

Montanuniversität Leoben

**Mikrostrukturbasierte Simulation der  
Eigenspannungsverteilung in wärmebehandelten  
Turbinenscheiben aus INCONEL718**

Dissertation

von

Dipl.-Ing. Andreas Drexler

Leoben, April 2018

meiner Frau Roxana und meinem Sohn Otto gewidmet

## **Eidesstattliche Erklärung**

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

I declare in lieu of oath, that I wrote this thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

## **Danksagung**

Diese Arbeit entstand in den Jahren von 2013 bis 2018 im Rahmen meiner wissenschaftlichen Tätigkeit am Materials Center Leoben (MCL).

Allen voran möchte ich mich bei Dr. Werner Ecker und Dr. Hans-Peter Gänser für Ihre intensive Betreuung am MCL bedanken. Sie lehrten mich wissenschaftliche Fragestellungen selbstständig zu bewältigen. Unter Ihrer Führung war es für mich möglich auch eigene Wege zu gehen, was mir Freude am wissenschaftlichen Arbeiten bereitete.

Ein besonderer Dank gilt Dr. Bernd Oberwinkler von der voestalpine Böhler Aerospace und Dr. Andreas Fischersworing-Bunk von der MTU Aero Engines, welche durch Ihre Diskussions- und Hilfsbereitschaft am Gelingen der Arbeit beigetragen haben.

Nicht zu vergessen ist auch die fachliche Unterstützung durch Dr. Claudia Mugrauer, Dr. Roland Hessert, Dr. Erwin Povoden-Karadeniz, Dr. Andre Heinemann, Dr. Michael Hofmann und Dr. Hermann Maderbacher. Allen Mitarbeitern des MCL sei für das freundschaftliche und angenehme Arbeitsklima gedankt.

Ein besonders herzlicher Dank gilt meiner Familie und vor allem meiner Frau Roxana für Ihre große Geduld und Ihre motivierenden Worte.

Der österreichischen Bundesregierung (insbesondere dem Bundesministerium für Verkehr, Innovation und Technologie und dem Bundesministerium für Wissenschaft, Forschung und Wirtschaft) vertreten durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft mbH (FFG), und den Ländern Steiermark und Tirol, vertreten durch die Steirische Wirtschaftsförderungsgesellschaft mbH (SFG) sowie die Standortagentur Tirol, wird für die Förderung im Rahmen des COMET Förderprogramms herzlich gedankt.

Andreas Drexler (Graz, April 2018)

## **Kurzfassung**

Eine verbesserte Dimensionierung von Turbinenscheiben aus INCONEL718 führt zur Emissionsreduktion künftiger Triebwerke. Um dies bewerkstelligen zu können, müssen die Eigenspannungsfelder aus dem Herstellungsprozess in der Auslegung mitberücksichtigt werden. Der Herstellungsprozess setzt sich aus dem Schmieden, der Wärmebehandlung und der Oberflächenbearbeitung auf Endkontur zusammen. Der gesamte Prozess umfasst einen Temperaturbereich von ca. 1000 °C, in welchem sich die Ausscheidungsverfestigung stetig verändert. Für die Beschreibung der Ausscheidungsentwicklung wurde ein thermokinetisches Modell auf Basis von umfangreichen experimentellen Untersuchungen parametrisiert und validiert. Ein semi-empirisches Kriechgesetz wurde hergeleitet, welches den Einfluss der Ausscheidungsverfestigung auf die sekundären Kriechraten berücksichtigt. Unter Verwendung des mikrostrukturbasierten konstitutiven Modells und einer akkuraten Temperaturfeldsimulation konnten die Eigenspannungen mit einer Genauigkeit von  $\pm 50$  MPa simuliert werden. Die Validierung erfolgte mit Hilfe der Bohrlochmethode und der Neutronendiffraktion. Die Integration des verbesserten Modells in den Auslegungsprozess von Turbinenscheiben ermöglicht die Berücksichtigung des Herstellungsprozesses und damit der Eigenspannungen.

# Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung.....	7
2. Stand der Technik.....	10
2.1 Eigenschaften von INCONEL718.....	10
2.2 Problematik von Eigenspannungen in der Bauteilauslegung von Turbinenscheiben.....	15
3. Experimentelle Untersuchungen.....	21
3.1 Mikrostrukturuntersuchungen.....	21
3.2 Mechanische Charakterisierung.....	38
3.3 Untersuchung des Abkühlverhaltens an Luft.....	43
3.4 Eigenspannungsmessungen in realen Turbinenscheiben.....	47
4. Modellierung der Mikrostruktur und des Werkstoffverhaltens von INCONEL71851	
4.1 Modellierung der Ausscheidungskinetik und der Ausscheidungsverfestigung in INCONEL718 mittels MatCalc.....	51
4.2 Herleitung und Parametrisierung eines mikrostrukturbasierten Kriechmodells.....	73
5. Finite-Elemente-Modellierung (FEM) des Wärmebehandlungsprozesses.....	93
5.1 Simulation des Temperaturfeldes.....	93
5.2 Simulation des Eigenspannungsfeldes.....	102
6. Zusammenfassung und weiterführende Aufgaben.....	110
7. Tabellenverzeichnis.....	111
8. Abbildungsverzeichnis.....	113
9. Literaturverzeichnis.....	118

## 1. Einleitung

Der Wohlstand einer globalen Gesellschaft geht mit einem hohen Maß an Mobilität einher. Das Flugzeug ist dabei seit vielen Jahrzehnten der Garant für Reisen über die gesamte Welt und die Nachfrage nach dieser Art von Mobilität nimmt weiter zu. Bereits heute rechnen große Flugzeughersteller wie zum Beispiel Airbus mit etwa 32600 neuen Flugzeugen in den nächsten 20 Jahren [1]. Um diesem steigenden Bedarf auch in Zukunft gerecht zu werden, werden Triebwerke stetig weiterentwickelt. Ein besonderes Augenmerk liegt auf der Effizienzsteigerung, z.B. durch die Reduktion der Gesamtmasse. Dadurch kann sowohl der Treibstoffverbrauch als auch die CO<sub>2</sub>-Emission verringert werden. Die Reduktion der Gesamtmasse führt jedoch gleichzeitig zu einer stetig steigenden thermischen und mechanischen Belastung der eingesetzten Materialien. Die Entwicklung von leistungsgerechteren neuen Materialien ist in der Luftfahrtindustrie ein sehr langwieriger Prozess. Bis diese neuen Materialien eingesetzt werden können, müssen daher bestehende Legierungen und vor allem ihre Herstellungsrouten weiter optimiert und in den Auslegungsprozess integriert werden.

Im Fall von Turbinenscheiben überlagern sich die thermischen und mechanischen Belastungen mit den Eigenspannungen. Eigenspannungen entstehen üblicherweise während des Herstellungsprozesses und können auf unterschiedliche Entstehungsursachen zurückgeführt werden. Die Herstellungsrouten von modernen Turbinenscheiben aus INCONEL718 setzt sich aus drei Teilprozessen zusammen:

- Schmieden,
- Wärmebehandlung und
- Oberflächenbearbeitung auf Endkontur.

Um bei der Formoptimierung von neuen Turbinenscheiben die Eigenspannungsfelder mitberücksichtigen zu können, bedarf es eines geeigneten Eigenspannungsmodells. Dieses Modell muss in der Lage sein, sowohl die inhomogene Temperaturfeldentwicklung wie auch die entsprechende lokale Festigkeitsentwicklung genau zu beschreiben.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Entwicklung eines Finite-Elemente-Modells zur Simulation von Eigenspannungen, welches an den Schmiedeprozess anschließt und

direkt in die Lebensdauerberechnung integriert werden kann. Das Modell muss daher den gesamten Wärmebehandlungsprozess sowie die Eigenspannungsumlagerung während der spannenden Bearbeitung von der Schmiedekontur auf die darunter befindliche Ultraschall- und Endkontur abbilden können. Die größte Herausforderung stellt dabei die Materialmodellierung dar. Ein geeignetes Materialmodell muss das mechanische Verhalten im gesamten Temperaturbereich, den das Material durchläuft, beschreiben können. Dieser Temperaturbereich erstreckt sich von Raum- bis Schmiedetemperatur bei ca. 1000 °C. Einen Großteil der Zeit befindet sich dabei die Turbinenscheibe im ausscheidungsbildenden Temperaturbereich zwischen ca. 700 °C und 850 °C. Die Ausscheidungen beeinflussen dabei sowohl das ratenabhängige als auch das ratenunabhängige Verformungsverhalten.

Der gewählte methodische Ansatz für die Entwicklung des Eigenspannungsmodells bestimmt im Wesentlichen den Aufbau und die Struktur der vorliegenden Arbeit. Dabei wird besonderes Augenmerk auf das thermokinetische Ausscheidungsverhalten von polykristallinem INCONEL718 und deren Auswirkung auf das ratenabhängige Materialverhalten gelegt.

Zu Beginn werden in Kapitel 2 die wesentlichen Grundlagen erläutert, um das Material und den Prozess zu verstehen. Es wird die chemische Zusammensetzung, der Wärmebehandlungsprozess und dessen Auswirkung auf die Mikrostruktur sowie das mechanische Verhalten beschrieben. Die Definition von makroskopischen und mikroskopischen Eigenspannungen, die für diese Arbeit relevanten Entstehungsursachen von Eigenspannungen sowie die Rolle von Eigenspannungen bei der Überlagerung mit statischen und zyklischen äußeren Belastungen während des Einsatzes werden erklärt und diskutiert.

Kapitel 3 widmet sich der umfangreichen experimentellen Charakterisierung von INCONEL718. Es werden die Ergebnisse der Atomsondentomographie, Neutronenkleinwinkelstreuung und Elektronenmikroskopie an unterschiedlich wärmebehandelten Proben dargestellt und diskutiert. Die mechanische Charakterisierung wurde mit Hilfe einer eigens entwickelten Prozedur aus Stufenzugversuchen und Stufenkriechversuchen durchgeführt. Eine mit Thermoelementen bestückte Turbinenscheibe wurde aufgeheizt, um das Abkühlverhalten zu untersuchen. Mit Hilfe einer Wärmebildkamera konnte der

Emissionskoeffizient gemessen werden. Zur Validierung der Eigenspannungssimulationen wurden Bohrlochmessungen und Neutronendiffraktionsmessungen an realen Turbinenscheibengeometrien durchgeführt.

Kapitel 4 widmet sich dem Thema der Materialmodellierung und gliedert sich in zwei Abschnitte. Im ersten Abschnitt wird die gesamte thermokinetische Modellierung in MatCalc inklusive Parametrisierung beschrieben. Anhand von isotherm und non-isotherm wärmebehandelten Proben wird das thermokinetische Modell validiert und dessen Grenzen aufgezeigt. Im zweiten Abschnitt wird die Herleitung eines mikrostrukturbasierten Kriechmodells erläutert und diskutiert. Das Modell beschreibt das sekundäre Kriechverhalten von INCONEL718 in Abhängigkeit von Volumenanteil und mittlerem Ausscheidungsanteil, welche mit dem thermokinetischen Modell simuliert werden.

Kapitel 5 widmet sich der FE-Modellierung und ist unterteilt in die Simulation des Temperaturfeldes und die Simulation des Eigenspannungsfeldes. Beide Modelle sind sequentiell gekoppelt und werden gesondert mit den Versuchsergebnissen aus Kapitel 3 verglichen. Das simulierte Temperaturfeld wird mit Hilfe der Temperaturmessung im Inneren einer Turbinenscheibe validiert. Das simulierte Eigenspannungsfeld vor und nach der Spannungsumlagerung wird mit Hilfe der Bohrlochmessungen und Neutronendiffraktionsmessungen validiert. Es zeigt sich, dass die Genauigkeit des Eigenspannungsmodells in einem für die Formoptimierung von neuen Turbinenscheibengeometrien sinnvollen Bereich liegt.

Schließlich werden in Kapitel 6 die Ergebnisse des Eigenspannungsmodells zusammengefasst und Themen für weiterführende Arbeiten auf den Gebieten der mikrostrukturbasierten Prozessmodellierung, der thermokinetischen Modellierung von INCONEL718 und der Eigenspannungssimulation von Turbinenscheiben vorgeschlagen.

## 2. Stand der Technik

### 2.1 Eigenschaften von INCONEL718

#### 2.1.1 Chemische Zusammensetzung

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung von INCONEL718

	<b>Cr</b>	<b>Fe</b>	<b>Nb</b>	<b>Ti</b>	<b>Al</b>	<b>Mo</b>	<b>Co</b>	<b>Ni</b>
Gew.%	18.0	17.6	5.4	1.0	0.5	3.0	0.1	Rest

Für die thermomechanisch höchstbeanspruchten Turbinenscheiben wird von Triebwerkherstellern bevorzugt die Legierung INCONEL718 verwendet. INCONEL718 gehört zu der Familie der Nickelbasislegierungen. Die chemische Zusammensetzung des in dieser Arbeit untersuchten Werkstoffes ist in der Tabelle 1 gegeben. Die Wirkungsweise der einzelnen Legierungselemente kann in der Dissertation von Stockinger [2] nachgeschlagen werden.

#### 2.1.2 Wärmebehandlungsprozess

Der Wärmebehandlungsprozess schließt sich direkt an den Schmiedeprozess an und ist schematisch in Abbildung 1 dargestellt. Durch das langsame Abkühlen und Glühen bei erhöhten Temperaturen werden die geforderten mechanischen Eigenschaften optimiert [3]. Der Wärmebehandlungsprozess dient in erste Linie dazu, die Größenverteilung, die Anordnung und die Morphologie der Ausscheidungen gezielt einzustellen. Nach dem Schmieden der Turbinenscheiben bei ungefähr 1000 °C werden die Turbinenscheiben direkt wärmebehandelt (DA – „Direct Age“).

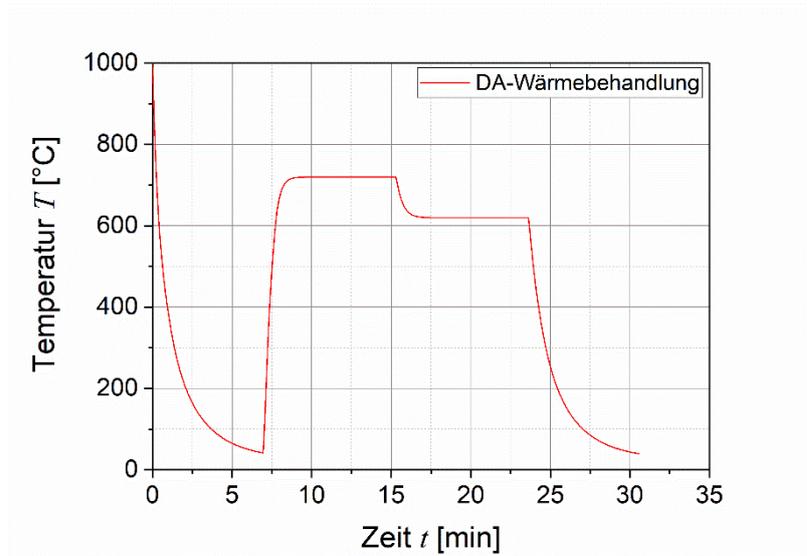


Abbildung 1: Schematischer Temperaturverlauf während des direkten Wärmebehandlungsprozesses (DA – „Direct Age“)

Dieser Prozess lässt sich in 3 Phasen unterteilen. In der ersten Phase werden die noch heißen Turbinenscheiben mittels Manipulatoren aus dem Gesenk herausgehoben und direkt an ruhender Luft auf Raumtemperatur abgekühlt. Alternativ können in dieser Phase die Scheiben mittels erzwungener Konvektion in einer Kühlstrecke, in Wasser oder Öl abgeschreckt werden. Diese drei letztgenannten Abschreckvorgänge werden in dieser Arbeit jedoch nicht abgehandelt. Anschließend werden die Turbinenscheiben in der zweiten Phase in einem Ofen zuerst bei 720 °C und anschließend bei 620 °C jeweils 8 h geglüht. Nach der zweiten Glühstufe bei 620 °C werden die Scheiben wiederum ruhend unter natürlicher Konvektion an der Luft abgekühlt. Nach erfolgter Wärmebehandlung werden die Scheiben weiterbearbeitet. Dabei wird die Schmiedekontur zuerst auf Ultraschallkontur und anschließend auf die Fertigteilkontur abgearbeitet.

### 2.1.3 Beschreibung des Gefügebau

Für die mechanischen Eigenschaften von INCONEL718 sind vier Phasen von Bedeutung: die  $\gamma$ -Matrixphase, die thermodynamisch stabilen Phasen  $\gamma'$  und  $\delta$  sowie die thermodynamisch metastabile  $\gamma''$ -Phase [4,5]. Zusätzlich sind im Gefüge meist blockige statistisch verteilte Primärausscheidungen (Ti-reiche Karbonitride und Nb-

reiche Karbide) zu beobachten. Der Volumenanteil und die Größenverteilung dieser Primärausscheidungen werden durch die Erstarrungsvorgänge bestimmt und können durch die Verarbeitung nicht beeinflusst werden. Für die mechanischen Eigenschaften spielen sie eine untergeordnete Rolle.

### **$\gamma$ -Matrixphase**

Die  $\gamma$ -Matrixphase hat eine kubisch flächenzentrierte (kfz) Kristallstruktur [6]. Die Matrixeigenschaften werden durch die einzelnen Legierungselemente und deren Einfluss auf die Gitterkonstante bestimmt. Demnach sind besonders jene Elemente, die eine starke Veränderung der Gitterkonstante bewirken, gute Mischkristallverfestiger [7]. Dazu zählen unter anderem Ti, Al und Nb. Diese Elemente neigen jedoch entsprechend stark zur Bildung der  $\gamma'$ -,  $\gamma''$ - und  $\delta$ -Phase [8].

### **$\delta$ -Phase**

Die  $\delta$ -Phase ist thermodynamisch stabil und weist eine orthorombische  $D0_a$ -Kristallstruktur auf. Die Nennstöchiometrie ist  $Ni_3Nb$ , wobei Ni und Nb teilweise durch andere Legierungselemente substituiert werden können. Die  $\delta$ -Phase scheidet sich bevorzugt an Korn- und Zwillingsgrenzen mit einer plattenförmigen Morphologie aus [9]. Zwischen den  $\delta$ -Ausscheidungen und der  $\gamma$ -Matrix gibt es eine eindeutige Orientierungsbeziehung [10]. Durch Umformung unterhalb der Lösungstemperatur von 1040 °C können die  $\delta$ -Ausscheidungen durch Zerteilung und verformungsinduzierte Ausscheidung auch im Korninneren umgewandelt werden [11,12].

### **$\gamma''$ -Phase**

Die  $\gamma''$ -Phase ist thermodynamisch metastabil und bildet sich im Temperaturbereich von 600 °C bis 850 °C [13,14]. Ein längeres Glühen bei erhöhten Temperaturen oberhalb von 850 °C wandelt die  $\gamma''$ -Phase in die thermodynamisch stabile  $\delta$ -Phase um [11]. Aufgrund der gleichen Nennstöchiometrie  $Ni_3Nb$  kann ein erhöhter  $\delta$ -Phasenanteil die Nb-Konzentration in der Matrix und damit den  $\gamma''$ -Volumenanteil zu

einem gewissen Teil senken [15]. Die  $\gamma''$ -Phase hat eine tetragonal raumzentrierte  $D0_{22}$ -Kristallstruktur [6]. Sie scheidet sich in der Matrix aus und ist aufgrund der tetragonalen Struktur teilkohärent an die Matrixphase gebunden. Die  $\gamma''$ -Ausscheidungen weisen aufgrund des großen Unterschieds in den Gitterkonstanten eine ellipsoide Morphologie auf [16]. Die Ausscheidungsverfestigung von INCONEL718 lässt sich zum Großteil auf die  $\gamma''$ -Ausscheidungen und deren relativ hohe Grenzflächenspannung zurückführen [17].

### **$\gamma'$ -Phase**

Die  $\gamma'$ -Phase hat eine kubisch flächenzentrierte Gitterstruktur (kfz) vom Typ  $L1_2$  mit der Nennstöchiometrie  $Ni_3(Al,Ti)$  [6]. Vor allem Al lässt sich bevorzugt durch Ti substituieren. Die  $\gamma'$ -Phase scheidet sich in der Matrix aus und bildet kohärente Grenzflächen [6,18].  $\gamma'$ -Ausscheidungen nehmen in anderen Nickelbasislegierungen (z.B. INCONEL706), welche aufgrund des geringeren Nb-Gehalts keine  $\gamma''$ -Ausscheidungen bilden, eine sphärisch bis kubische Morphologie an [19]. Grund dafür ist die geringe Abweichung zwischen den Gitterkonstanten. In INCONEL718 bilden die  $\gamma'$ -Ausscheidungen jedoch Kompaktstrukturen mit den  $\gamma''$ -Ausscheidungen [4,5,20]. In dieser Kompaktstruktur scheinen die  $\gamma''$ -Ausscheidungen den  $\gamma'$ -Ausscheidungen eine elliptische Morphologie vorzugeben. Die Bedeutung der  $\gamma'$ -Ausscheidungen für die mechanischen Eigenschaften von INCONEL718 liegt in der Ausscheidungsverfestigung, wobei die Rolle der Kompaktstruktur und der Grenzfläche zwischen der  $\gamma'$ - und  $\gamma''$ -Phase als Hindernis für die Versetzungsbewegung noch nicht vollständig geklärt ist. Des Weiteren ist eine Besonderheit dieser intermetallischen Phase ihr abnormales thermisches Verfestigungsverhalten [2]. D.h. mit steigender Temperatur nimmt die Festigkeit nicht stetig ab, sondern weist ein ausgeprägtes Maximum bei einer Temperatur von ca. 800 °C auf.

#### **2.1.4 Mechanische Eigenschaften**

Im Allgemeinen werden Nickelbasislegierungen aufgrund ihrer hohen Bruchfestigkeit, Korrosionsbeständigkeit und Kriechfestigkeit bevorzugt bei hohen Temperaturen

eingesetzt. Das Legierungsdesign von INCONEL718 ist mehr auf eine möglichst hohe Festigkeit bis zu ca. 650 °C und Korrosionsbeständigkeit als auf Kriechbeständigkeit ausgelegt [2]. Zur Optimierung der Warmzugfestigkeit werden festigkeitssteigernde Mechanismen wie Mischkristall-, Ausscheidungs- und abhängig vom Anwendungsfall auch Feinkornverfestigung ausgenutzt. In INCONEL718 basiert der Großteil der während der Wärmebehandlung sich einstellenden Festigkeitserhöhung auf der  $\gamma'$ -Ausscheidungsverfestigung [17,21–23]. Diese Ausscheidungen haben eine geringe Anzahl an Gleitsystemen und hohe Kohärenzspannung, was das Schneiden durch Versetzungen behindert. Aufgrund der hohen Grenzflächenspannung kommt es jedoch bei Temperaturen oberhalb von 650 °C zum Wachstum und zur Vergrößerung. D.h. kleine Ausscheidungen verschwinden zu Gunsten von größeren. Dies hat jedoch einen Abfall der Festigkeit zur Folge.

Die  $\gamma'$ -Ausscheidungsverfestigung spielt bezogen auf die Warmzugfestigkeit von INCONEL718 eine eher untergeordnete Rolle, ist aber wesentlich verantwortlich für die guten Kriecheigenschaften, denn aufgrund der geringen Grenzflächenspannung neigen die  $\gamma'$ -Ausscheidungen auch bei erhöhten Temperaturen nicht zur Vergrößerung [2,19].

Des Weiteren ist die Korngröße von großer Bedeutung für Turbinenscheiben. Ein feinkörniges Material weist nämlich eine erhöhte Beständigkeit gegenüber Kurzzeitermüdung (LCF – „Low Cycle Fatigue“) auf und bewirkt eine zusätzliche Verbesserung der Feinkornverfestigung. Ein solch feines Gefüge wird durch den DA-Prozess möglich. Dabei findet die Umformung der Turbinenscheibe unterhalb der Auflösungstemperatur der  $\delta$ -Phase statt.  $\delta$ -Ausscheidungen bleiben in den Korngrenzen vorhanden, welche die Kornvergrößerung während der Rekristallisation behindern. Außerdem können an Korngrenzen verteilte globulare  $\delta$ -Ausscheidungen das Korngrenzkriechen reduzieren und so zu einer erhöhten Kriechbeständigkeit beitragen [9,24].

## **2.2 Problematik von Eigenspannungen in der Bauteilauslegung von Turbinenscheiben**

Dieses Kapitel ist der Definition und der Entstehung von Eigenspannungen gewidmet und beschreibt am Ende deren Auswirkung auf die Betriebsfestigkeit unter statischer und zyklischer Belastung.

### **2.2.1 Eigenspannungen – Definition**

„In einem abgeschlossenen System werden unter dem Begriff Eigenspannungen statisch wirksame mehrachsige Spannungen bezeichnet, die ohne äußere Kräfte und Momente existieren und sich im mechanischen Gleichgewicht befinden [25].“

In Abhängigkeit von ihrem Betrag, Richtung und Verteilung beeinflussen Eigenspannungen die mechanischen Eigenschaften von Bauteilen. Die Eigenspannungszustände können hinsichtlich ihrer Entstehungsursache (z.B. thermische Eigenspannungen) oder nach technologischen Gesichtspunkten (z.B. Kugelstrahlen von Oberflächen) unterteilt werden. Aufgrund der polykristallinen und heterogenen Natur der meisten metallischen Werkstoffe können Eigenspannungen auch nach der Ausdehnung ihrer Eigenspannungsquellen in makroskopische (1. Art), mikroskopische (2. Art) und submikroskopische (3. Art) klassifiziert werden (siehe Abbildung 2):

- Eigenspannungen 1. Art sind über mehrere Körner homogen. Bei Eingriff in das Kräfte- und Momentengleichgewicht von Körpern (z.B. durch Trennen des Werkstücks) kommt es zu makroskopischen Maßänderungen des Werkstücks.
- Eigenspannungen 2. Art sind über ein Korn homogen. Die inneren Kräfte und Momente sind über hinreichend viele Körner im Gleichgewicht. Durch Eingriff in dieses Gleichgewicht treten makroskopische Maßänderungen auf.
- Eigenspannungen 3. Art sind über kleinste Werkstoffbereiche inhomogen. Die inneren Kräfte und Momente sind über mehrere Atomabstände im Gleichgewicht. Ein Eingriff in dieses Gleichgewicht führt zu keinen makroskopischen Maßänderungen.

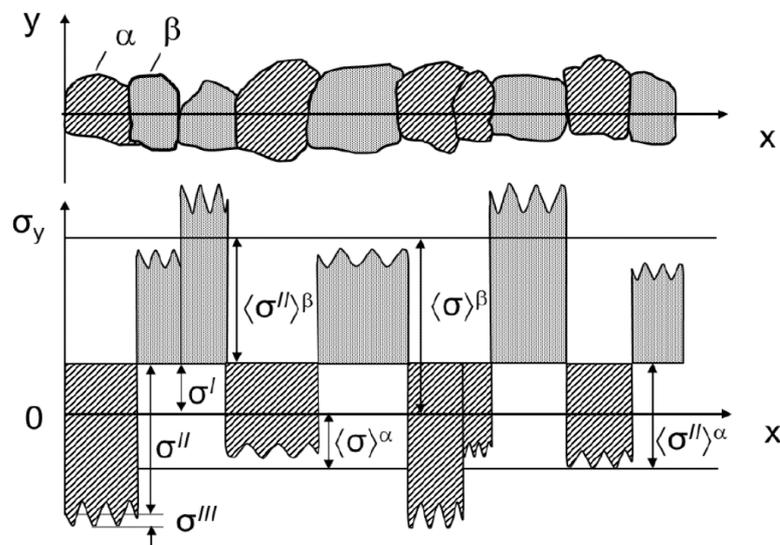


Abbildung 2: Phasenspezifische Überlagerung von Eigenspannungen 1., 2. und 3. Art [26].

In einer technischen Legierung superpositionieren sich alle drei Arten von Eigenspannungen an einem Punkt,

$$\sigma(x, y, z) = \sum_{i=I}^{III} \sigma^i(x, y, z). \quad (1)$$

$\sigma$  ist die ortsabhängige Eigenspannung,  $\sigma^I$  die Eigenspannung 1. Art,  $\sigma^{II}$  die Eigenspannung 2. Art und  $\sigma^{III}$  die Eigenspannung 3. Art.

Wie in Abbildung 2 schematisch für den Fall eines zweiphasigen Materials dargestellt, kann die vorgenommene Kategorisierung noch um den Phaseneinfluss erweitert werden. Die mittlere phasenspezifische Eigenspannung  $\langle \sigma \rangle^\alpha$  für eine beliebige Phase  $\alpha$  setzt sich wie folgt zusammen:

$$\langle \sigma \rangle^\alpha = \sigma^I + \langle \sigma^{II} \rangle^\alpha + \langle \sigma^{III} \rangle^\alpha$$

$\langle \sigma^{II} \rangle^\alpha$  ist die mittlere phasenspezifische Eigenspannung 2. Art und  $\langle \sigma^{III} \rangle^\alpha$  ist die mittlere phasenspezifische Eigenspannung 3. Art. Aus der Summe der mittleren phasenspezifischen Eigenspannungen  $\langle \sigma \rangle^\alpha$  aller Phasen gewichtet mit dem jeweiligen Phasenanteil  $V_\alpha$  ergeben sich demzufolge die Eigenspannungen 1. Art,

$$\sigma^I = \sum_\alpha V_\alpha \langle \sigma \rangle^\alpha. \quad (2)$$

Eine Trennung der Eigenspannungsarten mit herkömmlichen mechanischen oder röntgenographischen Messmethoden ist nicht immer eindeutig. Bei mechanischen Messverfahren (z.B. Bohrlochmethode oder Cut-Compliance-Methode) lassen sich bei großer Messlänge über mehrere Körner eindeutig Aussagen über den Eigenspannungszustand 1. Art treffen. Überlagern sich jedoch der Eigenspannungszustand 1. und 2. Art, dann ist dies nicht der Fall. Beim Röntgenverfahren wird die Verschiebung der Interferenzlinie zur lokalen Eigenspannungsbeurteilung herangezogen. Die Aussagen beziehen sich aber nur auf eine Orientierungsauswahl der Kristallite einer bestimmten Phase. Dadurch enthalten die Messergebnisse Anteile von mehreren Eigenspannungsarten.

### **2.2.2 Eigenspannungen – Entstehungsursache und Umlagerung**

Zwei wesentliche Entstehungsursachen von Eigenspannungen 1. Art sind

- Wärmeeigenspannungen und
- belastungsbedingte Eigenspannungen durch makroskopische teilplastische Verformung.

Im Fall von Wärmeeigenspannungen kommt es durch Aufheizen bzw. Abkühlen des Bauteils (z.B. im Zuge eines Wärmebehandlungsprozesses oder durch spanende Bearbeitung der Oberfläche mit unzureichender Kühlung) zu Temperaturunterschieden zwischen der Rand- und der Kernzone (siehe Abbildung 3). Dieser Temperaturunterschied stellt sich aufgrund der unterschiedlichen Abkühlraten von Rand- und Kernzone ein und ist mit Unterschieden in der Volumenkontraktion verbunden. Es bilden sich mehrachsige Spannungszustände aus, welche wiederum im inneren Gleichgewicht sind. Beispielsweise entstehen beim Abkühlen einer heißen Turbinenscheibe (z.B. nach dem Schmieden) in der Randzone Zugeigenspannungen, welche in mechanischer Balance mit den Druckeigenspannungen im Kern sind. Wird lokal die Warmstreckgrenze im Bauteil überschritten, kommt es zur Plastifizierung. Bei fortschreitender Abkühlung kommt es schließlich zu einer Spannungsumkehrung. Im Kern entstehen Zugspannungen, während sich am Rand Druckeigenspannungen einstellen. Dabei kann es auch hier zu einer Plastifizierung kommen. Beim Aufheizen

der Turbinenscheibe ergeben sich die Spannungen in der Rand- und Kernzone in umgekehrter Reihenfolge.

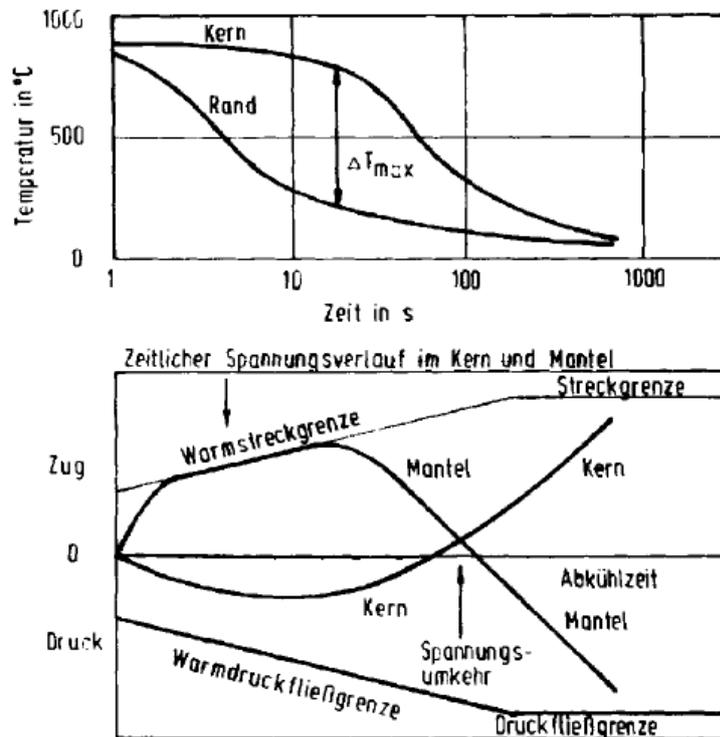


Abbildung 3: Wärmeeigenspannungen 1. Art beim Abkühlen eines umwandlungsfreien Zylinders [25].

Der Betrag der Eigenspannungen ist mit dem Temperaturgradienten zwischen Rand- und Kernzone verknüpft. Der Temperaturgradient ist umso größer, je schneller Wärme über die Oberfläche ab- bzw. zugeführt wird (z.B. Abschrecken mit Öl oder Wasser). In Abhängigkeit der Abschreck- und Aufheizgeschwindigkeit können, wie in Tabelle 2 angegeben, die Wärmeeigenspannungen weiter kategorisiert werden. Dies ist insofern relevant, als für eine numerische Eigenspannungsvorhersage bei Kategorie 2 bis 4 das zyklische Materialverhalten zu berücksichtigen ist.

Tabelle 2: Einteilung der Wärmeeigenstressen nach Ort und Wiederholung der Plastifizierung.

	Vor Spannungsumkehrung		Nach Spannungsumkehrung	
	Randzone	Kernzone	Randzone	Kernzone
Kategorie	elastisch	elastisch	elastisch	elastisch
1	Plastifizierung	elastisch	elastisch	elastisch
2	Plastifizierung	elastisch	Plastifizierung	elastisch
3	Plastifizierung	Plastifizierung	Plastifizierung	elastisch
4	Plastifizierung	Plastifizierung	Plastifizierung	Plastifizierung

Bauteilbedingte Kerben führen bei äußerer Belastung zu einer inhomogenen Spannungsverteilung und gegebenenfalls zu teilplastischer Verformung an der höchstbeanspruchten Stelle. Nach der Entlastung kommt es aufgrund der teilplastischen Verformung zu einer Eigenspannungsverteilung im Bauteil, welche wieder im inneren Gleichgewicht ist.

Dies kann am dem Beispiel eines zugbelasteten Kerbstabes näher erläutert werden. Bei Zugbelastung kommt es aufgrund der Kerbwirkung zu einer lokalen Spannungsüberhöhung. Nach Erreichen der Fließgrenze verformt das Material im Randbereich plastisch. Diese teilplastische Verformung bleibt auch nach der Entlastung übrig und führt zu Druckeigenstressen, die mit den Zugeigenstressen in der Kernzone im Gleichgewicht sind. Die Tiefenwirkung der teilplastischen Verformung deckt sich in erster Näherung mit dem Umkehrpunkt der Eigenspannungsverteilung.

Eigenstressen stehen im inneren Gleichgewicht, sobald das Werkstück auf Raumtemperatur abgekühlt ist. Dieses innere Gleichgewicht wird jedoch durch Materialentfernung (z.B. beim Freilegen der Fertigteilkontur aus der Schmiede- und Ultraschallkontur) gestört. Es kommt zur Umlagerung der Eigenstressen und ein neues Gleichgewicht aus Zug- und Druckeigenstressen stellt sich ein. Durch unsymmetrische Bearbeitung oder durch unsymmetrische Eigenstressverteilung

im Bauteil kann es zu einem Verzug des Bauteils kommen. Dieser Verzug ist umso gravierender, je höher die zunächst im Gleichgewicht befindlichen Eigenspannungen waren. Bei mechanischen Eigenspannungsmessmethoden (z.B. Bohrlochmethode oder Cut-Compliance-Methode) wird dies jedoch gezielt ausgenutzt, um auf die Größe und Richtung der Eigenspannungen rückzuschließen.

### **2.2.3 Einfluss der Eigenspannungen auf statische und zyklische Belastbarkeit**

Bei statischer Beanspruchung von eigenspannungsbehafteten Turbinenscheiben überlagern sich die Eigenspannungen mit den Lastspannungen. Diese lineare Superpositionierung wird jedoch durch die Fließgrenze des Werkstoffs begrenzt. Einer darüberhinausgehenden Beanspruchung entzieht sich der Werkstoff durch plastische Verformung. Es kommt zu einer Spannungsumlagerung, die nach einer Entlastung zu einem veränderten Eigenspannungsfeld führt. Bei hohen Temperaturen treten entsprechende Kriechverformungen auf.

