

Lehrstuhl für Werkstoffkunde und Werkstoffmechanik mit
Materialprüfamt für den Maschinenbau
Technische Universität München

Mikrostruktur und mechanische Eigenschaften der Nickellegierung IN 718

Lars Renhof

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät für Maschinenwesen
der Technischen Universität München
zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)

genehmigten Dissertation.

Vorsitzender: Univ.-Prof. Dr.-Ing. Horst Baier

Prüfer der Dissertation:

1. Univ.-Prof. Dr. mont. habil. Ewald Werner
2. Univ.-Prof. Dr.-Ing. Hartmut Hoffmann

Die Dissertation wurde am 28. Juni 2007 bei der Technischen Universität München
eingereicht und durch die Fakultät für Maschinenwesen
am 15. Oktober 2007 angenommen.

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Assistent am Lehrstuhl für Werkstoffkunde und Werkstoffmechanik der Fakultät für Maschinenwesen der Technischen Universität München. Sie ist ein Kooperationsprojekt mit der Böhler Schmiedetechnik GmbH & Co. KG, in Kapfenberg, Österreich.

Besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Herrn Professor Dr. mont. habil. Ewald Werner, dem Ordinarius des Lehrstuhls für Werkstoffkunde und Werkstoffmechanik, für die Übertragung des Projektes „*direct aged Inconel 718*“, für seine fachliche Betreuung und sein über das Übliche hinausgehende persönliche Engagement.

Mein Dank für die Einführung in die Geheimnisse der Elektronenmikroskopie gilt Frau Dr. Susanne Guder. Für Anregungen und fachliche Diskussionen auf dem Gebiet der Mechanik und Mathematik möchte ich Herrn Dr. Christian Kremaszky danken. Bei Fragestellungen der Werkstoffkunde stand mir Herr Dr. Thomas Reip stets zur Seite. Frau Brigitte Hadler danke ich für die Präparation und die Analyse der schier unendlichen Zahl von Proben. Der Werkstatt des Lehrstuhls unter Leitung von Herrn Ralf Priller danke ich für die Anfertigung derselben.

Besonderer Dank für ihren Rückhalt, ihre Unterstützung, für Aufmunterung und viel Geduld gilt meinen Eltern und meiner Frau Katharine.

Herrn Dr. Werner Horvath und Herrn Dr. Martin Stockinger danke ich für die Betreuung auf Seiten des Industriepartners, der Böhler Schmiedetechnik. Außerdem sei der Böhler Schmiedetechnik für die Finanzierung des Forschungsvorhabens und die Bereitstellung des Probenmaterials gedankt.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Motivation	2
1.2	Ziel der Arbeit	4
1.3	Kenntnisstand	5
1.3.1	IN 718	5
1.3.2	Das Legierungskonzept von IN 718	5
1.3.3	Wärmebehandlung	7
1.3.4	Phasen in IN 718	8
1.3.5	Schmiedeaggregate	14
1.3.6	Schmiedeprozess	15
1.3.7	Angewendete Analysemethoden	18
1.3.8	Bisherige Untersuchungen	18
2	Untersuchte Materialien und Probenentnahme	20
2.1	Ungeschmiedetes Material	20
2.2	Geschmiedetes Material	24
3	Experimentelle Untersuchungen	28
3.1	Mechanische Eigenschaften und Mikroskopie	28
3.1.1	Mechanische Eigenschaften	28
3.1.2	Lichtmikroskopie	29

3.1.3	Transmissionselektronenmikroskopie	29
3.2	Versuche	31
3.2.1	Wärmebehandlungsversuche	31
3.2.2	Umformversuch im Dilatometer	32
4	Ergebnisse und Diskussion	43
4.1	Geschmiedetes Material, nicht wärmebehandelt	43
4.1.1	Mechanische Eigenschaften	43
4.1.2	Lichtmikroskopie	44
4.1.3	Transmissionselektronenmikroskopie	52
4.1.4	Diskussion	57
4.2	Geschmiedetes Material, wärmebehandelt	61
4.2.1	Mechanische Eigenschaften	61
4.2.2	Transmissionselektronenmikroskopie	62
4.2.3	Diskussion	65
4.3	Dilatometerproben, Modifizierung des Dilatometerversuches	74
4.3.1	Mechanische Eigenschaften	74
4.3.2	Lichtmikroskopie	74
4.4	Dilatometerproben, Umform- und WB-Versuch	78
4.4.1	Transmissionselektronenmikroskopie	78
4.4.2	Diskussion	78
5	Zusammenfassung	82
A	Bestimmung der Werkstoffkennwerte	86
A.1	Wärmeausdehnungskoeffizient	86
A.2	Wärmeübergang in die Stempel	86
B	Einführung in die Theorie der Elektronenmikroskopie	93

Kapitel 1

Einleitung

Die ständig steigenden Anforderungen an die Leistung von Gasturbinen machten die Entwicklung besonders leistungsfähiger Werkstoffe nötig. Turbinenschaufeln und -scheiben (s. Abbildung 1.1) müssen bei Temperaturen von 60-80% ihrer Schmelztemperatur hohe mechanische Lasten ertragen, ohne sich stark plastisch zu verformen. Der in dieser Arbeit besprochene Werkstoff IN 718 ist eine Ni-Fe-Legierung, die entwickelt wurde, diesen Ansprüchen zu genügen.



(a) Turbinenscheibe (Rohling) [1]



(b) GE-90 Turbine [2]

Abbildung 1.1: Turbinenscheibenrohling und Triebwerk GE-90 von General Electric.

Die Ni-Fe-Legierungen sind eine Weiterentwicklung der hochlegierten Ni-Cr-Stähle. In Deutschland, England und den USA wurden am Anfang des 20. Jahrhunderts die Vorläufer der heutigen Ni-Fe-Legierungen entwickelt. Aus diesen ersten Ni-Fe-Legierungen und den Erkenntnissen aus den Untersuchungen der Mikrostruktur von Ni-Legierungen leiten sich fast alle Ni-Fe-Legierungen ab. Der langwierige und hochkomplexe Entwicklungsprozess führte schließlich zu den modernen Superlegierungen, denen Cr für einen hohen Oxidationswiderstand und Mo und W als Mischkristallhärter zugelegt sind, während Al, Ti und Nb sich mit Ni zu festigkeitssteigernden Ausscheidungen verbinden. Alle diese Legierungen sind mischkristallgehärtet, unterscheiden sich aber untereinander durch die Ausscheidungen, die sie ausbilden.

Die größte Gruppe unter den Ni-Fe-Legierungen erhält ihre Festigkeit durch die Ausscheidung geordneter, kohärenter Teilchen (γ'). Diese Legierungen werden - je nach Ni-Gehalt - zwischen 650 °C (25-26 Gew.-% Ni) und 815 °C (42-43 Gew.-% Ni) eingesetzt. Eine zweite Gruppe scheidet geordnete, teilkohärente Teilchen (γ'') aus. Diese Legierungen, zu denen auch das hier besprochene IN 718 gehört, haben exzellente Duktilitätseigenschaften bei cryogenen Temperaturen, sind aber auch hochfest bis zu 650 °C. Die dritte Gruppe scheidet vor allem Karbide, Nitride oder Karbonitride aus. Diese Legierungen haben Einsatztemperaturen bis zu etwa 815 °C. Die letzte Gruppe bildet wenig oder gar keine Ausscheidungen. Diese Legierungen kommen vor allem dort zum Einsatz, wo nicht die Festigkeit, sondern vor allem die Korrosionsbeständigkeit des Bauteils eine Rolle spielt. Einsatztemperaturen für diese Legierungen können bis zu 1100 °C erreichen.

Um die o.g. Eigenschaften zu erreichen, werden diese einer auf die jeweilige Legierung speziell abgestimmten Wärmebehandlung (*Aging*) unterzogen. Erfolgt die Wärmebehandlung gleich nach dem Umformprozess des Bauteils, spricht man von *Direct Aging*, erfolgt zwischen dem Umformprozess und der eigentlichen Wärmebehandlung eine Lösungsglühung, spricht man von *Standard Aging*.

1.1 Motivation

Turbinenscheiben wie die in Abb. 1.1 gezeigte werden üblicherweise auf hydraulischen Pressen gefertigt. Die Verwendung anderer Aggregate (Spindelpresse, Schmiedehammer) ist seltener. Zugversuche an Proben aus Turbinenscheiben, die auf einer Spindelpresse gefertigt wurden,

zeigen, dass die Zugfestigkeit dieser Proben höher ist als die von Proben aus konventionell (hydraulische Presse) gefertigten Scheiben (s. Abb. 1.2). Die Festigkeit von auf einer Spindelpresse gefertigten Scheiben sinkt außerdem auch bei Temperaturen nahe der Einsatztemperatur kaum ab, während die Festigkeit des hydraulisch umgeformten Materials deutlich nachlässt.

Die durch eine Wärmebehandlung eingestellten mechanischen Eigenschaften dieser Legierung können also durch die Umformgeschwindigkeit beeinflusst werden. Es wird vermutet, dass die höheren Dehnraten, denen der Werkstoff im Inneren der Scheiben ausgesetzt wird, das Ausscheidungsverhalten der Legierung verändern. Dieses müsste sich z.B. im sog. Zeit-Temperatur-Umwandlungs-Diagramm (ZTU) von IN 718 widerspiegeln. Ein ZTU-Diagramm zeigt, nach welcher Zeitdauer sich bei welcher Temperatur welche Phasen bilden. Da die Ausscheidung dieser Phasen im festen Material stattfindet, spricht man oft auch von Umwandeln.

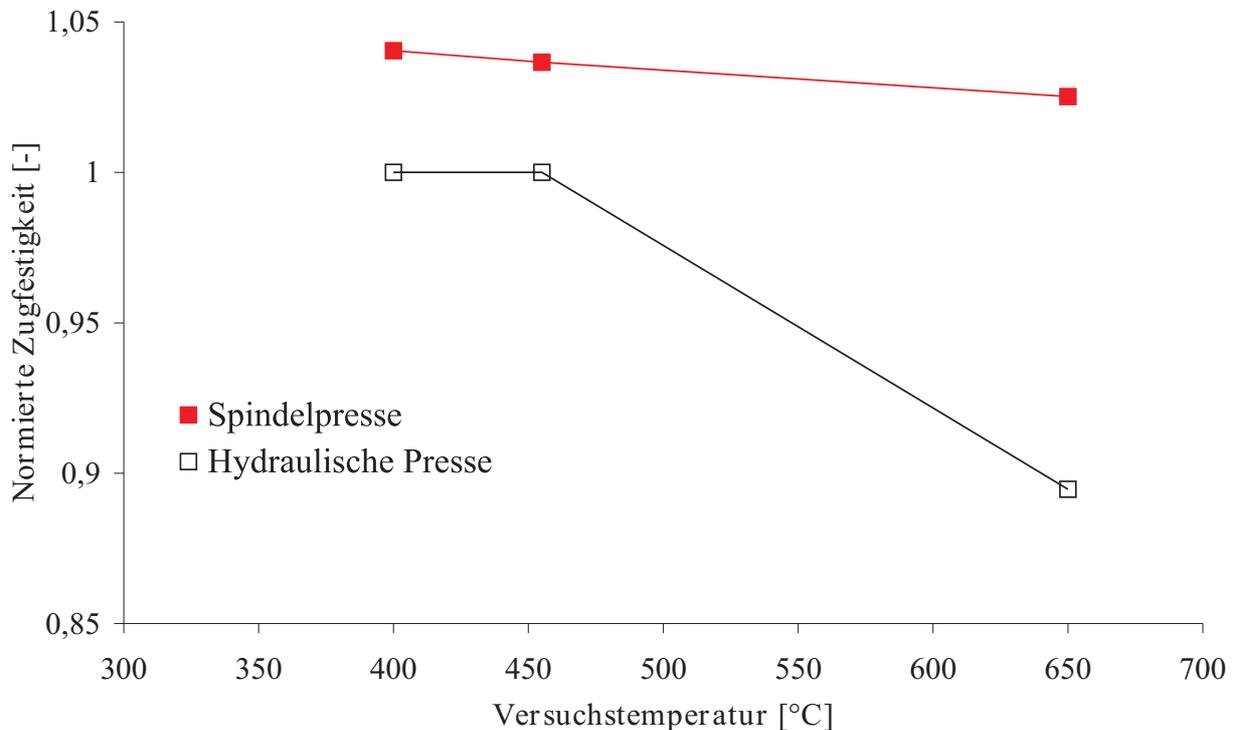


Abbildung 1.2: Ergebnisse der Zugversuche an Proben aus IN 718, die auf unterschiedlichen Aggregaten geschmiedet wurden.

Das derzeit verwendete ZTU-Diagramm nach Oradei-Basile und Radavich [3], s. Abbildung 1.3, trägt dem Einfluss der Umformgeschwindigkeit nicht Rechnung, so dass es fraglich erscheint, ob dieses Diagramm für schnell umgeformtes IN 718 verwendet werden kann.

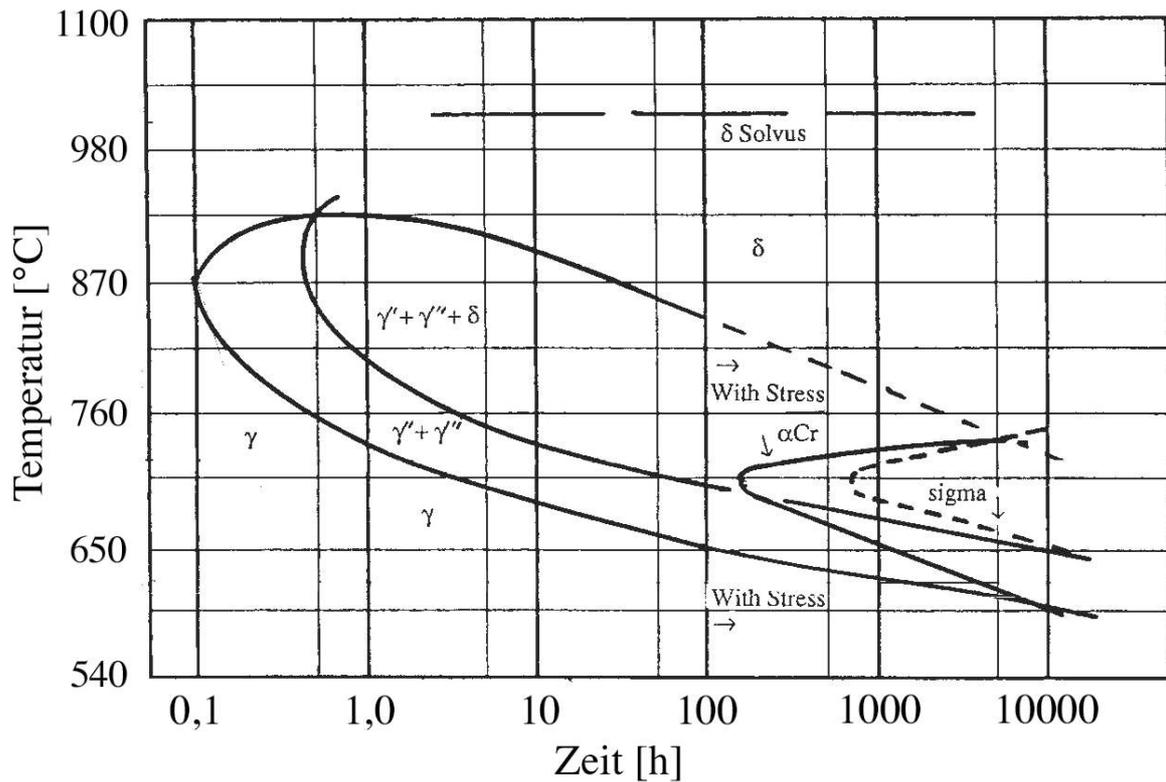


Abbildung 1.3: Zeit-Temperatur-Umwandlungs-Diagramm nach Oradei-Basile und Radavich [3] für quasi-statische Umformung.

1.2 Ziel der Arbeit

Die vorliegende Arbeit soll klären, was die Ursache für die festgestellte Verbesserung der mechanischen Eigenschaften bei hoher Umformgeschwindigkeit ist. Daher beschäftigen sich die folgenden Untersuchungen mit der Analyse der mechanischen Eigenschaften und der Mikrostruktur von schnell umgeformtem IN 718. Diese Arbeit soll die Ergebnisse der mechanischen und mikroskopischen Untersuchungen miteinander verknüpfen. Als Ursache der gegenüber denen nach quasistatischer Umformung verbesserten mechanischen Eigenschaften werden Einflüsse auf die Mikrostruktur und das Ausscheidungsverhalten von IN 718 vermutet. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen werden in Form eines Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramms (ZTU) aufgetragen. Dieses Diagramm soll zeigen, wie sich der Ausscheidungsbeginn bei höheren Umformgeschwindigkeiten verändert. Die in dieser Arbeit untersuchten hohen Umformgeschwindigkeiten oder Dehnraten wurden durch Schmiedung des Materials auf einer Spindelpresse erreicht.

Damit werden die Zusammenhänge zwischen den Parametern der thermo-mechanischen Be-

handlung (Schmiedeprozess), den mikrostrukturellen Vorgängen und den resultierenden makroskopischen Material- bzw. Bauteileigenschaften umfassend untersucht.

1.3 Kenntnisstand

In diesem Abschnitt wird die Legierung IN 718 vorgestellt. Das Legierungskonzept, die speziell auf IN 718 abgestimmte Wärmebehandlung und die sich dabei bildenden Phasen werden besprochen. Es wird auf die unterschiedlichen Umformaggregate eingegangen, die zur Herstellung von Bauteilen aus IN 718 verwendet werden. Der Schmiedeprozess einer Turbinenscheibe auf einer Spindelpresse wird besprochen. Abschließend wird eine kurze Übersicht über eine Auswahl von Untersuchungen an IN 718 gegeben, deren Ergebnisse in dieser Arbeit verwendet, bestätigt oder in Frage gestellt werden.

1.3.1 IN 718

Inconel[®] alloy 718 (IN 718) ist der Produktname einer Ni-Fe-Superlegierung der Special Metals Corporation. Diese Legierung zeichnet sich durch hohe Festigkeit auch bei hohen Temperaturen aus. Dadurch empfiehlt sich IN 718 für den Einsatz in Bauteilen, welche hohen thermomechanischen Belastungen ausgesetzt sind, wie z.B. in landgestützten Gasturbinen oder in Flugzeugtriebwerken [4]. Bauteile aus IN 718 werden in der Regel gegossen oder geschmiedet. Turbinenschaufeln werden heute auch pulvermetallurgisch hergestellt oder als Einkristall gezüchtet.

1.3.2 Das Legierungskonzept von IN 718

Die Hauptbestandteile von IN 718 sind Ni, Fe und Cr. Diese bilden die Matrix. Die chemische Zusammensetzung von IN 718 variiert leicht. So kann je nach Hersteller z.B. der Fe-Gehalt zwischen 16 und 19% und der Cr-Gehalt zwischen 17 und 19% schwanken. Der Anteil an Nb liegt zwischen 5.20 und 5.55%, der von Mo zwischen 2.80 und 3.15%. Ti liegt zwischen 0.75 und 1.15% und Al zwischen 0.35 und 0.65% (alle Angaben in Masse-%).

Tabelle 1.1: Einfluss der wichtigsten Legierungselemente in IN 718

Element	Einfluss des Elementes
Fe	<ul style="list-style-type: none"> + billiger Nickellersatz – verschlechtert die Korrosionseigenschaften – fördert die Bildung spröder Phasen
Cr	<ul style="list-style-type: none"> + erhöht den Korrosionsschutz + wirkt als Karbidbildner + Mischkristallhärter – fördert die Bildung spröder Phasen
Ti	<ul style="list-style-type: none"> + substituiert Al in γ' und Nb in γ'', erhöht den Anteil an γ' und γ'' + Karbid- und Karbonitridbildner – erhöht γ'-Gitterparameter und Fehlpassung, beschleunigt Vergrößerung – fördert die Bildung spröder Phasen
Al	<ul style="list-style-type: none"> + γ'-Bildner + Al₂O₃-Deckschichtbildner, Langzeitkorrosionsschutz bis 950 °C + starker Mischkristallhärter – hohe Gehalte verschlechtern Matrixstabilität
Nb	<ul style="list-style-type: none"> + substituiert Al in γ' (niedrige Gehalte), verzögert Vergrößerung von γ' + bildet metastabile γ''-Phase + Karbid- und Karbonitridbildner + Mischkristallhärter +/- bildet stabile δ-Phase, s. Kapitel 1.3.4 – verschlechtert Oxidationsbeständigkeit
Mo	<ul style="list-style-type: none"> + Mischkristallhärter + erhöht den E-Modul + verringert die Diffusionskoeffizienten der anderen Elemente in der Matrix + Karbidbildner – fördert die Bildung spröder Phasen – verschlechtert Oxidations- und Heißgasbeständigkeit

Die Legierungselemente haben unterschiedliche Auswirkungen auf die Mikrostruktur und unter anderem auch auf die mechanischen Eigenschaften von IN 718. Die Einflüsse der wichtigsten Legierungselemente sind in Tabelle 1.1 zusammengefasst. Eine sehr ausführliche Auflistung aller vorkommenden Legierungselemente und ihrer Auswirkungen auf IN 718 ist in [5] zu finden. Die chemische Zusammensetzung der in dieser Arbeit untersuchten Legierung zeigt Tabelle 1.2:

Tabelle 1.2: Chemische Zusammensetzung der untersuchten Modifikation von IN 718 in Gew.-%

Ni	Cr	Fe	Nb	Mo	Ti	Al	C	B
52,00	19,00	19,00	5,30	3,10	0,95	0,55	0,03	0,005

1.3.3 Wärmebehandlung

Damit sich die für die hohe Festigkeit von IN 718 wichtige γ'' -Phase ausscheidet, wird das Material wärmebehandelt. Es sind drei unterschiedliche Prozeduren gebräuchlich:

- Die klassische *Standard 718*-Wärmebehandlung. Die vorhandenen γ' - und γ'' -Teilchen sowie die δ -Phase werden bei einer Glüh­temperatur von 1038 - 1066 °C aufgelöst (die Vorstellung der einzelnen Phasen in IN 718 folgt in Abschnitt 1.3.4). Nach einer Abkühlung an Luft wird das Material bei 760 °C für 10 Stunden ausgelagert. Die zweite Wärmebehandlungsstufe wird nach einer Abkühlung im Ofen für weitere 10 Stunden bei 649 °C durchgeführt [4]. Nach einer Abkühlung an Luft wird eine Korngröße von ASTM 4-6 (grob) erreicht. Diese Variante von IN 718 eignet sich besonders für kriechbeanspruchte Bauteile.
- Das leicht modifizierte *High Strength 718* wird zuerst bei einer Temperatur zwischen 927 - 1010 °C geg­löh­ und anschliessend an Luft abgekühlt. Hierbei bleibt die primäre δ -Phase erhalten. Dadurch führt diese Wärmebehandlung zu einer deutlich feineren Korngröße von ASTM 8 [4]. Auf den Lösungsglüh­schritt folgt eine zweistufige Auslagerungsbehandlung bei 718 °C und bei 621 °C für jeweils 8 Stunden. Die *High Strength*-Wärmebehandlung wird bei schwingbeanspruchten, kerbempfindlichen Bauteilen angewendet.
- Bei der in dieser Arbeit besprochene *Direct Aged*-Wärmebehandlung wird im Unterschied zur *High Strength*-Variante der Lösungsglüh­schritt eingespart. Die weitere Auslagerungs-

behandlung entspricht der *High Strength*-Wärmebehandlung. Die einzelnen Schritte werden im nächsten Abschnitt genauer beschrieben. Die *Direct Aged*-Wärmebehandlung führt zu einer Korngröße von etwa ASTM 10 (sehr fein, vgl. Abschnitt 3.1.2). Es konnte gezeigt werden, dass durch die *Direct Aged*-Wärmebehandlung die Festigkeitseigenschaften gegenüber der *High Strength 718*-Variante weiter erhöht werden können, ohne die guten Kriecheigenschaften zu verlieren [6].

Bei Anwendung der *Direct Aged*-Wärmebehandlung wird das geschmiedete Bauteil aus der Schmiedehitze in Wasser auf Raumtemperatur abgeschreckt. Anschließend wird das Bauteil sofort ausgelagert. Dazu wird das Bauteil zuerst 8 Stunden bei 718 °C gegläht. Dann wird das Bauteil im Ofen innerhalb von 2 Stunden auf 621 °C abgekühlt und weitere 8 Stunden bei 621 °C gehalten, bevor es an Luft abgekühlt wird. Dabei bildet sich die sog. γ'' -Phase aus. Die Reduzierung der Auslagerungstemperatur nach 8 Stunden ist notwendig, da sich bei einer länger andauernden Wärmebehandlung bei 718 °C statt der γ'' -Phase aus der Matrix die sog. δ -Phase ausscheidet (vgl. Abbildung 1.3). Warum dieses nicht gewünscht ist, wird in den folgenden Abschnitten erläutert.

Mit diesem Verfahren können, gegenüber der *High Strength*-Variante, die einen Lösungsglühschritt zwischen Schmieden und Auslagern vorsieht, Zeit und Kosten eingespart werden. Zusätzlich erhöht der *Direct Age*-Prozess auch die Zugfestigkeit und verbessert die Duktilität des Materials gegenüber der *High Strength*-Variante [6, 7].

Eine schematische Darstellung des *Direct Aged*-Auslagerungsprozesses zeigt Abbildung 1.4.

1.3.4 Phasen in IN 718

Die γ -Matrix

Die drei Elemente Ni, Fe und Cr bilden die austenitische γ -Matrix [8, 9] von IN 718 (s. Abbildung 1.6a). Die Matrix hat eine kubisch flächenzentrierte Struktur. Für die Ausscheidungen bildenden Nickelbasislegierungen nehmen die Elemente Al und Ti sowie Nb einen besonderen Stellenwert ein. Mit diesen drei Elementen werden durch die in Abschnitt 1.3.3 vorgestellte Wärmebehandlung, die festigkeitssteigernden Phasen γ' (Ti, Al) und γ'' (Nb) gebildet. Den entscheidenden Beitrag zur Festigkeit von IN 718 liefert das Nb [10].

Damit sich diese Phasen bilden können, benötigen sie eine treibende Kraft und Keime, aus

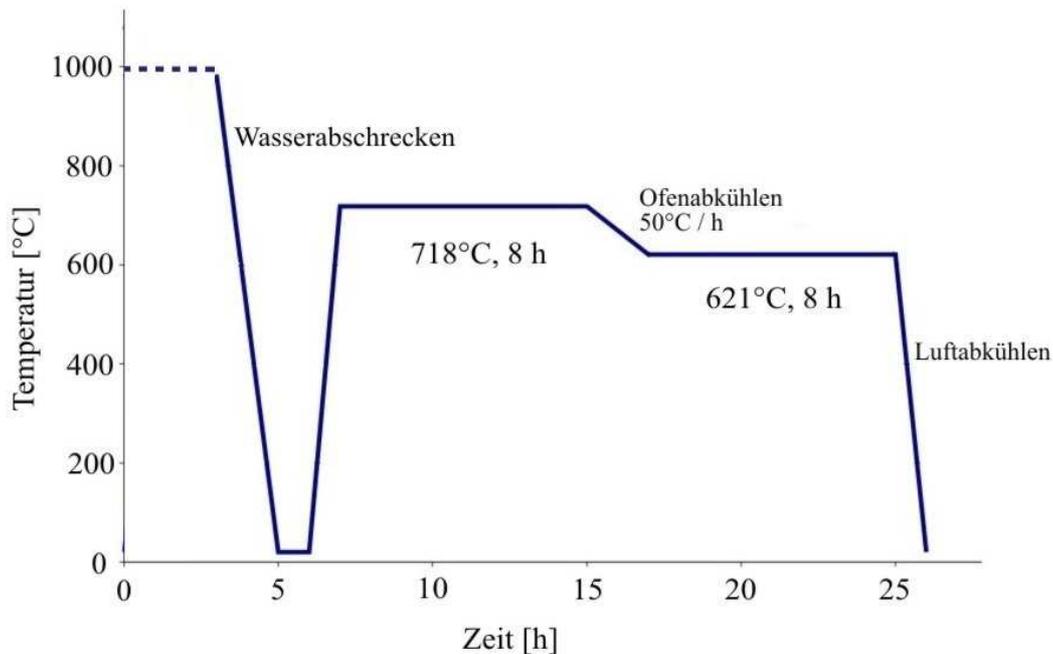


Abbildung 1.4: *Direct Aged*-Wärmebehandlung von geschmiedeten Bauteilen aus IN 718

denen sie wachsen können. Die Treibkraft steht im Material zur Verfügung, da es sich bei IN 718 im Anlieferungszustand um einen übersättigten Mischkristall mit stochastisch verteilten Legierungselementen handelt.

Die chemische Zusammensetzung der Legierung wird im schmelzflüssigen Zustand eingestellt. Beim Erstarren aus der Schmelze werden im Matrixgitter Atome von Legierungselementen eingelagert, die einen deutlich größeren oder kleineren Atomradius als die Atome der Matrix haben. Das Ni-Fe-Cr-Gitter (Atomradien 1.24 Å, 1.26 Å bzw. 1.27 Å) wird so weit gedehnt, dass z.B. die größeren Nb-Atome (Atomradius 1.46 Å) Platz finden. In dieser Dehnung des Gitters ist Verzerrungsenergie gespeichert. Bei Raumtemperatur reicht diese gespeicherte Energie jedoch nicht aus, das Material in einen energieärmeren Zustand zu überführen. Erhöht man aber die Temperatur (während einer Wärmebehandlung), diffundieren die Nb-Atome in der Matrix zu Fehlstellen im Matrix-Gitter. Fehlstellen im Matrix-Gitter sind ebenfalls Stellen, an denen das Gitter verzerrt ist. Das können neben Korngrenzen (zweidimensional) und Versetzungen (eindimensional) auch Fehlstellen oder Zwischengitteratome sein (Punktfehler). Die im Vergleich zu den Matrix-Atomen deutlich größeren Nb-Atome können vor allem an ein- oder zweidimensionalen Fehlstellen die dort vorliegende Gitterverzerrung minimieren. Durch eine regelmäßige Anordnung der Nb-Atome innerhalb eng begrenzter Bereiche wird die Gitterverzerrung der Matrix weiter reduziert, so dass sich frei in der Matrix vorliegende Nb-Atome stets in Richtung

solcher Zonen regelmäßig angeordneter Nb-Atome bewegen. Die zur Bildung solcher Nb-reicher Seigerungszone notwendigen Fehl- oder Keimstellen liegen nach der Umformung des Materials in ausreichender Menge vor. Die sich an den Gitterbaufehlern bildenden Teilchen nennt man γ'' -Ausscheidungen. Diesen Zeitabschnitt des Ausscheidungsprozesses nennt man Keimbildung. Es ist die erste von insgesamt drei Stufen, die der Ausscheidungsprozess durchläuft. Während des zweiten Abschnittes, dem ungestörten Wachstum, wachsen die γ'' -Teilchen aus den Keimen. Dabei diffundieren Nb-Atome zu dem jeweils nächstliegenden Teilchen, das Teilchen wächst. Mit dem Teilchen wächst auch sein Einzugsbereich, aus dem weitere Nb-Atome angezogen werden. Fangen die Einzugsbereiche der Teilchen an, sich zu überlappen, konkurrieren sie um die verbleibenden Nb-Atome. Der Ausscheidungsprozess wird dadurch gebremst und die Teilchen wachsen nur noch langsam. In Abbildung 1.5 ist der zeitliche Verlauf der drei Abschnitte des Ausscheidungsprozesses schematisch dargestellt.

Sobald die zur Bildung der γ'' -Phase zur Verfügung stehende Menge an Nb in γ'' -Teilchen ge-

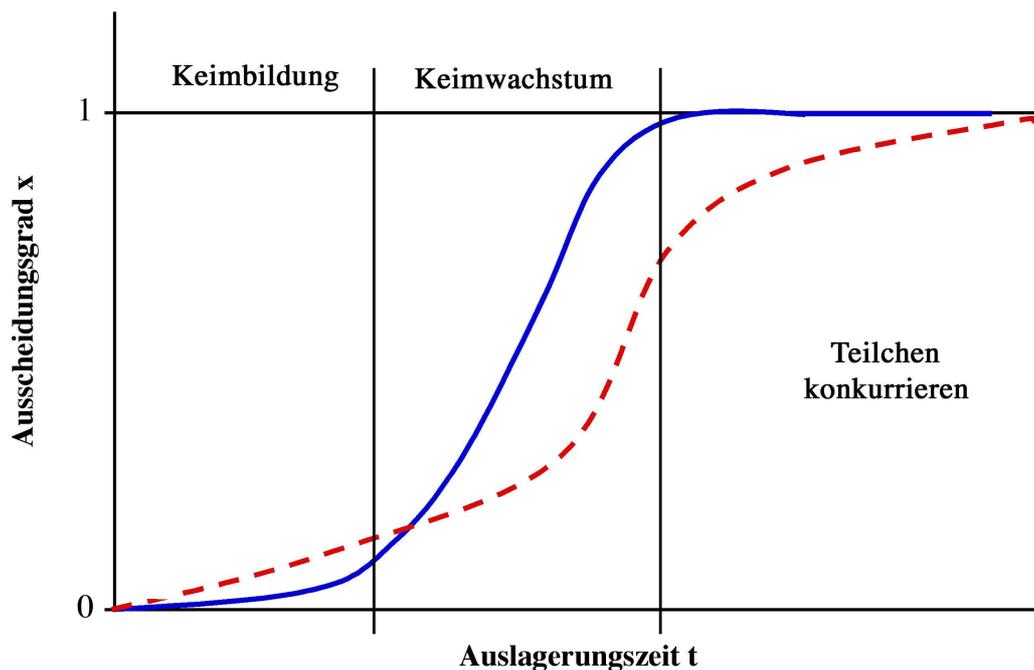


Abbildung 1.5: Schematische Darstellung der drei Wachstumsabschnitte der γ'' -Teilchen. Die durchgezogene Linie stellt die Ausscheidungsabschnitte für hydraulisch geschmiedetes Material dar. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Keimbildung bei spindelpressenumgeformtem Material (gestrichelte Kurve) deutlich länger, das ungestörte Wachstum dafür deutlich kürzer dauert.

bunden ist, wachsen die vorhandenen Teilchen nicht mehr durch hinzudiffundierende Nb-Atome aus der Matrix. Vielmehr wachsen nur noch größere Teilchen, indem sie Nb-Atome von kleineren

Teilchen abziehen. Indem die Teilchen wachsen und dabei ihre Anzahl geringer wird, reduziert sich die (energetisch teure) Grenzfläche zwischen Ausscheidung und Matrix. Die immer größer werdenden Teilchen behindern die Versetzungsbewegung nicht mehr so stark wie die kleinen Ausscheidungen. Die Härte des Materials nimmt wieder ab.

Oberhalb von etwa 1020 °C sind alle Phasen aufgelöst und es liegt allein die γ -Matrix vor [9]. Die wichtigsten Phasen, die sich bei isothermer Wärmebehandlung unterhalb von 1020 °C bilden, werden im Folgenden kurz vorgestellt.

Die γ'' -Phase

Aufgrund des - gegenüber Ni-Legierungen - hohen Fe-Gehaltes zählt IN 718 zu den Ni-Fe-Legierungen. Dass der Fe-Gehalt für die Ausscheidung der γ'' -Phase entscheidend ist, zeigen Untersuchungen am Ni-Nb-System. In [11] wird nachgewiesen, dass sich die γ'' -Phase bis zu einem Nb-Gehalt von 12% gar nicht bildet. Fügt man wenige Prozent Fe hinzu, bildet sich die γ'' -Phase bereits bei deutlich geringeren Nb-Gehalten. Die γ'' -Phase ist eine tetragonal raumzentrierte Ordnungsphase mit der Stöchiometrie Ni_3Nb (s. Abb. 1.6b). Diese Phase scheidet sich bei technischen Wärmebehandlungen zwischen 650 °C und 850 °C aus der Matrix aus¹ und hat eine Lösungstemperatur von ca. 885 °C [12]. Bei IN 718 sind im Gegensatz zu anderen Ni-Legierungen die Anteile der γ' -Phase bildenden Elemente Al und Ti zugunsten von Nb abgesenkt, damit sich ein größerer Anteil an γ'' -Phase bildet [12]. Die γ'' -Teilchen sind scheibenförmig, teilkohärent und haben eine scharfe Orientierungsbeziehung zur Matrix [12, 13]:

$$\{100\}_\gamma \parallel (001)_{\gamma''}, \langle 001 \rangle_\gamma \parallel [100]_{\gamma''}$$

Diese Notierung bedeutet, dass die Basisebene der Teilcheneinheitszelle immer parallel zu einer der Würfelflächen der Matrixeinheitszelle ist. Es gibt also drei verschiedene Richtungen, in denen sich die Teilchen in der Matrix ausscheiden. Die Gitterkonstante der Matrix ist $a_\gamma = b_\gamma = c_\gamma = 3.524 \text{ \AA}$, die der γ'' -Ausscheidung sind $a_{\gamma''} = b_{\gamma''} = 3.624 \text{ \AA}$; $c_{\gamma''} = 7.406 \text{ \AA}$. Daraus ergeben sich Fehlpassungen von $\varepsilon = \frac{a_\gamma - a_{\gamma''}}{a_\gamma} \approx 3\%$ in a- bzw. b-Richtung und von $\varepsilon = \frac{2 * c_\gamma - c_{\gamma''}}{2 * c_\gamma} \approx 5\%$ in c-Richtung (mit $2 * c_\gamma = 7.048 \text{ \AA}$ für die Matrix-Einheitszelle). Aus diesen Werten lässt

¹Mit technischer Wärmebehandlung ist eine Wärmebehandlung in ökonomisch vertretbarem Zeitrahmen gemeint. Betrachtet man den thermodynamische Gleichgewichtszustand, erhält man genau die Lösungstemperatur der Phase. Unterhalb der Lösungstemperatur scheidet die Phase aus, oberhalb ist sie aufgelöst.

sich die bevorzugte Wachstumsrichtung der Phase ablesen.

Die Fehlpassung zwischen Matrix und Ausscheidung wird durch Verzerrungen des Matrix-Gitters ausgeglichen. Diese Verzerrungen aufzubringen kostet Energie. Aufgrund der geringeren Fehlpassung in a- und b-Richtung ist für das Wachstum der Teilchen in dieser Richtung weniger Energie aufzuwenden als in c-Richtung. Daher wachsen die Teilchen parallel zur (a,b)-Basisebene schneller, es resultiert die typische Scheiben- bzw. Diskusform. Es kann davon ausgegangen werden, dass alle drei Ausrichtungen der Teilchen gleich häufig auftreten [14].

Die üblichen Wärmebehandlungen sind daraufhin optimiert, dass sich zuerst die γ'' -Teilchen bilden. Ist die Ausscheidung der γ'' -Phase nahezu abgeschlossen, scheidet sich - bei entsprechender chemischer Zusammensetzung und Wärmebehandlung - die γ' -Phase zwischen den γ'' -Teilchen aus [3]. Der rechnerisch mögliche Anteil an γ'' -Phase in der vorliegenden Zusammensetzung beträgt 14 Volumen-% [15, 16].

Die γ'' -Phase ist eine Zwischenstufe in der Ausscheidungssequenz von IN 718 und daher metastabil. Bei einer Temperatur von etwa 650 °C (\approx Betriebstemperatur) wandelt die γ'' -Phase langsam (mehrere tausend Stunden, Erreichen des thermodynamischen Gleichgewichts) in die δ -Phase um [12]. Wachsen die γ'' -Teilchen deutlich über 30 nm, wird ihre Gitterstruktur immer mehr der orthorhombischen ähnlich und ihre Effektivität gegen die Versetzungsbewegung nimmt dabei stark ab [13].

Die γ' -Phase

Die γ' -Phase ist eine kubisch flächenzentrierte Ordnungsphase der Stöchiometrie $\text{Ni}_3(\text{Ti},\text{Al})$. Sie ist kohärent zur Matrix. Die γ' -Phase ist eigentlich keine Phase im klassischen Sinn, sondern eine kohärente Entmischungszone ohne Phasengrenze zur Matrix [12]. In IN 718 hat die γ' -Phase eine untergeordnete Rolle, da die Anteile der Elemente Ti und Al, die in anderen Ni- oder Ni-Fe-Legierungen für die Bildung dieser Phase verantwortlich sind, in IN 718 zugunsten von Nb reduziert wurden, so dass auch in vollständig wärmebehandeltem IN 718 nur ein sehr geringer Anteil an γ' -Phase zu finden ist (4-5 Vol.-% [17]).

