,

- Dichte = 8,26 g/cm³ bei 20°C
- Schmelzbereich 12587-1342°C
- Relative magnetische Permeabilität bei 20°C = 1,001
- E-Modul = 204 GPa bei 20°C
- Wärmeleitfähigkeit = 11,5 $\frac{W}{mK}$ bei 20°C
- Elektrischer Widerstand = $118 \ \mu\Omega^*$ cm bei 20° C
- Mittlerer linearer Ausdehnungskoeffizient = 14,1 $\frac{10^{-6}}{\kappa}$ bei 20°C [9]

Mechanische Eigenschaften:

- gute Verarbeitungseigenschaften im lösungsgeglühten Zustand
- gute mechanische Kurz- und Langzeiteigenschaften und hohe Ermüdungsfestigkeit im ausgehärteten Zustand
- gute Zeitstandfestigkeit bis 700°C
- gute Oxidationsbeständigkeit bis ca. 1.000°C
- ausgezeichnete mechanische Eigenschaften bei tiefen Temperaturen [9]

Die mechanischen Eigenschaften von Inconel 718 sind abhängig von der Mikrostruktur, besonders von der Korngröße, welche durch thermomechanische Prozesse kontrolliert werden kann. Da Turbinenscheiben in Umgebungen mit hohen Temperaturen und hohen Spannungen eingesetzt werden, ist es wichtig, eine feine und gleichmäßige Mikrostruktur zu haben, um eine Hochtemperaturfestigkeit und eine hohe Beständigkeit für LCF zu erreichen. Es gibt einen grundlegenden Zielkonflikt zwischen Zug- und LCF-Eigenschaften, die ein feines Korn erfordern und dem Kriechwiderstand und gute Fehlertoleranz, die ein grobes Korn erfordern. Abhilfe für diesen Konflikt kann die sogenannte "Necklace"-Struktur bringen, die aus groben Körnern besteht, die in eine feinkörnige Matrix eingebettet sind. Die Warmumformung ist der Formgebungsprozess, der für Materialien mit niedriger Plastizität bei kalten Bedingungen entwickelt wurde. Dies trifft auf Inconel 718 zu, da hier eine Umformung bei hohen Temperaturen große Dehnungen und niedrige Spannungen verursacht, aber zugleich bedeutsame Veränderungen in der Mikrostruktur auftreten. Die resultierende Korngröße hängt von den Entfestigungsmechanismen wie dynamische Erholung bzw. dynamische und statische Rekristallisation ab. Diese Mechanismen werden von der initialen Mikrostruktur, der chemischen Zusammensetzung und den Warmumformbedingungen (Temperatur, Dehnrate, etc) beeinflusst. Wichtig ist es, zu wissen, unter welchen Bedingungen Ausscheidungen entstehen. Thermomechanische Prozesse verändern die Mikrostruktur über:

- Korngröße
- Kornform
- Kornorientierung
- Versetzungsstruktur
- Gitterorientierung (Textur)
- Inhomogene Kornstruktur
- Ortsabhängige Variation von verschiedenen Mikrostrukturen [5, 6, 12, 13]

2.2.3 Begrenzung der Anwendbarkeit von Inconel 718

Inconel 718 wird wegen seiner guten Temperaturbeständigkeit eingesetzt. Inconel 718 kann in seinem normalen Zustand wegen der Instabilität der Hauptverfestigungsphase γ "-Ni₃ (Nb, Ti, Al) nicht über 650°C verwendet werden. Bei hohen Temperaturen ändert sich die metastabile γ " zur stabilen δ -Ni₃Nb-Phase mit großen Korngrößen und plattenähnlicher Morphologie. Infolgedessen verliert das Material die Strukturstabilität sowie die Verfestigungseffekte und eignet sich nicht mehr zur Anwendung mit hohen mechanischen und zu hohen thermischen Belastungen. [14]

2.2.4 Gefüge in Inconel 718

Inconel 718 ist eine ausscheidungsverstärkte Legierung mit den Hauptbestandteilen Ni, Fe und Cr. Die intermetallischen Phasen, die in Inconel 718 hauptsächlich vorkommen, sind die metastabile γ' -, und γ'' -Phase und die δ -Gleichgewichtsphase, die nachfolgend noch behandelt werden. Die Menge der Ausscheidungsphasen, ihre Form und ihre Verteilung haben einen großen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften. Abbildung 2.3 zeigt das ZTU-Schaubild nach Oradei-Basile Radavich. Hier wird gezeigt, nach welcher Zeitdauer sich bei welcher Temperatur welche Phasen bilden. [7, 15]

Der einfachste Weg für Strukturstabilitätsverbesserung und zur Unterstützung von Ausscheidungsverfestigungseffekten in Inconel 718 ist die Kontrolle des γ^{+} und γ^{+} -Phasenausscheidungsverhaltens durch Anpassung von Nb-, Al-, Ti-Gehalt. Zug- und Spannungsbrucheigenschaften sind abhängig von der Summe der Elemente Al, Ti und Nb. [6, 14]



Abbildung 2.3: ZTU-Schaubild nach Oradei-Basile Radavich [16]

<u>y-Matrix</u>

Die austenitische γ -Matrix hat eine kubisch flächenzentrierte Struktur und wird von den Elementen Ni, Fe und Cr gebildet. Die Elemente Ni und Cr kristallisieren als γ -Phase und beeinflussen die Korrosionsbeständigkeit. Wie bereits erwähnt, haben die Elemente Al, Ti und Nb einen hohen Stellenwert für die Bildung der Ausscheidungen, wobei den entscheidenden Beitrag zur Festigkeit das Nb beiträgt. Inconel 718 ist ein übersättigter Mischkristall mit stochastisch verteilten Legierungselementen und somit gibt es eine treibende Kraft und Keime, damit sich die Verfestigungsphasen γ und γ bilden können. Für

die Bildung der Nb-und Ti-Ausscheidungen in der Form von γ' und γ'' muss der C-Gehalt niedrig genug sein. [6, 7]

<u>y'-Phase</u>

Die γ^{4} -Phase ist eine kubisch flächenzentrierte Ausscheidung der Stöchiometrie Ni₃(Ti, Al) und sie ist als Verfestigungsphase in Inconel 718 bekannt. Sie ist eine kohärente Entmischungszone ohne Phasengenzen zur Matrix und keine Phase im herkömmlichen Sinn. Titan und Aluminium werden hinzugefügt, um Ausscheidungen der intermetallischen Form γ' zu erhalten. Die γ' -Partikel haben eine geringere Verfestigungswirkung als die γ'' -Partikel. Da die Anteile der Elemente Ti und Al, die für die Bildung dieser Phase verantwortlich sind, durch das Element Nb reduziert werden, ist meist nur ein sehr geringer Anteil an γ' -Phase zu finden. Dieser Anteil liegt bei 4-5 Vol.-%. Wenn die Summe der Elemente Al, Ti und Nb größer als 7,5% ist, dann ist Inconel 718 schwer zu schmieden und Bauteile können bei der Warmumformung zerstört werden. [6, 14, 15]

<u>v"-Phase</u>

Die metastabile, tetragonal raumzentrierte Ausscheidung γ"-Ni₃Nb-Phase ist die Hauptverfestigungsphase in Inconel 718. Es wird Nb hinzugefügt, die um Verfestigungsausscheidung y" zu formen. Für die Bildung dieser Phase ist außerdem der Feund Nb-Gehalt wichtig. In Inconel 718 ist der Gehalt der Elemente Ti und Al für den Nb-Gehalt abgesenkt, da sich so mehr v"-Phase bilden kann und die Summe dieser drei Elemente nicht über 7,5% liegen soll. Die γ"-Phase scheidet sich bei der Wärmebehandlung bei einer Temperatur von 650°C-850°C aus der Matrix aus und kann bis zu 14 Vol.-% betragen. Die v"-Phase ist metastabil und wandelt sich bei 650°C über mehrere tausend Stunden in die δ-Phase um. Die Einheitszellen der γ-Matrix und der γ"-Phase sind in Abbildung 2.4 gezeigt. [6, 7, 15]





<u>δ-Phase</u>

Die Gleichgewichtsphase in Bezug auf Inconel 718 und die y"-Phase ist die orthorhombische, inkohärente δ-Ni₃Nb-Phase. Sie hat Einfluss auf die Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften. Sie entsteht bei der Erstarrung aus der Schmelze als primäre δ-Phase oder entwickelt sich aus der v"-Phase und Ende ist das des Ausscheidungsvorgangs in Inconel 718. Die primäre δ -Phase besetzt die Korngrenzen und behindert damit das Kornwachstum der y-Matrix bei der Umformung. Die δ -Partikel, die sich während des Betriebs bilden, sammeln sich im Korninneren an, sind spröde und vermindern dadurch die Duktilität und die Rissbruchzähigkeit. Die Ausscheidung und Zersetzung der δ -Phase ist ein Diffusionsprozess, bei welchem die Diffusion von Nb entscheidend ist. Das Ausscheidungsverhalten in Abhängigkeit der Zeit und Temperatur ist in Abbildung 2.5 gezeigt. Bei einer Temperatur von 1000°C liegt der δ -Phasengehalt bei ca. 3%. [13, 15, 17]



Abbildung 2.5: Ausscheidung von δ-Phase als Funktion von Zeit und Temperatur [18]

Morphologie

Die δ -Phase kann eine plattenähnliche und eine sphärische Morphologie aufweisen. Die plattenähnliche Morphologie schwächt den Inconel 718. Es wurde entdeckt, dass eine sphärische Morphologie verteilt an den Korngrenzen das Kornwachstum während der Warmumformung verhindert. Die stabile Morphologie der δ -Phase hängt von der Temperatur ab. Unter 930°C ist die stabile Morphologie plattenähnlich, über 1010°C ist sie sphärisch. Zwischen 930°C und 1010°C kommen beide Morphologien vor. Die δ -Phase ist thermodynamisch stabiler als die γ "-Phase. Durch die Trägheit der δ -Phasenausscheidung bei ihrer Entstehung ist immer eine vorangegangene γ "-Ausscheidung bis zu 900°C zu erwarten. Das Wachsen der δ -Phase führt immer zu einem Verlust der γ "-Phase, da beide Phasen Nb basiert sind. Die Morphologie der δ -Phase trägt nicht signifikant zur Verfestigung der Legierung bei. Die Präsenz der δ -Phase führt zu einer Anfälligkeit für Wärmerisse. Moderate Anteile von δ -Phase sind hingegen effektiv zur Limitierung des Kornwachstums während des Lösungsglühens. [13, 18, 19]

Sättigung der δ-Phase

Die Sättigung der δ -Phasenausscheidung in Inconel 718 hängt von der Alterungstemperatur und den Legierungsbestandteilen ab. Die treibende Kraft der δ -Phasenausscheidung steigt mit steigendem Nb-Gehalt und sinkt mit steigendem Al- und Ti-Gehalt und dem Verhältnis von Al zu Ti. Die Sättigung der δ -Phase in Inconel 718 ist ca. 7,37% bei 950°C, bei einem Nb, Al und Ti-Gehalt von 5,373, 0,495 und 0,91 Vol.-%. [13]

Auflösung der δ-Phase bei der Wärmebehandlung

Abbildung 2.6 zeigt den Auflösungsprozess der δ -Phase in Inconel 718. Die Menge der der δ -Phase sinkt mit steigender Haltezeit bei unterschiedlichen Temperaturen. Die δ -Phase kann sich bei 980°C nicht vollständig auflösen und sie bleibt nach 6 Stunden noch bestehen. Bei 1020°C nimmt die Menge der δ -Phase schnell ab und löst sich in der Matrix nach 2 Stunden auf.



Abbildung 2.6: Auflösungsprozess der δ-Phase in Inconel 718 [17]

In Abbildung 2.7 ist das Schema der Einformung von plattenähnlicher δ -Phase ersichtlich. Während der Umformung bei 950°C finden die Zersetzung von plattenähnlicher δ -Phase und zusätzlich eine Ausscheidung von sphärischer δ -Phase statt und der Anteil der δ -Phase steigt. In Gebieten mit hohen Dehnungen wird die δ -Phase vollständig in plattenähnliche δ -Phase umgewandelt. [13]





Karbide und Nitride

Der Einfluss der Karbide und Nitride auf die Festigkeit ist wegen des unwesentlichen Volumenanteils vernachlässigbar. Sie werden jedoch beim Bruch eine Rolle spielen. Beim Abkühlen aus der Schmelze scheiden sich Karbide, wie z.B. NbC, und Nitride, wie z.B. TiN, aus. [7]

Laves-Phase

Die Laves-Phase hat schädlichen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des Inconels 718. Diese Phase ist eine spröde, intermetallische Phase, die sich in Inconel 718 durch Seigerungen bildet. Die Phase hat eine hexagonal dichte Packung und sie hat die in Tabelle 2.2 angegebene Zusammensetzung. Durch unzureichende Kontrolle von der chemischen Zusammensetzung, der primären Blockerstarrung und der thermisch-mechanischen Nachbearbeitung ist es möglich, diese Phase zu entwickeln. Die Kontrolle des Fe- und Si-Gehalts am unteren Ende des AMS-5663-Spezifikation soll die Laves-Phase in geschmiedeten Inconel 718 begrenzen. Die Rissinitierung geht bei den Karbid-Clustern aus, LCF gilt als primärer Versagensmodus in und ist wichtig für den Karbidausscheidungsprozess. [20, 21]

Sie ist bekannt für die signifikante Reduzierung von:

- Zugfestigkeit bei Raumtemperatur,
- Kerbschlag- und Bruchzähigkeitseigenschaften bei Raumtemperatur und
- Duktilität.

Auch eine erhöhte Ermüdungsrissausbreitungsrate ist die Folge.

Ni [%]	Nb [%]	Fe [%]	Cr [%]	Mo [%]	Ti [%]	Si [%]
35	31	13	13	7	1	1
34,5	26	11,5	12,2	8,1	0,85	0,85

Tabelle 2.2: Chemische Zusammensetzung der Laves Phase [20, 21]

2.2.5 Wärmebehandlungsmöglichkeiten von Inconel 718

Für Inconel 718 gibt es eine Vielzahl an Möglichkeiten für Wärmebehandlungen. Drei der gebräuchlichsten Wärmebehandlungen werden vorgestellt.

Wärmebehandlung 1:

Das Bauteil wird bei einer Temperatur von 927°C-1010°C geglüht und danach an Luft, Polymer oder Wasser abgekühlt. Anschließend folgt eine zweistufige Auslagerungsbehandlung bei 718°C und 621°C für je acht Stunden. Es bleibt die δ-Phase erhalten und die Korngröße ist fein. Diese Bauteile werden für schwingbeanspruchte und kerbempfindliche Bauteile verwendet.