Im Fall zyklischer Belastung wirken Eigenspannungen wie Mittelspannungen. Je nach ihrem Vorzeichen können sie sich günstig oder ungünstig auf das Schwingfestigkeitsverhalten auswirken. Dementsprechend äußern sich Druckeigenspannungen an schwingbruchkritischen Stellen lebensdauererlängernd, und Zugeigenspannungen wirken lebensdauerverkürzend. Die Auswirkung von Eigenspannungen auf die Schwingfestigkeit kann im Haigh- oder Smith-Diagramm dargestellt werden [27].

### **3. Experimentelle Untersuchungen**

Das folgende Kapitel gliedert sich in vier Abschnitte. Im Abschnitt 1 wird mittels Rasterelektronenmikroskopie, Atomsondentomographie, Neutronenkleinwinkelstreuung und Härtemessung die Mikrostruktur von INCONEL718 untersucht. Im Abschnitt 2 werden die Stufenkriech- und Stufenzugversuche bei erhöhten Temperaturen beschrieben. Der Abschnitt 3 beschäftigt sich mit der experimentellen Simulation des Abkühlungsprozesses einer realen Turbinenscheibe. Abschnitt 4 erläutert die Bohrlochmethode und die Neutronendiffraktion, welche zur Validierung des Eigenspannungsmodells verwendet wurden.

#### **3.1 Mikrostrukturuntersuchungen**

##### **3.1.1 Grundcharakterisierung und Elektronenmikroskopie**

###### **Messaufbau und Durchführung**

Für die Materialcharakterisierung wurde ein Zylinder („Pancake“) mit einem Durchmesser von 360 mm und einer Höhe von 55 mm geschmiedet und auf Raumtemperatur luftgekühlt. Die Prozessführung entsprach der von Turbinenscheiben. Aus diesem Zylinder wurden Proben für die mechanischen Untersuchungen (siehe Kapitel 3.2) gefertigt. Die Grundcharakterisierung dieses geschmiedeten und luftgekühlten Materials hatte zwei wesentliche Aufgaben:

- Allgemeine Charakterisierung des Grundgefüges von geschmiedetem INCONEL718 und
- Gewährleistung der Homogenität der Mikrostruktur im Probenmaterial.

Hierfür wurden geschliffene und polierte Proben im Rasterelektronenmikroskop (REM) in Kombination mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX – „Energy Dispersive X-ray Spectroscopy“) untersucht und mittels digitaler Bildbearbeitung unter Anwendung des Linienschnittverfahrens ausgewertet. Die EDX-Analyse hatte die Aufgabe, Primärcarbide und  $\delta$ -Ausscheidungen in den Aufnahmen zu unterscheiden. Die REM-Bilder wurden in einem Gerät vom Typ Zeiss Evo 50 mit einer Beschleunigungsspannung von 15 kV aufgenommen. Ausgewertet wurden die

Matrixkorngröße sowie der Formfaktor und der Volumenanteil der  $\delta$ -Ausscheidungen. Zusätzlich wurden Vickers-Härtemessungen durchgeführt.

### Messergebnisse und Diskussion

Die chemische Zusammensetzung des Probenmaterials ist in der Tabelle 1 beschrieben. Einige Gefügeparameter sind aufgrund ähnlicher chemischer Zusammensetzung voneinander abhängig. Zum Beispiel sind die  $\delta$ - und  $\gamma'$ -Ausscheidungen beide vom Typ  $\text{Ni}_3\text{Nb}$ . Beide Phasen senken die lokale Nb-Konzentration in der Matrix und können die Ausscheidungskinetik mitbeeinflussen. Ein weiteres Beispiel ist die Korngröße des Materials, welche die Anzahl der bevorzugten Keimbildungsstellen der  $\delta$ -Phase festlegt. In Abbildung 4 ist eine REM-Aufnahme (BSD – „Back Scattered Diffraction“) des Grundgefüges abgebildet. Im REM konnten neben der Matrixkorngröße auch  $\delta$ -Ausscheidungen und Carbide beobachtet werden.  $\delta$ -Ausscheidungen waren vor allem an den Korngrenzen und Zwillingsgrenzen vorhanden.

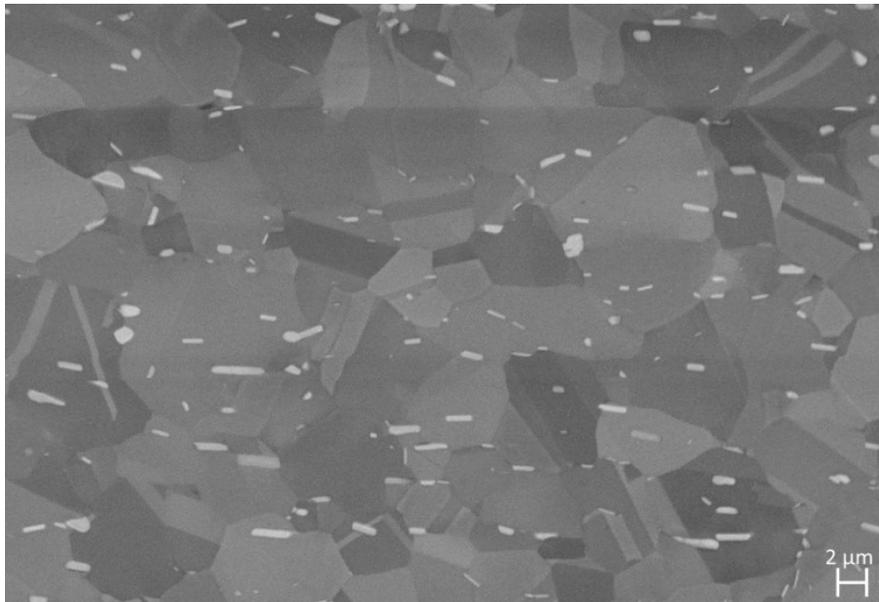


Abbildung 4: Elektronenmikroskopische Aufnahme (BSD – „Back Scattered Diffraction“) von geschmiedetem und luftgekühltem INCONEL718.

Die Bereiche der  $\delta$ -Phase konnten unter Verwendung von digitaler Bildbearbeitung in Kombination mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX – „Energy Dispersive X-ray Spectroscopy“) grün eingefärbt werden (siehe Abbildung 5). Dies ergab einen  $\delta$ -Volumenanteil von  $2,62\% \pm 0,15\%$  im Material.

Um den Formfaktor  $h$  zu bestimmen, wurden die Durchmesser  $D$  und Höhen  $H$  der grün eingefärbten  $\delta$ -Ausscheidungen gemessen:

$$h = \frac{H}{D}. \quad (3)$$

Aus der Häufigkeitsverteilung (siehe Abbildung 6 a) konnte ein mittlerer  $\delta$ -Formfaktor von etwa 0,3 bestimmt werden. Der mittlere  $\delta$ -Ausscheidungsdurchmesser betrug weniger als  $1 \mu\text{m}$  (siehe Abbildung 6 b).

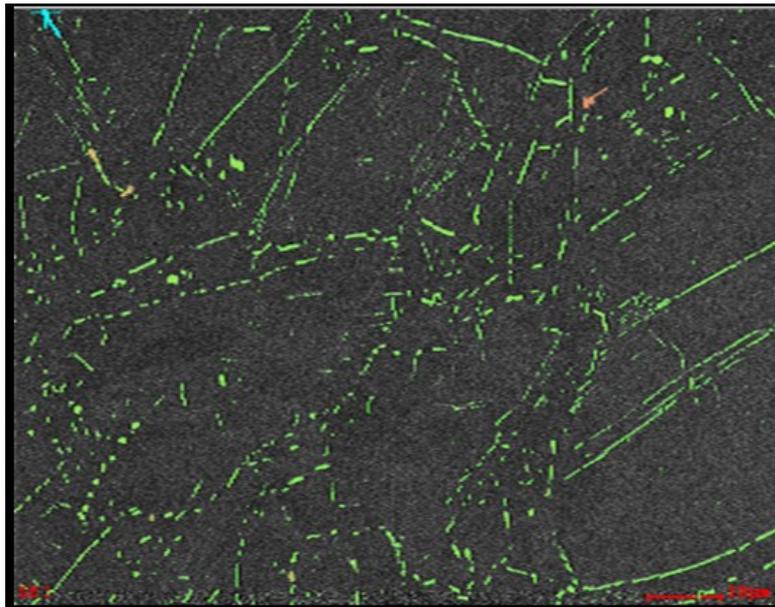


Abbildung 5: Messung des Flächenanteils der  $\delta$ -Phasen (in Grün dargestellt) mittels digitaler Bildbearbeitung der elektronenmikroskopischen Aufnahme in Kombination mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX – „Energy Dispersive X-ray Spectroscopy“), um die  $\delta$ -Phase von den Primärcarbiden zu trennen.

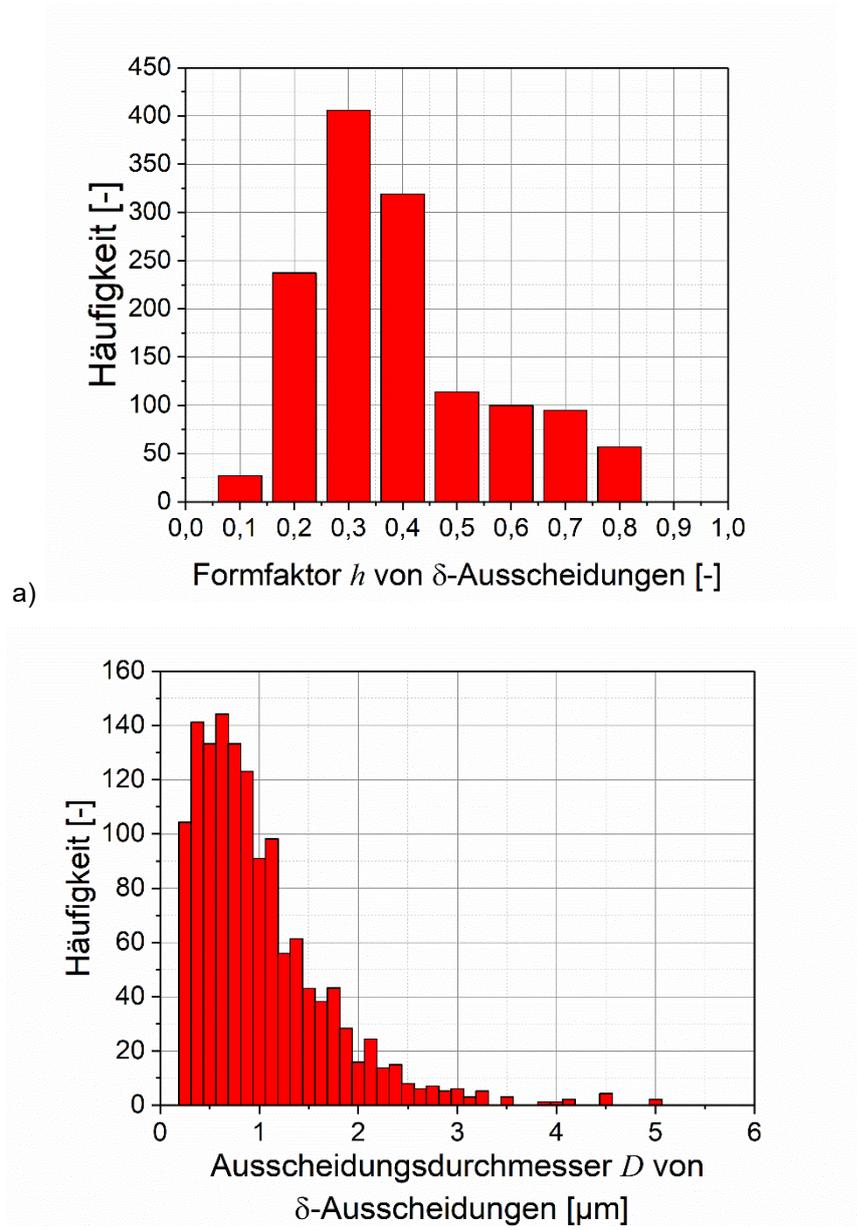


Abbildung 6: Häufigkeitsverteilung des a) Formfaktors und b) des maximalen Durchmessers von  $\delta$ -Ausscheidungen in geschmiedetem und luftgekühltem INCONEL718.

Die Messergebnisse zeigten eine homogene Verteilung im mittleren Teil des Zylinders und sind in Tabelle 3 zusammengefasst. Aus diesem Bereich wurden die Proben für die mechanische Charakterisierung entnommen. Ein Vickers Härte-Mapping in diesem Bereich ergab Werte zwischen 325 und 370 HV50.

Tabelle 3: Ergebnisse der Mikrostrukturuntersuchungen

Parameter	Symbol	Wert	Einheit
Korngröße	$d$	~11	$\mu\text{m}$
Volumenanteil der $\delta$ -Phase	$V_{\delta}$	2,62% $\pm$ 0,15%	-
Mittlerer $\delta$ -Ausscheidungs-durchmesser	$d_{\delta}$	$\leq 1$	$\mu\text{m}$
Vickers-Härte von geschmiedetem und luftgekühltem INCONEL718	$HV$	325 – 370	HV50

### 3.1.2 Untersuchung der $\gamma'$ / $\gamma''$ -Kompaktstruktur mittels

#### Atomsondentomographie (APT – „Atomic Probe Tomography“)

Das Ziel der Atomsondentomographie (APT – „Atomic Probe Tomography“) war die Untersuchung der  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Ausscheidungsmorphologie in ihrer assoziierten Form, die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung der  $\gamma$ -,  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Phasen und die Abschätzung der Teilchendichten.

#### Messaufbau und Durchführung

Für die APT wurden nadelförmige Proben aus der Mitte einer vollständig wärmebehandelten Turbinenscheibe gefertigt. Die Präparation der Proben umfasste ein standardmäßiges zweistufiges Elektropolierverfahren mit einer Elektrolytzusammensetzung von 5% Perchlorsäure in Butoxyethanol [28]. Die Messungen wurden im laserunterstützten Modus einer LEAP 3000 X HR-Atomsonde von CAMECA durchgeführt. Die Probenspitze wurde vor und nach der Messung im Rasterelektronenmikroskop (REM) untersucht. Die Messparameter waren:

- Laserpulsfrequenz von 250 KHz,
- Energien von 0,3 nJ und 0,2 nJ und

- Messtemperatur von -213 °C (60 K).

Die Auswertung der Messdaten erfolgte mit der Software IVAS 3.6.8 von CAMECA.

### Messergebnisse und Diskussion

Die  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Ausscheidungen wurden mit Hilfe der Iso-Konzentrationsoberflächen Al+Ti (12 at%) und Nb (9 at%) isoliert (siehe Abbildung 7) [5]. Diese Schwellwerte wurden mit Hilfe von eindimensionalen Konzentrationsprofilen an mehreren Stapeln von assoziierten  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Ausscheidungsstrukturen bestimmt. In Abbildung 7 wurden die übrigen Elemente ausgeblendet, um die Kompaktstruktur sichtbar zu machen. Beide Ausscheidungen liegen in assoziierter Form in der  $\gamma$ -Matrixphase vor und haben jeweils eine elliptische Morphologie. Die meisten gefundenen Kompaktstrukturen bestehen aus einer einfachen  $\gamma'-\gamma''$ -Struktur. Nur eine geringe Zahl hatte eine sandwichartige  $\gamma'-\gamma''-\gamma'$ -Struktur.

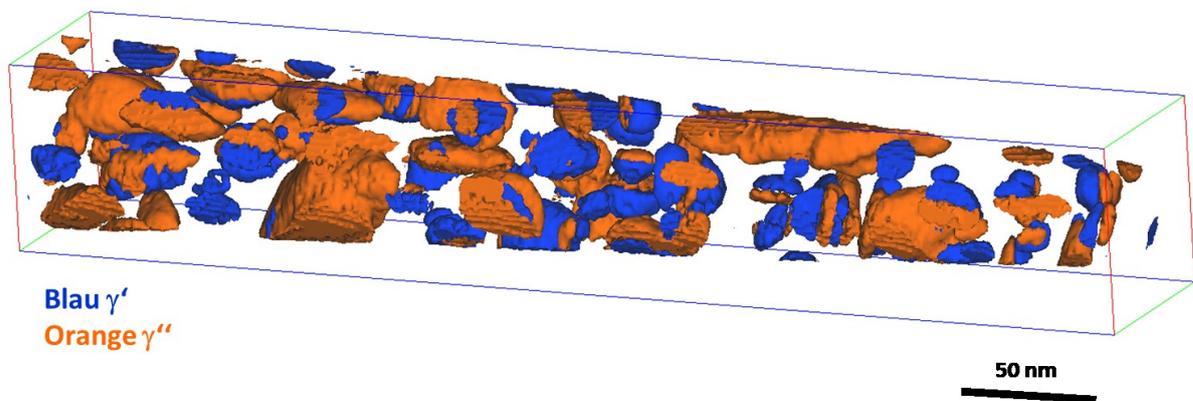


Abbildung 7: Iso-Konzentrationsflächen (Al+Ti / 12 at% und Nb / 9 at%) für  $\gamma''$ - (orange) und  $\gamma'$ - (blau) Ausscheidungen in der  $\gamma$ -Matrix. Die übrigen Elemente wurden ausgeblendet, um die Kompaktstruktur sichtbar zu machen.

Aus der Literatur ist die elliptische Morphologie der beiden Ausscheidungstypen bekannt [5,21,29,30]. Laut Miller keimen die  $\gamma''$ -Ausscheidungen zuerst [5]. Der  $\gamma''$ -Keim wächst und verdrängt dabei Al. Es entsteht um die  $\gamma''$ -Ausscheidungen eine mit Al angereicherte und übersättigte Zone, welche eine bevorzugte Keimposition für

$\gamma'$ -Ausscheidungen ist. In Abbildung 7 wurden jeweils in etwa 100 Ausscheidungen gefunden. Der Gesamtvolumenanteil liegt bei 23% mit einem  $\gamma':\gamma''$ -Volumenverhältnis von ungefähr 1:2. Des Weiteren konnte in dem kleinen Messvolumen eine Teilchendichte von etwa  $1,1 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-3}$  abgeschätzt werden. In Abbildung 8 ist ein eindimensionales chemisches Profil durch den zentralen Bereich der  $\gamma$ - $\gamma'$ - $\gamma''$ - $\gamma$ -Phasen zu erkennen. Wie aus den stöchiometrischen Formeln  $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$  und  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  zu erwarten ist, enthalten beide Ausscheidungen in etwa 75 % Ni. Die zweithäufigsten Elemente in den  $\gamma'$ - und  $\gamma''$ -Ausscheidungen sind Ti und Nb. Im Gesamten beträgt der Durchmesser der die  $\gamma'$ - $\gamma''$ -Kompaktstruktur ungefähr 12 nm.

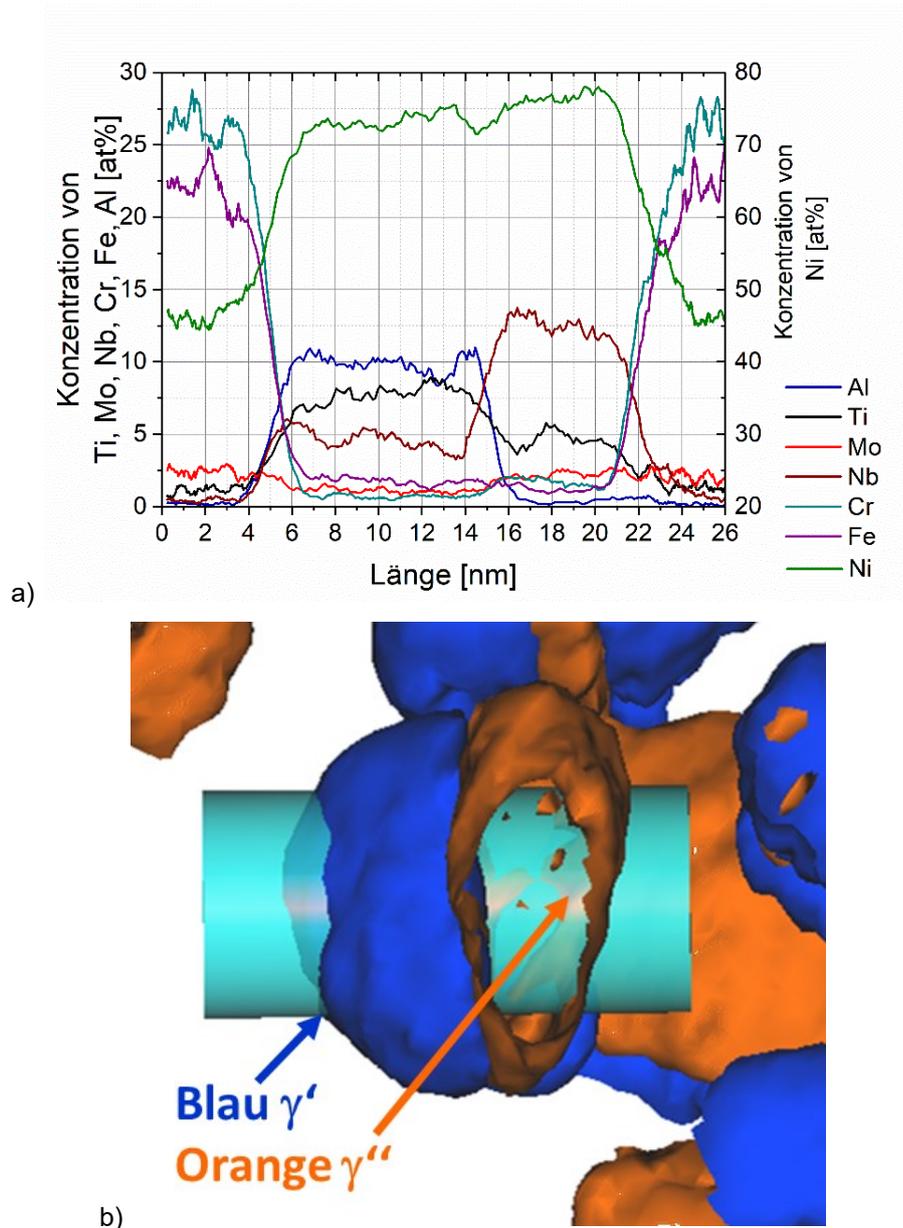


Abbildung 8: a) Eindimensionales chemisches Profil durch das Zentrum der  $\gamma'$ - und  $\gamma''$ -Kompaktstruktur. b) Darstellung des Auswertepfads des chemischen Profils.

Abbildung 9 zeigt die chemische Zusammensetzung der  $\gamma$ -Matrixphase und der  $\gamma'$ - und  $\gamma''$ -Ausscheidungsphasen in der gesamten APT-Probestippen. Die Elemente wurden nach abnehmender Konzentration in der APT-Probestippen bewertet. Die chemische Analyse zeigt, dass sich Fe und Cr vorzugsweise in der  $\gamma$ -Matrixphase anreichern, während Ni, Nb und Ti bevorzugt in den Ausscheidungen zu finden sind. Al diffundiert hauptsächlich in die  $\gamma'$ -Phase und Mo wird von dort verdrängt.

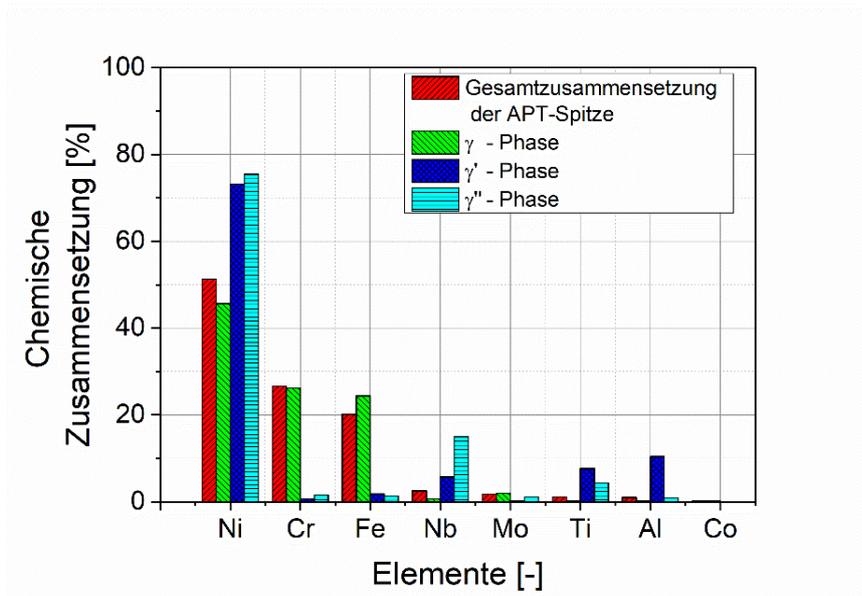


Abbildung 9: Mittels Atomsondentomographie gemessene chemische Zusammensetzung der  $\gamma''$ -,  $\gamma'$ - und  $\gamma$ -Phasen in INCONEL718.

### 3.1.3 Untersuchung des $\gamma'$ / $\gamma''$ -Volumenanteils mittels Neutronenkleinwinkelstreuung

#### Messaufbau und Durchführung

Für die Neutronenkleinwinkelstreuung (SANS – „Small Angle Neutron Scattering“) wurden aus dem Zentrum einer geschmiedeten und vollständig wärmebehandelten Turbinenscheibe zwei Probenplättchen (X1 und X2) gefertigt. Die beiden Plättchen stammten von benachbarten Positionen und hatten die Abmessungen  $13 \times 13 \times 1 \text{ mm}^3$ . Die Messungen wurden am Instrument SANS-1 des Instituts FRM2 in Garching (Deutschland) durchgeführt [31]. Für die Messungen wurden eine Wellenlänge von  $5,5 \text{ \AA}$  und ein Messvolumen von  $50 \text{ mm}^3$  gewählt. Zwei unterschiedliche Messumgebungen kamen zum Einsatz:

- Ex-situ SANS: Messungen bei Raumtemperatur und ohne zusätzliche Heizeinrichtung.
- In-situ SANS: Vakuumkammer mit elektrischer Widerstandsheizung.

Die ex-situ SANS-Messungen wurden vor den in-situ Messungen durchgeführt. Bei den ex-situ Messungen wurden Proben-Detektor-Abstände von 2 m, 8 m und 20 m gewählt. Diese Distanzen entsprechen einem Streuvektorbereich von  $0,03 \text{ nm}^{-1}$  bis  $5 \text{ nm}^{-1}$ . Um eine ausreichende Statistik zu erhalten, betrug die Messzeit je nach Aufnahme der SANS-Spektren 30 min.

Für die in-situ SANS Messungen wurden die Probenplättchen in einer Vakuumkammer montiert und mit Hilfe einer Widerstandsheizung bei  $800 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $810 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $820 \text{ }^\circ\text{C}$  und  $830 \text{ }^\circ\text{C}$  für jeweils 3 Stunden isotherm gegläht. Das Aufheizen und die Abkühlung erfolgten nur über den Austausch von Strahlungswärme. Die Probentemperatur wurde während der gesamten Messzeit über ein Thermoelement direkt an der Probenoberfläche dokumentiert. Zwischen den einzelnen Messungen wurde die Probe bei  $960 \text{ }^\circ\text{C}$  lösungsgeglüht, um die  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Ausscheidungen wieder aufzulösen. Nach dem jeweiligen Lösungsglühen bei  $960 \text{ }^\circ\text{C}$  wurde die Probe mit einer Abkühlrate von etwa  $1,5 \text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$  auf die jeweilige Messtemperatur abgekühlt. Aufgrund der relativ langsamen Abkühlrate konnten nur Versuche oberhalb von  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  durchgeführt werden. Bei tieferen Temperaturen kam es sehr schnell zu Keimbildung und Wachstum. Für die Messungen stand eine begrenzte Messzeit zur Verfügung. Aus

diesem Grund konnten nur bei 8 m und 20 m Proben-Detektor-Abstand SANS-Spektren aufgenommen werden. Die gemessenen SANS-Rohdaten wurden anschließend in der Auswertesoftware BerSANS (Version 14/8/2014) nachbearbeitet. Dabei wurde der Einfluss der Hintergrundstrahlung, der Detektoreffizienz, des Probenvolumens, der Transmission, der Neutronenflusskollimation und des Raumwinkels berücksichtigt und korrigiert. Für die Kalibrierung der SANS-Spektren auf absolute Skala wurde Wasser verwendet. Die SANS-Spektren von beiden Proben X1 und X2 waren isotrop und konnten daher azimuthal gemittelt werden. Die modellabhängige Analyse fand im Programm SASfit (Version 0.93.4) statt.

### Messergebnisse und Diskussion (ex-situ SANS)

Das Ziel der ex-situ Untersuchungen war eine statistisch zuverlässige Messung des  $\gamma'$ - und  $\gamma''$ -Volumenanteils von geschmiedetem und wärmebehandeltem INCONEL718. Andere Methoden (z.B. Elektronenmikroskopie) sind aufgrund der eingeschränkten Messvolumina in der Anzahl der beobachteten Ausscheidungen begrenzt. Eine verlässliche Aussage über den Volumenanteil wäre daher mit einem großen Messaufwand verbunden.

In Abbildung 10 sind die gemessenen normierte differenzielle Wirkungsquerschnitt

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega}(\mathbf{Q}) = \frac{\text{Zahl der in das Raumwinkelement } d\Omega \text{ gestreute Teilchen / s}}{\text{Stromdichte der einfallenden Neutronen}}$$

für die Proben X1 und X2 in Abhängigkeit des Streuvektors  $\mathbf{Q}$  dargestellt. Die steile Abnahme bei kleinen Streuvektoren  $\mathbf{Q}$  ergibt sich aus der Streuung an den größeren  $\delta$ -Ausscheidungen. Eine kleine Schulter erscheint im  $\mathbf{Q}$ -Bereich zwischen  $0,1 \text{ nm}^{-1}$  und  $0,3 \text{ nm}^{-1}$ . Diese Schulter spiegelt die Streuung an den  $\gamma'$ - und  $\gamma''$ -Ausscheidungen wieder. Für ein allgemeines Zweiphasensystem ist der gemessene normierte differenzielle Wirkungsquerschnitt

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega}(\mathbf{Q}) = \frac{1}{V} \Delta\eta^2 \left| \int e^{i\mathbf{Q}\cdot\mathbf{r}} d\mathbf{r} \right| \quad (4)$$

der SANS-Spektren proportional zur quadratischen Differenz der Streulängendichte  $\Delta\eta^2$ ,

$$\Delta\eta^2 = (\langle\eta_m\rangle - \langle\eta_p\rangle)^2 = \left( \sum_{i=1}^M \frac{x_i^m b_i}{v_m} - \sum_{j=1}^N \frac{x_j^p b_j}{v_p} \right)^2. \quad (5)$$

$\langle\eta_m\rangle$  und  $\langle\eta_p\rangle$  sind dabei die mittleren Streulängendichten der Matrix und der Ausscheidungen,  $V$  ist das Probenvolumen,  $r$  ist die Ortsvariable,  $b_i$  ist die Streulänge der einzelnen Atome,  $x_i$  ist die Atomkonzentration und  $v$  ist das entsprechende Atomvolumen. Das Atomvolumen wurde aus den Gitterkonstanten der einzelnen Phasen berechnet. Die Konzentrationen wurden den APT-Messungen entnommen (siehe Abbildung 9). Die Kontraste bzw. Differenzen der Streulängendichten zwischen der  $\gamma''$ - und Matrixphase bzw. zwischen der  $\gamma'$ - und Matrixphase liegen sehr nahe beieinander (siehe Tabelle 4). Es wird daher angenommen, dass sich die Streuungen der  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Phasen im SANS-Spektrum überlagern und ununterscheidbar sind.

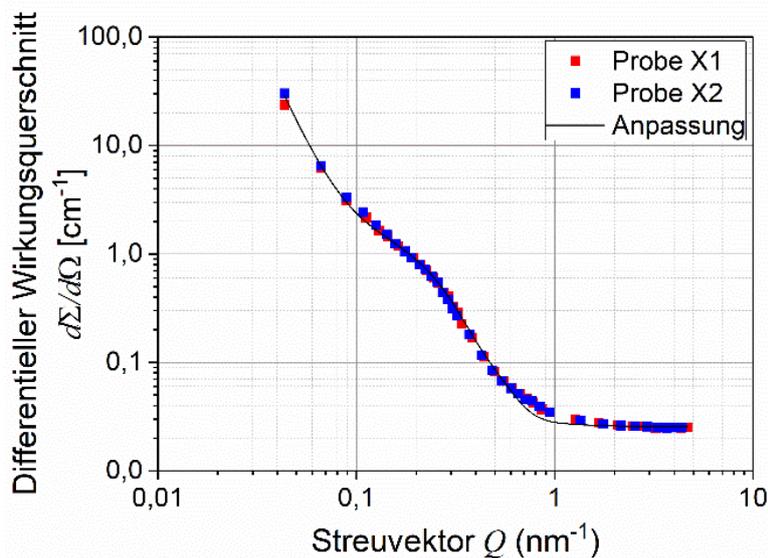


Abbildung 10: Ex-situ gemessene SANS-Spektren (blaue und rote Vierecke) und angepasstes SANS-Spektrum (schwarze Linie).

Tabelle 4: Auf Basis der chemischen Zusammensetzung in den APT-Proben (siehe Abbildung 9) berechnete Streulängendichten.

$(\langle \eta_m \rangle - \langle \eta_{\gamma'} \rangle)^2$	$(\langle \eta_m \rangle - \langle \eta_{\gamma''} \rangle)^2$
$3 \cdot 10^{18} \text{ [cm}^{-2}\text{]}$	$4 \cdot 10^{18} \text{ [cm}^{-2}\text{]}$

Für eine modellabhängige Auswertung der SANS-Spektren wird der normierte differenzielle Wirkungsquerschnitt in einen kohärenten und einen inkohärenten Anteil aufgespalten [32]:

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega}(\mathbf{Q}) = \frac{d\Sigma_{\text{kohärent}}}{d\Omega}(\mathbf{Q}) + \frac{d\Sigma_{\text{inkohärent}}}{d\Omega} \quad (6)$$

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega}(\mathbf{Q}) = \left(\frac{d\Sigma}{d\Omega}\right)_{\delta} + \left(\frac{d\Sigma}{d\Omega}\right)_{\gamma'+\gamma''} + C_{\text{inkohärent}} \quad (7)$$

Der kohärente Anteil enthält die Mikrostrukturinformation und wird in einen Streubeitrag  $\left(\frac{d\Sigma}{d\Omega}\right)_{\delta}$  für große mikrostrukturelle Objekte (z.B.:  $\delta$ -Ausscheidungen) und einen Streubeitrag für die kleineren  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Ausscheidungen  $\left(\frac{d\Sigma}{d\Omega}\right)_{\gamma'+\gamma''}$  aufgespalten.

In der modellabhängigen Auswertung wird vereinfacht von sphärischen Ausscheidungen mit einer logarithmischen Normalverteilung (Größenverteilung) ausgegangen. Des Weiteren wird für den Strukturfaktor das einfache Starrkugelmodell (HS – „Hard Sphere“) gewählt. Im Fall des einfachen Starrkugelmodells findet eine Interaktion erst bei Unterschreiten eines Mindestabstands statt. Der inkohärente Streubeitrag  $C_{\text{inkohärent}}$  ist unabhängig vom Streuvektor  $\mathbf{Q}$  und konstant.

Die modellabhängige Anpassung (siehe schwarze Linie in Abbildung 10) der SANS-Spektren ergab einen Gesamtvolumenanteil der  $\gamma''$  und  $\gamma'$  Ausscheidungen von 22% und eine durchschnittliche Ausscheidungsgröße von 7 nm. Diese Werte sind vergleichbar mit den Ergebnissen aus den APT-Messungen.

## Messergebnisse und Diskussion (in-situ SANS)

Die Grundidee der in-situ SANS-Messung war, die isotherme Ausscheidungskinetik bei hohen Temperaturen genauer zu untersuchen. Wie beschrieben, wurden die Proben sequentiell bei 960 °C lösungsgelüht, um die vorhandenen  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Ausscheidungen aufzulösen. Am Ende des Lösungsglühens und vor dem Abkühlen auf die jeweilige Messtemperatur wurden SANS-Spektren aufgenommen.

In Abbildung 11 werden diese SANS-Spektren miteinander verglichen. Die Probe wurde im Verlauf der gesamten Messzeit neunmal lösungsgelüht. Die Kurven stimmen selbst nach dem neunten Mal sehr gut miteinander überein. Es wird davon ausgegangen, dass das Lösungsglühen die zugrundeliegende Mikrostruktur (v.a.  $\delta$ -Phase und Korngröße) nicht verändert und die vorhandenen  $\gamma'$ - und  $\gamma''$ -Ausscheidungen aufgelöst werden. Die SANS-Spektren am Ende des Lösungsglühens dienen jeweils als freie Referenz für die  $\gamma'$ - und  $\gamma''$ -Ausscheidungskinetik.

