



Institut für Werkstoffe und Verfahren der Energietechnik
Institut 2: Werkstoffstruktur und -eigenschaften

Anwendungsgrenzen von modernen Nickelbasis-Superlegierungen in effusionsgekühlten Bauteilen zukünftiger Gasturbinen

Jürgen Johannes Klabbers-Heimann

Anwendungsgrenzen von modernen Nickelbasis-Superlegierungen in effusionsgekühlten Bauteilen zukünftiger Gasturbinen

Jürgen Johannes Klabbers-Heimann

Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 4067

ISSN 0944-2952

Institut für Werkstoffe und Verfahren der Energietechnik

Institut 2: Werkstoffstruktur und -eigenschaften Jül-4067

D82 (Diss., Aachen, RWTH, 2003)

Zu beziehen durch: Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek

D-52425 Jülich · Bundesrepublik Deutschland

☎ 02461/61-5220 · Telefax: 02461/61-6103 · e-mail: zb-publikation@fz-juelich.de

Anwendungsgrenzen von modernen Nickelbasis-Superlegierungen in effusionsgekühlten Bauteilen zukünftiger Gasturbinen

Das Verformungs- und Versagensverhalten von den Nickelbasis-Superlegierungen CMSX-4 und SX CM186LC, als einkristalline und als stängelkristalline Variante, wurde bei Temperaturen bis zu 1000°C bezüglich der Eigenschaften in Warmzugversuchen, Kriecheigenschaften und Ermüdungsverhalten verglichen. Dabei ist der Einfluss der Gefügeausbildung beider Werkstoffe auf diese Eigenschaften belegt worden. Von den beiden einkristallinen Werkstoffen CMSX-4 und CM186 LC unter höchster Temperaturbelastung (1000°C) im dehnungskontrollierten Zugversuch zeigten die Proben des Werkstoffs CMSX-4 höhere Festigkeitskennwerte als Proben aus SX CM186LC. Gefügeinhomogenitäten des Werkstoffes SX CM186LC begünstigen die Rissinitiierung und erklären das schlechtere Ermüdungsverhalten der Proben aus SX CM186LC. Das Risswachstum verläuft hauptsächlich in den interdendritischen Bereichen. Im Temperaturbereich von 750 bis 1000°C ist das Zeitstandverhalten von SX CM186LC im Vergleich zu CMSX-4 deutlich geringer. Die in isothermen Ermüdungsversuchen erzielten Lastspielzahlen der untersuchten Werkstoffe konnten deutlich die Vorteile der einkristallinen Variante gegenüber der stängelkristallinen Variante herausstellen. Für die Proben der einkristallinen Werkstoffe ist ein positiver Effekt der HVS-Beschichtung nachgewiesen worden. Der Unterschied in den Werkstoffeigenschaften der untersuchten Nickelbasis-Superlegierungen kann aus dem Vergleich des homogenen Gefüges von CMSX-4 mit dem des heterogenen Gefüges von SX CM186LC erklärt werden. Anhand der in dieser Arbeit durchgeführten isothermen Oxidationsversuche und den aus der Literatur vorliegenden Ergebnissen zum Oxidationsverhalten von CMSX-4 kann ein oxidatives Zuwachsen der Kühlkanäle (Bohrungen) in einem Temperaturbereich von 550 bis 1000°C nicht abgeleitet werden. Ein wesentlicher Schwerpunkt dieser Arbeit war die Erarbeitung der Versuchsführung und die Durchführung von „In-Situ“-Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop, die der Beschreibung von Mikrorissentstehung und Mikrorisswachstum von Rissen (<100 µm) ausgehend von lasergebohrten Kühlbohrungen dienten. Die Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop sind für die „In-situ“-Beobachtungen des Rissgeschehens, d.h. von Rissinitiierung und Risswachstum, bestens geeignet. Die hier weiterentwickelte Versuchsführung hat gezeigt, dass der Bohrlochgrund die Rissinitiierung mit hoher Wahrscheinlichkeit begünstigt, die Rissbildung senkrecht zur Hauptbelastungsrichtung auftritt und Risswachstum entlang senkrecht zur Hauptbelastung versetzt ausgerichteter Bohrlochreihen verläuft. Die in dieser Arbeit aufgeführten Ergebnisse wurden ausschließlich während der Versuchdurchführung „In-situ“ im Rasterelektronenmikroskop aufgenommen und stellen eine neuartige Versuchsmethodik dar. Zur Beschreibung des Werkstoffverhaltens können die erzielten Resultate herangezogen werden, die Einsatzgrenzen der untersuchten Werkstoffe für Bauteilkomponenten in modernen GUD-Kraftwerken mit Effusionskühlung zu beurteilen.

The range of application of modern Nickel-base-superalloys in effusion cooled components of advanced gas turbines

The deformation and damage behaviour of two nickel-base superalloys, CMSX-4 and SX CM186LC, have been investigated. Hot-tensile, tensile creep and low-cycle-fatigue tests have been performed on single crystal and directionally solidified variants at temperatures up to 1000°C to compare their tensile-, creep- and fatigue behaviour. The strength and fatigue properties of both materials were significantly influenced by their different microstructures.

Comparing the single crystal materials, CMSX-4 exhibited in strain rate controlled tensile tests (1000°C) higher strength properties than SX CM186LC. The heterogeneity of the microstructure development of SX CM186LC favoured crack initiation and explains the worse fatigue behaviour. Crack growth followed mainly in the interdendritic regions. In the temperature range of 750 to 1000°C, the creep resistance of SX CM186LC was lower than that of CMSX-4. In isothermal fatigue tests the advantage of the single crystal variants compared to the directionally solidified variants was demonstrated. Bond coating of MCrAlY on single crystal specimens seemed to have a positive effect on life time compared to directionally solidified variants. The difference in the materials behaviour could be clearly demonstrated by a comparison between the homogeneous microstructure of CMSX-4 and the heterogeneous microstructure of SX CM186LC. Based on some oxidation test results mentioned in the open literature together with isothermal oxidation tests carried out in a temperature range of 550 to 1000°C, CMSX-4 exhibited good oxidation resistance, which meant that the cooling channels (drillings) did not close up due to oxide scale formation.

Principally this work concentrated on the set-up and testing method for in-situ investigations in the scanning electron microscope (SEM). In-situ investigations in the SEM were carried out to obtain a description of micro-crack (smaller than 100 μ m) initiation and growth, starting from laser drilled cooling channels. The development of the SEM investigation showed that crack initiation started mainly at the base of the drilling, crack propagation appeared to be perpendicular to the main load stress direction and crack growth ran along the cooling channels located perpendicular to the main load. In-situ testing in the SEM represents a new testing method.

The results which described the material behaviour could be used in the evaluation of the operational limits of effusion cooled components in modern industrial gas turbines.

Inhaltsverzeichnis

1 EINLEITUNG UND PROBLEMSTELLUNG.....	1
2 WERKSTOFFE UND DEREN ANFORDERUNGSPROFIL IN MODERNEN GUD-KRAFTWERKEN	7
2.1 Entwicklung der hochfesten Nickelbasis-Superlegierungen.....	7
2.2 Brennkammer- und Schaufelwerkstoffe von Gasturbinen neuester Bauart.....	11
2.3 Wärmedämmschichtsysteme.....	14
2.3.1 Funktion, Einsatz und Werkstoffe für Wärmedämmschichtsysteme	14
2.3.2 Herstellung von Wärmedämmschichten	16
3 GRUNDLAGEN UND KENNTNISSTAND	18
3.1 Kriechverhalten.....	19
3.1.1 Einfluss der γ' -Ausscheidungen	19
3.1.2 Einfluss der Größe und Morphologie der γ' -Ausscheidungen	20
3.1.3 Einfluss der Kristallorientierung	22
3.2 Ermüdungsverhalten im Low-Cycle-Fatigue-Versuch.....	24
3.3 Bruchmechanische Kennwerte	28
3.3.1 Das K_I - und J-Integral-Konzept.....	29
3.4 Bruchmechanische Kennwerte bei hohen Temperaturen	32
3.4.1 Das C^* -Konzept	32
3.5 Angaben zur Schädigungsmechanik	33
3.5.1 Das "local-approach"-Konzept.....	33

3.6 Bruchmechanische Kennwerte bei zyklischer Beanspruchung	36
3.7 Mikrorisse in einkristallinen Superlegierungen.....	38
3.7.1 Einfluss der Temperatur	39
3.7.2 Einfluss des Umgebungsmediums	39
3.7.3 Einfluss der Mikrostruktur	40
3.7.4 "In-situ"-Untersuchungen.....	40
4 VERSUCHSDURCHFÜHRUNG UND EXPERIMENTELLE ARBEITEN	42
4.1 Probenwerkstoffe	42
4.1.1 CMSX-4	42
4.1.2 Chemische Analyse, Ausgangsgefüge und Wärmebehandlung	42
4.1.3 SX CM186LC	49
4.1.4 Chemische Analyse, Ausgangsgefüge und Wärmebehandlung	51
4.1.5 Homogenisierung und HIP-Behandlung	56
4.2 Angewandte Beschichtungsmethodik.....	59
4.3 Zugversuche.....	62
4.4 Zeitstandversuche	64
4.5 Low-Cycle-Fatigue-Versuche.....	64
4.6 "In-situ"-Beobachtungen im Rasterelektronenmikroskop.....	67
4.7 Isotherme Korrosionsversuche und Härtemessung.....	72
5 ERGEBNISSE UND DISKUSSION	74
5.1 Kennwerte aus dem Zugversuch	74

Inhaltsverzeichnis

5.2 Zeitstandverhalten	79
5.3 Finite-Element-Analysen	87
5.4 Ermüdungsverhalten	90
5.5 "In-situ"-Beobachtungen im Rasterelektronenmikroskop zum Rissgeschehen....	108
5.6 Isotherme Korrosionsversuche und Härtemessungen.....	115
6 ZUSAMMENFASSUNG.....	121
7 LITERATURVERZEICHNIS	124

1. Einleitung und Problemstellung

Der erste Einsatz von Gasturbinen in Flugtriebwerken und die Bereitstellung von Gasturbinen in der Kraftwerk-Industrie fand Ende der 30'er Jahre statt. Die Überlegenheit von Strahltriebwerken zur Erreichung hoher Geschwindigkeiten wurde im Zweiten Weltkrieg demonstriert und führte zu einer enormen Beschleunigung in der Gasturbinen- Entwicklung.

In den 70'er Jahren zeigte sich, dass, als das erste 50 MW Gasturbinen- Kraftwerk in Betrieb ging, ein großer Fortschritt auf Seiten der Effizienz und somit auch der industriellen Nutzbarkeit erreicht wurde. Damit wurde ein industrieller Einsatz interessant. Besonders wirkungsvoll wurde die Kombination von Gasturbinen, deren Abwärme zur Dampferzeugung genutzt werden konnte, und Dampfturbinen. Durch Anhebung der Gasturbineneintrittstemperatur und damit verbundener Temperatursteigerung für die Abwärme, wurde die Kombination von Gas- und Dampfturbinen technisch noch interessanter. Kombikraftwerke eroberten den Markt Mitte der 80'er Jahre, da sie einen um 10% niedrigeren Kraftstoffverbrauch als herkömmliche Dampfkraftwerke aufwiesen. Zur gleichen Zeit führten steigende Durchflussraten und aerodynamische Verbesserungen in der Turbine und dem Verdichter zu einem drastischen Anstieg der Leistung, verbunden mit einer Absenkung der spezifischen Kraftwerkskosten. Ein Überblick über die Faktoren, die einen maßgeblichen Beitrag zur Leistungssteigerung in stationären Gasturbinen erzielen, ist in **Abbildung 1.1** gegeben [1].

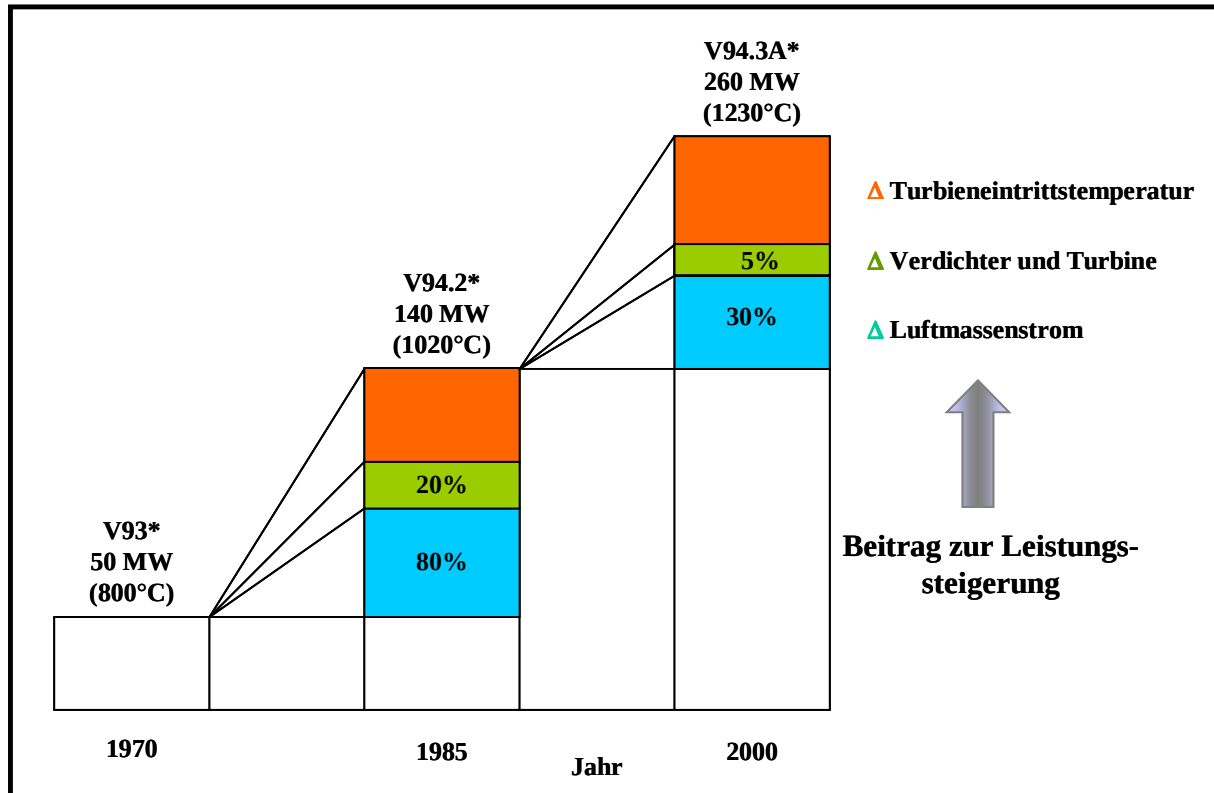


Abbildung 1.1: Faktoren, die einen maßgeblichen Beitrag zur Leistungssteigerung von Kraftwerken liefern [1]

*Gasturbinenbezeichnung der Firma Siemens- Westinghouse

Höhere Gaseintrittstemperaturen, Reduktion der Kühlluft und aerodynamische Optimierungen führten zu einer nahezu Verdopplung der Leistung und einer maximalen Wirkungsgradsteigerung moderner GUD- (Gas- und Dampfturbinen-) Kraftwerke auf bis zu 58% bei Erdgasbefuerung der Gasturbine (siehe auch Kapitel 2.3) [2].

Eine weitere treibende Kraft, die bei der Entwicklung moderner GUD- Kraftwerke in Zukunft an Bedeutung gewinnen wird, ist die Minimierung der Schadstoffemission. Industriegasturbinen haben zwar im Vergleich zu Flugtriebwerken einen geringeren NO_x -Ausstoß, jedoch liegt gerade in diesem Parameter eine signifikante Entwicklungsbarriere für zukünftige Wirkungsgradsteigerungen durch Temperaturerhöhung über 1500°C hinaus. Ebenso wird an der Reduktion des wohl wichtigsten Treibhausgases, dem CO_2 , gearbeitet. In **Abbildung 1.2** ist dieser sich widersprechende Sachverhalt vereinfacht dargestellt.

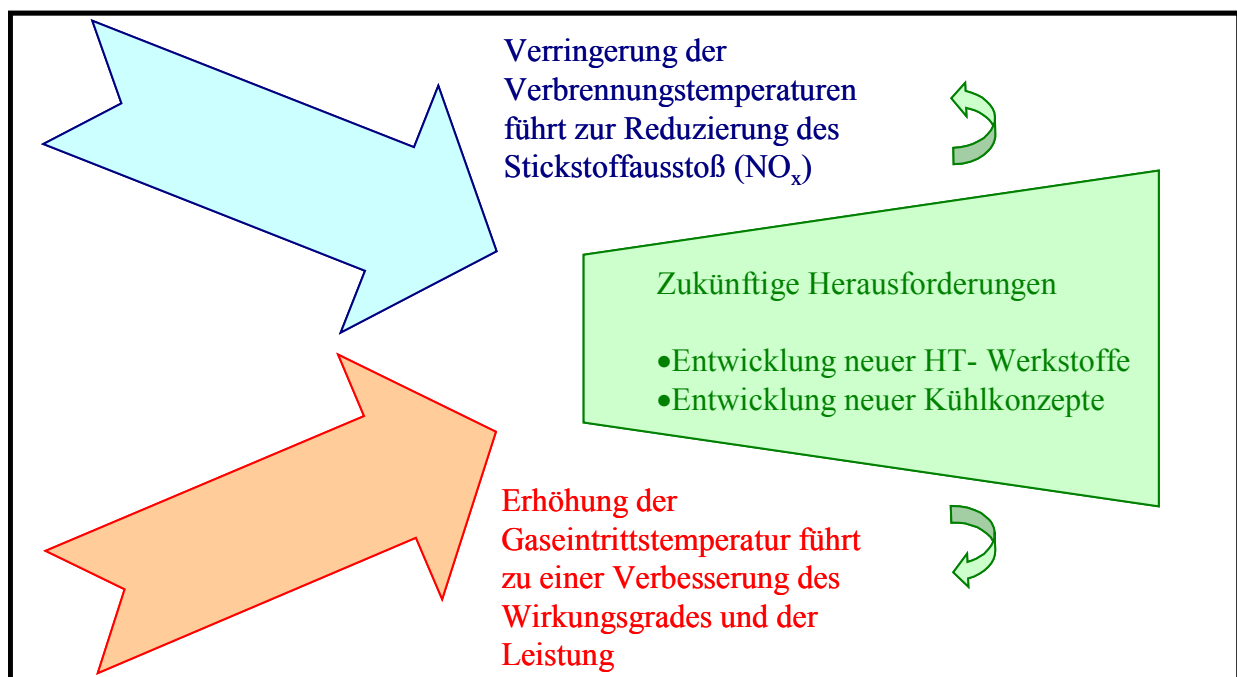


Abbildung 1.2: Zukünftige Herausforderungen in der modernen GUD-Forschung

Einschränkungen hinsichtlich der Temperaturerhöhung entstehen durch die Problematik bei der Bereitstellung von kriech- und oxidationsbeständigen Werkstoffen für die höchstbelasteten Bauteile innerhalb einer modernen GUD-Anlage.

Die wichtigsten Herausforderungen zu Beginn des 21. Jahrhunderts an die Energiewirtschaftsunternehmen werden somit sein, der Forderung nach höherer Effizienz nachzukommen sowie die zu erwartenden strengen Umweltauflagen zu erfüllen und gleichzeitig Garantien für die Wirksamkeit und Verfügbarkeit moderner GUD-Anlagen bei reduzierten Betriebskosten zu übernehmen. Die Effizienzsteigerung von Kraftwerken leistet einen wesentlichen und nachhaltigen Beitrag zur Schonung natürlicher Ressourcen. Eine der wichtigsten gesellschafts- und umweltpolitischen globalen Forderungen bei der Bereitstellung von elektrischer Energie kann damit erfüllt werden [3, 4].

Ein Blick auf die Entwicklung des Weltelektrizitätsbedarfes (**Abbildung 1.3**) macht deutlich, dass sich dieser bis zum Jahr 2020 verdoppelt haben wird. Gleichzeitig unterliegen die Energieversorgungsunternehmen, nicht zuletzt durch Deregulierung und Globalisierung,

einem enormen Konkurrenzdruck, der in den letzten 10 Jahren zu einer Halbierung der erzielbaren Verkaufspreise für stationäre GUD-Kraftwerke führte [5].

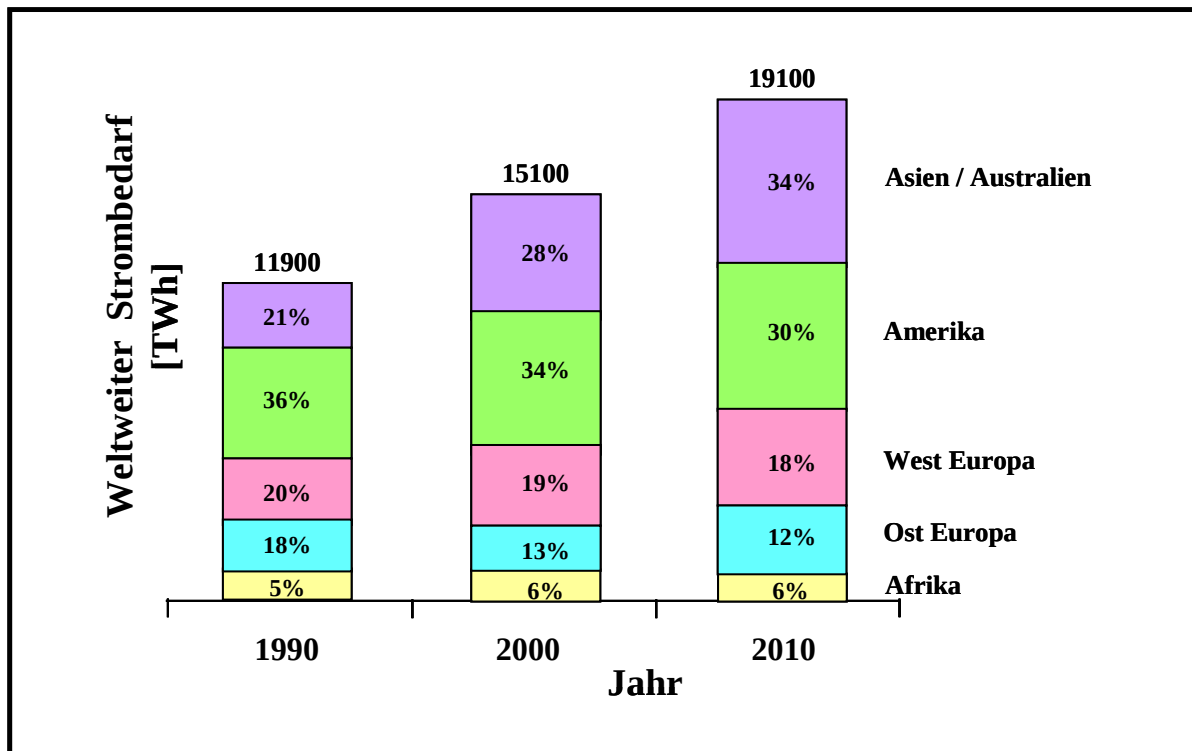


Abbildung 1.3: Stand und Entwicklung der weltweiten Stromerzeugung zur globalen Bedarfssättigung [5]

Heute können moderne kombinierte Gas- und Dampfturbinen-Kraftwerke mit Erdgasbefuerung Gesamtwirkungsgrade von 58% erreichen. Allerdings werden hierbei bereits Fluidtemperaturen erzielt, die die Belastungsgrenzen der heute eingesetzten Werkstoffe bei Eintrittstemperaturen von etwa 1250°C in Gasturbinen und maximal 630°C in Dampfturbinen erreichen oder sogar überschreiten. Somit kann ein sicherer und langlebiger Betrieb bei hoher Verfügbarkeit der Anlagen nur über komplexe Kühlverfahren, anspruchsvolle Konstruktionen und Revisionsvorschriften ermöglicht werden. Solche Kraftwerke können nur aus Gasturbinen gekoppelt mit Dampfkreisläufen, d.h. Dampfturbinen, bestehen [6].

Bei stationären Gas- und Dampfturbinen spielen die Aspekte der Gewichtsreduktion etwa bei rotierenden Komponenten – nur dann eine Rolle, wenn sich die höheren Komponentenkosten durch verbesserte Wirkungsgrade der GUD-Anlage rasch amortisieren. Stattdessen dominieren preiswertere Herstellungsarten und –verfahren sowie verbesserte Methoden zur Lebensdauervorhersage. Durch sie werden die „first costs“ und die maintenance costs“ verringert [7]. Durch den Einsatz kostengünstigerer Werkstofflösungen, wie es zur Zeit, insbesondere auf dem amerikanischen Markt üblich ist, konnte die Verfügbarkeit der Gesamtanlage bisher nicht gesteigert werden.

Die erwünschten Brenngastemperaturen oberhalb 1250°C sind durch die Entwicklung neuer Werkstofflösungen in Verbindung mit einer Effusionskühlung für die Bereiche bzw. Bauteile mit höchster Arbeitstemperatur zu realisieren. Durch die Effusionskühlung könnten die Werkstofftemperaturen von lastabtragenden Querschnitten in der Brennkammer und von

Gasturbinenschaufeln auf 1000°C gehalten werden, bei einer Anhebung der Turbineneintrittstemperatur von bis zu 1500°C , was einer Turbineneintrittstemperatur (ISO-) von 1350°C für die Gasturbine entspricht. Die ISO-Turbineneintrittstemperatur, welche die theoretische Gesamttemperatur nach Zugabe der gesamten Kühlluft zum Brenngas ist, stellt einen großen Einfluss auf den Wirkungsgrad der Gasturbine dar. In Abhängigkeit von der Verfeuerung wäre eine weitere Wirkungsgradsteigerung zukünftiger Kombi-Kraftwerke zwischen 7 und 10% möglich. Allerdings nur unter gleichzeitiger Ausnutzung der vorhandenen Werkstoffressourcen und auch nur bei geeigneter Werkstoffauswahl, insbesondere im Bereich der Brennkammer und der ersten Leit- und Laufschaufelreihen.

In den Brennkammern der neuesten Generation stationärer Gasturbinen werden schwach gekühlte Platten aus Nickellegierungen vom Typ NiCr23Co10Mo (INCONEL 617) oder C263 sowie Feingussteile aus Ni-Legierungen, wie z.B. IN 738 LC zur Auskleidung verwendet. Für die Leit- und Laufschaufeln stationärer Gasturbinen werden stängel- und einkristalline Superlegierungen eingesetzt. All diese Bauteile besitzen eine Beschichtung gegen Heißgaskorrosion und Hochtemperaturoxidation auf Basis MCrAlY (M = Fe, Ni oder Co) sowie eine keramische Wärmedämmschicht [8]. Doch können natürlich auch diese Legierungen nur ihr hohes Eigenschaftspotential voll entfalten, wenn es zu einem effektiven Zusammenspiel von Kühlung und Wärmedämmung kommt, ohne dass es bei dem lastabtragenden Strukturwerkstoff, der unter Umständen Langzeittemperaturen von bis zu 1000°C ertragen muss, zu lokalen Aufschmelzungen kommt. Die heute eingesetzten Wärmedämmschichtsysteme bestehen üblicherweise aus einem Schichtverbund, innerhalb dessen jede Schicht eine bestimmte Aufgabe erfüllt, die in den folgenden Kapiteln näher erläutert werden.

Auf dem lastabtragenden Strukturwerkstoff wird eine Oxidationsschutzschicht, die auch wegen ihres günstigen Wärmeausdehnungskoeffizienten Haftvermittlerschicht genannt wird, die MCrAlY-Schicht (M = Fe, Ni oder Co), mit einer Dicke zwischen 50 bis $150\text{ }\mu\text{m}$ aufgebracht. Die eigentliche Wärmedämmung übernimmt dann eine etwa 200 bis $500\text{ }\mu\text{m}$ Dicke mit Ytria teilstabilisierte keramische ZrO_2 -Schicht (siehe Kapitel 2.3). Die Entwicklung dieser Schutzschichten wird seit einigen Jahren verstärkt betrieben. Die Probleme liegen in den deutlich unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der keramischen Schichten und der Grundwerkstoffe, die bei Temperaturwechseln zu hohen inneren Spannungen führen und ein Abplatzen der Schichten begünstigen können.

Wesentliche Fortschritte bei den zulässigen Gaseintrittstemperaturen wurden auch durch ein verbessertes Design der Turbinenschaufeln erzielt. Die Einführung der Innenkühlung erlaubte ab etwa 1960 [9] die Verwendung von Nickelbasis-Superlegierungen unter Betriebstemperaturen, die ohne Kühlkanäle nicht möglich gewesen wären. Die Form der Kühlkanäle (siehe auch die schematische Darstellung einer Turbinenschaufel in **Abbildung 1.4**) ist hierbei einer der wichtigsten Aspekte bei der Turbinenschaufelherstellung. Neben der Kühlung durch die eigentlichen Kühlkanäle, die bereits die Materialtemperaturen signifikant herabsetzen kann, werden noch zusätzlich feinste Bohrungen entlang der Kanten eingebracht, die eine Filmkühlung der thermisch besonders hoch belasteten Bereiche der Turbinenschaufel bewirken. Die prinzipielle Wirkungsweise der Filmkühlung ist ebenso in **Abbildung 1.4** dargestellt. Bei diesem Kühlverfahren soll sich die an der Schaufeloberfläche durch die Kühlkanäle austretende Kühlluft durch den entgegenwirkenden Heißgasstrom, wie eine zweite schützende Haut um die Schaufeloberfläche herumlegen.

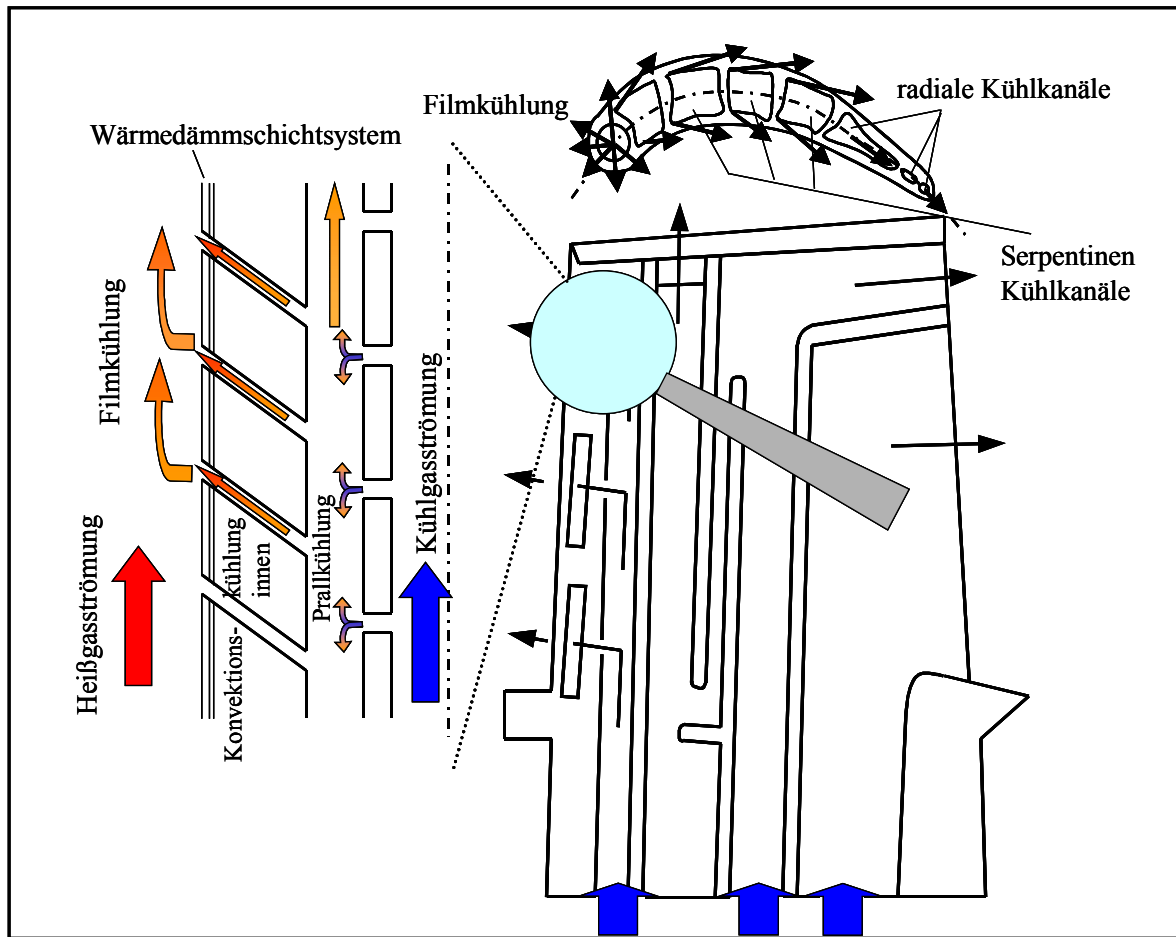


Abbildung 1.4: Schematische Darstellung der Kühlkanäle und prinzipielle Kühlverfahren (Filmkühlung) für Turbinenschaufeln in heutigen GUD-Kraftwerken [10]

Somit stellt sich die Frage, bis zu welchen Temperaturen der beteiligten Werkstoffe während des Betriebes gegangen werden kann, ohne die Langzeitverfügbarkeit der Bauteil-Komponente zu minimieren oder gar zu gefährden. Für die Abschätzung der Anwendungsgrenzen der hier erwähnten komplex belasteten Bauteile sind aufgrund des steigenden Anforderungsprofils Untersuchungen, wie z.B. Zug-, Zeitstand- und Ermüdungs-(LCF- und TMF-)Versuche am Strukturwerkstoff sowie an den Schichtverbunden bei sehr hohen Temperaturen von entscheidender Bedeutung. Es ist zu überprüfen, ob Mikro-Bruchmechanik-Methoden, die das Versagensverhalten von im Betrieb befindlichen innengekühlten Schaufeln widerspiegeln, erarbeitet werden können. Bei Belastung einer Turbinenschaufel mit ihrem komplexen Kühlbohrungssystem könnte es zu einer Mikrorissbildung und -ausbreitung im Bereich der gebohrten Lochfelder kommen. Ausgangsorte einer solchen Mikrorissentstehung können neben dem lokalen Korrosionsangriff, hervorgerufen durch Abplatzungen der Wärmedämmschicht, natürlich auch zwei- und dreidimensionalen Inhomogenitäten wie Korngrenzen, Gussporen und Kerben sein. Aber auch an den Kühlluftbohrungen selbst treten Unstetigkeiten auf, schwächen den tragenden Querschnitt zusätzlich und erleichtern möglicherweise die Rissbildung und -fortpflanzung.

Die Kühlung muss in der Lage sein, Temperaturüberlastungen des Strukturwerkstoffes zu vermeiden. Die Effusionskühlung kann nur solange wirksam bleiben, wie die geometrische Konfiguration der Lochfelder konstant bleibt. Daher müssen Methoden erarbeitet werden, wie das Langzeitverhalten solcher Lochfelder beim Betriebseinsatz zu beurteilen ist.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die hier dargelegte Entwicklung auf dem Energiesektor und die daraus resultierenden Anforderungen an die Hochtemperaturwerkstoffe primär zu dem Einsatz von einkristallinen Nickelbasis-Superlegierungen führte, wie sie in Kapitel 2 noch näher erläutert werden.

Der einkristalline Turbinenschaufelwerkstoff CMSX-4 wird in dieser Arbeit hinsichtlich seiner Anwendungsgrenzen bezüglich des Langzeiteinsatzes im Temperaturbereich bis 1000°C im Zug- und Zeitstandversuch untersucht. Ermüdungs- (LCF-)-Versuche wurden im oberen Temperaturbereich von 950°C durchgeführt, welches der erwarteten Belastung eines Bauteils sehr nahe kommt. Zum Vergleich des unterschiedlichen Werkstoffverhaltens wird die von der Industrie im COST 522-Programm als kostengünstigere beschriebene Variante, SX CM186LC, untersucht. Diese Legierung wurde ursprünglich als DS-Material entwickelt und muss einer weit weniger aufwendigen Wärmebehandlung wie CMSX-4 unterzogen werden. Um die Unterschiede zwischen stängelkristallinen und einkristallinen CM186LC-Material herauszuarbeiten, wurde auch stängelkristallines DS CM186LC untersucht und in die Arbeit integriert. Neue Werkstofflösungen, wie z.B. die intermetallische NiAl-Modelllegierung FG 75, konnten nur stichprobenartig bewertet werden, da aufgrund gießtechnischer Probleme beim Partner im SFB 561 nicht genügend prüffähiges Versuchsmaterial zur Verfügung stand. Auf die Darstellung der sehr wenigen Ergebnisse wird in dieser Arbeit verzichtet. Um das Materialverhalten von feinstgebohrten Strukturen aus einem gut verformbaren Material, wie dies für die unverstärkte NiAl-Legierung FG 75 bei hohen Temperaturen (>1050°C) zu erwarten ist, besser verstehen zu lernen, wurden erste Vorversuche an dem Brennkammerwerkstoff INCONEL 617 bei Temperaturen oberhalb von 600°C durchgeführt. Dieser Werkstoff plastifiziert stark in diesem Temperaturbereich.

Ein wesentlicher Schwerpunkt dieser Arbeit ist die Erarbeitung der Versuchsführung und /-durchführung von „In-Situ“-Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop gewesen, die der Beschreibung von Mikrorissentstehung und Mikrorisswachstum von Rissen (<100 µm) ausgehend von lasergebohrten Kühlbohrungen dienen. Daneben musste für die verwendeten Probengeometrien die Anwendbarkeit bruchmechanischer Konzepte geklärt werden. Zusätzlich wurde das Ermüdungsverhalten von gebohrten Strukturen im LCF-Versuch analysiert. Mit den experimentellen Hochtemperaturuntersuchungen zum mechanischen Verhalten sollte ein Beitrag für die anwendungstechnisch relevante Auslegung von Komponenten moderner GUD-Kraftwerke geleistet werden. Dabei wurde vor allem der Wirkung von Kühlbohrungen durch den Grundwerkstoff bzw. den beschichteten Grundwerkstoff bzgl. Keimbildung und Rissfortschritt von kleinen Rissen besondere Beachtung geschenkt. Abgeleitet aus Anforderungen für einen Einsatz werden die resultierenden unterschiedlichen Versuchsmethodiken zur Ermittlung auslegungsrelevanter Daten besprochen. Ein Schwerpunkt wird die Erörterung der Grundlagen des spezifischen Werkstoffverhaltens hinsichtlich Langzeitbelastung, Ermüdung und der Bruchmechanik sein. Ziel ist es, die bisherige Problematik bei der Entwicklung von GUD-Kraftwerken zu beschreiben, ihre Ursachen zu analysieren und Ansätze für Auslegungsgrenzen einzelner GUD-Komponenten zu entwickeln. Dabei muss der Effusionskühlung besondere Beachtung geschenkt werden.

2. Werkstoffe und deren Anforderungsprofil in modernen GUD-Kraftwerken

2.1. Entwicklung der hochfesten Nickelbasis-Superlegierungen

In den letzten 60 Jahren konnten die zulässigen Einsatztemperaturen von Nickelbasis-Superlegierungen durch eine ständige Verbesserung der Gießtechnologie im Zusammenspiel mit einer optimierten Legierungsentwicklung um über 300°C auf nahe 1100°C angehoben werden, siehe **Abbildung 2.1.1** [11]. Mit der Einführung des Vakuumfeingussverfahrens wurden die bis dahin üblicherweise eingesetzten Schmiedelegierungen durch neue Legierungen ersetzt, die aufgrund ihres höheren Volumenanteils an härtender γ' -Phase bei höheren Temperaturen eingesetzt werden konnten. Da durch senkrecht zur Belastungsrichtung liegende Korngrenzen, wie sie bei konventionell vergossenen oder polykristallinen Turbinenschaufeln auftreten, ein wesentlicher Anteil der Kriechschädigung hervorgerufen wird, konnte mit der Entwicklung der gerichtet erstarrten („directionally solidified“) stängelkristallinen Bauteile die Ermüdungs- und Kriechbeständigkeit erhöht werden. Dies führte zwangsläufig zur Herstellung von einkristallinen Bauteilen, bei denen aufgrund des vollständigen Fehlens von Korngrenzen auf korngrenzenverfestigende Legierungselemente, wie z.B. B, C, Hf und Zr verzichtet werden konnte.

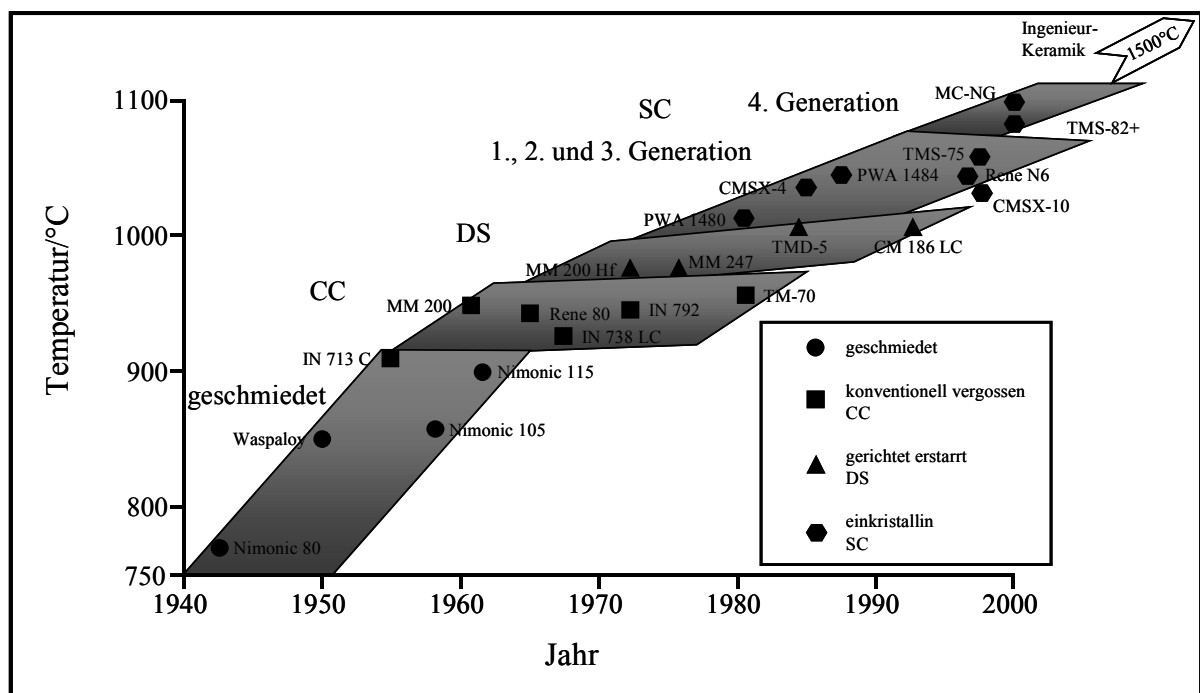


Abbildung 2.1.1: Erhöhung der Einsatztemperaturen durch Entwicklung der Nickelbasis-Superlegierungen [11]

Einkristalline Superlegierungen werden nach dem modifizierten Bridgman-Verfahren hergestellt [12, 13]. Bei Schmelztemperaturen von etwa 1400 °C wird die Schmelze in eine erhitzte keramische Formschale, die innerhalb des Ofens auf konstanter Temperatur gehalten wird, vergossen. Durch langsames Herausziehen der Formschale stellt sich ein Temperaturgradient ein,

der durch eine gekühlte Bodenplatte verstärkt wird und zum Beginn der Kristallisation führt. Die Wärme wird somit nur über die Erstarrungsfront abgeführt. Aus den gebildeten Kristallkeimen wird durch eine Helix ein einzelner Kristall gezüchtet, der dann in die Formschale wächst. Dieses Gießverfahren wurde im ADS-Verfahren (Autonomous Directional Solidification) [14] und dem LMC-Verfahren (Liquid Metal Cooling) [15] weiterentwickelt. Das komplexe System von Kühlkanälen innerhalb einer Turbinenschaufel wird durch einen keramischen Kern nachgebildet, der nach dem Abguss, z.B. mit Natronlauge, aus dem Gussstück herausgelaugt wird.

Im Gusszustand können Nickel-Basis-Superlegierungen noch deutliche Inhomogenitäten, wie Mikrosegierungen und Gussporen, aufweisen. Infolge der An- und Abreicherung von Legierungsbestandteilen, insbesondere den Refraktärelementen Mo, Ta, W und Re, in den Dendritenstämmen und den interdendritischen Bereichen kommt es zu deutlichen Konzentrationsunterschieden der Refraktärelemente innerhalb der genannten Bereiche. Diese Seigerungen bilden sich aufgrund der unterschiedlichen Verteilungskoeffizienten der verschiedenen Legierungselemente in Schmelze und Festkörper während der Erstarrung [16, 17]. Da die Erstarrungsgeschwindigkeit beim Gießen nur ein dendritisches Gefüge erlaubt, verbleiben in den Zwischenräumen (interdendritische Bereiche) der Dendriten-Seitenäste (Sekundär- und Tertiärdendriten) Mikroporen, von denen bei Belastung Mikrorisse ausgehen können. Aus diesen Gründen werden die meisten Nickel-Basis-Superlegierungen nach dem Abguss gezielt wärmebehandelt. Durch die Wärmebehandlung soll sich ein möglichst homogenes Gefüge aus würfelförmigen γ' -Teilchen und dünnen γ -Kanälen (Matrix) einstellen. Der Abstand der Primärdendriten ist für das mechanische Verhalten des Werkstoffs insofern von Bedeutung, da durch diesen eine ausreichende Homogenisierung der Seigerungen bei technisch und wirtschaftlich sinnvollen Glühzeiten abhängt [18]. Die Porosität kann durch das Heiß-Isostatische Pressen (HIP) soweit verringert werden, dass die verbleibenden und/oder verkleinerten Restporen als unkritisch betrachtet werden können [12, 19].

Neben diesen Defekten können sich durch Mikrosegregation in interdendritischen Bereichen sogenannte „freckles“, rundliche zu Ketten aufgereihete Körner bilden. Größere fehlorientierte Körner, „spurious grains“, treten beim Fortschreiten der dendritischen Erstarrungsfront durch das durch Konvektionsströmungen verursachte Loslösen von Dendritenspitzen auf. Die somit entstandenen Körner sind insofern bedenklich, da sie in einer Einkristalllegierung zweidimensionale Gitterfehlstellen darstellen und dadurch den Werkstoff bzw. das Bauteil direkt schwächen [20, 21].

Das Mikrogefüge des Gusszustands soll durch eine Lösungsglühbehandlung vollständig homogenisiert werden. Durch darauf anschließende ein- oder mehrstufige Ausscheidungsglühbehandlungen werden eine optimale Einstellung von Größe und Verteilung der γ' -Teilchen angestrebt, wobei durch nachfolgende Auslagerung nur noch die Größe der γ' -Teilchen beeinflusst wird. Daneben beeinflussen nachfolgende Beschichtungszyklen, die mitunter auch eine anschließende Diffusionsglühung mit einschließen, sowie Abkühlraten, insbesondere von der Lösungsglühtemperatur, signifikant die Morphologie des Mikrogefüges von Nickel-Basis-Superlegierungen [22, 23, 24]. Für das mechanische Verhalten der Legierungen scheint die Güte der Gefüge-Homogenisierung von großer Bedeutung zu sein. Üblicherweise wird ein Gefüge mit gleichmäßig verteilten γ' -Ausscheidungen, deren Größe bei 0,3 bis 0,5 μm liegt, angestrebt.

Die Dendritenstruktur kann sowohl lichtmikroskopisch an geätzten Schliffen als auch raserelektronenmikroskopisch, z. B. im Rückstreuелеktronenkontrast, abgebildet werden. In **Abbildung 2.1.2** ist anhand eines Querschliffes der dendritische Gefügebau am Beispiel einer rasterelektronenmikroskopischen Aufnahme dargestellt. Deutlich sind die Primärdendriten mit den in den Richtungen [100] und [010] orientierten Sekundärdendriten zu erkennen. Die in dieser

Abbildung zu erkennenden Orientierungsunterschiede zwischen den einzelnen Dendriten betragen 1° bis 2° .

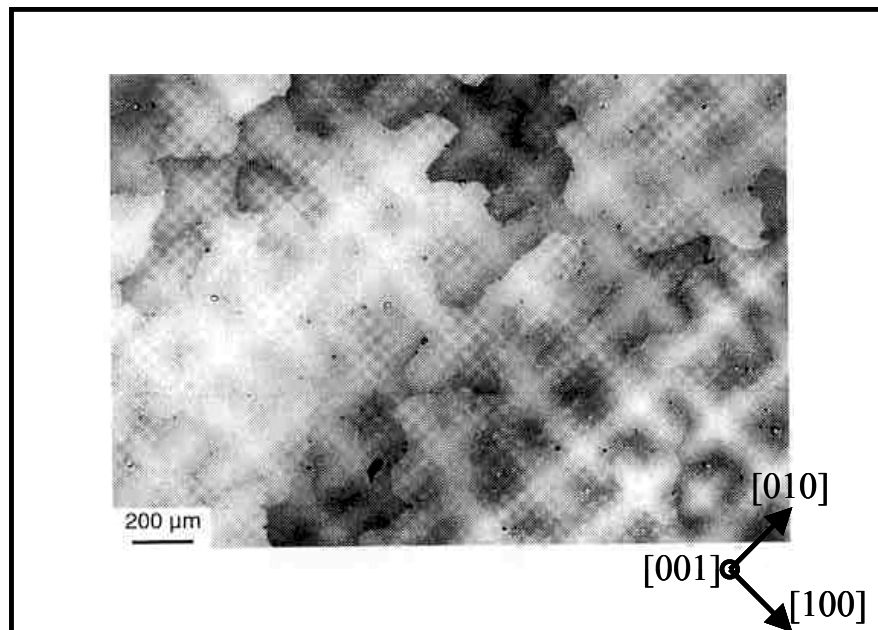


Abbildung 2.1.2: Dendritengefüge der Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4, Querschliff im LM; „Channeling Kontrast“-Aufnahme im Rückstreuelektronendetektor, nach **Schneider** [25]

In **Abbildung 2.1.3** ist die dargestellte Legierungsentwicklung anhand von Turbinenschaufeln exemplarisch gegenübergestellt [26, 27]. Somit besitzen einkristalline Nickelbasis-Superlegierungen gegenüber den konventionell gegossenen oder gerichtet erstarrten Legierungen eine bessere Eignung zum Einsatz als Turbinenschaufelwerkstoff, da durch eine optimierte Legierungszusammensetzung eine signifikante Steigerung der Oxidations-, Ermüdungs- und Kriechbeständigkeit erreicht werden konnte, somit also eine deutliche Standzeiterhöhung der Superlegierungen erfolgte und/oder die zulässige Werkstofftemperatur heraufgesetzt werden konnte.

Der Zugewinn an zulässiger Einsatztemperatur drückt sich auch in der Temperaturabhängigkeit der Festigkeitswerte im Zugversuch in der Streckgrenzenanomalie einkristalliner Nickelbasis-Superlegierungen, hier am Beispiel von CMSX-4 und SX CM186LC in **Abbildung 2.1.4** dargestellt, aus. In **Abbildung 2.1.4** sind die Streckgrenzen verschiedener Werkstoffe in Abhängigkeit von der Temperatur aufgetragen und miteinander verglichen.

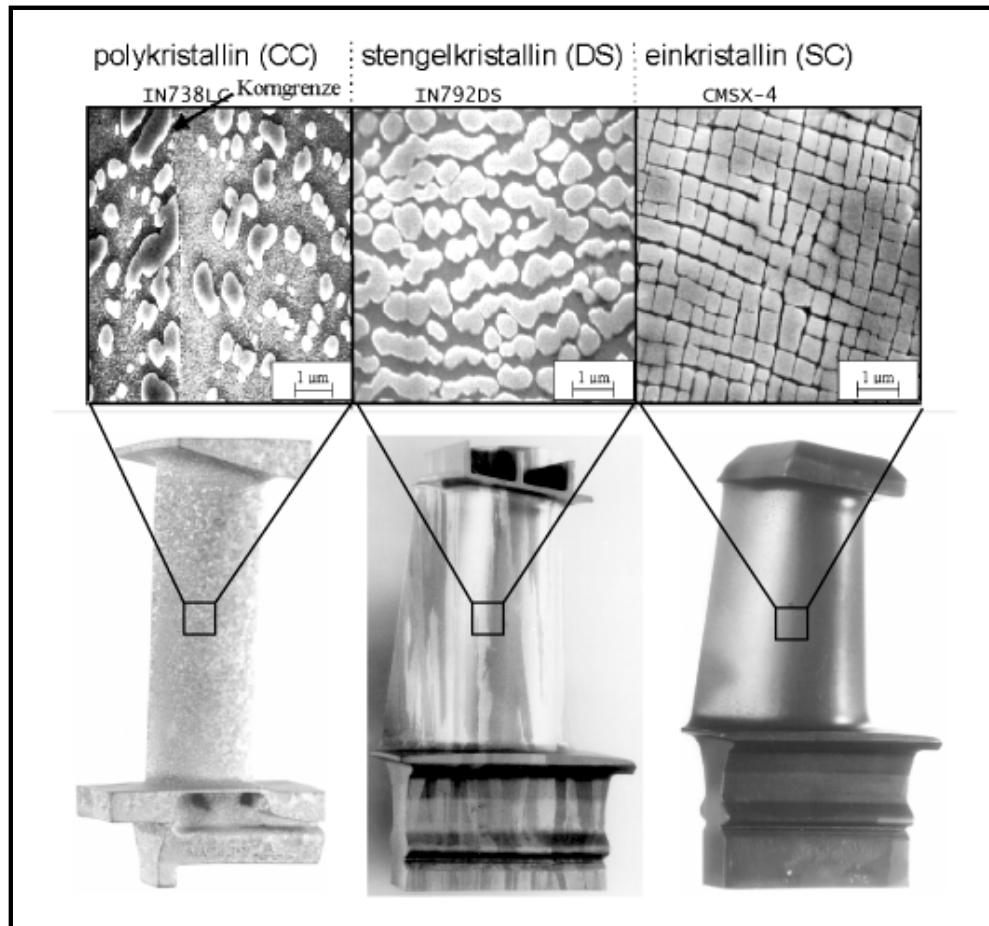


Abbildung 2.1.3: Gegenüberstellung einer polykristallinen, stängelkristallinen und einkristallinen Turbinenschaufel mit dem dazugehörigen Mikrogefüge [26, 27]

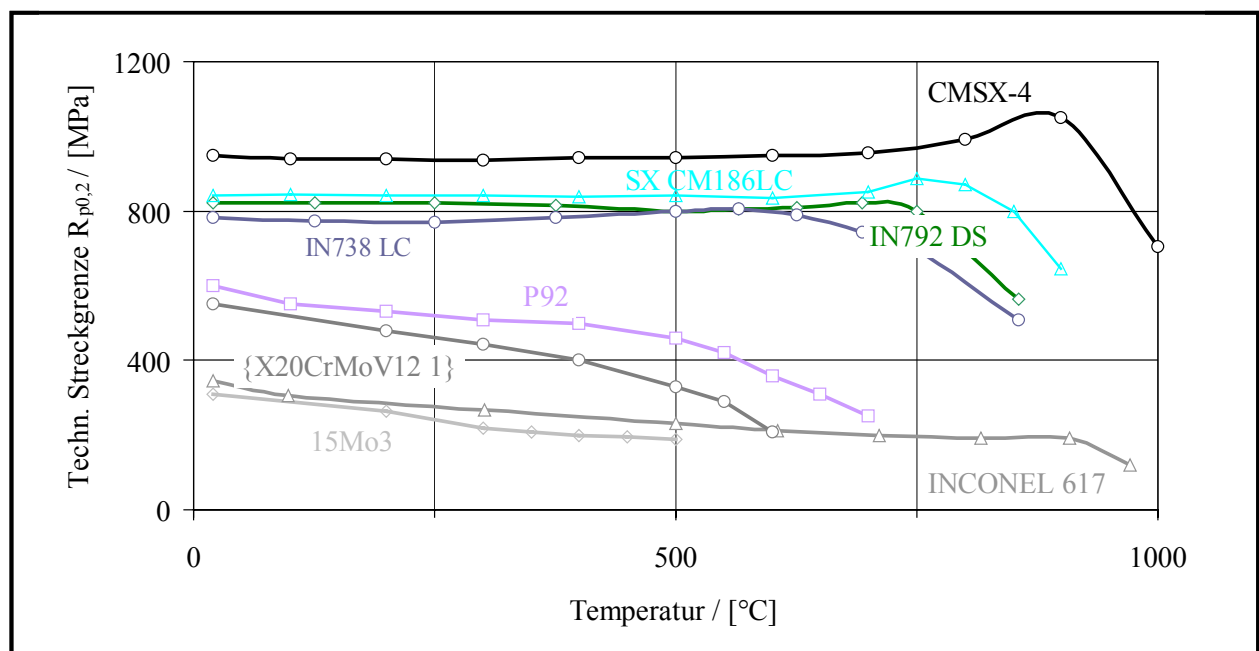


Abbildung 2.1.4: Temperaturabhängigkeit der Streckgrenze heutiger Brennkammer- und Schaufelwerkstoffe (zum Vergleich warmfeste Ferrite)

2.2. Brennkammer- und Schaufelwerkstoffe von Gasturbinen neuester Bauart

Eine Einteilung der zur Herstellung einkristalliner Bauteile genutzten Nickelbasis-Superlegierungen, siehe auch **Tabelle 2.2.1**, wird meist nach ihrem Re-Gehalt vorgenommen, da Re die Zeitstandfestigkeit einkristalliner Werkstoffe erheblich verbessert. Die Verbesserung der mechanischen Eigenschaften wird durch die mischkristallverfestigende Wirkung des Refraktärelements Rhenium bewirkt. In Abhängigkeit vom Gehalt anderer Refraktärelementzugaben können bis zu 20% des Rheniums in der γ -Phase gefunden werden, wo sie zur Mischkristallhärtung der γ -Kanäle führen [28]. Sowohl der Gitterfehlpassungsparameter als auch die γ' -Vergrößerungsrate werden durch Rheniumzugabe verringert. Der niedrige Diffusionskoeffizient von Rhenium führt in Verbindung mit der sehr geringen Löslichkeit von Rhenium in der γ' -Phase zu der von *Giamei* und *Anton* beobachteten Stabilität der Mikrostruktur [29]. Ausgehend von der ersten Generation ohne Re als Legierungselement, wurde die zweite Generation mit 3% Re entwickelt. Hierdurch konnten im wesentlichen die Gießeigenschaften, das γ/γ' -Verhältnis sowie die Zeitstand-, Ermüdungs- und Oxidationseigenschaften optimiert werden. Mit der dritten Generation, die zwischen 5 und 6% Re als Legierungselement enthält, werden diese Eigenschaften weiter verbessert, ohne die Dichte zu erhöhen [30, 31]. Mit dem TMS-82+^{1*} wurde ein Werkstoff entwickelt, bei dem der Re-Gehalt auf 2.4% herabgesetzt wurde, um die Anfälligkeit des Ausscheidens der spröden TCP-Phase (TCP- Topologically Close Packed) in den γ - Matrixkanälen unter Beibehaltung der Materialeigenschaften, zu verringern und hohe Werkstoffkosten zu vermeiden [32]. Die vierte Generation, der Werkstoff MC-NG^{2*} (Mono Cristal–Nouvelle Génération) enthält neben 4% Re noch zusätzlich 4% Ru als Legierungselement, wodurch eine Destabilisierung des Mikrogefüges bei hohen Temperaturen im Zeitstandversuch deutlich verzögert wird [33].

Die üblicherweise in heutigen modernen GUD-Kraftwerken eingesetzten Nickel-Basis-Superlegierungen wurden/werden von verschiedenen Firmen entwickelt:

Die Gruppe der PWA ...-Legierungen stammt von der Firma Pratt & Whitney, von General Electric die Legierungsgruppe René und von Rolls-Royce die Legierung SRR Neueste Legierungsentwicklung wird in Frankreich von ONERA unter den Bezeichnungen AM-... und MC-..., sowie in Japan von NRIM-ADP unter dem Kürzel TMS-..., betrieben. Die Firma Cannon-Muskegon hat die große Gruppe der Legierungen von CMSX-... entwickelt, wobei SX für single crystalline steht und anschließend eine Zahl folgt. Im Folgenden werden Ergebnisse von Untersuchungen an den Legierungen CMSX-4 (Legierung der 2. Generation) und CM186, eine Legierung, die sowohl als Einkristall, wie auch als Stängelkristall ihren Einsatz findet, dargestellt. Mit diesen Angaben soll über die zulässige langzeitige Werkstofftemperatur im Einsatz in modernen IDG nachgedacht werden.

^{1*}entwickelt am NRIM-ADP (Japan)

^{2*} entwickelt und patentiert von ONERA (Frankreich)

Element	Cr	Co	Mo	W	Ta	Re	V	C	Ru	Nb	Al	Ti	Hf	B	Ni	Dichte	Lit.
Legierung	Die erste Generation einkristalliner Nickel-basis-Superlegierungen															g / cm ³	
PWA 1480	10	5	---	4	12	---	---	---	---	---	5	1.5	---	---	Bal.	8.70	34
René N4	9	8	2	6	4	---	---	---	---	0.5	3.7	4.2	---	---	Bal.	8.56	35
SRR 99	8	5	---	10	3	---	---	---	---	---	5.5	2.2	---	---	Bal.	8.56	36
RR 2000	10	15	3	---	---	---	1	---	---	---	5.5	4	---	---	Bal.	7.87	36
AM 1	8	6	2	6	9	---	---	---	---	---	5.2	1.2	---	---	Bal.	8.59	37
AM3	8	6	2	5	4	---	---	---	---	---	6	2	---	---	Bal.	8.25	37
CMSX-2	8	5	0.6	8	6	---	---	---	---	---	5.6	1	---	---	Bal.	8.56	38
CMSX-6	10	5	3	---	2	---	---	---	---	---	4.8	4.7	0.1	---	Bal.	7.98	39
CMSX-11B	12.5	7	0.5	5	5	---	---	---	---	0.1	3.6	4.2	0.04	---	Bal.	8.44	40
CMSX-11C	14.9	3	0.4	4.5	5	---	---	---	---	0.1	3.4	4.2	0.04	---	Bal.	8.36	41
DD 3	9.5	5	4	5.5	---	---	---	---	---	---	5.8	2	---	---	Bal.	8.2	42
	Die zweite Generation einkristalliner Nickel-basis-Superlegierungen																
PWA 1484	5	10	2	6	9	3	---	---	---	---	5.6	---	0.1	---	Bal.	8.95	43
René N5	7	7.5	1.5	5	7	3	---	---	---	---	5.2	---	0.15	0.004	Bal.	8.63	44
CMSX-4	6.5	9	0.6	6	6.5	3	---	0.05	---	---	5.6	1	0.1	---	Bal.	8.70	45
CM186LC	6	9	0.5	8.4	3.4	3	---	0.1	---	---	5.7	0.7	1.4	0.015	Bal.		46
SC 180	5	10	2	5	8.5	3	---	---	---	---	5.2	1	0.1	---	Bal.	8.84	47
DD 6	4.3	9	2	8	7.5	2	---	---	---	0.5	5.6	---	0.1	---	Bal.	8.83	48
	Die dritte Generation einkristalliner Nickel-basis-Superlegierungen																
René N6	4.2	12.5	1.4	6	7.2	5.4	---	---	---	---	5.8	---	0.15	---	Bal.	8.98	49
CMSX-10	2	3	0.4	5	8	6	---	---	---	0.1	5.7	0.2	0.03	---	Bal.	9.05	31
	Die vierte Generation einkristalliner Nickel-basis-Superlegierungen																
TMS-82+1*	4.9	7.8	1.9	8.7	6	2.4	---	---	---	---	5.3	0.5	0.1		Bal.	8.90	32
MC-NG2*	4	---	1	5	5	4	---	---	4	---	6	0.5	0.1	---	Bal.	8.75	33

Tabelle 2.2.1: Die chemische Zusammensetzung der ersten bis vierten Generation einkristalliner Nickelbasis-Superlegierungen in Gewichts-%

In einer Gasturbine wird heißes Gas bei hohem Druck durch eine Turbine geleitet, wodurch die Strömungsenergie in eine Drehbewegung umgewandelt wird. Die Erzeugung des Heißgasstromes in der Brennkammer erfolgt i.a. über eine Verbrennung von Gasen oder leicht verdampfbaren Flüssigkeiten – zum Beispiel Erdgas in GUD-Kraftwerken oder Kerosin in Flugtriebwerken –, neuere Entwicklungen lassen auch den Einsatz von Kohlegas zu.

Die technische Ausführung der Gasturbine kann allgemein durch drei Komponenten beschrieben werden: dem Verdichter; einer Brennkammer und der Antriebsturbine sowie evtl. weiteren Komponenten (Rekuperator etc.) [50]. Eine schematische Darstellung ist in **Abbildung 2.2.1** gegeben.

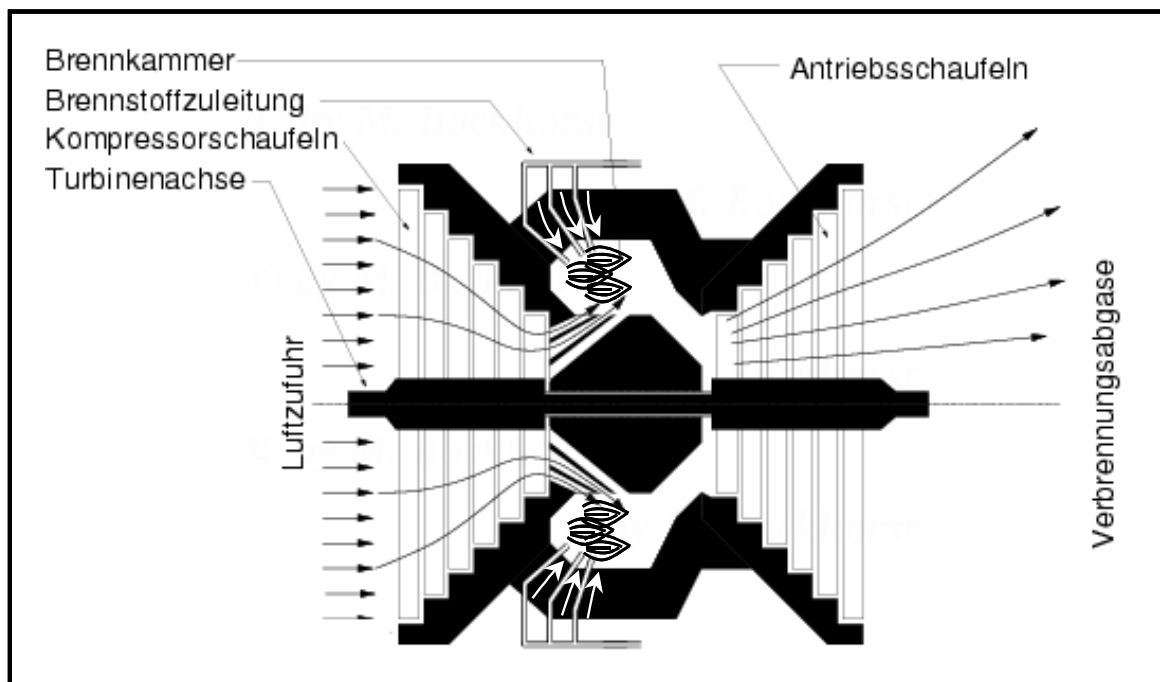


Abbildung 2.2.1: Hochbelastete Komponenten einer Gasturbine [50]

Über den Verdichter wird Umgebungsluft angesaugt, unter hohem Druck gebracht und in die Brennkammer geleitet, wo sie den zugegebenen Brennstoff verbrennt. Das energiereiche Rauchgas wird durch die Turbine geleitet und treibt diese gleichzeitig an. Da die Antriebsleistung der Turbine höher ist als die zum Antrieb des Verdichters benötigte Leistung, kann mit der verbleibenden Leistung ein Generator zur Stromerzeugung angetrieben werden. Eine reine Gasturbinenanlage hat jedoch nur einen geringen Wirkungsgrad. In Verbindung mit einem Dampfkraftwerk, welches über die Abgasenergie der Gasturbine betrieben werden kann, kann eine wesentliche Gesamtwirkungsgradsteigerung erzielt werden.

Je nach Beanspruchungsprofil werden im Bereich der Brennkammer und auf den Leit- und Laufschaufeln und den dazugehörigen Bauteilen innerhalb der hochbelasteten ersten Schaufelreihen Wärmedämmschichtsysteme eingesetzt. Durch eine entsprechend aufgebrachte Schichtdicke bei innengekühlten Turbinenschaufeln kann die Gaseintrittstemperatur um bis zu 150°C erhöht werden unter gleichzeitiger Absenkung der Grundwerkstofftemperatur (**Abbildung 2.2.2**) [51, 52].

