

Einfluss der Mikrostruktur auf das Ermüdungsverhalten einkristalliner Nickelbasis-Superlegierungen bei Hochtemperatur

Dissertation
zur
Erlangung des Grades
Doktor-Ingenieurin

der
Fakultät für Maschinenbau
der Ruhr-Universität Bochum

von

Carla Meid

aus Mayen

Bochum 2018

Dissertation eingereicht am: 14. November 2018

Tag der mündlichen Prüfung: 17. Dezember 2018

Erster Referent: Prof. Dr.-Ing. Marion Bartsch

Zweiter Referent: Prof. Dr.-Ing. Gunther Eggeler

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin im Institut für Werkstoff-Forschung des Deutschen Zentrums für Luft- und Raumfahrt e.V. in Köln.

Ich bedanke mich bei Frau Prof. Marion Bartsch für die Übernahme des Hauptreferats und die Betreuung während meiner Promotionszeit. Herrn Prof. Eggeler danke ich für die Anfertigung des Zweitgutachtens und Herrn Prof. Sehr für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes.

Mein Dank gilt außerdem einer Vielzahl von Kolleginnen und Kollegen des Instituts für Werkstoff-Forschung. Da wären zunächst die Mitglieder der Gruppe "Werkstoffmechanische Prüfung" zu nennen, beginnend mit deren Leiterin Janine Wischek sowie Eric Dietrich und Ines Druschke, die mich stets technisch als auch moralisch unterstützt haben und durch ihr Interesse und ihre Hilfsbereitschaft sehr zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Herzlich bedanken möchte ich mich außerdem bei meinen Kolleginnen Miriam Löbbecke und Katia Artzt, die für ein tolles Arbeitsklima gesorgt haben und stets ein offenes Ohr für mich hatten.

Bei meinen Eltern und meinem Bruder bedanke ich mich, weil sie immer uneingeschränkt für mich da sind. Abschließend danke ich meinem Freund Slava für alles, aber an dieser Stelle besonders dafür, dass er mich gerade in der Fertigstellungsphase dieser Arbeit stets geduldig unterstützt hat.

Kurzfassung

Der Wirkungsgrad von Gasturbinen in Triebwerken und in Aggregaten zur Energieumwandlung hängt von der Turbineneintrittstemperatur ab. In der Turbine sind die Turbinenlaufschaufeln der ersten beiden Reihen hinter der Brennkammer die am höchsten thermisch und mechanisch beanspruchten Bauteile. Sie müssen eine hohe Kriech- und Ermüdungsbeständigkeit aufweisen. Einkristalline Ni-Basislegierungen sind bisher die einzige Werkstoffklasse, die diesen Bedingungen als Turbinenschaufelmaterial standhält. Im Sonderforschungsbereich SFB TR 103 "Vom Atom zur Turbinenschaufel" werden einkristalline Nickelbasislegierungen auf Basis von CMSX-4® für den Einsatz bei noch höheren Temperaturen weiterentwickelt, wobei auch neue Herstellverfahren eingesetzt werden. Das Ermüdungsverhalten dieser Legierungen wird in der vorliegenden Arbeit anhand von Hochtemperatur-Ermüdungsversuchen untersucht.

Es wurden Low Cycle Fatigue (LCF) Versuche bei 950 °C (lastgesteuert, $R \approx 0,6$) an drei Materialvarianten einer einkristallinen Ni-Basis-Superlegierung der zweiten Generation durchgeführt. Zwei dieser Varianten basieren auf gegossenem Material, das einer Wärmebehandlung mit und ohne heiß isostatischer Verdichtung (HIP) unterzogen wurde. Bei der dritten Variante handelt es sich um additiv (SEBM) hergestelltes Material.

Ziel dieser Versuche war es, den Einfluss der mikrostrukturellen Defekte und Inhomogenitäten auf das Ermüdungsverhalten zu untersuchen. Die drei Materialvarianten wurden so ausgewählt, dass gezielt der Einfluss von Poren (mit und ohne Verdichtung durch HIP) und ihrer Anordnung relativ zur Belastungsrichtung und zur kristallographischen Orientierung analysiert werden konnte. Durch das Testen der additiv hergestellten Materialvariante mit deutlich geringeren Dendritenabständen und kleineren Poren als in den beiden gegossenen Varianten, wurde der Einfluss der Defektgröße und Verteilung auf das Ermüdungsverhalten untersucht. Ermöglicht wird die gezielte Untersuchung der genannten Einflüsse durch eine miniaturisierte Versuchstechnik, die im Rahmen dieser Arbeit entwickelt und erfolgreich erprobt wurde.

Die Ergebnisse der durchgeführten LCF-Versuche zeigen, dass in Proben der $\langle 100 \rangle$ Orientierungen aller drei Materialvarianten Poren im Inneren der Proben als Rissauslöser wirken. Die Risse bilden sich an vielen Poren, was sich in der fraktographischen Untersuchung der Bruchfläche und der metallographischen Schlitze parallel zur Belastungsrichtung zeigt, und schließen sich im weiteren Verlauf des Versuchs zu Rissnetzwerken zusammen. Die Rissbildung wurde bereits nach etwa der Hälfte der Lebensdauer in einem unterbrochenen Versuch beobachtet und spiegelt sich auch in der Entwicklung der plastischen Dehnungsamplitude und des scheinbaren E-Moduls über der Zyklenzahl wider.

In Proben mit kristallographisch äquivalenten Orientierungen ($[001]$ und $[010]$) hat die Anordnung der Poren in Bezug auf die Lastrichtung einen Einfluss auf die Lebensdauer

und die Verformung. Proben mit zeilig angeordneten Poren senkrecht zur Lastrichtung ([010]) zeigen eine kürzere Lebensdauer und eine schnellere Verformung als Proben mit parallel zur Lastrichtung zeilig angeordneten Poren ([001]). Das frühere Versagen und die schnellere Verformung der [010] Proben hängen mit dem höheren Porenflächengehalt in (010) Ebenen im Vergleich zu (001) Ebenen aufgrund der querliegenden Porenzeilen und der dort geringeren Porenabstände zusammen. In den (010) Ebenen der [010] Proben liegt eine nominell höhere Spannung vor, und die Spannungsüberhöhungen an Poren beeinflussen sich aufgrund der geringeren Porenabstände stärker. Bei gleicher Porenanordnung und unterschiedlicher kristallographischer Orientierung zeigte sich, dass $[\bar{1}10]$ orientierte Proben deutlich früher versagen als [010] orientierte Proben. Der Bruch der $[\bar{1}10]$ Proben erfolgte schubspannungskontrolliert entlang von Gleitebenen. Innerhalb Proben der $\langle 110 \rangle$ Orientierungen wurde kein Einfluss der Porenanordnung auf die Lebensdauer festgestellt.

Die geHIPten Proben mit deutlich reduziertem Porenvolumengehalt und nahezu defektfreier Mikrostruktur weisen eine wesentlich höhere Lebensdauer auf als alle anderen Materialvarianten, die Poren enthalten. Sind jedoch statt Poren zusätzliche Defekte wie z.B. Resteutektika und Freckles in dem porenreduzierten Material enthalten, wirken diese als rissauslösend und die Lebensdauer sinkt unterhalb die der anderen nicht nachverdichteten Materialvarianten, was den großen Einfluss von Defekten auf die LCF-Lebensdauer zeigt.

Einkristalline wärmebehandelte SEBM Proben weisen bei gleichem Porenvolumengehalt wie gegossene wärmebehandelte Proben eine längere Lebensdauer auf. Dies ist auf die kleinere Porengröße in dem SEBM Material zurückzuführen. Sobald sich Risse an Poren gebildet haben, geht die Porengröße in die Risslänge mit ein. Daher führt Rissinitiierung an kleinen Poren zu einer geringeren Spannungsintensität an der Risspitze als Rissinitiierung an großen Poren. Gegenläufig wirkt dagegen eine höhere Porendichte mit geringen Abständen zwischen den Poren, wie sie bei den SEBM Proben vorliegt.

Nach den Versuchen wurde in allen einkristallinen Materialvarianten die heterogene Bildung von TCP-Phasenpartikeln (als μ -Phase identifiziert) an Spannungsüberhöhungen wie Poren, Rissen und Gleitbändern sowie entlang von $\{111\}$ Ebenen und isolierten γ -Kanälen parallel zu (010) Ebenen beobachtet. Dies deutet auf lokal unterschiedliche Triebkräfte für die Bildung dieser Partikel hin, die sich auch an der Anzahl und der Größenverteilung der Partikel abhängig von deren Bildungsort zeigt. Es ist davon auszugehen, dass es eine Wechselwirkung von TCP-Phasenpartikeln und elementaren Ermüdungsmechanismen gibt, da die Partikel bereits nach der Hälfte der Lebensdauer in dem Material nahezu ausschließlich an Orten mit lokal erhöhten (Zug-)Spannungen/Dehnungen auftreten.

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungen	ix
Formelzeichen	xi
1. Einleitung	1
1.1. Motivation	1
1.2. Wissenschaftliche Fragestellungen der Arbeit	3
2. Kenntnisstand	5
2.1. Beanspruchungsprofil von Turbinenlaufschaufeln der ersten Reihen in Gasturbinen	5
2.2. Ermüdungsversuche bei Hochtemperatur - Low Cycle Fatigue	6
2.3. Einkristalline Nickelbasis-Superlegierungen	11
2.3.1. Herstellung	11
2.3.1.1. Gießen - Bridgman-Verfahren	11
2.3.1.2. Additive Herstellung - SEBM	12
2.3.1.3. Wärmebehandlung - Konventionell und in der HIP	14
2.3.2. Chemische Zusammensetzung	15
2.3.3. Mikrostruktur	16
2.3.4. Anisotropie mechanischer Eigenschaften	19
2.3.5. Verformungsverhalten bei Hochtemperatur	21
2.3.5.1. Grundlegende Verformungsmechanismen bei Hochtemperatur	21
2.3.5.2. Verformungsmechanismen in Abhängigkeit der Mikrostruktur und der Orientierung	24
3. Experimentelles	27
3.1. Versuchsplan	27
3.1.1. Probenmaterial	27
3.1.2. Proben	31
3.1.3. LCF-Versuche	32
3.1.4. Mikrostrukturelle Untersuchungen	34
3.2. Miniaturisierung der Low Cycle Fatigue Prüftechnik	35
3.2.1. Entwicklung der Probengeometrie	35
3.2.2. Einspannung und Versuchstechnik	40
3.3. Probenherstellung	44
3.4. Versuchsaufbau und -durchführung	45
3.5. Auswertung der während des Versuchs erzeugten Daten	48
3.6. Mikroskopische und mikroanalytische Untersuchung der Proben nach dem Versuch	53

4. Ergebnisse	57
4.1. Mikrostrukturelle und -analytische Charakterisierung des Ausgangsmaterials	57
4.1.1. ERBO/1C (gegossen und konventionell wärmebehandelt)	57
4.1.2. ERBO/1-IHT (gegossen und geHIPT)	60
4.1.3. CMSX-4® SEBM (additiv gefertigt)	63
4.2. Mechanische Versuche	65
4.2.1. ERBO/1C	65
4.2.2. ERBO/1-IHT	74
4.2.3. CMSX-4® SEBM	77
4.3. Mikrostrukturelle und -analytische Untersuchung nach dem Versuch	80
4.3.1. Bruchauslöser und Risspfade	80
4.3.1.1. ERBO/1C	80
4.3.1.2. ERBO/1-IHT	91
4.3.1.3. CMSX-4® SEBM	98
4.3.2. TEM-Untersuchungen	106
4.3.3. TCP-Phasenpartikel	109
5. Diskussion	117
5.1. Bewertung der Miniaturprobengeometrie und der Versuchsdurchführung	117
5.2. ERBO/1C unter LCF-Belastung	118
5.2.1. Verformung und Schädigung bei Belastung in $\langle 100 \rangle$ Richtung	118
5.2.2. Einfluss der Porenanordnung	119
5.2.3. Einfluss der kristallographischen Orientierung	121
5.3. Ermüdungsverhalten von ERBO/1 - IHT	123
5.4. Ermüdungsverhalten von CMSX-4® SEBM (additiv gefertigt)	127
5.4.1. Einfluss von Korngrenzen	127
5.4.2. Einfluss der Wärmebehandlung	129
5.4.3. Vergleich von CMSX-4® SEBM und ERBO/1C	130
5.5. Überlagerung von Ermüdung und Kriechen	134
5.6. TCP-Phasenpartikel-Bildung unter Ermüdungsbeanspruchung	140
6. Zusammenfassung und Ausblick	143
Literaturverzeichnis	145
A. Anhang	157
A.1. Auslegung der Einspannung	157
A.2. Probenoberfläche	158
A.3. Laue-Messungen	159
A.4. Übersicht der mechanischen Ergebnisse	160
A.5. Übersicht der EDX-Messungen an TCP-Phasenpartikeln	161
A.6. Mikrostruktur des Ausgangsmaterials	162
B. Veröffentlichungen	165

Lebenslauf

167

Abkürzungen

APB	Antiphasengrenze (Anti Phase Boundary)
BF	Hellfeld (Bright Field)
CMSX-4®	einkristalline Ni-Basis-Superlegierung der 2. Generation
CT	Computertomographie
DAS	Dendritenarmabstand
DAN	Dehnungsaufnehmer
DS	gerichtet erstarrt (directionally solidified)
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie (Energy Dispersive X-ray spectroscopy)
ERBO/1	einkristalline Ni-Basis-Superlegierung angelehnt an CMSX-4®
FIB-SVT	Focused Ion Beam Slice and View Technique
HIP	Heißisostatisches Pressen
HCF	High Cycle Fatigue
IHT	Integrated Heat Treatment
IP	In Phase (TMF-Zyklus)
kfz	kubisch flächenzentriert
LCF	Low Cycle Fatigue
OP	Out of Phase (TMF-Zyklus)
PX	polykristallin
R	R-Verhältnis
REM	Rasterelektronenmikroskopie

RUS	Resonanz Ultraschall Spektroskopie
SEBM	Selective Electron Beam Melting
SF	Stapelfehler
STEM	Rastertransmissionselektronenmikroskopie (Scanning Transmission Electron Microscopy)
SX	einkristallin
TCP	Topologically close-packed
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
TET	Turbineneintrittstemperatur
TGMF	Thermal Gradient Mechanical Fatigue
TMF	Thermal Mechanical Fatigue
VHCF	Very High Cycle Fatigue

Formelzeichen

Lateinische Formelzeichen

b	[-]	Burgers-Vektor
E	[GPa]	E-Modul
f	[Hz]	Frequenz
G	[GPa]	Schub-Modul
h	[-]	γ -Kanalbreite
K_I	[-]	Spannungsüberhöhung
m	[-]	Schmid-Faktor
\underline{m}	[-]	Gleitrichtung
N	[-]	Zyklenzahl
N_f	[-]	Bruchzyklenzahl
\underline{n}	[-]	Gleitebenennormale
R	[-]	Spannungsverhältnis
R_m	[MPa]	Zugfestigkeit
$R_{p0,2}$	[MPa]	Fließgrenze
r	[mm]	Radius
T	[°C]	Temperatur
T_h	[°C]	höchste Temperatur in Carnot-Prozess
T_n	[°C]	niedrigste Temperatur in Carnot-Prozess

Griechische Formelzeichen

a_γ	[-]	Gitterabstand der γ -Phase
$a_{\gamma'}$	[-]	Gitterabstand der γ' -Phase
γ	[-]	Matrixphase
γ'	[-]	Ausscheidungsphase
δ	[-]	Gitterfehlpassung
$\Delta\varepsilon$	[-]	Gesamtdehnungsschwingbreite
ε_A	[-]	Dehnungsamplitude
ε_{el}	[-]	Elastische Dehnung
ε_{max}	[-]	Maximaldehnung
ε_{min}	[-]	Minimaldehnung
ε_{mittel}	[-]	Mitteldehnung
ε_{pl}	[-]	Plastische Dehnung
η	[-]	Wirkungsgrad
θ	[°]	Winkel zwischen äußerer Spannung und Gleitebenennormalen
λ	[°]	Winkel zwischen äußerer Spannung und Gleitrichtung
ν	[-]	Querkontraktionszahl
σ	[MPa]	Spannung
σ_A	[MPa]	Spannungsamplitude
$\Delta\sigma$	[MPa]	Gesamtspannungsschwingbreite
σ_{max}	[MPa]	Maximalspannung
σ_{min}	[MPa]	Minimalspannung

σ_{mittel}	[MPa]	Mittelspannung
σ_y	[MPa]	Spannung, ab der Gleiten einsetzt
τ	[MPa]	Schubspannung
τ_{CRSS}	[MPa]	kritische orts aufgelöste Schubspannung
τ_{Orowan}	[MPa]	Orowanspannung

1 Einleitung

1.1 Motivation

Die Entwicklung der modernen Gesellschaft geht mit einem steigenden Bedarf an elektrischer Energie und permanent verfügbarer Mobilität einher. Dies zeichnet sich unter anderem an der Steigerung des weltweiten Energieverbrauchs und an der Zunahme der Passagierzahlen im globalen Flugverkehr ab [Dal17], [Ber+16]. Beide Forderungen müssen mit ressourcenschonenden und klimaneutralen Technologien erfüllt werden, um dem Klimawandel und den dadurch entstehenden Risiken entgegen zu steuern. Im Rahmen des Pariser Klimaabkommens aus dem Jahr 2015 [UN15] wurde daher für alle unterzeichnenden Staaten verbindlich das Ziel festgelegt, den Anstieg der globalen Durchschnittstemperatur auf deutlich unter 2 °C über dem vorindustriellen Niveau zu begrenzen. Dies ist nur durch eine deutliche Senkung der CO_2 -Emissionen umsetzbar [Roc+17].

Moderne Gasturbinen nehmen eine Schlüsselrolle bei der Erreichung der internationalen Klimaziele ein. Durch ihren Einsatz als stationäre Gasturbinen in Kraftwerken und in Flugzeugtriebwerken (Abbildung 1.1) tragen sie maßgeblich zu einer lückenlosen Energieversorgung und zur Mobilität der Gesellschaft bei. Niedrigere Kohlenstoffdioxid-Emissionen und die Schonung von natürlichen Brennstoffressourcen lassen sich durch eine Erhöhung des Wirkungsgrades von Turbinen erreichen. Der theoretische Wirkungsgrad η der Turbine entspricht dem Carnot-Wirkungsgrad:

$$\eta = 1 - \frac{T_n}{T_h}. \quad (1.1)$$

Dabei ist die höchste Temperatur T_h die Turbineneintrittstemperatur (TET) und die niedrigste Temperatur T_n die Turbinenaustrittstemperatur. Der Wirkungsgrad der Turbine lässt sich also durch eine Erhöhung der TET steigern.

Diese Temperaturerhöhung stellt hohe Anforderungen an die Werkstoffe, die im Inneren der Turbine eingesetzt werden. Die am höchsten belasteten Bauteile innerhalb der Turbine sind die Turbinenschaufeln der ersten Stufen. Sie müssen sowohl den höchsten thermischen Belastungen durch die hohen Temperaturen der Verbrennungsgase als auch hohen konstanten und schwingenden mechanischen Belastungen standhalten.

Aktuell gibt es nur eine Werkstoffklasse, die unter diesen Belastungen als Turbinenschaufelwerkstoff verwendet wird - die Nickel-Basis-Superlegierungen. Bereits seit Anfang der 1980er Jahre werden sie in einkristalliner Form in Flugzeugtriebwerken eingesetzt [Ree06]. Die Entwicklung der einkristallinen Turbinenschaufeln erfolgte von der polykristallinen

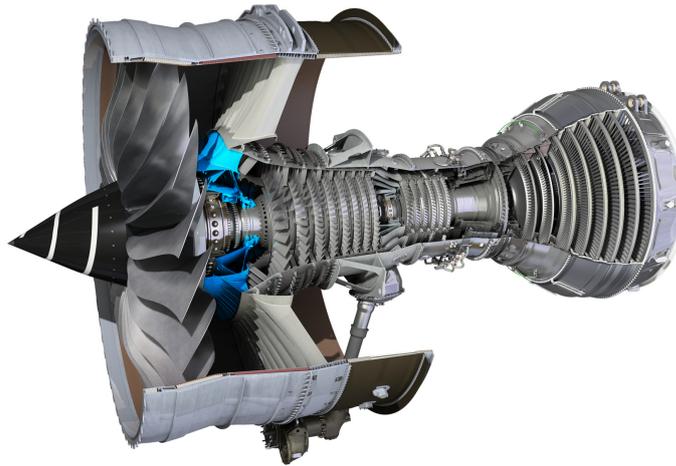


Abbildung 1.1.: Flugzeugtriebwerk Trent XWB von Rolls-Royce in einer Schnittdarstellung. Mit freundlicher Genehmigung von Rolls-Royce plc [Tre]

über die gerichtet erstarrte Ausprägung hin zu der einkristallinen Form mit Hilfe weiterentwickelter Gießverfahren. Der Vorteil der einkristallinen Form liegt darin begründet, dass sie keine Korngrenzen enthält, an denen es zu Schädigungen, z.B. durch Korngrenzengleiten oder Kriechen, kommen kann. Nach der Erstarrung wird durch geeignete Wärmebehandlungen gezielt die sogenannte γ/γ' -Mikrostruktur eingestellt, die essentiell ist für die Erreichung der hohen Festigkeit und Kriechbeständigkeit des Materials bei Hochtemperatur. Es wirken im Wesentlichen zwei festigkeitssteigernde Mechanismen, und zwar die Teilchenhärtung durch die Ausscheidung der kohärenten γ' -Phase in der γ -Phase und die Mischkristallverfestigung der γ -Phase.

Trotz ihres Einsatzes in Turbinenschaufeln seit über 30 Jahren ist das Hochtemperatur-Ermüdungsverhalten der einkristallinen Ni-Basis-Superlegierungen noch nicht vollständig verstanden und untersucht. Um das Werkstoffpotential optimal ausnutzen zu können, ist die genaue Kenntnis der in der Turbinenschaufel während des Einsatzes ablaufenden Prozesse und deren Beeinflussung durch mikrostrukturelle Merkmale nötig.

Die hochkomplexen Belastungen des realen Bauteils, die aus der Überlagerung mechanischer Lasten (durch z.B. die Fliehkraft) mit thermischen und thermisch-induzierten Lasten (durch die hohe TET und die Innenkühlung der Turbinenschaufeln) resultieren, werden in Labor-Ermüdungsversuchen vereinfacht, um die wirkenden Mechanismen untersuchen zu können. In LCF-Versuchen können die mechanischen bzw. die thermisch induzierten mechanischen zyklischen Lasten unter Hochtemperatur, die bei den An- und Abfahrvorgängen einer Gasturbine, wie z.B. bei Start und Landung eines Flugzeugs, an einer Stelle der Schaufel auftreten, untersucht werden. Nicht erfasst werden z.B. Temperaturwechsel und Prozesse, die lange Zeiten beanspruchen und zu Kriechprozessen führen.

1.2 Wissenschaftliche Fragestellungen der Arbeit

Einkristalline Ni-Basis-Superlegierungen weisen eine hohe Anisotropie der mechanischen Eigenschaften auf. Aufgrund der dendritischen Erstarrung mit den für das konventionelle Vakuum-Feinguss-Verfahren typischen Abkühlraten und dem daraus resultierenden Dendritenarmabstand (DAS) von ca. 500 μm , kommen zu der Anisotropie noch makroskopische Gefügeheterogenitäten in Form von dendritischen Seigerungen und Erstarrungsporen hinzu, die im interdendritischen Raum entlang der Erstarrungsrichtung zeitlich anordnet sind. Die Seigerungen werden durch geeignete Wärmebehandlungen nach dem Abguss deutlich reduziert, es bilden sich jedoch gleichzeitig kugelförmige Wärmebehandlungsporen, die meist deutlich kleiner sind als die Erstarrungsporen. Um den schädlichen Einfluss von Poren zu reduzieren, werden Turbinenbauteile aus Nickelbasislegierungen häufig durch heiß isostatisches Pressen (HIP) nachverdichtet.

Die Gefügeheterogenitäten haben Einfluss auf das Verformungs- und Schädigungsverhalten in Turbinenbauteilen. Es ist jedoch noch wenig darüber bekannt, wie sich die Heterogenitäten auf das Ermüdungsverhalten bei Hochtemperatur genau auswirken und welchen Einfluss dabei die kristallografische Orientierung des Materials in Bezug auf die Lastrichtung hat.

Neben dem Gießen gibt es seit einigen Jahren auch die Möglichkeit, Ni-Basis Superlegierungen mit additiven Verfahren herzustellen. In 2015 ist es erstmals gelungen, einkristallines Material mittels selektivem Elektronenstrahlschmelzen bzw. Selective Electron Beam Melting (SEBM) zu generieren [Ram+15], [RK16]. Das SEBM-Material erstarrt dendritisch, wobei die Dendritenarmabstände und die interdendritischen Erstarrungsporen zwei Größenordnungen kleiner sind als in gegossenem Material.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, die Auswirkungen von Gefügeheterogenitäten in verschiedenen Materialvarianten einer Ni-Basis Superlegierung auf das LCF-Verhalten bei Hochtemperatur zu ergründen. Die Untersuchungen finden an Varianten der einkristallinen Legierung ERBO/1 statt, die auf der kommerziellen Legierung CMSX-4® beruht. Die Abkürzung "ERBO" wird im Sonderforschungsbereich Transregio 103 (SFB TR 103) "Vom Atom zur Turbinenschaufel" verwendet und steht für die Standorte der beteiligten Universitäten Erlangen und Bochum. Untersucht werden gegossene Proben im wärmebehandelten Zustand, Proben nach einer Verdichtung durch einen HIP-Prozess und Proben, die mittels SEBM hergestellt wurden.

Folgende wissenschaftliche Fragestellungen sollen beantwortet werden:

- Wie wirken sich Poren und ihre Anordnung relativ zur Belastungsrichtung und zur kristallografischen Orientierung des Probenmaterials auf das Verformungs- und Schädigungsverhalten sowie die Lebensdauer im LCF-Versuch aus?

- Welchen Einfluss hat die Verdichtung von Poren durch heiß isostatisches Pressen auf das LCF-Verhalten?
- Wie ist das LCF-Verhalten von Proben, die mittels SEBM gefertigt wurden und die deutlich geringere Dendritenabstände, kleinere Poren und geringere Seigerungen aufweisen, als gegossene Proben?
- Welche Mechanismen wirken in den verschiedenen Materialvarianten bei der Verformung und Schädigung bei der Hochtemperaturermüdung im LCF-Versuch?

Um die Einflüsse von Werkstoffinhomogenitäten und kristallografischer Orientierung separieren zu können und weil die Dimensionen der verfügbaren Halbzeuge nicht die Entnahme von Normproben in verschiedenen Orientierungen erlauben, ist die Entwicklung einer Miniaturprobe mit entsprechender Versuchstechnik notwendig, diese wird in Abschnitt 3.2 beschrieben.

2 Kenntnisstand

2.1 Beanspruchungsprofil von Turbinenlaufschaufeln der ersten Reihen in Gasturbinen

Die Turbine ist hinter der Brennkammer angeordnet und hat die Aufgabe, das dort erzeugte hochenergetische Verbrennungsgas in eine Wellenleistung umzuwandeln [Brä09]. Ein Arbeitszyklus einer Turbinenschaufel in einem Flugzeugtriebwerk entspricht einem Flug. Während des Flugs treten verschiedene Belastungen auf, die sich aus dem Aufheizen mit Erhöhung der Drehzahl, annähernd konstanter Temperatur und Drehzahl während des Reiseflugs und einer Abnahme der Temperatur und Drehzahl bei Sinkflug und Landung zusammensetzen. Die Turbinenlaufschaufeln sind dabei sehr hohen Temperaturen und den Fliehkräften, die sich aus der Rotation ergeben, ausgesetzt. Eine zusätzliche Belastung resultiert aus der stark korrosiven Umgebung, die durch das heiße Verbrennungsgas erzeugt wird.

Zum Schutz vor den hohen Temperaturen, verfügen die Turbinenschaufeln der ersten Reihen hinter der Brennkammer über ein komplexes System von Kühlluftkanälen und zusätzlich über mehrlagige Schichtsysteme, die sowohl vor den hohen Temperaturen (keramische Wärmedämmschichten meist aus Yttrium-stabilisiertem Zirkonoxid) als auch vor Korrosion (Korrosionsschutzschicht auf PtAl- oder MCrAlY-Basis mit $M = \text{Fe, Ni}$ oder Co) schützen. Die Oxidationsschutzschicht (Dicke 50 - 150 μm) wird oft auch als Haftvermittlerschicht bezeichnet, da sie direkt auf dem Substrat (Ni-Basissuperlegierung) aufgebracht wird und für eine verbesserte Haftung der Wärmedämmschicht sorgt [Bür06]. Die Temperaturen des Verbrennungsgases liegen bei bis zu 1700 °C, was deutlich über der Schmelztemperatur der eingesetzten Ni-Basissuperlegierungen (ca. 1300 °C) liegt [Ree06], [Cum03]. Nur aufgrund der Innenkühlung, die mit bis zu 650 °C warmer Luft aus dem Kompressor gespeist wird, und dem Schichtsystem, das eine Temperaturdifferenz von bis zu 150 °C über der Schichtdicke aufrecht erhalten kann, können Ni-Basissuperlegierungen als Substrat unter diesen Bedingungen eingesetzt werden.

Aus der Innenkühlung der Turbinenschaufel resultieren Temperaturgradienten über der Wanddicke (bis zu 2 mm) der Schaufel, die für hohe mechanische Spannungen im Material sorgen. Im Verlauf eines Arbeitszyklus treten in einer Turbinenschaufel thermische und mechanische Lasten auf, wobei eine Überlagerung von Ermüdungs- und Kriechlasten vorliegt. Aufgrund der Fliehkraft und der Geometrie der Turbinenschaufeln (der Querschnitt nimmt entlang der Längsachse ab) ändern sich die thermischen und mechanischen Beanspruchungen entlang der Schaufellängsachse [Kab09]. Die höchsten Spannungen treten am Fuß der Schaufel auf [Rao+14]. In der Literatur finden sich Angaben über die

Höhe der Zugspannungen und der Temperaturen, die in einer Turbinenlaufschaufel in der ersten Turbinenstufe auftreten. So werden zum Beispiel in [Sch80] Zugspannungen am Schaufelfuß in Höhe von 550 MPa genannt, die von thermisch induzierten mechanischen Belastungen überlagert werden. Für die in diesem Bereich liegenden Temperaturen finden sich in der Literatur Werte von 750 °C bis 950 °C [BD01]. In der Nähe der Schaufelspitze hingegen herrschen Temperaturen von bis zu 1000 °C in Kombination mit niedrigeren Zugspannungen (um die 100 MPa) [Sch80]. Über die gesamte Turbinenschaufel verteilt liegt ein breites Spektrum von Temperaturen und Spannungen zwischen diesen beiden Bereichen (hohe Temperaturen + niedrige Spannungen bzw. niedrige Temperaturen + hohe Spannungen) vor.

2.2 Ermüdungsversuche bei Hochtemperatur - Low Cycle Fatigue

Ermüdung bezeichnet die Materialdegradation, die unter einer zyklischen Belastung eintritt. Die globale Last bei der Ermüdung liegt unterhalb der Fließgrenze. Lokal an Spannungsüberhöhungen treten hingegen zyklische plastische Wechselverformungen auf. Im Gegensatz dazu sind Kriechprozesse, die ebenfalls bei Lasten unterhalb der Fließgrenze des Materials stattfinden, diffusionsgesteuert. Kriechen ist ein zeit- und temperaturabhängiger Prozess, der ab einer homologen Temperatur von etwa $0,4 * T_{Schmelzpunkt}$ stattfindet.

In realen Bauteilen, wie zum Beispiel den Turbinenschaufeln in Flugzeugtriebwerken oder stationären Gasturbinen, liegt, wie in Abschnitt 2.1 beschrieben, häufig eine sehr komplexe Belastungssituation vor. Die Versuchsführung, die dieser Belastungssituation am nächsten kommt, ist Thermal Gradient Mechanical Fatigue (TGMF). Dabei werden Hohlproben mit zyklischen mechanischen und thermischen Lasten beaufschlagt, und zusätzlich wird durch eine Innenkühlung der Proben ein Temperaturgradient über der Probenwand erzeugt. In Thermal Mechanical Fatigue (TMF) Versuchen kann kein Temperaturgradient und auch nicht der daraus resultierende komplexe Spannungszustand abgebildet werden, aber der Wechsel von Last und Temperatur an einer Stelle der Schaufel. So kann beispielsweise mit der “In Phase” Versuchsführung (IP - Maximum von Spannung/Dehnung und Temperatur treten gleichzeitig auf) die Situation an der äußeren Schaufelwand und mit der “Out of Phase” Versuchsführung (OP - Maximum der Spannung/Dehnung tritt gleichzeitig mit dem Minimum der Temperatur auf) die Situation an der inneren Schaufelwand untersucht/abgebildet werden. Low Cycle Fatigue (LCF) Versuche können die zyklischen mechanischen und die thermisch induzierten mechanischen Lasten bei Hochtemperatur abbilden. Damit können zum Beispiel die hohen während der An- und Abfahrvorgänge der Turbine (im Flugzeug also bei Start und Landung) auftretenden Belastungen an einer Stelle der Schaufel abgebildet werden. LCF wird mit Niedriglastwechsellermüdung übersetzt und die Bruchzyklenzahl liegt bei $< 10^4$ bis 10^5 Zyklen [Bür06]. Damit wird LCF von High Cycle Fatigue (HCF) Versuchen abgegrenzt (Hochlastwechsellermüdung), bei denen die

Bruchzyklenzahlen über diesem Bereich liegen [Bür06].

Es gibt zwei Varianten der LCF-Versuchsführung, die Last- und die Dehnungssteuerung. Die Signalverläufe der Steuergrößen können verschiedene Formen aufweisen, wie z.B. sinus-, dreieck- oder trapezförmig. Ein LCF-Versuch lässt sich mit den folgenden Größen beschreiben:

- konstante Temperatur T
- Frequenz (f), mit der die Last/Dehnung aufgebracht wird
- Mittelspannung/-dehnung
- Spannungs-/Dehnungsamplitude
- minimale bzw. maximale Spannung/Dehnung
- R-Verhältnis, Verhältnis von minimaler zu maximaler Last/Dehnung
- Bruchzyklenzahl (N_f)

Das R-Verhältnis berechnet sich mit Gleichung (2.1) zu

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} \text{ bzw. } \frac{\varepsilon_{min}}{\varepsilon_{max}}, \quad (2.1)$$

mit der minimalen bzw. maximalen Spannung σ_{min} bzw. σ_{max} und der minimalen bzw. maximalen Dehnung ε_{min} bzw. ε_{max} . Die Last- und die Dehnungssteuerung bilden verschiedene Lastsituationen in Turbinenschaufeln ab. Die Dehnungssteuerung repräsentiert Bereiche in der Schaufel, die in ihrer Ausdehnung behindert werden. Lastgesteuerte Versuche bilden vereinfacht die mechanische Belastung ab, die durch die Fliehkraft auf die Laufschaufeln wirkt.

Abbildung 2.1 zeigt die schematische Auftragung der Spannung über der Dehnung für einen Zyklus eines LCF-Versuchs mit vollständiger Lastumkehr ($R=-1$). Aus der Tangentensteigung, die an der Hystereseurve während des Entlastungsteils abgelesen werden kann, kann mit Hilfe des Hookeschen Gesetzes der E-Modul bestimmt werden [Chr09]. Das Hookesche Gesetz ist in Gleichung (2.2) formuliert, mit der Spannung σ , dem E-Modul E und der elastischen Dehnung ε_{el} :

$$\varepsilon_{el} = \frac{\sigma}{E}. \quad (2.2)$$

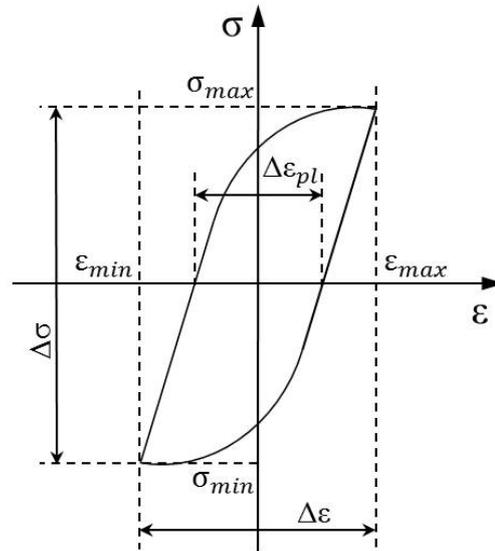


Abbildung 2.1.: Schematische Darstellung einer Hysterese während eines LCF-Versuchs mit den relevanten Größen

Die Gesamtdehnung ε kann in die elastische und die plastische Dehnung ε_{pl} zerlegt werden:

$$\varepsilon = \varepsilon_{pl} + \varepsilon_{el} = \varepsilon_{pl} + \frac{\sigma}{E}. \quad (2.3)$$

$\Delta\sigma$ und $\Delta\varepsilon$ bezeichnen die Gesamtspannungs- und Gesamtdehnungsschwingbreite eines Zyklus:

$$\Delta\sigma = \sigma_{max} - \sigma_{min} \quad (2.4)$$

$$\Delta\varepsilon = \varepsilon_{max} - \varepsilon_{min}. \quad (2.5)$$

Für die plastische Dehnungsschwingbreite $\frac{\Delta\varepsilon_{pl}}{2}$ gilt:

$$\frac{\Delta\varepsilon_{pl}}{2} = \frac{\Delta\varepsilon}{2} - \frac{\Delta\sigma}{2E}. \quad (2.6)$$

In lastgesteuerten LCF-Versuchen mit konstanter Lastamplitude zeigt die Auftragung der

plastischen Dehnungsamplitude $\frac{\Delta\varepsilon_{pl}}{2}$ über der Zyklenzahl für die meisten metallischen Werkstoffe den in Abbildung 2.2 dargestellten Verlauf. Die Kurve lässt sich in drei Bereiche einteilen: Eine anfängliche Wechselver- oder -entfestigung des Werkstoffs, die durch eine Ab- oder Zunahme der plastischen Dehnungsamplitude gekennzeichnet ist (durchgezogene bzw. gestrichelte Linie), einen anschließenden zyklischen Sättigungsbereich mit annähernd konstanter Dehnungsamplitude und einer gegen Ende durch Rissbildung und -ausbreitung einsetzenden Entfestigung. Meist befindet sich die Probe den größten Teil ihrer Lebensdauer in dem Bereich der zyklischen Sättigung. Ähnliche Diagramme und Zusammenhänge gelten auch für dehnungsgesteuerte LCF-Versuche [Chr09].

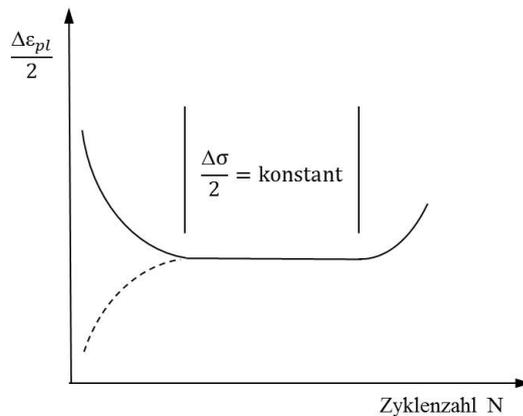


Abbildung 2.2.: Schematische Darstellung der Entwicklung der plastischen Dehnungsamplitude über der Zyklenzahl während eines lastgesteuerten LCF-Versuchs bei konstanter Lastamplitude

Abhängig von der Art der Versuchsführung (last- oder dehnungsgesteuert) und dem R-Verhältnis treten verschiedene Phänomene während der LCF-Versuche auf. In lastgesteuerten Versuchen, bei denen die Mittelspannung > 0 ist, nimmt die mittlere Dehnung von Zyklus zu Zyklus zu (siehe Abbildung 2.3(a)). Dieses Verhalten wird als zyklisches Kriechen oder auch Ratcheting (von dem englischen Wort *ratchet* für Ratsche) bezeichnet. Es entsteht durch Versetzungsbewegungen, die in einkristallinen Ni-Basis-Superlegierungen überwiegend in den γ -Kanälen ablaufen. Die γ' -Ausscheidungen wirken als Hindernis für die Bewegung von Versetzungen. Wenn Versetzungen die Hindernisse überwinden, resultiert daraus ein plastischer Dehnungsanteil, der zu der Erhöhung der Mitteldehnung beiträgt [RHB12]. Bei dehnungsgesteuerten Versuchen wird bei konstanter minimaler und maximaler Dehnung die Relaxation der Mittelspannung beobachtet (siehe Abbildung 2.3(b)). Diese Relaxation lässt sich ebenfalls aus der Versetzungsbewegung und der daraus resultierenden plastischen Verformung ableiten. Sobald Versetzungsbewegungen, wie z.B. Gleitprozesse,

in dem Material stattfinden, führt das zu einer plastischen Verlängerung der Probe beim Erreichen der maximalen Dehnung. Diese plastische Verformung sorgt dafür, dass bei dem Erreichen der minimalen Dehnung Druckspannungen in dem Material entstehen [Bür06], [Chr09], [RHB12].

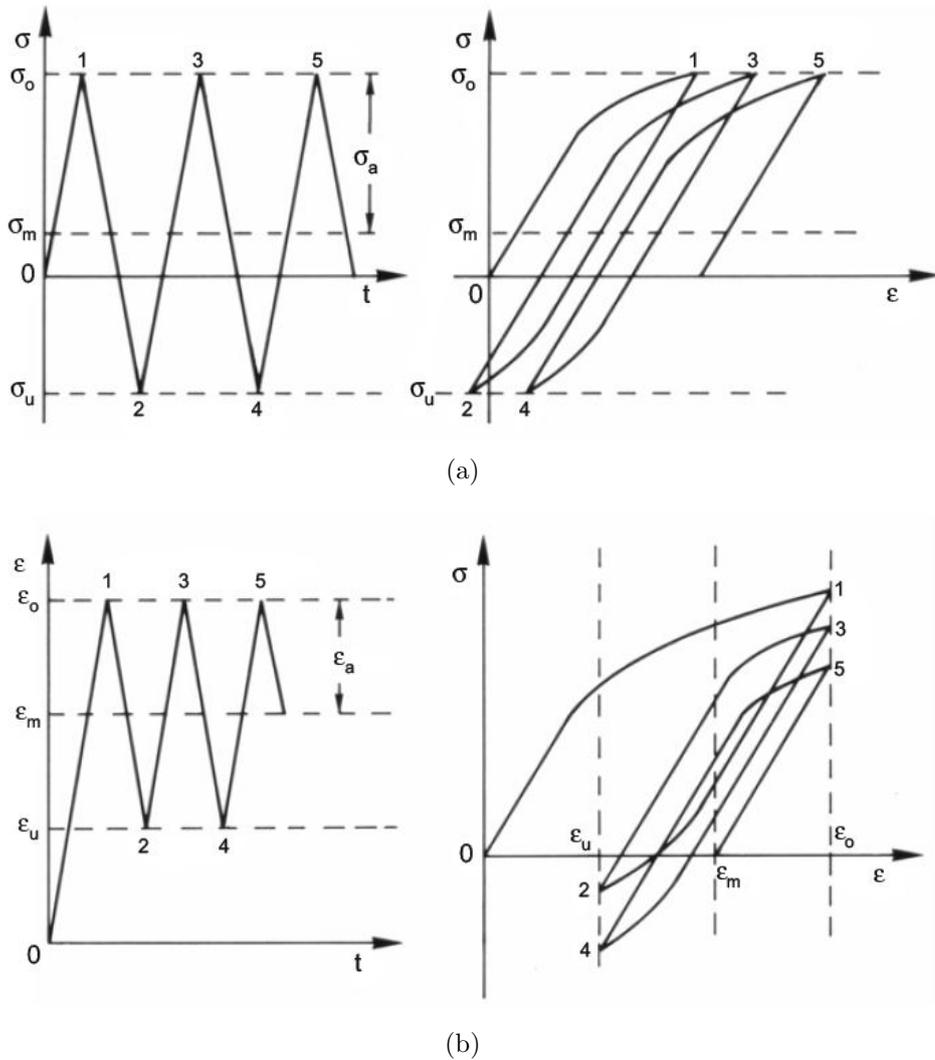


Abbildung 2.3.: Zyklisches Kriechen (Ratcheting) während spannungsgesteuerter Versuchsführung (a) und Relaxation der Mittelspannung bei dehnungsgeleiteter Versuchsführung (b) Bilder aus "Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik" von R. Bürgel verwendet mit Genehmigung von Vieweg+Teubner im Format Dissertation via Copyright Clearance Center

Der Zusammenhang zwischen der Lastwechselzahl bis zum Versagen, N_f , und der Belastung wird in sogenannten Wöhlerdiagrammen dargestellt. Dabei wird die Spannungs- bzw. Dehnungsamplitude oder die maximale Spannung bzw. Dehnung über der erreichten Bruchzyklenzahl, meist in doppelt logarithmischer Form, aufgetragen. In ähnlicher Weise

lässt sich bei Versuchen mit einem R-Verhältnis von $R \neq -1$ die Mittelspannung (für lastgesteuerte Versuche) bzw. die Mitteldehnung (bei dehnungsgesteuerten Versuchen) über N_f auftragen und so der Einfluss der Mittelspannung bzw. Mitteldehnung auf die Lebensdauer darstellen.

Bei erhöhten Temperaturen wurde bei metallischen Werkstoffen für einen Frequenzbereich von $\sim 0,01-0,1$ Hz eine Abhängigkeit der Lebensdauer von der Prüffrequenz festgestellt [MHN75], [Dan88].

2.3 Einkristalline Nickelbasis-Superlegierungen

2.3.1 Herstellung

2.3.1.1 Gießen - Bridgman-Verfahren

Aktuell werden als Werkstoffe für die Turbinenlaufschaufeln der ersten Reihen einkristalline Ni-Basissuperlegierungen eingesetzt. Die konventionelle Herstellung einkristalliner Ni-Basissuperlegierungen erfolgt mit dem Vakuum-Feingussverfahren nach dem Bridgman-Verfahren (siehe Abbildung 2.4) [Bri31], [VS70]. Mit diesem Verfahren können sowohl stängelkristalline (mehrere Körner mit Vorzugsorientierung parallel zur Erstarrungsrichtung und unterschiedlicher Sekundärorientierung) Halbzeuge als auch Einkristalle gegossen werden.

Bei dem Bridgman Verfahren wird das Schmelzgut in einer Gussform in einem Ofen geschmolzen. Die Gussform steht auf einer wassergekühlten Kupferplatte. Zur Erstarrung wird die Gussform nach unten aus dem Ofenraum gefahren und gleichzeitig über die Kupferplatte gekühlt. Auf diese Weise entsteht ein Temperaturgradient, der dafür sorgt, dass die Erstarrung an der Kupferplatte beginnt und dann entlang der Abzugsrichtung fortschreitet (siehe Abbildung 2.4). Die Art der Erstarrung ist abhängig von dem Temperaturgradienten und der Erstarrungsgeschwindigkeit [KF98]. Dendritische Erstarrung erfolgt bei Ni-Basis Superlegierungen bei einem Temperaturgradienten von 10 bis 100 °C/cm, der sich bei Abzugsgeschwindigkeiten von 5 bis 40 cm/h einstellt [PT06]. Das resultiert in Dendritenabständen von ca. 500 μm . Mit einem höheren Temperaturgradienten stellen sich

die Dendritenwachstumsrichtung liegt parallel zu der kristallographischen [001] Richtung. Die Schmelze zieht sich während der Erstarrung zusammen. Da die Dendriten zuerst erstarren und wachsende Dendritenarme das Nachfließen der Schmelze in die interdendritischen Räume behindern können, bilden sich in diesen interdendritischen Bereichen Erstarrungsporen.

Für die Herstellung von Einkristallen muss eine Kornselektion zu Beginn des Erstarrungs-

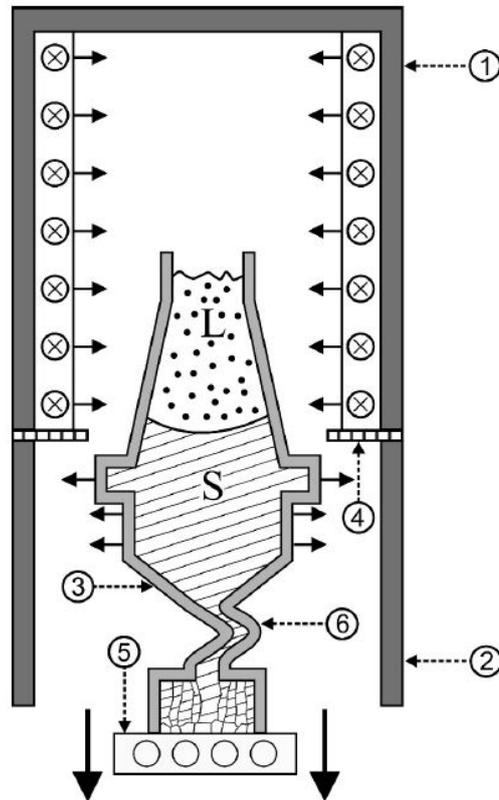


Abbildung 2.4.: Prinzipskizze des Bridgman-Verfahrens. (1) Heizkammer, (2) Abzugskammer, (3) Gussform, (4) Hitzeschild, (5) wassergekühlte Kupferplatte, (6) spiralförmiger Einkristallselektor. Bild aus "Science and Engineering of Casting Solidification" von D. Stefanescu verwendet mit Genehmigung von Springer im Format Dissertation via Copyright Clearance Center. [Ste09]

prozesses erfolgen. Dazu wird meist ein Kornselektor eingesetzt. Dieser ist spiralförmig und befindet sich zwischen der Kupferplatte und der Gussform. Seine Geometrie ist so gewählt, dass von den Körnern, die an der Kupferplatte erstarren, nur eines bis zum Ende der Spirale wächst, um anschließend die gesamte Gussform auszufüllen [Gao+12], [GSA84], [Ree06].

2.3.1.2 Additive Herstellung - SEBM

Eine neue alternative Herstellmethode für gerichtet erstarrte und einkristalline Nickelbasis-Superlegierungen ist die additive Herstellung mittels Selective Electron Beam Melting (SEBM).

Bei dem SEBM-Verfahren liegt das Ausgangsmaterial, z.B. die Ni-Basis-Superlegierung, als vorlegiertes Pulver vor. Die Pulverpartikel sind kugelförmig und haben Durchmesser

von etwa 40 - 110 μm . Der Bauprozess läuft unter einer kontrollierten Helium-Atmosphäre von 10^{-3} mbar ab. Dadurch wird die Oxidation des Pulvers während des Bauprozesses vermieden. Das Pulver wird abwechselnd aufgetragen (in Schichtdicken von 50 - 100 μm) und durch Abrastern mit einem Elektronenstrahl aufgeschmolzen [RK16].

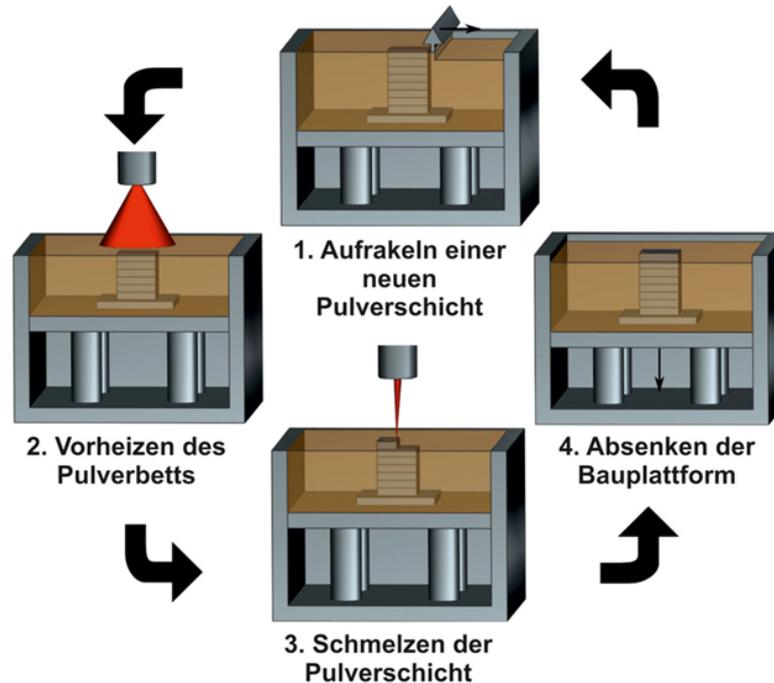


Abbildung 2.5.: Ablauf-Schema des SEBM-Prozesses (Quelle: [Fau], mit freundlicher Genehmigung von M. Ramsperger)

Abhängig von der gewünschten Erstarrungsform (polykristallin PX oder einkristallin SX) werden verschiedene Strahlführungen angewendet. Während des Bauprozesses wird die auf eine Bauplatte aufgetragene Pulverschicht zunächst mit einem defokussierten Elektronenstrahl aufgeheizt und anschließend mit einem fokussierten Elektronenstrahl aufgeschmolzen. Danach wird die Bauplatte abgesenkt und die nächste Pulverschicht aufgetragen (siehe Abbildung 2.5). Im Fall von CMSX-4® werden die Parameter so gewählt, dass sich eine konstante Pulverbetttemperatur von 1000 °C einstellt. Die Erstarrung der Schmelze erfolgt dendritisch mit der Dendritenwachstumsrichtung entlang der Baurichtung. Aufgrund der inhärenten hohen Temperaturgradienten und Erstarrungsgeschwindigkeiten sind die Dendritenabstände in dem mittels SEBM produzierten Material um bis zu zwei Größenordnungen geringer als in konventionell gegossenem Material. Die geringeren Dendritenabstände führen zu einer feineren Porosität mit kleineren Poren als in gegossenen Legierungen [LS07]. Mit dem SEBM-Verfahren können selbst komplexe Geometrien ohne Gussform hergestellt werden.

2.3.1.3 Wärmebehandlung - Konventionell und in der HIP

Nach der dendritischen Erstarrung liegen innerhalb des Materials chemische Konzentrationsunterschiede aufgrund von Seigerungen zwischen den dendritischen und den interdendritischen Bereichen vor [Par+14]. Es befinden sich außerdem häufig Resteutektika (bestehend aus größeren und unregelmäßig geformten primären γ' -Ausscheidungen) in den interdendritischen Bereichen, die sich negativ auf Ermüdungs- und Kriecheigenschaften auswirken können und daher aufgelöst werden müssen. Zur Beseitigung dieser Inhomogenitäten wird das Material wärmebehandelt. Darüber hinaus dient die Wärmebehandlung der Einstellung der Größe, der Form und der homogenen Verteilung der γ' -Ausscheidungen [Par+14] [Bür06]. Die Wärmebehandlung ist mehrstufig und besteht aus einer Lösungsglühung mit stufenförmigem Temperaturprofil und einer anschließenden Ausscheidungshärtung [Par+14]. Nach der Lösungsglühung liegt die γ - γ' -Struktur mit unregelmäßig geformten γ' -Ausscheidungen vor. Um die γ' -Phase in der gewünschten Größe und Verteilung auszuscheiden, wird eine zweistufige Ausscheidungshärtung durchgeführt.

Im Fall der mittels SEBM-Verfahren hergestellten Superlegierungen führen die geringeren Dendritenabstände zu kürzeren Diffusionswegen und damit zu deutlich kürzeren Wärmebehandlungsdauern. Die Lösungsglühung dauert nur ca. 20 Minuten und die zweistufige Ausscheidungshärtung ist nach zweieinhalb Stunden abgeschlossen [Ram+15] [RK16].

Um die Gussporen zu schließen und die Bildung von Wärmebehandlungsporen zu unterdrücken, kann die Wärmebehandlung von einkristallinen Nickelbasis-Superlegierungen in einer heißisostatischen Presse durchgeführt werden. Dazu wird während der Lösungsglühung ein konstanter isostatischer Druck auf das Material aufgebracht, der aufgrund des großen Druckunterschiedes zu den inneren Hohlräumen für ein Schließen der Poren im Inneren (nicht an der Oberfläche) in Form von Kriechprozessen führt [Epi+14]. Dieser Prozess wird während der Lösungsglühung durchgeführt, da bei den dort vorliegenden Temperaturen die Fließgrenze des Materials niedriger ist als bei Raumtemperatur. Dadurch können die Verformungs- und Diffusionsprozesse beschleunigt werden, und der erforderliche Druck, der zum Schließen der Poren notwendig ist, wird reduziert. Die HIP-Behandlung wird meist unter einer Argon-Atmosphäre bei Drücken zwischen 100 - 200 MPa durchgeführt. Die Temperaturführung der in situ Wärmebehandlung in der HIP entspricht der konventionellen Wärmebehandlung. Verfügt das HIP-System über die Möglichkeit der schnellen und kontrollierten Abkühlung/Abschreckung, kann darüber die Größe der γ' -Ausscheidungen nach der Lösungsglühung beeinflusst werden. Eine höhere Abkühlrate führt zu feineren γ' -Ausscheidungen [MR+16a]. Die Größe der γ' -Ausscheidungen nach der Lösungsglühung beeinflusst die Größe der γ' -Ausscheidungen, die sich nach der anschließenden zweistufigen Ausscheidungshärtung einstellt in der Form, dass kleinere Ausscheidungen vor der Ausscheidungshärtung zu kleineren Ausscheidungen danach führen [MR+16a].

2.3.2 Chemische Zusammensetzung

Einkristalline Nickel-Basis-Superlegierungen basieren auf einem komplexen Legierungssystem, das aus bis zu 15 Elementen besteht [Bür06]. Nickel als Basismetall verfügt über einen Schmelzpunkt von 1455 °C, der durch das Zulegieren weiterer Elemente sinkt. Trotz dieses im Vergleich zu den Betriebstemperaturen in einer Turbine niedrigen Schmelzpunktes, eignen sich diese Legierungen besonders gut für die Anwendung als Turbinenschaufel, da sich ihre Festigkeit und die Korrosionsbeständigkeit gut durch geeignete Legierungskonzepte steigern lässt. Ein weiterer Vorteil dieser Legierungsklasse ist, dass ihre kubisch flächenzentrierte Kristallstruktur (kfz) während der Erwärmung und Abkühlung keine Gitterumwandlung durchläuft. Nachteilig sind jedoch die geringe Temperaturleitfähigkeit und der hohe thermische Ausdehnungskoeffizient [Bür06], [Ree06].

Basierend auf der Entwicklung der Zusammensetzung dieser Legierungen werden sie in vier Generationen eingeteilt. Aufgrund der Komplexität dieser Legierungssysteme beeinflusst die Zugabe oder das Austauschen eines Legierungselementes immer mehrere Eigenschaften gleichzeitig. Grundsätzlich beruht das Legierungskonzept der einkristallinen Ni-Basis-Superlegierungen auf zwei Mechanismen der Festigkeitssteigerung: Mischkristallverfestigung und Teilchenhärtung. Die Teilchenhärtung basiert auf der Ausscheidung der γ' -Phase (Ni_3Al) in der γ -Phase. Die Mischkristallverfestigung wird durch das Zulegieren von den Elementen Re, W, Cr und Co erhöht, die die Versetzungsbewegungen in der γ -Phase behindern.

Legierungen der ersten Generation setzen sich hauptsächlich aus den Elementen Cr, Co, Mo, W, Al, Ti, Ta und Ni zusammen. Dabei ist Al wichtig für die Bildung der γ' -Phase und wird in allen Legierungen mit 6 Gew.-% zulegiert. Ta und Ti können Al in der γ' -Phase substituieren und werden deshalb ebenfalls zulegiert. Cr wird zur Erhöhung der Oxidationsbeständigkeit und der Mischkristallverfestigung beigelegt. In Legierungen der zweiten Generation besteht der größte Unterschied zu denen der ersten Generation in der Zugabe von Rhenium (ca. 3 Gew.-%), das die Mischkristallverfestigung erhöht und die Gitterfehlpassung der γ - γ' -Phasen herabsetzt [GA85], [Har+92]. Charakteristisch für einkristalline Ni-Basis-Superlegierungen der zweiten Generation ist außerdem ein erhöhter Gehalt von Aluminium, Tantal und Titan zur Einstellung eines höheren Volumenanteils der γ' -Phase ($\sim 70\%$) [Eri94]. Um die Anfälligkeit der Legierung zur Bildung von spröden intermetallischen TCP-Phasen (TCP - topologically close packed) zu reduzieren, wurde der Gehalt der mischkristallverfestigenden Elemente wie Cr, Mo, W und Re jedoch nur begrenzt erhöht [Ree06]. In Legierungen der dritten Generation wurde der Re-Anteil sogar auf ca. 6 Gew.-% erhöht; dies resultierte jedoch in einer stärkeren Anfälligkeit zur Bildung von TCP-Phasenpartikeln, was sich negativ auf die Kriecheneigenschaften auswirkt [CK99]. Um die TCP-Phasenbildung zu unterdrücken, wurde in Legierungen der vierten Generation der Re-Anteil wieder reduziert und stattdessen Ruthenium hinzugefügt [Wal+04], [Ree06].

2.3.3 Mikrostruktur

Die Mikrostruktur einkristalliner Ni-Basis-Superlegierungen weist großskalige und kleinskalige Gefügeinhomogenitäten auf. Zu den großskaligen Inhomogenitäten zählen die Dendriten und die damit verbundenen Seigerungen, die dadurch zustande kommen, dass die entsprechenden Elemente unterschiedliche Löslichkeiten in der Schmelze und im Mischkristall haben [Bür06]. So reichert sich z.B. Re bevorzugt in den Dendriten an und Al liegt bevorzugt in den interdendritischen Räumen vor. Auch nach der Wärmebehandlung lassen sich noch Konzentrationsunterschiede zwischen den dendritischen und den interdendritischen Bereichen feststellen [Par+14]. Diese Unterschiede können sich negativ auf die Festigkeit auswirken, da sie zu einer inhomogenen Verteilung der festigkeitssteigernden Elemente führen. In SEBM Material fallen diese Konzentrationsunterschiede geringer aus, da die Dendritenabstände eine bis zwei Größenordnungen kleiner sind als in gegossenem Material [RSK16]. Eine weitere Inhomogenität, die sich aus der dendritischen Erstarrung ergibt, sind die in Abschnitt 2.3.1.1 bereits erwähnten Erstarrungsporen, die zeilig angeordnet in den interdendritischen Bereichen vorliegen (siehe Abbildung 2.6). Sie haben meist abgerundete unregelmäßige Formen mit Ausdehnungen/Durchmessern von bis zu $200\ \mu\text{m}$ [Buc+15]. Die Erstarrungsporen in SEBM Material sind etwa zwei Größenordnungen kleiner als die in gegossenem Material, was auf die kleineren Dendritenabstände in SEBM Material zurückzuführen ist [Rut+16], [LS07].

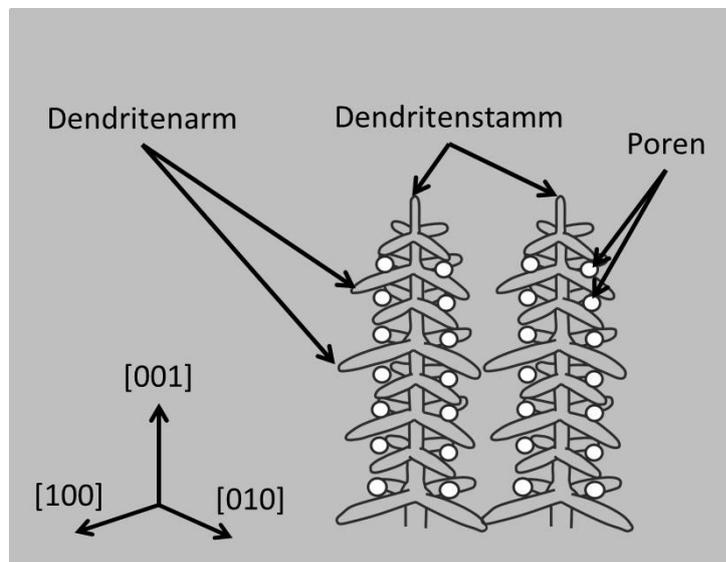


Abbildung 2.6.: Skizze der Anordnung von Poren und Dendriten

Eine weitere Inhomogenität, die mit der dendritischen Erstarrung zusammenhängt, sind Freckles. Freckles sind zeilig in den interdendritischen Bereichen angeordnete Ketten aus Körnern, die Orientierungsunterschiede zur Umgebung aufweisen können. Sie entstehen wenn aufgrund zu starker Strömungen in der Schmelze während der Erstarrung Dendri-

tenarme abbrechen und in den interdendritischen Bereichen als neue Keimbildungsorte wirken [GK70], [PT06], [Bür06]. Ebenfalls in den interdendritischen Bereichen kann es während der Erstarrung zu groben γ - γ' -Resteutektika kommen; diese sollen durch die Wärmebehandlung beseitigt werden. Resteutektika weisen häufig einen erhöhten Cr-Gehalt auf, und in deren direkter Umgebung liegt meist ein Cr-Mangel in der Mikrostruktur vor, was sich negativ auf die Mischkristallverfestigung auswirkt [MR+16b]. Während der Wärmebehandlung bildet sich eine zweite Art von Poren, die sogenannten Wärmebehandlungs- oder Homogenisierungsporen [Epi+02], [Buc15]. Diese sind überwiegend kugelförmig und haben einen Durchmesser von ca. $10\ \mu\text{m}$. Darüber hinaus kommt es in mittels SEBM Prozess hergestelltem Material herstellungsbedingt zu einer zusätzlichen Inhomogenität, einer Schichtigkeit der chemischen Elementverteilung und der Dendritenstammdurchmesser entlang der Baurichtung des Materials. Die heterogene Elementverteilung kommt dadurch zustande, dass während des SEBM-Prozesses vorzugsweise Al und Cr in den oberen $50\ \mu\text{m}$ jeder aufgeschmolzenen Schicht verdampfen [Kör16]. Nach der mehrstufigen Wärmebehandlung (siehe Abschnitt 2.3.1.3) liegen die Elemente homogen verteilt vor.

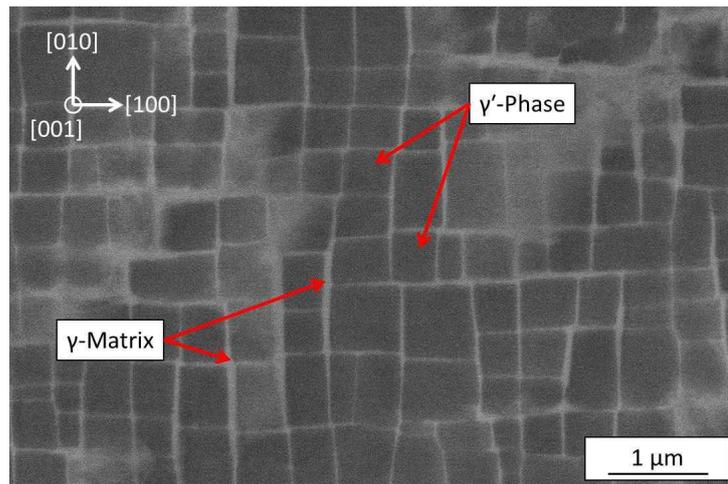


Abbildung 2.7.: REM-Aufnahme der γ - γ' -Mikrostruktur von ERBO/1C

Die γ - γ' -Struktur mit würfelförmigen γ' -Ausscheidungen in der γ -Phase bildet die kleinskalige Inhomogenität der einkristallinen Ni-Basis-Superlegierungen. Die Würfelkanten der γ' -Phase sind parallel zu den $\langle 100 \rangle$ Richtungen angeordnet (siehe Abbildung 2.7). Der Aufbau der γ' -Phase folgt der geordneten $L1_2$ -Struktur. In dieser Struktur sind die Elementarzellen kubisch flächenzentriert (kfz), wobei die Würfecken mit Al-Atomen und die Flächen mit Ni-Atomen besetzt sind. Die γ -Matrix liegt in einer ungeordneten kfz Struktur vor. Die γ' -Phase wird kohärent in der γ -Matrix ausgeschieden. Die Gitterabstände der $L1_2$ Elementarzelle sind etwas kleiner als die der kfz Zelle. Daraus resultiert eine geringe Fehlpassung der beiden Phasen. Diese Gitterfehlpassung (δ) berechnet sich mit

der Gleichung (2.7)

$$\delta = 2 \cdot \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma'} + a_{\gamma}}, \quad (2.7)$$

in die der Gitterabstand der γ' -Phase $a_{\gamma'}$ und der γ -Matrix a_{γ} eingeht. Die meisten einkristallinen Ni-Basis-Superlegierungen, auch CMSX-4® bzw. ERBO/1, haben eine negative Gitterfehlpassung. Die unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten der γ - und γ' -Phase führen dazu, dass die Gitterfehlpassung mit steigender Temperatur abnimmt [Nat87]. Die Gitterfehlpassung führt auch ohne eine extern aufgebrachte Last zu unterschiedlichen Spannungszuständen in den beiden Phasen, die man als Kohärenzspannungen bezeichnet [Mug09]. Die Kohärenzspannungen bilden sich bei negativer Fehlpassung so aus, dass die γ' -Phase unter Zug steht und in den γ -Kanälen Druckspannungen vorliegen (siehe Abbildung 2.8). In SEBM-Material ist die Größe der γ' -Würfel aufgrund der hohen Prozesstemperaturen während der Herstellung abhängig von der Position entlang der Bau-Achse und erreicht zwischen 50 nm (nah an der Oberfläche) und 430 nm (etwa 15 mm von der Oberfläche entfernt) [RSK16].