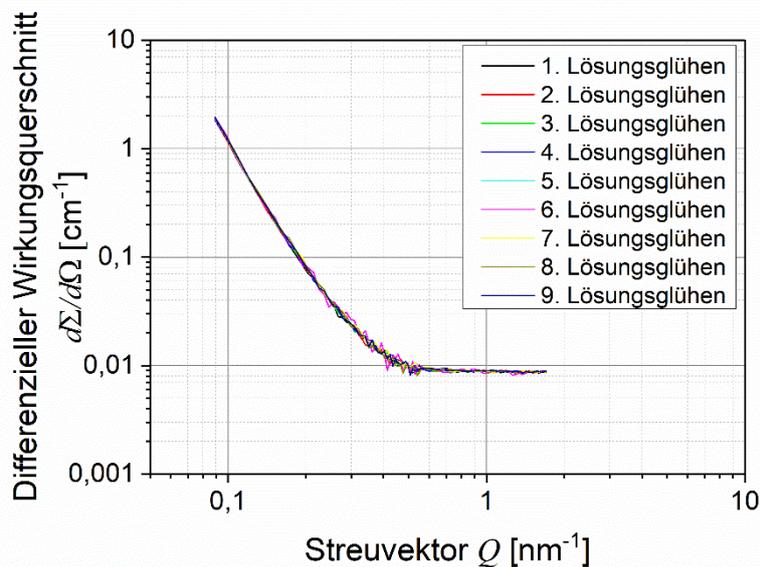
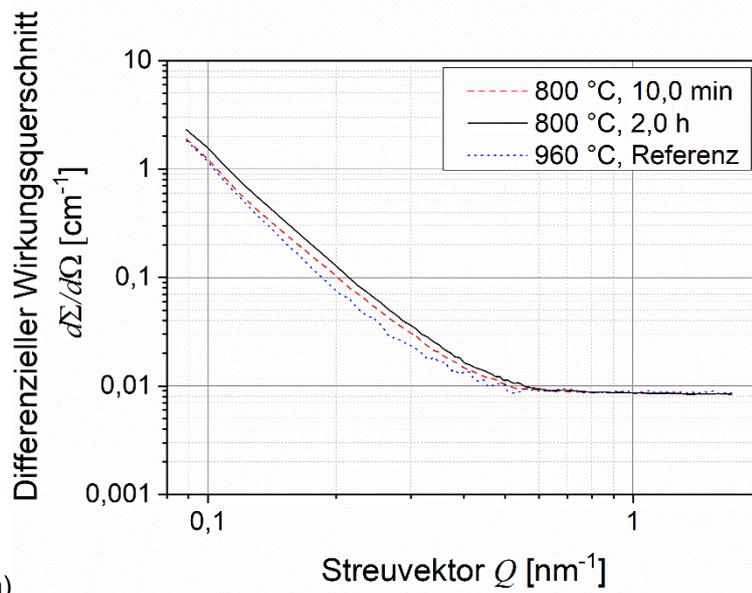
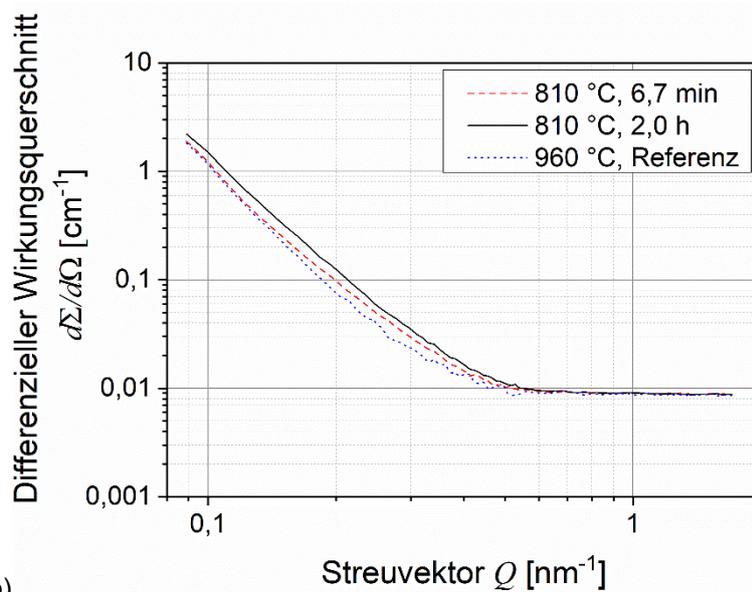


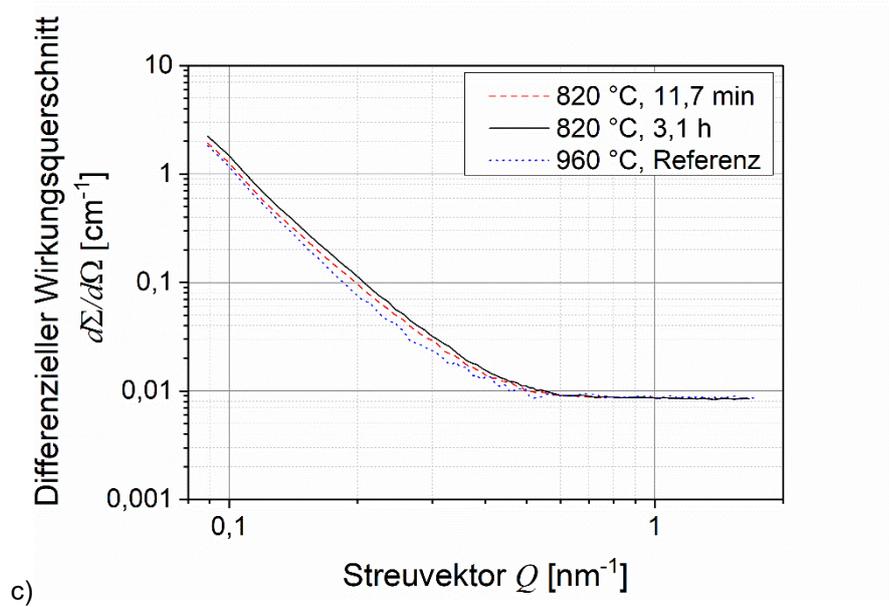
Abbildung 11: Vergleich der gemessenen SANS-Spektren jeweils am Ende des Lösungsglühens bei 960 °C. Regelmäßiges Lösungsglühen bei 960 °C hat keinen Einfluss auf die SANS-Spektren.



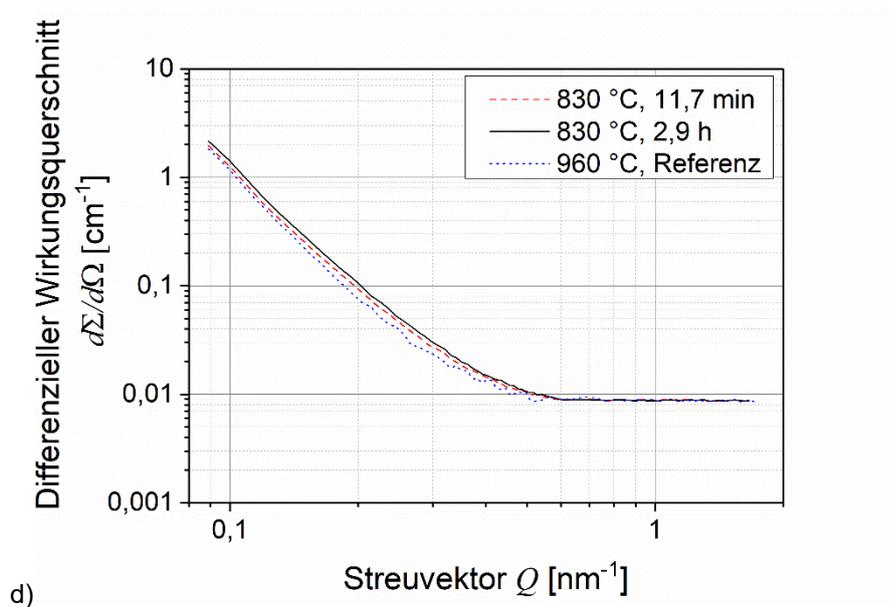
a)



b)



c)



d)

Abbildung 12: Entwicklung der in-situ gemessenen SANS-Spektren während des isothermen Auslagerns bei a) 800 °C, b) 810 °C, c) 820 °C und d) 830 °C.

Abbildung 12 a – d zeigt die isotherme Evolution der gemessenen SANS-Spektren bei 800 °C bis 830 °C. Die Flächen unter den jeweiligen Kurven nehmen bei allen Messtemperaturen mit der Messzeit zu. Die Flächenzunahme ist bei 800 °C ausgeprägter und schneller als bei 830 °C. Nach Porod ist die gesamte Kleinwinkelstreuung einer Probe invariant von der Dichteverteilung in der Probe [33]. Aufgrund der Annahme, dass  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Phasen in den SANS-Spektren aufgrund der sehr ähnlichen Streulängendichte nicht voneinander getrennt werden können und die

$\delta$ -Phase stabil bleibt (siehe Abbildung 11), kann das System durch ein Zweiphasensystem angenähert werden. Die Integration des Wirkungsquerschnitts in Bezug auf den Streuvektor  $\mathbf{Q}$  ergibt die Invariante  $Q^*$ ,

$$Q^* = \int \frac{d\Sigma}{d\Omega}(\mathbf{Q})d\mathbf{Q} = 8\pi^3V(1 - V)\Delta\eta^2. \quad (8)$$

Für ein inkompressibles Zweiphasensystem erlaubt die Invariante  $Q^*$  die Berechnung des Gesamtvolumenanteils  $V$  der zweiten Phase. Abbildung 13 zeigt die isotherme Entwicklung des berechneten Volumenanteils bei 800 °C, 810 °C, 820 °C und 830 °C. Alle Kurven folgen einem Johnson-Mehl-Avrami-Verlauf [34]. Bei steigender Temperatur nehmen die Kinetik und der Volumenanteil ab.

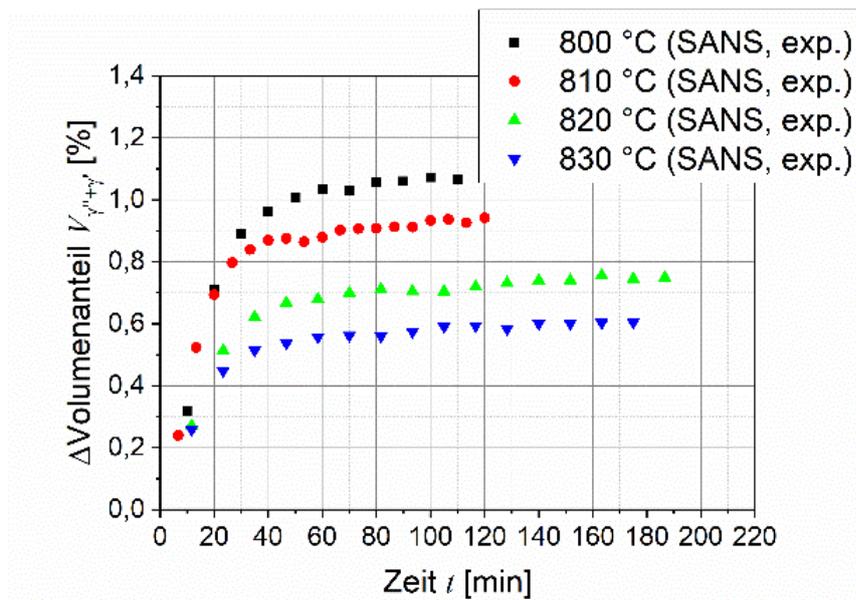


Abbildung 13: Ergebnis der modellunabhängigen Auswertung der in-situ gemessenen SANS-Spektren bei 800 °C, 810 °C, 820 °C und 830 °C. Die Änderung des Volumenanteils ist anfangs hoch und flacht mit der isothermen Auslagerungszeit ab.

## 3.2 Mechanische Charakterisierung

Die mechanische Charakterisierung hat zum Ziel, die Wechselwirkung zwischen den makroskopischen mechanischen Materialeigenschaften und den Verfestigungsmechanismen auf Mikro- bzw. Nanoebene zu untersuchen. Für die mechanische Charakterisierung von INCONEL718 im Hochtemperaturbereich wurden zwei spezielle Verfahren entwickelt und getestet [14]:

- Stufenzugversuche (SZV)
- Stufenkriechversuche (SKV)

Die Versuche fanden in einem Temperaturbereich von 500 °C ( $T_H \approx 0,4$ ) bis 1000 °C ( $T_H \approx 0,8$ ) statt. Die  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Ausscheidungskeimbildung setzt bekanntlich bei ca. 800 °C – 850 °C ein. Oberhalb dieser Temperatur ist das Material als frei von  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Ausscheidungen zu betrachten. In Kombination mit thermokinetischen Simulationen der Ausscheidungsentwicklung war es möglich, die makroskopischen mechanischen Kennwerte aus mikrostrukturellen Größen zu berechnen. Zum Beispiel konnte jeder Fließspannung ein Satz aus  $\gamma''$ -Volumenanteil und mittlerem Ausscheidungsradius zugeordnet werden. Die Proben für die mechanischen Versuche wurden aus dem mittleren Abschnitt eines geschmiedeten und luftgekühlten Zylinders („Pancake“) gefertigt. In diesem mittleren Abschnitt waren Korngröße und  $\gamma''$ -Ausscheidungen homogen verteilt (siehe Kapitel 3.1.1).

### 3.2.1 Stufenzugversuche (SZV)

#### Messaufbau und Durchführung

Ein SZV bestand aus mehreren Zyklen. Die Temperaturführung eines Zyklus kann in drei Phasen unterteilt werden:

- Phase 1: Lösungsglühen der Proben, um etwaige  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Kompaktstrukturen in der Matrix aufzulösen. Thermokinetische Simulationen ergaben für INCONEL718, dass nur wenige Sekunden bei etwa 1000 °C hierfür ausreichen.

- Phase 2: Nach dem Lösungsglühen wurde die Proben mit einer Abkühlgeschwindigkeit von etwa  $10\text{ °Cs}^{-1}$  mit Luft auf die Messtemperatur abgeschreckt. Dabei konnte die Keimbildung unterdrückt werden.
- Phase 3: Unterschiedlich langes isothermes Glühen bei erhöhter Temperatur, um Ausscheidungszustände bzw. eine Ausscheidungsfestigkeit im Material gezielt einzustellen.

Zusätzlich wurde in Phase 3 nach einer definierten Auslagerungszeit ein Zugversuch bis auf 1% Gesamtdehnung durchgeführt. Hierfür wurde eine Dehnrage von  $5 \cdot 10^{-4}\text{ s}^{-1}$  gewählt. Ausgewertet wurde stets die Fließgrenze  $R_{p0,05}$  mit 0,05% plastischer Dehnung; sie wurde als Funktion der Auslagerungszeit zusammengefasst. Am Ende wurde die Probe wieder auf  $1000\text{ °C}$  aufgeheizt und so mit einem neuen Zyklus begonnen. Abhängig vom Temperaturniveau konnte diese Messung 5 bis 10 Mal je Probe wiederholt werden, bevor es zur Einschnürung kam. Die Temperaturführung wurde anschließend dazu verwendet, um die gemessene Festigkeitsentwicklung mit der Entwicklung des Ausscheidungszustandes zu korrelieren.

### **Messergebnisse und Diskussion**

Die gemessene Festigkeitsentwicklung steht in direktem Zusammenhang mit der Ausscheidungsverfestigung und damit mit der Entwicklung des Volumenanteils und des mittleren Radius der  $\gamma''$ -Ausscheidungen in der Matrix. Aufgrund des großen Probenvolumens wird bei diesem Messverfahren über ausreichend viele Ausscheidungen gemittelt.

Abbildung 14 zeigt die isotherme Entwicklung der Ausscheidungsverfestigung bei  $620\text{ °C}$ ,  $720\text{ °C}$ ,  $750\text{ °C}$  und  $800\text{ °C}$ . Nach einer ersten raschen Zunahme verlangsamt sich die Ausscheidungsverfestigung bei  $720\text{ °C}$  und  $750\text{ °C}$ . Die Veränderung der Steigung deutet auf einen Mechanismenwechsel in der Ausscheidungskinetik oder -verfestigung hin. Bei  $620\text{ °C}$  nimmt die Ausscheidungsverfestigung deutlich langsamer zu, während sie bei  $750\text{ °C}$  am schnellsten verläuft.

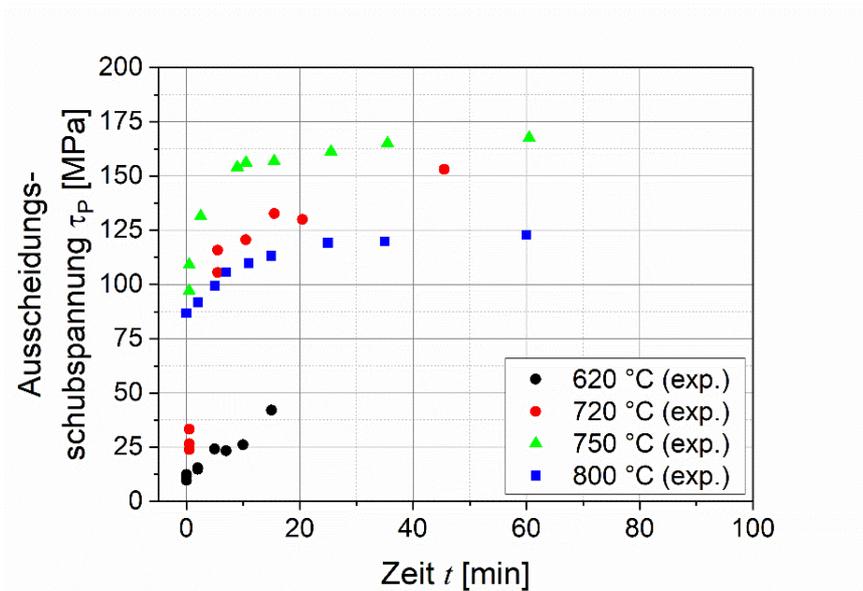


Abbildung 14: Verlauf der Ausscheidungsverfestigung bei 620 °C, 720 °C, 750 °C und 800 °C.

In Abbildung 15 ist das gemessene isotherme Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm (ZTA) dargestellt. Die Messpunkte wurden aus dem ersten gemessenen Anstieg der Ausscheidungsverfestigung bestimmt. Die gemessene ZTA-Kurve ist asymmetrisch, die „Nase“ liegt zwischen 680 °C und 750 °C. Der Gradient im unteren Temperaturbereich ist höher als im oberen Temperaturbereich. Die Genauigkeit dieser Methode liegt messtechnisch bedingt bei 1 Minute. Besonders im Temperaturbereich der ZTA-Nase kann es schon nach Bruchteilen von Sekunden zu einer vehementen Nukleation und einem Wachstum der Ausscheidungen kommen. Daher ist mit dieser Methode nur eine obere Abschätzung der Inkubationszeit möglich.

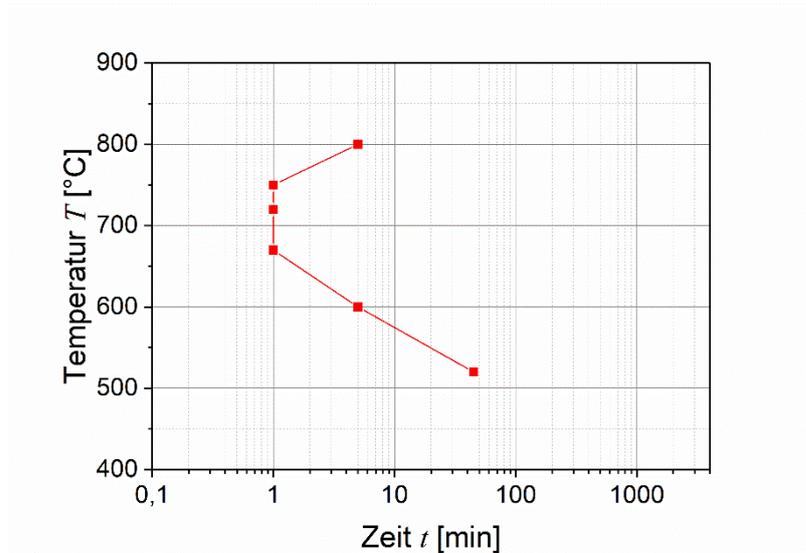


Abbildung 15: Abschätzung der Inkubationszeit bei isothermer Auslagerung zwischen 500 °C und 800 °C anhand des ersten gemessenen Anstiegs der Ausscheidungsverfestigung.

### 3.2.2 Stufenkriechversuche (SKV)

#### Messaufbau und Durchführung

Ein SKV setzt sich aus einer komplexen Temperatur- und Belastungsführung zusammen. Die Temperaturführung wurde analog zu den SZV gewählt und kann dort nachgelesen werden. Die Belastung wurde während der isothermen Auslagerung in Phase 3 stufenförmig aufgebracht. Sie wurde solange konstant gehalten, bis die Dehnraten einen stationären Wert (sekundäre Kriechdehnraten) erreicht hatte. Erst dann wurde die Belastung weiter erhöht. Daher waren die Haltedauern von der Höhe der Belastung und der Messtemperatur abhängig.

#### Messergebnisse und Diskussion

In Abbildung 16 sind die gemessenen Kriechdehnraten als Funktion der Temperatur und Spannung dargestellt. Die Form der Darstellung entspricht einem Verformungsmechanismen-Diagramm. Dabei wird die deviatorische Spannung  $\sigma_s$  über den Schubmodul  $\mu_T$  normiert. Die gemessenen Dehnraten variierten je nach Belastung und Temperaturniveau von  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  bis  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$ . Im hohen Temperaturbereich von 850 °C bis 1000 °C wird eine lineare Abhängigkeit in der doppeltlogarithmischen

Darstellung beobachtet. Diese Abhängigkeit kann also durch ein Potenzgesetz beschrieben werden. Im Temperaturbereich unterhalb 800 °C wird ein Mikrostruktureinfluss auf die die Kriechraten vermutet. Bei niedriger Belastung sinken die Dehnraten ab und bilden eine Art Schwellwert. Bei hohen Belastungen wiederum weichen die Dehnraten exponentiell vom linearen Verhalten des Potenzkriechens ab. Diese exponentielle Abhängigkeit der Dehnrates von der Spannung steht in Zusammenhang mit den „Powerlaw-Breakdown“-Mechanismen, die in Kapitel 4.2.2 näher behandelt werden.

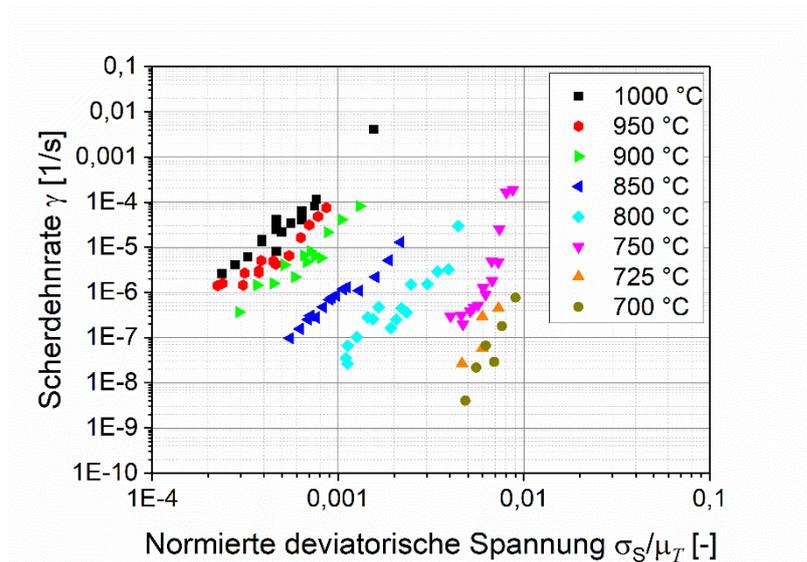


Abbildung 16: Darstellung der mittels SKV gemessenen sekundären Kriechdehnraten in Abhängigkeit der Spannung und Temperatur. Die Darstellung entspricht der Form eines Verformungsmechanismen-Diagramms.

### **3.3 Untersuchung des Abkühlverhaltens an Luft**

#### **3.3.1 Messung der lokalen Abkühlkurven**

##### **Messaufbau und Durchführung**

Das Untersuchungsziel war die experimentelle Simulation des Luftabkühlungsprozesses einer geschmiedeten Turbinenscheibe. Hierzu wurde eine geschmiedete Turbinenscheibe im Inneren mit zwölf Thermoelementen (Typ N, 3 mm Durchmesser und 8 m Länge der Anschlussdrähte) bestückt. Die Thermoelemente wurden auf drei um 120° versetzte Sektoren aufgeteilt (siehe Abbildung 17 a). Die Löcher für die Thermoelementpositionen 1, 2 und 4 wurden von der Unterseite für Position 3 von der Oberseite in die Scheibe gebohrt (siehe Abbildung 17 b). Der Lochdurchmesser betrug 3,5 mm. Die Thermoelementpositionen 1 und 4 lagen nahe der Oberfläche, die Positionen 2 und 3 mittig der Scheibe. Des Weiteren wurde darauf geachtet, dass die Bohrungen mit ausreichendem Abstand angeordnet wurden, um den Wärmefluss in der Turbinenscheibe möglichst wenig zu verändern [35,36].

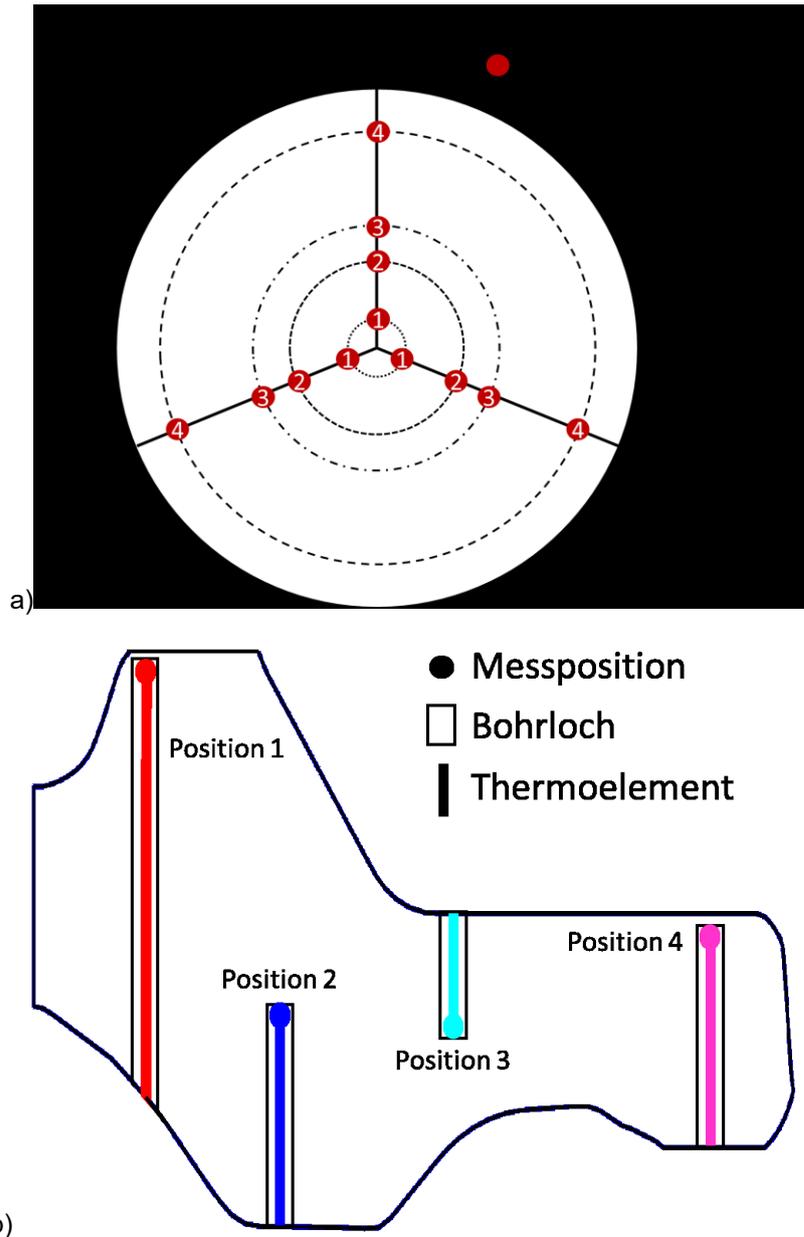


Abbildung 17: Anordnung der Thermoelemente in a) um 120° versetzte Sektoren und b) im Querschnitt der Turbinenscheibe.

Die Spitzen der Thermoelemente waren immer in engem Kontakt mit dem Bauteil. Dadurch sollte der thermische Widerstand zwischen Thermoelement und Bauteil möglichst gering gehalten werden. Die Löcher wurden verschlossen, um den äußeren Einfluss auf die Temperaturmessungen zu minimieren. Für die Verbindung mit dem Messcomputer vom Typ Eurotherm Chessell 6180A während des Aufheizens im Ofen und während des Abschreckens wurden 8 m lange Anschlussdrähte benötigt. Vor der Abkühlung wurde die mit Thermoelementen bestückte Turbinenscheibe in einem

Industrieofen auf  $1000\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  (entspricht ca. Schmiedetemperatur) erwärmt. Anschließend wurde die Turbinenscheibe aus dem Ofen genommen. Für das Abkühlen mit natürlicher Konvektion wurde die Turbinenscheibe auf zwei Stahlträgern gelagert.

## Messergebnisse und Diskussion

Die Messergebnisse sind in Kapitel 5.1 dargestellt und werden dort in Bezug auf die Simulation der Temperaturfeldentwicklung in der Turbinenscheibe ausführlich diskutiert.

### 3.3.2 Messung des Emissionsvermögens

#### Messaufbau und Durchführung

Tabelle 5: Spezifikation des verwendeten Messgeräte zur Bestimmung des Emissionskoeffizienten.

Thermokamera	CEDIP JADE 3 MWIP mit InSb-Sensor, Wellenlängenbereich 2.5 mm – 5.2 µm, Auflösung 320x256 Pixel (Pixelabstand von 30 µm)
Thermoelement	Type N

Die Strahlungswärmeflussdichte (Leistung pro Flächeneinheit) an der Oberfläche der Turbinenscheibe wird durch das Stefan-Boltzmann-Gesetz beschrieben und hat eine quartische Temperaturabhängigkeit,

$$\dot{q}_{\text{Strahl.}} = \varepsilon \cdot \sigma \cdot (T_{\text{Oberfl.}}^4 - T_{\text{Umgeb.}}^4). \quad (9)$$

$\sigma$  ist die Stefan-Boltzmann-Konstante,  $\varepsilon$  der Emissionskoeffizient und  $T_{\text{Oberfl.}}$  und  $T_{\text{Umgeb.}}$  sind die absoluten Temperaturen an der Oberfläche der Turbinenscheibe bzw. an den Wänden in der Umgebung. Um den Strahlungswärmeaustausch mit der Umgebung in einem Finite-Elemente-Modell ausreichend genau zu simulieren, muss der Emissionskoeffizient bekannt sein. Hierzu wurde eine mit Thermoelementen bestückte Turbinenscheibe in einem Industrieofen auf  $1000\text{ °C}$  aufgeheizt. Die Thermokamera

wurde vorab mittels Planckschem Strahlungskörper (schwarzen Körper – „Black Body“) auf einen Emissionskoeffizienten von 1 kalibriert. Die Oberfläche der Turbinenscheibe und die Achse der Thermokamera standen senkrecht zueinander. Während der Abkühlprozess der Turbinenscheibe an Luft mit der Thermokamera aufgezeichnet wurde, wurde gleichzeitig die Oberflächentemperatur mit einem Thermoelement gemessen. Das Thermoelement war nur wenige Millimeter unterhalb der Oberfläche positioniert. Aus dem Vergleich der Messungen konnte anschließend der technische Emissionskoeffizient für geschmiedete Turbinenscheiben aus INCONEL718 bestimmt werden.

### **Messergebnisse und Diskussion**

Die von einem Objekt emittierte Wärmestromdichte ist nicht nur eine Funktion der Temperatur, sondern hängt auch vom Material und dessen Oberflächenzustand (z.B.: Oberflächenrauigkeit und Oxidationsschichten) ab. Die mit Thermoelementen instrumentierte Turbinenscheibe wurde vor den Messungen in einem Industrieofen bei 1000 °C (entspricht ca. der Schmiedetemperatur) voroxidiert. Natürliche Konvektion ermöglichte eine niedrige Abkühlgeschwindigkeit und damit kleine Temperaturgradienten zwischen der Oberfläche und dem darunter positionierten Thermoelement. Die Auswertung der Messung ergab einen Emissionskoeffizienten von

$$\varepsilon = 0,83 \pm 0,076. \quad (10)$$

Dieser Wert ist in sehr guter Übereinstimmung mit den Literaturwerten von 0,84 für oxidierte INCONEL718-Oberflächen [37–39].

### 3.4 Eigenspannungsmessungen in realen Turbinenscheiben

Messmethoden zur Bestimmung der Eigenspannungen werden häufig nach ihrem Zerstörungsgrad und ihrer Eindringtiefe unterschieden (siehe Tabelle 6). Zerstörungsfrei bedeutet, dass die Messung ohne mechanischen Eingriff erfolgt. Bei einer zerstörenden Methode werden die Dehnungsänderungen während des mechanischen Materialabtrags gemessen. Durch die Dehnungen wird auf die Eigenspannungen im Bauteil rückgeschlossen. In speziellen Anwendungsfällen kommen auch teil-zerstörende Methoden zum Einsatz. Diese verursachen nur sehr lokale Schäden, welche die Funktionsweise des Bauteils nicht beeinträchtigen. Ein weiterer wichtiger Punkt für die Auswahl der Messmethode ist die mögliche Messtiefe.

Tabelle 6: Übersicht der Methoden zur Eigenspannungsanalyse in Bauteilen

<b>Eindringtiefe</b>	<b>zerstörungsfrei (ohne Entspannung)</b>	<b>zerstörend (Entspannung)</b>
Oberflächeninformation	Röntgendiffraktion	Bohrlochmethode, Härtemessung
Volumeninformation	Neutronendiffraktion, Ultraschall	Cut-Compliance- Methode

In dieser Arbeit wurden zwei verschiedene Eigenspannungsmessverfahren angewandt. Das Ziel dieser beiden Methoden war die Bereitstellung von Eigenspannungsmessergebnissen zur Validierung des Simulationsmodells. Zum einen wurden die Eigenspannungstiefenverläufe an der Oberfläche aller drei Fertigungskonturen (Schmiede-, Ultraschall- und Fertigteilkontur) mit Hilfe der Bohrlochmethode bestimmt (rote Punkte in Abbildung 18). Zum anderen wurde der Eigenspannungszustand im Volumen der Fertigteilkontur mittels Neutronendiffraktometrie gemessen (gelbe Dreiecke in Abbildung 18). Neutronen wechselwirken nur sehr schwach mit der Materie und können so relativ weit ins Material eindringen.

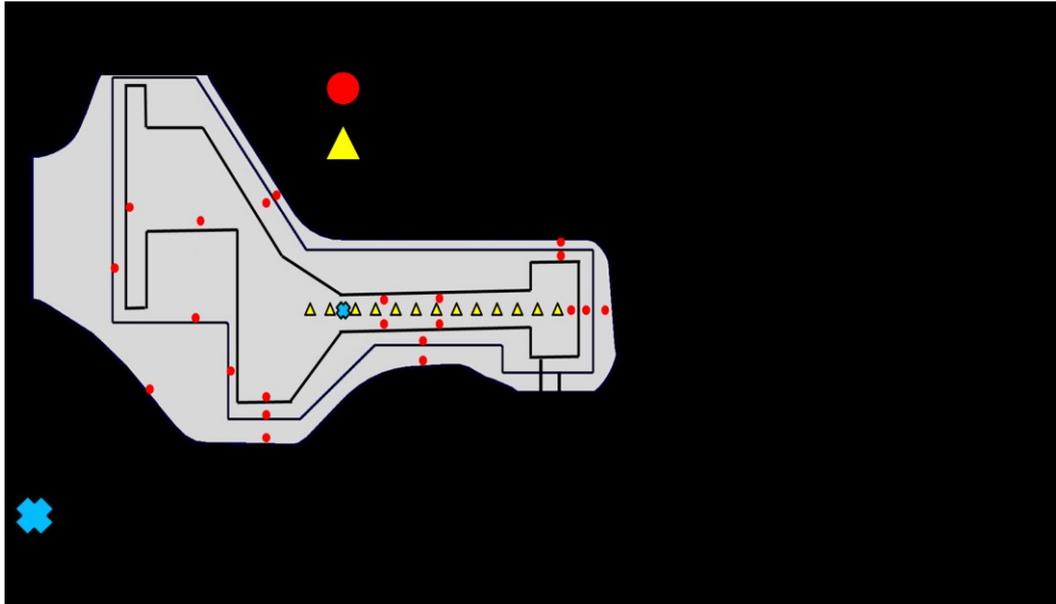


Abbildung 18: Darstellung der Messpositionen der Bohrlochmethode und Neutronendiffraktion in allen drei Konturen zur Ermittlung der Eigenspannungen im Querschnitt der Turbinenscheibe.

### 3.4.1 Bohrlochmethode

#### Messaufbau und Durchführung

Mit der inkrementellen Bohrlochmethode wurde der Eigenspannungszustand an der Oberfläche der Schmiede-, Ultraschall- und Fertigteilkontur gemessen [40]. Die verschiedenen Messpositionen sind in Abbildung 18 dargestellt. Bei dieser Methode wurde eine 3-Element-DMS-Rosette um den jeweiligen Messpunkt an der Oberfläche geklebt. Nach der Kalibrierung der Messvorrichtung wurde mit einer Hochgeschwindigkeitsbohranlage ein zylindrisches Loch in die Mitte der Rosette gebohrt. Der Lochdurchmesser betrug 1,9 mm. Mit einer Schrittweite von 0,02 bis 0,06 mm wurde das Loch bis zu einer Gesamttiefe von 1,2 mm gebohrt. Die Eigenspannungsauswertung erfolgte nach dem Differentialverfahren unter Verwendung eines Elastizitätsmoduls von 206 GPa und einer Poissonzahl von 0,34 [41,42].

## Messergebnisse und Diskussion

Die Messergebnisse sind in Kapitel 5.2.2 zur Validierung der Eigenspannungssimulation dargestellt (siehe Abbildung 40) und werden dort in Bezug auf die Simulationsergebnisse ausführlich diskutiert.