Wärmebehandlung 2:

Das Bauteil wird bei einer Temperatur von 1038° C- 1066° C geglüht, damit sich die γ und γ "-sowie die δ -Phase auflösen. Danach erfolgt eine Abkühlung an der Luft und anschließend wird das Material für zehn Stunden bei 760°C ausgelagert. Nach einer Abkühlung im Ofen auf 649°C wird die zweite Wärmebehandlungsstufe bei 649°C durchgeführt. Nach der Abkühlung an Luft wird ein grobes Korn erreicht. Diese Bauteile werden für kriechbeanspruchte Teile verwendet. [7, 22]

Wärmebehandlung 3:

Das Bauteil wird aus der Schmiedehitze in Wasser abgeschreckt und danach acht Stunden bei 718°C geglüht. Anschließend wird das Bauteil zwei Stunden im Ofen auf 621°C abgekühlt, dann acht Stunden bei dieser Temperatur gehalten und an Luft abgekühlt. [7]

In [23] wird der Effekt von doppelter Alterungswärmebehandlung untersucht. Der Temperaturverlauf der Wärmebehandlung ist in Abbildung 2.8 Die ersichtlich. Wärmebehandlungsschritte, die normalerweise für Ausscheidungsverfestigung verwendet werden. sind Mischkristallbehandlung und Alterung. Die Temperatur der Mischkristallbehandlung muss mit Bedacht gewählt werden, da Temperaturen nahe der Solvus-Linie den Kriechwiderstand erhöhen und niedrigere Temperaturen führen zu höherem Ermüdungswiderstand. Die Alterungsbehandlung unterstützt die Ausscheidung von y' und y" und bewirkt Kornwachstum. Die Ausscheidungen sind zum einen reich an Ti und zum anderen reich an Nb. Die Korngröße wird um 9% vergrößert. Die Härte wird hauptsächlich durch die Ausscheidungen von y' und y" erhöht, wobei die Ausscheidungen nach der Wärmebehandlung fein verteilt sind. [23]



Abbildung 2.8: Doppelte Alterungswärmebehandlung [23]

Plastizitätsverbesserung durch Langzeitalterung

In langzeitgealterten Inconel-718-Legierungen wird viel δ -Phase in den Körnern und an den Korngrenzen ausgeschieden, was vom Auftreten γ "-freier Zonen um die δ -Phasen begleitet wird. Das zurückgebliebene Gebiet ist eine weiche γ -Matrix und hat ein höheres Verformungsvermögen. Wenn die Spannungskonzentration den Schwellwert überschreitet, bildet sich ein Mikroriss, welcher sich entlang der δ -Phase ausbreitet. Es gibt vier Richtungen, in welcher sich die δ -Ausscheidungen im Korn ausbreiten und diese Orientierungen der δ -Phase in der Probe sind beliebig. Infolgedessen kann der Riss viel Energie absorbieren und zeigt eine höhere Plastizität. Der Inconel 718 mit normaler Wärmebehandlung hat weniger δ -Phase, keine γ "-entleerten Gebiete und daher eine schlechtere Plastizität. [24]

2.2.6 Fehler in Inconel 718: White Spots

Ein White-Spot ist ein Typ von Seigerungen bestehend aus hellen, weißen Zonen mit faseriger oder massiger Konfiguration mit verminderten Anteilen an Karbiden und Verfestigungselementen. Der Seigerungsdefekt "White Spot" wurde als wichtige Quelle für frühzeitiges Versagen identifiziert. [25, 26] Besonders in LCF-Versuchen gibt es einen starken Abfall. Es wird versucht, die Bildung von White Spots zu vermindern. Wird ein White Spot erst nachträglich entdeckt und ist der Bauteil bereits in einem Flugzeug oder einer Turbine eingebaut, so wird die Flugzeugbehörde eingeschaltet.

Es gibt folgende drei verschiedene Arten von White Spots:

1. Diskrete White Spots

Abbildung 2.9 zeigt einen diskreten White Spot, welcher hell erscheint und ausgeprägte Grenzen hat. Sie treten meist vom Mittenradius bis zur Mitte des Querschnitts des Knüppels auf. Die Korngröße kann gleich oder größer als die Matrixkorngröße sein. Abbildung 2.10 bildet das Ergebnis der Röntgenspektroskopie von Matrix und White Spot ab. Hier zeigt sich ein erhöhter Gehalt von Nb im White Spot.





Abbildung 2.9: Diskreter White Spot in Inconel 718, Skala in Zoll [27]

Abbildung 2.10: Röntgenspektroskopie Diskreter White Spot [27]

2. Dendritische White Spots

Sie besitzen eine dendritische Erscheinung und eine zerstreute Grenzfläche mit der Matrix. Sie sind nahezu in der Mitte des Knüppelquerschnittes angesiedelt. Abbildung 2.11 zeigt den Vergleich eines dendritischen und diskreten White Spots. [27]



Abbildung 2.11: Vergleich dendritischer (links) und diskreter (rechts) White Spot [27]

3. Erstarrender-White Spot

Diese White Spots treten zwischen der Oberfläche und dem Mittenradius auf und werden zum Boden des Knüppels hin mehr. Sie haben eine hakenähnliche, eine kreisähnliche oder eine kreisringähnliche Form. Abbildung 2.12 zeigt einen derartigen White Spot.



Abbildung 2.12: Erstarrender-White-Spot in Inconel 718, Skala in Zoll [27]

Es wird vermutet, dass die Bildung von diskreten und dendritischen White Spots durch das Einfallen von festen Materialien von z.B. der Elektrode, dem Ring, dem Barren in das Schmelzbad des Vakuumlichtbogenofens passiert (Abbildung 2.13). [27]





2.2.7 Einflüsse diverser Legierungselemente auf Inconel 718

<u>Eisen</u>

Eisen gilt als günstiger Nickelersatz, beeinträchtigt die Korrosionsbeständigkeit und begünstigt die Bildung spröder Phasen. [7]

<u>Chrom</u>

Dieses Element verbessert den Korrosionsschutz, wirkt als Karbidbildner, Mischkristallhärter und fördert die Bildung spröder Phasen. [7]

<u>Niob</u>

Gilt als eines der wichtigsten Legierungselemente in Inconel 718. Die metastabile γ "-Phase wird durch Nb gebildet, es substituiert Al in der γ '-Phase, verzögert die Vergröberung der γ '-Phase und bildet die stabile δ -Phase. Nb gilt außerdem als Karbid- und Karbonitridbildner und Mischkristallhärter. Nb weist eine hohe Affinität zu Stickstoff und Kohlenstoff auf und kann so Karbide, Nitride und Karbonitride bilden. [7, 28]

<u>Aluminium</u>

Al wird hinzugefügt, um γ '-Ausscheidungen der intermetallischen Form Ni₃(Ti, Al) zu erhalten. Durch dieses Element wird die Al₂O₃-Deckschicht gebildet, was zu einem Langzeitkorrosionsschutz bis 950°C führt. Wie Nb ist auch Al als Mischkristallhärter bekannt, jedoch vermindern hohe Anteile die Matrixstabilität. [7, 14]

<u>Titan</u>

Ti wird hinzugefügt, um γ '-Ausscheidungen der intermetallischen Form Ni₃(Ti, Al) zu erhalten. Ti ersetzt Al in der γ '-Phase und Nb in der γ ''-Phase und erhöht den Anteil an γ '-Phase und γ ''-Phase. Ti gilt als Karbid- und Karbonitridbildner, fördert die Bildung spröder Phasen, und erhöht γ '-Gitterparameter sowie Fehlpassung und beschleunigt die Vergröberung. [7, 14]

<u>Magnesium</u>

Mg verbessert das Kriech- und Ermüdungsverhalten bei allen Korngrößen und erhöht die Zug- und Spannungsbruchduktilität, aber hat geringen Einfluss auf die Zugfestigkeit. Es hat keinen Einfluss auf die beiden Verfestigungsphasen γ' und γ'' . Ein höherer Mg-Gehalt führt zu einer größeren Menge an δ -Ni₃Nb-Phase und führt auch zu einer Änderung der Morphologie von plattenähnlicher Form zu einer globularen Form und verzögert intergranulares Risswachstum. Diese Verzögerung führt zu einer Erhöhung der Lebensdauer. Mg beeinflusst außerdem die Ausscheidung von δ -Ni₃Nb-Phase bei den Korngrenzen. Es kann duktile Spannungsbruchfrakturen erzeugen und einen Wechsel vom intergranulären Bruch in den partiellen, transgranulären Bruch beschleunigen. Magnesium kann nützlich sein, um die Nb-Seigerungen zu erhöhen. [29]

Phosphor

Dieses Element verbessert die Duktilität und den Zeitstandskennwert. Phosphor hat in Inconel 718 keinen erkennbaren Effekt auf die Streckgrenze, Zugfestigkeit und die Dehnung bei einem 650°C-Zugversuch. Auch die Morphologie und die Menge der Ausscheidungsphase werden nicht erkennbar beeinflusst. [30]

<u>Schwefel</u>

Schwefel wird als schädliche Verunreinigung in Inconel 718 angesehen und die Menge soll möglichst gering gehalten werden. Schwefel verringert die Dehnung im Zugversuch, schwächt den Zeitstandskennwert und die Duktilität, jedoch hat es keinen Einfluss auf die Morphologie. [30]

Sauerstoff/Stickstoff

Für eine möglichst beste Qualität des Inconel 718 soll der Sauerstoff- und Nickelgehalt möglichst niedrig sein. Sauerstoff soll 20ppm und Stickstoff 50ppm nicht überschreiten. [31]

Kohlenstoff

C wird hinzugefügt, um Ausscheidungen der Form von *M*C-Karbiden zu erhalten, wobei *M* Titan oder Niob sein kann. [6]

<u>Molybdän</u>

Mo ist häufig in Inconel-Legierungen anzufinden, um die mechanische Beständigkeit durch Mischkristallverfestigung zu erhöhen. Dieses Element erhöht den E-Modul, ist Karbidbildner, begünstigt die Bildung spröder Phasen und verschlechtert die Oxidations- und Heißgasbeständigkeit. [6, 7]

2.3 Einführung Bruchmechanik

In [2, 32–34] wird ausführlich auf die Bruchmechanik, das Risswachstum und die Konzepte eingegangen und dieses Kapitel soll einen Überblick verschaffen.

Als Bruchmechanik (engl. fracture mechanics) wird das Fachgebiet benannt, welches sich mit den Bruch- und Versagensprozessen in Konstruktion und technischen Werkstoffen befasst. Im Gegensatz zum Festigkeitsnachweis geht man in der Bruchmechanik davon aus, dass jedes Bauteil Fehlstellen und Defekte aufweist. Es wird von der Existenz von Rissen in Bauteilen und Strukturen ausgegangen. Dadurch können technische Bauteile weit unterhalb der statischen Festigkeit bzw. Dauerfestigkeit des Materials versagen. Risse sind lokale Trennungen des Materials in der Struktur, stören den Kraftfluss und es entsteht ein lokales, singuläres Spannungsfeld um die Rissspitze. [32, 33]

In der Bruchmechanik werden drei grundlegende Rissbruchbeanspruchungsarten oder auch Belastungsmodi genannt. Diese Belastungsfälle unterscheiden sich durch die Lage des Spannungsfeldes zum Riss, werden Modus I, II und III bezeichnet und sind in Abbildung 2.14 ersichtlich. [33, 33, 34, 34]



Abbildung 2.14: Grundlegende Rissbeanspruchungen der Bruchmechanik [33]

Der Spannungsintensitätsfaktor beschreibt die Intensität der singulären Spannungsfelder und ist ein Maß für die Größe der Verschiebung in der Rissumgebung. Der Spannungsintensitätsfaktor wird mit der Formel 2.1 berechnet und ist abhängig von folgenden Faktoren:

- Äußeren Belastung des Bauteils \rightarrow Spannung σ
- Rissgeometrie → Geometriefaktor Y
- Risslänge a
- Index I steht für Modus I

$$K_I = \sigma * \sqrt{\pi * a} * Y_I \tag{2.1}$$

Wird die äußere Last erhöht, steigt der Spannungsintensitätsfaktor an. Erreicht die Spannungsintensität K_I die Rissbruchzähigkeit K_{IC}, tritt instabile Rissausbreitung auf. Daraus folgt Formel 2.2. Die Bruchzähigkeit ist ein Werkstoffkennwert. [33, 34]

$$K_I = \sigma * \sqrt{\pi * a} * Y_I = K_{IC}$$
(2.2)

Formel 2.3 zeigt den erforderlichen, bruchmechanischen Nachweis für Modus I. Daraus lassen sich erforderliche Werkstoffkennwerte und Sicherheiten gegen instabile Rissausbreitung ermitteln. Die Belastung des Bauteils K_I kombiniert mit den Riss- und Bauteilgeometrien muss dabei geringer sein als die zulässige Bruchzähigkeit $K_{I,zul}$ (Abbildung 2.15). [33]



$$K_I \le K_{I,zul} = \frac{K_{IC}}{S_R}$$
(2.3)

Abbildung 2.15: Bruchmechanischer Nachweis [33]

2.4 Rissbruchzähigkeit K_{IC}

2.4.1 Einführung und Definition der Rissbruchzähigkeit

Die Bruchzähigkeit K_{IC} ist der Widerstand eines Werkstoffs gegen instabile Rissausbreitung bei Vorliegen eines ebenen Dehnungszustands an der Rissfront. Die Bruchzähigkeit metallischer Werkstoffe wird meist nach der amerikanischen Norm "ASTM Standard E399" ermittelt.

Die Rissbruchzähigkeit ist ein Werkstoffkennwert und wird mit speziellen bruchmechanischen Proben, wie z.B. CT-Proben oder Dreipunktbiegeproben bestimmt. Sie ist von der Temperatur abhängig und typische Werte der Rissbruchzähigkeit sind in Tabelle 2.3 ersichtlich. Spröde Werkstoffe, wie z.B.: Keramik, besitzen geringere Rissbruchzähigkeit und sind mehr gefährdet, durch instabile Rissausbreitung zu versagen als zähe Werkstoffe, wie z.B. Metalle. [33]

Material	K _{1C} -Wert [MPa \sqrt{m}]							
Me	btalle							
TiAl6V4	55-100							
40CrMo4	60							
Chrom-Nickel-Stahl	50-100							
Kera	amiken							
Porzellan	1							
Aluminiumoxid	4							
Poly	ymere							
Polycarbonat PC	3,3							
Polymethylmethacrylat PMMA	1,6							

Tabelle 2.3: Typische Rissbruchzähigkeitswerte [34]

Abbildung 2.16 zeigt ein Ashby-Diagramm für die Bruchzähigkeit. Die Metalle und hier vor allem die Stähle bzw. die Ni- und Ti-Legierungen haben die höchsten Bruchzähigkeitswerte. Spröde Materialien, wie Keramiken, sind hier auf der rechten Seite angeordnet, da ihre Zähigkeit im Verhältnis zu der Zugfestigkeit gering ist.



Abbildung 2.16: Ashby Diagramm Bruchzähigkeit [34]

2.4.2 Ermittlung der Rissbruchzähigkeit - Ablauf der Prüfung nach ASTM E399

In der Norm E399 der American Society for Testing and Materials (ASTM) wird der Rissbruchzähigkeitswert K_{IC} metallischer Werkstoffe für den ebenen Verzerrungszustand (EVZ) bestimmt. Dieser erfolgt nach den nachfolgend angeführten Punkten.

Abschätzung der Probengröße

Auf eine ausreichende Probengröße ist unbedingt zu achten, um ungültige Versuche zu vermeiden.

Festlegung der Probenanlage

Aufgrund der Herstellung weisen die meisten metallischen Werkstoffe ein anisotropes Werkstoffverhalten auf. Der Grund sind oftmals Warm- und Kaltumformprozesse, wie z.B.: Walzen oder Schmieden. Es können sich gewichtige Zähigkeitsunterschiede in den Raumrichtungen ergeben und daher ist die Angabe der Probenrichtung notwendig. In Abbildung 2.17 sind unterschiedliche Probenlagen der CT-Probe gezeigt. Wobei hier der erste Buchstabe die Richtung normal zur Rissfläche aufweist und der zweite Buchstabe die erwartete Richtung, in der sich der Riss ausbreiten soll.



Abbildung 2.17: Übersicht Probenlage [33]

Auswahl der Probenart

Bei zähen Werkstoffen sind große Proben zur Ermittlung der Rissbruchzähigkeit erforderlich. Abhängig vom verfügbaren Ausgangsmaterial können verschiedene Probenformen gewählt werden. Die am meisten verwendeten Probenformen sind die CT-Proben (Abbildung 2.18), die Dreipunktbiegeprobe (Abbildung 2.19), die C-Probe und die RCT-Probe.



Abbildung 2.18: CT-Probe [34]

Abbildung 2.19: Dreipunktbiegeprobe [34]

Probenfertigung

Hier sind die in der ASTM-E399-Norm festgehaltenen Normen einzuhalten.

Einbringen des Ermüdungsanrisses

Dies erfolgt in metallischen Werkstoffen zumeist durch zyklische Belastung, wobei normalerweise zwischen 10^4 und 10^6 Lastwechsel nötig sind. Die Last soll so gewählt werden, dass die maximale Spannungsintensität an der Rissspitze soll weniger als 60% von K_Q erreichen soll.

<u>Prüfung</u>

Die Prüfung wird in einer Zugprüfmaschine durchgeführt, wobei die Probe bis zum Bruch belastet wird. Die Belastungsgeschwindigkeit soll im Bereich 0,55 bis 2,75MPa \sqrt{m}/s liegen. In der Norm sind die Ansprüche an Messmitteln und Einspannvorrichtungen festgelegt.

