



FAU Studien Materialwissenschaft und Werkstofftechnik 25

**Nicklas Volz**

Mikrostrukturelle, chemische und thermomechanische Einflussfaktoren auf die Verformungsmechanismen und mechanischen Eigenschaften von einkristallinen Co-Basis-Superlegierungen



Nicklas Volz

Mikrostrukturelle, chemische und thermomechanische  
Einflussfaktoren auf die Verformungsmechanismen und  
mechanischen Eigenschaften von einkristallinen  
Co-Basis-Superlegierungen

**FAU Studien**

**Materialwissenschaft und Werkstofftechnik**

**Band 25**

Herausgeber der Reihe:

Prof. Dr. rer. nat. Mathias Göken

Nicklas Volz

**Mikrostrukturelle, chemische und  
thermomechanische Einflussfaktoren  
auf die Verformungsmechanismen  
und mechanischen Eigenschaften von  
einkristallinen Co-Basis-Superlegierungen**

Erlangen  
FAU University Press  
2023

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek:  
Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in  
der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Da-  
ten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Bitte zitieren als

Volz, Nicklas. 2023. *Mikrostrukturelle, chemische und thermomechanische Einflussfaktoren auf die Verformungsmechanismen und mechanischen Eigenschaften von einkristallinen Co-Basis-Superlegierungen*. FAU Studien Materialwissenschaft und Werkstofftechnik Band 25. Erlangen: FAU University Press. DOI: 10.25593/978-3-96147-662-6.

Das Werk, einschließlich seiner Teile, ist urheberrechtlich geschützt. Die Rechte an allen Inhalten liegen bei ihren jeweiligen Autoren. Sie sind nutzbar unter der Creative-Commons-Lizenz BY.

Der vollständige Inhalt des Buchs ist als PDF über den OPUS-Server der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg abrufbar: <https://opus4.kobv.de/opus4-fau/home>

Verlag und Auslieferung:  
FAU University Press, Universitätsstraße 4, 91054 Erlangen

Druck: docupoint GmbH

ISBN: 978-3-96147-661-9 (Druckausgabe)  
eISBN: 978-3-96147-662-6 (Online-Ausgabe)  
ISSN: 2197-2575  
DOI: 10.25593/978-3-96147-662-6

**Mikrostrukturelle, chemische und  
thermomechanische Einflussfaktoren auf die  
Verformungsmechanismen und  
mechanischen Eigenschaften von  
einkristallinen Co-Basis-Superlegierungen**

Der Technischen Fakultät  
der Friedrich-Alexander-Universität  
Erlangen-Nürnberg

zur  
Erlangung des Doktorgrades Dr.-Ing.

vorgelegt von

Nicklas Volz, M.Sc.

aus Aschaffenburg

Als Dissertation genehmigt  
von der Technischen Fakultät  
der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg

Tag der mündlichen

Prüfung: 03.03.2023

Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. Mathias Göken

Prof. Dr.-Ing. Gunther Eggeler

# Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurden mikrostrukturelle, chemische und thermomechanische Einflussfaktoren auf die mechanischen Eigenschaften von einkristallinen Co-Basis-Superlegierungen untersucht. Dafür wurden systematische Untersuchungen durchgeführt und die zu charakterisierenden Einflussfaktoren sukzessive variiert, sodass ein Einflussfaktor möglichst isoliert von anderen betrachtet werden konnte.

Bei der Untersuchung einer Legierungsserie, bei der nur der  $\gamma'$  Ausscheidungsvolumenanteil, aber nicht die Phasenzusammensetzung variiert, wurde herausgefunden, dass der Härtingsbeitrag mit zunehmendem Ausscheidungsanteil steigt. Die Druck- und Druckkriechfestigkeit nimmt mit steigendem  $\gamma'$  Gehalt zu und erreicht sogar Festigkeitsbeiträge, die mit Ni-Basis-Superlegierungen vergleichbar sind. Dabei nimmt die Stabilität der zweiphasigen Mikrostruktur allerdings ab. An zwei multinären Legierungen wurde herausgefunden, dass die Größe der  $\gamma'$  Ausscheidungen einen signifikanten Einfluss auf die Kriechfestigkeit hat, deren Form und die Anordnung aber eher eine untergeordnete Rolle für das Verformungsverhalten spielen. Bei einer genaueren Charakterisierung des Kriechverhaltens mit doppeltem Dehnratenminimum wurde festgestellt, dass die gerichtete Vergrößerung einen großen Einfluss auf die Ausprägung und Lage der Minima hat, aber auch die Verformungsmechanismen und Segregation von Elementen an Planardefekte nicht außer Acht gelassen werden dürfen. So konnte die Lage der beiden Minima auch mit der Bildung unterschiedlicher Planardefekte korreliert werden. Zusätzlich wurden erste grundlegende Studien zur Zug-Druck-Asymmetrie unter Kriechbelastung in einem großen Temperaturbereich durchgeführt. Hier zeigte sich, dass die Unterschiede bei allen untersuchten Parametern verschieden stark ausgeprägt sind, eine Asymmetrie aber immer auftritt. Zuletzt wurde der Einfluss der Basiselemente Co und Ni auf die Verformungseigenschaften untersucht. Eine Legierungsserie mit systematisch variiertem Anteil an diesen beiden Elementen zeigte bei 900 °C deutlich bessere Kriecheigenschaften auf der Ni-reichen Seite, was nach Abwägung verschiedener potentieller Härtingsbeiträge auf die sich stark ändernden Verformungsmechanismen in diesem Legierungssystem zurückzuführen ist. Eine Charakterisierung der verformten Proben im Transmissionselektronenmikroskop zeigte die Vielfalt an auftretenden Mechanismen in Abhängigkeit des Co/Ni-Verhältnisses, die

von Stapelfehlern auf der Ni-reichen Seite bis hin zu ausgedehnten Antiphasengrenzflächen in den Co-reichen Legierungen reicht.

Die gewonnenen Erkenntnisse konnten genutzt werden, um das Verständnis des plastischen Verformungsverhaltens von einkristallinen Co-Basis-Superlegierungen zu erweitern und neue Optimierungsansätze auszuarbeiten.

# Summary

The scope of this work was to investigate microstructural, chemical and thermomechanical influences on the mechanical properties of single crystalline Co-based superalloys. All investigations were carried out systematically by varying one feature gradually to characterize one specific influencing factor isolated from others.

The investigation of an alloy series with varying precipitate fraction but similar phase compositions revealed that the strengthening contribution of the  $\gamma'$  phase increases with increasing volume fraction. The compressive and compressive creep strength is improved in a way that it is comparable to conventional Ni-based superalloys, however, the stability of the two-phase microstructure is diminished. Two multinary Co-base superalloys showed that the initial  $\gamma'$  size has a significant influence on the creep properties, whereas the shape and arrangement of the precipitates do not play a major role. It was confirmed that the directional coarsening of the  $\gamma'$  phase significantly influences the double minimum creep behavior, however, also the importance of the deformation mechanisms and segregation to planar defects was shown. Therefore, the appearance of the minima could clearly be correlated to the formation of different planar defect configurations. Additionally, a preliminary study on the tension-compression asymmetry during creep was conducted over a large temperature range. It was found that the asymmetry is pronounced differently at every temperature, however, differences between tensile and compressive creep appear at all conditions. Furthermore, the influence of the base elements Co and Ni on the deformation mechanisms was investigated. An alloy series with gradually varying base element content exhibited significantly better creep properties in the Ni-rich alloys. After evaluating and discussing different strengthening contributions, the changing deformation mechanisms are mainly responsible for this observations. The characterization of deformed samples using a transmission electron microscope revealed a variety of occurring mechanisms according to the Co/Ni content, ranging from superlattice stacking faults on the Ni-rich side to extended antiphase boundaries in the Co-rich alloys.

These results helped to achieve a better understanding of the plastic deformation behavior of Co-base superalloys and to develop new design criteria for future alloy development.



# Eigene Publikationen

Einige Ergebnisse und Abbildungen dieser Dissertation sind bereits in den folgenden Publikationen veröffentlicht worden:

- [1] M. Köbrich, A. Förner, N. Volz, C. Zenk, S. Fries, M. Göken, and S. Neumeier: Influence of Refractory and Platinum Group Metals on the Microstructure and Thermo-Physical Properties of Co-Al-W-based Superalloys. In: *Journal of Alloys and Compounds* 947 (2023), 169542.
- [2] N. Volz, C. Zenk, N. Karpstein, M. Lenz, E. Spiecker, M. Göken, and S. Neumeier: Creep Properties and Deformation Mechanisms of Single-Crystalline  $\gamma'$ -Strengthened Superalloys in Dependence of the Co/Ni Ratio. In: *Philosophical Magazine* 102.8 (2022), 718–744.
- [3] A. Bezold, N. Volz, M. Lenz, N. Karpstein, C. Zenk, E. Spiecker, M. Göken, and S. Neumeier: Quantification of the Temperature-Dependent Evolution of Defect Structures in a CoNi-base Superalloy. In: *Acta Materialia* 227 (2022), 117702.
- [4] B. Wahlmann, J. Bandorf, N. Volz, A. Förner, J. Pröbstle, K. Multerer, M. Göken, M. Markl, S. Neumeier, and C. Körner: Numerical Design of CoNi-Base Superalloys With Improved Casting Structure. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* (2022).
- [5] T. Gaag, N. Ritter, A. Peters, N. Volz, D. Gruber, S. Neumeier, C. Zenk, and C. Körner: Improving the Effectiveness of the Solid-Solution-Strengthening Elements Mo, Re, Ru and W in Single-Crystalline Nickel-Based Superalloys. In: *Metals* 11.11 (2021), 1707.
- [6] N. Volz, F. Xue, C. Zenk, A. Bezold, S. Gabel, A. Subramanyam, R. Drautz, T. Hammerschmidt, S. Makineni, B. Gault, M. Göken, and S. Neumeier: Understanding Creep of a Single-Crystalline Co-Al-W-Ta Superalloy by Studying the Deformation Mechanism, Segregation Tendency and Stacking Fault Energy. In: *Acta Materialia* 214 (2021), 117019.
- [7] N. Volz, F. Xue, A. Bezold, C. H. Zenk, S. G. Fries, J. Schreuer, S. Neumeier, and M. Göken: Design of a Co-Al-W-Ta Alloy Series with Varying  $\gamma'$  Volume Fraction and Their Thermophysical Properties. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 52.9 (2021), 3931–3944.

- [8] A. Bezold, N. Volz, M. Lenz, C. Zenk, E. Spiecker, M. Mills, M. Göken, and S. Neumeier: Yielding Behavior of a Single-Crystalline  $\gamma'$ -Strengthened Co-Ti-Cr Superalloy. In: *Scripta Materialia* 200 (2021), 113928.
- [9] S. Zomorodpoosh, N. Volz, S. Neumeier, and I. Roslyakova: Application of Change-Point Analysis to the Selection of Representative Data in Creep Experiments. In: *Journal of Physics Communications* 4.7 (2020), 075024.
- [10] C. H. Zenk, N. Volz, C. Zenk, P. J. Felfer, and S. Neumeier: Impact of the Co/Ni-Ratio on Microstructure, Thermophysical Properties and Creep Performance of Multi-Component  $\gamma'$ -Strengthened Superalloys. In: *Crystals* 10.11 (2020), 1058.
- [11] C. H. Zenk, N. Volz, A. Bezold, L.-K. Huber, Y. M. Eggeler, E. Spiecker, M. Göken, and S. Neumeier: *The Effect of Alloying on the Thermophysical and Mechanical Properties of Co-Ti-Cr-Based Superalloys*. In: *Superalloys 2020*. Ed. by S. Tin, M. Hardy, J. Clews, J. Cormier, Q. Feng, J. Marcin, C. O'Brien, and A. Suzuki. Cham: Springer International Publishing, 2020, 909–919.
- [12] N. Volz, C. H. Zenk, T. Halvaci, K. Matuszewska, S. Neumeier, and M. Göken: *Castability and Recrystallization Behavior of  $\gamma'$ -Strengthened Co-Base Superalloys*. In: *Superalloys 2020*. Ed. by S. Tin, M. Hardy, J. Clews, J. Cormier, Q. Feng, J. Marcin, C. O'Brien, and A. Suzuki. Cham: Springer International Publishing, 2020, 901–908.
- [13] D. Kubacka, Y. M. Eggeler, N. Volz, S. Neumeier, and E. Spiecker: *Using Rapid Thermal Annealing for Studying Early Stages of High-Temperature Oxidation of Superalloys*. In: *Superalloys 2020*. Ed. by S. Tin, M. Hardy, J. Clews, J. Cormier, Q. Feng, J. Marcin, C. O'Brien, and A. Suzuki. Cham: Springer International Publishing, 2020, 763–770.
- [14] D. Hausmann, C. Solís, L. Freund, N. Volz, A. Heinemann, M. Göken, R. Gilles, and S. Neumeier: Enhancing the High Temperature Strength of a Co-Base Superalloy by Optimizing the  $\gamma/\gamma'$  Microstructure. In: *Metals* 10.3 (2020).
- [15] A. Bezold, N. Volz, F. Xue, C. H. Zenk, S. Neumeier, and M. Göken: On the Precipitation-Strengthening Contribution of the Ta-Containing  $\text{Co}_3(\text{Al,W})$ -Phase to the Creep Properties of  $\gamma/\gamma'$

- Cobalt-Base Superalloys. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 51.4 (2020), 1567–1574.
- [16] M. Lenz, Y. M. Eggeler, J. Müller, C. H. Zenk, N. Volz, P. Wollgramm, G. Eggeler, S. Neumeier, M. Göken, and E. Spiecker: Tension/Compression Asymmetry of a Creep Deformed Single Crystal Co-base Superalloy. In: *Acta Materialia* 166 (2019), 597–610.
- [17] N. Volz, C. H. Zenk, R. Cherukuri, T. Kalfhaus, M. Weiser, S. K. Makineni, C. Betzing, M. Lenz, B. Gault, S. G. Fries, J. Schreuer, R. Vaßen, S. Virtanen, D. Raabe, E. Spiecker, S. Neumeier, and M. Göken: Thermophysical and Mechanical Properties of Advanced Single Crystalline Co-base Superalloys. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 49.9 (2018), 4099–4109.
- [18] C. Zenk, S. Neumeier, M. Kolb, N. Volz, S. G. Fries, O. Dolotko, I. Povstugar, D. Raabe, and M. Göken: *The Role of the Base Element in  $\gamma/\gamma'$  Strengthened Cobalt-Nickel Base Superalloys*. In: *Superalloys 2016*. Ed. by M. Hardy, E. Huron, U. Glatzel, B. Griffin, B. Lewis, C. M. Rae, V. Seetharaman, and S. Tin. Warrendale PA: The Minerals, Metals & Materials Society, 2016, 971–980.
- [19] T. Schneider, J. Moffitt, N. Volz, D. Müller, and J. Karl: Long-Term Effects of Ilmenite on a Micro-Scale Bubbling Fluidized Bed Combined Heat and Power Pilot Plant for Oxygen Carrier Aided Combustion of Wood. In: *Applied Energy* 314 (2022), 118953.



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Motivation</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Wissenschaftliche Grundlagen</b>	<b>3</b>
2.1	Aufbau ausscheidungsgehärteter Superlegierungen	3
2.1.1	$\gamma/\gamma'$ Mikrostruktur	3
2.1.2	Einfluss verschiedener Legierungselemente	6
2.2	Plastische Verformung von Superlegierungen	9
2.2.1	Planardefekte in der $L_2$ Struktur	9
2.2.2	Verformungsverhalten bei erhöhten Temperaturen	16
2.3	Quantifizierung von Festigkeitsbeiträgen	25
2.3.1	Schwellenspannungskonzept	25
2.3.2	Mischkristallhärtung	28
<b>3</b>	<b>Experimentelle Methoden</b>	<b>31</b>
3.1	Legierungszusammensetzungen	31
3.2	Herstellung der Einkristalle	36
3.3	Einstellung der Ausscheidungsmikrostruktur	36
3.4	Mikrostrukturcharakterisierung	39
3.4.1	Rasterelektronenmikroskopie	39
3.4.2	Transmissionselektronenmikroskopie	39
3.4.3	Quantitative Mikrostrukturanalyse	40
3.5	Mechanische Charakterisierung	42
3.5.1	Korrektur der Probenorientierung	42
3.5.2	Druckversuche	43
3.5.3	Kriechversuche	44
<b>4</b>	<b>Härtungsbeitrag der Ausscheidungsphase</b>	<b>47</b>
4.1	Fließspannung	54
4.2	Kriechbeständigkeit	58
<b>5</b>	<b>Diskontinuierliches Verfestigungsverhalten</b>	<b>69</b>
<b>6</b>	<b>Einfluss der Ausscheidungsmorphologie</b>	<b>83</b>
6.1	Ausscheidungsgröße	83
6.2	Form und Anordnung	90
<b>7</b>	<b>Kriechverformung mit doppeltem Dehnratenminimum</b>	<b>97</b>
7.1	Einfluss der Spannung	97

7.2	Auswirkungen einer Temperaturänderung . . . . .	102
<b>8</b>	<b>Zug-Druck-Asymmetrie unter Kriechbelastung . . . . .</b>	<b>113</b>
8.1	ERBOCo-1 . . . . .	113
8.2	ERBOCo-2Ta . . . . .	122
<b>9</b>	<b>Rolle der Basiselemente Co und Ni . . . . .</b>	<b>127</b>
9.1	Auswirkungen auf das Verformungsverhalten . . . . .	129
9.2	Einfluss von Chrom in Abhängigkeit des Co/Ni-Verhältnisses . . . . .	146
<b>10</b>	<b>Schlussfolgerungen . . . . .</b>	<b>157</b>
<b>11</b>	<b>Ausblick . . . . .</b>	<b>165</b>
<b>Anhang</b>	<b>. . . . .</b>	<b>167</b>
A	Kriechversuche VF60 . . . . .	167
B	Druckversuche NCX <sub>8Cr</sub> . . . . .	169
C	Kriechversuche NCX <sub>8Cr</sub> . . . . .	172
D	Druckversuche NCX <sub>0Cr</sub> . . . . .	175
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>. . . . .</b>	<b>177</b>

# Abkürzungs- und Formelzeichenverzeichnis

## Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Beschreibung
APB	Antiphasengrenzfläche (von engl. <i>antiphase boundary</i> )
APT	Atomsondentomographie (von engl. <i>atom probe tomography</i> )
ASA	Defektkonfiguration aus APB-SISF-APB
BSD	Detektor für Rückstreuелектронен (von engl. <i>backscattered electron detector</i> )
CDF	TEM-Dunkelfeldaufnahme mit zentrierter Blende (von engl. <i>centered dark field</i> )
CESF	komplexer extrinsischer Stapelfehler (von engl. <i>complex extrinsic stacking fault</i> )
CISF	komplexer intrinsischer Stapelfehler (von engl. <i>complex intrinsic stacking fault</i> )
CSF	komplexer Stapelfehler (von engl. <i>complex stacking fault</i> )
DADF	TEM-Dunkelfeldaufnahme mit verschobener Blende (von engl. <i>displaced aperture dark field</i> )
EBSD	Elektronenrückstreubeugung (von engl. <i>electron backscattered diffraction</i> )
ECCI	Bildgebungsverfahren im Rasterelektronenmikroskop das den Tunneleffekt von Elektronen nutzt (von engl. <i>electron channeling contrast imaging</i> )
EDX	energie-dispersive Röntgenspektroskopie (von engl. <i>energy-dispersive X-ray spectroscopy</i> )
FAU	Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg

---

<b>Abkürzung</b>	<b>Beschreibung</b>
hdp	hexagonal dichtest gepackt (Kristallstruktur)
kfz	kubisch flächenzentriert (Kristallstruktur)
KWL	Kear-Wilsdorf-Lock (Defektkonfiguration)
LBR	Lagneborg-Bergman-Reppich Modell
MPIE	Max-Planck-Institut für Eisenforschung
REM	Rasterelektronenmikroskop
RUB	Ruhr-Universität Bochum
SESF	superextrinsischer Stapelfehler
SF	Stapelfehler
SFB/TR103	Sonderforschungsbereich Transregio 103
SISF	superintrinsischer Stapelfehler
STEM	Rastertransmissionselektronenmikroskop (von engl. <i>scanning transmission electron microscopy</i> )
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
WTM	Lehrstuhl für Werkstoffkunde und Technologie der Metalle

---

## Formelzeichenverzeichnis

Symbol	Einheit	Beschreibung
$a_\gamma$	nm	Gitterparameter der $\gamma$ Phase
$a_{\gamma'}$	nm	Gitterparameter der $\gamma'$ Phase
$a_w$	nm	Kantenlänge des volumenäquivalenten Würfels
$\beta_i$	MPa/at.% <sup>2/3</sup>	Mischkristallhärtungskonstante des Elements $i$
$c_{\gamma,i}$	at.%	Konzentration des Element $i$ in der $\gamma$ Phase
$c_{\gamma',i}$	at.%	Konzentration des Element $i$ in der $\gamma'$ Phase
$\delta$	–	Gitterfehlpassung
$\delta_i$	–	Gitterparameterkonstante des Elements $i$
$\dot{\epsilon}$	s <sup>-1</sup>	Dehn-/Kriechnrate
$\dot{\epsilon}_{II}$	s <sup>-1</sup>	Dehn-/Kriechnrate im sekundären Kriechbereich
$\dot{\epsilon}_{min}$	s <sup>-1</sup>	minimale Kriechnrate
$\eta_i$	–	Schubmodulkonstante des Elements $i$
$\eta$	–	Formfaktor
$f_{\gamma'}$	%	Volumenanteil der $\gamma'$ Phase
$k_i^{\gamma'/\gamma}$	–	Verteilungskoeffizient des Elements $i$
$k$	J K <sup>-1</sup>	Boltzmann–Konstante
$l_i$	nm	Länge der Linie $i$ im $\gamma$ Kanal
$\mu_i$	GPa	Schubmodul des Elements $i$
$n$	–	Spannungsexponent
$n_M$	–	Spannungsexponent der reinen Matrixphase
$P_{AB}$	–	Periodizität
$Q$	kJ mol <sup>-1</sup>	Aktivierungsenergie
$Q_{SD}$	kJ mol <sup>-1</sup>	Aktivierungsenergie für Selbstdiffusion
$R_{p0.2}$	MPa	Fließspannung bei 0.2 % plastischer Dehnung

<b>Symbol</b>	<b>Einheit</b>	<b>Beschreibung</b>
$R$	$\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$	universelle Gaskonstante
$r_i$	nm	Gitterparameter des Elements $i$
$\sigma$	MPa	Spannung
$\sigma_p$	MPa	Härtungsbeitrag der $\gamma'$ Ausscheidungen (auch: Schwellenspannung)
$\sigma_{p,Druck}$	MPa	Härtungsbeitrag der $\gamma'$ Ausscheidungen bestimmt aus Druckversuchen
$\sigma_{ss}$	MPa	Mischkristall-Härtungsbeitrag
$T$	°C	Temperatur
$T_{AB}$	–	Tetris-Faktor
$V_{app}$	$\text{cm}^3/\text{mol}$	scheinbares Aktivierungsvolumen

# 1 Motivation

Superlegierungen gehören zu den Schlüsselmaterialien in den Turbinen von Flugzeugtriebwerken oder stationären Gasturbinen [1]. Sie werden dort in den heißesten Bereichen als Turbinenschaufeln oder -scheiben eingesetzt. Besonders ihre exzellente Widerstandsfähigkeit gegen mechanische Belastungen und korrosive Umgebungen, auch bei Temperaturen, die verhältnismäßig nahe am Schmelzpunkt liegen, qualifiziert diese Legierungsklasse für solche anspruchsvollen Einsatzgebiete [2]. Mit Hilfe von aufwendigen Kühlsystemen und Wärmedämmschichten können Superlegierungen sogar bei Umgebungstemperaturen deutlich über ihrem Schmelzpunkt eingesetzt werden [1]. Die hohen Betriebstemperaturen in Turbinen sind notwendig, da der Wirkungsgrad mit der sogenannten Gaseintrittstemperatur korreliert. Das bedeutet, dass die Turbine effizienter arbeitet, je höher die Betriebstemperatur ist.

In der Theorie klingt das einfach und impliziert, dass zum Beispiel die Einsparung von Treibstoff und somit von CO<sub>2</sub>-Emissionen in neuen Flugzeugtriebwerken leicht zu erreichen sind. Allerdings haben die verwendeten Materialien ihr Einsatztemperatur-Limit erreicht und höhere Temperaturen sind mit kommerziellen Legierungen aktuell kaum realisierbar [3]. Um die Luftfahrt schadstoffärmer und umweltfreundlicher zu gestalten, gibt es natürlich verschiedene Wege. Generell wäre ein Umstieg auf ein komplett neues, eventuell elektrisches Antriebssystem denkbar. Allerdings ist dies laut aktuellen Studien ausschließlich für Flugzeuge mit kleiner Reichweite realisierbar. Aber auch der Einsatz von synthetischen und nicht fossilen Treibstoffen wird aktuell in verschiedenen Branchen entwickelt und geprüft. Im Hinblick auf Flugzeugtriebwerke wäre auch eine Weiterentwicklung zu höheren Gaseintrittstemperaturen möglich, um die Effizienz der aktuellen Modelle weiter zu steigern.

Um höhere Betriebstemperaturen realisieren zu können, ist auch hier entweder die Entwicklung neuer Legierungen oder die Weiterentwicklung bestehender Systeme denkbar. In aktuellen Triebwerken kommen vor allem kommerzielle Ni-Basis-Superlegierungen als Turbinenschaufeln und -scheiben zum Einsatz. Diese Legierungsklasse wird schon seit Jahrzehnten erforscht und konnte in dieser Zeit stetig verbessert werden [2]. Die Ni-Basis-Superlegierungen erhalten ihre außerordentlichen Hochtemperaturfestigkeiten aufgrund der sogenannten Ausscheidungshärtung. Die Festigkeit wird also durch die Bildung einer intermetallischen Phase in einer Mischkristall-Matrix erreicht. Das Basissystem

bildet dabei die Ni-reiche Seite des Phasendiagramms Ni-Al und es bilden sich Ausscheidungen mit der Stöchiometrie  $\text{Ni}_3\text{Al}$ . Im Jahr 2006 gelang es einer Forschergruppe eine ähnliche Mikrostruktur im Co-Al-W System einzustellen [4]. Hier bilden sich  $\text{Co}_3(\text{Al},\text{W})$  Ausscheidungen im ungeordneten Mischkristall [4]. Schnell war die Idee geboren, neue Superlegierungen auf Co-Basis zu entwickeln, da sich die Elemente Co und Ni aufgrund ihrer Nähe im Periodensystem physikalisch sehr ähnlich sind, Co allerdings einen um ca.  $40\text{ }^\circ\text{C}$  höheren Schmelzpunkt aufweist. Ziel war es demnach, neue Superlegierungen mit höheren Schmelzpunkten, aber identischen Festigkeiten zu designen.

Allerdings wurde nach und nach klar, dass trotz vieler Gemeinsamkeiten zwischen Ni- und Co-Basis-Superlegierungen auch einige Unterschiede und Probleme auftauchen. Zum Beispiel zeigten die ersten Co-Basis-Superlegierungen deutlich geringere Solvustemperaturen der Ausscheidungsphase [5] oder schlechtere Oxidationseigenschaften [6]. Dennoch sind Co-Basis-Superlegierungen bis heute ein weltweites Forschungsthema und ihre Eigenschaften konnten sukzessive verbessert werden [7–12]. So zeigen zum Beispiel polykristalline Co-Basis-Superlegierungen hervorragende mechanische Eigenschaften [7, 13]. Zusätzlich trägt die Untersuchung von Co-Basis-Superlegierungen zum fundamentalen Verständnis von Ni-Basis-Superlegierungen bei und unterstützt somit auch deren Weiterentwicklung und Optimierung.

Besonders bei der Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften und der Verformungsmechanismen sind deutliche Unterschiede zwischen Co- und Ni-Basis-Superlegierungen gefunden worden [13–15]. Um die Grundlagen der plastischen Verformung von Co-Basis-Superlegierungen noch besser zu verstehen, sollen im Rahmen dieser Arbeit unterschiedlichste Einflussparameter auf die mechanischen Eigenschaften untersucht und eine Korrelation mit den auftretenden Verformungsmechanismen hergestellt werden. Zu diesen Einflussfaktoren zählen zum Beispiel die Variation der Ausgangsmikrostruktur, die Versuchstemperatur und -spannung, die Belastungsrichtung oder der Gehalt des Basiselements. Dabei wurden stets systematische Studien entwickelt oder Legierungsserien untersucht, sodass möglichst wenige Parameter verändert werden und ein bestimmter Faktor isoliert von anderen Einflüssen untersucht werden kann.

## 2 Wissenschaftliche Grundlagen

Es existieren unterschiedliche allgemeine Definitionen von Superlegierungen in der Literatur [1, 16–18]. Gemeinsam haben dabei aber alle, dass es sich bei Superlegierungen um Legierungen mit den Basiselementen Nickel, Kobalt oder Eisen handelt, die bei hohen Temperaturen von über 500 °C zum Einsatz kommen und mit ihren herausragenden mechanischen Eigenschaften überzeugen. Grundlage der guten Hochtemperatureigenschaften bildet dabei die einzigartige Mikrostruktur dieser Legierungsklasse. Die Besonderheiten der Mikrostrukturen von Ni- und Co-Basis-Superlegierungen werden deshalb im folgenden Abschnitt herausgestellt und erläutert. Dabei wird außerdem auf die Einflüsse einzelner Legierungselemente eingegangen und das resultierende plastische Verformungsverhalten aufgezeigt.

### 2.1 Aufbau ausscheidungsgehärteter Superlegierungen

Die ausscheidungsgehärteten Superlegierungen besitzen eine komplexe, hierarchische Struktur. Einzelne Legierungselemente bilden ein kristallines Grundgerüst, welches dann die jeweiligen Phasen aufbaut. In welcher Form, Größe und Anordnung diese Phasen im Bauteil vorliegen bestimmt die Herstellung und Wärmebehandlung. Um die chemischen Grundlagen verständlich darzulegen, wird im Folgenden zunächst die sogenannte  $\gamma/\gamma'$  Mikrostruktur beschrieben. Dabei liegt der Fokus auf der Kristallstruktur der einzelnen Phasen. Außerdem wird erklärt, welche chemischen und physikalischen Eigenschaften dieser Strukturen von besonderer Bedeutung sind. Des Weiteren werden die Auswirkungen einzelner Legierungselemente, die im Rahmen dieser Arbeit von besonderem Interesse sind, auf die Mikrostruktur der Superlegierungen aufgezeigt.

#### 2.1.1 $\gamma/\gamma'$ Mikrostruktur

Die besondere Mikrostruktur der ausscheidungsgehärteten Superlegierungen setzt sich aus zwei Phasen zusammen. Würfelförmige oder globulare Ausscheidungen der  $\gamma'$  Phase sind kohärent in eine Matrixphase, die sogenannte  $\gamma$  Phase, eingebettet. Die  $\gamma$  Phase ist eine Mischkristallphase und besitzt eine kubisch flächenzentrierte Kristallstruktur (kfz, engl. fcc für *face-centered cubic*). Dabei werden die Gitterplätze nach

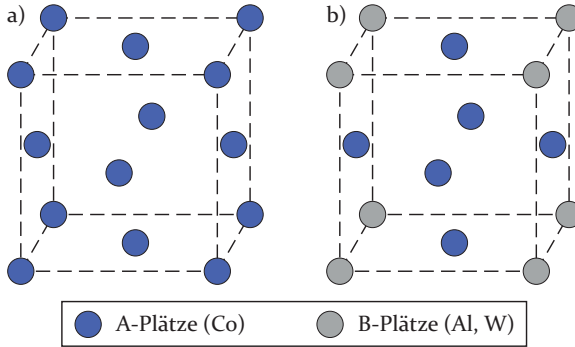


Abbildung 2.1: Einheitszellen der a) kubisch flächenzentrierten und b) L<sub>12</sub> Kristallstrukturen.

einer zufälligen Verteilung von den Legierungselementen besetzt. Als Basis der Ausscheidungshärtung dient auf der Seite der Ni-Basis-Superlegierungen das binäre Phasendiagramm Ni-Al. In diesem ist ein  $\gamma/\gamma'$  Zweiphasengebiet zu finden, in dem die  $\gamma'$  Phase mit der Stöchiometrie Ni<sub>3</sub>Al ausgeschieden wird. Im binären Co-Al Phasendiagramm existiert dieses Zweiphasengebiet nicht. Allerdings wurde vor vergleichsweise kurzer Zeit im ternären Zustandsdiagramm Co-Al-W ein solches  $\gamma/\gamma'$  Gebiet gefunden [4], was nun auch eine ähnliche Ausscheidungshärtung in Co-basierten Superlegierungen erlaubt. Dabei wird die  $\gamma'$  Phase mit der Stöchiometrie Co<sub>3</sub>(Al,W) in der kfz Matrix ausgeschieden. Im Gegensatz zur Mischkristallmatrix ist  $\gamma'$  sowohl in den Ni- als auch den Co-Basis-Superlegierungen eine intermetallische Phase mit einer L<sub>12</sub> Struktur. Das bedeutet, dass die unterschiedlichen Gitterplätze von bestimmten Legierungselementen bevorzugt werden und keine zufällige Verteilung mehr vorliegt. Entsprechend der Stöchiometrie besetzen in Ni<sub>3</sub>Al die Ni-Atome die Seitenmitten (A-Plätze) und die Al-Atome die Ecken (B-Plätze) der kubischen Einheitszelle. Für die Co-Basis-Superlegierungen passiert dies analog, also die Co-Atome besetzen die A-Plätze und Al und W verteilen sich auf den B-Plätzen. Die Kristallstrukturen der kfz Matrix und der L<sub>12</sub> Ausscheidungen in Co-Basis-Superlegierungen sind in Abbildung 2.1 schematisch dargestellt.

In der Regel sind die Ausscheidungen der  $\gamma'$  gehärteten Superlegierungen kohärent in die Matrix eingebettet. Dies ist möglich, da die Gitterparameter der einzelnen Phasen ähnlich sind. Der Gitterparameter beschreibt dabei die Kantenlänge der kubischen Einheitszelle. Der Unter-

schied zwischen den Gitterparametern der  $\gamma$  und der  $\gamma'$  Phase wird als Gitterfehlpassung bezeichnet und entsprechend Gleichung 2.1 berechnet.

$$\delta = 2 \cdot \frac{(a_{\gamma'} - a_{\gamma})}{a_{\gamma'} + a_{\gamma}} \quad (2.1)$$

Eben dieser Tatsache geschuldet, dass die Gitterparameter zwar ähnlich aber nicht identisch sind, die Ausscheidungen aber trotzdem kohärent eingebaut sind, entstehen Verspannungen im Gitter. Da die elastischen Eigenschaften der Superlegierungen stark anisotrop sind, ist es für die Ausscheidungen günstig, eine kubische Form anzunehmen, sodass die Kanten der Ausscheidungen parallel zu den  $\langle 001 \rangle$  Richtungen der Einheitszelle ausgerichtet sind. So wird die elastische Verzerrungsenergie, die aus der Gitterfehlpassung resultiert, reduziert.

Einkristalline Ni-Basis-Superlegierungen weisen in der Regel eine negative Gitterfehlpassung ( $\delta < 0$ ) auf. Das bedeutet, dass der Gitterparameter der Matrix größer ist als der der Ausscheidung. Im Gegensatz dazu zeigt sich bei den meisten Co-Basis-Superlegierungen eine positive Gitterfehlpassung ( $\delta > 0$ ), also ein größerer Gitterparameter der  $\gamma'$  Phase im Vergleich zur  $\gamma$  Phase. Liegt der Betrag der Gitterfehlpassung annähernd bei null ( $\delta \approx 0$ ), ist der Gewinn durch die Einsparung an elastischer Verzerrungsenergie gering und es überwiegt die Minimierung der Oberflächenenergie, sodass sich die Ausscheidungen globular einformen. Falls der Betrag der Gitterfehlpassung zu groß wird, geht die Kohärenz der beiden Phasen verloren und  $\gamma$  und  $\gamma'$  liegen teil- oder inkohärent nebeneinander vor.

Ursache der Gitterfehlpassung ist das Verteilungsverhalten der Legierungselemente, die sich meist bevorzugt in einer der beiden Phasen anreichern. Dieses Verteilungsverhalten kann anhand der jeweiligen Konzentration in der  $\gamma$  ( $c_{\gamma,i}$ ) bzw.  $\gamma'$  ( $c_{\gamma',i}$ ) Phase quantifiziert werden. Der Verteilungskoeffizient ( $k_i^{\gamma'/\gamma}$ ) für jedes Element ( $i$ ) wird entsprechend nach Gleichung 2.2 berechnet.

$$k_i^{\gamma'/\gamma} = \frac{c_{\gamma',i}}{c_{\gamma,i}} \quad (2.2)$$

Entsprechend des Verteilungskoeffizienten werden einzelne Legierungselemente in der Regel als  $\gamma$  oder  $\gamma'$  Bildner bezeichnet, je nachdem in welcher Phase sie sich anreichern. Allerdings ist das Verteilungsverhalten nicht konstant, sondern stark abhängig von der Gesamtzusammensetzung.

zung einer Legierung [10, 19]. So können sich Legierungselemente auch gegenseitig bei ihrer Verteilung zwischen  $\gamma$  und  $\gamma'$  beeinflussen [20].

Neben den beiden Phasen  $\gamma$  und  $\gamma'$  kann eine Vielzahl weiterer intermetallischer Phasen in verschiedenen Superlegierungen beobachtet werden. Die wichtigsten Vertreter sind zum Beispiel die  $\gamma''$  ( $\text{Do}_{22}$ ,  $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ),  $\beta$  ( $\text{B}_2$ ,  $\text{CoAl}$ ),  $\mu$  ( $\text{D8}_5$ ,  $\text{Co}_7\text{W}_6$ ),  $\eta$  ( $\text{Do}_{24}$ ,  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ ) oder  $\chi$  ( $\text{Do}_{19}$ ,  $\text{Co}_3\text{W}$ ) Phasen. Diese Phasen weisen zum Teil sehr komplexe Kristallstrukturen auf, was oft negative Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften hat, da die Duktilität dadurch stark beeinträchtigt werden kann.

## 2.1.2 Einfluss verschiedener Legierungselemente

Ausgehend von den binären bzw. ternären Basislegierungen (Ni-Al und Co-Al-W) können die Eigenschaften der Superlegierungen durch zusätzliche Legierungselemente deutlich optimiert werden. Dabei erfüllt jedes Legierungselement eine bestimmte Aufgabe bzw. verbessert eine spezielle Eigenschaft, sodass am Ende hoch komplexe Legierungen als Bauteil im Einsatz sind. Die Auswirkungen einzelner Legierungselemente auf die Basislegierung sollen im Folgenden aufgezeigt werden.

**Kobalt & Nickel - Co & Ni:** Die beiden Basiselemente Ni und Co ähneln sich in vielen ihrer Eigenschaften. So zeigen zum Beispiel beide eine Dichte von  $8,9 \text{ g/cm}^3$  oder einen Goldschmidt Atomradius von  $125 \text{ pm}$  bzw.  $126 \text{ pm}$  [21]. Ein entscheidender Unterschied liegt im Schmelzpunkt, der für Co mit  $1495^\circ\text{C}$  um  $40^\circ\text{C}$  höher liegt als für Ni mit  $1455^\circ\text{C}$ . Dies stellt die Hauptmotivation bei der Entwicklung von Co-Basis-Superlegierungen dar. Beide Elemente sind bei Raumtemperatur vollständig mischbar, auch wenn bei Ni-Gehalten von weniger als 30% und Temperaturen unterhalb von  $420^\circ\text{C}$  eine Umwandlung der Kristallstruktur von kfz zu hdp stattfindet [22]. Diese kristallographische Umwandlung durchläuft auch reines Co, das seine Gitterstruktur beim Aufheizen über  $450^\circ\text{C}$  von hdp zu kfz ändert. Die Löslichkeit von anderen Legierungselementen ist allerdings in Ni deutlich höher als in Co [23], was mehr Spielraum bei der Legierungsentwicklung erlaubt. Deshalb hat sich Ni auch als nahezu unerlässliches Legierungselement in Co-Basis-Superlegierungen herausgestellt, da es vor allem das  $\gamma/\gamma'$  Zweiphasengebiet deutlich vergrößert [24]. Zusätzlich konnte bereits gezeigt werden, dass die Zugabe von Ni im Co-Al-W System die  $\gamma'$  Solvustemperatur und den  $\gamma'$  Volumenanteil erhöht [24–26]. Ni senkt zudem die Gitterfehlpassung, wenn es zu Co-Al-W hinzulegiert wird [24].

Die Zugabe von Co zu Ni senkt die Stapelfehlerenergie deutlich [27–29], was durch die größere Aufspaltungsweite von Partialversetzungen zu verbesserten Kriecheigenschaften führt [29]. Umgekehrt erhöht die Zugabe von Ni zu Co die Stapelfehlerenergie [17]. Für die Antiphasengrenzflächenenergie wurden für  $\text{Ni}_3\text{Al}$  Werte zwischen  $111 \text{ MJ/m}^2$  und  $250 \text{ MJ/m}^2$  [30, 31] und für  $\text{Co}_3(\text{Al},\text{W})$  Energien zwischen  $146 \text{ MJ/m}^2$  und  $280 \text{ MJ/m}^2$  [32–34] bestimmt. Hier ähneln sich die beiden Verbindungen und konkrete Aussagen, wie sich Ni in Co-Legierungen oder Co in Ni-Legierungen auswirkt, können hier nicht getroffen werden. Eine weitere wichtige Eigenschaft, die sich auf die Kriechfestigkeit auswirkt, ist die Interdiffusion. Im binären Co-Ni-System nimmt der Interdiffusionskoeffizient mit zunehmendem Ni-Gehalt zu [35]. Mögliche Legierungselemente der Superlegierungen diffundieren in reinem Co in der Regel etwas langsamer als in reinem Ni [36–38], was sich vorteilhaft auf die Kriecheigenschaften auswirkt.

**Aluminium - Al:** Wie bereits erläutert, bildet Al zusammen mit den Basiselementen die  $L_{12}$  Phasen  $\text{Ni}_3\text{Al}$  bzw.  $\text{Co}_3(\text{Al},\text{W})$  und ist somit maßgeblich für die Ausbildung der zweiphasigen  $\gamma/\gamma'$  Mikrostruktur verantwortlich. Im Co-Al-W System liegt der Al-Gehalt für die Bildung der  $\gamma'$  Phase bei ca. 9.0 at.%. Zu hohe Al-Anteile führen dabei zur Bildung der B<sub>2</sub> Phase mit der Stöchiometrie CoAl. Ein zu niedriger Gehalt an Al resultiert in der Ausscheidung der  $\text{D}_{019}$  Phase  $\text{Co}_3\text{W}$ . Al reichert sich in Ni-Basis-Legierungen bevorzugt in der  $\gamma'$  Phase an [39], während es in Co-Basis-Legierungen nahezu gleich zwischen  $\gamma$  und  $\gamma'$  verteilt ist [10, 40].

Eine weitere wichtige Aufgabe kommt Al bei der Oxidationsbeständigkeit zu, indem es an der Bildung schützender  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Deckschichten auf der Oberfläche beteiligt ist [16, 41]. Für Co-Basis-Superlegierungen wurde allerdings festgestellt, dass sich trotz des vergleichsweise hohen Al-Gehalts keine kontinuierlichen Deckschichten bilden und die Oxidationsbeständigkeit im Vergleich zu Ni-Basis-Superlegierungen deutlich verringert ist [42].

**Wolfram - W:** Sowohl in Ni- als auch in Co-Basis-Superlegierungen hat Wolfram einen sehr geringen Diffusionskoeffizienten und eignet sich demnach bestens als Mischkristallhärter [36–38, 43]. In Ni-Basis-Superlegierungen ist W in der  $\gamma$  Matrix angereichert [39], während es in Co-Basis-Legierungen die  $\gamma'$  Phase stabilisiert und vermehrt in den Ausscheidungen zu finden ist [40]. Es konnte gezeigt werden, dass ein erhöhter W-Gehalt außerdem die  $\gamma'$  Solvustemperatur und den Aus-

scheidungsvolumenanteil deutlich erhöht, was in besseren Kriecheigenschaften resultiert [44]. Mit seiner Dichte von  $19.3 \text{ g/cm}^3$  bringt eine Erhöhung des W-Gehalts allerdings auch deutliche Nachteile mit sich. Zudem bildet Wolfram zusätzlich zu  $\text{Co}_3(\text{Al,W})$  mit  $\text{L}_{12}$  Struktur auch weitere intermetallische Phasen wie  $\text{Co}_3\text{W}$  mit  $\text{D}_{0_{19}}$  Struktur oder  $\text{Co}_7\text{W}_6$  mit  $\text{D}_{8_5}$  Struktur.

**Chrom - Cr:** In Ni-Basis-Superlegierungen wird das Legierungselement Chrom hauptsächlich für den Oxidations- bzw. Korrosionsschutz hinzulegiert [45, 46]. Cr bildet dabei eine schützende  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  Deckschicht und fördert damit sogar zusätzlich die Bildung einer darunter liegenden  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Schicht [46, 47]. Oberhalb von  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$  bildet sich allerdings das flüchtige Oxid  $\text{CrO}_3$ , sodass hier vorrangig  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -bildende Elemente eingesetzt werden müssen [41, 45]. Auch in Co-Basis-Superlegierungen verbessert Cr die Oxidationsbeständigkeit [42, 48, 49]. Zwar führt die Erhöhung des Cr-Gehaltes auf bis zu 30 wt.% in binären Legierungen zu einer immer weiteren Verbesserung der Oxidationsbeständigkeit [50], allerdings fördern zu hohe Cr-Anteile dann die Bildung unerwünschter, spröder TCP Phasen [51]. Außerdem wurde beobachtet, dass Cr die  $\gamma'$  Solvustemperatur in Co-Basis-Legierungen herabsetzt [25, 52].

**Titan - Ti:** Titan als Legierungselement dient in Ni-Basis, wie auch in Co-Basis-Superlegierungen als  $\gamma'$  Bildner. Ti ist in beiden Legierungstypen stark in der  $\gamma'$  Phase angereichert und erhöht somit den Ausscheidungsvolumenanteil [39, 40]. Zusätzlich bewirkt Ti eine Erhöhung der  $\gamma'$  Solvustemperatur und verbessert somit auch die mechanischen Eigenschaften insbesondere von Co-Al-W-basierten Legierungen [26, 51, 53–55]. Im Ni-Ti-System existiert eine  $\text{D}_{0_{24}}$  Phase mit der Stöchiometrie  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ , die durch ihre meist plattenförmige Morphologie die mechanischen Eigenschaften von Ni-basierten Legierungen verschlechtern kann. Im Co-Ti-System hingegen findet sich eine stabile  $\text{L}_{12}$  Phase mit der Stöchiometrie  $\text{Co}_3\text{Ti}$ , die analog zur  $\text{Co}_3(\text{Al,W})$  Phase zur Festigkeitssteigerung eingesetzt werden kann [56, 57]. Zusätzlich gilt Titan durch seine vergleichsweise geringe Dichte von nur  $4.5 \text{ g/cm}^3$  als vielversprechendes Legierungselement.

**Tantal - Ta:** Das Element Tantal verhält sich in Superlegierungen sehr ähnlich zu den bereits beschriebenen Einflüssen von Titan. Auch Ta gilt als  $\gamma'$  Bildner und ist sowohl in Ni-Basis als auch in Co-Basis-Legierungen stark in  $\gamma'$  angereichert [39, 40, 58]. Von Ooshima und anderen [55] konnte gezeigt werden, dass Ta den größten positiven Effekt auf die

$\gamma'$  Solvustemperatur und den Ausscheidungsvolumenanteil unter den typischen Legierungselementen bewirkt. Es konnte außerdem gezeigt werden, dass das Zulegieren von Ta die mechanischen Eigenschaften von Co-Al-W-Legierungen deutlich verbessern kann [5, 59–61], insbesondere in der Kombination mit Ti [62]. Dabei kann natürlich der erhöhte  $\gamma'$  Volumenanteil, aber auch andere positive Veränderungen durch Ta für die Festigkeitssteigerungen verantwortlich sein. Diese sind zum Beispiel die Vergrößerung der Gitterfehlpassung [25] und der mischkristallhärtende Effekt [38, 63].

## 2.2 Plastische Verformung von Superlegierungen

Die hervorragenden mechanischen Eigenschaften bei hohen Temperaturen sind der entscheidende Faktor für den Einsatz der  $\gamma'$ -gehärteten Superlegierungen in den heißen Bereichen der Flugzeugtriebwerke oder stationären Gasturbinen. Um die mechanischen Eigenschaften aber noch zu verbessern und die Anwendungstemperatur eventuell noch weiter erhöhen zu können, ist es notwendig, das Verformungsverhalten der Co- und Ni-Basis-Superlegierungen zu verstehen. Dabei liegt der Fokus hauptsächlich auf dem Verhalten von Versetzungen in den beiden Phasen  $\gamma$  und  $\gamma'$  und auf der Mikrostrukturevolution unter Last und Temperatur. Deshalb wird in den folgenden Kapiteln zunächst erklärt, welche Defekte im Zusammenhang mit der plastischen Verformung in den ausscheidungsgehärteten Superlegierungen auftreten können und wie sich diese auf die mechanischen Eigenschaften in Druck-, Zug- und Kriechversuchen auswirken. Außerdem wird aufgezeigt, wie die gerichtete Vergrößerung in diesen Legierungen zustande kommt und welche Folgen das für die Superlegierungen hat.

### 2.2.1 Planardefekte in der $L_1_2$ Struktur

Die Erzeugung und Bewegung von Versetzungen ist der grundlegende Mechanismus der plastischen Verformung. Die Versetzungen selbst zählen als 1-dimensionaler Defekt, können aber unter bestimmten Voraussetzungen planare, 2-dimensionale Defekte erzeugen, wenn sie sich durch das Kristallgitter bewegen [64]. Die Entstehung möglicher Planardefekte wird im Folgenden nun genauer beleuchtet. Dabei wird besonders auf die Defekte eingegangen, die bei der Verformung der  $L_1_2$  Struktur auftreten können.

Zunächst ist die Verformung der  $\gamma'$ -gehärteten Superlegierungen in der Regel allerdings in der  $\gamma$  Matrix lokalisiert. Das bedeutet, dass sich soge-

nannte perfekte Versetzungen durch das kfz-Gitter bewegen, die einen Burgersvektor vom Typ  $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle \{111\}$  aufweisen. Um die Versetzungsenergie zu verringern, können diese Matrixversetzungen entsprechend Gleichung 2.3 aufspalten. Dabei bildet sich auch in der  $\gamma$  Phase ein Stapelfehler.

$$a/2\langle \bar{1}01 \rangle \rightarrow a/6\langle \bar{2}11 \rangle + SF + a/6\langle \bar{1}12 \rangle \quad (2.3)$$

Ein Stapelfehler stört die Stapelfolge ...ABCABCABC... der dichtest gepackten (111) Ebenen der kfz Struktur. Dabei werden zwei Arten von Stapelfehlern unterschieden. Wird eine zusätzliche Ebene in das Kristallgitter eingebracht, sodass die Stapelreihenfolge ...ABCAB|A|ABC... lautet, wird von einem extrinsischen Stapelfehler gesprochen. Fehlt eine Gitterebene ergibt sich die Stapelfolge ...ABC||ABC..., was intrinsischer Stapelfehler genannt wird [64].

Eine Besonderheit ergibt sich nun, wenn sich Versetzungen durch die  $\gamma'$  Ausscheidungen mit  $L_{12}$  Struktur bewegen. Aufgrund der geordneten Überstruktur stellt die Abscherung einer Gitterebene um  $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle \{111\}$  in dieser Kristallstruktur keine Gittertranslation mehr da, sondern würde ungünstige nächste Nachbarschaften in der Atomanordnung erzeugen. Stattdessen ist der kürzeste Gittervektor auf einer (111) Ebene, der eine vollständige Translation bewirkt, vom Typ  $a\langle 110 \rangle$ . Der Burgersvektor ist hier also doppelt so lang verglichen mit dem in der  $\gamma$  Matrix. Diese Art von Versetzung wird Superversetzung genannt. Auch weil die Energie einer Versetzung quadratisch mit der Länge des Burgersvektors zunimmt, spalten auch die Versetzungen in der  $L_{12}$  Phase auf. Abbildung 2.2a zeigt, dass hierfür verschiedenste Variationen denkbar sind. Unter der Annahme, dass drei {111} Ebenen ungestört gestapelt sind (Abbildung 2.2b), zeigen die Abbildungen 2.2c, d und e welchen Defekt die Verschiebung der obersten Ebene um die in Abbildung 2.2a gezeigten Burgersvektoren erzeugt.

Spaltet eine Superversetzung in zwei Superpartialversetzungen auf, erzeugt die vorauslaufende Versetzung eine Antiphasengrenzfläche (APB) [68, 69]. In Abbildung 2.2c ist beispielhaft die Verschiebung der obersten Gitterebene um den Burgersvektor  $\frac{a}{2}\langle \bar{1}01 \rangle$  gezeigt. Außerdem sind die ungünstigen Nachbarschaftspositionen durch gestrichelte Linien gekennzeichnet. Hier liegen also gleichartige Atome nebeneinander, während die Stapelreihenfolge hingegen ungestört bleibt. Die Aufspaltungsreaktion entspricht dann Gleichung 2.4.

$$a\langle \bar{1}01 \rangle \rightarrow a/2\langle \bar{1}01 \rangle + APB + a/2\langle \bar{1}01 \rangle \quad (2.4)$$

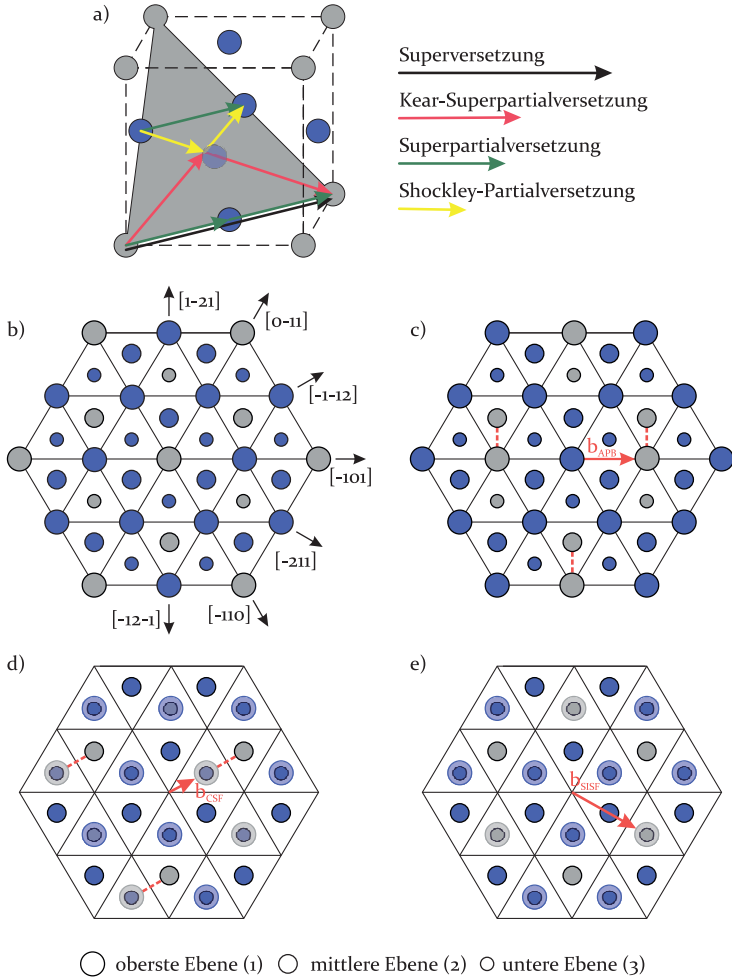


Abbildung 2.2: Entstehung von Planardefekten in der  $L_{12}$  Struktur. a) Mögliche Versetzungsaufspaltungen einer  $a\{101\}\{111\}$  Superverstetzung in der  $L_{12}$  Elementarzelle, b) drei aufeinander gestapelte  $(111)$  Ebenen der ungestörten  $L_{12}$  Struktur, c) Entstehung einer APB durch Verschiebung der obersten  $(111)$  Ebene um den Burgersvektor  $\frac{1}{2}[\bar{1}01]$ , d) Verschiebung der obersten  $(111)$  Ebene um den Burgersvektor  $\frac{1}{6}[\bar{1}12]$  einer Shockley-Partialversetzung führt zu einem CSF und e) Bildung eines SISF durch eine Kear-Superpartialversetzung mit Burgersvektor  $\frac{1}{3}[211]$ . Energetisch ungünstige Wechselwirkungen zwischen direkten Nachbaratomen sind mit gestrichelten Linien in rot gekennzeichnet. Nach [19, 65–67].

Außerdem können diese Superpartialversetzungen weiter in sogenannte Shockley-Partialversetzungen aufspalten, was einen komplexen Stapelfehler erzeugt (CSF) (siehe Gleichung 2.5) [69]. Exemplarisch ist dies in Abbildung 2.2d gezeigt. Hier wird die oberste Ebene um den Burgersvektor  $\frac{a}{6}\langle\bar{1}12\rangle$  verschoben, was sowohl ungünstige Nachbarschaftsbeziehungen sowie eine gestörte Stapelreihenfolge hervorruft. Werden diese beiden Versetzungsreaktionen kombiniert, ist auch eine vierfach Aufspaltung entsprechend Gleichung 2.6 möglich [65], sodass zwischen den Shockley-Partialversetzungen jeweils ein CSF vorliegt und in der Mitte der Versetzungskonfiguration eine APB.

$$a/2\langle\bar{1}01\rangle \rightarrow a/6\langle\bar{1}12\rangle + CSF + a/6\langle\bar{2}11\rangle \quad (2.5)$$

$$a\langle\bar{1}01\rangle \rightarrow a/6\langle\bar{1}12\rangle + CSF + a/6\langle\bar{2}11\rangle + APB + a/6\langle\bar{1}12\rangle + CSF + a/6\langle\bar{2}11\rangle \quad (2.6)$$

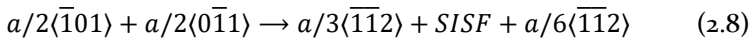
Eine weitere Aufspaltungsmöglichkeit für eine Superversetzung ist in Abbildung 2.2e dargestellt. Die Aufspaltung in zwei sogenannte Kear-Superpartialversetzungen erzeugt einen superintrinsic Stapelfehler (SISF) entsprechend Gleichung 2.7 [70–72]. Als Beispiel ist in Abbildung 2.2e die Verschiebung um  $\frac{a}{3}\langle\bar{2}11\rangle$  gezeigt, die eine gestörte Stapelung der Ebenen erzeugt, allerdings keine ungünstigen Nachbarschaften. Lokal entspricht dann die Stapelreihenfolge am SISF der  $Do_{19}$  Kristallstruktur.

$$a\langle\bar{1}01\rangle \rightarrow a/3\langle\bar{2}11\rangle + SISF + a/3\langle\bar{1}12\rangle \quad (2.7)$$

Darüber hinaus wurden noch komplexere und vielfältigere Aufspaltungsmöglichkeiten von Pope und Ezz [65] beschrieben, die an dieser Stelle aber nicht im Detail beschrieben werden. Welche Aufspaltungsreaktion und welche Versetzungsreaktionen in mechanischen Tests tatsächlich auftreten wird von unterschiedlichen Parametern beeinflusst, wie zum Beispiel der Probenorientierung [73], der angelegten Spannung und Versuchstemperatur [74] oder der jeweiligen Defektenergien. Allerdings werden im Folgenden noch Versetzungsreaktionen aufgezeigt, die besonders bei Co- und Ni-Basis-Superlegierungen auftreten, während die bisher beschriebenen Aufspaltungsmöglichkeiten allgemein für Materialien mit kfz bzw.  $L1_2$  Struktur gültig sind. Außerdem wird zusätzlich die Entstehung von superextrinsischen Stapelfehlern (SESF) und Zwillingen erläutert.

In Ni-Basis-Superlegierungen tritt in Kriechversuchen bei Temperaturen oberhalb von 850 °C typischerweise die Aufspaltung in zwei Superpar-

tialversetzungen mit dazwischen liegender APB auf (vgl. Gleichung 2.4) [75, 76]. Dabei schneidet zunächst die vorauslaufende Superpartialversetzung in die  $\gamma'$  Phase ein und erzeugt die APB, während die zweite Superpartialversetzung die ungestörte Ordnung wieder herstellt. Dabei ist auch eine weitere vierfach Aufspaltung entsprechend Gleichung 2.6 möglich. Im Gegensatz dazu wurde in CoNi-Basis-Superlegierungen in Zugkriechversuchen bei 900 °C beobachtet, dass auch einzelne Superpartialversetzungen des Typs  $\frac{a}{2}\langle 101 \rangle \{111\}$  in die Ausscheidungen einschneiden können und eine ausgedehnte APB erzeugen [8]. Auch in Co-Basis-Superlegierungen wurden APBs gefunden, die von einzelnen  $\frac{a}{2}\langle 101 \rangle \{111\}$  Versetzungen erzeugt wurden, allerdings immer nur in Kombination mit SISFs [15, 77, 78]. Generell wird aber beobachtet, dass die Verformung von Co-Basis-Superlegierungen oberhalb von 850 °C eher auf der Bildung von SISFs beruht [5, 15, 59, 77–80]. Es konnte gezeigt werden, dass die Bildung der superintrinsic Stapelfehler mit atomaren Platzwechseln einhergeht und so die  $L_{12}$  in die  $Do_{19}$  Struktur umgewandelt wird [81–84]. Allerdings wird in der Literatur meist ein anderer Mechanismus für die Bildung von SISFs, entsprechend Gleichung 2.8, genannt [5, 15, 82]. In diesem Fall wird der superintrinsic Stapelfehler von einer Kear-Superpartialversetzung erzeugt, welche wiederum durch die Reaktion zweier Matrixversetzungen mit unterschiedlichem Burgersvektor entsteht. Für diesen Mechanismus wären keine atomaren Umordnungsprozesse notwendig, allerdings konnte bisher noch keine unaufgespaltene und vorauslaufende Kear-Superpartialversetzung in TEM-Untersuchungen nachgewiesen werden.



Ein weiterer Mechanismus, der mit der Bildung eines SISF einhergeht, wurde von Eggeler *et al.* [85] nach Zugkriechversuchen bei 900 °C an einer CoNi-Basis-Superlegierung gefunden, welcher daraufhin auch in anderen Co- und CoNi-Basis-Superlegierungen bei unterschiedlichen Versuchsparametern nachgewiesen wurde [77, 86–88]. Es wurde gezeigt, dass unter bestimmten Voraussetzungen eine Defektkonfiguration aus APB-SISF-APB (ASA) entstehen kann. Dieser Mechanismus ist schematisch in Abbildung 2.3a-f dargestellt.

Für die Entstehung dieser ASA-Konfiguration müssen zunächst zwei Matrixversetzungen auf der gleichen (111) Ebene gleiten und an der  $\gamma/\gamma'$  Grenzfläche entsprechend Gleichung 2.8 miteinander reagieren. Zunächst schneidet dann die vorauslaufende Kear-Superpartialversetzung

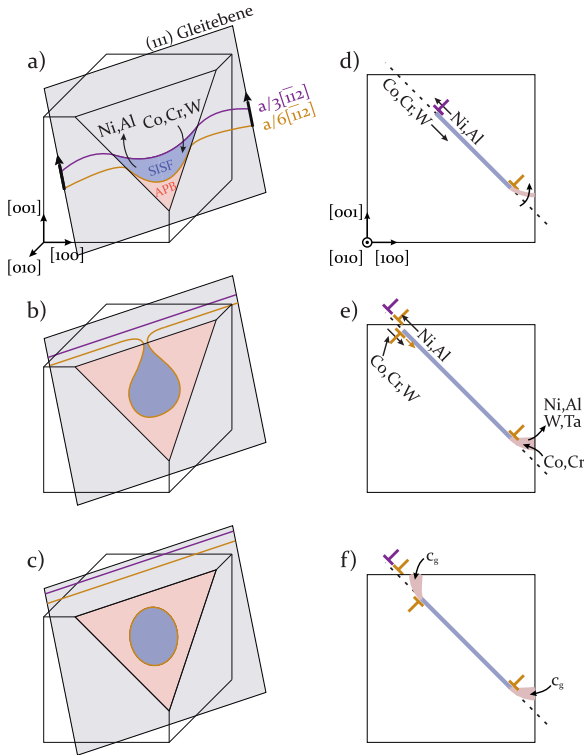


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung der Bildung einer sogenannten ASA-Defektkonfiguration, nach [66, 85, 89]. a,d) Eine Kear-Superpartialversetzung und eine Shockley-Partialversetzung bilden sich entsprechend Gleichung 2.8 und können beide in die  $\gamma'$  Ausscheidung einschneiden. Die Shockley-Partialversetzung wandelt den SISF, der von der vorauslaufenden Kear-Superpartialversetzung erzeugt wurde, in eine APB um. Es entsteht ein Diffusionsstrom von  $L_{12}$ - bzw.  $Do_{19}$ -stabilisierenden Elementen am SISF. b,e) Die Shockley-Partialversetzung bildet einen Loop um den SISF. Unterstützt durch die Anreicherung an  $\gamma$ -stabilisierenden Elementen wechselt die APB nach und nach auf  $\{001\}$  Ebenen, auf denen die APB Energie geringer ist. c,f) Indem sie mit sich selbst reagiert, vollendet die Shockley-Partialversetzung den Loop, sodass ein SISF eingebettet in einer APB zurückbleibt. Die APB verbreitert und wird reicher an  $\gamma$  Elementen.

in die  $\gamma'$  Ausscheidung ein und erzeugt einen SISF (Abbildung 2.3a). Die nachlaufende Shockley-Partialversetzung bleibt in diesem Fall aber nicht an der Phasengrenze gepinnt, sondern schneidet ebenfalls in die  $\gamma'$  Ausscheidung ein. Dies führt dazu, dass der SISF in eine APB umgewandelt wird (Abbildung 2.3a und d). Aus energetischen Gründen beginnt die APB von den  $\{111\}$  Ebenen auf  $\{001\}$  Ebenen zu wandern (Abbildung 2.3d). Die Shockley-Partialversetzung bildet im Folgenden einen Loop (Abbildung 2.3b) und reagiert zuletzt mit sich selbst, sodass ein SISF eingebettet in einer APB zurückbleibt (Abbildung 2.3d und c). Diese Prozesse werden unterstützt von der Diffusion von  $\text{Do}_{10}$ -stabilisierenden Elementen hin zum SISF und  $\text{Li}_2$ -stabilisierenden Elementen weg davon. In Abbildung 2.3d-f ist bereits angedeutet, dass diese Diffusion, wie von Makineni *et al.* [89] gezeigt, in der Defektebene stattfindet und nicht, wie ursprünglich vermutet, senkrecht dazu.

Zuletzt gibt es auch noch die Möglichkeit, dass sich in der  $\gamma'$  Phase superextrinsische Stapelfehler (SESF) und Zwillinge bilden, wenn Versetzungen die Ausscheidungen schneiden und durchlaufen. Die Bildung dieser beiden Planardefekte ist eng miteinander verbunden, da ein SESF bereits als 2-lagiger Mikrozwilling bezeichnet werden kann [90]. Die Bildung von SESFs wird in der Literatur über Shockley-Partialversetzungen auf benachbarten Gleitebenen und atomare Platzwechsel beschrieben [90–96]. Dieser Ablauf ist schematisch in Abbildung 2.4 dargestellt.

Zunächst bewegen sich zwei Matrixversetzungen auf benachbarten (111) Ebenen und werden an der  $\gamma/\gamma'$  Grenzfläche gestoppt (Abbildung 2.4a und b). Daraufhin spalten die Superpartialversetzungen in Shockley-Partialversetzungen auf und können so in die  $\gamma'$  Phase einschneiden. Dabei bildet jede der Shockleys einen komplexen intrinsischen Stapelfehler (CISF), was als komplexer extrinsischer Stapelfehler (CESF) bezeichnet werden kann, wenn die CISFs auf benachbarten Ebenen liegen (Abbildung 2.4d und e). Durch Diffusion von zum Beispiel Co und Cr an den CESF, wird lokal die Planarfehlerenergie reduziert. Atomare Platzwechselforgänge nach dem Kolbe-Mechanismus [91] führen dazu, dass der CESF in einen SESF umgewandelt wird (Abbildung 2.4d und e). Lokal liegt am SESF jetzt die  $\text{Do}_{24}$  Struktur vor. Durch diese Umlagerung und die Anreicherung an Co und Cr wird die Planarfehlerenergie weiter gesenkt, sodass die vorauslaufenden Shockley-Partialversetzungen weiter in die  $\gamma'$  Ausscheidung einschneiden können. Wenn nun auf den wiederum benachbarten beiden (111) Ebenen zwei weitere Matrixversetzungen nach dem gleichen Prinzip aufspalten, einschneiden und umwandeln, dann hat sich ein 4-lagiger Mikrozwilling gebildet (Abbil-

dung 2.4g und h). Durch Co und Cr Anreicherungen vor allem an den Zwillingsgrenzen wird lokal die  $L_{12}$  Struktur zerstört, sodass auch einzelne Shockley-Partialversetzungen in die  $\gamma'$  Phase einschneiden und den Zwilling verbreitern können.