### 3.4.2 Neutronendiffraktometrie

#### Messaufbau und Durchführung

Die Eigenspannungsanalyse im Volumen der Fertigteilkontur erfolgte mit Hilfe der Neutronendiffraktometrie. Die Messungen wurden am Instrument STRESS-SPEC am Forschungszentrum FRMII in Garching, Deutschland [40,43,44] durchgeführt. Die tangentialen und radialen Messpositionen in der Endkontur der Turbinenscheibe sind in Abbildung 18 dargestellt. Das Messvolumen bzw. die Auflösung betrug  $5 \text{ mm}^3$ . Eine konstante Wellenlänge  $\lambda$  von  $0,155 \text{ nm}$  wurde in den Experimenten verwendet. Die Bestimmung der Eigenspannungen anhand der Verschiebung des  $\{311\}$ -Reflexes der Nickelmatrix wird in der Literatur empfohlen [45,46]. Je nach Messposition betrug die Messzeit zwischen einigen Minuten und 3 Stunden. Der Grund für die stark unterschiedlichen Messzeiten waren die positionsabhängigen Eindring- und Austrittswege der Neutronen im Material. Die Streumuster wurden mit der Software „Stress-Tex-Calculator“ [47] ausgewertet. In einem ersten Schritt wurde der inkohärente Streuanteil unter Verwendung eines Polynoms 1. Grades entfernt. Im zweiten Schritt wurde die Verschiebung der Peaks untersucht. Dazu wurden die gemessenen Reflexionen mit einer Gauß-Funktion angepasst. Durch Anwendung der Bragg-Gleichung

$$n\lambda = 2d\sin(\theta), \quad (11)$$

der Dehnungsgleichung  $\varepsilon_i = \frac{d-d_0}{d_0}$  und des allgemeinen Hookeschen Gesetzes

$$\sigma_i = \frac{E_{hkl}}{1+\nu_{hkl}} \left[ \varepsilon_i + \frac{\nu_{hkl}}{1-2\nu_{hkl}} (\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3) \right] \quad (12)$$

wurden die Eigenspannungen  $\sigma_i$  in allen drei Raumrichtungen berechnet.  $n$  ist eine ganze Zahl,  $d$  und  $d_0$  der Netzebenenabstand des beanspruchten und des

unbelasteten Materials,  $E_{hkl}$  der Elastizitätsmodul,  $\nu_{hkl}$  die Poissonzahl und  $\varepsilon_i$  die Hauptdehnungen. Folgende elastische Konstanten wurden für INCONEL718 verwendet:

$$E_{311} = 208 \text{ GPa} \quad (13)$$

$$\nu_{311} = 0.31 \quad (14)$$

Der makroskopisch eigenspannungsfreie Netzebenenabstand  $d_0$  wurde mit Hilfe von dünnen Referenzproben gemessen. Diese Referenzproben hatten eine Abmessung von  $3 \times 3 \times 13 \text{ mm}^3$ . Insgesamt wurden davon zwölf Proben aus einer Turbinenscheibe erodiert. Die zwölf Proben waren auf vier um  $90^\circ$  verdrehte Sektoren aufgeteilt, um den Einfluss durch Gefügeinhomogenitäten mit zu berücksichtigen.

### Messergebnisse und Diskussion

Die Auswertung des eigenspannungsfreien Netzebenenabstandes  $d_{0,311}$  und der entsprechenden Gitterkonstante  $a$  des kubisch flächenzentrierten (kfz) Kristalls ergab

$$d_{0,311} = 0.108 \text{ nm und} \quad (15)$$

$$a = d_{0,hkl} \cdot \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} = 0.359 \text{ nm.} \quad (16)$$

$h$ ,  $k$  und  $l$  sind die entsprechenden Laue-Indizes. Die Ergebnisse der Eigenspannungsanalyse sind im Kapitel 5.2.2 zur Validierung der Eigenspannungssimulation dargestellt (siehe Abbildung 40) und werden dort in Bezug auf die Simulationsergebnisse ausführlich diskutiert.

## 4. Modellierung der Mikrostruktur und des Werkstoffverhaltens von INCONEL718

Dieses Kapitel behandelt die konstitutive Modellierung von INCONEL718 und gliedert sich in zwei große Abschnitte. Abschnitt 1 behandelt die thermokinetische Modellierung und Kalibrierung in MatCalc. Nach einer Beschreibung der theoretischen Konzepte und Modelle wird die Parametrisierung behandelt. Die Validierung des kalibrierten Modells erfolgt am DA-Wärmebehandlungsprozess. In Abschnitt 2 wird aufbauend auf der Ausscheidungssimulation ein Modell für sekundäres Kriechen hergeleitet. Das Kriechmodell fasst existierende Modelle und Konzepte zusammen und ist in der Lage, die Entwicklung der Ausscheidungsverfestigung mit zu berücksichtigen. Das Kriechmodell verwendet nur die nötigste Anzahl an Anpassungsparametern. Nach der Parametrisierung wird das Kriechmodell in Kombination mit dem thermokinetischen Modell angewendet, um Verformungsmechanismen-Diagramme für den DA-Wärmebehandlungsprozess zu berechnen.

### 4.1 Modellierung der Ausscheidungskinetik und der Ausscheidungsverfestigung in INCONEL718 mittels MatCalc

#### 4.1.1 Beschreibung der Modelle zur Ausscheidungskinetik

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde ein thermokinetisches Modell für INCONEL718 parametrisiert. Die Modellierung und Simulation der Phasenübergänge wurde in MatCalc Version 5.61 (rel. 0.021) durchgeführt [48]. Durch die Ausscheidungsbildung während des Wärmebehandlungsprozesses von INCONEL718 nimmt die gesamte freie Enthalpie des Systems ab [49],

$$G = \sum_{i=1}^n N_{0i} \mu_{0i} + \sum_{k=1}^m \frac{4\pi r^3}{3} (\lambda_k + \sum_{i=1}^n c_{ki} \mu_{ki}) + \sum_{k=1}^m 4\pi r_k^2 \gamma_k. \quad (17)$$

$N_{0i}$  ist die Molzahl der Komponente  $i$  in der Matrix,  $\mu_{0i}$  das chemische Potential der Komponente  $i$  in der Matrix,  $\mu_{ki}$  das chemische Potential der Komponente  $i$  in der Ausscheidung  $k$ ,  $\gamma_k$  die Grenzflächenenergie,  $\lambda_k$  der Beitrag der elastischen Energie,  $c_{ki}$

die Konzentrationen und  $r_k$  ist der mittlere Ausscheidungsradius.

Die Differenz der freien Enthalpie wird dissipiert durch Grenzflächenbewegungen und Diffusion von Atomen innerhalb der Ausscheidungen und in der Matrix. Der hierfür notwendige Tracer-Diffusionskoeffizient  $D_{Ti}$  für die Komponente  $i$  berechnet sich aus der Mobilität  $M_i$ ,

$$D_{Ti} = RTM_i. \quad (18)$$

CALPHAD-basierte Datenbanken (CALPHAD – „Calculation of Phase Diagrams“) liefern die chemischen Potentiale  $\mu$  der Phasen (Thermodynamische Datenbank mn\_ni\_v2.029 [50]) und die Mobilitäten  $M_i$  (Diffusionsdatenbank mc\_ni\_2.005 [51]) der Legierungselemente.

Die Modelle zur Ausscheidungskinetik beruhen auf der für Mehrkomponentensysteme erweiterten klassischen Nukleationstheorie [52] und dem Wachstumsmodell nach Svoboda-Fischer-Fratzl-Kozeschnik (SFFK) [49]. Für die transiente Keimbildungsrate  $J$  gilt

$$J = N_0 Z \beta^* \cdot e^{-\frac{G^*}{k_B T}} \cdot e^{-\frac{\tau}{t}}. \quad (19)$$

$N_0$  ist die Anzahl der Keimbildungsstellen,  $Z$  der Zeldovich-Faktor,  $\beta^*$  der atomare Bindungsfaktor,  $k_B$  die Boltzmann-Konstante,  $T$  die Temperatur in Kelvin,  $\tau$  die Inkubationszeit und  $t$  ist die Auslagerungszeit.  $G^*$  entspricht der kritischen Keimbildungsenergie,

$$G^* = \frac{16\pi}{3} \frac{\gamma^3}{\left(\frac{\Delta G_{\text{vol}} - \Delta G_{\text{el}}}{v^*}\right)^2}. \quad (20)$$

$\gamma$  ist die spezifische Grenzflächenenergie,  $v^*$  das molare Volumen der Matrix und  $\Delta G_{\text{vol}}$  ist die Volumenenergie. Der elastische Energiebeitrag  $\Delta G_{\text{el}}$  ergibt sich aus dem Spannungsfeld um die sich bildende Ausscheidung zu

$$\Delta G_{\text{el}} = \frac{E}{9(1-\nu)} v^{*2}. \quad (21)$$

$E$  ist der Elastizitätsmodul,  $\nu$  die Poissonzahl und  $v^*$  ist der volumetrische Misfit zwischen Ausscheidung und Matrix. Die kritische Keimbildungsenergie ist im elastisch

gedehnten Zustand immer höher als im ungedehnten Zustand. Sobald sich ein Ausscheidungskeim gebildet hat, wird sein weiteres Wachstum durch das SFFK-Modell beschrieben.

Die spezifische Grenzflächenenergie  $\gamma$  ist ein wesentlicher Parameter in der Modellierung der Ausscheidungskinetik und hängt von

- der Kristallstruktur,
- der Temperatur und
- der Orientierung der Grenzfläche ab.

Sie bestimmt die Größe der kritischen Keimbildungsenergie  $G^*$  und beeinflusst die Vergrößerungsdynamik, wenn das System die Grenzfläche zwischen Ausscheidung und Matrix minimiert. Der Parameter ist experimentell nicht direkt zugänglich. Für die Berechnung der spezifischen Grenzflächenenergie zwischen Ausscheidung und Matrix wird daher der „Generalized Broken Bond“- (GBB-) Ansatz verwendet [53]. Ausgangspunkt im GBB-Ansatz ist die spezifische Grenzflächenenergie  $\gamma_0$  für eine planare scharfe Grenzfläche,

$$\gamma_0 = \frac{n_S \cdot z_S}{N \cdot z_L} \Delta E_{\text{sol}}. \quad (22)$$

$N$  ist die Avogadro-Konstante,  $n_S$  die Anzahl der Atome pro Fläche,  $z_L$  die Koordinationszahl,  $z_S$  die Anzahl der benachbarten gebrochenen Bindungen und  $\Delta E_{\text{sol}}$  ist die Enthalpie für die Bildung von 1 mol Ausscheidungen in einer unendlich ausgedehnten Matrix.

Durch die Krümmung der Grenzfläche werden zusätzliche chemische Bindungen gebrochen. Die Veränderung der spezifische Grenzflächenenergie für gekrümmte Grenzflächen wird durch einen Korrekturfaktor  $\alpha$  für die planare scharfe Grenzfläche berücksichtigt [54],

$$\gamma = \alpha(r) \cdot \gamma_0. \quad (23)$$

Dabei hängt die Anzahl  $z_S$  und damit der Korrekturfaktor  $\alpha$  von benachbarten gebrochenen Bindungen vom Ausscheidungsradius  $r$  ab,

$$\alpha(r) = 1 - 1,353 \cdot 10^{-10} \rho^{-1} + 2,768 \cdot 10^{-21} \rho^{-2} (\ln(\rho) + 23,322). \quad (24)$$

Dieser Korrekturfaktor spielt vor allem während der Nukleation eine Rolle, wenn die Ausscheidungsradien klein sind (siehe Abbildung 19).

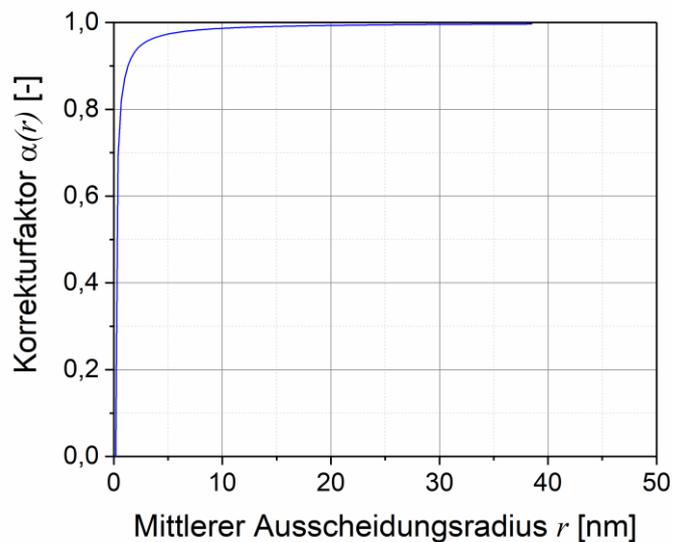


Abbildung 19: Abhängigkeit des Korrekturfaktors  $\alpha$  für gekrümmte Grenzflächen vom mittleren Ausscheidungsradius.

Eine wichtige Schlüsselgröße in der Berechnung der spezifischen Grenzflächenenergie von INCONEL718 ist die kritische Temperatur  $T_C$ . Die chemische Zusammensetzung ändert sich nicht schlagartig an der Grenzfläche zwischen Matrix und Ausscheidung (siehe Abbildung 8). An dieser diffusen Grenzfläche ergibt sich ein Gradient der chemischen Zusammensetzung. Die Anzahl der gebrochenen Bindungen entlang der diffusen Grenzfläche ist anders als bei einer scharfen oder gekrümmten Grenzfläche. Diesem Effekt wird durch einen weiteren Korrekturfaktor  $\beta$  Rechnung getragen [55],

$$\gamma = \beta \left( \frac{T}{T_C} \right) \cdot \alpha(r) \cdot \gamma_0. \quad (25)$$

$$\begin{aligned} \beta\left(\frac{T}{T_C}\right) = & 8,4729\left(\frac{T}{T_C}\right)^6 - 26,691\left(\frac{T}{T_C}\right)^5 + 32,717\left(\frac{T}{T_C}\right)^4 \\ & - 17,674\left(\frac{T}{T_C}\right)^3 + 2,2673\left(\frac{T}{T_C}\right)^2 - 0,09\left(\frac{T}{T_C}\right) \\ & + 1,00047632 \end{aligned} \quad (26)$$

Die diffuse Grenzfläche ist im Vergleich zur scharfen Grenzfläche entropisch begünstigt. Dies ist mit steigender Temperatur noch stärker ausgeprägt. Die Temperaturabhängigkeit wird in MatCalc durch die sogenannte kritische Temperatur  $T_C$  festgelegt. Sie ist experimentell nicht direkt zugänglich und muss empirisch an Messungen angepasst werden.

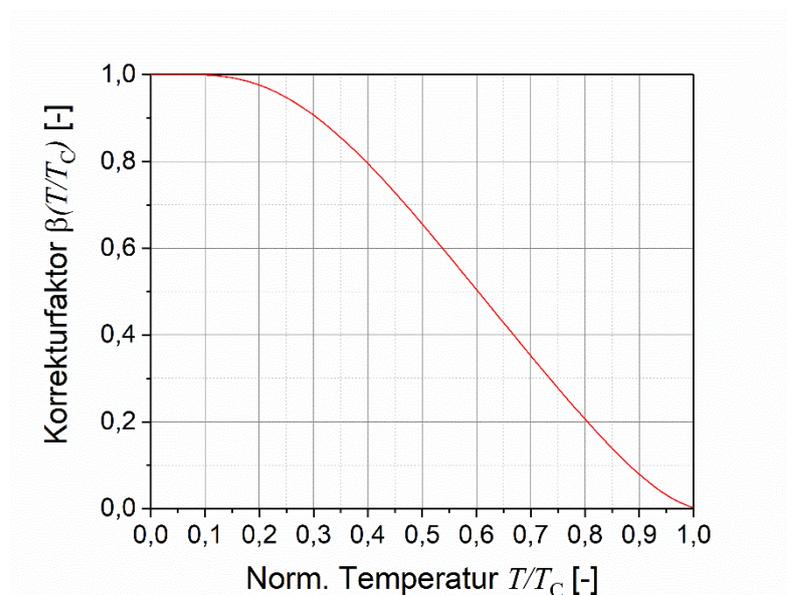


Abbildung 20: Abhängigkeit des Korrekturfaktors  $\beta$  für diffuse Grenzflächen in Abhängigkeit der Temperatur.

#### 4.1.2 Modelle zur Beschreibung der Ausscheidungsverfestigung

MatCalc bietet mikrostrukturbasierte Modelle für die Simulation der athermischen Ausscheidungsverfestigung (z.B. bei Raumtemperatur) an. Im Allgemeinen ist die Streckgrenze  $\sigma_Y$  der Widerstand eines Materials gegen plastische Verformung. Die Festigkeit setzt sich im Wesentlichen aus zwei Beiträgen zusammen,

$$\sigma_Y = \sigma_{Y,0} + \sigma_{Y,P}. \quad (27)$$

$\sigma_{Y,P}$  ist der Beitrag der Ausscheidungsverfestigung und  $\sigma_{Y,0}$  ist der Matrixverfestigungsbeitrag. Letzterer setzt sich unter anderem aus dem Verfestigungsbeitrag der Kornverfeinerung (Hall-Petch-Spannung) und der Mischkristallverfestigung (Peierls-Spannung) zusammen.

Ausscheidungen bilden Hindernisse für die Versetzungsbewegung im Kristall. Um diese Hindernisse in der Gleitebene zu überwinden, können Versetzungen die Ausscheidungen entweder schneiden oder mit Hilfe des Orowan-Mechanismus umgehen. Inkohärente Ausscheidungen können aufgrund der ungeordneten Grenzflächenstruktur ausschließlich mittels Orowan-Mechanismus umgangen werden. Der Überwindungsmechanismus bei kohärenten Ausscheidungen ist von der Größe des mittleren Ausscheidungsradius abhängig. D.h. unterhalb eines kritischen Radius werden Ausscheidungen geschnitten und oberhalb umgangen,

$$\tau_P = \begin{cases} \tau_{\text{Schneiden}} & \text{für } r \leq r_{\text{kritisch}} \\ \tau_{\text{Orowan}} & \text{für } r > r_{\text{kritisch}} \end{cases}. \quad (28)$$

In der Literatur werden Materialien als unteraltert bezeichnet, wenn der mittlere Ausscheidungsradius  $r$  kleiner ist als dieser kritische Wert. Als überaltert werden Materialien bezeichnet, wenn der mittlere Ausscheidungsradius  $r$  größer als der kritische Wert ist.

Die klassischen Beiträge der Ausscheidungsverfestigung wurden in den Arbeiten von Ahmadi et al. [56,57] beschrieben und zusammengefasst.

Der athermische Verfestigungsbeitrag des Orowan-Mechanismus ist durch die folgende Gleichung gegeben:

$$\tau_{\text{Orowan}} = \frac{\mu_T b}{2\pi\sqrt{1-\nu}} \frac{1}{L_s} \ln\left(\frac{\pi r}{2r_i}\right). \quad (29)$$

$r$  ist der mittlere Ausscheidungsradius,  $\mu_T$  der temperaturabhängige Schubmodul,  $b$  der Burgersvektor,  $L_s$  der mittlere Ausscheidungsabstand zwischen den Ausscheidungsgrenzflächen und  $\nu$  ist die Poissonzahl. Der innere „Cut Off“ Radius  $r_i$  nimmt Werte zwischen  $b$  und  $4b$  an.  $\tau_{\text{Orowan}}$  ist die kritische Schubspannung, um Ausscheidungen zu umgehen.

Für das Schneiden von Ausscheidungen tragen verschiedene Schneidmechanismen gleichzeitig und in unterschiedlichem Ausmaß zur Ausscheidungsverfestigung  $\sigma_{Y,P}$  bei:

- Kohärenzverfestigung  $\tau_{\text{coh}}$ ,
- Anti-Phasen-Grenzflächenverfestigung  $\tau_{\text{apb}}$ ,
- Modulverfestigung  $\tau_{\text{mod}}$  und
- Grenzflächenverfestigung  $\tau_{\text{chem}}$ .

Die verschiedenen Beiträge können entsprechend dem Ausdruck von Ardell [58] zusammengefasst werden,

$$\sigma_{Y,P} = M \left( \tau_{\text{coh}}^q + \tau_{\text{apb}}^q + \tau_{\text{mod}}^q + \tau_{\text{chem}}^q \right)^{1/q} . \quad (30)$$

$M$  ist der Taylor-Faktor (= 3,06 für kfz-Kristalle) und  $\tau$  sind die entsprechenden Schubspannungen. Für den Exponenten  $q$  wird der Wert 1,8 vorgeschlagen [58]. Im Allgemeinen sind alle Beiträge der Ausscheidungsverfestigung indirekt proportional zum Oberflächenabstand zwischen zwei benachbarten Ausscheidungen. Laut Ahmadi et al. ist dieser Abstand eine Schlüsselgröße bei der Berechnung der Ausscheidungsverfestigung. Zu diesem Zweck wird das statistische Modell nach Sonderegger für den freien Abstand zwischen zufällig verteilten Ausscheidungen [59] verwendet. Alternativ kann der mittlere Ausscheidungsabstand  $L_S$  auch in Abhängigkeit des mittleren Ausscheidungsradius  $r$  und des Volumenanteils  $V$  gut angenähert werden [58],

$$L_S = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{2\pi}{3V}} r . \quad (31)$$

Aufgrund der direkten Abhängigkeit des Ausscheidungsabstandes vom Volumenanteil  $V$  und vom mittleren Ausscheidungsradius  $r$  wird Gl. (31) für die Herleitung des mikrostrukturbasierten Kriechmodells verwendet.

Der Widerstand von  $\gamma''$ -Ausscheidungen gegen athermisches Versetzungsgleiten in INCONEL718 wird von der Kohärenzverfestigung maßgeblich bestimmt. Das Modell für die Kohärenzverfestigung in MatCalc basiert auf den Arbeiten von Gerold und Haberkorn [60],

$$\tau_{\text{Coherency}} = K' \sqrt{\frac{\mu_T^3 b \epsilon_{cs}^3 r^3}{L_s^2 T}}, \quad (32)$$

$$\epsilon_{cs} = \frac{1}{3} \left( \frac{1+\nu}{1-\nu} \right) \frac{\Delta a}{a}, \quad (33)$$

$$T = \mu_T b^2. \quad (34)$$

$K'$  ist ein Kalibrierungsfaktor,  $\epsilon_{cs}$  der Dehnungsbeitrag durch den Misfit zwischen den Gitterkonstanten der Matrix und der Ausscheidung,  $a$  die Gitterkonstante der Matrix,  $\Delta a$  die Differenz zwischen den Gitterkonstanten von Matrix und Ausscheidung und  $T$  die Linienenergie einer Versetzung in einfacher Form.

In früheren Arbeiten konnte gezeigt werden, dass der Verstärkungsbeitrag von  $\gamma'$ -Ausscheidungen zur gesamten Ausscheidungsverfestigung in INCONEL718 vernachlässigbar ist [14,20].

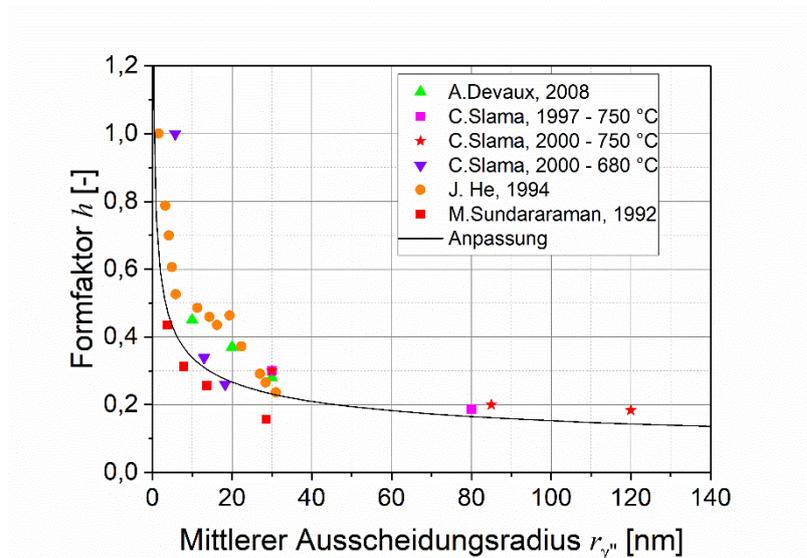
Für eine detailliertere Erläuterung der übrigen Schneidmechanismen und der in MatCalc implementierten Modelle wird der interessierte Leser auf die Arbeiten von Ahmadi et al. verwiesen [56,57].

#### 4.1.3 Parametrisierung der Ausscheidungskinetik

Die Parametrisierung einer zuverlässigen thermokinetischen Routine für INCONEL718 erfordert die Kalibrierung einiger Modellparameter (siehe Tabelle 7). Die Modellparameter wurden in zwei Gruppen unterteilt. Die Parameter in Gruppe A wurden der Literatur entnommen. Die Parameter in Gruppe B konnten mit Hilfe von Messungen invers kalibriert werden. Dazu wurden Rasterelektronenmikroskopie, Atomsondentomographie (APT) [20], Neutronenkleinwinkelstreuung (SANS) und Zugversuche durchgeführt [14].

Tabelle 7: Einteilung der Modellparameter

Parametergruppe A	Parametergruppe B
Nukleationsstellen $N_0$	Temperaturabhängigkeit der Grenzflächenenergie $T_C$
Volumetrischer Misfit $v^*$	Diffusion in den Ausscheidungen $\alpha_{MDEF}$
Formfaktor $h$	Matrixdiffusion $\alpha_{PDEF}$


 Abbildung 21: Abhängigkeit des  $\gamma''$ -Formfaktors vom mittleren Ausscheidungsradius [6,16,18,21,61].

Für die Ausscheidungsmodellierung von INCONEL718 sind vier verschiedene Phasen berücksichtigt:  $\gamma$ ,  $\delta$ ,  $\gamma''$  und  $\gamma'$ . Die  $\gamma$ -Phase wurde als Matrixphase definiert, in der die  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Ausscheidungen homogen verteilt keimen und wachsen. Die  $\delta$ -Phase hingegen keimt bevorzugt an Korngrenzen und Zwillingsgrenzen. Da die Keimbildungsstellen die Keimbildungsraten beeinflussen, wurde die gemessene

Korngröße (siehe Tabelle 3) im Modell berücksichtigt. Zusätzlich wurden temperaturabhängige elastische Konstanten verwendet [62]. Die Ausscheidungsmorphologie wird durch einen Zylinder mit der Höhe  $H$  und dem Durchmesser  $D$  angenähert [63]. Der Formfaktor  $h$  des Zylinders definiert sich als

$$h = \frac{H}{D}. \quad (35)$$

Kleine Werte des Formfaktors  $h$  repräsentieren plattenförmige Ausscheidungen, während große Werte nadelförmige Ausscheidungen darstellen. Bei der Berechnung des mittleren Ausscheidungsradius wird in MatCalc von kugelförmigen Ausscheidungen ausgegangen. Bei nicht sphärischen Ausscheidungen hat der mittlere Radius die Bedeutung eines äquivalenten Ausscheidungsradius, wobei die Volumina der Kugel und des Zylinders gleich sind.

Der  $\gamma''$ -Formfaktor  $h$  als Funktion des mittleren Radius wurde der Literatur entnommen und ist in Abbildung 21 dargestellt [16]. Die Literaturdaten wurden durch eine Polynomfunktion angepasst. Die Singularität der Polynomfunktion bei 0 nm mittlerem Ausscheidungsradius hat keine Bedeutung für die Simulationen. Für die klassische Keimbildung wird nämlich von einem minimalen Keimbildungsradius von 0,7 nm ausgegangen, unterhalb dessen kein Keim entstehen kann. Das entspricht der Länge einer tetragonalen Einheitszelle der  $\gamma''$ -Phase. Wegen der Kompaktstruktur aus  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Ausscheidungen wird davon ausgegangen, dass die  $\gamma'$ -Ausscheidungen dem Wachstum der  $\gamma''$ -Ausscheidungen folgen [21,59,64]. Des Weiteren gilt für beide Ausscheidungen die gleiche Radiusabhängigkeit des Formfaktors.

Die  $\gamma''$ -Phase ist teilkohärent und die  $\gamma'$ -Phase ist kohärent an die Matrix angebunden. Der Misfit aufgrund der unterschiedlichen Gitterkonstanten zwischen den Ausscheidungen und der Matrix wird durch einen elastischen Energiebeitrag  $\Delta G_{el}$  durch das Spannungsfeld im Keimbildungsprozess berücksichtigt. Dabei wird die kritische Keimbildungsenergie  $G^*$  (siehe Gleichungen (20) und (21)) entsprechend dem volumetrischen Misfit  $v^*$  erhöht,

$$v^* < \frac{\frac{V_{\gamma''}}{2} - V_{\gamma'}}{V_{\gamma}}. \quad (36)$$

$V_\gamma$  und  $V_{\gamma''}$  sind die Volumina der  $\gamma$ - und  $\gamma''$ -Kristalleinheitszelle. Die Gitterkonstanten wurden von Slama und Abdellaoui [6] für verschiedene isotherme Auslagerungsdauern bei 680 °C und 750 °C veröffentlicht. Abbildung 22 veranschaulicht die Literaturwerte für die maximalen volumetrischen Misfits  $\nu^*$ . Sie nehmen mit der Temperatur und mit dem mittleren Radius zu. Aufgrund der Entspannung des Kristallgitters an der Grenzfläche berechnet sich der volumetrische Misfit nicht direkt aus den unterschiedlichen Gitterparametern der Phasen. Unter Berücksichtigung der Ungleichung (35) kann jedoch der volumetrische Misfit an Versuchsdaten angepasst werden. Im Zuge der Kalibrierung ergeben sich konstante  $\gamma''$ - bzw.  $\gamma'$ -volumetrische Misfits von 1,5% und 0,7%. Die Modellparameter für die kalibrierte MatCalc Routine von INCONEL718 sind nochmals in Tabelle 8 zusammengefasst.

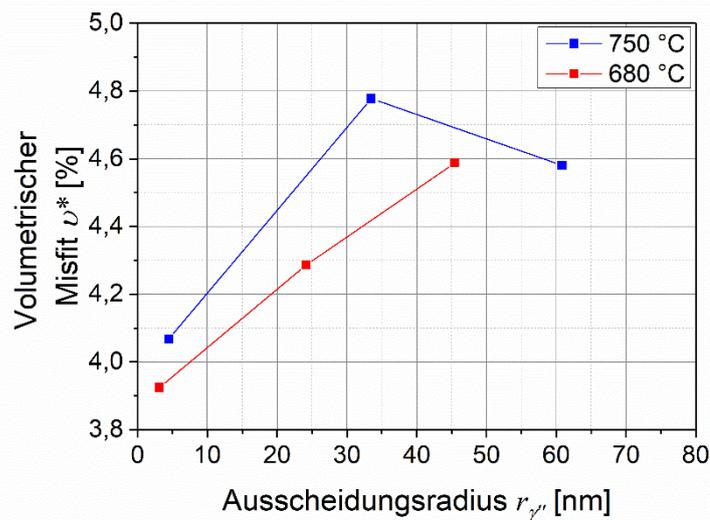


Abbildung 22: Volumetrischer Misfit der  $\gamma''$ -Ausscheidungen in Abhängigkeit der Temperatur und des mittleren Radius [6].

Tabelle 8: Zusammenfassung der Modellparameter der kalibrierten MatCalc Routine für INCONEL718.

<b>MatCalc Modellparameter</b>	<b><math>\delta</math>-Phase</b>	<b><math>\gamma'</math>-Phase</b>	<b><math>\gamma''</math>-Phase</b>
Kritische Temperatur $T_c$ [K]	2750 (Kalibrierung)	2750 (Kalibrierung)	2750 (Kalibrierung)
Formfaktor $h$ [nm]	0.4 (Messergebnis)	$r_{\gamma'}^{0.3}$ (Kalibrierung)	$0.7669 \cdot r_{\gamma''}^{0.392}$ [6,16,18,21,61]
Kleinster Nukleationsradius $r$ [nm]	-	0.7 [6]	0.7 [6]
Volumetrischer Misfit $\nu^*$ [-]	-	0.007 [6]	0.015 [6]
Linearer Misfit $\epsilon^*$ [-]	-	0.2% [6,18]	3% [6,18]

#### 4.1.4 Parametrisierung der Ausscheidungsverfestigung

Schließlich muss noch die Ausscheidungsverfestigung parametrisiert werden. Oblak et al. [17], Sundararaman et al. [22,65] und Chaturvedi und Han [23] zeigten, dass die Ausscheidungsverfestigung in INCONEL718 in erster Linie auf die Kohärenzverfestigung und nur in geringerem Maße auf der Anti-Phasen-Grenzflächenverfestigung zurückzuführen ist. Im Allgemeinen ist die Kohärenzverfestigung oft der wichtigste Verfestigungsbeitrag für kohärente Ausscheidungen. Der Unterschied in den Gitterkonstanten zwischen der Matrix und den Ausscheidungen erzeugt ein Spannungsfeld, das mit den Versetzungen in Wechselwirkung tritt. Die Gitterparameter für die  $\gamma$ -Matrix, die  $\gamma'$ - und  $\gamma''$ -Ausscheidungen werden wiederum der Arbeit von Slama et al. [6,18] entnommen. Nach Slama et al. folgt der lineare Misfit zwischen den  $\gamma$ -,  $\gamma'$ - und  $\gamma''$ -Phasen dem Trend

$$\epsilon_{\gamma'-\gamma} < \epsilon_{\gamma''-\gamma'} < \epsilon_{\gamma''-\gamma} \quad (37)$$

Es ist daher zu erwarten, dass die Rolle des  $\gamma'$ -Verfestigungsbeitrags und die damit verbundene Kompaktstruktur zwischen den  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Ausscheidungen für die Kohärenzverfestigung von geringerer Bedeutung ist und vernachlässigt werden kann. Der lineare Misfit für die  $\gamma''$ -Ausscheidungen ist jedoch nicht vernachlässigbar und in Abbildung 23 dargestellt. Es zeigt sich ein starker Anisotropieeffekt im linearen Misfit zwischen der  $\langle 001 \rangle$ - und  $\langle 100 \rangle$ -Richtung. Darüber hinaus hängt der lineare Misfit vom mittleren Radius der Ausscheidungen und der Temperatur ab.

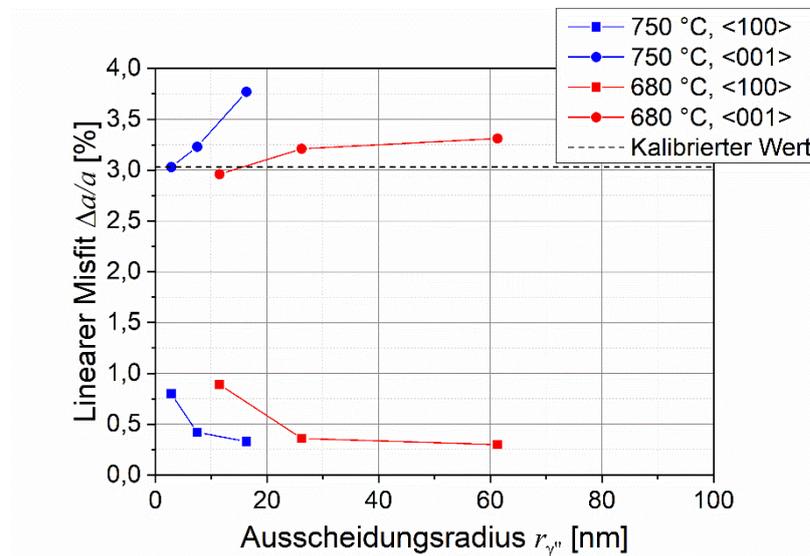


Abbildung 23: Linearer Misfit der  $\gamma''$ -Ausscheidungen (für die  $\langle 100 \rangle$ - und  $\langle 001 \rangle$ -Richtungen) in Abhängigkeit der Temperatur und des mittleren Radius [6].

Für die Modellkalibrierung wird jedoch aus drei Gründen ein konstanter Wert vorgeschlagen:

- Erstens ist der lineare Misfit in der  $\langle 001 \rangle$ -Richtung mehr als zehnmal größer als in der  $\langle 100 \rangle$ -Richtung.
- Zweitens haben  $\gamma''$ -Ausscheidungen in der Turbinenscheibe einen mittleren Radius von etwa 10 nm. Dieser mittlere Radius ist viel kleiner als die kleinsten in der Literatur gemessenen Werte.
- Drittens ist der Relaxationsbeitrag an der Grenzfläche unbekannt.

Bewegt sich eine Versetzung durch eine kohärente Ausscheidung, so wird das Teilchen abgeschert. Durch das Abscheren entstehen zusätzliche Phasengrenzflächen, deren Energie durch die von außen angelegte Spannung aufgebracht werden muss. In den geordneten Ausscheidungen wird durch das Abscheren die innere Ordnung zerstört und eine Antiphasengrenzfläche (APB – „Anti-Phase-Boundary“) entsteht. Wenn Versetzungen die Ausscheidungen in Gruppen passieren, kann diese Ordnung jedoch wiederhergestellt werden. Die in der Literatur angegebenen Werte für die Anti-Phasen-Grenzflächenenergie zwischen 150 und 300  $\text{mJm}^{-2}$  wurden in der MatCalc-Routine getestet und mit den experimentellen Ergebnissen der Stufenzugversuche verglichen [17,66]. Berücksichtigt man beide Verfestigungsbeiträge (d.h. Kohärenz- und Antiphasengrenzflächenverfestigung), so werden die gemessenen Streckgrenzen deutlich überschätzt. Daher wird angenommen, dass die Kohärenzverfestigung der  $\gamma'$ -Ausscheidungen der Hauptverfestigungsmechanismus in INCONEL718 ist und die Antiphasengrenzflächenverfestigung vernachlässigt werden kann.