<u>Auswertung</u>

Die Auswertung erfolgt nach der ASTM-Norm und in mehreren Schritten:

- Bestimmung von P_Q aus dem P-v-Diagramm
- Bestimmung der Anrisslänge
- Bestimmung der Probenabmessungen
- Berechnen des Schätzwerts K_Q

Überprüfung der Gültigkeitskriterien

Nach der Prüfung erfolgt die Überprüfung der Gültigkeitskriterien. Erst wenn alle in der Norm angegebenen Anforderungen der Norm erfüllt sind, gilt der ermittelte Schätzwert K_Q als K_{1C} -Wert. Gültigkeitskriterien:

a...Risslänge
1.
$$a \ge 2,5 * \left(\frac{K_Q}{\sigma_{YS}}\right)$$
 K_Q...Schätzwert für K_{IC}
 $\delta_{YS...}$ Streck- oder 0.2%-Dehngrenze (2.4)
2. $\frac{P_{max}}{P_Q} \le 1,10$ $P_{max}...maximale Kraft$
 $P_{Q}...kritische Last zur Berechnung von K_Q$ (2.5)
B...Probendicke
3. $B \ge 2,5 * \left(\frac{K_Q}{\sigma_{YS}}\right)$ K_Q...Schätzwert für K_{IC}
 $\delta_{YS...}$ Streck- oder 0.2%-Dehngrenze (2.6)

Kriterium 1 überprüft, ob die Probe überwiegend elastisch beansprucht wird. Kriterium 2 begutachtet das Verhältnis von maximaler Kraft zur kritischen Last. Kriterium 3 kontrolliert das Auftreten des ebenen Dehnungszustands.

2.4.3 Einflüsse auf die Rissbruchzähigkeit aus der Literatur

Inconel 718 ist metallurgisch sehr komplex aufgrund der Ausscheidung von mehreren Phasen. Die Phasen und die Rissbruchzähigkeit können daher durch die Wärmebehandlung, die Prozessparametern, die thermische Langzeitalterung und die Neutronenbestrahlung beeinflusst werden. [8]

Thermische Alterung

Thermische Alterung führt zu einer Reduktion von 30-35% der Rissbruchzähigkeit bei einer Alterungstemperatur von 566°C und einer Alterungszeit von 33.000 Stunden bei einer Testtemperatur von 538°C. Die alterungsinduzierte Verschlechterung des Bruchwiderstands führt zu einer Erhöhung der Matrixstärke, welche die Härte erhöht. Die erhöhte Stärke limitiert die plastische Verformungsmöglichkeit, welche eine Reduktion der Zähigkeit verursacht. Abbildung 2.20 und Abbildung 2.21 zeigen die Abhängigkeit der Bruchzähigkeit von der Alterungszeit und der Alterungstemperatur. [8]



Abbildung 2.20: Temperatur zu Alterungszeit [8, 35]

Abbildung 2.21: Bruchzähigkeit zu Alterungszeit [8, 35]

Neutronenbestrahlung

Neutronenbestrahlung führt zu einer Verminderung der Rissbruchzähigkeit unabhängig von der Wärmebehandlung. Je höher die Bestrahlungsintensität, desto niedriger ist die Rissbruchzähigkeit. [8]

<u>Anisotropie</u>

Die mechanischen Eigenschaften, wie Härte, Duktilität, Zugfestigkeit und Rissbruchzähigkeit, sind anisotrop. Die Richtung mit der niedrigsten Rissbruchzähigkeit ist von der Alterungszeit

abhängig. In Abbildung 2.22 wird die Anisotropie und der Einfluss der Alterungszeit gezeigt. [8, 35]



Abbildung 2.22: Anisotropie der Rissbruchzähigkeit [35]

Wärmebehandlung

In [36] wird auf zwei unterschiedliche Wärmebehandlungen und den Einfluss derer auf die Rissbruchzähigkeit eingegangen. Die Wärmebehandlungen CHT, Conventional Heat Treatment, und MHT, Modified Heat Treatment, unterscheiden sich im Wesentlich in der Glühtemperatur, die bei MHT höher ist. Bei CHT wird das Bruchverhalten von der δ-Phase im Metall, von groben Phasenausscheidungen durch Keimbildung und Keimwachstum beeinflusst. Die höhere Glühtemperatur während der MHT löst die groben Partikel auf und unterdrückt vorzeitige Keimbildung. Im MHT-Material mit einer Glühtemperatur von 1093°C werden die Laves-Phase und die groben δ-Partikel aufgelöst. Das CHT-Material hat feinere und enger verteilte γ "-Partikel und auch eine geringere Korngröße und führt zu einer höheren Zugfestigkeit. Trennung der Ligamente zwischen den primären Mikroporen führt zur Rissausbreitung und der zweite Rissmechanismus, welcher die primären Mikroporen verbindet, spielt eine große Rolle in der Kontrolle der Brucheigenschaften. Beim CHT-Material wird primäre Mikroporenwachstum durch Bildung zweiten das einer Mikroporenpopulation bei den δ-Partikeln vorweggenommen. Die vorzeitiae Mikroporenbildung erklärt die geringen Bruchzähigkeiten. Die kleinere Korngröße resultiert aus einer geringeren Glühtemperatur. In MHT-Material führt die Abwesenheit von δ-Partikeln zum Zusammenwachsen der primären Vertiefungen. Das erklärt die verbesserte Bruchresistenz des MHT-Materials. [8, 36]

In Abhängigkeit der Wärmebehandlung sind die δ-Partikel beim CHT-Material oder das primäre Mikroporenzusammenwachsen beim MHT-Material der dominante Bruchmechanismus.

$$J_{IC} = \frac{K_{IC}^2}{E}$$



Weitere mögliche Einflussgrößen:

Im Folgenden sind weitere Einflussgrößen aufgelistet, die Einfluss auf die Rissbruchzähigkeit haben können und dessen Auswirkungen in der Literatur nicht gefunden wurden bzw. deren Auswirkungen noch nicht betrachtet wurden.

- Probenlage
- Umformgrad ϕ
- Korngröße
- Abkühlgeschwindigkeit
- Schädliche Elemente
- δ-Phasen-Gehalt
- γ-Phasen-Gehalt
- γ'-Phasen-Gehalt
- γ"-Phasen-Gehalt
- Dehngrenze, Zugfestigkeit, Brucheinschnürung

2.5 Gesenkschmieden

Die drei Bauteile, die in der Masterarbeit behandelt werden, sind Schmiedeteile, die auf einer Spindelpresse geschmiedet.

2.5.1 Definition Gesenkschmieden

Gesenkschmieden ist ein Warm-Massivumformverfahren. Nach DIN 8583 gehört es zu den Druckumformverfahren mit gegeneinander bewegten Formwerkzeugen, wobei der Werkstoff in eine bestimmte Richtung gedrängt wird und die Form der im Gesenk vorhandenen Gravuren annimmt. [37]

2.5.2 Vorgänge im Gesenk

Die Vorgänge im Gesenk können in drei Phasen eingeteilt werden:

- a. Stauchen: Hier wird die Höhe des Werkstücks ohne nennenswerte Gleitwege an den Gesenkwänden verringert.
- b. Breiten: Wenn der Werkstoff quer zur Bewegung des Werkzeuges fließt, liegt Breiten vor. Es entsteht viel Reibung und es werden hohe Umformkräfte benötigt, da die Gleitwege relativ lang sind.
- c. Steigen: Die ist die letzte Umformphase im Gesenk, wobei hier der Werkstofffluss der Arbeitsbewegung entgegengesetzt ist und die anfängliche Höhe des Werkstücks gesteigert wird. Damit Steigen möglich ist, muss der Fließwiderstand im Werkzeug geringer sein als der Fließwiderstand im Gratspalt. [37]



Abbildung 2.24: Vorgänge im Gesenk [37]

An jeder Position im Bauteil herrschen während des gesamten Fertigungsprozesses verschiedene Bedingungen, wie unterschiedliche Temperaturen, Umformgrade, Abkühlgeschwindigkeiten, vor. Daraus ergibt sich, dass am Ende der Fertigung an jeder Position eine andere Bauteilvorgeschichte vorherrscht und das resultierende Gefüge anders sein kann. Dies macht das Prozessverständnis sowie die Kontrolle der mechanischen Eigenschaften umso schwerer.

3. Untersuchung der Variation der Rissbruchzähigkeit

3.1 Untersuchungsumfang und -durchführung

3.1.1 Aufbereitung der Daten aus dem SAP-System

In der Untersuchung werden Daten von drei Bauteilen untersucht. Es handelt sich bei allen Bauteilen um geschmiedete Aufhängungen aus Inconel 718 und sie werden BT 1, BT 2 und BT 3 genannt.

Jeder Bauteil besitzt einen Probelappen, auf welchem eine Rissbruchzähigkeitsprobe, eine Zugprobe und drei Mikrostrukturproben angeordnet sind und getestet werden. In einem bestimmten Intervall, das je nach Bauteil zwischen 200 und 400 Stück liegt, wird ein komplettes Bauteil zerstört, getestet und ein sogenanntes Cut-Up gemacht. Ein Cut-Up ist eine ganzheitliche, zerstörende Erprobung eines Bauteils und wird je nach Spezifikation zur Erstzulassung und in einem bestimmten Intervall angefertigt. In diesem Cut-Up werden insgesamt neun Rissbruchzähigkeitsproben in drei unterschiedlichen Richtungen angefertigt und getestet. Aus diesen sogenannten Serienerprobungen der Bauteile und der Eingangsprüfung der Knüppel wurden nachkommende Daten ermittelt. Dies erfolgte durch die Suche der Testsheets im Ablagesystem der Firma voestalpine Böhler Aerospace GmbH & Co KG und der Eingangsprüfberichte im SAP-System.

- Rissbruchzähigkeit K_{1C} [MPa \sqrt{m}]
- Dehngrenze Rp_{0,2} [MPa]
- Zugfestigkeit Rm [MPa]
- Bruchdehnung [%]
- Brucheinschnürung Z [%]
- ASTM-Korngröße und ALA-Korngröße
- Niob-Titan-Aluminium-Magnesium-Stickstoff-Gehalt [%]
- Lage der Probe im Bauteil

Diese Daten werden gegenübergestellt und miteinander verglichen.

S/N	Route	Dehngrenze[MPa]	Zugfestigkeit [MPa]	Bruchdehnung [%]	Brucheinschnürung [%]	Rissbruchzähigkeit K1C [MPaVm]	Richtung	ALA	ASTM-Korngröße	Nb [%]	Ti [%]	AI [%]	Mg [%]	N (%]
BR93/BR94	alte Prozessroute	1137	1410	9,6	16	108,6	S-T	4,5	10,5	5,42	0,97	0,49	0,00150	0,00980
BR95/BR96	alte Prozessroute	1138	1400	12	18,9	114	S-T	4	10,5	5,31	1,02	0,54	0,00140	0,00680
BR121/BR122	alte Prozessroute	1216	1450	12	17,3	107,2	S-T	6	10,5	5,35	1,00	0,52	0,00180	0,00600
BR127/BR128	alte Prozessroute	1220	1445	8	13,4	113,6	S-T	4	7,5	5,35	1,00	0,52	0,00180	0,00600
BR151/BR152	alte Prozessroute	1187	1427	10,4	19,8	118,4	S-T	3	8	5,29	1,01	0,50	0,00160	0,00860
DD152/DD154	alto Prozossrouto	1210	1429	11.2	10	106.5	C T	2	0	E 20	1.01	0.50	0.00160	0.00960

Abbildung 3.1: Ausschnitt aus den Daten

3.1.2 Ausgewählte untersuchte Proben

In Tabelle 3.1 sind die untersuchten Proben aufgelistet. Die chemische Zusammensetzung der Cut-ups wird in Tabelle 3.2 gezeigt. Das Cut-up 1 wurde zur Untersuchung ausgewählt, da hier eine große Streuung der Rissbruchzähigkeitswerte besteht. Diese vier Rissbruchzähigkeitsproben des interessanten Cut-ups wurden genauer mittels eines Rasterelektronenmikroskops am Erich-Schmid-Institut und am Institut für Nichteisenmetallurgie untersucht. Zusätzlich wurden metallografische Schliffe dieses Cut-ups angefertigt, untersucht und die Menge der δ-Phase, die Korngröße und die Karbidgröße in den Proben 4, 5, 6 und 7 bestimmt. Die Abkühlgeschwindigkeiten an verschiedenen Positionen, am Probelappen und an Proben aus dem Bauteil wurden gualitativ verglichen. Mit Hilfe der Technologen der Firma voestalpine Böhler Aerospace GmbH wurden auch andere Einflussgrößen, die nicht in den Daten vorkommen, diskutiert und in den nachfolgenden Kapiteln dargestellt.

Probe	Probenrichtung	K _{1C} -Wert [MPa√ <i>m</i>]	Cut-up	Untersuch	Prozessroute		
1	L-T	136,3		REM/ED	X		
2	T-L	116,9		REM/ED			
3	S-T	95,3		REM/ED			
4	Probelappen S-T	82,4	Cut-up 1	REM/EDX/LM	δ-Phase	Polymer-	
5	L-T	130,5		LM	δ-Phase	abkuniung	
6	T-L	114,4		LM	δ-Phase		
7	S-T	97,4		LM	δ-Phase		
8	S-T	107,3	Cut-up 2	REM		Luft_	
9	S-T	S-T 112,5 C		REM		abküblung	
10	S-T	107,9	Cut-up 4	REM		aukunnung	

Tabelle 3 1 [.]	Probenübersicht
	TODONUDOISION

Tabelle 3.2: Chemische Zusammensetzung der Cut-ups

Ni [%]	Cr [%]	C [%]	Mn [%]	Si [%]	Cu [%]	Mo [%]	Nb v	Ta [%]	Ti [%]
52,40	18,40	0,03	0,08	0,07	0,05	2,89	5,20	0,01	0,97

<u>Metallografische Untersuchungen zur Veranschaulichung der Karbide, des Gefüges,</u> <u>der Korngröße und der δ-Phase</u>

Es wurden die Proben 4, 5, 6 und 7 in den Richtungen T-L, L-T, S-T sowie der Probelappen in S-T mithilfe eines Lichtmikroskops untersucht (Tabelle 3.3). Die CT-Proben sind alle in
unterschiedlichen Positionen im Bauteil angeordnet. Je Probe wurde ein Schliff angefertigt. Wie in Abbildung 3.5 erkennbar ist, wurde jede CT-Probe an der Stirnfläche untersucht. Der Zuschnitt der Proben erfolgte mittels Erodieren. Danach wurden die Proben mithilfe der Einbettvorrichtung in Polyfast zylinderförmig eingebettet. Anschließend wurden die Proben mit verschieden gekörnten Schleifscheiben auf der Schleifanlage in Abbildung 3.2 geschliffen und poliert. Nach der Reinigung mit Ethanol und Propanol können die fertiggestellten Schliffe, die in Abbildung 3.3 ersichtlich sind, im Lichtmikroskop betrachtet bzw. geätzt werden.

Probe	Probenrichtung	Seite	Anzahl Schliffe
4	L-T	Stirn	1
5	T-L	Stirn	1
6	S-T	Stirn	1
7	S-T	Stirn	1

Tabelle 3.3: Probenübersicht metallografischer Schliffe

Karbide

Für die Veranschaulichung der Karbide und deren Größenbestimmung wurden die Proben im nicht geätzten Zustand betrachtet.

Gefüge und Korngröße

Für die Veranschaulichung der Korngröße und des Gefüges wurde mit Adlerätzung geätzt. Diese besteht aus 100cm³ H₂O, 200cm³ HCl, 60g Eisen(III)-chlorid-FeCl₃*6H₂O und 12g Kupferammoniumchlorid-(NH₄)₂[CuCl₄]*2H₂O. [38] Die Proben wurden mittels Wischätzung geätzt und anschließend im Lichtmikroskop untersucht.