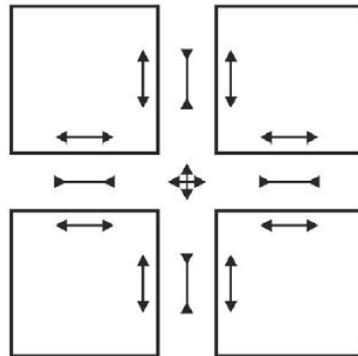


Abbildung 2.8.: Skizze der Kohärenzspannungen, die aufgrund der negativen Gitterfehlpassung in einkristallinen Ni-Basis-Superlegierungen in γ - und γ' -Phase vorliegen. Bild aus "Ledges and grooves at γ/γ' interfaces of single crystal superalloys" von A.B. Parsa et al. verwendet mit Genehmigung von Pergamon im Format Dissertation via Copyright Clearance Center

Durch eine Überlagerung der Kohärenzspannungen mit einer externen Last ändern sich die Spannungszustände in den beiden Phasen, und es kann bei Hochtemperatur zu einer gerichteten Vergrößerung der γ' -Phase in Form von Floßbildung (englisch Rafting) kommen. Rafting beeinflusst die mechanischen Eigenschaften bei Hochtemperatur (siehe Abschnitt 2.3.5).

Eine weitere Inhomogenität, die in Ni-Basis-Superlegierungen auftreten kann, sind intermetallische Ausscheidungen, wie die bereits erwähnten TCP-Phasen. Die TCP-Phasen, die

in SX Ni-Basis-Superlegierungen am häufigsten auftreten, sind die μ -, σ - und die Laves-Phasen. Sie verfügen über komplexe Kristallstrukturen mit oft sehr großen Einheitszellen. Sie bestehen überwiegend aus den Elementen, die zur Mischkristallverfestigung beitragen. Beispielsweise hat die μ -Phase die Zusammensetzung $(\text{Co}, \text{Fe})_7(\text{Mo}, \text{W})_6$ und bildet eine hexagonal rhomboedrische Kristallstruktur aus [Bür06]. TCP-Phasen ordnen sich in dichtest gepackten Ebenen an, zwischen denen Schichten größerer Atome liegen. Im as cast Zustand vor der Wärmebehandlung treten TCP-Phasenpartikel bevorzugt in den Dendriten auf, da dort ein erhöhter Anteil der zur Bildung notwendigen Elemente vorliegt [SC98]. Lokal in diesen Bereichen liegen TCP-Phasen im thermodynamischen Gleichgewicht vor [LG+16]. Bestimmte kristallographische $\{111\}$ Ebenen der μ -Phasen liegen parallel zu $\{111\}$ Ebenen der γ - γ' -Mikrostruktur und weisen zu diesen Ebenen nur eine geringe Fehlpassung auf. Dadurch bilden sich semi-kohärente Grenzflächen zwischen der γ - γ' -Mikrostruktur und der μ -Phase. Das resultiert in einer hohen Anzahl von Versetzungen um die μ -Phase herum, durch die sich die Spannungen, die aus der Fehlpassung resultierten, abbauen [SC98]. Durch die mehrstufige Wärmebehandlung von Ni-Basis-Superlegierungen können die TCP-Phasenpartikel wieder aufgelöst werden.

2.3.4 Anisotropie mechanischer Eigenschaften

Einkristalline Ni-Basis-Superlegierungen weisen eine hohe Anisotropie ihrer mechanischen Eigenschaften sowohl im elastischen als auch im plastischen Bereich auf. Die Anisotropie der elastischen Eigenschaften zeigt sich deutlich in dem E-Modul von Nickel, der die höchsten Werte für $\langle 111 \rangle$ -Richtungen und die niedrigsten Werte in $\langle 100 \rangle$ -Richtungen aufweist (siehe Abbildung 2.9). Mit steigender Temperatur nimmt der E-Modul in allen drei kristallographischen Hauptorientierungen ($\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ und $\langle 111 \rangle$) ab [DES15].

Eine weitere Anisotropie tritt in Bezug auf die Orientierung der zeilig angeordneten Poren auf. Diese Porenzeilen können z.B. in den $\langle 100 \rangle$ -Richtungen sowohl parallel ($[001]$ -Richtung) als auch senkrecht ($[010]$ - und $[100]$ -Richtung) angeordnet vorliegen. In Turbinenlaufschau-feln ist die $[001]$ Richtung parallel zu der Schauffellängsachse orientiert, wobei die Poren entlang der Wachstumsrichtung zeilig zwischen den Dendriten angeordnet sind.

Die Beschreibung der Anisotropie der plastischen Eigenschaften erfolgt meist mit dem Schmid'schen Schubspannungsgesetz [SB35]. In kfz Kristallgittern wie der γ -Matrix sind die $\{111\}$ Ebenen die dichtest gepackten Ebenen und die $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ Richtungen die dichtest gepackten Richtungen. Daher finden Gleitprozesse in kfz Gittern auf Gleitsystemen vom Typ $1/2\langle 1\bar{1}0 \rangle\{111\}$ statt. Aus der Kombination von vier unabhängigen Ebenen und drei unabhängigen Richtungen ergeben sich 12 Gleitsysteme für das kfz Gitter [RHB12].

Mit Hilfe des Schmid'schen Schubspannungsgesetzes lässt sich für eine von außen angelegte Normalspannung σ berechnen, welche Schubspannung τ daraus folgend in den einzelnen

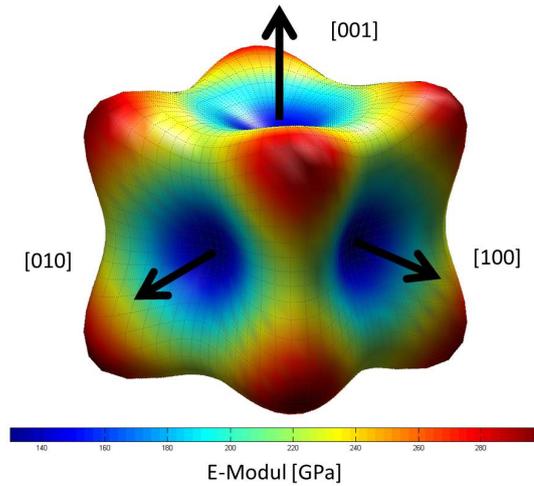


Abbildung 2.9.: Graphische Darstellung des E-Moduls von Nickel bei Raumtemperatur in Abhängigkeit der kristallographischen Orientierung mit Hilfe der Software DECcalc [MS10]

Gleitsystemen vorliegt [RHB12]. Für ein einzelnes Gleitsystem, das durch den Winkel λ zwischen der Lastrichtung und der Gleitrichtung \underline{m} und dem Winkel θ zwischen der Lastrichtung und der Gleitebenennormalen \underline{n} charakterisiert wird, gilt Gleichung (2.8).

$$\tau = \sigma \cos(\lambda) \cos(\theta) \quad (2.8)$$

Das Produkt aus $\cos(\lambda)$ und $\cos(\theta)$ bezeichnet man als Schmid-Faktor m . Die Abbildung 2.10 veranschaulicht die Lagebeziehungen für die Berechnung des Schmid-Faktors.

Gleiten setzt ab einer kritischen ortsaufgelösten Schubspannung τ_{CRSS} (critical resolved shear stress) ein. Die dazu erforderliche äußere Spannung σ_y berechnet sich mit Gleichung (2.9)

$$\sigma_y = m \tau_{CRSS}. \quad (2.9)$$

In der γ' -Phase laufen Gleitprozesse auf Gleitsystemen des Typs $1/6\langle 112 \rangle \{111\}$ ab [SGFK96]. Einen Überblick über die Schmid-Faktoren und die Anzahl der aktivierten Gleitsysteme abhängig von der kristallographischen Orientierung zeigt Tabelle 2.1.

Mit zunehmender plastischer Verformung verringern sich die anfänglichen Winkel zwischen Gleitebene/Gleitrichtung und Belastungsrichtung, dadurch steigt der Schmid-Faktor [Sur98].

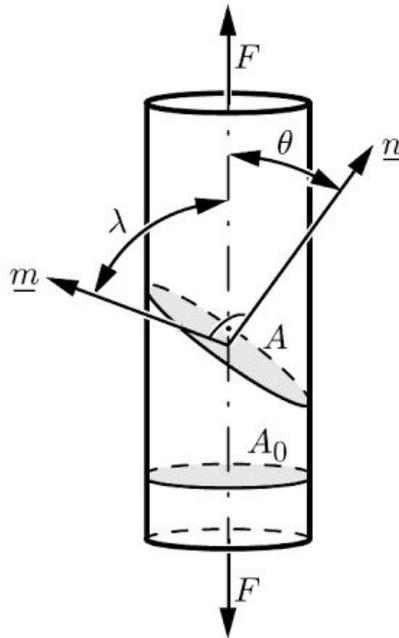


Abbildung 2.10.: Prinzipskizze zur Verdeutlichung der Lagebeziehungen für die Berechnung des Schmid-Faktors. Bild aus "Mechanisches Verhalten der Werkstoffe" von J. Rösler, H. Harders, M. Bäker verwendet mit Genehmigung von Springer im Format Dissertation via Copyright Clearance Center

Tabelle 2.1.: Gleitsysteme mit korrespondierenden Schmid-Faktoren und der Anzahl der aktiven Gleitsysteme bei einer äußeren Spannung in einer der drei kristallographischen Hauptrichtungen $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ oder $\langle 111 \rangle$ nach [SFK98]

	[001]	[011]	[111]
γ Gleitsystem $1/2\langle 110 \rangle\{111\}$			
Schmid-Faktor	0,41	0,41	0,27
Anzahl	8	4	6
γ' Gleitsystem $1/6\langle 112 \rangle\{111\}$			
Schmid-Faktor	0,47	0,47	0,31
Anzahl	4	2	3

2.3.5 Verformungsverhalten bei Hochtemperatur

2.3.5.1 Grundlegende Verformungsmechanismen bei Hochtemperatur

Grundsätzlich sind die elementaren Verformungsmechanismen in Ermüdungs-, Kriech- und Zugversuchen bei Hochtemperatur in einkristallinen Ni-Basis-Superlegierungen gleich. Es ist

abhängig von den Temperatur- und Spannungsniveaus, welche Mechanismen im Speziellen auftreten. Im Folgenden werden die elementaren sowie die mikro- und makroskopischen Verformungsmechanismen bei Hochtemperatur erläutert.

Es gibt drei mögliche Mechanismen, wie die γ' -Phase von Versetzungen überwunden werden kann. Dazu zählen der Orowan-Prozess (Umgehen von γ' -Phasen), Schneid-Prozesse und Klettervorgänge [Bür06].

Die Versetzungsbewegung in einkristallinen Ni-Basis-Superlegierungen mit γ - γ' -Mikrostruktur während einer mechanischen Belastung läuft zunächst nur in den γ -Kanälen ab. Die γ' -Phase wirkt als Hindernis für die Versetzungen und kann nur bei höheren Temperaturen und Spannungen durch komplexe Versetzungsreaktionen überwunden werden. So ist zum Beispiel zum Scheren oder Schneiden der γ' -Phase durch Versetzungen ein Aufspalten bzw. eine Kombination von Versetzungen nötig, was wiederum zu der Entstehung weiterer Gitterfehler wie Antiphasengrenzen (APB *Anti Phase Boundary*) oder Stapelfehlern führt [PE84], [Muk+91], [HB11].

Das Überwinden der γ' -Phase durch Versetzungen tritt in der Regel erst bei höheren Spannungen auf. Die dazu notwendige Spannung bezeichnet man als Orowanspannung (τ_{Orowan}) [Ash64], und sie wird mit der Gleichung (2.10) berechnet zu

$$\tau_{Orowan} = \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{G * b}{h}. \quad (2.10)$$

In diese Gleichung gehen der Burgers-Vektor (b) der Versetzung, der Schub-Modul (G) und die γ -Kanalbreite (h) ein. Aus der Gleichung geht hervor, dass eine schmalere γ -Kanalbreite zu einer höheren benötigten Spannung zum Überwinden der γ' -Phase durch Versetzungen führt.

Die Gesetzmäßigkeiten, nach denen Schneid-Prozesse in Ni-Basis-Superlegierungen ablaufen, sind komplexer als die der Orowan-Prozesse und hängen davon ab, welche Versetzungsreaktionen an der Phasengrenzfläche von γ - und γ' -Phase ablaufen (Aufspalten von Versetzungen oder Durchlaufen von Versetzungspaaren). Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass größere γ' -Phasen leichter von Versetzungen geschnitten werden können als kleinere γ' -Phasen. Dies führt zu einer Abnahme der Festigkeit von Legierungen mit größeren γ' -Phasen [Sch93]. Bei der Betrachtung von Kletterprozessen alleine zeigt sich jedoch, dass größere γ' -Phasen einen größeren Widerstand gegen das Überklettern von Versetzungen bieten [Bür06]. Das Zusammenspiel dieser Mechanismen, die zu der Teilchenhärtung beitragen, ist in Ni-Basis-Superlegierungen komplex.

Zu Beginn der Hochtemperaturverformung in einkristallinen Ni-Basis-Superlegierungen kommt es zunächst zu der vermehrten Bildung von Versetzungen in γ -Kanälen. Diese bilden

im weiteren Verlauf Versetzungsnetzwerke an γ/γ' -Grenzflächen aus. Diese Netzwerke führen dazu, dass die zuvor kohärenten Grenzflächen degradieren [Ree06]. Dies ist der erste Schritt des Beginns des sogenannten Raftings. Wie bereits in Abschnitt 2.3.3 erwähnt, kommt es dabei zu einer gerichteten Vergrößerung der γ' -Phase, und es bilden sich Flöße, sogenannte Rafts. Liegt eine negative (positive) Gitterfehlpassung vor, bilden sich die Rafts unter Zugbelastung senkrecht (parallel) zur Lastrichtung aus. Diese Rafts entstehen durch eine Kombination von mechanischer Belastung und Diffusionsprozessen von γ' -bildenden Elementen, die bei einer negativen Gitterfehlpassung von den horizontalen (in Bezug auf Lastrichtung) in die vertikalen γ -Kanäle diffundieren. Eine geraftete Mikrostruktur führt zu einer schnelleren Verformung, da die Rafts semikohärente Ausscheidungen sind und dadurch die Kohärenzspannungen, die vor dem Rafting zwischen der γ - und der γ' -Phase vorlagen, reduziert werden. Das erleichtert das Schneiden der γ' -Phase durch Versetzungen. Zusätzlich führt die Bildung von Rafts zu einer Abnahme der γ/γ' -Grenzfläche pro Volumen durch das Verschwinden der vertikalen γ -Matrixkanäle [Sch93].

Während lastgesteuerter LCF-Versuche mit einem R-Verhältnis von $R=0$ an CMSX-4® in [001] Orientierung bei 950 °C beschränkt sich die Verformung bei Belastungen unterhalb der Fließspannung auf die γ -Kanäle, und Rafting tritt auf. Dies lässt sich durch eine längere Versuchsdauer und daher mehr Zeit für Diffusionsprozesse erklären. Oberhalb der Fließspannung liegen Versetzungen auch in der γ' -Phase in Form von Versetzungspaaren vor. Rafting tritt nicht oder nur selten auf [Cha+07], [WR03].

[MK01] zeigen anhand unterbrochener lastgesteuerter LCF-Versuche, dass die Versetzungsstrukturen bei 950 °C und einer Maximalspannung von 480 MPa ($R=0$), denen von Kriechversuchen ähneln. Nach einem Drittel der Lebensdauer lag eine hohe Versetzungsdichte in den γ -Kanälen und an den γ - γ' -Grenzflächen vor. Nach dem Bruch wurden durch APB-Mechanismen gescherte γ' -Partikel beobachtet. Zu Beginn von Ermüdungsversuchen beschränkt sich die Versetzungsaktivität auf die γ -Kanäle, die senkrecht zu der Belastungsrichtung liegen (horizontale Kanäle), die vertikalen Kanäle sind nahezu versetzungsfrei (bei negativer Gitterfehlpassung). Mit steigender Zyklenzahl bilden sich auch in den vertikalen Kanälen Versetzungen [BD01]. [Hon+11] berichten in dehnungsgesteuerten LCF-Versuchen ($R=0$, 950 °C) ebenfalls von einer homogenen Verteilung der Versetzungen in den γ -Kanälen.

Im Hinblick auf die makroskopischen Verformungsmechanismen in LCF-Versuchen an Proben aus einkristallinen Ni-Basis-Superlegierungen in [001] Orientierung werden in der Literatur folgende Beobachtungen gemacht: Bei Versuchstemperaturen unter 950 °C entstehen Risse an Gussporen im Inneren des Materials und bei Temperaturen über 950 °C entstehen Risse bevorzugt durch oxidationsgesteuerte Mechanismen an der Probenoberfläche [MK01], [GGM86], [Hon+11], [WR03]. Diese Beobachtungen sind unabhängig davon, ob last- oder dehnungsgesteuerte Versuche durchgeführt wurden. Wenn ein Materialvolumen,

das Poren enthält, mit einer Kraft belastet wird, bildet sich an dem Äquator der Poren entlang des gesamten Porenumfangs eine Spannungsüberhöhung aus [Esh57],[Esh59]. In defektfreiem Material (ohne Poren) bilden sich Risse an der Probenoberfläche. Dort ist die zyklische plastische Verformung leichter möglich aufgrund der reduzierten Randbedingungen, die zu dem ebenen Spannungszustand führen. Enthält das Material jedoch homogen verteilte Defekte wie Poren, starten Risse an oberflächennahen Defekten im Inneren des Materials [LK03], [LG75]. Risse entstehen sowohl in LCF- als auch in Kriechversuchen erst im letzten Drittel der Lebensdauer, vorher sind keine Anzeichen von Rissbildung in der Mikrostruktur zu erkennen [MK01], [BD01], [Sch93]. Meist sind Risse, falls mehrere auftreten, nach dem Bruch nur in der Nähe der Bruchfläche zu sehen. Die Rissausbreitung verläuft zunächst senkrecht zur Belastungsrichtung, und wenn die Spannung aufgrund des abnehmenden tragenden Querschnitts die kritische Schubspannung erreicht, erfolgt die weitere Ausbreitung entlang der kristallographischen $\{111\}$ Ebenen [MK01].

2.3.5.2 Verformungsmechanismen in Abhängigkeit der Mikrostruktur und der Orientierung

Die kristallographische Orientierung der Proben hat einen erheblichen Einfluss auf das Verformungsverhalten bei Hochtemperatur. Dehnungsgesteuerte LCF-Versuche an einkristallinen Ni-Basis-Superlegierungen verschiedener Orientierungen zeigen, dass Proben mit einem niedrigeren E-Modul (z.B. in $[001]$ Orientierung) höhere Lebensdauern aufweisen als Proben mit höherem E-Modul (z.B. in $[110]$ Orientierung) [Ant84], [Yu+10]. Von der kristallografischen Orientierung hängt auch die Lage der Gleitsysteme in Bezug auf die Lastrichtung ab, was zu unterschiedlichen Schmid-Faktoren und einer veränderten Anzahl der aktiven Gleitsysteme führt [Ant84]. Kristallographische Orientierungen, bei denen mehrere Gleitsysteme mit den gleichen Schmid-Faktoren aktiviert werden (z.B. vier in $[001]$ Orientierung), stellen stabile Systeme dar, da sich die Versetzungen auf den verschiedenen Systemen gegenseitig beeinflussen und behindern können [SFK98]. In Proben in $[110]$ Orientierung hingegen werden nur zwei Gleitsysteme aktiviert, was zu einem instabileren System führt. Ein Gleitvorgang auf einem der beiden Systeme führt zu einer Gitterrotation, die die orts aufgelöste kritische Schubspannung in dem zweiten Gleitsystem erhöht [KOG70].

In Kriechversuchen bei Temperaturen von 800 °C bis 1000 °C wurde beobachtet, dass Risse an Poren im Inneren der Proben entstehen [Mae+07], [Sch93]. Auf der Bruchfläche sind diese anhand kristallographischer Facetten zu erkennen [SP93]. Ein Schema der Anordnung dieser Facetten ist in Abbildung 2.11(a) gezeigt. Um die Pore herum, hat sich eine Facette gebildet, die parallel zur (001) Ebene liegt. Die vier Kanten dieser Facette verlaufen parallel zu $\langle 110 \rangle$ Richtungen. An die vier Kanten dieser Facette grenzt jeweils eine weitere Facette, die parallel zu einer $\{111\}$ Ebene ausgerichtet ist. Die Spannungsüberhöhung an der Pore führt zu dem Spaltbruch einzelner γ' -Phasen an dem Porenrand. Nach der Spaltung setzt

sich der Riss in den γ -Kanälen entlang von Gleitebenen fort, bis an der Grenzfläche zu einer γ' -Phase die für einen Spaltbruch erforderliche Spannung erreicht ist, die anschließend zu dem Spaltbruch der nächsten γ' -Phase führt. Auf diese Weise breiten sich Risse an Poren unter Kriechbelastung aus (siehe Abbildung 2.11(b)-(e)) [SP93].

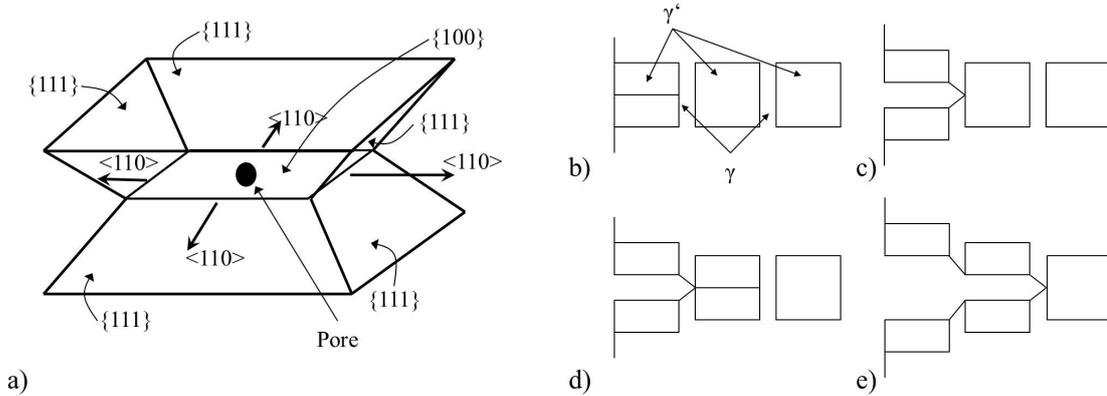


Abbildung 2.11.: Orientierung der kristallographischen Facetten um Poren auf Bruchflächen (a) und Entstehung der Facetten (b)-(e). Bilder aus "The creep fracture of a single-crystal superalloy" von A.H. Sherry und R. Pilkington verwendet mit Genehmigung von Elsevier im Format Dissertation via Copyright Clearance Center. Die Konturen der Zeichnungen und die Beschriftungen wurden nachgezeichnet zur besseren Sichtbarkeit.

Darüber hinaus zeigte sich in Kriechversuchen, dass die Lage der zeitig angeordneten Porosität in Bezug zur Belastungsrichtung einen Einfluss auf die Lebensdauer hat. So zeigen Kriechversuche an $[001]$ (Porosität parallel zur Belastungsrichtung) und $[100]$ Proben (Porosität senkrecht zur Belastungsrichtung) ein früheres Versagen der $[100]$ Proben bei ansonsten gleichen Versuchsparametern [Mae+07], [Egg09]. Wenn Porenzeilen senkrecht zu der Belastungsrichtung liegen, beeinflussen (verstärken) sich die einzelnen Spannungsüberhöhungen wenn der Abstand l zwischen den Poren kleiner ist als der 6-fache Radius r der Poren [PP08]. Bei größeren Abständen findet keine gegenseitige Beeinflussung mehr statt, und die Poren können als einzelne Poren betrachtet werden [PP08]. In Kriechversuchen an Proben in $[001]$ Orientierung mit vergrößerten interdendritischen Bereichen (hergestellt durch eine langsame Abkühlgeschwindigkeit während des Gießprozesses) wurde beobachtet, dass Proben, in denen die Poren näher aneinander liegen (lokal hohe Porendichte) früher versagen als Proben mit homogen verteilten Poren [CVM09].

Das Schließen oder Verkleinern der Poren durch eine HIP-Behandlung zeigt in LCF-Versuchen an geHIPten und ungeHIPten Proben, dass ein positiver Einfluss (in Form einer längeren Lebensdauer) nur bei Temperaturen unter 750°C und bei niedrigen Last-/Dehnungsniveaus auftritt [Epi+14]. Bei höheren Temperaturen dominiert meist die Oxidation als versagensauslösender Mechanismus. Kriechversuche an geHIPtem Material

zeigen nur einen geringen Einfluss der HIP-Behandlung, da gegen Ende des Kriechversuchs neue Poren (Kriechporen) gebildet werden, an denen sich Risse bilden. Zu Beginn der Kriechversuche haben Poren keinen großen Einfluss [Buc+15]. In [MR+16b] wurde zwar ein positiver Einfluss der HIP-Behandlung auf das Kriechverhalten in Form einer niedrigeren minimalen Kriechrate beobachtet, dieser Effekt beruht jedoch auf den schmalen γ -Kanälen des geHIPten Materials, die die Versetzungsbewegung erschweren, dies wurde ebenfalls in [Ste+14] und [Chi+16] gezeigt.

3 Experimentelles

3.1 Versuchsplan

3.1.1 Probenmaterial

Die Auswahl des Probenmaterials für die Hochtemperatur LCF-Versuche erfolgte mit dem Ziel, die Einflüsse der in Abschnitt 1.2 beschriebenen mikrostrukturellen Parameter auf das Ermüdungsverhalten getrennt voneinander untersuchen zu können. Als Ausgangsmaterial dient immer einkristallines Material mit der Spezifikation von CMSX-4® (siehe Tabelle 3.1). Das Material wird im Sonderforschungsbereich Transregio 103 als ERBO/1 bezeichnet und in Form von weitgehend einkristallinen Gussblöcken von zwei Herstellern (Doncasters Precision Casting Bochum und Howmet Arconic ehem. Alcoa) zur Verfügung gestellt. Die Elementgehalte der Materialien beider Hersteller zeigen eine gute Übereinstimmung (siehe [MR+16a]), und die relevanten mikrostrukturellen Merkmale, wie Dendritenabstände sowie Größe und Morphologie der Poren und der γ - γ' -Mikrostruktur sind ebenfalls ähnlich. Im Rahmen dieser Arbeit wurde das Material der Firma Howmet Arconic untersucht.

Tabelle 3.1.: Spezifikation der chemischen Zusammensetzung von CMSX-4® [Har+92]

	Al	Co	Cr	Hf	Mo	Re	Ta	Ti	W	Ni
Elementgehalt in Gew.-%	5,6	9	6,5	0,1	0,6	3	6,5	1	6	Rest

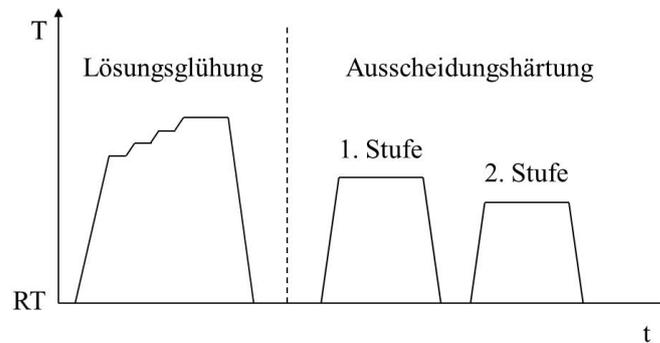
CMSX-4® (und damit auch ERBO/1) ist eine einkristalline Ni-Basis-Superlegierung der sogenannten zweiten Generation (siehe Abschnitt 2.3.2) [Ree06]. Sie stellt eine Weiterentwicklung der Legierung CMSX-2® dar, von der sie sich hauptsächlich durch die Zugabe von Rhenium (3 Gew.-%) und weiteren Refraktärelementen wie Molybdän und Wolfram zur Erhöhung der Mischkristallverfestigung unterscheidet [Har+92]. Die Zugfestigkeit und die Fließgrenze von CMSX-4® in Abhängigkeit der Temperatur können aus Tabelle 3.2 entnommen werden [Sen+94].

Tabelle 3.2.: Zugfestigkeit und Fließgrenze von CMSX-4® in [001] Orientierung aus [Sen+94]

mechanische Kennwerte	Fließgrenze $R_{p0,2}$ [MPa]	Zugfestigkeit R_m [MPa]
Raumtemperatur	880 - 930	890 - 940
950 °C	660 - 750	830

In dieser Arbeit werden in Ermüdungsversuchen drei Varianten von ERBO/1 untersucht:

Materialvariante 1 ist ERBO/1C, das "C" steht für den wärmebehandelten Zustand des Materials. Die Wärmebehandlung besteht aus einer Lösungsglühung mit anschließender zweistufiger Auslagerung (siehe Abbildung 3.1 und siehe Abschnitt 2.3.1.3), [Wol17].



(a)

Lösungsglühen	RT $\xrightarrow{20\text{ K/min}}$ 1h Halten bei 1290 °C $\xrightarrow{<1\text{ K/min}}$ 6h Halten bei 1300 °C – 1315 °C $\xrightarrow{150\text{ K/min}}$ ab 800 °C $\xrightarrow{\text{Luftkühlung}}$ RT
Ausscheidungs- härten	1. Stufe: 4h Halten bei 1140 °C 2. Stufe: 16h Halten bei 870 °C

(b)

Abbildung 3.1.: Mehrstufige Wärmebehandlung von ERBO/1 mit (a) Darstellung des zeitlichen Verlaufs und (b) den quantitativen Parametern. (Mit freundlicher Genehmigung von P. Wollgramm [Wol17])

ERBO/1C wird in Form von Gussplatten mit den Maßen (110x100x20) mm^3 bereitgestellt. Die Gussplatten wurden im Bridgman-Verfahren von der Firma Howmet Arconic unter der Verwendung eines Kristallselektors gegossen. Eine solche Gussplatte ist in Abbildung 3.2 gezeigt. Auf der Oberfläche vieler ERBO/1C Gussblöcke sind anhand von Helligkeits- und Farbunterschieden zusätzliche Körner, sogenannte Fremdkörner, sichtbar (siehe Abbildung 3.2). Die Erstarrungsrichtung der Dendriten ([001]-Richtung) verläuft entlang der Längsachse der Gussplatten und die Sekundärorientierung ist näherungsweise parallel zu den Kanten des Gussblocks ausgerichtet.

Aufgrund seiner Einkristallinität verfügt ERBO/1C über eine starke Anisotropie der mechanischen Eigenschaften. Der E-Modul von ERBO/1C in Abhängigkeit von der Temperatur für die drei kristallographischen Hauptorientierungen wurde in [DES15] mittels Resonanz Ultraschall Spektroskopie (RUS) bestimmt (siehe Tabelle 3.3).

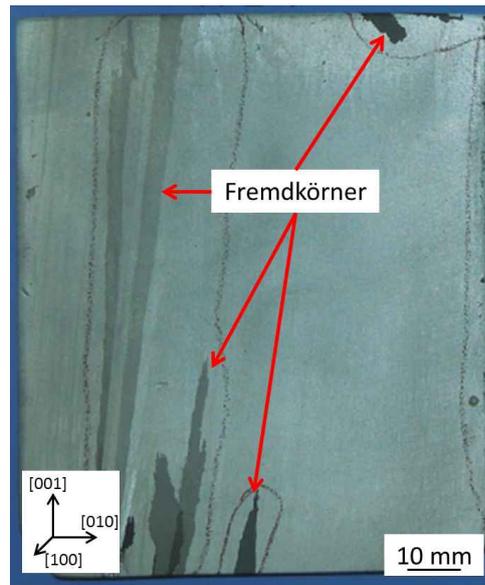


Abbildung 3.2.: ERBO/1C Gussblock mit den Maßen (110x100x20) mm^3

Tabelle 3.3.: E-Modul der Legierung ERBO/1C aus [DES15]

E-Modul in [GPa]	$\langle 100 \rangle$ -Orientierung	$\langle 110 \rangle$ -Orientierung	$\langle 111 \rangle$ -Orientierung
Raumtemperatur	126	233	320
950 °C	89	172	243

Materialvariante 2, die in dieser Arbeit untersucht wird, ist ERBO/1-IHT (Integrated Heat Treatment). Nach dem Guss werden die ERBO/1 as-cast Gussplatten in einer heißisostatischen Presse (HIP) wärmebehandelt. Diese Wärmebehandlung wurde an der Ruhr-Universität Bochum in der HIP des Typs Quintus QIH-9 URQ der Firma Avure Technologies durchgeführt. Das besondere an der angewendeten Wärmebehandlung sind die sehr hohen Abkühlraten von 20-45 K/s nach der Lösungsglühung (solutioning in Abbildung 3.3) und der konstante Druck von 100 MPa, der während der gesamten Behandlung aufgebracht wird (siehe Abbildung 3.3) [MR+16a].

Ziel des Heißpressens im Kontext der vorliegenden Arbeit ist in erster Linie das Verschließen der interdendritischen Poren. Zusätzlich dazu kann über die Geschwindigkeit der Abkühlung nach der Lösungsglühung und über die Dauer der Ausscheidungshärtung (aging in Abbildung 3.3) die Feinheit der γ - γ' -Mikrostruktur beeinflusst werden.

In dieser Arbeit werden drei geHIPte Materialvarianten untersucht, die sich in der Höhe der Temperatur während der Lösungsglühung und der Dauer der ersten Stufe der Ausscheidungshärtung (t_{AH1}) unterscheiden: ERBO/1-IHT-1 ($T_{LG} = 1290$ °C, $t_{AH1} = 4$ h bei 1140 °C), ERBO/1-IHT-2 ($T_{LG} = 1310$ °C, $t_{AH1} = 6$ h bei 1140 °C) und ERBO/1-IHT-3 ($T_{LG} = 1310$ °C, $t_{AH1} = 4$ h bei 1140 °C). Alle drei Varianten wurden mit einer Abkühlge-

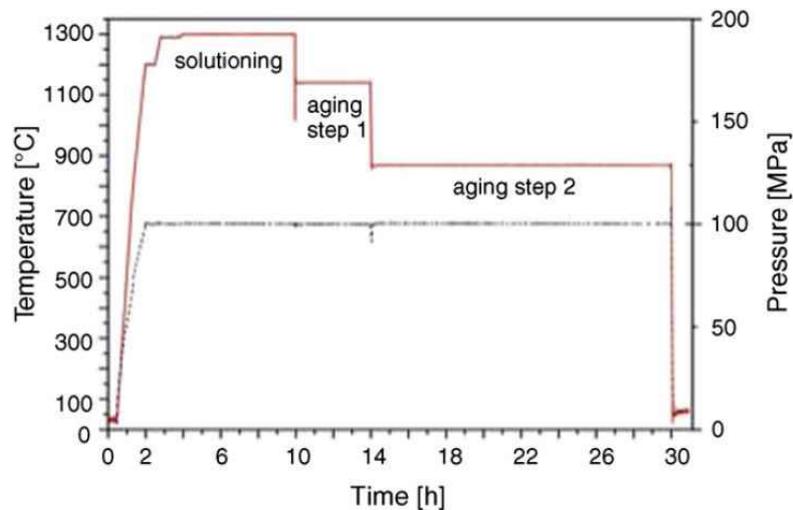


Abbildung 3.3.: Temperatur-Druck-Profil der Wärmebehandlung von ERBO/1-IHT-1. Bilder aus "Influence of temperature, pressure, and cooling rate during hot isostatic pressing on the microstructure of an SX Ni-base superalloy" von L. Mujica Roncery et al. verwendet mit Genehmigung von Elsevier im Format Dissertation via Copyright Clearance Center.

schwindigkeit von 43 K/s nach der Lösungsglühung abgeschreckt, und die zweite Stufe der Ausscheidungshärtung erfolgte bei 870 °C für eine Dauer von 16 h.

Materialvariante 3 ist mittels Selective Electron Beam Melting (SEBM) gefertigtes CMSX-4®. ERBO/1 und SEBM CMSX-4® haben die gleiche chemische Zusammensetzung. Für die in dieser Arbeit durchgeführten LCF-Versuche steht zylinderförmiges SEBM CMSX-4® Material mit einem Durchmesser von 12 mm und einer Höhe von 55-75 mm zur Verfügung (siehe Abbildung 3.4).

Wie in Abbildung 3.4 zu sehen ist, weisen die SEBM-Zylinder einen polykristallinen Randbereich und Konus auf. Für die Entnahme von ein- oder stängelkristallinen Proben steht ein Bereich mit etwa 5 mm Durchmesser und einer Länge von 40-60 mm zur Verfügung.

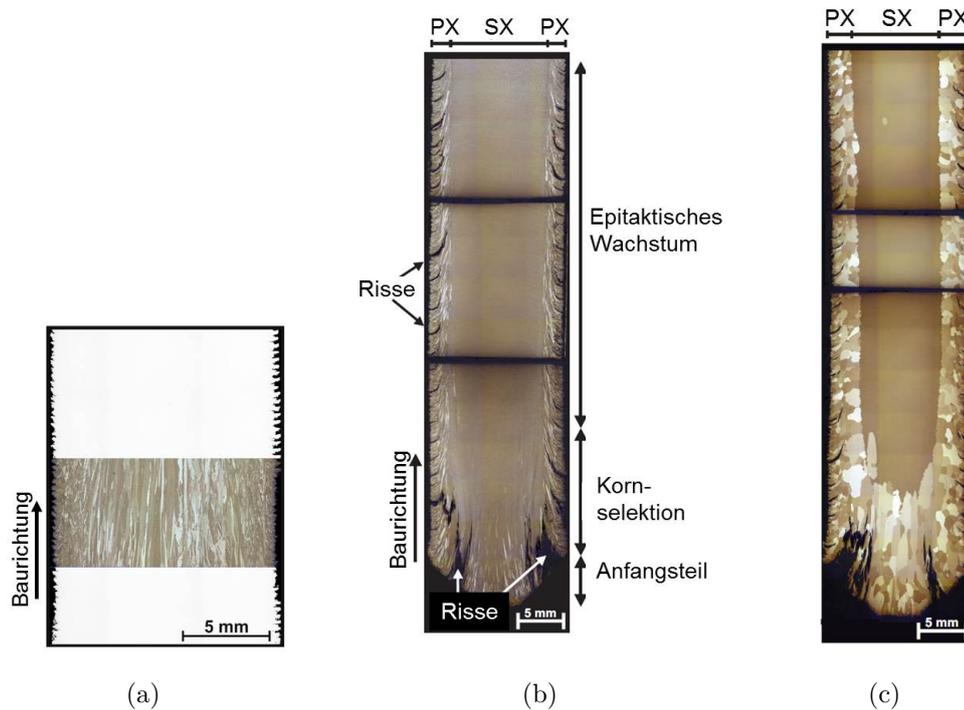


Abbildung 3.4.: Längsschliffe von stängel- [RSK16] (a) und einkristallinen SEBM CMSX-4® Zylindern vor (b) ([RK16]). Die Beschriftungen wurden aus dem Englischen übersetzt.) und nach (c) der Wärmebehandlung (mit freundlicher Genehmigung von M. Ramsperger).

3.1.2 Proben

Aus dem zur Verfügung gestellten Material (Gussblöcke von Howmet, Material nach HIP+IHT, SEBM Zylinder) wurden Ermüdungsproben entnommen. Da sich aus den Materialvolumina in den meisten Fällen keine Proben mit den für Hochtemperatur LCF-Versuchen üblichen Abmessungen (Durchmesser $d \geq 4,5$ mm, $2d \leq L \leq 4d$ L : Messlänge [Lcf]) fertigen lassen, wurde eine Miniaturprobengeometrie entwickelt, die es ermöglicht (1) Proben mit einem einkristallinen Messbereich ohne größere Defekte zu entnehmen und (2) aus den Gussblöcken von Howmet Proben mit der Lastachse in den kristallografischen $\langle 100 \rangle$ - und $\langle 110 \rangle$ -Richtungen zu präparieren. Der Vorteil einer Miniaturprobengeometrie liegt außerdem darin, dass aus einem Gussblock alle Proben der zu untersuchenden Orientierungen entnommen werden können, was den Einfluss von Unterschieden (z.B. in der chemischen Zusammensetzung) zwischen verschiedenen Gussblöcken auf das Ermüdungsverhalten ausschließt. Die Entwicklung dieser Miniaturprobe und der entsprechenden Versuchs- und Messtechnik wird in Abschnitt 3.2 beschrieben.

Aus ERBO/1C wurden Proben in definierten kristallografischen Richtungen ($[001]$, $[010]$),

$[\bar{1}10]$ und $[011]$) entnommen, um den Einfluss der kristallographischen Orientierung und der Ausrichtung der zeitlich angeordneten Poren auf das Ermüdungsverhalten getrennt voneinander zu untersuchen. Abbildung 3.5 verdeutlicht, wie Miniaturproben in verschiedenen kristallographischen Orientierungen aus einer ERBO/1C-Gussplatte entnommen werden können.

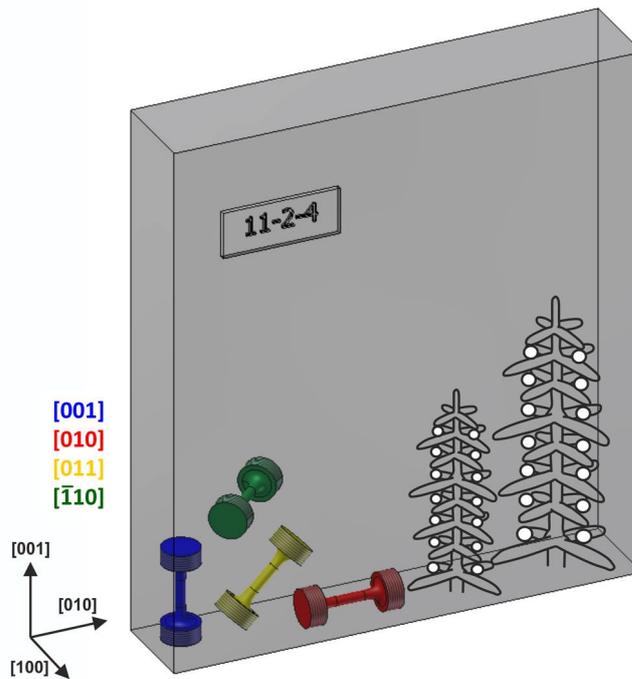


Abbildung 3.5.: Prinzipskizze der Miniaturproben-Entnahme in verschiedenen kristallographischen Orientierung aus ERBO/1C

Aus HIP+IHT Material wurden ausschließlich Proben mit Lastachse in $[001]$ Richtung entnommen.

Es wurden SEBM Materialien getestet, die einkristallin im as built bzw. im wärmebehandelten Zustand vorlagen. Zum Vergleich wurde auch eine stängelkristalline SEBM Variante im as built Zustand getestet. Aus dem SEBM-Material lassen sich die Miniaturproben nur mit der Längsachse parallel zur Aufbaurichtung präparieren, d.h. die Lastrichtung liegt bei allen SEBM Proben parallel zur $[001]$ Richtung.

3.1.3 LCF-Versuche

Unter den möglichen Ermüdungsversuchsarten bei Hochtemperatur stellen lastgesteuerte LCF-Versuche die Ermüdungsversuchsführung mit der bestmöglichen Kontrollierbarkeit der Versuchsparameter dar.

Es wurde eine Versuchsführung gewählt, bei der (i) die Probe im Zugschwellbereich belastet wird, (ii) die Amplitude und das R-Verhältnis konstant gehalten werden und (iii) die Mittelspannung variiert wird.

Die Lasthöhen in den LCF-Versuchen wurden so gewählt, dass die Proben eine Lebensdauer von bis zu maximal 5000 Lastzyklen haben, was im Bereich der Lebensdauer von Turbinenschaufeln liegt. Aus dieser Lebensdauer ergibt sich in Kombination mit einer Frequenz im Bereich von 0,1 bis 1 Hz eine praktikable Versuchsdauer im Labor.

Versuchsplan:

Für die LCF-Versuche wurde eine Temperatur von 950 °C ausgewählt, da diese zu den höchsten im Betrieb einer Turbinenschaufel vorkommenden Temperaturen gehört. 950 °C (kurzzeitig auch 1050 °C) treten im und direkt unter dem Bondcoat beschichteter Schaufeln als maximale Temperatur auf (siehe Abschnitt 2.1). Die Mittelspannungen der LCF-Versuche lagen zwischen 550 und 610 MPa, und die Amplitude der aufgetragenen Lasten betrug 130 MPa, woraus sich R-Werte von 0,62 - 0,66 ergeben. Die LCF-Versuche wurden mit einem dreieckförmigen Lastsignal und einer Frequenz von 0,25 Hz bis zum Probenbruch durchgeführt. Diese Frequenz wurde ausgewählt, weil sie von der Prüfmaschine und der Einspannung gut übertragen werden kann, ohne (Resonanz)Schwingungen der Prüfperipherie bei zu hoher Frequenz oder Regelungsschwierigkeiten bei zu niedriger Frequenz auszulösen. Um eine Information über die Schädigungsentwicklung in Bezug auf Rissentstehung und -wachstum zu erhalten, wurde ein Versuch nach etwa der Hälfte der Lebensdauer unterbrochen und die Probe mikroskopisch untersucht.

Zunächst wurden mehrere LCF-Versuche mit unterschiedlichen Mittellastniveaus an ERBO/1C Proben der [001]-Orientierung durchgeführt, um zu untersuchen, ob die Miniaturprobengeometrie einsetzbar ist und um einen Referenzdatensatz zu erzeugen. Diese Versuche wurden mit einer einfachen, auf die Miniaturproben angepassten, Einspannung durchgeführt, die allerdings mit der verfügbaren Messeinrichtung keine Dehnungsmessung erlaubt. Alle folgenden Versuche wurden mit der in Abschnitt 3.2.2 beschriebenen Einspannung durchgeführt, die im Rahmen dieser Arbeit konstruiert worden ist. Um zu überprüfen, ob der Wechsel der Einspannung einen Einfluss auf die Versuchsergebnisse hat, wurden mit der neuen Einspannung zwei Versuche mit denselben Versuchsparametern durchgeführt wie mit der alten Einspannung und verglichen. Anschließend wurden mit ERBO/1C Proben in anderen kristallographischen Orientierungen sowie den beiden anderen Materialvarianten (IHT und SEBM) ausgewählte Versuche des Referenzdatensatzes wiederholt, um die erreichten Lebensdauern miteinander vergleichen zu können.

Das Material für die IHT- und die SEBM-Proben wurde von den Projektpartnern sukzessive im Verlauf dieser Arbeit zur Verfügung gestellt, so dass zu Beginn nicht klar war, wann welche Proben verfügbar sein werden. In dieser Arbeit wurden die Proben untersucht, die in Tabelle 3.4 aufgeführt sind.

Tabelle 3.4.: Versuchsplan: Alle Proben wurden mit einem dreieckförmigen Kraftsignal lastgesteuert bis zum Bruch ermüdet. Die Spannungsamplitude beträgt 130 MPa, die Frequenz 0,25 Hz und die Versuchstemperatur 950 °C

Materialvariante	kristall. Orientierung	Versuchsziel/ mikrostrukt. Einflüsse	Mittelspannungen [MPa]
ERBO/1C	[001]	Referenzdatensatz (einfache Einspannung)/ Mittelspannungseinfluss	550, 570, 590, 610
ERBO/1C	[001]	Reproduktion der Referenzdaten mit neuer Einspannung	550, 590
ERBO/1C	[010]	Anordnung der zeitlichen Porosität zur Belastungsrichtung	550, 590
ERBO/1C	[011]	Einfluss der krist. Orientierung und Porenanordnung	550, 590
ERBO/1C	$[\bar{1}10]$	Einfluss der krist. Orientierung und Porenanordnung	550, 590
ERBO/1-IHT-1 ERBO/1-IHT-2 ERBO/1-IHT-3	[001]	Einfluss der Porosität	550, 590
SEBM CMSX-4® as-built, DS, SX	[001]	Einfluss von Korngrenzen in additiv gefertigtem Material	550
SEBM CMSX-4® wärmebehandelt, SX	[001]	Vergleich mit ERBO/1C [001] Feinheit des Gefüges	550, 590

3.1.4 Mikrostrukturelle Untersuchungen

Der Einfluss der Mikrostruktur auf das Ermüdungsverhalten wurde mit mikroskopischen Methoden untersucht. Das Ausgangsmaterial wurde im Rasterelektronenmikroskop anhand von metallographischen Schliffen hinsichtlich der Ausprägung der γ - γ' -Mikrostruktur, des Dendritenarmabstands sowie der Form und Verteilung von Poren, Ausscheidungen und Defekten charakterisiert.

Nach den LCF-Versuchen wurden die beiden Bruchstücke jeder Probe zuerst stereomikroskopisch erfasst, um das makroskopische Bruch- und Schädigungserscheinungsbild zu dokumentieren. Anschließend wurden sowohl die Probenoberfläche als auch die Bruchfläche im REM untersucht. Basierend auf den Ergebnissen dieser Untersuchungen wurde die Schlif-

febene der metallographischen Schliffe für die Analyse der Mikrostruktur und des Risspfades im REM festgelegt. Für eine gezielte Untersuchung einzelner relevanter mikrostruktureller Merkmale wurde die Focused Ion Beam (FIB) Slice and View Technique (SVT) angewendet, welche die dreidimensionale Visualisierung der Mikrostruktur ermöglicht. Zusätzlich wurden TEM-Proben entnommen, um die Elementanalyse mittels EDX von sehr feinen Ausscheidungen zu realisieren und um die elementaren Verformungsmechanismen (zum Beispiel die Versetzungsstruktur) im TEM zu untersuchen.

3.2 Miniaturisierung der Low Cycle Fatigue Prüftechnik

3.2.1 Entwicklung der Probengeometrie

Das Ziel der Miniaturisierung der Probengeometrie und Prüftechnik ist es, last- und dehnungskontrollierte LCF-Versuche mit beliebigen R-Verhältnissen bei Temperaturen im 1000 °C-Bereich durchzuführen. Dies beinhaltet, dass die Kraft während des Versuchs spielfrei bei Übergängen zwischen positiver und negativer Belastung übertragen wird, dass die Probe eine ausreichende Knickstabilität aufweist und der Probenbruch innerhalb der Messlänge erfolgt. Aus ERBO/1C sollen Proben in den kristallographischen Hauptorientierungen (in diesem Fall [001], [010],[$\bar{1}10$] und [011]) aus den verfügbaren Halbzeugen (Platten mit den Maßen (110x100x20) mm³, Längsachse parallel zur [001]-Richtung) entnommen werden. Um Proben auch mit der Längsachse parallel zu der kürzesten Achse der Platten entnehmen zu können, wurde die Probenlänge auf 20 mm festgelegt. Der maximale Probendurchmesser wurde auf 10 mm festgesetzt, um die 20 mm langen Proben in jeder Orientierung aus den Platten entnehmen zu können.

Da es sich bei dem zu testenden Material um einkristalline Legierungen handelt und diese eine starke Anisotropie der mechanischen Eigenschaften aufweisen, wurde eine zylindrische Probenform gewählt. Damit findet keine unerwünschte Überlagerung der zwei-, drei- oder vierfältigen (je nach kristallographischer Orientierung der Probe parallel zur Lastrichtung) Symmetrie der elastischen Eigenschaften des Probenmaterials mit geometriebedingten Effekten statt. Bei runden Proben kann die Krafteinleitung während des Versuchs über den gesamten Umfang und damit symmetrisch erfolgen. Die Miniaturprobe soll eine möglichst lange Messlänge aufweisen, um ein großes bei konstanter Spannung geprüfetes Materialvolumen untersuchen zu können. Die Messlänge sollte außerdem frei zugänglich sein, um das Probenhandling bei Ein- und Ausbau sowie die Temperaturmessung mit einem Thermoelement an der Probe zu erleichtern. Als Einspannmöglichkeit wurden Gewinde ausgewählt. Dabei soll die Gewindelänge so kurz wie möglich gehalten werden, um eine maximale Messlänge zu erreichen. Die Übertragung der erforderlichen Kraft muss auch bei einem kurzen Gewinde gewährleistet sein. Daher wird ein metrisches Feingewinde gewählt, das bei gleicher Gewindelänge gegenüber einem Regelgewinde mehr tragende Gewindegänge

aufweist. Die Gewindespezifikation wird auf M8x0,5 mit einer Länge von 3,5 mm festgelegt, weil es den größtmöglichen tragenden Querschnitt bei den durch die Halbzeugabmessungen gegebenen Randbedingungen aufweist. Auch bei den später bereitgestellten SEBM-Proben erwies sich der maximale Durchmesser von 8 mm als günstig, da die Proben somit aus dem einkristallinen Kern der SEBM-Halbzeuge entnommen werden konnten.

Eine frei zugängliche Messlänge ist außerdem wichtig, um die Miniaturprobe auch für Ermüdungsversuche mit optischer bzw. berührungsloser Dehnungsmessung einsetzen zu können. Für diese Arbeit waren jedoch nur mechanische Extensometer zur Dehnungsmessung verfügbar. Um die Messlänge der kleinen Probe bei Hochtemperatur nicht zu beschädigen, wurde vorgesehen, die Extensometerschneiden nicht auf der Probenoberfläche sondern auf der Einspannung aufzusetzen. Die Messlänge muss mindestens 6 mm lang sein, um die Probe auch für Zugversuche bei Raumtemperatur mit direkter Dehnungsmessung in der Messlänge auf der Probe verwenden zu können. Die kleinsten kommerziell verfügbaren mechanischen Extensometer verfügen über eine Messlänge von 5 mm.

Miniaturproben bieten die Möglichkeit, auch aus Halbzeugen mit Defekten einkristalline Proben zu entnehmen. Jedoch sollten die Probenabmaße über denen der mikrostrukturellen Merkmale des Ausgangsmaterials liegen, um starke Streuungen der Versuchsdaten aufgrund der mikrostrukturellen Variation zwischen Proben zu vermeiden. Das führt zu der Randbedingung, dass der Probendurchmesser größer sein sollte, als die großskaligen Gefügeinhomogenitäten des Materials, wie zum Beispiel der Dendritenabstand ($\approx 500 \mu\text{m}$ bei ERBO/1C [Par+14]).

Der maximal zulässige Durchmesser in der Messlänge wird aus der zulässigen Flächenpressung des Gewindes berechnet, die für statische Lasten mit 35 % der Fließspannung und für dynamische Belastung mit 25 % der Fließspannung angesetzt wird. Die Details der Auslegung sind in [Mei+18b] beschrieben. Basierend auf diesen Berechnungen wurde ein Durchmesser von 2 mm und eine Länge von 6 mm für die Messlänge gewählt.

Die kleine Probengröße in Kombination mit den Anforderungen, die Messlänge zu maximieren, aber trotzdem eine ausreichende Knickstabilität unter Druckbelastung zu gewährleisten und Spannungsüberhöhungen am Übergang zwischen Probenkopf und Messlänge zu minimieren, machten ein spezielles Design notwendig, das von den generellen Empfehlungen der verfügbaren LCF-Standards abweicht [Lcf], [Ast].

Die Knickstabilität wird maßgeblich von der freien Länge der Probe (l) und dem Flächenträgheitsmoment I der Querschnittsfläche beeinflusst. Die Knickkraft F_K berechnet sich über die Formel

$$F_K = \frac{\pi^2 EI}{(l_k)^2}, \quad (3.1)$$

mit dem E-Modul E und der Knicklänge l_k , die sich aus den Randbedingungen der Knickbelastung ergibt. Für einen Kreisquerschnitt berechnet sich das Flächenträgheitsmoment I zu

$$I = \frac{\pi}{4} r^4, \quad (3.2)$$

mit dem Radius r [GF11]. Im Fall der beidseitigen Einspannung der Probe ist der ungünstigste auftretende Knickfall der 2. Eulersche Fall, deshalb wird er zur Berechnung der Knickstabilität herangezogen.

Für den kritischsten Fall (entlang $\langle 100 \rangle$ orientierte Probe) wurden sowohl für die Messlänge von 6 mm als auch für die freie nicht unterstützte Länge zwischen den Gewinden von 13 mm Knickkräfte oberhalb der Fließgrenze des Materials berechnet, siehe [Mei+18b]. Das bedeutet, dass die Probe fließt bevor sie knicken würde. Die Abmessungen der Miniaturprobe sind in Abbildung 3.6(a) dargestellt.

Damit die Proben im Versuch in der Messlänge versagen, ist der Übergang zwischen Probenkopf und Messlänge so zu gestalten, dass die Spannungsüberhöhung am Übergang minimiert wird. Um eine geeignete Geometrie für den Übergang zu finden, wurden mit Hilfe der Software Abaqus von Simulia (Version 6.12) Parameterstudien an FEM-Modellen der Probengeometrie durchgeführt. Die Modellgenerierung wurde mit einem Skript, das mit der Software Python (Python Software foundation) geschrieben wurde, automatisiert. Dazu wurde zunächst für den Übergang ein kubischer Spline ausgewählt, der über drei Koordinatenpunkte definiert wird: End-/Startpunkt und Mittelpunkt [FH07]. Der Start- und Endpunkt wurden in den Berechnungen konstant gehalten und die Position des Mittelpunktes wurde innerhalb des grün markierten Rechtecks in Abbildung 3.6(b) variiert. Wichtig ist, dass sowohl der Übergang zur Messlänge als auch zum Probenkopf tangential gestaltet werden, dadurch werden Unstetigkeiten vermieden. Das Ziel der Parameterstudien war es, eine Spline-Geometrie zu finden, die das niedrigst mögliche Verhältnis R von mittlerer Spannung (Nennspannung) σ_{nenn} in der Messlänge zu der höchsten im Übergangsbereich auftretenden Spannung σ_{max} aufweist,

$$R = \frac{\sigma_{max}}{\sigma_{nenn}}. \quad (3.3)$$

Es wurden außerdem Studien mit verschiedenen Spline-Endpunkten durchgeführt, die bei kleineren Durchmessern als dem äußeren Durchmesser des Probekopfes (8 mm) lagen, um einen zusätzlichen Freiheitsgrad für die Minimierung der Spannungsüberhöhung am Übergang zu erhalten. Die daraus resultierende Probengeometrie wurde anschließend in ein FEM-Modell übertragen. Das Modell wurde mit 3-dimensionalen Elementen (C3D20R,

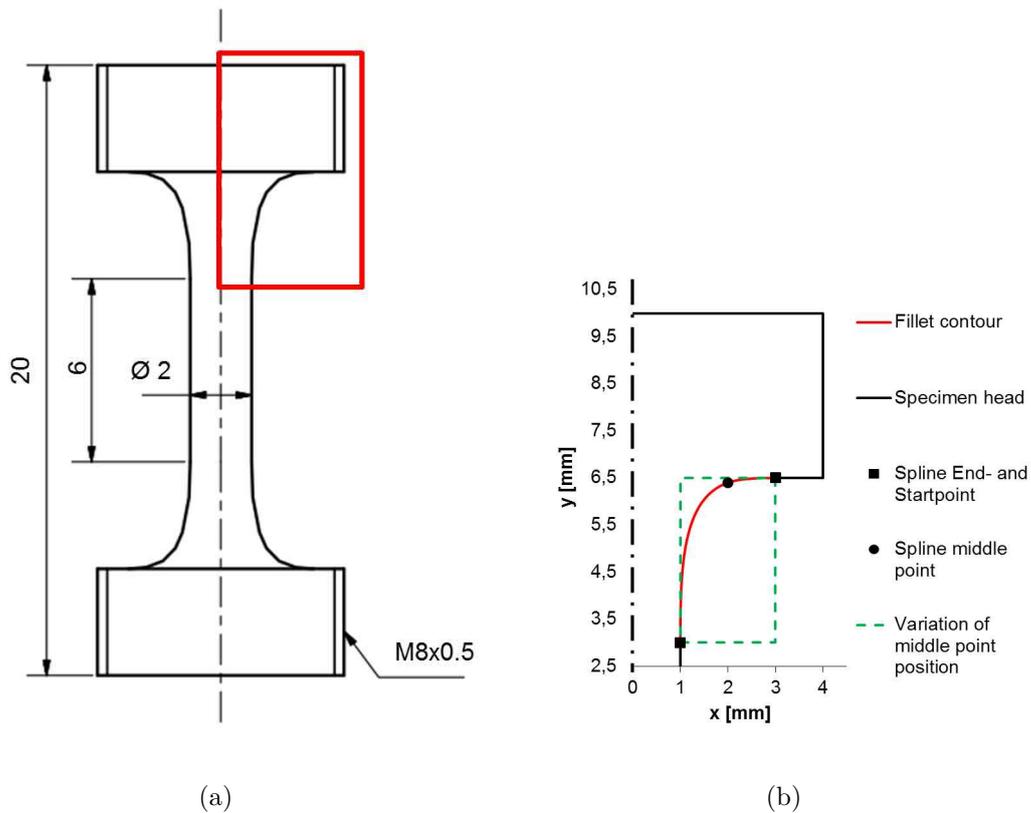


Abbildung 3.6.: Abmessungen der miniaturisierten Ermüdungsprobe (Dimensionen in [mm]) (a) und Beschreibung des Übergangs von Messlänge zu Probenkopf (b) (Detail des rot eingezeichneten Rechtecks in (a)) [Mei+18b]

C3D15 und C3D10 in Abaqus Notation) mit 8-20 Integrationspunkten vernetzt. Die Last wurde in Form einer konstanten Kraft an einem virtuellen Referenzpunkt aufgebracht, der gekoppelt ist mit den Knoten der Oberfläche des Probenkopfes. Die Verschiebung des unteren Probenkopfes wurde nicht zugelassen.

Das ganze Modell wurde rein elastisch mit einem orthotropen Materialgesetz berechnet. Als Materialeingaben dienten die Steifigkeitskonstanten von CMSX-4® für die Temperatur von 950 °C, die aus den entsprechenden Nachgiebigkeitskonstanten berechnet wurden [Fle97]). Alle so aufgebauten Modelle wurden für Probenorientierungen in den drei kristallographischen Hauptrichtungen ($\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ und $\langle 111 \rangle$) berechnet. Anschließend wurde aus diesen Berechnungen die jeweilige Spannungsüberhöhung nach Gleichung (3.3) ausgewertet. Berechnungen im Vorfeld zeigten, dass geringere Spannungsüberhöhungen ohne Hinterschneidungen der Geometrie auftreten, wenn der Spline bei einem Durchmesser des Probenkopfes von 6 mm und nicht bei 8 mm endet. Die verbleibende Strecke von 1 mm zwischen Spline-Endpunkt und der Zylindermantelfläche des Probenkopfs wurde mit einer horizontalen Linie verbunden. Das Ergebnis dieser Auswertung für die $\langle 100 \rangle$ -Orientierung

ist in Abbildung 3.7 dargestellt.

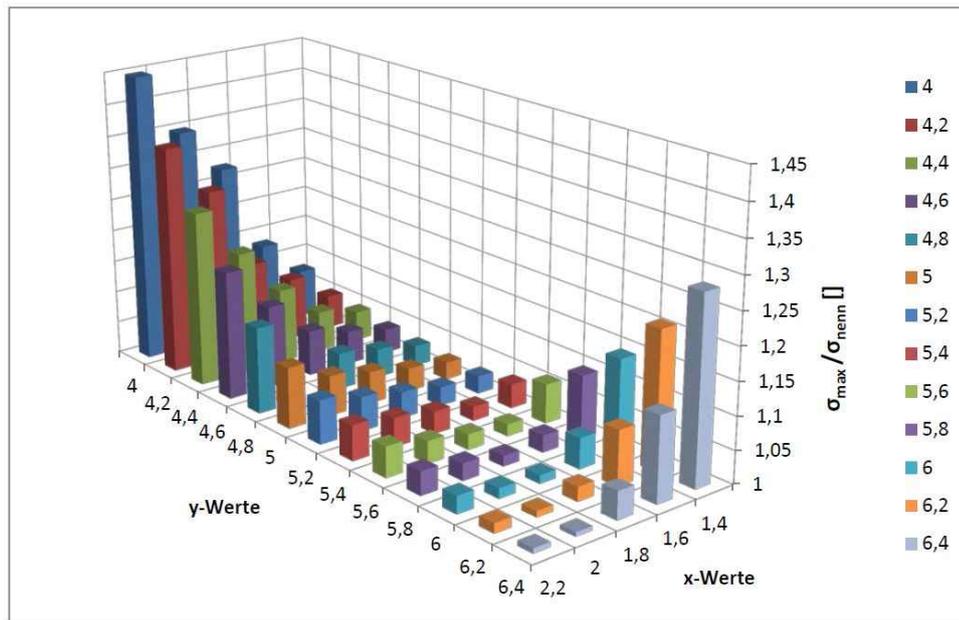


Abbildung 3.7.: Ergebnis der Parameterstudie für die $\langle 100 \rangle$ -Orientierung; Spannungsüberhöhung in Abhängigkeit des Spline-Mittelpunktes für einen Spline-Endpunkt bei einem Durchmesser von 6 mm [Mei+18b]

Es ist erkennbar, dass die geringste Spannungsüberhöhung für Spline-Mittelpunkte mit höheren X- in Verbindung mit höheren Y-Koordinaten erreicht wird. Die Ergebnisse der beiden anderen Hauptorientierungen zeigen qualitativ den gleichen Trend. Die Auswahl fiel auf einen Spline mit den Mittelpunkts-Koordinaten (X|Y):(2,2|6,4). Mit dieser Geometrie stellen sich Spannungsverhältnisse R von 1,0075 für die $\langle 100 \rangle$ -Richtung, 1,1262 für die $\langle 110 \rangle$ -Richtung und 1,0681 für die $\langle 111 \rangle$ -Richtung ein [Wae13], [Mei+18b].

Abbildung 3.8 zeigt die Spannungsverteilung in Belastungsrichtung der ausgewählten Probengeometrie für die drei kristallographischen Hauptorientierungen nach der Verschiebung des Probenkopfes in positiver Y-Richtung. Die finale Probengeometrie ist in Abbildung 3.9 dargestellt.

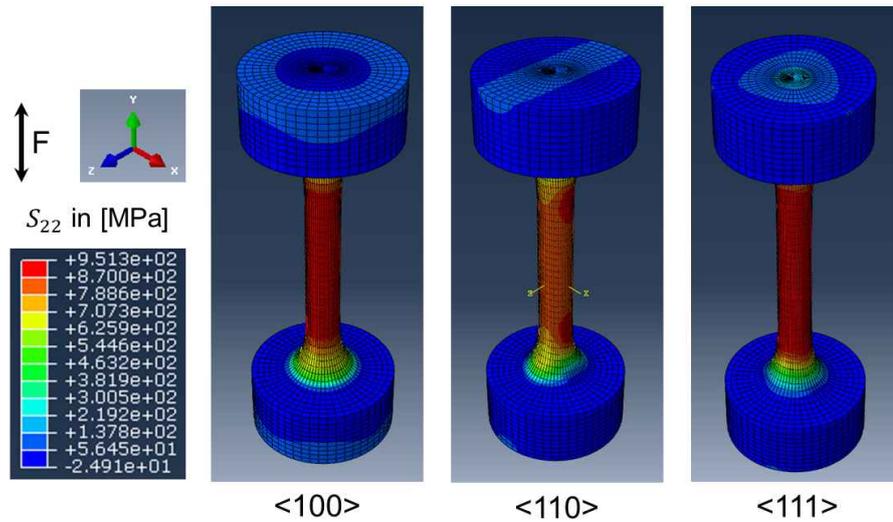


Abbildung 3.8.: FEM-Modell der Miniaturprobe in den drei kristallographischen Hauptorientierungen. Gezeigt sind die Zugspannungen S_{22} in Belastungsrichtung unter der Annahme rein elastischer Verformung. [Mei+18b]



Abbildung 3.9.: Foto der Miniaturprobe

3.2.2 Einspannung und Versuchstechnik

Zusammen mit der Probengeometrie wurde eine Einspannung und die zugehörige Versuchstechnik entwickelt. Dabei galt es zu beachten, dass die Einspannung den gleichen Versuchsbedingungen (hohe Temperaturen und zyklische mechanische Lasten mit wechselndem Vorzeichen) standhalten muss, die auch auf die Probe wirken.

Darüber hinaus sollte die Einspannung zu der bereits vorhandenen Peripherie der Prüfmaschine und des Messequipments kompatibel sein. Die LCF-Versuche werden auf einer servohydraulischen Prüfmaschine durchgeführt, die für Lasten von ± 25 kN ausgelegt ist. Zur Erwärmung wird ein 3-Zonen-Widerstandsofen der Firma Instron eingesetzt. Dieser Ofentyp wurde gewählt, um in der miniaturisierten Probe auch bei Versuchsdauern von 24 Stunden oder länger eine konstante Temperatur einstellen und halten zu können. Die Heizkammer des Ofens ist rohrförmig mit einem Innendurchmesser von 90 mm und einer Länge von 358 mm.

Weitere Anforderungen an die Geometrie der Einspannung ergaben sich aus den kleinen Dimensionen der Miniaturprobe. Besonders wichtig ist, dass der Einbau der Probe torsions- und biegemomentfrei ablaufen muss. Deshalb wurde für die Einspannung ein modularer Aufbau gewählt, der eine Vormontage der Probe außerhalb der Prüfmaschine ermöglicht. Die Einspannung sollte ein möglichst leichtes Handling beim Ein- und Ausbau der Probe bieten. Die Dehnung wird während des Versuchs auf der Einspannung und nicht auf der Probenoberfläche gemessen. Daher wurden auf der Einspannung Flächen vorgesehen, auf denen das verfügbare Hochtemperatur-Extensometer mit einem Schneidenabstand von 12 mm aufgesetzt werden kann. Bei der Konstruktion der Einspannung wurde darauf geachtet, dass das Extensometer nah an der Probe auf die Einspannung aufgesetzt werden kann, um Messfehler zu reduzieren. Im Hinblick auf eine optische Dehnungsmessung auf der Probenoberfläche, die in Zukunft realisierbar sein soll, sollte die Einspannung die Messlänge möglichst nicht verdecken, sondern einen freien Zugang ermöglichen. Schließlich wurde eine Anbindung der Einspannung an die Prüfmaschine konstruiert, die den Einsatz einer für den Messbereich geeigneten Kraftmessdose vorsieht.