#### **4.1.5 Validierung des kalibrierten MatCalc-Modells für INCONEL718**

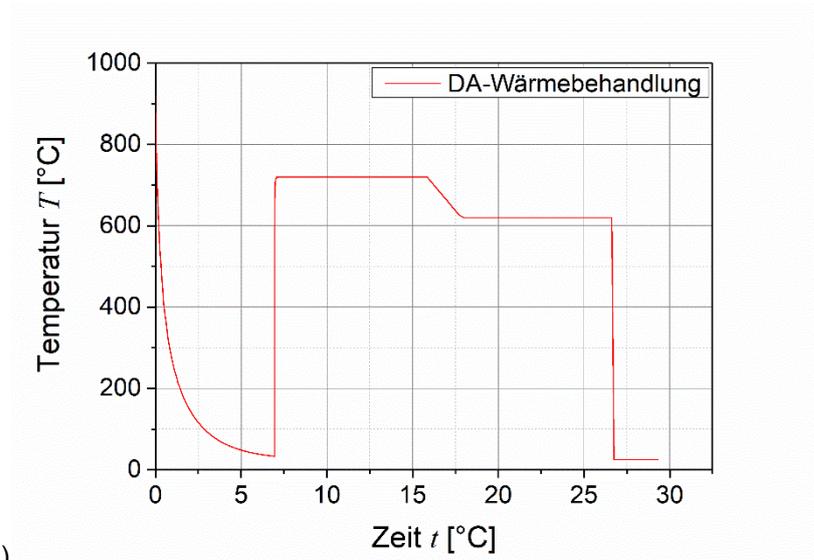
Die Validierung des vollständig parametrisierten thermokinetischen Modells erfolgte an

- isotherm ausgelagerten Proben sowie
- am vollständig wärmebehandelten Materialzustand.

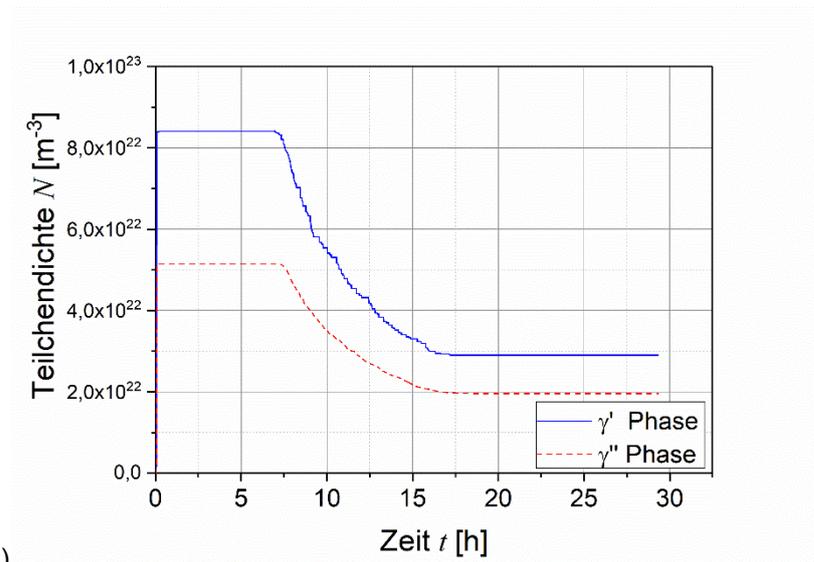
Der vollständige Wärmebehandlungsprozess ist in Abbildung 24 a nochmals schematisch dargestellt und wurde in Kap. 2.1.2 bereits ausführlich beschrieben. Der Temperatur-Zeitverlauf dient als Eingangsgröße für die MatCalc-Simulationen. Die Größe und der Volumenanteil der  $\delta$ -Ausscheidungen wurden als Anfangsbedingung entsprechend den gemessenen Werten aus Tabelle 3 voreingestellt. In Abbildung 24 b – d sind die simulierten Entwicklungen der Teilchendichten, der mittleren Ausscheidungsradien und der Volumenanteile dargestellt. Im Wesentlichen kann die Ausscheidungsentwicklung in zwei Stufen unterteilt werden:

- Keimbildung und Wachstum sowie
- Vergrößerung.

Wie in Abbildung 24 b – d zu erkennen, beruht die Entwicklung der  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Ausscheidungen während der Luftkühlung direkt von der Schmiedetemperatur primär auf dem Stadium der Keimbildung und des Wachstums. Der Volumenanteil und auch die Teilchendichte nehmen rasant zu. Erst während der isothermen Auslagerung bei 720 °C kommt es zur Vergrößerung der Ausscheidungen. Dies ist an der abnehmenden Teilchendichte bei gleichzeitiger Zunahme des mittleren Ausscheidungsradius zu erkennen. In der Literatur wird davon ausgegangen, dass die Keimbildung der  $\gamma''$ -Phase der Keimbildung der  $\gamma'$ -Phase für Temperaturen über 700 °C vorausgeht [4,66]. Für Temperaturen unterhalb von 700 °C findet die  $\gamma'$ -Keimbildung zuerst statt [6].



a)



b)

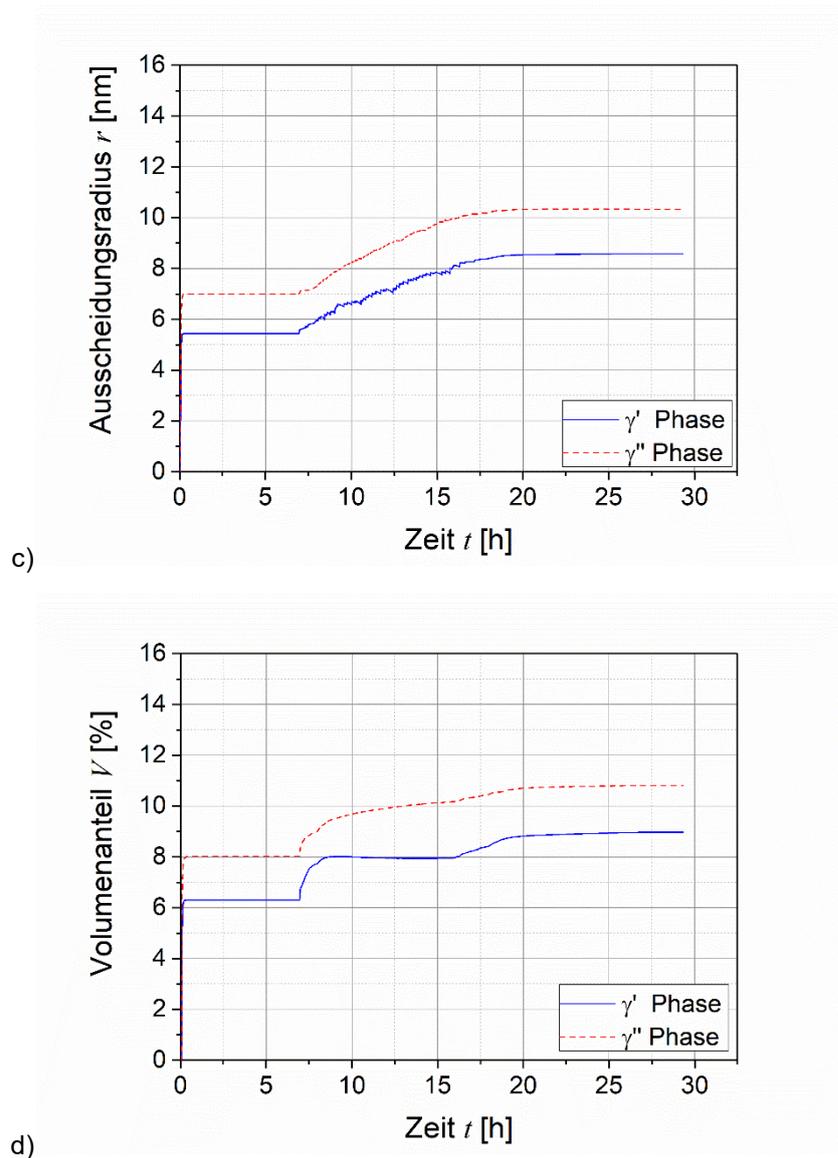


Abbildung 24: a) Temperatur-Zeitverlauf des DA-Wärmebehandlungsprozesses als Eingangsgröße für die MatCalc-Simulation. Simulierte Entwicklung b) der Teilchendichte, c) der mittleren Ausscheidungsradien und d) der Volumenanteile der  $\gamma'$ - und  $\gamma''$ -Ausscheidungen.

Diese Beobachtung steht in Übereinstimmung mit der simulierten Inkubationszeit für isotherme Auslagerung (siehe Abbildung 25 a). In Abbildung 25 b ist die simulierte Ausscheidungsverfestigung bei 620 °C, 720 °C und 750 °C dargestellt. Die Simulationen stimmen sehr gut mit den gemessenen Werten überein. Der Unterschied in den Verfestigungsraten ergibt sich durch den Mechanismenwechsel von Keimbildung und Wachstum auf Vergrößerung.

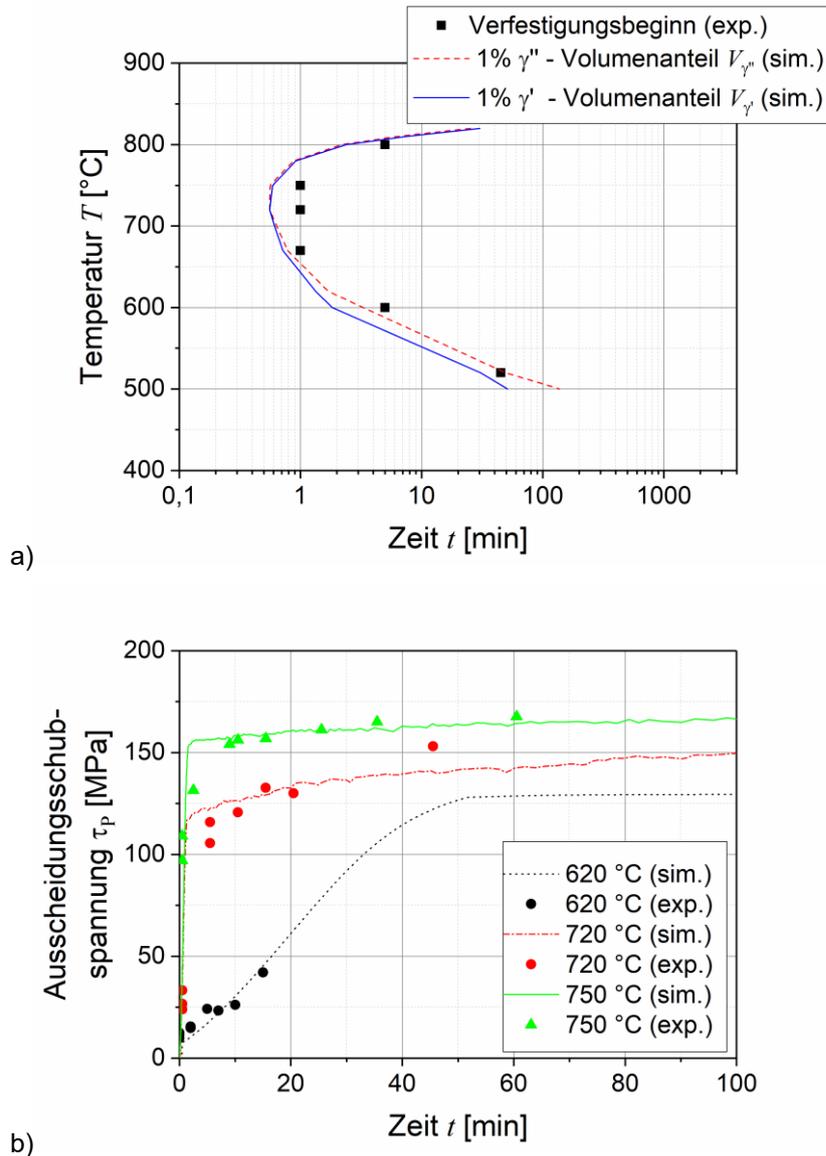


Abbildung 25: a) Vergleich der simulierten und gemessenen Inkubationszeit während isothermer Auslagerung (Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm). b) Vergleich der simulierten und gemessenen Ausscheidungsverfestigung während isothermer Auslagerung.

In Abbildung 26 a und b sind die gemessenen und simulierten Volumenanteile bei 800 °C bis 830 °C gegenübergestellt. Für diesen Temperaturbereich ergibt sich eine große Diskrepanz zwischen dem kalibrierten MatCalc-Modell und den in-situ SANS-Messungen. Es war nicht möglich, einen konsistenten Satz von Parametern für die Temperaturregimes oberhalb und unterhalb von 800 °C zu finden. Der Fehler, welcher sich durch die zu schnelle Kinetik oberhalb von 800 °C ergibt, wird allerdings für den gesamten DA-Wärmebehandlungsprozess als gering eingeschätzt. Die

Turbinenscheibe befindet sich nach dem Schmieden nur ein einziges Mal für kurze Zeit oberhalb von 800 °C. Die Abkühlgeschwindigkeiten sind hoch genug, um die Keimbildung im Temperaturbereich oberhalb von 800 °C zu unterdrücken.

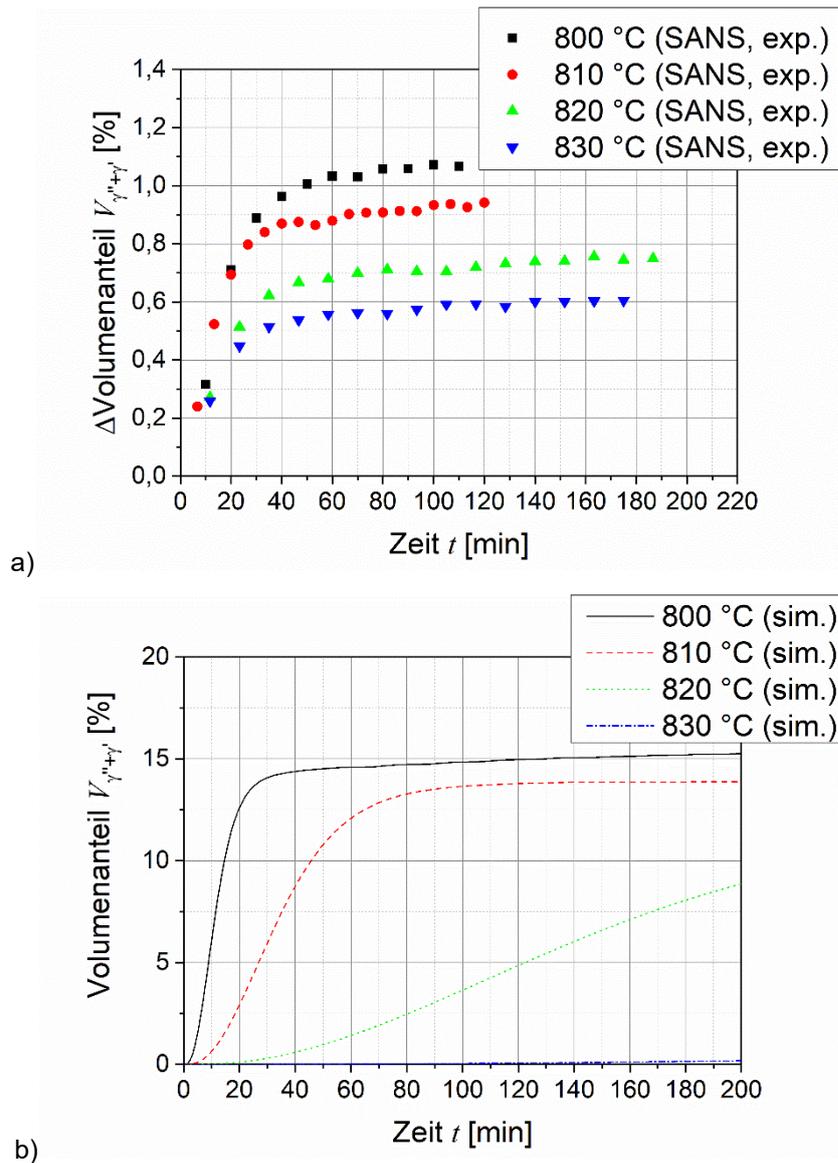


Abbildung 26: Gegenüberstellung der a) gemessenen und b) simulierten Entwicklung des  $(\gamma'+\gamma'')$ -Volumenanteils

Die simulierten mittleren Radien und Volumenanteile des vollständig wärmebehandelten Materials sind in Tabelle 9 zusammengefasst. Die Simulation ergab einen Volumenanteil von 11% bzw. 9% für die  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Ausscheidungen. Die

Werte stimmen in Summe sehr gut mit den gemessenen Gesamtvolumenanteilen zwischen 22% und 23% überein. In der Literatur reichen die  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Gesamtvolumenanteile je nach Wärmebehandlung von 10% bis 30% [4,66]. Das gemessene Volumenverhältnis  $\gamma''$  zu  $\gamma'$  von 2,0 unterscheidet sich wenig vom Simulationsergebnis von 1,25. Der mittlere Radius im wärmebehandelten Materialzustand betrug etwa 9 nm, was gut mit dem gemessenen Wert von 7 nm übereinstimmt. Die Teilchendichte liegt bei  $3 \cdot 10^{22} \text{ m}^{-3}$  und ist damit kleiner als der grobe Schätzwert von  $1 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-3}$  aus den APT-Messungen.

Tabelle 9: Vergleich der simulierten und gemessenen Radien und Volumenanteile der  $\gamma'$ - und  $\gamma''$ -Ausscheidungen. Die Proben wurden aus einer vollständig wärmebehandelten Turbinenscheibe entnommen.

Methode	$\gamma'$ -Phase	$\gamma''$ -Phase	Mittelwert / Summe		
	MatCalc	MatCalc	MatCalc	ex-situ SANS	APT
mittlerer Ausscheidungsradius $r$	8 nm	10 nm	9 nm	7 nm	-
Volumenanteil $V$	9%	11%	19%	22%	23%

Abbildung 27 vergleicht die mittels APT gemessene und simulierte chemische Zusammensetzung der  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Ausscheidungen sowie der  $\gamma$ -Matrix. Insgesamt stimmt die vorhergesagte Tendenz sehr gut mit den Messungen überein. Die maximale Abweichung zwischen Messung und Simulation liegt bei 4,6 Prozentpunkte für die Konzentration an Ni in der  $\gamma'$ -Ausscheidung.

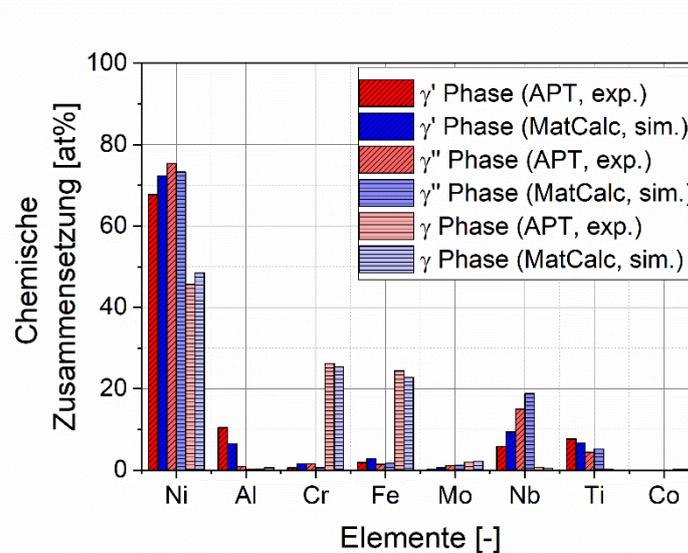


Abbildung 27: Vergleich der chemischen Zusammensetzungen von  $\gamma''$ -,  $\gamma'$ - und  $\gamma$ -Phase.

Damit konnte gezeigt werden, dass die kalibrierte MatCalc Routine für INCONEL718 die gemessenen mittleren Radien, die Volumenanteile, die Teilchendichten, die chemische Zusammensetzungen und die Ausscheidungsverfestigung sowohl für isotherme als auch komplexe non-isotherme Wärmebehandlungsprozesse gut vorhersagt. In Kap. 4.1.2 wurde das in MatCalc implementierte Verfestigungsmodell umrissen. Volumenanteil und mittlerer Ausscheidungsradius werden für die Berechnung der Ausscheidungsverfestigungen benötigt. Abbildung 28 vergleicht nun die gemessene Ausscheidungsverfestigung mit der berechneten kritischen Scherspannung bei 800 °C. Für die Berechnung wurde ein konstanter mittlerer Radius von 30 nm angenommen. Diese Vereinfachung geht davon aus, dass die Entwicklung der kritischen Scherspannung nur durch die Entwicklung des Volumenanteils der Ausscheidungen bestimmt ist. Die Entwicklung des Volumenanteils wurde aus den in-situ SANS-Messungen entnommen. Berechnung und Messung stimmen sehr gut überein. Dieser Vergleich zeigt, dass Stufenzugversuche (SZV) und in-situ SANS-Messungen als komplementäre Methoden verwendet werden können.

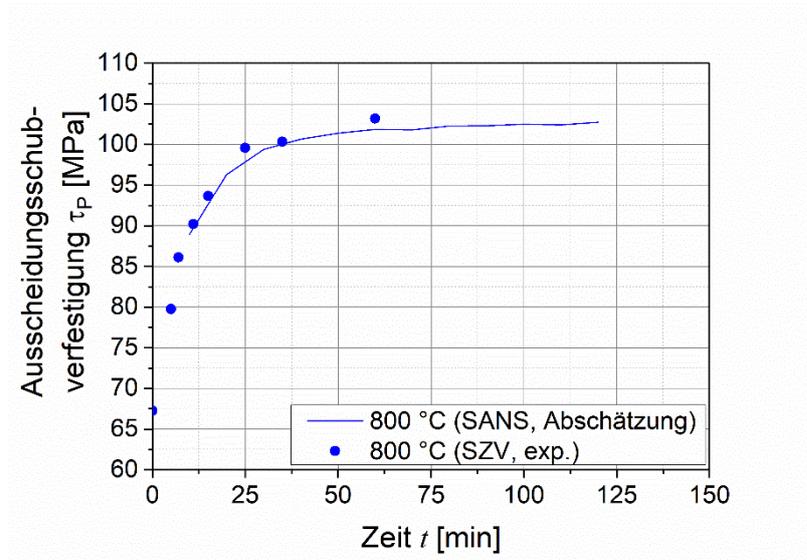


Abbildung 28: Gemessene Entwicklung der Ausscheidungsverfestigung bei isothermer Wärmebehandlung bei 800 °C. Vergleich mit berechneter Ausscheidungsverfestigung auf Basis des gemessenen Volumenanteils (SANS) und einem abgeschätzten mittleren Radius von 30 nm.

## 4.2 Herleitung und Parametrisierung eines mikrostrukturbasierten Kriechmodells

### 4.2.1 Kriech- und Ratengleichungen

Im Allgemeinen setzen sich Kriechkurven aus drei Teilen zusammen<sup>1</sup>:

- Primärkriechen  $\epsilon^{pc}$ ,
- Sekundärkriechen  $\epsilon^{sc}$  und
- Tertiärkriechen  $\epsilon^{tr}$ .

Entsprechend kann die deviatorische viskoplastische Dehnrates oder Kriechdehnrates unter der Annahme kleiner Dehnungen aufgespalten werden<sup>2</sup>,

$$\dot{\epsilon}^{cr} = \dot{\epsilon}^{pc} + \dot{\epsilon}^{sc} + \dot{\epsilon}^{tr}. \quad (38)$$

Im Anfangsstadium oder Primärkriechen ist die Dehnrates relativ hoch, nimmt aber mit zunehmender Zeit ab. Dies ist auf die Verformungsverfestigung zurückzuführen. Im zweiten Stadium bzw. Sekundärkriechen, wo die Verformungsverfestigung und die Erholung sich im Gleichgewicht befinden, erreicht die Dehnrates ein Minimum. Das Material verformt sich stetig ohne weitere signifikante Veränderung der Versetzungsdichte und -struktur. Im dritten Stadium, dem sogenannten Tertiärkriechen, nimmt die Dehnrates exponentiell zu. Grund dafür ist die Bildung und Wachstum von innerer Hohlräume, welche den effektiven Querschnitt der Proben

---

<sup>1</sup> Die Formalismen und Variablen wurden der Arbeit von Becker and Hackenberg 2011 entnommen. Fettgedruckte Buchstaben  $\mathbf{B}$  werden für Matrizen verwendet, wobei ein Doppelpunkt : zwischen zwei Matrizen das innere Produkt darstellt. Die Norm einer Matrix  $\mathbf{B}$  ist definiert als

$$|\mathbf{B}| = \sqrt{\mathbf{B}:\mathbf{B}}.$$

<sup>2</sup> Die Gesamtdehnung  $\epsilon^{total}$  und die Spannungen  $\sigma$  werden in einen deviatorischen und volumetrischen Teil zerlegt,

$$\epsilon^{total} = \mathbf{E} + \epsilon^{vol}$$

$$\sigma = \mathbf{S} + \sigma^{vol}.$$

$\mathbf{E}$  und  $\mathbf{S}$  sind die deviatorische Dehnung bzw. deviatorische Spannung und  $\epsilon^{vol}$  und  $\sigma^{vol}$  sind die volumetrische Dehnung bzw. volumetrische Spannung. Der deviatorische Anteil  $\mathbf{E}$  beschreibt die Gestaltänderung eines Bauteils und kann in einen elastischen und einen viskoplastischen Anteil zerlegt werden,

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}^{el} + \epsilon^{cr}.$$

reduzieren. Am Ende des Tertiärstadiums tritt schließlich Kriechbruch ein. Die sekundären Kriechdehnraten können nach Betrag und Richtung aufgespalten werden,

$$\dot{\epsilon}^{sc} = \gamma \cdot \mathbf{n} = \gamma \cdot \frac{\mathbf{S}}{\sigma_s} \quad (39)$$

Dabei ist  $\sigma_s = \sqrt{\mathbf{S}:\mathbf{S}}$  die Norm des deviatorischen Spannungstensors<sup>3</sup>, wobei ein Doppelpunkt : zwischen zwei Matrizen das innere Produkt darstellt. Für das sekundäre Kriechregime existiert eine einfache semi-empirische Beziehung zwischen Dehnrate, Spannung und Temperatur,

$$\gamma = A_1 \frac{D_0 \mu_T b}{k_B T} \left( \frac{\sigma_s}{\mu_T} \right)^{n_{sc}} e^{-\frac{\Delta H}{RT}} \quad (40)$$

$A_1$  ist der Kalibrierungskoeffizient,  $D_0$  der Diffusionskoeffizient,  $\mu_T$  der temperaturabhängige Schubmodul,  $k_B$  die Boltzmann-Konstante,  $b$  der Burgersvektor,  $n_{sc}$  der Kriechspannungsexponent,  $R$  die universelle Gaskonstante,  $T$  die Temperatur in Kelvin und  $\Delta H$  ist die effektive Aktivierungsenergie für Leerstellendiffusion [67]. Die Spannungsabhängigkeit und die Aktivierungsenergie hängen vom Diffusionsmechanismus (Volumen- und/oder Versetzungskernendiffusion) ab.

#### 4.2.2 Powerlaw-Breakdown-Konzept

Der ratenbestimmende Prozess beim Sekundärkriechen ist in ausscheidungsverfestigten Legierungen das Losreißen der Versetzung von der Grenzfläche zwischen Ausscheidung und Matrix. Die Wechselwirkung von Versetzung und Ausscheidungen bestimmt den Weg, den Versetzungen nehmen, um Ausscheidungen zu überwinden. Bei niedrigen Spannungen ist die Kombination aus Versetzungsgleiten und -klettern der dominierende Verformungsprozess. Beim Klettern wechseln Versetzungssegmente die Gleitebene, um Hindernisse zu umgehen. Bei höheren Spannungen können Versetzungen die Hindernisse auch allein

---

<sup>3</sup>  $\sigma_s$  ist das  $\sqrt{\frac{2}{3}}$ -fache der Vergleichsspannung.

durch Gleiten in der Gleitebene überwinden. Dabei kommt es zum Abscheren der Ausscheidungen (Schneidmechanismus) oder zur Umgehung (Orowan-Mechanismus). Durch diesen Mechanismenwechsel verliert das Potenzgesetz in der Ratengleichung (40) seine Gültigkeit. Es kommt zum sogenannten Powerlaw-Breakdown, welcher zu einer exponentiellen Abhängigkeit von Dehnrates und Spannung führt,

$$\dot{\gamma} \sim e^{\beta_T \sigma_s}. \quad (41)$$

$\beta_T$  ist ein Parameter, der von der Temperatur und internen Variablen abhängt. Der Powerlaw-Breakdown stellt den Übergang von der kletter- zur gleitdominierten Verformung dar. Dies kann in der Ratengleichung (40) mit Hilfe einer einfachen hyperbolischen Sinusfunktion berücksichtigt werden,

$$\dot{\gamma} = A_2 \frac{\mu_T b}{k_B T} \sinh \left( P \frac{\sigma_s}{\mu_T} \right)^{n_{sc}} e^{-\frac{\Delta H}{RT}}. \quad (42)$$

$A_2$  ist eine Kalibrierungskonstante und  $P$  ist der Powerlaw-Breakdown-Parameter. Bei niedrigen Spannungen reduziert sich die  $\sinh$ -Funktion auf eine einfache Potenzfunktion, während sie bei hohen Spannungen in eine Exponentialfunktion übergeht. Der Übergang findet statt, wenn das Argument  $P\sigma_s/\mu_T$  etwa 1,5 beträgt. Des Weiteren ist der Powerlaw-Breakdown-Parameter  $P$  umgekehrt proportional zur deviatorischen Ausscheidungsspannung  $\sigma_{s,P}$ , bei der die Versetzung das Hindernis durch Gleiten in der Ebene überwinden kann,

$$P = \min \left( \frac{A_3 \mu_T}{\sigma_{s,P}}, P_{\max} \right). \quad (43)$$

$A_3$  ist ein Kalibrierungsparameter.  $P_{\max}$  entspricht dem maximalen Powerlaw-Breakdown-Parameter, welcher an die Ergebnisse der Stufenkriechversuche im ausscheidungsfreien Temperaturbereich angepasst wird. Dieser Parameter ermöglicht es, die Ratengleichung (42) auch in den ausscheidungsfreien Temperaturbereich zu erweitern.

### 4.2.3 Schwellspannungskonzept

Das Potenzkriechen kann bei reinen Metallen auch bei niedrigsten Spannungen beobachtet werden. Legierungen hingegen, in welchen sich Ausscheidungen bilden, weisen im Allgemeinen eine Schwellspannung  $\sigma_{S, \text{Schwellwert}}$  auf, unter der keine Kriechverformung auftritt. Dieser Effekt wurde für die INCONEL718 von Chaturvedi und Han [68–70] untersucht und bestätigt. Das von Heilmaier und Reppich [71] vorgeschlagene Schwellspannungskonzept kann in der *sinh*-Ratengleichung (42) berücksichtigt werden, indem die deviatorische Spannung  $\sigma_s$  durch eine effektive deviatorische Spannung  $\sigma_{s, \text{eff}}$  ersetzt wird,

$$\dot{\gamma} = A_2 \frac{\mu_T b}{k_B T} \sinh \left( P \frac{\sigma_{s, \text{eff}}}{\mu_T} \right)^{n_{sc}} e^{-\frac{\Delta H}{RT}} \text{ mit} \quad (44)$$

$$\sigma_{s, \text{eff}} = \begin{cases} \sigma_s - \sigma_{S, \text{Schwellwert}} & , \sigma_s \geq \sigma_{S, \text{Schwellwert}} \\ 0 & , \sigma_s < \sigma_{S, \text{Schwellwert}} \end{cases} \quad (45)$$

$\sigma_{S, \text{Schwellwert}}$  ist die deviatorische Schwellspannung. Wann immer sich die Spannung dem Schwellwert nähert, fallen die Dehnraten exponentiell ab und verschwinden für Spannungen unterhalb der Schwellspannung. Die effektive deviatorische Spannung spiegelt den Widerstand des Materials gegen Kriechverformung wieder. Im Falle von Ausscheidungen wird die Größe der Schwellspannung durch zwei konkurrierende Mechanismen bestimmt:

- Durch das teilweise Klettern der Versetzung beim Überwinden der Ausscheidungen verlängert sich die Versetzungslinie. Damit erhöht sich auch die Versetzungslinienenergie, welche durch die von außen aufgebrachte Spannung kompensiert werden muss.
- Verläuft die Versetzung entlang der Grenzfläche zwischen Ausscheidung und Matrix, kann die Versetzungslinienenergie aufgrund der Relaxation des Kristallgitters reduziert werden.

Nach Evans ist der Schwellspannungswert proportional zur Orowan-Spannung [72]. Der Proportionalitätskoeffizient heißt „Climb Resistance“  $R_{\text{climb}}$  und stellt die maximale Verlängerung des Versetzungssegments beim Versuch, die Ausscheidung durch Klettern zu überwinden, dar. Im Allgemeinen unterscheidet man die Werte der „Climb

Resistance“ nach dem Verlauf der Versetzung entlang der Grenzfläche zwischen Matrix und Ausscheidung:

- Allgemeines Klettern („General Climb“): Die Versetzung versucht die Gesamtenergie zu reduzieren, indem sie die Länge der Versetzung zwischen zwei benachbarten Ausscheidungen reduziert.
- Lokales Klettern („Local Climb“): Die Versetzung versucht die Gesamtenergie zu reduzieren, indem sie möglichst lange in der Grenzfläche verbleibt.

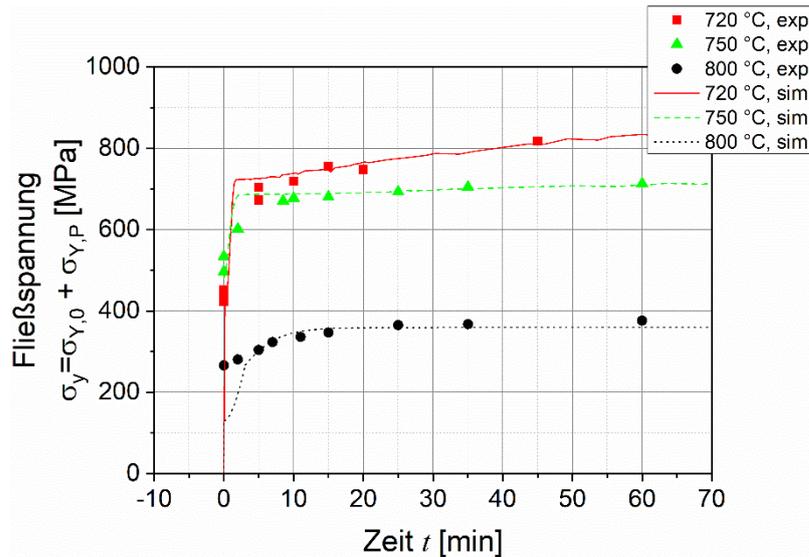
Beim allgemeinen Klettern hängt der Kletterwiderstand vom Volumenanteil der  $\gamma'$ -Ausscheidungen ab, während der Kletterwiderstand für das lokale Klettern konstant ist. Mit anderen Worten hängt der lokale Kletterwiderstand nicht vom mittleren Ausscheidungsabstand ab, sondern nur von der Morphologie. Aufgrund der Tatsache, dass  $\gamma'$ -Ausscheidungen teilkohärent mit der umgebenden Matrix verbunden sind, wird davon ausgegangen, dass Versetzungen die Hindernisse durch allgemeines Klettern überwinden. Der allgemeine Kletterwiderstand ist daher durch folgende Gleichung gegeben:

$$\sigma_{S,\text{Schwellwert}} = \frac{R_{\text{climb}}}{2} \cdot \sigma_{S,\text{Orowan}} = \frac{A_4 \sqrt{f_{\gamma'}}}{2} \sigma_{S,\text{Orowan}} \quad (46)$$

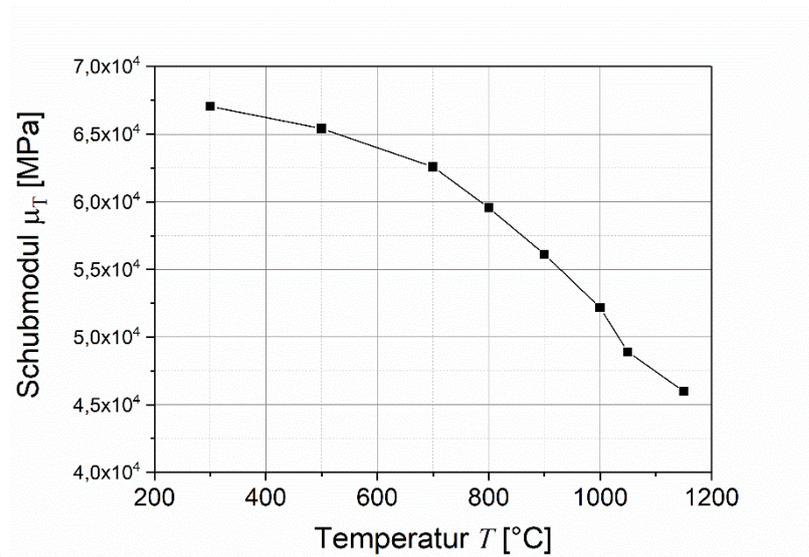
$A_4$  ist ein Kalibrierungsparameter und liegt zwischen 0,4 (kugelförmige Morphologie) und 1,4 (scheibenförmige Morphologie).