Wann welche Versetzungen vorliegen, wie sie aufspalten, wie sie miteinander reagieren oder welcher Defekt bzw. welche Defektkonfiguration während der Verformung von Co- oder Ni-Basis-Superlegierungen entstehen, hängen von vielen Faktoren ab, wie zum Beispiel den Versuchsbedingungen, der genauen Legierungszusammensetzung oder den Planarfehlerenergien in der  $\gamma$  und  $\gamma'$  Phase. Um das Verformungsverhalten zu verstehen und zu erklären ist es deshalb notwendig, die Mechanismen im Anschluss an mechanische Tests genau zu analysieren und auf Basis der in diesem Kapitel dargelegten Grundlagen zu bewerten.

## 2.2.2 Verformungsverhalten bei erhöhten Temperaturen

Ausgehend von den in Abschnitt 2.2.1 erläuterten grundlegenden Mechanismen soll im folgenden Kapitel aufgezeigt werden, welche Besonderheiten sich dadurch bei der Hochtemperaturverformung von  $\gamma'$ -gehärteten Superlegierungen ergeben. Dabei wird zunächst auf das Fließverhalten bzw. die sogenannte Fließspannungsanomalie eingegangen und erklärt, wie es zu Verfestigungseffekten kommen kann. Außerdem werden die charakteristische gerichtete Vergrößerung und der Einfluss der Diffusion während des Kriechens genauer beleuchtet.

**Fließverhalten:** Die meisten metallischen Materialien zeigen mit steigender Temperatur eine abfallende Fließspannung, wenn sie mit konstanter Dehnrage verformt werden. Die  $\gamma'$ -gehärteten Co- und Ni-Basis-Superlegierungen hingegen zeigen bei erhöhten Temperaturen einen anomalen Anstieg der Fließspannung, bevor die Festigkeit endgültig abnimmt. Diese Fließspannungsanomalie ist in Abbildung 2.5 anhand der einphasigen  $L_{12}$  Strukturen  $Ni_3Al$ ,  $Co_3Ti$  und  $Co_3(Al,W)$  gezeigt.

Für  $Ni_3Al$  zeigt sich, dass die Fließspannung im gesamten Temperaturbereich bis hin zu ca. 700 °C ansteigt. Diese Zunahme der Festigkeit wird dem sogenannten *Kear-Wilsdorf-Lock* (KWL) zugeschrieben, welcher eine unbewegliche Versetzungskonfiguration beschreibt [70, 72]. Ausgangspunkt ist die vierfach Aufspaltung einer Superversetzung in der  $L_{12}$  Struktur nach Gleichung 2.6. Wenn die beiden vorauslaufenden Shockley-Partialversetzungen rekombinieren, kann es vorkommen, dass

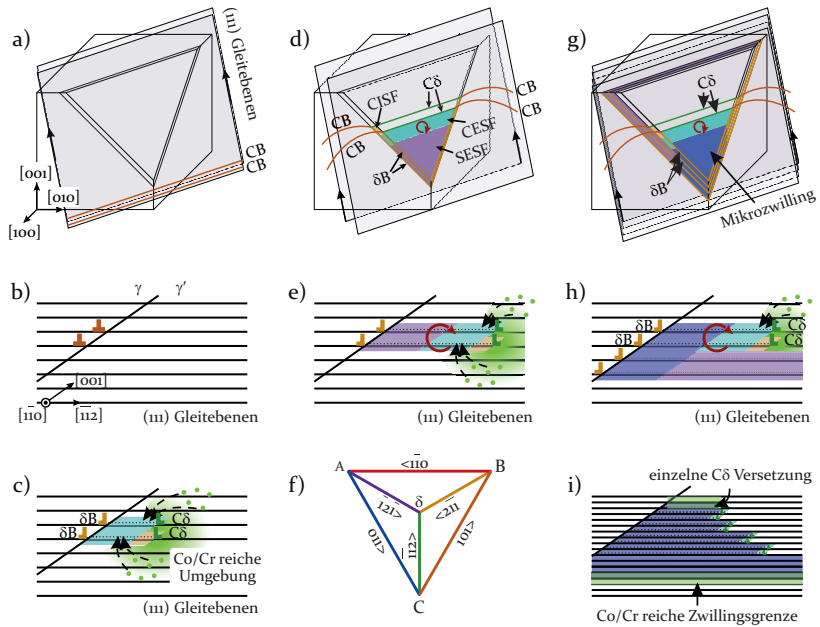


Abbildung 2.4: Schrittweise Bildung von SESF und Mikrozwillingen, nach [66, 90, 94–96]. a,b) Zwei Matrixversetzungen, die sich auf benachbarten (111) Ebenen bewegen, werden an der  $\gamma/\gamma'$  Grenzfläche gestoppt. c) Die perfekten Matrixversetzungen spalten in Shockley-Partialversetzungen auf, schneiden in die  $\gamma'$  Ausscheidung ein und bilden dabei einen CESF. Co und Cr diffundieren zum CESF hin und reichern sich dort an. d,e) Durch lokale Platzwechsel der Atome, entsprechend des Kolbe-Mechanismus [91], wird der CESF zu einem SESF umgewandelt. Durch die Anreicherung an Co und Cr sowie der Umwandlung des Planardefekts wird die Defektenergie deutlich verringert, sodass die Shockley-Partialversetzungen weiter in die  $\gamma'$  Phase eindringen können. f) Thompson Tetraeder zur Charakterisierung der auftretenden Versetzungen. g,h) Wenn sich zwei weitere Matrixversetzungen wiederum auf den benachbarten (111) Ebenen bewegen und entsprechend dem in a-e dargestellten Mechanismus aufspalten, einschneiden und reagieren, hat sich ein 4-lagiger Mikrozwilling gebildet. i) Dadurch, dass die Zwillingsgrenzen Co und Cr Anreicherungen aufweisen, können auch einzelne Shockley-Partialversetzungen zur weiteren Ausbreitung des Zwillings beitragen.

Versetzungssegmente der  $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$  Superpartialversetzung mit Schraubencharakter auf eine  $\{001\}$  Ebene quergleiten und sich dort ebenfalls unter Bildung einer APB weiter fortbewegt (siehe Abbildung 2.6a). Dies wird vor allem davon ermöglicht, dass die APB Energie auf den  $\{001\}$  Ebenen niedriger ist als auf den  $\{111\}$  Ebenen [97]. Die nicht-rekombinierten Shockley-Partialversetzungen sowie die nachlaufenden Partialversetzungen verbleiben dabei auf der  $\{111\}$  Ebene. Diese Konfiguration ist allerdings noch nicht sesshaft und wird deshalb als unfertiger Kear-Wilsdorf-Lock (IKWL) bezeichnet. Die quergeglittene Superpartialversetzung ist nämlich in der Lage sich weiter fortzubewegen, dabei die APB zu vergrößern, immer mehr Schraubenanteile quergleiten zu lassen und zur Kompensation der APB Bildungsenergie auch die nachfolgenden Partialversetzungen auf den Kreuzungspunkt zuzubewegen (Abbildung 2.6b). Erst wenn die nachlaufenden Partialversetzungen den Kreuzungspunkt der  $\{001\}$  Ebene und  $\{111\}$  Ebene erreichen, an der die vorauslaufende Superpartialversetzung quergeglitten ist und somit die gesamte APB auf einer  $\{001\}$  Ebene liegt, wird von einem vollständigen Kear-Wilsdorf-Lock gesprochen [98] (siehe Abbildung 2.6c). Die nachlaufenden Shockley-Partialversetzungen können ohne Rekombination nicht quergleiten und die Konfiguration ist gepinnt. Da die bevorzugten Gleitebenen allerdings immer noch die  $\{111\}$  Ebenen sind, kann auch die vorauslaufende Superpartialversetzung wieder zurück auf eine solche Ebene quergleiten und wieder in zwei Shockley-Partialversetzungen aufspalten, was in Abbildung 2.6d dargestellt ist. Die Fließspannung von  $\text{Ni}_3\text{Al}$  nimmt erst dann wieder ab, wenn die Temperatur so hoch ist, dass das Gleitsystem gänzlich zu  $\{001\}\langle 110 \rangle$  wechselt.

In Abbildung 2.5 ist außerdem der Fließspannungsverlauf von  $\text{Co}_3\text{Ti}$  gezeigt. Hier fällt auf, dass die Fließspannung bei niedrigen Temperaturen zunächst abfällt, bevor sie ab ca.  $200^\circ\text{C}$  wieder ansteigt. Von Takasugi *et al.* [101] und Liu *et al.* [102, 103] wurde gezeigt, dass die Verformung im Niedrigtemperaturbereich hauptsächlich durch die Bildung von SISFs geprägt ist, die durch die Bewegung von Kear-Superpartialversetzungen entstehen. Das entspricht also einer Aufspaltungsreaktion nach Gleichung 2.7. Diese Konfiguration kann allerdings keinen KWL ausbilden, was als Erklärung für die abnehmende Fließspannung in diesem Temperaturbereich herangezogen wird. Außerdem weisen die Kear-Superpartialversetzungen vom Typ  $\frac{a}{3}\langle \overline{112} \rangle\{111\}$  einen nicht-planaren Versetzungskern auf [104–106], was dazu führt, dass deren Bewegung durch eine hohe Peierlsspannung beschränkt wird und thermische Aktivierung notwendig ist. Der darauf folgende Anstieg der Fließspannung

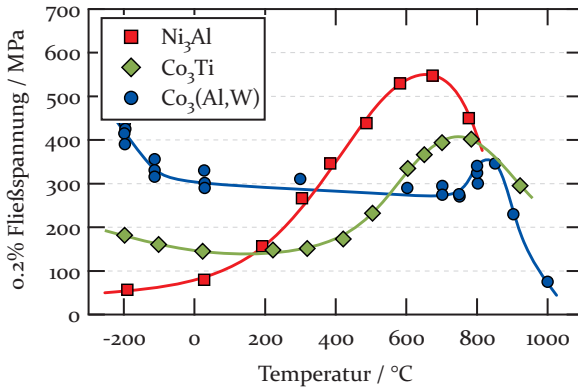


Abbildung 2.5: Der Fließspannungsverlauf von einphasigem Ni<sub>3</sub>Al [99], Co<sub>3</sub>Ti [100] und Co<sub>3</sub>(Al,W) [32] über der Temperatur zeigt für alle drei Verbindungen eine anomalen Anstieg der Fließspannung bei hohen Temperaturen.

mit zunehmender Temperatur wird damit erklärt, dass sich die APB und SISF Energien annähern, sodass sich Superversetzungen vermehrt auch entsprechend Gleichung 2.6 aufspalten und KWLs bilden können [103]. Da der Anteil an KWLs zunimmt, steigt auch die Fließspannung an. Allerdings wird die erneute Abnahme der Fließspannung hier nicht mit dem Wechsel des Gleitsystems hin zu  $\langle \bar{1}01 \rangle \{001\}$  erklärt, sondern Takasugi *et al.* [101] vermuten, dass die zunehmende Diffusionsgeschwindigkeit bei erhöhten Temperaturen die Beweglichkeit der Versetzungen maßgeblich erleichtert.

Zuletzt ist in Abbildung 2.5 noch der Verlauf der Fließspannung von Co<sub>3</sub>(Al,W) dargestellt. Qualitativ zeigt sich ein Verlauf, ähnlich zu Co<sub>3</sub>Ti, also zunächst eine Abnahme der Fließspannung bei niedrigen Temperaturen und eine Fließspannungsanomalie bei erhöhten Temperaturen von ca. 650 °C bis 850 °C. Allerdings unterscheidet sich der Kurvenverlauf quantitativ vor allem in zwei Eigenschaften, nämlich dem zunächst starken, dann schwächeren Abfall der Fließspannung bei niedrigen Temperaturen und der Verschiebung der Fließspannungsanomalie zu höheren Temperaturen. Okamoto *et al.* [32] fanden heraus, dass die Verformung im Bereich niedrigerer Temperaturen über APB-gekoppelte Versetzungs-paare abläuft und nicht, wie bei anderen L<sub>1</sub> Verbindungen [100, 101, 109], über die Bildung von SISFs. Deshalb kann die Abnahme der Fließspannung auch nicht mit der thermisch aktivierten Bewegung der SISF-

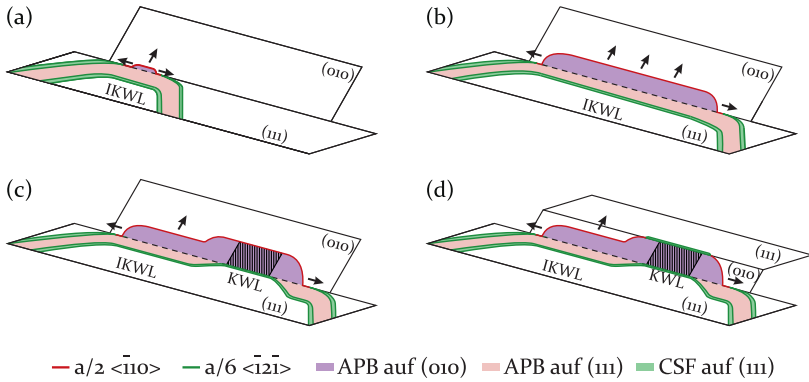


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung des Kear-Wilford-Locks, nach [19, 66, 98, 107, 108]. a) Quergleiten des Schraubenanteils einer rekombinierten Superpartialversetzung auf eine (010) Ebene. Es bildet sich ein sogenannter unvollständiger Kear-Wilford-Lock (IKWL). b) Ausbreitung der APB auf der (010) Ebene, während sich die nachlaufende Superpartialversetzung dem Kreuzungspunkt annähert, um die Gesamtfläche der APB auszugleichen. c) Die hinterherlaufende Superpartialversetzung erreicht die Kreuzungslinie der (111) und (010) Ebene, kann aber nicht Quergleiten, da sie in Shockley-Partialversetzungen aufgespalten ist. Dies entspricht einer unbeweglichen Versetzungskonfiguration und somit hat sich ein vollständiger Kear-Wilford-Lock (KWL) in diesem Bereich ausgebildet. d) Die vorauslaufende Superpartialversetzung gleitet erneut quer auf eine (111) Ebene und spaltet wieder in Shockley-Partialversetzungen auf.

bildenden  $a/3 \langle 112 \rangle$  Versetzungen erklärt werden. Stattdessen wird in [32] vermutet, dass die rasche Abnahme einer thermischen Komponente der Mischkristallhärting zugeschrieben werden kann und der Plateau-ähnliche Bereich nur durch den athermischen Anteil geprägt ist. Die Zunahme der Fließspannung bei höheren Temperaturen kann aber, wie auch bei  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , mit der Bildung der KWLs erklärt werden [32]. Für die höhere Peaktemperatur in  $\text{Co}_3(\text{Al,W})$  im Vergleich zu  $\text{Co}_3\text{Ti}$  und  $\text{Ni}_3\text{Al}$  gibt es zwei Vermutungen, die aber beide ein erschwertes Quergleiten der vorauslaufenden Superpartialversetzung beschreiben. Vamsi und Karthikeyan [34] erklären dies mit einer höheren Aktivierungsenergie durch einen höheren Schubmodul in  $\text{Co}_3(\text{Al,W})$  als in  $\text{Ni}_3\text{Al}$ . Andere Publikationen zeigen, dass die CSF Energie in  $\text{Co}_3(\text{Al,W})$  vergleichsweise niedrig ist, die Shockley-Partialversetzungen deshalb weit aufspalten und die Rekombination, die zum Quergleiten notwendig ist, erschwert bzw.

verhindert wird [6, 110]. Ein dritter Unterschied für  $\text{Co}_3(\text{Al,W})$  zu den zuvor beschriebenen  $\text{L}_{12}$  Strukturen besteht darin, dass sich die Fließspannungsanomalie nur über einen relativ kurzen Bereich erstreckt. Von Okamoto *et al.* [32] wird dies mit dem Erreichen der  $\gamma'$  Solvustemperatur erklärt, was die Verformung auf die kfz Matrix und somit  $\{111\}$  Ebenen verlagert. Für  $\text{Co}_3(\text{Al,W})$ -basierte Legierungen, deren  $\gamma'$  Solvustemperatur ausreichend hoch ist, konnte aber auch schon gezeigt werden, dass auch hier das Gleitsystem bei hohen Temperaturen zu  $\langle 101 \rangle \{001\}$  wechselt und dies für die abnehmende Festigkeit verantwortlich ist [110].

**Kriechen:** Das Kriechen beschreibt ebenfalls eine plastische Deformation, unterscheidet sich aber vom bisher beschriebenen Fließverhalten dadurch, dass die Verformung schon deutlich unterhalb der Fließspannung bei konstanter Last und erhöhten Temperaturen ( $\geq 0.4 T_m$ ) über längere Zeit auftritt. Diese Besonderheit macht Kriechen, neben der Ermüdung, zu einem der wichtigsten Auslegungskriterien in der Beurteilung von industriellen Bauteilen, die bei hohen Temperaturen zum Einsatz kommen. Zur Beurteilung der Kriecheigenschaften einer Legierung werden im Labormaßstab Versuche bei höheren Temperaturen und Spannungen durchgeführt, als sie im Anwendungsfall auftreten würden, um Kosten und Zeit einzusparen. Dabei wird dann die plastische Verformung über der Versuchszeit gemessen.

Die zweiphasige  $\gamma/\gamma'$  Mikrostruktur in den ausscheidungsgehärteten Superlegierungen ist maßgeblich für deren außerordentliche Kriecheigenschaften verantwortlich. Allerdings erschwert diese komplexe Struktur auch das Verständnis der zugrundeliegenden Mechanismen, da es so eine Vielzahl an Einflussfaktoren auf die Kriechbeständigkeit gibt. Nichtsdestotrotz ist es essentiell, die Kriechverformung der Superlegierungen zu verstehen, um erfolgreich neue und bessere Legierungen zu entwickeln. Deshalb haben verschiedene Forschergruppen einzelne Einflussfaktoren bereits systematisch untersucht, wie zum Beispiel die Folgen der kristallographischen Anisotropie [111–117], die Auswirkungen einer gerichteten Vergrößerung [79, 80, 118–131] oder die Interaktionen von Versetzungen mit den  $\gamma'$  Ausscheidungen [76, 118, 127, 132–140]. Alle Prozesse, die während der Kriechverformung auftreten, sind dabei temperatur-, spannungs- und richtungsabhängig. Deshalb werden die Prozessparameter in der Regel in unterschiedliche sogenannte Kriechregime anhand der Versuchstemperatur und angelegten Spannung eingeteilt. Für gegossene Ni-Basis-Superlegierungen wird bei Temperaturen von 1000 °C bis 1150 °C und Spannungen um ca. 150 MPa vom Hochtemperaturregime

und bei Temperaturen unter 800 °C und Spannungen über 600 MPa vom Niedrigtemperaturregime gesprochen. Der Bereich dazwischen wird als Regime der mittleren Temperaturen und Spannungen bezeichnet. Das unterschiedliche Kriechverhalten der kommerziellen Ni-Basis-Superlegierung CMSX-4 in diesen drei Kriechregimen ist zum Beispiel in [125] zusammengestellt. Für Ni-Basis-Schmiedelegerungen trifft diese Einteilung aber nicht mehr zu, da hier Temperaturen um 800 °C bereits als hoch gelten. Auch für Co-Basis-Superlegierungen müssen die Grenzen der Kriechregime angepasst werden, da vor allem die ersten Generationen dieser Legierungen zu geringe  $\gamma'$  Solvustemperaturen aufweisen und so die Kriechregime ebenfalls zu niedrigeren Temperaturen und Spannungen verschoben sind. Die Mechanismen, die in den unterschiedlichen Regimen beobachtet werden können, unterscheiden sich zum Teil signifikant voneinander und werden im Folgenden für einige Beispiele erklärt.

Im Bereich der niedrigen Temperaturen und hohen Spannungen wurde zum Beispiel von Schneider *et al.* [141, 142] und Wu *et al.* [143] für die Legierung CMSX-4 gezeigt, dass sich im Verlauf der Dehnrate zwei Minima ausbilden. In beiden Fällen wurden Zugkriechversuche in [001] Richtung und bei Temperaturen von 800 °C bzw. 750 °C durchgeführt. Schneider beobachtet dabei zunächst konventionelle Verfestigung durch Versetzungserzeugung in den frühen Kriechstadien, was zur Abnahme der Dehnrate führt. Das erste Minimum entsteht dann durch eine vorübergehende Entfestigung durch folgenden Effekt: Zunächst konnten  $\frac{1}{3}\langle 112 \rangle$  Kear-Superpartialversetzungen beobachtet werden, die die  $\gamma'$  Ausscheidungen unter Bildung von Stapelfehlern schneiden. Bei der Bildung dieses Versetzungstyps bilden sich allerdings zusätzlich Stufenversetzungen, die an der  $\gamma/\gamma'$  Grenzfläche gepinnt werden und lokal die Kohärenzspannungen abbauen können. Da sich die Stapelfehler aber nur auf einem Gleitsystem befinden, kann die Verformung vergleichsweise leicht fortlaufen, was zu einer Zunahme der Dehnrate führt. Mit fortschreitendem Kriechversuch werden allerdings auch andere Gleitsysteme aktiviert, was zur Folge hat, dass sich diese gegenseitig behindern und die Kriechrate wieder abnimmt. Erst mit einem kompletten Wechsel des Verformungsmechanismus hin zum Schneiden der  $\gamma'$  Ausscheidungen durch APB-gepaarte Superpartialversetzungen nimmt die Dehnrate dann kontinuierlich zu. Auch andere Studien berichten von ähnlichen Mechanismen [144–146]. In [145] wird außerdem erklärt, dass die Dehnrate im sekundären Kriechregime hauptsächlich von der Matrixfestigkeit bestimmt wird.

Die Verformung der Ni-Basis-Superlegierungen im Hochtemperaturregime ist im wesentlichen durch die Bewegung von  $\frac{1}{2}\{111\}\langle 110\rangle$  Versetzungen in der  $\gamma$  Matrix geprägt [76, 147]. Ein Schneiden der Ausscheidungen wird hier zunächst nicht beobachtet und die  $\gamma'$  Phase wird durch Gleit- und Kletterprozesse entlang der  $\gamma/\gamma'$  Grenzflächen überwunden [118, 127, 140, 148, 149]. Deshalb ist in diesem Regime vor allem die Mischkristallhärtung der Matrix [150] und die Diffusionsgeschwindigkeit der mischkristallhärtenden Legierungselemente [20, 151] ausschlaggebend für die Kriechfestigkeit der Legierungen. Erst in späteren Kriechstadien wird auch bei hohen Temperaturen Versetzungsbewegung in der Ausscheidungsphase beobachtet [142, 149]. Typischerweise zeigt sich hier im Verlauf der Dehnrates nach kurzen Zeiten bzw. geringen Dehnungen ein Minimum, gefolgt von einer kontinuierlichen Zunahme der Verformungsgeschwindigkeit. Unter bestimmten Voraussetzungen kann es auch zur Ausbildung eines doppelten Dehnratesminimums im Hochtemperaturregime kommen. Darauf wird in Kapitel 7 genauer eingegangen.

Eine Besonderheit, die bei Kriechverformung unter hohen Temperaturen auftritt, ist die gerichtete Vergrößerung der  $\gamma'$  Phase, d.h. das Wachstum der Ausscheidungen mit einer Vorzugsrichtung, sodass sich aus der würfelförmigen Ausgangsmorphologie Platten bilden, die auch Flöße genannt werden. Voraussetzung für die gerichtete Vergrößerung sind kohärent eingebettete Ausscheidungen, die sich aber im Gitterparameter zur Matrixphase unterscheiden und eine Gitterfehlpassung aufweisen, sowie eine von außen angelegte Spannung und hohe Temperaturen, um Diffusionsprozesse zu ermöglichen [118, 121, 152]. Welche Vorzugsorientierung sich dann einstellt, hängt vom Vorzeichen der Gitterfehlpassung und der Richtung der äußeren Spannung ab. Fredholm und Strudel [153] unterscheiden dabei zwei Fälle: das Typ-N und das Typ-P Verhalten. Durch die Überlagerung der inneren Misfit-Spannungen und der äußeren Last, kommt es zu ungleichen Spannungsverteilungen in den horizontalen und vertikalen  $\gamma$  Kanälen. Wird eine Legierung mit negativer Gitterfehlpassung unter Zug belastet, bilden sich Flöße senkrecht zur Spannungsachse aus, was dem Typ-N entspricht. Gleiches tritt auf, wenn eine Legierung mit positiver Gitterfehlpassung unter Druckbelastung steht. Das Typ-P Verhalten, also die Ausrichtung der Flöße parallel zur äußeren Spannung, tritt für Legierungen mit negativer Gitterfehlpassung unter Druck oder positiver Gitterfehlpassung unter Zug auf. Die Triebkraft für eine gerichtete Vergrößerung hängt dabei vom Betrag der Gitterfehlpassung und der äußeren Spannung sowie der Temperatur

ab [119, 121, 122, 154]. So nimmt mit steigender Temperatur oder größeren Gitterfehlpassungen die Triebkraft zu.

Für Ni-Basis-Superlegierungen konnte gezeigt werden, dass eine Floßstruktur im Temperaturbereich von 1000 °C bis 1100 °C positive Auswirkungen auf die Kriecheigenschaften haben kann, wenn die FlöÙe parallel zur äußeren Zugspannung ausgerichtet sind [155, 156]. Dabei wurden sowohl die Ausbildung der Floßstruktur während des Kriechversuchs als auch vorgeflöÙte Mikrostrukturen untersucht. Auch eine Verbesserung der Hochtemperatur-Ermüdungseigenschaften durch gerichtete VergröÙerung der  $\gamma'$  Phase konnte bereits nachgewiesen werden [149, 157]. Dabei beruht die erhöhte Festigkeit vor allem auf der Behinderung der Rissausbreitung durch die geflöÙte Mikrostruktur. Xue *et al.* [79, 80] konnte zudem auch bei Co-Basis-Superlegierung einen härtenden Effekt durch die gerichtete VergröÙerung des Typ-N aufzeigen. Bei 975 °C und unter Druckbelastung führt das Schließen der vertikalen  $\gamma$  Kanälen dazu, dass die Bewegung der Matrixversetzungen behindert wird und die Ausscheidungen auf weiten Wegen überklettert werden müssen.

Wenn die  $\gamma'$  Ausscheidungen aber unter bestimmten Versuchsbedingungen von Versetzungen geschnitten werden können, treten zusätzliche Effekte auf. Wie in Abschnitt 2.2.1 beschrieben, wird die  $L_{12}$  Phase nicht von perfekten Versetzungen geschnitten, sondern von verschiedenen Arten an Partialversetzungen, die die Gitterordnung stören und Defekte erzeugen. Vor allem bei der Verformung unter hohen Temperaturen können dann Segregationen von Legierungselementen an diese Versetzungen oder Defekte auftreten, sodass lokal die chemische Zusammensetzung variiert [82, 83, 85, 90, 158–160]. Erst seit wenigen Jahren wird intensiv an den Auswirkungen dieser Segregationen auf die mechanischen Eigenschaften geforscht. Je nach Art des Defekts und der Zusammensetzung einer Legierung kann es zu Anreicherungen von  $\gamma$ -,  $Do_{19}$ - oder  $Do_{24}$ -bildenden Elementen kommen. Barba *et al.* [161] fanden zum Beispiel, dass die Segregationsneigung von Mikrozwilling zu SESF und zu SISF zunimmt. Für Mikrozwillinge hängt der Grad der Segregation außerdem von der Anzahl der Lagen ab. So wurde zum Beispiel für einen 4-lagigen Zwilling nahezu die gleiche Zusammensetzung bestimmt, wie für einen SESF [66], während in Zwillingen mit mehr als 10 Lagen vor allem Segregation an den Zwillingsgrenzen gefunden wurde und die Zusammensetzung im Inneren der  $\gamma'$  Phase gleicht [90, 94, 95].

Die Kombination aus Segregation von Legierungselementen und die unter Abschnitt 2.2.1 erläuterte Defektbildung durch Umlagerungsprozesse führt dazu, dass schlussendlich auch die Diffusionsgeschwindigkeit

die Ausbreitungsgeschwindigkeit von Planarfehlern beeinflusst. Deshalb wurde von Barba *et al.* [94, 161], auf Grundlage theoretischer Arbeit von Atkinson [162], ein Model zur Berechnung der Ausbreitungsgeschwindigkeit von Planardefekten entwickelt. Dabei zeigt sich, dass Mikrozwillinge die höchste Ausbreitungsgeschwindigkeit aufweisen, gefolgt von SESF und SISF. Außerdem nimmt die Geschwindigkeit mit der Anreicherung von Co und Cr ab. Diese Ergebnisse und Trends von Barba *et al.* [94, 161] an einer Ni-Basis-Superlegierung konnten auch für eine multinäre Co-Basis-Superlegierung verifiziert werden [66].

## 2.3 Quantifizierung von Festigkeitsbeiträgen

In den vorangegangenen Abschnitten wurde bereits ausführlich erläutert, dass die Festigkeiten der hier untersuchten Legierungen maßgeblich von den Beiträgen der Mischkristallhärtung in der Matrixphase und der Ausscheidungshärtung durch die  $\gamma'$  Phase bestimmt werden. Um einzelne Legierungen besser vergleichen und deren Verhalten genauer verstehen zu können, wurden diese beiden Festigkeitsbeiträge an bestimmten Stellen in dieser Arbeit quantifiziert. Hierfür wurden entsprechende Modelle aus der Literatur herangezogen. Diese werden in den folgenden beiden Abschnitten erläutert.

### 2.3.1 Schwellenspannungskonzept

In Kapitel 4 wird der Einfluss des  $\gamma'$  Volumenanteils, unter anderem auf die Kriecheigenschaften einer Co-Al-W-Ta Legierungsserie, untersucht. Um den Härtungsbeitrag der Ausscheidungsphase zu quantifizieren, wurde ein Modell von Lagneborg und Bergman [163] bzw. die weiterentwickelte Variante nach Reppich *et al.* [164] verwendet. Grundlage beider Methoden ist der ursprünglich von Lagneborg [165] und Davies *et al.* [166] eingeführte Parameter der Schwellenspannung  $\sigma_P$  in das nach Norton benannte Potenzgesetz zur Beschreibung der stationären Kriechrate  $\dot{\epsilon}_{II}$  im sekundären Kriechbereich [167, 168]. Ursprünglich formulierte Norton die potentielle Abhängigkeit der stationären Kriechrate entsprechend Gleichung 2.9.

$$\dot{\epsilon}_{II} = C \sigma^n \quad (2.9)$$

Dabei steht  $\sigma$  für die angelegte Spannung,  $n$  für den Spannungsexponenten und  $C$  ist eine Konstante. Da die Konstante  $C$  temperaturabhängig

ist, kann das Kriechgesetz auch entsprechend Gleichung 2.10 formuliert werden.

$$\dot{\epsilon}_{II} = A\sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.10)$$

Hier steht  $A$  für eine materialspezifische Konstante,  $Q$  für die Aktivierungsenergie,  $T$  für die Versuchstemperatur und  $R$  für die universelle Gaskonstante. Die Werte für  $n$  und  $Q$  sind für ausscheidungsgehärtete Legierungen, wie zum Beispiel für eine Co-Al-W Legierung mit  $n = 8.6$  und  $Q = 740 \text{ kJ mol}^{-1}$  [53], deutlich höher als für Metalle und Mischkristalle im Allgemeinen, bei denen  $n$  zwischen 3 und 5 liegt und  $Q$  der Aktivierungsenergie für Selbstdiffusion  $Q_{SD}$  entspricht [169]. Generell gilt die Annahme, dass die Verformung unterhalb einer effektiven Spannung  $(\sigma - \sigma_P)$  hauptsächlich in der Matrixphase stattfindet [166]. Die Spannung  $\sigma$ , die eine bestimmte minimale Kriechrate  $\dot{\epsilon}_{min}$  in einer ausscheidungsgehärteten Legierung bei entsprechender Temperatur hervorrufen würde, setzt sich aus zwei Komponenten zusammen:

$$\sigma = \sigma_M + \sigma_P \quad (2.11)$$

Der Wert  $\sigma_M$  beschreibt dabei eine Spannung, die die identische minimale Kriechrate in einer einphasigen Matrix-Legierung hervorrufen würde, und  $\sigma_P$  steht für den Härtungsbeitrag der Ausscheidungsphase. Ausgehend davon kann das Norton'sche Kriechgesetz in Gleichung 2.12 umformuliert werden. Der Parameter  $n_M$  steht dabei für den Spannungsexponent der reinen Matrix-Phase bei identischen Kriechbedingungen.

$$\dot{\epsilon}_{min} = A(\sigma - \sigma_P)^{n_M} \exp\left(-\frac{Q_{SD}}{RT}\right) \quad (2.12)$$

Zunächst führten Lagneborg und Bergman [163] ein Modell ein, das den Härtungsbeitrag einer Ausscheidungsphase bei verschiedenen Spannungen  $\sigma_P(\sigma)$  beschreiben kann. Ausgehend von einer Norton-Darstellung (siehe Abbildung 2.7a) wird im zweiten Schritt die minimale Dehnrate bei linearer Achsenskalierung als  $n_M$ -te Wurzel gegenüber der angelegten Spannung aufgetragen (siehe Abbildung 2.7b). Hierbei wird der Spannungsexponent der Matrix  $n_M$  als konstant über den gesamten Spannungsbereich angenommen. Daraus resultiert die Schwellenspannung, wie in Abbildung 2.7c dargestellt. Dieses Diagramm kann in zwei Abschnitte eingeteilt werden [163, 170]. In Abschnitt ① gilt

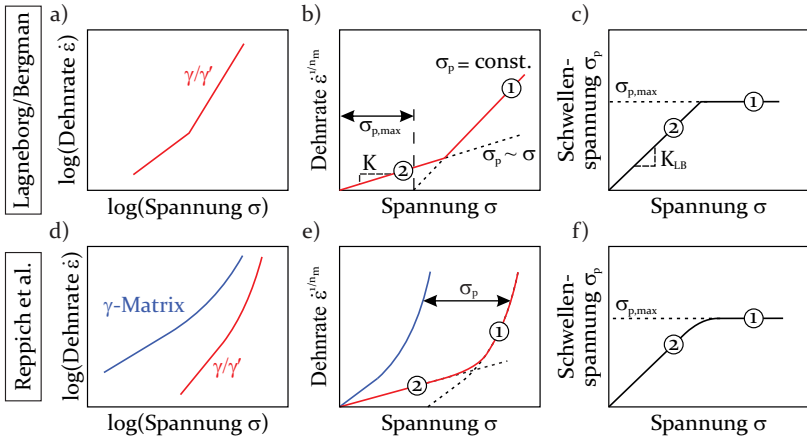


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung der Vorgehensweise bei der Bestimmung des Härtungsbeitrags durch die Ausscheidungsphase bzw. der Schwellenspannung a), b), c) nach Lagneborg und Bergman [163] und d), e), f) nach Reppich *et al.* [164] und [171].

$\sigma_p = \sigma_{p,max} = \text{konstant}$ . Der Wert für  $\sigma_{p,max}$  wird dabei über den Schnittpunkt der X-Achse mit der linearen Extrapolation des Kurventeils bei hohen Spannungen bestimmt, wie in Abbildung 2.7b zu sehen ist. In diesem Bereich wird angenommen, dass  $\sigma_p$  die für Schneidprozesse oder den Orowan-Mechanismus zusätzlich notwendige Spannung darstellt [170]. In Abschnitt ② hingegen gilt  $\sigma_p = \sigma_{K_{LB}}$ . Die Proportionalitätskonstante  $K_{LB}$  entspricht der Steigung in diesem Kurventeil bei niedrigen Spannungen. Es wird angenommen, dass in diesem Bereich die Verformung hauptsächlich über Versetzungsklettern stattfindet.

Mit Hilfe dieser Vorgehensweise ist eine erste grobe Abschätzung des Teilchenhärtungsbeitrags  $\sigma_p$  möglich. Um die Schwellenspannung noch genauer bestimmen zu können, muss das bisherige Modell weiter angepasst werden. Zum einen sind  $n_M$  und  $\sigma_p$  in der Regel nicht zeitgleich konstant [164]. Zum anderen muss  $\sigma_M(\dot{\epsilon}_{min})$  bestimmt werden, um  $K_{LB}$  genau zu bestimmen, da  $K_{LB}$  stark vom Verhältnis von  $\sigma_M$  zu  $\sigma$  abhängig ist (vgl. Gleichung 2.13).

$$K_{LB} = \frac{\Delta\sigma_p(\dot{\epsilon}_{min})}{\Delta\sigma(\dot{\epsilon}_{min})} = 1 - \frac{\Delta\sigma_M(\dot{\epsilon}_{min})}{\Delta\sigma(\dot{\epsilon}_{min})} \quad (2.13)$$

Deshalb erweiterten Reppich *et al.* [164] das bestehende Modell von Lagneborg und Bergman [163], indem sie auch die Ergebnisse aus Kriechversuchen an der reinen Matrix-Phase berücksichtigen. Die Spannungsabhängigkeit der minimalen Dehnrates  $\dot{\epsilon}_{min}$  kann dann nach Blum und Reppich [172] wie folgt beschrieben werden:

$$\dot{\epsilon}_{min} = B\sigma^{n^*-1} \sinh\left(\frac{V_{app}\sigma}{2kT}\right) \quad (2.14)$$

Hier steht  $B$  für eine Konstante,  $n^*$  für den effektiven, konstanten Spannungsexponent bei niedrigen Spannungen,  $V_{app}$  für das scheinbare Aktivierungsvolumen und  $k$  für die Boltzmann-Konstante. Der effektive Spannungsexponent  $n_M$  kann dann mit Hilfe von Gleichung 2.15 berechnet werden [172].

$$n_M = \left(\frac{\partial \ln(\dot{\epsilon}_{min})}{\partial \ln(\sigma)}\right)_T = n^* - 1 + \frac{V_{app}\sigma}{2kT} \coth\left(\frac{V_{app}\sigma}{2kT}\right) \quad (2.15)$$

Für Spannungen unterhalb des sogenannten *power law breakdowns* (PLB) kann der Term  $\coth(V_{app}\sigma/2kT)$  mit  $2kT/V_{app}\sigma$  angenähert werden, was zu einem konstanten Spannungsexponenten von  $n_M = n^*$  führt und dann mit dem Potenzgesetz übereinstimmt (siehe Abbildung 2.7d) [164]. Da der Spannungsexponent  $n_M$  mit steigender Spannung zunimmt, sind die beiden Kurven für Matrix und ausscheidungsgehärtete Legierung in Abbildung 2.7e nicht mehr linear, sondern nehmen eine konvexe Form an [164]. Nach Gleichung 2.11 kann die Schwellenspannung  $\sigma_P(\dot{\epsilon}_{min})$  dann durch die Subtraktion von  $\sigma_M(\dot{\epsilon}_{min})$  von  $\sigma(\dot{\epsilon}_{min})$  berechnet werden (vgl. Abbildung 2.7e und f).

## 2.3.2 Mischkristallhärtung

Da bei Superlegierungen vor allem bei hohen Temperaturen die Verformung hauptsächlich in der Matrixphase lokalisiert ist [76, 147], spielt auch die Festigkeit der  $\gamma$  Phase in ausscheidungsgehärteten Superlegierungen eine maßgebliche Rolle. Um den Mischkristall-Härtungsbeitrag in der Matrix abzuschätzen und zu quantifizieren, wurde ein Modell herangezogen, das auf der Labusch-Theorie [173] basiert. Dieses Modell wurde dann von Gypen und Deruyttere [174, 175] und Varvenne *et al.* [176] erweitert, sodass es auch auf mehrkomponentige Legierungssysteme anwendbar ist. Zuletzt ergänzten Galindo-Nava *et al.* [177] die Formulierung inso-

fern, dass besonders zweiphasige Legierungen charakterisiert werden können, indem auch der Volumenanteil der Phasen in die Beschreibung mit eingehen. Generell gilt zu beachten, dass diese Modelle ursprünglich für verdünnte Mischkristalle entwickelt wurden. Dennoch wird dieses Vorgehen im Allgemeinen auch für Legierungen mit höheren Gehalten an Legierungselementen angewendet [176–178]. Demnach kann der Mischkristall-Härtungsbeitrag entsprechend Gleichung 2.16 berechnet werden.

$$\sigma_{ss} = (1 - f_{\gamma'}) \left( \sum \beta_i^{3/2} c_{\gamma,i} \right)^{2/3} \quad (2.16)$$

Der Parameter  $f_{\gamma'}$  steht dabei für den  $\gamma'$  Volumenanteil und  $c_{\gamma,i}$  für die Konzentration des Elements  $i$  in der  $\gamma$  Phase. Die Konstante  $\beta_i$  jedes Elements  $i$  beschreibt den Gitterparameter- und Schubmodul-Unterschied zwischen den jeweiligen Legierungselementen und reinem Ni. Diese Parameter  $\beta_i$  werden nach Fleischer [179] entsprechend Gleichung 2.17 berechnet.

$$\beta_i = \frac{3}{2} \mu (\eta'_i + 16\delta_i)^{3/2} \quad (2.17)$$

Hier steht  $\mu$  für den Schubmodul der reinen Matrixphase und die Parameter  $\eta'_i$  und  $\delta_i$  beschreiben die Schubmodul- bzw. Gitterparameter-Unterschiede zwischen den Elementen  $i$  und reinem Ni. Diese werden wie folgt berechnet:

$$\eta'_i = \frac{\eta_i}{1 + 0.5|\eta_i|} \quad (2.18)$$

$$\eta_i = \frac{\mu_i - \mu_{Ni}}{\mu_{Ni}} \quad (2.19)$$

$$\delta_i = \frac{r_i - r_{Ni}}{r_{Ni}} \quad (2.20)$$

Dabei stehen  $\mu_i$  und  $r_i$  für den Schubmodul bzw. den Gitterparameter des Elements  $i$  und  $\mu_{Ni}$  und  $r_{Ni}$  für den Schubmodul bzw. den Gitterparameter von Ni. Da sich sowohl der Gitterparameter als auch der Schubmodul von Co und Ni kaum unterscheiden [21, 180, 181], wurde Ni als Referenzelement für alle untersuchten Legierungen ausgewählt. Da Co laut des verwendeten Modells aus diesem Grund nahezu keinen Einfluss auf die

Mischkristallhärtung hat, wurde in den Berechnungen gänzlich auf den Beitrag von Co verzichtet.

## 3 Experimentelle Methoden

Die Kombination verschiedenster Charakterisierungsmethoden ist notwendig, um das mechanische Verhalten von Werkstoffen zu verstehen. Im Folgenden werden zunächst die untersuchten Legierungen vorgestellt, deren Herstellungs- und Wärmebehandlungsroutinen erläutert und im Anschluss die mechanischen Prüfmethoden vorgestellt. Außerdem werden die Verfahren zur Charakterisierung der Mikrostruktur erläutert.

### 3.1 Legierungszusammensetzungen

Im Rahmen dieser Arbeit wurden 16 verschiedene Superlegierungen untersucht. Die Mehrheit bilden dabei  $\gamma'$ -gehärtete Co-Basis-Superlegierungen. Es wurden aber auch eine  $\gamma'$  freie Co-Basis-Superlegierung und mehrere  $\gamma'$ -gehärtete Ni-Basis-Superlegierungen untersucht. Alle Legierungen wurden im Rahmen des SFB/TR103 nach verschiedenen Kriterien entwickelt.

Die *VFX-Serie* beispielsweise wurde so designt, dass sich der  $\gamma'$  Volumenanteil systematisch ändert, die Konzentration der  $\gamma$  bzw.  $\gamma'$  Phase dabei aber jeweils annähernd konstant bleibt. Die genaue Vorgehensweise beim Design der Legierungen wurde bereits durch Volz *et al.* [182] veröffentlicht. Das Kürzel *VF* steht dabei für den englischen Begriff *volume fraction*. Die an die Bezeichnung *VF* angehängte Zahl beschreibt den  $\gamma'$  Volumenanteil, den die Legierung laut Berechnungen aufweisen sollte. Als Ausgangslegierung diente ERBOCo-2Ta. Auch diese Legierung wurde in dieser Arbeit intensiv hinsichtlich ihrer mechanischen Eigenschaften charakterisiert.

Eine weitere Reihe an Legierungen, die in dieser Arbeit untersucht wurde, ist die *NCX-Serie*. Diese Legierungen wurden entwickelt, um den Einfluss der Basiselemente Kobalt und Nickel zu untersuchen [14, 88, 183]. Dafür steht auch das Kürzel *NC*, also N für Nickel (Ni) und C für Kobalt (Co). Die Zahl im Legierungsnamen beschreibt das Verhältnis des Co-Gehaltes zum Gesamtgehalt an Co und Ni, also:

$$X = \frac{c(\text{Co})}{c(\text{Co}) + c(\text{Ni})} \cdot 100 \quad (3.1)$$

Bei der *NC-Serie* handelt es sich also um fünf Legierungen, deren Ni/Co-Verhältnis systematisch verändert wird, sodass der Übergang von einer reinen Ni-Basis-Superlegierung hin zu einer reinen Co-Basis-Superlegie-

rung abgebildet wird. Ausgehend davon wurden noch die beiden Legierungen mit 25 % bzw. 75 % Co-Anteil jeweils ohne das Legierungselement Chrom charakterisiert, um auch die Auswirkung dieses Legierungselements zu untersuchen.

Des Weiteren wurden zwei multinäre Co-Basis-Superlegierungen, ERBOCo-1 und ERBOCo-4, untersucht. *ERBO* steht dabei für Erlangen und Bochum, die beiden Hauptstandorte des Sonderforschungsbereiches SFB/TR103, in dessen Rahmen diese Legierungen entwickelt wurden. Grundlegende Informationen zu ERBOCo-1 und ERBOCo-4 sind in [184] nachzulesen.

Die nominellen Zusammensetzungen aller Legierungen sind in Tabelle 3.1 zu finden. Außerdem zeigt Tabelle 3.2 die grundlegenden thermophysikalischen Eigenschaften und mikrostrukturellen Details für alle verwendeten Legierungen nach der jeweiligen Standard-Wärmebehandlung (siehe Abschnitt 3.3).

Tabelle 3.1: Nominelle Zusammensetzungen der untersuchten Legierungen in at. %.

Bezeichnung	Co	Ni	Al	W	Cr	Ta	Ti	Si	Hf
ERBOCo-2Ta (~VF50)	81.50	-	9.00	7.50	-	2.00	-	-	-
VFo	86.70	-	8.80	4.00	-	0.50	-	-	-
VF20	84.40	-	8.80	5.70	-	1.10	-	-	-
VF40	82.10	-	8.90	7.30	-	1.70	-	-	-
VF60	79.80	-	8.90	9.00	-	2.30	-	-	-
VF80	77.50	-	9.00	10.60	-	2.90	-	-	-
VF100	75.20	-	9.00	12.30	-	3.50	-	-	-
NC <sub>08</sub> Cr	-	75.00	9.00	8.00	8.00	-	-	-	-
NC <sub>25</sub> 8Cr	18.75	56.25	9.00	8.00	8.00	-	-	-	-
NC <sub>50</sub> 8Cr	37.50	37.50	9.00	8.00	8.00	-	-	-	-
NC <sub>75</sub> 8Cr	56.25	18.75	9.00	8.00	8.00	-	-	-	-
NC <sub>100</sub> 8Cr	75.00	-	9.00	8.00	8.00	-	-	-	-
NC <sub>25</sub> 0Cr	20.75	62.25	9.00	8.00	-	-	-	-	-
NC <sub>75</sub> 0Cr	62.25	20.75	9.00	8.00	-	-	-	-	-
ERBOCo-1	44.50	32.00	8.00	5.00	6.00	1.50	2.5	0.40	0.10
ERBOCo-4	43.20	32.00	8.00	5.70	6.00	1.80	2.8	0.40	0.10

Tabelle 3.2: Thermophysikalische und mikrostrukturelle Eigenschaften der in dieser Arbeit untersuchten einkristallinen Legierungen. Die Umwandlungstemperaturen der  $\text{NiCr}_{8\text{Cr}}$  Legierungen wurden aus [14] übernommen.

Bezeichnung	$\gamma'$ Solvus / °C	Solidus / °C	Liquidus / °C	$\gamma'$ Volumenanteil / %	$\gamma'$ Größe / nm
ERBOCo-2Ta (~VF50)	1120	1325	1443	51	144
VF0	864	1442	1463	-	-
VF20	984	1430	1456	19	118
VF40	1038	1419	1448	48	160
VF60	1088	1368	1439	69	266
VF80	1117	1348	1429	81	359
VF100	1121	1353	1419	82	370
NC08Cr	1159	1417	1458	32	245
NC258Cr	1105	1406	1448	46	159
NC508Cr	1039	1410	1450	51	171
NC758Cr	974	1416	1453	63	207
NC1008Cr	951	1414	1453	64	169
NC250Cr	1071	1449	1481	35	369
NC750Cr	981	1447	1477	46	228
ERBOCo-1	1174	1318	1400	60	373
ERBOCo-4	1167	1340	1383	68	433

Tabelle 3-3: Standardwärmebehandlungen der in dieser Arbeit untersuchten einkristallinen Legierungen. Weitere Wärmebehandlungen, um spezielle Mikrostrukturparameter zu variieren, sind im Detail in Abschnitt 3.3 beschrieben.

Bezeichnung	Homogenisierung		1. Auslagerung		2. Auslagerung	
	Temperatur / °C	Dauer / h	Temperatur / °C	Dauer / h	Temperatur / °C	Dauer / h
ERBOCo-2Ta (~VF50)	1300	12	900	200	-	-
VFo	1350	24	900	100	-	-
VF20	1350	24	900	100	-	-
VF40	1350	24	900	100	-	-
VF60	1350	24	900	100	-	-
VF80	1350	24	900	100	-	-
VF100	1350	24	900	100	-	-
NC08Cr	1250	24	900	100	-	-
NC258Cr	1250	24	900	100	-	-
NC508Cr	1250	24	900	100	-	-
NC758Cr	1250	24	900	100	-	-
NC1008Cr	1250	24	900	100	-	-
NC250Cr	1250	24	900	100	-	-
NC750Cr	1250	24	900	100	-	-
ERBOCo-1	1280	8	1050	5	900	16
ERBOCo-4	1280	8	1050	5	900	16

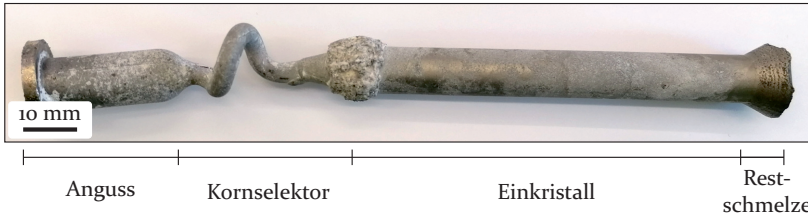


Abbildung 3.1: Einkristalliner Abguss nach dem Bridgman-Verfahren. Die einzelnen Bereiche sind entsprechend markiert und gelabelt.

### 3.2 Herstellung der Einkristalle

Alle Legierungen wurden in einkristalliner Form untersucht. Diese Einkristalle wurden am Lehrstuhl *Werkstoffkunde und Technologie der Metalle* (WTM) an der FAU hergestellt. Allerdings wurden nicht alle Legierungen aus Reinelementen abgewogen, sondern es lagen zum Teil bereits industriell angefertigte Vorlegierungen vor. Die Verwendung von Vorlegierungen ist vor allem aufgrund der hochschmelzenden Elemente wie W oder Ta notwendig, die die Herstellung einer ausreichend homogenen Schmelze erschweren. Sofern die Legierungen aus Reinelementen hergestellt wurden, erfolgte zunächst ein Umschmelzen im Lichtbogenofen in eine Zigarrenform. Um eine möglichst gute Homogenisierung zu erreichen, wurde die Zigarre gewendet und erneut aufgeschmolzen. Dieser Vorgang wurde 3-5 mal wiederholt.

Der einkristalline Abguss erfolgte im sogenannten Bridgman-Verfahren [185]. Dabei wird die Formschale ebenso wie das Rohmaterial auf 1550 °C erhitzt, dann die Schmelze in die Form eingefüllt und anschließend mit einer Geschwindigkeit von 3 mm/min abgezogen, sodass eine gerichtete Erstarrung erreicht wird. Die beiden Temperaturbereiche sind dabei durch ein Hitzeschild getrennt. Die besondere Helixform des Kornselektors in der Formschale führt dazu, dass aus dem gerichtet erstarrten Anguss ein einkristalliner Stab entsteht. Die unterschiedlichen Bereiche des Abgusses sind in Abbildung 3.1 gekennzeichnet. Der Einkristall weist dann eine Länge von ca. 12 cm und einen Durchmesser von ca. 10 mm auf.

### 3.3 Einstellung der Ausscheidungsmikrostruktur

Da im Rahmen dieser Arbeit unterschiedliche Einflüsse auf die mechanischen Eigenschaften systematisch adressiert werden, sind auch die Wär-

mebehandlungen der Legierungen vielfältig. Der allgemeine Ablauf dabei ist für alle Legierungen gleich, wenn auch Temperaturen und Haltezeiten variieren. Im Anschluss an den Abguss wird das Probenmaterial zunächst einer Homogenisierungs- oder Lösungsglühung unterzogen. Darauf folgt eine Auslagerungswärmebehandlung. Die Homogenisierungs- oder Lösungsglühung dient dazu, alle Phasen, die sich während des Abkühlvorgangs nach dem einkristallinen Abguss gebildet haben, in Lösung zu bringen und einen einphasigen Mischkristall zu erzeugen. Außerdem werden Makrosegregationen auf der Dendritenskala abgebaut und so die Materialeigenschaften homogenisiert. Diese Wärmebehandlung wird knapp unterhalb der Solidustemperatur und im einphasigen Zustandsgebiet jeder Legierung durchgeführt. Darauf folgt in der Regel eine Ausscheidungswärmebehandlung oder Auslagerung. Dabei wird gezielt eine  $\gamma/\gamma'$  Mikrostruktur eingestellt. Die jeweilige Wärmebehandlungstemperatur im zweiphasigen Zustandsgebiet entscheidet dann maßgeblich über den  $\gamma'$  Volumenanteil und die Haltedauer beeinflusst im Wesentlichen die Größe der  $\gamma'$  Ausscheidungen. Da diese Prozesse diffusionsgesteuert ablaufen, führt eine höhere Wärmebehandlungstemperatur auch zu schnellerem Wachstum der Ausscheidungen. Um die Gesamtdauer zu verkürzen oder um eine spezifische  $\gamma'$  Morphologie einzustellen, kann die Auslagerung auch in zwei Schritten erfolgen. Mit welchen Wärmebehandlungsschritten genau die Mikrostruktur in die gewünschte Form gebracht wurde, wird im Folgenden für jede Legierungsserie einzeln erläutert. Je nach Bedarf wurden unterschiedliche Öfen verwendet. Zur Verfügung standen ein Vakuum-Rohröfen *Nabertherm RHTC80-450*, ein Kammerofen *Linn High Therm VMK 1600* und ein Rohröfen, der unter Argon-Schutzgasatmosphäre betrieben werden kann.

Die Legierung ERBOCo-2Ta wird in Abschnitt 7.2 hinsichtlich des Kriechverhaltens untersucht. Zur Einstellung der  $\gamma/\gamma'$  Mikrostruktur wurde das untersuchte Material zunächst bei 1300 °C für 12 h unter Argonatmosphäre lösungsgeglüht und anschließend in Wasser abgeschreckt. Danach wird das Probenmaterial ebenfalls in Argonatmosphäre für 200 h bei 900 °C ausgelagert, um die gewünschte  $\gamma'$  Ausscheidungsgröße einzustellen. Nach diesem Schritt werden die Proben ebenfalls in Wasser abgeschreckt. ERBOCo-2Ta diente außerdem auch als *Mutterlegierung* bei der Entwicklung der Legierungen der *VF-Serie*. Deshalb ist auch die Wärmebehandlung dieser Legierungen an die der 2Ta Legierung angelehnt. Die Lösungsglühung erfolgte bei 1350 °C für 24 h. Darauf folgte eine Auslagerung bei 900 °C für 100 h. Die Wärmebehandlung der *VF-Serie* wurde allerdings im Vakuum und in einem durchgehenden Pro-

zess durchgeführt. Die Aufheiz- und Abkühlraten betragen dabei immer  $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

Die fünf Legierungen der *NC-Serie* wurden ebenfalls lösungsgeglüht und einstufig ausgelagert. Die Homogenisierung erfolgte bei  $1250\text{ }^{\circ}\text{C}$  für 24 h und die Auslagerung bei  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  für 100 h. Auch diese Wärmebehandlung wurde am Stück in einem Vakuum-Rohr-Ofen mit Aufheiz- und Abkühlraten von  $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  durchgeführt. Die identische Wärmebehandlung wurde auch für die beiden chromfreien Derivate, also  $\text{NC}_{25\text{oCr}}$  und  $\text{NC}_{75\text{oCr}}$ , herangezogen.

Für die beiden multinären Co-Basis-Superlegierungen wurde eine Lösungsglühlung mit anschließender zweistufiger Auslagerung als Standardwärmebehandlung gewählt. Die Homogenisierung erfolgt für 8 h bei  $1280\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Für den ersten Schritt der Auslagerung wurde  $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$  und für den zweiten Schritt  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  gewählt. Bei diesen Temperaturen wurde dann 5 h bzw. 16 h geglüht. Die insgesamt dreistufige Wärmebehandlung wurde in einem Vakuum-Rohr-Ofen mit Aufheiz- und Abkühlraten von  $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  durchgeführt.

In Abschnitt 6.1 wird die Legierung ERBOCo-1 hinsichtlich des Einflusses der  $\gamma'$  Ausscheidungsgröße untersucht. Um verschiedene  $\gamma'$  Größen einzustellen, wurde die Auslagerung im Anschluss an die Lösungsglühlung abgeändert. Der erste Wärmebehandlungsschritt bei  $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$  wurde dabei variiert und für 0,25 h, 0,5 h, 1 h, 3 h und 5 h gehalten, um das Teilchenwachstum zu untersuchen. Der anschließende, zweite Auslagerungsschritt wurde für alle konstant bei  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  für 16 h belassen, um den gleichen Ausscheidungsvolumenanteil einzustellen und nur die Größe der  $\gamma'$  Phase zu verändern. Diese Wärmebehandlungen wurden unter Argon-Schutzgasatmosphäre durchgeführt. Außerdem wurden die Proben nach jedem Wärmebehandlungsschritt in Wasser abgeschreckt.

Die Legierung ERBOCo-4 wird in Abschnitt 6.2 herangezogen, um den Einfluss der Form und Anordnung der  $\gamma'$  Phase auf die mechanischen Eigenschaften zu untersuchen. Dafür wurden in der gleichen Legierung drei verschiedene Konfigurationen eingestellt, nämlich *geordnet*, *ungeordnet* und *Tetris*. Was die entsprechenden Zustände im Detail unterscheidet, wird in Abschnitt 6.2 genauer erläutert. Zunächst wurden alle Proben bei  $1280\text{ }^{\circ}\text{C}$  für 8 h homogenisiert. Für den Zustand *geordnet* wurde das zu untersuchende Material zunächst bei  $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$  für 2,5 h und anschließend bei  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  für 213 h ausgelagert. Die Proben des Zustandes *ungeordnet* wurden bei  $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$  für 7 h und danach bei  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  für 16 h geglüht. Für den Zustand *Tetris* wurde die Temperatur des ersten Schrittes etwas geringer gewählt und bei  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$  für 14 h und darauf bei  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  für

16 h wärmebehandelt. Diese Schritte wurden alle an Luft durchgeführt. Außerdem wurden die Proben nach jedem Schritt in Wasser abgeschreckt. Auch bei dieser Vorgehensweise wurde darauf geachtet, dass der letzte Auslagerungsschritt immer bei 900 °C durchgeführt wurde, um einen einheitlichen  $\gamma'$  Volumenanteil zu gewährleisten.

## 3.4 Mikrostrukturcharakterisierung

Die Mikrostruktur bestimmt maßgeblich die mechanischen Eigenschaften der untersuchten Legierungen. Um das Verformungsverhalten zu verstehen, ist deshalb eine umfassende Charakterisierung der Mikrostruktur auf verschiedenen Größenskalen essentiell. Im Rahmen dieser Arbeit wurden dafür vor allem das Rasterelektronenmikroskop (REM) und das Transmissionselektronenmikroskop (TEM) verwendet.

### 3.4.1 Rasterelektronenmikroskopie

Für die Rasterelektronenmikroskopie standen zwei verschiedene Geräte zur Verfügung. Das *Zeiss Crossbeam 1540 EsB* wurde bei einer Beschleunigungsspannung von 20 kV betrieben. Außerdem wurde ein *FEI Helios NanoLab 600i* bei einer Beschleunigungsspannung von 30 kV verwendet. In der Regel wurden die Mikrostrukturaufnahmen im Rückstreuелеktronenkontrast (BSD) aufgenommen. Die chemischen Zusammensetzungen der Legierungen wurden an diesen Geräten mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) quantifiziert. Die Proben, die im REM untersucht werden sollten, wurden zunächst mit Hilfe einer Präzisionstrennmaschine herauspräpariert. Danach wurde das entsprechende Stück in das Einbettmittel *Technotherm 3000* der Firma *Struers* bei 180 °C warmeingebettet. Darauf folgte das Schleifen mit SiC-Nassschleifpapier der Körnungen 800, 1200, 2500 und 4000. Im Anschluss daran wurden die Proben mit Diamantsuspensionen mit Partikelgrößen von 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  und 1  $\mu\text{m}$  mechanisch poliert. Im letzten Schritt folgte eine chemo-mechanische Feinpolitur mit *OP-U* der Firma *Struers*.

### 3.4.2 Transmissionselektronenmikroskopie

In vielen Fällen ist es notwendig, zu noch höheren Vergrößerungen zu gehen als sie mit einem REM zu erreichen sind, um Mechanismen zu verstehen, die während der plastischen Verformung ablaufen. Dafür wurden Untersuchungen am Transmissionselektronenmikroskop durchgeführt. Die Mikrostrukturaufnahmen wurden an einem *Philips CM200* bei einer

Beschleunigungsspannung von 200 kV oder einem aberrationskorrigierten *FEI Titan Themis*<sup>3</sup> bei einer Beschleunigungsspannung von 300 kV angefertigt. Je nach Analyse wurden verschiedene Bildgebungsbedingungen eingestellt und verwendet. Diese sind in den einzelnen Mikrostrukturaufnahmen gekennzeichnet. Für Analysen im TEM wurde zunächst eine Scheibe mit einer Dicke von ca. 500  $\mu\text{m}$  vom zu untersuchenden Material abgetrennt. Diese wurde im Anschluss vorsichtig mit SiC-Nassschleifpapier der Körnung 2500 von beiden Seiten auf eine Dicke von etwa 100  $\mu\text{m}$  abgeschliffen. Wenn nötig, wurden aus dem Probenmaterial einzelne TEM-Proben mit einem Durchmesser von 3 mm herausgestanzt. Darauf folgte eine Elektropolitur bis zur Elektronentransparenz mit Hilfe eines *Double-Jet Tenupol-5* der Firma *Struers* und dem Elektrolyten *A3* des gleichen Unternehmens.

### 3.4.3 Quantitative Mikrostrukturanalyse

Die Mikrostrukturaufnahmen, die in REM und TEM Untersuchungen angefertigt wurden, können hinsichtlich verschiedener Parameter quantifiziert werden. Dafür wurde die Bildverarbeitungssoftware *ImageJ* [186, 187] verwendet. Dieses Programm ist eine Open-Source-Software, die es erlaubt auch eigene Auswertungsroutinen zu programmieren.

Der wohl wichtigste Parameter bei der Charakterisierung von ausscheidungsgehärteten Superlegierungen ist der  $\gamma'$  Volumenanteil. Aus den Mikrostrukturaufnahmen kann aber natürlich nur ein Flächenanteil bestimmt werden. Hierzu wurde zunächst das *ImageJ* Plug-in *Trainable Weka Segmentation* verwendet, um die  $\gamma$  und  $\gamma'$  Phasen zu identifizieren und die Mikrostrukturaufnahme zu binarisieren. Generell wurden für jeden Zustand mindestens drei unterschiedliche Aufnahmen verschiedener Probenpositionen ausgewertet. Je nach Teilchengröße wurden unterschiedliche Bildausschnitte gewählt. Dabei wurde darauf geachtet, dass stets mindestens 250 Ausscheidungen pro Abbildung ausgewertet wurden. Die binarisierten Ausscheidungen können dann automatisch ausgemessen werden. Dabei wird die  $\gamma'$  Größe, ein Formparameter  $\eta$  und der Flächenanteil quantifiziert. Der Formparameter  $\eta$  wurde von MacSleyne *et al.* [188] eingeführt und berücksichtigt nicht nur ideal eckige oder globulare Formen von Ausscheidungen, sondern auch solche mit abgerundeten Ecken. Ausgehend von diesem Formparameter wird auch die  $\gamma'$  Größe in dieser Arbeit als Kantenlänge eines volumenäquivalenten Würfels angegeben. Der Formparameter wurde auch herangezogen, um den  $\gamma'$  Flächenanteil in einen Volumenanteil umzurechnen.

Als Grundlage diente hier ein Modell von Bürgel [18], das nur ideal quadratische Ausscheidungsformen annimmt. Dieses Modell wurde dann um den Formfaktor erweitert. Das genaue Vorgehen zur Überführung des Flächenanteils in einen Volumenanteil unter Berücksichtigung der Teilchenform ist in [189] ausführlich beschrieben.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden aber nicht nur die Ausgangsmikrostrukturen, sondern auch die Strukturen nach Kriechversuchen charakterisiert. Hier ist vor allem die gerichtete Vergrößerung der  $\gamma'$  Phase von Interesse. Um den Grad der Floßbildung zu quantifizieren und zu vergleichen wurde die Mikrostruktur nach einem Vorgehen von Caccuri *et al.* [190] vermessen. Zunächst wurde die Mikrostrukturaufnahme ebenfalls binarisiert. Dann wurden automatisiert gerade Linien im Abstand von zwei Pixeln in die  $\gamma$  Phase eingepasst und deren Länge bestimmt. Diese Linien wurden in  $10^\circ$  Schritten rotiert und der Bereich von  $0^\circ$  bis  $180^\circ$  abgedeckt. So kann die Ausdehnung der  $\gamma'$  Flöße in verschiedene Raumrichtungen quantifiziert werden.

In Abschnitt 6.2 wird besonders auf die Anordnung der  $\gamma'$  Phase und das Zusammenwachsen von Ausscheidungen zu einer T oder L Form eingegangen. Hierfür wurden zwei zusätzliche Mikrostrukturparameter eingeführt, nämlich die *Periodizität*  $P_{AB}$  und der *Tetris-Faktor*  $T_{AB}$ . Die Periodizität wurde ähnlich zum oben beschriebenen Vorgehen zur Auswertung der gerichteten Vergrößerung bestimmt und beschreibt die durchschnittliche Länge der  $\gamma$  Kanäle in [001] Richtung. Es werden Linien mit einem Abstand von zwei Pixeln in die binarisierte Mikrostrukturaufnahme gelegt. Allerdings wird hier nur eine [001] Richtung vermessen. Die Periodizität wird dann entsprechend Gleichung 3.2 berechnet. Dabei steht  $l_i$  für die Länge einer Linie im Kanal,  $N$  für die Anzahl der Linien und  $a_w$  für die durchschnittliche Kantenlänge der Ausscheidungen. Es werden allerdings nur Linien in die Berechnung mit einbezogen, die das Kriterium  $l_i > a_w/4$  erfüllen.

$$P_{AB} = \frac{\sum_i l_i}{N a_w} \quad (3.2)$$

$$T_{AB} = f(\eta) \frac{A_{BR}}{A_{\gamma'}} \quad (3.3)$$

$$f(\eta) = \frac{1}{\eta^2 + (2\eta(1 - \eta)) + (\pi/4(1 - \eta)^2)} \quad (3.4)$$

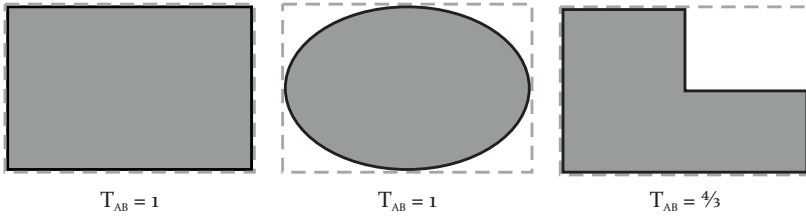


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung zur Ermittlung des Tetris-Faktors. Die graue Fläche steht repräsentativ für eine Ausscheidung ( $A_{\gamma'}$ ) und die schraffierte Linie markiert ein die Ausscheidung umschließendes Rechteck ( $A_{BR}$ ). bei der Berechnung des Tetris-Faktors geht der Formparameter  $\eta$  einer Ausscheidung mit ein, sodass sowohl eine rechteckige als auch eine runde Ausscheidung  $T_{AB} = 1$  aufweisen. So kann ein Grad für das Zusammenwachsen von Ausscheidungen bestimmt werden.

Der Tetris-Faktor beschreibt, in wie weit Ausscheidungen zu L oder T Formen zusammengewachsen sind. Dabei kann  $T_{AB} = 1$  bedeuten, dass eckige oder globulare Ausscheidungen vorliegen, wie in Abbildung 3.2 schematisch dargestellt ist. Je größer der Wert wird, desto häufiger wachsen Ausscheidungen zusammen. Der Tetris-Faktor wird entsprechend Gleichung 3.3 berechnet.  $A_{BR}$  steht hier für den Flächeninhalt eines die Ausscheidung umschließenden Rechtecks und  $A_{\gamma'}$  für den Flächeninhalt der binarisierten Ausscheidung.  $f(\eta)$  ist eine Funktion in Abhängigkeit des Formfaktors  $\eta$  um den Einfluss der Ausscheidungsform zu eliminieren.