Bei der Materialauswahl für die Einspannung galt es zu beachten, dass das Material den während des LCF-Versuchs auftretenden Kräften bei Hochtemperatur standhält. Darüber hinaus sollte das Material eine gute Korrosionsbeständigkeit in dem relevanten Temperaturbereich aufweisen. Eine weitere wichtige Randbedingung ist der Wärmeausdehnungskoeffizient, der bei Proben- und Einspannungsmaterial ähnlich sein sollte, um einer Abnahme der Vorspannkraft während des Aufwärmens vorzubeugen. Das wird besonders wichtig, wenn eine Zug-Druckwechselbelastung vorliegt, bei der kein Spiel durch den Wechsel der aufliegenden Gewindeflanken auftreten darf. Als Material für die Einspannung wurde Saratherm 2[®], eine polykristalline pulvermetallurgisch hergestellte Ni-Basis-Superlegierung der Firma Saar-Hartmetall und Werkzeuge GmbH ausgewählt. Saratherm 2[®] wird im ausgelagertem Zustand eingesetzt wegen der höheren Festigkeit gegenüber dem nicht ausgelagerten Zustand. Ausgewählte konstruktionsrelevante Materialkennwerte von Saratherm 2[®] sind in Tabelle A.1 zusammengefasst.

Nachdem die Randbedingungen und die Anforderungen erfasst und das Material für die Einspannung ausgewählt war, wurden mit Hilfe der Software Inventor Professional 2010

von Autodesk CAD-Modelle der Einspannung und ihrer einzelnen Komponenten erstellt (siehe Abbildung 3.10 und Abbildung 3.11).

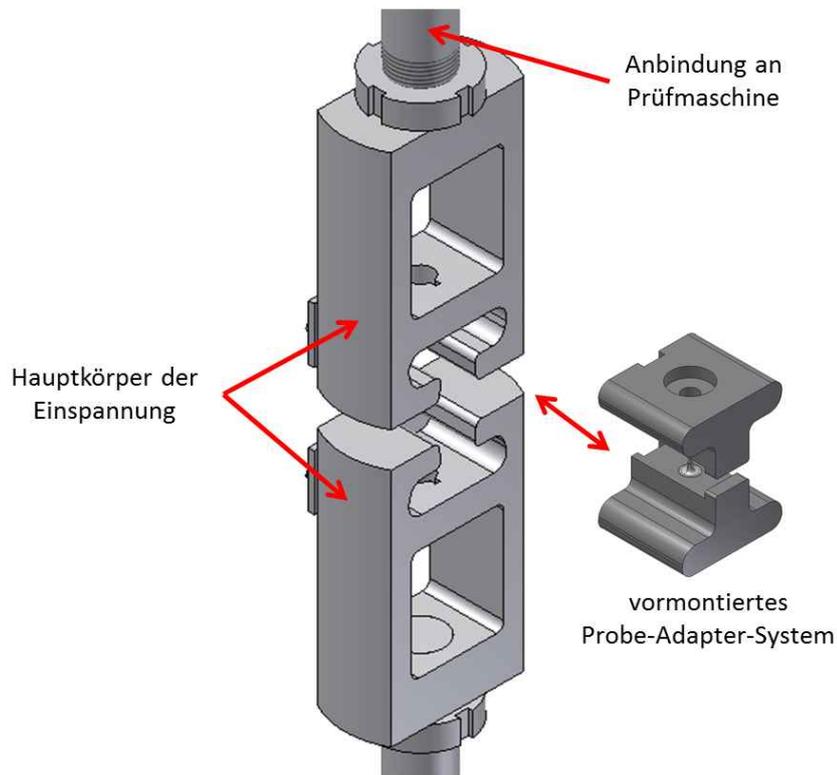


Abbildung 3.10.: CAD-Modell des modularen Aufbaus der Einspannung [Mei+18b]

Abbildung 3.10 zeigt, wie der modulare Aufbau umgesetzt wurde. Die Probe wird außerhalb der Prüfmaschine in die beiden Adapter (rechts in der Abbildung) geschraubt und anschließend in die Hauptkörper der Einspannung eingehängt. Dort werden die Adapter mit dem in Abbildung 3.11(b) dargestellten System verspannt, um die spielfreie Übertragung von Zug-/Druckwechselbelastungen zu gewährleisten.

Mit Hilfe dieser Modelle wurde die Probenmontage und Handhabung der Einspannung visualisiert. In einem nächsten Schritt wurden CAD-Modelle einzelner für die Lastübertragung relevanter Komponenten, wie zum Beispiel der Hauptkörper der Einspannung (siehe Abbildung A.1), in die FEM-Software Abaqus exportiert und in Finite-Element-Modelle umgewandelt. Diesen Komponenten wurden die elastischen Eigenschaften von Saratherm 2® bei der Versuchstemperatur zugewiesen. Mit den Lastrandbedingungen, die im LCF-Versuch auftreten, wurden die Spannungen und Verformungen der Komponenten berechnet (siehe Abbildung A.1). Nach Überprüfung, dass alle Komponenten genügend Sicherheit im

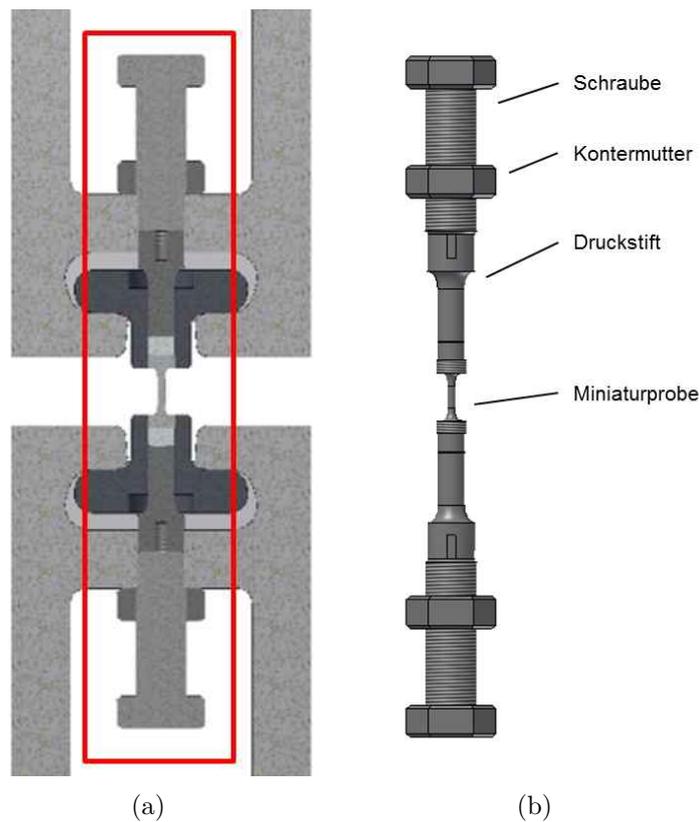


Abbildung 3.11.: (a) CAD-Modell der Probenfixierung in Schnittansicht und (b) des extrahierten Systems zur Übertragung von Druckkräften. [Mei+18b]

Hinblick auf die (Zeitstand)festigkeit aufweisen, wurde die Einspannung entsprechend der CAD-Modelle bzw. daraus abgeleiteten Fertigungszeichnungen gefertigt.

3.3 Probenherstellung

Zur Entnahme von Proben mit definierten kristallographischen Orientierungen parallel zur Belastungsrichtung wurde die Orientierung des Ausgangsmaterials mit Hilfe der Laue-Methode gemessen [Cul78]. Dazu wurden von jeder Gussplatte jeweils von deren oberem und unterem Ende ein dünner Streifen mittels Drahterodieren abgetrennt. Anschließend wurden die Schnittflächen der abgetrennten Streifen poliert und mit Markierungen für die Messpunkte der Laue-Messung versehen (siehe Abbildung 3.12). Auf jeder Schnittfläche wurden fünf Messpunkte (1 bis 5 in Abbildung 3.12) entlang der Länge des Streifens mit einem Abstand von jeweils 20 mm und mit 10 mm Abstand vom Rand der Streifen markiert. Wenn die Laue-Messung für einen dieser Punkte kein klares Beugungssignal ergab, wurden zusätzliche Punkte eingezeichnet und gemessen (z.B. Punkt 6 in Abbildung 3.12). Das Ergebnis der Orientierungsmessungen für die drei Gussplatten mit den Bezeichnungen 11-2-3, 11-2-4 und 11-2-5, aus denen die ERBO/1C Proben für diese Arbeit entnommen wurden, ist im Anhang in Tabelle A.2 dargestellt.

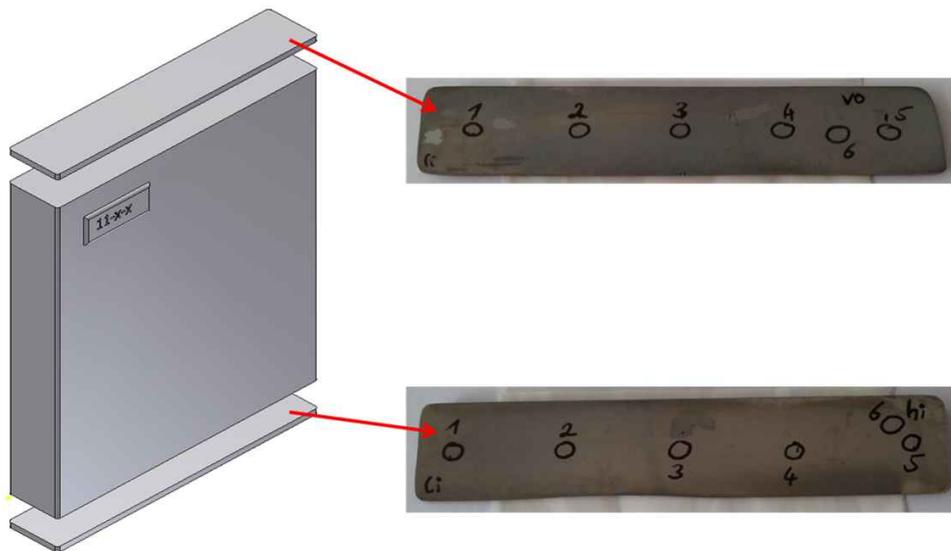


Abbildung 3.12.: Schema der Probenvorbereitung der ERBO/1C Gussplatten (CAD-Modell) für die Laue-Messung

Nach der Ermittlung der kristallographischen Orientierung des Plattenmaterials wurden Schnittpläne für die Entnahme von Material für die Miniaturproben erstellt (siehe Abbildung 3.13). Aus den Gussplatten werden mittels Drahterodieren Zylinder entnommen. Je nach Länge der Zylinder können bis zu vier Miniaturproben aus einem Zylinder gefertigt werden.

Die Fertigung der Proben aus den erodierten Zylindern erfolgt mittels Drehen auf einer CNC-Drehmaschine. Zuerst wird die Probenkontur gedreht und anschließend wird das

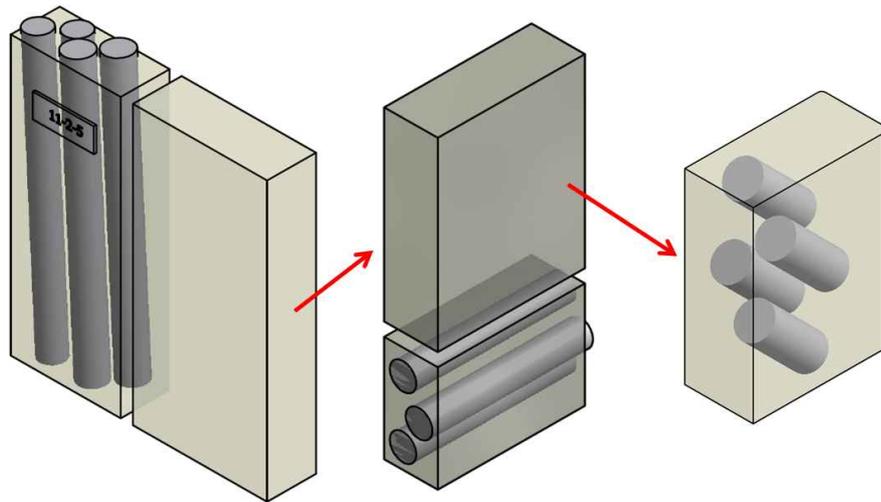


Abbildung 3.13.: Schema der Entnahme von Probenzylindern aus Gussplatten

Gewinde geschnitten. Die Proben werden mit dieser gedrehten Oberfläche getestet. Details und Abbildungen der Probenoberflächen sind im Anhang in A.2 gezeigt.

3.4 Versuchsaufbau und -durchführung

Die LCF-Versuche werden mit einer servo-hydraulischen Prüfmaschine durchgeführt, die mit einem Prüfzylinder der Firma Schenck ausgestattet ist, mit einer maximalen Kraft von ± 25 kN und einem Maschinenweg von ± 10 mm. Zur Messung der Kraft ist eine Kraftmessdose mit einem Messbereich von ± 25 kN in den Laststrang der Maschine integriert. Die im LCF Versuch auftretenden Kräfte liegen maximal bei ± 5 kN, daher wurde der Messbereich der Kraftmessdose auf ± 10 kN kalibriert, um eine höhere Messgenauigkeit der Werte in dem relevanten Kraftbereich zu erzielen. Die Einspannung wird bis auf die Probe und die beiden Adapter in der Prüfmaschine aufgebaut und der obere und der untere Korpus zueinander ausgerichtet. In einem nächsten Schritt wird der 3-Zonen-Widerstandsofen SF 177 1200 °C der Firma Instron mit dem dazugehörigen Controller CU 1814 aufgebaut und zu der Einspannung so ausgerichtet, dass diese möglichst mittig innerhalb des Ofens sitzt. Ein kalibriertes Thermoelement (Mantelthermoelement, Typ S) wird mittig im Ofen in der Nähe der Einspannung positioniert und dient als Regelthermoelement. Für den Einbau der Probe werden zuerst die Gewinde der Probe sowie die Kontaktflächen der beiden Adapter mit dem Korpus der Einspannung mit einer Hochtemperatur-Trennpaste (Molykote® P 37) behandelt. Das beugt dem Festbacken der Adapter in der Einspannung vor und erleichtert den Ausbau der Probe nach dem Hochtemperaturversuch. Die Probe wird zunächst nur in einen der beiden Adapter eingeschraubt, anschließend wird ein

Schlaufenthermoelement (Typ S) um die Messlänge der Probe gelegt und danach der zweite Adapter aufgeschraubt. Mit Hilfe dieses Thermoelements, das vor Versuchsbeginn kalibriert wurde, wird die Temperatur an der Probe überwacht.

Sowohl für Versuche bei Raumtemperatur als auch bei Hochtemperatur werden jeweils die Regelparameter der Prüfmaschine optimiert. Nach dem Einbau der Probe wird eine Zugvorspannkraft von 200 N, die einer Spannung von ca. 60 MPa in dem Prüfquerschnitt der Probe entspricht, aufgebracht. Diese Vorspannkraft wird mittels Einstellen der Maschine auf Kraftregelung auch während des Aufheizvorgangs konstant gehalten. Dies dient der Fixierung des Probe-Adapter-Systems in der Einspannung, insbesondere während der Optimierung der Regelparameter der Prüfmaschine.

Zuerst wird der E-Modul bei Raumtemperatur bestimmt. Dazu wird nach dem Aufbringen der Vorspannkraft der Dehnungsaufnehmer (DAN) mit dem Schneidenabstand von 12 mm der Firma MTS auf die dafür vorgesehene Position auf der Einspannung so aufgesetzt, dass die beiden Extensometerarme parallel zueinander und insgesamt horizontal ausgerichtet sind. Abbildung 3.14 zeigt den Versuchsaufbau für die Messung bei Raumtemperatur.



Abbildung 3.14.: Versuchsaufbau für die E-Modulbestimmung bei Raumtemperatur

Die Belastung erfolgt lastgesteuert in einem Spannungsintervall zwischen 60 MPa und 300 MPa. Die untere Lastgrenze resultiert aus der Vorspannkraft von 0,2 kN. Die Höhe der oberen Lastgrenze wurde so gewählt, dass die Probe bei der E-Modulbestimmung nur im elastischen Bereich belastet wird. In dem genannten Spannungsintervall werden jeweils 20 dreieckförmige Belastungszyklen mit einer Vorschubgeschwindigkeit von 1 mm/min durchgeführt (siehe Abbildung 3.15). Die Datenaufzeichnungsrate beträgt 100 Hz.

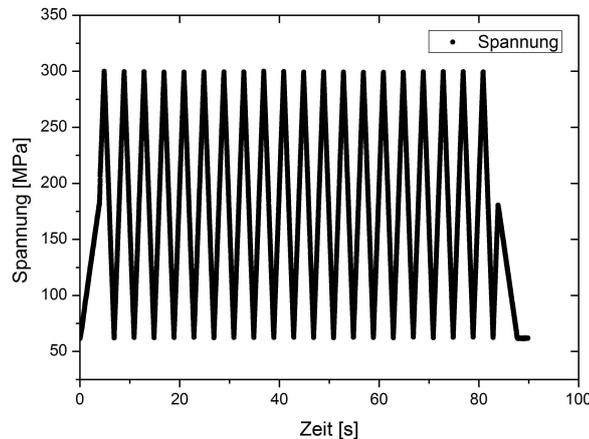


Abbildung 3.15.: Auftragung der Spannung über der Zeit für die 20 Zyklen zur E-Modul-Bestimmung bei Raumtemperatur für die Probe 3CM31F

Vor dem Beginn der Hochtemperaturversuche muss die Hochtemperatur-Trennpaste bei einer Temperatur von 600 °C abdampfen, um nicht die Messmimik des DAN zu verschmutzen. Dazu muss der DAN abgenommen, der Ofen geschlossen und mit Hochtemperaturwolle abgedichtet werden. Nach dem Abdampfen wird das System wieder auf Raumtemperatur abgekühlt. Der DAN wird bei Raumtemperatur schräg aufgesetzt, damit die Extensometerarme nach dem Aufheizen, bei dem sich das gesamte Einspannungssystem ausdehnt, annähernd parallel zueinander horizontal ausgerichtet sind. Dann wird der Ofen auf die Versuchstemperatur 950 °C aufgeheizt. Der Aufheizvorgang dauert aufgrund des aufzuheizenden Materialvolumens ca. drei Stunden. Nach Erreichen der Soll-Temperatur und einer weiteren Stunde Wartezeit zur Homogenisierung der Temperatur von Probe und Einspannung wird die E-Modulbestimmung bei Hochtemperatur durchgeführt.

Die E-Modulbestimmung bei Hochtemperatur verläuft analog zu der bei Raumtemperatur (Abbildung 3.16 zeigt den Versuchsaufbau). Die Probe wird auch hier zyklisch zwischen 60 MPa und 300 MPa mit 20 Zyklen lastgesteuert belastet. Das Lastsignal ist dreieckförmig, die Vorschubgeschwindigkeit entspricht umgerechnet 1 mm/min und die Datenaufzeichnungsrate liegt auch hier bei 100 Hz.

Für jede Entlastungssequenz wird die Spannung über der Dehnung aufgetragen und daraus der E-Modul bestimmt. Aus den 20 Zyklen wird ein mittlerer E-Modul bestimmt.

Im Anschluss daran wird der LCF-Versuch gestartet. Zu Beginn wird lastgesteuert die mittlere Spannung σ_{mittel} des LCF-Versuchs mit einer Lastrate von 250 N/s angefahren und anschließend die zyklische Belastung gestartet. Die Belastungsfrequenz beträgt 0,25 Hz. Die lastgesteuerten LCF-Versuche werden mit R-Werten von $> 0,62$ durchgeführt, was einer Belastung im Zugschwellbereich entspricht. Während des LCF-Versuchs werden für

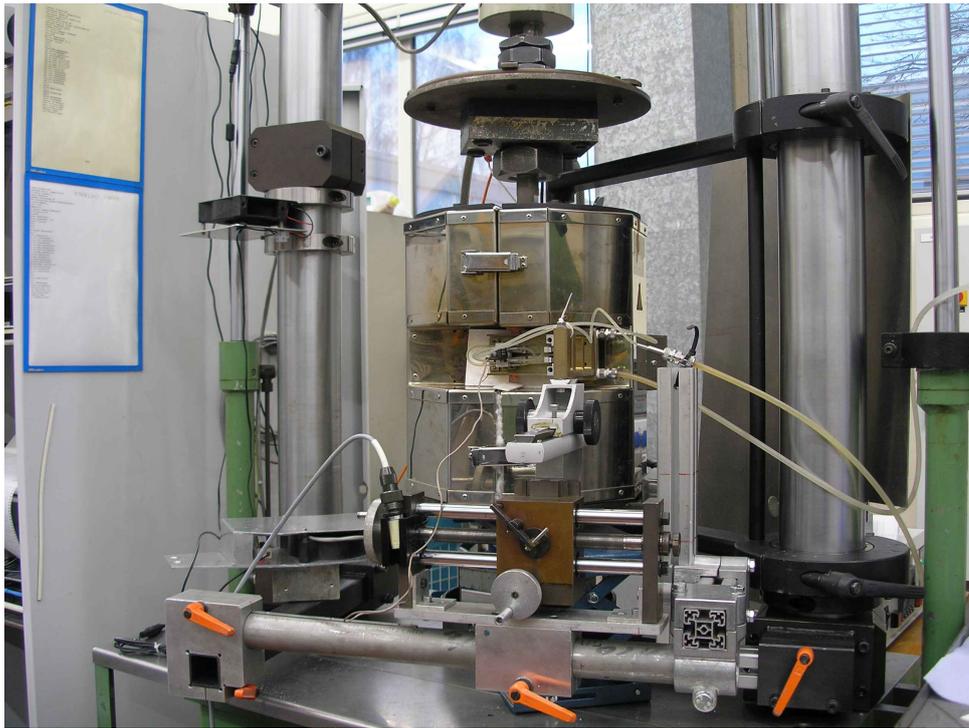


Abbildung 3.16.: Versuchsaufbau bei Hochtemperatur

jeden Zyklus jeweils die minimalen und maximalen Werte der Kraft, der Dehnung und des Maschinenwegs aufgezeichnet. Zusätzlich werden die ersten und die letzten 100 Zyklen sowie dazwischen bis zum 1000. Zyklus bei jedem 100. und nach Erreichen von 1000 Zyklen bei jedem 1000. Zyklus für 10 Zyklen die kompletten Belastungshysteresen aufgenommen mit einer Datenaufzeichnungsrate von 25 Hz. Die meisten LCF-Versuche wurden bis zum Bruch der Probe durchgeführt. Bei Probenbruch wird der Ofen automatisch abgeschaltet.

3.5 Auswertung der während des Versuchs erzeugten Daten

Indirekte Dehnungsmessung

Zur Kalibrierung der indirekten Dehnungsmessung wurde eine Vergleichsmessung bei Raumtemperatur durchgeführt, bei der gleichzeitig die Dehnung auf der Probe mit einem optischen System und indirekt auf der Einspannung mit dem Extensometer gemessen wurde (siehe Abbildung 3.17). Die Messung auf der Probe erfolgte über ein Lasermesssystem PS-0133 der Firma Fiedler Optoelektronik GmbH. Dazu wurden als optische Markierungen vier weiße Streifen horizontal auf die Probenmesslänge geklebt. Die Probe wurde für zehn Zyklen lastgesteuert zwischen $\pm 0,5$ kN belastet und die Dehnung mit beiden Messsystemen aufgezeichnet. Die Dehnungsamplituden aus beiden Messsystemen sind nahezu deckungsgleich für die zehn Zyklen, vgl. Abbildung 3.18.

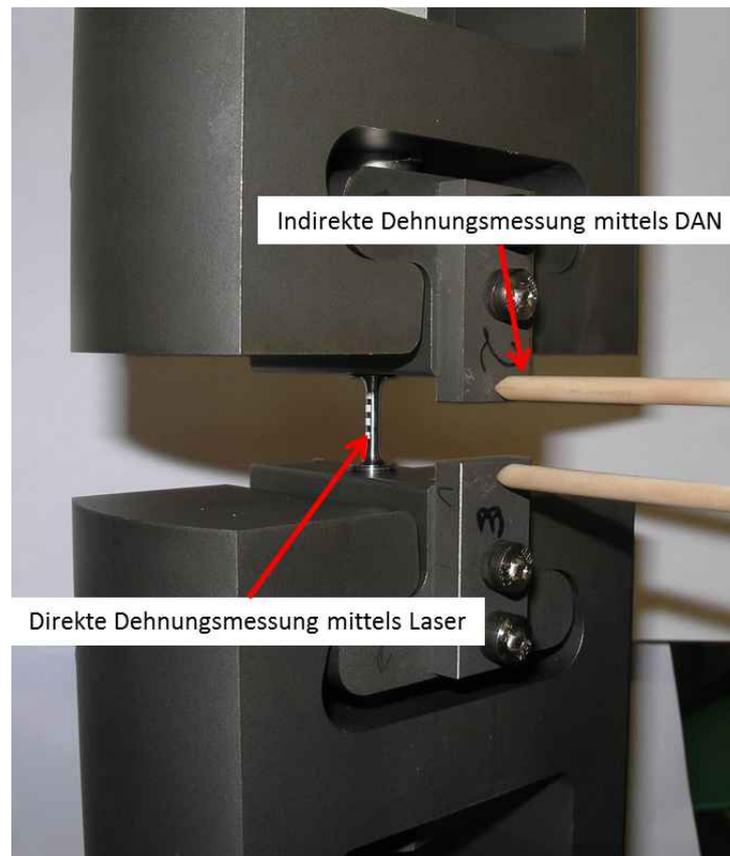


Abbildung 3.17.: Vergleichende Dehnungsmessung mittels Laser in der Probenmesslänge (aufgeklebte weiße Streifen als optische Markierungen) und 12 mm DAN auf der Einspannung

Für die vorliegende Konfiguration wurde deshalb ein Kalibrierungsfaktor von “1” angenommen. Bei Verwendung eines Extensometers mit einer anderen Messlänge wäre der Kalibrierungsfaktor $\neq 1$, da bei gleicher Verschiebung der Einspannhälften zueinander diese Verschiebung zur Berechnung der Dehnung auf eine andere Extensometer-Messlänge bezogen würde.

Zusätzlich zu der Vergleichsmessung wurde ein FEM-Modell aufgebaut. In dieses wurde ein CAD-Modell importiert, das aus den beiden Adaptern und der darin eingeschraubten Miniaturprobe besteht (siehe Abbildung 3.19). Den beiden Adaptern wurde der E-Modul von Saratherm 2® und der Probe der E-Modul von CMSX-4® in [001] Orientierung, jeweils für Raumtemperatur, zugewiesen.

Als Randbedingung wurde eine Verschiebung des oberen Adapters nach oben aufgegeben. Die Verschiebungseinleitung erfolgte flächig über die Kontaktflächen des Adapters mit der Einspannung, um eine realitätsnahe Belastung zu erzeugen. Der untere Adapter wurde über die Kontaktflächen fixiert. Nach der Simulation der Verschiebung wurden in dem

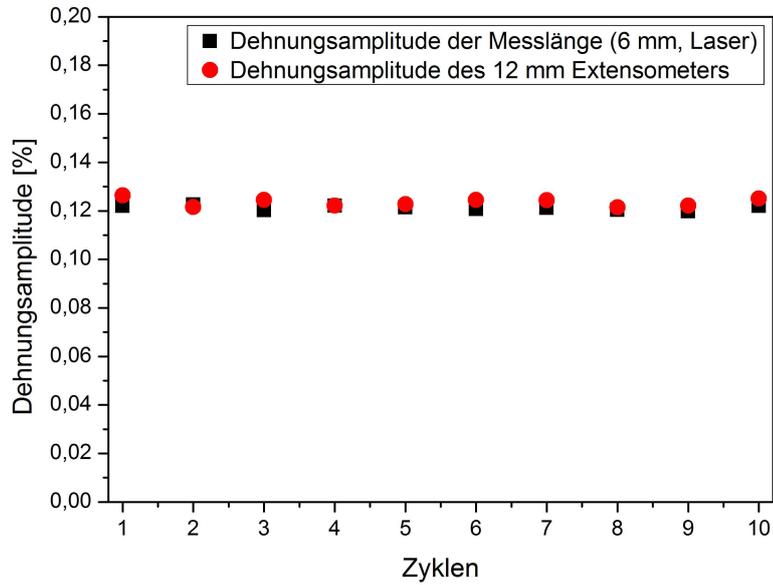


Abbildung 3.18.: Vergleich der zeitgleich mit einem Lasersystem auf der Probenmesslänge (6 mm) und der indirekt auf der Einspannung mit dem 12 mm DAN gemessenen Dehnungen. Dargestellt sind die Dehnungsamplituden für jeden Zyklus

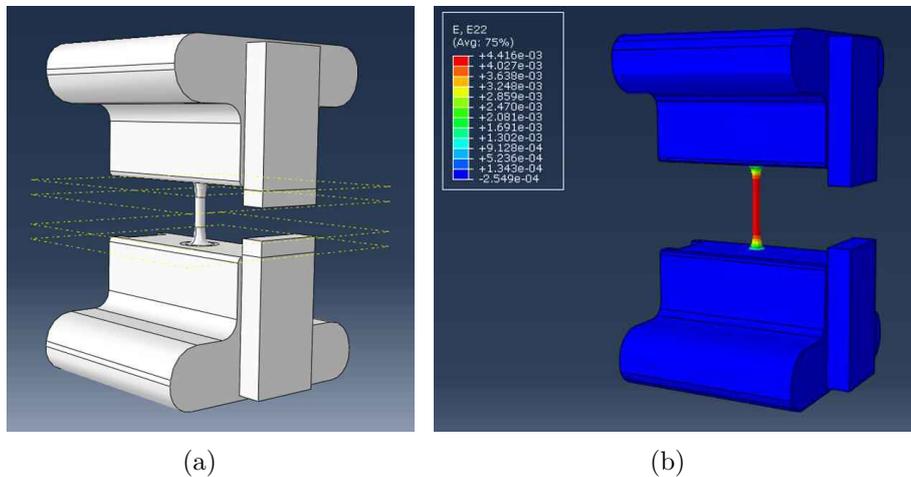


Abbildung 3.19.: Geometrie-Modell (a) der beiden Adapter und der eingebauten Miniaturprobe; Verteilung der in der Belastungsrichtung (Probenachse) auftretenden Dehnung nach einer Verschiebung des oberen Adapters nach oben bei fixiertem unterem Adapter (b)

FEM-Modell die Dehnung in der Probenmesslänge (6 mm) und an den Messpunkten des DAN (12mm Abstand) ausgelesen und miteinander verglichen. Abbildung 3.19(b)

zeigt anhand einer Farbskala (rot = hohe Dehnung, blau = keine/niedrige Dehnung) die Verteilung der Dehnung in Belastungsrichtung in dem FEM-Modell. Der Vergleich der beiden berechneten Dehnungswerte ergab, dass die Dehnung, die an den Messpunkten des DAN auf den Adaptionen abgelesen wurde, 0,0025 % höher ist, als die berechnete Dehnung in der Messlänge. Die FEM-Rechnung bestätigt somit den experimentell bestimmten Kalibrierungsfaktor von "1".

Bei Hochtemperatur kann der Kalibrierungsfaktor nicht experimentell bestimmt werden, da das optische System nur für Raumtemperatur funktioniert. Der Kalibrierungsfaktor von "1" wird auch bei Hochtemperatur angenommen, da sich die Proportionen der Messkonfiguration wegen der ähnlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten von Proben- und Einspannungsmaterial beim Aufheizen nicht ändern. Dabei gilt es zu beachten, dass der Korrekturfaktor "1" nur gültig ist, so lange sich die Probe elastisch verformt. Sobald plastische Verformung eintritt oder die Steifigkeit der Probe während des Versuchs abnimmt, wird durch die indirekte Dehnungsmessung die wahre Dehnung in der Probenmesslänge unterschätzt.

Korrektur der gemessenen Dehnungswerte - Bestimmung des Dehnungsoffsets

Wie bereits in Abschnitt 3.4 beschrieben, wurde die Probe zuerst mit einer Vorspannkraft von 0,2 kN belastet, und anschließend wurde der 12 mm DAN manuell auf die Einspannung aufgesetzt. Das manuelle Aufsetzen für die E-Modulbestimmung bei Raumtemperatur wird so durchgeführt, dass der DAN eine möglichst kleine Dehnung ($\approx 0,00$ bis $0,50$ %) anzeigt. Dies kann über den Abstand der Extensometerarme zueinander manuell eingestellt werden. Für den Fall, dass der DAN nach dem Aufsetzen eine Dehnung von $0,50$ % anzeigt, stellt sich aufgrund der dadurch veränderten Anfangsmesslänge (12,06 statt 12 mm) ein Faktor zwischen den gemessenen und den tatsächlichen Dehnungswerten von 1,005 ein, der vernachlässigbar ist. Vor Hochtemperatur-Messungen wird der DAN so aufgesetzt, dass er zu Beginn eine negative Dehnung anzeigt ($\approx -1,7$ %), damit er nach dem Aufheizen aufgrund der daraus resultierenden Verlängerung der Probe und während des LCF-Versuchs nicht an seine physikalische Messgrenze von $+20$ % Dehnung stößt.

Bedingt durch das manuelle Aufsetzen des DAN unter Vorlast, muss der Offset der gemessenen Dehnungswerte bestimmt werden. Dazu wird aus den Daten der E-Modulmessungen für den Entlastungsteil jedes einzelnen Zyklus die Spannung über der gemessenen Dehnung aufgetragen und der Schnittpunkt dieser Geraden mit der x-Achse berechnet. Der Wert, der sich daraus ergibt, wird abhängig von seinem Vorzeichen entweder von allen gemessenen Dehnungswerten subtrahiert oder zu diesen addiert, sodass für die Daten die Beziehung $\varepsilon = 0 \Leftrightarrow \sigma = 0$ gilt.

Entwicklung von Dehnung und Probensteifigkeit während des LCF-Versuchs

Aus der maximalen und minimalen Dehnung (korrigierte Dehnungswerte) wurde die mittlere Dehnung berechnet (exemplarisch für eine Probe in Abbildung 3.20 gezeigt) und mit Hilfe von Gleichung (2.3) daraus die mittlere plastische Dehnung. Die Auswertung der Daten erfolgte mit der Software Origin® (OriginLab Corporation).

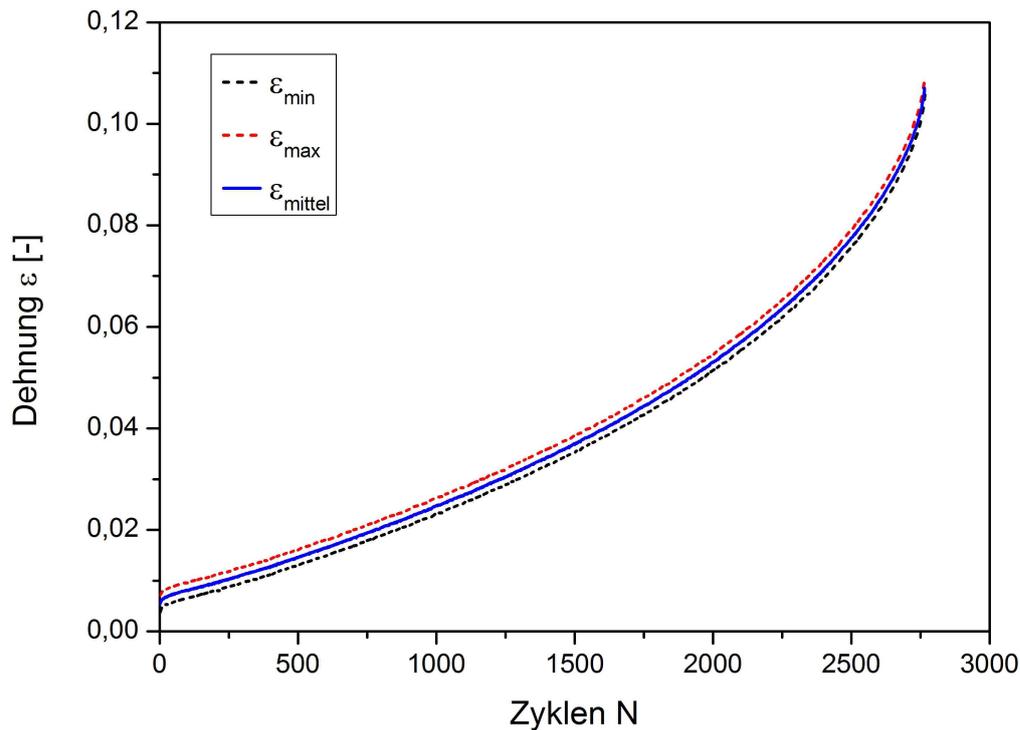


Abbildung 3.20.: Auftragung der Dehnungsspitzenwerte ε_{\min} , ε_{\max} und der daraus berechneten mittleren Dehnung $\varepsilon_{\text{mittel}}$ über der Zyklenzahl der Probe 3CM32F ($\sigma_{\text{mittel}} = 550$ MPa)

Aus der Differenz der minimalen Dehnungen aufeinander folgender Zyklen wurde die plastische Dehnungsschwingbreite bestimmt (siehe Abbildung 3.21). Die Halbierung dieser Werte ergibt die plastische Dehnungsamplitude, wie sie auch in [Chr09] und Abbildung 2.2 dargestellt und über der Zyklenzahl aufgetragen ist. In dieser Arbeit wurde die plastische Dehnungsamplitude mit Hilfe des Filters *Gleitender Durchschnitt* geglättet.

Um später die Dehnungsentwicklung während des LCF-Versuchs mit den in Kriechversuchen erzeugten Daten vergleichen zu können, wurde die Ableitung der mittleren plastischen Dehnung nach der Zeit gebildet $\dot{\varepsilon}_{\text{mittel,pl}}$. Die Ableitung wurde berechnet, indem die Sekante für einen Datenpunkt durch seine beiden benachbarten Datenpunkte gelegt und deren

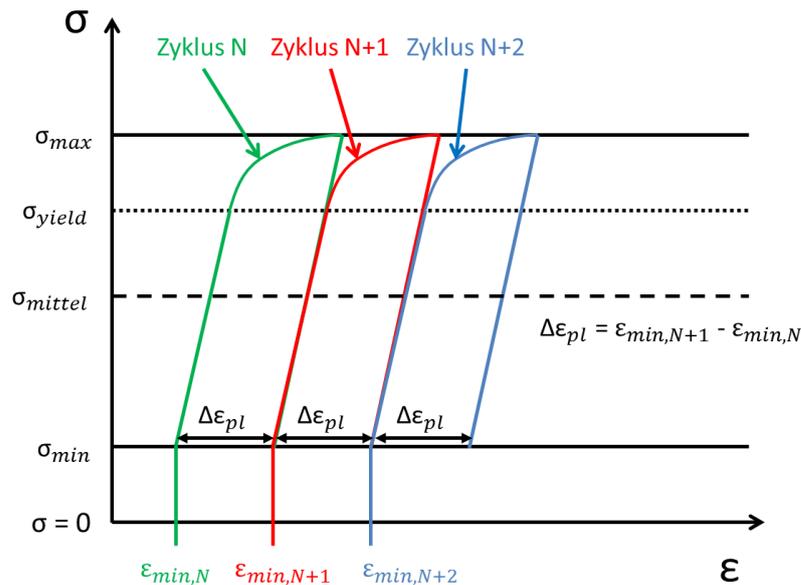


Abbildung 3.21.: Ermittlung der plastischen Dehnungsschwingbreite $\Delta\varepsilon_{pl}$

Steigung ausgewertet wurde. Anschließend wurde die Dehnrade $\dot{\varepsilon}_{mittel,pl}$ ebenfalls mit dem Filter *Gleitender Durchschnitt* geglättet.

Aus den vollständig aufgezeichneten Hysteresen der LCF-Versuche (Datenaufzeichnungsrate und -intervalle siehe Abschnitt 3.4) wurde die Veränderung der Probensteifigkeit während des Versuchs ermittelt. Dazu wurde an den Entlastungsteil der Hysteresen über einen linearen Fit eine Gerade angepasst. Die Steigung dieser Geraden dient als Maß für die Steifigkeit der Probe.

3.6 Mikroskopische und mikroanalytische Untersuchung der Proben nach dem Versuch

Stereomikroskopie

Ein digitales Stereomikroskop der Firma Keyence (VHX 1000) wurde eingesetzt, um die Probenoberfläche vor dem Versuch sowie Probenoberfläche und Bruchfläche nach dem Versuch zu dokumentieren. Mit Hilfe der Option zur automatisierten Aufnahme von Bilderserien mit unterschiedlichem Fokus wird ein Höhenprofil der Bruchfläche berechnet.

Präparation metallographischer Schliffe

Für die mikrostrukturelle Untersuchung wurden von jeder Materialvariante vor dem LCF-Versuch und von jeder Probe nach dem LCF-Versuch metallographische Schliffe

angefertigt. Das zu untersuchende Material wurde zunächst in das elektrisch leitfähige Warmeinbettmittel ConductoMet (Phenolharz, graphit- und mineralgefüllt) der Firma Buehler eingebettet. Anschließend wurde das eingebettete Material auf SiC-Schleifpapier bis zu einer 4000er Körnung von Hand geschliffen. Im nächsten Schritt wurde der Schliff zunächst mit einer Diamantsuspension auf Wasserbasis mit $3\ \mu\text{m}$ großen Partikeln (DiaPro Mol B $3\ \mu\text{m}$ der Firma Struers) und anschließend mit einer kolloidalen siliziumbasierten Suspension mit $0,04\ \mu\text{m}$ großen Partikeln (OP-S der Firma Struers), die mit H_2O_2 in einem Mischungsverhältnis von 10:1 gemischt wurde, poliert. Nach dem letzten Polierschritt wurden die Schriffe ohne Polier- oder Ätzmittel auf einem Poliertuch mit Spülmittel und Wasser gereinigt. Anschließend erfolgte eine dreistufige Reinigung im Ultraschallbad, bei der die Schriffe erst in deionisiertem Wasser mit Spülmittel, danach in deionisiertem Wasser gemischt mit Ethanol (Mischungsverhältnis 1:1) und zuletzt in reinem deionisiertem Wasser für jeweils fünf Minuten gereinigt wurden. Nach der Reinigung wurden die Schriffe in einer Ionenstrahl-Beschichtungsanlage (Gatan Met-Etch Model 683) mit Argon-Ionen ionengeätzt. Bei diesem Ätzschritt werden die γ -Kanäle stärker von Argon-Ionen abgetragen als die γ' -Partikel, was zu einer besseren Unterscheidung der γ - γ' -Mikrostruktur im Rasterelektronenmikroskop (REM) führt. Der letzte Bearbeitungsschritt vor der Untersuchung im REM ist das Besputtern der Schriffoberfläche mit Platin (Schichtdicke ca. 3 nm), um Aufladungseffekte der Probe im REM zu vermeiden. Das Sputtern wurde in dem Sputter Coater SCD 500 der Firma Bal-Tec durchgeführt.

Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen

Ein Rasterelektronenmikroskop der Firma Zeiss (Ultra 55) wurde sowohl für fraktographische Untersuchungen der Bruchfläche als auch für die mikrostrukturelle Untersuchung von metallographischen Schriffen der Proben längs und quer zur Probenachse eingesetzt. Die fraktographische Untersuchung der Bruchfläche erfolgte sowohl mit dem SE (Secondary Electron)- als auch mit dem AsB (Angle selective Backscattered electron)-Detektor. Mit Hilfe der Rückstreuelektronen wurde die Topographie der Bruchfläche im REM abgebildet, und anhand der Rückstreueigenschaften unterschiedlicher chemischer Elemente und Verbindungen wurden zum Beispiel Ausscheidungen auf der Bruchfläche sichtbar gemacht. Diese Untersuchungen erfolgten bei einer Beschleunigungsspannung von 15 kV und einem Arbeitsabstand von 8-10 mm. Der SE-Detektor wurde eingesetzt, um zwischen Elementkontrast und Topographie und daraus resultierenden Helligkeitsunterschieden durch Abschattungseffekte unterscheiden zu können. Hierfür wurde ebenfalls ein Arbeitsabstand von 8-10 mm bei einer Beschleunigungsspannung von 10 kV gewählt.

Ähnlich wie für die fraktographische Untersuchung beschrieben, wurden auch bei der mikrostrukturellen Untersuchung der metallographischen Schriffe der SE- und AsB-Detektor mit den bereits erwähnten Parametern genutzt. Für Übersichtsaufnahmen der Mikrostruktur wurde hauptsächlich der AsB-Detektor verwendet, um z.B. anhand des chemischen

Kontrasts zwischen dendritischen und interdendritischen Bereichen unterscheiden zu können. Abhängig von der geforderten Bildinformation (Struktur/Topographie oder chemischer Kontrast) wurde für Detailaufnahmen von z.B. lokalen Risseinleitungsstellen zwischen SE- und AsB-Detektor gewechselt.

Focused Ion Beam - Slice and View Technique und Auswertung

Die Focused Ion Beam (FIB) - Slice and View Technik wurde genutzt, um die Anordnung und Morphologie von TCP-Phasenpartikeln in den Längsschliffen getesteter Proben näher zu untersuchen. Dazu wurde die Zweistrahl-Ionenfeinstrahlanlage Dual-Beam FIB FEI Helios 600i genutzt, um Bildinformationen aus sequentiellen Schnitten zu generieren. Die FIB verfügt über eine REM-Einheit, mit der zur Identifikation des zu untersuchenden Bereichs in dem Längsschliff der Probe zunächst Aufnahmen gemacht wurden. Anschließend wurde auf die ausgewählte Stelle eine Pt-Schutzschicht aufgebracht, um eine Beschädigung der oberflächennahen Bereiche dieser Stelle durch den Ionenstrahl zu vermeiden. Die Probe wurde so gekippt, dass die Schlieffläche um 52° gegenüber der Elektronenstrahlachse geneigt ist. Um die ausgewählte Stelle auf der Probe herum wurde mit dem Ionenstrahl ein Graben freigeschnitten für den Materialabtrag, der während des Slice and View Prozesses anfällt. Der Slice and View Prozess besteht aus dem sequentiellen Abtragen einer dünnen Schicht des zu untersuchenden Materials und einer anschließenden REM-Aufnahme dieses Bereichs. Der Prozess läuft automatisiert ab. Die kleinstmögliche abtragbare Materialdicke beträgt 10 nm. Das Abtragen durch den Ga⁺-Ionenstrahl erfolgte mit einer Spannung von 30 kV und einem Strom von 0,77 nA, die REM-Aufnahmen wurden mit dem AsB-Detektor bei einer Spannung von 3 kV, einem Strom von 0,69 nA und einem Arbeitsabstand von 4 mm aufgenommen. Das Ergebnis dieses Prozesses sind Bilderstapel, die nach einer entsprechenden Aufbereitung und Filterung mit der Software Avizo (Visualization Sciences Group, VSG) ausgewertet wurden. Die Details dieser Methode sind in [DJ11] und [Egg17] beschrieben.

Röntgen-Computer-Tomographie und Auswertung der damit erzeugten Bilddaten

Mittels Röntgen-Computer-Tomographie (CT) und anschließender Rekonstruktion der Röntgendurchstrahlungsaufnahmen am PC wurden 3D-Abbildungen von ERBO/1C vor den LCF-Versuchen generiert. Dazu wurde ein Stab mit einem Querschnitt von 1 mm x 1 mm und einer Länge von 8 mm entlang der Erstarrungsrichtung [001] durch Drahterodieren präpariert. Dieser Stab wurden in dem Röntgen-CT System EasyTom160 (RX Solutions SAS), das mit einer 160 kV / 16 W Nanofocus® Röntgen-Röhre und mit einem 1920 x 1536 Pixel Detektor ausgestattet ist, geröntgt. Während der Tomographie wurde der Stab bei einer Spannung von 100 kV und einem Strom von 94 μ A um 360 Grad gedreht, dabei wurden 2880 Röntgenprojektionen aufgenommen. Aus den Röntgenaufnahmen wurde ein virtuelles Volumen berechnet, wobei die Voxelgröße 0,9 μ m betrug. Diese Tomogramme

wurden mit Hilfe der Software AVIZO 7 (Visualization Sciences Group, VSG) und ImageJ ([SRE12]) ausgewertet, um die dreidimensionale Porenanordnung und das Porenvolumen von ERBO/1C zu visualisieren und zu untersuchen. Nach der Bearbeitung der Daten mit Avizo kann jede einzelne Pore über ihre Position adressiert und mit geometrischen Parametern charakterisiert werden. Zur Analyse der Porenflächengehalte wurden parallel zu den kristallographischen Ebenen (001), (100) und (010) Bilderstapel mit Bildabständen von $1\ \mu\text{m}$ erzeugt. Diese einzelnen Bilder wurden anschließend mit der Software Image J in Graustufenbilder umgewandelt, mit der "Default-Option" gefiltert, um die Poren von der Mikrostruktur zu separieren, und binarisiert. Die Filtereinstellungen wurden für jeden Bilderstapel manuell eingestellt. Anschließend wurde der Porenflächengehalt mit der Option "Analyze Particles" ausgewertet.

Transmissionselektronenmikroskopie und Energiedispersive Röntgenanalyse

Mit Hilfe der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) wurden die elementaren Verformungsmechanismen untersucht und die Kristallstrukturen von TCP-Phasen bestimmt. Dazu wurden elektronentransparente dünne Folien mit einer FIB (Helios G4 CX) unter einer Beschleunigungsspannung von 30 kV aus dem Schliff einer getesteten Probe präpariert. Die TEM-Untersuchungen wurden an zwei Mikroskopen durchgeführt, an einem Jeol 2200 FS (Mikrostruktur-Aufnahmen und lokale chemische Analysen) und an einem FEI Tecnai Supertwin F20 (Elektronenbeugungsuntersuchungen). Beide Mikroskope wurden mit einer Beschleunigungsspannung von 200 kV betrieben. Bilder wurden im Raster-Transmissionsmodus mit Hellfeld Kontrast (Scanning TEM - STEM, Bright Field - BF) aufgenommen.

Die energiedispersive Röntgenanalyse (EDX) wurde zur chemischen Analyse der TCP-Phasen eingesetzt. Diese Analysen wurden mit dem Jeol System durchgeführt, das mit einem EDX-Detektor mit $100\ \text{mm}^2$ Fläche ausgestattet ist. Es wurden typische EDX-Parameter für die Elementverteilungs-Mappings angewendet (Strahlstrom: 7,47 nA, niedrige Energieauflösung, 30 Minuten Erfassungszeit). Die Partikelanalyse wurde mit einem Strahlstrom von 7,47 nA für 30 Life-Sekunden bei einer Zählrate von 14 200 counts/Sekunde durchgeführt. Zur quantitativen Analyse individueller TCP-Partikel wurden neben Ni und Al die Elemente Co, Hf, Mo, Ni, Ti, und W einbezogen. Da die Elemente Ta, Re und W überlappende EDX-Peaks im Energiespektrum aufweisen, wurde für diese Elemente eine manuelle Zuordnung der Peaks vorgenommen. Alle Elementkonzentrationen wurden auf Basis der Zählimpulse ohne Korrekturen berechnet. Die TCP-Partikel wurden mit Hilfe der Feinbereichsbeugung (Selected Area Electron Diffraction - SAED) identifiziert.

4 Ergebnisse

4.1 Mikrostrukturelle und -analytische Charakterisierung des Ausgangsmaterials

4.1.1 ERBO/1C (gegossen und konventionell wärmebehandelt)

In Schliffen von ERBO/1C sind mit Hilfe des Asb-Detektors im REM Helligkeitsunterschiede zwischen dendritischen und interdendritischen Bereichen zu erkennen (siehe Abbildung 4.1). Dendritische Bereiche erscheinen aufgrund von Seigerungen schwererer Elemente und dem daraus resultierenden Elementkontrast im Rückstreumodus des REM heller als die interdendritischen Bereiche. In Abbildung 4.1(a) liegt die Schlickebene senkrecht zu der Erstarrungsrichtung, so dass die Abstände der Dendriten zu erkennen sind. In [Par+14] wurden die Dendritenabstände für ERBO/1C zu ca. $500\ \mu\text{m}$ bestimmt. Zwischen den Dendriten treten Poren auf, die entlang der Wachstumsrichtung zeitig angeordnet sind, vgl. Abbildung 4.1(b).

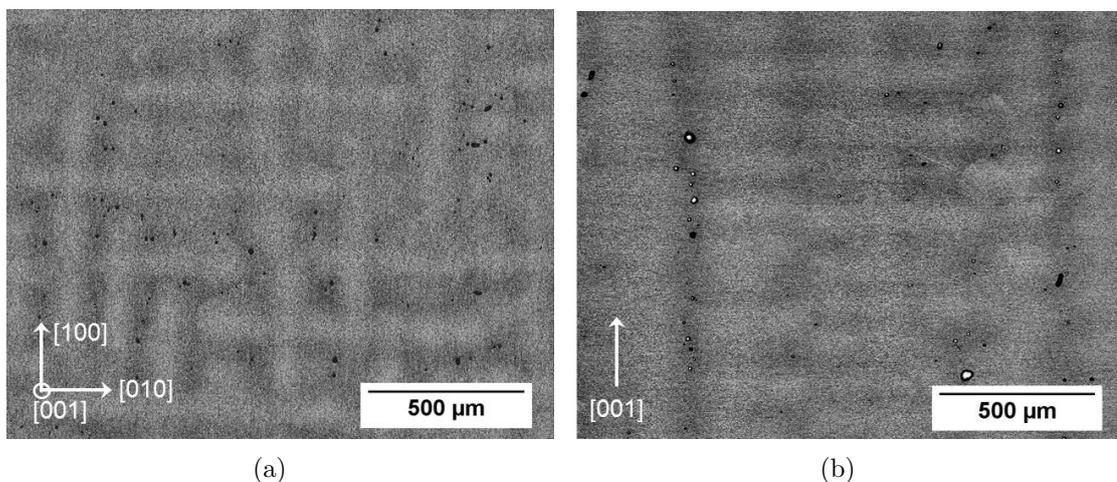


Abbildung 4.1.: REM-Aufnahme eines Schliffes von ERBO/1C senkrecht (a) und parallel (b) zur Dendritenwachstumsrichtung [001]

In ERBO/1C befinden sich zwei verschiedene Arten von Poren, Erstarrungsporen und Wärmebehandlungsporen. Beide Porenarten liegen in den interdendritischen Bereichen vor. Erstarrungsporen sind eher unregelmäßig, meist gestreckt, geformt (siehe Abbildung 4.2) und haben Abmessungen von bis zu $100\ \mu\text{m}$. Der durchschnittliche Durchmesser der Erstarrungsporen wurde in [MR+16a] an ERBO/1 im Erstarrungszustand ausgewertet und beträgt $12\ \mu\text{m}$. Ebenfalls in den interdendritischen Bereichen befinden sich die eher

runden Wärmebehandlungsporen, die Durchmesser von 5 bis 10 μm erreichen können ([Buc15] und siehe Abbildung 4.2).

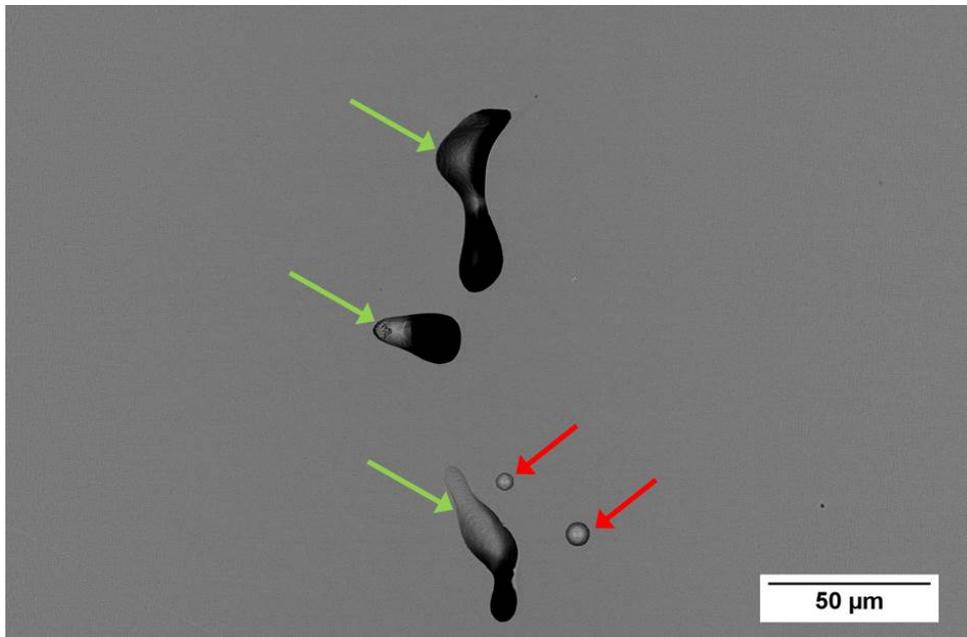


Abbildung 4.2.: REM-Aufnahme der Erstarrungsporen (grün markiert) und Wärmebehandlungsporen (rot markiert) in den interdendritischen Bereichen von ERBO/1C

Die räumliche Anordnung der Poren in den interdendritischen Bereichen wird anhand der rekonstruierten Röntgen-CT-Aufnahmen von ERBO/1C deutlich. In Abbildung 4.3 ist ein Volumen mit den Kantenlängen $900 \times 900 \times 240 \mu\text{m}$ gezeigt. Die Poren wurden blau eingefärbt, und zusätzlich wurde auf der hinteren Fläche (parallel zu einer (100) Ebene) des Quaders der zugehörige CT-Schnitt eingeblendet, wobei der Bildkontrast so eingestellt wurde, dass die dendritischen Bereiche hell erkennbar sind.

Mit Hilfe der CT-Daten des Ausgangsmaterials wurde der Porenflächengehalt parallel zu den kristallographischen Ebenen (001) und (010) analysiert, das Ergebnis zeigt Abbildung 4.3. Der durchschnittliche Porenflächengehalt von ERBO/1C liegt bei etwa 0,3 Flächen-%. Der Porenvolumengehalt des in Abbildung 4.3 gezeigten Volumens liegt bei 0,45 Vol-%.

In Abbildung 4.3 zeigt sich, dass es in jeder der beiden analysierten Richtungen Ebenen gibt, die einen signifikant höheren prozentualen Porenflächengehalt aufweisen, als die benachbarten Ebenen. Besonders deutlich sind diese Variationen entlang der [010] Richtung. Die Maxima der Porenflächengehalte entlang dieser Richtung liegen in etwa in einem Abstand von $300 \mu\text{m}$. Parallel zu der [001] Richtung sind die Maxima der Porenflächengehalte nicht so stark ausgeprägt. In dem Fall des hier analysierten Teilvolumens liegen die Ebenen

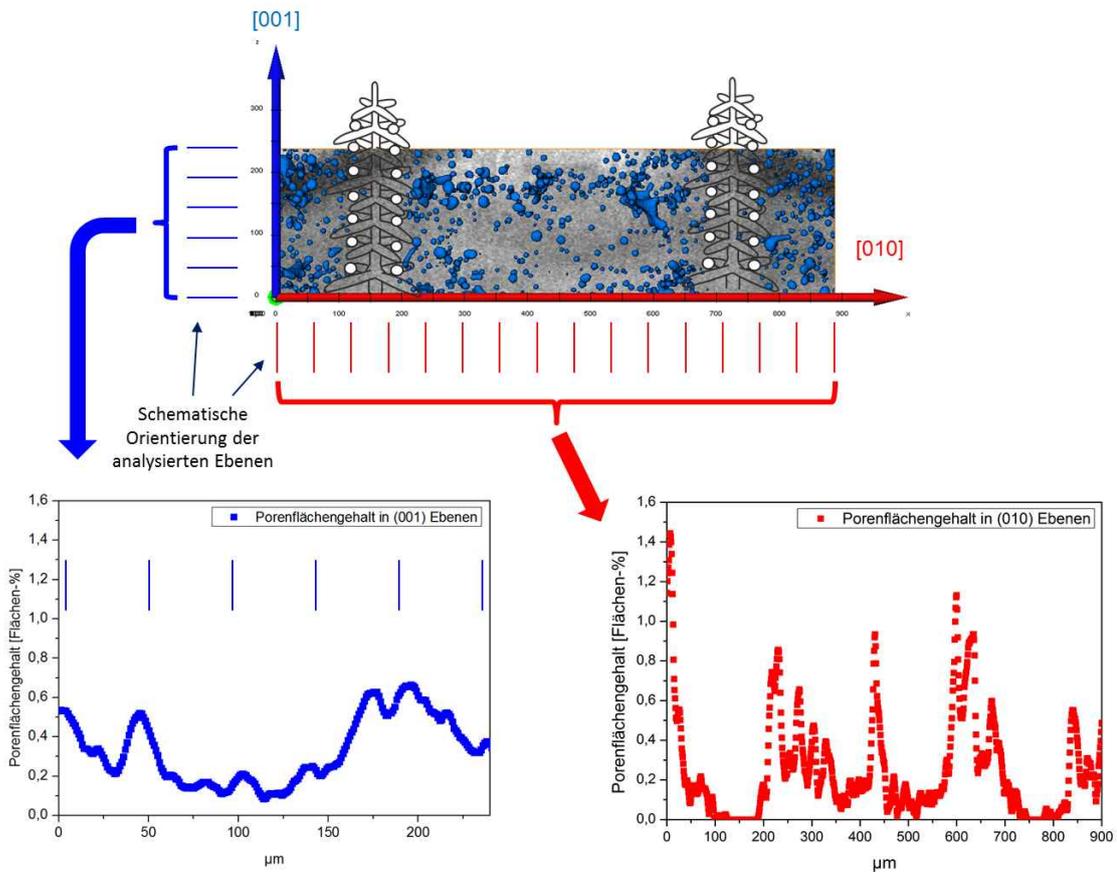


Abbildung 4.3.: Röntgen-CT-Aufnahmen von ERBO/1C, die mit dem Programm Avizo aufbereitet wurden. Die Poren wurden blau eingefärbt und liegen in den interdendritischen Räumen. Aufnahme mit Blick auf die (100) Ebene. Porenflächengehalte in Flächen-% in (001) bzw. (010) Ebenen

mit dem höchsten prozentualen Porenflächengehalt senkrecht zu der [010] Richtung.

Nach der Wärmebehandlung liegt in ERBO/1C die aus der Literatur bekannte γ - γ' -Mikrostruktur vor. Eine Übersicht über die γ - γ' -Mikrostrukturen aller in dieser Arbeit untersuchten Materialvarianten ist im Anhang in Abschnitt A.6 dargestellt. Die γ - γ' -Mikrostruktur von ERBO/1C wurde in der Literatur bereits umfassend charakterisiert, weshalb hier die Literaturwerte genannt werden und keine eigene Auswertung dazu vorgenommen wurde. Die Kantenlänge der γ' -Würfel beträgt zwischen 400 - 550 nm und die Breite der γ -Kanäle liegt bei 49-65 nm [MR+16a],[Wu+16], [Par+14]. Der Volumenanteil der γ' -Würfel liegt bei 70 - 80 % und der Anteil der γ -Matrix bei 20 - 30 % [Par+14],[MR+16a].

4.1.2 ERBO/1-IHT (gegossen und geHIPt)

Da ERBO/1C und ERBO/1-IHT aus dem selben gegossenen Ausgangsmaterial abgeleitet wurden, sind die Dendritenabstände in beiden Materialvarianten gleich. Die Wärmebehandlung in der HIP unter einem konstanten Druck von 100 MPa führt zu deutlich geringeren Porenflächengehalten von 0,002 bis 0,0006 Flächen-% [MR+16b], [MR+16a] im Vergleich zu 0,3 Flächen-% in ERBO/1C. Tendenziell weisen die hier untersuchten geHIPten Proben nach der gleichen Dauer der Ausscheidungshärtung wie ERBO/1C eine etwas feinere γ - γ' -Mikrostruktur auf als ERBO/1C (siehe Abbildung A.3 bis Abbildung A.6). Die Besonderheiten und Unterschiede in der Mikrostruktur, die in den drei ERBO/IHT-Varianten vorkommen, werden im Folgenden gezeigt.

ERBO/1-IHT-1 ($T_{LG} = 1290\text{ °C}$, $t_{AHI} = 4\text{ h}$ bei 1140 °C)

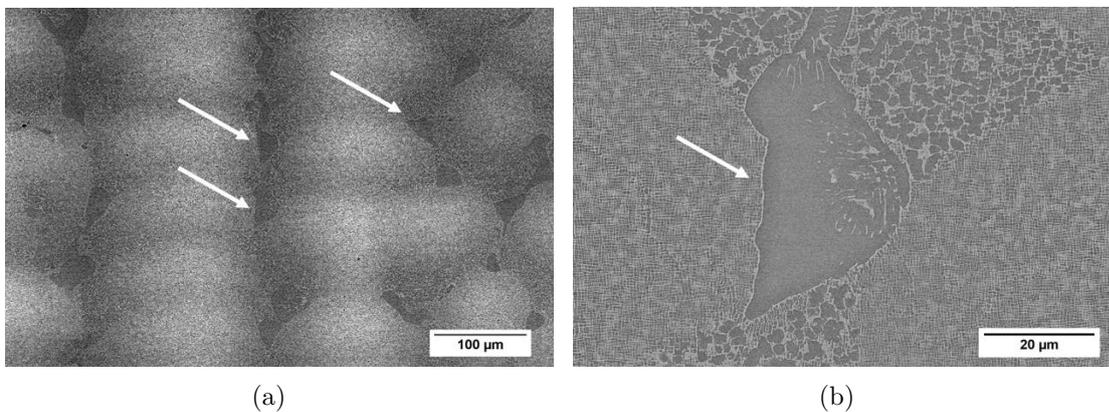


Abbildung 4.4.: Resteutektika in ERBO/1-IHT-1 in einem Schliff parallel zur Erstarrungsrichtung. (a) Resteutektika (siehe Pfeile) in interdendritischen Bereichen. (b) Detail eines Resteutektikums (siehe Pfeil)

Eine REM-Aufnahme von ERBO/1-IHT-1 im Längsschliff zeigt, dass die primäre γ' -Phase (Eutektikum) während der Lösungsglühung des HIP-Prozesses nicht vollständig aufgelöst wurde (Abbildung 4.4). In den interdendritischen Bereichen finden sich viele unregelmäßig geformte zeilig angeordnete Resteutektika (dunkle Bereiche in Abbildung 4.4(a)) mit einem Flächenanteil von 3,124 Flächen% [Rut+18] und Ausdehnungen von 20 - 100 μm . In der Nähe dieser Resteutektika ist häufig zu beobachten, dass die γ' -Phase unregelmäßig geformt ist (siehe Abbildung 4.4(b) und Abbildung 4.5). Die im Ausgangsmaterial vorhandenen Poren wurden fast alle komplett geschlossen. Abbildung 4.5 zeigt eine Pore, die nicht ganz geschlossen wurde.

Die γ' -Würfel in ERBO/1-IHT-1 weisen Kantenlängen von 260 - 360 nm und γ -Kanalbreiten von $32 \pm 12\text{ nm}$ auf, diese liegen etwas niedriger als die von ERBO/1C (siehe Abbildung A.4 und [Rut+18]).

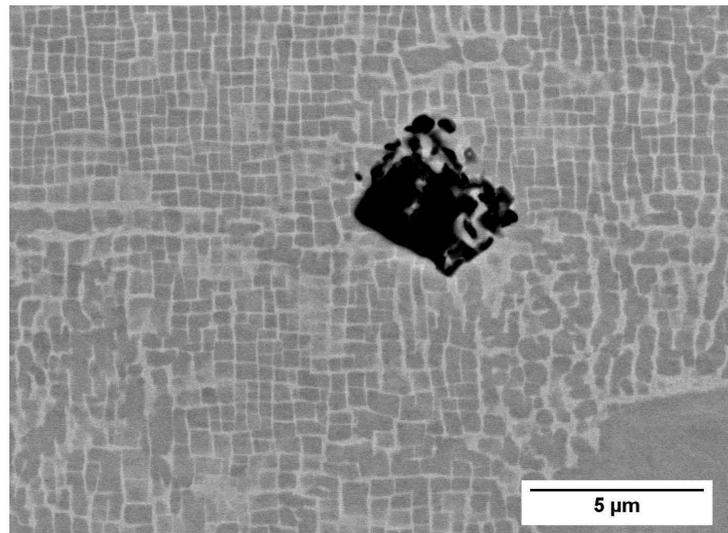


Abbildung 4.5.: REM-Aufnahme einer Pore in ERBO/1-IHT-1 in der Nähe eines Resteutektikums und unregelmäßig geformter γ - γ' -Mikrostruktur

ERBO/1-IHT-2 ($T_{LG} = 1310^\circ\text{C}$, $t_{AH1} = 6\text{ h}$ bei 1140°C)

Eine REM-Übersichtsaufnahme von ERBO/1-IHT-2 zeigt deutliche Kontrastunterschiede zwischen dendritischen und interdendritischen Bereichen sowie dunklere Flecken in den interdendritischen Bereichen (Abbildung 4.6). Diese Aufnahme ist repräsentativ für den gesamten Materialquerschnitt.