#### 4.2.4 Parametrisierung des mikrostrukturbasierten Kriechmodells

Die Modellparameter für die Ausscheidungsverfestigung (siehe Tabelle 10) wurden zum großen Teil aus der Literatur entnommen. Jene, welche experimentell nicht direkt zugänglich sind, wurden mittels Stufenkriechversuchen kalibriert. In Abbildung 29 a sind die gemessenen und simulierten Verläufe der Ausscheidungsverfestigung für isothermes Glühen bei 620 °C, 720 °C und 750 °C gegenübergestellt. Die Verfestigung ist zu Beginn der Auslagerung relativ hoch und schwächt sich mit der Zeit ab. Die stärkste Verfestigung wurde bei 720 °C beobachtet. Die Simulation stimmt für alle drei Temperaturniveaus sehr gut mit den Messungen überein.



a)



b)

Abbildung 29: a) Vergleich der gemessenen und simulierten Entwicklung der Ausscheidungsverfestigung während des isothermen Glühens bei 620 °C, 720 °C und 750 °C. b) Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls

Der lineare Misfit  $\frac{\Delta a}{a}$  zwischen den  $\gamma''$ -Ausscheidungen und der Matrix ist eine entscheidende Größe für die Kohärenzverfestigung und konnte der Literatur entnommen werden [6,18]. Der Koeffizient  $K'$  für die Kohärenzverfestigung konnte an die Stufenzugversuche angepasst werden. Es ergab sich ein Wert von 0,45, welcher viel kleiner als der in der Arbeit von Ahmadi et al. [57] vorgeschlagene Wert von 4,11 (für Stufenversetzungen) ist. Das Modell der athermischen Ausscheidungsverfestigung von Ahmadi et al. ist für Raumtemperaturen ausgelegt.

Die Stufenzugversuche in dieser Arbeit fanden jedoch bei deutlich erhöhten Temperaturen statt. Es kann vermutet werden, dass die Differenz zwischen den beiden Koeffizienten mit einer thermischen Aktivierung der Versetzungsbewegung zusammenhängt.

Der Beitrag der Matrixverfestigung zur temperaturabhängigen Fließspannung kann durch Subtraktion der Ausscheidungsverfestigung von den Fließspannungen aus den Zugversuchen abgeschätzt werden (siehe Tabelle 10). Es ist eine Abnahme der Matrixverfestigung mit steigender Temperatur zu beobachten. Die Matrixverfestigung beträgt bei 720 °C ca. 375 MPa.

Tabelle 10: Zusammenfassung der Modellparameter für die Ausscheidungsverfestigung

Parameter	Symbol	Wert		Einheit
Linearer Misfit	$\Delta a/a$	3.03%		-
Burgersvektor	$b$	0.254		nm
„Inner cut off distance“	$r_i$	2b		nm
Koeffizient der Kohärenzverfestigung	$K'$	0.45		-
Fließspannungsbeitrag anderer Matrixverfestigungsmechanismen	$\sigma_{Y,0}$	750 °C	$\approx 250$	MPa
		720 °C	$\approx 375$	
		620 °C	$\approx 375$	

Für das mikrostrukturbasierte Kriechmodell müssen insgesamt sechs Modellparameter (siehe Tabelle 11) kalibriert werden. Davon verfallen vier Modellparameter auf die Ratengleichung (44) ( $A_2$ ,  $n_{sc}$ ,  $\Delta H$  und  $P_{max}$ ) und zwei auf die Entwicklungsgleichungen (43) und (46) ( $A_3$ ,  $A_4$ ). Die vier Modellparameter für die Ratengleichung (44) wurden mit Hilfe der sekundären Kriechraten im  $\gamma'$ - und

$\gamma'$ - ausscheidungsfreien Temperaturbereich oberhalb von 850 °C angepasst. Hierfür wurde die Ratengleichung (44) umformuliert,

$$\ln\left(\frac{\gamma T}{\mu_T \sinh\left(\frac{\sigma_S P}{\mu_T}\right)^{n_{sc}}}\right) = cons. - \frac{\Delta H}{RT} \quad (47)$$

$$\log\left(\frac{\gamma T \cdot e^{\frac{\Delta H}{RT}}}{\mu_T}\right) = cons.' + n_{sc} \cdot \log\left(\sinh\left(\frac{\sigma_S P}{\mu_T}\right)\right). \quad (48)$$

*cons.* und *cons. '* sind die Schnittpunkte mit der  $y$ -Achse in einer doppelt logarithmischen Darstellung. Für die Anpassungen der Modellparameter wurde ein temperaturabhängiger Schubmodul  $\mu_T$  verwendet (siehe Abbildung 29 b). Die vier Modellparameter wurden durch die lineare Anpassung der beiden Gleichungen (47) und (48) an die gemessenen sekundären Kriechdehnraten bestimmt (siehe Abbildung 30 a und b).

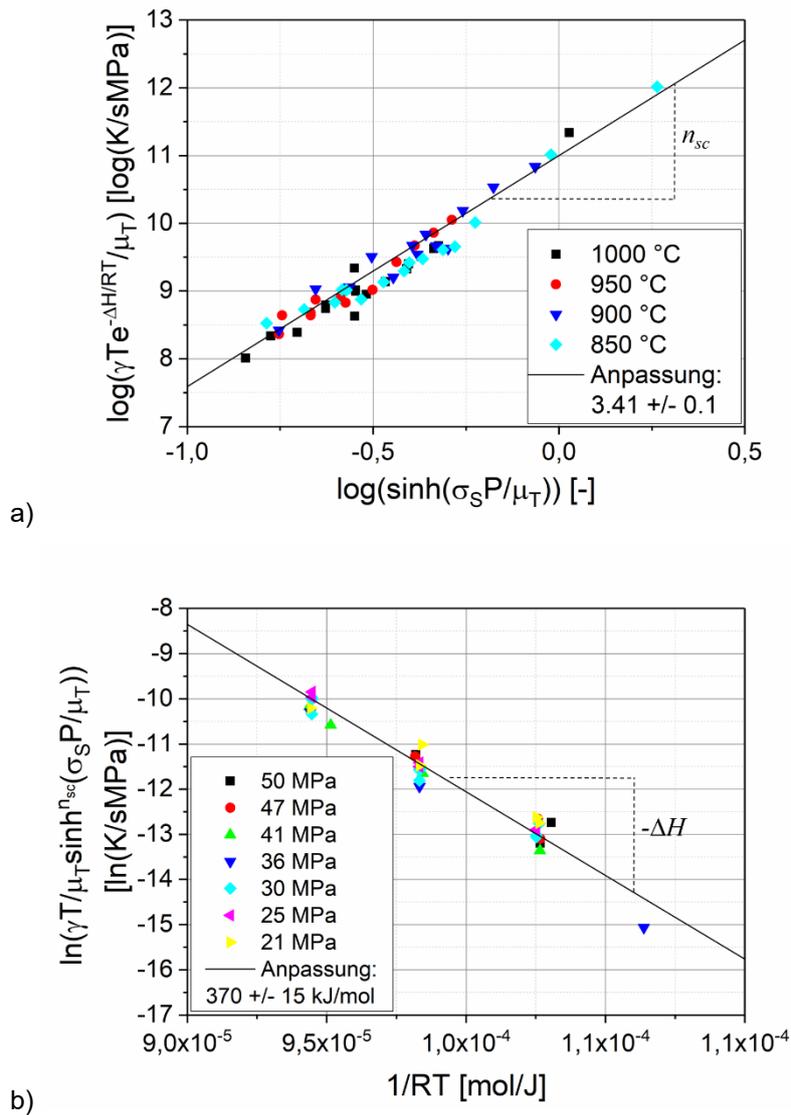


Abbildung 30: Anpassung der Modellparameter an die gemessenen sekundären Kriechraten oberhalb von 850 °C. Die Steigung in a) und b) ist gleich dem Spannungsexponenten  $n_{sc}$  und der Aktivierungsenergie  $\Delta H$ .

Tabelle 11: Zusammenfassung der Modellparameter für das mikrostrukturbasierte Kriechmodell.

Parameter	Symbol	Wert	Einheit
Kalibrierungskoeffizient der Ratengleichung	$A_2$	0.004	$\text{m}^2\text{s}^{-1}$
Aktivierungsenergie	$\Delta H$	$371 \pm 14$	$\text{kJmol}^{-1}$
Kriechspannungsexponent	$n_{sc}$	$3.41 \pm 0.1$	-
Powerlaw-Breakdown Parameter	$P_{\max}$	600	-
Powerlaw-Breakdown Koeffizient	$A_3$	1.92	-
Climb-Resistance Koeffizient	$A_4$	0.63	-

Der Kriechspannungsexponent beträgt 3,41 und stimmt mit den Vorhersagen von Weertman und Dyson überein [73–76]. Alle diese Modelle sagen Standardwerte für den Exponenten für Versetzungskriechen zwischen 3 und 3,5 voraus. Die effektive Aktivierungsenergie von  $370 \text{ kJmol}^{-1}$  ist etwas niedriger als die Literaturwerte zwischen  $400 \text{ kJmol}^{-1}$  und  $485 \text{ kJmol}^{-1}$  [77]. Die Aktivierungsenergie wird manchmal mit der Aktivierungsenergie für Selbstdiffusion in einem reinen Metall verglichen [78–80]. Die Aktivierungsenergie für die Selbstdiffusion in polykristallinem Nickel beträgt jedoch etwa  $290 \text{ kJmol}^{-1}$  [81]. Es gibt eine offensichtliche Diskrepanz zwischen dem erwarteten Wert und dem gemessenen. Die in dieser Arbeit angepasste Aktivierungsenergie kann als Aktivierungsenergie für einen effektiven Diffusionskoeffizienten interpretiert werden, der durch die Legierungselemente und die Mikrostruktur (z.B. die Versetzungsdichte) beeinflusst wird. Der Powerlaw-Breakdown-Parameter  $P$  und die Schwellenspannung entwickeln sich mit der Mikrostruktur. Der maximale Powerlaw-Breakdown-Parameter  $P_{\max}$  für lösungsgeglühtes INCONEL718 ist in guter Übereinstimmung mit dem von Yuan und Liu veröffentlichten Wert [77].

Aufgrund der Beobachtungen in der APT sollte der Kletterwiderstand zwischen einer scheibenförmigen und sphärischen Ausscheidungsmorphologie liegen [20]. Daher wurde ein Koeffizient  $A_4$  für den Kletterwiderstand von 0,63 gewählt.

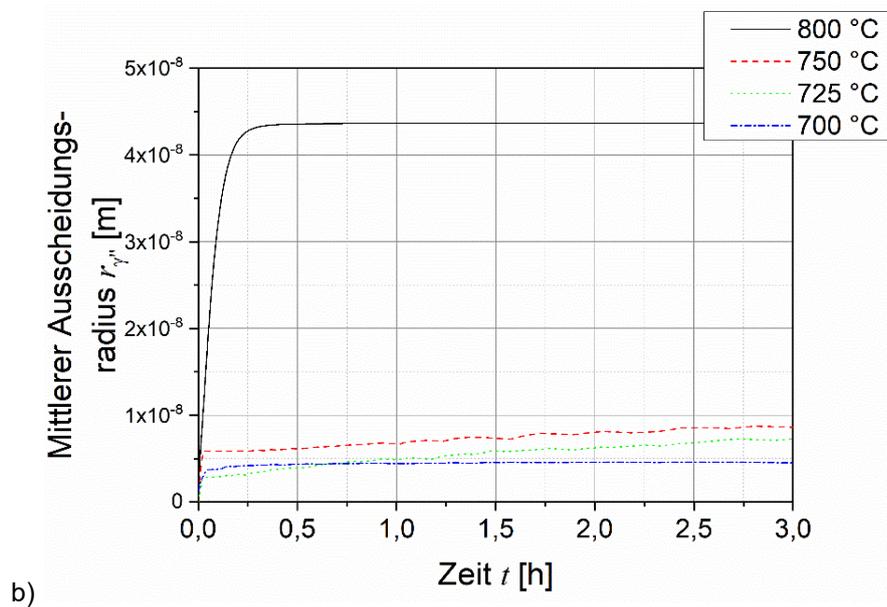
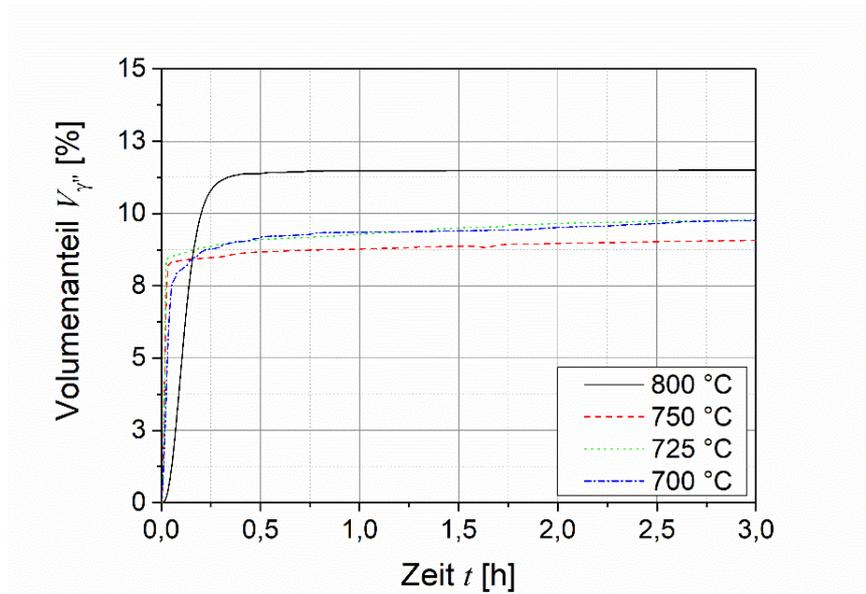
#### 4.2.5 Validierung des mikrostrukturbasierten Kriechmodells

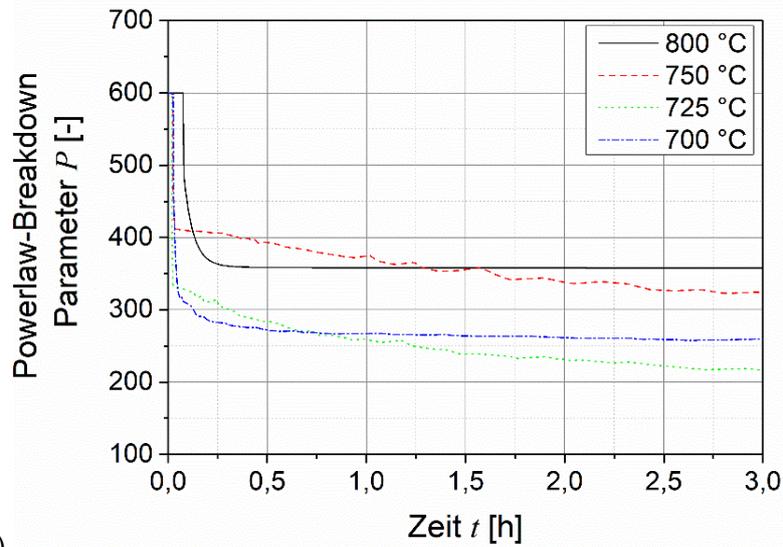
Abbildung 31 a und b zeigt die simulierte Entwicklung von Volumenanteil und mittlerem Radius der  $\gamma''$ -Ausscheidungen während isothermer Auslagerung. Im Allgemeinen kann die Ausscheidungsbildung in drei Bereiche unterteilt werden:

- Keimbildung (Nukleation),
- Wachstum und
- Vergrößerung.

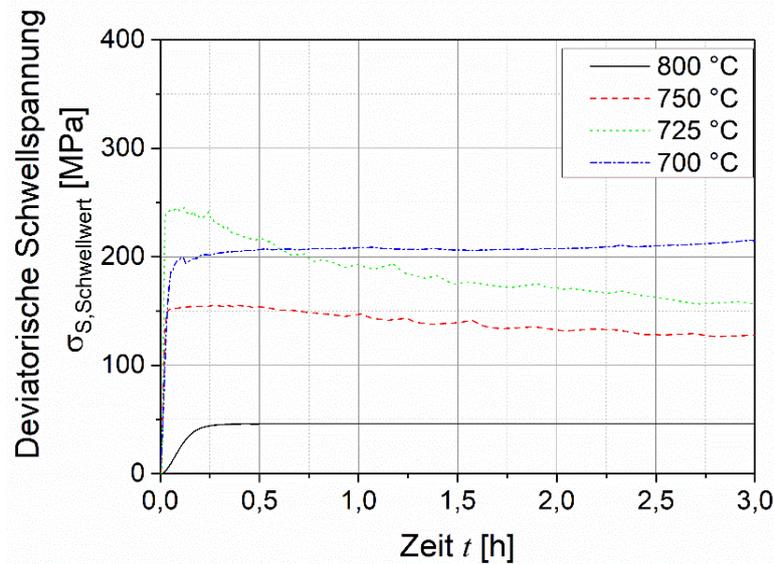
Keimbildung und Wachstum laufen gleichzeitig ab, bis sich in der Matrix ein Gleichgewicht der gelösten Elemente eingestellt hat. Aufgrund der Keimbildung und des Wachstums von  $\gamma''$ -Ausscheidungen gibt es in den ersten Sekunden der isothermen Auslagerung eine rasche Zunahme des Volumenanteils und des mittleren Radius. Die Kinetik ist bei 725 °C und 750 °C schneller als bei 700 °C und 800 °C. Dies ist in Übereinstimmung mit der gemessenen Inkubationszeit im ZTA-Diagramm (siehe Abbildung 15 a). Nach einer ersten schnellen Entwicklung der Ausscheidungsbildung erreichen die Wachstums- und Vergrößerungsraten einen stationären Wert. Dabei vergrößern die Ausscheidungen unterhalb von 750 °C schon nach wenigen Minuten. Aufbauend auf dieser Mikrostrukturinformation und unter Verwendung der Entwicklungsgleichungen (43) und (46) wurde die Evolution der Schwellspannung und des Powerlaw-Breakdown-Parameters berechnet. Diese sind in Abbildung 31 c und d dargestellt. Der Schwellspannungsverlauf hängt sowohl vom Volumenanteil als auch vom mittleren Ausscheidungsradius ab. Diese beiden Größen konkurrieren miteinander, so dass bei 725 °C und 750 °C durch die Zunahme des mittleren Radius die Schwellspannung nach Erreichen eines Maximums wieder abfällt. Die Schwellspannung entspricht ca. 20% der Orowan-Spannung. Der Maximalwert des Powerlaw-Breakdown-Parameters liegt bei 600. Dieser Wert wurde auf die Messergebnisse im  $\gamma''$ - ausscheidungs-freien Temperaturbereich oberhalb von 850 °C kalibriert. Sobald die Entwicklungsgleichung (43) einen Wert liefert, welcher kleiner als

der Maximalwert ist, folgt die weitere Entwicklung des Powerlaw-Breakdown-Parameters der Entwicklungsgleichung. Die Entwicklung wird vom mittleren Radius der  $\gamma''$ -Ausscheidungen für alle vier isothermen Auslagerungsbedingungen dominiert.





c)



d)

Abbildung 31: Thermokinetische Simulation a) des Volumenanteils und b) des mittleren Radius der  $\gamma'$ -Ausscheidungen während isothermer Auslagerung bei 700 °C, 725 °C, 750 °C und 800 °C. Die Entwicklungsgleichungen (43) und (46) beschreiben die Entwicklung c) des Powerlaw-Breakdown-Parameters und d) der Schwellspannung in Abhängigkeit der Ausscheidungsentwicklung.

Abbildung 32 a und b soll die Notwendigkeit der beiden Entwicklungsgleichungen (43) und (46) vor Augen führen. Im hohen Temperaturbereich von 850 °C bis 1000 °C wird eine lineare Abhängigkeit in der doppelt logarithmischen Darstellung beobachtet. Diese Abhängigkeit steht in Zusammenhang mit dem Potenzkriechen. Im Temperaturbereich unterhalb 800 °C ist ein Mikrostruktureinfluss auf die

Kriechdehnraten deutlich zu erkennen. Bei niedriger Belastung sinken die Dehnraten ab. Bei hohen Belastungen wiederum weichen die Dehnraten exponentiell vom linearen Verhalten des Potenzkriechens ab. Diese exponentielle Abhängigkeit der Dehnraten von der Spannung steht in Zusammenhang mit dem Powerlaw-Breakdown. Bei Vernachlässigung der beiden Entwicklungsgleichungen (43) und (46) werden die Dehnraten nur im  $\gamma'$ - ausscheidungsfreien Temperaturbereich richtig vorhergesagt. Unter Berücksichtigung der Schwellspannungsentwicklung werden die Vorhersagen der sekundären Kriechdehnraten besser, überschätzen diese aber weiterhin.

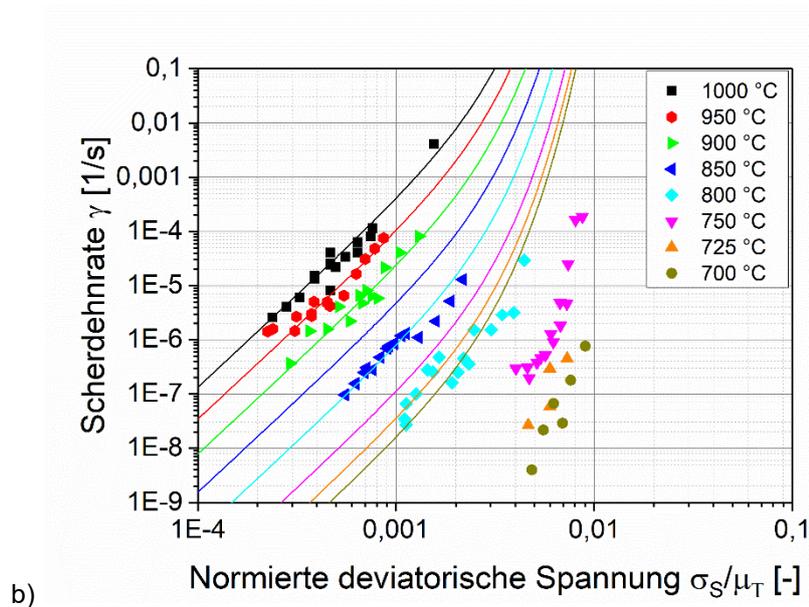
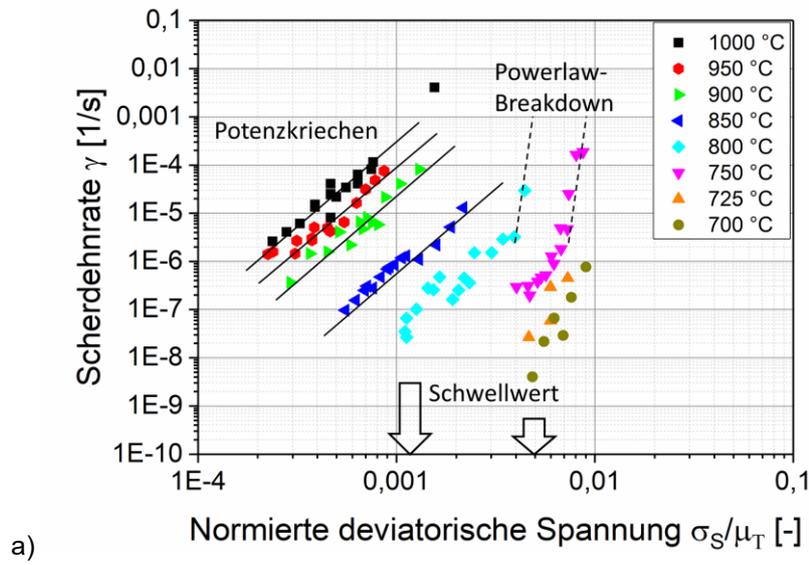


Abbildung 32: a) Gemessene sekundäre Kriechdehnraten in Abhängigkeit der Belastung und der Temperatur. Die vertikalen Pfeile verdeutlichen die Schwellspannungen bei 700 °C, 725 °C und 800 °C. Das Regime für das Potenzkriechen wird durch parallele Linien in der doppelt-logarithmischen Darstellung veranschaulicht. Im exponentiellen Kriechregime nehmen die Dehnraten im Vergleich zum Potenzkriechen überproportional zu. Dies ist wird durch die gestrichelten Linien dargestellt.

b) Gemessenes und simuliertes Verformungsmechanismen-Diagramm für INCONEL718 ohne Berücksichtigung der Entwicklungsgleichung für die Schwellspannung und mit einem konstanten Powerlaw-Breakdown-Parameter  $P_{max}$ .

Schließlich werden in Abbildung 33 beide Entwicklungsgleichungen (43) und (46) berücksichtigt. Das vollständig parametrisierte Kriechmodell unter Berücksichtigung

der simulierten Ausscheidungsentwicklung stimmt mit den experimentell gemessenen Dehnraten sehr gut überein. Bei 850 °C überschätzt das Modell die gemessenen Dehnraten um einen Faktor 3 – 8. Es wird vermutet, dass bei 850 °C die Ausscheidungsverfestigung eine Rolle spielt und sich in diesem Temperaturbereich Ausscheidungen bilden. Die Anpassung der Schwellspannung an die gemessenen Dehnraten ergibt einen Wert von 16 MPa. Unter Verwendung der Gleichungen für die Orowan-Spannung und die Climb-Resistance konnte ein Volumenanteil von 3% und ein mittlerer Radius von 30 nm abgeschätzt werden.

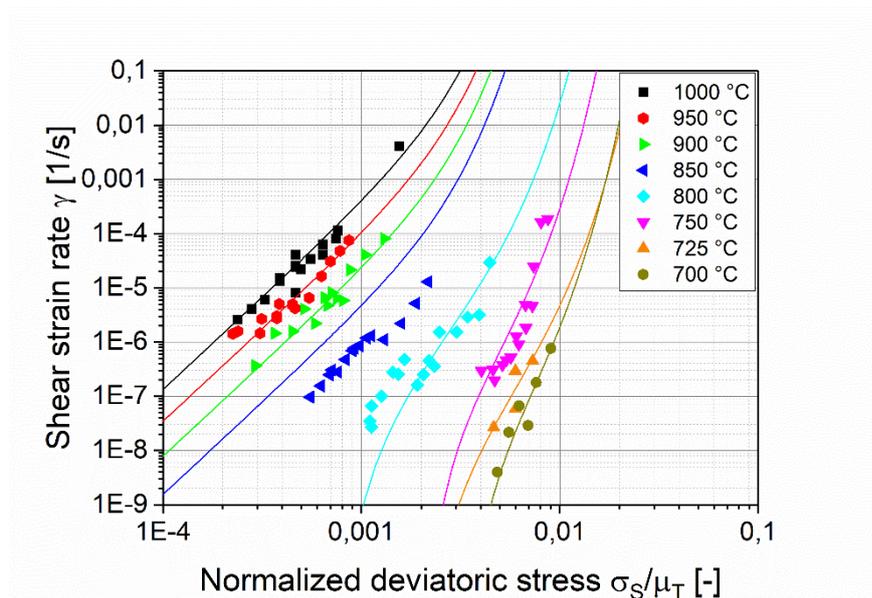


Abbildung 33: Gemessene und simulierte Kriechdehnraten für INCONEL718. Die Entwicklungsgleichung für die Schwellspannung und den Powerlaw-Breakdown-Parameter sind in vollem Umfang in der Ratengleichung mitberücksichtigt. Bei 850 °C überschätzen die Vorhersagen des mikrostrukturbasierten Kriechmodells die gemessenen Dehnraten.

Das hier vorgeschlagene mikrostrukturbasierte Kriechmodell, bestehend aus einer Ratengleichung und zwei Entwicklungsgleichungen, ist somit in der Lage, die gemessenen Dehnraten in Abhängigkeit von Temperatur und Spannung sowie der beiden internen Variablen (Volumenanteil und mittlerer Ausscheidungsradius) zu beschreiben.

#### 4.2.6 Simulation von Verformungsmechanismen-Diagrammen für INCONEL718

In Verformungsmechanismen-Diagrammen wird für stabile Mikrostrukturen die normierte Spannung  $\sigma_s/\mu_T$  über der homologen Temperatur  $T_H$  für unterschiedliche Dehnraten  $\dot{\gamma}$  aufgetragen. Dies sind die makroskopischen Variablen einer Ratengleichung. Darüber hinaus werden die Karten in Zonen für die verschiedenen dominierenden Verformungsmechanismen im Material unterteilt, vgl. Frost und Ashby [82]:

- Elastizität,
- Potenzkriechen,
- Plastizität und
- ideale Festigkeit.

Im elastischen Regime ist die Verformung des Materials immer reversibel. Das Regime für das Potenzkriechen kann weiter in die Teilfelder

- des Diffusionskriechens und
- des Versetzungskriechens

unterteilt werden. Auf dem Gebiet der Plastizität ist die Fließspannung unabhängig von der Dehnraten. Schließlich wird mit steigender Belastung die ideale Festigkeit erreicht, welche der Festigkeit eines defektfreien idealen Kristalls entspricht. Mittels atomistischer Simulationen konnte Tyson die ideale Festigkeit von kubisch-flächenzentrierten Kristallen (kfz) mit etwa  $0,06 \cdot \mu_T$  abschätzen [83]. Dieser theoretische Wert gibt die oberste Belastungsgrenze für das plastische Regime wieder.

Das hier vorgeschlagene mikrostrukturbasierte Kriechmodell mit den beiden Konzepten für die Schwellspannung und den Powerlaw-Breakdown-Parameter ermöglicht die Vorhersage von Verformungsmechanismen-Diagrammen für unterschiedlichste Ausscheidungszustände. Zum Beispiel besteht der DA-Wärmebehandlungsprozess für geschmiedete Turbinenscheiben aus INCONEL718 aus einer Luftkühlung direkt nach Schmieden. Der Zeit-Temperaturverlauf in Abbildung 34 wurde einer thermischen Finite-Elemente-Simulation des Temperaturfeldes in der Turbinenscheibe entnommen.

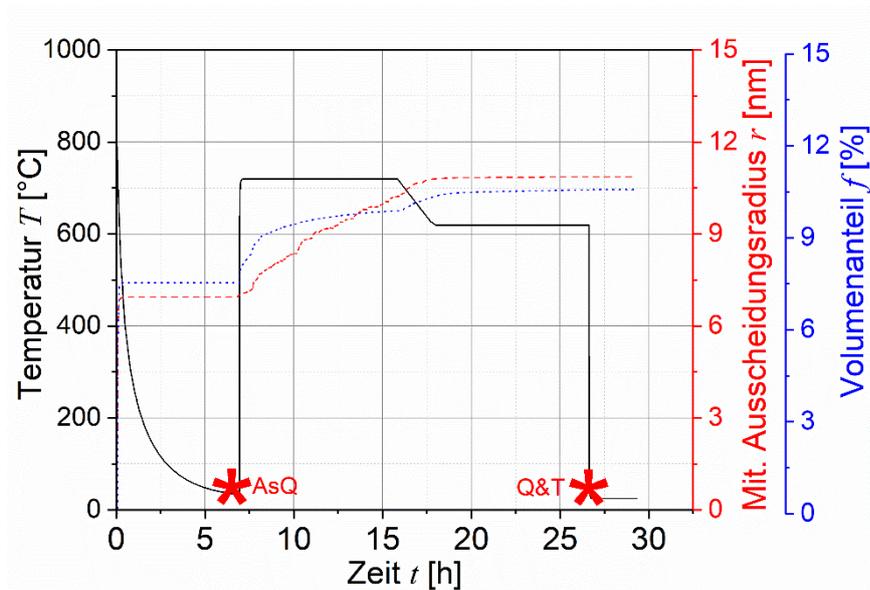


Abbildung 34: Simulierte Entwicklung des mittleren Radius und des Volumenanteils der  $\gamma'$ -Ausscheidungen im Zuge des DA-Wärmebehandlungsprozesses einer geschmiedeten Turbinenscheibe aus INCONEL718. Die roten Sterne kennzeichnen zwei charakteristische Ausscheidungszustände („AsQ“ und „Q&T“) in der Turbinenscheibe.

Die Abkühlraten während der Luftabkühlung sind klein genug, dass sich nanodisperse  $\gamma'$ -Ausscheidungen in ausreichender Menge bilden können. Daher können zwei charakteristische Ausscheidungszustände definiert werden:

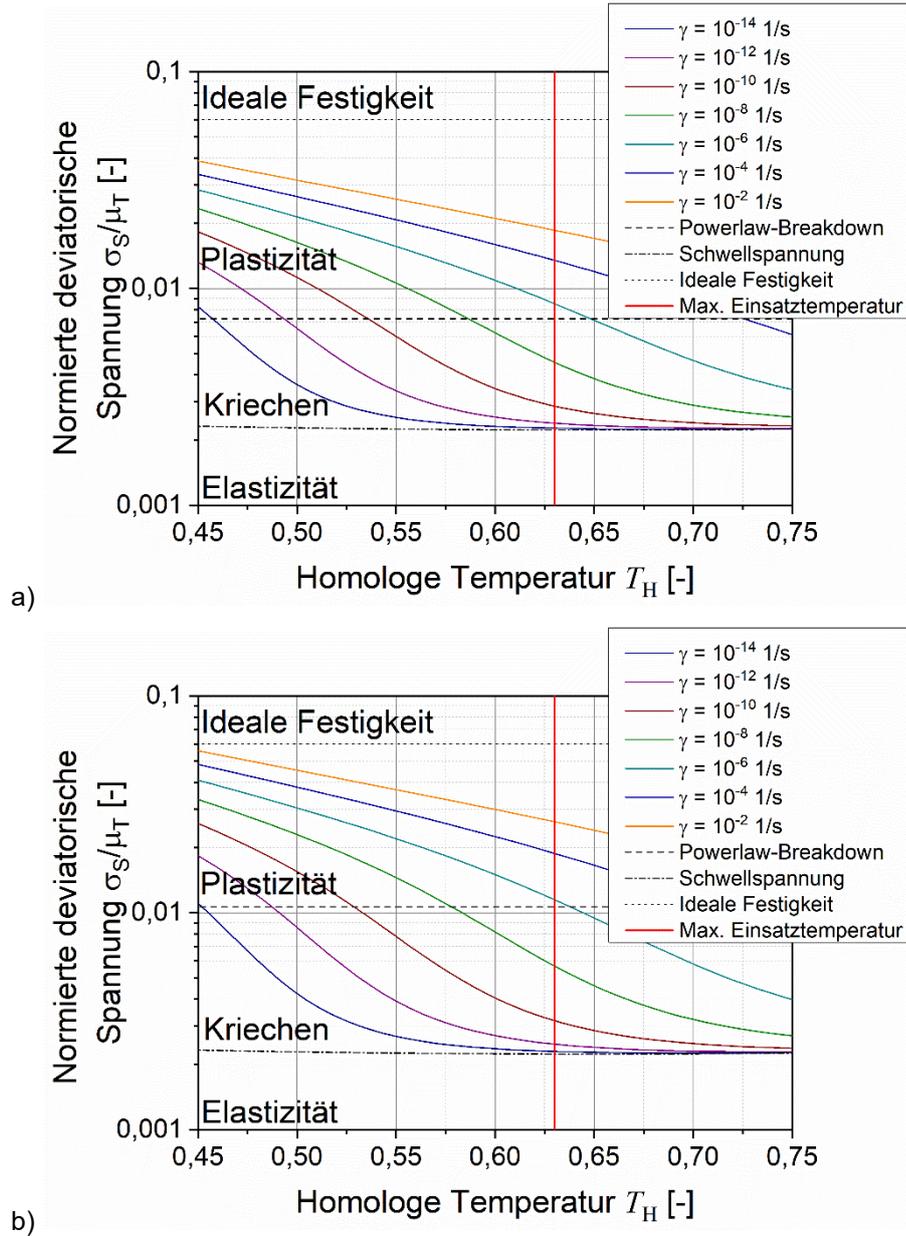
- luftabgekühlt (AsQ – „As-Quenched“) und
- vollständig wärmebehandelt (Q&T – „Quenched & Tempered“)

Der mittlere Radius und Volumenanteil für diese beiden Ausscheidungszustände sind in Tabelle 12 zusammengefasst.

Tabelle 12: Simulierter Volumenanteil und Ausscheidungsradius für den AsQ- und Q&amp;T-Ausscheidungszustand (siehe Abbildung 34).

<b>Parameter</b>	<b>Symbol</b>	<b>AsQ-Turbinenscheibe</b>	<b>Q&amp;T-Turbinenscheibe</b>
Mittlerer Ausscheidungsradius	$r_{\gamma''}$	7 nm	11 nm
Volumenanteil	$V_{\gamma''}$	8%	11%

In Abbildung 35 sind die Verformungsmechanismen-Diagramme für diese beiden charakteristischen Ausscheidungszustände AsQ und Q&T dargestellt. Während sich die Schwellspannungen zwischen den beiden Materialzuständen nicht unterscheiden, ist der Powerlaw-Breakdown-Parameter für den AsQ-Ausscheidungszustand kleiner als für den Q&T-Ausscheidungszustand. Dies äußert sich bei gleicher Belastung durch niedrigere Dehnraten für den Q&T-Materialzustand. Mit Hilfe des vorgestellten mikrostrukturbasierten Kriechmodells für INCONEL718 ist es schließlich möglich, den Wärmebehandlungs- und Bearbeitungsprozess in die Auslegung und Lebensdauervorhersage industrieller Komponenten zu integrieren.



a) b) Abbildung 35: Verformungsmechanismen-Diagramme für den a) AsQ- und b) Q&T-Ausscheidungszustand in einer Turbinenscheibe.

## **5. Finite-Elemente-Modellierung (FEM) des Wärmebehandlungsprozesses**

Dieses Kapitel beschäftigt sich mit der Finite-Elemente-Modellierung (FEM) zur Eigenspannungsvorhersage und gliedert sich in zwei Abschnitte. Im Abschnitt 1 wird das thermische Modell beschrieben. Der Abschnitt 2 widmet sich den mechanischen Eigenspannungssimulationen. Beide Modelle sind sequentiell gekoppelt. Vor allem das Anfangstemperaturfeld und die thermischen Randbedingungen sind von besonderer Bedeutung für die Genauigkeit der Eigenspannungsvorhersage und werden gesondert behandelt. Abschließend werden die Eigenspannungssimulationen mit den Messungen verglichen und die simulierte Eigenspannungsentwicklung diskutiert.