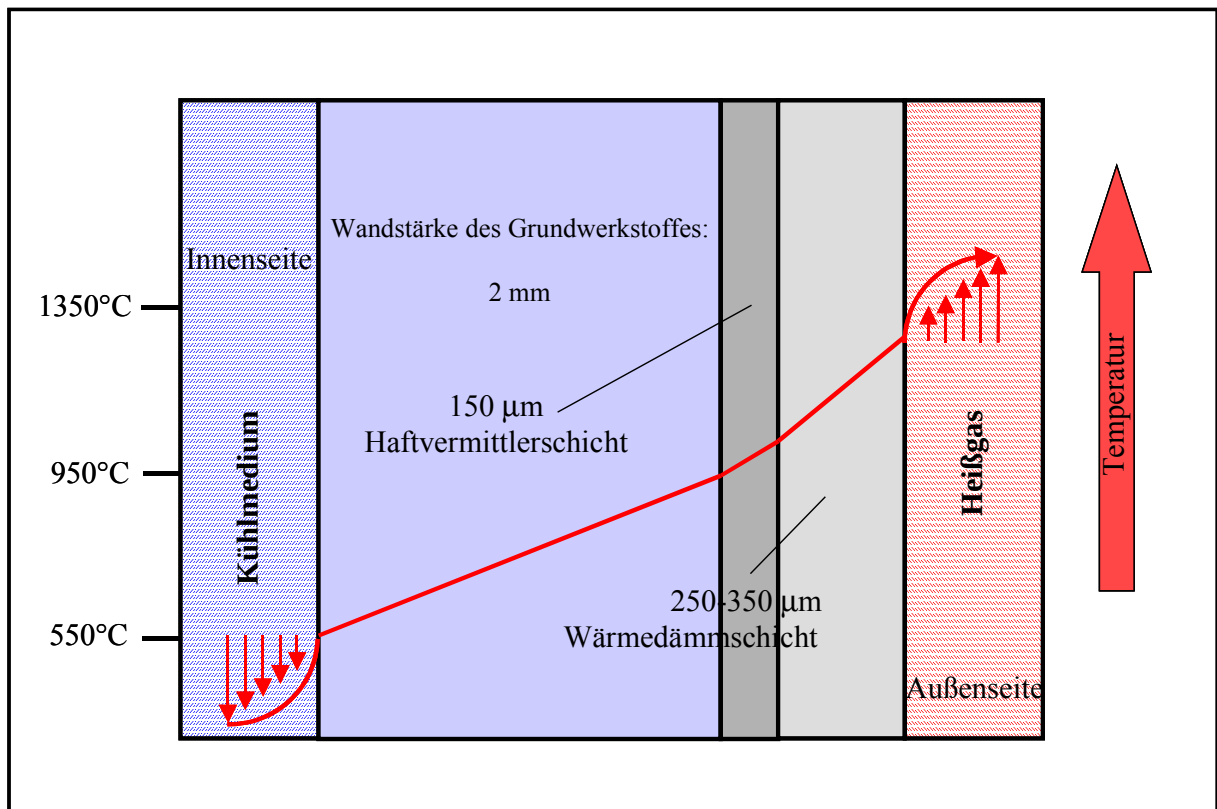


Abbildung 2.2.2: Temperaturgradient im Wärmedämmschichtsystem (TBC-System)

Im Bereich der Brennkammer werden Schichten mit einer Dicke von bis zu 500 µm eingesetzt, die mit dem Verfahren des Atmosphärischen Plasmaspritzens (APS) hergestellt werden. Die mittels Elektronenstrahlverdampfung (EB-PVD) hergestellten Schichten der neuesten Generation werden auf den thermisch und mechanisch am höchstbelasteten Laufschaufeln in einer Dicke von 250 bis 300 µm aufgebracht.

2.3. Wärmedämmschichtsysteme

2.3.1 Funktion, Einsatz und Werkstoffe für Wärmedämmschichtsysteme

Brennkammerbauteile und Schaufelwerkstoffe müssen speziell gegen Temperaturspitzen, aber auch gegen Temperaturwechsel- und -schockbelastungen, die sich aus An- und Abfahrvorgängen ergeben, und generell vor den in der Brennkammer und Gasturbine auftretenden hohen Temperaturen geschützt werden. Der Einsatz von Wärmedämmschichten auf thermisch hoch beanspruchten Bauteilen bietet nach Wigren [52] für das Bauteil und damit für den gesamten Maschinenkomplex folgende Vorteile:

- Bei gleicher mechanischer Beanspruchung wird durch die Beschichtung des Bauteils dessen Lebensdauer deutlich erhöht.

- Über eine Erhöhung der Gaseintrittstemperatur (**Abbildung 2.3.1.1**) [2] und Einsparung des Kühlluftmassenstroms sowie Verminderung von Kühlkreislaufverlusten können deutlich höhere thermische Wirkungsgrade realisiert werden.
- Reduktion der instationären Spannungen im temperaturbeaufschlagten Bauteil.

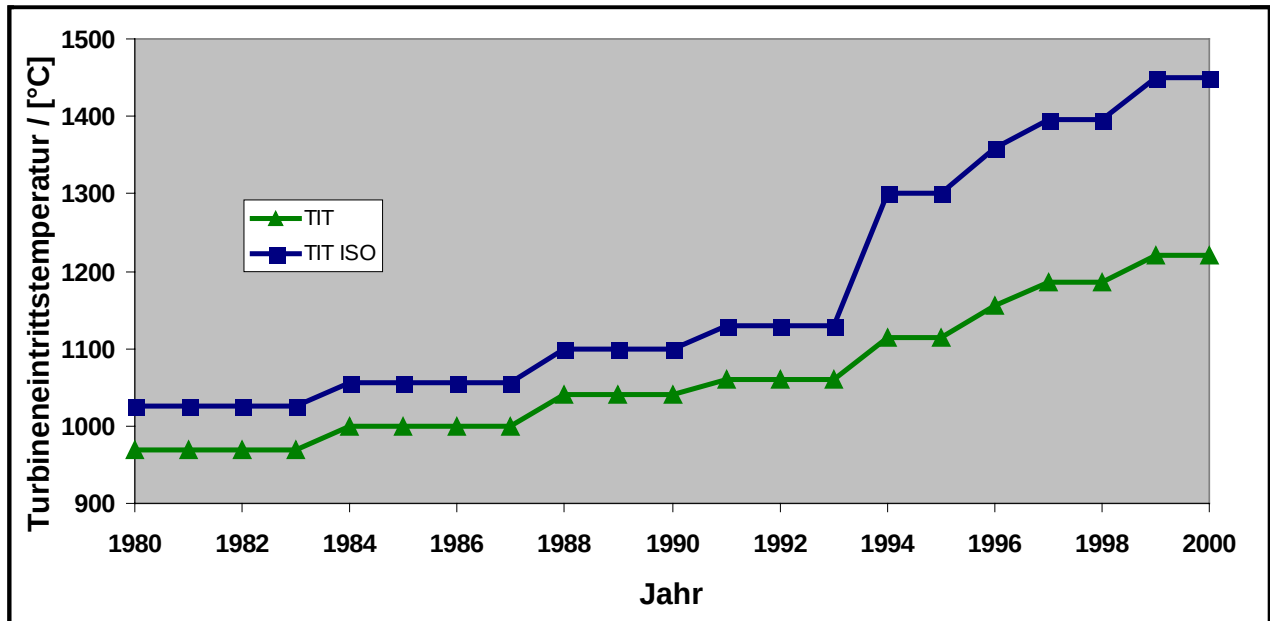
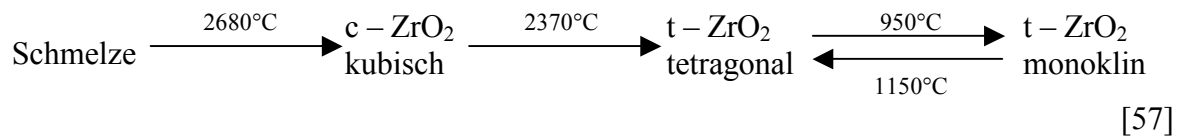


Abbildung 2.3.1.1: Anhebung der TIT und TIT ISO-Temperaturen für 50 Hz Gasturbinen der Firma Siemens-Westinghouse [2]

Die heute eingesetzten Wärmedämmschichtsysteme bestehen üblicherweise aus einer Zweischichtstruktur, welche sich aus einer Haftvermittlerschicht (HVS), dem „bondcoat“, auf dem Grundwerkstoff (Substratwerkstoff) und der keramischen Deckschicht zusammensetzt. Die metallische HVS dient zum einen der Anbindung der keramischen Deckschicht an den Substratwerkstoff, zum anderen gleicht sie die unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten zwischen dem Grundwerkstoff und der Deckschicht aus und bietet dem Substratwerkstoff Schutz vor Oxidation und Korrosion. Die Haftvermittlerschichten werden in der Regel aus dem Legierungssystem MCrAlY (M = Fe, Co, Ni oder NiCo) aufgebaut. Auch hier ist die Wahl des Metalls in der MCrAlY von den jeweiligen Einsatzbedingungen abhängig. Sie können in ihren Oxidations-, Heißgaskorrosions- und Duktilitätseigenschaften über weite Bereiche unabhängig vom Grundwerkstoff variiert werden [53, 54]. So besitzt CoCrAlY gegenüber NiCrAlY einen höheren Widerstand gegen Sulfidierung, zeigt jedoch auch eine deutlich geringere mechanische Festigkeit. Zwischen keramischer Deckschicht und HVS bildet sich unter thermischer Belastung eine Oxidationsschicht, die sogenannte TGO (thermally grown oxide). Diese nur wenige Mikrometer dünne, jedoch sehr dichte Oxidschicht, die eine weitere Oxidation des Substratwerkstoffes reduziert, wird aus Chrom- und Aluminiumoxiden gebildet [55]. Ein Zusatz von reaktiven Elementen wie Yttrium (wenige Promille) oder Hafnium von nur wenigen Prozent (0,1-1,0%) erhöht die Haftung der TGO auf der HVS-Schicht, wodurch die Oxidationsbeständigkeit zusätzlich gesteigert werden kann [56].

Für die Zusammensetzung der Deckschicht sind entscheidend das verwendete Substratmaterial, das Einsatzfeld, die Wärmeleitfähigkeit, die Hochtemperaturstabilität sowie die Kompatibilität hinsichtlich des thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Substrat- und Schichtwerkstoff. Zirkonoxid hat sich als der am besten geeignete Werkstoff für Wärmedämmschichten erwiesen, da es, teilstabilisiert eingesetzt, eine sehr geringe Wärmeleitfähigkeit und einen den Superlegierungen ähnlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten aufweist. Hinzu kommen eine gute Thermoschockbeständigkeit bei gleichzeitig hoher Festigkeit, guten Verschleiß- und Erosionseigenschaften. Eine Dotierung von Zirkonoxid mit 6 – 8 Gew.-% Yttriumoxid zeigt hierbei die besten Eigenschaften.



Die Phasenänderung, die mit einer Volumenausdehnung von 3 – 5% einhergeht, kann zu einem vollständigen Abplatzen der Keramik führen und resultiert durch die auftretenden Druckspannungen in einer Rissbildung [58]. Das Ersetzen von Zr-Kationen durch Zulegieren stabilisierender Oxide unterdrückt jedoch die Umwandlung zur monoklinen Phase bis auf Raumtemperatur. Als Stabilisator hat sich in den letzten Jahren Yttriumoxid durchgesetzt, da mit dessen Hilfe die WDS die beste Thermoschockbeständigkeit aufweist. Je nach Yttriumgehalt wird zwischen teilstabilisierten (PSZ - Partially Stabilized Zirconia) und vollstabilisierten (FSZ - Full Stabilized Zirconia) Zirkonoxid unterschieden.

2.3.2 Herstellung von Wärmedämmschichten

Für die Herstellung von Wärmedämmschichten haben sich aus technologisch-wirtschaftlicher Sicht das Verfahren „Atmosphärisches Plasmaspritzen“ (APS Atmospheric Plasma Spraying) und das Verfahren „Elektronenstrahlverdampfung“ (EB-PVD Electron Beam – Physical Vapour Deposition) durchgesetzt.

Werkstoffe, die nicht zur Zersetzung oder Sublimation neigen und über ein ausgeprägtes Liquidusgebiet verfügen, können mittels APS verarbeitet werden. Das Atmosphärische Plasmaspritzen erfolgt unter Normalatmosphäre. Im allgemeinen strömt eine Mischung aus Primärgas, Argon, und den Sekundärgasen Wasserstoff, Helium oder Stickstoff, das sogenannte Plasmagas durch eine Düse, die aus einer thorierten Wolframkathode und einer Anodenhülle aus Kupfer besteht. Das einströmende Plasmagas wird durch einen Lichtbogen, der zwischen Kathode und Anode gezündet wird, erhitzt und elektrisch ionisiert. Dabei durchströmt es den ringförmigen Brennraum mit einer Drallkomponente, wodurch eine Wanderung des anodenseitigen Fußpunkts des Lichtbogens bewirkt wird, die die Beanspruchung und den Abbrand der Anode reduziert und den Plasmastrahl stabilisiert. Im Bereich der Düsenaustrittsströmung werden durch die Rekombination der Moleküle, d.h. der daraus resultierenden freigesetzten Wärmeenergie, extrem hohe Temperaturen von bis zu 20.000 K erreicht. Der Trägergasstrom wird mit den Partikeln des Spritzpulvers über einen Pulverinjektor gespeist, wo sie durch den Impulsaustausch mit der Gasströmung beschleunigt und je nach Aufenthaltsdauer im Strahl teilweise oder aber auch völlig aufschmelzen. Beim Auftreffen auf das zu beschichtende Werkstück flachen die schmelzflüssigen Partikel ab und bilden die für thermisch gespritzte Schichten typische lamellare Schichtstruktur aus (**Abbildung 2.3.2.1**) [58].

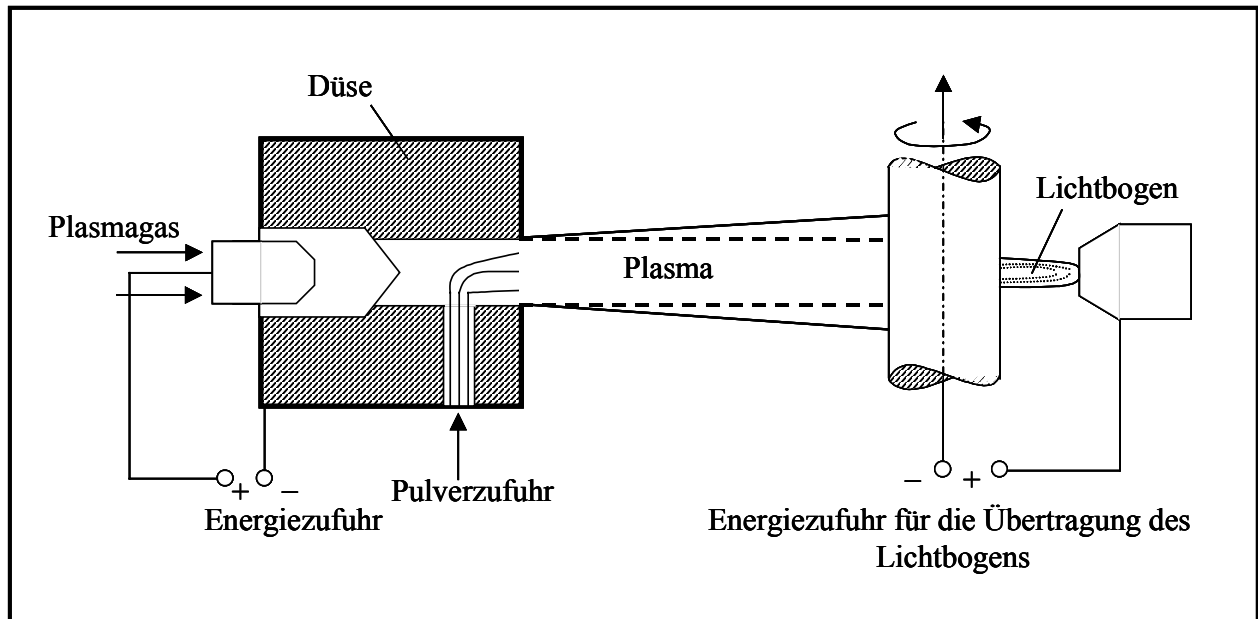


Abbildung 2.3.2.1: Schematische Darstellung des Plasmaspritzverfahrens [59]

In Abhängigkeit von Partikeldurchmesser, Partikelwerkstoff und Substratwerkstoff kann eine Abkühlrate von 10^5 bis 10^6 K/s für ein Partikel erreicht werden. Durch die Einwirbelung und die so verursachte Anreicherung des Plasmafreistrahls mit Luftsauerstoff kann es je nach Spritzpartikelwerkstoff während der schlagartigen Oberflächenvergrößerung beim Auftreffen der Partikel auf das Substrat zu einer partiellen Oxidation kommen. Mit Hilfe einer Schutzgasatmosphäre und reduziertem Druck (LPPS Low Pressure Plasma Spraying) kann die Oxidation der Schichten, zum Beispiel bei der Herstellung von HVS-Schichten, vermieden werden. Zudem zeichnen sich solche Schichten durch ihre geringe Porosität, größtmöglichen Haftbarkeit und einer vergleichsweise dünnen Diffusionszone aus, wodurch eine geringe Beeinflussung des Grundwerkstoffs gewährleistet wird [59, 60].

3. Grundlagen und Kenntnisstand

Die in der Praxis auf ein Bauteil einwirkenden Schädigungen treten im Allgemeinen nicht unabhängig voneinander auf, sondern führen zu gegenseitigen Überlagerungen. Diese Überlagerungen werden in **Abbildung 3.1** veranschaulicht. Häufig entstehen dabei Wechselwirkungen zwischen den Schädigungsmechanismen. Unter Hochtemperaturermüdung, wie sie in der vorliegenden Arbeit anhand von Untersuchungen an den einkristallinen und teilweise auch stängelkristallinen Nickelbasis-Superlegierungen auftritt kann es zu einer

- zeitabhängigen Schädigung durch Kriechen
- zeitunabhängigen Schädigung durch reine Ermüdung
- zeitabhängigen Schädigung durch Hochtemperaturkorrosion

kommen.

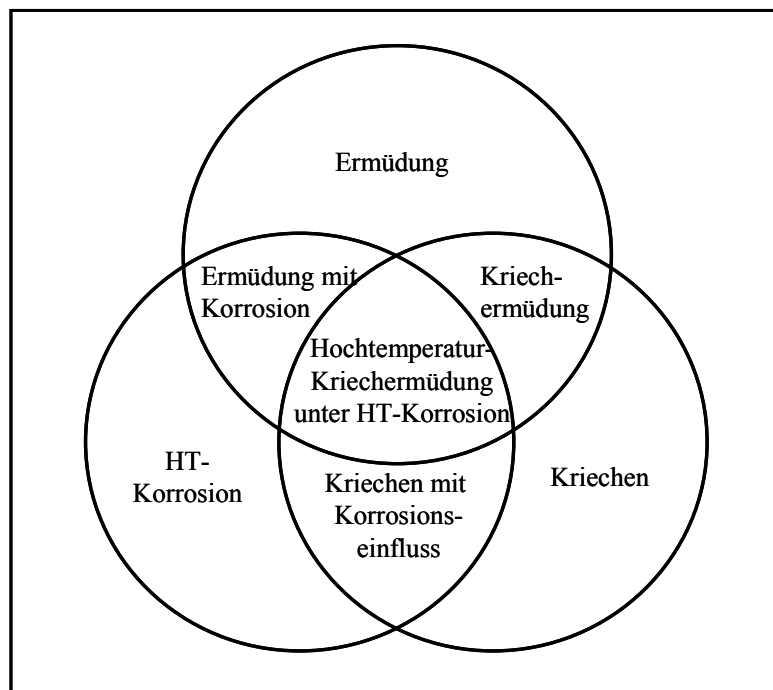


Abbildung 3.1: Schädigungsmechanismen unter Hochtemperaturbelastung

Die HT-Korrosion wird in dieser Arbeit aber nur hinsichtlich eines möglichen Zusetzens von lasergebohrten Kühlkanälen untersucht. Ein Zusetzen der Kühlluftbohrungen durch Oxidationsbildung muss verhindert werden, um eine unzulässige Temperaturerhöhung des Grundwerkstoffs zu vermeiden. Daneben muss der Wirkung von Kühlbohrungen innerhalb des Grundwerkstoffs bzw. des beschichteten Grundwerkstoffs vor allem bzgl. Querschnittsschwächung, Rissinitiierung und Rissfortschritt Rechnung getragen werden. Insgesamt sind die Vorgänge, die bei der Hochtemperaturermüdung zum Versagen führen, sehr komplex. Aus diesem Grund werden die Schädigungsmechanismen getrennt betrachtet und im Folgenden erläutert.

3.1. Kriechverhalten

Die exzellenten Hochtemperatureigenschaften der hier untersuchten Nickelbasislegierungen basieren in erster Linie auf dem zweiphasigen Aufbau der Mikrostruktur, die aus einer mischkristallgehärteten Matrixphase γ mit den darin ausgeschiedenen, geordneten γ' -Teilchen besteht. Durch den relativ hohen Volumenanteil an γ' -Ausscheidungen resultiert eine enorme Festigkeitssteigerung unter Einsatzbedingungen. Die mit der γ -Matrix kohärente intermetallische γ' -Phase weist einen geordneten Gitteraufbau des Typs A_3B vom $L1_2$ -Gittertyp auf, wobei die überwiegend kubische Gestalt durch ihren Volumenanteil und die Gitterfehlpassung zur γ -Phase bestimmt wird. Das Kriechverhalten von γ' -gehärteten Legierungen wird hauptsächlich von folgenden Faktoren beeinflusst:

- Volumenbruchteil an härtender γ' -Phase
- Größe und Form der Ausscheidungen
- Gefügestabilität
- Chemische Zusammensetzung der γ -Matrix und der γ' -Phase
- Gitterfehlpassung

Durch das Fehlen von Korngrenzen wird auch die betriebsbedingte Schädigung der Bauteile durch Porenbildung auf Korngrenzentrifelpunkten und durch Korngrenzengleiten bei einkristallinen Nickelbasis-Superlegierungen vermieden. In Abhängigkeit von der Höhe und der Wechselwirkung der verschiedenen Belastungs-Parameter, wie Art, Vorzeichen der äußeren Belastung sowie Temperatur und Gitterfehlpassung, tritt eine gerichtete Gefügeumlagerung der ursprünglich würfelförmigen γ' -Ausscheidungen hin zu Platten senkrecht bzw. Nadeln oder Platten parallel zur Belastungsrichtung auf, die auch als Floßbildung („rafting“) bezeichnet wird [61].

3.1.1 Einfluss der γ' - Ausscheidungen

Eine für die Nickelbasis-Superlegierungen charakteristische Größe ist die Gitterfehlpassung δ , die ein Maß für die Größe der Kohärenzspannung darstellt, d.h. als relativer Unterschied der Gitterparameter $a^{\gamma'}$ und a^{γ} der Phasen γ' und γ definiert ist:

$$\delta = \frac{2(a^{\gamma'} - a^{\gamma})}{a^{\gamma'} + a^{\gamma}} \quad 3.1$$

mit: $a^{\gamma'}$ – Gitterkonstante von γ'
 a^{γ} – Gitterkonstante von γ

Bei der Art der Gefügeumlagerung können für $\langle 001 \rangle$ -orientierte Einkristalle zwei unterschiedliche Typen des γ' -Vergrößerungsverhaltens unterschieden werden:

Legierungen mit Druckbelastung in $[001]$ -Richtung und Legierungen mit negativer Gitterfehlpassung unter Zugbeanspruchung weisen γ' -Flöße parallel zur Belastungsrichtung auf (P-Typ-rafting). Unter umgekehrter Kombination von Gitterfehlpassung und Beanspruchungsrichtung treten γ' -Flöße senkrecht zur Belastungsrichtung auf, der sogenannte N-Typ [62].

Eine inhomogene Verteilung des Gitterfehlpassungspareters liegt bereits bei unverformten Nickelbasis-Superlegierungen vor. So wurde nachgewiesen, dass das Legierungselement Rhenium, sowie Ausscheidungen von Refraktärelementen in der dendritischen Matrix, verglichen mit der interdendritischen Matrix, zu unterschiedlichen Werten für die Gitterfehlpassung führt. Nach der für die untersuchten Werkstoffe durchgeführten Wärmebehandlung wurde für CMSX-4 und SRR 99 eine negative Gitterfehlpassung und für SC 16 eine positive Fehlpassung festgestellt [63].

Grundsätzlich kann mit zunehmenden Volumenbruchteil an γ' -Ausscheidungen eine Erhöhung der Kriechfestigkeit für Nickelbasis-Superlegierungen nachgewiesen werden. Durch das thermodynamische Gleichgewicht werden höhere Volumenbruchteile an γ' jedoch begrenzt, da es sonst zur Bildung unerwünschten Phasenausscheidung (z.B. der TCP-Phasen) kommen kann.

3.1.2 Einfluss der Größe und Morphologie der γ' - Ausscheidungen

Größe, Morphologie und Verteilung der γ' -Ausscheidungen werden durch die Wärmebehandlung bestimmt, die somit einen entscheidenden Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der jeweiligen Nickelbasis-Superlegierung hat. In **Abbildung 3.1.2.1** ist der Einfluss der durch unterschiedliche Wärmebehandlungen eingestellten γ' -Größe auf die Zeitstandfestigkeit bei unterschiedlichen Temperaturen von CMSX-2 dargestellt [64]. Für beide Temperaturen wurde eine optimale Teilchengröße von 0,45 μm ermittelt, wobei sowohl größere als auch kleinere γ' -Ausscheidungen zu einer merklichen Verringerung der Lebensdauer im Zeitstandversuch führen.

Abbildung 3.1.2.2 zeigt den direkten Einfluss der γ' -Größe auf die Streckgrenze von CMSX-4 bei verschiedenen Temperaturen. Allerdings geht dieser Einfluss auf die Streckgrenze und Zugfestigkeit bei sehr hohen Temperaturen (1100°C) verloren [65].

In Arbeiten von **Nathal** wird die Auswirkung der Gitterfehlpassung auf die Lebensdauer in Abhängigkeit von der γ' -Größe zusammengefasst. Legierungen mit einer Gitterfehlpassung $|\delta| < 0,1\%$, weisen nur eine schwach ausgeprägte Abhängigkeit auf, wohingegen Legierungen mit Gitterfehlpassungen im mittleren Bereich, d.h. $0,1\% < |\delta| < 0,5\%$ stark von der γ' -Größe abhängen. Die längsten Lebensdauern im Zeitstandversuch werden bei einer mittleren γ' -Größe von 0,45 μm gefunden. Die höchsten Standzeiten zeigen Legierungen mit hohen Gitterfehlpassungen $|\delta| < 0,5\%$ und einer γ' -Größe von 0,1 μm (**Abbildung 3.1.2.3**) [66].

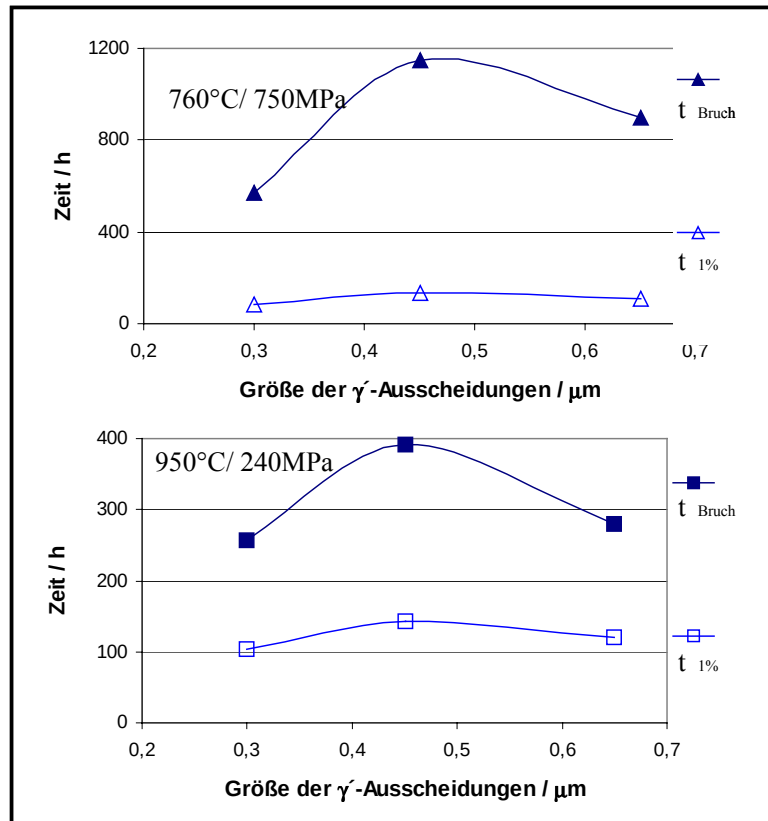


Abbildung 3.1.2.1: Abhängigkeit der Zeitstandfestigkeitswerte von der γ' -Größe [64]

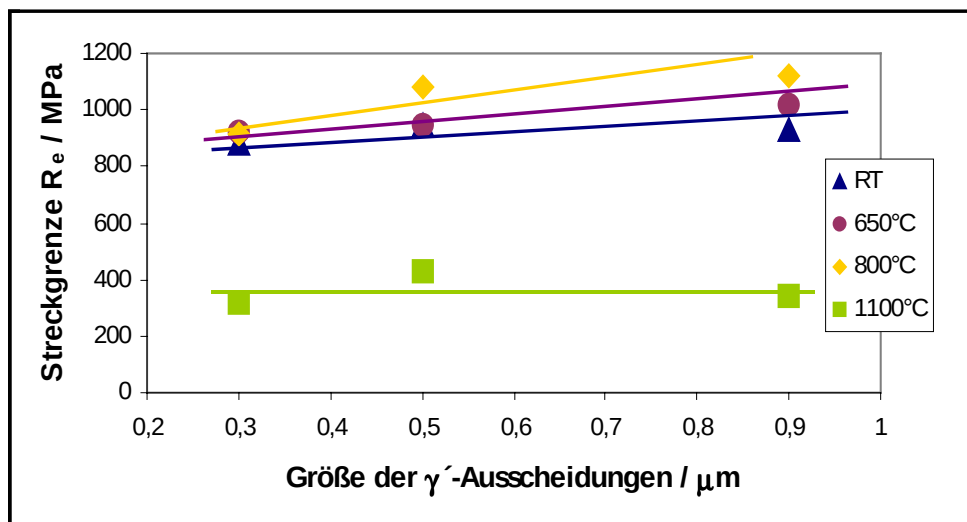


Abbildung 3.1.2.2: Einfluss der γ' -Größe auf die Streckgrenze von CMSX-4 bei verschiedenen Temperaturen [65]

Die mechanischen Eigenschaften hängen nicht nur im starken Maße von der ideale γ' -Größe ab, sondern auch von der Gitterfehlpassung. Ein weiterer, bereits unter Kapitel 3.1 erwähnter Aspekt, wird aus Abbildung 3.1.2.3 ersichtlich. Die dargestellten Kurven repräsentieren unterschiedliche Legierungen, wodurch gleichzeitig der Einfluss der chemischen Zusammensetzung wiedergegeben wird. Somit ist die Zeitstandfestigkeit bei einer vorgegebenen γ' -Größe nicht nur von der Höhe der Gitterfehlpassung, sondern auch von der Zusammensetzung der Legierung bzw. deren Hauptbestandteile (γ und γ' -Bereiche) abhängig.

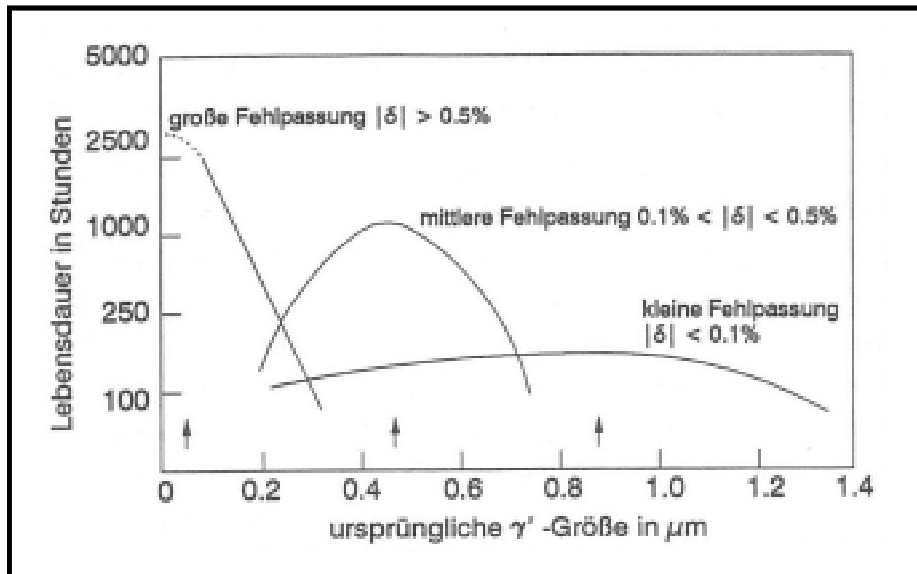


Abbildung 3.1.2.3: Abhängigkeit der Lebensdauer von der γ' -Teilchengröße für Legierungen mit unterschiedlichen Gitterfehlpassungen δ [66]

Bei Temperaturen oberhalb 850°C wird unter bestimmten Umständen in den Nickelbasis-Superlegierungen ein Zusammenwachsen der γ' -Ausscheidungen zu einer plattenförmigen Morphologie, die „Floßbildung“ (γ' -rafting), beobachtet.

Untersuchungen der Floßbildung im Zeitstandversuch ergaben, dass die Floßbildung bereits im primären Kriechbereich beginnt und oft schon zu Beginn des stationären Bereiches abgeschlossen ist. Im weiteren Verlauf bleibt die Breite der γ' -Flöße konstant, was auf die Stabilität der Floßstruktur hinweist. Dabei entspricht die Dicke der gebildeten Flöße in etwa der ursprünglichen Kantenlänge der γ' -Ausscheidungen. Im tertiären Bereich kommt es zur Ausbildung der sog. „Eierkarton-Struktur“, d.h. einer Verbreiterung der γ' -Flöße. Durch die Entstehung von Versetzungsnetzwerken an den γ/γ' -Grenzflächen der Floßstrukturen wird die Gitterfehlpassung teilweise minimiert [67, 68].

Im Fall hoher Temperaturen und niedriger Spannungen können die γ' -Flöße, die nur durch Kletterprozesse überwunden werden können, zu einer Verbesserung der Kriecheigenschaften beitragen. Unter hohen Spannungen und niedrigen Temperaturen werden dagegen die γ' -Ausscheidungen überwiegend durch Schneiden überwunden, einen anders gearteten Verformungsmechanismus. Die Verringerung der mechanischen Eigenschaften kann darauf zurückgeführt werden, dass die Floßstruktur weniger γ/γ' -Grenzflächen pro Volumeneinheit enthält als das würfelförmige γ' -Ausscheidungsgefüge [69, 70].

3.1.3 Einfluss der Kristallorientierung

Eine Eigenschaft einkristalliner Nickelbasis-Superlegierungen ist ihre Anisotropie bezüglich des Kriechens. Je nach Orientierung des Einkristalls werden im einachsigen Zeitstandversuch Kriechgeschwindigkeitsunterschiede von bis zu mehreren Größenordnungen festgestellt [71]. Dieser Effekt ist bei tiefen Temperaturen, d.h. unterhalb 850°C ausgeprägter.

Die Anisotropie des mechanischen Verhaltens kann auf die unterschiedliche Anzahl aktivierbarer Gleitsysteme zurückgeführt werden, die primär von der Kristallorientierung abhängt. Schon bei kleinen Abweichungen von der exakten Orientierung sind nicht mehr alle Gleitsysteme aktivierbar und bei Abweichungen über 10° erfolgt reine Einfachgleitung [72]. Die Anzahl der aktivierten Gleitsysteme spiegelt sich in der Zeitstandfestigkeit und somit in der Lebensdauer für die verschiedenen Kristallorientierungen wieder.

So kann anhand eines Standardorientierungsdreiecks in **Abbildung 3.1.3.1** gezeigt werden, dass die Lebensdauer für Kriechproben einkristalliner Nickelbasis-Superlegierungen sehr viel höher ist, wenn die Einkristallproben nahe der Ecken mit $\langle 001 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -Orientierung entnommen werden [72, 73]. Dabei wurde die gegenseitige Beeinflussung von γ' -Größe, Morphologie der γ' -Ausscheidungen und Orientierung der Probe noch nicht erfasst.

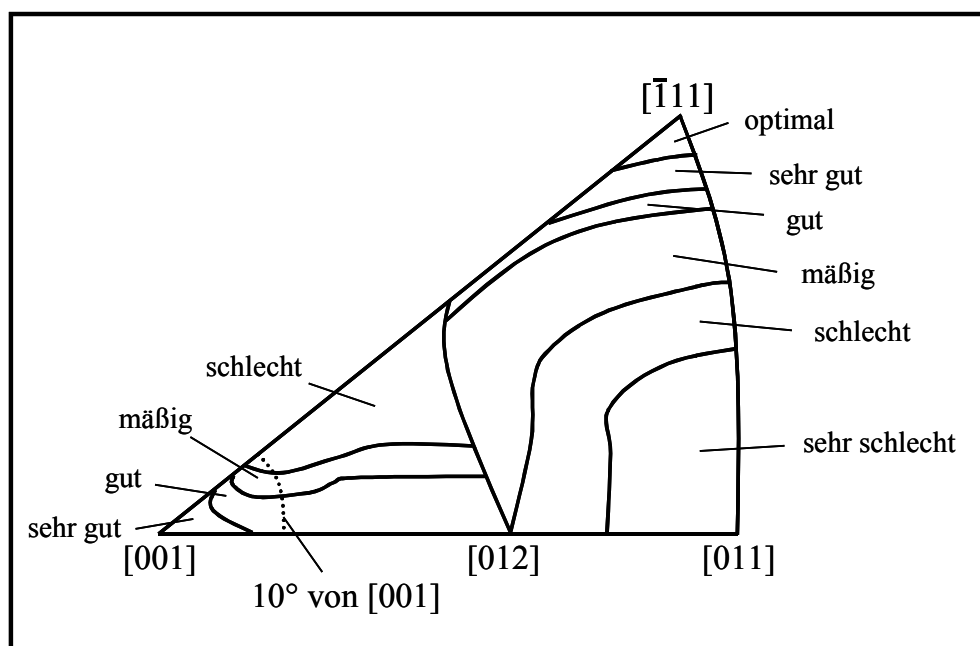


Abbildung 3.1.3.1: Resultierende Unterteilung des Standardorientierungsdreiecks von unterschiedlichen Kriechlebensdauern für MAR-M200 und MAR-M247 bei 774°C und 724 MPa [73]

Allerdings zeigt eine in $[001]$ -Richtung belastete Einkristallprobe bei höheren Temperaturen die günstigsten Ermüdungseigenschaften. Eine Belastung in Richtung der $\langle 011 \rangle$ -Orientierung führt dagegen zu den schlechtesten Ergebnissen. Es können technisch, d.h. für die Anwendbarkeit als zum Beispiel Schaufelmaterial, noch tolerierbare Abweichungen bei den Rohlingen in der Orientierung von bis zu 12° zur Stabachse des Gussmaterials auftreten, wodurch sehr starke Schwankungen in der Kriechgeschwindigkeit auftreten. Darüber hinausgehende Abweichungen führen zu einer empfindlichen Abnahme der Festigkeitskennwerte und der Kriechbeständigkeit. Aus diesem Grund muss der Orientierungsabweichung bei der Analyse von Zug- und/oder Kriechdaten Bedeutung geschenkt werden, um optimale Resultate zu erzielen. Neben der Orientierung sind die Größe und Morphologie der γ' -Ausscheidungen zu beachten. So zeigten Untersuchungen von **Caron et al.** an CMSX-2, dass unabhängig von der Temperatur die längsten Standzeiten bei einer γ' -Größe von $0,45\text{ }\mu\text{m}$ erzielt werden, wodurch die $\langle 001 \rangle$ -Orientierung die beste Kombination aus hoher Lebensdauer und günstigen thermischen Ermüdungsverhalten darstellt [74].

3.2. Ermüdungsverhalten im Low-Cycle-Fatigue-Versuch

Eine der wesentlichen Beanspruchungen heutiger Gasturbinenschaufeln ist die Kriechermüdungsbeanspruchung. Bei der Betriebsbeanspruchung von Turbinenschaufeln kann es zu Haltbarkeitsproblemen bei der Schutzschicht kommen. An- und Abfahrvorgänge sowie Leistungsänderungen in der Turbine können Kriechermüdungsrisse in der Schutzschicht initiieren. Dies ist mit einer Verringerung oder sogar Aufhebung der Schutzwirkung der TBC-Schicht und einem möglichen Risswachstum bis in den Grundwerkstoff hinein verbunden [75]. Da die Kriechermüdungsbeanspruchung häufig unter niederen Frequenzen und Wechselzahlen auftritt, wird sie auch als LCF-(Low Cycle Fatigue)Beanspruchung bezeichnet. In **Abbildung 3.2.1** ist ein Betriebszyklus von Industriegasturbinenschaufel (a.) und Gasturbinenschaufel eines Verkehrsflugzeuges (b.) gegenübergestellt [76].

Bei der isothermen Wechselverformung wird die Werkstoffermüdung durch eine Low-Cycle-Fatigue (LCF)Beanspruchung simuliert. Nach dem ASTM-Standard E 513-74 kann eine LCF-Beanspruchung durch makroskopische, zyklische und plastische Verformungen erkannt werden, die durch eine Spannungs-Dehnungs-Hystereseschleife charakterisiert werden können [77].

In vielen Fällen werden durch sogenannte Standarddehnwechselversuche entweder die reine LCF-Ermüdung oder durch Einschieben von Haltezeiten auch die Kriechermüdung berücksichtigt. Bei derartigen isothermen Einstufenversuchen werden bei konstanter Gesamtdehnungsschwingbreite $\Delta\epsilon_{\text{tot}}$, Rampengeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ und meist symmetrischer Aufteilung des Zug- und des Druckdehnungsausschlages als wichtigstes Ergebnis die erreichte Anrisswechselzahl N_A ermittelt. Trägt man die Spannung über der Dehnung für einen Zyklus auf, so erhält man die in **Abbildung 3.2.2** dargestellte Spannungs-Dehnungs-Hysteresese.

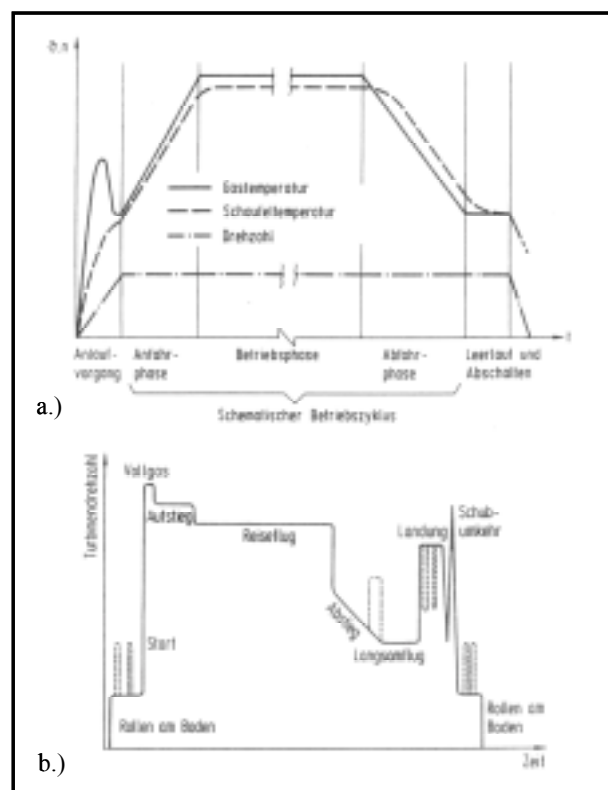


Abbildung 3.2.1: Schematische Darstellung der Beanspruchung von Industriegasturbinenschaufeln a.) und Gasturbinenschaufeln eines Verkehrsflugzeuges b.) [76]

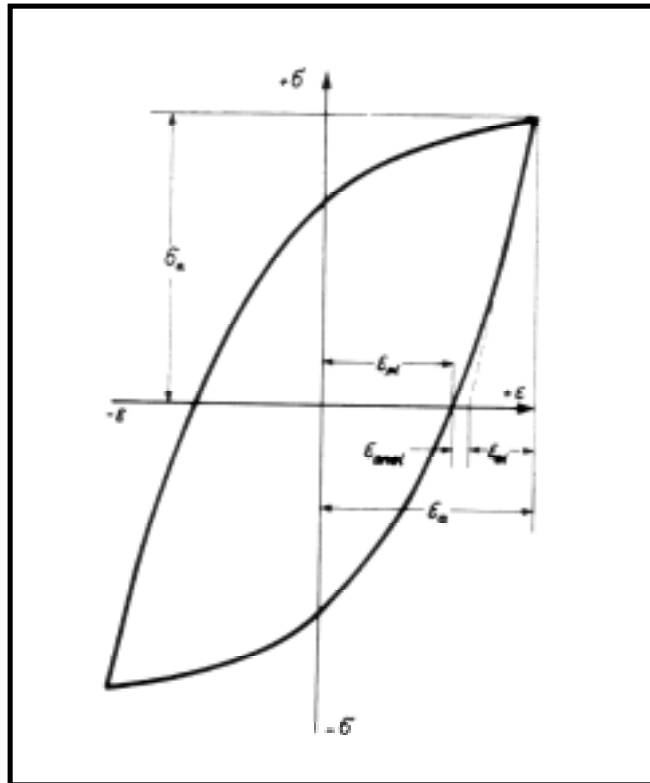


Abbildung 3.2.2: Spannungs-Dehnungs-Hysterese bei Wechselverformung (schematisch) [78]

Anhand dieser Hysterese lassen sich die Kenngrößen bei dehnungsgesteuerter Wechselverformung beschreiben. Neben der Spannungsamplitude $\Delta\sigma/2$ ist die Gesamtdehnungsamplitude $\Delta\epsilon_{\text{tot}}$ zu nennen. Sie setzt sich aus der Summe des elastischen Anteils $\Delta\epsilon_{\text{el}}$ und des plastischen Anteils $\Delta\epsilon_{\text{pl}}$ zusammen

$$\Delta\epsilon_{\text{el}} + \Delta\epsilon_{\text{pl}} = \Delta\epsilon_{\text{tot}} \quad (3.2.1)$$

wobei für die elastische Dehnung angesetzt werden kann:

$$\Delta\epsilon_{\text{el}} = \sigma/E \quad (3.2.2)$$

mit: σ - zyklische Spannung
 E - Elastizitätsmodul

Bei der Entlastung kann der Hystereseverlauf von der Hookeschen Geraden abweichen, bevor die Spannung den Nullpunkt erreicht. Diese Abweichung ist als reversible plastische Dehnung $\Delta\epsilon_{\text{pl}}^{\text{rev}}$ definiert. Da sie sehr viel kleiner als die irreversible plastische Dehnung $\Delta\epsilon_{\text{pl}}^{\text{irr}}$ ist, kann sie häufig vernachlässigt werden. Die irreversible plastische Dehnung ergibt sich aus

$$\Delta\epsilon_{\text{pl}}^{\text{irr}} = \Delta\epsilon_{\text{pl}} - \Delta\epsilon_{\text{pl}}^{\text{rev}} \quad (3.2.3)$$

Die plastische Dehnungsamplitude $\Delta\epsilon_{\text{pl}}$ entspricht dann der halben Breite der Hysterese bei $\sigma = 0$. Die von der Hysterese umschlossenen Fläche kann als Maß für die Arbeit W , die während der plastischen Verformung umgesetzt wird, angesehen werden.

Während des Versuchs ablaufende Ver- oder Entfestigungsvorgänge werden anhand der Spannungs-Dehnungs-Hysterese und der zyklischen Ver- und Entfestigungskurve sichtbar. **Abbildung 3.2.3** zeigt beispielhaft die Formänderung der Spannungs-Dehnungs-Hysterese mit der Schwingspielzahl sowie die zugehörigen Verläufe der Zugspannungsmaxima.

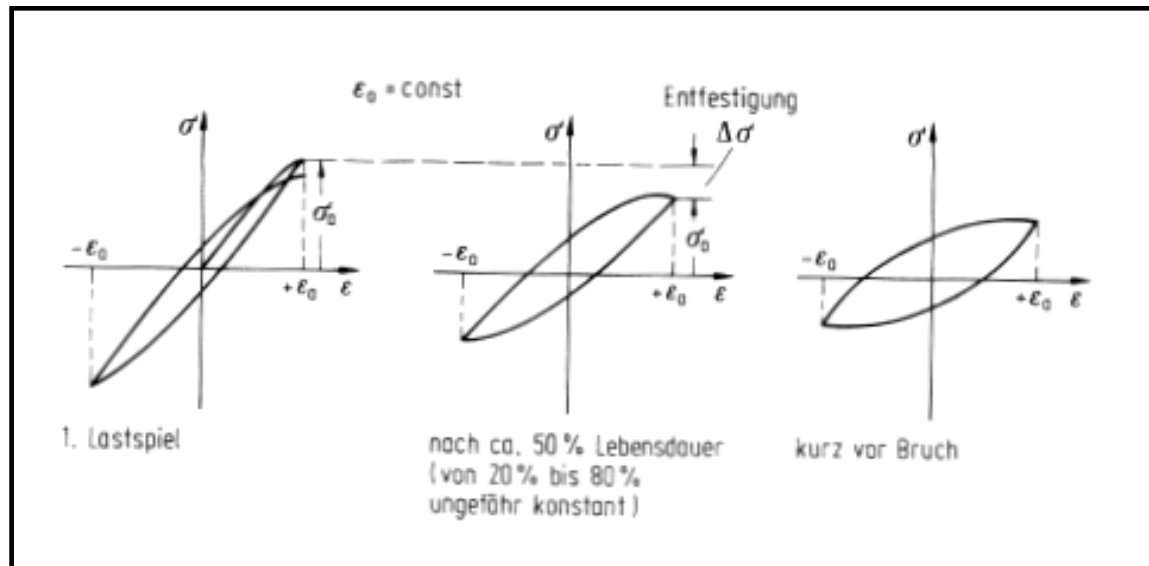


Abbildung 3.2.3: Einfluss der Entfestigung auf den Verlauf der Hysteresekurve [79]

Wechselverfestigung führt bei konstanter Gesamtdehnungsschwingbreite zu einer Spannungserhöhung, zu einer Erhöhung des elastischen Dehnungsanteils und damit zu einer schmalen Hysterese. Dagegen führt die Wechselentfestigung zur Ausbildung niedrigerer Spannungsmaxima, zu einer Erhöhung des plastischen Dehnungsanteils und zu einer breiteren Hysterese. Treten Makrorisse auf wird ein deutlicher Abfall des Zugspannungsmaximums, bei langsamerem Abfall des Druckspannungsmaximums beobachtet. Hierbei kommt es oft vor Erreichen des Druckspannungsmaximums zur Ausbildung einer charakteristischen „Nase“, deren Entstehung mit dem Aufeinandertreffen von Rissflanken in der Druckphase in Verbindung gebracht wird [80, 81].

Die sog. zyklische Spannungs-Dehnungskurve ergibt sich aus der Auftragung der Umkehrpunkte der stabilisierenden Hysteresen für verschiedene Dehnungsamplituden. Dadurch ist ein direkter Vergleich mit der monotonen Spannungs-Dehnungs-Kurve aus dem Zugversuch möglich. Die analytische Beschreibung der monotonen Spannungs-Dehnungs-Kurve lautet dann:

$$\sigma = K \cdot \epsilon_{pl}^n \quad (3.2.4)$$

mit: K – monotoner Spannungskoeffizient
 n – monotoner Verfestigungskoeffizient

Für die zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurve gilt dann die analoge Beziehung nach [80]:

$$\frac{\Delta\sigma}{2} = K' \cdot \left(\frac{\Delta\varepsilon}{2} \right)^{n'} \quad (3.2.5)$$

mit: K – monotoner Spannungskoeffizient
 n – monotoner Verfestigungskoeffizient

Die Ergebnisse einer Reihe von Standarddehnwechselversuchen $N_A(\Delta\varepsilon)$ mit unterschiedlichen Gesamtdehnungsschwingbreiten $\Delta\varepsilon_{\text{tot}}$ können, wie in **Abbildung 3.2.4** schematisch gezeigt, als Anrisskennlinien dargestellt werden. In den unterschiedlichen Auftragungen kann beispielsweise die Zyklusdauer t_z oder die Temperatur ϑ als Kurvenparameter enthalten sein.

Daneben wurde von **Mughrabi et al.** der Einfluss der Mikrostruktur von Nickelbasis-Superlegierungen untersucht. Durch die auf Turbinenschaufeln einwirkenden Zentrifugalkräfte während des Betriebes bei hohen Temperaturen kommt es zum sogenannten γ' -rafting, wie es auch schon in Kapitel 3.1 näher erläutert wurde.

Der Einfluss der γ/γ' -Mikrostruktur ist dabei stark von der vorangegangenen Vorverformung abhängig. Die Ergebnisse an CMSX-4 und CMSX-6 zeigten, dass ein senkrecht zur LCF-Belastung ausgerichtetes γ' -Gefüge, welches durch vorherige Zugbelastung eingestellt werden kann, einen geringeren Ermüdungsrisswiderstand aufwies, als ein Werkstoff mit kubischen γ' -Ausscheidungen (ohne Vorverformung). Eine parallel ausgerichtete γ/γ' -Mikrostruktur (Vorverformung im Druckbereich) wies die längsten Lebensdauerzeiten auf [82].

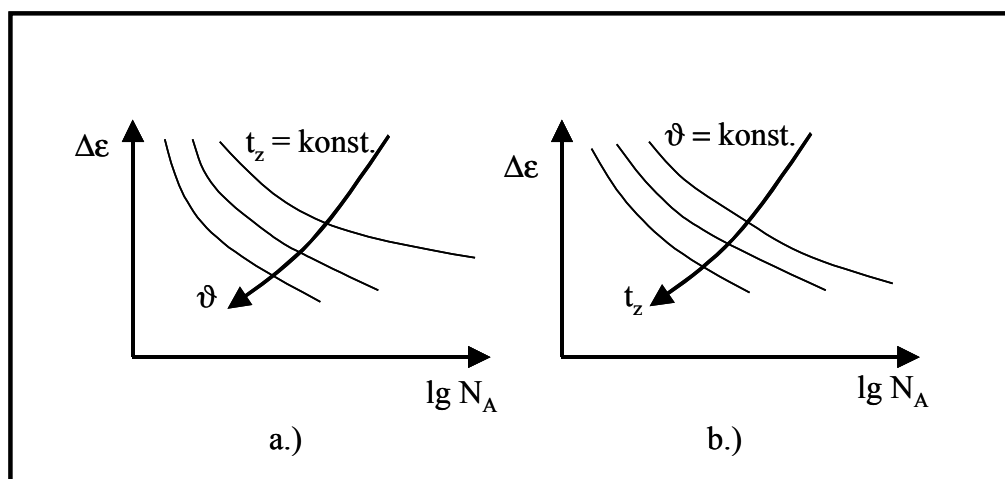


Abbildung 3.2.4: Schematische Darstellung verschiedener Einflussfaktoren auf die Anzahl der ertragbaren Zyklen bis zum kritischen Anriss nach dem LCF-Versuch

An anderer Stelle wurde der Einfluss einer Oberflächenverfestigungsbehandlung („Shot peening“) untersucht. Hierbei tritt eine sogenannte „Rafting-Anomalie“ auf. Unter Belastung bildet sich in Oberflächennähe einer Turbinenschaufel eine parallel zur Belastungsrichtung verlaufende γ/γ' -Mikrostruktur aus, wohingegen die γ' -Struktur im Inneren der Schaufel senkrecht zur Belastungsrichtung ausgerichtet ist [83, 84]. Diese Anomalie ist möglicherweise auf die Oberflächenbehandlung, die eine Turbinenschaufel vor der Beschichtung durchläuft, zurückzuführen [85].

3.3. Bruchmechanische Kennwerte

Die in dieser Arbeit am Rasterelektronenmikroskop durchgeführten „In-situ“-Untersuchungen sollten die Möglichkeit der Anwendung einer „klassischen Bruchmechanik“, bzw. einer „Mikrobruchmechanik“, auf gebohrte Strukturen unter folgenden Annahmen verifizieren.

Entweder wurde das Bohrloch als (An-) Riss betrachtet, oder die Rissinitiierung wurde ausgehend von gekerbten Bohrlochern untersucht. Für das Verständnis ist es erforderlich, einige allgemeine Grundlagen der Bruchmechanik darzustellen. Zur Ableitung von Versagenskriterien für Bauteile mit Rissen wurden verschiedene Konzepte der Bruchmechanik entwickelt. Die linear-elastische Bruchmechanik (LEBM) mit dem K_I -Konzept setzt die linear-elastische Verformung des Bauteils bis zum Bruch voraus. Es erlaubt eine quantitative Erfassung des Versagens angerissener Bauteile als Folge instabiler Rissausbreitung. Linear-elastisches Werkstoffverhalten liegt in erster Näherung noch vor, wenn eine sich ausbildende plastische Zone klein gegenüber der Risslänge und der Probengeometrie bleibt. Ist diese Bedingung nicht erfüllt, müssen elastisch-plastische Vorgänge im Bereich der Rissspitze unter bruchmechanischen Aspekten berücksichtigt werden und führen zum J-Integral- bzw. C^* -Konzept. Weiter Konzepte beschreiben das allmähliche Risswachstum infolge zyklischer, thermischer und/oder korrosiver Beanspruchungen sowie das Verhalten dynamisch belasteter Risse einschließlich Rissstopp [86].

Allgemein kann das an der Rissspitze vorliegende Spannungsfeld durch die von *Westergaard* entwickelte Spannungsfunktion (Gleichung 3.3.1) folgendermaßen beschrieben werden:

$$\sigma_{i,j} = \frac{K}{(2\pi r)^{1/2}} \cdot f_{i,j}(\theta) \quad (3.3.1)$$

Hierbei sind $\sigma_{i,j}$ die Spannungen in einem durch die Polarkoordinaten r und θ festgelegten Volumenelement vor der Rissspitze (**Abbildung 3.3.1**).

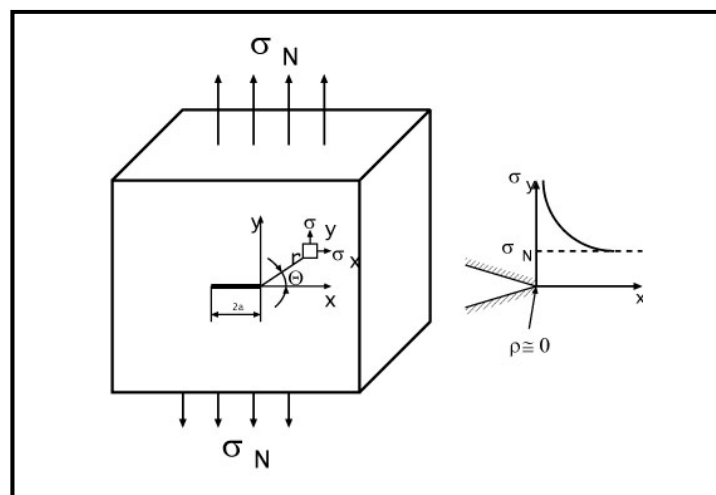


Abbildung 3.3.1: Definition der Koordinaten und Variablen an der Rissspitze, Innenriss im Zugspannungsfeld

Die an Materialinhomogenitäten im Bauteil oder rissbehafteten Bauteilen auftretenden oft sehr komplexen Spannungszustände können mittels Superpositionsprinzip aus drei Grundfällen

zusammengesetzt werden. In **Abbildung 3.3.2** sind die möglichen Belastungs- oder Rissöffnungsmodi I, II und III dargestellt [87].

- ❖ Mode I: Normalbelastung senkrecht zur Rissebene
- ❖ Mode II: Scherbelastung in Rissausbreitungsrichtung (ebener Schub), wodurch ein Abgleiten der Rissoberflächen in der Rissebene einsetzt (Längsscherung).
- ❖ Mode III: Scherbelastung senkrecht zur Rissausbreitungsrichtung, wodurch eine Verschiebung der Rissoberflächen quer zur Rissrichtung einsetzt

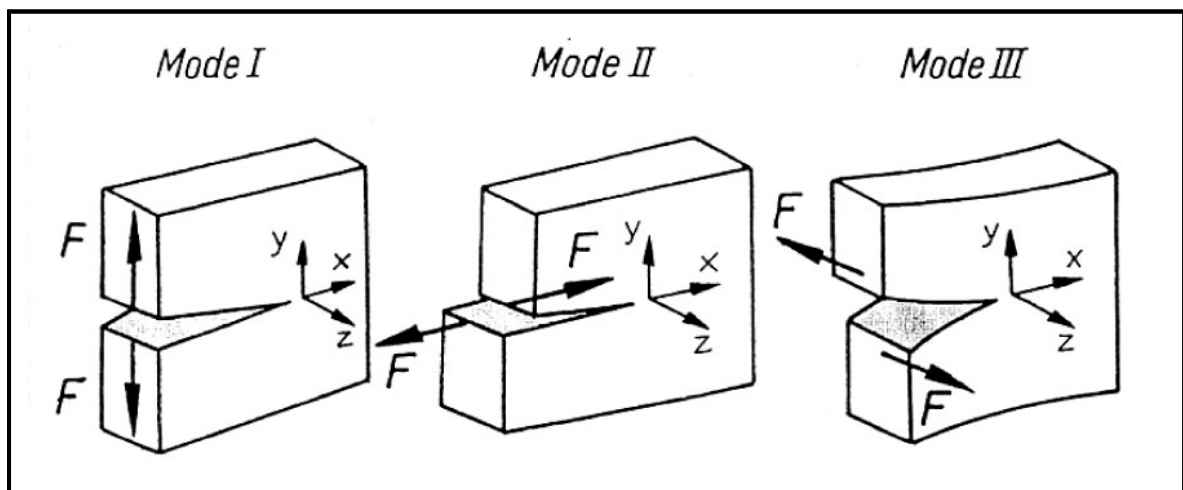


Abbildung 3.3.2: Schematische Darstellung der drei Beanspruchungsarten eines Risses [87]

Die aus diesen Grenzfällen zusammengesetzten Rissöffnungsarten, wie sie unter mehrachsigen Spannungszuständen auftreten, werden als „mixed-Mode“-Brüche bezeichnet.

3.3.1 Das K_I -Konzept und J-Integral-Konzept

Nachfolgend sollen nur noch die Mode I-Belastung und das Konzept der linear-elastischen Bruchmechanik betrachtet werden. Diese sind für den Anwendungsfall in der Technik von entscheidender Bedeutung, da eine Rissausbreitung senkrecht zur größten Spannung in den meisten Fällen zum Spröbruch und damit zum katastrophalen Bauteilversagen führt. Unter diesen Umständen erhält man als explizite Lösung von Gleichung 3.3.1 für Mode I:

$$\begin{bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \tau_{xy} \end{bmatrix} = \frac{K_I}{(2\pi r)^{1/2}} \cdot \cos \frac{\theta}{2} \cdot \begin{bmatrix} 1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \\ 1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \\ \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \end{bmatrix} \quad (3.3.1.1)$$

mit: K_I – Spannungintensitätsfaktor
 r, θ – Zylinderkoordinaten

Unter Annahme des ebenen Dehnungszustandes gilt nach Lit 3.3.3:

$$\sigma_z = \nu(\sigma_x + \sigma_y) \quad \sigma_{xz} = \sigma_{yz} = 0 \quad (3.3.1.2)$$

mit: ν – Querkontraktionszahl

Den ebenen Spannungszustand erhält man, wenn $\sigma_z = 0$ gesetzt wird. Betrachtet man eine unendlich ausgedehnte Platte unter einer äußeren Last mit einem Riss der Länge $2a$, so läßt sich das Spannungsfeld in Zylinderkoordinaten mit Hilfe der Sneddon-Gleichung wie folgt formulieren:

$$\sigma(r, \theta) = \frac{K_I}{(2\pi r)^{1/2}} \cdot f_{i,j}(\theta) \quad (3.3.1.3)$$

mit: $f_{i,j}$ – dimensionslose Funktion der Probengeometrie

Somit ist die Spannung bei gegebenem Winkel θ eine Funktion des Spannungsintensitätsfaktors K_I und des Abstandes r vor der Rissspitze und wächst mit Annäherung an die Rissspitze proportional zu $r^{-1/2}$ an. Für den Fall $r \rightarrow 0$ ergibt sich ein unendlich hoher Wert. Diese $1/r$ -Singularität ist charakteristisch für das linear-elastische Spannungsfeld, dessen Intensität durch den Spannungsintensitätsfaktor K_I beschrieben werden kann.

Für den Spannungsintensitätsfaktor K_I ergibt sich:

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} \cdot Y \quad (3.3.1.4)$$

Mit der Korrekturfunktion Y können die Einflüsse der Probengeometrie erfasst werden.

Das bis hierhin angenommene linear-elastische Verhalten metallischer Werkstoffe ist natürlich eine idealisierte Modellvorstellung. Überschreiten die Spannungen vor der Rissspitze die Fließgrenze des Werkstoffes, führt dies zu plastischen Verformungen. Die Ausbildung dieser plastischen Zone kann durch die Annahme einer effektiven Risslänge

$$a_{\text{eff}} = a + r_{\text{pl}} \quad (3.3.1.5)$$

mit: r_{pl} – Radius der plastischen Zone

unter Voraussetzung, dass der plastisch verformte Bereich gegenüber der Bauteilabmessung bzw. Probengeometrie klein bleibt, berücksichtigt werden.

Die Größe der plastischen Zone im Ligament (Querschnitt vor dem Riss) kann für den ESZ (Ebener Spannungszustand) grob abgeschätzt werden, wenn man die Spannung (Glg. 3.3.1.3) durch die Streckgrenze R_e ersetzt.

$$r_{\text{pl}} = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{K_I}{R_e} \right)^2 \quad (3.3.1.6)$$

Aus dem Übergang von dem ESZ an der Oberfläche zum EDZ (Ebener Dehnungszustand) im Inneren ergibt sich die von *McClintock* und *Irwin* aus der Gestaltsänderungshypothese nach von

Mises abgeleitete sog. „Hundeknochenform“ der plastischen Zone. In **Abbildung 3.3.3** ist die Form der plastischen Zone über die Bauteil/Probendicke dargestellt.

$$r_{pl} = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{K_I}{R_e} \right)^2 \cdot (1 - 2\nu)^2 \quad \text{für den EDZ} \quad (3.3.1.7)$$

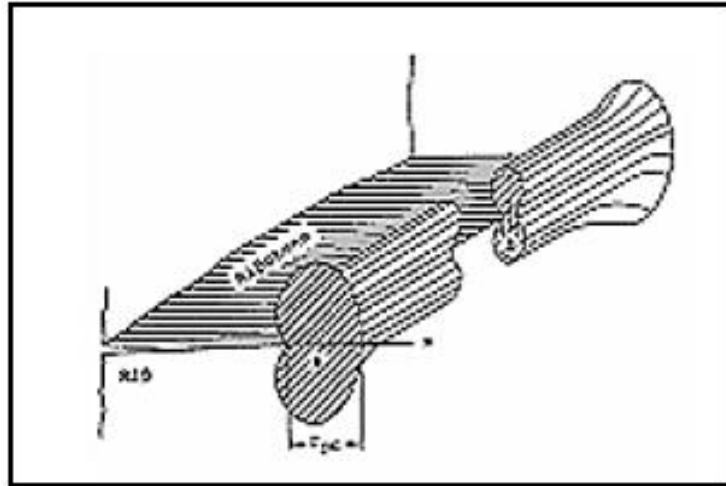


Abbildung 3.3.3: Gestalt der plastischen Zone vor der Risspitze [88]

- (a) äußerer Bereich mit ESZ
(b) innerer Bereich mit EDZ

Das nichtlinear-elastische Werkstoffverhalten im rissbehafteten Probenbereich kann unter gegebenem Spannungs-, Verschiebungs- bzw. Dehnungszustand durch das J-Integral beschrieben werden. Bei instabiler Rissausbreitung ist das J-Integral ein für Risslängen und Probengeometrie unabhängiges Kriterium.

$$J = \int_{\Gamma} \left(W_e dy - \frac{du}{dx} ds \right) \quad (3.3.1.8)$$

mit: σ - Spannungsvektor

u - Verschiebungsvektor

x, y - Richtungskoordinaten

ds - Wegelement

Γ - geschlossener Integrationsweg um die Risspitze

W_e - Dehnungsenergiedichte bzw. die auf das Volumen bezogene Formänderungsarbeit

Liegt in Form eines Risses eine Singularität vor, so wird $J \neq 0$ und unabhängig vom Integrationsweg. Hat das Integral innerhalb der vom Integrationsweg umschlossenen Fläche eine Stetigkeit, so wird das J-Integral 0. Die Wegunabhängigkeit ist insofern von Bedeutung, da sie die Wahl eines ausreichend weit vor der Risspitze entfernten Integrationsweges erlaubt und damit eine einfache numerische Berechnung ermöglicht [87].

3.4. Bruchmechanische Kennwerte bei hohen Temperaturen

Turbinenschaufeln mit ihren sehr komplexen Kühlkanälen unterliegen bei sehr hohen Temperaturen einer Kriech- und Kriechermüdungsbelastung. Insofern sind für die Auslegung und den Einsatz dieser Bauteile Informationen über das Werkstoffverhalten, speziell an konstruktiv bedingten Kerben, wie z.B. gebohrten Kühlkanälen, von erheblichen Interesse. Hierbei ist das Anriss- und Rissfortschrittsverhalten von der Geometrie des Bauteils, der Kerb- bzw. Rissgeometrie, der Höhe und Art der mechanischen Belastung und der Beanspruchungsdauer sowie vom Werkstoffzustand und dessen Gefügeveränderung unter Langzeitbeanspruchung abhängig. Allmähliches Wachstum von Rissen führt zum Versagen des Bauteils.