δ-Phasenbestimmung

Die δ-Phase von Probe 4, 5, 6 und 7 mit unterschiedlichen Rissbruchzähigkeitswerten und gleicher Prozessroute wurde bestimmt. Je Probe gab es zwei metallografische Schliffe, die mit Stirn- und Längsseite bezeichnet wurden. Es wurde nach folgender Ätzanleitung vorgegangen:

- 1. Herstellung der Keller-Ätzung (s. Tabelle 3.4)
- 2. Es werden frisch polierte Proben verwendet
- 3. Tauchätzung mittels Keller-Ätzung mit einer Ätzdauer von 60 Sekunden



Keller-Ätzung	
190ml H ₂ O dest.	
3ml HCI (37%)	
5ml HNO₃	
1ml HF	



Abbildung 3.2: Schleifanlage



Abbildung 3.4: Arbeitsplatz Lichtmikroskop

Dauer der Wärmebehandlung



Abbildung 3.3: Eingebettete Proben



Abbildung 3.5: Lage der Schliffe auf Probe

Intern wurde ein Bauteil in acht Scheiben zerschnitten und je zwei Stücke wurden unterschiedlich lange im Ofen gelassen und danach mit Polymerabschrecken abgekühlt. Es wurde jeweils die Rissbruchzähigkeit und die ALA-Korngröße nach der Wärmebehandlung extern in einem Testhaus bestimmt.

Probenname	Temperatur [°C]	Haltedauer [h]	Abkühlung	Bestimmung von
WBH1	Keine Wärme	behandlung	Keine	
WBH2	980	1	Polymer-	Rissbruchzähigkeit
WBH3	980	2	abschrecken	ALA-Korngröße
WBH4	980	3	aboomookon	

Tabelle 3.5: Versuchsübersicht Wärmebehandlung

Rasterelektronenmikroskop REM

In der Chemie, den Materialwissenschaften und Biologie werden genaue Aufnahmen von der Festkörperoberfläche gebraucht und mittels eines Rasterelektronenmikroskops erstellt. [39]

Funktionsweise und Aufbau

In Abbildung 3.6 ist der Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops dargestellt. Für die Erstellung einer Elektronenmikroskopieaufnahme wird die Oberfläche eines Festkörpers mit einem Elektronenstrahl in Form eines Rasters abgetastet. Der Elektronenstrahl wird aus einem gebogenen Wolframdraht durch Erhitzen erzeugt (Abbildung 3.7). Die emittierten Elektronen werden in einem elektrischen Feld zur Probe beschleunigt. Mittels Magnetspulen wird der Elektronenstrahl gezielt abgelenkt und fokussiert. Bei der Abtastung entstehen mehrere Signalarten, wie z.B. rückgestreute Elektronen und Sekundärelektronen, welche mittels Detektoren ermittelt und danach ausgewertet werden und ein Bild entsteht. [39]



Abbildung 3.6: Aufbau Rasterelektronenmikroskop [39]



Abbildung 3.7: Blockdiagramm Wolframdrahtquelle [39]

Untersuchungsumfang und Untersuchungsdurchführung durch Rasterelektronenmikroskopie

Aus der Datenauswertung wurde das Cut-up 1 ausgewählt, das sehr schwankende Rissbruchzähigkeitswerte aufweist. Es wurde zu jeder der drei Richtungen eine Probe mit der jeweils höchsten Rissbruchzähigkeit und zusätzlich die Probe des Probelappens ausgewählt. Zusätzlich wurden noch drei interessante Proben von drei Probelappen untersucht, die abweichende Werte aufwiesen, da sie einer anderen Abkühlgeschwindigkeit ausgesetzt waren. Diese sieben Proben wurden mit dem Rasterelektronenmikroskop untersucht (Tabelle 3.6). Abbildung 3.8 zeigt eine CT-Probe in der Seitenansicht, mit welcher die Rissbruchzähigkeit ermittelt wird. Abbildung 3.9 weist die Bruchfläche der CT-Probe auf die beiden verschiedenen Gebiete des Risswachstums hin.





Restgewaltbruchfläche durch instabiles Risswachstum

Bruchfläche infolge stabilen Ermüdungsrisswachstums

Abbildung 3.8: CT-Probe Seitenansicht

Abbildung 3.9: CT-Probe Bruchfläche

Probe	Probenrichtung	K _{1C} -Wert [MPa \sqrt{m}]	Cut-up	
1	L-T	136,3		L Länge Walzrichtung
2	T-L	116,9	Cut-up 1	Extrusionsrichtung Schmiederichtung
3	S-T	95,3		
4	Probelappen S-T	82,4		LT ST
8	S-T	107,3	Cut-up2	T
9	S-T	112,5	Cut-up 3	
10	S-T	107,9	Cut-up 4	

Tabelle 3.6: Probenübersicht REM-Aufnahmen [33]

Probenvorbereitung REM-Untersuchung

Die CT-Proben werden vor der Untersuchung im REM mittels Ultraschallreinigung durch Isopropanol gereinigt und anschließend getrocknet. So sollen die Störeinflüsse für die Untersuchung minimiert werden.

REM-Aufnahmen erstellen

Die REM-Aufnahmen wurden im Rasterelektronenmikroskop, welches in Abbildung 3.10 ersichtlich ist, durchgeführt. Dazu wurde die Probe mit Handschuhen im Probenhalter eingebaut und die Kammer geschlossen. Die Kammer wurde danach abgepumpt, um ein Vakuum herzustellen. Es wurde mit einem Filamentstrom von 2,09A, einer Arbeitsdistanz von 15mm und einer EHT-Spannung von 20kV gearbeitet.



Abbildung 3.10: Rasterelektronenmikroskop

EDX-Aufnahmen

Mithilfe eines energiedispersiven Röntgenspektrometers EDX in einem Rasterelektronenmikroskop wurden den zerbrochenen Teilchen auf der Bruchfläche untersucht und chemisch analysiert. Es wurde die Bruchfläche der in Tabelle 3.7 gezeigten Proben untersucht. Dabei wurden jeweils ein Übersichtsbild mit 100-facher Vergrößerung mit einer chemischen Analyse der gesamten Fläche und mehrere ausgewählte Detailansichten mit chemischen Analysen der darauf befindlichen zerbrochenen Teilchen angefertigt.

Droho	Drobonrichtung	Anzahl chem.	
Probe	Probennentung	Analysen	
1	L-T	20	
2	T-L	33	
3	S-T	17	
4	Probelappen S-T	12	

Tabelle 3.7: Probenübersicht EDX-Untersuchung der Bruchfläche

3.2 Untersuchungsergebnisse und Diskussion

3.2.1 Allgemeine Einflussgrößen

Die allgemeinen Einflussgrößen wurden nicht näher untersucht und sind aufgrund der Übersichtlichkeit wegen angeführt.

Einfluss von unterschiedlichen Probengrößen

Alle Daten, die vorliegen wurden durch CTW-40 Serienproben (Abbildung 3.11) ermittelt und daher kann durch die vorhandenen Daten kein Einfluss der Probengröße ausgeforscht werden. Es wird vermutet, dass CTW-20 und CTW-60 abweichende Ergebnisse der Rissbruchzähigkeit mit sich bringen können, obwohl sie geometrisch ident sind. In unterschiedlich großen Proben kann das Gefüge, das aus der Herstellung und Bearbeitung resultiert, variieren. Statistisch gesehen, ist die Wahrscheinlichkeit größer, dass bei einem größeren Probenvolumen Rissbildungskeime vorliegen und so die Rissbruchzähigkeit herabgesetzt wird.



Abbildung 3.11: CTW-40 Probe

Einfluss von verschiedenen Aggregaten

Alle drei betroffenen Bauteile werden auf den gleichen Aggregaten bearbeitet und daher können aus den verfügbaren Daten keine Aufschlüsse über die Rissbruchzähigkeit gezogen werden. Es wird grundsätzlich vermutet, dass unterschiedliche Aggregate, wie z.B. die Spindelpresse, der Gegenschlaghammer oder die hydraulische Presse, einen Einfluss auf die Rissbruchzähigkeit haben. Durch andere Umform- bzw. Prozessbedingungen, wie Umformgrad, Umformgeschwindigkeit etc., finden andere Prozesse im Bauteil statt und können so die Rissbruchzähigkeit beeinflussen. In [7] wird auf den Einfluss unterschiedlicher Aggregate auf die mechanischen Eigenschaften, insbesondere die Zugfestigkeit eingegangen. Hier wird vermutet, dass die höheren Dehnraten, denen der Werkstoff im Inneren des Bauteils ausgesetzt ist, das Ausscheidungsverhalten des Inconels 718 verändert.

Einfluss von Verfahrensabläufen der Prozesse

In Abbildung 3.12 ist der allgemeine Weg der drei Schmiedeteile dargestellt. Dieser führt über das Vorformen zum Vorpressen und anschließend zum Fertigpressen. Abbildung 3.13 präsentiert die Prozessroute des BT 3. Das angelieferte Vormaterial wird auf der hydraulischen Presse gestaucht. Dann erfolgt das Ausschmieden mit dem Lufthammer und danach als Abschluss des Vorformens ein Rollen und Flachdrücken auf der hydraulischen Presse. Das Vor- und Fertigpressen findet bei allen drei Bauteilen auf der Spindelpresse statt.



Abbildung 3.13: Prozessroute BT 3

3.2.2 Auswertung der Daten aus dem SAP-System

Aus den aufbereiteten Daten lässt sich erkennen, dass die Rissbruchzähigkeit sehr stark variiert und hat die in Abbildung 3.14 gezeigte Verteilung. Durch die Untersuchungen sollen mögliche Einflussgrößen gezeigt und aufbereitet werden.



Abbildung 3.14: Verteilung der Rissbruchzähigkeit

Aus den Daten werden folgenden Daten aufbereitet:

- Einfluss von Richtungsabhängigkeit
- Einfluss der Korngröße
- Einfluss der Schmiedetemperatur
- Einfluss des Nb-Gehalts
- Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit
- Einfluss der Festigkeit
- Einfluss der Brucheinschnürung Z und der Bruchdehnung A
- Einfluss der Dauer der Wärmebehandlung

Einfluss der Richtungsabhängigkeit

Abbildung 3.15 zeigt die unterschiedlichen Durchschnittswerte der K_{1C}-Proben der Cut-ups im Vergleich. Aus der Datenauswertung und der Literatur ist eine Richtungsabhängigkeit der Rissbruchzähigkeit ersichtlich. In der L-T-Richtung sind die Werte für alle drei Bauteile deutlich höher als in den anderen Richtungen. Die Werte des Probelappens sind deutlich niedriger als die Proben aus den Bauteilen selbst. Infolgedessen wird der K_{1C}-Wert des Probelappens nicht repräsentativ für das Bauteil angenommen. Es ist klar zu sehen, dass der Rissbruchzähigkeitswert von der Lage der CT-Probe sehr beeinflusst wird. Der Mindestwert, der laut Spezifikation immer erreicht werden soll, liegt bei 90MPa \sqrt{m} . Wenn dieser Wert nicht erreicht wird, muss eine Nacherprobung durchgeführt bzw. ist das Bauteil gesperrt und kann nicht ausgeliefert und verkauft werden.

In den weiterführenden REM-Untersuchungen und mithilfe von metallografischen Schliffen soll die Richtungsabhängigkeit mit der Bruchfläche der Proben verbunden und die Richtungsabhängigkeit quantifiziert und erklärt werden.



Abbildung 3.15: Vergleich K_{1C} Durchschnittswerte

Einfluss der Korngröße

In [5] wird angegeben, dass die mechanischen Eigenschaften von Inconel 718 von der Korngröße beeinflusst werden. Dies zeigt sich bei den untersuchten Serienerprobungen nur bedingt. Die Verteilung der Korngrößen aus den Serienerprobungen der Bauteile ist in Abbildung 3.16 angeführt. Der Großteil der Korngrößen liegt im Bereich 10-25µm.



Abbildung 3.16: Verteilung der Korngröße

Zwischen Festigkeit und Korngröße kann in Abbildung 3.17 kein direkter Zusammenhang gezeigt werden. Die bei Stählen bekannte Erhöhung der Festigkeit mit sinkender Korngröße ist bei den Serienerprobungen nur bedingt gegeben. Die Korngrößen liegen hier zwischen 7 und 20µm mit einigen Ausreißern nach oben bis zu 45µm. Aus Erfahrungswerten bei Böhler Aerospace ist aber ein Anstieg der Festigkeit bei Korngrößen von 7-12µm zu erwarten. Beim Vergleich der zehn kleinsten mit den zehn größten Korngrößen in Tabelle 3.8 zeigt sich dieser Anstieg der Festigkeit deutlich. Hierbei ist ein Anstieg von 16 bzw. 14,5MPa bei der Dehngrenze bzw. der Zugfestigkeit zu sehen.

	Dehngrenze Rp _{0,2} [MPa]	Zugfestigkeit R _m [MPa]
zehn kleinsten Körner	1190	1436,2
zehn arößten Körner	1174	1421.7

Tabelle 3.8: Vergleich Korngrößen mit Festigkeit



Abbildung 3.17: Festigkeit über die Korngröße

Die Brucheinschnürung steigt mit größer werdendem Korn und die Bruchdehnung im Zugversuch bleibt annähernd gleich, was in Abbildung 3.18 ersichtlich ist.



Abbildung 3.18: Brucheinschnürung und Bruchdehnung über die Korngröße

Abbildung 3.19 zeigt die Rissbruchzähigkeit über die Korngröße. Die Werte der Rissbruchzähigkeit sind über die Korngröße weit gestreut. Hier zeigt sich mit der Trendlinie und einem R-Wert von 0,032 eine annähernd unabhängige Rissbruchzähigkeit der Korngröße. Jedoch ist dieses Diagramm nur bedingt aussagekräftig, da jedem Datenpunkt ein bestimmter Nb-Gehalt, Zugfestigkeit etc. zugeordnet werden kann, die auch unterschiedliche Werte annehmen und dadurch die Streuung verursachen können.



Abbildung 3.19: Rissbruchzähigkeit über die Korngröße

Bei Betrachtung der zehn höchsten mit den zehn geringsten Rissbruchzähigkeitswerten und der zehn kleinsten mit den zehn größten Körnern der Serienerprobungen zeigen sich widersprüchliche Aussagen. Einerseits haben die zehn kleinsten Körner im Durchschnitt eine höhere Rissbruchzähigkeit als die zehn größten. Andererseits besitzen die zehn höchsten Rissbruchzähigkeitswerte eine größere Korngröße. Dieser Aspekt und die in Abbildung 3.19 gezeigte große Streuung der Werte weist auf die unklare Beziehung zwischen Rissbruchzähgeit und Korngröße hin. Trotzdem ist die Korngröße beispielsweise für die Kriech- und Ermüdungseigenschaften des Bauteils eine entscheidende Größe und kann daher in der Entwicklung und im Fertigungsprozess nicht vernachlässigt werden.

	Rissbruchzähigkeit K _{1C} [MPa \sqrt{m}]
zehn kleinsten Körner	103,2
zehn größten Körner	102,1
	Korngröße [µm]
zehn geringsten K _{1C} -Werte	15,2
zehn höchsten K _{1C} -Werte	18,7

Tabelle 3.9: Vergleich Rissbruchzähigkeit und Korngröße

Durch die Darstellung der Rissbruchzähigkeit über die Korngröße in Verbindung mit dem Nb-Gehalt können mehr Aussagen als in Abbildung 3.19 getätigt werden. Abbildung 3.20 zeigt, dass bei höheren Nb-Gehältern die Korngröße weiter streut und die Rissbruchzähigkeit abnimmt. Bei niedrigeren Nb-Gehältern hat die Korngröße eine geringere Streuung, aber die Rissbruchzähigkeit eine weitere.



Abbildung 3.20: Rissbruchzähigkeit zu Korngröße und Nb-Gehalt

Einfluss der Schmiedetemperatur

Die Schmiedetemperatur ist jene Temperatur, bei der geschmiedet wird. Das Werkstück wird solange umgeformt, bis das Schmiedefenster unterschritten wird und das Werkstück wieder in den Ofen zum Aufwärmen muss. Die Schmiedetemperatur des Prozesses wurde von 30°C über der Solvus-Linie auf 10°C über die Solvus-Linie heruntergesetzt, weshalb es in den Daten der Serienerprobungen ab einer gewissen Serie eine neue Schmiedetemperatur für alle drei Bauteile gibt. Aufgrund dieser Umstellung aller drei Bauteile kann es zu Unterschieden des K_{1C}-Werts kommen. Die Folgen der niedrigeren Temperatur sind, dass weniger Niob während der Umformung gelöst wird und dadurch verändert sich der Gehalt der δ -, γ '-, und γ "-Phase. Auf den Nb-Gehalt und die δ -Phase wird nachfolgend noch näher eingegangen.