### 3.5 Mechanische Charakterisierung

Die mechanischen Eigenschaften der Legierungen wurden anhand von Druckversuchen bei konstanter Dehnrates und Druck- bzw. Zugkriechversuchen charakterisiert. In den folgenden Abschnitten werden diese Prüfverfahren, die verwendeten Probengeometrien sowie die Auswertungsroutinen dargelegt und erläutert.

#### 3.5.1 Korrektur der Probenorientierung

Die Ausrichtung des Kristallgitters im Bezug zur Probengeometrie kann zu erheblichen Unterschieden in den mechanischen Eigenschaften führen, da diese, wie bereits beschrieben, stark anisotrop sind. Alle Proben, die im Rahmen dieser Arbeit untersucht wurden, sollten nominell in

[001] Richtung getestet werden. Auch wenn die Formschale beim Abguss senkrecht aus dem Ofen bewegt wird, ist ein homogener Temperaturgradient parallel zur Abzugsrichtung experimentell schwer einzustellen. Dies führt dazu, dass die Dendriten nicht exakt parallel zur Stabachse des abgegossenen Einkristalls erstarren, sondern um einen bestimmten Misorientierungswinkel verkippt vorliegen. Die Abweichung zwischen Stabachse und [001] Richtung des Kristallgitters kann mit Hilfe von EBSD-Messungen (engl. *electron backscattered diffraction*) quantifiziert werden. Dieses Vorgehen wurde herangezogen, um Material zur Herstellung von Druck- und Druckkriechproben vorzubereiten. Dafür wurde eine Probe von ca. 1 mm Dicke am unteren Ende des Einkristalls entnommen, die so markiert war, dass die Entnahmeposition im Nachhinein wieder rekonstruiert werden konnte. Abbildung 3.3a zeigt dies beispielhaft für einen Abguss, der mit einem Sägeschnitt markiert wurde. In Abbildung 3.3c ist außerdem das Ergebnis einer EBSD-Messung zu sehen, die eine Abweichung von ca.  $15^\circ$  von der [001] Richtung zeigt (rote Markierung). Ausgehend von dieser Messung kann der Einkristall dann mit Hilfe eines Goniometers (siehe Abbildung 3.3b) so angeschnitten werden, dass seine Sägefläche senkrecht zur [001] Richtung des Kristallgitters orientiert ist. Dieses Prozedere wurde für alle Abgüsse durchgeführt und ermöglicht, dass alle Untersuchungen hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften an Proben mit einer Abweichung kleiner  $5^\circ$  von der [001] Richtung vorgenommen werden konnten (grüne Markierung in Abbildung 3.3c).

Das Ausgangsmaterial für Zugkriechproben wurde mit Hilfe einer *in situ* Laue-Apparatur an der Ruhr-Universität Bochum ausgerichtet und für das Erodieren vorbereitet. Die Proben konnten im Anschluss so präpariert werden, dass die Kanten des rechteckigen Probenquerschnitts parallel zur [100], [010] und [001] Richtung des Kristallgitters verlaufen. Informationen zur Herleitung der Probengeometrie sowie der Präparationsmethode im Detail sind in [191–193] zu finden.

### 3.5.2 Druckversuche

Zur Bestimmung der Fließspannung und Analyse des Verfestigungsverhaltens wurden dehnratenkontrollierte Druckversuche an einer Universalprüfmaschine des Typs *Instron 4505*, später modifiziert durch die Firma *Hegewald und Peschke*, durchgeführt. Standardmäßig wurde hier eine Dehnrate von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  verwendet. Lediglich zur Untersuchung des Einfluss der Dehnrate wurde diese variiert und auch Versuche bei  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

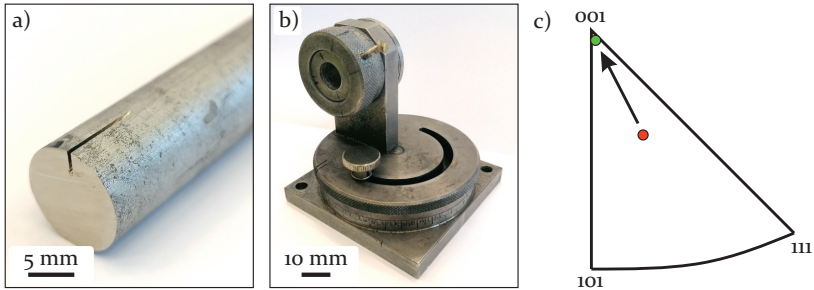


Abbildung 3.3: Schrittweise Darstellung der Orientierungskorrektur an den untersuchten Einkristallen. a) Markierter einkristalliner Stab für EBSD-Messung, b) Goniometer-Halterung zur Orientierung der Einkristalle, die mit der verwendeten Präzisionstrennmaschine kompatibel ist und c) Ergebnisse der EBSD-Messungen, dargestellt in inverser Polfigur, zeigen die Abweichungen von der [001] Kristallrichtung (rot: misorientiert, grün: nach der Orientierung).

und  $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  durchgeführt. Aufgezeichnet wurden die Parameter Zeit, Kraft und Weg, die dann als Grundlage für die Auswertung herangezogen wurden.

Für die Druckversuche wurden zylindrische Proben mit einem Durchmesser von 3 mm und einer Höhe von 4.5 mm verwendet. Diese Zylinder wurden in der Mechanikwerkstatt der *Technischen Fakultät* der FAU per Drahterosion aus zuvor orientierten Segmenten heraus präpariert. Anschließend wurden die Proben mit SiC-Schleifpapier mit einer Körnung von mindestens 1200 planparallel geschliffen.

### 3.5.3 Kriechversuche

Für die Untersuchung der Kriecheigenschaften standen mehrere Anlagen zur Verfügung. Druckkriechversuche wurden entweder an einer manuellen Apparatur mit Lastaufbringung über ein Hebelarmsystem (Anlagenbezeichnung: creep7) oder einer pneumatischen Apparatur (Anlagenbezeichnung: creep4) durchgeführt. Beide Geräte wurden von der Mechanikwerkstatt der *Technischen Fakultät* der FAU gebaut. Beide Anlagen haben gemeinsam, dass spannungsgeregelte Versuche möglich sind. Es wurden zylindrische Proben mit einem Durchmesser von 4.5 mm und einer Höhe von 7 mm verwendet, die ebenfalls von der Mechanikwerkstatt der *Technischen Fakultät* der FAU per Drahterosion aus Stabsegmenten heraus präpariert wurden. Anschließend wurden auch diese Proben mit

SiC-Schleifpapier mit einer Körnung von mindestens 1200 planparallel geschliffen.

Die Zugkriechversuche wurden am Lehrstuhl *Werkstoffwissenschaften* der RUB durchgeführt. Dort wurde eine Kriechapparatur des Typs *Mayes Mark II TC 20* der Firma *Denison-Mayes-Group* verwendet, die ausschließlich kraftgeregelte Versuche erlaubt. Hier konnten die Versuche an Miniaturzugkriechproben durchgeführt werden. Die Messlänge der Proben ist dabei 9 mm lang und der Querschnitt hat die Abmessungen 2 mm x 3 mm.

Sowohl die Zug- als auch Druckkriechversuche wurden in einem Temperaturbereich von 750 °C bis 1050 °C und bei unterschiedlichen Spannungen bzw. Lasten durchgeführt. Auf die in den einzelnen Teilstudien gewählten Versuchsparameter wird in den entsprechenden Abschnitten genauer eingegangen.



## 4 Härtungsbeitrag der Ausscheidungsphase

Die zweiphasige Mikrostruktur ist das Herzstück der ausgezeichneten Hochtemperatureigenschaften von Superlegierungen. Die  $\gamma'$  Ausscheidungen, die sich in der  $\gamma$  Matrix bilden, dienen dabei als härtende Phase, indem sie die Versetzungsbewegung effektiv behindern. Je nach Legierungszusammensetzung und Wärmebehandlung variiert der  $\gamma'$  Volumenanteil, die Ausscheidungsform, die Anordnung und vieles mehr, was dazu führt, dass es eine Vielzahl an Einflussfaktoren auf die mechanischen Eigenschaften gibt. Deshalb ist es wichtig, einzelne Eigenschaften gezielt zu untersuchen. Im folgenden Kapitel wird nun gezeigt, wie sich eine systematische Änderung des  $\gamma'$  Volumenanteils auf die mechanischen Eigenschaften auswirkt. Dafür wurde die VF-Legierungsreihe herangezogen, die im Rahmen des SFB/TR103 entwickelt wurde. Diese Serie besteht aus 6 Legierungen mit jeweils systematisch verändertem  $\gamma'$  Volumenanteil und wird im Folgenden kurz vorgestellt. Die Legierungen werden entsprechend ihres ursprünglich beabsichtigten  $\gamma'$  Volumenanteils bezeichnet. Die Legierung VF20 zum Beispiel sollte demnach einen Ausscheidungsvolumenanteil von 20 % aufweisen. Die genauen Zusammensetzungen der einzelnen Legierungen ist in Tabelle 3.1 zu finden. Einige Ergebnisse, die in diesem Kapitel und den Unterkapiteln gezeigt werden, sind im Rahmen von Abschlussarbeiten entstanden oder auch bereits in Publikationen veröffentlicht worden [66, 171, 182]. Außerdem ist zu erwähnen, dass die Legierungen laut den Designkriterien immer die gleiche chemische Zusammensetzung der  $\gamma$  bzw.  $\gamma'$  Phase aufweisen und nur der  $\gamma'$  Volumenanteil variiert [182].

Die Mikrostrukturen der Legierungen VF0, VF20, VF40, VF60, VF80 und VF100 nach der Standardwärmebehandlung von 1350 °C für 24 h und 900 °C für 100 h sind in Abbildung 4.1 zu sehen. Die Legierung VF0 zeigt keine Ausscheidungen und ist somit ein einphasiger Mischkristall (Abbildung 4.1a). Diese ausscheidungsfreie Legierung kann als Referenzmaterial bei der Quantifizierung des Härtungsbeitrags genutzt werden. In allen anderen Legierungen liegt eine zweiphasige Mikrostruktur vor (Abbildung 4.1b bis f). Allerdings trifft diese Aussage für die Legierungen VF80 und VF100 nur lokal zu. Während die Legierungen VF20-VF60 tatsächlich nur  $\gamma$  und  $\gamma'$  aufweisen, bilden sich in VF80 und VF100 zusätzliche Phasen, was in Abbildung 4.2 zu sehen ist. Dabei steht VF60 repräsentativ für die Legierungen VF20 bis VF60 und zeigt, dass die

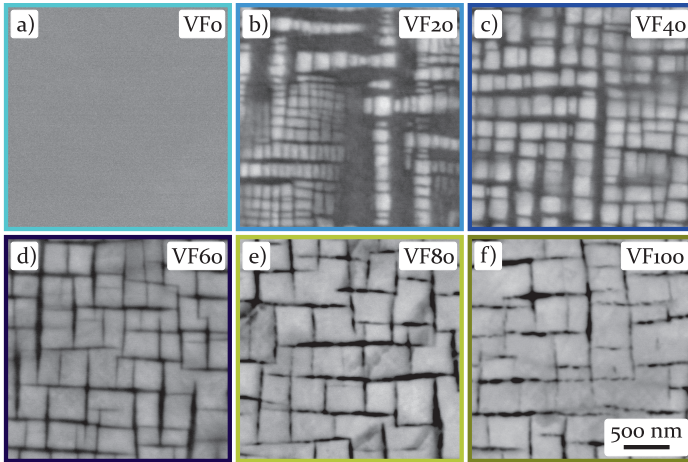


Abbildung 4.1: Ein- bzw. Zweiphasige Mikrostrukturen der VF-Legierungsserie nach der Wärmebehandlung bei 1350 °C für 24 h und 900 °C für 100 h.

Mikrostruktur nur aus den beiden Phasen  $\gamma$  und  $\gamma'$  besteht. In den beiden Legierungen VF80 und VF100 treten zusätzlich die  $\mu$  ( $D8_5$  Struktur),  $\chi$  ( $Do_{19}$  Struktur) und  $C_{14}$  (Laves-) Phasen in blockigen Formen auf (Abbildung 4.2b und c). Die Identifikation der Phasen erfolgte mit Hilfe von EBSD-Aufnahmen.

Die Quantifizierung der  $\gamma/\gamma'$  Mikrostruktur ist in Abbildung 4.3 zu sehen. Dort sind der  $\gamma'$  Volumenanteil und die  $\gamma'$  Ausscheidungsgröße der Legierungen VF0-VF100 aufgetragen. Für VF80 und VF100 sind die lokalen Volumenanteile in den Zweiphasengebieten (88 % bzw. 89 %) aufgetragen. Global, also unter Berücksichtigung der zusätzlich auftretenden Phasen, beträgt der  $\gamma'$  Volumenanteil in VF80 und VF100 nur ca. 75 % bzw. 68 %. Wie schon aus den Mikrostrukturaufnahmen in Abbildung 4.1 zu erkennen ist, nimmt der Ausscheidungsvolumenanteil, so wie beim Design der Legierungsserie beabsichtigt, systematisch zu. Dies wird vor allem über den Gehalt an  $\gamma'$ -bildenden Elementen, W und Ta, erreicht, der von VF0 zu VF100 sukzessive zunimmt. Auch wenn der  $\gamma'$  Volumenanteil in VF80 und VF100 im Vergleich zu den übrigen Legierungen lokal noch weiter erhöht wird, bilden sich die bereits genannten zusätzlichen Phasen, da hier der Gehalt an Ta und W zu hoch gewählt wurde. Beim Vergleich der experimentell bestimmten mit den nominellen  $\gamma'$  Volumenanteilen fällt auf, dass der ursprünglich berechnete  $\gamma'$  Volumenanteil

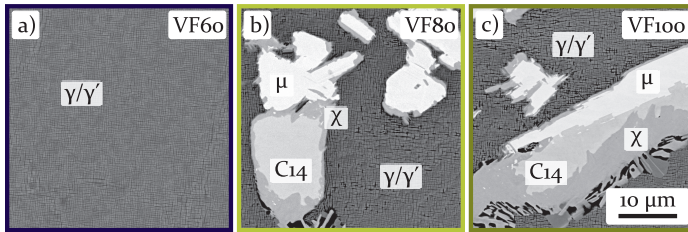


Abbildung 4.2: Mikrostrukturen von a) VF60, b) VF80 und c) VF100 nach der Wärmebehandlung bei 1350 °C für 24 h und 900 °C für 100 h, aufgenommen bei niedriger Vergrößerung.

vom tatsächlich auftretenden Volumenanteil abweicht. Während die Übereinstimmung bei VF20 mit 19 % noch vorhanden ist, weist VF40 einen  $\gamma'$  Volumenanteil von 48 % und VF60 von 69 % auf. VF80 weist mit einem Volumenanteil von 81 % wieder eine bessere Übereinstimmung auf, allerdings nur in der lokalen zweiphasigen Mikrostruktur. In VF100 kann der Ausscheidungsvolumenanteil nicht weiter erhöht werden, auch wenn mehr Ta und W hinzulegiert wurden. Dies ist auf die Bildung der Zusatzphasen zurückzuführen, die besonders die  $\gamma'$ -bildenden Elemente konsumieren. Auch wenn es zu Abweichungen zwischen tatsächlichen und berechneten  $\gamma'$  Volumenanteilen kommt, werden die Legierungen im Folgenden weiterhin mit ihrer ursprünglichen Bezeichnung benannt.

In Abbildung 4.3 ist außerdem zu erkennen, dass parallel zum Volumenanteil auch die  $\gamma'$  Ausscheidungsgröße systematisch zunimmt. Während die Ausscheidungen in VF20 einen durchschnittlichen Durchmesser von ca. 120 nm aufweisen, liegt dieser für VF60 mit 256 nm schon mehr als doppelt so hoch und steigt in VF100 auf ca. 370 nm. Auch dieser Parameter muss natürlich beachtet werden, wenn später die mechanischen Eigenschaften der VF-Serie analysiert und diskutiert werden.

Die Phasenumwandlungstemperaturen der einzelnen VF-Legierungen wurden mit Hilfe von DSC-Messungen bestimmt. Die Ergebnisse für Liquidus-, Solidus- und  $\gamma'$  Solvustemperatur sind in Abbildung 4.4 als quasi-binäres Phasendiagramm aufgetragen. Es fällt auf, dass sich Solidus- und Liquidustemperatur in der Legierungsserie nur leicht unterscheiden, die  $\gamma'$  Solvustemperatur allerdings deutlich von VF0 zu VF100 zunimmt. Während diese für VF0 bei 864 °C liegt, die Legierung nach der Wärmebehandlung bei 900 °C also frei von Ausscheidungen ist, steigt sie deutlich auf 1088 °C in VF60 und sogar 1121 °C in VF100. Damit liegen

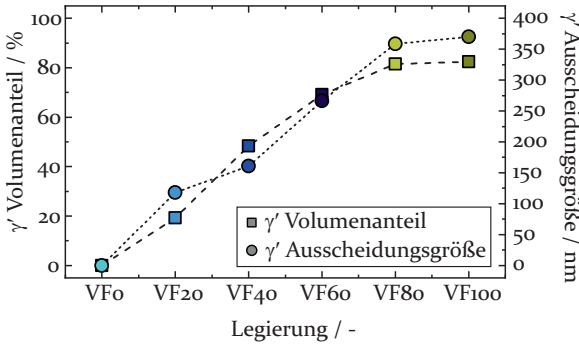


Abbildung 4.3: Volumenanteil und Größe der  $\gamma'$  Ausscheidungen nach der Wärmebehandlung bei 1350 °C für 24 h und 900 °C für 100 h.

die  $\gamma'$  Solvustemperaturen im Bereich anderer quarternärer Co-Al-W-Ta Legierungen mit ähnlichen Zusammensetzungen [11, 25, 53, 55]. Die Solvustemperaturen der zusätzlich auftretenden  $\mu$ ,  $\chi$  und  $C_{14}$  Phasen konnten nicht bestimmt werden, da entweder aufgrund des geringen Volumenanteils keine Peaks im DSC Signal zu erkennen waren oder die Solvuspeaks der Phasen mit den Schmelzpeaks überlappen.

Um auch die Langzeitstabilität der Mikrostruktur in den VF-Legierungen zu untersuchen, wurden im Anschluss an die Standardwärmebehandlung noch weitere Auslagerungen für 1000 h durchgeführt. Dafür wurden die Temperaturen 900 °C, 950 °C, 1000 °C und 1050 °C gewählt. Die Mikrostrukturen nach dieser zusätzlichen Wärmebehandlung sind in Abbildung 4.5 zu sehen. Interessanterweise zeigt die ursprünglich ausscheidungsfreie Legierung VF0 bei 900 °C nach 1000 h kleine blockige Phasen, die sich offensichtlich an Substrukturen anlagern. Aufgrund ihrer Größe ist eine eindeutige Charakterisierung dieser Phasen schwierig. Erste EBSD- und EDX-Messungen lassen allerdings die Vermutung zu, dass es sich dabei um die  $\mu$  Phase handelt, die sich bevorzugt an lokalen Inhomogenitäten ausscheidet. Diese zusätzlichen Phasen sind auch in VF20 nach dieser Wärmebehandlung zu beobachten. Allerdings weist VF20 auch noch einen signifikanten Anteil an  $\gamma'$  auf, da die  $\gamma'$  Solvustemperatur bei 900 °C noch nicht erreicht ist. Darüber hinaus bilden sich in VF20 aber auch noch nadelförmige Phasen, die vermutlich  $\chi$  Phasen mit  $Do_{19}$  Struktur sind. Die Legierungen VF40 und VF60 durchlaufen bei dieser Temperatur eine ähnliche Mikrostrukturentwicklung. Beide zeigen immer noch ihren hohen Anteil an  $\gamma'$ , allerdings ist zu

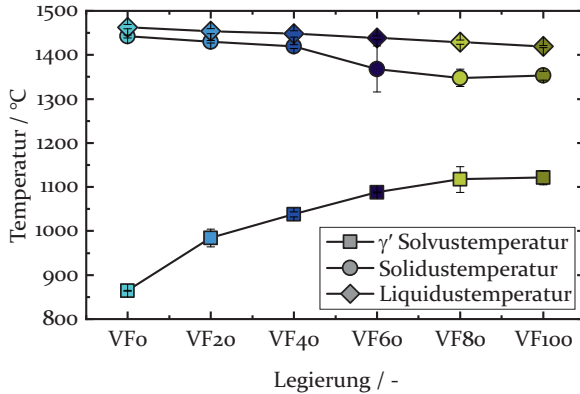


Abbildung 4.4: Umwandlungstemperaturen der VF-Legierungen, bestimmt aus DSC-Messungen. Nach [182].

beobachten, dass die Ausscheidungen vergrößern. Zusätzlich bilden sich in beiden Legierungen  $Do_{19}$  Nadeln ( $\chi$  Phase). Die Legierungen VF80 und VF100 bilden keine zusätzlichen Phasen aus, aber neben  $\gamma$  und  $\gamma'$  liegen weiterhin  $\mu$ ,  $\chi$  und C14 Phasen vor, wie auch schon nach der kurzen Auslagerungszeit. In VF80 nimmt außerdem der Anteil an  $\chi$  Phase auf Kosten der  $\gamma'$ ,  $\mu$  und Laves Phasen deutlich zu. Diese Erkenntnisse deuten bereits an, dass der Gleichgewichtszustand in diesen Legierungen nach der Wärmebehandlung für 100 h noch nicht abgeschlossen ist.

Nach der Wärmebehandlung für 1000 h bei 950 °C bilden VF0 und VF20 blockige Phasen aus, bei denen es sich vermutlich um die  $\mu$  Phase handelt. Diese ordnen sich in beiden Legierungen entlang von Substrukturen an, die entweder chemische Inhomogenitäten oder Dendritengrenzen sein könnten. VF20 zeigt außerdem, analog zur Wärmebehandlung bei 900 °C, nadelförmige  $\chi$  Phasen. Obwohl die  $\gamma'$  Solvustemperatur noch nicht erreicht ist, wurde in REM-Untersuchungen kein  $\gamma'$  mehr gefunden. Dies ist möglicherweise auf die Bildung der Zusatzphasen zurückzuführen, die die  $\gamma'$ -bildenden Elemente konsumieren. VF40 und VF60 zeigen erneut ähnliche Mikrostrukturen. Es bilden sich  $\chi$  Nadeln und ein geringer Anteil an  $\mu$  Phase. Im Vergleich zu 900 °C liegen die  $\gamma'$  Ausscheidungen bei 950 °C deutlich größer und in einem geringeren Volumenanteil vor. Die Legierungen VF80 und VF100 zeigen nach wie vor  $\mu$ ,  $\chi$  und C14 Phasen neben  $\gamma$  und  $\gamma'$ . Allerdings nimmt der Anteil an  $\mu$  und C14 Phasen ab, während der Gehalt an  $\chi$  Phase zunimmt.

#### 4 Härtungsbeitrag der Ausscheidungsphase

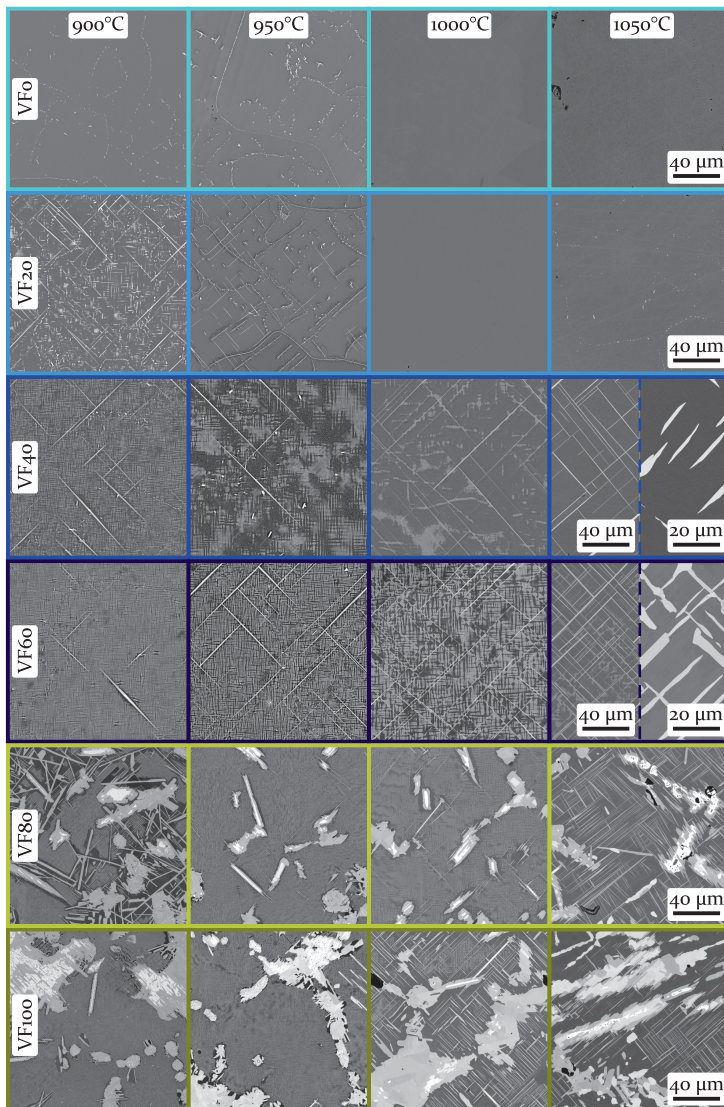


Abbildung 4.5: Mikrostrukturen der VF-Legierungsserie nach zusätzlicher Wärmebehandlung für 1000 h bei 900 °C, 950 °C, 1000 °C und 1050 °C.

Nach 1000 h bei 1000 °C wurden in VF<sub>0</sub> und VF<sub>20</sub> keine weiteren Phasen außer  $\gamma$  beobachtet. In VF<sub>40</sub> nimmt der Anteil an Do<sub>19</sub> Nadeln deutlich zu. Da die Bildung der  $\chi$  Phase die  $\gamma'$ -bildenden Elemente verbraucht und die  $\gamma'$  Solvustemperatur nahezu erreicht ist, nimmt der  $\gamma'$  Volumenanteil deutlich ab. Ähnliches kann auch für VF<sub>60</sub> beobachtet werden. Der Anteil an  $\chi$  Phasen nimmt zu, während der  $\gamma'$  Volumenanteil abnimmt. Allerdings ist der Volumenanteil im Vergleich zu VF<sub>40</sub> noch deutlich höher. VF<sub>80</sub> zeigt auch bei der Temperatur von 1000 °C noch immer einen hohen Gehalt an  $\gamma'$  und zusätzlich  $\mu$ ,  $\chi$  und C<sub>14</sub>. Während  $\gamma'$  und  $\chi$  vergrößern, nimmt der Anteil an D<sub>85</sub>- $\mu$  und C<sub>14</sub>-Laves Phasen ab. Dieser Effekt kann ebenso in VF<sub>100</sub> beobachtet werden. Hier sind sogar schon nahezu alle ursprünglichen  $\gamma'$  Regionen von  $\chi$  Phasen eingenommen, auch wenn die  $\gamma'$  Solvustemperatur noch nicht erreicht ist. Allerdings werden auch hier wieder die  $\gamma'$ -bildenden Legierungselemente für die Bildung der  $\chi$  Phase aufgewendet.

Die Legierung VF<sub>0</sub> zeigt nach der Wärmebehandlung für 1000 h bei 1050 °C eine einphasige  $\gamma$  Mikrostruktur und keine zusätzlichen Phasen. VF<sub>20</sub> bildet hingegen wieder vermeintliche  $\mu$  Phasen in sehr geringer Menge und Größe. Allerdings treten diese Phasen auch hier nur lokal, vermutlich an chemischen Heterogenitäten, auf. Deutliche lokale Unterschiede zeigen auch die Legierungen VF<sub>40</sub> und VF<sub>60</sub> bei dieser Temperatur, wie in Abbildung 4.5 anhand der geteilten Mikrostrukturbilder zu erkennen ist. Während einige Regionen von feinen Do<sub>19</sub> Nadeln bedeckt sind, formen sich in anderen Regionen grobe Nadeln. Im Bereich der feinen Nadeln tritt zusätzlich auch weiterhin  $\gamma'$  auf. Die größeren Phasen konnten mit Hilfe von EBSD und EDX Messungen als C<sub>14</sub> und  $\chi$  Phasen charakterisiert werden. VF<sub>80</sub> und VF<sub>100</sub> bilden nach wie vor  $\gamma$ ,  $\mu$ ,  $\chi$  und C<sub>14</sub> Phasen aus. Allerdings ist der Gehalt an  $\chi$  in den ursprünglichen  $\gamma/\gamma'$  Gebieten von VF<sub>80</sub> deutlich höher als nach der Wärmebehandlung bei 1000 °C, was zu einer nahezu vollständigen Auflösung von  $\gamma'$  führt.

Die Mikrostrukturen nach den zusätzlichen Wärmebehandlungen für 1000 h bei 900 °C (siehe Abbildung 4.5) verdeutlichen, dass der Gleichgewichtszustand nach der Kurzzeitwärmebehandlung von 100 h noch nicht erreicht ist, da sich die Mikrostruktur der VF-Legierungen noch signifikant verändert. So treten zum Beispiel in den Legierungen VF<sub>40</sub> und VF<sub>60</sub> zusätzliche Phasen auf, die nach 100 h noch nicht beobachtet werden konnten. Schon in früheren Untersuchungen an Co-Al-W-basierten Legierungen konnte gezeigt werden, dass die zweiphasige Mikrostruktur über mehrere tausend Stunden hinweg stabil zu sein scheint, bevor allerdings doch zusätzliche Phasen auftreten. Dies wird dem geringen Unter-

schied in der freien Gibbsschen Energie zwischen  $\gamma'$  und den zusätzlichen Phasen [194] und der daraus resultierenden trägen Phasenumwandlung zugeschrieben [12, 195–197].

## 4.1 Fließspannung

Die eben unter Kapitel 4 vorgestellte VF-Legierungsserie wurde herangezogen, um zum Beispiel systematisch den Einfluss des  $\gamma'$  Volumenanteils auf das Fließverhalten zu untersuchen. Dafür wurden Druckversuche bei einer Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  und Temperaturen von  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  bis  $1050 \text{ }^\circ\text{C}$  durchgeführt. Im Folgenden werden die Ergebnisse dieser Druckversuche gezeigt und diskutiert. Da in diesem Kapitel vor allem die Auswirkungen des variierenden  $\gamma'$  Volumenanteils von Interesse sind, wird aus Gründen der Übersichtlichkeit auf die Ergebnisse der Legierung VF100 verzichtet. Sowohl die Legierung VF80 als auch VF100 weisen einen hohen Anteil an Zusatzphasen auf, der  $\gamma'$  Volumenanteil verändert sich zwischen diesen beiden aber kaum. Deshalb werden repräsentativ nur die Ergebnisse von VF80 in die Diskussion mit eingeschlossen.

Exemplarisch sind in Abbildung 4.6 die Spannungs-Dehnungsverläufe der Legierungen VF0 bis VF80 bei  $950 \text{ }^\circ\text{C}$  zu sehen. Für die Legierungen VF0, VF20 und VF40 zeigt sich ein kontinuierlicher Anstieg der wahren Spannung, bis ein Plateau erreicht wird. Auch VF80 zeigt dieses typische Verhalten. VF60 hingegen zeigt einen Spannungsverlauf, der in zwei aufeinanderfolgenden Stufen ansteigt. Darauf folgt eine leichte Entfestigung, bevor das Plateau erreicht wird. Auf diese besondere Form der Ver- und Entfestigung wird in Kapitel 5 gesondert eingegangen. In diesem Abschnitt soll nur die Fließspannung  $R_{p0.2}$  und die maximale Spannung als Diskussionsgrundlage dienen.

Abbildung 4.6 zeigt bereits, dass die Druckfestigkeit bei  $950 \text{ }^\circ\text{C}$  mit steigendem  $\gamma'$  Volumenanteil, also von VF0 zu VF60, systematisch zunimmt. Erst bei VF80 kann keine weitere Erhöhung der Festigkeit festgestellt werden, was vermutlich auf den hohen Fremdphasenanteil zurückzuführen ist. Vereinfacht kann so auch der Härtungsbeitrag der  $\gamma'$  Ausscheidungen auf die Druckfestigkeit quantifiziert werden, indem der Unterschied der maximalen Spannung der Legierungen mit Ausscheidungen zur Matrix-Legierung VF0 berechnet wird. Dabei zeigt sich, dass die  $\gamma'$  Phase in VF60, die den höchsten Anstieg der Festigkeit aufweist, eine zusätzliche Festigkeit von  $560 \text{ MPa}$  bewirkt.

Zusätzlich zu den in Abbildung 4.6 gezeigten Versuchen bei  $950 \text{ }^\circ\text{C}$  wurden auch noch Druckversuche bei den Temperaturen  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $600 \text{ }^\circ\text{C}$ ,

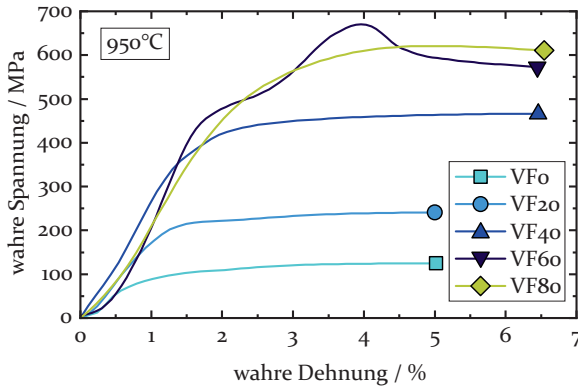


Abbildung 4.6: Fließspannungsverlauf der VF-Legierungen bei 950 °C und einer Dehnrate von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

750 °C, 850 °C und 1050 °C durchgeführt. Bei allen Versuchen wurde eine Dehnrate von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  vorgegeben. Aus den Spannungs-Dehnungskurven wurde dann die Fließspannung  $R_{p0.2}$  bei 0.2 % plastischer Dehnung bestimmt. Diese Fließspannungen sind in Abbildung 4.7a über der jeweiligen Temperatur bzw. in Abbildung 4.7b über der jeweiligen Legierung, also dem zunehmenden Volumenanteil, aufgetragen.

Aus Abbildung 4.7a geht hervor, dass die Fließspannung der Legierung VF0, also der ausscheidungsfreien Legierung, mit zunehmender Temperatur kontinuierlich abnimmt. Ab ca. 800 °C sinkt die Fließspannung dann deutlich stärker. Eine kontinuierlich abnehmende Fließspannung mit zunehmender Versuchstemperatur ist generell für Materialien mit kfz-Struktur bekannt. Allerdings ist die deutliche Abnahme der Festigkeit im Temperaturbereich nahe der  $\gamma'$  Solvustemperatur von VF0 auffällig. Ausgehend von REM-Untersuchungen wurde gezeigt, dass VF0 nach einer Wärmebehandlung bei 900 °C ausscheidungsfrei ist (siehe Abbildung 4.1). Allerdings ist es möglich, dass sich während des Abkühlvorgangs winzige  $\gamma'$  Ausscheidungen bilden, die im REM nicht zu sehen sind. Außerdem ist es möglich, dass es beim Aufheizen auf Versuchstemperatur zur Wiederausscheidung der  $\gamma'$  Phase im eigentlich  $\gamma'$ -freien Gefüge kommt. Beides würde dazu beitragen, dass eine Festigkeitszunahme durch Ausscheidungshärtung eintritt. Erreicht die Versuchstemperatur nun die  $\gamma'$  Solvustemperatur, lösen sich die Ausscheidungen auf und es kommt zum starken Abfall der Fließspannung, wie in Abbildung 4.7a

4 Härtungsbeitrag der Ausscheidungsphase

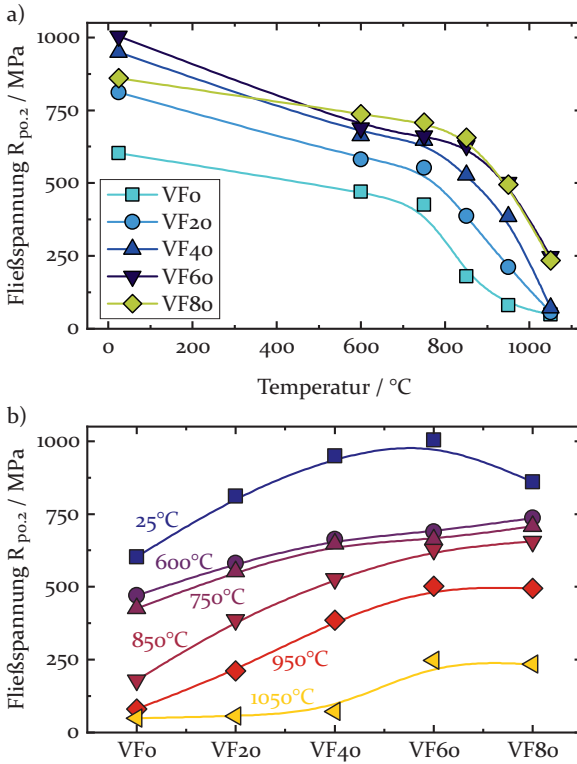


Abbildung 4.7: Fließspannungsverlauf der VF-Legierungsserie a) gegenüber der Temperatur und b) gegenüber der jeweiligen Legierung bzw. dem  $\gamma'$  Volumenanteil.

zu sehen ist. Bei allen  $\gamma'$ -haltigen Legierungen fällt die Fließspannung zunächst mit Erhöhung der Temperatur ab, erreicht dann zwischen ca. 600°C und 850°C ein kurzes Plateau, bevor sie bei sehr hohen Temperaturen stark abnimmt. Wie bereits in Abschnitt 2.2.2 beschrieben, ist aus der Literatur bekannt, dass für einphasige  $L_2$  Strukturen, aber auch für ausscheidungsgehärtete Co- und Ni-Basis-Superlegierungen Fließspannungsanomalien bei erhöhten Temperaturen auftreten können [32, 99, 100, 198, 199]. Das bedeutet, dass zum Beispiel für einphasiges  $Ni_3Al$  die Fließspannung bis zum Erreichen der  $\gamma'$  Solvustemperatur bzw. zur Aktivierung des  $\langle 110 \rangle \{001\}$  Gleitsystems kontinuierlich ansteigt oder für  $Co_3(Al,W)$  zunächst ein kontinuierlicher Abfall, gefolgt von einem

kurzen Anstieg bei hohen Temperaturen auftritt. Allerdings zeigen die untersuchten Legierungen keines der beiden Phänomene. Es ist davon auszugehen, dass das Plateau, das die Legierungen im Temperaturbereich von 600 °C bis 850 °C zeigen, auch auf die gleichen Mechanismen zurückzuführen ist, also auf das Auftreten der Kear-Wiltsdorf-Locks. Der Effekt ist aber deutlich schwächer ausgeprägt, sodass kein Anstieg der Fließspannung beobachtet werden kann. Beardmore *et al.* [199] konnten zeigen, dass sich bei Ni-Basis-Superlegierungen der Kurvenverlauf der Fließspannung über der Temperatur mit variierendem  $\gamma'$  Volumenanteil ebenfalls verändert. Genauer gesagt wurde beobachtet, dass bei niedrigen Temperaturen die Legierungen mit niedrigem und bei hohen Temperaturen die Legierungen mit einem hohen  $\gamma'$  Volumenanteil bessere Eigenschaften zeigen. In der hier untersuchten Co-basierten VF-Legierungsserie kann dieser Effekt nicht beobachtet werden. Im Fall der Co-Basis-Legierungen steigt die Druckfestigkeit über den kompletten Temperaturbereich mit zunehmendem Ausscheidungsanteil. Nur VF80, also die Legierung mit zusätzlichen Phasen, weicht im Niedrigtemperaturbereich von diesem Trend ab, zeigt aber bei hohen Temperaturen wieder höhere oder identische Festigkeiten im Vergleich zu den Legierungen mit niedrigerem  $\gamma'$  Volumenanteil. In [199] wird die hohe Festigkeit der Legierungen mit vermeintlich niedrigem  $\gamma'$  Anteil bei niedrigeren Temperaturen mit der Anwesenheit von sehr feinem  $\gamma'$  in den Matrixkanälen, welches sich bei der Abkühlung nach der Wärmebehandlung bildet, erklärt. Dies konnte in den VF-Legierungen in REM-Untersuchungen allerdings nicht beobachtet werden. Dennoch gleicht der Kurvenverlauf der hier untersuchten Co-Basis-Superlegierungen eher dem der Ni-Basis-Legierungen mit niedrigem  $\gamma'$  Volumenanteil aus [199].

Eine Möglichkeit könnte sein, dass auch in den Co-Basis-Legierungen feines  $\gamma'$  in den  $\gamma$  Kanälen vorhanden ist, im REM aber nicht aufgelöst werden kann. TEM-Analysen an VF60 nach Druckversuchen haben aber gezeigt, dass zumindest für diese Legierung keine feinen  $\gamma'$  Ausscheidungen in den Matrixkanälen vorhanden sind [66]. Allerdings unterscheiden sich vermutlich die Abkühlraten nach der Wärmebehandlung und nach Druckversuchen voneinander, sodass TEM-Untersuchungen an den Ausgangszuständen notwendig wären, um diesen Effekt endgültig auszuschließen. Wahrscheinlicher ist aber, dass die Kurvenform eher mit den ablaufenden Verformungsmechanismen zusammenhängt. In [199] wird gezeigt, dass die Verformung, je nach Temperatur und  $\gamma'$  Volumenanteil, über Versetzungen und gepaarte Partialversetzungen in der Matrix bzw. den Ausscheidungen stattfindet. Im Rahmen der Masterarbeit von A.

Bezold [66] konnte für die Legierung VF60 jedoch gezeigt werden, dass die Bildung von Stapelfehlern bei der Verformung eine entscheidende Rolle spielt, was in den Ni-Basis-Superlegierungen nicht beobachtet werden konnte [199]. Um den Fließspannungsverlauf der VF-Legierungsserie besser zu verstehen wären allerdings weitere Untersuchungen, auch an den übrigen Legierungen notwendig. Es ist aber wahrscheinlich, dass dieser Unterschied in den Verformungsmechanismen maßgeblich die Unterschiede im Festigkeitsverlauf hervorruft.

Um die Fließspannung unter den Legierungen besser zu vergleichen, sind die Datenpunkte aus Abbildung 4.7a in Abbildung 4.7b über der jeweiligen Legierung bzw. damit auch über dem  $\gamma'$  Volumenanteil aufgetragen. Hier zeigt sich besonders gut, dass die Fließspannung bei jeder Temperatur von links nach rechts, also mit zunehmendem  $\gamma'$  Volumenanteil bis zu VF60 zunimmt. Erst bei noch höheren Volumenanteilen in VF80 ist ein weiterer Anstieg weniger stark ausgeprägt oder keine weitere Steigerung zu erkennen. Allerdings ist erneut zu bedenken, dass VF80 neben  $\gamma$  und  $\gamma'$  zusätzliche Phasen aufweist, was die mechanischen Eigenschaften maßgeblich beeinflussen kann. Solange aber eine zweiphasige Mikrostruktur vorliegt scheint ein höherer Ausscheidungs-volumenanteil eine höhere Druckfestigkeit hervorzurufen.

## 4.2 Kriechbeständigkeit

Eine weitere wichtige Materialeigenschaft bei hohen Temperaturen stellt die Kriechfestigkeit dar, da eine plastische Verformung beim Hochtemperatureinsatz bereits weit unterhalb der Fließspannung auftreten kann. Dass die Kriecheigenschaften stark mit dem  $\gamma'$  Volumenanteil variieren, wurde zum Beispiel von Murakumo *et al.* [200, 201] an einkristallinen Ni-Basis-Superlegierungen bereits gezeigt. Dabei stellte sich heraus, dass es einen optimalen  $\gamma'$  Volumenanteil gibt, bis zu welchem die Kriechfestigkeit systematisch ansteigt. Bei zu hohen Ausscheidungsanteilen nimmt die Kriechbeständigkeit dann im Fall der dort untersuchten Legierung TMS-75 bzw. deren Schwesterlegierungen wieder ab. Der optimale  $\gamma'$  Volumenanteil dieser Ni-Basis-Superlegierungen beträgt dann 55 % bei 1100 °C bzw. 70 % bei 900 °C [200, 201].

Um den Einfluss des  $\gamma'$  Volumenanteils systematisch auch bei Co-Basis Superlegierungen zu untersuchen, eignet sich die bereits vorgestellte VF-Legierungsserie hervorragend. Diese Legierungen wurden ebenfalls entlang einer schematischen Konode im Phasendiagramm entwickelt, sodass sich die Zusammensetzung der einzelnen Phasen nicht unter-

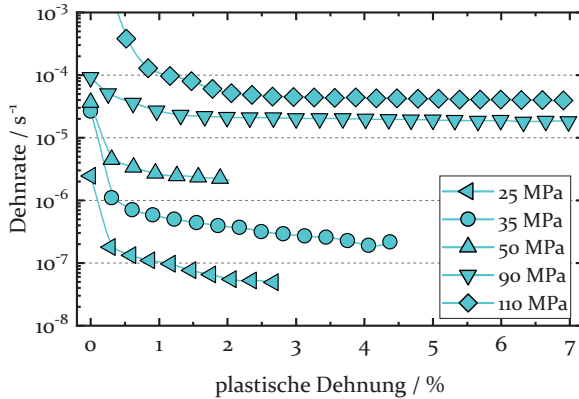


Abbildung 4.8: Kriechversuche der Legierung VFo bei 950 °C und unterschiedlichen Spannungen.

scheidet, der Volumenanteil aber variiert. Als Ausgangsmaterial dienten Proben der Legierungen VFo bis VF100 im ausgelagerten Zustand. Die entsprechenden Mikrostrukturen sind in Abbildung 4.1 zu sehen. Alle Kriechversuche wurden im Hochtemperaturregime, genauer bei 950 °C, durchgeführt. Da mit der Legierung VFo auch eine ausscheidungsfreie Referenzlegierung mit identischer  $\gamma'$  Zusammensetzung vorliegt, konnte außerdem der Härtingsbeitrag der  $\gamma'$  Ausscheidungen quantifiziert werden.

Die einzelnen Kriechversuche der Matrix-Legierung VFo bei 950 °C und Spannungen von 25 MPa bis 110 MPa sind in Abbildung 4.8 dargestellt. Hier zeigt sich, dass es zu einer deutlichen Verfestigung bei Spannungen von 50 MPa oder weniger kommt. Auch nach mehreren Prozenten plastischer Dehnung nimmt die Dehnrate immer weiter ab. Im Gegensatz dazu stellt sich bei höheren Spannungen von 90 MPa und 110 MPa ein ausgeprägter sekundärer Kriechbereich mit nahezu konstanter Dehnrate ein.

Die Kriechversuche an den  $\gamma'$ -haltigen Legierungen VF20, VF40, VF60 und VF80 sind in Abbildung 4.9 zu sehen. Die Legierung VF100 wird im Folgenden nicht zur Charakterisierung der Kriecheigenschaften in Abhängigkeit des  $\gamma'$  Volumenanteils einbezogen. Wie in Kapitel 4 bereits gezeigt, weisen sowohl VF80 als auch VF100 einen hohen Anteil an zusätzlichen Phasen auf. Dies führt dazu, dass die Einflussfaktoren auf die mechanischen Eigenschaften komplexer werden. Da aber vor allem der

#### 4 Härtungsbeitrag der Ausscheidungsphase

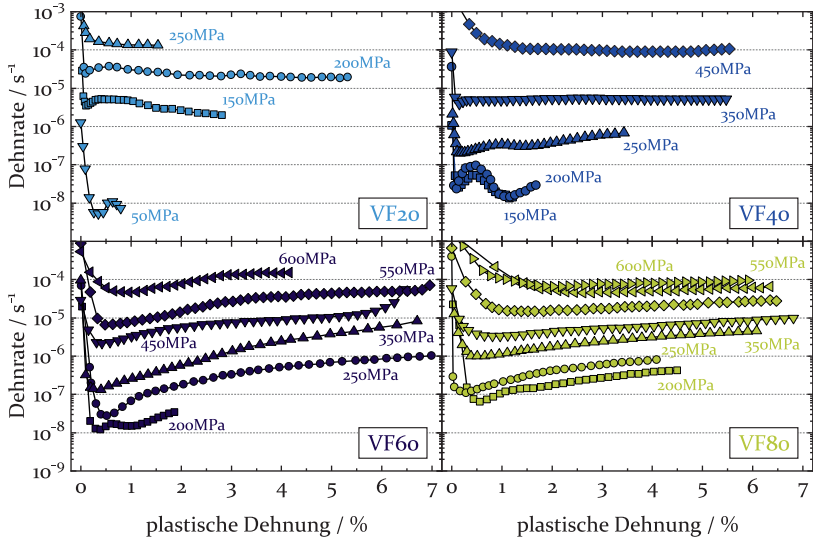


Abbildung 4.9: Kriechversuche der VF-Legierungen VF20, VF40, VF60 und VF80 bei 950 °C und unterschiedlichen Spannungen.

Einfluss der  $\gamma'$  Phase untersucht werden sollte, werden die Legierungen VF0-VF60 herangezogen. Der Einfluss der Zusatzphasen wird dann exemplarisch nur an VF80 diskutiert.

Bei der Vielfalt an Kriechkurven zeigen sich aber einige Gemeinsamkeiten. So weisen die Legierungen VF20, VF40 und VF80 zum Beispiel alle einen ausgeprägten sekundären Kriechbereich bei hohen Spannungen auf, analog zur Legierung VF0. Außerdem zeigen die Legierungen VF20, VF40 und VF60 ein ausgeprägtes doppeltes Minimum bei niedrigen Spannungen. Auf dieses besondere Verhalten wird in Kapitel 7 genauer eingegangen. Außerdem wurde ein solches Kriechverhalten auch bereits an der Mutterlegierung der VF-Serie, der ERBOCo-2Ta, beobachtet [79, 80]. Allerdings wird für keine  $\gamma'$ -haltige Legierung eine kontinuierliche Verfestigung beobachtet, wie es in VF0 bei niedrigen Spannungen der Fall ist.

Um das Kriechverhalten zu charakterisieren und zu vergleichen, wird typischerweise auf die Norton-Darstellung zurückgegriffen. Dabei wird theoretisch die Dehnrate im stationären Kriechbereich über der jeweils angelegten Spannung aufgetragen. Da im Fall der hier untersuchten Legierungen meist kein konstanter Dehnratenbereich auftritt, wird die

minimale Dehnrate verwendet. Da die minimale Dehnrate in VFo erst bei Dehnungen erreicht wird, die deutlich größer sind im Vergleich zur Lage der Minima in den Legierungen VF20 bis VF80, wird im Folgenden für VFo die Dehnrate bei 1.0 % Dehnung für weitere Quantifizierungen verwendet. In [57] konnte gezeigt werden, dass die Schwankungen vernachlässigbar klein sind, wenn alternativ die Werte bei einer Dehnung von 0.5 % oder 2.0 % verwendet werden. Wird bei einem Kriechversuch ein doppeltes Minimum beobachtet, wird die Dehnrate im ersten Minimum als minimale Dehnrate herangezogen.

Die Norton-Auftragung der Ergebnisse aus den Kriechversuchen der VF-Serie ist in Abbildung 4.10 zu sehen. Ein Anfitzen der Datenpunkte liefert dann den sogenannten Spannungsexponenten  $n$ , der Aussagen über den zugrundeliegenden Verformungsmechanismus ermöglicht. Die entsprechenden Spannungsexponenten sind in Abbildung 4.10 mit angegeben. Für alle Legierung ergibt sich ein Wert größer 4, was typisch für ausscheidungsgehärtete Superlegierungen ist [118, 119, 202–204]. Die sich ändernde Kurvenform in Abbildung 4.9 vor allem bei niedrigen Spannungen lässt vermuten, dass sich hier die Verformungsmechanismen ändern. Deshalb wäre es auch denkbar, die Daten in der Norton-Auftragung mit zwei unterschiedlichen Geraden zu fitzen, sodass das Kriechverhalten besser beschrieben werden kann. Außerdem zeigt die Norton-Darstellung bereits, dass sich die Kriecheigenschaften ausgehend von der ausscheidungsreifen Legierung VFo mit zunehmendem  $\gamma'$  Volumenanteil verbessern. Demnach zeigt die Legierung VF60 offensichtlich die höchste Kriechfestigkeit. Dies deckt sich mit den Erkenntnissen von Murakumo *et al.* [200, 201] an Ni-Basis-Superlegierungen, dass die Kriechbeständigkeit mit dem  $\gamma'$  Anteil stetig zunimmt. Die Legierung VF80 hingegen weist höhere Dehnraten im Vergleich zu VF60 auf, obwohl der  $\gamma'$  Volumenanteil hier noch höher ist. Dies ist vermutlich auf die zusätzlichen intermetallischen Phasen zurückzuführen, die sich in der Legierung VF80 bilden und die Kriecheigenschaften verschlechtern. Andererseits wäre auch denkbar, dass es analog zu Ni-Basis-Superlegierungen bei den hier untersuchten Co-Basis-Superlegierungen ebenfalls ein Optimum des  $\gamma'$  Volumenanteils gibt.

Um den Trend der Kriechfestigkeit innerhalb der Legierungsserie zu verdeutlichen, sind die minimalen Dehnraten aus den Kriechversuchen in Abbildung 4.11 gegenüber der jeweiligen Legierung aufgetragen. In dieser Abbildung sind allerdings nur Spannungen eingetragen, bei welchen mehrere Legierungen getestet wurden. Datenpunkte von Versuchsparametern, bei welchen nur eine Legierung individuell getestet wurde,

4 Härtungsbeitrag der Ausscheidungsphase

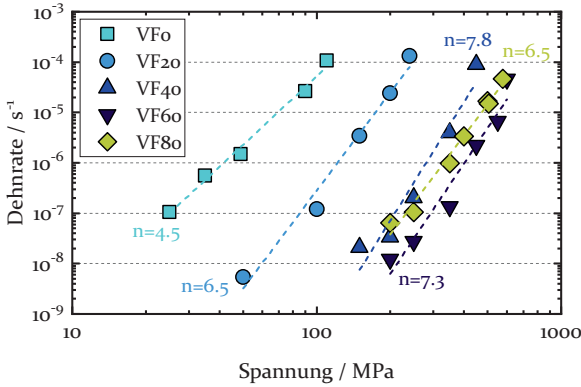


Abbildung 4.10: Norton-Auftragung aller Kriechversuche an VF0-VF80 bei 950 °C, sowie die ermittelten Spannungsexponenten  $n$ .

wurden ausgespart. Auch hier zeigt sich, dass die Kriechfestigkeit mit zunehmendem  $\gamma'$  Volumenanteil, bis hin zu VF60, steigt. Wie oben bereits diskutiert nimmt die Kriechbeständigkeit in VF80 trotz höherem  $\gamma'$  Volumenanteil wieder ab.

Um nun den Härtungsbeitrag der Ausscheidungsphase genauer zu quantifizieren, wurde das Schwellenspannungskonzept nach Lagneborg und Bergman [163] bzw. das weiterentwickelte Modell nach Reppich *et al.* [164] herangezogen. Diese Modelle wurden bereits in Abschnitt 2.3.1 vorgestellt. Da der Einfluss der zusätzlichen Phasen in VF80 nicht genau quantifiziert werden kann, wird im Folgenden nur noch auf die ein- bzw. zweiphasigen Legierungen VF0, VF20, VF40 und VF60 eingegangen.

Abbildung 4.12a zeigt die Lagneborg-Bergman-Reppich Auftragung, also die  $n_m$ -te Wurzel aus der minimalen Dehnrate über der Spannung. Aus diesen Daten lässt sich dann der Härtungsbeitrag der  $\gamma'$  Ausscheidungen  $\sigma_p$  bestimmen, was in Abbildung 4.12b dargestellt ist. Außerdem sind in dieser Abbildung auch die Werte der Schwellenspannungen aus den Druckversuchen  $\sigma_{p,Druck}$  als offene Symbole eingetragen. Diese beschreibt die Differenz der maximal erreichten Spannung in den Druckversuchen bei 950 °C und einer Dehnrate von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  zur Maximalspannung der Matrixlegierung VF0 bei gleichen Versuchsbedingungen [205]. Diese Druckschwellenspannung wird dann über der Druckfestigkeit aufgetragen. Auch hier zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung mit dem LBR-Modell. Bei weiterer Analyse der Härtungsbeiträge stellt sich her-

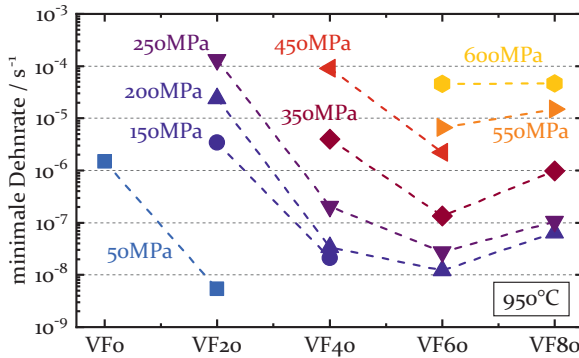


Abbildung 4.11: Minimale Dehnrates ermittelt aus den Kriechversuchen an VF0-VF80 bei  $950^\circ\text{C}$ . Dabei sind nur Spannungen aufgetragen, bei welchen mehrere Legierungen getestet wurden.

aus, dass nur die Legierung VF20 annähernd einen konstanten  $\sigma_p$  Wert erreicht, wie es aus der Beschreibung des Modells zu erwarten wäre (siehe Abschnitt 2.3.1). Die Steigung in den Kurven von VF40 und VF60 nimmt zwar ab, nähert sich aber keinem Plateau an, obwohl der höchste Spannungswert etwa einer Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  entspricht. Ähnliches wurde auch bereits von Schneider *et al.* [141] beschrieben, der den Härtingsbeitrag der  $\gamma'$  Ausscheidungen in der Ni-Basis-Superlegierung CMSX-4 bestimmt hat. Auch bei dieser Legierung, die einen  $\gamma'$  Volumenanteil von ca. 70 % aufweist, stellt sich kein konstanter Härtingsbeitrag bei hohen Dehnrates ein, was das Modell allerdings erwarten lassen würde.

Anhand dieser Ergebnisse kann nicht davon ausgegangen werden, dass es nicht zum Schneiden der  $\gamma'$  Ausscheidungen kommt, was aber generell eine Annahme des LBR Modells, vor allem bei niedrigen Spannungen, ist. Die Mutterlegierung der VF-Serie, ERBOCo-2Ta, wurde bereits von Xue *et al.* [79, 80] und auch ihm Rahmen dieser Arbeit (siehe Abschnitt 7.2) hinsichtlich ihrer Kriecheigenschaften untersucht. Hier zeigt sich, dass es in Druckkriechversuchen bei  $950^\circ\text{C}$  und einer vergleichsweise niedrigen Spannung von 150 MPa bereits in den frühen Stadien der Verformung zu Schneidprozessen kommt. Auch die Legierung VF60 wird im Laufe dieser Arbeit noch genauer hinsichtlich ihrer Verformungsmechanismen charakterisiert (siehe Abschnitt 7.1). Auch in diesen Untersuchungen wird sich zeigen, dass die Ausscheidungen während des Kriechens geschnitten werden. Vermutlich tritt dies dann auch in den übrigen VF-

4 Härtungsbeitrag der Ausscheidungsphase

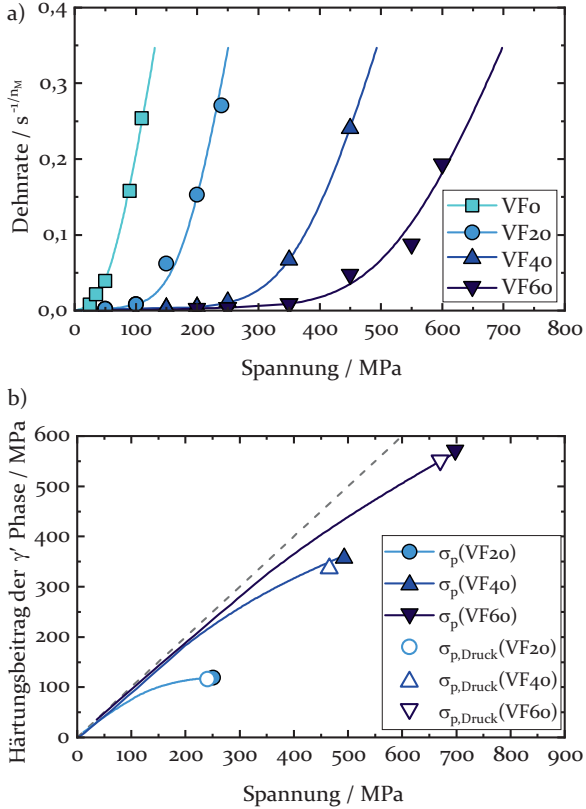


Abbildung 4.12: a) Lagneborg-Bergman-Reppich Auftragung für die Legierungen VF0, VF20, VF40 und VF60 bei 950 °C. b) Härtungsbeitrag der γ' Ausscheidungen  $\sigma_p$  bestimmt nach dem LBR Modell und Druckschwellesspannung  $\sigma_{p,Druck}$  bestimmt aus Druckversuchen bei einer Dehnrade von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

Legierungen analog auf. Dennoch deuten die nahezu linearen Steigungen der Härtungsbeitragskurven bei sehr niedrigen Spannungen darauf hin, dass der Großteil der plastischen Verformung dennoch von der  $\gamma$  Phase getragen wird. Der Einfluss der Schneidprozesse auf die plastische Gesamtdehnung wurde bereits von Titus *et al.* [82] und Lenz *et al.* [86] untersucht. Dabei wurden Co- bzw. CoNi-Basis-Superlegierungen anhand von Zug- bzw. Druckkriechversuchen bei 900 °C und 345 MPa bzw. 850 °C und 400 MPa charakterisiert. Beide Forschergruppen kommen zu dem Schluss, dass die Schneidprozesse zwar auch zur plastischen Verformung in den dort durchgeführten Versuchen beitragen, der Anteil an der Gesamtdehnung aber eher gering ist. Dies würde demnach qualitativ auch zu den hier gewonnenen Erkenntnissen passen. Die abnehmende Steigung in den Härtungsbeitragskurven bei höheren Spannungen deutet dann darauf hin, dass der Anteil der Schneidprozesse an der Gesamtdehnung zunimmt. Die Tatsache, dass vor allem bei VF40 und VF60 keine Sättigung im Härtungsbeitrag erreicht wird, könnte dafür sprechen, dass die Gleit-Kletter-Bewegungen der Versetzungen in der  $\gamma$  Matrix auch bei hohen Spannungen noch einen deutlichen Einfluss hat. Es wäre allerdings auch denkbar, dass es aufgrund der erhöhten Defektdichte in den  $\gamma'$  Ausscheidungen zu einem zusätzlichen Härtungseffekt kommt, wie es von Titus *et al.* [82] und Bezold *et al.* [57] postuliert wird.

Da die Verläufe der Härtungsbeiträge vor allem bei den niedrigen Spannungen nur schwer zu differenzieren sind, kann  $\sigma_p$  alternativ auch gegenüber der entsprechenden Dehnrate statt der Spannung aufgetragen werden. Dies ist für die Legierungen VF20, VF40 und VF60 in Abbildung 4.13a zu sehen. In dieser Auftragung zeigt sich jetzt deutlich, dass der Härtungsbeitrag der  $\gamma'$  Phase mit zunehmendem  $\gamma'$  Volumenanteil über den gesamten, hier untersuchten Dehnratenbereich steigt. Am höchsten ist dieser demnach für die Legierung VF60, die einen tatsächlichen  $\gamma'$  Volumenanteil von ca. 70% aufweist.

In Abbildung 4.13b ist nun der Härtungsbeitrag  $\sigma_p$  der  $\gamma'$  Ausscheidungen in VF60 im Vergleich zu konventionellen Ni-Basis-Superlegierungen der ersten (CMSX-6) und zweiten Generation (CMSX-4) bei 950 °C gezeigt [141, 206]. Die Werte für CMSX-6 wurden von Wilhelm *et al.* [206] ursprünglich bei 980 °C ermittelt. Von Bezold *et al.* [171] wurde allerdings gezeigt, dass diese auch zu 950 °C überführt und umgerechnet werden können. Diese beiden Ni-Basis-Superlegierungen weisen einen ähnlichen  $\gamma'$  Volumenanteil und mit 440 nm und 470 nm etwas größere Ausscheidungen im Vergleich zu VF60 (269 nm) auf. Wie zu erwarten, konnte der Festigkeitsbeitrag in den Ni-Basis-Superlegierungen von CMSX-6

4 Härtungsbeitrag der Ausscheidungsphase

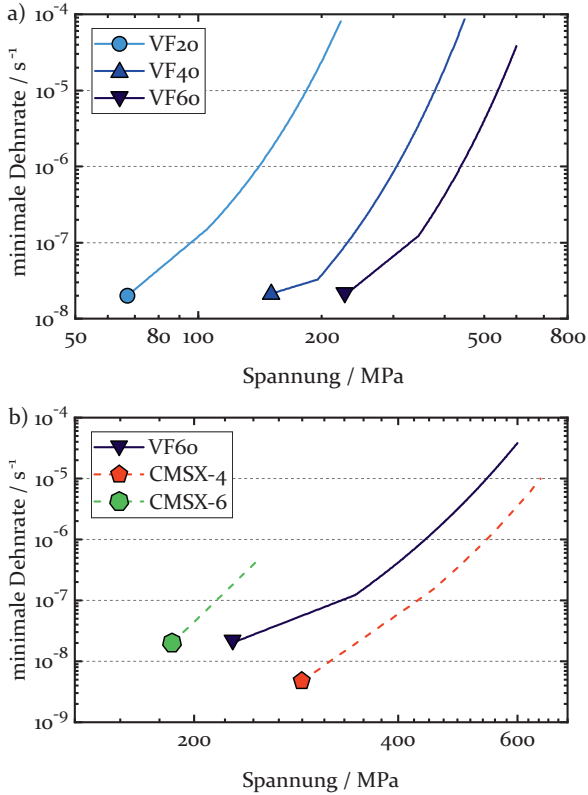


Abbildung 4.13: a) Härtungsbeitrag der  $\gamma'$ -Ausscheidungen bei 950 °C aufgetragen gegenüber der Dehnrage statt der Spannung. b) Vergleich des Härtungsbeitrags von VF60 mit den Ni-Basis-Superlegierungen CMSX-4 [141] und CMSX-6 [206]. Die Werte aus [206] wurden ursprünglich bei 980 °C ermittelt, aber von Bezold *et al.* [171] zu 950 °C umgerechnet.

zu CMSX-4 durch das Zulegieren von Re deutlich gesteigert werden. Interessanterweise liegt der Härtingsbeitrag der  $\gamma'$  Ausscheidungen von VF60, bestimmt nach dem LBR-Modell, bereits zwischen den beiden konventionellen Ni-Basis-Superlegierungen, obwohl es sich bei VF60 um eine quarternäre Modelllegierung handelt. Dabei ist anzumerken, dass die Kriecheigenschaften in dieser Studie anhand von Druckkriechversuchen charakterisiert wurden, während die der Ni-Basis-Superlegierungen aus [141, 206] in Zugkriechversuchen untersucht wurden. Für Ni-Basis-Superlegierungen ist bekannt, dass die Kriecheigenschaften im Niedrigtemperaturregime (z.B. 750 °C und 750 MPa) unter Druckbelastung schlechter sind, verglichen mit Zugbelastung [207–209]. Im Bereich der mittleren Temperaturen und Spannungen (zum Beispiel 900 °C bis 950 °C und 250 MPa bis 392 MPa) zeigen Ni-Basis-Superlegierungen identische minimale Dehnraten für beide Belastungsarten, auch wenn es unter Druckspannungen zu einem ausgeprägteren primären Kriechbereich kommt [208–210]. Für CoNi-Basis-Superlegierungen wurde kürzlich von Lenz *et al.* [86] in Zugkriechversuchen bei 850 °C und 400 MPa etwas höhere Dehnraten im Vergleich zu Druckkriechversuchen ermittelt.

Vorausgesetzt, für die hier untersuchten Legierungen tritt bei 950 °C eine ähnliche Anisotropie auf und die Anisotropie der Ni-Basis-Legierungen CMSX-4 und CMSX-6 ist vernachlässigbar gering hinsichtlich der minimalen Dehnraten, dann würde sich der Härtingsbeitrag von VF60 leicht verringern und sich dem von CMSX-6 annähern. Dennoch ist es bemerkenswert, dass der Härtingsbeitrag der  $\gamma'$  Ausscheidungen in VF60 derart hoch ist, obwohl es sich hier nicht um eine industriell optimierte Legierung handelt. Es ist also davon auszugehen, dass der Härtingsbeitrag der  $\gamma'$  Phase in Co-Basis-Superlegierungen in Zukunft noch weiter gesteigert und die Kriecheigenschaften somit deutlich verbessert werden können.



## 5 Diskontinuierliches Verfestigungsverhalten

Die quarternäre Co-Basis-Superlegierung VF60 wurde bereits in Kapitel 4 vorgestellt und hinsichtlich ihrer mechanischen Eigenschaften untersucht. Dabei wurde in Druckversuchen bei 950 °C und einer Dehnrate von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  festgestellt, dass bei dieser Legierung kein typisches Fließ- bzw. Verfestigungsverhalten auftritt, sondern die endgültige Druckfestigkeit in mehreren Stufen erreicht wird. Diese diskontinuierliche Verfestigung soll in diesem Kapitel genauer beleuchtet und die zugrundeliegenden Mechanismen aufgedeckt werden. Einige der hier gezeigten Ergebnisse sind in den Abschlussarbeiten von A. Kirchmayer [211] und A. Bezold [66, 212] entstanden.