Je nach Größe der sich vor der Risspitze ausbildenden Kriechzone kann auch hier auf unterschiedliche Bruchmechanik-Konzepte zur Beschreibung des Risswachstums zurückgegriffen werden. Ist die Kriechzone klein gegenüber der Risslänge und den Abmessungen der Probe bzw. des Bauteils, kann ein Zusammenhang zwischen Risswachstumsgeschwindigkeit und dem Spannungsintensitätsfaktor vereinfacht in Anlehnung an das Norton'sche Kriechgesetz wiedergegeben werden:

$$\frac{da}{dt} = AK^m \quad (3.4.1)$$

mit: A, m – werkstoffspezifischen Konstanten

Ergebnisse an Udimet 700 bestätigen die Anwendbarkeit der linear-elastischen Bruchmechanik für verhältnismäßig verformungsarm brechende Werkstoffe, bei denen sich ein sigmoidaler Verlauf der Kriechrisswachstumsrate da/dt in Abhängigkeit von K bzw. K_I ergibt [87, 89].

3.4.1 Das C^* -Konzept

Im Falle der elastisch-plastischen Bruchmechanik kann die Kriechzone im Vergleich zu den Bauteilabmessungen nicht mehr als vernachlässigbar klein angesehen werden. Analog zum J-Integral ergibt sich C^* durch das Linienintegral

$$C^* = \int_{\Gamma} \left(W^* dy - \sigma \frac{d\bar{u}}{dx} ds \right) \quad (3.4.1.1)$$

mit:

$$W^* = \int_0^{\dot{\epsilon}} \sigma_{ij} d\dot{\epsilon}_{ij} \quad (3.4.1.2)$$

als zeitliche Änderung der Formänderungsarbeit und $\bar{u}$ als Vektor der Verschiebungsgeschwindigkeit längs des Integrationsweges.

mit: $\dot{\epsilon}_{ij}$ – Dehngeschwindigkeitstensor

Die in der elastisch-plastischen Bruchmechanik verwendete Ramberg-Osgood-Beziehung kann bei Vernachlässigung des elastischen Terms in Anlehnung an das Norton'sche Kriechgesetz ein vereinfachter Ansatz gewählt werden, d.h. man nimmt reines Kriechen an [89]. Es gilt dann:

$$\frac{da}{dt} = BC^{*n} \quad (3.4.1.3)$$

Im sekundären Kriechbereich lassen sich dann für die Spannungen und Dehnungen analoge Beziehungen mit C^* als kennzeichnenden Parameter angeben. Der Übergang vom Anwendungsbereich des Parameters K_I zu dem des Parameters C^* kann nach *Riedel* durch die Übergangszeit t_1 bestimmt werden:

$$t_1 = \frac{K_I^2}{(n+1) \cdot E' C^*} \quad (3.4.1.4)$$

mit: $E' = E$ für den ESZ und $E' = E/(1-\nu)^2$ für den EDZ

Für Versuchs- bzw. Betriebszeiten $t \ll t_1$ ist das Risswachstum durch den Parameter K_I beschrieben, für $t \gg t_1$ dagegen durch den Parameter C^* .

Der Übergang vom linear-elastischen Verhalten zum ausgedehnten Kriechen der Probe wird mit Hilfe der Übergangszeit t_2 bestimmt,

$$t_2 = \frac{J}{(n+1) \cdot C^*} \quad (3.4.1.5)$$

wobei hier für Zeiten $t \ll t_2$ das Risswachstum J- bzw. K-kontrolliert verläuft und für Zeiten $t \gg t_2$ durch C^* beschrieben werden kann [90].

Die bisher beschriebenen Konzepte gehen stets von technischen Rissen aus. Die Übertragung dieser Konzepte zur Beurteilung von kleinen Rissen ist nur im Einzelfall theoretisch durchdacht. Die Beobachtungen zum Rissgeschehen um ein Loch sollen helfen, Anwendungsfragen zu beantworten.

3.5 Angaben zur Schädigungsmechanik

Zur Beurteilung, ob das „Rissgeschehen“ um ein lasergebohrtes Kühlloch als „Schädigung“ betrachtet werden kann, werden nachfolgend einige Grundlagen zur Schädigungsmechanik dargestellt.

3.5.1 Das „local approach“-Konzept

Das „local approach“-Konzept stellt eine Anwendungsmöglichkeit der Schädigungsmechanik dar. Ziel dieser sich im Rahmen einer allgemeinen Werkstoffmechanik entwickelten Teildisziplin besteht darin, den Einfluss der im Verlauf einer Betriebsbeanspruchung auftretenden Werkstoffschädigung auf das Festigkeits- und Bruchverhalten zu erfassen. Daraus können

verbesserte Aussagen hinsichtlich der Lebensdauerprognosen gemacht werden. Die ständig wachsenden Anforderungen an die Verbesserung des Masse-Leistungs-Verhältnisses hochbeanspruchter Maschinen und Anlagen setzen eine vollständige Ausnutzung der Werkstoffeigenschaften für die Bauteildimensionierung voraus. Bei den Festigkeitsberechnungen auf der Basis der „klassischen“ Kontinuumsmechanik wird jedoch das reale Werkstoffverhalten nur unvollständig erfasst. Hierbei bleiben insbesondere die Einflüsse von Inhomogenitäten, wie Poren oder Risse sowie Gefügeschädigungen, die im Verlauf einer Betriebsbeanspruchung entstehen, unberücksichtigt [91].

Die Schädigungsmechanik, auch Kontinuumsschädigungsmechanik (Continuum Damage Mechanics = CDM) genannt, geht auf Arbeiten von *Kachanov* und *Rabotnov* Ende der 50er Jahre zurück. Ihr Hauptanliegen war es, die bei fortschreitender Beanspruchung eintretende Werkstoffdegradation in die werkstoffmechanische Modellierung einzubeziehen und damit zu verbesserten Ansätzen für eine Lebensdauervorhersage zu gelangen. Mit der Anwendung der Schädigungsmechanik sollten kontinuumsmechanische Modelle und Berechnungsmethoden auch in das der Bruchmechanik nicht mehr zugängliche, für die Lebensdauer eines Bauteils aber oft bestimmende Stadium vor der Entwicklung eines Makrorisses ausgedehnt werden (**Tabelle 3.5.1.1**) [92].

Strukturebene	atomar	mikroskopisch	makroskopisch
Schädigung	10^{-10}m Gitterdefekte	10^{-7}m bis 10^{-4}m Mikrorisse, Poren	10^{-1}m Makrorisse
Disziplin	Festkörperphysik	Werkstoffwissenschaften	Kontinuumsmechanik
Bruchmechanik→ Schädigungsmechanik→			

Tabelle 3.5.1.1: Vergleich und Einordnung der Schädigungsmechanik zur Bruchmechanik [92]

Ein Übergang von der Schädigungs- zur Bruchmechanik ist gegeben, wenn ein zur stabilen bzw. instabilen Rissausbreitung führender kritischer Schädigungszustand vorliegt. Die bruchmechanischen Grenzen betreffen insbesondere kurze Risse bzw. Rissfelder in nichtdefinierter Lage, anisotropes Werkstoffverhalten (Delamination von Verbundwerkstoffen), komplexe Beanspruchungssituationen, wie Thermoschock, Eigenspannungsfelder, Vorbeanspruchungseffekte u.a..

Versagen duktiler Werkstoffe erfolgt gewöhnlich durch die Bildung, Wachstum und Koaleszenz von Hohlräumen, welche durch Einschlüsse und Ausscheidungen zweiter Phasen initiiert werden [93]. Die Modellierung der Schädigung kann durch zwei Vorgehensweisen beschrieben werden. Der mikrostrukturell (mikromechanisch) orientierte Ansatz basiert auf der Analyse des Verhaltens charakteristischer Elementardefekte (Mikrorisse, Hohlräume) in einem Volumenelement. Die sich daraus ergebenden Ergebnisse werden auf das Gesamtvolumen erweitert, führen also zu makroskopischen Aussagen. Ein anderer Ansatz, der den Anschauungen der Kontinuumsmechanik entspricht, beruht auf dem Konzept der irreversiblen Thermodynamik mit innerer Zustandsvariablen. Dieses Konzept kann besonders gut zur Modellierung von Werkstoffen mit elastisch-plastischen Eigenschaften herangezogen werden. Auch hier werden zunächst eine oder mehrere Zustandsvariable(n) definiert, die die Schädigung beschreiben. Nach Definition der Schädigungsvariablen ist für diese noch eine Schädigungsgleichung (Evolutionsgleichung) zu

formulieren, sodass das Verhalten des geschädigten Werkstoffs erst durch Angabe der Materialgesetze und der Evolutionsgleichungen beschrieben werden kann [94, 95, 96].

Bei der Wahl der Größe eines für die Anwendung der CDM-Konzepte repräsentativen Elementarvolumens, welches stark werkstoffabhängig ist, finden sich in der Literatur für Metalle nur sehr vorsichtige/konservative Abschätzungen in der Größenordnung 0,05 bis 0,5 mm [97]. Schwierigkeiten ergeben sich bei der Frage der Klassifikation der Schädigung und der ihnen zugrunde liegenden Mechanismen, wobei in der Realität häufig noch eine Kombination von mehreren Schädigungsmechanismen auftritt. Konkret auf diese Untersuchung angewandt wäre dies z.B. eine langzeitige LCF-Belastung, wo die Wechselwirkungen von Kriechen und Ermüdung bei gleichzeitiger Einwirkung umgebender Medien auftreten.

Die Auswahl der entsprechenden Schädigungsvariablen wird im wesentlichen durch drei Faktoren bestimmt:

- ❖ Das zugeordnete mathematisch-physikalische Modell
- ❖ Die Art der Schädigung
- ❖ Den Werkstoff und seine Beanspruchung

Folglich kann man in der Literatur auf eine Vielzahl von, das Schädigungsverhalten beschreibende, Schädigungsvariablen stoßen.

Hier soll nur auf die anfänglich von *Kachanov* und *Rabotnov* eingeführte skalare, kontinuierlich veränderliche Zustandsvariable eingegangen werden. So hat die Variable ψ („Kontinuität“) für ungeschädigtes Material den Wert 1 und nimmt im Verlauf der Schädigung ab, wodurch die Schädigung, oder die komplementäre Größe D wie folgt definiert werden kann:

$$D = 1 - \psi \quad (3.5.1.1)$$

Daraus ergibt sich, dass $D = 0$ dem ungeschädigten Zustand entspricht, während $D = 1$ das völlig zerstörte Werkstoffelement beschreibt.

Erste Evolutionsgleichungen für das Kriechen sind in den Grundlagenarbeiten, der oben aufgeführten Autoren enthalten.

Unter der Annahme, dass sich Kontinuität und Schädigung als Funktion der Zeit darstellen lassen erhält man:

$$\psi' = -C \left(\frac{\sigma}{\psi} \right)^v \text{ bzw. } D' = A \left[\frac{\sigma}{1-D} \right]^n \quad (3.5.1.2)$$

mit: A , C , v und n als Werkstoffkonstanten

Weitere, z.B. den duktilen Bruch, Mikrorisse oder das anisotrope Werkstoffverhalten beschreibende Evolutionsgleichungen finden sich bei *Lemaitre*, *Kracinovic* und *Chaboche* [94, 97, 98]. Wie oben bereits erwähnt, stellt die Hohlraumbildung, -wachstum und -koaleszenz den grundlegenden Schädigungsmechanismus beim duktilen Bruch dar, wodurch als Schädigungsvariable der Hohlraumradius R eingeführt werden kann.

Für isotropes Wachstum gilt:

$$\frac{R'}{R} = 0,283(\epsilon_{eq}^p)' \exp\left(1,5 \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}}\right) \quad (3.5.1.3)$$

mit: $\sigma_m = \sigma_{ii} / 3$ mittlere Hauptspannung

$\sigma_{eq}, (\epsilon_{eq}^p)'$ äquivalente Spannung, äquivalente plastische Verzerrungsgeschwindigkeit

Die Schädigungsmechanik stellt hohe Anforderungen an den versuchstechnischen Aufbau, da diese die versuchstechnische Verifizierbarkeit und Reproduzierbarkeit verlangt, wobei der Beschreibung des Zusammenhangs zwischen der gemessenen physikalischen Eigenschaft und der Schädigung eine übergeordnete Rolle zukommt. Erhebliche Probleme bestehen z.B. in den hohen Anforderungen an die Probenvorbereitung (metallographische Verfahren), in bestimmten Modellrestriktionen bezüglich der Schädigungsgeometrie (Annahme von kugelförmigen Hohlräumen, unverzweigte Risse) und in der Messempfindlichkeit.

Im Gegensatz zu den „globalen“ Bruchparametern, wie dem J-Integral versucht das „local approach“-Konzept beim duktilen Werkstoffverhalten, die an den am stärksten beanspruchten Stellen eines Bauteils vorliegenden lokalen Spannungen bzw. Verzerrungen (evtl. Entstehungsgeschichte) mit den irreversiblen Schädigungsprozessen direkt oder indirekt zu verbinden. Dadurch ergeben sich für die numerische Behandlung solcher Probleme erhebliche Vorteile [98, 99]. Man muss allerdings erwähnen, dass nur sehr wenig Literatur zu dem Thema des duktilen Werkstoffversagens unter Einbeziehung der Finite-Element-Elimination und des CDM- bzw. „local approach“-Konzeptes erschienen ist [Benallai et al. 1991, Tai 1990, 100]. Es ist zu überprüfen, ob die feinen Bohrungen als „Schädigungen“ im vorher gezeigten Zusammenhang gesehen werden können.

3.6. Bruchmechanische Kennwerte bei zyklischer Beanspruchung

Unter zyklischer Belastung durchgeführte bruchmechanische Experimente müssen das Bauteilverhalten in Bezug auf das Risswachstum und die Rissausbreitung hinreichend genau beschreiben und simulieren. In Folge der zyklischen mechanischen Belastung können im Probeninneren an Einschlüssen und Ausscheidungen Anrisse und im Kerbgrund der Proben In- und Extrusionen entstehen, die Ausgangspunkte zur Anrissbildung sein können. Wird ein Schwellenwert ΔK_{th} überschritten, so wachsen die entstandenen Mikrorisse weiter (**vgl. Abbildung 3.6.1**). Da entstehende Rissfronten oft elliptischer Art sind, können die Geometrieverhältnisse von rissbehafteten Komponenten oder Proben, mit sogenannten SEN-Proben (Single Edge Notched) gut beschrieben werden und einen wesentlichen Beitrag zum Verständnis des Mikrorisswachstums liefern. Liegt die Beanspruchung unterhalb des Schwellenwertes kann es zu teilweisem Schließen der Rissflächen kommen, welches durch Druckeigenspannungen um die Risspitze verursacht wird.

Um den Rissfortschritt unter zyklischer Belastung zu beschreiben, wird der zyklische Spannungsintensitätsfaktor

$$\Delta K_I = K_{I_{max.}} - K_{I_{min.}} \quad (3.6.1)$$

eingeführt.

K_{Imax} und K_{Imin} ergeben sich durch Einsetzen der Spannung in Gleichung 3.3.1.4 im Lastmaximum bzw. Lastminimum. Im klassischen Fall ergibt sich ein sigmoidaler Kurvenverlauf bei doppellogarithmischer Auftragung der Risswachstumsgeschwindigkeit, d.h. des Rissfortschritts pro Zyklus (da/dN) in Abhängigkeit vom zyklischen Spannungsintensitätsfaktor ΔK_I (Abbildung 3.6.1).

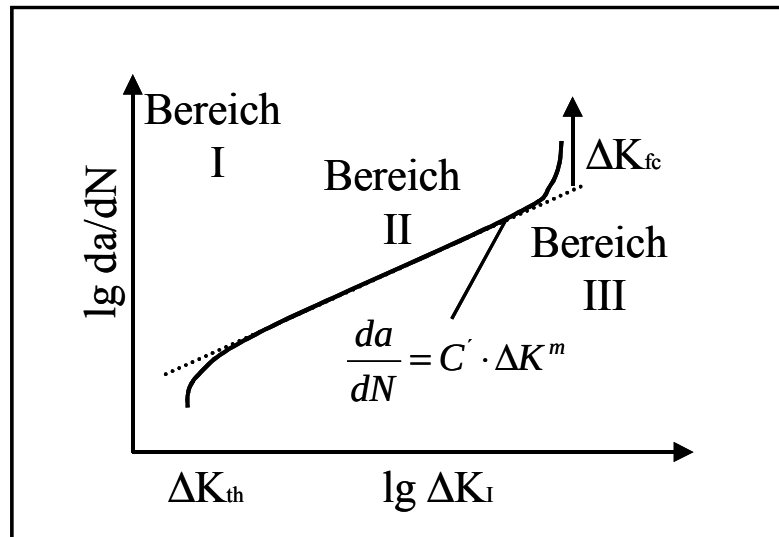


Abb. 3.6.1: Schematische Darstellung der Risswachstumsgeschwindigkeit in Abhängigkeit vom zyklischen Spannungsintensitätsfaktor [nach 87]

Der sich ergebende Kurvenverlauf kann hierbei durch drei Teile charakterisiert werden. Die Risswachstumsraten der Bereiche I und III sind im großen Maße abhängig von der Mikrostruktur des Werkstoffs, von dem Umgebungsmedium und dem R-Verhältnis [101]. Zu Beginn von Bereich I, der durch langsames Risswachstum geprägt ist, kommt es nach Erreichen des Schwellenwertes K_{th} zu einem starken Anwachsen des Risses, bis er in den Bereich des stabilen Risswachstums (Bereich II) einmündet. Auf den linearen Verlauf des Bereichs II, der durch die Paris-Erdogan-Gleichung (Gleichung 3.6.2) beschrieben werden kann, haben die oben genannten Einflussgrößen nur eine geringe Wirkung [87, 102]:

$$\frac{da}{dN} = C' \cdot \Delta K^m \quad (3.6.2)$$

C' , m – werkstoffabhängige Konstanten

Im Bereich III nähert sich die Kurve dem kritischen Spannungsintensitätsfaktor ΔK_{Ic} , bei dem die Risswachstumsgeschwindigkeit unendlich groß wird und durch Gewaltbruch zum spontanen Versagen des Bauteils führt.

Unter statischen bzw. quasistatischen Belastungsbedingungen, wie es bei Kriechvorgängen der Fall sein kann und bei erhöhten Temperaturen kann es zum Wachstum makroskopischer Risse kommen. Auch für die Kriechvorgänge kann unter Zugrundelegung der LEBM, wie für das Risswachstum bei Ermüdungsbeanspruchung, ein Zusammenhang zwischen Risswachstumsgeschwindigkeit (da/dt) und dem Spannungsintensitätsfaktor formuliert werden (Gleichung 3.6.3).

$$\frac{da}{dt} = A' \cdot \Delta K^{m'} \quad (3.6.3)$$

A' , m' – werkstoffabhängige Konstanten

Dieser Ansatz ist nur gültig, wenn die Kriechzone an der Rissspitze klein gegenüber der Risslänge und der Probengeometrie ist. Für kleine Risslängen gegenüber den Probenabmessungen reagiert die Probe überwiegend linear-elastisch. Bei Werkstoffen mit geringer Kriechbeständigkeit korreliert der Rissfortschritt mit dem C^* -Integral [87, 89, 101].

3.7 Mikrorisse in einkristallinen Superlegierungen

Eine Beurteilung des Versagensverhaltens von Bauteilen mittels bruchmechanischer Konzepte erfordert eine genaue Charakterisierung von Belastungsart, Rissgröße und -form. Nur über eine genaue Kenntnis werkstoffschädigender Parameter, wie sie in Kapitel 3.1 bereits angesprochen wurden, ist eine Bestimmung der kritischen Rissausbreitung unterhalb der Auslegungsgrenzen von Bauteilen möglich.

Bei der Anwendung von klassischen LEBM-Konzepten können deutliche Unterschiede im Vergleich von Mikrorissen (5 μm bis 1 mm) zu Makrorissen (> 1 mm) auftreten. In den Berechnungen zur klassischen Bruchmechanik bleibt der nichtlineare Spannungsverlauf an der Rissspitze und der Einfluss der Mikrostruktur völlig unberücksichtigt. Dadurch kommt es zu den in Abbildung 3.7.1 dargestellten Risswachstumskurven, die ein deutlich beschleunigtes Wachstum von Mikrorissen unterhalb des für Makrorisse geltenden ΔK_{th} -Schwellenwertes aufweisen.

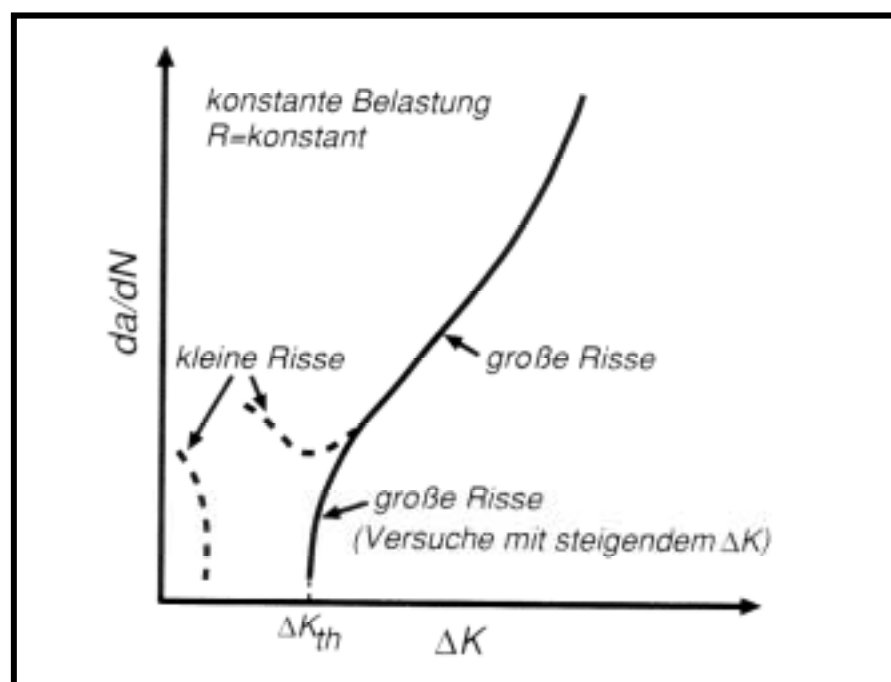


Abbildung 3.7.1: Ermüdungsrisswachstum kleiner und großer Risse [27]

Das Risswachstum unterhalb des ΔK_{th} -Schwellenwertes wird hier hauptsächlich von folgenden Faktoren und Annahme bestimmt:

- Fehlende Übereinstimmung des Rissverhaltens mit ΔK -Konzepten
- Fehlende Übereinstimmung zur Ausbildung einer plastischen Zone vor der Rissspitze (typisch für Makrorisse)
- Rissschließungseffekte
- Umgebungsmedien

Durch die, in heute technisch eingesetzten Einkristallen, auftretende Mehrphasigkeit und die Bereiche interdendritischer Mikroseigerungen ist es erlaubt, kleine Risse in Abhängigkeit von Form und Größe in Bezug auf die umgebende Mikrostruktur vergleichend einzuteilen. Kleine Risse sind somit in Größe und Form kleiner als die Korngrenze und verlaufen halbkreisförmig mit einer Größe von 1 μm bis 5 mm. Aus physikalischer Sicht kann das ΔK -Konzept als bruchmechanische Lösung für Risslängen kleiner 1 mm herangezogen werden [103, 104, 105].

Aufgrund der wenigen im Schrifttum zu findenden und auch teilweise sich widersprechenden Ergebnisse werden grundlegende aus dem Schrifttum bekannte Resultate zum Risswachstum in einkristallinen Nickelbasis-Superlegierungen zusammengefasst.

3.7.1 Einfluss der Temperatur

Bei niedrigen Temperaturen (RT) wird Risswachstum für die Werkstoffe CMSX-2 und Mar-M002 entlang $\{111\}$ -Ebenen durch Gleitung auf dem $\{111\}<110>$ -Gleitsystem beobachtet [106, 107]. Untersuchungen der Legierung SRR 99 zeigen für mittlere Temperaturen (500°C) einen „zickzack-förmigen“ Verlauf des Risse entlang der $\{111\}$ - und $\{100\}$ -Ebenen [108]. Hohe Temperaturen (850 bis 950°C) begünstigen dagegen das Risswachstum durch Quergleitung entlang von $\{100\}$ -Ebenen [109, 27]. Hierbei wird bei niedrigen Temperaturen das Schneiden von γ' -Teilchen beobachtet, wohingegen bei hohen Temperaturen der Riss entlang der γ/γ' -Grenzfläche verläuft. Ebenso konnte ein Anstieg der ΔK -Werte mit zunehmender Temperatur festgestellt werden. Die untersuchte Legierung CMSX-4 mit einer γ' -Teilchengröße von 0,9 μm wandelt dabei die Form der Ausscheidungen unter Belastung von würfel- zu kugelförmig um. Damit steigt der Risswachstumswiderstand bei Ermüdungsbelastung dieser Legierung gegenüber Legierungen mit kleineren γ' -Größen an. Ähnliche Ergebnisse konnten auch schon bei einer Temperatur von 800°C erzielt werden [108]. Aufgrund der unterschiedlichen elastischen Eigenschaften in den verschiedenen kristallographischen Raumrichtungen verläuft das Risswachstum entlang der sekundären Rissorientierung $<100>$ schneller als entlang der $<110>$ -Richtung.

3.7.2 Einfluss des Umgebungsmediums

Rissschließungseffekte können durch Oxidation zu höheren ΔK -Werten führen. Im Gegensatz dazu können oxidative Prozesse zu einer Versprödung der Rissspitze führen und somit bei hohen

ΔK -Werten eine Beschleunigung des Rissfortschritts hervorrufen. Vergleichende Untersuchungen bezüglich des Umgebungseinflusses zeigten ein Absinken der Risswachstumsraten an Luft im Vergleich zu Vakuum [110]. Unter oxidierenden Bedingungen wird das Risswachstum hauptsächlich durch Oxidation kontrolliert. Ein Absinken liegt somit in oxidationsbedingten Riss-schließungseffekten begründet. Untersuchungen an CMSX-2 bei 650°C zeigten auch hier ein Absinken der Risswachstumsraten an Luft und können auf die an der Riss-spitze stattfindende Oxidation zurückgeführt werden [111].

3.7.3 Einfluss der Mikrostruktur

Die Ermüdungsbeständigkeit von Werkstoffen mit floßartigem γ' -Gefüge (Floßausrichtung senkrecht zur Belastungsrichtung) fällt deutlich gegenüber der Ermüdungsbeständigkeit von Werkstoffen mit kubischen γ' -Gefüge ab. Bei Temperaturen um 750°C hat die thermomechanische Vorbehandlung zur Bildung von γ' -Flößen einen geringeren Einfluss als bei 950°C. Das Bruchgefüge bei 750°C für beide γ' -Morphologien ist sehr ähnlich. Bei 950°C und kubischen γ' -Gefüge verläuft der Riss bei kleinen ΔK -Werten entlang der $\{100\}$ -Ebenen und bei hohen ΔK -Werten entlang von $\{111\}$ -Facetten. Die floßartige Gefügestruktur weist dagegen nur Risswachstum entlang der $\{100\}$ -Ebenen auf, da der Riss hauptsächlich im γ/γ' -Matrixkanal voranschreiten kann und schwerer abgelenkt wird [110, 112].

3.7.4 „In-situ“-Untersuchungen

Über „In-situ“-Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop können nur wenige Aussagen getroffen werden. Versuche an kommerziellen Aluminiumlegierung AA5005 und 2024-T351Al sowie am Einkristall SC16 haben unter Mode I Belastung zu ähnlichen Ergebnissen im Anfangsstadium der Rissinitiierung und -wachstum geführt. Das Anfangsstadium der Rissinitiierung ist dabei durch eine Zusammenlagerung vieler verschiedener Mikrorisse charakterisiert. Im Laufe weiterer Belastung kommt es nach einer Verzögerung, teilweise auch Stillstand des Mikrorisswachstums, zu einer Verlängerung und Aufweitung einiger Mikrorisse aus denen durch Zusammenlagerung ein Makroriss gebildet werden kann. Die Anomalie des Kurzwachstums in der Anfangsphase (**Abbildung 3.7.4.1**) wird durch die sich gegenseitig beeinflussenden Mikrorisse erklärt, wodurch es oft zu Beginn zu einem Absinken der Risswachstumsrate kommt.

Erst bei Zusammenlagerung der Mikrorisse und Bildung eines Makrorisses kommt es zu einem beschleunigten Risswachstum. Mögliche, diese Anomalie, beschreibende Faktoren werden von den Autoren in der Verformungszone um den Kerbgrund, der Riss-spitzenplastizität, dem Riss-spitzen-schließungseffekt und der Mikrostruktur der untersuchten Werkstoffe gesehen, sollten aber nicht getrennt voneinander betrachtet werden [113, 114, 115]. Diese Risswachstumsanomalie von Mikrorissen bedarf in Zukunft weiterer Untersuchungen.

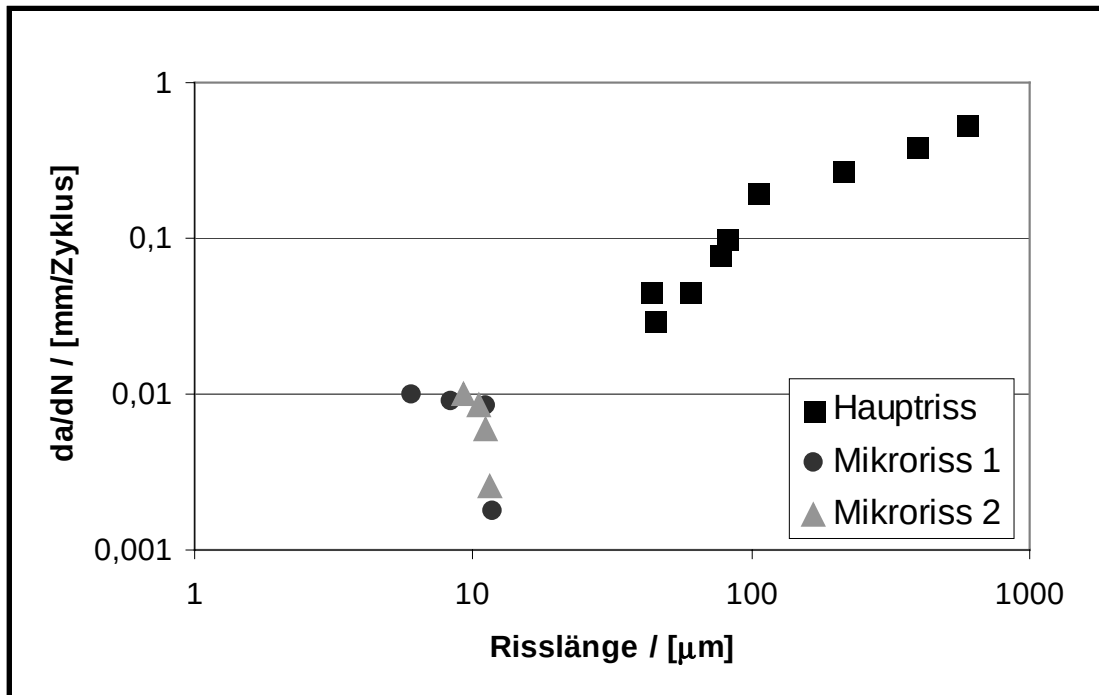


Abbildung 3.7.4.1: Darstellung der Risswachstumsgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Risslänge [115]

4. Versuchsdurchführung und experimentelle Arbeiten

4.1 Probenwerkstoffe

4.1.1 CMSX-4

Die zulässigen Arbeitstemperaturen von einkristallinen Nickelbasis-Superlegierungen wurde durch die Einführung der gerichteten Erstarrung und einer konsequenten Legierungsentwicklung erheblich gesteigert. Die von der amerikanischen Firma Cannon Muskegon entwickelte einkristalline Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4 wird ohne korngrenzenverfestigende Legierungselemente, wie z.B. C, B, Ta und Hf, gefertigt. Diese Legierungselemente würden zu einer Herabsetzung der Solidustemperatur der Legierung führen und somit die Temperatur der die technologischen Eigenschaften entscheidend mitbestimmenden Homogenisierungsglühung begrenzen. Damit kann bei der Homogenisierungsbehandlung ein gleichmäßiges Gefüge mit gezielt eingestellter Verteilung der verfestigenden γ' -Phase erreicht werden. Zusätzlich konnte mit der Zugabe von Re die Festigkeit γ -Matrix erhöht und γ' -Vergrößerung reduziert werden. Durch die Anwendung einer Kristallisationsauswahl wird das Wachstum der Proben, wie auch der Schaufeln, in die $\langle 001 \rangle$ -Orientierung gezwungen.

4.1.2 Chemische Analyse, Ausgangsgefüge und Wärmebehandlung

Bei den ausschließlich durch die Firma Doncasters Precision Casting Bochum vergossenen Proben wurden für die experimentellen Arbeiten nur Proben benutzt, deren Orientierung unter 12° Abweichung von der $\langle 001 \rangle$ -Orientierung lag. In **Abbildung 4.1.2.1** ist ein solcher Probenrohling schematisch dargestellt.

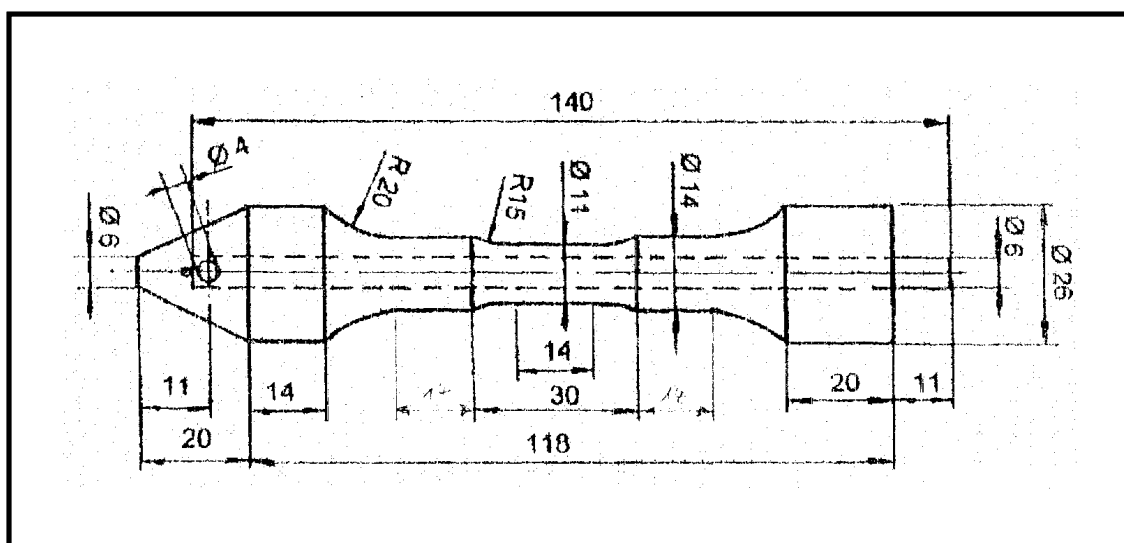


Abbildung 4.1.2.1: Probenrohling der Nickelbasis-Superlegierungen CMSX-4, SX CM186LC und DS CM186LC

Die chemische Zusammensetzung (in Massen-%) der Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4 ist in **Tabelle 4.1.2.1** wiedergegeben.

Material	Ni	Co	Cr	Mo	Al	Ti	Ta	W	Re	Nb	B	Hf	Zr	Fe	C
CMSX-4	60	9,7	6,5	0,6	5,6	1,04	6,5	6,4	2,9	<0,05	0,002	0,11	0,001	0,038	0,0025

Tabelle 4.1.2.1: Chemische Zusammensetzung der Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4 (in Massen-%)

Die Wärmebehandlung der Hohlproben wurde von der Firma Doncasters Precision Castings-Bochum durchgeführt und ist in **Tabelle 4.1.2.2** dargestellt. Es sei hier angemerkt, dass die von der Herstellerfirma Cannon Muskegon im Cost-Projekt 501 vorgeschlagene und auch durchgeführte Wärmebehandlung (**Tabelle 4.1.2.3**) keine signifikanten Unterschiede zu der hier im Rahmen des SFB 561 durchgeführten Wärmebehandlung aufwies. Aus diesem Grunde wurde die kostengünstigere Wärmebehandlung favorisiert.

Material	Wärmebehandlung
CMSX-4	• 3-stufige Homogenisierungsglühung unter Vakuum 1. 2 Std./ 1280°C 2. 2 Std./ 1290°C 3. 2 Std./ 1305°C gefolgt von einer Schnelkkühlung unter Argonatmosphäre auf Raumtemperatur (RT) • 2-stufige Ausscheidungsbehandlung 1. 6 Std./ 1140°C (Ar-Atmosphäre) 2. 20 Std./ 871°C (Ar-Atmosphäre) jeweils gefolgt von einer Schnelkkühlung unter Argonatmosphäre auf Raumtemperatur (RT)

Tabelle 4.1.2.2: Wärmebehandlung der Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4

Eine Gefügecharakterisierung erfolgte mit Hilfe lichtmikroskopischer und rasterelektronischer Untersuchungen an quer und längs zur Probenachse bzw. <001>- Orientierung durchgeführten Schlifffen. Zur vollständigen Gefügecharakterisierung wurden sowohl Proben im gegossenen Zustand (Ausgangszustand) als auch Proben mit vollständiger Wärmebehandlung untersucht. Auch wurden für den Ausgangszustand die verschiedenen Querschnittsveränderungen und die damit verbundenen unterschiedlichen Wandstärken über die Probenlängsachse innerhalb dieser Untersuchung erfasst. Die Bearbeitung der Proben für die lichtmikroskopischen und rasterelektronischen Untersuchungen erfolgte auf die gleiche Weise.

Zuerst wurden die Probenpräparate bis auf eine 1200 Körnung mit SiC-Schleifpapier geschliffen. Anschließend erfolgte eine Politur mit 6, 3 und 1 µm Diamantpaste und eine chemischen Ätzung in einer Lösung aus 8 gr. Cr-(VI)-oxid + 85 ml H₂PO₄ (85%) + H₂SO₄ (95 – 97%).

Material	Wärmebehandlung
CMSX-4	8-stufige Homogenisierungsglühung unter Vakuum A. 2 Std./ 1277°C B. 2 Std./ 1288°C C. 2 Std./ 1296°C D. 2 Std./ 1304°C E. 2 Std./ 1313°C F. 2 Std./ 1316°C G. 2 Std./ 1318°C H. 2 Std./ 1321°C gefolgt von einer Schnellkühlung unter Argonatmosphäre auf Raumtemperatur (RT)
	2-stufige Ausscheidungsbehandlung 1. 6 Std./ 1140°C (Ar-Atmosphäre) 2. 20 Std./ 871°C (Ar-Atmosphäre) jeweils gefolgt von einer Schnellkühlung unter Argonatmosphäre auf Raumtemperatur (RT)

Tabelle 4.1.2.3: Von Cannon Muskegon vorgeschlagene Wärmebehandlung der Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4 (durchgeführt im Rahmen COST 501,Runde1)*

*In der ersten Runde des COST 501 Programms lag die maximale Lösungsglüh-temperatur (1321°C) sehr nah an der Schmelzpunkttemperatur, sodass sie auf 1315°C abgesenkt wurde , um mögliche Aufschmelzungen zu vermeiden. Dadurch war es erforderlich den Homogenisierungsschritt der Wärmebehandlung zu modifizieren.

1. Rampe:400°C/h-950°C; Hold at 950°C; 1.5 hrs
2. Rampe:200°C/h-1050°C; Hold at 1050°C; 2 hrs
3. Rampe:100°C/h-1200°C; Hold at 1200°C; 0.3 hrs
4. Rampe:20°C/h-1300°C; Hold at 1300°C; 2 hrs
5. Rampe:5°C/h-1315°C; Hold at 1315°C; 6 hrs

Das Gefüge des Werkstoffs CMSX-4 nach dem Gießprozess ist in **Abbildung 4.1.2.2** wiedergegeben. In den Abbildungen **a.)** (lichtmikroskopischer Querschliff), **b.)** (REM Querschliff) und **c.)** (lichtmikroskopischer Längsschliff) ist die für Nickelbasis-Superlegierungen typische Dendritenstruktur mit der Ausbildung von primär, sekundär und tertiär Dendriten dargestellt. In der Abbildung 4.1.2.2 a.), c.) und d.) sind vereinzelt im interdendritischen Bereich auftretende Poren zu erkennen. Es kommt überwiegend im interdendritischen Bereichen zur Porenbildung, da das Material zwischen den Dendriten zuletzt erstarrt. Die sich ergebende Größenverteilung der Poren kann in erster Näherung als

logarithmische Normalverteilung betrachtet werden (**Abbildung 4.1.2.3**). Für den mittleren Porendurchmesser erhält man 11 μm . Für CMSX-4 konnte eine deutlich höhere Porosität verglichen zu SX CM186LC im Gusszustand detektiert werden. Es fanden sich aber in keinen der untersuchten Werkstoffe Porennester, wie sie häufig bei gegossenen Nickelbasis-Superlegierungen auftreten. Der mittlere Abstand zwischen den Primärdendriten beträgt 250 bis 290 μm , die mittlere Breite der Sekundärdendritenarme 50 bis 70 μm . Die dendritischen Bereiche selbst sind durch sehr fein verteilte kubische γ' -Ausscheidungen geprägt (Abbildung 4.1.2.2 e.)) mit einer mittleren Größe von 0,6 μm . Zwischen den Dendritenästen in den interdendritischen Bereichen konnten teilweise eutektische γ/γ' -Bereiche gefunden werden (Abbildung 4.1.2.2 f.)). Diese weisen auf Grund ihrer Zusammensetzung eine niedrigere Schmelztemperatur auf als das Restgefüge, was bei nachfolgenden Wärmebehandlungen zu unerwünschten An-/Aufschmelzungen führen kann.

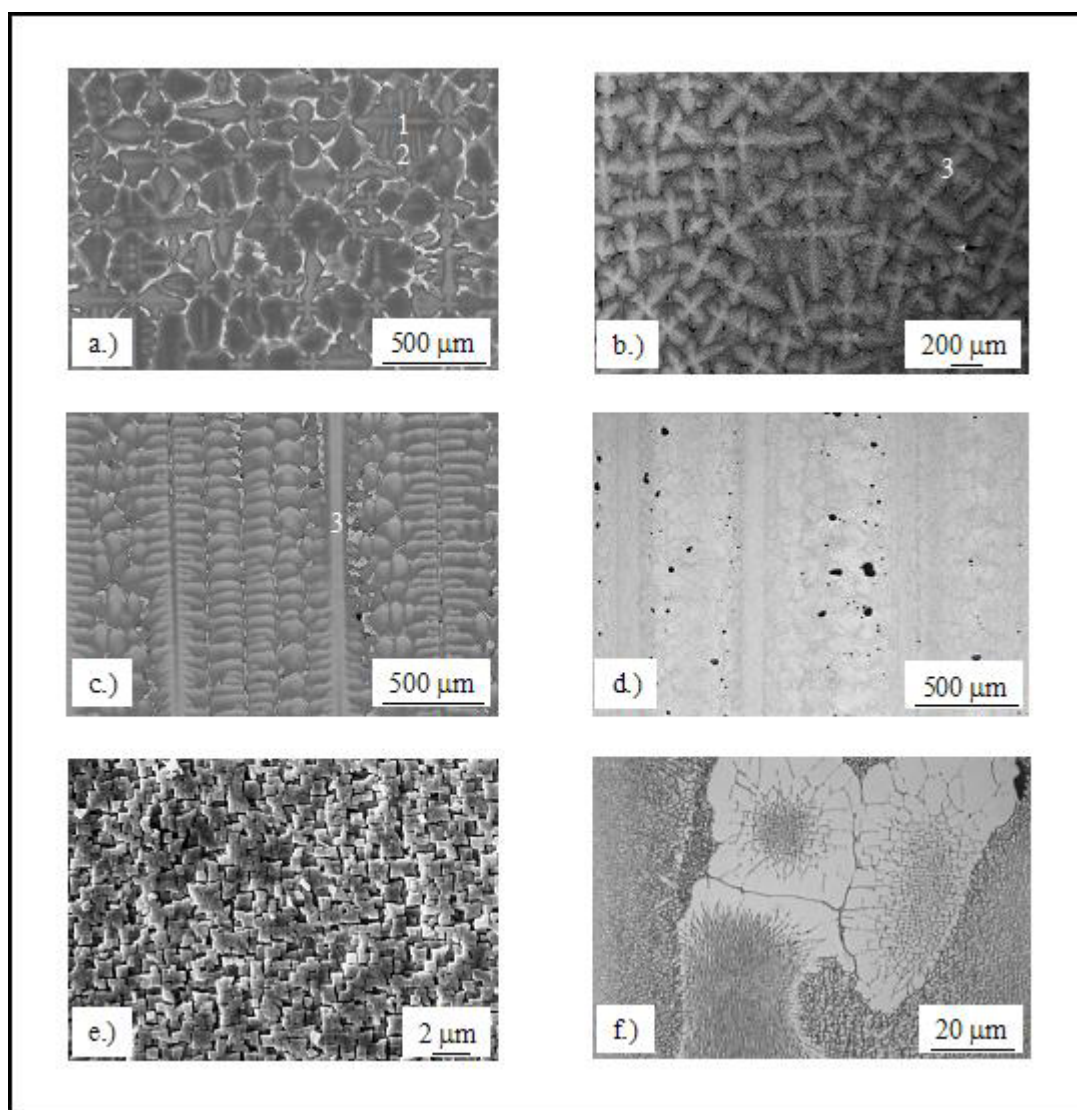


Abbildung 4.1.2.2: Gusszustand der Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4, a.) und b.) Sekundär- (1) und Tertiärdendritenäste (2) (Querschliff im LM und REM); c.) Primärdendritenäste (3) (Längsschliff im LM); d.) Porenbildung in interdendritischen Bereichen (Längsschliff im LM); e.) kubische γ' -Ausscheidungen im dendritischen Bereich (Querschliff im REM); f.) γ/γ' -eutektische Bereiche (Querschliff im REM)

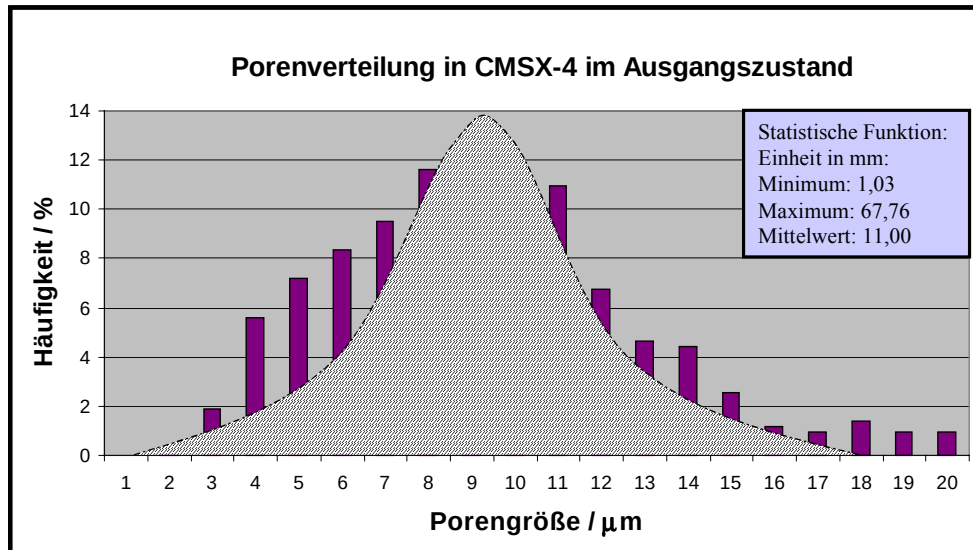


Abbildung 4.1.2.3: Größenverteilung der Poren für CMSX-4 im Gusszustand

Bei der chemischen Analyse mittels EDX-REM der dendritischen und eutektischen Gefügebereiche wurde teilweise eine starke Segregation der detektierten Legierungselemente gefunden (**Abbildung 4.1.2.4**). Die stärksten Seigerungen zeigen dabei Re und W in den dendritischen Bereichen und Ta in den eutektischen Bereichen.

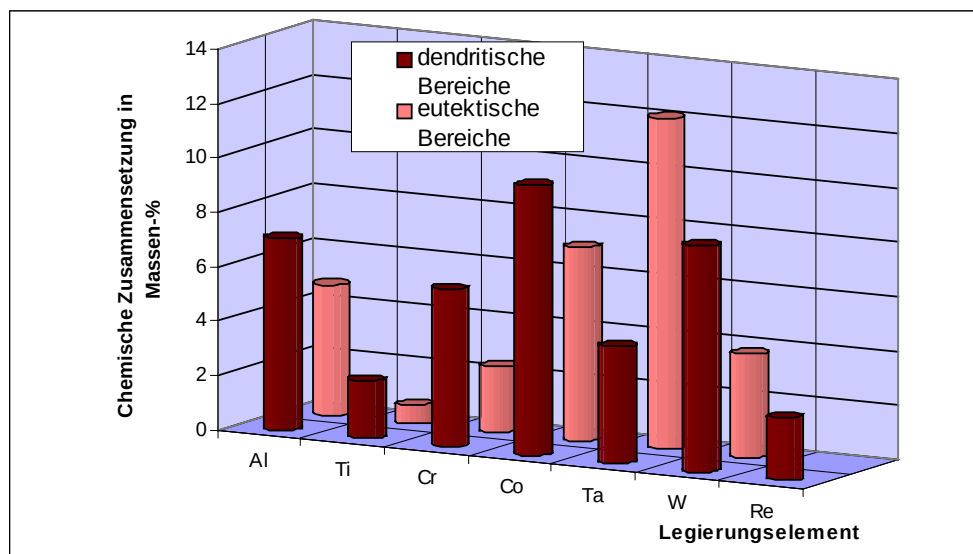


Abbildung 4.1.2.4: Chemische Zusammensetzung der eutektischen und dendritischen Bereiche der Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4 im Gusszustand

Für die Charakterisierung relevanter Gefügeparameter wurden sowohl die licht- als auch die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen verwendet. Unter zur Hilfenahme einer speziellen Bildbearbeitungssoftware (Self Imaging System) kann hierbei die Bestimmung linearer Größen, wie z.B. γ -Matrixkanäle, durch Linearanalyse erfolgen.

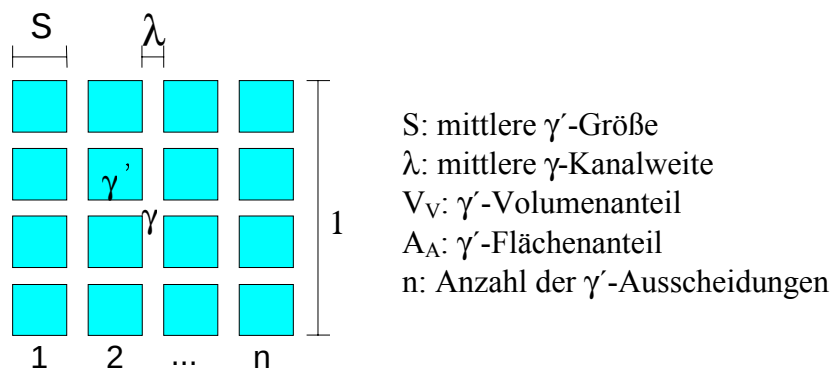
Die Ermittlung des γ' -Volumenbruchteils erfolgte über die Bestimmung des Flächenanteils aus der Formel :

$$V_V = A_A^{3/2} \quad 4.1.2.1$$

mit: V_V – Volumenbruchteil
 A_A – Flächenanteil

Der Flächenanteil der unterschiedlichen Phasen wurde durch ein manuelles Analyse- und Auswertesystem bestimmt, welches durch eine Kontrastverschärfung deutlich verbessert werden konnte. Der an verschiedenen Endstücken nach der Wärmebehandlung anhand von $\langle 001 \rangle$ -Schnitten bestimmte mittlere Flächenanteil für CMSX-4 beträgt 81%. Unter der Voraussetzung, dass das Gefüge aus γ' -Würfeln mit annähernd gleicher Kantenlänge in allen drei Raumrichtungen aufgebaut ist, kann mit Hilfe der **Gleichung 4.1.2.1** der Flächenanteil in einen Volumenanteil umgerechnet werden. Da diese Voraussetzung sowohl für CMSX-4 wie auch für SX CM186LC, gegeben ist, wurde für beide Werkstoffe der Volumenanteil an γ' -Phase nach dieser Methode bestimmt. Für CMSX-4 ergibt sich ein Volumenanteil an γ' -Phase von 72%.

Nach der erfolgten Wärmebehandlung (s.a. Tabelle 4.1.2.2) weist der Werkstoff CMSX-4 ein sehr regelmäßiges Gefüge auf (**Abbildung 4.1.2.5**). Auch konnten alle nach dem Guss vorhandenen eutektischen Bereiche aufgelöst und die Porosität deutlich herabgesetzt werden. Die eutektischen Bereiche zeigen jedoch im Vergleich zu den sehr regelmäßig angeordneten γ' -Ausscheidungen in den dendritischen Bereichen eine leichte Vergrößerung der γ' -Ausscheidungen, vgl. hierzu **Abbildung 4.1.2.5 a.)** und **b.)**. Nach der Wärmebehandlung durchgeführte statistische Auswertungen ergaben eine mittlere Größenverteilung der γ' -Ausscheidungen von 0,4 – 0,5 μm **c.)** in den dendritischen Bereichen und bis 0,6 μm in den interdendritischen Bereichen. Eine Bestimmung der γ' -Größe mit Hilfe eines geometrischen Modells und Glg.: 4.1.2.1 führt zu:



$$\frac{\lambda}{A_A} = V_V^{-1/3} - 1 \quad 4.1.2.2$$

einer γ' -Größe von 0,47 μm und einer guten Übereinstimmung mit der Gefügecharakterisierung. Die Breite der Matrixkanäle liegt bei CMSX-4 zwischen 55 und 65 nm.

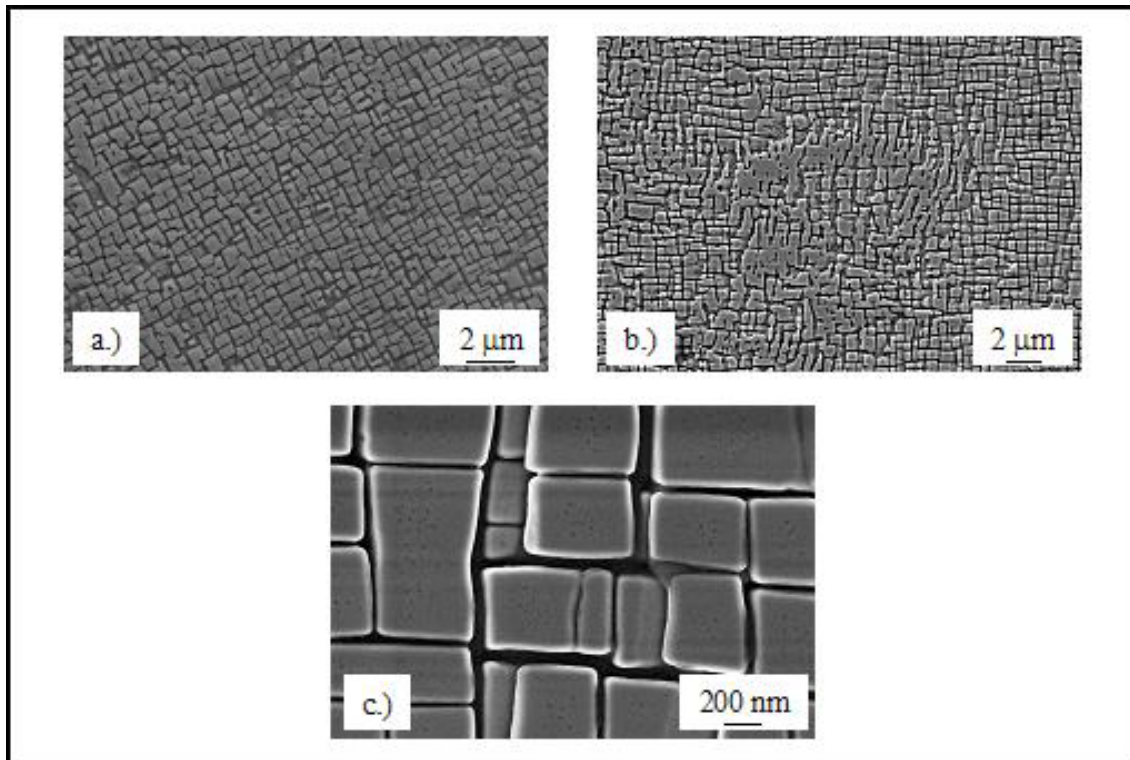


Abbildung 4.1.2.5: Gefügebilder der Legierung CMSX-4 nach der Wärmebehandlung, a.) feine kubische γ -Ausscheidungen im dendritischen Bereich (Querschliff im REM); b.) vergrößerte γ -Ausscheidungen in ehemaligen eutektischen Gebieten interdendritischer Bereiche (Querschliff im REM); c.) regelmäßig, fein verteilte kubische γ -Ausscheidungen in der γ -Matrix

Bei der chemischen Analyse mittels EDX-REM der dendritischen und eutektischen Gefügebereiche wurde keine starke Seigerung der detektierten Legierungselemente gefunden (**Abbildung 4.1.2.6**). Leichte Seigerungsunterschiede konnten für das Legierungselement Re in den beiden Gefügebereichen ermittelt werden. Dabei steigt der Re-Gehalt in den dendritischen Bereichen an (Abbildung 4.1.2.6).

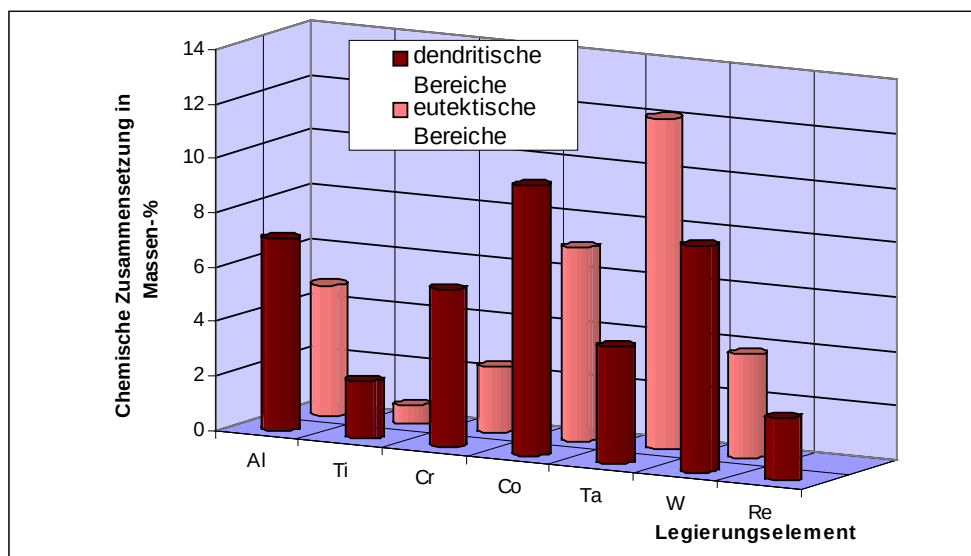


Abbildung 4.1.2.6: Chemische Zusammensetzung der eutektischen und dendritischen Bereiche der Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4 nach der Wärmebehandlung (s.a. Tabelle 4.1.2.2)

4.1.3 SX CM186LC

Die Wiederbelebung des eigentlich in stängelkristallinen Bauteilen eingesetzten Werkstoffs DS CM186LC als Einkristall SX CM186LC erfolgte aus mehreren Gründen. Zum einen werden oxidische Verunreinigungen durch den relativ hohen Kohlenstoffanteil gebunden, verbessern somit die Gießbedingungen, wodurch die Herstellungskosten reduziert werden können. Zum anderen kann der durch die bei Einkristallen evtl. auftretenden Kleinwinkelkorn Grenzen (KWKG) nachteilige Effekt durch die Zugabe von korn Grenzenverfestigenden Elemente, wie z.B. Kohlenstoff und Bor, derart kompensiert werden, dass auftretende KWKG bis zu gewissen Abweichungen, die bei 9 bis 12° liegen können, noch toleriert werden können [116, 117]. Großwinkelkorn Grenzen (GWKG) werden während der Lösungsglühbehandlung über Rekristallisationseffekte gebildet, die als Folge von zurückbleibenden Gießspannungen und -dehnungen in den komplexen Gußstrukturen (Schaufelgeometrien) verursacht werden.

Die Nickelbasis-Legierung CM 186LC, hochlegiert mit Hafnium und 3% Rhenium, weist einen γ' -Volumenanteil von bis zu 70%. Durch weiteres Zulegieren werden optimale Gehalte an C, B, Hf und Zr, sowie Carbid- und Boridphasen innerhalb vorhandener Korn Grenzen eingestellt. Damit werden sehr gute Zeitstandfestigkeitswerte, gute LCF-Eigenschaften und auch Zähigkeitswerte bei der stängelkristallinen Variante erreicht. Bisherige Untersuchungen an der Einkristallvariante ergaben von Seiten der Hersteller gute mechanische Eigenschaften bei einer gleichzeitigen Korn Grenzentoleranz von wenigen bis zu über 15° Abweichungen von der $\langle 001 \rangle$ -Orientierung. Einen Überblick über die möglichen Verbesserungen der mechanischen Eigenschaften durch die korn Grenzenverfestigende Wirkung in Einkristallen wird in **Abbildung 4.1.3.1** und **Abbildung 4.1.3.2** gegeben [116, 117]. Auch hier wurde SX CM186LC im Gusszustand untersucht.

In **Abbildung 4.1.3.1** ist die Beibehaltung der Zeitstandfestigkeitswerte gegen den Korn Grenzenorientierungsunterschied bezogen auf die $\langle 001 \rangle$ -Orientierung aufgetragen. Daten von René N und René N4 (Ross et al., 1996) sollen konventionelle einkristalline Eigenschaften mit und ohne beabsichtigten Gehalten an korn Grenzenverfestigenden Elementen repräsentieren. Während bei René N (ohne C und B) die mechanischen Eigenschaften schon bei KWKG von 8° abfallen, tritt dieser Abfall bei René N4 (mit C und B) erst bei GWKG von 15 bis 20° auf. Im Gegensatz hierzu wird für SX CM186LC mit optimierter Zugabe an korn Grenzenverfestigenden Elementen die Zeitstandlebensdauer bis zu Orientierungsunterschieden von über 35° beibehalten und fällt erst bei GWKG von über 45° ab [117].

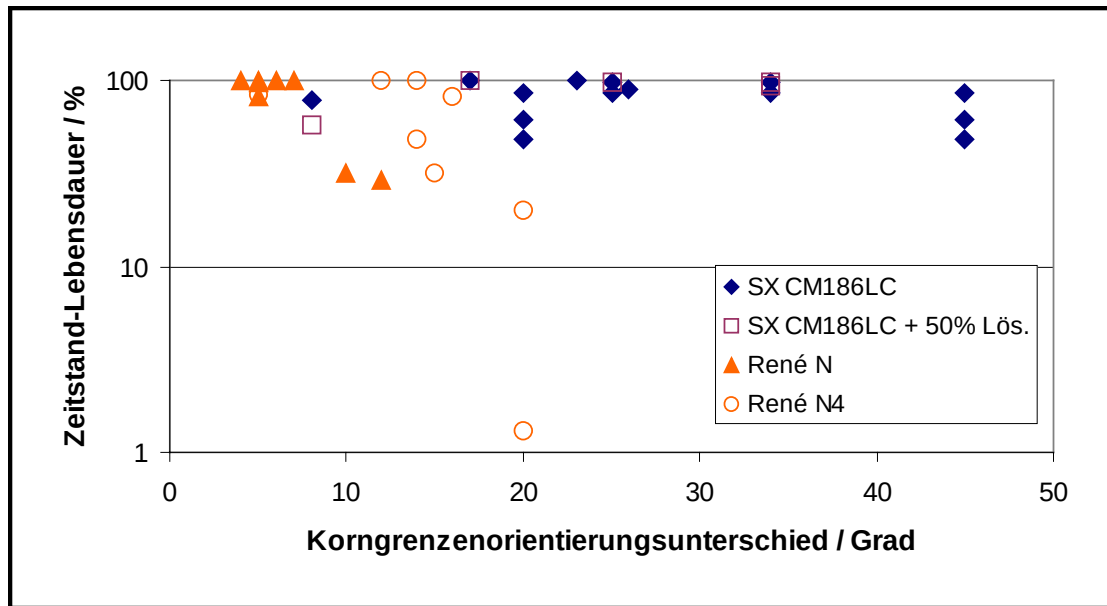


Abbildung 4.1.3.1: SX CM186LC Toleranz gegenüber Orientierungsunterschieden nach dem Zeitstandversuch bei 982°C [117]

Eine in der Literatur nicht näher erläuterte 50% Lösungsglühbehandlung weist keine nachteiligen Effekte auf die Zeitstandswerte auf. Auch das Low-Cycle-Fatigue-Verhalten scheint in Anwesenheit von GWKG bis zu 25° beibehalten zu werden, wohingegen CMSX-4 schon einen katastrophalen Abfall ab 10° aufweist, wie er auch schon von Broomfield et al. beobachtet wurde (siehe Abbildung 4.1.3.2).

Man muss jedoch für SX CM186LC darauf hinweisen, dass bei dem Werkstoff entweder sehr unterschiedliche oder gar keine Wärmebehandlungen zur Gefügeeinstellung in der Literatur zitiert werden. Die daraus resultierenden Ergebnisse erschweren oft den Vergleich mit anderen Superlegierungen und können zu Fehlinterpretationen führen.

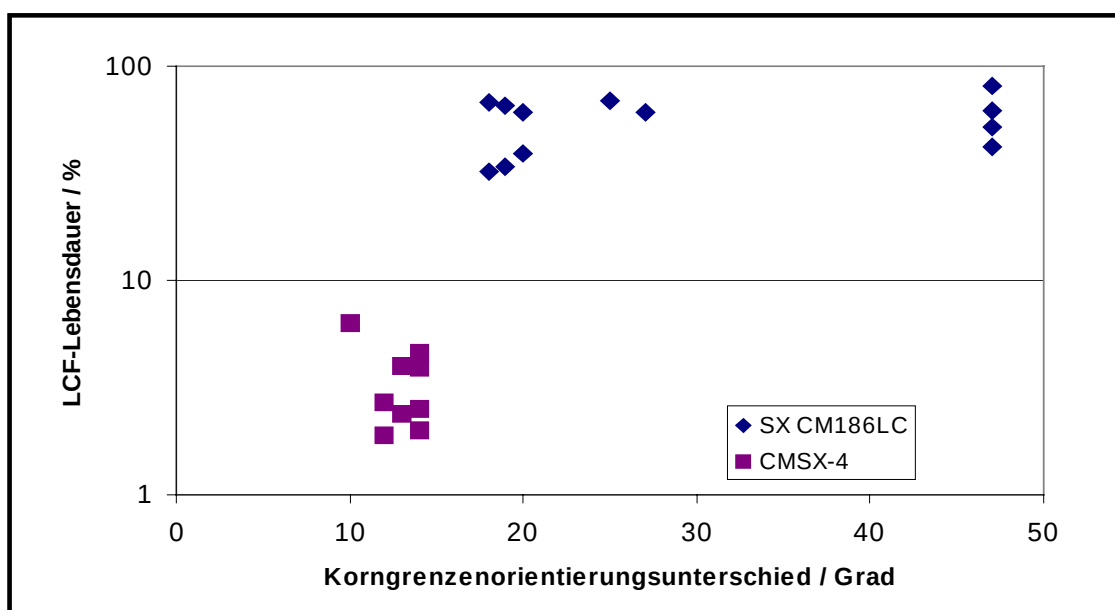


Abbildung 4.1.3.2: SX CM186LC Toleranz gegenüber Orientierungsunterschieden nach dem LCF-Versuch bei 1040°C [117]

4.1.4 Chemische Analyse, Ausgangsgefüge und Wärmebehandlung

In **Tabelle 4.1.4.1** ist die chemische Analyse, durchgeführt am Forschungszentrum Jülich (Abteilung ZCA), der Legierung SX CM186LC wiedergegeben.

Material	Ni	Co	Cr	Mo	Al	Ti	Ta	W	Re	Nb	Hf	B	Zr	Fe	C
SX CM186LC	61,7	9,2	6,3	0,5	5,9	0,36	3,2	8,4	2,9	---	1,4	0,014	0,002	0,027	0,062

Tabelle 4.1.4.1: Chemische Zusammensetzung der Nickelbasis-Superlegierung SX CM186LC (in Massen-%)

Das im Rahmen des COST 522 Programms von der Firma ALSTOM bereitgestellte Probenmaterial wurde nach der Endfertigung ausschließlich im gegossenen Zustand geprüft. Dabei handelte es sich ausschließlich um Vollmaterial. Daneben wurden Hohlproben (siehe auch Abbildung 4.1.2.1), die von der Firma Doncasters Precision Casting-Bochum abgegossen wurden, geprüft. Hierbei erfolgte im Anschluss die in **Tabelle 4.1.4.2** aufgeführte Wärmebehandlung. Die Voll- wie auch die Hohlproben wurden aus gleichen Chargen einer „Mutterschmelze“ vergossen.