Tabelle 3.10 zeigt die Änderung der mechanischen Kennwerte durch die Umstellung. Die Zugfestigkeit und die Dehngrenze sinken um 25 bzw. 31MPa. Die Bruchdehnung erhöht sich absolut um 2% und die Brucheinschnürung bleibt in etwa auf demselben Niveau. Die Rissbruchzähigkeit erhöht sich hingegen nur um $0,7MPa\sqrt{m}$. Dies kann aber auch an der Streuung der Daten liegen.

Prozess	Rissbruchzähigkeit K ₁ C [MPa√m]	Dehngrenze Rpog[MPa]	Zugfestigkeit R _m [MPa]	Bruchdehnung [%]	Brucheinschnürung Z [%]
1020°C	100,8	1174,0	1419,7	11,9	18,9
1000°C	101,5	1159,2	1388,7	13,9	19,1

Tabelle 3.10: Übersicht mechanischer Kennwerte

Einfluss des Nb-Gehalts

Der Nb-Gehalt und die δ -Phase stehen in einer engen Beziehung zueinander. Das Legierungselement Niob ist bekannt zur Bildung der Hauptverfestigungsphase v" in Inconel 718 und zur Bildung der δ-Phase. Die δ-Phase wird maßgeblich von der Abkühlgeschwindigkeit und dem Verlauf der Wärmebehandlung (Haltetemperatur, Haltedauer) beeinflusst. Die primäre δ-Phase hemmt das Kornwachstum beim Lösungsglühen und die folglich kleineren Körner erhöhen wiederum die Festigkeit. In Abbildung 3.21 ist zu sehen, dass ein steigender Nb-Gehalt die mechanischen Eigenschaften, wie die Dehngrenze Rp_{0.2} und die Zugfestigkeit Rm, erhöht. Ein zu geringer Nb-Gehalt wirkt sich negativ auf die Festigkeit sowie die Härte und andere mechanische Eigenschaften aus. Ein zu hoher Nb-Gehalt kann dazu führen, dass der Werkstoff nur mehr schwer und mit hohem Verschleiß des Gesenkes bearbeitet werden kann. Hier ist immer der Nb-Gehalt des Knüppels beurteilt worden, der bei der Vormaterialeingangsprüfung gemessen worden ist.



Abbildung 3.21: Festigkeit über Nb-Gehalt

In Abbildung 3.22 wird ersichtlich, dass große Körner mit steigendem Nb-Gehalt die Rissbruchzähigkeit leicht verringern. Körner mit einer Größe unter 30µm heben die Rissbruchzähigkeit mit steigendem Nb-Gehalt leicht an.



Abbildung 3.22: Rissbruchzähigkeit zu Nb-Gehalt und Korngröße

Beim Vergleich der Ergebnisse der niedrigsten mit den höchsten Nb-Gehältern in Tabelle 3.11 zeigt sich ein ähnlicher Zusammenhang, wie oben beschrieben. Ein niedrigerer Nb-Anteil im Material kann einen niedrigeren K_{1C} -Wert zur Folge haben und umgekehrt. Die Schwankungsbreite des Nb-Anteils bei allen Serienerprobungen liegt bei nur 0,41% und daher kann die Aussage über den Einfluss des Nb-Gehaltes nur bedingt erzielt werden.

Tabelle 3.11: Vergleich der zehn minimalen/maximalen Nb-Gehälter

Min. Nb-Gehalt [%]	K_{1C} -Wert [MPa \sqrt{m}]	Max. Nb-Gehalt [%]	K_{1C} -Wert [MPa \sqrt{m}]
5,19	98,7	5,43	104,0

Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit

Das entstehende Gefüge hängt auch von der Abkühlgeschwindigkeit ab. Die drei Bauteile werden alle nach dem Schmieden im Bereich der Solvuslinie lösungsgeglüht und danach im Polymerbad abgeschreckt. Das Aushärten erfolgt bei einer Temperatur von 720°C und die Temperatur wird acht Stunden gehalten. Danach erfolgt ein Abkühlen auf 620°C, ein Halten von acht Stunden und eine abschließende Luftabkühlung (Abbildung 3.23).



Abbildung 3.23: Temperaturverlauf, Lösungsglühen und Aushärten

Je schneller die Abkühlgeschwindigkeit, desto mehr γ "-Phase und weniger δ -Phase bildet sich. Eine geringe Abkühlgeschwindigkeit führt umgekehrt zu mehr δ -Phase und weniger Verfestigungsphasen. Je nach Haltetemperatur und Haltedauer können die Phasen unterschiedlich beeinflusst werden (s. Abbildung 3.24).



Abbildung 3.24: ZTU-Schaubild Inconel 718 [6]

Tabelle 3.12 weist darauf hin, dass bei den untersuchten Proben der Probelappen mit der Polymerabkühlung den niedrigeren K_{1C} -Wert aufweist. Bei den untersuchten Proben gibt es

Proben mit Luftabkühlung und Polymerabkühlung. Die Proben der Bauteile mit der Luftabkühlung besitzen höhere K_{1C}-Werte. Dies kann neben den Vormaterialeinflüssen auch an den unterschiedlichen Abkühlgeschwindigkeiten und des daraus anderen Gefüge liegen. Die Abkühlung an der Luft ist langsamer, daher bildet sich ein anderes Gefüge und dies kann die Rissbruchzähigkeit beeinflussen.

Probe	Richtung	K _{1C} -Wert	Abkühlung
Probe 4	S-T	82,4	Polymer
Probe 8	S-T	107,3	Luft
Probe 9	S-T	112,5	Luft
Probe 10	S-T	107,9	Luft

Tabelle 3.12: Übersicht Abkühlung Probelappen

Aus der vorhandenen Datenbasis ist auch ersichtlich, dass die K_{IC}-Werte des Probelappens bei gleicher Richtung signifikant niedrigere Werte aufweisen. Am Probelappen ist die Abkühlgeschwindigkeit geringer, da der Querschnitt größer ist und so die Abkühlung langsamer abläuft. Dies widerspricht sich mit der in Tabelle 3.12 besprochenen Behauptung.

Einfluss der Festigkeit: Dehngrenze Rp0,2 und Zugfestigkeit Rm

Die Zugfestigkeit R_m ist die Spannung, die sich aus der Höchstkraft F_m und dem Anfangsquerschnitt S_0 ergibt. Sie wird mit der Formel 3.1 bestimmt und in MPa angegeben. Die 0,2%-Dehngrenze gibt die Spannung bei einer nichtproportionalen Dehnung von 0,2% an und wird mit $R_{p0,2}$ abgekürzt und wird in MPa angegeben. [2]

$$R_m = \frac{F_m}{S_0} \tag{3.1}$$

Die mechanischen Kenngrößen, Dehngrenze und Zugfestigkeit werden wie die Rissbruchzähigkeit vor allem durch den Werkstoff, die Wärmebehandlung und das entstehende Gefüge beeinflusst. Die Festigkeit wird somit vorwiegend durch den Fertigungsprozess eingestellt. Bei Betrachtung von Abbildung 3.25 erkennt man, dass beide Regressionsgeraden nahezu eine unabhängige Rissbruchzähigkeit von der Festigkeit zeigen. Die beiden Festigkeitswerte sind jeweils weit zwischen 80 und 125MPa \sqrt{m} über die Rissbruchzähigkeit gestreut. Die Standardabweichung für die Dehngrenze beträgt 28,4MPa und für die Zugfestigkeit 22,1MPa.



Abbildung 3.25: Übersicht Rissbruchzähigkeit zu Festigkeit

Die Proben mit den höchsten Zugfestigkeits- und Dehngrenzenwerten in den schwarzen Rechtecken in Abbildung 3.25 wird in den beiden Netzdiagrammen in Abbildung 3.26 und Abbildung 3.27 dargestellt. Es stellt sich heraus, dass bei beiden Netzdiagrammen eine hohe oder niedrige Zugfestigkeit- bzw. Dehngrenze eine ähnliche Rissbruchzähigkeit aufweist. Die schon in Kap. 0 erwähnte erhöhte Festigkeit durch einen steigenden Nb-Gehalt ist hier eindeutig zu sehen. Die engeren Abweichungen bei den Korngrößen zwischen 15 und 18,5µm stellt keinen eindeutigen Zusammenhang dar.



Abbildung 3.26: Netzdiagramm Zugfestigkeit Abbildung 3.27: Netzdiagramm Dehngrenze

Die höchsten und niedrigsten Rissbruchzähigkeitswerte in den grünen Rechtecken in Abbildung 3.25 wurden in einem Netzdiagramm in Abbildung 3.28 in Abhängigkeit von Nb-Gehalt, Korngröße, Zugfestigkeit und Dehngrenze aufbereitet. Hier weisen höhere K_{IC}-Werte in allen Bereichen minimal höhere Werte auf. Der Unterschied in den beiden Festigkeitskennwerten beträgt jedoch nur 12 bzw. 20MPa und bei der Korngröße zwischen 15 und 18,7 μ m.



Abbildung 3.28: Übersicht maximale und minimale Rissbruchzähigkeit

Einfluss der Brucheinschnürung Z und Bruchdehnung A

Die Verformungskennwerte Brucheinschnürung und Bruchdehnung werden aus dem Zugversuch ermittelt. Diese beiden Größen verhelfen zu einer qualitativen Beurteilung des Werkstoffverhaltens beim Versagen. Daraus lässt sich schließen, ob ein Werkstoff zu sprödem oder duktilem Bruch neigt. Höhere Werte von beiden Kennwerten können daher auf eine höhere Zähigkeit und somit eine höhere Rissbruchzähigkeit schließen.

Die Brucheinschnürung Z ist die Differenz zwischen Anfangsquerschnitt S_0 und dem kleinsten Probenquerschnitt nach dem Bruch S_u in Verhältnis zum Anfangsquerschnitt. [2] Sie wird mit Formel 3.2 berechnet und in Prozent angegeben.

$$Z = \frac{S_0 - S_u}{S_0} * 100\%$$
(3.2)

Die Bruchdehnung A ist die Differenz zwischen der Messlänge nach dem Bruch L_u und der Anfangsmesslänge L_0 bezogen auf die Anfangsmesslänge. [2] Sie wird mit Formel 3.3 berechnet und in Prozent angegeben.

$$A = \frac{L_0 - L_u}{L_0} * 100\%$$
(3.3)

Die Übersicht über die Verformungskennwerte ist in Abbildung 3.29 dargestellt. Die beiden Regressionsgeraden für die beiden Kennwerte zeigen mit hohen Dehnungsanteilen eine erhöhte Rissbruchzähigkeit. Die höheren Dehnungen führen zu einem duktileren Werkstoffverhalten und können so die Zähigkeit erhöhen. Die Standardabweichung für die Bruchdehnung beträgt 2% und für die Brucheinschnürung 3%.



Abbildung 3.29: Übersicht Verformungskennwerte

Die jeweils zehn höchsten und niedrigsten Bruchdehnungswerte bzw. –einschnürungswerte der Serienerprobungen, die in Abbildung 3.29 mit den schwarzen Rechtecken markiert sind, wurden in Abbildung 3.30 und in Abbildung 3.31 zusammengefasst. Eindeutig zu sehen ist, dass hohe Bruchdehnungswerte hohe Brucheinschnürungswerte zur Folge und umgekehrt. Die Verformungskennwerte geben Auskunft über das Werkstoffverhalten bei Versagen. Es ist offensichtlich, dass hohe Dehnungskennwerte hohe Rissbruchzähigkeitswerte als Ergebnis haben. Im Umkehrschluss ist zu sehen, dass niedrige Dehnungskennwerte mit einer geringen Rissbruchzähigkeit einhergehen.







Bei Auswertung der Proben in den grünen Rechtecken in Abbildung 3.29 mit den höchsten bzw. geringsten Rissbruchzähigkeitswerten zeigen hohen Rissbruchzähigkeitswerte hohe Dehnungskennwerte und umgekehrt. In Abbildung 3.32 sind die quantitativen Unterschiede bei den Verformungskennwerten geringer. Hier zeigen hohe Rissbruchzähigkeitswerte einen höheren Nb-Gehalt und eine größere Korngröße.





Einfluss der Dauer der Wärmebehandlung

Die Temperatur und die Dauer der Wärmebehandlung beeinflussen das Gefüge des Materials und die Korngröße. Es wurden Tests mit unterschiedlich langer Alterungszeit und gleicher Temperatur durchgeführt. Dabei wurde ein Bauteil zerschnitten und je zwei Proben derselben Wärmebehandlung unterzogen. Danach wurden die Korngröße, die Rissbruchzähigkeit und die mechanischen Kennwerte bestimmt. In Abbildung 3.33 ist die ALA-Korngröße in Abhängigkeit mit der Dauer der Wärmebehandlung dargestellt. Ein längeres Halten auf der Temperatur führt zum Kornwachstum, das sich durch einen kleiner werdenden ALA-Wert äußert. Der ALA-Wert bedeutet "as large as" und gibt das größte Korn des Gefüges an. Je größer der ALA-Wert, desto kleiner ist die Fläche des Korns. Somit bedeutet ein geringerer ALA-Wert Kornwachstum im Gefüge.



Abbildung 3.33: ALA in Abhängigkeit der Wärmebehandlung

Abbildung 3.34 zeigt die Erhöhung der Rissbruchzähigkeit bei steigender Dauer der Wärmebehandlung. In [8, 36] hat die Probe mit dem gröberen Korn die höhere Rissbruchzähigkeit, wobei hier unterschiedlich hohe Glühtemperaturen verglichen und somit die δ-Partikel und die Laves-Partikel aufgelöst wurden.



Abbildung 3.34: K_{1C} in Abhängigkeit der Wärmebehandlung

Thermische Alterung führt zu einer Erhöhung der Härte, einer Abnahme der Plastizität und einer Verringerung der Zähigkeit. In der Literatur wird angegeben, dass die δ -Phase die Plastizität erhöht. Folglich kann die Rissbruchzähigkeit durch die δ -Phase an den Korngrenzen erhöht werden. Die δ -Phase, die sich im Inneren des Korns bildet, wirkt sich negativ auf die Rissbruchzähigkeit aus, da diese Phase spröde ist.

3.2.3 Ergebnisse der ausgewählten untersuchten Proben

Lichtmikroskop: nicht geätzte Proben

Metallografische Untersuchung der nicht geätzten Proben zur Veranschaulichung der Karbide, deren Ausrichtung und Größe wurden angefertigt.

Größenanalyse in verschiedene Richtungen:

Mittels der Software des verwendeten Lichtmikroskops konnten die Größen der Karbide bestimmt werden. Abbildung 3.35 zeigt die Normalverteilung der Karbidgröße der Probe 5, Probe 6 und Probe 7 auf der Stirnseite der Proben. Die durchschnittlichen Karbidgrößen liegen zwischen 2,70 und 3,30µm. Probe 6 in T-L-Richtung hat den höchsten Scheitelpunkt und somit die geringste Standardabweichung. Probe 7 in S-T-Richtung hat den niedrigsten Scheitelpunkt und die höchste Standardabweichung.



Abbildung 3.35: Normalverteilung Karbidgröße

In Abbildung 3.36, Abbildung 3.37 und Abbildung 3.38 sind die metallografischen Aufnahmen der Stirnseite der K_{IC}-Probe gezeigt. Die Rissausbreitungsrichtung ist normal auf die abgebildeten Aufnahmen. Probe 5 und Probe 7 weisen eine ausgeprägte Zeiligkeit aus. Diese Zeiligkeit beeinflusst die Rissbruchzähigkeit, da dem Riss je nach Ausrichtung der Karbide weniger bzw. mehr Widerstand zur Rissausbreitung entgegengesetzt werden kann. Die Zeiligkeit wird je nach Umformbedingungen und Ausrichtung der Karbide als ein wichtiger Einfluss auf die Rissbruchzähigkeit klassifiziert.