Die Spannungs-Dehnungskurve von VF60 bei 950 °C ist in Abbildung 5.1 noch einmal zu sehen. Um dieses Verhalten genauer zu verstehen, wurden bei gleichen Versuchsbedingungen weitere Experimente durchgeführt und bei charakteristischen Dehnungswerten unterbrochen. So sollten die Verformungsmechanismen untersucht und das Verfestigungsverhalten erklärt werden können. Die Ergebnisse aller Druckversuche sind ebenfalls in Abbildung 5.1 dargestellt.

Es zeigt sich, dass die Verfestigungsrate nach starkem Anstieg zu Beginn, zunächst temporär weniger stark ausgeprägt ist, bevor sie bis hin zum globalen Maximum bei ca. 3 % plastischer Dehnung wieder stark zunimmt. Nach Erreichen des Maximums entfestigt die Probe wieder und bildet dann ein Plateau im Verlauf der Spannung aus. Um dieses Verhalten besser zu verstehen, wurden Versuche bis zu den charakteristischen Wendepunkten durchgeführt, also bis zur ersten Abnahme der Verfestigung (Dehnung ca. 0.2 %), bis zum erneuten Anstieg der Festigkeit (Dehnung ca. 1.1 %) und bis zum Maximum (Dehnung ca. 3.2 %). Diskontinuierliches Verfestigungsverhalten wurde auch schon früher bei 900 °C an Ni-Basis-Superlegierungen beobachtet. Reichstein *et al.* [213] konnten dieses Verhalten zum Beispiel in Zugversuchen an der Legierung CMSX-6 zeigen. Im Rahmen dieser Arbeit wurde zum ersten Mal ein ähnliches Verhalten in Druckversuchen an Co-Basis-Superlegierungen gefunden. Bei CMSX-6 ist der Effekt allerdings stärker ausgeprägt und die Verfestigung unterteilt sich in vier Stufen [213], während bei VF60 nur eine Stufe auftritt. Bei Reichstein *et al.* [213] werden die verschiedenen Stufen der Verfestigung mit der Überlagerung von internen Spannungen durch die Gitterfehlpassung und der von außen angelegten Spannung

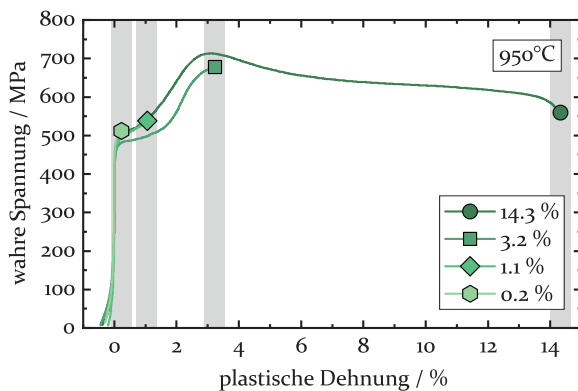


Abbildung 5.1: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Legierung VF60 bei 950 °C und einer Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Die Versuche wurden nach plastischen Dehnungen von ca. 0.2 %, 1.1 %, 3.2 % und 14.3 % unterbrochen.

erklärt. Als Folge davon startet die Verformung zunächst in den horizontalen  $\gamma$  Kanälen (1. Stufe) und weitet sich nach weiterer Erhöhung der äußeren Spannung auch auf die vertikalen Kanäle aus (2. Stufe). Die Versetzungen bewegen sich dann an die  $\gamma/\gamma'$  Grenzflächen und bilden dort Versetzungsnetzwerke aus, was die Kohärenzspannungen in den horizontalen Kanälen abbaut und in den vertikalen Kanälen erhöht. Das führt dazu, dass die  $\gamma'$  Ausscheidungen zunächst von den horizontalen  $\gamma/\gamma'$  Grenzflächen aus geschnitten werden (3. Stufe), bevor ein Einschneiden auch von den vertikalen Grenzflächen stattfindet (4. Stufe) [149, 213, 214].

Auch wenn bei VF60 nur eine statt vier Stufen und somit eventuell andere Verformungsmechanismen auftreten, ist davon auszugehen, dass auch hier die Versetzungs- und Defektmechanismen ausschlaggebend für das diskontinuierliche Verfestigungsverhalten sind. Deshalb werden im Folgenden die TEM-Untersuchungen an den unterbrochenen Druckversuchen vorgestellt und diskutiert. Abbildung 5.2b, c und d zeigt die Mikrostruktur der Probe, die bis zu einer plastischen Dehnung von ca. 0.2 % verformt wurde. Zunächst ist festzuhalten, dass die Verformung stark inhomogen abläuft. Während einige Bereiche der untersuchten Probe frei von Defekten sind (siehe Abbildung 5.2b), sind andere Regionen voll von Versetzungen und Stapelfehlern (siehe Abbildung 5.2d). Die hoch verformten Bereiche sind in Form von Bändern zu finden. Wenn Versetzungen in die  $\gamma'$  Phase einschneiden, dann treten am häufigsten

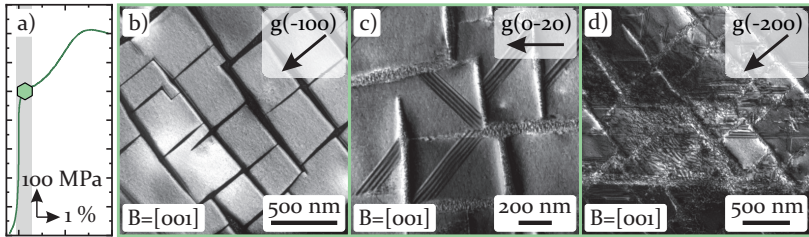


Abbildung 5.2: a) Ausschnitt aus dem Spannungs-Dehnungs-Diagramm von VF60 bei 950 °C und einer Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . b-c) TEM Mikrostrukturaufnahmen von VF60 nach einem entsprechenden Druckversuch, der bei einer plastischen Dehnung von ca. 0.2 % unterbrochen wurde.

SISFs auf, wie in Abbildung 5.2c zu sehen. In seltenen Fällen treten aber auch SESFs auf (siehe Abbildung 5.2c). Auch wenn das Schneiden der Ausscheidungen gelegentlich beobachtet werden kann, scheint doch der Hauptteil der Verformung in der  $\gamma$  Matrix stattzufinden.

Bei weiterer Deformation zu einer plastischen Dehnung von ca. 1.1 % verfestigt die Legierung nur leicht. Die Verformung ist auch nach dieser Dehnung noch in Verformungsbändern lokalisiert und hauptsächlich von der Matrixphase getragen. Die dazugehörigen Mikrostrukturaufnahmen sind in Abbildung 5.3b, c und d zu sehen. Jetzt können aber auch Versetzungspaare in  $\gamma'$  Ausscheidungen beobachtet werden, die mit einer APB gekoppelt sind (siehe Abbildung 5.3c). Zusätzlich konnten in diesem Zustand Defektkonfigurationen beobachtet werden, bei denen ein SISF mit einer APB verbunden ist (siehe Abbildung 5.3b, weißer Pfeil). Vermutlich handelt es sich dabei um eine Zwischenstufe der ASA-Konfiguration (siehe Abschnitt 2.2.1). Es wurde außerdem festgestellt, dass in den Scherbändern sowohl superintrinsic als auch superextrinsic Stapelfehler vorliegen, während außerhalb der Bänder fast ausschließlich SISFs beobachtet werden (siehe Abbildung 5.3d).

Bei weiterer Verformung bis hin zum Maximum bei ca. 3.2 % Dehnung nimmt die Festigkeit noch einmal signifikant zu. Die Mikrostruktur zeigt, dass dieser Festigkeitsanstieg mit einer deutlichen Erhöhung der Defektdichte einhergeht, wie in Abbildung 5.4b, c und d zu sehen ist. Da zusätzliche Beugungsreflexe in TEM Untersuchungen auftauchen ist außerdem davon auszugehen, dass sich einige SESFs zu Mikrozwillingen umgewandelt haben (siehe Abschnitt 2.2.1). Darüber hinaus zeigen die Mikrostrukturaufnahmen in Abbildung 5.4, dass die Planardefekte auf

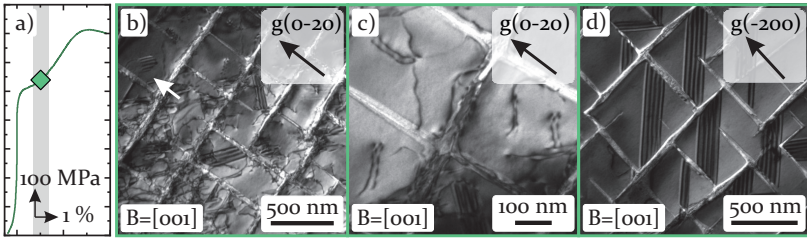


Abbildung 5.3: a) Ausschnitt aus dem Spannungs-Dehnungs-Diagramm von VF60 bei 950 °C und einer Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . b-c) TEM Mikrostrukturaufnahmen von VF60 nach einem entsprechenden Druckversuch, der bei einer plastischen Dehnung von ca. 1.1% unterbrochen wurde.

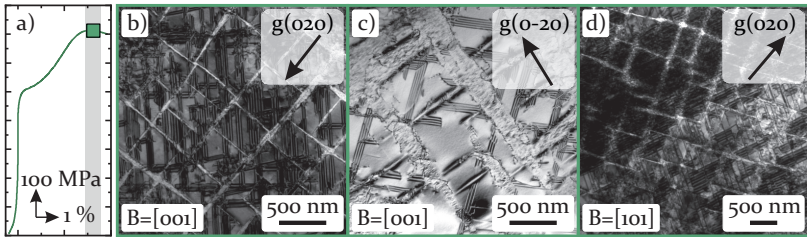


Abbildung 5.4: a) Ausschnitt aus dem Spannungs-Dehnungs-Diagramm von VF60 bei 950 °C und einer Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . b-c) TEM Mikrostrukturaufnahmen von VF60 nach einem entsprechenden Druckversuch, der bei einer plastischen Dehnung von ca. 3.2% unterbrochen wurde.

verschiedenen Gleitebenen miteinander interagieren müssen. Gelegentlich wurden auch APBs beobachtet, die von einzelnen Matrixversetzungen erzeugt wurden. Diese treten aber in deutlich geringerem Maße auf im Vergleich zu SISFs und SESFs und tragen somit nur unerheblich zur Gesamtverformung bei. Wie in Abbildung 5.4d zu sehen ist, sind auch hier noch Scherbänder zu erkennen, auf denen die Defektdichte noch deutlich erhöht ist im Vergleich zu den umliegenden Bereichen.

Das ausgeprägte Verfestigungsverhalten von VF60 zeigt sich in einer Festigkeitssteigerung von ca. 200 MPa bei nur 2% Dehnung. Dabei bildet sich eine Stufenform in der Spannungs-Dehnungs-Kurve aus. Diese Form der diskontinuierlichen Verfestigung kann nun mit Hilfe der Mikrostrukturuntersuchungen aus den Abbildungen 5.2, 5.3 und 5.4 erklärt werden.

Zusätzlich sind die einzelnen Schritte der Verfestigung in Abbildung 5.5 schematisch zusammengefasst.

Nach einer Dehnung von ca. 0.2 % zeigt sich, dass die Verformung im wesentlichen in der Matrixphase abläuft (siehe Abbildung 5.5a und b). In den Mikrostrukturuntersuchungen hat sich außerdem gezeigt, dass die Verformung stark inhomogen und auf definierten Bändern abläuft (siehe Abbildung 5.2). Gelegentlich konnte auch die Bildung von SISFs in der  $\gamma'$  Phase beobachtet werden. Allerdings ist deren Anzahl mit im Schnitt deutlich unter einem Stapelfehler pro  $\gamma'$  Ausscheidung zu gering, um dies als Hauptverformungsmechanismus zu bezeichnen. In diesem Bereich ist die Verfestigungsrate vergleichsweise gering und die Zunahme der Festigkeit beruht auf der Erhöhung der Versetzungsdichte in der Matrix, wie es auch von anderen kfz Materialien bekannt ist. Mit zunehmender Dehnung treten dann auch andere Verformungsmechanismen auf, wie es schematisch in Abbildung 5.5c und d dargestellt ist. Es treten jetzt auch APB-gekoppelte Versetzungspaare, einzelne Superpartialversetzungen und die ASA-Konfiguration in den  $\gamma'$  Ausscheidungen auf. Der Beitrag der einzelnen Superpartialversetzungen und der ASA-Konfigurationen wird jedoch als vernachlässigbar eingeschätzt, da sich beide nur über sehr kurze Distanzen in die Ausscheidungen erstrecken. Die meisten der Versetzungspaare hingegen haben noch keine sesshaften Kear-Wilford-Locks (siehe Abschnitt 2.2.2) gebildet und können sich durch das Gitter bewegen. Das erlaubt es diesen Versetzungen möglicherweise einen Großteil der Verformung zu tragen, ohne dass neue Versetzungen entstehen. Diese Vermutung könnte erklären, dass die Verfestigungsrate nach 1.1 % Dehnung immer noch vergleichsweise moderat ist. Auch wenn die Versetzungsdichte in den vertikalen und horizontalen  $\gamma$  Kanälen leicht erhöht ist, findet die Verformung im Allgemeinen auch in diesem Zustand stark heterogen auf Verformungsbändern statt. Nachdem dieser Plateaubereich überschritten ist, scheint sich der Verformungsmechanismus erneut zu ändern. Aus den Mikrostrukturaufnahmen in Abbildung 5.4 geht hervor, dass das Abscheren der  $\gamma'$  Phase unter Bildung von Stapelfehlern bis hin zum Maximum der Festigkeit bei ca. 3.2 % Dehnung zum dominierenden Mechanismus wird (siehe Abbildung 5.5e und f). Die Zunahme der Versetzungsdichte in der  $\gamma$  Matrix führt zu einer Behinderung der Bewegung von Matrixversetzungen. Vermutlich erleichtert die Segregation von Legierungselementen an die Versetzungen, die sich an der  $\gamma/\gamma'$  Grenzfläche befinden, das Einschneiden in die  $\gamma'$  Phase, sodass es zu einer deutlichen Zunahme der Stapelfehlerdichte kommt [83]. Laut Bezold *et al.* [57] kann es dann durch die Interaktion der

Stapelfehler untereinander zu der erneuten und signifikanten Zunahme der Festigkeit kommen. Auf dem Peak der Festigkeit wurden allerdings auch schon einzelne Zwillinge beobachtet. Die Bildung dieser Zwillinge, zusammen mit der zunehmenden Degradation der Mikrostruktur, führen dann wahrscheinlich zum Abfall der Festigkeit.

Der Wechsel in den Verformungsmechanismen scheint also verantwortlich für das diskontinuierliche Verfestigungsverhalten der Legierung VF60 zu sein. Weiter oben wurde bereits erläutert, dass auch bei Ni-Basis-Superlegierungen ein ähnliches Verhalten beobachtet werden konnte [213]. Dort konnte gezeigt werden, dass dieser Effekt bei zunehmender Temperatur verschwindet. Als Grund wird das erleichterte Klettern und Quergleiten identifiziert, da die  $\gamma'$  Ausscheidungen nahezu frei von Planardefekten sind und vermutlich nur selten geschnitten werden [213].

Auch wenn die Mechanismen für das diskontinuierliche Verfestigungsverhalten von VF60 unterschiedlich dazu sind, wurde im Rahmen dieser Arbeit der Temperatureinfluss untersucht. Die Spannungs-Dehnungs-Kurven bei einer Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  und unterschiedlichen Temperaturen sind in Abbildung 5.6 zu sehen. Bei Raumtemperatur zeigt sich noch ein kontinuierlicher Kurvenverlauf. Wird die Temperatur allerdings auf  $850 \text{ }^\circ\text{C}$  erhöht, dann ist bereits eine leichte Diskontinuität zu erkennen. Wenn die Temperatur dann noch weiter auf  $900 \text{ }^\circ\text{C}$  bzw.  $950 \text{ }^\circ\text{C}$  gesteigert wird, ist die deutliche Stufenform erkennbar, wenn auch zu unterschiedlichen Dehnungen verschoben. Ähnlich wie von Reichstein *et al.* [213] für CMSX-6 berichtet, zeigt sich bei einer noch höheren Versuchstemperatur von  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$  keine diskontinuierliche Verfestigung mehr, sondern ein glatter Übergang in ein Plateau.

An Proben, die bei  $850 \text{ }^\circ\text{C}$  und  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$  bis ca.  $3,0\%$  bzw.  $1,5\%$  verformt wurden, wurden ebenfalls Mikrostrukturuntersuchungen durchgeführt. In Abbildung 5.7 ist die Mikrostruktur der bei  $850 \text{ }^\circ\text{C}$  verformten Probe zu sehen. Es zeigt sich, dass die Verformung auch bei dieser Temperatur stark heterogen und auf Scherbändern abläuft. Neben einer hohen Versetzungsdichte in den  $\gamma$  Kanälen, treten beim Schneiden der  $\gamma'$  Ausscheidungen sowohl Stapelfehler als auch APB-gekoppelte Versetzungspaare auf. Abbildung 5.7a zeigt dabei einen Bereich der vor allem Stapelfehler aufweist, wohingegen in Abbildung 5.7b überwiegend die gekoppelten Versetzungspaare zu sehen sind. Die Stapelfehler konnten überwiegend als SISFs identifiziert werden. Außerdem deuten einzelne Spots in den Beugungsbildern darauf hin, dass sich bereits Mikrozwillinge gebildet haben (siehe Abbildung 5.7c). Somit sind die auftretenden Mechanismen nahezu identisch zu den Beobachtungen bei  $950 \text{ }^\circ\text{C}$ , die das diskontinu-

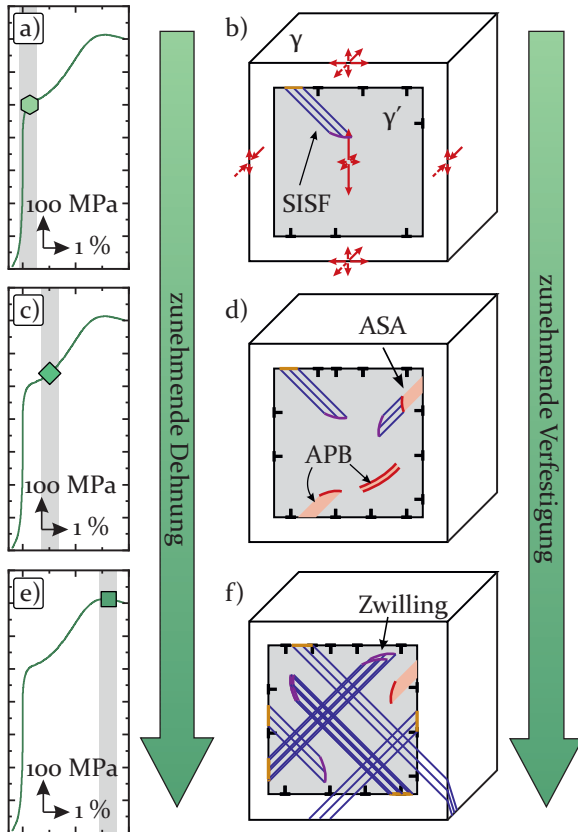


Abbildung 5.5: Schematische Darstellung der Verformungsmechanismen in VF60, die das diskontinuierliche Verfestigungsverhalten verursachen. a, c, e) Ausschnitte aus dem Spannungs-Dehnungs-Diagramm von VF60 bei  $950^\circ\text{C}$  und einer Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , die anzeigen, nach welcher Dehnung der entsprechende Verformungsmechanismus beobachtet wurde. b) Zunächst findet der Großteil der Verformung in der Matrixphase statt. Wenn Versetzungen in die Ausscheidungen einschneiden, dann wurden SISFs beobachtet. d) Bei weiterer Verformung können APB-gekoppelte Versetzungspaare, SESFs, SISFs und eine Zwischenstufe der ASA-Konfiguration beobachtet werden. f) Die Defektdichte nimmt signifikant zu, sodass vor allem SISFs und SESFs in den  $\gamma'$  Ausscheidungen interagieren müssen.

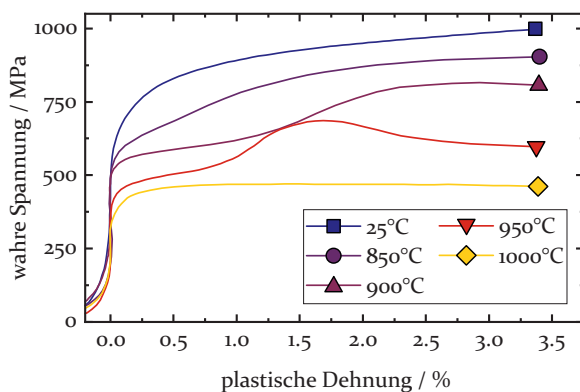


Abbildung 5.6: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Legierung VF60 bei 25 °C, 850 °C, 900 °C, 950 °C und 1000 °C und einer Dehnrate von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

ierliche Verfestigungsverhalten verursachen. Es ist also denkbar, dass auch hier eine schrittweise Änderung der Verformungsmechanismen, wie in Abbildung 5.5 gezeigt, für den leicht diskontinuierlichen Verlauf der Spannungs-Dehnungskurve verantwortlich ist. Die Tatsache, dass die Stufe in der Verfestigung bei 900 °C zu größeren Dehnungen, bei 950 °C aber wieder zu kleineren Dehnungen verschoben ist, kann möglicherweise auf den Einfluss der Diffusion zurückgeführt werden. Bei höheren Temperaturen von 950 °C kann die Segregation schneller ablaufen, sodass der diskontinuierliche Kurvenverlauf im Vergleich zu 900 °C zu geringeren Dehnungen, was natürlich kürzeren Versuchszeiten entspricht, verschoben ist. Warum die leichte Stufe im Kurvenverlauf bei 850 °C im Vergleich zu 900 °C ebenfalls zu kürzeren Dehnungen verschoben ist, kann im Rahmen dieser Arbeit nicht endgültig geklärt werden. Hier wären weitere unterbrochene Versuche notwendig, um sicher zu gehen, dass die Reihenfolge der ablaufenden Mechanismen tatsächlich identisch ist oder ob doch andere Versetzungsbewegungen bzw. Planardefekte für die Kurvenform verantwortlich sind.

Auch die Mikrostruktur der Probe, die bei 1000 °C verformt wurde, zeigt ähnliche Mechanismen wie bei den übrigen untersuchten Temperaturen. Die entsprechenden Aufnahmen nach einer Dehnung von 1,5 % sind in Abbildung 5.8 zu sehen. Auch hier scheint die Verformung bei fortschreitender Dehnung von der Bildung von Stapelfehlern dominiert zu werden. Hier zeigen sich SISFs und SESFs etwa in gleichem Maße. Außerdem

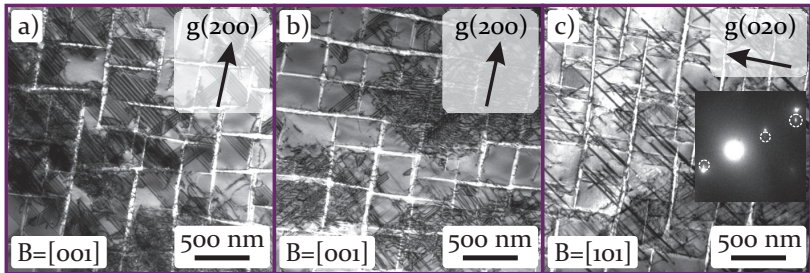


Abbildung 5.7: a-c) TEM Mikrostrukturaufnahmen von VF60 nach einem Druckversuch mit einer Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  bei  $850^\circ\text{C}$ , unterbrochen bei einer plastischen Dehnung von ca. 3,0%. c) Das Beugungsbild zeigt die zusätzlichen Spots, die auf Zwillingbildung hindeuten.

bekräftigt Abbildung 5.8b auch hier die Existenz von Mikrozwillingen, da die Dicke der Defekte in der Aufnahme in der [101] Zonenachse stark variiert und somit vermutlich Stapelfehler und Zwillinge vorliegen. Während auch einzelne Matrixversetzungen in  $\gamma'$  einschneiden können und APBs erzeugen, werden ABP-gekoppelte Versetzungspaare hingegen kaum beobachtet. Hier ist nun anzumerken, dass die bei  $1000^\circ\text{C}$  verformte Probe bereits nach ca. 1,5% Dehnung unterbrochen wurde und die gleichen Verformungsmechanismen zeigt wie die Proben, die bei niedrigeren Temperaturen bis ca. 3,0% verformt wurden. Dies spricht dafür, dass wie vorher schon vermutet, Diffusion bzw. Segregation von Legierungselementen eine entscheidende Rolle beim Einschneiden in die Ausscheidungen und der Erzeugung der Stapelfehler spielt. Die Abwesenheit einer diskontinuierlichen Verfestigung kann dann vermutlich mit einer Kombination aus zwei Effekten begründet werden: zum einen ist davon auszugehen, dass auch bei der Legierung VF60 vermehrt Quergleiten und Klettern stattfindet, wie es auch bei CMSX-6 und hohen Temperaturen beobachtet wurde [213]. Dies führt dazu, dass der Härtingsbeitrag durch die Interaktion von Stapelfehlern verringert wird, da weniger Versetzungen in die Ausscheidungsphase einschneiden. Zum anderen führt die beschleunigte Diffusion dazu, dass die Segregation an Grenzflächenversetzungen schon nach sehr kurzen Zeiten auftritt und somit der Effekt der Festigkeitssteigerung mit dem Anfangsbereich der Spannungs-Dehnungskurve schwimmt. Zusätzlich schwächt die vergleichsweise schnelle Segregation an Kreuzungslinien von Stapelfehlern deren Härtingsbeitrag. Außerdem führt eine höhere Diffusionsgeschwin-

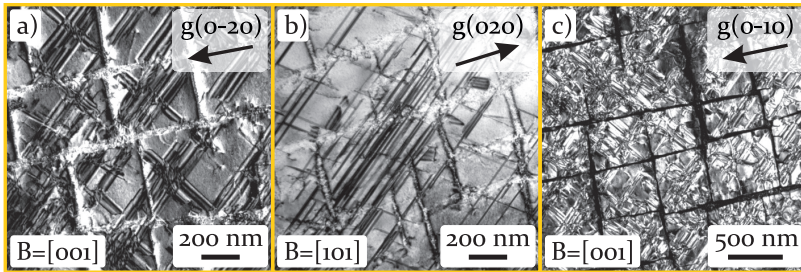


Abbildung 5.8: a-c) TEM Mikrostrukturaufnahmen von VF60 nach einem Druckversuch mit einer Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  bei  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ , unterbrochen bei einer plastischen Dehnung von ca. 1.5%.

digkeit zu einer erhöhten Versetzungsbewegung in  $\gamma'$  [161]. Beides trägt ebenso dazu bei, dass Effekte der Festigkeitssteigerung bzw. deren Auslöschung zu geringen Dehnungen verschoben sind, sodass es nicht zur Ausbildung des doppelten Spannungsanstiegs kommt.

Da also offensichtlich ein zeitabhängiger Effekt vorliegt, der auf der Diffusion von Legierungselementen beruht, wurde zusätzlich der Einfluss der Dehnrates auf das diskontinuierliche Verfestigungsverhalten untersucht. Dazu wurden an der Legierung VF60 bei  $950 \text{ }^\circ\text{C}$  zusätzlich zur Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  weitere Versuche bei  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  und  $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  durchgeführt. Die entsprechenden Spannungs-Dehnungskurven sind in Abbildung 5.9a aufgetragen. Bereits auf den ersten Blick zeigt sich, dass auch die Dehnrates einen signifikanten Einfluss auf das Verformungsverhalten von VF60 hat. Bei höherer Dehnrates bildet sich im Bereich der Verfestigung eine deutlich flachere Steigung aus und die Verfestigung erstreckt sich über einen längeren Bereich. Im Gegensatz dazu verschiebt sich die maximale Festigkeit bei niedrigeren Dehnrates zu geringeren Dehnungswerten. Eine höhere Dehnrates hat zur Folge, dass bei gleicher Dehnung weniger Zeit für Segregation zur Verfügung steht (siehe Abbildung 5.9b) und somit die Bildung der Stapelfehler, die dann einen Härtungsbeitrag erbringen, erst bei größeren Dehnungen stattfindet. Im Umkehrschluss bedeutet das, dass die Dichte an Stapelfehlern bei niedrigerer Dehnrates schon bei sehr geringen Dehnungswerten hoch sein kann. Exemplarisch konnte dies anhand von Mikrostrukturuntersuchungen an der bei einer Dehnrates von  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  verformten Probe bewiesen werden. Die Mikrostrukturen sind in Abbildung 5.10 zu sehen. Es ist zu erkennen, dass die Stapelfehlerdichte deutlich geringer ist als es bei einer

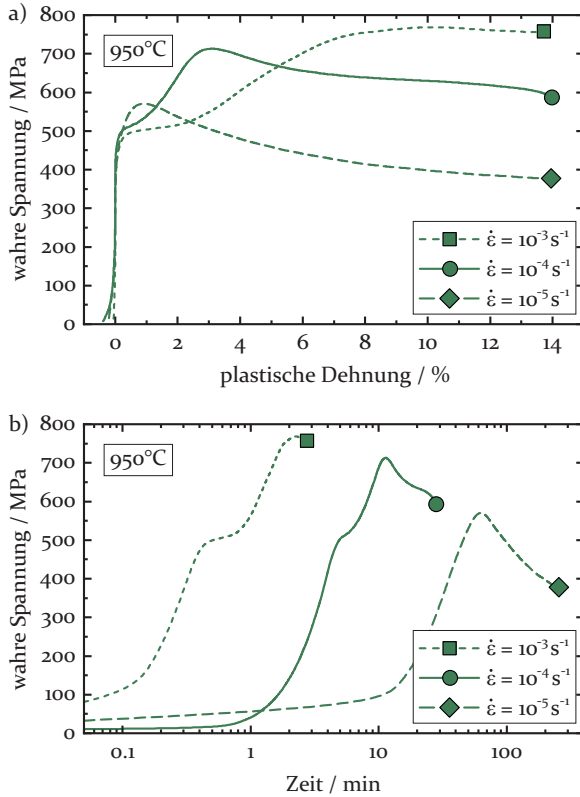


Abbildung 5.9: a) Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Legierung VF60 bei 950°C und Dehnraten von  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  und  $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . b) Identische Versuche aufgetragen als Spannung gegenüber der Versuchszeit.

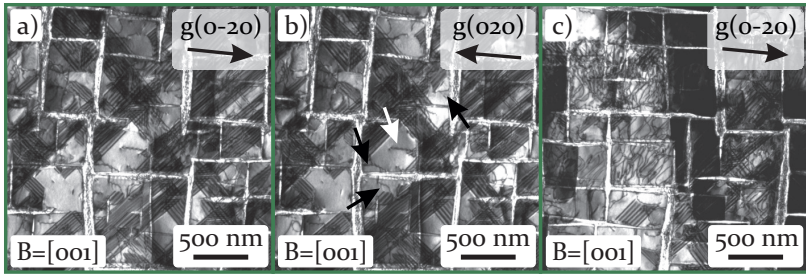


Abbildung 5.10: a-c) TEM Mikrostrukturaufnahmen von VF60 nach einem Druckversuch mit einer Dehnrates von  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  bei  $950 \text{ }^\circ\text{C}$ , unterbrochen bei einer plastischen Dehnung von ca. 3.0%. b) Der weiße Pfeil zeigt ein APB-gekoppeltes Versetzungs paar, die schwarzen Pfeile kennzeichnen APBs.

Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  und identischer Verformung der Fall ist (siehe Abbildung 5.4). Stattdessen können mehr APB-gekoppelte Versetzungs-paare und einzelne APBs, erzeugt von Matrixversetzungen, beobachtet werden. Außerdem konnten noch keine Anzeichen für die Bildung von Mikrozwillingen gefunden werden. Wird die Probe bei  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  weiter verformt, dann vergeht genügend Zeit für Segregation und die Ausbildung von Stapelfehlern, was sich in einem Anstieg der Festigkeit widerspiegelt (siehe Abbildung 5.9a und b). Des Weiteren ist anzumerken, dass die Entfestigung nach Erreichen der Maximalspannung bei der niedrigeren Dehnrates von  $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  stärker ausgeprägt ist, als bei den höheren Dehnrates. Auch hier ist davon auszugehen, dass die Versuchszeit den ausschlaggebenden Unterschied bildet. Das Maximum wird nach einer geringeren Dehnung erreicht, weil viel Zeit für Segregation und Diffusion zur Verfügung steht. Allerdings setzt dann die Zwillingsbildung und Degradation der Mikrostruktur schon bei geringeren Dehnungen ein, sodass die Spannung nach Erreichen des Maximums kontinuierlich abfällt, was bei den höheren Dehnrates zu größeren Dehnungswerten verschoben ist.

In diesem Kapitel konnte also zunächst das diskontinuierliche Verfestigungsverhalten der Legierung VF60 erklärt werden. Dies beruht auf einem Wechsel der Verformungsmechanismen von Versetzungsbewegung in der Matrix hin zu extensiver Stapelfehlerbildung in  $\gamma'$ , welche dann miteinander interagieren bzw. sich gegenseitig behindern und somit festigkeitssteigernd wirken. Da das Einschneiden von Versetzungen in die Ausscheidungen höchst wahrscheinlich von Segregation begünstigt

wird, spielt die Diffusion eine wichtige Rolle. Dies konnte nachgewiesen werden, indem Parameter verändert wurden, die Auswirkungen auf die Diffusion haben, nämlich zum einen die Temperatur und zum anderen die Dehnrate, also die Versuchszeit. Es zeigt sich, dass die Maximalspannung sowohl bei höheren Temperaturen als auch bei geringeren Dehnraten bei geringeren Dehnungen erreicht werden, da Segregationen jeweils schneller eintreten können.



## 6 Einfluss der Ausscheidungsmorphologie

Morphologie im Allgemeinen beschreibt die Form oder Gestalt eines Objektes. Im Fall der  $\gamma/\gamma'$  Mikrostruktur in ausscheidungsgehärteten Superlegierungen gibt es eine Vielzahl an Eigenschaften, die die Form oder Gestalt der  $\gamma'$  Ausscheidungen charakterisieren. Im Rahmen dieser Arbeit wurden insbesondere der Einfluss der Ausscheidungsgröße und der Ausscheidungsform und -anordnung auf die mechanischen Eigenschaften untersucht. So wird im Folgenden zunächst aufgezeigt, wie sich die Kriecheigenschaften mit zunehmender Ausscheidungsgröße verändern. Im Anschluss wird anhand einer zweiten Versuchsreihe aufgezeigt, wie die Form der einzelnen Ausscheidungen bzw. die Anordnung der Ausscheidungen im zweiphasigen Gefüge zueinander die Druckfestigkeit und die Kriecheigenschaften beeinflussen. Einige der Ergebnisse in diesem Kapitel wurden bereits von S. Vollath [215] im Rahmen seiner Bachelorarbeit aufgezeigt und diskutiert.

### 6.1 Ausscheidungsgröße

Um den Einfluss der  $\gamma'$  Größe auf die mechanischen Eigenschaften der Legierung ERBOCo-1 untersuchen zu können, müssen zunächst unterschiedliche Mikrostrukturzustände eingestellt werden. Die Standardwärmebehandlung besteht aus einer Lösungsglühung bei 1280 °C für 8 h sowie einer zweistufigen Auslagerung bei 1050 °C und 900 °C für 5 h bzw. 16 h. Auf Basis dieser Wärmebehandlung wurden unterschiedliche Ausscheidungsgrößen eingestellt, indem die Dauer des ersten Auslagerungsschrittes bei 1050 °C variiert wurde. Für alle Proben folgte dann noch der zweite Auslagerungsschritt bei 900 °C für 16 h, um einen annähernd gleichen  $\gamma'$  Volumenanteil einzustellen. Die daraus resultierenden Mikrostrukturen sind in Abbildung 6.1 zu sehen. Im Folgenden werden die Legierungen entsprechend der Variation des ersten Auslagerungsschrittes bezeichnet.

Es ist zu erkennen, dass die Ausscheidungen mit zunehmender Auslagerungsdauer bei 1050 °C wachsen. Die quantitative Auswertung ergibt eine minimale Ausscheidungsgröße von ca. 110 nm nach 0.25 h und eine maximale Größe von ca. 380 nm nach 5 h. Die schrittweise Größenzunahme ist nach der Theorie von Lifshitz und Wagner [216, 217] in Abbildung 6.2 über der Auslagerungsdauer aufgetragen. In einer noch detaillierteren

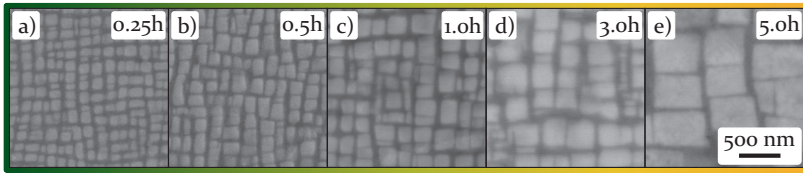


Abbildung 6.1: a-e) Mikrostrukturen von ERBOCo-1 nach Wärmebehandlungen zur Einstellung unterschiedlicher Ausscheidungsgrößen. Die Bezeichnungen beziehen sich auf die Dauer des Wärmebehandlungsschritts bei 1050 °C. Im Anschluss wurden alle Proben zusätzlich bei 900 °C für 16 h gegläht.

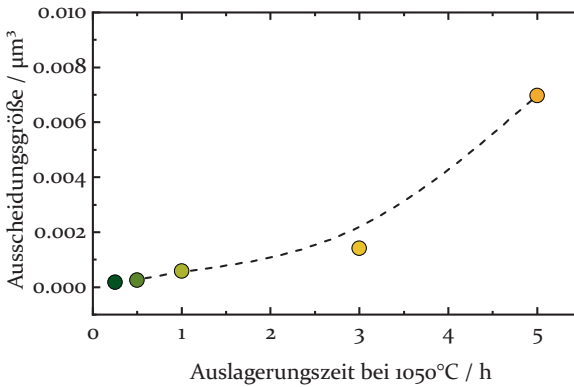


Abbildung 6.2: Ausscheidungswachstum in der Auftragung nach Wagner-Lifshitz [216, 217]. Die Variation der Ausscheidungsgröße wurde durch eine Änderung der Auslagerungszeit bei 1050 °C erreicht. Im Anschluss wurden alle Proben zusätzlich für 16 h bei 900 °C wärmebehandelt.

Studie hinsichtlich des Teilchenwachstums in ERBOCo-1 konnte S. Vollath [215] feststellen, dass die Legierung kein lineares, sondern eher ein exponentielles Wachstum zeigt. Verglichen mit der Ni-Basis-Superlegierung Alloy-o aus [218] zeigt die Legierung ERBOCo-1 deutlich geringere Wachstumsraten und somit eine stabilere  $\gamma'$  Mikrostruktur. Allerdings wurden die Untersuchungen an Alloy-o auch bei 1100 °C durchgeführt, also bei einer um 50 °C höheren Temperatur.

Um den Einfluss der  $\gamma'$  Größe auf die mechanischen Eigenschaften zu untersuchen, wurden an Proben mit den in Abbildung 6.1 gezeigten Mikrostrukturen Kriechversuche bei 900 °C und 400 MPa durchgeführt. Die dabei ermittelten Kriechkurven sind in Abbildung 6.3a und b dar-

gestellt. Bei der Charakterisierung von Abbildung 6.3a zeigt sich ein systematischer Trend: Bei kleineren Teilchengrößen/kurzen Auslagerungszeiten kann ein ausgeprägtes Minimum zu Beginn des Versuchs beobachtet werden. Darauf folgt eine starke Entfestigung im weiteren Verlauf des Kriechversuchs. Mit zunehmender  $\gamma'$  Größe/längeren Auslagerungszeiten nimmt schrittweise sowohl die Schärfe des Anfangsminimums als auch der Grad der Entfestigung ab. So ändert sich der Kurvenverlauf bis hin zur 5.0 h ausgelagerten Probe insofern, dass sich ein nahezu konstanter sekundärer Kriechbereich einstellt. Das bedeutet, dass die Ausscheidungsgröße nicht nur einen Einfluss auf die absoluten Kriecheigenschaften, sondern vermutlich auch auf die ablaufenden Verformungsmechanismen hat. Abbildung 6.3b bestätigt dieses Verhalten. Während die Proben mit kleinen Ausscheidungsgrößen zunächst einen geringen Anstieg der plastischen Dehnung zu Beginn des Versuchs zeigen, nimmt die Steigung der Kurve mit fortschreitender Versuchszeit zu. Die 5.0 h ausgelagerte Probe zeigt hingegen einen nahezu konstanten Anstieg der plastischen Dehnung.

Abbildung 6.4 zeigt die aus der jeweiligen Kriechkurve ermittelten minimalen Dehnraten. Generell nimmt diese mit zunehmender Ausscheidungsgröße zu, was zunächst vermuten lässt, dass die kleinen Ausscheidungen eine höhere Kriechlebensdauer hervorrufen. Allerdings deuten die Kurvenverläufe in Abbildung 6.3a und b schon darauf hin, dass allein der Vergleich der minimalen Dehnrates den einzelnen Versuchen nicht gerecht wird, da sich die Dehnrates vor allem für die kleinen Ausscheidungsgrößen über den Versuch hinweg stark verändert. Um einen fairen Vergleich der Kriecheigenschaften bei den unterschiedlichen Ausscheidungsgrößen zu gewährleisten, wurde die jeweilige Versuchsdauer bis zu plastischen Dehnungen von 1.0 %, 2.0 % und 4.0 % ausgewertet. Die Ergebnisse sind in Abbildung 6.5 zusammengefasst. In dieser Auftragsung wird deutlich, dass die Kriechlebensdauer bis zu größeren Dehnungen mit Erhöhung der Ausscheidungsgröße deutlich zunimmt. Interessanterweise ist dieser Trend umgekehrt, wenn nur kleine plastische Dehnungen betrachtet werden. Bis zu 1.0 % Dehnung benötigen die Proben mit kleineren Ausscheidungen längere Zeiten, was auf das scharfe Minimum der Dehnrates zu Beginn der Versuche zurückzuführen ist (siehe Abbildung 6.3).

Der Einfluss der  $\gamma'$  Größe auf die Kriecheigenschaften bei 1000 °C wurde von Nathal bereits auch für Ni-Basis-Superlegierungen untersucht [219]. In dieser Studie wird zwar zudem ein Augenmerk auf einen zusätzlichen Einfluss durch die Gitterfehlpassung gelegt, allerdings ergibt sich

6 Einfluss der Ausscheidungsmorphologie

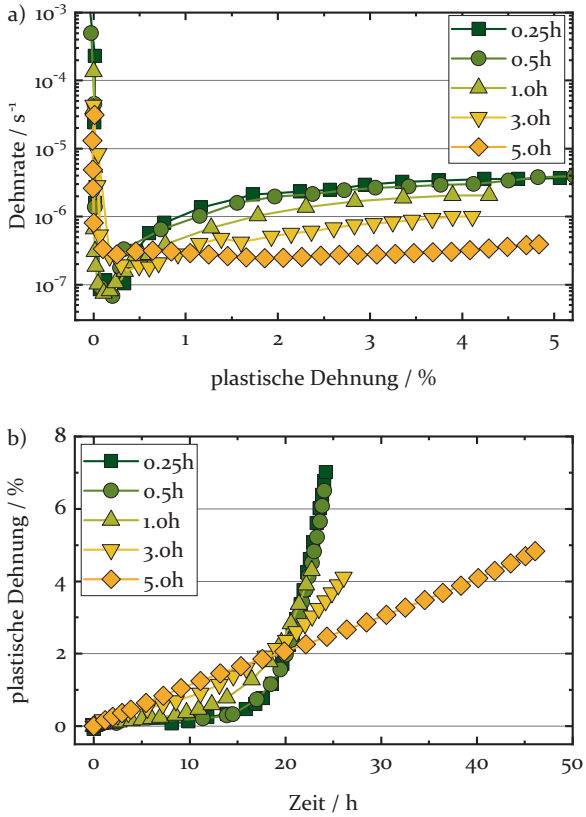


Abbildung 6.3: Kriechversuche an ERBOCo-1 mit unterschiedlichen  $\gamma'$  Ausscheidungsgrößen bei 900 °C und 400 MPa. Auftragung a) zeigt den Verlauf der Dehnrate über der plastischen Dehnung und b) die Veränderung der plastischen Dehnung gegenüber der Versuchszeit.

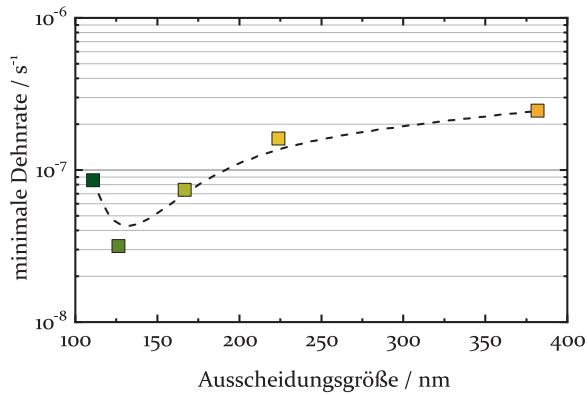


Abbildung 6.4: Minimale Dehnrate in Abhängigkeit der Ausscheidungsgröße, ermittelt aus den Kriechversuchen an ERBOCo-1 bei 900 °C und 400 MPa (siehe Abbildung 6.3).

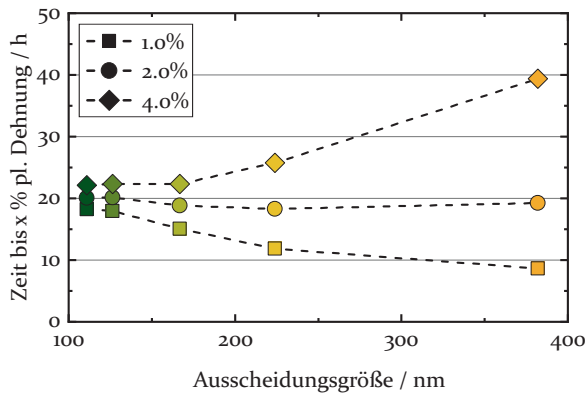


Abbildung 6.5: Zeit bis zu 1%, 2% und 4% plastischer Dehnung in Abhängigkeit der Ausscheidungsgröße, ermittelt aus den Kriechversuchen an ERBOCo-1 bei 900 °C und 400 MPa (siehe Abbildung 6.3).

für alle untersuchten Ni-Basis-Superlegierungen jeweils ein Optimum der Ausscheidungsgröße im Bezug auf die Kriechlebensdauer [119, 122, 219]. Bei großen Dehnungen nimmt die Kriechfestigkeit der hier untersuchten ERBOCo-1 mit zunehmender Ausscheidungsgröße systematisch zu. Allerdings wurden nur Ausscheidungen bis ca. 380 nm untersucht. Leider war es im Rahmen dieser Arbeit nicht möglich noch größere Ausscheidungen einzustellen (Details siehe [215]). Es ist denkbar, dass dann auch für die Co-Basis-Superlegierung ein Optimum zu beobachten wäre. Für kleine (kleiner 0.1 %) und mittlere (0.1 % bis 0.5 %) Gitterfehlpassungen wird in [219] eine optimale  $\gamma'$  Größe von ca. 900 nm bzw. 450 nm gefunden, was in beiden Fällen größer ist als die hier untersuchten  $\gamma'$  Morphologien. Allerdings wurden in der Studie von Nathal *et al.* [219] nur Legierungen mit negativer Gitterfehlpassung berücksichtigt. Auch die Tatsache, dass die Kriechversuche an Proben mit kleinen  $\gamma'$  Ausscheidungen zu Beginn eine Art Inkubationszeit mit sehr niedrigen Dehnraten zeigen, wird in [219] erwähnt, allerdings nicht weiter beachtet oder erklärt. Außerdem ist anzumerken, dass die Kriechversuche von Nathal [219] bei 1000 °C und niedrigeren Spannungen durchgeführt wurden und somit möglicherweise andere Kriechmechanismen dominieren.

Aufgrund dieser Unterschiede ist es wahrscheinlich, dass in der hier untersuchten Co-Basis-Superlegierung ERBOCo-1 andere Mechanismen wirken und zu den oben beschriebenen Trends führen. Dabei gilt es zwei unterschiedliche Phänomene zu erklären. Zum einen ist das Kriechratenminimum mit zunehmender Ausscheidungsgröße weniger stark ausgeprägt, zum anderen Entfestigen die Proben mit kleinen  $\gamma'$  Ausscheidungen deutlich stärker. Wie schon für andere Co- und Ni-Basis-Superlegierungen gezeigt wurde, wird davon ausgegangen, dass die Verformung bei geringen Dehnungen in der  $\gamma$  Matrix lokalisiert ist [79, 80, 142, 220]. Dabei werden zunächst vor allem die horizontalen Matrixkanäle mit Versetzungen gefüllt, bevor sie sich auch in die vertikalen  $\gamma$  Kanäle bewegen und die Ausscheidungen über Quergleit- und Kletterprozesse umgehen. Unter der Annahme, dass auch in dieser Legierung und bei diesen Kriechparametern die Verformung zunächst in der  $\gamma$  Phase stattfindet, wäre es denkbar, dass die schmalen  $\gamma$  Kanäle der Proben mit kleinen  $\gamma'$  Ausscheidungen bei ähnlichen  $\gamma'$  Volumenanteilen die Versetzungsbeziehung stärker behindern als breitere  $\gamma$  Kanäle. Dies könnte dann zur niedrigeren Dehnraten bei geringen Dehnungen von ca. 0.25 % führen (siehe Abbildung 6.3).

Von Nathal [219] und MacKay und Ebert [122] wurde herausgefunden, dass die Kriechigenschaften im weiteren Verlauf der Versuche auf

die gerichtete Vergrößerung der  $\gamma'$  Phase zurückgeführt werden kann, da sich die Versetzungen hauptsächlich in der Matrixphase bewegen. Demnach behindert die geflößte Struktur die Versetzungsbewegung in vertikaler Richtung. Dort wird außerdem vermutet, dass anfänglich kleine  $\gamma'$  Ausscheidungen zu einer unregelmäßigen Floßstruktur führen, was negative Auswirkungen auf die Kriecheigenschaften hat, da Unregelmäßigkeiten in der  $\gamma'$  Phase zu Spannungslokalisationen führen, was das Einschneiden in die  $\gamma'$  Phase erleichtern könnte. Unter der Annahme, dass sich die Mikrostruktur in den hier untersuchten Legierungen analog entwickelt, könnten diese Erkenntnisse auch die starke Entfestigung der ERBOCo-1 Proben mit kleinen  $\gamma'$  Ausscheidungen erklären. Eine Charakterisierung der Mikrostruktur nach den bereits diskutierten Kriechversuchen steht allerdings noch aus und sollte Gegenstand zukünftiger Untersuchungen sein. Dennoch ist davon auszugehen, dass bei ERBOCo-1 und den Versuchsbedingungen von 900 °C und 400 MPa der dominierende Verformungsmechanismus von Matrixverformung zu Schneiden der  $\gamma'$  Ausscheidungen wechselt. Dies geht aus Untersuchungen an der Legierung ERBOCo-4 bei gleichen Versuchsbedingungen hervor, was in Abschnitt 6.2 gezeigt ist. Demnach wird der Einfluss der gerichteten Vergrößerung in den hier gezeigten Versuchen als gering eingeschätzt und andere Mechanismen müssen die beobachteten Trends verursachen. Eine mögliche Erklärung könnte sein, dass kleine Ausscheidungen in Co-Basis-Superlegierungen weniger stark verfestigen. Dies geht aus bisher unveröffentlichten Versuchen von A. Bezold bei konstanter Dehnrates hervor [221]. Hier konnte gezeigt werden, dass die Verfestigung einer Co-Al-W-Ta Legierung im Bereich plastischer Dehnungen von ca. 1.0 % bis 4.0 % für große Ausscheidungen deutlich ausgeprägter ist. Unter der Annahme, dass der sekundäre Kriechbereich ein Gegenspiel von Ver- und Entfestigung ist, könnte deshalb bei den hier untersuchten kleinen Ausscheidungen der Beitrag der Verfestigung weniger stark ausgeprägt sein und die zunehmenden Schneidprozesse und Kriechschädigung überwiegen. Das könnte der Grund sein, warum die Entfestigung mit zunehmender Ausscheidungsgröße weniger stark ausgeprägt ist.

Um die zugrundeliegenden Mechanismen genau zu charakterisieren, sind allerdings weitere Untersuchungen und unterbrochene Kriechversuche vonnöten. Zusammenfassend kann aber festgehalten werden, dass kleine Ausscheidungen der hier untersuchten Legierung ERBOCo-1 bessere Kriecheigenschaften bei kleinen plastischen Dehnungen zeigen, sich dieser Trend aber im Hinblick auf größere Dehnungen oder die Gesamtlebensdauer allerdings umkehrt. Für eine mögliche Anwendung

von Co-Basis-Superlegierungen als Turbinenschaufeln, wo nur minimale Kriechverformung toleriert werden kann, könnte also sogar eine feine  $\gamma/\gamma'$  Mikrostruktur von Vorteil sein. Wird nur die Lebensdauer bis zu 4.0 % plastischer Dehnung betrachtet, zeigte in dieser Studie aber die Probe mit einer Ausscheidungsgröße von ca. 380 nm die besten Kriecheigenschaften.

## 6.2 Form und Anordnung

Wie bereits in der Einführung erwähnt, kann Morphologie im Bezug auf die  $\gamma'$  Phase nicht nur die Größe, sondern auch die Form der einzelnen Ausscheidungen bzw. deren Anordnung zueinander beschreiben. Nachdem in Abschnitt 6.1 ein signifikanter Einfluss der Teilchengröße festgestellt und diskutiert wurde, soll im Folgenden anhand einer weiteren Versuchsreihe der Einfluss der Ausscheidungsform und -anordnung auf die mechanischen Eigenschaften untersucht werden. In der Literatur werden unzählige verschiedene Mikrostrukturen von zweiphasigen  $\gamma/\gamma'$  Mikrostrukturen dokumentiert [122, 219, 222–226]. Dabei wird meist zwischen eckigen und globularen Formen unterschieden. Wie bereits in Abschnitt 2.1.1 beschrieben, wird die Form maßgeblich durch die Gitterfehlpassung bestimmt. Dabei kann aber nicht nur zwischen perfekter Würfel- oder Kugelform unterschieden werden. Auch rechteckige Ausscheidungen mit abgerundeten Ecken treten bei mittelgroßen Gitterfehlpassungen auf [222]. Darüber hinaus ist bekannt, dass es unter bestimmten Bedingungen auch zum Zusammenwachsen von Ausscheidungen kommen kann [126, 227].

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die multinäre Co-Basis-Superlegierung ERBOCo-4 herangezogen, um den Einfluss der Ausscheidungsform und -anordnung auf die mechanischen Eigenschaften zu untersuchen. Die Legierung wurde einer Vielzahl von Wärmebehandlungen unterzogen, um mögliche Morphologien zu erzeugen. Dabei lag ein besonderer Fokus darauf, für alle Zustände eine einheitliche mittlere Ausscheidungsgröße sowie einen identischen  $\gamma'$  Volumenanteil einzustellen und nur Form und Anordnung zu variieren. Die Charakterisierung der Mikrostruktur erfolgte hinsichtlich des Tetris-Faktors und der Periodizität. Beide Faktoren sind empirisch ermittelt und wurden bereits in Abschnitt 3.4.3 erläutert. Die Periodizität ist ein Faktor, der die Länge der  $\gamma$  Kanäle beschreibt und somit die Anordnung der Ausscheidungen quantifiziert. Der Tetris-Faktor hingegen bezieht sich im wesentlichen auf die Form der einzelnen Ausscheidungen und quantifiziert gewissermaßen,

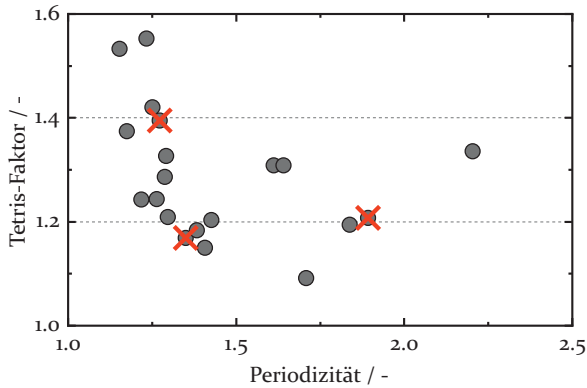


Abbildung 6.6: Quantifizierung des Tetrizfaktors und der Periodizität nach unterschiedlichen Wärmebehandlungen. Jeder Punkt entspricht dabei einer experimentellen Wärmebehandlung. Die mit einem roten Kreuz markierten Zustände wurden für die mechanischen Tests ausgewählt.

ob Ausscheidungen zum Beispiel zu L oder T Formen zusammengewachsen sind. Jeder Punkt in Abbildung 6.6 steht dabei für eine durchgeführte Wärmebehandlung. Es zeigt sich also, dass eine Vielzahl unterschiedlicher Mikrostrukturen, je nach Temperatur und Haltedauer, an einer Legierung eingestellt werden kann. Die drei in Abbildung 6.6 mit roten Kreuzen markierten Zustände wurden dann für die Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften ausgewählt.

Die Zustände wurden so gewählt, dass eine Mikrostruktur mit hohem Tetriz-Faktor und niedriger Periodizität, eine mit niedrigem Tetriz-Faktor und hoher Periodizität und eine mit niedrigem Tetriz-Faktor und niedriger Periodizität vorliegt. Die drei ausgewählten Mikrostrukturzustände sind in Abbildung 6.7 zu sehen. Einer der Zustände wird im Folgenden als *geordnet* bezeichnet und beschreibt eine Mikrostruktur, die sich durch würfelförmige Ausscheidungen auszeichnet, die eine hohe Periodizität aufweisen (Abbildung 6.7a). Diese Proben wurden zunächst bei 1050 °C für 2.5 h und anschließend bei 900 °C für 213 h ausgelagert. Der zweite Zustand wird als *ungeordnet* bezeichnet. Dieser weist auch würfelförmige Ausscheidungen auf, allerdings mit leicht abgerundeten Ecken. Außerdem ist die Periodizität dieser Mikrostruktur gering, also die  $\gamma$  Kanäle kürzer im Vergleich zum geordneten Zustand (siehe Abbildung 6.7b). Die Wärmebehandlung des ungeordneten Zustandes setzt sich eben-

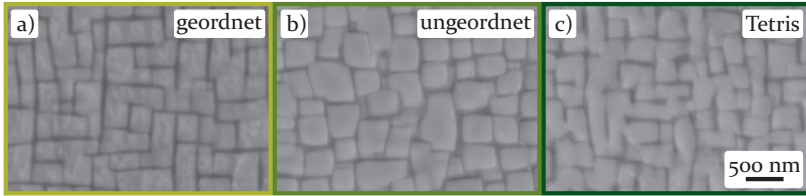


Abbildung 6.7: a-c) Mikrostrukturen von ERBOCo-4 nach den ausgewählten Wärmebehandlungen, um unterschiedliche  $\gamma'$  Formen und Anordnungen einzustellen.

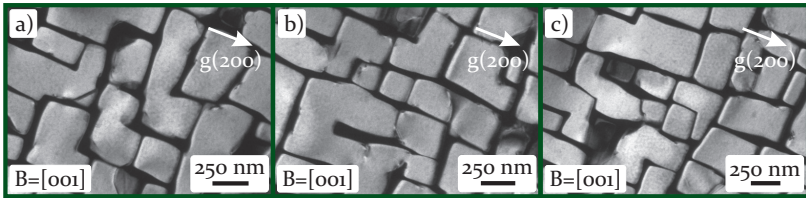


Abbildung 6.8: a-c) Mikrostrukturen von ERBOCo-4 mit Tetris-Struktur. Die Bildausschnitte verdeutlichen, dass die Ausscheidungen in diesem Zustand tatsächlich zu L, T oder ähnlichen Formen zusammengewachsen und nicht durch feine  $\gamma$  Kanäle getrennt sind.

falls aus zwei Wärmebehandlungsschritten zusammen, nämlich für 7 h bei 1050 °C und für 16 h bei 900 °C. Die dritte Mikrostruktur wird *Tetris* genannt. Wie der Name bereits sagt, weist dieser Zustand einen hohen Tetris-Faktor auf, also mehr zusammengewachsene Ausscheidungen im Vergleich zu den beiden anderen Zuständen (siehe Abbildung 6.7c). Dass die Ausscheidungen tatsächlich zu L oder T Formen zusammengewachsen sind und keine schmalen  $\gamma$  Kanäle übrig sind, die im REM nicht aufgelöst werden können, wurde in TEM-Untersuchungen überprüft und bestätigt (siehe Abbildung 6.8). Diese Mikrostruktur wird durch Auslagerung bei 1000 °C für 14 h und bei 900 °C für 16 h eingestellt. Damit alle Mikrostrukturen einen ähnlichen  $\gamma'$  Volumenanteil von ca. 80 % aufweisen, wurde jeweils der letzte Wärmebehandlungsschritt bei 900 °C durchgeführt. Zusätzlich weisen alle  $\gamma'$  Ausscheidungen eine mittlere Größe von ca. 340 nm auf.

Zunächst wurden Proben mit den oben beschriebenen Mikrostrukturen in Druckversuchen bei konstanter Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  und unterschiedlichen Temperaturen bis zu Dehnungen von etwa 5 % getes-

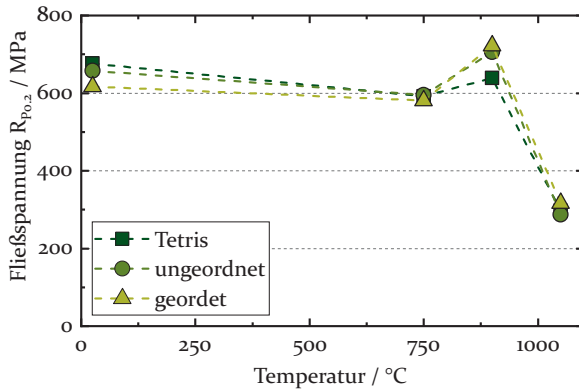


Abbildung 6.9: Fließspannungen  $R_{p_{0.2}}$  der Legierung ERBOCo-4 mit unterschiedlichen Ausgangsmikrostrukturen.

tet. Die aus den Versuchen ermittelten Fließspannungen  $R_{p_{0.2}}$  sind in Abbildung 6.9 gegenüber der jeweiligen Versuchstemperatur aufgetragen. Dabei zeigt sich, dass die Festigkeiten der unterschiedlichen Zustände nahezu übereinander fallen. Bei Raumtemperatur und bei 900 °C unterscheiden sich die Festigkeiten leicht, allerdings fehlt in dieser Untersuchung die statistische Überprüfung. Da nur wenig Material zur Verfügung stand, konnte pro Temperatur nur ein Druckversuch durchgeführt werden. Demnach ist davon auszugehen, dass die Abweichungen voneinander im Rahmen der jeweiligen Fehlerbalken liegen würden. Deshalb wird die Festigkeit als nahezu identisch bewertet. Ein möglicher Grund könnte sein, dass die  $\gamma'$  Ausscheidungen aufgrund der hohen Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  von Beginn des Versuchs an geschnitten werden und kaum ein Hindernis darstellen. Dann wäre die Ausgangsmorphologie unerheblich. Dafür müssten allerdings zusätzliche unterbrochene Versuche durchgeführt und die Mikrostruktur anschließend charakterisiert werden. Im Rahmen seiner Masterarbeit charakterisierte A. Bezold [66] die Legierung ERBOCo-4 im standard-wärmebehandelten Zustand ebenfalls nach Druckversuchen mit einer konstanten Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  und verschiedenen Temperaturen. Hier konnte gezeigt werden, dass die Verformung über Stapelfehler in  $\gamma'$  eine entscheidende Rolle spielt. Dies bestärkt die Vermutung, dass ähnliche Effekte, also ein geringer Widerstand der Ausscheidungen gegen Einschneiden, auch in den hier untersuchten Mikrostrukturen auftreten.

Die Kriecheigenschaften der verschiedenen Ausgangsmikrostrukturen *geordnet*, *ungeordnet* und *Tetris* (siehe Abbildung 6.7) wurden zunächst bei 900 °C untersucht, was der letzten Auslagerungstemperatur entspricht. So sollten Änderungen in der Mikrostruktur während des Aufheizens auf Versuchstemperatur gering gehalten werden. Die Versuche wurden bei einer konstanten Spannung von 400 MPa durchgeführt. Die entsprechenden Kriechkurven sind in Abbildung 6.10a dargestellt. Auch hier fallen die Kurven der unterschiedlichen Zustände direkt übereinander. Bei diesen Versuchsbedingungen kann also kein Einfluss der Ausscheidungsform bzw. deren Anordnung festgestellt werden. Allerdings ist die Spannung von 400 MPa vergleichsweise hoch gewählt, was die Vermutung zulässt, dass auch hier das Schneiden der  $\gamma'$  Ausscheidungen der dominierende Faktor der Verformung ist. Dies könnte erklären, warum kein Unterschied bei unterschiedlichen Ausgangsmikrostrukturen zu erkennen ist. Um dies zu überprüfen wurden die Versuche wiederholt und nach Dehnungen von nur 0.2 % bis 0.35 % abgebrochen und im TEM charakterisiert. Die entsprechenden Mikrostrukturaufnahmen sind in Abbildung 6.11 zu sehen. Hier zeigt sich in allen drei Zuständen eine sehr hohe Anzahl an Stapelfehlern in den  $\gamma'$  Ausscheidungen. Dies zeugt davon, dass die Ausscheidungen schon bei extrem kleinen Dehnungen von Versetzungen geschnitten werden können, wie es bereits vermutet wurde. Da die Ausscheidungen also kaum ein Hindernis darstellen, fallen auch die Kriechkurven übereinander.

Aus anderen Untersuchungen an Ni- und Co-Basis-Superlegierungen ist bekannt, dass die Verformung im Hochtemperaturregime vor allem zu Beginn der Versuche in der Matrix lokalisiert ist [76, 118, 127, 140, 147–149]. Deshalb wurden zusätzlich Kriechversuche bei 1000 °C und einer geringeren Spannung von nur 150 MPa durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 6.10b aufgetragen.

Interessanterweise zeigt sich aber auch bei diesen Versuchsbedingungen kein Unterschied zwischen den Mikrostrukturen *geordnet*, *ungeordnet* und *Tetris*. Diese Erkenntnis könnte mehrere Gründe haben. Eine Möglichkeit besteht darin, dass auch bei 1000 °C und 150 MPa die Ausscheidungen direkt zu Beginn geschnitten werden und somit kein Hindernis darstellen und folglich auch keine Unterschiede in der Festigkeit bewirken können. TEM Untersuchungen der bei diesen Parametern gekrochenen Proben stehen allerdings noch aus. Weiter wäre denkbar, dass nicht die Länge der  $\gamma$  Kanäle entscheidend ist, sondern die Kanalbreite. Da alle Legierungen einen nahezu identischen  $\gamma'$  Volumenanteil von ca. 80 % und die gleiche Teilchengröße von ca. 340 nm besitzen, ist

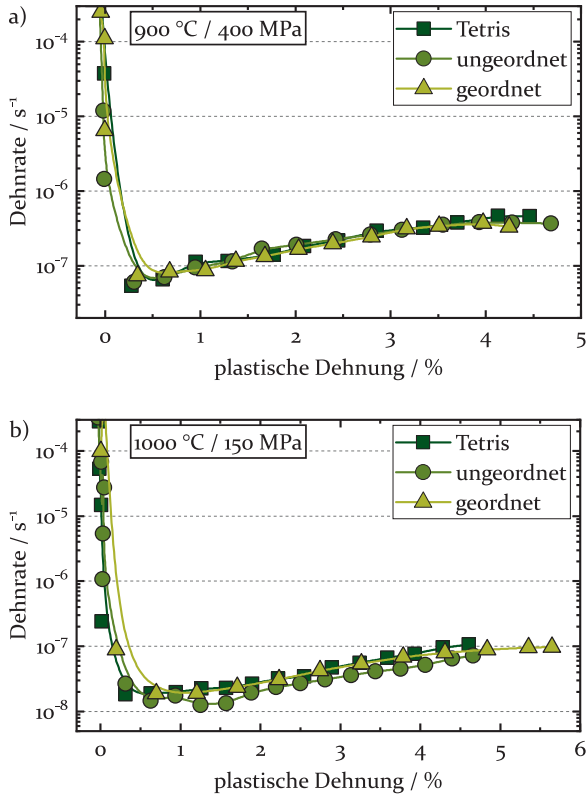


Abbildung 6.10: Kriechverhalten der Legierung ERBOCo-4 mit unterschiedlichen Ausgangsmikrostrukturen bei a)  $900\text{ °C}$  und  $400\text{ MPa}$  und b)  $1000\text{ °C}$  und  $150\text{ MPa}$ .

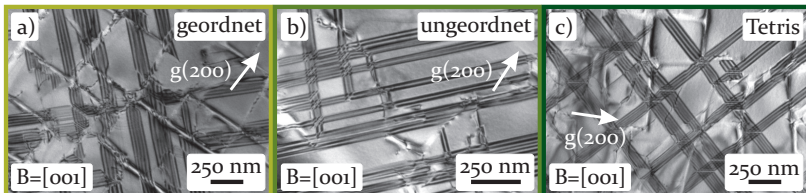


Abbildung 6.11: a-c) Mikrostrukturen der Legierung ERBOCo-4 nach Kriechversuchen bei  $900\text{ °C}$  und  $400\text{ MPa}$  bis zu plastischen Dehnungen von a)  $0,35\%$ , b)  $0,3\%$  bzw. c)  $0,2\%$ .

auch die Breite der  $\gamma$  Kanäle ähnlich. In diesem Fall könnte es sein, dass die Ausscheidungen nicht geschnitten werden, der Festigkeitsbeitrag der  $\gamma'$  Ausscheidungen aber dennoch identisch ist und unabhängig von ihrer Form oder Anordnung, solange sich die Kanalbreite dabei nicht verändert. Außerdem wäre es denkbar gewesen, dass vor allem bei der höheren Temperatur von 1000 °C die gerichtete Vergrößerung bei den verschiedenen Ausgangsmikrostrukturen unterschiedlich ausgeprägt ist. Doch auch im weiteren Verlauf der Kriechversuche bei größeren Dehnungen bis hin zu ca. 5,0 % sind keine Unterschiede erkennbar. Dies würde die Vermutung stützen, dass die Ausscheidungen kein effektives Hindernis für Versetzungsbewegung darstellen. Um herauszufinden, welche Mechanismen genau bei den untersuchten Bedingungen ablaufen, sind allerdings weitere unterbrochene Versuche sowie die Charakterisierung der verformten Proben in REM und TEM notwendig.