Die δ -Phase

Die δ -Phase ist eine orthorhombische Ordnungsphase der Stöchiometrie Ni_3Nb [9]. Ihre Lösungstemperatur liegt ca. bei 1020 °C [8]. Sie ist die stabile Variante der γ'' -Phase und bildet sich

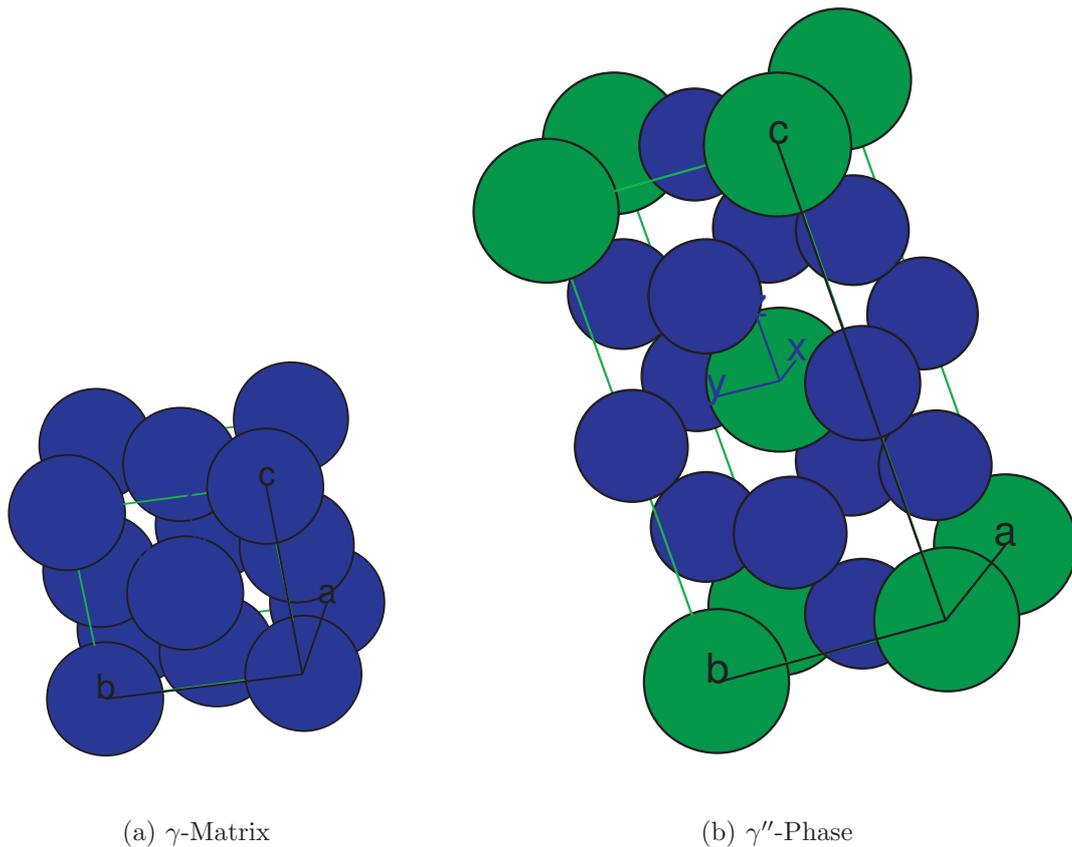


Abbildung 1.6: Einheitszellen von γ -Matrix und der für IN 718 wichtigen γ'' -Ausscheidung.

entweder bei der Erstarrung aus der Schmelze (primäre δ -Phase) oder sie entwickelt sich nach mehreren tausend Stunden bei Betriebstemperatur ($\approx 650^\circ\text{C}$) aus der γ'' -Phase. Die δ -Phase ist die Endstufe der Ausscheidungssequenz von In 718. Die primären δ -Teilchen sind erwünscht, da sie die Korngrenzen belegen und damit das Kornwachstum der γ -Matrix während und nach dem Schmieden hemmen [17, 18]. Die sich im Betrieb bildenden δ -Teilchen hingegen entstehen aus den vorhandenen γ'' -Teilchen und befinden sich anschließend im Korninneren. Aufgrund ihrer zur Matrix vollkommen inkohärenten Kristallstruktur ist ihre festigkeitssteigernde Wirkung deutlich schwächer als die der teilkohärenten γ'' -Phase. Zudem sinkt durch die spröden Teilchen die Duktilität des Materials stark ab [19]. Daher ist die sekundäre Variante dieser Phase unerwünscht, da ihr Auftreten die Duktilität des Bauteiles absenken kann. Aufgrund der eventuell vorhandenen primären δ -Ausscheidungen wird der theoretisch mögliche Volumenanteil der γ'' -Phase nicht ganz erreicht. Der Anteil reduziert sich auf ungefähr 13 Volumen-%.

Karbid und Nitrid

In Abhängigkeit vom Kohlenstoff- bzw. Stickstoffgehalt im Material scheiden sich beim Abkühlen aus der Schmelze Karbide (vorwiegend NbC) und Nitride (vorwiegend TiN) aus. Die Karbide sind massive, unregelmäßig geformte Ausscheidungen im Korninneren, vereinzelt auch an den Korngrenzen und inkohärenten Zwillingsgrenzen [12]. Die Nitride sind meist kubische Titanitride in kleinen Mengen [12]. Der Einfluss dieser Ausscheidungen auf die Festigkeit ist nach [20, 21] aufgrund des geringen Volumenanteils und des daraus resultierenden großen Abstandes der Teilchen voneinander vernachlässigbar. Man kann davon ausgehen, dass Karbide und Nitride nur beim Bruch eine Rolle spielen [20, 21].

1.3.5 Schmiedeaggregate

Bauteile aus IN 718 werden geschmiedet, gewalzt, gegossen oder auch pulvermetallurgisch hergestellt. Turbinenscheiben werden üblicherweise geschmiedet. Dazu werden in der Regel hydraulische Pressen eingesetzt. Andere verwendete Schmiedeaggregate sind Schmiedehämmer oder schwungradgetriebene Spindelpressen (Abbildung 1.7a). Während hydraulische Pressen kraftgebundene Pressen sind, zählen schwungradgetriebene Spindelpressen und Schmiedehämmer zu den arbeitsgebundenen Pressen.

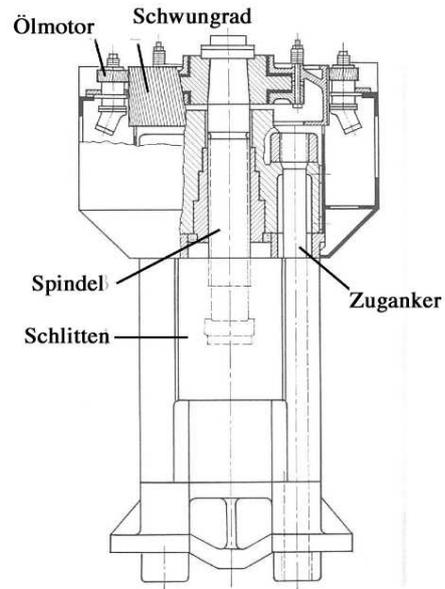
In Abbildung 1.7b sind die wichtigsten Bauteile einer Spindelpresse dargestellt. Die Funktionsweise der Presse sei hier kurz beschrieben:

Durch Ölmotoren wird das Schwungrad der Spindelpresse angetrieben. Ist die gewünschte Winkelgeschwindigkeit des Schwungrades erreicht, wird eine Rutschkupplung geschlossen und die Energie des rotierenden Schwungrades auf die Spindel übertragen. Über die Spindel wird der Schlitten, an dem das Gesenk befestigt ist, entlang der seitlichen Führungen senkrecht nach unten auf das Schmiedestück zu bewegt. Durch das Aufsetzen des Gesenkes auf das Schmiedestück wird das Gesenk bis zum Stillstand abgebremst, dabei wird die kinetische Energie in Umformenergie und Wärme umgewandelt. Dabei stammen mindestens 90% der Energie aus der Rotation des Schwungrades und maximal 10% aus der Bewegung des Schlittens [5].

Die Dehnrates in einem Bauteil, welches mit einer hydraulischen Presse umgeformt wird, liegt etwa in der Größenordnung von $\dot{\varphi} = 1s^{-1}$. Die Dehnrates in einem Bauteil, welches auf einer



(a) Spindelpresse von Hasenclever (SMS Eumuco GmbH) [1].



(b) Schematischer Aufbau der nebenstehenden Spindelpresse [22].

Abbildung 1.7: Spindelpresse bei der Böhler Schmiedetechnik, Kapfenberg, Österreich. Maximale Presskraft 315 MN [23].

Spindelpresse umgeformt wird, erreicht $\dot{\varphi} = 10s^{-1}$ und mehr. Auf dem Schmiedehammer werden Dehnraten im Inneren eines Bauteils von bis zu $\dot{\varphi} = 50s^{-1}$ erreicht. Ein weiterer Unterschied zwischen den Aggregaten ist die Änderung der Dehngeschwindigkeit im zu verformenden Bauteil während des Schmiedeschlages. In Abbildung 1.8 ist zu erkennen, dass die lokale Dehnrates mit dem Auftreffen des Gesenkes (Spindelpresse) bzw. des Hammers auf das Bauteil schlagartig ansteigt und dann noch kurze Zeit weiter zunimmt, bevor sie bis zum Stillstand des Gesenkes/Hammers auf null abnimmt. Im Falle der Umformung auf einer hydraulischen Presse ist die Werkzeuggeschwindigkeit konstant. Die Umformgeschwindigkeit nimmt im Laufe der Umformung erst leicht ab und steigt erst zum Ende des Umformschrittes hin leicht an. Dabei sind sowohl Gesenk- wie auch Umformgeschwindigkeit deutlich niedriger als bei der Schmiedung auf einer Spindelpresse.

1.3.6 Schmiedeprozess

Der Schmiedeprozess von massiven Bauteilen, wie Turbinenscheiben, ist sehr komplex. Es wirken extrem hohe Kräfte auf die Gesenke und die Presse. Aus diesem Grund besteht ein Schmied-

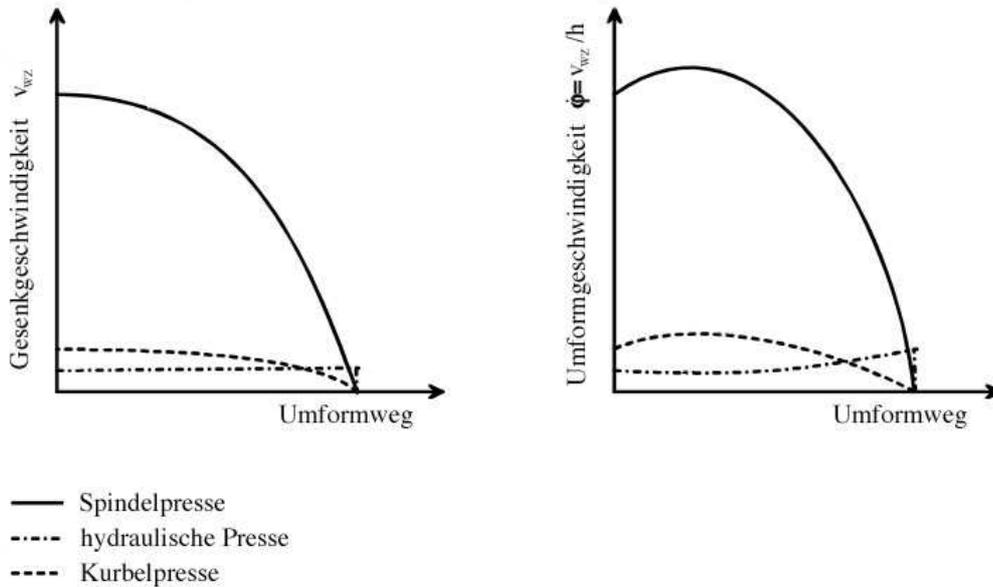


Abbildung 1.8: Kennlinien verschiedener Umformaggregate (schematisch, aus [24]).

deprozess meist aus mehreren Schmiedeschlägen. Auf diese Weise werden die Kräfte auf Gesenke und Presse niedrig gehalten. Bei Umformvorgängen mit besonders großen Formänderungen werden sogenannte Zwischenformen eingesetzt. In diesen wird das Material in mehreren Schritten endkonturnah vorverteilt. Dadurch werden die Umformkräfte nochmals reduziert und eine exakte Füllung der Endform ist garantiert. In diesem Fall werden zwischen den Umformschritten die Gesenke ausgetauscht, während das Schmiedestück im Ofen auf Schmiedetemperatur gehalten wird. Durch den Kontakt mit den Gesenken kühlt die Oberfläche des Bauteils schnell ab. Im Innern des Bauteils dissipiert ein Großteil (etwa 80-90%) der eingebrachten Umformenergie in Wärme. Dadurch wird das Innere aufgeheizt. Um den Temperaturunterschied zwischen der durch das Gesenk abgekühlten Schmiedeteiloberfläche und dem aufgeheizten Schmiedeteilinneren auszugleichen wird das Schmiedestück zwischen den Umformschritten bei Schmiedetemperatur im Ofen gegläht. Dieser sog. Rückwärmeschritt hat aber einen weiteren wichtigen Grund. Plastische Verformungen werden im Material durch Versetzungsentstehung und -bewegung bewerkstelligt. Die bei hohen Umformgraden entstehende hohe Versetzungsdichte wirkt stark verfestigend und würde die Umformkräfte deutlich erhöhen. Daher werden die Bauteile zwischen zwei Umformschritten gegläht, um durch Rekristallisation - also Kornneubildung - die Versetzungsdichte wieder zu reduzieren.

Die Daten für den Schmiedeprozess von Turbinenscheiben auf einer Spindelpresse wurden für

diese Arbeit zur Verfügung gestellt. In Tabelle 1.3 ist der gesamte Schmiedeprozess schematisch dargestellt. Der Prozess besteht aus einem Vorwärmeschritt und drei Umformschritten, zwischen welchen die Scheibe jeweils eine Stunde lang auf Schmiedetemperatur gehalten wird. Die Umformschritte wiederum bestehen aus jeweils zwei Schlägen.

Der Schmiederohling wird vor dem ersten Umformschritt bei 1000 °C für 3 Stunden geglüht. Im ersten Schmiedeschritt wird eine Höhenabnahme des Rohlings von etwa 50% erreicht. Im zweiten Schmiedeschritt wird das Schmiedestück auf etwa ein Drittel der ursprünglichen Höhe gestaucht. Für die beiden ersten Umformschritte wird eine Vorform verwendet. Es folgt ein weiterer Rückwärmeschritt für 1 Stunde bei 1000 °C, während das Gesenk in der Presse gewechselt wird. Im dritten Umformschritt wird der Scheibe die gewünschte Endkontur gegeben. Zwischen diesen beiden Fertigpress-Schlägen wird das Schmiedestückes nochmals bei Schmiedetemperatur im Ofen geglüht. Eine detaillierte Übersicht über alle relevanten Schmiedeparameter (Schmiedetemperatur, Haltezeiten, Umformgrade, Pressenkräfte) gibt [5].

Tabelle 1.3: Schematischer Schmiedeplan für die untersuchte Turbinenscheiben

Teilschritt	Beschreibung	Temperatur	Zeit
1	Vorwärmen	1000 °C	3 h
2	1. Vorpressen (1. Schlag)	-	-
3	1. Vorpressen (2. Schlag)	-	-
4	Halten	1000 °C	1 h
5	2. Vorpressen (1. Schlag)	-	-
6	2. Vorpressen (2. Schlag)	-	-
7	Halten	1000 °C	1 h
8	Fertigpressen (1. Schlag)	-	-
9	Halten	-	45 sek.
10	Fertigpressen (2. Schlag)	-	-

1.3.7 Angewendete Analysemethoden

Um die Einflüsse der Dehnrates auf das Ausscheidungsverhalten der verschiedenen Phasen und die daraus resultierenden mechanischen Eigenschaften beurteilen zu können, müssen Untersuchungen auf mindestens zwei Größenskalen durchgeführt werden. Während die Festigkeit des Materials durch Untersuchungen in der Makroskala² bestimmt werden kann, müssen die durch unterschiedliche Dehnrates verursachten Veränderungen im Material auf der mikroskopischen Skala untersucht werden. Die mechanischen Kennwerte werden anhand von Härtemessungen untersucht. Diese Untersuchungen werden durch Analysen der Korngrößen und der größeren Phasen mit den Methoden der Lichtmikroskopie unterstützt. Die Einflüsse unterschiedlicher Dehnrates auf Ereignisse im Nanometerbereich (Versetzungen) und im Angströmbereich (Leerstellen) und vor allem auch auf die Keimbildung der γ'' -Teilchen können mit den Methoden der Lichtmikroskopie nicht mehr beobachtet werden. Es ist das Auflösungsvermögen eines Transmissionselektronenmikroskops vonnöten, um Veränderungen in dieser Größenordnung beurteilen zu können.

1.3.8 Bisherige Untersuchungen

Es existiert derzeit neben Quellen, in denen grundsätzliche Informationen über Hochtemperaturlegierungen im Allgemeinen zu finden sind [25–28], eine große Anzahl an Arbeiten über IN 718, die sich mit speziellen Fragestellungen bezüglich dieser Legierung auseinandersetzen. Die Mehrheit davon behandelt experimentelle Untersuchungen der Mikrostruktur von IN 718. Die untersuchten Fragestellungen gehen von allgemeinen Arbeiten über die Besonderheiten von IN 718 [12] über die für IN 718 typischen Ausscheidungen [14–16, 29–33] bis hin zu Arbeiten, in denen Kohärenzspannungen zwischen Ausscheidungen und Matrix mittels Röntgendiffraktometrie bestimmt werden [34, 35]. Einige Arbeiten wurden mit Unterstützung der Transmissionselektronenmikroskopie durchgeführt; die für die vorliegende Arbeit wichtigsten beschäftigen sich mit der Detektion und Analyse der γ'' -Phase [14, 30, 33, 36, 37]. In [33] wurden die wichtigsten

²Zu untersuchende Objekte werden traditionell der makroskopischen oder der mikroskopischen Welt zugeordnet je nachdem wie groß die Objekte sind. Der mesoskopische Größenbereich liegt zwischen dem makroskopischen und dem mikroskopischen Bereich (griech. meso = mitten, zwischen). Hat ein Objekt Abmessungen in der Größenordnung L , dann spricht man von einer makroskopischen Skala, wenn $1 \mu\text{m} < L$, von einer mesoskopischen Skala, wenn $1 \text{ nm} < L < 1 \mu\text{m}$ und von einer mikroskopischen Skala, wenn $L < 1 \text{ nm}$ ist. Nach dieser Einteilung erreicht ein Lichtmikroskop lediglich Auflösungen auf der Makroskala.

Informationen über Präparationsmethoden und Besonderheiten der Legierung bei der Bestrahlung mit Elektronen gefunden.

Es finden sich derzeit lediglich zwei Arbeiten, die sich mit dem Einfluss des Schmiedens auf die mechanischen Eigenschaften beschäftigen. Diese beiden Arbeiten untersuchen hammergeschmiedetes Material und stellen eine Festigkeitssteigerung als Folge dieser Umformmethode fest [38,39]. Es wird eine Steigerung der Festigkeit gegenüber mittels einer hydraulischen Presse umgeformten Scheiben beobachtet. Die Ursache für diese Festigkeitssteigerung wird aber nicht weitergehend untersucht. Die Erhöhung der Festigkeit beträgt laut [39] etwa 20 % bei der Zugfestigkeit und etwa 13% bei der Streckgrenze bei einer Temperatur von 650 °C. Dies entspricht in etwa der Verbesserung, die bei Versuchen der Böhler Schmiedetechnik mit spindelpressengeschmiedetem Material beobachtet wurde (Zugfestigkeitssteigerung von bis zu 16 %, vgl. Abb. 1.2). Eine weitere Arbeit stellt einen Einfluss der Umformgeschwindigkeit auf das Ausscheidungsverhalten von IN 718 fest [40]. Die Ursachen werden allerdings nicht ergründet. Die Ergebnisse basieren auf dem Fertigungsprozess von Turbinenscheiben bei der SNECMA SA, Frankreich.

In Kapitel 2 wird das verwendete Probenmaterial beschrieben. Die durchgeführten experimentellen Untersuchungen an diesen Proben werden in Kap. 3 vorgestellt. Die Ergebnisse der Untersuchungen sind in Kap. 4 ausgeführt und diskutiert. Kap. 5 schließlich gibt eine Zusammenfassung der durchgeführten Arbeiten und der Resultate.

Kapitel 2

Untersuchte Materialien und Probenentnahme

Für die Untersuchungen der mechanischen Eigenschaften und der Mikrostruktur standen Scheibenrohlinge aus IN 718 mit unterschiedlicher Vorgeschichte zur Verfügung. Vier Scheiben-Serien (A bis D) wurden vor den Untersuchungen auf unterschiedlichen Aggregaten geschmiedet (*as-forged*). Eine Scheibe verblieb im Lieferzustand (*as-received*), also ungeschmiedet. Aus allen Scheiben wurden Proben entnommen, die teilweise thermomechanisch weiter behandelt wurden.

2.1 Ungeschmiedetes Material

Bevor das Material vom Schmied verarbeitet wird, wird es dreimal aufgeschmolzen, um unerwünschte Elemente zu entfernen und eine kontrollierte Erstarrung zu gewährleisten. Der erste Schritt ist das Induktions-Vakuum-Erschmelzen und Vakuum-Abgießen (*Vacuum Induction Melting - VIM*). Mit diesem Prozess wird die chemische Zusammensetzung des Materials äußerst genau eingestellt. Außerdem werden hier die Gehalte an O, N und H reduziert. Als zweiter Schritt folgt ein Elektro-Schlacke-Umschmelzen (*Electro Slag Remelting - ESR*). In diesem Prozess wird der Gehalt an S reduziert. Der letzte Schritt ist das Vakuum-Umschmelzen (*Vacuum Arc Remelting - VAR*). Hier wird die Homogenität des Materials weiter erhöht sowie eine kontrollierte Erstarrung erreicht. Der dreimal aufgeschmolzene Barren wird anschließend noch rundgehämmt, um das für den späteren Schmiedeprozess ungünstige Erstarrungsgefüge

aufzulösen und es in ein homogenes, feinkörniges Gefüge zu überführen [5].

Als Ergebnis dieser Behandlungsschritte erhält man Barren mit rundem Querschnitt (Durchmesser ca. 200 mm). Derart vorbearbeitet wird das Material als *as-received* bezeichnet. Trotz der aufwändigen Behandlung können Seigerungen bestimmter Legierungselemente (z.B. Nb) an den stirnseitigen Enden der Barren auftreten, welche zu Unterschieden in der Mikrostruktur (Korngrößen, Elementverteilung im Material) zwischen den Stirnseiten und dem Inneren des Barrens führen. Diese Seigerungszone reicht wenige Zentimeter von der Stirnseite in den Barren hinein. Im regulären Schmiedeprozess, für den Stücke von etwa 250 mm Länge von den Barren abgeschnitten werden, nimmt man diese Inhomogenitäten in Kauf, da der inhomogene Bereich nur einen Bruchteil des insgesamt verarbeiteten Materials ausmacht. Für die hier durchgeführten Untersuchungen wurde allerdings lediglich eine Scheibe von 15 mm Dicke von einem Barren abgeschnitten. Um eine Scheibe aus dem seigerungsfreien Bereich zu erhalten, wurde die Scheibe aus der Mitte eines für den regulären Produktionsprozess bestimmten Barrens entnommen (s. Abbildung 2.1). Damit sollen Einflüsse durch Inhomogenitäten auf die Ergebnisse ausgeschlossen werden.

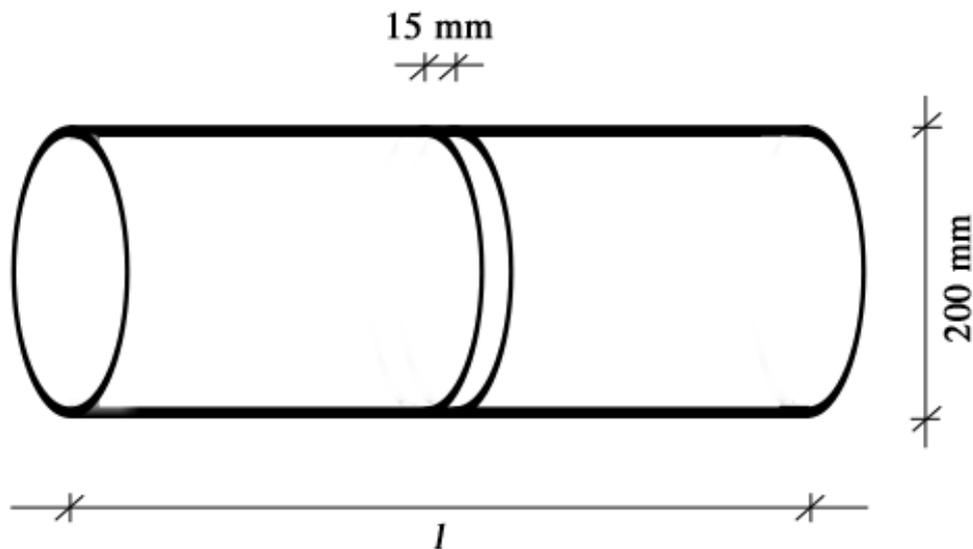


Abbildung 2.1: Entnahmestelle der Scheibe aus einem *as-received* Barren.

Aus der Scheibe wurden Proben mittels Wasserstrahl herausgeschnitten. Die Abbildung 2.2 zeigt die Scheibe mit den nummerierten, noch nicht herausgebrochenen Proben. Aufgrund ihres Übermaßes und der durch den divergierenden Wasserstrahl entstandenen konischen Form

mussten die Proben nachbearbeitet werden. Da diese Proben in einem Modellversuch eingesetzt werden sollten, wurden sie auf das für diesen Versuch benötigte Endmaß abgedreht. Die im Versuch eingesetzten Proben haben eine zylindrische Form mit 5 mm Durchmesser und 10 mm Länge (s. Abbildung 2.3).

Nach der Umformung und Wärmebehandlung der Proben im Modellversuch wurden aus jeder Probe zwei Scheibchen von etwa $300\ \mu\text{m}$ Dicke aus dem Mittenbereich entnommen. Aus diesen Scheibchen wurden Plättchen von 3 mm Durchmesser herausgestantzt. Diese wurden anschließend auf $100\ \mu\text{m}$ abgeschliffen und für die Untersuchung im TEM vorbereitet.

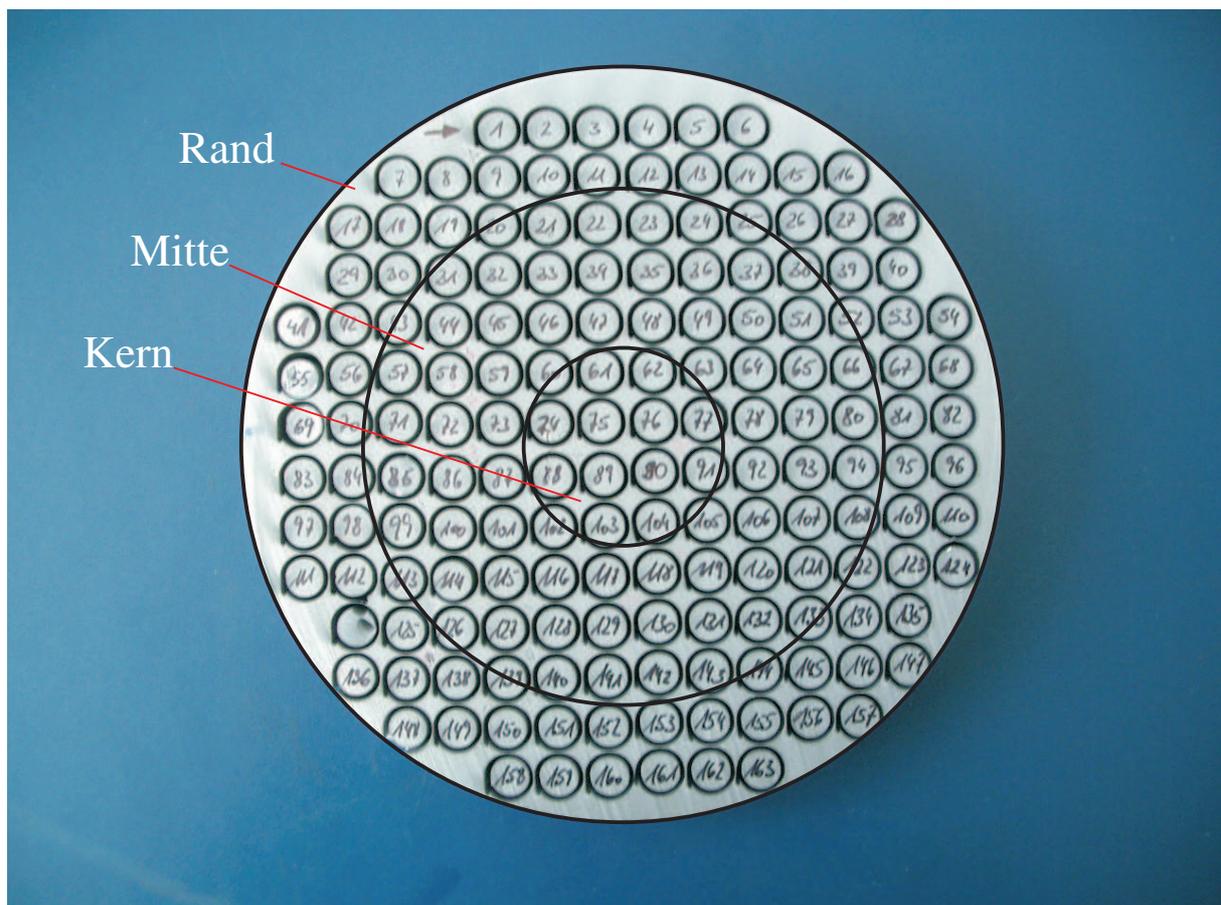


Abbildung 2.2: Übersicht über die Proben aus der ungeschmiedeten Scheibe und Einteilung der drei Bereiche - Rand, Mitte und Kern.



Abbildung 2.3: Fertig bearbeitete Proben für den Einsatz im Modellversuch (Dilatometerproben).

2.2 Geschmiedetes Material

Es standen vier Probenserien von bereits geschmiedeten Scheiben zur Verfügung. In Tabelle 2.1 sind die Herstellparameter aller Probescheiben zusammengefasst.

- Die Scheiben der Serien A und B wurden vor den Untersuchungen auf einer Spindelpresse geschmiedet. Ein Scheibenrohling (11A) wurde lediglich in einem Vorpressschritt (VP) bis zu einem (lokalen) Umformgrad von 0.5 geschmiedet. Ein zweiter Rohling (12A) wurde zusätzlich eine Stunde lang bei Schmiedetemperatur rückgewärmt (RW). Ein dritter Rohling (13A) wurde in zwei Schlägen (Vorpressen, Fertigpressen - FP) bis zu einem Umformgrad von 1.0 geschmiedet. Zwischen den beiden Schlägen wurde dieser Rohling eine Stunde lang bei Schmiedetemperatur rückgewärmt. Ein vierter Rohling (14A) schließlich wurde mit einem einzigen Schlag bis zu einem Umformgrad von 1.0 geschmiedet. Diese vier Varianten wurden jeweils einmal bei 990 °C (11 - 14A) und bei 1030 °C (15 - 18A) geschmiedet, so dass die Serie A aus insgesamt acht Scheiben besteht. Alle Scheiben wurden abschließend in Wasser abgeschreckt (*water quenched* - WQ).
- Die Serie B besteht aus 10 Scheiben. Bei dieser Serie wurde zum einen der Umformgrad zwischen 0.2 und 0.5 variiert und zum anderen wurden die Scheiben entweder in Wasser abgeschreckt (WQ) oder an Luft abgekühlt (*air cooled* - AC).
- Die Scheiben der Serie C wurden vor den Untersuchungen in zwei Schritten auf einer hydraulischen Presse (Nennkraft: 15 MN) bis zu einem Umformgrad von 1.0 geschmiedet. Lediglich die Probe 13C wurde in drei Schritten bis zu einem Umformgrad von 1.0 geschmiedet. Zwischen den Pressschritten wurden die Scheiben bei 1000 °C bzw. bei 1015 °C rückgewärmt. Anschließend wurden sie entweder abgeschreckt (WQ) oder langsam an Luft abgekühlt (AC).
- Die fünf Scheiben der Serie D wurden auf einem Schmiedehammer gefertigt. Alle wurden bei 1000 °C mit 6-10 Schlägen bis zu einem Umformgrad von etwa 0.5 umgeformt. Anschließend wurden sie bei 1000 °C bzw. bei 1015 °C rückgewärmt. Bei der abschließenden Umformung auf einen Umformgrad von 1.0 wurde auch bei diesen Scheiben die Abkühlgeschwindigkeit variiert. Teilweise wurden die Scheiben zwischen den Fertigpressschritten wiederholt rückgewärmt.

Die Scheiben der Serien A und B wurden mit einem gravurlosen Gesenk gefertigt (Flachstauchproben). Die Scheiben der Serien C und D wurden unter Verwendung eines gravierten Gesenks geschmiedet. Aus den Scheiben der Serien A und B wurden Probekörper wie in Abbildung 2.4 dargestellt herausgetrennt.

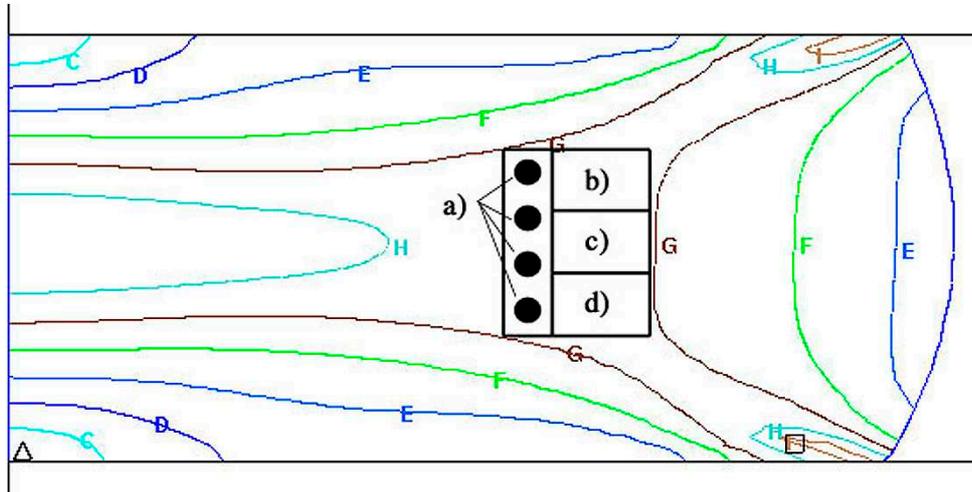


Abbildung 2.4: Querschnitt der flach gestauchten Scheiben der Serien A und B. Es sind die Dehnungen am Ende des Schmiedevorganges dargestellt. Es ist die Probeentnahmestelle gekennzeichnet (a = TEM-Proben, b bis d = LIM-Proben). Bei der Probenentnahme wurde auf eine möglichst homogene Dehnungsverteilung in den Proben geachtet. Die Dehnungen sind: A=0.00, B=0.15, C=0.35, D=0.50, E=0.70, F=0.85, G=1.00, H=1.20, I=1.35, J=1.50.

Entsprechend wurde auch bei den Probekörpern der Serien C und D verfahren (vgl. Abbildung 2.5). Es wurde bei den Untersuchungen also lediglich ein kleiner Bereich des Scheibenquerschnittes betrachtet. Die Beschränkung der Untersuchungen auf einen kleinen Bereich im Inneren der Turbinenscheibe basiert auf folgenden Überlegungen:

1. Die Dehnrate und die Dehnung in einer Turbinenscheibe ändern sich über den Querschnitt der Scheibe teilweise deutlich. Um Effekte unterschiedlicher Dehnungen und Dehnraten bei den Untersuchungen auszuschließen, wurde ein Bereich im Querschnitt der Scheibe benötigt, in dem diese Parameter möglichst wenig variieren.
2. Auf der Presse werden lediglich die Rohlinge der Turbinenscheiben gefertigt. Diese Rohlinge werden noch stark nachbearbeitet. Dabei wird ein großer Teil des Materials am Rand der Scheibe abgetragen. Dieser Rand wird nochmals nachbearbeitet, wenn die Schlitze für die Turbinenschaufeln eingefräst werden. Dabei fällt weiteres Material weg. Der am

stärksten umgeformte Bereich der Scheibe liegt in ihrer Mitte. Ein erheblicher Teil des Mittenbereichs fällt allerdings ebenfalls weg. Dort wird das Loch für die Welle ausge-
nommen, auf der alle Scheiben einer Turbine befestigt sind. Aus dem schließlich noch
verbleibenden Querschnitt der Scheibe wurde ein Bereich mit möglichst hoher aber kon-
stanter Dehnung und Dehngeschwindigkeit für die Untersuchungen ausgesucht.

Die Bestimmung einer geeigneten Probenentnahmestelle wurde mit Hilfe eines Finite-Elemente-
Programmes DEFORM2D TM durchgeführt (s. Abbildungen 2.4 - 2.5). Die genaue Vorgehens-
weise zur numerischen Simulation des Schmiedeprozesses ist in Kapitel 3.2.2 beschrieben.

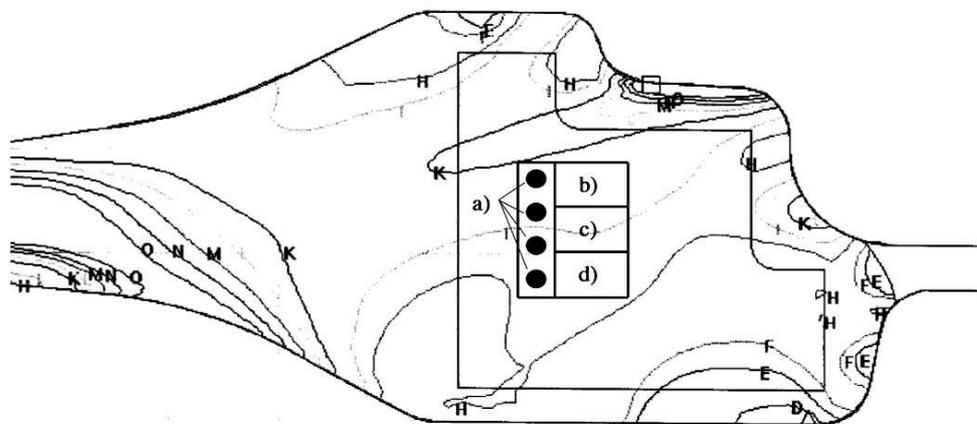


Abbildung 2.5: Querschnitt der mit Gesenk geschmiedeten Scheiben der Serien C und D. Es
sind die Dehnungen am Ende des Schmiedevorganges dargestellt. Es ist die Probeentnahmestelle
gekennzeichnet (a = TEM-Proben, b bis d = LIM-Proben). Es wurde bei der Probenentnahme
auf eine möglichst homogene Dehnungsverteilung in den Proben geachtet. Die Dehnungen sind:
A=0.00, B=0.10, C=0.20, D=0.35, E=0.50, F=0.60, G=0.70, H=0.80, I=0.90, J=1.00, K=1.10,
L=1.25, M=1.40, N=1.50, O=1.60, P=1.70

An jeweils fünf Proben aus je einer Scheibe von hydraulischer Presse und Spindelpresse wurden
Wärmebehandlungsversuche durchgeführt. Diese wurden genauso wie die Proben für die licht-
mikroskopischen Untersuchungen aus den beiden Scheiben herausgetrennt (Probenstücke **b**, **c**
und **d**, Abbildung 2.4). Aus diesen Proben wurden dann nach der Wärmebehandlung Zylinder
herausgetrennt und für die Untersuchungen im TEM vorbereitet.

Tabelle 2.1: Herstellungsparameter der geschmiedeten Scheiben (Serien A bis D)

11A	990 °C; VP - $\varphi = 0.5$; WQ
12A	990 °C; VP - $\varphi = 0.5$; RW - 1h; WQ
13A	990 °C; VP - $\varphi = 0.5$; RW - 1h; FP - $\varphi = 1.0$; WQ
14A	990 °C; VP - $\varphi = 1.0$; WQ
15A	1030 °C; VP - $\varphi = 0.5$; WQ
16A	1030 °C; VP - $\varphi = 0.5$; RW - 1h; WQ
17A	1030 °C; VP - $\varphi = 0.5$; RW - 1h; FP - $\varphi = 1.0$; WQ
18A	1030 °C; VP - $\varphi = 1.0$; WQ
11B	1000 °C; VP - $\varphi = 0.2$; AC
12B	1000 °C; VP - $\varphi = 0.3$; WQ
13B	1000 °C; VP - $\varphi = 0.3$; AC
14B	1000 °C; VP - $\varphi = 0.3$; AC
15B	1000 °C; VP - $\varphi = 0.4$; WQ
16B	1000 °C; VP - $\varphi = 0.4$; AC
17B	1000 °C; VP - $\varphi = 0.4$; AC
18B	1000 °C; VP - $\varphi = 0.5$; WQ
19B	1000 °C; VP - $\varphi = 0.5$; AC
20B	1000 °C; VP - $\varphi = 0.5$; AC
11C	1000 °C; VP; RW - 1000 °C; FP - $\varphi = 1.0$; AC
12C	1000 °C; VP; RW - 1000 °C; FP - $\varphi = 1.0$; WQ
13C	1000 °C; VP; RW - 1000 °C; 2.VP; RW - 1000 °C; FP - $\varphi = 1.0$; WQ
14C	1000 °C; VP; RW - 1015 °C; FP - $\varphi = 1.0$; AC
15C	1000 °C; VP; RW - 1015 °C; FP - $\varphi = 1.0$; WQ
11D	1000 °C; 6-10 Schl.; RW 0.5h - 1000 °C; 10 Schl. - $\varphi = 1.0$; WQ
12D	1000 °C; 6-10 Schl.; RW 0.5h - 1000 °C; 13 Schl. m. RW - $\varphi = 1.0$; AC
13D	1000 °C; 6-10 Schl.; RW 0.5h - 1000 °C; 15 Schl. m. RW - $\varphi = 1.0$; WQ
14D	1000 °C; 6-10 Schl.; RW 0.5h - 1015 °C; 12 Schl. - $\varphi = 1.0$; AC
15D	1000 °C; 6-10 Schl.; RW 0.5h - 1015 °C; 14 Schl. m. RW - $\varphi = 1.0$; AC

Kapitel 3

Experimentelle Untersuchungen

3.1 Mechanische Eigenschaften und Mikroskopie

Wie bereits erwähnt, müssen die Untersuchungen des Materials auf zwei Skalen unterschiedlicher Größenordnung durchgeführt werden. Zum einen werden die mechanischen Eigenschaften des thermomechanisch vorbehandelten Materials mittels Härtemessungen untersucht, unterstützt durch Analysen der Korngrößen und gröberen Phasen mit lichtmikroskopischen Methoden. Zum anderen werden die Einflüsse der hohen Dehnraten auf die Mikrostruktur des Gefüges mit Hilfe der Transmissionselektronenmikroskopie untersucht.