Abbildung 3.36: 10X Probe 6 T-L-Stirnseite

Abbildung 3.37: 10X Probe 5 L-T-Stirnseite



Abbildung 3.38: 10X Probe 7 S-T-Stirnseite

Lichtmikroskop: geätzte Proben

Durch die Ätzung wird das Gefüge des Materials ersichtlich. Tabelle 3.13 zeigt metallografische Aufnahmen der untersuchten Proben 4, 5 und 6 mit einer Objektvergrößerung von 10 und 50. Auf den Aufnahmen mit einer Objektivvergrößerung von 50 ist die δ -Phase an den Korngrenzen gut ersichtlich. Bei Betrachtung der Aufnahmen sind auf das Gefüge große Körner mit bis zu 250µm Länge verteilt. Diese großen Körner können vom Vormaterial stammen und durch den Umformprozess teilweise nicht mehr geändert werden. Die orangen Teilchen bzw. Körner, die verteilt über das Gefüge zu sehen sind, sind Karbonitride bzw. Niobkarbide, die den Bruch auslösen können. Je mehr dieser Teilchen zu sehen sind, desto niedriger ist grundsätzlich die Rissbruchzähigkeit.



Tabelle 3.13: Übersicht ausgewählter metallografischer Aufnahmen





Tabelle 3.14 zeigt die Korngrößen aus der Serienerprobung und die im Labor selbst bestimmten Korngrößen des Bauteils der untersuchten Proben. Die Proben der Serienerprobung haben andere Positionen im Bauteil als die Probe 4, 5 und 6. Dadurch erhält man eine bessere Übersicht über die Verteilung der Korngröße im Bauteil, da nun mehrere Positionen betrachtet werden. Beim Linienschnittverfahren werden über die aufgenommenen, mikroskopischen Bilder Linien mit definierter Länge aufgetragen. Überall, wo die Korngrenze die Linie schneidet, erfolgt eine Markierung. Die Anzahl der Markierungen auf die Messstrecke bezogen gibt Auskunft über die mittlere Korngröße. Die Bestimmung der Korngröße von Inconel 718 hängt sehr vom gewählten Ätzmittel sowie vom Auswerteverfahren ab, sodass bei exakt gleicher Korngröße die Ergebnisse schwanken können. Die Korngröße liegt bei den hier untersuchten Proben zwischen ASTM 7,5 und 8,5 bzw. umgerechnet zwischen 18,9µm und 26,7µm. Bei den Serienerprobungen liegen die Korngrößen zwischen ASTM 7 und 7,5 bzw. bei 26,7µm und 31,8µm.

Serienerprobung			Bes	Bestimmung durch Linienschnittverfahren		
Position	ASTM- Korngröße	Korngröße [µm]	Probe	ASTM-Korngröße	Korngröße [µm]	
Pos. 1	7,5	26,7		Stirnseite	Stirnseite	
Pos. 2	7	31,8	Probe 4	8,5	18,9	
Pos. 3	7,5	26,7	Probe 5	7,5	26,7	
Pos. 4	7	31,8	Probe 6	8,5	18,9	

Tabelle 3.14: Korngrößen des Bauteils der untersuchten Proben

Lichtmikroskop: δ-Phasenbestimmung

Die Menge der δ -Phase von Probe 4, 5, 6 und 7 wurde bestimmt. Nach dem Ätzen wurden mit einer Objektivvergrößerung von 50 pro Probe drei Bilder an einem Lichtmikroskop angefertigt. Diese Bilder wurden mit dem Programm ImageJ ausgewertet. Durch die Bildung des Threshold-Wertes aus der ursprünglichen Lichtmikroskopaufnahme (Abbildung 3.39) entsteht eine schwarz-weiß Aufnahme, (Abbildung 3.40) bei der die schwarzen Flächen die δ -Phase darstellen. Diese schwarzen Flächen konnten anschließend quantifiziert und aufbereitet werden



Abbildung 3.39: Lichtmikroskopaufnahme für die Auswertung

Abbildung 3.40: Treshhold-Aufnahme

In Tabelle 3.15 sind die untersuchten Proben mit den Ergebnissen der Auswertung und dem K_{1C} -Wert bzw. dem Nb-Gehalt aufgelistet. Der durchschnittliche Gehalt der δ -Phase liegt bei 3,51%. Ein sehr ähnlicher Wert wird bei ähnlicher Schmiedetemperatur von 1000°C in [18] angegeben. Es ist zu sehen, dass ein höherer δ -Phasengehalt zu einer größeren Rissbruchzähigkeit führen kann. Mehr lokale δ -Phase ist auch ein Indiz für einen höheren lokalen Nb-Gehalt, der die Rissbruchzähigkeit erhöhen kann. Je mehr δ -Phase vorhanden ist, desto weniger γ' - und γ'' -Phase kann gebildet werden, da beide Nb zur Bildung benötigen. Dies führt zu einer Verringerung der Festigkeit und Erhöhung der Plastizität und kann in Folge die Rissbruchzähigkeit verändern.

Bezeichnung	Richtung	Nb-Gehalt Billet [%]	K₁C-Wert [MPa]	Richtung	δ-Phase [%]
Droho 4	<u>о т</u>	E 01	00 /	Stirnseite	3,13
FIDDE 4	3-1	5,21	02,4	Längsseite	3,35
Droho 5	Probe 5 L-T	5,21	130,5	Stirnseite	3,99
Probe 5				Längsseite	3,72
Droho 6			1111	Stirnseite	3,58
Probe 6	I-L	5,21	114,4	Längsseite	2,72
Probe 7	S-T	5,21	07.4	Stirnseite	3,96
			97,4	Längsseite	3,65

Rasterelektronenmikroskop

Es wurden die in Tabelle 3.16 gezeigten Proben mit dem Rasterelektronenmikroskop untersucht. In den Rasteraufnahmen der unterschiedlichen Richtungen der Proben zeigen sich je nach Richtung unterschiedlich viele, gebrochene Partikel in den Aufnahmen. Um diese Partikel mit der Rissbruchzähigkeit in Verbindung zu bringen und zu quantifizieren, wurden pro Probe vier Aufnahmen mit einer Vergrößerung von 1000X angefertigt. Von diesen Aufnahmen wurde die Anzahl der zerbrochenen Partikel gezählt und die Anzahl der zerbrochenen Partikel gezählt und die Anzahl der zerbrochenen Rissbruchzähigkeit von 82,4MPa \sqrt{m} . Die roten Kreise markieren die zerbrochenen Partikel. Zusätzlich ist eine Auswertung der Durchmesser der Partikel durchgeführt worden.



Abbildung 3.41: REM-Aufnahme 1000X Probelappen Bauteil 1

Droho	Diahtung	An	zahl zerb	orochene	Partikel	K _{1C} -	∑Fläche 4	Doutikal/mm ²	
FIDDE KI	Richtung	Aufn.1	Aufn.2	Aufn.3	Aufn.4	Σ	Wert	Aufn. [µm²]	
1	L-T	2	1	4	4	11	136,3	3	281
2	T-L	2	2	3	4	11	116,9		281
3	S-T	16	10	9	10	45	95,3		1148
4	Probelappen S-T	13	5	20	12	50	82,4	39183	1276
8	Probelappen S-T	11	8	10	8	37	107,3		944
9	Probelappen S-T	8	15	18	12	53	112,5		1353
10	Probelappen S-T	18	23	21	7	69	107,9		1761

Tabelle 3.16: Auswertung zerbrochene Partikel Cut-up 1

In Abbildung 3.42 ist die Auswertung der Rissbruchzähigkeit und den zerbrochenen Partikeln zu sehen. Bei Cut-up 1 zeigt sich, dass mit steigender Zahl der zerbrochenen Partikeln im Material die Rissbruchzähigkeit sinkt. Der Korrelationskoeffizient r beträgt -0,93, was eine starke negative Korrelation bedeutet. Die Probe 9, 10 und 11 haben höhere K_{1C} -Werte als die vergleichbare Probe 4. Es zeigen sich hier mehr zerbrochene Partikel auf den Aufnahmen. Der höhere K_{1C} -Wert wird vor allem durch die anderen Abkühlbedingungen, die hier vorgefunden wurden, erreicht. Bei diesen drei Proben gab es eine Luftabkühlung anstatt des Polymerabschreckens.

Der Korrelationskoeffizient misst die Stärke des linearen Zusammenhangs zwischen zwei Zufallsvariablen x und y. Der r-Wert liegt zwischen +1 und -1. Ist r nahe +1, spricht man von hoher positiver Korrelation und ist r nahe -1, spricht man von hoher negativer Korrelation. Bei Werten, die annähernd bei Null sind, besteht keine oder geringe Korrelation. [40]



Abbildung 3.42: REM-Auswertung der zerbrochenen Partikel Cut-up1



Abbildung 3.43: REM-Aufnahme Probe 1 Abbildung 3.44: REM-Aufnahme Probe 2



Abbildung 3.45: REM-Aufnahme Probe 3 Abbildung 3.46: REM-Aufnahme Probe 4

Tabelle 3.17 zeigt die Flächenauswertung der zerbrochenen Partikel der REM-Aufnahmen. Wie in Abbildung 3.47 zu sehen ist, sind an Probe 4 4,9% der Gesamtfläche von zerbrochenen Teilchen bedeckt und daraus resultiert eine geringere Rissbruchzähigkeit von 82,4MPa \sqrt{m} . Bei Probe 1 sind hingegen nur 0,6% der Gesamtfläche von zerbrochenen Teilchen besetzt und die Rissbruchzähigkeit beträgt 136,3MPa \sqrt{m} . Die starke Korrelation ist auch im Korrelationskoeffizient r =-0,97 zu finden.

Droho	Pichtung	Fläche zerbrochener Partikel [µm ²]						∑-Fläche 4	Verhältnis
TIODe	Richtung	Aufn. 1	Aufn. 2	Aufn.3	Aufn. 4	Σ	Wert	Aufn. [µm²]	ZP/GF
1	L-T	31,6	49,9	46,3	93,6	221,5	136,3		0,6%
2	T-L	44,7	56,2	233,8	133,4	468,0	116,9		1,2%
3	S-T	451,2	330,8	486,2	306,6	1574,9	95,3		4,0%
4	Probelappen S-T	407,7	201,3	740,4	553,9	1903,4	82,4	39183	4,9%
8	Probelappen S-T	510,08	290,6	233,8	88,8	1123,3	107,3		2,9%
9	Probelappen S-T	264,3	514,7	614,0	413,1	1806,1	112,5	1	4,6%
10	Probelappen S-T	646,3	915,7	631,8	90,0	2283,8	107,9	1	5,8%

Tabelle 3.17: Flächenauswertung REM-Aufnahmen Cut-up 1



Abbildung 3.47: REM-Flächenauswertung

In Abbildung 3.48 und Abbildung 3.49 ist die Größenverteilung der zerbrochenen Teilchen der REM-Aufnahmen gezeigt. Es zeigt sich ein durchschnittlicher Teilchendurchmesser von 4,77 μ m und eine Standardabweichung σ von 1,77 μ m. Innerhalb von 4,77+/-1,77 μ m liegen 68% aller Messwerte. Auffallend sind einige Ausreißer mit größerem Durchmesser im rechten Teil der Glockenkurve.



Normalverteilung zerbrochene Partikel 0,25 0,20 0,20 0,00 0,05 0,00 0,0

Abbildung 3.48: Größenverteilung Partikel

Abbildung 3.49: Verteilung zerbrochene Partikel

Es wurde die spiegelbildliche Position des Übergangsbereichs von Ermüdungsbereich und Bruchfläche der beiden Probenhälften von Probe 1 im Rasterelektronenmikroskop betrachtet (Abbildung 3.50 und Abbildung 3.51). Hier können abgelöste Teilchen betrachtet werden, die auf beiden Hälften spiegelbildlich auftreten. Die blaue Ellipse im linken Bild zeigt eine Erhebung, welche auf dem rechten Bild als Einsenkung zu sehen ist.



Abbildung 3.50: Probe 1, Hälfte 1

Abbildung 3.51: Probe 1, Hälfte 2

Rasterelektronenmikroskop: EDX

Um die Partikel auf der Bruchfläche zu identifizieren wurden an Probe 1, 2, 3 und 4 EDX-Untersuchungen durchgeführt. Tabelle 3.18 zeigt die chemischen Analysen der gesamten Fläche für jede REM-Übersichtsaufnahme mit einer 100-fachen Vergrößerung von allen vier Proben. Es gibt von Probe 1 zu Probe 4 einen sinkenden Ni-Gehalt und einen steigenden Nb-Gehalt, da auf der Oberfläche von Probe 1 zu Probe 4 die zerbrochenen Partikel mit hohem Nb-Gehalt zunehmen.

Probe	Ni [%]	Cr [%]	Fe [%]	Nb [%]	Mo [%]	Ti [%]	AI [%]
Probe 1	50,4	19,1	18,7	6,9	2,5	1,5	0,5
Probe 2	47,7	18,2	17,9	11,7	2,3	1,7	0,5
Probe 3	45,9	17,2	16,6	15,4	2,1	1,9	0,5
Probe 4	42,3	16,0	15,7	18,5	2,3	2,1	2,8

Tabelle 3.18: Übersichtsaufnahme Probe 1/2/3/4

Bei Probe 1 weisen neun chemische Analysen Niobkarbide und zehn Analysen Titannitride auf. In Abbildung 3.52 wird der Partikel gezeigt, dessen chemische Zusammensetzung in Abbildung 3.53 zu sehen ist. Dieses Spektrum ist charakteristisch für die neun Analysen, die Titannitride gezeigt haben. In Tabelle 3.19 ist der durchschnittliche Gehalt der Legierungselemente von Titannitriden gezeigt. Diese besitzen 50,43% Ti und 13,52% N. Bei Probe 2, Probe 3 und Probe 4 sind alle chemischen Analysen der Partikel Niobkarbide mit einer ähnlichen chemischen Zusammensetzung, die qualitativ in Abbildung 3.55 gezeigt ist. Tabelle 3.20 weist den durchschnittlichen Gehalt der Legierungselemente von Niobkarbiden aus und dieser liegt bei 66,25% Nb und 14,68% C.

Tabelle 3.19: Durchschnitt der Elemente von TiN von Probe 1

Element	Ti	Ν	Ni	Nb	Fe	С	Cr	Мо	Al
Gehalt [%]	50,43	13,52	10,13	9,36	8,37	7,14	4,61	0,49	0,10

Tabelle 3.20: Durchschnitt der Elemente von NbC von Probe 1

Element	Nb	С	Ni	Ti	Cr	Fe
Gehalt [%]	66,25	14,68	6,98	6,25	2,96	2,86



Abbildung 3.52: Übersicht



Abbildung 3.53: Chemische Analyse TiN





Abbildung 3.55: Chemische Analyse NbC

Bei Vergleich der Nb-Gehalte der untersuchten, zerbrochenen Partikel werden folgende Punkte ersichtlich. Die Nb-Gehalte bewegen sich zwischen 65,4 und 66,3% und in engen


Bereichen. Es kann unter diesem Aspekt kein Unterschied bei den Proben beobachtet werden.

Abbildung 3.56: Vergleich der Nb-Gehalte der zerbrochenen Partikel der Proben

Diskussion der REM-Aufnahmen

Die Niobkarbide und Titannitride, die auf der Bruchfläche zu sehen sind und den Bruch auslösen sind bereits im Vormaterial vorhanden. Daher kann angenommen werden, dass das Vormaterial einen maßgeblichen Einfluss auf die Rissbruchzähigkeit von Inconel 718 hat und als Haupteinflussfaktor gilt. Karbide und Fehlstellen im Material sind je nach Anlieferungszustand verschieden. Gründe dafür können der Lieferant selbst sein oder andere standardisierte Herstellwege des Vormaterials. Das Problem ist nun, dass vor allem Karbide während des Umformprozesses nicht mehr maßgeblich reduziert werden können. Daher ist der Anlieferungszustand des Vormaterials ein wichtiger Aspekt bei der Produktion. können Unterschiede des Vormaterials in unterschiedlichen Gehalten der Legierungselemente, wie z.B.: Niob, Ti, Al, innerhalb der Toleranzen entstehen. Weiters können Variation durch andere Wärmebehandlungszustände vorliegen und durch andere Spezifikationen, die je nach Kunde und Auftrag unterschiedlich sein können.