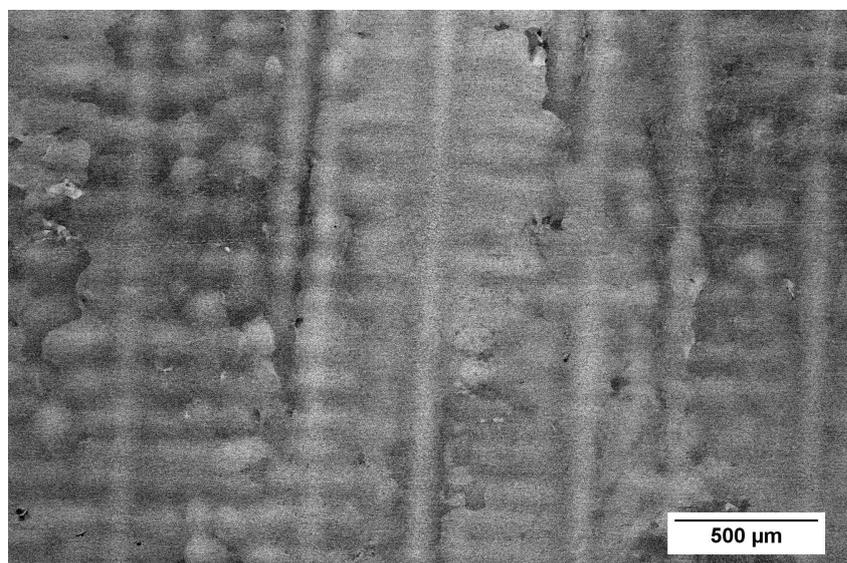


Abbildung 4.6.: Repräsentative REM-Aufnahme (Schliff parallel zur Erstarrungsrichtung) zur Übersicht von ERBO/1-IHT-2 mit deutlichen Kontrastunterschieden in interdendritischen Bereichen

Eine Detailaufnahme dieser interdendritischen Bereiche ist in Abbildung 4.7 dargestellt.

Hier zeigt sich, dass diese dunkleren Flecken aus mehreren Körnern bestehen, sogenannte Freckles. Sie weisen jeweils nur geringe Orientierungsunterschiede zueinander auf, was sich an den nahezu identischen Orientierungen der γ - γ' -Mikrostruktur an den Korngrenzen zeigt. Im Gegensatz zu den Resteutektika in ERBO/1-IHT-1 ist in den hier gezeigten Freckles deutlich die γ - γ' -Mikrostruktur zu sehen. Die Bereiche mit Freckles erreichen Ausdehnungen von bis zu mehreren $100\ \mu\text{m}$.

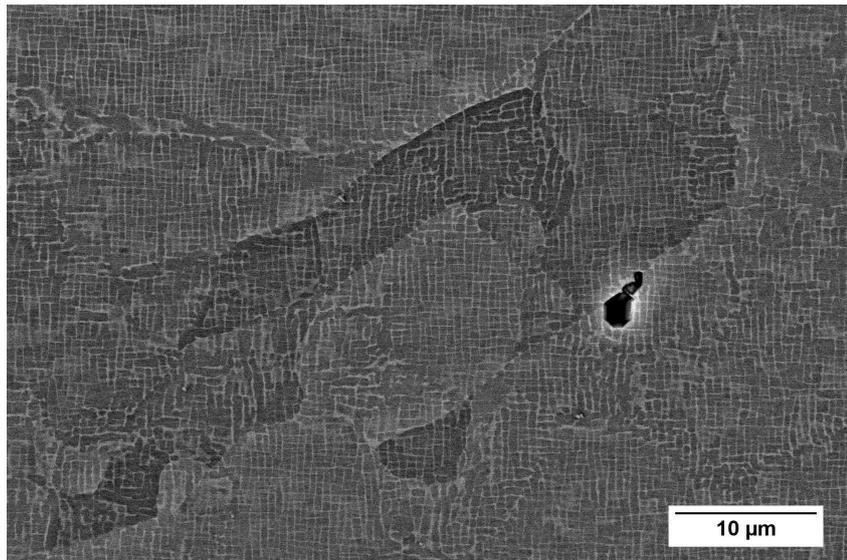


Abbildung 4.7.: Detail-REM-Aufnahme eines interdendritischen Bereichs zeigt Freckles und eine Pore (schwarz)

Ebenfalls in den interdendritischen Bereichen sind vereinzelt unvollständig geschlossene Poren zu finden, an denen sich häufig TCP-Phasenpartikel ausgeschieden haben (siehe Abbildung 4.8). Die Abmessungen dieser Porenreste liegen bei bis zu $5\ \mu\text{m}$.

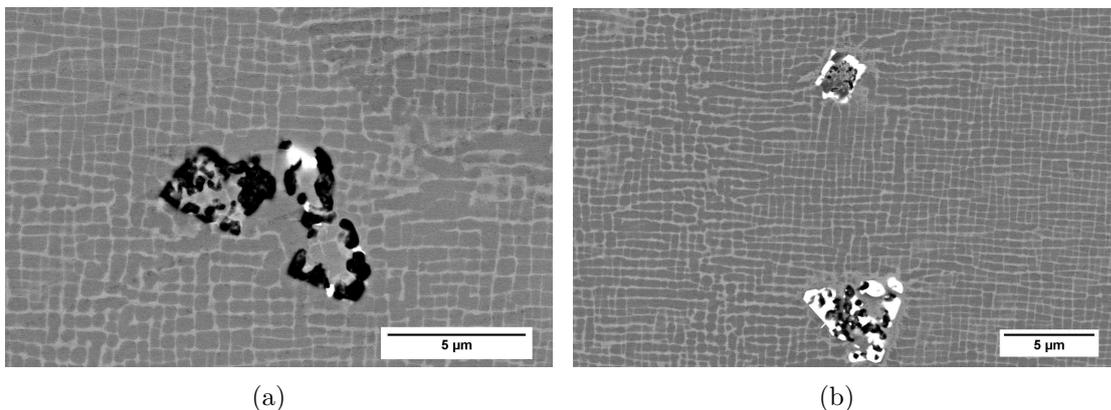


Abbildung 4.8.: REM-Aufnahmen von nicht vollständig geschlossenen Poren (schwarz) in ERBO/1-IHT-2 (a), teilweise mit TCP-Phasenbildung (hell) (b)

Die Feinheit der γ - γ' -Mikrostruktur von ERBO/1-IHT-2 liegt zwischen der von ERBO/1-IHT-1 und ERBO/1C. Dies ist auf die längere Dauer der Ausscheidungshärtung von ERBO/1-IHT-2 (6 h) im Vergleich zu ERBO/1-IHT-1 (4 h) zurückzuführen.

ERBO/1-IHT-3 ($T_{LG} = 1310^\circ\text{C}$, $t_{AH1} = 4\text{ h}$ bei 1140°C)

In ERBO/1-IHT-3 sind, im Gegensatz zu ERBO/1-IHT-2 nur äußerst selten Freckles und keine Eutektika zu finden. In den interdendritischen Bereichen liegen vereinzelt noch Poren vor, an denen sich häufig TCP-Phasenpartikel ausgeschieden haben. Die Größe dieser Porenreste liegt bei bis zu $5\ \mu\text{m}$. Die Feinheit der γ - γ' -Mikrostruktur ähnelt der von ERBO/1-IHT-1 und unterscheidet sich damit kaum von ERBO/1C (Abbildung A.6).

4.1.3 CMSX-4® SEBM (additiv gefertigt)

Es werden drei Varianten des additiv gefertigten CMSX-4® Materials untersucht. Zwei Varianten (eine stängelkristalline und eine einkristalline) liegen im as-built Zustand vor, und bei der dritten Variante handelt es sich um einkristallines wärmebehandeltes Material. Die einkristallinen as-built Halbzeuge weisen in ihren Randbereichen eine stängelkristalline Mikrostruktur auf (siehe Abbildung 3.4(b)), die genauso aussieht wie die Mikrostruktur des stängelkristallinen Materials.

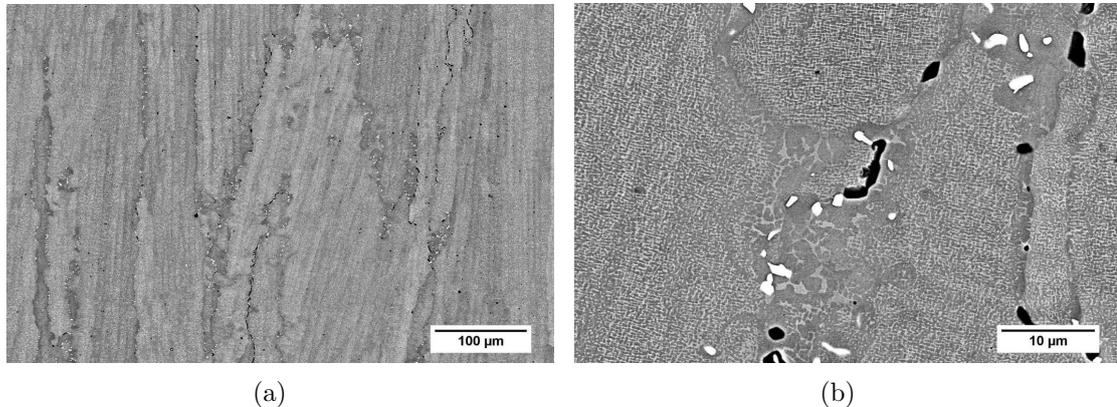


Abbildung 4.9.: REM-Aufnahmen von stängelkristallinen Bereichen des as-built Materials parallel zur Baurichtung (vertikal). Entlang der Baurichtung ausgerichtete langgestreckte Körner und mit TCP-Phasenpartikeln (hell) und Poren (schwarz) belegte Korngrenzen (a), (b) zeigt eine Detailaufnahme der Korngrenzen mit Poren und TCP-Phasenpartikeln

Eine Übersicht über die stängelkristalline (DS) Mikrostruktur von as-built SEBM Material ist in Abbildung 4.9 gezeigt. Parallel zu der Baurichtung des Materials ausgerichtet sind stängelförmige Körner zu sehen, deren Korngrenzen oft mit TCP-Phasenpartikeln besetzt sind. Diese Partikel sind bis zu $10\ \mu\text{m}$ groß. An den Korngrenzen sind außerdem häufig

Poren zu sehen, die Ausdehnungen von ca. $2\text{-}5\ \mu\text{m}$ aufweisen und in ihrer Anordnung entlang der Korngrenzen einer Perforationslinie ähneln. Die Breite der einzelnen Körner variiert zwischen 50 und $100\ \mu\text{m}$. In den Körnern sind Dendriten zu erkennen, die ebenfalls parallel zu der Baurichtung gewachsen sind. Die Dendritenabstände liegen bei $6\text{-}7\ \mu\text{m}$ und sind damit um zwei Größenordnungen kleiner als in gegossenem ERBO/1C-Material.

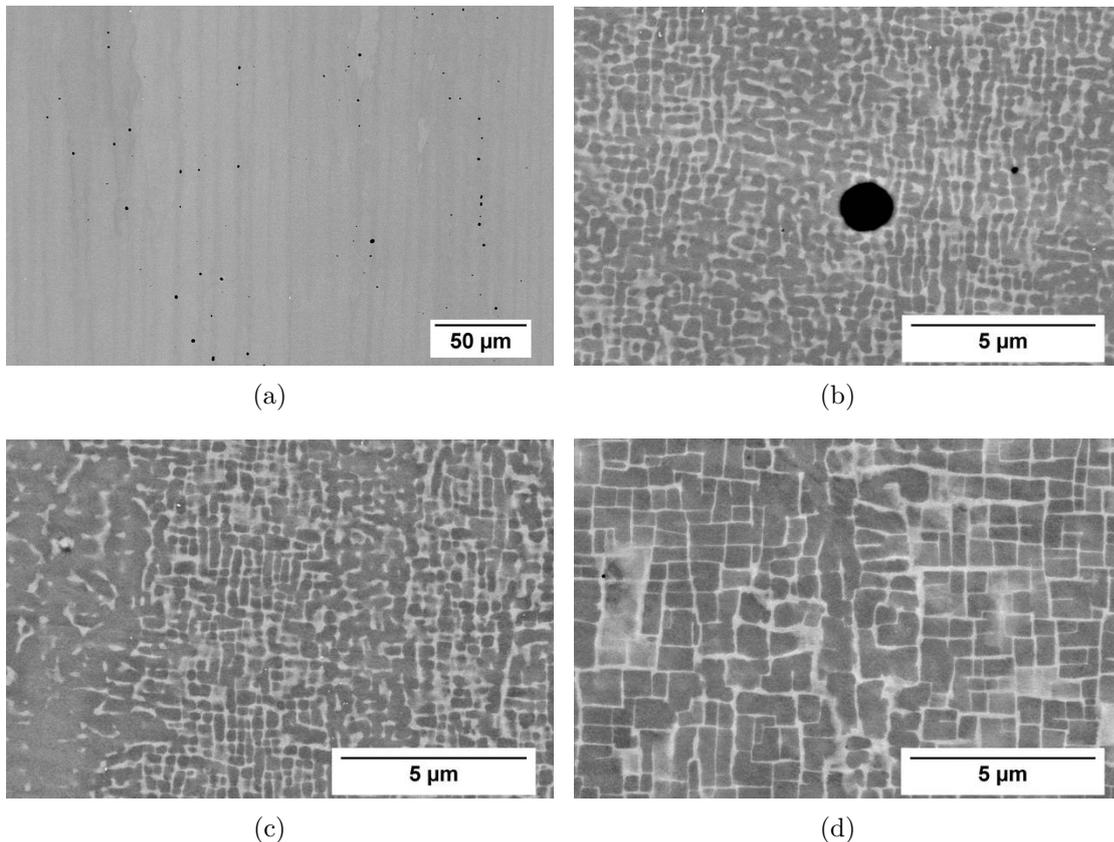


Abbildung 4.10.: REM-Aufnahmen von Schlifren parallel zur Baurichtung von einkristallinem as-built (a-c) und wärmebehandeltem (d) SEBM Material. Dendriten mit vielen Poren in den interdendritischen Bereichen sind anhand der Kontrastunterschiede sichtbar (a). Detail einer Pore im as-built Material (b). As-built: Gleichmäßig geformte $\gamma\text{-}\gamma'$ -Mikrostruktur im Dendriten (mittlerer Bildteil), unregelmäßige Struktur in den interdendritischen Räumen (linker Bildteil) (c). Wärmebehandelt: Keine Unterschiede zwischen $\gamma\text{-}\gamma'$ -Mikrostruktur in dendritischen und interdendritischen Bereichen sichtbar (d)

Abbildung 4.10 zeigt einen Vergleich der Mikrostrukturen von as-built und wärmebehandeltem einkristallinem CMSX-4®. In dem einkristallinem CMSX-4® liegen die Dendritenabstände wie bei dem DS-Material bei $6\text{-}7\ \mu\text{m}$ (Abbildung 4.10(a)). Zwischen den Dendriten sind meist rund geformte Poren in den interdendritischen Räumen mit Durchmessern von ca. 1 bis $2\ \mu\text{m}$ angeordnet (Abbildung 4.10(b)). Der Porenflächenanteil in dem SEBM

Material wurde in [Rut+16] analysiert und liegt zwischen 0,3 und 0,6 Flächen-%.

In dem as-built Material liegt in den Dendriten eine regelmäßig geformte γ - γ' -Mikrostruktur vor, in den interdendritischen Bereichen sind die γ' -Würfel eher unregelmäßig geformt (siehe 4.10(c)). Nach der Wärmebehandlung liegt eine homogene und regelmäßig geformte γ - γ' -Mikrostruktur vor, so dass kaum noch zwischen dendritischen und interdendritischen Bereichen unterschieden werden kann (Abbildung 4.10(d)). Die bereits vor der Wärmebehandlung im Material vorhandenen Poren zeigen nach der Wärmebehandlung eine leichte Facettierung. Nach der Wärmebehandlung nimmt die Größe der γ' -Würfel bis maximal 500 nm zu. Der Volumenanteil der γ' -Phase liegt laut [RSK16] bei ca. 70 vol%.

Die Untersuchung eines Schliffes des wärmebehandelten SEBM Materials im REM zeigt, dass in der Mikrostruktur zufällig verteilte Bereiche mit unregelmäßig geformten γ' -Partikeln, TCP-Phasenpartikeln und Einschlüssen vorkommen (siehe 4.11). Rücksprache mit den Herstellern des SEBM Materials hat ergeben, dass es sich bei diesen Bereichen um gealterte (rezyklierte) CMSX-4-Pulverpartikel handelt, die nicht vollständig aufgeschmolzen wurden. Einschlüsse, wie sie in Abbildung 4.11(b) zu sehen sind, bestehen aus Al_2O_3 und haben sich während des Bauprozesses von der Abdeckung der SEBM-Anlage gelöst und wurden in das Material eingebaut.

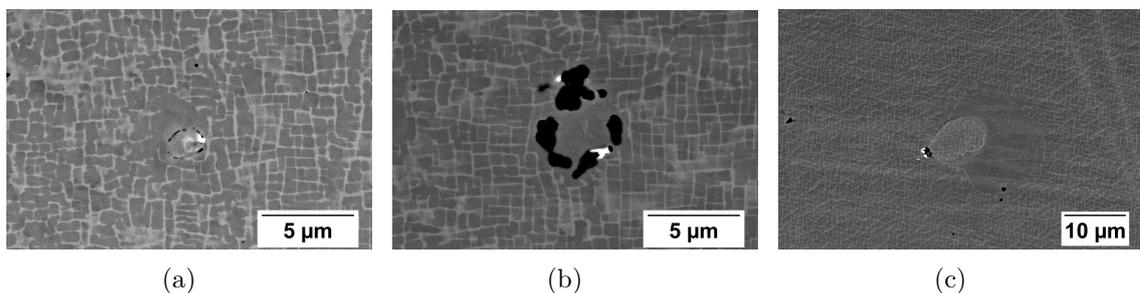


Abbildung 4.11.: REM-Aufnahmen von Einschlüssen und auffälligen Bereichen in der Mikrostruktur in SEBM Ausgangsmaterial nach der Wärmebehandlung zeigen unregelmäßig geformte γ' -Partikel und TCP-Phasenpartikel (a), Einschlüsse (schwarz) (b) und rund geformte Bereiche mit anderer Orientierung der Mikrostruktur (c), bei denen es sich um rezyklierte Pulverpartikel handelt

4.2 Mechanische Versuche

4.2.1 ERBO/1C

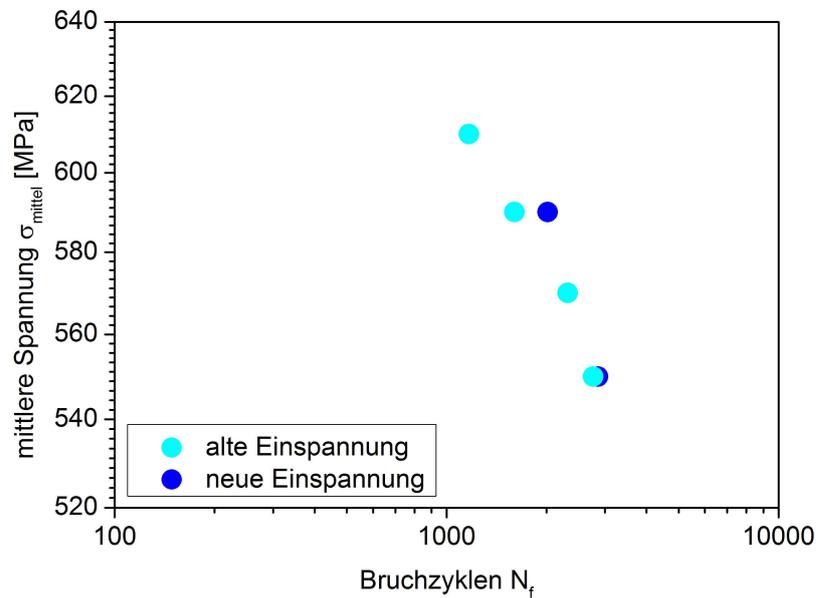
Die LCF-Versuche bei 950 °C an ERBO/1C wurden an Proben mit vier unterschiedlichen kristallographischen Orientierungen durchgeführt: [001], [010], [011] und $[\bar{1}10]$. Bis auf eine Probe, bei der der Versuch nach etwa der Hälfte der Lebensdauer abgebrochen wurde,

wurden alle Proben bis zum Bruch ermüdet. Vier Proben der [001]-Orientierung wurden mit einer alten (einfacheren) Einspannung geprüft, die aufgrund ihrer Geometrie keine Dehnungsmessung ermöglicht hat (siehe Abschnitt 3.4). Aus diesem Grund kann für diese vier Proben kein E-Modul und keine Bruchdehnung bestimmt werden. Eine Übersicht der Versuchsergebnisse von ERBO/1C zeigt Tabelle 4.1. Die E-Modulwerte für die [001] und [010] orientierten Proben liegen zwischen 80,1 GPa und 88 GPa. Die $\bar{1}10$ und [011] orientierten Proben weisen einen höheren E-Modul und eine größere E-Modulspanne mit Werten von 148,5 GPa bis 176,4 GPa auf.

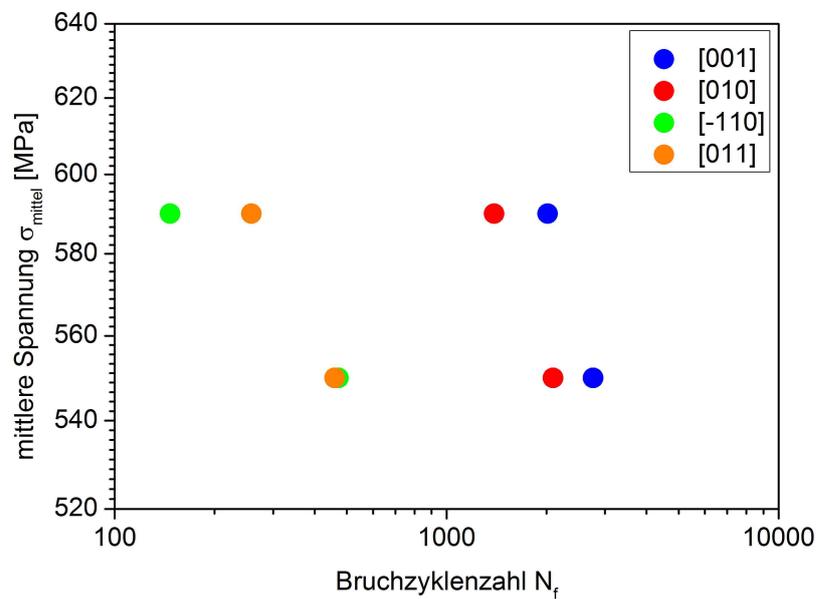
Tabelle 4.1.: Übersicht über die Ergebnisse der LCF-Versuche an ERBO/1C

Probenname	krist. Orientierung	σ_{mittel} im LCF-Versuch [MPa]	Bruchzyklen N_f	E-Modul bei 950°C [GPa]	Bruchdehnung [%]
3CM13C	[001]	570	2317	-	-
3CM14C	[001]	590	1603	-	-
3CM17C	[001]	610	1169	-	-
3CM18C	[001]	550	2862	-	-
3CM31F	[001]	590	2018	84,5	9,7
3CM32F	[001]	550	2765	85,2	10,7
3CM18D	[001]	550	1500*	88	*unterbrochen
3CM14F	[010]	590	1391	84,2	9,9
3CM15F	[010]	550	2093	80,1	14,2
3CM20D	[011]	590	258	152,9	6,9
3CM28F	[011]	550	460	148,5	6,6
3CM24F	$\bar{1}10$	590	147	176,4	4,3
3CM25F	$\bar{1}10$	550	472	174,0	4,2

Abbildung 4.12(a) zeigt den Vergleich der Lebensdauer von [001] Proben, die mit der alten (einfacheren) und der neuen Einspannung bei ansonsten gleichen Versuchsparametern getestet wurden. Die Lebensdauerwerte hängen nicht davon ab, mit welcher Einspannung die Versuche durchgeführt wurden. Abbildung 4.12(b) veranschaulicht die Abhängigkeit der Bruchzyklenzahl von der mittleren Spannung und der kristallographischen Orientierung. Bei gleicher mittlerer Spannung versagen die $\langle 110 \rangle$ orientierten Proben immer deutlich vor den $\langle 100 \rangle$ orientierten Proben. Bei Proben der $\langle 100 \rangle$ Orientierung zeigen die Proben, die senkrecht zu der Erstarrungsrichtung der Dendriten entnommen wurden ([010]), die Tendenz, vor den Proben, die parallel ([001]) zu der Erstarrungsrichtung entnommen wurden, zu versagen. Bei Proben der $\langle 110 \rangle$ Orientierung ist kein eindeutiger Trend dieser Art sichtbar. Anhand der $\langle 100 \rangle$ Proben ist keine Korrelation zwischen Lebensdauer, E-Modul und Bruchdehnung festzustellen. Bei den $\langle 110 \rangle$ Proben weisen die $\bar{1}10$ -Proben einen höheren E-Modul und eine geringere Bruchdehnung auf als die [011]-Proben, zwischen Lebensdauer und E-Modul bzw. Bruchdehnung besteht keine Korrelation.



(a)



(b)

Abbildung 4.12.: Lebensdauer von ERBO/1C in den vier getesteten kristallographischen Orientierungen. (a) Vergleich der Lebensdauerwerte von [001]-Proben, die mit alter und neuer Einspannung getestet wurden. (b) Alle ERBO/1C Proben, die mit der neuen Einspannung getestet wurden.

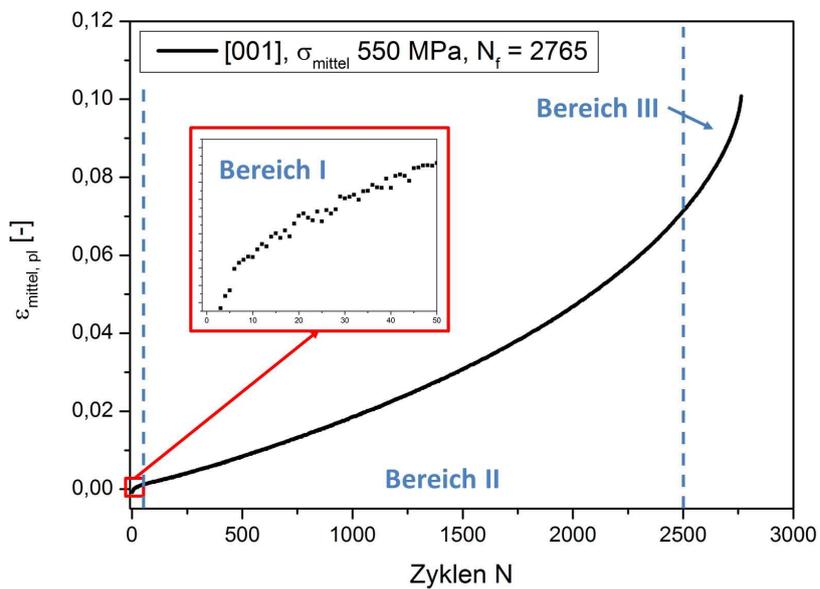
In Abbildung 4.13 ist die Entwicklung der mittleren plastischen Dehnung und der plastischen Dehnungsamplitude über der Zyklenzahl der Probe 3CM32F in [001] Orientierung beispielhaft dargestellt. Der Kurvenverlauf ist bei allen in dieser Arbeit in $\langle 100 \rangle$ Orientierung getesteten Proben ähnlich. Die mittlere plastische Dehnung nimmt mit jedem Zyklus zu, was charakteristisch für das zyklische Kriechen ist. Bei der Auftragung der mittleren plastischen Dehnung bzw. der plastischen Dehnungsamplitude über der Zyklenzahl (siehe Abbildung 4.13) lassen sich folgende Bereiche unterscheiden:

1. Anstieg der Dehnung mit abnehmender Dehnrate bzw. korrespondierend eine Abnahme der plastischen Dehnungsamplitude über der Zyklenzahl (Bereich I)
2. annähernd konstanter Dehnungsanstieg bzw. konstante Dehnungsamplitude über der Zyklenzahl (Bereich II)
3. Dehnungsanstieg mit zunehmender Dehnrate über der Zyklenzahl bis zum Bruch (Bereich III).

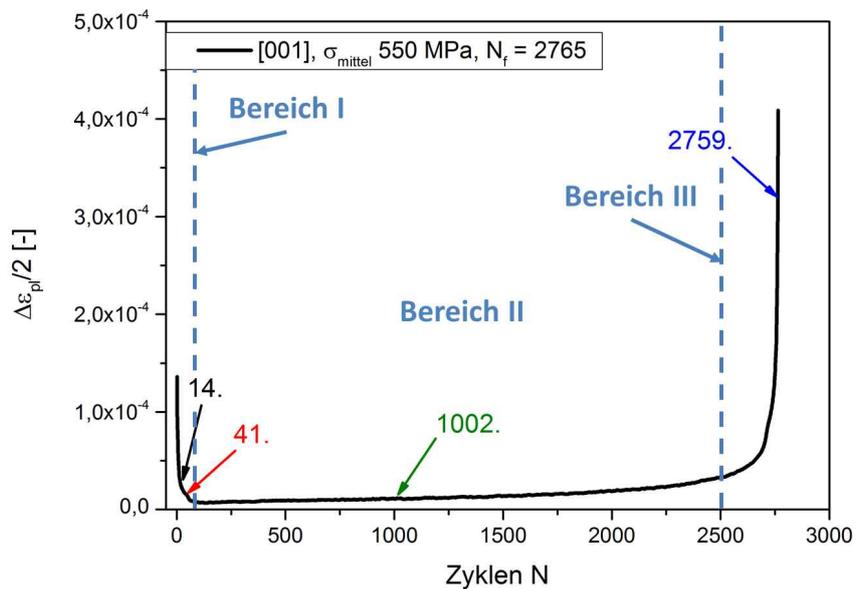
Für die in Abbildung 4.13(b) markierten Zyklen sind zur Veranschaulichung der Dehnungsentwicklung während der einzelnen Zyklen die kompletten Spannungs-Dehnungs-Hysteresen in Abbildung 4.14 dargestellt. In Abbildung 4.13(b) zeigt sich anhand der Abnahme der plastischen Dehnungsamplitude innerhalb der ersten 50 Zyklen eine Wechselverfestigung des Materials. Dies spiegelt sich in Abbildung 4.14 in den schmaler werdenden Hysteresen (kleinerer plastischer Dehnungsanteil) von Zyklus 14 zu Zyklus 42 wider. In Abbildung 4.14 ist zu erkennen, dass die Steigung der Hysteresengeraden nach der anfänglichen Verfestigung abnimmt, sowohl bei der Be- als auch bei der Entlastung. Aus dem linearen Fit an den Entlastungsteil wurde der scheinbare E-Modul bestimmt (siehe Abbildung 4.15).

In Abbildung 4.15 ist der scheinbare E-Modul über der Zyklenzahl für zwei Proben in [001] Orientierung (3CM32F und 3CM18D) dargestellt, die mit der gleichen Mittelspannung (550 MPa) getestet wurden. Für die Probe 3CM32F wurden die vollständigen Hysteresen in größeren Zeitintervallen aufgezeichnet, weshalb für diese weniger Datenpunkte vorliegen. Die Probe 3CM32F wurde bis zum Bruch getestet, und der Versuch an der Probe 3CM18D wurde etwa nach der Hälfte der Zyklenzahl bei 1500 Zyklen gestoppt. Beide Proben zeigen eine Abnahme des scheinbaren E-Moduls über der Zyklenzahl. Die Abnahme verläuft zunächst flach. Kurz vor dem Bruch der Probe 3CM32F ($N_f = 2765$) verläuft ab ca. 2000 Zyklen die Abnahme des scheinbaren E-Moduls steiler. Die Probe 3CM18D zeigt ab etwa 1000 Zyklen eine beschleunigte Abnahme des scheinbaren E-Moduls.

Abbildung 4.16 zeigt anhand der plastischen Dehnungsamplitude über der Zyklenzahl, dass die Probe 3CM18D zu dem Zeitpunkt der Versuchsunterbrechung in dem Bereich II der Dehnungsentwicklung war.



(a)



(b)

Abbildung 4.13.: Einteilung der mittleren plastischen Dehnung (a) und der plastischen Dehnungsamplitude (b) über der Zyklenzahl in drei charakteristische Bereiche. Spannungs-Dehnungs-Hysteresen der gekennzeichneten Zyklen in (b) sind in Abbildung 4.14 dargestellt.

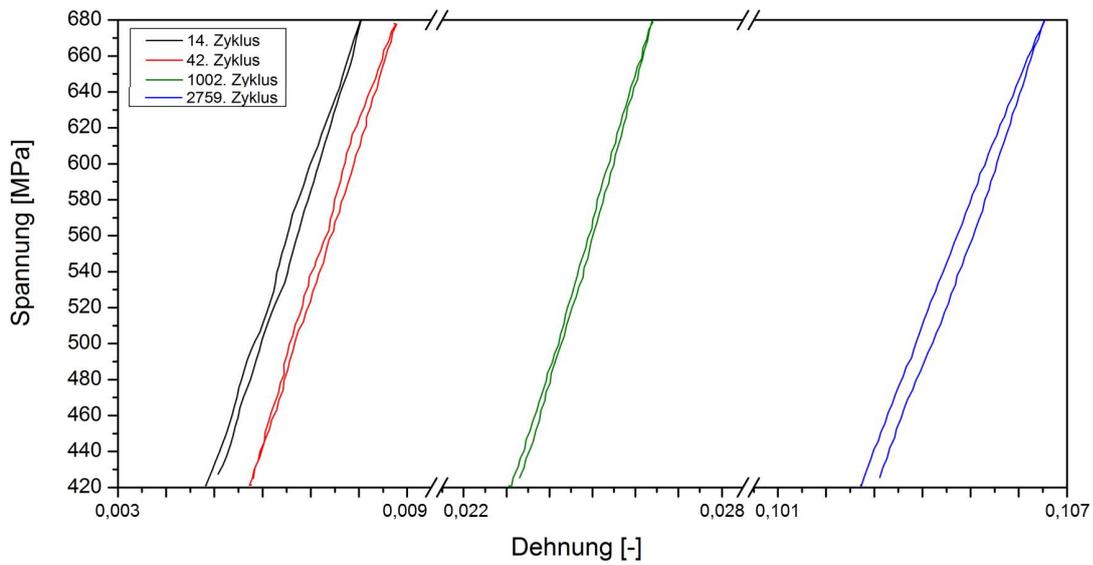


Abbildung 4.14.: Spannung-Dehnungs-Hysteresen ausgewählter Zyklen (korrespondierend zu Abbildung 4.13(b)) der Probe 3CM32F ($\sigma_{mittel} = 550$ MPa)

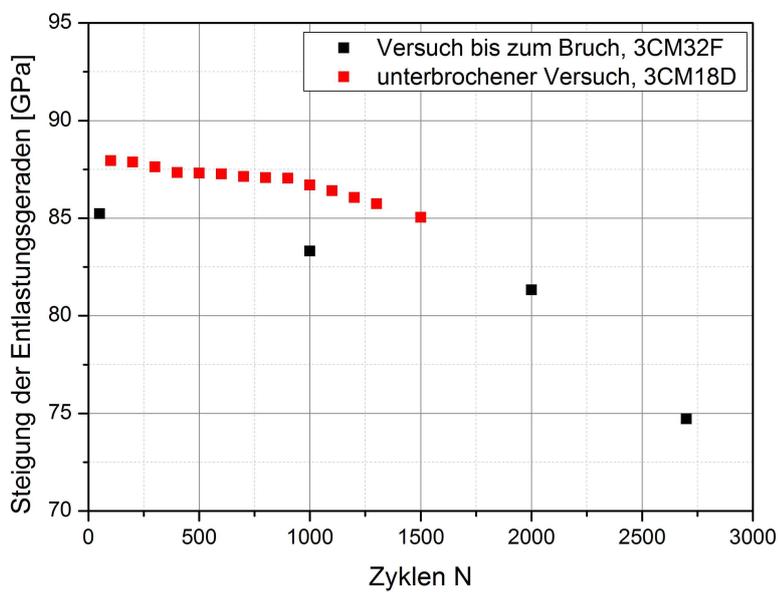


Abbildung 4.15.: Auftragung der Steigung der Entlastungsgeraden (scheinbarer E-Modul) über der Zyklenzahl für zwei LCF-Proben (3CM32F und 3CM18D), die mit einer Mittelspannung von 550 MPa getestet wurden.

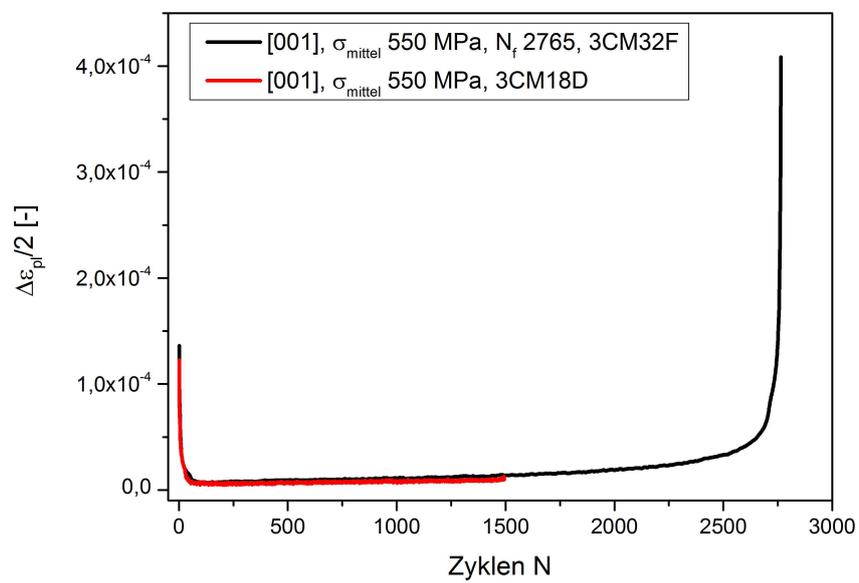


Abbildung 4.16.: Entwicklung der plastischen Dehnungsamplitude über der Zyklenzahl des bei 1500 Zyklen unterbrochenen Versuchs und zum Vergleich die des bis zum Bruch durchgeführten Versuchs

In Abbildung 4.17 ist die Entwicklung der mittleren plastischen Dehnung und der plastischen Dehnungsamplitude über der Zyklenzahl für ERBO/1C Proben verschiedener kristallographischer Orientierungen aufgetragen.

In Abbildung 4.17(a) und 4.17(c) zeigt sich ein auffälliger Kurvenverlauf in den ersten 25 % der Lebensdauer der Probe 3CM15F, die bei einer Mittelspannung von 550 MPa getestet wurde. Danach gleicht der Verlauf wieder dem der anderen Proben. Dieses Verhalten ist darauf zurückzuführen, dass die keramischen Spitzen des DAN zu Beginn des Versuchs verrutscht waren, im weiteren Verlauf des Versuchs jedoch an ihrer Position blieben.

Die $\langle 100 \rangle$ orientierten Proben weisen mit ca. 10 % bis 14 % insgesamt höhere Dehnungen bis zum Bruch auf als die $\langle 110 \rangle$ orientierten Proben (ca. 4 % bis 7 %). Innerhalb der $\langle 110 \rangle$ orientierten Proben fällt auf, dass die [011] Proben mit ca. 7 % eine fast doppelt so hohe Dehnung bis zum Bruch erreichen wie die $[\bar{1}10]$ Proben (ca. 4 %).

Der Vergleich der beiden Proben der $\langle 100 \rangle$ Orientierungen, die bei 590 MPa getestet wurden, zeigt, dass die mittlere plastische Dehnung und die Dehnrates im Bereich II bei der [010]-Probe (3CM14F) von Beginn des Versuchs an höher ist als bei der [001]-Probe (3CM31F), siehe Abbildung 4.17(a). Korrespondierend dazu sind auch die plastische Dehnungsamplitude und der Anstieg der Dehnungsamplitude im Bereich II bei der [010]-Probe höher als bei der [001]-Probe, vgl. Abbildung 4.17(c). Das Minimum der plastischen Dehnungsamplitude liegt bei den $\langle 100 \rangle$ -Proben bei etwa 80-100 Zyklen. Dabei ist keine deutliche Abhängigkeit zwischen der Zyklenzahl, bei der das Minimum liegt und der Probenorientierung oder der Mittelspannung zu erkennen. Bei höherer Mittelspannung ist die minimale Dehnungsamplitude höher. Bei gleicher Mittelspannung ist die minimale Dehnungsamplitude der [010]-Proben höher als die der [001]-Proben.

Bei Proben der $\langle 110 \rangle$ Orientierungen liegen die plastischen Dehnungen und Dehnrates im Bereich II der [011]-Proben immer über denen der $[\bar{1}10]$ -Proben, siehe Abbildung 4.17(b). Die plastische Dehnungsamplitude und der Anstieg der Dehnungsamplitude im Bereich II sind bei den [011]-Proben ebenfalls höher als bei den $[\bar{1}10]$ -Proben, vgl. Abbildung 4.17(d). Das Minimum der plastischen Dehnungsamplitude liegt bei den $\langle 110 \rangle$ Proben bei etwa 100-200 Zyklen, wobei zwischen den beiden Orientierungen kein deutlicher Unterschied auszumachen ist. Dagegen hat die Mittelspannung einen Einfluss auf die Zyklenzahl, bei der das Minimum der Dehnungsamplitude auftritt, und zwar tritt das Minimum bei höheren Lastzyklen auf, wenn die Mittelspannung geringer ist. Bei geringerer Mittelspannung ist auch der Bereich der zyklischen Sättigung ausgeprägter, vgl. Abbildung 4.17(d).

Generell zeigen die $\langle 100 \rangle$ orientierten Proben einen ausgedehnteren zyklischen Sättigungsbereich als die $\langle 110 \rangle$ orientierten Proben.

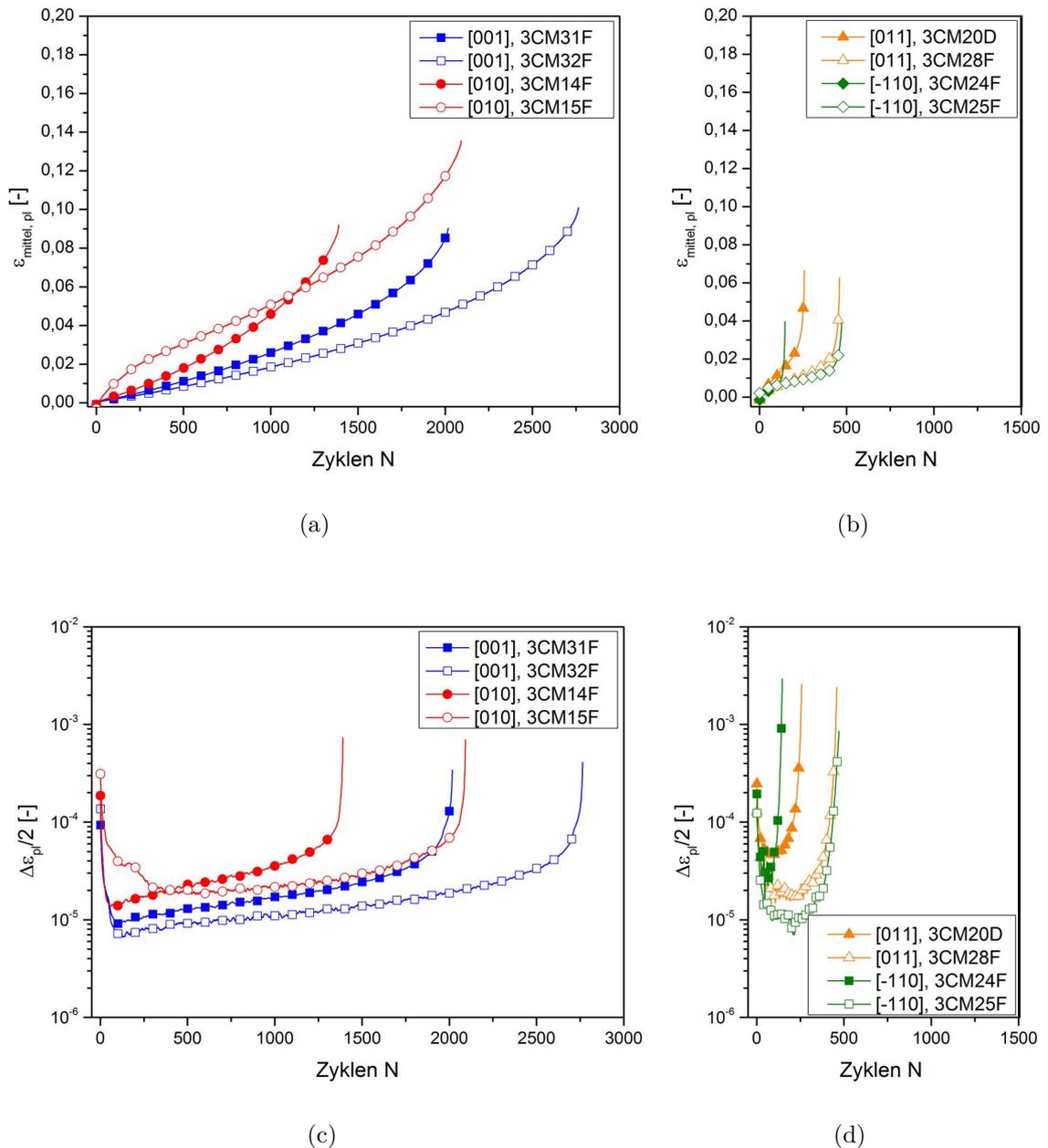


Abbildung 4.17.: Entwicklung der mittleren plastischen Dehnung der $\langle 100 \rangle$ orientierten Proben (a) und der $\langle 110 \rangle$ orientierten Proben (b) sowie der plastischen Dehnungsamplitude der $\langle 100 \rangle$ (c) und (d) $\langle 110 \rangle$ orientierten ERBO/1C Proben über der Zyklenzahl (ausgefüllte Symbole stehen für Versuche bei $\sigma_{\text{mittel}} = 590$ MPa, offene Symbole für Versuche bei $\sigma_{\text{mittel}} = 550$ MPa)

4.2.2 ERBO/1-IHT

Es wurden jeweils zwei Proben aus ERBO/1-IHT-1, ERBO/1-IHT-2 und ERBO/1-IHT-3 in LCF-Versuchen bei 950 °C bis zum Probenbruch getestet. Während der Versuche an den beiden ERBO/1-IHT-3 Proben kam es zu einem Ausfall der Dehnungsmessung, weshalb hier nur die Lebensdauer und nicht die Dehnungsentwicklung ausgewertet werden konnte. Eine Übersicht über die Versuchsergebnisse zeigt Tabelle 4.2.

Tabelle 4.2.: Übersicht über die Ergebnisse der LCF-Versuche an ERBO/1-IHT

Probenname	krist. Orientierung/Materialinformationen	σ_{mittel} im LCF-Versuch [MPa]	Bruchzyklen N_f	E-Modul bei 950°C [GPa]	Bruchdehnung [%]
3CM1F	[001], ERBO/1-IHT-1	590	1396	82,5	15,1
3CM2F	[001], ERBO/1-IHT-1	550	1957	77,2	18,9
3CM13G	[001], ERBO/1-IHT-2	590	965	88,8	18,3
3CM12G	[001], ERBO/1-IHT-2	550	2279	86,0	18,5
3CM37F	[001], ERBO/1-IHT-3	590	2573	-	-
3CM35F	[001], ERBO/1-IHT-3	550	4546	-	-

In Abbildung 4.18 sind die Lebensdauerwerte in einem Wöhler-Diagramm dargestellt.

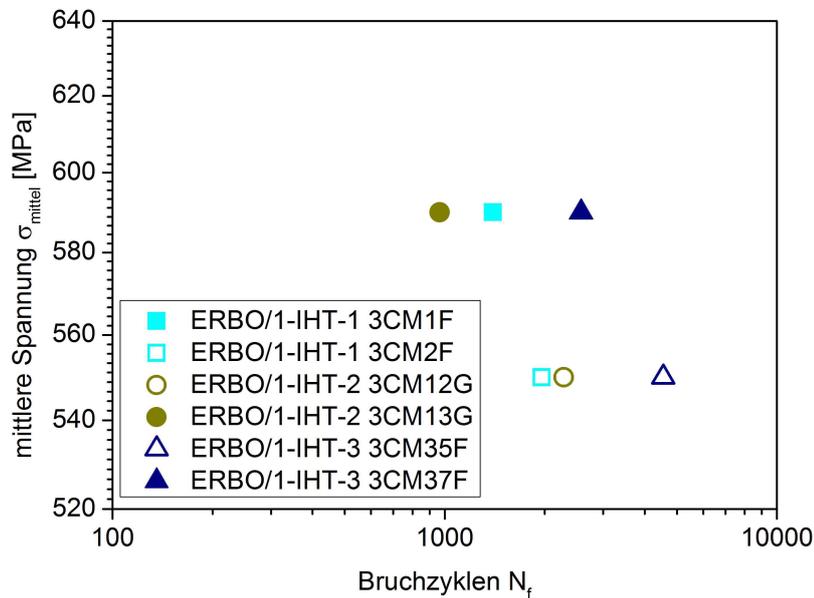


Abbildung 4.18.: Lebensdauer von ERBO/1-IHT (ausgefüllte Symbole stehen für Versuche bei $\sigma_{mittel} = 590$ MPa, offene Symbole für Versuche bei $\sigma_{mittel} = 550$ MPa)

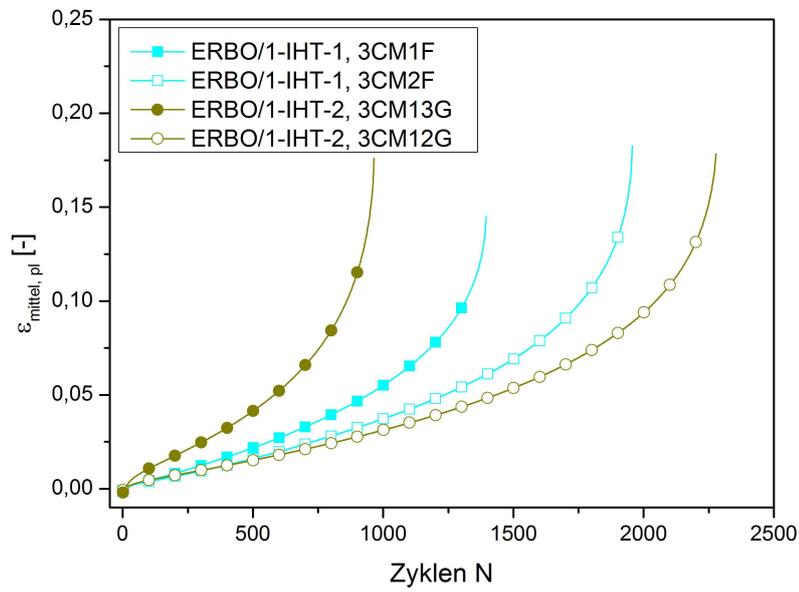
Die ERBO/1-IHT-3 Proben weisen eine etwa doppelt so hohe Lebensdauer auf wie die

anderen beiden geHIPten Varianten. Für die beiden Varianten IHT-1 und IHT-2 ist die Reihung der Lebensdauerwerte bei einer Mittelspannung von 550 MPa (N_f IHT-1 < N_f IHT-2) umgekehrt zu der Reihung bei einer Mittelspannung von 590 MPa (N_f IHT-1 > N_f IHT-2).

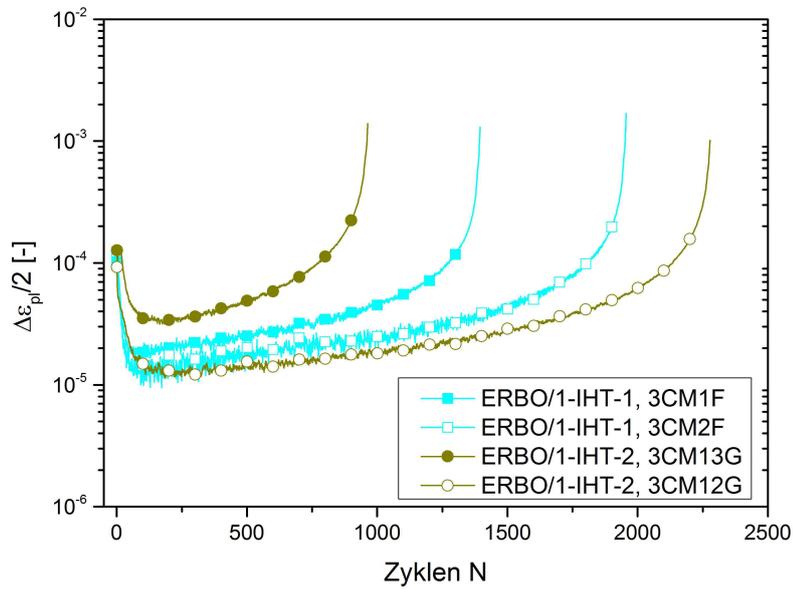
Die mittlere plastische Dehnung über der Zyklenzahl zeigt für die ERBO/1-IHT Proben einen ähnlichen Verlauf wie für die ERBO/1C Proben. Bei den ERBO/1-IHT-1 Proben lag die Bruchdehnung nach Zyklieren mit $\sigma_{mittel} = 550$ MPa bei ca. 19 %, und nach Zyklieren mit $\sigma_{mittel} = 590$ MPa bei ca. 15 %. Die ERBO/1-IHT-2 Proben erreichen beide eine etwa gleich hohe Bruchdehnung von ca. 18 % (siehe Tabelle 4.2 und Abbildung 4.19(a)).

In Abbildung 4.19(b) zeigt sich, dass das Minimum der plastischen Dehnungsamplitude aller geHIPten Proben in etwa dem gleichen Zyklbereich (nach 70-100 Zyklen) liegt. Die beiden mit der höheren Last getesteten ERBO/1-IHT Proben weisen eine steileren Anstieg der plastischen Dehnungsamplitude im quasi-stationären Bereich auf, als die mit der niedrigeren Last getesteten Proben.

Beim Vergleich der beiden Varianten IHT-1 und IHT-2 bei gleicher Mittelspannung korrespondieren höhere Lebensdauer und geringere Dehnrates bzw. geringerer Anstieg der plastischen Dehnungsamplitude in Bereich II der Kurven. Die Lebensdauer und der E-Modul korrelieren nicht.



(a)



(b)

Abbildung 4.19.: Entwicklung der mittleren plastischen Dehnung (a) und der plastischen Dehnungsamplitude (b) über der Zyklenzahl von ERBO/1-IHT (ausgefüllte Symbole stehen für Versuche bei $\sigma_{mittel} = 590$ MPa, offene Symbole für Versuche bei $\sigma_{mittel} = 550$ MPa)

4.2.3 CMSX-4® SEBM

Insgesamt wurden vier LCF-Versuche bei 950 °C an CMSX-4® SEBM Proben bis zum Probenbruch durchgeführt, davon jeweils einer an stängel- (directionally solidified - DS) und einkristallinem as-built Material und zwei Versuche an wärmebehandeltem einkristallinen Material (siehe Tabelle 4.3).

Tabelle 4.3.: Übersicht über die Ergebnisse der LCF-Versuche an CMSX-4® SEBM

Probenname	krist. Orientierung, Materialinformationen	σ_{mittel} im LCF-Versuch [MPa]	Bruchzyklen N_f	E-Modul bei 950°C [GPa]	Bruchdehnung [%]
3CM21F	[001], DS, as-built	550	584	86,9	5,3
3CM10F	[001], SX, as-built	550	908	80,6	18,7
3CM22F	[001], SX, WB	550	3341	82,8	16,8
3CM23F	[001], SX, WB	590	2047	84,4	17,1

Die as-built Proben versagen mit Bruchzyklenzahlen unter 1000 deutlich früher als die wärmebehandelten Proben (siehe auch Abbildung 4.20). Die E-Modulwerte liegen zwischen 80,6 und 86,9 GPa und damit im gleichen Bereich wie die E-Moduli der verschiedenen ERBO/1-Varianten (80,1 bis 88 GPa). Die stängelkristalline Probe (3CM21F) weist mit ca. 5% eine deutlich geringere Bruchdehnung auf als die einkristallinen Proben (ca. 17%).

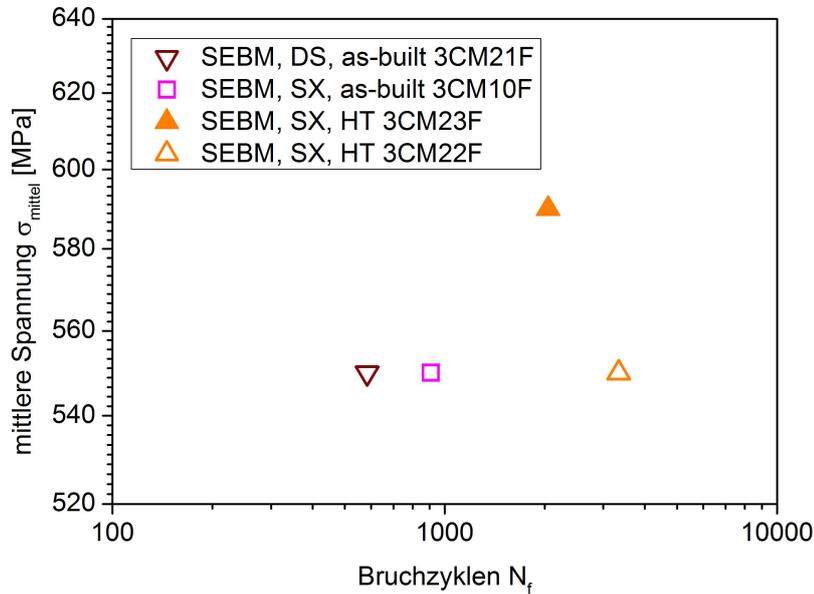
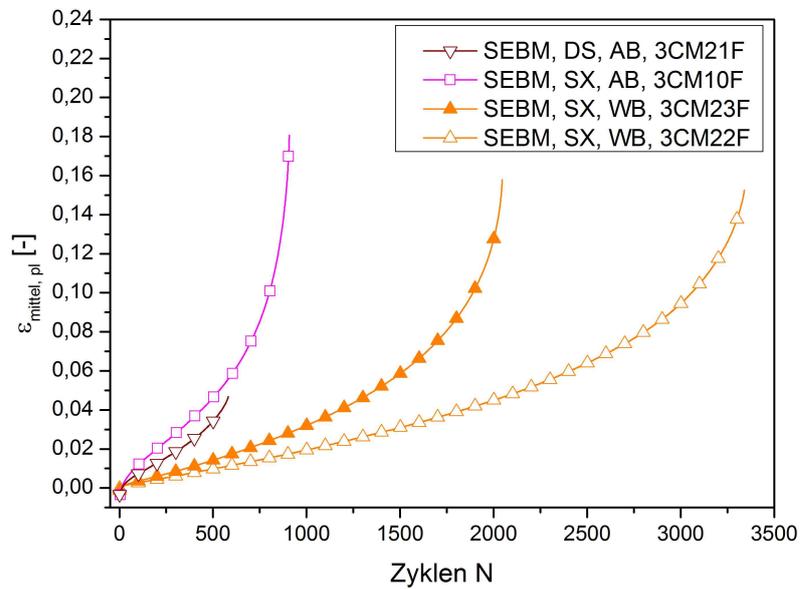
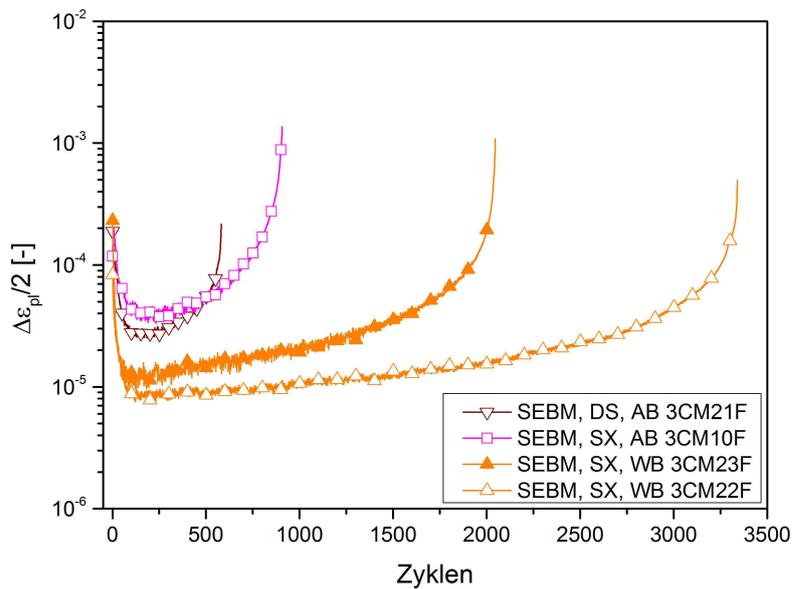


Abbildung 4.20.: Lebensdauer von CMSX-4® SEBM. (ausgefüllte Symbole stehen für Versuche bei $\sigma_{\text{mittel}} = 590$ MPa, offene Symbole für Versuche bei $\sigma_{\text{mittel}} = 550$ MPa)

Abbildung 4.21(a) zeigt, dass es auch bei CMSX-4® SEBM Proben zu Beginn des Versuchs eine Wechselverfestigung gibt, die nach etwa 80-100 Zyklen abgeschlossen ist, wie bei $\langle 100 \rangle$ -orientiertem ERBO/1C und ERBO/1-IHT beobachtet (Abbildung 4.17(a) und 4.19(a)). Die Dehnrates im Bereich II ist bei den as-built Proben deutlich höher als die der wärmebehandelten Proben. Die Entwicklung der plastischen Dehnungsamplitude (Abbildung 4.21(b)) zeigt für alle Proben einen Bereich der Wechselverfestigung mit einem Minimum der Dehnungsamplitude von $3 - 4 \cdot 10^{-5}$ bei etwa 200-300 Zyklen für die as-built Proben und 10^{-5} bei etwa 100 Zyklen für die wärmebehandelten Proben. Der anschließende Bereich II der zyklischen Sättigung ist bei den wärmebehandelten Proben deutlich ausgeprägter als bei den as-built Proben. So verläuft bei den as-built Proben der Anstieg der plastischen Dehnungsamplitude nach dem Minimum steiler als bei den wärmebehandelten Proben. Ein Vergleich der mit verschiedenen Mittelspannungen getesteten wärmebehandelten Proben zeigt, dass die mit der höheren Last zyklizierte Probe sowohl ein höheres Minimum als auch einen steileren Anstieg der plastischen Dehnungsamplitude nach diesem Minimum aufweist.



(a)



(b)

Abbildung 4.21.: Entwicklung der mittleren plastischen Dehnung (a) und (b) der plastischen Dehnungsamplitude über der Zyklenzahl von CMSX-4® SEBM Proben. (ausgefüllte Symbole stehen für Versuche bei $\sigma_{\text{mittel}} = 590$ MPa, offene Symbole für Versuche bei $\sigma_{\text{mittel}} = 550$ MPa)

4.3 Mikrostrukturelle und -analytische Untersuchung nach dem Versuch

4.3.1 Bruchauslöser und Risspfade

4.3.1.1 ERBO/1C

[001] orientierte Proben

Exemplarisch für alle ERBO/1C [001] Proben zeigt Abbildung 4.22 die Bruchfläche der Probe 3CM13C bei geringer Vergrößerung. Die Bruchflächen der [001] orientierten Proben haben gemeinsam, dass sie sich aus zwei Typen von Flächen zusammensetzen, die sich hinsichtlich ihrer Orientierung zu der Lastrichtung unterscheiden.

Der erste Typ (Typ I in Abbildung 4.22) besteht aus einer oder mehreren, nicht zwingend zusammenhängenden, Flächen, die makroskopisch gesehen senkrecht zu der Probenlängsachse orientiert sind. Die Untersuchung dieser Flächen bei höherer Vergrößerung im REM zeigt, dass sich dort viele Poren befinden, um die herum meist rechtwinklige Facetten zu erkennen sind (siehe Abbildung 4.23(a)). Die Poren im Zentrum dieser Facetten sind meist rund und vorwiegend bis ca. $10\ \mu\text{m}$ groß (siehe Abbildung 4.23(b)). Vereinzelt sind auch deutlich größere und eher gestreckte Poren zu sehen, die Ausdehnungen von bis zu $100\ \mu\text{m}$ erreichen (siehe Abbildung 4.23(c)). Die Kanten dieser Facetten sind parallel zu $\langle 110 \rangle$ Richtungen orientiert und deren Flächen parallel zu den (001) Ebenen. Die Facetten werden im Folgenden in Anlehnung an [SP93] als kristallographische Facetten bezeichnet. Die Kantenlängen der Facetten, die sich um die Poren gebildet haben, korrelieren mit der Porengröße (siehe Abbildung 4.23(b) und 4.23(c)). Meist liegen mehrere Facetten dicht beieinander und sind durch Flächen, die parallel zu $\{111\}$ Ebenen liegen, verbunden.

Der zweite Flächentyp (Typ II in Abbildung 4.22), der auf den Bruchflächen vorkommt, weist eine eher glatte Oberfläche auf. Die Flächennormale bildet mit der Probenachse einen Winkel von $50\text{-}55^\circ$, das heißt es handelt sich um $\{111\}$ -Gleitebenen.

Abbildung 4.24 zeigt einen Schliff parallel zur Belastungsrichtung der Probe 3CM18C. In dem oberen Teil des Bildes ist der makroskopische Risspfad zu erkennen. Die Primär dendriten liegen parallel zu der Probenachse. Die Analyse des Längsschliffes zeigt die zeilige Anordnung der Poren in den interdendritischen Bereichen (parallel zu der Probenachse bei [001] Proben). Eine genauere Untersuchung des Schliffes zeigt, dass sich an Poren in dem gesamten Prüfvolumen Risse ausbilden. Häufig sind Poren zu sehen, die durch einen oder mehrere Risse miteinander verbunden sind. Das lässt sich mit der Beobachtung der dicht aneinander liegenden kristallographischen Facetten auf den Bruchflächen übereinbringen.

Die von den Poren ausgehenden Risse breiten sich makroskopisch auf zwei Arten in der

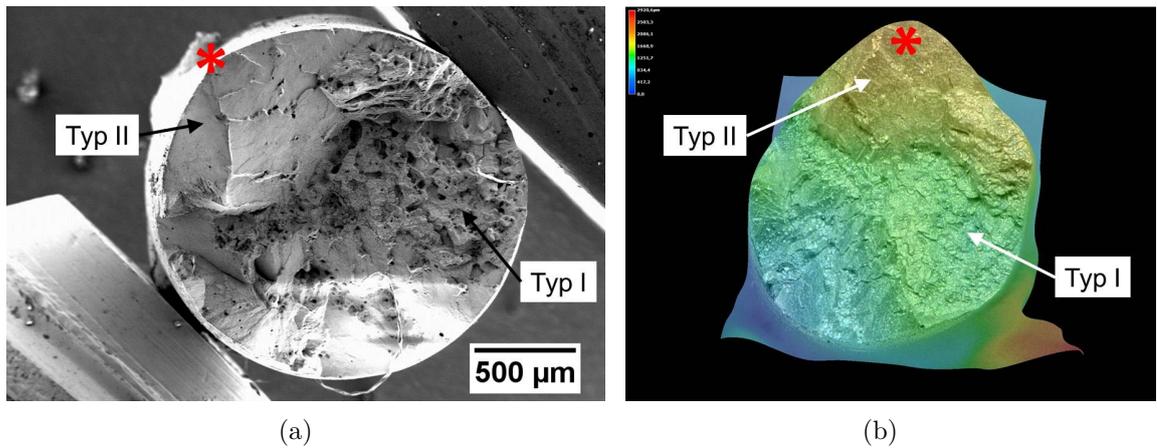


Abbildung 4.22.: Mikroskopische Untersuchung der Bruchfläche der Probe 3CM13C. (a) Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme. (b) Aus Stereomikroskop-Aufnahmen berechnetes Höhenprofil der Bruchfläche. In (a) und (b) ist der höchste Punkt der Bruchfläche mit einem roten Stern markiert.

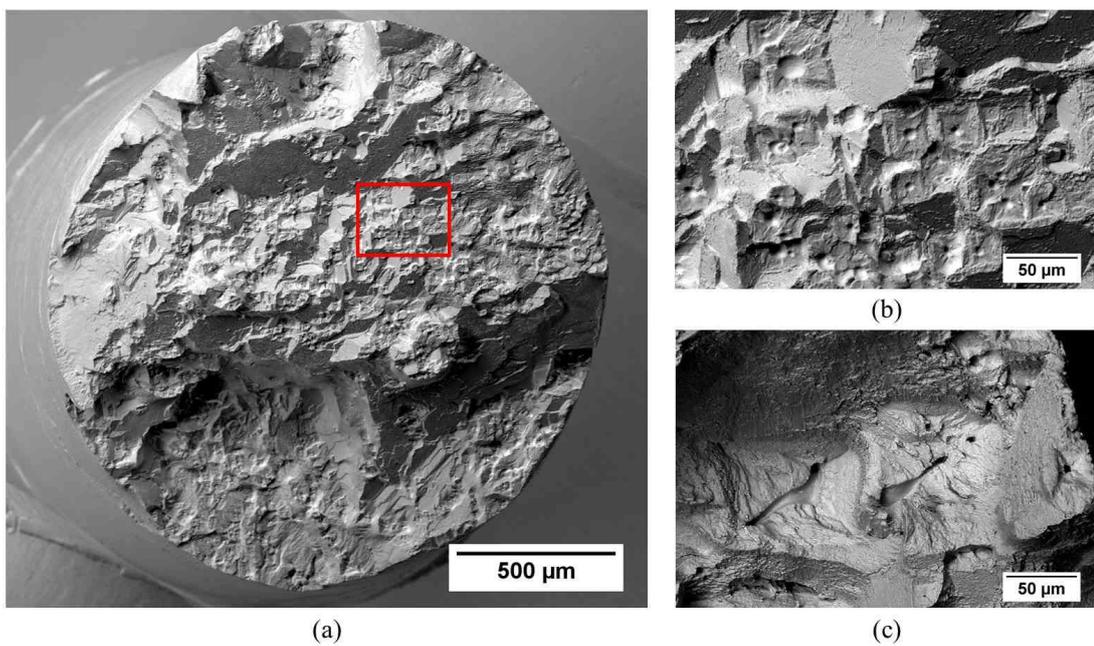


Abbildung 4.23.: REM-Aufnahme der Bruchfläche (a) mit Detailaufnahme (rotes Rechteck) (b) einer senkrecht zu der Belastungsrichtung orientierten Fläche, die runde Poren in rechtwinkligen Facetten zeigt. (c) zeigt ein Detail der Bruchfläche einer anderen Probe, mit größeren Facetten, die sich um größere Poren mit gestreckter Form gebildet haben

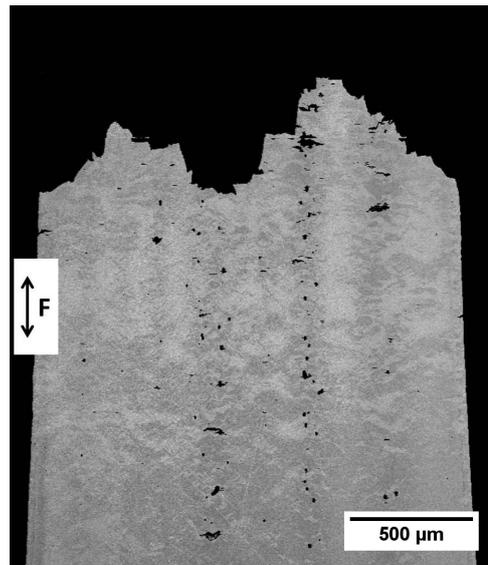


Abbildung 4.24.: Montage von REM-Aufnahmen eines Längsschliffes der Probe 3CM18C

Mikrostruktur aus: Senkrecht zu der Belastungsrichtung (Abbildung 4.25(a)) oder entlang von Gleitebenen (Abbildung 4.25(b)). Abbildung 4.25(b) zeigt, wie sich ein Riss, der an einer Pore initiiert wurde, entlang einer Gleitebene mit deutlich abgescherten γ' -Teilchen unter einem Winkel von etwa 54° zu der Probenlängsachse ausbreitet. Die Mehrheit der Risse breitet sich jedoch senkrecht zu der Belastungsrichtung aus, was mit der Beobachtung der vielen kristallographischen Facetten auf den Bruchflächen korreliert.