Material	Wärmebehandlung
SX CM186LC	2-stufige Ausscheidungsbehandlung 1. 4 Std./ 1080°C (Ar-Atmosphäre) 2. 20 Std./ 871°C (Ar-Atmosphäre) jeweils gefolgt von einer Schnellkühlung unter Argonatmosphäre auf Raumtemperatur (RT)

Tabelle 4.1.4.2: Wärmebehandlung der Nickelbasis-Superlegierung SX CM186LC

In **Abbildung 4.1.4.1** ist das Gefüge der Legierung SX CM186LC im Gusszustand charakterisiert. Es weist ähnliche Phasen auf wie die Einkristalllegierung CMSX-4. Neben der typischen primären, sekundären und tertiären Dendritenstruktur sind als Hauptunterschiede die sehr großen und unregelmäßig verteilten eutektischen Bereiche und die detektierte Elementverteilung zwischen eutektischen und dendritischen Bereichen zu nennen. Letzteres ist sicherlich auf die unterschiedliche Legierungszusammensetzung zurückzuführen. Die Zulegierung von C, B, Hf und Ta begünstigt die Bildung von Ta-reicher MC-Carbide schon im Gusszustand.

Dendritische Bereiche sind besonders stark durch die homogen verteilten γ' -Ausscheidungen von den eutektischen Bereichen abgetrennt. Diese sind besonders durch sehr irreguläre und großflächig verteilte γ/γ' -Bereiche mit einem hohen Gehalt an Hf gekennzeichnet. Die γ' -Ausscheidungen in den interdendritischen Bereichen weisen, verglichen mit denen aus dendritischen Bereichen, eine leichte Vergrößerung auf, sind jedoch auch homogen verteilt. Daneben werden Ta-reiche Primärcarbide in den interdendritischen Bereichen gefunden

(Abbildung 4.1.3.1 d.)), die eine sehr inhomogene Struktur („chinesenschriftartige Zeichen“) aufweisen. Der Unterschied in der chemischen Zusammensetzung in den dendritischen und eutektischen Bereichen ist in **Abbildung 4.1.4.2** wiedergegeben. Auffällig ist hier die sehr starke Seigerung von Re in die dendritischen Bereiche und von Hf in die eutektischen Bereiche. Die Zusammensetzung der Ta-reichen MC-Carbide aus den interdendritischen Bereichen ist in **Tabelle 4.1.4.3** dargestellt. Die starken Seigerungsunterschiede von Re und Hf in den eutektischen Bereichen und den dendritischen Bereichen führen zu einem deutlichen Unterschied in der Ausrichtung und Morphologie der γ' -Ausscheidungen.

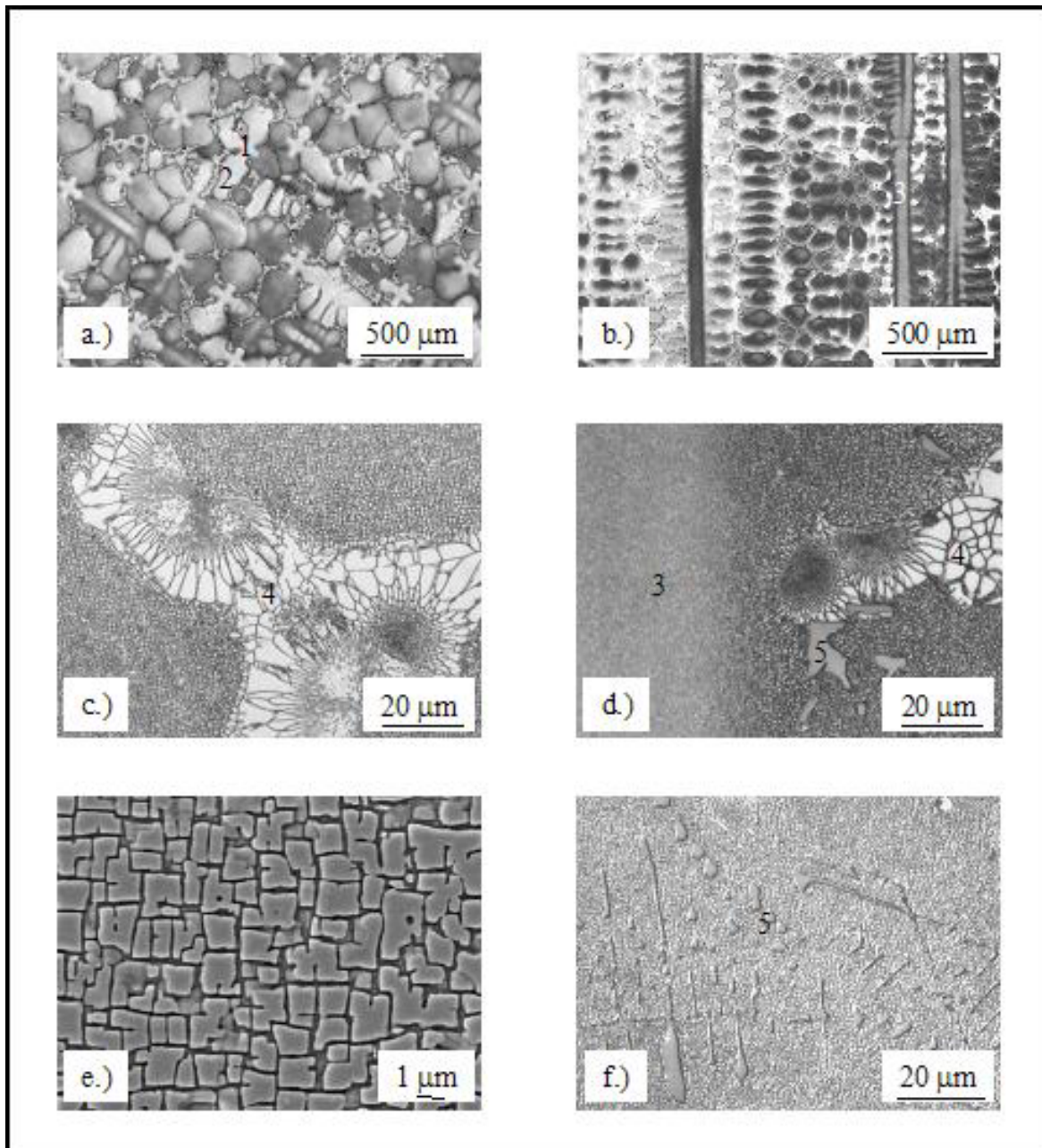


Abbildung 4.1.4.1: Ausgangszustand der Legierung SX CM186LC, a.) Sekundär-(1) und Tertiärdendritenstruktur (2) (Querschliff im LM); b.) Primärdendrit (3) (Längsschliff im LM); c.) eutektischer $\gamma'\gamma'$ -Bereich (4) (Querschliff im LM); d.) Primärdendrit (3), eutektischer $\gamma'\gamma'$ -Bereich (4) und Primärcarbide (5) (Längsschliff im LM); e.) Typische Form von γ' -Ausscheidungen in dendritischen Bereichen (Längsschliff im REM); f.) "Chinesenschriftartige" Primärkarbidausscheidungen in interdendritischen Bereichen (Querschliff im LM)

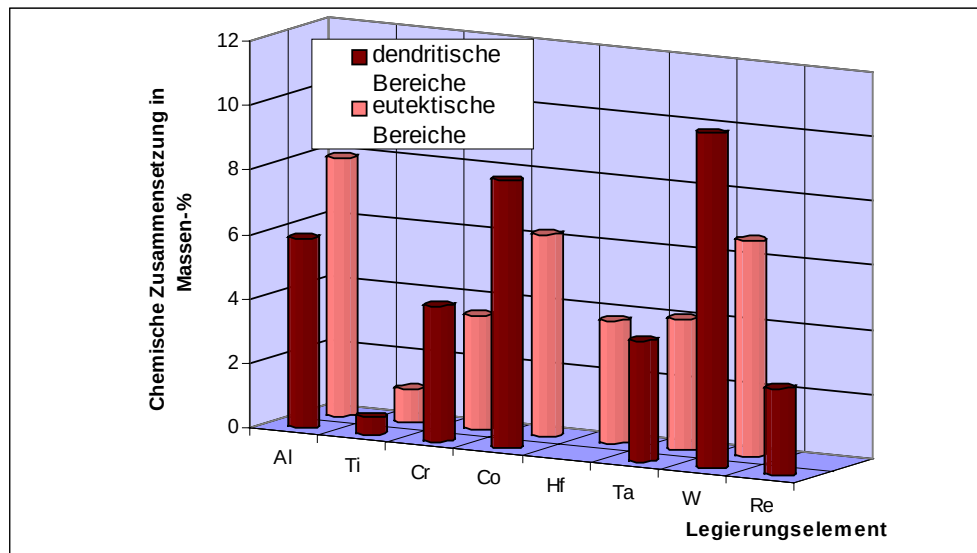


Abbildung 4.1.4.2: Chemische Zusammensetzung der eutektischen und dendritischen Bereiche der Nickelbasis-Superlegierung SX CM186LC im Gusszustand

Obwohl die Zugabe von Kohlenstoff das Segregationsverhalten von Ta begünstigt, es ist in SX CM186LC sowohl in den eutektischen wie auch in den dendritischen Bereichen regelmäßiger verteilt als in CMSX-4 (vgl. Abbildung 4.1.2.3), scheint es die Seigerung anderer Elemente, wie z.B. Re, gar nicht oder nur geringfügig zu beeinflussen. Rhenium konnte in eutektischen Bereichen für SX CM186LC nicht nachgewiesen werden oder lag für die EDX-Bestimmung unterhalb sinnvoller Nachweisgrenzen (Abbildung 4.1.3.2).

Element	Al	C	Co	Cr	Hf	Ni	Ta	Ti	W
Massen-%	---	7,5	---	0,62	21,9	2,2	53	5,8	8,9

Tabelle 4.1.4.3: Chemische Zusammensetzung der Primärcarbide (Ta-reiche MC) in den interdendritischen Zonen der Nickelbasis-Superlegierung SX CM186LC (EDX-Analyse) in Massen-%

Nach der erfolgten Wärmebehandlung (s.a. Tabelle 4.1.4.2) zeigt der Werkstoff SX CM186LC ein noch sehr inhomogenes Gefüge auf (**Abbildung 4.1.4.3**). Die nach dem Guss vorhandenen eutektischen Bereiche wurden gar nicht oder nur teilweise aufgelöst **a.)** und **b.)**. Dadurch konnte auch in den ehemaligen eutektischen Gebieten und in den interdendritischen Bereichen die γ' -Vergrößerung nicht signifikant herabgesetzt werden (Vergleiche hierzu Abbildungen 4.1.4.1 c.) und 4.1.4.4 b.)). Zusätzlich zu den Primärcarbiden werden nun auch Sekundärcarbide bevorzugt in den eutektischen Bereichen gefunden **d.)**. Durch die sich teilweise auflösenden Ta-reichen Primärcarbide steht genügend Kohlenstoff zur Bildung Hf-reicher Sekundärcarbide zur Verfügung. Verglichen mit den einzelnen und großen Primärcarbiden in den interdendritischen Zonen werden die kleinen von unterschiedlicher Gestalt befindlichen Sekundärcarbide hauptsächlich in Gruppen in den eutektischen Bereichen gefunden. Die chemische Zusammensetzung dieser Sekundärcarbide ist in **Tabelle 4.1.4.4** wiedergegeben. Nach der Wärmebehandlung durchgeführte Messungen ergaben eine mittlere Größenverteilung der γ' -Ausscheidungen von 0,5 – 0,65 μm in den dendritischen Bereichen, da auch hier wie beim CMSX-4, fein verteilte γ' -Ausscheidungen **e.)** vorliegen. Eine Bestimmung der Größenverteilung in den interdendritischen Bereichen bzw. eutektischen Zonen war durch die inhomogene Struktur nicht möglich. Eine Berechnung der

γ' -Größe nach Gleichung 4.1.2.2 erbrachte den Wert 0,56 μm . Die Breite der γ -Matrixkanäle liegt hier bei 90 nm. Am deutlichsten tritt die inhomogene Größenverteilung der γ' -Ausscheidungen in c.) hervor, wo ein Primärdendrit sich stark von den interdendritischen Bereichen aufgrund der feineren γ' -Ausscheidungen abhebt. Bei der Analyse der Phasenanteile ergab sich für SX CM186LC ein Flächenanteil an γ' -Phase von 74%. Unter der selben Annahme wie in Kapitel 4.1.2 und mit Hilfe von Gleichung 4.1.2.1 kann die Umrechnung des Flächenanteils in einen Volumenanteil erfolgen. Für SX CM186LC ergibt sich damit ein Volumenanteil an γ' -Phase von 64%. Diese Analyse kann jedoch aufgrund des inhomogenen Gefüges der Legierung mit einem Fehler von bis zu $\pm 5\%$ behaftet sein.

Element	Al	C	Co	Cr	Hf	Ni	Ta	Ti	W
Massen-%	---	7,2	1,0	0,41	62,1	4,2	16,9	1,4	7,05

Tabelle 4.1.4.4: Chemische Zusammensetzung der Sekundärcarbide (Hf-reiche MC) in den eutektischen Bereichen der Nickelbasis-Superlegierung SX CM186LC (EDX-Analyse) in Massen-%

Bei der chemischen Analyse mittels EDX-REM der dendritischen und eutektischen Gefügebereiche wurden keine starken Seigerungsunterschiede der detektierten Legierungselemente gefunden (**Abbildung 4.1.4.4**). Leichte Seigerungsunterschiede konnten für das Legierungselement Hf in den beiden Gefügebereichen ermittelt werden. Der hohe Hf-Anteil in den eutektischen Bereichen begünstigt natürlich durch die bessere Affinität Hafniums zu Kohlenstoff, verglichen mit Ta, die Bildung von Sekundärcarbiden.

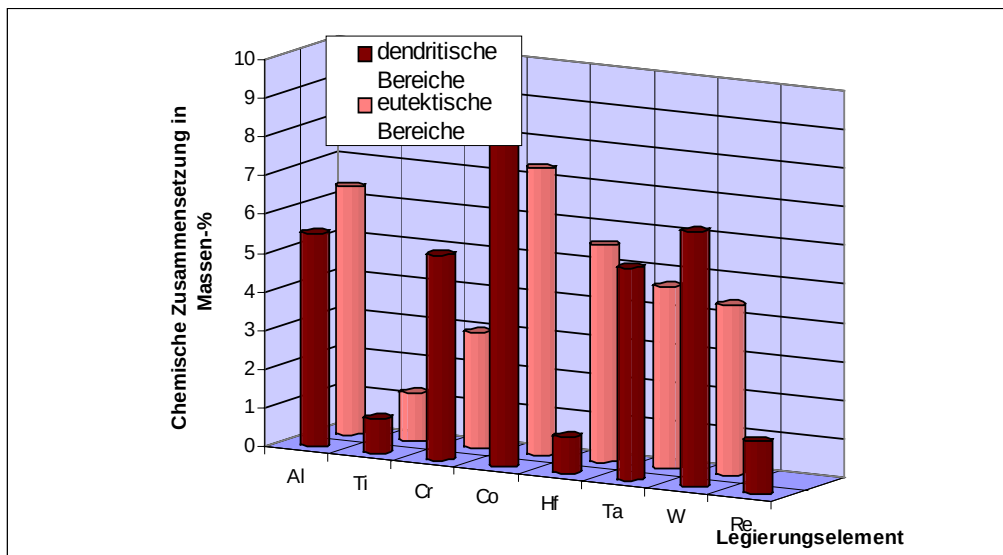


Abbildung 4.1.4.4: Chemische Zusammensetzung der eutektischen und dendritischen Bereiche der Nickelbasis-Superlegierung SX CM186LC nach der Wärmebehandlung

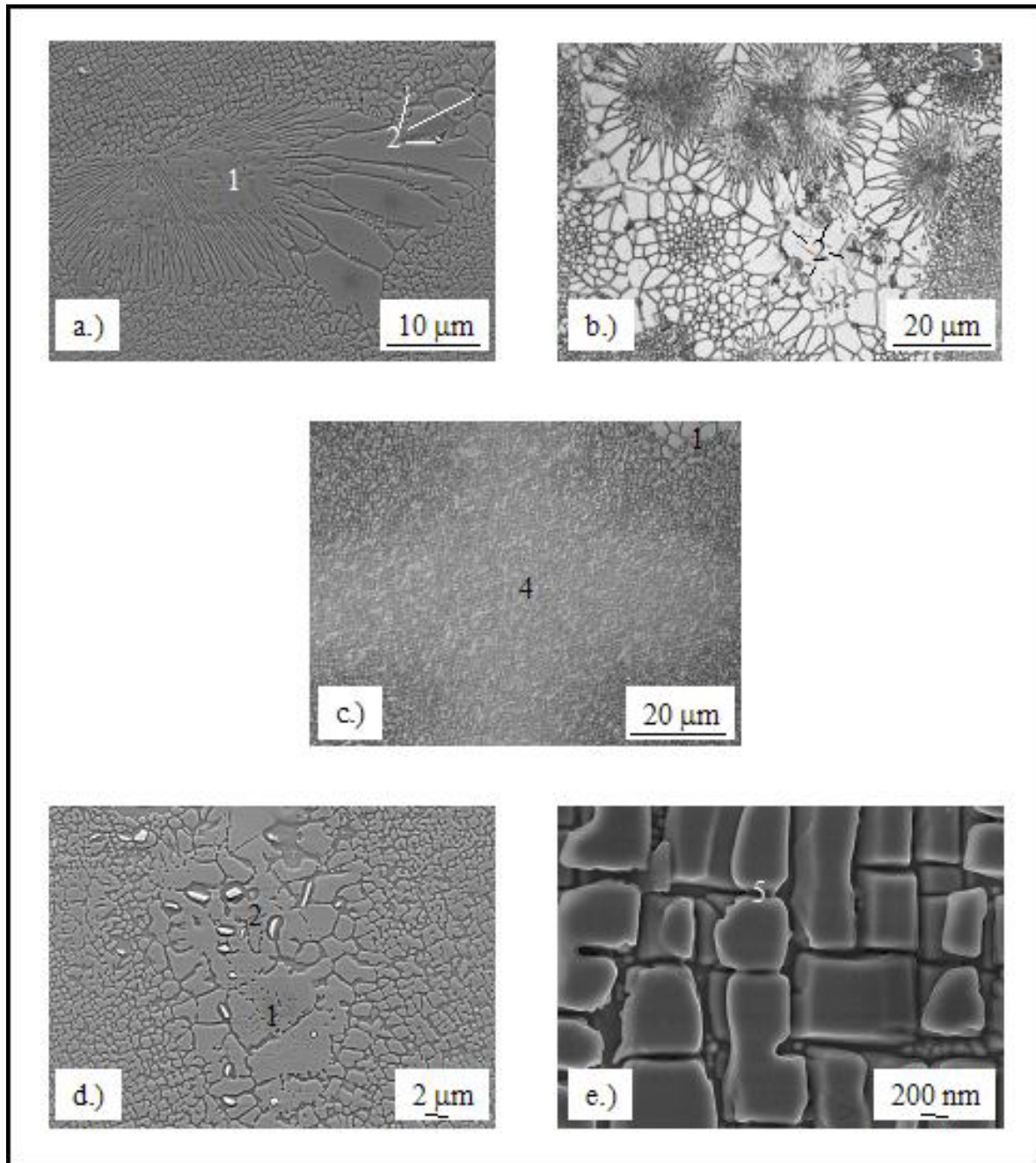


Abbildung 4.1.4.3: Gefügebilder der Legierung SX CM186LC nach der Wärmebehandlung, a.) Eutektisches Gebiet (1) mit Sekundärcarbiden (2) (Längsschliff im REM); b.) fein verteilte Sekundärcarbide (2) und Primärcarbid (3) (Längsschliff im LM); c.) dendritischer (4) und interdendritischer Bereich mit eutektischem Randgebiet (1) (Querschliff im LM); d.) Typische „Gruppierung“ von Sekundärcarbiden (2); e.) Typische Form von γ' -Ausscheidungen in dendritischen Bereichen und γ -Matrixkanäle (5) (Querschliff im REM)

Da die Gefügestruktur der stängelkristallinen Variante von CM186 LC der des Einkristalls sehr stark ähnelt, konnte auf eine ausführliche Gefügecharakterisierung verzichtet werden.

4.1.5 Homogenisierung und HIP-Behandlung

Aufgrund dieses doch deutlich ersichtlichen Unterschiedes im Gefügebau zwischen den Nickelbasis-Werkstoffen CMSX-4 und SX CM186LC wurde der Versuch unternommen, mittels einer einfachen Homogenisierungsbehandlung diesen Umstand zu minimieren. Dabei wurden die für diese Werkstoffe üblichen Lösungsglühtemperaturen in einem Bereich von 1280°C bis 1300°C gewählt um nach Möglichkeit Aufschmelzungen der niedrig schmelzenden eutektischen Phasen zu vermeiden. Schwerpunkte dieser Homogenisierungsversuche waren hierbei für SX CM186LC:

- Auflösung der eutektischen Gebiete und damit direkt verbunden:
- Einstellung einer homogenen Größenverteilung der γ' -Ausscheidungen in den dendritischen und interdendritischen Bereichen
- Homogene Verteilung der Karbidausscheidungen

Um erste Informationen über mögliche mikrostrukturelle Veränderungen durch eine Wärmebehandlung zu erhalten, wurde eine Lösungsglühbehandlung bei 1290°C mit anschließender Schnelkkühlung unter Argon-Atmosphäre durchgeführt. In **Abbildung 4.1.5.1** ist ein Überblick über das resultierende Gefüge nach erfolgter Wärmebehandlung an SX CM186LC wiedergegeben.

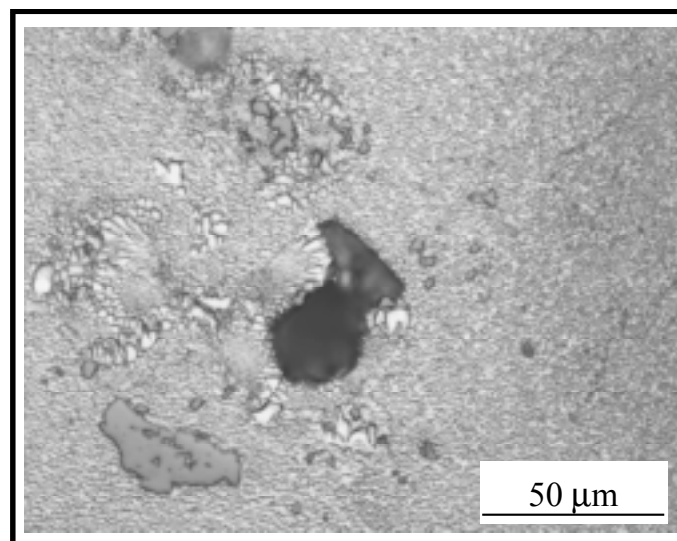


Abbildung 4.1.5.1: Homogenisierungsbehandlung an SX CM186LC bei 1290°C und 4 Std. Haltezeit

Die eutektischen Bereiche wurden nicht vollständig aufgelöst, wodurch eine homogenere Gefügestruktur nicht erreicht werden konnte. Neben Primär- und Sekundärcarbiden (1) konnten in den noch vorhandenen eutektischen Bereichen Poren lokalisiert werden. Diese Poren lassen aufgrund ihres Aussehens darauf schließen, durch Aufschmelzungen dieser eutektischen Bereiche entstanden zu sein. An den Porenrändern weist das eutektische Gefüge eine deutlich feinere Struktur auf und ist durch Abflachungen der γ/γ' -eutektischen Grenzflächen gekennzeichnet (2). Somit musste dieser einfache Weg der reinen

Lösungsglühbehandlung zur Erzielung einer optimierten Homogenisierung aufgegeben werden.

Es wurde nun eine Kombination von HIP – und Wärmebehandlung als Lösung verfolgt und wie sie von der Firma Cannon Muskegon vorgeschlagen wurde. Um eine vollständige Charakterisierung der Homogenisierungsbehandlung zu erzielen, wurden auch hier die HIP-Behandlung und die Wärmebehandlung getrennt voneinander und in Kombination miteinander untersucht und lichtmikroskopisch erfasst. **Tabelle 4.1.5.1** führt die an SX CM186LC durchgeführte HIP-Behandlung und Wärmebehandlung auf. Die Kombination beider Behandlungen erfolgte in der in der Tabelle aufgeführten Reihenfolge.

Werkstoff: SX CM186LC Homogenisierungsbehandlung	Temperaturen und Haltezeiten
HIP-Behandlung	bei 1232°C und 4 Std. Haltezeit unter 2000 bar (200 MPa)
3-stufige Wärmebehandlung	-1271°C/ 180min./ Vakuum -1093°C/ 120min./ Vakuum -871°C/ 1200min./ Vakuum

Tabelle 4.1.5.1: Homogenisierung der Mikrostruktur von SX CM186LC

In den **Abbildungen 4.1.5.2** und **4.1.5.3** sind die mit der HIP-Behandlung, der Wärmebehandlung und der Kombination beider Behandlungen erzielten Ergebnisse an dem einkristallinen Werkstoff CM186 LC zusammen gefasst.

Die mit der HIP-Behandlung erzielten Resultate zeigen, dass eine Restporosität in SX CM186LC nicht mehr eindeutig nachgewiesen werden kann. Im Vergleich zum CMSX-4 zeigte der Werkstoff SX CM186LC aber eine schon im Anfangszustand geringere Porosität (Kapitel 4.1.1 und Kapitel 4.1.3). Die detektierte Porendichte liegt bei SX CM186LC bei 6,56 bis 6,96 Poren pro mm^2 . Allerdings sind in den interdendritischen Bereichen noch sehr viele eutektische Restgebiete, die sich nicht aufgelöst haben, zu erkennen (Abbildung 4.1.5.2). Deutlich können im Randbereich der eutektischen Gebiete Primärcarbide und in den eutektischen Gebieten fein verteilte Sekundärcarbide detektiert werden (Abbildung 4.1.5.3).

Eine reine Wärmebehandlung dagegen ist zwar mit einer beginnenden Auflösung eutektischer Bereiche verbunden, zeigt jedoch im Gegensatz zur HIP-Behandlung noch eine deutlich vorhandene Restporosität (Abbildung 4.1.5.2). Dabei kann natürlich nicht vollständig geklärt werden, ob die Poren schon vor der Wärmebehandlung vorhanden waren oder erst im Verlaufe dieser gebildet wurden. Nach erfolgter Wärmebehandlung wurden hauptsächlich Poren mit einer mittleren Porengröße von 15 μm gefunden.

Die Kombination beider Behandlungsschritte zeigt zwar hinsichtlich Restporosität und der sich auflösenden eutektischen Bereiche eine deutliche Verbesserung, führte aber nicht zu dem erhofften Ergebnis einer vollständigen Homogenisierung des Mikrogefüges. Auch scheint der zeit- und kostenintensive Aufwand dieser Wärmebehandlungen in keinem vernünftigen/günstigen Verhältnis zum erzielten Resultat zu stehen. Von Seiten der Industrie, die einem enormen Kostendruck unterliegt, ist eine solch aufwendige Werkstoffbehandlung

inakzeptabel. Aus diesem Grund wurden weitere Versuche zur Homogenisierung des Werkstoffs SX CM186LC eingestellt. An dieser Stelle sei darauf hingewiesen, dass nicht zuletzt durch diesen unterschiedlichen Gefügebau von CMSX-4 und SX CM186LC ein Vergleich beider Werkstoffe schwierig erscheint.

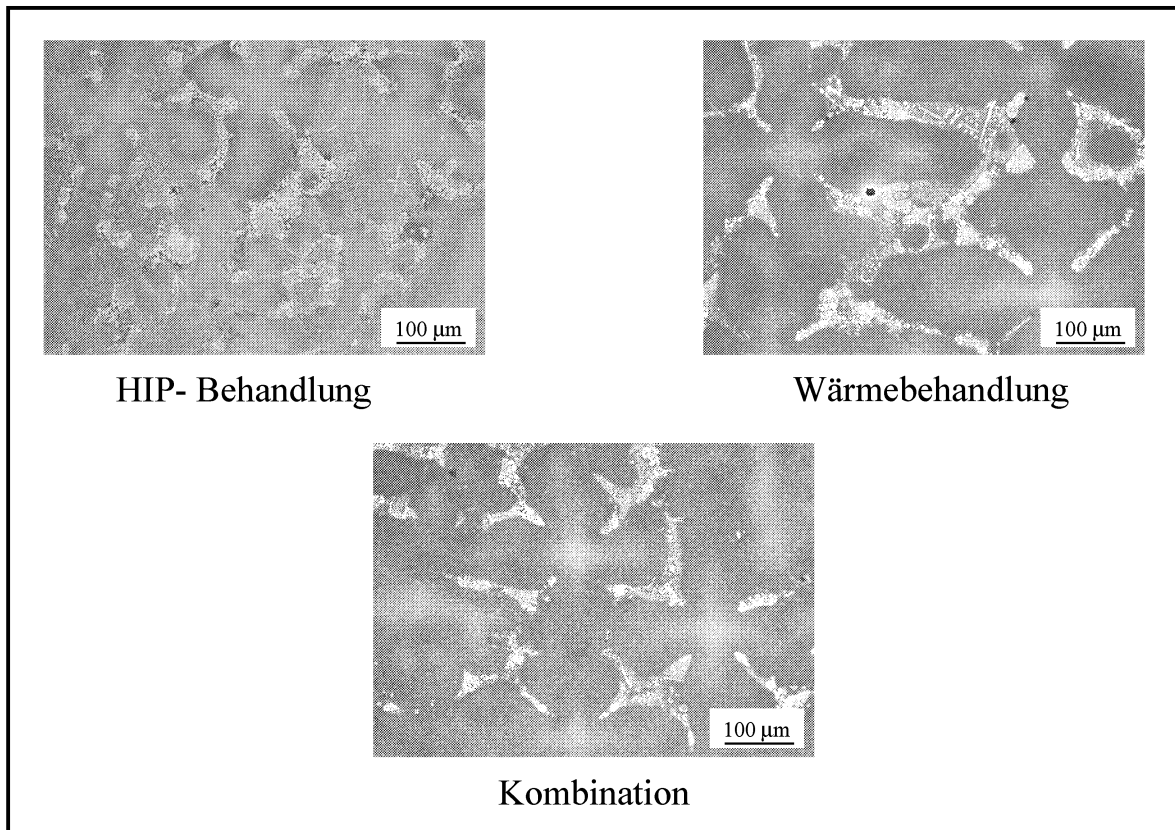


Abbildung 4.1.5.2: Homogenisierungsversuche mit einer HIP-, einer Wärmebehandlung und der Kombination beider Prozesse an einkristallinen CM186 LC

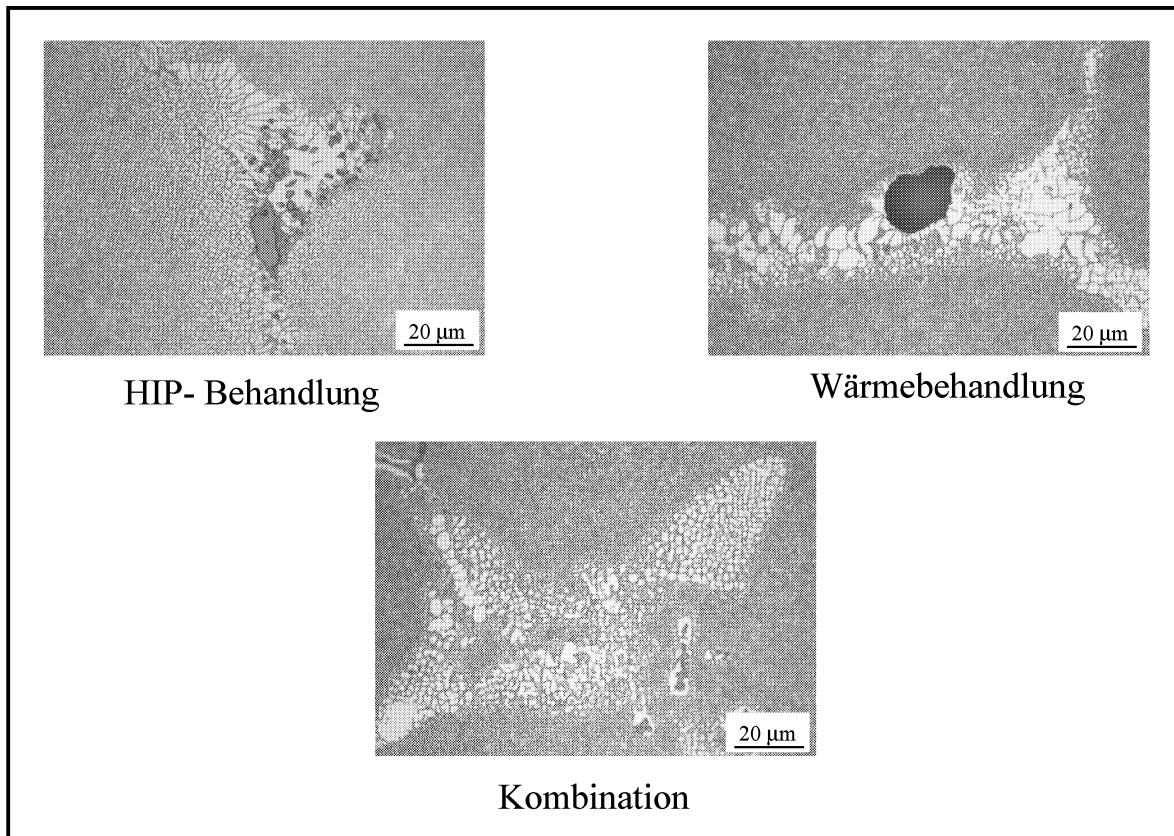


Abbildung 4.1.5.3: Homogenisierungsversuche mit einer HIP-, einer Wärmebehandlung und der Kombination beider Prozesse an einkristallinen CM186 LC (Vergrößerung)

4.2 Angewandte Beschichtungsmethodik

Die in der vorliegenden Arbeit untersuchten Proben sind neben dem reinem Einstoffsystem, dem Substratwerkstoff, auch im Verbund, d.h. mit Haftvermittlerschicht und Wärmedämmschicht, untersucht worden. Dabei wurde als Haftvermittlerschicht das Material NI-192-8 mit der Schichtspezifikation PWA 1386 der Firma Praxair Surface Technologies, Inc. mit einer nominellen Dicke von 140 µm bis 150 µm und als Wärmedämmschicht mit 6-8%-igem Yttriumoxid teilstabilisiertes Zirkonoxid auf das einkristalline Substratmaterial CMSX-4 und SX CM186LC aufgebracht. PWA 1386 dient dabei neben der verbesserten Haftung von Substrat und keramischer Wärmedämmschicht, dem Schutz des Substratwerkstoffs vor Oxidation und Korrosion sowie der Reduktion thermischer Spannungen zwischen Substratmaterial und Wärmedämmschicht. In **Abbildung 4.2.3** ist eine solche Haftvermittlerschicht (MCrAlY-Schicht) dargestellt. Die chemische Zusammensetzung von PWA 1386 ist in **Tabelle 4.2.1** wiedergegeben.

Werkstoff	Co	Cr	Al	Y	Hf	C	Ni
PWA 1386	20	15	11,5	0,2	0,1	0,4	Bal.

Tabelle 4.2.1: Chemische Zusammensetzung der Haftvermittlerschicht PWA 1386 (Massen-%)

Vor der Aufbringung der Haftvermittlerschicht wurden alle Proben sandgestrahlt, um möglichst gute Haftungsbedingungen für den Bond Coat (BC) zu schaffen. Die Beschichtung der Hohlproben mit der Haftvermittlerschicht PWA 1386 erfolgte ausschließlich am Institut für Werkstoffe und Verfahren der Energietechnik 1 (IWV-1) am Forschungszentrum Jülich. Dabei wurde die Beschichtung im Vakuum nach dem Verfahren des Vakuum-Plasmaspritzens aufgetragen, was die Herstellung einer dichten und gut haftenden Korrosionsschutzschicht erlaubt. Nach dem Aufbringen des BC mittels VPS-Verfahren erfolgte eine Diffusionsglühung bei 1120°C für 2 Stunden (Abbildung 4.2.1).

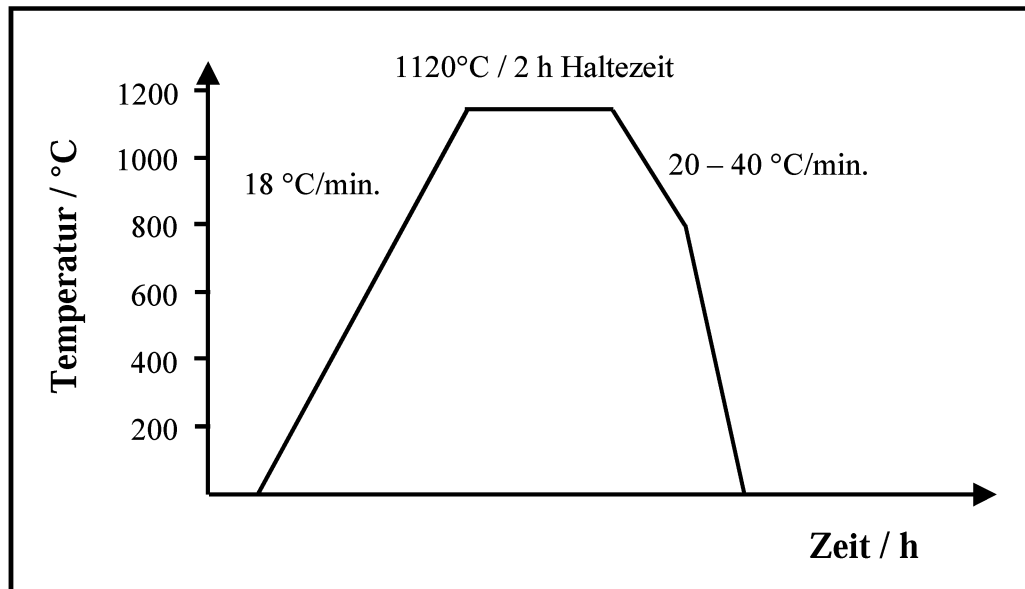


Abbildung 4.2.1: Angewandte Diffusionsglühung BC-beschichteter Proben

Das Elektronenstrahlverdampfen hat sich in den letzten Jahren trotz der höheren Kosten zu dem bevorzugten Herstellungsverfahren thermisch höchstbelasteter Bauteile mit dehnungstoleranten Schichten entwickelt, da die so hergestellten Schichten aufgrund der kolumnaren Struktur (Abbildung 4.2.2) eine verbesserte Thermoschockbeständigkeit aufweisen sollen.

Die durch das Elektronenstrahlverdampfen hergestellten Wärmedämmschichten weisen im Vergleich zu APS hergestellten Schichten sehr viel kleinere Rauheitswerte auf, wodurch die Anrissinitiierung durch die verminderte Kerbwirkung herabgesetzt wird. Daneben bieten sie noch eine höhere Erosionsbeständigkeit. Dieses Verfahren ist somit optimal zur Realisierung beschichteter und effusionsgekühlter Strukturen geeignet. Beim Elektronenstrahlverdampfen wird in einer Vakuumkammer ein Elektronenstrahl über den zu verdampfenden Werkstoff, der in der Regel als Ingot vorliegt, geführt. Am Institut für Werkstoffwissenschaften unter Prof. Lugscheider wird zur Verdampfung pulverförmiges Material eingesetzt, welches den Vorteil bietet, dass eine aufwendige Herstellung von Ingots entfallen kann und die Materialzusammensetzung sehr leicht zu variieren ist. Beim Aufschmelzen des Materials bildet sich über der Schmelze die sogenannte Dampfkeule aus. Sie besteht aus in den gasförmigen Zustand übergegangenen Molekülen und Atomen. Üblicherweise wird das zu bedampfende Bauteil in dieser Dampfkeule positioniert, wodurch es je nach Substrattemperatur zur Kondensation des Dampfes kommt und eine kolumnare Struktur aus Y_2O_3 teilstabilisierten ZrO_2 aufwächst. In Abbildung 4.2.3 ist ein solches Wärmedämmschichtsystem mit Kühlkanalbohrung wiedergegeben.

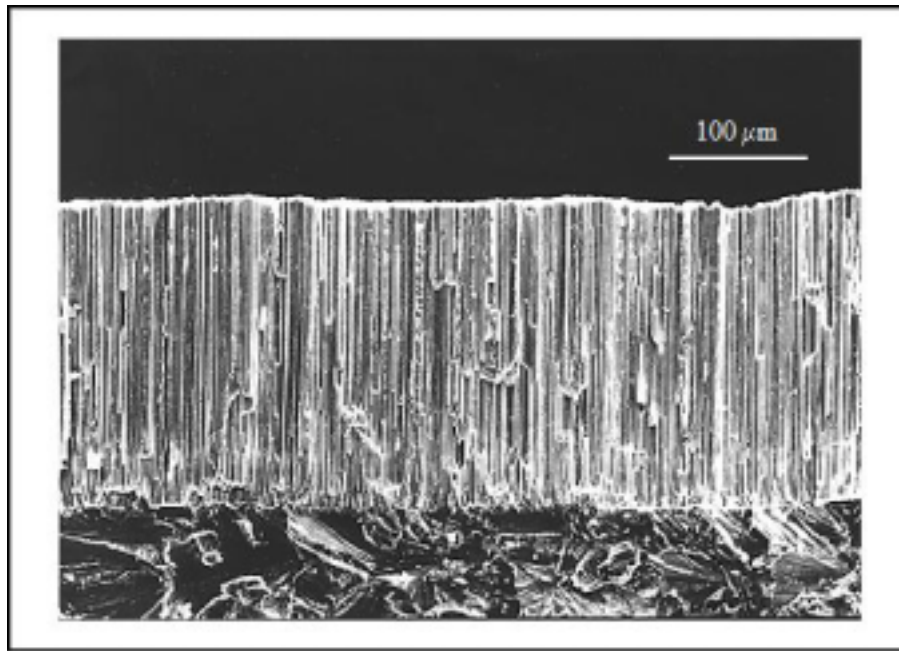


Abbildung 4.2.2: Eine mit dem EB-PVD Verfahren hergestellte Wärmedämmschicht [118]

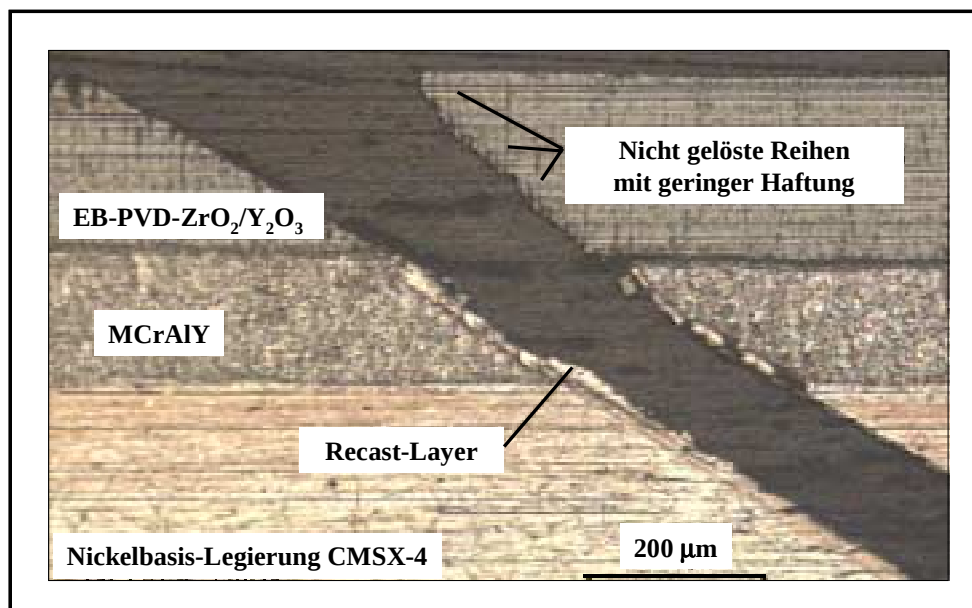


Abbildung 4.2.3: Wärmedämmschichtsystem mit Substratwerkstoff CMSX-4 mit Kühlbohrung/SFB 561

Allerdings wurden nur die LCF-Proben der Nickelbasis-Legierung CMSX-4 mit einer Wärmedämmschicht versehen, da während des Herstellungsprozesses Probleme mit der Förderung der benötigten Pulvermengen auftraten. Dadurch konnte nicht genügend Pulvermaterial zur Verfügung gestellt und keine einheitlichen Wärmedämmschichtdicken erreicht werden. Die Wärmedämmschichtdicken schwanken zwischen 160 und 300 µm. Wie in **Abbildung 4.5.3** gezeigt, führt ein oxidativer Einfluss zu einer bräunlichen Verfärbung der Wärmedämmschicht auf den LCF-Proben. Vom Hersteller wird außerdem eine gelbliche Verfärbung der Wärmedämmschicht auf den Einfluss der Elektronenstrahlheizung zurückgeführt. Aufgrund dieser fehlenden Reproduzierbarkeit wurde auf die Beschichtung von CM186LC (einkristalline und stängelkristalline Variante) verzichtet.

4.3 Zugversuche

Die Zugversuche dienten in erster Linie der Ermittlung mechanischer Kennwerte im Hochtemperaturbereich. An den unbeschichteten einkristallinen Nickelbasis-Legierungen CMSX-4, SX CM186LC und der stängelkristallinen Variante DS CM186LC wurden dehnratenkontrollierte einaxiale Zugversuche an einer elektro-mechanischen Universalprüfmaschine der Firma Instron Limited durchgeführt. Hierfür stehen Lastmessdosen von 30 bis 100 kN zur Verfügung, wodurch eine Prüfung unterschiedlichster Geometrien möglich ist. Durch eine um die Versuchsanordnung angebrachte Temperierkammer kann die Prüftemperatur zwischen Raumtemperatur und 1200 °C variiert werden. Aus den Probenrohlingen, wie sie bereits in Kapitel 4.1.2 beschrieben wurden, wurden dann Z17 Zugproben mit Extensometerschneiden gefertigt (siehe **Abbildung 4.3.1**). In Anlehnung an die Norm DIN EN 10002 [119] konnten die zylindrischen Hohlproben, mit einer Messlänge von 50 mm, einem Außendurchmesser von 10 mm und einem Innendurchmesser von 6 mm gefertigt werden, sodass eine für heutige Schaufelbauteile übliche Wandstärke innerhalb der Messlänge von 2mm erreicht werden konnte. Die Versuche wurden im Rahmen des SFB 561-Programms bei 1000°C und bei Dehnraten von 10^{-4} bis 10^{-6} s^{-1} durchgeführt. Aus dem aus dem COST 522-Projekt zur Verfügung gestellten Vollmaterial an einkristallinem CM186LC wurden Zugproben vom Typ Z14 hergestellt (**Abbildung 4.3.2**). Innerhalb dieses Programms wurden die Versuche bei Temperaturen zwischen 750 und 950°C und Dehnraten von 10^{-4} bis 10^{-6} s^{-1} gefahren.

Kraft und Verlängerung der Proben werden bis zum Erreichen eines Plateauwertes (Gleichgewichtswert) kontinuierlich über der Zeit aufgenommen. Mittels einer Steuerungs-Software werden die gespeicherten Spannungssignale Online oder nach Beendigung des Versuchs auf einen PC überspielt. Kraft-Zeit- und Verlängerungs-Zeit-Kurven können somit schnell dargestellt werden und erlauben im Anschluss daran die Berechnung der Spannungs-Dehnungs-Kurven aus den aufgenommenen Kraft- Wegmesssignalen.

Die aufgenommenen Kraft-Verlängerungs-Zeit-Datensätze werden zunächst in konventionelle und wahre Spannungs-Dehnungs-Datensätze umgewandelt. Aus diesen können dann zur weiteren Auswertung die Hochtemperaturwerte für die Fließgrenze, Zugfestigkeit und evtl. die Brucheinschnürung ermittelt werden. Anschließend wurden für die untersuchten Nickelbasis-Legierungen die ermittelten Spannungs- und Dehnungswerte gegenüber der Dehnrates aufgetragen. Aus den Spannungswerten kann das Streckgrenzenverhältnis $R_{p0,2}/R_m$ ermittelt und ebenfalls gegenüber der Dehnrates aufgetragen werden. Das Streckgrenzenverhältnis kann als Maß zur Beurteilung eines Werkstoffs dienen, in wie weit dieser ohne nennenswerte Verformung ausgenutzt werden kann. Die wenigen Ergebnisse an der intermetallischen NiAl-Legierung FG 75 wurden nicht mit aufgeführt.

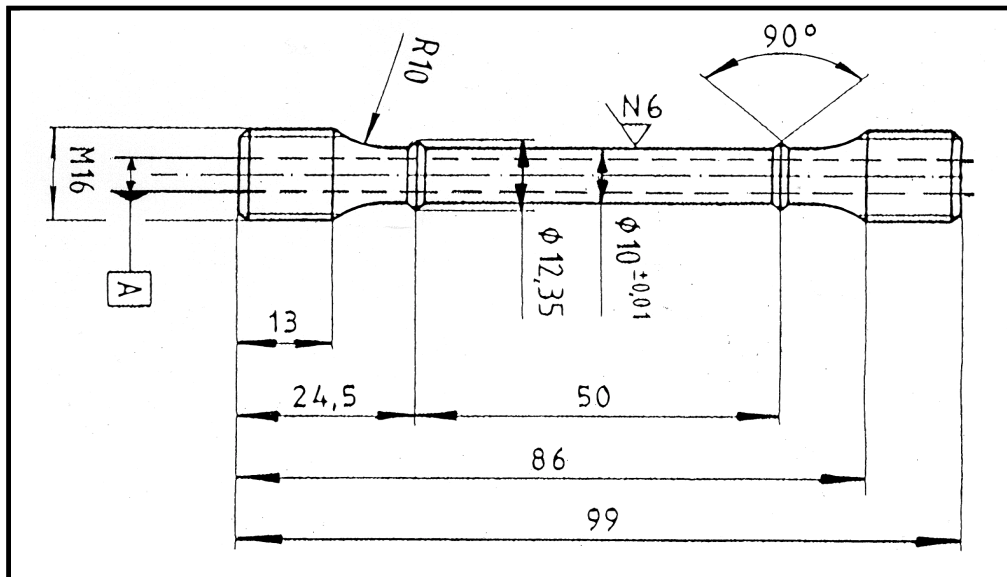


Abbildung 4.3.1: Skizze der für dehnratenkontrollierte Zugversuche verwendeten Hohlprobengeometrie Z17^{*3} (Einheiten in mm)

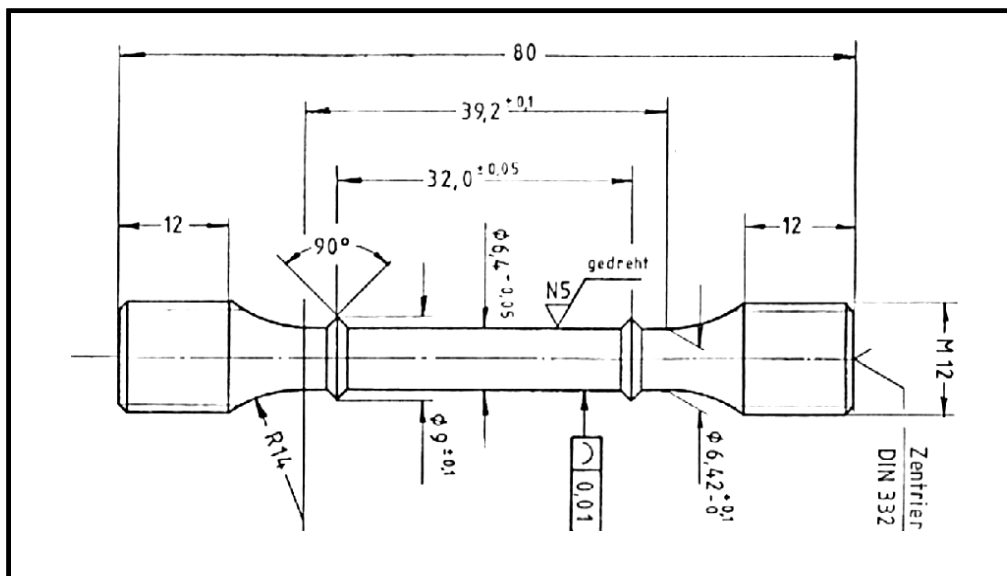


Abbildung 4.3.2: Skizze der Vollprobengeometrie Z14^{*4} für die dehnratenkontrollierten Zugversuche (Einheiten in mm)

^{3*} Z17 Institutsinterne Bezeichnung

^{4*} Z14 Institutsinterne Bezeichnung

4.4 Zeitstandversuche

Für die Zeitstandversuche wurden die in Kapitel 4.3 aufgeführten Zeitstandproben vom Typ Z17 und Z14 verwendet. Die Zeitstandprüfung erfolgte in Anlehnung an DIN 50 118 [120]. Bei allen Versuchen handelte es sich um einachsige Zeitstandversuche unter konstanter Spannung, die in Einzelproben-Maschinen durchgeführt wurden. Die Beheizung der Proben erfolgt in Dreizonenwiderstandsöfen, wobei eine Maximaltemperatur von 1000°C unter Langzeitbelastung realisiert werden konnte. Der bei den hier vorliegenden Untersuchungen erreichte Temperaturbereich erstreckt sich von 750 bis 1000°C und wurde an unbeschichteten und beschichteten Hohlproben sowie Vollproben durchgeführt.

Das Aufbringen der Last erfolgte über an einem servo-mechanischen Hebelarm angebrachten Laststeller, wobei die Sollspannung mit einer Genauigkeit von ca. 1% erreicht wurde. Im Laufe der Verformung kann die Sollspannung auf ca. 0,1 bis 0,3% konstant gehalten werden. Die Kraft wurde über eine 50kN Kraftmessdose und einem Trägerfrequenzmessverstärker gemessen. Die Dehnung wurde direkt über die auf der Zeitstandprobe angebrachten Extensometerschneiden (siehe Abbildung 4.3.1 und Abbildung 4.3.2) gemessen.

Der Dehnungsaufnehmer und das Zuggestänge werden mittels Strahlungsblechen gegen eine zu hohe Wärmestrahlung der Probe und des Ofens abgeschirmt. Bei Langzeitversuchen ist eine genaue Kontrolle und Regelung der Temperatur unabdingbar, sodass zur Einstellung der Temperatur drei Pt-Rh-Pt-Thermoelemente (Typ S) eingesetzt wurden. Diese wurden im Bereich der Probenschultern und in der Probenmitte angebracht. Die Temperaturschwankungen über die gesamte Messlänge betrug bei 1000°C $\pm 1,5^\circ\text{C}$ und bei den mittleren Temperaturen bis 950°C $\pm 1^\circ\text{C}$. Nach Erreichen der Solltemperatur wurde bei allen Versuchen bis zu ca. 2 Stunden vor Aufbringung der Last gewartet, um ein stabiles Temperaturprofil in der Zeitstandprobe zu erzeugen.

4.5 Low-Cycle-Fatigue-Versuche

Es wurden Zug-Druck-Wechselversuche an einer servohydraulischen 100 kN-Prüfmaschine der Firma MTS Systems GmbH durchgeführt. Die Versuche erfolgten ausschließlich dehnungsgeregelt bei konstanter Temperatur. Bei Dehnungssteuerung wird der Ist-Wert von einem Extensometer aufgenommen. Aus der Differenz mit dem Soll-Wert ergibt sich das Steuersignal für das Servoventil. Da die verwendete Probengeometrie keine Extensometeraufnehmer vorsah, wurden im Anschluss an die Herstellung Drähte aus NiCr mit einem Durchmesser von 0,5 mm auf die LCF-Probe (siehe **Abbildung 4.5.1**) in einem Abstand von 50 mm entlang des Umfangs aufgepunktet.

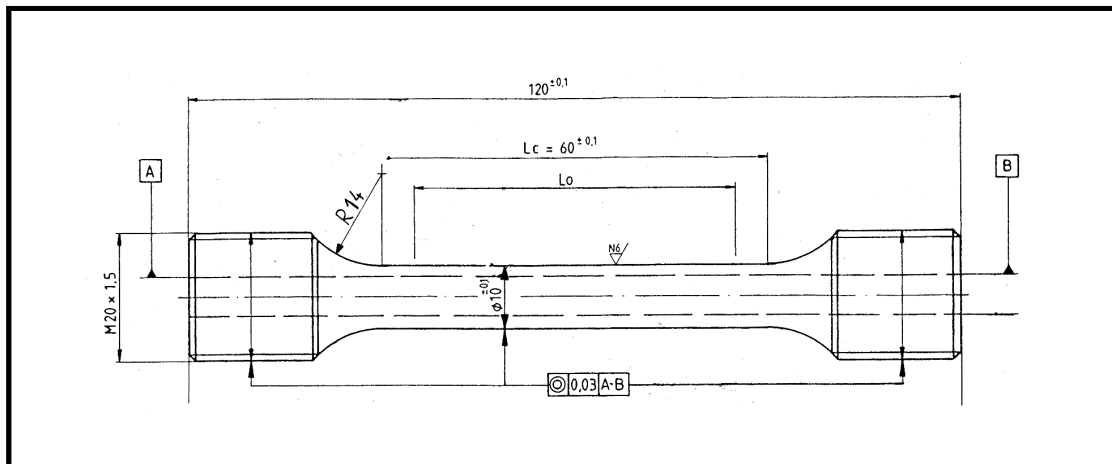


Abbildung 4.5.1: Skizze der für Low-Cycle-Fatigue- (LCF-) Versuche verwendeten Hohlprobengeometrie (Einheiten in mm)

Die Aufnahmen für die Extensometerschneiden mussten sehr vorsichtig auf den LCF-Proben schweißgepunktet werden. Vorversuche zeigten bei zu hoher Leistungseinbringung von Seiten des Schweißgerätes häufig Versagen direkt an oder in der Nähe der Extensometeraufnehmerdrähte. Mittels einer wassergekühlten Induktionsspule werden die LCF-Proben induktiv beheizt. Bei der induktiven Erwärmung wird die Leistung nach dem Transformatorprinzip auf die Probe übertragen, wobei der Probe die Funktion einer Sekundärwicklung mit einer Windung zukommt. Zur Temperaturregelung werden drei Pt-Rh-Pt-Thermoelemente (Typ S) im Falle der unbeschichteten und HVS-beschichteten Proben innerhalb der Messlänge aufgepunktet und bei der Prüfung mit Wärmedämmschicht an die Probe angebunden. Daneben erfolgte eine isotherme Wechselverformungsprüfung an gebohrten SEN-LCF-Vollproben (**Abbildung 4.5.2**). Die Proben waren nach Variante III lasergebohrt (siehe auch Kapitel 4.6, Abbildung 4.6.3).

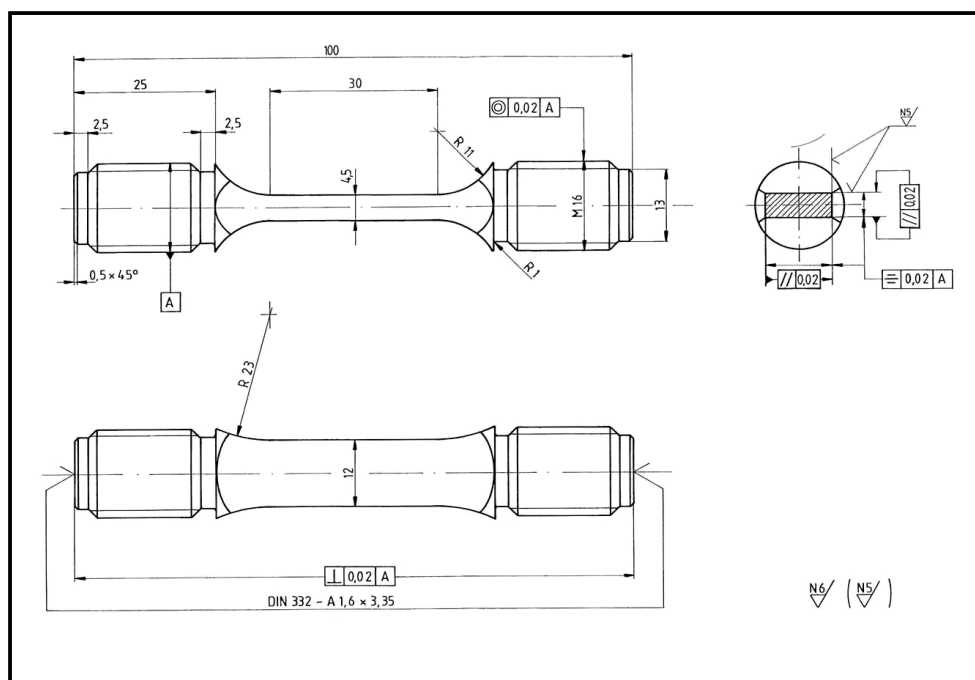


Abbildung 4.5.2: Skizze der für Low-Cycle-Fatigue- (LCF-) Versuche verwendeten SEN-Probengeometrie (Einheiten in mm)

Die mit einer Wärmedämmschicht versehenen einkristallinen CMSX-4 LCF-Proben sind in Abbildung 4.5.3 dokumentiert.

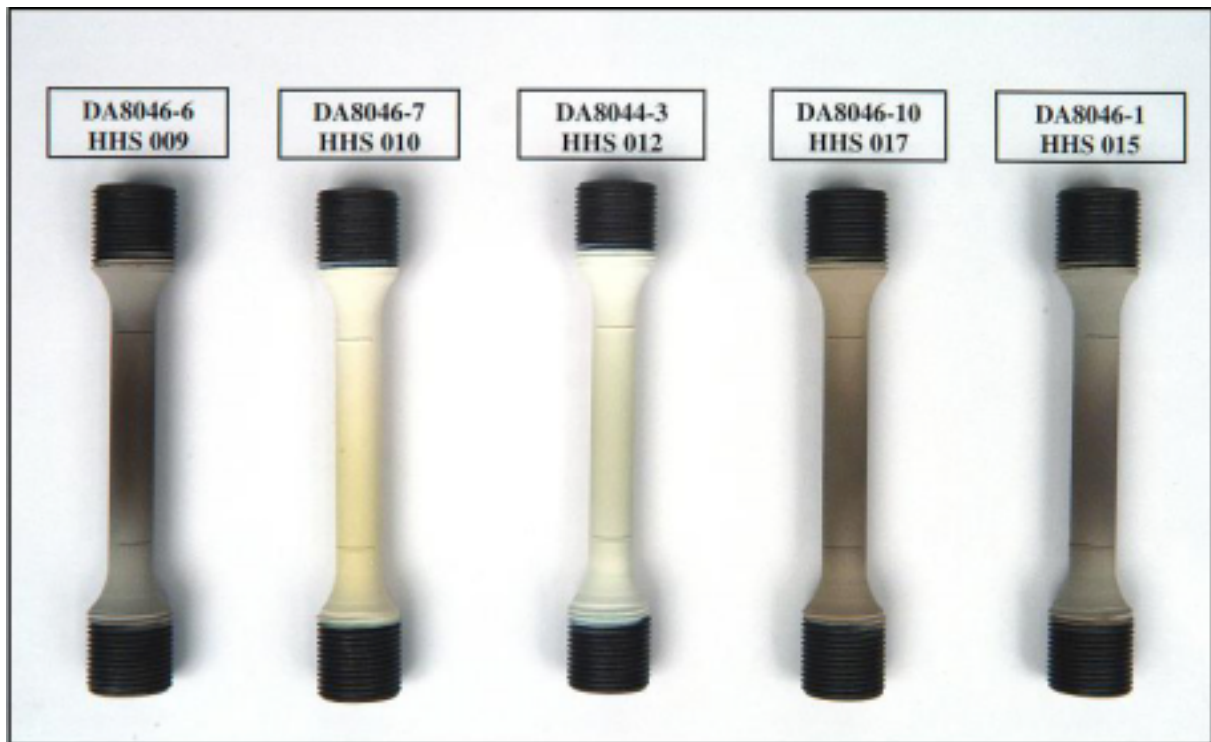


Abbildung 4.5.3: Wärmedämmschichtbeschichtete LCF-Hohlproben der Nickelbasis-Legierung CMSX-4

Die Herstellung wurde in Kapitel 4.2 erläutert. Zur Einstellung einer homogenen Anfangstemperatur ist es notwendig, die Induktionsspule zu justieren, um eine axiale homogene Temperaturverteilung entlang der Messstrecke zu erhalten. Die Maschine ist mit einer Schmelzmetall-Spannvorrichtung ausgestattet, wodurch die Probe mit dem selbstausrichtenden Spannfutter so eingebaut werden kann, dass Biegemomente vermieden werden. Im Druckbereich ist die genaue Ausrichtung des Kraftflusses wichtig, um ein Ausknicken der eingespannten Probe zu vermeiden.

Die bei einer isothermen Temperatur von 950°C durchgeführten Experimente wurden alle bei einer Frequenz von 10^{-3} s^{-1} und zwischen Gesamtdehnschwingbreiten von $\Delta\epsilon = 0,3$ bis 1,0% an unbeschichteten, HVS-beschichteten und teilweise auch TBC-beschichteten LCF-Proben durchgeführt. Aufgrund der nicht reproduzierbaren Herstellung der TBC-Beschichtung wurde die Proben aus CM186LC nicht mehr mit einer Wärmedämmschicht versehen.

Die Lastspielanzahl N ist in der Darstellung der Ergebnisse als diejenige Zyklenzahl charakterisiert, bei der es entweder zum Versagen der Probe kam oder ein Lastabfall auf 90% der maximalen Spannungsamplitude erreicht wurde. Daneben erfolgte neben der Charakterisierung des Schädigungsverhaltens eine statistische Auswertung der Rissgröße und Rissanzahl, sowohl an der Außenseite als auch an der Innenseite der untersuchten LCF-Proben. Diese Ergebnisse werden in Kapitel 5.3. dargestellt.

4.6 „In-situ“-Beobachtungen im Rasterelektronenmikroskop

Die Untersuchungen zur Beschreibung des Rissgeschehens von Nickelbasis-Superlegierungen wurden am polykristallinen Werkstoff INCONEL 617 und dem Einkristallwerkstoff CMSX-4 durchgeführt. INCONEL 617 ist eine mischkristallverfestigende Ni-Cr-Co-Legierung, die anfänglich als Brennkammerauskleidung in Flugtriebwerken eingesetzt wurde. Die mechanischen Kurzzeiteigenschaften, wie Streckgrenze und Bruchdehnung sind in erster Linie von der Ausscheidung an $M_{23}C_6$ -Carbiden in den ersten Betriebszyklen abhängig. Der Werkstoff ist ein typisches Beispiel für eine Schmiedelegierung mit sehr guten Verformungseigenschaften, ohne große Anteile an γ' -Ausscheidungen aufzuweisen. In den letzten Jahren wurde INCONEL 617 zunehmend im Rohrleitungsbau im Hochtemperaturreaktorbereich eingesetzt. INCONEL 617 wurde in Ergänzung zur intermetallischen NiAl-Pase, der FG75-Legierung, in die Untersuchungen integriert, da er schon bei mittleren Temperaturen (Temperaturen unterhalb 700°C) eine hohe plastische Verformbarkeit aufweist, ähnlich wie es die FG 75-Legierung erst bei sehr hohen Temperaturen (Temperaturen oberhalb 1050°C) vermuten lässt. Bei diesen extremen Temperaturen war eine Untersuchung der intermetallischen Phase im Rasterelektronenmikroskop nicht möglich. Auch stand aufgrund der schon in Kapitel 4.3 geschilderten gießtechnischen Problematik nicht genügend Probenmaterial zur Verfügung. Da im Kapitel 4.1 der Werkstoff INCONEL 617 nicht erwähnt wurde, sind in **Abbildung 4.6.1** das Mikrogefüge und die Wärmebehandlung sowie in **Tabelle 4.6.1** die chemische Zusammensetzung des Werkstoffs dargestellt.