In diesem Abschnitt konnte aufgezeigt werden, dass die Form und die Anordnung der  $\gamma'$  Ausscheidungen der Legierung ERBOCo-4 bei den hier untersuchten Parametern von 900 °C und 400 MPa und 1000 °C und 150 MPa keinerlei Auswirkungen auf die Kriecheigenschaften haben. Auch die Fließspannung bleibt trotz der unterschiedlichen Ausgangsmikrostrukturen über einen großen Temperaturbereich nahezu unverändert.

## 7 Kriechverformung mit doppeltem Dehnratenminimum

Aus einer Vielzahl an Studien über Co- und Ni-Basis-Superlegierungen ist bekannt, dass es unter bestimmten Versuchsbedingungen zur Ausbildung eines doppelten Dehnratenminimums in Kriechversuchen kommen kann. Dabei werden unterschiedliche Ursachen für dieses Phänomen genannt. Wu *et al.* [143] zeigen zum Beispiel, dass es im Niedrigtemperaturregime unter hohen Lasten in Zugkriechversuchen zu einem doppelten Minimum bei der Ni-Basis Superlegierung ERBO/1, deren Zusammensetzung nahezu CMSX-4 entspricht, kommt. Aber auch im Hochtemperaturregime unter niedrigen Lasten in Druckkriechversuchen wurde das doppelte Minimum schon bei Co-Basis-Superlegierungen entdeckt [79, 80]. Um diesen Effekt weiter zu verstehen, wurde im Rahmen dieser Arbeit der Einfluss der Versuchsparameter auf das Kriechen mit doppeltem Dehnratenminimum untersucht.

### 7.1 Einfluss der Spannung

Zunächst wurde untersucht, wie sich eine Änderung der Spannung auf das Druckkriechverhalten der Legierung VF60 auswirkt. Aus [171] und aus Abbildung 4.9 in Abschnitt 4.2 ist bekannt, dass diese Legierung bei 950 °C und niedrigen Spannungen von 200 MPa ein doppeltes Dehnratenminimum aufweist. Dieses verschwindet allerdings, wenn die Spannung erhöht wird. Deshalb wurden an dieser Legierung Druckkriechversuche bei 950 °C und 200 MPa bzw. 350 MPa durchgeführt und systematisch bei gleichen Dehnungen unterbrochen, um das Verschwinden des doppelten Minimums mit zunehmender Spannung zu verstehen.

Die Ergebnisse der Kriechversuche sind in Abbildung 7.1a und b als Dehnrate über der plastischen Dehnung und zusätzlich als plastische Dehnung gegenüber der Versuchsdauer dargestellt, da sowohl die Dehnung als auch die Zeit im weiteren Verlauf zur Erklärung herangezogen werden müssen. Zur Vereinfachung sind in Abbildung 7.1 nur die Daten der Kriechversuche bis ca. 2 % gezeigt. Die grau schraffierten Bereiche in Abbildung 7.1a symbolisieren aber, bis zu welchen Dehnungen ebenfalls Versuche durchgeführt wurden. Die vollständigen Daten sind in Anhang A zu finden.

Wie aus [171] bereits zu vermuten war, zeigt sich auch in den hier durchgeführten Versuchen, dass bei 200 MPa ein doppeltes Minimum

## 7 Kriechverformung mit doppeltem Dehnratenminimum

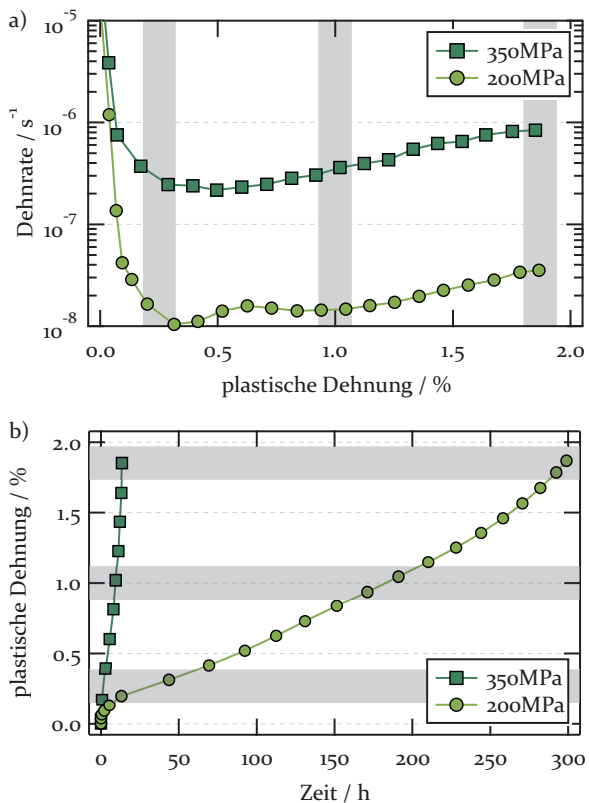


Abbildung 7.1: Ergebnisse der Kriechversuche an VF60 bei 950 °C und 200 MPa bzw. 350 MPa. a) Dehnraten gegenüber der plastischen Dehnung und b) die Daten der selben Kriechversuche in der Auftragung plastische Dehnung über Versuchsdauer. Die drei grauen Bereiche zeigen jeweils, bis zu welchen Dehnungen die Versuche wiederholt und abgebrochen wurden.

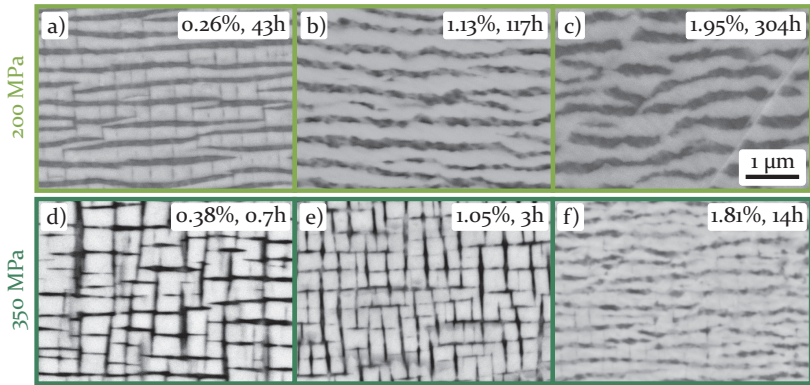


Abbildung 7.2: REM Mikrostrukturaufnahmen von VF60 nach unterbrochenen Kriechversuchen bei 950 °C und a-c) 200 MPa bzw. d-f) 350 MPa.

auftritt, bei 350 MPa allerdings nicht. Die Versuchstemperatur wurde dabei konstant bei 950 °C gehalten. Es zeigt sich, dass das erste Minimum beider Versuche bei ca. 0.3 % bis 0.5 % Dehnung liegt. Ein zweites Minimum während des Versuches bei 200 MPa ist bei ca. 1 % zu beobachten, bevor es zur endgültigen Entfestigung kommt. Bei 350 MPa entfestigt das Material bereits kontinuierlich nach Durchlaufen des ersten Minimums. Die absoluten Dehnraten der beiden Versuche unterscheiden sich dabei um mehr als eine Größenordnung. Dies hat natürlich zur Folge, dass die Versuche bei 350 MPa schneller ablaufen als bei 200 MPa. Dies ist in Abbildung 7.1b deutlich zu erkennen.

Die Auswirkungen der unterschiedlichen Versuchszeiten sind auch zu erkennen, wenn die Mikrostrukturen nach den Versuchen betrachtet werden. Diese sind von allen Versuchen in Abbildung 7.2 zu sehen. Die Mikrostrukturaufnahmen in Abbildung 7.2a bis c zeigen, dass die  $\gamma'$  Phase im Versuch bei 200 MPa bevorzugt senkrecht zur angelegten Spannung vergrößert, was auch als Typ-N Floßbildung bezeichnet wird. Details zum Ursprung der gerichteten Vergrößerung wurden bereits in Abschnitt 2.2 erklärt. Die Aufnahmen in Abbildung 7.2d und e dagegen zeigen kaum eine Tendenz einer Floßbildung. Erst nach ca. 14 h sind erste Flöße erkennbar. Die gerichtete Vergrößerung ist ein diffusionskontrollierter Prozess und hängt somit vom Faktor Zeit ab. Während die Versuche bei 350 MPa zu schnell ablaufen, um einen Effekt von diffundierenden Legierungselementen erkennen zu lassen, ist die Versuchszeit bei

200 MPa ausreichend lang, dass die gerichtete Vergrößerung bereits bei geringer Dehnung auftritt. Aus der Literatur ist bekannt, dass die Flößbildung einen härtenden Effekt hervorrufen kann, indem die vertikalen  $\gamma$  Kanäle geschlossen werden und somit die Bewegung der Matrixversetzungen erschwert wird [79, 80]. Diese Erklärung wird dort auch für die Ausbildung des doppelten Dehnratenminimums bei Legierungen ähnlicher Zusammensetzungen herangezogen und kann auch auf die hier untersuchte Legierung VF60 übertragen werden.

Nach 0.26 % Dehnung bei 200 MPa, also kurz vor dem ersten Minimum, sind noch vertikale  $\gamma$  Kanäle zu sehen. Es kommt noch zur Verfestigung aufgrund einer Erhöhung der Versetzungsdichte, gefolgt von einer leichten Entfestigung, sobald die Vergrößerung der  $\gamma$  Matrix eine Bewegung der Versetzungen wieder erleichtert. Allerdings zeigt sich dann nach ca. 0.6 % erneut eine Festigkeitszunahme und sinkende Dehnratenrate. Dieser Effekt kann auf die sich schließenden Flöße zurückgeführt werden, da Abbildung 7.2b verdeutlicht, dass die vertikalen Kanäle geschlossen sind, während die Vergrößerung in vertikaler Richtung noch nicht signifikant zu erkennen ist. Erst nach größeren Dehnungen wie nach 1.95 % (Abbildung 7.2c) zeigt sich, dass die Kanäle wieder breiter werden, was die Versetzungsbewegung erleichtert und die endgültige Entfestigung erklären kann. Wie bereits gezeigt, tritt die gerichtete Vergrößerung bei 350 MPa erst bei größeren Dehnungen auf. Trotzdem verschiebt sich der Effekt, dass sich ein doppeltes Dehnratenminimum bildet, nicht einfach zu höheren Dehnungen bzw. längeren Versuchszeiten. Auch bei geschlossenen  $\gamma'$  Flößen ist hier keine Festigkeitszunahme erkennbar. Es muss also noch weitere Einflussfaktoren auf die Kriechfestigkeit der VF60 geben.

Dafür wurden TEM Untersuchungen an den gleichen Proben durchgeführt, um die zugrundeliegenden Verformungsmechanismen genauer zu charakterisieren. Die entsprechenden Mikrostrukturaufnahmen nach den unterbrochenen Kriechversuchen sind in Abbildung 7.3 zu sehen. Nach 0.26 % Dehnung bei 950° und 200 MPa ist zu erkennen, dass die  $\gamma'$  Ausscheidungen zusammenwachsen, aber kaum Schneidprozesse stattfinden. Es sind nur vereinzelt Stapelfehler in der  $\gamma'$  Phase zu erkennen, die beim Einschneiden und Durchlaufen von Partialversetzungen zurückbleiben (siehe Abbildung 7.3a). Das bedeutet, dass die Verformung maßgeblich in der Matrix stattfindet und die Ausscheidungen ein Hindernis darstellen, das bei der Bewegung von Versetzungen überwunden werden muss. Bei größeren Dehnungen von 1.13 % (Abbildung 7.3b) hingegen ist eine hohe Stapelfehlerdichte zu sehen, die dafür spricht,

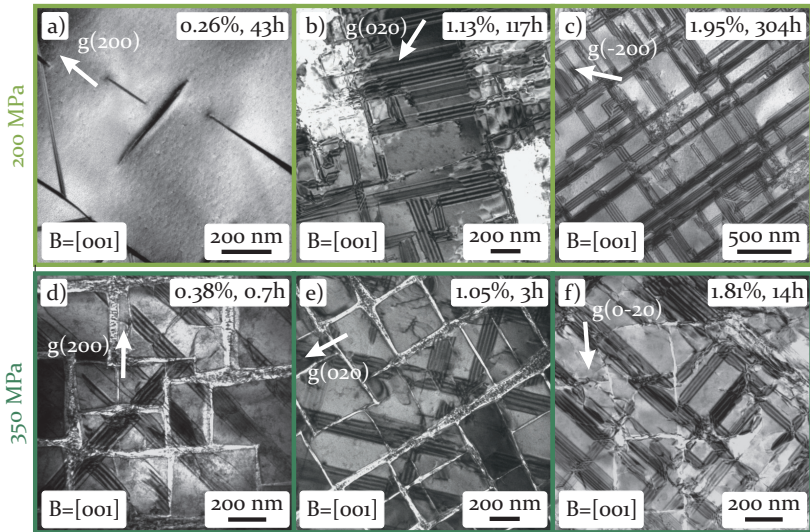


Abbildung 7.3: TEM Mikrostrukturaufnahmen von VF60 nach unterbrochenen Kriechversuchen bei 950 °C und a-c) 200 MPa bzw. d-f) 350 MPa.

dass das Schneiden der  $\gamma'$  Phase mehr zur Gesamtverformung beiträgt. Die Stapelfehlerdichte nimmt dann mit zunehmender Verformung noch einmal leicht zu (siehe Abbildung 7.3c).

Im Gegensatz dazu zeigt sich bei 350 MPa bereits nach geringer Dehnung von nur 0.38% eine vergleichsweise hohe Dichte an Stapelfehlern in den  $\gamma'$  Ausscheidungen (Abbildung 7.3d). Das deutet darauf hin, dass die  $\gamma'$  Phase schon in den frühen Kriechstadien geschnitten wird und die Ausscheidungen kein effektives Hindernis darstellen. Im weiteren Verlauf nimmt die Defektdichte nur noch geringfügig zu (Abbildung 7.3e und f).

Die Tatsache, dass die Ausscheidungen bei 350 MPa schon von Beginn des Versuchs an kein Hindernis darstellen, kann zum einen erklären, dass die Dehnraten in diesen Versuchen generell höher liegen als bei 200 MPa. Die größere Spannung ermöglicht es den Versetzungen, die rückhaltende Kraft an der  $\gamma/\gamma'$  Grenzfläche zu überwinden und sich somit auch durch die  $\gamma'$  Phase zu bewegen. Zum anderen erklärt die fehlende Hinderniswirkung auch, warum bei 350 MPa kein doppeltes Dehnratenminimum auftritt. Wie bereits oben beschrieben und aus [79, 80] bekannt, tritt ein zusätzlicher Härtungseffekt nur dann auf, wenn die

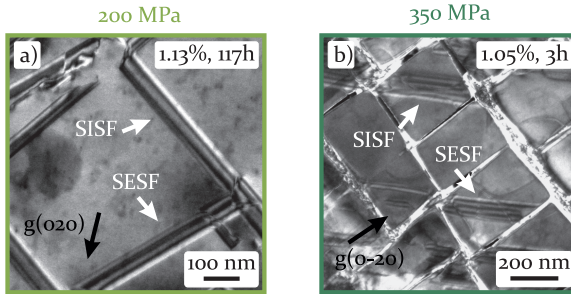


Abbildung 7.4: TEM Dunkelfeld Mikrostrukturaufnahmen a) DADF Aufnahme, b) CDF Aufnahme) von VF60 nach den unterbrochenen Kriechversuchen bis ca. 1 % bei 950 °C und a) 200 MPa bzw. b) 350 MPa. Diese Aufnahmen zeigen exemplarisch, dass bei beiden Spannungen sowohl SISFs als auch SESFs auftreten.

Verformung im Wesentlichen von der Matrix getragen wird. Dann kann ein Schließen der vertikalen  $\gamma$  Kanäle dazu führen, dass die Distanz für eine Versetzung zur Umgehung einer Ausscheidung vergrößert wird. Ist dies nicht gegeben, ändert auch die gerichtete Vergrößerung nichts daran, dass die Ausscheidungen dennoch von Versetzungen passiert werden können. Deshalb kommt es bei 350 MPa weder bei gleicher Dehnung im Vergleich zum 200 MPa Versuch, noch zu einem späteren Zeitpunkt zur Ausbildung eines zweiten Minimums.

Sowohl nach den Versuchen bei 200 MPa als auch bei 350 MPa wurden die Stapelfehler hinsichtlich ihres Charakters untersucht. Abbildung 7.4 zeigt exemplarisch an den Versuchen, die bis ca. 1 % verformt wurden, dass in beiden Fällen sowohl SESFs als auch SISFs auftreten. Das ist konsistent mit anderen Untersuchungen an Co-Basis-Superlegierungen.

## 7.2 Auswirkungen einer Temperaturänderung

Dass ein doppeltes Minimum nur in bestimmten Kriechregimen auftritt, ist von Ni-Basis Superlegierungen bekannt. Die unterschiedlichen Kriechregime werden durch die jeweilige Temperatur und Spannung charakterisiert. Auch von der Co-Basis-Superlegierung ERBOCo-2Ta ist bekannt, dass ein doppeltes Dehnratenminimum im Hochtemperaturregime auftreten kann [79, 80]. Allerdings wurde von Tanaka *et al.* [60] an Legierungen mit ähnlicher Zusammensetzung kein doppeltes Minimum im gleichen Kriechregime, jedoch bei etwas höherer Temperatur in Zugkriechversuchen, gefunden. Um neben der Spannung auch den Einfluss

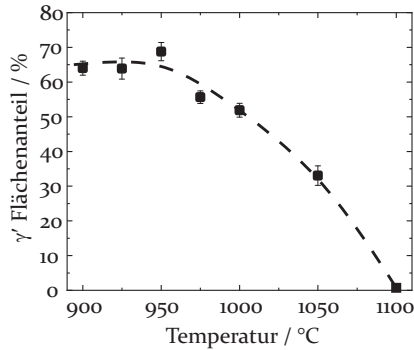


Abbildung 7.5:  $\gamma'$  Flächenanteil nach jeweils 50 h Wärmebehandlungsdauer.

der Temperatur zu untersuchen, wurden an der Legierung ERBOCo-2Ta Kriechversuche bei drei verschiedenen Temperaturen aber gleicher Spannung durchgeführt. Dabei unterscheiden sich die Temperaturen nur um jeweils 25 °C. Dies führt dazu, dass alle Versuche im Regime der hohen Temperaturen und niedrigen Spannungen liegen. Als Spannung wurde 150 MPa gewählt. Die Temperaturen waren 950 °C, 975 °C und 1000 °C. Außerdem wurden die Versuche wiederholt und nach annähernd gleichen Dehnungen bzw. Versuchszeiten unterbrochen, um die Entwicklung der Mikrostruktur zu studieren. Um außerdem den Einfluss der Ausgangsmikrostruktur auf das Kriechverhalten mit in die Diskussion einbeziehen zu können, wurden zusätzlich Auslagerungsversuche für jeweils 50 h bei erhöhten Temperaturen durchgeführt.

Der Flächenanteil der  $\gamma'$  Ausscheidungen nach diesem Auslagerungsschritt ist in Abbildung 7.5 über der jeweiligen Temperatur aufgetragen. Es zeigt sich, dass der Anteil der Ausscheidungsphase mit zunehmender Temperatur deutlich abnimmt. Der Unterschied im  $\gamma'$  Flächenanteil zwischen den in diesem Kapitel relevanten Temperaturen, also 950 °C, 975 °C und 1000 °C, nach 50 h beträgt ca. 10 %.

Die Ergebnisse der Kriechversuche sind in Abbildung 7.6 dargestellt. Dabei zeigt Abbildung 7.6a die Dehnrates gegenüber der plastischen Dehnung und Abbildung 7.6b die selben Daten gegenüber der Versuchszeit. Es ist zu erkennen, dass es bei allen drei Temperaturen zur Ausbildung eines doppelten Dehnratesminimums kommt. Nach Xue *et al.* [79, 80] lässt sich dieses Verhalten anhand der gerichteten Vergrößerung der  $\gamma'$  Ausscheidungen erklären. Da die  $\gamma'$  Phase bei diesen Temperaturen und

Spannungen ein effektives Hindernis für die Bewegung von  $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$  Versetzungen darstellen, kommt es zu einem Härtungseffekt, wenn sich die horizontalen  $\gamma$  Kanäle durch die Floßbildung schließen. Dieses Verhalten ist bei 950 °C am ausgeprägtesten. Je höher die Temperatur ist, desto weniger deutlich zeigt sich das doppelte Dehnratenminimum. Zunächst fällt generell auf, dass die Kriechfestigkeit mit zunehmender Temperatur abnimmt und die Dehnraten ansteigen. Dies ist der steigenden Diffusivität der Legierungselemente bei höheren Temperaturen [36, 38, 228], sowie dem niedrigeren  $\gamma'$  Anteil zuzuschreiben (siehe Abbildung 7.5). Dabei ist der Unterschied zwischen 950 °C und 975 °C größer als zwischen 975 °C und 1000 °C. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Versuche bei 1000 °C an Proben eines anderen Abgusses durchgeführt wurden, der durch kleine Abweichungen in der Zusammensetzung einen leicht höheren  $\gamma'$  Volumenanteil aufweist. Natürlich ist auch denkbar, dass die etwas größere Ausscheidungsgröße bei höheren Temperaturen einen Einfluss auf das Kriechverhalten hat. Allerdings unterscheiden sich die Ausgangszustände nur minimal in ihrer Aufheizphase auf Versuchstemperatur, was folglich nur geringe Änderungen in der Mikrostruktur hervorruft.

Trotz der Unterschiede in der absoluten Dehnratenrate, gleichen sich die einzelnen Versuche in der Lage der Minima. Bei allen Temperaturen liegt das erste, lokale Minimum bei ca. 0.2 % und das zweite, globale Minimum bei ungefähr 1 % plastischer Dehnung, wie in Abbildung 7.6a zu sehen ist. Das deutet an, dass die zugrunde liegenden Mechanismen oder die Mikrostrukturveränderungen vermutlich identisch sind, aber bei erhöhten Temperaturen schneller ablaufen. Abbildung 7.7 zeigt REM Aufnahmen der Mikrostruktur nach unterbrochenen Versuchen mit Blickrichtung senkrecht zur angelegten Spannung.

Die würfelförmige  $\gamma'$  Phase vergrößert in allen Fällen gerichtet zu plattenförmigen Ausscheidungen. Die Ausrichtung der Platten liegt dabei senkrecht zur von außen angelegten Spannung. In den Mikrostrukturaufnahmen nach 2.5 % ist zu sehen, dass sich aus den gerichteten Platten eine ausgeprägte, wellenförmige Struktur ausbildet und die Vergrößerung auch in andere Richtungen abläuft. Diese Rotation wurde kürzlich von He *et al.* [158] genauer untersucht. Dort wird gezeigt, dass das Abknicken der Flöße durch den Transport von  $\gamma'$ -bildenden Elementen zustande kommt. Diese werden von Partialversetzungen, die die  $\gamma'$  Ausscheidungen auf  $\langle 111 \rangle$  Ebenen schneiden, bewegt und führen zu einer Wiederausscheidung der  $\gamma'$  Phase, wenn die Versetzungen an der  $\gamma/\gamma'$  Grenzfläche gestoppt werden. Die gerichtete Vergrößerung in den hier beschriebenen Versuchen wurde zusätzlich mit Hilfe einer

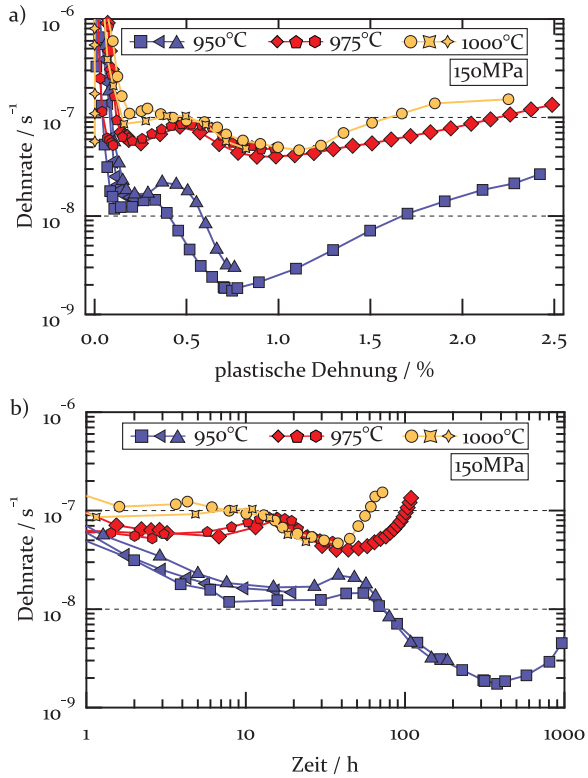


Abbildung 7.6: Kriechversuche an ERBOCo-2Ta bei 950 °C, 975 °C und 1000 °C und 150 MPa. a) Dehnrate aufgetragen über der plastischen Dehnung und b) die Dehnrate der selben Versuche aufgetragen über der Versuchsdauer. Nach [131].

## 7 Kriechverformung mit doppeltem Dehnratenminimum

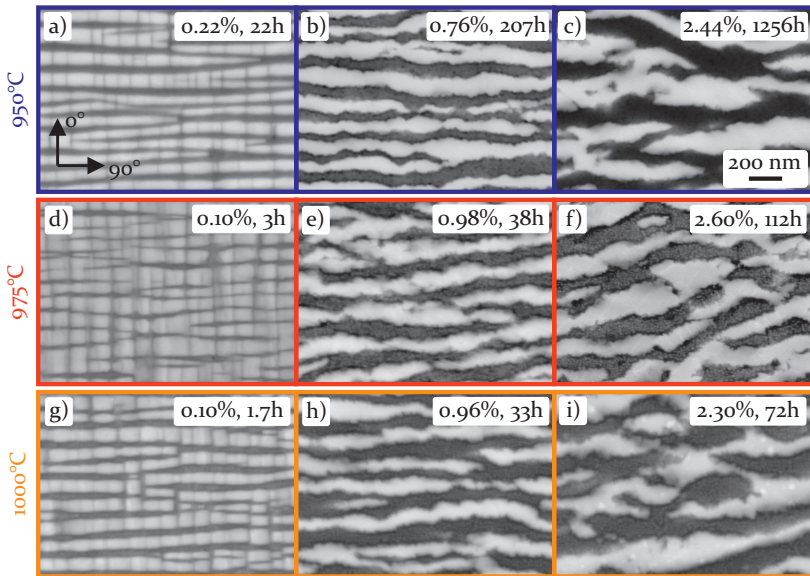


Abbildung 7.7: REM Mikrostrukturaufnahmen der Legierung ERBOCo-2Ta nach den Kriechversuchen bei 150 MPa und a-c) 950 °C, d-f) 975 °C und g-i) 1000 °C. Die Versuche wurden nach unterschiedlichen Zeiten/Dehnungen unterbrochen. Nach [131].

automatischen Auswertungsroutine quantifiziert, um die Entwicklung der Floßbildung genauer zu charakterisieren. Das genaue Vorgehen ist in Abschnitt 3.4.3 beschrieben. Die Ergebnisse für die unterbrochenen Kriechversuche an der Legierung ERBOCo-2Ta sind in Abbildung 7.8 gezeigt und repräsentieren die Mikrostrukturen, die in Abbildung 7.7 gezeigt sind.

Hier ist zu erkennen, dass die Vergrößerung der  $\gamma'$  Phase zunächst in Richtung 90° abläuft, also in die Ebenen senkrecht zur Spannungsrichtung. Dies ist vor allem in den Zuständen nach 0.1 % und 1 % zu sehen, da hier kaum eine Vergrößerung in Richtung 0° bzw. 180° stattfindet. Erst bei größeren Dehnungen von ca. 2.5 % ist auch eine deutliche Verbreiterung der  $\gamma$  Kanäle in Spannungsrichtung zu erkennen. Außerdem fällt auf, dass die Vergrößerung trotz unterschiedlicher Versuchstemperaturen bei annähernd gleichen Dehnungen in gleichem Maße abläuft. Dies zeigt, dass der diffusionsgesteuerte Prozess der Floßbildung bei höheren Tem-

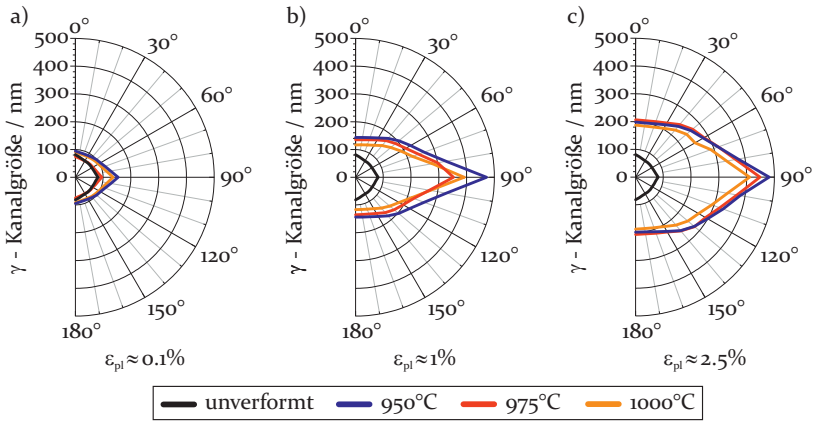


Abbildung 7.8: Quantifizierung der gerichteten Vergrößerung nach den Kriechversuchen bei 150 MPa und 950 °C, 975 °C und 1000 °C, unterbrochen bei a) ca. 0,1%, b) ca. 1% und c) ca. 2,5% plastischer Dehnung. Die Winkelangaben beziehen sich auf das Koordinatensystem, das in Abbildung 7.7 eingeführt wurde. Nach [131].

peraturen deutlich schneller vonstatten geht. Das zeigt sich zum Beispiel in den beiden Proben die bei 950 °C bzw. 975 °C bis zu ähnlichen Dehnungen von 0,76 % bzw. 0,98 % gekrochen wurden. Die  $\gamma$  Kanalgröße ist sehr ähnlich, allerdings dauerte der Versuch bei 975 °C nur 38 h, während der Versuch bei 950 °C 207 h benötigte. Diese Schlussfolgerung wird noch deutlicher beim Vergleich der Proben, die bei 950 °C bzw. 1000 °C bis zu größeren Dehnungen von 2,44 % bzw. 2,30 % verformt wurden. Hier ist die  $\gamma$  Kanalgröße fast identisch, aber die Versuchsdauer unterscheidet sich mit Zeiten von 1256 h bzw. 72 h um weit mehr als den Faktor 15. Wie bereits angedeutet, ist dies vor allem der höheren Diffusivität der Legierungselemente bei erhöhten Temperaturen zuzuschreiben. Zum Beispiel für das vergleichsweise langsam diffundierende Element W kann der Diffusionskoeffizient aus den Ergebnissen von Neumeier *et al.* [38] und Cui *et al.* [229] zu den hier untersuchten Temperaturen extrapoliert und gemittelt werden. Dabei ergeben sich für 950 °C, 975 °C und 1000 °C Diffusionskoeffizienten von ca.  $2,5 \times 10^{-19} \text{ m}^2/\text{s}$ ,  $4,2 \times 10^{-19} \text{ m}^2/\text{s}$  und  $6,6 \times 10^{-19} \text{ m}^2/\text{s}$ .

Um das Kriechverhalten der Legierung ERBOCo-2Ta endgültig zu verstehen, sind allerdings weitere Untersuchungen notwendig. Wie in Abschnitt 2.2 bereits dargelegt, sind neben der Mikrostrukturevolution

auch die Verformungsmechanismen ein entscheidender Faktor, der die Kriechfestigkeit der  $\gamma'$  gehärteten Superlegierungen bestimmt. Deshalb wurden die Proben nach den unterbrochenen Kriechversuchen zusätzlich im TEM charakterisiert, um die Mechanismen zu verstehen. In Abbildung 7.9 sind die TEM Mikrostrukturaufnahmen aller Proben zusammengestellt.

Es ist zu erkennen, dass die Verformung bei 950 °C und geringen Dehnungen (0.22 % und 0.76 %) zunächst in der  $\gamma$  Matrix abläuft, da hauptsächlich lange Versetzungssegmente zu sehen sind (siehe Abbildung 7.9a) und ein Einschneiden in die  $\gamma'$  Phase kaum auftritt. Nach 0.76 % finden Schneidprozesse zwar öfter statt, allerdings zeugt das dichte Versetzungsnetzwerk in Abbildung 7.9b an der  $\gamma/\gamma'$  Grenzfläche davon, dass der Großteil der Verformung weiterhin von der Matrix getragen wird. Diese Netzwerke sind in [80] bereits im Detail charakterisiert worden. Im Gegensatz dazu zeigt Abbildung 7.9c, dass die  $\gamma'$  Phase nach größeren plastischen Dehnungen häufig von Versetzungen geschnitten wird, was an der hohen Stapelfehlerdichte zu erkennen ist. Dies lässt den Schluss zu, dass der Härtungseffekt der geflößten Ausscheidungen bereits verloren gegangen ist, was auch in den Daten des Kriechversuchs in Abbildung 7.6 an der zunehmenden Dehnrates zu erkennen ist. In dieser Probe wurde außerdem Zwillingbildung und die Bildung von  $Do_{19}$ -Keimen beobachtet. Eine Charakterisierung dieser zusätzlich auftretenden Defekte und Phasen ist in [80] zu finden.

Wird die Temperatur auf 975 °C erhöht, ähnelt die Mikrostruktur nach 0.10 % stark dem gleichen Dehnungszustand bei 950 °C, was bedeutet, dass die Verformung hauptsächlich in der  $\gamma$  Phase stattfindet (siehe Abbildung 7.9d). Nach ungefähr 1 % plastischer Dehnung hingegen (Abbildung 7.9e), ist im Vergleich zu 950 °C ein erhöhtes Auftreten von Stapelfehlern in  $\gamma'$  zu erkennen, was bezeugt, dass die Ausscheidungen häufiger von Versetzungen geschnitten werden. Die Mikrostruktur nach 2.6 % Dehnung entspricht dann wieder der von 950 °C und die  $\gamma'$  Platten werden häufig von Versetzungen geschnitten, sodass auch die Verformung der Ausscheidungen entscheidend zur Gesamtverformung beiträgt. Auch in dieser Probe wurde festgestellt, dass es mit zunehmender Dehnung zu Zwillingbildung kommt. Dieser Mechanismus wird in [158] detailliert erläutert und hier nicht weiter diskutiert.

Ein ähnliches Bild wie bei 950 °C und 975 °C zeigt sich auch bei 1000 °C. Nach geringen Dehnungen treten kaum Schneidprozesse auf (Abbildung 7.9g) und bei großen Dehnungen sind die  $\gamma'$  Platten gespickt mit Stapelfehlern (Abbildung 7.9i). Allerdings ist ein signifikanter Unter-

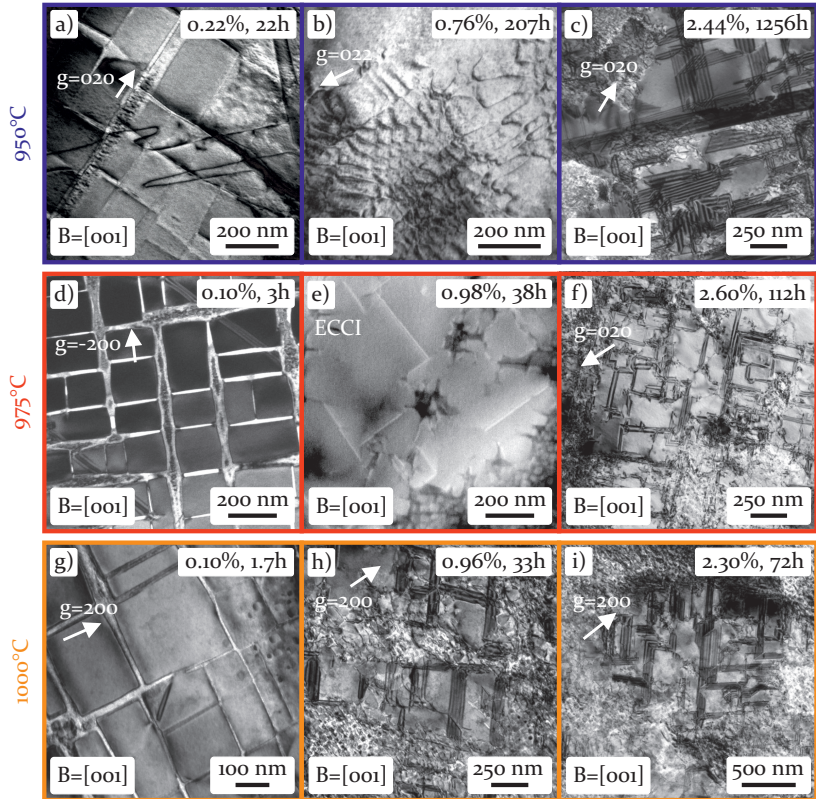


Abbildung 7.9: TEM Mikrostrukturaufnahmen nach Kriechversuchen bei 950 °C, 975 °C und 1000 °C und 150 MPa. Die Versuche wurden nach unterschiedlichen Zeiten/Dehnungen unterbrochen. Nach [131].

schied in der Probe zu erkennen, die bis knapp 1% verformt wurde (Abbildung 7.9h). Diese Mikrostruktur ist eher vergleichbar mit der Probe, die bis 2.3% gekrochen wurde. Schon nach 1% plastischer Dehnung findet das Einscheiden in  $\gamma'$  häufig statt. Vor allem die jeweils bis 1% gekrochenen Proben zeigen also, dass die Verformung bei höherer Temperatur schon bei geringeren Dehnungen/nach kürzeren Zeiten von ausschließlich der Matrix auch auf die Ausscheidungen verteilt wird. Versetzungen ist es also schon früher möglich in die  $\gamma'$  Ausscheidungen einzuschneiden und die Hinderniswirkung der FlöÙe geht bei höheren Temperaturen schon bei geringeren Dehnungen verloren.

Warum ist das so? Um diese Frage zu klären, ist es notwendig zu verstehen, welche Eigenschaften bestimmen, wann eine Versetzung in die  $\gamma'$  Phase einschneidet oder nicht. Maßgeblich dafür verantwortlich sind vor allem die Defektenergien von den Defekten, die beim Einschneiden einer Versetzung in die  $\gamma'$  Phase entstehen. Da in dieser Legierung in allen Versuchen Stapelfehler gefunden wurde, ist das in diesem Fall also die Stapelfehlerenergie. Allgemein ist festzuhalten, dass eine hohe Stapelfehlerenergie der Ausscheidungen die Kriecheigenschaften verbessert, da die  $\gamma'$  Phase dann ein effektives Hindernis für die Versetzungsbewegung darstellt. Mottura *et al.* [230, 231] haben berechnet, dass zum Beispiel Ta die Stapelfehlerenergie von  $\text{Co}_3(\text{Al,W})$  erhöht und somit die Kriecheigenschaften verbessert. Darüber hinaus ist aber auch bereits bekannt, dass Segregationen von Legierungselementen hin oder weg von Gitterdefekten dazu führen, dass sich lokal die Defektenergien verringern und somit die Ausbreitungsgeschwindigkeit erhöht wird [84, 86, 94, 161, 232].

Auch die Legierung ERBOCo-2Ta wurde in einer Kooperation mit dem MPIE auf lokale Konzentrationsunterschiede untersucht [131, 158]. Dafür wurde von Projektpartnern Atomsondentomographie an Proben durchgeführt, die bei 975 °C bis 0.98% [131] und 2.60% [158] plastischer Dehnung verformt wurden. Es konnte gezeigt werden, dass auch in der hier untersuchten Legierung Segregation auftritt. In beiden Proben wurde festgestellt, dass die Konzentration an W an einem SISF zunimmt, während er an Al verarmt. Auch Ta zeigt eine leichte Tendenz, sich an SISFs anzulagern. Diese experimentellen Beobachtungen konnten außerdem durch Dichtefunktionaltheorie-Berechnungen gestützt werden. Diese zeigen, dass die Diffusion von W und Ta auf Kosten von Al und Co zu einem SISF in der  $\gamma'$  Phase dazu führt, dass lokal die Stapelfehlerenergie deutlich reduziert werden kann [131].

Werden all diese Erkenntnisse nun herangezogen, kann das in Abbildung 7.6 gezeigte Kriechverhalten und die Zeitabhängigkeit der Verfor-

mungsmechanismen der Legierung ERBOCo-2Ta, also die Verschiebung der Lage der Minima zu kürzeren Versuchszeiten bei Erhöhung der Versuchstemperatur, erklärt werden. Die gerichtete Vergrößerung der  $\gamma'$  Phase senkrecht zur angelegten Spannung kann als effektiver Härtungsmechanismus wirken, indem die Versetzungsbewegung behindert wird [79, 80, 155, 156, 233, 234]. Das kann allerdings nur im Hochtemperatur-Kriechregime bei niedrigen Spannungen auftreten, solange die Verformung hauptsächlich in der  $\gamma$  Matrix stattfindet. Darüber hinaus scheint die Typ-N Floßbildung in Co- und Ni-Basis-Superlegierungen für das doppelte Dehnratenminimum während Druck- bzw. Zugkriechversuchen verantwortlich zu sein [79, 80, 220]. Dieser Effekt tritt auf, wenn die vertikalen  $\gamma$  Kanäle verengt bzw. geschlossen werden und für die Versetzungen eine längere Wegstrecke vonnöten ist, um die Ausscheidungen zu passieren. Außerdem wird in [80] von Wechselwirkungen von Defekten untereinander berichtet, was zusätzlich zu einer Festigkeitssteigerung beitragen kann. Dass solche Mechanismen möglich sind, wird zum Beispiel von Bezold *et al.* [57] gezeigt, kann aber für ERBOCo-2Ta nicht abschließend bewiesen werden.

Das doppelte Dehnratenminimum wurde bei allen drei Versuchstemperaturen, also 950 °C, 975 °C und 1000 °C, gefunden. Dabei fällt auf, dass die Minima bei etwa gleichen plastischen Dehnungen auftreten, was bedeutet, dass die Minima nach deutlich kürzeren Zeiten erreicht werden, wenn sich die Temperatur erhöht (siehe Abbildung 7.6a und b). Aufgrund der höheren Diffusionsgeschwindigkeit der Legierungselemente bei höheren Temperaturen, sind die Parameter der gefloßten Mikrostrukturen nach unterschiedlichen Zeiten aber gleichen Dehnungen ebenfalls nahezu identisch. Dass ein gewisses Maß an Deformation für die gerichtete Vergrößerung notwendig ist, wurde auch bereits in [118] gezeigt. Obwohl die Triebkraft für die Floßbildung bei höheren Temperaturen niedriger sein sollte, da dort die  $\gamma/\gamma'$  Gitterfehlpassung geringer ist (siehe [79]), geht die gerichtete Vergrößerung der  $\gamma'$  Phase schneller vonstatten. In der Folge führt dies dazu, dass der Härtungseffekt durch die sich schließenden vertikalen  $\gamma$  Kanäle bei höheren Temperaturen früher auftritt, wie in den Kriechdaten in Abbildung 7.6 zu sehen ist. Das bedeutet natürlich auch, dass die Entfestigung durch die Verlagerung der Verformung auf die  $\gamma'$  Phase und die schnellere Vergrößerung der Ausscheidungen ebenfalls nach kürzeren Versuchszeiten beginnt. Dies könnte auch eine mögliche Erklärung sein, warum bei Tanaka *et al.* [60] keine zwei Minima in Zugkriechversuchen bei 1000 °C an ähnlichen Legierungen aufgetreten sind. Denkbar ist aber auch, dass die Typ-N

Floßbildung unter Zugspannung andere Auswirkungen auf die Kriechfestigkeit hat als in den hier durchgeführten Druckkriechversuchen.

Die Tatsache, dass exemplarisch bei 975 °C Segregation an Stapelfehler nachgewiesen werden konnte und das auch für die anderen Versuchstemperaturen anzunehmen ist, unterstützt die Aussage, dass die Mechanismen zu kürzeren Zeiten verschoben werden. Dass Segregation und die damit verbundene Erniedrigung der Stapelfehlerenergie einen signifikanten Einfluss auf die Bildung und Ausbreitung von Defekten hat ist aus der Literatur bereits bekannt [94, 161]. Unter der Annahme, dass die Diffusivität der Legierungselemente bei Erhöhung der Temperatur zunimmt, ist davon auszugehen, dass auch die Segregationseffekte schneller auftreten und somit die Ausbreitung von Defekten früher erleichtert wird. In Abbildung 7.9b ist zu erkennen, dass sich die Versetzungen in den frühen Stadien der Verformung in Netzwerken an der  $\gamma/\gamma'$  Grenzfläche anlagern. Kommt es dort zu einer lokalen Verringerung der Stapelfehlerenergie, wird auch das Einschneiden in die  $\gamma'$  Ausscheidungen erleichtert. Dass dies bei höheren Temperaturen früher der Fall ist, wird besonders in Abbildung 7.9e und h im Vergleich zu Abbildung 7.9b anhand der erhöhten Anzahl an Stapelfehlern deutlich. Auch deshalb setzt die Entfestigung der Proben früher ein, da die Flöße schneller ihre Hinderniswirkung verlieren.

Für die Entwicklung zukünftiger Superlegierungen lässt diese Untersuchung mehrere Schlüsse zu. Da die Verformung zunächst in der Matrix abläuft, wäre für die  $\gamma$  Phase eine niedrige Stapelfehlerenergie von Vorteil. Eine große Aufspaltungsweite erschwert die Rekombination, die für das Quergleiten notwendig ist. Für die  $\gamma'$  Phase hingegen ist eine hohe Stapelfehlerenergie wünschenswert, da so das Einschneiden von Versetzungen verhindert wird und die Ausscheidungen so eine starke Hinderniswirkung aufweisen. Zusätzliche Legierungselemente sollten langsam diffundieren, um Segregation zu erschweren und so die lokale Verringerung der Stapelfehlerenergie zu vermeiden. Außerdem hat sich gezeigt, dass die gerichtete Vergrößerung senkrecht zur angelegten Spannung in Druckkriechversuchen zu einem Härtungseffekt führt. Deshalb ist eine hohe positive  $\gamma/\gamma'$  Gitterfehlpassung hilfreich, um die Triebkraft der Floßbildung zu erhöhen.

## 8 Zug-Druck-Asymmetrie unter Kriechbelastung

Die bisher diskutierten mechanischen Eigenschaften wurden in Druckversuchen ermittelt. Tatsächlich stehen die meisten Bereiche einer Turbinenschaufel, also das überwiegende Einsatzgebiet von ausscheidungsgehärteten Superlegierungen, während des Betriebs einer Turbine unter Zugspannungen. Aus verschiedenen Gründen ist es notwendig und akzeptabel im Labormaßstab auf Druckversuche zurückzugreifen. Dennoch soll im folgenden Kapitel aufgezeigt werden, ob bzw. wie sich die Druckkriecheigenschaften von Zugkriecheigenschaften unterscheiden. Auch von Ni-Basis-Superlegierungen ist bereits bekannt, dass es unter bestimmten Umständen zu einer ausgeprägten Zug-Druck-Asymmetrie bei plastischer Verformung kommen kann [207–209, 235–237]. Die Zugkriechversuche wurden dabei im Rahmen des SFB/TR103 von O. Horst an der Ruhr-Universität Bochum durchgeführt. Eine potentielle Zug-Druck-Asymmetrie wurde an zwei unterschiedlichen Legierungen untersucht, nämlich der multinären Legierung ERBOCo-1 und der quarternären ERBOCo-2Ta. In dieser Reihenfolge werden die Eigenschaften in diesem Kapitel auch aufgezeigt und diskutiert.

### 8.1 ERBOCo-1

An der Legierung ERBOCo-1 wurde eine ausführliche Studie der Kriech-eigenschaften bei den Temperaturen 750 °C, 900 °C, 975 °C und 1050 °C und den entsprechenden Spannungen 800 MPa, 250 MPa, 150 MPa und 125 MPa durchgeführt. Zusätzlich werden die Ergebnisse von Lenz *et al.* an der gleichen Legierung bei 850 °C und 400 MPa mit in die Diskussion eingeschlossen, die auch im Rahmen des SFB/TR103 entstanden sind. Die Ergebnisse der Kriechversuche sind in den Abbildungen 8.1, 8.3 und 8.4 zu sehen. Zum Zeitpunkt dieser Arbeit gibt es keine andere Studie in der Literatur, die sich in diesem Umfang mit der Zug-Druck-Asymmetrie von Co-Basis-Superlegierungen beschäftigt und dabei den gesamten relevanten Temperaturbereich untersucht.

**Niedrigtemperaturbereich:** Beginnend bei der niedrigsten Temperatur von 750 °C und 800 MPa, sind die Ergebnisse nach jeweils einem Zug- und Druckkriechversuch in Abbildung 8.1 aufgetragen. Hier zeigen sich gleich mehrere Besonderheiten. Zum einen fällt auf, dass es zu Beginn der Versuche jeweils zu einer großen plastischen Verformung mit

sehr hoher Geschwindigkeit kommt, bevor der sekundäre Kriechbereich erreicht wird. Zum anderen zeigt sich in diesem sekundären Bereich, dass der Verlauf der Dehnrates nahezu konstant und identisch für Zug- und Druckkriechversuch ist. Zunächst soll der Fokus auf die plastische Verformung zu Beginn des Versuchs gelegt werden. Diese Deformation von ca. 2.5 % im Zug bzw. fast 7.0 % im Druck findet bereits während des Belastungssegments direkt zu Beginn der Versuchsdurchführung statt. Um dieses Verhalten verstehen zu können, ist es wichtig die Druckfestigkeit der Legierung ERBOCo-1 bei 750 °C zu kennen. Dafür wurden Druckversuche bei konstanten Dehnraten von  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  und  $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 8.2 zu sehen. Dabei fällt auf, dass die Fließspannung bei dieser Temperatur für alle Dehnraten im Bereich von ca. 550 MPa liegt, also deutlich unterhalb der 800 MPa, die in den Kriechversuchen aufgebracht wurden. Allerdings kann auch festgestellt werden, dass die Legierung ERBOCo-1 extreme Verfestigungsraten zeigt und auch nach 20.0 % Dehnung noch keine Sättigung erreicht hat. Bei dieser Dehnung ist die aufzubringende Spannung bereits über 1000 MPa gestiegen. Wie es zu dieser ausgeprägten Verfestigung kommt, muss in weiterführenden Versuchen noch geklärt werden. Erste mikrostrukturelle Untersuchungen von O. Nagel [238] deuten aber darauf hin, dass möglicherweise die Bildung einer Vielzahl an Stapelfehlern in der  $\gamma'$  Phase dafür verantwortlich ist. Wie von Bezold *et al.* [57] aufgezeigt wurde, kann auch die Bildung von Stapelfehlern bzw. deren Interaktion bei der Bewegung durch die Ausscheidungsphase zu einer Festigkeitssteigerung bei Co-Basis-Superlegierungen führen. Natürlich wurden ausgehend davon auch Druckkriechversuche bei 750 °C und unterhalb der Fließspannung, bei 500 MPa, durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 8.3 zu sehen. Hier zeigt sich allerdings, dass die Dehnrates zu Beginn abnimmt, dann aber nicht in einen sekundären Kriechbereich übergeht, sondern die Verformung stagniert und keine weitere Kriechverformung detektiert werden kann. Offensichtlich wurde auch hier eine Verfestigung erreicht und die Legierung kriecht nicht weiter. Ähnliches ist auch zu erkennen, wenn die aufgebrachte Spannung im Kriechversuch knapp über der Fließspannung liegt, nämlich bei 600 MPa. Hier zeigt sich nun, dass es, wie bei 800 MPa bereits gesehen, während der Belastung zu einer plastischen Verformung kommt, das Material verfestigt und es tritt keine weitere Kriechverformung auf (siehe Abbildung 8.3). Interessanterweise ist die plastische Dehnung von etwas mehr als 2.0 % nahezu exakt die Dehnung, die im Druckversuch bei konstanter Dehnrates zu einer Verfestigung auf eben diese 600 MPa führt (siehe

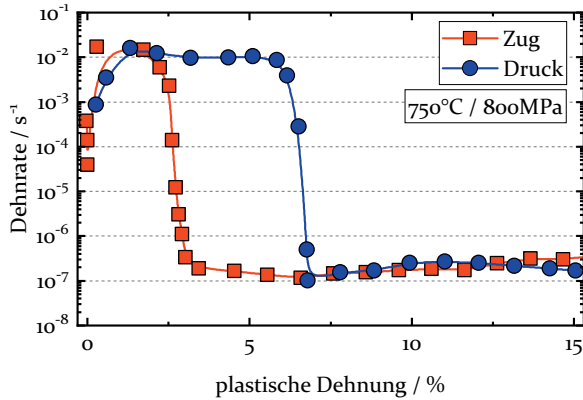


Abbildung 8.1: Zug- und Druckkriechversuch an der Legierung ERBOCo-1 bei  $750^\circ\text{C}$  und  $800\text{MPa}$ .

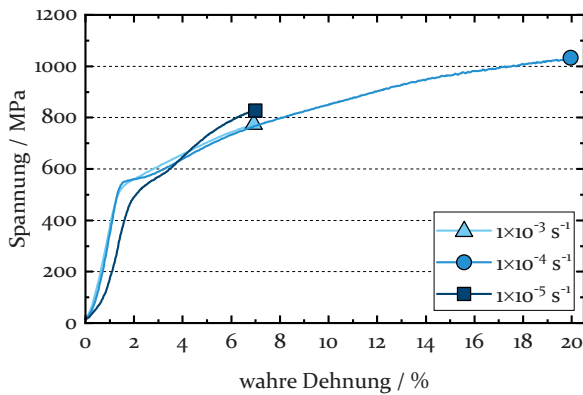


Abbildung 8.2: Druckversuche an der Legierung ERBOCo-1 bei  $750^\circ\text{C}$  und konstanten Dehnraten von  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  und  $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

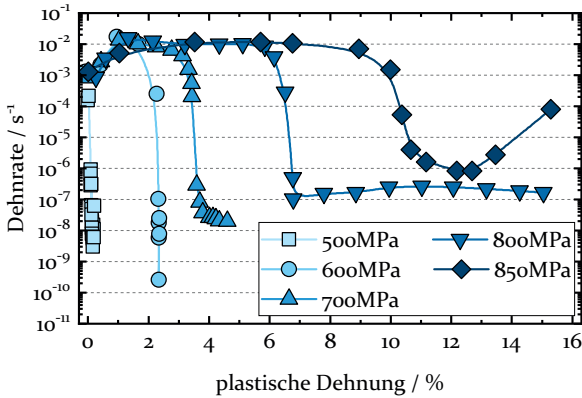


Abbildung 8.3: Druckkriechversuche an der Legierung ERBOCo-1 bei 750 °C und verschiedenen Spannungen von 500 MPa, 600 MPa, 700 MPa, 800 MPa und 850 MPa.

Abbildung 8.2). Wird die Spannung im Kriechversuch bei 750 °C noch weiter erhöht auf 700 MPa oder mehr, ist ebenfalls die plastische Verformung bei Versuchsstart zu erkennen, allerdings ist im Anschluss daran auch weitere Kriechverformung zu erkennen. Dabei entspricht auch bei den höheren Spannungen das Verformungsintervall zu Beginn in etwa der im Druckversuch bestimmten Dehnung, die für die entsprechende Verfestigung notwendig ist.

Beim Vergleich des Druckkriechversuchs bei 750 °C und 800 MPa mit dem entsprechenden Zugkriechversuch fällt auf, dass die plastische Verformung bis zum Erreichen des sekundären Kriechbereichs unterschiedlich ausgeprägt ist. Im Zug ist diese Anfangsdehnung nur etwa halb so groß wie im Druck. Leider kann die Ursache nicht abschließend geklärt werden, es könnten aber unterschiedliche Ursachen dafür verantwortlich sein. Zum einen ist denkbar, dass es hier zu experimentellen Problemen kommt, da die Kriechapparaturen für derart schnelle Verformungen, vor allem zu Beginn der Versuche, nicht ausgelegt sind. Zudem sind die Apparaturen natürlich von verschiedenen Bauweisen und an verschiedenen Universitäten von unterschiedlichen Personen durchgeführt worden. Allerdings passen die Dehnungsintervalle der Druckkriechversuche, wie oben beschrieben, sehr gut zu den Ergebnissen aus den Druckversuchen bei konstanter Dehnrate, weshalb diese als realistisch eingestuft werden. Zum anderen ist denkbar, dass unter Zugbelastung andere Verformungs-

mechanismen und somit möglicherweise auch andere Verfestigungsmechanismen auftreten. Zugversuche bei konstanter Dehnrates konnten im Rahmen dieser Arbeit nicht durchgeführt werden und somit kann dies leider nicht endgültig beantwortet werden. Dennoch bleibt der deutliche Unterschied interessant und sollte in weiterführenden Untersuchungen genauer charakterisiert werden.

Wird nun das Kriechverhalten zwischen Zug- und Druckkriechversuch nach der plastischen Anfangsverformung bei 750 °C und 800 MPa verglichen, zeigt sich, wie oben bereits erwähnt, ein nahezu identischer Dehnratenverlauf. Während zu Beginn noch eine Zug-Druck-Asymmetrie beobachtet werden konnte, verschwindet diese im "eigentlichen" Kriechbereich. Auch die Mikrostrukturen nach den beiden Kriechversuchen zeigen, wie in Abbildung 8.6 zu sehen, kaum Unterschiede. Für eine gerichtete Vergrößerung, wie sie in Abschnitt 2.2.2 beschrieben wurde, ist die Temperatur zu niedrig, da diese Mikrostrukturveränderung auf Diffusionseffekten beruht. Dabei ist zu beachten, dass die beiden Proben zu unterschiedlichen Gesamtdehnungen verformt wurden, dennoch ähneln beide Mikrostrukturen stark der Ausgangsmikrostruktur. An einkristallinen Ni-Basis-Superlegierungen wurde in Zugkriechversuchen bei ähnlich niedrigen Temperaturen vor allem Verformung in der  $\gamma$  Matrix beobachtet [141, 142, 145]. Schneiden der Ausscheidungen findet meist zunächst durch  $\frac{1}{3}\langle 112 \rangle$  Kear-Superpartialversetzungen unter der Bildung von Stapelfehlern statt. Erst später treten auch APB-gekoppelte Versetzungspaare in der  $\gamma'$  Phase auf [144-146]. Außerdem wurde in diesen Studien auch ein doppeltes Dehnratenminimum beobachtet, was bei der hier untersuchten Co-Basis-Superlegierung nicht auftritt. Für polykristalline Co-Basis-Superlegierungen wurde herausgefunden, dass sie sich bei 750 °C über ausgedehnte Stapelfehler und Zwillingsbildung verformen [96, 239]. Auch wenn makroskopisch keine Unterschiede im Kriechverhalten erkennbar sind, ist eine ähnliche Verformung der einkristallinen Co-Basis-Superlegierungen im Zug und Druck möglich, konnte aber nicht abschließend geklärt werden.

**Mittlerer und Hochtemperaturbereich:** Wird die Versuchstemperatur erhöht und die anliegende Spannung entsprechend reduziert, zeigen sich die Kriechkurven, wie sie in Abbildung 8.4 dargestellt sind. Die Daten für 850 °C stammen aus einer vorausgegangenen Studie von Lenz *et al.* [86]. In dieser Veröffentlichung konnten zwar einige Unterschiede zwischen Zug- und Druckkriechversuchen aufgedeckt werden, diese aber den Charakteristika der Kriechkurven nicht eindeutig zugeordnet wer-

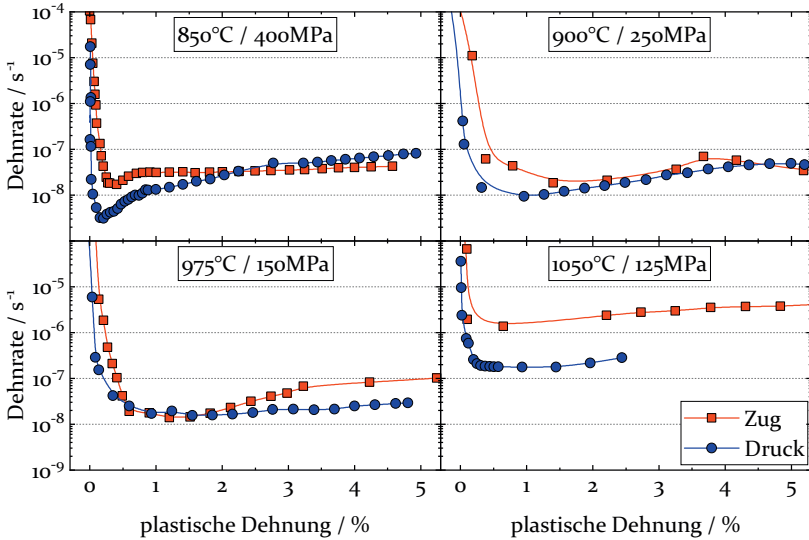


Abbildung 8.4: Zug- und Druckkriechversuche der Legierung ERBOCo-1 bei Temperaturen von 850 °C, 900 °C, 975 °C und 1050 °C und den jeweiligen Spannungen von 400 MPa, 250 MPa, 150 MPa und 125 MPa. Die Daten für 850 °C und 400 MPa wurden aus [86] übernommen.

den. Hier zeigt sich zum Beispiel, dass im Zugkriechversuch gerichtete Vergrößerung auftritt, während dies in den Druckkriechversuchen kaum der Fall ist [86]. Zudem wurde festgestellt, dass sich die Verformungsmechanismen im Zug und Druck unterscheiden. Während beim Schneiden der  $\gamma'$  Ausscheidungen im Zug zunächst  $\frac{1}{2}\langle 112 \rangle$  Versetzungen beobachtet werden, die zur Bildung der ASA-Konfiguration (siehe Abschnitt 2.2.2) führen, und in späteren Kriechstadien SISFs, treten bei 850 °C im Druck erst ausgedehnte SESFs auf, die sich später zu Mikrozwillingen entwickeln. Da diese Mechanismen bereits ausführlich in [86] beschrieben sind, wird im Folgenden nur auf die Temperaturen 900 °C, 975 °C und 1050 °C weiter eingegangen.

Bei 900 °C und 250 MPa zeigen sich leichte Unterschiede im primären Kriechbereich, wo der Druckkriechversuch etwas niedrigere Dehnraten aufweist. Allerdings nähern sich die beiden Kurven im Verlauf des Versuchs schnell wieder an, sodass der sekundäre Kriechbereich nahezu identisch verläuft. Bei 975 °C und 150 MPa ist genau das umgekehrte Verhalten zu beobachten. Während beide Kurven im primären Kriechbereich zusammenfallen, entfestigt die Probe im Zug schneller, verglichen mit dem Druckkriechversuch, sodass dieser bei größeren Dehnungen niedrigere Dehnraten zeigt. Allerdings weist die Legierung ERBOCo-1 bei beiden Versuchstemperaturen im Druck etwas bessere Kriechigenschaften auf, was auch mit den Beobachtungen aus [86] bei 850 °C übereinstimmt. Dennoch sind die Unterschiede vergleichsweise gering und diese Trends müssen in zusätzlichen Versuchen statistisch nachgewiesen werden. Bei der höchsten untersuchten Temperatur von 1050 °C und 125 MPa wird die Zug-Druck-Asymmetrie dann deutlicher. Hier zeigt die Legierung im Druckkriechversuch eine um eine Größenordnung niedrigere Dehnrate und somit eine deutlich erhöhte Kriechlebensdauer.

Ausgehend von den Ergebnissen, wie sie in Abbildung 8.4 dargestellt sind, lässt sich festhalten, dass die Legierung ERBOCo-1 eine Zug-Druck-Asymmetrie im gesamten Temperaturbereich von 750 °C bis 1050 °C aufweist, die aber je nach Versuchsbedingungen unterschiedlich stark ausgeprägt ist. Abbildung 8.5 zeigt die minimalen Dehnraten, ermittelt aus den oben beschriebenen Kriechversuchen, und stützt diese Aussage, auch wenn die minimale Dehnrate nicht als einziges Argument herangezogen werden darf. Dennoch verdeutlicht schon diese Auftragung, dass eine Zug-Druck-Asymmetrie im gesamten untersuchten Temperaturbereich existiert. Allerdings äußert sich diese Asymmetrie jeweils unterschiedlich. Es lässt sich kein klarer Trend hinsichtlich der Kurvenverläufe oder

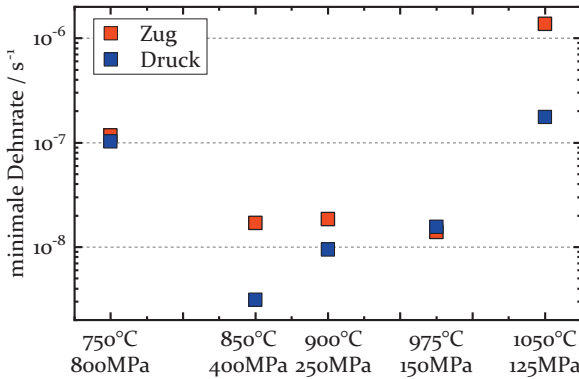


Abbildung 8.5: Minimale Dehnrage ermittelt aus den Kriechversuchen von ERBOCo-1 in Zug und Druck bei 750 °C, 850 °C, 900 °C, 975 °C und 1050 °C und entsprechend 800 MPa, 400 MPa, 250 MPa, 150 MPa und 125 MPa.

absoluten Festigkeiten herausarbeiten, abgesehen davon, dass die Druckkriechfestigkeit die Zugkriechfestigkeit bei jeder Temperatur übertrifft.

Um die Eigenschaften besser zu verstehen, wurden die Mikrostrukturen nach den Kriechversuchen charakterisiert. Die entsprechenden REM-Mikrostrukturaufnahmen sind in Abbildung 8.6 zu sehen. Dabei ist zu beachten, dass die Zugkriechversuche jeweils bis zum Bruch der Probe durchgeführt wurden, die Druckkriechversuche aber nach unterschiedlichen Dehnungen abgebrochen werden mussten. Wie bereits weiter oben erläutert, tritt aufgrund der niedrigen Temperatur bei 750 °C keine gerichtete Vergrößerung auf. Bei allen anderen Versuchstemperaturen tritt eine starke gerichtete Vergrößerung auf. Dabei unterscheiden sich die FlöÙe allerdings im Zug und Druck voneinander. Während sich im Druck kontinuierliche  $\gamma'$  Platten ausbilden, zeigen sich im Zug eher stäbchenförmige FlöÙe. Dies führt dazu, dass im Druck die vertikalen  $\gamma$  Kanäle komplett geschlossen sind, im Zug hingegen die horizontalen Kanäle nicht in gleichem Maße. Das spricht dafür, dass die Versetzungsbewegung in den Druckkriechversuchen erschwert ist, wenn die FlöÙe überklettert werden müssen. Dies könnte eine Erklärung oder zumindest ein Teil der Erklärung sein, warum die Druckkriechfestigkeit höher ist als die Zugkriechfestigkeit.

Eine weitere Auffälligkeit ist in der Mikrostruktur nach dem Zugkriechversuch bei 1050 °C zu erkennen. Hier zeigen die  $\gamma'$  FlöÙe stark gezackte Grenzflächen. Dieses Phänomen wurde ebenfalls von Lenz *et al.* [86]

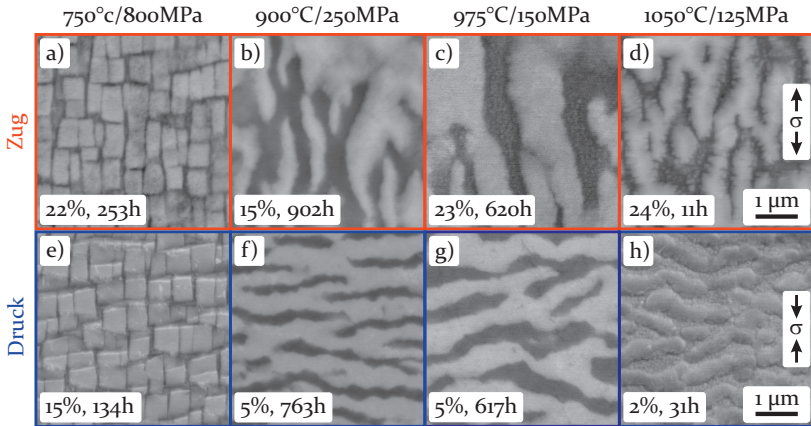


Abbildung 8.6: Mikrostrukturen von ERBOCo-1 nach den Kriechversuchen in a-d) Zug und e-h) Druck bei 750 °C, 900 °C, 975 °C und 1050 °C und entsprechend 800 MPa, 250 MPa, 150 MPa und 125 MPa. Die Versuchszeiten und plastischen Dehnungen, die die Proben jeweils erfahren haben, sind in den Einzelbildern mit angegeben.

bereits beobachtet und beschrieben. Hier wird die Segregation von  $\gamma$ -bildenden Elementen an Planardefekte und Versetzungen für die lokale Umwandlung der  $\gamma'$  Phase in die  $\gamma$  Phase verantwortlich gemacht. Die Mikrostruktur nach dem Versuch bei der höchsten Temperatur zeigt diesen Effekt am stärksten, was vermutlich auf die höhere Diffusionsgeschwindigkeit aufgrund der höheren Temperatur zurückzuführen ist. Da bei hohen Versuchstemperaturen aber eigentlich eine geringere Stapelfehlerdichte in  $\gamma'$  zu erwarten ist, wäre auch denkbar, dass es beim Abkühlen von der Versuchstemperatur zum Ausscheiden zusätzlicher  $\gamma'$  Partikel kommt, die sich an die  $\gamma/\gamma'$  Grenzfläche anlagern, sodass sich die gezackten Grenzflächen bilden.