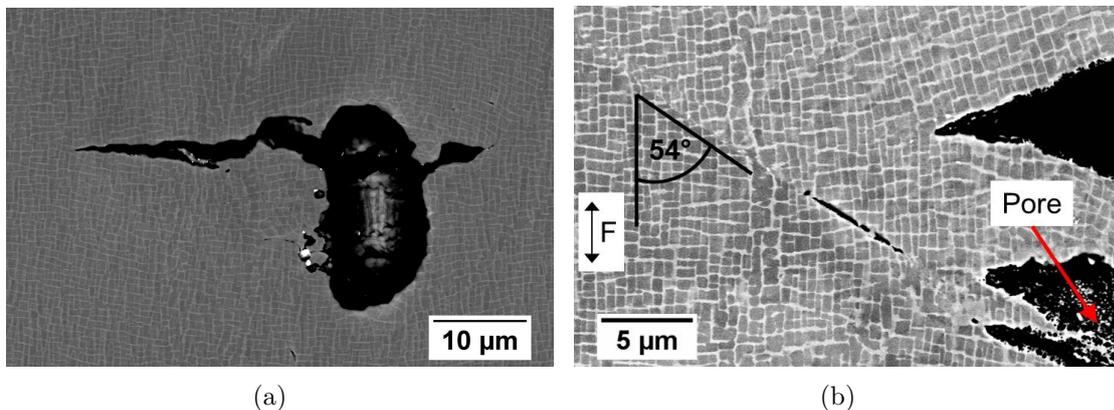


Abbildung 4.25.: Risse, die sich ausgehend von Poren senkrecht zur Belastungsrichtung (a) und entlang von Gleitbändern ausbreiten (b).

Schwingstreifen sind auf den Bruchflächen nur selten zu erkennen, was möglicherweise an einer Überdeckung durch Oxidationsprodukte liegt. Strukturen, die als Schwingstreifen interpretiert werden können, wurden nur an Poren beobachtet (siehe Abbildung 4.26). Risse entstehen überwiegend an Poren, nur selten treten sie auch an der Probenoberfläche

durch oxidationsbeeinflusste Mechanismen auf.

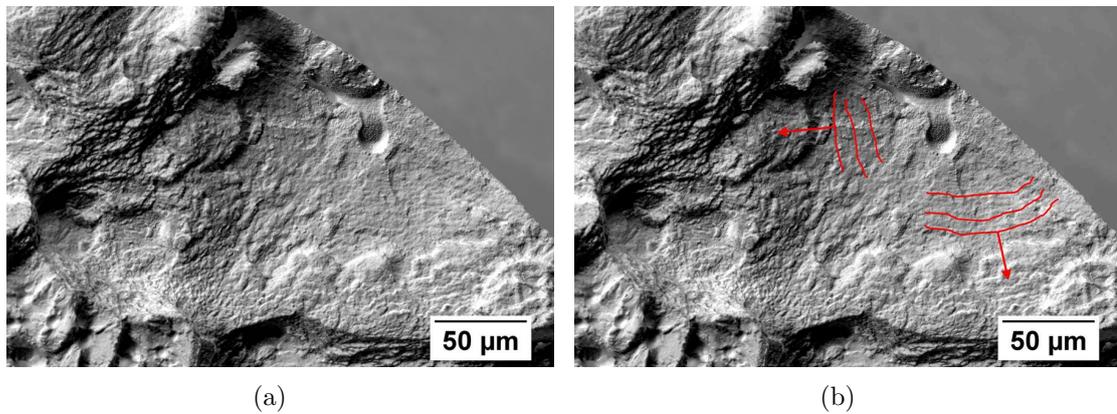


Abbildung 4.26.: Details der Bruchfläche einer [001] Probe (a) mit rot eingezeichneten Schwingstreifen (b), die sich ausgehend von einer Pore am Rand der Probe ausbreiten

Unterbrochener Versuch an Probe 3CM18D:

Der Versuch an der Probe 3CM18D wurde nach etwa der Hälfte der Lebensdauer (nach 1500 Zyklen) unterbrochen. Der Längsschliff der Messlänge zeigt die zeilige Anordnung der Poren in den interdendritischen Bereichen (siehe Abbildung 4.27).

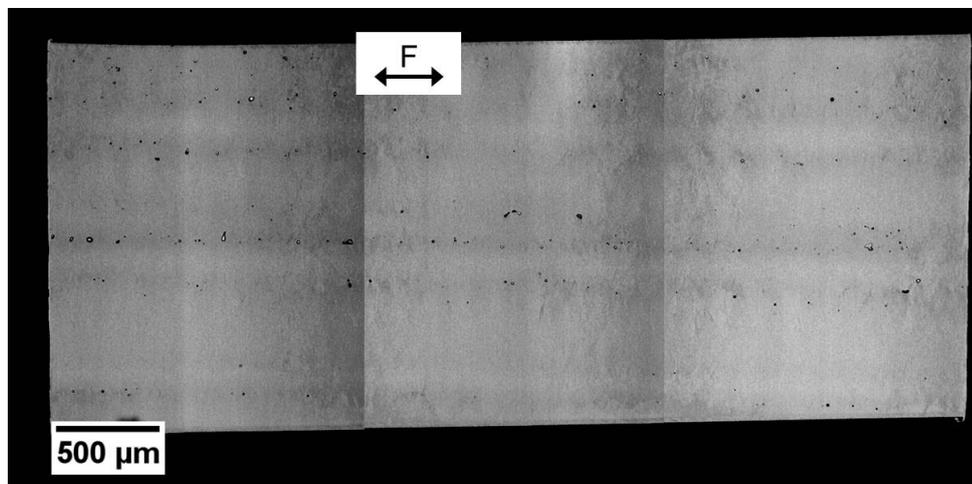


Abbildung 4.27.: Montage von REM-Aufnahmen des Längsschliffes der Messlänge der unterbrochenen Probe 3CM18D

Detailaufnahmen von Poren in der Probe 3CM18D zeigen, dass sich dort bereits wenige Risse gebildet haben (Abbildung 4.28), und dass die Rissausbreitung auch entlang von Gleitebenen erfolgt (Abbildung 4.28(b)).

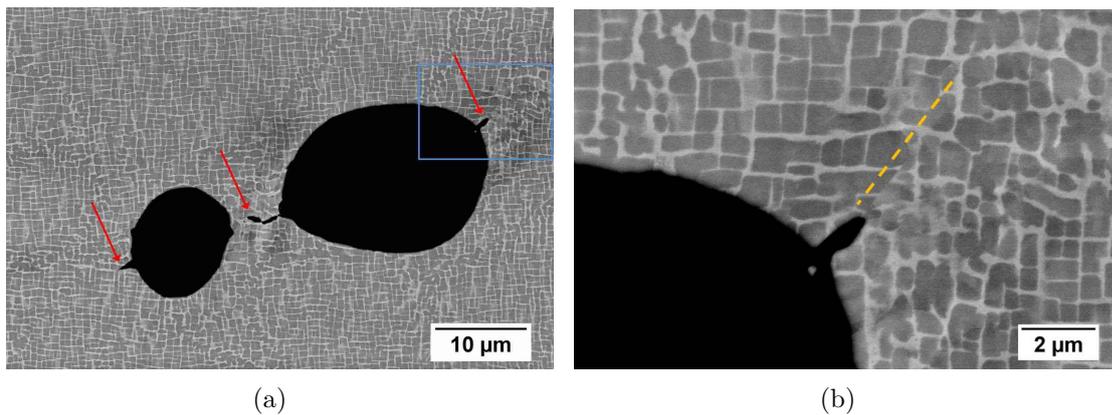


Abbildung 4.28.: Zwei Poren mit mehreren Rissen (durch rote Pfeile gekennzeichnet) (a), (b) ist eine Detailaufnahme des blauen Rechtecks in (a) mit Rissausbreitung entlang eines Gleitbandes (durch gelbe gestrichelte Linie angedeutet) (Belastungsrichtung vertikal)

[010] orientierte Proben

Die Bruchflächen der entlang der [010] Richtung orientierten Proben weisen ebenfalls die beiden Flächentypen auf, die senkrecht zu der Belastungsrichtung orientiert sind und die {111}-Gleitebenen, deren Flächennormale unter etwa 54° zu der Probenachse liegt.

Eine Besonderheit der Bruchfläche der [010] Proben gegenüber denen der [001] Proben ist die zeilige Anordnung von Poren und der darum befindlichen kristallographischen Facetten (siehe Abbildung 4.29).

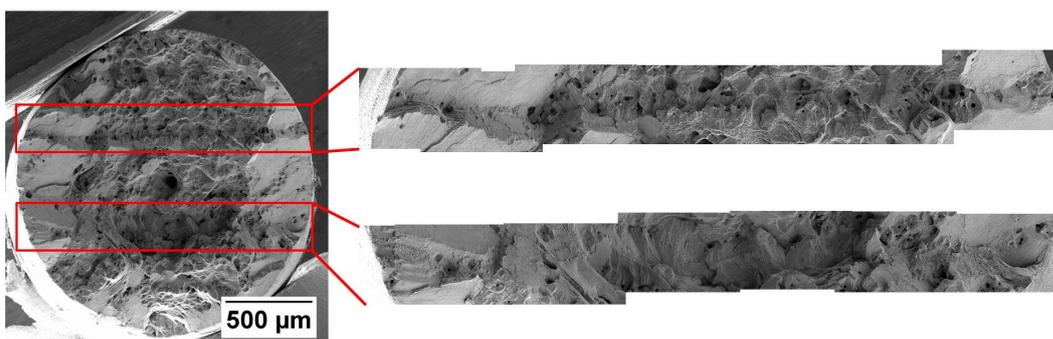


Abbildung 4.29.: REM-Aufnahme der Bruchfläche der [010] orientierten Probe 3CM15F mit deutlich erkennbarer zeiliger Porenanordnung quer zur Probenachse

Detailaufnahmen der kristallographischen Facetten sind in Abbildung 4.30 gezeigt. Die Kanten der Facetten senkrecht zur Lastrichtung erreichen Längen von etwa $10\text{-}30\ \mu\text{m}$ und die Poren in dem Zentrum dieser Facetten sind bis zu $10\ \mu\text{m}$ groß. Vereinzelt sind auch deutlich größere Poren zu sehen, um die sich größere Facetten gebildet haben.

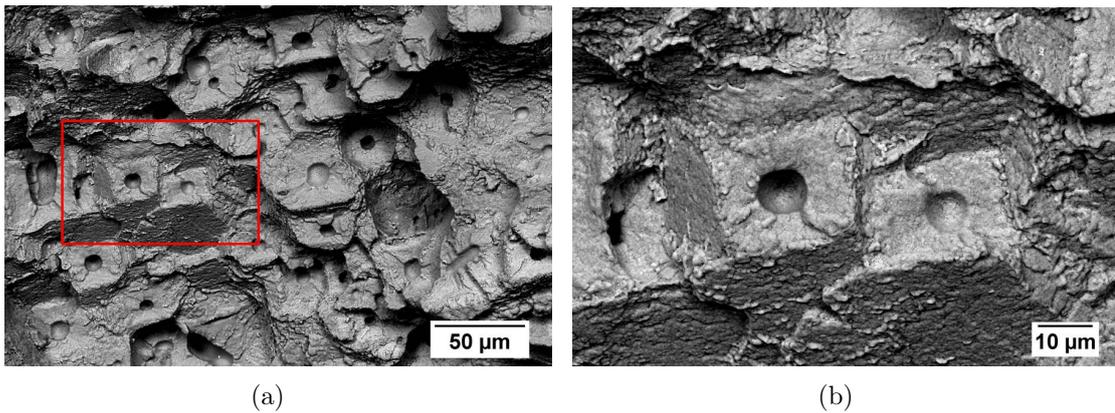


Abbildung 4.30.: Übersicht (a) eines Bereichs auf der Bruchfläche der [010] orientierten Probe 3CM15F mit vermehrter Facettenbildung und (b) Detail der Facetten

Wie bereits bei den parallel zur [001]-Richtung orientierten Proben beschrieben, starten auch bei den [010] Proben Risse an nahezu jeder Pore in dem Prüfquerschnitt der Proben. Diese Risse schließen sich zusammen (siehe Abbildung 4.31). In Abbildung 4.31(b) ist ein Riss zu sehen, der mehrere oberflächennahe Poren miteinander verbindet und der auch zu der Probenoberfläche hin geöffnet ist. Aufgrund dieser Verbindung zur Oberfläche ist eine starke Oxidation des Risspfades anhand eines Saums von dunkleren Oxidationsprodukten zu erkennen. Vereinzelt treten auch Risse an der Probenoberfläche auf, deren Bildung nicht mit Poren in Verbindung steht.

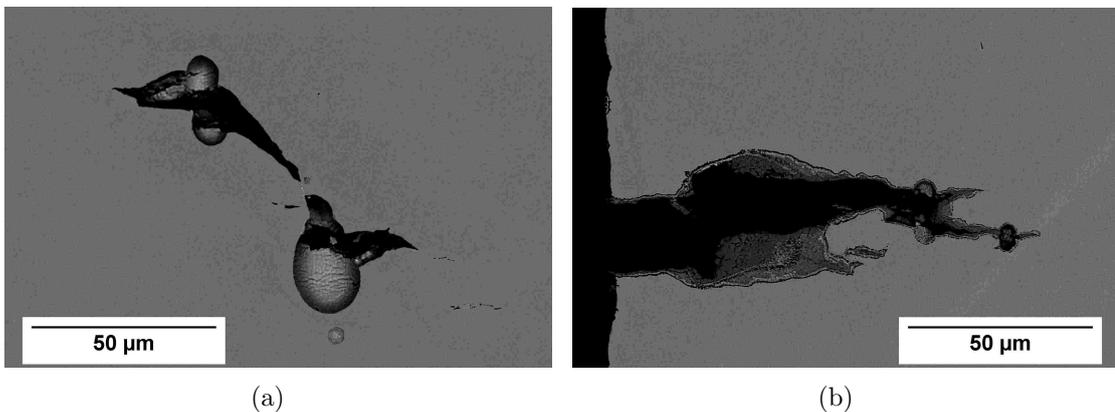


Abbildung 4.31.: Risse an Poren im Inneren (a) und Riss an der Oberfläche, der mit Rissen an Poren im Probeninneren verbunden ist (b)

Bei der Untersuchung der Längsschliffe im REM werden Gleitbänder in der Nähe der Probenoberfläche beobachtet (siehe Abbildung 4.32). Die im Längsschliff sichtbaren Gleitbänder befinden sich in der Nähe der Bruchfläche an dem Rand der Probe. Ihre Breite beträgt bis zu 2 μm , vereinzelt bestehen sie nur aus einer einzigen Ebene, auf der ein

Abgleiten stattgefunden hat. Wenn mehrere parallele Gleitebenen sichtbar sind, erscheint die zwischen den Ebenen liegende γ - γ' -Mikrostruktur verformt.

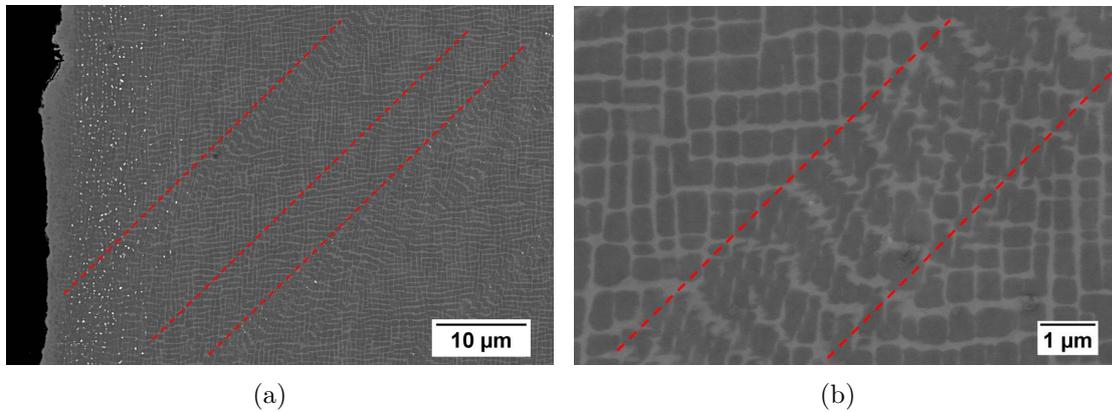


Abbildung 4.32.: Gleitbänder im Randbereich der Probe 3CM14F in der Nähe der Bruchfläche (a) und im Detail (b)

[011] orientierte Proben

Die mikroskopische Untersuchung der [011] Proben zeigt deutlich, dass der Bruch durch Gleitvorgänge auf {111}-Ebenen dominiert wird. Dies wird bereits an der Analyse der Probenoberflächen mit dem Stereomikroskop deutlich (siehe Abbildung 4.33). In Abbildung 4.33(a) sind anhand der sich kreuzenden Linien auf der Oberfläche Spuren von Gleitvorgängen auf zwei zueinander senkrechten Gleitebenen zu sehen. Anhand der Probe 3CM28F ist zu erkennen, dass großflächiges Abgleiten entlang von Gleitebenen zum Bruch der Probe führte (Abbildung 4.33(b)).

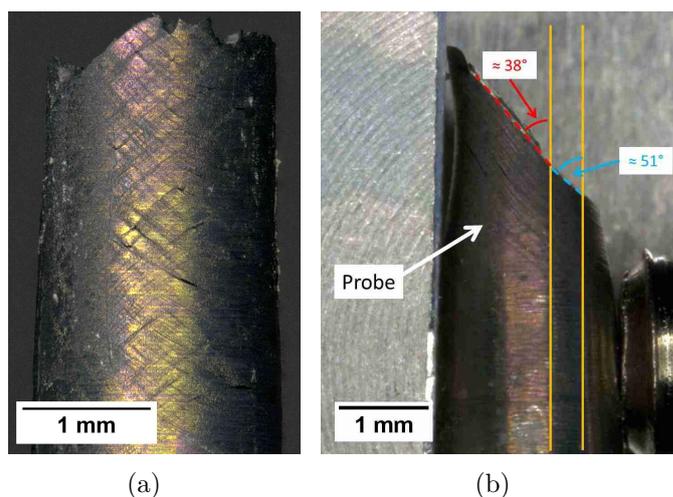


Abbildung 4.33.: Stereomikroskopische Aufnahme der Probenoberfläche der [011] orientierten Proben 3CM20D (a) und 3CM28F (b)

In der Seitenansicht wird deutlich, dass sich die Bruchfläche aus zwei Ebenen zusammensetzt, die in einem Winkel von etwa 38° bzw. 51° zu der Probenlängsachse liegen. Die Verformungsspuren auf der Oberfläche deuten darauf hin, dass eine Gitterrotation durch Gleitprozesse stattgefunden hat. Daraus resultieren die beiden Flächenanteile mit unterschiedlichen Winkeln in Abbildung 4.33(b). Es handelt sich aber bei beiden Ebenen wahrscheinlich um $\{111\}$ Ebenen.

Die Bruchfläche der Probe 3CM20D erscheint scharfkantig mit glatten Flächen (Gleitebenen), die parallel zu den auf der Oberfläche heraustretenden Gleitebenen angeordnet sind (siehe Abbildung 4.34). Es gibt kaum Bereiche auf der Bruchfläche, die senkrecht zur Belastungsrichtung orientiert sind.

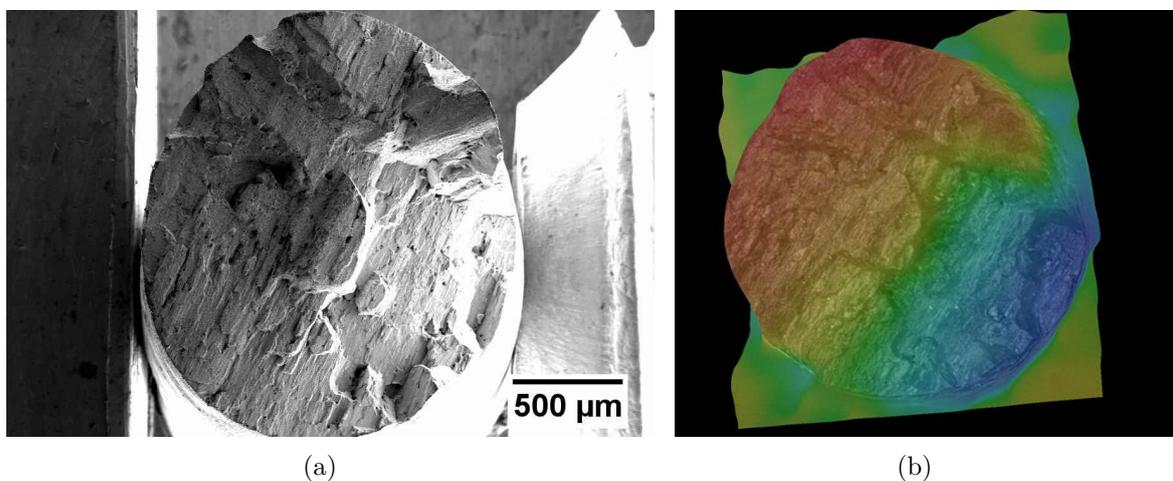


Abbildung 4.34.: Übersicht über die Bruchfläche der Probe 3CM20D. (a) REM-Aufnahme und (b) Höhenprofil der Bruchfläche.

Im Gegensatz zu den entlang (001) orientierten Proben ist der Querschnitt in der Messlänge der [011] Proben nach dem Bruch nicht mehr rund, sondern hat sich elliptisch verformt. Dies ist in Abbildung 4.35 für die Probe 3CM20D dargestellt.

In dem Schliff parallel zur Belastungsrichtung der Probe 3CM28F (Abbildung 4.36) ist zu erkennen, dass sich die auf der Oberfläche sichtbaren Gleitebenen (Abbildung 4.36(a)) ins Innere der Probe fortsetzen, vgl. Abbildung 4.36(b). Auf der Oberfläche bilden sich Gleitstufen aus, die im Schliff deutlich zu erkennen sind. Entlang der Gleitebenen bilden sich Risse.

Auf der Bruchfläche der [011] Proben finden sich nur wenige Poren und kristallographische Facetten (Abbildung 4.36(c) und 4.36(d)).

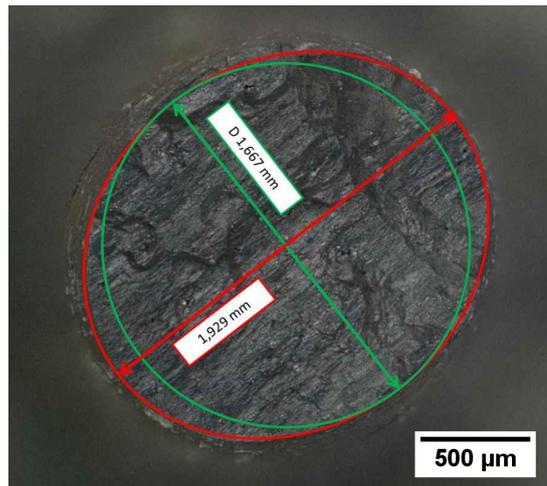


Abbildung 4.35.: Stereomikroskopische Aufnahme der Bruchfläche einer [011] Probe (3CM20D), die nach dem Bruch einen elliptisch verformten Querschnitt aufweist

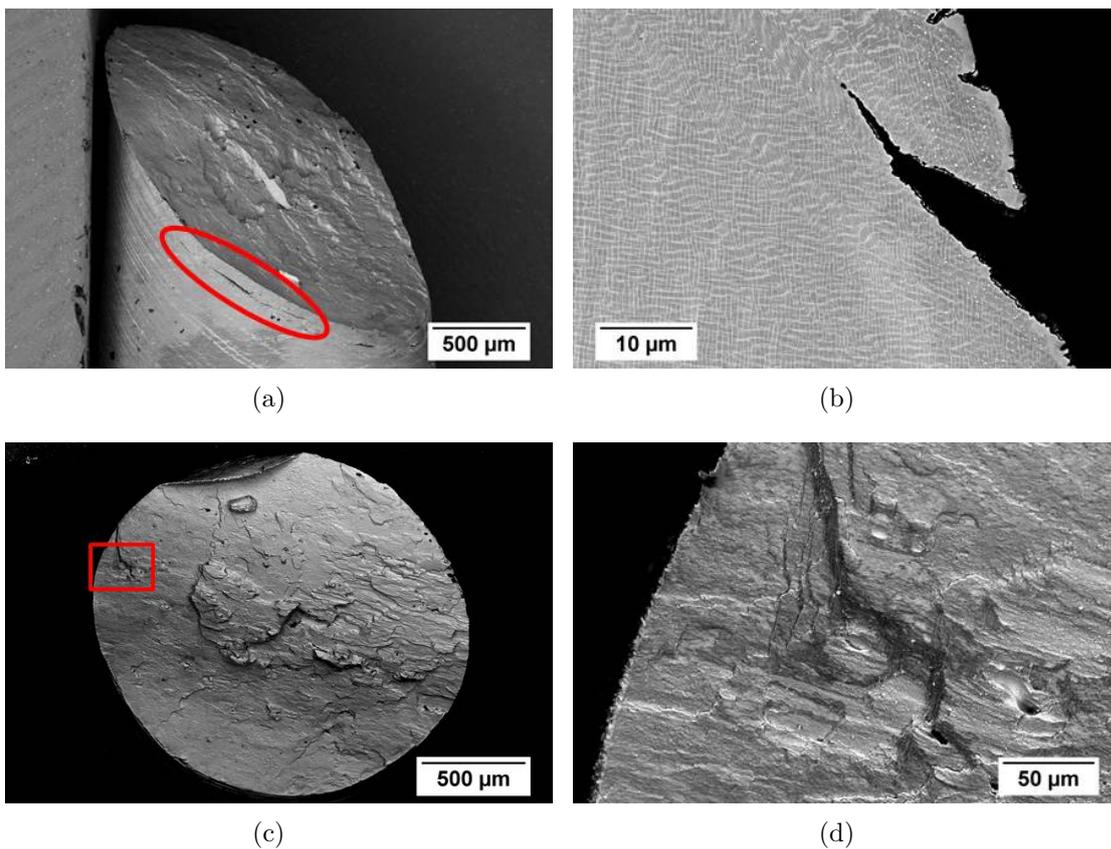


Abbildung 4.36.: REM-Aufnahmen der Probe 3CM28F. (a) Bruchfläche mit Rissen entlang von Gleitebenen (rot markiert). (b) Detail eines Längsschliffes mit Rissausbreitung entlang von Gleitebenen. (c) Wenige Poren auf der Bruchfläche sichtbar. (d) Detail des roten Rechtecks in (c)

Risse entstehen nicht nur an Gleitbändern an der Oberfläche, sondern vereinzelt auch an Poren im Inneren der Proben (Abbildung 4.37), jedoch in geringerer Anzahl als bei [001] und [010] orientierten Proben. Die Rissausbreitung erfolgt makroskopisch betrachtet meist entlang von Gleitebenen und nur selten senkrecht zu der Belastungsrichtung (siehe Abbildung 4.37(a)). Manche Poren werden von Gleitbändern geschnitten. Dadurch werden Risse initiiert, die sich entlang von Gleitbändern ausbreiten (Abbildung 4.37(b)).

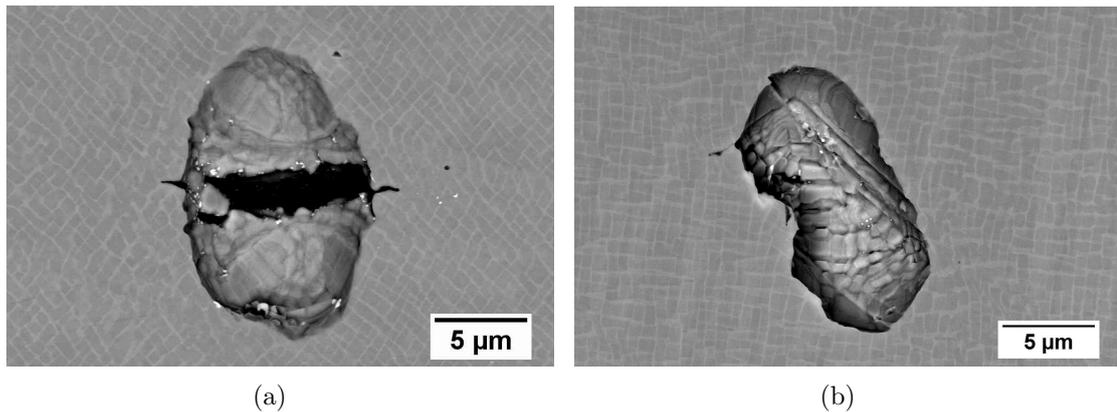


Abbildung 4.37.: Schädigung und Verformung an Poren. (a) Rissentstehung an Poren. (b) Gleitbänder schneiden Pore.

$[\bar{1}10]$ orientierte Proben

Die Bruchflächen der entlang $[\bar{1}10]$ orientierten Proben haben ein ähnliches Erscheinungsbild wie die Bruchflächen der [011] Proben. Sie bestehen überwiegend aus glatt erscheinenden Flächen, den Gleitebenen. Die Schädigung hat sich hier auf mehreren Gleitsystemen gleichzeitig abgespielt. Es finden sich nur sehr wenige Flächenanteile, die senkrecht zu der Belastungsrichtung angeordnet sind (Abbildung 4.38).

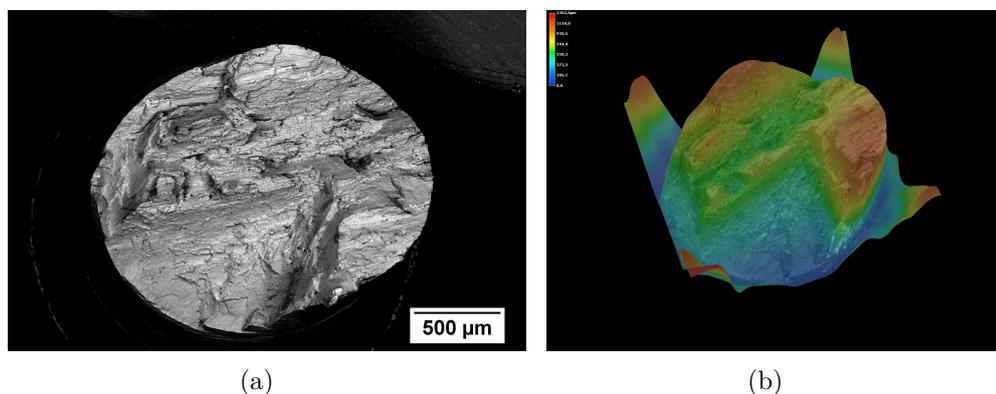


Abbildung 4.38.: Bruchfläche der Probe 3CM24F. (a) REM-Aufnahme und (b) Höhenprofil der Bruchfläche aus stereomikroskopischer Aufnahme.

Wie bereits bei den entlang $[011]$ orientierten Proben im vorherigen Abschnitt beobachtet, verformt sich auch der Querschnitt der Bruchfläche der $[\bar{1}10]$ Proben zu einer Ellipse.

In den wenigen senkrecht zu der Probenachse orientierten Flächen sind Poren zu erkennen, um die eine leichte Facettenbildung beobachtet werden kann. Diese Facetten sind jedoch eher unregelmäßig statt rechtwinklig geformt (Abbildung 4.39).

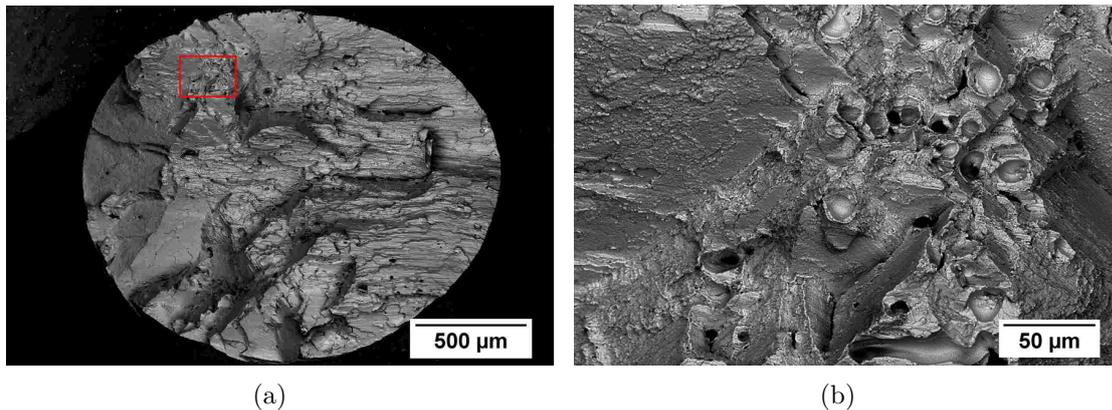


Abbildung 4.39.: Bruchfläche der Probe 3CM25F zeigt keine ausgeprägte Facettenbildung um Poren (a). (b) zeigt Detail aus (a)

Anhand des makroskopischen Risspfades in Abbildung 4.40(a) ist zu erkennen, dass das Abgleiten auf mindestens zwei Gleitsystemen stattgefunden hat. Bei höherer Vergrößerung ist die Rissbildung entlang von Gleitbändern zu erkennen, die bis zur Probenoberfläche verlaufen (Abbildung 4.40(b)). An den Rissflanken sind keine Oxidationsprodukte zu erkennen.

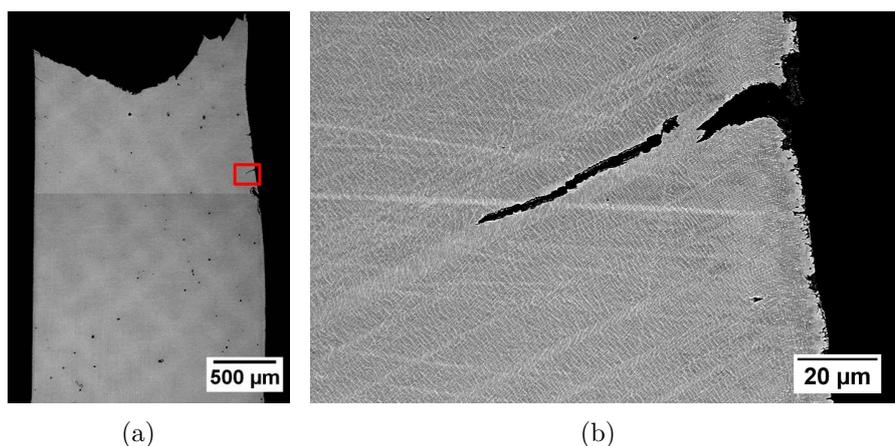


Abbildung 4.40.: Längsschliff der $[\bar{1}10]$ orientierten Probe 3CM25F (a) mit einem Detail (b), das die Rissausbreitung entlang von Gleitebenen an der Probenoberfläche zeigt.

Wie bereits bei den [011] Proben beschrieben, ist auch in den $[\bar{1}10]$ Proben das Scheren von Poren durch Gleitbänder zu sehen (siehe Abbildung 4.41(a)) und nur selten eine Rissinitiierung senkrecht zur Lastrichtung an Poren (Abbildung 4.41(b)).

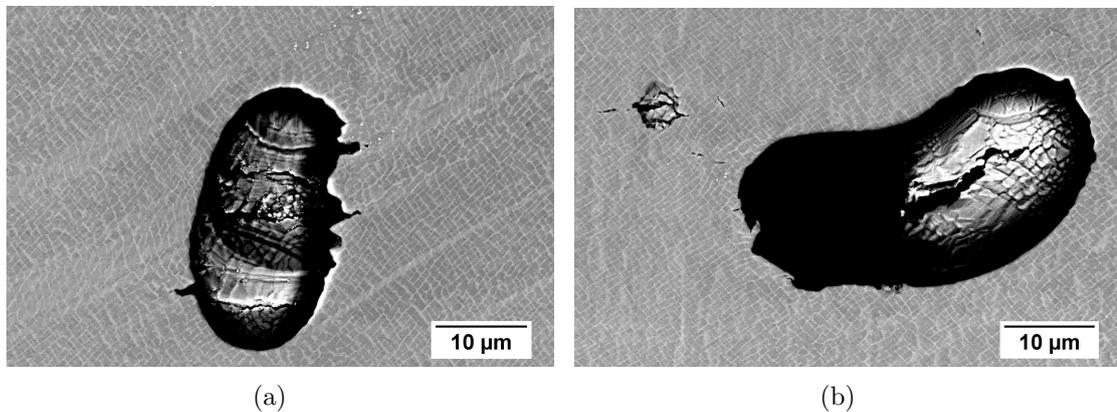


Abbildung 4.41.: Detailaufnahmen von Poren, die von Gleitbändern geschnitten werden (a) und an denen sich vereinzelt Risse bilden (b) in einer $[\bar{1}10]$ orientierten Probe

4.3.1.2 ERBO/1-IHT

ERBO/1-IHT-1

Eine charakteristische Bruchfläche der ERBO/1-IHT-1 Proben ist in Abbildung 4.42 abgebildet. Wie bereits bei den ERBO/1C Proben in [001] und [010] Orientierung beobachtet, besteht auch diese Bruchfläche aus zwei Flächentypen, den (1) senkrecht zur Lastrichtung und (2) parallel zu Gleitebenen in definierten Winkeln zur Lastrichtung ausgerichteten Flächen.

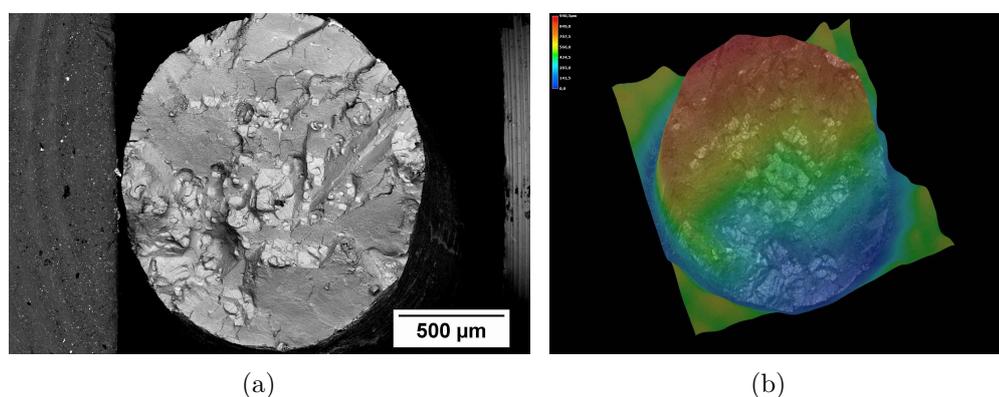


Abbildung 4.42.: Übersicht über die Bruchfläche der Probe 3CM2F. (a) REM-Aufnahme und (b) 3D-Höhenprofil.

Eine genauere Analyse der senkrecht zur Belastungsrichtung orientierten Flächen zeigt, dass sich dort ähnlich wie bei den $\langle 100 \rangle$ orientierten ERBO/1C Proben rechteckige kristallografische Facetten mit Kantenlängen von 10 - 100 μm (im Mittel ca. 20 μm) gebildet haben. Anders als bei den ERBO/1C Proben befinden sich bei den ERBO/1-IHT-1 Proben in dem Zentrum der Facetten jedoch keine Poren, sondern Einschlüsse und Ausscheidungen, die etwa 2-5 μm groß sind (Abbildung 4.43(a),(b)).

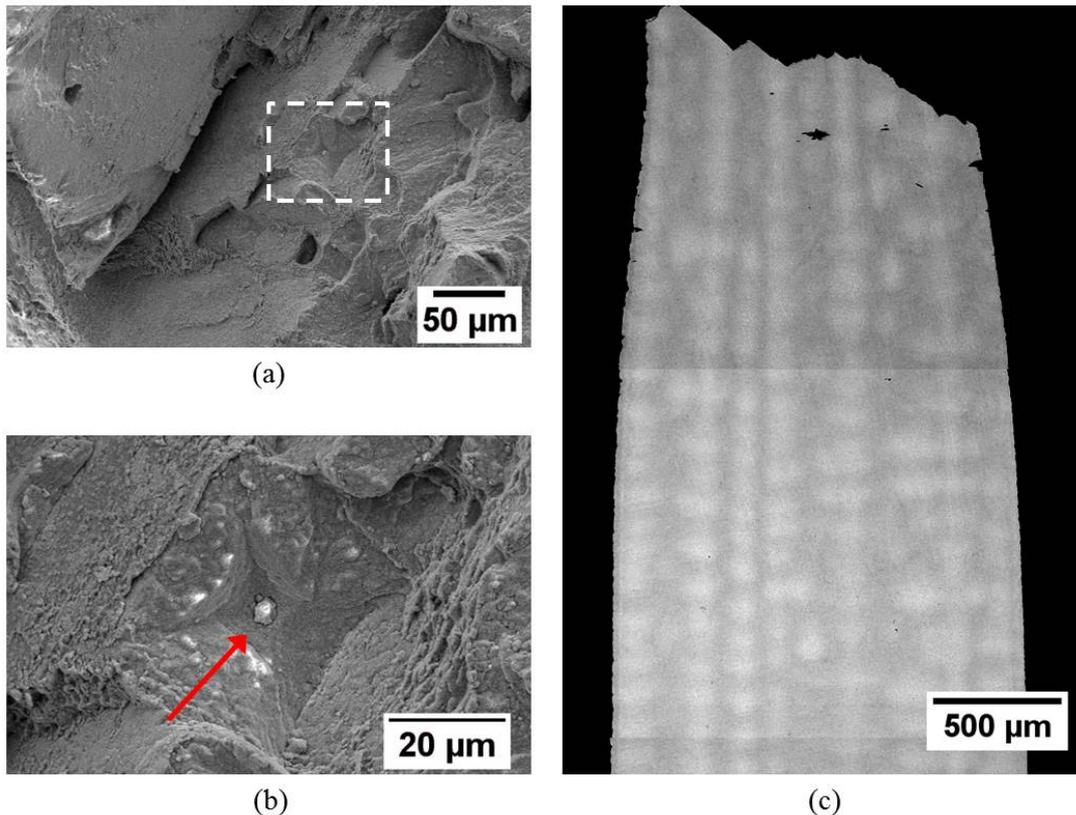


Abbildung 4.43.: REM Aufnahmen von Facetten auf der Bruchfläche (a) mit der Detailvergrößerung eines Einschlusses im Zentrum einer Facette (b) sowie der Übersichtsaufnahme eines Längsschliffes (c).

Auf den Bruchflächen von ERBO/1-IHT-1 Proben finden sich weniger kristallographische Facetten als dies bei ERBO/1C Proben in $[001]$ Orientierung der Fall ist.

Der Schliff der Probe 3CM1F parallel zur Belastungsrichtung (Abbildung 4.43(c)) zeigt, dass sich die Probe in der Nähe der Bruchfläche stark eingeschnürt hat. Dies trifft auch auf die zweite getestete Probe (3CM2F) zu. In dem Bereich dieser Einschnürung treten Risse an der Probenoberfläche auf. Auch im Inneren der Probe sind vereinzelt Risse zu finden, die meisten in der Nähe der Bruchfläche, manche jedoch auch mehrere mm von der Bruchfläche entfernt. Die Anzahl der Risse in ERBO/1-IHT-1 Proben ist deutlich geringer

als in $\langle 100 \rangle$ orientierten ERBO/1C Proben. Dies korrespondiert mit der geringeren Anzahl kristallographischer Facetten auf den Bruchflächen der ERBO/1-IHT-1 Proben. Eine genauere Untersuchung der Risse an der Oberfläche und im Inneren ergibt, dass diese immer in dem Zusammenhang mit Resteutektika auftreten (Abbildung 4.44). Im Probeninneren treten Rissentstehung und -ausbreitung entlang der Grenzfläche von Resteutektika und umgebender Matrix auf.

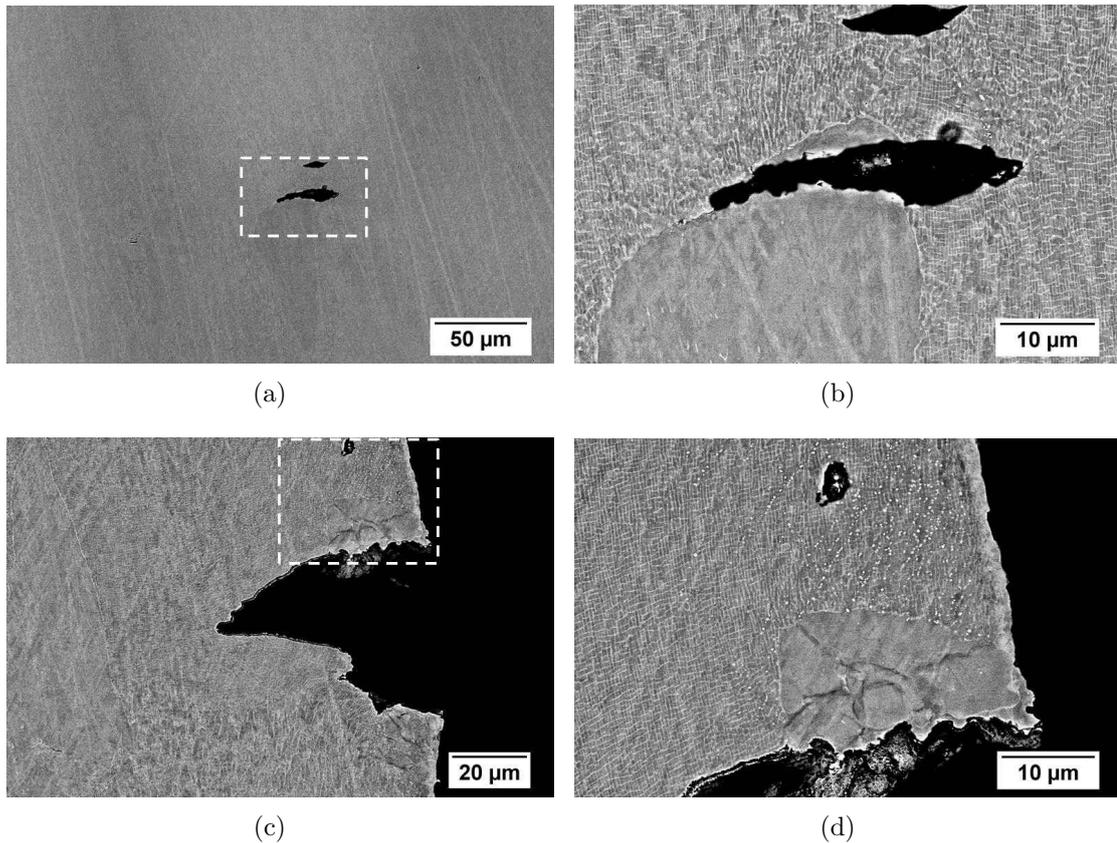


Abbildung 4.44.: Details aus dem Längsschliff von Probe 3CM1F. Risse treten vorwiegend an Resteutektika auf, sowohl im Probeninneren (a) und (b) als auch an der Probenoberfläche (c) und (d)

Abbildung 4.45 zeigt eine EBSD-Aufnahme des Schliffs von Probe 3CM2F, auf der die Rissbildung in der Nähe von Resteutektika zu erkennen ist. An den Grenzflächen zwischen Resteutektika und umgebender Mikrostruktur sind rekristallisierte Bereiche zu sehen. Ein Riss verläuft quer durch ein Resteutektikum, und an seiner Risspitze sowie an der Grenzfläche von Resteutektikum und umgebender Mikrostruktur sind in der EBSD-Aufnahme rekristallisierte Bereiche mit feinkörniger Struktur und anderer kristallographischer Orientierung (grüne und blaue Punkte) zu sehen.

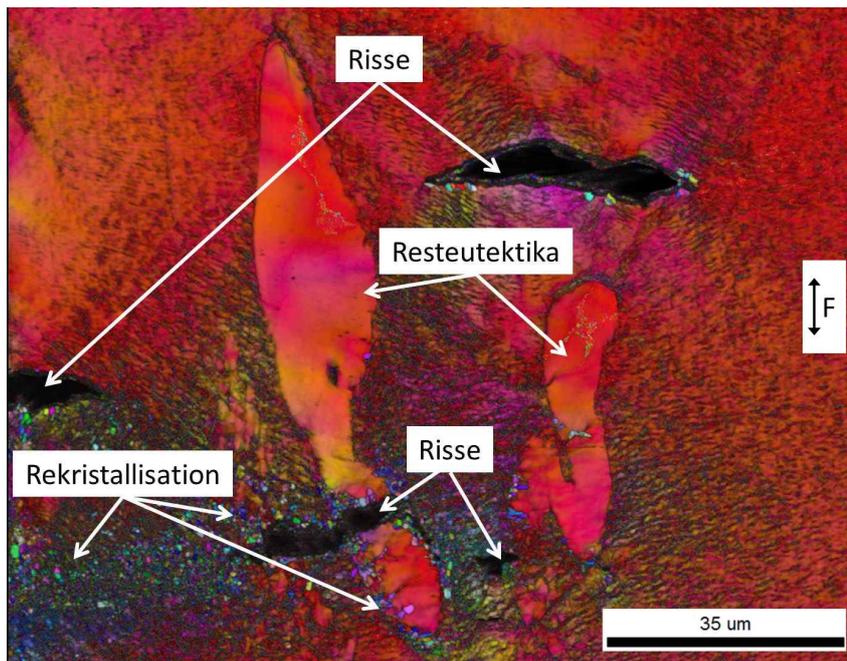


Abbildung 4.45.: EBSD-Aufnahme des Schliffes von Probe 3CM2F mit Rissen in der Nähe der Resteutektika und feinen Körnern. (Mit freundlicher Genehmigung von B. Ruttert)

ERBO/1-IHT-2

Die Bruchflächen der ERBO/1-IHT-2 Proben haben ein sehr ähnliches Erscheinungsbild wie die der ERBO/1-IHT-1 Proben. Sie setzen sich ebenfalls aus senkrecht zur Belastungsrichtung orientierten Flächen und Gleitebenen zusammen (siehe Abbildung 4.46). Die senkrecht zur Belastungsrichtung angeordneten Flächen nehmen einen größeren Anteil der Gesamtfläche ein, als die Gleitebenen.

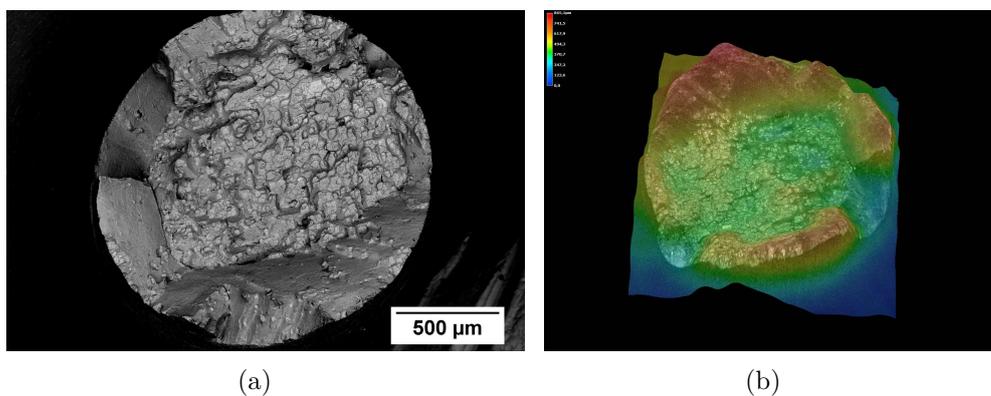


Abbildung 4.46.: Übersicht über die Bruchfläche der Probe 3CM12G. (a) REM-Aufnahme (b) 3D-Höhenprofil

Auf den senkrecht zur Probenachse orientierten Flächen sind rechtwinklige kristallographische Facetten mit Kantenlängen von 10-20 μm mit im Mittel etwa 16 μm zu beobachten (Abbildung 4.47), in deren Zentrum Poren (Abbildung 4.47(b)) oder Einschlüsse (Abbildung 4.47(c)) mit Größen von jeweils 1-2 μm zu finden sind.

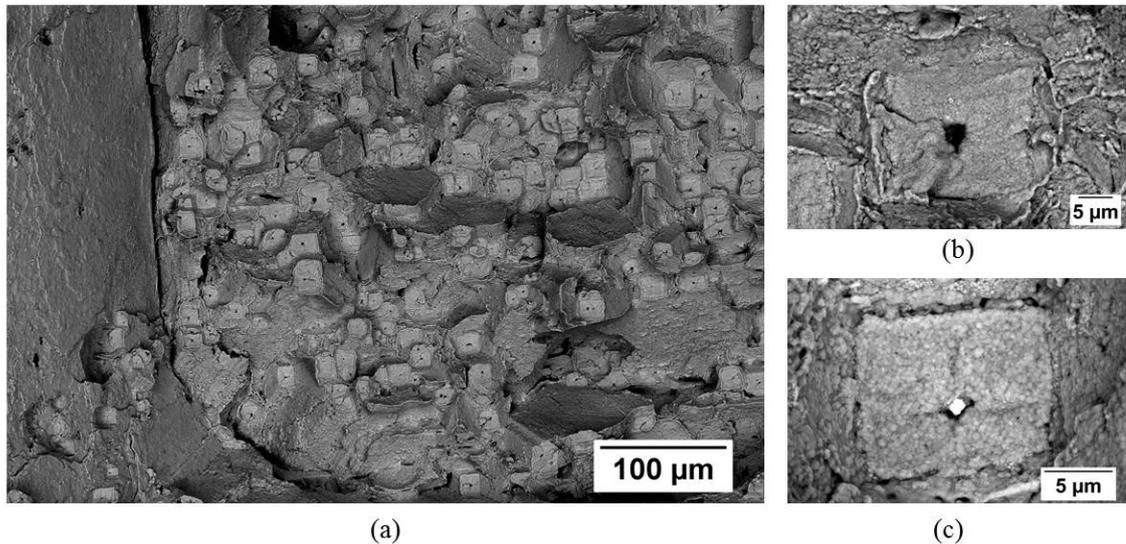


Abbildung 4.47.: Kristallographische Facetten auf Bruchfläche der Probe 3CM12G (a), die sich um Poren (b) oder um Einschlüsse (c) gebildet haben. (b) und (c) sind Detailaufnahmen der Facetten.

Anhand einer REM-Aufnahme des Längsschliffes der Probe 3CM12G mit dem Asb-Detektor zeigt sich, dass sich in dem gesamten Prüfvolumen der Probe vereinzelt Risse gebildet haben (Abbildung 4.48(a)).

Die genauere Untersuchung der interdendritischen Bereiche zeigt, dass sich dort Risse an stark verformter γ - γ' -Mikrostruktur und TCP-Phasenpartikeln befinden (Abbildung 4.48(b)). An diesen Stellen sind häufig Korngrenzen sichtbar, die anhand der leicht unterschiedlich orientierten γ - γ' -Mikrostruktur in den angrenzenden Körnern identifiziert werden können (siehe Abbildung 4.48(c)).

Ebenfalls in den interdendritischen Bereichen sind vermehrt Strukturen zu finden, bei denen es sich aufgrund ihrer Form und Größe (ca. 5 μm) um nicht vollständig geschlossene Poren handelt. An diesen Stellen haben sich häufig TCP-Phasenpartikel und Risse gebildet, die γ - γ' -Mikrostruktur dort ist verzerrt (Abbildung 4.48(d)).

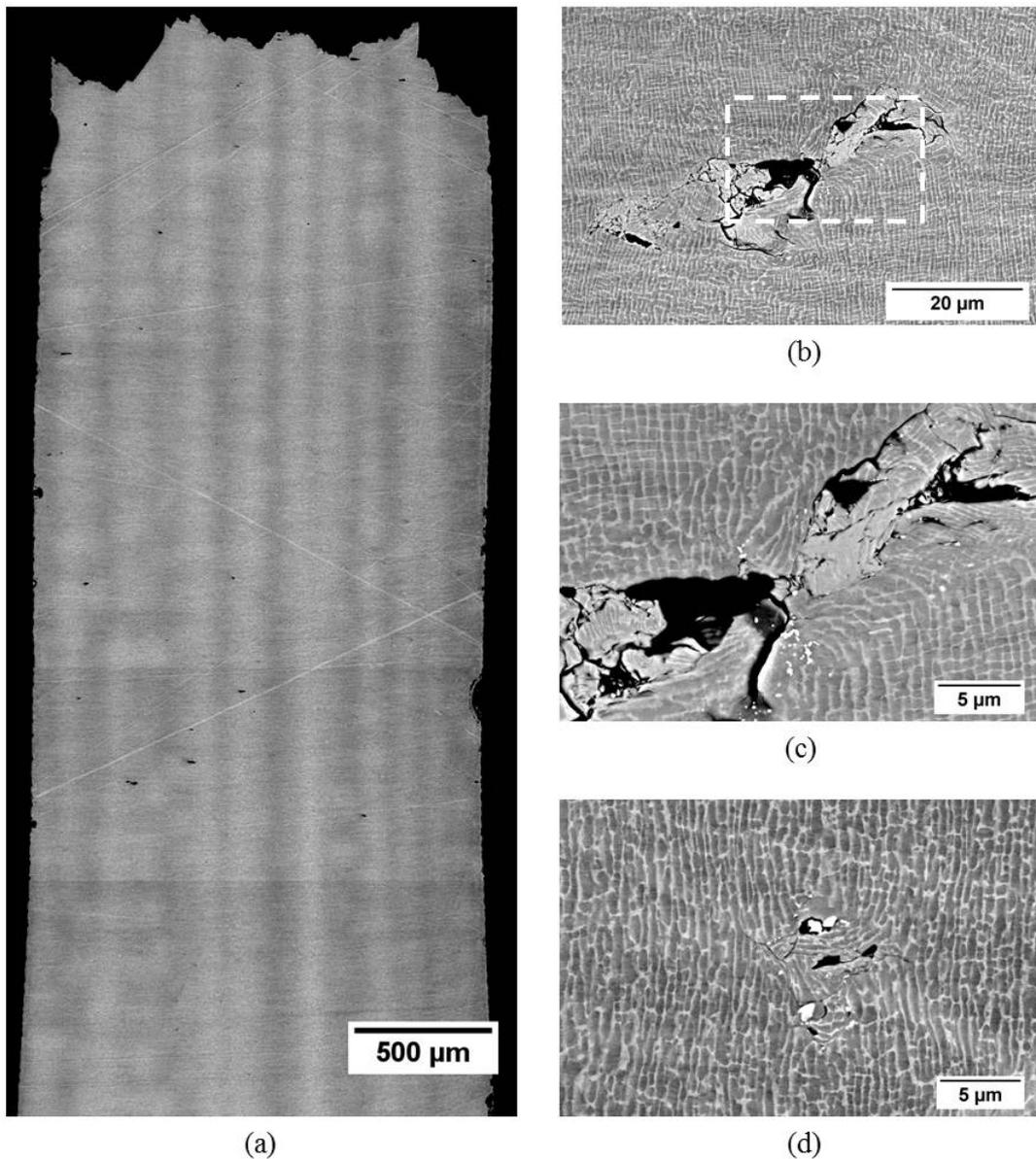


Abbildung 4.48.: Schliff parallel zur Lastrichtung der Probe 3CM12G (a) mit Details von Anrissen in interdendritischen Bereichen ((b) und (c)) mit lokal stark verformter γ - γ' -Mikrostruktur und eine nicht vollständig geschlossene Pore (d)

ERBO/1-IHT-3

Die Bruchflächen der ERBO/1-IHT-3 Proben bestehen ebenfalls aus zwei Flächentypen, die senkrecht bzw. schräg zu der Probenachse angeordnet sind (siehe Abbildung 4.49). Die schrägen Flächen können dem Bruch entlang von Gleitebenen zugeordnet werden.

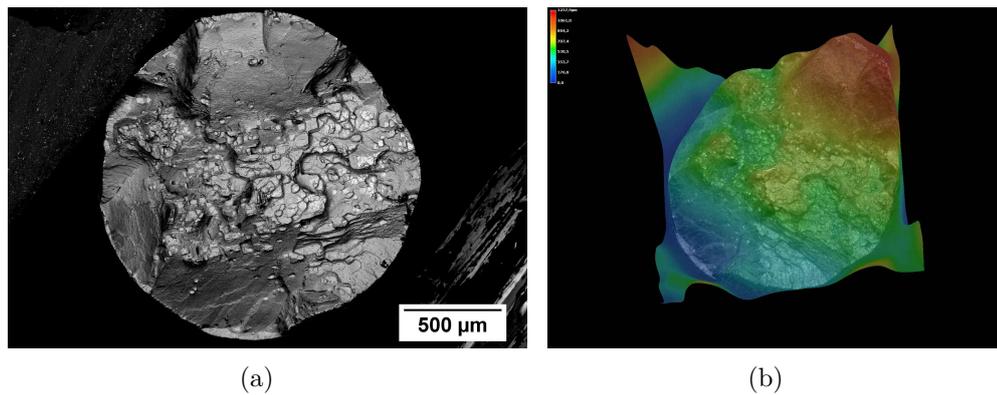


Abbildung 4.49.: REM-Aufnahme der Bruchfläche der Probe 3CM35F (a) und Höhenprofil der Bruchfläche aus stereomikroskopischen Aufnahmen (b)

Auf den Bruchflächenanteilen senkrecht zur Lastrichtung sind zahlreiche kristallografische Facetten zu erkennen. Die mittlere Kantenlänge der Facetten liegt bei etwa $13\ \mu\text{m}$, und in dem Zentrum der Facetten finden sich Einschlüsse mit einer Größe von $2\text{-}5\ \mu\text{m}$ (siehe Abbildung 4.50).

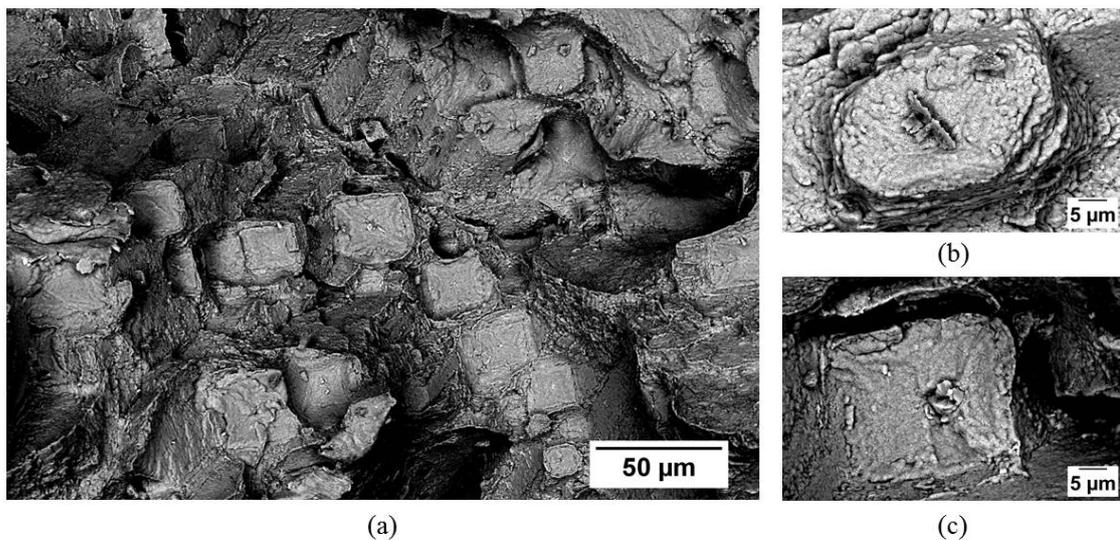


Abbildung 4.50.: Übersichtsaufnahme eines Bereichs der Bruchfläche mit Facettenbildung (a) und Detailaufnahmen von zwei kristallographischen Facetten, die sich um Einschlüsse gebildet haben (b) und (c)

Ein Schliff der Probe 3CM35F parallel zur Probenlängsachse zeigt, dass sich Risse vorwiegend in einem Bereich nahe der Bruchfläche sowohl im Inneren als auch am Rand der Probe gebildet haben (siehe Abbildung 4.51(a)). Auf Detailaufnahmen der Risse im Inneren der Probe wird sichtbar, dass diese sich an den Resten von Poren gebildet haben, die nach dem HIP-Prozess in der Mikrostruktur zurückgeblieben sind und durch eine

Ansammlung verschiedener Ausscheidungen (erkennbar anhand unterschiedlicher Graustufen im Rückstreumodus des REM) und sehr feinen Poren gekennzeichnet sind (siehe Abbildung 4.51(b),(c)).

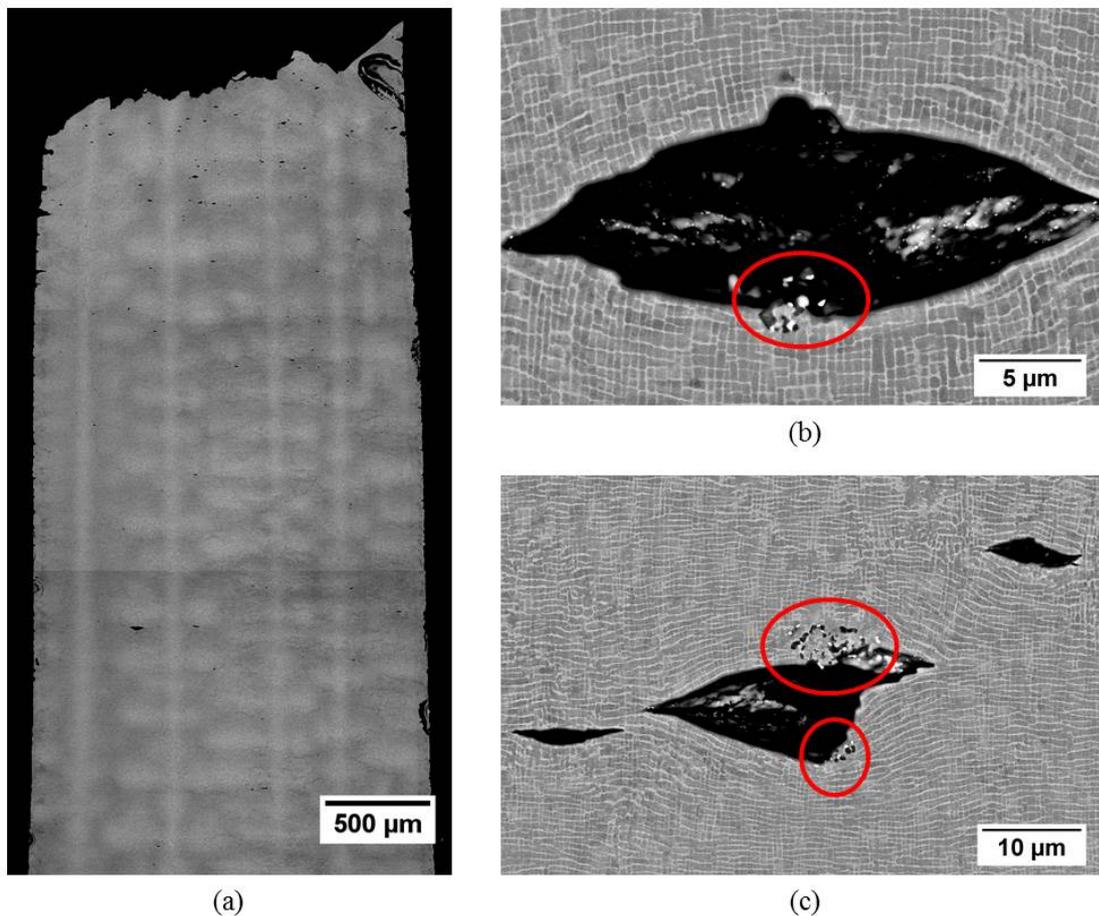


Abbildung 4.51.: Schliff parallel zur Lastrichtung der Probe 3CM35F (a) mit Detailaufnahmen der Rissbildung an Porenresten (b) und (c)

4.3.1.3 CMSX-4® SEBM

as-built, stängelkristallin

Die Bruchfläche der additiv hergestellten stängelkristallinen Probe wirkt stark zerklüftet, scharfkantig und weist viele Spalten auf (Abbildung 4.52(a)). Auf der Bruchfläche sind Poren zu erkennen, jedoch ohne rechteckige kristallographische Facetten (Abbildung 4.52(b)).