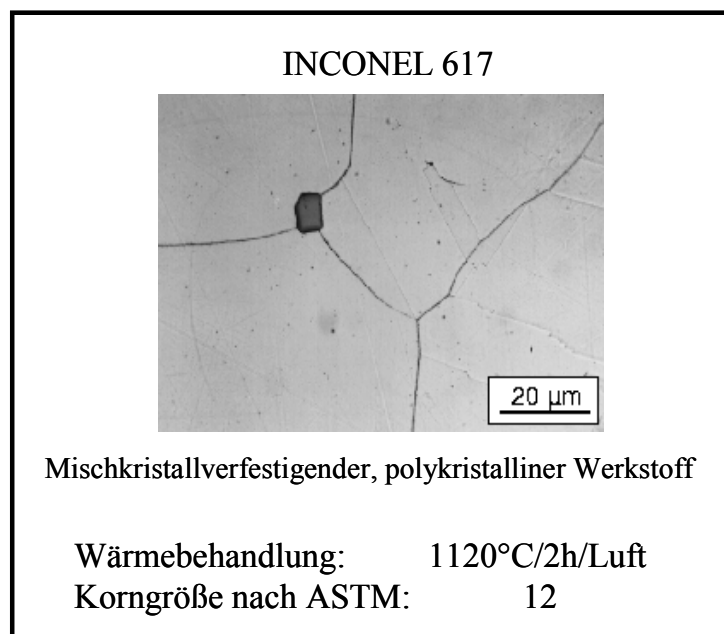


Abbildung 4.6.1: Mikrogefüge und Wärmebehandlung des Werkstoffs INCONEL 617

Material	Ni	Co	Cr	Mo	Al	Ti	Fe	C
INCONEL 617	Bal.	12	23	9	1	0,5	<0,2	0,05

Tabelle 4.6.1: Chemische Zusammensetzung (in Massen-%) des Werkstoffs INCONEL 617

Alle Flachzugproben (**Abbildung 4.6.2**) wurden durch funkenerosive Bearbeitung hergestellt. Abschließend wurden die Proben feinpoliert um einen Kerbeinfluss aufgrund der kleinen Probengeometrie, vor allem im Randbereich der Messlänge, auszuschließen.

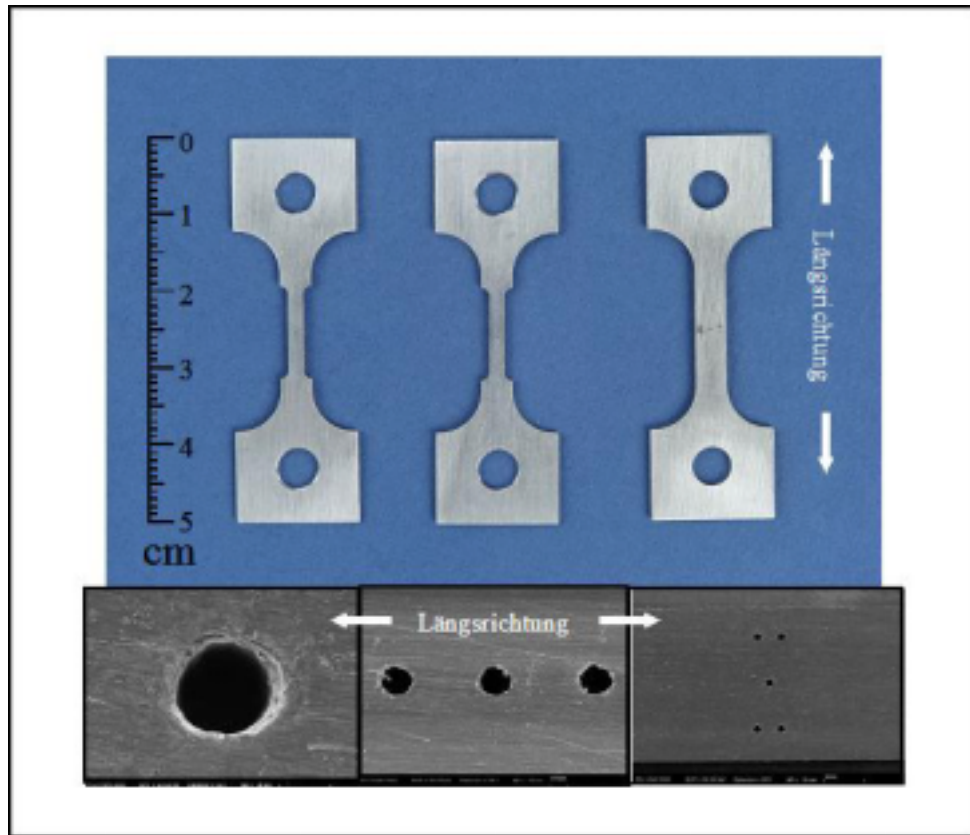


Abbildung 4.6.2: Geometrien der verwendeten Flachzugproben im Rasterelektronenmikroskop

Im Falle der einkristallinen Variante standen Probenplatten zur Verfügung, aus denen die Flachzugproben so herausgearbeitet werden konnten, dass die $\langle 001 \rangle$ -Orientierung parallel zur einachsigen Zugbeanspruchung verlief. Bei den Untersuchungen zum Einfluss der Lochstrukturen bzw. der Kühlkanäle wurden Flachzugproben mit einer unterschiedlichen Anzahl an lasergebohrten Kühlkanälen geprüft (siehe Detailschema in **Abbildung 4.5.2**). Anordnung, Größe und Geometrie der Bohrungen, die sich an anwendungstechnischen Vorgaben orientieren, z.B. um eine strömungstechnisch realisierbare und optimierte Kühlwirkung erzielen zu können, wurden in Zusammenarbeit mit dem Institut für Dampf- und Gasturbinen der RWTH Aachen entwickelt und festgelegt. Dabei liegt der Bohrlochdurchmesser bei 0,2 mm, der Abstand der Bohrlöcher parallel zur Belastungsrichtung (für Schaufeln also parallel zur Längsachse) bei 0,6 mm und senkrecht zur Belastungsrichtung bei 1,2 mm. Dadurch unterlagen die möglichen Probengeometrien weiteren Restriktionen (**Abbildung 4.6.2** und **Abbildung 4.6.3**).

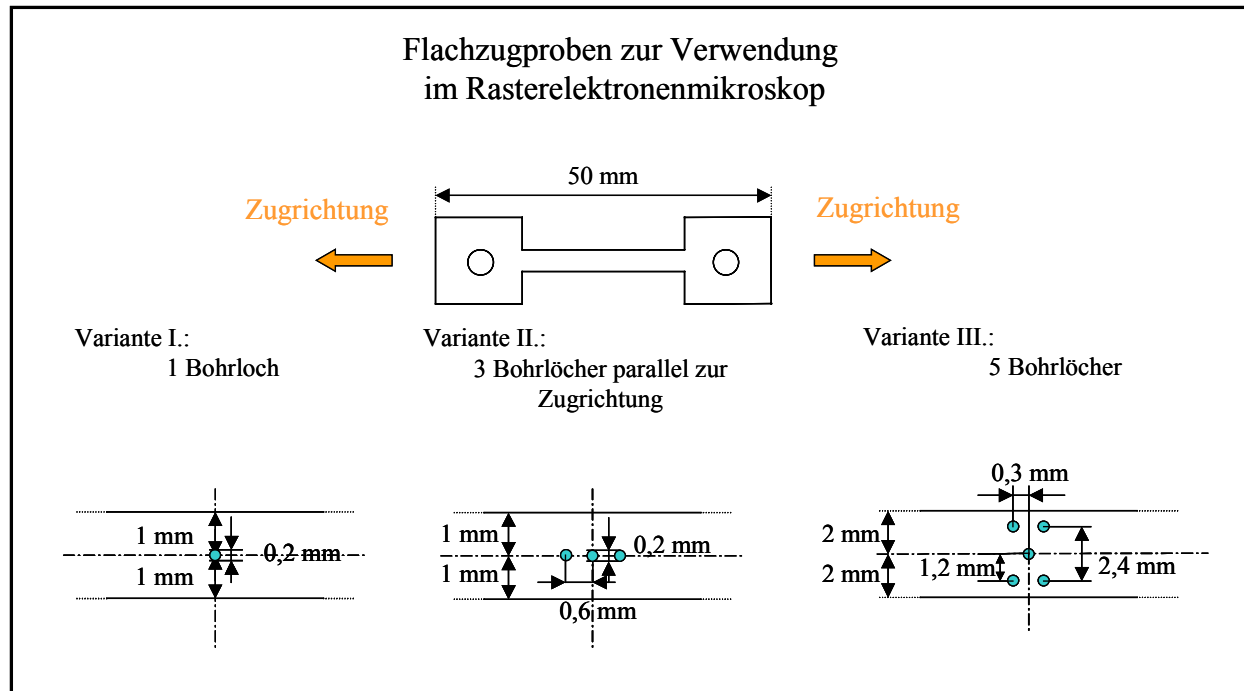


Abbildung 4.6.3: Flachzugproben mit unterschiedlicher Anzahl an Bohrungen der Nickelbasis-Superlegierungen CMSX-4 und INCONEL 617 zur einaxialen Zugprüfung im Rasterelektronenmikroskop

Die Bohrungen mit einem mittleren Bohrlochdurchmesser von 200 μm wurden am LLT der RWTH Aachen durch einen μs -SLAB-Laser mittels gepulster Nd: YAG Laserstrahlung gebohrt. Da die Laserpulsdauer 200 μs beträgt, findet der Materialabtrag zum größten Teil durch Schmelzaustrieb statt. Zum Bohren der Löcher hat sich das Trepannieren gegenüber dem Perkussionsbohren als geeigneteres Verfahren herausgestellt. Im Gegensatz zum Perkussionsbohren, bei dem sich der Großteil der Schmelze auf der Oberfläche ablagert, wird durch das Trepannieren die Schmelze durch das Bohrloch entfernt. Dabei wird das Bohrloch durch einen kreisförmigen Schneidprozess hergestellt und die Schmelze durch die Schnittfuge mit Hilfe des Prozessgases Argon ausgetrieben. Argon hat sich gegenüber Sauerstoff und Stickstoff als günstigstes Prozessgas herausgestellt, da hiermit die kleinsten Schmelzdicken ($< 10 \mu\text{m}$) und rissfreie Bohrlochwände realisiert werden können. Allerdings benötigt das Trepannieren eine genaue Kontrolle des Prozessgasdruckes während des Bohrens, da sich bei Unterschreiten eines kritischen Gasdruckes das Bohrloch sonst wieder mit Schmelze zusetzt. Es wurden die in Abbildung 4.6.3 dargestellten Probengeometrien als Zugproben im Rasterelektronenmikroskop verwendet:

- Type I mit einem Bohrloch (Messlänge 16 mm, Probenbreite 2 mm und -dicke 1 mm)
- Type II mit drei Bohrlöchern (Messlänge 16 mm, Probenbreite 2 mm und -dicke 1 mm)
- Type III mit fünf Bohrlöchern ((Messlänge 16 mm, Probenbreite 4 mm und -dicke 1 mm)

Erste Versuche zur Untersuchung möglicher Mikro-Bruchmechanischer Überlegungen wurden an gekerbten Proben durchgeführt (**Abbildung 4.6.4**). Dabei wurde nach dem Bohren ein Bohrloch mittels eines ns-Starline-Laser mit Kerben senkrecht zur einachsigen Zugschwellbelastung versehen.

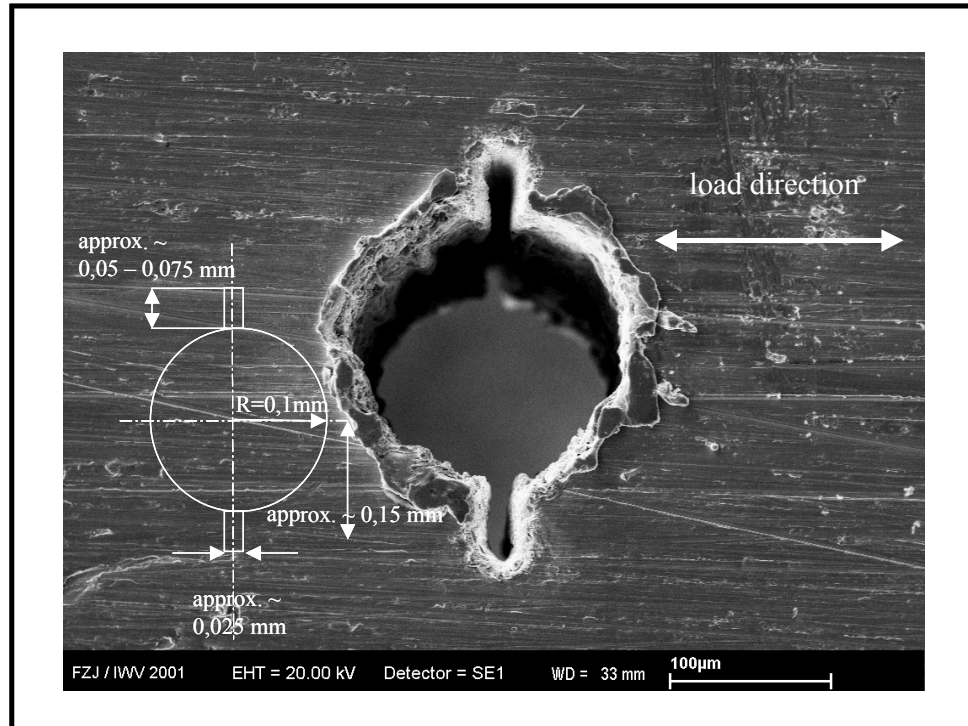


Abbildung 4.6.4: Verwendete Probengeometrie gekerbter Bohrlöcher

Die Untersuchungen zum Verformungs- und Versagensverhaltens lasergebohrter Flachzugproben wurden am Rasterelektronenmikroskop LEO 440 mittels einer speziellen maschinellen Zugeinrichtung, entwickelt von der Firma Kammrath & Weiß, Dortmund, durchgeführt. Eine Übersichtsaufnahme über die Apparatur ist in **Abbildung 4.6.5** gegeben.

Der Zugschisch ist dabei mit einer Lastmessdose von 5000 N ausgestattet. Über einen Graphitofen, der direkt unterhalb der Probe angebracht ist, können Temperaturen von maximal 800°C erreicht werden. Die Temperaturkontrolle wird über ein unterhalb der Probenmesslänge angebrachtes Ni-Cr-Ni-Thermoelement gesteuert. Zur Vermeidung hoher Temperaturen an den Enden der Proben und der Probeneinspannungen wurden Kupferdrähte mit einem Durchmesser von 5 mm zur Wärmeableitung eingesetzt. Diese waren an ihrem einen Ende mit den Proben und den Probeneinspannungen verbunden und mit dem anderen Ende an ein Kühlkreislaufsystem angeschlossen. In der Detailansicht **Abbildung 4.6.6** ist der versuchstechnische Aufbau dargestellt. Belastung, Dehnung und Temperatur wurden über ein Kontrollsystem kontrolliert, welches zur schnelleren Datenerfassung direkt mit einem PC verbunden war. Die Proben wurden mittels eines PID-Reglers mit einer Aufheizrate von 10°C/h auf Solltemperatur geheizt. Diese sollte zu Beginn der Untersuchung so nah wie möglich an der maximal erreichbaren Ofentemperatur liegen, musste jedoch auf 650°C beschränkt werden.

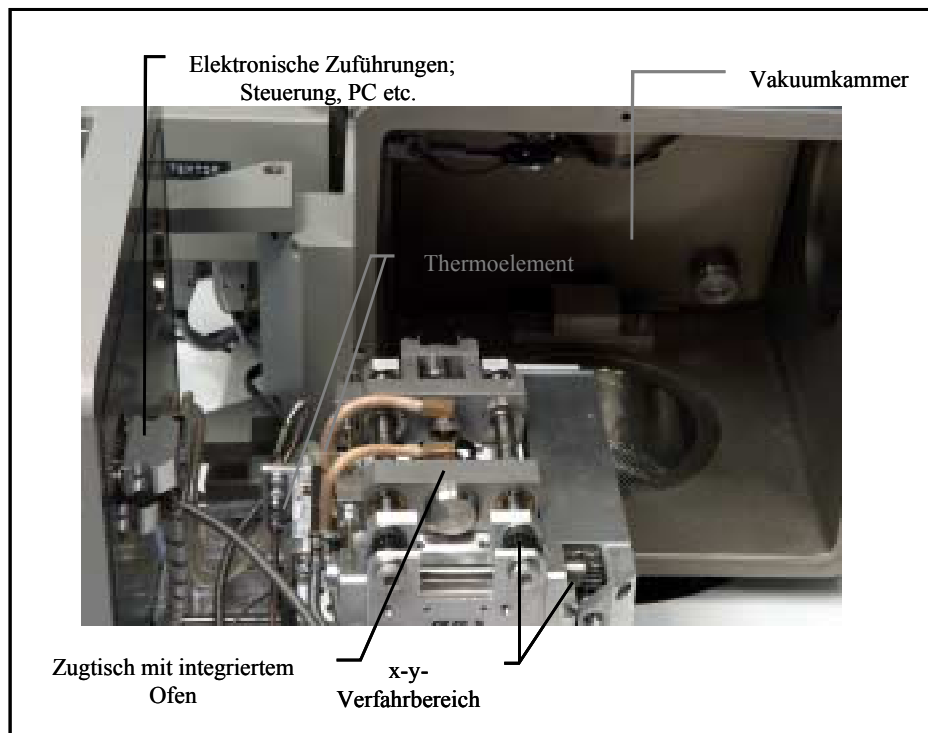


Abbildung 4.6.5: Rasterelektronenmikroskop LEO 440 mit spezieller Zug- und Heizeinrichtung

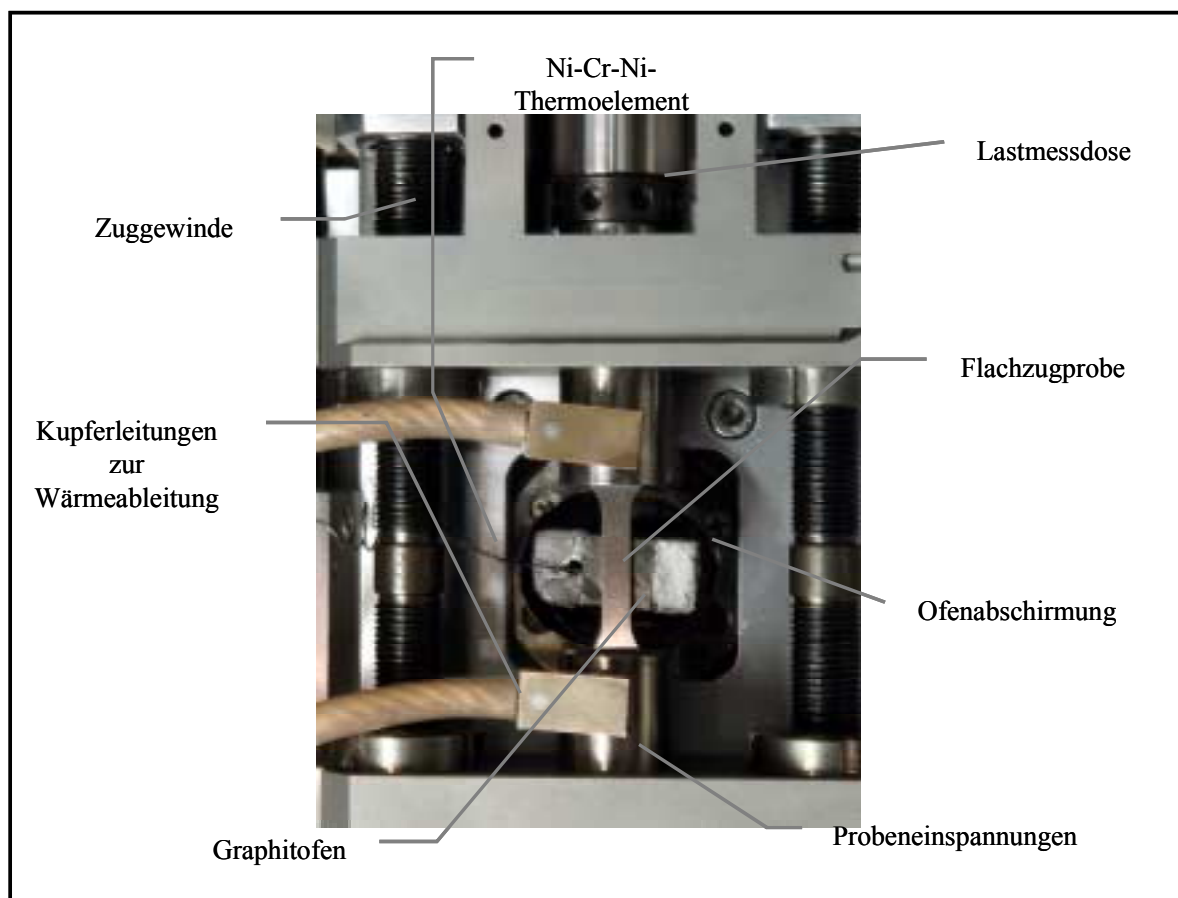


Abbildung 4.6.6: Zugtisch mit Ofen und eingespannter Flachzugprobe

Temperaturen oberhalb 650°C erlaubten keine auswertbaren und aufzulösenden REM-Bilder, da aufgrund der mit steigender Temperatur ansteigenden Emission an Licht und thermischen Elektronen aus dem Probenwerkstoff der Sekundärelektronendetektor erheblich beeinflusst wird, somit keine visuelle Beobachtung des Werkstoffverhaltens und REM-Bilder nicht mehr möglich sind. Aufnahmen mittels Rückstrahlspektroskopie waren ebenfalls ausgeschlossen, da der Halbleiterdetektor durch Infrarotlicht gestört wird. Somit wurden alle „In-situ“-Experimente an den Werkstoffen INCONEL 617 und CMSX-4 bei einer Versuchstemperatur von 650°C durchgeführt.

4.7 Isotherme Korrosionsversuche und Härtemessungen

Um den Einfluss der Oxidation innerhalb eines Kühlkanals charakterisieren zu können, wurden in einem Temperaturbereich von 450°C bis 1000°C isotherme Oxidationsversuche an einkristallinen CMSX-4 durchgeführt. Dieser Temperaturbereich stellt den sich einstellenden Temperaturgradienten innerhalb eines Kühlkanals dar, d.h. von Schaufelinnenseite bis zur Schaufeloberfläche bezogen auf den Substratwerkstoff. Die isothermen Versuche sollten vor allem Aufschluss über die Oxidation der inneren Oberfläche eines Kühlkanals entlang eines sich einstellenden Temperaturgradienten geben, um einen sich evtl. ergebenden Verschluss des Kühlkanals zu dokumentieren oder aus den Massenänderungskurven berechnen zu können.

Des Weiteren wurden an den Ein-/Austrittsöffnungen der Kühlkanäle Härtemessungen nach DIN 50359-1 durchgeführt. Die instrumentierte Härteprüfung erfolgte kraft geregelt am Fischerscope H100C mit einer Vickers-Diamant-Pyramide ($\alpha = 136^\circ$). Für die Härtemessung wurde eine Matrix aus 50x50 Messpunkten symmetrisch um die Laserbohrung verteilt (siehe auch **Abbildung 4.7.1**) und systematisch abgefahren, um die Härteeindrücke bzw. Härtewerte zu erhalten.

Um die für das Grafikprogramm **Interactive Data Language (IDL)** notwendige Matrixform der Messdaten zu erhalten, mussten die aus dem Steuer- und Messwertprogramm der instrumentierten Härtemessung aufgenommenen Datenmengen in Matrixform sortiert werden. Mit Hilfe der Härtemessung sollten durch das Laserbohren auftretende Aufhärtungen der Randbereiche der Ein-/Austrittsöffnungen der Kühlkanäle dokumentiert werden. Aufhärtungen in der Nähe des Randbereichs von Laserbohrungen könnten hier direkt die Rissinitiierung begünstigen. Damit würde es zu einer Fehlinterpretation des Verhaltens lasergebohrter Strukturen unter Last kommen, was auszuschließen ist.

Um einen möglichen Kerbeinfluss auf die in Kapitel 4 erwähnten Probengeometrien auszuschließen, wurden diese auf eine Oberflächengüte von N5 endpoliert. Vor dem Einbau der Versuchsproben wurden deren Messlängen unter einem Messmikroskop bestimmt und deren Durchmesser mit einer Mikrometerschraube ermittelt, damit sich alle Spannungs- und Dehnungsangaben auf die bei Versuchstemperatur vorhandenen Querschnittsflächen und Messlängen beziehen sollten.

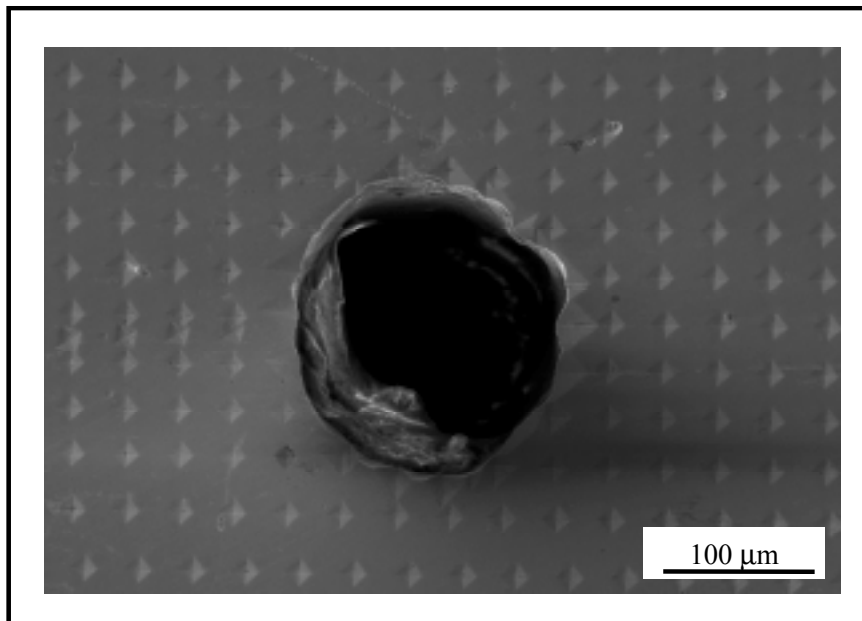


Abbildung 4.7.1: Härtemessung entlang der Ein-/Austrittsöffnung lasergebohrter Kühlkanäle an der Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4

5. Ergebnisse und Diskussion

5.1 Kennwerte aus dem Zugversuch

Die Ermittlung mechanischer Kennwerte an den Nickelbasis-Superlegierungen CMSX-4 und SX CM186 und der stängelkristallinen Variante DS CM186LC kann zum einen der Beschreibung des Verformungs- und Versagensverhaltens unter kurzzeitiger Belastung, wie sie beispielsweise bei An- und Abfahrvorgängen (Schnellstart) an Bauteilkomponenten in IGT auftreten, dienen und zum anderen für die Bereitstellung von Datenmaterial, wie es für die Finite-Element-Analysen benötigt wird, herangezogen werden.

In **Tabelle 5.1.1** sind die in dieser Arbeit aus dehnungskontrollierten Zugversuchen ermittelten mechanischen Kennwerte in einem Temperaturbereich von 750 bis 1000°C aufgeführt.

Probenkennung	Temperatur [°C]	Orientierung	Dehnrates [s ⁻¹]	R _{p0,1} [MPa]	R _{p0,2} [MPa]	R _{p0,5} [MPa]	R _{p1,0} [MPa]	R _m [MPa]
SX CM186 LC								
HYR001	750	<111>	10 ⁻⁶	1032	1050	1092	1095	1100
HYQ001	750	<111>	10 ⁻⁵	---	---	---	---	---
HYO001	750	<111>	10 ⁻⁴	960	976	1014	1068	1143
HUS003	750	<001>	10 ⁻⁶	753	773	783	795	813
HUP002	750	<001>	10 ⁻⁵	883	886	896	904	913
HUS004	750	<001>	10 ⁻⁴	955	980	1045	1124	1180
HYN001	950	<111>	10 ⁻⁶	355	369	379	397	406
HYM001	950	<111>	10 ⁻⁵	450	454	481	503	528
HYL001	950	<111>	10 ⁻⁴	591	598	602	607	636
HUP004	950	<001>	10 ⁻⁶	408	430	443	455	466
HUP003	950	<001>	10 ⁻⁵	453	505	560	576	577
HUS002	950	<001>	10 ⁻⁴	574	619	673	678	701
HUM005	1000	<001>	10 ⁻⁶	154	180	222	247	251
HUL007	1000	<001>	10 ⁻⁵	365	415	442	454	458
HUL002	1000	<001>	10 ⁻⁴	366	420	476	481	487
DS CM186LC								
JAJ008	1000	<001>	10 ⁻⁶	222	243	278	293	301
JAJ003	1000	<001>	10 ⁻⁵	311	337	377	389	399
JAJ007	1000	<001>	10 ⁻⁴	398	424	501	521	524
CMSX-4								
---	800	<001>	10 ⁻⁴	883	907	945	970	985
---	800	<001>	10 ⁻³	930	955	971	1028	1080
---	900	<001>	10 ⁻⁴	658	662	680	708	747
---	900	<001>	10 ⁻³	819	877	885	887	893
HHS004	1000	<001>	10 ⁻⁶	340	362	369	375	378
HHS005	1000	<001>	10 ⁻⁵	437	496	526	528	529
HHT014	1000	<001>	10 ⁻⁴	564	641	667	671	674

Tabelle 5.1.1: Darstellung der aus dehnratenkontrollierten Zugversuchen ermittelten Kennwerte von SX CM186LC, CMSX-4 und DS CM186LC

In **Tabelle 5.1.2** sind zusätzlich Kenwerte für CMSX-4 mit <001>-Orientierung aus dem COST 501 Programm entnommen worden, die einen Temperaturbereich von 20 bis 1000°C abdecken.

Temperatur / °C	20	200	400	550	700	800	850	900	950	1000
CMSX-4 <001>										
$R_{p0,2} / \text{MPa}$ (10^{-4} s^{-1})	879	907	883	899	928	1102	988	---	719	673
$R_{p0,2} / \text{MPa}$ (10^{-3} s^{-1})	952	914	947	924	951	979	1050	1048	873	731
$R_{p0,2} / \text{MPa}$ (10^{-2} s^{-1})	948	---	---	948	972	989	1096	1098	960	---
R_m / MPa (10^{-3} s^{-1})	960	927	961	972	1060	1208	1149	1053	877	774

Tabelle 5.1.2: Kennwerte von CMSX-4 im Kurzzeitverhalten

Die aus den Zugversuchen gewonnen Ergebnisse sollen anhand einiger Beispiele exemplarisch besprochen werden.

Beide untersuchten Orientierungen von SX CM186 weisen einen Anstieg der mechanischen Kennwerte mit steigender Dehnrage in dem untersuchten Temperaturbereich auf. Dieser ist exemplarisch für die untersuchten Orientierungen bei 950°C in **Abbildung 5.1.1** dargestellt.

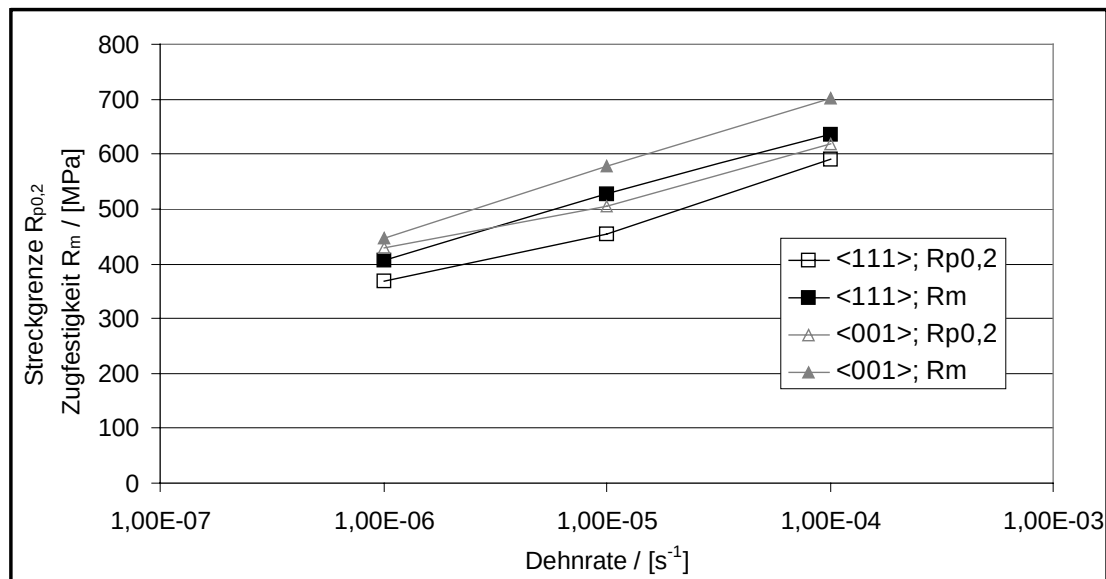


Abbildung 5.1.1: Streckgrenze und Zugfestigkeit in Abhängigkeit von der Dehnrage für unterschiedliche Orientierungen der Nickelbasis-Superlegierung SX CM186LC bei 950°C

Für die <001>-Orientierung konnte, wie bei CMSX-4 im COST 501 Programm, die Ausbildung eines Spannungsmaximum bei 750°C und in einem Dehnungsbereich bis 1,1% nachgewiesen werden (vgl. **Abbildung 5.1.3**). Nach Erreichen dieses Spannungsmaximum geht die Spannungsdehnungskurve direkt in ein Spannungsplateau über. Mit sinkender Dehnrage kann dabei eine Abnahme des erreichbaren Spannungsmaximum beobachtet werden. Kein Spannungsmaximum kann dagegen für die <111>-Orientierung bei gleicher Temperatur gefunden

werden. Eine mögliche Ursache für den Unterschied im Spannung-Dehnungs-Verhalten ist in der Aktivierung unterschiedlicher Gleitsysteme ($\langle 001 \rangle$ -oktaeder Gleitung und $\langle 111 \rangle$ -kubisches Gleiten) zu finden. Die $\langle 111 \rangle$ -Orientierung zeigt unter 750°C die höchsten Zugeigenschaften, fällt aber bei 950°C unter die Zugeigenschaften der $\langle 001 \rangle$ -Orientierung ab. Rafting konnte bei 750°C nicht gefunden werden. Diese Ergebnisse decken sich gut mit an CMSX-4 erzielten Ergebnissen aus dem COST 501 Programm.

Die an den Werkstoffen durchgeführten dehnratenkontrollierten Zugversuche bei 1000°C sind in den **Abbildungen 5.1.2** und 5.1.3 wiedergegeben. Mit steigender Dehnrate ist ein Anstieg der aus dem Zugversuch ermittelten Kennwerte zu erkennen. Verglichen mit den bei 800°C erfassten Kennwerten fallen bei 1000°C für alle untersuchten Werkstoffe die ermittelten mechanischen Eigenschaften stark ab (vgl. Abbildung 5.1.1 und **Abbildung 5.1.4**).

Der einkristalline Werkstoff CMSX-4 weist die höchsten aus den Zugversuchen ermittelten Kennwerte auf. SX CM186LC und DS CM186LC erreichen bei einer Dehnrate von 10^{-5} s^{-1} gleich hohe Spannungsplateaus (exemplarisch sind in Abbildung 5.1.2 bei 1000°C Zugversuche dargestellt). Im Vergleich zu CMSX-4 fallen die bei unterschiedlichen Dehnraten erreichbaren Spannungsplateaus jedoch deutlich (150 bis 200 MPa) ab (vgl. hierzu Tabellen 5.1.1 und 5.1.2). Die Versuche an CMSX-4 bei 700°C wurden in [121] durchgeführt und zeigen, ähnlich wie die Einkristallvariante von CM186LC, bei niedriger Versuchstemperatur die Ausbildung eines Spannungsmaximum bei 1% Dehnung. Auch hier wird ein stetiger Übergang in ein Spannungsplateau beobachtet.

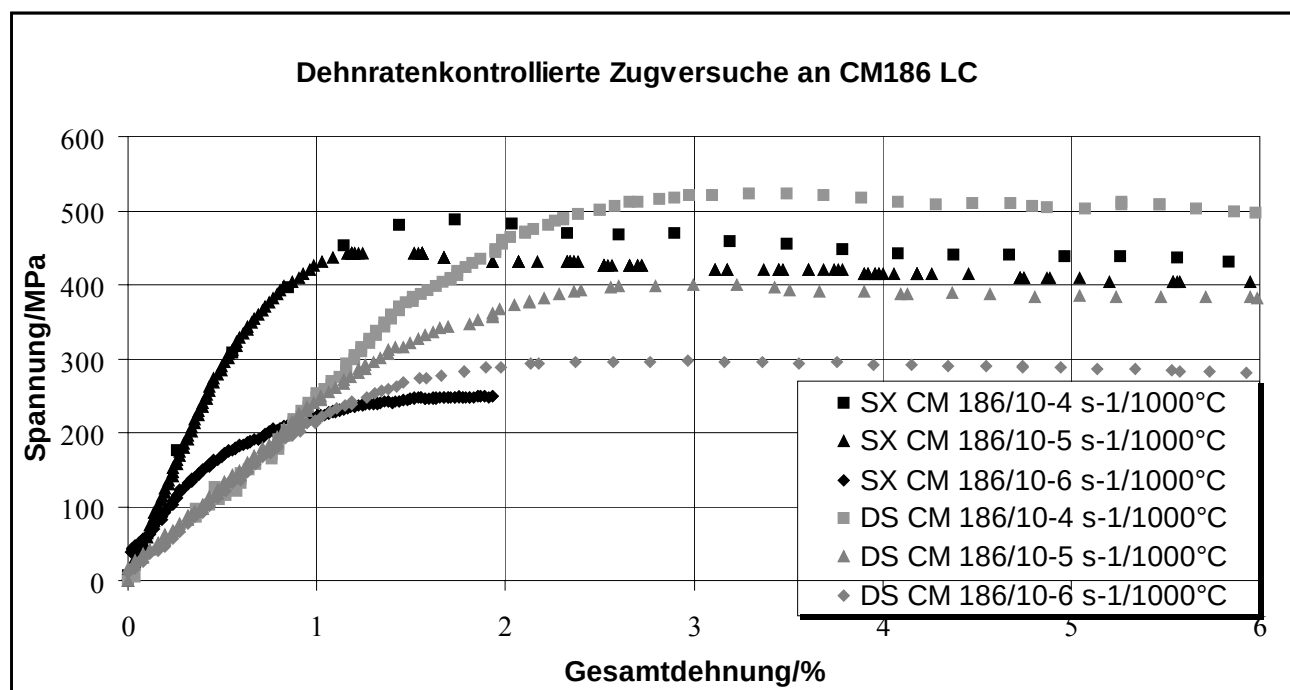


Abbildung 5.1.2: Zugversuche an CM186 LC

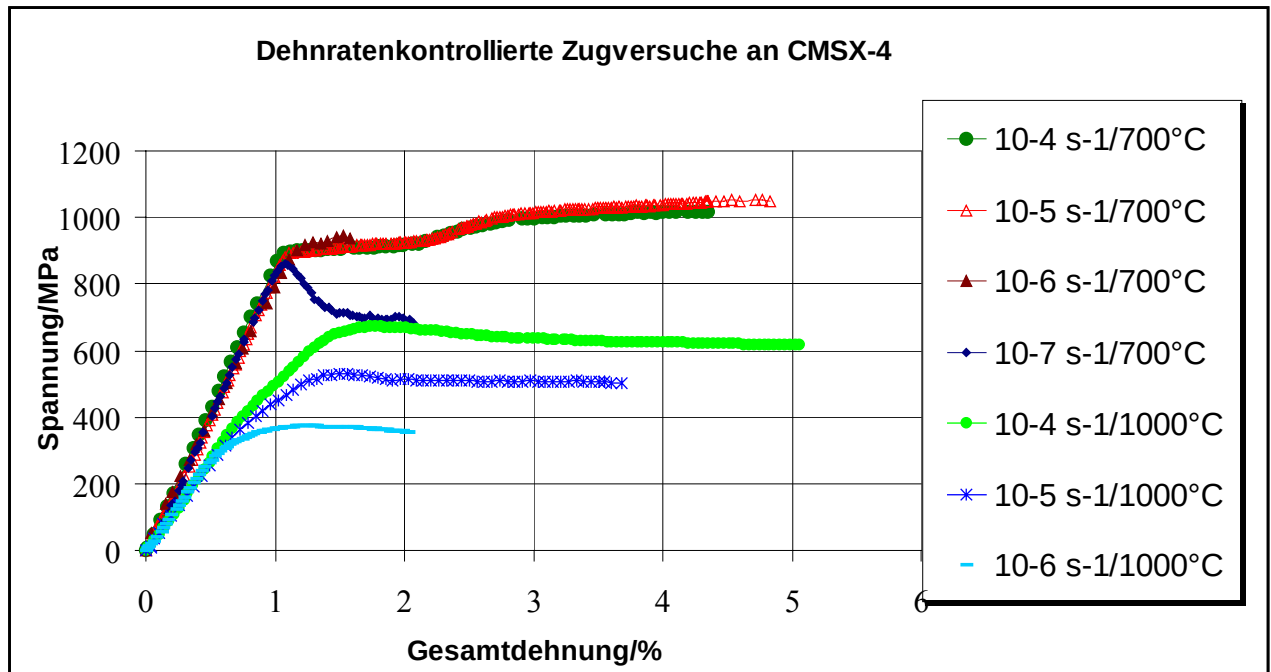


Abbildung 5.1.3: Zugversuche an CMSX-4

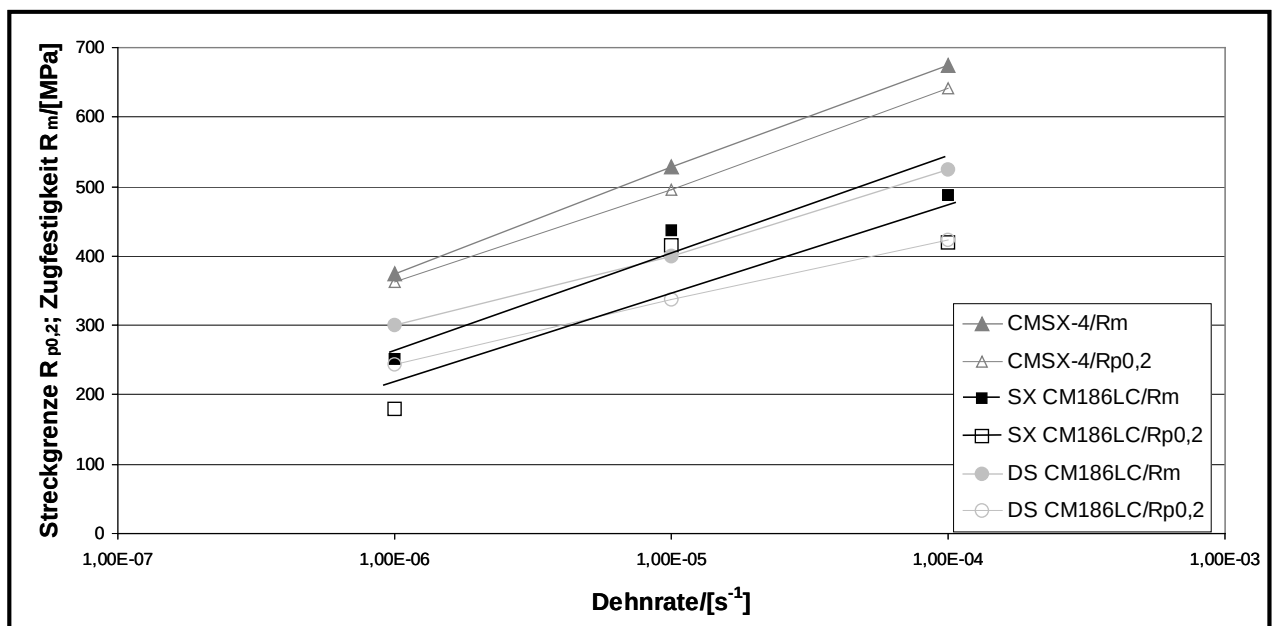


Abbildung 5.1.4: Streckgrenze und Zugfestigkeit in Abhängigkeit von der Dehnrade für die <001>-Orientierungen von SX CM186LC, DS CM186LC und CMSX-4 bei 1000°C

Die metallographische Auswertung der untersuchten Zugproben ergab unterschiedliche Ergebnisse für die beteiligten Werkstoffe. Im Folgenden sollen, exemplarisch für jeden Werkstoff, einige der Erkenntnisse aus den Gefügeuntersuchungen vorgestellt werden. Der inhomogene Gefügebau der CM186LC Varianten begünstigt die Rissinitiierung, -ausbildung und das Risswachstum. In **Abbildung 5.1.5** sind Längsschliffe des Einkristalls SX CM186LC wiedergegeben. Innerhalb interdendritischer Bereiche kommt es zu einer deutlichen Zunahme der Porosität, wobei Anrisse senkrecht zur Hauptbelastung gebildet werden. Diese konnte für den gesamten Temperaturbereich, d.h. 750 bis 1000°C gefunden werden. Die Untersuchungen der

Bruchgefüge ließen keinen Unterschied im Versagenverhaltens für Proben mit den untersuchten Orientierungen erkennen.

Der stängelkristalline Werkstoff DS CM186LC weist ein ähnliches Versagensverhalten auf wie die einkristalline Variante. Mit zunehmenden Dehnraten kann neben der Rissinitiierung in eutektischen Bereichen (vergrößerte γ' -Ausscheidungen) und der Bildung von Rissen zwischen Carbid/Matrix-Grenzfläche auch Carbidbruch beobachtet werden (**Abbildung 5.1.6**).

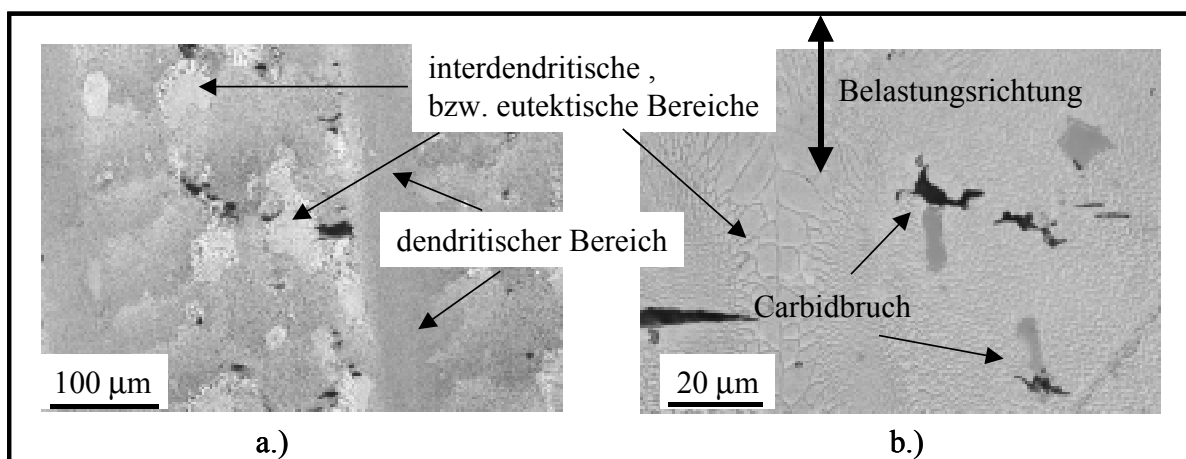


Abbildung 5.1.5: Porenbildung und Rissinitiierung an SX CM186LC mit $\langle 001 \rangle$ -Orientierung, a.) Zugversuch bei 750°C und 10^{-4} s^{-1} , b.) Zugversuch bei 950°C und 10^{-4} s^{-1}

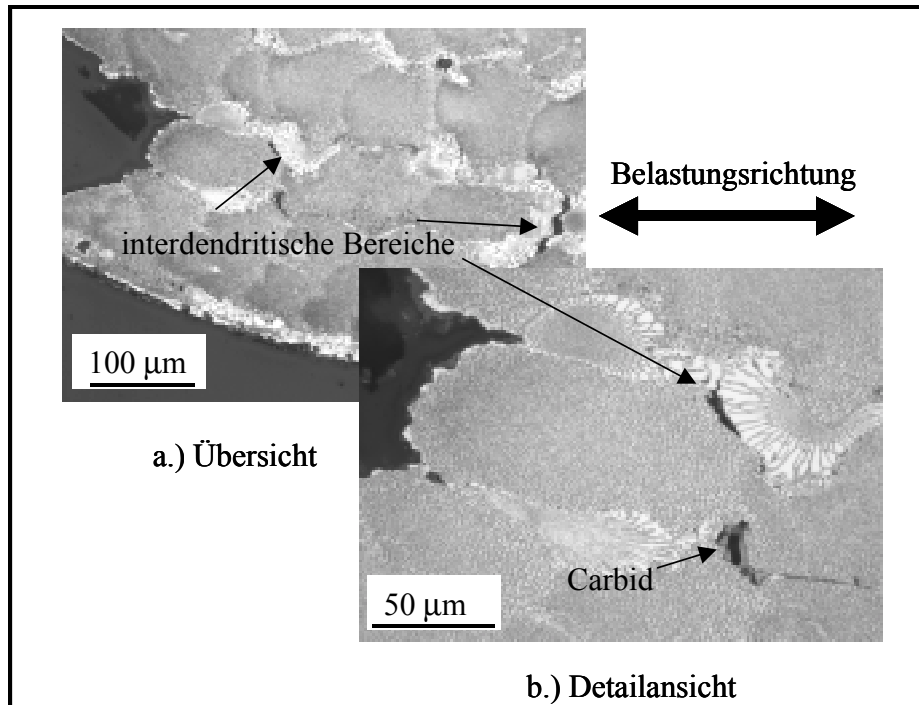


Abbildung 5.1.6: Rissinitiierung an DS CM186LC mit $\langle 001 \rangle$ -Orientierung, a.) Zugversuch bei 750°C und 10^{-4} s^{-1}

Der untersuchte einkristalline Werkstoff CMSX-4 weist einen höheren Gussporenanteil innerhalb interdendritischer Bereiche auf als die Proben des Vergleichswerkstoffs CM186LC. Man kann hier also eine Rissinitiierung über innere Porenbildung vermuten.

Die doch großen Unterschiede in den aus den Zugversuchen ermittelten mechanischen Kennwerten sind in den markanten Gefügeunterschieden zwischen den Werkstoffen CMSX-4 und CM186LC und dem leicht höheren γ' -Anteil in CMSX-4 begründet.

5.2 Zeitstandverhalten

Bauteile moderner GUD-Kraftwerke, speziell Turbinenschaufeln, werden oft nach konstanten und/oder stationären Belastungsbedingungen und für eine lange Lebensdauer ausgelegt. Die erwartete Lebensdauer einer heutigen gekühlten Turbinenschaufel liegt zwischen 3×10^4 und 10^5 h [122]. Die eingesetzte Gasturbineneintrittstemperatur moderner Gasturbinen erreicht oft 1300°C , was zu einer Grundwerkstofftemperatur bei gleichzeitiger innerer Kühlung der Turbinenschaufeln von 750 bis 1000°C führt. Aus diesem Grund wurde dieser Temperaturbereich in der vorliegenden Arbeit für den Werkstoff CM 186LC besonders untersucht. Datenmaterial des Werkstoffs CMSX-4 floss aus vorherigen Programmen (COST 501) in die Untersuchung mit ein und komplettierte den Vergleich des Zeitstandverhaltens heutiger moderner Nickelbasis-Superlegierungen. Zusätzlich konnte für SX CM186 auf Datenmaterial, welches von den Partnern im COST 522 Programm bereitgestellt wurde zurückgegriffen werden. Hauptsächlich wurde die $\langle 001 \rangle$ -Orientierung untersucht, da sie die heute am leichtesten zu gießende Orientierung darstellt und den best möglichen Kompromiss für die mechanischen Eigenschaften unter Betriebsbeanspruchung in sich vereint. Daneben wurden im Rahmen des COST-Programms 522 einige Versuche an Proben mit $\langle 011 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -Orientierung durchgeführt.

In **Tabelle 5.2.1** sind die aus den Zeitstandversuchen an CMSX-4 und CM186LC gewonnenen Kennwerte, die von anwendungstechnischen Interesse sind aufgelistet. Laufende Zeitstandversuche sind kursiv unterlegt und machen den größten Teil der Untersuchung aus, um Datenmaterial für sehr lange Haltezeiten (10^4 h) zu erhalten

Im Kriechversuch weist der Werkstoff SX CM186LC mit steigender Prüftemperatur und unter hohen Belastung einen stärker ausgeprägten tertiären Kriechbereich auf, als der Werkstoff CMSX-4. Gleichzeitig verlieren der Primär- und der Sekundärbereich zunehmend an Bedeutung (**Abbildung 5.2.1**). Sowohl die Zeitdauer wie auch die Höhe der erreichten Dehnungen im Primär- und Sekundärbereich nehmen deutlich ab. Im Temperaturbereich von 700°C bis 800°C zeigen die Proben des Einkristalls CM186LC ein typisches Kriechverhalten.

Proben- kennung	Orientierung	Temperatur [°C]	Belastung [Mpa]	Kriech- dehnung 0,1% [h]	Kriech- dehnung 0,2% [h]	Kriech- dehnung 0,5% [h]	Kriech- dehnung 1,0% [h]	Kriech- dehnung 2,0% [h]	Kriech- dehnung 5,0% [h]	Bruch [h]
CMSX-4										
HHS001	<001>	1000	150	5	14	231	447	569	705	906
HHS002	<001>	1000	110	2	15	598	2475	2904	3413	3948
CMSX-4 + HVS										
HHT015	<001>	1000	150	7	14	330	846	1900	5082	ausgebaut*
HHT016	<001>	1000	110	66	318	2383	5026	5680	6352	6570
HHT017	<001>	1000	80	205	643	5535	---	---	---	Ofendefekt
SX CM186 LC										
HYJ001	<011>	750	420	280	906	2250	4046			läuft
HSS001	<001>	750	350	645	10217					läuft
JDK002	<111>	850	325	189	499	1507	3093			läuft
HSU002	<001>	850	224	1,4	7	783	3157	6157		läuft
HYJ002	<011>	950	140	10	31	146	841	2785		läuft
HUS001	<001>	950	115	163	661	2556	4283	5532	7068	9183
HST002	<001>	950	95	150	380	1605	5420			läuft
HSU001	<001>	950	85	452	1603	13145				läuft
HUL005	<001>	1000	150	16	41	140	330	543	722	921
DS CM186 LC										
JAJ004	<001>	1000	150	3	11	43	94	170		ausgebaut
JAJ005	<001>	1000	85	18	57	153	438	939		ausgebaut

Tabelle 5.2.1: Aus dem Zeitstandversuch ermittelte Kennwerte für die Nickelbasis-Superlegierungen CMSX-4, SX CM186LC und DS CM186LC (*nach Erreichen von etwa 2 - 5% Gesamtdehnung ausgebaut)

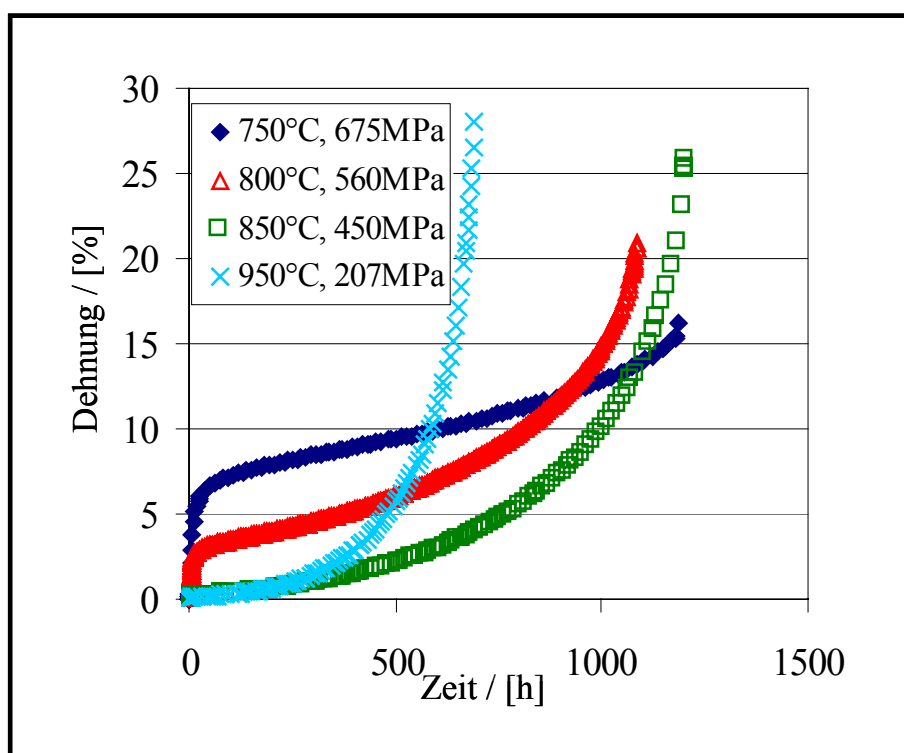


Abbildung 5.2.1: Kriechkurven an SX CM186LC in einem Temperaturbereich von 750°C bis 950°C und unter hoher Belastung

Abbildung 5.2.2 zeigt typische Beispiele für die Ausbildung von Kriechkurven bei niedriger Belastung und hohen Temperaturen (950°C bis 1000°C). Im Gegensatz zu den Versuchen unter hoher Belastung kann hier die Ausbildung eines stabilen und das Kriechverhalten dominierenden Sekundärbereiches festgestellt werden. Der Vergleich der beiden einkristallinen Werkstoffe bei 1000°C und 150 MPa zeigt überhaupt keinen Unterschied in dem Kriechverhalten beider Werkstoffe auf. Die Zeitstandfestigkeit einer mit Haftvermittlerschicht beschichteten einkristallinen CMSX-4 Probe wird gegenüber der unbeschichteten Probe um 1/3 angehoben (1000°C/110 MPa). Zusammen mit Datenmaterial aus dem COST-Programm 522 zeigt die Analyse der $\langle 001 \rangle$ orientierten Einkristalle des Werkstoffs CM186LC, dass das Werkstoffverhalten durch eine Auftragung mittels Larson-Miller-Plots (Konstante $C = 20$) beschrieben werden kann (**Abbildung 5.2.3**). Noch laufende Zeitstandversuche sind mit einem Pfeil gekennzeichnet und wurden nicht in die lineare Regressionsanalyse mit aufgenommen.

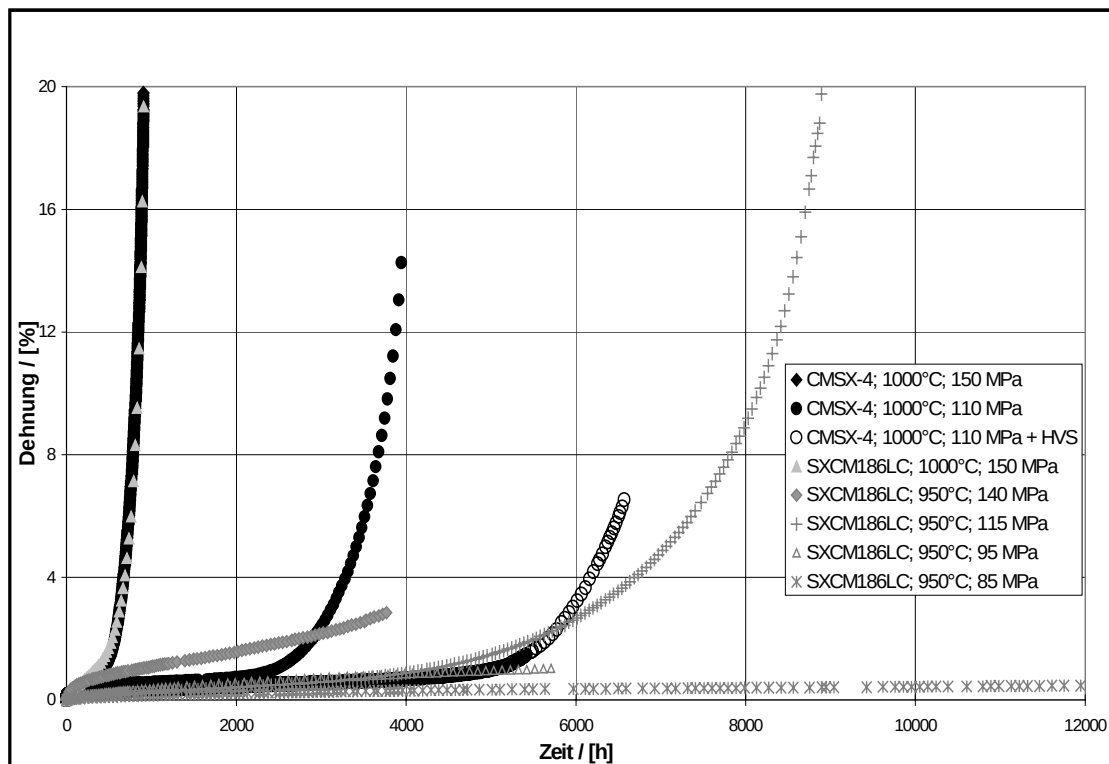


Abbildung 5.2.2: Ein Vergleich von Zeitstandkurven bei hohen Temperaturen für die Einkristalllegierungen CMSX-4 und SX CM186 LC

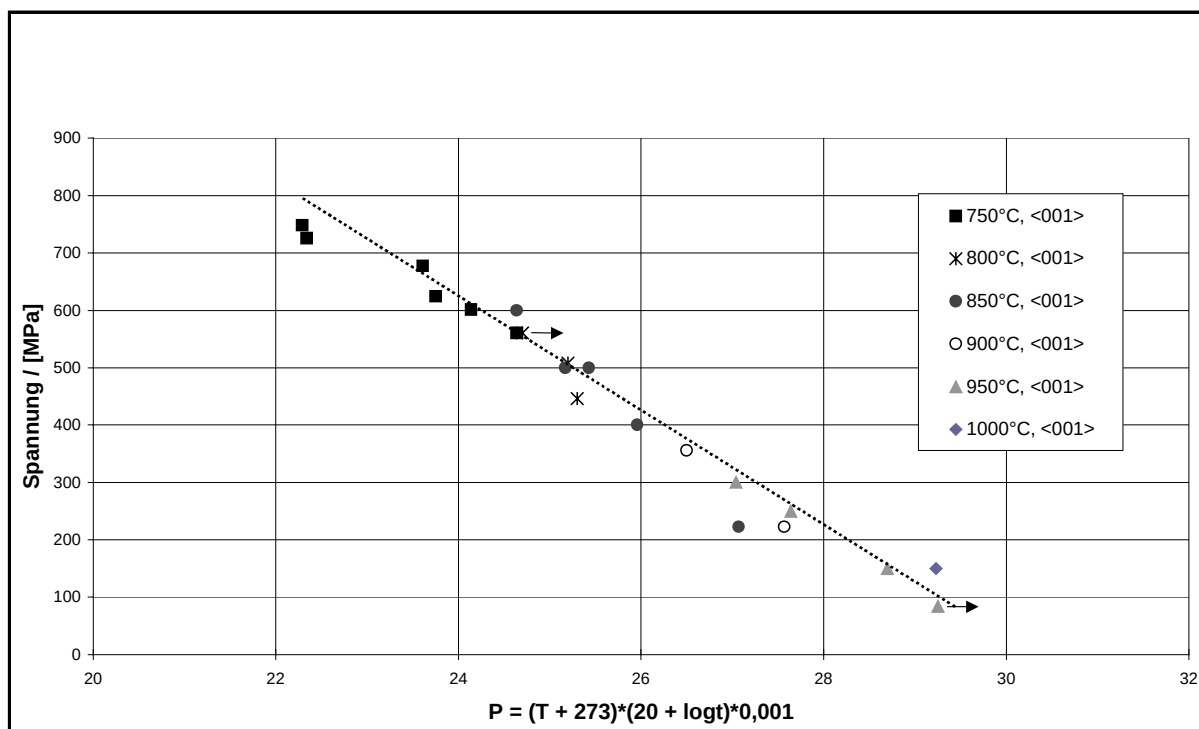


Abbildung 5.2.3: Larson-Miller Darstellung für SX CM186LC [COST 522 und eigene Daten]

Der Einfluss der Orientierung ist in **Abbildung 5.2.4** wiedergegeben. Neben der Larson-Miller Darstellung aus Abbildung 5.2.3 sind die aus dem Datenmaterial der <011>- und <111>-Orientierung von SX CM186LC ermittelten Kennlinien aufgetragen. Auch hier wurden die Kennlinien mit Linearregression ermittelt.

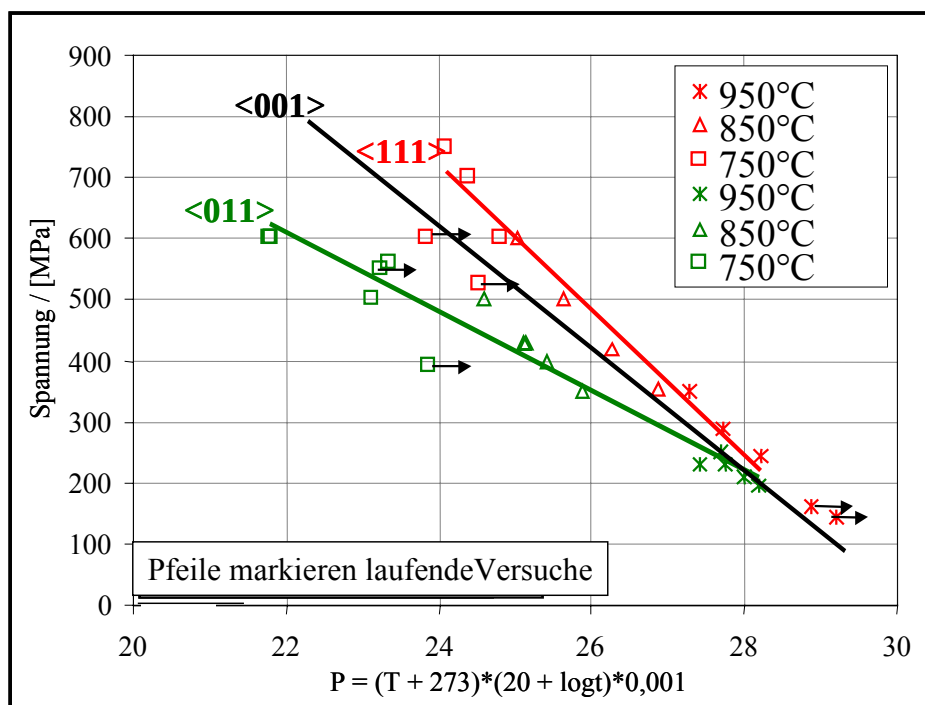


Abbildung 5.2.4: Larson-Miller-Auftragung der <001>-, <011>- und <111>-Orientierungen von SX CM186LC, Zeitstandfestigkeitswerte, [COST 522 und eigene Daten]

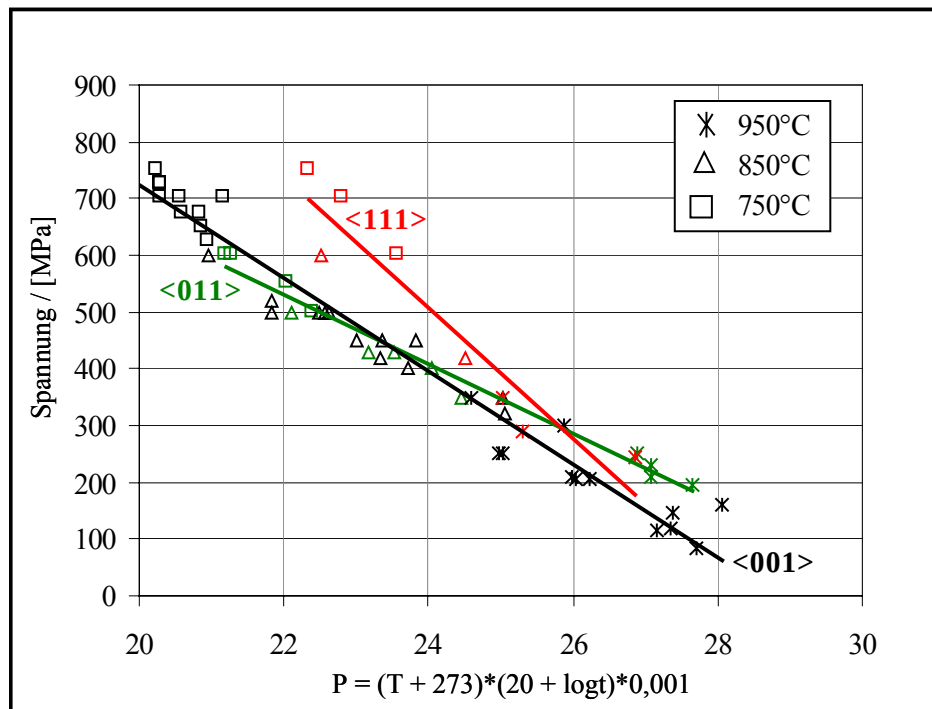


Abbildung 5.2.5: Verlauf der Larson-Miller-Darstellung für <001>-, <011>- und <111>-Orientierungen von SX CM186LC wenn die 1%-Kriechdehnung zugrunde gelegt wird

Unter hohen Belastungen weist die <011>-Orientierung die niedrigste Lebensdauer auf, gefolgt von der <001>- und <111>-Orientierung. Bei niedrigen Spannungen fallen die Ergebnisse der Proben mit unterschiedlichen Orientierungen in ein gemeinsames Streuband.

Von größerer Bedeutung für eine anwendungstechnische Auslegung moderner Gasturbinenkomponenten ist jedoch die Versuchszeit bis zur Erreichung der 1%-Kriechdehnung. Aus diesem Grund ist ebenfalls der Verlauf der Trendlinien für die verschiedenen Orientierungen bis zum Erreichen der 1% Kriechdehnung in **Abbildung 5.2.5** aufgetragen. Aus der Abbildung 5.2.5 wird ein ähnliches Werkstoffverhalten bis 1%-Kriechdehnung deutlich. Bei mittleren Spannungen und Temperaturen gewinnen die <001>- und <011>-Orientierungen zunehmend an Bedeutung, wohingegen die erreichten 1%-Kriechdehnungswerte der <111>-Orientierung mit zunehmender Versuchszeit oder Temperatur an Bedeutung verlieren. Die Ergebnisse der untersuchten Legierungen münden jedoch in ein gemeinsames Streuband.