Dennoch bleibt offen, warum es bei allen untersuchten Versuchsbedingungen zur ausgeprägten Zug-Druck-Asymmetrie kommt. Vermutlich ist nicht allein die gerichtete Vergrößerung dafür verantwortlich, da von Lenz *et al.* [86] auch gezeigt wurde, dass die Schneidprozesse einen Anteil an der Gesamtverformung haben. Hier sind weitere Studien zur Charakterisierung der Verformungsmechanismen notwendig, um die offenen Fragen endgültig zu klären. Außerdem ist davon auszugehen, dass sich die Mechanismen je nach Temperatur unterscheiden.

## 8.2 ERBOCo-2Ta

Auch die Legierung ERBOCo-2Ta wurde hinsichtlich einer Zug-Druck-Asymmetrie untersucht. Hierfür wurde eine Temperatur von 975 °C und eine Spannung von 150 MPa gewählt. Die entsprechenden Zugkriechversuche wurden ebenfalls an der RUB von O. Horst durchgeführt. Die Druckkriecheigenschaften von ERBOCo-2Ta wurden außerdem schon in Abschnitt 7.2 ausführlich diskutiert.

Die Ergebnisse nach einem Zug- und Druckkriechversuch sind in Abbildung 8.7a und b dargestellt. Ähnlich zu den Ergebnissen an der Legierung ERBOCo-1, zeigt sich bei ERBOCo-2Ta bei 975 °C und 150 MPa ein geringer Unterschied in der Kriechfestigkeit in Zug- oder Druckbelastung. Beide Kurven liegen nahezu identisch übereinander. Außerdem zeigt die Legierung sowohl im Zug als auch im Druck ein doppeltes Kriechminimum. Lediglich die Lage der beiden Minima ist im Zugkriechversuch um etwa 0.5 % zu größeren plastischen Dehnungen verschoben. Warum das erste Minimum im Zug bei größeren Dehnungen auftritt kann hier nicht abschließend geklärt werden. Möglicherweise ist die Tatsache dafür verantwortlich, dass im Zugkriechversuch zunächst Verformung in den vertikalen  $\gamma$  Kanälen stattfindet, von denen es aber mehr gibt als von den horizontalen Kanälen, in denen im Druck zunächst die Verformung lokalisiert ist [80]. So dauert es länger, bis die vertikalen Kanäle im Zugkriechversuch mit Versetzungen gefüllt werden und es findet etwas mehr Verformung zu Beginn des Versuchs statt.

Unter der Annahme, dass eine vollständig geflößte Mikrostruktur auch im Zug zu einer temporären Festigkeitssteigerung führt, könnten die Mikrostrukturen in Abbildung 8.8 aber den Versatz des zweiten Minimums erklären. Die Versuche wurden jeweils wiederholt und bei ca. 1.0 % plastischer Dehnung unterbrochen. Nach dieser Dehnung zeigt die Probe, die im Druck verformt wurde, bereits vollständig ausgebildete Flöße. Dies passt zur Lage in der Kriechkurve, was genau dem zweiten Minimum entspricht. Die entsprechende Probe im Zug zeigt nach ca. 1.0 % Dehnung jedoch noch offene horizontale Kanäle, sodass laut Xue *et al.* [79, 80] der Härtungseffekt noch nicht vollständig sichtbar wird. Bei dieser Dehnung zeigt die Kriechkurve das lokale Maximum, was sehr gut mit den Beobachtungen aus den Mikrostrukturaufnahmen übereinstimmt. Erst bei etwas größerer Dehnung, wenn auch die letzten horizontalen Kanäle geschlossen sind, kommt es zu einer leichten Verfestigung. Die gerichtete Vergrößerung scheint also im Druckkriechversuch etwas schneller abzulaufen, was dazu führt, dass das zweite Minimum

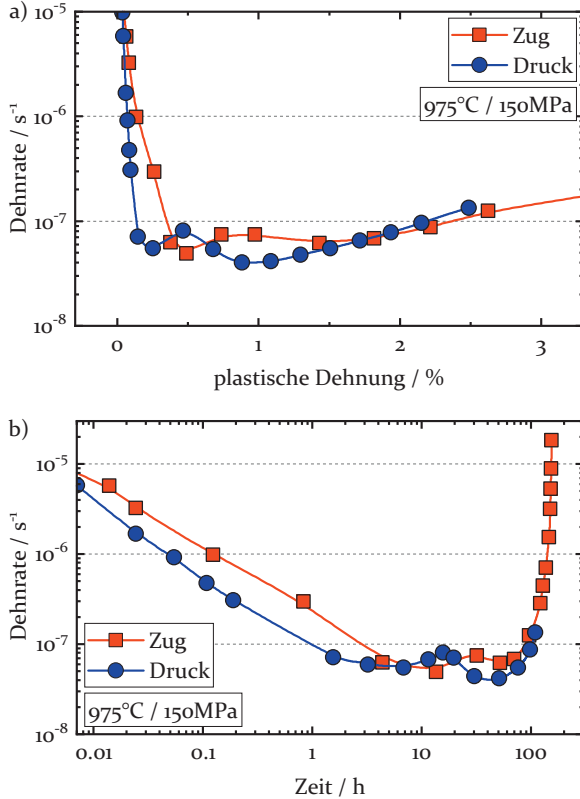


Abbildung 8.7: Zug- und Druckkriechversuch an ERBOCo-2Ta bei 975 °C und 150 MPa, a) Dehnrate über plastischer Dehnung und b) Dehnrate über Versuchszeit.

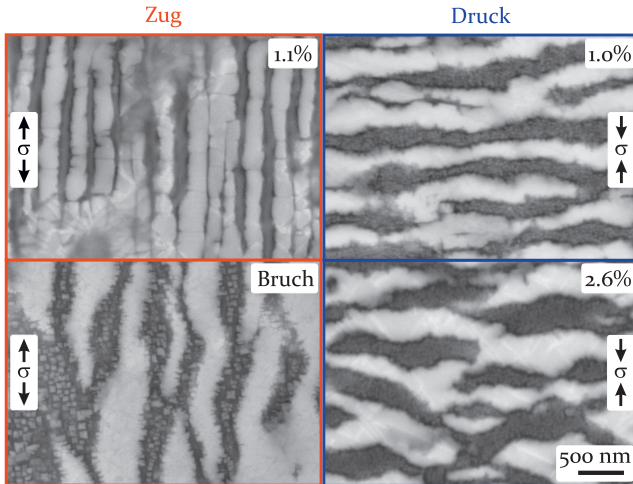


Abbildung 8.8: REM-Mikrostrukturaufnahmen von ERBOCo-2Ta nach Zug- bzw. Druckkriechversuchen bei 975 °C und 150 MPa. Die Versuche wurden bis zum Bruch oder bis zur angegebenen plastischen Dehnung durchgeführt.

bei geringeren Dehnungen auftritt. Zudem wäre dies die erste Beobachtung einer Festigkeitszunahme in Co-Basis-Superlegierungen durch die Ausbildung einer Floßstruktur in Zugkriechversuchen.

Allerdings haben andere Studien genau entgegengesetzte Beobachtungen gemacht. Veron *et al.* [124] zeigten zum Beispiel in dreidimensionalen Simulationen für Ni-Basis-Superlegierungen, dass unter Berücksichtigung von lokalen Spannungszuständen und Spannungsrelaxationen durch Versetzungen die gerichtete Vergrößerung im Zug schneller abläuft. Auch Caccuri *et al.* [190] fanden in Experimenten an V-förmigen Proben der Legierung CMSX-4, dass die Floßbildung unter Zugspannung schneller abläuft. Nur die topologische Inversion der  $\gamma/\gamma'$  Mikrostruktur ist unter Druck früher abgeschlossen. Auch die Ergebnisse an der Legierung ERBOCo-1 bei 850 °C zeigen, dass gerichtete Vergrößerung hier zunächst in Zugkriechversuchen auftritt (siehe [86] und Abschnitt 8.1). Warum das für die Legierung ERBOCo-2Ta bei 975 °C nicht der Fall ist bleibt an dieser Stelle offen und muss in zukünftigen Untersuchungen genauer analysiert werden. Es kann allerdings festgehalten werden, dass es vermutlich ein komplexes Zusammenspiel aus Gitterfehlpassung, Diffusion, Spannungszuständen und Verformungsmechanismen ist.

Ebenso bleibt zu klären, warum die Kriechfestigkeiten von ERBOCo-2Ta im Zug und Druck nahezu identisch sind und im Vergleich dazu eine deutliche Asymmetrie bei ERBOCo-1 auftritt (siehe Abschnitt 8.1). In Abbildung 8.8 sind zusätzlich Mikrostrukturaufnahmen nach größeren Dehnungen zu sehen. Der Zugkriechversuch wurde bis zum Bruch durchgeführt, der Druckkriechversuch nur bis ca. 2.5 %. Dennoch zeigen beide Mikrostrukturen Ähnlichkeiten zu denen, wie sie auch für ERBOCo-1 beobachtet wurden (siehe Abbildung 8.6). Im Druckkriechversuch bilden sich ausgedehnte  $\gamma'$  Platten, wohingegen im Zug eher stäbchenförmige  $\gamma'$  FlöÙe auftreten. Dennoch führt die Mikrostruktur hier zu keiner signifikanten Asymmetrie in den Kriechversuchen. Vermutlich haben auch hier die Verformungsmechanismen einen maßgeblichen Anteil an der Gesamtfestigkeit der Legierung und müssen, analog zur Legierung ERBOCo-1, in Zukunft in weiterführenden Studien noch im Detail charakterisiert werden.



## 9 Rolle der Basiselemente Co und Ni

Das Basiselement einer Legierung ist im Fall der  $\gamma'$ -gehärteten Superlegierungen nicht nur Namensgeber, sondern beeinflusst natürlich auch maßgeblich deren Eigenschaften. Nachdem die Co-Basis-Superlegierungen in den letzten Jahren immer mehr in den Fokus der Wissenschaft gerückt sind, werden sie immer wieder als Wettbewerber zu den Ni-Basis-Superlegierungen angesehen. In ihrer Mikrostruktur sind sich die beiden Legierungstypen ähnlich, allerdings gibt es auch signifikante Unterschiede. In den meisten Studien werden jedoch Co- und Ni-Basis-Legierungen miteinander verglichen, die sich nicht nur im Gehalt an Basiselementen, sondern auch im Gehalt der zusätzlichen Legierungselemente unterscheidet. Dies macht eine detaillierte Gegenüberstellung schwierig und eventuell auch nicht eindeutig. Deshalb wurde im Rahmen des *SFB/TR103*, in der Promotion von Christopher Zenk [19], eine Legierungsserie mit dem Namen *ERBO-NCX* entwickelt, die den Übergang von Co- zu Ni-Basis-Superlegierungen darstellen soll. In dieser Serie wird das Co/Ni-Verhältnis systematisch variiert, der Anteil der zusätzlichen Legierungselemente Al, W und Cr aber konstant gehalten. So kann direkt der Einfluss des Basiselements untersucht werden. Einige Ergebnisse zu den mikrostrukturellen und thermophysikalischen Eigenschaften der NC-Serie sind bereits in [14, 19, 67, 88, 183] veröffentlicht.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden das Fließverhalten und die Kriech-eigenschaften an einkristallinem Probenmaterial der Legierungsserie im Detail untersucht. Dabei lag der Fokus vor allem auf den zugrundeliegenden Verformungsmechanismen, was im Folgenden anhand von REM- und TEM-Untersuchungen an gekrochenen Proben dargelegt wird. Im Laufe der Arbeiten hat sich herausgestellt, dass auch das Legierungselement Chrom eine entscheidende Rolle in dieser Legierungsserie spielt. Deshalb wurden außerdem Cr-freie Pendanten zur NC-Serie untersucht. Die Ergebnisse an diesen Legierungen werden im zweiten Teil des Kapitels gezeigt und mit denen der Cr-haltigen Legierungen verglichen. Grundlegende Untersuchungen an den Cr-freien Schwesterlegierungen sind bereits in [14, 19, 183, 240] zu finden.

Die nominellen Zusammensetzungen der einzelnen Legierungen sind in Tabelle 3.1 zusammengefasst. Die Ausgangsmikrostrukturen nach der Lösungsglühung bei 1250 °C für 24 h und Auslagerung bei 900 °C für 100 h sind in Abbildung 9.1 zu sehen. Die Ausscheidungen in  $\text{NC}_{0.8\text{Cr}}$  und  $\text{NC}_{25.8\text{Cr}}$  bilden sich dabei in kubischer Form, wohingegen  $\text{NC}_{50.8\text{Cr}}$

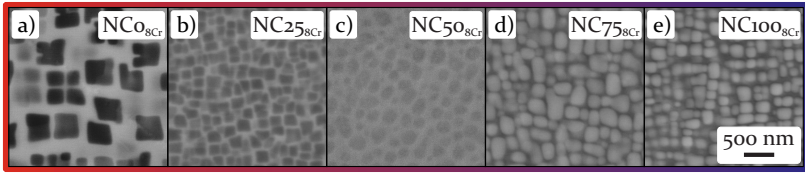


Abbildung 9.1: Mikrostrukturen der  $NCX_{8Cr}$ -Serie nach 24 h bei  $1250\text{ }^{\circ}\text{C}$  und 100 h bei  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ , aufgenommen im BSE-Modus.

nahezu globulare  $\gamma'$  Ausscheidungen aufweist. Unter der Annahme, dass sich die  $\gamma/\gamma'$  Gitterfehlpassung in den hier untersuchten Einkristallen analog zu den in [14] charakterisierten Polykristallen verhält, ist die sich verändernde Ausscheidungsform auf eben diese Gitterfehlpassung zurückzuführen. Während  $NC_{08Cr}$  und  $NC_{258Cr}$  negative Gitterfehlpassungswerte aufweisen, liegt diese für  $NC_{508Cr}$  nahe bei null. Deshalb existiert für die  $\gamma'$  Phase in  $NC_{508Cr}$  keine Triebkraft, elastische Verzerrungsenergie durch die Ausrichtung entlang der  $\langle 001 \rangle$  Richtungen einzusparen und es bilden sich sphärische Ausscheidungen. Wird der Co-Gehalt weiter erhöht, nimmt die Gitterfehlpassung laut Zenk *et al.* [14] positive Werte an. Deshalb ist in den Legierungen  $NC_{758Cr}$  und  $NC_{1008Cr}$  auch eine kubische Ausscheidungsform erkennbar, deren Kanten sich entlang der  $\langle 001 \rangle$  Kristallorientierungen ausrichten.

Ein weiteres Merkmal, das bei der Analyse der Mikrostrukturen in Abbildung 9.1 auffällt, ist die Veränderung der Kontrastverteilung. Während die Ausscheidungen auf der Ni-reichen Seite dunklen Kontrast und die Matrix hellen Kontrast aufweisen, ist es auf der Co-reichen Seite umgekehrt. In diesem Bildgebungsmodus wird der Kontrast maßgeblich von den Ordnungszahlen der Elemente beeinflusst, also im Fall der  $NCX$ -Legierungen vor allem vom W-Gehalt der einzelnen Phasen, da dieses Legierungselement mit Abstand die höchste Ordnungszahl aufweist. Die Vermutung, dass sich W also in den Ni-reichen Legierungen in der  $\gamma$  Matrix anreichert und in den Co-reichen Legierungen in den  $\gamma'$  Ausscheidungen, konnte in [14] anhand von APT-Messungen bestätigt werden. Hier wurde gezeigt, dass W tatsächlich sein Verteilungsverhalten mit variierendem Co/Ni-Gehalt umkehrt. Außerdem wurde festgestellt, dass sich die übrigen Legierungselemente mit zunehmendem Co-Anteil gleichmäßiger zwischen den beiden Phasen verteilen.

Die Änderung des Co zu Ni-Verhältnisses führt also zu verschiedensten Veränderungen in den Mikrostrukturen, auch wenn der Gehalt an den

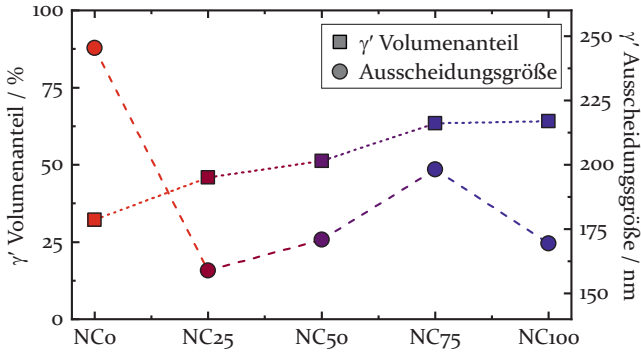


Abbildung 9.2: Mikrostrukturdaten der NCX-Legierungsserie. In Quadraten ist der  $\gamma'$  Volumenanteil und in Kreisen die mittlere Ausscheidungsgröße aufgetragen.

übrigen Legierungselementen konstant gehalten wird. Abbildung 9.2 verdeutlicht dies quantitativ für die beiden Mikrostrukturparameter  $\gamma'$  Volumenanteil und Ausscheidungsgröße. Es ist zu erkennen, dass der Volumenanteil der  $\gamma'$  Phase mit zunehmendem Co-Gehalt steigt. Diese Beobachtung haben Zenk *et al.* ebenfalls an der polykristallinen Variante dieser Legierungsserie gemacht [14]. Allerdings liegen die hier bestimmten Volumenanteile auf der Ni-reichen Seite etwas unter und auf der Co-reichen Seite etwas über den Werten der polykristallinen Legierungen. Hier ist anzumerken, dass in [14] eine Umrechnung des Flächenanteils in einen Volumenanteil unabhängig von der Ausscheidungsform erfolgte. In dieser Arbeit wurden die Volumenanteile hingegen mit Berücksichtigung der Form berechnet, wie es in Abschnitt 3.4.3 beschrieben ist. Dies führt vermutlich zu den quantitativen Unterschieden im Volumenanteil beim Vergleich der einkristallinen und polykristallinen Legierungsserie. Die Ausscheidungsgröße variiert ebenfalls bei gleicher Wärmebehandlung, zeigt dabei aber keinen Trend mit der Variation des Co-Gehalts. Die größten Ausscheidungen sind demnach bei NCo zu finden, was bereits aus den Mikrostrukturaufnahmen in Abbildung 9.1 erkennbar ist.

## 9.1 Auswirkungen auf das Verformungsverhalten

Es ist davon auszugehen, dass die oben beschriebenen Unterschiede in der Ausgangsmikrostruktur zu signifikanten Veränderungen der mechanischen Eigenschaften führen. Die plastische Verformung der Legierung

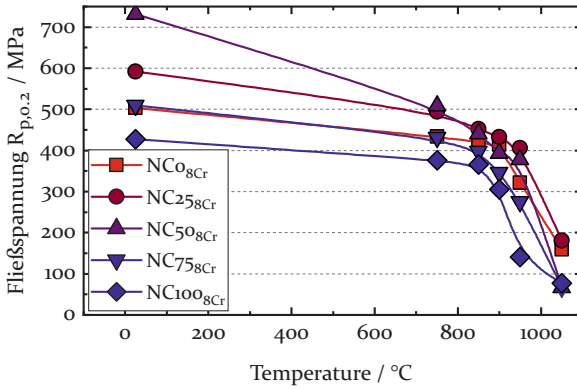


Abbildung 9.3: Fließspannungsverlauf der NC-Legierungen mit Chrom aufgetragen gegenüber der Temperatur in einem Bereich von 25 °C bis 1050 °C.

gen wurde in Form von Druckversuchen bei konstanter Dehnrates und Kriechversuchen bei 900 °C und 250 MPa charakterisiert. Die Ergebnisse werden im folgenden aufgezeigt und diskutiert.

**Fließverhalten:** Aus uniaxialen Druckversuchen bei einer Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  kann die Fließspannung  $R_{p,0.2}$  bestimmt werden. Diese Versuche wurden bei den Temperaturen 25 °C, 750 °C, 850 °C, 900 °C, 950 °C und 1050 °C und bis zu einer plastischen Dehnung von ca. 12 % durchgeführt. Die Ergebnisse sind für alle chromhaltigen NCX-Legierungen in Abbildung 9.3 zusammengefasst. Die zugrundeliegenden Spannungs-Dehnungs-Diagramme sind in Anhang B zu finden.

Bei Raumtemperatur zeigt die Legierung NC50<sub>8Cr</sub> mit identischem Co- und Ni-Gehalt die höchste Festigkeit, gefolgt von der Ni-reichen Legierung NC25<sub>8Cr</sub>. Bei höheren Temperaturen ändert sich dieser Trend und ab ca. 800 °C zeigt NC25<sub>8Cr</sub> die höchste Fließspannung. Über den gesamten Temperaturbereich hinweg weisen die Co-reichen Legierungen NC75<sub>8Cr</sub> und NC100<sub>8Cr</sub> die niedrigsten Festigkeiten auf. Diese Trends, dass sich die höchsten Festigkeiten mit steigender Temperatur zu den Ni-reichen Legierungen verschiebt, ist in Abbildung 9.4 noch besser zu erkennen. Hier ist die Fließspannung gegenüber den jeweiligen Legierungen, also indirekt dem Co-Anteil, aufgetragen. Allen untersuchten Legierungen gemeinsam ist jedoch, dass keine ausgeprägte Fließspannungsanomalie beobachtet werden kann (siehe Abschnitt 2.2.2). Die Fließspannungen

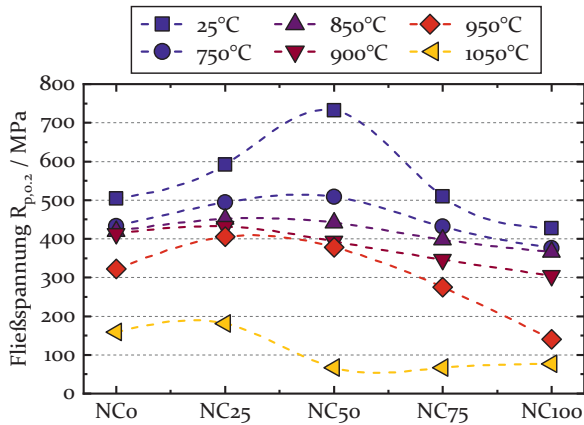


Abbildung 9.4: Fließspannungsverlauf aufgetragen gegenüber der jeweiligen Legierung und somit gegenüber einem zunehmendem Co-Gehalt.

nehmen zunächst leicht, dann stärker aber kontinuierlich, bei steigender Temperatur ab.

Die Verformungsmechanismen konnten im Rahmen dieser Arbeit nicht im Detail charakterisiert werden, sodass eine exakte Erklärung der beobachteten Phänomene schwierig ist. Einige Anmerkungen seien an dieser Stelle allerdings noch zu beachten. Natürlich wäre theoretisch denkbar, dass eine Fließspannungsanomalie ausbleibt, weil die  $\gamma'$  Ausscheidungen nicht geschnitten werden. Dies ist Voraussetzung für die Bildung des sogenannten Kear-Wilford-Locks (siehe Abschnitt 2.2.2), der für die Festigkeitssteigerung bei hohen Temperaturen verantwortlich ist. Allerdings ist eine Verformung ausschließlich in der Matrixphase aufgrund der hohen Dehnrate von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  eher unwahrscheinlich, dennoch ist davon auszugehen, dass zumindest ein großer Teil der Verformung in der  $\gamma$  Phase lokalisiert ist. Bei Ni-Basis-Superlegierungen wurde zum Beispiel von Beardmore *et al.* [199] festgestellt, dass das Auftreten der Fließspannungsanomalie ebenso mit dem  $\gamma'$  Volumenanteil zusammenhängt. Bei niedrigen Volumenanteilen bleibt demnach der Effekt aus, da die Orowan-Spannungen gering sind und sich Versetzungen leicht in den Matrixkanälen bewegen können, sodass kaum ein Einschneiden in die Ausscheidungen stattfindet. Für eine endgültige Aussage, welche Mechanismen für das Ausbleiben der Fließspannungsanomalie in dieser

Serie verantwortlich sind, sind allerdings weitere Untersuchungen der verformten Mikrostruktur notwendig.

Um die unterschiedlichen Festigkeiten der Legierungen zu diskutieren, können verschiedene potentielle Härtungsbeiträge betrachtet werden. Aus der Veröffentlichung von Zenk *at al.* [14] ist bekannt, dass die  $\gamma'$  Solvustemperatur mit zunehmendem Co-Anteil abnimmt. Dies deckt sich insofern mit den Beobachtungen aus den Druckversuchen, dass die Legierungen mit höherer Solvustemperatur generell auch höhere Festigkeiten aufweisen, insbesondere bei erhöhten Temperaturen. Die beginnende Auflösung der  $\gamma'$  Ausscheidungen wäre also ein möglicher limitierender Faktor mit steigender Temperatur, beschreibt aber trotzdem nicht den exakten Trend, dass die intermediäre Legierung  $\text{NC}_{25\text{8Cr}}$  die höchste Festigkeit bei hohen Temperaturen aufweist. Außerdem zeigt Abbildung 9.2, dass der Ausgangsvolumenanteil mit zunehmendem Co-Anteil steigt und der Beitrag der Ausscheidungshärtung somit größer sein müsste [171, 201]. Dies scheint also nicht der dominierende Härtungsbeitrag innerhalb dieser Legierungsserie zu sein. Zumindest der Unterschied zwischen den beiden Ni-reichen Legierungen  $\text{NCo}_{8\text{Cr}}$  und  $\text{NC}_{25\text{8Cr}}$  könnte hier aber möglicherweise direkt auf die Ausgangsmikrostruktur zurückgeführt werden. Unter der Annahme, dass Verformung über die Matrixphase dominiert, ist davon auszugehen, dass die großen Ausscheidungen bei gleichzeitig niedrigerem  $\gamma'$  Volumenanteil in  $\text{NCo}_{8\text{Cr}}$  den Orowanprozess in dieser Legierung begünstigt. Damit wäre die Ausscheidungshärtung in  $\text{NCo}_{8\text{Cr}}$  weniger stark ausgeprägt, verglichen mit  $\text{NC}_{25\text{8Cr}}$ , was sich in niedrigeren Festigkeiten im gesamten Temperaturbereich widerspiegelt.

Eine weitere Möglichkeit der Festigkeitssteigerung kann durch die Gitterfehlpassung zwischen der  $\gamma$  und  $\gamma'$  Phase bzw. die daraus resultierenden Kohärenzspannungen hervorgerufen werden [241, 242]. Demnach müsste der Härtungsbeitrag mit dem Betrag der Gitterfehlpassung korrelieren. Aus [14, 88] ist bekannt, dass die Fehlpassung für  $\text{NC}_{50\text{8Cr}}$  nahe null ist und zu den Rändern der Legierungsserie zunimmt. Allerdings zeigen die Druckversuche, dass die Festigkeiten gerade bei den intermediären Legierungen am höchsten sind, was nicht zum Verlauf der Gitterfehlpassungen passt. Auch dieser Effekt kann die Trends innerhalb der untersuchten Legierungen nicht erklären.

Unter der Annahme, dass die Aufspaltungsweite von Partialversetzungen in der  $\gamma$  Matrix über die Wahrscheinlichkeit der Rekombination und somit des Quergleitens entscheidet, kann auch die Stapelfehlerenergie in der Matrix als Härtungsbeitrag betrachtet werden. So wäre eine hohe Stapelfehlerenergie von Nachteil, da die Aufspaltungsweite dann gering

ist, Rekombination vergleichsweise leicht vonstatten geht und Quergleiten und Klettern begünstigt wird. In [88] wurde die Stapelfehlerenergie für die Zusammensetzungen in den  $\gamma$  Phasen der NC-Legierungen mit Hilfe thermodynamischer Berechnungen abgeschätzt. Ausgehend von der Ni-reichen Seite zeigt sich ein kontinuierlicher Abfall der Stapelfehlerenergie mit zunehmendem Co-Gehalt [88]. In der Theorie sollte dies zu höheren Festigkeiten in den Co-reichen Legierungen führen, was in den Druckversuchen nicht beobachtet wird.

Zusätzlich ist die Diffusion ein Faktor, der vor allem bei hohen Temperaturen die Festigkeit einer Legierung maßgeblich mitbestimmen kann [94, 119, 158, 161]. Zum einen ist die Diffusivität eng mit der Mischkristallhärtung in der  $\gamma$  Phase gekoppelt, zum anderen ist sie entscheidend für die Bildung und Bewegung von Planardefekten in der  $\gamma'$  Phase. In [88] wurde der effektive Diffusionskoeffizient für die  $\gamma$  Phasen der hier untersuchten Legierungen abgeschätzt. Es konnte gezeigt werden, dass der effektive Diffusionskoeffizient mit zunehmendem Co-Gehalt sinkt. Auch andere Untersuchungen konnten zeigen, dass Legierungselemente in Co etwas langsamer diffundieren als in Ni [38]. Beides würde für eine erhöhte Festigkeit auf der Co-reichen Seite der Legierungsserie sprechen, was aber in den Druckversuchen nicht beobachtet werden konnte (siehe Abbildung 9.3 und 9.4).

Da keine der bisher diskutierten Einflüsse allein die Festigkeiten der NC-Legierungen erklären kann, wurde zusätzlich der Mischkristall-Härtungsbeitrag abgeschätzt. Dafür wurde ein Modell von Galindo-Nava *et al.* [177] herangezogen, das in Abschnitt 2.3.2 im Detail erklärt wurde. Das ursprüngliche Modell, das auf der Labusch-Theorie [173] basiert und von Gypen und Deruyttere [174, 175] und Varvenne *et al.* [176] erweitert wurde, beschreibt im Prinzip das Verhältnis von Gitterparameter und Schubmodul der Legierungselemente zu einem Referenz- oder Basiselement. Galindo-Nava *et al.* [177] fügten dann noch einen Faktor hinzu, der den Volumenanteil der  $\gamma$  bzw. der  $\gamma'$  Phase in ausscheidungsgehärteten Legierungen mit einbezieht. Der Mischkristall-Härtungsbeitrag sollte außerdem für 900 °C berechnet werden, auch weil bei dieser Temperatur die Kriechversuche an diesen Legierungen durchgeführt wurden. Dafür wurden die Schubmoduli ausgehend von temperaturabhängigen Messungen [180, 181, 243–245] linear zu 900 °C extrapoliert, falls keine Daten für diese Temperatur vorlagen. Die Atomradien der Legierungselemente bei 900 °C wurden in [88] mit Hilfe thermodynamischer Berechnungen bestimmt und hier übernommen. Da der Schubmodul für die Matrix-Zusammensetzung nicht bekannt war, wurde der Bulk Schubmodul von

Tabelle 9.1: Verwendete Parameter für die Berechnung der Mischkristall-Härtungsbeiträge der NC-Legierungen. Die Zusammensetzung der  $\gamma$  Phasen stammen aus APT-Messungen und wurden aus [14] übernommen. Die Schubmoduli wurden zu 900 °C extrapoliert, falls keine Daten bei dieser Temperatur vorlagen. Die Atomradien bei 900 °C stammen aus [88]. Außerdem sind die nach Gleichung 2.17 berechneten Konstanten  $\beta_i$  angegeben.

-	Co	Ni	Al	W	Cr
$\mu_i$ (900 °C) / GPa	49.2	56.4	12.2	143.3	101.0
$r_i$ (900 °C) / nm	0.126	0.126	0.147	0.144	0.131
$c_{\gamma,i}$ (NCo) / at. %	-	76.0	3.9	8.1	12.0
$c_{\gamma,i}$ (NC25) / at. %	25.1	49.9	3.8	7.8	13.4
$c_{\gamma,i}$ (NC50) / at. %	45.6	30.5	4.9	6.8	12.2
$c_{\gamma,i}$ (NC75) / at. %	59.7	16.1	7.2	6.1	10.9
$c_{\gamma,i}$ (NC100) / at. %	75.8	-	8.7	6.1	9.4
$\beta_i$ / MPa/at.% <sup>2/3</sup>	5.2	-	524.5	505.8	125.0

Haynes88 bei 900 °C [246], nämlich 61 GPa, verwendet. Alle Werte sind in Tabelle 9.1 zusammengefasst. Die so berechneten Mischkristall-Härtungsbeiträge der NC-Legierungen sind in Abbildung 9.5 für die reinen  $\gamma$  Phasen und für die zweiphasigen Mikrostrukturen der NC-Legierungen aufgetragen. Diese Ergebnisse wurden bereits in [88] veröffentlicht, sind aber im Rahmen dieser Arbeit entstanden.

Die Auswertung des Härtungsbeitrags für die reinen Matrix-Zusammensetzungen zeigt, dass die Mischkristallhärtung mit zunehmendem Co-Gehalt steigt. Der Parameter  $\beta_i$  der einzelnen Elemente verdeutlicht, dass Al und W einen größeren Einfluss als Cr haben und nach diesen Berechnungen als nahezu gleich starke Mischkristallhärter wirken. Diese Erkenntnis stimmt zum Beispiel mit den Ergebnissen von Wang *et al.* [247] überein, wo auch gezeigt werden konnte, dass W ein starker Mischkristallhärter ist, wobei das für Cr nicht der Fall ist. Der große Einfluss von Al ist maßgeblich auf die stärkere Temperaturabhängigkeit des Atomradius im Vergleich zu Ni zurückzuführen (siehe [88]). Da sich Al in den Co-reichen Legierungen vermehrt in der  $\gamma$  Phase anreichert, nimmt der Mischkristall-Härtungsbeitrag folglich mit zunehmendem Co-Gehalt

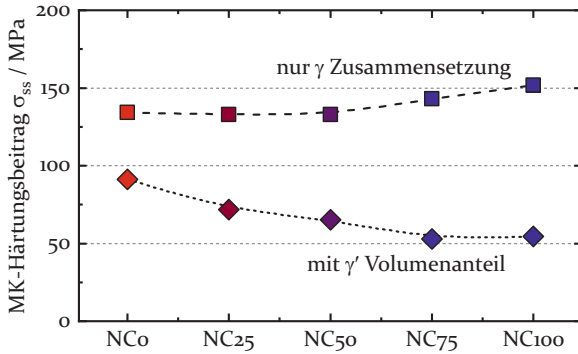


Abbildung 9.5: Mischkristall-Härtungsbeitrag  $\sigma_{SS}$  bei 900 °C berechnet nach Gleichung 2.17 [177]. Die Quadrate zeigen den Beitrag der reinen  $\gamma$  Phase und die Rauten den Beitrag unter Berücksichtigung des  $\gamma$  bzw.  $\gamma'$  Volumenanteils.

zu. Sogar die leichte Abreicherung von W wird dabei ausgeglichen bzw. übertroffen.

Interessanterweise kehrt sich der Trend in Abbildung 9.5 um, wenn der  $\gamma'$  Volumenanteil mit in die Berechnung eingeht. Da der  $\gamma'$  Volumenanteil in den Ni-reichen Legierungen niedriger ist im Vergleich zu den Co-reichen, nimmt auch der Mischkristall-Härtungsbeitrag hier sukzessive mit steigendem Co-Anteil ab. Dieser Verlauf spiegelt nun allerdings annähernd auch die Ergebnisse aus den Druckversuchen bei 900 °C wieder (siehe Abbildung 9.4). Allerdings kann auch diese Abschätzung nicht erklären, warum die intermediäre Legierung NC<sub>25</sub><sub>8Cr</sub> eine höhere Fließspannung als NC<sub>0</sub><sub>8Cr</sub> und die höchste Festigkeit in der gesamten Serie zeigt.

Zusammenfassend muss festgehalten werden, dass keiner der quantifizierten und diskutierten Härtungsbeiträge alleine den Verlauf der Fließspannungen erklären kann. Obwohl nur das Co zu Ni-Verhältnis verändert wird, bewirkt die Variation des Basiselements alleine eine signifikante Änderung der Ausgangsmikrostruktur und der Eigenschaften der Legierungen.

**Kriecheigenschaften:** Die Legierungen aus Abbildung 9.1 wurden zusätzlich hinsichtlich ihrer Kriecheigenschaften bei 900 °C charakterisiert. Ein Teil dieser Untersuchungen ist bereits in [67, 88] zu finden. Die Ergebnisse der Kriechversuche sind in Abbildung 9.6a und b dargestellt. Die besten Kriecheigenschaften zeigt die Legierung NC<sub>25</sub><sub>8Cr</sub>,

also eine Ni-reiche Legierung, deren minimale Dehnrates einen Wert von  $1,5 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$  erreicht. Im Verlauf dieses Versuchs folgt auf dieses Minimum bei einer Dehnung von circa 0,5 % eine kontinuierliche Entfestigung. Für die reine Ni-Basis-Superlegierung  $\text{NiCo}_{8\text{Cr}}$  zeigt sich ein etwas veränderter Verlauf der Dehnrates. Hier ist die Entfestigung weniger stark ausgeprägt, im Vergleich zu  $\text{NiCr}_{25}$ . Allerdings wird nur eine minimale Dehnrates von ungefähr  $4,0 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$  erreicht. Die Legierung mit gleichem Ni- und Co-Anteil,  $\text{NiCo}_{50}$ , zeigt einen Dehnratesverlauf ähnlich zu  $\text{NiCr}_{25}$ , also ein ausgeprägtes Minimum gefolgt von einer kontinuierlichen Entfestigung. Allerdings liegt das Minimum bereits bei einer plastischen Dehnung von ca. 0,2 %.  $\text{NiCo}_{50}$  zeigt insgesamt eine schlechtere Kriechfestigkeit als  $\text{NiCr}_{25}$ . Auf der Co-reichen Seite, also für  $\text{NiCr}_{75}$  und  $\text{NiCr}_{100}$ , ändert sich das Bild komplett. Beide Legierungen zeigen einen Verlauf der Dehnrates mit doppeltem Minimum (vgl. Kapitel 7). Dabei liegt jeweils das erste Minimum bei Dehnung kleiner 1,0 % und das zweite Minimum bei plastischen Dehnungen von 6,0 % bzw. 5,0 %. Sowohl die lokalen als auch die globalen Minima dieser beiden Legierungen liegen höher als die der Ni-reichen Legierungen. Die Kriechfestigkeit nimmt also mit zunehmendem Co-Gehalt signifikant ab. Dies deckt sich mit den Ergebnissen aus den Druckversuchen bei konstanter Dehnrates. Um herauszufinden, warum dies der Fall ist, wurden zusätzlich die Mikrostrukturen nach den Kriechversuchen untersucht.

Die Mikrostrukturen nach den Druckkriechversuchen, aufgenommen im BSD-Modus am REM, sind in Abbildung 9.7 mit Blickrichtung senkrecht zur angelegten Spannung zu sehen. Da die Legierung  $\text{NiCo}_{50}$  eine Gitterfehlpassung nahe null aufweist [14] und somit die Spannungen an der  $\gamma/\gamma'$  Grenzfläche niedrig sind, ist auch die Triebkraft für die gerichtete Vergrößerung gering [119, 121, 122, 154] (vgl. Abschnitt 2.2.2 und 7). Das führt dazu, dass  $\text{NiCo}_{50}$  auch nach einem Kriechversuch noch nahezu globulare Ausscheidungen zeigt. Für alle vier anderen Legierungen ist Floßbildung zu beobachten. In den Ni-reichen Legierungen  $\text{NiCo}_{8\text{Cr}}$  und  $\text{NiCr}_{25}$  richtet sich die  $\gamma'$  Phase parallel zur angelegten Spannung aus, während sie in den Co-reichen Legierungen senkrecht dazu vorliegen. Auch das ist eine Folge der negativen bzw. positiven Gitterfehlpassung [153]. Außerdem bildet die  $\gamma'$  Phase in den Co-reichen Legierungen mit positiver Gitterfehlpassung plattenförmige Flöße aus, wohingegen die Ni-reichen Legierungen eher mäanderförmige Formen der  $\gamma'$  Phase zeigen. Im Vergleich der Mikrostrukturen von  $\text{NiCo}_{8\text{Cr}}$  und  $\text{NiCr}_{25}$  fällt auf, dass die gerichtete Vergrößerung in  $\text{NiCr}_{25}$  weiter fortgeschritten ist, als in  $\text{NiCo}_{8\text{Cr}}$ , obwohl die größere Gitterfehlpassung in der reinen Ni-Basis-

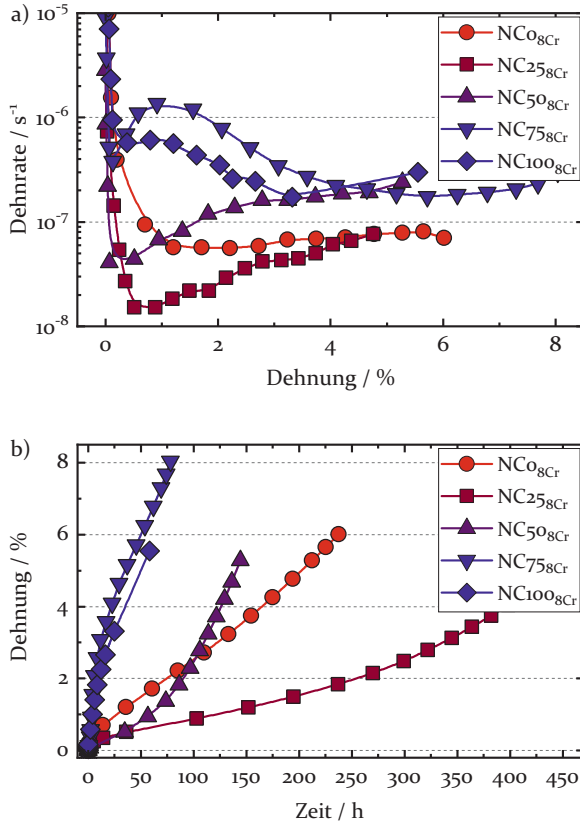


Abbildung 9.6: Druckkriechversuche der NCX<sub>8Cr</sub>-Serie bei 900 °C und 250 MPa, a) Dehnrate gegenüber der Dehnung und b) Dehnung über der Versuchszeit.

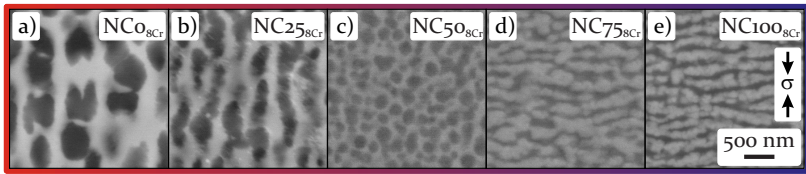


Abbildung 9.7: Mikrostrukturen der  $NCX_{8Cr}$  Legierungen nach den Kriechversuchen bei  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  und  $250\text{ MPa}$ .

Legierung eine höhere Triebkraft hervorrufen sollte. Allerdings ist hier anzumerken, dass die Floßbildung auch diffusionskontrolliert abläuft und somit zeitabhängig ist. Während der Kriechversuch an  $NC25_{8Cr}$  ca.  $430\text{ h}$  dauerte, war  $NCo_{8Cr}$  den Versuchsbedingungen nur ungefähr  $240\text{ h}$  ausgesetzt. Dies kann vermutlich die weiter fortgeschrittene Floßbildung in  $NC25_{8Cr}$  erklären. Außerdem unterscheiden sich in diesen beiden Legierungen auch die Ausscheidungsgröße sowie der  $\gamma'$  Volumenanteil, sodass Unterschiede in der gerichteten Vergrößerung zu erwarten sind. Die Kriechversuche an den Co-reichen Legierungen dauerten ähnlich lang, was dazu führt, dass die gerichtete Vergrößerung in  $NC100_{8Cr}$  nahezu abgeschlossen und weiter fortgeschritten ist im Vergleich zu  $NC75_{8Cr}$ , da die Gitterfehlpassung und somit die Triebkraft in der reinen Co-Basis-Legierung größer ist.

Die Mikrostrukturen der  $NCX_{8Cr}$ -Serie wurden nach den Kriechversuchen auch im TEM hinsichtlich der Verformungsmechanismen untersucht (siehe Abbildung 9.8). Dafür wurden Proben nach Kriechversuchen bis  $5\%$  bis  $8\%$  und zusätzlich nach unterbrochenen Versuchen bis  $0.2\%$  bis  $0.5\%$  plastischer Dehnung charakterisiert, um ein komplettes Bild über die Entwicklung der Verformungsstrukturen zu erhalten. Die entsprechenden Kriechkurven nach den kurzen Dehnungen sind aus Gründen der Übersichtlichkeit in Abbildung 9.6 nicht gezeigt, decken sich aber ihm Rahmen der Messungenauigkeiten und der Probenstreuung mit den dargestellten Verläufen. Die vollständigen Daten der Kriechversuche sind in Anhang C zu sehen. Die zugehörigen Mikrostrukturen sind in Abbildung 9.8 zu sehen. Diese Mikrostrukturaufnahmen wurden senkrecht zur  $\langle 001 \rangle$  Richtung angefertigt, sodass die Blickrichtung parallel zur äußeren Spannung liegt.

Die reine Ni-Basis-Legierung  $NCo_{8Cr}$  zeigt im frühen Kriechstadium nach ca.  $0.5\%$  hauptsächlich Verformung in der  $\gamma$  Matrix und kaum Schneidprozesse in  $\gamma'$  (Abbildung 9.8a und b), was typisch für Ni-Basis-

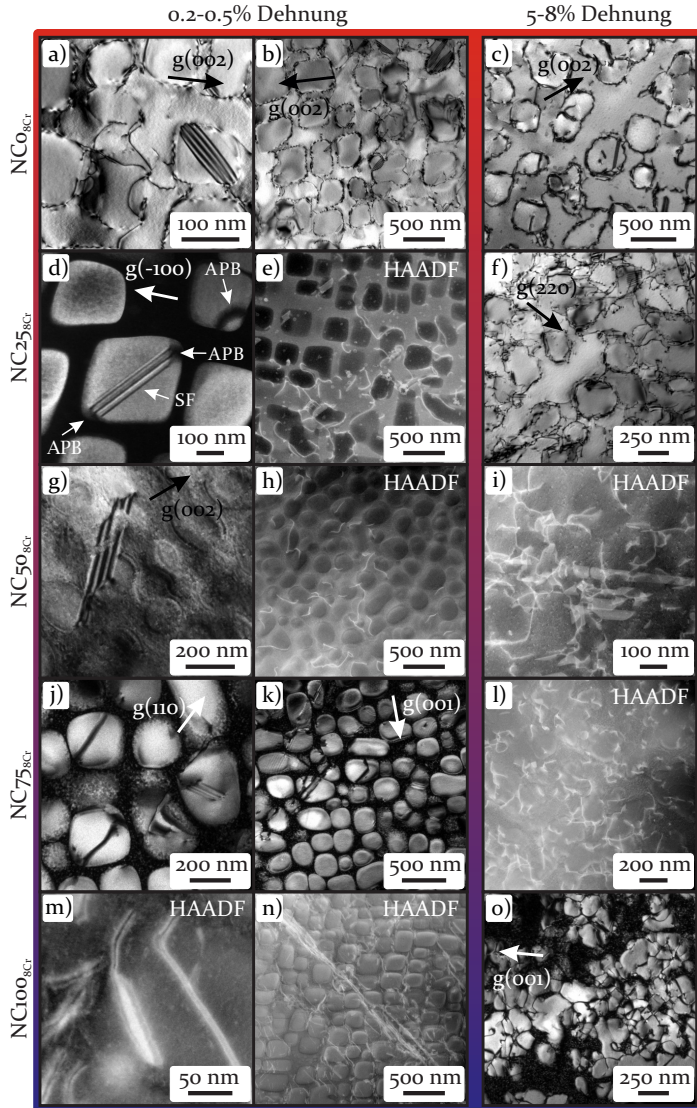


Abbildung 9.8: TEM-Mikrostrukturen der NCX<sub>8Cr</sub> Legierungen nach den Kriechversuchen bei 900 °C und 250 MPa. Alle Proben wurden im (001) Querschnitt entnommen.

Superlegierungen im Hochtemperatur-Kriechregime ist [76, 122, 126, 137]. Es ist zu beobachten, dass sich die Versetzungen an der  $\gamma/\gamma'$  Grenzfläche anlagern und Netzwerke ausbilden. Nur selten ist Versetzungsaktivität in der  $\gamma'$  Phase zu sehen. Wenn Versetzungen in die Ausscheidungen einschneiden, dann bilden sich SISFs, wie exemplarisch in Abbildung 9.8a zu sehen. Diese Charakteristika bleiben auch für den Zustand nach größerer Dehnung von ca. 6% bestehen (Abbildung 9.8c). Auch in diesem Kriechstadium zeigt sich hauptsächlich Versetzungsbewegung in der Matrix und die Anordnung zu Grenzflächennetzwerken. Auch nach 6% plastischer Dehnung findet das Einschneiden in die  $\gamma'$  Phase und die Bildung von Stapelfehlern nur selten statt.

Auch in der Legierung  $\text{NC}_{25\text{Cr}}$  sind die meisten Spuren der Verformung nach kurzen Dehnungen in der  $\gamma$  Matrix zu finden (Abbildung 9.8e). Aber auch die Bildung von SISFs tritt auf, wenn die  $\gamma'$  Ausscheidungen gelegentlich doch geschnitten werden (Abbildung 9.8d). Außerdem wurde festgestellt, dass sich Stapelfehler, wenn sie sich bilden, oft über mehrere Ausscheidungen hinweg erstrecken, was einen Unterschied zur Legierung  $\text{NC}_{0\text{Cr}}$  darstellt. Die größere Aufspaltungsweite der Partialversetzungen könnte auf eine niedrigere Stapelfehlerenergie in  $\text{NC}_{25\text{Cr}}$  hindeuten. Denkbar wäre auch, dass unterschiedliche Ausbreitungen der Planardefekte auf verschiedene Propagationsgeschwindigkeiten zurückzuführen ist. Außerdem wäre es möglich, dass das zusätzliche Legierungselement Co in  $\text{NC}_{25\text{Cr}}$  durch Segregation an Grenzflächenversetzungen das Einschneiden in die  $\gamma'$  Phase erleichtert. Zusätzlich wurde in  $\text{NC}_{25\text{Cr}}$  ein Mechanismus entdeckt, bei dem ein SISF in eine APB eingebettet ist (Abbildung 9.8d). Diese Defektkonfiguration wurde kürzlich von Eggeler *et al.* [85] in Ni-haltigen Co-Basis-Superlegierungen gefunden, die bei 900 °C in Zugkriechversuchen verformt wurden (siehe auch Abschnitt 2.2.1). Später wurde diese Versetzungsreaktion auch bei der Verformung weiterer CoNi- und Co-Basis-Superlegierungen gefunden [77, 86, 87]. Bei zunehmender Dehnung ändern sich die Mechanismen kaum (Abbildung 9.8f). Die Anzahl der Matrix- und Grenzflächenversetzungen und der Schneidprozesse nimmt zu, allerdings werden nach wie vor SISFs und die ASA-Konfiguration gefunden, was für die gleichen Versetzungsreaktionen spricht, die auch nach kurzen Dehnungen beobachtet wurden.

Wie die beiden Ni-reichen Legierungen, zeigt auch  $\text{NC}_{50\text{Cr}}$  vorwiegend Verformung in der  $\gamma$  Matrix nach kurzen Dehnungen (Abbildung 9.8h). Wenn die  $\gamma'$  Phase geschnitten wird, bilden sich aber auch hier Stapelfehler über mehrere Ausscheidungen hinweg (Abbildung 9.8g). Im

Gegensatz zu  $\text{NC}_{08\text{Cr}}$  und  $\text{NC}_{258\text{Cr}}$  bilden sich in  $\text{NC}_{508\text{Cr}}$  vorwiegend SESFs, sodass also andere Versetzungsreaktionen auftreten müssen. Nach einer plastischen Dehnung von ca. 5% zeigen sich keine zusätzlichen Effekte, lediglich die Schneidprozesse und somit die Anzahl an Stapelfehlern nehmen zu (Abbildung 9.8i).

Auf der Co-reichen Seite der Legierungsreihe ändert sich das Bild. Auch wenn der Hauptteil der Verformung in  $\text{NC}_{758\text{Cr}}$  wieder in der Matrix liegt, bilden sich hier ausgedehnte APBs, wenn Versetzungen in die  $\gamma'$  Ausscheidungen einschneiden (Abbildung 9.8j-l). Die Partialversetzungen spalten dabei soweit auf, dass sich die APBs über eine gesamte oder sogar mehrere Ausscheidungen erstrecken. Ähnliches wurde kürzlich von Eggeler *et al.* [8] an einer CoNi-Basis-Superlegierungen in Zugkriechversuchen bei 900 °C gefunden. Hier wurde gezeigt, dass die ausgedehnten APBs von  $\frac{1}{2}\langle 011 \rangle$  Versetzungen erzeugt werden [8]. In der Probe, die bis zu größeren Dehnungen verformt wurde, fällt auf, dass die Schneidprozesse deutlich zunehmen (Abbildung 9.8l). Allerdings muss ein großer Teil der Verformung weiterhin von der Matrix getragen werden.

Die bis zu kleinen Dehnungen gekrochene Probe der  $\text{NC}_{1008\text{Cr}}$  zeigt Versetzungen, die sich paarweise in der  $\gamma$  Matrix bewegen (Abbildung 9.8 m und n). Wenn Versetzungen in die Ausscheidungen einschneiden, dann kann eine vierfache Aufspaltung beobachtet werden (Abbildung 9.8 m). In der Mitte liegt dabei eine APB, was dafür spricht, dass die Versetzungen entsprechend Gleichung 2.6 aufspalten. Außerdem stützt diese Beobachtung die Annahme, dass die Defektenergien in dieser Legierung vergleichsweise gering sind. Bei größeren Dehnungen zeigt sich dann, dass sich die APBs über mehrere Ausscheidungen hinweg erstrecken (Abbildung 9.8 o), ähnlich zu den Beobachtungen in  $\text{NC}_{758\text{Cr}}$ . In seltenen Fällen wurden in diesem Kriechstadium der  $\text{NC}_{1008\text{Cr}}$  auch einzelne Stapelfehler gefunden.

Es ändern sich also sowohl die Kriechfestigkeit als auch die Verformungsmechanismen signifikant, wenn der Gehalt an Co und Ni variiert wird. Die TEM-Untersuchungen zeigen, dass ein Großteil der Verformung in der  $\gamma$  Matrix stattfindet, was darauf hindeutet, dass möglicherweise die Matrixfestigkeit ausschlaggebend für die Kriechfestigkeit der Legierung ist. Allerdings müssen immer alle mikrostrukturellen Eigenschaften beachtet werden, wie zum Beispiel der  $\gamma'$  Volumenanteil, die Defektenergien oder die Diffusionsgeschwindigkeiten. Dass sich die Ausgangsmikrostruktur und auch einige andere Eigenschaften über die Legierungsreihe hinweg deutlich ändern, wurde bereits weiter oben im Detail erläutert.

Generell zeigen die Ni-reichen Legierungen bessere Kriecheigenschaften als die Co-reichen Legierungen in dieser Serie, was aus den Kriechkurven in Abbildung 9.6 hervorgeht. Möglicherweise ist dafür das Verteilungsverhalten der Legierungselemente zwischen der  $\gamma$  und  $\gamma'$  Phase verantwortlich, was in den Co-reichen Legierungen deutlich weniger ausgeprägt ist. Dies geht aus den Untersuchungen in [14] hervor. Dabei sind besonders Cr und W zu beachten, die in  $\text{NC}_{08\text{Cr}}$  und  $\text{NC}_{258\text{Cr}}$  stark in der  $\gamma$  Phase angereichert sind und dort als mischkristallhärtende Elemente wirken. Im Abschnitt vorher konnte bereits aufgezeigt werden, dass die Mischkristallhärtung der Legierungen stark vom  $\gamma'$  Volumenanteil und auch vom Legierungselement Al abhängt (siehe Abbildung 9.5). So zeigen Berechnungen für die reine  $\gamma$  Phase zwar, dass die Festigkeit hin zur Co-reichen Seite zunimmt, dennoch nimmt der Härtungsbeitrag ab, wenn der  $\gamma'$  Volumenanteil der Legierungen beachtet wird. Diese Ergebnisse würden sich mit dem Trend von  $\text{NC}_{258\text{Cr}}$  und zunehmendem Co-Anteil decken, widersprechen allerdings der Tatsache, dass  $\text{NC}_{08\text{Cr}}$  in der Realität schlechtere Kriecheigenschaften im Vergleich zu  $\text{NC}_{258\text{Cr}}$  aufweist.

Deshalb müssen auch hier zusätzliche Faktoren in Betracht gezogen werden. Zum Beispiel leisten die  $\gamma'$  Ausscheidungen einen Beitrag zur Ausscheidungshärtung, der theoretisch unter anderem mit dem Volumenanteil korrelieren sollte. Der  $\gamma'$  Volumenanteil nimmt in der NCX-Serie systematisch mit steigendem Co-Gehalt zu (siehe Abbildung 9.2). Dies könnte zwar den Anstieg der Kriechfestigkeit von  $\text{NC}_{08\text{Cr}}$  zu  $\text{NC}_{258\text{Cr}}$  erklären, allerdings steigt dann die Festigkeit nicht weiter an, was aber sowohl für Ni- [201] als auch für Co-Basis-Superlegierungen [171] zu erwarten wäre.

Bei Kriechversuchen unter hohen Temperaturen kommt im Vergleich zu Druckversuchen mit vergleichsweise hohen Dehnraten ein weiterer Einflussfaktor hinzu, nämlich die gerichtete Vergrößerung der  $\gamma'$  Ausscheidungen (siehe Abschnitt 2.2.2). In der Literatur finden sich Hinweise darauf, dass vollständig ausgebildete Floßstrukturen einen (zumindest temporären) Festigkeitsanstieg bewirken [79, 80, 131, 155, 156]. Obwohl in  $\text{NC}_{08\text{Cr}}$  und  $\text{NC}_{258\text{Cr}}$  eine beginnende Floßbildung beobachtet wurde (siehe Abbildung 9.7), kann kein Einfluss auf die Kriechfestigkeit festgestellt werden. Möglicherweise ist die noch unvollständige Floßstruktur dafür verantwortlich, da die vertikalen Matrixkanäle noch nicht vollständig geschlossen sind und keine effektive Hinderniswirkung für Versetzungsbewegung auftritt. Die beiden Co-reichen Legierungen  $\text{NC}_{758\text{Cr}}$  und  $\text{NC}_{1008\text{Cr}}$  zeigen ein ausgeprägtes doppeltes Kriechratenminimum.

Dieses Verhalten wird nun tatsächlich der ausgeprägten Floßstruktur (siehe Abbildung 9.7d und e) zugeschrieben, wie es auch bereits für Co-Al-W-Ta Legierungen beschrieben wurde [79, 80] (siehe auch Kapitel 7). Wenn sich die vertikalen  $\gamma$  Kanäle schließen und die Verformung noch vorwiegend in der  $\gamma$  Phase stattfindet, müssen die Versetzungen die Flöße durch Quergleiten und Klettern überwinden, was zu einem messbaren Festigkeitsanstieg führt. Dieser Effekt verschwindet im Laufe des Versuchs wieder, wenn die Floßstruktur stark vergrößert und die Ausscheidungen vermehrt von Versetzungen geschnitten werden. Somit kann zwar der Kurvenverlauf der einzelnen Kriechversuche besser verstanden werden, dennoch bleibt offen, warum die Ni-reichen Legierungen bessere Kriecheigenschaften zeigen als die Co-reichen.

Auch die  $\gamma/\gamma'$  Gitterfehlpassung selbst, die über die Ausgangsmorphologie der Ausscheidungen und der Triebkraft für gerichtete Vergrößerung entscheidet, kann einen Festigkeitsbeitrag leisten [242]. Wie bereits bei der Diskussion der Druckversuche erläutert, zeigen die Legierungen am Rand der Serie die größten Fehlpassungen mit noch größeren Beträgen für die Co-reichen Legierungen [88]. Somit deckt sich dieser Beitrag ebenfalls nicht mit den beobachteten Kriechfestigkeiten bei 900 °C und 250 MPa.

Es konnte ebenfalls bereits aufgezeigt werden, dass die Diffusionseigenschaften in den Matrixphasen nicht allein für die Festigkeiten in den vorliegenden Legierungen verantwortlich sein können, obwohl Diffusion bei Kriechversuchen aufgrund der längeren Versuchsdauer potentiell noch mehr Einfluss haben könnte. Der effektive Diffusionskoeffizient sinkt mit zunehmendem Co-Gehalt [88] und deckt sich somit nicht mit den Kriechfestigkeiten, die mit steigendem Co-Anteil abnehmen und für  $\text{Ni}_{25}\text{Cr}_{8}$  am höchsten ist.

Die Stapelfehlerenergie in der Matrix spielt beim Kriechen natürlich auch eine entscheidende Rolle. Unter der Annahme, dass eine geringe Aufspaltungsweite von Partialversetzungen die Rekombination und somit das Quergleiten begünstigt, würde sich nur eine geringe Stapelfehlerenergie und somit eine große Aufspaltungsweite positiv auf die Kriecheigenschaften auswirken. Natürlich nur, wenn die Verformung vorwiegend in der Matrix stattfindet. Die Stapelfehlerenergien der  $\gamma$  Phasen aller NCX-Legierungen wurden in [88] mit Hilfe von thermodynamischen Berechnungen abgeschätzt. Es zeigt sich eine kontinuierlich abnehmende Stapelfehlerenergie mit zunehmendem Co-Gehalt. Aufgrund der folglich geringen Aufspaltungsweiten, würde dies eher für ein erleichtertes Quer-

gleiten und somit schlechtere Kriecheigenschaften auf der Ni-reichen Seite sprechen.

Nach der Abwägung der möglichen Einflussfaktoren wird deutlich, dass keine Eigenschaft allein das Kriechverhalten der NCX-Legierungen erklären kann. Auch wenn die Matrixeigenschaften der Co-reichen Legierungen bessere Kriecheigenschaften vermuten lassen, wird der gegenteilige Trend beobachtet. Eine mögliche Schlussfolgerung könnte jedoch sein, dass die Matrixeigenschaften der Co-reichen Legierungen in diesem System weniger von Bedeutung sind. Möglicherweise werden die  $\gamma'$ -Ausscheidungen in diesen Legierungen leichter geschnitten, sodass weder die Stapelfehlerenergie noch die Diffusivität in der Matrix entscheidend sind, da die Ausscheidungen weniger starke Hindernisse darstellen und ein Umklettern nicht notwendig ist. Ein weiterer wichtiger Punkt könnten allerdings auch die deutlichen Unterschiede in den Verformungsmechanismen sein. Wie bereits weiter oben dargelegt und in Abbildung 9.8 zu sehen, schneiden Versetzungen nur selten in die  $\gamma'$  Phase ein. Wenn sie es aber tun, dann unterscheiden sich die auftretenden Defekte und somit die Versetzungsreaktionen und -aufspaltungen deutlich in den NCX-Legierungen. Auch wenn die Verformung hauptsächlich in der  $\gamma$  Phase abläuft, sollen diese Unterschiede, die in der  $\gamma'$  Phase auftreten, im Folgenden diskutiert werden. Es wäre denkbar, dass die unterschiedlichen Mechanismen unterschiedliche Auswirkungen auf die Kriechfestigkeit der Legierungen haben.

In den seltenen Fällen, in denen in  $\text{NCo}_{8\text{Cr}}$  Matrixversetzungen in die Ausscheidungen eindringen, wurden SISFs gefunden (Abbildung 9.8a und c). Diese erstrecken sich meist über eine ganze Ausscheidung. Welcher der unter Abschnitt 2.2.1 erklärten Versetzungsaufspaltungen für die Erzeugung der SISFs in dieser Legierung verantwortlich ist, konnte allerdings nicht eindeutig identifiziert werden. Ähnliches wurde ebenfalls in  $\text{NC}_{25\text{8Cr}}$  gefunden. Auch in dieser Legierung zeigen sich SISFs, die sich über ganze Ausscheidungen hinweg ausbilden (Abbildung 9.8d, e und f). Außerdem wurde in  $\text{NC}_{25\text{8Cr}}$  die ASA-Konfiguration gefunden (siehe Abschnitt 2.2.1), bei der ein SISF in eine APB eingebettet ist (Abbildung 9.8d). Dabei schneidet zunächst eine Kear-Superpartialversetzung in die Ausscheidung ein, die einen SISF erzeugt. Die nachlaufende Shockley-Partialversetzung bleibt aber nicht an der  $\gamma/\gamma'$  Grenzfläche gepinnt, sondern schneidet auch ein und wandelt den SISF in eine APB um. Diese Defektanordnung wurde bisher nur in Co- und CoNi-Basis-Superlegierungen mit positiver Gitterfehlpassung nach Zugkriechversuchen gefunden [77, 85–87]. Zum ersten Mal wurde die ASA-

Konfiguration jetzt auch in einer Ni-reichen Legierung mit negativer Gitterfehlpassung unter Druckbelastung gefunden [88]. Vereinzelt wurden in  $\text{NC}_{25}\text{8Cr}$  auch ausgedehnte APBs gefunden, wie zum Beispiel in Abbildung 9.8d markiert. Es wird davon ausgegangen, dass auch in diesen Fällen die ASA-Konfiguration vorlag, der Stapelfehler aber komplett in eine APB umgewandelt wurde und nun nach und nach auf die  $\{001\}$  Ebenen migriert.

$\text{NC}_{50}\text{8Cr}$ , die Legierung mit einem Co/Ni-Verhältnis von 1:1, zeigt ausgedehnte Stapelfehler, meist über mehrere Ausscheidungen und dazwischenliegende Kanäle hinweg (Abbildung 9.8g und i). In dieser Legierung wurden sowohl SISFs als auch SESFs gefunden. Diese Beobachtung deutet darauf hin, dass die Planarfehlerenergie durch den höheren Co-Gehalt deutlich beeinflusst wird. Die Bildung eines SESFs wird in der Literatur als Reaktion von Shockley-Partialversetzungen auf benachbarten Gleitebenen und darauffolgender atomarer Platzwechsel beschrieben [90, 91, 93–96]. Dies ist in Abschnitt 2.2.1 genauer erläutert. Oft wird nach der Bildung von SESFs in späteren Kriechstadien auch die Entstehung von Mikrozwillingen beobachtet. Dies konnte in  $\text{NC}_{50}\text{8Cr}$  nicht nachgewiesen werden.

In der Co-reichen Legierung  $\text{NC}_{75}\text{8Cr}$  wurden ausgedehnte APBs gefunden (Abbildung 9.8j, k und l), was erneut auf die Änderung der Defektenergien in der  $\gamma'$  Phase hindeutet. Die Bildung von ausgedehnten APBs bei der Verformung von CoNi-Basis-Superlegierungen in Zugkriechversuchen bei  $900^\circ\text{C}$  wurde auch bereits in [8] gefunden. Dort konnte gezeigt werden, dass die APBs von  $\frac{1}{2}\langle 011 \rangle$  Versetzungen erzeugt werden, die in die  $\gamma'$  Phase einschneiden. Bei der Bildung einer APB durch eine einzelne Versetzung spielt vermutlich die Senkung der Defektenergie durch Segregation eine entscheidende Rolle. Da der Gehalt an eigentlich  $\gamma$  stabilisierenden Elementen wie Cr auf der Co-reichen Seite in den Ausscheidungen deutlich erhöht ist, ist auch die Senkung der Defektenergie durch deren Segregation an die Planardefekte einfacher. Dies führt zu einer erleichterten Ausbreitung der APBs in  $\text{NC}_{75}\text{8Cr}$  und  $\text{NC}_{100}\text{8Cr}$  und könnte somit auch einen Faktor darstellen, der für die geringeren Kriechfestigkeiten verantwortlich ist.

In der reinen Co-Legierung  $\text{NC}_{100}\text{8Cr}$  zeigt sich erneut ein anderes Bild. In dieser Legierung konnte in den  $\gamma'$  Ausscheidungen eine vierfache Aufspaltung der Versetzungen gezeigt werden (Abbildung 9.8m). Der mittlere Teil dieser Konfiguration wurde ebenfalls als APB charakterisiert. Dies spricht für eine Versetzungsaufspaltung entsprechend Gleichung 2.6, also dafür, dass die  $\frac{1}{2}\langle 011 \rangle$  Versetzungen, die die APB

erzeugen, weiter in Shockley-Partialversetzungen des Typs  $\frac{a}{6}\langle 112 \rangle$  aufspalten.