### **5.1 Simulation des Temperaturfeldes**

#### **5.1.1 Modellbeschreibung**

##### **Allgemeines**

Das FE-Modell zur Simulation der Temperaturfeldentwicklung in der Turbinenscheibe wurde in ABAQUS Version 6.13 umgesetzt [84]. Das thermische Modell bildet den gesamten DA-Wärmebehandlungsprozess ab. Es beginnt mit der Luftkühlung direkt nach dem Schmieden auf Raumtemperatur. Dieser Teilprozess wird als besonders kritisch für die Eigenspannungsvorhersage bewertet, da die Temperaturunterschiede in der Scheibe hoch sind und die Materialfestigkeit sich noch nicht entwickeln konnte. Eine korrekte Beschreibung der thermischen Anfangsbedingungen und Randbedingungen ist daher unerlässlich. Nach der Luftkühlung erfolgt das Aufheizen im Ofen und die zweistufige Auslagerung für jeweils 8 h auf 720 °C und 620 °C. Der Transport der Turbinenscheibe von der Schmiede zum Rost, wo sie auf Raumtemperatur abkühlt, wird im Modell nicht berücksichtigt, da er im Vergleich zur gesamten Abkühlzeit nur kurz dauert. In Tabelle 13 sind der Modellaufbau und die verwendeten Modellparameter zusammengefasst.

Tabelle 13: Zusammenfassung der FE-Modellparameter zur Simulation des transienten Temperaturfeldes in der Schmiedekontur. Das Modell wurde in ABAQUS Version 6.13 umgesetzt.

<b>Geometrie</b>	Schmiedekontur
<b>Berechnungsprozedur</b>	Transiente Wärmeübertragung
<b>Anfangsbedingung</b>	Inhomogenes Anfangstemperaturfeld (siehe Abbildung 36)
<b>Randbedingungen</b>	Emissionskoeffizient $\varepsilon = 0.83$ , Konvektiver Wärmeübergangskoeffizient $h_{\text{Konvektion}} = 1 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$
<b>Netz</b>	Axialsymmetrisches 4-knotiges Element mit linearen Ansatzfunktionen (vom Typ DCAX4), ~100 000 Elemente mit einer mittleren Elementlänge von 0.25 mm
<b>Konstitutives Modell</b>	Temperaturabhängige Materialparameter (siehe Tabelle 14): <ul style="list-style-type: none"> <li>• Spezifische Wärmekapazität <math>c_p</math>,</li> <li>• Wärmeleitfähigkeit <math>\lambda</math> und</li> <li>• Dichte <math>\rho</math></li> </ul>

Für das thermische konstitutive Modell konnten temperaturabhängige thermophysikalische Parameter für INCONEL718 aus der Literatur entnommen werden (siehe Tabelle 14). Dye et al. [85] konnten durch den Vergleich verschiedener Literaturstellen zeigen, dass

- die thermophysikalischen Parameter unabhängig von der Wärmebehandlung sind und
- nur in geringem Maß (ca. 10% Variation) von der Chemie abhängen.

Tabelle 14: Experimentell bestimmte thermophysikalische Parameter als Funktion der Temperatur [86–88]. Diese Parameter werden in der thermischen Simulation verwendet.

Temperatur $T$ [°C]	Spezifische Wärmekapazität $c_p$ [Jkg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> ]	Wärmeleitfähigkeit $\lambda$ [Wm <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> ]	Dichte $\rho$ [kgm <sup>-3</sup> ]
100	418	12,6	8190
200	433	14,3	8145
300	448	16,0	8113
400	462	17,7	8075
500	477	19,2	8035
600	504	20,8	7994
700	544	22,4	7951
800	613	24,0	7908
900	609	25,2	7860
1000	571	26,9	7812

### Anfangsbedingungen

Für die Eigenspannungssimulation in der wärmebehandelten Turbinenscheibe ist ein genaues thermisches Modell entscheidend. Die Wärmebehandlung schließt direkt an den Schmiedeprozess mit einer natürlichen Luftabkühlung bis Raumtemperatur an (siehe Kapitel 2.1.2). Während des Schmiedens wird Wärme über den thermischen Kontakt mit dem Gesenk an die Umgebung abgegeben. Dies führt zu einem inhomogenen Anfangstemperaturfeld für die Wärmebehandlungssimulation. Das inhomogene Anfangstemperaturfeld ist in Abbildung 36 dargestellt. Es wurde dem

letzten Inkrement einer FE-Schmiedesimulation in DEFORM entnommen und auf das ABAQUS-FE-Modell übertragen.

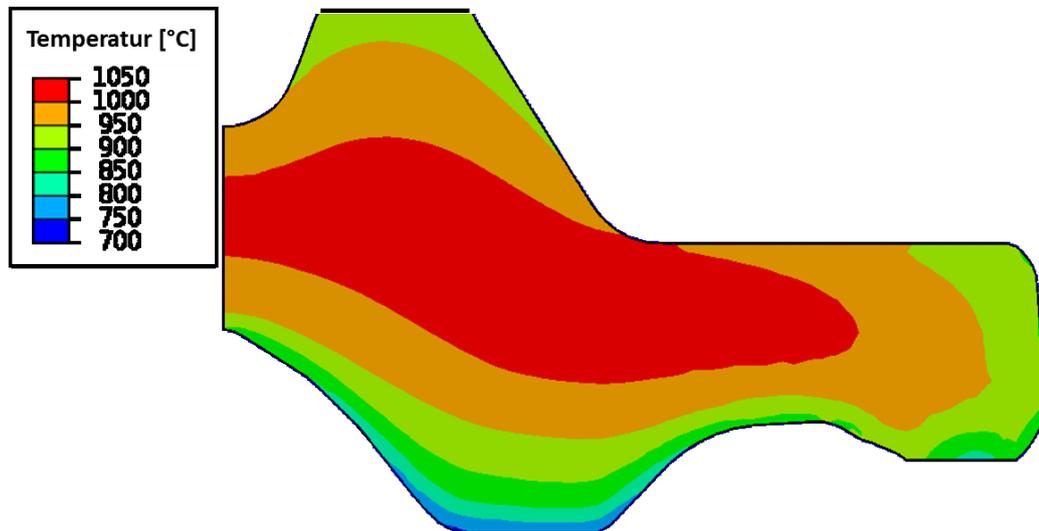


Abbildung 36: Inhomogenes Anfangstemperaturfeld zur Simulation der Eigenspannungsentwicklung in der Turbinenscheibe. Das inhomogene Anfangstemperaturfeld wurde dem letzten Inkrement (d.h. nach Rekristallisation) einer vorhergehenden FE-Schmiedesimulation in DEFORM entnommen und auf das ABAQUS-FE-Modell übertragen.

### Thermische Randbedingungen

Der Wärmeaustausch einer heißen Turbinenscheibe mit der Umgebung erfolgt über den Wärmefluss an der Oberfläche. Dieser setzt sich aus im Allgemeinen aus drei Bestandteilen zusammen:

- Konvektion  $\dot{q}_{\text{Konvektion}}$ ,
- Strahlung  $\dot{q}_{\text{Strahlung}}$  und
- thermischer Kontakt  $\dot{q}_{\text{Kontakt}}$ .

$$\dot{q}_{\text{Total}} = \dot{q}_{\text{Konvektion}} + \dot{q}_{\text{Strahlung}} + \dot{q}_{\text{Kontakt}} \quad (49)$$

Das Stefan-Boltzmann-Gesetz beschreibt den Zusammenhang der Strahlungsflussdichte mit der Oberflächentemperatur  $T_{\text{Oberfläche}}$ , der Umgebungstemperatur  $T_{\text{Umgebung}}$  und dem Emissionskoeffizienten  $\varepsilon$ :

$$\dot{q}_{\text{Strahlung}} = \varepsilon \sigma \cdot (T_{\text{Oberfläche}}^4 - T_{\text{Umgebung}}^4) \quad (50)$$

$\sigma$  ist die Stefan-Boltzmann-Konstante. Der Strahlungswärmeaustausch der Turbinenscheibe mit der Umgebung setzt sich aus Absorption, Reflexion und Rückstrahlung aus der Umgebung zusammen. Der Emissionskoeffizient beschreibt das Verhältnis der Strahlungswärme, welche von einer technischen Oberfläche emittiert bzw. absorbiert wird, zur Strahlungswärme, welche ein schwarzer Körper („Black Body“) bei gleicher Temperatur emittieren bzw. absorbieren würde. Der Emissionskoeffizient von technischen Oberflächen hängt nicht nur vom Material ab, sondern auch von der Oberflächenbeschaffenheit, d.h. Rauigkeit, Oberflächenmodifikationen (Oxidschichten), etc.. Aus diesem Grund wurde in dieser Arbeit der Emissionskoeffizient für geschmiedete Turbinenscheiben aus INCONEL718 experimentell bestimmt (siehe Kapitel 3.3.2). Der gemessene Emissionskoeffizient von  $0.83 \pm 0.076$  ist dabei in guter Übereinstimmung mit den Literaturwerten [38].

Die konvektive Wärmestromdichte ist laut Newtons Gesetz linear proportional zur Differenz von Oberflächentemperatur  $T_{\text{Oberfläche}}$  und Lufttemperatur  $T_{\text{Luft}}$ ,

$$\dot{q}_{\text{Konvektion}} = h_{\text{Konvektion}} \cdot (T_{\text{Oberfläche}} - T_{\text{Luft}}). \quad (51)$$

Die Proportionalitätskonstante heißt konvektiver Wärmeübergangskoeffizient  $h_{\text{Konvektion}}$  (HTC – „Heat Transfer Coefficient“). Sie hängt von einer Reihe von Einflüssen ab:

- Bauteilgeometrie
- Luftströmung
- Temperatur
- Viskosität
- Oberflächenmodifikationen
- etc.

Eine grobe Abschätzung der konvektiven Wärmeübergangskoeffizienten für natürliche Konvektion kann mit Hilfe der Ähnlichkeitstheorie und der Näherung der Bauteilgeometrie durch horizontale und vertikale Ebenen durchgeführt werden. Hierfür wurden Nusselt-Zahlen der Literatur entnommen [35,89],

$$Nu(Ra, Pr) = \frac{h \cdot l}{\lambda}. \quad (52)$$

$l$  ist die charakteristische Länge,  $\lambda$  ist die thermische Leitfähigkeit von Luft,  $Ra$  ist die Rayleigh-Zahl und  $Pr$  ist die Prandtl-Zahl. Diese Abschätzung ergab einen konvektiven Wärmeübergangskoeffizienten kleiner als  $10 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ . Tatsache ist, dass der konvektive Wärmeübergangskoeffizient aufgrund der vielfältigen Abhängigkeiten von den Umgebungsbedingungen nicht oder nur sehr schwer direkt zugänglich ist. In der Literatur werden häufig mathematische Optimierungsprozeduren angewandt, um die Randbedingungen im Inneren von Bauteilen gemessene Abkühlkurven durch inverse Modellierung anzupassen [90–92]. Aus diesem Grund diente die Abschätzung auf Basis der Ähnlichkeitstheorie als Ausgang für eine inverse Parameteranpassung an gemessenen Abkühlkurven. Die Parameterstudie für den konvektiven Wärmeübergangskoeffizienten an der Oberfläche der Scheibe ergab einen Wert von  $1 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ . Dieser Wert ist sehr niedrig, aber noch innerhalb des erwarteten Bereichs. Ein Teil des Wärmeaustausches mit der Umgebung erfolgt durch thermischen Kontakt mit der Auflagefläche (z.B. der Auflagerost bei natürlicher Konvektion oder einer Traglaschenkette in der Kühlstrecke). In Anlehnung an den konvektiven Wärmeaustausch ist auch für den thermischen Kontakt ein Wärmeübergangskoeffizient  $\alpha_{\text{Kontakt}}$  definiert,

$$\dot{q}_{\text{Kontakt}} = \alpha_{\text{Kontakt}}(T_{\text{Oberfläche}} - T_{\text{Umgebung}}). \quad (53)$$

In einer früheren Arbeit konnte jedoch gezeigt werden, dass der Wärmeverlust durch einen thermischen Kontakt lokal um die Kontaktfläche begrenzt ist [35]. Außerdem führt der thermische Kontakt sehr schnell zur Erwärmung der Kontaktstelle, wodurch die Temperaturdifferenz und damit auch der Wärmefluss durch die Kontaktfläche rasch abnehmen. Daher kann für den Fall der Eigenspannungsvorhersage der Einfluss des thermischen Kontakts vernachlässigt werden.

Für eine vollständige Beschreibung des Wärmeaustausches mit der Umgebung sind neben den einzelnen Koeffizienten auch die drei verschiedenen Umgebungstemperaturen  $T_{\text{Umgebung}}$  (siehe Gleichungen (51), (50) und (53)) entscheidend:

- Lufttemperatur,
- Umgebungstemperatur (z.B. der Wände in der Industriehalle) und
- Temperatur der Auflagefläche.

Aufgrund der Größe der Industriehalle wird davon ausgegangen, dass sich die Wände und die Luft während der Luftabkühlung nach dem Schmieden sich nicht signifikant erwärmen. Die Umgebungstemperatur entspricht in diesem Fall der Raumtemperatur (20 °C). Für die anschließende zweistufige Auslagerung im Ofen ändern sich die Umgebungstemperaturen der Luft und der Wände auf die jeweilige Auslagerungstemperatur (720 °C und 620 °C).

In Abbildung 37 werden die Beiträge der Konvektion und Strahlung bei Luftabkühlung miteinander verglichen. Es ist zu erkennen, dass Strahlung besonders bei hohen Temperaturen der entscheidende Abkühlungsmechanismus ist. Der Wärmefluss ist um mehr als eine Größenordnung höher. Das Verhältnis von Konvektion zu Strahlung würde sich jedoch ändern, wenn nicht mit stehender, sondern erzwungener Konvektion (d.h. in einer Kühlstrecke) gekühlt wird.

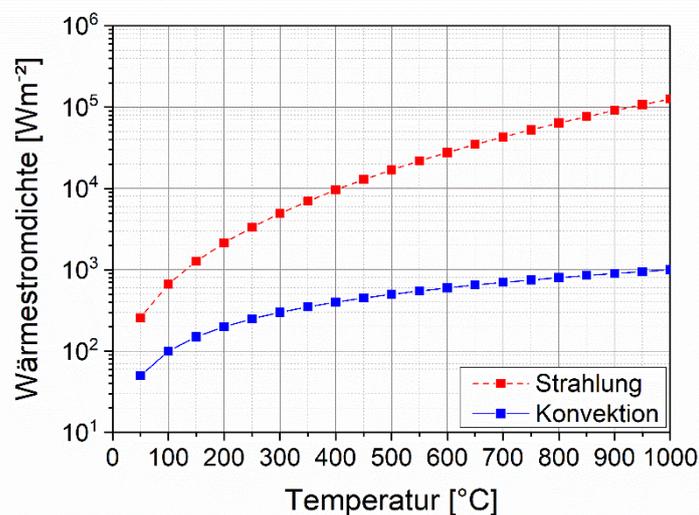


Abbildung 37: Wärmeflussdichten an der Oberfläche der Turbinenscheibe als Funktion der Oberflächentemperatur. Das Stefan-Boltzmann-Gesetz (52) beschreibt die Temperaturabhängigkeit der Wärmestrahlung, während für Konvektion die Temperaturabhängigkeit des Newtonschen Konvektionsgesetzes (51) gilt.

### **5.1.2 Validierung des thermischen Modells**

Zur Validierung des thermischen FE-Modells wurde die in Kapitel 3.3.1 beschriebene und mit Thermoelementen bestückte Turbinenscheibe in einem Industrieofen auf  $1000 \pm 2 \text{ °C}$  aufgeheizt. Anschließend wurde die Turbinenscheibe dem Ofen entnommen und zur Luftabkühlung mit natürlicher Konvektion abgestellt. Abbildung 38 zeigt die gemessenen und simulierten Temperatur-Zeit-Kurven. Für die Simulation wurde das oben beschriebene thermische FE-Modell angewandt. Die simulierten und gemessenen Kühlkurven folgen dem Newtonschen Gesetz der exponentiellen Abkühlung und sind sehr gut vergleichbar. Das thermische Modell ist in der Lage, die Temperaturgradienten während der Wärmebehandlung sowie die Gradienten im Anfangstemperaturfeld ausreichend genau für die Eigenspannungsvorhersage zu beschreiben.

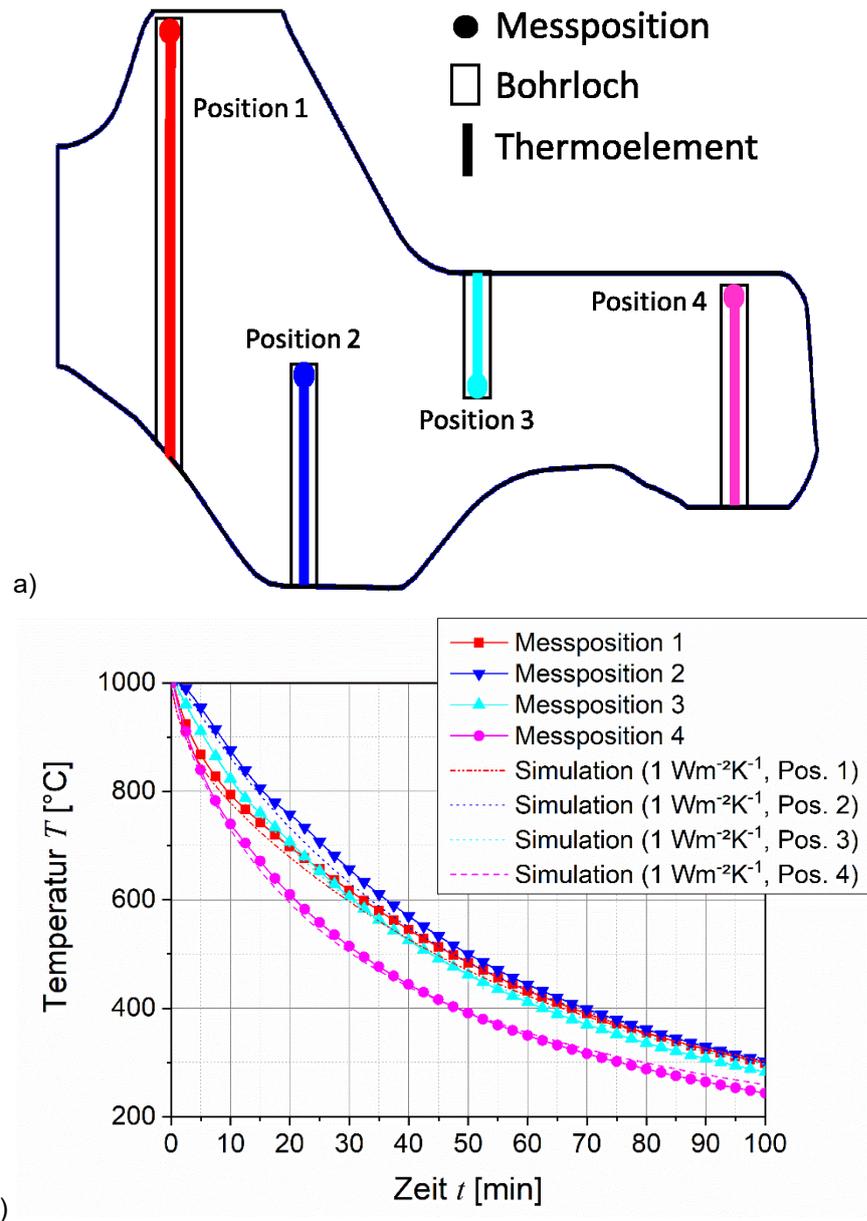


Abbildung 38: Eine mit Thermoelementen bestückte Turbinenscheibe wurde auf  $1000^{\circ}\text{C}$  in einem Industrieofen aufgeheizt und anschließend an Luft stehend abgekühlt. a) Anordnung der Thermoelemente im Querschnitt. b) Validierung des thermischen Modells für Luftabkühlung mit natürlicher Konvektion.

## 5.2 Simulation des Eigenspannungsfeldes

### 5.2.1 Modellbeschreibung

Das FE-Eigenspannungsmodell wurde in ABAQUS Version 6.13 [84] umgesetzt und berücksichtigt

- die Temperaturfeld- und
- Ausscheidungsentwicklung

in der Turbinenscheibe während des gesamten Wärmebehandlungsprozesses sowie

- die Eigenspannungsumlagerung

während des Freilegens der Schmiedekontur auf die darunter befindlichen Ultraschall- und Fertigteilkonturen (siehe Abbildung 39). Ein Überblick über das FE-Eigenspannungsmodell und die verwendeten Parameter ist in

Tabelle 15 gegeben.

Tabelle 15: Zusammenfassung der FE-Modellparameter für die Eigenspannungssimulation und Spannungsumlagerung bei der Fertigung. Das Modell wurde in der FE-Software ABAQUS umgesetzt.

<b>Geometrie</b>	Schmiedekontur, Ultraschallkontur und Fertigteilkontur
<b>Berechnungsprozedur</b>	Sequentiell gekoppelte thermisch-mechanische Simulation („Sequentially Coupled Temperature-Displacement“)
<b>Randbedingungen</b>	Axiale Symmetrierandbedingungen
<b>Netz</b>	Axialsymmetrisches 8-knotiges Spannungs- / Verschiebungselement mit quadratischer Interpolationsfunktion (vom Typ DCAX8)

	<p>~100 000 Elemente mit einer mittleren Elementlänge von 0.25 mm</p> <p>Die Bearbeitung der Schmiede- bzw. Ultraschallkontur auf Fertigteilkontur wurde durch Reduktion der Elementsteifigkeit des zu entfernenden Elements modelliert („Model Change“).</p>
<b>Konstitutives Modell</b>	<p>Das in Kapitel 4 vorgestellte mikrostrukturbasierte Kriechmodell wurde in ein bereits bestehendes konstitutives Modell nach Becker und Hackenberg [93] in der Form eines benutzerdefinierten Materialunterprogramms UMAT implementiert.</p>

### **Kopplung mit dem thermischen Modell**

Das für den Wärmebehandlungsprozess benötigte transiente Temperaturfeld wird aus der vorhergehenden thermischen FE-Simulation importiert. Thermisches und mechanisches Modell sind sequentiell miteinander gekoppelt. Bei dieser Art von Kopplung hat das Eigenspannungsmodell keinen Einfluss auf die simulierte Temperaturfeldentwicklung. Eine Besonderheit des thermischen FE-Modells ist das inhomogene Anfangstemperaturfeld im spannungsfreien Referenzzustand (siehe Abbildung 36). Während des Schmiedens sind die Umformgrade und Temperaturen ausreichend hoch, dass das Material rekristallisiert. Dabei bauen sich die Spannungen ab und ergeben einen spannungsfreien Referenzzustand für den anschließenden Wärmebehandlungsprozess.

### **Konstitutives Modell**

Das verwendete konstitutive Modell baut auf dem Modell für polykristallines INCONEL718 von Becker und Hackenberg auf, welches in Form eines benutzerdefinierten Materialunterprogramms (UMAT) zur Verfügung stand. Das konstitutive Modell ist in der Lage, ratenunabhängiges und ratenabhängiges Materialverhalten zu beschreiben. Für eine detaillierte Beschreibung der Gleichungen,

Materialfunktionen und Parametrisierung wird der interessierte Leser auf die Publikation von Becker und Hackenberg verwiesen [93]. Dieses konstitutive Modell konnte mit Hilfe des in Kapitel 4.2 ausführlich beschriebenen und parametrisierten Kriechgesetzes für den Hochtemperaturbereich erweitert werden. Das erweiterte Modell ist in der Lage, beliebige thermomechanische Belastungsbedingungen im Zuge der gesamten Wärmebehandlung für kleine Verformungen zu simulieren.

Die dafür notwendige Information über die Ausscheidungsentwicklung wird durch Kopplung mit dem kalibrierten thermokinetischen Modell für INCONEL718 (siehe Kapitel 4.1.5) erreicht. Aufgrund der geringen Abkühl- und Heizraten für die verwendete Turbinenscheibengeometrie und stehender Luft als Abschreckmedium waren die Abkühlraten und Temperaturen während des gesamten DA-Wärmebehandlungsprozesses nahezu homogen verteilt. Die Ausscheidungsentwicklung konnte für alle Integrationspunkte anhand einer charakteristischen Stelle angenähert werden. Wird das entwickelte Eigenspannungsmodell jedoch für kleinere Turbinenscheiben oder andere Abschreckmedien erweitert, so wird die Verwendung einer speziellen Cluster-Methode empfohlen. Der interessierte Leser sei dazu unter anderem auf die Arbeiten von Khairullah et al. [94] verwiesen.

### **Modell des Fertigungsprozesses**

Nach dem Wärmebehandlungsprozess erfolgt der Bearbeitungsprozess in zwei Schritten: Im ersten Schritt wird die Schmiedekontur auf eine Kontur für Ultraschalltests (Ultraschallkontur) reduziert. Im zweiten Schritt wird die End- bzw. Fertigteilkontur freigelegt (siehe Abbildung 39). Die Materialentfernung wird am Ende der Eigenspannungsberechnung in einem Schritt durchgeführt, indem die Steifigkeit der einzelnen Elemente, die das zu entfernende Material repräsentieren, auf 1% der Anfangssteifigkeit verringert wird. Dies führt zu einer Umlagerung der Eigenspannungen und einem damit verbundenen Verzug der Turbinenscheibe.

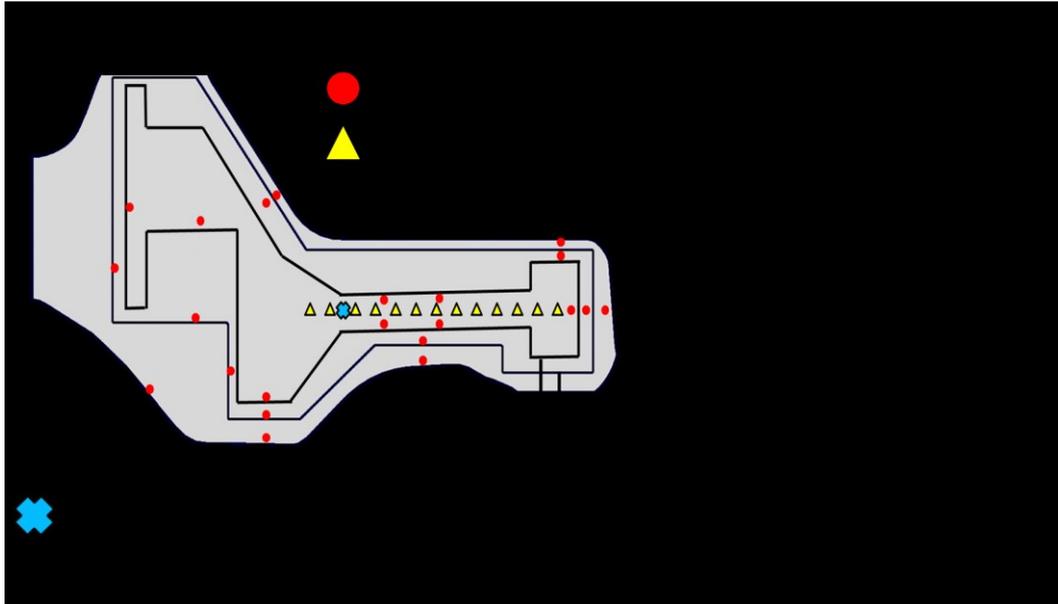
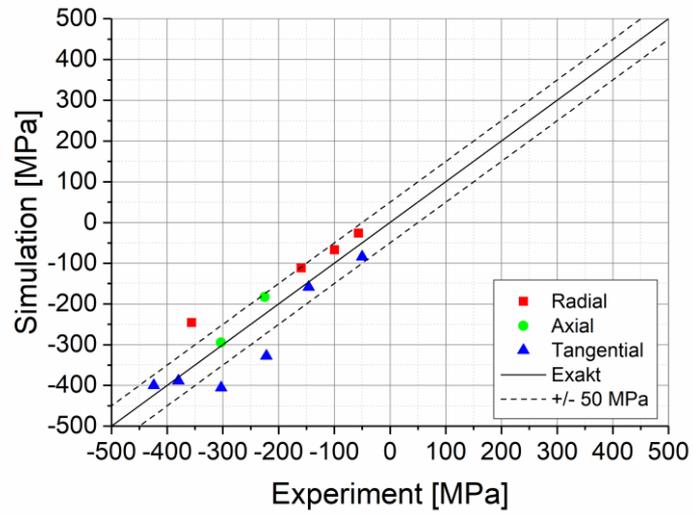


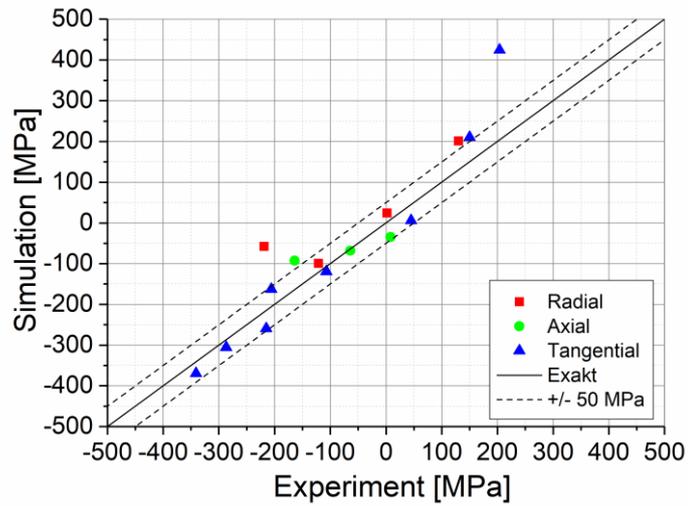
Abbildung 39: Die Schmiegeometrie wird nach dem Wärmebehandlungsprozess zuerst auf die Ultraschallgeometrie und anschließend auf die Fertigteilmessungen abgearbeitet.

### 5.2.2 Validierung und Diskussion der simulierten Eigenspannungsentwicklung

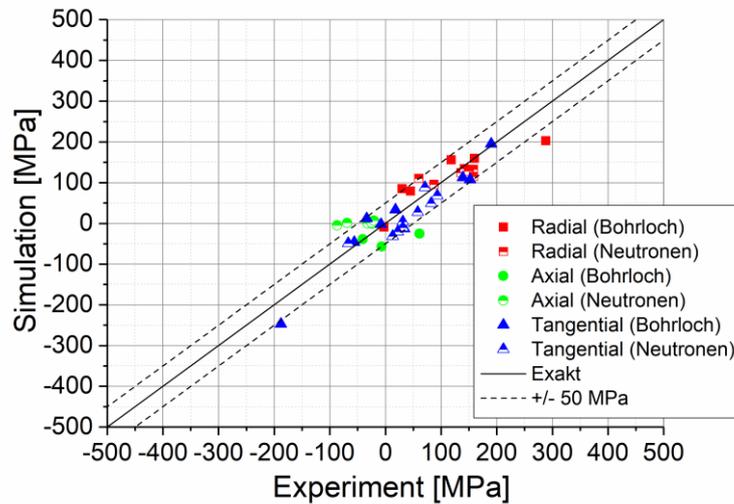
Das FE-Eigenspannungsmodell für geschmiedete, wärmebehandelte und bearbeitete Turbinenscheiben aus INCONEL718 wurde mit Hilfe von Messergebnissen validiert. Wie in Kapitel 3.4 ausführlich beschrieben, wurden Bohrlochmessungen an der Oberfläche aller drei Konturen sowie Neutronendiffraktionsmessungen im Volumen der Fertigteilkontur durchgeführt. Die genauen Messpositionen sind in Abbildung 39 zusammengefasst. In Abbildung 40 sind die radialen, tangentialen und axialen Eigenspannungskomponenten aus der Simulation den Messungen gegenübergestellt. Der Betrag und die Tendenz der simulierten Eigenspannungen stehen in vernünftiger Übereinstimmung mit den gemessenen Eigenspannungen. Die Unterschiede wurden statistisch ausgewertet. Sie folgen einer Normalverteilung mit einer Standardabweichung von 50 MPa. Die maximalen und minimalen Unterschiede betragen 184 MPa bzw. -106 MPa.



a)



b)



c)

Abbildung 40: Gegenüberstellung der gemessenen und simulierten Eigenspannungen für a) Schmiedekontur (Bohrloch), b) Ultraschallkontur (Bohrloch) und c) Fertigteilkontur (Bohrloch und Neutronendiffraktion). Die Positionen für die Eigenspannungvalidierungen sind in Abbildung 39 für alle drei Konturen dargestellt.

Abbildung 41 zeigt beispielhaft die simulierte Entwicklung der Hauptspannungskomponenten, der Temperatur und der akkumulierten plastischen Dehnung im Zuge des Wärmebehandlungsprozesses in einer charakteristischen Position (siehe Abbildung 39) mittig in der Turbinenscheibe. Die Richtungen der Hauptspannungskomponenten stimmen mit den axialen, tangentialen und radialen Richtungen überein:

- Abschnitt A: Die Temperaturentwicklung startet mit einer Luftabkühlung unter freien Konvektion nach dem Schmieden bei ca. 1000 °C. In diesem Abschnitt werden 90% der plastischen Dehnung gebildet.
- Abschnitt B: Nachdem die Turbinenscheibe auf Raumtemperatur abgekühlt ist, folgt ein zweistufiger Auslagerungsprozess. Die erste Stufe findet bei 720 °C für 8 h statt. Hier werden die restlichen 10% der plastischen Dehnung durch Kriechen gebildet.
- Abschnitt C: Die zweite Stufe findet bei 620 °C ebenfalls für 8 h Stunden statt. Die plastische Dehnung nimmt nicht weiter zu.

- Abschnitt D: Die Turbinenscheibe wird aus dem Ofen genommen und wieder unter natürlicher Konvektion auf Raumtemperatur abgekühlt.
- Abschnitt E: Am Ende des Prozesses kommt es zum Freilegen der Schmiedekontur auf die Ultraschallkontur und dann auf die Fertigteilkontur. Damit verbunden ist eine Spannungsumlagerung in der verbleibenden Kontur. Die gefüllten Symbole zeigen die Neutronendiffraktionsmessungen nahe der charakteristischen Position in der Fertigteilkontur.

Die Entwicklung der Hauptspannungskomponenten richtet sich nach der Entwicklung der plastischen Dehnung und der Temperaturabhängigkeit der elastischen Parameter in der Turbinenscheibe. Nach Änderung der Umgebungstemperatur zeigen alle drei Hauptspannungskomponenten einen Peak. Dies ist auf die thermomechanische Belastung und die Erhöhung der Temperaturgradienten zurückzuführen. Die Rolle der plastischen Dehnung beim Auslagern im Ofen auf das finale Eigenspannungsfeld ist gering. Entscheidend für die Genauigkeit der Eigenspannungsvorhersagen in der Turbinenscheibe sind die thermischen Randbedingungen, das inhomogene thermische Anfangstemperaturfeld und das konstitutive Modell zur Beschreibung des thermomechanischen Verhaltens von polykristallinem INCONEL718. Es wird davon ausgegangen, dass die Bedeutung der thermischen Randbedingungen bei höheren Abkühlraten zunimmt, während das inhomogene Anfangstemperaturfeld bei niedrigeren Abkühlraten entscheidend für die Genauigkeit ist. Das entwickelte und mehrfach validierte FE-Eigenspannungsmodell kann nun für luftgekühlte Turbinenscheiben unterschiedlichster Größe eingesetzt werden.

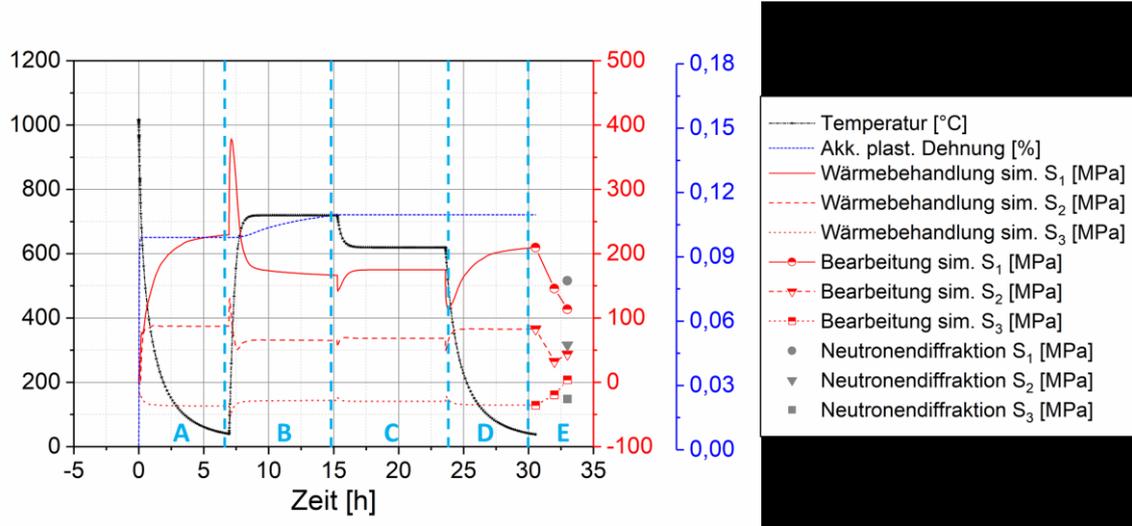


Abbildung 41: Simulierte Entwicklung der Hauptspannungskomponenten, der Temperatur und der akkumulierten plastischen Dehnung für eine charakteristische Position mittig in der Turbinenscheibe (siehe Abbildung 39). Im Abschnitt A wird die Turbinenscheibe von der Schmiedetemperatur auf Raumtemperatur luftgekühlt. Anschließend wird die Turbinenscheibe in den Abschnitten B und C im Ofen bei 720 °C und 620 °C ausgelagert. Im Abschnitt D erfolgt die finale Luftabkühlung auf Raumtemperatur, bevor im Abschnitt E die Schmiedekontur zuerst auf Ultraschallkontur und anschließend auf Fertigteilkontur bearbeitet wird.