Ein Vergleich der Einkristalllegierungen SRR99 [123], CMSX-4 [122] und SX CM186LC [124] ist in **Abbildung 5.2.6** wiedergegeben.

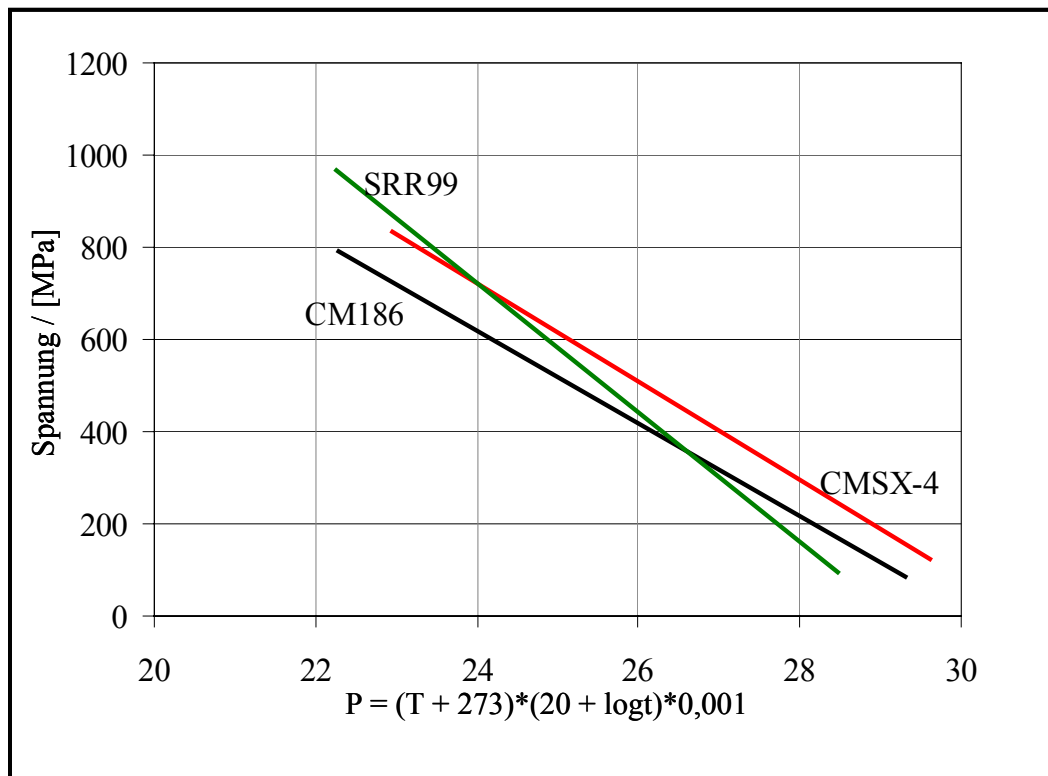


Abbildung 5.2.6: Larson-Miller-Auftragung verschiedener Einkristalllegierungen

SRR99, eine Nickelbasis-Superlegierung der ersten Generation (ohne Re), weist die schlechtesten Zeitstandfestigkeitswerte auf. SX CM186LC zeigt gegenüber der Einkristalllegierung CMSX-4 ein deutlich schlechteres Zeitstandverhalten auf. Das Zulegieren des Legierungselements Re führt zu einer Verbesserung der Langzeitkriecheigenschaften. Die dargestellten Ergebnisse unterstreichen die Wichtigkeit einer Lösungsglühbehandlung für eine homogene und gleichmäßige Gefügeentwicklung. Ein Vorteil der Einkristalllegierung CM186LC gegenüber SRR99 kann nur in Bereichen niedriger Spannungen/hoher Temperaturen ausgemacht werden. Aus dem vorhandenen Datenmaterial konnte in einem Temperaturbereich von 750 bis 950°C und unter gleichen Belastungsbedingungen für SX CM186LC ein Abfall der Zeitstandfestigkeit um 40 bis 50% gegenüber an CMSX-4 erzielten Zeitstandfestigkeitswerten beobachtet werden. Dieser deutliche Abfall ist sicherlich durch den im Vergleich zu CMSX-4 sehr inhomogenen Gefügebau des Werkstoffs SX CM186LC begründet.

Im Folgenden sollen einige (exemplarisch) im Lichtmikroskop und im Rasterelektronenmikroskop untersuchte Gefügebildungen diskutiert werden.

Die Rissinitiierung erfolgt an den untersuchten Proben hauptsächlich in Carbiden, zwischen Carbid- und Matrix-Grenzflächen oder an Gussporen. **Abbildung 5.2.7** zeigt die Bruchfläche einer Kriechprobe an SX CM186LC nach einer Belastung mit 560 MPa und einer Temperatur von 800°C.

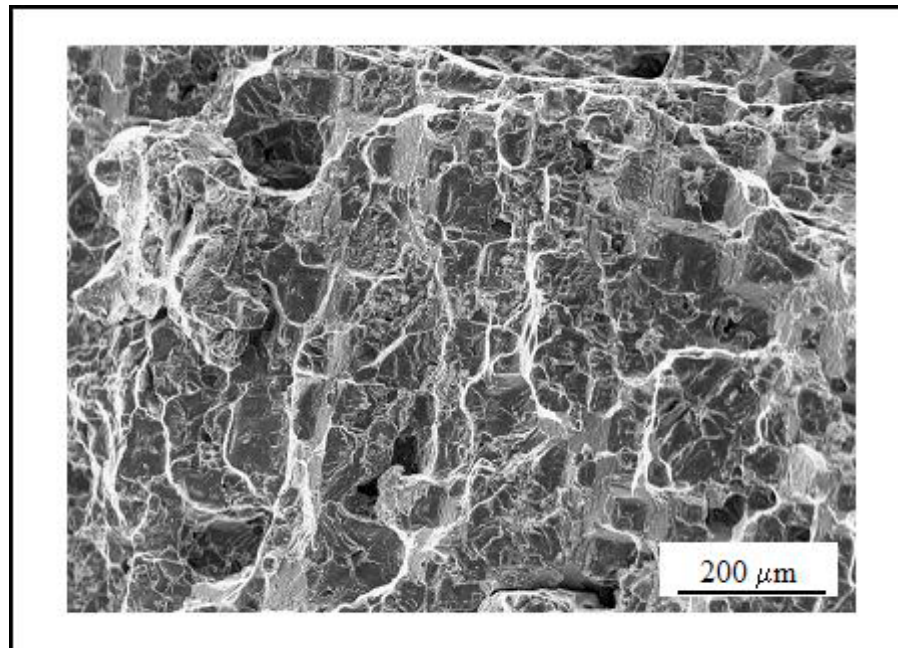


Abbildung 5.2.7: Bruchfläche einer bei 800°C unter 560 MPa belasteten einkristallinen Probe aus CM186LC

Auch unter anderen Belastungen konnten keine markanten Änderungen der Bruchfläche für den Werkstoff SX CM186 LC detektiert werden [125]. Ähnliches wird an CMSX2, SRR99 and RR2000 beobachtet [126]. Im Temperaturbereich von 900 bis 1000°C konnte γ' -rafting nachgewiesen werden, jedoch nicht bei niedrigeren Temperaturen. SEM und TEM Untersuchungen an Proben bei 950°C und niedrigen Spannungen zeigen deutlich γ' -rafting in dendritischen und interdendritischen bzw. eutektischen Bereichen (**Abbildung 5.2.8**).

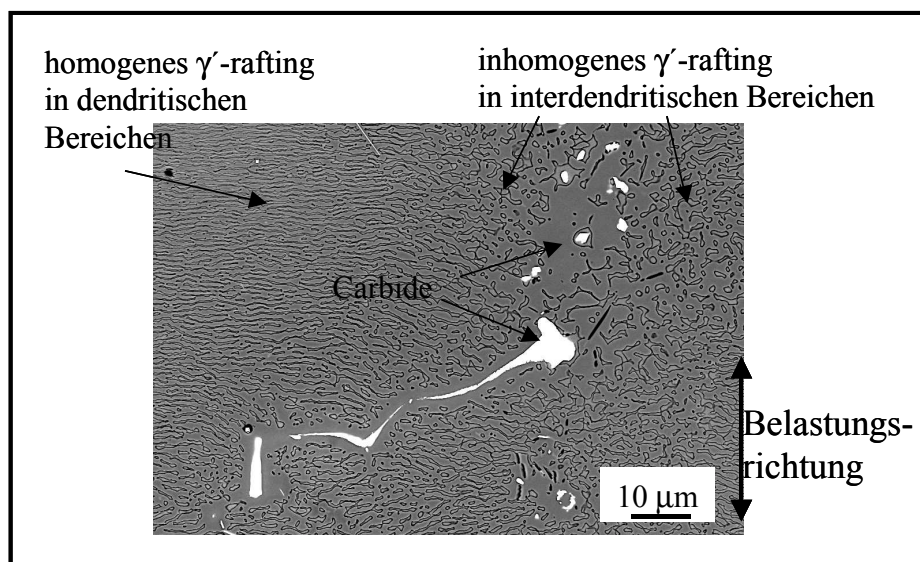


Abbildung 5.2.8: γ' -rafting nach Zeitstandversuch bei 950°C und 150 MPa (Längsschliff)

Unter höheren Belastungen bei 950°C untersuchte Proben zeigen dagegen nur γ' -rafting in den dendritischen Bereichen, während die Gefügemorphologie der eutektischen Bereiche weitestgehend erhalten bleibt. γ' -rafting wird durch die Langzeitbelastung begünstigt.

Bei allen untersuchten Spannungen konnte ein dichtes Versetzungsnetzwerk in der γ/γ' -Grenzfläche detektiert werden, wobei vermehrt Versetzungen innerhalb von γ' -Ausscheidungen in den interdendritischen Zonen bemerkt wurden (**Abbildung 5.2.9**).

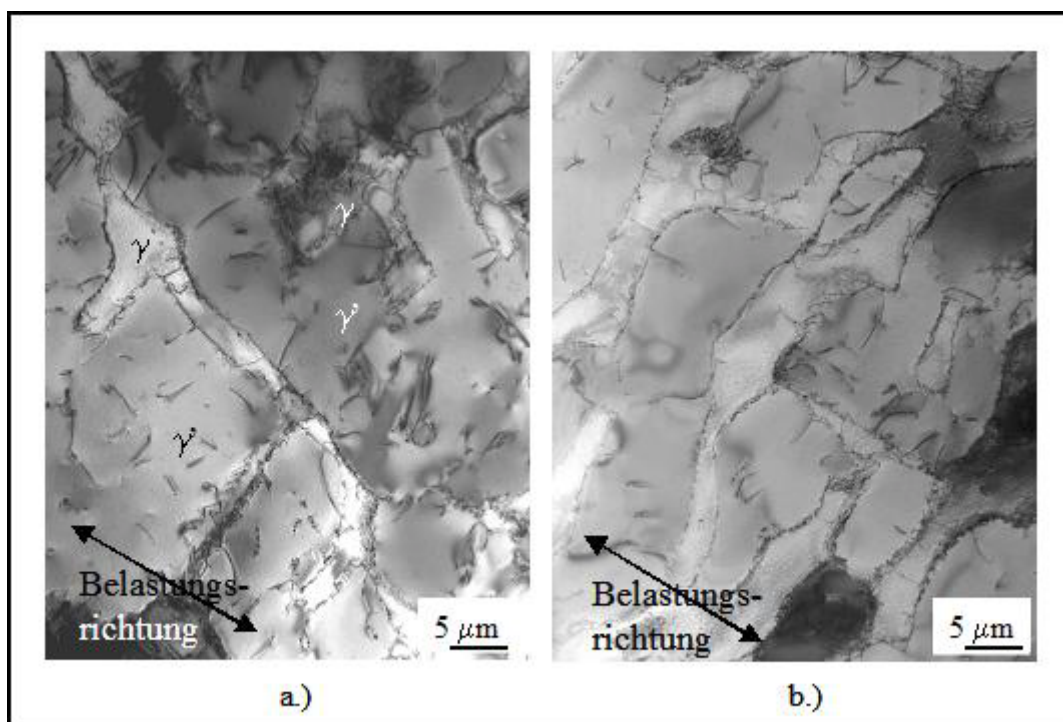


Abbildung 5.2.9: Versetzungsstruktur in interdendritischen Bereichen a.) und dendritischen Bereichen b.); Zeitstandversuch bei 950°C und 207 MPa

Weitere Analysen an Proben bei 950°C und geringen Spannungen konnten die TCP-Phase nachweisen. Die chemische Zusammensetzung dieser Phase, mit EDX gemessen, korrespondiert gut mit aus der Literatur bekannten Zusammensetzungen [126]. Der Cr-Gehalt der TCP-Phase in Nickelbasis-Superlegierungen mit Re, sowohl für die σ -Phase als auch für die P-Phase, ist ähnlich hoch wie der Cr-Gehalt in der γ -Matrix [127]. Dies konnte für CM186LC nachgewiesen werden. Die in **Abbildung 5.2.10** dargestellte TCP-Phase ist stark angereichert an Re und W. Eine klare Unterscheidung, ob die σ -Phase oder die P-Phase vorliegt, konnte aufgrund der geringen Ausdehnung der TCP-Phase und der damit verbundenen unsicheren Analyse nicht getroffen werden. An allen untersuchten Proben (hohe Temperatur, geringe Spannungsbelastung) konnten nur geringe Mengen an ausgeschiedener TCP-Phase detektiert werden. Eine durch die TCP-Phase hervorgerufene schädigende Wirkung auf das Kriechverhalten der untersuchten Werkstoffe konnte bei diesen geringen Gehalten nicht festgestellt werden.

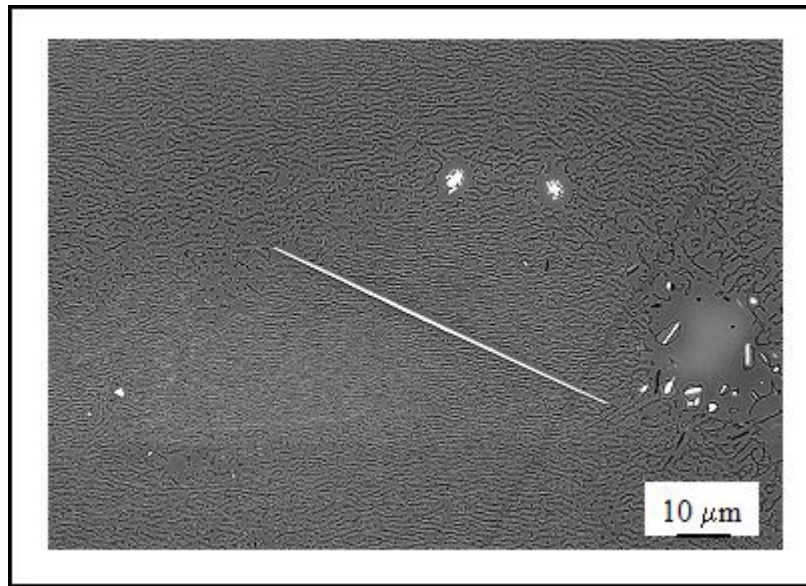


Abbildung 5.2.10: Nadelförmige TCP-Phase in SX CM186LC

5.3 Finite-Element-Analysen

Zur Beurteilung der Spannungsverteilung um lasergebohrte Kühlkanäle wurden Finite-Element-Analysen mit den Berechnungsprogrammen „ABAQUS“ und „ANSYS“ durchgeführt. Hierbei wurde die Zugbelastung an zylindrischen Hohlproben und Flachzugproben simuliert.

In **Abbildung 5.3.1.** ist die Geometrie der verwendeten Hohlproben (**a.)**), die sich aus einer Belastung ergebenden Verzerrungen (**b.)**) und Spannungsverteilungen (**c.)**) dargestellt. Aus den am IDG durchgeführten Strömungsberechnungen und den damit verbundenen Parametersätzen hinsichtlich Bohrlochgeometrie und –abstand wurde ein dreidimensionales FE-Netz eines Kreissegments mit drei Bohrlöchern in das Finite-Element-Programm „ABAQUS“ implementiert. Unter einer einaxialen Zugbelastung treten neben Spannungsüberhöhungen im Bohrlochgrund auch Spannungskonzentrationen um und zwischen den Bohrlöchern auf. Unter einer Last von 150 MPa betragen die im Bohrlochgrund maximal auftretenden Spannungen 450 MPa, zwischen den Bohrlochreihen werden Spannungen bis 250 MPa ermittelt.

Die Auswirkung dieser Spannungskonzentrationen auf Rissinitiiierung und –fortschritt wurden experimentell in Ermüdungsversuchen und im Rasterelektronenmikroskop untersucht.

Da im Rasterelektronenmikroskop nur Versuchstemperaturen bis 650°C möglich waren, wurden FE-Simulationen an Flachzugproben aus INCONEL 617 für 650°C durchgeführt. Diese wurden mit einer unterschiedlichen Anzahl an Bohrungen modelliert und eine einaxiale Kriechbeanspruchung simuliert (**Abbildung 5.3.2**). Aus Symmetriegründen konnte auch hier die verwendete Probengeometrie zusammen mit der Lochanordnung vereinfacht werden. In Reihe **a.)** ist eine Flachzugprobe mit einer Bohrung, in Reihe **b.)** mit drei Bohrungen und in Reihe **c.)** mit fünf Bohrungen unter einer konstanten Belastung von 100 MPa dargestellt. Die dunkel bis hellblaue Farbskala deckt dabei einen Spannungsbereich von 0 – 80 MPa, die grün bis hellgelbe Farbe einen Bereich von 80 – 160 MPa und die gelbe bis rote Farbskala einen Spannungsbereich von etwa 160 bis 340 MPa ab. Alle Ergebnisse zeigen deutlich eine Spannungsüberhöhung an den Bohrlochgründen senkrecht zur Hauptbelastungsrichtung. Zwischen den einzelnen Bohrlochreihen treten deutlich Spannungskonzentrationen auf. Eine gegenseitige Beeinflussung der Bohrlochreihen ist die Folge. Bohrlochreihen parallel zur Belastungsrichtung angebracht (**b.)**)

weisen zu Beginn der Belastung am Bohrlochgrund die „geringsten“ Spannungen auf (< 300 MPa), während die höchsten Spannungen an Proben mit fünf Bohrungen (c.) auftreten (330 MPa). Danach beginnt der Werkstoff zu relaxieren, die Spannungen werden abgebaut. Trotzdem ist die Ausbildung von Spannungskonzentrationen senkrecht zur Belastungsrichtung zwischen den Bohrlöchern der Probe mit fünf Bohrungen zu erkennen. Nach 1000 h Haltezeit weist die Flachzugprobe mit drei Bohrungen die geringste Spannung innerhalb der Bohrlochgründe auf. Die höchste Spannung liegt bei der Probe mit fünf Bohrungen.

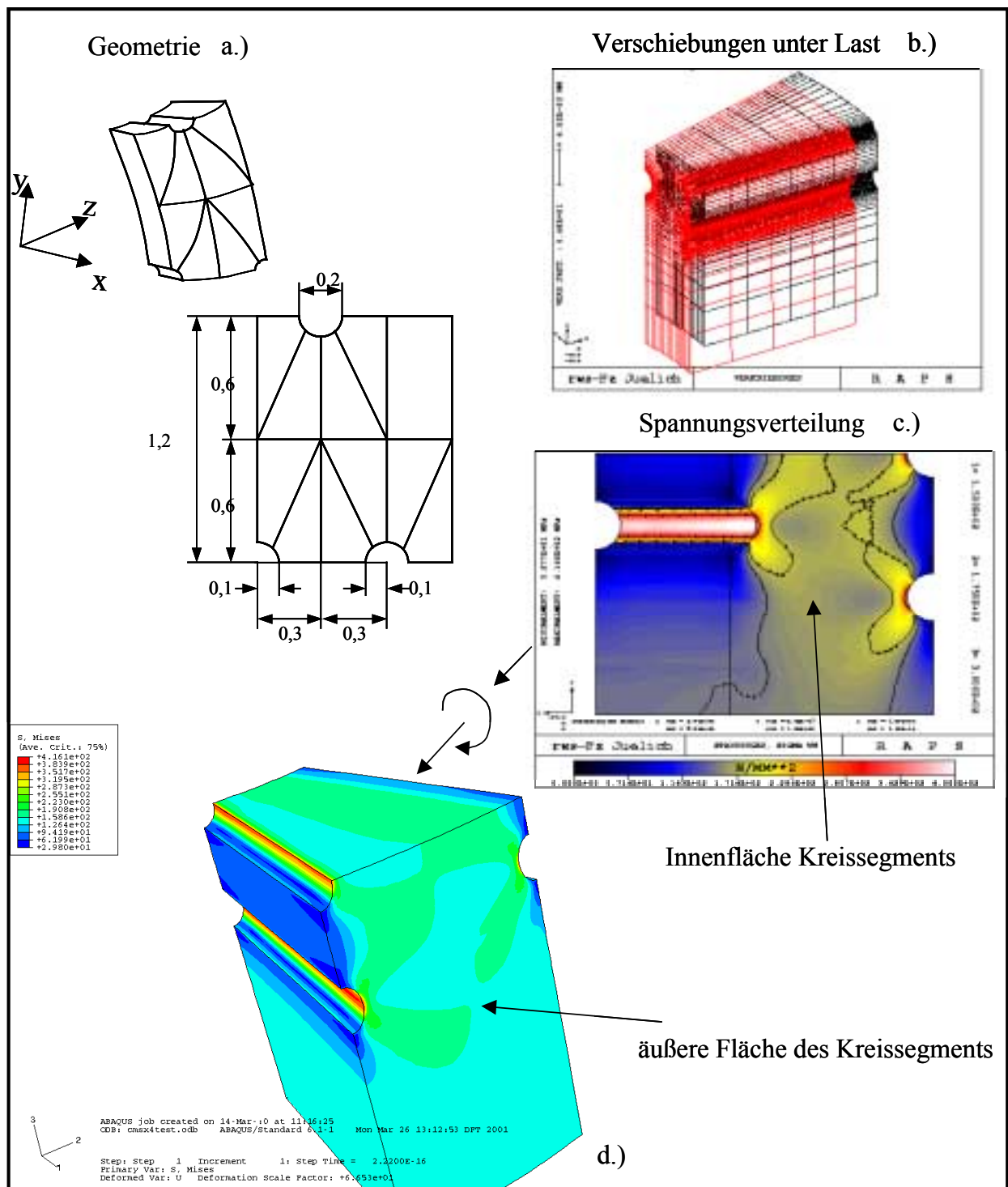


Abbildung 5.3.1: Modellierung eines Kreissegmentes zur FE-Analyse gebohrter zylindrischer Hohlproben und resultierende Spannungsverteilung

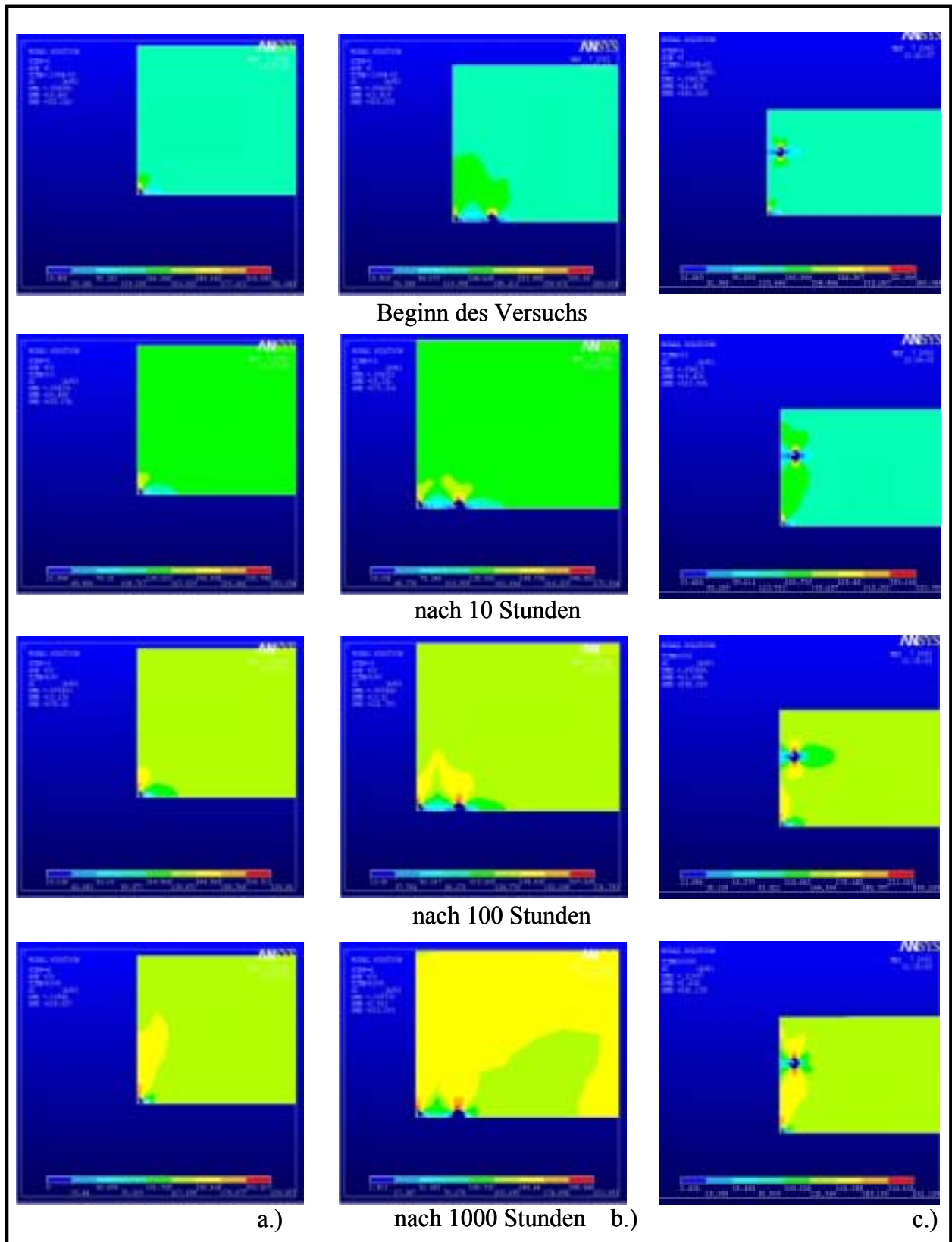


Abbildung 5.3.2: Modellierung der Kriechbelastung an Flachzugproben aus INCONEL 617 (650°C/100MPa), (exemplarisch)

5.4 Ermüdungsverhalten

Dem Ermüdungsverhalten von hochbelasteten Bauteilen unter sehr hohen Temperaturen, wie zum Beispiel der ersten Schaufelreihe in IGT, muss eine besondere Aufmerksamkeit geschenkt werden. Aus diesem Grunde wurden isotherme LCF-Versuche an den Einkristallen CMSX-4 und SX CM186LC sowie dem stängelkristallinen Material DS CM186LC durchgeführt. Die Ergebnisse der bei den aufgenommenen Dehnschwingbreiten erzielten Bruchzyklenzahlen sind in den **Abbildungen 5.4.1 bis 5.4.3** für die unterschiedlichen Werkstoffe zusammengefasst und sollen anschließend im Zusammenhang mit dem Schädigungsverhalten diskutiert werden.

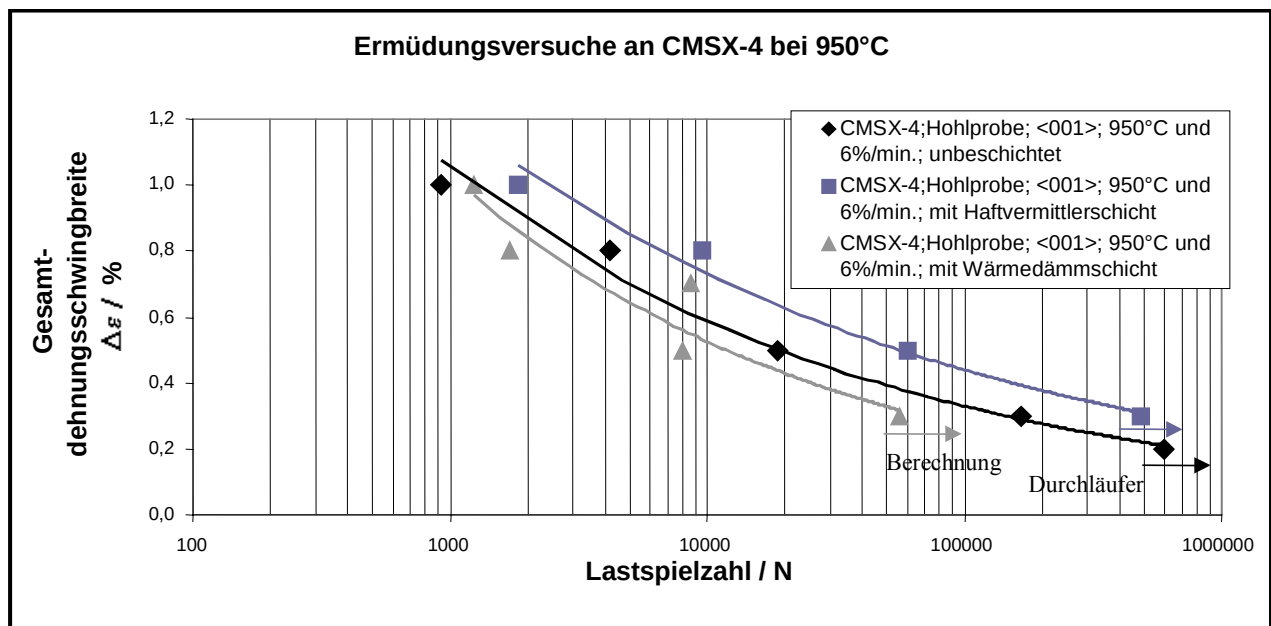


Abbildung 5.4.1: Auftragung der Bruchzyklenanzahl in Abhängigkeit von der Dehnungsschwingbreite der LCF-Versuche bei 950°C an unbeschichteten, mit einer Haftvermittlerschicht (Korrosionsschutzschicht) und mit einer Wärmedämmschicht versehenen Hohlproben aus CMSX-4

Mit sinkender Gesamtdehnungsschwingbreite $\Delta \varepsilon$ und daraus resultierender abfallender maximaler Spannungsamplitude steigt die Lastspielzahl N stark an. Die Ergebnisse der aus den LCF-Versuchen an CMSX-4 ermittelten Kennwerte sind in **Tabelle 5.4.1** zusammengefasst. Die „kursiv“ unterlegten Ergebnisse wurden entweder aus Durchläufern berechnet oder generell aus den vorhandenen Kennwertkurven kalkuliert, in Abbildung 5.4.1 sind sie mit Pfeilen gekennzeichnet.

Die mit einer Haftvermittlerschicht versehenen Proben weisen eine um den Faktor 2 bis 3 höhere Lastspielzahl auf, während für die Proben mit einer Wärmedämmschicht die geringste Anzahl an Zyklen detektiert werden konnte.

Probenkennung für CMSX-4	Temperatur [°C]	Dehnrage [s ⁻¹]	Dehnungs- schwingbreite [%]	Spannungs- amplitude (max.) [MPa]	Last- Schwingspielzahl [N]
nur Grundwerkstoff					
HHT008	950	1,0x10 ⁻³	1,0	322	920
HHT002	950	1,0x10 ⁻³	0,8	315	4170
HHT001	950	1,0x10 ⁻³	0,5	197	18837
HHT009	950	1,0x10 ⁻³	0,3	118	166829
HHT010	950	1,0x10 ⁻³	0,2	87	600000(gestoppt)
Grundwerkstoff mit Haftvermittlerschicht					
HHT006	950	1,0x10 ⁻³	1,0	367	1954
HHT004	950	1,0x10 ⁻³	0,8	282	9500
HHT005	950	1,0x10 ⁻³	0,5	177	60600
HHT011	950	1,0x10 ⁻³	0,3	109	483804
Grundwerkstoff mit Haftvermittlerschicht und Wärmedämmschicht					
HHS009	950	1,0x10 ⁻³	1,0	291	1235
HHS010	950	1,0x10 ⁻³	0,8	234	1703
HHS015	950	1,0x10 ⁻³	0,7	212	8657
HHS012	950	1,0x10 ⁻³	0,5	158	7967
berechnet	950	1,0x10 ⁻³	0,3	102	55897

Tabelle 5.4.1: Übersicht der aus den LCF-Versuchen ermittelten Kennwerte an CMSX-4

Bei der Auftragung der LCF-Versuche an SX CM186LC (**Abbildung 5.4.2**) ergibt sich ein ähnliches Werkstoffverhalten wie für CMSX-4. Auch hier steigt mit sinkender Gesamtdehnungsschwingbreite $\Delta\epsilon$ und der damit abfallenden maximalen Spannungsamplituden die Lastspielanzahl N an. Aus den in Kapitel 4.5 erwähnten Schwierigkeiten bei der Herstellung der Wärmedämmschichten musste auf eine Prüfung mit SX CM186LC als Grundwerkstoff verzichtet werden. Die sich ergebenden Kennwerte sind in **Tabelle 5.4.2** zusammengefasst.

Unter ähnlich hohen Spannungsamplituden konnte für SX CM186LC, verglichen mit CMSX-4, eine geringere Lastspielanzahl für SX CM186LC ermittelt werden. Dies ist auf eine möglicherweise im einkristallinen Werkstoff CM186LC schneller ablaufende Anrissbildung zurückzuführen.

Die Ergebnisse der für stängelkristallines Material aus CM186LC aufgenommenen LCF-Kurven sind in Abbildungen 5.4.3 für die unbeschichteten und mit einer Haftvermittlerschicht versehenen Proben dargestellt und zeigen mit Erhöhung der Gesamtdehnungsschwingbreite eine Reduzierung der Zyklenanzahl. Die erreichbaren Lastspiele liegen bei DS CM186LC im Vergleich mit den Einkristallen deutlich niedriger.

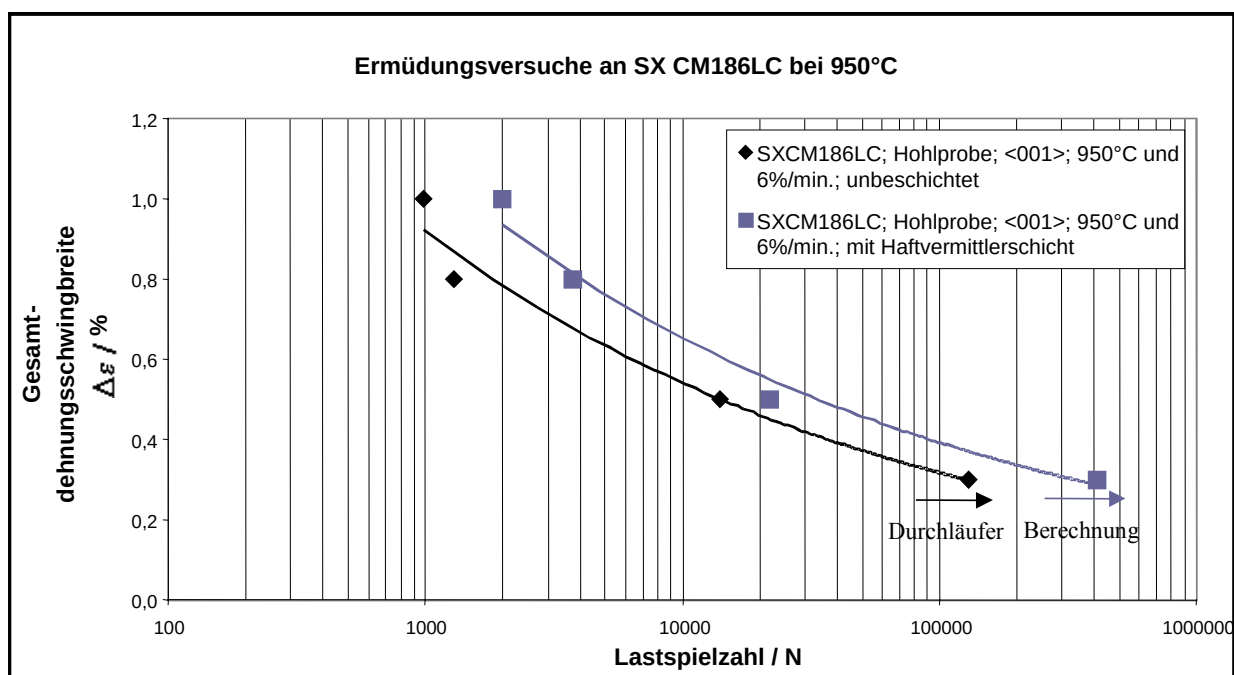


Abbildung 5.4.2: Auftragung der Bruchzyklenanzahl in Abhängigkeit von der Dehnungsschwingbreite der LCF-Versuche bei 950°C an unbeschichteten und mit einer Haftvermittlerschicht (Korrosionsschutzschicht) versehenen Hohlproben aus SX CM186LC

Probenkennung für SX CM186LC	Temperatur [°C]	Dehnrates [s ⁻¹]	Dehnungs- schwingbreite [%]	Spannungs- amplitude (max.) [MPa]	Last- schwingspielzahl [N]
nur Grundwerkstoff					
HUL001	950	1,0x10 ⁻³	1,0	321	976
HUL003	950	1,0x10 ⁻³	0,8	270	1289
HUL004	950	1,0x10 ⁻³	0,5	178	14035
HUL007	950	1,0x10 ⁻³	0,3	104	130044
Grundwerkstoff mit Haftvermittlerschicht					
HUL008	950	1,0x10 ⁻³	1,0	338	1235
HUM001	950	1,0x10 ⁻³	0,8	225	3743
HUM004	950	1,0x10 ⁻³	0,5	170	21997
berechnet	950	1,0x10 ⁻³	0,3	106	410467

Tabelle 5.4.2: Übersicht der aus den LCF-Versuchen ermittelten Kennwerte an SX CM186LC

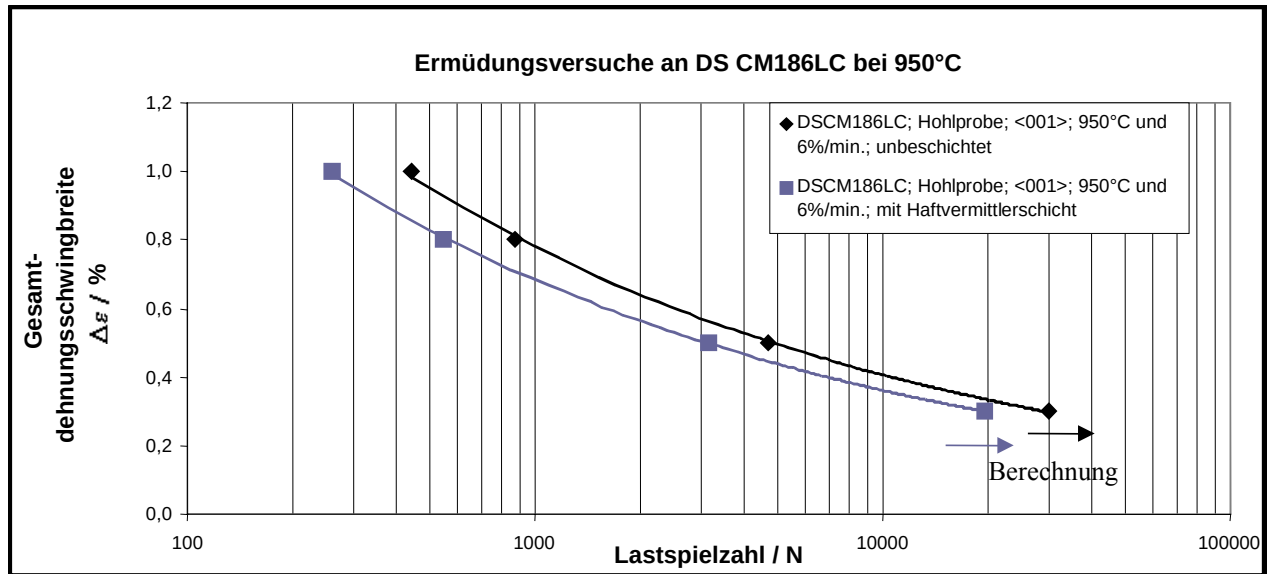


Abbildung 5.4.3: Auftragung der Bruchzyklenanzahl in Abhängigkeit von der Dehnungsschwingbreite der LCF-Versuche bei 950°C an unbeschichteten und mit einer Haftvermittlerschicht (Korrosionsschutzschicht) versehenen Hohlproben aus DS CM186LC

In **Tabelle 5.4.3.** sind die aus den LCF-Versuchen resultierenden Ergebnisse wiedergegeben.

Probenkennung für DS CM186LC	Temperatur [°C]	Dehnrates [s ⁻¹]	Dehnungs- schwingbreite [%]	Spannungs- amplitude (max.) [MPa]	Last- schwingspielzahl [N]
nur Grundwerkstoff					
JAH001	950	1,0x10 ⁻³	1,0	342	442
JAH002	950	1,0x10 ⁻³	0,8	272	877
JAH004	950	1,0x10 ⁻³	0,5	191	4708
berechnet	950	1,0x10 ⁻³	0,3	114	30098
Grundwerkstoff mit Haftvermittlerschicht					
JAH005	950	1,0x10 ⁻³	1,0	265	260
JAH006	950	1,0x10 ⁻³	0,8	270	730
JAH007	950	1,0x10 ⁻³	0,5	179	3178
berechnet	950	1,0x10 ⁻³	0,3	102	19630

Tabelle 5.4.3: Übersicht der aus den LCF-Versuchen ermittelten Kennwerte an DS CM186LC

Es erschien sinnvoll eine Beschreibung dieses Schädigungsverhaltens über eine Charakterisierung der Rissverläufe und einer statistischen Auswertung der Risslängen pro Probenmesslänge vorzunehmen.

Unter diesem Aspekt muss noch einmal auf das Versagenskriterium und den Anriss oder Bruch innerhalb der Probenmesslänge eingegangen werden. Das Versagenskriterium (max. Lastspielzahl N) ist in dieser Versuchsführung entweder durch das Versagen der Probe durch Bruch oder durch einen Abfall der maximalen Spannungsamplitude auf 95% der Spannungsamplitude charakterisiert. Es ist darauf hinzuweisen, dass eine in der Literatur geschilderte Problematik bezüglich der Rissbildung außerhalb der Messlänge (Kerbwirkung der Probenschultern) bei der

hier verwendeten Probengeometrie nicht auftrat. Das Aufpunkten der Extensometerführungen erbrachte ebenfalls keine nachteiligen Effekte. Bei der Darstellung der Ergebnisse sollen nur einige Risscharakterisierungsaufnahmen und Risshäufigkeitsdichten exemplarisch vorgestellt werden. Bei der nun folgenden Schädigungscharakterisierung werden wanddurchtrennende Risse als Primärrisse bezeichnet, müssen demzufolge nicht den Bruch der Probe charakterisieren. Als Sekundärrisse werden alle Risse bezeichnet, die in den Grundwerkstoff bzw. Schichten verlaufen, aber nicht zur Trennung führen. Dem Vergleich der einkristallinen Variante CMSX-4 mit SX CM186LC schließt sich die Beschreibung des stängelkristallinen Werkstoffs DS CM186LC an.

Für die einkristallinen Grundwerkstoffproben ergab die Charakterisierung der Rissausprägung und -anzahl ein sehr ähnliches Bild. 70 bis 90% der detektierten Risse auf den Innenseiten der Hohlproben sind im Bereich der untersuchten Gesamtdehnungsschwingbreiten von geringer Größe (13,5 – 21 μm), wie anhand **Abbildung 5.4.4** exemplarisch an CMSX-4 dargestellt ist.

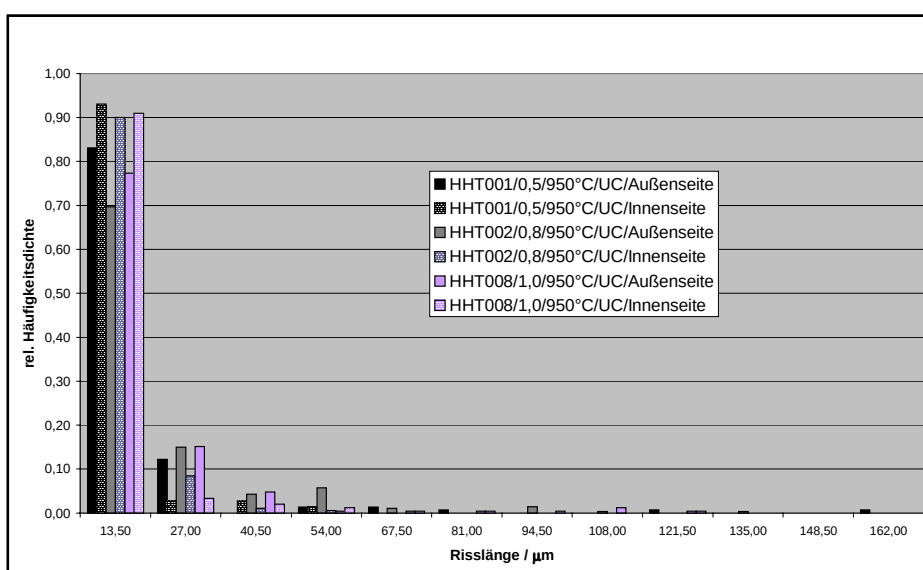


Abbildung 5.4.4: Rel. Häufigkeitsdichte der Anrisslänge für nach dem LCF-Versuch untersuchte unbeschichtete Hohlproben aus CMSX-4

Diese finden sich hauptsächlich als Anrisse in der an γ' -verarmten Diffusionszone beider einkristallinen Werkstoffe wieder (**Abbildung 5.4.5** und **Abbildung 5.4.6**). Die Rissinitiierung beginnt dabei hauptsächlich senkrecht zur $\langle 001 \rangle$ -Orientierung (**Abbildung 5.4.5 b.)** und **Abbildung 5.4.6 c.)**) in den durch starke Korrosion verursachten Oxidationsgruben (Tälern) und schreitet dann in den Grundwerkstoff voran. Der Verlauf des Primärrisses kann im Grundwerkstoff unter einem Winkel von 45° zur Hauptachse der Proben beobachtet werden und wird dabei oft, wiederum in einem Winkel von 45° , abgelenkt (**Abbildung 5.4.5 a.)**). Bei dem Werkstoff SX CM186LC kommt es zur Bildung ausgeprägter Nebenrisse (**Abbildung 5.4.6 a.)**). Bevorzugt werden dabei die interdendritischen Bereiche des Werkstoffs. Hier treten die größten Inhomogenitäten, wie eutektische Bereiche, Primär- und Sekundärkarbide sowie γ' -vergrößerte Bereiche auf, die die Rissausbreitung begünstigen können, d.h. Schwachstellen darstellen.

Wie anhand der Auftragung der rel. Häufigkeitsdichte von detektierten Rissen ersichtlich wird (**Abbildung 5.4.4**), kann ein Unterschied zwischen Außenseite und Innenseite der Proben festgestellt werden. Auf der Außenseite finden sich zunehmend größere Risse wieder. Die Nachuntersuchungen an Proben aus SX CM186LC ergaben im Vergleich zu CMSX-4 deutlich längere Anrisse auf der Außenseite. Für beide Werkstoffe nahm die Anrisslänge mit kleineren

Gesamtdehnungsschwingbreiten zu. Hier konnten teilweise Risslängen von 170 bis 520 μm detektiert werden. Die Ergebnisse lassen darauf schließen, dass die Rissinitiierung und -ausbreitung an den einkristallinen Grundwerkstoffproben hauptsächlich durch Korrosionsprozesse auf der Oberfläche des Grundwerkstoffes, bzw. an den Rissflanken, gesteuert werden. Daneben konnten für den Werkstoff SX CM186LC vermehrt Anrisse im Inneren des Grundwerkstoffes festgestellt werden.

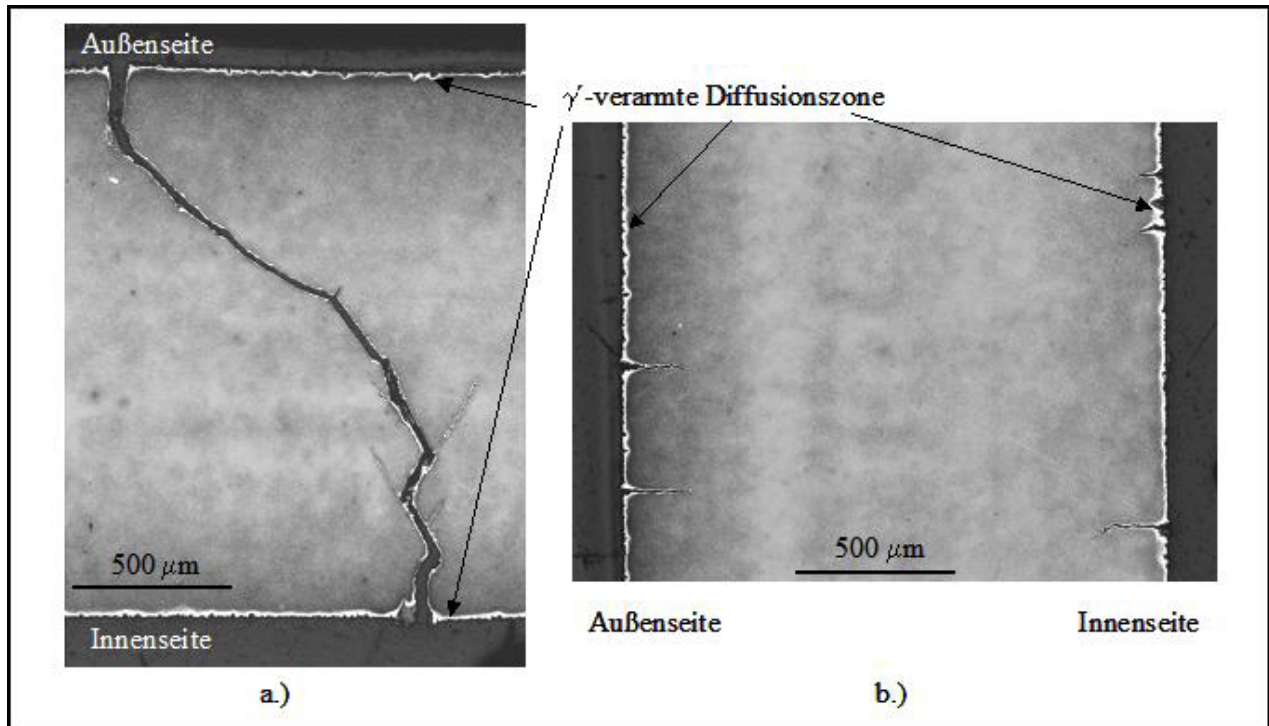


Abbildung 5.4.5: Rissverlauf und Rissinitiierung (exemplarisch) am Grundwerkstoff CMSX-4 nach dem LCF-Versuch, $\Delta\epsilon = 1,0\%$, $N = 920$ Zyklen

Die an den HVS-beschichteten einkristallinen Werkstoffen durchgeführten Nachuntersuchungen weisen ebenfalls Ähnlichkeiten in der Rissinitiierung und des Rissverlaufs auf. Auch hier wird an der Außenseite und Innenseite der Proben eine Rissbildung senkrecht zur $\langle 001 \rangle$ -Orientierung beobachtet, die anschließend im Grundwerkstoff in einem Winkel von nahe 45° (**Abbildung 5.4.7 a.)** und **Abbildung 5.4.8**) verläuft. Die Anrissdichte auf der Innenseite beider Werkstoffe nimmt mit steigender Gesamtdehnungsschwingbreite (siehe auch **Abbildung 5.4.9** und **Abbildung 5.4.10**) zu. Bei höchster Gesamtdehnungsschwingbreite (1,0%) verlaufen die detektierten Anrisse auf der Außenseite nur in der Korrosionsschutzschicht und erreichen den Grundwerkstoff nicht (**Abb. 5.4.7 b.)** und **Abbildung 5.4.11 a.)**). Anhand **Abbildung 5.4.7 c.)** und **Abb. 5.4.11 b.)** wird deutlich, dass bei mittleren Gesamtdehnungsschwingbreiten die Risslängen zunehmen.

Die Anrisse erreichen bereits die Interdiffusionszone und reichen teilweise schon in den Grundwerkstoff hinein. Gesamtdehnungsschwingbreiten von 0,5% begünstigen die Rissausbreitung auch im Grundwerkstoff, hier konnten Risslängen von bis zu 400 μm gefunden werden, d.h. mit einer Ausdehnung eines Viertels der Wandstärke. Für SX CM186LC konnten innere Anrisse detektiert werden (**Abbildung 5.4.8**). Der Rissinitiierung entsteht hier durch das durch den HVS vorgegebene Rauigkeitsprofil in den Tälern der HVS-Schicht, bzw. auf der Innenseite der Proben in den Oxidationsgruben (Tälern) der an γ' -verarmten Diffusionszone.

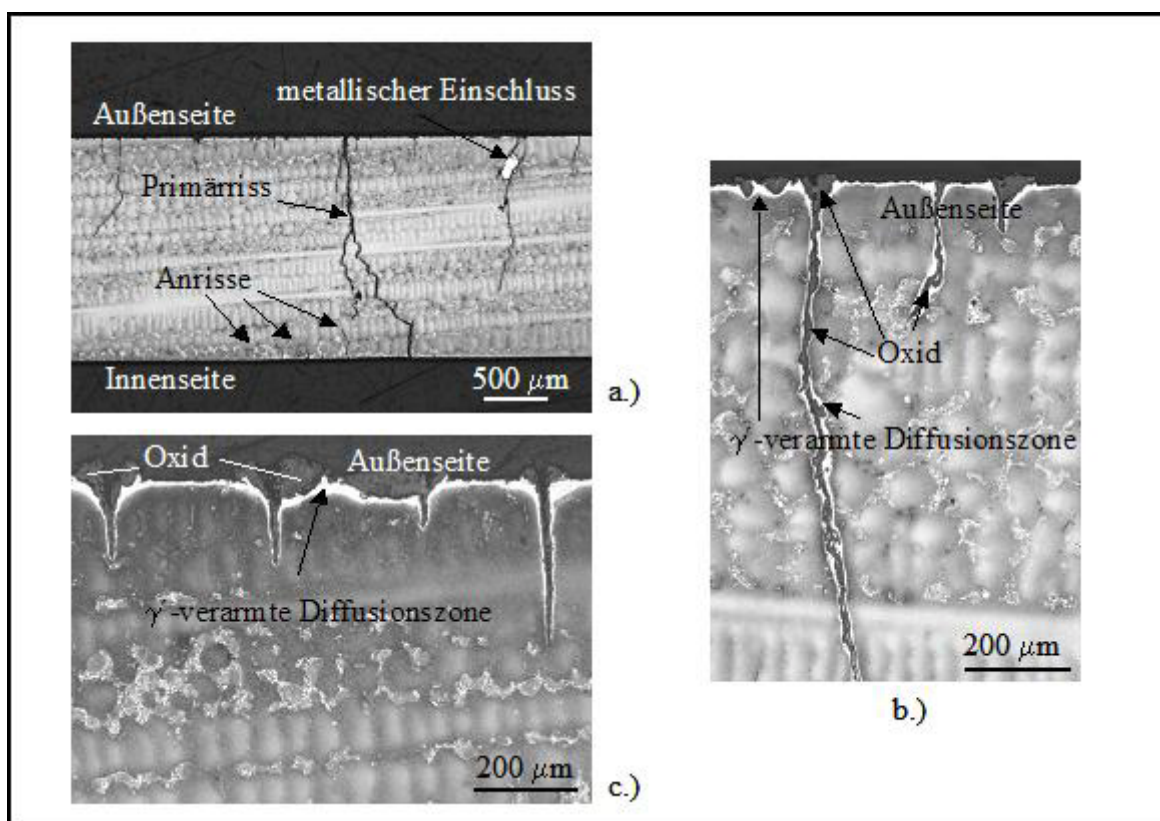


Abbildung 5.4.6: Übersichtsaufnahmen von Primär- und Sekundärrissen am Grundwerkstoff SX CM186LC nach dem LCF-Versuch, a.) $\Delta\epsilon = 1,0\%$ und $N = 976$ Zyklen; b.) $\Delta\epsilon = 0,8\%$ und $N = 1289$ Zyklen; c.) $\Delta\epsilon = 0,5\%$ und $N = 14035$ Zyklen

Durch die an den Rissflanken ablaufenden Oxidationsvorgänge kommt es zu einer Ausbildung eines an der Aluminium-reichen β -Phase verarmten Saumes (5 – 10 μm) (Abbildung 5.4.7 a.) und Abbildung 5.4.8), dessen Ausdehnung durch die zeitliche Abhängigkeit mit sinkender Gesamtdehnungsschwingbreite zunimmt. Ebenso nimmt die Ausdehnung der Interdiffusionszone zwischen HVS und Grundwerkstoff mit sinkender Gesamtdehnungsschwingbreite von etwa 10 auf bis zu 25 μm zu.

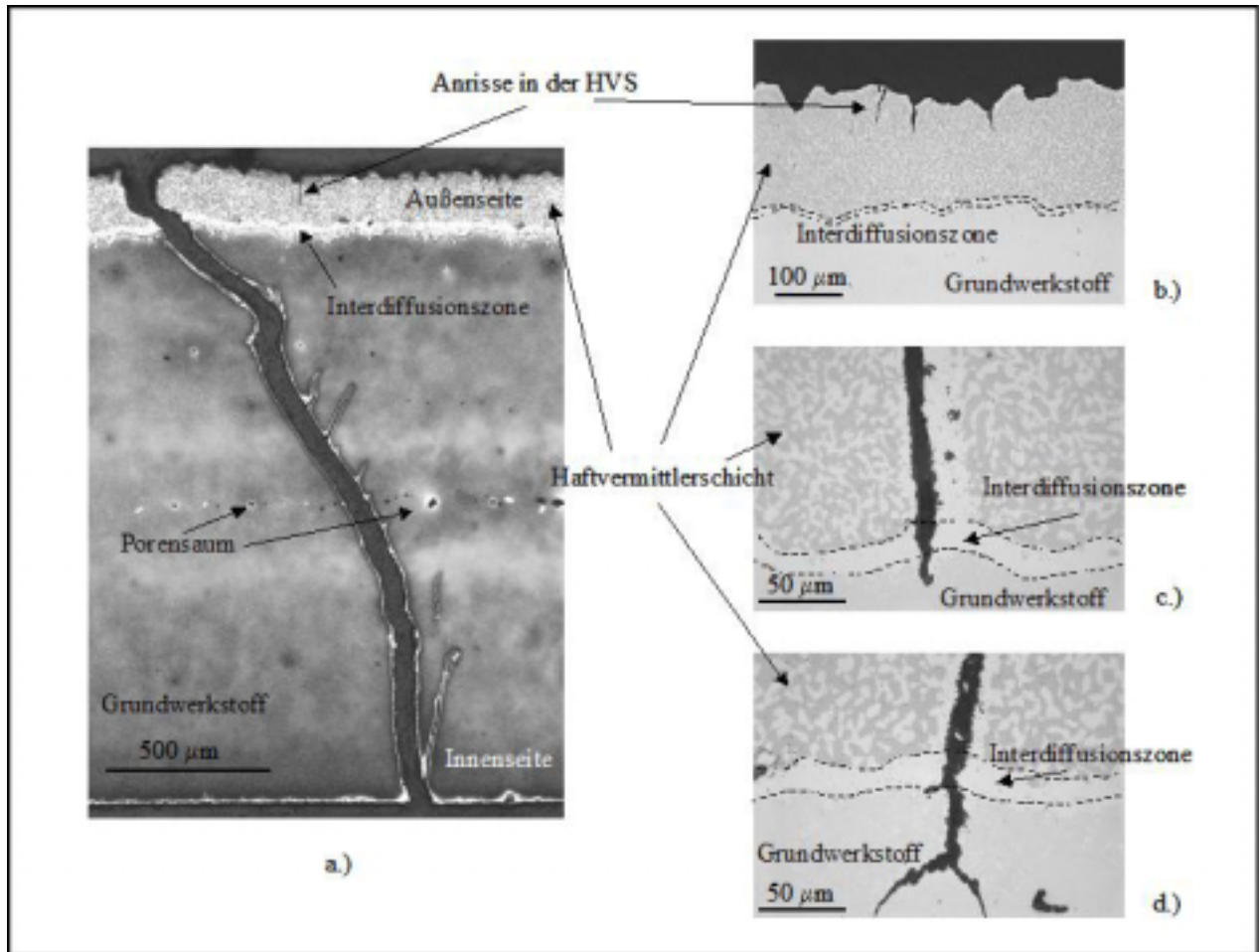


Abbildung 5.4.7: a.) Übersichtsaufnahme des Rissverlaufs am Grundwerkstoff CMSX-4 mit HVS nach dem LCF-Versuch, $\Delta\varepsilon = 0,8\%$, $N = 9500$ Zyklen; b.) $\Delta\varepsilon = 1,0\%$, $N = 1854$ Zyklen; c.) $\Delta\varepsilon = 0,8\%$, $N = 9500$ Zyklen; d.) $\Delta\varepsilon = 0,5\%$, $N = 60600$ Zyklen (exemplarisch)

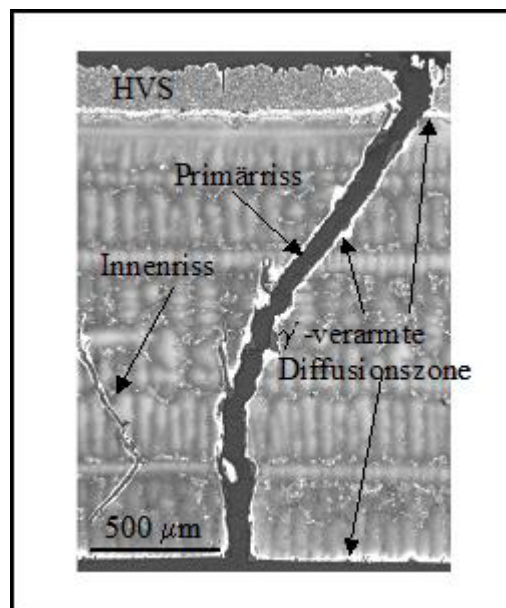


Abbildung 5.4.8: Verlauf des Primärrisses in SX CM186LC mit Haftvermittlerschicht bei $\Delta\varepsilon = 0,8\%$ und $N = 3743$

Der unterschiedliche Kontrast bei der Darstellung der Primär- und Sekundäranrisse ergibt sich aus einer unterschiedliche Probenpräparation. Proben mit einem helleren Kontrast sind ungeätzt, während Proben mit dunklem Kontrast in einer Lösung aus $H_2SO_4/H_3PO_4/CrVI$ -Oxid angeätzt wurden.

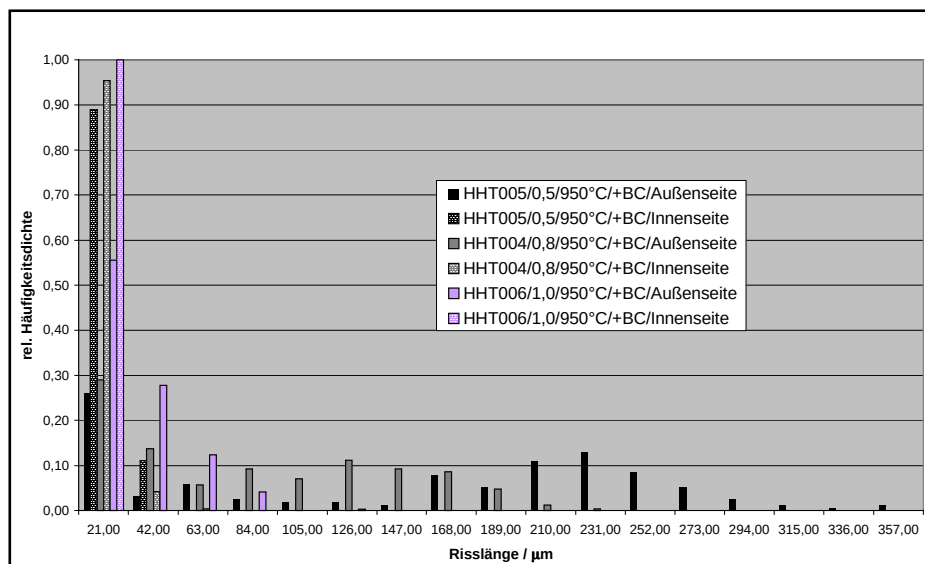


Abbildung 5.4.9: Rel. Häufigkeitsdichte der Anrisslänge der nach dem LCF-Versuch untersuchten mit Haftvermittlerschicht beschichteten Hohlproben aus CMSX-4

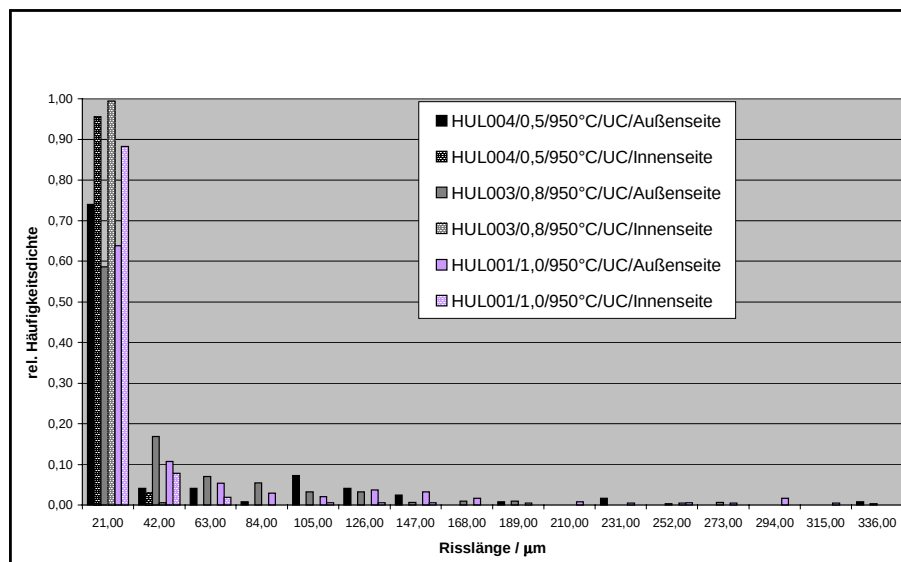


Abbildung 5.4.10: Rel. Häufigkeitsdichte der Anrisslänge der nach dem LCF-Versuch untersuchten mit Haftvermittlerschicht beschichteten Hohlproben aus SX CM186LC

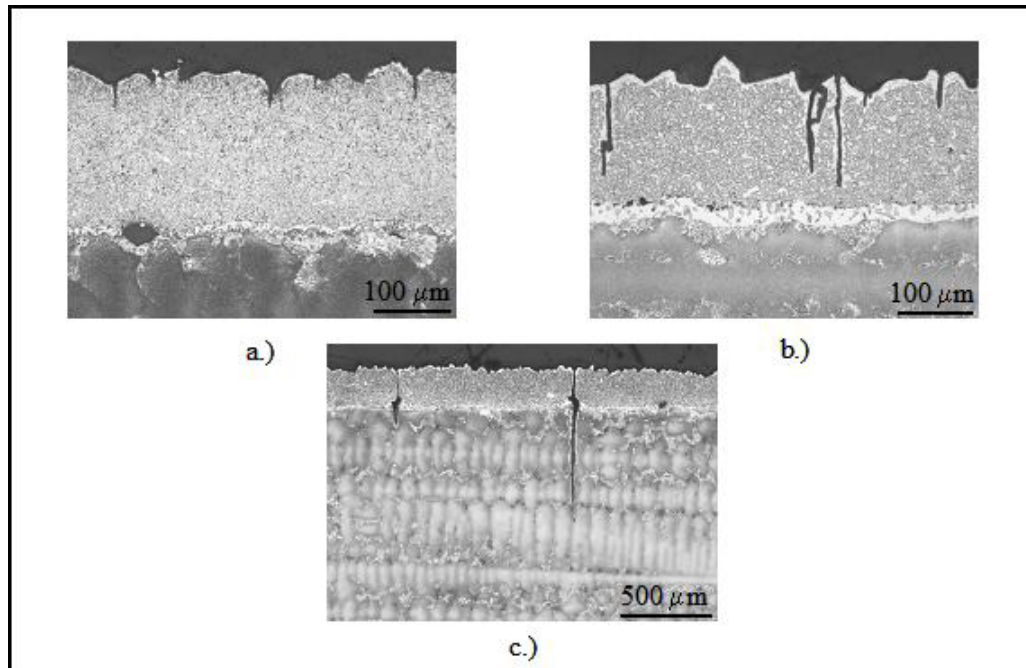


Abbildung 5.4.11: Übersichtsaufnahme der Sekundärrisse bei verschiedenen Dehnungsschwingbreiten am Grundwerkstoff SX CM186LC mit HVS nach dem LCF-Versuch, a.) $\Delta\epsilon = 1,0\%$, $N = 1235$ Zyklen; b.) $\Delta\epsilon = 0,8\%$, $N = 3743$ Zyklen; c.) $\Delta\epsilon = 0,5\%$, $N = 21997$ Zyklen; (exemplarisch)

Aus den in Kapitel 4 erläuterten Gründen musste auf einen Vergleich beider einkristalliner Werkstoffe mit WDS-Beschichtung verzichtet werden. Im folgenden sollen nur die an CMSX-4 mit WDS-Beschichtung erzielten Ergebnisse diskutiert werden.