In diesem Kapitel konnte systematisch gezeigt werden, wie sich das Fließverhalten und die Kriecheigenschaften sowie die beim Kriechen vorliegenden Verformungsmechanismen ändern, wenn das Basiselement Ni sukzessive durch Co ersetzt wird. Es wurde allerdings auch gezeigt, dass sich die Änderung des Basiselements stark auf verschiedenste Materialeigenschaften auswirkt. Es hat sich zum Beispiel herausgestellt, dass es wichtig ist, das Verteilungsverhalten der Legierungselemente zwischen  $\gamma$  und  $\gamma'$  zu kennen und zu studieren. Dabei kommt es nicht nur auf die absoluten Verteilungskoeffizienten einzelner Elemente an. Es muss viel mehr beachtet werden, wie sich das veränderte Co/Ni-Verhältnis auch auf die Verteilung der anderen Elemente auswirkt. So nimmt zum Beispiel die Segregationstendenz zwischen  $\gamma$  und  $\gamma'$  mit zunehmendem Co-Gehalt ab. Aus einem unterschiedlichen Verteilungsverhalten resultiert dann auch die Änderung der Gitterfehlpassung der beiden Phasen, der Stapelfehlerenergie oder der Diffusivität. Auch die Mischkristallhärtung der Matrixphase konnte die mechanischen Eigenschaften am Ende nicht erklären. Vielmehr führt die Änderung des Basiselements zu einer hochkomplexen Konstellation und zu fünf unterschiedlichen Ausgangslegierungen. Dennoch kann festgehalten werden, dass höchstwahrscheinlich die unterschiedlichen Verformungsmechanismen unterschiedlich starke Auswirkungen auf die mechanischen Festigkeiten der Legierungen haben. Dies sollte in Zukunft noch genauer untersucht werden, um die Trends innerhalb der NCX-Legierungsserie endgültig zu verstehen.

## 9.2 Einfluss von Chrom in Abhängigkeit des Co/Ni-Verhältnisses

Sowohl aus der Literatur [248], als auch aus Abschnitt 9.1 wird klar, dass Chrom einen signifikanten Einfluss auf die mikrostrukturellen und mechanischen Eigenschaften von Co-Basis-Superlegierungen hat. Gleichzeitig ist das Legierungselement Chrom aber ausschlaggebend für gute Oxidationseigenschaften, wie es in Abschnitt 2.1.2 bereits beschrieben wurde, und somit in der Regel wichtiger Bestandteil einer ausgewogenen Legierungszusammensetzung von konventionellen Superlegierungen. Um den unterschiedlichen Einfluss von Cr in Ni- und Co-Basis-Superlegierungen gegenüberzustellen, wurde die NCX-Legierungsserie leicht in ihrer Zusammensetzung verändert und als Cr-freie Serie erneut abgegossen und untersucht. Wie gehabt, ändert sich dabei nur das Co/Ni-

Verhältnis, während der Gehalt an Al und W konstant gehalten wird (Zusammensetzung siehe Tabelle 3.1). Ergebnisse an polykristallinem Material dieser Serie sind bereits in [14, 19] zu finden. Im Rahmen dieser Arbeit wurden die beiden Legierungen NC25<sub>0Cr</sub> und NC75<sub>0Cr</sub> einkristallin abgegossen und charakterisiert. Die Ergebnisse werden im Folgenden vorgestellt. Dabei steht der Unterschied zu den Cr-haltigen Pendant-Legierungen NC25<sub>8Cr</sub> und NC75<sub>8Cr</sub> im Fokus der Diskussion.

Die Mikrostrukturen der Legierungen NC25<sub>0Cr</sub> und NC75<sub>0Cr</sub> nach einer Wärmebehandlung bei 1250 °C für 24 h und bei 900 °C für 100 h sind in Abbildung 9.9a und b dargestellt. Zum Vergleich werden die Mikrostrukturen von NC25<sub>8Cr</sub> und NC75<sub>8Cr</sub> in Abbildung 9.9c und d nach identischer Wärmebehandlung erneut gezeigt. Die Legierung NC25<sub>0Cr</sub> zeigt nahezu globulare Ausscheidungen, was für eine  $\gamma/\gamma'$  Gitterfehlpassung nahe null bei der Auslagerungstemperatur von 900 °C spricht, während NC75<sub>0Cr</sub> eckige Ausscheidungen aufweist, was wiederum auf eine ausgeprägt Gitterfehlpassung bei 900 °C hindeutet. Die Fehlpassung der beiden Legierungen wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht bestimmt, allerdings wurden von Shinagawa *et al.* [24] ähnliche quaternäre Co-Ni-Al-W Legierungen untersucht. Dabei wurde festgestellt, dass die Legierungen durchweg positive Gitterfehlpassungen aufweisen und die Gitterparameter selbst, aber auch die Gitterfehlpassung mit zunehmendem Ni-Gehalt geringer wird. Unter der Annahme, dass die Gitterparameter der einzelnen Phase in den Legierungen NC25<sub>0Cr</sub> und NC75<sub>0Cr</sub> ähnliche Größenordnungen aufweisen wie bei Shinagawa *et al.* [24], passen die Mikrostrukturen sehr gut zu diesen Ergebnissen. So zeigt die Legierung NC75<sub>0Cr</sub>, die einen niedrigen Ni-Gehalt aufweist, vermutlich eine deutlich positive Gitterfehlpassung, während die Erhöhung des Ni-Gehalts in NC25<sub>0Cr</sub> eine Reduzierung der Fehlpassung bis nahezu null bewirkt.

Ausgehend von den Kontrastunterschieden in den mit BSE-Kontrast aufgenommenen Mikrostrukturaufnahmen ist anzunehmen, dass auch das Verteilungsverhalten der Legierungselemente der beiden untersuchten Legierungen ähnlich zu den von Shinagawa *et al.* [24] ermittelten Werten ist. Der helle Kontrast der  $\gamma'$  Ausscheidungen bei NC75<sub>0Cr</sub> deutet auf eine Anreicherung von W in dieser Phase hin, wie es auch in [24] gezeigt wurde. Wolfram ändert seine Segregationsneigung hin zur  $\gamma$  Phase, wenn der Ni-Gehalt, wie in NC25<sub>0Cr</sub>, deutlich erhöht wird. Es ist davon auszugehen, dass sich das Verteilungsverhalten auch für die übrigen Legierungselemente analog zu den Erkenntnissen aus [24] entwickelt und somit vermutlich die gesamte Segregationsneigung etwas schwächer

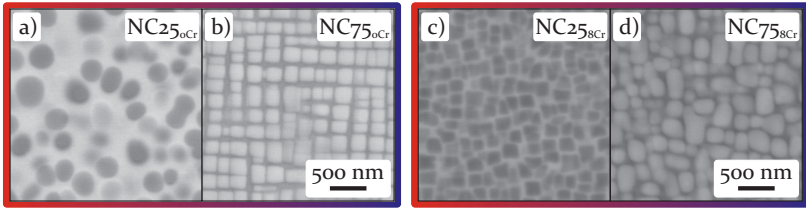


Abbildung 9.9: REM Mikrostrukturaufnahmen von a) NC25<sub>0Cr</sub> und b) NC75<sub>0Cr</sub> nach der Wärmebehandlung bei 1250 °C für 24 h und bei 900 °C für 100 h. Im Vergleich dazu die Mikrostrukturen von c) NC25<sub>8Cr</sub> und d) NC75<sub>8Cr</sub> nach identischer Wärmebehandlung (siehe Abschnitt 9.1).

Tabelle 9.2: Mikrostrukturdetails der Cr-freien Legierungen NC25<sub>0Cr</sub> und NC75<sub>0Cr</sub> im Vergleich zu den Cr-haltigen NC25<sub>8Cr</sub> und NC75<sub>8Cr</sub>.

Bezeichnung	$\gamma'$ Größe / nm	$\gamma'$ Volumenanteil / %
NC25 <sub>0Cr</sub>	369 ±71	35 ±1
NC25 <sub>8Cr</sub>	159 ±55	46 ±5
NC75 <sub>0Cr</sub>	228 ±10	46 ±1
NC75 <sub>8Cr</sub>	207 ±48	63 ±6

ausgeprägt ist als bei den Cr-haltigen NC-Legierungen (vgl. [14]). Weitere Mikrostrukturdetails der Cr-freien Legierungen sind in Tabelle 9.2 zusammengefasst. Die zum Teil großen Fehlerangaben sind auf Mikrostrukturunterschiede zwischen Dendritenkern und interdendritischen Bereichen zurückzuführen. Auffällig dabei ist, dass Cr sowohl in den Ni-reichen als auch den Co-reichen Legierungen die Ausscheidungsgröße verringert und den  $\gamma'$  Volumenanteil erhöht. Auf der Ni-reichen Seite bewirkt das Zulegieren von Cr zum Beispiel eine Verringerung der  $\gamma'$  Größe um mehr als die Hälfte und eine signifikante Zunahme des  $\gamma'$  Volumenanteils um 11 %.

Um die mechanischen Eigenschaften zu charakterisieren, wurden zunächst Druckversuche mit wechselnden Dehnraten und bei verschiedenen Temperaturen durchgeführt. Die entsprechenden Spannungs-Dehnungs-Diagramme sind in Anhang D dargestellt. Die Fließspannungen  $R_{p0.2}$  wurden dabei im ersten Segment bei einer Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  ermittelt und sind in Abbildung 9.10 über den Versuchstempe-

raturen und direkt im Vergleich zu den Cr-haltigen Legierungen aufgetragen. Wenn zunächst nur die beiden Cr-freien Legierungen NC<sub>250Cr</sub> und NC<sub>750Cr</sub> betrachtet werden, fällt auf, dass die Co-reiche Legierung bis zu einer Temperatur von 800 °C deutlich höhere Festigkeiten aufweist im Vergleich zur Ni-reichen NC<sub>250Cr</sub>. Bei höheren Temperaturen liegen die Festigkeiten nahezu auf identischem Niveau mit leichtem Vorteil auf der Seite der Ni-reichen Legierung. Dabei zeigt vor allem NC<sub>750Cr</sub> eine deutliche Abnahme der Fließspannung ab 800 °C, was vermutlich damit zusammenhängt, dass sich die Versuchstemperatur der  $\gamma'$  Solvustemperatur annähert bzw. diese sogar übersteigt [14]. Das führt dazu, dass sich die  $\gamma'$  Ausscheidungen langsam auflösen und die härtende Phase verloren geht. Bei NC<sub>250Cr</sub> liegt die  $\gamma'$  Solvustemperatur ca. 100 °C höher im Vergleich zur NC<sub>750Cr</sub>, sodass der Festigkeitsabfall schwächer ausgeprägt bzw. zu höheren Temperaturen verschoben ist. Für die Ni-reiche Legierung ist sogar ein kleiner Anstieg der Festigkeit bei 900 °C zu erkennen, was auf die Fließspannungsanomalie hindeutet, wie sie bereits in Abschnitt 2.2.2 beschrieben wurde. Dabei bilden sich sesshafte Versetzungskonfigurationen, die sogenannten Kear-Wiltsdorf-Locks, was zu einer temporären Erhöhung der Festigkeit führt [70, 72].

Darüber hinaus zeigt sich auch ein deutlicher Einfluss des Legierungselementes Cr auf die Fließspannung der Legierungen. Beim Vergleich der Ni-reichen Legierungen NC<sub>250Cr</sub> und NC<sub>258Cr</sub> ist eine Erhöhung der Fließspannung über den gesamten Temperaturverlauf hinweg zu erkennen, wenn 8.0 at.% Cr zulegiert werden. Aus früheren Publikationen ist bekannt, dass Cr die Stapelfehlerenergie in Ni deutlich erniedrigt [27, 249]. Es ist denkbar, dass dies nun auch für die Matrixzusammensetzung der Legierung NC<sub>258Cr</sub> zutrifft und die Stapelfehlerenergie der  $\gamma$  Phase niedriger ist als in NC<sub>250Cr</sub>. Das hätte die Folge, dass die Aufspaltungsweiten zwischen zwei Partialversetzungen vergrößert wird und eine Rekombination erschwert. Eine Rekombination der Partialversetzungen wäre allerdings für Kletter- und Quergleitprozesse notwendig. Somit bewirkt eine niedrigere Stapelfehlerenergie eine erhöhte Festigkeit der  $\gamma$  Phase. Diese Erklärung setzt allerdings voraus, dass die Verformung zum Großteil in der Matrixphase stattfindet. Von Povstugar *et al.* [248] konnte außerdem gezeigt werden, dass sich Cr in Co- und CoNi-Basis-Superlegierungen extrem stark in der  $\gamma$  Phase anreichert und somit auf die Eigenschaften der  $\gamma'$  Phase nur einen geringen Einfluss hat. Auch für die polykristalline Variante der NC<sub>258Cr</sub> konnte dies von Zenk *et al.* [14] bestätigt werden. Ein weiterer Grund für die unterschiedlichen Festigkeiten kann natürlich auch die Ausgangsmikrostruktur sein, die bei

den beiden Ni-reichen Legierungen sehr unterschiedlich ist. Vor allem die Gitterfehlpassung ist durch Cr deutlich erhöht, was einen zusätzlichen Festigkeitsbeitrag liefern kann [242, 250–253]. Außerdem sprechen auch der höhere  $\gamma'$  Volumenanteil und die gleichzeitig kleinere Ausscheidungsgröße für eine höhere Festigkeit von NC25<sub>8Cr</sub> im Vergleich zu NC25<sub>0Cr</sub>.

Auf der Co-reichen Seite, also bei NC75<sub>0Cr</sub> und NC75<sub>8Cr</sub>, zeigt sich ein komplett anderes Bild. Beim Vergleich der beiden Legierungen zeigt NC75<sub>0Cr</sub> bis zu einer Temperatur von ca. 800 °C eine deutlich höhere Fließspannung. Das zusätzliche Legierungselement Cr verringert hier also die Festigkeit signifikant. Erst bei höheren Temperaturen zeigen die beiden Legierungen nahezu identische Fließspannungen. Die Abnahme der Festigkeit bei Temperaturen ab 900 °C ist auf die beginnende Auflösung der  $\gamma'$  Phase zurückzuführen, da die Solvustemperatur beinahe erreicht bzw. überschritten ist. Die Tatsache, dass die Festigkeiten dann quasi identisch sind, zeigt aber auch, dass der Festigkeitsunterschied bei niedrigen Temperaturen vermutlich auf die  $\gamma'$  Ausscheidungen zurückzuführen ist. Der  $\gamma'$  Volumenanteil ist allerdings sogar etwas höher in der Cr-haltigen Legierung NC75<sub>8Cr</sub>. Es muss also mit den Eigenschaften der jeweiligen  $\gamma'$  Phasen zu tun haben. Zum einen konnten Zenk *et al.* [14] zeigen, dass sich Cr auf der Co-reichen Seite der Legierungsserie deutlich weniger stark in der  $\gamma$  Phase anreichert. Somit ist Cr auch in der  $\gamma'$  Phase vertreten und senkt möglicherweise auch in den Ausscheidungen die Stapelfehler- und Antiphasengrenzflächenenergie. Dies hätte zur Folge, dass Versetzungen leichter in die Ausscheidungen einschneiden könnten und der Härtungsbeitrag somit abgeschwächt wird. Zum anderen weist die Cr-freie Legierung NC75<sub>0Cr</sub> eine größere Gitterfehlpassung auf, was einen höheren Beitrag an Kohärenzhärtung bewirkt [242, 250–253].

Zusätzlich zu den bereits diskutierten Unterschieden ist es außerdem möglich, dass sich die Verformungsmechanismen ändern, über die die plastische Verformung abläuft.

Auch die Cr-freien Legierungen NC25<sub>0Cr</sub> und NC75<sub>0Cr</sub> wurden in Kriechversuchen bei 900 °C und 250 MPa untersucht. Die Ergebnisse der Versuche sind in Abbildung 9.11 aufgetragen und im direkten Vergleich mit den Cr-haltigen Legierungen NC25<sub>8Cr</sub> und NC75<sub>8Cr</sub> aus Abschnitt 9.1 zu sehen. Zunächst ist festzuhalten, dass NC25<sub>0Cr</sub> und NC75<sub>0Cr</sub> ähnliche Kurvenverläufe aufweisen. Nach geringer plastischer Dehnung stellt sich ein nahezu konstanter sekundärer Kriechbereich ein. Dabei liegt die minimale Dehnrates von NC25<sub>0Cr</sub> etwas höher als bei NC75<sub>0Cr</sub>. Das gleiche Verhalten wurde auch von Zenk *et al.* [14] an den polykristal-

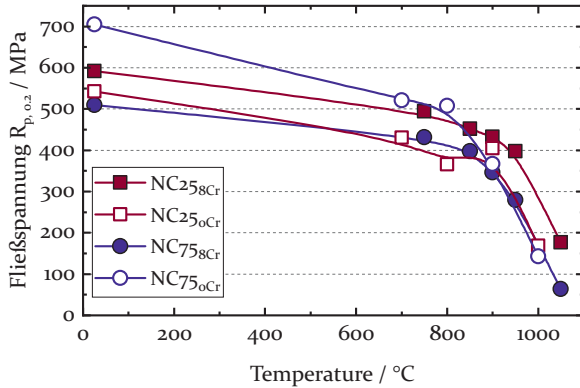


Abbildung 9.10: Fließspannungsverlauf von NC25<sub>0Cr</sub> und NC75<sub>0Cr</sub> aufgetragen gegenüber der Temperatur im Vergleich zu den Cr-haltigen Legierungen NC25<sub>8Cr</sub> und NC75<sub>8Cr</sub>.

linen Varianten dieser beiden Legierungen beobachtet. Dieser Trend, dass die Erhöhung des Co-Gehalts die Kriecheigenschaften verbessert, ist allerdings genau entgegengesetzt zu dem, der bei den Cr-haltigen Legierungen beobachtet wurde. Wie auch in Abbildung 9.11 noch einmal zu sehen ist, zeigt NC25<sub>8Cr</sub> eine deutlich höhere Kriechfestigkeit verglichen mit NC75<sub>8Cr</sub>. Sowohl für die Co-reichen als auch die Ni-reichen Legierungen können die Kriecheigenschaften durch das Zulegieren von Cr verbessert werden. Dies steht im Gegensatz zu mehreren früheren Studien, in denen gezeigt werden konnte, dass Cr die mechanischen Eigenschaften in Co-Basis-Superlegierungen verschlechtert [51, 248]. Um die Unterschiede nun besser verstehen und die Ergebnisse erklären zu können, sind weiterführende Untersuchungen nötig. Deshalb wurden zusätzlich die Mikrostrukturen nach unterbrochenen Kriechversuchen charakterisiert.

Abbildung 9.12a und b zeigen die Mikrostrukturen von NC25<sub>0Cr</sub> und NC75<sub>0Cr</sub> nach ca. 4.0% bzw. 3.0% plastischer Dehnung. Da NC25<sub>0Cr</sub> nahezu keine  $\gamma/\gamma'$  Gitterfehlpassung aufweist, ist in dieser Legierung während der Kriechversuche auch keine gerichtete Vergrößerung zu beobachten (siehe Abschnitt 2.2.2). Die ausgeprägt positive Gitterfehlpassung in NC75<sub>0Cr</sub> sorgt dafür, dass eine gerichtete Vergrößerung senkrecht zur äußeren Spannung auftritt und sich die ursprünglich kubischen  $\gamma'$  Ausscheidungen zu Flößen umformen und zusammenwachsen. Auch hier

zeigen sich Unterschiede zu den Cr-haltigen Legierungen. NC25<sub>8Cr</sub> weist eine negative Gitterfehlpassung auf, was zur gerichteten Vergrößerung parallel zur äußeren Druckspannung führt (siehe Abbildung 9.12c). Unter der Annahme, dass NC75<sub>0Cr</sub> eine größere Gitterfehlpassung aufweist als NC75<sub>8Cr</sub> (ausgehend von den Mikrostrukturaufnahmen nach der Standard-Wärmebehandlung, siehe Abbildung 9.9b und d), sorgt die höhere Triebkraft für die gerichtete Vergrößerung zu einer ausgeprägteren Floßstruktur in der Cr-freien Legierung (siehe Abbildung 9.12b und d).

Um das Kriechverhalten vollständig zu verstehen, wurden außerdem Versuche bis zum Erreichen des (ersten) Minimums durchgeführt und die auftretenden Verformungsmechanismen in TEM-Untersuchungen charakterisiert. Dies entspricht bei den Cr-freien Legierungen einer plastischen Dehnung von ca. 1.0 % und, wie bereits unter Abbildung 9.8 erläutert, bei den Cr-haltigen Legierung einer Dehnung von ca. 0.5 %. Die entsprechenden Mikrostrukturen sind in Abbildung 9.13a und b bzw. c und d zu sehen.

Beide Cr-freien Legierungen zeigen nahezu keine Versetzungsaktivität in den  $\gamma'$  Ausscheidungen. Sowohl bei NC25<sub>0Cr</sub> als auch bei NC75<sub>0Cr</sub> sind überwiegend Matrixversetzungen zu beobachten und keine Planardefekte wie Stapelfehler oder Antiphasengrenzflächen in der Ausscheidungsphase. Die Verformung findet somit ausschließlich in der Matrixphase statt. Die beiden Legierungen unterscheiden sich jedoch hinsichtlich der Versetzungskonfiguration. In NC25<sub>0Cr</sub> sind viele kurze Versetzungssegmente zu erkennen, die sich in Netzwerken an der  $\gamma/\gamma'$  Grenzfläche anordnen, aber nicht einschneiden. NC75<sub>0Cr</sub> hingegen zeigt ausgedehnte Versetzungssegmente, die sich in den horizontalen  $\gamma$  Kanälen befinden. Wie bereits in Abschnitt 9.1 aufgezeigt, treten in den Cr-haltigen Legierungen andere Mechanismen auf. Hier können Versetzungen sowohl bei NC25<sub>8Cr</sub> als auch bei NC75<sub>8Cr</sub> in die  $\gamma'$  Phase einschneiden. Dabei bilden sich ausgedehnte Stapelfehler bzw. Antiphasengrenzflächen. Auch wenn die Schneidprozesse nur einen geringen Anteil der Gesamtverformung tragen, ist der mechanistische Unterschied deutlich. Möglicherweise erleichtert das zusätzliche Legierungselement Cr das Einschneiden von Versetzungen in die Ausscheidungen, indem die Planarfehlerenergie verringert wird. Dass Cr solche Auswirkungen auf fcc-Ni hat, ist bereits aus der Literatur bekannt [27, 249]. Cruddon *et al.* [254] konnten außerdem für die L<sub>12</sub> Phase Ni<sub>3</sub>Al in DFT und CALPHAD Rechnungen bereits zeigen, dass Cr die APB-Energie von  $\gamma'$  erniedrigt. Möglicherweise lassen sich diese Ergebnisse auch auf Co-Basis-Legierungen übertragen und das Legierungselement Cr erleichtert in den hier unter-

9.2 Einfluss von Chrom in Abhängigkeit des Co/Ni-Verhältnisses

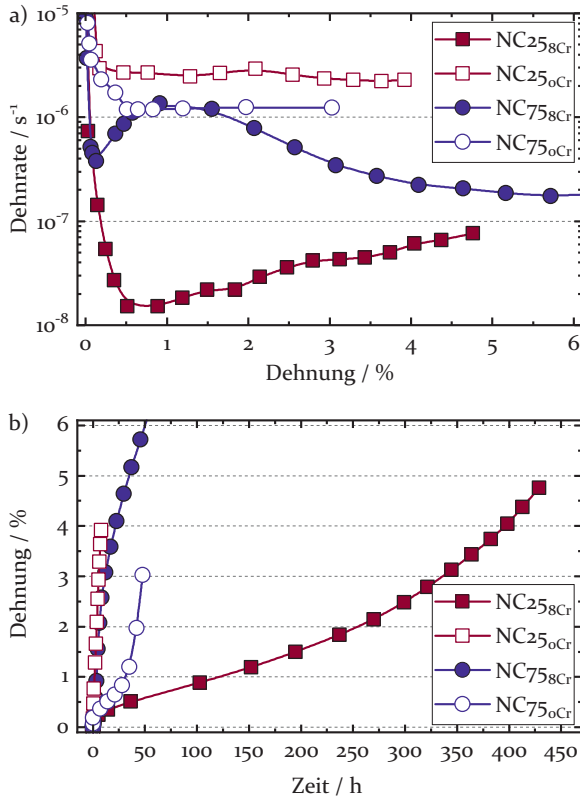


Abbildung 9.11: Kriechversuche an den Cr-freien Legierungen NC25<sub>0Cr</sub> und NC75<sub>0Cr</sub> bei 900 °C und 250 MPa im Vergleich zu den Cr-haltigen Legierungen NC25<sub>8Cr</sub> und NC75<sub>8Cr</sub>. a) Auftragung der Dehnrate über der Dehnung und b) Dehnung gegenüber der Versuchszeit.

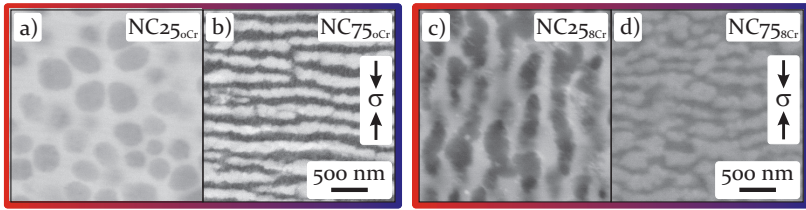


Abbildung 9.12: Mikrostrukturen von a) NC<sub>25</sub><sub>0Cr</sub> und b) NC<sub>75</sub><sub>0Cr</sub> nach den Kriechversuchen bis zu einer plastischen Dehnung von ca. 4.0% bzw. 3.0% bei 900 °C und 250 MPa. Im Vergleich dazu die Mikrostrukturen von c) NC<sub>25</sub><sub>8Cr</sub> und d) NC<sub>75</sub><sub>8Cr</sub> nach Kriechversuchen bei identischen Parametern bis zu Dehnungen von ca. 4.8% bzw. 8.0% (siehe Abschnitt 9.1).

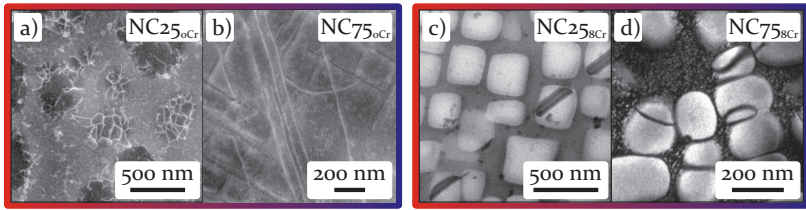


Abbildung 9.13: Verformungsmechanismen von a) NC<sub>25</sub><sub>0Cr</sub> und b) NC<sub>75</sub><sub>0Cr</sub> nach den Kriechversuchen bis zu einer plastischen Dehnung von ca. 1.0% bei 900 °C und 250 MPa, aufgenommen im STEM-Modus. Im Vergleich dazu die Mikrostrukturen von c) NC<sub>25</sub><sub>8Cr</sub> und d) NC<sub>75</sub><sub>8Cr</sub> nach identischen Versuchen bis zu einer Dehnung von ca. 0.5% (siehe Abschnitt 9.1).

suchten Legierungen das Einschneiden von Matrixversetzungen in die Ausscheidungen, indem die APB Energie herabgesetzt wird.

Ausgehend von diesen eben beschriebenen mikrostrukturellen Gemeinsamkeiten und Unterschieden kann das Kriechverhalten der vier Legierungen NC<sub>25</sub><sub>0Cr</sub>, NC<sub>75</sub><sub>0Cr</sub>, NC<sub>25</sub><sub>8Cr</sub> und NC<sub>75</sub><sub>8Cr</sub> wie folgt erklärt werden: Unter den Cr-freien Legierungen zeigt die Co-reiche NC<sub>75</sub><sub>0Cr</sub> etwas bessere Kriecheigenschaften, verglichen mit NC<sub>25</sub><sub>0Cr</sub>. Ein Grund ist der leicht höhere  $\gamma'$  Volumenanteil dieser Legierung. Zusätzlich zeigt NC<sub>75</sub><sub>0Cr</sub> eine größere  $\gamma/\gamma'$  Gitterfehlpassung und somit die möglicherweise bessere Ausgangsmikrostruktur [222, 242, 250–252]. Außerdem ist denkbar, dass die gerichtete Vergrößerung in NC<sub>75</sub><sub>0Cr</sub> einen zusätzlichen Festigkeitsbeitrag liefert. Durch die unterschiedliche Morphologie der Ausscheidungen sind die  $\gamma$  Kanäle in NC<sub>75</sub><sub>0Cr</sub> deutlich schmaler verglichen mit NC<sub>25</sub><sub>0Cr</sub>,

was die Versetzungsbewegung zusätzlich erschwert. Für diese Faktoren spricht vor allem, dass die Verformung hauptsächlich in der  $\gamma$  Matrix stattfindet und die Ausscheidungen nicht geschnitten werden.

Die verbesserten Kriecheigenschaften durch die Zugabe von Cr stehen im Widerspruch zu früheren Untersuchungen an Co-Basis-Superlegierungen [51, 248]. Für die hier untersuchten Legierungen können allerdings mehrere potentielle Gründe ausgemacht werden, wie Cr die Kriechfestigkeit erhöht. Auch wenn Cr nicht als klassisches mischkristallhärtendes Element in Superlegierungen gilt, hat es in diesen Modelllegierungen vermutlich einen deutlichen Einfluss [88]. Dabei kommt die sehr starke Anreicherung in der  $\gamma$  Phase besonders zum Tragen [14], sodass auch Cr einen Beitrag zur Mischkristallhärtung leistet. Außerdem senkt Cr die Stapelfehlerenergie in der Matrix [27, 249], sodass eine Rekombination von Partialversetzungen und somit Quergleiten und Klettern erschwert wird. Da die Verformung maßgeblich in der  $\gamma$  Matrix lokalisiert ist, sind diese Effekte besonders effizient bei der Steigerung der Kriechfestigkeit.

Ungeklärt bleibt jedoch, warum die Cr-freie Legierung NC75<sub>0Cr</sub> kein doppeltes Minimum zeigt während das Cr-haltige Pendant NC75<sub>8Cr</sub> ein solches aufweist. In der Literatur [79, 80] und im Rahmen dieser Arbeit (Kapitel 7) wird die Floßbildung senkrecht zur äußeren Druckspannung für die Ausbildung des zweiten Minimums bei Co-Basis-Superlegierungen verantwortlich gemacht. Die vertikalen  $\gamma$  Kanäle werden im Laufe der gerichteten Vergrößerung der  $\gamma'$  Phase nach und nach geschlossen, was die Versetzungsbewegung behindert und einen zusätzlichen Festigkeitsbeitrag bewirkt. Dieser Effekt geht verloren, wenn die  $\gamma'$  Phase von Versetzungen in erhöhtem Maße geschnitten wird. Interessanterweise zeigt NC75<sub>0Cr</sub> eine deutlich ausgeprägtere Floßbildung aufgrund der größeren Gitterfehlpassung (siehe Abbildung 9.12) und bildet trotzdem kein doppeltes Kriechminimum aus. Wie bereits erwähnt, würde ein geringer Widerstand der Ausscheidungen gegen Einschneiden von Versetzungen den Effekt verschwinden lassen. Allerdings ist ein Einschneiden von Matrixversetzungen in die  $\gamma'$  Phase in NC75<sub>0Cr</sub> kaum zu beobachten (siehe Abbildung 9.13). Von O. Horst [255] konnte gezeigt werden, dass auch die  $\gamma'$  Ausscheidungsgröße einen Einfluss auf die Ausbildung eines doppelten Kriechminimums hat. Dort konnte gezeigt werden, dass mit zunehmender Größe der Ausscheidungen der Effekt des doppelten Minimums weniger stark ausgeprägt ist bzw. komplett verschwindet. NC75<sub>0Cr</sub> weist zwar im Durchschnitt eine minimal größere  $\gamma'$  Größe auf, verglichen mit NC75<sub>8Cr</sub> (siehe Tabelle 9.2), allerdings ist es

unwahrscheinlich, dass der Unterschied von ca. 20 nm dieses Verhalten verschwinden lässt. Allerdings ist noch nicht endgültig geklärt, wie der Einfluss der Teilchengröße auf das doppelte Minimum im Detail zu verstehen ist. Auch vorhergehende Kapitel in dieser Arbeit haben offene Fragen zur Ausbildung des doppelten Dehnratenminimums hervorgebracht, die in weiterführenden Studien geklärt werden sollten.

## 10 Schlussfolgerungen

Im Rahmen dieser Arbeit wurden verschiedene Einflussfaktoren auf die mechanischen Eigenschaften ausscheidungsgehärteter Co-Basis-Superlegierungen untersucht. Darunter waren zum Beispiel die Auswirkung eines systematisch variierenden  $\gamma'$  Volumenanteils, der Einfluss unterschiedlicher Ausscheidungsmorphologien oder die Rolle des Basiselements. Aus den gewonnenen Erkenntnissen können auch kapitelübergreifend einige Schlussfolgerungen für die zukünftige Entwicklung von neuen Co-Basis-Superlegierungen formuliert werden. Diese Gedanken sollen im Folgenden diskutiert und mögliche Optimierungsziele herausgearbeitet werden.

**$\gamma/\gamma'$  Mikrostruktur:** Die zweiphasige Mikrostruktur ist das Herzstück der Superlegierungen und verleiht diesen die ausgezeichneten Hochtemperatureigenschaften. Doch auch die  $\gamma/\gamma'$  Mikrostruktur kann sich von Legierung zu Legierung deutlich unterscheiden. Einige wichtige Parameter sind hier zum Beispiel der  $\gamma'$  Volumenanteil, die Ausscheidungsgröße, die Ausscheidungsmorphologie oder die Anordnung der Ausscheidungen zueinander. Für Ni-Basis-Superlegierung konnte in der Vergangenheit von Caron und Khan [122], Nathal [219] und Van Sluytman *et al.* [222] gezeigt werden, dass es möglicherweise eine optimale Ausscheidungsgröße und -form geben könnte. Die Form der Ausscheidungen wird maßgeblich von der  $\gamma/\gamma'$  Gitterfehlpassung bestimmt. Für die meisten Ni-Basis-Superlegierungen ist diese negativ, während sie für die Mehrheit der Co-Basis-Legierungen positiv ist. Nathal [219], der die optimale Ausscheidungsgröße für Ni-Basis-Legierungen suchte, konnte aber auch einen Zusammenhang zwischen Gitterfehlpassung und optimaler Ausscheidungsgröße feststellen. Er fand heraus, dass bei kleiner Gitterfehlpassung die besten Kriecheigenschaften bei größeren Ausscheidungen auftreten, während die optimale Teilchengröße mit zunehmender Gitterfehlpassung abnimmt. In dieser Arbeit wurde die Legierung ERBOCo-1 hinsichtlich optimaler Ausscheidungsgröße untersucht. Diese Legierung weist mit ca. +0.4 % für Co-Basis-Superlegierungen eine vergleichsweise niedrige Gitterfehlpassung auf, wobei allgemein der Betrag der Fehlpassungen für Co-Basis-Legierungen höher liegt verglichen mit konventionellen Ni-Basis Legierungen.

Es konnte gezeigt werden, dass die Legierung ERBOCo-1 mit variierender  $\gamma'$  Größe nicht nur unterschiedliche absolute Kriechfestigkeiten zeigt, sondern auch, dass sich das Verformungsverhalten ändert. Von

Nathal [219] wurde nur die Lebensdauer betrachtet, doch auch dort finden sich Hinweise, dass sich das Verformungsverhalten ändert. Die Druckkriechversuche in dieser Arbeit konnten, bedingt durch die verwendeten Kriechapparaturen, nicht bis zum Bruch durchgeführt werden, weshalb in Abschnitt 6.1 eine plastische Dehnung bis ca. 4.0 % vergleichsweise herangezogen wurde. Hier zeigt ERBOCo-1 im Zustand mit den größten Ausscheidungen die beste Kriechfestigkeit, bezogen auf die Zeit bis zu einer Dehnung von 4.0 % und liegt mit einer Kantenlänge von ca. 380 nm in der Nähe der optimalen Ausscheidungsgröße von Ni-Basis-Legierungen mit einer Gitterfehlpassung von 0.1 % bis 0.5 % [219]. Allerdings konnte in Abschnitt 6.1 auch gezeigt werden, dass kleinere Ausscheidungen ein scharfes Dehnratenminimum erzeugen und somit bis hin zu geringeren Dehnungen vielversprechende Kriecheigenschaften zeigen. Da für Turbinenschaufeln in der Anwendung nur sehr geringe plastische Dehnungen tolerierbar sind, sind eventuell sogar kleine Ausscheidungen zu bevorzugen.

Eine direkte Studie hinsichtlich unterschiedlicher Gitterfehlpassungen bei Co-Basis-Superlegierungen wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht durchgeführt. Dennoch hat die Gitterfehlpassung vermutlich einen großen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften, da nicht nur die Form der Ausscheidungen bestimmt wird, sondern auch direkte Härtungsbeiträge durch Kohärenzspannungen an der  $\gamma/\gamma'$  Grenzfläche erzielt werden können [241, 242]. In Abschnitt 9.1 wurden die NC-Legierungen untersucht, die auch einen ganzen Bereich an Gitterfehlpassungen abdecken. Hier wurde allerdings auch gezeigt, dass die Fehlpassung alleine nicht die Eigenschaften erklären kann und auch globulare Ausscheidungen bessere Kriecheigenschaften zeigen können als kubische.

Eindeutig gezeigt werden konnte allerdings in Kapitel 4, dass ein höherer  $\gamma'$  Volumenanteil die mechanischen Eigenschaften signifikant verbessern kann. Hier konnten sogar Festigkeitssteigerungen durch die Ausscheidungen festgestellt werden, die Ni-Basis-Superlegierungen der ersten Generation übertreffen. Dieses Optimierungsziel sollte also bei zukünftigen Legierungen im Fokus stehen. Mögliche Probleme bestehen hier in der Löslichkeit der  $\gamma'$ -bildenden Legierungselemente. In Kapitel 4 konnte nämlich auch gezeigt werden, dass sich bei hohen Ta und W Anteilen zusätzliche unerwünschte Phasen bilden können, auch wenn diese nach Standardwärmebehandlung noch nicht vorlagen. Hier gilt es also die Zusammensetzung optimal aufeinander abzustimmen.

**Doppeltes Dehnratenminimum in Kriechversuchen:** Sowohl Ni- als auch Co-Basis-Superlegierungen zeigen unter bestimmten Voraussetzungen im Hochtemperatur-Kriechregime ein doppeltes Minimum im Verlauf der Dehnrates [79, 80, 125, 131, 142, 220]. Für beide Legierungstypen wird das zweite Minimum, also die temporäre Verfestigung, mit der gerichteten Vergrößerung der  $\gamma'$  Phase erklärt. Die entsprechenden Legierungen weisen dabei alle hauptsächlich Verformung über die Matrix und Typ-N Floßbildung auf, also eine Vergrößerung der  $\gamma'$  Ausscheidungen senkrecht zur äußeren Spannung. Aufgrund der Gitterfehlpassung, die typischerweise negativ bei Ni-Basis- und positiv bei Co-Basis-Superlegierungen ist, ist dies bei Ni-Legierungen in Zugkriechversuchen der Fall, während Co-Legierungen dementsprechend in Druckkriechversuchen Typ-N Floßbildung zeigen. Exemplarisch für Co-Basis-Superlegierungen erklärt, kommt der zusätzliche Härtungsbeitrag dann zustande, wenn sich die vertikalen  $\gamma$  Kanäle durch die gerichtete Vergrößerung schließen. Dadurch wird das Passieren der Ausscheidungen für Versetzungen, die sich in der Matrix bewegen, deutlich erschwert [80]. Für Ni-Basis-Superlegierungen in Zugkriechversuchen funktioniert dieser Mechanismus dann analog, wenn sich die entsprechenden Matrixkanäle schließen [142, 220].

In Kapitel 7 wurde das doppelte Dehnratenminimum von Co-Basis-Superlegierungen genauer untersucht. Für die Legierung ERBOCo-2Ta konnte durch unterbrochene Druckkriechversuche ebenfalls der Zusammenhang zwischen gerichteter Vergrößerung und doppeltem Minimum bestätigt werden. Dieser zusätzliche Härtungsbeitrag könnte auch in Zukunft beim Design neuer Co-basierter Superlegierungen berücksichtigt werden, sodass gezielt Mikrostrukturen erzeugt werden, die eine Verfestigung unter Typ-N Floßbildung und somit erhöhte Kriechfestigkeiten aufweisen.

Bei genauerer Betrachtung aller Ergebnisse oder der Korrelation mit dem Kriechverhalten anderer Co-Basis-Legierungen aus dieser Arbeit, fallen allerdings einige Besonderheiten und Fragen auf. In Abschnitt 8.2 wurde die Zug-Druck-Asymmetrie der Legierung ERBOCo-2Ta untersucht. Hier wurde gezeigt, dass auch in Zugkriechversuchen ein doppeltes Dehnratenminimum auftritt, obwohl die Legierung unter diesen Versuchsbedingungen Typ-P Floßbildung zeigt. Es bilden sich statt plattenförmiger  $\gamma'$  Ausscheidungen senkrecht zur äußeren Spannung eher stäbchenförmige Flöße, die parallel zur Zugspannung ausgerichtet sind. Bisher wurde eine temporäre Verfestigung nur bei Typ-N Verhalten beobachtet [79, 80, 125, 131, 142, 220]. Auch wenn die Unterschiede nur mini-

mal sind, ist das zweite Minimum im Zugkriechversuch etwas schwächer ausgeprägt, verglichen mit dem Druckkriechversuch. Möglicherweise kommt es also doch auch bei stäbchenförmiger Typ-P Floßbildung zu einem Härtungsbeitrag, wenn die horizontalen  $\gamma$  Kanäle geschlossen sind. Der Festigkeitsbeitrag fällt dabei aber geringer aus, da sich statt  $\gamma'$  Platten die beschriebenen stäbchenförmigen Morphologien ausbilden und somit die Hinderniswirkung für Versetzungsbewegung geringer ist. Es wäre also denkbar, dass bei anderen Legierungen mit gleicher Mikrostrukturentwicklung der Verfestigungsbeitrag zwar existiert, dieser aber nur schwach ausgeprägt ist und von Entfestigungsbeiträgen überlagert wird, sodass er in der Kriechkurve nicht sichtbar wird.

Möglicherweise sind aber auch gänzlich andere Effekte verantwortlich. So ist zum Beispiel für Ni-Basis-Superlegierungen bekannt, dass diese auch bei niedrigen Temperaturen ein doppeltes Dehnratenminimum zeigen können, auch wenn keine gerichtete Vergrößerung auftritt. Für die Legierung ERBO-1, die in der Zusammensetzung identisch mit der Legierung CMSX-4 ist, konnte dieses Verhalten zum Beispiel in Zugkriechversuchen bei 750 °C und 800 MPa gezeigt werden [143, 192]. Hier werden mehrere Mechanismen für die Abnahme der Dehnrates im zweiten Minimum verantwortlich gemacht: Zum einen wurde beobachtet, dass die  $\gamma$  Kanäle gefüllt sind mit Versetzungen und es somit zur konventionellen Verformungsverfestigung kommt [143]. Zum anderen finden sich eine Vielzahl an Versetzungen in den  $\gamma'$  Ausscheidungen, sodass vermutet wird, dass dies auch in den Ausscheidungen zu einer Art Verformungsverfestigung führt [143]. Außerdem wird angemerkt, dass die Stabilisation der Grenzflächenversetzungsnetzwerke und atomare Umordnungsprozesse das Einschneiden von Versetzungen in die Ausscheidungen erschwert [143]. Es gibt also weitere Mechanismen, die ein doppeltes Dehnratenminimum hervorrufen, auch wenn keine Floßbildung stattfindet, was theoretisch auch für die Legierung ERBOCo-2Ta denkbar wäre. Um dies zu klären oder auszuschließen, sind weitere Untersuchungen der Verformungsmechanismen vonnöten.

Als zusätzlicher Härtungseffekt in Co-Basis-Superlegierungen wurde kürzlich von Bezold *et al.* [57] auch die Interaktion von Stapelfehlern in der  $\gamma'$  Phase beschrieben. Unter der Annahme, dass der Anstieg der Dehnrates nach dem ersten Minimum unter anderem auf beginnende Schneidprozesse zurückzuführen ist [80], wäre es denkbar, dass dieser Mechanismus dann auch hier wirkt. Wenn die Ausscheidungen in den Zugkriechversuchen unter der Bildung von Stapelfehlern geschnitten werden und eine ausreichend hohe Menge an Stapelfehlern vorhanden

ist, dann könnte das zweite Minimum durch die Interaktion der Stapelfehler auftauchen. Die Charakterisierung der Verformungsmechanismen ist aber auch hier notwendig, um diese Theorie zu bestätigen oder zu widerlegen.

Die Zug-Druck-Asymmetrie wurde in Abschnitt 8.1 auch für die Legierung ERBOCo-1 untersucht. Hier fällt nun auf, dass die Kriechkurven in Abbildung 8.4 weder in den Zug- noch den Druckkriechversuchen ein doppeltes Dehnratenminimum aufweisen, obwohl die Mikrostrukturen zum Teil ausgeprägte Floßbildung zeigen. Auch wenn sich die absoluten Kriechfestigkeiten von ERBOCo-2Ta und ERBOCo-1 zum Beispiel bei 975 °C unterscheiden (Abbildung 8.7 und 8.4), ähneln sich die Mikrostrukturen nach den Versuchen stark (Abbildung 8.8 und 8.6). Dennoch zeigt ERBOCo-2Ta das Doppelminimum und ERBOCo-1 nicht. Gleiches gilt auch für die in Abschnitt 9.2 untersuchte Legierung NC75<sub>0Cr</sub>, die Floßbildung aber kein doppeltes Dehnratenminimum aufweist, während dies beim chromhaltigen Pendant NC75<sub>8Cr</sub> zu sehen ist. Die gerichtete Vergrößerung allein scheint also doch nicht das einzige Kriterium zu sein, dass erfüllt sein muss, um eine temporäre Festigkeitssteigerung zu bewirken.

Ein zusätzlicher Einflussfaktor wurde erstmals von O. Horst [255] im Rahmen seiner Dissertation gefunden. Er konnte an der Ni-Basis-Superlegierung ERBO-1 zeigen, dass ein doppeltes Dehnratenminimum in Zugkriechversuchen von der Ausscheidungsgröße abhängt. Nur für Ausscheidungen kleiner als ca. 300 nm wurde ein ausgeprägtes zweites Minimum bei plastischen Dehnungen von ca. 1.0 % gefunden. Bei zunehmender Teilchengröße ist das zweite Minimum weniger stark ausgeprägt oder verschwindet gänzlich. Die  $\gamma'$  Größe ist tatsächlich ein Parameter in der sich die hier untersuchten Legierungen ERBOCo-2Ta und ERBOCo-1 deutlich unterscheiden. Während die Ausscheidungen von ERBOCo-2Ta nur eine Größe von ca. 140 nm aufweisen, liegt die durchschnittliche Ausscheidungsgröße von ERBOCo-1 nach der Standardwärmebehandlung bei ca. 370 nm (siehe Tabelle 3.2). Auch hier zeigt also nur die Legierung mit der kleinen Teilchengröße ein Doppelminimum. Warum eine zusätzliche Härtung nur bei kleinen Ausscheidungen auftritt, konnte aber auch von O. Horst [255] und im Rahmen dieser Arbeit nicht geklärt werden und ist Gegenstand laufender Untersuchungen. Allerdings kann dieser Einflussfaktor nicht das Kriechverhalten der beiden Legierungen NC75<sub>8Cr</sub> und NC75<sub>0Cr</sub> erklären. Beide unterscheiden sich in der Teilchengröße mit ca. 200 nm bzw. 230 nm kaum (siehe Tabelle 3.2) Beide zeigen eine ausgeprägte gerichtete Vergrößerung nach Druckkriechversuchen bei 900 °C,

aber nur NC75<sub>8Cr</sub> zeigt ein doppeltes Minimum. Es bleiben also noch einige interessante Fragestellungen offen, die in Zukunft noch weiter untersucht werden müssen. Möglicherweise haben die Verformungsmechanismen auch einen Einfluss auf die Ausbildung des doppelten Dehnratenminimum.

**Verformungsmechanismen:** Das Prinzip der Ausscheidungshärtung beruht darauf die Bewegung der Versetzungen in der Matrixphase durch Hindernisse zu erschweren und somit eine Festigkeitssteigerung zu erreichen. So erlangen auch die Superlegierungen ihre ausgezeichneten Hochtemperatureigenschaften. Wie bereits an unterschiedlichen Stellen erläutert, ist ein Großteil der Verformung bei unterschiedlichsten Versuchsbedingungen auch bei den Co-Basis-Superlegierungen in der Matrixphase zu finden und die Ausscheidungen bilden effektive Hindernisse. In Kapitel 4 wurde der Härtungsbeitrag der  $\gamma'$  Phase systematisch quantifiziert und es konnte gezeigt werden, dass dieser mit zunehmendem Ausscheidungsvolumenanteil steigt. In Abschnitt 7.1 konnte zusätzlich gezeigt werden, dass es essentiell für gute Kriecheigenschaften ist, dass die Ausscheidungen nicht geschnitten werden. Sobald die Versetzungen in die Ausscheidungen einschneiden, entfestigt das Material. Doch was entscheidet ob und wie die Ausscheidungen geschnitten werden?

Hier sind im wesentlichen zwei Faktoren entscheidend: die vorliegenden Versetzungen und die Planarfehlerenergien der einzelnen Phasen. Wie in Abschnitt 2.2 ausführlich beschrieben, erzeugen unterschiedliche Versetzungstypen auch verschiedene Planardefekte. Dennoch wird kein Defekt entstehen, wenn die notwendige Energie hierfür nicht aufgebracht werden kann. Typischerweise spalten die Versetzungen in der Matrix von Co-Basis-Legierungen in mehrere Partialversetzungen auf, zwischen denen Stapelfehler ausgebildet werden. Da die Bewegung der Matrixversetzungen Quergleit- und Kletterprozesse beinhaltet, ist theoretisch eine niedrige Stapelfehlerenergie in der  $\gamma$  Phase von Vorteil, da so die Partialversetzungen weit aufgespalten sind und eine Rekombination, die für diese Mechanismen notwendig ist, erschwert wird. In den  $\gamma'$  Phasen hingegen sollte die Planarfehlerenergie hoch sein. Hier müssen Versetzungen, die in den Matrixkanälen entstehen, zunächst einschneiden und Defekte erzeugen. Um einen möglichst hohen Festigkeitsbeitrag zu erzielen sollte das Einschneiden allerdings nach Möglichkeit verhindert werden, was durch eine hohe Defektenergie funktionieren kann.

Dieser Zusammenhang zwischen Festigkeit und Schneiden der Ausscheidungen konnte in Abschnitt 7.2 am Beispiel der Legierung ERBOCo-

$\alpha_2$ Ta gezeigt werden. Hier bewirkt die Segregation von Elementen an Grenzflächenversetzungen oder bereits bestehende Defekte, dass das Einschneiden in die  $\gamma'$  Phase erleichtert wird und die Kriechfestigkeit abnimmt. Im Gegensatz dazu wurde kürzlich von Bezold *et al.* [57] ein neuer Härtungsmechanismus bei Co-Ti-Cr Legierungen entdeckt, bei dem gerade das Einschneiden der Versetzungen in die Ausscheidungen, die Bildung von Stapelfehlern bzw. dann deren Interaktion bei der Ausbreitung eine Festigkeitssteigerung bewirkt. Die genauen Mechanismen hierfür sind allerdings noch nicht im Detail bekannt. Dennoch wäre denkbar, sich diesen Effekt auch bei Co-Al-W-basierten Legierungen zu Nutzen zu machen, wenn die Ausscheidungen keinen ausreichend großen Widerstand gegen Versetzungsbewegung darstellen. Es ist sehr wahrscheinlich, dass hierfür eine bestimmte Mindestgröße der  $\gamma'$  Phase notwendig ist. Die Legierung in [57] weist mit einer Ausscheidungsgröße von fast 370 nm mehr als doppelt so große Ausscheidungen auf, verglichen mit ERBOCo- $\alpha_2$ Ta, weshalb dieser Effekt möglicherweise bei der hier untersuchten Legierungen nicht auftritt. Dennoch konnte in den Untersuchungen in Abschnitt 7.2 eine hohe Stapelfehlerdichte in den Ausscheidungen bei größeren Dehnungen nachgewiesen werden. Das dort auftretende doppelte Dehnratenminimum wurde allerdings auf die gerichtete Vergrößerung zurückgeführt. Möglicherweise tritt ein zusätzlicher Härtungsbeitrag aber auch hier schon durch die Interaktion der Stapelfehler auf, der aber nicht isoliert von der Floßbildung charakterisiert werden kann. Es wäre dennoch interessant und möglicherweise hilfreich, diesen neuen Härtungsbeitrag noch weiter zu charakterisieren und dann gezielt zu nutzen.

Dass sich die Planarfehlerenergien besonders bei Ni- und Co-Basis-Superlegierungen zum Teil deutlich voneinander unterscheiden, wurde schon früher in der Literatur berichtet [15, 82, 230, 231]. Allerdings wurden hier entweder Simulationen für einfache binäre oder ternäre Systeme durchgeführt oder Legierungen untersucht, die sich nicht nur im Co- und Ni-Gehalt unterscheiden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die NC-Legierungsserie charakterisiert, bei der systematisch nur das Co/Ni-Verhältnis variiert wurde. Nach Quantifizierung und Abwägung verschiedener potentieller Härtungsbeiträge in diesen Legierungen konnte das Kriechverhalten bei 900 °C allerdings nicht vollständig erklärt werden. Es wird davon ausgegangen, dass die Verformungsmechanismen eine entscheidende Rolle spielen für die Gesamtfestigkeit der Legierung, ob eine bestimmte Defektkonfiguration allerdings einen höheren Festigkeitsbeitrag bzw. weniger Entfestigung beim Schneiden der  $\gamma'$  Phase

bewirkt, kann hier nicht geklärt werden. Die gefundenen Verformungsmechanismen reichen von SISF Bildung auf der Ni-reichen Seite bis hin zu APBs in den Co-reichen Legierungen und deuten bereits an, dass sich die Planarfehlerenergien mit dem Gehalt am Basiselement signifikant ändern.

Viele Eigenschaften können also auf die Verformungsmechanismen zurückgeführt werden, indem andere Mechanismen ausgeschlossen werden. Dennoch fehlt ein detailliertes Verständnis zu den Auswirkungen einzelner Defekttypen bzw. Defektkonfigurationen. Möglicherweise können Planardefekte in Zukunft dann auch gezielt genutzt werden und zur Festigkeitssteigerung einer neu entwickelten Legierung beitragen, wenn sie noch genauer verstanden werden.

## 11 Ausblick

Im vorangegangenen Kapitel wurden einige Schlussfolgerungen aus den in dieser Arbeit präsentierten Ergebnisse formuliert und mögliche Optimierungsziele für zukünftige Co-Basis-Superlegierungen ausgearbeitet. Doch was bedeutet das für das übergeordnete Ziel, die Turbine eines Flugzeugtriebwerks effizienter auszulegen, indem die Betriebstemperatur erhöht wird, um CO<sub>2</sub> Emissionen einzusparen und den Flugverkehr nachhaltiger zu gestalten?

Auch wenn einzelne Eigenschaften der Co-Basis-Superlegierungen, wie zum Beispiel der Härtungsbeitrag der Ausscheidungsphase, bereits an kommerzielle Ni-Basis-Superlegierungen heranreichen, bestehen nach wie vor große Defizite in den mechanischen Eigenschaften der einkristallinen Co-Legierungen. In dieser Arbeit, aber auch in zahlreichen anderen Studien, konnte gezeigt werden, dass sich vor allem die Verformungsmechanismen der beiden Legierungsklassen zum Teil stark unterscheiden. Dass unterschiedliche Mechanismen zu unterschiedlichen plastischen Eigenschaften führen können, ist einleuchtend. Hier fehlt allerdings oft noch das grundlegende Verständnis, wie die Planardefekte überhaupt entstehen oder wie sie miteinander interagieren. Es konnten hier einige Hinweise erarbeitet werden, wie dies vonstatten geht, allerdings wurden auch noch einige offene Fragen herausgearbeitet, die in zukünftigen Untersuchungen noch geklärt werden müssen. Auch wenn die einkristallinen Co-Basis-Superlegierungen aktuell noch weit von einem Einsatz als Turbinenschaufel entfernt sind, lohnt sich deren weitere Charakterisierung, um die grundlegenden Verformungsmechanismen noch besser oder überhaupt zu verstehen und möglicherweise dann sogar zu nutzen.

Darüber hinaus wurden in anderen Studien sehr vielversprechende Eigenschaften polykristalliner Co-Basis-Superlegierungen bei vergleichsweise niedrigen Temperaturen gefunden [239]. Hier wird diese Legierungsklasse als potentiell Material für die Turbinenscheiben vorgeschlagen, die deutlich weniger Temperatur, dafür mehr mechanische Belastungen ertragen muss. Da aber auch hier noch anwendungsbezogene Untersuchungen offen sind und nicht alle Eigenschaften vollständig verstanden sind, bietet sich aus wissenschaftlicher Sicht ebenfalls die zukünftige Charakterisierung von einkristallinem Material an, um Einflussfaktoren gering zu halten und gezielt einzelne Aspekte zu adressieren.

Für zukünftige einkristalline Legierungen, die im Hochtemperaturbereich eingesetzt werden sollen, muss zum Beispiel die  $\gamma'$  Solvustemperatur noch weiter erhöht werden, die Kriech Eigenschaften, eventuell durch Steuerung der Defektenergien, noch weiter verbessert werden oder neue verfestigende Mechanismen, wie die gerichtete Vergrößerung oder die Interaktion von Planardefekten, gezielter genutzt werden. Hierzu braucht es aber ein tiefergehendes Verständnis der Grundlagen, wozu die Ergebnisse dieser Arbeit einen Baustein liefern. Außerdem fehlen für die Legierungsklasse der Co-Basis-Superlegierungen Untersuchungen zu Ermüdungseigenschaften, Korrosionsbeständigkeit oder Rissausbreitungsverhalten, um der industriellen Anwendung einen Schritt näher zu kommen.

# Anhang

## A Kriechversuche VF60

Im Folgenden sind die vollständigen Daten der Kriechversuche an der Legierung VF60 bei 950 °C und 200 MPa bzw. 350 MPa zu sehen. In Abschnitt 7.1 werden die unterbrochene Kriechversuche diskutiert, allerdings aus Gründen der Übersichtlichkeit nur einzelne Kurven und die entsprechenden Mikrostrukturuntersuchungen gezeigt.

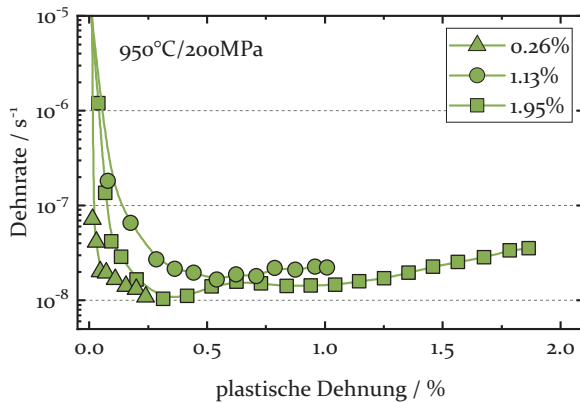


Abbildung A.1: Ergebnisse der Kriechversuche an VF60 bei 950 °C und 200 MPa.

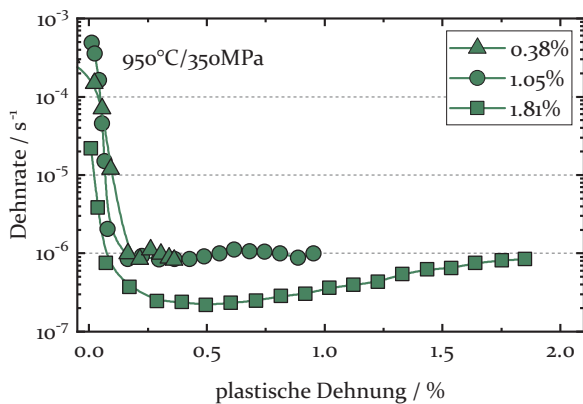


Abbildung A.2: Ergebnisse der Kriechversuche an VF60 bei 950 °C und 350 MPa.

## B Druckversuche NCX<sub>8Cr</sub>

Die folgenden Diagramme zeigen die vollständigen Spannungs-Dehnungs-Diagramme, die in Druckversuchen mit konstanter Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  an der Legierungsserie NCX<sub>8Cr</sub> ermittelt wurden. In Abschnitt 9.1 werden die aus diesen Diagrammen ermittelten Fließspannungen diskutiert.

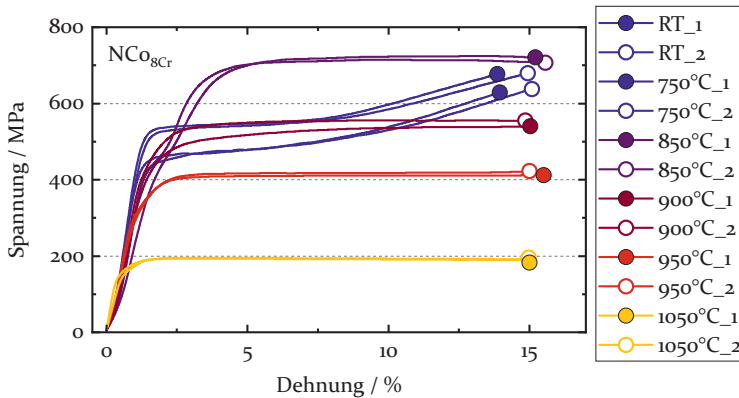


Abbildung B.1: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Legierung NCo<sub>8Cr</sub> ermittelt in Druckversuchen bei einer konstanten Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  und Temperaturen von 25 °C, 750 °C, 850 °C, 900 °C, 950 °C und 1050 °C.

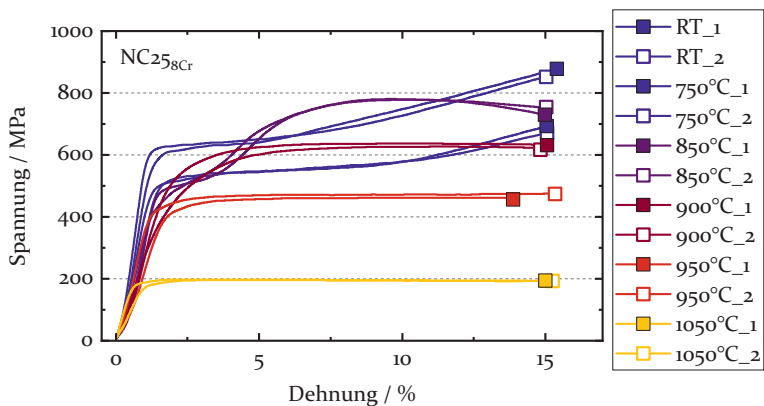


Abbildung B.2: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Legierung NC25<sub>8</sub>Cr, ermittelt in Druckversuchen bei einer konstanten Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  und Temperaturen von 25 °C, 750 °C, 850 °C, 900 °C, 950 °C und 1050 °C.

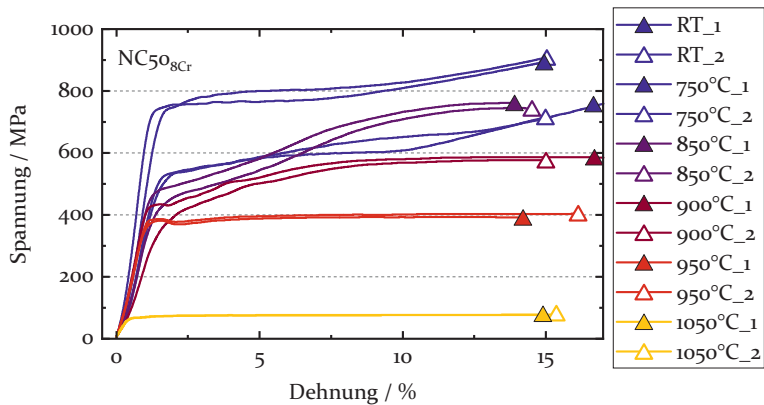


Abbildung B.3: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Legierung NC50<sub>8</sub>Cr, ermittelt in Druckversuchen bei einer konstanten Dehnrates von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  und Temperaturen von 25 °C, 750 °C, 850 °C, 900 °C, 950 °C und 1050 °C.

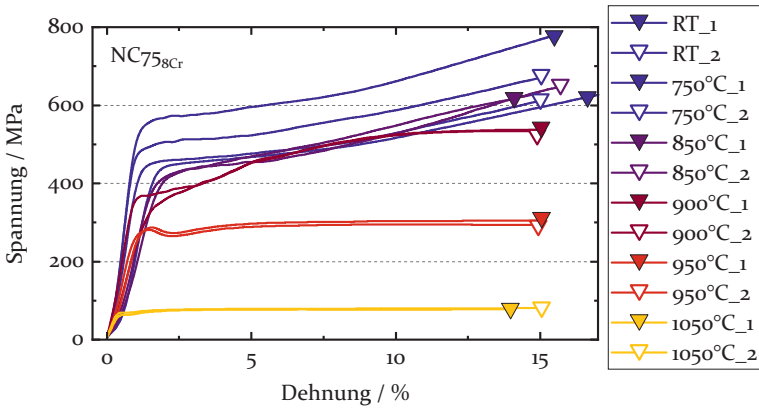


Abbildung B.4: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Legierung NC75<sub>8Cr</sub> ermittelt in Druckversuchen bei einer konstanten Dehnrage von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  und Temperaturen von 25 °C, 750 °C, 850 °C, 900 °C, 950 °C und 1050 °C.

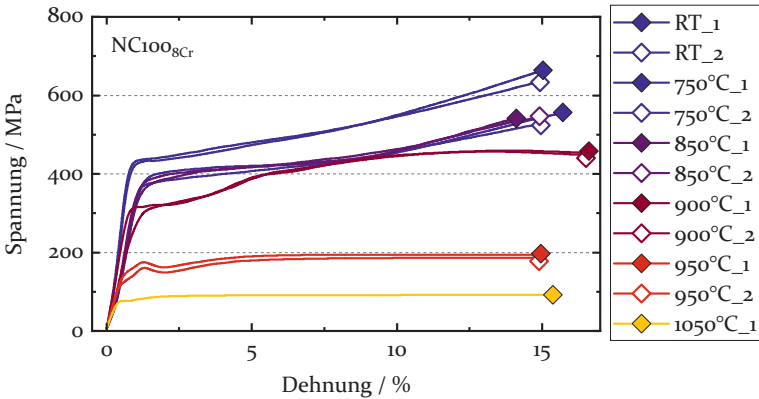


Abbildung B.5: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Legierung NC100<sub>8Cr</sub> ermittelt in Druckversuchen bei einer konstanten Dehnrage von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  und Temperaturen von 25 °C, 750 °C, 850 °C, 900 °C, 950 °C und 1050 °C.

## C Kriechversuche $\text{NCX}_{8\text{Cr}}$

Die Diagramme in diesem Abschnitt zeigen die Ergebnisse aus Kriechversuchen an den  $\text{NCX}_{8\text{Cr}}$  Legierungen. In Abschnitt 9.1 werden diese Versuche diskutiert, aus Gründen der Übersicht aber nicht alle Daten gezeigt.

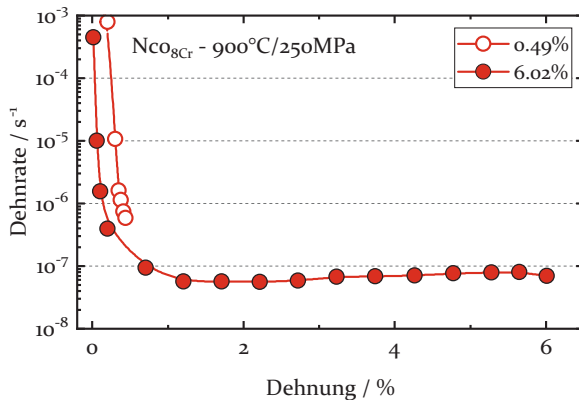


Abbildung C.1: Kriechversuche der Legierung  $\text{NCo}_{8\text{Cr}}$  bei  $900^\circ\text{C}$  und  $250\text{MPa}$ .

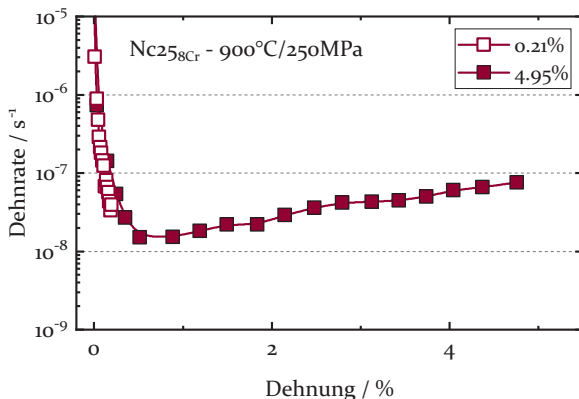


Abbildung C.2: Kriechversuche der Legierung  $\text{NC}_{25\text{Cr}}$  bei  $900^\circ\text{C}$  und  $250\text{MPa}$ .

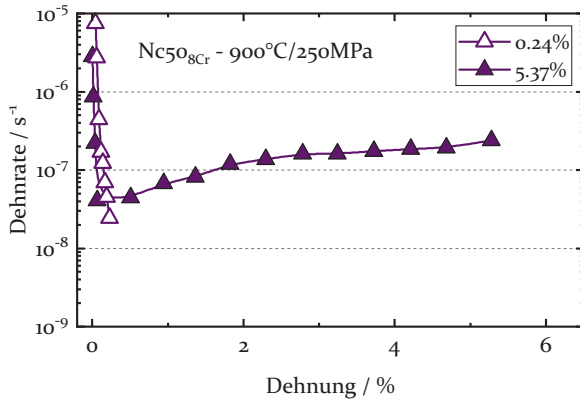


Abbildung C.3: Kriechversuche der Legierung  $NC50_{8Cr}$  bei  $900^{\circ}C$  und  $250MPa$ .