Die Größe des Vormaterials der drei Bauteile von denen Daten vorhanden sind, ist annähernd gleich und der Lieferant ist derselbe. Daher können aus den vorhandenen Daten keine Unterschiede analysiert und quantifiziert werden. Das angelieferte Vormaterial wird einer strengen Eingangsprüfung, wie einer chemischen Analyse und Ultraschallprüfung, unterzogen. Das Vormaterial für die drei Bauteile aus Inconel 718 wird in Stangen angeliefert, die aus Blöcken geschmiedet werden. Innerhalb dieser Blöcke gibt es an verschiedenen Orten eine unterschiedliche Anzahl an Seigerungen, Fehlstellen und Legierungselementen. Da die Schmelze von außen nach innen erstarrt, finden sich innen die meisten Seigerungen und Verunreinigungen. Je nachdem wie und wo sich diese Verunreinigungen bei der Herstellung der Stangen verteilen, gibt es Stangen mit unterschiedlicher Anzahl an Fehlstellen. Mehr Fehlstellen verursachen eine geringe Rissbruchzähigkeit und weniger Fehlstellen führen zu einer höheren Rissbruchzähigkeit. Für eine genaue Bestimmung der Fehlstellen könnten weitere Simulationen in Verbindung mit Vormaterialuntersuchungen durchgeführt werden.

3.2.4 Einflussmatrix

Den Abschluss des Untersuchungsumfanges stellt die Einflussmatrix dar, die die jeweiligen Einflussgrößen qualitativ beschreiben soll. Um alle Einflussgrößen auf die Rissbruchzähigkeit zusammenzufassen und sinnvoll aufzubereiten, wird in diesem Kapitel eine Einflussmatrix erstellt.

Das Ziel der Einflussmatrix ist die Entdeckung von Schlüsselfaktoren und es wird versucht die komplexen Zusammenhänge verschiedener Einflussfaktoren EF zu erfassen bzw. die wichtigen Einflussgrößen zu ermitteln. Es werden alle möglichen Einflussfaktorenpaare betrachtet und mit einer Skala von 0-3 bewertet, wobei 0 für keine Beeinflussung und 3 für starke Beeinflussung steht. Nach der Bestimmung von allen Einflussfaktoren wird die Aktivsumme und die Passivsumme gebildet, indem die Werte der Einflussfaktor EF der Interaktionsindex und der Aktivitätsindex bestimmt. Diese vier Kennzahlen ermöglichen nun eine qualitative Beurteilung der einzelnen Faktoren, wie es in Tabelle 3.21 erklärt wird. [41–43]

Einflussfaktoren	Interpretation					
	hoch: empfindlich, EF leicht					
Dessivoumme DS	beeinflussbar	wenig geeignet für				
	tief : EF schwer beeinflussbar, Puffer	Lenkungseingriffe				
Aktivsumme AS	hoch: EF starker Beeinflusser, Treiber	ideal für Lenkungseingriffe				
	tief: EF geringer Beeinflusser	ideal fui Lenkungseingrine				
	hoch: starker Beeinflusser, schwer					
Aktivitätsinder (AS/PS)	beeinflussbar					
ARIMIAISINGER (AO/FO)	tief: geringer Beeinflusser, leicht					
	beeinflussbar					
	hoch: starker Beeinflusser, leicht					
Interaktionsindex (ASvPS)	beeinflussbar					
	tief: geringer Beeinflusser, schwer					
	beeinflussbar					

Tabelle 3.21: Ermittlung von Lenkungs- und Steuerungsgrößen [41, 43]

Untersuchung

															Aktivsumme (AS)	Interaktions-Index (PS*AS)
Wirkung von … Wirkung auf>	K _{1C} -Wert	Richtung	Nb- Gehalt	Umform- grad	Umform geschwindigkeit	Korn- größe	Bruch- einschnürung	Temperatur WBH	Gefüge	Vor- material	Zug- festigkeit	Dehn- grenze	Proben- größe	Abkühl- geschwindigkeit		
K _{1C} -Wert	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1	0	0	2	42
Richtung	3	-	0	1	1	1	1	0	0	0	1	1	0	0	6	0
Nb-Gehalt	2	0	-	0	0	1	2	0	2	0	2	2	0	1	10	120
Umformgrad	1	0	1	-	1	1	1	0	2	0	1	1	0	0	8	40
Umform- geschwindigkeit	1	0	1	1	-	1	1	0	1	0	1	1	0	0	7	35
Korngröße	1	0	1	0	0	-	1	1	2	0	1	1	0	0	7	105
Bruch- einschnürung	1	0	0	0	0	0	-	0	0	0	1	1	0	0	2	30
Temperatur WBH	2	0	2	0	0	2	1	-	3	0	2	2	0	1	13	65
Gefüge	2	0	2	1	1	3	2	2	-	0	2	2	0	0	15	225
Vormaterial	3	0	2	0	0	2	2	0	2	-	2	2	0	0	12	0
Zugfestigkeit	1	0	1	1	1	1	1	1	0	0	-	1	0	0	7	119
Dehngrenze	1	0	1	1	1	1	1	1	0	0	2	-	0	0	8	128
Probengröße	1	0	0	0	0	0	1	0	0	0	1	1	-	2	5	0
Abkühl- geschwindigkeit	2	0	1	0	0	2	1	0	3	0	1	1	0		9	36
																<u> </u>
Passivsumme (PS)	21	0	12	5	5	15	15	5	15	0	17	16	0	4		
Aktivitäts-Index (AS/PS)	0,095	0	0,8	1,6	1,4	0,47	0,13	2,6	1	0	0,41	0,5	0	2,25		

Tabelle 3.22: Einflussmatrix

In Abbildung 3.57 ist die Passivsumme über die Aktivsumme aufgetragen. Das Vormaterial, die Temperatur der Wärmebehandlung, der Nb-Gehalt und die Abkühlgeschwindigkeit haben eine hohe Aktivsumme und gleichzeitig eine geringe Passivsumme. Diese Einflussgrößen sind daher starke Beeinflusser der Rissbruchzähigkeit, dienen als Puffer und sind geeignet für Lenkungseingriffe. Das Gefüge des Inconels 718 ist eine kritische Einflussgröße, da sowohl die Passivsumme als auch die Aktivsumme hoch ist. Die mechanischen Eigenschaften, wie die Rissbruchzähigkeit, die Zugfestigkeit, die Brucheinschnürung und die Dehngrenze, weisen eine hohe Passivsumme auf und dies weist auf eine leichte Beeinflussbarkeit hin.



Abbildung 3.57: Einflussmatrix Aktivsumme und Passivsumme

Abbildung 3.58 zeigt den Interaktionsindex über den Aktivitätsindex. Hier ist ersichtlich, dass das Gefüge sehr stark von anderen Elementen (z.B. Abkühlgeschwindigkeit und Temperatur) beeinflusst wird und es als Frühwarneinflussgröße gilt.

Puffernde Einflussgrößen haben einen tiefen Aktivitäts- und Interaktionsindex. Dies ist laut Einflussmatrix beim Vormaterial, der Richtung, der Probengröße und der Brucheinschnürung der Fall. Sie werden selbst wenig beeinflusst und wirken stabilisierend für das System.

Kritische Einflussgrößen, die einen hohen Aktivitätsindex als auch Interaktionsindex haben, stellen sich nicht heraus.

Hebel-Einflussgrößen beeinflussen viele Einflussgrößen und werden selbst weniger beeinflusst. Diese haben einen hohen Aktivitätsindex und einen tiefen Interaktionsindex. Die Abkühlgeschwindigkeit, die Temperatur der Wärmbehandlung und der Umformgrad sind solche Einflussgrößen.



Abbildung 3.58: Einflussmatrix der Indexwerte

4. Zusammenfassung und Ausblick

Die Datensammlung aus den Testsheets und den Eingangsprüfberichten wurde durchgeführt. Leider gibt es zu γ' -, γ'' - und δ -Phasengehälter keine Aufzeichnungen und diese wurden aus Kostengründen nicht durchgeführt. Die Qualität der Daten aus dem Betrieb stellt einen großen Unsicherheitsfaktor für die Datenauswertung dar. Auch existieren keine Werte der Abkühlgeschwindigkeiten, sondern nur qualitative Aussagen. Das Problem liegt dann in der erschwerten Auswertung und Aufbereitung der vorhandenen Daten. Es war eine multiple Regression vorgesehen, aber wegen der nicht optimalen Qualität der Daten war diese leider nicht durchführbar.

Als Haupteinflussgröße auf den Wert der Rissbruchzähigkeit wurde die Lage der Proben im Bauteil identifiziert. Aus der vorhandenen Datenbasis kann ein adjustiertes Bestimmtheitsmaß R² von 51,5% berechnet werden. Dies deutet an, dass 51,5% aller Rissbruchzähigkeitswerte durch die Richtungsabhängigkeit erklärt werden können. Gründe für diese Abhängigkeit sind unter anderem der Faserverlauf und die folgende Zeiligkeit der Karbide. Die Rissbruchzähigkeit gibt an, ab wann instabile Rissausbreitung und somit ein Bruch auftreten. Durch die unterschiedliche Lage der CT-Probe zum Faserverlauf bzw. der Zeiligkeit kann der Riss sich unterschiedlich schnell ausbreiten und so entsteht eine Variation der Rissbruchzähigkeit.

Das Vormaterial aus dem die Bauteile gefertigt sind, stellt eine weitere Haupteinflussgröße dar. Fehlstellen und Karbide sind abhängig von der Herstellung des Vormaterials in unterschiedlicher vorhanden. Fehler Anzahl Diese können während des Fertigungsprozesses nur mehr geringfügig ausgebessert werden. Folglich wird in weiterführenden Untersuchungen der Faktor Vormaterial genauer betrachtet werden. In den REM-Aufnahmen der Proben des Endproduktes wurden die bruchauslösenden Partikel identifiziert und quantifiziert. Die durchschnittliche Größe dieser Partikel beträgt 4,8µm. Je mehr Partikel auf der Bruchfläche liegen, desto niedriger ist die Rissbruchzähigkeit. Diese Partikel sind hauptsächlich Titannitride und Niobkarbide. Auf den metallografischen Bildern sind die Partikel orange gefärbt.

Allgemeine Einflussgrößen, die nicht näher behandelt wurden, wurden festgelegt. Diese sind der Einfluss von unterschiedlichen Probengrößen, der Einfluss von verschiedenen Aggregaten und der Einfluss von verschiedenen Verfahrensabläufen.

Das Gefüge des Inconels 718 gilt als starke Einflussgröße und hängt von vielen Faktoren, wie z.B. der Schmiedetemperatur, Wärmebehandlung, Abkühlgeschwindigkeit, Nb-Gehalt und Umformbedingungen, ab. Aus diesen Faktoren ergeben sich die Korngröße, die unterschiedlichen Phasen und folglich die mechanischen Eigenschaften des Materials. Aus dem ZTU-Schaubild in Abbildung 3.24 kann je nach Abkühlgeschwindigkeit und Haltezeit der jeweilige Phasengehalt bestimmt werden. Abschrecken im Polymerbad läuft schneller ab als an Luft und führt zu niedrigeren K_{IC}-Werten. Dies widerspricht sich mit den unterschiedlichen K_{IC}-Werten von Proben am Probelappen und am Bauteil aus der Datenbasis. Hier herrschen am Probelappen geringere Abkühlgeschwindigkeiten bzw. geringere K_{IC}-Werte vor als von Proben im Bauteil selbst.

Die Verringerung der Schmiedetemperaturen während des Schmiedens in der Datenbasis führt zu einer Erhöhung der mechanischen Kennwerte und Reduzierung der Dehnungskennwerte. Die Rissbruchzähigkeit wird davon scheinbar nicht beeinflusst. Bei der höheren Schmiedetemperatur wird mehr δ -Phase aufgelöst, da die Solvuslinie darunter liegt. Das Nb gilt als eines der wichtigsten Legierungselemente in Inconel 718. Es bildet sowohl die δ - als auch die γ "-Phase. Ein steigender Nb-Gehalt in Inconel 718 steigert die Festigkeit. Aus den Datenauswertungen stellt sich eine unklare Beziehung zwischen Nb und Rissbruchzähigkeit heraus. Der Nb-Gehalt liegt zwischen 5,19% und 5,43% und diese enge Schwankungsbreite erschwert die Datenauswertung. Tendenziell kann aus den vorliegenden Daten schlussgefolgert werden, dass ein niedriger Nb-Anteil einen niedrigeren K_{IC}-Wert zur Folge hat. Der durchschnittliche Gehalt der δ -Phase der untersuchten Proben wurde bestimmt und liegt bei 3,51%.

Die Korngröße hat einen schwer zu erklärenden Einfluss auf die Rissbruchzähigkeit. In den Daten zeigt sich eine starke Variation der Daten. Die Kontrolle der Korngröße spielt jedoch durch Einfluss auf andere mechanische Eigenschaften und Kundenvorgaben eine wesentliche Rolle im Fertigungsprozess. In den Schliffbildern zeigen sich oft bis zu 250 μ m große Körner, wobei die durchschnittliche Korngröße bei 16,5 μ m mit einer Standardabweichung von 6,5 μ m liegt. Die δ -Phase an den Korngrenzen hemmt das Kornwachstum während der Wärmebehandlung. Die δ -Phase im Inneren des Korns ist spröde und reduziert die mechanischen Eigenschaften.

Die mechanischen Kennwerte geben indirekt Auskunft über die Rissbruchzähigkeit. Je höher die Dehnungskennwerte Bruchdehnung und Brucheinschnürung sind, desto höher ist der K_{IC}-Wert. Dies kann durch das duktilere Werkstoffverhalten erklärt werden. Bei hohen Festigkeitskennwerten, wie die Dehngrenze und die Zugfestigkeit, zeigen sich minimal höhere K_{IC}-Werte in der vorhandenen Datenbasis.

In der erstellten Einflussmatrix wurden die Einflussgrößen qualitativ bewertet und diskutiert. Hier wurden kritische Einflussfaktoren, wie das Gefüge, sowie beeinflussende Faktoren, wie der Nb-Gehalt und das Vormaterial aufbereitet.

Weiterführende Untersuchungen des Vormaterials in Bezug auf die Karbid- und die ALA-Körnerverteilung werden angestrebt. Hierbei sollen verschiedene Zulieferer, verschiedene Positionen betrachtet und eine 3D-Erfassung der Karbide durchgeführt werden. Ein statistisches Modell zur Beschreibung der Inhomogenitäten in Abhängigkeit der Zulieferer und der Positionen soll implementiert werden. Labor- und Betriebsversuche für die Ermittlung von K_{IC}- und C_P-Werte sollen durchgeführt werden. Ein Modell zur groben Abschätzung von K_{IC}- und C_P-Werten soll erstellt werden.