3.1.1 Mechanische Eigenschaften

Die Bestimmung der mechanischen Eigenschaften geschieht anhand von Härtemessungen. Wie bereits erläutert, sind die charakteristischen Parameter Dehnraten, Dehnung und Temperatur in der geschmiedeten Scheibe stark inhomogen. Es hätte demnach einen massiven Materialaufwand bedeutet, Zugproben aus kompletten Turbinenscheiben zu entnehmen. Stattdessen wurde die Veränderung der mechanischen Eigenschaften durch die Wärmebehandlung mittels Härtemessungen abgeschätzt. Die Festigkeit von IN 718 kann nicht - wie bei Stählen - direkt aus der Härte bestimmt werden. Dennoch geben die Härtewerte in ausreichender Form Aufschluss darüber, wie sich die Festigkeitskennwerte des Materials entwickeln.

Aus jeder Scheibe wurden Proben für die Härtemessung entnommen. Diese Proben wurden für die Messungen geschliffen und nasspoliert. Die Härtemessungen aller Proben wurden nach

Vickers mit einer Prüflast von 98 N durchgeführt¹ [41]. Die Eindringdauer der Diamantpyramide betrug 15 s, die Prüfdauer 10 s. Die Ergebnisse der Messungen sind in Kapitel 4 dargestellt.

3.1.2 Lichtmikroskopie

Für die lichtmikroskopischen Untersuchungen wurden Proben aus jeder Scheibe in Epoxidharz eingebettet und präpariert.

Mit der potentiostatischen Ätzmethode konnten gegenüber anderen Ätzungen die für lichtmikroskopische Untersuchungen am besten geeigneten Schliffoberflächen erreicht werden [12]. Hierbei wird eine konstante Spannung von +1500 mV an die Probe angelegt, welche sich in einer elektrolytischen Lösung aus 90 ml H₂O + 10 ml H₂SO₄ befindet. Die Ätzdauer schwankt zwischen 15 und 120 s.

Zur Bestimmung der Korngröße wurde ein Lichtmikroskop mit angeschlossener Bildanalyse verwendet. Die Bildanalyse errechnet die Korngröße nach dem sogenannten Linienschnittverfahren (z.B. in [42]). Bei diesem Verfahren wird ein Linienraster mit frei wählbarem Linienabstand über einen Schnitt durch das zu untersuchende Material gelegt. Eine Analysesoftware detektiert die Schnittpunkte der Linien mit den Spuren der Korngrenzen im Material. Das Programm misst jeweils die Längen der Teilstücke zwischen zwei benachbarten Schnittpunkten (Sehnenlängen) und klassiert sie. Damit steht eine Statistik über die Sehnenlängen und damit auch über die Korngrößen zur Verfügung. Es wird im Folgenden jedoch nur der mittlere Korndurchmesser einer jeden Verteilung betrachtet.

Um die in dieser Arbeit festgestellten Korngrößen leichter mit denen der - vorwiegend amerikanischen - Literatur vergleichen zu können, werden die so bestimmten Korndurchmesser in die Einheit der *American Society for Testing and Materials* (ASTM) umgerechnet. Die ASTM-Zahlen sind ein Maß für die Anzahl der innerhalb einer Testfläche liegenden Körner. Die ASTM-Korngröße ist also ein Flächenmaß. In der ASTM-Skala stehen größere Zahlen für feinere Körner. Umrechnungstabellen finden sich z.B. in [42].

3.1.3 Transmissionselektronenmikroskopie

Die Untersuchungen der Versetzungen und der γ'' -Phase wurden in einem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) CM20 der Firma Philips durchgeführt. Dazu wurden jeweils dünne Plätt-

¹98 N $\hat{=}$ 10 kp, daher ist die Härte in HV 10 angegeben.

chen von ca. 500 μm Dicke und ca. 3 mm Durchmesser aus den unterschiedlichen Proben herauspräpariert. Diese Plättchen wurden bis auf eine Dicke etwa 100 μm mechanisch abgeschliffen. In einer vollautomatischen Einheit zum Polieren und Dünnen von Folien (Tenupol-5) wurden sie anschließend gedünnt. In diesem Gerät werden die Folien bei -20°C in einem Elektrolytbad (Struers A2) für etwa 2 min einer Spannung von 30 V ausgesetzt. Auf der einen Seite der Folie beleuchtet ein Laserstrahl die Folienoberfläche, auf der anderen Seite ist eine Fotozelle installiert. Fällt Licht auf die Fotozelle, erkennt das Gerät, dass die Folie ein Loch hat und der Dünnvorgang wird gestoppt. An den Lochrändern ist die Folie nun dünn genug, um sie im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) durchstrahlen zu können. Die erreichte Foliendicke liegt am Lochrand bei ca. 50 bis 100 nm.

Das für die Untersuchungen verwendete CM20 arbeitet mit einer LaB_6 -Kathode. Die Elektronen werden mit einer Spannung von 200 kV beschleunigt. Eine kurze Einführung in die Theorie und die hier verwendeten Begriffe der Elektronenmikroskopie wird in Anhang B gegeben.

Die Hellfeld- und Beugungsbilder wurden entweder mit herkömmlichen Negativ-Fotoplatten aufgenommen, die anschließend nasschemisch entwickelt wurden, oder mit Hilfe von Imaging-Plates. Die Imaging-Plates werden wie gewohnt in das Fördersystem für die Fotoplatten im TEM eingelegt und belichtet. Durch die auftreffenden Elektronen werden kleinste Kristalle angeregt. Diese Anregung wird bei der anschließenden Entwicklung von einem speziellen Scanner detektiert und in Farbinformationen umgerechnet. Da die Kristalle auch die Intensität der Anregung durch die auftreffenden Elektronen speichern, können nicht nur die Informationen "schwarz" oder "weiß" ausgelesen werden, sondern auch Graustufen. Dieses Bild wird vom Scanner direkt zu einem Rechner geleitet und steht zur weiteren Bearbeitung elektronisch zur Verfügung. Da das Auflösungsvermögen des Scanners (5 μm) die Größe der Kristalle (15 μm) unterschreitet, wird die Auflösungsfähigkeit des gesamten Systems von der Kristallgröße festgelegt. Die Kristalle werden durch weißes Licht wieder entladen, das aufgenommene Bild wird damit gelöscht und die Plate steht für die nächste Aufnahme zur Verfügung.

3.2 Versuche

Das zur Verfügung stehende Material wurde mit Hilfe verschiedener Methoden untersucht. Es soll die Ausscheidungskinetik der γ'' -Phase nach schneller Umformung analysiert werden. Zu diesem Zweck werden zwei Arten von Versuchen mit dem Material durchgeführt. An den bereits geschmiedeten Scheiben werden Wärmebehandlungsversuche durchgeführt, um das Wachstum der γ'' -Teilchen in schnell umgeformtem IN 718 zu beobachten. Dazu werden Proben aus geschmiedeten Scheiben entnommen und unterschiedlich lange wärmebehandelt.

Außerdem wird ein Modellversuch entwickelt. Mit diesem Versuch kann der Schmiedeprozess mit anschließender Wärmebehandlung an Kleinproben nachvollzogen werden. Hierfür wird das noch unverformte Material verwendet. Mit Hilfe einer Versuchsreihe, die unterschiedliche Wärmebehandlungstemperaturen und -dauern abdeckt, kann der Ausscheidungsbeginn der γ'' -Phase bestimmt werden. Das Ergebnis dieser Versuchsreihe ist das ZTU-Diagramm.

3.2.1 Wärmebehandlungsversuche

Die Entwicklung der γ'' -Teilchen nach der unterschiedlich schneller Umformung soll beobachtet werden. Die Wärmebehandlungsversuche werden daher an Proben zweier Scheiben durchgeführt, die mit ähnlichen Herstellungsparametern (Anzahl der Schläge/Umformschritte, Umformgrad, Abkühlgeschwindigkeit), jedoch auf zwei unterschiedlichen Aggregaten hergestellt wurden. Es werden die Scheiben 13A (Spindelpresse) und 12C (hydraulische Presse) für die Versuche ausgewählt. Die Herstellungsparameter sind für beide Scheiben gleich: sie sind beide vorgeglüht bei etwa 1000 °C, vorgepresst, rückgewärmt für eine Stunde bei 1000 °C, auf einen Endumformgrad von $\varphi=1.0$ geschmiedet und anschließend in Wasser abgeschreckt.

Aus den beiden Scheiben werden jeweils fünf Proben herausgetrennt. Diese Proben werden für 2, 4, 8, 20 bzw. 50 Stunden bei 718 °C geglüht und anschließend in Wasser abgeschreckt (WQ). Die Härte aller Proben wird gemessen und ihre Mikrostruktur im Elektronenmikroskop analysiert.

3.2.2 Umformversuch im Dilatometer

Für die Erstellung des ZTU-Diagramms muss eine große Anzahl von Proben umgeformt und anschließend unterschiedlich lange wärmebehandelt werden. Diese Versuche sollen nicht an Scheiben in Bauteilgröße durchgeführt werden. Wie die Überlegungen zur Probenentnahme zeigen, sind die charakteristischen Parameter des Umformprozesses (Dehnrage, Dehnung und auch Temperatur) über dem Querschnitt einer Scheibe stark inhomogen. Es wird also, wie auch bei den analytischen Untersuchungen an den geschmiedeten Scheiben, lediglich ein kleiner Probenbereich beobachtet. Dazu wird ein Modellversuch entwickelt, der die Bedingungen des realen Umformprozesses für diesen Bereich möglichst genau nachbildet.

Grundvoraussetzung für die Abbildung eines Realprozesses durch einen solchen Modellversuch ist die geometrische Ähnlichkeit von Modellversuchs-Probe und realem Bauteil [43]. Die Untersuchungen der Turbinenscheiben werden, wie erwähnt, an Proben aus einem definierten Bereich im Innern der Scheibe durchgeführt. Den Schmiedeprozess mit einem Modellversuch abzubilden bedeutet also, in der Probe dieselbe Temperatur- und Umformgeschichte zu erzeugen, die der definierte Bereich in einer Turbinenscheibe beim Schmieden erfährt.

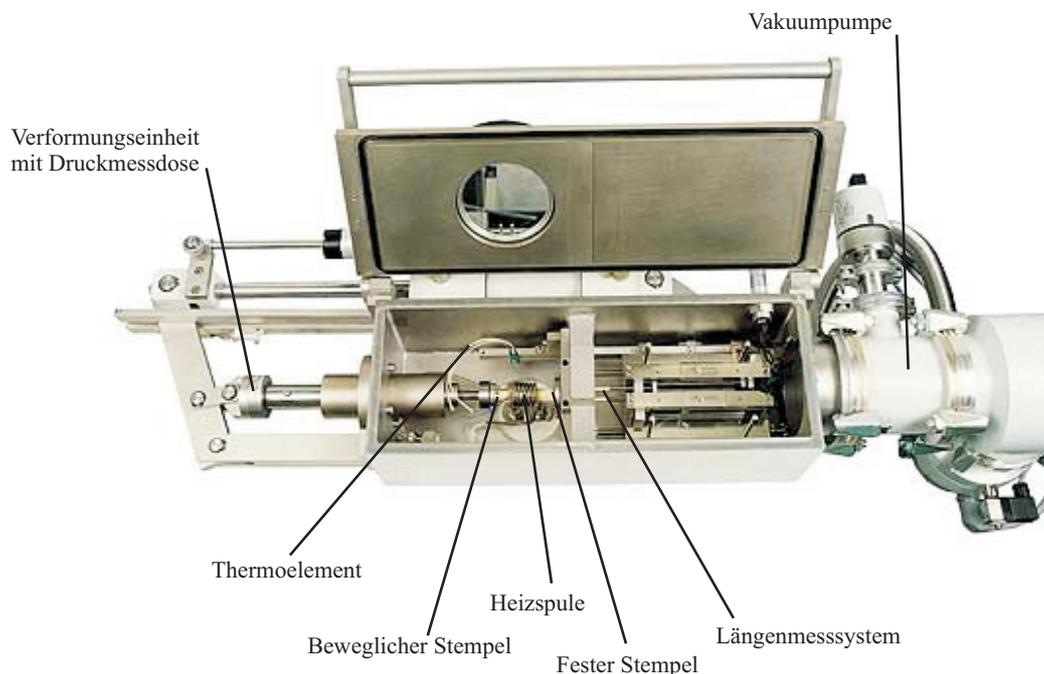


Abbildung 3.1: Das Umform- und Abschreckdilatometer DIL 805A/D der Firma Bähr-Thermoanalyse GmbH.

Der Modellversuch wird in einem Umform- und Abschreckdilatometer (Fa. Bähr, DIL 805A/D, Abbildung 3.1) durchgeführt. In dem verwendeten Dilatometer können Kleinproben induk-

tiv aufgeheizt und durch Spülung der Probenkammer mit Gas (N_2 , O_2) abgeschreckt werden (Heiz- und Kühlrate max. 100 K/s). Das Dilatometer bietet eine exakte Temperatursteuerung ($\pm 0.05^\circ C$) über Thermoelemente, die direkt auf der Probe aufgeschweißt sind (vgl. Abbildung A.2(a)). Aufgrund der verwendeten Heiz- und Abschreckmethode ist es im Dilatometer möglich, in den kleinen Proben innerhalb von wenigen Sekunden eine homogene Temperatur auf ein Grad genau einzustellen. Die Proben werden zwischen zwei Stempel aus Keramik (Al_2O_3 , Si_3N_4) eingespannt. Einer der Stempel ist fixiert, der andere kann kraft- und/oder weggesteuert bewegt werden. Die Versuche können im Dilatometer unter Gasatmosphäre oder im Vakuum durchgeführt werden. Die Umformgeschwindigkeit kann in einem weiten Rahmen ($0.001 - 12.5 s^{-1}$) variiert werden [44]. Über eine in das Gerät eingebaute Kraftmessdose kann die Umformkraft gemessen oder auch geregelt werden. Die Längenänderung der Probe kann über das integrierte Längenmesssystem gemessen oder vorgegeben werden. Mit dem Dilatometer ist es möglich, die im Schmiedeprozess vorherrschenden Bedingungen auf Kleinproben zu übertragen und die Temperatur außerdem so zu steuern, als läge die Kleinprobe so wie die beobachtete Probenstelle mitten in einem massiven Bauteil. Im Realprozess ist nach dem Schmieden ein Abschreckschritt notwendig, um das Gefüge im umgeformten Bauteil einzufrieren, da es von der Schmiedepresse erst in den Ofen transportiert werden muss. Weil die Proben im Umformversuch in ein und demselben Gerät umgeformt und wärmebehandelt werden, entfällt hier das Abschrecken des Bauteils nach dem Schmieden.

Der zu untersuchende Probenbereich im Innern der Turbinenscheibe lässt sich im Massstab 1:1 durch die Kleinprobe im Dilatometerversuch abbilden. Bei Berücksichtigung der in dem beobachteten Bereich in der Turbinenscheibe auftretenden Temperaturverläufe lässt sich im Dilatometer in der Kleinprobe die gleiche Umformgeschichte erzeugen wie in der Turbinenscheibe während der Schmiedung.

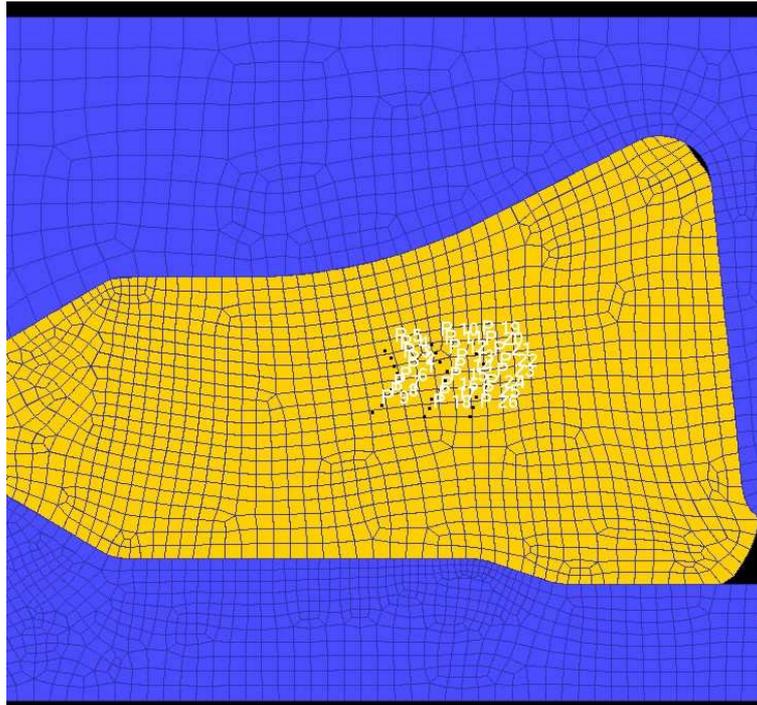
Zur Übertragung des Schmiedeprozesses auf die Dilatometerproben wird folgende Vorgehensweise gewählt:

In Tabelle 1.3 ist der industrielle Schmiedeprozess schematisch gezeigt. Mit den von Böhler Schmiedetechnik gegebenen Steuerparametern für die Presse wird mit dem kommerziellen Softwarepaket DEFORM2DTM der gesamte Schmiedevorgang numerisch nachgebildet. Es werden drei Schlüsselparameter als für den Schmiedeprozess charakteristisch identifiziert: die Temperatur, die Dehnung sowie die Dehnrates. Aus der Simulation können die Werte dieser Parameter während des Schmiedeprozesses in dem beobachteten Bereich bestimmt werden. Die sich

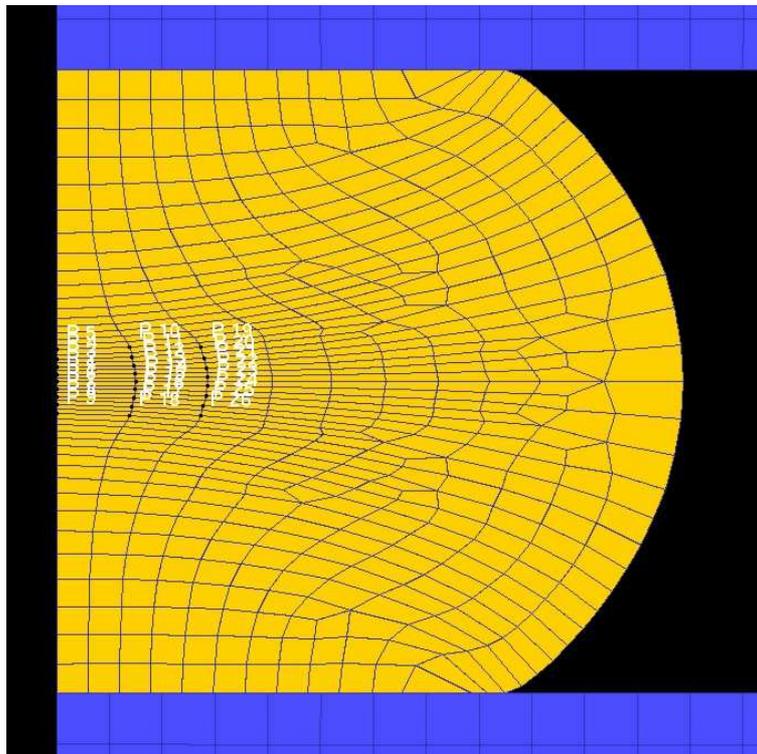
entsprechenden Probenstellen in Turbinenscheibe und Dilatometerprobe zeigt Abbildung 3.2. Anschließend wird der Umformversuch im Dilatometer auf die gleiche Weise mit dem Finite-Elemente-Programm simuliert. Die Steuerparameter für das Dilatometer (Heizung, Stempelverfahrweg, Stempelgeschwindigkeit) werden in der Simulation systematisch variiert, bis in dem beobachteten Bereich in der Dilatometerprobe die Werte für Temperatur, Dehnung und Dehnraten denen im Realprozess entsprechen. Die so ermittelten Steuerparameter werden anschließend für den Modellversuch mittels der Steuersoftware am Dilatometer eingestellt.

Analyse des Umformprozesses mit Hilfe der Finiten Elemente Methode

Der Schmiedeplan (vgl. Tabelle 1.3) sieht insgesamt drei Doppelschläge vor: Zwei Vorpressschritte mit je zwei Schlägen und einen Fertigpressschritt mit ebenfalls zwei Schlägen. Zwischen den Schritten werden die Turbinenscheiben jeweils 60 bis 80 Minuten bei 1000 °C rückgewärmt. Aufgrund des hohen Umformgrads und der langen Rückwärmzeit kann von vollständiger Rekristallisation des Materials zwischen den Umformschritten ausgegangen werden. Dies wird in der Simulation berücksichtigt, indem vor jedem Umformschritt die Dehnung an allen Knoten des Modells auf null gesetzt wird. Alle Berechnungen werden für axialsymmetrische Werkstücke unter Berücksichtigung des Wärmeüberganges vom Werkstück in die Gesenke durchgeführt. Das Verhalten des Gesenkmaterials wird als starr angenommen. Das Verformungsverhalten von IN 718 bei der Warmumformung wird über zur Verfügung gestellte temperatur- und dehnratenabhängige Fließkurven implementiert. Eine skizzenhafte Darstellung einer solchen Fließkurve zeigt Abbildung 3.3. Ebenfalls zur Verfügung gestellt wurden der Wärmeübergangskoeffizient zwischen Werkstück und Gesenk mit 7.3 W/m²K. Die Umgebungstemperatur beim Schmieden wurde mit 50 °C und der Konvektionskoeffizient mit 60 W/m²K angenommen. Der Reibkoeffizient zwischen Gesenk (Stahl) und Werkstück wurde auf 0.35 gesetzt. Auch diese Werte sind [5] entnommen, werden aber auch von anderen Quellen bestätigt [45]. Beim Umformversuch im Dilatometer wird die Probe zwischen zwei keramischen Stempeln verformt. Der Reibkoeffizient zwischen Stempel (Si₃N₄, starr) und Probe wird auf 0.3 gesetzt (Annahme für den Reibkontakt Metall und polierte Keramik). Der Wärmeübergangskoeffizient zwischen IN 718 und den Keramikstempeln ist 2 W/m²K (experimentell ermittelt, s. Anhang A.2). Die Umgebungstemperatur beim Versuch liegt bei 30 °C. Da die Versuche in einer möglichst weit evakuierten Probenkammer durchgeführt werden, wird der Konvektionskoeffizient nach [46] mit 20 W/m²K angenommen.



(a) Turbinenscheibe



(b) Dilatometerprobe

Abbildung 3.2: Für die Analyse des Schmiedeprozesses und die Anpassung des Dilatometerversuches ausgewählte Probenbereiche. Die Werte für Dehnrate, Dehnung und Temperatur an den markierten Punkten wurden für den gesamten Prozess aufgenommen. Aus diesen Werten ergeben sich die Abbildungen 3.4, 3.5 und 3.6.³⁵

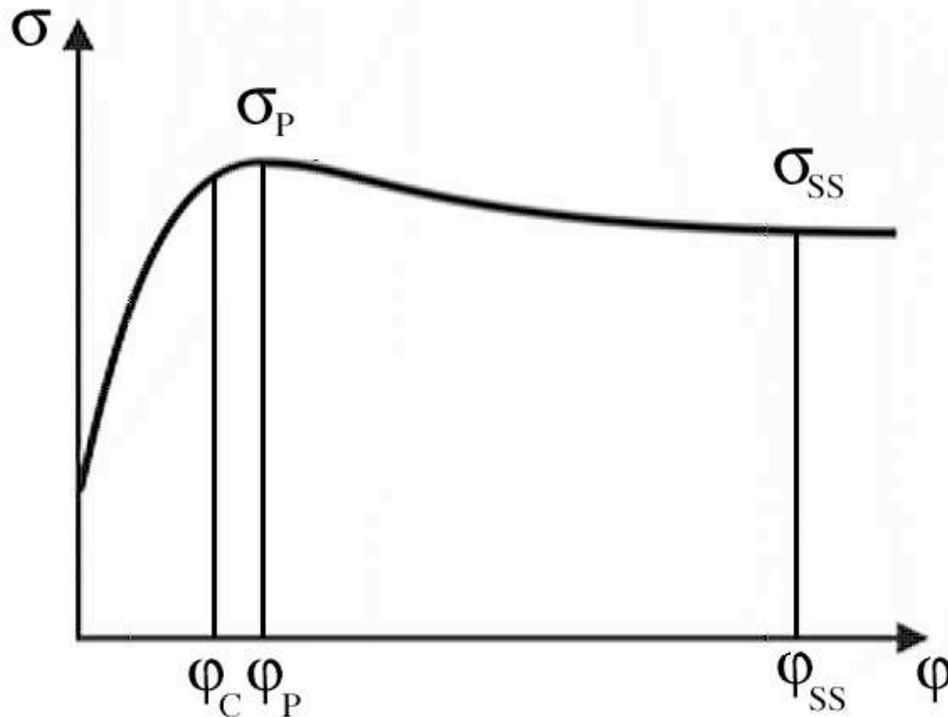


Abbildung 3.3: Skizze einer Fließkurve bei konstanter Dehnrage, Temperatur unter Einfluss der dynamischen Rekristallisation (σ_P Maximalspannung, σ_{SS} Steady-State-Spannung, φ_P zur Maximalspannung korrespondierender Umformgrad, φ_C kritischer Umformgrad ab dem die dynamische Rekristallisation startet, φ_{SS} Steady-State-Umformgrad). Entnommen aus [5].

Umformversuch

Der Umformversuch, der sich unter Zuhilfenahme der numerischen Nachbildung des realen Schmiedeprozesses ergibt, ist in Tabelle 3.1 zusammengefasst. Die mittels FE-Simulation bestimmten Werte der Schlüsselparameter für Schmiedeprozess und Umformversuch sind in den Abbildung 3.4 bis 3.6 gegenübergestellt. Die Diagramme für Dehnrage und Dehnung zeigen die gute Übereinstimmung der Werte von simuliertem Schmiedeprozess und simuliertem Umformversuch. Abbildung 3.6 zeigt die berechneten Temperaturen in der Dilatometerprobe für die reine Umformbehandlung. Die Differenz zwischen den Werten resultiert aus der unterschiedlichen Geometrie und Masse der Turbinenscheibe und der Dilatometerprobe. Für die Umformung der Scheibe wird deutlich mehr Energie benötigt, welche in Wärme dissipiert. In der großen Scheibe benötigt die Ableitung der Wärme deutlich länger als in der kleineren Dilatometerprobe [47]. Im Umformversuch werden die unterschiedliche Geometrie und Masse der Proben kompensiert, indem die Temperatur in den Dilatometerproben während des Umformschritts dem Schmiede-

Tabelle 3.1: Teilschritte des Umformversuchs im Dilatometer

Teilschritt	Beschreibung	aktuelle Probenlänge	Dauer	Temperatur
1a	Vorwärmen	10 mm	1 h	1000 °C
1b	Vorwärmen	10 mm	2 h	1000 °C
2	1. Vorpressen (1. Schlag)	7.8 mm	-	1030 °C
3	1. Vorpressen (2. Schlag)	6.1 mm	-	1030 °C
4a	Abkühlen	6.1 mm	20 min.	1030 °C auf 1000 °C
4b	Halten	6.1 mm	40 min.	1000 °C
5	2. Vorpressen (1. Schlag)	5.1 mm	-	1050 °C
6	2. Vorpressen (2. Schlag)	4.1 mm	-	1050 °C
7a	Abkühlen	4.1 mm	20 min.	1050 °C auf 1000 °C
7b	Halten	4.1 mm	40 min.	1000 °C
8	Fertigpressen (1. Schlag)	3.2 mm	-	1000 °C
9	Halten	4.1 mm	45 sek.	1000 °C
10	Fertigpressen (2. Schlag)	2.8 mm	-	1000 °C

prozess entsprechend gesteuert wird. Da sich beim Umformen die Temperatur in der großen Turbinenscheibe stärker erhöht als in der kleinen Dilatometerprobe, wird die Temperatur in der Probe während des Umformens zusätzlich von Außen erhöht und anschließend kontrolliert wieder abgesenkt. Daher sind die langen Halteschritte (4, 7) aus dem realen Schmiedeprozess im Umformversuch jeweils in zwei Schritte aufgeteilt - einen, in dem die Temperatur langsam auf 1000 °C abgesenkt wird und einen, in dem auf 1000 °C gehalten wird (4a, 4b und 7a, 7b). Der Vorwärmersschritt wurde für den Umformversuch ebenfalls in zwei Schritte aufgeteilt, um die Gefügeentwicklung innerhalb der ersten drei Stunden beobachten zu können. Die rechnerische Simulation des Umformversuchs zeigt, dass der für den letzten Umformschritt erforderliche Umformgrad im Modellversuch nicht erreicht werden kann. Die Probe müsste hierbei auf eine Restlänge von weniger als 3 mm zusammengestaucht werden. Die minimale Probenrestlänge von 3 mm ist eine von der Gerätegeometrie vorgegebene Grenze. Die Verwendung längerer Ausgangsproben würde die Gefahr des Knickens erhöhen, so dass axialsymmetrisch gestauchte Proben nicht mehr garantiert werden können. Bei der Verwendung von längeren und dickeren

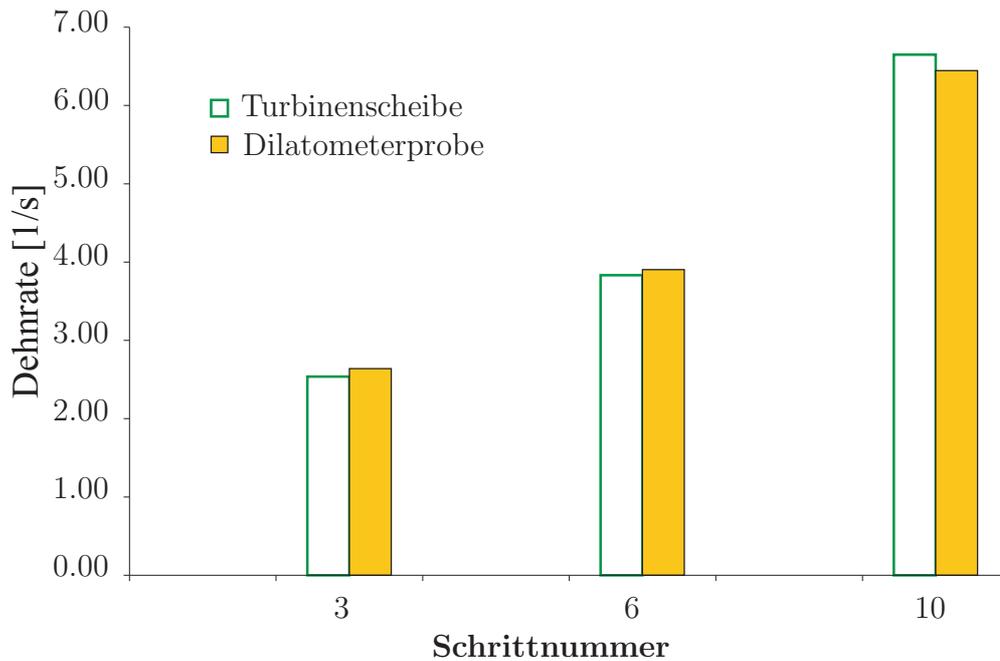


Abbildung 3.4: Vergleich der Ergebnisse der FE-Berechnungen von Schmiedeprozess und Umformversuch im Dilatometer; Dehnraten im ausgewählten Probenbereich.

Proben (um das Ausknicken zu vermeiden) würde die benötigte Umformkraft die im Dilatometer maximal mögliche übersteigen.

Modifizierter Umformversuch

Tabelle 3.2: Teilschritte des modifizierten Umformversuchs im Dilatometer

Teilschritt	Beschreibung	akt. Probenlänge	Dauer	Temperatur
1a	Vorwärmen	10 mm	1 h	1000 °C
2'	Vorpressen	6.9 mm	-	1030 °C
4a'	Abkühlen	6.9 mm	20 min.	1030 °C auf 1000 °C
4b'	Halten	6.9 mm	40 min.	1000 °C
8'	Fertigpressen (1. Schlag)	4.8 mm	-	1000 °C
9'	Halten	4.8 mm	25 sek.	1000 °C
10'	Fertigpressen (2. Schlag)	4.1 mm	-	1000 °C

Diese gerätespezifischen Einschränkungen machen es notwendig, den Umformversuch zu modifizieren. Nimmt man vollständige Rekristallisation zwischen den Umformschritten an, so kann

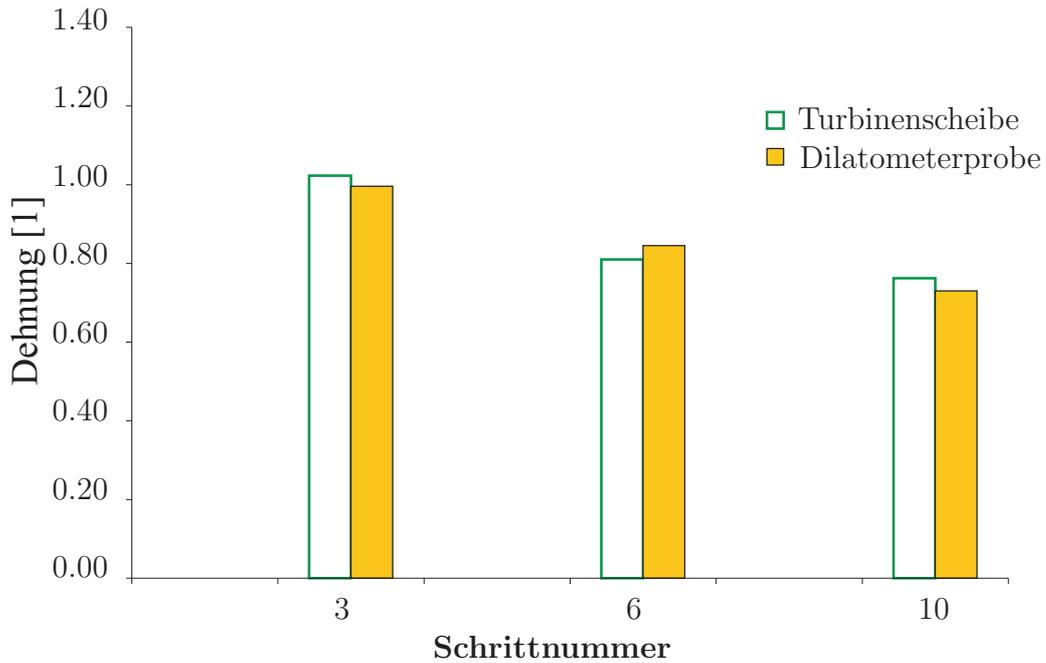


Abbildung 3.5: Vergleich der Ergebnisse der FE-Berechnungen von Schmiedeprozess und Umformversuch im Dilatometer; Dehnungen im ausgewählten Probenbereich.

ebenfalls vorausgesetzt werden, dass die Bedingungen, welche die Ausscheidung der γ'' -Phase beeinflussen, lediglich aus den letzten zwei Fertigpressschritten resultieren können. Somit würde es ausreichen, lediglich diese beiden letzten Schritte im Dilatometer nachzuvollziehen.

Zur Überprüfung dieser Annahme wurden Dilatometerproben den Schritten 1a bis 7b des kompletten Umformversuchs (vgl. Tabelle 3.1) ausgesetzt und die Werte für Korngröße und Härte nach jedem entscheidenden Schritt ermittelt (s. Kapitel 4.3). Aufgrund der Ergebnisse dieser Untersuchungen wurde der Modellversuch wie in Tabelle 3.2 angegeben modifiziert. Die Simulation dieses modifizierten Umformversuchs zeigt, dass die vom Dilatometer vorgegebenen Grenzwerte ohne Probleme eingehalten werden können. Die geforderten Werte der Schlüsselparameter werden ebenfalls eingehalten. In dem modifizierten Versuch werden die Proben global weniger stark umgeformt. Daher ist der Bereich in der Mitte der Probe, in welchem homogene Umformbedingungen herrschen, in axialer Richtung noch weiter ausgedehnt, als es in Proben mit einer Restlänge von 2.8 mm der Fall wäre. Daher können zwei statt nur eine Folie für die Untersuchung im Elektronenmikroskop entnommen werden.

Abbildung 3.7 zeigt den Vergleich der FE-Simulation des modifizierten Umformversuches mit dem Schlibbild einer Probe aus dem Versuch. An dem Schlibb kann man den Unterschied zwischen unverformtem Randbereich und hochverformtem Mittenbereich deutlich erkennen. Die Körner im hochverformten Mittenbereich sind durch die Rekristallisation deutlich kleiner als

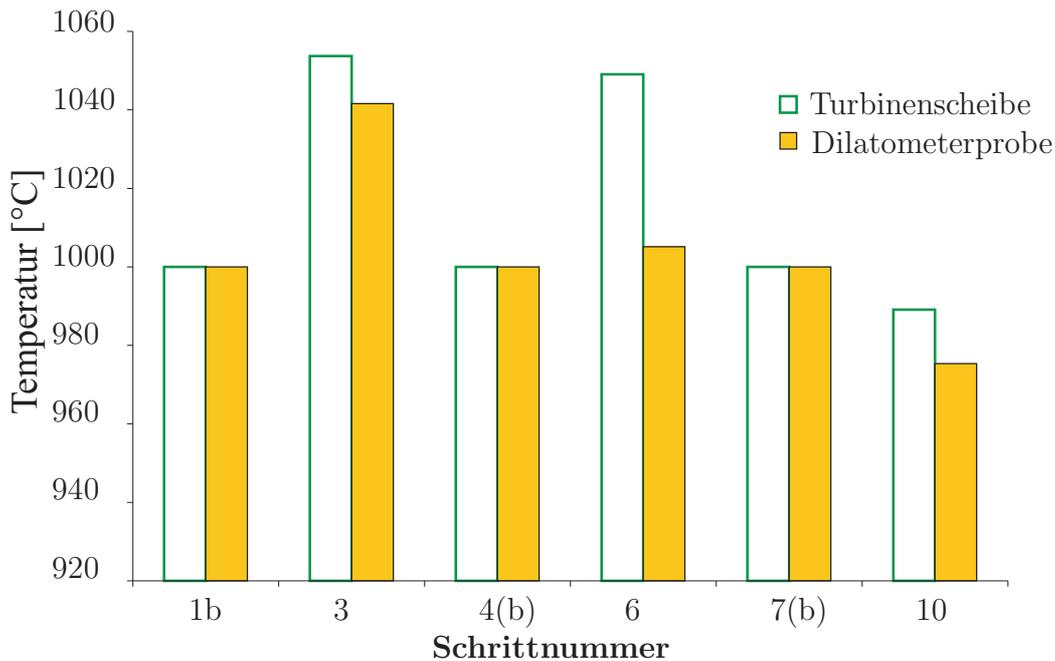


Abbildung 3.6: Vergleich der Ergebnisse der FE-Berechnungen von Schmiedeprozess und Umformversuch im Dilatometer; Temperaturen im ausgewählten Probenbereich. Die z.T. deutlichen Abweichungen bei der Temperatur nach den Schmiedeschlägen resultieren aus der unterschiedlichen Geometrie und Masse von Scheibe und Dilatometerprobe.

am kaum verformten und zudem deutlich kühleren Rand. Diese Beobachtungen korrelieren sehr gut mit der nebenstehenden grafischen Darstellung der Ergebnisse der rechnerischen Simulation, der die Dehnungen in der Dilatometerprobe am Ende des Schmiedeschlages zeigt.