Die Analyse des Längsschliffs von Probe 3CM21F zeigt, dass sich verstärkt in den Randbereichen der Probe sowie vereinzelt im Probeninneren Risse entlang von Korngrenzen

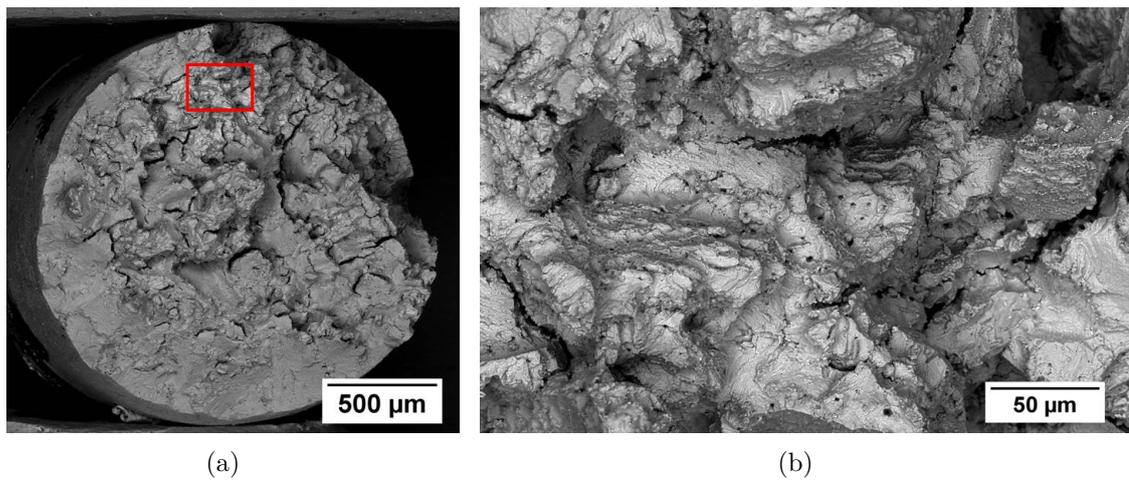


Abbildung 4.52.: REM-Aufnahmen der Bruchfläche von Probe 3CM21F. (a) Übersicht.
(b) Detail aus (a)

gebildet haben (Abbildung 4.53(a)). Die Rissbildung ist verstärkt in der Nähe der Bruchfläche zu beobachten. Dort treten auch Risse auf, die parallel zur Belastungsrichtung orientiert sind und damit eine Erklärung für die auf der Bruchfläche beobachteten Spalten liefern. Die meisten Risse haben sich jedoch schräg zur Belastungsrichtung (unter etwa 45°) gebildet. Eine Detailaufnahme dieser Risse (Abbildung 4.53(b),(c)) zeigt, dass entlang der Korngrenzen meist kein regelmäßig geformtes γ - γ' -Gefüge vorliegt und dass dort häufig helle Ausscheidungen vorkommen. Diese sind überwiegend länglich geformt und können Längenausdehnungen von bis zu $10 \mu\text{m}$ erreichen.

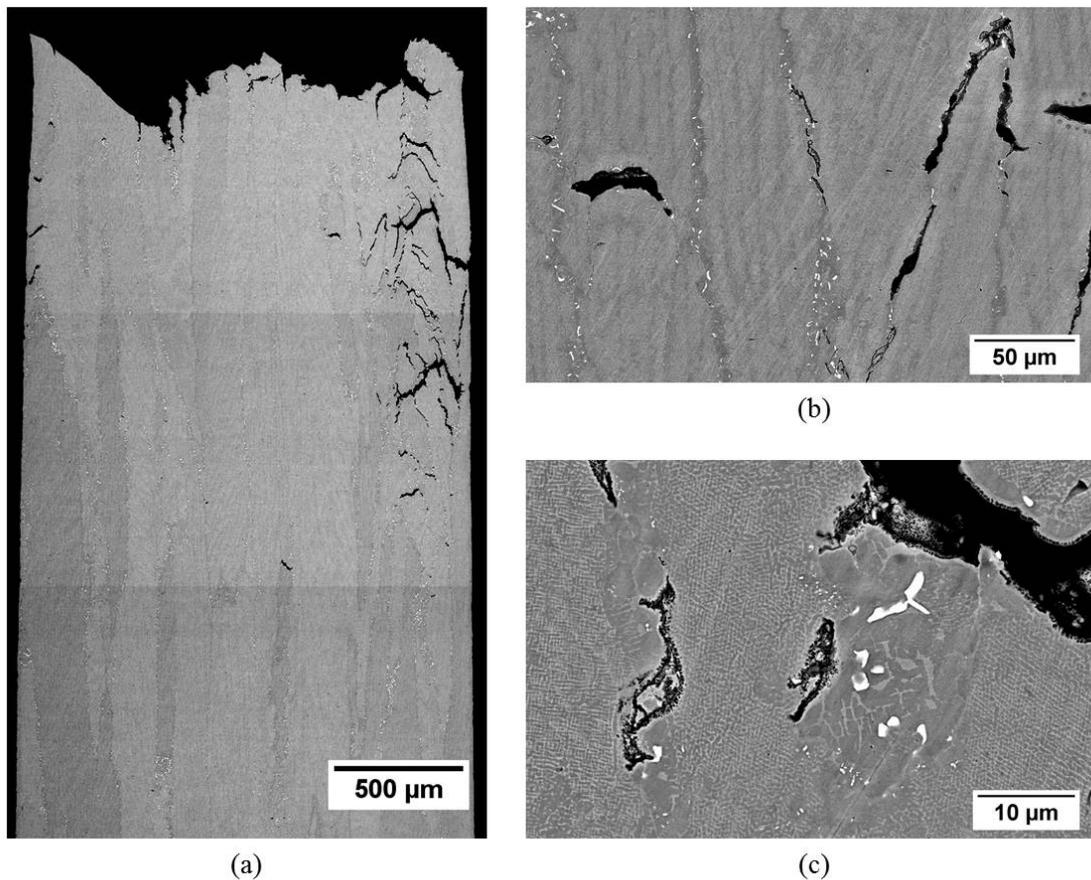


Abbildung 4.53.: Schliff parallel zur Lastrichtung der Probe 3CM21F (a) mit Details der Rissentstehung entlang von Korngrenzen (b) an denen auch helle Ausscheidungen sichtbar sind (c)

as-built, einkristallin

Die Bruchfläche der einkristallinen und nicht wärmebehandelten Probe 3CM10F besteht zum größten Teil aus Gleitebenen, die im REM glatt erscheinen (Abbildung 4.54). Der Rest der Bruchfläche sind senkrecht zur Belastungsrichtung liegende Flächen. Diese Flächen liegen entweder saumartig an dem Rand der Bruchfläche mit einem eher glatten Erscheinungsbild vor (Abbildung 4.54(d)), der größere Anteil dieser Flächen bildet zusätzlich eine Art Plateau auf etwa einem Viertel der Querschnittsfläche von dem Probenrand bis zur Probenmitte.

Auf diesem Plateau befinden sich mehrere Einschlüsse von bis zu 100 µm Größe (Abbildung 4.54(b),(c)). Um diese Einschlüsse herum sind annähernd rechtwinklige Facetten zu erkennen. Weiterhin sind auf dem Plateau Poren zu sehen, um die sich eher unregelmäßig geformte kristallographische Facetten mit Kantenlängen von etwa 10 µm gebildet haben.

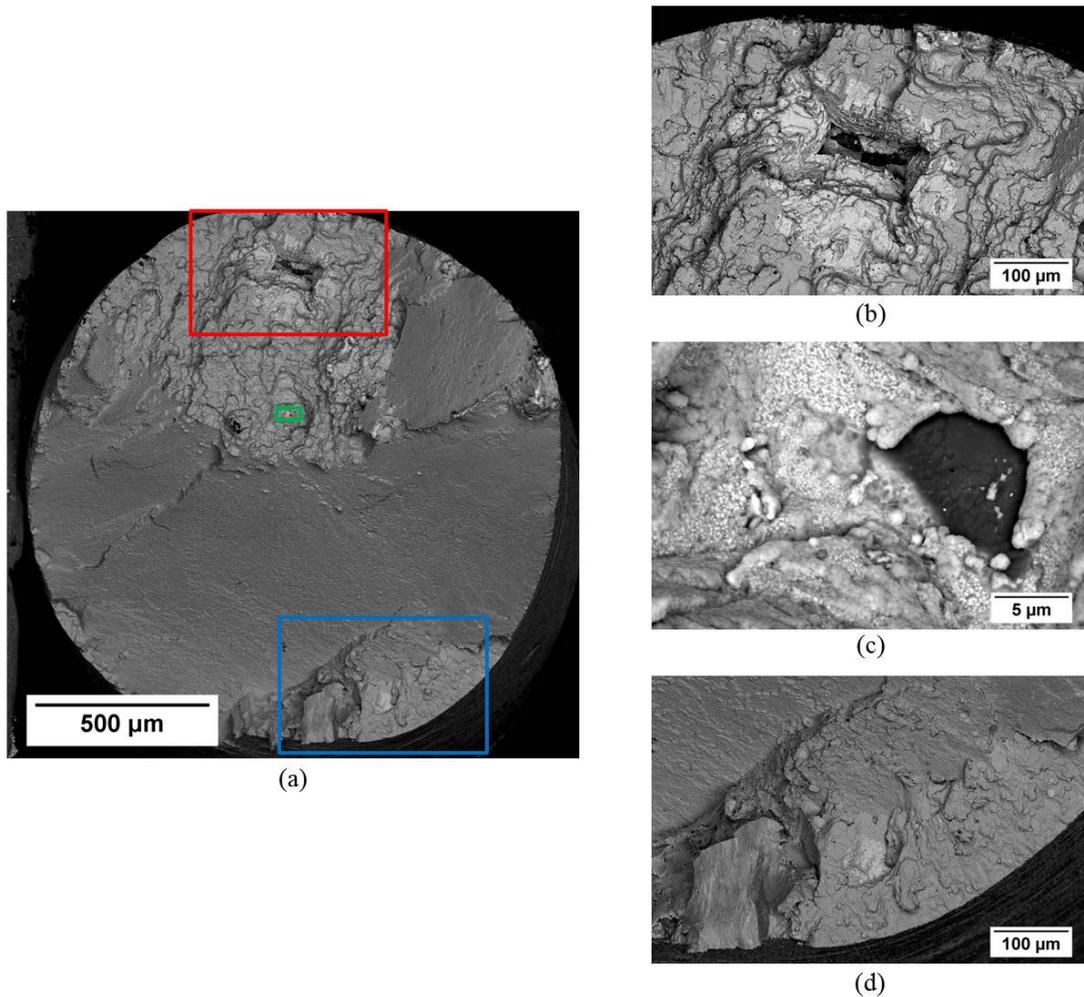


Abbildung 4.54.: REM-Aufnahme der Bruchfläche (a) mit Detailaufnahmen von Einschlüssen (b) und (c) sowie des Randbereichs (d). (b) ist eine Vergrößerung des roten Rechtecks, (c) zeigt eine Vergrößerung des grünen Rechtecks und (d) zeigt ein Detail des blauen Rechtecks

Die Oberfläche der Probe 3CM10F weist Risse auf, die quer zur Probenachse liegen und über eine Länge von bis zu zwei Drittel des Probenumfangs verlaufen (Abbildung 4.55(a)).

Die Risse an der Probenoberfläche sind auch in dem Längsschliff der Probe sichtbar (Abbildung 4.55(b)). Sie treten in unregelmäßigen Abständen von etwa 100 bis 250 µm auf. Abbildung 4.56 zeigt Detail-Aufnahmen mehrerer oxidierteter Risse an der Probenoberfläche und wie sie sich ins Innere ausbreiten. Dabei ist in Abbildung 4.56(b) zu erkennen, dass sich ein Riss nach anfänglichem Wachstum senkrecht zur Belastungsrichtung anschließend entlang einer Gleitebene fortsetzt.

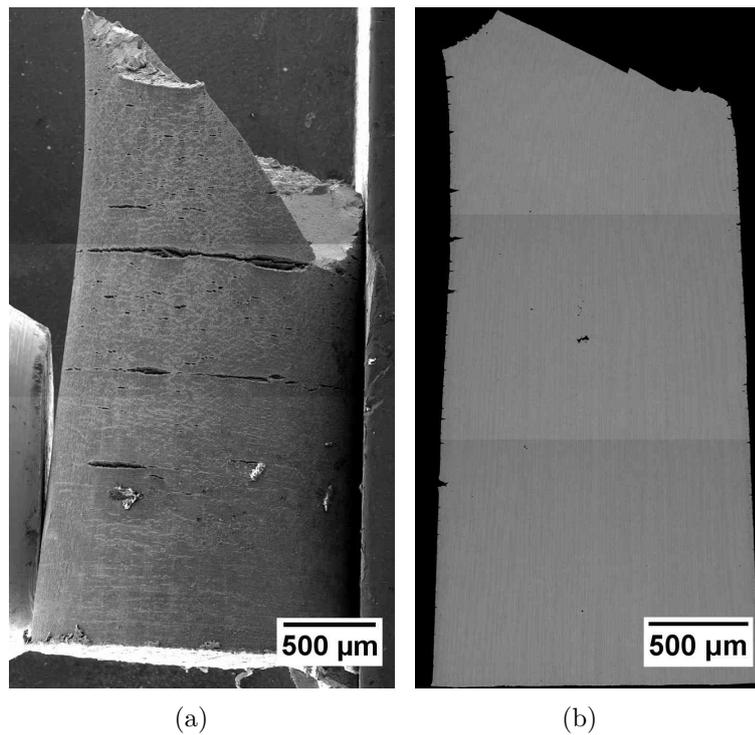


Abbildung 4.55.: REM-Aufnahmen der Probenoberfläche (a) und des Schliffes parallel zur Probenlängsachse der Probe 3CM10F (b)

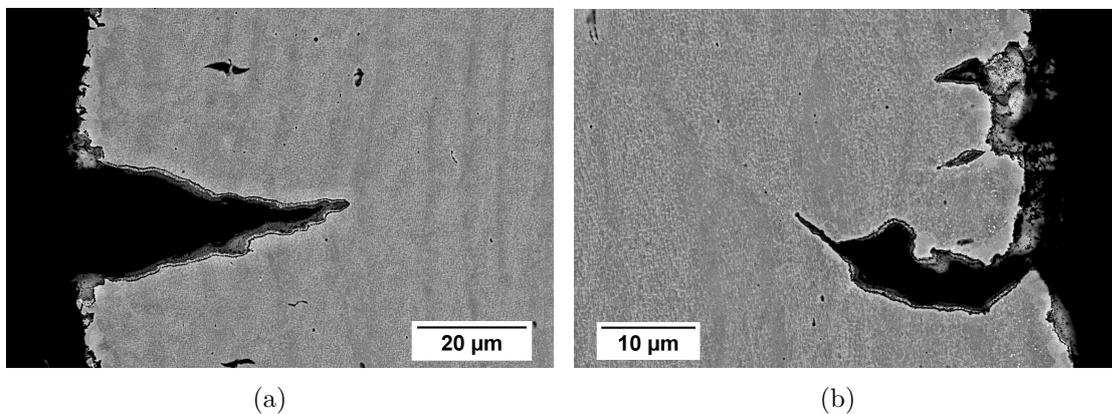


Abbildung 4.56.: REM-Aufnahmen von Rissen in der Probenoberfläche, die sich senkrecht zur Lastrichtung (a) oder entlang von Gleitebenen (b) ausbreiten

Im Inneren der Probe fallen mehrere Bereiche auf mit schwarzen oder hell erscheinenden Einschlüssen, in deren Nähe sich Risse gebildet haben (Abbildung 4.57). Die γ - γ' -Mikrostruktur in diesen Bereichen ist unregelmäßig ausgeprägt. Es kann sich dabei um Anbindungsfehler und/oder den Einbau von rezyklierten Pulverpartikeln und anderen Einschlüssen handeln, wie sie auch auf der Bruchfläche zu sehen sind. Diese Defekte haben eine Länge von bis zu

50 μm .

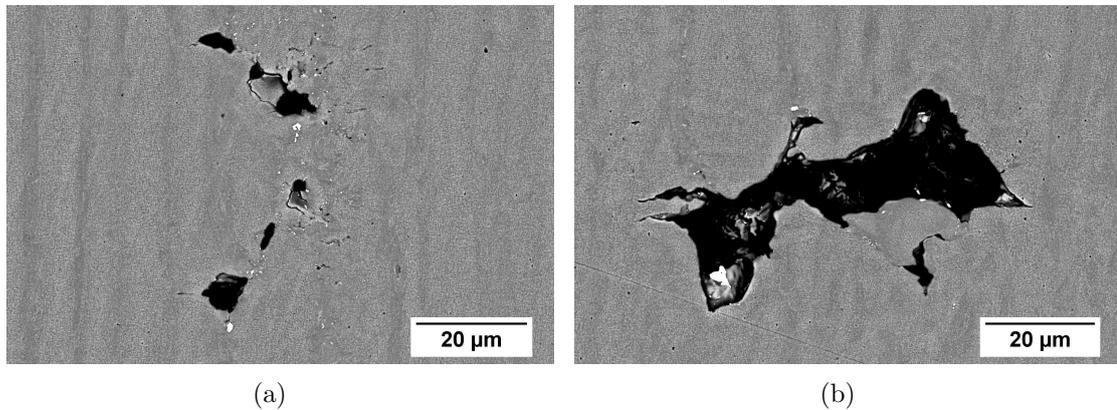


Abbildung 4.57.: REM-Aufnahmen von Poren und Einschlüssen an denen Risse entstanden sind. (Detailaufnahmen des Schliffes in Abbildung 4.55(b))

Abbildung 4.58 zeigt eine weitere Gruppe von Defekten, die im Längsschliff sichtbar sind. Dabei handelt es sich um Poren und Anbindungsfehler mit Größen von bis zu 5 μm , an denen Risse auftreten. Anbindungsfehler liegen meist als scharfkantige Spalte senkrecht zur Baurichtung des Materials und damit auch senkrecht zur Lastrichtung der Probe vor.

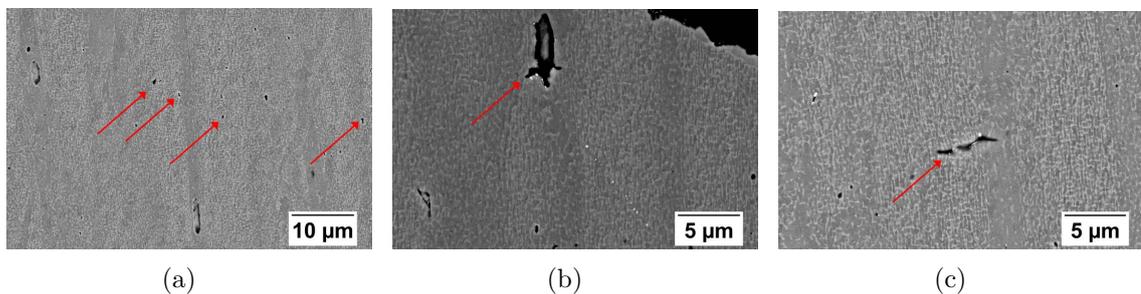


Abbildung 4.58.: REM-Aufnahmen von Poren (a), (b) und Anbindungsfehlern (c) jeweils mit Rissinitiiierung

wärmebehandelt, einkristallin

Die Bruchfläche der einkristallinen und wärmebehandelten CMSX-4® SEBM Proben lässt sich ebenfalls in die senkrecht zur Probenachse orientierten Flächen und die Gleitebenen einteilen (siehe Abbildung 4.59(a)). Auf einem Teil der senkrecht zur Lastrichtung orientierten Bruchflächen finden sich zahlreiche kleine Poren mit kristallografischen Facetten mit einer Kantenlänge von im Mittel ca. 10 μm . Die Poren und die umgebenden Facetten liegen dicht nebeneinander bzw. grenzen aneinander. Auf der Bruchfläche der Probe 3CM22F lassen sich mehrere Einschlüsse anhand von Kontrastunterschieden erkennen (siehe Abbildung 4.59).

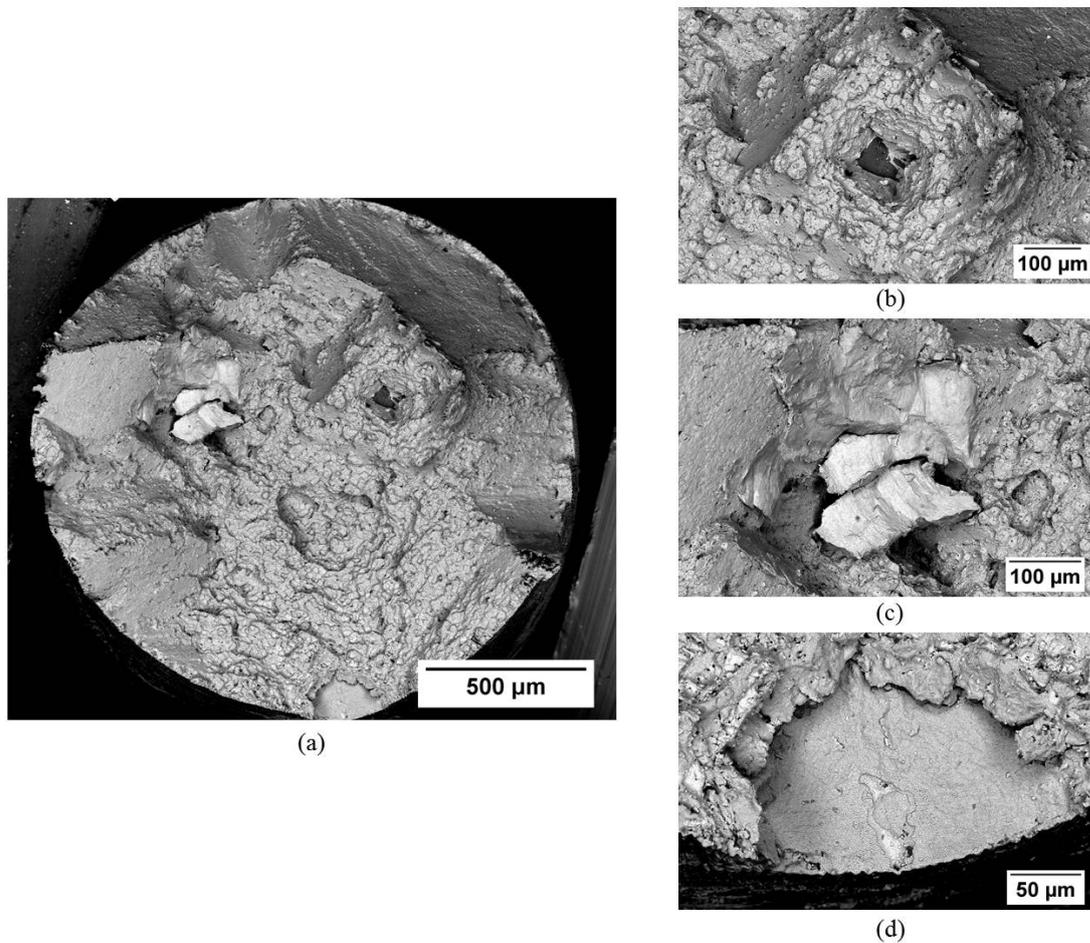


Abbildung 4.59.: REM-Aufnahmen der Bruchfläche der Probe 3CM22F, (a) Übersicht der gesamten Bruchfläche und Detailaufnahmen von Einschlüssen und Poren (b)-(d)

Die umgebende Bruchfläche wird von den Einschlüssen beeinflusst. Es bildet sich zum Beispiel eine große kristallographische Facette um den Einschluss in Abbildung 4.59(b). Um den Einschluss in der Nähe der Probenoberfläche (Abbildung 4.59(d)) bildet sich ein halbkreisförmiger, glatt erscheinender Bereich aus. Bei dieser senkrecht zur Lastrichtung orientierten Fläche könnte es sich um einen Ermüdungsanriss handeln, da die Bruchfläche aber stark oxidiert ist, sind keine Schwingstreifen erkennbar. Die Einschlüsse weisen Größen von über 100 µm auf.

Die Bruchfläche der Probe 3CM23F zeigt einen sehr großen Anteil, der senkrecht zur Lastrichtung orientiert ist. REM-Aufnahmen dieses Bereichs zeigen eine Oberfläche, die aus einer Vielzahl aneinander grenzender kristallografischer Facetten mit Kantenlängen von ca. 10 µm besteht. Diese Facetten haben sich um Poren gebildet, die Durchmesser von ca. 1 µm

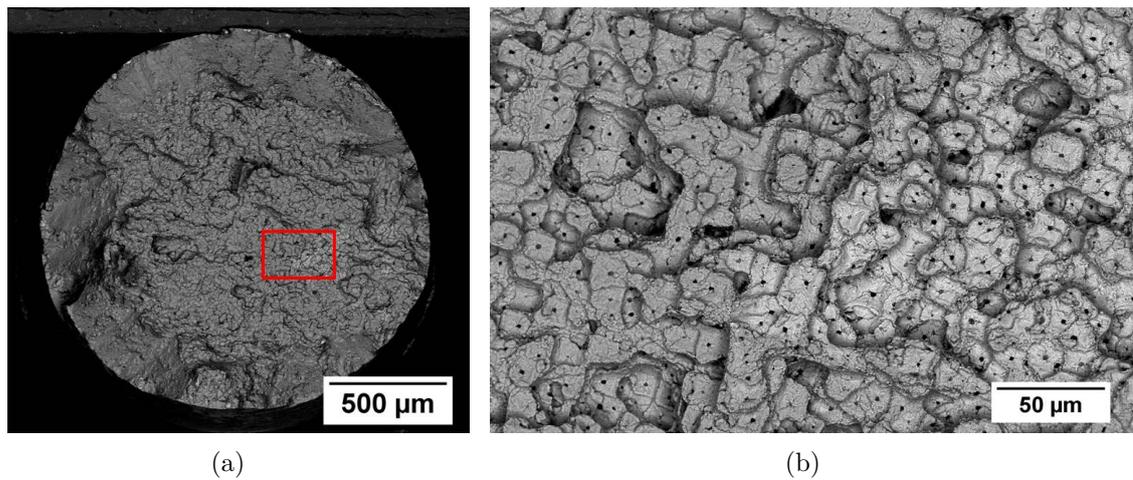


Abbildung 4.60.: Bruchfläche der Probe 3CM23F. (a) REM-Aufnahme (b) Detail aus (a) mit vielen kristallographische Facetten um Poren

aufweisen (Abbildung 4.60). Solche Bereiche findet man auch auf der Bruchfläche der Probe 3CM22F (Abbildung 4.59(a)). In den Längsschliffen der einkristallinen wärmebehandelten SEBM Proben ist die Rissentstehung an Poren nur selten zu sehen, trotz der vielen kristallographischen Facetten um Poren auf der Bruchfläche der Proben.

Vereinzelt können an der Probenoberfläche mehr oder weniger stark oxidierte Risse beobachtet werden (siehe Abbildung 4.61(a)). Diese treten jedoch nicht so häufig auf und sind nicht so lang, wie die Risse an der Oberfläche der as-built Probe (siehe Abbildung 4.56).

Ein Detail, das im Schliff der Probe 3CM23F auffällt, sind helle Bereiche im gesamten Querschnitt (siehe Abbildung 4.61(a)), die bei höherer Vergrößerung betrachtet, aus einer unregelmäßig geformten γ - γ' -Mikrostruktur in Kombination mit feinen TCP-Phasenpartikeln bestehen (Abbildung 4.61(b)). Vereinzelt lassen sich eingeschlossene Partikel mit anderer Orientierung der Mikrostruktur in ihrem Inneren erkennen (Abbildung 4.61(c)). An diesen Stellen wird vereinzelt Rissbildung beobachtet.

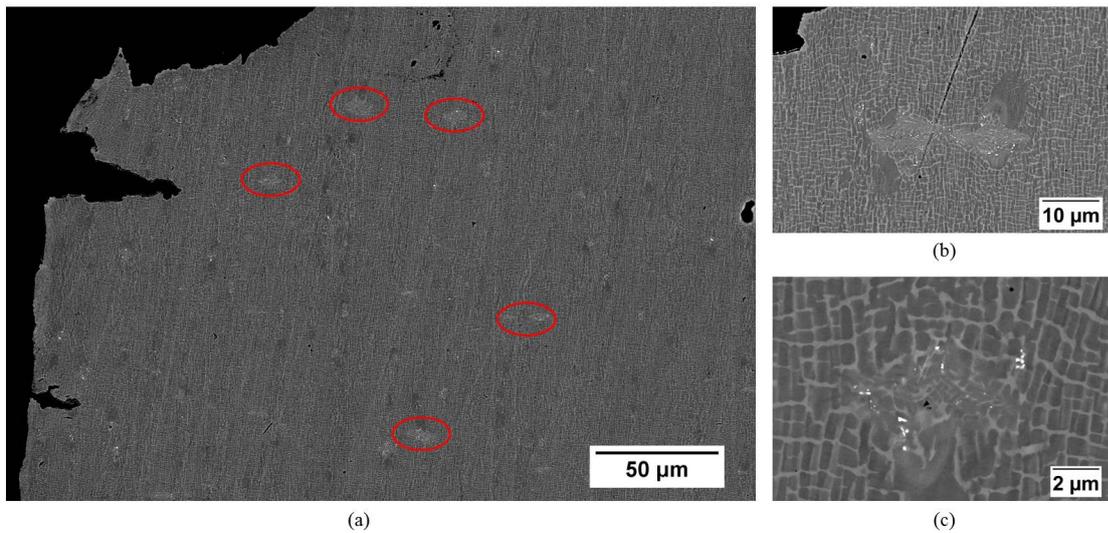


Abbildung 4.61.: REM-Aufnahmen von Details aus Längsschliff der Probe 3CM23F, die TCP-Phasenpartikel im Zusammenhang mit rezyklierten Pulverpartikeln zeigen. (a) Übersicht mit rot eingezeichneten Stellen, die im Detail wie (b) und (c) aussehen

Risse entstehen auch an Anbindungsfehlern, wie sie in Abbildung 4.62 gezeigt sind.

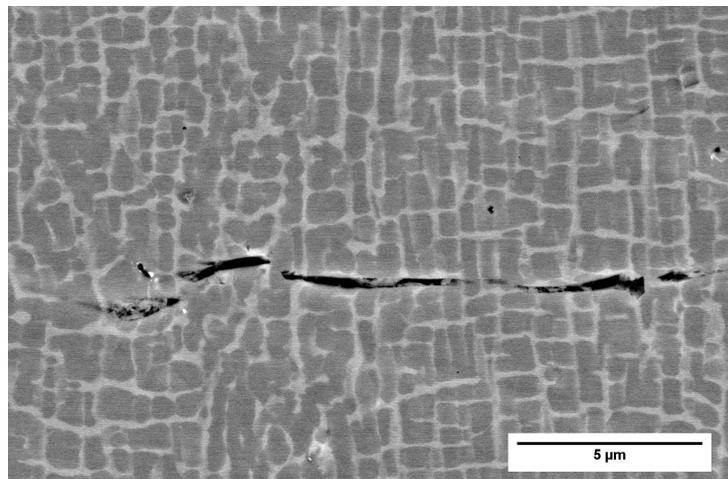


Abbildung 4.62.: Anbindungsfehler senkrecht zu der Belastungsrichtung

4.3.2 TEM-Untersuchungen

Aus dem Längsschliff einer [001] orientierten ERBO/1C Probe (Probe 3CM14C) wurden mit der FIB-Methode TEM-Folien mit der Foliennormalen parallel zur Belastungsrichtung entnommen, um die Struktur der Versetzungen an verschiedenen Stellen der Probe nach dem LCF-Versuch zu untersuchen (Abbildung 4.63). Die TEM-Untersuchungen wurden

an der Ruhr-Universität Bochum von Dr. Aleksander Kostka durchgeführt. Es wurden Stellen ausgewählt, die sich in der Nähe von Spannungsüberhöhungen wie Poren (Stelle 4) befinden und solche, die nicht von Spannungsüberhöhungen beeinflusst wurden, in der Nähe der Bruchfläche (Stelle 6) und weit entfernt von der Bruchfläche (Stelle 1).

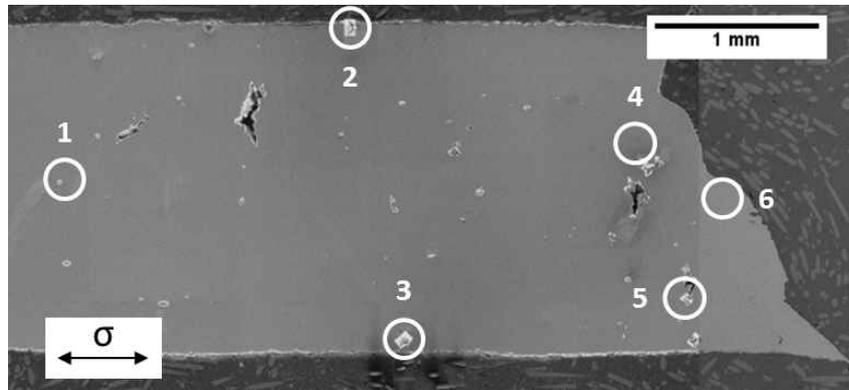


Abbildung 4.63.: Übersichtsaufnahme der Probe 3CM14C mit Kennzeichnung der Entnahmestellen von TEM-Proben (1, 4 und 6) und der Stellen, an denen Volumina für die FIB Slice and View Tomografie herauspräpariert wurden (Positionen 2, 3 und 5)

Die TEM-Aufnahmen aus dem mit 6 gekennzeichneten Bereich (Abbildung 4.64) zeigen eine hohe Versetzungsdichte in den γ -Matrixkanälen mit vielen Versetzungen an den γ - γ' -Grenzflächen und der Bildung von Versetzungsnetzwerken. In Abbildung 4.64(b) sind auch mehrere Versetzungen in der γ' -Phase zu sehen (exemplarisch mit roten Pfeilen gekennzeichnet in Abbildung 4.64(b)). Bei den Versetzungen, welche die γ' -Phasen schneiden, handelt es sich um Versetzungspaare, sogenannte Superversetzungen.

An der Entnahmestelle 1 (Abbildung 4.65), die sich weit entfernt von Spannungsüberhöhungen und der Bruchfläche befindet, sehen die Versetzungsstrukturen ähnlich aus, wie an Stelle 6.

Eine TEM-Aufnahme der Stelle 4 ist in Abbildung 4.69 gezeigt. Dort ist ein Ausschnitt eines Scherbandes zu sehen, dass sich an einer Pore gebildet hat. Die Scherung eines γ' -Würfels ist durch zwei entgegengesetzte weiße Pfeile angedeutet. Innerhalb des Scherbandes liegt eine hohe Versetzungsdichte sowohl in der γ - als auch in der γ' -Phase vor.

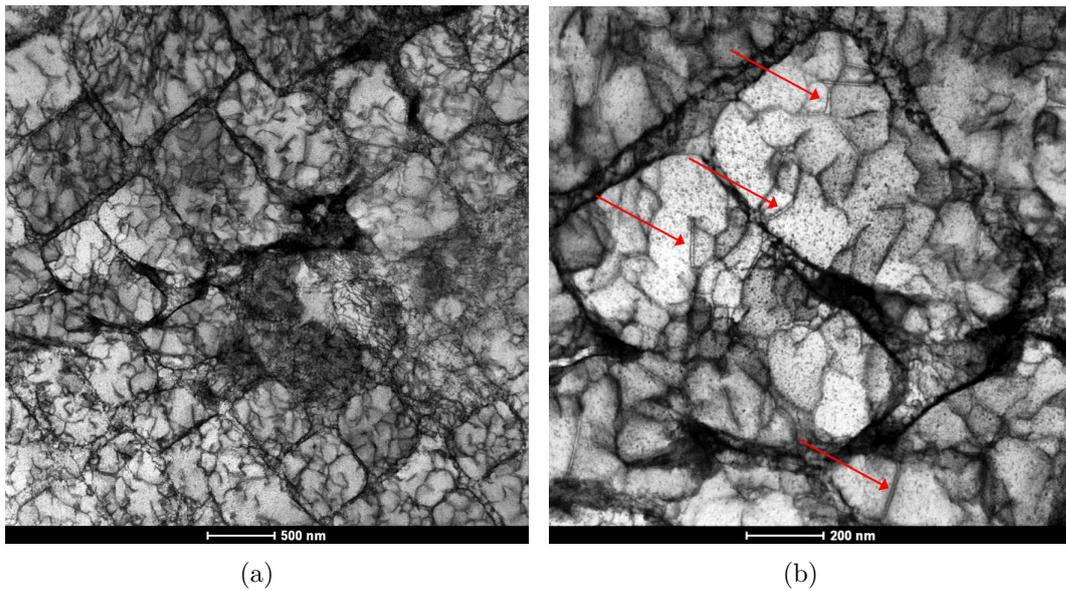


Abbildung 4.64.: TEM-Aufnahme (BF-STEM) aus dem mit 6 gekennzeichneten Bereich in Abbildung 4.63 der Probe 3CM14C nah an der Bruchfläche, aber nicht in der Nähe von Spannungskonzentratoren (a), (b) zeigt Detail aus (a). (Folien-Normale parallel zur Belastungsrichtung) Exemplarisch sind einige Versetzungen, welche die γ' -Phasen schneiden, mit Pfeilen gekennzeichnet.

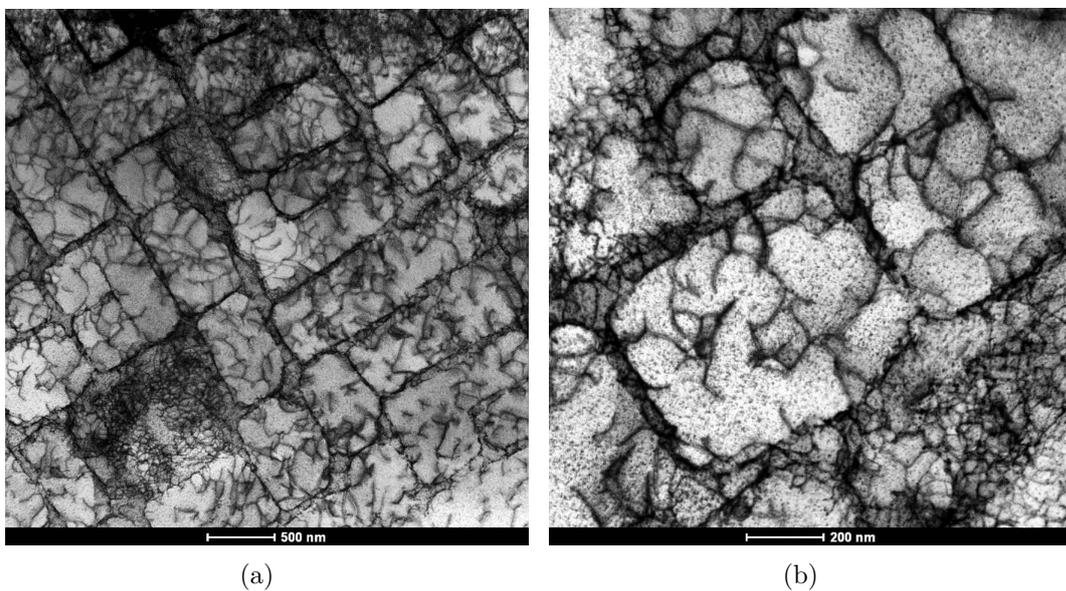


Abbildung 4.65.: TEM-Aufnahme (BF-STEM) aus einem unbeeinflussten Bereich der Probe 3CM14C (mit 1 gekennzeichnet in Abbildung 4.63), weit entfernt von der Bruchfläche und nicht in der Nähe von Spannungskonzentratoren (a), (b) zeigt Detail aus (a) (Folien-Normale parallel zur Belastungsrichtung)

4.3.3 TCP-Phasenpartikel

Eine genauere Untersuchung der Mikrostruktur um Poren, Risspfade und Gleitbänder im REM an allen getesteten Orientierungen und Materialvarianten zeigt, dass sich in diesen Bereichen feine (wenige nm große) Ausscheidungen gebildet haben, die im Asb-Detektor hell erscheinen. Diese treten nicht zufällig verteilt in der Mikrostruktur auf, sondern bevorzugt an solchen Orten mit lokal erhöhten Spannungen und/oder Dehnungen. Darüber hinaus kommt es in den Proben dieser Arbeit häufig vor, dass sich Ausscheidungen in einem schmalen Saum (etwa $20\ \mu\text{m}$ breit) an der Probenoberfläche bilden. In Abbildung 4.66(a) und (b) ist ein von einer Pore ausgehender Riss gezeigt, der sich entlang eines Gleitbandes mit deutlich sichtbaren abgescherten γ' -Würfeln ausbreitet. Entlang dieses Gleitbandes sind feine helle Ausscheidungen sichtbar.

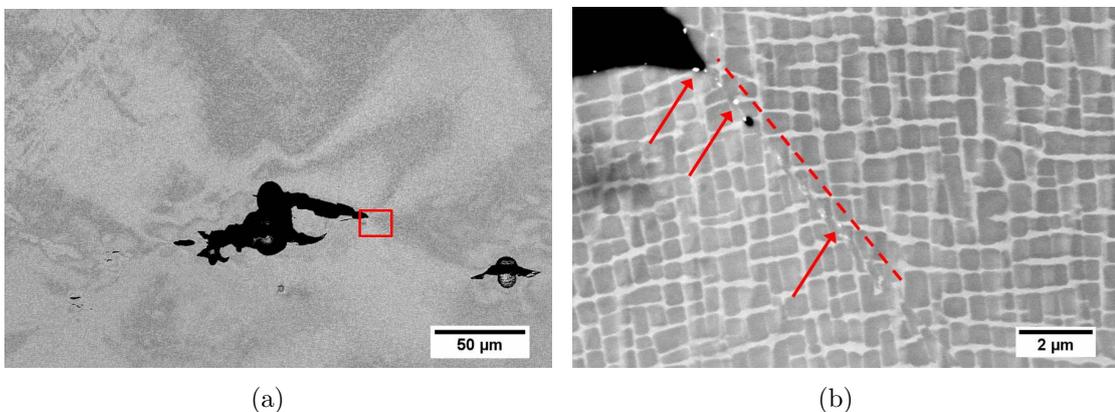


Abbildung 4.66.: REM-Aufnahmen der Probe 3CM14C, von Bereichen, in denen sich helle Ausscheidungen gebildet haben. (a) Übersicht von Poren im Inneren der Probe, an denen sich Risse gebildet haben (entspricht Stelle 5 in Abbildung 4.63). (b) Rissausbreitung entlang eines Gleitbandes (rote gestrichelte Linie) mit sichtbar abgescherten γ' -Würfeln und hellen Ausscheidungen (rote Pfeile) entlang des Gleitbandes (Detail aus rot markiertem Rechteck in(a)) (Lastrichtung vertikal)

In Abbildung 4.67 sind aufgrund ihrer Anordnung zwei Arten von hellen Ausscheidungen zu unterscheiden. Sie befinden sich in isolierten γ -Matrixkanälen parallel zu der Lastrichtung oder sie ordnen sich entlang von $\{111\}$ -Ebenen unter einem Winkel von etwa 54° zu der Probenachse an (Abbildung 4.67).

Auch in der Probe 3CM18D, deren Versuch nach 1500 Zyklen unterbrochen wurde, haben sich bereits helle Ausscheidungen gebildet. Sie treten an der Oberfläche sowohl entlang von $\{111\}$ -Ebenen auf (Abbildung 4.68(a)), als auch zufällig verteilt in den γ -Kanälen (Abbildung 4.68(b)). Im Inneren dieser Probe haben sich Ausscheidungen entlang eines Risspfades zwischen zwei Poren ausgeschieden (siehe Abbildung 4.68(c)).

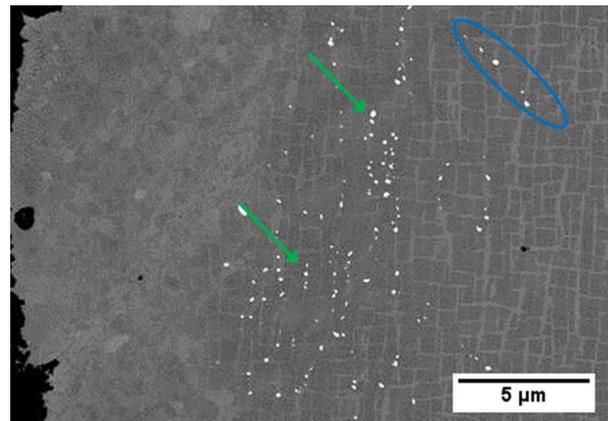


Abbildung 4.67.: Anordnung von hellen Ausscheidungen entlang von I. γ -Kanälen parallel zur Lastrichtung (grüne Pfeile) und II. $\{111\}$ Ebenen (blau markiert). Die Aufnahme ist an Stelle 2 in Abbildung 4.63) gemacht worden, im linken Bildteil ist die rekristallisierte Probenoberfläche zu sehen

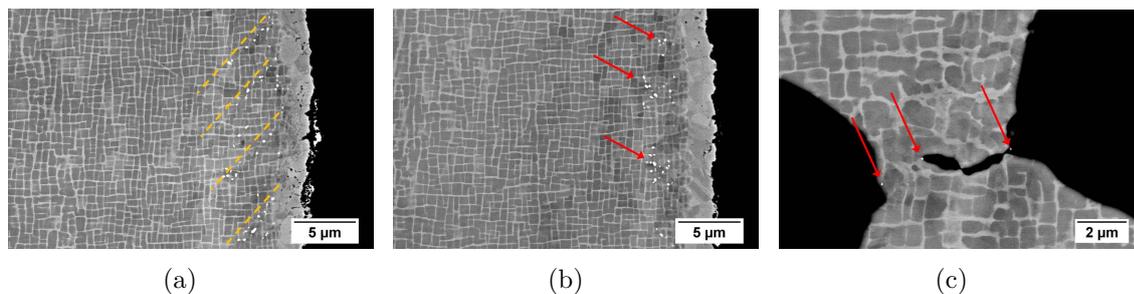


Abbildung 4.68.: REM-Aufnahmen von oberflächennahen Bereichen der Probe 3CM18D mit hellen Ausscheidungen entlang von $\{111\}$ Ebenen (gelbe gestrichelte Linien) (a), zufällig verteilt in γ -Kanälen (rote Pfeile) und im Inneren der Probe entlang eines Risspfades (mit roten Pfeilen markiert) (c)

Die Ausscheidungen wurden anhand einer bis zum Bruch zyklerten ERBO/1C Probe in $[001]$ Orientierung (3CM14C, exemplarisch ausgewählt) sowohl mit der Focused Ion Beam Slice and View Methode als auch in Kooperation mit Projektpartnern von der Ruhr-Universität Bochum im TEM näher untersucht. Die Entnahmestellen von Proben für die beiden Untersuchungsmethoden sind in Abbildung 4.63 gekennzeichnet. An den Stellen 2, 3 und 5 wurden die FIB SVT Untersuchungen durchgeführt, und in der Nähe dieser Stellen sowie an der Stelle 4 wurden, ebenfalls mittels FIB, TEM-Lamellen entnommen. Diese Lamellen wurden anschließend im TEM mittels EDX analysiert, um die chemische Zusammensetzung der Ausscheidungen zu messen. Die Ergebnisse dieser EDX-Messungen sind in Tabelle A.4 zusammengefasst. Die chemische Zusammensetzung der Ausscheidungen weicht deutlich von der der Matrix ab, es werden erhöhte Gehalte an Chrom, Cobalt, Wolfram und Rhenium gemessen.

Zusätzlich wurden an ausgewählten Ausscheidungen, die bereits mittels EDX analysiert wurden, im TEM Elektronenbeugungsmessungen mit drei verschiedenen Kippwinkeln je Ausscheidung durchgeführt, um eine Information über die Kristallstruktur der Ausscheidungen zu erhalten. Ein Abgleich dieser Daten mit den Literaturwerten für verschiedene intermetallische Phasen ([SHR67]) zeigt, in Kombination mit den EDX-Analysen, dass es sich bei den Ausscheidungen um Topologically Closed Packed (TCP) Phasen, genauer um die μ -Phase, handelt. Exemplarisch ist dieses Vorgehen in Abbildung 4.69 gezeigt, anhand einer TEM-Probe, die an einem Scherband an Stelle 4 in Abbildung 4.63 entnommen wurde. In Abbildung 4.69 ist eine Bright Field (BF) STEM Aufnahme des Scherbandes gezeigt, das aus mehreren Gleitlinien (weiße gestrichelte Linien) besteht und in dem sich TCP-Phasenpartikel (dunkel) ausgeschieden haben. Ein TCP-Phasenpartikel ist mit einem weißen nach oben zeigenden Pfeil gekennzeichnet.

EDX-Elementverteilungsmappings des in Abbildung 4.69 gezeigten Bereichs der Elemente Al (rot), Cr (grün), Re (gelb) und Ta (blau) sind in Abbildung 4.70 gezeigt. Der in der BF STEM Aufnahme mit einem weißen Pfeil markierte Partikel ist auch in den EDX-Mappings markiert. Die mit einer weißen gestrichelten Linie gekennzeichnete Gleitlinie kann in dem EDX-Mapping für das Element Cr (grün) anhand einer Cr-Segregation identifiziert werden. Co zeigt ein ähnliches Segregationsverhalten zu Gleitlinien wie Cr (hier nicht gezeigt).

Es wurden, wie bereits erwähnt, drei Stellen der Mikrostruktur, an denen TCP-Phasenpartikel auftreten, mit der FIB SVT Methode untersucht (Stelle 2, 3 und 5 in Abbildung 4.63). Die Abbildungen 4.66(a) und 4.66(b) zeigen Detailaufnahmen der Stelle 5. Die Rekonstruktion des Bilderstapels des FIB Slice and View (SV) Prozesses, der an der Stelle 5 erzeugt wurde, ist in Abbildung 4.71 zu sehen. Abbildung 4.71(a) zeigt das rekonstruierte Volumen in Form eines Quaders mit deutlich erkennbarer γ - γ' -Mikrostruktur und mit dem Riss, der auf den Quaderflächen schwarz eingefärbt ist. In Abbildung 4.71(b) ist die γ - γ' -Mikrostruktur nur auf den hinteren Quaderflächen eingeblendet, und die TCP-Phasenpartikel (99 Partikel) sind rot eingefärbt. Der Riss breitet sich entlang eines Scherbandes auf einer $\{111\}$ -Ebene aus, die hier zur Veranschaulichung in blau eingezeichnet wurde. Die TCP-Phasenpartikel treten nur an den Rissflanken und vor der Risspitze auf der $\{111\}$ -Ebene auf.

In Abbildung 4.72 ist die Rekonstruktion und Analyse des Bilderstapels gezeigt, der mittels FIB SV Methode an der Stelle 2 in Abbildung 4.63 entnommen wurde. REM-Detailaufnahmen dieses Bereichs sind in Abbildungen 4.67 gezeigt. Es können deutlich zwei Gruppen von TCP-Phasenpartikeln (rot eingefärbt) anhand ihrer Anordnung auf bestimmten kristallographischen Ebenen unterschieden werden. Eine Gruppe hat sich in den γ -Kanälen parallel zu einer (010)-Ebene angeordnet (66 Partikel, grün markiert) und eine weitere Gruppe TCP-Phasenpartikel hat sich entlang einer $\{111\}$ -Ebene gebildet (41 Partikel, blau markiert).

Abbildung 4.73 zeigt die Analyse der FIB SVT Untersuchungen an Stelle 3 in Abbil-

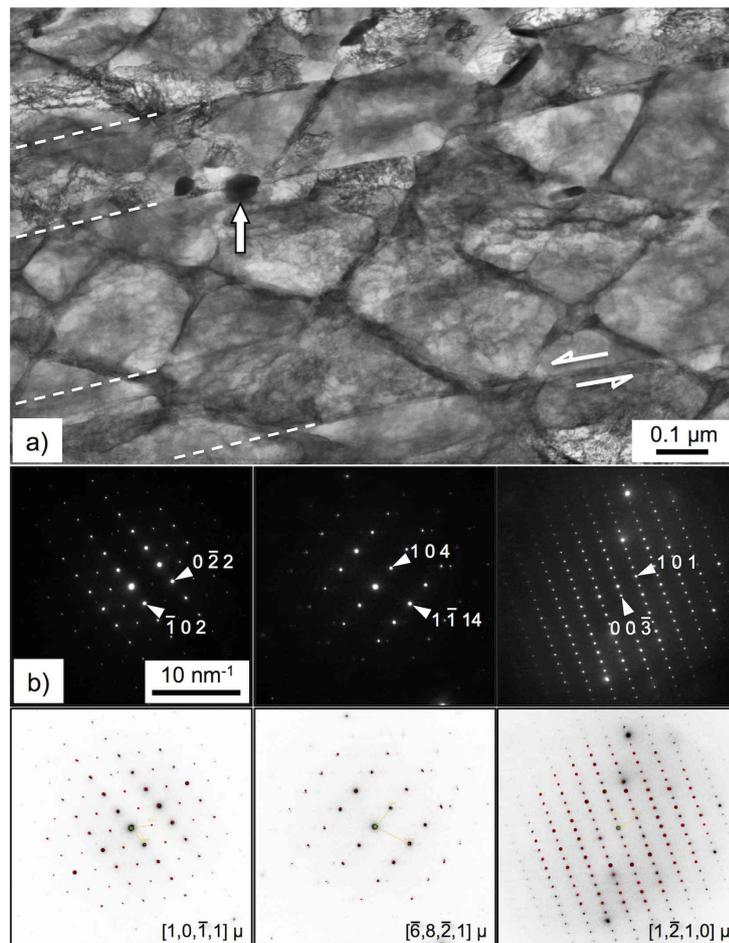


Abbildung 4.69.: TEM-Aufnahme (BF-STEM) von Stelle 4 in Abbildung 4.63 zeigt ein Scherband (mit gestrichelten weißen Linien gekennzeichnet), das sich an einer Pore gebildet hat, ähnlich der in Abbildung 4.66(b) gezeigten Situation. Das Scherband ist mit TCP-Phasenpartikeln (weißer Pfeil) dekoriert. (b) Elektronenbeugungsexperimente (obere Reihe) für drei Kippwinkel des in (a) mittels Pfeil gekennzeichneten Partikels mit den zugehörigen berechneten Beugungsmustern (untere Reihe) der μ -Phase ([SHR67]) [Mei+18a]

dung 4.63. Hier ist ebenfalls die Anordnung der TCP-Phasenpartikel auf zwei parallelen $\{111\}$ -Ebenen sichtbar. Diese TCP-Phasenpartikel weisen meist gestreckte Formen auf. Eine Analyse ihrer räumlichen Orientierung zeigt, dass ihre größte Ausdehnung bevorzugt parallel (± 15 Grad) zu einer $\{111\}$ -Ebene liegt. Die TCP-Phasenpartikel, auf die das zutrifft, sind rot markiert [Egg17], [Mei+18a]. Für die TCP-Phasenpartikel in Abbildung 4.72, die in den γ -Kanälen parallel zu einer (010)-Ebene liegen, konnte kein solcher Zusammenhang festgestellt werden.

Die Analyse des Volumens der einzelnen TCP-Phasenpartikel aus den Abbildungen 4.71,

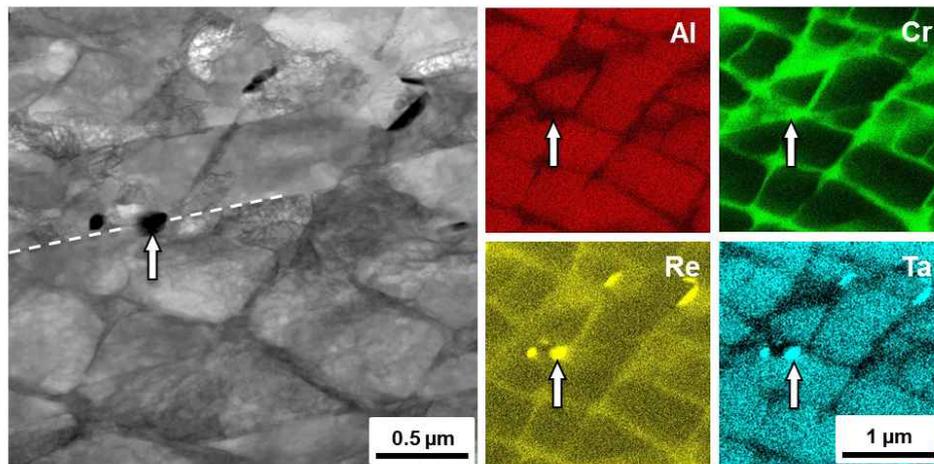


Abbildung 4.70.: EDX-Elementverteilungsmappings an der TEM-Lamelle aus Abbildung 4.69 für die Elemente Al (rot), Cr (grün), Re (gelb) und Ta (blau). Eine Gleitlinie ist in der BF STEM Aufnahme mit einer weißen gestrichelten Linie gekennzeichnet, und der zentrale TCP-Phasenpartikel ist in allen Teilabbildungen mit einem weißen Pfeil markiert. [Mei+18a]

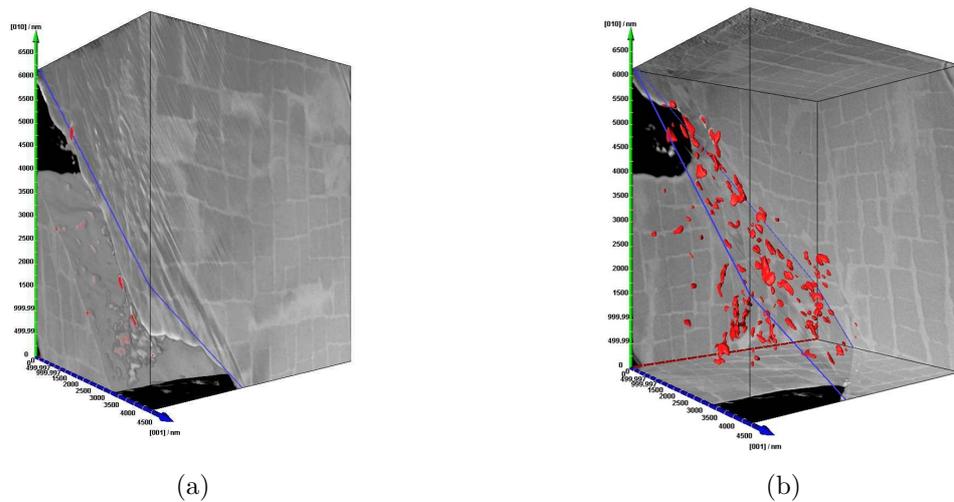


Abbildung 4.71.: Rekonstruiertes Volumen aus den FIB-Schnitten aus Abbildung 4.66(b) mit geöffnetem Riss (a) und ausgeblendeter γ - γ' -Mikrostruktur im Inneren (b), TCP-Phasenpartikel (99 Partikel) sind rot eingefärbt

4.72 und 4.73 zeigt, dass sich parallel zu der (010) Ebene kleinere TCP-Phasenpartikel gebildet haben als in den Anordnungen parallel zu $\{111\}$ -Ebenen (siehe Abbildung 4.74(a)). Die Einzelvolumina der TCP-Phasenpartikel der vier untersuchten Gruppen in Abbildung 4.74 folgen einer logarithmischen Normalverteilung (siehe Abbildung 4.74(b))

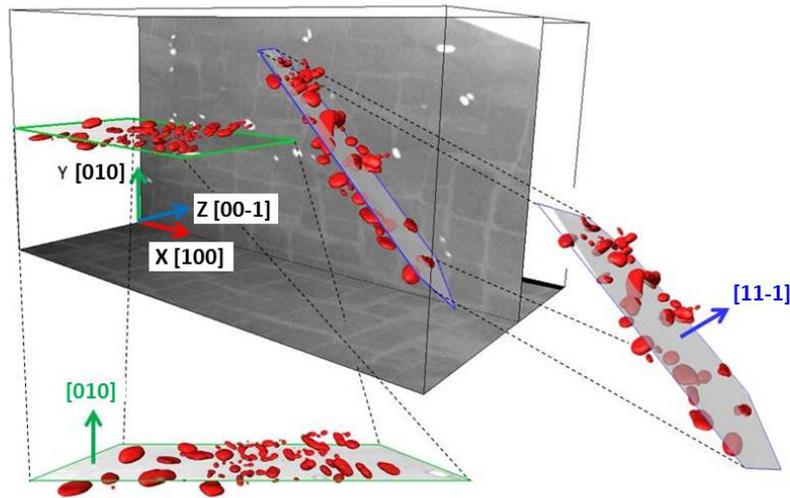


Abbildung 4.72.: Rekonstruiertes Volumen aus den FIB-Schnitten aus dem mit 2 gekennzeichneten Bereich in Abbildung 4.63 mit zwei Gruppen rot markierter TCP-Phasenpartikel. Eine Gruppe (66 Partikel, grün markiert) hat sich entlang einer (010) Ebene ausgeschieden und die zweite Gruppe (41 Partikel) hat sich entlang einer (11-1) Ebene ausgeschieden [Mei+18a]

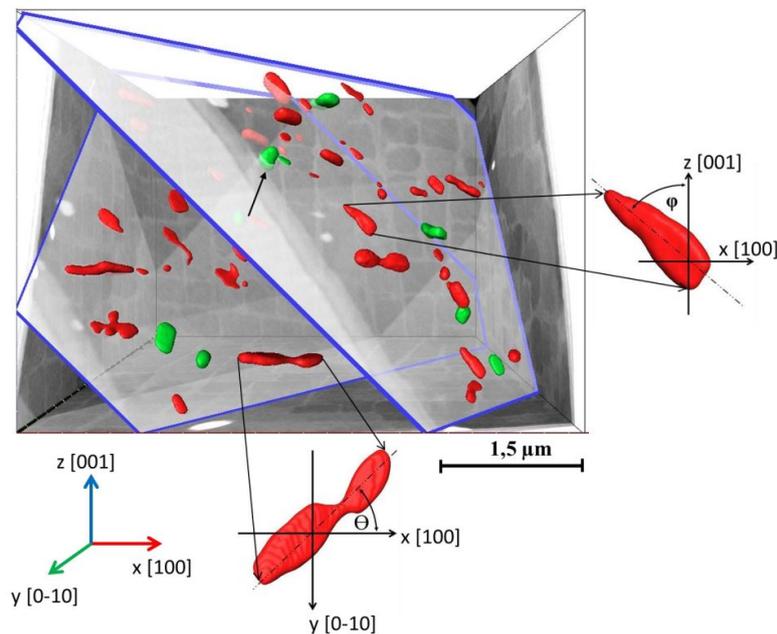
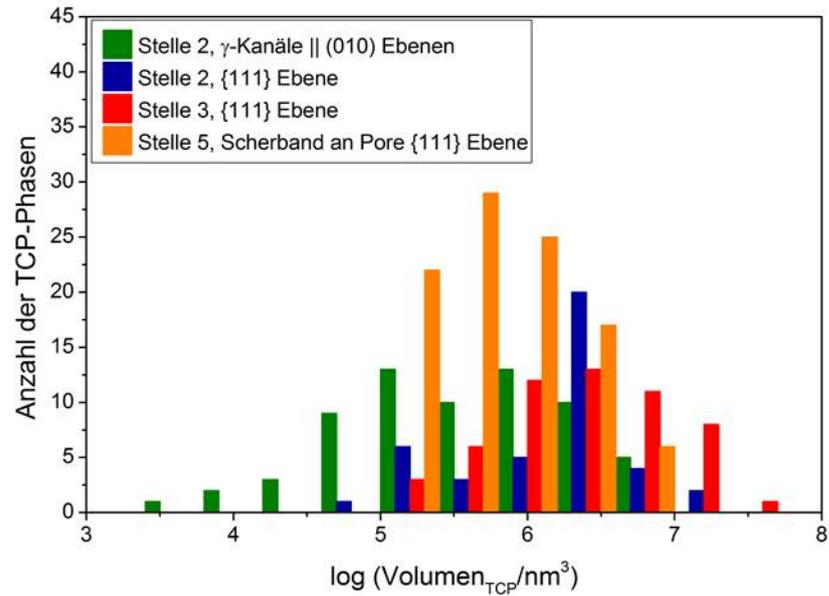
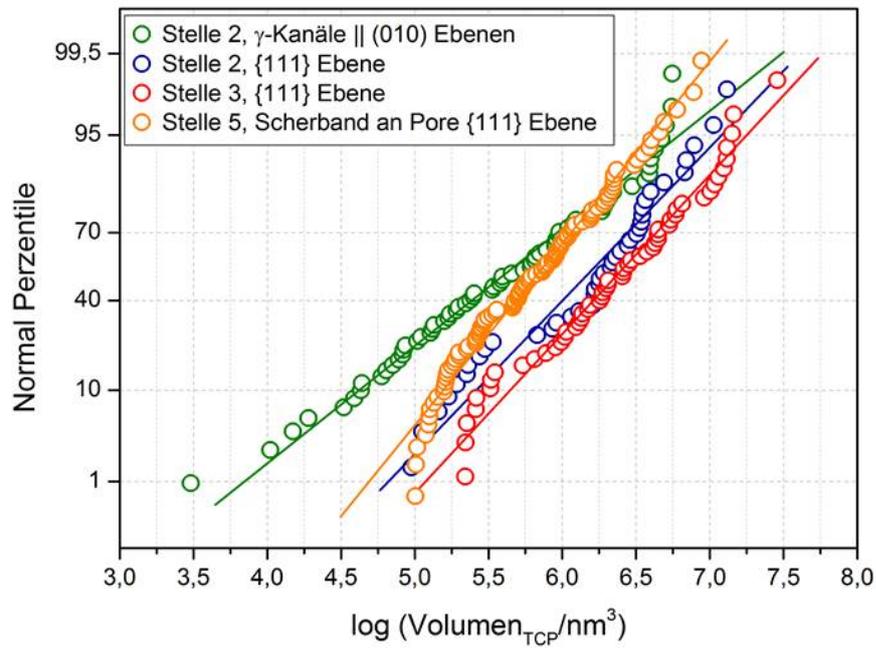


Abbildung 4.73.: Rekonstruiertes Volumen aus den FIB-Schnitten aus dem mit 3 gekennzeichneten Bereich in Abbildung 4.63. TCP Phasenpartikel, deren größte Ausdehnung parallel (± 15 Grad) zu einer $\{111\}$ Ebene liegt, sind rot eingefärbt [Mei+18a]



(a)



(b)

Abbildung 4.74.: Analyse des Volumens der einzelnen TCP-Phasenpartikel aus den FIB SVT Untersuchungen an Stelle 2, 3 und 5 in Abbildung 4.63 (a). Test auf Normalverteilung der vier TCP-Phasenpartikelgruppen (b)

5 Diskussion

5.1 Bewertung der Miniaturprobengeometrie und der Versuchsdurchführung

Im Hinblick auf die Bewertung der Miniaturisierung der LCF-Prüftechnik lassen sich mehrere für diese Arbeit wichtige positive Ergebnisse feststellen. Eines davon ist der Probenbruch in der Messlänge. Dieses Ergebnis zeigt, dass die Optimierung des Übergangs zwischen der Messlänge und dem Probenkopf, die im Rahmen der Miniaturisierung der Probengeometrie vorgenommen wurde, erfolgreich war. Ein weiteres positives Ergebnis ist, dass trotz des höheren Oberfläche- zu Volumen-Verhältnisses der Miniaturproben im Vergleich zu LCF-Standardproben (mit einem Durchmesser von 8 mm und einer Messlänge von 12 mm), Verhältnis von 2 im Vergleich zu 0,5, mikrostrukturelle Merkmale im Inneren der Proben versagensauslösend sind und nicht oxidationsgesteuerte Mechanismen an der Probenoberfläche. Das stellt die Basis für die gezielte Untersuchung mikrostruktureller Einflüsse auf das Ermüdungsverhalten dar. Die untergeordnete Rolle der Oxidation trotz der Versuchstemperatur von 950 °C, bei der in der Literatur meist Rissentstehung durch Oxidation der dominierende Mechanismus ist (siehe Abschnitt 2.3.5.1), kann durch die gewählten hohen Lastniveaus und die Laststeuerung begründet werden. Da die LCF-Versuche in dieser Arbeit lastgesteuert mit einem R-Verhältnis von $\approx 0,6$ durchgeführt wurden, tritt nie eine Entlastung der Probe ein. Sobald die Rissbildung in dem Inneren der Probe eingesetzt hat und somit der tragende Querschnitt abnimmt, steigt die Spannung in diesem Querschnitt aufgrund der Laststeuerung an. Dies führt dazu, dass sich dort Spannungsüberhöhungen an mikrostrukturellen Merkmalen im Inneren der Probe ab dem Zeitpunkt von Rissbildung und -ausbreitung zusätzlich erhöhen und letztendlich zu einem Versagen der Probe führen. Aufgrund der geringen Dauer der Versuche, bleibt nur wenig Zeit für oxidative Angriffe. Sobald sich die Risse im Innern schnell ausbreiten, können sie nicht mehr von oxidationsbedingter Schädigung eingeholt werden. Die selten zu beobachtende Rissentstehung an der Oberfläche der Proben zeigt außerdem, dass die gedrehte unpolierte Probenoberfläche eine ausreichende Oberflächengüte aufweist.