Da die kolumnare Gefügestruktur der mittels EB-PVD-Verfahren hergestellten Wärmedämmschichten eine Rissanalyse erschwert, wurden bei der Dokumentation der Risslängen die Wärmedämmschicht nicht berücksichtigt. Eine Unterscheidung von bereits vorhandenen, während der Herstellung durch thermische Spannungen entstandener Risse und Risse, die erst während der Belastung auftraten, konnte nicht getroffen werden.

Die WDS-Schicht ist mit einer Vielzahl an Segmentierungsrissen durchzogen, deren Ausprägung mit sinkender Gesamtdehnungsschwingbreite zunimmt. In **Abbildung 5.4.12** ist die Rissausbreitung bis in die HVS-Schicht gezeigt. Ein Abplatzen der Wärmedämmschichten konnte bei keiner der Proben nachgewiesen werden. In **Abbildung 5.4.13** ist der Verlauf von Primärrissen an mit Wärmedämmschicht versehenen Proben bei unterschiedlicher Gesamtdehnungsschwingbreite wiedergegeben. Der Rissverlauf ist repräsentativ für alle bei verschiedenen Gesamtdehnungsschwingbreiten untersuchten LCF-Proben mit Wärmedämmschicht. Nach anfänglichem senkrechten Rissverlauf (von der Außen- oder Innenseite betrachtet) kommt es zu einer Umlenkung des Risses in einen Winkel von 45° zur $\langle 001 \rangle$ -Orientierung. Die Anrissdichte für kleine Anrisse (etwa $21 \mu\text{m}$) steigt mit zunehmender Gesamtdehnungsschwingbreite an. Die Risslängen nehmen mit abnehmender Gesamtdehnungsschwingbreite zu. Ebenso ist festzuhalten, dass kaum Anrisse innerhalb der HVS-Schicht bei höchster Beanspruchung gefunden werden (**Abb. 5.4.8 a.**)), bei mittleren Gesamtdehnungsschwingbreiten, hier $0,7 - 0,8\%$, findet man Anrisse, die in der HVS und höchsten bis zur Interdiffusionszone verlaufen (**Abbildung 5.4.12 a.**)). Erst bei niedriger Belastung kommt es zur Ausbildung von Risslängen, die bis in den Grundwerkstoff reichen (**Abbildung 5.4.12 b.**)). Die Proben mit Wärmedämmschicht weisen auf der Innenseite eine sehr hohe rel.

Häufigkeitsdichte an sekundären Anrissen auf, deren Anrisslänge mit sinkender Gesamtdehnungsschwingbreite zunimmt (Abbildung 5.4.12 c.) und d.) siehe Abb.5.4.14). Vereinzelt findet eine Trennung der Wärmedämmschicht innerhalb der Oxidationsschicht von der Haftvermittlerschicht statt, diese lateralen, sich oft ebenfalls nur auf die Oxidationsgruben beschränkenden Risse wurden nicht in die Auswertung mit aufgenommen.

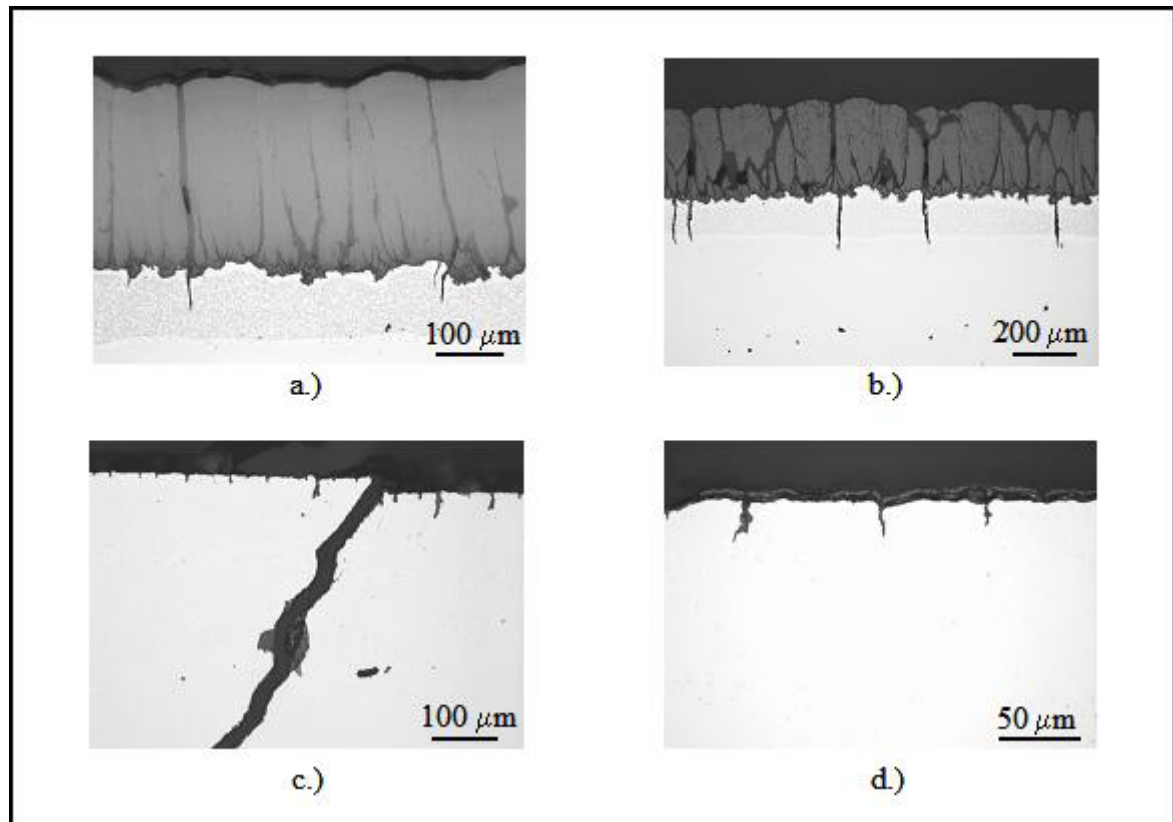


Abbildung 5.4.12: Übersichtsaufnahmen von Sekundärrissen am Grundwerkstoff CMSX-4 mit WDS nach dem LCF-Versuch, a.) Außenseite mit $\Delta\epsilon = 0,8\%$ und $N = 1703$ Zyklen; b.) Außenseite mit $\Delta\epsilon = 0,5\%$ und $N = 7967$ Zyklen; c.) Innenseite mit Primärriss mit $\Delta\epsilon = 0,8\%$ und $N = 1703$ Zyklen; d.) Innenseite mit $\Delta\epsilon = 0,5\%$ und $N = 7967$ Zyklen

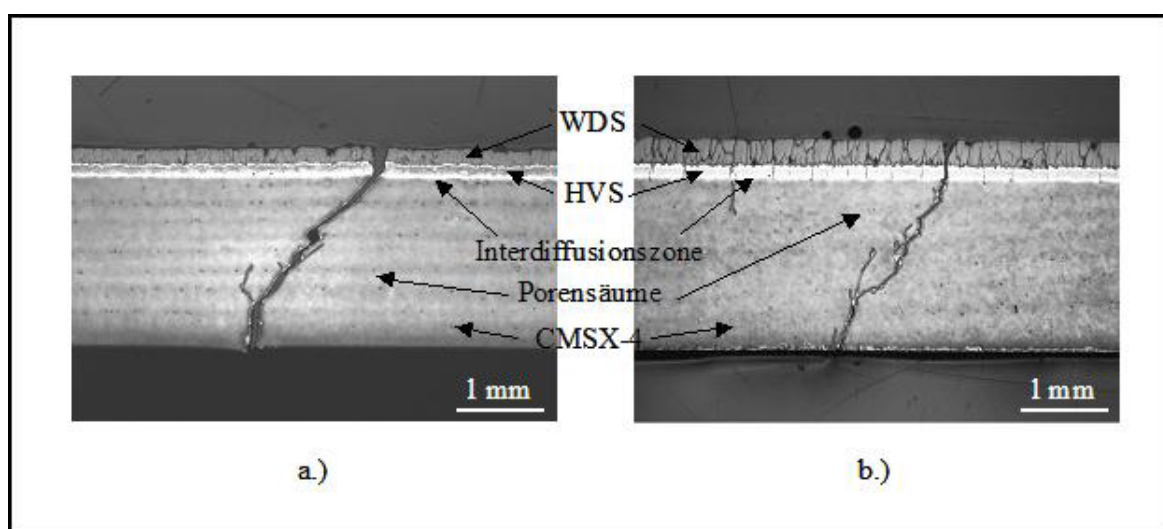


Abbildung 5.4.13: Übersichtsaufnahme des Rissverlaufs am Grundwerkstoff CMSX-4 mit WDS nach dem LCF-Versuch, a.) $\Delta\epsilon = 1,0\%$, $N = 1235$ Zyklen; b.) $\Delta\epsilon = 0,7\%$, $N = 1235$ Zyklen

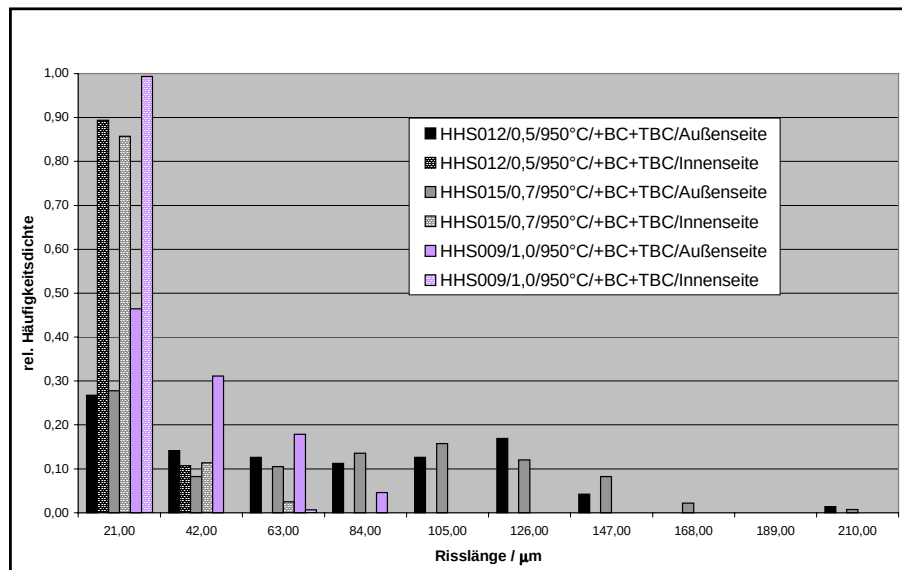


Abbildung 5.4.14: Rel. Häufigkeitsdichte der Anrisslänge der nach dem LCF-Versuch untersuchten mit Wärmedämmschicht beschichteten Hohlproben aus CMSX-4

Die Nachuntersuchungen am stängelkristallinen CM186LC Material unbeschichtet und HVS beschichtet zeigen eine ähnlich hohe Anrisshäufigkeit kleiner Risse wie die einkristallinen Proben. Eine zunehmende Gesamtdehnungsschwingbreite erhöht die Anzahl der Anrisse, führt aber nicht zu deren Wachstum. Wie bereits dargestellt, kommt es in „Tälern“ des Rauigkeitsprofils entweder durch Oxidation hervorgerufen oder aber durch das gegebene Rauigkeitsprofil der HVS-Schicht zu einer Rissinitiiierung. Hier kann eine schnellere Anrissbildung für Proben mit HVS-Beschichtung vermutet werden.

Die Außenseiten und Innenseiten der untersuchten LCF-Proben weisen einen starken Oxidationsangriff auf. Dadurch schreitet neben dem Risswachstum auch die Oxidation des Grundwerkstoffes deutlicher voran, als das für die Einkristalle der Fall ist. Der Verlauf des Primärrisses im Grundwerkstoff, exemplarisch bei einer Gesamtdehnungsschwingbreite von 0,5% dargestellt (Abbildung 5.4.15 c.)), weist eine große Neigung zur Verzweigung auf, ähnlich wie es bei SX CM186LC beobachtet wurde. Das Risswachstum verläuft dabei hauptsächlich innerhalb der interdendritischen Bereiche. Bei hohen Gesamtdehnungsschwingbreiten kann Porenbildung an Carbiden, bei niedrigen Gesamtdehnungsschwingbreiten hauptsächlich in den interdendritischen Bereichen beobachtet werden. Dies wird entweder durch Loslösung der Carbide vom Grundwerkstoff verursacht oder durch Bruch der Carbide senkrecht zur Belastungsrichtung (Abbildung 5.4.15 a.) und b.)). Dadurch ist auch die erhebliche höhere Anzahl innen liegender Risse, senkrecht zur $\langle 001 \rangle$ -Orientierung zu erklären (Abbildung 5.4.15 c.)). Das Risswachstum verläuft bevorzugt in den interdendritischen Bereichen des Werkstoffs ab, da hier die größten Inhomogenitäten auftreten und die Rissausbildung somit begünstigen.

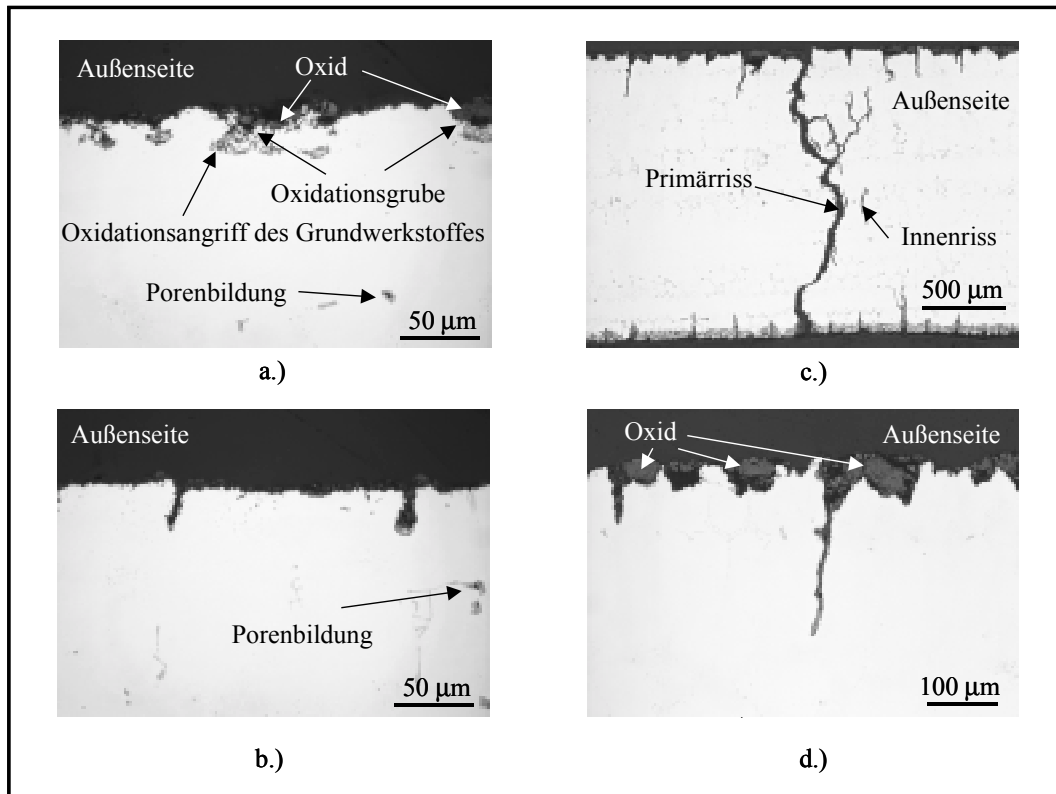


Abbildung 5.4.15: Übersichtsaufnahme der Anrisse bei verschiedenen Gesamtdehnungsschwingbreiten am Grundwerkstoff DS CM186LC nach dem LCF-Versuch, a.) und b.) $\Delta\epsilon = 0,8\%$, $N = 877$ Zyklen; c.) und d.) $\Delta\epsilon = 0,5\%$, $N = 4708$ Zyklen; (exemplarisch)

Bei den stängelkristallinen Proben mit HVS-Beschichtung muss festgehalten werden, dass alle wanddurchtrennenden Risse von der Innenseite initiiert wurden. Dies ist aus dem Rissverlauf zu ersehen (**Abbildung 5.4.16**). Keiner der bei den verschiedenen Gesamtdehnungsschwingbreiten in der HVS-Schicht auftretenden Risse reicht bis in den Grundwerkstoff (**Abbildung 5.4.16 a.) bis c.)**).

Neben einer erhöhten Porosität des Grundwerkstoffes (innerhalb der interdendritischen Bereiche) wurden Poren auch in der Interdiffusionszone gefunden. Daneben fanden sich auch einige Fremdeinschlüsse innerhalb der Interdiffusionszone, die auf Rückstände beim Herstellungsprozess (Sandstrahlen des Grundwerkstoffes) der HVS zurückzuführen sind.

Da die Innenseite der LCF-Proben nicht vor Oxidation geschützt ist, kommt es hier mit sinkender Gesamtdehnungsschwingbreite, also höheren Zyklenzahl, zu einem verstärkten Korrosionsangriff. Deutlich ist auf der Innenseite in **Abbildung 5.4.16 (c.)** die stärkste Ausprägung einer Oxidationszone zu erkennen, was gleichzeitig mit einer Erhöhung der Rissanzahl und -länge verbunden ist (vgl. **Abbildung 5.4.16 a.) bis c.)**).

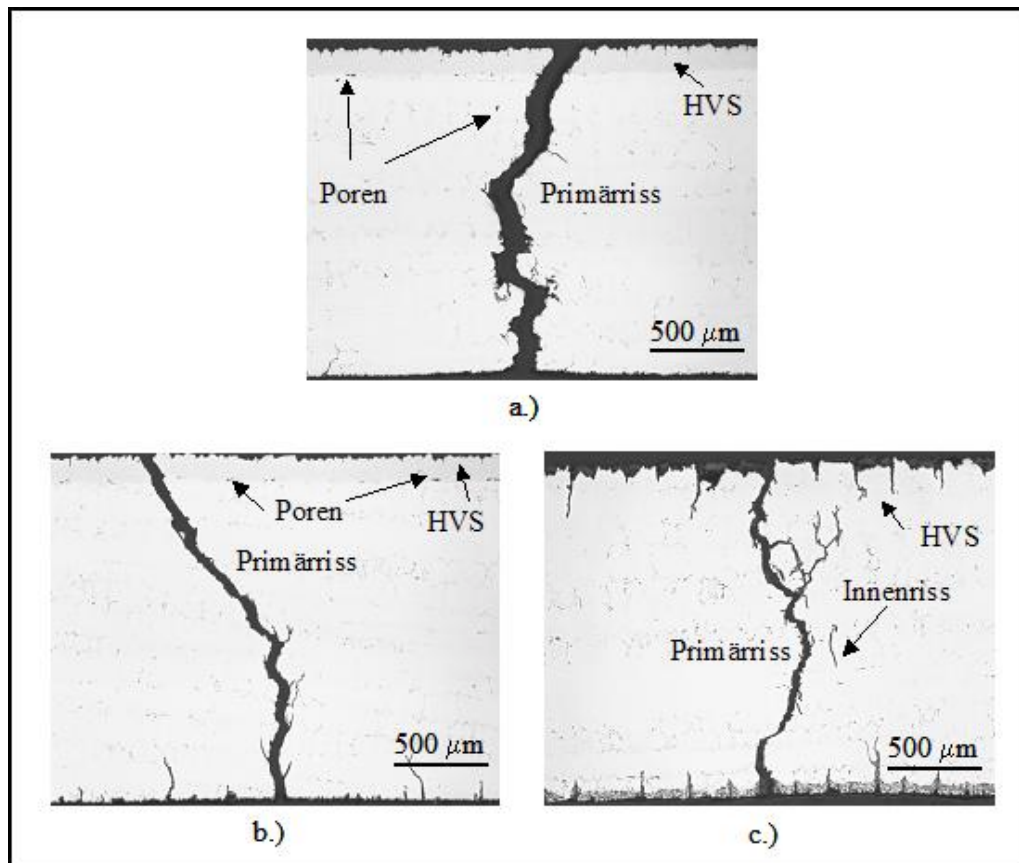


Abbildung 5.4.16: Übersichtsaufnahme der Primärrisse und Anrisse bei verschiedenen Gesamtdehnungsschwingbreiten am Grundwerkstoff DS CM186LC mit HVS nach dem LCF-Versuch, a.) $\Delta\epsilon = 1,0\%$, $N = 260$ Zyklen; b.) $\Delta\epsilon = 0,8\%$, $N = 730$ Zyklen; c.) $\Delta\epsilon = 0,5\%$, $N = 3178$ Zyklen, (exemplarisch)

Die Untersuchungen der Anrissverteilung erlaubt keine eindeutige Zuordnung des Rissgeschehens zur Deutung/Klärung der Ergebnisse aus den LCF-Versuchen.

Die Ergebnisse der an gebohrten <001>-orientierten CMSX-4 Proben sollen hier nur qualitativ vorgestellt werden. Abbildung 5.4.17 zeigt die Ermüdungsversuche an SEN-LCF-Proben, die je Probe mit fünf Laserbohrungen versehen waren.

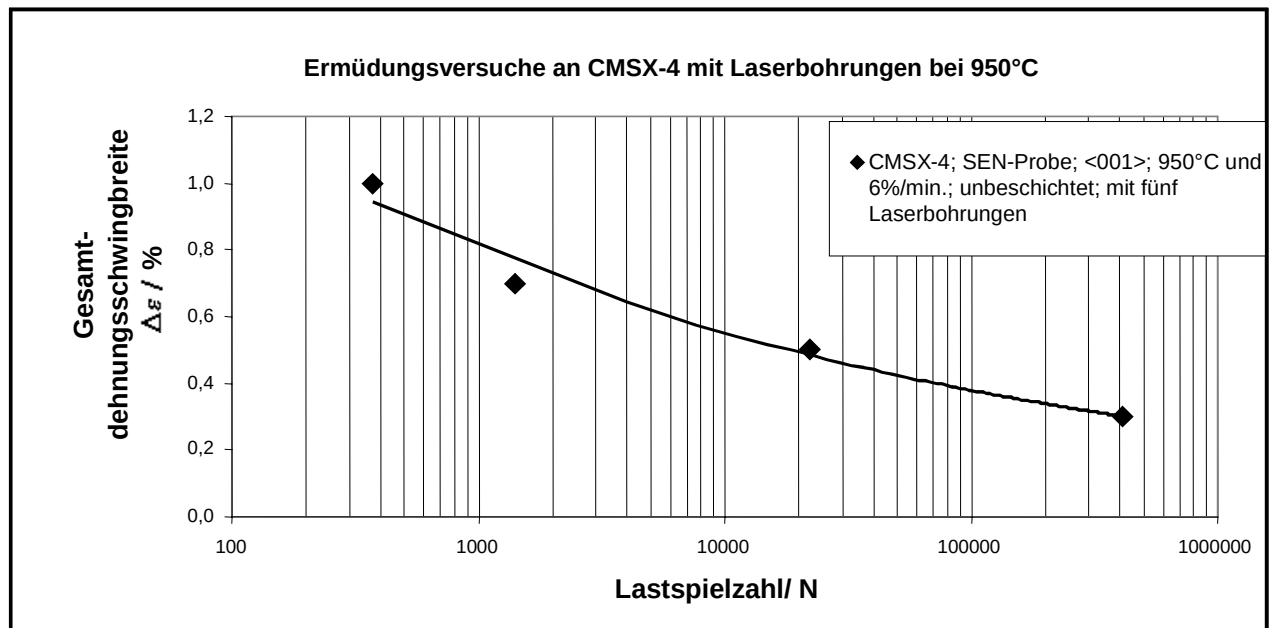


Abbildung 5.4.17: Auftragung der Lastspielanzahl in Abhängigkeit von der Gesamtdehnungsschwingbreite der LCF-Versuche bei 950°C an gebohrten Proben aus CMSX-4

Es wird deutlich, dass auch hierbei mit sinkender Gesamtdehnungsschwingbreite $\Delta \epsilon$ und daraus resultierender abfallender maximaler Spannungsamplitude die Lastspielanzahl N ansteigt. Die Ergebnisse der aus den LCF-Versuchen an gebohrten CMSX-4-Proben ermittelten Kennwerte sind in **Tabelle 5.4.4** zusammengefasst. Die kursiv unterlegten Ergebnisse wurden aus den vorhandenen Kennwertkurven kalkuliert und sind in Abbildung 5.4.17 mit Pfeilen gekennzeichnet.

Probenkennung für CMSX-4	Temperatur [°C]	Dehnrates [s ⁻¹]	Dehnungs- schwingbreite [%]	Spannungs- amplitude (max.) [MPa]	Bruchzyklen- anzahl [N _{Br}]
nur Grundwerkstoff mit 5 Laserbohrungen					
GAO158-3-4-1	950	1,0x10 ⁻³	1,0	427	371
GAO158-3-4-2	950	1,0x10 ⁻³	0,7	291	1408
GAO158-3-4-3	950	1,0x10 ⁻³	0,5	211	22284
Berechnung	950	1,0x10 ⁻³	0,3	135	166829

Tabelle 5.4.4: Übersicht der aus den LCF-Versuchen ermittelten Kennwerte an lasergebohrten SEN Proben aus CMSX-4

Der Rissverlauf zwischen den Bohrungen, wie er in **Abbildung 5.4.18** beobachtet werden konnte, unterstreicht die Richtigkeit der aus den Finite Element-Analysen erzielten Ergebnisse bezüglich der Spannungsverteilung rund um lasergebohrter Kühlkanäle, wodurch es zur Rissinitiierung kommt und das Risswachstums zwischen den Laserbohrungen (in Bereichen größter Spannungen) einsetzt. Bei den gebohrten Proben ist eine Rissinitiierung ausschließlich von den Bohrungen ausgehend, detektiert worden.

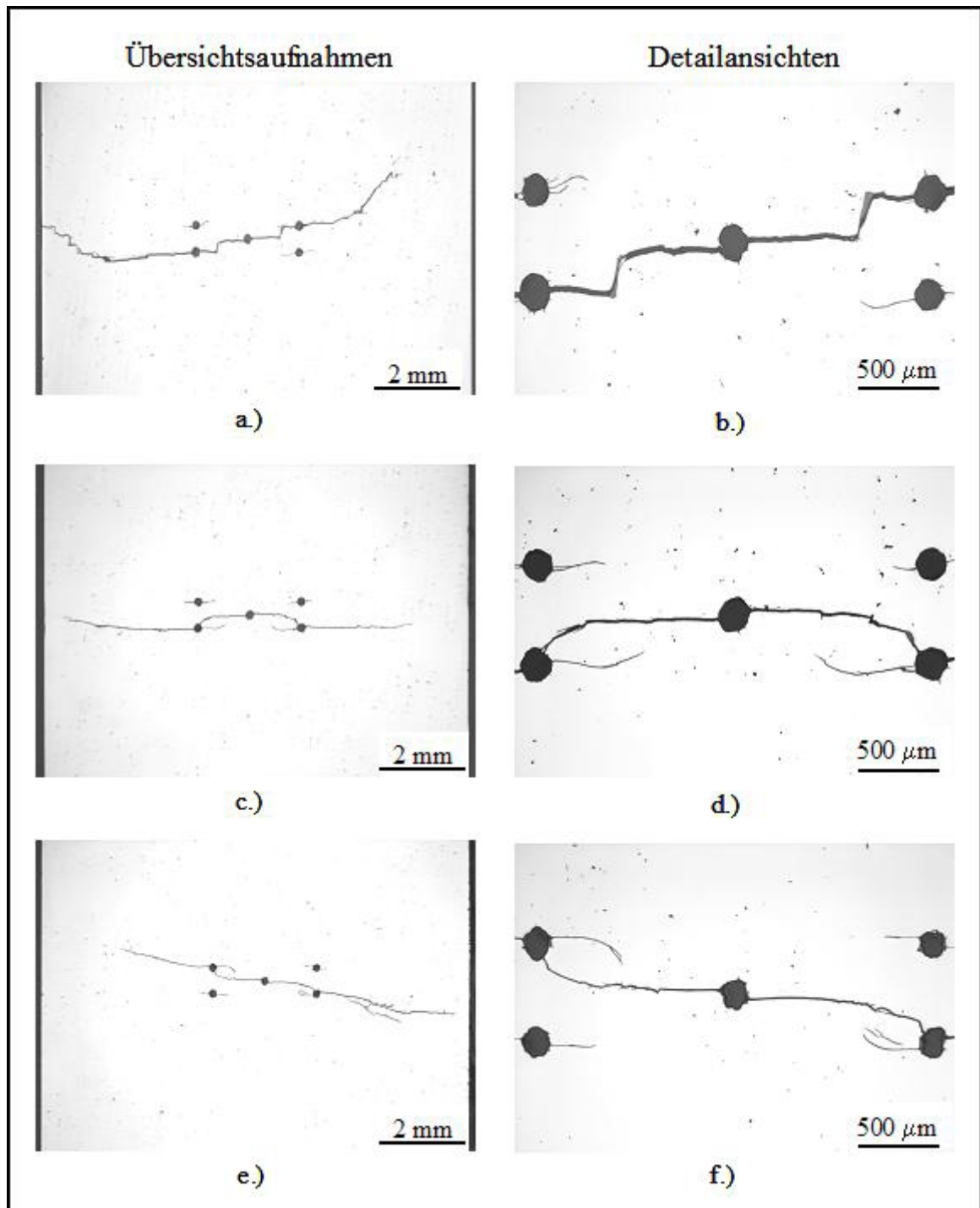


Abbildung 5.4.18: Rissverlauf an mit Laserbohrungen versehenen SEN-LCF-Proben aus CMSX-4 bei 950°C und verschiedenen Gesamtdehnungsschwingbreiten, a.) und b.) $\Delta\epsilon = 1,0\%$, $N = 371$ Zyklen; c.) und d.) $\Delta\epsilon = 0,7\%$, $N = 1408$ Zyklen; e.) und f.) $\Delta\epsilon = 0,5\%$, $N = 22284$ Zyklen, (exemplarisch)

In **Abbildung 5.4.19** ist die Lastspielanzahl der unbeschichteten Werkstoffe aufgetragen. Die einkristallinen Werkstoffe weisen hierbei die längste Lastspielanzahl unter ähnlichen Belastungsbedingungen auf. Ein Vergleich der Lastspielanzahl bei gleicher Gesamtdehnungsschwingbreite von einkristallinen Varianten zeigt nur geringe Unterschiede. Lediglich bei einer Gesamtdehnungsschwingbreite von 0,8% erreicht die Lastspielanzahl von SX CM186LC nur knapp ein Viertel der von CMSX-4 erreichten Lastspiele. Dies ist wahrscheinlich

auf eine größere Abweichung von der $\langle 001 \rangle$ -Orientierung bei SX CM186LC zurückzuführen. Unter Annahme der bei Ermüdungsversuchen doch häufig auftretenden sehr großen Schwankungen bei parallel Versuchen und den in der Abb. 5.4.19 dargestellten „Lebensdauerfits“ beträgt die Lebensdauer von SX CM186 gegenüber CMSX-4 nur 60 bis 80%. Diese Ergebnisse sind mit Ergebnissen, die im COST 522 Programm an Vollproben erzielt wurden, vergleichbar. Zwar liegt die Lebensdauer von Vollproben gegenüber Hohlproben deutlich höher, doch ist auch hier die Tendenz zu erkennen, dass SX CM186LC eine geringere Lebensdauer als CMSX-4 aufweist. Im Bereich von Gesamtdehnungsschwingbreiten zwischen 1,0 und 0,5% korrespondiert die Lebensdauer von SX CM186LC mit der 50% Lebensdauerlinie von CMSX-4 gut überein. Höhere Gesamtdehnungsschwingbreiten führen bei beiden Werkstoffen zu einer ähnlich hohen Anzahl erreichter Lastspiele. Diese Tendenz spiegelt sich auch in Abb.5.4.19 wieder.

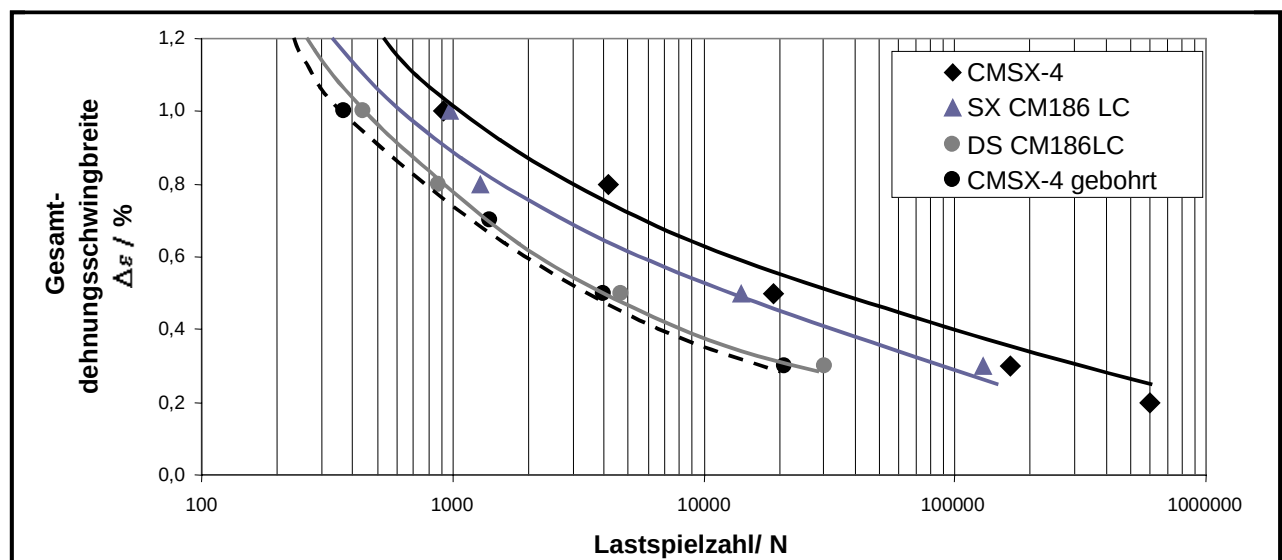


Abbildung 5.4.19: Vergleich der „Lebensdauer“ der unbeschichteten Werkstoffe

Die Spannungsamplitude der Einkristalllegierungen bleibt bei 950°C für CMSX-4 und SX CM186LC nahe zu konstant. Nur bei sehr hohen Gesamtdehnungsschwingbreiten setzt die Entfestigung schon während der ersten Zyklen ein. Für SX CM186LC kann eine Entfestigung nach 50% der erreichten Gesamtlastspiele festgestellt werden. Die Beanspruchung beider Werkstoffe resultiert bei 950°C nur aus der elastischen Gesamtdehnungsschwingbreite. Die Lebensdauer erniedrigende Faktoren sind somit hauptsächlich Gefügeinhomogenitäten oder Oxidation. Dadurch kann die Rissinitiierung, der Korrosionsangriff und das Risswachstum erheblich beschleunigt werden. Das stängelkristalline Material aus CM186LC und die gebohrten Proben aus CMSX-4 zeigen ebenfalls ein sehr ähnliches Verhalten. Die Gründe hier liegen zum einen in der bei DS CM186LC detektierten erhöhten Porosität und zum anderen in der durch die Bohrungen eingebachten Querschnittsschwächung des Grundwerkstoffs CMSX-4. Die Lastspielanzahl von Proben aus CMSX-4 ist bei gleicher Belastung mit Bohrungen um 50% reduziert.

Die mit einer HVS-Beschichtung versehenen einkristallinen Proben weisen eine um den Faktor 2 bis 3 höhere Lastspielanzahl auf als unbeschichtete Proben. Dieses Verhalten wurde schon in der Literatur an PWA 1480 [128] gefunden. Die Auftragung der Lastspielanzahl untersuchter Grundwerkstoffproben mit einer HVS-Beschichtung ist in **Abbildung 5.4.20** wiedergegeben. CMSX-4 zeigt hier bei mittleren Gesamtdehnungsschwingbreiten eine um den Faktor 4 höhere

Lastspielanzahl auf. Die Lastspielanzahl von DS CM186LC fällt dagegen stark ab und liegt nur noch bei ca. 15% der Lastspielanzahl von den untersuchten Einkristallen.

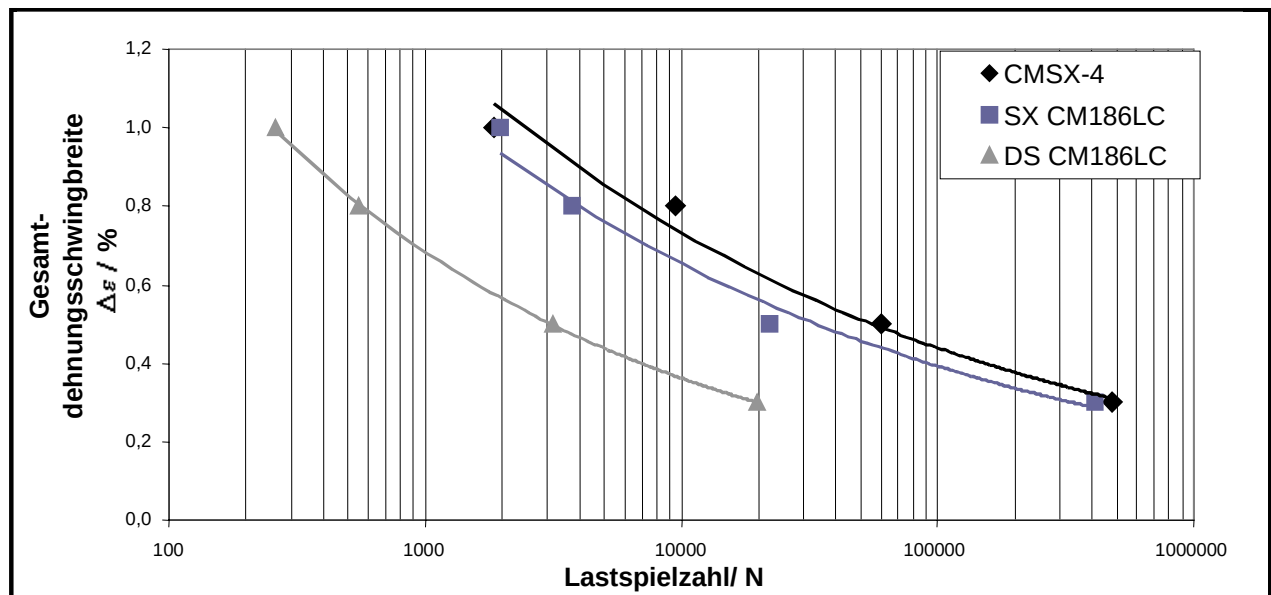


Abbildung 5.4.20: Vergleich der „Lebensdauer“ der mit einer HVS- Schicht beschichteten Werkstoffe

Das Versagen- und Schädigungsverhalten an im LCF-Versuch geprüften einkristallinen Proben scheint durch die Oxidationsvorgänge an der Probenoberfläche wesentlich beeinflusst zu werden. Als Rissinitiierungsorte wirken zum einen auf unbeschichteten Proben die sich bildenden Oxidationsgruben. Durch das Rauigkeitsprofil der Korrosionsschutzschicht selbst können Risse innerhalb der „Täler“ initiiert werden. Somit steht dem direkten Korrosionsangriff beschichteter Proben weniger Fläche zur Verfügung, die Rissinitiierung beginnt häufig auf der Innenseite der Hohlproben. Erst bei längeren Versuchszeiten, d.h. niedrigen Gesamtdehnungsschwingbreiten, wachsen auch Risse von außen bis in den Grundwerkstoff. Die Problematik der „Welligkeitstäler“ auf einer Oberfläche konnte auch schon unter [129] gezeigt werden und führte dort zu ähnlichen Ergebnissen.

Der stängelkristalline Werkstoff zeigt einen sehr deutlichen Abfall der Lastspielanzahl verglichen mit der Lastspielanzahl der einkristallinen Variante von SXCM186 LC.

Bei der Dokumentation des Rissverlaufs gebohrter einkristalliner SEN-LCF-Proben aus CMSX-4 wird die aus den Finite-Element-Analysen ermittelte Spannungsverteilung bezüglich der Rissinitiierung und des Risswachstum bzw. -verlaufs bestätigt. Ein Vergleich der Lastspielanzahl gebohrter und ungebohrter Proben aus CMSX-4 zeigt einen Abfall der Lastspiele auf 20%.

5.5 „In-situ“-Beobachtungen im Rasterelektronenmikroskop zum Rissgeschehen

Zur Beurteilung gebohrter Strukturen wurden neben den Finite-Element-Analysen auch experimentelle „In-situ-Untersuchungen“ im Rasterelektronenmikroskop durchgeführt. Die Versuche unter Zugbelastung wurden an Proben aus INCONEL 617 und CMSX-4 durchgeführt. Wie erwähnt musste die Untersuchung der intermetallischen Phase FG 75 aus der Arbeit genommen werden, da aufgrund der gießtechnischen Problematik nicht genügend Probenmaterial zu Verfügung stand. Die Legierung INCONEL 617 wurde ausgewählt, weil sie ähnliche Verformungseigenschaften bei moderaten Temperaturen aufweist wie FG 75 bei Temperaturen oberhalb 1050°C. Eine Prüfung bei solch hohen Temperaturen wäre im Rasterelektronenmikroskop nicht möglich. Eine Durchführung der Versuche im REM war mit erheblichen Problemen verbunden. Der Vergleich mit an Luft durchgeführten Versuchen ist nicht möglich. Die Untersuchungen erfordern über einen längeren Zeitraum ein konstantes Vakuum, was bei gleichzeitiger Beheizung und Kühlmitteldurchfluss erhebliche Schwierigkeiten bereitet. Undichtigkeiten innerhalb des Kühlkreislaufes im REM mussten vermieden werden, nicht zuletzt wegen einer möglichen Zerstörung des Rasterelektronenmikroskops. Bei den erforderlichen hohen Temperaturen stellten sich neben einer Oxidation von elektrischen Ofenzuleitungen, die extrem hohe Wartungsanfälligkeit des Ofens und eine vor hohen Temperaturen ungenügend abgeschirmte Lastmessdose als die Hauptprobleme dar. Weiterhin ist man bei den hier in-situ untersuchten Werkstoffen im REM auf eine maximal Temperatur von 650°C festgelegt. Mit steigender Versuchstemperatur werden zunehmend mehr thermische Elektronen vom Probenmaterial abgegeben (Materialspezifisch), was zu einer Reduzierung der Bildqualität führt. Die hier angesprochene Problematik in der Versuchsführung konnte weitgehend durch eine Optimierung der Kühlungs- und Ofenführung beseitigt werden. Auf die versuchstechnisch sehr aufwendig durchzuführenden Zugschwellbelastungen musste jedoch ganz verzichtet werden, da die Versuchsdurchführung im Rasterelektronenmikroskop zeitlich beschränkt ist. Die hier gezeigte Problematik erlaubt nur eine qualitative Ergebnisdarstellung.

In **Abbildung 5.5.1** ist das Verformungsverhalten einer Flachzugprobe aus INCONEL 617 mit einer Bohrung unter „In-situ“-Beobachtung im einaxialen Zugversuch bei 650°C wiedergegeben. Erste Anrisse kleiner als 10 µm können unter Belastung bei Punkt 4 auf der Oberfläche beobachtet werden. Die Mikrorisse sind bereits deutlich im Bohrlochgrund zu erkennen (siehe **Abbildung 5.5.2**). Das „Mikrorisswachstum“ verläuft hauptsächlich senkrecht zur Mode I Belastung.

Abbildung 5.5.3 beschreibt die Mikrorissbildung und das Verformungsverhalten für eine Flachzugprobe aus INCONEL 617 mit einer Bohrung bei 650°C unter einaxialer Zugbelastung. Sowohl auf der oberen wie auch auf der unteren Seite des lasergebohrten Kühlkanals ist eine Rissinitiierung zu beobachten (**a.**). Nach einer ersten Anrissbildung (bis 30 µm) auf der Ober- und Unterseite des Bohrloches setzt aufgrund der Zähigkeitseigenschaften von INCONEL 617 plastische Verformung ein, die durch Verformungsbänder auf der Oberfläche gekennzeichnet ist. Weiterhin können zahlreiche Oberflächenanrisse detektiert werden (**d.**). Unter weiterer Belastung kommt es zu starken Verformungen im Bereich des Bohrloches. Rissöffnung und -ausrundung sind zu beobachten (**e.**) und **f.**). In den Aufnahmen sind die Gesamtdehnungen, bezogen auf den tatsächlich vorliegenden Querschnitt, sowie die Belastung zum Zeitpunkt der Aufnahme angegeben.

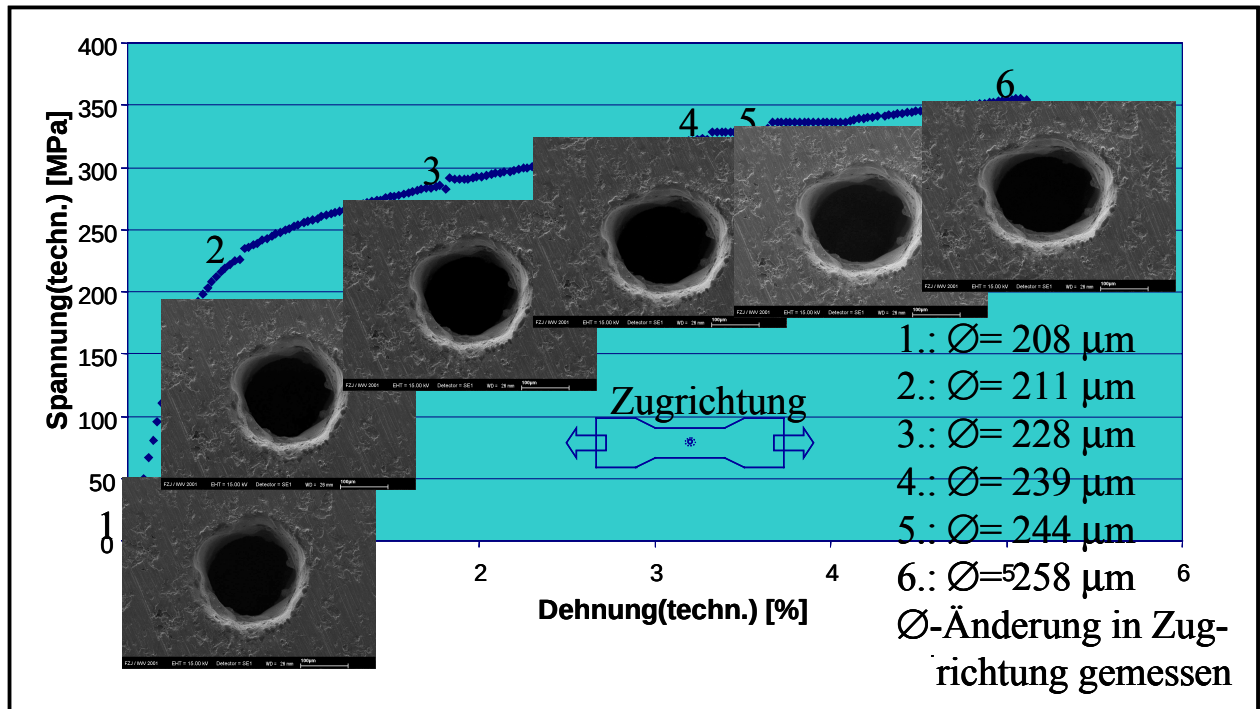


Abbildung 5.5.1: Spannungs-Dehnungs-Diagramm (technisch) bei 650°C für eine lasergebohrte Flachzugprobe

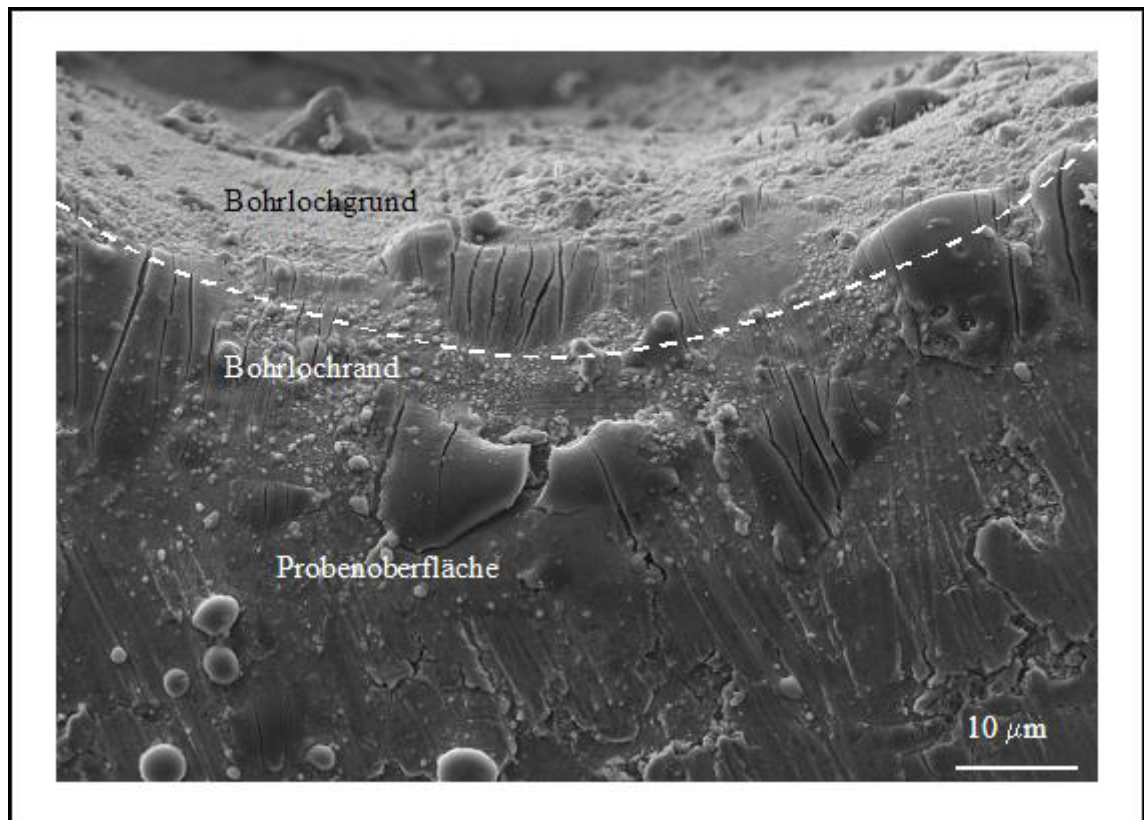


Abbildung 5.5.2: „Mikrorissinitiierung“ senkrecht zur Mode I-Belastung

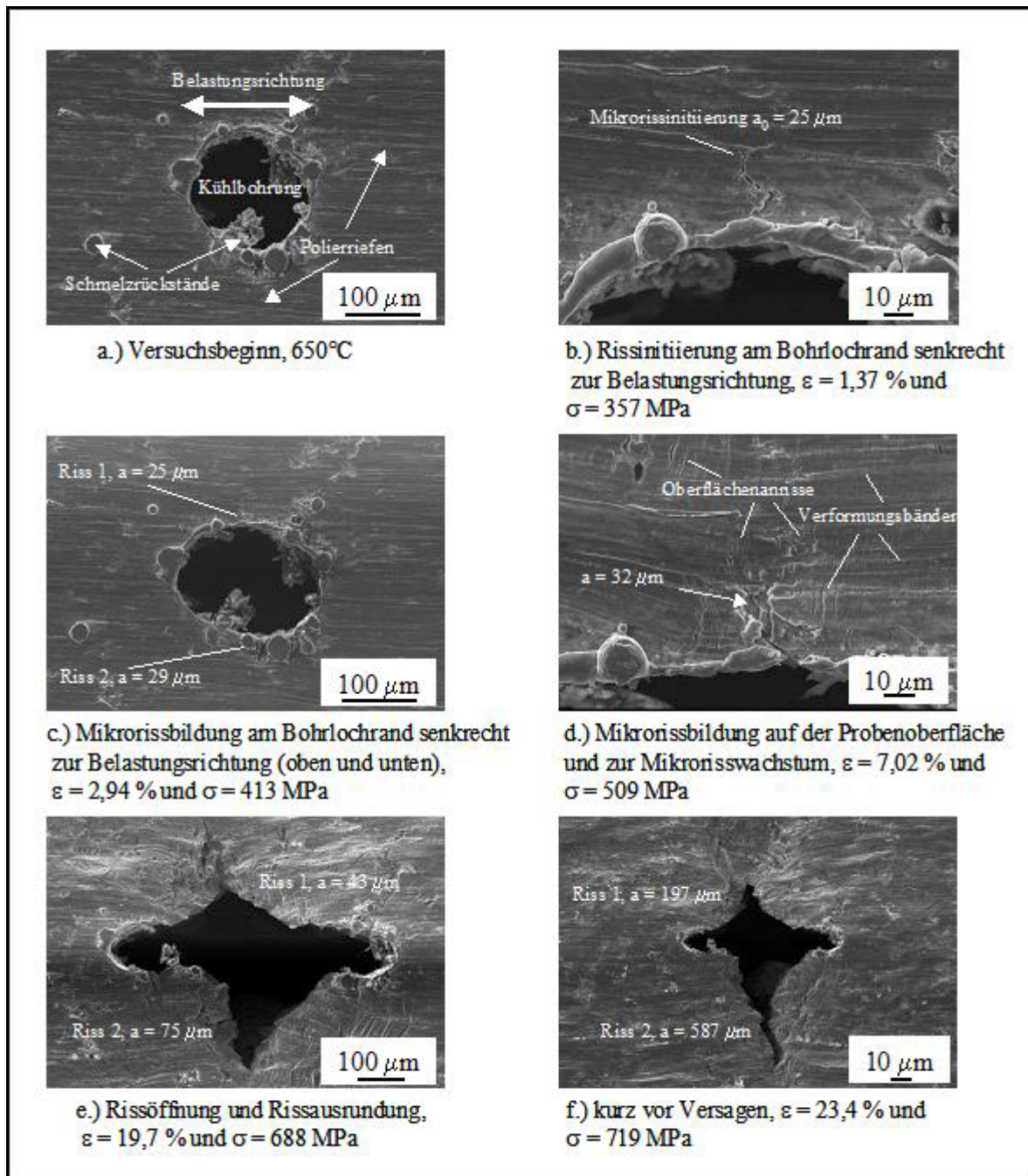


Abbildung 5.5.3: „Mikrorissinitiierung“ und Verformung an INCONEL 617 bei 650°C mit einer Laserbohrung unter einaxialer Zugbelastung

In **Abbildung 5.5.4** sind die Spannungs-Dehnungsdiagramme für INCONEL 617 und CMSX-4 aufgetragen. Die sich aus den Zugversuchen bei 650°C ergebenden mechanischen Kennwerte beider Werkstoffe sind in **Tabelle 5.5.1** wiedergegeben. Aus der geschilderten Problematik bezüglich der Versuchsführung sollen hier die Ergebnisse nur qualitativ besprochen werden. Für duktile Werkstoffe, wie INCONEL 617 bei hohen Temperaturen, lässt sich kaum ein signifikanter Einfluss der Bohrlochreihen auf das Spannungs-Dehnungs-Verhalten bzw. auf die mechanischen Eigenschaften ableiten. Während die Streckgrenzenspannungen ansteigen, sinkt die Bruchdehnung der ungebohrten Proben von 67% zu den mit fünf Bohrungen versehenen Proben auf 26% ab. Der bei 650°C noch hochfeste Werkstoff CMSX-4 weist einen deutlicheren Einfluss der Bohrungen auf die mechanischen Kennwerte auf. Die Bruchdehnungen fallen stark von 31% auf 6% ab. Auf

eine Darstellung der Ergebnisse an CMSX-4 soll an dieser Stelle verzichtet werden, da Risse nicht vor dem Versagen detektiert werden konnten, Versagen somit spontan und katastrophal auftrat.

Werkstoff	Temperatur [°C]	$R_{p0,2}$ [MPa]	$R_{p0,5}$ [MPa]	$R_{p1,0}$ [MPa]	$R_{p1,5}$ [MPa]	R_m [MPa]	Bruchdehnung [%]
ungebohrt							
INCONEL 617	650	270	290	303	306	682	67
CMSX-4	650	974	976	980	988	1000	31
eine Bohrung							
INCONEL 617	650	266	277	295	303	665	45
CMSX-4	650	891	897	900	908	1010	7
drei Bohrungen							
INCONEL 617	650	257	278	298	309	616	44
CMSX-4	650	855	876	884	901	938	6
fünf Bohrungen							
INCONEL 617	650	328	336	348	361	677	26
CMSX-4	650	---	---	---	---	---	---

Tabelle 5.5.1: Übersicht der aus „In-situ“-Zugversuchen gewonnenen mechanischen Kennwerte an INCONEL 617 und CMSX-4

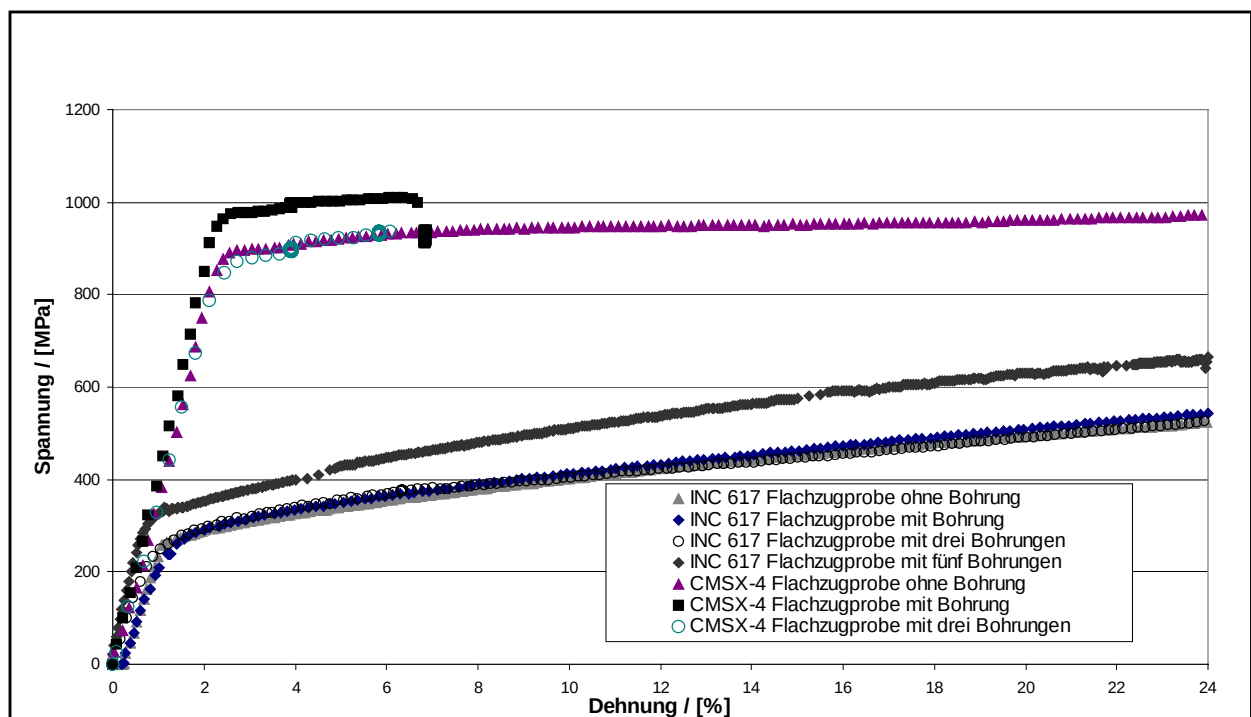


Abbildung 5.5.4: Ermittelte Spannungs-Dehnungskurven (technische) für INCONEL 617 und CMSX-4

Abbildung 5.5.5 zeigt das extreme plastische Verformungsverhalten der mit drei und fünf Bohrungen versehenen INCONEL 617 Flachzugproben. Auch hier sind wieder der Bohrlochrand und der Bohrlochgrund Startpunkte für die Rissinitiiierung, wie anhand **Abbildung 5.5.6** verdeutlicht wird. Es konnte während des Versuchs beobachtet werden, dass kontinuierlich Mikrorisse an der Ober- und Unterseite des Bohrloches gebildet werden. Ein dominanter Riss

(Größenordnung $30\text{ }\mu\text{m}$) wird bei der Zusammenlagerung vieler kleiner Mikrorisse gebildet. Die meisten Mikrorisse wachsen entweder nur sehr langsam weiter oder kommen gänzlich zum Erliegen.

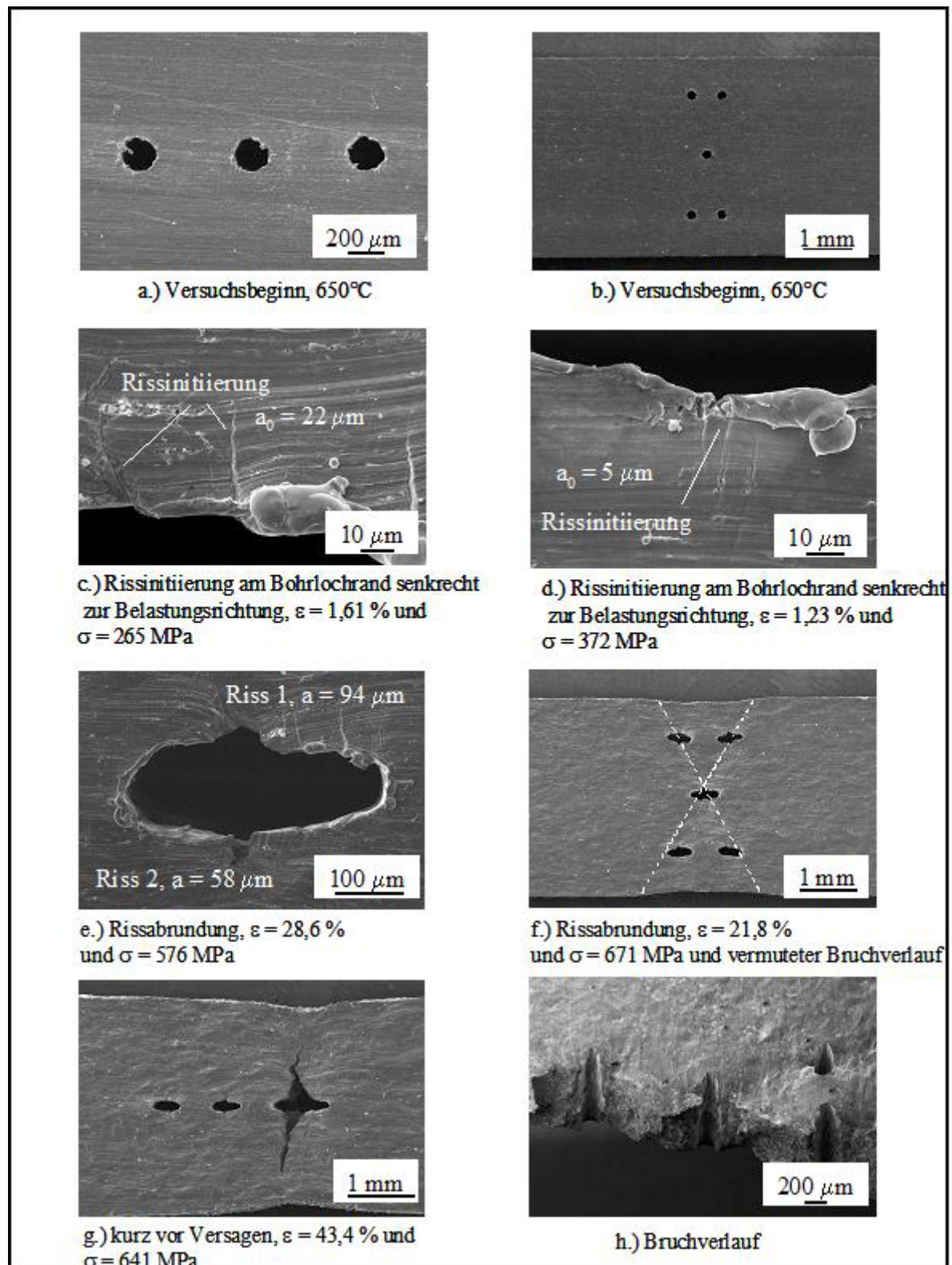


Abbildung 5.5.5: Verformungsverhalten von Flachzugproben mit drei und mit fünf Bohrungen aus INCONEL 617

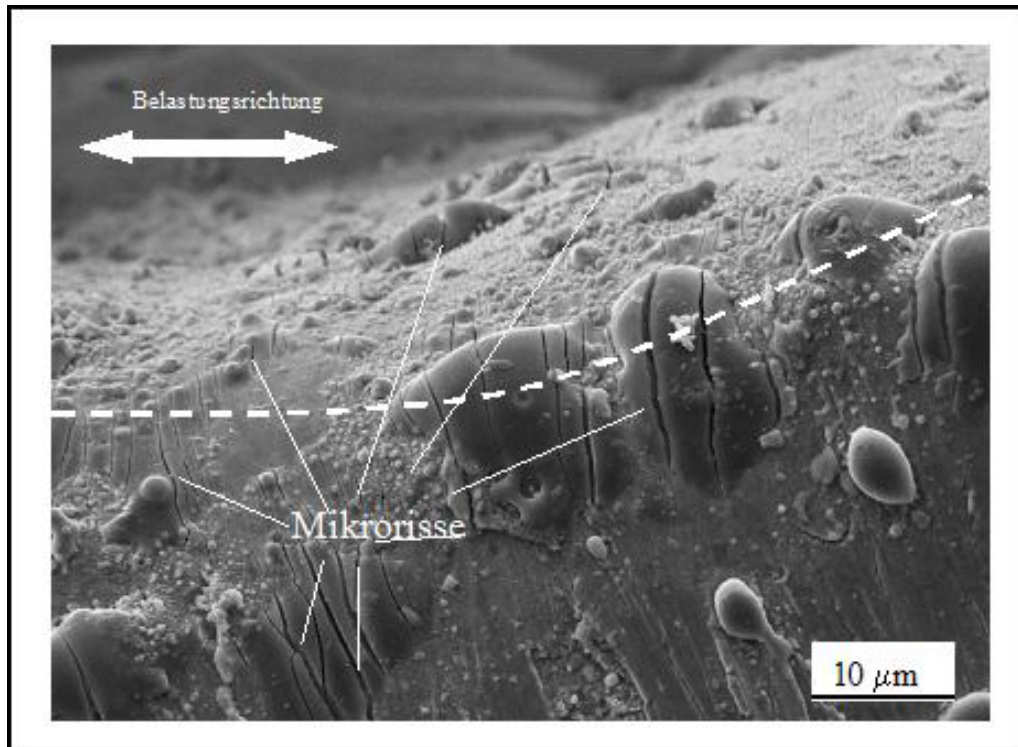


Abbildung 5.5.6: Mikrorissinitiierung an einer Flachzugprobe aus INCONEL 617 (aufgenommen an einer Probe mit fünf Bohrungen)

Die Rissinitiierung von Mikrorissen trat bei den hier untersuchten Proben in einem Gesamtdehnungsbereich von 0,8 bis 1,3% auf. Bei der Spannungsberechnung wurde die Querschnittsschwächung durch die Bohrung(en) berücksichtigt. Für Proben mit einer und mit drei Bohrungen trat Versagen senkrecht zur Hauptbelastungsrichtung ein. Unter einer Bohrlochanordnung von fünf Bohrlöchern tritt Versagen in einem Winkel von 45° auf. Die somit gewonnen Ergebnisse stützen die Finite-Element-Analysen an gebohrten Strukturen. Das duktile Versagens- und Verformungsverhalten von INCONEL 617 ist durch eine wabenförmige Bruchfläche gekennzeichnet (**Abbildung 5.5.7 a.)**). Teilweise lassen sich innerhalb solcher tiefgründiger Wabenstrukturen losgelöste Carbide vom Typ $M_{23}C_6$ detektieren (**b.)**).

Die bisherigen Ergebnisse haben gezeigt, dass ein Bohrloch im Sinne einer klassischen Bruchmechanik nicht als Riss fungiert. Die Versuche an gekerbten Bohrungen haben jedoch nicht zu den gewünschten Ergebnissen geführt. Aus **Abbildung 5.5.8** wird deutlich, dass der Kerbwiderstandsfaktor für den Werkstoff INCONEL 617 sehr hoch ist und die Kerbe über das plastische Verformungsverhalten kompensiert wird. Ein Unterschied zwischen gekerbten und ungekerbten Proben konnte somit bei diesem Werkstoff und bei 650°C nicht festgestellt werden.