Mit Hilfe dieses modifizierten Umformversuchs kann nun eine große Anzahl Proben unter immer gleichen Bedingungen gefertigt werden. Für die Erstellung des ZTU-Diagramms werden 54 Proben im Dilatometer im o.g. Versuch umgeformt. Die γ'' -Phase bildet sich zwischen 650 °C und 850 °C. In einem Untersuchungsraaster werden die Versuchstemperaturen zwischen 600 °C und 1000 °C in 50 °C-Schritten festgelegt. Damit wird der Temperaturbereich, in dem die Ausscheidung der γ'' -Phase zu erwarten ist, abgedeckt. Da die Umformung der Proben bei 1000 °C durchgeführt wird, wird diese Temperatur auch als obere Grenze des Rasters gewählt. Eine Unterschreitung der unteren Grenze um 50 °C ist für die Untersuchungen ausreichend.

Die Wärmebehandlungen dauern zwischen 1 min und 240 min. Jede Dilatometerprobe wird nach der Umformung auf eine der festgelegten Temperaturen heruntergekühlt und für eine der festgelegten Zeitdauern isothermisch wärmebehandelt. Eine Zusammenfassung der untersuchten Dilatometerproben (Nummerierung vgl. Abbildung 2.2) und der gewählten Haltetemperaturen

und Haltezeiten ist in Tabelle 3.3 dargestellt.

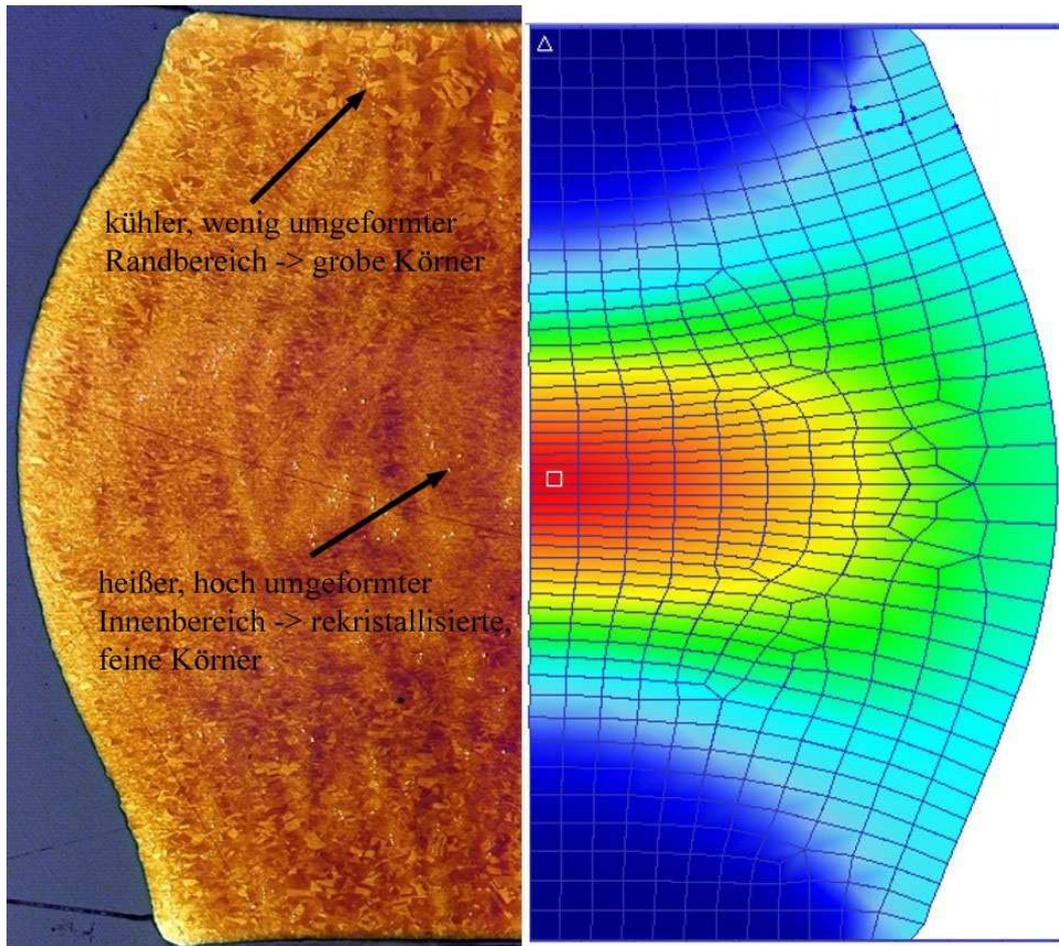


Abbildung 3.7: Vergleich der Kontur der Dilatometerprobe aus Umformversuch und FE-Simulation nach dem Vorpressen (Schritt 2') im modifizierten Umformversuch. Schnitt durch die Probe. Die Darstellung der Ergebnisse der FE-Simulation zeigt die Dehnungen am Ende des Umformschritts.

Tabelle 3.3: Für den Umformversuch im Dilatometer ausgewählte Proben (Nummerierung vgl. Abbildung 2.2) und die dafür festgelegte Wärmebehandlungsdauer und -temperatur.

Temperatur [°C]\Zeit [min.]	1	10	30	60	120	240
1000	059	060	061	002	063	123
950	065	066	157	155	160	072
900	103	014	018	154	156	091
850	084	024	161	152	153	093
800	080	105	162	150	003	095
750	026	042	005	135	151	073
700	025	071	132	106	148	015
650	078	107	146	134	136	081
600	079	108	149	131	163	112

Kapitel 4

Ergebnisse und Diskussion

In diesem Kapitel sind die Ergebnisse der Analysen an den unterschiedlich behandelten Proben ausgeführt. Die Ergebnisse der Untersuchung der mechanischen Kennwerte und die Ergebnisse der Analyse der Mikrostruktur werden diskutiert. Anschließend werden die Ergebnisse der Untersuchungen korreliert. Dabei werden nacheinander die Proben aus den geschmiedeten und nicht wärmebehandelten Scheibenserien (Serien A - D), dann die wärmebehandelten Proben aus den Scheiben 13A und 12C und schließlich die Proben aus dem Umformversuch im Dilatometer besprochen.

4.1 Geschmiedetes Material, nicht wärmebehandelt

4.1.1 Mechanische Eigenschaften

In Tabelle 4.1 sind die Ergebnisse der Härtemessungen an den Serien A bis D dargestellt. An den Scheiben der Serie A kann man deutlich den Einfluss der Schmiede- bzw. Rückwärmtemperatur auf die Härte erkennen. Die Härte ist bei den bei 1030 °C geschmiedeten Scheiben im Gegensatz zu den bei 990 °C geschmiedeten deutlich geringer. Am deutlichsten ist dies im Vergleich zwischen den Scheiben 12A und 16A zu erkennen (VP, $\varphi=0.5$ + RW + WQ). Während die Härte nach der einstündigen Rückwärmung der Scheibe 12A nur leicht geringer ist als die der Scheiben 11A und 14A, ist die Härte der entsprechend behandelten Scheibe 16A deutlich geringer als die der anderen ihrer Teilsreihe (15A bis 18A). Die höchste Härte in der Serie A weist die Scheibe 13A auf (VP, $\varphi=0.5$ + RW + FP, $\varphi=1.0$ + WQ; 315 HV 10).

Die Untersuchungen an den Scheiben der Serie B zeigen keinen Einfluss des Umformgrades (Va-

riation des Umformgrades zwischen 0.2 und 0.5) auf die erreichte Härte. Die Abkühlgeschwindigkeit beeinflusst die Härte jedoch deutlich. So erreichen die schnell abgekühlten Scheiben der Serie B (12B, 15B und 18B) eine deutlich geringere Härte als die langsam abgekühlten. Die Härtewerte der langsam abgekühlten Scheiben liegen mit ca. 330 HV 10 sogar noch höher als der der Scheibe 13A.

Die Härtewerte der Scheiben der Serie C liegen allesamt unter denen der Scheiben der Serien A, B und D. Insbesondere liegen sie unterhalb der Werte, die für die langsam abgekühlten Scheiben von Spindelpresse und Hammerpresse bestimmt wurden. Lediglich die Scheibe 13C weist eine höhere Härte auf. Diese Probe kann allerdings aufgrund ihrer Herstellungsgeschichte (einzige Scheibe mit drei Umformschritten) nicht ohne weiteres mit den anderen Scheiben verglichen werden. Auf die Härte der Scheiben der Serie C hat die Abkühlgeschwindigkeit offensichtlich keinen Einfluss.

An der Scheiben der Serie D lässt sich wiederum sehr deutlich eine steigende Härte mit sinkender Abkühlrate ablesen.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass die Härtewerte der Scheiben von der Spindelpresse und dem Schmiedehammer durchweg höher sind als die der auf der hydraulischen Presse gefertigten Scheiben. Während die Härte der Scheiben von der Spindelpresse und vom Schmiedehammer durch die Abkühlgeschwindigkeit beeinflusst wird, hat diese auf die Härte der Scheiben von der hydraulischen Presse keinen Einfluss.

4.1.2 Lichtmikroskopie

Die Scheiben 11A bis 14A zeigen ausgeprägte, mit primärer δ -Phase belegte Primärkorngrenzen. Dass es sich bei der die Korngrenzen belegenden Ausscheidung um die δ -Phase handelt, wurde mittels energiedispersiver Röntgenspektrometrie-Untersuchungen (EDX) nachgewiesen (vgl. Abbildung 4.1).

Die Analyse des Volumenanteils an δ -Phase in den Scheiben aller Serien ergibt Werte zwischen 0.5 und 2.5 Vol.-%. Wenn im Folgenden von einem hohen Anteil an δ -Phase gesprochen wird, sind Anteile von 2 - 2.5 Vol.-% gemeint. In den Scheiben, in denen die δ -Phase aufgelöst ist, liegt ein Volumenanteil von weniger als 0.5 % vor. Der durchschnittliche Anteil an δ -Phase in IN 718, das unterhalb der Lösungstemperatur der δ -Phase (1010-1020 °C) geschmiedet wird, liegt bei etwa 1 Vol.-%.

Die δ -Phase hält die Korngrenzen der durch Rekristallisation nach dem Schmieden neu gebil-

deten Körner effektiv fest, so dass diese lediglich innerhalb der Primärkorngrenzen wachsen können (vgl. Abbildung 4.2). Daraus resultiert eine geringere Korngröße als bei den Scheiben, in denen sich aufgrund der höheren Schmiedetemperatur (1030 °C) die δ -Phase beim Umformen nahezu vollständig auflöst, vgl. Tabelle 4.1. Die Auswirkung der ungehindert wachsenden Körner kann direkt an der zugehörigen Härte abgelesen werden. In der Scheibe 16A, die nach dem Schmieden rückgewärmt und anschließend abgeschreckt wurde, ist die Härte in Folge der extrem großen Körner deutlich niedriger als in allen anderen Scheiben der Serie A.

Während die Scheiben 11A und 12A ($\varphi=0.5$) eine globulare Kornstruktur zeigen, sind die Körner in der Scheiben 13A und 14A ($\varphi=1.0$) deutlich gestreckt, eine Folge des höheren Umformgrades (vgl. Abbildung 4.3). Die Ketten aus δ -Phase, welche die Primärkorngrenzen belegen, sind in der Scheibe 13A durch die zweistufige Umformung bereits teilweise zerstört.

In den Scheiben 15A bis 18A sind die Primärkorngrenzen nicht mehr zu erkennen. Die Überreste der δ -Phase sind nur in Form von kleinen, kugeligen Teilchen, die fein verteilt in der Matrix auftreten, erkennbar (vgl. Abbildung 4.4). Für die Serie B legen die unterschiedlichen Herstellungsparameter die Unterscheidung nach abgeschreckten (WQ - 12B, 15B und 18B) und langsam abgekühlten (AC - 13B, 14B, 16B, 17B, 19B, 20B) Scheiben nahe.

Die lichtmikroskopischen Untersuchungen ergeben, dass die Korngrößen der Scheiben der Serie B alle in derselben Größenordnung liegen (vgl. Tabelle 4.1). Auch die Schlißbilder der Proben aus diesen Scheiben unterscheiden sich nicht signifikant (vgl. Abbildung 4.5). Bei der lichtmikroskopischen Untersuchung unterscheiden sich die beiden Teilgruppen lediglich anhand des Auftretens der δ -Phase. In den abgeschreckten Scheiben sind die Überreste der Primärkorngrenzen, welche mit δ -Phase belegt sind, noch zu erkennen. In den langsam abgekühlten Scheiben ist die δ -Phase quasi komplett aufgelöst. Die Primärkorngrenzen sind nur noch schwach zu erkennen. Die Scheiben der Serie C (Abbildung 4.6) werden nach der Schmiedetemperatur eingeteilt, wobei die Scheibe 13C gesondert behandelt wird (einzige Scheibe mit drei Umformschritten). Auch für die Scheiben dieser Serie können die unterschiedlichen Herstellungsparameter nicht an der Korngröße (Tabelle 4.1) abgelesen werden.

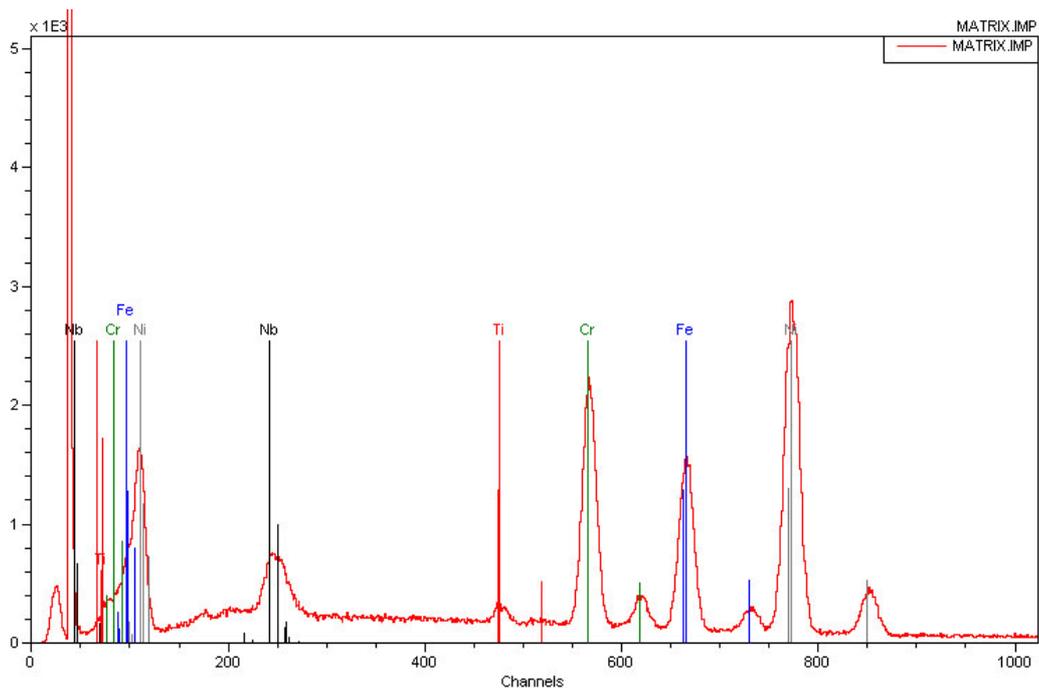
Die Scheiben 11C, 12C und 13C weisen einen leicht höheren Anteil an δ -Phase auf als die Scheiben 14C und 15C. Das ist die Folge der niedrigeren Schmiedetemperatur in den Scheiben 11C, 12C und 13C. Bei den Scheiben 14C und 15C entspricht die Schmiedetemperatur der Lösungstemperatur der δ -Phase. Die Serie D lässt sich nur schwer in Untergruppen einteilen. Lediglich die Scheiben 12D (6-10 Schläge, RW 1000 °C, 13 Schläge m. RW, AC) und 15D (6-10

Schläge, RW 1015 °C, 14 Schläge m. RW, AC) lassen sich aufgrund der Herstellungsparameter direkt vergleichen. Sie unterscheiden sich nur leicht in der Schmiedetemperatur. Die Scheiben 11D bis 13D (1000 °C) enthalten einen etwa gleich großen Anteil an δ -Phase, welche in kugeli-ger bis länglicher Form im Korn sowie an den Korngrenzen auftritt. Wie auch in der Serie A, ist im Schlibbild der bei höherer Temperatur geschmiedeten Scheiben 14D und 15D (1015 °C) ein etwas geringerer Anteil an δ -Phase zu erkennen. In der Scheibe 15D ist der Anteil an δ -Phase etwas geringer, in der Scheibe 14D deutlich geringer als in den anderen. Das liegt an der höheren Schmiedetemperatur bei den Fertigpressschritten bei diesen Proben. Sie liegt nahe der Lösungstemperatur der δ -Phase.

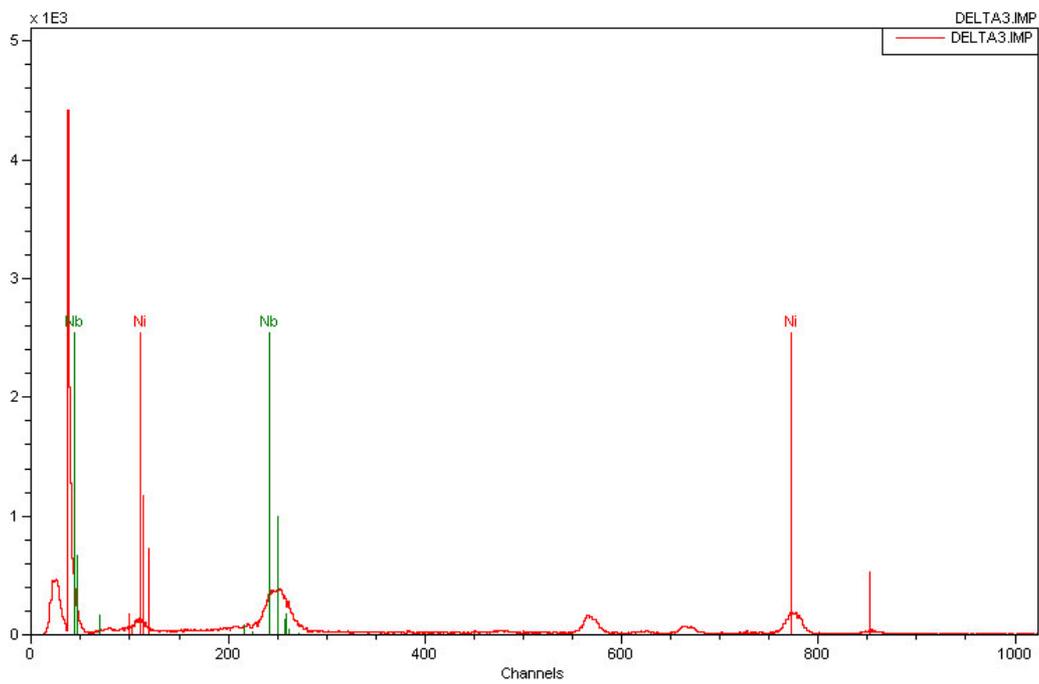
In den Scheiben 12D und 15D wurde eine große Zahl an Zwillingen gefunden (s. Abbildung 4.7). Diese beiden Proben wurden zwischen den Fertigpressschlägen zwischengewärmt und abschließend langsam abgekühlt. In den anderen Scheiben dieser Serie konnte keine signifikante Menge an Zwillingen gefunden werden (vgl. Abbildung 4.7). Das lässt vermuten, dass es sich in den Scheiben 12D und 15D um Rekristallisationszwillinge handelt, die sich nach starker Umformung im Material bilden. Dafür müssten im schnell umgeformten Material nach [48] allerdings Rekristallisationskeime mit Vorzugsrichtung, also eine Verformungstextur vorliegen. Warum sich in dem schnell umgeformten Material eine Vorzugsrichtung ergibt, wird im folgenden Abschnitt 4.1.3 besprochen. Bei den anderen Scheiben dieser Serie ist die für die Rekristallisation zur Verfügung stehende Zeit deutlich kürzer (fehlende Rückwärmung zwischen den Schlägen - 11D und 14D, bzw. schnelle Abkühlung nach dem Schmieden - 13D). Die hohe Zwillingsdichte in diesen Scheiben spiegelt sich auch in der gemessenen hohen Härte wieder. Zwillinge sind, wie Korngrenzen, zweidimensionale Gitterbaufehler, durch die die Versetzungsbewegung behindert wird. Daher steigt bei einer hohen Zwillingsdichte, ebenso wie bei einer hohen „Korndichte“, also bei kleinen Körnern, die Festigkeit des Materials an.

Tabelle 4.1: Korngrößen und Härtewerte der Scheiben der Serien A bis D

Probe Nr.	ASTM-Korngröße	Härte (HV 10)
11A	10	262
12A	10	250
13A	10	315
14A	10	266
15A	8	227
16A	6	185
17A	8	226
18A	8	212
11B	10	349
12B	11	264
13B	11	331
14B	11	331
15B	11	269
16B	11	334
17B	11	351
18B	11	266
19B	11	334
20B	11	324
11C	12	272
12C	12	274
13C	12	304
14C	12	266
15C	12	259
11D	11	263
12D	11	293
13D	11	270
14D	11	270
15D	11	306



(a) Matrix



(b) δ -Phase

Abbildung 4.1: EDX-Spektrum von Matrix (a) und δ -Phase (b). Im Spektrum der δ -Phase ist deutlich der relativ zum Ni-Peak erhöhte Nb-Peak (Ni_3Nb) zu erkennen.

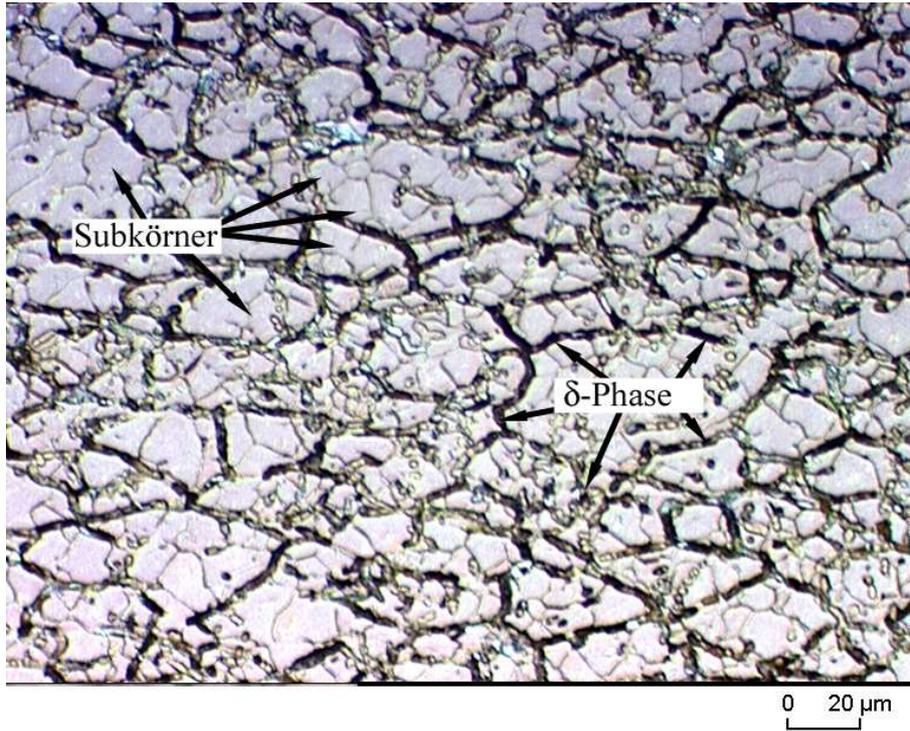


Abbildung 4.2: Lichtmikroskopische Aufnahme der Scheibe 11A. Innerhalb der mit δ -Phase belegten Primärkorngrenzen rekristallisieren nach der Umformung neue Körner.

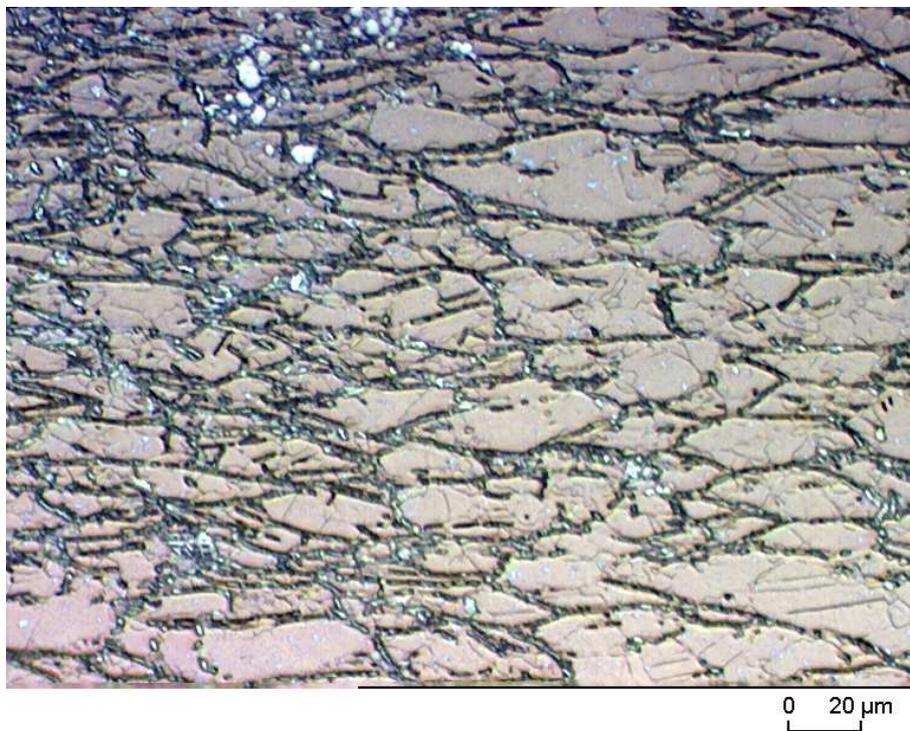


Abbildung 4.3: Lichtmikroskopische Aufnahme der Scheibe 13A. Aufgrund des höheren Umformgrades ($\varphi=1.0$) sind die Primärkorngrenzen deutlich gestreckt.

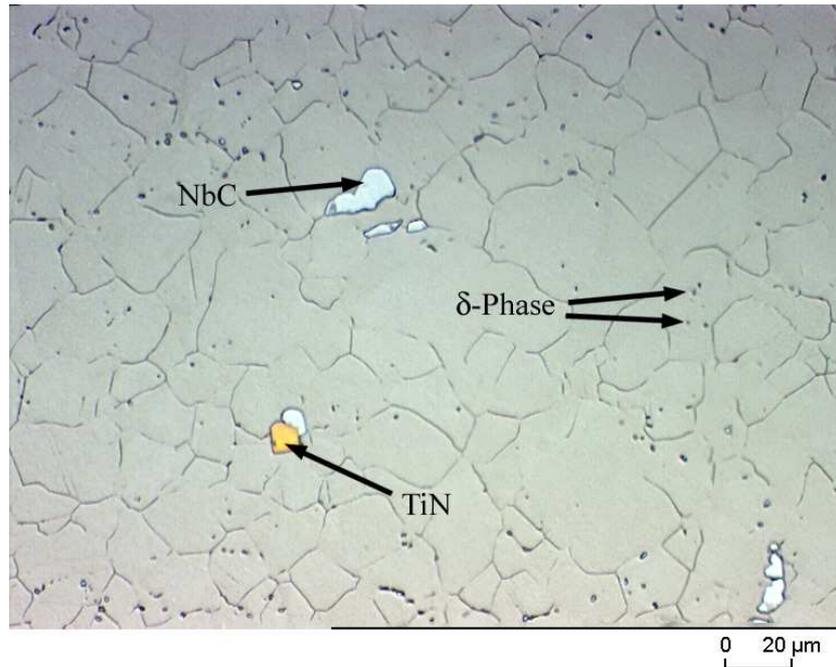
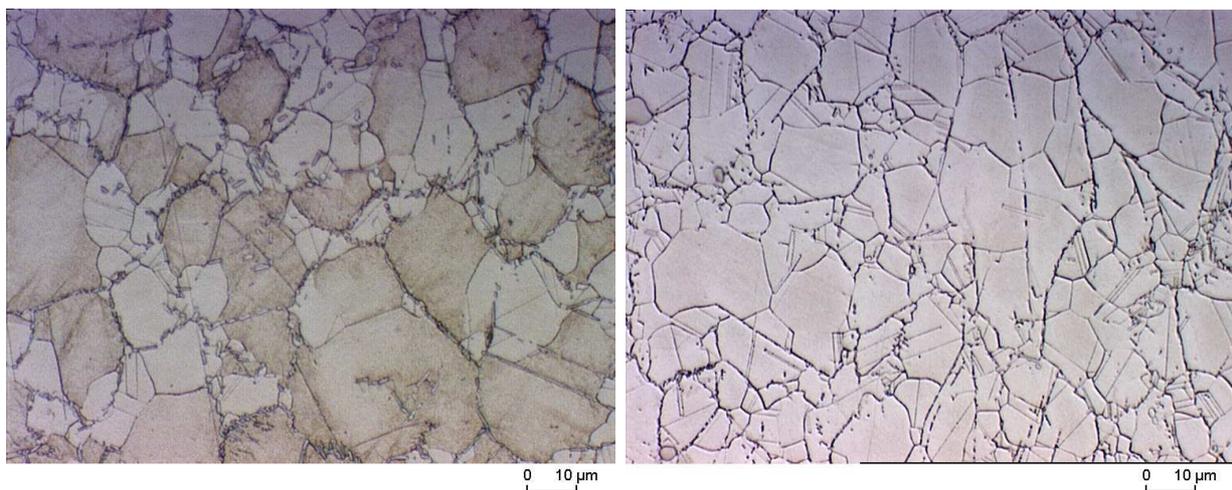


Abbildung 4.4: Lichtmikroskopische Aufnahme der Scheibe 15A. Durch die höhere Schmiedetemperatur (1030°C) ist die primäre δ -Phase fast aufgelöst. Nur vereinzelt finden sich kleine, kugelige Reste dieser Phase (schwarze Punkte im Schlibbild). Die großen, helleren Teilchen sind NbC (weiß) und TiN (hellgrau).



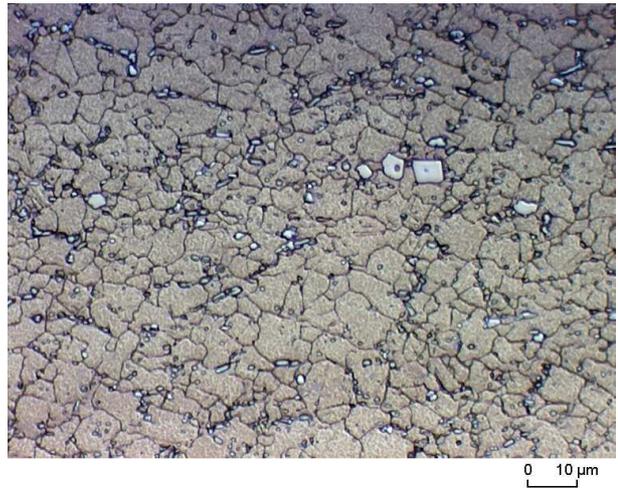
(a) Scheibe 12B, $\varphi=0.3$, WQ

(b) Scheibe 19B, $\varphi=0.5$, AC

Abbildung 4.5: Lichtmikroskopische Aufnahmen zweier Scheiben der Serie B. Es ist kein deutlicher Einfluß von unterschiedlichem Umformgrad oder unterschiedlicher Abkühlgeschwindigkeit zwischen den Schlibbildern zu erkennen.

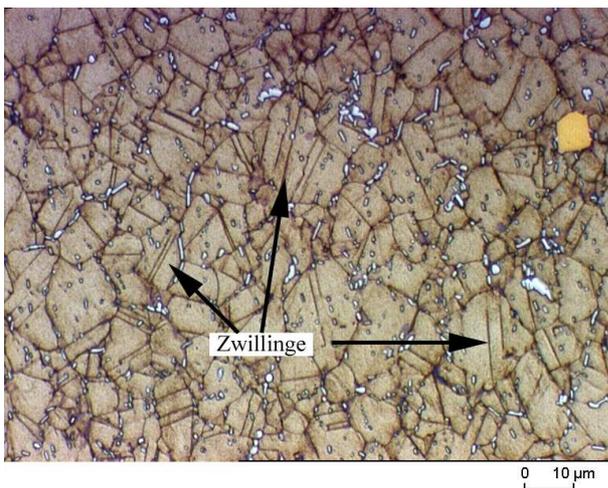


(a) Scheibe 11C, zwei Umformschritte, $\varphi=1.0$, AC

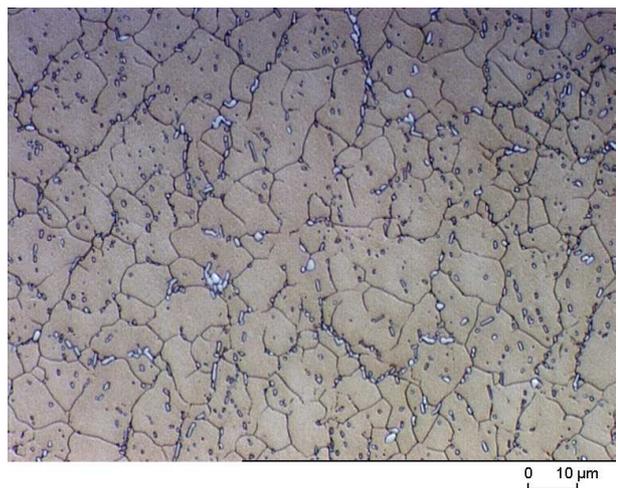


(b) Scheibe 13C, drei Umformschritte, $\varphi=1.0$, WQ

Abbildung 4.6: Lichtmikroskopische Aufnahmen zweier Scheiben der Serie C. Die Korngrößen unterscheiden sich nicht wesentlich. Scheibe 13C zeigt den höchsten Anteil an δ -Phase in dieser Serie.



(a) Scheibe 12D, $\varphi=1.0$, AC



(b) Scheibe 11D, $\varphi=1.0$, WQ

Abbildung 4.7: Lichtmikroskopische Aufnahmen zweier Scheiben der Serie D. Hohe Zwillingdichte in der Scheibe 12D, keine Zwillinge in der Scheibe 11D.

4.1.3 Transmissionselektronenmikroskopie

Die Folien aus den Scheiben der Probenserien A bis D wurden in einem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) untersucht.

Die Untersuchungen ergeben, dass die Scheiben der Serie A eine sehr hohe Versetzungsdichte aufweisen. Dies ist eine Folge des hohen Umformgrades.

Auffällig ist, dass die Versetzungen vorwiegend parallel in sog. Gleitbändern angeordnet auftreten (vgl. Abbildung 4.8). Bezüglich der Versetzungsdichte konnten keine signifikanten Unterschiede zwischen den einzelnen Scheiben der Serie A festgestellt werden.

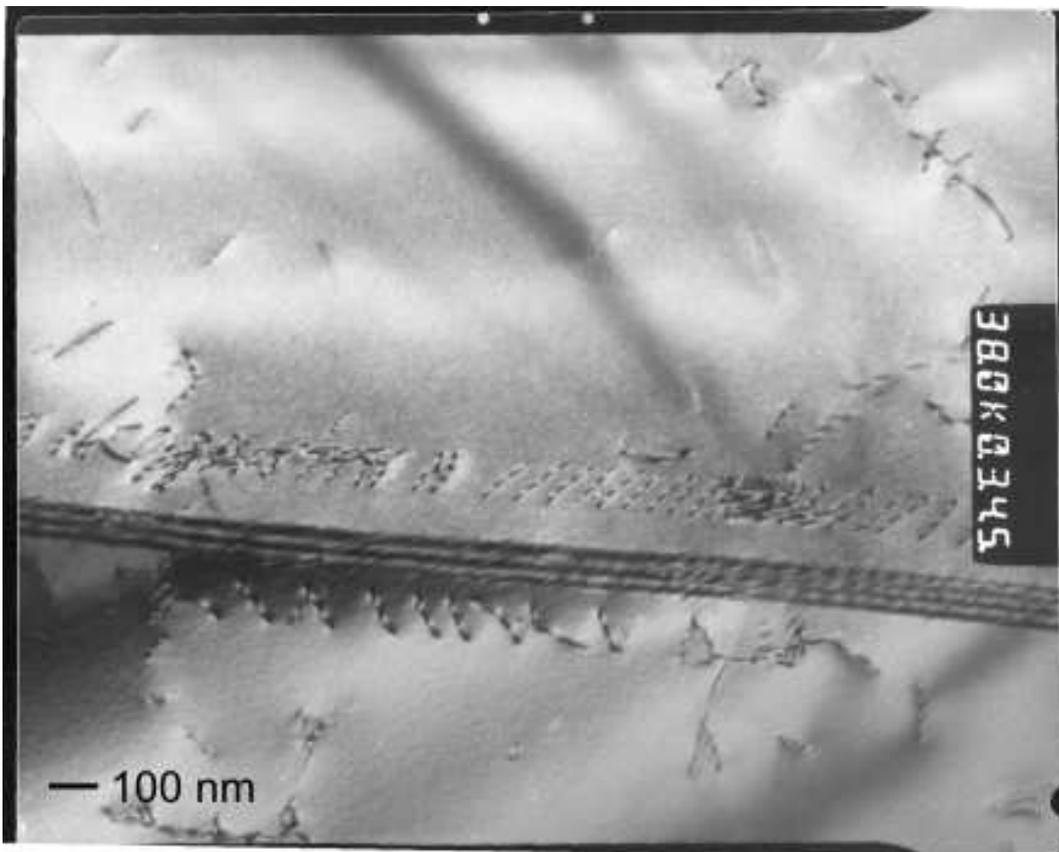


Abbildung 4.8: In Gleitbändern angeordnete Versetzungen in einer Scheibe der Serie A.

Es wurde im Zuge dieser Arbeit keine Versetzungsdichtebestimmung durchgeführt. Die Aussagen über die „Versetzungsdichte“ sind daher rein qualitativer Natur. Nur sehr deutliche Unterschiede (ca. ein Faktor von zwei) werden vom Auge erkannt und als Unterschied wahrgenommen. Deutliche Unterschiede in der Mikrostruktur zeigen sich zwischen den einzelnen Scheiben der Serie B. So weisen die schnell abgekühlten Scheiben (12B, 15B und 18B) eine deutlich höhere Versetzungsdichte auf als die langsam abgekühlten Scheiben. Dies weist auf Rekristallisations-

vorgänge während der langsamen Abkühlung hin. Des Weiteren ist eine Erhöhung der Versetzungsdichte mit steigendem Umformgrad zu erkennen. In den langsam abgekühlten, weniger stark umgeformten Scheiben lassen sich nur vereinzelte Versetzungen finden. In den langsam abgekühlten, stärker umgeformten Scheiben hingegen sind noch nicht alle Versetzungen durch Rekristallisationsvorgänge ausgelöscht. Die Versetzungen sind wie in Serie A in Gleitbändern angeordnet (vgl. Abbildung 4.9). Dieses könnte darauf hindeuten, dass bei schneller Umformung bestimmte Gleitsysteme bevorzugt aktiviert werden.



Abbildung 4.9: In Gleitbändern angeordnete Versetzungen in einer Scheibe der Serie B.

Damit ein Korn einer beliebig orientierten von außen aufgezwungenen Deformation genügen kann, ist nach dem theoretischen Kriterium von *von Mises* [49] die Aktivierung von fünf voneinander unabhängigen Gleitsystemen erforderlich. Experimentelle Untersuchungen [50–53] zeigen aber, dass in zentralen Kornbereichen oft nur ein bis zwei Systeme abgleiten, während es in der Nähe der Korngrenzen sehr schnell zur Mehrfachgleitung kommt. Auch dort werden jedoch nicht immer fünf Gleitsysteme aktiviert. Es wurde zwar keine Quelle gefunden, in der dieser Sachverhalt explizit an Nickel oder einer seiner Legierungen festgestellt wird, jedoch beschäftigen sich einige Autoren mit der mathematischen Beschreibung lokaler Fließvorgänge in Polykristallen [54–58]. Dort wird auch ausdrücklich die Dehnratenabhängigkeit des kritischen

Schubspannungswertes τ_y berücksichtigt.

Aufgrund des kristallinen Aufbaus des Materials liegt innerhalb der Körner ein anisotropes Verformungsverhalten vor. Unter mehraxialen Spannungszuständen verformen die Körner sich entsprechend ihrer Gleitsysteme. Für das kfz-Gitter sind das die 12 Gleitsysteme $\{111\}\langle 110\rangle$. Welches der Gleitsysteme durch eine außen angelegte Spannung aktiviert wird, wird durch die Orientierung des Gleitsystems zur Spannung bestimmt. Das Schmid'sche Schubspannungsgesetz [59] sagt aus, dass ein Gleitsystem dann aktiviert wird, wenn die dort wirkende Schmid'sche Schubspannung τ , d.h. die Projektion des auf der Ebene wirkenden Spannungsvektors auf die Gleitrichtung, einen kritischen Wert τ_y erreicht. Nimmt man an, dass alle Gleitsysteme denselben kritischen Wert τ_y aufweisen, gleitet folglich das System zuerst, welches am günstigsten zur äußeren Spannung orientiert ist.