Ein weiteres entscheidendes Indiz dafür, dass die Geometrie der Miniaturprobe gut geeignet ist, um die Einflüsse verschiedener Mikrostrukturen auf das LCF-Verhalten zu bewerten, ist die geringe Streuung der Ergebnisse. Innerhalb des gewählten Versuchs- und Probenplans dieser Arbeit wurde zum Beispiel der Einfluss der Mittelspannung bei gleicher Lastamplitude auf die Lebensdauer von ERBO/1C in [001] Orientierung untersucht. Erwartungsgemäß führte ein höheres Lastniveau zu einem früherem Versagen der Proben. Bei Verwendung unterschiedlicher Einspannungen wurden ähnliche Lebensdauern bei ansonsten gleichen

Material- und Versuchsparametern erreicht. Der Vergleich verschiedener Materialorientierungen und Mikrostrukturen führte ebenfalls zu reproduzierbaren Trends. So versagen zum Beispiel Proben in $\langle 110 \rangle$ Orientierung immer früher als Proben in $\langle 100 \rangle$ Orientierung und auch die wärmebehandelte SEBM-Materialvariante weist immer eine höhere Lebensdauer auf als konventionell gegossenes ERBO/1C. Die geringe Streuung der Versuchsergebnisse weist darauf hin, dass die Dimensionen der Miniaturproben wie Durchmesser, Länge und daraus resultierendes Prüfvolumen, passend gewählt wurden, um mikrostrukturelle Einflüsse erfassen zu können. Die Reproduzierbarkeit der Versuchsergebnisse zeigt zusätzlich, dass die Prüfbedingungen der LCF-Versuche stabil sind was den Probeneinbau, die Ausrichtung der Einspannung (Vermeidung von Biegemomenten in der Probe) sowie die Messtechnik (Kraft, Dehnung und Temperatur) angeht.

5.2 ERBO/1C unter LCF-Belastung

5.2.1 Verformung und Schädigung bei Belastung in $\langle 100 \rangle$ Richtung

Ein Ziel dieser Arbeit war die Untersuchung der Verformung und Schädigung in ERBO/1C Proben in $\langle 100 \rangle$ Orientierungen unter LCF-Belastung. Ein mikrostrukturelles Merkmal, das auf den Bruchflächen die Entstehung und Ausbreitung von Rissen zeigt, sind die kristallographischen Facetten, die sich um nahezu jede auf der Bruchfläche sichtbare Pore gebildet haben (siehe z.B. Abbildung 4.23). Die senkrecht zur Belastungsrichtung orientierte Fläche dieser Facetten deutet auf Risswachstum hin. Die Rissentstehung an Poren hängt mit der erhöhten Spannung dort zusammen (siehe Abschnitt 2.3.5.2). Schiffe der Proben parallel zur Belastungsrichtung zeigen ebenfalls, dass Risse an Poren entstehen und dass dies an fast allen Poren in dem gesamten Prüfquerschnitt geschieht (Abbildung 4.24). Das deutet darauf hin, dass die Verformung der ERBO/1C Proben in dieser Arbeit zunächst gleichmäßig und gleichzeitig in dem gesamten Prüfvolumen beginnt. Nach der Rissinitiierung erfolgen die Rissausbreitung und das Zusammenschließen mehrerer Risse (siehe Abbildung 4.31) bevorzugt in einer oder mehreren Ebenen senkrecht zur Lastrichtung. Die gleichmäßige Verformung zu Beginn des Versuchs spiegelt sich auch in der hohen Versetzungsdichte in den γ -Kanälen sowohl in der Nähe der Bruchfläche als auch weiter entfernt davon wieder (siehe Abbildung 4.64 und Abbildung 4.65). Vereinzelt sind zusätzlich Versetzungen innerhalb der γ' -Phase zu sehen. Das kann auf das hohe Spannungsniveau in den LCF-Versuchen zurückgeführt werden. Lokal kann die Fließspannung erreicht werden, was das Schneiden der γ' -Phase durch Versetzungen ermöglicht. Ähnliche Beobachtungen wurden in [WR03] gemacht.

Die Bildung von Rissnetzwerken in einer oder mehreren Ebenen senkrecht zur Lastrichtung führt zu einer Abnahme des tragenden Querschnitts. Dadurch steigt die Spannung in dem noch verbleibenden tragenden Querschnitt an. Wenn in dem Restquerschnitt die kritische

ortsaufgelöste Schubspannung erreicht ist, erfolgt der Bruch als schubspannungskontrollierter Restbruch entlang von Gleitebenen.

Die Auswertung des Entlastungsteils der Hysterese gibt Hinweise auf das Auftreten von Rissen. Sobald Risse deutlich zu der Dehnungssteigerung beitragen, nimmt die Steigung der Entlastungsgeraden ab. Dieses Verhalten ist in Abbildung 4.15 für zwei ERBO/1C-Proben gezeigt, die mit einer Mittelspannung von 550 MPa getestet wurden. In der Probe 3CM18D, deren LCF-Versuch bereits nach der Hälfte der Lebensdauer in dem Bereich der zyklischen Sättigung unterbrochen wurde, konnte die vereinzelt einsetzende Rissbildung an Poren bereits nach 1500 Zyklen beobachtet werden (siehe Abbildung 4.28). Dies korreliert mit der Abnahme der Steigung der Entlastungsgeraden in Abbildung 4.15, die bereits nach etwa 1000 Zyklen beginnt. Einen weiteren Hinweis auf das frühe Auftreten von Schädigung in den LCF-Versuchen dieser Arbeit liefert die Form der Hysteresen und die daraus abgeleitete Entwicklung der plastischen Dehnungsamplitude (siehe Abbildung 4.13(b) und Abbildung 4.14). Die zunehmende Steigung der Kurve in dem Bereich der zyklischen Sättigung weist auf den Beginn und das Fortschreiten von Schädigung hin.

Rissinitiierung und -ausbreitung durch oxidationsgesteuerte Mechanismen spielt bei den hier durchgeführten LCF-Versuchen eine untergeordnete Rolle (vgl. Abschnitt 5.1). Auf den Bruchflächen sind selten Bereiche an der Oberfläche zu sehen, die auf Mode I Risswachstum von der Oberfläche aus hindeuten. Wenn solche Randbereiche auftreten, nehmen sie einen relativ kleinen Anteil der gesamten Mode I Bruchfläche ein. Ein Grund dafür kann die kurze Versuchsdauer von meist weniger als 3 Stunden sein, wodurch wenig Zeit für einen oxidativen Angriff der Probenoberfläche bleibt, so dass Defekte im Probeninneren das Schädigungsverhalten dominieren können.

Auf den Bruchflächen der Proben sind nur selten Schwingstreifen zu erkennen. Sie können vereinzelt an Rissen an der Probenoberfläche und in der Umgebung der kristallographischen Facetten auf den $\{111\}$ -Flächen, die die Facetten verbinden, beobachtet werden (siehe Abbildung 4.26). Ein möglicher Grund dafür, dass selten Schwingstreifen zu erkennen sind, ist die Oxidation der Bruchflächen nach dem Bruch. Trotz Abschaltung des Ofens nach dem Probenbruch dauert der Abkühlvorgang des Einspannsystems mehrere Stunden, wodurch die Bruchfläche weiter oxidiert.

5.2.2 Einfluss der Porenanordnung

Es wurden LCF-Versuche an Proben in $[001]$ Orientierung, in denen die zeilig angeordneten Poren parallel zur Belastungsrichtung liegen und an Proben in $[010]$ Orientierung, in denen die zeilig angeordneten Poren senkrecht zur Belastungsrichtung orientiert sind, durchgeführt. Beide Orientierungen sind kristallographisch äquivalent.

Die $[001]$ Proben zeigten eine um den Faktor 1,2 bis 1,5 höhere Lebensdauer als die

[010] Proben. Auf den Bruchflächen der [010] Proben ist deutlich die zeilige Anordnung der Poren anhand der kristallographischen Facetten, die sich um die Poren gebildet haben, zu sehen (siehe Abbildung 4.29). Die Fraktografie deutet darauf hin, dass der tragende Querschnitt der in [010] orientierten Proben durch Poren in der Bruchebene stärker reduziert wird als dies bei Proben in [001] Orientierung der Fall ist. Die quantitative Auswertung von CT-Daten bestätigt, dass es aufgrund der zeiligen Porenanordnung in [010] Proben Querschnitte mit stärkerer Reduktion des tragenden Querschnitts gibt als in [001] Proben. Der höchste Porenflächenflächengehalt auf (010) Ebenen liegt bei 1,5 Flächen-% im Vergleich zu 0,7 Flächen-% entlang von (001) Ebenen. Das führt während des LCF-Versuchs dazu, dass in [010] Proben in den Ebenen, die den höchsten Porenflächengehalt aufweisen, aufgrund des kleineren tragenden Querschnitts eine um 6 MPa höhere nominelle Spannung auftritt als in den [001] Proben. Dieser Spannungsunterschied alleine könnte bereits zu einer Verringerung der Lebensdauer von [010] Proben gegenüber [001] Probe führen, kann aber noch nicht die Größenordnung des hier gemessenen Unterschieds in der Lebensdauer erklären. Ein weiterer Faktor, der zu einer schnelleren Rissentstehung und -ausbreitung in [010] Proben beiträgt, sind die geringeren Porenabstände in den querliegenden Porenzeilen in den (010) Ebenen mit den hohen Porenflächengehalten im Vergleich zu den entsprechenden (001) Ebenen. Dadurch kommt es zu einer stärkeren gegenseitigen Beeinflussung und Verstärkung der Spannungsüberhöhungen an Poren in den (010) Ebenen. Aus der Literatur ist bekannt, dass sich Poren, die dichter aneinander liegen, stärker gegenseitig beeinflussen (wenn der Abstand zwischen den Poren kleiner ist als der 6-fache Radius der Poren [PP08]) und zu früherer Rissbildung führen können [CVM09], [Dav+17], [PP08].

Die höhere plastische Dehnungsamplitude der [010] Proben im Vergleich zu den [001] Proben von Beginn des Versuchs an, kann dadurch erklärt werden, dass sich in den Ebenen mit dem höheren Porenflächengehalt eine höhere mittlere Spannung und lokal höhere Spannungen, einerseits aufgrund der höheren mittleren Spannung und andererseits aufgrund der geringeren Porenabstände in den Porenzeilen senkrecht zur Lastrichtung, einstellen. Dies führt zu einer Beschleunigung der Ermüdungsprozesse, die eine plastische bzw. nicht reversible Dehnung hervorrufen. Die Beschleunigung dieser Prozesse spiegelt sich außerdem auch in dem steileren Anstieg der Dehnungsamplitude der [010] Probe nach dem Erreichen des Minimums im Vergleich zu den Daten der [001] Probe wieder.

In den LCF-Versuchen, die jeweils mit der gleichen Spannung durchgeführt wurden, beginnt der Anstieg der plastischen Dehnungsamplitude (Bereich III in Abbildung 4.13(b)) bei den [010] Proben bereits nach ca. 75 % der Lebensdauer der entsprechenden [001] Proben (siehe Abbildung 4.17(c)). Dieses Verhältnis korrespondiert mit dem Verhältnis der erreichten Bruchzyklenzahlen.

5.2.3 Einfluss der kristallographischen Orientierung

Der von der Anordnung der zeiligen Porosität bereinigte Einfluss der kristallographischen Orientierung auf die Lebensdauer und das Ermüdungsverhalten wurde anhand des Vergleichs von Proben, die in $[010]$ und $[\bar{1}10]$ Orientierung entnommen wurden, untersucht. In beiden Orientierungen liegen die Porenzeilen senkrecht zur Belastungsrichtung vor. Die entlang dieser Richtungen entnommenen Proben unterscheiden sich daher nur in ihrer kristallographischen Orientierung, zeigen aber im mechanischen Verhalten deutliche Unterschiede.

Die Proben der $\langle 100 \rangle$ Orientierung verfestigen schneller als die der $\langle 110 \rangle$ Orientierung. Das ist darauf zurückzuführen, dass in den $\langle 100 \rangle$ orientierten Proben eine höhere Zahl an Gleitsystemen aktiviert werden kann als in den $\langle 110 \rangle$ orientierten Proben.

Die plastische Dehnungsamplitude ist im Verlauf des gesamten Versuchs bei Proben der $\langle 110 \rangle$ Orientierungen höher als die der $\langle 100 \rangle$ Orientierungen (vgl. Abbildung 4.17(c) und 4.17(d)). Das kann einerseits an der geringeren Verfestigung der $\langle 110 \rangle$ orientierten Proben liegen, andererseits würde sich auch eine beginnende Schädigung in einer höheren plastischen bzw. irreversiblen Dehnungsamplitude bemerkbar machen.

Der Bereich der zyklischen Sättigung, der sich an die Verfestigung anschließt, ist in den $[\bar{1}10]$ Proben deutlich kürzer als in den $[010]$ Proben. Das kann durch die frühzeitige Rissbildung entlang von Gleitebenen in $\langle 110 \rangle$ orientierten Proben erklärt werden.

Mit dem frühzeitigen Auftreten von Schädigungen, noch vor Erreichen der zyklischen Sättigung, ist vermutlich auch zu erklären, dass in einem Fall, und zwar bei der $[\bar{1}10]$ orientierten Probe im Versuch mit einer Mittelspannung von 590 MPa, das Minimum der plastischen Dehnungsamplitude hier nicht später erreicht wurde als bei der entsprechenden $\langle 100 \rangle$ Probe. Auf den Einfluss von Schädigungen weist auch hin, dass die Zyklenzahl bis zum Erreichen des Minimums sehr stark von der Last abhängt.

Der frühzeitige Beginn von Schädigungsprozessen ist vermutlich auch der Grund dafür, dass Proben in $[\bar{1}10]$ Orientierung deutlich früher versagen und eine z. Teil deutlich niedrigere Bruchdehnung aufweisen als die $\langle 100 \rangle$ orientierten Proben (vgl. Abbildung 4.17(a) und 4.17(b)).

Die Bruchflächen der Proben in $[\bar{1}10]$ Orientierung bestehen überwiegend aus Gleitebenen, deren Lage auf zwei dominierende Gleitsysteme hindeutet (siehe Abbildung 4.38). Anders als bei den Bruchflächen der $[010]$ Proben wurde hier keine ausgeprägte Facettenbildung an Poren beobachtet, und die zeilig angeordnete Porosität ist anhand der Bruchfläche nicht zu erkennen. In Längsschliffen der $[\bar{1}10]$ Proben sind sowohl an der Probenoberfläche als auch in dem Inneren der Proben Gleitbänder zu sehen. Anders als in den $[010]$ Proben ist

in Proben der $[\bar{1}10]$ Orientierung an Poren kaum Rissbildung zu beobachten, es sei denn, es findet ein Schneiden der Poren durch Gleitbänder statt, wie es auch bei $[011]$ Proben beobachtet wurde (siehe Abbildung 4.37(b)). In den $\langle 110 \rangle$ orientierten Proben werden nur zwei Gleitsysteme aktiviert, was zur Folge hat, dass sich der Probenquerschnitt von einem Kreis zu einer Ellipse verformt. Diese Verformung wurde ebenfalls in [Rae+00] beschrieben und dem Abgleiten paralleler übereinander liegender Gleitebenen in Richtung des aktiven Burgersvektors zugeordnet. Durch diese Prozesse schrumpft der Querschnitt der Probe entlang der Achse, auf die der aktive Burgersvektor projiziert wird.

Die Untersuchung der Dehnungsentwicklung in Kombination mit der Fraktographie und der mikrostrukturellen Analyse zeigt, dass in Proben der $[\bar{1}10]$ Orientierung schubspannungsinduzierte Gleitprozesse gegenüber der Rissbildung und -ausbreitung an Poren, wie sie in $[010]$ Proben beobachtet wurde, dominieren.

Proben, die entlang der $[\bar{1}10]$ Richtung entnommen und getestet wurden, zeigen eine geringere Bruchdehnung als $[011]$ Proben. Die plastische Dehnungsamplitude der $[011]$ Proben liegt deutlich höher als die der $[\bar{1}10]$ Proben (siehe Abbildung 4.17(d)). Bei Proben der $\langle 110 \rangle$ Orientierungen können zeitig angeordnete Poren schräg unter einem Winkel von 45° (z.B. in $[011]$ oder $[101]$ orientierten Proben) oder senkrecht zur Lastrichtung ($[\bar{1}10]$ Orientierung) liegen.

Abbildung 5.1 zeigt die geometrische Lagebeziehung von Gleitebenen und zeitig angeordneter Porosität in $\langle 110 \rangle$ Proben. Links ist ein Blick auf die von $[011]$ und $[001]$ aufgespannte Ebene mit der Projektion einer $\{111\}$ Gleitebene schematisch dargestellt und rechts ein Blick auf die Ebene, die von $[\bar{1}10]$ und $[100]$ bzw. $[010]$ aufgespannt wird.

In den $[011]$ Proben unterscheiden sich der Winkel zwischen Gleitebenen und der Lastrichtung und der Winkel zwischen den Porenzeilen und der Lastrichtung nur um etwa 10° . In diesen Proben können nahe aneinander liegende Poren auf Gleitebenen liegen. In entlang $[\bar{1}10]$ orientierten Proben treten hingegen eher regelmäßige größere Abstände zwischen den Poren, die auf einer Gleitebene liegen, auf. Daher kann in $[011]$ orientierten Proben auf den Gleitebenen die aufgelöste Schubspannung zusätzlich durch die Spannungsüberhöhung an dicht beieinander liegenden Poren erhöht werden, und es kann zu kleineren tragenden Querschnitten auf Gleitebenen kommen, als in $[\bar{1}10]$ orientierten Proben. Das führt dazu, dass in $[011]$ Proben Gleitprozesse, die zu der Dehnungssteigerung beitragen, bei geringeren globalen Kräften ausgelöst werden als in $[\bar{1}10]$ Proben. Der Einfluss der Porenanordnung in Bezug auf die Lastrichtung in $\langle 110 \rangle$ Proben fällt geringer aus als in $\langle 100 \rangle$ Proben. Der Grund dafür liegt in den unterschiedlichen Verformungsmechanismen, die bei diesen Orientierungen auftreten. In $\langle 110 \rangle$ Proben ist der Einfluss der Gleitmechanismen größer als der Einfluss der Rissbildung in Mode I an Poren in entlang $\langle 100 \rangle$ orientierten Proben.

Die Werte der gemessenen E-Moduli der $[011]$ orientierten Proben liegen etwa 10% unter

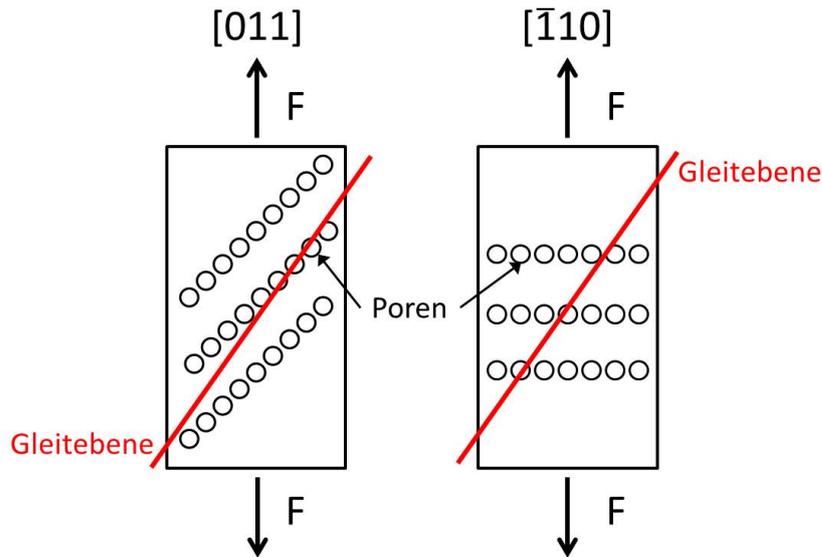


Abbildung 5.1.: Skizze der Orientierung von Poren und $\{111\}$ Gleitebenen (aus Überichtsgründen ist nur eine eingezeichnet) in $[011]$ und $[\bar{1}10]$ Proben

dem Literaturwert von 172 GPa [DES15]. Dies könnte mit einer möglichen geringen Abweichung der Probenachse von der $[011]$ Richtung zusammenhängen. Eine Abweichung der Probenachse von der $[011]$ Richtung führt dazu, dass sich die Lagebeziehung zwischen dicht mit Poren belegten Ebenen (parallel zur $[001]$ Richtung) bzw. kristallografischen $\{111\}$ Ebenen einerseits und Ebenen mit maximaler Schubspannung andererseits verändern, wodurch sich das Verhältnis von Gleitprozessen entlang von $\{111\}$ Ebenen und Rissinitiierung an Poren in Mode I ebenfalls verändern kann.

5.3 Ermüdungsverhalten von ERBO/1 - IHT

Anhand von LCF-Versuchen an der unter isostatischem Druck wärmebehandelten Materialvariante ERBO/1-IHT sollte untersucht werden, welche Lebensdauer sich einstellt und wie sich das Material verformt, wenn der Porengehalt deutlich reduziert ist. Das heiss isostatische Pressen wurden von den Projektpartnern der Ruhr-Universität Bochum durchgeführt. Es wurden drei verschiedene Materialvarianten zur Verfügung gestellt. Die entnommenen Proben waren alle in $[001]$ Richtung orientiert.

Die Mikrostrukturen der geHIPTen Materialvarianten unterscheiden sich hauptsächlich in der Anzahl und der Art der in Tabelle 5.1 aufgeführten Merkmale. Die Größe der γ - γ' -Mikrostruktur unterscheidet sich bei diesen Varianten nur geringfügig (siehe Abbildung A.4, Abbildung A.5 und Abbildung A.6).

Die geHIPTen Materialvarianten weisen alle einen geringeren Porengehalt auf als die

Tabelle 5.1.: Übersicht der mikrostrukturellen Merkmale der unterschiedlich wärmebehandelten Materialvarianten von ERBO/1. Mit * gekennzeichnete Daten wurden aus [Rut+18] entnommen

Material-variante	Wärme-behandlung	Porenflächen-gehalt [Flächen-%]	Eutektika-Flächen-gehalt [Flächen-%]	Freckles
ERBO/1-IHT-1	IHT	kleiner 0,001 (0,0004*)	3,124*	nein
ERBO/1-IHT-2	IHT	kleiner 0,001		ja
ERBO/1-IHT-3	IHT	kleiner 0,001 (0,0006*)	0,002*	nein
ERBO/1C	Vakuumofen	0,3881*	0,161*	nein

konventionell wärmebehandelte Variante ERBO1/C. ERBO/1-IHT-1 enthält jedoch einen erhöhten Gehalt an Resteutektika und in ERBO/1-IHT-2 liegt ein hoher Gehalt an Freckles vor. In der dritten gehippten Materialvariante ERBO/1-IHT-3 ist es gelungen, den Porengehalt bei ansonsten nahezu defektfreier Mikrostruktur (nur sehr wenige Freckles und Resteutektika) zu reduzieren. In den LCF-Versuchen wurde untersucht, welchen Einfluss diese Mikrostrukturen und Defekte auf das Verformungsverhalten und die Lebensdauer im Vergleich zu ERBO/1C haben.

Anhand der Lebensdauerwerte der gehIPTen Proben im Vergleich zu ERBO1/C ist zu erkennen, dass nur die Variante IHT-3 eine längere Lebensdauer aufweist als die Referenz ERBO1/C, siehe Abbildung 5.2.

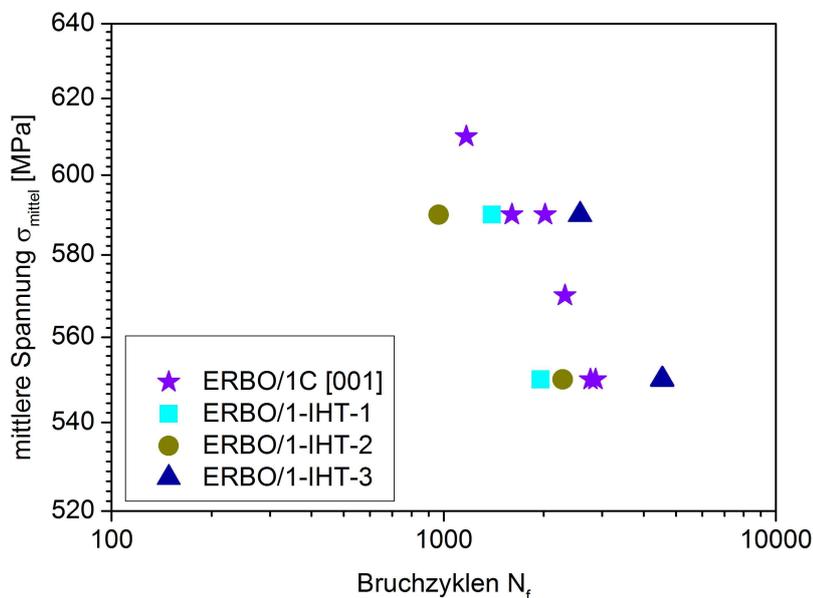


Abbildung 5.2.: Lebensdauer der ERBO/1-IHT Proben im Vergleich zu ERBO/1C Proben

Die beiden Varianten IHT-1 und IHT-2 wiesen dagegen eine geringere Lebensdauer als die

Referenz auf. Die plastische Dehnungsamplitude dieser beiden geHIPten Varianten lag so viel höher als die der Referenz (vgl. Abbildung 5.3), dass die Lebensdauer der geHIPten Proben trotz ihrer höheren Bruchdehnung (vgl. Tabelle 4.1 und Tabelle 4.2) geringer war als die der Referenz.

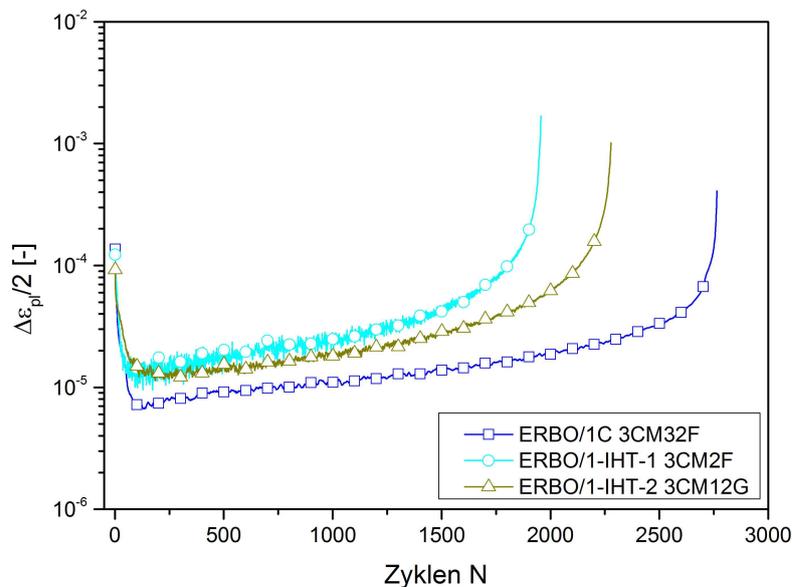


Abbildung 5.3.: Auftragung der plastischen Dehnungsamplitude über den Zyklen für ERBO/1C und ERBO/1-IHT Proben, die mit einer Mittelspannung von 550 MPa getestet wurden

Auf der Bruchfläche der ERBO/1-IHT-1 Proben haben sich die kristallographischen Facetten meist um Einschlüsse und nicht, wie bei ERBO/1C, um Poren gebildet. Die Bruchfläche der ERBO/1-IHT-1 Proben zeigt weniger kristallographische Facetten und damit auch weniger Rissentstehungsorte als ERBO/1C.

Die Analyse der Längsschliffe von ERBO/1-IHT-1 Proben nach dem Versuch zeigt, dass Risse immer an Resteutektika entstehen (siehe Abbildung 4.44). Diese Resteutektika wurden bereits in ERBO/1-IHT-1 vor dem Versuch dokumentiert (Abbildung 4.4). In [MR+16a] und [Rut+18] wurden sie ebenfalls in ERBO/1-IHT-1 beobachtet und quantifiziert. Die Höhe der Temperatur während der Lösungsglühung (T_{LG}) beeinflusst den Gehalt an Resteutektika. Temperaturen, die nah an der γ' -Solvus-Temperatur (1285 °C bei ERBO/1 [MR+16a]) liegen, wie im Fall von ERBO/1-IHT-1, führen zu höheren Gehalten an Resteutektika als Temperaturen, die deutlich über der γ' -Solvus-Temperatur liegen. In der direkten Umgebung der Resteutektika ist nach dem LCF-Versuch anhand von EBSD-Untersuchungen Rekristallisation nachgewiesen worden (siehe Abbildung 4.45).

Das Auftreten von Rekristallisation unter mechanischer Beanspruchung in der Nähe von Resteutektika ist aus der Literatur bekannt und wird als *particle stimulated nucleation* bezeichnet [BM83]. Rekristallisierte Bereiche wirken sich aufgrund ihrer Korngrenzen negativ auf die mechanischen Eigenschaften aus [Wan+12], [Wan+09]. Auch ohne das Auftreten von Rekristallisation kann es an den Grenzflächen zwischen Resteutektika und umgebender Mikrostruktur zu einem Versetzungsaufstau kommen, der zu der Bildung von Rissen führen kann [CK99]. Die Risse in ERBO/1-IHT-1 Proben sind überwiegend an der Grenzfläche zwischen Resteutektikum und umgebender, meist rekristallisierter, Mikrostruktur zu sehen (siehe Abbildung 4.44 und 4.45). Risse, die sich nur innerhalb von Resteutektika befinden, wurden nicht beobachtet. Das lässt darauf schließen, dass sich die Risse bevorzugt an der Grenzfläche zwischen Resteutektika und den rekristallisierten Bereichen bilden und sich von dort in ungestörte Bereiche und vereinzelt auch innerhalb der Resteutektika weiter ausbreiten. Die Rissbildung an Korngrenzen in den rekristallisierten Bereichen kann zum Beispiel durch die Bildung von Kavitäten, die durch die Akkumulation von Leerstellen entstehen, begünstigt werden [Ree06], [Bür06]. Wenn die Spannungsüberhöhung an diesen Kavitäten einen kritischen Wert übersteigt, kommt es dort zur Rissbildung und -ausbreitung entlang der Korngrenzen. Auch ohne Rekristallisation schwächen Resteutektika das Material, da sie unter anderem einen erhöhten Gehalt der festigkeitssteigernden Elemente wie Chrom und Kobalt aufweisen [MR+16a]. Die umgebende Mikrostruktur ist an diesen Elementen verarmt und weist deshalb eine geringere Festigkeit auf [Gol94a], [Gol94b]. Dies erleichtert die Verformung und kann möglicherweise die höhere Bruchdehnung und plastische Dehnungsamplitude der ERBO/1-IHT-1 Proben im Vergleich zu ERBO/1C Proben erklären.

Die fraktographische Untersuchung der Bruchflächen der ERBO/1-IHT-2 Proben zeigt, dass sich kristallographische Facetten um Poren und Einschlüsse gebildet haben (siehe Abbildung 4.47). Diese Einschlüsse wurden in ERBO/1-IHT-2 vor dem Versuch an nicht vollständig geschlossenen Poren beobachtet (siehe Abbildung 4.8). Es handelt sich dabei wahrscheinlich um TCP-Phasenpartikel. Die Einschlüsse und nicht vollständig geschlossenen Poren finden sich bevorzugt an den interdendritischen Freckles (vgl. Abbildung 4.7 und 4.8).

Worauf die hohe Bruchdehnung der Probe IHT-2 zurückzuführen ist, kann anhand der vorhandenen Untersuchungsergebnisse nicht eindeutig geklärt werden. Einerseits können die intermetallischen Ausscheidungen an den Freckles zu einer Verarmung an festigkeitssteigernden Elementen in der Matrix und in Folge zu einem duktileren Bruchverhalten geführt haben, andererseits ist es auch möglich, dass bei höherer Gesamtverformung an den Grenzen zwischen Freckles bzw. Matrix und Freckles Mechanismen wie beim Korngrenzgleiten auftreten und zu einer höheren Bruchdehnung beitragen.

Anhand der Lebensdauern der geHIPTen Varianten ERBO/1-IHT-1 und -2 im Vergleich

mit ERBO/1C kann festgestellt werden, dass Defekte wie Resteutektika und Freckles in den hier untersuchten Proben im Hinblick auf die Rissentstehung und -ausbreitung kritischer zu bewerten sind als Poren.

Welchen Einfluss Poren auf die Lebensdauer haben, wird anhand des Vergleichs der Ermüdungsergebnisse von ERBO/1C mit denen von ERBO/1-IHT-3 Proben deutlich. Die ERBO/1-IHT-3 Proben, die nahezu frei von Eutektika und Freckles sind, weisen eine fast doppelt so hohe Lebensdauer auf, wie die ERBO/1C Proben (siehe Abbildung 5.2). Die Untersuchung der Bruchfläche und des Schliffes parallel zu der Belastungsrichtung der ERBO/1-IHT-3 Proben zeigt, dass an Porenresten und an den dort vorliegenden TCP-Phasenpartikeln Risse entstehen (siehe Abbildung 4.50 und Abbildung 4.51(b),(c)). Defekte dieser Art wurden in ERBO/1-IHT-3 bereits vor dem Versuch dokumentiert (siehe Abschnitt 4.1.2). Im Vergleich zu den Poren in ERBO/1C sind die Porenreste in ERBO/1-IHT-3 kleinere Defekte.

Die Größe der einzelnen Defekte spielt eine Rolle, sobald sich die ersten Risse dort gebildet haben. Ab diesem Zeitpunkt geht die Größe der Defekte in Form der Risslänge mit in die Berechnung des Spannungsintensitätsfaktors K_I (I für Mode I, also Rissebene senkrecht zur Lastrichtung) ein. Der Spannungsintensitätsfaktor berechnet sich zu:

$$K_I = \sigma * \sqrt{\pi a} * Y, \quad (5.1)$$

mit der äußeren an der Probe anliegenden Spannung σ , der halben Risslänge a und einem Korrekturfaktor Y , in den die Geometrie des Risses und des Bauteils eingeht [RHB12].

Darüber hinaus weisen ERBO/1-IHT-3 Proben weniger Rissentstehungsorte auf, als z.B. ERBO/1C, was aus der geringeren Anzahl der kristallographischen Facetten auf der Bruchfläche und der im Längsschliff sichtbaren Risse hervorgeht (siehe Abbildung 4.49 und Abbildung 4.51(a)). In ERBO/1-IHT-3 liegen daher in der Rissinitiierungsphase während des Ermüdungsversuchs weniger und kürzere Risse vor als z.B. in ERBO/1C. Die Risse in ERBO/1C können sich aufgrund ihrer höheren Anzahl und Länge schneller zu großen Rissen verbinden, was zu einer kürzeren Lebensdauer führt.

5.4 Ermüdungsverhalten von CMSX-4® SEBM (additiv gefertigt)

5.4.1 Einfluss von Korngrenzen

Anhand von LCF-Versuchen an einkristallinen (SX) und stängelkristallinen (DS) Proben im as-built Zustand wurde der Einfluss von Korngrenzen auf das Ermüdungsverhalten von additiv gefertigtem CMSX-4® untersucht. Die SX Probe hat eine fast doppelt so hohe

Lebensdauer und eine dreimal höhere Bruchdehnung als die DS Probe mit den Korngrenzen (siehe Abbildung 4.21).

Auf der Bruchfläche und anhand des Längsschliffes der DS Probe kann beobachtet werden, dass sich Risse an Korngrenzen bilden und sich entlang derer ausbreiten (siehe Abbildung 4.52 und Abbildung 4.53). Dies geschieht bevorzugt an Korngrenzen, die annähernd unter einem Winkel von etwa 45° zur Belastungsrichtung liegen, da dort die maximale Schubspannung auftritt. Wie aus der Literatur bekannt ist, sind Korngrenzen kritisch im Hinblick auf die Rissbildung unter Kriech- und Ermüdungsbelastung, da es dort häufig zu Schädigungen kommt [Ree06], [Gol94a]. Bereits vor dem LCF-Versuch wurden in dem DS Material viele Poren an Korngrenzen beobachtet, die in ihrer Anordnung einer Perforierung ähnlich sehen (siehe Abbildung 4.9). Diese Porenanordnung sorgt für geschwächte Bereiche in der Probe, die eine schnelle Rissentstehung aufgrund von Spannungsüberhöhungen an Poren sowie eine schnelle Rissausbreitung aufgrund der Nähe benachbarter Poren begünstigen. Das vermehrte Auftreten von TCP-Phasenpartikeln an den Korngrenzen (siehe Abbildung 4.53(b) und (c)) deutet darauf hin, dass in deren direkter Umgebung eine geringere Festigkeit im Werkstoff vorliegt, da sie dort an festigkeitssteigernden Elementen verarmt ist. Das kann die Rissbildung und -ausbreitung dort zusätzlich erleichtern. Korngrenzen sind außerdem aufgrund ihrer Ausdehnungen deutlich größere Schwachstellen in der Mikrostruktur als z.B. einzelne Poren oder Einschlüsse, die in den SEBM as-built Proben ebenfalls gefunden wurden.

Bei der stängelkristallinen Probe erfolgt die Verfestigung etwas schneller und die minimale plastische Dehnungsamplitude ist etwas niedriger als bei der einkristallinen Probe im as built Zustand (siehe Abbildung 4.21(b)). Dieses Verformungsverhalten ist vermutlich darauf zurückzuführen, dass es in der stängelkristallinen Probe (1) viele leicht unterschiedlich orientierte Körner gibt, von denen mehrere so orientiert sind, dass sich ihre Gleitsysteme leicht aktivieren lassen und (2) im Verlauf der Verformung die Versetzungsbewegung durch Selbstverfestigung und durch die Korngrenzen behindert wird. Bei der stängelkristallinen Probe nimmt die Amplitude der plastischen bzw. irreversiblen Dehnung nach Erreichen des Minimums schneller zu als bei der einkristallinen Probe, was darauf hindeutet, dass in der DS Probe Schädigungsprozesse früher einsetzen und stärker dominieren als in der SX Probe.

In der einkristallinen Probe kann Rissbildung an Poren und an Einschlüssen (Abplatzungen von Abdeckhaube der SEBM-Anlage), die auf der Bruchfläche sichtbar sind, beobachtet werden. Um diese Einschlüsse herum haben sich großflächige kristallographische Facetten ausgebildet, deren Kanten, ähnlich wie bei den kleineren kristallographischen Facetten um Poren, parallel zu $\langle 110 \rangle$ Richtungen liegen.

Die in der SX Probe zusätzlich auftretenden Risse an der Probenoberfläche (siehe Abbildung 4.55(b)) können wahrscheinlich auf die durch den Herstellungsprozess des Materials

bedingte Schichtigkeit zurückgeführt werden (siehe Abschnitt 2.3.3). Daher kann die dort einsetzende Rissbildung sowohl auf einen veränderten Oxidationsangriff als auch auf lokal unterschiedliche Verformungsbedingungen zurückzuführen sein. Die Abstände der Oberflächenrisse korrelieren unter Berücksichtigung der Bruchdehnung dieser Probe von fast 20 % in etwa mit den in [Kör16] gezeigten Schichten, die in dem gleichen Ausgangsmaterial gefunden wurden. Auf der Bruchfläche der Probe zeigt sich anhand der Ausdehnung des senkrecht zur Belastungsrichtung angeordneten Saums entlang der Probenoberfläche, dass der Einfluss der Oberflächenrisse nicht zu vernachlässigen ist.

Die Rissbildung in der SX Probe läuft homogener in dem Prüfquerschnitt verteilt ab als in der DS Probe, was sich an mehr Rissen im gesamten Prüfquerschnitt widerspiegelt. Der zyklische Sättigungsbereich der SX Probe ist länger als der der DS Probe. Das deutet darauf hin, dass sich in der SX Probe die Risse an den einzelnen Defekten (wie Poren, Einschlüssen und an der Oberfläche) später bilden, als es bei Rissen an Korngrenzen in der DS Probe der Fall ist. Wenn, wie in der SX Probe, mehr kleinere Defekte zu der Rissbildung beitragen, verläuft die Abnahme des tragenden Querschnittes langsamer als bei großflächigen Defekten wie Korngrenzen. Dadurch steigt auch die kritische Schubspannung in dem Restquerschnitt langsamer an, was zu einem späteren Restbruch entlang von Gleitebenen führt.

5.4.2 Einfluss der Wärmebehandlung

Der Vergleich von einkristallinen Proben, die im as-built Zustand und im wärmebehandelten Zustand getestet wurden, zeigt, dass die wärmebehandelten Proben eine dreimal höhere Lebensdauer als die as-built Probe aufweisen. Die plastische Verformung der as-built Probe läuft deutlich schneller ab als die der wärmebehandelten Proben, was sich in der ähnlichen Bruchdehnung trotz deutlich geringerer Lebensdauer widerspiegelt. Die deutlich niedrigere quasi stationäre Dehnung der wärmebehandelten Proben erstreckt sich über einen längeren Zyklusbereich im Vergleich zu der as-built Probe (siehe Abbildung 4.21(b)). Unter diesen Umständen zeigt dieser längere zyklische Sättigungsbereich in den wärmebehandelten Proben, dass die Rissbildung dort später einsetzt als in den as-built Proben. In Proben beider Materialzustände tragen Defekte zur Rissentstehung und -ausbreitung bei, wie z.B. Poren und Einschlüsse. In der as-built Probe treten zusätzlich die im vorherigen Abschnitt bereits beschriebenen Risse an der Probenoberfläche auf, die mit einer herstellungsbedingten Schichtigkeit des Materials zusammenhängen (Abbildung 4.55(b)). Diese Schichtigkeit wird durch die Wärmebehandlung weitestgehend beseitigt. In den wärmebehandelten SEBM Proben wurde keine ausgeprägte Rissbildung an der Oberfläche beobachtet. Risse an der Probenoberfläche, wie sie in der as-built Probe auftreten, führen aufgrund ihres höheren Geometriefaktors Y (siehe Gleichung (5.1)) zu einem höheren Spannungsintensitätsfaktor, als Risse im Inneren der Probe [RHB12], [GS16]. Bei Oberflächenrissen wird schneller eine kritische Spannung an der Risspitze erreicht, was zu einer schnelleren Rissausbreitung

führt, als dies an den kleineren und homogener verteilten Rissen an Defekten im Inneren, wie Poren, Einschlüssen und rezyklierten Pulverpartikeln, in den wärmebehandelten Proben der Fall ist.

Die Lebensdauer der beiden Materialzustände kann zusätzlich auch von der unterschiedlichen Größe und Morphologie der γ - γ' -Mikrostruktur beeinflusst worden sein, die durch die Wärmebehandlung beeinflusst wird. Im Fall der wärmebehandelten Proben liegen größere γ' -Phasen (ca. 500 nm Kantenlänge) vor als in der as-built Probe (ca. 50 bis 430 nm Kantenlänge). In [Kha87] wurde gezeigt, dass die optimale Größe der γ' -Phase im Hinblick auf die Kriech Eigenschaften bei etwa 500 nm liegt. Kleinere und unregelmäßiger geformte γ' -Phasen wie sie in der as-built Probe vorliegen, können leichter von Versetzungen geschnitten werden und führen daher zu einer schnelleren Kriechverformung [Bür06]. Das könnte, neben der Rissentstehung an der Probenoberfläche, ebenfalls eine schnellere Verformung der as-built Probe in den hier durchgeführten LCF-Versuchen erklären. Um diese Hypothese zu bestätigen, müssten TEM-Untersuchungen an einer wärmebehandelten und einer as-built Probe nach dem Versuch durchgeführt werden, bei denen die Schneidprozesse der γ' -Phasen durch Versetzungen analysiert und quantifiziert werden können.

5.4.3 Vergleich von CMSX-4[®] SEBM und ERBO/1C

Anhand des Vergleichs der LCF-Ergebnisse, die an einkristallinen wärmebehandelten SEBM Proben und an ERBO/1C in [001] Orientierung erzielt wurden, konnte der Einfluss der feineren Mikrostruktur des SEBM-Materials auf das Ermüdungsverhalten untersucht werden. Der Hauptunterschied zwischen diesen beiden Materialvarianten liegt in den deutlich kleineren Dendritenarmabständen des SEBM Materials, die in kleineren und homogener verteilten Poren resultieren. Der Porenflächengehalt ist bei beiden Materialvarianten in einer ähnlichen Größenordnung, wobei der Porenflächengehalt der SEBM Proben etwas höher ist (0,3 - 0,6 Flächen-% in SEBM CMSX-4[®] im Vergleich zu 0,3 Flächen-% in ERBO/1C). Daraus folgt, dass in dem SEBM Material eine größere Anzahl Poren enthalten ist, als in dem gegossenen Material. Die γ - γ' -Mikrostruktur ist in beiden Materialien ähnlich (siehe Abbildung A.3 und Abbildung A.8).

Die wärmebehandelten einkristallinen CMSX-4[®] SEBM Proben zeigen eine höhere Lebensdauer und eine deutlich höhere Bruchdehnung als die ERBO/1C Proben in [001] Orientierung (siehe Abbildung 5.4 und Abbildung 5.5(a)).

Abbildung 5.5(b) zeigt, dass die plastische Dehnungsamplitude der Proben, die mit der gleichen Spannung getestet wurden, über einen weiten Teil des Bereichs II (zyklische Sättigung) in etwa gleich hoch ist. Die Lebensdauer im Bereich der zyklischen Sättigung ist vor allem bei der SEBM Probe, die mit der niedrigeren Spannung getestet wurde, deutlich länger als die der ERBO/1C Probe, die mit der gleichen Spannung getestet wurde.

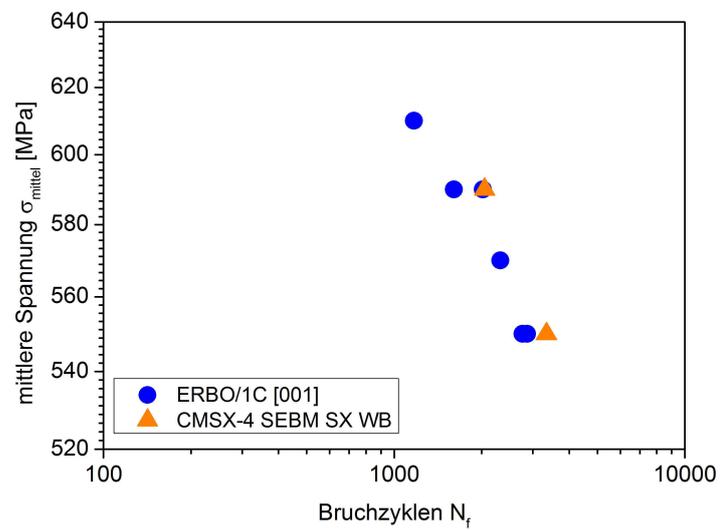
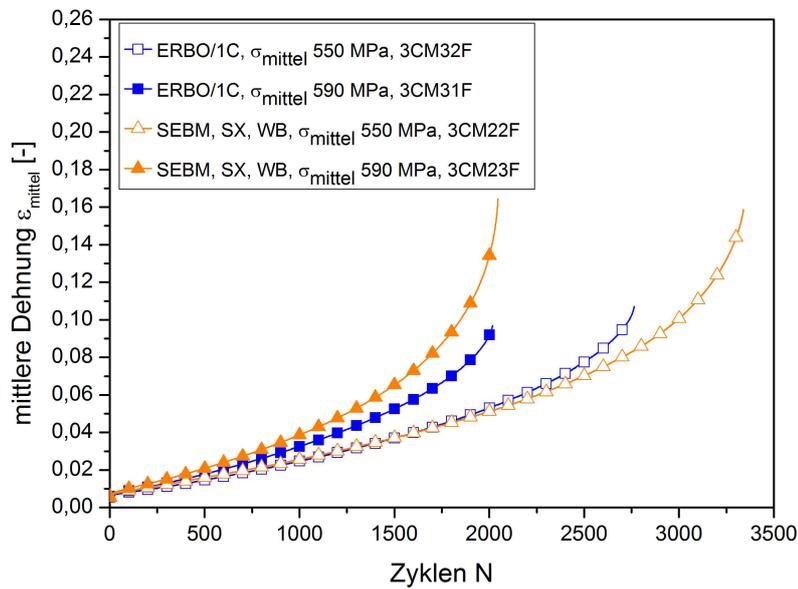
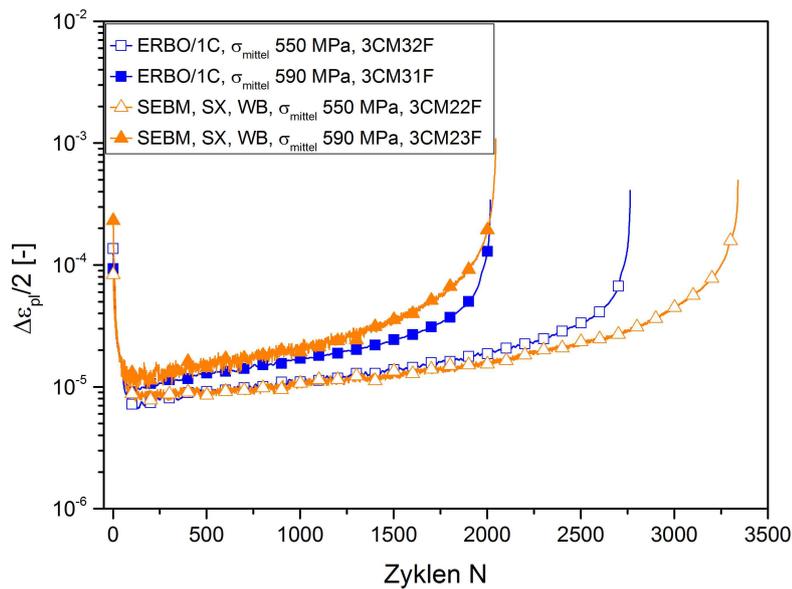


Abbildung 5.4.: Vergleich der Lebensdauern von CMSX-4® SEBM mit ERBO/1C Proben



(a)



(b)

Abbildung 5.5.: Auftragung der mittleren Dehnung (a) und der plastischen Dehnungsamplitude (b) über der Zyklenzahl für ERBO/1C und CMSX-4® SEBM Proben in [001] Orientierung (ausgefüllte Symbole stehen für Versuche bei $\sigma_{\text{mittel}} = 590$ MPa, offene Symbole für Versuche bei $\sigma_{\text{mittel}} = 550$ MPa)

In beiden Materialvarianten wurde die Rissentstehung und die Rissausbreitung an Poren bzw. Einschlüssen in Längsschliffen und anhand von kristallografischen Facetten um Poren bzw. Einschlüsse dokumentiert (siehe Abschnitte 5.2.1 und 5.4.2). Grundsätzlich wirken sich Defekte, wie z.B. Poren oder intermetallische Ausscheidungen, negativ auf das Ermüdungsverhalten aus, da sich an ihnen Risse bilden. Besonders bei niedrigen Temperaturen (750 °C - 850 °C) sind Poren als Rissauslöser identifiziert worden (siehe Abschnitt 2.3.5.1).

Einen Hinweis auf die Faktoren, die die Größe der einzelnen Anrisse bzw. kristallografischen Facetten beeinflussen, liefert der Vergleich der Bruchflächen von ERBO/1C (Proben in $\langle 100 \rangle$ -Orientierung) mit ERBO/1-IHT-3 und wärmebehandeltem SX CMSX-4® SEBM. Die Größe der Fläche der einzelnen Facetten senkrecht zur Lastrichtung ist ein Maß für die Länge der einzelnen Risse. Die Abstände der einzelnen Defekte zueinander entsprechen in etwa dem Dendritenabstand, der in ERBO/1C und ERBO/1-IHT-3 gleich groß und in CMSX-4® SEBM deutlich geringer ist.

Die Zahl der Defekte und deren Größe ist in der geHIPten Probe jedoch geringer als in der konventionell wärmebehandelten ERBO1/C Probe. Entsprechend finden sich auf der Bruchfläche der geHIPten Proben weniger und kleinere Facetten. Dazu konsistent ist die Lebensdauer der geHIPten Proben höher als die der konventionell wärmebehandelten Proben. In CMSX-4® SEBM ist die Zahl der Defekte deutlich größer und der Abstand zwischen ihnen deutlich kleiner als bei den gegossenen Varianten. Die einzelnen Defekte sind in den SEBM-Proben noch etwas kleiner als die in den geHIPten Proben. Die Lebensdauerwerte der SEBM-Proben liegen zwischen denen der geHIPten und der konventionell wärmebehandelten Proben. Eine Übersicht über Defektgrößen und -anzahl, Kantenlänge der kristallografischen Facetten und der Lebensdauer gibt Tabelle 5.2.

Tabelle 5.2.: Kantenlängen der kristallografischen Facetten und Defektgrößen im Zentrum der Facetten der getesteten Materialvarianten in [μm]

	ERBO/1C	ERBO/1-IHT-3	CMSX-4® SEBM SX WB
Kantenlänge	26±8	13±3	10±1
Defektgröße	10 (bis 100)	2-5	1
Defektanzahl qualitativ	mittel	wenige	viele
N_f 550 MPa	2765/2862	4546	3341
N_f 590 MPa	1603/2018	2573	2047

Aus der Übersicht lässt sich folgern, dass bei unterschiedlichen Defektgrößen (Vergleich SEBM und ERBO1/C) die Lebensdauer stärker von der Defektgröße als von der Defektanzahl abhängt.

5.5 Überlagerung von Ermüdung und Kriechen

Die Entwicklung der Dehnung über der Zyklenzahl in den LCF-Versuchen dieser Arbeit zeigt einen ähnlichen Verlauf wie die Dehnung über der Zeit in Kriechversuchen, die an dem gleichen Material bei der gleichen Temperatur in [Sch93] und [Wol17] durchgeführt wurden (siehe Abbildung 5.7). In Kombination mit den bereits beschriebenen Mechanismen der Rissentstehung in $\langle 100 \rangle$ orientierten Proben, die in ähnlicher Form auch in Kriechversuchen auftreten, weist das darauf hin, dass in den LCF-Versuchen dieser Arbeit eine Überlagerung von Kriech- und Ermüdungsmechanismen stattfindet. Diese Überlagerung ergibt sich aus der Versuchstemperatur von 950 °C in Kombination mit der lastgesteuerten Versuchsführung mit hohen Mittelspannungen. Die Dehnung steigt mit jedem Zyklus an. In der Literatur wird dieses Verhalten zyklisches Kriechen genannt [Bür06].

Aus den Versuchsdaten der hier durchgeführten LCF-Versuche lassen sich die aus Kriechversuchen bekannten Diagramme mit der Auftragung der Dehnrates über der Dehnung erstellen. Ein solches Diagramm ist exemplarisch für eine ERBO/1C Probe in $[001]$ Orientierung in Abbildung 5.6 gezeigt. Analog zu den $\frac{\Delta \varepsilon_{pl}}{2}$ über N - Diagrammen lassen sich die $\dot{\varepsilon}_{mittel,pl}$ über ε - Diagramme in drei charakteristische Bereiche einteilen:

1. eine deutliche Abnahme der Dehnrates mit steigender Dehnung bis zu der minimalen Dehnrates
2. einen Bereich mit annähernd linearer Steigung der Dehnrates
3. einen steilen Anstieg der Dehnrates bis zum Bruch.

In dem ersten Bereich zeigt sich die Verfestigung des Materials anhand der sinkenden Dehnrates bei gleichzeitig steigender Dehnung. Dieser Verlauf der Dehnrates über der Dehnung kann bei allen Proben, die in dieser Arbeit getestet wurden, beobachtet werden. Die Länge der drei Bereiche und die Höhe der Dehnrates sind im Vergleich der Proben untereinander unterschiedlich. Der Verlauf ähnelt der Entwicklung der Dehnrates in Kriechversuchen.

Ein direkter Vergleich der Ermüdungs- und Kriechversuche ist in Abbildung 5.7 dargestellt. Hier sind die Dehnung über der Zeit und die Dehnrates über der Dehnung aus 2 LCF-Versuchen an $[001]$ orientierten ERBO1/C Proben zusammen mit den entsprechenden Kriechdaten aus [Wol17] und [Sch93] an CMSX-4® Proben bei 950 °C und verschiedenen Kriechspannungen in ein Diagramm eingezeichnet.

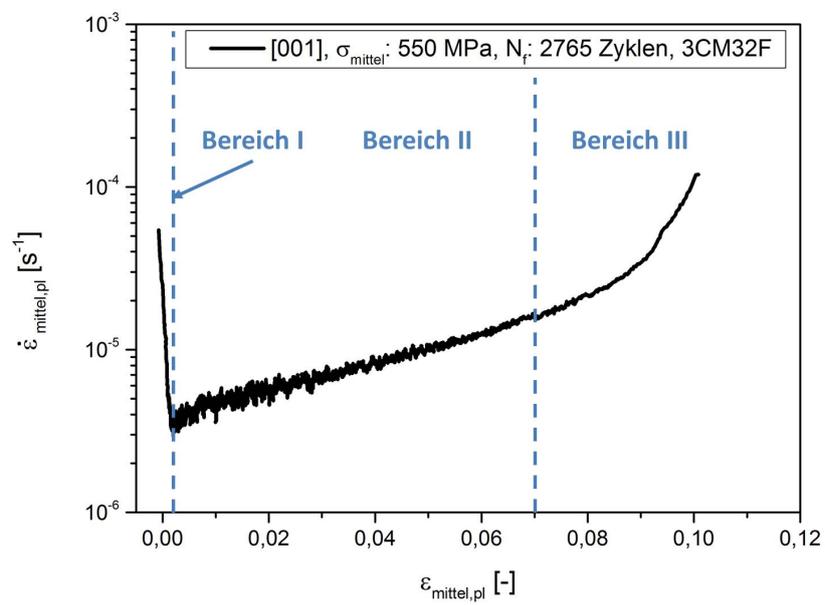
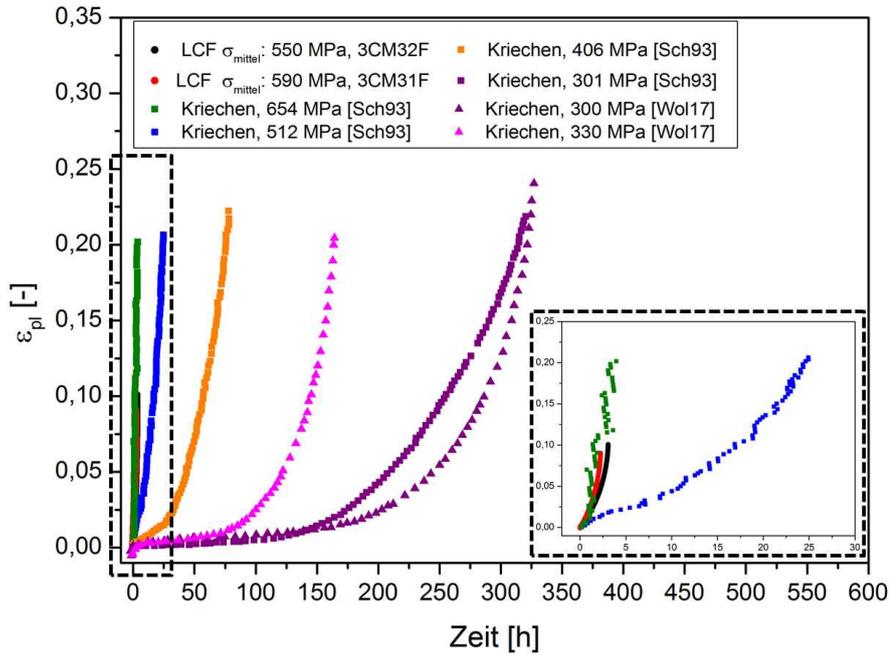
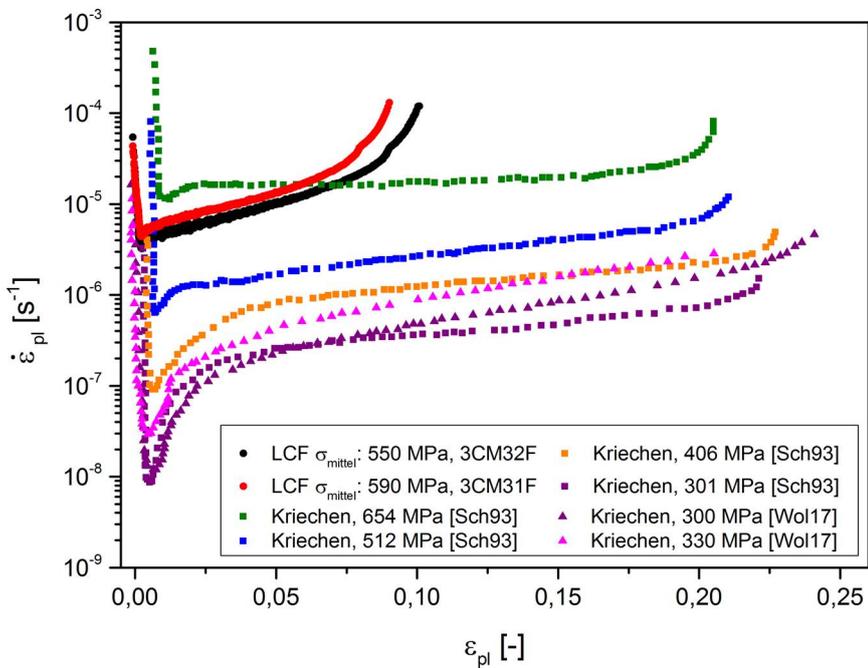


Abbildung 5.6.: Auftragung der Dehnrates über der Dehnung eines LCF-Versuchs ($\sigma_{\text{mittel}} = 550 \text{ MPa}$, $N_f = 2765$) mit der Einteilung in drei charakteristische Bereiche



(a)



(b)

Abbildung 5.7.: Vergleich von Kriechdaten, die an CMSX-4® bei 950 °C an Proben in [001] Orientierungen ermittelt wurden [Wol17], [Sch93], mit LCF-Daten aus dieser Arbeit (rot und schwarz markierte Daten)

Vergleicht man die Lebensdauern der Kriechversuche in Abbildung 5.7, deren Spannungsniveau ähnlich hoch war (512 und 654 MPa), wie die Mittelspannung in den beiden eingezeichneten LCF-Versuchen ($\sigma_{mittel} = 550$ bzw. 590 MPa), zeigt sich, dass die Lebensdauer des mit 654 MPa durchgeführten Kriechversuchs mit der der LCF-Versuche vergleichbar ist. Der bei einer Spannung von 512 MPa durchgeführte Kriechversuch hat eine deutlich höhere Lebensdauer. Die Form der Dehnrate über der Dehnung der LCF-Versuche unterscheidet sich von der der Kriechversuche durch eine steilere Steigung der Dehnrate in Bereich II. Zu Beginn der LCF-Versuche liegt das Niveau der Dehnrate zwischen dem der beiden Kriechversuche, die mit den hohen Spannungen durchgeführt wurden. Bei beiden Versuchsarten liegt das Minimum der Dehnraten ($\dot{\epsilon}_{min}$) bei etwa 1 % Dehnung. Die steilere Steigung der Dehnrate der LCF-Versuche im Vergleich zu den Kriechkurven zeigt, dass bei der LCF-Belastung ein anderer Schädigungsmechanismus als in den Kriechversuchen vorliegt. In den LCF-Versuchen setzt die Rissbildung früher ein als in den Kriechversuchen, was sich an den Rissen in dem Längsschliff nach der Hälfte der Lebensdauer in Probe 3CM18D zeigt. In den Kriechversuchen findet in Bereich II der Dehnratenentwicklung über der Dehnung keine Rissbildung oder Porenwachstum statt [Sch93]. Der Vergleich der Mikrostruktur von Proben nach LCF- und Kriechbruch bei hohen Kriechspannungen zeigt, dass in beiden Fällen kein oder kaum Rafting auftritt, höchstens in der direkten Nähe von Spannungsüberhöhungen oder Gleitbändern. Dies ist auf die kurze Versuchsdauer und die daher zu geringe Zeit für Diffusionsprozesse, die für die Bildung von Rafts notwendig sind, zurückzuführen.

Die Spannung während eines LCF-Versuchs ist naturgemäß nicht konstant. Daher muss für einen quantitativen Vergleich von Kriech- und Ermüdungsversuchen zunächst festgelegt werden, welche Spannung des LCF-Versuchs als Vergleichsspannung herangezogen wird. Für die Berechnung dieser Vergleichsspannung wird die Sherby-Dorn-Gleichung Gleichung (5.2) herangezogen, um den Dehnungsanteil abzuschätzen, der sich auf Kriechprozesse zurückführen lässt. Da im sekundären Bereich der Verformung im Ermüdungsversuch keine konstante plastische Dehnrate vorliegt, wird jeweils die minimale Dehnrate eingesetzt:

$$\dot{\epsilon}_{min} = C \cdot \sigma^n \cdot e^{\frac{-Q_{eff}}{R \cdot T}} \quad (5.2)$$

mit der Materialkonstante C , dem Spannungsexponent n , der effektiven Aktivierungsenergie des Kriechens Q_{eff} und der Gaskonstanten R [Ils13]. Wenn die Konstanten dieser Gleichung bekannt sind, liefert eine Integration über der Zeit die Dehnung, die in einem vorgegebenen Zeitintervall mit der Geschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{min}$ akkumuliert wird. Aufgrund der Integration über der minimalen Dehnrate $\dot{\epsilon}_{min}$ wird mit dieser Abschätzung nur die Dehnung berücksichtigt, die sich aus den Verformungsprozessen ergibt, die im Bereich der minimalen Dehnrate ablaufen. Dazu gehören zum Beispiel das Füllen der γ -Kanäle mit Versetzungen und der Beginn des Raftings [Ree06]. Nicht berücksichtigt werden Prozesse wie die Bildung

von Rissen, die erst im tertiären Kriechbereich auftreten. Mit Hilfe dieser Gleichung soll abgeschätzt werden, welcher Dehnungsanteil in den LCF-Versuchen der Kriechverformung mit der minimalen Dehnrate zuzuordnen ist.

Dazu wurde zunächst aus einem Kriechversuch aus [Sch93] die Materialkonstante C berechnet. Es wurde ein Kriechversuch mit den folgenden Parametern zum Vergleich herangezogen: Versuchstemperatur $T = 950\text{ °C}$; Versuchsspannung $\sigma = 512\text{ MPa}$, Spannungsexponent $n = 8,8$, Aktivierungsenergie $Q_{eff} = 500\frac{\text{kJ}}{\text{mol}}$ und Gaskonstante $R = 8,314\text{ mol}$. Bei diesem Versuch stellte sich eine minimale Kriechrate $\dot{\epsilon}_{min}$ von $5,9 \cdot 10^{-7}\text{ [s}^{-1}\text{]}$ ein. Aus diesen Größen berechnet sich die Konstante C zu $1,93 \cdot 10^{-9}\text{ s}^{-1}\text{MPa}^{-8,8}$.

Für den Vergleich mit Kriechversuchen wurden zwei LCF-Parametersätze ausgewählt, mit denen die Proben 3CM31F und 3CM32F (beide ERBO/1C in [001] Orientierung) getestet wurden. Der Versuch, der auf dem niedrigeren Lastniveau durchgeführt wurde (3CM32F, $\sigma_{mittel}=550\text{ MPa}$) wird mit dem Index N gekennzeichnet, der Versuch mit dem höheren Lastniveau (3CM31F, $\sigma_{mittel}=590\text{ MPa}$) wird mit dem Index H gekennzeichnet. Das Lastsignal der LCF-Versuche hat die Form eines Dreiecks. Der Verlauf der Spannung für den Belastungsteil lässt sich mit Gleichung (5.3) beschreiben

$$\sigma(t) = 130t + b. \quad (5.3)$$

Die Konstante b in Gleichung (5.3) ergibt für das niedrigere Lastniveau zu $b_N = 420\text{ MPa}$ und für das höhere Lastniveau zu $b_H=460\text{ MPa}$. Das Einsetzen der Gleichung (5.3) in Gleichung (5.2) ergibt Gleichung (5.4)

$$\dot{\epsilon}_{min} = C \cdot e^{\frac{-Q_{eff}}{R \cdot T}} \cdot (130t + b)^n. \quad (5.4)$$

Für die Berechnung der Dehnung, die während eines LCF-Zyklus mit der minimalen Dehnrate akkumuliert wird, muss Gleichung (5.4) über dem Zeitintervall 0 bis 2 s (aufgrund der Versuchsfrequenz von 0,25 Hz entspricht das einem halben Zyklus) integriert und mit dem Faktor 2 multipliziert werden, da bisher nur der Belastungsteil berücksichtigt wurde. Daraus ergibt sich die Gleichung 5.5

$$\epsilon(t) = 2 \cdot \int_0^2 C \cdot e^{\frac{-Q_{eff}}{R \cdot T}} \cdot (130t + b)^n dt. \quad (5.5)$$

Die Stammfunktion der Gleichung (5.5) berechnet sich zu Gleichung (5.6)

$$\varepsilon(t) = \frac{2 \cdot C \cdot e^{-\frac{Q_{eff}}{R \cdot T}}}{130 \cdot (n + 1)} \left[(130t + b)^{n+1} \right]_0^2. \quad (5.6)$$

Das Einsetzen der Grenzen und aller entsprechenden Konstanten für die beiden Lastniveaus führt für das höhere Lastniveau zu einer Dehnung pro Zyklus $\varepsilon_H = 1,3 \cdot 10^{-5}$ und für das niedrige Lastniveau zu $\varepsilon_N = 7,6 \cdot 10^{-6}$. Multipliziert man diese beiden Dehnungswerte für einzelne Zyklen mit der Bruchzyklenzahl der Proben des jeweiligen Spannungsniveaus ergibt sich eine Gesamtdehnung für das hohe Spannungsniveau von $\varepsilon_{H,gesamt} = 2,7\%$ und für das niedrige Spannungsniveau von $\varepsilon_{N,gesamt} = 2,1\%$.