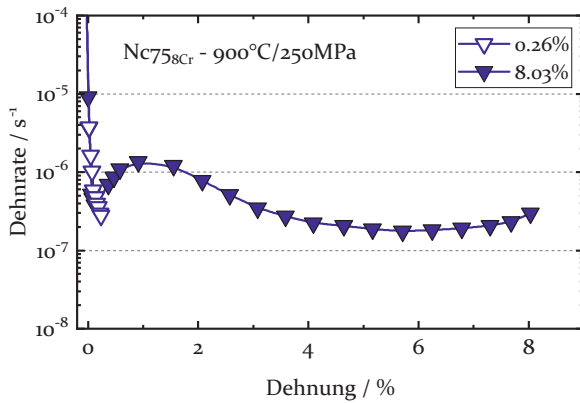


Abbildung C.4: Kriechversuche der Legierung  $NC75_{8Cr}$  bei  $900^{\circ}C$  und  $250MPa$ .

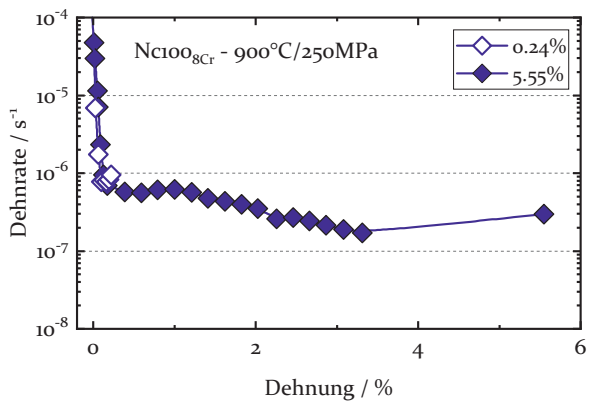


Abbildung C.5: Kriechversuche der Legierung NC100<sub>8</sub>Cr bei 900°C und 250 MPa.

## D Druckversuche NCX<sub>0Cr</sub>

Die folgenden Diagramme zeigen die vollständigen Spannungs-Dehnungs-Diagramme, die in Druckversuchen mit Dehnratenwechsel an den Legierungen NC2<sub>50Cr</sub> und NC7<sub>50Cr</sub> ermittelt wurden. In Abschnitt 9.2 werden die aus diesen Diagrammen ermittelten Fließspannungen diskutiert.

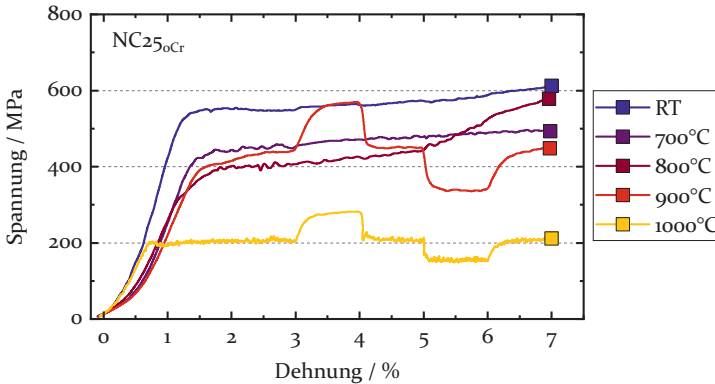


Abbildung D.1: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Legierung NC<sub>250Cr</sub> ermittelt in Druckversuchen mit Dehnratenwechsel. Es wurden abwechselnd Dehnrate von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  und  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  getestet. Die Versuche wurden bei Temperaturen von 25 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C und 1000 °C durchgeführt.

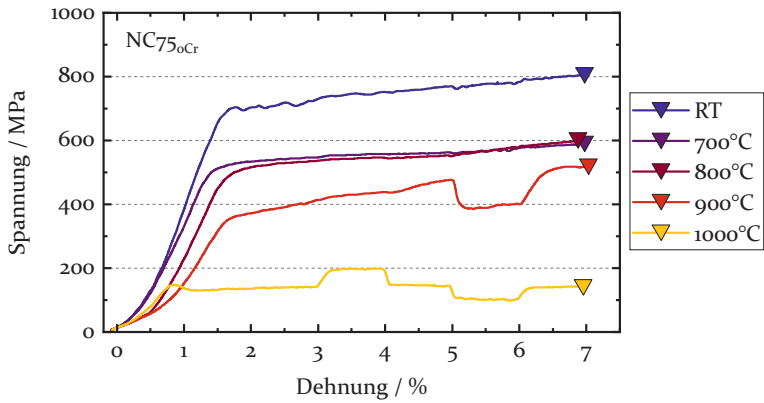


Abbildung D.2: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Legierung NC75<sub>0</sub>Cr ermittelt in Druckversuchen mit Dehnratenwechsel. Es wurden abwechselnd Dehnraten von  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  und  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  getestet. Die Versuche wurden bei Temperaturen von 25 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C und 1000 °C durchgeführt.

# Literaturverzeichnis

- [1] R. C. Reed: *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press, 2008.
- [2] W. Betteridge und S. W. K. Shaw: Development of Superalloys. In: *Materials Science and Technology* 3.9 (1987), 682–694.
- [3] J. H. Perepezko: The Hotter the Engine, the Better. In: *Science* 326.5956 (2009), 1068–1069.
- [4] J. Sato: Cobalt-Base High-Temperature Alloys. In: *Science* 312.5770 (2006), 90–91.
- [5] A. Suzuki und T. M. Pollock: High-Temperature Strength and Deformation of  $\gamma/\gamma'$  Two-Phase Co–Al–W-base Alloys. In: *Acta Materialia* 56.6 (2008), 1288–1297.
- [6] A. Suzuki, H. Inui und T. M. Pollock:  $L_{12}$ -Strengthened Cobalt-Base Superalloys. In: *Annual Review of Materials Research* 45.1 (2015), 345–368.
- [7] L. P. Freund, S. Giese, D. Schwimmer, H. W. Höppel, S. Neu-meier und M. Göken: High Temperature Properties and Fatigue Strength of Novel Wrought  $\gamma/\gamma'$  Co-base Superalloys. In: *Journal of Materials Research* 32.24 (2017), 4475–4482.
- [8] Y. M. Eggeler, M. S. Titus, A. Suzuki und T. M. Pollock: Creep Deformation-Induced Antiphase Boundaries in  $L_{12}$ -Containing Single-Crystal Cobalt-Base Superalloys. In: *Acta Materialia* 77 (2014), 352–359.
- [9] M. Weiser, M. C. Galetz, R. J. Chater und S. Virtanen: Growth Mechanisms of Oxide Scales on Two-phase Co/Ni-base Model Alloys between 800°C and 900°C. In: *Journal of The Electrochemical Society* 167.2 (2020), 021504.
- [10] S. Meher, H.-Y. Yan, S. Nag, D. Dye und R. Banerjee: Solute Partitioning and Site Preference in  $\gamma/\gamma'$  Cobalt-Base Alloys. In: *Scripta Materialia* 67.10 (2012), 850–853.
- [11] F. Xue, M. Wang und Q. Feng: Alloying Effects on Heat-Treated Microstructure in Co–Al–W-base Superalloys at 1300°C and 900°C. In: *Superalloys* 12 (2012), 813–821.

- [12] Y. Li, F. Pyczak, J. Paul, M. Oehring, U. Lorenz und Z. Yao: Microstructure Evolution in  $L_{12}$  Hardened Co-base Superalloys during Creep. In: *Journal of Materials Research* 32.24 (2017), 4522–4530.
- [13] S. Neumeier, L. Freund und M. Göken: Novel Wrought  $\gamma/\gamma'$  Cobalt Base Superalloys with High Strength and Improved Oxidation Resistance. In: *Scripta Materialia* 109 (2015), 104–107.
- [14] C. Zenk, S. Neumeier, M. Kolb, N. Volz, S. G. Fries, O. Dolotko, I. Povstugar, D. Raabe und M. Göken: *The Role of the Base Element in  $\gamma/\gamma'$  Strengthened Cobalt-Nickel Base Superalloys*. In: *Superalloys 2016*. Hrsg. von M. Hardy, E. Huron, U. Glatzel, B. Griffin, B. Lewis, C. M. Rae, V. Seetharaman und S. Tin. Warrendale PA: The Minerals, Metals & Materials Society, 2016, 971–980.
- [15] M. S. Titus, Y. M. Eggeler, A. Suzuki und T. M. Pollock: Creep-Induced Planar Defects in  $L_{12}$ -Containing Co- and CoNi-base Single-Crystal Superalloys. In: *Acta Materialia* 82 (2015), 530–539.
- [16] J. Davis: *Nickel, Cobalt, and Their Alloys*. ASM Specialty Handbook. Materials Park OH: ASM International, 2000.
- [17] C. T. Sims, N. S. Stoloff und W. C. Hagel: *Superalloys II*. Bd. 8. Wiley New York, 1987.
- [18] R. Bürgel, H. J. Maier und T. Niendorf: *Handbuch Hochtemperatur Werkstofftechnik: Grundlagen, Werkstoffbeanspruchungen, Hochtemperaturlegierungen und -beschichtungen*. 4. Aufl. Wiesbaden: Vieweg + Teubner, 2011. 598 S.
- [19] C. H. Zenk: Systematische Untersuchungen Zum Einfluss Wichtiger Legierungselemente in Co-Basis Und Co/Ni-Basis Superlegierungen: Thermophysikalische Und Mechanische Eigenschaften. Erlangen: FAU University Press, 2018.
- [20] M. Pröbstle, S. Neumeier, P. Feldner, R. Rettig, H. Helmer, R. Singer und M. Göken: Improved Creep Strength of Nickel-Base Superalloys by Optimized  $\gamma/\gamma'$  Partitioning Behavior of Solid Solution Strengthening Elements. In: *Materials Science and Engineering: A* 676 (2016), 411–420.
- [21] E. A. Brandes und G. B. Brook: *Smithells Metals Reference Book*. Butterworth-Heinemann, 1998.
- [22] K. P. Gupta: The Co-Ni-W (Cobalt-Nickel-Tungsten) System. In: *Journal of Phase Equilibria* 21.4 (2000), 396.

- [23] G. Choi, T. Shinoda, Y. Mishima und T. Suzuki: Solid-Solution Hardening in the Ni-40at%Co-X Ternary Alloys. In: *ISIJ International* 30.3 (1990), 248–254.
- [24] K. Shinagawa, T. Omori, J. Sato, K. Oikawa, I. Ohnuma, R. Kainuma und K. Ishida: Phase Equilibria and Microstructure on  $\gamma'$  Phase in Co-Ni-Al-W System. In: *Materials transactions* 49.6 (2008), 1474–1479.
- [25] H.-Y. Yan, J. Coakley, V. A. Vorontsov, N. G. Jones, H. J. Stone und D. Dye: Alloying and the Micromechanics of Co–Al–W–X Quaternary Alloys. In: *Materials Science and Engineering: A* 613 (2014), 201–208.
- [26] H.-Y. Yan, V. A. Vorontsov, J. Coakley, N. G. Jones, H. J. Stone und D. Dye: Quaternary Alloying Effects and the Prospects for a New Generation of Co-base Superalloys. In: *Superalloys 2012* (2012), 705–714.
- [27] P. C. J. Gallagher: The Influence of Alloying, Temperature, and Related Effects on the Stacking Fault Energy. In: *Metallurgical Transactions* 1.9 (1970), 2429–2461.
- [28] Y. Yuan, Y. Gu, C. Cui, T. Osada, Z. Zhong, T. Tetsui, T. Yokokawa und H. Harada: Influence of Co Content on Stacking Fault Energy in Ni–Co Base Disk Superalloys. In: *Journal of Materials Research* 26.22 (2011), 2833–2837.
- [29] C. K. L. Davies, P. W. Davies und B. Wilshire: The Effect of Variations in Stacking-Fault Energy on the Creep of Nickel-Cobalt Alloys. In: *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics* 12.118 (1965), 827–839.
- [30] K. Ishida: Direct Estimation of Stacking Fault Energy by Thermodynamic Analysis. In: *physica status solidi (a)* 36.2 (1976), 717–728.
- [31] K. J. Hemker und M. J. Mills: Measurements of Antiphase Boundary and Complex Stacking Fault Energies in Binary and B-doped Ni<sub>3</sub>Al Using TEM. In: *Philosophical Magazine A* 68.2 (1993), 305–324.
- [32] N. L. Okamoto, T. Oohashi, H. Adachi, K. Kishida, H. Inui und P. Veyssi re: Plastic Deformation of Polycrystals of Co<sub>3</sub>(Al,W) with the L<sub>12</sub> Structure. In: *Philosophical Magazine* 91.28 (2011), 3667–3684.

- [33] J. E. Saal und C. Wolverton: Energetics of Antiphase Boundaries in  $\gamma'$   $\text{Co}_3(\text{Al,W})$ -Based Superalloys. In: *Acta Materialia* 103 (2016), 57–62.
- [34] K. Vamsi und S. Karthikeyan: Yield Anomaly in  $\text{Li}_2 \text{Co}_3 \text{Al}_x \text{W}_{1-x}$  Vis-à-Vis  $\text{Ni}_3\text{Al}$ . In: *Scripta Materialia* 130 (2017), 269–273.
- [35] Y.-W. Cui, M. Jiang, I. Ohnuma, K. Oikawa, R. Kainuma und K. Ishida: Computational Study of Atomic Mobility for Fcc Phase of Co-Fe and Co-Ni Binaries. In: *Journal of Phase Equilibria and Diffusion* 29.1 (2008), 2–10.
- [36] M. Karunaratne, P. Carter und R. Reed: Interdiffusion in the Face-Centred Cubic Phase of the Ni-Re, Ni-Ta and Ni-W Systems between 900 and 1300°C. In: *Materials Science and Engineering: A* 281.1-2 (2000), 229–233.
- [37] M. Karunaratne und R. Reed: Interdiffusion of the Platinum-Group Metals in Nickel at Elevated Temperatures. In: *Acta Materialia* 51.10 (2003), 2905–2919.
- [38] S. Neumeier, H. Rehman, J. Neuner, C. Zenk, S. Michel, S. Schuwalow, J. Rogal, R. Drautz und M. Göken: Diffusion of Solutes in Fcc Cobalt Investigated by Diffusion Couples and First Principles Kinetic Monte Carlo. In: *Acta Materialia* 106 (2016), 304–312.
- [39] F. Pyczak, B. Devrient und H. Mughrabi: The Effects of Different Alloying Elements on the Thermal Expansion Coefficients, Lattice Constants and Misfit of Nickel-Based Superalloys Investigated by X-ray Diffraction. In: *Superalloys 2004* (2004), 827–836.
- [40] I. Povstugar, P.-P. Choi, S. Neumeier, A. Bauer, C. H. Zenk, M. Göken und D. Raabe: Elemental Partitioning and Mechanical Properties of Ti- and Ta-containing Co-Al-W-base Superalloys Studied by Atom Probe Tomography and Nanoindentation. In: *Acta Materialia* 78 (2014), 78–85.
- [41] G. Y. Lai: High Temperature Corrosion Problems in the Process Industries. In: *JOM* 37.7 (1985), 14–19.
- [42] L. Klein, A. Bauer, S. Neumeier, M. Göken und S. Virtanen: High Temperature Oxidation of  $\gamma/\gamma'$ -Strengthened Co-base Superalloys. In: *Corrosion Science* 53.5 (2011), 2027–2034.

- [43] H. Ur-Rehman: Solid Solution Strengthening and Diffusion in Nickel- and Cobalt-based Superalloys. Erlangen: FAU University Press, 2016.
- [44] F. Pyczak, A. Bauer, M. Göken, U. Lorenz, S. Neumeier, M. Oehring, J. Paul, N. Schell, A. Schreyer, A. Stark und F. Symanzik: The Effect of Tungsten Content on the Properties of  $L_{12}$ -Hardened Co–Al–W Alloys. In: *Journal of Alloys and Compounds* 632 (2015), 110–115.
- [45] F. H. Stott, G. C. Wood und J. Stringer: The Influence of Alloying Elements on the Development and Maintenance of Protective Scales. In: *Oxidation of Metals* 44.1 (1995), 113–145.
- [46] C. S. Giggins und F. S. Pettit: Oxidation of Ni–Cr–Al Alloys Between 1000°C and 1200°C. In: *Journal of The Electrochemical Society* 118.11 (1971), 1782.
- [47] C. Wagner: Passivity and Inhibition during the Oxidation of Metals at Elevated Temperatures. In: *Corrosion Science* 5.11 (1965), 751–764.
- [48] H.-Y. Yan, V. Vorontsov und D. Dye: Effect of Alloying on the Oxidation Behaviour of Co–Al–W Superalloys. In: *Corrosion Science* 83 (2014), 382–395.
- [49] C. Stewart, R. Rhein, A. Suzuki, T. Pollock und C. Levi: Oxide Scale Formation in Novel  $\gamma$ - $\gamma'$  Cobalt-Based Alloys. In: *Superalloys 2016*. John Wiley & Sons, Ltd, 2016, 991–999.
- [50] G. C. Wood, I. G. Wright, T. Hodgkiess und D. P. Whittle: A Comparison of the Oxidation of Fe–Cr, Ni–Cr and Co–Cr Alloys in Oxygen and Water Vapour. In: *Materials and Corrosion* 21.11 (1970), 900–910.
- [51] A. Bauer, S. Neumeier, F. Pyczak und M. Göken: Creep Strength and Microstructure of Polycrystalline  $\gamma'$ -Strengthened Cobalt-Base Superalloys. In: *Proc. Superalloys 2012* (2012), 695–703.
- [52] A. Bauer, S. Neumeier, F. Pyczak und M. Göken: Microstructure and Creep Strength of Different  $\gamma/\gamma'$ -Strengthened Co-base Superalloy Variants. In: *Scripta Materialia* 63.12 (2010), 1197–1200.
- [53] A. Bauer, S. Neumeier, F. Pyczak, R. Singer und M. Göken: Creep Properties of Different  $\gamma'$ -Strengthened Co-base Superalloys. In: *Materials Science and Engineering: A* 550 (2012), 333–341.

- [54] S. Kobayashi, Y. Tsukamoto und T. Takasugi: Phase Equilibria in the Co-rich Co-Al-W-Ti Quaternary System. In: *Intermetallics* 19.12 (2011), 1908–1912.
- [55] M. Ooshima, K. Tanaka, N. L. Okamoto, K. Kishida und H. Inui: Effects of Quaternary Alloying Elements on the  $\gamma'$  Solvus Temperature of Co–Al–W Based Alloys with Fcc/L<sub>1</sub><sub>2</sub> Two-Phase Microstructures. In: *Journal of Alloys and Compounds* 508.1 (2010), 71–78.
- [56] C. H. Zenk, I. Povstugar, R. Li, F. Rinaldi, S. Neumeier, D. Raabe und M. Göken: A Novel Type of Co–Ti–Cr-base  $\gamma/\gamma'$  Superalloys with Low Mass Density. In: *Acta Materialia* 135 (2017), 244–251.
- [57] A. Bezold, N. Volz, M. Lenz, C. Zenk, E. Spiecker, M. Mills, M. Göken und S. Neumeier: Yielding Behavior of a Single-Crystalline  $\gamma'$ -Strengthened Co-Ti-Cr Superalloy. In: *Scripta Materialia* 200 (2021), 113928.
- [58] S. Meher und R. Banerjee: Partitioning and Site Occupancy of Ta and Mo in Co-base  $\gamma/\gamma'$  Alloys Studied by Atom Probe Tomography. In: *Intermetallics* 49 (2014), 138–142.
- [59] A. Suzuki, G. C. DeNolf und T. M. Pollock: Flow Stress Anomalies in  $\gamma/\gamma'$  Two-Phase Co–Al–W-base Alloys. In: *Scripta Materialia* 56.5 (2007), 385–388.
- [60] K. Tanaka, M. Ooshima, N. Tsuno, A. Sato und H. Inui: Creep Deformation of Single Crystals of New Co–Al–W-based Alloys with Fcc/L<sub>1</sub><sub>2</sub> Two-Phase Microstructures. In: *Philosophical Magazine* 92.32 (2012), 4011–4027.
- [61] M. S. Titus, A. Suzuki und T. M. Pollock: High Temperature Creep of New L<sub>1</sub><sub>2</sub> Containing Cobalt-Base Superalloys. In: *Superalloys 2012* (2012), 823–832.
- [62] F. Xue, H. J. Zhou und Q. Feng: Improved High-Temperature Microstructural Stability and Creep Property of Novel Co-Base Single-Crystal Alloys Containing Ta and Ti. In: *JOM* 66.12 (2014), 2486–2494.
- [63] Y. Mishima, S. Ochiai, N. Hamao, M. Yodogawa und T. Suzuki: Solid Solution Hardening of Ni<sub>3</sub>Al with Ternary Additions. In: *Transactions of the Japan Institute of Metals* 27.9 (1986), 648–655.
- [64] D. Hull und D. J. Bacon: *Introduction to Dislocations*. 5. ed. Amsterdam: Elsevier/Butterworth-Heinemann, 2011. 257 S.

- [65] D. P. Pope und S. S. Ezz: Mechanical Properties of Ni<sub>3</sub>Al and Nickel-Base Alloys with High Volume Fraction of  $\gamma'$ . In: *International Metals Reviews* 29.1 (1984), 136–167.
- [66] A. Bezold: *Yielding and Work Hardening Behavior of Co-base and CoNi-base Superalloys*. FAU Erlangen-Nürnberg, Masterarbeit, 2020.
- [67] N. Volz: *Verformungsmechanismen in Ausscheidungsgehärteten Superlegierungen in Abhängigkeit Des Kobalt- Und Nickelgehalts*. FAU Erlangen-Nürnberg, Masterarbeit, 2017.
- [68] M. J. Marcinkowski, R. M. Fisher und N. Brown: Direct Observation of Superdislocations in a Superlattice. In: *Journal of Applied Physics* 31.7 (1960), 1303–1303.
- [69] M. Marcinkowski, N. Brown und R. Fisher: Dislocation Configurations in AuCu<sub>3</sub> and AuCu Type Superlattices. In: *Acta Metallurgica* 9.2 (1961), 129–137.
- [70] B. H. Kear: Dislocation Configurations and Work Hardening in Cu<sub>3</sub>Au Crystals. In: *Acta Metallurgica* 12.5 (1964), 555–569.
- [71] B. Kear, A. Giamei, J. Silcock und R. Ham: Slip and Climb Processes in  $\gamma'$  Precipitation Hardened Nickel-Base Alloys. In: *Scripta Metallurgica* 2.5 (1968), 287–293.
- [72] B. Kear, A. Giamei, G. Leverant und J. Oblak: On Intrinsic/Extrinsic Stacking Fault Pairs in the L<sub>1</sub><sub>2</sub> Lattice. In: *Scripta Metallurgica* 3.2 (1969), 123–129.
- [73] B. H. Kear, J. M. Oblak und A. F. Giamei: Stacking Faults in Gamma Prime Ni<sub>3</sub>(Al, Ti) Precipitation Hardened Nickel-Base Alloys. In: *Metallurgical Transactions* 1.9 (1970), 2477.
- [74] W. W. Milligan und S. D. Antolovich: The Mechanisms and Temperature Dependence of Superlattice Stacking Fault Formation in the Single-Crystal Superalloy PWA 1480. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 22.10 (1991), 2309–2318.
- [75] M. Feller-Kniepmeier und T. Link: Correlation of Microstructure and Creep Stages in the  $\langle 100 \rangle$  Oriented Superalloy SRR99 at 1253K. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 20.7 (1989), 1233–1238.
- [76] T. Pollock und A. Argon: Creep Resistance of CMSX-3 Nickel Base Superalloy Single Crystals. In: *Acta Metallurgica et Materialia* 40.1 (1992), 1–30.

- [77] H. Zhou, H. Chang und Q. Feng: Transient Minimum Creep of a  $\gamma'$  Strengthened Co-base Single-Crystal Superalloy at 900°C. In: *Scripta Materialia* 135 (2017), 84–87.
- [78] F. Xue, H. Zhou, Q. Shi, X. Chen, H. Chang, M. Wang und Q. Feng: Creep Behavior in a  $\gamma'$  Strengthened Co–Al–W–Ta–Ti Single-Crystal Alloy at 1000°C. In: *Scripta Materialia* 97 (2015), 37–40.
- [79] F. Xue, C. Zenk, L. Freund, M. Hoelzel, S. Neumeier und M. Göken: Double Minimum Creep in the Rafting Regime of a Single-Crystal Co-base Superalloy. In: *Scripta Materialia* 142 (2018), 129–132.
- [80] F. Xue, C. H. Zenk, L. P. Freund, S. Neumeier und M. Göken: Understanding Raft Formation and Precipitate Shearing during Double Minimum Creep in a  $\gamma'$ -Strengthened Single Crystalline Co-base Superalloy. In: *Philosophical Magazine* (2020), 1–28.
- [81] V. Vorontsov, L. Kovarik, M. Mills und C. Rae: High-Resolution Electron Microscopy of Dislocation Ribbons in a CMSX-4 Superalloy Single Crystal. In: *Acta Materialia* 60.12 (2012), 4866–4878.
- [82] M. S. Titus, A. Mottura, G. Babu Viswanathan, A. Suzuki, M. J. Mills und T. M. Pollock: High Resolution Energy Dispersive Spectroscopy Mapping of Planar Defects in  $L_{12}$ -Containing Co-base Superalloys. In: *Acta Materialia* 89 (2015), 423–437.
- [83] S. K. Makineni, A. Kumar, M. Lenz, P. Kontis, T. Meiners, C. Zenk, S. Zaeferrer, G. Eggeler, S. Neumeier, E. Spiecker, D. Raabe und B. Gault: On the Diffusive Phase Transformation Mechanism Assisted by Extended Dislocations during Creep of a Single Crystal CoNi-based Superalloy. In: *Acta Materialia* 155 (2018), 362–371.
- [84] T. M. Smith, B. D. Esser, B. Good, M. S. Hooshmand, G. B. Viswanathan, C. M. F. Rae, M. Ghazisaeidi, D. W. McComb und M. J. Mills: Segregation and Phase Transformations Along Superlattice Intrinsic Stacking Faults in Ni-Based Superalloys. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 49.9 (2018), 4186–4198.
- [85] Y. Eggeler, J. Müller, M. Titus, A. Suzuki, T. Pollock und E. Spiecker: Planar Defect Formation in the  $\gamma'$  Phase during High Temperature Creep in Single Crystal CoNi-base Superalloys. In: *Acta Materialia* 113 (2016), 335–349.

- [86] M. Lenz, Y. M. Eggeler, J. Müller, C. H. Zenk, N. Volz, P. Wollgramm, G. Eggeler, S. Neumeier, M. Göken und E. Spiecker: Tension/Compression Asymmetry of a Creep Deformed Single Crystal Co-base Superalloy. In: *Acta Materialia* 166 (2019), 597–610.
- [87] R. K. Rhein, P. G. Callahan, S. P. Murray, J.-C. Stinville, M. S. Titus, A. Van der Ven und T. M. Pollock: Creep Behavior of Quinary  $\gamma'$ -Strengthened Co-Based Superalloys. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 49.9 (2018), 4090–4098.
- [88] N. Volz, C. Zenk, N. Karpstein, M. Lenz, E. Spiecker, M. Göken und S. Neumeier: Creep Properties and Deformation Mechanisms of Single-Crystalline  $\gamma'$ -Strengthened Superalloys in Dependence of the Co/Ni Ratio. In: *Philosophical Magazine* 102.8 (2022), 718–744.
- [89] S. K. Makineni, M. Lenz, S. Neumeier, E. Spiecker, D. Raabe und B. Gault: Elemental Segregation to Antiphase Boundaries in a Crept CoNi-based Single Crystal Superalloy. In: *Scripta Materialia* 157 (2018), 62–66.
- [90] D. Barba, S. Pedrazzini, A. Vilalta-Clemente, A. Wilkinson, M. Moody, P. Bagot, A. Jérusalem und R. Reed: On the Composition of Microtwins in a Single Crystal Nickel-Based Superalloy. In: *Scripta Materialia* 127 (2017), 37–40.
- [91] M. Kolbe: The High Temperature Decrease of the Critical Resolved Shear Stress in Nickel-Base Superalloys. In: *Materials Science and Engineering: A* 319–321 (2001), 383–387.
- [92] G. Viswanathan, P. Sarosi, M. Henry, D. Whitis, W. Milligan und M. Mills: Investigation of Creep Deformation Mechanisms at Intermediate Temperatures in René 88 DT. In: *Acta Materialia* 53.10 (2005), 3041–3057.
- [93] G. B. Viswanathan, S. Karthikeyan, P. M. Sarosi, R. R. Unocic und M. J. Mills: Microtwinning during Intermediate Temperature Creep of Polycrystalline Ni-based Superalloys: Mechanisms and Modelling. In: *Philosophical Magazine* 86.29–31 (2006), 4823–4840.
- [94] D. Barba, E. Alabort, S. Pedrazzini, D. Collins, A. Wilkinson, P. Bagot, M. Moody, C. Atkinson, A. Jérusalem und R. Reed: On the Microtwinning Mechanism in a Single Crystal Superalloy. In: *Acta Materialia* 135 (2017), 314–329.

- [95] T. Smith, Y. Rao, Y. Wang, M. Ghazisaeidi und M. Mills: Diffusion Processes during Creep at Intermediate Temperatures in a Ni-based Superalloy. In: *Acta Materialia* 141 (2017), 261–272.
- [96] L. P. Freund, O. M. Messé, J. S. Barnard, M. Göken, S. Neumeier und C. M. Rae: Segregation Assisted Microtwinning during Creep of a Polycrystalline  $L_{12}$ -Hardened Co-base Superalloy. In: *Acta Materialia* 123 (2017), 295–304.
- [97] P. A. Flinn: Theory of Deformation in Superlattices. In: *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers* 218.1 (1960), 145–154.
- [98] P. Veyssi re und G. Saada: Chapter 53 Microscopy and Plasticity of the  $L_{12}$   $\gamma$  Phase. In: *Dislocations in Solids*. Hrsg. von F. Nabarro und M. Duesbery. Bd. 10. Elsevier, 1996, 253–441.
- [99] Y. Mishima, S. Ochiai, M. Yodogawa und T. Suzuki: Mechanical Properties of  $Ni_3Al$  with Ternary Addition of Transition Metal Elements. In: *Transactions of the Japan Institute of Metals* 27.1 (1986), 41–50.
- [100] Y. Oya-Seimiya, T. Shinoda und T. Suzuki: Low Temperature Strength Anomaly of  $L_{12}$  Type Intermetallic Compounds  $Co_3Ti$  and  $Pt_3Al$ . In: *Materials Transactions, JIM* 37.9 (1996), 1464–1470.
- [101] T. Takasugi, S. Hirakawa, O. Izumi, S. Ono und S. Watanabe: Plastic Flow of  $Co_3Ti$  Single Crystals. In: *Acta Metallurgica* 35.8 (1987), 2015–2026.
- [102] Y. Liu, T. Takasugi, O. Izumi und T. Takahashi: TEM Investigation on Dislocation Dissociation and Planar Faults in Deformed  $(Co,Ni)_3Ti$  Single Crystal. In: *Acta Metallurgica* 36.11 (1988), 2959–2966.
- [103] Y. Liu, T. Takasugi, O. Izumi und T. Takahashi: TEM Investigation of Dislocation Dissociation in  $L_{12}$ -Type  $Co_{74}Ni_3Ti_{23}$  Single Crystals II. The Influence of the Deformation Temperature. In: *Philosophical Magazine A* 59.2 (1989), 437–454.
- [104] G. Tichy, V. Vitek und D. P. Pope: Core Structure and Motion of  $\langle 110 \rangle$  Screw Dislocations in  $L_{12}$  Alloys with Unstable Antiphase Boundaries on  $\{111\}$  Planes. In: *Philosophical Magazine A* 53.4 (1986), 467–484.

- [105] M. Yamaguchi, V. Paidar, D. P. Pope und V. Vitek: Dissociation and Core Structure of  $\langle 110 \rangle$  Screw Dislocations in  $L_{12}$  Ordered Alloys I. Core Structure in an Unstressed Crystal. In: *Philosophical Magazine A* 45.5 (1982), 867–882.
- [106] V. Vitek und V. Paidar: Non-Planar Dislocation Cores: A Ubiquitous Phenomenon Affecting Mechanical Properties of Crystalline Materials. In: *Dislocations in solids* 14 (2008), 439–514.
- [107] P. Hazzledine, M. Yoo und Y. Sun: The Geometry of Glide in  $Ni_3Al$  at Temperatures above the Flow Stress Peak. In: *Acta Metallurgica* 37.12 (1989), 3235–3244.
- [108] M. A. Crimp: HREM Examination of  $[101]$  Screw Dislocations in  $Ni_3Al$ . In: *Philosophical Magazine Letters* 60.2 (1989), 45–50.
- [109] D. Wee, D. Pope und V. Vitek: Plastic Flow of  $Pt_3Al$  Single Crystals. In: *Acta Metallurgica* 32.6 (1984), 829–836.
- [110] Z. M. T. Chin, N. L. Okamoto und H. Inui: Effects of Alloying Elements on the Temperature Dependence of Yield Stress in  $L_{12}$ - $Co_3(Al,W)$ . In: *MRS Online Proceedings Library* 1760.1 (2014), 25–30.
- [111] R. A. MacKay und R. D. Maier: The Influence of Orientation on the Stress Rupture Properties of Nickel-Base Superalloy Single Crystals. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 13.10 (1982), 1747–1754.
- [112] P. Caron, T. Khan, Y. Ohta und Y. G. Nakagawa: Creep Deformation Anisotropy in Single Crystal Superalloys. In: *Superalloys 1988* (1988), 215–224.
- [113] P. Caron, T. Khan und Y. Nakagawa: Effect of Orientation on the Intermediate Temperature Creep Behaviour of Ni-base Single Crystal Superalloys. In: *Scripta Metallurgica* 20.4 (1986), 499–502.
- [114] P. Nörtershäuser, J. Frenzel, A. Ludwig, K. Neuking und G. Eggeler: The Effect of Cast Microstructure and Crystallography on Rafting, Dislocation Plasticity and Creep Anisotropy of Single Crystal Ni-base Superalloys. In: *Materials Science and Engineering: A* 626 (2015), 305–312.

- [115] G. J. S. Higginbotham: From Research to Cost-Effective Directional Solidification and Single-Crystal Production – an Integrated Approach. In: *Materials Science and Technology* 2.5 (1986), 442–460.
- [116] A. F. Giamei: *Deformation and Fracture of Advanced Anisotropic Superalloys*. Pratt and Whitney Aircraft Group East Hartford Conn, 1979.
- [117] P. Nörtershäuser: *Anisotropes Kriechen Der Einkristallinen Nickelbasis-Superlegierung LEK94 Um 1000°C*. Ruhr-Universität Bochum, Dissertation, 2013.
- [118] C. Carry und J. Strudel: Apparent and Effective Creep Parameters in Single Crystals of a Nickel Base Superalloy—II. Secondary Creep. In: *Acta Metallurgica* 26.5 (1978), 859–870.
- [119] R. A. MacKay und L. J. Ebert: The Development of  $\gamma$ - $\gamma'$  Lamellar Structures in a Nickel-Base Superalloy during Elevated Temperature Mechanical Testing. In: *Metallurgical Transactions A* 16.11 (1985), 1969–1982.
- [120] R. A. MacKay und L. J. Ebert: The Development of Directional Coarsening of the  $\gamma'$  Precipitate in Superalloy Single Crystals. In: *Scripta Metallurgica* 17.10 (1983), 1217–1222.
- [121] A. Pineau: Influence of Uniaxial Stress on the Morphology of Coherent Precipitates during Coarsening—Elastic Energy Considerations. In: *Acta Metallurgica* 24.6 (1976), 559–564.
- [122] P. Caron und T. Khan: Improvement of Creep Strength in a Nickel-Base Single-Crystal Superalloy by Heat Treatment. In: *Materials Science and Engineering* 61.2 (1983), 173–184.
- [123] M. Kamaraj, C. Mayr, M. Kolbe und G. Eggeler: On the Influence of Stress State on Rafting in the Single Crystal Superalloy CMSX-6 under Conditions of High Temperature and Low Stress Creep. In: *Scripta Materialia* 38.4 (1998), 589–594.
- [124] M. Véron, Y. Bréchet und F. Louchet: Directional Coarsening of Ni-based Superalloys: Computer Simulation at the Mesoscopic Level. In: *Acta Materialia* 44.9 (1996), 3633–3641.
- [125] R. C. Reed, N. Matan, D. C. Cox, M. A. Rist und C. M. F. Rae: Creep of CMSX-4 Superalloy Single Crystals: Effects of Rafting at High Temperature. In: *Acta Materialia* 47.12 (1999), 3367–3381.

- [126] T. Pollock und A. Argon: Directional Coarsening in Nickel-Base Single Crystals with High Volume Fractions of Coherent Precipitates. In: *Acta Metallurgica et Materialia* 42.6 (1994), 1859–1874.
- [127] L. Agudo Jácome, P. Nörtershäuser, J.-K. Heyer, A. Lahni, J. Frenzel, A. Dlouhy, C. Somsen und G. Eggeler: High-Temperature and Low-Stress Creep Anisotropy of Single-Crystal Superalloys. In: *Acta Materialia* 61.8 (2013), 2926–2943.
- [128] J. K. Tien und S. M. Copley: The Effect of Orientation and Sense of Applied Uniaxial Stress on the Morphology of Coherent  $\gamma'$  Precipitates in Stress Annealed Nickel-Base Superalloy Crystals. In: *Metallurgical Transactions* 2.2 (1971), 543–553.
- [129] N. Matan, D. Cox, C. Rae und R. Reed: On the Kinetics of Rafting in CMSX-4 Superalloy Single Crystals. In: *Acta Materialia* 47.7 (1999), 2031–2045.
- [130] M. Nathal und L. Ebert: Gamma Prime Shape Changes during Creep of a Nickel-Base Superalloy. In: *Scripta Metallurgica* 17.9 (1983), 1151–1154.
- [131] N. Volz, F. Xue, C. Zenk, A. Bezold, S. Gabel, A. Subramanyam, R. Drautz, T. Hammerschmidt, S. Makineni, B. Gault, M. Göken und S. Neumeier: Understanding Creep of a Single-Crystalline Co-Al-W-Ta Superalloy by Studying the Deformation Mechanism, Segregation Tendency and Stacking Fault Energy. In: *Acta Materialia* 214 (2021), 117019.
- [132] M. Probst-Hein, A. Dlouhy und G. Eggeler: Interface Dislocations in Superalloy Single Crystals. In: *Acta Materialia* 47.8 (1999), 2497–2510.
- [133] R. D. Field, T. M. Pollock und W. H. Murphy: *The Development of  $\gamma/\gamma'$  Interfacial Dislocation Networks during Creep in Ni-base Superalloys*. In: *Superalloys 1992*. Metals and Materials Society, 1992, 557.
- [134] R. Keller, H. Maier und H. Mughrabi: Characterization of Interfacial Dislocation Networks in a Creep-Deformed Nickel-Base Superalloy. In: *Scripta Metallurgica et Materialia* 28.1 (1993), 23–28.

- [135] G. Eggeler und A. Dlouhy: On the Formation of  $\langle 010 \rangle$ -Dislocations in the  $\gamma'$ -Phase of Superalloy Single Crystals during High Temperature Low Stress Creep. In: *Acta Materialia* 45.10 (1997), 4251–4262.
- [136] R. Srinivasan, G. Eggeler und M. Mills:  $\gamma'$ -Cutting as Rate-Controlling Recovery Process during High-Temperature and Low-Stress Creep of Superalloy Single Crystals. In: *Acta Materialia* 48.20 (2000), 4867–4878.
- [137] T. Link, A. Epishin, M. Klaus, U. Brückner und A. Reznicek:  $\langle 100 \rangle$  Dislocations in Nickel-Base Superalloys: Formation and Role in Creep Deformation. In: *Materials Science and Engineering: A* 405.1-2 (2005), 254–265.
- [138] L. Agudo Jácome, P. Nörtershäuser, C. Somsen, A. Dlouhý und G. Eggeler: On the Nature of  $\gamma'$  Phase Cutting and Its Effect on High Temperature and Low Stress Creep Anisotropy of Ni-base Single Crystal Superalloys. In: *Acta Materialia* 69 (2014), 246–264.
- [139] S. Hafez Haghighat, G. Eggeler und D. Raabe: Effect of Climb on Dislocation Mechanisms and Creep Rates in  $\gamma'$ -Strengthened Ni-base Superalloy Single Crystals: A Discrete Dislocation Dynamics Study. In: *Acta Materialia* 61.10 (2013), 3709–3723.
- [140] A. Parsa, P. Wollgramm, H. Buck, A. Kostka, C. Somsen, A. Dlouhy und G. Eggeler: Ledges and Grooves at  $\gamma/\gamma'$  Interfaces of Single Crystal Superalloys. In: *Acta Materialia* 90 (2015), 105–117.
- [141] W. Schneider, H. Mughrabi und J. Hammer: *Creep Deformation and Rupture Behavior of the Monocrystalline Superalloy CMSX-4—A Comparison with the Alloy SRR 99*. In: *Superalloys 1992*. 1992.
- [142] W. Schneider: *Hochtemperaturkriechverhalten Und Mikrostruktur Der Einkristallinen Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4 Bei Temperaturen von 800°C Bis 1100°C*. Dissertation, 1993.
- [143] X. Wu, P. Wollgramm, C. Somsen, A. Dlouhy, A. Kostka und G. Eggeler: Double Minimum Creep of Single Crystal Ni-base Superalloys. In: *Acta Materialia* 112 (2016), 242–260.
- [144] T. Link und M. Feller-Kniepmeier: Shear Mechanisms of the  $\gamma'$  Phase in Single-Crystal Superalloys and Their Relation to Creep. In: *Metallurgical Transactions A* 23.1 (1992), 99–105.

- [145] V. Sass, U. Glatzel und M. Feller-Kniepmeier: Anisotropic Creep Properties of the Nickel-Base Superalloy CMSX-4. In: *Acta Materialia* 44.5 (1996), 1967–1977.
- [146] V. Sass, U. Glatzel und M. Feller-Kniepmeier: Creep Anisotropy in the Monocrystalline Nickel-Base Superalloy CMSX-4. In: *Superalloys 1996*. TMS, 1996, 283–290.
- [147] M. Feller-Kniepmeier und T. Link: Dislocation Structures in  $\gamma$ - $\gamma'$  Interfaces of the Single-Crystal Superalloy SRR99 after Annealing and High Temperature Creep. In: *Materials Science and Engineering: A* 113 (1989), 191–195.
- [148] C. Carry und J. Strudel: Apparent and Effective Creep Parameters in Single Crystals of a Nickel Base Superalloy—I Incubation Period. In: *Acta Metallurgica* 25.7 (1977), 767–777.
- [149] H. Mughrabi: Microstructural Aspects of High Temperature Deformation of Monocrystalline Nickel Base Superalloys: Some Open Problems. In: *Materials Science and Technology* 25.2 (2009), 191–204.
- [150] E. Fleischmann, C. Konrad, J. Preußner, R. Völkl, E. Affeldt und U. Glatzel: Influence of Solid Solution Hardening on Creep Properties of Single-Crystal Nickel-Based Superalloys. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 46.3 (2015), 1125–1130.
- [151] Z. Zhu, H. Basoalto, N. Warnken und R. Reed: A Model for the Creep Deformation Behaviour of Nickel-Based Single Crystal Superalloys. In: *Acta Materialia* 60.12 (2012), 4888–4900.
- [152] J. Y. Buffiere und M. Ignat: A Dislocation Based Criterion for the Raft Formation in Nickel-Based Superalloys Single Crystals. In: *Acta metallurgica et materialia* 43.5 (1995), 1791–1797.
- [153] A. Fredholm und J. L. Strudel: On the Creep Resistance of Some Nickel Base Single Crystals. In: *Superalloys 1984* (1984), 211–220.
- [154] M. Nathal, R. Mackay und R. Garlick: Temperature Dependence of  $\gamma$ - $\gamma'$  Lattice Mismatch in Nickel-base Superalloys. In: *Materials Science and Engineering* 75.1 (1985), 195–205.
- [155] U. Tetzlaff und H. Mughrabi: *Enhancement of the High-Temperature Tensile Creep Strength of Monocrystalline Nickel-Base Superalloys by Pre-Rafting in Compression*. In: *Superalloys 2000*. 2000.

- [156] H. Mughrabi, W. Schneider, V. Sass und C. Lang: The Effect of Raft Formation on the High-Temperature Creep Deformation Behaviour of the Monocrystalline Nickel-Base Superalloy CMSX-4. In: *Strength of Materials. ICSMA 10* (1994), 705–708.
- [157] M. Ott und H. Mughrabi: Dependence of the High-Temperature Low-Cycle Fatigue Behaviour of the Monocrystalline Nickel-Base Superalloys CMSX-4 and CMSX-6 on the  $\gamma/\gamma'$ -Morphology. In: *Materials Science and Engineering: A* 272.1 (1999), 24–30.
- [158] J. He, C. H. Zenk, X. Zhou, S. Neumeier, D. Raabe, B. Gault und S. K. Makineni: On the Atomic Solute Diffusional Mechanisms during Compressive Creep Deformation of a Co-Al-W-Ta Single Crystal Superalloy. In: *Acta Materialia* 184 (2020), 86–99.
- [159] T. M. Smith, B. D. Esser, N. Antolin, A. Carlsson, R. E. A. Williams, A. Wessman, T. Hanlon, H. L. Fraser, W. Windl, D. W. McComb und M. J. Mills: Phase Transformation Strengthening of High-Temperature Superalloys. In: *Nature Communications* 7.1 (2016).
- [160] G. Viswanathan, R. Shi, A. Genc, V. Vorontsov, L. Kovarik, C. Rae und M. Mills: Segregation at Stacking Faults within the  $\gamma'$  Phase of Two Ni-base Superalloys Following Intermediate Temperature Creep. In: *Scripta Materialia* 94 (2015), 5–8.
- [161] D. Barba, T. M. Smith, J. Miao, M. J. Mills und R. C. Reed: Segregation-Assisted Plasticity in Ni-Based Superalloys. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 49.9 (2018), 4173–4185.
- [162] C. Atkinson: The Growth Kinetics of Individual Ledges during Solid-Solid Phase Transformations. In: *Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences* 378.1774 (1981), 351–368.
- [163] R. Lagneborg und B. Bergman: The Stress/Creep Rate Behaviour of Precipitation-Hardened Alloys. In: *Metal Science* 10.1 (1976), 20–28.
- [164] B. Reppich, M. Heilmaier, K. Liebig, G. Schumann, K.-D. Stein und T. Woller: Microstructural Modelling of the Creep Behaviour of Particle-Strengthened Superalloys. In: *Steel Research* 61.6 (1990), 251–257.
- [165] R. Lagneborg: Recovery Creep in Materials Hardened by a Second Phase. In: *Journal of Materials Science* 3.6 (1968), 596–602.

- [166] P. W. Davies, G. Nelves, K. R. Williams und B. Wilshire: Stress-Change Experiments during High-Temperature Creep of Copper, Iron, and Zinc. In: *Metal Science Journal* 7.1 (1973), 87–92.
- [167] F. H. Norton: *The Creep of Steel at High Temperatures*. 35. McGraw-Hill Book Company, Incorporated, 1929.
- [168] B. Ilshner: *Hochtemperatur-Plastizität*. Berlin Heidelberg New York: Springer-Verlag, 1973.
- [169] O. D. Sherby und P. M. Burke: Mechanical Behavior of Crystalline Solids at Elevated Temperature. In: *Progress in Materials Science* 13 (1968), 323–390.
- [170] R. Lagneborg: Bypassing of Dislocations Past Particles by a Climb Mechanism. In: *Scripta Metallurgica* 7.6 (1973), 605–613.
- [171] A. Bezold, N. Volz, F. Xue, C. H. Zenk, S. Neumeier und M. Göken: On the Precipitation-Strengthening Contribution of the Ta-Containing  $\text{Co}_3(\text{Al}, \text{W})$ -Phase to the Creep Properties of  $\gamma/\gamma'$  Cobalt-Base Superalloys. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 51.4 (2020), 1567–1574.
- [172] W. Blum und B. Reppich: On the Stress Dependence of the Stationary Deformation Rate. In: *Acta Metallurgica* 17.8 (1969), 959–966.
- [173] R. Labusch: A Statistical Theory of Solid Solution Hardening. In: *physica status solidi (b)* 41.2 (1970), 659–669.
- [174] L. Gypen und A. Deruyttere: Multi-Component Solid Solution Hardening - Part 1 Proposed Model. In: *Journal of Materials Science* 12.5 (1977), 1028–1033.
- [175] L. Gypen und A. Deruyttere: Multi-Component Solid Solution Hardening - Part 2 Agreement with Experimental Results. In: *Journal of Materials Science* 12.5 (1977), 1034–1038.
- [176] C. Varvenne, A. Luque und W. A. Curtin: Theory of Strengthening in Fcc High Entropy Alloys. In: *Acta Materialia* 118 (2016), 164–176.
- [177] E. Galindo-Nava, L. Connor und C. Rae: On the Prediction of the Yield Stress of Unimodal and Multimodal  $\gamma'$  Nickel-base Superalloys. In: *Acta Materialia* 98 (2015), 377–390.

- [178] M. Schneider und G. Laplanche: Effects of Temperature on Mechanical Properties and Deformation Mechanisms of the Equiatomic CrFeNi Medium-Entropy Alloy. In: *Acta Materialia* 204 (2021), 116470.
- [179] R. Fleischer: Substitutional Solution Hardening. In: *Acta Metallurgica* 11.3 (1963), 203–209.
- [180] G. Alers, J. Neighbours und H. Sato: Temperature Dependent Magnetic Contributions to the High Field Elastic Constants of Nickel and an Fe-Ni Alloy. In: *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 13.1 (1960), 40–55.
- [181] W. Betteridge: The Properties of Metallic Cobalt. In: *Progress in Materials Science* 24 (1980), 51–142.
- [182] N. Volz, F. Xue, A. Bezold, C. H. Zenk, S. G. Fries, J. Schreuer, S. Neumeier und M. Göken: Design of a Co–Al–W–Ta Alloy Series with Varying  $\gamma'$  Volume Fraction and Their Thermophysical Properties. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 52.9 (2021), 3931–3944.
- [183] C. H. Zenk, S. Neumeier, N. M. Engl, S. G. Fries, O. Dolotko, M. Weiser, S. Virtanen und M. Göken: Intermediate Co/Ni-base Model Superalloys — Thermophysical Properties, Creep and Oxidation. In: *Scripta Materialia* 112 (2016), 83–86.
- [184] N. Volz, C. H. Zenk, R. Cherukuri, T. Kalfhaus, M. Weiser, S. K. Makineni, C. Betzing, M. Lenz, B. Gault, S. G. Fries, J. Schreuer, R. Vaßen, S. Virtanen, D. Raabe, E. Spiecker, S. Neumeier und M. Göken: Thermophysical and Mechanical Properties of Advanced Single Crystalline Co-base Superalloys. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 49.9 (2018), 4099–4109.
- [185] P. W. Bridgman: Certain Physical Properties of Single Crystals of Tungsten, Antimony, Bismuth, Tellurium, Cadmium, Zinc, and Tin. In: *Proceedings of the American Academy of Arts and Sciences* 60.6 (1925), 305.
- [186] 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), 671–675.

- [187] J. Schindelin, I. Arganda-Carreras, E. Frise, V. Kaynig, M. Longair, T. Pietzsch, S. Preibisch, C. Rueden, S. Saalfeld, B. Schmid, J.-Y. Tinevez, D. J. White, V. Hartenstein, K. Eliceiri, P. Tomancak und A. Cardona: Fiji: An Open-Source Platform for Biological-Image Analysis. In: *Nature Methods* 9.7 (2012), 676–682.
- [188] J. MacSleyne, J. Simmons und M. De Graef: On the Use of 2-D Moment Invariants for the Automated Classification of Particle Shapes. In: *Acta Materialia* 56.3 (2008), 427–437.
- [189] S. Giese, A. Bezold, M. Pröbstle, A. Heckl, S. Neumeier und M. Göken: The Importance of Diffusivity and Partitioning Behavior of Solid Solution Strengthening Elements for the High Temperature Creep Strength of Ni-Base Superalloys. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 51.12 (2020), 6195–6206.
- [190] V. Caccuri, J. Cormier und R. Desmorat:  $\gamma'$ -Rafting Mechanisms under Complex Mechanical Stress State in Ni-based Single Crystalline Superalloys. In: *Materials & Design* 131 (2017), 487–497.
- [191] P. Wollgramm, D. Bürger, A. B. Parsa, K. Neuking und G. Eggeler: The Effect of Stress, Temperature and Loading Direction on the Creep Behaviour of Ni-base Single Crystal Superalloy Miniature Tensile Specimens. In: *Materials at High Temperatures* 33.4-5 (2016), 346–360.
- [192] P. R. Wollgramm: *Anisotropie des einachsigen Kriechens einkristalliner Superlegierungen im Temperaturbereich von 720°C bis 1080°C*. Ruhr-Universität Bochum, Dissertation, 2017.
- [193] G. Mälzer: *Mechanische Und Mikrostrukturelle Untersuchungen Zum Kriechverhalten Der Einkristallinen Superlegierung LEK94 Bei Temperaturen Um 1000°C Unter Verwendung Einer Minikriechprobe*. Ruhr-Universität Bochum, Dissertation, 2006.
- [194] J. E. Saal und C. Wolverton: Thermodynamic Stability of Co–Al–W  $L_{12}\gamma'$ . In: *Acta Materialia* 61.7 (2013), 2330–2338.
- [195] Y. Tsukamoto, S. Kobayashi und T. Takasugi: The Stability of  $\gamma'$ -Co<sub>3</sub>(Al,W) Phase in Co–Al–W Ternary System. In: *Materials Science Forum* 654–656 (2010), 448–451.

- [196] E. A. Lass, M. E. Williams, C. E. Campbell, K.-W. Moon und U. R. Kattner:  $\gamma'$  Phase Stability and Phase Equilibrium in Ternary Co-Al-W at 900 °C. In: *Journal of Phase Equilibria and Diffusion* 35.6 (2014), 711–723.
- [197] M. Tsunekane, A. Suzuki und T. M. Pollock: Single-Crystal Solidification of New Co-Al-W-base Alloys. In: *Intermetallics* 19.5 (2011), 636–643.
- [198] C. Zenk, S. Neumeier, H. Stone und M. Göken: Mechanical Properties and Lattice Misfit of  $\gamma/\gamma'$  Strengthened Co-base Superalloys in the Co-W-Al-Ti Quaternary System. In: *Intermetallics* 55 (2014), 28–39.
- [199] P. Beardmore: On the Temperature Dependence of the Flow Stress of Nickel-Base Alloys. In: *Trans. AIME* 245 (1969), 1537.
- [200] T. Murakumo, T. Kobayashi, Y. Koizumi und H. Harada: Creep Behaviour of Ni-base Single-Crystal Superalloys with Various  $\gamma'$  Volume Fraction. In: *Acta Materialia* 52.12 (2004), 3737–3744.
- [201] T. Murakumo, Y. Koizumi, K. Kobayashi und H. Harada: Creep Strength of Ni-base Single-Crystal Superalloys on the  $\gamma/\gamma'$  Tie Line. In: *Superalloys 2004 (Tenth International Symposium)*. Superalloys 2004. 2004, 155–162.
- [202] G. A. Webster und B. J. Pearcey: An Interpretation of the Effects of Stress and Temperature on the Creep Properties of a Nickel-Base Superalloy. In: *Metal Science Journal* 1.1 (1967), 97–104.
- [203] M. V. Nathal und L. J. Ebert: Elevated Temperature Creep-Rupture Behavior of the Single Crystal Nickel-Base Superalloy NASAIR 100. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 16.3 (1985), 427–439.
- [204] G. Mälzer, R. W. Hayes, T. Mack und G. Eggeler: Miniature Specimen Assessment of Creep of the Single-Crystal Superalloy LEK94 in the 1000°C Temperature Range. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 38.2 (2007), 314–327.
- [205] M. Heilmaier, J. Wunder, U. Böhm und B. Reppich: Application of the HAI-model to the Creep Behaviour of Particle Hardened Nickel-Base Superalloys. In: *Zeolites and related materials: Trends, targets and challenges* 7.1 (1996), 159–166.

- [206] F. Wilhelm, E. Affeldt, E. Fleischmann, U. Glatzel und J. Hammer: Modeling of the Deformation Behavior of Single Crystalline Nickel-based Superalloys under Thermal Mechanical Loading. In: *International Journal of Fatigue* 97 (2017), 1–8.
- [207] K. Kakehi: Tension/Compression Asymmetry in Creep Behavior of a Ni-based Superalloy. In: *Scripta Materialia* 41.5 (1999), 461–465.
- [208] N. Tsuno, S. Shimabayashi, K. Kakehi, C. M. F. Rae und R. C. Reed: Tension/Compression Asymmetry in Yield and Creep Strengths of Ni-based Superalloys. In: *Superalloys 2008* (2008), 433–442.
- [209] D. Knowles und S. Gunturi: The Role of  $\langle 112 \rangle \{111\}$  Slip in the Asymmetric Nature of Creep of Single Crystal Superalloy CMSX-4. In: *Materials Science and Engineering: A* 328.1 (2002), 223–237.
- [210] P. Lukáš, J. Čadek, V. Šustek und L. Kunz: Creep of CMSX-4 Single Crystals of Different Orientations in Tension and Compression. In: *Materials Science and Engineering: A* 208.2 (1996), 149–157.
- [211] A. Kirchmayer: *Systematische Untersuchung Der Verformungsmechanismen in Einer Einkristallinen Kobaltbasis-Superlegierung in Abhängigkeit Der Dehnrate*. FAU Erlangen-Nürnberg, Masterarbeit, 2018.
- [212] A. Bezold: *Härtungsbeitrag Der  $\gamma'$  Ausscheidungen Auf Die Kriech-eigenschaften von Kobaltbasis-Superlegierungen*. FAU Erlangen-Nürnberg, Bachelorarbeit, 2017.
- [213] S. Reichstein, S. Kraft und H. Mughrabi: Sequence of Distinct Microyielding Stages of the Monocrystalline Nickel-Base Superalloy CMSX-6 at High Temperatures. In: *International Journal of Materials Research* 100.4 (2009), 494–499.
- [214] H.-A. Kuhn, H. Biermann, T. Ungár und H. Mughrabi: An X-ray Study of Creep-Deformation Induced Changes of the Lattice Mismatch in the  $\gamma'$ -Hardened Monocrystalline Nickel-Base Superalloy SRR99. In: *Acta Metallurgica et Materialia* 39.11 (1991), 2783–2794.
- [215] S. Vollath: *Kriech-eigenschaften Einer  $\gamma/\gamma'$ -CoNi-Basis Superlegierung in Abhängigkeit Der Ausscheidungsgröße*. FAU Erlangen-Nürnberg, Bachelorarbeit, 2019.

- [216] I. M. Lifshitz und V. V. Slyozov: The Kinetics of Precipitation from Supersaturated Solid Solutions. In: *Journal of physics and chemistry of solids* 19.1-2 (1961), 35–50.
- [217] C. Wagner: Theorie Der Alterung von Niederschlägen Durch Umlösen (Ostwald-Reifung). In: *Zeitschrift für Elektrochemie, Berichte der Bunsengesellschaft für physikalische Chemie* 65.7-8 (1961), 581–591.
- [218] S. Neumeier: *Auswirkung von Rhenium Und Ruthenium Auf Die Mikrostruktur Und Das Hochtemperaturverformungsverhalten von Nickelbasis-Superlegierungen Der 4. Generation*. FAU Erlangen-Nürnberg, Dissertation, 2010.
- [219] M. V. Nathal: Effect of Initial  $\gamma'$  Size on the Elevated Temperature Creep Properties of Single Crystal Nickel Base Superalloys. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 18.11 (1987), 1961–1970.
- [220] W. Schneider und H. Mughrabi: *Investigation of the Creep and Rupture Behaviour Of the Single-Crystal Nickel-Base Superalloy CMSX-4 between 800°C and 1100°C*. In: *Proceedings of the 5th International Conference on "Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures"*. Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures. 1993, 209–220.
- [221] A. Bezold: Bisher Unveröffentlichte Ergebnisse. 2021.
- [222] J. Van Sluytman und T. Pollock: Optimal Precipitate Shapes in Nickel-Base  $\gamma$ - $\gamma'$  Alloys. In: *Acta Materialia* 60.4 (2012), 1771–1783.
- [223] A. Ardell: The Effect of Volume Fraction on Particle Coarsening: Theoretical Considerations. In: *Acta Metallurgica* 20.1 (1972), 61–71.
- [224] M. Fährmann, P. Fratzl, O. Paris, E. Fährmann und W. C. Johnson: Influence of Coherency Stress on Microstructural Evolution in Model Ni-Al-Mo Alloys. In: *Acta Metallurgica et Materialia* 43.3 (1995), 1007–1022.
- [225] A. F. Giamei und D. L. Anton: Rhenium Additions to a Ni-base Superalloy: Effects on Microstructure. In: *Metallurgical transactions A* 16.11 (1985), 1997–2005.
- [226] S. Babu, M. Miller, J. Vitek und S. David: Characterization of the Microstructure Evolution in a Nickel Base Superalloy during Continuous Cooling Conditions. In: *Acta Materialia* 49.20 (2001), 4149–4160.

- [227] S. Tang, L. Ning, T. Xin und Z. Zheng: Coarsening Behavior of  $\gamma'$  Precipitates in a Nickel Based Single Crystal Superalloy. In: *Journal of Materials Science & Technology* 32.2 (2016), 172–176.
- [228] C. Fu, R. Reed, A. Janotti und M. Kremar: *On the Diffusion of Alloying Elements in the Nickel-Base Superalloys*. In: *Superalloys 2004*. TMS, 2004, 867–876.
- [229] Y.-W. Cui, G. Xu, R. Kato, X.-G. Lu, R. Kainuma und K. Ishida: Interdiffusion and Atomic Mobility for Face-Centered Cubic (FCC) Co-W Alloys. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 44.4 (2013), 1621–1625.
- [230] A. Mottura, A. Janotti und T. M. Pollock: A First-Principles Study of the Effect of Ta on the Superlattice Intrinsic Stacking Fault Energy of  $L_{12}$ - $Co_3(Al,W)$ . In: *Intermetallics* 28 (2012), 138–143.
- [231] A. Mottura, A. Janotti und T. M. Pollock: *Alloying Effects in the  $\gamma'$  Phase of Co-based Superalloys*. In: *Superalloys 2012 (Twelfth International Symposium)*. Superalloys 2012. TMS, 2012, 685–693.
- [232] M. Lenz, M. Wu und E. Spiecker: Segregation-Assisted Climb of Frank Partial Dislocations: An Alternative Route to Superintrinsic Stacking Faults in  $L_{12}$ -Hardened Superalloys. In: *Acta Materialia* 191 (2020), 270–279.
- [233] D.-W. Chung, D. S. Ng und D. C. Dunand: Influence of  $\gamma'$ -Raft Orientation on Creep Resistance of Monocrystalline Co-based Superalloys. In: *Materialia* 12 (2020), 100678.
- [234] N. Matan, D. Cox, P. Carter, M. Rist, C. Rae und R. Reed: Creep of CMSX-4 Superalloy Single Crystals: Effects of Misorientation and Temperature. In: *Acta Materialia* 47.5 (1999), 1549–1563.
- [235] C. Lall, S. Chin und D. P. Pope: The Orientation and Temperature Dependence of the Yield Stress of  $Ni_3(Al, Nb)$  Single Crystals. In: *Metallurgical Transactions A* 10.9 (1979), 1323–1332.
- [236] A. Nitz, U. Lagerpusch und E. Nembach: CRSS Anisotropy and Tension/Compression Asymmetry of a Commercial Superalloy. In: *Acta Materialia* 46.13 (1998), 4769–4779.
- [237] D. M. Shah und D. N. Duhl: Effect of Minor Elements on the Deformation Behavior of Nickel-Base Superalloys. In: *Superalloys 1988* (1988), 693–702.

- [238] O. Nagel: *Mechanische Eigenschaften Der Einkristallinen Kobalt-basisüberlegierung ERBOCo-1 Mit Fokus Auf Den Niedrigtemperaturbereich*. FAU Erlangen-Nürnberg, Bachelorarbeit, 2018.
- [239] L. Freund: *Mikrostrukturelle Und Mechanische Charakterisierung von Polykristallinen Ausscheidungsgehärteten Co-Basis Superlegierungen Unter Besonderer Berücksichtigung Der Verformungsmechanismen*. FAU Erlangen-Nürnberg, Dissertation, 2019.
- [240] M. Kuglstätter: *Einfluss von Chrom Auf Die Mechanischen Eigenschaften Ausscheidungsgehärteter Superlegierungen in Abhängigkeit Des Kobalt- Und Nickelgehalts*. FAU Erlangen-Nürnberg, Masterarbeit, 2019.
- [241] R. Cahn und P. Haasen: *Physical Metallurgy*. North-Holland, Amsterdam, 1983.
- [242] D. A. Grose und G. S. Ansell: The Influence of Coherency Strain on the Elevated Temperature Tensile Behavior of Ni-15Cr-Al-Ti-Mo Alloys. In: *Metallurgical Transactions A* 12.9 (1981), 1631–1645.
- [243] R. Lowrie und A. M. Gonas: Single-Crystal Elastic Properties of Tungsten from 24° to 1800°C. In: *Journal of Applied Physics* 38.11 (1967), 4505–4509.
- [244] R. Hearmon: Temperature Dependence of the Elastic Constants of Aluminium. In: *Solid State Communications* 37.11 (1981), 915–918.
- [245] S. B. Palmer und E. W. Lee: The Elastic Constants of Chromium. In: *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics* 24.188 (1971), 311–318.
- [246] H. International: *Haynes188 Data Sheet*. R30188. Haynes International.
- [247] M.-X. Wang, H. Zhu, G.-J. Yang, K. Liu, J.-F. Li und L.-T. Kong: Solid-Solution Strengthening Effects in Binary Ni-based Alloys Evaluated by High-Throughput Calculations. In: *Materials & Design* 198 (2021), 109359.
- [248] I. Povstugar, C. H. Zenk, R. Li, P.-P. Choi, S. Neumeier, O. Dolotko, M. Hoelzel, M. Göken und D. Raabe: Elemental Partitioning, Lattice Misfit and Creep Behaviour of Cr-containing  $\gamma'$ -Strengthened Co-base Superalloys. In: *Materials Science and Technology* 32.3 (2016), 220–225.

- [249] S. L. Shang, C. L. Zacherl, H. Z. Fang, Y. Wang, Y. Du und Z. K. Liu: Effects of Alloying Element and Temperature on the Stacking Fault Energies of Dilute Ni-base Superalloys. In: *Journal of Physics: Condensed Matter* 24.50 (2012), 505403.
- [250] L. Singhal: Strengthening Mechanisms in  $\gamma'$  Hardened Nickel Base Alloys. In: *Scripta Metallurgica* 5.11 (1971), 959–964.
- [251] A. J. Ardell: Precipitation Hardening. In: *Metallurgical Transactions A* 16.12 (1985), 2131–2165.
- [252] B. A. Parker: *On the Contribution of Coherency Strains to the Strength of Alloys*. In: *Materials Science Forum*. Bd. 189. Trans Tech Publ, 1995, 347–352.
- [253] J.-L. Strudel: Chapter 25 - Mechanical Properties of Multiphase Alloys. In: *Physical Metallurgy (Fourth Edition)*. Hrsg. von R. W. Cahn und P. Haasen. Oxford: North-Holland, 1996, 2105–2206.
- [254] D. Crudden, A. Mottura, N. Warnken, B. Raeisia und R. Reed: Modelling of the Influence of Alloy Composition on Flow Stress in High-Strength Nickel-Based Superalloys. In: *Acta Materialia* 75 (2014), 356–370.
- [255] O. M. Horst: *Einfluss von Legierungszusammensetzung Und Mikrostruktur Auf Das Kriechverhalten Einkristalliner Nickelbasis-Superlegierungen*. Ruhr-Universität Bochum, Dissertation, 2020.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden mikrostrukturelle, chemische und thermo-mechanische Einflussfaktoren auf die mechanischen Eigenschaften von einkristallinen Co-Basis-Superlegierungen untersucht. Dafür wurden systematische Untersuchungen durchgeführt und die zu charakterisierenden Einflussfaktoren sukzessive variiert, sodass ein Einflussfaktor möglichst isoliert von anderen betrachtet werden konnte. Bei der Untersuchung einer Legierungsserie, bei der nur der  $\gamma'$  Ausscheidungsvolumenanteil, aber nicht die Phasenzusammensetzung variiert, wurde herausgefunden, dass der Härtingsbeitrag mit zunehmendem Ausscheidungsanteil steigt. Die Druck- und Druckkriechfestigkeit nimmt mit steigendem  $\gamma'$  Gehalt zu und erreicht sogar Festigkeitsbeiträge, die mit Ni-Basis-Superlegierungen vergleichbar sind. Dabei nimmt die Stabilität der zweiphasigen Mikrostruktur allerdings ab. An zwei multinären Legierungen wurde herausgefunden, dass die Größe der  $\gamma'$  Ausscheidungen einen signifikanten Einfluss auf die Kriechfestigkeit hat, deren Form und die Anordnung aber eher eine untergeordnete Rolle für das Verformungsverhalten spielen. Bei einer genaueren Charakterisierung des Kriechverhaltens mit doppeltem Dehnratenminimum wurde festgestellt, dass die gerichtete Vergrößerung einen großen Einfluss auf die Ausprägung und Lage der Minima hat, aber auch die Verformungsmechanismen und Segregation von Elementen an Planardefekte nicht außer Acht gelassen werden dürfen.

ISBN 978-3-96147-661-9



9 783961 476619