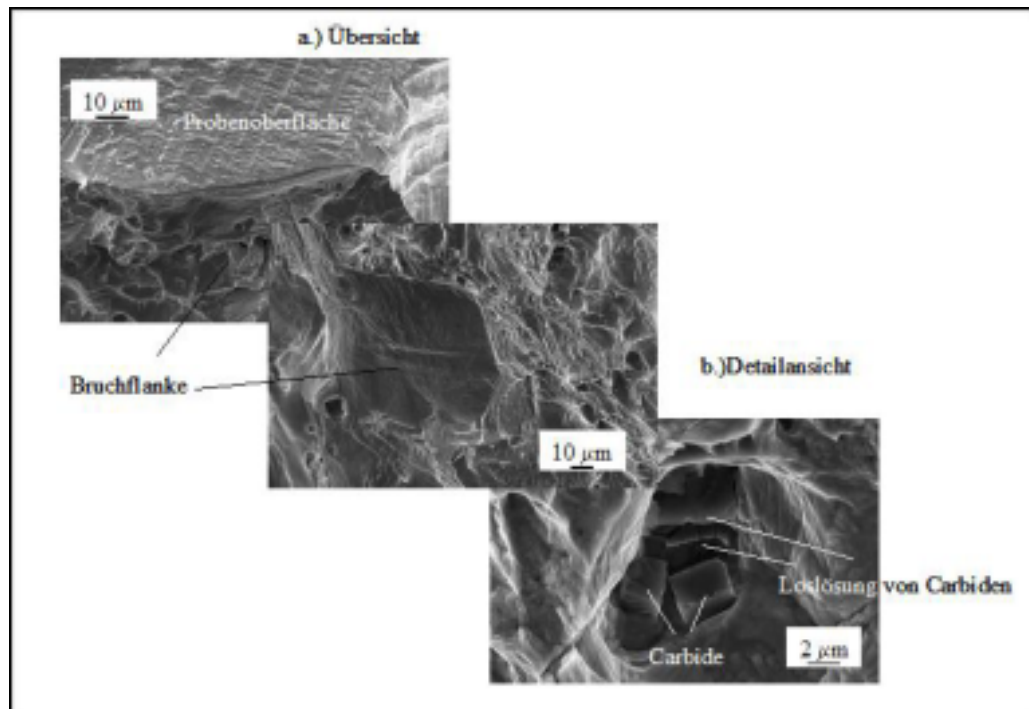


Abbildung 5.5.7: a.) Typische Bruchfläche für duktiles Werkstoffversagen (Vergrößerung aus Abb. 5.5.5 h.) und b.) Carbide innerhalb der Wabenstruktur

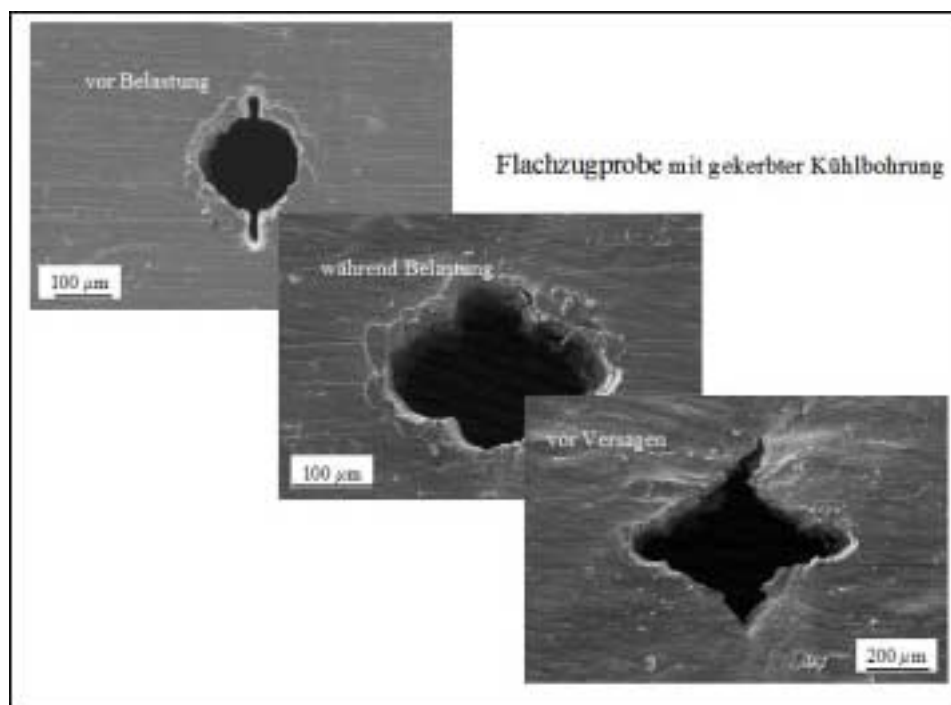


Abbildung 5.5.8: Einfluss gekerbter Bohrungen unter Zugbelastung bei 650°C an INCONEL 617

Abschließend bleibt festzuhalten, dass „In-situ“-Untersuchungen ein adäquates Mittel darstellen, um Rissinitiierung und Risswachstum beobachten zu können. Die Mikrorissinitiierung und Ausbildung eines dominanten Mikro- (Makro-) -risses, die in den hier vorgestellten Versuchen beschrieben wurden, decken sich gut mit Ergebnissen aus [113, 115] und werden in ähnlicher Weise in [114] geschildert. Gebohrte Strukturen scheinen bei Werkstoffen mit hohen Duktilitäten in Bereichen anwendungstechnischer Dehnungen keinen entscheidenden Einfluss auf das globale

Verformungsverhalten zu besitzen. Betrachtet man das gesamte Werkstoffverhalten, so ist festzuhalten, dass die erreichbaren Bruchdehnungen hochfester Werkstoffe, wie z.B. CMSX-4, deutlich abfallen. Versetzt angeordnete Bohrlochreihen, d.h. auch Bohrlochreihen senkrecht zu maximal wirkenden Normalspannungsanteilen, führen für alle untersuchten Werkstoffe zu einer deutlichen Verminderung der mechanischen Eigenschaften. Leider können die in Kapitel 3 beschriebenen Grundlagen nicht oder nur teilweise zur Beschreibung des Versagensverhaltens des hier geprüften Werkstoffes herangezogen werden.

5.6 Isotherme Korrosionsversuche und Härtemessungen

In den Kühlkanälen von Schaufeln stellt sich entlang der Wandstärke (üblicherweise 2 mm) ein Temperaturgradient ein, der durch die von innen aufgebrachte Kühlung mittels eines Kühlfluids verstärkt wird. Das Kühlgas an der Schaufelinnenseite hat hierbei eine Temperatur um die 450°C bis 500°C, während die äußere Schaufeloberfläche (Substratoberflächentemperatur mit Beschichtung) rund 1000°C erreichen kann. Aus diesem Grunde schienen isotherme Korrosionsversuche in einem Temperaturbereich zwischen 550 °C und 1000°C angebracht. Damit kann der Einfluss einer Oxidationsrate entlang der Kühlkanaloberfläche untersucht werden und Aussagen über einen möglichen Strömungsverlust auf der Schaufeloberfläche getroffen werden.

In den **Abbildungen 5.6.1** und **5.6.2** ist das isotherme Oxidationsverhalten von CMSX-4 in einem Temperaturbereich von 750°C bis 950°C unter kurz- und langzeitiger Auslagerung dargestellt.

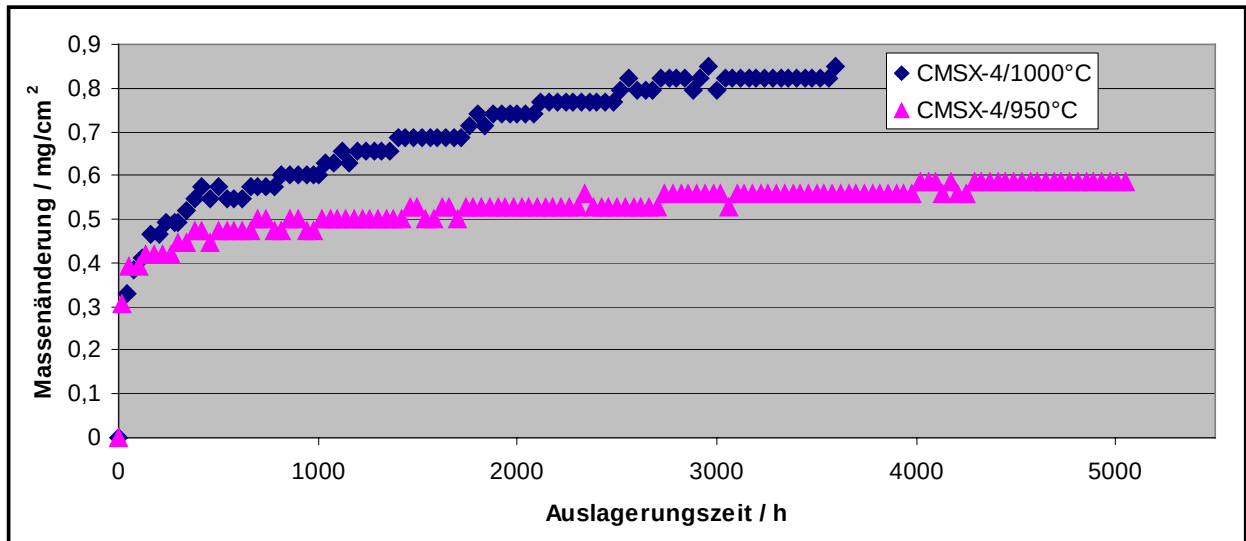


Abbildung 5.6.1: Einfluss von Temperatur und Zeit auf das isotherme Oxidationsverhalten von CMSX-4, Langzeitauslagerung, [FZJ]

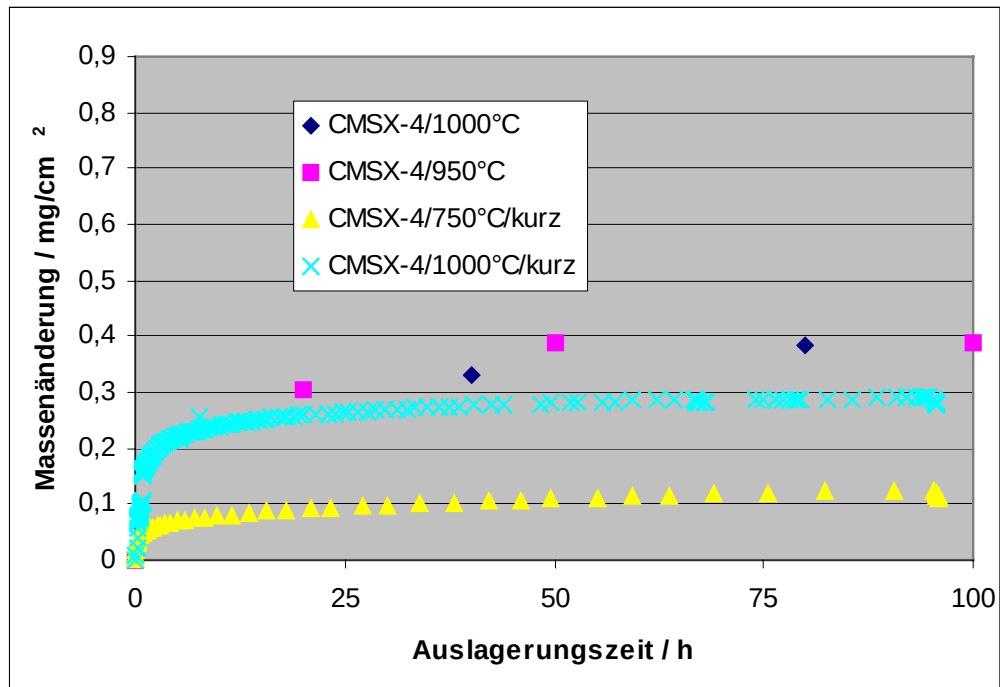


Abbildung 5.6.2: Einfluss von Temperatur und Zeit auf das isotherme Oxidationsverhalten von CMSX-4, Kurzeitauslagerung, [27]

Anhand Abbildung 5.6.2 wird deutlich, dass CMSX-4 unter Kurzeitauslagerung zwischen 8 und 15 Stunden eine schützende Oxidationsschicht bildet. Mit steigender Auslagerungstemperatur nimmt dabei die Massenänderung zu und tritt besonders deutlich bei einem Vergleich von Auslagerung unter 750°C zu 1000°C hervor. CMSX-4 bildet bei 550°C und 8 h Auslagerung sehr dünne (nur wenige Nanometer) **Abbildung 5.6.3 a.)** und poröse Oxidschichten **b.)** aus, welche sich nach 72 h Auslagerung zu homogenen Oxidschichten ausbilden, wie aus Abbildung 5.6.3 **c.)** hervorgeht. Unter 750°C zeigt die Übersichtsaufnahme bei kurzzeitiger Auslagerung keinen Unterschied zur Übersichtsaufnahme bei 550°C Auslagerung. Mittels EDX-Messungen wurde im Rasterelektronenmikroskop eine Oxidschicht aus NiO detektiert (**Abbildung 5.6.3 e.)** und **f.)** und Spektrumsanalyse **g.)**). Im Vergleich zur Auslagerung bei 550°C hat die Massenänderung natürlich zugenommen, jedoch weist auch hier die Untersuchung bei Auslagerung unter 750°C zwischen 8 und 72 Stunden keine signifikante Oxidschichtdickenzunahme mehr auf. Bestätigt also die oben gemachte Aussage zur Bildung einer schützenden Oxidschicht.

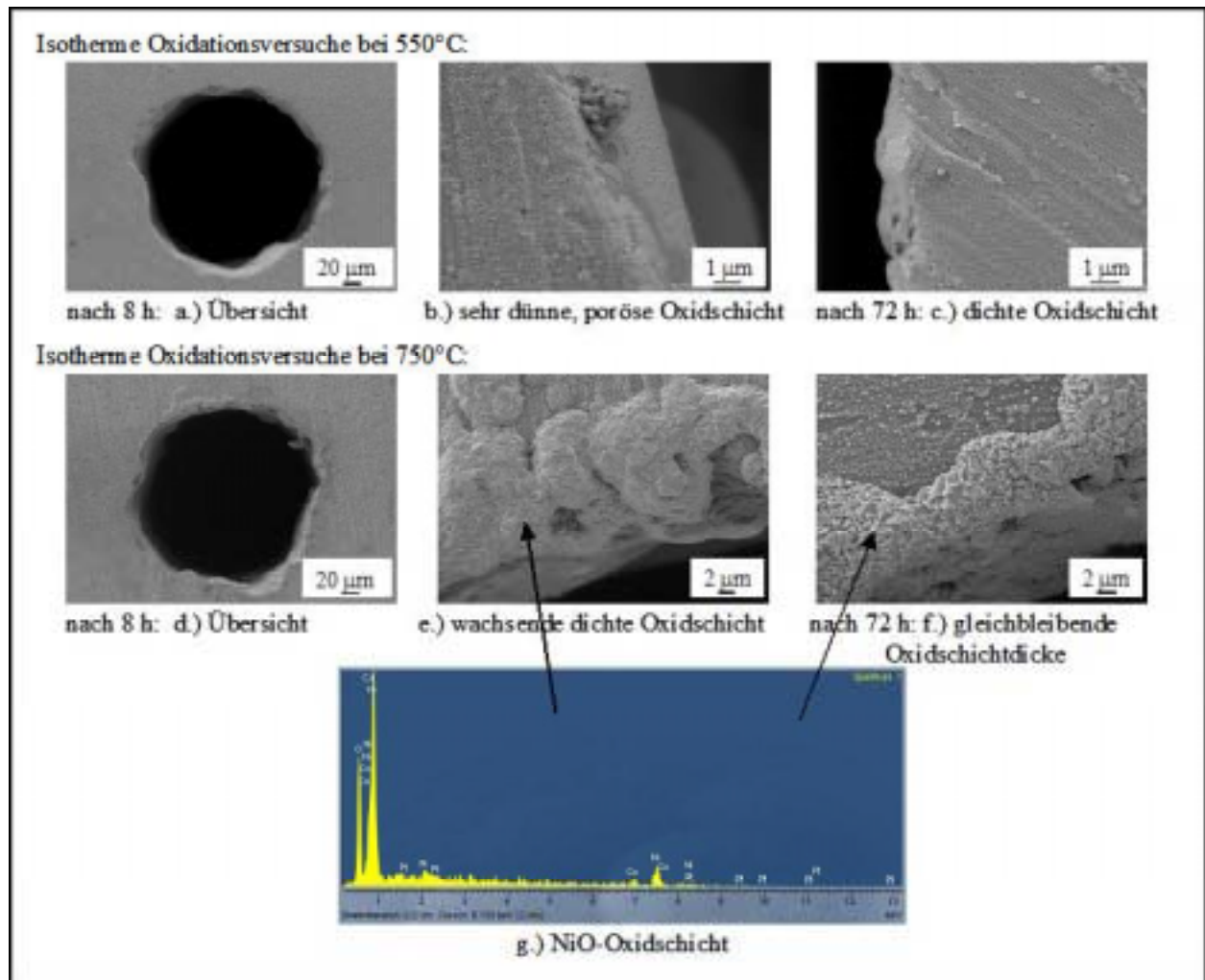


Abbildung 5.6.3: Isotherme Oxidationsversuche bei 550°C und 750°C an CMSX-4

Ein Vergleich der Übersichtsaufnahmen aus den isothermen Oxidationsversuchen bei 950 und 1000°C zeigt auch hier zwischen den unterschiedlichen Auslagerungszeiten keine weitere Zunahme der Oxidschichtdicke (**Abbildung 5.6.4**). Ein Verschluss der Bohrungen durch oxidative Prozesse kann auch hier nicht nachgewiesen werden (**Abbildung 5.6.4 a.)** und **d.)**). Die Oxidschichtdicke liegt hier bei max. 1,5 µm. Die aufgenommenen EDX-Spektren weisen die Bildung von Mischoxiden nach. Sowohl bei 950°C, wie auch unter 1000°C Auslagerung werden NiO und Al₂O₃ nachgewiesen (siehe **Spektrum 1** und **2**). Wie anhand von Spektrum 1 zu erkennen ist, kann davon ausgegangen werden, dass sich auch Cr₂O₃ bildet. Nach [130, 131] kann es unterhalb der NiO Schicht zur Bildung von Cr₂O₃ kommen. Der geringere Bildungsdruck des Systems Al/Al₂O₃ gegenüber Cr/Cr₂O₃ führt dann durch innere Oxidation zur Ausbildung einer gut haftenden und gasdichten Al₂O₃-Schicht, die eine weitere Oxidation behindert.

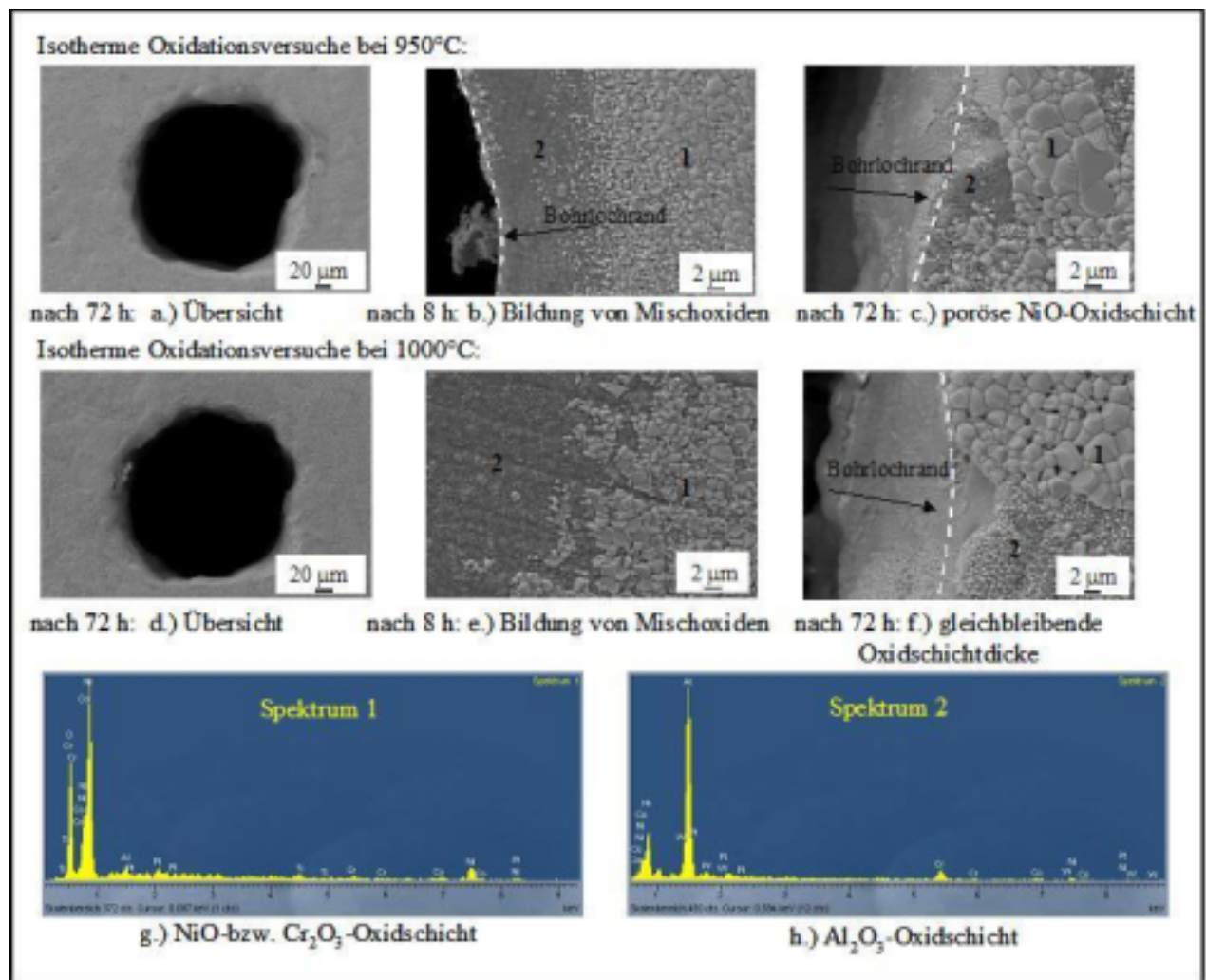


Abbildung 5.6.4: Isotherme Oxidationsversuche bei 950°C und 1000°C an CMSX-4

Ein Einfluss der Oxidation von Kühlkanälen des Werkstoffs CMSX-4 kann, wenn man die Abbildungen 5.6.1 – 5.6.4 betrachtet, als vernachlässigbar klein angesehen werden, da CMSX-4 nach ca. 15 Stunden eine stabile 1 bis 2 µm dicke Oxidschicht ausbildet.

Bei der Frage einer möglichen Schwächung eines mit lasergebohrten Kühlkanälen versehenen Bauteils ist die Rissinitiierung, ausgehend von den Bohrlöchern, eines der primären Interessensgebiete wie es in Kapitel 5.4 bis 5.5 dargestellt wurde. Mittels dem ABAQUS- und ANSYS-Programmen konnten anhand von Finite-Element-Berechnungen eindeutig Spannungsüberhöhungen senkrecht zur Hauptbelastungsrichtung um das Bohrloch nachgewiesen werden. Diese Spannungsüberhöhungen können bei Belastung zu einer Rissinitiierung senkrecht zur Hauptbelastungsrichtung führen.

Um eine mögliche Aufhärtung des Randbereiches von gebohrten Kühlkanälen ausschließen bzw. beurteilen zu können wurden an den Ein-/Austrittsöffnungen der Kühlkanäle instrumentierte Härtemessung mit einer Vickers-Diamant-Pyramide durchgeführt. Für die Härtemessung wurde eine Matrix aus 50x50 Messpunkten symmetrisch um jede Laserbohrung verteilt und systematisch abgefahren um die Härteeindrücke bzw. Härtewerte zu erhalten.

In **Abbildung 5.6.5** ist die Verteilung des Härteverlaufs wiedergegeben. Es zeigt sich eine nahezu gleichmäßige Verteilung der Härte entlang der gesamten Fläche (2x2 mm²).

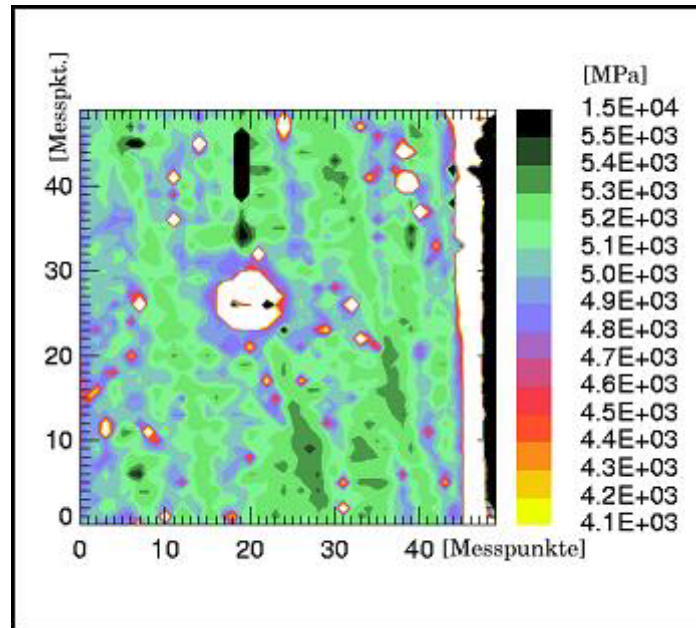


Abbildung 5.6.5: Härteverteilung um eine Laserbohrung

Insbesondere lässt sich kein signifikanter Härteanstieg um die Laserbohrung herum beobachten. Das lässt darauf schließen, dass die Wärmeindringungszone, wenn überhaupt, nur wenige Mikrometer ($< 10 \mu\text{m}$) beträgt. Diese können von dem hier eingesetzten Verfahren nicht mehr aufgelöst werden bzw. führen zu Fehlinterpretationen. Im Bereich um die Bohrung scheinen sogar niedrigere Härtewerte vorzuliegen. Das Steuerprogramm der instrumentierten Härteprüfung ließ es nicht zu die Bohrung von Eindrücken auszusparen, daher kommt es unweigerlich zu Härteeindrücken, die zu nahe an der Bohrung lagen. Diese Tatsache ist wahrscheinlich auf das Abrutschen des Eindringprüfkörpers in den Bohrlochgrund zurückzuführen (**Abbildung 5.6.6**) oder dem plastischeren Materialverhalten am Bohrlochrand.

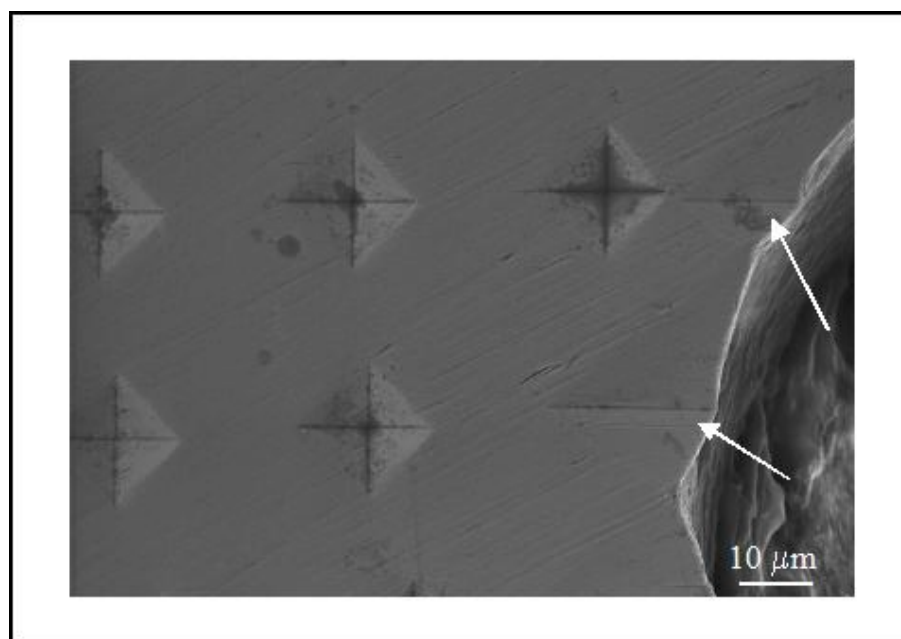


Abbildung 5.6.6: Am Bohrlochrand verteilte Härteeindrücke und plastische Verformung von CMSX-4 direkt am Rand (Pfeile)

Es konnte aber auch in diesem Zusammenhang kein Härtegradient festgestellt werden, da Schwankungen der Härtewerte dieser Größenordnung, wie sie am Bohrlochrand auftreten, im gesamten Messbereich detektiert werden. Somit ist eine Rissinitiierung durch eine Aufhärtung im Randbereich der Kühlkanäle hervorgerufen nicht denkbar.

6. Zusammenfassung

Das Verformungs- und Versagensverhalten von den Nickelbasis-Superlegierungen CMSX-4 und SX CM186LC, als einkristalline und als stängelkristalline Variante, wird bei Temperaturen bis zu 1000°C bezüglich Zugversuche, Kriecheigenschaften und Ermüdungsverhalten verglichen. Dabei ist der Einfluss der Gefügeausbildung auf die im Zugversuch ermittelten Kennwerte, auf die Kriecheigenschaften und das Ermüdungsverhalten beider Werkstoffe belegt worden. Die „In-situ“-Beobachtungen im Rasterelektronenmikroskop stellen ein adäquates Mittel dar, das Rissgeschehen um feinste Kühlbohrungen zu beobachten. Leider sind in dieser Anlage nur Temperaturen bis zu 650°C zu realisieren. Die in dieser Arbeit erzielten Resultate zur Beschreibung des Werkstoffverhaltens können herangezogen werden, die Einsatzgrenzen der untersuchten Werkstoffe als Bauteilkomponenten in modernen GUD-Kraftwerken mit Effusionskühlung zu beurteilen.

Belastungsspitzen, wie sie bei An- und Abfahrvorgängen an Bauteilkomponenten in modernen GUD-Kraftwerken auftreten können, werden unter Kurzzeitbelastung im dehnungskontrollierten Zugversuch simuliert. Von den beiden einkristallinen Werkstoffen CMSX-4 und CM186 LC unter höchster Temperaturbelastung (1000°C) zeigen Proben des Werkstoffs CMSX-4 höhere mechanische Kennwerte, als Proben aus SX CM186LC. Nach der Wärmebehandlung ist das Mikrogefüge (γ' -Größe und -Verteilung) in CMSX-4 wesentlich homogener als das von CM186LC. In den Proben dieser Werkstoffe konnte ein hoher Anteil an eutektischen Zonen (γ/γ' -Bereiche), Carbide, aber auch γ' -Vergrößerungen und Poren festgestellt werden. Diese Inhomogenitäten begünstigen die Rissinitiierung. Das Risswachstum verläuft dann zwischen der Phasengrenzfläche Carbid/Matrix hauptsächlich in den interdendritischen Bereichen. Bei niedrigen Temperaturen und hohen Spannungen werden senkrecht zur Belastungsrichtung gebrochene Carbide detektiert. Das homogene Gefüge von CMSX-4 macht den Unterschied in den Werkstoffeigenschaften der untersuchten Nickelbasis-Superlegierungen aus.

Das Zeitstandverhalten im Temperaturbereich von 750 bis 1000°C erreicht für SX CM186LC im Vergleich zu dem Zeitstandverhalten von CMSX-4 deutlich geringere Standzeiten unter gleichen Zeitstandfestigkeitswerten (nur noch etwa 50% der Standzeiten von CMSX-4).

Die in isothermen Ermüdungsversuchen erzielten Lastspielzahlen der untersuchten Werkstoffe konnten deutlich die Vorteile der einkristallinen Varianten gegenüber den stängelkristallinen Werkstoff DS CM186LC herausstellen. Für die Proben der einkristallinen Werkstoffe ist ein positiver Effekt der HVS-Beschichtung nachgewiesen worden. Dieses Verhalten konnte für DS CM186LC mit HVS-Beschichtung nicht festgestellt werden. Für die mit einer WDS-Schicht untersuchten Proben aus CMSX-4 musste ein nachteiliger Effekt auf das Ermüdungsverhalten detektiert werden. Die erreichte Lastspielanzahl von Hohlproben aus SX CM186LC sinkt gegenüber CMSX-4 auf 60 bis 80% ab. Diese Ergebnisse sind mit Ergebnissen, die im COST 522 Programm an Vollproben erzielt wurden, in der Tendenz ähnlich. Zwar liegt die Lebensdauer von Vollproben gegenüber Hohlproben deutlich höher, doch weist auch hier der Werkstoff SX CM186LC eine geringere Lastspielanzahl als CMSX-4 auf. Bei sehr hohen Gesamtdehnungsschwingbreiten erreichen die Hohlproben beider Werkstoffe eine ähnlich hohe Lastspielanzahl.

Anhand der in dieser Arbeit durchgeführten isothermen Oxidationsversuche und den aus der Literatur vorliegenden Ergebnissen zum Oxidationsverhalten von CMSX-4 kann ein oxidatives Zuwachsen der Kühlkanäle (Bohrungen) in einem Temperaturbereich von 550 bis 1000°C nicht abgeleitet werden. Ebenso konnte eine Aufhärtung der Bohrlochränder nach der Laserbohrung

nicht festgestellt werden. Eine Rissinitiierung durch vorhandene Restschmelze nach der Laserbohrung oder durch eine Wärmeeinflusszone ist für die untersuchten Bohrlochgeometrien nicht beobachtet worden.

Finite-Element-Analysen haben gezeigt, dass gebohrte Strukturen unter Last eine inhomogene Spannungsverteilung um das Lochfeld und über den Probenquerschnitt aufweisen. Am Bohrlochgrund können stets die Maximalspannungen detektiert werden, nehmen jedoch für parallel zur Hauptbelastungsrichtung ausgerichtete Bohrlochreihen kleinere Werte an. Senkrecht zur Hauptbelastungsrichtung kommt es zwischen versetzt angeordneten Bohrlochreihen zu Spannungskonzentrationen. Die Finite-Element-Ergebnisse konnten mit den im Rasterelektronenmikroskop erzielten Beobachtungen, bzgl. des im Anfangsstadium einsetzenden Rissgeschehens, bestätigt werden.

Die Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop sind für die „In-situ“-Beobachtungen des Rissgeschehens, d.h. von Rissinitiierung und Risswachstum, bestens geeignet. Die hier weiterentwickelte Versuchsführung hat gezeigt, dass der Bohrlochgrund die Rissinitiierung mit hoher Wahrscheinlichkeit begünstigt, die Rissbildung senkrecht zur Hauptbelastungsrichtung auftritt und Risswachstum entlang senkrecht zur Hauptbelastung versetzt ausgerichteter Bohrlochreihen verläuft. In Dehnungsbereichen mit Gesamtdehnungen kleiner 1%, konnte ein Einfluss auf das mechanische Werkstoffverhalten gebohrter Strukturen bei dem duktilen Werkstoff INCONEL 617 und dem hochfesten Werkstoff CMSX-4 nicht nachgewiesen werden. Versetzt angeordnete Bohrlochreihen, d.h. Bohrlochreihenordnungen senkrecht zu maximal wirkenden Normalspannungsanteilen, führen für alle untersuchten Werkstoffe zu einer deutlichen Verminderung der Bruchdehnung. Durch das „Setzen“ von Bohrlochreihen nimmt die Gesamtverformbarkeit des lastabtragenden Querschnitts einer einkristallinen Probe (CMSX-4) ab.

Die Mikrorissinitiierung und Ausbildung eines dominanten Mikro- (Makro-) -risses, die in den hier vorgestellten Untersuchungen beschrieben wurden, können anhand von Ergebnissen aus neuerer Literatur bestätigt werden. Allerdings stellt die hier geschilderte „In-situ“-Untersuchung ein Novum dar, da die in der Literatur erzielten Ergebnisse erst an Nachuntersuchungen erzielt werden. Die in dieser Arbeit aufgeführten Ergebnisse wurden ausschließlich während der Versuchsdurchführung „In-situ“ im Rasterelektronenmikroskop aufgenommen.

Eine Beurteilung der Bohrlochgeometrien unter Berücksichtigung der klassischen Bruchmechanik, d.h. als Mikrorisse, konnte nicht aufrecht erhalten werden. Im Sinne der klassischen Bruchmechanik sind die Bohrungen nicht als mögliche Anrisse zu interpretieren, bzw. konnte der Bohrlochdurchmesser nicht mit einer technischen Risslänge gleichgesetzt werden. Das Erreichen einer technischen Risslänge ist bei den hier verwendeten Proben mit deren Versagen gleichzusetzen.

Auch konnte das Rissgeschehen im Sinne einer Schädigungsmechanik nicht interpretiert werden. Das Versagen gebohrter Proben war nicht, wie bei *Kachanov* durch die Bildung, das Wachstum und die Koaleszens von Hohlräumen, zu beschreiben. Senkrecht zur Belastungsrichtung kommt es zu Spannungsüberhöhungen innerhalb der Bohrlochgründe, die auch mittels FE-Berechnungen im „ABAQUS“- und „ANSYS“-Programm nachgewiesen werden konnten. Die Mikrorissentstehung kann folglich auf die in den Bohrlochgründen vorliegenden Spannungsüberhöhungen zurückgeführt werden. Diese Mikrorisse (< 10 bis $15 \mu\text{m}$) sind meist nicht wachstumsfähig. Es war nicht herauszuarbeiten welcher Mikroriss zum Versagen führenden Makroriss wird.

Im Hinblick auf die hier vorgestellten Ergebnisse kann für den Werkstoff CMSX-4 eine maximale Oberflächentemperatur von etwa 950°C und für SX CM186LC von etwa 900°C für den Einsatz in modernen GUD-Kraftwerken mit effusionsgeköhlten Turbinenschaufeln abgeleitet werden.

7. Literaturverzeichnis

- [1] Becker B.:
Potential Benefits of Advanced Materials for Performance and Life Cycle Cost of Large Industrial Gas Turbines; Proceedings of the 5th International Charles Parsons Turbine Conference; 19XX; pp. 658 - 670
- [2] Schulenberg T.:
New development in land- based gas turbine technology; Proceedings of the 6th Liege Conference, Ed.: J. Lecomte-Beckers, F. Schubert, P. J. Ennis, Schriften des Forschungszentrums Jülich, Reihe Energietechnik / Energy Technology, Vol. 5, Part II; 1998; pp. 849 - 860
- [3] Voß A.:
Nachhaltigkeit in der Energieversorgung – Relevante Stromerzeugungstechniken auf dem Prüfstand; VGB Kraftwerkstechnik; 1999; S. 25 - 29
- [4] Teenhaus R., Schubert F.:
The Impact of Materials Research for Energy Technologies; Proceedings of the 6th Liege Conference, Ed.: J. Lecomte-Beckers, F. Schubert, P. J. Ennis, Schriften des Forschungszentrums Jülich, Reihe Energietechnik / Energy Technology, Vol. 5, Part III; 1998; pp. 1769 – 1788
- [5] Vollmer H.:
Primärenergieverbrauch in Westeuropa: Stand, Ausblick und Bereitstellung nach Energieträgern; VGB Kraftwerkstechnik; 1999; S. 46 - 50
- [6] Bohn D.:
Wärme-, Kraft- und Arbeitsmaschinen; Vorlesungsskript, Institut für Gas- und Dampfturbinen; RWTH Aachen; 2000
- [7] Singheiser L.:
Fortschrittliche Werkstoffe für Flugzeuge und Kraftwerke; HGF Forschungsthemen 9, Material und Technologie; 1998; S. 16 - 17
- [8] Tand R.:
Fossilbefeuerte Kraftwerke bleiben tragende Schächten bei der Energieerzeugung; Siemens Power Journal 11; 1997
- [9] Betteridge D. F.:
Coatings for Aero and Industrial Gas Turbines; Proc. 8th Int. Symp. on Superalloys, "Superalloys 1996", Ed.: Kissinger, R. D., Deye, D. J., Anton, D. L., Cetel, A. D., Nathal, M. V., Pollock, T. M., and Woodford, D. A., The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA; 1996
- [10] Schulenberg T.:
Zuverlässige Gasturbinen; Vorlesung am Institut für Thermische Strömungsmaschinen, Universität Karlsruhe; 2001

- [11] McLean M.:
Characterisation of High Temperature Materials; Metals and Materials; 1988; pp. 571 – 583
- [12] Ma, D., Sahm, P. R.:
Untersuchung des Erstarrungsvorgangs der gerichtet erstarrten Superlegierung CMSX-6; Zeitschrift für Metallkunde 86; 1995; pp. 767 – 768
- [13] Ma, D., Sahm, P. R.:
Einkristallerstarrung der Ni-Basis-Superlegierung SRR 99; Zeitschrift für Metallkunde 86; 1991; pp. 767 – 768
- [14] Singer, R. F.:
Advanced Materials and Processes for Land-Based Gas Turbines; Materials for Advanced Power Engineering, Kluwer Academic Publishers; 1994, pp. 1707 – 1729
- [15] Ludwig, A.; Wagner, I.; Laakmann, J.; Sahm, P. R.:
Undercooling of Superalloy Melts: Basis of a New Manufacturing Technique for Single-Crystal Turbine Blades; Materials Science and Engineering A178; 1994; pp. 299 – 303
- [16] Vallés, J. L.; Arrell, D. J.:
Simulation of Precipitate Coalescence in the Solidification Structure of Superalloys; Comp. Mater. Sci. 9; 1997; pp. 218 – 228
- [17] Krug, P.:
Einfluss einer Flüssigmetallkühlung auf die Mikrostruktur gerichtet erstarrter Superlegierungen; Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg; 1998
- [18] Goldschmidt, D.:
Einkristalline Gasturbinenschaufeln aus Nickelbasis-Legierungen, Teil II: Wärmebehandlung und Eigenschaften; Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 25; 1994; pp. 373 – 382
- [19] Anton, D. L.:
Low Cyle Fatigue Characteristics of <001> and Randomly Aligned Superalloy Single Crystals, Acta Metallurgica et Materialia 32; 1984; pp. 1669 – 1679
- [20] Goldschmidt, D.:
Single-Crystal Blades, Materials for Advanced Power Engineering 1994; 1994; pp. 666 – 674
- [21] Pollock, T. M.; Murphy, W. H.; Goldman, E. H.; Uram, D. L.; Tu, J. S.:
Grain Defect Formation during Directional Solidification of Nickel Base Single Crystals, Superalloys 1992, The Metallurgical Society; 1992; pp. 285 – 294

- [22] Blum, F.; Benson, J. M.; Stander, C. M.:
The Effect of Cooling Rate on the γ -Size in Single Crystal Nickel-Base Superalloys; Journal of Materials Science Letters 13;1994; pp. 1213 – 1214
- [23] Lonschien, B.; Penkalla, H. J.; Schubert, F.; Nickel, H.:
Erarbeitung einer gefügeabhängigen Beschreibung des Hochtemperatur-Verformungsverhaltens des Turbinenwerkstoffes IN 738 LC; Berichte des Forschungszentrums Jülich, Jül-2466; 1991
- [24] Malow, T.; Zhu, J.; Wahi, R.P.:
Influence of Heat Treatment on the Microstructure of the Single-Crystal Nickel-Base Superalloy SC 16; Zeitschrift für Metallkunde 85; 1994; pp. 9 - 19
- [25] Schneider, W.:
Hochtemperaturkriechverhalten und Mikrostruktur der einkristallinen Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4 bei Temperaturen von 800 °C bis 1100°C; Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg; 1993
- [26] Fleury G., Schubert F.:
Anisotrope Stoffgesetze für das viskoplastische Verformungsverhalten der einkristallinen Superlegierung CMSX-4; Institut für Werkstoffe und Verfahren der Energietechnik, Forschungszentrum Jülich GmbH, Jül-3436; September 1997
- [27] Rieck T.:
Wachstum kleiner Risse bei hohen Temperaturen und Zug-Schwellbeanspruchung in den einkristallinen Superlegierungen CMSX-4 und SC16; Institut für Werkstoffe und Verfahren der Energietechnik, Forschungszentrum Jülich GmbH, Jül-3436; September 1997
- [28] Dariola, R.; Lahrmann, D. F.; Field, R. D.:
Formation of topologically closet packed phases in nickel base single crystal superalloys, Proc. 6th Int. Symp. on Superalloys, "Superalloys 1988", Ed.: Reichmann, S.; Duhl, D. N.; Maurer, G.; Antolovich and Lund, C.; The Metallurgical Society of AIME, Warrendale, PA; 1988; pp. 255 – 267
- [29] Giamei, A. F.; Anton, D. L.:
Metall. Trans. 16A; 1997; pp. 38-49
- [30] Walston W.S. et.al.:
Rene N6: Third Generation Single Crystal Superalloy; Proc. 8th Int. Symp. on Superalloys, "Superalloys 1996", Ed.: Kissinger, R. D., Deye, D. J., Anton, D. L., Cetel, A. D., Nathal, M. V., Pollock, T. M., and Woodford, D. A., The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA; 1996; pp. 27 - 34
- [31] Erickson G. L.:
The Developemnet and Application of CMSX-10; Proc. 8th Int. Symp. on Superalloys, "Superalloys 1996", Ed.: Kissinger, R. D., Deye, D. J., Anton, D. L., Cetel, A. D., Nathal, M. V., Pollock, T. M., and Woodford, D. A., The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA; 1996; pp. 35 - 44

- [32] Hino T., Kobayashi T., Koizumi Y., Harada H., Yamagata T.:
Development Of A New Single Crystal Superalloy For Industrial Gas Turbines; Proc. 9th Int. Symp. on Superalloys, "Superalloys 2000", Ed.: Pollock, T. M.; Kissinger, R. D., Bowman, R. R.; Green, K. A.; McLean, M.; Olson, S. L. and Schirra, J. J., The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA; 2000; pp. 726 - 736
- [33] Argence D., Vernault C., Desvallées Y., Fournier D.:
MC-NG: A 4th Generation Single-Crystal Superalloy For Future Aeronautical Turbine Blades And Vanes; Proc. 9th Int. Symp. on Superalloys, "Superalloys 2000", Ed.: Pollock, T. M.; Kissinger, R. D., Bowman, R. R.; Green, K. A.; McLean, M.; Olson, S. L. and Schirra, J. J., The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA; 2000; pp. 829 - 837
- [34] Gell M., Duhl D. N., Giamei A. F.:
The Development of Single Crystal Superalloy Turbine Blades; "Superalloys 1988", Ed.: Pollock, T. M.; Kissinger, R. D., Bowman, R. R.; Green, K. A.; McLean, M.; Olson, S. L. and Schirra, J. J., The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA; 1988; pp. 205 - 214
- [35] Holmes J.W., O'Hara K. S.:
ASTM STP 942; ASTM, Philadelphia, PA; 1988; pp. 672 - 691
- [36] Ford D. A., Arthey R. P.:
Development of Single Crystal Alloys for Specific Engine Application; "Superalloys 1984", Ed.: Pollock, T. M.; Kissinger, R. D., Bowman, R. R.; Green, K. A.; McLean, M.; Olson, S. L. and Schirra, J. J., The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA; 1984; pp. 115 – 124
- [37] Caron P.:
High γ Solvus New Generation Nickel-Based Superalloys for Single Crystal Turbine Blade Applications; Proc. 9th Int. Symp. on Superalloys, "Superalloys 2000", Ed.: Pollock, T. M.; Kissinger, R. D., Bowman, R. R.; Green, K. A.; McLean, M.; Olson, S. L. and Schirra, J. J., The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA; 2000; pp. 737 - 746
- [38] Harris K., Erickson G. L.:
U.S. patent 4, 582, 548-CMSX-2 Alloy; Cannon-Muskegon Corporation
- [39] Harris K., Erickson G. L.:
U.S. patent 4, 721, 540-CMSX-6 Alloy; Cannon-Muskegon Corporation
- [40] Erickson G. L.:
U.S. patent 5, 489, 356-CMSX-11B Alloy; Cannon-Muskegon Corporation
- [41] Erikson G. L.:
The Developemnet of CMSX-11B and CMSX-11C; Proc. 8th Int. Symp. on Superalloys, "Superalloys 1996", Ed.: Kissinger, R. D., Deye, D. J., Anton, D. L., Cetel, A. D., Nathal, M. V., Pollock, T. M., and Woodford, D. A., The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA; 1996; pp. 45 - 52

- [42] Zhongtang W., Zhongyuan W., Dehou C.:
Composition Design and Experimental Study of Single Crystal Alloy DD3; Acta Metallurgica Sinica, 23 (4); 1987; pp. B171 – B178
- [43] Duhl D. N., Cetel A. D.:
U.S. patent 4, 719, 080-PWA1484 Alloy; United Technologies Corporation
- [44] Wukusick C. S., Buchakjian L.:
Improved Property Balanced Nickel-base Superalloy for Producing Single Crystal Articles – René N5; U. K. Patent Appl. GB2235697
- [45] Harris K., Erickson G. L.:
U.S. patent 4, 643, 782-CMSX-4 Alloy; Cannon-Muskegon Corporation
- [46] Helmink, R. C., Testin, R. A., Price, A. R., et al.:
Advanced superalloys and tailored microstructures for integrally cast turbine wheels; Proc. 9th Int. Symp. on Superalloys, “Superalloys 2000”, Ed.: Pollock, T. M., Kissinger, R. D., Bowman, R. R., Green, K. A., McLean, M., Olson, S. L., Schirra, J. J., The Minerals, Metals and Materials Society, Seven Springs, PA; 2000; pp.: 171 – 179
- [47] Nguyen-Dinh X.:
U.S. patent 4, 935, 072-SC 180 Alloy; Allied-Signal, Inc.
- [48] Jiarong L., Zhengang Z., Dingzhong T.:
Low Cost Second Generation Single Crystal Superalloy DD6; Acta Metallurgica Sinica, 35 (Suppl. 2); 1999; pp. S266 – S269
- [49] Walston W. S., Ross E. W., O’Hara K. S., Pollock T. M.:
U.S. patent 5, 455, 120-René N6 Alloy; General Electric Company
- [50] Burckhorst, M.:
ABC Energie, <http://www.energie-info.de/gud-kraf.html>; 2002
- [51] Döpper G. G.:
Neue Aspekte zum Aufbringen von Hochtemperaturschichtsystemen auf Gasturbinenschaufeln mit dem Elektronenstrahlbedampfen (EB-PVD); Dissertation RWTH Aachen, Lehr- und Forschungsgebiet Werkstoffwissenschaften; 1998
- [52] Wigren J., Pejryd L.:
Thermal Barrier Coatings – Why, How, Where and Where to; Proc. 15th Int. Thermal Spray Conference, Nice, France; 1998; pp. 1531 - 1542
- [53] Gill B. J., Tucker R. C.:
Plasma Spray Coating Processes; Mat. Sci. technol.. 2; 1986; pp. 207 - 213
- [54] Wilms V.:
Beschichten von Turbinenkomponenten mittels Elektronenstrahldampfen (EB-PVD) und Niederdruckplasmaspritzen (LPPS) – ein Vergleich; Metall 44; 1990; pp. 258 - 265

- [55] Lugscheider E., Erirt U., v. Hayn G., Neuschütz D., Müller, J.:
Investigations on the deposition and the efficiency of a multilayer high temperature coating system for gas turbine blades; ASME 99-GT-448, International Gas Turbine and Aeroengine Congress and Exhibition, Indianapolis, Indiana; 1999
- [56] Izquierdo P.:
Untersuchungen zur Verstärkung von plasmagespritzten Wärmedämmschichten durch die Einstellung einer geeigneten Gefügestruktur; Dissertation RWTH Aachen, Lehr- und Forschungsgebiet Werkstoffwissenschaften; 1998
- [57] Rühle M., Heuer A. H.:
Phase Transformations in ZrO₂-containing ceramics: II – The Martensitic Reaction in t-ZrO₂; Science and Technology of Zirconia II, Adv. in Ceramics, ed. by Claussen N., Rühle M., Heuer A. H., The Am. Ceram. Society, Vol. 12; 1984; pp. 14 - 32
- [58] Miller R. A.:
Thermal Barrier Coatings for Aircraft Engines: History and Directions; Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 6 (1); 1997; pp. 35 - 42
- [59] Kowalewsky R.:
Thermomechanische Ermüdung einer beschichteten, stängelkristallinen Nickelbasis-Superlegierung; VDI Fortschrittsberichte, Reihe 18: Mechanik/Bruchmechanik, Nr. 212
- [60] Johner G., Wilms V.:
Niederdruck-Plasmaspritzen Einsatzmöglichkeiten und Grenzen; VDI-Berichte 670; 1988; pp. 811- 824
- [61] Nabarro, F. R. N.:
Rafting in Superalloys; Metall. Mater. Trans. 27A ; 1996; pp. 513 - 530
- [62] Fredholm, A., Strudel, J. L.:
On the Creep Resistance of some Nickel Base Single Crystals; Proc. 5th Int. Symp. on Superalloys, "Superalloys 1984", Ed.: Gell, M., Kortovich, C. S., Bricknell, R. H., Kent, W. B. and Radavich, J. F., The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA; 1984; pp. 211 - 220
- [63] Völkl, R.; Glatzel, U.; Feller-Kniepmeier, M.:
Measurement of the lattice misfit in the single crystal nickel based superalloys CMSX-4, SRR99 and SC16 by convergent beam electron diffraction; Acta mater. Vol. 46, No. 12, Acta Metallurgica Inc.; 1998; pp. 4395 - 4404
- [64] Khan, T.:
Advanced materials and processing techniques for structural applications; ASM European symposium on advanced materials and processing techniques for structural applications; ASM International, Paris; 1987; pp. 552 - 561

- [65] Sengupta et al.:
Tensile Behavior of a New Single Crystal Nickel-Based Superalloy (CMSX-4) at Room and Elevated Temperatures; Journal of Materials Engineering and Performances Vol. 3 (5); 1994; pp. 664 - 672
- [66] Nathal, M. V.; Mac Kay, R. A.; Miner, R. V.:
Influence of Precipitate Morphology on Intermediate Temperature Creep Properties of a Nickel-Base Superalloy Single Crystal; Metall. Transaction A, 20; 1989; pp. 133 – 141
- [67] Feller-Kniepmeier, M.; Link, T.:
Mater. Sci. Eng., A113; 1989; pp. 191 – 209
- [68] Keller, R. R.; Maier, H. J.; Mughrabi, H.:
Scripta Metall. Et Mater., 28; 1993 ; pp. 23 - 35
- [69] Hammer, J.; Mughrabi, H.:
Advanced Materials and Processes, Proceedings of the First European Conference on Advanced Materials and Processes, Aachen Germany, Hrsg.: H.E. Exner und V. Schumacher, Vol. 1: Advanced Processing and High Temperature Materials, Co-Hrsg.: D. Driver und H. Mughrabi, DGM Informationsgesellschaft, Oberursel; 1990; pp. 445
- [70] Biermann H.:
Ursachen und Auswirkungen der gerichteten Vergrößerung (“Floßbildung”) in einkristallinen Nickelbasis-Superlegierungen; Fortschrittsberichte VDI Reihe 5, Nr. 550; Düsseldorf: VDI Verlag; 1999
- [71] Scheunemann-Frerker, G.; Gabrisch, H.; Feller-Kniepmeier, M.:
Dislocation microstructure in a Single-Crystal Nickel-Based Superalloy after Tensile Testing at 823 K in the [001] direction; Philosophical Magazine A, 65; 1992; pp. 1353 – 1368
- [72] Schubert, F.:
Mechanische Eigenschaften von Superlegierungen; Vortrag anl. VDI-Tagungsreihe Werkstoffe im Vergleich, Teil IV: Hochtemperaturverhalten, Forschungszentrum Jülich GmbH, TN 96/87; 1987
- [73] MacKay, R., Maier, R. D.:
The Influence of Orientation on the Stress Rupture Properties of Nickel-Base Superalloy Single Crystals; Metallurgical Transaction 13A; 1982; pp. 1747 – 1754
- [74] Caron, P.; Ohta, Y.; Nakagawa, Y. G.; Khan, T.:
Creep deformation anisotropy in single crystal superalloys, Proc. 6th Int. Symp. on Superalloys, “Superalloys 1988”, Ed.: Reichmann, S.; Duhl, D. N.; Maurer, G.; Antolovich and Lund, C.; The Metallurgical Society of AIME, Warrendale, PA; 1988; pp. 215 - 224

- [75] Kloos, K.H., Granacher, J., Kirchner, H.:
Mechanische Verhalten des Schutzschicht-Grundwerkstoff-Verbundes von Gasturbinenschaufeln unter betriebsähnlicher zyklischer Beanspruchung, Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 25; 1994; pp. 209 - 217
- [76] Granacher, J.:
Zeitlich veränderliche Beanspruchung bei erhöhter Temperatur, Bericht zum Kontaktstudium Werkstoffkunde Eisen und Stahl III, Verlag Stahleisen mbH Düsseldorf; 1980; pp. 324 - 377
- [77] N.N.:
ASTM-Standard E 513-74: **Constant Amplitude, Low-Cycle Fatigue Testing**
- [78] Burbach, J.:
Technische Mitteilungen Fa. Krupp, Forschungsbericht Band 28; 1970; pp. 55 - 101
- [79] Kloos, K. H., Granacher, J., Rieth, P.:
Untersuchungen des betriebsähnlichen Hochtemperaturdehnwechselverhaltens, Arch Eisenhüttenwesen 55; 1984; pp. 441 - 446
- [80] Raske, D.T., Morrow, J. D.:
ASTM STP 465; 1969; pp. 1 - 25
- [81] Klingelhöffer, H.:
Rissfortschritt und Lebensdauer bei Hochtemperatur Low Cycle Fatigue in korrosiven Gasen, Fortschr.-Ber. VDI Reihe 5 Nr. 336, Düsseldorf; 1994
- [82] Ott, M., Mughrabi, H.:
Dependence of the high temperature low-cycle-fatigue behaviour of the monocrystalline nickel-base superalloys CMSX-4 and CMSX-6 on the γ/γ' -morphology, Materials Science and Engineering A272; 1999; pp. 24 - 30
- [83] Biermann, H., Tetzlaff, U., Mughrabi, H., von Grossmann, B. et al.:
Investigation on the origin and effect of anomalous rafting, Proc. of the 9th International Symposium on Superalloys, ed. Pollock, T. M. et al., The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA; 2000; pp. 525 - 534
- [84] Bressers, B., Arrell, D. J., Ostolaza, K. M., Vallés, J. L.:
Materials Science and Engineering A220; 1996; pp. 147
- [85] Biermann, H., Tetzlaff, U., von Grossmann, B., Mughrabi, H.:
Rafting in monocrystalline nickel-base superalloys induced by shot peening, Scripta mater. 43; 2000; pp. 807 - 812
- [86] Macherauch, E.:
Grundprinzipien der Bruchmechanik; In: Gefüge und Bruch, Berichte über Fortschritte in der Werkstoffprüfung, Hrsg.: Maurer, K. L.; Fischmeister, H.; Stuttgart, Gebrüder Borntraeger Berlin; 1977; pp. 3 - 37

- [87] Blumenauer, H., Pusch, G.:
Technische Bruchmechanik; Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig
Stuttgart, 3. Ausgabe; 1993
- [88] Blauel, J., Kalthoff, J., Sommer, E.:
Die Bruchmechanik als Grundlage für das Verständnis des Festigkeitsverhaltens; Sonderdruck aus „Materialprüfung“, 12 (3); 1977; pp. 69 – 76
- [89] Granacher, J., Tscheuschner, R., Maile, K., Eckert, W., Ewald, J.:
Ermittlung und Beschreibung des Risseinleitungs- und Risswachstumsverhalten bei hohen Temperaturen; 20 Jahre DVM-Arbeitskreis Bruchvorgänge – Bruchmechanische Kennwerte für die Bauteilbewertung, DVM; 1989; pp. 319 - 353
- [90] Riedel, H.:
Fracture at High Temperature, Springer Verlag; 1987
- [91] Kachanov, L. M.:
Introduction to continuum damage mechanics, Nijhoff Verlag; Dordrecht; 1986
- [92] Altenbach, H., Blumenauer, H.:
Grundlagen und Anwendungen der Schädigungsmechanik, Neue Hütte, 34 (6); 1987; pp. 214 - 219
- [93] Anderson, T. L.:
Fracture mechanics: Fundamentals and applications, CRC, Boca Raton, Fla; 1991
- [94] Chaboche, J. L.:
Proc. XVII. IUTAM-Congress, Grenoble; 1988
- [95] Gross, D., Becker, W.:
VIII. Symposium: Verformung und Bruch, Magdeburg; 1988
- [96] Coleman, B. D., Gurtin, M. E.:
Journal Chem. Phys., New York 47 (2); 1967; pp. 597 - 613
- [97] Lemaitre, J., Dufailly, J.:
Engin. Fracture Mechanics, New York 28 (5/6); 1987; pp. 643 - 661
- [98] Chaboche, J. L.:
Continuum damage mechanics: Part I-general concepts; Trans. ASME, J. Appl. Mech. New York 55 (1); 1988; pp. 59 - 64
- [99] Chaboche, J. L.:
Continuum damage mechanics: Part II-general concepts; Trans. ASME, J. Trans. ASME, J. Appl. Mech. New York 55 (1); 1988; pp. 65 - 72

- [100] Kim, J. H., Kim, S. J., Kim, W. D.:
Numerical Simulation of Ductile Fracture Based on Local Approach Concept, Journal of engineering mechanics, Vol. 125; 1999; pp. 975 – 979
- [101] Schwalbe, K. H.:
Bruchmechanik metallischer Werkstoffe; Carl Hanser Verlag, München Wien; 1980
- [102] Schott, G.:
Werkstoffermüdung; VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig; 1985
- [103] Loveday, M., Day, M., Dyson, B.:
Measurement of high temperature mechanical properties of materials, Her Majesty's Stationery Office; 1982
- [104] Larson, J.; Allison, J.:
Small-Crack Test Methods, ASTM-STP1149; 1992
- [105] Ritchie, R., Lankford, J.:
Small fatigue cracks: A statement of the problem and potential solutions; Material Science and Engineering 84; 1986; pp. 11 – 16
- [106] Defrense, A., Rémy,:
Fatigue behaviour of CMSX-2 superalloy [001] single crystals at high temperature-I: Low cycle fatigue of notched specimens, Materials Science and Engineering 45 (A129); 1990; pp. 45 - 53
- [107] Crompton, J., Martin, J.:
Crack growth in a single crystal superalloy at elevated temperature, Metallurgical Transaction A 15; 1984; pp. 1711 - 1719
- [108] Sengupta, A., Putatunda, S., Balogh, M.:
Fatigue crack growth behavior of a new single crystal nickel-based superalloy (CMSX-4) at 650°C; Journal of Materials Engineering and Performance 3 (4); 1994; pp. 540 - 550
- [109] Dibione, A., Peltier, J., Pelloux, R.:
Fatigue crack propagation in a single crystal nickel base superalloy, In: Proc. of MECAMAT International Seminar on High Temperature Fracture Mechanisms and Mechanics, Part – IV, Dourdan, France; 1987; pp. 71 - 94
- [110] Onofrio, G., Ai, S., Lupinc, V., Vimercati, G.:
Influence of time dependent mechanisms on fatigue crack growth in a single crystal nickel-base superalloy, Fracture Behaviour and Design of Materials and Structures – ECF 8, Torino, Italy; 1990; pp. 1231 - 1236

- [111] Defrense, A., Rémy,:
Fatigue behaviour of CMSX-2 superalloy [001] single crystals at high temperature-II: Fatigue crack growth, Materials Science and Engineering 45 (A129); 1990; pp. 55 – 64
- [112] Lupinc, V, Onofrio, G., Vimercati, G:
The effect of creep, oxidation and crystal orientation on high temperature fatigue crack propagation in standard and raft-like gamma prime CMSX-2, Proc. of the Conference on Superalloys 1992, Ed.: Antolovich, S. D. et al., the Minerals, Metals & Materials Society; 1992; pp. 717 - 726
- [113] Okazaki, M.; Yamazaki, Y.:
Creep-fatigue small crack propagation in a single crystal Ni-base superalloy, CMSX-2 - Microstructure influences and environmental effects-, International Journal of Fatigue 21; 1999; pp. 79 – 86
- [114] Zhang, X. P., Wang, C. H., Chen, W., Ye, L., Mai, Y.-W.:
Investigation of short fatigue cracks in nickel-based single crystal superalloy SC16 by In-SITU SEM fatigue testing, Scripta mater. 44; 2001; pp. 2443 - 2448
- [115] Li, W.-F., Zhang, X. P.:
Investigation of initiation and growth behavior of short fatigue cracks emanating from a single edge notch specimen using in-situ SEM, Materials Science and Engineering A318; 2001; pp. 129 - 136
- [116] Tin, S., Pollock, T. M., King, W. T.:
Carbon additions and grain defect formation in high refractory nickel-base single crystal superalloys; Proc. 9th Int. Symp. on Superalloys, “Superalloys 2000”, Ed.: Pollock, T. M., Kissinger, R. D., Bowman, R. R., Green, K. A., McLean, M., Olson, S. L., Schirra, J. J., The Minerals, Metals and Materials Society, Seven Springs, PA; 2000; pp.: 201 – 210
- [117] Burkholder, P. S.; Thomas, M. C.; Helmink, R.; Frasier, D. J.; Harris, K.; Wahl, J. B.:
New Superalloy Concept For Single Crystal Turbine Vanes; 2000; pp. 6 - 11
- [118] Lugscheider, E., Bobzin, K., Bärwulf, S., Etzkorn, A.:
Workshop SFB 561: **Entwicklung fortschrittlicher Wärmedämmschichtsysteme durch Elektronenstrahlbedampfen (EB-PVD) für thermisch hochbelastete Bauteile (TP G2.2)**, Aachen; 2000; pp. 39 - 44
- [119] DIN EN 10002:
Zugversuch: Prüfverfahren
Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin; 1994
- [120] DIN 50 118:
Zeitstandversuch unter Zugbeanspruchung
Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin; 1982

- [121] Neves, S.; Penkalla, H. J., Schubert, F.:
Mikrostrukturuntersuchung der PM Nickelbasis-Superlegierung N18 nach Zugverformung und Rißwachstumsversuchen sowie der einkristallinen Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4 nach Zugverformung, Ergebnisbericht, Forschungszentrum Jülich; 1998
- [122] Bullough, C. K., Toullos, M., Oehl, M., Lukáš, P.:
Materials for Advanced Power Engineering 1998, J. Lecomte-Beckers et al, Part II, pp. 861 - 878, Forschungszentrum Jülich; 1998
- [123] Homewood, T., Ward, T.J., Henderson, M.B. and Harrison, G.F.:
Proc. Conf. on Modelling of Microstructural Evolution in Creep Resistant Materials, McLean et al., Eds., Imperial College London; 1998
- [124] COST 522 Programm:
“Ultra Efficient, Low Emission Power Plant”, Gas Turbine Group, WP 1.1 – Blades/Vanes, Berichtszeitraum 1999 - 2002
- [125] Wilcock, I. M., Lukas, P., Maldini, M., Klabbers, J., Dubiel, B., Henderson, M. B.:
The Creep behaviour of as cast SX CM186LC at Industrial Gas Turbine operating conditions, Liège Conference; September 2002; noch nicht veröffentlicht
- [126] Pyczak, F., Biermann, H., Mughrabi, H., Volek, A., Singer, R. F.:
CBED-measurement of residual internal strains in the neighbourhood of TCP-Phases in Ni-base superalloys; Proc. 9th Int. Symp. on Superalloys, “Superalloys 2000”, Ed.: Pollock, T. M., Kissinger, R. D., Bowman, R. R., Green, K. A., McLean, M., Olson, S. L., Schirra, J. J., The Minerals, Metals and Materials Society, Seven Springs, PA; 2000; pp.: 367 – 376
- [127] Ai, S. H., Lupinc, V., Maldini, M.:
Scripta Metall., Vol. 26; 1992; pp 579 – 584
- [128] Wood, M. I.:
The mechanical properties of coatings and coated systems, Materials Science and Engineering A121; 1989; pp. 633 - 643
- [129] Hortig, P.:
Zyklisches Langzeitverhalten von Schutzschichten auf Gasturbinenschaufelwerkstoffen unter betriebsnaher Kriechermüdungsbeanspruchung, Dissertation, Darmstadt; 1996
- [130] Kofstad, P.:
High Temperature Corrosion, Elsevier Applied Science Publishers Ltd., Essex, New York; 1988
- [131] Schütze, M.:
Protective Oxide Scales and their Breakdown, John Wiley & Sons, West Sussex, England; 1997

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand in den Jahren 1999 bis 2002 während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Werkstoffe und Verfahren der Energietechnik IWV 2 im Forschungszentrum Jülich auf Anregung von Herrn Prof. Dr.-Ing. F. Schubert.

Ich möchte Herrn Prof. Dr.-Ing. L. Singheiser für die Ermöglichung der Durchführung dieser Arbeit und für die freundliche Übernahme des Korreferats danken.

Besonderer Dank gilt der guten Zusammenarbeit im Rahmen des COST 522 Programms: WP 1.1: „Blades/Vanes“, stellvertretend sei hier Herr Dr. M. Toullos vom Department of Naval Architecture and Marine Engineering, Technische Universität Athen, genannt und der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die finanzielle Unterstützung im Rahmen des SFB 561: „Thermisch hochbelastete, offenporige und gekühlte Mehrschichtsysteme für Kombi-Kraftwerke“.

Allen Angehörigen des Instituts für Werkstoffe und Verfahren der Energietechnik IWV 2 sei für ihre Unterstützung bei den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten, versuchstechnisch sehr aufwendigen Untersuchungen gedankt, stellvertretend seien hier Herr Werner und Herr Dr. Wessels genannt.

Forschungszentrum Jülich
in der Helmholtz-Gemeinschaft



Jül-4067
Juni 2003
ISSN 0944-2952