Tabelle 5.3.: Vergleich der berechneten und gemessenen Dehnungswerte der LCF-Versuche an ERBO/1C in [001] Orientierung

Berechnete/Gemessene Werte	LCF N $\sigma_{mittel}=550 \text{ MPa}$	LCF H $\sigma_{mittel}=590 \text{ MPa}$
gemessene Bruchdehnung LCF	10,7 %	9,7 %
gemessene Bruchzyklen N_f	2765	2018
berechnete Kriechdehnung Einzelzyklus ε	$7,6 \cdot 10^{-6} \%$	$1,3 \cdot 10^{-5} \%$
berechnete Kriechdehnung Gesamt ε_{gesamt}	2,1 %	2,7 %

Eine Übersicht über die gemessenen und die berechneten Dehnungswerte für die LCF-Versuche ist in Tabelle 5.3 gegeben. Danach ließe sich ungefähr ein Viertel der im LCF-Versuch akkumulierten Dehnung auf Kriechprozesse zurückführen. Die berechnete Kriechdehnung ε_{gesamt} bezieht sich auf ein defektfreies Material, in dem keine Spannungsüberhöhungen auftreten und auf die Dehnung, die während des stationären Kriechens mit der minimalen Dehnrates akkumuliert wird. In Kriechversuchen an [001] und [100] Proben wurde ebenfalls beobachtet, dass die Proben mit senkrecht angeordneter zeiliger Porosität ([100]) vor denen mit parallel angeordneter Porosität ([001]) versagen [Mae+07]. Die Dehnratenentwicklung über der Dehnung war für beide Proben bis zu einer Dehnung von 10 % identisch. Dort begann bei den [100] Proben der tertiäre Bereich in Form eines starken Anstiegs der Dehnrates bis zum Probenbruch. Aufgrund dieser anfänglichen Übereinstimmung der Dehnrates in dem primären und sekundären Kriechbereich, folgerten die Autoren, dass das frühere Versagen der [100] Proben nur auf die Orientierung der zeiligen Porosität, wegen der an Poren beginnenden Rissbildung im tertiären Kriechbereich, und nicht auf die Anordnung der Dendriten bzw. daraus resultierenden chemischen Seigerungen zurückzuführen sei. Anders als in den Kriechversuchen hat die zeilige Anordnung der Poren in den LCF-Versuchen schon in den ersten Stadien des Versuchs einen Einfluss auf die Dehnung. Dies kann den unter Ermüdungsbelastung im Vergleich zu Kriechversuchen schneller ablaufenden Verformungsprozessen zugeschrieben werden.

5.6 TCP-Phasenpartikel-Bildung unter Ermüdungsbeanspruchung

Die mikrostrukturelle Untersuchung metallographischer Schiffe vor und nach den LCF-Versuchen hat gezeigt, dass sich während der LCF-Versuche intermetallische Ausscheidungen bilden, die als TCP-Phasenpartikel, genauer als μ -Phasenpartikel, identifiziert wurden (siehe Abschnitt 4.3.3). Diese bilden sich nicht zufällig verteilt in der Mikrostruktur, sondern treten bevorzugt an Orten mit lokal während des Versuchs erhöhten Spannungen und/oder Dehnungen auf, wie z.B. Poren, Risspfade und Scherbänder sowie entlang von $\{111\}$ Ebenen und in isolierten γ -Kanälen parallel zur Belastungsrichtung. Diese Entstehungsorte weisen daraufhin, dass die Bildung durch das lokale Spannungs-/Dehnungsniveau beeinflusst wird. So liegen z.B. TCP-Phasenpartikel, die an Risspfaden und Scherbändern auftreten (siehe Abbildung 4.71), sowohl an den Rissflanken als auch entlang von Scherbändern vor der Rissspitze vor. Das deutet darauf hin, dass TCP-Phasenpartikel in allen Stadien der Rissausbreitung anwesend waren. Das deckt sich mit der Beobachtung, dass TCP-Phasenpartikel bereits in dem unterbrochenen Versuch an der Probe 3CM18D nach der Hälfte der Lebensdauer an Risspfaden und in einem ca. $5\ \mu\text{m}$ schmalen oberflächennahen Saum auftreten (siehe Abbildung 4.68). Sowohl Risse als auch TCP-Phasenpartikel entstehen früh im Hinblick auf die Lebensdauer. Das bedeutet, dass sich die Bildung der Partikel und der Risspfad gegenseitig beeinflussen können.

Für die Bildung von TCP-Phasenpartikeln, die sich hauptsächlich aus den Elementen Co, Cr, Re, Mo und W zusammensetzen, sind Diffusionsprozesse nötig. Versetzungen können die Diffusion erleichtern, in dem sie Abkürzungen zu dem Defektkern bilden [EDB03]. Dieser Mechanismus heißt "pipe diffusion" und bezeichnet die Wechselwirkung von Plastizität und diffusionskontrollierter Ausscheidungsbildung. In [Kon+18] und [Cer+] wurde beobachtet, dass die Elemente Cr und Co mittels pipe diffusion zu Versetzungen diffundieren. Eine hohe Versetzungsdichte, wie sie zum Beispiel an Gleitbändern vorliegt, kann in Verbindung mit den erhöhten Cr- und Co-Gehalten zu der partiellen oder kompletten Auflösung der γ' -Phase führen, was als partielle Auflösung in Abbildung 4.69 zu sehen ist. Diese Mikroseigerungen von Cr und Co (nicht gezeigt) sind auch in Abbildung 4.70 zu erkennen und scheinen die Bildung von TCP-Phasen an diesen Stellen zu begünstigen. Zusätzlich ist denkbar, dass die während des LCF-Versuchs lokal höheren Spannungen und/oder Dehnungen in Bereichen um Poren, Ausscheidungen und Gleitbänder dort zu einer Dehnung der Gitterebenen führen, was die Diffusion vor allem von Elementen mit großen Atomradien, wie z.B. Rhenium und Wolfram, erleichtern könnte.

Die Größenverteilung der TCP-Phasenpartikel zeigt, dass die Partikel, die sich entlang von $\{111\}$ Ebenen ausgeschieden haben, größer sind als die, die sich in isolierten γ -Kanälen parallel zur (010) Ebene gebildet haben. Das deutet daraufhin, dass entlang von $\{111\}$ Ebenen günstigere Bedingungen für das Wachstum der Partikel vorliegen, als entlang von $\{100\}$ Ebenen. Darüber hinaus weisen die TCP-Phasenpartikel, die sich auf $\{111\}$

Ebenen gebildet haben, eine Vorzugsorientierung mit ihrer längsten Ausdehnung parallel zu der $\{111\}$ Ebene auf. Dort liegen aufgrund der höheren Kohärenz der Kristallgitter von TCP-Phase und Superlegierung auf $\{111\}$ Ebenen bessere Bedingungen für das Wachstum vor [SC98].

Die vermehrte Bildung von TCP-Phasenpartikeln an der Oberfläche in Proben, wie sie in dieser Arbeit beobachtet wurde, kann mehrere Gründe haben. An der Oberfläche ist grundsätzlich die plastische Verformung leichter aufgrund der dort reduzierten Randbedingungen [LK03] und zusätzlich liegt dort ein höherer Verformungsgrad bedingt durch die mechanische Bearbeitung der Probenoberfläche bei der Probenfertigung vor, der zu einer hohen Versetzungsdichte und zur Rekristallisation während des Versuchs führt. Diffusionsprozesse können durch die hohe Versetzungsdichte beschleunigt werden (pipe diffusion, siehe oben). Darüber hinaus entstehen entlang des Probendurchmessers an der Probenoberfläche chemische Gradienten durch die Oxidation der Oberfläche während des Versuchs, die möglicherweise die Bildung von TCP-Phasenpartikeln begünstigen.

Die TCP-Phasenpartikel, die in dieser Arbeit untersucht wurden, sind im Vergleich zu denen, die in der Literatur in Kriechversuchen analysiert wurden, verhältnismäßig klein [SC98]. Ein weiterer Unterschied zu den Literaturdaten ist die Tatsache, dass TCP-Phasenpartikel in dieser Arbeit überwiegend in γ -Kanälen auftreten. In der Literatur hingegen sind sie meist von der γ' -Phase umgeben. Erklären lassen sich diese Beobachtungen anhand der unterschiedlichen Versuchsdauern in den LCF- bzw. Kriechversuchen. So dauern die LCF-Versuche nur ca. 1-3 Stunden während die Kriechversuche über mehrere Tage laufen. TCP-Phasenpartikel entstehen zu Beginn der Versuche in γ -Kanälen, da dort die Elemente vorliegen, aus denen sich die Partikel zusammensetzen (wie zum Beispiel Cr, Co und Re). Wenn genügend Zeit bei Hochtemperatur vorliegt (z.B. in Kriechversuchen bei niedriger Spannung), konsumieren die TCP-Phasenpartikel die genannten Elemente aus der γ -Matrix und wandeln die Matrix in ihrer direkten Umgebung in die γ' -Phase um [RHR05], [RCR07]. Die in dieser Arbeit untersuchten TCP-Phasenpartikel spiegeln das Anfangsstadium der TCP-Phasenbildung wieder, da sie hier überwiegend in den γ -Kanälen vorkommen. Das frühe Auftreten der TCP-Phasenpartikel unter Ermüdungsbelastung in dieser Arbeit gibt einen Hinweis darauf, dass die chemische Zusammensetzung der Legierung ERBO/1 nah an der thermodynamischen Grenze der TCP-Phasenbildung liegt. Dieser Zusammenhang wird genauer in [Mei+18a] untersucht.

Die Ermüdungsbelastung und die daraus resultierende lokalisierte Verformung fördern die frühe und heterogene Bildung von TCP-Phasenpartikeln. Ob und welchen Einfluss diese TCP-Phasenpartikel auf die Schädigungsmechanismen in LCF-Versuchen haben, kann im Rahmen dieser Arbeit nicht ermittelt werden. Mikromechanische in-situ Experimente im REM an Proben mit und ohne TCP-Phasenpartikel (erzeugt durch mechanische Last und Vorausslagerung) könnten für das Verständnis der Mechanismen aufschlussreich

sein. Der in der Literatur beschriebene negative Einfluss der TCP-Phasenpartikel auf die Rissentstehung in Kriechversuchen (siehe zum Beispiel [SC98] und [LG+12]) und der grundsätzlich angenommene negative Einfluss spröder Partikel auf Ermüdungseigenschaften (siehe [SYR88], [CT04], [Gro+08], [Rah+13]) kann in dieser Arbeit nicht ohne Weiteres bestätigt werden. Denkbar wäre hier auch ein ähnlich ambivalenter Einfluss, wie er bereits in TMF-Versuchen an CMSX-4® geschildert wurde. Dort zeigt sich, dass homogen verteilte TCP-Phasenpartikel zu einer duktileren Verformung durch die Bildung von Zwillingen an TCP-Phasenpartikel führen [Mov07], [MJR09].

TCP-Phasenpartikel könnten einerseits kurzzeitig ein Hindernis für einen sich ausbreitenden Riss darstellen, andererseits kann der an festigkeitssteigernden Elementen verarmte Bereich um die Partikel jedoch die Verformung dort erleichtern.

6 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde zunächst eine Miniaturprobe mit entsprechender Prüftechnik für LCF-Versuche bei Hochtemperatur an einkristallinen Ni-Basis-Superlegierungen entwickelt. Nach der erfolgreichen Erprobung der Miniaturprüftechnik wurde in lastgesteuerten LCF-Versuchen mit R-Verhältnissen von $R \approx 0,6$ bei 950°C an Proben unterschiedlicher kristallographischer Orientierungen und verschiedener Materialvarianten der Einfluss mikrostruktureller Merkmale auf das LCF-Verhalten untersucht. Folgende Ergebnisse konnten dabei erzielt und Zusammenhänge erklärt werden:

- Die Miniaturprobengeometrie ist geeignet, um die Einflüsse mikrostruktureller Merkmale auf das LCF-Verhalten abzubilden. Das zeigt sich darin, dass die Proben innerhalb der Messlänge brechen und trotz des hohen Oberfläche/Volumenverhältnisses nicht durch Mechanismen, die an der Probenoberfläche ausgelöst werden, versagen. In den überwiegenden Fällen erfolgte die Rissinitiierung im Inneren der Proben. Die Trends in Bezug auf die Lebensdauer und die Verformungsmechanismen, die bestimmten mikrostrukturellen Merkmalen zugeordnet werden konnten, ließen sich in mehreren Versuchen mit verschiedenen Lastniveaus reproduzieren.
- In ERBO/1C Proben der $\langle 100 \rangle$ Orientierungen konnten Poren anhand der kristallographischen Facetten auf der Bruchfläche und der mikrostrukturellen Untersuchung der metallographischen Schlitze eindeutig als rissauslösend während der LCF-Versuche identifiziert werden. Die Rissinitiierung beginnt früh. Bereits nach der Hälfte der Lebensdauer wurden Risse im Probeninneren beobachtet. Dies zeigt sich auch in der Entwicklung der plastischen Dehnung über der Zyklenzahl, die keinen ausgeprägten Sättigungsbereich mit konstanter Dehnungsamplitude aufweist, sondern die beschleunigte Schädigung widerspiegelt. Aufgrund der hohen R-Verhältnisse der LCF-Versuche und der daraus resultierenden Zugschwellbelastung ähnelt die Dehnungs- und Dehnratenentwicklung der LCF-Proben der von Kriechversuchen aus der Literatur, die bei der gleichen Temperatur und ähnlichen Spannungen durchgeführt wurden, mit dem Unterschied der schneller voranschreitenden Schädigung in dem sekundären Bereich der Dehnungsentwicklung.
- Die Orientierung der zeitigen Anordnung der Poren in Bezug auf die Belastungsrichtung hat einen Einfluss auf die Lebensdauer und die Verformung. Dies konnte anhand des Vergleichs von ERBO/1C Proben in kristallographisch äquivalenten Orientierungen ($[001]$ und $[010]$) gezeigt werden, die den gleichen Porenvolumengehalt, aber unterschiedliche Porenanordnungen aufweisen. Aufgrund der zeitigen Anordnung der Poren in den interdendritischen Bereichen weisen (010) Ebenen höhere Porenflächengehalte auf als (001) Ebenen. Das führt zu kleineren tragenden Querschnitten

bei [010] Proben in den Ebenen, in denen Porenzeilen senkrecht zur Lastrichtung ausgerichtet sind, im Vergleich zu [001] Proben (Porenzeilen parallel zur Lastrichtung). Zusätzlich sind entlang der [001] Richtung die Abstände zwischen den Poren kleiner als entlang der [010] Richtung, wodurch sich die Spannungsüberhöhungen an Poren gegenseitig verstärken und sich dort bildende Risse schneller zu größeren Netzwerken zusammenschließen können. Die Kombination dieser beiden Einflüsse führt zu einem früheren Versagen der Proben in [010] Orientierung gegenüber denen der [001] Orientierung.

- Der Einfluss der kristallographischen Orientierung auf das LCF-Verhalten konnte von dem Einfluss der zeitlich angeordneten Poren separiert und untersucht werden. Dazu wurden Versuche an ERBO/1C Proben in [010] und $[\bar{1}10]$ Orientierung, beide mit senkrecht zur Lastrichtung zeitlich angeordneter Porosität, miteinander verglichen. Die Fraktographie und die mikrostrukturelle Untersuchung der $[\bar{1}10]$ Proben zeigen einen deutlich schubspannungskontrollierten Bruch entlang von Gleitebenen, bei dem Poren nur einen geringen Einfluss haben. Die Ursache dafür liegt in der kleineren Anzahl der aktivierten Gleitsysteme mit dem gleichen Schmid-Faktor bei Proben in $\langle 110 \rangle$ Orientierung im Vergleich zu Proben in $\langle 100 \rangle$ Orientierungen, die zu einer instabilen Gleitsituation und damit zu einem früheren Versagen der $\langle 110 \rangle$ Proben führt. Innerhalb der $\langle 110 \rangle$ Orientierung konnte kein Einfluss der zeitlich angeordneten Poren auf die Lebensdauer festgestellt werden, was sich durch die dominierenden Gleitmechanismen gegenüber Proben der $\langle 100 \rangle$ Orientierungen erklären lässt.
- Die drei geHIPten Materialvarianten ERBO/1-IHT-1, -2 und -3, die in dieser Arbeit getestet wurden, haben einen deutlich reduzierten Porenvolumengehalt im Vergleich zu ERBO/1C nach der Standardwärmebehandlung. ERBO/1-IHT-1 und -2 weisen jedoch mikrostrukturelle Defekte auf, wie Resteutektika und Freckles, die als Rissinitiierungsstellen wirken. Diese beiden geHIPten Materialvarianten versagen früher als ERBO/1C, was zu der Folgerung führt, dass Resteutektika und Freckles im Hinblick auf die Lebensdauer schädlicher sind als Poren. ERBO/1-IHT-3 Proben hingegen weisen aufgrund ihres reduzierten Porengehalts und ihrer nahezu defektfreien Mikrostruktur eine deutlich höhere Lebensdauer als ERBO/1C Proben und Proben aller anderen Materialvarianten, die Poren und Defekte enthalten, auf. Dies zeigt deutlich den großen Einfluss von Defekten auf die LCF-Lebensdauer auf.
- In dieser Arbeit konnte das große Potential additiv gefertigter (SEBM) einkristalliner Ni-Basis-Superlegierungen in Bezug auf die LCF-Eigenschaften gezeigt werden. Trotz teilweise großflächiger herstellungsbedingter Defekte in den SEBM-Proben weisen diese in dem wärmebehandelten Zustand eine deutlich höhere Lebensdauer und Bruchdehnung auf als das konventionell gegossene wärmebehandelte Material ERBO/1C. Es ist zu erwarten, dass die mechanischen Eigenschaften noch gesteigert

werden können, wenn diese Defekte beseitigt werden. Die wärmebehandelten einkristallinen SEBM Proben weisen etwa den gleichen Porenvolumengehalt auf wie ERBO/1C, die Poren in dem SEBM Material sind deutlich kleiner, was bedeutet, dass die Porendichte in dem SEBM Material höher ist. Im Hinblick auf die Lebensdauer scheint diese Porenverteilung günstiger zu sein, als die in ERBO/1C, was sich durch die Abhängigkeit des Spannungsintensitätsfaktors von der Risslänge erklären lässt, der bei Rissinitiierung an großen Poren höher ist als bei Rissinitiierung an kleinen Poren. Einkristalline SEBM Proben ohne Wärmebehandlung versagen deutlich vor den wärmebehandelten einkristallinen SEBM Proben. Bei den as-built Proben treten zusätzlich zu der Rissbildung an Poren und herstellungsbedingten Defekten lange horizontale Risse an der Probenoberfläche auf. Diese Risse können durch eine Schichtigkeit der Verteilung chemischer Elemente und der Dendritenmorphologie, die senkrecht zu der Baurichtung im Ausgangsmaterial der Proben vorliegt, erklärt werden. Die Schichtigkeit führt vermutlich zu einer Veränderung der Festigkeit und des Oxidationsverhaltens entlang der Schichten, was die Rissbildung dort begünstigt. Mit der Wärmebehandlung konnte diese Schichtigkeit beseitigt werden.

- In allen getesteten einkristallinen Materialvarianten bilden sich während der LCF-Versuche TCP-Phasenpartikel, die im Ausgangsmaterial nicht vorliegen. Sie konnten durch Analysen im TEM als μ -Phasenpartikel identifiziert werden. Die Bildung dieser Partikel läuft nicht zufällig verteilt in der Mikrostruktur ab, sondern kann in der Nähe von Spannungsüberhöhungen an Poren, Rissen und Gleitbändern sowie entlang von $\{111\}$ Ebenen und isolierten γ -Kanälen parallel zu (010) Ebenen, auch bereits nach der Hälfte der Lebensdauer, beobachtet werden. Dies konnte mit Hilfe der FIB Slice and View Methode anhand von mehreren analysierten Materialvolumina aus einer ERBO/1C Probe gezeigt werden. Die heterogene Bildung der TCP-Phasenpartikel im Probeninneren zeigt, dass lokal unterschiedliche Triebkräfte für die Bildung vorliegen, und zwar bedingt durch das Zusammenwirken von LCF-Belastung und Spannungskonzentratoren bzw. Gleitprozessen an günstig orientierten $\{111\}$ Ebenen. Dies zeigt sich unter anderem auch daran, dass $\{111\}$ Ebenen und dort stattfindende Gleitprozesse das Wachstum der TCP-Phasenpartikel begünstigen. Aufgrund ihrer chemischen Zusammensetzung (hauptsächlich die in ERBO/1C vorkommenden Refraktärelemente) und ihrer frühen Bildung in Bezug auf die Lebensdauer ist denkbar, dass eine Wechselwirkung zwischen den TCP-Phasenpartikeln, die in der Nähe der Spannungsüberhöhungen auftreten, und den elementaren Ermüdungsmechanismen stattfindet. Inwiefern sich der Einfluss von TCP-Phasenpartikeln positiv oder schädlich auf das Ermüdungsverhalten auswirkt, muss in weiteren Untersuchungen, wie z.B. mikromechanischen Experimenten und TEM-Analysen der Versetzungsstrukturen um TCP-Phasenpartikel, geklärt werden.

Literatur

- [Ant84] D.L. Anton. „Low cycle fatigue characteristics of $\langle 001 \rangle$ and randomly aligned superalloy single crystals“. In: *Acta Metallurgica* 32.10 (1984), S. 1669–1679.
- [Ash64] M. Ashby. „The hardening of metals by non-deforming particles“. In: *Z. Metallk.* 55.5 (1964), S. 17.
- [Ast] *E606/E606M-12, Standard Test Method for Strain-Controlled Fatigue Testing*. ASTM, 2012.
- [BD01] V. Brien und B. Decamps. „Low cycle fatigue of a nickel based superalloy at high temperature: deformation microstructures“. In: *Materials Science and Engineering: A* 316.1 (2001), S. 18–31.
- [BM83] I. Baker und J.W. Martin. „Effect of fine second phase particles on deformation structure in cold rolled copper single crystals“. In: *Metal Science* 17.10 (1983), S. 459–468.
- [Ber+16] P. Berster u. a. *Luftverkehrsbericht 2015: Daten und Kommentierungen des deutschen und weltweiten Luftverkehrs*. Techn. Ber. DLR, Institut für Flughafenwesen und Luftverkehr, 2016.
- [Bri31] P.W. Bridgman. *Crystals and their manufacture*. US Patent 1,793,672. 1931.
- [Brä09] W.J.G. Bräunling. *Flugzeugtriebwerke*. (3., vollst. überarb. u. erw. Aufl.) Springer, Berlin Heidelberg, 2009.
- [Buc+15] H. Buck u. a. „A quantitative metallographic assessment of the evolution of porosity during processing and creep in single crystal Ni-base super alloys“. In: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 46.6 (2015), S. 577–590.
- [Buc15] H. Buck. „Werkstoffwissenschaftliche Untersuchung zur Bildung und zum Wachstum von Poren bei der Herstellung und beim Kriechen einkristalliner Nickelbasis-Superlegierungen“. Diss. Ruhr-Universität Bochum, 2015.
- [Bür06] Ralf Bürgel. *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik: Grundlagen, Werkstoffbeanspruchungen, Hochtemperaturlegierungen und-beschichtungen; mit 70 Tabellen*. Springer, Berlin Heidelberg, 2006.
- [CK99] P. Caron und T. Khan. „Evolution of Ni-based superalloys for single crystal gas turbine blade applications“. In: *Aerospace Science and Technology* 3.8 (1999), S. 513–523.
- [CT04] Z.Z. Chen und K. Tokaji. „Effects of particle size on fatigue crack initiation and small crack growth in SiC particulate-reinforced aluminium alloy composites“. In: *Materials Letters* 58.17-18 (2004), S. 2314–2321.

- [CVM09] J. Cormier, P. Villechaise und X. Milhet. „Gamma-phase morphology of Ni-based single crystal superalloys as an indicator of the stress concentration in the vicinity of pores“. In: *Materials Science and Engineering: A* 501.1 (2009), S. 61–69.
- [Cer+] A. Cervellon u. a. „Very High Cycle Fatigue of Ni-Based Single-Crystal Superalloys at High Temperature“. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 49.9 (), S. 1–13.
- [Cha+07] C.M. Charles u. a. „Dislocation deformation mechanisms during fatigue of the nickel-based superalloy CMSX-4“. In: *Materials science forum*. Bd. 546. Trans Tech Publ. 2007, S. 1211–1218.
- [Chi+16] M.S. Chiou u. a. „High temperature creep properties of directionally solidified CM-247LC Ni-based superalloy“. In: *Materials Science and Engineering: A* 655 (2016), S. 237–243.
- [Chr09] H.J. Christ. *Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe*. 2. Auflage. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2009.
- [Cul78] B.D. Cullity. *Elements of X-Ray Diffraction*. 2. Aufl. Addison-Wesley Publishing Company, 1978.
- [Cum03] N. Cumpsty. *Jet Propulsion: A simple guide to the aerodynamic and thermodynamic design and performance of jet engines*. Bd. 1. Cambridge University Press, 2003, S. 13.
- [DES15] K. Demtröder, G. Eggeler und J. Schreuer. „Influence of microstructure on macroscopic elastic properties and thermal expansion of nickel-base superalloys ERBO/1 and LEK94“. In: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 46.6 (2015), S. 563–576.
- [DJ11] R. Ding und I.P. Jones. „An FIB–SEM slice-and-view study of three-dimensional beta phase distribution in Ti–6Al–4V“. In: *Journal of electron microscopy* 60.2 (2011), S. 149–155.
- [Dal17] S. Dale. *BP: Statistical Review of World Energy 2017*. Techn. Ber. BP p.l.c., 2017.
- [Dan88] R. Danzer. *Lebensdauerprognose hochfester metallischer Werkstoffe im Bereich hoher Temperaturen: mit 6 Tabellen*. Band 8. Materialkundlich technische Reihe. Borntraeger, Berlin Stuttgart, 1988.
- [Dav+17] T. Davis u. a. „Stress concentrations around voids in three dimensions: The roots of failure“. In: *Journal of Structural Geology* 102 (2017), S. 193–207.
- [EDB03] J.D. Embury, A. Deschamps und Y. Brechet. „The interaction of plasticity and diffusion controlled precipitation reactions“. In: *Scripta materialia* 49.10 (2003), S. 927–932.

- [Egg09] G. Eggeler. „Novel experimentation techniques to study damage accumulation and microstructural instability during creep of super alloy single crystals at high temperatures ($>1000\text{C}$)“. In: *Materials Science and Technology* 25.2 (2009), S. 236–241.
- [Egg17] M. Eggeler. *3D-Analysis of Fatigue Damage in Superalloys for Turbine Blades*. Bachelors thesis. 2017.
- [Epi+02] A. Epishin u. a. „Investigation of porosity in single-crystal nickel-base superalloys“. In: *7th Liege conference on materials for advanced power engineering*. Forschungszentrum Jülich GmbH. 2002, S. 217–226.
- [Epi+14] A. Epishin u. a. „Hot isostatic pressing of single-crystal nickel-base superalloys: Mechanism of pore closure and effect on Mechanical properties“. In: *MATEC Web of Conferences*. Bd. 14. EDP Sciences. 2014, S. 08003.
- [Eri94] G.L. Erickson. „Superalloy Developments for aero and industrial gas turbines“. In: *Proceedings of ASM 1993 Materials Congress Materials Week 1993*. ASM International. Pittsburgh, Pennsylvania, 1994, S. 29–41.
- [Esh57] J.D. Eshelby. „The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems“. In: *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*. Bd. 241. 1226. The Royal Society. 1957, S. 376–396.
- [Esh59] J.D. Eshelby. „The elastic field outside an ellipsoidal inclusion“. In: *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*. Bd. 252. 1271. The Royal Society. 1959, S. 561–569.
- [FH07] R.W. Freund und R.W. Hoppe. *Stoer/Bulirsch: Numerische Mathematik 1*. 10. Aufl. Springer- Verlag Berlin Heidelberg, 2007.
- [Fau] <https://www.wtm.tf.fau.de/forschung/additive-fertigung/prozesstechnik/>. 24. 10. 2018.
- [Fle97] G. Fleury. „Anisotrope Stoffgesetze fuer das viskoplastische Verformungsverhalten der einkristallinen Superlegierung CMSX-4“. Diss. RWTH Aachen, 1997.
- [GA85] A.F. Giamei und D.L. Anton. „Rhenium additions to a Ni-base superalloy: effects on microstructure“. In: *Metallurgical Transactions A* 16.11 (1985), S. 1997–2005.
- [GF11] K.H. Grote und J. Feldhusen. *DUBBEL: Taschenbuch für den Maschinenbau*. 23. Aufl. Springer-Verlag, 2011.
- [GGM86] T.P. Gabb, J. Gayda und R.V. Miner. „Orientation and temperature dependence of some mechanical properties of the single-crystal nickel-base superalloy René N4: Part II. Low cycle fatigue behavior“. In: *Metallurgical Transactions A* 17.3 (1986), S. 497–505.

- [GK70] A.F. Giamei und B.H. Kear. „On the nature of freckles in nickel base superalloys“. In: *Metallurgical and Materials Transactions B* 1.8 (1970), S. 2185–2192.
- [GS16] D. Gross und T. Seelig. *Bruchmechanik: mit einer Einführung in die Mikro-mechanik*. 4. Aufl. Springer-Verlag, 2016.
- [GSA84] M.J. Goulette, P.D. Spilling und R.P. Arthey. „Cost effective single crystals“. In: *5th Intern. Symp. on Superalloys, Seven Springs, England*. 1984.
- [Gao+12] S.F. Gao u. a. „Grain selection during casting Ni-base, single-crystal superalloys with spiral grain selector“. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 43.10 (2012), S. 3767–3775.
- [Gol94a] D. Goldschmidt. „Einkristalline Gasturbinenschaufeln aus Nickelbasis-Legierungen. Teil I: Herstellung und Mikrogefüge“. In: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 25.8 (1994), S. 311–320.
- [Gol94b] D. Goldschmidt. „Einkristalline Gasturbinenschaufeln aus Nickelbasis-Legierungen. Teil II: Wärmebehandlung und Eigenschaften“. In: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 25.9 (1994), S. 373–382.
- [Gro+08] S. Groh u. a. „Fatigue crack growth from a cracked elastic particle into a ductile matrix“. In: *Philosophical Magazine* 88.30-32 (2008), S. 3565–3583.
- [HB11] D. Hull und D.J. Bacon. *Introduction to dislocations*. 5. Aufl. Butterworth-Heinemann, 2011.
- [Har+92] K. Harris u. a. „Development of the rhenium containing superalloys CMSX-4 and CM186 LC for single crystal blade and directionally solidified vane applications in advanced turbine engines“. In: *Proceedings of Superalloys 1992*. The Minerals, Metals und Materials Society. TMS Warrendale, PA, USA, 1992, S. 297–306.
- [Hon+11] H.U. Hong u. a. „Characterization of deformation mechanisms during low cycle fatigue of a single crystal nickel-based superalloy“. In: *Journal of Materials Science* 46.15 (2011), S. 5245–5251.
- [Ils13] B. Ilchner. *Hochtemperatur-Plastizität: Warmfestigkeit und Warmverformbarkeit metallischer und nichtmetallischer Werkstoffe*. Bd. 23. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 2013.
- [KF98] W. Kurz und D.J. Fisher. *Fundamentals of solidification*. 4. Aufl. Trans Tech Publications Aedermannsdorf, Switzerland, 1998.
- [KOG70] B.H. Kear, J.M. Oblak und A.F. Giamei. „Stacking faults in gamma prime Ni₃ (Al, Ti) precipitation hardened nickel-base alloys“. In: *Metallurgical Transactions* 1.9 (1970), S. 2477–2486.
- [Kab09] K. Kabus. *Mechanik und Festigkeitslehre*. 6. Aufl. Carl Hanser Verlag GmbH Co KG, 2009.

- [Kha87] T. Khan. „Recent developments and potential of single crystal superalloys for advanced turbine blades“. In: *High temperature alloys for gas turbines and other applications* 86 (1987), S. 21–50.
- [Kon+18] P. Kontis u. a. „The effect of chromium and cobalt segregation at dislocations on nickel-based superalloys“. In: *Scripta Materialia* 145 (2018), S. 76–80.
- [Kör16] C. Körner. „Additive manufacturing of metallic components by selective electron beam melting - a review“. In: *International Materials Reviews* 61.5 (2016), S. 1–17.
- [LG+12] J.B. Le Graverend u. a. „Microstructural parameters controlling high-temperature creep life of the Nickel-Base Single-Crystal Superalloy MC2“. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 43.11 (2012), S. 3988–3997.
- [LG+16] I. Lopez-Galilea u. a. „The thermal stability of topologically close-packed phases in the single-crystal Ni-base superalloy ERBO/1“. In: *Journal of materials science* 51.5 (2016), S. 2653–2664.
- [LG75] G.R. Leverant und M. Gell. „The influence of temperature and cyclic frequency on the fatigue fracture of cube oriented nickel-base superalloy single crystals“. In: *Metallurgical Transactions A* 6.2 (1975), S. 367–371.
- [LK03] P. Lukáš und L. Kunz. „Small cracks - nucleation, growth and implication to fatigue life“. In: *International journal of fatigue* 25.9 (2003), S. 855–862.
- [LS07] M. Lamm und R.F. Singer. „The effect of casting conditions on the high-cycle fatigue properties of the single-crystal nickel-base superalloy PWA 1483“. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 38.6 (2007), S. 1177–1183.
- [Lam07] M. Lamm. „Einfluss der Erstarrungsbedingungen auf die mechanischen Eigenschaften von einkristallinen Superlegierungen bei großen Wandstärken“. Diss. FAU Erlangen, 2007.
- [Lcf] *prEN 3874-1998 Prüfverfahren für metallische Werkstoffe - Niedriglastwechselermüdung (LCF) im kraftgesteuerten Versuch*. AECMA - The European Association Of Aerospace Industries, Ausgabe P1, 1998.
- [MHN75] S.S. Manson, G.R. Halford und A.J. Nachtigall. „Separation of the strain components for use in strainrange partitioning“. In: *Proc. Symp. on Advances in Design for Elevated Temperature Environment, ASME* 17 (1975).
- [MJR09] J.J. Moverare, S. Johansson und R.C. Reed. „Deformation and damage mechanisms during thermal–mechanical fatigue of a single-crystal superalloy“. In: *Acta Materialia* 57.7 (2009), S. 2266–2276.
- [MK01] D.W. MacLachlan und D.M. Knowles. „Fatigue behaviour and lifing of two single crystal superalloys“. In: *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 24.8 (2001), S. 503–521.
- [MR+16a] L. Mujica-Roncery u. a. „Influence of temperature, pressure, and cooling rate during hot isostatic pressing on the microstructure of an SX Ni-base superalloy“. In: *Materials & Design* 97 (2016), S. 544–552.

- [MR+16b] L. Mujica Roncery u. a. „On the Effect of Hot Isostatic Pressing on the Creep Life of a Single Crystal Superalloys“. In: *Advanced Engineering Materials* (2016).
- [MS10] T. Manns und B. Scholtes. „Eine Software zur Berechnung diffraktionselastischer Konstanten aus Einkristalldaten“. In: *HTM Journal of Heat Treatment and Materials* 65.2 (2010), S. 75–84.
- [Mae+07] G. Maelzer u. a. „Miniature specimen assessment of creep of the single-crystal superalloy LEK 94 in the 1000C temperature range“. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 38.2 (2007), S. 314–327.
- [Mei+18a] C. Meid u. a. „How High Temperature Low Cycle Fatigue Loading Affects the Formation and Growth of TCP Particles in a Ni-base Single Crystal Superalloy“. In: *submitted to Acta Materialia* (2018).
- [Mei+18b] C. Meid u. a. „Miniaturization of Low Cycle Fatigue - testing of single crystal superalloys at high temperature for uncoated and coated specimens“. In: *accepted in Material Science and Engineering Technology* (2018).
- [Mov07] J.J. Moverare. „Thermal-mechanical fatigue behaviour of CMSX-4 in virgin and long term aged conditions“. In: *Materials Science and Technology* 23.12 (2007), S. 1450–1453.
- [Mug09] H. Mughrabi. „Microstructural aspects of high temperature deformation of monocrystalline nickel base superalloys: some open problems“. In: *Materials Science and Technology* 25.2 (2009), S. 191–204.
- [Muk+91] D. Mukherji u. a. „Stacking fault formation in γ' phase during monotonic deformation of IN738LC at elevated temperatures“. In: *Acta metallurgica et materialia* 39.7 (1991), S. 1515–1524.
- [Nat87] M.V. Nathal. „Effect of initial γ' size on the elevated temperature creep properties of single crystal nickel base superalloys“. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 18.11 (1987), S. 1961–1970.
- [PE84] D.P. Pope und S.S. Ezz. „Mechanical properties of Ni3Al and nickel-base alloys with high volume fraction of gamma prime“. In: *International Metals Reviews* 29.1 (1984), S. 136–167.
- [PP08] W.D. Pilkey und D.F. Pilkey. *Peterson's stress concentration factors*. 3. Aufl. John Wiley & Sons, 2008.
- [PT06] T.M. Pollock und S. Tin. „Nickel-based superalloys for advanced turbine engines: chemistry, microstructure and properties“. In: *Journal of propulsion and power* 22.2 (2006), S. 361–374.
- [Par+14] A.B. Parsa u. a. „Advanced Scale Bridging Microstructure Analysis of Single Crystal Ni-Base Superalloys“. In: *Advanced Engineering Materials* 17.2 (2014), S. 216–230.

- [RCR07] R.C. Reed, D.C. Cox und C.M.F. Rae. „Damage accumulation during creep deformation of a single crystal superalloy at 1150 C“. In: *Materials Science and Engineering: A* 448.1 (2007), S. 88–96.
- [RHB12] J. Rösler, H. Harders und M. Bäker. *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*. 4. Aufl. Springer Vieweg, 2012.
- [RHR05] C.M.F. Rae, M.S. Hook und R.C. Reed. „The effect of TCP morphology on the development of aluminide coated superalloys“. In: *Materials Science and Engineering: A* 396.1 (2005), S. 231–239.
- [RK16] M. Ramsperger und C. Körner. „Selective Electron Beam Melting of the Single Crystalline Nickel-Base Superalloy CMSX-4®: From Columnar Grains to a Single Crystal“. In: *Superalloys 2016: Proceedings of the 13th International Symposium of Superalloys*. John Wiley & Sons, Inc. Hoboken, NJ, USA, 2016, S. 341–349.
- [RSK16] M. Ramsperger, R.F. Singer und C. Körner. „Microstructure of the Nickel-Base Superalloy CMSX-4 Fabricated by Selective Electron Beam Melting“. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 47.3 (2016), S. 1469–1480.
- [Rae+00] C.M.F. Rae u. a. „On the primary creep of CMSX-4 superalloy single crystals“. In: *Metallurgical and materials transactions A* 31.9 (2000), S. 2219–2228.
- [Rah+13] M. Rahim u. a. „Impurity levels and fatigue lives of pseudoelastic NiTi shape memory alloys“. In: *Acta Materialia* 61.10 (2013), S. 3667–3686.
- [Ram+15] M. Ramsperger u. a. „Solution Heat Treatment of the Single Crystal Nickel-Base Superalloy CMSX-4 Fabricated by Selective Electron Beam Melting“. In: *Advanced Engineering Materials* 17.10 (2015), S. 1486–1493.
- [Rao+14] V.N. Rao u. a. „Mechanical analysis of 1st stage marine gas turbine blade“. In: *International Journal of Advanced Science and Technology* 68 (2014), S. 57–64.
- [Ree06] R.C. Reed. *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. 1. Aufl. Cambridge University Press, 2006.
- [Roc+17] J. Rockström u. a. „A roadmap for rapid decarbonization“. In: *Science* 355.6331 (2017), S. 1269–1271.
- [Rut+16] B. Rutttert u. a. „Impact of hot isostatic pressing on microstructures of CMSX-4 Ni-base superalloy fabricated by selective electron beam melting“. In: *Materials & Design* 110 (2016), S. 720–727.
- [Rut+18] B. Rutttert u. a. „Effect of porosity and eutectics on the high-temperature low-cycle fatigue performance of a nickel-base single-crystal superalloy“. In: *Scripta Materialia* 155 (2018), S. 139–143.
- [SB35] E. Schmid und W. Boas. *Kristallplastizität: mit besonderer Berücksichtigung der Metalle*. 1. Aufl. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1935.

- [SC98] M. Simonetti und P. Caron. „Role and behaviour of μ phase during deformation of a nickel-based single crystal superalloy“. In: *Materials Science and Engineering: A* 254.1 (1998), S. 1–12.
- [SFK98] V. Sass und M. Feller-Kniepmeier. „Orientation dependence of dislocation structures and deformation mechanisms in creep deformed CMSX-4 single crystals“. In: *Materials Science and Engineering: A* 245.1 (1998), S. 19–28.
- [SGFK96] V. Sass, U. Glatzel und M. Feller-Kniepmeier. „Anisotropic creep properties of the nickel-base superalloy CMSX-4“. In: *Acta Materialia* 44.5 (1996), S. 1967–1977.
- [SHR67] A.K. Sinha und W. Hume-Rothery. „Equilibrium Diagram of the Iron-Tungsten, Iron-Tantalum, Iron-Molybdenum System“. In: *J. Iron Steel Inst. London* 205 (1967), S. 1145–1149.
- [SP93] A.H. Sherry und R. Pilkington. „The creep fracture of a single-crystal superalloy“. In: *Materials Science and Engineering: A* 172.1 (1993), S. 51–61.
- [SRE12] C.A. Schneider, W.S. Rasband und K.W. Eliceiri. „NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis“. In: *Nature Methods* 9.7 (2012), S. 671–675.
- [SYR88] J.K. Shang, W. Yu und R.O. Ritchie. „Role of silicon carbide particles in fatigue crack growth in SiC-particulate-reinforced aluminum alloy composites“. In: *Materials Science and Engineering: A* 102.2 (1988), S. 181–192.
- [Saa] *Data sheets PM-Alloys and personal communications*. Techn. Ber. Voelklingen: Saar Hartmetall und Werkzeuge GmbH, 2013.
- [Sch80] F. Schubert. „Hochwarmfeste Legierungen“. In: *Festigkeits- und Bruchverhalten bei höheren Temperaturen. Ber. zum Kontaktstudium Werkstoffkunde Eisen und Stahl III, Bd 2* (1980), S. 211–280.
- [Sch93] W. Schneider. „Hochtemperaturkriechverhalten und Mikrostruktur der einkristallinen Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4 bei Temperaturen von 800 C bis 1100 C“. Diss. FAU Erlangen, 1993.
- [Sen+94] A. Sengupta u. a. „Tensile behavior of a new single-crystal nickel-based superalloy (CMSX-4) at room and elevated temperatures“. In: *Journal of materials engineering and performance* 3.1 (1994), S. 73–81.
- [Ste+14] S. Steuer u. a. „Creep behavior under isothermal and non-isothermal conditions of AM3 single crystal superalloy for different solutioning cooling rates“. In: *Materials Science and Engineering: A* 601 (2014), S. 145–152.
- [Ste09] D.M. Stefanescu. *Science and Engineering of Casting Solidification, Second Edition*. Springer US, 2009.
- [Sur98] S. Suresh. *Fatigue of Materials*. 2. Aufl. Cambridge University Press, 1998.
- [Tre] <https://www.rolls-royce.com/products-and-services/civil-aerospace/airlines/trent-xwb.aspx/>. 23.01.2019.

- [UN15] UN. *Adoption of the Paris Agreement*. Techn. Ber. United Nations, Framework Convention on Climate Change, 2015.
- [VS70] F.I. Versnyder und M.E. Shank. „The development of columnar grain and single crystal high temperature materials through directional solidification“. In: *Materials Science and Engineering* 6.4 (1970), S. 213–247.
- [WR03] C.M. Whan und C.M.F. Rae. „Low Cycle Fatigue Behaviour of CMSX-4 at Elevated Temperature.“ In: *PARSONS 2003: Sixth International Charles Parsons Turbine Conference*. Dublin, Ireland, 2003, S. 789–801.
- [Wae13] U. Waedt. *Konstruktion und Auslegung einer miniaturisierten Prüfvorrichtung für Ermüdungsversuche (LCF und TMF) an einer Hochtemperaturlegierung*. Techn. Ber. DLR e.V., 2013.
- [Wal+04] S. Walston u. a. „Joint development of a fourth generation single crystal superalloy“. In: *Proceedings of Superalloys 2004*. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). TMS, Warrendale, 2004, S. 15–24.
- [Wan+09] L. Wang u. a. „On the role of eutectics during recrystallization in a single crystal nickel-base superalloy - CMSX-4“. In: *International Journal of Materials Research* 100.8 (2009), S. 1046–1051.
- [Wan+12] L. Wang u. a. „Effect of eutectics on plastic deformation and subsequent recrystallization in the single crystal nickel base superalloy CMSX-4“. In: *Materials Science and Engineering: A* 532 (2012), S. 487–492.
- [Wol17] P. Wollgramm. „Anisotropie des einachsigen Kriechens einkristalliner Superlegierungen im Temperaturbereich von 720C bis 1080C“. Diss. Ruhr-Universität Bochum, 2017.
- [Wu+16] X. Wu u. a. „Double minimum creep of single crystal Ni-base superalloys“. In: *Acta Materialia* 112 (2016), S. 242–260.
- [Yu+10] J. Yu u. a. „High temperature creep and low cycle fatigue of a nickel-base superalloy“. In: *Materials Science and Engineering: A* 527.9 (2010), S. 2379–2389.

A Anhang

A.1 Auslegung der Einspannung

Zur Untersuchung der Spannungen, die in dem Hauptkörper der Einspannung unter den Lastrandbedingungen der LCF-Versuche auftreten, wurde das CAD-Modell des Hauptkörpers in die Software Abaqus von Simulia (Version 6.12) exportiert und in ein FE-Modell umgewandelt.

Tabelle A.1.: Materialkennwerte von Saratherm 2® bei 950 °C interpoliert aus Werten, die dem Materialdatenblatt entnommen wurden. [Saa]

Fließgrenze [MPa]	410
Zeitstandfestigkeit (1000 h) [MPa]	60
Wärmeausdehnungskoeffizient [$10^{-6} K^{-1}$]	17,2
E-Modul [GPa]	108
Querkontraktionszahl ν	0,3

Anschließend wurde das FE-Modell vernetzt und mit den Randbedingungen und maximalen Belastungen beaufschlagt, die während der LCF-Versuche erwartet werden. Dazu wurden die Flächen des Hauptkörpers, auf denen im LCF-Versuch der Adapter aufliegt (rot gekennzeichnet in Abbildung A.1(a)) mit einer Zuglast beaufschlagt und das obere Ende des Hauptkörpers fixiert. Die Höhe der Belastung wurde so gewählt, dass sie der höchstmöglichen auftretenden Kraft im Zugversuch einer CMSX-4® Miniaturprobe bei 950 °C in [001] Orientierung entspricht. In dem Fall der Miniaturprobe mit einem Durchmesser von 2 mm sind das ca. 2600 N. Die Berechnungen erfolgten linear-elastisch. Abbildung A.1(b) zeigt die stark übertriebene Verformung (mit einem hohen Skalierungsfaktor verrechnet) des Hauptkörpers unter dieser Zugbelastung. Die Analyse der Spannungen, die sich parallel zu der Belastungsrichtung einstellen, ist in A.1(c) dargestellt. Hier zeigt sich, dass die maximalen Zugspannungen (rot) in dem inneren Radius des Hauptkörpers vorliegen. In diesem Fall handelt es sich um 23 MPa. Der Vergleich dieser Spannungen mit der extrapolierten Zeitstandfestigkeit von Saratherm 2® bei Hochtemperatur (siehe Tabelle A.1) zeigt, dass der Hauptkörper eine ausreichende Sicherheit gegen das Aufbiegen vorweist.

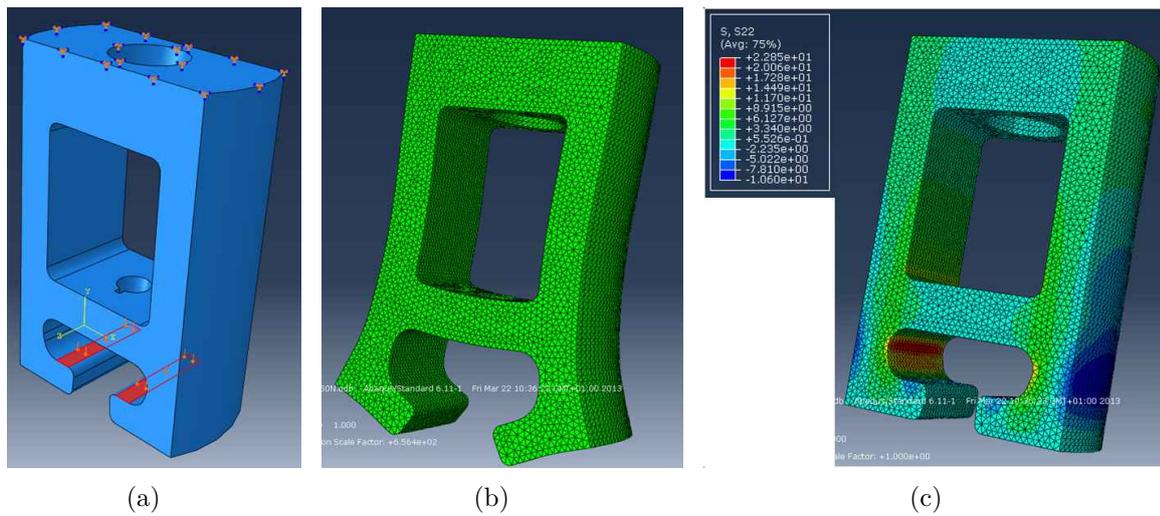


Abbildung A.1.: FEM-Berechnungen des Hauptkörpers der Einspannung. (a) Aufbringen der Randbedingungen, (b) Übertriebene Darstellung der Deformation (Aufbiegen) unter Zugbelastung, (c) Spannungsverteilung entlang der Belastungsrichtung

A.2 Probenoberfläche

Die in dieser Arbeit getesteten Proben haben zwei verschiedene Oberflächenbeschaffenheiten in der Messlänge aufgrund der Fertigung bei verschiedenen Firmen und daher unterschiedlicher finaler Fertigungsschritte. Alle Proben wurden mittels Drehen hergestellt und weisen daher Drehriefen quer zur Probenachse auf (siehe Abbildung A.2). Der Großteil der Proben wurde in diesem Zustand, ohne zusätzliches Polieren der Oberfläche, getestet.

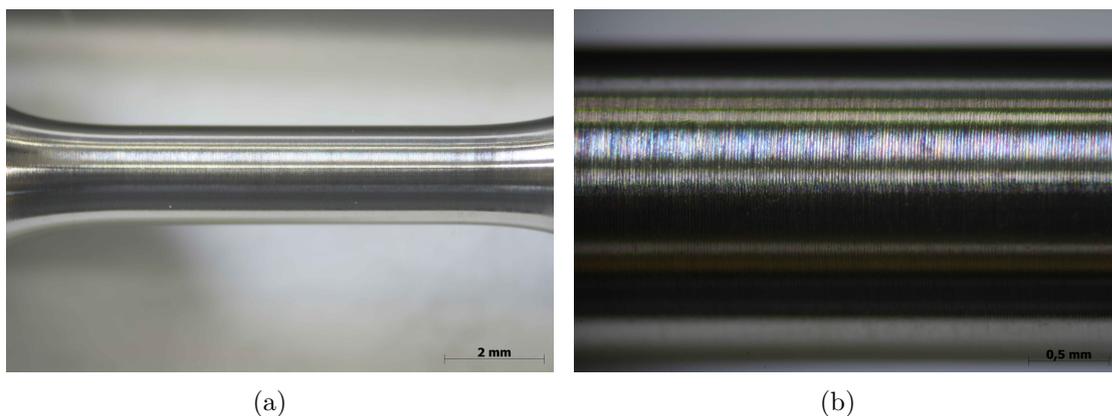


Abbildung A.2.: Gedrehte Probenoberfläche. (a) Übersicht über die Oberfläche von Messlänge und Übergang nach dem Drehen. (b) Detail der Oberfläche aus (a) mit Drehriefen.

A.3 Laue-Messungen

Tabelle A.2.: Ergebnisse der Laue-Messung für die ERBO/1C Gussplatten 11-2-3, 11-2-4 und 11-2-5 in [°]

	ERBO 11-2-3 unten			ERBO 11-2-3 oben		
Messpunkte	degrees radial	degrees right	degrees up	degrees radial	degrees right	degrees up
1	3,8	2,9	2,5	3,8	-2,6	2,9
2	2,9	1,8	2,3	3	-1,7	2,5
3	2,3	1	2,1	2,3	-0,1	2,3
4	2,2	0,9	1,9	2,5	1	2,2
5	1,8	0,3	1,8	2,2	1,5	1,7
6	schlechtes Signal			4,3	-3,6	2,4
	ERBO 11-2-4 unten			ERBO 11-2-4 oben		
Messpunkte	degrees radial	degrees right	degrees up	degrees radial	degrees right	degrees up
1	4,6	-4	2,2	4,6	4,4	1,5
2	5,1	-4,7	2,1	5,1	4,8	1,7
3	5,3	-5,1	1,5	4,9	4,8	1,3
4	5,9	-5,8	1,3	schlechtes Signal		
5	7,3	-7,1	1,8	schlechtes Signal		
6	7,1	-6,8	2,1	schlechtes Signal		
	ERBO 11-2-5 unten			ERBO 11-2-5 oben		
Messpunkte	degrees radial	degrees right	degrees up	degrees radial	degrees right	degrees up
1	2,7	-2,7	0,6	2,5	2,4	0,7
2	3	-3	0,4	1,6	1,6	0,3
3	5,1	-5,1	-0,1	3,6	3,5	0,7
4	4,2	-4,2	0,3	5,9	5,9	0,4
5	4,9	-4,9	0,5	schlechtes Signal		
6	schlechtes Signal			2,4	2,3	0,8

A.4 Übersicht der mechanischen Ergebnisse

Tabelle A.3.: Übersicht über alle kraftgesteuerten LCF-Versuche

Probenname	krist. Orientierung	Material	σ_{mittel} [MPa]	Bruchzyklen- zahl N_f	R- Verhältnis
3CM13C	[001]	ERBO/1C	570	2317	0,63
3CM14C	[001]	ERBO/1C	590	1603	0,64
3CM17C	[001]	ERBO/1C	610	1169	0,66
3CM18C	[001]	ERBO/1C	550	2862	0,62
3CM31F	[001]	ERBO/1C	590	2018	0,64
3CM32F	[001]	ERBO/1C	550	2765	0,62
3CM14F	[010]	ERBO/1C	590	1391	0,64
3CM15F	[010]	ERBO/1C	550	2093	0,62
3CM20D	[011]	ERBO/1C	590	258	0,64
3CM28F	[011]	ERBO/1C	550	460	0,62
3CM24F	[110]	ERBO/1C	590	147	0,64
3CM25F	[110]	ERBO/1C	550	472	0,62
3CM1F	[001]	ERBO/1-IHT-1	590	1396	0,64
3CM2F	[001]	ERBO/1-IHT-1	550	1957	0,62
3CM13G	[001]	ERBO/1-IHT-2	590	965	0,64
3CM12G	[001]	ERBO/1-IHT-2	550	2279	0,62
3CM37F	[001]	ERBO/1-IHT-3	590	2573	0,64
3CM35F	[001]	ERBO/1-IHT-3	550	4546	0,62
3CM22F	[001]	CMSX-4® SEBM, SX, WB	550	3341	0,62
3CM23F	[001]	CMSX-4® SEBM, SX, WB	590	2047	0,64
3CM10F	[001]	CMSX-4® SEBM, SX, as-built	550	908	0,62
3CM21F	[001]	CMSX-4® SEBM, PX, as-built	550	584	0,62

A.5 Übersicht der EDX-Messungen an TCP-Phasenpartikeln

Tabelle A.4.: Element-Analyse aus EDX-Messungen im TEM für TCP-Phasenpartikel, Stelle 2 und Stelle 4 (Scherband) in Abbildung 4.63, Angaben in Atom-%

Messpunkt	Al	Ti	Cr	Co	Ni	Mo	Hf	Ta	W	Re	Stelle in der Probe
1	1,5	0,3	18,9	20,0	26,4	2,2	-	4,0	12,3	14,5	2
2	3,0	0,5	18,2	15,8	50,3	1,0	-	2,1	3,2	5,9	2
3	5,2	0,9	13,4	11,0	54,0	1,1	0,1	2,7	4,3	7,3	2
4	4,8	0,7	12,3	14,4	51,2	1,8	0,2	2,7	5,8	6,1	2
5	2,1	0,8	11,4	13,9	53,4	1,9	-	3,3	6,8	6,5	2
6	4,5	0,8	14,3	15,2	42,4	1,9	-	3,3	8,4	9,1	2
7	6,1	0,9	12,6	14,4	45,5	1,8	-	3,2	7,5	8,0	2
8	0,8	0,1	23,2	22,6	32,6	1,7	-	1,9	7,5	9,7	2
9	1,0	0,1	23,5	21,3	36,6	1,4	-	1,5	6,3	8,2	2
10	3,0	1,0	10,1	10,5	61,3	1,5	-	3,1	4,4	5,2	2
11	0,7	0,5	17,8	17,5	38,7	2,6	-	3,4	9,1	9,7	2
12	0,4	0,2	22,4	20,9	38,2	2,0	-	2,2	6,4	7,4	2
13	2,0	0,8	16,1	12,1	51,7	1,6	-	3,0	4,6	8,1	2
14	2,4	1,0	15,1	10,1	54,0	1,7	-	2,9	4,4	8,5	2
15	1,8	0,6	15,2	15,7	40,8	3,0	0,3	3,6	8,6	10,5	2
16	4,3	1,0	12,3	13,5	49,8	2,3	0,3	3,1	6,2	7,2	2
17	0,1	0,1	22,7	20,8	24,4	4,0	0,3	3,2	10,6	13,7	2
18	-	0,2	22,1	20,3	21,0	4,1	0,5	3,8	12,8	15,2	2
19	7,3	0,8	12,2	13,4	46,2	2,1	0,2	3,3	6,9	7,6	2
1	1,1	0,3	18,9	19,2	31,8	2,4	-	-	12,4	13,9	4
2	0,3	0,2	22,7	20,6	24,6	2,6	-	-	12,7	16,3	4
3	1,2	0,5	18,1	18,5	36,6	2,0	0,1	-	10,8	12,3	4
4	4,8	0,6	14,3	15,1	36,2	2,5	0,1	6,3	9,9	10,4	4
5	4,2	0,7	14,1	15,2	38,5	2,4	0,1	6,4	9,1	9,5	4
6	4,6	0,6	14,7	15,2	35,7	2,4	0,1	7,1	9,5	10,2	4
7	0,1	0,1	19,9	19,2	18,5	3,7	0,1	9,6	13,4	15,3	4
8	4,8	0,5	14,7	15,2	40,1	1,9	0,1	7,1	7,6	8,1	4
9	1,9	0,3	18,5	18,1	28,9	2,8	0,2	8,4	9,9	11,2	4
10	5,6	0,7	11,9	12,9	41,8	1,9	0,1	9,7	7,6	7,8	4
11	1	0,2	19,8	18,2	21,6	3,4	0,3	8,9	12,5	14,1	4
12	2,5	0,7	13,9	14,7	39,5	3,0	0,2	6,9	9,2	9,4	4
13	1,5	0,3	19,2	18,0	37,5	2,8	0,2	4,6	7,6	8,3	4

A.6 Mikrostruktur des Ausgangsmaterials

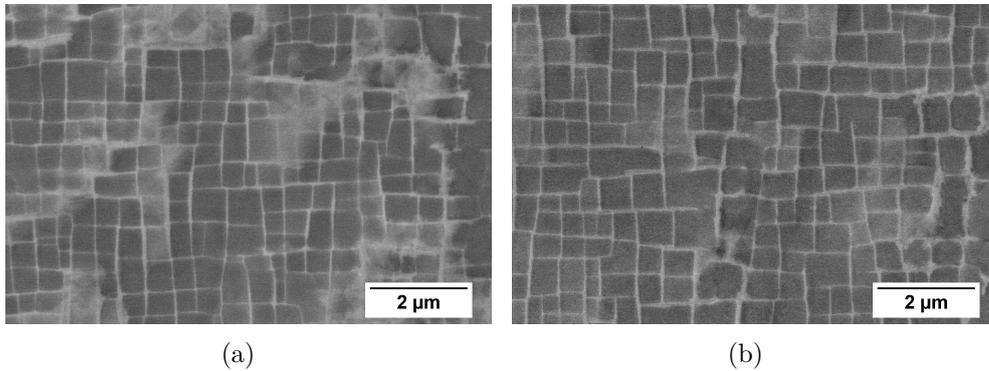


Abbildung A.3.: γ - γ' -Mikrostruktur von ERBO/1C im Ausgangsmaterial im dendritischen (a) und im interdendritischen Bereich (b)

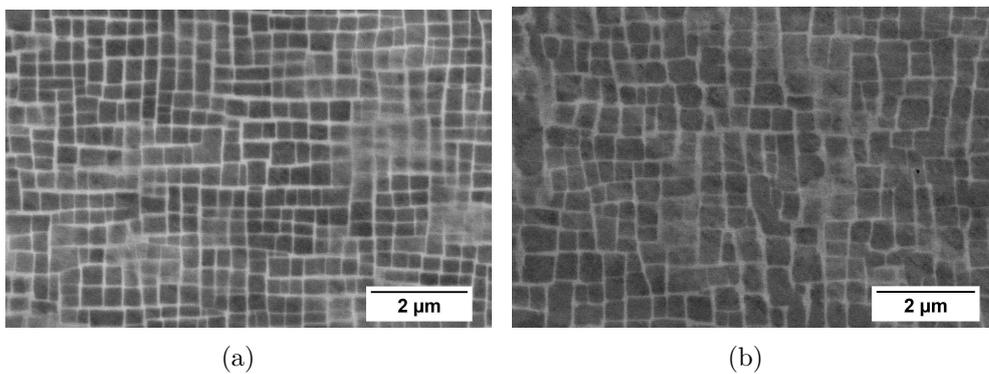


Abbildung A.4.: γ - γ' -Mikrostruktur von ERBO/1-IHT-1 im dendritischen (a) und im interdendritischen Bereich (b)

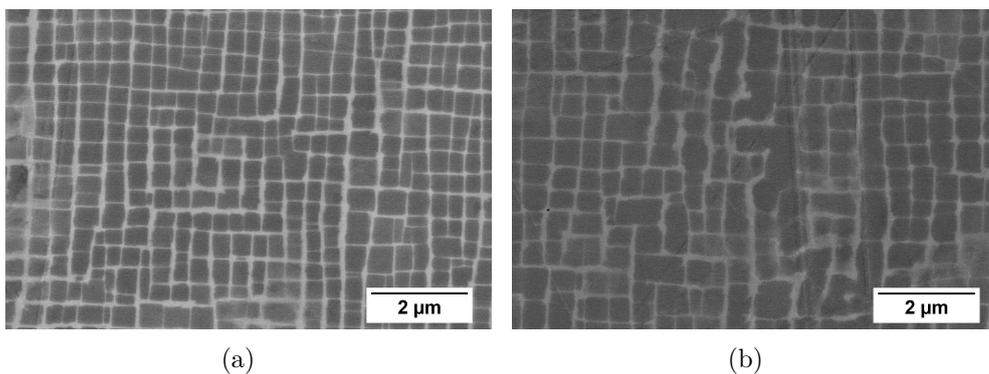


Abbildung A.5.: γ - γ' -Mikrostruktur von ERBO/1-IHT-2 im dendritischen (a) und im interdendritischen Bereich (b)

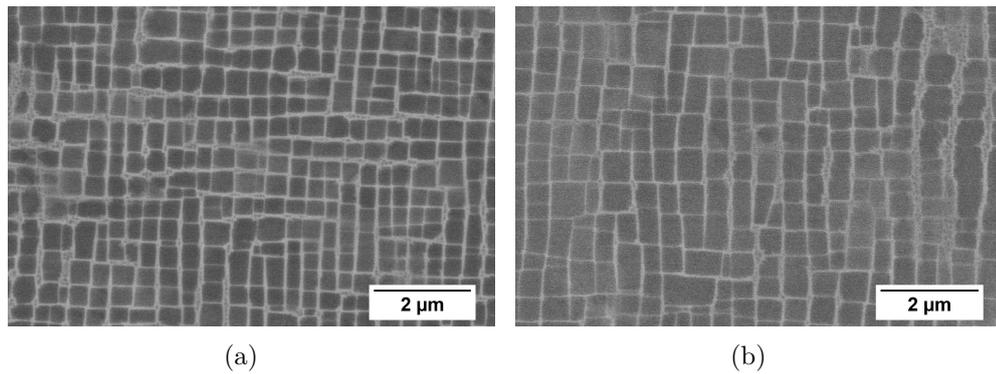


Abbildung A.6.: γ - γ' -Mikrostruktur von ERBO/1-IHT-3 im dendritischen (a) und im interdendritischen Bereich (b)

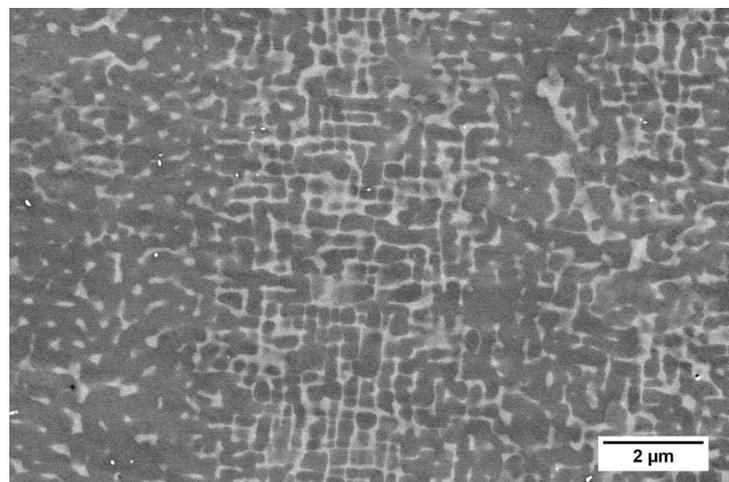


Abbildung A.7.: γ - γ' -Mikrostruktur von einkristallinem as-built CMSX-4® SEBM. Regelmäßig geformte γ - γ' -Mikrostruktur in dendritischen Bereichen (Bildmitte). Unregelmäßig geformte γ - γ' -Mikrostruktur in interdendritischen Bereichen (linker und rechter Bildteil)

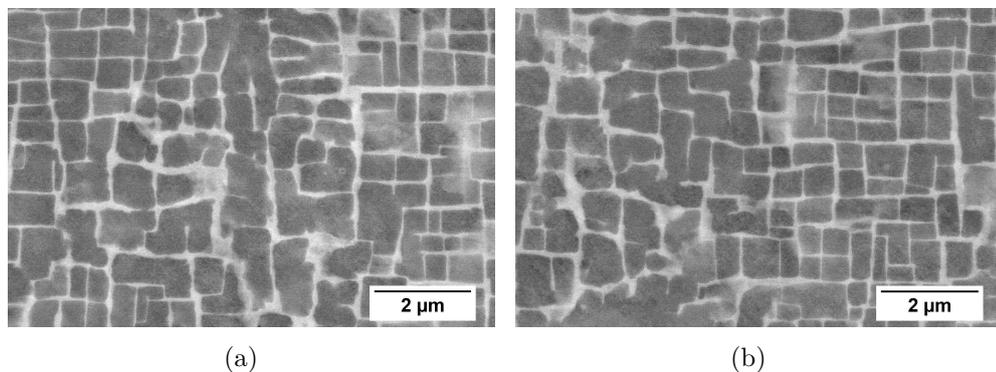


Abbildung A.8.: γ - γ' -Mikrostruktur von einkristallinem wärmebehandeltem CMSX-4® SEBM im dendritischen (a) und im interdendritischen Bereich (b)

B Veröffentlichungen

Auszüge aus der vorliegenden Arbeit wurden in den folgenden Veröffentlichungen publiziert:

- C. Körner, M. Ramsperger, C. Meid, D. Bürger, P. Wollgramm, M. Bartsch, G. Eggeler, „Microstructure and Mechanical Properties of CMSX-4 Single Crystals Prepared by Additive Manufacturing“, Metallurgical and Materials Transactions A, 49(9) (2018) pp. 3781-3792.
- B. Ruttert, C. Meid, L. M. Mujica Roncery, I. Lopez-Galilea, M. Bartsch, W. Theisen, „Effect of porosity and eutectics on the high-temperature low-cycle fatigue performance of a nickel-base single-crystal superalloy“, Scripta Materialia, 155 (2018) pp. 139-143
- C. Meid, U. Waedt, A. Subramaniam, J. Wischek, P. Terberger, R. Vaßen, M. Bartsch, „Miniaturization of low cycle fatigue testing of single crystal superalloys at high temperature for uncoated and coated specimens“, akzeptiert zur Veröffentlichung in Material Science and Engineering Technology
- C. Meid, A. Subramaniam, M. Eggeler, A. Kostka und M. Bartsch, „Crack initiation and propagation in a single crystal superalloy with respect to TCP phase formation during low cycle fatigue“, Proceedings of the Eighth International Conference on Low Cycle Fatigue (2017) pp. 29-34
- C. Meid, M. Eggeler, P. Watermeyer, A. Kostka, T. Hammerschmidt, R. Drautz, G. Eggeler, M. Bartsch, „Influence of stress on TCP phase formation during high temperature low cycle fatigue loading of the single-crystal Ni-base superalloy ERBO/1“, eingereicht in Acta Materialia

Lebenslauf

Beruflicher Werdegang

- 11/2018–heute **Projektleiterin**
Schmidt + Clemens GmbH + Co. KG, Lindlar
- 05/2012–10/2018 **Wissenschaftliche Mitarbeiterin**
Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt Köln,
Institut für Werkstoffforschung,
Abteilung für Experimentelle und Numerische Methoden

Bildungsgang

- 03/2010–07/2012 **Masterstudium Maschinenbau; Vertiefungsrichtung Werkstoff-Engineering**
Abschluss: M. Sc.
Ruhr-Universität Bochum
- 07/2005–03/2010 **Duales Studium Maschinenbau; Vertiefungsrichtung Betriebs-technik**
Abschluss: B. Eng.
Hochschule Koblenz
- 07/2005–01/2009 **Ausbildung zur Industriemechanikerin**
im Rahmen des Dualen Studiums
ThyssenKrupp Rasselstein AG
- 03/2005 **Allgemeine Hochschulreife**
Privates Gymnasium der Ursulinen Calvarienberg Ahrweiler

Köln, den 31. Januar 2019