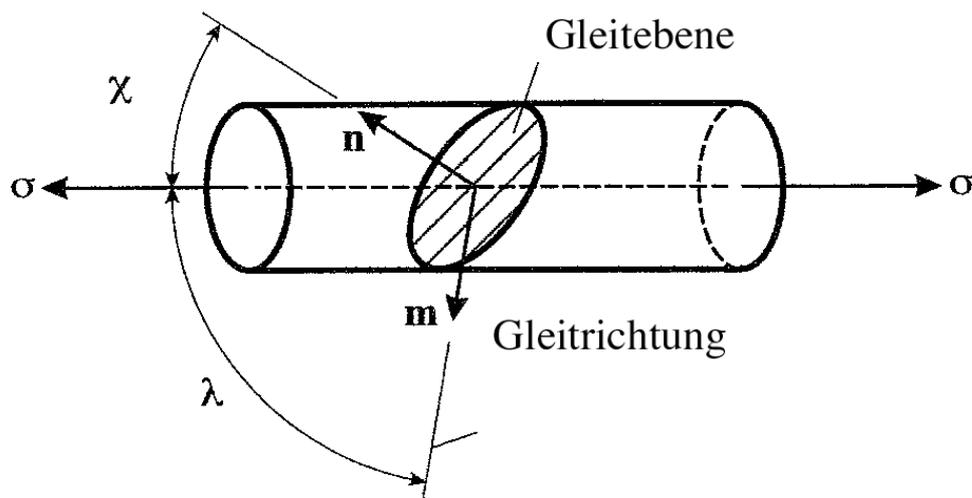


Abbildung 4.10: Zur Bestimmung der Schmid'schen Schubspannung bei einachsiger Zugbelastung.

Vereinfacht für den Fall einachsiger Zugbelastung lautet das Schmid'sche Schubspannungsgesetz:

$$\tau = \sigma \cos \chi \cos \lambda \geq \tau_y, \quad (4.1)$$

wobei χ der Winkel zwischen Zugachse und Gleitebenennormale und λ der Winkel zwischen Zugachse und Gleitrichtung ist (s. Abbildung 4.10). Der größtmögliche Schmidfaktor $\cos \chi \cos \lambda$ von 0.5 wird bei $\chi = \lambda = 45^\circ$ erreicht.

Steigt nach den oben zitierten Arbeiten der kritische Wert τ_y bei höheren Dehnraten an, so

ist es durchaus möglich, dass bei schneller Umformung in einzelnen Körnern lediglich noch ein einziges Gleitsystem aktiviert wird. Im Laufe der Untersuchungen war es nicht möglich, die Proben so zu kippen, dass die Gleitebene der Versetzungsbänder hätte bestimmt werden können. Dafür waren nicht zuletzt die starken Verwölbungen der Proben verantwortlich, die sich beim Präparieren einstellten.

Die im vorangehenden Abschnitt erwähnten Rekristallisationszwillinge können durch eine Verformungstextur in dem schnell umgeformten Material erklärt werden. Liegt eine verformungsbedingte Textur vor, sind auch die Rekristallisationskeime ausgerichtet.

Die Untersuchungen der Folien aus den Scheiben der Serie B, die langsam abgekühlt wurden, zeigen im TEM die Existenz feinsten Ausscheidungen auf (s. Abbildung 4.11). Diese Teilchen haben im Bild eine längliche Form. Die Größe der Teilchen beträgt etwa 10-15 nm entlang ihrer längeren Achse und ca. 2-3 nm senkrecht dazu. Die Analyse der Teilchen mit Hilfe von Beugungsbildern (s. Abbildung 4.12) ergibt, dass es sich eindeutig um die γ'' -Phase handelt. Deutlich sind die Überstruktureflexe zwischen den Hauptreflexen der Matrix zu erkennen. Diese Ausscheidung ist für die hohe Härte verantwortlich, die in diesen Proben gemessen wurde, da sie die Versetzungsbewegung sehr effektiv behindert [14].

Die Teilchen dieser Phase sind diskusförmig. Im Weiteren wird jeweils der Durchmesser der γ'' -Scheibchen als Teilchengröße verwendet.

Eine ähnlich hohe Härte wurde nur noch in den Scheiben 13A (Spindelpresse), 12D und 15D (Schmiedehammer) gemessen. Daher wurde auch in diesen Scheiben nach eventuell vorhandenen Ausscheidungen gesucht. Die Analysen mit dem TEM zeigen feinste Ausscheidungen von etwa 3 nm Größe in der Scheibe 13A (s. Abbildung 4.13). Wie in Anhang B dargelegt wird, können Teilchen in dieser Größe im TEM zwar im Hellfeldbildmodus sichtbar gemacht werden, ihre Gitterstruktur lässt sich aber nur mit Hilfe von Beugungsbildern analysieren. Die Untersuchungen der Folien aus den Scheiben der Serie C im TEM ergeben, mit Ausnahme der Scheibe 13C, keine Unterschiede in der Versetzungsdichte gegenüber der Serie A.

Die Scheibe 13C, die mit einem Dreischlag-Verfahren umgeformt wurde, weist eine deutlich höhere Versetzungsdichte auf als die anderen Scheiben der Serie C. Damit lässt sich die gegenüber den anderen Scheiben der Serie C höhere Härte erklären. Zwischen den restlichen Scheiben (11+12, 1000 °C und 14+15, 1015 °C) werden keine Unterschiede in der Versetzungsdichte festgestellt. Im Gegensatz zu den Scheiben der Serien A und B sind die Versetzungen in den Scheiben der Serie C vorwiegend unregelmäßig angeordnet. Offensichtlich werden bei

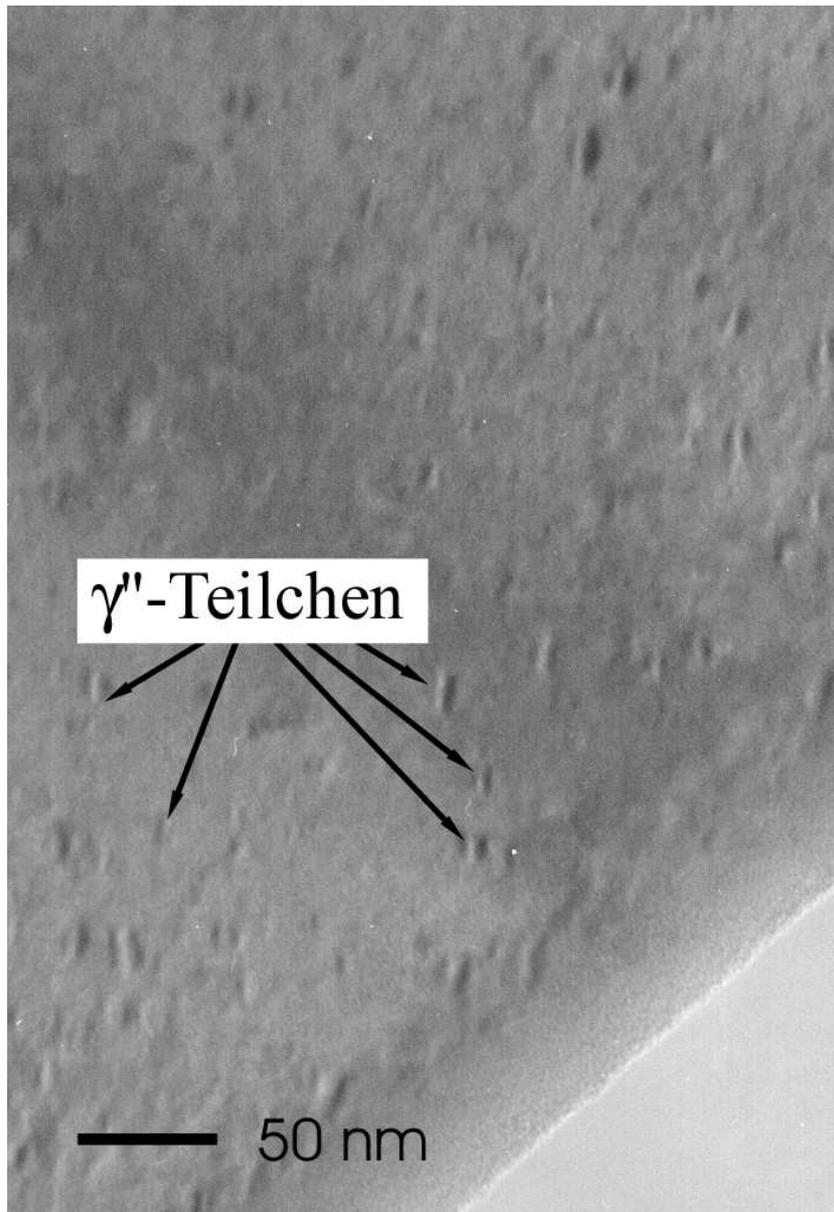


Abbildung 4.11: γ'' -Teilchen in einer Scheibe der Serie B, AC.

langsamer Umformung vermehrt unterschiedliche Gleitsysteme aktiviert. Die unterschiedlichen Versetzungsdichten in der Scheibe 13C und der Scheibe 11C (stellvertretend für die Scheiben 11, 12, 14 und 15C) zeigt Abbildung 4.14. Im Gegensatz zu den Scheiben der Serien A und B können weder in den abgeschreckten noch in den langsam abgekühlten Scheiben der Serie C γ'' -Teilchen gefunden werden. In diesen Proben entwickelten sich die γ'' -Teilchen erst nach einigen Stunden der Wärmebehandlung.

Die Proben der Serie D fallen durch ihre gegenüber den anderen Serien deutlich höhere Versetzungsdichte auf (s. Abbildung 4.15). Neben Gleitbändern wie in den Serien A und B finden

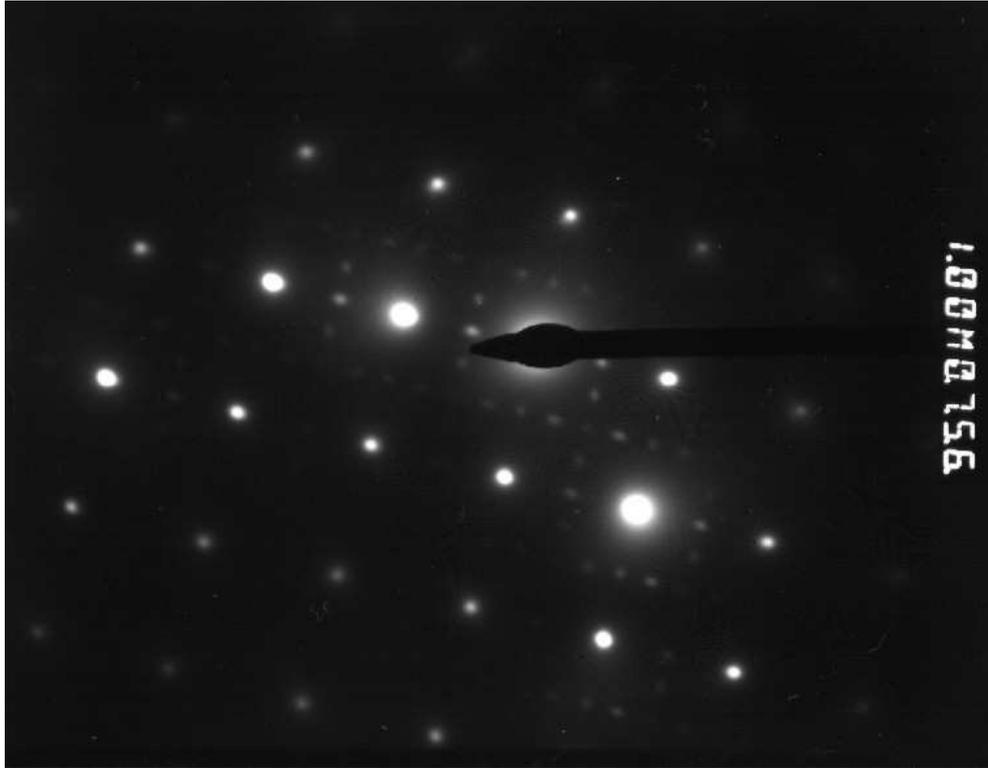


Abbildung 4.12: Beugungsbild. Die hellen Punkte zeigen das Gitter der Matrix, die feinen Punkte dazwischen sind die Überstruktureflecke der $\{110\}$ -Ebenen der γ'' -Phase. Einstrahlrichtung ist $[001]$.

sich in den Proben der Serie D auch Bereiche mit ungeordneter Ausrichtung der Versetzungen wie in der Serie C.

In den beiden Scheiben 12D (2 Umformschritte, RW 1000 °C, AC) und 15D (wie 12D, nur RW 1015 °C) konnten, ebenso wie in den Scheiben der Serie B und in der Scheibe 13A, γ'' -Teilchen nachgewiesen werden.

4.1.4 Diskussion

Die Ergebnisse der Untersuchungen an dem geschmiedeten, nicht wärmebehandelten Material zeigen, dass die bei den schnell umgeformten Scheiben (Serien A, B und D) festgestellten besonders hohen Härtewerte mit lichtmikroskopischen Methoden nicht erklärt werden können. Die Untersuchungen mit dem TEM zeigen, dass sich die hohe Härte dieser Scheiben direkt mit dem Auftreten der γ'' -Phase korrelieren lässt.

Die exzellenten Festigkeitseigenschaften dieser Legierung resultieren, wie bereits beschrieben,

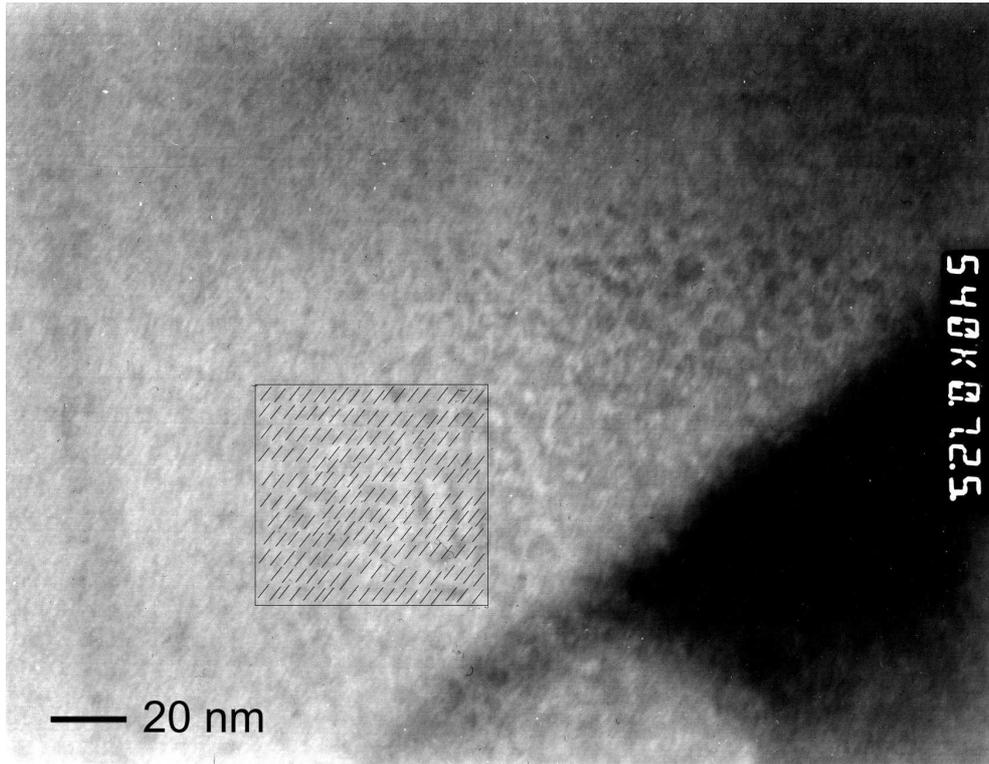


Abbildung 4.13: γ'' -Teilchen in der Scheibe 13A, $\varphi=1.0$, WQ. In dem eingezeichneten Quadrat sind Richtung und Länge der Teilchen angedeutet.

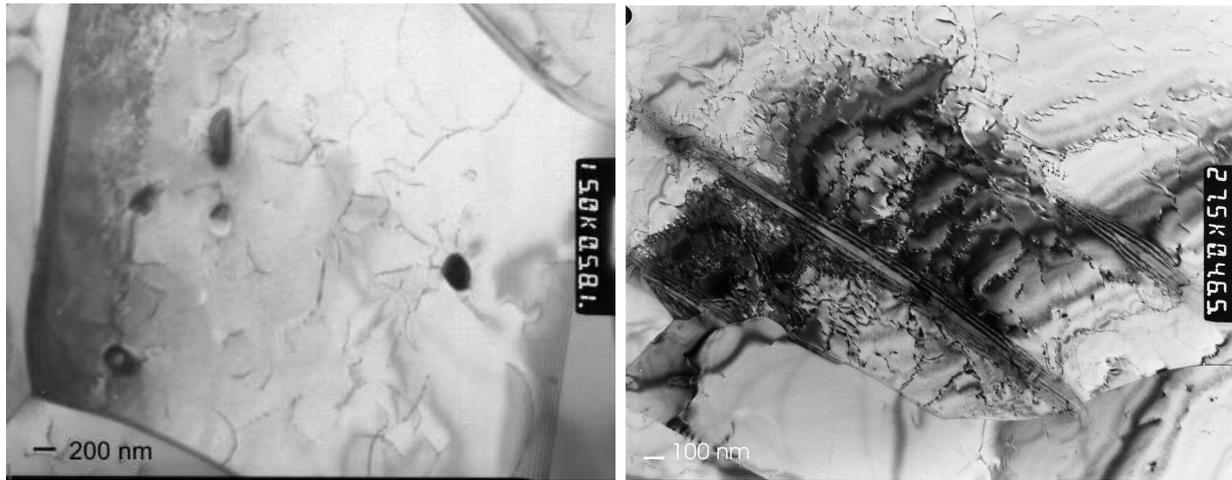
aus der Ausscheidung eben dieser γ'' -Phase. Die homogen im Material verteilten feinsten Teilchen behindern die Versetzungsbewegung. Die Wechselwirkung zwischen Teilchen und Versetzung wird üblicherweise mit den Ansätzen von Orowan und Kelly-Fine beschrieben [48]:

$$\Delta HV = \alpha G b \frac{\sqrt{f}}{d_T} \quad \text{Orowan,} \quad (4.2)$$

$$\Delta HV = \frac{\tilde{E}^{3/2}}{b^2 \sqrt{3G}} \sqrt{f} \sqrt{d_T} \quad \text{Kelly - Fine,} \quad (4.3)$$

wobei ΔHV das Härteinkrement, α eine Konstante, G der Gleitmodul, b der Burgersvektor, f der Volumenanteil der Ausscheidungen und d_T der Teilchendurchmesser sind. \tilde{E} ist ein Maß für die Wechselwirkung zwischen Teilchen und Versetzung und kann grob mit $Gb|\varepsilon|$ abgeschätzt werden, wenn nur parelastische Wechselwirkungskräfte¹ betrachtet werden [48]. Die Gitterfehlpassung zwischen Matrix und Ausscheidung ist $\varepsilon = \frac{a_{\text{Matrix}} - a_{\text{Ausscheidung}}}{a_{\text{Matrix}}}$ (a steht hier stellvertretend für alle drei Gitterkonstanten von Matrix bzw. Ausscheidung, vgl. Abschnitt 1.3.4). Während der Orowan-Mechanismus das Umgehen der Teilchen durch Versetzungen beschreibt,

¹Das bedeutet, dass die Ausscheidung nur durch ihren Verzerrungshof mit einer vorbeigleitenden Versetzung wechselwirkt. Außerdem kann eine Ausscheidung durch einen gegenüber der Matrix abweichenden Schubmodul mit einer Versetzung wechselwirken. Diese Art der Wechselwirkung heißt dielastisch.



(a) Versetzungen der Scheibe 11C (genauso in 12C, 14C und 15C).

(b) Höhere Versetzungsdichte in der Scheibe 13C.

Abbildung 4.14: Deutlich unterschiedliche Versetzungsdichten in Scheibe 11C (Zweischlag-Verfahren) und 13C (Dreischlag-Verfahren).

werden Teilchen, die dem Kelly-Fine-Mechanismus gehorchen, von der Versetzung geschnitten. Welcher der beiden Mechanismen für ein bestimmtes Teilchen aktiviert wird, hängt zum einen von der Gitterfehlpassung ab und zum anderen von der Teilchengröße. Trifft in einem Gitter eine Versetzung auf ein Teilchen mit einem der Matrix ähnlichen Gitter (kohärentes Teilchen), braucht sie ihre Gleitebene nicht zu verlassen. Es kostet also weniger Energie, das Teilchen zu schneiden, auch wenn dabei eine neue Grenzfläche geschaffen wird². Müsste die Versetzung ihre Gleitebene verlassen, um das Teilchen zu schneiden (inkohärentes Teilchen), ist es günstiger, stattdessen das Teilchen zu umgehen. Dabei hinterlässt die Versetzung einen abgekoppelten Versetzungsring um das Teilchen (s. Abbildung 4.16). Trägt man die beiden Funktionen (4.2 und 4.3) über der Teilchengröße auf, so erhält man das Diagramm in Abbildung 4.17. Aus diesem Diagramm kann man den Einfluss der Teilchengröße auf die Art der Wechselwirkung erkennen. Für sehr kleine Teilchen verringert sich - bei konstantem Volumenanteil f - der Abstand zwischen den Teilchen. Dann wird die Energie, die zum Ausbauchen zwischen zwei Teilchen nötig ist, so groß, dass der Orowan-Mechanismus im Gegensatz zum Kelly-Fine-Mechanismus energetisch zu aufwändig wird. Daher kann man davon ausgehen, dass auch inkohärente, aber sehr kleine Teilchen eher geschnitten als umgangen werden. Andererseits zeigt Abbildung 4.17 auch,

²Schneidet eine Versetzung ein geordnetes Teilchen, verschieben sich die beiden Teile des Teilchens gegeneinander. In dieser Schnittfläche ist die Schichtfolge des Gitters gestört. Es entsteht eine sog. Antiphasengrenze.

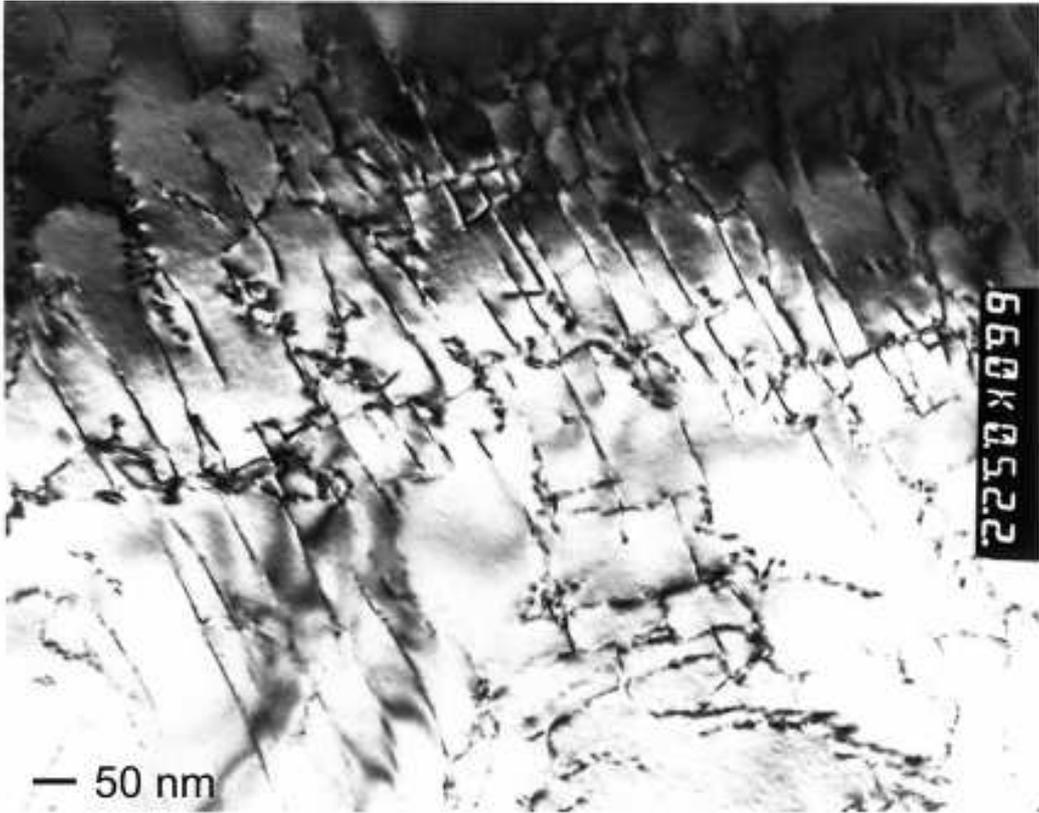


Abbildung 4.15: Hohe Versetzungsdichte in den Scheiben der Serie D.

dass kohärente Teilchen eher umgangen werden, wenn sie eine gewisse Größe überschreiten. Der Schnittpunkt der beiden Kurven liegt bei der Teilchengröße, bei der die höchste Festigkeitssteigerung zu erwarten ist. Diese optimale Teilchengröße d_c kann durch Gleichsetzen der Gleichungen (4.2) und (4.3) bestimmt werden:

$$d_c = \frac{Gb^2}{\tilde{E}} (\alpha\sqrt{3})^{2/3} \approx \frac{Gb^2}{b|\varepsilon|} (\alpha\sqrt{3})^{2/3} = \frac{b}{|\varepsilon|} (\alpha\sqrt{3})^{2/3}. \quad (4.4)$$

Dabei ist b die Länge des Burgersvektors, die sich aus der Gitterkonstanten der Matrix zu $b = \frac{a}{2}\langle 110 \rangle = 2.5 \text{ \AA}$ ergibt. Die Gitterfehlpassung wurde bereits in Kapitel 1.3.4 zu $\varepsilon = 3\% = 0.03$ bestimmt. Die Konstante α wird in Übereinstimmung mit [15] zu 0.5 gesetzt. Daraus ergibt sich für die optimale γ'' -Teilchengröße in IN 718 ein Wert von 7.5 nm. In der Literatur [48] lassen sich ähnliche Werte finden. Das bedeutet für IN 718, dass für γ'' -Teilchen größer als 7.5 nm der Orowan-Mechanismus maßgebend für die Festigkeitssteigerung wird. Im Gegensatz zu langsam umgeformtem Material bilden sich die γ'' -Teilchen in schnell umgeformtem IN 718 nach deutlich kürzerer Zeit. Das deutet darauf hin, dass durch die hohen Dehnraten Bedingungen im Gefüge geschaffen werden, die die Ausscheidung der Teilchen begünstigen. Wie bereits besprochen benötigen die Teilchen neben Treibkraft Keimstellen, also Fehlstellen im Gitter (Versetzungen,

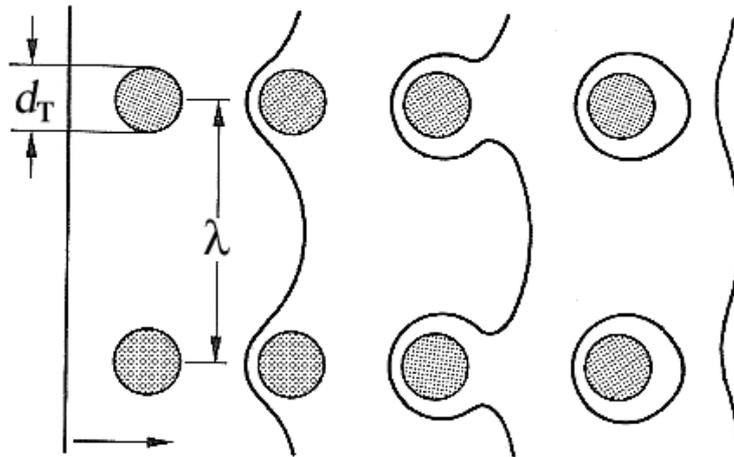


Abbildung 4.16: Schematische Darstellung des Umgehungsmechanismus nach Orowan. d_T ist der Teilchendurchmesser, λ der Teilchenabstand. Die Abbildung ist [60] entnommen.

Leerstellen), aus denen sie wachsen können. Es wird vermutet, dass die Fehlstellendichte in schnell umgeformtem IN 718 tatsächlich höher ist als in langsam umgeformtem. Dieses müsste sich bei einer Wärmebehandlung in einer höheren Teilchendichte zeigen.

4.2 Geschmiedetes Material, wärmebehandelt

Im Folgenden werden die Analysen der Proben aus den beiden Scheiben 12C und 13A besprochen. Diese wurden jeweils bei 718°C zwischen 2 und 50 Stunden wärmebehandelt. Ziel dieser Untersuchung ist die Beobachtung des Teilchenwachstums in schnell und langsam umgeformtem IN 718. Begleitend wurden die mechanischen Eigenschaften der wärmebehandelten Proben untersucht und ihr Zusammenhang mit dem Volumenanteil der γ'' -Phase diskutiert.

4.2.1 Mechanische Eigenschaften

Das Diagramm in Abbildung 4.18 zeigt die Härteentwicklung der beiden wärmebehandelten Scheiben 12C (langsame Umformung) und 13A (schnelle Umformung) über der Wärmebehandlungsdauer. Zu erkennen ist, dass die Härte beider Scheiben mit zunehmender Wärmebehandlungsdauer bis zu einem Maximalwert ansteigt und danach wieder abfällt. Dieser Effekt wird mit der Bildung und dem anschließenden Wachstum der γ'' -Phase bis zum Härtemaximum und

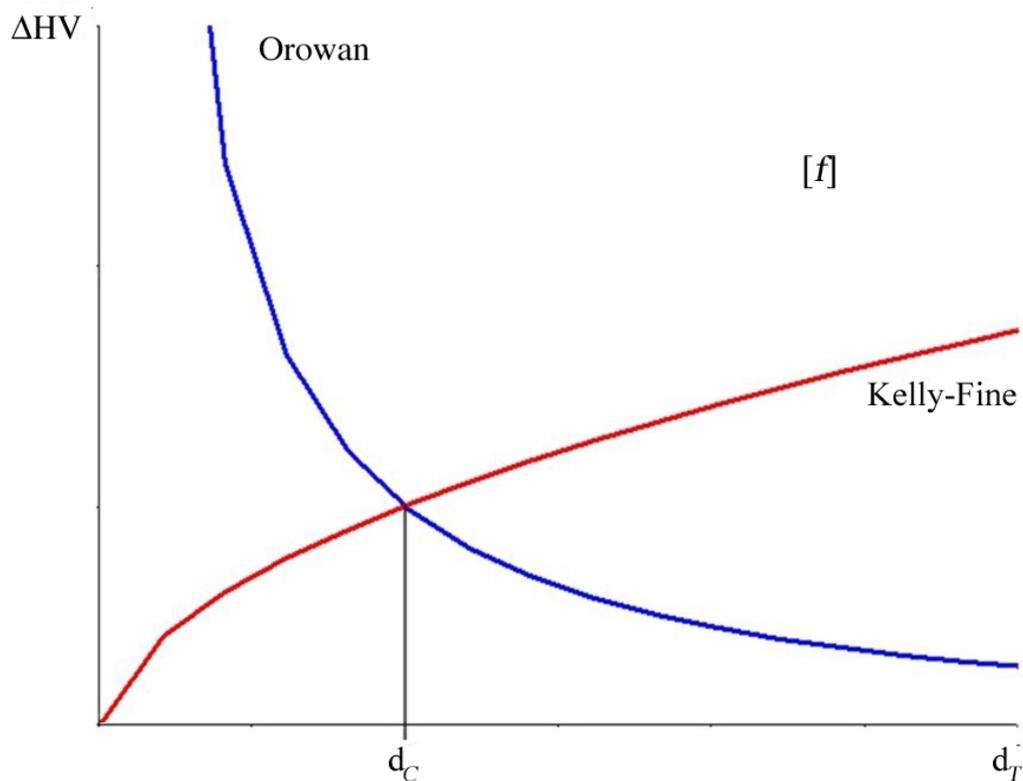


Abbildung 4.17: Schematische Darstellung des erreichbaren Härtezuwachses über der Teilchengröße nach Orowan und Kelly-Fine bei konstantem Volumenanteil f .

der anschließenden Vergrößerung der Teilchen, die zur Abnahme der Härte führt, erklärt. Diese sogenannten Härteisothermen haben bei allen teilchenaushärtenden Legierungen einen ähnlichen Verlauf (vgl. z.B. [48,60]).

Die Werte für die Scheibe 13A liegen zu jedem untersuchten Zeitpunkt oberhalb derer für die Scheibe 12C. Außerdem fällt auf, dass das Maximum der Härteentwicklung der beiden Scheiben nach unterschiedlich langer Wärmebehandlungsdauer auftritt. Das Härtemaximum der Scheibe 12C wird nach ungefähr 8 Stunden erreicht (440 HV 10), das der Scheibe 13A erst nach etwa 20 Stunden (500 HV 10). Die Ursachen dafür wurden mit Hilfe der Transmissionselektronenmikroskopie untersucht.

4.2.2 Transmissionselektronenmikroskopie

Nach der Untersuchung der mechanischen Eigenschaften werden aus jeder der wärmebehandelten Proben aus den beiden Scheiben 13A und 12C (2, 4, 8, 20 und 50 Stunden bei 718 °C) TEM-Folien entnommen. Es werden Hellfeldbilder von diesen Folien aufgenommen. Anhand

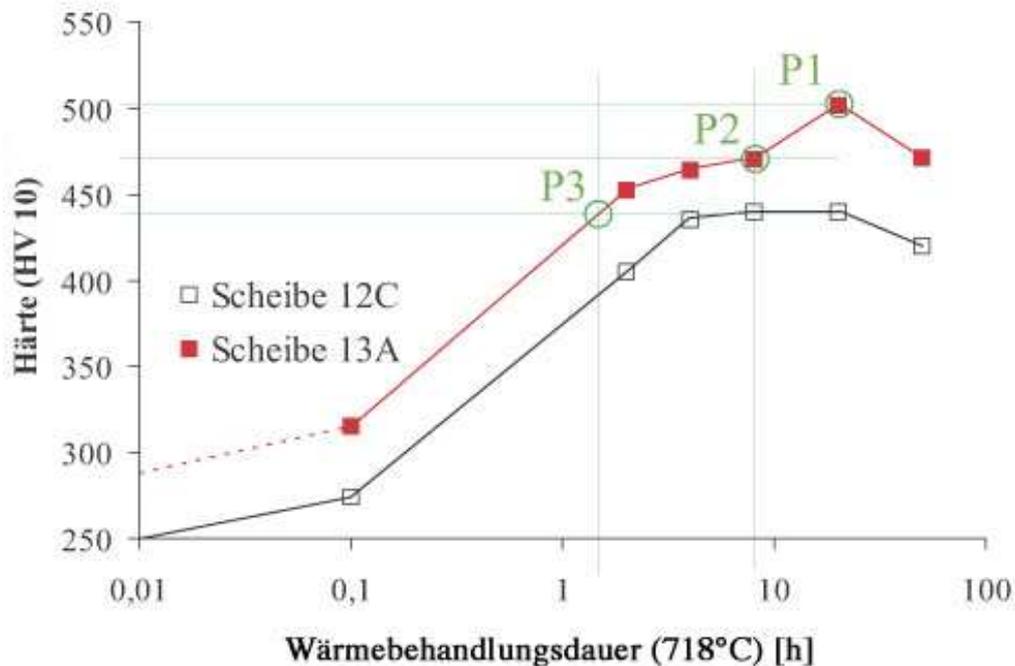


Abbildung 4.18: Härteentwicklung der Scheiben (13A, schnelle Umformung und 12C, langsame Umformung) über der Wärmebehandlungsdauer bei 718 °C. Die möglichen Optimierungen (P1 bis P3), die sich hieraus ergeben, werden im Kapitel 4.2.3 diskutiert.

dieser Bilder (wie z. B. Abbildung 4.19) kann die Größenentwicklung der γ'' -Teilchen während der Wärmebehandlung beobachtet werden. In diesen Hellfeldbildern lassen sich deutlich die Verzerrungsfelder erkennen, die durch die Fehlpassung (*misfit*) zwischen den Gitterparametern von Ausscheidung und Matrix um die Teilchen herum entstehen. Eine exakte Messung der Teilchengröße ist auf diese Weise nicht ohne weiteres möglich, da lediglich die Verzerrungsfelder einen Kontrast ergeben und somit im Hellfeldbild nur deren Ausdehnung bestimmt werden kann (vgl. Anhang B). Die für das Diagramm in Abbildung 4.20 verwendeten Daten sind demnach eine obere Grenze der Teilchengröße. Die γ'' -Teilchen sind jeweils etwas kleiner. Im Diagramm 4.20 sind die Ergebnisse der Teilchengrößenbestimmung über der Wärmebehandlungsdauer aufgetragen. Deutlich zu erkennen ist, dass die Teilchen in der Scheibe 13A erst langsamer, mit steigender Auslagerungsdauer aber immer schneller wachsen als in der Scheibe 12C. Die maximale Teilchengröße liegt für beide Probenreihen in der gleichen Größenordnung von ungefähr 25-30 nm. Dieser Wert wird auch von anderen Arbeiten bestätigt [13, 15, 31, 61]. Wie nach den Untersuchungen an den nicht wärmebehandelten Proben vermutet, kann ein deutlicher Unterschied der Teilchendichte zwischen der schnell umgeformten (13A) und der langsam umgeformten (12C) Scheibe festgestellt werden (s. Abbildungen 4.19 und 4.21).

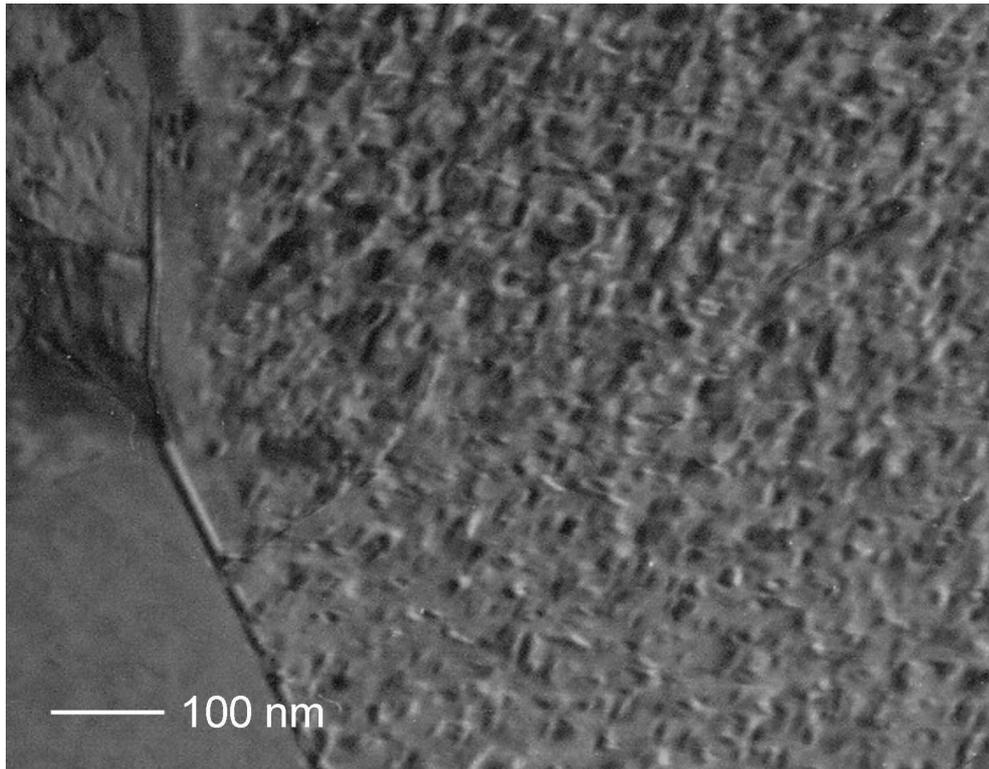


Abbildung 4.19: γ'' -Teilchen in einer wärmebehandelten Probe aus der Scheibe 13A (nach 20 Stunden bei 718 °C).