## 6. Zusammenfassung und weiterführende Aufgaben

In der vorliegenden Arbeit wurden drei Modelle entwickelt, welche

- den lokalen Ausscheidungszustand,
- das mechanische Werkstoffverhalten und
- die Eigenspannungen

auf Basis der Temperaturfeldentwicklung in Turbinenscheiben aus INCONEL718 beschreiben. Der lokale Ausscheidungszustand wird mit einem thermokinetischen Modell für INCONEL718 simuliert. Für die Kalibrierung wurden isotherm und non-isotherm wärmebehandelte Proben experimentell untersucht. Volumenanteil, Ausscheidungsradius und Teilchendichte der  $\gamma'$ - $\gamma''$ -Kompaktstrukturen konnten gemessen werden. Um das ratenabhängige und ratenunabhängige mechanische Werkstoffverhalten zu simulieren, wurde ein bestehendes konstitutives Modell um den Einfluss der Ausscheidungsverfestigung erweitert. Hierfür wurde ein Kriechgesetz hergeleitet und parametrisiert. Das Eigenspannungsmodell setzt direkt an den Schmiedeprozess an und berücksichtigt den gesamten Wärmebehandlungsprozess sowie die Spannungsumlagerung beim Freilegen der Endkontur. Die Eigenspannungssimulation wurde mittels Bohrlochmethode und der Neutronendiffraktion validiert. Die Größe und das Vorzeichen der Volumeneigenspannungen aus dem Wärmebehandlungsprozess werden maßgeblich vom inhomogenen Temperaturfeld nach dem Schmieden und den inhomogenen, inelastischen Verformungen beim Abkühlen bestimmt.

Aufbauend auf den Forschungsergebnissen haben sich folgende mögliche Richtungen für zukünftige Arbeiten ergeben:

- Entwicklung eines physikalischen Modells, welches die Kompaktstruktur aus  $\gamma''$ - und  $\gamma'$ -Ausscheidungen beschreiben kann. Das Modell könnte ausgehend von den experimentellen Untersuchungen aus dieser Arbeit parametrisiert werden.
- Entwicklung eines Modells zur Simulation der oberflächennahen Eigenspannungen aus der spanenden Fertigung. Das in dieser Arbeit entwickelte konstitutive Modell für INCONEL718 kann hierfür genutzt werden.

## 7. Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung von INCONEL718.....	10
Tabelle 2: Einteilung der Wärmeeigenspannungen nach Ort und Wiederholung der Plastifizierung.....	19
Tabelle 3: Ergebnisse der Mikrostrukturuntersuchungen .....	25
Tabelle 4: Auf Basis der chemischen Zusammensetzung in den APT-Proben (siehe Abbildung 9) berechnete Streulängendichten.....	33
Tabelle 5: Spezifikation des verwendeten Messgeräte zur Bestimmung des Emissionskoeffizienten.....	45
Tabelle 6: Übersicht der Methoden zur Eigenspannungsanalyse in Bauteilen .....	47
Tabelle 7: Einteilung der Modellparameter.....	59
Tabelle 8: Zusammenfassung der Modellparameter der kalibrierten MatCalc Routine für INCONEL718. ....	62
Tabelle 9: Vergleich der simulierten und gemessenen Radien und Volumenanteile der $\gamma'$ - und $\gamma''$ -Ausscheidungen. Die Proben wurden aus einer vollständig wärmebehandelten Turbinenscheibe entnommen.....	70
Tabelle 10: Zusammenfassung der Modellparameter für die Ausscheidungsverfestigung.....	79
Tabelle 11: Zusammenfassung der Modellparameter für das mikrostrukturbasierte Kriechmodell.....	82
Tabelle 12: Simulierter Volumenanteil und Ausscheidungsradius für den AsQ- und Q&T-Ausscheidungszustand (siehe Abbildung 34). ....	91
Tabelle 13: Zusammenfassung der FE-Modellparameter zur Simulation des transienten Temperaturfeldes in der Schmiedekontur. Das Modell wurde in ABAQUS Version 6.13 umgesetzt.....	94
Tabelle 14: Experimentell bestimmte thermophysikalische Parameter als Funktion der Temperatur [86–88]. Diese Parameter werden in der thermischen Simulation verwendet.....	95

Tabelle 15: Zusammenfassung der FE-Modellparameter für die Eigenspannungssimulation und Spannungsumlagerung bei der Fertigung. Das Modell wurde in der FE-Software ABAQUS umgesetzt. .... 102

## 8. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Schematischer Temperaturverlauf während des direkten Wärmebehandlungsprozesses (DA – „Direct Age“)	11
Abbildung 2: Phasenspezifische Überlagerung von Eigenspannungen 1., 2. und 3. Art [26]	16
Abbildung 3: Wärmeeigenspannungen 1. Art beim Abkühlen eines umwandlungsfreien Zylinders [25]	18
Abbildung 4: Elektronenmikroskopische Aufnahme (BSD – „Back Scattered Diffraction“) von geschmiedetem und luftgekühltem INCONEL718	22
Abbildung 5: Messung des Flächenanteils der $\delta$ -Phasen (in Grün dargestellt) mittels digitaler Bildbearbeitung der elektronenmikroskopischen Aufnahme in Kombination mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX – „Energy Dispersive X-ray Spectroscopy“), um die $\delta$ -Phase von den Primärcarbiden zu trennen	23
Abbildung 6: Häufigkeitsverteilung des a) Formfaktors und b) des maximalen Durchmessers von $\delta$ -Ausscheidungen in geschmiedetem und luftgekühltem INCONEL718	24
Abbildung 7: Iso-Konzentrationsflächen (Al+Ti / 12 at% und Nb / 9 at%) für $\gamma''$ - (orange) und $\gamma'$ - (blau) Ausscheidungen in der $\gamma$ -Matrix. Die übrigen Elemente wurden ausgeblendet, um die Kompaktstruktur sichtbar zu machen	26
Abbildung 8: a) Eindimensionales chemisches Profil durch das Zentrum der $\gamma'$ - und $\gamma''$ -Kompaktstruktur. b) Darstellung des Auswertepfads des chemischen Profils	28
Abbildung 9: Mittels Atomsondentomographie gemessene chemische Zusammensetzung der $\gamma''$ -, $\gamma'$ - und $\gamma$ -Phasen in INCONEL718	29
Abbildung 10: Ex-situ gemessene SANS-Spektren (blaue und rote Vierecke) und angepasstes SANS-Spektrum (schwarze Linie)	32
Abbildung 11: Vergleich der gemessenen SANS-Spektren jeweils am Ende des Lösungsglühens bei 960 °C. Regelmäßiges Lösungsglügen bei 960 °C hat keinen Einfluss auf die SANS-Spektren	34

Abbildung 12: Entwicklung der in-situ gemessenen SANS-Spektren während des isothermen Auslagerns bei a) 800 °C, b) 810 °C, c) 820 °C und d) 830 °C.....	36
Abbildung 13: Ergebnis der modellunabhängigen Auswertung der in-situ gemessenen SANS-Spektren bei 800 °C, 810 °C, 820 °C und 830 °C. Die Änderung des Volumenanteils ist anfangs hoch und flacht mit der isothermen Auslagerungszeit ab. ....	37
Abbildung 14: Verlauf der Ausscheidungsverfestigung bei 620 °C, 720 °C, 750 °C und 800 °C. ....	40
Abbildung 15: Abschätzung der Inkubationszeit bei isothermer Auslagerung zwischen 500 °C und 800 °C anhand des ersten gemessenen Anstiegs der Ausscheidungsverfestigung.....	41
Abbildung 16: Darstellung der mittels SKV gemessenen sekundären Kriechdehnraten in Abhängigkeit der Spannung und Temperatur. Die Darstellung entspricht der Form eines Verformungsmechanismen-Diagramms.....	42
Abbildung 17: Anordnung der Thermoelemente in a) um 120° versetzte Sektoren und b) im Querschnitt der Turbinenscheibe. ....	44
Abbildung 18: Darstellung der Messpositionen der Bohrlochmethode und Neutronendiffraktion in allen drei Konturen zur Ermittlung der Eigenspannungen im Querschnitt der Turbinenscheibe. ....	48
Abbildung 19: Abhängigkeit des Korrekturfaktors $\alpha$ für gekrümmte Grenzflächen vom mittleren Ausscheidungsradius.....	54
Abbildung 20: Abhängigkeit des Korrekturfaktors $\beta$ für diffuse Grenzflächen in Abhängigkeit der Temperatur. ....	55
Abbildung 21: Abhängigkeit des $\gamma''$ -Formfaktors vom mittleren Ausscheidungsradius [6,16,18,21,61]. ....	59
Abbildung 22: Volumetrischer Misfit der $\gamma''$ -Ausscheidungen in Abhängigkeit der Temperatur und des mittleren Radius [6]. ....	61
Abbildung 23: Linearer Misfit der $\gamma''$ -Ausscheidungen (für die <100>- und <001>-Richtungen) in Abhängigkeit der Temperatur und des mittleren Radius [6]. ..	63

Abbildung 24: a) Temperatur-Zeitverlauf des DA-Wärmebehandlungsprozesses als Eingangsgröße für die MatCalc-Simulation. Simulierte Entwicklung b) der Teilchendichte, c) der mittleren Ausscheidungsradien und d) der Volumenanteile der $\gamma'$ - und $\gamma''$ -Ausscheidungen. ....	67
Abbildung 25: a) Vergleich der simulierten und gemessenen Inkubationszeit während isothermer Auslagerung (Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm). b) Vergleich der simulierten und gemessenen Ausscheidungsverfestigung während isothermer Auslagerung. ....	68
Abbildung 26: Gegenüberstellung der a) gemessenen und b) simulierten Entwicklung des ( $\gamma'+\gamma''$ )-Volumenanteils .....	69
Abbildung 27: Vergleich der chemischen Zusammensetzungen von $\gamma''$ -, $\gamma'$ - und $\gamma$ -Phase. ....	71
Abbildung 28: Gemessene Entwicklung der Ausscheidungsverfestigung bei isothermer Wärmebehandlung bei 800 °C. Vergleich mit berechneter Ausscheidungsverfestigung auf Basis des gemessenen Volumenanteils (SANS) und einem abgeschätzten mittleren Radius von 30 nm.....	72
Abbildung 29: a) Vergleich der gemessenen und simulierten Entwicklung der Ausscheidungsverfestigung während des isothermen Glühens bei 620 °C, 720 °C und 750 °C. b) Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls .....	78
Abbildung 30: Anpassung der Modelparameter an die gemessenen sekundären Kriechraten oberhalb von 850 °C. Die Steigung in a) und b) ist gleich dem Spannungsexponenten $n_{sc}$ und der Aktivierungsenergie $\Delta H$ . ....	81
Abbildung 31: Thermokinetische Simulation a) des Volumenanteils und b) des mittleren Radius der $\gamma''$ -Ausscheidungen während isothermer Auslagerung bei 700 °C, 725 °C, 750 °C und 800 °C. Die Entwicklungsgleichungen (43) und (46) beschreiben die Entwicklung c) des Powerlaw-Breakdown-Parameters und d) der Schwellspannung in Abhängigkeit der Ausscheidungsentwicklung.....	85
Abbildung 32: a) Gemessene sekundäre Kriechdehnraten in Abhängigkeit der Belastung und der Temperatur. Die vertikalen Pfeile verdeutlichen die Schwellspannungen bei 700 °C, 725 °C und 800 °C. Das Regime für das	

Potenzkriechen wird durch parallele Linien in der doppelt-logarithmischen Darstellung veranschaulicht. Im exponentiellen Kriechregime nehmen die Dehnraten im Vergleich zum Potenzkriechen überproportional zu. Dies ist wird durch die gestrichelten Linien dargestellt. b) Gemessenes und simuliertes Verformungsmechanismen-Diagramm für INCONEL718 ohne Berücksichtigung der Entwicklungsgleichung für die Schwellspannung und mit einem konstanten Powerlaw-Breakdown-Parameter $P_{max}$ .....	87
Abbildung 33: Gemessene und simulierte Kriechdehnraten für INCONEL718. Die Entwicklungsgleichung für die Schwellspannung und den Powerlaw-Breakdown-Parameter sind in vollem Umfang in der Ratengleichung mitberücksichtigt. Bei 850 °C überschätzen die Vorhersagen des mikrostrukturbasierten Kriechmodells die gemessenen Dehnraten. ....	88
Abbildung 34: Simulierte Entwicklung des mittleren Radius und des Volumenanteils der $\gamma'$ -Ausscheidungen im Zuge des DA-Wärmebehandlungsprozesses einer geschmiedeten Turbinenscheibe aus INCONEL718. Die roten Sterne kennzeichnen zwei charakteristische Ausscheidungszustände („AsQ“ und „Q&T“) in der Turbinenscheibe. ....	90
Abbildung 35: Verformungsmechanismen-Diagramme für den a) AsQ- und b) Q&T-Ausscheidungszustand in einer Turbinenscheibe. ....	92
Abbildung 36: Inhomogenes Anfangstemperaturfeld zur Simulation der Eigenspannungsentwicklung in der Turbinenscheibe. Das inhomogene Anfangstemperaturfeld wurde dem letzten Inkrement (d.h. nach Rekristallisation) einer vorhergehenden FE-Schmiedesimulation in DEFORM entnommen und auf das ABAQUS-FE-Modell übertragen. ....	96
Abbildung 37: Wärmeflussdichten an der Oberfläche der Turbinenscheibe als Funktion der Oberflächentemperatur. Das Stefan-Boltzmann-Gesetz (52) beschreibt die Temperaturabhängigkeit der Wärmestrahlung, während für Konvektion die Temperaturabhängigkeit des Newtonschen Konvektionsgesetz (51) gilt. ....	99
Abbildung 38: Eine mit Thermoelementen bestückte Turbinenscheibe wurde auf 1000 °C in einem Industrieofen aufgeheizt und anschließend an Luft stehend	

abgekühlt. a) Anordnung der Thermoelemente im Querschnitt. b) Validierung des thermischen Modells für Luftabkühlung mit natürlicher Konvektion.....	101
Abbildung 39: Die Schmiedegeometrie wird nach dem Wärmebehandlungsprozess zuerst auf die Ultraschallgeometrie und anschließend auf die Fertigteilgeometrie abgearbeitet. ....	105
Abbildung 40: Gegenüberstellung der gemessenen und simulierten Eigenspannungen für a) Schmiedekontur (Bohrloch), b) Ultraschallkontur (Bohrloch) und c) Fertigteilkontur (Bohrloch und Neutronendiffraktion). Die Positionen für die Eigenspannungvalidierungen sind in Abbildung 39 für alle drei Konturen dargestellt. ....	107
Abbildung 41: Simulierte Entwicklung der Hauptspannungskomponenten, der Temperatur und der akkumulierten plastischen Dehnung für eine charakteristische Position mittig in der Turbinenscheibe (siehe Abbildung 39). Im Abschnitt A wird die Turbinenscheibe von der Schmiedetemperatur auf Raumtemperatur luftgekühlt. Anschließend wird die Turbinenscheibe in den Abschnitten B und C im Ofen bei 720 °C und 620 °C ausgelagert. Im Abschnitt D erfolgt die finale Luftabkühlung auf Raumtemperatur, bevor im Abschnitt E die Schmiedekontur zuerst auf Ultraschallkontur und anschließend auf Fertigteilkontur bearbeitet wird. ....	109

## 9. Literaturverzeichnis

- [1] Aerosieger.de, Zivile Luftfahrt: Airbus erwartet 32.600 neue Flugzeuge bis 2034, (2015) 3. <https://www.aerosieger.de/news/5315/airbus-erwartet-32600-neue-flugzeuge-bis-2034.html/> (accessed December 30, 2017).
- [2] M. Stockinger, Mikrostrukturelle Simulation des Gesenkschmiedens von Nickelbasis-Legierungen, Technische Universität Graz, 2003.
- [3] W. Horvath, W. Zechner, J. Tockner, M. Berchthaler, G. Weber, E.A. Werner, The Effectiveness of Direct Aging on INCONEL 718 Forgings Produced at High Strain Rates as Obtained on a Screw Press, *Superalloys 718, 625, 706 Var. Deriv.* (2001) 223–228. doi:10.7449/2001/Superalloys\_2001\_223\_228.
- [4] M.K. Miller, S.S. Babu, M.G. Burke, Intragranular precipitation in alloy 718, *Mater. Sci. Eng. A.* 270 (1999) 14–18. doi:10.1016/S0921-5093(99)00235-X.
- [5] M.K. Miller, Contributions of atom probe tomography to the understanding of nickel-based superalloys, *Micron.* 32 (2001) 757–764. doi:10.1016/S0968-4328(00)00083-4.
- [6] C. Slama, M. Abdellaoui, Structural characterization of the aged Inconel 718, *J. Alloys Compd.* 306 (2000) 277–284. doi:10.1016/S0925-8388(00)00789-1.
- [7] W.C. Liu, F.R. Xiao, M. Yao, Z.L. Chen, Z.Q. Jiang, S.G. Wang, Relationship between the lattice constant of  $\gamma$  phase and the content of  $\delta$  phase,  $\gamma''$  and  $\gamma'$  phases in Inconel 718, *Scr. Mater.* 37 (1997) 59–64. doi:10.1016/S1359-6462(97)00064-X.
- [8] D. Furrer, V. Venkatesh, F. Zhang, Computational Modeling and Simulation of Alloy 718, 8th Int. Symp. Superalloy 718 *Deriv.* (2014) 69–82. <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/9781119016854.ch7/summary>.
- [9] A.C. Yeh, K.W. Lu, C.M. Kuo, H.Y. Bor, C.N. Wei, Effect of serrated grain boundaries on the creep property of Inconel 718 superalloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 530 (2011) 525–529. doi:10.1016/j.msea.2011.10.014.
- [10] A. Niang, J. Huez, J. Lacaze, B. Viguier, Characterizing Precipitation Defects in Nickel Based 718 Alloy, *Mater. Sci. Forum.* 636–637 (2010) 517–522. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.636-637.517.
- [11] W.C. Liu, Z.L. Chen, M. Yao, Effect of Cold Rolling on the Precipitation Behavior of  $\delta$  Phase in INCONEL 718, *Metall. Mater. Trans. A.* 30A (1999) 31–40. doi:10.1007/s11661-999-0193-7.
- [12] H.Y. Zhang, S.H. Zhang, M. Cheng, Z.X. Li, Deformation characteristics of  $\delta$  phase in the delta-processed Inconel 718 alloy, *Mater. Charact.* 61 (2010) 49–53. doi:10.1016/j.matchar.2009.10.003.
- [13] S.K. Mukhtarov, a G. Ermachenko, Influence of Severe Plastic Deformation and Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of a Nickel-Iron Based Superalloy, 31 (2012) 151–156.
- [14] A. Drexler, H. Maderbacher, E. Povoden-Karadeniz, H.-P. Gänser, W. Ecker, B. Oberwinkler, A. Fischerswöring-Bunk, Yield stress evolution in Inconel 718

- samples under standard heat treatment process conditions of turbine disks, in: Eur. Conf. Heat Treat., 2015: p. 19.
- [15] S. Azadian, L.Y. Wei, R. Warren, Delta phase precipitation in inconel 718, *Mater. Charact.* 53 (2004) 7–16. doi:10.1016/j.matchar.2004.07.004.
- [16] A. Devaux, L. Nazé, R. Molins, A. Pineau, A. Organista, J.Y. Guédou, J.F. Uginet, P. Héritier, Gamma double prime precipitation kinetic in Alloy 718, *Mater. Sci. Eng. A.* 486 (2008) 117–122. doi:10.1016/j.msea.2007.08.046.
- [17] J.M. Oblak, D.F. Paulonis, D.S. Duvall, Coherency strengthening in Ni base alloys hardened by DO22  $\gamma''$  precipitates, *Metall. Trans.* 5 (1974) 143–153. doi:10.1007/BF02642938.
- [18] C. Slama, C. Servant, G. Cizeron, Aging of the Inconel 718 alloys between 500 and 750°C, *J. Mater. Res.* 12 (1997) 2298–2316.
- [19] T.M. Pollock, S. Tin, Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties, *J. Propuls. Power.* 22 (2006) 361–374. doi:10.2514/1.18239.
- [20] B. Oberwinkler, A. Fischersworing-Bunk, M. Huller, M. Stockinger, Integrated Process Modeling for the Mechanical Properties Optimization of, Superalloys 2016 13th Int. Symp. (2016) 513–522. doi:\url{10.1002/9781119075646.ch55}.
- [21] M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay, S. Banerjee, Some aspects of the precipitation of metastable intermetallic phases in INCONEL 718, *Metall. Trans. A.* 23 (1992) 2015–2028. doi:10.1007/BF02647549.
- [22] M. Sundararaman, J.B. Singh, P. Mukhopadhyay, Estimation of order strengthening in inconel 718 type alloys containing all  $\gamma''$  precipitate variants, *Scr. Metall. Mater.* 29 (1993) 557–562. doi:10.1016/0956-716X(93)90165-O.
- [23] M.C. Chaturvedi, Y. Han, Strengthening mechanisms in Inconel 718 superalloy, *Met. Sci.* 17 (1983) 145–149. doi:10.1179/030634583790421032.
- [24] C.M. Kuo, Y.T. Yang, H.Y. Bor, C.N. Wei, C.C. Tai, Aging effects on the microstructure and creep behavior of Inconel 718 superalloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 510–511 (2009) 289–294. doi:10.1016/j.msea.2008.04.097.
- [25] K.H. Kloos, Eigenspannungen, Definition und Entstehungsursachen, *Materwiss. Werksttech.* 10 (1979) 293–302. doi:10.1002/mawe.19790100906.
- [26] V. Hauk, H.-J. Nikolin, L. Pintschovius, Evaluation of Deformation Residual Stresses Caused by Uniaxial Plastic Strain of Ferritic--Austenitic Steels, *Z. Met.* 81 (1990) 556–569.
- [27] E. Haibach, Betriebsfestigkeit - Verfahren und Daten zur Bauteilberechnung, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 2002.
- [28] B. Gault, M.P. Moody, J.M. Cairney, S.P. Ringer, Atom Probe Microscopy, Springer Science & Business Media, 2015. doi:10.1017/CBO9781107415324.004.
- [29] M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay, Overlapping of  $\gamma''$  precipitate variants in Inconel 718, *Mater. Charact.* 31 (1993) 191–196. doi:10.1016/1044-5803(93)90062-z.

- [30] R. Cozar, A. Pineau, Morphology of  $\gamma'$  and  $\gamma''$  precipitates and thermal stability of Inconel 718 type alloys, *Metall. Mater. Trans. B.* 4 (1973) 47–59. <http://dx.doi.org/10.1007/BF02649604>.
- [31] S. Mühlbauer, A. Heinemann, A. Wilhelm, L. Karge, A. Ostermann, I. Defendi, A. Schreyer, W. Petry, R. Gilles, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A The new small-angle neutron scattering instrument SANS-1 at MLZ — characterization and first results, *Nucl. Inst. Methods Phys. Res. A.* 832 (2016) 297–305. doi:10.1016/j.nima.2016.06.105.
- [32] G.A. Zickler, R. Schnitzer, R. Radis, R. Hochfellner, R. Schweins, M. Stockinger, H. Leitner, Microstructure and mechanical properties of the superalloy ATI Allvac(R) 718Plus(TM), *Mater. Sci. Eng. A.* 523 (2009) 295–303. doi:10.1016/j.msea.2009.06.014.
- [33] G. Porod, Die Röntgenkleinwinkelstreuung von dichtgepackten kolloiden Systemen - I. Teil, *Kolloid-Zeitschrift.* 124 (1951) 83–114. doi:10.1007/BF01512792.
- [34] P. Krüger, On the relation between non-isothermal and isothermal Kolmogorov-Johnson-Mehl-Avrami crystallization kinetics, *J. Phys. Chem. Solids.* 54 (1993) 1549–1555.
- [35] A. Drexler, H.-P. Gänser, W. Ecker, B. Oberwinkler, A. Fischerswöring-Bunk, Computationally efficient models for the forced air cooling of turbine disks, *Therm. Process Model. - Proc. from 5th Int. Conf. Therm. Process Model. Comput. Simulation, ICTPMCS 2014.* (2014).
- [36] D.I. Li, M. a. Wells, Effect of subsurface thermocouple installation on the discrepancy of the measured thermal history and predicted surface heat flux during a quench operation, *Metall. Mater. Trans. B.* 36 (2005) 343–354. doi:10.1007/s11663-005-0064-6.
- [37] G. Tanda, M. Misale, Measurement of total hemispherical emittance and specific heat of aluminum and Inconel 718 by a calorimetric technique, *J. Heat Transfer.* 128 (2006) 302–306. doi:10.1115/1.2150840.
- [38] G.A. Greene, C.C. Finfrock, T.F. Irvine, Total hemispherical emissivity of oxidized Inconel 718 in the temperature range 300-1000°C, *Exp. Therm. Fluid Sci.* 22 (2000) 145–153. doi:10.1016/S0894-1777(00)00021-2.
- [39] L. del Campo, R.B. Pérez-Sáez, L. González-Fernández, X. Esquisabel, I. Fernández, P. González-Martín, M.J. Tello, Emissivity measurements on aeronautical alloys, *J. Alloys Compd.* 489 (2010) 482–487. doi:10.1016/j.jallcom.2009.09.091.
- [40] F. Bayerlein, C. Zeller, M. Wunderer, J. Weirather, M. Schmid, C. Seidel, M.F. Zaeh, R. Hessert, G. Schlick, T. Uihlein, M. Hofmann, Validation of Modeling Assumptions for the Buildup Simulation of Laser Beam Melting on the Basis of the Residual Stress Distribution, (2016) 5–10. doi:10.7712/100016.1829.10184.
- [41] T. Schwarz, H. Kockelmann, Die Bohrlochmethode ein für viele Anwendungsbereiche optimales Verfahren zur experimentellen Ermittlung von Eigenspannungen, *Messtechnische Briefe.* 29 (1993) 33–38.

- [42] G. König, Ein Beitrag zur Weiterentwicklung teilzerstoren der Eigenspannungsmessverfahren, (1991).
- [43] M. Hofmann, STRESS-SPEC : Materials science diffractometer, *J. Large-Scale Res. Facil.* 1 (2015) 8–11. doi:10.17815/jlsrf-1-25.
- [44] I. Cernatescu, V. Venkatesh, J.L. Glanovsky, L.H. Landry, R.N. Green, M. Street, E. Hartford, Residual Stress Measurements Implementation for Model Validation as part of Foundational Engineering Problem Program on ICME of Bulk Residual Stress in Ni Rotors, in: *AIAA J. Proceedings, SciTech Conf. Proc.* 0387, Crete Island, Greece, 2015: pp. 1–9. doi:10.2514/6.2015-0387.
- [45] B. Clausen, T. Lorentzen, T. Leffers, Self-consistent modelling of the plastic deformation of f.c.c. polycrystals and its implications for diffraction measurements of internal stresses, *Acta Mater.* 46 (1998) 3087–3098. doi:10.1016/S1359-6454(98)00014-7.
- [46] T.M. Holden, C.N. Tomé, R.A. Holt, Experimental and theoretical studies of the superposition of intergranular and macroscopic strains in Ni-based industrial alloys, *Metall. Mater. Trans. A.* 29 (1998) 2967–2973. doi:10.1007/s11661-998-0204-0.
- [47] C. Randau, U. Garbe, H.-G. Brokmeier, StressTextureCalculator: a software tool to extract texture, strain and microstructure information from area-detector measurements, *J. Appl. Crystallogr.* 44 (2011) 641–646.
- [48] E. Kozeschnik, MatCalc software documentation, (n.d.). <http://matcalc.tuwien.ac.at/wiki/doku.php?id=documentation> (accessed December 1, 2016).
- [49] J. Svoboda, F.D. Fischer, P. Fratzl, E. Kozeschnik, Modelling of kinetics in multi-component multi-phase systems with spherical precipitates I: Theory, *Mater. Sci. Eng. A.* 385 (2004) 166–174. doi:10.1016/j.msea.2004.06.018.
- [50] E. Povoden-Karadeniz, Thermodynamic Matcalc database mc\_ni 2.016 for simulations in Ni-base superalloys, (2014).
- [51] E. Povoden-Karadeniz, Diffusion mobilities Matcalc database m\_ni 2.005 for simulations in Ni-base superalloys, (2014).
- [52] K.C. Russell, Precipitate Coarsening and Grain Growth in Steels, *Iron Steel Soc.* (2003) 437–456.
- [53] B. Sonderegger, E. Kozeschnik, Generalized nearest-neighbor broken-bond analysis of randomly oriented coherent interfaces in multicomponent Fcc and Bcc structures, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 40 (2009) 499–510. doi:10.1007/s11661-008-9752-6.
- [54] B. Sonderegger, E. Kozeschnik, Size dependence of the interfacial energy in the generalized nearest-neighbor broken-bond approach, *Scr. Mater.* 60 (2009) 635–638. doi:10.1016/j.scriptamat.2008.12.025.
- [55] B. Sonderegger, E. Kozeschnik, Interfacial energy of diffuse phase boundaries in the generalized broken-bond approach, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 41 (2010) 3262–3269. doi:10.1007/s11661-010-0370-8.

- [56] M.R. Ahmadi, B. Sonderegger, E. Povoden-Karadeniz, A. Falahati, E. Kozeschnik, Precipitate strengthening of non-spherical precipitates extended in  $\langle 100 \rangle$  or  $\{100\}$  direction in fcc crystals, *Mater. Sci. Eng. A.* 590 (2014) 262–266. doi:10.1016/j.msea.2013.10.043.
- [57] M.R. Ahmadi, E. Povoden-Karadeniz, L. Whitmore, M. Stockinger, A. Falahati, E. Kozeschnik, Yield strength prediction in Ni-base alloy 718Plus based on thermo-kinetic precipitation simulation, *Mater. Sci. Eng. A.* 608 (2014) 114–122. doi:10.1016/j.msea.2014.04.054.
- [58] A.J. Ardell, Precipitation hardening, *Metall. Trans. A.* 16 (1985) 2131–2165. doi:10.1007/BF02670416.
- [59] B. Sonderegger, I. Holzer, E. Kozeschnik, C. Sommitsch, Particle Distributions and their Effect on Precipitation Strengthening, *Comput. Methods Mater. Sci.* 11 (2011) 148–153.
- [60] V. Gerold, H. Haberkorn, On the Critical Resolved Shear Stress of Solid Solutions Containing Coherent Precipitates, *Phys. Status Solidi.* 16 (1966) 675–684. doi:10.1002/pssb.19660160234.
- [61] J. He, S. Fukuyama, K. Yokogawa, Gamma double prime precipitate in Inconel 718, *J. Mater. Sci. Technol.* 10 (1994) 293–303. <http://www.jmst.org/fileup/PDF/pass432.pdf>.
- [62] A. Drexler, W. Ecker, R. Hessert, B. Oberwinkler, P. Gänser, J. Keckes, M. Hofmann, A. Fischersworing-bunk, Finite element modeling of the residual stress evolution in forged and direct-aged Alloy 718 turbine disks during manufacturing and its experimental validation, *Esaform.* 70001 (2017).
- [63] E. Kozeschnik, J. Svoboda, F.D. Fischer, Shape factors in modeling of precipitation, *Mater. Sci. Eng. A.* 441 (2006) 68–72. doi:10.1016/j.msea.2006.08.088.
- [64] Y. Han, P. Deb, M. C. Chaturvedi, Coarsening behaviour of  $\gamma''$ - and  $\gamma'$ -particles in Inconel alloy 718, *Met. Sci.* 16 (1982) 555–562. doi:10.1179/030634582790427118.
- [65] M. Sundararaman, R. Kishore, P. Mukopadhyay, Strain Hardening in Underaged INCONEL 718, *Metall. Mater. Trans. A.* 25A (1993) 653–656.
- [66] T. Alam, M. Chaturvedi, S.P. Ringer, J.M. Cairney, Precipitation and clustering in the early stages of ageing in Inconel 718, *Mater. Sci. Eng. A.* 527 (2010) 7770–7774. doi:10.1016/j.msea.2010.08.053.
- [67] Y. Li, T.G. Langdon, Creep Behavior of an Al-6061 Metal Matrix Composite Reinforced with Alumina Particulates, *Acta Mater.* 45 (1997) 4797–4806. doi:10.1016/S1359-6454(97)00132-8.
- [68] M.C. Chaturvedi, Y. Han, Effect of particle size on the creep rate of superalloy Inconel 718, *Mater. Sci. Eng.* 89 (1987) 7–10. doi:10.1016/0025-5416(87)90264-3.
- [69] Y. Han, M.C. Chaturvedi, A study of back stress during creep deformation of a superalloy inconel 718, *Mater. Sci. Eng.* 85 (1987) 59–65. doi:10.1016/0025-5416(87)90467-8.

- [70] H. and M.C.C. Yafang, Steady State Creep Rate Equation of Inconel 718 Superalloy, *Chinese J. Mater. Sci. Technol.* 5 (1989) 79–84.
- [71] M. Heilmaier, B. Reppich, Particle Threshold Stresses in High Temperature Yielding and Creep : a Critical Review, *Creep Behav. Adv. Mater. 21st Century.* (1999) 267–281.
- [72] R.W. Evans, B. Wilshire, *Creep of metals and alloys*, (1985). <https://www.osti.gov/biblio/6097713> (accessed February 25, 2018).
- [73] B.F. Dyson, Microstructure based creep constitutive model for precipitation strengthened alloys: theory and application, *Mater. Sci. Technol.* 25 (2009) 213–220. doi:10.1179/174328408X369348.
- [74] J. Weertman, Dislocation Model of Low-Temperature Creep, *J. Appl. Phys.* 29 (1958) 1685–1689. doi:10.1063/1.1723025.
- [75] J. Weertman, Steady-State Creep of Crystals, *J. Appl. Phys.* 28 (1957) 1185–1189. doi:10.1063/1.1722604.
- [76] J. Weertman, Steady-State Creep through Dislocation Climb, *J. Appl. Phys.* 28 (1957) 362–364. doi:10.1063/1.1722747.
- [77] H. Yuan, W.C. Liu, Effect of the  $\delta$  phase on the hot deformation behavior of Inconel 718, *Mater. Sci. Eng. A.* 408 (2005) 281–289. doi:10.1016/j.msea.2005.08.126.
- [78] F.R.N. Nabarro, Do we have an acceptable model of power-law creep?, *Mater. Sci. Eng. A.* 387–389 (2004) 659–664. doi:10.1016/j.msea.2003.09.118.
- [79] A. Thomas, M. El-Wahabi, J.M. Cabrera, J.M. Prado, High temperature deformation of Inconel 718, *J. Mater. Process. Technol.* 177 (2006) 469–472. doi:10.1016/j.jmatprotec.2006.04.072.
- [80] Y. Zhao, Q. Fang, Y. Liu, P. Wen, Y. Liu, Creep behavior as dislocation climb over NiAl nanoprecipitates in ferritic alloy: The effects of interface stresses and temperature, *Int. J. Plast.* 69 (2015) 89–101. doi:10.1016/J.IJPLAS.2015.02.006.
- [81] K. Maier, H. Mehrer, E. Lessmann, W. Schüle, Self-diffusion in nickel at low temperatures, *Phys. Status Solidi.* 78 (1976) 689–698. doi:10.1002/pssb.2220780230.
- [82] H.J. Frost, M.F. Ashby, *Deformation mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics*, Pergamon press, 1982.
- [83] W.R. Tyson, Theoretical strength of perfect crystals, *Philos. Mag.* 14 (1966) 925–936. doi:10.1080/14786436608244763.
- [84] Dassault Systemes, *ABAQUS User's Manual*, (2016).
- [85] D. Dye, K.T. Conlon, R.C. Reed, Characterization and modeling of quenching-induced residual stresses in the nickel-based superalloy IN718, *Metall. Mater. Trans. A.* 35A (2004) 1703–1713. doi:10.1007/s11661-004-0079-7.
- [86] G. Pottlacher, H. Hosaeus, B. Wilthan, E. Kaschnitz, A. Seifert, *Thermophysikalische Eigenschaften von festem und flüssigem Inconel 718*,

- Thermochim. Acta. 382 (2002) 255–267. doi:[http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6031\(01\)00751-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6031(01)00751-1).
- [87] Nickel Development Institute, High Temperature High Strength Nickel Base Alloys, Int. Nickel Co. (1995).
- [88] ASM International Handbook Committee, ASM Handbook. Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys, 1, 1993.
- [89] V.G.V. und Chemieingenieurwesen, VDI Heat Atlas, (2010). doi:10.1007/978-3-540-77877-6.
- [90] S. Bruschi, A. Ghiotti, Distortions induced in turbine blades by hot forging and cooling, Int. J. Mach. Tools Manuf. 48 (2008) 761–767. doi:10.1016/j.ijmachtools.2007.12.014.
- [91] J. Mackerle, Finite element analysis and simulation of quenching and other heat treatment processes: A bibliography (1976-2001), Comput. Mater. Sci. 27 (2003) 313–332. doi:10.1016/S0927-0256(03)00038-7.
- [92] A. Buczek, T. Telejko, Inverse determination of boundary conditions during boiling water heat transfer in quenching operation, J. Mater. Process. Technol. 155–156 (2004) 1324–1329. doi:10.1016/j.jmatprotec.2004.04.192.
- [93] M. Becker, H.P. Hackenberg, A constitutive model for rate dependent and rate independent inelasticity. Application to IN718, Int. J. Plast. 27 (2011) 596–619. doi:10.1016/j.ijplas.2010.08.005.
- [94] M. Khairullah, J. Gawad, D. Roose, A. Van Bael, Spatial clustering strategies for hierarchical multi-scale modelling of metal plasticity, Model. Simul. Mater. Sci. Eng. 25 (2017) 74003. <http://stacks.iop.org/0965-0393/25/i=7/a=074003>.