Abkürzungsverzeichnis

KIC	Rissbruchzähigkeit
Kı	Spannungsintensitätsfaktor
REM	Rasterelektronenmikroskop
ASTM	American Society for Testing and Materials
Ni	Nickel
Cr	Chrom
Мо	Molybdän
С	Kohlenstoff
Ti	Titan
AI	Aluminium
Nb	Niob
S	Schwefel
0	Sauerstoff
Ν	Stickstoff
Mg	Magnesium
Р	Phosphor
Fe	Eisen
R _m	Zugfestigkeit
R _{P0,2}	Dehngrenze
Z	Brucheinschnürung
MHT	Modified heat treatment
CHT	Conventional heat treatment
DMLS	Direkt Metal Laser Sintern
SLM	Selektives Laserschmelzen
Q	Quotient
Р	Produkt
r	Korrelationskoeffizient
σ	Standardabweichung
CP	Crack Propagation

Literaturverzeichnis

- [1] J. R. Davis, *Nickel, cobalt, and their alloys*, ASM specialty handbook, ASM International, Ohio. 2000.
- [2] H.-J. Bargel, G. Schulze, *Werkstoffkunde*, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg. 2008.
 10.Auflage.
- [3] H. Berns, W. Theisen, *Eisenwerkstoffe-Stahl und Gusseisen*, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg. 2008. 4.Auflage.
- [4] R. H. Iserlohn, H. H. Iserlohn, R. L. Bönen, *Massivumformung: kurz und bündig*, Industrieverband Massivumformung e.V., Hagen. 2013.
- [5] K. Lange, *Umformtechnik: Handbuch für Industrie und Wissenschaft*, Vol. 4, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg. 2. Auflage.
- [6] A. Thomas, M. El-Wahabi, J. M. Cabrera, J. M. Prado, High temperature deformation of Inconel 718, *Journal of Materials Processing Technology*. 2006, *177 (1-3)*, 469 472.
- [7] L. Renhof, Mikrostruktur und mechanische Eigenschaften der Nickellegierung IN 718, *Dissertation*, Technische Universität **2007**.
- [8] W. J. Mills, Effect of Microstructural Variations on the Fracture Toughness of Wrought Alloy 718, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives.* 1991, 573 588.
- [9] VDM Metals International GmbH, Werkstoffdatenblatt Nr.4127 Alloy 718. 2016.
- [10] citim GmbH, Barleben, http://www.citim.de/de/Additive-Fertigung-Metall. 17.08.2017.
- [11] Farinia Group, Paris, http://www.farinia.com/additive-manufacturing/3d-materials/ inconel-718-aerospace-additive-manufacturing. 17.08.2017.
- [12] Y. Wang, L. Zhen, W. Z. Shao, L. Yang, X. M. Zhang, Hot working characteristics and dynamic recrystallization of delta-processed superalloy 718, *Journal of Alloys and Compounds*. 2009, 474 (1-2), 341 – 346.
- [13] H. Y. Zhang, S. H. Zhang, M. Cheng, Z. X. Li, Deformation characteristics of δ phase in the delta-processed Inconel 718 alloy, *Materials Characterization*. 2010, *61 (1)*, 48 – 53.
- [14] X. Xie, J. Dong, G. Wang, W. You, J. Du, C. Zhao, Z. Wang, T. Carneiro, The Effect of Nb, Ti, Al on Precipitation and Strengthening Behavior of 718 Type Superalloys, *Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives 2005.* 2005, 287 – 298.
- [15] M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay, S. Banerjee, Some aspects of the precipitation of metastable intermetallic phases in INCONEL 718, *MTA*. 1992, 23 (7), 2015 – 2028.
- [16] A. Oradei-Basile, J. F. Radavich, A Current T-T-T Diagram for Wrought Alloy 718.1991, 325 335.

- [17] D. Cai, W. Zhang, P. Nie, W. Liu, M. Yao, Dissolution kinetics of δ phase and its influence on the notch sensitivity of Inconel 718, *Materials Characterization*. 2007, 58 (3), 220 – 225.
- [18] S. Azadian, L.-Y. Wei, R. Warren, Delta phase precipitation in Inconel 718, *Materials Characterization.* 2004, *53 (1)*, 7 16.
- [19] P. P. Kañetas, L. R. Osorio, M. P. G. Mata, M. D. La Garza, V. P. López, Influence of the Delta Phase in the Microstructure of the Inconel 718 subjected to "Deltaprocessing" Heat Treatment and Hot Deformed, *Procedia Materials Science*. 2015, *8*, 1160 – 1165.
- [20] J. J. Schirra, R. H. Caless and R. W. Hatala, The Effect of Laves Phase on the Mechanical Properties of Wrought and Cast + HIP Inconel 718, *Superalloys 718, 625,* 706 and Various Derivatives. 1991, 375 – 388.
- [21] A. Mitchell, A. J. Schmalz, C. Schvezov and S. L. Cockcroft, The Precipitation of Primary Carbides in Alloy 718, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*. 1994, 65 – 78.
- [22] Special Metals Corporation, *Inconel alloy 718*, New Hartford, http:// www.specialmetals.com/tech-center/alloys.html. 18.10.2017.
- [23] F. R. Caliari, K. C. G. Candioto, D. A. Pereira Reis, A. A. Couto, C. de Moura Neto, C.
 Â. Nunes, Effect of Aging Treatment on Inconel 718 Superalloy, *MSF.* 2014, *805*, 199 203.
- [24] Z. Yun, H. Xuebing, W. Yong, Y. Weicheng, H. Zhuangqi, Delta Phase and Deformation Fracture Behaviour of Inconel 718 Alloy, *TMS*. 1997, 229 – 236.
- [25] W. Betz, High Temperature Alloys for Gas Turbines and other Applications: White Spots Defects in VAR Superalloys, The University of British Columbia **1986**.
- [26] ASD-STAND, prEN (2950:2007).
- [27] L. A. Jackman, G. E. Maurer and S. Widge, White Spots in Superalloys, *Superalloys* 718, 625, 706 and Various Derivatives. 1994, 153 166.
- [28] bs, Einfluß der Legierungselemente.
- [29] X. Xie, Z. Xu, B. Qu, G. Chen and J.F. Radavich, The Role of Mg on Structure and Mechanical Properties in Alloy 718, *Superalloys 1988*. 1988, 635 – 642.
- [30] X. Xie, X. Liu, Y. Hu, B. Tang, Z. Xu, J. Dong, K. Ni, Y. Zhu, S. Tien, L. Zhang, W. Xie, The Role of Phosphorus and Sulfur in Inconel 718, *Superalloys 1996*. 1996, 599 – 606.
- [31] X. Xie, Y. Zhang, Z. Xu, K. Ni, Y. Zhu, T. Zhang, Y. Tong, Ning, S. Zhang and J. F. Radavich, Effect of Oxygen, Nitrogen and Magnesium on Segregation, Solidification and Mechanical Properties in Alloy 718, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives.* 1991, 241-250.

- [32] M. Kuna, *Numerische Beanspruchungsanalsye von Rissen: Finite Elemente in der Bruchmechanik*, Vieweg+Teubner (GWV), Wiesbaden. 2008. 1. Aufl.
- [33] H. A. Richard, M. Sander, *Ermüdungsrisse*, Springer Vieweg, Paderborn. 2011. 2. Auflage.
- [34] J. Rösler, H. Harders, M. Bäker, *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*, Springer Vieweg, Wiesbaden. 2012. 4. Auflage.
- [35] G. Liu, D. K. Rehbein, O. Buck, Anisotropy of the Fracture Toughness in Aged Inconel 718. 1997, 1451 1457.
- [36] W. J. Mills, Fracture Toughness Variations for Alloy 718 Base Metal and Welds. 1989, 517 – 532.
- [37] H. Tschätsch, J. Dietrich, *Praxis der Umformtechnik*, Vieweg+Teubner, Bad Reichenhall/Dresden. 2010. 10. Auflage.
- [38] D. Lober, Ennepetal, http://www.metallograph.de/start.htm?/probenvorbereitung/ makro4.htm. 17.10.2017.
- [39] D. A. Skoog, J.J. Leary, *Instrumentelle Analytik: Grundlagen Geräte Anwendungen*, Springer, Berlin Heidelberg. 1996.
- [40] B. Bucher, W. Meier-Solfrian, U. Meyer, S. Schlick, *Statistik: Grundlagen, Beispiele und Anwendungen gelöst mit Excel*, Compendio Bildungsmedien AG, Zürich. 2003. 1. Auflage.
- [41] K. Aumayr, Erflogreiches Produktmanagement: Tool-Box f
 ür das professionelle Produktmanagement und Produktmarketing, Gabler-Verlag, Wiesbaden. 2009. 2. Auflage.
- [42] SPP GmbH, Hinweise zum Ausfüllen einer Einflussmatrix, Büren, http:// www.innovations-wissen.de/fileadmin/Innowissen/Methoden/Szenario-Technik/ Szenario-Technik_HowTo_Einflussmatrix.pdf. 09.10.2017.
- [43] Bosshart Consulting GmbH, Sensivitätsanalyse Papiercomputer, Bern, https:// www.bosshart-consulting.ch/resources/Papiercomputer_Beschreibung.pdf. 08.01.2018.

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2.1: Umformeigenschaften ausgewählter Werkstoffgruppen [4]	3
Abbildung 2.2: Einflussgrößen und Zielgrößen für die Herstellung von Nickelbasislegierung	gen
[5]	4
Abbildung 2.3: ZTU-Schaubild nach Oradei-Basile Radavich [16]	8
Abbildung 2.4: Einheitszellen von γ-Matrix (blau) und γ"-Phase (grün) [7]	9
Abbildung 2.5: Ausscheidung von δ-Phase als Funktion von Zeit und Temperatur [18]	. 10
Abbildung 2.6: Auflösungsprozess der δ-Phase in Inconel 718 [17]	. 11
Abbildung 2.7: Schema der Einformung von plattenähnlicher δ-Phase [13]	. 11
Abbildung 2.8: Doppelte Alterungswärmebehandlung [23]	. 14
Abbildung 2.9: Diskreter White Spot in Inconel 718, Skala in Zoll [27]	. 15
Abbildung 2.10: Röntgenspektroskopie Diskreter White Spot [27]	. 15
Abbildung 2.11: Vergleich dendritischer (links) und diskreter (rechts) White Spot [27]	. 16
Abbildung 2.12: Erstarrender-White-Spot in Inconel 718, Skala in Zoll [27]	. 16
Abbildung 2.13: Potentielle Quellen für diskrete und dendritische White Spots	. 16
Abbildung 2.14: Grundlegende Rissbeanspruchungen der Bruchmechanik [33]	. 19
Abbildung 2.15: Bruchmechanischer Nachweis [33]	. 20
Abbildung 2.16: Ashby Diagramm Bruchzähigkeit [34]	. 22
Abbildung 2.17: Übersicht Probenlage [33]	. 23
Abbildung 2.18: CT-Probe [34]	. 23
Abbildung 2.19: Dreipunktbiegeprobe [34]	. 23
Abbildung 2.20: Temperatur zu Alterungszeit [8, 35]	. 25
Abbildung 2.21: Bruchzähigkeit zu Alterungszeit [8, 35]	. 25
Abbildung 2.22: Anisotropie der Rissbruchzähigkeit [35]	. 26
Abbildung 2.23: CHT-MHT-Vergleich [36]	. 27
Abbildung 2.24: Vorgänge im Gesenk [37]	. 28
Abbildung 3.1: Ausschnitt aus den Daten	. 29
Abbildung 3.2: Schleifanlage	. 32
Abbildung 3.3: Eingebettete Proben	. 32
Abbildung 3.4: Arbeitsplatz Lichtmikroskop	. 32
Abbildung 3.5: Lage der Schliffe auf Probe	. 32
Abbildung 3.6: Aufbau Rasterelektronenmikroskop [39]	. 33
Abbildung 3.7: Blockdiagramm Wolframdrahtquelle [39]	. 33
Abbildung 3.8: CT-Probe Seitenansicht	. 34
Abbildung 3.9: CT-Probe Bruchfläche	. 34
Abbildung 3.10: Rasterelektronenmikroskop	. 35

Abbildung 3.11: CTW-40 Probe	
Abbildung 3.12: Übersicht Prozessroute	
Abbildung 3.13: Prozessroute BT 3	
Abbildung 3.14: Verteilung der Rissbruchzähigkeit	
Abbildung 3.15: Vergleich K _{1C} Durchschnittswerte	
Abbildung 3.16: Verteilung der Korngröße	40
Abbildung 3.17: Festigkeit über die Korngröße	41
Abbildung 3.18: Brucheinschnürung und Bruchdehnung über die Korngröße	41
Abbildung 3.19: Rissbruchzähigkeit über die Korngröße	
Abbildung 3.20: Rissbruchzähigkeit zu Korngröße und Nb-Gehalt	43
Abbildung 3.21: Festigkeit über Nb-Gehalt	45
Abbildung 3.22: Rissbruchzähigkeit zu Nb-Gehalt und Korngröße	
Abbildung 3.23: Temperaturverlauf, Lösungsglühen und Aushärten	47
Abbildung 3.24: ZTU-Schaubild Inconel 718 [6]	47
Abbildung 3.25: Übersicht Rissbruchzähigkeit zu Festigkeit	
Abbildung 3.26: Netzdiagramm Zugfestigkeit	
Abbildung 3.27: Netzdiagramm Dehngrenze	
Abbildung 3.28: Übersicht maximale und minimale Rissbruchzähigkeit	50
Abbildung 3.29: Übersicht Verformungskennwerte	51
Abbildung 3.30: Netzdiagramm Bruchdehnung	
Abbildung 3.31: Netzdiagramm Brucheinschnürung	
Abbildung 3.32: Netzdiagramm maximale/minimale Rissbruchzähigkeit	
Abbildung 3.33: ALA in Abhängigkeit der Wärmebehandlung	53
Abbildung 3.34: K _{1C} in Abhängigkeit der Wärmebehandlung	54
Abbildung 3.35: Normalverteilung Karbidgröße	55
Abbildung 3.36: 10X Probe 6 T-L-Stirnseite	
Abbildung 3.37: 10X Probe 5 L-T-Stirnseite	
Abbildung 3.38: 10X Probe 7 S-T-Stirnseite	
Abbildung 3.39: Lichtmikroskopaufnahme für die Auswertung	60
Abbildung 3.40: Treshhold-Aufnahme	60
Abbildung 3.41: REM-Aufnahme 1000X Probelappen Bauteil 1	61
Abbildung 3.42: REM-Auswertung der zerbrochenen Partikel Cut-up1	62
Abbildung 3.43: REM-Aufnahme Probe 1	63
Abbildung 3.44: REM-Aufnahme Probe 2	63
Abbildung 3.45: REM-Aufnahme Probe 3	63
Abbildung 3.46: REM-Aufnahme Probe 4	63
Abbildung 3.47: REM-Flächenauswertung	64

Abbildung 3.48: Größenverteilung Partikel	64
Abbildung 3.49: Verteilung zerbrochene Partikel	64
Abbildung 3.50: Probe 1, Hälfte 1	65
Abbildung 3.51: Probe 1, Hälfte 2	65
Abbildung 3.52: Übersicht	66
Abbildung 3.53: Chemische Analyse TiN	66
Abbildung 3.54: Übersicht	66
Abbildung 3.55: Chemische Analyse NbC	66
Abbildung 3.56: Vergleich der Nb-Gehalte der zerbrochenen Partikel der Proben	67
Abbildung 3.57: Einflussmatrix Aktivsumme und Passivsumme	71
Abbildung 3.58: Einflussmatrix der Indexwerte	72

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2.1: Chemische Zusammensetzung Inconel 718 in (%) [9]	5
Tabelle 2.2: Chemische Zusammensetzung der Laves Phase [20, 21]	12
Tabelle 2.3: Typische Rissbruchzähigkeitswerte [34]	21
Tabelle 3.1: Probenübersicht	30
Tabelle 3.2: Chemische Zusammensetzung der Cut-ups	30
Tabelle 3.3: Probenübersicht metallografischer Schliffe	31
Tabelle 3.4: Zusammensetzung Kellerätzung	32
Tabelle 3.5: Versuchsübersicht Wärmebehandlung	32
Tabelle 3.6: Probenübersicht REM-Aufnahmen [33]	34
Tabelle 3.7: Probenübersicht EDX-Untersuchung der Bruchfläche	35
Tabelle 3.8: Vergleich Korngrößen mit Festigkeit	40
Tabelle 3.9: Vergleich Rissbruchzähigkeit und Korngröße	42
Tabelle 3.10: Übersicht mechanischer Kennwerte	44
Tabelle 3.11: Vergleich der zehn minimalen/maximalen Nb-Gehälter	46
Tabelle 3.12: Übersicht Abkühlung Probelappen	48
Tabelle 3.13: Übersicht ausgewählter metallografischer Aufnahmen	57
Tabelle 3.14: Korngrößen des Bauteils der untersuchten Proben	59
Tabelle 3.15: Auswertung δ-Phase	60
Tabelle 3.16: Auswertung zerbrochene Partikel Cut-up 1	61
Tabelle 3.17: Flächenauswertung REM-Aufnahmen Cut-up 1	63
Tabelle 3.18: Übersichtsaufnahme Probe 1/ 2/ 3/ 4	65
Tabelle 3.19: Durchschnitt der Elemente von TiN von Probe 1	66
Tabelle 3.20: Durchschnitt der Elemente von NbC von Probe 1	66
Tabelle 3.21: Ermittlung von Lenkungs- und Steuerungsgrößen [41, 43]	69
Tabelle 3.22: Einflussmatrix	70