Nach den Grundgleichungen der Stereologie ist es zulässig, den Volumenanteil von Teilchen in einem Testvolumen aus ihrem Flächenanteil in einer Testfläche, die ein repräsentativer Schnitt durch das Testvolumen ist, abzuschätzen [62]. Das gilt für eine ausreichend große Zahl von Messungen in repräsentativen Testflächen. Der Flächenanteil der γ'' -Teilchen wird ebenso, wie die Teilchengröße an Hellfeldbildern wie Abbildung 4.19 bestimmt. Auf diesen Bildern sind allerdings nur zwei der drei möglichen Orientierungsvarianten der γ'' -Teilchen zu erkennen. In diesen beiden Ausrichtungen steht die Betrachtungsrichtung senkrecht auf die in Dickenrichtung (des diskusförmigen Teilchens) zeigende Achse (s. Abbildung 4.21). Für die dritte Variante sind die Betrachtungsrichtung und Achse in Dickenrichtung parallel. Die Gitterfehlpassung, und damit die Verzerrung des Gitters, in dieser (der (a,b)- Ebene der Matrix-Einheitszelle parallelen) Ebene sind aber so gering, dass die Teilchen in dieser Ausrichtung im Hellfeldbild nicht erscheinen. Anhand von Beugungsbildern kann aber die Existenz aller drei Orientierungsvarianten nachgewiesen werden. Nach [14] treten alle drei Varianten gleich häufig auf. Daher darf der gemessene Flächenanteil mit $3/2$ multipliziert werden, um die dritte Variante ebenfalls zu berücksichtigen. Da die Teilchengröße aus den bereits dargelegten Gründen mit Hilfe von Hellfeldbildern nur

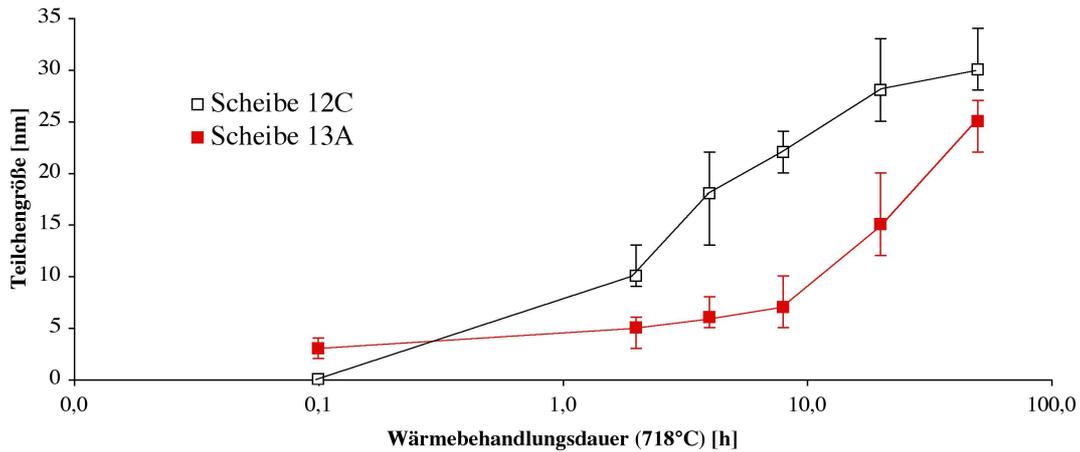


Abbildung 4.20: Größe der γ'' -Teilchen über der Wärmebehandlungsdauer (bei 718 °C).

grob abgeschätzt wird, kann auch die Volumenanteilbestimmung nur eine Abschätzung des vorhandenen Anteils sein. Die Ergebnisse der Volumenanteilbestimmung sind in dem Diagramm in Abbildung 4.22 aufgetragen.

4.2.3 Diskussion

Aufgrund der bereits im *as-forged* Zustand vorhandenen γ'' -Teilchen ist die Härte der schnell umgeformten Scheiben (Spindelpresse) höher als die der langsam umgeformten (hydraulische Presse). Das Diagramm 4.18 zeigt außerdem den Härtezuwachs beider Scheiben bis zum Erreichen der optimalen Partikelgröße d_c (für Scheibe 12C etwa nach 2 Stunden, für Scheibe 13A etwa nach 8-10 Stunden, aus Abbildung 4.20). Entgegen der theoretischen Überlegungen aus dem Kapitel 4.1.4 steigt aber die Härte in den Scheiben auch für Teilchenradien größer als d_c weiter an.

Die Härte der Scheibe 13A nimmt noch bis zu einer Wärmebehandlungsdauer von 20 Stunden zu. Zu diesem Zeitpunkt haben die Teilchen bereits einen Radius von ca. 15 nm. Erst danach fällt die Härte aufgrund der Überalterung wieder ab. In den Proben aus der Scheibe 12C wird das Härtemaximum bereits nach 8 Stunden Wärmebehandlungsdauer erreicht. Allerdings wird d_c in dieser Scheibe schon nach 2 Stunden bei 718 °C überschritten. Der Teilchenradius ist demnach nicht allein maßgebend für die Ausscheidungshärtung von IN 718.

Für lange Auslagerungszeiten liegt der Volumenanteil der γ'' -Teilchen unabhängig vom Schmiedeaagregat bei 13%. Der bei dem vorhandenen Nb-Anteil im Material (vgl. Tabelle 1.2) rechnerisch mögliche Volumenanteil beträgt 14%. Bereits im Ausgangsmaterial befindet sich aber

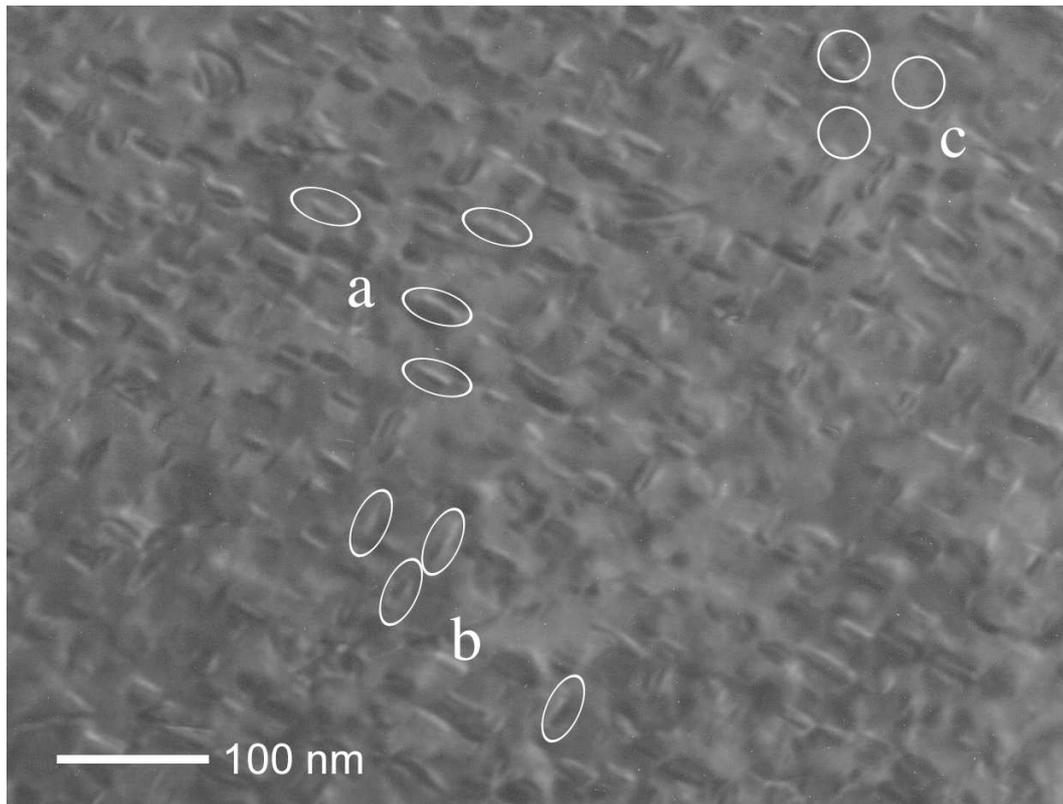


Abbildung 4.21: Teilchen der γ'' -Phase in einer wärmebehandelten Probe der Scheibe 12C (nach 50 Stunden bei 718 °C). Mit a und b sind die beiden in diesem Bild sichtbaren Varianten [100] und [010] bezeichnet. Die c-Achsen dieser Teilchen liegen parallel zur Folie. Die Teilchen, deren c-Achse parallel zur Blickrichtung steht ([001]), sind durch die Kreise bei c angedeutet. Sie werden bei der gewählten Einstrahlrichtung nicht abgebildet, können aber durch Beugungsbilder nachgewiesen werden.

ein Volumenanteil von etwa 1% der von der chemischen Komposition her gleichen δ -Phase. Daher steht während der Auslagerung ein Nb-Anteil für die Bildung von nur noch ca. 13 Vol.-% γ'' -Phase zur Verfügung [63]. Im Diagramm in Abbildung 4.23 entsprechen 13% einem ausgelagertem Anteil von $X(t) = 1.0$.

Abbildung 4.23 zeigt die Entwicklung des Volumenanteils der γ'' -Phase in IN 718 über der Wärmebehandlungsdauer als relativen Wert $X(t)$ Spindelpresse/hydr. Presse (exp.). Es ist zu erkennen, dass der Volumenanteil der γ'' -Phase in den Proben aus der Scheibe 13A deutlich langsamer wächst als in der Scheibe 12C (vgl. auch Abbildung 1.5). Deutliche Unterschiede im Volumenanteil der γ'' -Teilchen in Abhängigkeit vom Schmiedeaggregat lassen sich nach kurzen Auslagerungszeiten feststellen. Während sich in den Proben aus der Scheibe 12C schon nach etwa 4 bis 5 Stunden Wärmebehandlung ein Volumenanteil von 0.85 einstellt, liegt er in den

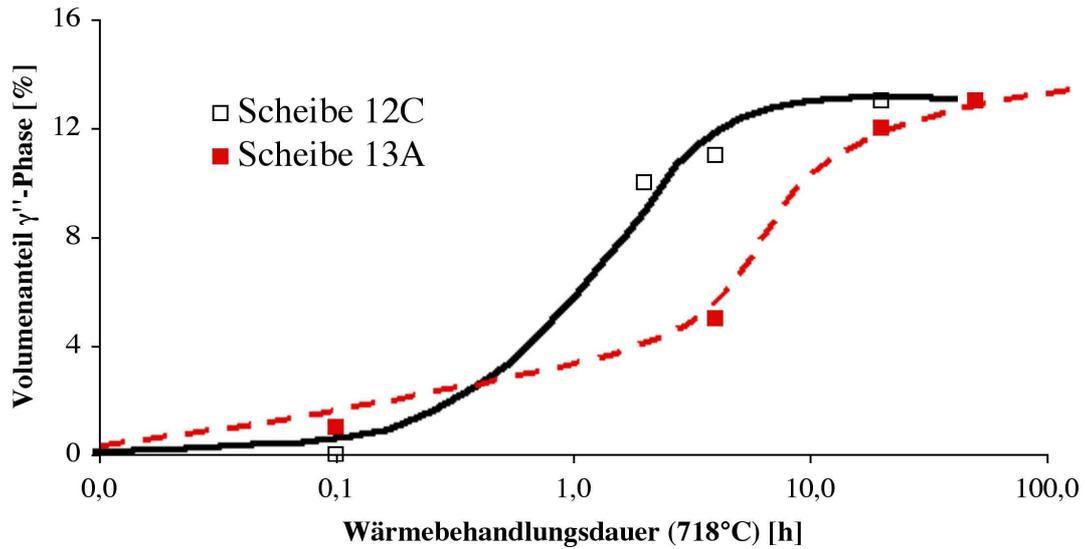


Abbildung 4.22: Volumenanteil der γ'' -Teilchen über der Wärmebehandlungsdauer (bei 718 °C).

Proben aus der Scheibe 13A nach 8 Stunden bei 718 °C erst bei etwa 0.45. Bei einer Wärmebehandlungsdauer von 20 Stunden bei 718 °C ist der maximal erreichbare Volumenanteil der γ'' -Teilchen noch immer kleiner 1.0. Um jedes Teilchen ergibt sich eine Konzentrationsverteilung von Nb-Atomen in Abhängigkeit vom Abstand zu dem Teilchen (Abbildung 4.24). Solange die Einzugsbereiche der Teilchen sich noch nicht überlappen, ist diese Konzentrationsverteilung konstant. Sobald die Teilchen aber so groß sind, dass sich ihre Einzugsbereiche überschneiden, verändert sich die Konzentrationsverteilung. Die Ausgangskonzentration an Nb-Atomen in der Matrix wird zwischen den Teilchen nicht mehr erreicht. Nach dem 1. Fick'schen Gesetz ist die Treibkraft für die Diffusion dem Konzentrationsgradienten proportional. Sinkt also die Konzentration an Nb-Atomen im Einzugsbereich eines Teilchens ab, wird der Konzentrationsgradient kleiner, die Treibkraft für die Diffusion sinkt und die Teilchen wachsen langsamer. Nach [48] kann der zu einem Zeitpunkt t ausgeschiedene Volumenanteil³ $X(t)$ aus der vorliegenden Konzentrationsverteilung berechnet werden:

$$(c_0 - \bar{c}_B)/(c_0 - c'_B) \equiv X(t). \quad (4.5)$$

Hierin steht c_0 für die Ausgangskonzentration der Nb-Atome in der γ -Matrix, \bar{c}_B ist die mittlere Konzentration der Matrix nach der Diffusionszeit t und c'_B die Konzentration der Matrix im Gleichgewicht mit der γ'' -Ausscheidung. Die Konzentration der Nb-Atome in der γ'' -Ausscheidung wird im folgenden mit c_K bezeichnet. Nimmt man der Einfachheit halber eine kugelförmige Ausscheidung an und vernachlässigt ausserdem die Effekte der Verzerrungs- und

³bevor sich die Einzugsbereiche der Teilchen überlappen.

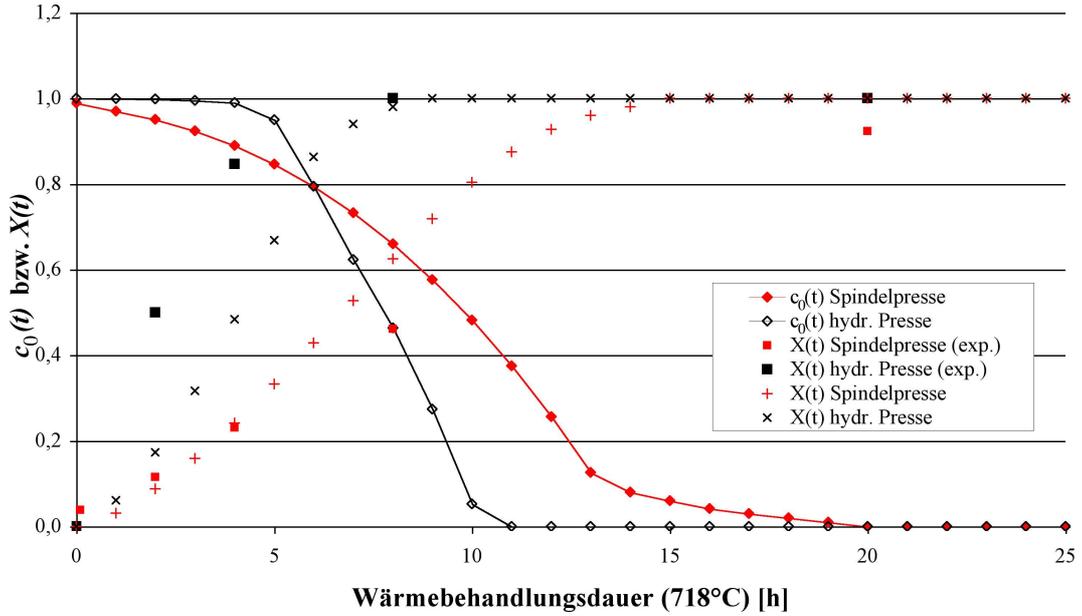


Abbildung 4.23: Volumenanteil $X(t)$ der γ'' -Teilchen (rechnerisch abgeschätzt und experimentell bestimmt), sowie Konzentration der Nb-Atome $c_0(t)$ im Einzugsbereich eines γ'' -Teilchens über der Wärmebehandlungsdauer (bei 718 °C).

Grenzflächenenergie, so wird die zeitliche Änderung der Matrixkonzentration durch den Materiestrom durch die Grenzfläche des Teilchens bestimmt:

$$\frac{4\pi R^3}{3} \frac{d\bar{c}_B}{dt} = j_B(r_0) \cdot 4\pi r_0^2, \quad (4.6)$$

Wobei R der Einzugsbereich eines Teilchens ist, welcher dem halben Teilchenabstand entspricht, und $r_0(t)$ der Teilchenradius. Der Materiestrom j_B ist nach dem 1. Fick'schen Gesetz über den Diffusionskoeffizienten \tilde{D}_B und die örtliche Änderung der Konzentration gegeben:

$$j_B(r_0) = -\tilde{D}_B \left. \frac{\partial c_B}{\partial r} \right|_{r_0} = -\tilde{D}_B \frac{c_0 - c'_B}{r_0}. \quad (4.7)$$

Die Anzahl der Nb-Atome innerhalb des Einzugsbereiches eines Teilchens muss konstant sein:

$$\frac{4\pi R^3}{3} (c_0 - \bar{c}_B) = \frac{4\pi r_0^3}{3} c_K. \quad (4.8)$$

Fasst man die Gleichungen (4.6) und (4.7) zusammen, kann man r_0 eliminieren und erhält

$$\frac{d\bar{c}_B}{dt} = -(c_0 - \bar{c}_B)^{1/3} \left(\frac{c_0 - c'_B}{\tau^{3/2}} \right)^{2/3}; \quad \frac{1}{\tau} \equiv \frac{3\tilde{D}_B (c_0 - \bar{c}_B)^{1/3}}{c_K^{1/3} R^2}. \quad (4.9)$$

Durch Integration ergibt sich das Wachstumsgesetz für die γ'' -Ausscheidungen:

$$(c_0 - \bar{c}_B) = \left(\frac{2t}{3\tau} \right)^{3/2} \cdot (c_0 - c'_B), \quad \text{also} \quad X(t) = \left(\frac{2t}{3\tau} \right)^{3/2}. \quad (4.10)$$

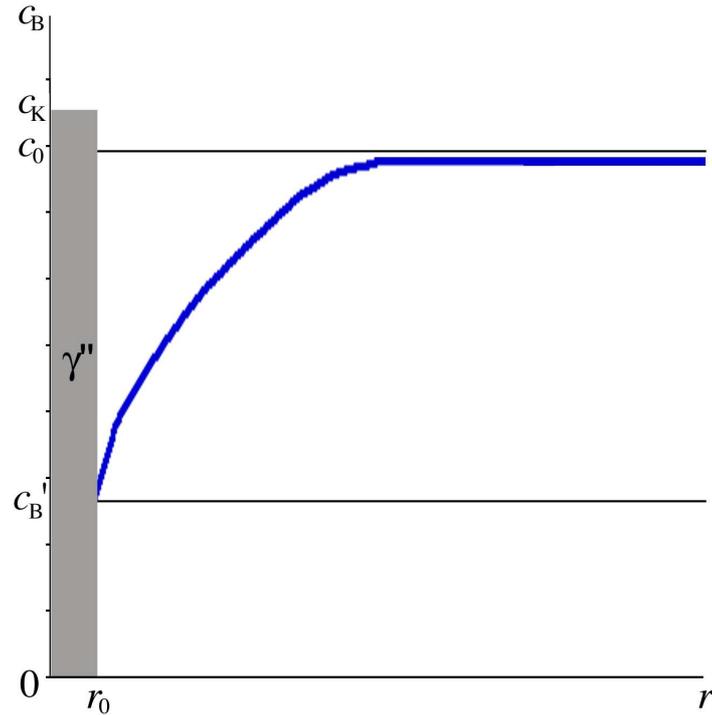


Abbildung 4.24: Schematische Darstellung der Nb-Konzentrationsverteilung in der Matrix in der Nähe eines γ'' -Teilchens (nach [48]).

Die Konzentration der Nb-Atome in einer γ'' -Einheitszelle (EZ) ist:

$$c_K = \frac{n_{EZ}}{V_{EZ}} = \frac{2}{3.624^2 \cdot 7.406[\text{\AA}]} = 2.1 \cdot 10^{22}, \quad (4.11)$$

mit n_{EZ} der Anzahl der Nb-Atome pro Einheitszelle und V_{EZ} dem Volumen der Einheitszelle.

Die Konzentration der Nb-Atome in einer Matrix-Einheitszelle ist demnach:

$$c_0 = \frac{n_{EZ}}{V_{EZ}} = \frac{1}{2 \cdot 20 \cdot 3.524^3[\text{\AA}]} = 5.7 \cdot 10^{20}, \quad (4.12)$$

Dabei wird der Volumenanteil von $\approx 5\%$ Nb in IN 718 berücksichtigt. Desweiteren wird davon ausgegangen, dass zu einer γ -Einheitszelle maximal ein halbes Nb-Atom gehören kann. Über die Abmessungen der Teilchen bei $X(t) \approx 1.0$ kann der Einzugsbereich eines Teilchens zu diesem Zeitpunkt abgeschätzt werden. Für hydraulisch umgeformtes IN 718 liegt die Teilchengröße bei 8 Stunden bei ≈ 25 nm. Vereinfacht man weiterhin die Form des Teilchens zu einer Scheibe mit dem Durchmesser von $2r = 25$ nm und einer Dicke von $\frac{1}{5}r$, dann berechnet sich sein Volumen zu $V_{\gamma''} = \frac{1}{5}\pi r^3$. Aus

$$R = \sqrt[3]{\frac{V \cdot c_K \cdot 3}{c_0 \cdot 4 \cdot \pi}}. \quad (4.13)$$

ergibt sich für das hydraulisch umgeformte Material nach 8 Stunden Wärmebehandlung ein (vereinfacht als sphärisch angenommener) Einzugsbereich mit einem Radius von ≈ 45 nm. Für das spindelpressenumgeformte Material ergibt sich nach der Gleichung 4.13 bei einem Teilchendurchmesser von $r=15$ nm nach 20 Stunden Wärmebehandlung⁴ ein Einzugsbereich mit einem Radius von ≈ 10 nm.

Der Diffusionskoeffizient \tilde{D}_B errechnet sich über

$$\tilde{D}_B = D_0 \cdot e^{(-Q/RT)}. \quad (4.14)$$

aus der Sprungfrequenz D_0 , der Aktivierungsenergie Q , der allgemeinen Gaskonstante $R=8.314$ J mol⁻¹ K⁻¹ und der Temperatur. Da keine Daten für Sprungfrequenz und Aktivierungsenergie von Nb in Ni vorlagen, wurden diese in Anlehnung an [64] mit Daten für die Diffusion von Ti in Ni-Ti-Al abgeschätzt. Dabei sind $D_0=5.92$ cm² s⁻¹ und $Q=289$ kJ mol⁻¹. Bei einer Temperatur von 991 K (718 °C) ergibt sich ein Diffusionskoeffizient $\tilde{D}_B = 3.5 \cdot 10^{-16}$ cm² s⁻¹. Für Nb-Atome in IN 718 dürfte das zu niedrig angenommen sein, da die Aktivierungsenergie Q aufgrund der schlecht in das Matrix-Gitter passenden Nb-Atome geringer sein dürfte (vgl. Abschnitt 1.3.4). Für eine Abschätzung soll der Wert aber ausreichen.

Aus diesen Werten können die in Abbildung 4.23 dargestellten Verläufe für die Konzentrationsgradienten von spindelgepresstem und hydraulisch umgeformtem Material $c_0(t)/c_0$ über der Auslagerungsdauer bestimmt werden. In den ersten Stunden der Wärmebehandlung fällt die Matrixkonzentration an Nb-Atomen in den kleinen Einzugsbereichen der γ'' -Teilchen im spindelgepressten Material deutlich schneller ab als im hydraulisch umgeformten. Das liegt daran, dass die Einzugsbereiche der Teilchen sich im hydraulisch umgeformten Material noch nicht überschneiden und somit von ausserhalb des Einzugsbereiches Nb-Atome hindiffundieren und die bereits in dem Teilchen gebundenen ersetzen. Die Abschätzungen der Einzugsbereiche ergeben für spindelpressenumgeformtes Material Einzugsbereiche für die γ'' -Teilchen mit einem Radius von etwa 10 nm. Die Einzugsbereiche der Teilchen sind damit aber bereits ungefähr doppelt so groß wie die Teilchenabstände (vgl. Abbildung 4.29). Das bedeutet, dass sich die Einzugsbereiche im spindelgepressten Material bereits zu Beginn der Wärmebehandlung berühren und somit von Beginn des Wachstums an um die Nb-Atome konkurrieren. Somit besteht auch keine Möglichkeit, bereits in Teilchen gebundene Nb-Atome durch nachdiffundie-

⁴Der exakte Zeitpunkt für $X(t) = 1.0$ liegt zwischen 20 und 50 Stunden. Jedoch ist $X(20 \text{ Stunden}) = 0.9$ für die hier durchgeführten Abschätzungen ausreichend genau.

rende zu ersetzen. Die Konzentration der Nb-Atome im Einzugsbereichs eines Teilchens fällt drastisch ab und damit der Konzentrationsgradient zwischen Matrix und Grenzfläche Matrix zu Teilchen. Dies hat wiederum ein deutlich verlangsamtes Wachstum der Teilchen zur Folge. Setzt man diesen Konzentrationsverlauf in die Gleichung 4.10 ein und berücksichtigt ausserdem das Wachstum der Teilchen über den wachsenden Radius $r(t)$, dann ergibt sich der ausgeschiedene Anteil $X(t)$ in Abbildung 4.23. Dabei wurden die nach Gleichung 4.13 bestimmten Einzugsbereiche verwendet. Die wachsenden Teilchenradien $r(t)$ wurden aus experimentell ermittelten Daten (vgl. Abbildung 4.20) übernommen. Es ergeben sich S-förmige Kurven, wie sie vom Ausscheidungswachstum bekannt sind (vgl. Abbildung 1.5). Die zusätzlich eingetragenen Versuchsergebnisse zeigen eine gute Übereinstimmung der Abschätzung mit dem Experiment. Mit den getroffenen Annahmen und eingeführten Vereinfachungen werden die im Versuch ermittelten Werte zufriedenstellend genau wiedergegeben. Damit kann mit der rechnerischen Abschätzung auch die in den unterschiedlich geschmiedeten Materialien deutlich unterschiedlichen Verläufe der Ausscheidung der γ'' -Phase beschrieben und erklärt werden.

Die optimale Teilchengröße d_c ist unabhängig vom Volumenanteil der Teilchen f (vgl. Gleichung (4.4)). Die Härte hingegen ist abhängig von \sqrt{f} , wie Gleichung (4.2) und Gleichung (4.3) zeigen. Wird der Volumenanteil beim Auftragen der Härte über der Teilchengröße berücksichtigt, so kann man erkennen, warum die Härte auch für Teilchen größer als $d_c = 7.5$ nm weiter ansteigt.

In Abbildung 4.25 ist der Härtezuwachs über der Teilchengröße aufgetragen. Der Härtezuwachs wurden als Differenz zwischen dem gemessenen Härtewert und einem Referenzwert bestimmt. Dieser Referenzwert wurde zu 274 HV 10 angenommen. Dies entspricht der gemessenen Härte der Scheibe 12C (hydraulische Presse) im Zustand *as forged*. Der Referenzwert für die Scheibe 13A (Spindelpresse) wurde ebenfalls zu 274 HV 10 gesetzt, da der im *as forged* Zustand gemessene Wert dieser Scheibe bereits durch die ersten Ausscheidungen angehoben ist (vgl. Kapitel 4.1.1). Die im Diagramm gezeichneten Kurven wurden mittels Gleichung (4.2) und Gleichung (4.3) ermittelt. Sie gelten jeweils für den in der Legende angezeigten Volumenanteil der γ'' -Teilchen. In den Proben aus der Scheibe 12C wird der maximal erreichbare Anteil an γ'' -Teilchen bereits nach 8 Stunden bei 718 °C erreicht. Von da an wachsen die Teilchen nicht mehr aus Nb-Atomen in der Matrix, sondern sie vergrößern, indem größere Teilchen auf Kosten kleinerer wachsen. Da für diese Teilchengrößen der Orowanmechanismus maßgebend ist, sinkt die Effektivität der Teilchen gegen Versetzungsbewegungen deutlich. Damit lässt auch die

Härte dieser Proben wieder nach. In den Proben aus der Scheibe 13A überwiegt bis zu einer Wärmebehandlungsdauer von 8 Stunden bei 718 °C noch das Wachstum der Teilchen aus der Matrix. Eine Vergrößerung der Teilchen ist hier noch nicht zu erkennen. Erst nach 20 Stunden bei 718 °C wird ein Volumenanteil nahe dem Gleichgewichtszustand erreicht und mit ihm die höchste gemessene Härte (vgl. Abbildung 4.18). Die Ergebnisse der Untersuchungen lassen fol-

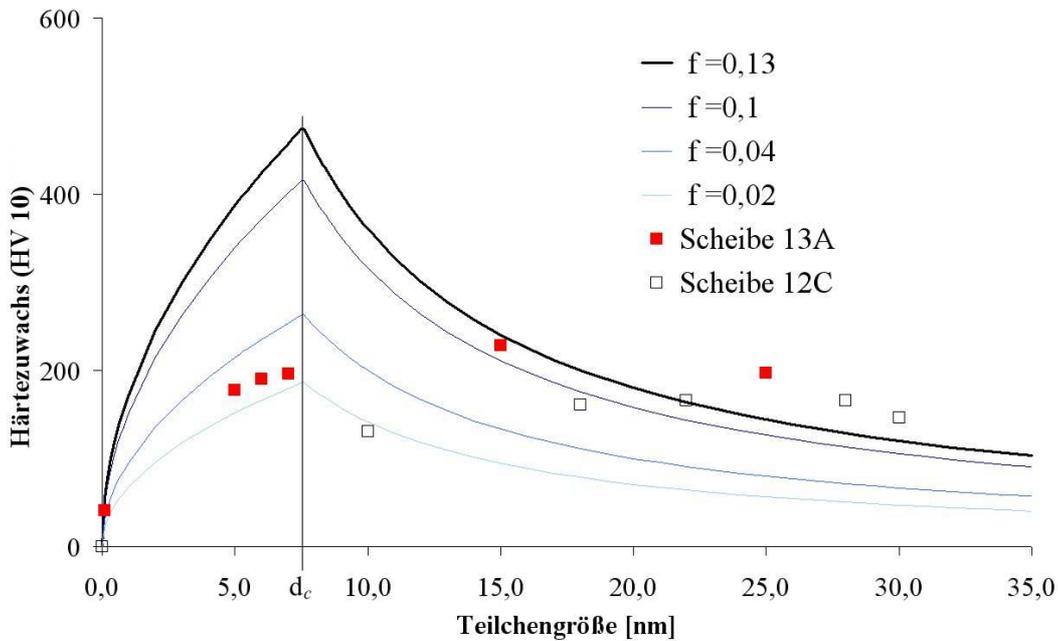


Abbildung 4.25: Anstieg der Härte mit steigender Teilchengröße. Die stärker gezeichnete Linie für $f=0,13$ zeigt den maximal zu erwartenden Volumenanteil an γ'' -Phase in IN 718 an, bei etwa 1% δ -Phase.

genden Schluss zu:

Eine hohe Umformgeschwindigkeit führt zu einer höheren Dichte an Gitterbaufehlern im Matrixgitter, welche als Keimstellen für die Ausscheidung von γ'' -Teilchen dienen⁵. Diese hohe Anzahl an Leerstellen bedeutet für das Matrixgitter einen energetisch ungünstigen Zustand. Daher muss deutlich weniger Energie von Außen zugeführt werden, damit die Nb-Atome beginnen, zu den Leerstellen zu diffundieren und dort γ'' -Keime zu bilden. Dieses führt zu einer deutlich höheren Zahl an Keimen, die den zum Wachstum erforderlichen kritischen Keimradius überschreiten können. Aus einer von Anfang an höheren Anzahl wachstumsfähiger Keime folgt

⁵Zu dem Ergebnis, dass hohe Deformationsraten zu einer großen Leerstellendichte führen, kommen auch verschiedene andere Arbeiten [65–69]. Die Arbeiten [67–69] sprechen zwar von Keimstellen für die metadynamische Rekristallisation, nach [70] können dieselben Keimstellen in Nickelbasis-Legierungen aber auch als Keime für die Bildung von Ausscheidungen dienen.

eine deutlich feinere Verteilung der Teilchen. Das bedeutet bei gleichem Volumenanteil, dass in schnell umgeformtem IN 718 deutlich kleinere Teilchen mit einem deutlich geringeren Abstand voneinander auftreten als in langsam umgeformtem.

Für einen gegebenen Volumenanteil f der Ausscheidung hängt der Teilchenabstand direkt mit der Teilchengröße zusammen:

$$\lambda^2 \cdot f = d_T^2. \quad (4.15)$$

Setzt man (4.15) in Gleichung (4.3) und Gleichung (4.2) ein, kann man ablesen, dass beide Wechselwirkungsmechanismen (Orowan und Kelly-Fine) umgekehrt proportional auf den Teilchenabstand reagieren. Das bedeutet, dass ein möglichst geringer Teilchenabstand förderlich für eine effektive Behinderung der Versetzungsbewegung ist. Da aber Teilchenabstand und Teilchengröße bei festem Volumenanteil nach Gleichung (4.15) zusammenhängen, darf der Abstand nicht zu klein sein, da die Teilchengröße sonst unter den optimalen Teilchenradius fällt und die festigkeitssteigernde Wirkung wieder sinkt (Kelly-Fine-Mechanismus).

Aus dem Diagramm in Abbildung 4.18 ergeben sich drei Optimierungsmöglichkeiten für die Herstellung von spindelgepressten Bauteilen aus IN 718. Besteht die Möglichkeit, den Wärmebehandlungsprozess zu ändern, so lässt sich bei spindelgepressten Bauteilen durch eine deutlich verlängerte Auslagerungsdauer (ca. 20 Stunden) eine deutlich höhere Festigkeit der Bauteile erreichen als bei hydraulisch gepressten (Punkt P1). Ist die mit hydraulisch gepressten Bauteilen erreichbare Festigkeit für den Anwendungsfall ausreichend, so kann der Auslagerungsprozess für spindelgepresste Bauteile deutlich verkürzt werden (auf ca. 2 Stunden), um dieselbe Festigkeit zu erreichen (Punkt P3). Kann aus technischen Gründen die Auslagerungsbehandlung nicht geändert werden, so kann bei gleichem Prozessverlauf gegenüber der hydraulischen Schmiedung trotzdem ein deutlich erhöhter Festigkeitswert erreicht werden (Punkt P2).

4.3 Dilatometerproben, Modifizierung des Dilatometerversuches

Die FE-Berechnungen haben gezeigt, dass die numerische Nachbildung des gesamten Schmiedeprozesses im Dilatometer nicht zu realisieren ist. Anhand der Entwicklung der Härte und der Korngröße während der ersten zwei Umformschritte soll gezeigt werden, dass eine Modifikation des Dilatometerversuchs zulässig ist. Das Ziel ist es, den Dilatometerversuch auf lediglich einen Vorpress- und einen Fertigpressschritt zu reduzieren und damit eine Probenrestlänge von mehr als 3 mm bei Versuchsende zu realisieren.

4.3.1 Mechanische Eigenschaften

Die Härte der Proben aus dem Umformversuch wird nach jedem Teilschritt (Umformschritt oder Rückwärmeschritt) bestimmt und mit der Korngrößenentwicklung in den Proben verglichen. Damit soll die Auswirkung der einzelnen Schmiede- und Rückwärmeschritte auf die Härte und die Korngröße analysiert werden. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4.26 aufgetragen. Man kann ablesen, dass die Härte während der ersten Stunde des Vorwärmens bei 1000 °C (1a) von ihrem Ausgangswert (ca. 360 HV 10) stark, in den folgenden 2 Stunden jedoch nur noch leicht absinkt (1b, < 200 HV 10). Beim ersten Schmiedeschlag (3) steigt die Härte wieder auf einen Wert von etwa 360 HV 10. Während des Rückwärmens (4b) sinkt sie wieder auf unter 200 HV 10. Dieses wiederholt sich beim 2. Schmiedeschlag (6) und dem Rückwärmen (7b). Nach jedem Schmiedeschlag steigt die Härte an, während des Rückwärmens sinkt sie wieder ab. Die Werte nach jedem Schmiedeschritt und nach jedem Rückwärmeschritt entsprechen sich in etwa. Das untermauert die Vermutung, dass für den Dilatometerversuch ohne Verlust von Informationen ein Schmiedeschlag-Rückwärm-Zyklus ausgelassen werden kann.

4.3.2 Lichtmikroskopie

Für den Vergleich der Entwicklung von Härte und Korngröße im Umformversuch wurde auch die Korngröße nach jedem Schmiedeschlag und Rückwärmeschritt bestimmt. Die Ergebnisse sind ebenfalls in Abbildung 4.26 dargestellt. Man kann erkennen, dass die Korngröße in den Proben während des Vorwärmens (Schritte 1a und 1b) und der Rückwärmeschritte (Schritte 4b

und 7b) wächst, nach den Schmiedeschlägen aber wieder stark sinkt. Auffällig ist weiterhin, dass die Korngröße nach jedem Schmiedeschlag (3 und 6) in etwa denselben Wert annimmt. Damit bestätigt sich auch die Annahme der vollständigen Rekristallisation des umgeformten Materials während der Rückwärmeschritte, die auch bei den FE-Simulationen berücksichtigt wird. Auf Basis dieser Beobachtungen wurde der modifizierte Umformversuch erstellt.

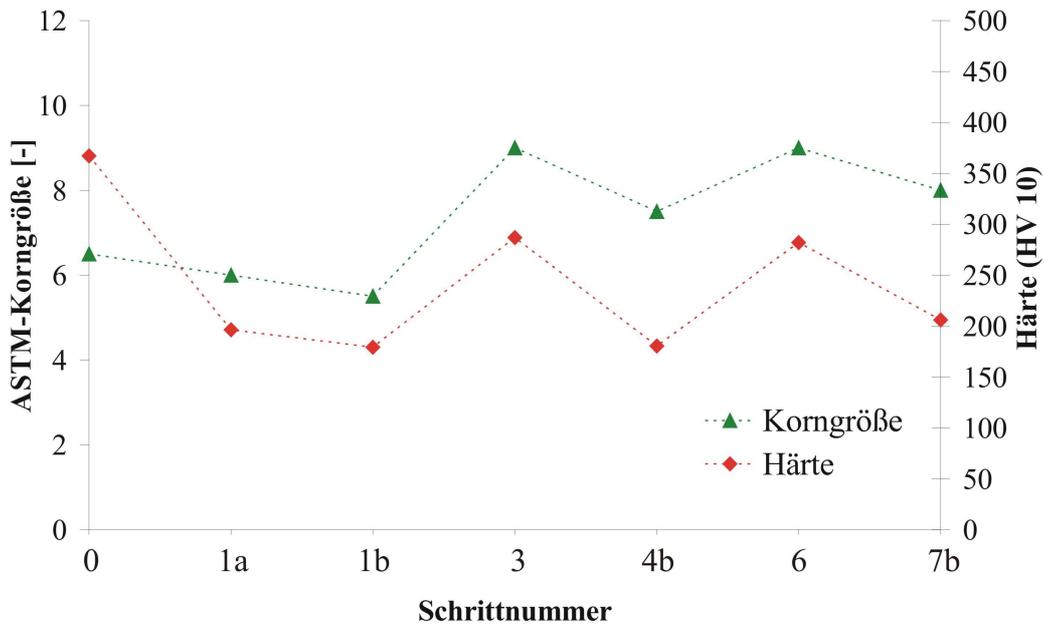


Abbildung 4.26: Korngröße und Härte der Dilatometerproben nach dem jeweiligen Teilschritt des Umformversuches. Deutlich zu erkennen sind die Korrelation von Korngröße und Härte während der Schmiedeschläge (3, 6) und Rückwärmeschritte (4b, 7b).

Anschließend wurden Korngröße und Härte von Proben aus dem kompletten mit denen aus dem modifizierten Umformversuch verglichen. Das Diagramm in Abbildung 4.27 weist eine gute Übereinstimmung der Werte aus. Eine sogar sehr gute Übereinstimmung von Korngröße und Härte kann beim Vergleich von Proben aus dem modifizieren Umformversuch und dem Realprozess festgestellt werden (auch Abbildung 4.27). Damit wurde die Eignung des Versuches, einen realen Schmiedeprozess zu simulieren, auch experimentell nachgewiesen. Wie in Kapitel 2.1 bereits besprochen, kann im *as forged*-Material keine vollkommen homogene Mikrostruktur garantiert werden. Aus diesem Grund wurde das *as-forged*-Material im Lichtmikroskop untersucht, bevor weitere Experimente damit durchgeführt wurden. Dazu wurde die Scheibe in drei Bereiche eingeteilt (Rand, Mitte und Kern, vgl. Abbildung 2.2). Jeweils eine Probe aus jedem Bereich wurde längs aufgeschnitten, eingebettet, angeätzt und die Korngrößen wurden

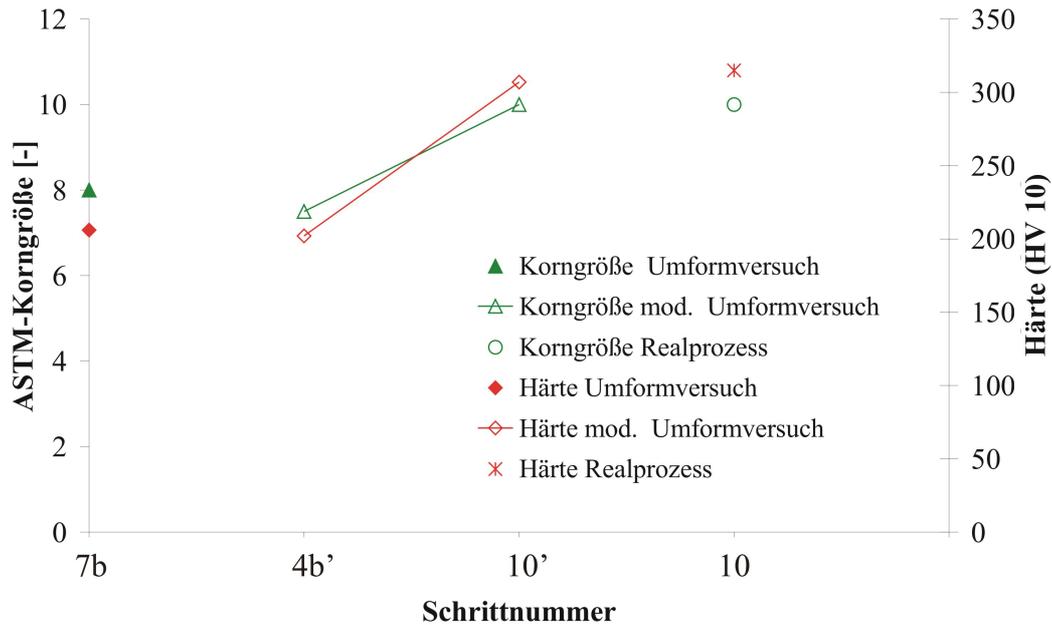


Abbildung 4.27: Vergleich von Korngröße und Härte nach den sich entsprechenden Teilschritten von komplettem (7b) und verkürztem Umformversuch (4b'), sowie von verkürztem Umformversuch (10') und realem Schmiedeprozess (10). Die sehr gute Übereinstimmung der Werte zeigt, dass der Umformversuch geeignet ist, den Realprozess sehr gut abzubilden.

bestimmt. Die ermittelten Korngrößen sind in Tabelle 4.2 zusammengefasst.

Das Gefüge der Probe D017 (Rand) ist mit einer mittleren Korngröße von ASTM 10 deutlich feiner als das der beiden anderen Proben (045, Mitte und 075, Kern; beide ASTM 8)⁶. Anschließend wurden die drei Proben 1 Stunde bei 1000 °C im Dilatometer geglüht und abermals wurden die Korngrößen bestimmt. Während in den unbehandelten Proben ein relativ homogenes Gefüge vorliegt, bilden sich in den wärmebehandelten Proben zwei Teilgebiete aus, die eine deutlich unterschiedliche Korngröße aufweisen. Die Körner an den Stirnflächen (wo die Proben Kontakt zu den keramischen Stempeln haben und damit kalt bleiben) ändern ihre Größe nahezu nicht. Die Korngröße im Mittenbereich der Proben steigt dagegen stark an. Während sich in der Randprobe (D017) nach 3 Stunden Glühung bei 1000 °C eine homogene Korngrößenverteilung einstellt, verstärkt sich der Unterschied zwischen feinen Rand- und groben Mittenbereichskörnern in den beiden Proben aus Mitte und Kern weiter. Zwei Gründe sprechen dafür, für die weiteren Untersuchungen dennoch die Proben aus den Bereichen „Mitte“ und „Kern“ zu benutzen. Zum einen entspricht die Korngröße in dem Mittelbereich dieser

⁶Die Übersicht über die Nummerierung der Dilatometerproben zeigt Abbildung 2.2

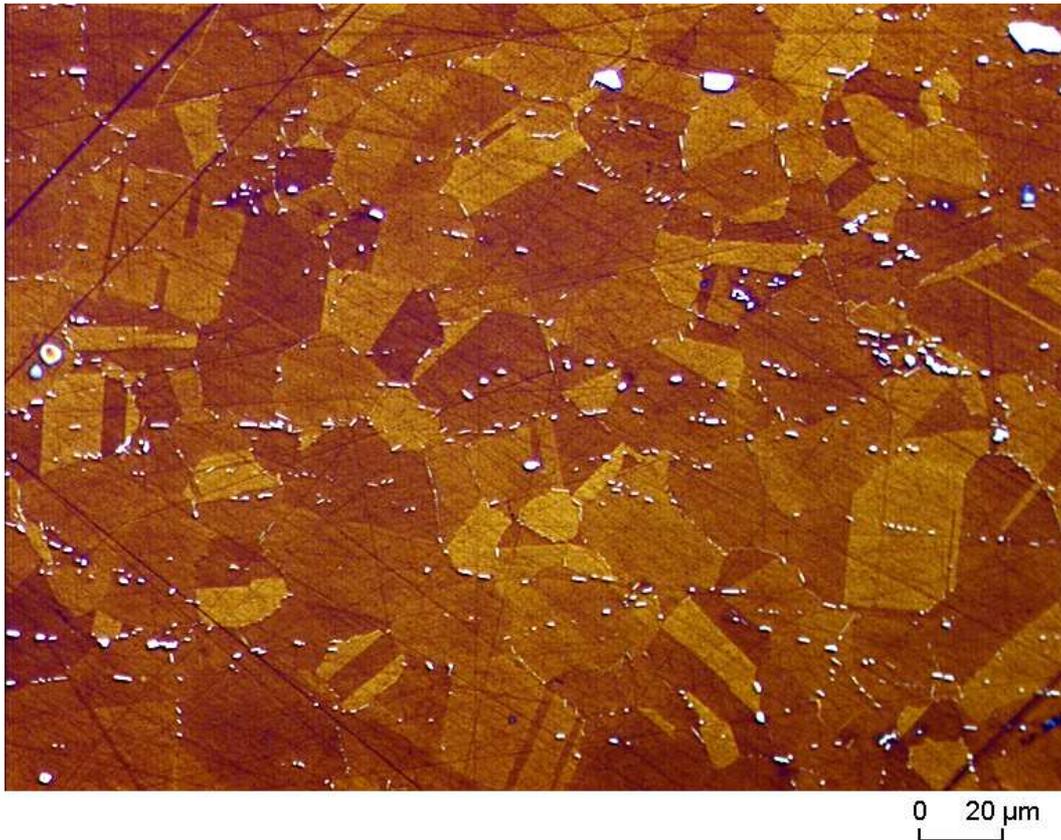


Abbildung 4.28: Lichtmikroskopische Aufnahme der Dilatometerprobe 045, Mitte, Feinkornbereich.

Proben sowohl im Ausgangszustand wie auch nach einer Glühung von 1 Stunde bei 1000 °C den zur Verfügung gestellten Werten in einer realen Turbinenscheibe. Zum anderen liegt der betrachtete Bereich aus der realen Turbinenscheibe ebenfalls im Mittenbereich des verwendeten Barrens.

Tabelle 4.2: Mittlere Korngrößen der Proben nach unterschiedlich langer Wärmebehandlung

Behandlung\Stelle in Scheibe	Rand	Mitte	Kern
Ausgangsmaterial	ASTM 10	ASTM 8	ASTM 8
1 h / 1000 °C	ASTM 10	ASTM 7 - 8	ASTM 7 - 8
	ASTM 8	ASTM 6	ASTM 6
3 h / 1000 °C	ASTM 8	ASTM 7 - 8	ASTM 7 - 8
		ASTM 5	ASTM 5

4.4 Dilatometerproben, Umform- und WB-Versuch

Mit dem modifizierten Dilatometerversuch wurden 54 Proben umgeformt und anschließend wärmebehandelt. Aus diesen Proben wurden Folien für die Untersuchung im TEM herauspräpariert. Die Ergebnisse dieser Untersuchung werden in diesem Abschnitt vorgestellt und anschließend diskutiert.

4.4.1 Transmissionselektronenmikroskopie

Mit Hilfe von Hellfeld- und Beugungsbildern wie in Abbildung 4.29 wurde nachgewiesen, ob bereits γ'' -Teilchen in der jeweiligen Probe vorhanden sind. Es wird hier nur der Ausscheidungsbeginn der γ'' -Phase festgestellt. Das Wachstum der Phase wurde bereits in Kapitel 4.2 besprochen.

Als Ausscheidungsbeginn wird der Zeitpunkt definiert, zu dem der Anteil der γ'' -Phase groß genug ist, ihn im Hellfeldbild nachweisen zu können. Die Ergebnisse der Auswertung aus den Dilatometerexperimenten bestätigen, was sich bereits in den Untersuchungen an den geschmiedeten, nicht wärmebehandelten Scheiben zeigte. Der Ausscheidungsbeginn der γ'' -Phase liegt bei schnell umgeformtem IN 718 deutlich früher als bei langsam umgeformtem. Die Grenze des Ausscheidungsgebietes der γ'' -Phase liegt für die quasi-statische Umformung bei etwa 850 °C. Bei den vorliegenden Untersuchungen konnten in den Proben auch für niedrigere Temperaturen bereits nach 1 bis 10 min. γ'' -Teilchen nachgewiesen werden. Erwartungsgemäß konnten in den Proben, die bei mehr als 900 °C wärmebehandelt wurden, keine γ'' -Teilchen detektiert werden, da die Lösungstemperatur dieser Phase bei etwa 885 °C liegt. In Abbildung 4.30 sind die Ergebnisse der Untersuchungen in dem neu erstellten ZTU-Diagramm dargestellt.

4.4.2 Diskussion

Das Diagramm in Abbildung 4.30 zeigt das Ergebnis der Untersuchungen an den Dilatometerproben als Kurve. Die durchgezogene Linie zeigt an, ab welchem Zeitpunkt der Volumenanteil an γ'' -Phase im Material so groß ist, dass die Teilchen mit einem TEM detektiert werden können, also die γ'' -Teilchen im Hellfeldbild zu erkennen sind. Zur Absicherung, ob es sich tatsächlich um γ'' -Ausscheidungen handelt, wurden dazu Beugungsbilder aufgenommen, die die Existenz der Teilchen zweifelsfrei nachweisen. Zum Vergleich ist in das Diagramm die entsprechende Kurve

für IN 718 nach quasi-statischer Umformung (nach Oradei-Basile und Radavich [3]) eingezeichnet. Man kann erkennen, dass der Ausscheidungsbeginn gegenüber dem nach quasi-statischer Umformung deutlich zu kürzeren Zeiten hin verschoben ist. Die Grenze des Ausscheidungsgebietes hat sich außerdem gegenüber der langsamen Umformung von etwa 850 °C zu 750 °C verschoben. Das bedeutet, dass die γ'' -Phase sich in schnell umgeformtem IN 718 nicht nur eher bildet, sondern offensichtlich auch weniger Energie in Form von Wärme zugeführt werden muss, damit sie sich ausscheidet.

Es lässt sich festhalten, dass eine hohe Umformgeschwindigkeit auf verschiedene Weise das Ausscheidungsverhalten der γ'' -Phase in IN 718 und damit die mechanischen Eigenschaften beeinflusst:

1. In schnell umgeformtem IN 718 ist die während der Wärmebehandlung erreichte Teilchengröße (und damit - für einen konstanten Volumenanteil - der Abstand zwischen den ausgeschiedenen Teilchen) geringer. Dadurch werden über die gesamte Wärmebehandlungsdauer höhere Festigkeiten erreicht als nach der Umformung auf einer hydraulischen Presse bei gleicher Wärmebehandlung. Als weitere Schlussfolgerung kann noch hinzugefügt werden, dass - bei gleichem Volumenanteil und kleinerer Teilchengröße - die Teilchenanzahl in schnell umgeformtem IN 718 deutlich höher sein muss als in hydraulisch umgeformtem.
2. Das Schmieden auf der Spindelpresse verlängert die Dauer bis der maximal zu erreichende Volumenanteil an γ'' -Phase ausgeschieden ist. Durch die in kleineren Einzugsbereichen schneller absinkende Konzentration der Nb-Atome sinkt die Treibkraft für die Diffusion stark ab und die Teilchen wachsen langsamer. Ausserdem müssen die Teilchen aufgrund ihres geringen Abstandes untereinander früher um die Nb-Atome konkurrieren.
3. Der Ausscheidungsbeginn der γ'' -Phase verschiebt sich gegenüber hydraulisch gepresstem Material zu kürzeren Zeiten. Daher werden in schnell umgeformtem Material bereits direkt nach dem Schmieden höhere Festigkeiten gemessen.

Eine derartige Verschiebung des Ausscheidungsbeginns der γ'' -Phase wurde in den Untersuchungen bei SNECMA bereits für IN 718, welches auf einem Schmiedehammer umgeformt wurde, festgestellt [40]. In dieser Arbeit wurden allerdings die Ursachen dafür nicht untersucht.

Das derzeit verwendete Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm (ZTU) gilt demnach nur für

eine quasi-statische Umformung, wie sie beim Schmieden auf einer hydraulischen Presse vorliegt, nicht aber für schnell umgeformtes IN 718.

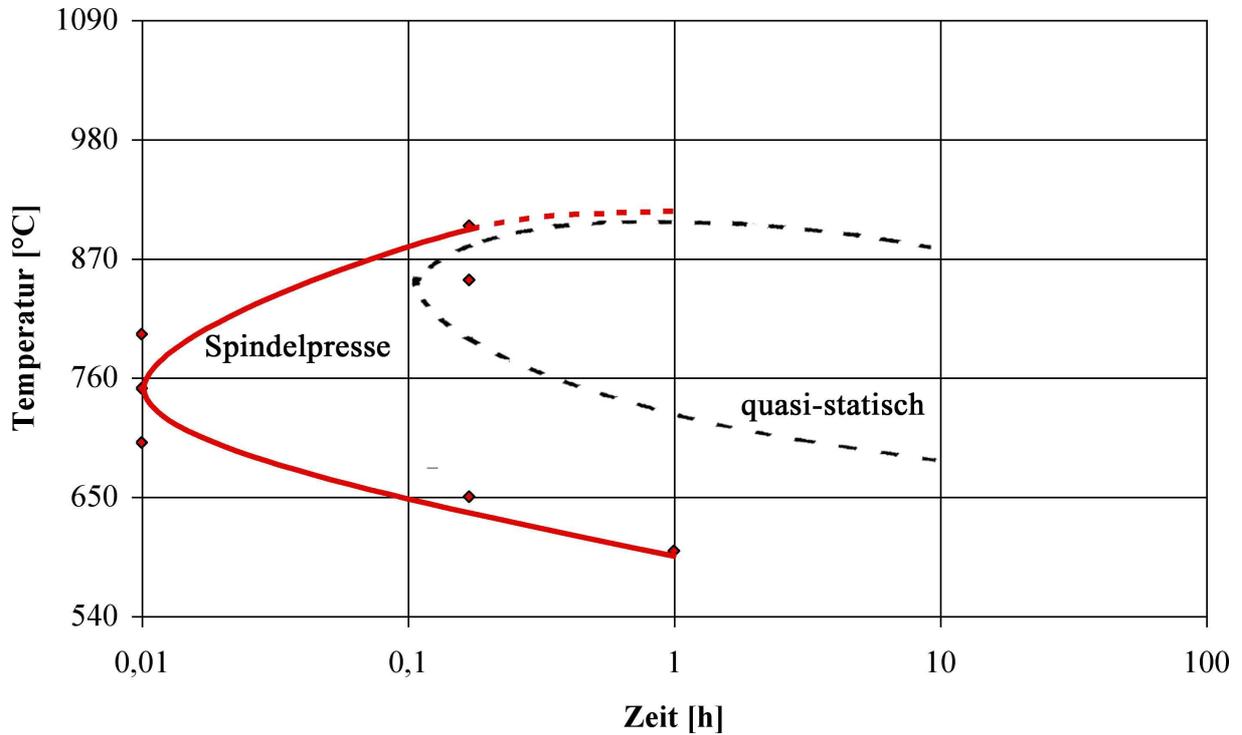
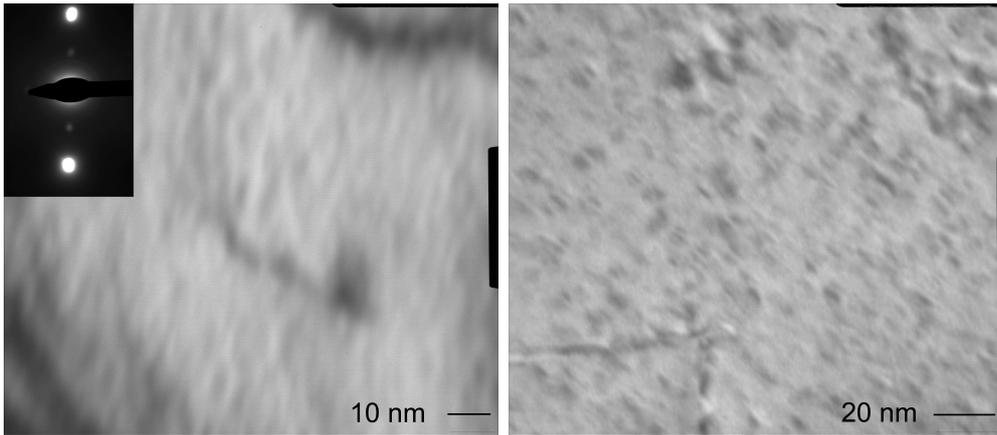
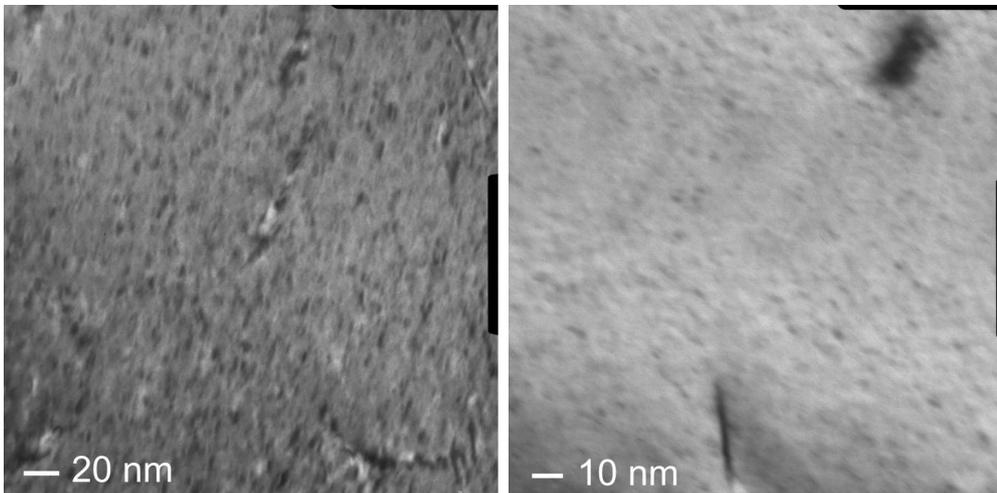


Abbildung 4.30: ZTU-Diagramm für IN 718 nach schneller Umformung (Spindelpresse). Die durchgezogene Kurve zeigt an, ab welchem Zeitpunkt die γ'' -Phase detektiert werden kann. Die Kurve für den Beginn der Ausscheidung der γ'' -Phase nach quasi-statischer Umformung [3] ist gestrichelt eingezeichnet.



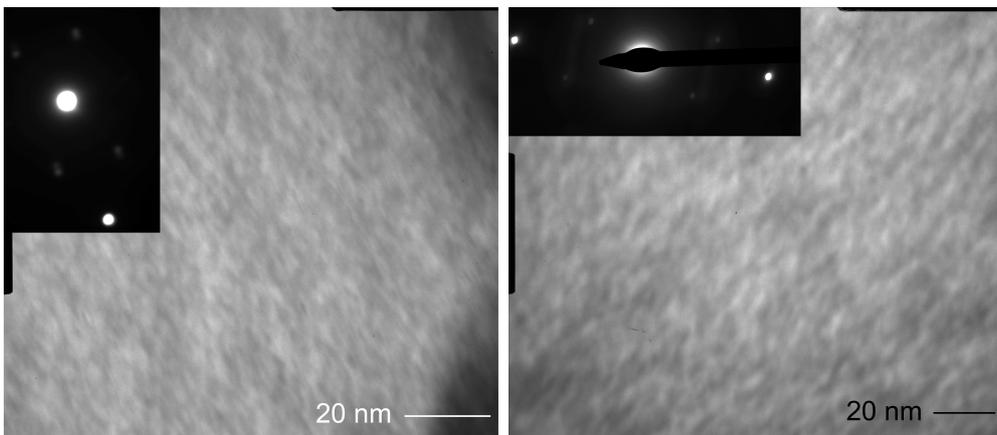
(a) Nach 60 min. bei 600 °C.

(b) Nach 1 min. bei 700 °C.



(c) Nach 10 min. bei 750 °C.

(d) Nach 1 min. bei 800 °C.



(e) Nach 10 min. bei 850 °C.

(f) Nach 10 min. bei 900 °C.

Abbildung 4.29: γ'' -Teilchen in den Dilatometerproben nach verschiedener Wärmebehandlungsdauer und Temperatur.

Kapitel 5

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde der Einfluss einer hohen Umformgeschwindigkeit auf die mechanischen Eigenschaften der Ni-Fe-Basis-Legierung IN 718 untersucht. Zu diesem Zweck wurden die mechanischen Eigenschaften und die Mikrostruktur des Materials an Proben nach unterschiedlicher thermomechanischer Belastung analysiert. Die mechanischen Eigenschaften wurden mit Härtemessungen bestimmt, zur Charakterisierung der Mikrostruktur wurden lichtmikroskopische und transmissionselektronenmikroskopische Methoden angewendet. Es standen für diese Arbeit Turbinenscheibenrohlinge zur Verfügung, die auf unterschiedlichen Schmiedeaggregaten (Spindelpresse, hydraulische Presse, Schmiedehammer) umgeformt wurden. Desweiteren stand eine Scheibe von ungeschmiedetem Material zur Verfügung.

Die Bestimmung der mechanischen Eigenschaften zeigte, dass die Härte der schnell umgeformten Scheibenrohlinge (Spindelpresse, Schmiedehammer) deutlich höher ist als die der langsam umgeformten (hydraulische Presse). Zudem wurde bei den schnell umgeformten Scheiben eine Abhängigkeit der Härte von der Abkühlgeschwindigkeit festgestellt. Bei diesen Scheiben stieg die gemessene Härte an, wenn sie langsam abgekühlt wurden. Diese Abhängigkeit kann durch - bei den Untersuchungen mit dem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) entdeckte - feinste γ'' -Ausscheidungen in den Scheiben erklärt werden. In den langsam umgeformten Scheiben konnten nach der gleichen Behandlung keine γ'' -Teilchen festgestellt werden.

Die Ausscheidung der γ'' -Phase ist der für IN 718 wichtigste festigkeitssteigernde Mechanismus. Die feinen, tetragonal raumzentrierten, teilkohärenten Teilchen verleihen der Legierung ihre hohe Festigkeit bis zu Temperaturen von 650 °C [4]. Die γ'' -Phase bildet sich in IN 718

normalerweise erst bei einer 18-stündigen, zweistufigen Wärmebehandlung (8 h / 718 °C + 2 h Abkühlung auf 621 °C + 8 h / 621 °C).

Durch die schnelle Umformung werden deutlich mehr eindimensionale Gitterfehler in das Material eingebracht, die wiederum als Keimstellen für die Ausscheidung der γ'' -Phase dienen. Bei einer größeren Anzahl an Keimen ist auch die Zahl der Keime größer, die den zum Wachstum nötigen kritischen Keimradius überschreiten. Eine deutlich eher einsetzende Phasenausscheidung ist die Folge. Daraus wiederum resultiert eine deutlich feinere Verteilung der Teilchen, was die Festigkeit gegenüber einer gröberen Verteilung erhöht.

Wärmebehandlungsversuche zur Untersuchung der Entwicklung der Härte des Materials und des Wachstums der γ'' -Teilchen wurden jeweils an einer schnell umgeformten und einer langsam umgeformten Scheibe durchgeführt.

Die Härteentwicklung über der Wärmebehandlungsdauer ist bei den beiden Scheiben deutlich unterschiedlich. Die Härte der langsam umgeformten Scheibe steigt bis zu einer Wärmebehandlungsdauer von 8 Stunden an, danach überaltert das Material und die Härte sinkt wieder ab. Die Härte der schnell umgeformten Scheibe liegt von Anfang an über der der langsam umgeformten. Ihre Härte steigt aber bis zu einer Wärmebehandlungsdauer von 20 Stunden weiter an, bevor das Material überaltert. Daraus ergeben sich unterschiedliche Möglichkeiten, den Wärmebehandlungsprozess für schnell umgeformtes IN 718 zu optimieren.

Es lässt sich auch ein deutlicher Unterschied, das Ausscheidungswachstum betreffend, zwischen den beiden unterschiedlich schnell umgeformten Scheiben feststellen:

Während die γ'' -Teilchen in der langsam umgeformten Scheibe gleichmäßig über die Wärmebehandlungsdauer wachsen, treten sie in der schnell umgeformten Scheibe zwar früher auf, wachsen aber nur zögerlich. Erst nach etwa 20 Stunden bei 718 °C wird das Wachstum der γ'' -Teilchen in dieser Scheibe deutlich schneller. Daraus folgt auch, dass der Volumenanteil der γ'' -Phase in der schnell umgeformten Scheibe langsamer wächst als in der langsam umgeformten. Dieser erreicht in der schnell umgeformten Scheibe erst nach 20 Stunden ungefähr den maximal möglichen. Auch lässt sich damit der Härtezuwachs in der schnell umgeformten Scheibe bis zu einer Wärmebehandlungsdauer von 20 Stunden erklären.

Das nach der schnellen Entstehung der Teilchen deutlich langsamere Wachstum im schnell umgeformten Material lässt sich folgendermaßen erklären:

Im schnell umgeformten Material überlappen sich die Einzugsbereiche der Teilchen sehr bald

nach ihrer Entstehung und sie beginnen, um die in der Matrix verbliebenen Nb-Atome zu konkurrieren. Dadurch wird das Wachstum der Teilchen stärker abgebremst als im langsam umgeformten Material, in dem die Einzugsbereiche der Teilchen sich erst sehr spät im Ausscheidungsprozess überlappen.

Das derzeit verwendete Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm (ZTU) gilt nach den Erkenntnissen dieser Arbeit nur für quasi-statisch umgeformtes IN 718 und kann somit für schnell umgeformtes IN 718 nicht angewendet werden.

Aus diesem Grund wurde ein Umformversuch entwickelt, mit dem Kleinproben den Bedingungen eines Schmiedeprozesses auf einer Spindelpresse (schnelle Umformung) ausgesetzt werden können. Für den Umformversuch wurde ein Umform- und Abschreckdilatometer verwendet. Die Kleinproben wurden im Dilatometer umgeformt und anschließend direkt wärmebehandelt. Die Proben wurden im TEM auf die Existenz der γ'' -Phase hin untersucht und die Ergebnisse in Form eines Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramms (ZTU) aufgetragen. Damit kann der Wärmebehandlungsprozess optimiert werden und so können - bei Einhaltung der Anforderungen an das Endprodukt - Kosten eingespart werden.

In Tabelle 5.1 sind die Auswirkungen einer hohen Umformgeschwindigkeit auf alle in dieser Arbeit betrachteten Eigenschaften von IN 718 noch einmal zusammengefasst. Die Ergebnisse der Arbeit basieren auf dem Schmiedeprozess von Turbinenscheiben auf einer Spindelpresse. Daher gibt das hier aufgestellte ZTU in erster Linie die Richtung an, in die sich das Ausscheidungsverhalten von IN 718 bei hohen Dehnraten gegenüber quasi-statischer Umformung entwickelt. Weitere Arbeiten könnten sich mit dem Ausscheidungsverhalten der Legierung bei noch höheren Dehnraten beschäftigen, wie sie z.B. beim Umformen mit einem Schmiedehammer auftreten. Aus der Zusammenstellung der Ergebnisse, die bei unterschiedlichen Umformgeschwindigkeiten ermittelt wurden, kann ein Umform-Zeit-Temperatur-Umwandlungs-Diagramm (UZTU) aufgestellt werden.

Tabelle 5.1: Auswirkung einer hohen Umformgeschwindigkeit auf die mechanischen Eigenschaften und die Mikrostruktur von IN 718. WB steht für Wärmebehandlung.

Parameter	Auswirkung	Quelle
γ'' -Teilchenzahl	\nearrow	Abschn. 4.4.2
Teilchenabstand λ	\searrow	Abb. 4.19 und 4.21
γ'' -Teilchengröße d_T (nach 8 h WB)	\searrow	Abb. 4.20
γ'' -Teilchengröße d_T (nach 50 h WB)	\longrightarrow	Abb. 4.20
Volumenanteil γ'' -Teilchen f (nach 8 h WB)	\searrow	Abb. 4.22
Volumenanteil γ'' -Teilchen f (nach 50 h WB)	\longrightarrow	Abb. 4.22
WB-Dauer bis f_{\max}	\nearrow	Abb. 4.25
Zugfestigkeit (Raumtemperatur)	\nearrow	Abb. 1.2
Zugfestigkeit (650 °C)	$\nearrow \nearrow$	Abb. 1.2
Härte (nach 8 h WB)	\nearrow	Abb. 4.18
Härte (nach 20 h WB)	$\nearrow \nearrow$	Abb. 4.18
WB-Dauer bis HV_{\max}	\nearrow	Abb. 4.18

Anhang A

Bestimmung der Werkstoffkennwerte

A.1 Wärmeausdehnungskoeffizient

Im Dilatometer wurden die Längenänderungen der Proben gemessen. Aus diesen Daten kann der Wärmeausdehnungskoeffizient für das vorliegende Probenmaterial abgeschätzt werden. Die Abbildung A.1 zeigt den Maximalwert und den Minimalwert der gemessenen Wärmeausdehnungskoeffizienten. Der von Special Metals angegebene Wert für den Sekanten-Ausdehnungskoeffizienten liegt bei $\alpha = 0,1456 \mu\text{m}/\text{cm}\cdot^\circ\text{C}$ [4]. Er liegt also fast mittig zwischen den beiden Extremwerten aus den Messungen. Diese Untersuchung rechtfertigt die Verwendung des Literaturwertes in den numerischen Simulationen.

A.2 Wärmeübergang in die Stempel

Die Turbinenscheibe wird zwischen zwei metallischen Stauchbahnen (Gesenken) umgeformt. Im Gegensatz dazu wird die Dilatometerprobe zwischen zwei Keramikstempeln (Si_3N_4) gestaucht. Der Wärmeübergang zwischen IN 718 und der Keramik ist ein anderer als bei einem Schmiedevorgang auf der Spindelpresse. Um die gegenüber dem Realprozess geänderten Randbedingungen im Umformversuch im Dilatometer berücksichtigen zu können, wurde in einem Versuch die Temperatur auf der Oberfläche der Probe in axialer Richtung bestimmt. Die Abbildung A.2 zeigt die auf der Probenoberfläche aufgeschweißten Thermoelemente und eine bemaßte Skizze. Das Diagramm in Abbildung A.3 zeigt die mit den drei Thermoelementen gemessenen Temperaturkurven über der Zeit während einer einstündigen Glühung bei 1000°C . Über die

Temperatur am ersten Thermoelement wird die Hochfrequenz-Induktionsspule geregelt, mit welcher die Probe aufgeheizt wird. Zur Ermittlung des Wärmeübergangskoeffizienten wird die allgemeine Wärmeleitgleichung angeschrieben [71]:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} - \frac{1}{K} \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\dot{w}}{\lambda} = \text{const.}, \quad (\text{A.1})$$

in der T die Temperatur, x die Ortskoordinate, gezählt von der Mitte der Probe in axialer Richtung, K die Temperaturleitfähigkeit, \dot{w} die Wärmequellendichte und λ die Wärmeleitfähigkeit ist. Abbildung A.4 zeigt schematisch das vorliegende Wärmeleitproblem. Wie man aus Abbildung A.3 erkennt, stellt sich ein konstanter Temperaturgradient über der Zeit ein. Damit fällt die Ableitung nach der Zeit heraus. Das Problem kann sofort auf ein lineares, stationäres Wärmeleitproblem reduziert werden. Dieses führt auf eine parabolische Temperaturverteilung gemäß:

$$T(x, t) = -\frac{1}{2} \frac{\dot{w}}{\lambda} x^2 + C_1 x + C_2, \quad (\text{A.2})$$

Nach Abbildung A.4 muss nach dem Energieerhaltungssatz

$$\dot{q} = \dot{w} \cdot l \quad (\text{A.3})$$

sein. Hierin ist \dot{q} die Wärmestromdichte, welche die abgeführte Wärmemenge angibt, die ebenso groß sein muss wie die über die Länge l eingebrachte Wärme. Mit den Randbedingungen

$$\left. \frac{\partial T}{\partial x} \right|_{x=0} = C_1 = 0, \quad (\text{A.4})$$

$$\left. \frac{\partial T}{\partial x} \right|_{x=l} = -\frac{\dot{w}}{\lambda} l, \quad (\text{A.5})$$

und der Substitution aus Gleichung A.3

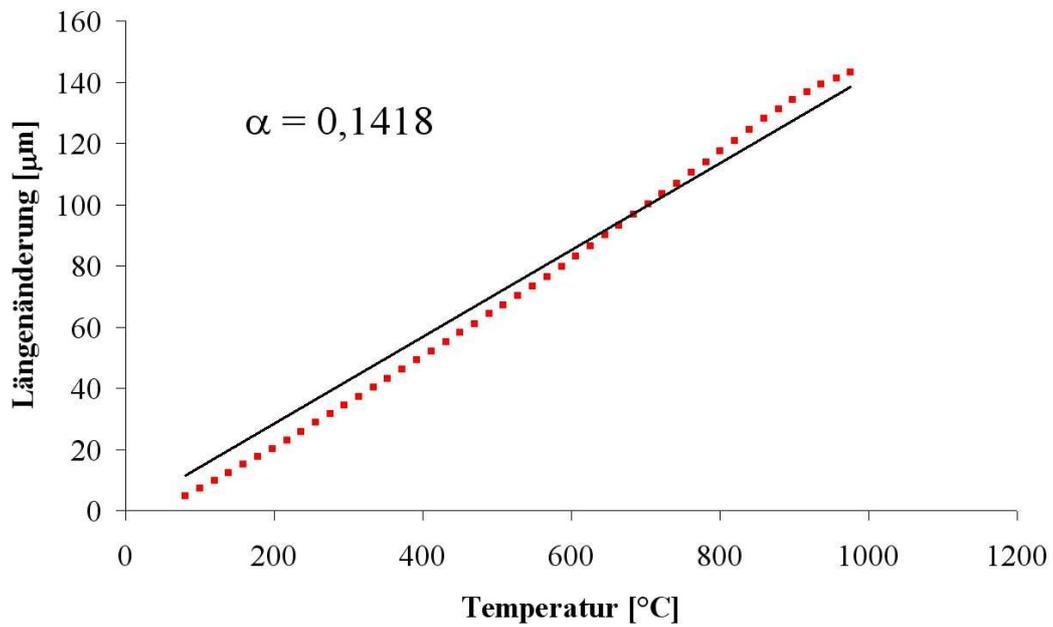
$$-\frac{\dot{w}}{\lambda} l = -\frac{\dot{q}}{\lambda}. \quad (\text{A.6})$$

ergibt sich mit $\lambda = 27 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ (Literaturwert) die Integrationskonstante zu C_2 zu $1008 \text{ }^\circ\text{C}$ und die Wärmestromdichte zu $\dot{q} \approx 162 \text{ W/m}^2$. Daraus folgt die die Temperaturverteilung beschreibende Gleichung:

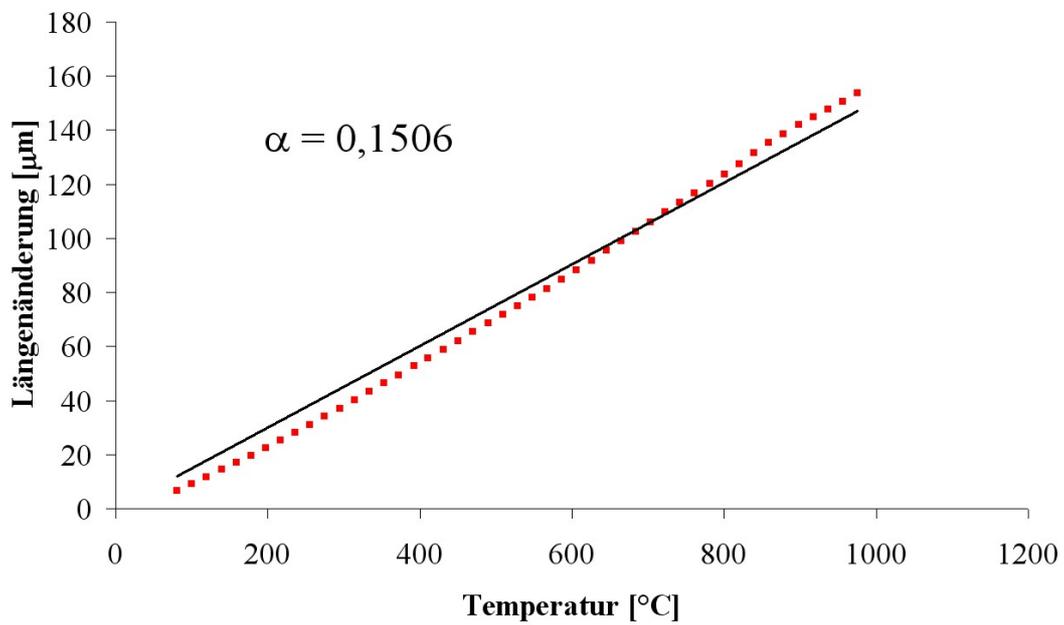
$$T(x) = -\frac{1}{2} \cdot 12 \cdot 10^6 x^2 + 1008 \quad (\text{A.7})$$

Abbildung A.5 zeigt die Lösung des Wärmeleitproblems. Diese kann zum einen verwendet werden, um zu überprüfen, in welchem Probenbereich die Temperatur tatsächlich der angenommenen entspricht, zum anderen kann nun aus der ermittelten Wärmestromdichte \dot{q} der Wärmeübergangskoeffizient für den Kontakt zwischen Probe und Keramikstempel abgeschätzt

werden. Dieser unterscheidet sich mit $2 \text{ W/m}^2\text{K}$ deutlich von dem Wärmeübergangskoeffizient für den Kontakt zwischen Schmiedestück und metallischem Gesenk ($7.3 \text{ W/m}^2\text{K}$). Für eine realistische Abbildung des Umformprozesses im Dilatometer wurde dieses in den Berechnungen berücksichtigt.

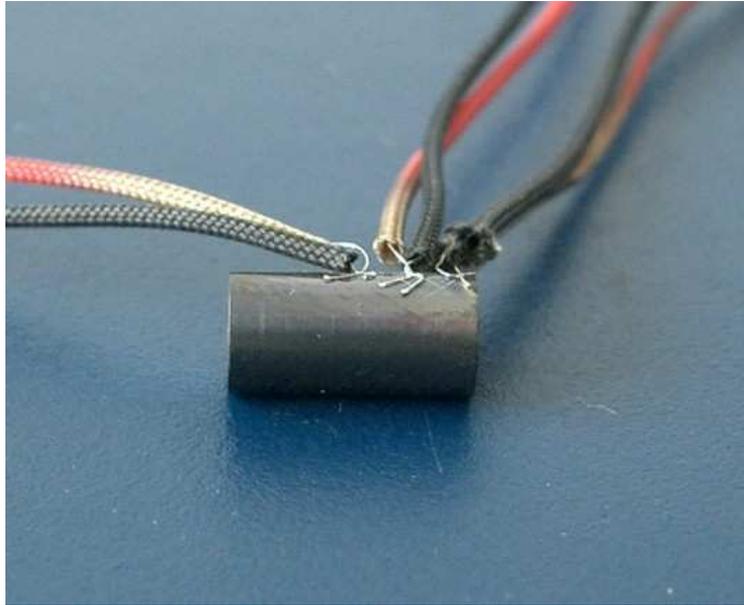


(a) Ausdehnung der Probe 045

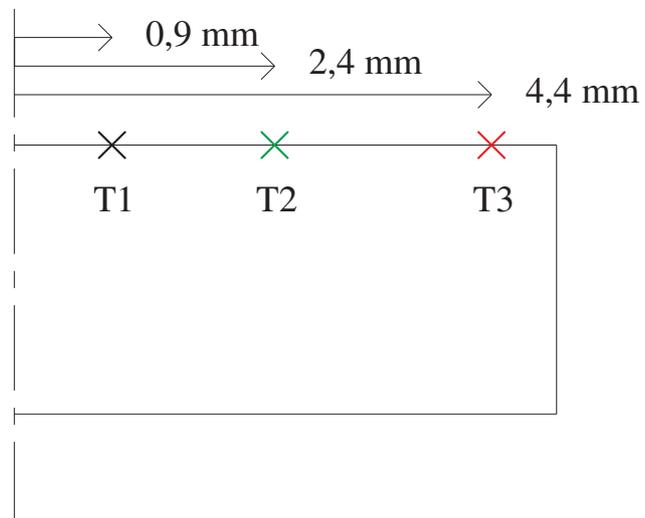


(b) Ausdehnung der Probe 075

Abbildung A.1: Diagramme zur Abschätzung des Wärmeausdehnungskoeffizienten von IN 718. Die beiden Werte α [$\mu\text{m}/\text{cm} \cdot ^\circ\text{C}$] sind das Minimum (a) bzw. das Maximum (b) der gemessenen Werte.



(a)



(b)

Abbildung A.2: Abbildung der Dilatometerprobe mit aufgeschweißten Thermoelementen (a) und eine bemaßte Skizze der bestückten Dilatometerprobe (b).

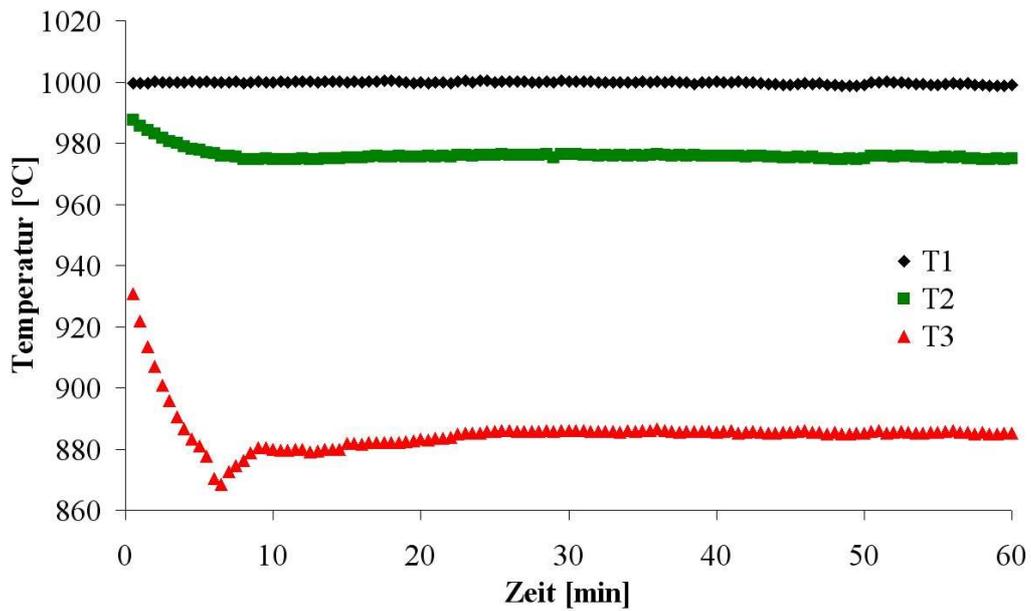


Abbildung A.3: Temperaturverlauf an den drei Thermoelementen auf der Dilatometerprobe während der einstündigen Glühung bei 1000 °C. T1 ist das Thermoelement zur Steuerung der HF-Induktionsspule nahe der Mitte der Probe.

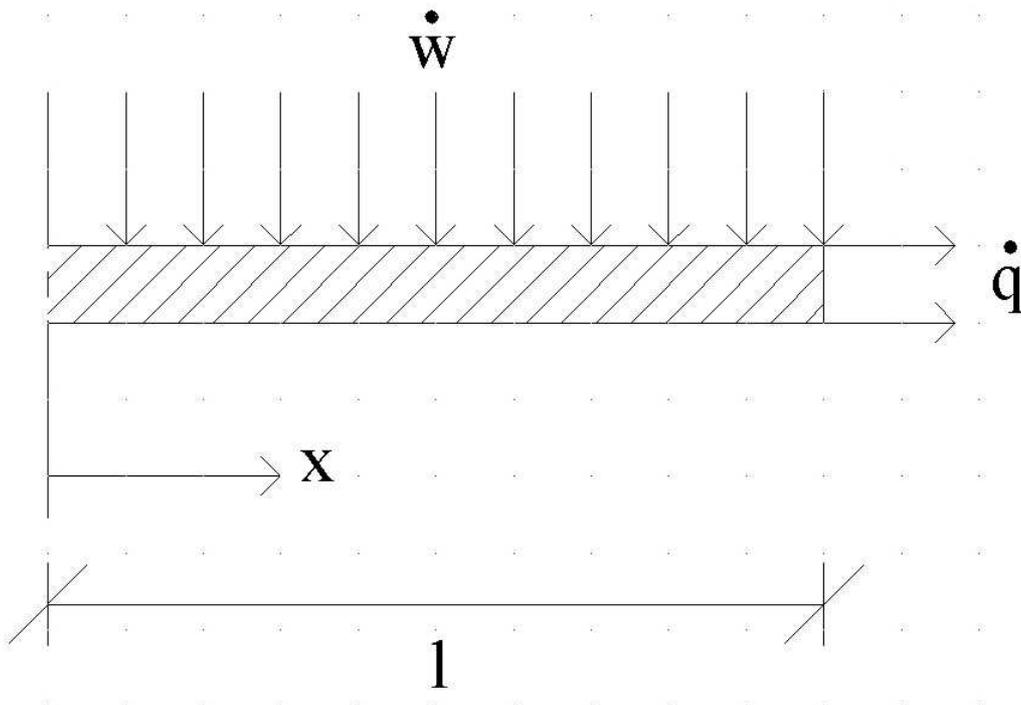


Abbildung A.4: Schematische Abbildung des Wärmeleitproblems

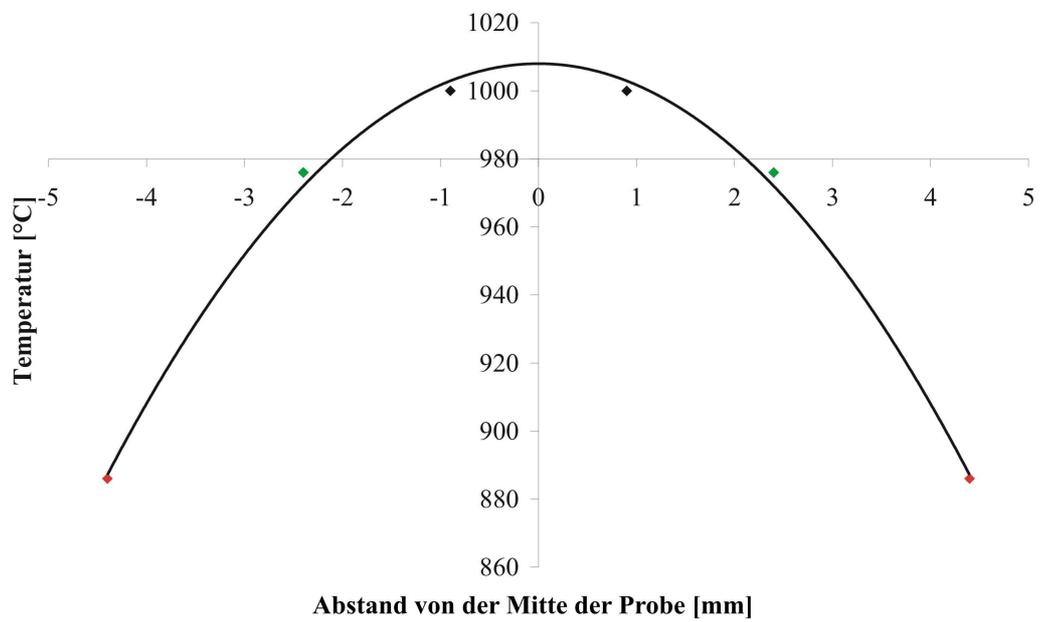


Abbildung A.5: Graphische Darstellung der Lösung des Wärmeleitproblems

Anhang B

Einführung in die Theorie der Elektronenmikroskopie

Im Folgenden soll eine kurze Einführung in die Funktionsweise eines Elektronenmikroskops und die in der Arbeit verwendeten Fachbegriffe gegeben werden. Für ausführlichere und tiefergehende Informationen wird jedoch auf die entsprechende Fachliteratur verwiesen (z.B. [72]).

Ab etwa 1957/58 gewann die noch junge Elektronenmikroskopie auch in den Werkstoffwissenschaften langsam an Bedeutung. Damit konnten endlich die bis dahin nur theoretisch beschriebenen oder indirekt bewiesenen Gitterdefekte (Versetzungen, Leerstellen, Zwischengitteratome, kleinste Ausscheidungen) nachgewiesen werden. Die Elektronenmikroskopie entwickelte sich schnell weiter, mit dem Ziel immer höhere Auflösungsvermögen zu erreichen.

Das Auflösungsvermögen g ist definiert als der gerade noch mit dem Auge erkennbare Abstand von zwei Objektdetails. Für die Mechanismen der Bildentstehung und das Auflösungsvermögen gilt in der gesamten Optik die Abbe'sche Theorie. Diese besagt, dass mindestens das 1. Beugungsmaximum noch durch Objektivlinse und Aperturblende gehen muss. Dieses 1. Maximum entsteht in der gegenüber dem durchgehenden Strahl um α abgelenkten Richtung, in der die Strahlen zweier benachbarter Spalten genau eine Gangdifferenz von λ haben. Aus Abbildung B.1 folgt: Je kleiner g , desto größer wird α . Aus der Zeichnung kann man erkennen, dass

$$g_b = \frac{\lambda}{\sin \alpha}. \quad (\text{B.1})$$

Eine genauere theoretische Berechnung ergibt:

$$g_b = \frac{0.6 \cdot \lambda}{\sin \alpha}. \quad (\text{B.2})$$

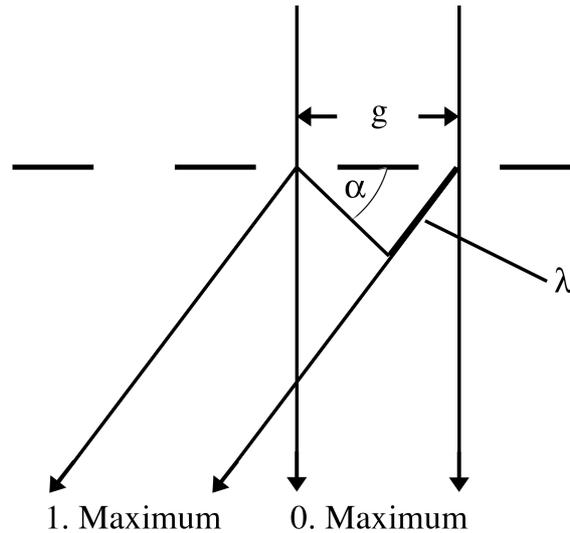


Abbildung B.1: Interferenz bei Beugung am Strichgitter mit Spaltabstand g .

Hierin bedeutet g_b das Auflösungsvermögen bzw. das Maß für die Auflösungsgrenze aufgrund der Beugung oder auch Beugungsfehler. Die Wellenlänge des Lichtes bzw. der Strahlung ist λ und α der Öffnungs- oder Aperturwinkel. Im Umkehrschluss zu dem oben gesagten kann man festhalten, dass das Auflösungsvermögen umso höher ist (kleines g_b), je größer α ist. In der Lichtmikroskopie wird mit Aperturen in der Größenordnung von 1 gearbeitet, so dass hier die Wellenlänge λ den limitierenden Faktor für die Auflösung darstellt.

Im Jahre 1924 bereits entdeckte de Broglie, dass man Teilchenstrahlung ebenfalls eine Wellenlänge zuordnen kann. Diese lässt sich berechnen aus:

$$\lambda = \frac{h}{m \cdot v}, \quad (\text{B.3})$$

$$U \cdot e = \frac{1}{2} m \cdot v^2 \rightarrow v = \sqrt{2 \cdot m \cdot U \cdot e}. \quad (\text{B.4})$$

Hierin bedeuten h die Plancksche Konstante, m die Elektronenmasse und v ihre Geschwindigkeit, U ist die Beschleunigungsspannung für die Elektronen mit der Ladung e . Setzt man die Konstante ein und löst diese Gleichungen nach λ auf, ergibt sich:

$$\lambda = \sqrt{\frac{150}{U[\text{Volt}]}} [\text{\AA}]. \quad (\text{B.5})$$

Prinzipiell ist ein Elektronenmikroskop genauso aufgebaut wie ein Lichtmikroskop (vgl. Abbildung B.2). Oberhalb der zu untersuchenden Probe wird ein Strahl erzeugt. Im Elektronenmikroskop werden Elektronen statt Photonen zum Beleuchten verwendet. Dazu wird eine Kathode

aus W oder LaB₆ aufgeheizt (im CM20 LaB₆-Kathode, ca. 2000 °C). Die Kathode emittiert Elektronen, die von einer ringförmigen Anode in Richtung des Objekts beschleunigt werden (im CM20 200 kV, $\lambda=0.0251 \text{ \AA}$). Durch die sogenannte Kondensorlinse werden die Elektronen auf das Objekt fokussiert und die reflektierten bzw. gebeugten Elektronenstrahlen durch verschiedene, hintereinandergeschaltete Linsen vergrößert und auf den Endbildschirm oder eine Fotoplatte gelenkt. Als Linsen werden im Elektronenmikroskop rotationssymmetrische, inhomogene Magnetfelder verwendet. Ihre Funktionsweise im Mikroskop ist mit der von Glaslinsen im Lichtmikroskop identisch. Einzige Ausnahme: Im Elektronenmikroskop gibt es keine Streulinsen.

Werden die Elektronen durch das magnetische Feld der Linse beschleunigt, wirkt auf sie die Lorentz-Kraft:

$$K = e \cdot [v \times B]. \quad (\text{B.6})$$

Hierin bedeutet K die Lorentzkraft, e die Elektronenladung, v die Geschwindigkeit der Elektronen und B die Feldstärke des magnetischen Feldes. Die Lorentz-Kraft wirkt also senkrecht auf die Bewegungsrichtung der Elektronen und ebenfalls senkrecht zu den Feldlinien. Dadurch werden die Elektronen auf eine Schraubenbahn gezwungen, deren Schraubenachse die optische Achse ist.

Eine Vergrößerung des Bildes führt so zu einer Bildrotation, da zum Vergrößern die Anregung der Spule geändert wird und damit die Feldstärke. Damit ändert sich auch die Ganghöhe der Schraubenbahn, das Bild verdreht sich also bei jeder Vergrößerungsstufe. Abgesehen davon gelten dieselben Zusammenhänge wie in der Lichtmikroskopie. So wird auch im Elektronenmikroskop ein achsenparalleler Strahl im Brennpunkt gebündelt.

In der Elektronenmikroskopie treten deutlich größere Linsenfehler auf als in der Lichtmikroskopie.

Der Astigmatismusfehler entsteht durch nicht ideal rotationssymmetrische Linsenfelder. Das kann durch nicht exakte Bohrungen oder Verunreinigungen begründet sein. Die Folgen des Astigmatismus sind strichförmige Kontraste von eigentlich punktförmigen Objekten. Durch gegeneinander verdreh- oder verschiebbare Weicheisenstücke (Stigmator) kann diesem Fehler entgegengewirkt werden.

Die chromatische Abweichung (Aberration) resultiert aus schwankender Wellenlänge λ aufgrund schwankender Beschleunigungsspannung. Als Abhilfe muss die Hochspannung stabilisiert wer-

den, was sich um so schwieriger gestaltet, je höher die Beschleunigungsspannung ist. Außerdem müssen auch die Linsenströme stabil gehalten werden.

Die sphärische Aberration oder der Öffnungsfehler schließlich macht sich in einer Randunschärfe bemerkbar, da die Brennweite der Außenzonen der Linse nicht mit der der Innenzonen übereinstimmt. Dieser Fehler kann im Elektronenmikroskop aufgrund der fehlenden Streulinsen nicht korrigiert werden. Damit gibt dieser Linsenfehler das praktisch erreichbare Auflösungsvermögen vor. Das nur durch sphärische Aberration begrenzte Auflösungsvermögen kann folgendermaßen abgeschätzt werden:

$$g_s = C_s \cdot \alpha^3. \quad (\text{B.7})$$

Hier ist g_s der Öffnungsfehler, C_s der Koeffizient der sphärischen Aberration und α der Aperturwinkel. Nun ergibt sich ein Konflikt. Nach Abbe soll der Öffnungswinkel α möglichst groß sein, ein möglichst kleines α verringert aber die Linsenfehler. Nach [73] kann das theoretische Auflösungsvermögen eines Elektronenmikroskops näherungsweise additiv aus den beiden Fehlern abgeschätzt werden:

$$g = g_s + g_b = C_s \cdot \alpha^3 + \frac{0.6 \cdot \lambda}{\sin \alpha}. \quad (\text{B.8})$$

Durch Differentiation lässt sich bei Variation von α das minimal mögliche g ermitteln. Der dazugehörige optimale Öffnungswinkel α_{opt} lässt sich bestimmen zu:

$$\alpha_{\text{opt}} = \sqrt[4]{\frac{0.6 \cdot \lambda}{3 \cdot C_s}}. \quad (\text{B.9})$$

Damit errechnet sich das theoretische Auflösungsvermögen durch Einsetzen von α_{opt} in Gleichung B.8 zu:

$$g_{\text{min}} = 1.2 \cdot \sqrt[4]{C_s \cdot \lambda^3}. \quad (\text{B.10})$$

Mit einem angenommenen C_s von ≈ 1 mm, einer Wellenlänge $\lambda=0.0251$ und einer Brennweite f von $2800 \mu\text{m}$ ergibt sich ein $\alpha_{\text{opt}}=4.7 \cdot 10^{-3}$. Damit ergibt sich ein Auflösungsvermögen des Mikroskops g_{min} von $\approx 4.3 \text{ \AA}$. Der optimale Blendendurchmesser ist also $2 \cdot \alpha \cdot f=26.5 \mu\text{m}$. Im CM20 werden Blenden mit den Durchmessern 10, 20, 30 und $50 \mu\text{m}$ verwendet.

Während der Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit wurden die Grenzen des Auflösungsvermögens oftmals erreicht. Trotzdem konnten oftmals nur mit äußerster Mühe Bilder von den

untersuchten Probenstellen angefertigt werden, da die beobachteten Teilchen nicht immer einen ausreichend großen Kontrast aufwiesen. Im Gegensatz zur Lichtoptik, in der die Absorption des Lichts für die Bildentstehung wichtig ist, entsteht im Elektronenmikroskop das Bild durch Beugung und Streuung der Elektronenstrahlen.

In kristallinen Werkstoffen sind die Atome periodisch angeordnet. Nach der Fresnel-Huygens'schen Theorie wirkt jedes Atom im Raumgitter wieder als Quelle von in alle Raumrichtungen ausgehenden Sekundärwellen. Sind zwei benachbarte Wellen genau um eine Wellenlänge λ gegeneinander verschoben, so ergibt sich Interferenz, die sogenannte Bragg'sche Beugung.

Aus der Abbildung B.3 kann man erkennen, dass nur dann Interferenz auftritt, wenn der Primärstrahl unter dem Winkel Θ , dem Braggwinkel, auf das Kristallgitter auftrifft. Durch die Objektivlinse wird der gebeugte Strahl in der hinteren Beugungsebene zum Beugungspunkt fokussiert. Nach Abbildung B.4 werden alle gebeugten Strahlen von der Aperturblende abgefangen, deren doppelter Beugungswinkel $2\Theta > \alpha_{\text{opt}}$ ist.

Bei einer $50 \mu\text{m}$ Blende ($f=2800 \mu\text{m}$) gilt:

$$d = \frac{\lambda}{2 \cdot \sin\Theta} \quad (\text{B.11})$$

mit $\lambda=0.0251 \text{ \AA}$ und $\sin\Theta \approx \Theta = \frac{\alpha}{2} \approx \frac{25}{f \cdot 2} = 0.45 \cdot 10^{-2}$. Es werden also alle Beugungspunkte von Gitterebenen mit einem Netzebenenabstand von

$$d < \frac{0.0251}{2 \cdot 0.45 \cdot 10^{-2}} = 2.8 \text{ \AA} \quad (\text{B.12})$$

von der Objektaperturblende abgefangen. Alle Objekte und Objektdetails, deren Abmessungen größer sind, sind nach der Abbe'schen Theorie auflösbar. Die Beugungswinkel der an ihnen oder ihren Kanten gebeugten Strahlen sind kleiner als α und damit liegen die Strahlen näher am 0. Maximum und fallen durch die Öffnung der Blende. Daraus folgt, dass die im IN 718 auftretenden γ'' -Teilchen selber nicht abgebildet werden können, da der Netzebenenabstand der $\{110\}$ -Ebenen sich mit

$$d = \left[\left(\frac{h}{a} \right)^2 + \left(\frac{k}{b} \right)^2 + \left(\frac{l}{c} \right)^2 \right]^{-\frac{1}{2}}, \quad (\text{B.13})$$

$a=b=3,624 \text{ \AA}$ und $c=7,406 \text{ \AA}$ zu $d=2.56 \text{ \AA}$ ergibt. Obwohl die Beugung an den γ'' -Teilchen wegen $d < 2.8 \text{ \AA}$ nicht selbst bilderzeugend wirkt, entzieht sie aber dem Primärstrahl Intensität

und trägt so zum Bildkontrast bei. Was auf den gezeigten Hellfeldbildern sehr gut zu erkennen ist, ist der Verzerrungshof um die Teilchen herum. Daher kann die Teilchengröße aus diesen Bildern auch nicht exakt bestimmt, sondern nur eine Obergrenze der Teilchengröße abgeschätzt werden.

Entfernt man die Objektaperturblende aus dem Strahlengang, wird statt dem Hellfeldbild das Beugungsbild auf dem Schirm vergrößert abgebildet. Soll lediglich ein kleiner Probenbereich (ein Korn) betrachtet werden, kann eine sogenannte Sektorblende (*selected area diffraction - SAD*) in den Strahlengang eingefahren werden. Das Resultat ist dann ein Punktdiagramm, welches aus einzelnen Beugungspunkten besteht¹. Aufgrund der sehr kleinen Wellenlänge treten je nach Netzebenenabstand Beugungswinkel zwischen 0° und 1.5° auf. Daraus folgt der wichtige Schluß, dass die beugenden Netzebenen immer nahezu parallel zum Primärstrahl liegen.

Für die Beugungspunkte gilt: Der Abstand jedes Beugungspunktes zum Primärstrahl ist umgekehrt proportional zum Netzebenenabstand der beugenden Ebenen. Der Vektor vom Primärstrahl zum Beugungspunkt steht senkrecht auf den beugenden Netzebenen.

Da diese Definition im Wesentlichen der Definition des reziproken Gitters entspricht, kann man auch sagen:

„Jeder Beugungspunkt repräsentiert zugleich den reziproken Gitterpunkt der zugehörigen Netzebenenchar (hkl). Das ganze Beugungsdiagramm entspricht einem annähernd ebenen Schnitt durch das reziproke Gitter senkrecht zum Primärstrahl.“ [72]

Damit kann aus Einkristall-Beugungsdiagrammen neben den Gitterparametern (Netzebenenabstände) auch die kristallografische Orientierung der beugenden Ebenen (auch in Subgittern = Ausscheidungen) bestimmt werden. Damit kann die Existenz der γ'' -Teilchen nachgewiesen werden, auch wenn sie im Hellfeldbild nur indirekt - anhand des Verzerrungshofes - erkennbar sind.

¹Im Gegensatz dazu entstehen bei Betrachtung von Vielkristallen Ringdiagramme aufgrund der stochastischen Ausrichtung der beugenden Netzebenen.

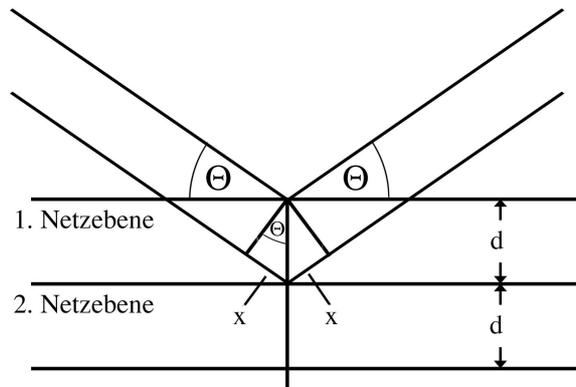


Abbildung B.3: Bragg'sche Beugung. Ein unter dem Bragg'schen Beugungswinkel Θ einfallender Strahl wird an den Netzebenen reflektiert (gebeugt). Die Summe der beiden Wege x muss dabei gleich einer Wellenlänge sein, also $2x = \lambda = 2d \cdot \sin\Theta$.

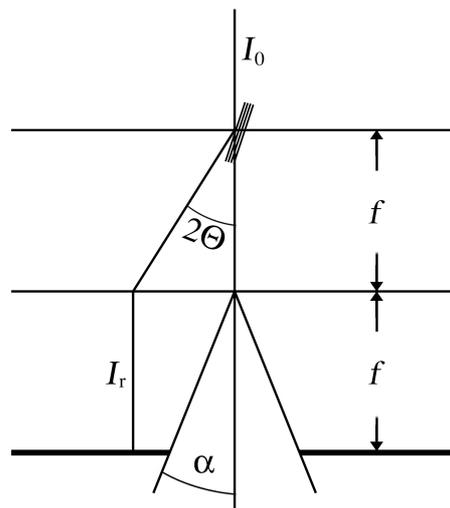


Abbildung B.4: Bildentstehung bei kristallinen Objekten. I_0 einfallender Strahl, I_r gebeugter Strahl, α Aperturwinkel, Θ Bragg'scher Winkel.

Literaturverzeichnis

- [1] Böhler Schmiedetechnik GmbH & Co. KG, Kapfenberg, Österreich: *Homepage der Böhler Schmiedetechnik*. <http://www.boehler-forging.com>
- [2] GE Aviation, Cincinnati, Ohio, USA: *Homepage GE Aviation*. <http://www.ge.com/en/product/business/aviation.htm>
- [3] ORADEI-BASILE, A. ; RADAVIDICH, J.F.: A current T-T-T diagram for wrought alloy 718. In: LORIA, E.A. (Hrsg.): *Superalloys 718, 625 and Various Derivates* The Minerals, Metals & Materials Society, 1991, S. 325–335
- [4] Special Metals Corporation, Huntington, West Virginia, USA: *INCONEL® alloy 718, Technical Bulletin*. <http://www.specialmetals.com/products/inconelalloy718.htm>
- [5] STOCKINGER, M.: *Mikrostrukturelle Simulation des Gesenkschmiedens von Nickelbasis-Legierungen*, Technische Universität Graz, Diss., 2003
- [6] HORVATH, W. ; ZECHNER, W. ; TOCKNER, J. ; BERCHTHALER, M. ; WEBER, G. ; WERNER, E.A.: The effectiveness of direct aging on Inconel 718 forgings produced at high strain rates as obtained on a screw press. In: LORIA, E.A. (Hrsg.): *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivates* The Minerals, Metals & Materials Society, 2001, S. 223–228
- [7] JACKMAN, L.A. ; SMITH, G.J. ; DIX, A.W. ; LASONDE, M.L.: Rotary forge processing of direct aged Inconel 718 for aircraft engine shafts. In: LORIA, E.A. (Hrsg.): *Superalloys 718, 625 and Various Derivates* The Minerals, Metals & Materials Society, 1991, S. 125–132
- [8] SRINIVASAN, R. ; PRASAD, Y.V.R.K.: Microstructural control in hot working of IN-718 superalloy using processing map. In: *Metallurgical and Materials Transactions* 25A (1994), S. 2275–2284

- [9] BRAND, A.J. ; KARHAUSEN, K. ; KOPP, R.: Microstructural simulation of Nickel base alloy Inconel 718 in production of turbine discs. In: *Materials Science and Technology* 12 (1996), S. 963–969
- [10] GUO, E.C. ; MA, F.J.: The strengthening effect of Niobium on Ni-Cr-Ti type wrought superalloy. In: *Superalloys 1980*, 1980, S. 431–438
- [11] QUIST, W.E. ; TAGGERT, R. ; POLONIS, D.H.: In: *Metallurgical and Materials Transactions* 2A (1971), S. 825–832
- [12] SALLER, G.: *Gefügecharakterisierung von ausgewählten Nickelbasis-Superlegierungen*, Montanuniversität Leoben, Diplomarbeit, 1999
- [13] SLAMA, C. ; ABDELLAOUI, M.: Structural characterization of the aged Inconel 718. In: *Journal of Alloys and Compounds* 306 (2000), S. 277–284
- [14] PAULONIS, D.F. ; OBLAK, J.M. ; DUVALL, D.S.: Precipitation in Nickel-Base alloy IN 718. In: *Transactions of the ASM* 62 (1969), S. 611–622
- [15] OBLAK, J.M. ; PAULONIS, D.F. ; DUVALL, D.S.: Coherence strengthening in Ni-base alloys hardened by DO₂₂ γ'' precipitates. In: *Metallurgical Transactions* 5 (1974), S. 143–153
- [16] COZAR, R. ; PINEAU, A.: Morphology of γ' and γ'' precipitates and thermal stability of Inconel 718 type alloys. In: *Metallurgical Transactions* (1973), S. 47–59
- [17] GROH, J.R. ; RADAVIC, J.F: Effects of Iron, Nickel and Cobalt on precipitation hardening of alloy 718. In: LORIA, E.A. (Hrsg.): *Superalloys 718, 625 and Various Derivates* The Minerals, Metals & Materials Society, 1991, S. 351–361
- [18] BANIK, T. ; KEEFFE, P.W. ; MAURER, G.E. ; PETZOLD, L.: Ultra fine grain/ultra low Carbon 718. In: LORIA, E.A. (Hrsg.): *Superalloys 718, 625 and Various Derivates* The Minerals, Metals & Materials Society, 1991, S. 913–924
- [19] HWANG, I.S. ; BALLINGER, R.G. ; MORRA, M.M. ; TAO, B. ; MATHEW, S.: Improved mechanical properties of alloy 718 by anneal and direct aging process for nuclear fusion applications. In: LORIA, E.A. (Hrsg.): *Superalloys 718, 625 and Various Derivates* The Minerals, Metals & Materials Society, 1991, S. 621–633

- [20] GAO, M. ; WEI, R.P.: Grain boundary Niobium carbides in Inconel 718. In: *Scripta Materialia* 37 (1997), S. 1843–1849
- [21] COPLEY, S.M. ; KEAR, B.H.: A dynamic theory of coherent precipitation hardening with application to Nickel-base superalloys. In: *Transactions of the Metallurgical Society of AIME* 239 (1967), S. 984–992
- [22] GOLF, K.H.: Hohe Schmiedeprecision: Die größte Spindelpresse mit 315 MN Prellschlagkraft. In: *Industrie-Anzeiger* 104 (1982), S. 16–19
- [23] TOCKNER, J. ; HORVATH, W. ; FLADISCHER, J.: Simulationsunterstützte Optimierung des Umformens auf Spindelpressen. In: *BHM* 9 (2001), S. 392–395
- [24] LEHRSTUHL FÜR UMFORMTECHNIK UND GIESSEREIWESEN, PROF. DR.-ING. H. HOFFMANN: *Umformende Werkzeugmaschinen, Vorlesungsskript*. 2004
- [25] BÜRCEL, R.: *Handbuch Hochtemperaturwerkstofftechnik*. 2. Vieweg
- [26] DURAND-CHARRE, M.: *The Microstructure of Superalloys*. Gordon and Breach Science Publishers, 1997
- [27] SIMS, C.T. (Hrsg.) ; HAGEL, W.C. (Hrsg.): *The Superalloys*. John Wiley & Sons, 1972
- [28] SIMS, C.T. (Hrsg.) ; STOLOFF, N.S. (Hrsg.) ; HAGEL, W.C. (Hrsg.): *Superalloys II*. John Wiley & Sons, 1987
- [29] ZHAO, J.-C. ; HENRY, M.F.: The thermodynamic prediction of phase stability in multi-component superalloys. In: *JOM* 1? (2002), S. 37–41
- [30] RONG, Y. ; CHEN, S. ; HU, G. ; GAO, M. ; WEI, R.P.: Prediction and characterization of variant electron diffraction patterns for γ'' and δ precipitates in an Inconel 718 alloy. In: *Metallurgical and Materials Transactions* 30A (1999), S. 2297–2303
- [31] BURKE, M.G. ; MILLER, M.K.: Precipitation in alloy 718: a combined AEM and APFIM investigation. In: LORIA, E.A. (Hrsg.): *Superalloys 718, 625 and Various Derivates* The Minerals, Metals & Materials Society, 1991, S. 337–350
- [32] MITCHELL, A. ; WANG, T.: Solidification and Precipitation in IN 718. In: LORIA, E.A. (Hrsg.): *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivates* The Minerals, Metals & Materials Society, 2001, S. 81–90

- [33] RADAVIDICH, J.F.: Metallography of a high strength modified 718 alloy - PWA 1472. In: LORIA, E.A. (Hrsg.): *Superalloys 718, 625 and Various Derivates* The Minerals, Metals & Materials Society, 1991, S. 865–877
- [34] LIU, W.C. ; XIAO, F.R. ; YAO, M. ; CHEN, Z.L. ; JIANG, Z.Q. ; WANG, S.G.: Relationship between the lattice constant of γ phase and the content of δ phase, γ'' and γ' phases in Inconel 718. In: *Scripta Materialia* 37 (1997), S. 59–64
- [35] LIU, W.C. ; XIAO, F.R. ; YAO, M. ; CHEN, Z.L. ; JIANG, Z.Q. ; WANG, S.G.: The influence of cold rolling on the precipitation of delta phase in Inconel 718 alloy. In: *Scripta Materialia* 37 (1997), S. 53–57
- [36] HE, J. ; HAN, G. ; FUKUYAMA, S. ; YOKOGAWA, K.: Interfaces in a modified Inconel 718 with compact precipitates. In: *Acta Materialia* 46 (1998), S. 215–223
- [37] HONG, S.J. ; CHEN, W.P. ; WANG, T.W.: A diffraction study of the γ'' phase in Inconel 718 superalloy. In: *Metallurgical and Materials Transactions* 32A (2001), S. 1887–1901
- [38] HU, J.P. ; ZHUANG, J.Y. ; ZHONG, Z.Y. ; JANSCHKE, P. ; KRAMER, J.: Study on constitutive equation of alloy IN 718 in hammer forging process. In: LORIA, E.A. (Hrsg.): *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivates* The Minerals, Metals & Materials Society, 2001, S. 229–236
- [39] SHEN, G. ; KAHLKE, D. ; DENKENBERGER, R. ; FURRER, D.: Advances in the state-of-the-art of hammer forged alloy 718 aerospace components. In: LORIA, E.A. (Hrsg.): *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivates* The Minerals, Metals & Materials Society, 2001, S. 237–247
- [40] MOSSER, P.E. ; LECONTE, G. ; LERAY, J. ; LASALMONIE, A. ; HONNORAT, Y.: Metallurgical aspects of forge modelling in alloy 718. In: LORIA, E.A. (Hrsg.): *Superalloy 718 - Metallurgie and Applications* The Minerals, Metals & Materials Society, 1989, S. 179–188
- [41] *EN ISO 6507-1: Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Vickers*. 2005
- [42] OHSER, J. ; TSCHERNY, H.: *Grundlagen der quantitativen Gefügeanalyse*. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1988
- [43] DAHL, W. (Hrsg.) ; KOPP, R. (Hrsg.) ; PAWELSKI, O. (Hrsg.): *Umformtechnik, Plastomechanik und Werkstoffkunde*. Verlag Stahleisen, Springer Verlag, 1993

- [44] BÄHR-THERMOANALYSE GMBH, HÜLLHORST, DEUTSCHLAND (Hrsg.): *Handbuch für das Abschreck- und Umformdilatometer Bähr DIL 805A/D*. Bähr-Thermoanalyse GmbH, Hüllhorst, Deutschland
- [45] SUNDARARAMAN, M. ; MUKHOPADHYAY, P. ; BANERJEE, S.: Precipitation And Room Temperature Deformation Behaviour of INC 718. In: LORIA, E.A. (Hrsg.): *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivates* The Minerals, Metals & Materials Society, 1994, S. 419–439
- [46] LIŠČIĆ, B. (Hrsg.) ; TENSI, H.M. (Hrsg.) ; LUTY, W. (Hrsg.): *Theory and Technology of Quenching*. Springer Verlag, 1992
- [47] PATEL, A.D. ; MURTY, Y.V.: Effect of cooling rate on microstructural development in alloy 718. In: LORIA, E.A. (Hrsg.): *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivates* The Minerals, Metals & Materials Society, 2001, S. 123–132
- [48] HAASEN, P.: *Physikalische Metallkunde*. Springer Verlag, 1994
- [49] VON MISES, R.: Mechanik der plastischen Formänderung von Kristallen. In: *Z. angew. Math. Mech.* 8 (1928), S. 663
- [50] HONEYCOMBE, R.W.K.: *The Plastic Deformation of Metals*. Edward Arnold, London, 1975
- [51] SCHWINK, C. ; VORBRUGG, W.: Experimentelle und theoretische Untersuchungen zum plastischen Verhalten kubisch-flächenzentrierter Vielkristalle. In: *Zeitschrift für Naturforschung* 22a (1967), S. 626–641
- [52] HOOK, R.E. ; J.P., Hirth: The Deformation of Isoaxial Bicrystals of Fe-%Si. In: *Acta metall.* 15 (1967), S. 1099
- [53] REY, C. ; MUSSOT, P. ; ZAOUI, A.: Effects of Junction of Grain Boundaries on the Mechanical Behaviour of Polycrystals. In: *Grain Boundary Structure and Related Phenomena, Proceedings of JIMIS-4 (1986)*, Supplement to Transactions of the Japan Institute of Metals, 1991
- [54] HAVLICEK, F. ; TOKUDA, M.: Computational Study of Polycrystalline Behaviour under Complex Loading Conditions. In: *Proceedings of Plasticity 1991*, Boehler, J.P. and Khan, A.S., 1991, S. 135–138

- [55] MÉRIC, L. ; CAILLETAUD, G. ; GASPÉRINI, F.E. Calculations of Copper Bicrystal Specimens submitted to Tension-Compression Tests. In: *Acta metall. mater.* 42, Nr. 3 (1994), S. 921–935
- [56] TEODOSIU, C. ; RAPHANEL, J.L. ; TABOUROT, L.: Finite Element Simulation of the Large Elastoplastic Deformation of Multicrystals. In: *MECAMAT'91*, Balkema, Rotterdam, 1993, S. 153–168
- [57] HARREN, S.V. ; ASARO, R.J.: Nonuniform Deformations in Polycrystals and Aspects of the Validity of the Taylor Model. In: *J. Mech. Phys. Solids* 37, Nr. 2 (1989), S. 191–232
- [58] BECKER, R. ; PANCHANADEESWARAN, S.: Effects of Grain Interactions on Deformation and local Texture in Polycrystals. In: *Acta Metall. Mater.* 43, Nr. 7 (1995), S. 2701–2719
- [59] SCHMID, E.: In: *Z. Elektrochem.* 37 (1931), 447 S.
- [60] SCHMIDT-THOMAS, K.G.: *Metallkunde für das Maschinenwesen*. Bd. 2, Gleichgewichts- und Ungeleichgewichtszustände. Springer Verlag, 1989
- [61] SLAMA, C. ; SERVANT, C. ; CIZERON, G.: Aging of the Inconel 718 alloy between 500 and 750 °C. In: *Journal of Materials Research* 12 (1997), S. 2298–2316
- [62] SALTYKOV, S.A.: *Stereometrische Metallographie*. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1974
- [63] LI, R.B. ; YAO, M. ; LIU, W.C. ; HE, X.C.: Isolation and determination for δ , γ' and γ'' phases in Inconel 718 alloy. In: *Scripta Materialia* 46 (2002), S. 635–638
- [64] ZICKLER, G.A.: *Quantitative Analyse des Ausscheidungsverhaltens in der Nickelbasislegierung Nimonic 80a mittels Röntgen- und Neutronenkleinwinkelstreuung*, Montanuniversität Leoben, Diplomarbeit, 2002
- [65] OHKUBO, H. ; TANG, Z. ; NAGAI, Y. ; HASEGAWA, M. ; TAWARA, T. ; KIRITANI, M.: Positron annihilation study of vacancy-type defects in high-speed deformed Ni, Cu and Fe. In: *Materials Science and Engineering A350* (2003), S. 95–101
- [66] FUJITA, F.E.: Generation of vacancies in high-speed plastic deformation. In: *Materials Science and Engineering A350* (2003), S. 216–219
- [67] SAKAI, T. ; OHASHI, M.: In: *Materials Science and Technology* 6 (1990), 1251 S.

- [68] CAMUS, G. ; PIERAGGI, B. ; CHEVET, F.: Hot Deformation and Recrystallization of Inconel 718. In: *Formability and Metallurgical Structure*, TMS Inc., Warrendale, PA, 1987, S. 305–325
- [69] ZHOU, L.X. ; BAKER, T.N.: Effects of dynamic and metadynamic recrystallisation on microstructures of wrought IN-718 due to hot deformation. In: *Materials Science and Engineering A196* (1995), S. 89–95
- [70] DOHERTY, R.D. ; HUGHES, D.A. ; HUMPHREYS, F.J. ; JONAS, J.J. ; JUUL JENSEN, D. ; KASSNER, M.E. ; KING, W.E. ; MCNELLEY, T.R. ; MCQUEEN, H.J. ; ROLLETT, A.D.: Current issues in recrystallization: a review. In: *Materials Science and Engineering A238* (1997), S. 219–274
- [71] CARSLAW, H.S. ; JAEGER, J.C.: *Conduction of Heat in Solids*. Oxford Science Publications, 1959
- [72] HEIMENDAHL, M. v.: *Einführung in die Elektronenmikroskopie*. Vieweg, Braunschweig, 1970
- [73] REIMER, L.: *Elektronenmikroskopische Untersuchungs- und Präparationsmethoden*. 2. Springer, Berlin, 1967